

ISSN 1813-8586

НАНО-И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 20, № 10, 2018

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

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

Vol. 20, No. 10, 2018

The articles are published
in Russian and English



Рисунки к статье Е. Н. Пятышева, Я. Б. Эннса,
Ю. Д. Акульшина, А. В. Одинцова
«ТОНКОПЛЕНОЧНЫЙ ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИЙ
ОПТИЧЕСКИЙ ЗАТВОР»

E. N. Pyatishev, Ya. B. Enns, Yu. D. Akulshin, A. V. Odintsov
«THIN-FILM ELECTROMECHANICAL
OPTICAL SHUTTER»

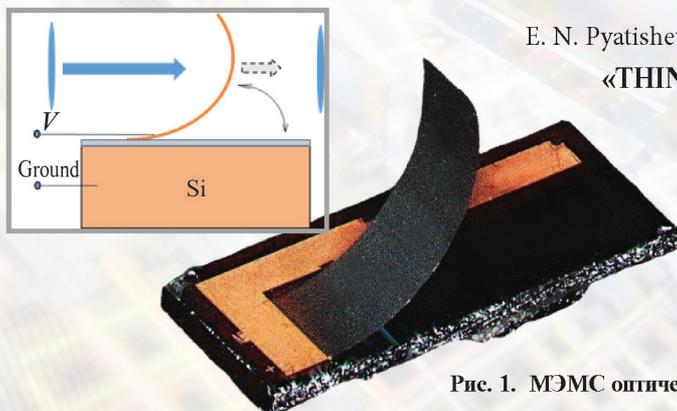


Рис. 1. МЭМС оптический затвор и его структурная схема

Fig. 1. MEMS optical shutter and its block diagram

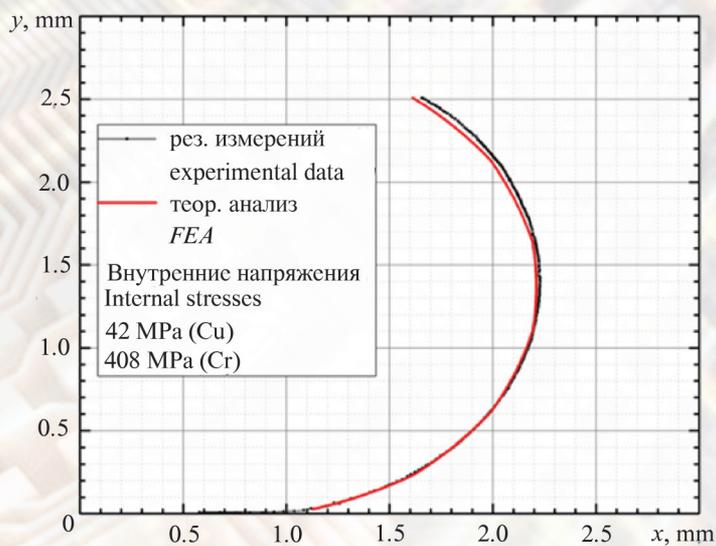
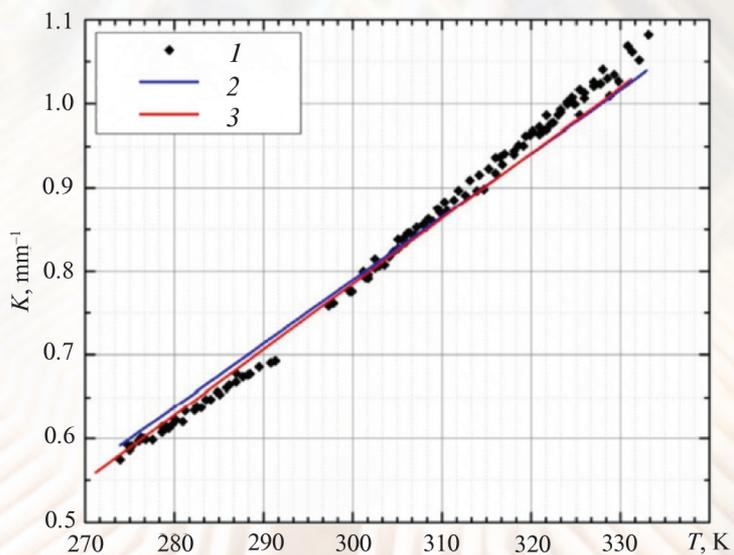


Рис. 3. Профиль плёночного
кантилевера длиной 3,5мм

Fig. 3. Profile of the film cantilever
with length of 3.5 mm

Рис. 6. Температурная зависимость
кривизны плёночного кантилевера:
1 – результаты измерений;
2 – теоретический анализ;
3 – численное моделирование

Fig. 6. Temperature dependence of the
curvature of the film cantilever:
1 – results of measurements;
2 – theoretical analysis;
3 – numerical modeling



НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 20. № 10 ✧ 2018

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫЙ ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ И ПРИКЛАДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Журнал включен в международные базы данных на платформе Web of Science: Chemical Abstracts Service (CAS), которая входит в Medline, и Russian Science Citation Index (RSCI).

Журнал индексируется в системе Российского индекса научного цитирования (РИНЦ) и включен в международную базу INSPEC.

Журнал включен в Перечень международных реферируемых баз данных по научному направлению 02.00.00 химические науки

и в Перечень научных и научно-технических изданий ВАК России по научным направлениям: 01.04.00 физика, 05.27.00 электроника.

Журнал выпускается при научно-методическом руководстве Отделения нанотехнологий и информационных технологий Российской академии наук

Статьи имеют DOI и печатаются в журнале на русском и английском языках

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

Издается с 1999 г.

Главный редактор

Мальцев П. П., д.т.н., проф.

Зам. гл. редактора

Лучинин В. В., д.т.н., проф.

Шур М., д.ф.-м.н., проф. (США)

Редакционный совет:

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

Грибов Б. Г., д.х.н., чл.-кор. РАН

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

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

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

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

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

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

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

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

Редакционная коллегия:

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

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

Астахов М. В., д.х.н., проф.

Бакланов М. Р., д.х.н., проф. (Китай)

Басаев А. С., к.ф.-м.н.

Викулин В. В., к.х.н., д.т.н., проф.

Горнев Е. С., д.т.н., проф.

Кальнов В. А., к.т.н.

Карякин А. А., д.х.н., проф.

Кузнецов В. И., д.т.н. (Нидерланды)

Леонович Г. И., д.т.н., проф.

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

Панич А. Е., д.т.н., проф.

Пожела К., д.ф.-м.н. (Литва)

Рыжий М. В., д.т.н., проф. (Япония)

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

Сингх К., к.т.н. (Индия)

Телец В. А., д.т.н., проф.

Тимошенко С. П., д.т.н.

Хабибуллин Р. А., к.ф.-м.н.

Шашкин В. И., д.ф.-м.н., проф.

Шубарев В. А., д.т.н., проф.

Редакция:

Антонов Б. И. (директор изд-ва)

Лысенко А. В. (отв. секретарь)

Чугунова А. В.

Фокин В. А., к.х.н. (ред. перевода)

Щетинкин Д. А. (сайт)

СОДЕРЖАНИЕ

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

Жуков Д. А., Куприянова М. А., Мокринский Ю. И., Амеличев В. В., Костюк Д. В., Васильев Д. В., Орлов Е. П. Влияние конструктивных параметров на электрофизические характеристики анизотропных магниторезистивных преобразователей магнитного поля с полюсами барбера 579

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники Часть 4. Процессы в проточных реакторах с активацией плазмой высокой плотности 585

Борисенков И. Л., Еремин Р. А., Крутов А. Ф., Медриш И. В. Особенности применения геометрико-топологического анализа при поиске новых магнитострикционных материалов для гибридных оптоволоконных датчиков на брэгговских решетках 595

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Егоренков В. М., Прудников Н. В., Чернов В. А. Миниатюрные наноструктурированные источники тока на основе прямого преобразования ядерной энергии 606

Кульчицкий Н. А., Наумов А. В., Старцев В. В. Неохлаждаемые микроболометры инфракрасного диапазона — современное состояние и тенденции развития 613

Пятьшев Е. Н., Эннс Я. Б., Акульшин Ю. Д., Одинцов А. В. Тонкопленочный электромеханический оптический затвор 625

Рембеза С. И., Овсянников С. В., Буслов В. А., Рембеза Е. С., Кошелева Н. Н., Свистова Т. В. Газовая чувствительность при комнатной температуре полевого транзистора с металлооксидным каналом 633

Аннотации и статьи на русском и английском языках доступны на сайте журнала (<http://microsystems.ru>; <http://novtex.ru/nmst/>) в разделе "Архив статей с 1999 г."

ПОДПИСКА:

по каталогу "Пресса России" (индекс 27849)

в редакции журнала (тел./факс: (499) 269-55-10)

Адрес для переписки:

107076 Москва,

Стромынский пер., д. 4

e-mail: nmst@novtex.ru

Учредитель:

Издательство "Новые технологии"

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

(Title "NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEKHNIKA")

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586



CHIEF EDITOR

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

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

Editorial council:

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

Editorial board:

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

Editorial staff:

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

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

CONTENTS

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

Zhukov D. A., Kupriyanova M. A., Mokrinsky Y. I., Amelichev V. V., Kostyuk D. V., Vasilyev D. V., Orlov E. P. Influence of the Design Parameters on the Electrophysical Characteristics of the Anisotropic Magnetoresistive Transducers of the Magnetic Field with Barber Poles 582

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

Vasilyev V. Yu. Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystem Technologies. Part 4. Processes in the Flow Reactors with High-Density Plasma Activation 591

Borisenkov I. L., Krutov A. F., Eremin R. A., Medrish I. V. Geometrical-topological Analysis for Search of New Magnetostrictive Materials for the Hybrid Fiber Optic Sensors Based on Bragg Gratings . . . 602

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Egorenkov V. M., Prudnikov N. V., Chernov V. A. Miniature Nanostructured Sources of Current Based on a Direct Conversion of the Nuclear Energy 610

Kulchitsky N. A., Naumov A. V., Startsev V. V. Uncooled Infrared Microbolometers — Current State and Development Trends 620

Pyatishev E. N., Enns Ya. B., Akulshin Yu. D., Odintsov A. V. Thin-Film Electromechanical Optical Shutter 629

Rembeza S. I., Ovsiannikov S. V., Buslov V. A., Rembeza E. S., Koshcheleva N. N., Svistova T. V. Gas Sensitivity of a Field Transistor with a Metal Oxide Channel at a Room Temperature 636

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

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ MODELLING AND DESIGNING OF MNST

УДК 621.375

DOI: 10:17587/nmst.20.579-584

Д. А. Жуков, мл. науч. сотр., e-mail: D.Zhukov@tcen.ru; М. А. Куприянова, науч. сотр.,
Ю. И. Мокринский, науч. сотр., В. В. Амеличев, канд. техн. наук, нач. отд., Д. В. Костюк, нач. лаб.,
Д. В. Васильев, науч. сотр., Е. П. Орлов, науч. сотр.,
Россия, Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
"Научно-производственный комплекс "Технологический центр", г. Зеленоград

ВЛИЯНИЕ КОНСТРУКТИВНЫХ ПАРАМЕТРОВ НА ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АНИЗОТРОПНЫХ МАГНИТОРЕЗИСТИВНЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ МАГНИТНОГО ПОЛЯ С ПОЛЮСАМИ БАРБЕРА

Поступила в редакцию 27.04.2018

Представлены результаты экспериментальных исследований анизотропных магниторезистивных преобразователей магнитного поля с полюсами барбера. Исследовано влияние конструктивных параметров на электрофизические характеристики анизотропных магниторезистивных преобразователей, сформированных на тонких пленках сплава FeNiCo. Полученные данные позволяют определить оптимальные электрофизические параметры формируемых магниторезистивных структур и анизотропных магниторезистивных преобразователей на их основе.

Ключевые слова: анизотропный магниторезистивный эффект, преобразователь магнитного поля, магниторезистивная наноструктура, тонкопленочная технология

Ряд исследований свидетельствует о том, что для контроля параметров слабого магнитного поля в широком диапазоне температур наиболее востребованными являются тонкопленочные анизотропные магниторезистивные (АМР) преобразователи магнитного поля [1–6]. Это обусловлено простотой их конструкции, достаточно высокой чувствительностью, миниатюрностью и невысокой стоимостью. Конструкции АМР преобразователей, как правило, реализуются на основе тонкопленочных магниторезистивных (МР) элементов, соединенных в мостовую схему, и планарных катушек подмагничивания. Изменение сопротивления АМР в зависимости от магнитного поля вычисляется по формуле

$$R = R_0 + \Delta R \cos^2 \alpha, \quad (1)$$

где R_0 — сопротивление магниторезистивного элемента в отсутствие магнитного поля; ΔR — максимальное изменение сопротивления при воздействии на него магнитного поля; α — угол между направлением протекания тока в магниторезисторе и направлением намагниченности тонкой пленки, как правило, пермаллоя.

Из данного выражения следует, что зависимость сопротивления от магнитного поля носит нелинейный характер. Кроме того, тонкие пленки пермаллоя обладают гистерезисом, что значительно затрудняет метрологию параметров магнитного поля с использованием АМР преобразователей. В целях нивелирования этих негативных факторов в АМР преобразователях используют конструкцию магниторезистивного элемента с полюсами барбера. Особенностью данной конструкции является то, что низкорезистивные полоски-шунты располагаются на магниторезистивном элементе под углом 45° относительно направления протекания тока, совпадающего с осью легкой намагниченности (ОЛН) МР. Направление тока в таком магниторезистивном элементе между полюсами барбера составляет угол 45° относительно ОЛН МР при отсутствии внешнего поля [6, 7]. Внешнее магнитное поле, воздействующее на магниторезистивный элемент вдоль плоскости основания, на котором он сформирован, и ортогонально ОЛН МР, приводит к увеличению или уменьшению его сопротивления.

Наши исследования были направлены на изучение влияния конструктивных параметров таких

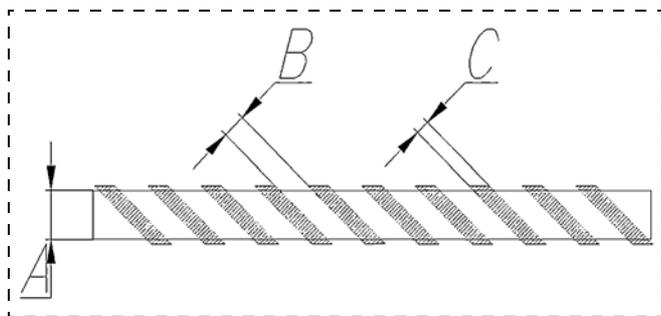


Рис. 1. Фрагмент МР полоски: *A* — ширина МР полоски; *B* — расстояние между полюсами барбера в МР полоске; *C* — ширина полюса барбера

Fig. 1. Fragment of a MR strip: A — width of a MR strip; B — distance between the barber poles in the MR strip; C — width of the barber pole

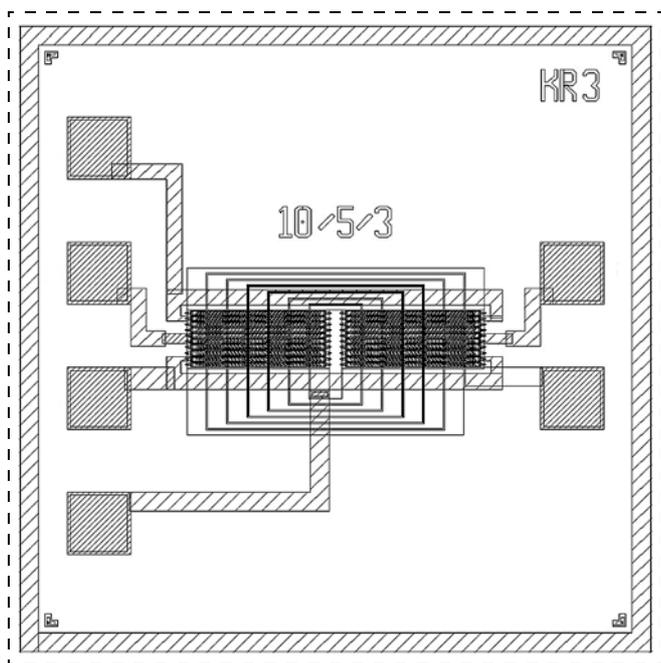


Рис. 2. Топология кристалла АМР преобразователя

Fig. 2. Topology of the AMR crystal of the transducer

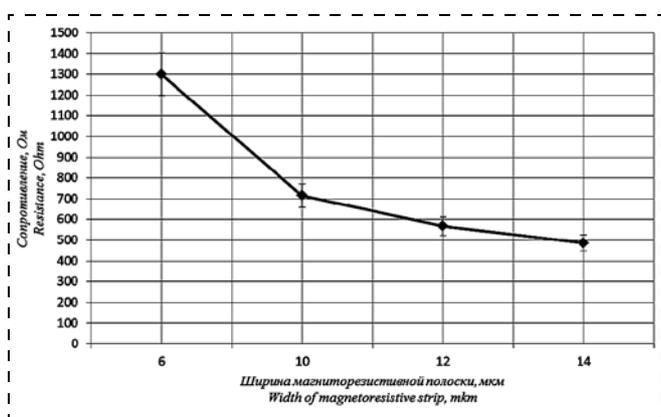


Рис. 3. Зависимость сопротивления мостовой схемы от ширины МР полоски

Fig. 3. Dependence of the resistance of the bridge circuit on the width of the MR strip

магниторезистивных элементов, изготовленных из сплава FeNiCo. Для этого были изготовлены анизотропные магниторезистивные преобразователи магнитного поля с различными конструктивными параметрами, определяющими размер расположения полюсов барбера на магниторезистивном элементе. На рис. 1 представлен эскиз фрагмента магниторезистивного элемента с варьируемыми параметрами по ширине МР полоски (*A*), расстоянию между полюсами барбера (*B*) и ширине полюса барбера (*C*).

Исследования проводили на трех группах АМР преобразователей. В каждой группе варьировали один из трех параметров, при этом два других фиксировали. Так, в первой группе переменным параметром являлась ширина МР полоски — 6, 10, 12 и 14 мкм (параметр *A*), при этом расстояние между полюсами барбера и ширина полюса барбера не изменялись и составляли 5 и 3 мкм соответственно. Во второй группе переменным параметром было расстояние между полюсами барбера в МР полоске — 5, 7, 9, 11, 13 мкм (параметр *B* на рис. 1), при постоянной ширине МР полоски 10 мкм и ширине полюса барбера 3 мкм. Расстояние определяется как кратчайшее расстояние между соседними полюсами барбера. В третьей группе в качестве переменного параметра была выбрана ширина металлической полоски — ширина полюса барбера (параметр *C* на рис. 1), изменяемая в диапазоне от 3 до 7 мкм, при этом ширина МР полоски и расстояние между полюсами барбера в МР полоске были неизменными и равными 10 и 5 мкм соответственно.

Для снижения гистерезиса в конструкциях МР преобразователей используют планарные катушки подмагничивания, расположенные так, что импульсы тока, протекающего в них, создают магнитные поля, сонаправленные с ОЛН МР. Параметры катушки изменяются в зависимости от ширины МР полоски и полюса барбера, при этом число витков катушки неизменно, а ее сопротивление на уровне 8...9 Ом. На рис. 2 представлена топология одного из тестовых кристаллов со следующими конструктивными параметрами: ширина МР полоски — 10 мкм, расстояние между полюсами барбера в МР полоске — 5 мкм, ширина полюса барбера — 3 мкм.

Результаты экспериментального исследования АМР преобразователей первой группы — зависимости электрофизических параметров АМР преобразователей от ширины МР полоски при постоянных значениях расстояния между полюсами барбера в МР полоске (5 мкм) и ширине полюса барбера (3 мкм) — приведены на рис. 3, 4. На рис. 3 представлена зависимость сопротивления мостовой схемы от ширины МР полоски, таким образом,

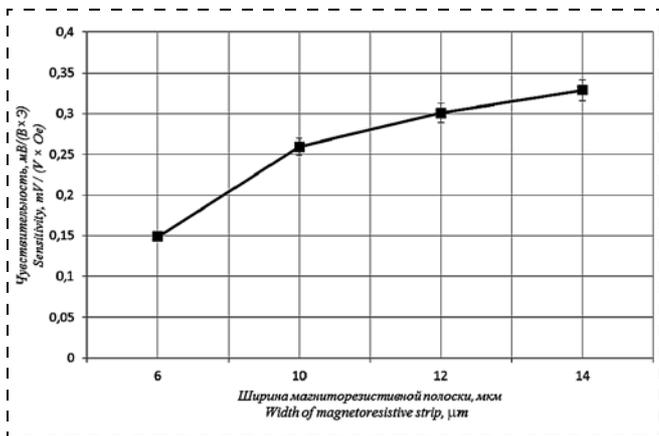


Рис. 4. Зависимость чувствительности АМР преобразователя от ширины МР полоски

Fig. 4. Dependence of the sensitivity of the AMR transducer on the width of the MR strip

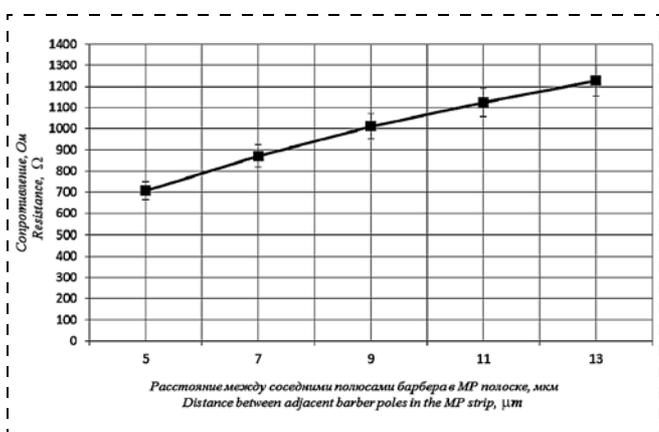


Рис. 5. Зависимость сопротивления мостовой схемы от расстояния между полюсами барбера

Fig. 5. Dependence of the resistance of the bridge circuit on the distance between the barber poles

экспериментально установлено уменьшение сопротивления мостовой схемы при увеличении ширины МР полосок, составляющих мостовую схему.

На рис. 4 продемонстрирована зависимость чувствительности АМР преобразователя от ширины МР полоски. Установлено увеличение чувствительности при увеличении ширины МР полоски.

Результаты исследования АМР преобразователей второй группы — влияния расстояния между полюсами барбера на электрофизические параметры АМР преобразователей — приведены на рис. 5, 6. Неизменными конструктивными параметрами являются ширина МР полоски, равная 10 мкм, и ширина полюса барбера, равная 3 мкм. На рис. 5 представлена зависимость сопротивления мостовой схемы от расстояния между полюсами барбера в МР полоске. Установлено увеличение сопротивления мостовой схемы при увеличении расстояния между полюсами барбера в МР полоске.

На рис. 6 показана зависимость чувствительности АМР преобразователя от расстояния между полюсами барбера в МР полоске. Определено уменьшение чувствительности при увеличении расстояния между полюсами барбера в МР полоске.

В третьей группе исследованных АМР преобразователей переменным параметром являлась ширина полюса барбера. Ширина МР полоски и расстояние между полюсами барбера в МР полоске являются постоянными параметрами и равны 10 и 5 мкм соответственно. Результаты исследования параметров АМР преобразователей третьей группы приведены на рис. 7, 8. На рис. 7 представлена зависимость сопротивления мостовой схемы от ширины полюса барбера. Установлено уменьшение сопротивления мостовой схемы при увеличении ширины полюса барбера.

На рис. 8 представлена зависимость чувствительности АМР преобразователя от ширины по-

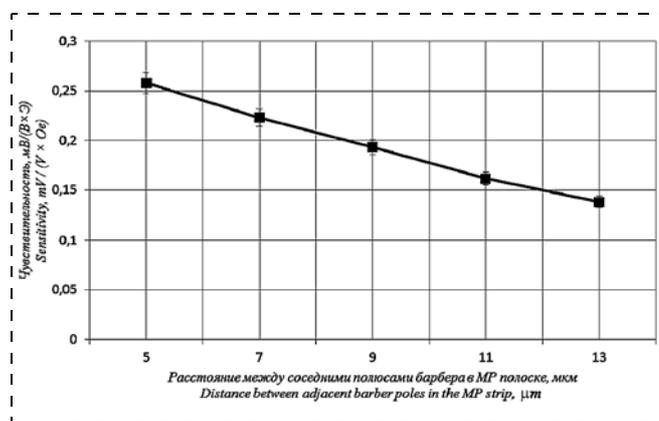


Рис. 6. Зависимость чувствительности АМР преобразователя от расстояния между полюсами барбера

Fig. 6. Dependence of the sensitivity of the AMR transducer on the distance between the barber poles

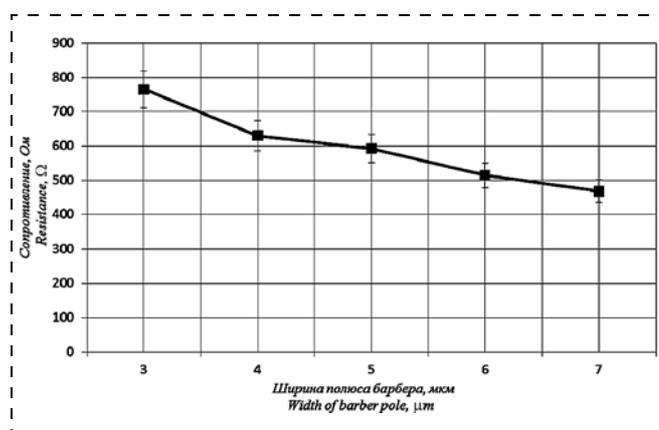


Рис. 7. Зависимость сопротивления мостовой схемы от ширины полюса барбера

Fig. 7. Dependence of the resistance of the bridge circuit on the width of the window of a barber pole

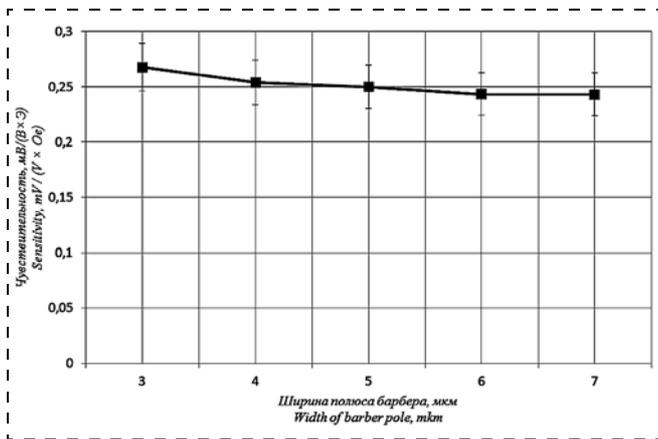


Рис. 8. Зависимость чувствительности АМР преобразователя от ширины окна полюса барбера

Fig. 8. Dependence of the sensitivity of the AMR transducer on the width of the window of a barber pole

люса барбера на МР полоске. Значительных изменений чувствительности при увеличении ширины полюса барбера не зарегистрировано.

Проведенные экспериментальные исследования показали, что увеличение ширины МР полосок, составляющих мостовую схему, приводит к уменьшению сопротивления мостовой схемы и увеличению чувствительности АМР преобразователя. При увеличении расстояния между полюсами барбера в МР полоске происходит увеличение сопротивления мостовой схемы, однако это способствует уменьшению чувствительности АМР преобразователя. Зарегистрировано уменьшение сопротивления мостовой схемы при увеличении ширины полюса барбера, что согласно экспериментальным данным незначительно влияет на чувствительность АМР преобразователя.

Согласно полученным экспериментальным данным можно сделать вывод о том, что из исследованных структур наибольшую чувствительность к магнитному полю имеют АМР преобразователи со следующими параметрами: ширина магниторезисторов — 14 мкм, минимальные размеры ширины полюса барбера и расстояния между соседними полюсами — 3 и 5 мкм соответственно. Представленные в статье исследования позволяют определить оптимальные параметры формируемой МР структуры, что, в свою очередь, способствует разработке МР преобразователей и микросистем на их основе с необходимыми характеристиками.

Список литературы

1. Ripka P. Magnetic Sensors and Magnetometers. Boston: Artech house, 2000. 494 p.
2. Афанасьев Ю. В., Студенцов Н. В., Хорев В. Н., Че-чурина Е. Н., Щелкин А. П. Средства измерений параметров магнитного поля. Л.: Энергия. Ленингр. отделение, 1979. 320 с.
3. Бараночников М. Л. Микромагнитоэлектроника. М.: ДМК Пресс, 2001. Т. 1. 544 с.
4. Амеличев В. В., Костюк Д. В., Жуков Д. А., Тахов В. С. Магниторезистивная матрица детектора магнитных микро-частиц. Новое слово в науке: перспективы развития: материалы VI Междунар. науч.-практ. конф. Чебоксары, 20 нояб. 2015 г. Чебоксары: ЦНС "Интерактив плюс", 2015. № 4 (6). С. 128—130.
5. Касаткин С. И., Муравьев А. М., Плотникова Н. В., Амеличев В. В., Галушков А. И., Гамарц И. А., Лопатин В. В., Сауров А. Н. Анизотропные магниторезистивные датчики магнитного поля и тока // Автомат. и телемех. 2009. Вып. 6. С. 141—152.
6. Розенблат М. А. Гальваномагнитные датчики. Состояние и перспективы развития // Автомат. и телемех. 1997. Вып. 1. С. 3—46.
7. Материалы корпорации "Honeywell". URL: www.honeywell.com (дата обращения 13.04.2018 г.).

D. A. Zhukov, Junior Researcher, D.Zhukov@tcen.ru. M. A. Kupriyanova, Researcher, M.Kupriyanova@tcen.ru, Y. I. Mokrinsky, Researcher, Y.Mokrinski@tcen.ru, V. V. Amelichev, Ph. D., Head of Department, V.Amelichev@tcen.ru, D. V. Kostyuk, Head of Laboratory, D.Kostyuk@tcen.ru, D. V. Vasilyev, Researcher, D.Vasilyev@tcen.ru, E. P. Orlov, Researcher, E.Orlov@tcen.ru Scientific-Manufacturing Complex "Technological Centre", Bld. 1, Shokin Square, Zelenograd, Moscow, 124498, Russian Federation

Corresponding author:

D. A. Zhukov, Junior Researcher, Scientific-Manufacturing Complex "Technological Centre", Bld. 1, Shokin Square, Zelenograd, Moscow, 124498, Russian Federation. D.Zhukov@tcen.ru

Influence of the Design Parameters on the Electrophysical Characteristics of the Anisotropic Magnetoresistive Transducers of the Magnetic Field with Barber Poles

Received on April 28, 2018

Accepted on May 21, 2018

The article presents the results of an experimental research of the anisotropic magnetoresistive magnetic field transducers with the barber poles.

Experimental samples of the anisotropic magnetoresistive magnetic field converters with various design parameters, which determine the size and location of the barber poles on a magnetoresistive element, were manufactured. The influence of the design parameters on the electrophysical characteristics of the anisotropic magnetoresistive transducer formed on the basis of thin films of FeNiCo alloy was investigated. The investigation was carried out on three groups of anisotropic magnetoresistive magnetic field transducer. In each group, one of three parameters varied, while the other two were fixed. So, in the first group the variable parameter was the width of the magnetoresistive strip — 6, 10, 12 and 14 μm . In the second group, the variable value between the poles of the barber in the magnetoresistive strip was 5, 7, 9, 11, 13 μm . In the third group, the width of the metal strip, the width of the barber pole, varying within the range from 3 up to 7 μm , was selected as the variable parameter.

The obtained data allow us to define the optimal electrophysical parameters of the formed magnetoresistive structures and anisotropic magnetoresistive magnetic field transducers on their basis.

Keywords: anisotropic magnetoresistive effect, magnetic field transducer, magnetoresistive nanostructure, thin film technology

For citation:

Zhukov D. A., Kupriyanova M. A., Mokrinsky Y. I., Amelichev V. V., Kostyuk D. V., Vasilyev D. V., Orlov E. P.

Influence of the Design Parameters on the Electrophysical Characteristics of the Anisotropic Magnetoresistive Transducers of the Magnetic Field with Barber Poles, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 579–584.

DOI: 10.17587/nmst.20.579-584

A number of the research works testify that control of the parameters of a weak magnetic field in a wide range of temperatures can be ensured by thin-film anisotropic magnetoresistive (AMR) transducers of the magnetic field [1–6]. This is due to simplicity of their design, rather high sensitivity, small size and low cost. As a rule, the designs of the AMR transducers are implemented on the basis of the thin-film magnetoresistive (MR) elements connected into a bridge circuit, and planar coils for magnetic biasing. Variation of the AMR resistance, depending on the magnetic field, is calculated under the following formula:

$$R = R_0 + \Delta R \cos^2 \alpha, \quad (1)$$

where R_0 — resistance of a magnetoresistive element in absence of a magnetic field; ΔR — maximal variation of the resistance under action of the magnetic field on it; α — angle between the direction of the current in a magnetoresistor and the direction of the magnetization of a thin film, permalloy, as a rule.

From the given expression it follows, that the dependence of the resistance on the magnetic field has a nonlinear character. Besides, the thin films of permalloy possess a hysteresis, which complicates considerably the metrology of the parameters of the magnetic field with the use of the AMR transducers. In order to level out these factors, in the AMR transducers the design of the magnetoresistive element with the barber poles is employed. A specific feature of the given design is that the low-resistive strips-shunts are placed on the magnetoresistive element at the angle of 45° in relation to the direction of the current, coinciding with the easy magnetization axis (EMA) of MR. The direction of the current in such a magnetoresistive element between the barber poles makes the angle of 45° in relation to EMA

MR in absence of the external magnetic field [6, 7]. The external magnetic field influencing the magnetoresistive element along the plane of the basis, on which it was generated, and orthogonal to EMA MR, leads to an increase or reduction of its resistance.

Our research works are aimed at studying of the influence of the design parameters of such magnetoresistive elements from FeNiCo alloy. For this purpose the magnetoresistive transducers of the magnetic field were manufactured with various design parameters defining the size of the arrangement of the barber poles on the magnetoresistive element. Fig. 1 presents a fragment of the magnetoresistive element with the parameters varying by the width of MR strip (A), distance between the barber poles (B) and width of the barber pole (C).

The research was done of three groups of the AMR transducers. In each group one of the three parameters varied, at that, two other ones were fixed. Thus, in the first group the variable parameter was the width of the MR strip — 6, 10, 12 and 14 μm (parameter A), at that, the distance between the barber poles and the width of the barber pole did not change and were equal to 5 and 3 μm , accordingly. In the second group the variable parameter was the distance between the barber poles in the MR strip — 5, 7, 9, 11, 13 μm (parameter B in fig. 1), at the constant width of the MR strip of 10 μm and the width of the barber pole of 3 μm . The distance is defined as the shortest distance between the adjacent barber poles. In the third group as the variable parameter the width of the metal strip was selected — the width of a barber pole (parameter C in fig. 1), varying within the range from 3 up to 7 μm , at that, the width of the MR strip and the distance between the barber poles in the MR strip were invariable and equal to 10 and 5 μm , accordingly.

In order to decrease the hysteresis in the designs of MR transducers, the planar biasing coils were used located so, that the pulses of the current proceeding through them created magnetic fields, codirectional with EMA MR. The coil parameters changed depending on the width of the MR strip and the barber pole, at that, the number of coils in a bobbin was invariable, and its resistance was at the level of 8...9 Ω . Fig. 2 presents the topology of one of test crystals with the following design parameters: width of the MR strip — 10 μm , distance between the barber poles in the MR strip — 5 μm , width of a barber pole — 3 μm .

The results of the experimental research of the AMR transducers of the first group — the dependences of the electrophysical parameters of the AMR transducers on the width of the MR strip at the constant values of the distance between the barber poles in the MR strip (5 μm) and of the width of a barber pole (3 μm), are presented in fig. 3—4. Fig. 3 presents the dependence of the resistance of the bridge circuit on the width of the MR strip, thus, the reduction of the resistance of the bridge circuit in case of increase of the width of the MR strips, comprising the bridge circuit, was experimentally established.

Fig. 4 presents the dependence of the sensitivity of the AMR transducer on the width of the MR strip. It was established that the sensitivity increased with an increase of the width of the MR strip.

The results of research of the AMR transducers of the second group — influence of the distance between the barber poles on the electrophysical parameters of the AMR transducers, are presented in fig. 5—6. The invariable design parameters are the width of the MR strip, equal to 10 μm , and the width of the barber pole, equal to 3 μm . Fig. 5 presents the dependence of the resistance of the bridge circuit on the distance between the barber poles in the MR strip. It was established that the resistance of the bridge circuit increased with an increase of the distance between the barber poles in the MR strip.

Fig. 6 presents the dependence of the sensitivity of the AMR transducer on the distance between the barber poles in the MR strip. It was established that the sensitivity decreased with an increase of the distance between the barber poles in the MR strip.

In the third group of the investigated AMR transducers the variable parameter was the width of a barber pole. The width of the MR strip and the distance between the barber poles in the MR strip were the constant parameters and were equal, accordingly, to 10 and 5 μm . The results of the research of the parameters of the AMR transducers of the third group are presented in fig. 7—8. Fig. 7 presents the dependence of the resistance of the bridge circuit on the width of a barber

pole. It was established that the resistance of the bridge circuit decreased with an increase of the width of the barber pole.

Fig. 8 presents the dependence of the sensitivity of an AMR transducer on the width of the barber pole on the MR strip. A considerable variation of the sensitivity with an increase of the width of the barber pole was not recorded.

The carried out research demonstrates that an increase of the width of the MR strips, comprising the bridge circuit, leads to a reduction of the resistance of the bridge circuit and an increase of the sensitivity of the AMR transducer. If the distance between the barber poles in a MR strip is increased, there is an increase of the resistance of the bridge circuit, however, this promotes a reduction of the sensitivity of the AMR transducer. A reduction of the resistance of the bridge circuit was recorded, when the width of a barber pole was increased, which, according to the experimental data, had an insignificant influence on the sensitivity of the AMR transducer.

According to the obtained experimental data, it is possible to draw a conclusion that out of the investigated structures the highest sensitivity to the magnetic field was demonstrated by the AMR transducers with the following parameters: width of the magnetoresistors — 14 μm , the minimal dimensions of the width of a barber pole and of the distance between the adjacent poles — 3 and 5 μm , accordingly. The research presented in the article allows us to define the optimal parameters of the formed MR structure, which, in turn, promotes development of the MR transducers and the microsystems on their basis with the necessary characteristics.

References

1. Ripka P. *Magnetic Sensors and Magnetometers*, Boston: Artech house, 2000. 494 p.
2. Afanas'ev Yu. V. *Sredstva izmerenij parametrov magnitnogo polja*, Jenergija. Leningr. Otdelenie, 1979. 320 p. (in Russian).
3. Baranochnikov M. L. *Mikromagnitoelektronika*, DMK Press, 2001, vol. 1, 544 p. (in Russian).
4. Amelichev V. V., Kostyuk D. V., Zhukov D. A., Tahov V. S. *Magnitorezistivnaja matrica detektora magnitnyh mikrochastich, Novoe slovo v nauke: perspektivy razvitiya: materialy VI Mezhdunar. nauch.-prakt. konf. (Cheboksary, 20 nojab. 2015 g.)* / Eds by O. N. Shirokov i dr., Cheboksary: CNS "Interaktiv plus", 2015, no. 4 (6), pp. 128—130 (in Russian).
5. Kasatkin S. I., Murav'ev A. M., Plotnikova N. V., Amelichev V. V., Galushkov A. I., Gamarc I. A., Lopatin V. V., Saurov A. N. *Anizotropnye magnitorezistivnye datchiki magnitnogo polja i toka*, *Avtomat. i telemekh.*, 2009, no. 6, pp. 141—152 (in Russian).
6. Rozenblat M. A. *Gal'vanomagnitnye datchiki. Sostojanie i perspektivy razvitiya*, *Avtomat. i telemekh.*, 1997, no. 1, pp. 3—46 (in Russian).
7. **Materialy** korporacii "Honeywell", URL: www.honeywell.com. (date of access 13.04.2018).

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

УДК 661.571.1 + 539.23 + 621.3.049.771 + 681.586

DOI: 10.17587/nmst.20.585-595

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

ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК НИТРИДА КРЕМНИЯ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И МИКРОСИСТЕМНОЙ ТЕХНИКИ. ЧАСТЬ 4. ПРОЦЕССЫ В ПРОТОЧНЫХ РЕАКТОРАХ С АКТИВАЦИЕЙ ПЛАЗМОЙ ВЫСОКОЙ ПЛОТНОСТИ

Поступила в редакцию 22.05.2018

В части 4 обзора проанализировано состояние технологий получения низкотемпературных тонких пленок нитрида кремния для интегральных микросхем и микроэлектромеханических систем при плазменной активации в плазме высокой плотности (ПВП) в проточных реакторах плазмохимического осаждения из газовой фазы (ПХО). Использование реакторов ПХО с ПВП (реакторы с индуктивно-связанной плазмой, с СВЧ плазмой с использованием электронно-циклотронного резонанса) и газовых смесей SiH_4-N_2 в сравнении с традиционными методами ПХО в реакторах с емкостно-связанной плазмой и смесями $SiH_4-NH_3-N_2$ позволяет понизить температуры получения пленок, обеспечивает в них в разы меньший уровень концентрации водорода, большие плотности пленок и меньшие скорости их растворения в жидкостных травителях. Для улучшения конформности осаждения и формирования заполненных материалом зазоров в рельефе сложных структур используется сочетание процессов одновременного осаждения ПХО с ПВП и травления (распыления) осаждаемого тонкопленочного материала.

Ключевые слова: нитрид кремния, тонкие пленки, активация химических реакций плазмой высокой плотности, проточные реакторы, интегральные микросхемы, микросистемная техника

Введение и постановка задачи

В работе [1] были рассмотрены состояние и направления развития технологий получения низкотемпературных нестехиометрических кремний—азот—водород-содержащих тонких пленок (КАВ-ТП) для интегральных микросхем (ИМС) и микроэлектромеханических систем (МЭМС) при плазменной активации кремнийсодержащих реагентов, газообразного аммиака и азота в проточных реакторах для плазмохимического осаждения из газовой фазы (ПХО). В зарубежной литературе ПХО характеризуют терминами "*plasma assisted chemical vapor deposition*, PACVD" или, чаще — "*plasma-enhanced CVD*, PECVD". Хронологически первыми процессы ПХО тонких пленок (ТП) были реализованы в простых по конструкции проточных реакторах с холодными стенками "диодного типа", называемых также реакторами с емкостно-связанной плазмой (ЕСП), английский термин "*capacitance-*

coupled plasma, ССП" reactor; также использовались термины "*parallel plate reactor*", "*direct plasma reactor*". Упрощенная схема варианта такого реактора ЕСП-ПХО индивидуального типа приведена на рис. 1, а. Преимуществом таких реакторов являются высокие скорости наращивания пленок при низкой (< 400 °С) температуре осаждения, универсальность применения для подложек различных типов и материалов.

К основным недостаткам КАВ-ТП, полученных с помощью ЕСП-ПХО, относят нестехиометричность состава (изменение от стехиометричного соотношения Si/N = 0,75 до значений ~1,2) вследствие обогащения кремнием и присутствие водорода с общей концентрацией до 40 ат. %, связанного с кремнием и азотом в виде связей Si—H и N—H. В результате нестехиометричности КАВ-ТП имеют низкую плотность и высокие скорости растворения в жидкостных травителях (как правило, используется растворение в травителях на основе

буферированной фтористоводородной кислоты, *buffered oxide etchant*, BOE), что может осложнять применение данных материалов в некоторых технологических приложениях. Кроме того, при ПХО имеет место неудовлетворительная конформность осаждения КАВ-ТП на сложных рельефах, что ус-

ложняет их применяемость в перспективных технологиях и приборах с рельефными структурами. Типичные свойства ПХО КАВ-ТП приведены в работе [1] в развернутой табличной форме в сравнении со стехиометричными высокотемпературными С-ТПНК.

Решение обозначенных выше проблем КАВ-ТП было найдено при использовании метода ПХО с активацией так называемой плазмой высокой плотности, ПВП (по зарубежной терминологии "high density plasma CVD, HDP-CVD"). Процессы ПХО диэлектрических ТП с использованием ПВП относительно традиционных методов ЕСП-ПХО характеризуются повышенной на 1–2 порядка концентрацией активных частиц в плазме, до 10^{12} частиц/см³. Осаждение ТП с ПВП в экспериментальных реакторах начали исследовать в 1980-х годах [2–7], а с начала 1990-х годов такие реакторы начали активно применять в промышленной технологии ИМС для получения ТП диэлектрических материалов, в том числе ТПНК. Принципиальным отличием осаждения с ПВП в сравнении с классическим ЕСП-ПХО является приближение характеристик осаждаемого материала к таковым для С-ТПНК как в плане соотношения Si/N, так и по содержанию водорода. Для отличия от КАВ-ТП в настоящем обзоре такие покрытия названы ПВП-ТПНК.

Целью настоящего обзора публикаций трех последних десятилетий является анализ технических решений и направлений развития технологий получения низкотемпературных ПВП-ТПНК в проточных реакторах ПХО с ПВП, а также информации о составе, структуре и физико-химических свойствах ПВП-ТПНК.

Краткая характеристика ПХО с ПВП

Для реализации реакторов с ПВП используют несколько типов возбуждения плазмы высокой плотности. В целях унификации отечественной терминологии с использованием классификации плазменных реакторов для осаждения ТП, приведенной в работе [8], основные типы реакторов с ПВП в настоящей работе обозначены следующим образом:

- реакторы с СВЧ возбуждаемой плазмой и использованием электронно-циклотронного резонанса, ЭЦП (*electron-cyclotron plasma*, ECR reactors);
- реакторы с индуктивно-связанной плазмой, ИСП (*inductively-coupled plasma*, ICP reactors).

Упрощенные схемы реакторов с ПВП приведены на рис. 1, *b*, *c*. Соответственно, получение покрытий в реакторах с ПВП различных типов ниже обозначено как ИСП-ПХО и ЭЦП-ПХО. Реакторы с ПВП обычно ориентированы на одну подложку и

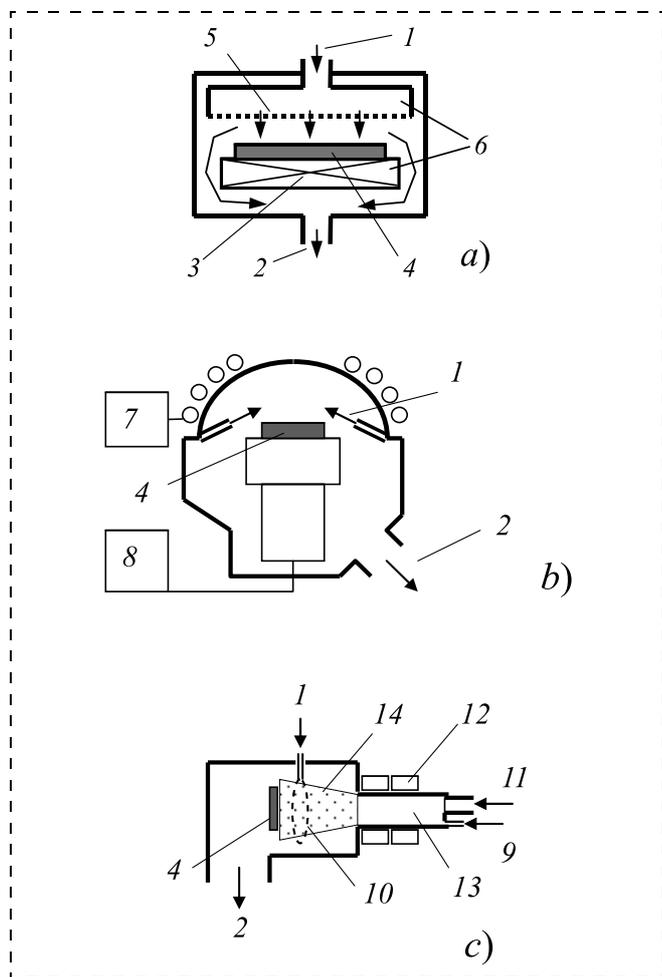


Рис. 1. Схемы основных типов промышленных проточных реакторов для получения ТПНК при ПХО и ПХО с ПВП: *a* – с "емкостно-связанной плазмой"; *b* – с "индукционно-связанной плазмой высокой плотности"; *c* – с "электрон-циклотрон резонансной плазмой высокой плотности"; 1 – ввод реагентов; 2 – вывод побочных продуктов реакции; 3 – нагреватель; 4 – полупроводниковая подложка; 5 – душевое распределительное устройство; 6 – радиочастотный электрод; 7 – ВЧ генератор, соединенный с индуктором; 8 – ВЧ генератор, соединенный с электростатическим держателем; 9 – ввод плазмообразующего азотсодержащего газа; 10 – кольцевое распределение моносилана; 11 – СВЧ ввод от генератора 2,45 ГГц; 12 – электромагнитные катушки; 13 – полость формирования плазмы; 14 – поток плазмы

Fig. 1. Circuitry of the industrial flow-type single-wafer cold-wall reactors for obtaining of SNTF at PECVD and HDP-CVD: (a) capacitance-coupled plasma reactor, (b) inductively-coupled high-density plasma reactor; (c) electron-cyclotron high-density plasma reactor. Definitions: 1 – input of reactants; 2 – "pumping-out" of the reaction by-products; 3 – heater; 4 – semiconductor wafer; 5 – gas mixture assembly or showerhead; 6 – radio frequency (RF) electrode; 7 – HF generator connected to an inductor; 8 – HF generator connected to an electrostatic chuck to produce bias for "in-situ" sputtering of deposited films; 9 – input of the nitrogen-containing plasma-forming gas; 10 – silane distribution ring; 11 – microwave input from 2.45 GHz generator; 12 – magnets; 13 – plasma cavity; 14 – plasma flux

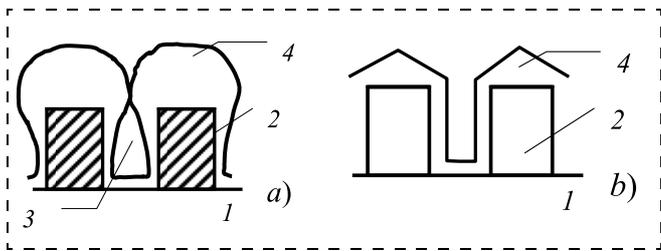


Рис. 2. Схемы поперечного сечения профиля тонких пленок на структурах ИМС, полученных с помощью осаждения ПХО с ПВП (а) и ПХО ПВП с распылением (б): 1 — подложка; 2 — металлическая линия; 3 — пустота в зазоре; 4 — выращенная тонкая пленка

Fig. 2. Cross-sections of the thin-films profile on IC structures obtained by means of PECVD with HDP (a) and HDP-CVD deposition with a simultaneous sputtering: 1 — substrate; 2 — metal line; 3 — cavity in the gap; 4 — deposited thin film

могут использоваться в варианте с так называемой "удаленной плазмой" (*remote plasma*), когда генерация плазмы осуществляется вне расположения образца, что позволяет уменьшить нежелательное воздействие плазмы на подложку.

Особенностью ПХО с ПВП является низкое, в доли паскалей, рабочее давление, в связи с чем применяются высококонцентрированные реагенты (как правило — моносилан SiH_4). Характер роста ТП при ПХО с ПВП аналогичен или носит еще более неконформный характер, чем традиционное ПХО (схематичный пример на рис. 2, а). Однако в реакторах с ПВП возможно достичь радикального улучшения конформности осаждения за счет использования одновременного с осаждением распыления осаждаемого материала, например ионами аргона, под углом к подложке [9]. Это дает возможность стравливать верхние нависающие избытки материала и изменить форму растущей ТП, как показано на рис. 2, б. При этом рост ТП в зазоре происходит как благодаря поступлению материала из газовой фазы, так и в результате повторного осаждения (*re-deposition*) распыленного материала на стенки зазора. Очевидно, что такое повторное осаждение происходит ближе к верхней части зазора, также ухудшая конформность.

Результаты исследований осаждения ПВП-ТПНК

В ссылаках [10–15] приведены примеры результатов исследований для случая использования реакторов с ЭЦР-ПХО и газовыми смесями $\text{SiH}_4\text{—NH}_3$ и $\text{SiH}_4\text{—ND}_3$ [10], $\text{SiH}_4\text{—N}_2\text{—Ar}$ [11, 12], $\text{SiH}_4\text{—N}_2$ [13, 14]: в работах [11, 14] проведены углубленные исследования, в [10, 14] изучалась концентрация водорода, в работе [15] — влияние параметров процессов на значения механических напряжений. Отметим следующие характеристики процессов с ЭЦР-ПВП: частота возбуждения плаз-

мы — 2,45 ГГц, мощности ВЧ генератора плазмы 500...2500 Вт для случая удаленного от генератора варианта осаждения [15] в интервале температур 50...550 °С и 200...1000 Вт для случая прямого воздействия плазмы [11–14]. Уровень рабочего давления составлял 0,1...0,5 Па, что на несколько порядков ниже, чем для "классического" варианта реализации ЕСП-ПХО. В зависимости от уровня ВЧ мощности скорости осаждения ПВП-ТПНК в этом случае оказались на уровне 1...10 нм/мин [11, 12]. Авторы работы [10] отметили, что суммарная концентрация водорода в целом была ниже, чем таковая для ПХО, возрастая от $\sim 6 \cdot 10^{21}$ (~ 5 ат. %) до $\sim 2 \cdot 10^{22}$ ат/см² (~ 17 ат. %) при снижении температуры от 550 до 50 °С. При этом отношение концентраций связей Si—H/N—H для ЭЦР варианта осаждения было $\geq 1,0$, в то время как для сравнительного процесса ПХО при 250 °С составляло < 1 . В качестве важного результата работы [10] отметим, что с помощью метода программируемой термодесорбции была установлена температура начала диффузии водорода из ПВП-ТПНК, составившая 620 °С. Это выше, чем для КАВ-ТП, полученных в удаленной плазме при ПХО в избытке аммиака при температуре 200 °С [16], диффузия водорода в которых начиналась с 500 °С и была охарактеризована как результат взаимодействия связей Si—H и N—H с образованием связи Si—N и H_2 . Авторы работ [14, 15] провели прямое сравнение характеристик процессов и КАВ-ТП, полученных в реакторе с ЭЦР при температурах 25, 200 и 300 °С, с таковыми, полученными в традиционных реакторах низкого давления (РНД) и ПХО; результаты для 200 °С приведены в первой колонке таблицы.

В работах [17–21] приведены примеры публикаций по исследованиям процессов получения ПВП-ТПНК в реакторах с ИСП. Исследования выполняли в диапазоне температур 25...400 °С, давлений 0,13...2,6 Па, мощности 200...2000 Вт для смесей $\text{SiH}_4\text{—N}_2\text{—Ar}$, а также $\text{SiH}_4\text{—N}_2\text{—He}$ [19]. Для возбуждения плазмы были использованы генераторы с частотами 300...400 КГц [18] и 13,56 МГц [20]. В исследованных диапазонах условий скорости осаждения составляли 2,0...96 нм/мин. Согласно данным работы [17] для удаленного плазменного источника в интервале температур 25...300 °С скорость осаждения была 2,7...5,2 нм/мин, отношение Si/N составляло 0,6...1,0, $n = 1,75\text{...}2,2$, плотность ПВП-ТПНК изменялась в пределах 2,4...2,9 г/см³. Суммарная концентрация водорода составляла $(3,0\text{...}5,5)10^{21}$ ат/см³ (2,6...8 ат. %), а при снижении температуры осаждения от 300 до 25 °С возрастала до $\sim 1,45 \cdot 10^{22}$ ат/см³ (~ 13 ат. %). В работе [18] выполнена оценка свойств ПВП-ТПНК и проведено ВИМС-профилирование С-ТПНК, а также ПВП-ТПНК, полученных в

ЕСП-ПХО и ИСП-ПХО в целях установления распределения атомных концентраций Si, N, H в толще пленок. При 400 °С, давлении 0,66 Па, мощности 2000 Вт скорости осаждения составляли 96 нм/мин, а концентрация водорода не превышала 5,5 ат. %. Оценки с помощью FTIR (*fourier transform infra red spectroscopy* — инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье) концентрации водорода в ПВП-ТПНК с $n = \sim 2,0$ при температуре осаждения 200 °С для смеси N_2/SiH_4 составили $\sim 1,31 \cdot 10^{22}$ ат/см³ для N—H групп и $\sim 7,67 \times 10^{21}$ ат/см³ для Si—H групп [21], в целом соответствуя результатам других работ. Усредненные данные по публикациям [18—20] сведены во вторую колонку таблицы.

Сравнение приведенных в таблице данных по ПВП-ТПНК с данными для КАВ-ТП и С-ТПНК, взятыми из работы [1], позволяет заключить, что осаждение с ПВП может быть реализовано при существенно сниженной температуре (вплоть до

комнатной) и обеспечивает близкий к стехиометричному состав при значительно меньшей концентрации водорода. К недостаткам осаждения с ПВП можно отнести существенно меньшую скорость осаждения при очень низком рабочем давлении. Для поддержания таких давлений необходимы высокоскоростные турбомолекулярные насосы высокой стоимости. Ввиду большей стоимости оборудования для ПХО с ПВП необходимо применять только в случае невозможности иных решений, например для решения проблем конформности осаждения и заполнения без пустот рельефа ИМС сложной конфигурации.

Осаждение ПВП-ТПНК в экспериментальных реакторах

Для получения ТПНК с ПВП использовали несколько экспериментальных вариантов реакторов, примеры которых приведены в ссылках [22—24]:

Некоторые обобщенные данные о процессах получения ПВП-ТПНК в сравнении с КАВ-ТП и С-ТПНК и характеристики тонких пленок

Selected summarized data on the processes for obtaining of HDP—SNTF in comparison with SiNH-TF and S-SNTF, and the basic parameters of the thin films

Обозначение тонкой пленки <i>Thin film definition</i>	ПВП-ТПНК <i>HDP-SNTF</i>		КАВ-ТП <i>SiNH-TF</i>	С-ТПНК <i>S-SNTF</i>
	ЭЦР-ПВП <i>ECR HDP</i>	ИСП-ПВП <i>ICP HDP</i>	ЕСП-ПХО <i>PECVD</i>	РНД <i>LPCVD</i>
Реагенты <i>Reactants</i>	SiH ₄ N ₂	SiH ₄ N ₂	SiH ₄ NH ₃ , N ₂	SiH ₂ Cl ₂ NH ₃
Температура осаждения, °С <i>Deposition temperature, °C</i>	200	200	250...350	700...800
Давление, Па <i>Deposition pressure, Pa</i>	~0,16	0,13...2,66	33...270	40...65
Скорости осаждения, нм/мин <i>Deposition rates, nm/min</i>	1,1	2...96	30...150	2...6
Стехиометричность (Si/N) <i>Stoichiometry (Si/N)</i>	0,71	0,66...1,0	0,8...1,2	0,75
Общая концентрация [H], ат. % <i>Total hydrogen content [H], at. %</i>	8,5	5,5...15	<40	4...8
Показатель преломления <i>Refraction index</i>	2,0	1,9...2,3	1,8...2,5	2,0±0,02
Плотность, г/см ³ <i>Film density, g/cm³</i>	2,87	—	2,4...2,8	2,9...3,1
Механические напряжения, 10 ⁹ дин/см ² (*) <i>Mechanical stress, ×10⁹ dyne/cm² (*)</i>	~4,5 (C)	2(C)...9(C)	1(C)...8(P) 1(C)...8(T)	12...18 (P) 12...18 (T)
Скорость растворения в ВОЕ, нм/мин <i>Etch rate in BOE, nm/min</i>	8	5	10...20	1,5
Диэлектрическая постоянная <i>Dielectric constant</i>	7	—	6...9	6...7
Удельное сопротивление, Ω×см <i>Specific resistance, Ω×cm</i>	5 · 10 ¹⁴	—	10 ⁶ ...10 ¹⁵	10 ¹⁵ ...10 ¹⁷
Пробивное напряжение, ×10 ⁶ В/см <i>Breakdown strength, ×10⁶ V/cm</i>	1,2	—	4...6	5...10

Примечание. *Механические напряжения (P) — растяжения, (C) — сжатия.
Для перевода в Паскали используется соотношение: $1 \cdot 10^7$ дин/см² = 1 МПа.
Notes. *Mechanical stress definition: (T) — tensile, (C) — compressive.
To convert dyne/cm² to Pa need to use the correlation: $1 \cdot 10^7$ dyne/cm² = 1 MPa.

— осаждение в сверхзвуковой реактивной струе (*supersonic jet deposition*) описано в работе [22]. Суть процесса состоит в получении покрытия на поверхности подложки как результата взаимодействия подаваемых из отдельных сопел струй атомарных кремния и азота в потоке гелия, полученных из SiH_4 и N_2 с помощью СВЧ возбуждения. По мнению авторов, такой метод осаждения позволяет получать покрытия от контролируемого монослоя до 1 нм/мин. Авторы получали сверхтонкие (<4 нм) ПВП-ТПНК со скоростями 0,3 нм/мин и исследовали электрические характеристики таких покрытий. По данным Оже-спектроскопии и FTIR, в составе покрытия обнаружили кремний и азот ($\text{Si/N} \sim 0,8$) и небольшое количество водорода. Помимо этого, в составе покрытий обнаружен кислород с аномально большой концентрацией около 15 ат. %, который, по предположению автора, является следствием либо недостаточного вакуума, либо поступления кислорода из кварцевых сопел;

— высокотемпературный горизонтальный трубчатый проточный РНД с устройством возбуждения ПВП на входе в реактор, называемый авторами [23] (HDP-assisted LPCVD). Конструкция позволяла проводить осаждение ТПНК с использованием дихлорсилана и аммиака на подложках 76 мм при термической активации при 720 °С (LPCVD), при температуре 300 °С непосредственно в плазменном устройстве, а также при 720 °С в варианте использования удаленной плазмы. Очевидно, что дополнительная активация приводила к повышению скорости осаждения в несколько раз в сравнении со скоростью роста при термической активации (1,5 нм/мин). Недостатком процесса авторы справедливо посчитали низкий показатель преломления ($n \approx 1,7$). Кроме того, вне объяснений остался вопрос о равномерности роста ТПНК по длине зоны трубчатого реактора, которая, по мнению автора обзора, должна быть неудовлетворительной;

— получение ПВП-ТПНК при 400...500 °С из $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ и NH_2CH_3 с использованием радикалов водорода, генерируемых с помощью микроволнового излучения, предложено в работе [24]. Суммарная концентрация водорода оценена на уровне $\sim 2,2 \cdot 10^{22}$ ат/см³ с оценкой методом FTIR концентраций Si—H и N—H на уровне $\sim 8 \cdot 10^{21}$ ат/см³, $1,4 \cdot 10^{22}$ ат/см³ соответственно.

Решение проблем конформности осаждения и направления совершенствования технологий ПВП-ТПНК

Приведенные в таблице результаты показывают, что ПВП-ТПНК являются отличным решением для современных технологических применений с точки зрения качества осаждаемого материала

при низких температурах. Однако для рельефных структур современных приборов имеет место проблема недостаточно конформного осаждения ТП на ступеньках рельефа, рассмотренная применительно к активированным процессам и материалу в работе [1]. Например, типичными для ПХО являются сечения структур с избыточным количеством осаждаемого материала на верхних частях ступенек рельефа (см. рис. 2, а), что часто называют термином "bread loaf". Для осаждения с ПВП, например, по приведенным в работе [20] микрофотографиям сколов поперечного сечения структур с ПВП-ТПНК для весьма простой гребенчатой структуры с высотой ступенек полосок металла 0,9 мкм (при зрительно наклонных стенках полосок металла и зазором между ними 1,2 мкм) оценка конформности дает около 60 %, что не лучше, чем для обычного ПХО КАВ-ТП. В целом закономерности осаждения с ПВП качественно соответствуют установленной автором взаимосвязи конформности осаждения и эффективной константы скорости процессов ХОГФ тонких кремнийсодержащих пленок k_{eff} (размерность см/с), см. обсуждение в работе [1].

Однако при использовании ПВП были найдены новые возможные решения проблемы неконформности осаждаемых ТП. Так, использование дополнительного *in-situ* распыления (травления осаждаемого материала), выполняемого под углом к вертикали структур [9], позволило радикально изменить характер формирования и итоговую форму профилей ТП на рельефе (см. рис. 2, б). Оказалось, что формой такого профиля можно управлять путем изменения соотношения скоростей осаждения и распыления (*deposition-to-sputtering ratio, D/S ratio*). К сожалению, в литературе очень мало экспериментальных данных о заполнении пустот в рельефах приборов с ПВП-ТПНК, например, некоторые фотографии структур с ПВП-ТПНК, полученных при различных *D/S ratio*, приведены в работе [20]. В патентной заявке США [25] согласно предложенному решению осаждение ПВП-ТПНК на рельефных подложках предлагается не одновременно с травлением, а последовательно: сначала осаждение, а затем, после удаления всех ингредиентов из рабочей камеры, распыление материала с верхних частей ступенек. Причина такого подхода, по мнению авторов, состоит в значительных сжимающих механических напряжениях ПВП-ТПНК, способных приводить к нарушениям структур в процессе создания пленки.

Заключение

Направления совершенствования методов ПХО в основном связаны с использованием плазмы высокой плотности в реакторах с индуктивно-связан-

ной плазмой, с СВЧ плазмой на основе электронно-циклотронного резонанса, а также в реакторах с микроволновой плазмой. При пониженных температурах получения с использованием газовых смесей $\text{SiH}_4\text{—N}_2$ скорости наращивания в сравнении с традиционным ЕСП-ПХО существенно меньше. Осаждение с ПВП обеспечивает в разы меньший и приемлемо низкий уровень содержания водорода, существенно большие плотности пленок и меньшие скорости растворения, что делает такие ПВП-ТПНК перспективными для приборов, не допускающих при изготовлении высоких температур обработки.

Конформность получения покрытий для плазмаактивированных процессов существенно уступает конформности С-ТПНК, полученных при использовании термически активированных процессов осаждения (около 100 %). Для улучшения конформности осаждения и формирования заполненных материалом зазоров в рельефе сложных структур приборов используют методы и аппаратуру ПХО ПВП, сочетающие процессы осаждения тонкой пленки и распыления (травления) осаждаемого материала.

Приведены основные сравнительные данные о процессах и параметрах процессов получения пленок при термической активации, традиционном ПХО и ПХО с ПВП. Рассмотрены направления совершенствования процессов ПВП ПХО для улучшения заполнения пустот в рельефе приборов.

Список литературы

1. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 3. Плазмаактивированные процессы в проточных реакторах // Нано- и микросистемная техника. 2018. Том. 20, № 9. С. 542—554.
2. **Шепелев С. Н., Васильев В. Ю., Попов В. П.** Плазмохимическое осаждение тонких слоев в реакторах пониженного давления // Обзоры по электронной технике. Часть 1. Сер. 2. Вып. 7. М.: ЦНИИ "Электроника", 1986. 53 с.
3. **Шепелев С. Н., Васильев В. Ю., Попов В. П.** Плазмохимическое осаждение тонких слоев в реакторах пониженного давления // Обзоры по электронной технике. Часть 2. Сер. 2. Вып. 7. М.: ЦНИИ "Электроника", 1988. 62 с.
4. **Ting C. H.** Inorganic Dielectrics // In Handbook of Multilevel Metallization for Integrated Circuits / Eds. S. R. Wilson, C. J. Tracy, J. L. Freeman. Park Bridge, NJ.: Noyes Publications, 1993. P. 202—273.
5. **Nguyen S. V.** High-density plasma chemical vapor deposition of silicon-based dielectric films for integrated circuits // INM J. of Res. & Dev. 1999. Vol. 43, N. 1/2. P. 1—19.
6. **Cheng H. C.** Dielectric and Polysilicon Film Deposition // ULSI Technology / Ed. by C. Y. Chang and S. M. Sze. Mc. Grow-Hill Int. Edition, 1996. P. 205—269.
7. **Zhou H. P., Xu S., Xiao S. Q.** High-Density Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition of Si-Based Materials for Solar Cell Applications // Chemical Vapor Deposition — Recent Advances and Applications in Optical, Solar Cells and Solid State Devices / Ed. by Neralla S. / InTex, 2016. P. 183—232.

8. **Киреев В. Ю., Столяров А.** Технологии микроэлектроники. Химическое осаждение из газовой фазы. М.: Техносфера, 2006. 192 с.
9. **Sato M., Yoshinobu A.** Step Smoothing by Radical and Ion Assisted Chemical Vapor Deposition // J. J. Appl. Phys. 1986. Vol. 256, N. 9. P. L764—L766.
10. **Kotecki D. E., ChappleSokol J. D.** Hydrogen incorporation in silicon nitride films deposited by remote electron cyclotron resonance chemical vapor deposition // J. Appl. Phys. 1995. Vol. 77, N. 3. P. 1284—1293.
11. **Moshkalov S. A., Diniz J. A., Swart J. W., et al.** Deposition of silicon nitride by low-pressure electron cyclotron resonance plasma enhanced chemical vapor deposition in $\text{N}_2/\text{Ar}/\text{SiH}_4$ // J. Vac. Sci. Technol. B. 1997. Vol. 15, N. 6. P. 2682—2687.
12. **Xie L., Deng J., Shepard S., et al.** Low-Temperature Deposition of High-Quality, Nanometer-Thick Silicon Nitride Films in Electron Cyclotron Resonance (ECR) Plasma-Enhanced CVD System // Proc. NSTI-Nanotech Conf. 2005. Vol. 2. P. 328—331.
13. **Farber D. G., Bae S., Okandan M., et al.** Pathway to Depositing Device-Quality 50 °C Silicon Nitride in a High-Density Plasma Systems // J. Electrochem. Soc. 1999. Vol. 146, N. 6. P. 2254—2257.
14. **Lapeyrade M., Besland M. P., Meva'a C., et al.** Silicon nitride thin films deposited by electron cyclotron resonance plasma-enhanced chemical vapor deposition // J. Vac. Sci. Technol. A. 1999. Vol. 17, N. 2. P. 433—444.
15. **Besland M. P., Lapeyrade M., Delmotte F., et al.** Interpretation of stress variation in silicon nitride films deposited by electron cyclotron resonance plasma // J. Vac. Sci. Technol. A. 2004. Vol. 22, N. 5. P. 1963—1970.
16. **Boehme C., Lucovsky G.** Dissociation reactions of hydrogen in remote plasma-enhanced chemical-vapor-deposition silicon nitride // J. Vac. Sci. Technol. A., 2001. Vol. 19, N. 5. P. 2622—2628.
17. **Han S.-S., Jun B.-H., No K., et al.** Preparation of a α -SiNx Thin Film with Low Hydrogen Content by Inductively Coupled Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition // J. Electrochem. Soc. 1998. Vol. 145, N. 2. P. 652—658.
18. **Yota J., Hander J., Saleh A. A.** A comparative study on inductively-coupled plasma, high-density plasma, plasma-enhanced, and low pressure chemical vapor deposition silicon nitride films // J. Vac. Sci. Techn. A. 2000. Vol. 18, N. 2. P. 372—376.
19. **Lee J. W., Mackenzie K. D., Johnson D., et al.** Low Temperature Silicon Nitride and Silicon Dioxide Film Processing by Inductively Coupled Plasma Chemical Vapor Deposition // J. Electrochem. Soc. 2000. Vol. 147, N. 4. P. 1481—1486.
20. **Kim H., Lee Y., Ra Y., et al.** Low Temperature Silicon Nitride Deposition by Inductively Coupled Plasma CVD for GaAs Applications // ECS Trans. 2007. Vol. 6, N. 3. P. 531—547.
21. **Parm I. O., Kim K., Lim D. G., et al.** High-density inductively coupled plasma chemical vapor deposition of silicon nitride for solar cell application // Solar Energy Materials & Solar Cells. 2002. Vol. 74. P. 97—105.
22. **Ma T. P.** Making Silicon Nitride Film a Viable Gate Dielectric // IEEE Trans. Electron. Dev. 1998. Vol. 45, N. 3. P. 680—690.
23. **Zambom L. S., Mansano R. D., Furlan R., et al.** LPCVD deposition of silicon nitride assisted by high density plasma // Thin Solid Films. 1999. Vol. 343—344. P. 299—301.
24. **Yasui K., Nasu M., Kaneda S.** Hydrogen-Radical-Assisted Chemical Vapor Deposition of SiN Films Using $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ and NH_2CH_3 // Jap. J. Appl. Phys. 1990. Vol. 29, N. 12. P. 2822—2823.
25. **Hua Z. Q., Le H. M., Lee Y.** Silicon nitride gapfill implementing high density plasma // Патентная заявка США. Pub. No.: US 2014/0187045, дата подачи 29.01.2013.

V. Yu. Vasilev, D. Sc., Professor, vasilev@corp.nstu.ru,
Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, Deputy Director General,
SibIS LLC, Novosibirsk, 630082, Russian Federation

Corresponding author:

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

Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystem Technologies.

Part 4. Processes in the Flow Reactors with High-Density Plasma Activation

Received on May 22, 2018

Accepted on June 15, 2018

The fourth part of the review is dedicated to the present state and possible directions in development of the silicon nitride thin films (SNTF) in low-temperature high-density plasma (HDP) chemical vapor deposition (CVD) technologies intended for the integrated circuits (IC) and applications of the microelectromechanical systems (MEMS). Thin film deposition with the use of high density plasma chemical vapor deposition (HDP-CVD) in the reactors with Inductive Coupled Plasma (ICP) and Electron-Cyclotron Plasma (ECR) employing $\text{SiH}_4\text{--N}_2$ mixtures allows us to decrease the deposition temperature considerably as compared with the plasma-enhanced CVD (PECVD) capacitance-coupled plasma reactors employing $\text{SiH}_4\text{--NH}_3\text{--N}_2$ mixtures. In this case we can obtain a few times lower hydrogen content in the films with higher density and lower etching rates. Some comparative PECVD SiNH-TF and HDP-SNTF data are summarized and presented. Conformality of PECVD films is normally worse than that of the thermally-activated high-temperature silicon nitride films. In order to improve the film conformality and gap-filling in the complex stepped device structures, it is necessary to implement HDP-CVD with a simultaneous etch (sputtering) of the deposited material.

Keywords: silicon nitride, thin films, chemical reactions with plasma activation, high-density plasma, flow reactors, integrated circuits, microelectromechanical systems

For citation:

Vasilev V. Yu. Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystem Technologies. Part 4. Processes in the Flow Reactors with High-Density Plasma Activation, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 585–595.

DOI: 10.17587/nmst.20.585-595

Introduction and problem statement

In [1] the work presents the state and directions for development of the technologies for obtaining of low-temperature nonstoichiometric silicon-nitrogen-hydrogen containing thin films (SiNH-TF) for the integrated microcircuits (IC) and microelectromechanical systems (MEMS) during plasma activation of the silicon-containing reagents, gaseous ammonia and nitrogen in the flow reactors for the chemical vapor deposition from the gas phase (CVD). This type of the film deposition is characterized by terms "plasma-enhanced CVD, PECVD" or "plasma assisted chemical vapor deposition, PACVD". Chronologically the first PECVD processes of the thin films (TF) were realized in simple-design flow reactors of the diode type with cold walls, also called reactors with capacitance-coupled plasma (CCP reactor), and also the terms "parallel plate reactor", "direct plasma reactor" were used. A simplified circuitry version of such PECVD reactor of an individual type is presented in fig. 1, a. The advantages of such reactors are high growth rate of films at a low ($<400^\circ\text{C}$) temperature of deposition, and versatility of applications for the substrates of different types and materials.

Among the basic drawbacks of SiNH-TF, received by means of PECVD, are a nonstoichiometric composition (variation from the stoichiometric correlation of $\text{Si/N} = 0.75$ up to the values ~ 1.2) owing to enrichment by silicon, and presence of hydrogen with the total concentration up to 40 at. %, connected with silicon and nitrogen in the form of Si-H and N-H bonds. Because of their nonstoichiometry, SiNH-TF have a low density and high rates of dissolution in liquid etchants (as a rule, dissolution in the etchants on the basis of the buffered hydrofluoric acid, *buffered oxide etchant*, BOE is used), which can complicate the use of the given materials in certain technological applications. Besides, in case of PECVD the conformality of deposition of SiNH-TF on complex reliefs is unsatisfactory, which complicates their applicability in the perspective technologies and devices with the relief structures. The typical properties of PECVD SiNH-TF are presented in [1] in a detailed tabular form in comparison with the stoichiometric high-temperature S-SNTF.

A solution to the above problems of SiNH-TF was found during the use of PECVD method with activation of the so-called High Density Plasma (HDP-CVD). The PECVD processes of dielectric TF with the use of HDP in relation to the traditional methods of PECVD

are characterized by a higher concentration of the active particles in plasma — by one or two orders, up to 10^{12} particles/cm³. Studies of deposition of TF with HDP in the experimental reactors were started back in 1980s [2–7], and from the beginning of 1990s such reactors were applied actively in the industrial technology of IC for reception of TF of dielectric materials, including SNTF. The basic difference of deposition with HDP in comparison with the classical PECVD is a similarity of the characteristics of the deposited material to that of S-SNTF, both in respect of Si/N correlation and the content of hydrogen. In order to make them distinct from SiNH-TF in the present review such coatings are called HDP-SNTF.

The aim of the present review of the publications, which appeared in three recent decades, is an analysis of the technical solutions and directions for development of the technologies for obtaining of the low-temperature HDP-SNTF in the flow reactors of PECVD with HDP, and also information concerning the composition, structure and physical and chemical properties of HDP-SNTF.

Brief characteristic of PECVD with HDP

For realization of the reactors with HDP, several types of excitation of the high density plasma are used. For the purpose of unification of the domestic terminology with the classification of the plasma reactors for deposition of TF presented in [8], in the present work the basic types of reactors with HDP are designated in the following way:

- electron-cyclotron plasma, ECR, reactors;
- inductively-coupled plasma, ICP, reactors.

Simplified circuitries of the reactors with HDP are presented in fig. 1, *b*, *c*. Accordingly, obtaining of the coatings in the reactors with HDP of various types is designated below as ICP-HDP and ECR-HDP. Reactors with HDP are usually oriented on one substrate and can be used in a version with the so-called remote plasma, when generation of plasma is carried out beyond the placement of a sample, which allows us to reduce the undesirable influence of plasma on the substrate.

A specific feature of PECVD with HDP is a low, only fractions of pascals, working pressure, and in this connection high-concentration reagents are applied (as a rule — monosilane SiH₄). The character of growth of TF at PECVD with HDP is similar to the traditional PECVD or even has a more nonconforming character than the traditional PECVD (a schematic example is presented in fig. 2, *a*). However, in the reactors with HDP it is possible to achieve a radical improvement of the deposition conformality due to the use of a simultaneous with the deposition sputtering of the deposited material, for example, by argon ions, at an angle to the substrate [9]. This provides an opportunity to etch the top hanging surpluses of the material and to change the

form of the growing TF, as is shown in fig. 2, *b*. At that, the growth of TF in a gap occurs due to the material coming from the gas phase, and also as a result of a repeated deposition (re-deposition) of the sprayed material on the gap walls. It is obvious, that such a re-deposition occurs closer to the top part of the gap, also worsening the conformality.

Results of the research of the deposition of HDP-SNTF

The references in [10–15] present examples of the results of the research for the case of the use of the reactors c ECR-HDP and gas mixes of SiH₄—NH₃ and SiH₄—ND₃ [10], SiH₄—N₂—Ar [11, 12], SiH₄—N₂ [13, 14]: in [11, 14] a profound research is presented, [10, 14] were dedicated to studies of the concentration of hydrogen, and [15] — to the influence of the processes' parameters on the values of the mechanical stresses in the films. Let us point out the following characteristics of the processes with ECR-HDP: frequency of plasma excitation — 2.45 GHz, power of the high frequency generator of plasma — 500...2500 W for the case of the deposition version remote from the generator [15] in the range of temperatures of 50...550 °C and of 200...1000 W for the case of a direct impact of plasma [11–14]. The level of the working pressure was 0.1...0.5 Pa, which was by several orders less than for a "classical" version of realization of PECVD. Depending on the level of high frequency power of the rate of deposition, in this case HDP-SNTF appeared to be at the level of 1...10 nm/min. [11, 12]. The authors of the work [10] pointed out, that, in general, the total concentration of hydrogen was less, than that for PECVD, increasing from $\sim 6 \times 10^{21}$ (~ 5 at. %) up to $\sim 2 \times 10^{22}$ at/cm² (~ 17 at. %) at the decrease of temperature from 550 °C down to 50 °C. At that, the relation of the concentration of Si—H/N—H bonds for ECR version of deposition was ≥ 1.0 while for the comparative process of PECVD at 250 °C it was < 1 . As an important result [10], we should underline, that by means of the method of the programmed thermal desorption the temperature of the beginning of diffusion of hydrogen from HDP-SNTF was established and was equal to 620 °C. That was higher, than for SiNH-TF, received in the remote plasma at PECVD in excess of ammonia at the temperature of 200 °C [16], the hydrogen diffusion in which began from 500 °C and was characterized as a result of interaction of Si—H and N—H bonds with formation of the bond of Si—N and H₂. The authors of the works [14, 15] compared directly the characteristics of the processes and SiNH-TF, received in a reactor with ECR at temperatures of 25, 200 and 300 °C with those, received in the traditional LPCVD and PECVD; the results for 200 °C are presented in the first column of the table.

In [17–21] the work presents examples of publications concerning the research of the processes for

obtaining of HDP-SNTF in the reactors with ICP. The research was done in the range of temperatures of 25...400 °C, pressures of 0.13...2.6 Pa, power of 200...2000 W for mixes of SiH₄—N₂—Ar, and also SiH₄—N₂—He [19]. For plasma excitation the generators with frequencies of 300...400 KHz [18] and 13.56 MHz [20] were used. In the investigated ranges of conditions the rates of deposition were 2.0...96 nm/min. According to data [17], for a remote plasma source in the range of temperatures of 25...300 °C the rate of deposition was 2.7...5.2 nm/min, Si/N ratio was 0.6...1.0, $n = 1.75...2.2$, HDP-SNTF density varied within 2.4...2.9 g/cm³. The total concentration of hydrogen was $(3.0...5.5) \times 10^{21}$ at/cm³ (2.6...8 at. %), while during a decrease of the temperature of deposition from 300 down to 25 °C it increased up to $\sim 1.45 \times 10^{22}$ at/cm³ (~ 13 at. %). In the work [18] estimation of the properties of HDP-SNTF was done, as well as SIMS (secondary ion mass-spectrometry) profiling of S-SNTF and HDP-SNTF obtained in PECVD and ICP-HDP with the aim to find out the distribution of the atomic concentrations of Si, N, H in the thickness of the films.

At 400 °C, pressure of 0.66 Pa, and power of 2000 W, the rates of deposition were 96 nm/min., while the concentration of hydrogen did not exceed 5.5 at. %. Estimations by means of FTIR (Fourier transform infra red spectroscopy) of the concentration of hydrogen in HDP-SNTF with $n = \sim 2.0$ at the temperature of deposition of 200 °C for the mix of N₂/SiH₄ were $\sim 1.31 \times 10^{22}$ at/cm³ for N—H groups and $\sim 7.67 \times 10^{21}$ at/cm³ for Si—H groups [21], which, as a whole, corresponded to the results of the other works. Average data on [18—20] are presented in the second column of the table.

Comparison of the data presented in the table on HDP-SNTF with the data for SiNH-TF and S-SNTF taken from [1] allows us to draw a conclusion that a deposition with HDP can be realized at a considerably lower temperature (down to the room temperature) and it ensures a composition close to the stoichiometric one at a much smaller concentration of hydrogen. Among the drawbacks of the deposition with HDP it is possible to mention an essentially smaller rate of deposition at a very low working pressure. For maintenance of such pressures we need very expensive high-speed turbomolecular pumps. In view of its high cost, the equipment for PECVD with HDP should be applied only in absence of any other solutions, for example, for solving of the problem of conformality of deposition and filling of IC relief of a complex configuration without cavities.

Deposition of HDP-SNTF in the experimental reactors

For reception of SNTF with HDP several experimental versions of the reactors were used, the examples of which are presented in [22—24].

- Supersonic jet deposition is described in [22]. The essence of the process consists in obtaining of a coating on a substrate surface as a result of interaction of the separate jets of atomic silicon and nitrogen in a flow of helium, received from SiH₄ and N₂ by means of microwave frequency excitation. According to the authors, such a method of deposition allows us to receive coatings from a controllable monolayer up to 1 nm/min. The authors received super thin (<4 nm) HDP-SNTF with the rates of 0.3 nm/min and investigated the electric characteristics of such coatings. According to Auger spectroscopy and FT-IR, in the coating composition the silicon and nitrogen (Si/N ~ 0.8), and a small amount of hydrogen were discovered. Besides that, oxygen was discovered in the composition of the coatings with an abnormally high concentration, nearby 15 at. %, which, according to an assumption of the author, is a consequence of either insufficient vacuum, or is due to the oxygen coming from the quartz nozzles.
- High-temperature horizontal tubular flow LPCVD with a device for excitation of HDP at the input into reactor called by authors of [23] as "*HDP-assisted LPCVD*". The design allowed the authors to implement deposition of SNTF with the use of dichlorosilane and ammonia on the substrates of 76 mm at a thermal activation at 720 °C (LPCVD), at 300 °C directly in a plasma device, and also at 720 °C in the version using the remote plasma. It is obvious, that the additional activation led to a multiple increase of the rate of deposition in comparison with the growth rate at a thermal activation (1.5 nm/min). The authors had reasons to believe that a drawback of the process was a low refractive index ($n \sim 1.7$). Besides, the question remains unanswered about the uniformity of the growth of SNTF along the length of the zone of the tubular reactor, which, according to the author of the review, should be unsatisfactory.

— Obtaining of HDP-SNTF at 400...500 °C from Si(CH₃)₄ and NH₂CH₃ with the use of hydrogen radicals generated by means of the microwave radiation is proposed in [24]. The total concentration of hydrogen is estimated at the level of $\sim 2.2 \times 10^{22}$ at/cm³ with estimated by FTIR method concentration of Si—H and N—H at the level of $\sim 8 \times 10^{21}$ at/cm³, 1.4×10^{22} at/cm³, accordingly.

Solution to the problem of conformality of deposition and direction for improvement of HDP-SNTF technologies

The data presented in the table demonstrate that HDP-SNTF are an excellent solution for the modern technological applications from the point of view of the quality of the deposited material at low temperatures. However, the relief structures of modern devices have a problem of conformal deposition of TF on the steps

of the relief, which was considered in relation to the activated processes and material in [1]. For example, typical for PECVD are the sections of the structures with a superfluous quantity of the deposited material on the top parts of the relief steps (see fig. 2, *a*), which is frequently designated by the term of "bread loaf". For deposition with HDP, for example, by the presented in [20] microphotos of the chips of the cross-sections of the structures with HDP-SNTF for a rather simple edge structure with the height of the steps of the metal strips of 0.9 μm (at the visually inclined walls of the metal strips and the gap between them of 1.2 μm), an estimation of the conformality gives about 60 %, which is not better, than for regular PECVD SiNH-TF. In general, the regularities of deposition with HDP qualitatively correspond to the established by the author interconnection between the conformality of the deposition and the effective constant of the rate of CVD processes of the thin silicon-containing films k_{eff} , (dimensionality of cm/s), see discussion in [1].

However, during the use of HDP, new possible solutions were found for the problem of non-conformality of the deposited TF. Thus, the use of the additional in-situ sputtering (etching of the deposited material), carried out at an angle to the vertical of the structures [9], allowed us to change considerably the character of formation and the final form of TF profiles on the relief (see fig. 2, *b*). It turned out, that the form of such a profile can be controlled by changing the correlation of the rates of deposition and sputtering (*deposition-to-sputtering ratio*, D/S ratio). Unfortunately, in the literature there are not enough of experimental data about filling of the gaps in the reliefs of the devices with HDP-SNTF, for example, some photos of the structures with HDP-SNTF, obtained at various D/S ratios, are presented in the work [20]. In the US patent application [25], according to the proposed solution, the deposition of HDP-SNTF on the relief substrates is supposed to be done not simultaneously with etching, but consecutively: first, the deposition, and then, after removal of all the reaction components from the working chamber, sputtering of the material from the top parts of the steps. According to the authors, the reason for such an approach is in the considerable compressing mechanical stresses of HDP-SNTF, capable to infringe the structures in the course of film creation.

Conclusion

The directions for improvement of PECVD methods are basically connected with the use of the high density plasma in the reactors with the inductive-coupled plasma, with the microwave frequency plasma on the basis of the electron-cyclotron resonance, and also in the reactors with the microwave plasma. At the lower temperatures for obtaining with the use of $\text{SiH}_4\text{—N}_2$ gas mixes, the rates of growth are considerably less in

comparison with the traditional PECVD. Deposition with HDP ensures many times smaller and acceptably low level of the content of hydrogen, essentially higher densities of films and lower rates of film dissolution, which makes such HDP-SNTF promising for the devices, not tolerating high temperatures during processing.

The conformality of reception of coatings for the plasma-activated processes concedes considerably to the conformality of S-SNTF, obtained due the use of the thermally activated processes of deposition (about 100 %). In order to improve the conformality of deposition and formation of the gaps filled with material in the relief of the devices' complex structures, the methods and hardware of HDP PECVD are used, which combine the processes of deposition of thin films and sputtering (etching) of the deposited material.

The basic comparative data are presented about the processes and the parameters of the processes for reception of films during the thermal activation, traditional PECVD and PECVD with HDP. The directions for improvement of the HDP PECVD processes for a better filling of the gaps in the relief of the devices were considered.

References

1. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrída kremniya dlja mikrojelektroniki i mikrosistemnoj tehniki. Chast 3., *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 9. Pp. 542—554 (in Russian).
2. **Shepelev S. N., Vasilyev V. Yu., Popov V. P.** Plazmohimicheskoe osazhdenie tonkih sloev v reaktorah ponizhennogo davlenija, *Obzory po jelektronnoj tehnike*. Ch. 1. Ser. 2. Vyp. 7. 1986. Moscow, CNII "Jelektronika", 53 p. (in Russian).
3. **Shepelev S. N., Vasilyev V. Yu., Popov V. P.** Plazmohimicheskoe osazhdenie tonkih sloev v reaktorah ponizhennogo davlenija, *Obzory po jelektronnoj tehnike*. Ch. 2. Ser. 2. Vyp. 7. 1988. M.: CNII "Jelektronika", 62 p. (in Russian).
4. **Ting C. H.** Inorganic Dielectrics, *In Handbook of Multi-level Metallization for Integrated Circuits* / Eds. S. R. Wilson, C. J. Tracy, J. L. Freeman. Park Bridge, NJ.: Noyes Publications: 1993. Pp. 202—273.
5. **Nguyen S. V.** High-density plasma chemical vapor deposition of silicon-based dielectric films for integrated circuits, *INM J. of Res. & Dev.*, 1999. vol. 43, no. 1/2, pp. 1—19.
6. **Cheng H. C.** Dielectric and Polysilicon Film Deposition, *In ULSI Technology*. Ed. by C. Y. Chang and S. M. Sze. Mc. Grow-Hill Int. Edition. 1996. Pp. 205—269.
7. **Zhou H. P., Xu S., Xiao S. Q.** High-Density Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition of Si-Based Materials for Solar Cell Applications, *In Chemical Vapor Deposition — Recent Advances and Applications in Optical, Solar Cells and Solid State Devices*, Ed. by Neralla S. / InTex. 2016, pp. 183—232.
8. **Kireev V. Ju., Stoljarov A.** *Tehnologii mikrojelektroniki. Himicheskoe osazhdenie iz gazovoj fazy*. Moscow, Tehnosfera, 2006. 192 p. (In Russian).
9. **Sato M., Yoshinobu A.** Step Smoothing by Radical and Ion Assisted Chemical Vapor Deposition, *J. J. Appl. Phys.* 1986, vol. 256, no. 9, pp. L764—L766.
10. **Kotecki D. E., ChappleSokol J. D.** Hydrogen incorporation in silicon nitride films deposited by remote electron cyclotron resonance chemical vapor deposition, *J. Appl. Phys.* 1995, vol. 77, no. 3, pp. 1284—1293.

11. Moshkalyov S. A., Diniz J. A., Swart J. W., et al. Deposition of silicon nitride by low-pressure electron cyclotron resonance plasma enhanced chemical vapor deposition in $N_2/Ar/SiH_4$, *J. Vac. Sci. Technol. B.*, 1997. vol. 15, no. 6, pp. 2682–2687.

12. Xie L., Deng J., Shepard S., et al. Low-Temperature Deposition of High-Quality, Nanometer-Thick Silicon Nitride Films in Electron Cyclotron Resonance (ECR) Plasma-Enhanced CVD System, *Proc. NSTI-Nanotech Conf.*, 2005, vol. 2, pp. 328–331.

13. Farber D. G., Bae S., Okandan M., et al. Pathway to Depositing Device-Quality 50 °C Silicon Nitride in a High-Density Plasma Systems // *J. Electrochem. Soc.* 1999. Vol. 146, no. 6. P. 2254–2257.

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

15. Besland M. P., Lapeyrate M., Delmotte F., et al. Interpretation of stress variation in silicon nitride films deposited by electron cyclotron resonance plasma, *J. Vac. Sci. Technol. A.*, 2004, vol. 22, no. 5, pp. 1963–1970.

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

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

18. Yota J., Hander J., Saleh A. A. A comparative study on inductively-coupled plasma, high-density plasma, plasma-enhanced, and low pressure chemical vapor deposition silicon nitride films, *J. Vac. Sci. Techn. A.*, 2000, vol. 18, no. 2, pp. 372–376.

19. Lee J. W., Mackenzie K. D., Johnson D., et al. Low Temperature Silicon Nitride and Silicon Dioxide Film Processing by Inductively Coupled Plasma Chemical Vapor Deposition, *J. Electrochem. Soc.*, 2000, vol. 147, no. 4, pp. 1481–1486.

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

21. Parm I. O., Kim K., Lim D. G., et al. High-density inductively coupled plasma chemical vapor deposition of silicon nitride for solar cell application, *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 2002, vol. 74, pp. 97–105.

22. Ma T. P. Making Silicon Nitride Film a Viable Gate Dielectric, *IEEE Trans. Electron. Dev.* 1998, vol. 45, no. 3, pp. 680–690.

23. Zambom L. S., Mansano R. D., Furlan R., et al. LPCVD deposition of silicon nitride assisted by high density plasma, *Thin Solid Films*, 1999, vol. 343–344, pp. 299–301.

24. Yasui K., Nasu M., Kaneda S. Hydrogen-Radical-Assisted Chemical Vapor Deposition of SiN Films Using Si(CH₃)₄ and NH₂CH₃, *Jap. J. Appl. Phys.*, 1990, vol. 29, no. 12, pp. 2822–2823.

25. Hua Z. Q., Le H. M., Lee Y. Silicon nitride gapfill implementing high density plasma / Patent USA. Pub. no.: US 2014/0187045, 29.01.2013.

УДК 54.02

DOI: 10:17587/nmst.20.595-605

И. Л. Борисенков, канд. техн. наук, зам. председателя Секции, borisenkov46@yandex.ru,

Секция прикладных проблем при Президиуме Российской академии наук, Москва,

Р. А. Еремин, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр., eremin_roman@inbox.ru,

А. Ф. Крутов, д-р физ.-мат. наук, зам. директора, krutov@ssau.ru,

Межвузовский научно-исследовательский центр по теоретическому материаловедению,

Самарский университет, Самарский государственный технический университет, Самара,

И. В. Медриш, канд. хим. наук, науч. сотр., imedrish@mail.ru,

Международный научно-исследовательский центр по теоретическому материаловедению,

Самарский государственный технический университет, Самара

ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ГЕОМЕТРИКО-ТОПОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПРИ ПОИСКЕ НОВЫХ МАГНИТОСТРИКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ГИБРИДНЫХ ОПТОВОЛОКОННЫХ ДАТЧИКОВ НА БРЭГГОВСКИХ РЕШЕТКАХ

Поступила в редакцию 17.04.2018

Дано описание современных методов поиска материалов с требуемыми физическими свойствами на основе алгоритмов скрининга современных структурно-графических баз данных. В качестве примера представлены особенности и результаты скрининга интерметаллидов с магнитоотрицательными свойствами в базе данных структур неорганических кристаллов (ICSD), предназначенных для применения в гибридных оптоволоконных датчиках магнитного поля, построенных на основе внутриволоконных брэгговских решеток (ВБР). Отбор соединений и кристаллохимический анализ проведены с помощью комплекса структурно-топологических программ ToposPro.

Ключевые слова: скрининг структурно-графических баз данных, магнитоотрицательные материалы, оптоволоконные датчики магнитного поля на ВБР, ToposPro

Введение

Магнитострикционные материалы (МСМ) применяют в генераторах звуковых и ультразвуковых колебаний, в радиотехнических устройствах, в электромеханических фильтрах, а последние годы стали активно использовать в качестве сенсорно-актюаторных структур (САС) в нано- и микроэлектромеханических системах (НЭНС и МЭМС) и в датчиках [1, 2]. На таких МСМ, как терфенол-Д [3] или галфенол [4], могут быть реализованы, например, датчики положения [5] или датчики постоянного и переменного токов [6]. Для улучшения адгезивных и механических свойств терфенола-Д актуальным является синтез новых композитных магнитострикционных материалов [7–10], в том числе магнитных жидкостей [11].

Особое внимание стали уделять МСМ с появлением гибридных волоконно-оптических датчиков, построенных на САС, сопряженной с внутриволоконной брэгговской решеткой. Вместе с тем существующие МСМ имеют ряд недостатков, препятствующих их применению в таких датчиках. Среди основных следует выделить, во-первых, низкий предел механической прочности и сильные вихревые токи в материалах типа терфенола-Д, затрудняющие их использование в чистом виде. Во-вторых, вытекающую отсюда необходимость очень трудоемкого и дорогого поиска и синтеза композитных материалов на основе терфенола-Д. В-третьих, это проблема надежного закрепления магнитострикционных материалов на оптоволокне без потери сенсорных свойств, поскольку набор материалов, обладающих необходимыми сенсорными свойствами и высокой адгезией к оптоволокну, существенно ограничен. В-четвертых, это дороговизна и многовариантность решения задачи легирования известных магнитострикционных материалов, улучшающего их сенсорные свойства. Поэтому поиск и получение МСМ, применимых для гибридных ВБР-датчиков, относятся к актуальным задачам современного материаловедения.

Одним из эффективных направлений развития материаловедения, нацеленным на существенное ускорение процессов поиска, разработки и внедрения новых материалов, безусловно, является компьютерное моделирование физических свойств материалов, позволяющее существенно снизить временные и финансовые затраты на синтез вещества, его последующую технологическую обработку и экспериментальное изучение свойств.

В настоящей работе описаны особенности современных методов моделирования физических свойств материалов, выполнены оценки эффективности комплементарного использования модельных методик и алгоритмов скрининга совре-

менных структурно-графических баз данных, продемонстрирована их эффективность на примере скрининга магнитострикционных материалов. Кроме того, обоснован и предложен выбор наиболее перспективных направлений дальнейших разработок в области модельного прогнозирования свойств других материалов для САС и гибридных ВБР-датчиков, применяемых при анализе электрических и акустических полей, влажности, концентрации химических веществ и др.

Главной особенностью предложенного подхода к поиску новых материалов для САС является сопряжение модельных методик с процедурами скрининга существующих структурно-графических баз данных веществ методами геометрико-топологического анализа в рамках программного комплекса ToposPro (<http://topospro.com>) [12]. Эти методы на основании структурных дескрипторов позволяют эффективно систематизировать данные об известных соединениях. Последующий поиск корреляций между структурой, составом и свойствами на основе использования топологического анализа и современных методов моделирования материалов может быть использован, во-первых, для выбора направления поиска новых материалов и, во-вторых, для модификации состава известных соединений в целях улучшения их рабочих характеристик.

Методы скрининга структурно-графических баз данных на примере поиска магнитострикционных материалов

В настоящее время при поиске новых функциональных материалов и совершенствовании существующих применяют методики скрининга на основе структурных дескрипторов или требований к химическому составу баз данных кристаллографической информации (Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) [13], Cambridge Structural Database (CSD) [14]) с последующим прогнозированием физических свойств методами классических динамических или квантово-механических расчетов. На этом принципе формируются такие известные программы, как программа Material Genome Initiative [15], среди основных целей которой выделяется интеграция экспериментальных и теоретических изысканий в области материаловедения, а также модельных подходов для ускорения цикла разработки—испытания—внедрения новых материалов.

Структурный анализ и расчетные техники широко используют при поиске твердых электролитов [16], низкоэмиссионных полупроводников [17], сорбентов, сенсоров и катализаторов на основе металлоорганических каркасов [18], интерметаллидов [19], цеолитов [20] и других функциональных

материалов. Сложность непосредственного применения такого подхода для поиска материалов датчиков на ВБР состоит в большом числе классов чувствительных веществ и технических реализаций их сопряжения с материалом волокна. В представленной работе будут продемонстрированы результаты скрининга базы ICSD для класса интерметаллических соединений как одного из представителей магнитострикционных материалов, проанализированы полученные выборки и их связь с предшествующими экспериментальными работами, а также обсуждены возможности и перспективы дальнейших исследований.

Авторами проведен поиск интерметаллидов с магнитострикционными свойствами по базе ICSD, содержащей на настоящее время информацию о кристаллической структуре 186 168 соединений. Отбор соединений и кристаллохимический анализ проведены с использованием программного комплекса ToposPro [12]. Критерий отбора — состав интерметаллида.

Основные этапы исследования.

1. Выделение из базы данных ICSD бинарных и тернарных интерметаллических структур состава A_xB_y и $A_xB_yC_z$ соответственно.

2. Отбор соединений, содержащих одновременно переходные и редкоземельные элементы, поскольку именно такие вещества обладают значительными магнитострикционными свойствами [21].

3. С использованием разработанных ранее методов, а также программных средств, реализованных в пакете ToposPro, удаление из выборки модельных структур, кристаллографических дубликатов, структур с ошибками в составе и межатомных расстояниях.

4. Выделение отдельных классов соединений, перспективных для дальнейшего исследования, проведение топологического и геометрического анализа их структур.

Таким образом, для последующего анализа были сформированы базы данных интерметаллических бинарных и тернарных соединений, образованные исключительно переходными и редкоземельными элементами.

Результаты исследования

В результате использования описанной последовательности фильтров и программы ToposPro получены следующие результаты:

- найдено 15 317 известных и новых (ранее неизвестных) бинарных и 17 513 известных и новых тернарных интерметаллидов;
- по составу (содержание редкоземельных элементов и переходных металлов) отобраны 3372 бинарные и 1332 тернарные структуры;

- исключение дубликатов, модельных и ошибочных структур (фильтр) привело к итоговой выборке 1398 бинарных и 1048 тернарных интерметаллических соединений.

На рис. 1 представлены диаграммы, показывающие частоту встречаемости элементов в составе бинарных (а) и тернарных (б) соединений. Наблюдается следующая закономерность: частота встречаемости переходных элементов в составе соединений увеличивается к концу периода. Особенно ярко эта тенденция прослеживается у бинарных веществ. Лидерами среди переходных элементов являются представители конца периодов Zn и Cd. В составе тернарных интерметаллидов наиболее часто встречаются Fe, Co и Ni. Интересно отметить, что среди рассматриваемого класса соединений не было обнаружено ни одной структуры, содержащей редкоземельный элемент прометий.

В табл. 1 приведена классификация известных магнитострикционных материалов, из которой видно, что среди многочисленных соединений железа и кобальта с различными элементами некоторые обладают магнитострикционными свойствами.

Известными представителями МСМ на основе железа являются редкоземельный сплав терфенол-Д ($Tb_{1-x}Dy_xFe_{2-y}$) и галфенол ($Fe_{1-x}Ga_x$). Среди 1048 тернарных интерметаллидов железо содержится в 360 соединениях. Аналогичный терфенолу-Д состав (железо и два редкоземельных элемента) имеют 48 структур ($Er_xSm_yFe - 5$, $Er_xNd_yFe - 5$, $Nd_xTb_yFe - 4$, $Pr_xHo_yFe - 4$, $Pr_xDy_yFe - 4$, $Tb_xDy_yFe - 4$, $Dy_xSm_yFe - 3$, $Pr_xCe_yFe - 3$).

На основании изложенной методики скрининга в базе ICSD было найдено 15 структур, имеющих состав Fe_xCo_y , причем 14 из них относятся к топологическому типу **bcu-x**, с координационным числом атомов (КЧ), равным 14, и одна структура Co_3Fe имеет топологию **fcu**, КЧ = 12. К соединениям с таким же составом относится хорошо известный материал пермендюр: Fe — 47...50 %, Co — 48...50 %, V — 1,5...2 % (в России известный как сплав марки К49Ф2). Были обнаружены две новые структуры идентичного состава с топологиями **fcu** и **tck/hcc** (КЧ = 12).

Другими известными МСМ являются ферриты-шпинели, кристаллизующиеся в кубической решетке с пространственной группой Fd3m. Их общая формула $MeFe_2O_4$ ($Me^{2+} = Ni, Co, Mn, Mg$ и др.). Как видно, в состав этих соединений также входят железо и кобальт.

В состав следующего класса соединений входят железо и никель. Методика поиска по составу Fe_xNi_y позволила обнаружить 20 структур, 13 из которых относятся к топологическому типу **fcu**, 5 — имеют топологию **bcu-x** и 2 — **hcp**. Представителем

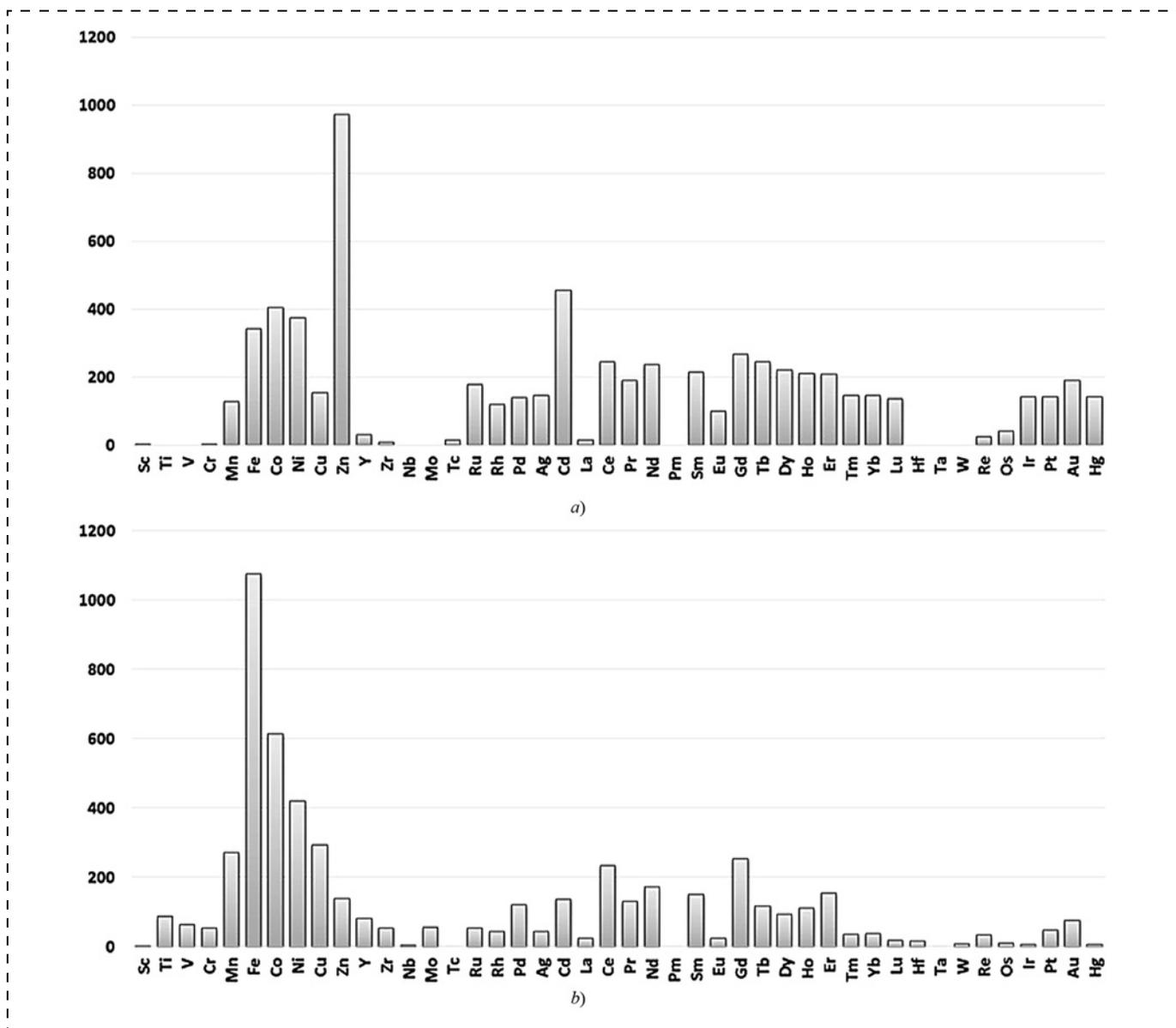


Рис. 1. Диаграммы частоты встречаемости элементов в составе бинарных (а) и тернарных (б) соединений
 Fig. 1. Diagrams of the frequency of occurrence of the elements in the compositions of the binary (a) and ternary (b) compounds

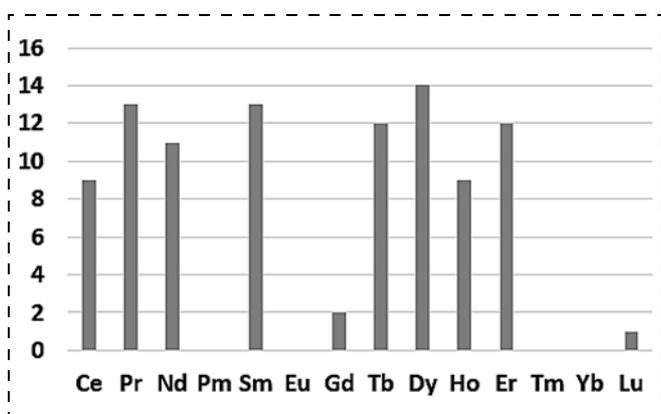


Рис. 2. Диаграммы частоты встречаемости редкоземельных элементов в железосодержащих тернарных интерметаллидах
 Fig. 2. Diagrams of the frequency of occurrence of the rare-earth elements in the ferriferous ternary intermetallics

этого класса является, например, сплав инвар: Ni — 36 %, Fe — 64 %, обладающий однофазной внутренней структурой. По известным данным для инвара реализуется два топологических типа **fcu** и **bcu-x**, как у описанных выше соединений Fe и Co.

В основу выборки из ICSD (выпуск 2016_2, 186 168 структур) положен состав основных известных классов магнитострикционных материалов: 1) терфенол-Д ($Tb_xDy_{1-x}Fe_2$); 2) галфенол (FeGa); 3) пермендюр (CoFe + V); 4) фазы Лавеса ($ReFe_2$); 5) ферриты (шпинели, гранаты).

Большинство материалов содержат железо. Состав терфенола-Д удовлетворяет отобранным ранее структурам тернарных интерметаллидов. Из 1048 тернарных интерметаллидов железо содержится в 360. Состав, аналогичный терфенолу-Д

(железо и два редкоземельных элемента), имеют 48 структур. Все структуры разупорядочены по редкоземельным элементам, частота встречаемости которых представлена на рис. 2.

Также был получен список наиболее часто встречающихся сочетаний элементов в рассматриваемом классе структур: Er_xSm_yFe и Er_xNd_yFe —

по 5; Nd_xTb_yFe , Pr_xHo_yFe , Pr_xDy_yFe и Tb_xDy_yFe — по 4; Dy_xSm_yFe и Pr_xCe_yFe — по 3. Проведенный топологический анализ 48 структур выявил пять топологических типов, представленных в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что группы из 24 (50 % от всего количества) структур имеют топологию **mgc-x**, как и терфенол-Д. Поэтому такие структуры пред-

Таблица 1
Table 1

Основные классы магнитострикционных материалов с установленными структурами

Main classes of the magnetostrictive materials with the established structures

Класс Class	Состав (литература) Composition (literature)	Структура Structure
Fe—Ga	$Fe_{83}Ga_{17}$ [22]	Матрица ОЦК (объемно-центрическая кубическая) содержит 3 нм тетрагональных включений с Ga—Ga парами вдоль оси c и $L6_0$ типом Следовые присадки приводят к локальным деформациям. Лучшие результаты обнаружены для Ce и Pr <i>VCC (volume-centric cubic) matrix contains 3 nm of the tetragonal inclusions with Ga—Ga pairs along the axis c and with $L6_0$ type Trace additives lead to local deformations. The best results were discovered for Ce and Pr</i>
	Галфенол: $Fe_{1-x}Ga_x$ [23] <i>Galfenol: $Fe_{1-x}Ga_x$ [23]</i>	В решетке ОЦК атомы Fe замещаются немагнитными атомами Ga <i>In VCC lattice the atoms of Fe are replaced with non-magnetic atoms of Ga</i>
Fe — Co	$Fe_{100-x}Co_x$ $10 < x \leq 90$ [24]	Есть две отдельные двухфазные области: (1)ГЦК (гранцентрированная кубическая)/ОЦК область сосуществования с высоким содержанием Co (2)B2 (CsCl)/ОЦК область сосуществования в середине фазовой диаграммы ($30 < x < 74$) Все составы без термообработки с $10 < x < 78$ имеют структуру ОЦК, когда $x = 80$ — смесь ГЦК и ОЦК, при $x \geq 85$ одна фаза ГЦК <i>There are two separate two-phase areas: (1) FCC (face-centered cubic)/VCC area of coexistence with a high content of Co (2)B2 (CsCl)/VCC area of coexistence in the middle of the phase diagram ($30 < x < 74$) All the compositions without a heat treatment with $10 < x < 78$ have a structure of VCC, when $x = 80$ mix of FCC and VCC, at $x \geq 85$ one phase is FCC</i>
Fe—Ni и нитриды <i>Fe—Ni and nitrides</i>	γ -NiFe ₂ N [25]	Перовскит с ГЦК структурой <i>Perovskite with FCC structure</i>
Терфенол-Д и аналоги <i>Terfenol-D and analogs</i>	Терфенол-Д ($Tb_{0.3}Dy_{0.7}$)Fe ₂ [21] <i>Terfenol-D ($Tb_{0.3}Dy_{0.7}$)Fe₂ [21]</i>	Сплав <i>Alloy</i>
	$Tb_{0.1}Ho_{0.9-x}Pr_x(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{1.93}$ ($0 \leq x \leq 0.50$) [26]	Преимущественно кубическая фаза Лавеса, структура MgCu ₂ -типа для $x \leq 0,20$, в то время как примеси наблюдаются при $x \geq 0,30$ <i>Mainly Laves cubic phase, MgCu₂ — type structure for $x \leq 0.20$, while impurities are observed at $x \geq 0.30$</i>
	$Tb_{0.2}Nd_{0.8}(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{1.9}$ [27]	Кубическая фаза Лавеса <i>Laves cubic phase</i>
Fe-Si-B-P-Cu	$FeCuNbSiB$ [28]	Сплав <i>Alloy</i>
	$Fe_{85.2-x}Co_xSi_{0.5}B_{9.5}P_4Cu_{0.8}$ ($x = 0$ и 4 ат. %) [29] $Fe_{85.2-x}Co_xSi_{0.5}B_{9.5}P_4Cu_{0.8}$ ($x = 0$ and 4 at %) [29]	При температуре выше 400 °С нанокристаллическое состояние ОЦК Fe (Co) формируется с кристаллической фракцией 50...55 % и размерами зерна около 16...18 нм <i>At the temperature above 400 °C a nanocrystal state of VCC Fe (Co) is formed with the crystal fraction of 50...55 % and the sizes of the grain of about 16...18 nm</i>
Ni—Co—Al	$Ni_{71-x}Co_xAl_{29}$ ($x = 35... 39$) [30]	Ni—Co—Al сплавы часто образуются в виде смеси B2 и неупорядоченной ГЦК фазы <i>Ni—Co—Al alloys are often formed in the form of B2 mix and an unordered phase of FCC</i>

Топологические типы тернарных интерметаллидов, содержащих железо и редкоземельные элементы
Topological types of the ternary intermetallides containing iron and rare-earth elements

Топологический тип <i>Topological types</i>	Число представителей <i>Number of representatives</i>	Пространственная группа <i>Spatial group</i>	Пример соединения <i>Examples of compounds</i>	
			Формула <i>Formula</i>	ICSD code <i>ICSD code</i>
12,12,12,14,18,20T1	3	<i>P6₃/mmc</i> (194)	(NdEr)Fe ₁₇	154712
12,12,12,14,19T1	6	<i>Rm</i> (166)	(SmEr)Fe ₁₇	659090
12,12,12,14,20T1	12	<i>Rm</i> (166)	(NdTb)Fe ₁₇	154500
12,12,13,14,18,20T1	3	<i>P6₃/mmc</i> (194)	Fe ₃₄ (Er _{2.4} Sm _{1.6})	656374
mgc-x (фаза Лавеса MgCu ₂) <i>mgc-x</i> (<i>Laves phase MgCu₂</i>)	24	<i>Fdm</i> (227)	(Dy _{0.73} Tb _{0.27})Fe ₂	108422

ставляют особый интерес для дальнейшего изучения корреляций состав—структура—свойства в рамках модельных методов. На рис. 3 приведена диаграмма частоты встречаемости редкоземельных элементов для соединений состава Pr_xHo_yFe и Tb_xDy_yFe.

Таким образом, исходя из единственного требования к составу интерметаллического соединения, при скрининге базы данных ICSD были выделены интерметаллические соединения, предположительно проявляющие магнитострикционные свойства, и проанализирован их состав. Описанный алгоритм поиска позволил многократно сократить конечную выборку веществ по сравнению с первичной группой интерметаллидов в ICSD. Среди выделенных веществ были найдены и представители различных классов известных магнитострикционных материалов.

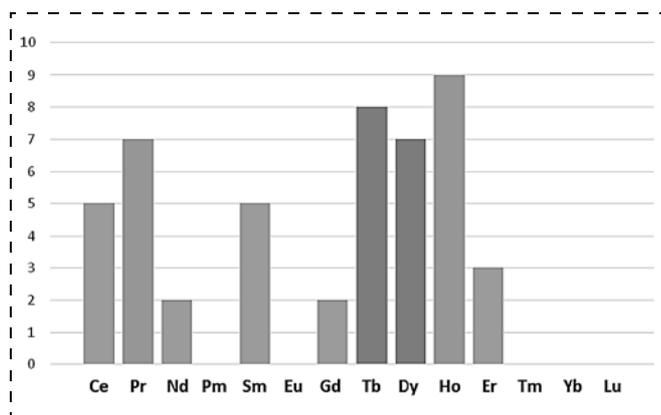


Рис. 3. Диаграмма частоты встречаемости редкоземельных элементов в железосодержащих тернарных интерметаллидах с топологией mgc-x (фазы Лавеса MgCu₂)

Fig. 3. Diagram of the frequency of occurrence of the rare-earth elements in the ferriferous ternary intermetallides with mgc-x topology (Laves phases MgCu₂)

Заключение

Применение методики скрининга с учетом требований к химическому составу из базы данных ICSD позволило выделить ряд интерметаллических соединений с магнитострикционными свойствами, которые являются наиболее перспективными для использования в качестве САС в гибридных оптоволоконных датчиках на ВБР. Для скрининга использовался разработанный авторами метод геометрико-топологического анализа, реализованного в программном комплексе ToposPro (<http://topospro.com>) [12].

В результате скрининга из содержащихся в базе данных ICSD 186 168 структур выделено 48 структур, обладающих магнитострикционными свойствами и представляющих собой соединения железа и двух редкоземельных элементов, 15 структур, имеющих в своем составе железо и кобальт, и 20 структур, содержащих железо и никель. Выделенные соединения проанализированы с точки зрения их топологической структуры, а также построены диаграммы частот встречаемости. Среди выделенных соединений присутствуют и используемые в настоящее время магнитострикционные материалы: терфенол-Д, галфенол, пермендюр, фазы Лавеса и ферриты, что говорит о корректности используемых процедур.

Используемый алгоритм скрининга позволяет существенным образом сократить конечную выборку соединений по сравнению с исходной группой интерметаллидов в базе данных ICSD. Последующее изучение выборок, полученных в рамках кристаллохимического анализа структуры, и моделирования физических свойств позволит установить дополнительные корреляции между структурой и уровнем восприимчивости конкретного вещества к внешнему магнитному полю.

Развитый метод позволяет выполнить аналогичные выборки и для других классов соединений, которые могут быть использованы в чувствительных элементах оптоволоконных датчиков на ВБР, например, материалов, обладающих электрострикционными свойствами, а также цеолитов, являющихся перспективными для создания высокочувствительных и высокоизбирательных датчиков химических веществ.

Список литературы

1. Liu D., Sun Q., Lu P., Xia L., Sima C. Research Progress in the Key Device and Technology for Fiber Optic Sensor Network // *Photonic Sensors*. 2016. Vol. 6, N. 1. P. 1–25.
2. Леонович Г. И., Олешкевич С. В. Гибридные датчики на волоконно-оптических Брэгговских решетках // *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*. 2016, Том 18, № 4–7. С. 1340–1345.
3. Yi B., Chu B. C.B., Chiang K. S. Temperature compensation for a fiber Bragg grating based magnetostrictive sensor // *Microwave and Optical Technology Letters*. 2003. Vol. 36, N. 3. P. 211–213.
4. Caponero M., Cianfarani C., Davino D. et al. Galfenol-based devices for magnetic field sensing in harsh environments // *IEEE Transactions on Magnetics*. 2014. Vol. 50, N. 11. P. 1–4.
5. Carvalho H. R., Bruno A. C., Braga A. M. et al. Remote magnetostrictive position sensors interrogated by fiber Bragg gratings // *Sensors and Actuators A: Physical*. 2007. Vol. 135, N. 1. P. 141–145.
6. Chiang K. S., Kancheti R., Rastogi V. Temperature-compensated fiber-Bragg-grating-based magnetostrictive sensor for dc and ac currents // *Optical Engineering*. 2003. Vol. 42, N. 7. P. 1906–1909.
7. Liu H., Or S. W., Tam H. Y. Magnetostrictive composite—fiber Bragg grating (MC—FBG) magnetic field sensor // *Sensors and Actuators A: Physical*. 2012. Vol. 173, N. 1. P. 122–126.
8. Kaleta J., Lewandowski D., Mech R. Magnetostriction of field-structural composite with Terfenol-D particles // *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 2015. Vol. 15, N. 4. P. 897–902.
9. Pang C., Pei H., Li Z. Performance investigation of cement-based laminated multi-functional magnetoelectric composites // *Construction and Building Materials*. 2017. Vol. 134. P. 585–593.
10. Pei H., Pang C., Zhu B., Li Z. Magnetostrictive strain monitoring of cement-based magnetoelectric composites in a variable magnetic field by fiber Bragg grating // *Construction and Building Materials*. 2017. Vol. 149. P. 904–910.
11. Yang D., Du L., Xu Z. et al. Magnetic field sensing based on tilted fiber Bragg grating coated with nanoparticle magnetic fluid // *Applied Physics Letters*. 2014. Vol. 104, N. 6. P. 061903-1–061903-3.
12. Blatov V. A., Shevchenko A. P., Proserpio D. M. Applied topological analysis of crystal structures with the program package ToposPro // *Crystal Growth & Design*, 2014. Vol. 14, N. 7. P. 3576–3586.
13. Belsky A., Hellenbrandt M., Karen V. L., Luksch P. New developments in the Inorganic Crystal Structure Database (ICSD): accessibility in support of materials research and design // *Acta Crystallographica Section B: Structural Science*, 2002. Vol. 58, N. 3. P. 364–369.

14. Groom C. R., Bruno I. J., Lightfoot M. P., Ward S. C. The Cambridge structural database // *Acta Crystallographica Section B: Structural Science, Crystal Engineering and Materials*. 2016. Vol. 72, N. 2. P. 171–179.

15. Jain A., Ong S. P., Hautier G. et al. Commentary: The Materials Project: A materials genome approach to accelerating materials innovation // *Applied Materials*, 2013. Vol. 1, N. 1. P. 011002-1–011002-11.

16. Meutzner F., Münchgesang W., Kabanova N. A. et al. On the Way to New Possible Na-Ion Conductors: The Voronoi–Dirichlet Approach, Data Mining and Symmetry Considerations in Ternary Na Oxides // *Journal of Chemistry — A European Journal*. 2015. Vol. 21, N. 46. P. 16601–16608.

17. Carrete J., Li W., Mingo N. et al. Finding unprecedentedly low-thermal-conductivity half-Heusler semiconductors via high-throughput materials modeling // *Physical Review X*, 2014. Vol. 4, N. 1. P. 011019-1–011019-9.

18. Coudert F.-X., Fuchs A. H. Computational characterization and prediction of metal–organic framework properties // *Coordination Chemistry Reviews*. 2016. Vol. 307. P. 211–236.

19. Pankova A. A., Akhmetshina T. G., Blatov V. F., Proserpio D. M. A collection of topological types of nanoclusters and its application to icosahedron-based intermetallics // *Inorganic Chemistry*. 2015. Vol. 54, N. 13. P. 6616–6630.

20. Куцова Д. С., Богатиков Е. В., Шебанов А. Н., Смирнова К. Г., Глушков Г. И. Анализ состава сложной газовой смеси сенсором на основе цеолита // *Нано- и микросистемная техника*. 2016. Т. 18, № 9. С. 591–592.

21. Naifar S., Brda S., Viehweg C., Choura S. Investigation of the magnetostrictive effect in a terfenol-D plate under a non-uniform magnetic field by atomic force microscopy // *Materials & Design*. 2016. Vol. 97. P. 147–154.

22. He Y., Jiang C., Wu W. et al. Giant heterogeneous magnetostriction in Fe–Ga alloys: Effect of trace element doping // *Acta Materialia*. 2016. Vol. 109. P. 177–186.

23. Bush A. A., Kametsev K. E., Meshcheryakov V. F. et al. Low-frequency magnetoelectric effect in a Galfenol-PZT planar composite structure // *Technical Physics*. 2009. Vol. 54, N. 9. P. 1314–1320.

24. Han Y., Wang H., Zhang T. et al. Tailoring the heterogeneous magnetostriction in Fe-Co alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 699. P. 200–209.

25. Sun X., Zhu X., Ruan Y. R. et al. NiFe₂ and its nitride γ -NiFe₂N derived from NiFe₂O₄: Magnetostriction, thermal expansion, resistivity and corrosion resistance // *Materials Research Bulletin*. 2017. Vol. 89. P. 245–252.

26. Pan Z. B., Liu J. J., Si P. Z., Ren W. J. Magnetostriction of Laves Tb_{0.1}Ho_{0.9-x}Pr_x(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{1.93} alloys // *Materials Research Bulletin*. 2016. Vol. 77. P. 122–125.

27. Chen Z. Y., Shi Y. G., Wang L. et al. Structure and magnetic properties of melt-spun Tb_{0.2}Nd_{0.8}(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{1.9} compound // *Journal of Alloys and Compounds*. 2016. Vol. 656. P. 259–262.

28. Yoshizawa Y., Oguma S., Yamauchi K. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure // *Journal of Applied Physics*. 1988. Vol. 64, N. 10. P. 6044–6046.

29. Kuhnt M., Marsilius M., Strache T. et al. Magnetostriction of nanocrystalline (Fe, Co)-Si-BP-Cu alloys // *Scripta Materialia*. 2017. Vol. 130. P. 46–48.

30. Chatterjee S., Giri S., Majumdar S., De S. K. Compositional variation of magnetic properties in Ni_{71-x}Co_xAl₂₉ alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2009. Vol. 477, N. 1. P. 27–31.

I. L. Borisenkov, Vice-Chairman of the Applied Problem Council of the Russian Academia of Sciences, Ph. D., borisenkov46@yandex.ru,
Applied Problem Council of the Russian Academia of Sciences, Moscow, 119333, Russian Federation,
A. F. Krutov, Deputy Director, Professor, krutov@ssau.ru, **R. A. Eremin**, Senior Researcher, Ph. D.,
eremin_roman@inbox.ru,
Samara Center for Theoretical Material Science, Samara University, Samara University, Samara, 443086,
Russian Federation,
I. V. Medrish, Researcher, Ph. D., imedrish@mail.ru,
International Center for Theoretical Material Science, Samara State Technical University, Samara, 443100,
Russian Federation

Corresponding author:

Krutov Aleksandr F., Deputy Director, Professor, Samara Center for Theoretical Material Science, Samara University,
Samara University, Samara, 443086, Russian Federation, krutov@ssau.ru

Geometrical-Topological Analysis for Search of New Magnetostrictive Materials for the Hybrid Fiber Optic Sensors Based on Bragg Gratings

Received on April 17, 2018

Accepted on May 25, 2018

The work presents a description of the modern methods for search of materials with the required properties based on the screening of the crystallographic databases. The main feature of the proposed approach to the search for new materials for the sensors and actuators is a combination of the model quantum mechanical calculations and screening of the existing structural and graphic databases of substances by the methods of geometrical-topological analysis within the framework of the ToposPro program package (<http://topospro.com>). As an example, the authors present a search for the potential magnetostrictive compounds, which can be used as components of the fiber optic sensors of the magnetic field, in the Inorganic Crystal Structures Database (ICSD). A number of intermetallic compounds with the magnetostrictive properties were extracted from the ISDN database, taking into account the requirements for the chemical composition. These compounds are the most promising for the use in the fiber optic sensors based on the fiber Bragg gratings (FBG). By means of screening, 48 structures with the magnetostrictive properties, which were compounds of iron and two rare-earth elements, 15 structures containing iron and cobalt and 20 structures containing iron and nickel were identified. These structures were singled out from 186,168 compounds contained in the ICDS database. These compounds were selected from the point of view of their topological structures, besides, the frequency of occurrence diagrams were constructed.

Keywords: screening of the crystal structure databases, magnetostrictive materials, fiber optic sensors, ToposPro

For citation:

Borisenkov I. L., Krutov A. F., Eremin R. A., Medrish I. V. Geometrical-Topological Analysis for Search of New Magnetostrictive Materials for the Hybrid Fiber Optic Sensors Based on Bragg Gratings, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 595–605.

DOI: 10.17587/nmst.20.595-605

Introduction

The magnetostrictive materials (MSM) are applied in the generators of the sound and ultrasonic vibrations, in the radio engineering devices, in the electromechanical filters. They are also used actively in the quality sensor-actuator structures (SAS) in the nano- and microelectromechanical systems (NEMS and MEMS) and in sensors [1, 2]. On such MSM as terfenol-D [3] or galfenol [4], for example, the position sensors [5] or sensors of constant and variable currents can be realized [6]. For improvement of the adhesive and mechanical properties of terfenol-D, a synthesis of new composite magnetostrictive materials [7–10], including, magnetic liquids [11], is important.

MSM acquired special attention with appearance of the hybrid fiber-optical sensors on SAS, interfaced with a fiber Bragg grating. At the same time, the existing MSM have a number of drawbacks, complicating their application in such sensors. Among the main ones it is nec-

essary to name, firstly, a low limit of the mechanical durability and strong vortical currents in the materials of terfenol-D type, complicating their use per se. Secondly, from here a necessity follows for a very labor-consuming and expensive search and synthesis of the composite materials on the basis of terfenol-D. Thirdly, it is a problem of a reliable fastening of MSM on an optical fiber without a loss of the sensitive properties, since the set of the materials possessing the necessary sensitive properties and high adhesion to the optical fiber is essentially limited. Fourthly, it is high cost and a multi-variant approach to solving of the problem of alloying of the known MSM, improving their sensor properties. Therefore, the search and reception of MSM, applicable for the hybrid FBG sensors, is an important problem of the material science.

One of the effective directions in development of the material science aimed at an essential acceleration of the search, development and introduction of new materials, is certainly the computer modeling of the phys-

ical properties of the materials, allowing us to shorten the time and to lower the financial costs for synthesis of a substance, its subsequent technological processing and experimental studying of its properties.

This work presents description of the specific features of the modern methods for modeling of the physical properties of the materials, estimation of the efficiency of a complementary use of the modeling techniques and screening algorithms of the structural-graphic databases, and demonstrates their efficiency on the example of screening of MSM. Besides, a selection was substantiated and offered of the most promising directions for development in the field of a model forecasting of the properties of the other materials for SAS and the hybrid FBG sensors applied for the analysis of the electric and acoustic fields, humidity, concentration of chemical substances, etc.

The main specific feature of the offered approach to the search for new materials for SAS is interface of the modeling techniques with the procedures of screening of the existing structural-graphic databases of substances by the methods of the geometrical-topological analysis within the framework of ToposPro program complex (<http://topospro.com>) [12]. These methods based on the structural descriptors allow us to systematize effectively the data about the known compounds. The subsequent search for the correlations between the structure, composition and properties on the basis of the use of the topological analysis and methods of modeling of the materials, can be used, firstly, for selection of a direction for the search for new materials, and, secondly, for updating of the composition of the known compounds with a view of improvement of their performance characteristics.

Methods for screening of the structural-graphic databases on the example of the search for the materials

During the search for new functional materials and improvement of the existing ones, the screening techniques are applied, based on the structural descriptors or requirements to a chemical composition of the databases of the crystallographic information (Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) [13], Cambridge Structural Database (CSD) [14]) with the subsequent forecasting of the physical properties by the methods of classical dynamic or quantum-mechanical calculations. On this principle such known programs as [15] are formed, among the main objectives of which is integration of the experimental and theoretical research in the field of material science, and also modeling approaches for acceleration of the development-testing-introduction cycle of the new materials.

The structural analysis and the calculation techniques are widely used for the search for solid electrolytes [16], low-emission semiconductors [17], sorbents, sensors and catalysts on the basis of metalorganic frameworks [18], intermetallides [19], zeolites [20] and other functional materials. Complexity of a direct ap-

plication of such an approach for the search for the materials of sensors on FBG consists in a big number of classes of the sensitive substances and technical realizations of their interface with a fiber material. The present work will demonstrate the results of screening of the ICSD database for the class of the intermetallic compounds as one of the magnetostrictive materials, it will also analyze the obtained samples and their connection with the preceding experimental works, and discuss the opportunities and prospects for the further research.

The authors searched for the intermetallides with the magnetostrictive properties in the ICSD database containing information on the crystal structure of 186 168 compounds. Selection of the compounds and a crystal-chemical analysis were done with the use of ToposPro program complex [12]. The criterion for selection was the composition of an intermetallide.

The basic investigation phases were:

1. Selection from the ICSD database of the binary and ternary intermetallic structures of A_xB_y and $A_xB_yC_z$ compositions, accordingly.

2. Selection of the compounds containing simultaneously the transitive and rare-earth elements, because such substances possess considerable magnetostrictive properties [21].

3. With the use of the previously developed methods and software realized in ToposPro package, deletion of the model structures, crystallographic duplicates, structures with mistakes in their compositions and interatomic distances, from the samples.

4. Selection of separate classes of the compounds, perspective for the further research, carrying out of the topological and geometrical analysis of their structures.

Thus, for the subsequent analysis, the databases of the intermetallic binary and ternary compounds were formed exclusively due to the transitive and rare-earth elements.

Results of the research

As a result of the use of the described sequence of filters and ToposPro program, the following results were received:

- 15 317 known and new (unknown before) binary and 17 513 known and new ternary intermetallides were discovered;

- by composition (content of the rare-earth elements and the transitive metals) 3372 binary and 1332 ternary structures were selected;

- elimination of the duplicates, model and erroneous structures (filter) resulted in the final selection of 1398 binary and 1048 ternary intermetallic compounds.

Fig. 1 presents diagrams demonstrating the frequency of occurrence of the elements in the compositions of the binary (*a*) and ternary (*b*) compounds. The following regularity is observed: the frequency of occurrence of the transitive elements in the compositions is increased by the end of the period. This trend is especially pro-

nounced in relation to the binary substances. The leaders among the transitive elements are the representatives of the ends of the periods of Zn and Cd. Among the ternary intermetallides most frequently we come across Fe, Co and Ni. Interesting, that in the considered class of the compounds not a single structure containing the rare-earth element of promethium was discovered.

Table 1 presents classification of the known magnetostrictive materials, from which it is visible, that among the numerous compounds of iron and cobalt with various elements some of them possess magnetostrictive properties.

The known representatives of MSM on the basis of iron are the rare-earth alloy of terfenol-D ($Tb_{1-x}Dy_xFe_{2-y}$) and galfenol ($Fe_{1-x}Ga_x$). Among 1048 ternary intermetallides the iron is contained in 360 compounds. A composition similar to terfenol-D (iron and two rare-earth elements) is typical for 48 structures ($Er_xSm_yFe - 5$, $Er_xNd_yFe - 5$, $Nd_xTb_yFe - 4$, $Pr_xHo_yFe - 4$, $Pr_xDy_yFe - 4$, $Tb_xDy_yFe - 4$, $Dy_xSm_yFe - 3$, $Pr_xCe_yFe - 3$).

On the basis of the above-presented technique of screening in the ICSD database 15 structures were found having Fe_xCo_y composition, at that, 14 out of them belonged to the topological type of **bcu-x**, with the coordination number of atoms (CN) equal to 14, and one structure of Co_3Fe had **fcu** topology, CN = 12. Among the compounds with the same composition was the well-known material of permendur: Fe — 47...50 %, Co — 48...50 %, V — 1.5...2 % (in Russia known as K49F2 alloy). Two new structures of the identical compositions and topologies of **fcu** and **tck/hcc** (CN = 12) were found.

The other known MSM are the ferrite-spinels, crystallizing in a cubic lattice with the spatial group of $Fd3m$. Their general formula is $MeFe_2O_4$ ($Me^{2+} = Ni, Co, Mn, Mg, etc.$). Apparently, the composition of these compounds also includes iron and cobalt.

The composition of the following class of compounds includes iron and nickel. The technique for the search in the structure of Fe_xNi_y allowed us to find 20 structures, out of which 13 belonged to the topological type of **fcu**, 5 — had the topology of **bcu-x** and 2 — of **hcp**. A representative of this class is, for example, the invar alloy: Ni — 36 %, Fe — 64 %, possessing a single-phase internal structure. According to the known data, for the invar the two topological types, **fcu** and **bcu-x**, are realized, just like for the above described compounds of Fe and Co.

The sampling from ICSD (issue of 2016_2, 186 168 structures) was based on the composition of the basic known classes of the magnetostrictive materials: 1) terfenol-D ($Tb_xDy_{1-x}Fe_2$); 2) galfenol ($FeGa$); 3) permendur ($CoFe + V$); 4) Laves phases ($ReFe_2$); 5) ferrites (spinels, garnets).

Most materials contain iron. The composition of terfenol-D meets the demands to the structures of the

previously selected ternary intermetallides. Out of 1048 ternary intermetallides 360 contain iron. Compositions similar to that of terfenol-D (iron and two rare-earth elements) are typical for 48 structures. All the structures are disordered by the rare-earth elements, the frequency of occurrence of which is presented in fig. 2.

Besides, a list of the most frequent combinations of the elements in the considered class of the structures was received: Er_xSm_yFe and $Er_xNd_yFe - 5$ each, Nd_xTb_yFe , Pr_xHo_yFe , Pr_xDy_yFe and $Tb_xDy_yFe - 4$ each, Dy_xSm_yFe and $Pr_xCe_yFe - 3$ each. The carried out topological analysis of 48 structures revealed five topological types presented in table 2.

From table 2 it is obvious that groups of 24 structures (50 % of the total number), have the topology of **mgc-x**, just like Terfenol-D. Therefore, these structures are of special interest for the further studying of the composition-structure-property correlations within the framework of the modeling methods. Fig. 3 presents a diagram of the frequency of occurrence of the rare-earth elements for compounds of Pr_xHo_yFe and Tb_xDy_yFe compositions.

Thus, proceeding from the only requirement to the composition of an intermetallic compound, during screening of the ICSD database the intermetallic compounds were selected, presumably revealing their magnetostrictive properties, and their composition was analyzed. The described search algorithm allowed us to reduce many times the final sampling of substances in ICSD in comparison with the primary group of the intermetallides. Among the selected substances, representatives of various classes of the known magnetostrictive materials were also found.

Conclusion

Application of the screening technique taking into account the requirements to the chemical composition from the ICSD database allowed us to single out a number of the intermetallic compounds with the magnetostrictive properties, which were the most promising for the use as SAS in the hybrid fiber-optical sensors on FBG. For the screening, the developed by the authors method of the geometrical-topological analysis was used, realized in ToposPro program complex (<http://topospro.com>) [12].

As a result of the screening, out of 186 168 structures contained in the ICSD database, 48 structures were singled out, possessing the magnetostrictive properties and representing compounds of iron and two rare-earth elements, 15 structures having iron and cobalt in their compositions, and 20 structures containing iron and nickel. The singled out compounds were analyzed from the point of view of their topological structure, and also diagrams of their frequencies of occurrence were constructed. Among the singled out compounds there were also presently used magnetostrictive materials: terfenol-D,

galfenol, permendur, Laves phases and ferrites, which testified to the correctness of the applied procedures.

The algorithm used for screening allows us to reduce essentially the final sampling of the compounds in comparison with the initial group of the intermetallics in the ICSD database. The subsequent studying of the samples, received within the framework of the crystal-chemical structure analysis and modeling of the physical properties, will allow us to establish additional correlations between the structure and the level of susceptibility of a concrete substance to the external magnetic field.

The developed method allows us to undertake similar samplings also for the other classes of the compounds, which can be used in the sensitive elements of the fiber-optical sensors on FBG, for example, the materials possessing the electrostrictive properties, and also the zeolites, which are promising for development of highly sensitive and highly selective sensors for chemical substances.

References

1. Liu D., Sun Q., Lu P., Xia L., Sima C. Research Progress in the Key Device and Technology for Fiber Optic Sensor Network, *Photonic Sensors*, 2016, vol. 6, no. 1, pp. 1–25.
2. Leonovich G. I., Oleshkevich S. V. Gibrnidnye datchiki na volokonno-opticheskikh Brehggovskikh reshetkah (Hybrid Sensors on Fiber-optic Bragg Grating), *Izvestia of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2016, vol. 18, no. 4 (7), pp. 1340–1345 (in Russian).
3. Yi B., Chu B. C. B., Chiang K. S. Temperature compensation for a fiber Bragg grating based magnetostrictive sensor, *Microwave and Optical Technology Letters*, 2003, vol. 36, no. 3, pp. 211–213.
4. Caponero M., Cianfarani C., Davino D. et al. Galfenol-based devices for magnetic field sensing in harsh environments, *IEEE Transactions on Magnetics*, 2014, vol. 50, no. 11, pp. 1–4.
5. Carvalho H. R., Bruno A. C., Braga A. M. et al. Remote magnetostrictive position sensors interrogated by fiber Bragg gratings, *Sensors and Actuators A: Physical*, 2007, vol. 135, no. 1, pp. 141–145.
6. Chiang K. S., Kancheti R., Rastogi V. Temperature-compensated fiber-Bragg-grating-based magnetostrictive sensor for dc and ac currents, *Optical Engineerin.*, 2003, vol. 42, no. 7, pp. 1906–1909.
7. Liu H., Or S. W., Tam H. Y. Magnetostrictive composite—fiber Bragg grating (MC—FBG) magnetic field sensor, *Sensors and Actuators A: Physical*, 2012, vol. 173, no. 1, pp. 122–126.
8. Kaleta J., Lewandowski D., Mech R. Magnetostriction of field-structural composite with Terfenol-D particles, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 2015, vol. 15, no. 4, pp. 897–902.
9. Pang C., Pei H., Li Z. Performance investigation of cement-based laminated multi-functional magnetoelectric composites, *Construction and Building Materials*, 2017, vol. 134, pp. 585–593.
10. Pei H., Pang C., Zhu B., Li Z. Magnetostrictive strain monitoring of cement-based magnetoelectric composites in a variable magnetic field by fiber Bragg grating, *Construction and Building Materials*, 2017, vol. 149, pp. 904–910.
11. Yang D., Du L., Xu Z. et al. Magnetic field sensing based on tilted fiber Bragg grating coated with nanoparticle magnetic fluid, *Applied Physics Letters*, 2014, vol. 104, no. 6, pp. 061903-1–061903-3.
12. Blatov V. A., Shevchenko A. P., Proserpio D. M. Applied topological analysis of crystal structures with the program package ToposPro, *Crystal Growth & Design*, 2014, vol. 14, no. 7, pp. 3576–3586.
13. Belsky A., Hellenbrandt M., Karen V. L., Luksch P. New developments in the Inorganic Crystal Structure Database (ICSD): accessibility in support of materials research and design, *Acta Crystallographica Section B: Structural Science*, 2002, vol. 58, no. 3, pp. 364–369.
14. Groom C. R., Bruno I. J., Lightfoot M. P., Ward S. C. The Cambridge structural database, *Acta Crystallographica Section B: Structural Science, Crystal Engineering and Materials.*, 2016, vol. 72, no. 2, pp. 171–179.
15. Jain A., Ong S. P., Hautier G. et al. Commentary: The Materials Project: A materials genome approach to accelerating materials innovation, *Applied Materials*, 2013, vol. 1, no. 1, pp. 011002-1–011002-11.
16. Meutzner F., Münchgesang W., Kabanova N. A. et al. On the Way to New Possible Na-Ion Conductors: The Voronoi–Dirichlet Approach, Data Mining and Symmetry Considerations in Ternary Na Oxides, *Journal of Chemistry — A European Journal*, 2015, vol. 21, no. 46, pp. 16601–16608.
17. Carrete J., Li W., Mingo N. et al. Finding unprecedentedly low-thermal-conductivity half-Heusler semiconductors via high-throughput materials modeling, *Physical Review X*, 2014, vol. 4, no. 1, pp. 011019-1–011019-9.
18. Coudert F.-X., Fuchs A. H. Computational characterization and prediction of metal–organic framework properties, *Coordination Chemistry Reviews*, 2016, vol. 307, pp. 211–236.
19. Pankova A. A., Akhmetshina T. G., Blatov V. F., Proserpio D. M. A collection of topological types of nanoclusters and its application to icosahedron-based intermetallics, *Inorganic Chemistry*, 2015, vol. 54, no. 13, pp. 6616–6630.
20. Kutsova D. S., Bogatkov E. V., Shebanov A. N., Smirnova K. G., Glushkov G. I. Analiz sostava slozhnoj gazovoj smesi sensorom na osnove ceolita (Analysis of the Composition of a Complex Gas Mixture by a Sensor Based on Zeolite), *Nano- and Microsystems Technologies*, 2016, vol. 18, no. 9, pp. 591–592 (in Russian).
21. Naifar S., Brda S., Viehweg C., Choura S. Investigation of the magnetostrictive effect in a terfenol-D plate under a non-uniform magnetic field by atomic force microscopy, *Materials & Design*, 2016, vol. 97, pp. 147–154.
22. He Y., Jiang C., Wu W. et al. Giant heterogeneous magnetostriction in Fe–Ga alloys: Effect of trace element doping, *Acta Materialia*, 2016, vol. 109, pp. 177–186.
23. Bush A. A., Kamentsev K. E., Meshcheryakov V. F. et al. Low-frequency magnetoelectric effect in a Galfenol-PZT planar composite structure, *Technical Physics*, 2009, vol. 54, no. 9, pp. 1314–1320.
24. Han Y., Wang H., Zhang T. et al. Tailoring the heterogeneous magnetostriction in Fe–Co alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 699, pp. 200–209.
25. Sun X., Zhu X., Ruan Y. R. et al. NiFe₂ and its nitride γ -NiFe₂N derived from NiFe₂O₄: Magnetostriction, thermal expansion, resistivity and corrosion resistance, *Materials Research Bulletin*, 2017, vol. 89, pp. 245–252.
26. Pan Z. B., Liu J. J., Si P. Z., Ren W. J. Magnetostriction of Laves Tb_{0.1}Ho_{0.9-x}Prx (Fe_{0.8}Co_{0.2})_{1.93} alloys, *Materials Research Bulletin*, 2016, vol. 77, pp. 122–125.
27. Chen Z. Y., Shi Y. G., Wang L. et al. Structure and magnetic properties of melt-spun Tb_{0.2}Nd_{0.8}(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{1.9} compound, *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, vol. 656, pp. 259–262.
28. Yoshizawa Y., Oguma S., Yamauchi K. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure, *Journal of Applied Physics*, 1988, vol. 64, no. 10, pp. 6044–6046.
29. Kuhnt M., Marsilius M., Strache T. et al. Magnetostriction of nanocrystalline (Fe, Co)-Si-BP-Cu alloys, *Scripta Materialia*, 2017, vol. 130, pp. 46–48.
30. Chatterjee S., Giri S., Majumdar S., De S. K. Compositional variation of magnetic properties in Ni_{71-x}Co_xAl₂₉ alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, vol. 477, no. 1, pp. 27–31.

В. М. Егоренков¹, аспирант, e-mail: yegorenkov.valeriy@gmail.com, **Н. В. Прудников**², д-р техн. наук, проф., e-mail: mzairan@ipiran.ru, **В. А. Чернов**³, канд. физ.-мат. наук, доц., e-mail: vac.lnfi@ippe.ru

¹ Московский технологический университет МИРЭА,

² ФГБУН Межведомственный центр аналитических исследований в области физики, химии и биологии при Президиуме Российской академии наук, Москва

³ АО Государственный научный центр Российской Федерации — Физико-энергетический институт имени А. И. Лейпунского (ГНЦ РФ-ФЭИ), Обнинск

МИНИАТЮРНЫЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ ТОКА НА ОСНОВЕ ПРЯМОГО ПРЕОБРАЗОВАНИЯ ЯДЕРНОЙ ЭНЕРГИИ

Поступила в редакцию 18.05.2018

Проведены испытания МДМ-структур $W-Al_2O_3-Al$, $Al-Al_2O_3-NiCr$, $Fe(Ni)-MgO-Fe(Ni)$ как наноструктурированных преобразователей ядерной энергии в электрическую. Изготовлены и исследованы ионисторы на основе нанопористого углерода с серебряными электродами и неорганическим диэлектриком Ag_4RbJ_5 , выполнены расчеты энергетических потерь. Проведенные эксперименты и расчеты позволили оптимизировать состав и размеры источников тока.

Ключевые слова: источники тока на вторичных электронах, структура металл-диэлектрик-металл (МДМ), источник первичных заряженных частиц, прямое преобразование ядерной энергии, ионисторы

Введение

Интенсивное развитие микросистемной техники и последние достижения в области нанотехнологий создают предпосылки для создания ряда миниатюрных устройств различного целевого назначения с большим спектром практического применения (сенсорные микросистемы, микромеханические системы различного рода, миниатюрные имплантируемые биостимуляторы и др.). Важной составляющей таких миниатюрных устройств является источник тока, отвечающий предъявляемым требованиям в части массо-габаритных показателей, мощности, энергетической емкости и т.п. [1].

В настоящее время в качестве источника энергии для образцов малогабаритной техники в основном используют химические (литиевые) источники. Литиевые источники имеют ограничения по миниатюризации, ограниченный диапазон положительных и отрицательных температур, требуют периодической подзарядки, их удельная энергия не превышает 1 кВт/кг.

Требованиям к перспективным источникам тока для образцов малогабаритной техники с большим сроком автономной эксплуатации наиболее

полно отвечает источник, основанный на прямом преобразовании ядерной энергии в электрическую. Рассматриваемые источники тока могут быть миниатюрными, любой формы, иметь рекордные значения удельной энергии и мощности и длительный срок автономной эксплуатации (в 5–10 раз больший по сравнению с литиевыми источниками тока), работать в широком диапазоне температур.

Рассматриваются миниатюрные наноструктурированные источники тока на основе прямого преобразования ядерной энергии с использованием наноструктур металл — диэлектрик — металл (МДМ-структур), ионисторов и суперконденсаторов.

Источники энергии на основе МДМ-структур

Предпосылками создания источников энергии на основе МДМ-структур являются развитые технологии обращения с изотопами и значительные достижения в области прямого преобразования ядерной энергии в электрическую (создание атомных батарей, термоэмиссионных преобразователей энергии), а также развитие нанотехнологий при изготовлении элементов источников энергии.

Мы рассматриваем МДМ-структуру с твердым диэлектриком, которая по сравнению со структурой с вакуумным промежутком технологичнее в изготовлении и не приводит к распылению вещества под действием первичных заряженных частиц. В этом направлении авторами были изготовлены МДМ-структуры для прямого преобразования ядерной энергии в электрическую, исследованы их свойства, оптимизирован состав и размеры источников тока [2–8]. Для исследований МДМ-структур созданы четыре макета, характеристики которых приведены в табл. 1.

Для изготовления МДМ-структур использовали методы резистивного испарения (слои Al и NiCr) и электронно-лучевое испарение (слой Al₂O₃).

Было показано [8], что для структур W–Al₂O₃–Al с внутренним сопротивлением (2...3) · 10⁸ Ом при плотности потока нейтронов ≈ 6 · 10⁶ нейтр/(см² · с) ток вторичных электронов составляет 0,15 нА. При этом ток вторичных электронов направлен от тяжелого металла к легкому. Для структур NiCr–Al₂O₃–Al с сопротивлением от нескольких сотен ом до нескольких килоом образцов с разными толщинами слоев и различными типами первичных заряженных частиц получены почти одинаковые значения конверсионной эффективности 10⁻³...10⁻² (тока вторичных электронов, нормированные на одну первичную частицу). При потоках ионов до 3 · 10¹³ ион/(см² · с) зафиксированы токи до 1,3 мкА.

Ресурсные испытания планарных МДМ-структур показали, что для структур W–Al₂O₃–Al в слоях Al₂O₃ могут образовываться проводящие по кислороду фазы, снижающие электросопротивление, а вольфрам подвержен интенсивному окислению. Для структур NiCr–Al₂O₃–Al уже при флюенсах ~ 10¹⁴ ион/см² заметна радиационная деградация, что исключает длительное, более 10⁷...10⁸ с, их использование. Это создает значительные ограничения применения планарных тонкопленочных МДМ-структур в качестве источников тока. Коаксиальные структуры также могут рассматриваться только в качестве модельных, так как приемлемый уровень разделения заряда достигается при весьма больших мощностях дозы облучения. Однако полученные результаты позволяют оценить характеристики, которые могут быть вообще достигнуты на МДМ-структурах. Источники тока при минимальном объеме 10⁻²...10⁻³ см³ могут иметь энергетический запас более 10³ кВт · ч/кг и удельную мощность до 25 кВт/кг.

Источники тока на основе ионисторов и суперконденсаторов

Большой период полураспада используемых изотопов как источников первичных заряженных частиц в источнике тока (например, период полураспада америция-241 составляет 460 лет) создает предпосылки для большого срока службы источ-

Таблица 1
Table 1

Характеристики макетов для исследований МДМ-структур
Characteristics of the models for research of the MDM structures

Номер макета <i>Number of model</i>	МДМ-структура <i>MDM structure</i>	Источник первичных заряженных частиц <i>Source of the primary charged particles</i>
1	W–Al ₂ O ₃ –Al с толщиной слоев 10, 100 и 10 нм соответственно <i>W–Al₂O₃–Al with thickness of the layers of 10, 100 and 10 nm, accordingly</i>	Слой урана-235 толщиной 1 мкм как источник осколков деления при внешнем облучении нейтронами <i>Layer of uranium-235 with thickness of 1 μm as a source of fission fragments in case of an external irradiation by neutrons</i>
2	Al–Al ₂ O ₃ –NiCr толщиной 30, 100, 20 нм и 30, 20, 10 нм <i>Al–Al₂O₃–NiCr with thickness of 30, 100, 20 nm and 30, 20, 10 nm</i>	Слой изотопа америция-241 как источник альфа-частиц с энергией 5,49 МэВ <i>Layer of the isotope of americium-241 as a source of the alpha particles with energy of 5.49 MeV</i>
3	Al–Al ₂ O ₃ –NiCr толщиной 30, 100, 20 нм и 30, 20, 10 нм <i>Al–Al₂O₃–NiCr with thickness of 30, 100, 20 nm and 30, 20, 10 nm</i>	Ускоритель "Вита" как источник ионов Ar ⁺ и He ⁺ с энергией до 40 кэВ <i>Vita accelerator as a source of ions of Ar⁺ and He⁺ with energy up to 40 keV</i>
4	Коаксиальная структура из Fe(Ni) и MgO диаметром от 1,5 до 3,0 мм <i>Coaxial structure from Fe(Ni) and MgO with diameter from 1.5 up to 3.0 mm</i>	Реактор БАРС-6 — источник импульсного гамма-нейтронного излучения с мощностью дозы до 105 Гр/с <i>BARS-6 Reactor, a source of a pulse gamma neutron radiation with the dose rate up to 105 Gy/s</i>

ника тока, но вследствие радиационной деградации срок службы МДМ-структур как прямых преобразователей ядерной энергии ограничен 1—3 годами. Вместе с тем значительный ток может быть получен при наноструктурировании МДМ-системы для достижения большой площади обкладок. Действительно, при удельной поверхностной плотности электрического заряда от 10^{-8} Кл/Гр·м² (оценка снизу, так как получена для тяжелых ионов) и мощности поглощенной дозы делящегося изотопа от 1 Гр/с ток до 100 мкА можно получить при площади обкладок $10^3...10^4$ м².

К радиационно-стойким наноструктурам относятся углеродные наноструктуры с большой удельной площадью, которые используют в ионисторах и суперконденсаторах. В рамках создания объемно-наноструктурированных источников тока были изготовлены и исследованы ионисторы на основе нанопористого углерода с серебряными электродами и неорганическим диэлектриком Ag₄RbJ₅. Были изготовлены две партии ионисторов с асимметричными электродами: ионисторы первой партии (№ 1—3) с емкостью 22 Ф и предельным напряжением 0,63 В; ионисторы второй партии (№ 4—6) с емкостью 1 Ф и предельным напряжением 1,25 В. В ионисторах двойной электрический слой с удельной площадью до 10³ м²/г образуется на поверхности наночастиц углеродного материала в результате адсорбции ионов из раствора, диссоциации поверхностного соединения или ориентирования полярных молекул на границе фаз.

Изучена динамика поведения остаточного напряжения ионисторов при различных режимах зарядки-разрядки. Облучение высокоэнергетическими гамма-квантами не привели к каким-либо значимым изменениям зарядового состояния ионисторов. Флуктуация напряжения полуразряженного ионистора № 6 в течение времени составила ±1 мВ при среднем напряжении 479 мВ. После облучения гамма-квантами с энергией 1,25 МэВ дозой до 5 кГр напряжение почти не изменилось

(478,5 мВ) и несколько выросли флуктуации (±2,5 мВ).

Значительные изменения наблюдали после реакторного облучения. Облучение асимметричных ионисторов проводили в импульсном гамма-нейтронном поле при $2 \cdot 10^4$ Гр/с с поглощенной дозой 2 Гр. В табл. 2 представлены значения электрического напряжения ионисторов до и после облучения.

Из таблицы следует, что напряжение у всех ионисторов уменьшилось, изменение напряжения находится в диапазоне от 14 до 139 мВ. Изменение электрического заряда на обкладках достигло 3 Кл. Учитывая, что энергия электрического поля определяется выражением $E = C\Delta U^2/2$, получим, что изменение удельной энергии четырех исследованных конденсаторов находится в диапазоне $10^{-1}...10^2$ Дж/кг. Поскольку поглощенная энергия от реакторного импульса значительно меньше, изменения в ионисторах не связаны с нейтронным и гамма-реакторным облучением. Облученные ионисторы приобрели бета-активность до 10⁷ Бк вследствие активации нейтронами неорганического диэлектрика Ag₄RbJ₅. В результате были получены источники тока с прямым преобразованием энергии распада радиоактивных изотопов (в основном, I-131 и Rb-87) в электрическую энергию. Расчеты показали, что мощность дозы внутреннего облучения составила 10⁻³ Гр/с, и на момент измерений поглощенная доза потока первичных β-частиц составила ~1 кГр.

Вторым конструктивным решением прямого преобразователя энергии элементарных частиц в электрическую с использованием ионисторов является введение в электрод источника альфа-частиц, например америция-241 (см. рисунок). Оценки показывают, что в этом случае мощность поглощенной дозы альфа-излучения составляет порядка 1 Гр/с, а удельная сила тока — 1 мкА/м². Учитывая, что в настоящее время изготавливаются углеродные структуры с пористостью до 10³ м²/г, удельная

Таблица 2
Table 2

Значения напряжения ионисторов до и после облучения в импульсном гамма-нейтронном поле
Values of the voltage of the ionistors before and after the irradiation in a pulsed gamma neutron field

№ ионистора Number of ionistor	Емкость C, Ф Capacity C, F	Напряжение U ₁ до облучения, мВ Voltage U ₁ before the irradiation, mV	Напряжение U ₂ после облучения, мВ, и выдержки 10 ⁶ с Voltage U ₂ after irradiation, mV and exposure of 10 ⁶ s	Разность напряжений ΔU, мВ Voltage difference ΔU, mV
1	22	8,3	-127	-135
3	22	508	482	-26
4	1,0	19,2	5,0	-14
5	1,0	477	338	-139

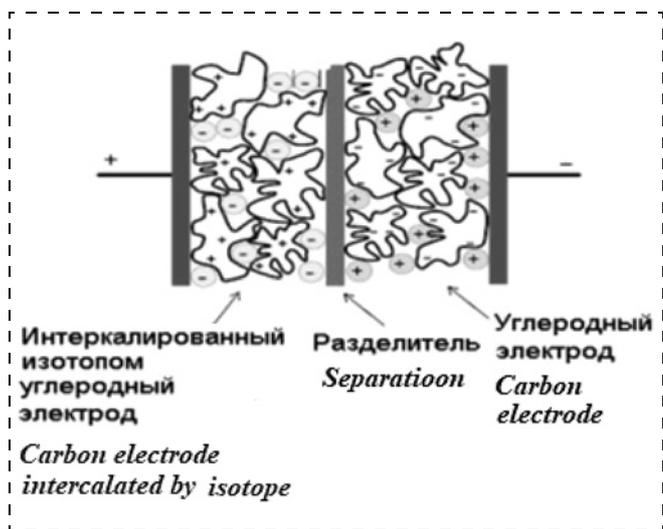


Схема преобразователя энергии на основе ионистора с введенным в электрод источником альфа-частиц

Scheme of the energy converter on the basis of an ionistor with a source of the alpha-particles introduced into the electrode

сила тока такого преобразователя может быть порядка 1 мА/г.

Конструкция прямого преобразователя энергии элементарных частиц в электрическую на основе суперконденсатора включает в себя углеродный электрод с развитой поверхностью и радиационно-прочный диэлектрик [9]. Электрод содержит источник первичных заряженных частиц. Эффект достигается за счет большой удельной поверхности углеродного электрода.

Заключение

Испытания планарных МДМ-структур показали, что для структур $W-Al_2O_3-Al$ в слоях Al_2O_3 могут образовываться проводящие по кислороду фазы, снижающие электросопротивление, а вольфрам подвержен интенсивному окислению. Для структур $NiCr-Al_2O_3-Al$ уже при флюенсах $\sim 10^{14}$ ион/см² заметна радиационная деградация, что исключает длительное, более $10^7 \dots 10^8$ с, их использование. Коаксиальные структуры также могут рассматриваться только в качестве модельных, так как приемлемый уровень разделения заряда достигается при весьма больших мощностях дозы облучения.

Полученные результаты позволяют оценить характеристики, которые могут быть вообще достигнуты на МДМ-структурах. Значительный ток может быть получен при наноструктурировании МДМ-системы для достижения большой площади обкладок. При удельной поверхностной плотности электрического заряда от 10^{-8} Кл/Гр \cdot м² и мощности поглощенной дозы делящегося изотопа от 1 Гр/с ток до 100 мкА можно получить при площади обкладок $10^3 \dots 10^4$ м².

Также на данном этапе работ были изготовлены и исследованы ионисторы на основе нанопористого углерода с серебряными электродами и неорганическим диэлектриком Ag_4RbJ_5 . Облучение ионисторов проводили в импульсном гамма-нейтронном поле. В результате были получены источники тока с прямым преобразованием энергии распада радиоактивных изотопов (в основном, I-131 и Rb-87) в электрическую энергию. Еще одним конструктивным решением прямого преобразователя энергии элементарных частиц в электрическую энергию с использованием ионисторов является введение в электрод источника альфа-частиц — америция-241.

Проведенные эксперименты и расчеты позволили оптимизировать состав и размеры источников тока.

Список литературы

- Вернер В. Д., Мальцев П. П., Резнев А. А., Сауров А. Н., Чаплыгин Ю. А. Современные тенденции развития микро-системной техники // Нано- и микросистемная техника. 2008. № 8. С. 2—6.
- Ануфриенко В. Б., Ковалев В. П., Куликов А. В., Чернов В. А. Преобразователи ядерной энергии в электрическую на вторичных электронах // Российский химический журнал, том L, 2006, № 5, С. 120—125.
- Ziegler J. F. The Stopping and Range of Ions in Matter, SRIM. 2006.
- Ануфриенко В. Б., Сигейкин Г. И., Чернов В. А. и др. Использование сверхмногослойных (СМС) наноструктур для прямого преобразования ядерной энергии в электрическую // Нано- и микросистемная техника. 2008. № 8. С. 30—38.
- Чернов В. А., Палагушкин А. Н., Прудников Н. В. и др. Изготовление и исследование свойств наноструктур для прямого преобразования ядерной энергии в электрическую с использованием эмиссии вторичных электронов // Нано- и микросистемная техника. 2010. № 11. С. 2—9.
- Чернов В. А., Жданов Г. С., Митерев А. М. Оптимизация состава и размеров источников тока, основанных на прямом преобразовании ядерной энергии в электрическую с использованием эмиссии вторичных электронов // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 8. С. 21—26.
- Прудников Н. В., Каравашкина Н. П., Антипин Н. А., Егоренков В. М. Лазерная нанокристаллизация материалов для получения тонкопленочных и объемных изделий // Материалы 10-й Всероссийской научной конференции "Технологии и материалы для экстремальных условий". 2015. С. 71—76.
- Чернов В. А., Степанов В. А., Прудников Н. В., Сигейкин Г. И., Леонова Е. А. и др. Оптимизация состава и размеров источников тока, основанных на прямом преобразовании ядерной энергии в электрическую с использованием эмиссии вторичных электронов // Нано- и микросистемная техника. 2015. № 2. С. 57—64.
- Суворов И. С., Просянюк В. В., Гильберт С. В., Егоренков В. М. К вопросу об автономных гибридных источниках питания на основе суперконденсаторов для работы в экстремальных условиях // Материалы 12-й Всероссийской научной конференции "Технологии и материалы для экстремальных условий". 2017. С. 67—73.

V. M. Egorenkov, Postgraduate Student, yegorenkov.valeriy@gmail.com, Moscow Technological University (MIREA), Moscow, 119454, Russian Federation,
N. V. Prudnikov, D. Sc., Professor, mzairan@ipiran.ru, FGBUN Interdepartmental Center for Analytical Research in the Field of Physics, Chemistry and Biology at the Presidium of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 117997, Russian Federation,
V. A. Chernov, Ph. D., Associate Professor, vac.lnfi@ippe.ru, State Research Center of the Russian Federation — Physics and Energy Institute named after A. I. Leipunsky (GNC RF — FEI), Obninsk, 249033, Russian Federation

Corresponding author:

Egorenkov Valeriy M., Postgraduate Student, Moscow Technological University (MIREA), Moscow, 119454, Russian Federation, yegorenkov.valeriy@gmail.com

Miniature Nanostructured Sources of Current Based on a Direct Conversion of the Nuclear Energy

Received on May 18, 2018

Accepted on June 5, 2018

The nanostructured converters of the nuclear energy into electric energy, i. e. MDM $W-Al_2O_3-Al$, $Al-Al_2O_3-NiCr$, $Fe(Ni)-MgO-Fe(Ni)$ structures were tested.

Testing of the planar MDM structures demonstrated that for $W-Al_2O_3-Al$ structures, the phases with oxygen conductivity can be formed in the layers of Al_2O_3 , which reduce the electric resistance, and it also demonstrated that tungsten was subjected to an intensive oxidation. For $NiCr-Al_2O_3-Al$ structures, radiation degradation was observed already at the values of fluences of $\sim 10^{14}$ ion/cm², which made impossible their prolonged use (for more than 10^7-10^8 s). Coaxial structures can also be regarded only as the model ones, since an acceptable level of a charge separation can be reached at rather high dose rates.

The obtained results allow us to evaluate the characteristics which are, in general, reachable for the MDM structures. A considerable current value can be obtained by nanostructuring of MDM system for obtaining a greater surface area of the facing plates. With the values of the specific surface electric charge density from 10^{-8} C/Gy \cdot m² and the absorbed dose rate of a fissile isotope from 1 Gy/s, a current up to 100 μ A can be obtained with plates surface area of 10^3-10^4 m².

Besides, nanoporous carbon-based supercapacitors with silver electrodes and Ag_4RbI_5 inorganic dielectric were manufactured and examined. The supercapacitors were exposed to radiation in a pulsed gamma-neutron field. The irradiated supercapacitors acquired beta activity up to 10^7 Bq because of activation of Ag_4RbI_5 inorganic dielectric by neutrons. As a result, the current sources with a direct conversion of the radioactive isotopes' (mainly $I-131$ and $Rb-87$) decay energy into electric energy were developed.

Another design solution for a direct conversion of the elementary particles' energy into the electric energy with the use of the supercapacitors is an injection of a source of alpha particles, americium-241, into an electrode.

The performed experiments and calculations contributed to optimization of the composition and dimensions of the current sources.

Keywords: sources of current based on secondary electrons, MDM structures, source of the primary charged particles, direct conversion of the nuclear energy, ionistors

For citation:

Egorenkov V. M., Prudnikov N. V., Chernov V. A. Miniature Nanostructured Sources of Current Based on a Direct Conversion of the Nuclear Energy, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 606–612.

DOI: 10.17587/nmst.20.606-612

Introduction

Intensive development of the microsystem technologies and recent achievements in the area of nanotechnologies create preconditions for development of a number of tiny devices for various special purposes with a big range of practical applications (sensor microsystems, micromechanical systems of various kinds, tiny implanted biostimulators, etc.). An important component of such tiny devices is a source of a current meeting the requirements regarding the mass-dimensional indicators, power, energy capacity, etc. [1].

Presently, the chemical (lithium) sources are mainly used as the energy sources for the samples of the small-sized devices. The lithium sources have restrictions concerning miniaturization, a limited range of the positive and negative temperatures, they demand periodic

additional charging, and their specific energy does not exceed 1 kW/kg.

The requirements to the perspective sources of current for the samples of the small-sized devices with a long term of independent operation are most fully met by a source based on a direct transformation of the nuclear energy into the electric energy. The considered sources of a current can be tiny, of any form, have record values of the specific energy and power and a long term of independent operation (5–10 times longer in comparison with the lithium current sources) and can operate in a wide range of temperatures.

The miniature nanostructured sources of a current on the basis of a direct conversion of the nuclear energy with the use of the metal — dielectric — metal structures (MDM structures), ionistors and supercapacitors are considered.

Energy sources on the basis of the MDM structures

The preconditions for development of the energy sources on the basis of MDM structures are developed technologies for treatment of the isotopes and considerable achievements in the field of a direct conversion of the nuclear energy into the electric energy (development of nuclear batteries, thermionic converters of energy), and also development of nanotechnologies for manufacturing of the elements of the energy sources.

We consider an MDM structure with a hard dielectric, which, compared with the vacuum interval structure, is technologically better for manufacturing and does not lead to dispersion of a substance under the action of the primary charged particles. In this direction the authors manufactured MDM structures for a direct conversion of the nuclear energy into the electric energy, studied their properties, and optimized the composition and dimensions of the sources of current [2–7]. For studying of the MDM structures four models were produced, the characteristics of which are presented in table 1.

The methods used for manufacturing of MDM structures were the methods for resistive evaporation (Al and NiCr layers) and electron beam evaporation (Al₂O₃ layer).

It was demonstrated [8], that for W–Al₂O₃–Al structures with the internal resistance of (2...3) · 10⁸ Ω at the density of the flow of neutrons ≈ 6 · 10⁶ neutr/(cm² · s) the current of the secondary electrons was 0.15 nA. At that, the current of the secondary electrons was directed from a heavy metal to a light one. For NiCr–Al₂O₃–Al structures with the resistance from several hundreds of ohm up to several kilohm for the samples with different thickness of layers and various types of the primary charged particles, almost identical values of the conversion efficiency 10⁻³–10⁻² (current of the secondary electrons, normalized per one primary particle) were received. At the flows of ions up to 3 · 10¹³ ion/(cm² · s) currents up to 1.3 mA were recorded.

The resource tests of the planar MDM structures demonstrated, that for W–Al₂O₃–Al structures in Al₂O₃ layers the phases conducting via oxygen could be formed, reducing the electroresistance, while tungsten was subjected to an intensive oxidation. For NiCr–Al₂O₃–Al structures already at the fluences of ~10¹⁴ ion/cm² a radiation degradation was observed, which excluded its prolonged, more than 10⁷...10⁸ s, use. This creates considerable restrictions for the use of the planar thin-film MDM structures as the sources of current. The coaxial structures can also be considered only as modeling ones, because an acceptable level of a charge separation is reached at rather big dose rates of irradiation. However, the received results allow us to estimate the characteristics, which in general can be reached on the MDM structures. At the minimum volume of 10⁻²...10⁻³ cm³ the current sources can have a

power reserve over 10³ kW · h/kg and the specific power up to 25 kW/kg.

The current sources based on ionistors and supercapacitors

The long half-decay period of the isotopes used as the sources of the primary charged particles in a current source (for example, the half-decay period of americium-241 is 460 years) creates preconditions for a long service life of a source of current, but owing to the radiation degradation the service life of the MDM structures as direct converters of a nuclear energy is limited by 1–3 years. At the same time, a considerable current can be received due to nanostructuring of an MDM system for achievement of a big area of the facing plates. In fact, at the specific surface density of an electric charge from 10⁻⁸ C/Gy · m² (an estimation from below as it was received for the heavy ions) and the power of the absorbed dose of a fissile isotope from 1 Gy/s, a current up to 100 mA can be received at the area of facings of 10³...10⁴ m².

Among the radiation-resistant nanostructures are the carbon nanostructures with a big specific area, which are used in the ionistors and supercapacitors. Within the framework of development of the volume-nanostructured current sources, the ionistors on the basis of the nanoporous carbon with silver electrodes and Ag₄RbJ₅ inorganic dielectric were made and investigated. Two batches of the ionistors with asymmetric electrodes were made: the ionistors of the first batch (no. 1–3) — with capacity of 22 F and limiting voltage of 0.63 V; and the ionistors of the second batch (no. 4–6) — with capacity of 1 F and limiting voltage of 1.25 V. A double electric layer was formed in the ionistors with the specific area up to 10³ m²/g on the surface of the nanoparticles of the carbon material as a result of adsorption of the ions from solution, dissociation of the surface bonds or orientation of the polar molecules on the phase boundaries.

The dynamics of the behavior of the residual voltage of the ionistors was studied at various modes of charging-discharging. An irradiation by high-energy gamma quanta did not result in any significant changes in the charge state of the ionistors. The fluctuation of voltage of the semidischarged ionistor № 6 during the time was ±1 mV at the average voltage of 479 mV. After the irradiation by the gamma quanta with energy of 1.25 MeV by a dose up to 5 kGy the voltage almost did not change (478.5 mV), while the fluctuations grew a little (±2.5 mV).

Considerable changes were observed after the reactor irradiation. The irradiation of the asymmetric ionistors was done in a pulsed gamma-neutron field at 2 · 10⁴ Gy/s with an absorbed radiation dose of 2 Gy. Table 2 presents the values of the electric voltage of the ionistors before and after the irradiation.

From the table it follows, that the voltage of all the ionistors decreased, and the voltage change was within the range from 14 up to 139 mV. The change of the electric charge on the facings reached 3 C. Considering the fact, that the energy of the electric field is defined by expression $E = C\Delta U^2/2$, we get, that a change of the specific energy of the four investigated condensers was within the range of $10^{-1} \dots 10^2$ J/kg. Since the absorbed energy from the reactor pulse was considerably less, the changes in the ionistors were not connected with the neutron and gamma reactor irradiation. The irradiated ionistors acquired the beta activity up to 10^7 Bq owing to activation by neutrons of the inorganic dielectric of Ag_4RbJ_5 . As a result, the sources of a current with a direct conversion of the energy of decay of the radioactive isotopes (basically, I-131 and Rb-87) into the electric energy were received. Calculations demonstrated that the dose rate of the internal irradiation was 10^{-3} Gy/s, and at the moment of measurements the absorbed dose of the flow of the primary β particles was ~ 1 kGy.

The second design solution of the direct converter of energy of the elementary particles into the electric energy with the use of ionistors is introduction of a source of the alpha particles, americium-241, for example, in the electrode (see figure). Estimations show, that in this case the rate of the absorbed dose of the alpha radiation equals to about 1 Gy/s, and the specific force of current — $1 \mu\text{A}/\text{m}^2$. Considering the fact, that the presently produced carbon structures have porosity up to 10^3 m^2/g , the specific force of the current of such a converter can be about 1 mA/g.

The design of the direct converter of the energy of the elementary particles into the electric energy on the basis of a supercapacitor includes a carbon electrode with a developed surface and radiation-resistant dielectric [9]. The electrode contains a source of the primary charged particles. The effect is reached due to a big specific surface of the carbon electrode.

Conclusion

Tests of the planar MDM structures demonstrated, that for $\text{W}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}$ structures in Al_2O_3 layers the phases conducting by oxygen could be formed, reducing the electroresistance, while tungsten was subjected to an intensive oxidation. For $\text{NiCr}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}$ structures already at the fluencies of $\sim 10^{14}$ ion/cm^2 the radiation degradation was observed, which excluded their prolonged, more than $10^7 \dots 10^8$ s, use. The coaxial structures also can be considered only as modeling, because an acceptable level of a charge division is reached at rather big irradiation dose rates.

The received results allow us to estimate the characteristics, which can be reached in general on the MDM structures. A considerable current can be obtained at a nanostructuring of an MDM system for achievement of a big area of facings. At the specific sur-

face density of an electric charge from 10^{-8} C/Gym² and the absorbed dose rate of a fissionable isotope from 1 Gy/s, a current up to 100 μA can be obtained at the area of facings of $10^3 \dots 10^4$ m^2 .

Besides, at the given stage of the work the ionistors on the basis of the nanoporous carbon with silver electrodes and Ag_4RbJ_5 inorganic dielectric were manufactured and investigated. An irradiation of the ionistors was done in a pulsed gamma neutron field. As a result, the sources of a current with a direct conversion of the energy of decay of the radioactive isotopes (mainly, I-131 and Rb-87) into the electric energy were obtained. Another design solution for a direct conversion of the energy of the elementary particles into the electric energy with the use of ionistors is introduction of a source of alpha-particles-americium-241 into the electrode.

The implemented experiments and calculations allowed us to optimize the composition and dimensions of the sources of current.

References

1. Verner V. D., Maltcev P. P., Reznev A. A., Saurov A. N., Chaplignin Y. A. Sovremenniy tendencii razvitiya mikrosistemnoy tekhniki, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2008, no. 8, pp. 2–6 (in Russian).
2. Anufrienko V. B., Kovalev V. P., Kulikov A. V., Chernov V. A. Preobrazovateli yadernoy energii v elektricheskuyu na vtorichnykh elektronah, *Rossiyskiy himicheskiy zhurnal*, vol. L, 2006, no. 5, pp. 120–125 (in Russian).
3. Ziegler J. F. *The Stopping and Range of Ions in Matter*, SRIM. 2006.
4. Anufrienko V. B., Sigeykin G. I., Chernov V. A. et al. Ispolzovanie sverhmnogosloynnih (SMS) nanostruktur dlya pryamogo preobrazovaniya yadernoy energii v elektricheskuyu, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2008, no. 8, pp. 30–38 (in Russian).
5. Chernov V. A., Palagushkin A. N., Prudnikov N. V. et al. Izgotovlenie i issledovanie svoystv nanostruktur dlya pryamogo preobrazovaniya yadernoy energii v elektricheskuyu s ispolzovaniem emissii vtorichnykh elektronov, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2010, no. 11, pp. 2–9 (in Russian).
6. Chernov V. A., Zhdanov G. S., Mitrev A. M. Optimizatsiya sostava i razmerov istochnikov toka, osnovannykh na pryamom preobrazovanii yadernoy energii v elektricheskuyu s ispolzovaniem emissii vtorichnykh elektronov, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2011, no. 8, pp. 21–26 (in Russian).
7. Prudnikov N. V., Karavashkina N. P., Antipin N. A., Egorenkov V. M. Lazernaya nanokristallizatsiya materialov dlya polucheniya tonkoplennoknykh i obiemykh izdeliy, *Materialy 10-i Vserossiyskoy naychnoy konferentsii "Tehnologii i materialy dlya ekstremalnykh usloviy"*, 2015, pp. 71–76 (in Russian).
8. Chernov V. A., Stepanov V. A., Prudnikov N. V., Sigeykin G. I., Leonova E. A. et al. Optimizatsiya sostava i razmerov istochnikov toka, osnovannykh na pryamom preobrazovanii yadernoy energii v elektricheskuyu s ispolzovaniem emissii vtorichnykh elektronov, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2015, no. 2, pp. 57–64 (in Russian).
9. Suvorov I. S., Prosyanyuk V. V., Gilbert S. V., Egorenkov V. M. K voprosu ob avtonomnykh gibridnykh istochnikah pitaniya na osnove superkondensatorov dlya raboty v ekstremalnykh usloviya, *Materialy 12-i Vserossiyskoy naychnoy konferentsii "Tehnologii i materialy dlya ekstremalnykh usloviy"*, 2017, pp. 67–73 (in Russian).

Н. А. Кульчицкий, д-р техн. наук, гл. специалист, e-mail n.kulchitsky@gmail.com,
Государственный научный центр РФ, Акционерное общество "Научно-производственное объединение "Орион", Москва, Россия,

А. В. Наумов, инженер-аналитик, **В. В. Старцев**, гл. конструктор,
Акционерное общество "Оптико-механическое конструкторское бюро Астрон", Лыткарино, МО, Россия

НЕОХЛАЖДАЕМЫЕ МИКРОБОЛОМЕТРЫ ИНФРАКРАСНОГО ДИАПАЗОНА — СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ

Поступила в редакцию 18.05.2018

Целью настоящего обзора является анализ состояния и перспектив развития рынка микроболометров как важнейшего элемента инфракрасных систем. Важнейшим преимуществом болометрических инфракрасных детекторов является возможность работы без охлаждения при температурах около 300 К.

В обзоре рассмотрены инфракрасные болометрические детекторы различных типов: металлические болометры; термисторы; полупроводниковые болометры; композитные болометры; кремниевые неохлаждаемые микроболометры, созданные с помощью микроэлектронной технологии; сверхпроводящие болометры; высокотемпературные сверхпроводящие болометры. Рассмотрены работы, используемые для создания инфракрасных детекторов различных материалов: оксида ванадия, поликристаллического кремния и поликристаллического SiGe, нелегированных аморфных полупроводников, таких как α -Si, α -Ge и их соединений α -SiC:H, α -YSBO.

Ключевые слова: микроболометры, ИК-камеры, металлические болометры; термисторы; полупроводниковые болометры; композитные болометры; кремниевые неохлаждаемые микроболометры, созданные с помощью микроэлектронной технологии; сверхпроводящие болометры; высокотемпературные сверхпроводящие болометры

Введение

За последние 50 лет рынок инфракрасной техники рос, прежде всего, из-за военных приложений, и лишь во второй, значительно меньшей степени, коммерческих приложений. Сегодня высокий спрос на безопасность и камеры наблюдения с расширенными возможностями в военном и охранном секторах по-прежнему обеспечивает рост рынка тепловизионных камер. Но в настоящее время парадигма развития изменилась — рост обеспечивает гражданская термография, охранное и пожарное наблюдение, персональные системы ночного видения (PVS) и локальные рынки безопасности. Рост степени интеграции тепловых камер в смартфоны вместе с уменьшающимися ценами на тепловые камеры, как ожидают аналитики, стимулирует взрывной отраслевой рост. Растущий спрос на инфракрасные системы, вызванный как военными, так и гражданскими применениями, в свою очередь, вызовет рост мирового рынка тепловых фотоприемных устройств в ближайшие годы.

Общие характеристики ИК диапазона

Инфракрасный (ИК) диапазон спектра является достаточно интересным и информативным, так как именно здесь сосредоточена основная доля собственного электромагнитного излучения

большинства окружающих человека объектов естественного и искусственного происхождения. ИК диапазон охватывает длины волн от 0,76 до 1000 мкм (что соответствует частотам от 300 до 0,3 ТГц). Эта широкая область спектра условно делится на пять промежуточных диапазонов: ближний (0,76...1,1 мкм), коротковолновый (1,1...2,5 мкм), средневолновый (3,0...5,5 мкм), длинноволновый (8...14 мкм) и дальний (15...1000 мкм). Иногда два первых диапазона для удобства объединяют в один (0,76...2,5 мкм). ИК диапазоны 3,0...5,5 и 8...14 мкм являются рабочими зонами тепловизионного метода неразрушающего контроля. Особый интерес вызывает более информативный диапазон 8...14 мкм, полностью совпадающий с наиболее широким окном прозрачности атмосферы и соответствующий максимальной излучательной способности наблюдаемых объектов в температурном диапазоне от -50 до $+500$ °С (рис. 1) [1].

Тепловизионный метод контроля основан на том, что любые процессы в природе и человеческой деятельности сопровождаются поглощением и

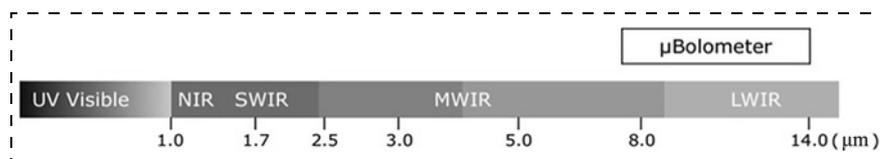


Рис. 1. ИК диапазоны излучения и область работы микроболометров

Fig. 1. IR ranges of irradiation and the spheres of application of the microbolometers

выделением теплоты, изменяя внутреннюю энергию тела, которая в состоянии термодинамического равновесия пропорциональна температуре вещества.

Прогнозы рынка ИК камер

2016—2017 гг. были успешными годами для рынка ИК систем. Продавалось каждый год по ~900 000 шт. неохлаждаемых ИК камер общей стоимостью \$2,7 млрд в год. Именно гражданские

коммерческие применения стимулировали этот рост, включая термографию, различные системы наблюдения и пожаротушения и PVS. Термография — безусловно, ведущий коммерческий рынок как по стоимости, так и по объему. Аналитики оценивают, что ежегодно к 2022 г. будет продаваться 500 000 шт. ИК камер в этом секторе. В то же время цены на камеры продолжают падать, появилось несколько новых продуктов с ценой ниже 1000 \$, общие продажи растут.

Аналитики ожидают рост рынка неохлаждаемых ИК камер к 2022 г. до уровня свыше 4 млрд \$ в финансовом исчислении и свыше 1,7 млн шт. в натуральном исчислении. При этом ожидается, что военные применения будут расти со скоростью 5,6 % в год, а гражданские — 8,8 % в год. Гражданские применения уже уверенно опережают военные и к 2022 г. станут доминирующими (рис. 2).

Тенденции развития конструкции микроболометров

Принцип работы тепловых фотоприемных устройств (ФПУ) основан на изменении электрических характеристик материала приемника за счет энергии поглощенного теплового излучения. Одним из активно разрабатываемых типов тепловых детекторов являются микроболометры (МБ). За последние два десятилетия достигнут значительный прогресс в создании неохлаждаемых тепловых детекторов инфракрасного диапазона, которые приблизились по пороговым характеристикам к фотонным детекторам при значительно меньшей стоимости [1—4]. Болومتر представляет собой резистор, изготовленный из материала с очень малой теплоемкостью и большим температурным коэффициентом сопротивления. Поэтому поглощенное им излучение сильно изменяет его сопротивление (рис. 3). Так как работа болметра основана на изменении сопротивления, то он подобен фоторезистору, но основной механизм детектирования другой. В болметре падающее излучение нагревает материал, что, в свою

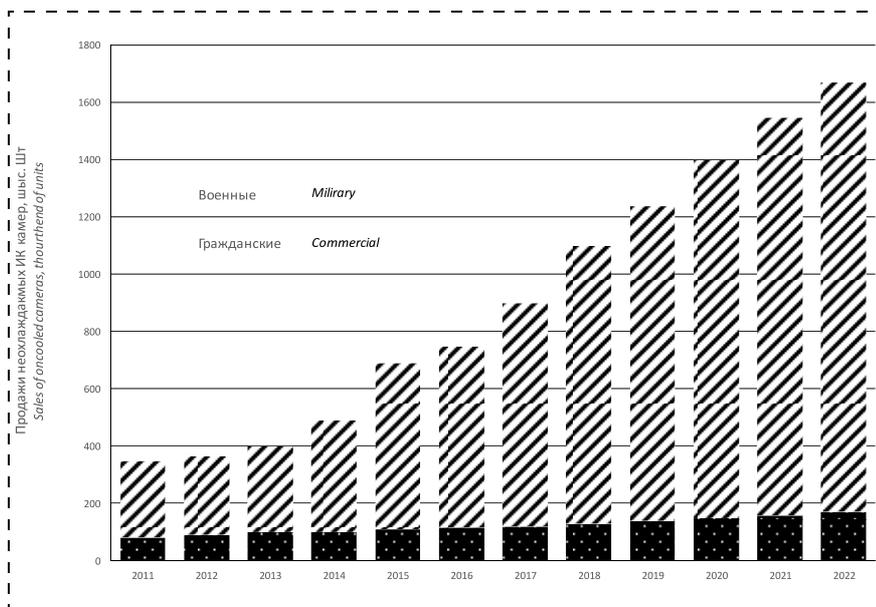


Рис. 2. История и прогноз развития рынка неохлаждаемых ИК камер (2011—2022 гг.) в шт., (источник — Yole Development)

Fig. 2. Global uncooled IR camera market (2011—2022) — history and prognosis (pieces) (Source — Yole Development)

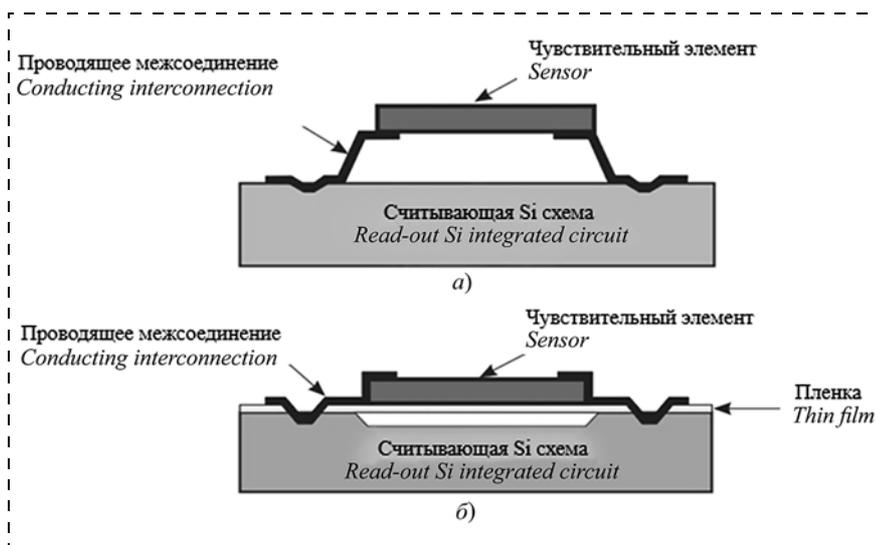


Рис. 3. Конструкции чувствительных элементов тепловых приемников: а — чувствительный элемент в форме микромостика; б — чувствительный элемент на тонкопленочной технологии

Fig. 3. Designs of the sensors of the thermal receivers: а — a sensitive element in the form of a microbridge; б — a sensitive element made by the thin-film technology

очередь, приводит к изменению сопротивления. Прямого взаимодействия фотонов с электронами материала в данном случае нет. На практике используют два типа детекторных структур: микромостик и конструкция на пленочной подложке (рис. 3) [1].

В первом болометре, разработанном в 1880 г. американским астрономом С. П. Лэнгли (S. P. Langley) для наблюдений за Солнцем, использовались поглощающий элемент из черненной платины и простой мост Уинстона в качестве измерительного блока. Хотя с тех пор появились и другие тепловые приемники, болометры остаются одними из самых распространенных тепловых приемников.

В начале 1990 г. значительные успехи в создании тепловизоров коммерческого применения привели к замене охлаждаемых систем с механическим сканированием недорогими камерами прямого обзора на основе неохлаждаемых матриц фокальной плоскости (МФП). В настоящее время тепловые приемники вызывают интерес при разработке двумерных матриц с электронным считыванием, имеющих узкую полосу частот и обеспечивающих тепловым приемникам накопление сигнала за время порядка времени кадровой развертки. Для обеспечения хорошей термоизоляции МБ остаточное давление не должно превышать 75 мТорр.

Использование для изготовления чувствительных элементов полупроводниковых материалов (например, VO_x), обеспечивающих большое сопротивление детектора, позволяет рассчитывать на уменьшение мощности смещения и хорошее электрическое согласование с входом усилителя. Болометры в принципе не требуют температурной стабилизации. Обычный усилитель с биполярным входом был изготовлен с применением биполярной КМОП-технологии. Чтобы достичь ограничения полосы частот на уровне ширины элементов изображения и избежать смещения, если после мультиплексирования осуществляется фильтрация, необходимо обеспечить большую емкость. Это представляется очень сомнительным при использовании КМОП-технологии. Основным шумом является шум Джонсона в чувствительном резисторе (обычно 10...20 кОм) с небольшим дополнительным вкладом $1/f$ шума и шума считывающего транзистора.

Анализ путей развития разработок болометрических детекторов

Болометры являются перспективным типом детекторов для создания неохлаждаемых и относительно недорогих матриц фокальной плоскости. Стоимость матриц фокальной плоскости на основе болометров при промышленном производстве

на два порядка меньше, чем стоимость матриц на основе HgCdTe , InSb , PtSi , при этом типичные значения NETD (температурная чувствительность, равная минимальной эквивалентной шуму разности температур — Noise Equivalent Temperature Difference) для болометрических матриц составляют 50...100 мК (для МФП на основе HgCdTe типичны значения порядка 10 мК). Важнейшим преимуществом болометрических ИК детекторов является возможность работы без охлаждения (при температурах около 300 К), в то время как большинство фотонных детекторов действуют при криогенных температурах (обычно не менее 77 К). Болометры (как и другие тепловые детекторы) являются не-селективными детекторами и могут действовать в спектральных диапазонах 3...5 и 8...12 мкм, в то время как фотонные детекторы действуют только в определенном спектральном диапазоне (например, детекторы на основе барьеров Шоттки PtSi имеют граничную длину волны 5,5 мкм). Благодаря перечисленным преимуществам инфракрасные болометрические детекторы активно разрабатывают в последние годы, они особо перспективны для применения в следующих областях: обнаружение пожаров; поиск полезных ископаемых; ночное видение; для военных целей; охрана границ и правопорядка; поисковые и спасательные службы. К настоящему времени разработаны инфракрасные болометрические детекторы различных типов: металлические болометры; термисторы; полупроводниковые болометры; композитные болометры; кремниевые неохлаждаемые микроболометры, созданные с помощью микроэлектронной технологии; сверхпроводящие болометры; высокотемпературные сверхпроводящие болометры. На основе высокотемпературного сверхпроводника YBaCuO была изготовлена линейная матрица МБ из 64 элементов, но такие детекторы перспективны для детектирования излучения при длине волны, большей, чем 20 мкм, при температуре детектора 77...100 К. Вследствие явных преимуществ монолитного совмещения на одном кристалле фоточувствительной матрицы и схемы обработки сигнала, а также возможности использования высокоразвитой кремниевой технологии особое внимание разработчиков привлекают болометрические детекторы, технология которых совместима с кремниевой микроэлектронной технологией. Перспективы развития монолитных кремниевых болометров выглядят привлекательно. Так, Honeywell Sensor and System Development Center начали работы по применению кремниевых микротехнологий для производства ИК сенсоров в начале 80-х годов прошлого века. Целью этих работ, продолженных в рамках программы, поддерживаемой DARPA и US Army Night Vision and Electronic Sensor Direc-

torate, было создание недорогих систем ночного видения, пригодных для военного применения и имеющих NETD $\approx 0,1$ °C при использовании $f/1$ оптической системы. Эти параметры были достигнуты как в кремниевых болометрических матрицах, так и в пироэлектрических матрицах фирмы Texas Instruments. Фирма Honeywell Corp. в США разработала очень удачную технологию изготовления неохлаждаемых приемников, включающую применение матриц кремниевых МБ (чувствительный элемент формировался из VO_x). Отмечается значительная активность в области создания МФП на основе МБ в Европе и Азии. Например, создана матрица 240×336 из 50-мкм МБ на пластине промышленного стандарта (диаметром 4 дюйма) и дополнена интегральной микросхемой считывания сигнала, сформированной в кремниевой подложке. Фирма Honeywell продала нескольким компаниям лицензию на эту технологию для разработки и производства неохлаждаемых МФП-систем для коммерческих и военных применений. В настоящее время компактные термоболометрические камеры 320×240 элементов производят фирмы Amber Engineering, Nippon Avionics и др.

Революция в производстве тепловых детекторов началась с открытия и создания интегральных схем, совместимых с технологией микрообработки (*micromachining*). Микрообработка делает возможным уменьшение теплопроводности материала, служащего в качестве опоры прибора, что обеспечивает высокую тепловую изоляцию микроструктур. Пионерские исследования в этой области сделаны в компании Honeywell, в которой использовали оксид ванадия в качестве чувствительного материала [5–7]. Laboratory InfraRouge (LIR), Laboratory d'Electronique et des Technologies de l'Information (LETI) [8], а также компания Raytheon использовали при создании инфракрасных детекторов легированный аморфный Si:H [9]. В компании NEC для этой цели также использовали металлы. Много работ посвящено использованию для создания инфракрасных детекторов поликристаллических материалов: поликристаллического кремния и поликристаллического SiGe [10, 11]. Значительные усилия направлены на разработку болометров на основе нелегированных аморфных полупроводников, таких как α -Si, α -Ge [12, 13] и их соединений α -SiC:H, α -YSiO. Эти материалы привлекательны вследствие их высокого температурного коэффициента сопротивления (ТКС), который является важнейшей характеристикой болометров. Для разработки законченного технологического цикла изготовления болометрических матриц необходимо эффективное использование особенностей чувствительного материала для инфракрасных формирователей изображения. В настоящее время вни-

мание разработчиков сконцентрировано в области технологических проблем совместимости процесса изготовления болометрических матриц с КМОП-технологией, а также в области оптимизации сопротивления материала, ТКС, тепловой проводимости и других характеристик прибора. В ряде работ рассмотрены возможности использования при создании болометров аморфного соединения $Ge_xSi_{1-x}O_y$ [14, 15], а также потенциальных ям на основе n -Si в подложке из p -Si [16].

В настоящее время наиболее широко используют для создания тепловых формирователей изображения оксид ванадия и легированный α -Si:H (рис. 4), хотя создание приборов на основе данных материалов сопряжено с некоторыми проблемами [17–26]. Оксид ванадия VO_x имеет высокие значения температурного коэффициента сопротивления (ТКС = 2...3 %), на основе этого материала созданы матрицы форматом от 240×336 до 2040×1024 с размерами пикселя до 17 мкм [1]. Однако оксид ванадия — нестандартный материал для КМОП-технологии, изготовление оксида ванадия в виде тонких пленок является сложным для управления процессом ввиду узкого диапазона технологических параметров, обеспечивающих стабильность и оптимальность характеристик оксида. Кроме того, наличие гистерезиса приводит к проблемам при построении тепловых изображений горячих объектов, а теплопроводность таких пленок на порядок больше, чем значения этого параметра для полупроводников (обычно 0,05 Вт/(см · К)). Металлы (Pt, Ni) совместимы с КМОП-технологией, но имеют низкие значения ТКС, а болометры на основе сверхпроводящих пленок требуют значительного охлаждения, что значительно повышает стоимость приборов. Болометры на основе α -Si:H имеют высокое сопротивление, но этот материал нестабилен при тепловых обработках и действии ультрафиолетового облучения. Данный материал имеет две фазы: стабильную и метастабильную, которые разделены потенциальными барьерами, что препятствует формированию равновесного состояния. Болометры на основе карбида кремния SiC имеют высокие значения ТКС (4...6 %), но для стабилизации свойств материала требуется отжиг при температурах около 1000 °C, что несовместимо с КМОП-технологией [17–26].

По выводам аналитического агентства Yole тенденция роста применения микроболометров продолжится еще долгое время (рис. 4–6).

Развитие ИК техники в СССР и России

В СССР развитию ИК техники придавалось большое значение. В силу понятных причин первоочередное внимание уделялось военным и кос-

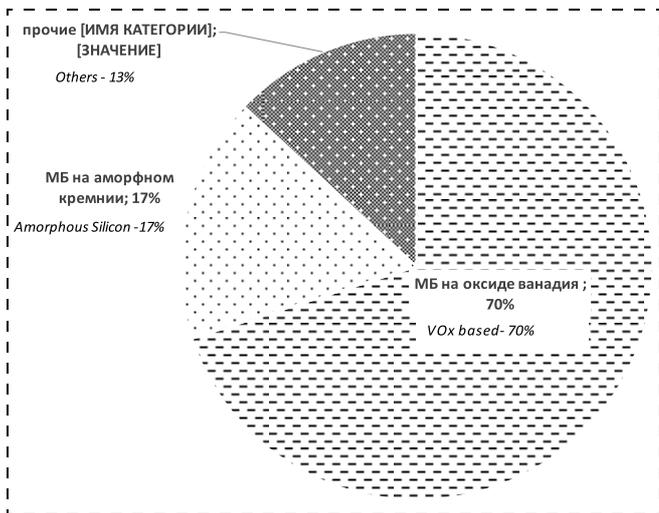


Рис. 4. Распределение неохлаждаемых микроболметров по технологиям

Fig. 4. Market shares of the uncooled microbolometers

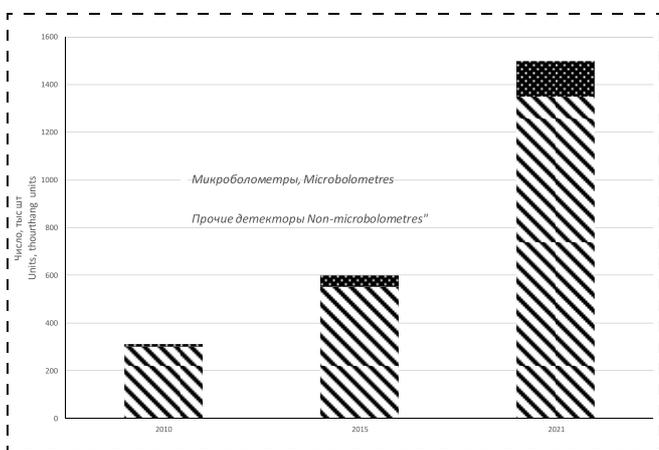


Рис. 5. История и прогноз развития производства фотоприемных устройств (источник — Yole Development)

Fig. 5. Microbolometres and other approaches — the history and prognosis (source — Yole Development)

мическим применениям. Поэтому разработчики прежде всего занимались созданием фотонных охлаждаемых детекторов на InSb, CdHgTe, Si, Ge, которые позволяют получить высокую обнаружительную способность. Достигнутые в этой области успехи позволяли поддерживать военный паритет с передовыми государствами с момента появления ИК техники в 30-х годах прошлого века и до окончания существования СССР.

Первые попытки создания МБ матриц были начаты в 1994—1995 гг. в НПО "Орион" (Москва). В начале 2000-х годов предприятие приступило к разработкам приборов формата 320 × 240 из оксида ванадия на подложке из нитрида кремния. Однако развивающийся рынок гражданских и охранных применений требовал большого числа МБ. До недавних пор обеспечение отечественной техники

тепловизионными системами выполнялось в формате закупки либо совместного производства с иностранными соисполнителями. Необходимость разработки и серийного производства отечественных неохлаждаемых МБ стала особенно актуальной после запрета их поставок из-за рубежа. Решить эту задачу взялось предприятие АО "ОКБ Астрон". Опытные партии первых ФПУ в ОКБ "Астрон" были выполнены в металлических корпусах. Их чувствительность была ниже зарубежных аналогов, а технологический процесс производства не позволял поставить их на серийное производство. В 2016 г. было освоено производство МБ детекторов в корпусах из вакуумплотной отечественной керамики ВК-94. За счет новой топологии мультиплексоров удалось существенно увеличить чувствительность ФПУ (до 40 мК) и начать серийное производство МБ, работающих в традиционном диапазоне 8...14 мкм. С 2016 г. все тепловизионные приборы для систем безопасности изготавливаются на предприятии на основе микроболметрических детекторов собственного производства Астрон-38425-1 и Астрон-64025-1 с размером чувствительных элементов матрицы 25 мкм. В 2017 г. начат выпуск чувствительного элемента с размером

На данный момент специалистам АО "ОКБ Астрон" удалось разработать конструкцию пикселя микроболметрического детектора, имеющего равные коэффициенты поглощения в двух спектральных диапазонах — 3...5 мкм и 8...14 мкм, повысить быстродействие за счет снижения теплоемкости, увеличить поглощение пикселя за счет

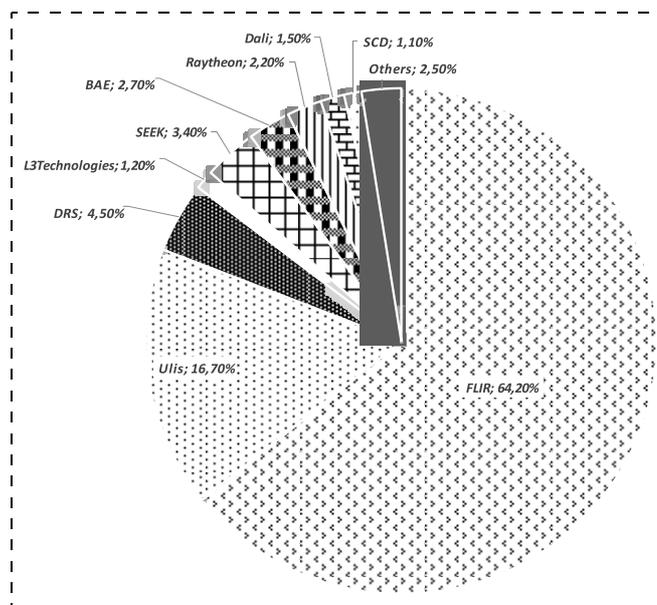


Рис. 6. Производители неохлаждаемых микроболметров (источник — Yole Development)

Fig. 6. Market shares of the manufacturers of microbolometers (Source — Yole Development)

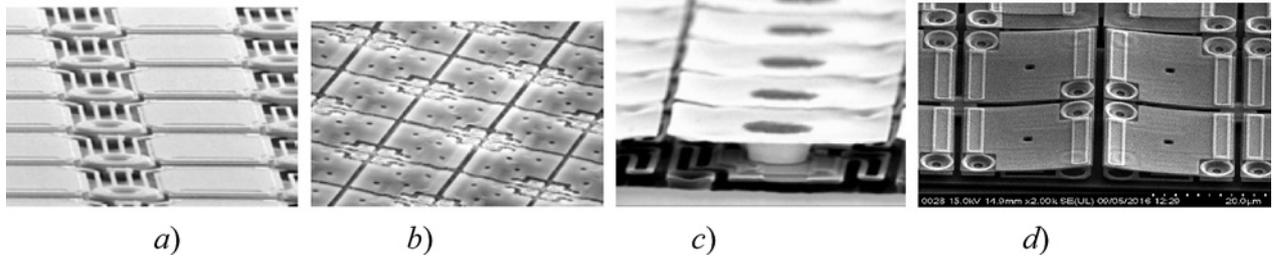


Рис. 7. Топология микроболметрических детекторов разных производителей: а — BAE на VO_x; б — Ulis на a-Si; в — DRS на VO_x; д — ОКБ Астрон на VO_x

Fig. 7. Topology of the microbolometric detectors from different producers: a — BAE on VO_x, b — Ulis on a-Si, c — DRS on VO_x, d — Astrohn on VO_x

уменьшения толщины составляющих слоев, достичь высокой для неохлаждаемого детектора температурной чувствительности (менее 25 мК). Планируется, что АО "ОКБ "Астрон" в 2018 г. выпустит первый в России микроболومتر, способный работать в двух спектрах (3...5 мкм и 8...14 мкм), а затем и первый в России модуль для двух спектров ИК изображения 3...5 мкм и 8...14 мкм [28, 29].

Работы по созданию микроболметрических матриц на основе оксидов ванадия ведутся также в ИФП СО РАН, г. Новосибирск [30]. Следует отметить, что тепловая постоянная времени для всех МБ достаточно велика и составляет около 10 мс.

Сравнение параметров неохлаждаемых МБ различных производителей приведено в таблице и на рис. 7.

Более детально технические характеристики детектора Астрон-64017-1 приведены ниже.

Технология	Оксид ванадия VO _x
Спектральный диапазон	8...14 мкм

Размер мультиплексора	384×288
Размер пикселя	17 мкм
Частота кадров	50/60 Гц
NETD при F = 1,0, 300 К, 50 Гц	< 60 мК
Изменение напряжения сетки на пиксель SiTF	5...20 мВ/К (устанавливается)
Термоэлектронная стабилизация (ТЕС)	Возможно без ТЕС
Объем нерабочих пикселей	< 0,1 %
Средняя постоянная времени отклика пикселя	10 мс, 7 мс
Время накопления	Настраивается
Амплитуда выходного сигнала	1,0...3,5 В
Питание аналоговой части	3,6 В
Питание цифровой части	1,8 В
Потребляемая мощность без учета ТЕС	< 150 мВт
Корпус	Металлический
Рабочая температура	-40 + 60 °С
Масса	< 25 г

Сравнение параметров неохлаждаемых МБ различных производителей

Comparison of the parameters of uncooled MB from various manufacturers

Параметры Parameters	Ulis (Sofradir) (Франция) (France)			Raytheon (США) (USA)	Opgal (Израиль) (Israel)	VDS Voss- kühler GmbH (Германия) (Germany)	Semicon- ductor Devices (SCD) (Израиль) (Israel)	i3System (Южная Корея) (South Korea)	North Guangwei Techno- logy — GWIC (Китай) (China)	DRS Techno- logies (США) (USA)	Flir Systems (США) (USA)	ОКБ Астрон (Россия) Astrohn Co. (Russia)
	Nano 384P	Nano 384E	Pico 1024E	AAQ-27	Golan	NIR-600	Bird XGA	MD-i35	GWIR 0302X1A	U8000	Tau 640	Астрон- 64017-1
Материал Material	a-Si	a-Si	a-Si	VO _x	a-Si	VO _x	VO _x	VO _x	VO _x	VO _x	VO _x	TiO ₂ /VO _x
Формат матрицы Matrix format	384×288	384×288	1024×768	2048×1024	640×480	320×240	1024×768	384×288	640×512	1024×768	640×512	640×460
Диапазон спектр. чувствит., мкм Range of spectral sensitivity, μm	8...14	8...14	8...14	7...13	8...14	8...14	8...14	8...14	8...14	8...14	7.5...13	7...14
Шаг ФЧЭ, мкм Step of PSE, μm	25	25	17	17	17	35	25	25	20	17	17	17
NETD, мК NETD, mK	60	40	60	≤50	≤70	≤80	44	50	≤80	40	≤50	40

Заклучение

Болометры являются перспективным типом детекторов для создания неохлаждаемых и относительно недорогих матриц фокальной плоскости. Стоимость МФП на основе болометров при промышленном производстве на два порядка меньше, чем стоимость матриц на основе HgCdTe, InSb, PtSi, при этом типичные значения NETD для болометрических матриц составляют 50...100 мК (для МФП на основе HgCdTe типичны значения порядка 10 мК). В настоящее время существуют промышленные технологии изготовления неохлаждаемых приемников, включающие применение матриц кремниевых микроболометров (чувствительный элемент формировался из VO_x). Например, созданы матрицы МБ от 240 × 336 до 2040 × 1024 с размерами пикселя до 17 мкм на пластине промышленного стандарта (диаметром 4 дюйма) и с интегральной микросхемой считывания сигнала, сформированной в кремниевой подложке. МБ на основе поликристаллического SiGe обладают такими преимуществами, как неохлаждаемый режим работы, низкая стоимость, хорошее совмещение тепловой постоянной времени с кадровой частотой тепловизионных систем реального времени (30 Гц). На основе МБ из поликристаллического SiGe бельгийской компанией XenICs (при научной поддержке ИМЕС) разработаны линейные и малые двумерные (до 14 × 14) матрицы МБ. Обнаружительная способность детекторов данного типа достигает 2,26 · 10⁹ см · Гц^{0,5}/Вт, а пороговая разность температур может быть менее 50 мК.

Список литературы

1. **Rogalski A.** Infrared Detectors. 2-nd ed., London New York: CRC-Press Taylor Francis Group, 2011. 876 p.
2. **Bolometers** / Ed. A. G. Unil Perera. In Tech, Rijeka Croatia, 2012. 196 p.
3. **Putley E. H.** Thermal detectors, in Optical and Infrared Detectors / ed. R. J. Keyes. Berlin: Springer, 1977. P. 71—100.
4. **Richards P. L.** Bolometers for infrared and millimeter waves // J. Appl. Phys. 1994. Vol. 76. P. 1—24.
5. **Wood R. A.** Uncooled thermal imaging with monolithic silicon focal planes // Proc. SPIE. 1993. Vol. 2020. P. 322—329.
6. **Wood R. A., Han C. J., Kruse P. W.** Integrated uncooled IR detector imaging arrays // Proc. IEEE Solid State Sensor and Actuator Workshop — Hilton Head Island: S. C., June 1992. P. 132—135.
7. **Unewisse M. H., Craig B. I., Watson R. J., Reinhold O., Liddiard K. C.** The growth and properties of semiconductor bolometers for infrared detection // Proc. SPIE. 1995. Vol. 2554. P. 130—142.
8. **Tissot J. L., Rothan F., Vedel C., Vilain M., Yon J. J.** LETI/LIR's uncooled microbolometer development // Proc. SPIE. 1998. Vol. 3436. P. 605—610.
9. **Schimert T., Ratcliff D., Brady J., Ropson S.** et al. IR bolometers based on amorphous Si:H // Proc. SPIE. 1999. Vol. 3713. P. 267—278.

10. **Sedky S., Fiorini P., Caymax M., Verbist A., Baert C.** IR bolometers made of polycrystalline silicon germanium // Sensor and Actuators. 1998. N. A66. P. 193—199.
11. **Liang D., Yue R.-F., Liu L.-T.** Characterization of uncooled poly SiGe microbolometer for infrared detection // Chin. Phys. Lett. 2003. Vol. 20, N. 5. P. 770—773.
12. **Torres A., Kosarev A., Garsia Cruz M., Ambrosio O.** Uncooled micro-bolometer based on amorphous germanium film // Journal of Non-Crystalline Solids. 2003. Vol. 329. P. 179—183.
13. **Enukova T. A., Ivanova N. L., Kulikov Yu. V., Malyarov V. G., Khrebtov I. A.** Amorphous silicon and germanium films for uncooled microbolometers // Technical Physics Letters. 1997. Vol. 23 (7). P. 504—506.
14. **Iborra E., Clement M., Herero L.-L., Sangrador J.** IR uncooled bolometers based on amorphous Ge_xSi_{1-x}O_y on silicon micromachined structures // Journal of microelectromechanical systems. 2002. Vol. 11, N. 4. P. 322—329.
15. **Ahmed A. H. Z., Tait R. N.** Characterization of amorphous Ge_xSi_{1-x}O_y for micromachined uncooled bolometers application // Journal of Applied Physics. 2003. Vol. 94, N. 8. P. 5326—5332.
16. **Tezcan D. S., Kocer F., Akin T.** An uncooled microbolometer infrared detector in any standard CMOS technology // The 10th Int. Conf. On Solid-State Sensor & Actuators (TRANSDUCER-99), June 7—10, 1999. Japan: Sebday, 1999. P. 610—613.
17. **Liddiard K. C.** Thin film monolithic arrays for uncooled thermal imaging // Proc. SPIE. 1993. Vol. 1969. P. 206—216.
18. **Jerominek H., Picard F., Vincent D.** Vanadium oxide films for optical switching and detection. // Opt. Eng. 1993. Vol. 32. P. 2092—2099.
19. **Wood R. A.** High-performance infrared thermal imaging with monolithic silicon focal planes operating at room temperature // Proc. of the National IRIS, 1987.
20. **Smith E. M., Ginn J. C., Warren A. P., Long C. J.** et al. Linear Bolometer array using a high TCR VO_x-Au film. // Proc. SPIE. 2014. 9070, 90701Z.
21. **Li C., Han C. J., Skidmore G.** Overview of DRS uncooled VO_x infrared detector development // Optical Engineering. 2011. Vol. 50. N. 6. P. 0610117.
22. **Fraenkel A., Mizrahi U., Bikov L.** et al. The Architecture and Performance of SCD's 17 μm Pitch VO_x μ-Bolometer Detector // Proc. of SPIE. 2016, Vol. 7298. P. 72980R.
23. **Hunter S. R., Amantea R. A., Goodman L. A.** et al. High Sensitivity Uncooled Microcantilever Infrared Imaging Arrays // Proc. SPIE 5074.2003. P. 469—480.
24. **Niklaus F., Vieider C., Jakobsen H.** MEMS-Based Uncooled Infrared Bolometer Arrays-A Review. // Proc. SPIE. 6836. 2007. P. 68360D.
25. **Tissot J.-L., Tunnes S., Durand A.** et al. High-performance uncooled amorphous silicon video graphics array and extended graphics array infrared focal plane arrays with 17 micron pixel pitch. // Optical Eng. 2011. Vol. 50, N. 6. P. 061006-1.
26. **Mizrahi U., Argaman N., Elkind S.**, et al. Large format 17 μm high-end VO_x μ-Bolometer infrared detector // Proc. of SPIE. 2015. Vol. 8704. P. 87041.
27. **Войцеховский А. В., Кульчицкий Н. А., Мельников А. А., Несмелов С. Н.** Неохлаждаемые микроболометры на основе поликристаллического SiGe для инфракрасного диапазона // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 2. С. 41—47.
28. **Старцев В. В.** ОКБ "Астрон" представляет первые отечественные тепловизионные матричные детекторы. // Национальная оборона. 2017. № 8. С. 60.
29. **Кульчицкий Н. А., Наумов А. В., Старцев В. В.** Современное состояние и тенденции рынка неохлаждаемых микроболометров // Технологии защиты. 2018. № 2. С. 55—57.
30. **Демьяненко М. А., Есаев Д. Г., Овсяк В. Н.** и др. Матричные микроболометрические приемники для инфракрасного и тергерцового диапазонов // Оптический журнал. 2009. Т. 76, № 12. С. 5—11.

N. A. Kulchitsky, Chief Specialist, E-mail: n.kulchitsky@gmail.com,
Joint-Stock Company "Scientific and Production Association "Orion", Moscow, 111538, Russian Federation
A. V. Naumov, Analyst Researcher, **V. V. Startsev**, Chief Designer,
Joint-Stock Company "Experimental Design Bureau ASTROHN", Lytkarino, Moscow region, 140083,
Russian Federation

Corresponding author:

Kulchitsky Nikolay A., Chief Specialist, Joint-Stock Company "Scientific and Production Association "Orion", Moscow, 111538, Russian Federation, e-mail: n.kulchitsky@gmail.com

Uncooled Infrared Microbolometers — Current State and Development Trends

Received on May 18, 2018

Accepted on June 7, 2018

Bolometer is a promising type of detectors for development of uncooled and inexpensive Focal Plane Array (FPA). A major advantage of the microbolometers is their ability to operate without cooling at temperatures of about 300 K. The review presents IR detectors of various types: metal bolometers; thermistors; semiconductor bolometers; composite bolometers; silicon uncooled microbolometers created by means of microelectronic technology; superconducting bolometers; and high-temperature superconducting bolometers. The works are considered for development of infrared detectors of various materials: vanadium oxide, polycrystalline silicon and polycrystalline SiGe, undoped amorphous semiconductors such as, α -Si, α -Ge and their compounds α -SiC:H, α -YCBO. Back in 2016 Astrohn Experimental Design Bureau started production of the detectors on the basis of the vanadium oxides working within the range of 8–14 μm . Works for development of the microbolometer detectors based on vanadium oxides are conducted also in Rzhzanov Institute of Semiconductor Physics of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk. The works for organizing of production in Cyclone Scientific Research Institute (Moscow) are continued. Bolometers are a promising type of detectors for development of uncooled and inexpensive matrixes of the focal plane. IR microbolometer detectors have been actively developed in recent years and are especially perspective for application in the following areas: detection of fires, search for minerals, night vision for the military purposes, protection of borders, maintaining of law and order, and also for the search and rescue operations.

Keywords: microbolometers, IR-cameras, metal bolometers; thermistors; semiconductor bolometers; composite bolometers; the silicon uncooled microbolometers created by means of microelectronic technology; superconducting bolometers; high-temperature superconducting bolometers

For citation:

Kulchitsky N. A., Naumov A. V., Startsev V. V. Uncooled Infrared Microbolometers — Current State and Development Trends, *Nano- I Microsistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 613–624.

DOI:10.17587/nmst.20.613-624

Introduction

In recent 50 years the market of IR technologies has grown considerably, first of all, due to the military applications, and only secondly to the commercial applications. Today, a high demand for the security systems and observation cameras with extended opportunities in the military and security sectors continues to ensure the growth of the market of the thermal cameras. But the development paradigm has changed — the growth is ensured by the civilian thermography, security and fire control systems, personal night vision systems (PVS) and the local security markets. As analysts expect, the growing integration of the thermal cameras into the smartphones, alongside with the diminishing prices for the thermal cameras will encourage an explosive growth of the sector. The growing demand for IR systems, caused by the military and civilian applications, will, in

turn, encourage growth of the world market of the thermal photodetectors.

General characteristics of the IR range

The IR spectrum range is rather interesting and informative, because it is a concentration of the major share of the own electromagnetic radiation of most objects of the natural and artificial origin surrounding the people. The IR range covers the wavelengths from 0.76 up to 1000 μm (which corresponds to the frequencies from 300 up to 0.3 THz). This rather wide spectrum area can be conditionally divided into five intermediate bands: near band (0.76...1.1 μm), short-wave band (1.1...2.5 μm), medium-wave band (3.0...5.5 μm), long-wave band (8...14 μm) and far band (15...1000 μm). Sometimes, for convenience reasons the two first bands are integrated into one (0.76...2.5 μm). The IR ranges of 3.0...5.5 and 8...14 μm are the working zones of the

thermal-vision method of a nondestructive control. Of special interest is a more informative range of 8...14 μm , coinciding completely with the widest window of transparency of the atmosphere and corresponding to the radiating capacity of the observable objects in the range from -50 up to $+500$ $^{\circ}\text{C}$ (fig. 1) [1].

The thermal-vision method of control is based on the fact that all the processes in nature and human activity are accompanied by absorption and emission of warmth, changing the internal energy of a body, which in the state of the thermodynamic balance is proportional to the temperature of the substance.

Forecasts of the market of the IR cameras

2016—2017 were successful for the market of the IR systems. Each year 900 000 pieces of uncooled IR cameras were sold with a total cost of \$2.7 billion. Exactly the civilian commercial applications encouraged this growth including thermography, various observation systems, firefighting systems and PVS. Thermography is, undoubtedly, the leading commercial market, both by costs and volumes. According to analysts' estimates, by 2022, 500 000 pieces of IR cameras will be sold annually in this sector. At the same time, the prices for the cameras continue to fall, several new products appeared with the prices below 1000\$, and the total sales continue to grow.

By 2022 the analysts expect growth of the market of the uncooled IR cameras up to the level over \$4 billion in financial terms and over 1.7 million pieces in natural terms. At that, it is expected, that military applications will grow at a rate of 5.6 % per year, while the commercial ones —at a rate of 8.8 % per year. Already now the commercial applications exceed the military ones and by 2022 will become dominating (fig. 2).

Trends in development of the microbolometer designs

The principle of operation of the thermal photodetector (TPD) is based on variation of the electric characteristics of the photodetector material due to the energy of the absorbed thermal radiation. One of the kinds of the developed thermal detectors is a microbolometer (MB). In recent two decades considerable progress has been achieved in development of the uncooled thermal detectors of IR range, which by their threshold characteristics approached the photon detector but at lower costs [1—4]. A bolometer is a resistor made of a material with very small heat capacity and high temperature coefficient of resistance. Therefore, the radiation absorbed by it changes radically its resistance (fig. 3). Since operation of a bolometer is based on variation of its resistance, it is similar to a photoresistor, but the basic mechanism of the detection is different. In a bolometer the falling radiation heats up a material, which

leads to a resistance change. In this case there is no direct interaction of the photons with the electrons of the material. In practice two types of the detector structures are used: in the form of a microbridge and made by the thin-film technology (fig. 3) [1].

The design of the first bolometer developed in 1880 by Langley, American astronomer, for sun observation, employed an absorbing element from black platinum and a simple bridge of Winston as the measuring unit. Although since that time, other kinds of thermal receivers also appeared, the bolometers are still some of the most wide-spread thermal receivers.

Early in 1990s a considerable success in development of the infrared imagers for commercial applications resulted in replacement of the cooled mechanical scanning systems with inexpensive cameras of a direct observation on the basis of uncooled focal plane matrices (FPM). Thermal receivers are of interest for development of the two-dimensional matrices with an electronic read-out, which have a narrow strip of frequencies and ensure for the thermal receivers accumulation of a signal during the time of a frame scanning. For a good thermal insulation of MB the residual pressure should not exceed 75 mTorr.

Use of the semi-conductor materials ensuring bigger resistance of the detector, for manufacturing of the sensitive elements (for example, VO_x), allows us to expect a reduction of the displacement power and a good electric coordination with the amplifier input. Basically, the bolometers do not demand temperature stabilization. A regular amplifier with a bipolar input was manufactured with application of the bipolar CMOS technology. In order to reach the restrictions of the strip of frequencies at the level of the width of the image elements and to avoid a displacement, if after multiplexing a filtration is carried out, it is necessary to ensure bigger capacity. But this seems very doubtful, if CMOS technologies are used. The basic noise is Johnson's noise in the sensitive resistor (usually of 10...20 k Ω) with a small additional contribution of $1/f$ noise and the noise of the reading transistor.

Analysis of the ways for development of the bolometric detectors

Bolometers are a promising type of the detectors for development of uncooled and relatively inexpensive matrices of a focal plane. The cost of the commercially produced matrices of the focal plane based on bolometers is by two orders less than the cost of the matrixes on the basis of HgCdTe, InSb, PtSi, at that, the typical values of NETD (temperature sensitivity, equal to the minimal equivalent to the noise temperature difference — Noise Equivalent Temperature Difference) for the bolometric matrixes is 50...100 mK (for FPA on the basis of HgCdTe more typical are the values of about

10 mK). A major advantage of the bolometric IR detectors is that they can work without cooling (nearby 300 K), while most photon detectors operate at the cryogenic temperatures (not less than 77 K). The bolometers (just like the other thermal detectors) are not selective detectors and can operate in the spectral ranges of 3...5 and 8...12 μm , while the photon detectors operate only in a certain spectral range (for example, detectors on the basis of PtSi Schottky barrier have the boundary wavelength of 5.5 μm). Thanks to the above advantages the infra-red bolometric detectors have been actively developed in recent years and they are especially promising for application in the following areas: detection of fires, exploration activity, night vision; military purposes; protection of borders, of the law and order; and search and rescue services. By the present time IR bolometric detectors of various types have been developed: metal; thermistors; semi-conductor; composite; silicon uncooled microbolometers created by means of microelectronic technology (MEMS); superconducting; and high-temperature superconducting ones. On the basis of YBaCuO high-temperature superconductor an MB linear matrix of 64 elements was made, but such detectors are promising for the radiation detection at the wavelength over 20 μm , and the detector temperature of 77...100 K. Owing to obvious advantages of a monolithic combination on one crystal of a photosensitive matrix and a circuit for signal processing, and also possibility of use of an advanced silicon technology, the developers devote their special attention to the bolometric detectors, the technology of which is compatible with the silicon microelectronic technology. The prospects for development of the monolithic silicon bolometers look promising. Thus, in early 1980s, Honeywell Sensor and System Development Center began works for application of the silicon microtechnologies for production of IR sensors. The aim of the works, continued within the framework of the program supported by DARPA and US Army Night Vision and Electronic Sensor Directorate, was development of inexpensive night-vision systems suitable for military purposes and having NETD ≈ 0.1 $^{\circ}\text{C}$, when $f/1$ optical system is used.

These parameters were reached both in the silicon bolometric matrices and in the pyroelectric matrices from Texas Instruments Co. In the USA Honeywell Corp. developed a very successful technology for manufacturing of the uncooled receivers including application of matrices of silicon MB (the sensitive element was formed from VO_x). Considerable activity concerning development of FPA on the basis of MB is observed in Europe and Asia. For example, 240×336 matrix was created from a 50- μm MB on a plate of a commercial standard (4-inch diameter) and it was complemented by an integrated circuit for a signal reading in a silicon substrate. Honeywell Co. sold a license for the technol-

ogy for development and production of uncooled FPM systems for commercial and military applications to several companies. Compact thermobolometric cameras of 320×240 elements are produced by Amber Engineering, Nippon Avionics and other companies.

A revolution in manufacture of the thermal detectors began with discovery and creation of the integrated circuits compatible with the technology of micromachining. The micromachining makes it possible to reduce the heat conductivity of the material, serving as a support for the device, and this ensures a high thermal insulation of the microstructures. Pioneer research works in this area were undertaken by Honeywell, which used vanadium oxide as the sensitive material [5—7]. InfraRouge Laboratory (LIR), Laboratory d'Electronique et des Technologies de l'Information (LETI) [8], and also Raytheon Company used alloyed amorphous Si:H [9] for creation of the infra-red detectors. NEC Company also used metals for this purpose. Many works were devoted to the use of the polycrystalline materials for creation of the infrared detectors: polycrystalline silicon and polycrystalline SiGe [10,11]. Considerable efforts are aimed at development of the bolometers on the basis of the unalloyed amorphous semiconductors, such as α -Si, α -Ge [12, 13] and their compounds α -SiC:H, α -YCBO. These materials are attractive because of their high temperature coefficient of resistance (TCR), which is a major characteristic of the bolometers. For development of a complete technological cycle for manufacturing of the bolometric matrices, an effective utilization of the features of a sensitive material for the infra-red imagers is necessary. Attention of the developers is concentrated in the field of the technological problems of compatibility of the process of manufacturing of the bolometric matrices with CMOS technology, and also in the field of optimization of the resistance of the material, TCR, thermal conductivity and other characteristics of a device. A number of works consider opportunities for creation of bolometers of amorphous compound of $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}\text{O}_y$ [14, 15], and also potential wells on the basis of n -Si in a substrate from p -Si [16].

Vanadium oxide and doped α -Si:H are most widely used for creation of the thermal imagers, although development of the devices on the basis of the given materials is connected with certain problems [17—26]. Vanadium oxide VO_x has high values of the temperature coefficient of resistance (TCR = 2...3 %), on the basis of this material matrices were created with formats from 240×336 up to 2040×1024 and the pixel sizes of 17 μm [1]. However, vanadium oxide is a non-standard material for CMOS technology, because manufacturing of thin films of the vanadium oxide is a difficult for control process in view of the narrow range of the technological parameters, which ensure the stability and an optimality of the characteristics of the oxide. Besides, presence

of the hysteresis leads to problems during construction of the thermal images of hot objects, and the heat conductivity of such films is about an order higher, than the values of this parameter for the semiconductors (usually 0.05 W/(cmK)). Metals (Pt, Ni) are compatible with CMOS technology, but have low values of TCR, and the bolometers on the basis of the superconducting films demand considerable cooling, which raises the cost of the devices considerably. The bolometers on the basis of α -Si:H have high resistance, but this material is unstable during the thermal processings and under action of the ultra-violet irradiation. The given material has two phases: a stable one and a metastable one, divided by the potential barriers, which prevents formation of an equilibrium state. The bolometers on the basis of the silicon carbide SiC have high values of TCR (4...6 %), but stabilization of the properties of the material requires annealing at temperatures of about 1000 °C, which is incompatible with the CMOS technology [17–26].

According to conclusions of Yole analytical agency, the trend for growth of application of microbolometers will continue for a long time (fig. 4–6).

Development of IR technologies in the USSR and Russia

USSR attached great importance to development of IR technologies. Owing to obvious reasons, the primary attention was given to the military and space applications. Therefore, the developers, first of all, were engaged in development of the photon cooled detectors on InSb, CdHgTe, Si, and Ge, which allowed them to receive high detecting ability. The success reached in this area allowed the USSR to maintain military parity with the advanced states from the moment of appearance of IR technologies in 1930s up to termination of the existence of the USSR.

The first attempts to create MB matrices were made in 1994–1995 in NPO Orion (Moscow). Early in 2000s the enterprise started development of the devices of 320×240 format from vanadium oxide on a substrate from the silicon nitride. However, the developing market of the commercial and security applications demanded a greater number of MB. Before the recent time, the supply of the domestic technologies with the thermal-image systems was carried out in a purchase format, or in co-production with the foreign partners. The necessity for development and batch production of the domestic uncooled MB became especially acute, when their deliveries from abroad were banned. OKB Astrohn undertook to solve this problem. The pilot batches of the first TPD from Astrohn were made in metal cases. Their sensitivity was below the one of the foreign analogues, while the technological production

process did not allow them to start their batch production. In 2016 the enterprise mastered production of MB detectors in cases from VK-94 vacuum-tight domestic ceramics. Due to the new topology of the multiplexers it became possible to increase the sensitivity of TPD (up to 40 mK) and to start a batch production of MB working in the traditional range of 8–14 μ m. Since 2016 the enterprise produced all the thermal-vision devices for the security systems on the basis of Astrohn-38425-1 and Astrohn-64025-1 microbolometric detectors of its own design with the size of the matrix sensitive elements of 25 μ m. In 2017 it began production of a highly sensitive element with the size of 17 μ m.

Specialists from Astrohn managed to design a pixel for the microbolometric detector with the equal adsorption coefficients in two spectral bands — 3...5 μ m and 8...14 μ m, to increase the speed due to reduction of the thermal capacity, to increase the pixel adsorption due to thinner comprising layers, and to achieve a high, for an uncooled detector, temperature sensitivity of <25 mK. In 2018 Astrohn is expected to produce the first in Russia microbolometer capable to operate in two spectra (3...5 μ m and 8...14 μ m), and then the first in Russia modulus for two spectra of IR image of 3...5 μ m and 8...14 μ m [28, 29].

R&D works on microbolometric matrices based on vanadium oxides are conducted also in IFP of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, in Novosibirsk [30]. It is necessary to point out, that the thermal constant of time for all MB is great enough and equals to about 10 ms.

Comparison of the parameters of the uncooled MB from various manufacturers is presented in the table and fig. 7.

More details concerning the technical characteristics of Astrohn-64017-1 detector are presented below.

Technology	Vanadium oxide VO _x
Spectral range	8...14 μ m
Multiplexer size	384×288
Pixel size	17 μ m
Frame frequency	50/60 Hz
NETD at F = 1.0, 300 K, 50 Hz	< 60 mK
Net voltage variation on a pixel SiTF	5...20 mV/K, can be set
Thermoionic stabilization (TIS)	Possible without TIS
Volume of non-working pixels	< 0.1 %
Average constant response time of a pixel	10 ms, 7 ms
Accumulation time	Adjustable
Amplitude of the output signal	1.0...3.5 V
Power supply of the analogue part	3.6 V
Power supply of the digital part	1.8 V
Power consumption without TIS	< 150 mW
Case	Metal
Working temperatures	-40 + 60 °C
Mass	< 25 g

Conclusion

The bolometers are a promising type of detectors for development of uncooled and relatively inexpensive matrices of a focal plane. Cost of FPA on the basis of the bolometers in case of a commercial production is by two orders less, than the cost of the matrices on the basis of HgCdTe, InSb, PtSi, at that, the typical values of NETD for the bolometric matrices equal to 50...100 mK (for FPA on the basis of HgCdTe the typical values are about 10 mK). Now commercial technologies are available for production of the uncooled receivers including application of matrices of silicon microbolometers (the sensitive element was formed from VO_x). For example, MB matrices from 240×336 up to 2040×1024 have been developed with a pixel size up to $17 \mu\text{m}$ on a plate of industrial standard (4-inch diameter) and integral read-out circuit formed in a silicon substrate. MB on the basis of the polycrystalline SiGe possess such advantages, as uncooled operating mode, low cost, good combination of a thermal constant of time with the frame frequency of the thermal vision systems of real time (30 Hz). Belgian company XenICs (with a scientific support of IMEC) has developed linear and small two-dimensional (up to 14×14) MB matrices on the basis of MB from the polycrystalline SiGe. The detection ability of this kind of detectors reaches $2.26 \times 10^9 \text{ cm} \times \text{Hz}^{0.5} / \text{W}$, while the threshold temperature difference can be less than 50 mK.

References

1. **Rogalski A.** *Infrared Detectors*. 2-nd ed., London—New York, CRC-Press Taylor Francis Group, 2011, 876 p.
2. **Bolometers**/ Ed. A. G. Unil Perera, In Tech, Rijeka Croatia. 2012, 196 p.
3. **Putley E. H.** *Thermal detectors, in Optical and Infrared Detectors* / Ed. R. J. Keyes, Berlin, Springer, 1977, pp. 71—100.
4. **Richards P. L.** Bolometers for infrared and millimeter waves, *J. Appl. Phys.*, 1994, vol. 76, pp. 1—24.
5. **Wood R. A.** Uncooled thermal imaging with monolithic silicon focal planes, *Proc. SPIE*, 1993, vol. 2020, pp. 322—329.
6. **Wood R. A., Han C. J., Kruse P. W.** Integrated uncooled IR detector imaging arrays, *Proc. IEEE Solid State Sensor and Actuator Workshop*, Hilton Head Island: S. C., June, 1992, pp. 132—135.
7. **Unewisse M. H., Craig B. I., Watson R. J., Reinhold O., Liddiard K. C.** The growth and properties of semiconductor bolometers for infrared detection, *Proc. SPIE*, 1995, vol. 2554, pp. 130—142.
8. **Tissot J. L., Rothan F., Vedel C., Vilain M., Yon J. J.** LETI/LIR's uncooled microbolometer development, *Proc. SPIE*, 1998, vol. 3436, pp. 605—610.
9. **Schimert T., Ratcliff D., Brady J., Ropson S., et al.** IR bolometers based on amorphous Si:H, *Proc. SPIE*, 1999, vol. 3713, pp. 267—278.
10. **Sedky S., Fiorini P., Caymax M., Verbist A., Baert C.** IR bolometers made of polycrystalline silicon germanium, *Sensor and Actuators*, 1998, no. A66, pp. 193—199.
11. **Liang D., Yue R.-F., Liu L.-T.** Characterization of uncooled poly SiGe microbolometer for infrared detection, *Chin. Phys. Lett.*, 2003, vol. 20, no. 5, pp. 770—773.
12. **Torres A., Kosarev A., Garsia Cruz M., Ambrosio O.** Uncooled micro-bolometer based on amorphous germanium film, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2003, vol. 329, pp. 179—183.
13. **Erukova T. A., Ivanova N. L., Kulikov Yu. V., Malyarov V. G., Khrebtov I. A.** Amorphous silicon and germanium films for uncooled microbolometers, *Technical Physics Letters*, 1997, vol. 23 (7), pp. 504—506.
14. **Iborra E., Clement M., Herero L.-L., Sangrador J.** IR uncooled bolometers based on amorphous $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}\text{O}_y$ on silicon micromachined structures, *Journal of microelectromechanical systems*, 2002, vol. 11, no. 4, pp. 322—329.
15. **Ahmed A. H. Z., Tait R. N.** Characterization of amorphous $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}\text{O}_y$ for micromachined uncooled bolometers application, *Journal of Applied Physics*, 2003, vol. 94, no. 8, pp. 5326—5332.
16. **Tezcan D. S., Kocer F., Akin T.** An uncooled microbolometer infrared detector in any standard CMOS technology, *The 10th Int. Conf. On Solid-State Sensor & Actuators (TRANSDUCER-99)*, June 7—10, 1999, Sebdai, Japan, 1999, pp. 610—613.
17. **Liddiard K. C.** Thin film monolithic arrays for uncooled thermal imaging, *Proc. SPIE*, 1993, Vol. 1969, pp. 206—216.
18. **Jerominek H., Picard F., Vincent D.** Vanadium oxide films for optical switching and detection, *Opt. Eng.*, 1993, vol. 32, pp. 2092—2099.
19. **Wood R. A.** High-performance infrared thermal imaging with monolithic silicon focal planes operating at room temperature, *Proceedings of the National IRIS*, 1987.
20. **Smith E. M., Ginn J. C., Warren A. P., Long C. J., et al.** Linear Bolometer array using a high TCR VO_x -Au film, *Proc. SPIE*, 2014, Vol. 9070, pp. 90701Z.
21. **Li C., Han C. J., Skidmore G.** Overview of DRS uncooled VO_x infrared detector development, *Optical Engineering*, 2011, vol. 50, no. 6, pp. 0610117.
22. **Fraenkel A., Mizrahi U., Bikov L.** at al. The Architecture and Performance of SCD's $17 \mu\text{m}$ Pitch VO_x μ -Bolometer Detector, *Proc. of SPIE*, 2016, vol. 7298, pp. 72980R.
23. **Hunter S. R., Amantea R. A., Goodman L. A., et al.** High Sensitivity Uncooled Microcantilever Infrared Imaging Arrays, *Proc. SPIE*, 2003, vol. 5074, pp. 469—480.
24. **Niklaus F., Vieider C., Jakobsen H.** MEMS-Based Uncooled Infrared Bolometer Arrays—A Review, *Proc. SPIE*, 2007, vol. 6836, pp. 68360D.
25. **Tissot J.-L., Tunnes S., Durand A.** et al. High-performance uncooled amorphous silicon video graphics array and extended graphics array infrared focal plane arrays with $17 \mu\text{m}$ pixel pitch, *Optical Eng.*, 2011, vol. 50, no. 6, pp. 061006-1.
26. **Mizrahi U., Argaman N., Elkind S., et al.** Large format $17 \mu\text{m}$ high-end VO_x μ -Bolometer infrared detector, *Proc. of SPIE*, 2015, vol. 8704, pp. 87041.
27. **Vojcekhovskij A. V., Kul'chickij N. A., Mel'nikov A. A., Nesmelov S. N.** Neohlazhdaemye mikrobolometriya na osnove polikristallicheskogo SiGe dlya infrakrasnogo diapazonay, *Nano i mikrosistemnaya tekhnika*, 2011, no. 2, pp. 41—47 (in Russian).
28. **Starcev V. V.** OKB "Astron" predstavlyayet pervye otechestvennyye teplovizionnyye matrichnyye detektory, *Nacional'naya oborona*, 2017, no. 8, pp. 60 (in Russian).
29. **Kul'chickij N. A., Naumov A. V., Starcev V. V.** Sovremennoe sostoyanie i tendencii rynka neohlazhdaemykh mikrobolometrov, *Tekhnologiya zashchity*, 2018, no. 2, pp. 55—57 (in Russian).
30. **Dem'yanenko M. A., Esaev D. G., Ovsyuk V. N., et al.** Matrichnyye mikrobolometricheskie priemniki dlya infrakrasnogo i teregercovogo diapazonov, *Opticheskij zhurnal*, 2009, vol. 76, no. 12, pp. 5—11 (in Russian).

Е. Н. Пятышев, канд. физ.-мат. наук, зав. лаб. НМСТ, **Я. Б. Эннс**, аспирант, e-mail: ennsjb@gmail.com; **Ю. Д. Акульшин**, вед. инженер, **А. В. Одинцов**, инженер, СПбПУ Петра Великого, г. Санкт-Петербург

ТОНКОПЛЕНОЧНЫЙ ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИЙ ОПТИЧЕСКИЙ ЗАТВОР

Поступила в редакцию 28.04.2018

Представлены конструкция, методы расчета и технология изготовления электромеханического оптического затвора. Для перекрытия оптического тракта применен гибкий пленочный микрокантилевер. Форма профиля кантилевера определяется остаточными внутренними напряжениями многослойной пленочной структуры. В ходе исследования конструкции были определены параметры напряженных структурных слоев, собственные частоты и параметры затухания колебаний пленочного кантилевера, а также влияние температуры на форму изгиба. Сопоставление экспериментальных и теоретических результатов исследования показали их достаточное соответствие. Предложена схема управления, призванная компенсировать индуцированную поляризацию диэлектрика, что позволяет избежать эффекта залипания кантилевера.

Ключевые слова: оптический затвор, оптическое реле, тонкие пленки, внутреннее напряжение, внеплоскостной привод, электростатический привод, динамические характеристики, МЭМС

Введение

В современных волоконно-оптических сетях широкое распространение получили микроопто-электромеханические системы (МОЭМС) в качестве оптических реле и переключателей. Применение МОЭМС обеспечивает повышение надежности и помехоустойчивости, малое энергопотребление, существенный выигрыш по массогабаритным параметрам. Оптический ключ встраивается в систему оптических волноводов и коммутирует оптическое излучение с помощью микрзеркала, управляемого микромеханическим актюатором. Параметры оптического тракта определяют требования к размерам микрзеркала и значению его перемещения. Подвижную структуру, как правило, выполняют с использованием объемных технологий. Переключатели с емкостными приводами, выполненные по этим технологиям, имеют сложную механическую структуру, при их производстве предъявляются повышенные требования к используемому оборудованию. Преобладающее большинство подобных устройств обеспечивает перемещение внутри объема параллельно основанию. Возможный диаметр коммутируемого оптического пучка ограничивается толщиной исходной кремниевой пластины, в ряде конструкций это приводит к использованию микролинзовых коллимирующих устройств [1].

В то же время микромеханические оптические ключи могут быть изготовлены по поверхностной технологии с использованием базовых операций микроэлектроники. Внеплоскостные (*out-of-plane*)

тонкопленочные актюаторы получили наибольшее распространение в области ВЧ и СВЧ систем в виде "зиппинг"-конденсаторов [2]. Разработка подобных устройств в качестве оптических переключателей требует особого подхода в связи с необходимостью обеспечить значительные внеплоскостные перемещения коммутирующего элемента. Так, оптический микромеханический затвор должен обеспечивать перекрытие оптического канала диаметром более 1–2 мм. Диаметр пучка обусловлен размером выходного сечения линз коллиматора, призванного минимизировать потери сигнала. В настоящей работе описывается проектирование и изготовление внеплоскостного активного электромеханического элемента оптического МЭМС-затвора оптического канала диаметром 1,2 мм. Целевое перемещение привода и площадь перекрытия определяются диаметром сечения оптического пучка.

1. Разработка и проектирование оптического МЭМС-затвора

Использование тонких многослойных металлических пленок позволяет создавать структуры со значительным смещением в вертикальной плоскости. Формирование подобных структур происходит под действием внутренних напряжений слоев пленок σ_p , возникающих в процессе их напыления. Общее значение внутренних напряжений многослойного кантилевера σ_s определяется значениями

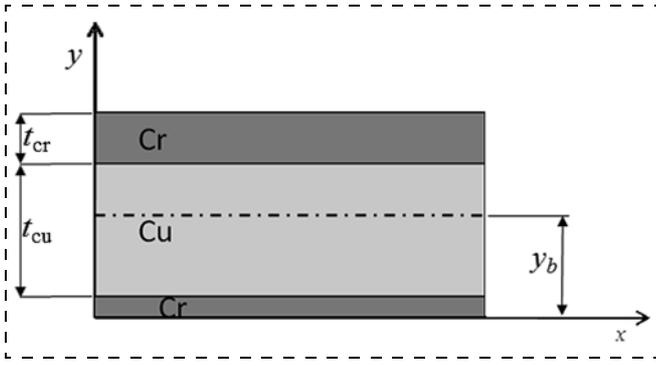


Рис. 2. Поперечное сечение кантилевера
Fig. 2. Cross-section section of the cantilever

внутренних механических напряжений слоев и их толщиной t_i [3]:

$$\sigma_s = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_i t_i}{\sum_{i=1}^n t_i}. \quad (1)$$

После удаления жертвенного слоя происходит высвобождение консольной многослойной балки — кантилевера от субстрата по всей плоскости, кроме места прикрепления в заделке. Продольные внутренние напряжения приводят к возникновению изгибающего момента M_b , пропорционального суммарному значению внутренних напряжений, и формированию структуры с кривизной K :

$$K = \frac{M_b}{\sum_{i=1}^n E_i I_i} = \frac{1}{R}. \quad (2)$$

Отклонение кантилевера определяется как внутренними напряжениями и жесткостью структурных слоев Cr и Cu (модулем Юнга E_i), так и геометрией подвижного элемента (значением моментов инерции I_i соответствующих структурных слоев). Подобная структура должна обеспечивать прерывание оптического пучка требуемой площади сечения.

Оптический микромеханический затвор представляет собой электромеханическую систему с гибким пленочным кантилевером (рис. 1, см. вторую сторону обложки). Затвор входит в состав оптической системы передачи сигнала и обеспечивает пропускание или блокировку светового пучка.

Конструкция оптического затвора представляет собой консольный тонкопленочный кантилевер, закрепленный на кремниевой подложке. Кантилевер является подвижным электродом, а кремниевая подложка — опорным электродом приводного конденсатора. Электроды конденсатора изолированы диэлектрическим слоем SiO_2 .

Структура кантилевера — многослойная комбинация структурных слоев Cr и Cu разной толщины (рис. 2). Форма профиля кантилевера определяется верхним слоем хрома, обладающим высокой жесткостью и значительными внутренними напряжениями. Нижний слой хрома является разгрузочным (компенсирующим). Подгонкой толщин слоев можно добиться оптимального положения нейтральной плоскости кантилевера y_b :

$$y_b = \frac{\sum_{i=1}^n E_i t_i (y_i + y_{i-1})}{2 \sum_{i=1}^n E_i t_i}. \quad (3)$$

При этом деформация (*strain*) кантилевера ε_b обусловлена деформацией структурных слоев ε_i за счет внутренних напряжений и определяется как [3]

$$\varepsilon_b = \frac{\sum_{i=1}^n E_i t_i \eta_i \varepsilon_i}{\sum_{i=1}^n E_i t_i}, \quad (4)$$

где введен дополнительный коэффициент $\eta_i = 1 + \nu$ для случая больших значений деформации, зависящий от коэффициента Пуассона ν соответствующего материала.

Деформация приводит к изгибу пленочного кантилевера. Кривизна K и направление (ее знак) зависят от смещения нейтральной плоскости. Значение кривизны кантилевера можно определить исходя из выражений (1)–(4) [3]:

$$K = \frac{3 \sum_{i=1}^n E_i t_i (y_i + y_{i-1} - 2y_b) (\varepsilon_b - \eta_i \varepsilon_i)}{2 \sum_{i=1}^n E_i t_i [y_i^2 + y_i y_{i-1} + y_{i-1}^2 - 3y_b (y_i + y_{i-1} - y_b)]}. \quad (5)$$

При приложении разности потенциалов между электродами затвора формируется электростатическая нагрузка, противоположная по знаку изначальному изгибающему моменту. Увеличение нагрузки приводит к распрямлению кантилевера и фиксации его на слое диэлектрика. Для компенсации индуцированной поляризации диэлектрика разработана схема управления, позволяющая минимизировать ее.

Микромеханический оптический затвор выполнен на кремниевой подложке методами поверхностной технологии. Тонкопленочная структура кантилевера выполнена магнетронным напылением слоев Cr/Cu/Cr на алюминиевый жертвенный слой. Тонкопленочный кантилевер отделен

от кремниевой подложки диэлектрическим слоем термического SiO₂. Толщины SiO₂ и жертвенного алюминия определяют межэлектродный зазор и равны ~0,8 мкм. Толщина многослойной тонкопленочной структуры составляет ~1,6 мкм, где толщина слоя меди и верхнего слоя хрома равны 1 и 0,5 мкм соответственно. Для усиления наиболее механически нагруженного участка привода на место заделки кантилевера гальванически нанесен слой меди в предварительно вскрытом окне хрома.

Возникновение внутренних напряжений обуславливается структурой и составом материалов [4]. Большую роль в образовании внутренних напряжений играют также особенности процесса напыления, приводящие к образованию дефектов в пленке, равно как и изначальная морфология подложки. Вклад таких напряжений часто преобладает по значению и может отличаться по знаку от температурных напряжений. В то же время напряжения, вызванные разницей коэффициентов термического расширения, могут приводить к отклонению кантилевера от требуемой формы. Биморфный термический эффект можно минимизировать путем использования разнотолщинных слоев [4, 5]. Определение внутренних напряжений с учетом всех участвующих факторов является трудно достижимой задачей, в то же время изучение пленочной структуры позволяет определить параметры пленок и оптимизировать конструкцию.

2. Результаты

Исследование микромеханического оптического затвора позволяет определить как механические свойства структурных напыленных слоев, так и составляющие внутренних напряжений. Эластические характеристики структурных слоев могут отличаться от табличных значений вследствие особенностей структуры слоев, сформированных с помощью магнетронного напыления. Так, значение модуля Юнга, определенное с помощью наноиндентора Nysitron, для структурных слоев Cu и Cr отличается от указанных в литературе значений и составляет 60 и 184 ГПа соответственно. Снижение жесткостных свойств металлических пленок объясняется режимами напыления, приводящими к формированию дефектов пленок. Профили кантилевера определяли методами численного анализа в программном комплексе COMSOL Multiphysics. При этом результаты подтверждаются статическим измерением профиля кривизны пленочного кантилевера (рис. 3, см. вторую сторону обложки). Радиус кривизны многослойного кантилевера при нормальных условиях составляет 1,38 мм. При этом высота области перекрытия светового пучка со-

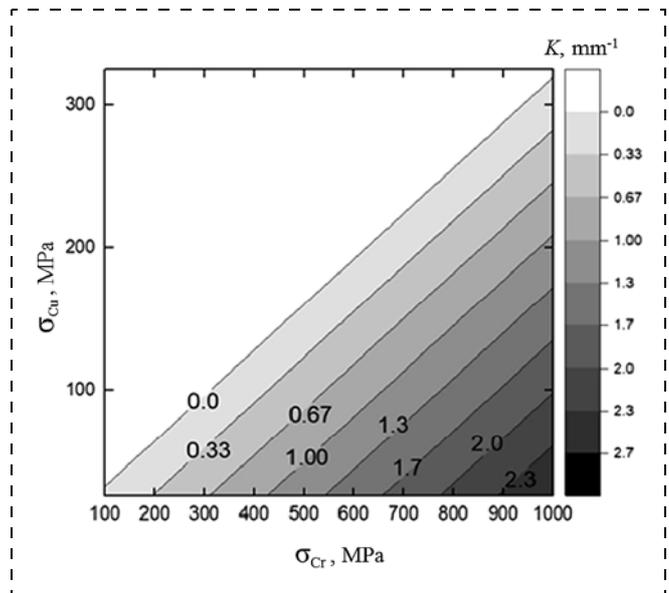


Рис. 4. Результаты расчета отношения внутренних напряжений σ в структурных слоях Cr и Cu для кривизны пленочного кантилевера $0,8 \text{ mm}^{-1}$

Fig. 4. Results of calculation of the relation of the internal stresses in the structural layers of Cr and Cu for the curvature of the film cantilever of 0.8 mm^{-1}

ставляет 2,5 мм. Значение внутренних напряжений для Cu и Cr при магнетронном напылении для данных толщин структурных слоев может лежать в пределах 40...60 МПа и 400...600 МПа соответственно [4]. Значение внутренних напряжений в сформированном многослойном кантилевере можно оценить исходя из отношения теоретических значений внутренних напряжений Cu и Cr для данной кривизны кантилевера (рис. 4).

Определение резонансных частот, АЧХ и ФЧХ позволяет оценить объемные свойства подвижного элемента (массовые характеристики) и параметры затухания. Для обеспечения динамических измерений оптический затвор устанавливали на пьезоэлектрический вибропривод. Возбуждение колебаний пьезоэлектрического элемента обеспечивалось переменным напряжением в диапазоне частот 20...1000 Гц. При этом резонансные частоты кантилевера определяли с помощью лазерного доплеровского виброметра Laser Doppler Vibrometer фирмы Polytec вблизи свободного края кантилевера. Возбуждения колебаний внешним вибрационным воздействием малой амплитуды позволяет исключить влияние механических (*hardening*) и электрических (*softening*) нелинейностей. Отсутствие нелинейностей в амплитудно-частотной зависимости пленочного кантилевера позволяет теоретически определить значение резонансной частоты без учета его кривизны [6]. Так, в исследуемом диапазоне частот было зафиксировано три резонансных пика (рис. 5), частоты которых лежат в диапа-

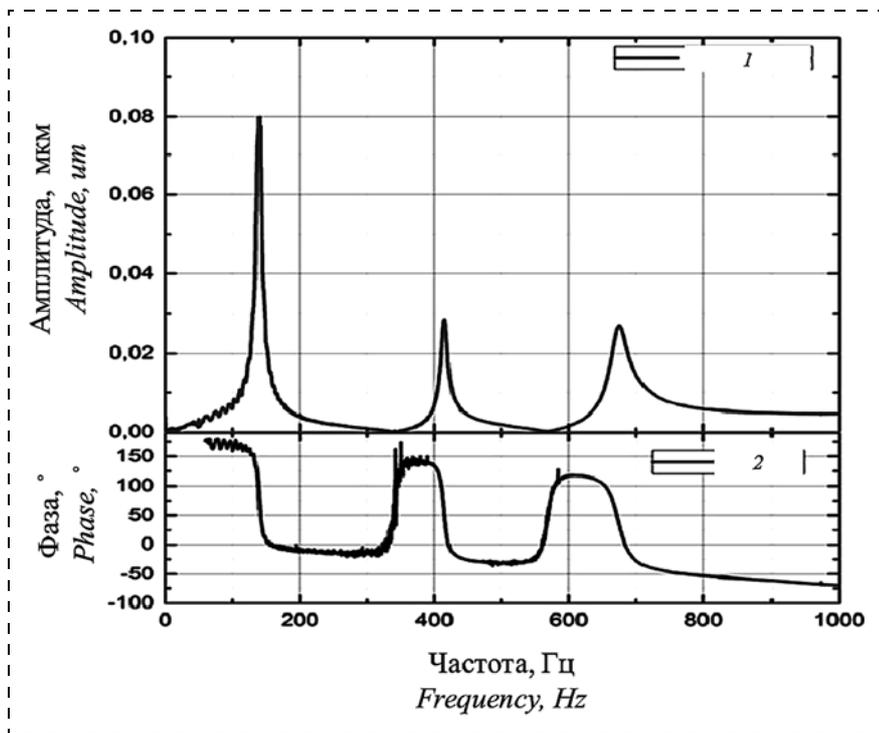


Рис. 5. Частотные характеристики одного из образцов: 1 – АЧХ; 2 – ФЧХ
 Fig. 5. Frequency characteristics of one of the samples: 1 – amplitude-frequency characteristic; 2 – phase-frequency characteristic

зонах 104...137, 400...476, 675...760 Гц соответственно (разброс резонансных частот на различных образцах связан с разбросом свойств по пластине при напылении). Испытания проводили при атмосферном давлении, т.е. при таких условиях, когда механическая система имеет высокий уровень диссипации энергии. Механическая добротность кантилевера при данных условиях составила 19...21, 46...48 и 20...25 для первой, второй и третьей форм колебаний соответственно. При этом экспериментальные результаты хорошо коррелируют с расчетной численной моделью.

Зависимость кривизны профиля от изменения температуры позволяет оценить возникающие внутренние напряжения, обусловленные термическим расширением, и предельные (нежелательные) отклонения кантилевера в рабочем диапазоне температур. Для обеспечения работоспособности оптического затвора в требуемом диапазоне температур область перекрытия не должна уменьшиться ниже 1,4 мм. Измерения профиля пленочного кантилевера проводили с помощью оптического микроскопа при температурах в диапазоне 0...60 °С. Изменения кривизны пленочного кантилевера составили 0,57...1,08 мм⁻¹ для данного диапазона температур (рис. 6, см. вторую сторону обложки). Это соответствует изменению перекрытия пучка от 1,86 до 3,35 мм, что выходит за рамки требуемых отклонений.

Открытие оптического затвора обеспечивается подачей постоянной разности потенциалов на управляющие электроды. Значение требуемого управляющего напряжения составляет 60...100 В. При этом влияние индуцированной поляризации диэлектрика приводит к ряду нежелательных эффектов. Наблюдается повышение напряжения, необходимое для открытия, при циклической подаче управляющих сигналов и залипание (*sticking*) кантилевера. Для уменьшения нежелательных эффектов, связанных с поляризацией разделяющего диэлектрика, была предложена схема подачи управляющего напряжения в форме пакетов переменного напряжения, призванная деполяризовать диэлектрик. Предложенная схема позволила снизить влияние индуцированной поляризации диэлектрика, тем самым устранив повышение управляющего напряжения и эффект залипания.

Экспериментальные статические и динамические характеристики позволили определить параметры структурных слоев, что обеспечило валидацию теоретической модели актюатора. Для валидации и оптимизации параметров устройства использовали моделирование методом конечных элементов.

Заключение

В ходе настоящего исследования была сформирована многослойная пленочная структура оптического затвора, обеспечивающая перемещения кантилевера до 3,35 мм от подложки, что позволяет надежно перекрывать оптический пучок. Были определены фактические эластические параметры структурных слоев. В ходе динамических испытаний были определены собственные частоты и параметры затухания пленочного кантилевера. Конструктивные параметры многослойной структуры позволили обеспечить перекрытие оптического сигнала на высоте 1,86...3,35 мм от плоскости подложки, что значительно превышает минимально необходимые 1,4 мм.

Сопоставление экспериментальных и теоретических результатов исследования показали их достаточную сходимость. Совокупность испытаний, проведенных под действием статической, динамической, термической и акустической нагрузок, позволили определить механические константы по-

лучившихся слоев и механические свойства кантилевера.

Разработана схема управления, призванная компенсировать индуцированную поляризацию диэлектрика, которая позволяет избежать повышения управляющего напряжения и эффекта залипания кантилевера.

Список литературы

1. Tsai Ch., Tsai J. MEMS optical switches and interconnects / Ch. Tsai // Displays. 2015. Vol. 37. P. 33–40.
2. Pu S. H., Darbyshire D. A., Wright R. V., et al RF MEMS Zipping Varactor With High Quality Factor and Very

Large Tuning Range // IEEE Electron Device Letters. 2016. Vol. 37, N. 10. P. 1340–1343.

3. Nikishkov G. P. Curvature estimation for multilayer hinged structures with initial strains // J. Appl. Phys. 2003. Vol. 94, N. 8. P. 5333–5336 (DOI: 10.1063/1.1610777).

4. Misra A., Kung H., Mitchell T. E., Nastasi M. Residual stresses in polycrystalline Cu/Cr multilayered thin films // Journal of Materials Research. 2000. Vol. 15. P. 756–763.

5. Dong K., Lou S., Choe H. S., Liu K., You Z., Yao J., Wu J. Stress compensation for arbitrary curvature control in vanadium dioxide phase transition actuators // Applied Physics Letters. July 2016. Vol. 109. P. 023504.

6. Rua A., Cabrera R., Coy H., Merced E., Sepulveda N., Fernandez F. E. Phase transition behavior in microcantilevers coated with M1-phase VO₂ and M2-phase VO₂:Cr thin films // Journal of Applied Physics. 2012. Vol. 111. P. 1–10. P. 104502.

E. N. Pyatishev, Ph. D, Head of Laboratory, pen.mems@gmail.com, Y. B. Enns, Postgraduate Student, Yu. D. Akulshin, Leading Engineer, A. V. Odintsov, Engineer, St. Petersburg Peter the Great Polytechnic University, St. Petersburg, 195251, Russian Federation

Corresponding author:

Enns Yakov B., Postgraduate Student, St. Petersburg Peter the Great Polytechnic University, St. Petersburg, 195251, Russian Federation, pen.mems@gmail.com

Thin-Film Electromechanical Optical Shutter

Received on April 28, 2018

Accepted on May 23, 2018

This paper presents the design, calculation methods and technology for production of a thin film electromechanical optical shutter. An overlap of the 1.4 mm high optical channel is ensured by a multilayer film structure of the flexible film cantilever, the profile of which is determined by the residual internal stresses of the multilayer film structure. The cantilever can move up to 3.35 mm above the substrate, which allows an entire overlapping of the optical channel. In the process of the design analysis, the actual parameters of the strained structural layers, the temperature dependence of the curvature, the undamped natural frequencies and the damping parameters of the film cantilever were determined. The actual elastic parameters of the structural layers were defined up to 60 GPa for chromium and 184 GPa for copper. The design parameters of the multilayer structure allow overlapping of the optical signal at 1.86–3.35 mm in the temperature range from 0 up to 60 °C. Correlation of the data shows that the experimental results correspond to the theoretical data. The developed control circuit is designed to compensate for the induced dielectric polarization, prevent the control voltage rise and the sticking effect of the cantilever. The design presented in this publication makes possible development of a simple and effective electromechanical optical shutter with the interruption aperture height exceeding 1.4 mm.

Keywords: optical shutter, optical relay, thin films, internal stresses, out-of-plane actuator, electrostatic actuator, dynamic characteristics, MEMS

For citation:

Pyatishev E. N., Enns Ya. B., Akulshin Yu. D., Odintsov A. V. Thin-Film Electromechanical Optical Shutter, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 625–632.

DOI: 10.17587/nmst.20.625-632

Introduction

Micro-opto-electro-mechanical systems (MOEMS) have gained wide application in the fiber-optical networks as optical relays and switches. Application of MOEMS ensures higher reliability and noise stability,

small power consumption and essentially better mass-weight parameters. An optical key is built into the system of optical waveguides and it switches the optical radiation by means of a micromirror controlled by a micromechanical actuator. The parameters of the op-

tical path determine the requirements to the dimensions of the micromirror and the value of its displacement. As a rule, the mobile structure is implemented with the use of the volume technologies. Switches with the capacitor actuators, made by these technologies, have a complex mechanical structure, and their manufacture presents increased requirements to the used equipment. Most of such devices ensure displacement inside the volume, parallel to the basis. A possible diameter of a switched optical beam is limited by the thickness of the initial silicon plate, and in a number of designs this leads to the use of the microlens collimating devices [1].

At the same time, the micromechanical optical keys can be made by the surface technology with the use of the base operations of microelectronics. Out-of-plane thin-film actuators have gained the widest distribution in the areas of high frequency and microwave systems in the form of the "zipping" — condensers [2]. Development of such devices as optical switches demands a special approach because of necessity to ensure considerable out-of-plane displacements of the switching element. Thus, an optical mechanical shutter should ensure overlapping of the optical channel with diameter over 1—2 mm. The diameter of the beam is determined by the size of the output section of the collimator lens, which is expected to minimize the signal losses. The present work describes designing and manufacturing of the out-of-plane active electromechanical element of the optical MEMS shutter of the optical channel with diameter of 1.2 mm. A targeted displacement of the drive and the overlapping area are determined by the section of the optical beam.

1. Development and designing of the optical MEMS shutter

Use of thin multilayered metal films allows us to develop structures with a considerable displacement in the vertical plane. Formation of such structures occurs under the influence of the internal stresses of the film layers arising in the course of their deposition. The total value of the internal stresses of the multilayered cantilever is determined by the values of the internal mechanical stresses of the layers and their thickness t_i [3]:

$$\sigma_s = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_i t_i}{\sum_{i=1}^n t_i}. \quad (1)$$

After removal of the sacrificial layer, the console multilayered beam — cantilever is released from the substrate on all the plane, except the place of attachment in the restraint. The longitudinal internal stresses

lead to occurrence of the bending moment of M_b proportional to the total value of the internal stresses, and formation of a structure with curvature of K :

$$K = \frac{M_b}{\sum_{i=1}^n E_i I_i} = \frac{1}{R}. \quad (2)$$

A deviation of the cantilever is determined by both the internal stresses and the rigidity of the structural layers of Cr and Cu (Young modulus, and the geometry of the mobile element, value of the moments of inertia of the corresponding structural layers). Such a structure should ensure interruption of the optical beam of the demanded area of section.

An optical micromechanical shutter is an electro-mechanical system with a flexible film cantilever (fig. 1, (see the 2-nd side of cover)). The shutter is a part of the optical system of the signal transmission and it ensures transmission or blocking of a light beam.

The design of the optical shutter is a console thin-film cantilever fixed on a silicon substrate. The cantilever is a mobile electrode, while the silicon substrate is the basic electrode of the driving condenser. The condenser electrodes are isolated by a dielectric layer of SiO_2 .

The structure of the cantilever is a multilayered combination of the structural layers of Cr and Cu of different thicknesses (fig. 2). The form of the cantilever profile is determined by the top layer of chrome, possessing high rigidity and considerable internal stresses. The bottom layer of chrome is the unloading (compensating) one. Due to adjustment of the thicknesses of the layers it is possible to achieve the optimal position of the neutral plane of the cantilever y_b :

$$y_b = \frac{\sum_{i=1}^n E_i t_i (y_i + y_{i-1})}{2 \sum_{i=1}^n E_i t_i}. \quad (3)$$

At that, the strain of the cantilever ε_b is determined by the strain of the structural layers ε_i due to the internal stresses and is defined as [3]

$$\varepsilon_b = \frac{\sum_{i=1}^n E_i t_i \eta_i \varepsilon_i}{\sum_{i=1}^n E_i t_i}, \quad (4)$$

where additional coefficient $\eta_i = 1 + \nu$ is introduced for the case of big values of strain, depending on the Poisson ratio ν of the corresponding material.

The strain leads to a bend of the film cantilever. Curvature K and its direction (its sign) depend on the displacement of the neutral plane. The value of the cur-

vature of the cantilever can be found proceeding from expressions (1)–(4) [3]:

$$K = \frac{3 \sum_{i=1}^n E_i t_i (y_i + y_{i-1} - 2y_b) (\varepsilon_b - \eta_i \varepsilon_i)}{2 \sum_{i=1}^n E_i t_i [y_i^2 + y_i y_{i-1} + y_{i-1}^2 - 3y_b (y_i + y_{i-1} - y_b)]} \quad (5)$$

When the potential difference is applied, between the shutter electrodes a electrostatic load is formed, opposite by its sign to the primary bending moment. A load increase leads to straightening of the cantilever and its fixation on the dielectric layer. In order to compensate for the induced polarization of the dielectric, a control circuit was developed allowing to minimize it.

The micromechanical optical shutter is implemented on a silicon substrate by the methods of the surface technology. The thin-film structure of the cantilever is made by magnetron deposition of Cr/Cu/Cr layers on the aluminum sacrificial layer. The thin-film cantilever is separated from the silicon substrate by a dielectric layer of thermal SiO₂. Thicknesses of SiO₂ and sacrificial aluminum determine the interelectrode gap and are equal to ~0.8 μm. The thickness of the multilayered thin-film structure is ~1.6 μm, where the thickness of the layer of copper and the top layer of chrome are equal to 1 and 0.5 μm, accordingly. For strengthening of the site of the drive, which is under the heaviest mechanical load, the place of fixing of the cantilever is galvanically covered by a copper layer in the preliminary opened window of chrome.

Occurrence of the internal stresses is determined by the structure and composition of the materials [4]. In formation of the internal stresses a big role is also played by the specific features of the deposition process leading to formation of defects in a film, and the initial morphology of the substrate. The contribution of such stresses often prevails by value and can differ by sign from the temperature stresses. At the same time, the stresses caused by the difference of factors of the thermal expansion, can lead to a deviation of the cantilever from the demanded form. The bimorph thermal effect can be minimized due to the use of polythickness layers [4, 5]. Definition of the internal stresses with the account of all the participating factors is a problem difficult to solve, at the same time, studying of the film structure allows us to define the films' parameters and to optimize the design.

2. Results

Research of the micromechanical optical shutter allows us to define both the mechanical properties of the structural deposited layers, and the components of the

internal stresses. The elastic characteristics of the structural layers can differ from the tabular values because of the specific features of structure of the layers, generated with the help of the magnetron deposition. Thus, the value of the Young modulus, defined with the help of Hysitron nanoindenter for the structural layers of Cu and Cr, differs from the values specified in the literature and equals to 60 and 184 GPa accordingly. A decrease of the rigidity properties of the metal films is explained by the modes of deposition leading to formation of defects in the films. The profiles of the cantilever were defined by the methods of a numerical analysis in COMSOL Multiphysics software complex. At that, the results were proved by the static measurement of the curvature profile of the film cantilever (fig. 3, see the 2-nd side of cover). In normal conditions the curvature radius of a multilayered cantilever equals to 1.38 mm. At that, the height of the area of overlapping of the light beam is 2.5 mm. The values of the internal stresses for Cu and Cr during the magnetron deposition for the given thicknesses of the structural layers can be within the limits of 40...60 MPa and 400...600 MPa, accordingly [4]. The values of the internal stresses in the formed multilayered cantilever can be estimated proceeding from the relation of the theoretical values of the internal stresses of Cu and Cr for the given curvature of the cantilever (fig. 4).

Definition of the resonant frequencies, the amplitude-frequency characteristic and the phase-frequency characteristic, allows us to estimate the volume properties of the mobile element (mass characteristic) and the attenuation parameters. For the dynamic measurements the optical shutter was fixed on a piezoelectric vibrodrive. An excitation of the fluctuations of the piezoelectric element was ensured by the alternating voltage within the range of frequencies of 20...1000 Hz. At that, the resonant frequencies of the cantilever were measured by means of Laser Doppler Vibrometer from Laser Polytec Co. near a free edge of the cantilever. Excitation of fluctuations by the external vibration influence of a small amplitude allows us to eliminate the influence of the mechanical (*hardening*) and electric (*softening*) nonlinearities. Absence of nonlinearities in the amplitude-frequency dependence of a film cantilever allows us to define theoretically the value of the resonant frequency without account of its curvature [6]. Thus, in the investigated range of frequencies three resonant peaks were recorded (fig. 5), the frequencies of which were within the ranges of 104...137, 400...476, 675...760 Hz, accordingly, (the variation of the resonant frequencies in different samples was connected with the variation of properties on a plate during the deposition). The tests were done at the atmospheric pressure, i.e. under such circumstances, when the mechanical system had high level of energy dissipation. Under the given conditions the

mechanical quality factor of the cantilever was 19...21, 46...48 and 20...25 for the first, second and third forms of the fluctuations, accordingly. At that, the experimental results correlated well with the calculated numerical model.

The dependence of the curvature of the profile on the temperature variation allows us to estimate the arising internal stresses caused by the thermal expansion, and the limiting (undesirable) deviations of the cantilever in the working range of temperatures. In order to preserve the working capacity of the optical shutter within the demanded range of temperatures, the overlapping area should not decrease below 1.4 mm. Measurements of the profile of the film cantilever were done by means of an optical microscope at temperatures within the range of 0...60 °C. The variations of the curvature of the film cantilever were 0.57...1.08 mm⁻¹ for the given range of temperatures (fig. 6, see the 2-nd side of cover). This corresponded to the change of the beam overlapping from 1.86 up to 3.35 mm, which was beyond the demanded deviations.

Opening of the optical shutter is ensured by the supply of a constant potential difference to the control electrodes. The value of the demanded control voltage is 60...100 V. At that, the influence of the induced polarization of the dielectric leads to a number of undesirable effects. An increase is observed of the stresses, necessary for the opening, at a cycling supply of the control signals, as well as sticking of the cantilever. For reduction of the undesirable effects connected with the polarization of the dividing dielectric, a circuit was proposed of supply of the control voltage in the form of the alternating voltage packages, intended to depolarize the dielectric. The proposed circuit allowed us to lower the influence of the induced polarization of the dielectric, and thereby eliminated an increase of the control voltage and the effect of sticking.

The experimental static and dynamic characteristics allowed us to define the parameters of the structural layers, which ensured validation of the theoretical model of the actuator. For the validation and optimization of the parameters of the device, modeling by the method of finite elements was used.

Conclusion

During the present research a multilayered film structure of the optical shutter was formed, which ensured displacement of the cantilever to the distance up to 3.35 mm from the substrate, which made a reliable overlapping of the optical beam possible. The actual elastic parameters of the structural layers were defined. During the dynamic tests the own frequencies and parameters of attenuation of the film cantilever were defined. The design parameters of the multilayered structure allowed us to ensure overlapping of the optical signal at the height of 1.86...3.35 mm above the substrate plane, which exceeded considerably the necessary minimum of 1.4 mm.

Comparison of the experimental and theoretical results demonstrated their sufficient similarity. A set of the tests done under the influence of the static, dynamic, thermal and acoustic loads, allowed us to define the mechanical constants of the obtained layers and the mechanical properties of the cantilever.

A control circuit was developed, intended to compensate for the induced polarization of the dielectric and allowing us to avoid an increase of the control voltage and the sticking effect in the cantilever.

References

1. Tsai C., Tsai J. MEMS optical switches and interconnects, *Displays*, 2015, vol. 37, pp. 33—40.
2. Pu S. H., Darbyshire D. A., Wright R. V., Kirby P. B., Rotaru M. D., Holmes A. S., Yeatman E. M. RF MEMS Zipping Varactor With High Quality Factor and Very Large Tuning Range, *IEEE Electron Device Letters*, 2016, vol. 37, no. 10, pp. 1340—1343.
3. Nikishkov G. P. Curvature estimation for multilayer hinged structures with initial strains, *J. Appl. Phys.*, 2003, vol. 94, no. 8, pp. 5333—5336.
4. Misra A., Kung H., Mitchell T. E., Nastasi M. Residual stresses in polycrystalline Cu/Cr multilayered thin films, *Journal of Materials Research*, 2000, vol. 15, pp. 756—763.
5. Dong K., Lou S., Choe H. S., Liu K., You Z., Yao J., Wu J. Stress compensation for arbitrary curvature control in vanadium dioxide phase transition actuators, *Applied Physics Letters*, 2016, vol. 109, P. 023504.
6. Rua A., Cabrera R., Coy H., Merced E., Sepulveda N., Fernandez F. E. Phase transition behavior in microcantilevers coated with M1-phase VO₂ and M2-phase VO₂: Cr thin films, *Journal of Applied Physics*, 2012, vol. 111, pp. 104502.

С. И. Рембеза¹, д-р физ.-мат. наук, проф., зав. каф., e-mail: rembeza@yandex.ru,
С. В. Овсянников², канд. техн. наук, ст. науч. сотр., В. А. Буслов², канд. физ.-мат. наук, вед. науч. сотр.,
Е. С. Рембеза³, д-р физ.-мат. наук, проф., Н. Н. Кошелева¹, канд. техн. наук, доц.,
Т. В. Свистова¹, канд. техн. наук, доц.

¹ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Воронежский государственный технический университет", г. Воронеж,

² ЗАО НИИ электронной техники, г. Воронеж,

³ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Воронежский государственный университет", г. Воронеж

ГАЗОВАЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ ПОЛЕВОГО ТРАНЗИСТОРА С МЕТАЛЛООКСИДНЫМ КАНАЛОМ

Поступила в редакцию 18.06.2018

Исследована возможность применения микроэлектронного кондуктометрического датчика газов, включенного по схеме полевого транзистора с нижним расположением затвора и металлооксидным каналом, для измерения газовой чувствительности при комнатной температуре. Установлено, что параметрами датчика газа можно управлять напряжением на затворе. Газы-окислители оказывают большее воздействие на выходные характеристики полевого транзистора с металлооксидным каналом n-типа, чем газы-восстановители.

Ключевые слова: полевой транзистор, металлооксидный канал, комнатная температура, вольт-амперные характеристики, газовая чувствительность

Введение

На основе пленок SnO₂, ZnO и других металлооксидов разработаны термокондуктометрические датчики токсичных и взрывоопасных газов, которые широко применяют [1, 2] в системах обеспечения безопасности и экологического мониторинга воздушной среды. Вследствие физико-химических особенностей механизмов газовой чувствительности металлооксидов [3, 4] существенным недостатком таких датчиков являются сравнительно высокие (до 500 °С) рабочие температуры, что требует повышенного расхода потребляемой мощности и сокращает время их жизни. Кроме того, высокие температуры взрывоопасны при контроле горючих газов в воздухе [5], поэтому продолжают попытки поиска новых способов детектирования газов, не требующих высоких температур и большого расхода энергии [6]. Существуют успешные попытки создания датчиков газов на основе МОП-структур с каталитическим (Pd или Pt) контактом затвора, которые работают при комнатных температурах [7]. Чаще всего используют полевые транзисторы на основе кремния с верхним расположением затвора [8], каталитический контакт которого взаимодействует с контролируемым газом, например водородом, и быстро выходит из строя. В последнее время в связи с развитием прозрачной электроники при разработке прозрачных дисплеев используют полевые транзисторы с нижним расположением затвора и каналом на основе металлооксидов [9]. При

этом было замечено влияние влажности окружающей среды на параметры полевого транзистора при комнатной температуре [10], что позволяет предположить проявление газовой чувствительности металлооксидного канала на основе SnO₂ при взаимодействии с различными газами и открывает возможность измерения газовой чувствительности при комнатной температуре.

Цель данной работы — исследовать возможность применения микроэлектронного датчика газов, включенного по схеме полевого транзистора с нижним расположением затвора и металлооксидным каналом, для измерения газовой чувствительности газов-окислителей и газов-восстановителей при комнатной температуре.

Образцы и методика эксперимента

Объектом исследования является датчик газов, изготовленный по микроэлектронной технологии [11]. Газовый датчик размером 1 × 1 мм изготовлен на поверхности окисленного кремния, содержит нагреватель и контакты для чувствительного слоя в виде встречно-штыревой структуры из платины с расстоянием между контактами 10 мкм и два чувствительных элемента (ЧЭ) на основе диоксида олова с добавкой 3 % ат. SiO₂. Добавка 3 % ат. SiO₂ в SnO₂ приводит в результате термообработки к образованию наноструктурированной пленки SnO₂ с размером кристаллитов около 5 нм [12] и к увеличению газовой чувствительности пленок SnO₂ вследствие усиления роли поверхностных атомов

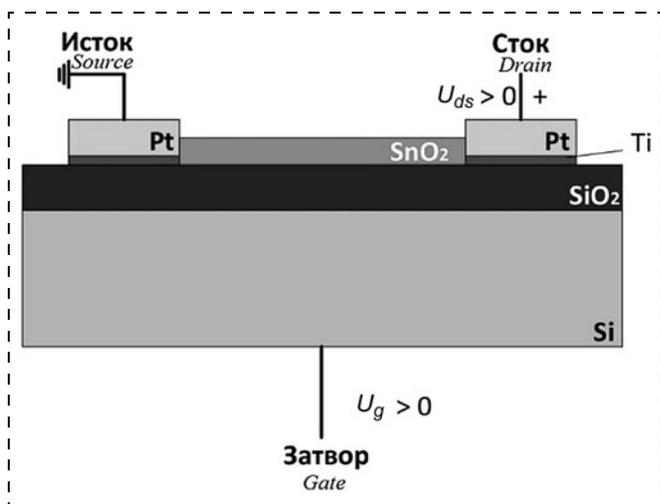


Рис. 1. Схематическая структура включения датчика газа по схеме полевого транзистора с нижним расположением затвора
Fig. 1. Schematic structure of inclusion of the gas sensor in the circuit of the field transistor with the bottom arrangement of the gate

в адсорбционных процессах [13]. К контактным площадкам ультразвуковой сваркой приварены соединительные выводы из алюминиевой проволоки диаметром 30 мкм. Кристалл размещен в стандартном металлокерамическом корпусе интегральной схемы.

Микроэлектронный датчик газа можно включить по схеме полевого транзистора с нижним расположением затвора: в качестве затвора используется подложка из кремния (n -типа толщиной 400 мкм); в качестве диэлектрика — диоксид кремния толщиной 0,5 мкм; в качестве истока и стока — платиновые контакты толщиной 0,22 мкм; в качестве канала n -типа — газочувствительный слой SnO_2 толщиной 0,25 мкм, ширина канала $W = 3910$ мкм, длина канала (расстояние между контактами) $L = 10$ мкм, поэтому соотношение $W/L = 391$ (рис. 1).

Для измерения вольт-амперных характеристик (ВАХ) полевого транзистора кремниевый кристалл датчика размещали на предметном столике, соединенном с блоком питания, обеспечивающим подачу напряжения на затвор. Микроманипулятор с вольфрамовыми зондами использовали для создания прижимных контактов к истоку и стоку приборной структуры. С помощью характериографа-измерителя И9М2.611.004 на зонды истока и стока подавали напряжение и измеряли вольт-амперные характеристики транзисторных структур с визуализацией на осциллографе С1-83.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Выходные характеристики структуры при подаче положительного $U_g = 1, 3, 5$ В и отрицательного $U_g = -1, -3, -5$ В напряжения на затвор представлены на рис. 2 (см. третью сторону облож-

ки). Установлено, что положительное напряжение на затворе приводит к увеличению концентрации носителей в канале полевого транзистора и к увеличению тока между истоком и стоком, в то время как отрицательное напряжение затвора приводит к истощению электронов в слое SnO_2 и к соответствующему изменению вольт-амперных характеристик. Следует отметить, что выходные характеристики структуры в данном интервале напряжений содержат только крутую, или "омическую", область вольт-амперной характеристики, а пологая, или область насыщения, при используемых напряжениях не достигается.

Выходные характеристики структуры при воздействии различных концентраций этанола при $U_g = 0$ В изображены на рис. 3 (см. третью сторону обложки). Пары этанола концентрацией 2000, 6000, 8000 ppm использовали в качестве газа-восстановителя. Концентрацию газа можно рассчитать методом контролируемого разбавления. Была использована методика пересчета концентрации жидкого вещества (например, ацетона, этилового спирта, изопропилового спирта) в концентрацию газообразного вещества при испарении его в замкнутом объеме [14]. Как видно из рис. 3, воздействие газов-восстановителей оказывает малое влияние на вольт-амперную характеристику структуры и изменяет характеристику так же, как положительное смещение на затворе. Изменение тока стока составляет менее 10 % при напряжениях $U_{ds} \approx 15$ В и концентрации этанола в воздухе 8000 ppm. Полученный результат подтверждает общепринятую модель адсорбции и взаимодействия газов-восстановителей с поверхностью SnO_2 с появлением дополнительных электронов в зоне проводимости металлооксида [15].

В качестве газа-окислителя был использован кислород O_2 концентрацией 2000, 6000, 8000 ppm, напускаемый в измерительную камеру после продувки ее азотом. Выходные характеристики структуры при воздействии газа-окислителя O_2 при $U_g = 0$ В изображены на рис. 4 (см. третью сторону обложки). Адсорбция кислорода на поверхности пленки n - SnO_2 приводит к захвату электронов из зоны проводимости SnO_2 [16] и к увеличению электросопротивления сенсорного слоя металлооксида, являющегося каналом полевого транзистора. Кислород O_2 является газом-окислителем и акцептором электронов, что уменьшает электропроводность полупроводника. Воздействие кислорода на поверхность канала приводит к снижению тока между истоком и стоком как при положительных, так и при отрицательных потенциалах на затворе. Таким образом, адсорбция кислорода n - SnO_2 каналом полевого транзистора будет действовать на вольт-амперную характеристику так же, как наличие отрицательного потенциала на затворе. Дей-

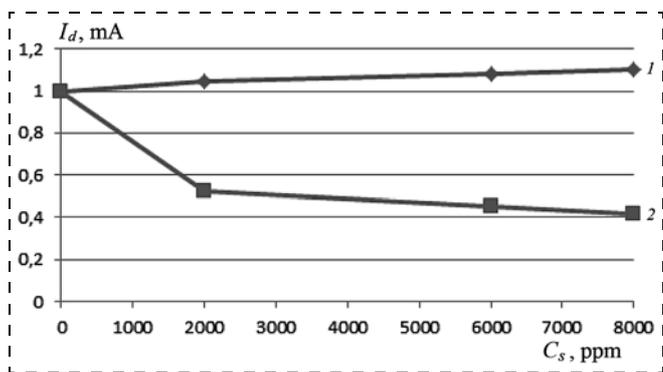


Рис. 5. Влияние концентрации на значение тока в канале полевого транзистора: 1 — газа-восстановителя (этанол); 2 — газа-окислителя (кислород)

Fig. 5. Influence of the gas concentration on the value of the current in the channel of the field transistor: 1 — gas-reducer (ethanol); 2 — gas-oxidizer (oxygen)

ствительно, как видно из полученных экспериментальных данных, ток стока уменьшается при взаимодействии n - SnO_2 канала с газообразным кислородом. Например, 2000 ppm кислорода оказывают на ВАХ транзистора такое же воздействие, как и отрицательное напряжение на затворе.

При воздействии кислорода концентрацией 2000 ppm и напряжении $U_{ds} = 15$ В значение тока I_d , проходящего через канал, уменьшается в 2 раза (рис. 5), что демонстрирует сильное воздействие газов-окислителей на значение тока в полевом транзисторе с каналом n -типа на основе SnO_2 . Дальнейшее увеличение концентрации кислорода до 8000 ppm снижает значение тока всего на 0,1 мА. В то же время влияние на вольт-амперную характеристику газов-восстановителей имеет линейный характер и составляет ~10 % увеличения тока при 8000 ppm этанола. Исходя из полученных ВАХ, следует отметить, что существует возможность управления параметрами датчика газа с помощью изменения напряжения на затворе; при этом отрицательное напряжение на затворе оказывает большее влияние на вольт-амперные характеристики, чем положительное, и может быть эффективно использовано для усиления сигнала от газов-окислителей. Таким образом, установлено, что концентрация этанола 8000 ppm изменяет ВАХ так же, как напряжение на затворе +1 В, а концентрация кислорода 2000 ppm действует, как напряжение U_g , превышающее -5 В.

Заключение

В результате исследований вольт-амперных характеристик полевого транзистора с нижним расположением затвора и металлооксидным каналом установлено, что газовые среды приводят к модуляции проводимости канала полевого транзистора, влияют на вид ВАХ и ток стока, что позволяет проводить измерения газовой чувствительности при

комнатной температуре. Газы-окислители оказывают большее воздействие на вольт-амперные характеристики полевого транзистора с металлооксидным каналом электронного типа проводимости, чем газы-восстановители. Таким образом, исследуемый микроэлектронный датчик газа может быть использован в схеме включения полевого транзистора с каналом n - SnO_2 и нижним расположением затвора для контроля концентрации газов при комнатной температуре.

Для контроля газов-восстановителей желательно использовать полевой транзистор с каналом p -типа и нижним расположением затвора. В качестве канала p -типа полевого транзистора можно использовать специально легированные пленки SnO_2 или ZnO [17, 18], а также металлооксидные [19] или сульфидные пленки [20] p -типа проводимости. Представляется перспективным разработку специальных конструкций полевых транзисторов с нижним расположением затвора и открытым каналом n -типа или p -типа для мониторинга воздушной среды при комнатной температуре.

Список литературы

1. Каттрал Р. В. Химические сенсоры. М.: Научный мир, 2000. 144 с.
2. Figaro: датчики газов / сост. Страхов В. Б. М.: Додэка-XXI, 2002. 64 с.
3. Kohl D. Surface processes in detection of reducing gases with SnO_2 -based devices // Sensors and Actuators. 1989. Vol. 18. P. 71–113.
4. Barsan N., Weimar U. Conduction model of metal oxide gas sensors // Journal of Electronics. 2001. Vol. 7. P. 143–167.
5. Виглеб Г. Датчики. Устройство и применения. Пер. с англ. М.: Мир, 1989. 196 с.
6. Comini E., Faglia G., Sberveglieri G. UV light activation of tin oxide thin films to NO_2 sensing at room temperatures // Sensors and Actuators B: Chemical. 2001. Vol. 78. N. 1–3. P. 73–77.
7. Pejovic Momcilo M., Pejovic Milic M. Different types of field-effect transistors. Theory and Application. InTechOpen, 2017. 190 p.
8. Lundström I., Armgarth M., Spetz A., Winquist F. Gas sensing based on catalytic metal-gate field-effect devices // Sensors and Actuators. 1986. Vol. 10. P. 399–421.
9. Wager J. F. Transparent electronics // Science. 2003. Vol. 300. P. 1245–1246.
10. Fakhri M., Johann H., Gornn P., Riedl T. Water as origin of hysteresis in zinc tin oxide thin-film transistors // ACS Applied Materials & Interfaces. 2012. Vol. 4. Is. 9. P. 4453–4456.
11. Рембеза С. И., Просвири Д. Б., Викин О. Г., Викин Г. А., Буслев В. А., Куликов Д. Ю. Особенности концентрации и технологии изготовления тонкопленочных металлооксидных интегральных сенсоров газов // Сенсор. 2004. № 1. С. 20–26.
12. Рембеза Е. С., Рембеза С. И., Свистова Т. В., Дырда Н. Н. Методы повышения газочувствительных свойств пленок SnO_2 для датчиков газов // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2006. № 1. С. 3–8.
13. Barsan N. Conduction models in gas-sensing SnO_2 layers: Grain-size effects and ambient atmosphere influence // Sensors and Actuators B. 1994. Vol. 17. P. 241–247.
14. Рембеза С. И., Свистова Т. В., Рембеза Е. С., Милащечко В. В. Влияние примеси платины на свойства пленок

диоксида олова, используемых в датчиках газов // Нано- и микросистемная техника. 2004. № 3. С. 21–24.

15. Wang C., Yin L., Zhang L. et al. Metal oxide gas sensors: sensitivity and influencing factors // Sensors. 2010. Vol. 10, N. 3. P. 2088–2106.

16. Henrich V. E., Cox P. A. The surface science of metal oxides. Cambridge: Cambridge University Press, 1994. 464 p.

17. Zhao J., Liang H., Sun J. et al. Influence of Sb doping on optical and structural properties of ZnO by MOCVD // Physica Status Solidi A. 2011. Vol. 208, N. 4. P. 825–830.

18. Saravanakannan V., Radhakrishnan T. Structural and electronic studies on Al substituted SnO₂ nano structures a DFT study // Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. 2013. Vol. 4. Is. 4. P. 589–599.

19. Ramya V., Neyvasagam K., Chandramohan R. et al. Studies on chemical bath deposited CuO thin films for solar cells application // Journal of Matter Science: Materials in Electronics. 2015. Vol. 26. P. 8489–8496.

20. Ramakrishna K. T., Purandhara P. Structural studies on SnS films grown by a two-stage process // Materials Letters. 2002. Vol. 56. P. 108–111.

S. I. Rembeza¹, Head of the Department, e-mail: rembeza@yandex.ru, **S. V. Ovsianikov**², Senior Researcher, ovsianikov@niiet.ru, **V. A. Buslov**², Leader Researcher, e-mail: vadbus@mail.ru, **E. S. Rembeza**³, Professor, e-mail: rembeza@phys.vsu.ru, **N. N. Kosheleva**¹, Associate Professor, vstu-pp@yandex.ru, **T. V. Svistova**¹, Associate Professor, svistamara@yandex.ru

¹ Voronezh State Technical University, Voronezh, 394026, Russian Federation

² Scientific Research Institute of Electronic Techniques, Voronezh, 394033, Russian Federation

³ Voronezh State University, 394006, Voronezh, Russian Federation

Corresponding author:

Rembeza Stanislav I., Head of the Department, Voronezh State Technical University, Voronezh, 394026, Russian Federation, e-mail: rembeza@yandex.ru

Gas Sensitivity of a Field Transistor with a Metal Oxide Channel at a Room Temperature

Received on June 18, 2018

Accepted on July 02, 2018

For a long time the metal oxide wide-gap semiconductors (SnO₂, ZnO, etc.) have been used in the conductometric gas sensors, which change their electric conductivity due to the surface adsorption of the gas molecules. High working temperatures of the gas sensors (200...500 °C) require a lot of energy and reduce the lifetime of the sensitive elements. The aim of this work is to achieve a decrease of the working temperatures of the gas sensors and increase the signal due to the effect of modulation of the electric conductivity in the metal-oxide channel of the field transistor with a bottom gate. In our experiments we used a gas sensor prepared by the microelectronic technology on the surface of an oxidized silicon with contacts to the sensitive SnO₂ layer at the distance of 10 μm. Low-ohm silicon was used as the gate contact to SiO₂-dielectric, platinum contacts to SnO₂ — as the source and the drain, SnO₂ film between them — as the transistor channel. The volt-ampere characteristics of the transistor were obtained in the air environment at the zero, positive and negative potentials on the gate. It was demonstrated that at a room temperature the influence of the gas-reducer (ethanol) and gas-oxidizer (oxygen) on the volt-ampere characteristics of the transistor corresponded to the positive and negative potentials on the gate. Thus, modulation of the electric conductivity of the metal-oxide channel of the field transistor under the gases' influence at a room temperature changes the amplifier properties of the transistor with a bottom gate.

Keywords: field transistor, metal oxide channel, room temperature, volt-ampere characteristics, gases sensitivity

For citation:

Rembeza S. I., Ovsianikov S. V., Buslov V. A., Rembeza E. S., Kosheleva N. N., Svistova T. V. Gas Sensitivity of a Field Transistor with a Metal Oxide Channel at a Room Temperature, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 633–638.

DOI: 10:17587/nmst.20.633-638

Introduction

On the basis of films of SnO₂, ZnO and other metal oxides the thermoconductometric sensors of the toxic and explosive gases were developed, which are widely applied [1, 2] in the systems of safety and ecological monitoring of the air environment. Due to the physical and chemical specific features of the mechanisms of the gas sensitivity of the metal oxides [3, 4], an essential drawback of such sensors is a rather high (up to 500°) working temperatures, demanding higher power con-

sumption and reducing their lifetime. Besides, high temperatures are dangerously explosive during control of the combustible gases in the air [5], therefore, there are continuing attempts to search for new ways of gas detection, which do not demand high temperatures and big power consumption [6]. There are attempts to create gas sensors on the basis of MOS structures with a catalytic (Pd or Pt) gate contact, which can work at room temperatures [7]. The most frequently used field transistors are the ones on the basis of silicon with the

top arrangement of the gate [8], the catalytic contact of which interacts with the controllable gas, hydrogen, for example, and breaks down quickly. Recently, in connection with the advance of the transparent electronics, during development of the transparent displays the field transistors with the bottom arrangement of the gate and the channel on the basis of the metal oxides have been used [9]. At that, the influence of humidity of the environment on the parameters of the field transistor at a room temperature was noticed [10], which allowed us to assume that the gas sensitivity of the metal-oxide channel on the basis of SnO_2 observed during interaction with various gases opened opportunities for measurement of the gas sensitivity at a room temperature.

The aim of the publication is to analyze the feasibility of application of a microelectronic gas sensor, connected in the circuit of a field transistor with a bottom arrangement of the gate and a metal-oxide channel, for measurement of the gas sensitivity of the gases-oxidizers and gases-reducers at a room temperature.

Samples and experiment technique

The object of research is the gas sensor made by the microelectronic technology [11]. The gas sensor with the size of 1×1 mm, made on the surface of the oxidized silicon, contains a heater and contacts for the sensitive layer in the form of the interdigital structure from platinum with the distance between the contacts of $10 \mu\text{m}$, and two sensitive elements (SE) on the basis of the tin dioxide with additive of 3 % at. of SiO_2 . As a result of a heat treatment the additive of 3 % at. of SiO_2 in SnO_2 leads to formation of a nanostructured SnO_2 film with the size of the crystalline particles of about 5 nm [12] and to an increase of the gas sensitivity of SnO_2 films due to a greater role of the surface atoms in the adsorptive processes [13]. Connecting outlets from the aluminum wire with diameter of $30 \mu\text{m}$ are welded to the contact platforms by ultrasonic welding. The crystal is placed in a standard ceramic-metal case of an integral circuit.

The microelectronic gas sensor can be included in the circuit of the field transistor with the bottom arrangement of the gate: the gate is a silicon substrate (of n -type with thickness of $400 \mu\text{m}$); the dielectric is the silicon dioxide with thickness of $0.5 \mu\text{m}$; the source and the drain are platinum contacts with thickness of $0.22 \mu\text{m}$; the channel is the gas-sensitive SnO_2 layer with thickness of $0.25 \mu\text{m}$, width of the channel $W = 3910 \mu\text{m}$, length of the channel (distance between the contacts) $L = 10 \mu\text{m}$, therefore, the correlation $W/L = 391$ (fig. 1).

For measurement of the volt-ampere characteristics (VAC) of the field transistor the crystal of the sensor was placed on a sample stage connected to a power unit, supplying voltage to the gate. A micromanipulator with the tungsten probes was used to ensure the pressed

contacts to the source and the drain of the instrument structure. By means of I9M2.611.004 characteristic tracer-measuring instrument the voltage was supplied to the source and drain probes, and the volt-ampere characteristic of the transistor structures was measured with visualization on C1-83 oscillograph.

Experimental results and their discussion

The output characteristics of the structure during supply of the positive $U_g = 1, 3, 5 \text{ V}$ and negative $U_g = -1, -3, -5 \text{ V}$ voltages to the gate are presented in fig. 2 (see the 3-rd side of cover). It was discovered that a positive voltage supplied to the gate resulted in an increase of the concentration of carriers in the channel of the field transistor and in a current increase between the source and the drain, while the negative voltage supplied to the gate resulted in a depletion of electrons in SnO_2 layer and a corresponding alteration of the volt-ampere characteristics. It is necessary to point out, that in the given interval of voltages the output characteristics of the structure contain only a steep or "ohmic" area of VAC, while at the used voltages a flat or saturation area is not reached.

The output characteristics of the structure under the influence of different concentrations of ethanol at $U_g = 0 \text{ V}$ are presented in fig. 3 (see the 3-rd side of cover). Vapors of ethanol with concentrations of 2000, 6000, 8000 ppm are used as the gas-reducer. The concentration of the gas can be calculated by the method of a controlled dilution. A technique was used for recalculation of the concentration of a liquid substance (for example, acetone, ethyl alcohol, isopropyl alcohol) into a concentration of a gaseous substance during its evaporation in a closed volume [14]. As one can see from fig. 3, the gases-reducers have only a little influence on the VAC structures and change the characteristic in the same way, like a positive displacement on the gate. Variation of the drain current is less than 10 % at the voltages of $U_{ds} \approx 15 \text{ V}$ and concentration of ethanol in the air of 8000 ppm. The received result confirms the generally accepted model of adsorption and interaction of the gases-reducers with the surface of SnO_2 with appearance of additional electrons in the conductivity zone of the metal oxide [15].

Oxygen O_2 with concentrations of 2000, 6000, 8000 ppm, let into the measuring chamber after its blowing off by nitrogen, is used as the gas-oxidizer. The output characteristics of the structure under the influence of the gas-oxidizer of O_2 at $U_g = 0 \text{ V}$ are presented in fig. 4 (see the 3-rd side of cover). Adsorption of oxygen on the surface of n - SnO_2 film leads to capture of the electrons from the zone of conductivity of SnO_2 [16] and to an increase of the electric resistance of the sensor layer of the metal oxide, which is the channel of the field transistor. Oxygen O_2 is the gas-oxidizer and acceptor of the electrons, which reduces the electric

conductance of the semiconductor. Influence of oxygen on the surface of the channel leads to a reduction of the current between the source and the drain, both at the positive and negative potentials on the gate. Thus, adsorption of oxygen by n -SnO₂ channel of the field transistor will influence VAC in the same way as the presence of the negative potential on the gate. In fact, as it is obvious from the received experimental data, the drain current decreases during interaction of n -SnO₂ channel with the gaseous oxygen. For example, 2000 ppm of oxygen will have on VAC of the transistor the same influence, as the negative voltage on the gate.

Under action of oxygen with the concentration of 2000 ppm and voltage of $U_{ds} = 15$ V, the current of I_d , passing through the channel decreases 2 times (fig. 5), which demonstrates a strong influence of the gases-oxidizers on the current in the field transistor with the channel of n -type on the basis of SnO₂. The further increase of the concentration of oxygen up to 8000 ppm reduces the current by 0.1 mA only. At the same time, the influence of the gases-reducers on VAC has a linear character and equals to ~10 % of the increase of the current at 8000 ppm of ethanol. Proceeding from the obtained VAC, we should point out that there is a possibility to control the parameters of the gas sensor by means of changing the voltage on the gate; at that, the negative voltage on the gate has a bigger influence on VAC, than the positive one, and can be used efficiently for strengthening of the signals from the gases-oxidizers. Thus, it was established, that the concentration of ethanol of 8000 ppm changes VAC in the same way as voltage +1 V on the gate, while the concentration of oxygen of 2000 ppm operates as the voltage of U_g exceeding -5 V.

Conclusion

As a result of the research of VAC of the field transistor with a bottom arrangement of the gate and metal-oxide channel it was established, that the gas environments led to a modulation of the conductivity of the channel of the field transistor, influenced the appearance of VAC and the drain current, which made the measurements of the gas sensitivity at a room temperature possible. The gases-oxidizers render a great influence on VAC of the field transistor with a metal-oxide channel of the electron type of conductivity, than the gases-reducers. Thus, the investigated microelectronic gas sensor can be used in the circuit of the field transistor with n -SnO₂ channel and the bottom arrangement of the gate for control of the concentrations of gases at a room temperature.

For control of the gases-reducers it is desirable to use the field transistor with the p -type channel and the bottom arrangement of the gate. As the channel of p -type of the field transistor it is possible to use the specially doped films of SnO₂ or ZnO [17, 18], and also the

other metal-oxide [19] or sulphidic films [20] of p -type of conductivity. The authors believe that development of special designs of the field transistors with the bottom arrangement of the gate and the open channel of n -type or of p -type for monitoring of the air environment has good prospects.

References

1. **Katral R. V.** *Khemicheskie sensory*. Moscow, Nauchnyi mir, 2000. 144 p. (in Russian).
2. **Figaro:** datchiki gazov / sost. V. B. Strakhov. Moscow, Izdatel'skii dom "Dodeka-XXI", 2002, 64 p. (in Russian)
3. **Kohl D.** Surface processes in detection of reducing gases with SnO₂-based devices, *Sensors and Actuators*, 1989, vol. 18, pp. 71–113.
4. **Barsan N., Weimar U.** Conduction model of metal oxide gas sensors, *Journal of Electronics*, 2001, vol. 7, pp. 143–167.
5. **Vigleb G.** *Datchiki. Ustroystvo i primenenie*. Moscow, Mir, 1989. 196 p. (in Russian)
6. **Comini E., Faglia G., Sberveglieri G.** UV light activation of tin oxide thin films to NO₂ sensing at room temperatures, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2001, vol. 78, no. 1–3, pp. 73–77.
7. **Pejovic Momcilo M., Pejovic Milic M.** *Different types of field-effect transistors. Theory and Application*. InTechOpen, 2017. 190 p.
8. **Lundström I., Armgarth M., Spetz A., Winqvist F.** Gas sensing based on catalytic metal-gate field-effect devices, *Sensors and Actuators*, 1986, vol. 10, pp. 399–421.
9. **Wager J. F.** Transparent electronics, *Science*, 2003, vol. 300, pp. 1245–1246.
10. **Fakhri M., Johann H., Gorrn P., Riedl T.** Water as origin of hysteresis in zinc tin oxide thin-film transistors, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2012, vol. 4, is. 9, pp. 4453–4456.
11. **Rembeza S. I., Prosvirin D. B., Vikin O. G., Vikin G. A., Buslov V. A., Kulikov D. Yu.** Osobennosti kontsentratsii i tehnologii izgotovleniya tonkoplennoknykh metalloksidnykh integral'nykh sensorov gazov, *Sensory*, 2004, no. 1, pp. 20–26 (in Russian).
12. **Rembeza E. S., Rembeza S. I., Svistova T. V., Dyrda N. N.** Metody povysheniya gazochuvstvitel'nykh svoystv plenok SnO₂ dlya datchikov gazov, *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenij. Elektronika*, 2006, no. 1, pp. 3–8 (in Russian).
13. **Barsan N.** Conduction models in gas-sensing SnO₂ layers: Grain-size effects and ambient atmosphere influence, *Sensors and Actuators B*, 1994, vol. 17, pp. 241–247.
14. **Rembeza S. I., Svistova T. V., Rembeza E. S., Milashechko V. V.** Vliyaniye primesi platiny na svoystva plenok dioksida olova, ispol'zuemykh v datchikah gazov, *Nano- and mikrosistemnaya tekhnika*, 2004, no. 3, pp. 21–24 (in Russian).
15. **Wang C., Yin L., Zhang L.** et al. Metal oxide gas sensors: sensitivity and influencing factors, *Sensors*, 2010, vol. 10, no. 3, pp. 2088–2106.
16. **Henrich V. E., Cox P. A.** *The surface science of metal oxides*, Cambridge: Cambridge University Press, 1994. 464 p.
17. **Zhao J., Liang H., Sun J.** et al. Influence of Sb doping on optical and structural properties of ZnO by MOCVD, *Physica Status Solidi A*, 2011, vol. 208, no. 4, pp. 825–830.
18. **Saravanakannan V., Radhakrishnan T.** Structural and electronic studies on Al substituted SnO₂ nano structures a DFT study, *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2013, vol. 4, is. 4, pp. 589–599.
19. **Ramya V., Neyvasagam K., Chandramohan R.** et al. Studies on chemical bath deposited CuO thin films for solar cells application, *Journal of Matter Science: Materials in Electronics*, 2015, vol. 26, pp. 8489–8496.
20. **Ramakrishna K. T., Purandhara P.** Structural studies on SnS films grown by a two-stage process, *Materials Letters*, 2002, vol. 56, pp. 108–111.

Рекомендации по оформлению материалов для публикации в журнале "НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА"

МАТЕРИАЛЫ, ПРЕДСТАВЛЯЕМЫЕ В РЕДАКЦИЮ

- Статья, оформленная в соответствии с требованиями.
- Таблицы, иллюстрации и перечень подрисовочных подписей.
- Сведения об авторах (фамилия, имя, отчество, ученая степень, место работы, занимаемая должность, домашний и служебный адреса, телефоны, факс, e-mail).
- Статья на электронном носителе.
- Англоязычная информация.

ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ РАЗМЕЩЕНИЯ МАТЕРИАЛА СТАТЬИ

1. Индекс **УДК** размещается в левом верхнем углу первой страницы.
2. **Сведения об авторах** на русском языке размещаются перед названием статьи и включают инициалы и фамилию авторов с указанием их ученой степени, звания, должности и названия организации и места ее расположения (если это не следует из ее названия). Указывается также e-mail и/или почтовый адрес хотя бы одного автора или организации.
3. За **сведениями об авторах** следует **название статьи**.
4. После названия статьи отдельным абзацем дается **аннотация**, отражающая содержание статьи (что в ней рассмотрено, приведено, обосновано, предложено и т. д.).
5. Затем следуют **ключевые слова**.
6. Текст статьи.
7. Список литературы.
8. Англоязычная информация.

АНГЛОЯЗЫЧНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

(СОГЛАСНО ТРЕБОВАНИЯМ ЗАРУБЕЖНЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ БАЗ ДАННЫХ):

- инициалы и фамилии каждого автора, e-mail, полное название места работы и адрес (при совпадении места работы авторов нужно указывать его один раз для всей группы авторов);
- название статьи;
- аннотация статьи объемом не менее 200 слов, написанная качественным английским языком, отражающая основное содержание статьи с указанием цели, задачи, результатов исследования и кратких выводов;
- ключевые слова (10—12 слов);
- список литературы в романском алфавите (латинице), т. е. необходимо транслитерировать на латинский шрифт (см., например, <http://translit.ru/>) инициалы и фамилии авторов, название источника публикации и место издания, а технические сокращения (номер, том, страница и т. п.) должны быть переведены с использованием общепринятых обозначений (номер — N., том — Vol., страницы — P. и т. п.).

Статья может быть отправлена по e-mail: nmst@novtex.ru с рисунками, вставленными в текстовый файл с расширением DOC.

Дополнительные пояснения авторы могут получить в редакции журнала лично, по телефонам: (499) 269-53-97, (499) 269-55-10 либо по e-mail.

АДРЕС РЕДАКЦИИ ЖУРНАЛА

107076, Г. МОСКВА, СТРОМЫНСКИЙ ПЕР., 4, ИЗДАТЕЛЬСТВО "НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ"

РЕДАКЦИЯ ЖУРНАЛА "Нано- и микросистемная техника"

Тел.: (499) 269-55-10; тел./факс: (499) 269-55-10

E-mail: nmst@novtex.ru <http://microsystems.ru>

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

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

Сдано в набор 21.08.2018. Подписано в печать 26.09.2018. Формат 60×88 1/8. Заказ МС1018. Цена договорная
Оригинал-макет ООО «Авансед солюшнз». Отпечатано в ООО «Авансед солюшнз». 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1. Сайт: www.aov.ru

TERA 2018

3rd International Conference

Terahertz and Microwave Radiation: Generation, Detection and Applications

<http://tera2018.ipfran.ru>

October 22 – 25, 2018

**Institute of Applied Physics of the Russian Academy of Sciences
46 Ulyanov Street · 603950 · Nizhny Novgorod · Russia**

tera2018@ipfran.ru

TERA-2018 conference is devoted to the discussion of fundamental and applied problems related to the generation and detection of terahertz and microwave radiation as well as its interaction with matter.



Conference Chairman

Dr. Mikhail Glyavin

Institute of Applied Physics RAS

Co-Chairs

Prof. Boris Knyazev

Budker Institute of Nuclear Physics RAS

Prof. Alexander Shkurinov

Lomonosov Moscow State University

Scientific Secretary

Dr. Alexander Silaev

Institute of Applied Physics RAS

Organizing Committee

Dr. Anton Sedov

Institute of Applied Physics RAS

Sections

- Electronic sources of THz & MW radiation, synchrotron radiation, free-electron lasers.
- Optoelectronic & solid-state sources of THz radiation.
- Generation of THz radiation by intense laser pulses.
- Quantum cascade lasers.
- Detection of THz & MW radiation. Metrology in THz frequency range.
- Study of materials (including nano- and metamaterials) with the help of THz & MW radiation. Time-domain and CW spectroscopy.
- Interaction of high-power THz and MW radiation with matter. Application of THz radiation for the research and control of ultrafast process in physics, chemistry and biology.
- Terahertz & microwave imaging: tomography, holography and near-field microscopy.
- Systems of security and non-destructive control using THz and MW radiation. Remote sensing with THz radiation. Communication in THz frequency range.
- Medical and biological applications of THz radiation.



Institute of Applied Physics RAS



M.V. Lomonosov Moscow State University



Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS



Scientific Production Enterprise "GYCOM"

Sponsors:



Рисунки к статье С. И. Рембезы,
С. В. Овсянникова, В. А. Буслова, Е. С. Рембезы,
Н. Н. Кошелевой, Т. В. Свистовой

**«ГАЗОВАЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ
ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ
ПОЛЕВОГО ТРАНЗИСТОРА
С МЕТАЛЛОКСИДНЫМ КАНАЛОМ»**

S. I. Rembeza, S. V. Ovsiannikov, V. A. Buslov,
E. S. Rembeza, N. N. Kosheleva, T. V. Svistova

**«GAS SENSITIVITY OF A FIELD
TRANSISTOR WITH A METAL OXIDE
CHANNEL AT A ROOM TEMPERATURE»**

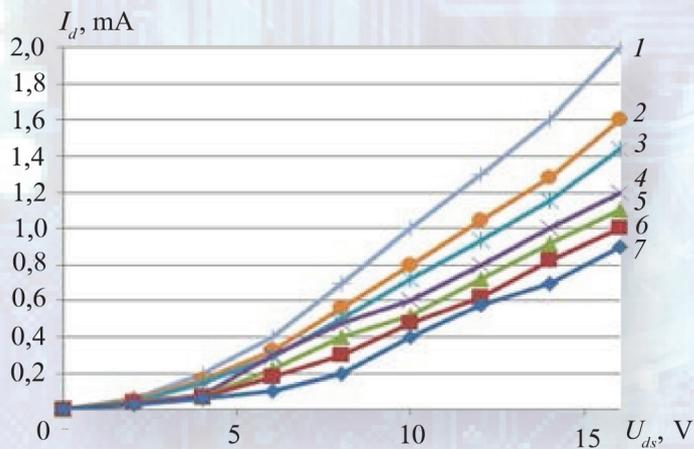


Рис. 2. Выходные характеристики структуры при положительном и отрицательном напряжениях на затворе:

1 – при $U_g = +5$ В; 2 – при $U_g = +3$ В;
3 – при $U_g = +1$ В; 4 – при $U_g = 0$ В;
5 – при $U_g = -1$ В; 6 – при $U_g = -3$ В,
7 – при $U_g = -5$ В

Fig. 2. The output characteristics of the structure at the positive and negative voltages on the gate:

1 – at $U_g = +5$ V; 2 – at $U_g = +3$ V;
3 – at $U_g = +1$ V; 4 – at $U_g = 0$ V;
5 – at $U_g = -1$ V; 6 – at $U_g = -3$ V;
7 – at $U_g = -5$ V

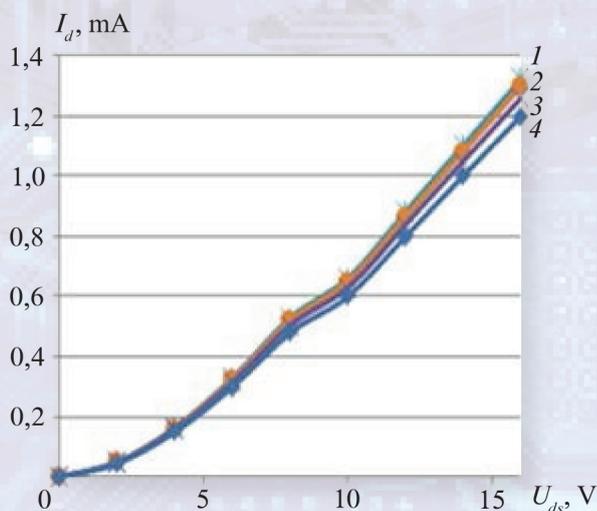


Рис. 3. Выходные характеристики структуры при воздействии и в отсутствие газа-восстановителя при $U_{ds} = 0$ В:

1 – C_2H_5OH (8000 ppm); 2 – C_2H_5OH (6000 ppm);
3 – C_2H_5OH (2000 ppm); 4 – в отсутствие газа

Fig. 3. The output characteristics of the structure under the influence and in the absence of a gas-reducer at $U_{ds} = 0$ V:

1 – C_2H_5OH (8000 ppm); 2 – C_2H_5OH (6000 ppm);
3 – C_2H_5OH (2000 ppm); 4 – in the absence of the gas

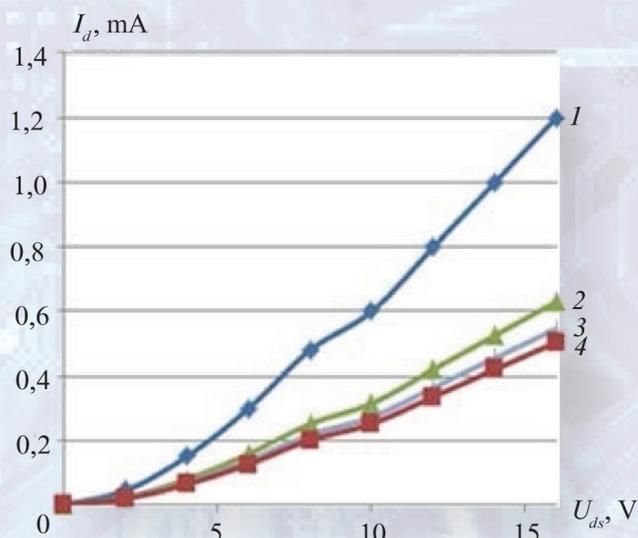


Рис. 4. Выходные характеристики структуры при воздействии и в отсутствие газа-окислителя при $U_{ds} = 0$ В:

1 – в отсутствие газа; 2 – O_2 (2000 ppm); 3 – O_2 (6000 ppm); 4 – O_2 (8000 ppm)

Fig. 4. The output characteristics of the structure under the influence and in the absence of a gas-oxidizer at $U_{ds} = 0$ V: 1 – in the absence of the gas; 2 – O_2 (2000 ppm); 3 – O_2 (6000 ppm); 4 – O_2 (8000 ppm)

ГЛАВНОЕ СОБЫТИЕ В ОБЛАСТИ ПРИБОРОСТРОЕНИЯ, ТОЧНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ, МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ

МОСКОВСКИЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ ИННОВАЦИОННЫЙ ФОРУМ

ТОЧНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ – ОСНОВА КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ

Москва, 15-17 мая 2019 года
ВДНХ, Павильон №75



ОРГАНИЗАТОРЫ:

 **МИНПРОМТОРГ
РОССИИ**

 **РОССТАНДАРТ**

СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ РАЗДЕЛЫ ВЫСТАВКИ



METROLEXPO

МЕТРОЛОГИЯ, ИЗМЕРЕНИЯ И ИСПЫТАНИЯ



CONTROL&DIAGNOSTIC

КОНТРОЛЬ И ДИАГНОСТИКА



LABTEST

ЛАБОРАТОРНЫЕ ИСПЫТАНИЯ



PROMAUTOMATIC

ПРОМЫШЛЕННАЯ АВТОМАТИЗАЦИЯ



RESMETERING

УЧЁТ ЭНЕРГОРЕСУРСОВ



WEIGHT SALON

ВЕСОВОЙ САЛОН

ЦИФРЫ И ФАКТЫ 2018 года:

Участники – 296 компаний из 24 стран мира

**Посетители – 5046 специалистов
из 63 регионов России**

Площадь экспозиции – 6870 м²

Приборы и оборудование – 2145 единиц

Мероприятия съезда – 25 секций

Докладчики – 84 чел.

Делегаты – 980 чел.



ДИРЕКЦИЯ ФОРУМА

Тел./Факс: +7 (495) 937-40-23

E-mail: metrol@expoprom.ru

Спешите забронировать стенд
www.metrol.expoprom.ru