



НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

ISSN 1813-8586

Том 21. № 1. 2019

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

NANO- and MICROSYSTEMS
TECHNOLOGY

Vol. 21, No. 1, 2019

The articles are published
in Russian and English



14-я Международная выставка
вакуумного оборудования

16–18 апреля 2019
Москва, КВЦ «Сокольники»,
павильон 4



Единственная
в России выставка
вакуумной техники
и криогенного
оборудования



Вакуумное
оборудование



Криогенное
оборудование

Оборудование
для нанесения
функциональных
покрытий

ЗАБРОНИРУЙТЕ СТЕНД
vacuumtechexpo.com

При поддержке



Организатор ITE Expo
+7 499 750-08-28
vacuumtechexpo@ite-expo.ru

НАНО- И МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

Том 21. № 1 ◆ 2019

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫЙ ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ И ПРИКЛАДНОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

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

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

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

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

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

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

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.

Тимошенков 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

Издается с 1999 г.

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МНСТ

Васильев В. Ю. Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 6. Каталитическое осаждение в проточных реакторах 3

Галкина С. А., Барулина М. А. Влияние неизотропности материала на деформацию чувствительного элемента микромеханического акселерометра 14

Крупкин Е. И., Аверин И. А., Пронин И. А., Карманов А. А., Якушова Н. Д. Получениеnanoструктурированных пленок оксида цинка и исследование их фотокаталитических свойств 23

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

Панкратов В. М., Голиков А. В., Панкратова Е. В., Голикова О. В., Маркелова О. В. Анализ динамики чувствительного элемента балочного типа микромеханического гироскопа путем построения амплитудно-частотных пространственных характеристик 35

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ

Черепанов А. А., Новиков И. Л., Васильев В. Ю. Считывающая электронника для СКВИД-магнитометров постоянного тока. Часть 1. Магнитометры постоянного тока и их ограничения 40

Драгунов В. П., Остертак Д. И., Синицкий Р. Е. Электростатический микроэлектромеханический генератор с непрерывной генерацией тока в режиме автостабилизации 51

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

ПОДПИСКА:

по каталогу "Пресса России" (индекс 27849)

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

Адрес для переписки:

107076 Москва,

Стромынский пер., д. 4

e-mail: nmst@novtex.ru

Учредитель:

Издательство "Новые технологии"

NANO- and MICROSYSTEMS TECHNOLOGY

(*Title "NANO- I MIKROSISTEMNAYA TEKHNIKA"*)

ISSN 1813-8586 DOI: 10.17587/issn1813-8586

Vol. 21
No. 1
2019

CHIEF EDITOR

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

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

Editorial council:

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

Editorial board:

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

Editorial staff:

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

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

CONTENTS

SCIENCE OF MATERIALS AND TECHNOLOGICAL BASICS OF MNST

Vasilyev V. Yu. Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystem Technologies. Part 6. Catalytic Processes in the Flow Type Reactors 9

Galkina S. A., Barulina M. A. Influence of the Nonisotropy of a Material on the Deformation of the Sensitive Element of a Micro-mechanical Accelerometer 19

Krupkin E. I., Averin I. A., Pronin I. A., Karmanov A. A., Yakushova N. D. Synthesis of Nanostructured Zinc Oxide Films and Research of their Photocatalytic Properties 30

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

Pankratov V. M., Golikov A. V., Pankratova E. V., Golikova O. V., Markelova O. V. Analysis of the Dynamics of the Beam Type Sensitive Element of Micromechanical Gyroscope through Constructing Amplitude-Spatial Frequency Characteristics 38

MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

Cherepanov A. A., Novikov I. L., Vasiliev V. Yu. Read-Out Electronics for dc-SQUID Magnetometers. Part 1. Dc Magnetometers and their Limitations 46

Dragunov V. P., Ostertak D. I., Sinitskiy R. E. Electrostatic Micro-electromechanical Generator with Continuous Generation of Current for the Autostabilization Regime 59

Our:

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

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.21.3-13

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 6. КАТАЛИТИЧЕСКОЕ ОСАЖДЕНИЕ В ПРОТОЧНЫХ РЕАКТОРАХ

Поступила в редакцию 27.06.2018

В части 6 обзора проанализированы состояние и направления развития технологий получения низкотемпературных тонких пленок нитрида кремния для микроэлектронных и микросистемных приложений при каталитической активации "горячей нитью" исходных реагентов в реакторах проточного типа. Рассмотрены результаты исследований, особенности и преимущества каталитического химического осаждения из газовой фазы. Преимуществами являются возможность получения тонких пленок с широким диапазоном составов, в том числе близким к стехиометрии и с низким содержанием водорода; возможность использования низких температур осаждения для подложек разнообразной формы и размеров, в том числе гибких подложек; высокая эффективность использования исходных реагентов (в основном моносилана и аммиака). Недостатком процессов каталитического химического осаждения из газовой фазы является плохая конформность осаждения тонких пленок.

Ключевые слова: нитрид кремния, тонкие пленки, каталитическое осаждение, активация горячей нитью, проточные реакторы, интегральные микросхемы, микросистемная техника

Введение

Ранее в работах [1—5] автором было проанализировано состояние технологий получения тонких пленок нитрида кремния (ТПНК) в реакторах проточного и циклического типа для применения в технологиях интегральных микросхем (ИМС) и нано- и микроэлектромеханических систем (МЭМС). В работе [1] рассмотрены процессы химического осаждения из газовой фазы (ХОГФ или CVD) при температурах (T_d) 650...850 °C в реакторах проточного типа низкого давления (РНД или Low Pressure Chemical Vapor Deposition, LPCVD) с термической активацией химических реакций аммонолиза SiH₄, SiCl₄ и SiH₂Cl₂. В работе [2] проанализированы технологии получения ТПНК в реакторах циклического действия с последовательно-импульсным напуском исходных химических реагентов. В случае реализации режима атомно-слоевого осаждения (ACO) при температурах 300...650 °C скорость наращивания W составляла менее монослоя за один цикл осаждения. При этом дозы реагентов на несколько порядков превышали расчетно-необхо-

димые для достижения таких значений скоростей, что указывает на чрезвычайно низкую эффективность исследованных импульсных процессов осаждения.

Методы [1, 2] с относительно высокотемпературной термической активацией позволяют получать ТПНК, близкие по составу к стехиометрическим Si₃N₄ (С-ТПНК), что отвечает соотношению Si/N = 0,75. Однако высокие температуры ограничивают их применение. В работах [3—5] рассмотрены низкотемпературные процессы (<400 °C) плазмохимического осаждения (ПХО) [3] и осаждения с плазмой высокой плотности (ПВП) [4] в реакторах проточного типа, а также плазмоактивированного осаждения в циклических реакторах [5]. При ПХО достигаются высокие скорости наращивания [3], однако формируются нестехиометрические материалы, обозначенные автором "кремний-азотводородсодержащие тонкие пленки" (КАВ-ТП). Основным нежелательным для технологии компонентом КАВ-ТП является водород с суммарной концентрацией до 40 ат. %, который ухудшает та-

кие технологически важные свойства пленок, как плотность, скорость растворения и т. д. Использование ПХО с ПВП обеспечивает в разы меньший и приемлемо низкий для технологии уровень содержания водорода, существенно большие плотности пленок и меньшие скорости растворения [4]. Однако неустранимой проблемой ПХО (в том числе с ПВП) является неприемлемо низкая конформность покрытий (<50 %) в сравнении с таковой для высокотемпературных С-ТПНК (около 100 %). Под конформностью в простейшем и наиболее принятом случае подразумевается отношение (%) толщины покрытия на боковой поверхности ступеньки рельефа к таковой на плоской верхней поверхности. Для улучшения конформности осаждения и формирования заполненных материалом зазоров в рельефе сложных структур приборов используют методы и аппаратуру ПХО с ПВП, сочетающие процессы осаждения ТП и ее одновременного распыления в процессе роста [4]. Для решения проблем конформности предложено использовать низкотемпературный метод АСО с "прямой" или "удаленной" плазменной активацией (ПА-АСО). В таких реакторах циклического действия аммиак или азот подают в реактор активированными. ПА-АСО дает преимущества по конформности в сравнении с ПХО.

Общим недостатком всех плазмоактивированных методов осаждения является (или потенциально существует) в большей или меньшей степени нежелательное воздействие плазмы на приборы. В связи с этим очевидный интерес вызывают возможности получения ТПНК в условиях низких температур нагрева объектов при отсутствии плазменной активации исходных реагентов, т. е. при низкотемпературном осаждении с термической активацией.

Постановка задач обзора

В конце 1980-х годов был предложен метод получения ТПНК, названный *Catalytic CVD* (*Cat-CVD*) [6]. Суть метода состояла в осаждении ТП в обычных проточных форвакуумных реакторах на нагретую до низкой (обычно менее 400 °C) температуры подложку путем осуществления химической реакции моносилана SiH₄ со смесью азота и гидразина N₂H₄. При этом, в отличие от классических методов ХОГФ, поток смеси газов подавался к подложке через нагретую до 1200...1400 °C вольфрамовую нить, находящуюся на расстоянии нескольких сантиметров от подложки. В результате на подложках со значимой скоростью наращивания формировались ТПНК. При этом качество пленок оказалось близким к плазменным методам получения (т. е. к КАВ-ТП) и приемлемым для различных приборных применений, требующих низкие температуры.

Благодаря довольно высокому рабочему давлению (порядка десятков-сотен паскалей) метод оказался аппаратурно простым, не требующим сложных (дорогостоящих) систем вакуумной откачки и, следовательно, относительно дешевым. Данный метод получения ТПНК в проточных реакторах, далее в работе называемый каталитическим ХОГФ (К-ХОГФ), привлек большое внимание исследователей и актуален по настоящее время. Низкая температура нагрева подложек означает возможность нанесения ТПНК на широкий круг материалов, причем с самой разнообразной формой подложек. Кроме *Catalytic CVD* такой метод активации "горячей нитью" также стали называть *Hot Wire CVD* (HWCVD) или *Hot Filament CVD* (HFCVD). Метод применяется в настоящее время для получения различных ТП материалов.

Цель работы — анализ и обобщение экспериментальных результатов по возможностям и направлениям исследований, определение возможностей метода К-ХОГФ, по особенностям его аппаратурной реализации и основным свойствам ТП.

Краткие сведения об основных типах реакторов для К-ХОГФ

Реакторы для К-ХОГФ являются проточными реакторами, функционирующими в режиме динамического форвакуума. В основном в публикациях описаны обычные для ХОГФ проточные камеры из нержавеющей стали, рассчитанные на одну или несколько подложек. Такие камеры легко модернизируются под К-ХОГФ путем введения модуля с активирующей нитью. Пример достаточно типовой упрощенной конструкции реактора для К-ХОГФ приведен на рис. 1.

Автор хотел бы отметить две публикации, в которых рассматриваются вопросы аппаратуры для К-ХОГФ. В обзорной работе [7] проанализированы результаты промышленного освоения коммерческих установок для получения ТП различного назначения (в том числе КАВ-ТП), а также проведено сравнение особенностей осаждения ТПНК для процессов К-ХОГФ и ПХО. Безусловно интересными промышленными вариантами являются системы осаждения для больших прямоугольных по форме объектов, а также рулонных материалов, реализованные по принципу "roll-to-roll".

Представляет также интерес анализ авторов совокупности вопросов по использованию активирующих нитей. В работе [8] рассмотрены вопросы влияния геометрии расположения в реакторе нити на температуру подложки (без ее дополнительного нагрева), скорость осаждения и ее однородность по площади подложки. В частности, при значении зазора нить—подложка около 5 см последняя нагревалась в процессе осаждения до 190...250 °C в

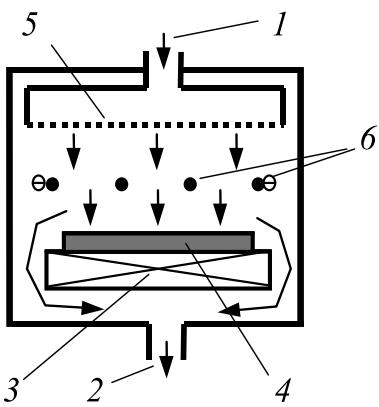


Рис. 1. Упрощенная схема реактора для К-ХОГФ. Обозначения: 1 — ввод реагентов; 2 — вывод побочных продуктов реакции; 3 — нагреватель; 4 — подложка; 5 — распределенный ввод реагентов; 6 — активирующая нить с креплениями по краям для подсоединения к источнику электропитания. Стрелки показывают направление движения газовой смеси через активирующую горячую нить

Fig. 1. Simplified design of a Cat-CVD reactor: 1 — input of the reagents; 2 — output of the reaction by-products; 3 — heater; 4 — substrate; 5 — gas mixture assembly or showerhead; 6 — hot wire with the edge connectors to power supply. Arrows indicate the gas flow direction through the hot wire

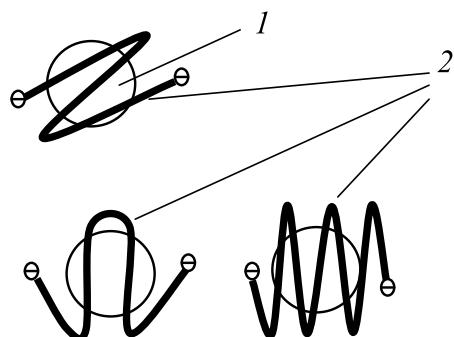


Рис. 2. Примеры вариантов расположения активирующей нити над подложкой. Обозначения: 1 — подложка; 2 — активирующая нить с креплениями по краям для подсоединения к источнику электропитания

Fig. 2. Examples of hot wire arrangement over the substrate. Definitions: 1 — substrate; 2 — hot wire with the edge connectors to the power supply

зависимости от длины нити и способа ее расположения над подложкой (варианты расположения приведены на рис. 2). Однако при увеличении зазора примерно вдвое температура снижалась в 3,5 раза. Таким образом, нагрев объектов до примерно 200 °C происходит с помощью самой активирующей нити, а для использования меньших температур подложек необходимо их принудительное охлаждение.

Краткий обзор основных результатов исследований процессов К-ХОГФ и свойств КАВ-ТП

Фактические данные о процессах К-ХОГФ и свойства КАВ-ТП приведены в табл. 1. В одной из самых первых работ по К-ХОГФ [6] нагрев смеси гидразина и азота осуществлялся нитью состава 2 % Th—W диаметром 0,45 мм с общей площадью в пределах 15...42 см². Расстояние между подложками и нагретой нитью составляло 3...4 см. Состав пленок (по отношению Si/N) варьировался в широких пределах в зависимости от соотношения компонентов: с уменьшением парциального давления азотсодержащих веществ происходило обогащение ТП кремнием. В инфракрасных спектрах обнаружены пики поглощения связи с максимумами для связей Si—N при 830 см⁻¹, N—H при 3320 см⁻¹ и Si—H при 2180 см⁻¹. Сопротивление КАВ-ТП составляло 10¹³...10¹⁵ Ом · см, что примерно соответствует пленкам, полученным при ПХО. Конформность покрытия для прямоугольной по форме канавки с шириной 10 мкм и аспектным отношением ~5 была неудовлетворительной, поскольку составляла всего около 50 %. В работе [9] использована вольфрамовая нить толщиной 0,25 мм со значением зазора до подложки диаметром 50 мм около 4 см. Концентрация водорода снижалась с повышением температуры подложек и уменьшением соотношения аммиака к моносилану. В пленках обнаружено присутствие кислорода в областях ближе к поверхности и границам раздела с другими пленками.

Таблица 1
Table 1

Результаты исследований роста КАВ-ТП для К-ХОГФ Results of the research of growth of SiNH-TF for Cat-CVD

Литература Ref. No	Реагенты Reactants	T_w , °C	T_d , °C	P_d , Па P_d , Pa	W , нм/мин W , nm/min	Si/N	n	[H], ат. % [H], at. %
[6]	SiH ₄ , N ₂ , N ₂ H ₄	1200...1390	230...380	7...1000	20...90	0,6...3,3	~1,8	—
[9]	SiH ₄ , NH ₃ , H ₂	1747	393...636	66,5	50...250	0,8...0,9	1,86...1,99	2,4...34
[10—12]	Si ₂ H ₆ , NH ₃ , H ₂ , Ar	1500...1850	245...370	66,5	61...171	0,88	1,86...2,42	6...17,7
[13, 14]	SiH ₄ , NH ₃	1700...1800	200...400	0,13...5,3	4...8	0,75...2,5	1,9...2,5	—
[15]	SiH ₄ , NH ₃	1800...1900	300	1,33	—	0,75	2,0	—
[16]	SiH ₄ , NH ₃	1900	300...500	1...10	3...21	0,71...0,95	1,88...2,3	10...15
[17]	SiH ₄ , NH ₃	2100	450	20	180...240	1,33...2,5	1,95...2,55	9...16
[18]	SiH ₄ (He), NH ₃	1800	300	2,66...13,3	—	0,99...2,5	1,8...2,5	9,3...16
[19]	SiH ₄ , NH ₃ , H ₂	1650	100	8	—	0,77...0,8	—	—

Авторы серии работ [10–12] в качестве источника кремния исследовали дисилан Si_2H_6 . Скорость растворения в травителе для оксида ВОЕ (Buffered Oxide Etchant) — в диапазоне 2,5…7,9 нм/мин для КАВ-ТП с показателем преломления в диапазоне 2,08…2,04. При этом в образце сравнения КАВ-ТП, полученным при ПХО, с показателем преломления 1,88 и концентрацией водорода около 12 ат. %, скорость растворения была многократно выше и составляла 51,8 нм/мин.

В работах [13–15] проведены исследования на основе моносилана и амиака на установке и в том числе по алгоритму работы [6], в которой исследовался гидразин. Оценки концентрации водорода, сопротивления КАВ-ТП и конформности их осаждения на тех же структурах дали примерно аналогичные результаты с [6]. Авторы [16] исследовали два типа КАВ-ТП, названные "инертными" (получены при 430 °C при малом избытке амиака) и "пористыми" (получены при 340 °C в большом избытке амиака). Значения диэлектрической постоянной для этих типов оказались на уровне 6,3 и 7,9, соответственно, значение фиксированного заряда для пористых ТП составило $5,8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$, однако такие ТП оказались склонными к окислению после процесса на воздухе. В работе [18] использовали нить толщиной 0,5 мм длиной 12 см с зазором от нити до подложек 5 см. Энергия активации реакции оценена в 31 ккал/моль. В работе [19] исследована корреляция некоторых электрических свойств и параметров процесса К-ХОГФ. Например, пробивное напряжение — $(4...8) \cdot 10^6 \text{ В/см}$, удельное сопротивление $1,0 \cdot 10^{11}...1,5 \cdot 10^{12} \text{ Ом} \cdot \text{см}$, значение диэлектрической постоянной — 4,8…6,8. В работах [20, 21] приведены данные по поверхностной шероховатости и механическим напряжениям в КАВ-ТП, полученных со сверхбольшими скоростями осаждения, до 430 нм/мин. Для близких к стехиометрии составам шероховатость составляла около 1 нм. Авторы установили, что для состава, охарактеризованного как SiH_x , в интервале $1,2 < x < 1,6$ напряжения в пленке имеют растягивающий характер, при этом с увеличением концентрации азота напряжения возрастают. Для образцов с $\text{Si}/\text{N} = 0,8$ значение напряжений составило 16 МПа, что существенно меньше, чем для ПХО КАВ-ТП [3].

Обобщая рассмотренные результаты можно заключить следующее. Аппаратурно реализация описанных в литературе процессов К-ХОГФ организована примерно одинаково, при этом ключевым параметром является зазор между активирующей горячей нитью и подложкой, составляющий около 4 см. Отметим, что это в разы больше, чем зазоры между электродами для установок ПХО. Раскаленная нить вызывает нагрев образца до температур выше 200 °C, в связи с чем для достижения бо-

лее высоких температур подложек необходимы либо оптимизация размера зазора, либо специальный дополнительный нагреватель, а для достижения более низких температур требуется специальная система охлаждения подложек. В целом результаты показывают возможность получения КАВ-ТП при К-ХОГФ с довольно широким диапазоном соотношений Si/N , в том числе близким к стехиометрическому 0,75.

Краткие сведения о закономерностях роста и механизме реакций К-ХОГФ

Информации о результатах исследований механизма роста КАВ-ТП при К-ХОГФ немного. В работе [21] эффективность использования реагентов оценена на очень высоком уровне — до 98 % для SiH_4 , около 50 % для NH_3 (для случая малых потоков газов) и около 70 % для SiH_4 для случая высоких скоростей потоков. В работе [22] исследованы продукты распада моносилана на нагретой нити и основными установлены Si , SiH_3 , Si_2H_6 . В работе [23] обобщены некоторые данные по кинетике роста ТПНК и исследований газовой фазы в процессе роста. Авторы работы [24] привели экспериментальные данные по образованию продуктов реакции моносилана с амиаком с соотношением 1 : 1…200 на горячей нити с использованием изотопа ND_3 . Установлено, что состав продуктов определяется соотношением реагентов. При высоком содержании амиака маршрут реакции в основном описывается через образование NH_2 и аминосиланов. При недостаточном избытке амиака происходят процессы распада моносилана с образованием SiH_3 и далее Si_2H_6 и Si_3H_8 . Косвенно это указывает на возможность обогащения пленки по кремнию. Таким образом, для получения близких к стехиометрии составов целесообразно использовать существенные избытки амиака.

Сравнение процессов К-ХОГФ и ПХО для КАВ-ТП

При анализе совокупности опубликованных экспериментальных данных по КАВ-ТП при К-ХОГФ можно отметить их малый объем и отсутствие каких-либо обобщающих сравнительных работ, как это имеет место для пленок, полученных иными методами [1–5]. Существенной особенностью процессов К-ХОГФ можно считать использование большинством авторов самых простых и промышленных реагентов — моносилана и амиака в очень близких по конструкции реакторах.

В целом свойства пленок близки к низкотемпературным ПХО, однако концентрация водорода в КАВ-ТП при К-ХОГФ в среднем не превышает 15 ат. %, что существенно ниже, чем для ПХО (до 40 ат. %) [3] и примерно на уровне процессов

ПХО с ПВП [4]. На основании работ [12, 20, 21] в табл. 2 приведено сравнение обобщенных характеристик процессов ПХО и К-ХОГФ, из которого можно видеть некоторые очевидные преимущества последних. Прежде всего, это касается формы и размеров подложек, возможности применения процессов для гибких подложек, воздействия активных частиц на приборы, а также эффективности использования реагентов.

Количественное сопоставление процессов К-ХОГФ с остальными проанализированными в работах [1—5] процессами затруднено. Прежде всего под таким сравнением автор подразумевает оценку эффективной константы скорости процесса для К-ХОГФ (k_{eff}), которая представляет собой отношение скорости наращивания W к концентрации кремнийсодержащего реагента в газовой фазе [C_{Si}]: $k_{eff} \approx W/[C_{Si}]$. Для медленных процессов ХОГФ она

Таблица 2
Table 2

Основные отличия между процессами ПХО и К-ХОГФ
Basic differences between Cat-CVD and PECVD processes

№	К-ХОГФ <i>Cat-CVD</i>	ПХО с емкостно-связанной плазмой <i>PECVD with the capacityively coupled plasma</i>
1	Инициирование реакции осуществляется путем каталитического крекинга молекул на горячей металлической нити <i>A reaction is initiated by a catalytic cracking of molecules on a hot metal wire</i>	Инициирование реакции осуществляется быстрыми электронами в радиочастотном поле <i>A reaction is initiated by fast electrons in a radio-frequency field</i>
2	Газовая фаза процесса не содержит ионов <i>The gas phase of the process does not contain ions</i>	Газовая фаза процесса включает радикалы, нейтральные частицы, электроны и ионы <i>The gas phase of the process includes radicals, neutral particles, electrons and ions</i>
3	Подложка не участвует в процессе термораспада исходных реагентов <i>The substrate does not participate in the process of the thermal disintegration of the initial reagents</i>	Подложка является частью процесса и должна иметь эвипотенциальную поверхность для создания однородной плазмы <i>The substrate is a part of the process and should have an equipotential surface for creation of a homogeneous plasma</i>
4	Образование радикалов происходит при столкновении молекул реагентов с горячей нитью, по существу по реакции газа со стенкой <i>Formation of radicals occurs during collision of the molecules of the reagents with a hot wire, in essence, by the reaction of the gas with the wall</i>	Для образования радикалов необходимы точечные столкновения частиц в трехмерном пространстве <i>Dot collisions are necessary for formation of the radicals in the three-dimensional space</i>
5	Нежелательные микрочастицы могут образовываться только при высоком давлении <i>Undesirable microparticles can be formed only at a high pressure</i>	Отрицательно заряженные частицы могут быть захвачены в область положительной плазмы и послужить источником формирования нежелательных микрочастиц <i>Negatively charged particles can be captured in the area of the positive plasma and become a source for formation of the undesirable microparticles</i>
6	Растущие слои не подвергаются ионной бомбардировке <i>The growing layers are not subjected to the ionic bombardment</i>	Растущие ТП испытывают ионную бомбардировку <i>The growing thin films are subjected to the ionic bombardment</i>
7	На температуру подложки влияет нагрев нити, дополнительно может использоваться специальный нагреватель/охладитель <i>The substrate temperature is influenced by the wire heating, optionally, a special heater/cooler can be used</i>	Температура подложки задается специальным нагревателем <i>The substrate temperature is set by a special heater</i>
8	Графики очистки и технического обслуживания пока не установлены и являются результатом экспериментальных исследований. Были опубликованы данные о предельных толщинах около 500 мкм <i>Cleaning and maintenance service schedules are not established yet and are a result of the experimental research. Data about the limit thickness of about 500 mm were published</i>	Известны процедуры очистки и графики технического обслуживания, обеспечивающие качество ТП <i>The cleaning procedures and maintenance service schedules, which ensure the quality of TF, are known</i>
9	Реакторы легко масштабируются под иной размер и форму подложек <i>The reactors are scaled easily for any sizes and forms of the substrates</i>	Масштабирование реакторов под иные размеры и форму подложек требуют существенных усилий <i>Scaling of the reactors for the other sizes and forms of the substrates demand essential efforts</i>
10	Возможна работа с гибкими подложками и рулонными материалами <i>The work with the flexible substrates and rolled materials is possible</i>	Работа с гибкими подложками затруднена <i>The work with the flexible substrates is complicated</i>
11	Эффективность использования реагентов на уровне до 70...90 % по моносилану и около 50 % по аммиаку <i>Efficiency of the use of the reagents is at the level of up to 70...90 % on monosilane and about 50 % on ammonia</i>	Эффективность использования реагентов на уровне 15...20 % <i>Efficiency of the use of the reagents is at the level of 15...20 %</i>

была оценена на уровне 0,05 см/с, а для быстрых, с плазменным возбуждением — на уровне 10 см/с [25]. Затруднения оценки для К-ХОГФ объясняются двумя причинами. Во-первых, в литературе отсутствуют точные данные о размерах реакторов. Во-вторых, принципиальным отличием реализации метода К-ХОГФ является нагрев активирующей нити до очень высокой температуры и нагрев такой нитью подложки до низких температур в зависимости от значения зазора нить—подложка. Автор предпринял попытку весьма приблизительно оценить порядок значений k_{eff} по совокупности данных о процессах, приведенных в работах [9, 14]. Пользуясь методиками оценок процессов в работе [25], значение k_{eff} автор оценил на уровне ~70 см/с по данным [9] и ~240 см/с по данным [14], что почти на порядок превышает значения, полученные для плазмоактивированных процессов. Данная оценка при всей своей условности важна прежде всего тем, что однозначно указывает на существенно более высокие k_{eff} , при К-ХОГФ. Это, с одной стороны, прямо коррелирует с эффективностью использования реагентов, а с другой стороны, прямо указывает на принципиальную неконформность осаждения ТПНК в данном процессе, поскольку конформность при ХОГФ количественно связана с k_{eff} [25]. Подтверждением этого являются качественные экспериментальные данные [6, 13, 14].

Направления развития метода К-ХОГФ

Очевидные направления развития связаны с преимуществами процессов К-ХОГФ, приведенными в табл. 2. К ним можно отнести развитие аппаратуры для получения покрытий на подложках больших размеров и рулонных материалах, совершенствование систем расположения, крепления и замены активирующих нитей, улучшение воспроизводимости и равномерности осаждения пленок. По-видимому, с точки зрения известных задач микроэлектронных технологий, прежде всего, получения конформных покрытий на сложных рельефах ИМС, применение этого метода для микроэлектроники маловероятно. Возможность получения покрытий при низких температурах с низким уровнем механических напряжений может представлять интерес для МЭМС-технологий, однако потребует наличия специальной аппаратуры для осаждения. При этом конструктивно такая аппаратура не требует использования каких-либо уникальных материалов или устройств, т. е. вполне может быть спроектирована и изготовлена под конкретные задачи. Интересно также отметить, что очень высокие эффективности использования исходных реагентов снижают проблемы утилизации выбросов таких технологических установок.

Заключение

Процессы каталитического получения ТПНК являются во многом уникальными, поскольку позволяют получать близкие к стехиометрическим составы без плазменной активации газовых смесей и воздействия плазмы на подложки со структурами приборов. Очевидными преимуществами процессов К-ХОГФ являются возможность получения тонких пленок с широким диапазоном составов, в том числе близким к стехиометрии, и с низким содержанием водорода, возможность использования низких температур осаждения для подложек разнообразной формы и размеров, в том числе гибких подложек, высокая эффективность использования исходных моносилана и аммиака. Недостатком процессов К-ХОГФ является плохая конформность осаждения тонких пленок. В сравнении с низкотемпературными процессами ПХО технологии К-ХОГФ в настоящее время находятся скорее на стадии развития.

Список литературы

1. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 1. Термически активированные процессы в проточных реакторах // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 5. С. 287–296.
2. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 2. Термически активированные процессы в реакторах циклического действия // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 6. С. 329–339.
3. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 3. Плазмоактивированные процессы в проточных реакторах // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 9. С. 542–554.
4. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 4. Процессы в проточных реакторах с активацией плазмой высокой плотности // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 10. С. 585–595.
5. **Васильев В. Ю.** Технологии получения тонких пленок нитрида кремния для микроэлектроники и микросистемной техники. Часть 5. Плазмоактивированные процессы в реакторах циклического действия // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20, № 11. С. 659–675.
6. **Matsumura H.** Low Temperature Deposition of Silicon Nitride by the Catalytic Chemical Vapor Deposition Method // Jpn. J. Appl. Phys. 1989. Vol. 28, N. 10. P. 2157–2161.
7. **Schropp R. E. I.** Industrialization of Hot Wire Chemical Vapor Deposition for thin film applications // Thin Solid Films. 2015. Vol. 595. Part B(B). P. 272–283.
8. **Keum K.-S., Song T.-H., Hong W.-K.** Influence of filament geometry on film uniformity in a catalytic CVD system for low-temperature processing // J. of Information Display. 2014. Vol. 15, N. 1. P. 25–30.
9. **Duprie J. L., Gulari E., Terry F.** The Low Temperature Catalyzed Chemical Vapor Deposition and Characterization of Silicon Nitride Thin films // J. Electrochem. Soc. 1992. Vol. 139, N. 4. P. 1151–1159.

10. Deshpande S. V., Dupuie J. L., Gulari E. Hot filament assisted deposition of silicon nitride thin films // Appl. Phys. Lett. 1992. Vol. 61, N. 12. P. 1420–1422.
11. Deshpande S. V., Gulari E. Optical properties of silicon nitride films deposited by hot filament chemical vapor deposition // J. Appl. Phys. 1995. Vol. 77, N. 12. P. 6534–6541.
12. Deshpande S. V., Dupuie J. L., Gulari E. Filament-activated Chemical Vapour Deposition of Nitride thin Films // Appl. Mater. For Optics and Electronics. 1996. Vol. 6. P. 135–146.
13. Okada S., Matsumura H. Properties of Cat-CVD silicon nitride films and their application as passivation films // Proc. Mat. Res. Soc. Symp. 1997. Vol. 446. P. 109–114.
14. Okada S., Matsumura H. Improved Properties of Silicon Nitride Films Prepared by the Catalytic Chemical Vapor Deposition Method // Jpn. J. Appl. Phys. 1997. Vol. 36, Part 1, N. 11. P. 7035–7040.
15. Sato H., Izumi A., Matsumura H. Ultrathin silicon nitride gate dielectrics prepared by catalytic chemical vapor deposition at low temperatures // Appl. Phys. Lett. 2000. Vol. 77, N. 17. P. 2752–2754.
16. Stannowski B., Rath J. K., Schropp R. E. I. Growth process and properties of silicon nitride deposited by hot-wire chemical vapor deposition // J. Appl. Phys. 2003. Vol. 93, N. 5. P. 2618–2625.
17. Goldbach H. D., Werf C. H. M., Löffer J., et al. Hot-wire chemical vapor deposition of silicon nitride for multicrystalline silicon solar cells // Conf. Record of the Thirty-first IEEE Photovoltaic Specialists Conference. 2005. P. 1249–1252.
18. Atwater H. A. Si Passivation and Chemical Vapor Deposition of Silicon Nitride / Final Technical Report. California Institute of Technology. 2007. 33 p.
19. Noh S. M., Hong W.-S. Correlations between Electrical Properties and Process Parameters of Silicon Nitride Films Prepared by Low Temperature (100 °C) Catalytic CVD // J. Korean Cer. Soc. 2015. Vol. 52, N. 3. P. 209–214.
20. Schropp R. E. I., Werf C. H. M., Verlaan V., et al. Ultrafast deposition of silicon nitride and semiconductor silicon thin films by hot wire chemical vapor deposition // Thin Solid Films. 2009. Vol. 517. P. 3039–3042.
21. Schropp R. E. I. Hot Wire Chemical Vapor Deposition: Recent Progress, Present State of the Art and Competitive Opportunities // ECS Trans. 2009. Vol. 25, N. 8. P. 3–14.
22. Duan H. L., Zaharias G. A., Bent S. F. Probing radicals in hot wire deposition of silane using single proton ionization // Appl. Phys. Lett. 2001. Vol. 78, N. 12. P. 1784–1786.
23. Holt J. K. Hot-Wire chemical Vapor Deposition of Silicon and Silicon Nitride for Photovoltaics: Experiments, simulations, and Applications // Ph. D. dissertation. California Institute of Technology. USA. 2003. 188 p.
24. Eustergerling B. D., Shi Y. Formation of aminosilanes in the hot-wire chemical vapor deposition process using $\text{SiH}_4 - \text{NH}_3$ gas mixtures // ARKIVOC. 2009. Part (v). P. 75–89.
25. Vasilyev V. Yu. Thin Film Chemical Vapor Deposition in Integrated Circuit Technology: Equipment, Methodology and Thin Film Growth Experience. New York: Nova Science Publishers, Inc. 2014. 314 p.

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:

Vasilyev 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 6. Catalytic Processes in the Flow Type Reactors

Received on June 27, 2018

Accepted on July 30, 2018

Part 6 of the review presents the state and possible directions for development of the silicon nitride thin films (SNTF) intended for the integrated circuits (IC) and microelectromechanical systems (MEMS) applications. Information is analyzed for the low-temperature SNTF, obtained by catalytic chemical vapor deposition (Cat-CVD) in the flow-type reactors. Advantages of Cat-CVD are a wide range of the film compositions, including stoichiometric ones with a low content of hydrogen, a possibility to use samples of different shapes and sizes, including the flexible substrates, and high effectiveness of the reagents utilization (preferably monosilane and ammonia gas). The disadvantage of the Cat-CVD is a poor conformality of the deposited thin films.

Keywords: silicon nitride, thin films, catalytic deposition, flow-type reactors, integrated circuits, microelectromechanical systems

For citation:

Vasilyev V. Yu. Silicon Nitride Thin Film Deposition for Microelectronics and Microsystem Technologies. Part 6. Catalytic Processes in the Flow Type Reactors, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 3–13.

DOI: 10.17587/nmst.21.3-13

Introduction

In previous parts, [1–5], the author analyzed the state of technologies for obtaining of silicon nitride thin films (SNTF) in the reactors of the flow and cycle types for the technologies of the integrated circuits (IC) and

nano- and micromechanical systems (MEMS). In [1] he presents the processes of the chemical vapor deposition from the gas phase (CVD) at (T_d) 650...850 °C in the low-pressure reactors of the flow type (Low Pressure Chemical Vapor Deposition, LPCVD) with a ther-

mal activation of the ammonolysis reactions of SiH_4 , SiCl_4 and SiH_2Cl_2 . In [2] the author analyzes the technologies for obtaining of SNTF in the cyclic-type reactors with sequentially pulsed injection of the initial chemical reagents. In case of the atomic-layer deposition mode (ALD) at 300...650 °C the rate of growth W was less than that of a monolayer per one cycle of deposition. At that, the doses of the reagents were by several orders larger than the ones calculated as necessary for achievement of such values of rates, which pointed to an extremely low efficiency of the investigated pulsed deposition processes.

The methods [1, 2] with a rather high-temperature thermal activation allow us to receive SNTF, close by their composition to the stoichiometric Si_3N_4 (S-SNTF), which corresponds to the correlation of $\text{Si}/\text{N} = 0.75$. However, high temperatures limit their applications. In [3—5] the author considered the low-temperature processes (<400 °C) of the plasma-enhanced chemical vapor deposition (PECVD) [3] and deposition with high density plasma (HDP) [4] in the flow type reactors, and also the plasma-activated deposition in the cyclic reactors [5]. In case of PECVD high rates of deposition are achieved [3], however, the nonstoichiometric materials are formed, designated by the author as "silicon-nitrogen-hydrogen containing thin films" (SiNH-TF). The main undesirable SiNH-TF component for the technology is hydrogen with concentration up to 40 at. %, which deteriorates the technologically important properties of the films (density, rate of dissolution, etc.). Use of PECVD with HDP ensures many times lower and acceptable for the technology level of content of hydrogen, essentially higher densities of the films and lower rates of dissolution [4]. However, an ineradicable problem of PECVD (including that with HDP) is unacceptably low conformality of the coatings (<50 %) in comparison with that for the high-temperature S-SNTF (about 100 %). Under conformality term in the elementary and most accepted case we mean correlation (%) of the thickness of a coating on the lateral surface of a step of a relief to that on the flat top surface. For improvement of the conformality of deposition and formation of the gaps filled with a material in the relief of the complex structures of the devices, the methods and equipment are used with PECVD with HDP, combining the processes of thin film deposition and its simultaneous sputtering in the process of the growth [4]. For solving of the problems of conformality it is proposed to use the low-temperature ALD method with a "direct" or "remote" plasma activation (PA-ALD). In such reactors of the cyclic action the already activated ammonia or nitrogen are supplied to a reactor. The PA-ALD method provides advantages concerning conformality in comparison with PECVD.

A common drawback of all the plasma-activated deposition methods is (or potentially exists) a more or

less undesirable influence of the plasma on the devices. In this connection of interest are the opportunities for obtaining of SNTF in the conditions of low temperatures of heating of objects in absence of the plasma activation of the initial reagents, i.e. during a low-temperature deposition with a thermal activation.

Statement of problems of the review

In late 1980s a method was proposed for obtaining of SNTF, dubbed as *Catalytic CVD* (Cat-CVD) [6]. The essence of the method consisted in deposition of thin film in regular flow forevacuum reactors to the substrate heated up to a low (usually less than 400°) temperature by realization of a chemical reaction of monosilane SiH_4 with a mix of nitrogen and hydrazine, N_2H_4 . At that, unlike in the classical methods of CVD, a flow of a mix of gases was supplied to the substrate through a tungsten wire heated up to 1200...1400 °C and situated at the distance of several centimeters from the substrate. As a result, SNTF were formed on the substrates with significant rate of growth. At that, the quality of the films was close to that of the plasma methods for their obtaining (that is, to SiNH-TF) and acceptable to various instrument applications, demanding low temperatures. Due to a rather high working pressure (about dozens-hundreds of Pascals) the method appeared to be rather simple in the hardware respect, not demanding complex (expensive) vacuum pumping systems, and, hence, relatively inexpensive. The given method for reception of SNTF in the flow reactors hereinafter called "catalytic CVD", attracted a lot of attention of the researchers and is topical even now. A low temperature of the substrates' heating means a possibility of deposition of SNTF on a wide range of materials, and with most diversified forms of the substrates. Besides the *Catalytic CVD* such method of activation by "a hot wire" was also called *Hot Wire CVD* (HWCVD) or *Hot Filament CVD* (HFCVD). The method is applied for obtaining of various TF materials.

The aim of the work is analysis and generalization of the experimental results by the potentials and directions of the research works, opportunities provided by the Cat-CVD method, specific features of its hardware realization and main results of the research.

Brief data concerning the basic types of reactors for Cat-CVD

The reactors for Cat-CVD are the flow reactors functioning in the mode of the dynamic forevacuum. Mainly, the publications describe regular for CVD flow chambers from a stainless steel, intended for one or several substrates. Such chambers can be modernized easily for Cat-CVD by introduction of a module with an activating wire. An example of a rather typical simplified design of a reactor for Cat-CVD is presented in fig. 1.

The author would like to single out two publications, in which the questions of equipment for Cat-CVD are considered. In [7] the results of industrial commissioning of the commercial installations for reception of different-purpose thin films (including — SiNH-TF) are analyzed, and also a comparison is done of the specific features of deposition of SNTF for the Cat-CVD and PECVD processes. Certainly, of interest are the industrial variants of the deposition systems for large rectangular-form objects, and also rolled materials, realized on the "roll-to-roll" principle.

Also of interest is the authors' analysis of a set of the questions concerning the use of the activating wires. In [8] the questions are considered of the influence of the geometry of the arrangement of a wire in a reactor on the substrate temperature (without its additional heating), the rate of deposition and its uniformity on the substrate area. In particular, at the value of the gap of about 5 cm the wire-substrate was heated in the course of deposition up to 190...250 °C depending on the length of the wire and the way of its arrangement over the substrate (arrangement variants — fig. 2). However, at an approximately double increase of the gap the temperature decreased 3.5 times. Thus, heating of the objects up to approximately 200 °C occurs by means of the activating wire itself, while for the use of the lower temperatures of the substrates their compulsory cooling is necessary.

Brief review of the basic results of the research of the Cat-CVD processes and SiNH-TF properties

The actual data about the Cat-CVD processes and SiNH-TF properties are presented in table 1. In one of the first works on Cat-CVD [6] the heating of a hydrazine and nitrogen mix was carried out by a wire with composition of 2 % Th—W, diameter of 0.45 mm and with a total area within 15...42 cm². The distance between the substrates and the heated wire was 3...4 cm. The composition of the films (in terms of ratio Si/N) varied within a wide range depending on the correlation of the components: a reduction of the partial pressure of the nitrogen-containing substances caused enrichment of thin film with silicon. In the infra-red spectra the peaks of the bond absorption were discovered with the maxima for Si—N bonds — at 830 cm⁻¹, N—H bonds — at 3320 cm⁻¹ and Si—H bonds — at 2180 cm⁻¹. The resistance of SiNH-TF was 10¹³...10¹⁵ Ω·cm, which roughly corresponded to the films received by PECVD. The conformality of the coatings for a rectangular form trench with the width of 10 μm and aspect ratio of ~5 was unsatisfactory, because that was just about 50 %. In [9] a tungsten wire of 0.25 mm was used with the value of the substrate gap with diameter of 50 mm and about 4 cm thickness. The concentration of hydrogen decreased with the rise of the temperature of the substrates and reduction of the ratio of ammonia to mo-

nosilane. In the films the presence of oxygen was found in the areas closer to the surface and the boundaries with the other films.

As a source of silicon the authors [10—12] investigated disilane Si₂H₆. The rate of dissolution in Buffered Oxide Etchant (BOE) was within the range of 2.5...7.9 nm/min for SiNH-TF with a refraction index within the range of 2.08...2.04. At that, in the comparison sample of SiNH-TF received during PECVD with the refractive index of 1.88 and concentration of hydrogen about 12 at. %, the rate of dissolution was many times higher and equal to 51.8 nm/min.

In [13—15] a research was done on the installation on the basis of monosilane and ammonia, including an algorism [6], in which hydrazine was investigated. Estimations of the concentration of oxygen, the resistance of SiNH-TF and conformality of their deposition on the same structures gave similar results with [6]. The authors [16] studied two so-called "inert" types of SiNH-TF (which were obtained at 430 °C at a small excess of ammonia) and the "porous" ones (obtained at 340 °C at a large excess of ammonia). The values of the dielectric constant for these types appeared to be at the level of 6.3 and 7.9, accordingly, the value of the fixed charge for porous films was 5.8 · 10¹⁶ cm⁻³, however, such films turned out to be inclined to oxidation after the process in the air. In [18] a wire was used with thickness of 0.5 mm, length of 12 cm and a gap between the wire and the substrate of 5 cm. The energy of the reaction activation was estimated as 31 kcal/mol. In [19] the correlation of certain electric properties and parameters of the Cat-CVD process were investigated. For example, the breakdown voltage was (4...8) · 10⁶ V/cm, the specific resistance equaled to 1.0 · 10¹¹... 1.5 · 10¹² Ω·cm, and the value of the dielectric constant — 4.8...6.8. In [20, 21] the data are presented concerning the surface roughness and mechanical stresses in SiNH-TF, received with super high rates of deposition, up to 430 nm/min. For the compositions, close to the stoichiometric ones, the roughness was about 1 nm. The authors discovered that for the composition characterized as SiH_x, within the interval of 1.2 < x < 1.6 the stresses in the films had a tensile character, at that, with an increase of the concentration of nitrogen the stresses increased. For the samples with Si/N = 0.8 the value of the stresses was 16 MPa, which was essentially less, than for PECVD SiNH-TF [3].

Generalizing the results, we can conclude the following. The hardware realization of the Cat-CVD processes described in literature was organized approximately in the same way, at that, the key parameter was the gap between the activating hot wire and the substrate, which was about 4 cm. We should point out that this was many times more than the gaps between the electrodes in PECVD installations. A red-hot wire heats a sample up to the temperatures over 200 °C, which means that achievement of higher temperatures

of the substrates requires either an optimization of the size of the gap, or a special additional heater, while achievement of lower temperatures requires a special cooling system for the substrates. In general, the results demonstrate a possibility of obtaining of SiNH-TF at Cat-CVD with a rather wide range of Si/N correlations, including the correlations, close to the stoichiometric one of 0.75.

Brief data concerning the regularities of the growth and the mechanism of reactions of Cat-CVD

There is no sufficient information on the results of the research of the mechanism of growth of SiNH-TF at Cat-CVD. In [21] the efficiency of the utilization (use) of the reagents was estimated at a very high level — up to 98 % for SiH_4 , about 50 % for NH_3 (for the case of small flows of gases) and about 70 % for SiH_4 for the case of high speeds of the flows. In [22] the products of decomposition of monosilane on a heated wire were investigated, and by the basic ones were established as Si, SiH_3 , Si_2H_6 . In [23] certain data on kinetics of the growth of SiNTF and research of the gas phase in the course of the growth were generalized. The authors [24] presented the experimental data concerning the formation of the products of reaction of monosilane with ammonia with a correlation of 1: 1...200 on a hot wire with the use of ND_3 isotope. It was established, that the composition of the products was determined by a correlation of the reagents. At a high content of ammonia the reaction route was basically described through formation of NH_2 and aminosilanes. In case of an insufficient excess of ammonia, the processes of decomposition of monosilane occur with formation of SiH_3 and then of Si_2H_6 and Si_3H_8 . Indirectly this means a possibility of enrichment of a film by silicon. Thus, for obtaining of the compositions close to stoichiometry it is expedient to use essential excess of ammonia.

Comparison of the Cat-CVD and PECVD processes for SiNH-TF

As a result of analysis of a number of the published experimental data on SiNH-TF at Cat-CVD it is possible to note their small volume and absence of any generalizing comparative works as it takes place for the films received by the other methods [1—5]. An essential feature of the Cat-CVD processes is the use by the majority of the authors of the most simple and industrial reagents — monosilane and ammonia in the reactors, very close by their design.

As a whole, the properties of the films are close to the low-temperature PECVD, however, the concentration of hydrogen in Cat-CVD SiNH-TF on average does not exceed 15 at. %, which is essentially less, than for PECVD (up to 40 at. %) [3], and approximately corresponds to the level of the processes of PECVD with HDP [4]. On the basis of [12, 20, 21] table 2

presents a comparison of the generalized characteristics of PECVD and Cat-CVD, from which one can see certain obvious advantages of the latter. First of all, this refers to the forms and sizes of the substrates, opportunities for application of the processes for the flexible substrates, influence of the active particles on the instruments and also efficiency of the use of the reagents.

A quantitative comparison of the Cat-CVD processes with the other processes, analyzed in [1—5], is complicated. By such a comparison the author means an estimation of the effective constant of the deposition rate of the process for Cat-CVD (k_{eff}), which is the ratio of the rate of growth W to the concentration of a silicon-containing reagent in the gas phase [C_{Si}]: $k_{eff} \sim W/[C_{\text{Si}}]$. For the slow CVD processes it was estimated at the level of 0.05 cm/s, and for the fast ones, with plasma excitation, — at the level of 10 cm/s [25]. The problems with estimation for Cat-CVD are explained by two reasons. First, in literature there are no accurate data about the sizes of the reactors. Secondly, the basic difference with realization of the Cat-CVD method is heating of the activating wire up to a very high temperature and heating by such wire of a substrate up to low temperatures, depending on the size of the wire-substrate gap. The author made an attempt to rather approximately estimate the values of k_{eff} by a set of data about the processes presented in [9, 14]. By using the methods for estimation of the processes in [25] the author estimated the value of k_{eff} at the level of ~70 cm/s according to the data [9] and ~240 cm/s according to the data [14], which was almost 10 times more than the values received for the plasma-activated processes. Notwithstanding its conditional character, the given estimation is important, first of all, because it unequivocally points to the essentially higher k_{eff} , at Cat-CVD. This on one hand, is correlated directly with the efficiency of the use of the reagents, and on the other hand, points directly to the nonconformity in principle of SNTF deposition in this process, because at CVD the conformality is qualitatively connected with k_{eff} [25]. This is confirmed by the qualitative experimental data [6, 13, 14].

Directions for development of the Cat-CVD method

The obvious directions for the development are connected with the advantages of the Cat-CVD processes presented in table 2. Among them it is possible to name the development of equipment for obtaining of coatings on the substrates of large sizes and rolled materials, improvement of the systems of arrangement, fastening and replacement of the activating wires, improvement of the reproducibility and uniformity of the deposition of the films. Apparently, from the point of view of the known tasks of the microelectronic technologies, first of all, obtaining of the conformal coatings on complex reliefs of IC, application of this method in microelec-

tronics is unlikely. A possibility of obtaining of coatings at low temperatures with a low level of mechanical stresses can be of interest for MEMS technologies, however, it will demand special equipment for deposition. At that, technologically such equipment does not demand the use of any unique materials or devices, i.e. can well be designed and made for specific aims. It is also interesting to point out, that very high efficiencies of the use of the initial reagents reduce the problems of recycling of the exhausts of such technological installations.

Conclusion

The processes of catalytic obtaining of SNTF are in many respects unique, because they allow us to receive compositions, close to the stoichiometric ones, without a plasma activation of the gas mixes and plasma influence on the substrates with the devices' structures. The obvious advantages of the Cat-CVD processes are a possibility of obtaining of thin films with a wide range of compositions, including close to the stoichiometric ones, and with a low content of hydrogen, a possibility of the use of low temperatures of deposition for substrates of various forms and the sizes, including flexible substrates, and high efficiency of the use of the initial monosilane and ammonia. A drawback of the Cat-CVD processes is a bad conformality of deposition of the thin films. In comparison with the low-temperature PECVD processes, now the Cat-CVD technologies are, more likely, at the stage of their development.

References

1. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrida kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tekhniki. Chast 1. Termicheski aktivirovannyje processy v protocnyh reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 5, pp. 287–296 (In Russian).
2. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrida kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tekhniki. Chast 2. Termicheski aktivirovannyje processy v reaktorah ciklicheskogo dejstvija reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 6, pp. 329–339 (in Russian).
3. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrida kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tekhniki. Chast 3. Plazmoaktivirovannyje processy v protocnyh reaktorah, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 9, pp. 542–554 (in Russian).
4. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrida kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tekhniki. Chast 4. Processy v protocnyh reaktorah s aktivacijej plazmoj vysokoj plotnosti, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 10, pp. 585–595 (In Russian).
5. **Vasilyev V. Yu.** Tehnologii poluchenija tonkih plenok nitrida kremnija dlja mikroelektroniki i mikrosistemnoj tekhniki. Chast 5. Plasma-aktivirovannyje processy v reaktorah ciklicheskoj dejstvija, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2018, vol. 20, no. 11, pp. 659–675 (In Russian).
6. **Matsumura H.** Low Temperature Deposition of Silicon Nitride by the Catalytic Chemical Vapor Deposition Method, *Jpn. J. Appl. Phys.* 1989, vol. 28, no. 10, pp. 2157–2161.
7. **Schropp R. E. I.** Industrialization of Hot Wire Chemical Vapor Deposition for thin film applications, *Thin Solid Films*, 2015, vol. 595, part B (B), pp. 272–283.
8. **Keum K.-S., Song T.-H., Hong W.-K.** Influence of filament geometry on film uniformity in a catalytic CVD system for low-temperature processing, *J. of Information Display*, 2014, vol. 15, no. 1, pp. 25–30.
9. **Dupuie J. L., Gulari E., Terry F.** The Low Temperature Catalyzed Chemical Vapor Deposition and Characterization of Silicon Nitride Thin films, *J. Electrochem. Soc.*, 1992, vol. 139, no. 4, pp. 1151–1159.
10. **Deshpande S. V., Dupuie J. L., Gulari E.** Hot filament assisted deposition of silicon nitride thin films, *Appl. Phys. Lett.*, 1992, vol. 61, no. 12, pp. 1420–1422.
11. **Deshpande S. V., Gulari E.** Optical properties of silicon nitride films deposited by hot filament chemical vapor deposition, *J. Appl. Phys.*, 1995, vol. 77, no. 12, pp. 6534–6541.
12. **Deshpande S. V., Dupuie J. L., Gulari E.** Filament-activated Chemical Vapour Deposition of Nitride thin Films, *Appl. Mater. For Optics and Electronics*, 1996, vol. 6, pp. 135–146.
13. **Okada S., Matsumura H.** Properties of Cat-CVD silicon nitride films and their application as passivation films, *Proc. Mat. Res. Soc. Symp.*, 1997, vol. 446, pp. 109–114.
14. **Okada S., Matsumura H.** Improved Properties of Silicon Nitride Films Prepared by the Catalytic Chemical Vapor Deposition Method, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1997, vol. 36, part 1, no. 11, pp. 7035–7040.
15. **Sato H., Izumi A., Matsumura H.** Ultrathin silicon nitride gate dielectrics prepared by catalytic chemical vapor deposition at low temperatures, *Appl. Phys. Lett.*, 2000, vol. 77, no. 17, pp. 2752–2754.
16. **Stannowski B., Rath J. K., Schropp R. E. I.** Growth process and properties of silicon nitride deposited by hot-wire chemical vapor deposition, *J. Appl. Phys.*, 2003, vol. 93, no. 5, pp. 2618–2625.
17. **Goldbach H. D., Werf C. H. M., Löffler J.**, et al. Hot-wire chemical vapor deposition of silicon nitride for multicrystalline silicon solar cells, *Conf. Record of the Thirty-first IEEE Photovoltaic Specialists Conference*, 2005, pp. 1249–1252.
18. **Atwater H. A.** Si Passivation and Chemical Vapor Deposition of Silicon Nitride. Final Technical Report. California Institute of Technology, 2007, 33 p.
19. **Noh S. M., Hong W.-S.** Correlations between Electrical Properties and Process Parameters of Silicon Nitride Films Prepared by Low Temperature (100 °C) Catalytic CVD, *J. Korean Cer. Soc.*, 2015, vol. 52, no. 3, pp. 209–214.
20. **Schropp R. E. I., Werf C. H. M., Verlaan V.**, et al. Ultrafast deposition of silicon nitride and semiconductor silicon thin films by hot wire chemical vapor deposition, *Thin Solid Films*, 2009, vol. 517, pp. 3039–3042.
21. **Schropp R. E. I.** Hot Wire Chemical Vapor Deposition: Recent Progress, Present State of the Art and Competitive Opportunities, *ECS Trans.*, 2009, vol. 25, no. 8, pp. 3–14.
22. **Duan H. L., Zaharias G. A., Bent S. F.** Probing radicals in hot wire deposition of silane using single proton ionization, *Appl. Phys. Lett.*, 2001, vol. 78, no. 12, pp. 1784–1786.
23. **Holt J. K.** Hot-Wire chemical Vapor Deposition of Silicon and Silicon Nitride for Photovoltaics: Experiments, simulations, and Applications. Ph. D. dissertation. California Institute of Technology. USA. 2003, 188 p.
24. **Eustergerling B. D., Shi Y.** Formation of aminosilanes in the hot-wire chemical vapor deposition process using $\text{SiH}_4\text{--NH}_3$ gas mixtures, *ARKIVOC*, 2009, part (v), pp. 75–89.
25. **Vasilyev V. Yu.** *Thin Film Chemical Vapor Deposition in Integrated Circuit Technology: Equipment, Methodology and Thin Film Growth Experience*, Nova Science Publishers, Inc.: New York. 2014. 314 p.

С. А. Галкина, аспирант, мл. науч. сотр., **М. А. Барулина**, д-р физ.-мат. наук., вед. науч. сотр., marina@barulina.ru,
Институт проблем точной механики и управления РАН, Саратов

ВЛИЯНИЕ НЕИЗОТРОПНОСТИ МАТЕРИАЛА НА ДЕФОРМАЦИЮ ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ЭЛЕМЕНТА МИКРОМЕХАНИЧЕСКОГО АКСЕЛЕРОМЕТРА

Поступила в редакцию 15.08.2018

Исследовано влияние ортотропности материала на характеристики чувствительного элемента (ЧЭ) температурно-возмущенного микромеханического акселерометра. Для этого была рассмотрена деформация и собственные колебания равномерно нагреваемого ЧЭ при его совмещении с различными кристаллографическими плоскостями кремния. При этом принималось во внимание возможное несовпадение кристаллографических направлений и осей системы координат, связанной с акселерометром. Было показано, что выбором кристаллографической плоскости, с которой совмещается плоскость ЧЭ, можно снизить зависимость его характеристик от рассогласования осей системы координат и кристаллографических направлений при наличии тепловых воздействий.

Ключевые слова: микромеханический акселерометр, чувствительный элемент, кремний, кристаллографическая плоскость, ортотропность, собственные частоты, торсионы, закон Гука, напряженно-деформированное состояние

Одними из самых широко востребованных и распространенных датчиков для построения систем навигации различных подвижных объектов гражданского и военного назначения являются микромеханические акселерометры (ММА) [1–5]. Согласно результатам проведенных исследований [6, 7], неизотропность материала изготовления датчика может оказывать существенное влияние на его эксплуатационные характеристики [8, 9]. Так, в работе [7] показано, что резонансные частоты MEMS-резонатора могут отличаться на 30 % при изменении направления осей ортотропии материала. В работе [10] автор отмечает, что изгибные термомеханические деформации кремния могут существенно отличаться при различной ориентации его кристаллической решетки.

Современные требования к показателям точности MMA постоянно повышаются в связи с расширением области применения, поэтому одним из важных и актуальных является вопрос, можно ли снизить влияние направления осей ортотропии материала на деформационное состояние температурно-возмущенного MMA на этапе его изготовления путем совмещения ЧЭ MMA по различным кристаллографическим направлениям. Тем не менее, на данный момент недостаточно публикаций, посвященных исследованию влияния в условиях тепловых возмущений направления осей ортотропии материала датчика на его напряженно-деформированное состояние и, следовательно, его характеристики.

Цель работы — исследование влияния поворота осей ортотропии материала относительно координатных осей на деформированное состояние температурно-возмущенного чувствительного элемен-

та MMA, совмещенного по различным кристаллографическим плоскостям.

Для достижения сформулированной цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Построить, учитывая ортотропность кремния, конечно-элементную модель ЧЭ MMA маятникового типа [1], плоскость которого совмещена по кристаллографическим плоскостям (100), (111), (110) [11].

2. Провести численные эксперименты по исследованию влияния поворота осей ортотропии материала относительно координатных осей на деформированное состояние температурно-возмущенного ЧЭ MMA, совмещенного по различным кристаллографическим плоскостям.

3. Провести анализ результатов и выработать конкретные рекомендации по уменьшению влияния поворота осей ортотропии материала относительно координатных осей на деформированное состояние ЧЭ MMA.

Математическая модель ортотропного ЧЭ MMA

Рассмотрим конструктивную схему ЧЭ MMA, представляющую собой прямоугольную кремниевую пластину на четырех подвесах, жестко связанных с корпусом (рис. 1, a) [1]. Введем систему координат XYZ, связанную с датчиком. Центр системы координат XYZ совместим с центром масс ЧЭ, плоскость ЧЭ совместим с плоскостью (XY), ось Z направим перпендикулярно к плоскости ЧЭ (рис. 1, a). Как показали проведенные исследования [7, 10], упругие свойства такого ЧЭ зависят от того, с какой кристаллографической плоскостью он совмещен и от того, как ориентированы кристаллогра-

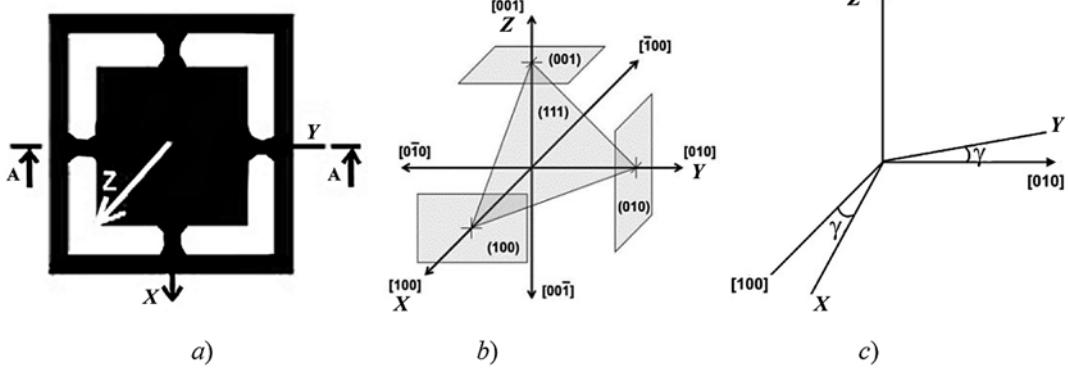


Рис. 1. ЧЭ осевого MMA с системой координат XYZ (а); кристаллографические плоскости и направления кремния (б); угол рассогласования между координатными осями X и Y и кристаллографическими направлениями [100] и [010] (в)

Fig. 1. SE of the axial MMA with the system of coordinates XYZ (a); crystallographic planes and silicon directions (b); mismatch angle between the coordinate axes of X and Y and the crystallographic directions [100] and [010] (c)

физические направления относительно системы координат XYZ (рис. 1, б, в).

Математическая зависимость напряженно-деформированного состояния ЧЭ от ориентации кристаллографических направлений вытекает из следующих соображений.

Рассмотрим совмещение ЧЭ с кристаллографической плоскостью (111). Тогда кристаллографические направления [100], [010], [001] будут соответствовать осям X, Y, Z (рис. 1, в).

Закон Гука для ортотропных пластин имеет вид [12]:

$$\sigma = Q\epsilon - \beta\Theta; \quad \epsilon = S\sigma + \alpha\Theta, \quad (1)$$

где $Q, S = Q^{-1}$ — тензоры модулей упругости и упругой податливости соответственно; α — вектор коэффициентов теплового линейного расширения; $\beta = Q\alpha$.

Если угол $\gamma \neq 0$, т. е. при наличии рассогласования кристаллографических направлений и осей координат, то компоненты тензора упругости Q и компоненты вектора α будут функциями γ , и определяются следующими соотношениями [13]:

$$Q = \tilde{Q}(\gamma), \quad \alpha = \tilde{\alpha}(\gamma), \quad (2)$$

где

$$\tilde{Q} = \begin{bmatrix} \tilde{Q}_{11} & \tilde{Q}_{12} & 0 & 0 & \tilde{Q}_{16} \\ \tilde{Q}_{12} & \tilde{Q}_{22} & 0 & 0 & \tilde{Q}_{26} \\ 0 & 0 & \tilde{Q}_{44} & \tilde{Q}_{45} & 0 \\ 0 & 0 & \tilde{Q}_{45} & \tilde{Q}_{55} & 0 \\ \tilde{Q}_{61} & \tilde{Q}_{62} & 0 & 0 & \tilde{Q}_{66} \end{bmatrix}; \quad \tilde{\alpha} = \begin{Bmatrix} \tilde{\alpha}_{xx} \\ \tilde{\alpha}_{yy} \\ 0 \\ 0 \\ 2\tilde{\alpha}_{xy} \end{Bmatrix}, \quad (3)$$

$$\begin{aligned} \tilde{Q}_{11} &= Q_{11}\cos^4\gamma + 2(Q_{12} + 2Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + Q_{22}\sin^4\gamma, \\ \tilde{Q}_{22} &= Q_{11}\sin^4\gamma + 2(Q_{12} + 2Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + Q_{22}\cos^4\gamma, \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \tilde{Q}_{12} &= (Q_{11} + Q_{22} - 4Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + \\ &\quad + Q_{12}(\sin^4\gamma + \cos^4\gamma), \\ \tilde{Q}_{16} &= (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})\sin\gamma\cos^3\gamma + \\ &\quad + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66})\sin^3\gamma\cos\gamma, \\ \tilde{Q}_{26} &= (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})\sin^3\gamma\cos\gamma + \\ &\quad + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66})\sin\gamma\cos^3\gamma, \\ \tilde{Q}_{66} &= (Q_{11} + Q_{22} - 2Q_{12} - 2Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + \\ &\quad + Q_{66}(\sin^4\gamma + \cos^4\gamma), \\ \tilde{Q}_{44} &= Q_{44}\cos^2\gamma + Q_{55}\sin^2\gamma, \\ \tilde{Q}_{55} &= Q_{55}\cos^2\gamma + Q_{44}\sin^2\gamma, \\ \tilde{Q}_{45} &= Q_{55}\cos\gamma\sin\gamma - Q_{44}\cos\gamma\sin\gamma, \end{aligned} \quad (4)$$

$$\begin{aligned} \tilde{\alpha}_{xx} &= \alpha_1\cos^2\gamma + \alpha_2\sin^2\gamma, \\ \tilde{\alpha}_{yy} &= \alpha_1\sin^2\gamma + \alpha_2\cos^2\gamma, \\ 2\tilde{\alpha}_{xy} &= 2(\alpha_1 - \alpha_2)\sin\gamma\cos\gamma. \end{aligned} \quad (5)$$

В соотношениях (2)–(4) Q_{ij} представляют компоненты тензора упругости при $\gamma = 0$ и определяются следующими формулами:

$$\begin{aligned} Q_{11} &= \frac{E_1}{1 - v_{12}v_{21}}, \quad Q_{12} = Q_{21} = \frac{v_{12}E_2}{1 - v_{12}v_{21}}, \\ Q_{22} &= \frac{E_2}{1 - v_{12}v_{21}}, \quad Q_{22} = G_{12}, \quad Q_{44} = G_{23}, \\ Q_{55} &= G_{13}, \end{aligned} \quad (6)$$

где $E_i, v_{ij}, G_{ij}, \alpha_i$ — модули упругости, коэффициенты Пуассона, модуль сдвига и коэффициенты линейного теплового расширения, заданные по

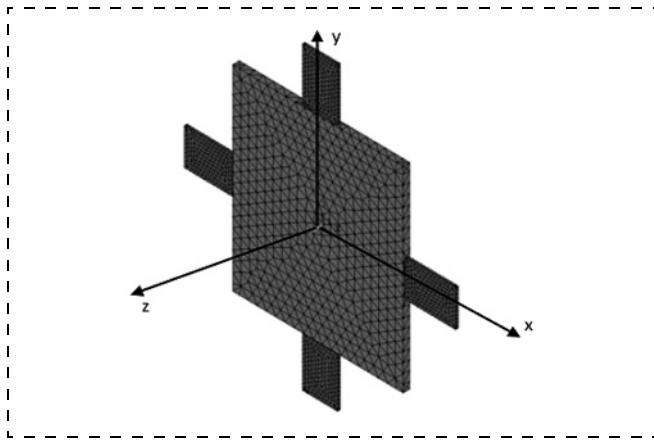


Рис. 2. Конечно-элементная 3D-модель ЧЭ MMA
Fig. 2. Finite-element 3D model of SE MMA

соответствующим кристаллографическим плоскостям.

Таким образом, как видно из соотношений (1–5), упругие константы и коэффициенты теплового расширения нелинейно зависят от угла γ рассогласования координатных осей и осей кристаллографии. И, соответственно, такое рассогласование оказывает влияние на напряженно-деформированное состояние ЧЭ и в конечном итоге на его эксплуатационные характеристики.

Математическое моделирование

Для исследования влияния на деформированное состояние ЧЭ MMA кристаллографических направлений материала была построена конечно-элементная модель ЧЭ и торсионов (рис. 2) в универсальном комплексе для конечно-элементного моделирования ANSYS [4, 13–15]. При моделировании были рассмотрены случаи совмещения ЧЭ по кристаллографическим плоскостям (100), (111), (110) (рис. 1, б) [7, 10, 16, 17]. Для каждого варианта совмещения было исследовано влияние поворота кристаллографических направлений материала относительно координатных осей на деформированное состояние ЧЭ при наличии теплового воздействия.

Угол рассогласования γ (рис. 1, с) между направлением осей системы координат ЧЭ и осей ортотропии менялся от 0 до 90°.

Работу проводили в несколько этапов. На первом этапе было изу-

чено влияние угла рассогласования γ на температурно-возмущенное напряженно-деформированное состояние ЧЭ MMA.

На втором этапе рассматривалось влияние угла рассогласования γ на собственные частоты и формы собственных колебаний температурно-возмущенного ЧЭ MMA.

На рис. 3–5 показаны деформации ЧЭ, совмещенного с кристаллографическими плоскостями (100), (110), (111), соответственно, при равномерном нагреве ЧЭ до +40 °C и при различном значении угла γ между кристаллографическими направлениями и осями системы координат, связанной с датчиком. При этом номинальным полем деформации (НПД) будем считать поле деформации ЧЭ при совпадении координатных осей и кристаллографических направлений ($\gamma = 0^\circ$).

Как видно из рис. 3, если при $\gamma = 0^\circ$ поле деформации имеет симметричный характер (рис. 3, а), то при $\gamma \neq 0^\circ$ имеет место более сложная картина деформации ЧЭ и торсионов (рис. 3, б, в). В этом случае наблюдается неравномерное и несимметричное изменение формы торсионов и ЧЭ, что

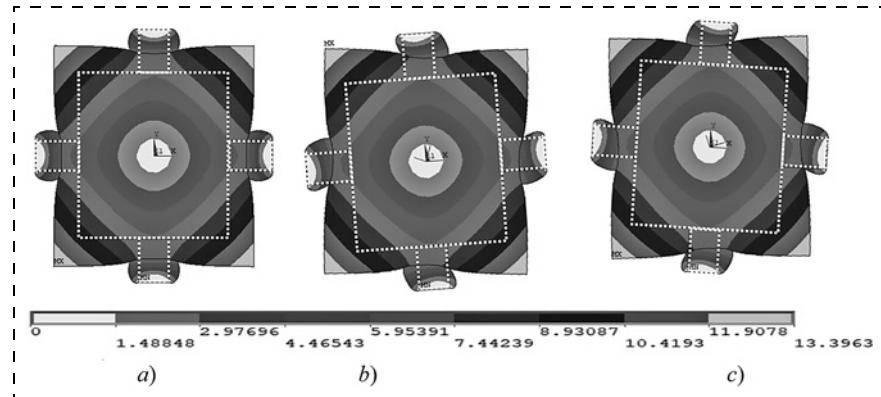


Рис. 3. Поле деформации ЧЭ MMA, совмещенного с кристаллографической плоскостью (100): а — при $\gamma = 0^\circ$; б — при $\gamma = 20^\circ$; в — при $\gamma = 70^\circ$

Fig. 3. Field of deformation of SE MMA, matched with the crystallographic plane (100): a — at $\gamma = 0^\circ$; b — at $\gamma = 20^\circ$; c — at $\gamma = 70^\circ$

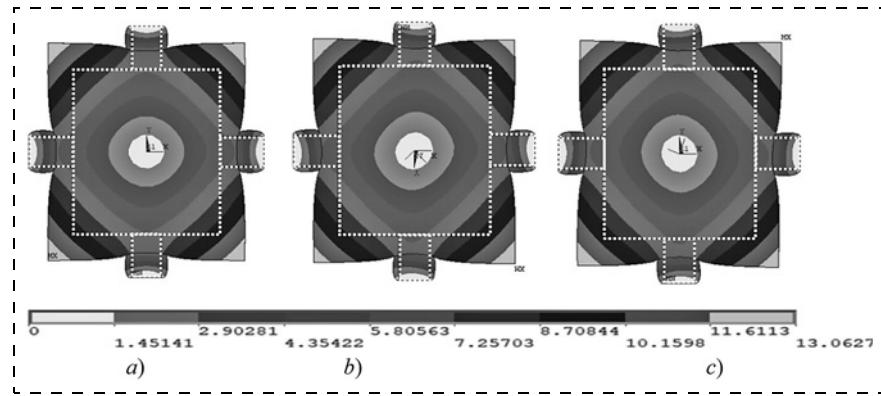


Рис. 4. Поле деформации ЧЭ MMA, совмещенного с кристаллографической плоскостью (110): а — при $\gamma = 0^\circ$; б — при $\gamma = 20^\circ$; в — при $\gamma = 70^\circ$

Fig. 4. Field of deformation of SE MMA, matched with the crystallographic plane (110): a — at $\gamma = 0^\circ$; b — at $\gamma = 20^\circ$; c — at $\gamma = 70^\circ$

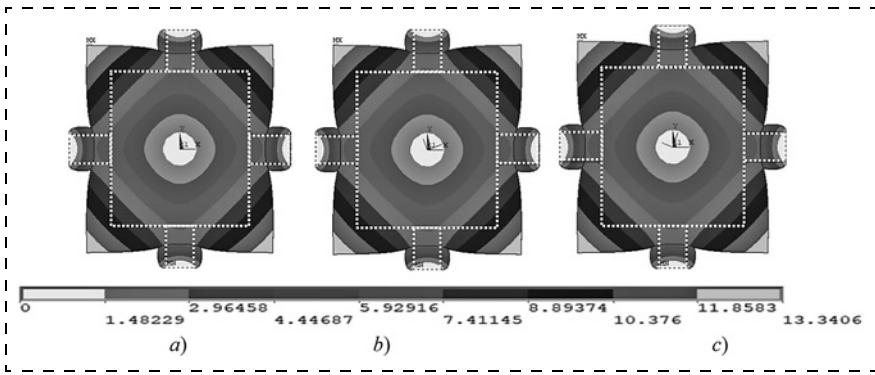


Рис. 5. Поле деформации для ЧЭ MMA, совмещенного с кристаллографической плоскостью (111): а — при $\gamma = 0^\circ$; б — при $\gamma = 20^\circ$; в — при $\gamma = 70^\circ$

Fig. 5. Field of deformation for SE MMA, matched with the crystallographic plane (111): a — at $\gamma = 0^\circ$; b — at $\gamma = 20^\circ$; c — at $\gamma = 70^\circ$

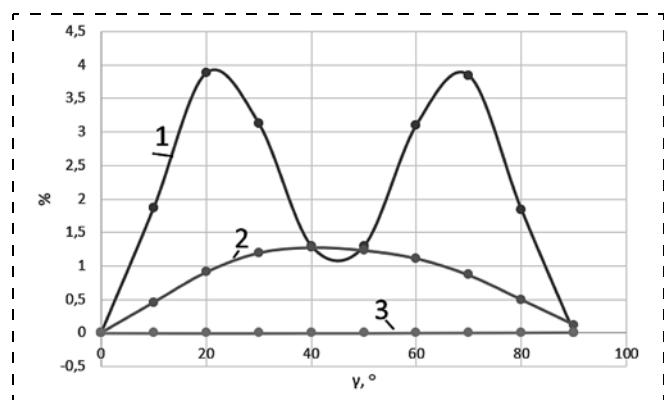


Рис. 6. Изменение максимальной деформации ЧЭ в зависимости от угла рассогласования γ : 1 — плоскость (100); 2 — плоскость (110); 3 — плоскость (111)

Fig. 6. Variation of the maximal deformation of SE depending on the mismatch angle γ : 1 — plane (100); 2 — plane (110); 3 — plane (111)

очевидным образом влияет на эксплуатационные характеристики MMA. В случае совмещения ЧЭ с плоскостью (100) при $\gamma = 20^\circ$ и $\gamma = 70^\circ$ имеет место наиболее очевидное изменение поля деформации ЧЭ по сравнению с полем деформации при $\gamma = 0^\circ$.

Из рис. 4 видно, что при совмещении ЧЭ с плоскостью (110) поле деформаций имеет менее выраженные изменения при варьировании значения угла γ , чем это наблюдается при совмещении ЧЭ с плоскостью (100) (см. рис. 3). При этом наибольшее изменение поля деформации ЧЭ в сравнении с НПД наблюдается при $\gamma = 45^\circ$.

Из рис. 5 видно, что при совмещении ЧЭ с кристаллографической плоскостью (111) поле деформаций в сравнении с НПД имеет незначительные отличия (доли процента) при различных γ .

На рис. 6 показаны изменения значения максимальной дефор-

мации ЧЭ в зависимости от значения угла γ относительно максимальной деформации при $\gamma = 0$ (номинальной деформации).

Как можно увидеть, в случае совмещения с плоскостью (111) изменение максимальной деформации ЧЭ минимально и не превышает 0,01 %. При выборе плоскости (100) наблюдаются два максимума изменения деформации при значении угла γ , равном 20° и 70° , при этом изменение значения деформации достигает 4,2 %. Изменения значений деформации ЧЭ при совмещении

его плоскости с плоскостью (110) не превышают 1,3 %, при этом максимальное отличие от номинального значения деформации достигается при $\gamma = 45^\circ$.

На втором этапе рассматривалось влияние угла рассогласования γ на собственные частоты и формы собственных колебаний ЧЭ MMA, однородно нагретого до $40 {}^\circ\text{C}$, и при совмещении ЧЭ с различными кристаллографическими плоскостями. Проведение такого исследования представлялось необходимым, так как во время эксплуатации MMA могут подвергаться вибрационным нагрузкам, частота которых может совпадать с собственными частотами микромеханического датчика, что напрямую влияет на эксплуатационные характеристики датчика [18—20].

Для каждого варианта совмещения ЧЭ с кристаллографической плоскостью была рассчитана собственная частота и соответствующая ей мода при $\gamma = 0$ и значении γ , при котором, как было установлено на предыдущем этапе, наблюдается максимальное отличие поля деформации температурно-возмущенного ЧЭ от номинального. Полученные результаты частотного анализа ЧЭ MMA показаны на рис. 7—10.

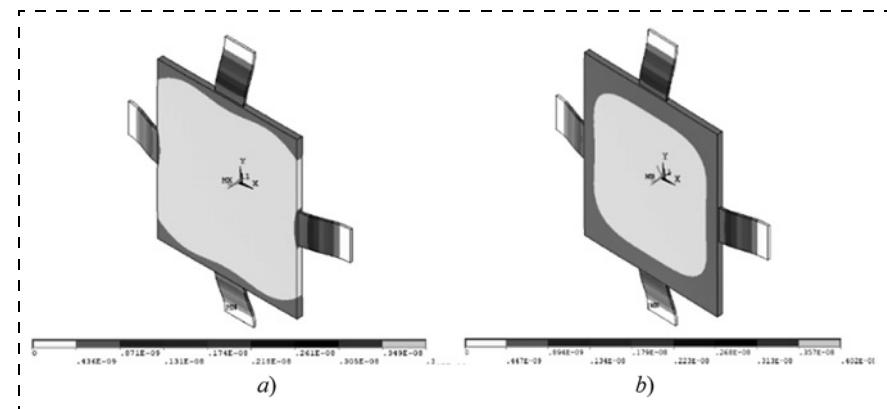


Рис. 7. Моды колебаний ЧЭ, совмещенного с (100) при $\gamma = 0^\circ$ (а) и $\gamma = 20^\circ$ (б)

Fig. 7. Oscillation modes of SE, matched with (100) at $\gamma = 0^\circ$ (a) and $\gamma = 20^\circ$ (b)

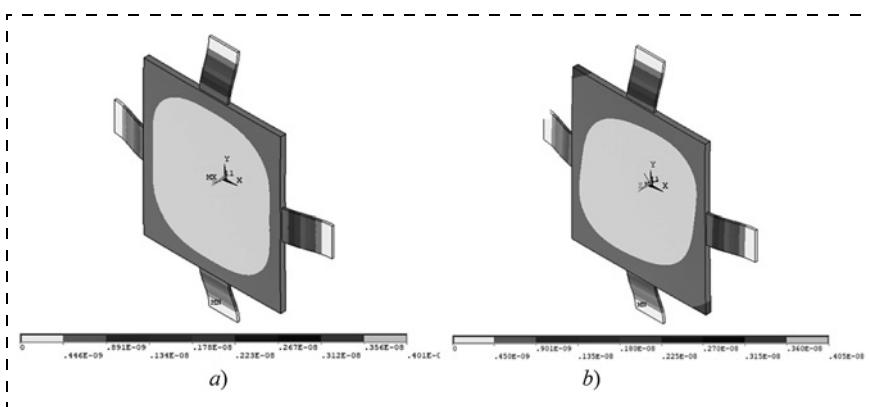


Рис. 8. Моды колебаний ЧЭ, совмещенного с (110) при $\gamma = 0^\circ$ (а) и $\gamma = 20^\circ$ (б)
Fig. 8. Oscillation modes of SE, matched with (110) at $\gamma = 0^\circ$ (a) and $\gamma = 20^\circ$ (b)

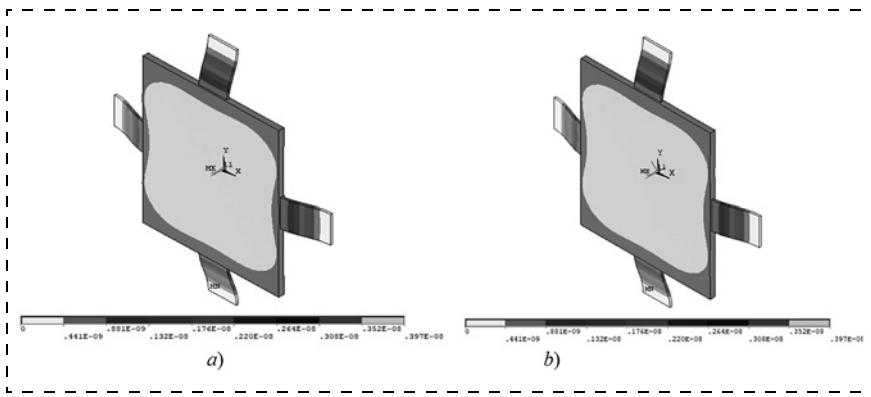


Рис. 9. Моды колебаний ЧЭ, совмещенного с (111) при $\gamma = 0^\circ$ (а) и $\gamma = 20^\circ$ (б)
Fig. 9. Oscillation modes of SE, matched with (111) at $\gamma = 0^\circ$ (a) and $\gamma = 20^\circ$ (b)

На рис. 7 показана первая мода ЧЭ при $\gamma = 0^\circ$ и $\gamma = 20^\circ$ в случае совмещения его плоскости с кристаллографической плоскостью (100). На рис. 8 и 9 показана первая мода ЧЭ при значении угла $\gamma = 0^\circ$ и 45° в случае совмещения с кристаллографической

плоскостью (110) и (111) соответственно.

Как видно из рис. 7–9, совмещение плоскости ЧЭ с различными кристаллографическими плоскостями влияет на формы его собственных колебаний. Значение этого влияния зависит от кристаллографической плоскости, с которой совмещена плоскость ЧЭ. Так, если при совмещении плоскости ЧЭ с плоскостью (111) первая мода практически не изменяется (см. рис. 9), то при совмещении с другими плоскостями формы собственных колебаний существенно отличаются (см. рис. 7, 8).

Из рис. 10, на котором показан график изменения первой собственной частоты ЧЭ при совмещении его плоскости с кристаллографическими плоскостями (100), (110), (111) при различном значении угла γ , видно, что максимальное изменение собственной частоты ЧЭ имеет место при совмещении его плоскости с плоскостью (100) и угле $\gamma = 45^\circ$.

Заключение

В работе были рассмотрены случаи совмещения ЧЭ MMA с кристаллографическими плоскостями (100), (111), (110). Для каждого варианта было изучено влияние несовпадения кристаллографических направлений материала ЧЭ и его координатных осей на деформацию и собственные колебания ЧЭ в присутствии тепловых воздействий.

Показано, что наибольшее влияние (до 4 %) на поле деформаций температурно-возмущенного ЧЭ оказывает рассогласование кристаллографических направлений и координатных осей при совмещении плоскости ЧЭ с кристаллографической плоскостью (100), тогда как при совмещении плоскости ЧЭ с кристаллографической плоскостью (111) несовпадение кристаллографических направлений и координатных осей приводит к незначительному изменению поля деформации (до 1 %).

В случае с собственными частотами картина аналогична. Так, наибольшее изменение собственной частоты (до 9 % при $\gamma = 45^\circ$) наблюдается при совмещении ЧЭ с плоскостью (100). При совмещении с плоскостью (111) собственная частота и соответствующая ей мода практически не изменяются.

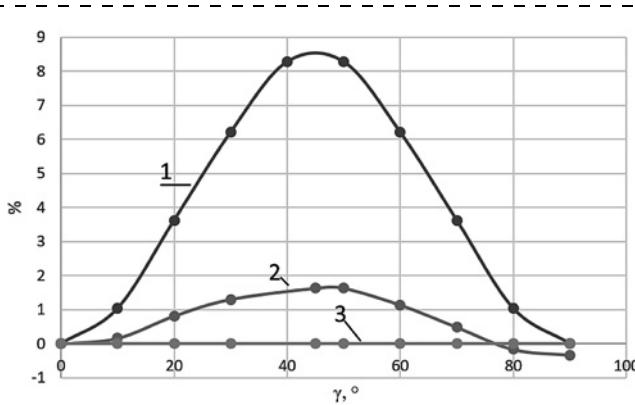


Рис. 10. Изменение первой собственной частоты ЧЭ MMA в зависимости от угла рассогласования γ : 1 — плоскость (100); 2 — плоскость (110); 3 — плоскость (111)

Fig. 10. Variation of the first self oscillation of SE MMA depending on the mismatch angle γ : 1 — plane (100); 2 — plane (110); 3 — plane (111)

Таким образом, выбором кристаллографической плоскости, с которой совмещается плоскость ЧЭ ММА, можно снизить зависимость деформации температурно-возмущенного ЧЭ от угла рассогласования между направлением осей системы координат ЧЭ и кристаллографическими направлениями.

Работа проводилась при поддержке гранта РФФИ 16-08-00328.

Список литературы

1. Распопов В. Я. Микромеханические приборы. Учебное пособие. Тула: Изд. Тул. гос. университета, 2002. 392 с.
2. Beeby S., Ensell G., Kraft M., White N. MEMS Mechanical Sensors, Microelectromechanical Series. Norwood, MA: Artech House Inc., 2004. P. 176—190.
3. Eloy J. C. The MEMS industry: current and future trends // On Board Technol. 2006. N. 9. P. 22—24. URL: http://www.on-board-technology.com/pdf_settembre2006/090604.pdf (access July 20, 2007).
4. Джашитов В. Э., Панкратов В. М. Датчики, приборы и системы авиакосмического и морского приборостроения в условиях тепловых воздействий / Под общ. ред. В. Г. Пешехонова. СПб.: ГНЦРФ ЦНИИ "Электроприбор", 2005. 404 с.
5. Пешехонов В. Г. Современное состояние и перспективы развития гироскопических систем// Гироскопия и навигация. 2011. № 1. С. 3—17.
6. Галкина С. А., Барулина М. А. Влияние направления ортотропии на напряженно-деформированное состояние температурно-возмущенного чувствительного элемента микромеханического акселерометра // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2018. Т. 18, № 1. С. 147—152. Doi: 10.17586/2226-1494-2018-18-1-147-152.
7. Hopcroft M., Nix W., Kenny T. What is the Young's Modulus of Silicon? // Journal of Microelectromechanical Systems. April 2010. Vol. 19, N. 2. P. 229—238.
8. Petersen K. Silicon as a mechanical material // Proc. IEEE, May 1982, vol. 70, no. 5. P. 420—457.
9. Connely I., Barbour N. et al. Manufacturing Micromachined Inertial Sensor Systems // 4rd Saint-Petersburg International Conference of Integrated Navigation Systems. Spb.: CSRI "Elektropribor", 1997, part 1. P. 362—370.
10. Masolin A., Bouchard P.-O., Martini R., Bernacki M. Thermo-mechanical and fracture properties in single crystal silicon, Belgium // Journal of Materials Science. 2012, February 2013, vol. 48, is. 3. P. 979—988.
11. Application Note: Defining Anisotropic Materials in TEM Version 8.5/PC Part N. 30-090-101. March 2009.
12. Christensen R. M. Mechanics of cellular and other low-density materials // Int. Journ. Sol. Struct. 2000. Vol. 37, N. 1—2. P. 93—104.
13. Reddy J. N. Mechanics of Laminated Composite Plates and Shells. Theory and Analysis. Second ed. CRC Press. 2004. 831 p.
14. Alawadhi E. M. Finite Element Simulations Using ANSYS. CRC Press, 2010. 416 p.
15. Голованов А. П., Тюленева О. Н., Шигабутдинов А. Ф. Метод конечных элементов в статике и динамике тонкостенных конструкций. М.: Физматлит, 2006. 392 с.
16. Wortman J. J., Evans R. A. Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium // Journal of Applied Physics. 1965. Vol. 36. P. 153.
17. Барулина М. А., Джашитов В. Э., Панкратов В. М., Калинин М. А., Папко А. А. Математическая модель микромеханического акселерометра с учетом температурных воздействий, термоупругого напряженно-деформированного состояния и динамических эффектов // Гироскопия и навигация. 2008. № 1. С. 55—70.
18. Барулина М. А. Частотные уравнения и собственные частоты элементов вибрационных микромеханических гироскопов на основе сдвиговой теории Тимошенко // Нано- и микросистемная техника, 2015. № 4. С. 21—31.
19. Auld B. A. Acoustic fields and waves in solids. Vol. 1. Wiley, 1973. 431 p.
20. Драгунов В. П. Нелинейная динамическая модель упругого элемента микромеханических систем // Микросистемная техника. 2004. № 10. С. 23—29.

S. A. Galkina, Junior Scientific Researcher, leokox@yandex.ru,

M. A. Barulina, D. Sc., Leader Scientific Researcher, marina@barulina.ru,

Precision Mechanics and Control Institute, Russian Academy of Science, Saratov,

Corresponding author:

Galkina Sofya A., Junior Scientific Researcher, Precision Mechanics and Control Institute, Russian Academy of Science, Saratov, e-mail: leokox@yandex.ru

Influence of the Nonisotropy of a Material on the Deformation of the Sensitive Element of a Micromechanical Accelerometer

Received on August 15, 2018

Accepted on September 14, 2018

The subject of this article is the influence of the orthotropic effect of a material on the characteristics of the sensing element (SE) of the temperature perturbed micromechanical accelerometer. For this purpose, the deformation and self-oscillations of the homogeneously heated SE during its matching with different crystallographic planes of silicon were considered. A possible mismatch of the crystallographic directions and axes of the coordinate system associated with the accelerometer was taken into account. It was demonstrated that selection of a crystallographic plane, with which the plane of SE was matched, could reduce the dependence of its characteristics on a misalignment of the axes of the coordinate system and the crystallographic directions under the thermal effects.

Keywords: micromechanical accelerometer, sensing element, silicon, crystallographic plane, orthotropic, self oscillation, torsions, Hooke's law, mode of deformation

For citation:

Galkina S. A., Barulina M. A. Influence of the Nonisotropy of a Material on the Deformation of the Sensitive Element of a Micromechanical Accelerometer, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 14–23.

DOI: 10.17587/nmst.21.14-23

Among the demanded and widespread sensors for construction of the navigation systems for various commercial and military mobile objects are the micromechanical accelerometers (MMA) [1–5]. According to the results of the undertaken research [6, 7], the nonisotropy of a material for manufacturing of the sensor can have an essential impact on its operational characteristics [8, 9]. Thus in [7] it was demonstrated that the resonance frequencies of a MEMS resonator can differ by 30 % during variation of the axes of the orthotropy of a material. In [10] the author points out, that the bend thermomechanical deformations of silicon can differ essentially at various orientations of its crystal lattice.

The modern requirements to the precision standards of MMA become higher constantly in connection with the expansion of their scope, therefore, an important and topical question is whether it is possible to lower the influence of the direction of the axes of the orthotropy of a material on the deformation state of the temperature perturbed MMA at the stage of its manufacturing due to matching of SE MMA by various crystallographic directions. Nevertheless, at the present moment there are not enough of publications devoted to the research of the influence of the directions of the axes of the orthotropy of a material sensor on its mode of deformation and, hence, on its characteristics, in the conditions of the thermal perturbations.

Aim of the work is research of the influence of a turn of the axes of the orthotropy of a material in relation to the coordinate axes on the deformed state of the temperature perturbed sensitive element of MMA matched by various crystallographic planes.

For achievement of the formulated aim, the following tasks were set and solved:

1. Considering the orthotropy of the silicon, to construct a finite-element model of SE MMA of a pendular type [1], the plane of which is matched by the crystallographic planes (100), (111), (110) [11].

2. To undertake numerical experiments concerning the research of the influence of the turns of the orthotropy axes of a material in relation to the coordinate axes on the deformed state of the temperature perturbed SE MMA, matched by various crystallographic planes.

3. To carry out an analysis of the results and elaborate concrete recommendations how to reduce the influence of the turns of the orthotropy axes of a material in relation to the coordinate axes on the deformed state of SE MMA.

Mathematical model of an orthotropic SE MMA

Let us consider the design of SE MMA, which is a rectangular silicon plate on four suspensions rigidly connected with the case (fig. 1, a) [1]. We will introduce *XYZ* system of coordinates connected with the sensor and place the centre of the system of co-ordinates *XYZ* with the SE centre of weights, while we match the plane of SE with the plane (*XY*), and direct axis *Z* perpendicularly to the plane of SE (fig. 1, a). As the carried out research demonstrated [7, 10], the elastic properties of such SE depended on the fact, with what crystallographic plane it was matched and how the crystallographic directions were oriented in relation to the system of coordinates *XYZ* (fig. 1, b, c).

Mathematically, the dependence of the mode of deformation of SE on the orientation of the crystallographic directions is a consequence of the following considerations.

Let us consider matching of SE with the crystallographic plane (111). Then the crystallographic directions [100], [010], [001] will correspond to axes *X*, *Y*, *Z* (fig. 1, c).

Hooke's Law for the orthotropic plates looks like the following [12]:

$$\sigma = Q\varepsilon - \beta\Theta; \quad \varepsilon = S\sigma + \alpha\Theta, \quad (1)$$

where Q , $S = Q^{-1}$ – tensors of the moduli of elasticity and elastic compliance, accordingly; α – vector of coefficients of the thermal linear expansion; $\beta = Q\alpha$.

If angle $\gamma \neq 0$, that is, in case of miscoordination of the crystallographic directions and the axes of the coordinates, then the components of the tensors of elasticity Q and components of vector α will be functions of γ , and will be determined by the following correlations [13]:

$$Q = \tilde{Q}(\gamma), \quad \alpha = \tilde{\alpha}(\gamma), \quad (2)$$

where

$$\tilde{Q} = \begin{bmatrix} \tilde{Q}_{11} & \tilde{Q}_{12} & 0 & 0 & \tilde{Q}_{16} \\ \tilde{Q}_{12} & \tilde{Q}_{22} & 0 & 0 & \tilde{Q}_{26} \\ 0 & 0 & \tilde{Q}_{44} & \tilde{Q}_{45} & 0 \\ 0 & 0 & \tilde{Q}_{45} & \tilde{Q}_{55} & 0 \\ \tilde{Q}_{61} & \tilde{Q}_{62} & 0 & 0 & \tilde{Q}_{66} \end{bmatrix}; \quad \tilde{\alpha} = \begin{Bmatrix} \tilde{\alpha}_{xx} \\ \tilde{\alpha}_{yy} \\ 0 \\ 0 \\ 2\tilde{\alpha}_{xy} \end{Bmatrix}; \quad (3)$$

$$\tilde{Q}_{11} = Q_{11}\cos^4\gamma + 2(Q_{12} + 2Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + Q_{22}\sin^4\gamma,$$

$$\tilde{Q}_{22} = Q_{11}\sin^4\gamma + 2(Q_{12} + 2Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + Q_{22}\cos^4\gamma,$$

$$\begin{aligned}
\tilde{Q}_{12} &= (Q_{11} + Q_{22} - 4Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + \\
&\quad + Q_{12}(\sin^4\gamma + \cos^4\gamma), \\
\tilde{Q}_{16} &= (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})\sin\gamma\cos^3\gamma + \\
&\quad + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66})\sin^3\gamma\cos\gamma, \\
\tilde{Q}_{26} &= (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})\sin^3\gamma\cos\gamma + \\
&\quad + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66})\sin\gamma\cos^3\gamma, \\
\tilde{Q}_{66} &= (Q_{11} + Q_{22} - 2Q_{12} - 2Q_{66})\sin^2\gamma\cos^2\gamma + \\
&\quad + Q_{66}(\sin^4\gamma + \cos^4\gamma), \\
\tilde{Q}_{44} &= Q_{44}\cos^2(\gamma) + Q_{55}\sin^2(\gamma), \\
\tilde{Q}_{55} &= Q_{55}\cos^2(\gamma) + Q_{44}\sin^2(\gamma), \\
\tilde{Q}_{45} &= Q_{55}\cos(\gamma)\sin(\gamma) - Q_{44}\cos(\gamma)\sin(\gamma), \quad (4) \\
\tilde{\alpha}_{xx} &= \alpha_1\cos^2\gamma + \alpha_2\sin^2\gamma, \\
\tilde{\alpha}_{yy} &= \alpha_1\sin^2\gamma + \alpha_2\cos^2\gamma, \\
2\tilde{\alpha}_{xy} &= 2(\alpha_1 - \alpha_2)\sin\gamma\cos\gamma. \quad (5)
\end{aligned}$$

In correlations (2)–(4), Q_{ij} present components of the tensor elasticity at $\gamma = 0$ and are determined by the following formulas:

$$\begin{aligned}
Q_{11} &= \frac{E_1}{1 - v_{12}v_{21}}, \quad Q_{12} = Q_{21} = \frac{v_{12}E_2}{1 - v_{12}v_{21}}, \\
Q_{22} &= \frac{E_2}{1 - v_{12}v_{21}}, \quad Q_{22} = G_{12}, \quad Q_{44} = G_{23}, \\
Q_{55} &= G_{13}, \quad (6)
\end{aligned}$$

where E_i , v_{ij} , G_{ij} , α_i — moduli of elasticity, Poisson ratios, modulus of rigidity and coefficients of the thermal linear expansion, set by the corresponding crystallographic planes.

Thus, from the correlations (1–5) it is apparent that the elastic constants and the coefficients of the thermal expansion in a nonlinear way depend on angle γ of miscoordination of the coordinate axes and axes of crystallography. And, accordingly, such a mismatch influences the mode of deformation of SE and, eventually, its operational characteristics.

Mathematical modeling

For research of the influence on the deformed state of SE MMA of the crystallographic directions of material, a finite-element model of SE and torsions (fig. 2) was constructed in a universal complex for the finite-element modeling of ANSYS [4, 13–15]. During modeling the cases of matching of SE by the crystallographic planes (100), (111), (110) (fig. 1, b) [7, 10, 16, 17] were considered. For each version the authors investigated the turn influence of the crystallographic direc-

tions of a material in relation to the coordinate axes on the deformed state of SE in the conditions of a thermal influence.

The mismatch angle γ (fig. 1, c) between the direction of axes of the system of co-ordinates of SE and the axes of the orthotropy varied from 0 up to 90°.

The work was done in several stages. At the first stage the influence was studied of the mismatch angle γ on the temperature perturbed mode of deformation of SE MMA.

The second stage was devoted to consideration of the influence of mismatch γ on the self frequencies and forms of the self oscillations of the temperature perturbed SE MMA.

Fig. 3–5 present deformations of SE, matched with the crystallographic planes (100), (110), (111), accordingly, at a uniform heating of SE up to +40 °C and at various angles of γ between the crystallographic directions and the axes of the system of the coordinates connected with the sensor. At that, as the nominal field of deformation (NFD) we will consider the field of deformation of SE at matching of the co-ordinate axes and the crystallographic directions ($\gamma = 0^\circ$).

As it is visible from fig. 3, if at $\gamma = 0^\circ$ the deformation field has a symmetric character (fig. 3, a), then at $\gamma \neq 0^\circ$ there is a more complex picture of deformation of SE and torsions (fig. 3, b, c). In this case a non-uniform and asymmetrical variation of the form of the torsions and SE is observed, which, evidently, influences the operational characteristics of MMA. In case of matching of SE with the plane (100) at $\gamma = 20^\circ$ and $\gamma = 70^\circ$ there is the most obvious change of the field of deformation of SE in comparison with the deformation field at $\gamma = 0^\circ$.

From fig. 4 it is visible, that when SE is matched with the plane (110), the field of deformations has less pronounced changes at a variation of the value of angle γ , than it is observed at matching of SE with the plane (100) (see fig. 3). At that, the greatest change of the field of deformation of SE in comparison with NFD is observed at $\gamma = 45^\circ$.

From fig. 5 it is visible, that at matching of SE with the crystallographic plane (111) the field of deformation in comparison with NFD has insignificant differences (fractions of a percent) at various values of γ .

Fig. 6 demonstrates a change of the value of the maximal deformation of SE, depending on the value of angle γ in relation to the maximal deformation at $\gamma = 0$ (nominal deformation).

As it is possible to see, in case of matching with the plane (111) the change of the maximal deformation of SE is minimal and does not exceed 0.01 %. During selection of a plane (100) two maxima of the deformation variation are observed at the value of angle γ equal to 20° and 70°, at that, the change of the deformation value reaches 4.2 %. Changes of the deformation val-

ues of SE at matching of its plane with the plane (110) does not exceed 1.3 %, thus, the maximal difference from the nominal deformation value is reached at $\gamma = 45^\circ$.

At the second stage the influence was considered of the mismatch angle of γ on the self frequencies and forms of the self oscillations of SE MMA, homogeneously heated up to 40 °C, and at matching of SE with various crystallographic planes. Carrying out of such a research was necessary, because during their operation MMA can be subjected to the vibration loads, the frequency of which can coincide with the self frequencies of the micromechanical sensor, which influences directly the sensor's characteristics [18–20].

For each version of matching of SE with the crystallographic plane the self frequency and the mode, corresponding to it, were calculated at $\gamma = 0$ and the value of γ , at which, as it was established at the previous stage, there was the maximal difference of the field of deformation of the temperature perturbed SE from the nominal one. The obtained results of the frequency analysis of SE MMA are presented in fig. 7–10.

Fig. 7 demonstrates the first mode of SE at $\gamma = 0^\circ$ and $\gamma = 20^\circ$ in case of matching of its plane with the crystallographic plane (100). Fig. 8 and 9 present the first mode of SE at the value of angle $\gamma = 0$ and 45° in case of matching with the crystallographic plane (110) and (111), accordingly. As it is apparent from fig. 7–9, matching of plane SE with various crystallographic planes influences the forms of its self oscillations. The value of this influence depends on the crystallographic plane, with which SE plane is matched. So, if because of matching of SE plane with the plane (111) the first mode practically does not change (fig. 9), due to matching with the other planes the forms of the self oscillations differ essentially (see fig. 7, 8).

From fig. 10, which presents the schedule of variation of the first self SE frequency during matching of its plane with the crystallographic planes (100), (110), (111) at various values of angle γ , it is visible, that the maximal change of the self SE frequency takes place during matching of its plane with the plane (100) and at angle $\gamma = 45^\circ$.

Conclusion

This work presents the cases of matching of SE MMA with the crystallographic planes (100), (111), (110). For each version the authors studied the influence of a mismatch of the crystallographic directions of SE material and its coordinate axes on the deformation and self SE oscillations in the presence of thermal influences.

It was demonstrated that the greatest influence (up to 4 %) on the field of deformation of the temperature

perturbed SE was rendered by a mismatch of the crystallographic directions and coordinate axes during matching of SE plane with the crystallographic plane (100). Whereas during matching of SE plane with the crystallographic plane (111) the discrepancy of the crystallographic directions and the coordinate axes lead only to an insignificant alteration of the deformation field (up to 1 %).

In a case of the self frequencies the picture is similar. So, the greatest variation of the self frequency (up to 9 % at $\gamma = 45^\circ$) was observed during matching of SE with the plane (100). During matching with the plane (111) the self frequency and the mode corresponding to it practically do not change.

Thus, by selection of a crystallographic plane, with which SE MMA plane is matched, it is possible to lower the dependence of the deformation of the temperature perturbed SE on the mismatch angle between the direction of the axes of the system of coordinates of SE and the crystallographic directions.

The work was done with support of the RFFI grant 16-08-00328.

References

1. **Raspopov V.** *Mikromehanicheskie priboryi*. Uchebnoe posobie. (Micromechanical devices. Study guide.) Tula State University. Tula, 2002. 392 p. (in Russian).
2. **Beeby S., Ensell G., Kraft M., White N.** MEMS Mechanical Sensors, *Microelectromechanical Series*. Norwood, MA, Artech House Inc. 2004. pp. 176–190.
3. **Eloy J. C.** The MEMS industry: current and future trends, *On Board Technol.*, 2006, no. 9, pp. 22–24, available at: http://www.onboard-technology.com/pdf_settembre2006/090604.pdf.
4. **Dzhashitov V. E., Pankratov V. M.** *Datchiki, pribory i sistemy aviakosmicheskogo i morskogo priborostroeniya v usloviyah teplovih vozdeystviy*. (Sensors, Instruments and Systems of aerospace and marine instrument making under thermal effects.) Ed. V. G. Peshehonov. Spb.: SRC RF CSRI *Electropribor*. 2005, 404 p. (in Russian).
5. **Peshehonov V. G.** Sovremennoe sostoyanie i perspektivnye razvitiya giroskopicheskikh sistem (Gyroscopic navigation systems: current status and prospects), *Gyroscopy and Navigation*, 2011, vol. 2, no 3, pp. 111–118. (in Russian).
6. **Galkina S. A., Barulina M. A.** Vliyanie napravleniya ortotropii na napryajenno-deformirovannoe sostoyanie temperaturno-vozmuschenного chuvstvitelnogo elementa mikromehanicheskogo akselerometra (Orthotropic direction effect on stress-strain state of temperature-perturbed sensing element of micromechanical accelerometer), *Nauchno-tehnicheskiy vestnik informatsi-onnyih tehnologiy, mehaniki i optiki*, 2018, vol. 18, no. 1, pp. 147–152 (in Russian).
7. **Hopcroft M., Nix W., Kenny T.** What is the Young's Modulus of Silicon? *Journal of Microelectromechanical Systems*, April 2010, vol. 19, no. 2, pp. 229–238.
8. **Petersen K.** "Silicon as a mechanical material", *Proc. IEEE*, May 1982, vol. 70, no. 5, pp. 420–457.
9. **Connely I., Barbour N.** et al. Manufacturing Micromachined Inertial Sensor Systems // 4rd Saint-Petersburg International Conference of Integrated Navigation Systems. SPb., CSRI "Elektropribor", 1997. Part 1, pp. 362–370.

10. **Masolin A., Bouchard P.-O., Martini R., Bernacki M.** Thermo-mechanical and fracture properties in single crystal silicon, Belgium, *Journal of Materials Science*, 2012, February 2013, vol. 48, is. 3, pp. 979–988.
11. **Application Note:** Defining Anisotropic Materials in TEM Version 8.5/PC, Part Number 30-090-101, March 2009.
12. **Christensen R. M.** Mechanics of cellular and other low-density materials, *Int. Journ. Sol. Struct.*, 2000, vol. 37, no. 1–2, pp. 93–104.
13. **Reddy J. N.** *Mechanics of Laminated Composite Plates and Shells. Theory and Analysis*, Second ed., CRC Press, 2004, 831 p.
14. **Alawadhi E. M.** Finite Element Simulations Using ANSYS. CRC Press, 2010. 416 p.
15. **Golovanov A. P., Tyuleneva O. N., Shigabutdinov A. F.** *Metod konechnyih elementov v statike i dinamike tonkostenniyh konstruktsiy* (Finite Elements Method in Static and Dynamics of Thin-Walled Structures.) Moscow, Fizmatlit Publ., 2009, 392 p. (in Russian)
16. **Wortman J. J., Evans R. A.** Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium, *Journal of Applied Physics*, 1965, vol. 36, 153 p.
17. **Barulina M. A., Dzhashitov V. E., Pankratov V. M., Kalinin M. A., Papko A. A.** Matematicheskaya model mikromehanicheskogo akselerometra s uchetom temperaturnyih vozdeystviy, termo-uprugogo napryajenno-deformirovannogo sostoyaniya i dinamicheskikh effektov (Mathematical model of micromechanical accelerometer with consideration for temperature effects, thermoelastic deflected mode and dynamic effects.) *Gyroscopy and Navigation*, 2008, no. 1, pp. 55–70 (in Russian).
18. **Barulina M. A.** Chastotnyie uravneniya i sobstvennyie chastotyi elementov vibratsionnyih mikromehanicheskikh giroskopov na osnove sdvigovoy teorii Timoshenko (Frequency Equations and Self-Induced Vibrations of the Elements of the Vibratory Micromechanical Gyroscopes Based on Timoshenko Shift Theory), *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2015, no. 4, pp. 21–31 (in Russian).
19. **Auld B. A.** Acoustic fields and waves in solids, vol. 1, Wiley, 1973, 431 p.
20. **Dragunov V. P.** Nelineynaya dinamicheskaya model uprugogo elementa mikromehanicheskikh sistem (Nonlinear dynamic model of elastic element of micromechanical systems), *Mikrosistemnaya tekhnika*, 2004, no. 10, pp. 23–29 (in Russian).

УДК 538.971, 539.232

DOI: 10.17587/nmst.21.23-34

Е. И. Крупкин, студент, e-mail: egor.krupkin99@mail.ru, **И. А. Аверин**, д-р техн. наук., проф., зав. каф., e-mail: nano-micro@mail.ru, **И. А. Пронин**, канд. техн. наук, доц. каф. "Нано- и микроэлектроника", e-mail: pronin_i90@mail.ru, **А. А. Карманов**, канд. физ.-мат. наук, доц. каф. "Нано- и микроэлектроника", e-mail: starosta07km1@mail.ru, **Н. Д. Якушова**, аспирант, e-mail: YakuchovaND@mail.ru, ФГБОУ ВО "Пензенский государственный университет", г. Пенза, Россия

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИНКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Поступила в редакцию 20.09.2018

В рамках золь-гель-технологии разработана методика получения наноструктурированных пленок оксида цинка для фотокаталитических приложений. С использованием ИК Фурье-спектроскопии изучены процессы, протекающие в пленкообразующем золе на ранних этапах синтеза. Установлено, что с течением времени увеличивается пропускание излучения золя на длинах волн, соответствующих колебаниям групп OH, CH₂ и NH₂, что может быть обусловлено несколькими процессами, включая испарение спиртов и образование кластеров цинка. Проанализированы ИК спектры пленок до и после отжига, установлено, что в результате термической обработки происходит полное удаление органических растворителей и образование иерархически организованной структуры из ZnO. Исследованы фотокаталитические свойства пленок оксида цинка на примере реакции разложения метилового оранжевого при воздействии УФ излучения. Рассчитана константа скорости данной реакции, значение которой указывает на высокую эффективность фотокатализаторов на основе наноструктурированных пленок ZnO.

Ключевые слова: пленки оксида цинка, золь-гель-технология, ИК Фурье-спектроскопия, сканирующая электронная микроскопия, фотокаталитический

Введение

Одной из основных задач, стоящей перед учеными, является создание и исследование новых функциональных и конструктивных материалов, включая наноматериалы, для различных сфер деятельности: электроники; медицины; химической промышленности и т. д. Наибольший интерес пред-

ставляют полупроводниковые наноматериалы ввиду их уникальных свойств. Например, оксид цинка (ZnO), обладающий такими свойствами, можно применять в различных практических приложениях. В работах [1–3] рассмотрено применение наноструктурированных пленок оксида цинка в качестве высокоэффективных газовых сенсоров. В рабо-

так [4, 5] изучены структурные, электрофизические и оптические свойства ZnO для оптоэлектрических приложений. Также наноструктуры ZnO можно применять в качестве датчиков вакуума [6] и для возбуждения фотолюминесценции [7].

Одним из актуальных применений наноструктурированных оксидных пленок цинка является использование его в качестве фотокатализатора для разложения органических веществ на простые составляющие. Фотокаталитические свойства полупроводников были открыты в 1972 г. японскими учеными А. Фуджишимой и К. Хондой. В своей статье [8] они рассматривали фотолиз воды, в котором катализатором выступал диоксид титана. Позднее были открыты и изучены фотокаталитические свойства других полупроводниковых материалов, в том числе и оксида цинка, что отражено в ряде публикаций. Например, в работах [9–18] рассмотрены фотокаталитические свойства различных наноструктур ZnO, таких как полые сферические наночастицы и тонкие наноструктурированные пленки. Так, в работе [10] пленки ZnO на подложки наносили методом термического напыления. В другой работе [11] был использован метод напыления золя из диэтилцинка и воды в газовой среде азота. В работе [12] авторами была использована золь-гель-технология, при этом прекурсоры наносили на подложки методом погружения (*dip-coating*).

В работе [13] проанализированы фотокаталитические свойства пленок ZnO, полученных методом центрифугирования, а также исследована зависимость их фотокаталитических свойств от температуры отжига. Свойства пористых пленок оксида цинка рассмотрены в работе [14]. Также проводятся исследования наноструктур цинка, легированных алюминием [15, 16], железом [17], медью и марганцем [18]. Так, в работе [18] проведено сравнение фотокаталитических свойств нелегированного ZnO и легированного медью или марганцем на примере реакции разложения метиленового синего. В ходе исследования было выяснено, что реакция с использованием легированных пленок протекает медленнее, чем реакция с участием нелегированной пленки.

Таким образом, создание фотокатализаторов на основе оксида цинка является перспективным и актуальным направлением в развитии нанотехнологий. При этом фотокаталитические свойства нелегированных пленок ZnO, синтезированных в рамках золь-гель-технологии, остаются малоизученными. Целью настоящего исследования является разработка методики синтеза наноструктурированных пленок оксида цинка в рамках золь-гель-технологии, анализ процессов, протекающих на ранних этапах созревания золя, при отжиге, а так-

же изучение фотокаталитических свойств экспериментальных образцов.

1. Эксперимент

Синтез наноструктурированных оксидных пленок цинка. В процессе синтеза использованы следующие реагенты и материалы: дигидрат ацетата цинка $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 2-метоксисэтанол $\text{CH}_3\text{OC}\text{H}_2\text{CH}_2\text{OH}$ и 2-аминоэтанол $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$; предметные стекла размером 25×75 мм и толщиной 1,0 мм.

Для получения нелегированных пленок ZnO был приготовлен пленкообразующий золь по следующей методике [1]:

- подготовка раствора из ацетата цинка двуводного $((\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 2-метоксисэтанола и 2-аминоэтанола;
- перемешивание раствора в течение 60 мин при температуре 60 °C с помощью магнитной мешалки ПЭ 6110 (фирма "Экохим", Россия);
- созревание золя в течение 24 ч при комнатной температуре.

Формирование пленок ZnO проводили путем нанесения полученного золя на подложки методом центрифугирования с использованием общелабораторной высокоскоростной центрифуги 80-2 при частоте вращения 3000 об/мин. В качестве подложек использовали предметные стекла, на которые было нанесено 0,8 мл золя. Последним этапом получения оксидных пленок был отжиг пленок в муфельной печи ПМ-10 при температуре 550 °C в течение 60 мин.

Исследование процессов, протекающих на ранних этапах созревания золя и при отжиге, методом ИК Фурье-спектроскопии. Для определения типов химических связей компонентов в золе и для исследования его эволюции использовался метод ИК Фурье-спектроскопии. Измерения проводили на ИК спектрометре ФСМ 1201 (ООО "Инфраспек", Россия).

Исследования ИК спектров 2-аминоэтанола, 2-метоксисэтанола и пленкообразующего золя были проведены в рамках метода многократного нарушения полного внутреннего отражения (МНПВО). Была использована кювета МНПВО36 из селенида цинка ZnSe, в которую тонким слоем налита анализируемая жидкость. Измерения исходных компонентов и пленкообразующих золей, созревающих в течение 2, 26 и 50 ч, были проведены в спектральном диапазоне 650...4000 cm^{-1} .

ИК спектры наноструктурированных оксидных пленок до и после отжига были получены с использованием приставки зеркального отражения ПЗО10. Для этого пленкообразующий золь нанесли методом центрифугирования на алюминие-

ую фольгу, выступающую в качестве отражательной поверхности и образца сравнения.

Структура поверхности образцов после этапа отжига была исследована с помощью растрового электронного микроскопа VEGA3 SBH (*Tescan*).

Фотокаталитический процесс. Исследование фотокаталитических свойств пленок оксида цинка проведено на примере реакции разложения индикатора метилового оранжевого $C_{14}H_{14}N_3O_3SNa$ в водной среде под действием ультрафиолетового света.

Для приготовления раствора 3,6 мг метилоранжа растворяли в 1 л дистиллированной воды. Начальная концентрация загрязнителя составляла около 0,1 ppm.

Для проведения фотокатализа в два измерительных стакана наливали по 400 мл раствора индикатора. В один из стаканов помещали образец пленки оксида цинка. Стаканы с образцом пленки и без него устанавливали на магнитные мешалки в темный металлический шкаф, где включали ультрафиолетовую лампу (основная длина волн света $\lambda = 290$ нм) на 4 ч. В ходе проведения фотокатализа каждые 30 мин из обоих растворов забирали пробы объемом 5 мл, концентрацию которых оценивали с помощью спектрофотометра СФ-56, измеряющего коэффициент пропускания раствора. Исходя из значений коэффициента пропускания и начальной концентрации загрязнителя C_0 , находили концентрацию загрязнителя C в заданный момент времени по уравнению на основе закона Бугера—Ламберта—Бера:

$$C = C_0 \frac{\ln T}{\ln T_0}, \quad (1)$$

где T , T_0 — коэффициенты пропускания раствора в момент изъятия пробы и в начальный момент времени соответственно.

2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Результаты исследования процессов, протекающих на ранних этапах созревания золя, методом ИК Фурье-спектроскопии. На рис. 1 представлены ИК спектры 2-аминоэтанола $HOCH_2CH_2NH_2$ (кривая 1), 2-метоксиэтанола $CH_3OCH_2CH_2OH$ (кривая 2) и свежеприготовленного золя (кривая 3). Характеристические пики и полосы поглощения исследуемых компонентов и свежеприготовленного пленкообразующего золя представлены в табл. 1.

При анализе спектра 2-аминоэтанола обнаружены характерные для данного вещества колебания углеродного скелета, связей $C—O—H$, CH_2 -групп, OH -групп и NH_2 -групп. На спектре 2-метоксиэтанола видны колебания углеродного скелета, CH_2 -групп, OH -групп, а также связей $C—O—H$ и $C—O—C$, характерные для простых эфиров. На спектре свежеприготовленного золя можно увидеть колебания всех связей, характерных для 2-аминоэтанола и 2-метоксиэтанола, а также колебания $R—COO^-$ -групп, характерных для ацетата цинка. В области спектра с волновым числом менее 650 cm^{-1} , который не виден вследствие свойств кюветы из селенида цинка, лежат связи $Zn—O$. Важно отметить, что на спектре золя более выражены пики поглощения для 2-метоксиэтанола, так как его концентрация выше, чем 2-аминоэтанола и ацетата цинка. Также на спектре видны остаточные сле-

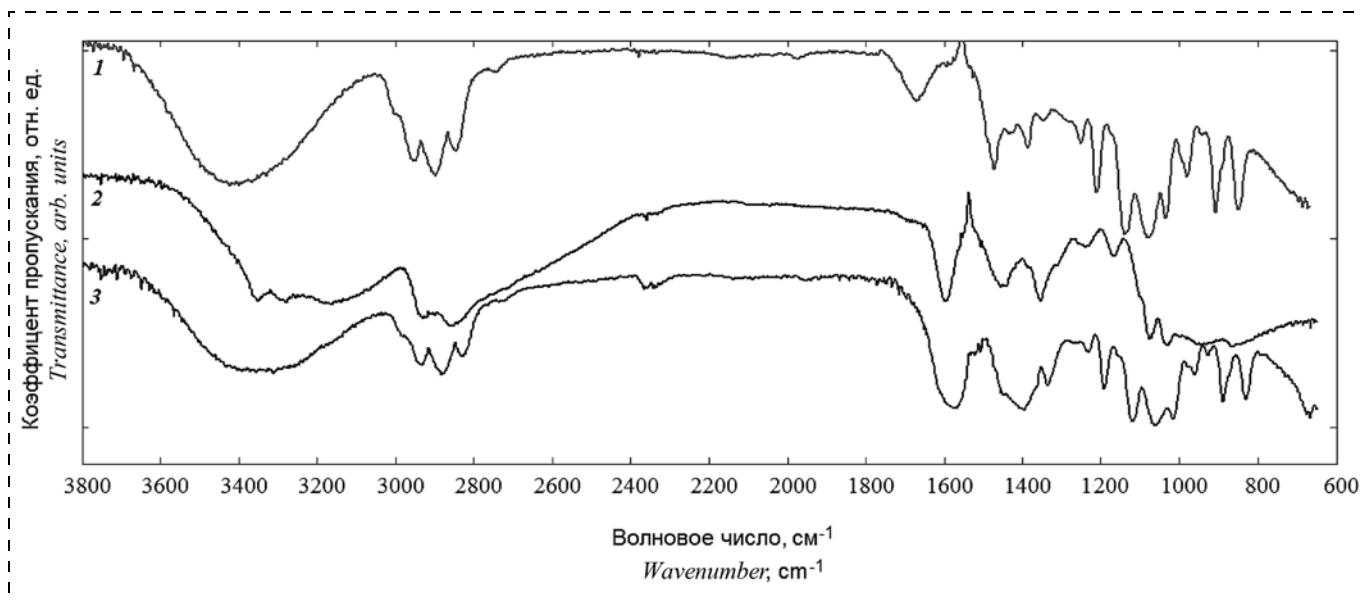


Рис. 1. ИК спектры: 1 — 2-аминоэтанола; 2 — 2-метоксиэтанола; 3 — свежеприготовленного золя
Fig. 1. FTIR-spectra: 1 — 2-aminoethanol; 2 — 2-methoxyethanol; 3 — freshly prepared sol

Таблица 1
Table 1

Характеристические пики и полосы поглощения в ИК спектрах 2-аминоэтанола, 2-метоксиэтанола и пленкообразующего золя

Characteristic peaks and strips of absorption in the IR spectra of 2-aminoethanol, 2-methoxyethanol and film-forming sol

Полосы поглощения, см^{-1} <i>Strips of absorption, cm⁻¹</i>	Химическая связь <i>Chemical bonds</i>	Тип колебаний <i>Types of fluctuations</i>
Менее 650	Zn—O	Валентные <i>Valent</i>
800...880	C—C	Валентные <i>Valent</i>
940, 1020, 1070, 1120, 1200	C—O—H и C—O—C <i>C—O—H and C—O—C</i>	Валентные <i>Valent</i>
1220	C—O—CH ₃	Валентные <i>Valent</i>
1360	C—N	Валентные <i>Valent</i>
1410	C—O в R—COO [−] <i>C—O in R—COO[−]</i>	Валентные <i>Valent</i>
1400 ... 1440	CH ₂ -группы и CH ₃ -группы <i>CH₂ groups and CH₃ groups</i>	Деформационные <i>Deformative</i>
1580...1610	O—H	Деформационные <i>Deformative</i>
2300...2350	Атмосферный CO ₂ <i>Atmospheric CO₂</i>	Валентные <i>Valent</i>
2830...2880	CH ₂ -группы и CH ₃ -группы <i>CH₂ groups and CH₃ groups</i>	Валентные (симметричные) <i>Valent (symmetrical)</i>
2920...2950	CH ₂ -группы и CH ₃ -группы <i>CH₂ groups and CH₃ groups</i>	Валентные (асимметричные) <i>Valent (asymmetrical)</i>
3240...3450	O—H	Валентные <i>Valent</i>
3200, 3300, 3340...3360	N—H	Валентные <i>Valent</i>

Таблица 2
Table 2

Временная динамика T и X/X_0 , соответствующих валентным симметричным колебаниям CH₂-группы

Time dynamics of T and X/X_0 , corresponding to the valent symmetrical fluctuations of the CH₂ group

Время, ч <i>Time, h</i>	Коэффициент пропускания, отн. ед. <i>Transmission coefficient, relative units</i>	X/X_0 , отн. ед. <i>X/X₀, relative units</i>
0,25	0,304	1
2	0,319	0,960
26	0,348	0,886
50	0,351	0,879

ды, соответствующие колебаниям молекул атмосферного углекислого газа.

На рис. 2 представлены ИК спектры пленкообразующего золя через 15 мин, 2 ч, 24 ч и 50 ч соответственно, позволяющие исследовать процессы, протекающие на ранних этапах его созревания, включая эволюцию [21].

Из рис. 2 видно, что коэффициент пропускания, отвечающий некоторым характеристическим группам, включая OH, CH₂ (вставка к рис. 2) и NH₂, увеличивается с ростом времени созревания золя. Данное явление может быть объяснено в рамках закона Бугера—Ламберта—Бера:

$$I/I_0 = \exp(-k_\lambda l) = \exp(-\chi_\lambda Cl), \quad (2)$$

где $I/I_0 = T$ — отношение интенсивности прошедшего и падающего излучения (коэффициент пропускания); k_λ — показатель поглощения, м^{-1} ; C — концентрация вещества, моль/м³; χ_λ — коэффициент, характеризующий взаимодействие молекулы поглощающего вещества с излучением, м²/моль; l — толщина слоя растворенного вещества, через который проходит излучение, м.

Из уравнения (2) с учетом того, что $\chi_\lambda = \text{const}$ и $l = \text{const}$, можно получить следующее выражение, описывающее относительное изменение в процессе эволюции концентрации характеристических групп в составе золя:

$$\frac{X}{X_0} = \frac{\ln T}{\ln T_0}, \quad (3)$$

где X_0 и T_0 — концентрация и коэффициент пропускания в начальный момент времени (15 мин) эволюции пленкообразующего золя.

Для излучения с волновым числом 2920 см^{−1}, которое соответствует валентным симметричным колебаниям CH₂-группы, получены следующие значения T и X/X_0 , приведенные в табл. 2.

Уменьшение коэффициента пропускания, отвечающего некоторым характеристическим группам, включая OH, CH₂ и NH₂, можно объяснить параллельным протеканием нескольких физико-химических процессов: сложные реакции гидролитической поликонденсации, приводящие к образованию кластеров оксида цинка, таких как Zn₁₀O₄(CH₃COO)₁₂, Zn₄O(CH₃COO)₆, Zn₅(OH)₈(CH₃COO)₂H₂O [22], испарение прекурсоров и т. д.

Анализ структуры и состава оксидных пленок цинка. На рис. 3 представлены данные растровой электронной микроскопии поверхности пленки оксида цинка, синтезированной в рамках золь-гель-технологии с использованием описанной методики.

Анализ полученных данных показывает, что синтезированные образцы после отжига имеют иерархическую структуру, состоящую из волнооб-

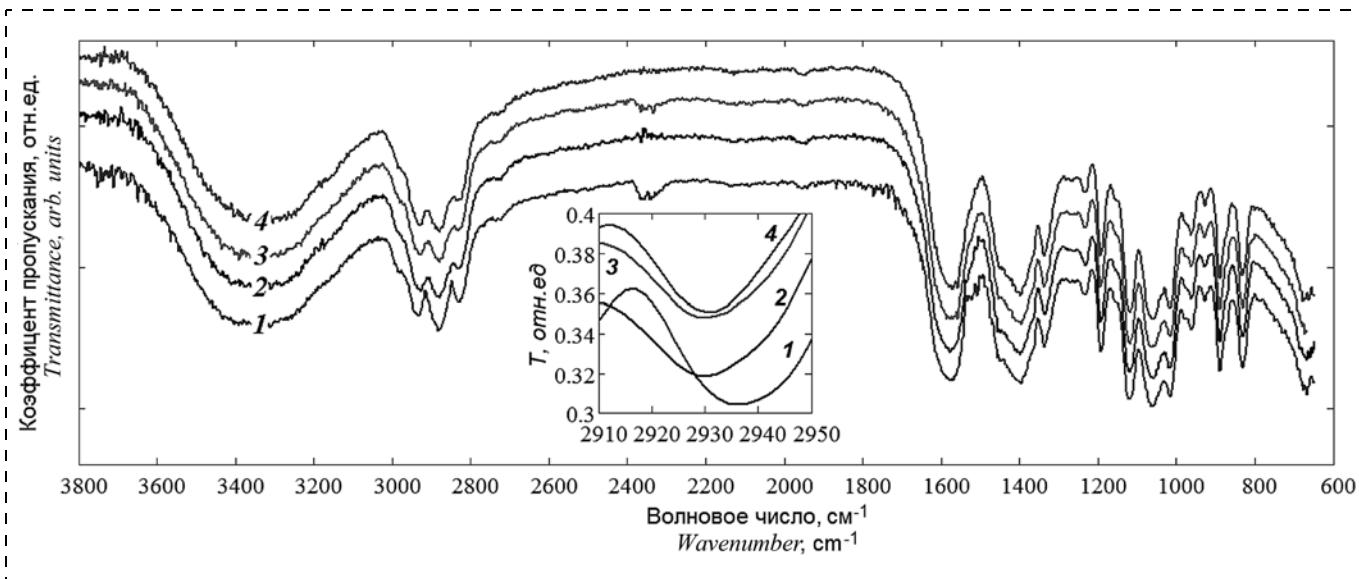


Рис. 2. ИК спектр золя через: 1 – 15 мин; 2 – 2 ч; 3 – 26 ч; 4 – 50 ч
Fig. 2. FTIR-spectra of film-forming sol in: 1 – 15 min; 2 – 2 h; 3 – 26 h; 4 – 50 h

разных ветвей ZnO длиной 5...30 мкм и диаметром 1...1,5 мкм. Данные ветви, образующие перколоционный стягивающий кластер, сформированы в результате протекания процессов самоорганизации в пленкообразующем золе [21]. Иерархическая структура пленок оксида цинка обусловливает их особые свойства. Например, они могут являться фотокатализаторами, ускоряющими различные химические реакции с участием света. При этом их фотокаталитическая активность существенно выше, чем у неразмолотого оксида цинка [22], поскольку эффективная площадь поверхности пленки увеличивается за счет иерархической структуры.

На рис. 4 представлены ИК спектры пленки оксида цинка до и после отжига.

Из рис. 4 видно, что на ИК спектре неотожженной пленки присутствуют все пики поглощения, присущие пленкообразующему золю (см. табл. 1), и помимо этого наблюдаются пики поглощения ZnO (около 500 cm^{-1}), что говорит об образовании связей ZnO еще в золе (до операции отжига). На ИК спектре отожженной пленки видны лишь пики, связанные с оксидом цинка. Это указывает на то, что при термической обработке образцов происходит испарение всех органических растворителей, и их состав в основном определяется только ZnO.

Исследование фотокаталитических свойств оксидных пленок цинка. Фотокаталитические свойства пленок оксида цинка исследованы на примере реакции разложения модельного загрязнителя — метилового оранжевого под действием ультрафиолетового излучения. На рис. 5 представлены временные зависимости изменения концентрации ме-

тилоранжа в реакции фотокатализа при наличии и отсутствии в растворе оксидной пленки цинка.

Анализ полученных данных показывает, что под действием УФ излучения наблюдается уменьшение концентрации метилоранжа вследствие протекания реакции фотокаталитического разложения. При этом данная реакция протекает намного быстрее, если в сосуде с метилоранжем находится фотокатализатор, синтезированный в виде иерархически организованной пленки оксида цинка. Без ZnO реакция практически не протекает, на что указывают почти не изменяющиеся значения концентрации красителя.

Фотокаталитические свойства оксида цинка можно объяснить на основе зонной теории полу-

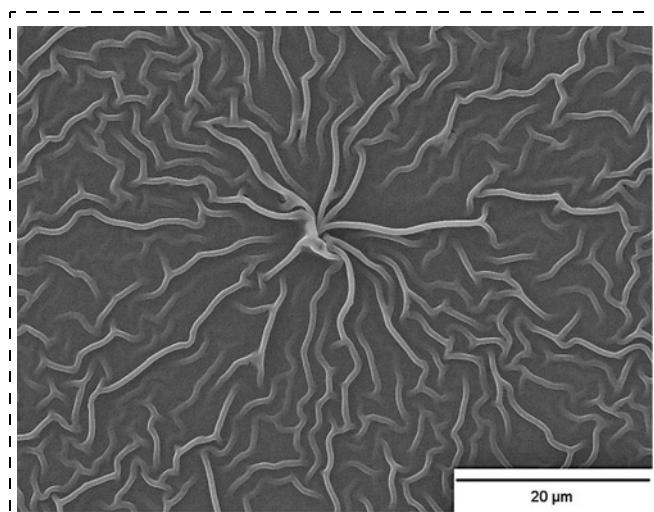


Рис. 3. Наноструктурированная пленка оксида цинка
Fig. 3. Nanostructured zinc oxide thin film

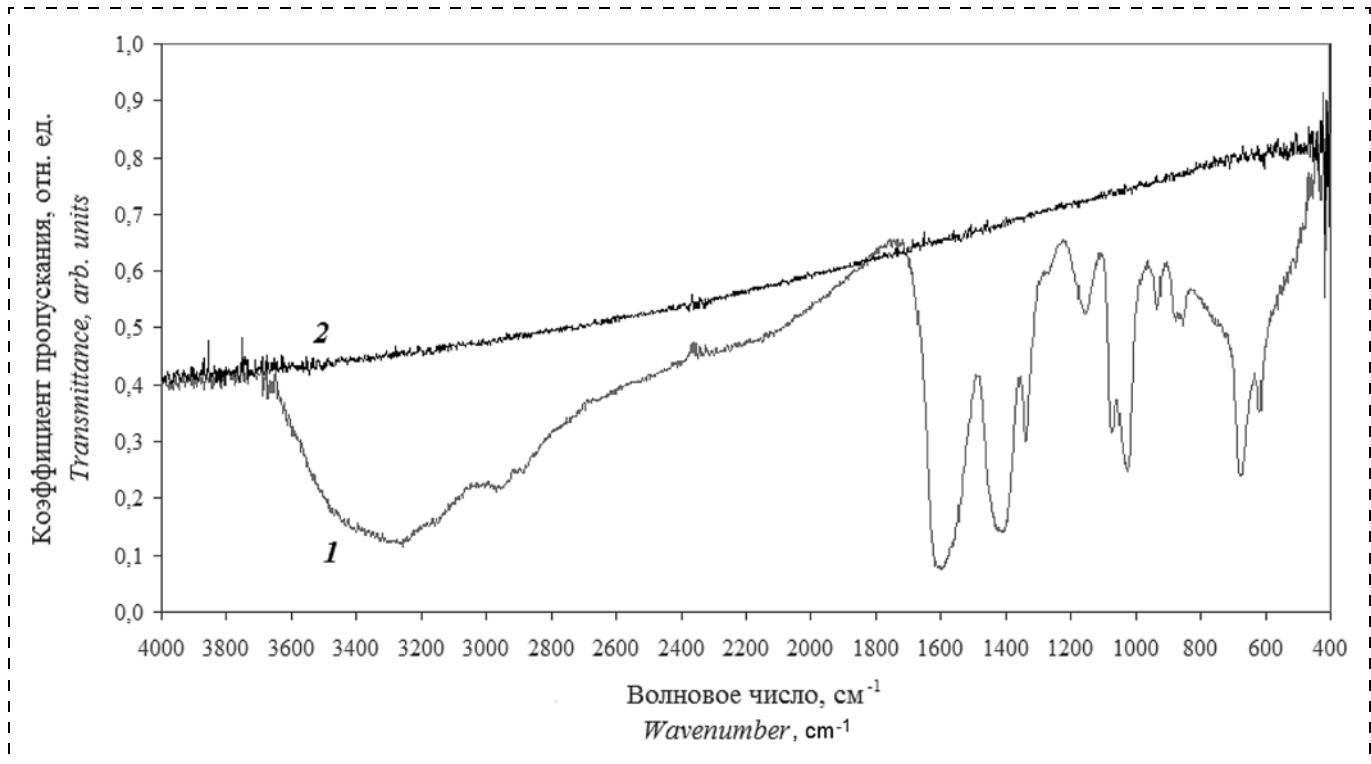
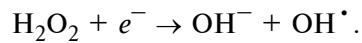
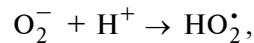
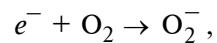
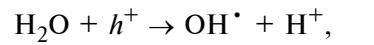


Рис. 4. ИК спектр пленки оксида цинка: 1 — до отжига; 2 — после отжига
Fig. 4. FTIR-spectra zinc oxide thin film: 1 — before annealing; 2 — after annealing

проводников. Схема разложения метилового оранжевого изображена на рис. 6. Поверхность оксида цинка поглощает фотоны ультрафиолетового света, обладающие средней энергией $E = hc/\lambda \approx 4,28$ эВ (для света с длиной волны 290 нм). Так как ширина запрещенной зоны оксида цинка равна 3,36 эВ и меньше, чем энергия фотонов падающего излучения, то часть электронов (e^-) преодолевают запрещенную зону и становятся активными, а на их

месте остаются дырки h^+ . Активные электроны и дырки взаимодействуют с молекулами воды и кислорода, образуя гидроксид-радикалы OH^\cdot и радикалы кислорода O_2^\cdot согласно схеме:



Короткоживущие и очень активные радикалы OH^\cdot реагируют с метилоранжем и восстанавливаются до гидроксид-ионов OH^- , образуя продукты разложения. На поверхности оксида цинка сохраняется электронно-дырочный баланс, при этом значительного отравления фотокатализатора не наблюдается.

Реакция разложения метилоранжа под действием УФ излучения является реакцией псевдопервого порядка, так как концентрация участвующих в реакции радикалов OH^\cdot и O_2^\cdot сохраняется постоянной, при этом скорость генерации свободных электронов в оксиде цинка не изменяется и равна скорости рекомбинации электронов. Скорость про-

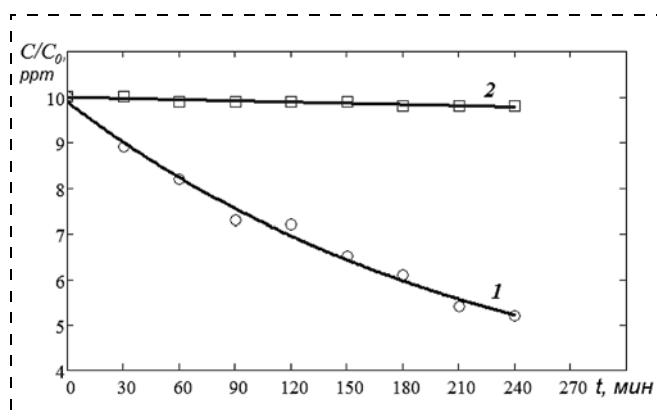


Рис. 5. Временные зависимости изменения концентрации метилоранжа при воздействии УФ излучения: 1 — фотокатализатор присутствует; 2 — фотокатализатор отсутствует

Fig. 5. Dependence of the change in methyl orange concentration on time at influence of UF radiation: 1 — the photocatalyst is present; 2 — the photocatalyst is absent

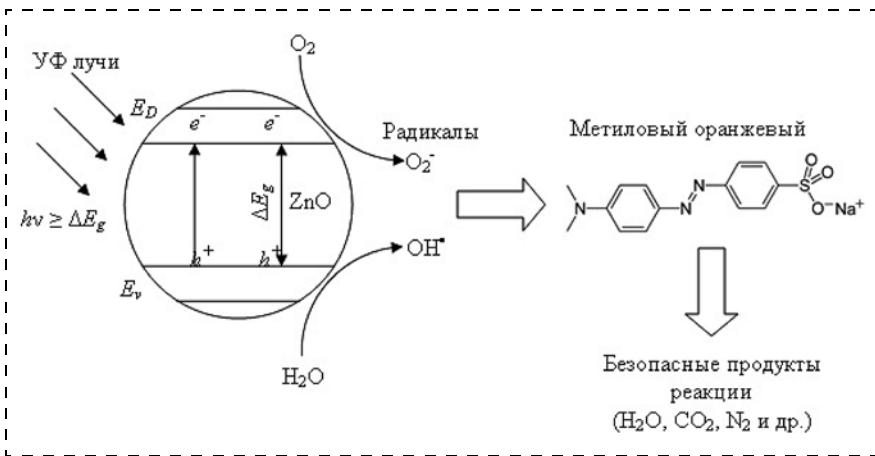


Рис. 6. Схема разложения метилового оранжевого под действием УФ излучения
 Fig. 6. Scheme of methyl orange photodegradation under the influence of UV radiation

текания данной реакции прямо пропорциональна концентрации и подчиняется уравнению

$$\frac{dC}{dt} = -kC, \quad (4)$$

где k — константа скорости реакции разложения метилоранжа, определяемая экспериментальным путем [22].

Интегрирование уравнения реакции псевдопервого порядка (3) приводит к убывающей экспоненциальной зависимости концентрации красителя от времени воздействия УФ излучения:

$$C = C_0 \exp(-kt), \quad (5)$$

где C_0 — начальная концентрация модельного загрязнителя (красителя), ppm.

Анализ представленных на рис. 5 зависимостей показывает их качественное согласие с уравнением (6) при значении $k_1 = -2,73 \cdot 10^{-3}$ мин⁻¹, что позволяет говорить о процессе разложения метилоранжа в присутствии фотокатализатора как о реакции псевдопервого порядка. Константа $k_2 = -8,42 \cdot 10^{-5}$ мин⁻¹ соответствует экспериментальным данным для раствора метилоранжа, не содержащего ZnO, и говорит об отсутствии фотокатализитического разложения. Таким образом, иерархически организованные пленки оксида цинка проявляют фотокатализитические свойства в реакциях разложения органических веществ под действием УФ излучения и могут быть использованы для создания высокоэффективных фотокатализаторов.

Заключение

Разработана методика и синтезированы наноструктурированные пленки оксида цинка для фотокатализа.

Результаты исследования ИК Фурье-спектроскопии показали, что с течением времени в золе образуется оксид цинка, который после отжига остается на пленке, и незначительно уменьшается концентрация органических растворителей (они полностью испаряются после отжига).

Исследованы фотокатализитические свойства пленок оксида цинка на примере реакции разложения метилоранжа под действием УФ излучения и рассчитаны константы скорости этой реакции с участием фотокатализатора и без него.

Авторский коллектив выражает благодарность сотрудникам Саратовского государственного университета Смирнову А. В. и Синеву И. В. за помощь в исследовании образцов.

Список литературы

- Dimitrov D. T., Nikolaev N. K., Papazova K. I., Krasteva L. K., Bojinova A. S., Peshkova T. V., Kaneva N. V., Pronin I. A., Averin I. A., Yakushova N. D., Karmanov A. A., Georgieva A. T., Moshnikov V. A. Investigation of the electrical and ethanol-vapour sensing properties of the junctions based on zno nanostructured thin film doped with copper // Applied Surface Science. 2017. Vol. 392. P. 95–108.
- Kumar R., Al-Dossary O., Kumar G., Umar A. Zinc oxide nanostructures for NO₂ gas-sensors applications // Nano-Micro Letters. 2014. Vol. 7. P. 97–120.
- Пронин И. А., Аверин И. А., Мощников В. А., Якушова Н. Д., Кузнецова М. В., Карманов А. А. Перколяционная модель газового сенсора на основе полупроводниковых оксидных наноматериалов с иерархической структурой пор // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 9. С. 15–19.
- Foo K. L., Kashif M., Hashif U., Liu W.-W. Effect of different solvents on the structural and optical properties of zinc oxide thin films for optoelectronic applications // Ceramics International. 2014. Vol. 40. P. 753–761.
- Kennedy J., Murmu P. P., Leveneur J., Markwitz A., Futter J. Controlling preferred orientation and electrical conductivity of zinc oxide thin films by post growth annealing treatment // Applied Surface Science. 2016. Vol. 367. P. 52–58.
- Капустяник В. Б., Панасюк М. Р., Турко Б. И., Дубов Ю. Г., Сэркиз Р. Я. Нанопроволоки ZnO с p-типовом проводимости — перспективный материал для создания вакумметра // Физика и техника полупроводников. 2014. Т. 48, вып. 10. С. 1430–1433.
- Курбанов С. С., Уролов Ш. З., Шаймарданов З. Ш. Влияние пространственной ориентации наностержней ZnO на спектр люминесценции // Оптика и спектроскопия. 2018. Т. 124, вып. 2. С. 202–205.
- Fujishima A., Honda K. Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode // Nature. 1972. Vol. 238. P. 37–38.
- Yu J., Yu X. Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Activity of Zinc Oxide Hollow Spheres // Environmental Science Technologies. 2008. Vol. 42. P. 4902–4907.

10. Fouad O. A., Ismail A. A., Zaki Z. I., Mohamed R. M. Zinc oxide thin films prepared by thermal evaporation deposition and its photocatalytic activity // Applied Catalysis B: Environmental. Vol. 62. P. 144–149.
11. Di Mauro A., Fragala M. E., Privitera V., Impellizzeri G. ZnO for application in photocatalysis: From thin films to nanostructures // Materials Science in Semiconductor Processing. 2017. Vol. 69. P. 44–51.
12. Alavi S., Bazrafshan H., Nikazar M. An investigation into the simultaneous influence of withdrawal speed and number of coated layers on photocatalytic activity of ZnO thin films // Journal of sol-gel science and technology. 2017. Vol. 81. P. 652–661.
13. Lv J., Gong W., Huang K., Zhu J., Meng F., Song X., Sun Z. Effect of annealing temperature on photocatalytic activity of ZnO thin films prepared by sol — gel method // Superlattices and Microstructures. 2011. Vol. 50. P. 98–106.
14. Pal B., Sharon M. Enhanced photocatalytic activity of highly porous ZnO thin films prepared by sol — gel process // Materials Chemistry and Physics. 2002. Vol. 76. P. 82–87.
15. Tu Le T. N., Pham T. T., Ngo Q. M., Thu Vu T. H. Electrochemical Synthesis of ZnO Nanorods / Nanotubes / Nanopencils on Transparent Aluminium-Doped Zinc Oxide Thin Films for Photocatalytic Applications // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 2015. Vol. 15, Num. 9. P. 6568–6575.
16. Ajala F., Hamrouni A., Houas A., Lachheb H., Megna B., Palmisano L., Parrino F. The influence of Al doping on the photocatalytic activity of nanostructured ZnO: The role of adsorbed water // Applied Surface Science. 2018. Vol. 445. P. 376–382.
17. Zhang Y., Ram M. K., Stefanakos E. K., Goswami D. Y. Enhanced photocatalytic activity of iron doped zinc oxide nanowires for water decontamination // Surface and Coatings Technology. 2013. Vol. 217. P. 119–123.
18. Пронин И. А., Донкова Б. В., Димитров Д. Ц., Аверин И. А., Пенчева Ж. А., Мошников В. А. Взаимосвязь фотокаталитических и фотолюминесцентных свойств оксида цинка, легированного медью и марганцем // Физика и техника полупроводников. 2014. Т. 48, вып. 7. С. 868–874.
19. Habibi M. H., Mardani M. Effect of annealing temperature on optical properties of binary zinc tin oxide nano-composite prepared by sol—gel route using simple precursors: Structural and optical studies by DRS, FT-IR, XRD, FESEM investigations // Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. 2015. Vol. 137. P. 267–270.
20. Becheri A., Durr M., Lo Nostro P., Baglioni P. Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles: application to textiles as UV-absorbers // Journal of Nanoparticle Research. 2007. Vol. 10. P. 679–689.
21. Аверин И. А., Карманов А. А., Мошников В. А., Пронин И. А., Игошина С. Е., Сигаев А. П., Теруков Е. И. Корреляционные зависимости в инфракрасных спектрахnanoструктур на основе смешанных оксидов // Физика твердого тела. 2015. Т. 57, № 12. С. 2304–2312.
22. Chen D., Ai S., Liang Z., Wei F. Preparation and photocatalytic properties of zinc oxide nanoparticles by microwave-assisted ball milling // Ceram. Int. 2016. Vol. 42 (2). P. 3692–3696.

E. I. Krupkin, Student, egor.krupkin99@mail.ru, **I. A. Averin**, Dr. Sci., Professor, Head of Department, nano-micro@mail.ru, **I. A. Pronin**, Ph. D., Associate Professor, pronin_i90@mail.ru, **A. A. Karmanov**, Ph. D., Associate Professor, starosta07km1@mail.ru, **N. D. Yakushova**, Graduate Student, YakuchovaND@mail.ru, Penza State University, Penza, 440026, Russian Federation

Corresponding author:

Pronin Igor A., Ph. D., Associate Professor, Penza State University, Penza, 440026, Russian Federation, pronin_i90@mail.ru

Synthesis of Nanostructured Zinc Oxide Films and Research of their Photocatalytic Properties

Received on September 20, 2018

Accepted on October 15, 2018

A technique for obtaining of nanostructured zinc oxide films for the photocatalytic applications was developed within the framework of the sol-gel technology. The processes taking place in the film-forming sol at the early stages of the synthesis were studied with the use of IR Fourier-transform spectroscopy. It was discovered that, in the course of time the sol transmission increased on the wavelengths corresponding to the fluctuations of OH, CH₂ and NH₂ groups, which could be due to several processes, including evaporation of alcohols and formation of zinc clusters. The IR spectra of the films before and after annealing were analyzed, and it was established that, as a result of a heat treatment a complete removal of the organic solvents and formation of a hierarchically organized structure of ZnO occurred. The photocatalytic properties of zinc oxide films were studied using an example of the decomposition reaction of the methyl-orange under the influence of UV radiation. The rate constant of this reaction was calculated, the value of which proved high efficiency of the photocatalysts based on nanostructured ZnO films.

Keywords: zinc oxide films, sol-gel technology, IR Fourier-transform spectroscopy, scanning electron microscopy, photocatalysis

For citation:

Krupkin E. I., Averin I. A., Pronin I. A., Karmanov A. A., Yakushova N. D. Synthesis of Nanostructured Zinc Oxide Films and Research of their Photocatalytic Properties, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 23–34.

DOI: 10.17587/nmst.21.23-34

Introduction

One of the most challenging tasks to be solved by scientists is development and research of new functional and structural materials, including nanomaterials, for various spheres: electronics, medicine, chemical industry. Due to their unique properties the semi-conductor nanomaterials are of the greatest interest. For example, zinc oxide (ZnO), possessing such properties, can be applied for various practical applications. In [1–3] the authors present application of the nanostructured zinc oxide films as highly effective gas sensors. In [4, 5] the structural, electrophysical and optical properties of ZnO for the opto-electric applications are studied. The nanostructured ZnO can also be applied as the vacuum sensors [6] and for excitation of the photoluminescence [7].

One of applications of the nanostructured zinc oxide films is its use as a photocatalyst for decomposition of the organic substances into simple components. The photocatalytic properties of the semiconductors were discovered in 1972 by A. Fujishima and K. Honda. In their article [8] they considered photolysis of water, in which the role of the catalyst was played by titanium dioxide. Later the photocatalytic properties of other semiconductor materials, including zinc oxide, were discovered and studied, which was reflected in a number of publications. For example, in [9–18] the photocatalytic properties of various ZnO nanostructures were considered, such as hollow spherical nanoparticles and thin nanostructured films. Thus in [10] ZnO films were deposited on the substrates by the method of the thermal sputtering. In [11] the method of the sol sputtering from diethyl zinc and water in the gas environment of nitrogen was used. In [12] the authors used the sol-gel technology, at that, the precursors were deposited on the substrates by the dip-coating method.

In [13] the photocatalytic properties of ZnO films received by the centrifugal method were analyzed, and also the dependence of their photocatalytic properties on the temperature of annealing were studied. The properties of the porous films were considered in [14]. Also research was done of the nanostructures of zinc alloyed by aluminum [15, 16], iron [17], copper and manganese [18]. Thus, in [18] a comparison was done of the photocatalytic properties of the unalloyed ZnO and ZnO alloyed by copper or manganese on the example of the decomposition of the methylene-blue. During the research it was discovered that a reaction with the use of the alloyed films proceeded slower than the reaction with participation of an unalloyed film.

Thus, development of the photocatalysts on the basis of zinc oxide is a perspective direction in development of the nanotechnologies. At that, the photocatalytic properties of the unalloyed films of ZnO synthesized within the framework of the sol-gel technology

are still not sufficiently known. The aim of the present research is development of the methods for synthesis of the nanostructured films of zinc oxide within the framework of the sol-gel technology, analysis of the processes of the early stages of maturing of the sol, during annealing, and also studying of the photocatalytic properties of the experimental samples.

1. Experiment

Synthesis of the nanostructured films of zinc oxide. In the course of the synthesis the following reagents and materials were used: dihydrate of zinc acetate $(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$, 2-methoxyethanol $CH_3OCH_2CH_2OH$ and 2-aminoethanol $HOCH_2CH_2NH_2$; subject glasses with the size of 25×75 mm and thickness of 1.0 mm.

For reception of unalloyed films of ZnO a film-forming sol was prepared according to the following technique [1]:

- preparation of a solution from zinc acetate of two-water $((CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$), 2-methoxyethanol and 2-aminoethanol;
- hashing of the solution during 60 min. at $60^{\circ}C$ by means of PE 6110 magnetic mixer (Ecokhim Co., Russia);
- maturing of the sol during 24 h at a room temperature.

Formation of ZnO films was done by deposition of the received sol on the substrates by the method of centrifugation and with the use of a regular laboratory high-speed centrifuge of 80-2 at the frequency of rotation of 3000 rpm. As substrates, the subject the glasses were used, on which 0.8 ml of sol were deposited. The last stage of reception of the oxide films was annealing of the films in PM-10 muffle furnace at $550^{\circ}C$ during 60 min.

Studying of the processes of the early stages of maturing and annealing of the sol by the IR method of Fourier-transform spectroscopy. For definition of the types of the chemical bonds of the sol components and for studying of its evolution the IR method of Fourier-transform spectroscopy was used. Measurements were made on FSM 1201 IR spectrometer (Infraspec Co., Russia).

IR research of the spectra of 2-aminoethanol, 2-methoxyethanol and film-forming sol was done within the framework of the method of repeated infringement of the total internal reflection (RITIR). A RITIR36 ditch was used made of zinc selenide $ZnSe$, into which a thin layer of the analyzed liquid was poured. Measurements of the initial components and film-forming sols, maturing during 2, 26 and 50 h, were made in the spectral range of $650\ldots4000\text{ cm}^{-1}$.

The IR spectra of the nanostructured oxide films before and after annealing were received with the use of

a PZO10 mirror reflection attachment. For this purpose the film-forming sol was deposited by the method of centrifugation on the aluminum foil, which played the role of a reflective surface and the comparison sample.

The structure of the surface of the samples after annealing was investigated by means of VEGA3 SBH (*Tescan*) scanning electronic microscope.

Photocatalysis. Research of the photocatalytic properties of the zinc oxide films was done on the example of the reaction of decomposition of the methyl-orange indicator $C_{14}H_{14}N_3O_3SNa$ in the water environment under the influence of the ultra-violet light.

For preparation of the solution, 3.6 mg of the methyl-orange were dissolved in 1 liter of the distilled water. The initial concentration of the contaminant was about 0.1 ppm.

For carrying out of the photocatalysis, 400 ml of a solution of the indicator were poured into each of the two measuring glasses, and a sample of the zinc oxide film was placed in one of glasses. The glasses with the sample of the film and without it were fixed on the magnetic mixers in a dark metal cabinet, where an ultra-violet lamp was turned on (the basic wavelength of the light was $\lambda = 290$ nm) for 4 h. In the course of the photocatalysis every 30 min. 5 ml tests were taken from each of both solutions, the concentration of which was estimated by means of SF-56 spectrophotometer, measuring the coefficient of the solution transmission. Proceeding from the values of the transmission coefficient and the initial concentration of contaminant C_0 , the concentration of contaminant C was found during the set moment of time by the equation on the basis of Beer-Lambert-Bouguer law:

$$C = C_0 \frac{\ln T}{\ln T_0}, \quad (1)$$

where T, T_0 — coefficients of the solution transmission at the moment of the tests and in the initial moment of time, accordingly.

2. Experimental results and their discussion

Results of the research of the processes at the early stages of the sol maturing by the method of Fourier-transform spectroscopy. Fig. 1 presents IR spectra of 2-aminoethanol $HOCH_2CH_2NH_2$ (curve 1), 2-methoxyethanol $CH_3OCH_2CH_2OH$ (curve 2) and freshly prepared sol (curve 3). The characteristic peaks and strips of absorption of the investigated components and freshly prepared film-forming sol are presented in table 1.

During analysis of the spectra of 2-aminoethanol oscillations, the typical for the given substance carbon skeleton $C—O—H$, CH_2 groups, OH groups and NH_2 groups were discovered. On the spectrum of 2-aminoethanol it is possible to see fluctuations of the carbon skeleton, CH_2 groups, OH groups, and also $C—O—H$

and $C—O—C$ bonds, typical for the ethers. On the spectrum of the freshly prepared sol it is possible to see fluctuations of all bonds, characteristic for 2-aminoethanol and 2-methoxyethanol, and also fluctuations of $R—COO^-$ -groups, characteristic for the zinc acetate. In the field of the spectrum with the wave number less than 650 cm^{-1} which is not visible because of the properties of the ditch made of zinc selenide, there are $Zn—O$ bonds. It is important to point out, that on the sol spectrum the peaks of absorption for 2-methoxyethanol are more pronounced, because its concentration is higher, than that of 2-aminoethanol and zinc acetate. Besides, on the spectrum the residual traces corresponding to the fluctuations of the molecules of the atmospheric carbonic gas are visible.

Fig. 2 presents the IR spectra of the film-forming sol after 15 min, 2, 24 and 50 h, accordingly, allowing us to investigate the processes proceeding at the early stages of its maturing, including evolution [21].

From fig. 2 it is visible, that the transmission coefficient, corresponding to certain characteristic groups, including OH, CH_2 (insert to fig. 2) and NH_2 , increases with the growth of the time of the sol maturing. The given phenomenon can be explained within the framework of Beer—Lambert—Bouguer law:

$$I/I_0 = \exp(-k_\lambda l) = \exp(-\chi_\lambda C l), \quad (2)$$

where $I/I_0 = T$ — relation of the intensity of the past and falling radiation (transmission coefficient); k_λ — absorption indicator, m^{-1} ; C — concentration of the substance, mol/m^3 ; χ_λ — coefficient characterizing interaction of a molecule of the absorbing substance with radiation, m^2/mol ; l — thickness of the layer of the dissolved substance, through which radiation passes, m.

From the equation (2), taking into account that $\chi_\lambda = \text{const}$ and $l = \text{const}$, it is possible to receive an expression describing a relative change in the process of evolution of the concentration of the characteristic groups in the sol composition:

$$\frac{X}{X_0} = \frac{\ln T}{\ln T_0}, \quad (3)$$

where X_0 and T_0 — concentration and transmission coefficient during the initial moment of time (15 min) of the evolution of the film-forming sol.

For the radiation with the wave number of 2920 cm^{-1} which corresponds to the valent symmetrical fluctuations of the CH_2 group, the following values of T and X/X_0 were obtained and are presented in the table.

Reduction of the transmission coefficient, corresponding to certain characteristic groups, including OH, CH_2 and NH_2 , can be explained by several parallel physical and chemical processes: complex reactions of the hydrolytic polycondensation, leading to formation

of clusters of zinc oxide, such as $Zn_{10}O_4(CH_3COO)_12$, $Zn_4O(CH_3COO)_6$, $Zn_5(OH)_8(CH_3COO)_2H_2O$ [22], evaporation of the precursors, etc.

Analysis of the structure and composition of the zinc oxide films. Fig. 3 presents the data of the scanning electron microscopy of the surface of the zinc oxide film synthesized within the framework of the sol-gel technology with the use of the described method.

Analysis of the received data demonstrates that after annealing the synthesized samples had the hierarchical structure consisting of wavy branches of ZnO with length of 5...30 μm and diameter of 1...1.5 μm . The given branches comprising a percolation tightening cluster were formed as a result of the self-organizing processes in the film-forming sol [21]. The hierarchical structure of the zinc oxide films determines their special properties. For example, they can be the photocatalysts accelerating various chemical reactions with participation of light. At that, their photocatalytic activity is essentially higher, than that of the ungrounded zinc oxide [22], because the effective area of the film surface increases due to the hierarchical structure.

Fig. 4 presents the IR spectra of the zinc oxide film before and after annealing.

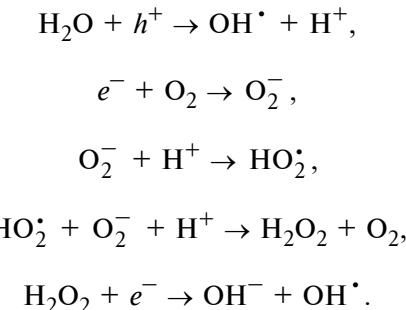
Fig. 4 demonstrates that the IR spectra of the unannealed film contains all the adsorption peaks typical for the film-forming sol (see table 1), besides that, the ZnO adsorption peaks are observed (about 500 cm^{-1}), which testifies to the fact that ZnO bonds are formed already in the sol (before annealing). In the IR spectrum of the annealed film only the peaks connected with zinc oxide are visible. This means that during the thermal processing of the samples an evaporation of all the organic solvents takes place, and their composition is basically defined only by ZnO .

Research of the photocatalytic properties of the zinc oxide films. The photocatalytic properties of the zinc oxide films were investigated on the example of the reaction of decomposition of a model contaminant — methyl-orange under the influence of the ultra-violet radiation. Fig. 5 presents the time dependences of variation of the concentration of the methyl-orange in the reactions of photocatalysis in the presence and in the absence of a zinc oxide film in the solution.

Analysis of the data shows, that under the influence of the UV radiation a reduction of the concentration of the methyl-orange is observed owing to the reaction of the photocatalytic decomposition. At that, the given reaction proceeds much faster, if in the vessel with the methyl-orange there is a photocatalyst synthesized in the form of an hierarchically organized film of zinc oxide. Without ZnO the reaction practically does not go on, which testifies to practically unchanging values of the dye concentration.

The photocatalytic properties of zinc oxide can be explained on the basis of the zone theory of semicon-

ductors. The scheme of decomposition of the methyl-orange is presented in fig. 6. The surface of zinc oxide absorbs the photons of the ultra-violet light possessing average energy $E = hc/\lambda \approx 4.28\text{ eV}$ (for the light with the wavelength of 290 nm). Since the width of the forbidden zone of zinc oxide equals to 3.36 eV, and is less, than the energy of the photons of the falling radiation, a part of the electrons (e^-) overcome the forbidden zone and become active, while holes h^+ appear on their places. The active electrons and the holes interact with the water and the oxygen molecules, forming OH^- hydroxide-radicals OH^- and O_2^- radicals of oxygen according to the following scheme:



The short-lived and very active OH^- radicals react with the methyl-orange and are reduced to the hydroxide-ions of OH^- , forming the decomposition products. On the surface of zinc oxide the electron-hole balance is preserved, thus a considerable poisoning of the photocatalyst is not observed.

The reaction of decomposition of the methyl-orange under the influence of the UV radiation is a reaction of the pseudo-first order, because the concentration of the radicals of OH^- and O_2^- participating in the reaction remains constant, at that, the speed of generation of the free electrons in zinc oxide does not change and is equal to the speed of recombination of the electrons. The speed of the given reaction is in direct ratio to the concentration and it submits to the following equation:

$$\frac{dC}{dt} = -kC, \quad (4)$$

where k — constant of the speed of the reaction of decomposition of the methyl-orange, defined experimentally [22].

Integration of the equation of the reaction of the pseudo-first order (3) leads to a decreasing exponential dependence of the dye concentration on the time of influence of the UV radiation:

$$C = C_0 \exp(-kt), \quad (5)$$

where C_0 — initial concentration of the model contaminant (dye), ppm.

Analysis of the dependences presented in fig. 5 demonstrates their qualitative agreement with the equation (6) at the value of $k_1 = -2.73 \cdot 10^{-3}\text{ min}^{-1}$,

which allows us to talk about the process of decomposition of the methyl-orange in the presence of a photocatalyst as a reaction of the pseudo-first order. Constant $k_2 = -8.42 \cdot 10^{-5} \text{ min}^{-1}$ corresponds to the experimental data for the solution of the methyl-orange, not containing ZnO, and tells about absence of a photocatalytic decomposition. Thus, the hierarchically organized films of zinc oxide demonstrate the photocatalytic properties in the reactions of decomposition of the organic substances under the influence of the UV radiation and can be used for development of highly effective photocatalysts.

Conclusion

Methods were developed and nanostructured zinc oxide films were synthesized for photocatalysis.

The results of the research by means of IR Fourier-transform spectroscopy demonstrated that in the course of time, zinc oxide is formed in the sol, and after annealing it remains on the film, while the concentration of the organic solvents reduces insignificantly (they evaporate completely after annealing).

The photocatalytic properties of the zinc oxide films were investigated on the example of reaction of decomposition of the methyl-orange under the influence of the UV radiation, and the speed constants of this reaction with participation of the photocatalyst and without it were calculated.

The authors express their gratitude to the employees of the Saratov State University (Smirnov A. V. and Sinev I. V.) for their assistance in research of the samples.

References

1. Dimitrov D. T., Nikolaev N. K., Papazova K. I., Krasteva L. K., Bojinova A. S., Peshkova T. V., Kaneva N. V., Pronin I. A., Averin I. A., Yakushova N. D., Karmanov A. A., Georgieva A. T., Moshnikov V. A. Investigation of the electrical and ethanol-vapour sensing properties of the junctions based on zno nanostructured thin film doped with copper, *Applied Surface Science*, 2017, vol. 392, pp. 95–108.
2. Kumar R., Al-Dossary O., Kumar G., Umar A. Zinc oxide nanostructures for NO₂ gas-sensors applications, *Nano-Micro Letters*, 2014, vol. 7, pp. 97–120.
3. Pronin I. A., Averin I. A., Moshnikov V. A., Jakushova N. D., Kuznecova M. V., Karmanov A. A. Perkoljacionnaja model' gazovogo sensora na osnove poluprovodnikovyh oksidnyh nanomaterialov s ierarhicheskoy strukturoj por, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2014, no. 9, pp. 15–19 (in Russian).
4. Foo K. L., Kashif M., Hashif U., Liu W.-W. Effect of different solvents on the structural and optical properties of zinc oxide thin films for optoelectronic applications, *Ceramics International*, 2014, vol. 40, pp. 753–761.
5. Kennedy J., Murmu P. P., Leveneur J., Markwitz A., Futter J. Controlling preferred orientation and electrical conductivity of zinc oxide thin films by post growth annealing treatment, *Applied Surface Science*, 2016, vol. 367, pp. 52–58.
6. Kapustjanyk V. B., Panasjuk M. R., Turko B. I., Dubov Ju. G., Sjerkiz R. Ja. Nanoprovoloki ZnO s p-tipom provodimosti — perspektivnyj material dlja sozdanija vakuummetra, *Fizika i tehnika poluprovodnikov*, 2014, vol. 48, is. 10, pp. 1430–1433 (in Russian).
7. Kurbanov S. S., Urolov Sh. Z., Shajmardanov Z. Sh. Vlijanie prostranstvennoj orientacii nanosterzhnej ZnO na spektr ljuminescencii, *Optika i spektroskopija*, 2018, vol. 124, is. 2, pp. 202–205.
8. Fujishima A., Honda K. Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode, *Nature*, 1972. Vol. 238, P. 37–38.
9. Yu J., Yu X. Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Activity of Zinc Oxide Hollow Spheres, *Environmental Science Technologies*. 2008, vol. 42, pp. 4902–4907.
10. Fouad O. A., Ismail A. A., Zaki Z. I., Mohamed R. M. Zinc oxide thin films prepared by thermal evaporation deposition and its photocatalytic activity, *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 62, P. 144–149.
11. Di Mauro A., Fragala M. E., Privitera V., Impellizzeri G. ZnO for application in photocatalysis: From thin films to nanostructures, *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2017, vol. 69, pp. 44–51.
12. Alavi S., Bazrafshan H., Nikazar M. An investigation into the simultaneous influence of withdrawal speed and number of coated layers on photocatalytic activity of ZnO thin films, *Journal of sol-gel science and technology*, 2017, vol. 81, pp. 652–661.
13. Lv J., Gong W., Huang K., Zhu J., Meng F., Song X., Sun Z. Effect of annealing temperature on photocatalytic activity of ZnO thin films prepared by sol — gel method, *Superlattices and Microstructures*, 2011, vol. 50, pp. 98–106.
14. Pal B., Sharon M. Enhanced photocatalytic activity of highly porous ZnO thin films prepared by sol — gel process, *Materials Chemistry and Physics*, 2002, vol. 76, pp. 82–87.
15. Tu Le T. N., Pham T. T., Ngo Q. M., Thu Vu T. H. Electrochemical Synthesis of ZnO Nanorods / Nanotubes / Nanopencils on Transparent Aluminium-Doped Zinc Oxide Thin Films for Photocatalytic Applications, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2015, vol. 15, no. 9, pp. 6568–6575.
16. Ajala F., Hamrouni A., Houas A., Lachheb H., Megna B., Palmisano L., Parrino F. The influence of Al doping on the photocatalytic activity of nanostructured ZnO: The role of adsorbed water, *Applied Surface Science*, 2018, vol. 445, pp. 376–382.
17. Zhang Y., Ram M. K., Stefanakos E. K., Goswami D. Y. Enhanced photocatalytic activity of iron doped zinc oxide nanowires for water decontamination, *Surface and Coatings Technology*, 2013, vol. 217, pp. 119–123.
18. Pronin I. A., Donkova B. V., Dimitrov D. C., Averin I. A., Pencheva Zh. A., Moshnikov V. A. Vzaimosyjaz' fotokataliticheskikh i fotoljuminescentnyh svojstv oksida cinka, legirovannogo med'ju i margancem, *Fizika i tekhnika poluprovodnikov*, 2014, vol. 48, is. 7, pp. 868–874 (in Russian).
19. Habibi M. H., Mardani M. Effect of annealing temperature on optical properties of binary zinc tin oxide nano-composite prepared by sol—gel route using simple precursors: Structural and optical studies by DRS, FTIR, XRD, FESEM investigations, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2015, vol. 137, pp. 267–270.
20. Becheri A., Durr M., Lo Nostro P., Baglioni P. Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles: application to textiles as UV-absorbers, *Journal of Nanoparticle Research*, 2007, vol. 10, pp. 679–689.
21. Averin I. A., Karmanov A. A., Moshnikov V. A., Pronin I. A., Igoshina C. E., Sigaev A. P., Terukov E. I. Korreljacionnye zavisimosti v infrakrasnyh spektrah nanostruktur na osnove smeshannyh oksidov, *Fizika tverdogo tela*, 2015, vol. 57, no. 12, pp. 2304–2312.
22. Chen D., Ai S., Liang Z., Wei F. Preparation and photocatalytic properties of zinc oxide nanoparticles by microwave-assisted ball milling, *Ceram. Int.*, 2016, vol. 42 (2), pp. 3692–3696.

МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОНСТРУИРОВАНИЕ МНСТ

MODELLING AND DESIGNING OF MNST

УДК 629.7.054

DOI: 10.17587/nmst.21.35-39

В. М. Панкратов, д-р техн. наук, проф., гл. науч. сотр., e-mail: pankratovvm@mail.ru,

А. В. Голиков, канд. техн. наук, вед. науч. сотр., e-mail: algolikov@yandex.ru,

Е. В. Панкратова, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр., e-mail: ev_pankratova@mail.ru,

О. В. Голикова, мл. науч. сотр., e-mail: iptmuran@san.ru, **О. В. Маркелова**, мл. науч. сотр., e-mail: iptmuran@san.ru,

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки — институт проблем точной механики и управления Российской Академии наук, Саратов, e-mail: iptmuran@san.ru

АНАЛИЗ ДИНАМИКИ ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ЭЛЕМЕНТА БАЛОЧНОГО ТИПА МИКРОМЕХАНИЧЕСКОГО ГИРОСКОПА ПУТЕМ ПОСТРОЕНИЯ АМПЛИТУДНО-ЧАСТОТНЫХ ПРОСТРАНСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Поступила в редакцию 22.10.2018

Рассматривается оценка динамических свойств чувствительного элемента (ЧЭ) балочного типа микромеханического гироскопа или акселерометра как распределенной системы. Такой подход позволяет не только получить математическую модель для анализа и синтеза частотных свойств, но и оценить волновые процессы в чувствительном элементе микромеханического гироскопа.

Ключевые слова: микромеханический гироскоп, чувствительный элемент, преобразование Фурье, амплитудно-частотная характеристика

Рассмотрим чувствительный элемент (ЧЭ) микромеханического вибрационного гироскопа с входными и выходными функциями $u(x, t)$ и $y(x, t)$, соответственно, как систему с распределенными параметрами.

Пусть эти скалярные функции определены в области D , где они описывают возмущающие воздействия и соответствующие движения системы как функции времени в пределах всей области, занимаемой объектом. Но колебания такого объекта характеризуются также и пространственным расположением. Поэтому математические модели таких объектов представляют собой дифференциальные уравнения в частных производных.

Для одномерного случая $u(x, t)$ — входные и $y(x, t)$ — выходные переменные связаны один с другим интегралом свертки [1, 2] следующего вида:

$$F\{(k, \omega)\} = \int_0^\infty \int_{-\infty}^\infty f(x, t) \sin(k, x) e^{-i\omega t} dx dt, \\ k = 2\pi/\lambda, \quad (1)$$

где $F\{(k, \omega)\}$ — изображение системы при разложении по ортогональным функциям по пространст-

венным переменным; $f(x, t)$ — оригинал; k — волновое число; ω — частота; λ — длина волны.

Из этого следует вывод, что к такой системе с распределенными параметрами применимо разложение в ряд по ортогональным функциям, не являющимся собственными функциями этих систем (функции Грина). Другими словами, такой подход сводится к формальной замене в определяющих уравнениях производных по времени оператором $p = i\omega$, а производных по пространственным переменным оператором k (k — волновое число — величина, обратно пропорциональная пространственному периоду).

В качестве примера для наглядности и простоты используем такой подход к анализу динамики балочного чувствительного элемента (ЧЭ) микромеханического гироскопа (ММГ) [3, 4] путем получения его амплитудно-частотной пространственной характеристики (АЧПХ). Для этого рассмотрим модель однородной упругой тонкой балки. Полагаем, что длина балки велика по сравнению с шириной и высотой. Кроме того, ограничимся для простоты квадратным поперечным сечением

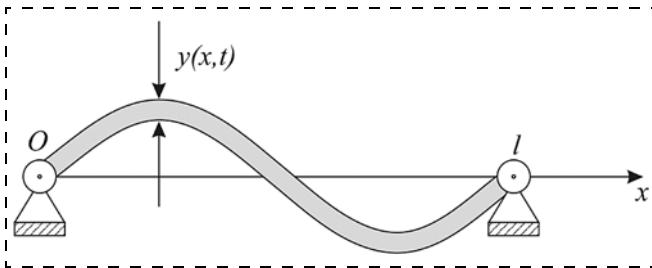


Рис. 1. Балка Эйлера — Бернулли
Fig. 1. Euler — Bernoulli's beam

такой балки, т. е. используем модель ЧЭ (рис. 1) в рамках классической теории Эйлера — Бернулли [5, 6].

Тогда определяющее уравнение движения ЧЭ в безразмерном виде можно записать в следующей форме:

$$\frac{\partial^4 y}{\partial x^4} + k_s \frac{\partial^3 y}{\partial x^2 \partial t} + \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} = u(x, t), \quad (2)$$

где k_s — коэффициент внутреннего демпфирования; y — поперечное перемещение точки балки; $u(x, t)$ — входное возмущающее воздействие.

К этому уравнению применим [7, 8] синус-преобразование с конечными пределами по пространственным переменным и интервальное преобразование Фурье по времени вида $F(k, \omega)$, т. е. получим уравнение (2) в изображениях, заменив производ-

ную по пространственной переменной на k , а по времени на p :

$$(k^4 + k_s k^2 p + p^2) y(x, t) = u(x, t). \quad (3)$$

После классической замены $p = i\omega$ запишем передаточную функцию ЧЭ балочного типа вибрационного микромеханического гироскопа в виде

$$H(k, \omega) = \frac{1}{k^4 - \omega^2 - ik^2 k_s \omega}.$$

Избавляясь от иррациональности в знаменателе передаточной функции умножением на комплексно сопряженное выражение, получим

$$H(k, \omega) = \frac{k^4 - \omega^2}{(k^4 - \omega^2)^2 + k^4 k_s^2 \omega^2} + i \frac{k^2 k_s \omega}{(k^4 - \omega^2)^2 + k^4 k_s^2 \omega^2}. \quad (4)$$

Из (4) окончательно получим выражение для АЧПХ чувствительного элемента:

$$W(k, \omega) = \frac{1}{(k^4 k_s^2 \omega^2 + (k^4 - \omega^2)^2)^{0,5}}, \quad (5)$$

где k — волновое число; k_s — приведенный коэффициент внутреннего демпфирования; ω — приведенная частота.

На основе функции (5) построены АЧПХ чувствительного элемента ММГ для различных значе-

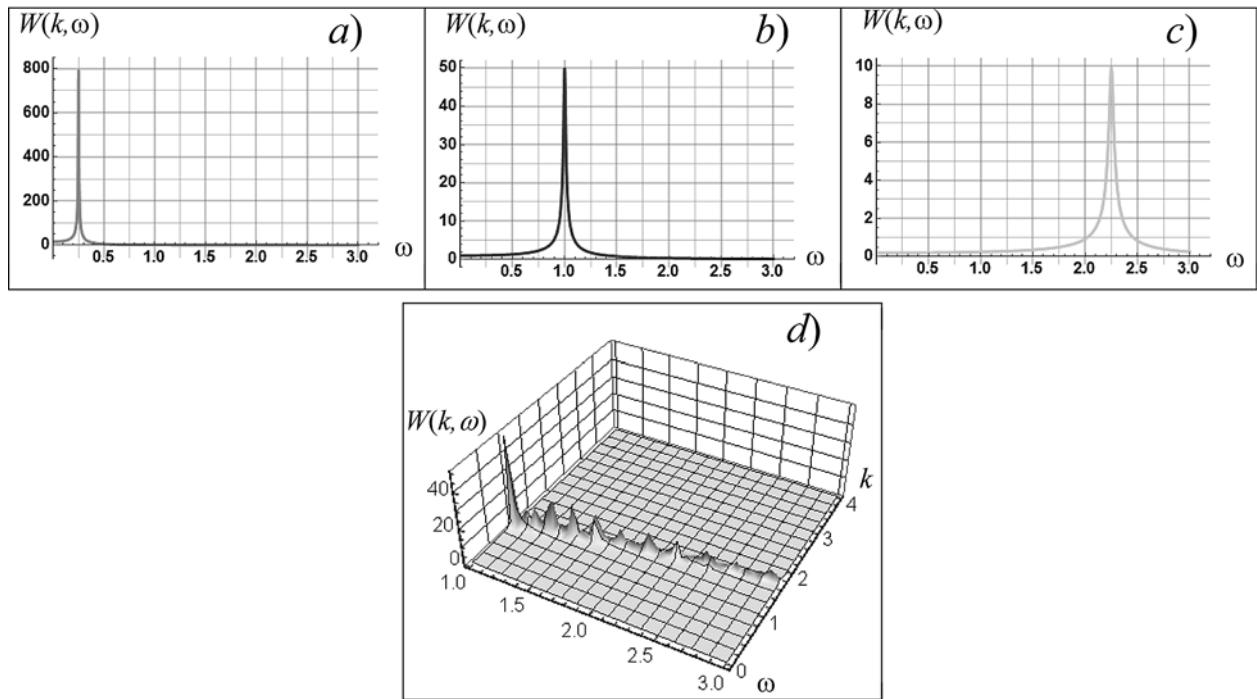


Рис. 2. АЧПХ ЧЭ микромеханического акселерометра (гироскопа) балочного типа для $k_s = 0,02$: *a* — $k = 0,5$; *b* — $k = 1,0$; *c* — $k = 1,5$; *d* — 3D-зависимость
Fig. 2. AFSC SE of the beam-type micromechanical accelerometer (gyroscope) for $k_s = 0,02$: *a* — $k = 0,5$; *b* — $k = 1,0$; *c* — $k = 1,5$; *d* — 3D-diagram

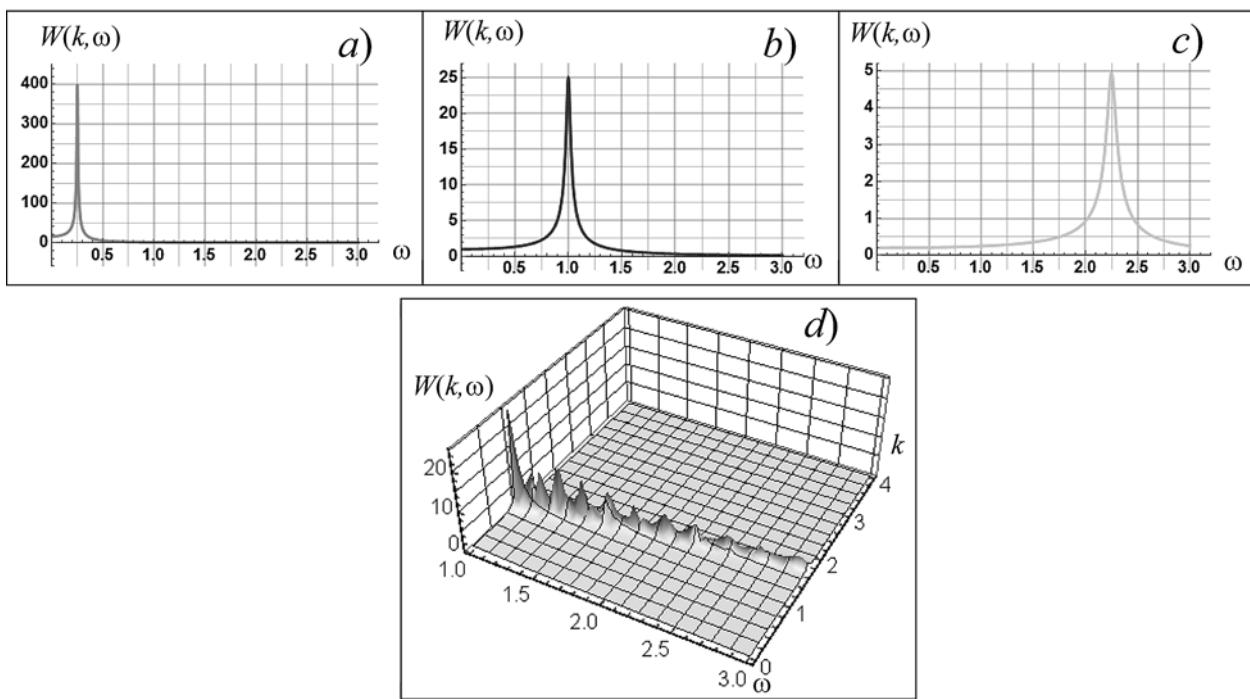


Рис. 3. АЧПХ ЧЭ микромеханического акселерометра (гироскопа) балочного типа для $k_s = 0,04$: *a* — $k = 0,5$; *b* — $k = 1,0$; *c* — $k = 1,5$; *d* — 3D-зависимость

Fig. 3. AFSC SE of the beam-type micromechanical accelerometer (gyroscope) for $k_s = 0,04$: a — $k = 0,5$; b — $k = 1,0$; c — $k = 1,5$; d — 3D-diagram

ний k и k_s [1] и представлены в графическом виде на рис. 2, 3.

Таким образом, функция (5), полученная в пространстве частот и волновых чисел (рис. 2, 3), определяет динамические характеристики вынужденных колебаний рассматриваемой системы с распределенными параметрами (балочного чувствительного элемента ММГ), вызванными как временными, так и пространственными эффектами, и позволяет оценить волновые процессы в ЧЭ.

Заключение

Для анализа динамических свойств систем с распределенными параметрами в работе рассмотрен метод пространственно-временного преобразования, с помощью которого можно непосредственно получить динамические характеристики при наличии в таких системах либо управляющих, либо возмущающих воздействий. В этом случае после перехода от оригинала к изображению такие системы представляют собой пространственно-временные фильтры.

Пространственное распределение возбудителей колебаний и датчиков съема полезного сигнала дополняет исходную систему. Такой подход основан на применении функции Грина и может быть использован для широкого класса стационарных однородных систем, для которых существует интеграл свертки [1]. Кроме того, в данном случае отпадает необходимость обратного перехода от изображений к оригиналам при сохранении количественных оценок точности, помехоустойчивости пространственных распределений, показателей качества и т. п. Использование метода продемонстрировано на простом и прозрачном примере.

да от изображений к оригиналам при сохранении количественных оценок точности, помехоустойчивости пространственных распределений, показателей качества и т. п. Использование метода продемонстрировано на простом и прозрачном примере.

Список литературы

1. Burke S. E. Shape and vibration control of distributed parameter systems: extension of multivariable concepts using spatial transforms: Thesis (Ph. D.). Cambridge: Department of Mechanical, Massachusetts Institute of Technology, 1989.
2. Андронов А. А., Витт А. А., Хайкин С. Э. Теория колебаний. М.: Государственное издательство физико-математической литературы, 1959. Изд. второе под ред. Железцова Н. А.
3. Джашитов В. Э., Панкратов В. М., Голиков А. В. Общая и прикладная теория гироскопов с применением компьютерных технологий // Под общ. ред. акад. РАН В. Г. Пешехонова. СПб.: ГНЦ РФ "ЦНИИ "Электроприбор", 2010. 154 с.
4. Барулина М. А., Панкратов В. М. Моделирование динамических процессов в микромеханических датчиках инерциальной информации и их компонентах с помощью специализированного программного обеспечения // Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета. 2015. Т. 14, № 2. С. 223—233.
5. Бидерман В. Л. Теория механических колебаний: учебник для вузов. М.: Высш. школа, 1980. 408 с.
6. Aupperle F. A., Lambert R. F. On the Utilization of a Flexible Beam as a Spatial Filter // Journal of Sound and Vibration. 1992. Vol. 24. P. 259—267.
7. Butkovskiy A. G. Green's Functions and Transfer Functions Handbook, England, 1982. Ellis Horwood, 236 p.
8. Узем Дж. Линейные и нелинейные волны. М.: Мир, 1974.

V. M. Pankratov, D. Sc., Professor, Chief Researcher, pankratovvm@mail.ru; **A. V. Golikov**, Ph. D., Leading Researcher, algolikov@yandex.ru; **E. V. Pankratova**, Ph. D., Senior Researcher, ev_pankratova@mail.ru; **O. V. Golikova**, Junior Researcher, **O. V. Markelova**, Junior Researcher, Precision Mechanics and Control Institute, Russian Academy of Sciences, Saratov, 410028, Russian Federation

Corresponding author:

Golikov Alexsey V., Ph. D., Leading Researcher, Precision Mechanics and Control Institute, Russian Academy of Sciences, Saratov, 410028, Russian Federation; e-mail: algolikov@yandex.ru

Analysis of the Dynamics of the Beam Type Sensitive Element of Micromechanical Gyroscope through Constructing Amplitude-Spatial Frequency Characteristics

Received on October 22, 2018

Accepted on November 12, 2018

In article assessment of dynamic properties of the sensitive element (SE) of beam-type of a micromechanical gyroscope as the distributed system is considered. Such approach allows to receive mathematical model for the analysis and synthesis not only frequency properties, but also to estimate wave processes in a sensitive element of a micromechanical gyroscope. For simplicity of statement in article flexural fluctuations of a sensitive element of the micromechanical gyroscope presented in the form of a thin core according to the classical theory of Euler-Bernoulli are considered. As base model, the defining equation of flexural fluctuations of a thin beam in a dimensionless form subject to only internal damping is used.

Requirements of the specification when developing similar systems most often are set in frequency (temporary) area. At the same time, the possibility of casual sensors placement or the actuation mechanism in a nodal point of wave process is ignored. In article the way of assessment the quality indicators based on continuous Fourier's transformation and discrete transformation on spatial variables is used. Besides, the system with the distributed parameters can be spread out in a row on orthogonal functions, not being own functions of this system. As system linear, such transformation can be realized termwise, and then to summarize received result. Therefore this method of transformation can be applied to a wide class of objects with the distributed parameters for which it is possible to construct Green's function.

Application of such generalized transformations is possible to other systems with distributed parameters, for example, to optical aberrations and to tasks of control by vibration's activators of an object, description of that is founded on the transfer function of device. In the space equipment are often used light flexible structure for precision orientation of the antennas transferring information from the spacecraft to Earth, pointing the optical equipment to study the space object, etc. Placement of various sensors and actuation mechanisms has to consider a spatial arrangement of knots and antinodes of wave processes to avoid placement in these knots of the measuring or transferring equipment.

Besides, the method used in this work does not demand the return transformation from the image to the original because the image already contains all necessary dynamic characteristics of an object.

Keywords: micromechanical gyroscope, sensitive element, Fourier transform, Green's function, amplitude-frequency characteristic, transfer function

For citation:

Pankratov V. M., Golikov A. V., Pankratova E. V., Golikova O. V., Markelova O. V. Analysis of the Dynamics of the Beam Type Sensitive Element of Micromechanical Gyroscope through Constructing Amplitude-Spatial Frequency Characteristics, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 35–39.

DOI: 10.17587/nmst.21.35-39

Consider the sensitive element (SE) of a micromechanical vibratory gyroscope with input and output functions $u(x, t)$ and $y(x, t)$, respectively, as a system with distributed parameters.

Let these scalar functions be defined in region D , where they describe the disturbing influences and the corresponding movements of the system as a function of time within the entire region occupied by the object. But the vibrations of such an object are also characterized by spatial distribution. Therefore, the mathematical models of such objects are partial differential equations.

For the one-dimensional case, $u(x, t)$ is the input and $y(x, t)$ are the output variables associated with one

another of the convolution integral [1, 2] of the following form:

$$F\{k, \omega\} = \int_0^k \int_{-\infty}^{\infty} f(x, t) \sin(k, x) e^{-i\omega t} dx dt, \\ k = 2\pi/\lambda, \quad (1)$$

where $F\{k, \omega\}$ is the image of the system when decomposed into orthogonal functions in spatial variables, $f(x, t)$ is the original, k is the wave number, ω is the frequency, and λ is the wavelength.

From this it follows that the expansion in a series of orthogonal functions that are not eigenfunctions of these systems (the Green function) is applicable to such a system with distributed parameters. In other words, such an approach reduces to a formal replacement in

the defining equations of the time derivatives with the operator $p = i\omega$, and the derivatives with respect to the spatial variables by the operator k (k is the wavenumber — a quantity inversely proportional to the spatial period).

As an example, for clarity and simplicity, we use such an approach to analyzing the dynamics of a beam SE of a micromechanical gyroscope (MMG) [3, 4] by obtaining its amplitude-frequency spatial characteristic (AFSC). To do this, we consider a model of a uniform elastic thin beam. We believe that the length of the beam is large compared with the width and height. In addition, for simplicity, we confine ourselves to the square cross section of such a beam, i.e. we use the SE model (fig. 1) in the framework of the classical Euler — Bernoulli theory [5, 6].

Then the determining equation of motion of a sensitive element in a dimensionless form can be written in the following form:

$$\frac{\partial^4 y}{\partial x^4} + k_s \frac{\partial^3 y}{\partial x^2 \partial t} + \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} = u(x, t), \quad (2)$$

where k_s — the coefficient of internal damping; y — the transverse displacement of the point of the beam; $u(x, t)$ — the input disturbance.

A sine transform with finite limits in space variables and an interval Fourier transform in time of the form $F(k, \omega)$ are acceptable to this equation [7, 8], i.e. we obtain equation (2) in the images, replacing the derivative with respect to the spatial variable by k , and in time by p :

$$(k^4 + k_s k^2 p + p^2) y(x, t) = u(x, t). \quad (3)$$

After the classical replacement $p = i\omega$, we write the transfer function of the beam type SE of vibrating micromechanical gyroscope in the form

$$H(k, \omega) = \frac{1}{k^4 - \omega^2 - ik^2 k_s \omega}.$$

Getting rid of irrationality in the denominator of the transfer function by multiplying by the complex conjugate expression, we get

$$H(k, \omega) = \frac{k^4 - \omega^2}{(k^4 - \omega^2)^2 + k^4 k_s^2 \omega^2} + i \frac{k^2 k_s \omega}{(k^4 - \omega^2)^2 + k^4 k_s^2 \omega^2}. \quad (4)$$

From (4) we finally obtain the expression for the AFSC of the sensitive element:

$$W(k, \omega) = \frac{1}{(k^4 k_s^2 \omega^2 + (k^4 - \omega^2)^2)^{0.5}}, \quad (5)$$

where k is the wave number; k_s — reduced internal damping coefficient; ω — reduced frequency.

On the basis of function (5), the AFSC of the sensitive element of MMG for various values of k and k_s [1] are constructed and are presented graphically in figs. 2, 3.

Thus, the function (5) obtained in the space of frequencies and wave numbers (figs. 2, 3) determines the dynamic characteristics of the forced oscillations of the considered system with distributed parameters (beam sensitive element of MMG), caused by both temporal and spatial effects and allows us to estimate wave processes in SE.

Conclusion

To analyze the dynamic properties of systems with distributed parameters, the paper considers the method of space-time transformation, with which you can directly obtain dynamic characteristics if there are either controlling or disturbing influences in such systems. In this case, after the transition from the original to the image, these systems are space-time filters.

The spatial distribution of exciters and pickup sensors of the useful signal complements the original system. This approach is based on the use of the Green function and can be used for a wide class of stationary homogeneous systems for which there is a convolution integral [1]. In addition, in this case, there is no need to reverse the transition from images to the original while maintaining quantitative estimates of accuracy, noise immunity of spatial distributions, quality indicators, etc. The use of the method is demonstrated in a simple and transparent example.

References

- Burke S. E.** Shape and vibration control of distributed parameter systems: extension of multivariable concepts using spatial transforms: Thesis (Ph. D.) Department of Mechanical, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, 1989.
- Andronov A. A., Vitt A. A., Hajkin S. Je.** *Teoriya kolebanij*, Moscow, Gosudarstvennoe izdatel'stvo fiziko-matematicheskoy literatury, 1959, pod red. Zhelezova N. A.
- Dzhashitov V. E., Pankratov V. M., Golikov A. V.** *Obshchaja i prikladnaja teoriya girokopov s primeneniem kompjuternyh tehnologij* / Pod obshh. red. V. G. Peshehonova. Sankt-Peterburg: GNC RF "CNII "Elektropribor", 2010. 154 p.
- Barulina M. A., Pankratov V. M.** Modelirovanie dinamicheskikh processov v mikromekhanicheskikh datchikah inertial'noj informacii i ih komponentah s pomoshch'yu specializirovannogo programmnogo obespecheniya. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta*, 2015, vol. 14, no. 2, pp. 223–233.
- Biderman V. L.** *Teoriya mehanicheskikh kolebanij: uchebnik dlja vuзов*. Moscow, Vyssh. shkola, 1980. 408 p.
- Upperle F. A., Lambert R. F.** On the Utilization of a Flexible Beam as a Spatial Filter, *Journal of Sound and Vibration*, 1992, vol. 24, pp. 259–267.
- Butkovskiy A. G.** *Green's Functions and Transfer Functions Handbook*, Ellis Horwood, England, 1982, 236 p.
- Uizem Dzh.** *Linejnye i nelinejnye volny*. Moscow, Mir, 1974.

ЭЛЕМЕНТЫ МНСТ MICRO- AND NANOSYSTEM TECHNIQUE ELEMENTS

УДК 621.382 + 537.8

DOI: 10.17587/nmst.21.40-51

А. А. Черепанов, инженер-конструктор, ООО "СибИС", г. Новосибирск, аспирант, Новосибирский государственный технический университет, e-mail: cherepanov@sib-is.ru,

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

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

СЧИТЫВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОНИКА ДЛЯ СКВИД-МАГНИТОМЕТРОВ ПОСТОЯННОГО ТОКА. ЧАСТЬ 1. МАГНИТОМЕТРЫ ПОСТОЯННОГО ТОКА И ИХ ОГРАНИЧЕНИЯ

Поступила в редакцию 26.09.2018

Предпринята попытка анализа текущего состояния и проводимых исследований и разработок в области считывающей электроники для сверхпроводящих квантовых интерферометров (СКВИД-магнитометров) постоянного тока (*пм-СКВИД*). Работа состоит из трех частей. В части 1 работы проанализированы основные ограничения *пм-СКВИДов*, не позволяющие использовать их как оконечные устройства для детектирования слабых магнитных полей. Причины ограничений связаны: с нелинейностью его передаточной характеристики, значительно уменьшающей линейный диапазон измеряемых сигналов; с малой площадью самого регистрирующего устройства, что снижает чувствительность *пм-СКВИДа* к магнитному полю; с фликкер-шумом *пм-СКВИДа*, который не позволяет в полной мере раскрыть потенциал чувствительности таких магнитометров.

Ключевые слова: сенсоры магнитных полей, магнитометры на основе сверхпроводящих квантовых интерферометров (СКВИДов) постоянного тока, ограничения на использование СКВИДов

Введение

Исследование слабых магнитных полей является ключевой задачей ряда приложений, таких как геологоразведка [1], биомедицина [2, 3], бесконтактные методы контроля [4], методы исследования магнитных свойств поверхности [5, 6], криогенное детектирование частиц [7], и т. д. Чаще всего исследователей интересует не измерение собственно магнитных полей, а исследование слабых электрических токов, их порождающих. Из известных на настоящий момент времени сенсоров магнитного поля (магнитометров) наиболее чувствительными являются магнитометры на основе сверхпроводящих квантовых интерферометров, так называемые СКВИДы (от англ. Superconducting QUantum Interference Device — SQUID). Сравнение детектируемого диапазона магнитометров различных типов приведено на рис. 1, построенном по данным работы [8], из него видно значительное преимущество СКВИД-магнитометров для измерений в области малых и сверхмалых магнитных полей.

Ближайшим "конкурентом" СКВИД-магнитометров по чувствительности являются так называемые поисковые катушки (*search coil*). Однако разрешение подобных устройств на порядок хуже и составляет десятки $\text{fT}/\sqrt{\text{Гц}}$ [9]. К тому же частоты среза фликкер-шума магнитометров на основе поисковых катушек больше, чем у СКВИД-магнитометров и составляют десятки килогерц, что сужает область применения подобных устройств [10]. Это объясняет интерес к тематике СКВИДов разных групп исследователей, представленных в обзоре [11].

Магнитометр на основе СКВИДа, конструкция которого была впервые предложена в 1964 г. [12], представляет собой сверхпроводящий замкнутый контур, прерванный одним или несколькими так называемыми переходами Джозефсона (*Josephson Junction, JJ*). Схема такого устройства (СКВИД) приведена на рис. 2, *a*, построенным по данным работы [13], а его эквивалентная схема — на рис. 2, *b*. Достоинством такой конструкции является очень высокая чувствительность к изменению магнитного потока, пронизывающего этот контур, и это об-

стоечность является источником большого интереса к такому типу приборов.

Однако в связи с тем, что СКВИД-магнитометр является прибором сверхпроводниковой электроники это накладывает определенные ограничения на температуру, при которой функционирует сенсор. Наиболее чувствительные СКВИД-магнитометры ("низкотемпературные") работают в гелиевом диапазоне температур $< 4,2 \text{ K}$, так как уровень собственных шумов СКВИДа понижается с

уменьшением температуры [14]. Соответственно, такие СКВИД-магнитометры помещают в специальные криостаты (см., например, [15]).

Как и любой сенсор, магнитометры на основе СКВИДа требуют применения электронной обвязки (как минимум — усилителя сигнала) для считывания и дальнейшей обработки слабого детектируемого сигнала. Одна из основных проблем заключается в том, что работоспособность необходимой для считывания сигнала со СКВИДов электронной компонентной базы лимитирована стандартизованным для электронных компонентов температурным диапазоном $-60\ldots125 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Решение этой проблемы возможно двумя путями: 1) использованием обрабатывающей сигнал электроники при стандартизованных температурных условиях вне криостата, что требует применения длинных коммуникационных проводников и, следовательно, приводит к повышению шума; 2) использованием электронных устройств в криогенных условиях, максимально приближенных к СКВИДу, что гарантирует минимальный уровень шумов на входе обрабатывающей электроники.

Второй вариант представляется наиболее перспективным. Известны исследования работоспособности электронных компонентов в условиях их охлаждения жидким азотом ($77,4 \text{ K}$) [16—19], в целом показавшие возможность такого применения. Проводились также исследования функционирования электронных компонентов при гелиевых температурах ($4,2 \text{ K}$) (см., например, [20, 21]. Особенности функционирования базовых электронных компонентов — транзисторов при температуре жидкого гелия также были описаны в ряде источников [22—25].

Однако по состоянию на начало 2018 г. каких-либо систематизированных или обобщенных данных об особенностях функционирования микрэлектронных компонентов в гелиевом диапазоне температур, как и сформулированных технических требований к параметрам и методологии проектирования и тестированию считающих электронных устройств, в доступных информационных источниках не обнаружено.

Постановка задачи

Таким образом, исследование и разработка электронных устройств считывания и обработки слабых сигналов с магнитометрами при гелиевых температурах являются современной актуальной задачей. В настоящей обзорной работе предпринята попытка анализа текущего состояния и проводимых исследований и разработок в области считающей электроники для СКВИД-магнитометров постоянного тока (далее пт-СКВИД). Конечной целью работы является формирование перечня требований, которым должны удовлетворять сов-

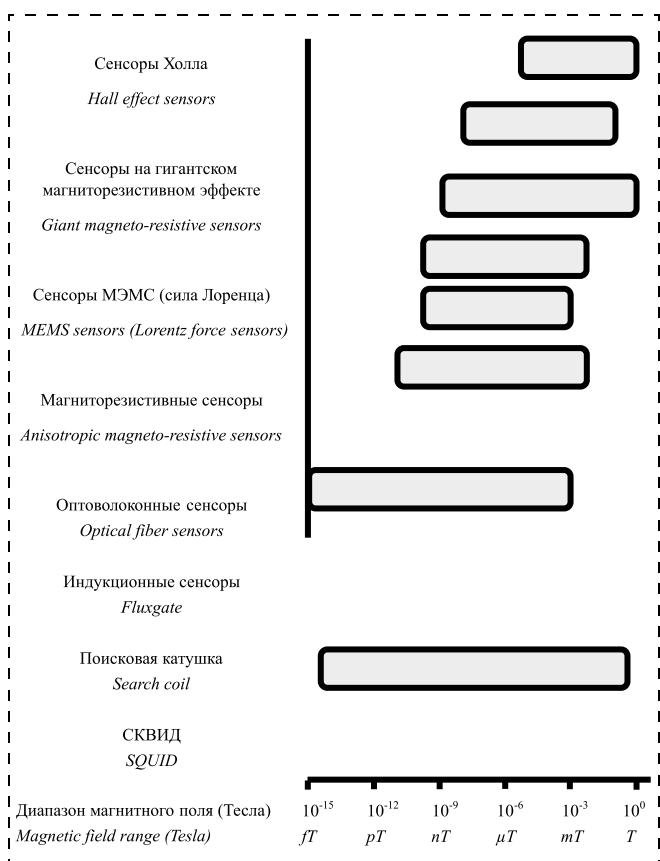


Рис. 1. Сравнительная чувствительность различных типов датчиков магнитного поля

Fig. 1. Comparison of different kinds of magnetic sensors by sensitivity

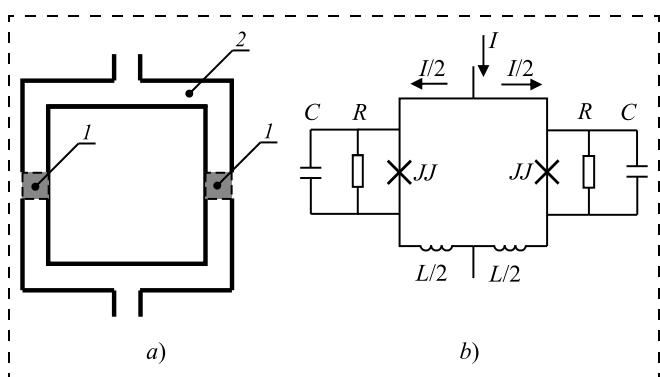


Рис. 2. СКВИД-сенсор (a) и его эквивалентная схема (b): 1 — переход Джозефсона; 2 — сверхпроводящее кольцо

Fig. 2. SQUID-sensor (a) and its equivalent schematic (b): 1 — Josephson junction; 2 — superconducting ring

ременные электронные устройства для обработки данных СКВИДов и их микроэлектронные компоненты.

Работа состоит из трех частей. В части 1 работы рассмотрены основные ограничения низкотемпературных пт-СКВИДов, которые не позволяют использовать их как оконечные устройства для детектирования магнитных полей. В части 2 рассмотрены обсуждаемые в литературе базовые электронные схемы считывания полезного сигнала с пт-СКВИДов и рассмотрены основные ограничения, вносимые дополнительной электронной связью. В заключительной части работы представлен анализ обсуждаемых решений в области электроники для криогенных применений как ключевого звена в перспективных системах СКВИД-магнитометров.

В данном номере журнала публикуется часть 1 работы.

Краткая характеристика пт-СКВИДа

Ниже кратко рассмотрен принцип работы пт-СКВИДа и фундаментальные квантовые явления, лежащие в основе его работы, а именно — сверхпроводимость и эффект Джозефсона.

Явление сверхпроводимости заключается в свойстве некоторых материалов иметь нулевое электрическое сопротивление при температурах ниже критической (T_c). Это явление было открыто эмпирически в 1911 г. Х. Камерлинг—Оннесом [26]. Для объяснения явления сверхпроводимости первоначально использовали феноменологический подход (теория братьев Лондонов [27]) и более общую теорию Гинзбурга—Ландау [28]. В 1957 г. было получено теоретическое обоснование данного явления на микроскопическом уровне, известное как теория БКШ — Бардина, Купера, Шриффера [29].

Необходимо отметить, что явление сверхпроводимости носит квантовый характер и не может в полной мере восприниматься как явление бездиссипативного прохождения тока (идеальная проводимость). Помимо отсутствия потерь (электрического сопротивления) материал в сверхпроводящем состоянии характеризуется свойством вытеснения магнитного поля из своего объема (эффект В. Мейснера [30]), что придает схожесть сверхпроводника с диамагнетиком. Этот эффект является особенностью именно сверхпроводников, показывая изменение фазового состояния электронной подсистемы. По степени вытеснения магнитного поля (частичное или полное) сверхпроводники делятся на сверхпроводники первого и второго рода: первые — преимущественно чистые металлы, вторые — различные сплавы. Огромный вклад в развитие теории сверхпроводников второго рода внес А. Абрикосов [31].

Наибольший интерес для практического применения имеют сверхпроводники второго рода, так как значения критических температур, при которых возможен фазовый переход между нормальным и сверхпроводящим состояниями, для них значительно выше, чем для чистых металлов. Так, характерные значения этих температур лежат выше 20 К для сверхпроводников второго рода, в то время как для чистых металлов эти температуры составляют единицы кельвин. Однако значительные технологические трудности широкого использования в настоящее время микроэлектронной технологии, возникающие при изготовлении структур сверхпроводящей электроники из сверхпроводников с повышенной критической температурой, приводят к применению в рамках данной технологии, в основном, двух материалов: ниобия ($T_c \approx 9$ К) и алюминия ($T_c \approx 1$ К).

Эффект Джозефсона (открыт Б. Джозефсоном в 1962 г. [32]) имеет особое значение в науке и технике. Суть эффекта заключается в протекании сверхпроводящего тока через потенциальный барьера в отсутствии приложенного внешнего напряжения, что отличает его от тривиального квантового туннелирования. Теоретическое обоснование данного явления строится на рассмотрении влияния разности фаз параметров ($\phi_2 - \phi_1$) порядка системы (Δ) для двух сверхпроводников со слабой связью. Если связь сверхпроводников друг с другом достаточно мала (граница барьера малопрозрачна), то возникает сверхпроводящий ток I_S через джозефсоновский переход, даже в отсутствии приложенной разности потенциалов:

$$I_S = I_C \sin(\phi_2 - \phi_1), \quad (1)$$

где $I_C = \frac{\pi \Delta^2}{4eT_C R}$ — критический ток джозефсонского перехода, при котором еще сохраняется сверхпроводимость контакта; e — заряд электрона; T_C — критическая температура перехода; R — сопротивление контакта.

По сути эффект Джозефсона — это туннелирование сверхпроводящих носителей заряда, которые по своей природе представляют собой бозе-конденсированную когерентную электронную систему, состоящую из куперовских пар (квазичастиц, образованных двумя связанными электронами).

Наиболее популярные типы структур для формирования джозефсоновского перехода:

- 1) SIS-переход (от Superconductor-Insulator-Superconductor) [33];
- 2) SNS-переход (от Superconductor-Normal Metal-Superconductor) [34];
- 3) bridge-переход или переход мостикового типа [35].

Перспективными с точки зрения характеристик являются структуры первого типа, реализованные, например, в виде переходов на основе ниобия [36].

Сверхпроводящие квантовые интерферометры СКВИДы являются одним из наиболее распространенных применений структур на основе джозефсоновских переходов. Данный класс приборов по существу является сверхпрецизионным сенсором магнитного потока, способным детектировать сверхслабые магнитные поля порядка 10^{-15} Вб.

Помимо вышеперечисленных эффектов (сверхпроводимость, эффект Джозефсона), в СКВИДах используется явление квантования магнитного потока, которое заключается в следующем. Ток в сверхпроводящем кольце подстраивается таким образом, чтобы магнитный поток, пронизывающий кольцо, был кратен кванту магнитного потока — флюксону (Φ_0):

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Вб}, \quad (2)$$

где h — постоянная Планка.

Это связано с тем, что носители заряда в сверхпроводнике — "куперовские пары" — когерентны между собой, и меняют свое состояние одновременно и их состояние при этом описывается общей волновой функцией [37]. Магнитное поле влияет на фазу волновой функции куперовских пар через изменение их импульса. Однозначность волновой функции в замкнутом контуре требует квантования импульса. Квантование интеграла магнитного поля H по замкнутому контуру ds вдали от внутреннего края сверхпроводникового кольца от обобщенного импульса куперовских пар по существу является квантованным магнитным потоком Φ [38]:

$$\iint H ds = \Phi = m \frac{h}{2e}, \quad (3)$$

где $m = 0, 1, 2, 3, \dots$

Различают два типа СКВИДов: постоянного тока (пт-СКВИД) и высокочастотные (вч-СКВИД). Первые состоят из двух джозефсоновских контактов, замкнутых в сверхпроводящее кольцо, а вторые — из одного контакта, также замкнутого в сверхпроводящее кольцо. Преимуществом пт-СКВИДа является повышенная, в сравнении с вч-СКВИДом, чувствительность к магнитному потоку. Долгое время недостатком пт-СКВИДа являлось ухудшение чувствительности, обусловленное асимметрией плеч интерферометра (неизбежное технологическое рассогласование параметров джозефсоновских переходов), вч-СКВИДы лишены этого

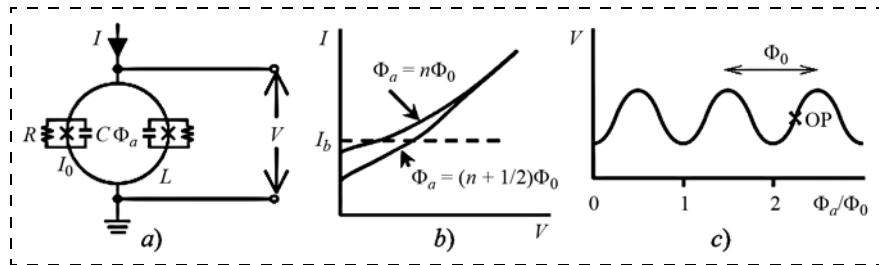


Рис. 3. Структурная схема пт-СКВИД (а), его вольт-амперная характеристика (б) и (с) вольт-потоковая характеристика (рабочая точка ОР имеет место при $(n + 1/4)\Phi_0$)

Fig. 3. Structural scheme of dc-SQUID (a), its current-voltage diagram (b) and voltage-flux diagram (operating point (OP) is situated at $(n + 1/4)\Phi_0$)

недостатка. Стоит отметить, что современные технологии позволяют в значительной степени точно осуществлять два согласованных между собой контакта, откуда следует наибольшая перспективность пт-СКВИДов в силу их повышенной чувствительности к магнитному потоку [39]. Дальнейший анализ в обзоре относится к пт-СКВИДам.

На рис. 3, а представлена структурная схема пт-СКВИДа (по данным [40]), который состоит из сверхпроводящего кольца с симметричными джозефсоновскими переходами (J_1 и J_2). Через двухконтактный пт-СКВИД пропускается постоянный транспортный ток, более, чем вдвое, превышающий критический ток джозефсоновского перехода ($I \geq 2I_C$). При изменении приложенного к пт-СКВИДу магнитного потока возникает экранирующий ток I_S , который поддерживает магнитный поток внутри кольца, равным кратному числу флюксонов Φ_0 (экранирующий ток протекает в таком направлении и с таким значением, при котором результирующий магнитный поток будет кратен Φ_0). Это эквивалентно изменению критического тока джозефсоновского перехода (резистивное состояние будет наступать при меньших/больших токах в зависимости от магнитного потока). Таким образом, вольт-амперная характеристика пт-СКВИДа (рис. 3, б) будет осциллировать при изменении магнитного потока, что приведет к изменению падения напряжения V на пт-СКВИДЕ. Иными словами, имеет место следующее преобразование:

$$B \rightarrow \Phi \rightarrow I_C \rightarrow V. \quad (4)$$

Фундаментальные ограничения магнитометров на основе пт-СКВИДа

При работе с пт-СКВИДом, как и с любым сенсором, необходимо прежде всего задаться вопросом выбора рабочей точки на передаточной характеристике. Рабочая точка, по сути, определяет динамический диапазон и чувствительность измерительной системы. Очевидно, что наилучшее место для рабочей точки находится на наиболее крутом и линейном участке передаточной вольт-пото-

ковой характеристики, а именно в $(n + 1/4)\Phi_0$ точках (рис. 3, с).

Ограничения, связанные с линейным диапазоном пт-СКВИДа. Исходя из проведенного выше анализа может показаться, что, в принципе, достаточно лишь усилить выходной сигнал и получать информацию о магнитном поле, пронизывающем пт-СКВИД. Однако входное значение сигнала должно быть меньше Φ_0 (порядка $0,01 \Phi_0$), чтобы избежать нелинейных искажений выходного сигнала, поскольку рабочая точка будет двигаться по вольт-потоковой характеристике при изменении входного потока и достаточно быстро покинет линейный участок.

Ограничения, вносимые нелинейными искажениями, не позволяют в таком случае фиксировать более мощные магнитные поля. Более того, существование паразитных внешних магнитных полей приводит к необходимости считывания слабых сигналов лишь в экранированных помещениях. Для того чтобы преодолеть ограничения, связанные с линейным диапазоном пт-СКВИДа, на практике используют так называемую "петлю фиксации потока" или отрицательную обратную связь по магнитному потоку (*flux locked-loop*) [41].

Ограничения, связанные с $1/f$ -шумом. Шумовая характеристика всех электронных приборов и сенсоров (в том числе и СКВИДов) в частотной области складывается в общем случае из белого шума (равномерен по частоте) и так называемого фликкер-шума (*flicker noise*), который увеличивается с понижением частоты, или $1/f$ -шума. Если белый шум в основном однозначно связывают с шумом Джонсона (тепловым шумом, который пропорционален температуре и не зависит от частоты), то природа фликкер-шума в каждом отдельно взятом приборе различна. Обычно фликкер-шум характеризуется частотой среза f_C . Меньше этой частоты шумовая характеристика подчиняется закону $1/f$. Типичные частоты среза у низкотемпературных пт-СКВИДов составляют единицы и доли герц (более подробную информацию можно найти в источниках [42–45]).

Для высокотемпературных пт-СКВИДов эффекты фликкер-шума проявляются в более значительной степени и вызваны флюктуациями критического тока. Основной метод минимизации фликкер-шумов в этом случае заключается в модуляции тока смещения СКВИДа [46]. Таким образом, фликкер-шум является ограничением для измерений медленно меняющихся сигналов ввиду значительного влияния низкочастотных шумов. Для низкотемпературных СКВИДов эти шумы проявляются в меньшей степени, чем для высокотемпературных СКВИДов.

Ограничения, связанные с площадью пт-СКВИДа. Хотя сам сенсор, представляющий собой петлю

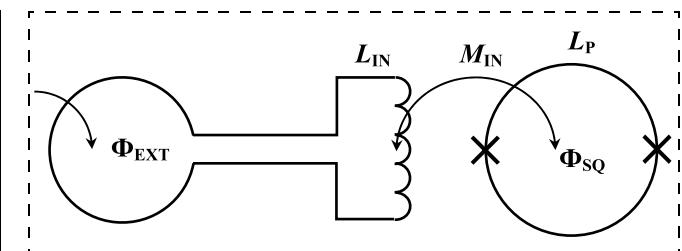


Рис. 4. Считывание магнитного поля через кольцо захвата сигнала
Fig. 4. Magnetic field reading with pick-up coil

сверхпроводника, может детектировать магнитный поток порядка долей флюксона, его детектирующая способность магнитного поля, вследствие его малой площади, оставляет желать лучшего.

Несмотря на то что шум магнитного потока $S_{\Phi, SQ}$ очень низкий, шум магнитного поля $S_{B, SQ}$ будет ограничен площадью самого пт-СКВИДа A_{SQ} :

$$S_{B, SQ} = \frac{S_{\Phi, SQ}}{A_{SQ}}. \quad (5)$$

Для улучшения шумовых характеристик используют так называемые "кольца захвата сигнала" (*pick-up coil*) с большей площадью, чем площадь петли пт-СКВИДа (рис. 4, построен и далее поясняется по данным работы [45]). Трансляция внешнего потока Φ_{ext} в пт-СКВИДе осуществляется через связанную с ним индуктивность:

$$\Phi_{ext} = \frac{L_P + L_{IN}}{M_{IN}} \Phi_{sq} = \frac{L_P + L_{IN}}{k \sqrt{L_P L_{IN}}} \Phi_{sq}, \quad (6)$$

где L_P и L_{IN} — индуктивность кольца захвата и связанной с пт-СКВИДом входной катушки соответственно; M_{IN} — взаимоиндукция пт-СКВИДа и катушки; k — коэффициент связи; Φ_{sq} — магнитный поток, пронизывающий пт-СКВИД.

Для наилучшего эффекта часто используют согласование индуктивностей пт-СКВИДа и кольца захвата посредством промежуточного трансформатора. Использование колец захвата позволяет достигать разрешения системы по магнитному полю вплоть до фитотеслового диапазона.

Заключение

Наиболее прецизионными сенсорами магнитного поля на сегодняшний день являются СКВИД-магнитометры. СКВИД представляет собой прибор сверхпроводящей электроники, который позволяет с колоссальной чувствительностью детектировать слабые изменения магнитного потока. Сфера применения сверхпрецизионных датчиков магнитного поля широка и разнообразна: бесконтактные методы контроля; биомедицина; геологоразведка и т. д. Наиболее чувствительными являются СКВИДы постоянного тока, состоящие из сверхпроводящего кольца, прерванного двумя пе-

реходами Джозефсона. Несмотря на то что в данный момент существуют сверхпроводники с высокой критической температурой, наиболее чувствительные магнитометры изготавливают на основе пт-СКВИДов с низкой критической температурой, которые работают в гелиевом диапазоне температур. Несмотря на высокую чувствительность, сами пт-СКВИДы имеют некоторые ограничения, не позволяющие использовать их как самостоятельные сенсорные устройства. Данные ограничения связаны: 1) с нелинейностью передаточной характеристики пт-СКВИДа, которая значительно ограничивает линейный диапазон измеряемых сигналов; 2) с малой площадью самого датчика, которая ограничивает его чувствительность к магнитному полю; 3) с фликкер-шумами пт-СКВИДа, которые не позволяют в полной мере раскрыть потенциал чувствительности таких магнитометров.

В части 2 работы будет представлен анализ существующих решений, позволяющих преодолеть описанные ограничения.

Список литературы

1. Chwala A., Stoltz R., Schmelz M. et al. SQUID Systems for Geophysical Time Domain Electromagnetics (TEM) at IPHT Jena // IEICE Trans. electron. 2015. Vol. E98-C (3). P. 167–173. doi: 10.1587/transele.E98. C. 167.
2. Масленников Ю. В. Магнитометрические системы на основе СКВИДов для биомедицинских применений: дис. ... д-ра техн. наук. Москва, 2016. 295 с.
3. Vettoliere A. SQUID based multichannel system for brain functional imaging: Ph. D. dissertation. Naples, 2012. 86 p.
4. Faley M. I., Kostyurina E. A., Kalashnikov K. V. et al. Superconducting Quantum Interferometers for Nondestructive Evaluation // Sensors. 2017. Vol. 17, no. 12: 2798. 16 p. doi: 10.3390/s17122798.
5. Великанов Д. А. Высокочувствительные методы исследования магнитных свойств кристаллических и пленочных магнитных систем: дис. ... д-ра ф.-м. наук. Красноярск, 2017. 436 с.
6. Lee S.-Y. Multi-channel scanning SQUID microscopy: Ph. D. dissertation. College Park, 2004. 255 p.
7. Sakai K. A Frequency-Division Multiplexing Readout System for Large-Format TES X-Ray Microcalorimeter Arrays towards Future Space Missions: Ph. D. dissertation. Tokyo, 2014. 120 p.
8. Herrera-May A. L., Aguilera-Cortés L. A., García-Ramírez P. J. et al. Resonant Magnetic Field Sensors Based On MEMS Technology // Sensors. 2009. Vol. 9 (10). P. 7785–7813. doi: 10.3390/s91007785.
9. Matlashov A. N., Schultz L. J., Espy M. A. et al. SQUIDS vs. Induction Coils for Ultra-Low Field Nuclear Magnetic Resonance: Experimental and Simulation Comparison // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2011. Vol. 21 (3). P. 465–468. doi: 10.1109/TASC.2010.2089402.
10. Tumanski S. Induction Coil Sensors – a Review // Measurement Science and Technology. 2007. Vol. 18 (3). P. R31–R46. doi: 10.1088/0957-0233/18/3/R01.
11. Бочаров Л. Ю., Мальцев П. П. Основные направления и перспективы развития квантовых информационных технологий за рубежом // Нано- и микросистемная техника. 2007. № 5. С. 2–10.
12. Jaklevic R. C., Lambe J., Silver A. H. et al. Quantum Interference Effects in Josephson Tunneling // Physical Review Letters. 1964. Vol. 12 (7). P. 159–160. doi: 10.1103/PhysRevLett.12.159.
13. Granata C., Vettoliere A. Nano Superconducting Quantum Interference device: A powerful tool for nanoscale investigations // Physics Reports. 2016. Vol. 614. P. 1–64. doi: 10.1016/j.physrep.2015.12.001.
14. Faley M. I., Poppe U., Urban K. et al. Noise properties of direct current SQUIDs with quasiplanar $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Josephson junctions // Appl. Phys. Lett. 1995. Vol. 67 (14). P. 2087–2089. doi: 10.1063/1.115087.
15. Новиков И. Л., Иванов Б. И., Кривецкий А. В. и др. Экспериментальное исследование шумовых свойств измерительного микроволнового тракта сверхпроводящих квантовых цепей // Доклады Академии Наук высшей школы Российской Федерации. Т. 26. 2015. С. 52–65. doi: 10.17212/1727-2769-2015-1-52-65.
16. Swenson J. A., Baker K. D. CMOS operational amplifier performance at cryogenic temperatures // Cryogenics. 1993. Vol. 33 (2). P. 215–221. doi: 10.1016/0011-2275(93)90140-J.
17. Chen T., Zhu C., Najafizadeh L. et al. CMOS reliability issues for emerging cryogenic Lunar electronics applications // Solid-State Electronics. 2006. Vol. 50 (6). P. 959–963. doi: 10.1016/j.sse.2006.05.010.
18. Yangbo Y., Zhe G., Haisong L. Modeling and Parameters Extraction Technique for the MOSFETs at Liquid Nitrogen Temperature // Chinese Journal of Electronics. 2009. Vol. 18 (2). P. 215–219.
19. Hoff J. R., Arora R., Cressler J. D. et al. Lifetime Studies of 130nm nMOS Transistors Intended for Long-Duration, Cryogenic High-Energy Physics Experiments. // IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record. 2011. 9 p. doi: 10.1109/NSSMIC.2011.6154083.
20. Mück M., Korn M., Mugford C. G. A. et al. Cryogenic direct current superconducting quantum interference device readout circuit // Review of Scientific Instruments. 2005. Vol. 76: 074701. 5 p. doi: 10.1063/1.1947880.
21. Badenhorst L. R. Cryogenic Amplifiers for Interfacing Superconductive Systems to room temperature electronics: Master of Science dissertation. Stellenbosch, 2008. 93 p.
22. Buchanan E. D., Benford D. J., Forgione J. B. Cryogenic Applications of Commercial Electronic Components / NASA Technical report. 2012. 13 p.
23. Ying H., Wier B. R., Dark J., et al. Operation of SiGe HBTs Down to 70 mK // IEEE Electron Device Letters. 2016. Vol. 38 (1). P. 12–13. doi: 10.1109/LED.2016.2633465.
24. Najafizadeh L., Adams J. S., Phillips S. D., et al. Sub-1-K Operation of SiGe Transistors and Circuits // IEEE Electron Device Letters. 2009. Vol. 30 (5). P. 508–510. doi: 10.1109/LED.2009.2016767.
25. Cressler J. D. Operation of SiGe bipolar technology at cryogenic temperatures // Journal de Physique IV Colloque. 1994. Vol. 4. P. C6-101–C6-110. doi: 10.1051/jp4:1994616.
26. Kamerlingh-Onnes H. Further experiments with Liquid Helium. D. On the change of Electrical Resistance of Pure Metals at very low Temperatures, etc. V. The Disappearance of the resistance of mercury // KNAW Proceedings. 1911. Vol. 14, P. 113–115.
27. London F., London H. The Electromagnetic Equations of the Supraconductor // Proc. Roy. Soc A. 1935. Vol. 149 (866). P. 71–88. doi: 10.1098/rspa.1935.0048.
28. Ginzburg V. L., Landau L. D. Zh. Eksp. Teor. Fiz. 20, 1064 (1950). English translation in: L. D. Landau, Collected papers (Oxford: Pergamon Press, 1965). 546 p.
29. Bardeen J., Cooper L. N., Schrieffer J. R. Theory of Superconductivity // Phys. Rev. 1957. Vol. 108 (5). P. 1175–1204. doi: 10.1103/PhysRev.106.162.
30. Meissner W., Oschsenfeld R. Ein Neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit // Naturwissenschaften. 1933. Vol. 21 (44). P. 787–788. doi: 10.1007/BF01504252.

31. **Abrikosov A. A.** On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group // Sov. Phus. JETP. 1957. Vol. 5 (6). P. 1174–1182.
32. **Josephson B. D.** Possible new effect in superconductive tunneling // Phys. Lett. 1962. Vol. 1 (7). P. 251–253. doi: 10.1016/0031-9163(62)91369-0.
33. **Nevala M.** Development of Niobium-Based Superconducting Junctions: Ph. D. dissertation. Jyväskylä, 2012. P. 78.
34. **Lacquaniti V., Maggi S., Polcari A.** et al. Fabrication and Characterization of SNS Josephson Junctions with an Aluminum Barrier // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2001. Vol. 11 (1). P. 1130–1133. doi: 10.1109/77.919547.
35. **Ramzia A., Charleboisa S. A., Krantz P.** Niobium and Aluminum Josephson Junctions Fabricated with a Damascene CMP Process // Physics Procedia. 2012. Vol. 36. P. 211–216. doi: 10.1016/j.phpro.2012.06.148.
36. **Drung D.** Introduction to Nb-Based SQUID Sensors // IEEE/CSC & ESAS SUPERCONDUCTIVITY NEWS FORUM. 2016. 16 p. URL: http://snf.ieee-csc.org/sites/ieee-csc.org/files/documents/snfs/abstracts/Drung_IntroductionToNb-Based-SQUIDSensors_Corrected.pdf.
37. **Doll R., Nähauer M.** Experimental Proof of Magnetic Flux Quantization in a Superconducting Ring // Physical Review Letters. 1962. Vol. 7 (2). P. 51–52. doi: doi.org/10.1103/PhysRevLett.7.51.
38. **Антонов Ю. Ф., Данилевич Я. Б.** Сверхпроводниковые топологические электрические машины. М.: Физматлит, 2009. 368 с.
39. **Fagaly R. L.** Superconducting quantum interference device instruments and applications // Review of Scientific Instruments. 2006. Vol. 77 (10). P. 101101–101101-45. doi: 10.1063/1.2354545.
40. **Clarke J., Braginski A. I.** The SQUID Handbook. Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2004. 409 p.
41. **Torrioli G., Bastia P., Piroc L., et al.** A cryo-amplifier working in a Double Loop-Flux Locked Loop scheme for SQUID readout of TES detectors // Proc. of SPIE. 2010. Vol. 7732. P. 8. doi: 10.1117/12.856430.
42. **Anton S. M., Birenbaum J. S., O'Kelley S. R., et al.** Magnetic Flux Noise in dc SQUIDs: Temperature and Geometry Dependence // Phys. Rev. Lett. 2013. Vol. 110: 147002. P. 5. doi: 10.1103/PhysRevLett.110.147002.
43. **Faley M. I., Poppe U., Urban K.** Noise properties of direct current SQUIDs with quasi planar $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Josephson junctions // Appl. Phys. Lett. 1995. Vol. 67 (14). P. 2087–2089. doi: 10.1063/1.115087.
44. **Mück M., Korn M., Mugford C. G. A., et al.** Measurements of 1/f noise in Josephson junctions at zero voltage: Implications for decoherence in superconducting quantum bits // Applied Physics Letters. 2005. Vol. 86: 012510. P. 3. doi: 10.1063/1.1846157.
45. **Wellstood F. C., Urbina C., Clarke J.** Flicker (1/f) noise in the critical current of Josephson junctions at 0.09–4.2 K // Applied Physics Letters. 2004. Vol. 85 (22). P. 5296–5298. doi: 10.1063/1.1826236.
46. **Fogbutti V.** A Novel Modulation Technique for 1/f Noise Reduction in dc SQUIDs // IEEE Transactions on Magnetics. 1987. Vol. 23 (2). P. 1150–1153. doi: 10.1109/TMAG.1987.1065126.
47. **Quantum Design.** SQUID Application Note 1052-202: Coupling Magnetic Signals to a SQUID Amplifier. 2001. URL: <https://www.qdusa.com/sitedocs/appNotes/squids/1052-202.pdf>.

A. A. Cherepanov, Postgraduate, Student, Design Engineer, SibIS LLC, 630082, Novosibirsk, Russian Federation, Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, cherepanov@sib-is.ru, **I. L. Novikov**, Ph. D., Senior Researcher of Quantum Cryogenic Electronics Lab., Novosibirsk, Russian Federation, Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, ilya_novikov@mail.ru, **V. Yu. Vasilev**, D. Sc., Professor, Deputy Director General, SibIS LLC, Novosibirsk, 630082, Russian Federation, Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, vasilev@sib-is.ru

Corresponding author:

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

Read-Out Electronics for dc-SQUID Magnetometers.

Part 1. Dc Magnetometers and their Limitations

Received on September 26, 2018

Accepted on October 30, 2018

This review deals with up to date researches and developments in the field of read-out electronics for dc Superconducting Quantum Interference Devices (dc-SQUID). This work consists of three parts. In the first one, some limitations of dc-SQUIDs, which do not allow to use these devices as finite magnetic field sensors, are considered. Causes of such limitations are related to non-linearity of transfer characteristic, that significantly reduces linear range of measureable signals, to tiny area of sensor, that reduces sensitivity of dc-SQUID to magnetic field, and to flicker noise of dc-SQUID, that does not allow to manifest all advantages of such magnetometers. In the second part, basic read-out electronic schemes are showed. Some limitations introduced by additional electronic schemes are examined. The third part of the work presents an analysis of some solutions in the sphere of cryogenic electronics as key elements in perspective magnetometer systems based on dc-SQUIDS.

Keywords: magnetic field sensors, dc-SQUID-magnetometers, limitations of SQUIDS

For citation:

Cherepanov A. A., Novikov I. L., Vasilev V. Yu. Read-Out Electronics for dc-SQUID Magnetometers. Part 1. Dc Magnetometers and their Limitations, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 40–51.

DOI: 10.17587/nmst.21.40-51

Introduction

The study of weak magnetic fields is a key task of a number of applications, such as geological exploration [1], biomedicine [2, 3], contactless control methods [4], methods for studying magnetic surface properties [5, 6], cryogenic particle detection [7], and etc. Most often, researchers are not interested in measuring the actual magnetic fields, but in studying the weak electrical currents that generate them. Of the currently known magnetic field sensors (magnetometers), the most sensitive are magnetometers based on superconducting quantum interferometers, the so-called SQUIDs (from the English. Superconducting QUantum Interference Device — SQUID). A comparison of the detected range of magnetometers of various types is shown in fig. 1, constructed according to the data of [8], from which one can see a significant advantage of SQUID magnetometers for measurements in the region of low and ultralow magnetic fields. The closest "competitor" of SQUID magnetometers in sensitivity are the so-called search coils (*search coil*). However, the resolution of such devices is much worse and amounts to tens of fT/\sqrt{Hz} [9]. In addition, the cut-off frequency of the flicker noise of magnetometers based on search coils is greater than that of a SQUID magnetometer and is tens of kilohertz, which narrows the scope of application of such devices [10]. This explains the interest in the subject of SQUIDs of different research groups presented in the review [11].

The SQUID-based magnetometer, the design of which was first proposed in 1964 [12], is a superconducting closed loop interrupted by one or more so-called Josephson Junction transitions (JJ). The scheme of such a device (SQUID) is shown in fig. 2, *a*, built according to the data of [13], and its equivalent circuit is shown in fig. 2, *b*. The advantage of this design is the very high sensitivity to changes in the magnetic flux penetrating this circuit, and this circumstance is the source of great interest in this type of instrument.

However, due to the fact that the SQUID magnetometer is a device for superconducting electronics, this imposes certain restrictions on the temperature at which the sensor operates. The most sensitive SQUID magnetometers ("low temperature") operate in the helium temperature range <4.2 K, since the SQUID intrinsic noise level decreases with decreasing temperature [14]. — Accordingly, such SQUID magnetometers are placed in special cryostats (see, for example, the source of information [15]).

Like any sensor, SQUID-based magnetometers require the use of electronic scheme (at least a signal amplifier) for reading and further processing of a weak detected signal. One of the main problems is that the operability of the electronic component base required for reading the signal from the SQUIDs of the electronic component base is limited to the temperature range — 60...125 °C, standardized for electronic components. The solution to this problem is possible in two ways:

1) using signal processing electronics under standardized temperature conditions outside the cryostat, which requires the use of long communication wires and therefore increases noise, 2) using electronic devices in cryogenic conditions as close as possible to SQUID, which guarantees the minimum noise level at the input of the processing electronics.

The second option seems the most promising. There are studies of the performance of electronic components under the conditions of their cooling with liquid nitrogen (77.4 K) [16—19], which generally showed the possibility of such an application. Studies of the functioning of electronic components at helium temperatures (4.2 K) were also conducted (see, for example, sources of information [20, 21]. Features of the functioning of basic electronic components — transistors at liquid helium temperature were also described in a number of sources [22—25].

However, as of the beginning of 2018, no systematic or generalized data on the features of the functioning of microelectronic components in the helium temperature range, as well as the formulated technical requirements for the parameters and design methodology and testing of readout electronic devices, were found in available information sources.

Formulation of the problem

Thus, the research and development of electronic devices for reading and processing weak signals from magnetometers at helium temperatures is a modern actual problem. In this review, an attempt has been made to analyze the current state and ongoing research and development in the field of reading electronics for direct current SQUID-magnetometers (further, dc-SQUID). The ultimate goal of the work is to formulate a list of requirements that modern electronic devices for processing SQUID data and their microelectronic components must meet.

The work consists of three parts. In part 1 of the work, the main limitations of low-temperature dc-SQUIDs are considered, which do not allow using them as terminal devices for detecting magnetic fields. In part 2, the basic electronic circuits for reading a useful signal from dc-SQUIDs discussed in the literature are considered and the main limitations introduced by additional electronic strapping are considered. The final part of the paper presents an analysis of the discussed solutions in the field of electronics for cryogenic applications, as a key element in promising SQUID-magnetometer systems. This issue of the journal publishes part 1 of the work.

A brief description of the dc-SQUID

The following is a brief overview of the principle of the dc-SQUID and the fundamental quantum phenomena underlying its work, namely, superconductivity and the Josephson effect.

The phenomenon of superconductivity is the property of some materials to have zero electrical resistance at

temperatures below the critical (T_c). This phenomenon was discovered empirically in 1911 by Kamerlingh-Onnes [26]. To explain the phenomenon of superconductivity, a phenomenological approach was initially used (the theory of the London brothers [27]) and the more general Ginzburg-Landau theory [28]. In 1957, a theoretical substantiation of this phenomenon was obtained at the microscopic level, known as the BCS theory (Bardeen, Cooper, Schrieffer) [29].

It should be noted that the phenomenon of superconductivity is of a quantum nature and cannot be fully perceived as a phenomenon of non-dissipative current flow (ideal conductivity). In addition to the absence of losses (electrical resistance), the material in the superconducting state is characterized by the property of displacing the magnetic field from its volume (the effect of Meissner [30]), which makes the superconductor similar to a diamagnetic. This effect is a feature of superconductors, showing a change in the phase state of the electronic subsystem. According to the degree of extrusion of the magnetic field (partial or complete), superconductors are divided into superconductors of the Type I and Type II: the former includes mostly pure metals, the latter — various alloys. Abrikosov [31] made a great contribution to the development of the theory of the Type II superconductors.

For practical application, Type II superconductors have the greatest interest, since the values of the critical temperatures, at which a phase transition between the normal and superconducting states is possible for them are much higher than those for pure metals. Thus, the characteristic values of these temperatures lie above 20 K for superconductors of the Type II, while for pure metals these temperatures are in units of Kelvin. However, the significant technological difficulties of the currently widely used microelectronic technology, arising in the manufacture of superconducting electronics structures from superconductors with an increased critical temperature, lead to the use of two materials in the framework of this technology: niobium ($T_c \approx 9$ K) and aluminum ($T_c \approx 1$ K).

Josephson effect (discovered by B. Josephson in 1962 [32]) is of particular importance in science and technology. The essence of the effect lies in the flow of superconducting current through the potential barrier in the absence of an applied external voltage, which distinguishes it from the trivial quantum tunneling. The theoretical substantiation of this phenomenon is based on the consideration of the influence of the phase difference ($\phi_2 - \phi_1$) of ordering parameters of the system (Δ) for two superconductors with weak coupling. If the connection of superconductors with each other is sufficiently weak (the barrier is slightly transparent), then a superconducting current occurs through the Josephson junction, even in the absence of an applied potential difference:

$$I_S = I_C \sin(\phi_2 - \phi_1), \quad (1)$$

where $I_C = \frac{\pi \Delta^2}{4eT_C R}$ — the critical current of the Josephson junction, in which the superconductivity of the contact still remains; e — electron charge; T_C — critical transition temperature; R — contact resistance.

In essence, the Josephson effect is the tunneling of superconducting charge carriers, which by their nature are a Bose-condensed coherent electron system consisting of Cooper pairs (quasi-particles formed by two bound electrons).

The most popular types of structures for forming the Josephson junction are:

- 1) SIS transition from Superconductor-Insulator-Superconductor [33];
- 2) SNS transition from the "Superconductor-Normal Metal Superconductor" [34];
- 3) bridge-transition or bridge-type transition [35].

Perspective from the point of view of characteristics are structures of the first type, realized, for example, in the form of niobium-based transitions [36].

Superconducting quantum SQUID interferometers are one of the most common applications of structures based on Josephson junctions. This class of devices is essentially a super-precision magnetic flux sensor capable of detecting super-weak magnetic fields of the order of 10^{-15} Wb.

In addition to the above effects (superconductivity, the Josephson effect), the effect of quantization of the magnetic flux is used in SQUIDs, which consists in the following. The current in the superconducting ring is adjusted in such a way that the magnetic flux penetrating the ring is a multiple of the magnetic flux quantum — the fluxon (Φ_0):

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Wb}, \quad (2)$$

where h — Planck constant.

This is due to the fact that charge carriers in a superconductor — "Cooper pairs" — are coherent with each other and change their state simultaneously, and their state is described by a common wave function [37]. The magnetic field affects the phase of the wave function of Cooper pairs through a change in their momentum. The uniqueness of the wave function in a closed loop requires the quantization of the pulse. Quantization of the magnetic field integral over a closed contour far from the inner edge of a superconducting ring from the generalized momentum of Cooper pairs is essentially a quantized magnetic flux Φ [38]:

$$\iint H ds = \Phi = m \frac{h}{2e}, \quad (3)$$

where $m = 0, 1, 2, 3, \dots$

There are two types of SQUIDS: direct current (dc-SQUID) and radio frequency (rf-SQUID). The former consist of two Josephson junctions closed in a superconducting ring, and the latter from a single junc-

tion, also closed in a superconducting ring. The advantage of the dc-SQUID is increased sensitivity to magnetic flux in comparison with the rf-SQUID. For a long time, the deficiency of the dc-SQUID was the deterioration of sensitivity due to the asymmetry of the interferometer arms (the inevitable technological mismatch of the parameters of the Josephson junctions), but the rf-SQUIDs are devoid of this disadvantage. It is worth noting that modern technologies allow, to a significant degree, to make two mutually consistent contacts, from which follows the highest prospects for dc-SQUIDs due to their increased sensitivity to magnetic flux [39]. Further analysis in the review refers to dc-SQUIDs.

In fig. 3, *a* a block diagram of a dc-SQUID (according to [40]) is presented, which consists of a superconducting ring with symmetric Josephson junctions (J_1 and J_2). Through a two-junction dc-SQUID, a constant transport current is passed, more than twice, exceeding the critical current of the Josephson junction ($I \geq 2I_C$). When the magnetic flux applied to the dc-SQUID, a shielding current arises that maintains the magnetic flux inside the ring equal to a multiple of the number of fluxons (the shielding current flows in such a direction and with such a value that the resulting magnetic flux will be a multiple Φ_0). This is equivalent to a change in the critical current of the Josephson junction (the resistive state will occur at lower/higher currents depending on the magnetic flux). Thus, the volt-ampere characteristic of a dc-SQUID (fig. 3, *b*) will oscillate with a change in the magnetic flux, which will lead to a change in the voltage drop across the dc-SQUID. In other words, the following transformation takes place:

$$B \rightarrow \Phi \rightarrow I_C \rightarrow V. \quad (4)$$

Fundamental limitations of dc-SQUID based magnetometers

When working with a dc-SQUID, as with any sensor, it is first necessary to ask the choice of operating point on the transfer characteristic. The operating point, in fact, determines the dynamic range and sensitivity of the measuring system. It is obvious that the best place for the working point is located on the most steep and linear part of the transfer volt-current characteristic, namely at the points (fig. 3, *c*).

Limitations associated with the linear range of a dc-SQUID. Based on the above analysis, it may seem that, in principle, it is sufficient only to amplify the output signal and obtain information about the magnetic field penetrating the dc-SQUID. However, the input value of the signal should be less (about $0.01 \Phi_0$) to avoid nonlinear distortion of the output signal, since the operating point will move along the volt-current characteristic when the input flow changes and leaves the linear section rather quickly.

The restrictions imposed by nonlinear distortions do not allow in this case to fix more powerful magnetic fields. Moreover, the existence of parasitic external magnetic fields makes it necessary to read out weak

signals only in shielded rooms. In order to overcome the limitations associated with the linear range of a dc-SQUID, in practice they use the negative magnetic flux feedback (flux locked-loop) [41].

Limitations related to $1/f$ noise. The noise characteristic of all electronic devices and sensors (including SQUIDs) in the frequency domain is composed in the general case of white noise (uniform in frequency) and so-called flicker noise, which increases with decreasing frequency, or $1/f$ noise. If white noise is mainly uniquely associated with Johnson noise (thermal noise, which is proportional to temperature and does not depend on frequency), then the nature of flicker noise in each individual device is different. Usually flicker noise is characterized by the cut-off frequency f_C . Less than this frequency, the noise characteristic obeys the $1/f$ law. Typical cut-off frequencies for low-temperature dc-SQUIDs are units and fractions of Hz (for more information, see the sources [42–45]).

For high-temperature dc-SQUIDs, the effects of flicker noise are more pronounced and are caused by fluctuations of the critical current. The main method of minimizing flicker noise in this case is to modulate the bias current of the SQUID [46]. Thus, flicker noise is a limitation for measurements of slowly varying signals due to the significant influence of low-frequency noise. For low-temperature SQUIDs, this noise is less pronounced than for high-temperature SQUIDs.

Restrictions associated with the area of dc-SQUID. Although the sensor itself, which is a superconductor loop, can detect magnetic flux on the order of fractions of fluxon, its detecting ability of the magnetic field, due to its small area, leaves much to be desired.

Although the magnetic flux noise $S_{\Phi, SQ}$ is very low, the magnetic field noise $S_{B, SQ}$ will be limited by the area of the dc-SQUID itself A_{SQ} :

$$S_{B, SQ} = \frac{S_{\Phi, SQ}}{A_{SQ}}. \quad (5)$$

To improve the noise characteristics, so-called "signal (pick-up coils)" are used, with a larger area than the area of a dc-SQUID loop (fig. 4, constructed and further explained according to the data of [45]). Transmission of the external flow Φ_{ext} in the dc-SQUID is carried out through the inductance connected with it:

$$\Phi_{ext} = \frac{L_P + L_{IN}}{M_{IN}} \Phi_{sq} = \frac{L_P + L_{IN}}{l\sqrt{L_P L_{IN}}} \Phi_{sq}, \quad (6)$$

where L_P and L_{IN} — inductance of the capture ring and the input-coil connected with the dc-SQUID, respectively; M_{IN} — mutual induction of a dc-SQUID and a coil; k — coupling coefficient, Φ_{sq} — input magnetic flux of dc-SQUID.

For the best effect, the inductance matching of a dc-SQUID and a gripping ring by means of an intermediate transformer is often used. The use of capture rings allows us to achieve a system resolution in a magnetic field down to the femto-Tesla range.

Conclusion

The most precise magnetic field sensors today are SQUID magnetometers. SQUID is a device of superconducting electronics, which allows detecting weak changes in magnetic flux with colossal sensitivity. The scope of application of super precision magnetic field sensors is wide and varied — contactless control methods, biomedicine, geological exploration, etc. The most sensitive are SQUIDs of direct current, consisting of a superconducting ring interrupted by two Josephson junctions. Despite the fact that at the moment there are superconductors with a high critical temperature, the most sensitive magnetometers are made on the basis of dc-SQUIDs with a low critical temperature, which operate in the helium temperature range. Despite the high sensitivity, the dc-SQUIDs themselves have some limitations that do not allow using them as independent sensory devices. These limitations are related to: 1) the non-linearity of the transfer characteristic of a dc-SQUID, which significantly limits the linear range of the measured signals; 2) a small area of the sensor itself, which limits its sensitivity to a magnetic field; 3) flicker noise of a dc-SQUID, which does not allow to fully reveal the potential of sensitivity of such magnetometers.

Part 2 of the paper will present an analysis of existing solutions to overcome the described limitations.

References

1. Chwala A., Stolz R., Schmelz M. et al. SQUID Systems for Geophysical Time Domain Electromagnetics (TEM) at IPHT Jena, *IEICE Trans. electron.*, 2015, vol. E98-C (3), pp. 167–173. doi: 10.1587/transe.E98.C.167.
2. Maslennikov Yu. V. Magnitometricheskie sistemy' na osnove SKVIDov dlya biomedicinskix primenij: dis. ... d-ra. tex. nauk. Moscow, 2016. 295 p. (in Russian).
3. Vettoliere A. SQUID based multichannel system for brain functional imaging: Ph. D. dissertation. Naples, 2012. 86 p.
4. Faley M. I., Kostyurina E. A., Kalashnikov K. V. et al. Superconducting Quantum Interferometers for Nondestructive Evaluation, *Sensors*, 2017, vol. 17 (12): 2798, pp. 16. doi: 10.3390/s17122798.
5. Velikanov D. A. Vy'sokochuvstvitel'ny'e metody' issledovaniya magnitny'x svojstv kristallicheskix i plyonochny'x magnitny'x sistem: dis. ... d-ra. f.-m. nauk. Krasnoyarsk, 2017. 436 p. (in Russian).
6. Lee S.-Y. Multi-channel scanning SQUID microscopy: Ph. D. dissertation. College Park, 2004. 255 p.
7. Sakai K. A Frequency-Division Multiplexing Readout System for Large-Format TES X-Ray Microcalorimeter Arrays towards Future Space Missions: Ph. D. dissertation. Tokyo, 2014. 120 p.
8. Herrera-May A. L., Aguilera-Cortés L. A., García-Ramírez P. J., et al. Resonant Magnetic Field Sensors Based On MEMS Technology, *Sensors*, 2009, vol. 9 (10), pp. 7785–7813. doi: 10.3390/s91007785.
9. Matlashov A. N., Schultz L. J., Espy M. A. et al. SQUIDs vs. Induction Coils for Ultra-Low Field Nuclear Magnetic Resonance: Experimental and Simulation Comparison, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2011, vol. 21 (3), pp. 465–468. doi: 10.1109/TASC.2010.2089402.
10. Tumanski S. Induction Coil Sensors — a Review, *Measurement Science and Technology*, 2007, vol. 18 (3), pp. R31–R46. doi: 10.1088/0957-0233/18/3/R01.
11. Bochapov L. Yu., Maltcev P. P. Osnovny'e napravleniya i perspektivy' razvitiya kvantovykh informacionnykh tekhnologij za rubejom, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2007, no. 5, pp. 2–10 (in Russian).
12. Jaklevic R. C., Lambe J., Silver A. H. et al. Quantum Interference Effects in Josephson Tunneling, *Physical Review Letters*, 1964, vol. 12 (7), pp. 159–160, doi: 10.1103/PhysRevLett.12.159.
13. Granata C., Vettoliere A. Nano Superconducting Quantum Interference device: A powerful tool for nanoscale investigations, *Physics Reports*, 2016, vol. 614, pp. 1–64, doi: 10.1016/j.physrep.2015.12.001.
14. Faley M. I., Poppe U., Urban K. et al. Noise properties of direct current SQUIDs with quasi planar $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Josephson junctions, *Appl. Phys. Lett.*, 1995, vol. 67 (14), pp. 2087–2089, doi: 10.1063/1.115087.
15. Novikov I. L., Ivanov B. I., Kriveczkij A. V. et al. E'ksperimental'noe issledovanie shumovy'x svojstv izmeritel'nogo mikrovolnovogo trakta sverxprovodystashhix kvantovy'x cepej, *Doklady Akademii Nauk Vy'sshej Shkoly' Rossijskoj Federacii*, 2015, vol. 26, pp. 52–65, doi: 10.17212/1727-2769-2015-1-52-65 (in Russian).
16. Swenson J. A., Baker K. D. CMOS operational amplifier performance at cryogenic temperatures, *Cryogenics*, 1993, vol. 33 (2), pp. 215–221. doi: 10.1016/0011-2275(93)90140-J.
17. Chen T., Zhu C., Najafizadeh L. et al. CMOS reliability issues for emerging cryogenic Lunar electronics applications, *Solid-State Electronics*, 2006, vol. 50 (6), pp. 959–963, doi: 10.1016/j.sse.2006.05.010.
18. Yangbo Y., Zhe G., Haisong L. Modeling and Parameters Extraction Technique for the MOSFETs at Liquid Nitrogen Temperature, *Chinese Journal of Electronics*, 2009, vol. 18 (2), pp. 215–219.
19. Hoff J. R., Arora R., Cressler J. D. et al. Lifetime Studies of 130nm nMOS Transistors Intended for Long-Duration, Cryogenic High-Energy Physics Experiments, *IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*, 2011, 9 p. doi: 10.1109/NSSMIC.2011.6154083
20. Mück M., Korn M., Mugford C. G. A., et al. Cryogenic direct current superconducting quantum interference device readout circuit, *Review of Scientific Instruments*, 2005, vol. 76: 074701, 5 p. doi: 10.1063/1.1947880
21. Badenhorst L. R. Cryogenic Amplifiers for Interfacing Superconductive Systems to room temperature electronics: Master of Science dissertation. Stellenbosch, 2008. 93 p.
22. Buchanan E. D., Benford D. J., Forgione J. B. Cryogenic Applications of Commercial Electronic Components, NASA Technical report. 2012. 13 p.
23. Ying H., Wier B. R., Dark J., et al. Operation of SiGe HBTs Down to 70 mK, *IEEE Electron Device Letters*, 2016, vol. 38 (1), pp. 12–13, doi: 10.1109/LED.2016.2633465.
24. Najafizadeh L., Adams J. S., Phillips S. D., et al. Sub-1-K Operation of SiGe Transistors and Circuits, *IEEE Electron Device Letters*. 2009, vol. 30 (5), pp. 508–510, doi: 10.1109/LED.2009.2016767.
25. Cressler J. D. Operation of SiGe bipolar technology at cryogenic temperatures, *Journal de Physique IV Colloque*, 1994, vol. 4. pp. C6-101–C6-110. doi: 10.1051/jp4:1994616.
26. Kamerlingh-Onnes H. Further experiments with Liquid Helium. D. On the change of Electrical Resistance of Pure Metals at very low Temperatures, etc. V. The Disappearance of the resistance of mercury, *KNAW Proceedings*, 1911, vol. 14, pp. 113–115.
27. London F., London H. The Electromagnetic Equations of the Supraconductor, *Proc. Roy. Soc. A.*, 1935, vol. 149 (866), pp. 71–88. doi: 10.1098/rspa.1935.0048.
28. Ginzburg V. L., Landau L. D. Zh. Eksp. Teor. Fiz. 20, 1064 (1950). English translation in: L. D. Landau, Collected papers, Oxford: Pergamon Press, 1965, 546 p.

29. Bardeen J., Cooper L. N., Schrieffer J. R. Theory of Superconductivity, *Phys. Rev.*, 1957, vol. 108 (5), pp. 1175–1204, doi: 10.1103/PhysRev.106.162.
30. Meissner W., Oschsenfeld R. Ein Neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit, *Naturwissenschaften*, 1933, vol. 21 (44), pp. 787–788, doi: 10.1007/BF01504252.
31. Abrikosov A. A. On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group, *Sov. Phus. JETP*, 1957, vol. 5 (6), pp. 1174–1182.
32. Josephson B. D. Possible new effect in superconductive tunneling, *Phys. Lett.*, 1962, vol. 1 (7), pp. 251–253. doi: 10.1016/0031-9163(62)91369-0.
33. Nevala M. Development of Niobium-Based Superconducting Junctions: Ph. D. dissertation. Jyväskylä, 2012. 78 p.
34. Lacquaniti V., Maggi S., Polcari A., et al. Fabrication and Characterization of SNS Josephson Junctions with an Aluminum Barrier, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2001, vol. 11 (1), pp. 1130–1133. doi: 10.1109/77.919547.
35. Ramzia A., Charlebois S. A., Krantz P. Niobium and Aluminum Josephson Junctions Fabricated with a Damascene CMP Process, *Physics Procedia*, 2012, vol. 36, pp. 211–216. doi: 10.1016/j.phpro.2012.06.148.
36. Drung D. Introduction to Nb-Based SQUID Sensors, *IEEE/CSC & ESAS SUPERCONDUCTIVITY NEWS FORUM*, 2016. 16 p., available at: http://snf.ieeeesc.org/sites/ieeeesc.org/files/documents/snf/abstracts/Drung_IntroductionToNb-Based-SQUIDSensors_Corrected.pdf.
37. Doll R., Näbauer M. Experimental Proof of Magnetic Flux Quantization in a Superconducting Ring, *Physical Review Letters*, 1962, vol. 7 (2), pp. 51–52, doi: doi.org/10.1103/PhysRevLett.7.51.
38. Antonov Yu. F., Danilevich Ya. B. *Sverkhprovodnikovy'e topologicheskie elektricheskie mashiny*, Moscow, Fizmatlit, 2009, 368 p. (in Russian).
39. Fagaly R. L. Superconducting quantum interference device instruments and applications, *Review of Scientific Instruments*, 2006, vol. 77 (10), pp. 101101–101101-45, doi: 10.1063/1.2354545.
40. Clarke J., Braginski A. I. *The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2004. 409 p.
41. Torrioli G., Bastia P., Piroc L. et al. A cryo-amplifier working in a Double Loop-Flux Locked Loop scheme for SQUID readout of TES detectors, *Proc. of SPIE*, 2010, vol. 7732: 77324, 8 p. doi: 10.1117/12.856430.
42. Anton S. M., Birenbaum J. S., O'Kelley S. R. et al. Magnetic Flux Noise in dc SQUIDS: Temperature and Geometry Dependence, *Phys. Rev. Lett.*, 2013, vol. 110: 147002. 5 p. doi: 10.1103/PhysRevLett.110.147002.
43. Faley M. I., Poppe U., Urban K. Noise properties of direct current SQUIDS with quasiplanar $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Josephson junctions, *Applied Physics Letters*, 1995, vol. 67 (14), pp. 2087–2089. doi: 10.1063/1.115087.
44. Mück M., Korn M., Mugford C. G. A. et al. Measurements of $1/f$ noise in Josephson junctions at zero voltage: Implications for decoherence in superconducting quantum bits, *Applied Physics Letters*, 2005, vol. 86: 012510, 3 p. doi: 10.1063/1.1846157.
45. Wellstood F. C., Urbina C., Clarke J. Flicker ($1/f$) noise in the critical current of Josephson junctions at 0.09–4.2 K, *Applied Physics Letters*, 2004, vol. 85 (22), pp. 5296–5298. doi: 10.1063/1.1826236.
46. Fogbetti V. A Novel Modulation Technique for $1/f$ Noise Reduction in dc SQUIDS, *IEEE Transactions on Magnetics*, 1987, vol. 23 (2), pp. 1150–1153. doi: 10.1109/TMAG.1987.1065126.
47. Quantum Design. SQUID Application Note 1052-202: Coupling Magnetic Signals to a SQUID Amplifier. 2001, available at: <https://www.qdusa.com/sitedocs/appNotes/squids/1052-202.pdf>.

УДК 621.3.049.77.002.5

DOI: 10.17587/nmst.21.51-64

В. П. Драгунов, д-р техн. наук, проф., e-mail: drag@adm.nstu.ru, **Д. И. Остертак**, канд. техн. наук, доц., e-mail: ostertak@ngs.ru, **Р. Е. Синицкий**, магистрант, e-mail: sinitsky.rodion@yandex.ru, Новосибирский государственный технический университет

ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИЙ МИКРОЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИЙ ГЕНЕРАТОР С НЕПРЕРЫВНОЙ ГЕНЕРАЦИЕЙ ТОКА В РЕЖИМЕ АВТОСТАБИЛИЗАЦИИ

Поступила в редакцию 02.10.2018

Проводится анализ работы электростатического микромеханического генератора на основе дупликатора Беннетта с одним переменным конденсатором, содержащим встроенный заряд, и резистором нагрузки в цепи накопительного конденсатора. Показано, что подключение нагрузки параллельно накопительному конденсатору может приводить к режиму автостабилизации в модифицированной схеме микрогенератора на основе дупликатора Беннетта, даже при глубине модуляции емкости переменного конденсатора $\eta \geq 2$. Получены выражения для расчета основных параметров микрогенератора в этом режиме автостабилизации. Установлено, что режим автостабилизации при $\eta \geq 2$ и заданном сопротивлении нагрузки наступает, только если глубина модуляции емкости η меньше некоторого критического значения η_{cr} , превышение которого приведет к возобновлению режима неограниченного монотонного роста напряжений и зарядов в схеме. Показано, что в отличие от случая с $\eta < 2$, в случае $\eta \geq 2$ в установившемся режиме автостабилизации ток через сопротивление нагрузки не прекращается. Установлено, что значения всех основных характеристик микрогенератора при заданной глубине модуляции емкости уменьшаются при уменьшении сопротивления нагрузки.

Ключевые слова: МЭМС, МЭМП, дупликатор Беннетта, режим автостабилизации, микрогенератор, критические значения

Введение

Вот уже несколько десятилетий наблюдается неуклонный и быстрый рост количества и номенклатуры изделий микросистемной техники. Значительную часть изделий микросистемной техники составляют микроэлектромеханические системы (МЭМС). Причем среднегодовой рост мирового рынка МЭМС, в которых реализуется и используется совокупность механических и электрических взаимодействий и связей, даже опережает рост рынка электронных компонентов. Технологии микросистемной техники открывают новые возможности, способствующие повышению чувствительности, надежности, отказоустойчивости и снижению энергопотребления изделий на основе МЭМС. В настоящее время МЭМС находят применение в промышленной электронике, ВПК и аэрокосмической технике, в системах безопасности, автомобильной электронике, светотехнике, потребительской и медицинской электронике, в торговом оборудовании. При этом значительная часть технологических направлений МЭМС находится на ранних этапах развития "жизненного цикла". Сегодня примерно половина направлений МЭМС находится на этапах "Внедрение" и "Развитие" [1].

Одним из интенсивно развивающихся направлений электроники в настоящее время являются беспроводные устройства и сенсорные сети (БСС) на их основе. Области применения БСС непрерывно расширяются, а сами устройства и сети на их основе совершенствуются и усложняются [2, 3].

В настоящее время наиболее распространеными источниками питания для БСС являются традиционные батареи и аккумуляторы, требующие периодической замены или заряда, что не всегда возможно или экономически целесообразно. Для решения данной проблемы активно исследуются пути увеличения энергоемкости традиционных источников [4, 5], а также разрабатываются и исследуются новые виды автономных источников питания, преобразующих энергию окружающей среды в электрическую энергию непосредственно на месте размещения узла БСС [6, 7].

Вследствие доступности и достаточной удельной мощности перспективным направлением является разработка преобразователей, использующих энергию механических колебаний и вибраций, а благодаря совместимости с интегральной технологией наибольший интерес представляют электростатические микроэлектромеханические преобразователи (МЭМП) [8, 9].

Чтобы передать полученную электрическую энергию в нагрузку МЭМП включают в состав соответствующих электрических схем (схем сопряжения) [10, 11]. Такая система в целом представляет собой своеобразный микрогенератор (МГ) [8].

Параметры МГ существенно зависят как от конструкции и характеристик МЭМП, так и от схемы сопряжения. Выбор схемы сопряжения на этапе проектирования МГ является важнейшей задачей.

Одними из наиболее перспективных схем сопряжения для электростатических МГ в настоящее время являются схема дупликатора Беннетта и ее модификации [12–17]. Данные схемы позволяют существенно увеличить вырабатываемую энергию, но имеют ряд недостатков: необходимость сообщения МЭМП начального заряда, что требует применения специальных схем управления, потребляющих энергию; неконтролируемый рост напряжений, приводящий к пробою элементов схемы, и возможность функционирования только при глубине модуляции емкости переменного конденсатора $\eta = C_{\max}/C_{\min} > 2$ (для одноконденсаторного преобразователя), что останавливает работу схемы при уменьшении амплитуды механических колебаний. Все это стимулирует поиск новых решений, лишенных данных недостатков.

В работе [18] была предложена схема сопряжения на основе дупликатора Беннетта с переменным конденсатором, содержащим встроенный заряд, что исключало необходимость сообщения начального заряда МЭМП. В работе [19] было также показано, что данная схема сохраняет работоспособность и при $\eta < 2$, причем в этом случае реализуется режим автостабилизации напряжений и зарядов. Таким образом, на основе схемы, предложенной в [19], появилась возможность создавать МГ, работающие при малых амплитудах внешних механических колебаний, когда глубина модуляции емкости МЭМП $\eta < 2$ [20]. Однако неконтролируемый рост напряжений, приводящий к пробою элементов схемы при возрастании амплитуды внешних механических колебаний, в схемах работ [18] и [20] остался.

Целью данной работы является анализ модифицированной схемы дупликатора Беннетта с переменным конденсатором, содержащим встроенный заряд, и дополнительным резистором в цепи накопительного конденсатора, лишенной указанного выше недостатка.

Модель

Модифицированная электрическая схема МГ на основе дупликатора Беннетта с одним переменным конденсатором, содержащим встроенный заряд, представлена на рис. 1. Схема содержит: переменный конденсатор C_{var} — МЭМП; два постоянных конденсатора C_1 (накопительный конденсатор) и C_2 ; три диода $D_{1,2,3}$. Для создания встроенного электрического поля в C_{var} используется электрет — диэлектрик со встроенным за-

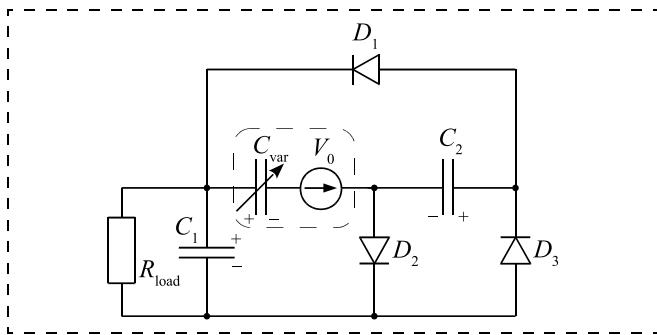


Рис. 1. Электрическая схема МГ с электретом
Fig. 1. Electret microgenerator electrical circuit

рядом, расположенный на одном из электродов переменного конденсатора. Эквивалентная схема конденсатора с электретом представлена на рис. 1 модулем C_{var} и источником питания V_0 в цепи переменного конденсатора. Нагрузка R_{load} подключена параллельно конденсатору C_1 .

Преобразование механической энергии в электрическую происходит при периодическом изменении под действием внешней механической силы емкости переменного конденсатора C_{var} между C_{max} и C_{min} .

Полный цикл преобразования энергии у данной схемы включает две чередующиеся фазы: фазу заряда и фазу разряда переменного конденсатора C_{var} .

В фазе заряда C_{var} , когда под действием внешней механической силы его емкость увеличивается, диоды D_1 и D_2 оказываются включенными в прямом направлении, а диод D_3 в обратном, по цепям $V_0 \rightarrow C_2 \rightarrow D_1 \rightarrow C_{var}$ и $V_0 \rightarrow D_2 \rightarrow (C_1, R_{load}) \rightarrow C_{var}$ протекают токи, заряжающие C_{var} и разряжающие C_1 и C_2 .

В фазе разряда конденсатора C_{var} , когда под действием внешней механической силы его емкость уменьшается, диоды D_1 и D_2 оказываются включенными в обратном направлении, а диод D_3 в прямом, по цепи $C_{var} \rightarrow (C_1, R_{load}) \rightarrow C_2 \rightarrow V_0$ протекает ток, разряжающий C_{var} и заряжающий C_1 и C_2 .

После этого цикл преобразования повторяется.

Система уравнений, описывающая работу данной схемы, может быть представлена в следующем виде:

$$\begin{aligned} \frac{dq}{dt} &= I_{D_2} - I_{D_3} + I_{D_1}; \\ \frac{dq_{C_2}}{dt} &= I_{D_3} - I_{D_1}; \\ \frac{dq_{C_1}}{dt} &= I_{D_3} - I_{D_2} - I_{R_{load}}, \end{aligned} \quad (1)$$

где q — заряд конденсатора C_{var} ; q_{C_2} и q_{C_1} — заряды конденсаторов C_2 и C_1 , соответственно; I_{D_i} — токи диодов D_1 , D_2 и D_3 .

Анализ схемы в отсутствии нагрузки. Сначала проведем анализ работы генератора в квазистатическом режиме в отсутствии нагрузки ($R_{load} = \infty$). Заменим также диоды идеальными ключами (рис. 2), сопротивление которых в разомкнутом состоянии равно бесконечности, а в замкнутом состоянии — нескольким десяткам ом. Фазу разряда C_{var} будем обозначать индексом n , а фазы заряда — индексами $(n-1)$ и $(n+1)$.

В фазе заряда конденсатора C_{var} , когда его емкость увеличивается, в данной схеме ключ Sw_3 размыкается, ключи Sw_1 и Sw_2 замыкаются и по цепям $V_0 \rightarrow C_2 \rightarrow Sw_1 \rightarrow C_{var}$ и $V_0 \rightarrow Sw_2 \rightarrow C_1 \rightarrow C_{var}$ происходит подзаряд C_{var} . При этом электрическая схема генератора принимает вид, показанный на рис. 3, *a*.

В конце фазы заряда C_{var} , когда $C_{var} = C_{max}$, напряжение на переменном конденсаторе принимает минимальное значение V_{min} . При этом, согласно рис. 3, *a*,

$$V_{min} = V_{C_1, \text{char}} + V_0 = V_{C_2, \text{char}} + V_0, \quad (2)$$

где $V_{C_1, \text{char}}$ и $V_{C_2, \text{char}}$ — напряжения на конденсаторах C_1 и C_2 в конце фазы заряда C_{var} .

В фазе разряда конденсатора C_{var} , когда его емкость уменьшается, ключи Sw_1 и Sw_2 размыкают-

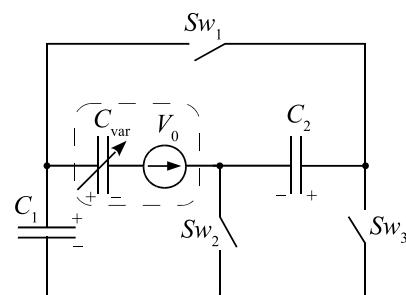


Рис. 2. Электрическая схема МГ с электретом и ключами вместо диодов

Fig. 2. Electret microgenerator electrical circuit with switches instead of diodes

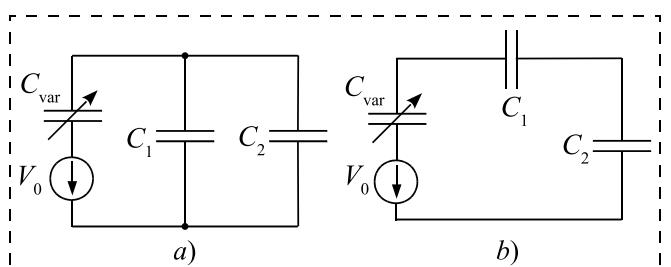


Рис. 3. Электрическая схема электростатического микрогенератора с идеальными ключами в отсутствии нагрузки: *a* — для фазы заряда; *b* — фазы разряда конденсатора C_{var}

Fig. 3. Electrical circuit of the electrostatic microgenerator with ideal switches and without load: *a* — charging stage, *b* — discharging stage of C_{var}

ся, замыкается ключ Sw_3 и происходит разряд C_{var} по пути $C_{\text{var}} \rightarrow C_1 \rightarrow Sw_3 \rightarrow C_2 \rightarrow V_0$. При этом электрическая схема генератора принимает вид, показанный на рис. 3, b. В фазе разряда C_{var} , когда $C_{\text{var}} = C_{\min}$, конденсаторы C_1 и C_2 оказываются включенными последовательно, а напряжение на переменном конденсаторе в конце фазы разряда достигает максимального значения V_{\max} . В конце данной фазы преобразования согласно рис. 3, b,

$$V_{\max} = V_{C_1, \text{dis}} + V_{C_2, \text{dis}} + V_0, \quad (3)$$

здесь $V_{C_1, \text{dis}}$ и $V_{C_2, \text{dis}}$ — напряжения на конденсаторах C_1 и C_2 в конце фазы разряда C_{var} .

Анализ показывает [19], что в конце n -й фазы разряда C_{var} изменения значений зарядов на конденсаторах C_{var} , C_1 и C_2 будут равны между собой:

$$|\Delta q_{C_{\text{var}}}^{(n)}| = |\Delta q_{C_1}^{(n)}| = |\Delta q_{C_2}^{(n)}| = \Delta q^{(n)} \text{ и}$$

$$\Delta q^{(n)} = \frac{\frac{q_{C_{\text{var}}}^{(n-1)}}{C_{\min}} - \frac{q_{C_1}^{(n-1)}}{C_1} - \frac{q_{C_2}^{(n-1)}}{C_2} - V_0}{C_{\min}^{-1} + C_1^{-1} + C_2^{-1}}, \quad (4)$$

где $q_{C_i}^{(j)}$ — заряды на конденсаторах схемы в конце j -й фазы заряда C_{var} .

В свою очередь в конце $(n+1)$ -й фазы заряда C_{var} выражения для оценки изменения зарядов на конденсаторах C_2 и C_1 принимают вид:

$$\Delta q_{C_2}^{(n+1)} = (\Delta q_1 + \Delta q_2) \frac{C_2}{C_{\max} + C_1 + C_2}; \quad (5)$$

$$\Delta q_{C_1}^{(n+1)} = \left(\frac{q_{C_1}^{(n)}}{C_1} - \frac{q_{C_2}^{(n)}}{C_2} + \frac{\Delta q_{C_2}^{(n+1)}}{C_2} \right) C_1, \quad (6)$$

где $\Delta q_1 = (q_{C_2}^{(n)}/C_2 - q_{C_1}^{(n)}/C_1)C_1$, а $\Delta q_2 = (V_0 + q_{C_2}^{(n)}/C_2 - q_{C_{\text{var}}}^{(n)}/C_{\max})C_{\max}$.

Полученные выражения (4)–(6) позволяют связать изменения зарядов конденсаторов с параметрами элементов схемы (C_1 , C_2 , C_{\min} , η и V_0).

Комбинируя (2) и (3), можно показать также, что

$$\begin{aligned} V_{\max}^{(n)} &= V_{\min}^{(n-1)}\eta - \Delta q^{(n)}C_{\min}^{-1} = V_{C_1}^{(n)} + V_{C_2}^{(n)} + V_0 = \\ &= 2(V_{\min}^{(n-1)} - V_0) + \Delta q^{(n)}(C_1^{-1} + C_2^{-1}) + V_0, \end{aligned}$$

где $V_{\max}^{(n)}$, $V_{C_1}^{(n)}$ и $V_{C_2}^{(n)}$ — напряжения в конце n -й фазы разряда C_{var} на конденсаторах C_{var} , C_1 и C_2 ,

соответственно; $V_{\min}^{(n-1)}$ — напряжение на C_{var} в конце $(n-1)$ -й фазы его заряда, а изменение заряда на переменном конденсаторе в n -й фазе (фазе разряда C_{var}) определяется выражением

$$\Delta q^{(n)} = \frac{V_{\min}^{(n-1)}(\eta - 2) + V_0}{C_{\min}^{-1} + C_1^{-1} + C_2^{-1}}, \quad (7)$$

где $V_{\min}^{(n-1)} = V_0 + q_{C_1}^{(n-1)}/C_1$ — минимальное напряжение на конденсаторе C_{var} в конце $(n-1)$ -й фазы заряда.

Из выражения (7) следует, что на начальном этапе работы механической силы всегда вызывает увеличение напряжения и заряда конденсаторов, однако процесс роста напряжения и заряда конденсаторов при глубине модуляции емкости $\eta < 2$ и $\eta \geq 2$ будет протекать по-разному.

При $\eta < 2$ действие механической силы хоть первоначально и вызывает увеличение заряда и напряжения на конденсаторах C_{var} , C_1 и C_2 , но приращение заряда переменного конденсатора Δq в каждом последующем цикле преобразования будет постепенно уменьшаться, что, в итоге, прекратит увеличение заряда и напряжения на конденсаторах C_1 и C_2 — происходит автостабилизация напряжения (насыщение). На рис. 4 приведены Q — V -диаграммы, иллюстрирующие процесс изменения заряда и напряжения на конденсаторе C_{var} при увеличении числа циклов преобразования и $\eta < 2$. Видно, что в данном случае при увеличении числа циклов преобразования площадь, охватываемая Q — V -диаграммой, уменьшается и в конце концов Q — V -диаграмма стягивается в прямую, параллельную оси напряжений. При этом протекание токов в цепях преобразователя прекращается.

При $\eta \geq 2$ действие механической силы также вызывает увеличение заряда и напряжения на конденсаторах C_{var} , C_1 и C_2 . Однако увеличение заряда переменного конденсатора $\Delta q^{(n+1)}$ в фазе заряда C_{var} всегда будет преобладать над уменьшением заряда $\Delta q^{(n)}$ в фазе разряда C_{var} , что приводит к монотонному росту заряда на конденсаторах и увеличению напряжения на них в каждом последующем цикле преобразования — реализуется режим неограниченного роста напряжения и заряда на конденсаторах (рис. 5). В данном случае площадь, охватываемая Q — V -диаграммой, при увеличении числа циклов преобразования все время монотонно растет.

Достоинство данной схемы, в отличие от базовой схемы дупликатора Беннетта, состоит в том, что при действии небольшой механической силы, вызывающей модуляцию емкости C_{var} менее 2, работа преобразователя энергии не прекращается.

Анализ показывает, что в режиме автостабилизации выражение для оценки напряжения на постоянных конденсаторах C_1 и C_2 может быть представлено в следующем виде:

$$V_{C_1, \text{stab}} = V_{C_2, \text{stab}} = \\ = V_{\min} - V_0 = \frac{\eta - 1}{2 - \eta} V_0, \quad (8)$$

где $V_{\min} = V_0/(2 - \eta)$ — минимальное напряжение на конденсаторе C_{var} в режиме стабилизации напряжения на постоянных конденсаторах, т. е. минимальное напряжение на конденсаторе C_{var} и напряжения $V_{C_1, \text{stab}} = V_{C_2, \text{stab}}$ на постоянных конденсаторах C_1 и C_2 в режиме автостабилизации определяются только источником питания V_0 и глубиной модуляции емкости конденсатора C_{var} .

Как уже отмечалось, в случае большой амплитуды внешнего воздействия, вызывающей модуляцию емкости C_{var} больше 2, характер изменения напряжения и заряда на конденсаторах требует введения средств ограничения процесса. Для ограничения роста напряжения и заряда в данном случае будем использовать сопротивление нагрузки, подключенное параллельно накопительному конденсатору C_1 .

Анализ схемы с учетом нагрузки. Анализ работы генератора с учетом нагрузки (см. рис. 1) как и в предыдущем случае проведем в квазистатическом режиме, заменив диоды идеальными ключами (см. рис. 2). Будем также полагать, что под действием внешней механической силы емкость переменного конденсатора C_{var} изменяется в пределах от C_{\max} до C_{\min} , а период изменения внешней механической силы T меньше постоянной времени разряда конденсатора C_1 $\tau = R_{\text{load}} C_1$.

Расчеты показывают, что при подключении сопротивления нагрузки скорость роста напряжения и заряда на конденсаторах замедляется и может вообще прекратиться. На рис. 6 приведены

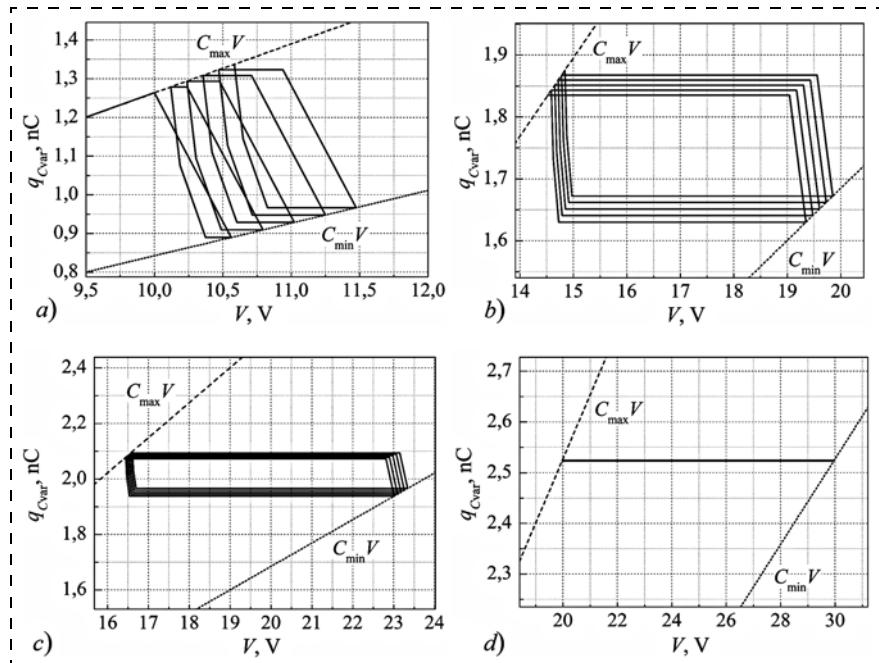


Рис. 4. Изменение Q - V -диаграммы микрогенератора по мере увеличения числа циклов преобразования при $\eta = 1,5$: *a* — для первых 5 циклов; *b* — для циклов 20—24; *c* — для циклов 40—44; *d* — в насыщении

Fig. 4. Q - V diagram of the microgenerator as the number of conversion cycles increases at $\eta = 1.5$: *a* for the first 5 cycles, *b* for 20–24 cycles, *c* for 40–44 cycles, *d* for the steady-state regime

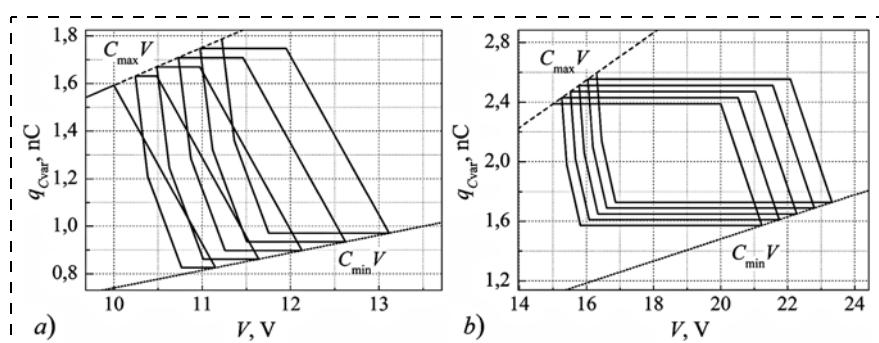


Рис. 5. Изменение Q - V -диаграммы микрогенератора по мере увеличения числа циклов преобразования при $\eta = 2,15$: *a* — для первых 5 циклов; *b* — для циклов 20—24

Fig. 5. Q - V diagram of the microgenerator as the number of conversion cycles increases at $\eta = 2.15$: *a* for the first 5 cycles, *b* for 20–24 cycles

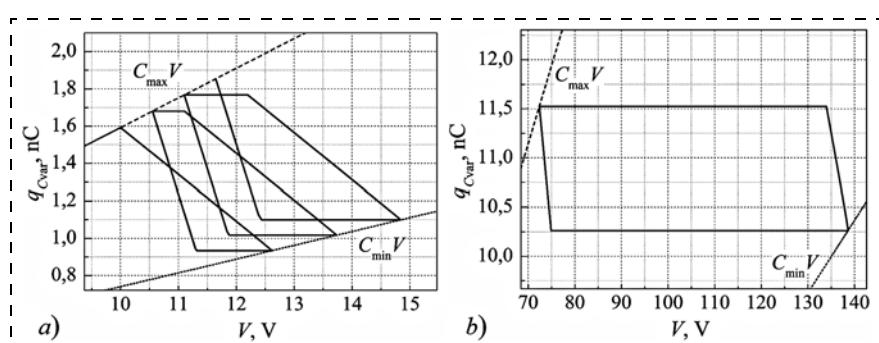


Рис. 6. Изменение Q - V -диаграммы микрогенератора по мере увеличения числа циклов преобразования при наличии сопротивления нагрузки и $\eta = 2,15$: *a* — для первых трех циклов; *b* — в установившемся режиме

Fig. 6. Q - V diagram of the microgenerator as the number of conversion cycles increases at $\eta = 2.15$ and taking into account the load resistance: *a* for the first 3 cycles, *b* for the steady-state regime

Q—*V*-диаграммы, иллюстрирующие процесс изменения заряда и напряжения на конденсаторе C_{var} при увеличении числа циклов преобразования, рассчитанные с использованием системы (1), при $\eta = 2,15$, $C_1 = C_2 = 5 \cdot 10^{-10} \Phi$, $V_0 = 10$ В, $R_{\text{load}} = 10^9$ Ом, $T = 0,02$ с. Видно, что в данном случае при увеличении числа циклов преобразования площадь, охватываемая *Q*—*V*-диаграммой, возрастает. Однако при увеличении числа циклов преобразования рост площади замедляется и в установившемся режиме *Q*—*V*-диаграммы, соответствующие разным циклам, накладываются друг на друга (рис. 6, *b*). При этом изменения зарядов конденсаторов в фазе разряда C_{var} точно компенсируются изменениями зарядов в фазе заряда C_{var} . Происходит автостабилизация процесса, но протекание токов в цепях преобразователя при этом не прекращается.

Расчеты показывают, что при сделанных допущениях в конце фаз заряда и разряда C_{var} выполняются соотношения (2) и (3), соответственно. Однако в конце n -й фазы разряда C_{var} изменение заряда конденсатора C_1 не будет равно изменениям зарядов конденсаторов C_{var} и C_2 . В данном случае, $|\Delta q_{C_1}^{(n)}| < |\Delta q_{C_{\text{var}}}^{(n)}| = |\Delta q_{C_2}^{(n)}|$, так как часть заряда, отдаваемого C_{var} , пройдет через R_{load} .

Анализ работы микрогенератора при сделанных допущениях показывает, что в установившемся режиме напряжение на переменном конденсаторе C_{var} будет изменяться от

$$V_{\min} = V_0 \times \frac{2C_1(C_{\min}^{-1} + C_2^{-1})\text{sh}(0,5T/\tau) + \exp(0,5T/\tau)}{1 - \eta + 2C_1(C_{\min}^{-1} + C_2^{-1})\text{sh}(0,5T/\tau) + \exp(0,5T/\tau)} \quad (9)$$

в конце фазы заряда C_{var} до

$$V_{\max} = V_{\min}\eta - \Delta q/C_{\min} \quad (10)$$

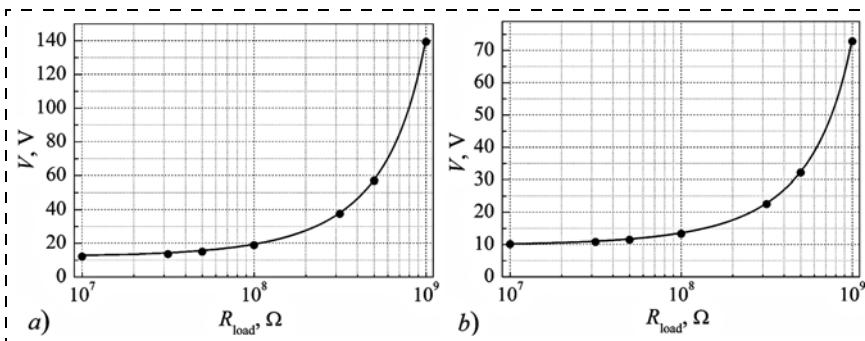


Рис. 7. Зависимости изменения напряжения на переменном конденсаторе C_{var} в установившемся режиме в конце фаз разряда (*a*) и заряда (*b*) C_{var} от сопротивления нагрузки для $\eta = 2,15$. Маркеры — расчет с использованием (9) и (10), сплошная линия — расчет с использованием системы (1)

Fig. 7. Dependences of the variable capacitor C_{var} voltage for the steady-state regime at the end of discharge (*a*) and charge (*b*) cycles versus load resistance at $\eta = 2,15$. Circles is the calculation using (9) and (10), solid line is the calculation using (1)

в конце фазы разряда C_{var} , где

$$\Delta q = 2C_1(V_{\min} - V_0)\text{sh}(0,5T/\tau) \quad (11)$$

— изменение заряда C_{var} в конце фазы его разряда.

Используя (9)—(11), можно получить выражения для расчета напряжений на конденсаторах C_1 и C_2 в установившемся режиме. Так, в конце фазы заряда C_{var} напряжения на конденсаторах C_1 и C_2 будут равны между собой:

$$V_{C_1\min} = V_{C_2\min} = V_{\min} - V_0. \quad (12)$$

Аналогично можно показать, что в конце фазы разряда C_{var} напряжения на конденсаторах C_1 и C_2 будут равны соответственно

$$V_{C_1\max} = V_{\max} - V_{\min} - \Delta q/C_2; \quad (13)$$

$$V_{C_2\max} = V_{C_2\min} + \Delta q/C_2. \quad (14)$$

В установившемся режиме по сопротивлению нагрузки в среднем будет протекать ток

$$I_{R_{\text{load}}} = C_1 V_{C_1\max} [1 - \exp(-T/\tau)]/T. \quad (15)$$

Анализ полученных результатов

На рис. 7 приведены зависимости изменения напряжения на переменном конденсаторе C_{var} в установившемся режиме от сопротивления нагрузки в конце фаз разряда и заряда C_{var} , рассчитанные с использованием выражений (9) и (10). В расчетах полагали $C_1 = C_2 = 5 \cdot 10^{-10} \Phi$, $V_0 = 10$ В, $C_{\min} = 7,4 \cdot 10^{-11} \Phi$, $C_{\max} = 1,59 \cdot 10^{-10} \Phi$, $T = 0,02$ с и $\eta = 2,15$. Для оценки адекватности полученных выражений был проведен расчет этих же зависимостей с использованием системы (1). Видно хорошее совпадение результатов обоих расчетов.

На рис. 8 приведены зависимости изменения напряжения на конденсаторе C_2 от сопротивления нагрузки, рассчитанные с использованием выражений (12), (14) и (1) в установившемся режиме в конце фаз разряда и заряда C_{var} . Здесь также наблюдается достаточно хорошее совпадение результатов обоих расчетов. Однако при $R_{\text{load}} < 5 \cdot 10^7$ Ом результаты расчетов начинают различаться, что связано с невыполнением допущения $T/\tau < 1$.

Это различие становится особенно заметным при сравнении зависимостей $V_{C_1\max}$ и $I_{R_{\text{load}}}$ от сопротивления нагрузки R_{load} ,

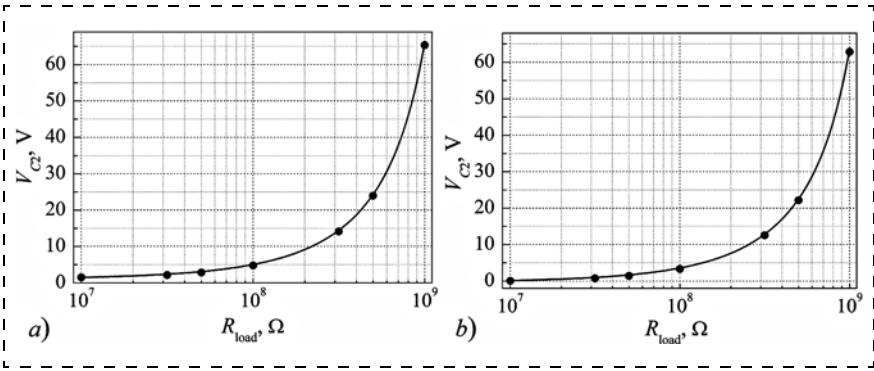


Рис. 8. Зависимости изменения напряжения на конденсаторе C_2 в установившемся режиме в конце фаз разряда (а) и заряда (б) C_{var} от сопротивления нагрузки для $\eta = 2,15$. Маркеры — расчет с использованием (12) и (14), сплошная линия — расчет с использованием системы (1)

Fig. 8. Dependences of the capacitor C_2 voltage for the steady-state regime at the end of the variable capacitor C_{var} discharge (a) and charge (b) cycles versus load resistance at $\eta = 2.15$. Circles is the calculation using (12) and (14), solid line is the calculation using (1)

расчитанных с использованием (13), (15) и (1). Соответствующие зависимости приведены на рис. 9 и 10.

Анализируя приведенные зависимости в целом, видим, что значения всех основных характеристик микрогенератора уменьшаются при уменьшении сопротивления нагрузки. Такое поведение связано с увеличением скорости разряда накопительного конденсатора C_1 и, как следствие, с уменьшением его среднего заряда и напряжения при снижении сопротивления нагрузки.

Ток по сопротивлению нагрузки можно увеличить, повышая глубину модуляции емкости η . На рис. 11 приведена зависимость среднего тока, протекающего по сопротивлению нагрузки в установившемся режиме, от сопротивления нагрузки для $\eta = 2,455$, рассчитанная с использованием

выражения (1). На этом же рисунке приведены значения тока, рассчитанные с использованием (15) для $R_{\text{load}} = 5 \cdot 10^8$ и $R_{\text{load}} = 5 \cdot 10^7$ Ом.

При сравнении рис. 10 и 11 видно, что увеличение η от 2,15 до 2,455 привело к росту среднего тока через $R_{\text{load}} = 5 \cdot 10^8$ Ом в 2,8 раза.

Следует отметить, что для каждого значения R_{load} имеется свое критическое значение глубины модуляции емкости η , превышение которого приведет к возобновлению режима неограниченного монотонного роста напряжений и зарядов в схеме.

Используя (9) получим, что

$$\eta_{\text{cr}} = 1 + 2C_1(C_{\min}^{-1} + C_2^{-1})\text{sh}(0,5T/\tau) + \exp(0,5T/\tau). \quad (16)$$

Таким образом, значение допустимой глубины модуляции емкости η_{cr} зависит от всех параметров генератора.

В случае, когда период изменения внешней механической силы T много больше постоянной времени τ разряда C_1 , т. е. $T/\tau \gg 1$, выражения (9)–(16) существенно упрощаются. Выражения для оценок V_{\min} , Δq , $I_{R_{\text{load}}}$ и η_{cr} принимают следующий вид:

$$V_{\min} \approx V_0 \frac{1 + (C_{\min}^{-1} + C_2^{-1})T/R_{\text{load}} + 0,5T/\tau}{2 - \eta + (C_{\min}^{-1} + C_2^{-1})T/R_{\text{load}} + 0,5T/\tau};$$

$$\Delta q \approx (V_{\min} - V_0)T/R_{\text{load}};$$

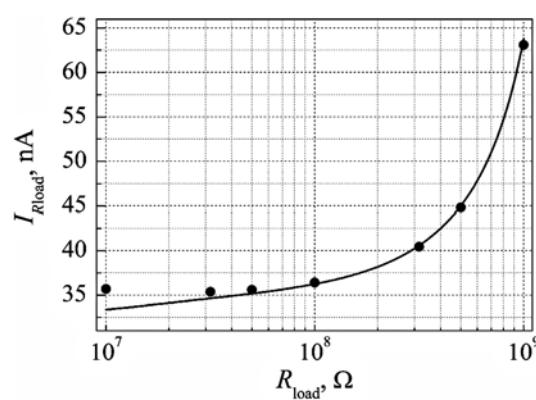


Рис. 9. Зависимость напряжения на конденсаторе C_1 в установившемся режиме в конце фазы разряда C_{var} от сопротивления нагрузки для $\eta = 2,15$. Маркеры — расчет с использованием (13), сплошная линия — расчет с использованием системы (1)

Fig. 9. Dependence of the capacitor C_1 voltage for the steady-state regime at the end of C_{var} discharge cycle versus load resistance at $\eta = 2.15$. Circles is the calculation using (13), solid line is the calculation using (1)

Рис. 10. Зависимость среднего тока, протекающего по сопротивлению нагрузки в установившемся режиме, от сопротивления нагрузки для $\eta = 2,15$. Маркеры — расчет с использованием (15), сплошная линия — расчет с использованием системы (1)

Fig. 10. Dependence of the average current flowing through the load resistance for the steady-state regime versus load resistance at $\eta = 2.15$. Circles is the calculation using (15), solid line is the calculation using (1)

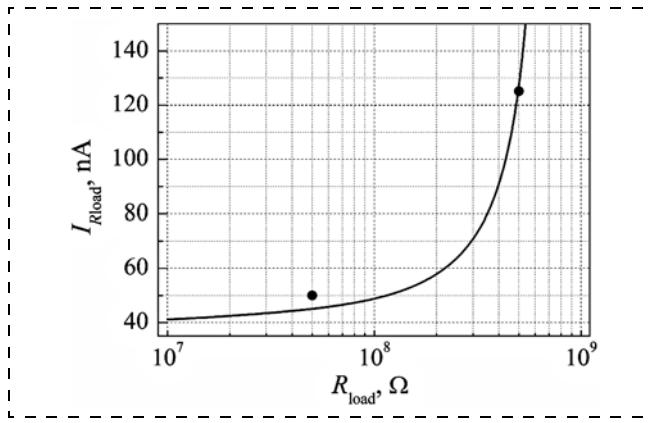


Рис. 11. Зависимость среднего тока, протекающего по сопротивлению нагрузки в установившемся режиме, от сопротивления нагрузки для $\eta = 2,455$. Маркеры — расчет с использованием (15), сплошная линия — расчет с использованием системы (1)

Fig. 11. Dependence of the average current flowing through the load resistance for the steady-state regime versus load resistance at $\eta = 2.455$. Circles is the calculation using (15), solid line is the calculation using (1)

$$I_{R_{\text{load}}} \simeq V_{C_1 \max} / R_{\text{load}};$$

$$\eta_{\text{cr}} \simeq 2 + (C_{\min}^{-1} + C_2^{-1})T/R_{\text{load}} + 0,5T/\tau.$$

Если к тому же и $C_2/C_{\min} \gg 1$, что обычно и бывает, то получим, что

$$V_{\min} \simeq V_0 \frac{1 + T/(R_{\text{load}} C_{\min})}{2 - \eta + T/(R_{\text{load}} C_{\min})},$$

$$\eta_{\text{cr}} \simeq 2 + T/(R_{\text{load}} C_{\min}),$$

т. е. значения основных параметров схемы в этом случае определяются отношением периода изменения внешней механической силы T и постоянной времени $R_{\text{load}} C_{\min}$. В этом случае конденсаторы C_1 и C_2 не успевают перезаряжаться. Если при этом еще и $R_{\text{load}} C_{\min} \gg T$, то наличие R_{load} перестает влиять на процессы при $\eta > 2$, $V_{\min} \rightarrow V_0/(2 - \eta)$, а $\eta_{\text{cr}} \rightarrow 2$, т. е. несмотря на присутствие R_{load} , режим автостабилизации в этом случае может быть реализован только при $\eta \leq 2$.

Заключение

Проведенный анализ показал, что подключение нагрузки параллельно накопительному конденсатору C_1 может приводить к остановке монотонного неограниченного роста напряжений и зарядов и к режиму автостабилизации при $\eta \geq 2$ в модифицированной схеме МГ на основе дупликатора Беннетта с одним переменным конденсатором, содержащим встроенный заряд.

Режим автостабилизации при $\eta \geq 2$ наступает, только если разряд накопительного конденсатора C_1 может скомпенсировать рост заряда C_1 . Для этого при заданном R_{load} , определяющем скорость

разряда C_1 , глубина модуляции емкости η , определяющая скорость заряда C_1 , должна быть меньше некоторого критического значения η_{cr} , превышение которого приведет к возобновлению режима неограниченного монотонного роста напряжений и зарядов в схеме.

Установлено, что в отличие от случая с $\eta < 2$, в случае $\eta \geq 2$ в установившемся режиме автостабилизации изменения зарядов конденсаторов в исследуемой схеме не прекращаются, а стабилизируются. При этом изменения зарядов и напряжений в фазе разряда переменного конденсатора компенсируются противоположным изменением зарядов и напряжений в фазе заряда C_{var} . В результате в установившемся режиме $Q-V$ -диаграммы, соответствующие разным циклам при $\eta \geq 2$, не стягиваются в линию, а накладываются друг на друга. При этом ток по сопротивлению нагрузки, даже в установившемся режиме, не прекращается.

Получены аналитические выражения для оценки основных характеристик микрогенератора в режиме автостабилизации при $\eta \geq 2$.

Показано, что значения всех основных характеристик микрогенератора при заданной глубине модуляции емкости снижаются при уменьшении сопротивления нагрузки.

Список литературы

1. Пухлебкин Д. MEMS в структуре электронной отрасли России // Semicon Russia 2014, May 14–15 Moscow. URL: <http://docplayer.ru/28554959-Frost-sullivan-mems-v-strukture-elektronnoy-otrasli-rossii-dmitriy-pohlebkin-frost-sullivan.html> (дата обращения: 30.03.2018).
2. Khan S., Pathan A.-S. K., Alrajeh N. A. Wireless sensor networks: current status and future trends. Boca Raton: CRC Press Inc, 2016. 546 p.
3. Okwor C., Okomba N., Okoli G., Odiase P., Adebumpe E. A Review of the state-of-the-art Ubiquitous Multimedia Sensor Networks // FUOYE Journal of Engineering and Technology. 2017. Vol. 2. Is. 1. P. 78–82.
4. Oudenhoven J. F. M., Vullers R. J. M., Schaijk R. A review of the present situation and future developments of microbatteries for wireless autonomous sensor systems // International Journal of Energy Research. 2012. Vol. 36. N. 12. P. 1139–1150. doi: 10.1002/er.2949.
5. Deng D. Li-ion batteries: basics, progress, and challenges // Energy Science and Engineering. 2015. Vol. 3. Is. 5. P. 385–418.
6. Vullers R. J. M., van Schaijk R., Doms I., van Hoof C., Mertens R. Micropower energy harvesting // Solid-State Electron. 2009. N. 53. P. 684–693. doi: 10.1016/j.sse.2008.12.011.
7. Zhang Y., Wang T., Luo A., Hu Y., Li X., Wang F. Micro electrostatic energy harvester with both broad bandwidth and high normalized power density // Applied Energy. 2018. Vol. 212. P. 362–371.
8. Khan F. U., Qadir M. U. State-of-the-art in vibration-based electrostatic energy harvesting // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2016. Vol. 26. N. 10. Art. N. 103001. doi: 10.1088/0960-1317/26/10/103001.
9. Hillenbrand J., Pondrom P., Sessler G. M. Electret transducer for vibration-based energy harvesting // Applied Physics Letters. 2015. Vol. 106. Art. No. 183902.

10. Драгунов В. П., Остертак Д. И. Архитектура и анализ схем МЭМ рекуператоров электрической энергии // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 4 (129). С. 49–54.
11. Torres E. O., Rincón-Mora G. A. A 0.7- μ m BiCMOS Electrostatic Energy-Harvesting System IC // IEEE Journal of solid-state circuits. 2010. Vol. 45. N. 2. P. 483–496.
12. De Queiroz A. C. M., Domingues M. The doubler of electricity used as battery charger // IEEE Transactions on Circuits and Systems — II: Express Briefs. 2011. Vol. 58. N. 12. P. 797–801. doi: 10.1109/TCSII.2011.2173963.
13. De Queiroz A. C. M. Electrostatic energy harvesting using capacitive generators without control circuits // Analog Integrated Circuits and Signal Processing. 2015. Vol. 85. Is. 1. P. 57–64.
14. Драгунов В. П., Доржиев В. Ю. Микроэлектромеханический генератор на основе дупликатора Беннета // Нано- и микросистемная техника. 2012. № 11 (148). С. 39–42.
15. Dragunov V., Dorzhiev V. Electrostatic vibration energy harvester with increased charging current // Journal of Physics: Conference Series. 2013. Vol. 476. N. 1. P. 012115/1–012115/5. doi: 10.1088/1742-6596/476/1/012115.
16. Lefevre E., Risquez S., Wei J., Woytasik M., Parrain F. Self-Biased Inductor-less Interface Circuit for Electret-Free Electrostatic Energy Harvesters // Journal of Physics: Conference Series. 2014. Vol. 557. N. 1. P. 012052/1–012052/6. doi: 10.1088/1742-6596/557/1/012052.
17. Dorzhiev V., Karami A., Basset P., Marty F., Dragunov V., Galayko D. Electret-Free Micromachined Silicon Electrostatic Vibration Energy Harvester With the Bennet's Doubler as Conditioning Circuit // IEEE Electron Device Letters. 2015. Vol. 36. N. 2. P. 183–185. doi: 10.1109/LED.2014.2387213.
18. Karami A., Basset P., Galayko D. Electrostatic vibration energy harvester using an electret-charged MEMS transducer with an unstable auto-synchronous conditioning circuit // Journal of Physics: Conference Series. 2015. Vol. 660. N. 1. P. 012025/1–012025/5. doi: 10.1088/1742-6596/660/1/012025.
19. Dragunov V. P., Dorzhiev V. Y., Ostertak D. I., Atuchin V. V. A new autostabilization mechanism in the Bennet doubler circuit-based electrostatic vibrational energy harvester // Sensors and Actuators. A: Physical. 2018. Vol. 272. P. 259–266. doi: https://doi.org/10.1016/j.sna.2018.01.053.
20. Драгунов В. П., Синицкий Р. Е., Остертак Д. И. Микроэлектромеханический генератор на основе модифицированной схемы дупликатора Беннета // Доклады Академии наук высшей школы Российской Федерации. 2017. № 3 (36). С. 39–51. doi: 10.17212/1727-2769-2017.

V. P. Dragunov, D. Sc., Professor, drag@adm.nstu.ru, **D. I. Ostertak**, Ph. D., Associate Professor, ostertak@ngs.ru, **R. E. Sinitkiy**, Master Student, sinitsky.rodion@yandex.ru, Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation

Corresponding author:

Ostertak Dmitriy I., Associate Professor, Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russian Federation, ostertak@ngs.ru

Electrostatic Microelectromechanical Generator with Continuous Generation of Current in Autostabilization Regime

Received on October 2, 2018
Accepted on October 22, 2018

The operation of the single-capacitor electrostatic microelectromechanical generator based on the Bennet doubler with built-in voltage and a load resistor in the storage capacitor branch is analyzed in this work. It is shown that the connection of the load resistor in parallel to the storage capacitor can lead to the autostabilization regime in the modified Bennet doubler based circuit even for variable capacitance modulation depth $\eta \geq 2$. The equations that enable to evaluate the microgenerator main parameters in this autostabilization regime are obtained. It is established that the autostabilization regime at $\eta \geq 2$ and defined load resistor is occurred only if the capacitance modulation depth η is less than some critical value η_{cr} . But when the value of η is higher than η_{cr} one can observe the monotonous unlimited growth of the voltages and charges in the circuit. It is demonstrated that in contrast to the case with $\eta < 2$ for the case when $\eta \geq 2$ in the steady-state autostabilization regime the current does not stop to flow through the load resistance. It is revealed that the values of the main microgenerator parameters at a specified value of the capacitance modulation depth are decreased as the load resistance decreases.

Keywords: MEMS, Microelectromechanical converter, Bennet doubler, autostabilization regime, microgenerator, critical values

For citation:

Dragunov V. P., Ostertak D. I., Sinitkiy R. E. Electrostatic Microelectromechanical Generator with Continuous Generation of Current for the Autostabilization Regime, *Nano- i Mikrosistemnaya Tekhnika*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 51–64.

DOI: 10.17587/nmst.21.51-64

Introduction

A steady increase in the number and range of microsystem technology products is observed. A significant part of the products of microsystem technology is made up of a microelectromechanical systems (MEMS). Moreover, the average annual growth of the global

MEMS market, which uses a combination of mechanical and electrical interactions and connections, even outpaces the growth of the market of electronic components. Microsystems technology open up new possibilities, to increase sensitivity, reliability, resiliency, and reduce consumption of energy use of products based on

MEMS. Currently MEMS are used in the industrial electronics, aerospace and defense industry, in security systems, automotive electronics, light engineering, consumer electronics, commercial equipment. At the same time, a significant part of the technological directions of MEMS is in the early stages of the development of the "life cycle". A half of MEMS directions are in steps "introduction" and "development" [1].

One of the rapidly developing areas of electronics currently are wireless devices and sensor networks (WSN) based on them. The areas of application of the WSN are continuously expanding, and the devices themselves and networks based on them are improved and complicated [2, 3].

Currently, the most common power sources for WSN are conventional batteries requiring periodic replacement or charge that is not always possible or economically feasible. To resolve this issue researchers explore ways to increase energy capacity of conventional sources [4, 5], as well as develop and explore new types of self-contained power supply, converting directly environmental energy into electrical energy on-site assembly of the WSN placement [6, 7].

Due to availability and sufficient power density, the development of converters using the energy of mechanical vibrations is promising, and due to compatibility with integrated technology, electrostatic microelectromechanical converters (MEMC) are of most interest [8, 9].

In order to transfer the harvested electric energy to the load, the MEMC is included in the composition of the corresponding electric circuits (interface circuits) [10, 11]. Such a system as a whole is a kind of micro-generator (MG) [8].

MG parameters essentially depend both on the design and characteristics of the MEMC, and on the interface circuit. The choice of the interfacing scheme at the MG design stage is the most important task.

One of the most promising interface circuits for electrostatic MGs is currently the Bennet doubler scheme and its modifications [12–17].

These schemes can significantly increase the generated energy. However, the need to give an initial charge to MEMC, which requires the use of special control circuits that consume energy, as well as uncontrolled voltage growth, leading to breakdown of circuit elements, and the ability to operate only when the capacitor of the variable capacitor is $\eta = C_{\max}/C_{\min} > 2$ (for a single-capacitor converter), which stops the operation of the circuit with a decrease in the amplitude of mechanical oscillations, stimulate the search for new solutions devoid of these shortcomings.

In [18], an interface circuit based on a Bennet doubler with a variable capacitor containing a built-in

charge was proposed, which eliminated the need to give the initial charge of the MEMC. In [19], it was also shown that this scheme retains the workability even with $\eta < 2$, and in this case the mode of autostabilization of voltages and charges is realized. Thus, on the basis of the scheme proposed in [19], it became possible to create MGs operating at small amplitudes of external mechanical vibrations, when the modulation depth of the MEMC capacitance $\eta < 2$ [20]. However, the uncontrolled increase in voltages, leading to breakdown of circuit elements with increasing amplitude of external mechanical oscillations, remained in the schemes of [18] and [20].

The purpose of this work is to analyze a modified Bennett duplicator circuit with a variable capacitor containing a built-in charge, and an additional resistor in the storage capacitor circuit, devoid of the above disadvantage.

Model

A modified MG circuit based on a Bennett duplicator with one variable capacitor containing an integrated charge is shown in fig. 1. The circuit contains a variable capacitor C_{var} — MEMC, two constant capacitors C_1 (storage capacitor) and C_2 ; three diodes $D_{1,2,3}$. To create a built-in electric field, C_{var} uses an electret — dielectric with a built-in charge, located on one of the electrodes of the variable capacitor. The equivalent circuit of a capacitor with an electret is shown in fig. 1 by the C_{var} module and the V_0 power supply in the variable capacitor circuit. Load R_{load} is connected in parallel with capacitor C_1 .

The conversion of mechanical energy into electrical energy occurs at a periodic change under the action of an external mechanical force of the capacitance of the variable capacitor C_{var} between C_{\max} and C_{\min} .

The full cycle of energy conversion in this circuit includes two alternating phases: the charge and discharge phases of the variable capacitor C_{var} .

In the phase of C_{var} charge, when under the action of an external mechanical force, its capacitance increases, the diodes D_1 and D_2 turn on in the forward direction, and the diode D_3 in the opposite direction, along the circuits $V_0 \rightarrow C_2 \rightarrow D_1 \rightarrow C_{\text{var}}$ and $V_0 \rightarrow D_2 \rightarrow (C_1, R_{\text{load}}) \rightarrow C_{\text{var}}$ currents flow, charging C_{var} and discharging C_1 and C_2 .

In the discharge phase of the capacitor C_{var} , when its capacitance decreases under the action of an external mechanical force, the diodes D_1 and D_2 are turned on in the opposite direction, and the diode D_3 in the direct, through the circuit $C_{\text{var}} \rightarrow (C_1, R_{\text{load}}) \rightarrow C_2 \rightarrow V_0$ flows a current discharging C_{var} and charging C_1 and C_2 .

After this, the conversion cycle is repeated.

The system of equations describing the operation of this scheme can be represented as follows:

$$\begin{aligned}\frac{dq}{dt} &= I_{D_2} - I_{D_3} + I_{D_1}; \\ \frac{dq_{C_2}}{dt} &= I_{D_3} - I_{D_1}; \\ \frac{dq_{C_1}}{dt} &= I_{D_3} - I_{D_2} - I_{R_{\text{load}}},\end{aligned}\quad (1)$$

where q is the charge of the capacitor C_{var} , q_{C_2} and q_{C_1} are the charges of capacitors C_2 and C_1 , respectively, I_{D_i} are the currents of the diodes D_1 , D_2 and D_3 .

Analysis of the circuit in the absence of load. First, we analyze the generator operation in a quasistatic mode in the absence of load ($R_{\text{load}} = \infty$). Let us also replace diodes with ideal switches (fig. 2), whose resistance in the open state is infinity and in the closed state is to several tens of ohms. The phase of the discharge C_{var} will be denoted by the index (n) , and the phases of the charge by the indices $(n-1)$ and $(n+1)$.

In the charge phase of the capacitor C_{var} , when its capacity increases, in this scheme the switch Sw_3 is opened, the switches Sw_1 and Sw_2 are closed and C_{var} is charged through the $V_0 \rightarrow C_2 \rightarrow Sw_1 \rightarrow C_{\text{var}}$ and $V_0 \rightarrow Sw_2 \rightarrow C_1 \rightarrow C_{\text{var}}$ circuits. In this case, the electric circuit of the generator takes the form shown in fig. 3, a.

At the end of the phase of C_{var} charge, when $C_{\text{var}} = C_{\max}$, the voltage on the alternating capacitor takes the minimum value V_{\min} . At the same time, according to fig. 3, a,

$$V_{\min} = V_{C_1, \text{char}} + V_0 = V_{C_2, \text{char}} + V_0, \quad (2)$$

where $V_{C_1, \text{char}}$ and $V_{C_2, \text{char}}$ are the voltages on the capacitors C_1 and C_2 at the end of the phase of C_{var} charge.

In the discharge phase of the capacitor C_{var} , when its capacitance decreases, the switches Sw_1 and Sw_2 open up, the switch Sw_3 closes and C_{var} is discharged along the path $C_{\text{var}} \rightarrow C_1 \rightarrow Sw_3 \rightarrow C_2 \rightarrow V_0$. In this case, the electrical circuit of the generator takes the form shown in fig. 3, b. In the discharge phase C_{var} , when $C_{\text{var}} = C_{\min}$, the capacitors C_1 and C_2 turn on sequentially, and the voltage on the alternating capacitor at the end of the discharge phase reaches the maximum value V_{\max} . At the end of this phase of conversion according to fig. 3, b

$$V_{\max} = V_{C_1, \text{dis}} + V_{C_2, \text{dis}} + V_0, \quad (3)$$

here $V_{C_1, \text{dis}}$ and $V_{C_2, \text{dis}}$ are the voltages on the capacitors C_1 and C_2 at the end of the discharge phase of C_{var} .

The analysis shows [19] that at the end of the n -th phase of C_{var} discharge, the changes in the values of

charges on the capacitors C_{var} , C_1 and C_2 will be equal to each other: $|\Delta q_{C_{\text{var}}}^{(n)}| = |\Delta q_{C_1}^{(n)}| = |\Delta q_{C_2}^{(n)}| = \Delta q^{(n)}$ and equal to

$$\Delta q^{(n)} = \frac{\frac{q_{C_{\text{var}}}^{(n-1)}}{C_{\min}} - \frac{q_{C_1}^{(n-1)}}{C_1} - \frac{q_{C_2}^{(n-1)}}{C_2} - V_0}{C_{\min}^{-1} + C_1^{-1} + C_2^{-1}}, \quad (4)$$

where $q_{C_i}^{(j)}$ are the charges of the circuit capacitor at the end of j -th phase of C_{var} charge.

In turn, at the end of the $(n+1)$ -th phase of C_{var} charge, the expressions for estimating the change in charges on capacitors C_2 and C_1 take the form:

$$\Delta q_{C_2}^{(n+1)} = (\Delta q_1 + \Delta q_2) \frac{C_2}{C_{\max} + C_1 + C_2}; \quad (5)$$

$$\Delta q_{C_1}^{(n+1)} = \left(\frac{q_{C_1}^{(n)}}{C_1} - \frac{q_{C_2}^{(n)}}{C_2} + \frac{\Delta q_{C_2}^{(n+1)}}{C_2} \right) C_1, \quad (6)$$

where $\Delta q_1 = (q_{C_2}^{(n)} / C_2 - q_{C_1}^{(n)} / C_1) C_1$, and $\Delta q_2 = (V_0 + q_{C_2}^{(n)} / C_2 - q_{C_{\text{var}}}^{(n)} / C_{\max}) C_{\max}$.

The obtained expressions (4)–(6) allow us to relate the changes in the charges of the capacitors with the parameters of the circuit elements (C_1 , C_2 , C_{\min} , η and V_0). By combining (2) and (3), it can also be shown that

$$\begin{aligned}V_{\max}^{(n)} &= V_{\min}^{(n-1)} \eta - \Delta q^{(n)} C_{\min}^{-1} = V_{C_1}^{(n)} + V_{C_2}^{(n)} + V_0 = \\ &= 2(V_{\min}^{(n-1)} - V_0) + \Delta q^{(n)} (C_1^{-1} + C_2^{-1}) + V_0,\end{aligned}$$

where $V_{\max}^{(n)}$, $V_{C_1}^{(n)}$ and $V_{C_2}^{(n)}$ are the voltages at the end of the n -th phase of C_{var} discharge on capacitors C_{var} , C_1 and C_2 , respectively; $V_{\min}^{(n-1)}$ is the voltage on C_{var} at the end of the $(n-1)$ -th phase of its charge, and the change in charge on a variable capacitor in the n -th phase (C_{var} discharge phase) is determined by the expression

$$\Delta q^{(n)} = \frac{V_{\min}^{(n-1)}(\eta - 2) + V_0}{C_{\min}^{-1} + C_1^{-1} + C_2^{-1}}, \quad (7)$$

where $V_{\min}^{(n-1)} = V_0 + q_{C_1}^{(n-1)} / C_1$ is the minimum voltage on the capacitor C_{var} at the end of the $(n-1)$ -th phase of the charge.

From the expression (7) it follows that at the initial stage, the work of the mechanical force always causes an increase in the voltage and charge of the capacitors,

however, the process of increasing voltage and charge of the capacitors with a modulation depth of $\eta < 2$ and $\eta \geq 2$ will proceed differently.

When $\eta < 2$, the effect of mechanical force, although initially causes an increase in the charge and voltage on capacitors C_{var} , C_1 and C_2 , but the increment in charge of the variable capacitor Δq in each subsequent conversion cycle will gradually decrease, which will eventually stop increasing charge and voltage on capacitors C_1 and C_2 — voltage is automatically stabilized (saturation). Fig. 4 shows the Q — V diagrams illustrating the process of changing the charge and voltage on the capacitor C_{var} with an increase in the number of conversion cycles and $\eta < 2$. It can be seen that in this case, as the number of conversion cycles increases, the area covered by the Q — V diagram decreases and eventually the Q — V diagram is pulled in a straight line parallel to the voltage axis. In this case, the flow of currents in the converter circuits is terminated.

When $\eta \geq 2$, the action of the mechanical force also causes an increase in charge and voltage on the capacitors C_{var} , C_1 and C_2 . However, an increase in the charge of a variable capacitor $\Delta q^{(n+1)}$ in the charge phase of C_{var} will always prevail over a decrease in charge $\Delta q^{(n)}$ in the discharge phase of C_{var} , which leads to a monotonic increase in charge on the capacitors and an increase in the voltage on them in each subsequent conversion cycle — the mode of unlimited growth of voltage and charge on capacitors is realized (fig. 5). In this case, the area covered by the Q — V diagram, as the number of conversion cycles increases, monotonically increases all the time.

The advantage of this scheme, in contrast to the basic Bennet doubler scheme, is that under the action of a small mechanical force that causes modulation of the capacitance C_{var} less than 2, the operation of the energy converter does not stop.

The analysis shows that in the autostabilization mode, the expression for estimating the voltage on the constant capacitors C_1 and C_2 can be represented as follows:

$$V_{C_1, \text{stab}} = V_{C_2, \text{stab}} = V_{\min} - V_0 = \frac{\eta - 1}{2 - \eta} V_0, \quad (8)$$

where $V_{\min} = V_0/(2 - \eta)$ is the minimum voltage on the capacitor C_{var} in the mode of stabilization of the voltage on the constant capacitors, i.e. the minimum voltage on the capacitor C_{var} and the voltage on the constant capacitors C_1 and C_2 in the autostabilization mode are determined only by the power supply V_0 and the modulation depth of the capacitor C_{var} .

As already noted, in the case of a large amplitude of an external influence that causes a modulation of a C_{var} capacitance equal to more than 2, the behavior of the voltage and charge changes on the capacitors requires the introduction of means to limit the process. In order

to limit the voltage and charge growth in this case, we will use the load resistance connected in parallel with the storage capacitor C_1 .

Analysis of the circuit with the load. Analysis of the generator operation taking into account the load (see fig. 1), as in the previous case, will be carried out in a quasistatic mode, replacing the diodes with ideal switches (see fig. 2). We will also assume that under the action of an external mechanical force, the capacitance of the variable capacitor C_{var} varies from C_{\max} to C_{\min} , and the period of change of the external mechanical force T is less than the time constant of discharge of the capacitor C_1 $\tau = R_{\text{load}} C_1$.

Calculations show that when a load impedance is connected, the rate of voltage and charge growth on capacitors slows down and may stop at all. Fig. 6 shows Q — V diagrams illustrating the process of changing the charge and voltage on the capacitor C_{var} with increasing number of conversion cycles, calculated using system (1), with $\eta = 2.15$, $C_1 = C_2 = 5 \cdot 10^{-10} \text{ F}$, $V_0 = 10 \text{ V}$, $R_{\text{load}} = 10^9 \Omega$, $T = 0.02 \text{ s}$. It can be seen that in this case, as the number of conversion cycles increases, the area covered by the Q — V diagram increases. However, as the number of conversion cycles increases, the area growth slows down and in the steady state Q — V diagrams, corresponding to different cycles, overlap each other (fig. 6, b). In this case, changes in the charges of capacitors in the discharge phase C_{var} are exactly compensated by changes in charges in the charge phase C_{var} . Autostabilization of the process occurs, but the flow of currents in the converter circuits does not stop.

Calculations show that under the assumptions made at the end of the charge and discharge phases of C_{var} , relations (2) and (3) are satisfied, respectively. However, at the end of the n -th C_{var} discharge phase, the change in charge of capacitor C_1 will not be equal to the change in charge of capacitors C_{var} and C_2 . In this case $|\Delta q_{C_1}^{(n)}| < |\Delta q_{C_{\text{var}}}^{(n)}| = |\Delta q_{C_2}^{(n)}|$, since a part of the charge given off by C_{var} will pass through R_{load} .

Analysis of the microgenerator under the assumptions made shows that in the steady state the voltage across the variable capacitor C_{var} will vary from

$$\begin{aligned} V_{\min} = V_0 \times \\ \times \frac{2 C_1 (C_{\min}^{-1} + C_2^{-1}) \operatorname{sh}(0.5 T / \tau) + \exp(0.5 T / \tau)}{1 - \eta + 2 C_1 (C_{\min}^{-1} + C_2^{-1}) \operatorname{sh}(0.5 T / \tau) + \exp(0.5 T / \tau)} \end{aligned} \quad (9)$$

at the end of the phase of C_{var} charge to

$$V_{\max} = V_{\min} \eta - \Delta q / C_{\min} \quad (10)$$

at the end of the discharge phase of C_{var} , where

$$\Delta q = 2 C_1 (V_{\min} - V_0) \operatorname{sh}(0.5 T / \tau) \quad (11)$$

is change in the charge of C_{var} at the end of its discharge phase.

Using (9)–(11), it is possible to obtain expressions for calculating of voltages on capacitors C_1 and C_2 in the steady state. So at the end of the charge phase of C_{var} voltages on the capacitors C_1 and C_2 are equal:

$$V_{C_1 \text{min}} = V_{C_2 \text{min}} = V_{\text{min}} - V_0. \quad (12)$$

Similarly, it can be shown that at the end of the discharge phase of C_{var} the voltages on the capacitors C_1 and C_2 will be equal to

$$V_{C_1 \text{max}} = V_{\text{max}} - V_{\text{min}} - \Delta q/C_2; \quad (13)$$

and

$$V_{C_2 \text{max}} = V_{C_2 \text{min}} + \Delta q/C_2. \quad (14)$$

In steady state, the current will flow through the load resistance

$$I_{R_{\text{load}}} = C_1 V_{C_1 \text{max}} [1 - \exp(-T/\tau)]/T. \quad (15)$$

Analysis of the results

Fig. 7 shows the dependences of the change in voltage on the variable capacitor C_{var} in the steady state on the load resistance at the end of the discharge and charge phases of C_{var} calculated using expressions (9) and (10). In the calculations, we assumed $C_1 = C_2 = 5 \cdot 10^{-10}$ F, $V_0 = 10$ V, $C_{\text{min}} = 7.4 \cdot 10^{-11}$ F, $C_{\text{max}} = 1.59 \cdot 10^{-10}$ F, $T = 0.02$ s and $\eta = 2.15$. To assess the adequacy of the expressions obtained, the same dependencies were calculated using system (1). One can see a good coincidence of the results of both calculations.

Fig. 8 shows the dependences of the voltage change on the capacitor C_2 on the load resistance, calculated using expressions (12), (14) and (1) in the steady state at the end of the discharge phases and the charge of C_{var} . There is also a fairly good agreement between the results of both calculations.

However, with $R_{\text{load}} < 5 \cdot 10^7$ Ω, the results of the calculation begin to differ, which is due to the non-fulfillment of the assumption $T/\tau < 1$.

This difference becomes especially noticeable when comparing dependencies $V_{C_1 \text{max}}$ and $I_{R_{\text{load}}}$ on the load resistance R_{load} , calculated using (13), (15) and (1). The corresponding dependences are shown in figs. 9 and 10.

Analyzing the given dependences as a whole, we see that the values of all the main characteristics of the microgenerator decrease with decreasing load resistance. This behavior is associated with an increase in the discharge rate of the storage capacitor C_1 and, as a result, with a decrease in its average charge and voltage with a decrease in the load resistance.

The load resistance current can be increased by increasing the modulation depth of capacitance η . Fig. 11 shows the dependence of the average current flowing through the load resistance in the steady state versus the load resistance for $\eta = 2.455$, calculated using expression (1). The same figure shows the current values calculated using (15) for $R_{\text{load}} = 5 \cdot 10^8$ Ω and $R_{\text{load}} = 5 \cdot 10^7$ Ω. When comparing figs. 10 and 11, it can be seen that an increase in η from 2.15 to 2.455 led to an increase in the average current through $R_{\text{load}} = 5 \cdot 10^8$ Ω by 2.8 times. It should be noted that for each value of R_{load} there is a critical value of the modulation depth of capacitance η , the excess of which will lead to the resumption of the mode of unlimited monotonic growth of voltages and charges in the circuit.

Using (9) we get that

$$\begin{aligned} \eta_{\text{cr}} = 1 + 2C_1(C_{\text{min}}^{-1} + C_2^{-1})\text{sh}(0.5T/\tau) + \\ + \exp(0.5T/\tau). \end{aligned} \quad (16)$$

Thus, the value of the permissible modulation depth of the capacitance η_{cr} depends on all parameters of the generator.

In the case when the period of change of the external mechanical force T is much longer than the time constant τ of the discharge of C_1 , i.e. $T/\tau \gg 1$, expressions (9)–(16) are greatly simplified. The expressions for the estimates V_{min} , Δq , $I_{R_{\text{load}}}$ and η_{cr} take the following form:

$$\begin{aligned} V_{\text{min}} \simeq V_0 \frac{1 + (C_{\text{min}}^{-1} + C_2^{-1})T/R_{\text{load}} + 0.5T/\tau}{2 - \eta + (C_{\text{min}}^{-1} + C_2^{-1})T/R_{\text{load}} + 0.5T/\tau}; \\ \Delta q \simeq (V_{\text{min}} - V_0)T/R_{\text{load}}; \\ I_{R_{\text{load}}} \simeq V_{C_1 \text{max}}/R_{\text{load}}; \\ \eta_{\text{cr}} \simeq 2 + (C_{\text{min}}^{-1} + C_2^{-1})T/R_{\text{load}} + 0.5T/\tau. \end{aligned}$$

If, moreover, $C_2/C_{\text{min}} \gg 1$, which is usually the case, we obtain that

$$\begin{aligned} V_{\text{min}} \simeq V_0 \frac{1 + T/(R_{\text{load}} C_{\text{min}})}{2 - \eta + T/(R_{\text{load}} C_{\text{min}})}, \\ \eta_{\text{cr}} \simeq 2 + T/(R_{\text{load}} C_{\text{min}}), \end{aligned}$$

i.e. the values of the main parameters of the circuit in this case are determined by the ratio of the period of change of the external mechanical force T and the time constant $R_{\text{load}} C_{\text{min}}$. In this case, capacitors C_1 and C_2 do not have time to recharge. If, in addition, $R_{\text{load}} C_{\text{min}} \gg T$ is also present, then the presence of R_{load} ceases to influence the processes at $\eta > 2$, $V_{\text{min}} \rightarrow V_0/(2 - \eta)$, and $\eta_{\text{cr}} \rightarrow 2$, i.e. despite the presence of R_{load} , the autostabilization mode in this case can only be implemented with $\eta \leq 2$.

Conclusion

The analysis showed that connecting the load in parallel with the storage capacitor C_1 can lead to stopping the monotonous unlimited growth of voltages and charges and to the auto-stabilization mode at $\eta \geq 2$ in the modified MG scheme based on the Bennet doubler with one variable capacitor containing an integrated charge.

The autostabilization mode at $\eta \geq 2$ occurs only if the discharge of the storage capacitor C_1 can compensate the growth of the charge of C_1 . To do this, for a given R_{load} , which determines the discharge rate of C_1 , the modulation depth of capacitance η , which determines the charge rate of C_1 , must be less than a certain critical value η_{cr} , exceeding which will lead to the resumption of the mode of unlimited monotonic increase in voltages and charges in the circuit.

It was established that, in contrast to the case with $\eta < 2$, in the case of $\eta \geq 2$, in the steady-state autostabilization, changes in the charges of capacitors in the circuit under study do not stop, but stabilize. In this case, changes in charges and voltages in the discharge phase of an alternating capacitor are compensated by the opposite change in charges and voltages in the charge phase of C_{var} . As a result, in the steady-state mode, the $Q-V$ diagrams, which correspond to different cycles with $\eta \geq 2$, do not tighten into a line, but overlap each other. In this case, the current through the load resistance, even in the steady state does not stop.

Analytical expressions for estimating the main characteristics of a microgenerator in the autostabilization mode with $\eta \geq 2$ are obtained.

It is shown that the values of all basic characteristics of a microgenerator at a given modulation depth of capacity decrease with decreasing of the load resistance.

References

1. Pohlebkin D. MEMS v strukture elektronnoj otrazili Rossii, *Semicon Russia 2014, May 14–15 Moscow*. URL: <http://docplayer.ru/28554959-Frost-sullivan-mems-v-strukture-elektronnoy-otrasli-rossii-dmitriy-pohlebkin-frost-sullivan.html> (data obrashcheniya: 30.03.2018) (in Russian).
2. Khan S., Pathan A.-S. K., Alrajeh N. A. *Wireless sensor networks: current status and future trends*, Boca Raton, CRC Press Inc, 2016, 546 p.
3. Okwor C., Okomba N., Okoli G., Odiase P., Adebimpe E. A Review of the state-of-the-art Ubiquitous Multimedia Sensor Networks, *FUOYE Journal of Engineering and Technology*, 2017, vol. 2, is. 1, pp. 78–82.
4. Oudenhoven J. F. M., Vullers R. J. M., Schaijk R. A review of the present situation and future developments of micro-batteries for wireless autonomous sensor systems, *International Journal of Energy Research*, 2012, vol. 36, no. 12, pp. 1139–1150, doi: 10.1002/er.2949.
5. Deng D. Li-ion batteries: basics, progress, and challenges, *Energy Science and Engineering*, 2015, vol. 3, is. 5, pp. 385–418.
6. Vullers R. J. M., van Schaijk R., Doms I., Van Hoof C., Mertens R. Micropower energy harvesting, *Solid-State Electron*, 2009, no. 53, pp. 684–693, doi: 10.1016/j.sse.2008.12.011.
7. Zhang Y., Wang T., Luo A., Hu Y., Li X., Wang F. Micro electrostatic energy harvester with both broad bandwidth and high normalized power density, *Applied Energy*, 2018, vol. 212, pp. 362–371.
8. Khan F. U., Qadir M. U. State-of-the-art in vibration-based electrostatic energy harvesting, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2016, vol. 26, no. 10, art. No. 103001, doi: 10.1088/0960-1317/26/10/103001.
9. Hillenbrand J., Pondrom P., Sessler G. M. Electret transducer for vibration-based energy harvesting, *Applied Physics Letters*, 2015, vol. 106, art. No. 183902.
10. Dragunov V. P., Ostertak D. I. Arhitektura i analiz skhem MEM rekuperatorov elektricheskoy energii, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2011, no. 4 (129), pp. 49–54 (in Russian).
11. Torres E. O., Rincón-Mora G. A. A 0.7-μm BiCMOS Electrostatic Energy-Harvesting System IC, *IEEE Journal of solid-state circuits*, 2010, vol. 45, no. 2, pp. 483–496.
12. de Queiroz A. C. M., Domingues M. The doubler of electricity used as battery charger, *IEEE Transactions on Circuits and Systems – II: Express Briefs*, 2011, vol. 58, no. 12, pp. 797–801, doi: 10.1109/TCSII.2011.2173963.
13. de Queiroz A. C. M. Electrostatic energy harvesting using capacitive generators without control circuits, *Analog Integrated Circuits and Signal Processing*, 2015, vol. 85, is. 1, pp. 57–64.
14. Dragunov V. P., Dorzhiev V. Yu. Mikroelektromekhanicheskij generator na osnove duplikatora Benneta, *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika*, 2012, № 11 (148), pp. 39–42 (in Russian).
15. Dragunov V., Dorzhiev V. Electrostatic vibration energy harvester with increased charging current, *Journal of Physics: Conference Series*, 2013, vol. 476, no. 1, pp. 012115/1–012115/5, doi: 10.1088/1742-6596/476/1/012115.
16. Lefevre E., Risquez S., Wei J., Woytasik M., Parrain F. Self-Biased Inductor-less Interface Circuit for Electret-Free Electrostatic Energy Harvesters, *Journal of Physics: Conference Series*, 2014, vol. 557, no. 1, pp. 012052/1–012052/6, doi: 10.1088/1742-6596/557/1/012052.
17. Dorzhiev V., Karami A., Basset P., Marty F., Dragunov V., Galayko D. Electret-Free Micromachined Silicon Electrostatic Vibration Energy Harvester With the Bennet's Doubler as Conditioning Circuit, *IEEE Electron Device Letters*, 2015, vol. 36, no. 2, pp. 183–185, doi: 10.1109/LED.2014.2387213.
18. Karami A., Basset P., Galayko D. Electrostatic vibration energy harvester using an electret-charged MEMS transducer with an unstable auto-synchronous conditioning circuit, *Journal of Physics: Conference Series*, 2015, vol. 660, no. 1, pp. 012025/1–012025/5, doi: 10.1088/1742-6596/660/1/012025.
19. Dragunov V. P., Dorzhiev V. Y., Ostertak D. I., Atuchin V. V. A new autostabilization mechanism in the Bennet doubler circuit-based electrostatic vibrational energy harvester, *Sensors and Actuators. A: Physical*, 2018, vol. 272, pp. 259–266, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2018.01.053>.
20. Dragunov V. P., Sinitkiy R. E., Ostertak D. I. Mikroelektromekhanicheskij generator na osnove modifitsirovannoj skhemy duplikatora Benneta, *Doklady Akademii nauk vysshej shkoly Rossijskoj Federacii*, 2017, № 3 (36), pp. 39–51. doi: 10.17212/1727-2769-2017 (in Russian).

Адрес редакции журнала: 107076, Москва, Строгинский 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.

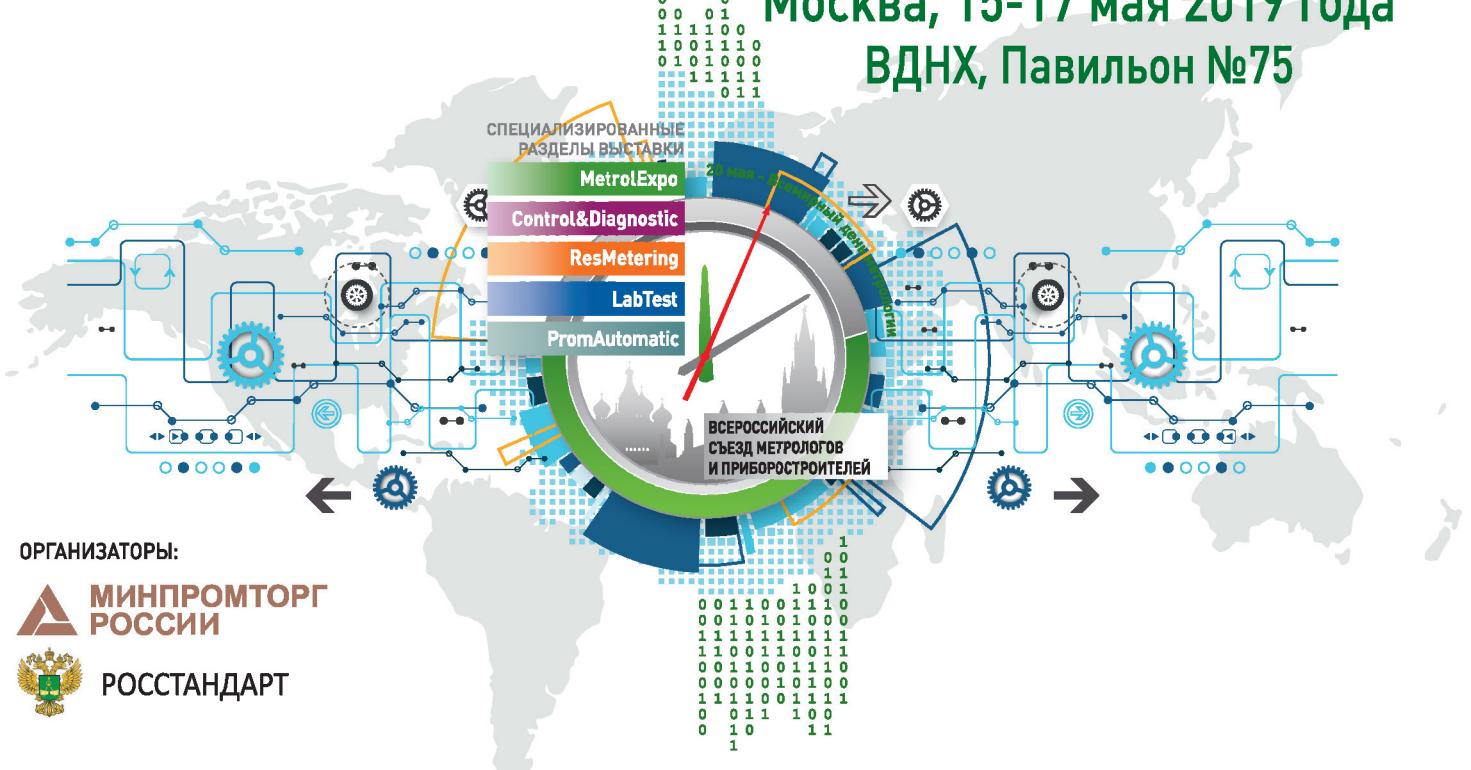
Сдано в набор 21.11.2018. Подписано в печать 26.12.2018. Формат 60×88 1/8. Заказ МС119. Цена договорная
Оригинал-макет ООО «Адвансед солюшнз». Отпечатано в ООО «Адвансед солюшнз». 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1. Сайт: www.aov.ru

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



ОРГАНIZATORS:

 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

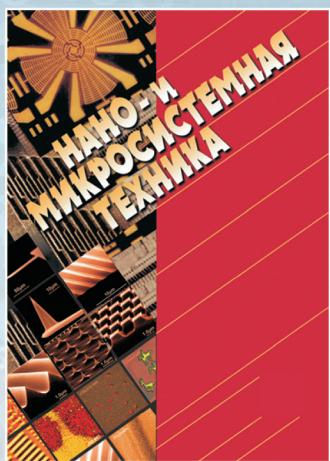
Тел./Факс: +7 (495) 937-40-23

E-mail: metrol@expoprom.ru

Спешите забронировать стенд
www.metrol.expoprom.ru

Издательство «НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ»

выпускает научно-технические журналы



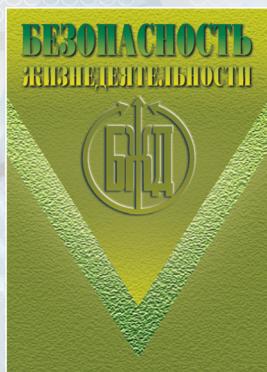
Ежемесячный междисциплинарный теоретический и прикладной научно-технический журнал

НАНО- и МИКРОСИСТЕМНАЯ ТЕХНИКА

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

Подписной индекс по Объединенному каталогу

«Пресса России» – 79493



Научно-практический и учебно-методический журнал

БЕЗОПАСНОСТЬ жизнедеятельности

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

Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 79963

Ежемесячный теоретический и прикладной научно-технический журнал

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

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



Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 72656



Ежемесячный теоретический и прикладной научно-технический журнал

МЕХАТРОНИКА, АВТОМАТИЗАЦИЯ, УПРАВЛЕНИЕ

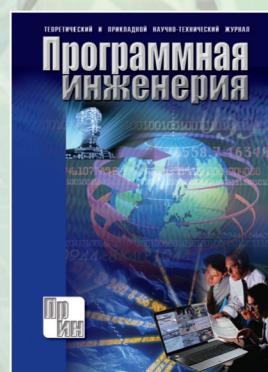
В журнале освещаются достижения в области мехатроники, интегрирующей механику, электронику, автоматику и информатику в целях совершенствования технологий производства и создания техники новых поколений. Рассматриваются актуальные проблемы теории и практики автоматического и автоматизированного управления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

Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 79492

Теоретический и прикладной научно-технический журнал

ПРОГРАММНАЯ ИНЖЕНЕРИЯ

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



Подписной индекс по
Объединенному каталогу
«Пресса России» – 22765

Адрес редакции журналов для авторов и подписчиков:
107076, Москва, Строгинский пер., 4. Издательство "НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ".
Тел.: (499) 269-55-10, 269-53-97. Факс: (499) 269-55-10. E-mail: antonov@novtex.ru