

## КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 531.781+681.586

**И.Е. Сырмолотнов****ИССЛЕДОВАНИЕ ПАВ-АКСЕЛЕРОМЕТРОВ С УПРУГИМИ ЭЛЕМЕНТАМИ ТОРСИОННОГО И ИЗГИБНОГО ТИПОВ***Рассматриваются акселерометры на ПАВ с упругими элементами. Исследованы конструкции акселерометров и представлены экспериментальные технические характеристики.****Ключевые слова:** акселерометр, тензопреобразователь, ПАВ-резонатор, ПАВ-генератор.*

**Введение.** Традиционные типы датчиков с частотной формой сигнала – пьезорезонансные на основе объемных акустических волн (ОАВ) не удовлетворяют требованиям простоты конструкции и обеспечения акустической развязки корпуса и чувствительного элемента. Потребности в технологичных датчиках давления, силы, ускорения повышенной точности в настоящее время удовлетворены далеко не полностью, особенно для бортовой аппаратуры, автоматизированных систем управления, микроэлектроники, робототехники.

Актуальность работы по созданию нового типа частотных датчиков на основе поверхностных акустических волн (ПАВ) связана с их потенциальными возможностями повышения точности измерения, простой конструкцией и структурной схемой электронной части, стабильностью характеристик, быстродействием, обусловленными физическими особенностями распространения ПАВ в кристаллах.

**Цель работы** – изучение конструкции акселерометров на резонаторах и линиях ПАВ, исследование их характеристик.

**Теоретические исследования.** Акселерометр с тензопреобразователем ПАВ (рисунок 1) состоит из первой и второй пьезокварцевых пластин повернутого УХ-среза, жестко закрепленных посередине в держателе, изготовленном из материала с модулем Юнга и модулем сдвига, превышающим соответствующие модули упругости  $C'_{11}$  и  $C'_{44}$  пластин. Нижняя часть держателя соединена с корпусом твердым припоем, и с помощью верхней части держателя и слоя стеклотемента пластины неподвижно фиксируются в держателе. Срез кристалла, из которого изготов-

лены пластины, обладает минимальным температурным коэффициентом модуля упругости  $C'_{44}$  и максимальным коэффициентом чувствительности скорости к сдвиговой деформации  $\varepsilon_{44}$ . По обе стороны от держателя на верхней поверхности первой пластины сформированы входной и выходной встречно-штыревые преобразователи (ВШП) ПАВ, образующие линию задержки, а на нижней поверхности второй пластины – ВШП второй линии задержки. На диагонально противоположных углах пластин расположены инерционные массы. Герметизирующая крышка и дно корпуса выполняют роль упоров при перегрузке [1, 6].

Ускорение вызывает деформации кручения первой пластины по часовой стрелке, второй пластины – против часовой стрелки. В результате время задержки в первой ( $T_1$ ) и второй ( $T_2$ ) линиях изменяется на величины  $\Delta T_1$  и  $\Delta T_2$ :

$$T_1 = T_{10} + \Delta T_1 \text{ и } T_2 = T_{20} - \Delta T_2.$$

Деформации изгиба, возникающие в пластинах, дополнительно изменяют время задержки ПАВ:

$$T'_1 = T_{10} + \Delta T_1 + \Delta T'_1 \text{ и } T'_2 = T_{20} - \Delta T_2 - \Delta T'_2. \quad (1)$$

$\Delta T_1$  и  $\Delta T_2$  определяют абсолютное изменение времени задержки ПАВ за счет деформации кручения, а  $\Delta T'_1$  и  $\Delta T'_2$  – за счет деформации изгиба. Вследствие диагонального расположения инерционных масс  $|\Delta T_1| \gg |\Delta T'_1|$  и  $|\Delta T_2| \gg |\Delta T'_2|$ .

При нагревании пластин происходит одинаковое по знаку изменение времени задержки ПАВ на величины  $T_{t1}$  и  $T_{t2}$  соответственно:

$$\begin{aligned} (T_1)_\Sigma &= T_{10} + \Delta T_1 + \Delta T'_1 + T_{t1}, \\ (T_2)_\Sigma &= T_{20} - \Delta T_2 - \Delta T'_2 + T_{t2}. \end{aligned} \quad (2)$$

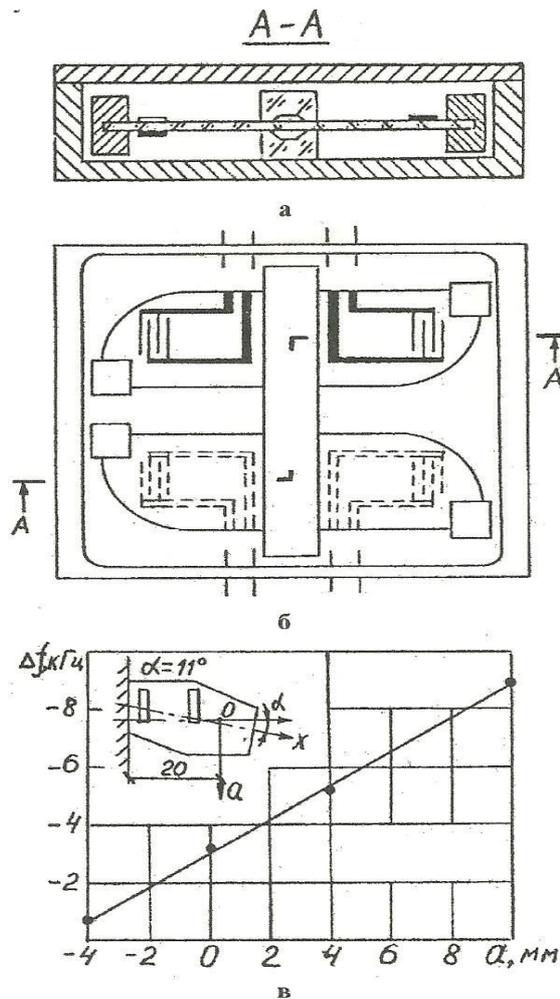


Рисунок 1 – Акселерометр с тензопреобразователем ПАВ торсионного типа: а, б – конструкция устройства, в – результаты эксперимента

Поскольку деформации изгиба значительно меньше деформаций кручения, то изменение крутизны нагрузочной характеристики «ускорение – время задержки» от температуры происходит в основном за счет изменения величины сдвиговых деформаций пропорционально температурным коэффициентам модулей упругости (ТКМУ) сдвига. Однако срез пластин выбран таким образом, что изменение модулей сдвига при нагревании (охлаждении) близко к нулю и уравнения (2) принимают вид:

$$\begin{aligned} (T_1)_\Sigma &\approx T_{10} + \Delta T_1 + T_{t1}, \\ (T_1)_\Sigma &\approx T_{20} - \Delta T_2 + T_{t2}. \end{aligned} \quad (3)$$

При дифференциальном включении генераторов происходит вычитание частот:  $\Delta f \approx f_{20} + \Delta f_{t2} + \Delta f_2 - f_{10} - \Delta f_{t1} + \Delta f_1$ .

При условии  $f_{20} \approx f_{10}$ ;  $\Delta f_{t1} \approx \Delta f_{t2}$ ;  $\Delta f_2 = \Delta f_1 = \Delta f_0$  получим:  $\Delta f \approx 2\Delta f_0$ , т. е. изменение разностной частоты происходит только за счет деформации кручения и практически не зависит от температуры, так как срез пластин выбран с минимальным (нулевым) ТКМУ сдвига.

**Экспериментальные исследования.** В двух экспериментальных образцах акселерометров, выполненных на пластинах УХ-срезов кварца, получены следующие технические характеристики:

1. Центральная частота ПАВ-генераторов 32 МГц и 100 МГц.
2. Диапазон ускорений  $0 \dots 10 \text{ м/с}^2$ .
3. Дрейф нуля в диапазоне  $+20 \dots +80^\circ\text{C}$   $0,01\%/10^\circ\text{C}$ .
4. Максимальная девиация частоты при нагревании 40 кГц и 156 кГц.
5. Инерционная масса 50 г и 10 г.
6. Температурный коэффициент крутизны преобразования:  
 $\delta(\Delta f / \Delta \alpha) = 0.001\%/10^\circ\text{C}$ .
7. Чувствительность –  $10^{-6} \text{ м/с}^2$ .
8. Разрешающая способность –  $10^{-5} g$ .

Верхний предел измерения зависит от геометрических размеров и жесткости пьезоэлектрических пластин, величины инерционной массы и находится в диапазоне от сотых долей  $g$  до сотен  $g$ .

Разрешающая способность определяется кратковременной стабильностью частоты ПАВ-генератора, которая в лучших образцах достигает величины  $10^{-10} \text{ с}$ . При максимальной деформации упругого элемента  $\varepsilon = 5 \cdot 10^{-4}$  на верхнем пределе измерения разрешающая способность составляет не хуже  $2 \cdot 10^{-7}$  от верхнего предела измеряемой величины.

Результаты экспериментального исследования торсионных упругих чувствительных элементов (УЧЭ) представлены на рисунке 2. При кручении УЧЭ, выполненного в виде диска, зажатого неподвижно в держателе, происходит изменение частоты ПАВ-генератора. Диск торсион позволяет изменить его положение в держателе путем поворота в пределах  $\alpha = 0 \dots 360^\circ$  через  $30^\circ$ . Расстояние от держателя до края диска при этом остается постоянным. Крутящий момент величиной  $0,06 \text{ Н}\cdot\text{м}$  создавался с помощью гибкого валика, рычага и груза. Были исследованы тензоэлементы ST-среза кварца с положением ВШП вдоль оси  $X$  и под углом  $19^\circ$  к оси. Зависимость периодическая с изменением величины и знака девиации частоты. При закреплении диска в держателе и воздействии сдвигающей силы  $F = 5 \text{ Н}$  вдоль основных плоскостей диска также наблюдается девиация частоты ПАВ-датчика, но в значительно меньших пределах ( $\pm 0,5 \text{ кГц}$ ) вследствие большой жесткости УЧЭ в данном направлении. Аналогичные зависимости наблюдаются и для других положений ВШП в плоскости ST-среза кварца [1]. Максимумы зависимости относительно изменения частоты постепенно

смещаются. Так для  $\varphi = 0^\circ \Delta f_{max}$  наблюдается при  $\alpha = 30^\circ \dots 60^\circ$  в зависимости от топологии ВШП и расстоянии между их центрами; для  $\varphi = 12^\circ \Delta f_{max}$  при положении диска под углом  $\alpha = 60^\circ \dots 70^\circ$ , для  $\varphi = -25^\circ$  угол  $\alpha = 120^\circ$ .

Величина тензочувствительности частоты ПАВ-датчика к деформациям сдвига была определена для ряда срезов кварца по формуле:

$$K_{мкр} = \delta f \frac{C'_{44} a h^2}{6 M_{кр}}, \quad (4)$$

где  $C'_{44}$  - модуль сдвига вдоль оси кручения тензоэлемента;  $a$  - длина хорды диска по краю держателя;  $h$  - толщина УЧЭ;  $M_{кр}$  - крутящий момент.

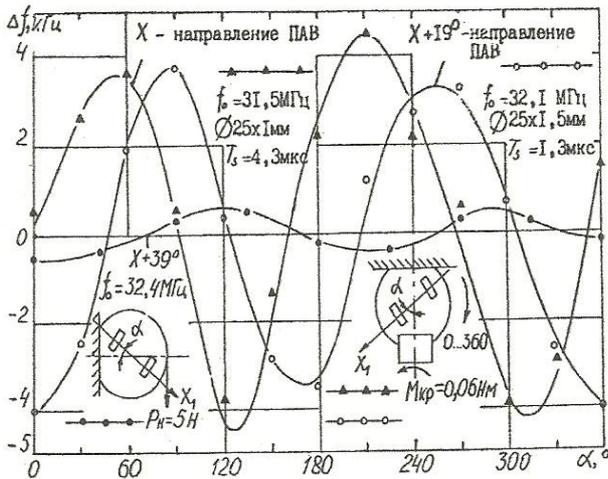


Рисунок 2 – Изменение частоты ПАВ-генератора при деформациях кручения тензоэлемента ST-среза в зависимости от направления распространения ПАВ и положения диска в держателе

Влияние положения ВШП в плоскости ST-среза кварца на чувствительность частоты ПАВ-генератора к деформации сдвига

Способ нагружения	Положение ВШП $\varphi$ , град	Толщина $h$ , мм	Модуль сдвига $C'_{44}, 10^9 \text{ Н/м}^2$	Частота генерации, МГц	Время задержки, мкс	Число пар электродов	Коэффициент $\delta f C'_{44} a h^2 / 6 M_{кр}$
<p>Диаметр 25 мм <math>\ell = 18 \pm 20 \text{ мм}</math> <math>a = 15 \text{ мм}</math> <math>M_{кр} = 0,06 \text{ Н.м}</math></p>	$0^\circ$	1,0	170	31,3	4,3	20/20	0,339
	$-5^\circ$	1,5	168	31,7	1,3	20/20	0,519
	$+12^\circ$	1,0	160	31,7	3,1	20/10	-0,391
	$+15^\circ$	1,0	158	31,1	1,3	40/20	-0,165
	$+19^\circ$	1,5	150	32,0	1,3	20/20	-0,835
	$-22^\circ$	1,0	148	32,5	1,3	20/20	-0,911
	$-25^\circ$	1,0	144	32,7	4,3	20/20	-0,991

В таблице сведены результаты эксперимента и расчетов для торсионных УЧЭ ST-среза кварца. Положение диска в держателе показано в

таблице: электроды ВШП параллельны краю держателя, а осью кручения является ось, перпендикулярная к электродам ВШП. При плавном уменьшении модуля сдвига  $C'_{44}$  от 170 до 144 ГПа с изменением угла  $|\varphi|$  от 0 до  $25^\circ$  коэффициент деформационной чувствительности изменяется от 0,34 при  $\varphi = 0^\circ$  до 0,52 при  $\varphi = -5^\circ$  и далее, оставаясь отрицательным, увеличивается по абсолютной величине от -0,16 при  $\varphi = 15^\circ$  до -0,99 при  $\varphi = -25^\circ$ . Изменение направления кручения на противоположное приводит к изменению знака девиации частоты. Как и для других способов нагружения УЧЭ, существенное влияние на чувствительность оказывает топология линии задержки.

Акселерометр с монолитным УЧЭ торсионного типа состоит из пластины (рисунок 3), профилированной в центральной области алмазной фрезой до образования диафрагмы, в которой ионноплазменным, химическим или механическим методом выполнены отверстия, образующие две параллельные премычки с выступами, на которых закреплены инерционные массы.

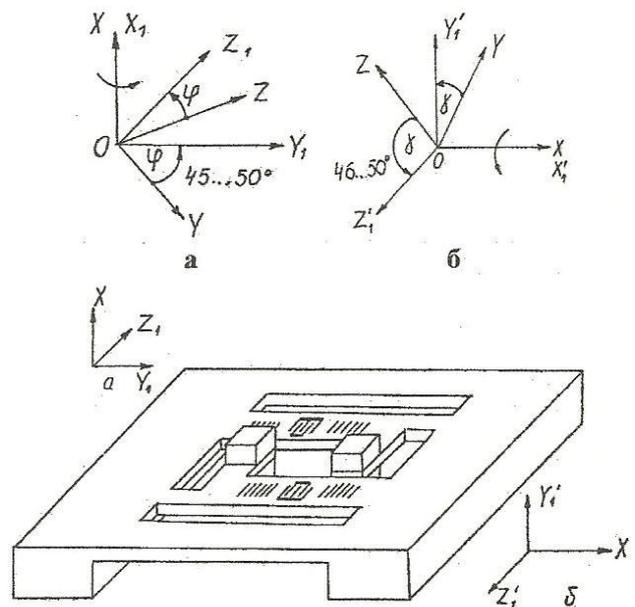


Рисунок 3 – Конструкция акселерометра с УЧЭ торсионного типа и ориентация перемычек-торсионов: а – в плоскости X-среза; б – в плоскости повернутого Y-среза; X, Y, Z - кристаллографические оси кварца;  $X_1, Y_1, Z_1$  - оси координат перемычек-торсионов;  $\varphi, \gamma$  - углы поворотов системы координат

Вдоль перемычек, ориентированных в направлении с нулевым температурным коэффициентом модуля сдвига (ТКМС)  $C'_{44}$ , расположены ПАВ-резонаторы. Пластина изготовлена из среза кристалла, в котором имеются направления с противоположными по знаку ТКМС  $C'_{44}$ , и закреплена на основании с помощью низкомо-

дульного клея по периферийным массивным участкам. Внутренняя полость, образованная основанием и кожухом, герметизирована и заполнена инертным газом. Встречно-штыревые преобразователи ПАВ-резонаторов соединены с электронной схемой обработки сигналов через герметичные вводы. Для защиты от перегрузок между инерционными массами и основанием, выполняющим роль упора, имеется некоторый зазор. Толщина перемычек выбирается исходя из диапазона ускорений и превышает примерно в 10 раз длину ПАВ в материале.

При воздействии ускорения в перемычках возникают деформации кручения противоположного знака. Частота первого резонатора увеличивается, а второго - уменьшается.

Электронная схема, состоящая из двух ПАВ-генераторов смесителя частот, выделяет разностный сигнал  $2\Delta f$ , пропорциональный величине ускорения. Таким образом, структурная схема преобразования ускорения в частоту следующая:

$$ma \rightarrow F \rightarrow \pm \varepsilon_4 \rightarrow \pm \Delta V \rightarrow \pm \Delta f, \quad (5)$$

где  $m$  – инерционная масса;  $a$  – величина ускорения;  $F$  – сила, приложенная к торсионному упругому элементу;  $\varepsilon_4$  – деформация кручения;  $\Delta V$  – изменение скорости ПАВ в деформированной перемычке. Срез кристалла и направление перемычек выбираются таким образом, что ТКМС  $C_{44}$  равен нулю, что позволяет практически исключить изменение крутизны преобразования, связанное с температурным изменением сдвигового модуля упругости. Данное обстоятельство является очень важным, поскольку дифференциальная схема включения резонаторов не позволяет уменьшить изменение крутизны преобразования. В результате уменьшаются аддитивная (дрейф нуля) и мультипликативная (изменение крутизны преобразования) погрешности, являющиеся основными причинами снижения точности и разрешающей способности датчиков.

При величине полезного изменения частоты порядка  $10^{-3}$ , кратковременной нестабильности  $10^{-10} \text{ с}^{-1}$  динамический диапазон измерений достигает  $10^7$ . Изменение модуля упругости сдвига ТК  $C_{44} \approx 10^{-7} \text{ 1/}^\circ\text{C}$ , погрешность измерения ускорения в диапазоне температур  $10^\circ\text{C}$  составит не более 0,1 %. При термостатировании датчика с точностью  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  погрешность составит  $\pm 0,001 \%$ , что позволит использовать устройство в инерциальных навигационных системах.

На рисунках 4 и 5 изображены перспективная конструкция и структурная схема акселерометра

метра на ПАВ-резонаторах с Т-образным УЧЭ.

Устройство состоит из корпуса с крышкой, образующих герметичный объем, внутри которого на выступе дна корпуса жестко закреплена за основание Т-образная пластина из пьезокварца УХ-среза. Ось симметрии пластины проходит через ее основание и область закрепления. На фронтальной плоскости пластины асимметрично на свободных частях пластины размещены первая пара ПАВ-резонаторов 1,2, а на тыльной плоскости – вторая пара ПАВ-резонаторов 3, 4 [1].

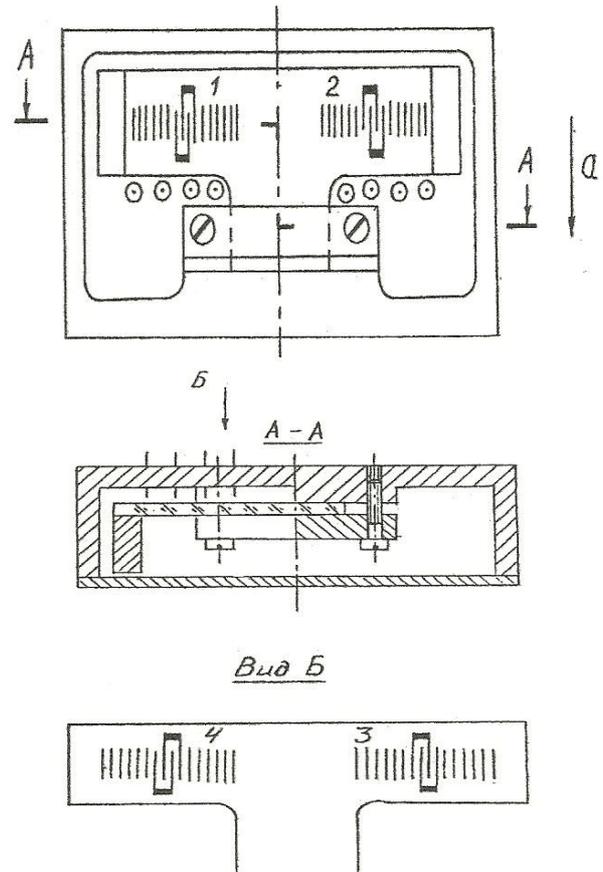


Рисунок 4 – Конструкция акселерометра на ПАВ-резонаторах с Т-образным УЧЭ торсионного типа

Все резонаторы ориентированы вдоль оси X пьезокварца. Инерционные массы закреплены на концах пластины со стороны ее фронтальной плоскости. Пара ПАВ-резонаторов фронтальной плоскости в составе первого и второго ПАВ-генераторов соединена с первым вычитателем частот, а пара ПАВ-резонаторов на тыльной плоскости пластины в составе третьего и четвертого ПАВ-генераторов соединена со вторым вычитателем частот (рисунок 5). Первый и третий ПАВ-генераторы на резонаторах левой части пластины подключены к третьему вычитателю частот, а второй и четвертый ПАВ-генераторы на резонаторах правой части пластины подключены к четвертому вычитателю частот. Все вы-

читатели частоты соединены с общим сумматором.

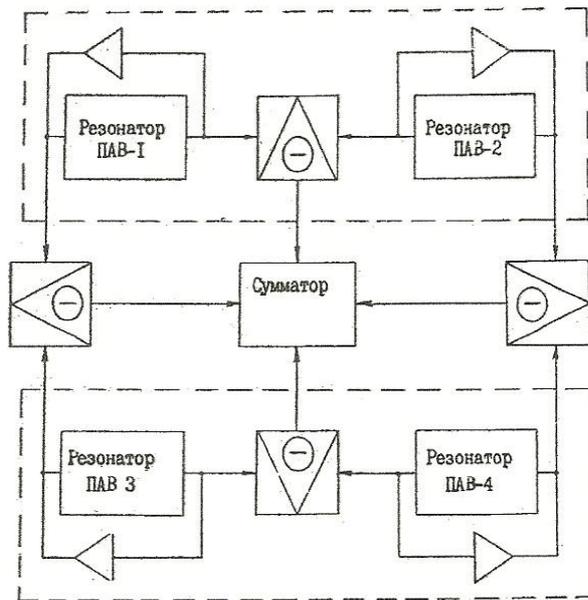


Рисунок 5 – Структурная схема обработки частотных сигналов ПАВ-резонаторов акселерометра

При воздействии ускорения ПАВ-резонаторы испытывают деформации кручения и изгиба. При этом направление кручения относительно области крепления ПАВ-резонаторов 1 и 3 – по часовой стрелке, а ПАВ-резонаторов 2 и 4 – против часовой стрелки. Кроме того, ПАВ-резонаторы 1 и 2 испытывают деформации изгибного сжатия, а ПАВ-резонаторы 3 и 4 – изгибного растяжения. Таким образом, деформации кручения вызывают изменение частот в ПАВ-резонаторах 1, 2 и 3, 4 противоположного знака, которое выделяется I и II вычитателями частот, а в ПАВ-резонаторах 1, 3 и 2, 4 – одинакового знака, которое компенсируется.

Температурное изменение размеров резонаторов и скорости ПАВ компенсируется при двойном попарном вычитании частот. Деформации и механические напряжения, связанные с разностью ТКР пластины, корпуса и держателя, уменьшаются за счет удаления ПАВ-резонаторов от места защемления и за счет профилирования пластины в Т-образную форму. В результате уменьшается погрешность преобразования ускорения в частоту в широком диапазоне температур за счет снижения дрейфа нуля. Погрешность, связанная с изменением крутизны преобразования, снижается за счет использования срезов кристалла кварца с минимальным температурным коэффициентом модуля сдвига и выбора геометрических соотношений (длина, ширина, толщина) Т-образной пластины.

Технические характеристики акселерометра: суммарное полезное изменение частоты состав-

ляет  $3 \cdot 10^{-3}$ . При кратковременной нестабильности частоты  $10^{-10} \text{ с}^{-1}$  динамический диапазон достигает  $3 \cdot 10^7$ . Температурное изменение частоты при четырехкратном вычитании составляет не более  $10^{-7} 1/^\circ\text{C}$ , погрешность измерения ускорения в диапазоне температур не превышает 0,05 %. При термостатировании акселерометра с точностью до  $\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$  погрешность дрейфа нуля составляет  $\pm 0,001 \text{ } \%$ , что позволяет использовать акселерометр в инерциальной навигации.

На рисунке 6 представлена конструкция экспериментального датчика на ПАВ с профилированным УЧЭ [2].

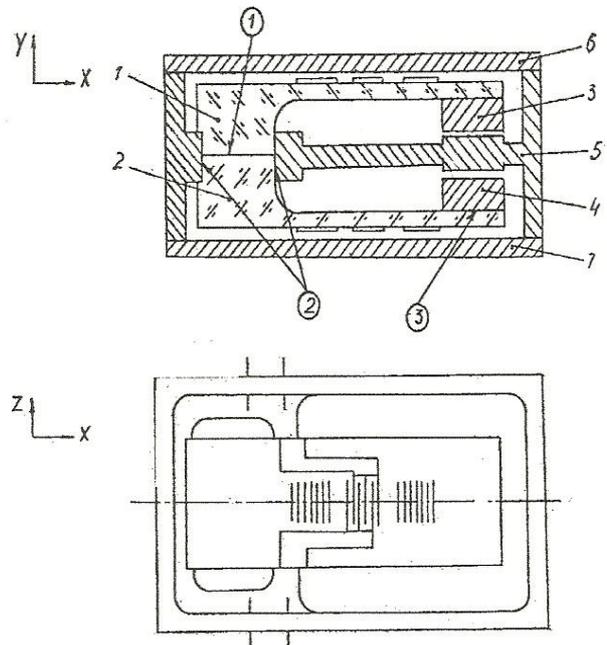


Рисунок 6 – Акселерометр на ПАВ-резонаторах с профилированным консольным УЧЭ: 1,2 – упругий элемент (кварц УХ-среза или ST-среза); 3,4 – инерционная масса; 5 – корпус; 6,7 – крышка

УЧЭ состоит из двух консольных пластин, соединенных массивными основаниями между собой и корпусом датчика. Снижается влияние связующего звена слоя и элементов конструкции на дрейф нуля, связанный с разностью температурных коэффициентов расширения пьезокварцевых пластин, корпуса и связующего слоя. На свободных концах пластин закреплены инерционные массы, а на поверхностях размещены ПАВ-резонаторы, включенные дифференциально в электронную схему датчика.

Экспериментально результаты по исследованию дрейфа нуля акселерометра на ПАВ-резонаторе и стабильности частоты генератора представлены на рисунках 7, 8 и 9. Дрейф нуля и кратковременная нестабильность частоты генерации значительно лучше, чем в ПАВ-датчиках с УЧЭ, выполненным на линии задержки, за счет более высокой добротности частото задающего элемента.

Экспериментальный ТКЧ  $\alpha_{fT} = (-0,9 \dots -1,6) \cdot 10^{-6}$  1/град. Кратковременная нестабильность частоты в течение 30 с  $\alpha_{fH} \leq (1,8 \dots 9) \cdot 10^{-8}$  1/с.

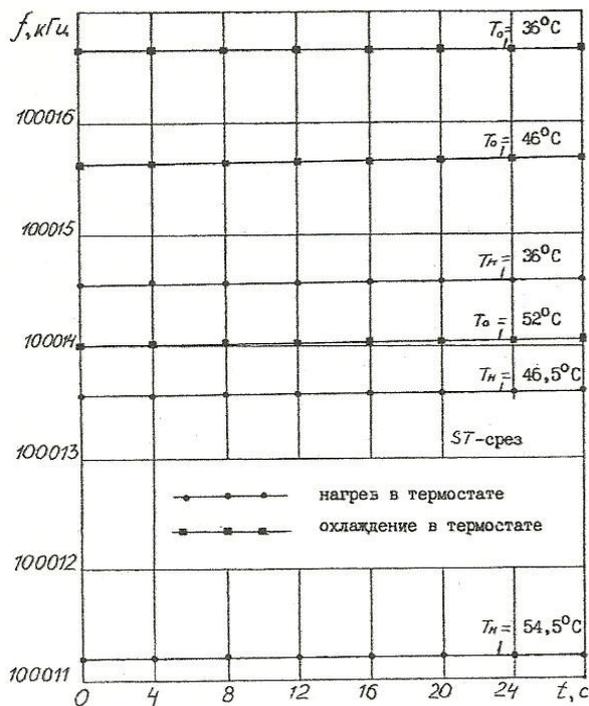


Рисунок 7 – Температурный и временной дрейф нуля датчика ускорения на ПАВ-резонаторе

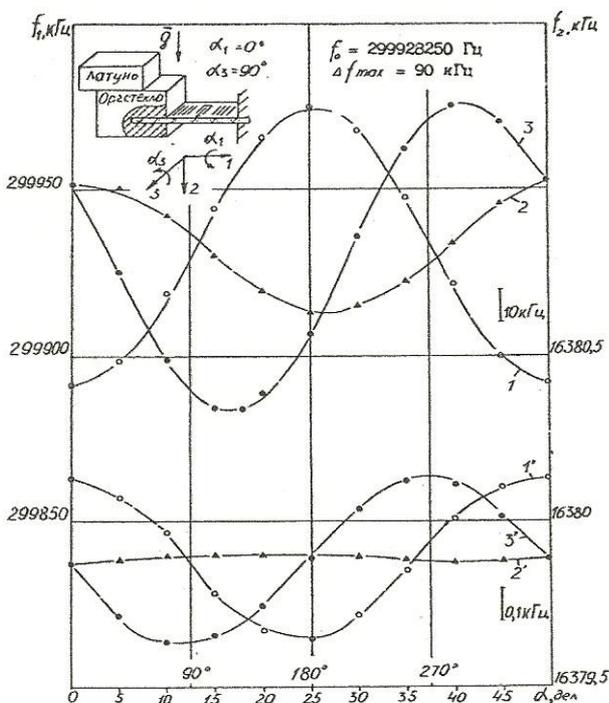


Рисунок 8 – Влияние положения датчика ускорения в поле силы тяжести Земли: 1,2,3 – датчики на ПАВ-резонаторе; 1',2',3' – эталонные пьезорезонансные датчики;  $\vec{g}$  – направление ускорения свободного падения

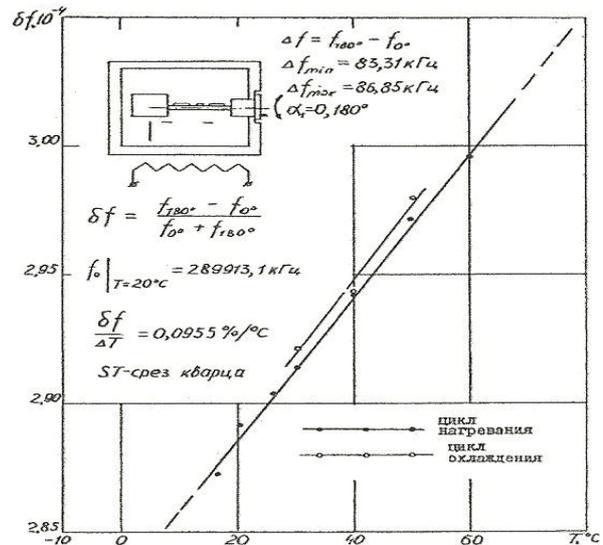


Рисунок 9 – Температурный коэффициент крутизны преобразования силы в частоту консольного датчика на ПАВ

**Заключение.** Результаты экспериментального исследования акселерометров с пьезокварцевыми упругими элементами торсионного и изгибного нагружения показывают возможность достижения высокой точности и разрешающей способности, уменьшения дрейфа нуля и температурного изменения крутизны преобразования.

**Выводы.** Исследованные конструкции акселерометров на резонаторах и линиях ПАВ имеют простую конструкцию, достаточно технологичны в изготовлении и более подробно представлены в авторских свидетельствах [2 – 6].

**Библиографический список**

1. Сырмолотнов И.Е. Исследование акустоэлектронных тензопреобразователей и разработка датчиков механических величин на их основе: Диссертация канд. техн. наук, Рязань, 1988. – 250 с. УДК 531.781+681.586.
2. Авт. свид. СССР №1270709. Заявл. 19.02.1985. Акселерометр / Сырмолотнов И.Е.
3. Авт. свид. СССР №1322817. Заявл. 16.05.1985. Акселерометр / Сырмолотнов И.Е.
4. Авт. свид. СССР №1360379. Заявл. 17.01.1986. Акселерометр / Сырмолотнов И.Е.
5. Авт. свид. СССР №1517548. Заявл. 07.08.1987. Акселерометр на поверхностных акустических волнах / Сырмолотнов И.Е.
6. Авт. свид. СССР №1161881. Заявл. 12.08.1983. Акселерометр с преобразователем поверхностно-акустических волн / Сырмолотнов И.Е.

УДК 539.27

*Е.В. Васильев, А.А. Кузнецов, Е.Я. Черняк*

## ПОСЛОЙНЫЙ АНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТИ СТЕКЛА С МНОГОСЛОЙНЫМ ПОКРЫТИЕМ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ ОЖЕ-СПЕКТРОСКОПИИ

*Представлены результаты исследования поверхности стекла с многослойным пленочным покрытием, выполненного методом электронной оже-спектроскопии с распылением пучком ионов аргона*

**Ключевые слова:** оже-спектроскопия, исследование поверхности твердых тел, распыление ионной бомбардировкой.

**Введение.** Электронная оже-спектроскопия (ЭОС) – один из методов анализа элементного и химического состава поверхности твердых тел. Основные преимущества такого метода – высокая чувствительность при проведении элементного анализа приповерхностной области толщиной 0,5-2 нм, быстрота получения информации и возможность обнаружения всех элементов, следующих за гелием в таблице Менделеева [1, 2]. В сочетании с распылением поверхностного слоя исследуемого твердого тела ионным пучком ЭОС дает возможность осуществлять послойный анализ поверхности образца.

Первоначально ЭОС использовалась только для научных исследований, но сейчас она может рассматриваться как один из методов лабораторного анализа. Она применяется в таких областях, как полупроводниковая технология, металлургия, катализ, минералогия и анализ полезных ископаемых, выращивание кристаллов. Достаточно распространенной задачей, решаемой с помощью ЭОС в настоящее время, является исследование состава и измерение толщины тонких и ультратонких пленок, наносимых на различные подложки, представляющие собой как металлы и полупроводники, так и диэлектрики [3, 4, 5].

Настоящая работа посвящена исследованию методом ЭОС поверхности образца, представляющего собой стекло с многослойным покрытием. Согласно данным предприятия-изготовителя стекла, на образце имеются следующие слои:

- 1)  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (верхний слой);
- 2) NiCr;
- 3) Ag;
- 4) NiCr;
- 5)  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ;
- 6)  $\text{TiO}_2$ ;

7)  $\text{SiO}_2$  (основание).

**Цель работы:** методами электронной оже-спектроскопии установить наличие и измерить толщину каждого слоя на представленном образце, а также выяснить вопрос о наличии посторонних примесей в составе образца.

**Краткие теоретические сведения.** При бомбардировке поверхности твердого тела электронным пучком (электронном возбуждении) некоторая часть вторичных электронов, покидающих поверхность мишени, может рассматриваться в качестве характеристических электронов, поскольку они дают пики в энергетическом распределении, энергия которых позволяет определить соответствующие им химические элементы, имеющиеся на поверхности. Появление таких пиков связано с эффектом, открытым в 1925 году Пьером Оже и названным его именем.

Процесс образования оже-электронов может быть пояснен следующим образом [1, 2, 6]. Первичные электроны могут вызвать процесс ионизации (освобождения) глубоких энергетических уровней атома некоторого вещества, например, уровня  $K$ . Образовавшаяся вакансия заполняется электроном с более высокого энергетического уровня (например,  $L_1$ ), в результате чего высвобождается определенное количество энергии. Такой избыток энергии может быть излучен в пространство в виде кванта рентгеновского излучения, а может быть передан другим электронам этого атома, например, занимающим уровни  $L_2, L_3$ . Если этой энергии будет достаточно для того, чтобы получившие ее электроны покинули поверхность образца (их называют оже-электронами), то их можно наблюдать на выходе энергоанализатора в виде пиков на кривых распределения вторичных электронов.

Рассмотренный здесь процесс называется *KLL* оже-переходом. На оже-спектрах наблюда-

ются также оже-электроны, образованные за счет LMM и MNN переходов. Из сказанного также ясно, что наблюдать оже-линии в спектрах возможно только у элементов, начиная с лития (включительно).

**Техника эксперимента.** Исследование образца выполнялась в ООО «Шибболет» на комбинированном сверхвысоковакуумном оже-спектрометре [7] с возбуждением поверхности электронами энергией  $E_p = 2$  кэВ. Выбор именно такой величины энергии электронного пучка был обусловлен тем, что вероятность выхода оже-электронов по сравнению с рентгеновскими квантами возрастает при снижении  $E_p$ , и для случая с  $E_p = 2$  кэВ доля оже-электронов составляет 97 % [1].

Регистрация оже-линий в спектре осуществлялась цилиндрическим зеркальным энергоанализатором фирмы Ribet, работающим при синусоидальной модуляции напряжения развертки (амплитуда модулирующего напряжения 2 В) с последующим синхронным детектированием выходного напряжения энергоанализатора. Такое построение тракта обработки сигнала широко используется в технике оже-спектроскопии. Оно дает возможность получить дифференцирование кривых энергетического распределения вторичных электронов, т. е. устранить влияние фона и увеличить чувствительность спектрометра по отношению к оже-линиям [1, 6]. Ряд вопросов, связанных с функционированием и характеристиками энергоанализаторов, рассмотрен в [8].

Послойный анализ обеспечивался путем распыления поверхности пучком ионов аргона с энергией 4 кэВ и плотностью тока  $J = 20$  мкА/см<sup>2</sup>. Низкая плотность ионного тока объясняется тем, что в ходе распыления ионный пучок разворачивался в растр площадью 0,05 см<sup>2</sup> на поверхности образца. Распыление пучком, развернутым в растр, необходимо для улучшения разрешения по глубине при послойном анализе. Параметры раstra (частота строк, частота кадров) соответствовали стандарту телевизионного изображения, что давало возможность визуально контролировать процесс ионного распыления поверхности образца на экране блока ТВ-монитора, входящего в состав установки оже-спектрометра.

Снятие оже-спектра осуществлялось по окончании каждого сеанса распыления поверхности; это было возможно благодаря сверхвысокому вакууму в аналитической камере оже-спектрометра, давление в которой не превышало  $2,7 \cdot 10^{-7}$  Па. Всего таким образом было получено 30 оже-спектров.

**Результаты исследования поверхности и их обработка.** Исходное состояние поверхности образца характеризуется наличием таких загрязнений, как углерод, кислород, сера, натрий и других; тем не менее, были четко видны линии элементов верхнего слоя нитрида кремния.

Распыление ионным пучком дает четкую картину верхнего слоя – нитрида кремния, присутствует и отчетливая линия примеси кислорода. На всех спектрах, кроме спектра исходного состояния поверхности, присутствует оже-линия аргона. Очевидно, что его наличие связано с имплантацией ионов аргона в поверхность образца в процессе бомбардировки. Как показал дальнейший анализ, относительная концентрация аргона в поверхности не превышала 1-2 %, т. е. его наличие практически не влияет на точность расчета концентрации основных элементов.

В процессе дальнейшего распыления появляется слой серебра, а затем – нихрома, второй слой нитрида кремния и далее оксида титана. Вместе с появлением слоя оксида титана появляется оже-линия кальция. Дальнейшее распыление поверхности образца приводит к появлению оксида кремния с примесью кальция, т.е. основания образца.

В настоящей статье нет возможности привести достаточное количество оже-спектров поверхности исследуемого образца; в качестве примера на рисунке 1 приводится спектр слоя оксида титана, соответствующий глубине распыления 110 нм. На рисунке 1 ось абсцисс – энергия оже-электронов в эВ, ось ординат – выходное напряжение синхронного детектора в единицах шкалы 16-разрядного АЦП, на основе которого был выполнен блок сопряжения синхронного детектора с компьютером.

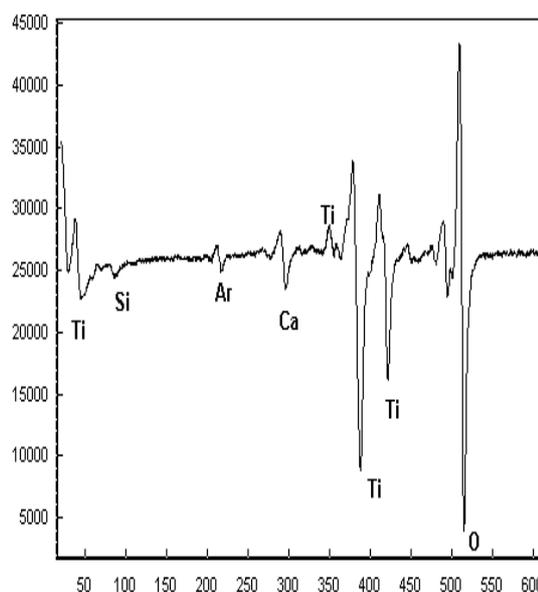


Рисунок 1 – Слой оксида титана, глубина 110 нм

Для каждого из 30 полученных оже-спектров были рассчитаны относительные концентрации элементов  $C_i$  с учетом факторов (коэффициентов) элементной чувствительности  $a$  из [9]. Для расчета использовался безэталонный метод, предполагающий использование формулы:

$$C_i = \frac{I_i}{a_i \sum_j (I_j / a_j)}, \quad (1)$$

где  $I_i$  и  $I_j$  – интенсивности оже-линий элементов на спектре; индекс  $i$  соответствует элементу, относительная концентрация которого рассчитывается, а индекс  $j$  изменяется от 1 до максимального номера учитываемых в расчете элементов. В данном случае учитывались следующие 12 элементов, оже-линии которых отчетливо проявились на спектрах: Ag, C, Ca, Cl, Cr, N, Na, Ni, O, Ti, S, Si. По указанным выше причинам наличие Ag в поверхностных слоях не учитывалось.

Поскольку в [9] приведены данные о факторах элементной чувствительности только для трех значений энергии первичных электронов, возбуждающих поверхность, а именно 3 кэВ, 5 кэВ и 10 кэВ, то была предварительно произведена экстраполяция значений  $a$  необходимых элементов для используемой в данном случае величины энергии электронного пучка 2 кэВ. Конкретные значения факторов элементной чувствительности, использовавшиеся в расчетах:  $a(\text{Ag}) = 0,94$ ;  $a(\text{C}) = 0,24$ ;  $a(\text{Ca}) = 0,56$ ;  $a(\text{Cl}) = 1,02$ ;  $a(\text{Cr}) = 0,37$ ;  $a(\text{N}) = 0,38$ ;  $a(\text{Na}) = 0,18$ ;  $a(\text{Ni}) = 0,27$ ;  $a(\text{O}) = 0,61$ ;  $a(\text{Ti}) = 0,50$ ;  $a(\text{S}) = 0,86$ ;  $a(\text{Si}) = 0,34$ .

Затем была рассчитана скорость распыления для каждого из слоев в предположении, что она зависит в основном от коэффициента распыления того вещества, концентрация которого в данном слое преобладает [10, 11]. Скорость распыления  $V$  вычислялась по формуле:

$$V = \frac{J \cdot Y \cdot M}{e \cdot N_A \cdot \rho},$$

где  $J$  – плотность ионного тока в сечении, перпендикулярном к направлению падения ионов,  $Y$  – коэффициент распыления,  $M$  – атомная масса атомов мишени,  $e$  – элементарный электрический заряд,  $N_A$  – число Авогадро,  $\rho$  – плотность материала.

Коэффициент распыления  $Y$  показывает, сколько в среднем атомов мишени удаляется с ее поверхности в расчете на один падающий ион. Для данного случая (энергия ионов  $E_{\text{Ag}} = 4$  кэВ) по материалам [10, 11] были определены и использованы при расчетах коэффициенты распыления следующих основных слоев поверхности

образца:  $Y(\text{Ag}) = 8$ ;  $Y(\text{C}) = 1$ ;  $Y(\text{NiCr}) = 3$ ;  $Y(\text{Si}_3\text{N}_4) = 0,8$ ;  $Y(\text{TiO}_2) = 0,9$ .

Наконец, с учетом полученных величин  $V$  для каждого слоя была вычислена глубина распыления, относящаяся к каждому из имеющихся спектров

$$h = h_0 + V \cdot t,$$

где  $h_0$  – глубина предыдущего слоя,  $t$  – время распыления текущего слоя.

По полученным таким образом данным был построен итоговый график зависимости концентрации основных элементов поверхности образца от глубины (рисунок 2). Представленный в настоящей работе рисунок носит упрощенный характер, поскольку на нем не показаны элементы поверхностных загрязнений, такие как хлор, сера, натрий, не распространяющиеся в глубину образца. Такое упрощение сделано для того, чтобы не загромождать рисунок. Обнаруженные в образце слои имеют (ориентировочно) следующие толщины:  $\text{Si}_3\text{N}_4$  – 28 нм; Ag – 35 нм; NiCr – 5 нм;  $\text{Si}_3\text{N}_4$  – 22 нм;  $\text{TiO}_2$  – 31 нм. Согласно данным источников [1,2], величина погрешности данного типа измерений может лежать в пределах 10-30 %. Следует отметить, что основная часть обнаруженного в образце никрома распределена по толщине слоя серебра, и только незначительная его часть действительно является самостоятельным слоем толщиной ориентировочно 5 нм, разделяющим слои Ag и  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

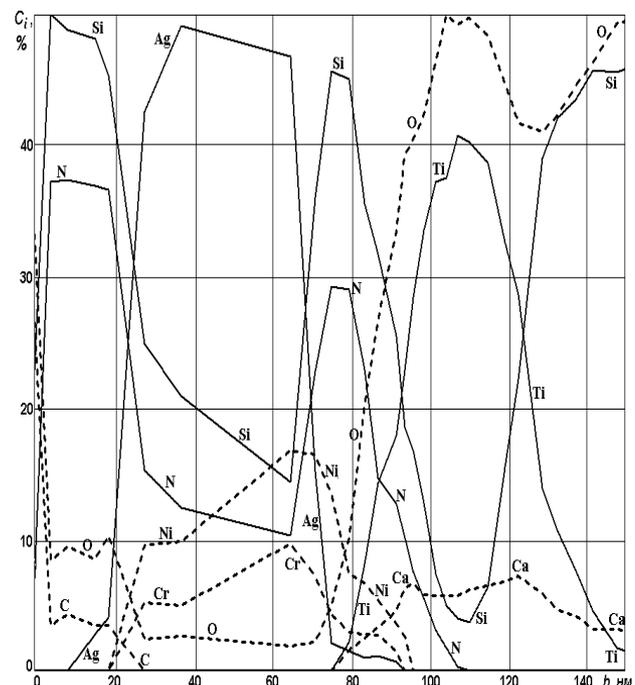


Рисунок 2 – Зависимость концентраций основных элементов поверхности образца от глубины

**Заключение.** По полученным результатам послойного анализа поверхности образца можно

сделать следующие выводы:

- присутствуют все заявленные производителем стекла слои, кроме слоя нихрома, второго в списке;

- имеется примесь кальция, не оговоренная производителем, появляющаяся вместе с началом слоя оксида титана.

Результаты проведенного анализа могут быть использованы для улучшения качества наносимых покрытий на производстве, а также для совершенствования аппаратуры и методов исследования поверхности в ООО «Шибболет».

#### Библиографический список

1. *Лифшиц В.Г.* Электронная спектроскопия и атомные процессы на поверхности кремния. – М.: Наука, 1985. – 200 с.

2. Анализ поверхности методами Оже и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / под ред. Д. Бриггса и М.П. Сиха: пер. с англ. – М.: Мир, 1987. – 598 с.

3. *Buono-Core G.E., Cabello G.A., Espinoza H., Klahn A.H., Tejos M., Hill R.H.* Photochemical Deposition of Pd-Loaded and Pt-Loaded Tin Oxide Thin Films. // *Journal of the Chilean Chemical Society*. 2006. Vol. 51. No. 3. – P. 950–956.

4. *Hasan M.M., Abdul Malek A.B.M., Haseeb A.S.M.A., Masjuki H.H.* Investigations on TiO<sub>2</sub> and Ag Based Single and Multilayer Films for Window Glazings.

// *ARNP Journal of Engineering and Applied Sciences*. 2010. Vol. 5. No. 9. – P. 22–27.

5. *Wu Ch., Marshall M.S.J., Castell M.R.* Surface Structures of Ultrathin TiO<sub>x</sub> Films on Au(111). // *The Journal of Physical Chemistry C*. 2011, Vol. 115. – P. 8643–8652.

6. *Шульман А.Н., Фридрихов С.А.* Вторично-эмиссионные методы исследования твердого тела. – М.: Наука, 1977. – 550 с.

7. Комбинированный сверхвысоковакуумный оже-спектрометр (электронный ресурс). <http://shibbolet.ru/shop.php?cat=6&prod=23>

8. *Трубицын А.А., Толстогузов А.Б., Саулебеков А.О., Суворов Д.В., Тарабрин Д.Ю., Камбарова Ж.Т., Кукса П.И.* Проектирование длиннофокусного оже-микроанализатора // *Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета*. – 2012. – № 42-1. – С. 54-59.

9. *L. Davis et al.* Handbook of Auger Electron Spectroscopy. Eden Prairie, MN: Physical Electronics, 1976. – 160 p.

10. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой: Физическое распыление одноэлементных твердых тел: пер. с англ. / под ред. Р. Бериша. – М.: Мир, 1984. – 336 с.

11. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой: Распыление сплавов и соединений, распыление под действием электронов и нейтронов, рельеф поверхности: пер. с англ. / под ред. Р. Бериша. М.: Мир, 1986. – 488 с.