

На правах рукописи



Малохатко Софья Владимировна

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА МАТРИЧНЫХ
ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МИКРОЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИХ
УЛЬТРАЗВУКОВЫХ СЕНСОРОВ**

Специальность 2.2.2 – Электронная компонентная база микро- и
наноэлектроники, квантовых устройств

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Таганрог – 2023

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Южный федеральный университет»

Научный руководитель: **Агеев Олег Алексеевич**
член-корреспондент РАН,
доктор технических наук, профессор,
Южный федеральный университет, Институт
нанотехнологий, электроники и приборостроения

Официальные оппоненты: **Корляков Андрей Владимирович**
доктор технических наук, доцент,
Санкт-Петербургский
государственный электротехнический университет
«ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), профессор
кафедры микро- и нанoeлектроники

Амиров Ильдар Искандерович
доктор физико-математических наук, главный
научный сотрудник, Ярославский филиал Физико-
технологического института имени К.А. Валиева
Российской академии наук, Национальный
исследовательский центр «Курчатовский институт»,
заведующий лабораторией технологии микро- и
наносистемной техники

Защита состоится «07» декабря 2023 г. в 14.00 на заседании диссертационного совета ЮФУ801.02.05 в Южном федеральном университете по адресу: Ростовская обл., г. Таганрог, ул. Шевченко, д. 2, «Точка кипения» ИТА ЮФУ.

С диссертацией можно ознакомиться в Зональной библиотеке Южного федерального университета по адресу: г. Ростов-на-Дону, ул. Зорге, 21Ж и на официальном сайте: <https://hub.sfedu.ru/diss/advance/1319082/>

Отзыв на автореферат в 2-х экз., заверенный печатью организации и оформленный согласно «Положению о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Южный федеральный университет»», с указанием ФИО (полностью) лица, представившего отзыв, почтовым адресом, наименованием организации, его должности в этой организации, телефона и адреса электронной почты, просим направлять по адресу: 347922, Россия, Ростовская область, г. Таганрог, ул. Шевченко, д. 2, ЮФУ, ИНЭП, корпус «Е», лаб. Е-112, ученому секретарю совета ЮФУ801.02.05 Климину В.С.

Автореферат разослан «29» сентября 2023 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
кандидат технических наук,
доцент

В. С. Климин

Актуальность диссертационной работы

Ультразвуковые устройства применяются во многих областях, таких как медицина, металлургия и навигационные системы. В медицине ультразвук является привлекательной альтернативой магнитно-резонансной томографии и рентгеновской компьютерной томографии.

Повышение продолжительности жизни и снижение уровня смертности населения являются важными задачами демографической политики Российской Федерации. Одним из способов решения этих задач является создание носимых электронных устройств, которые позволят обнаруживать первые признаки заболеваний. Носимые датчики вызывают интерес из-за возможности собирать большое количество информации о состоянии здоровья человека в режиме реального времени.

В последнее десятилетие носимые датчики на основе гибкой электроники являются одной из наиболее активно развивающихся отраслей приборостроения. Интерес исследователей нацелен на создание датчиков с высокой чувствительностью, малой массой и автономным питанием. Применение микроэлектромеханических систем позволяет решить эти задачи и снизить энергоёмкость таких датчиков.

Носимые датчики могут использоваться для мониторинга различных показателей состояния здоровья человека, к которым относится проходимость сосудов. Одним из наиболее информативных методов мониторинга сосудов является ультразвуковая доплерография. При этом качество получаемой информации зависит от навыков оператора в точном позиционировании прибора. Носимые устройства на основе матриц объемных пьезокомпонитных преобразователей позволяют исправить данный недостаток, но являются достаточно массивными. Использование матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических преобразователей позволяет уменьшить габариты ультразвуковых сенсоров без потери эффективности.

Таким образом, актуальной задачей современной электроники является необходимость исследования и разработка матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров, а также технологического маршрута их изготовления.

Цели и задачи диссертационной работы

Цель диссертационной работы – проведение исследований и разработка конструкции и технологического маршрута изготовления матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Анализ преимуществ и недостатков современных конструктивно-технологических решений матричных микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

2. Теоретические исследования влияния физико-механических параметров материалов и конструкций мембран на функциональные

параметры матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

3. Экспериментальные исследования влияния технологических режимов формирования на электрофизические параметры материалов структуры микроэлектромеханических сенсоров и функциональные параметры мембран.

4. Разработка и исследование конструкции и технологического маршрута изготовления матричного пьезоэлектрического микроэлектромеханического ультразвукового сенсора.

Научная новизна работы:

1. Теоретически установлены закономерности влияния физико-механических параметров материалов слоёв на функциональные параметры многослойных мембран с учётом их конструктивных параметров.

2. Предложен пороговый критерий, позволяющий оценивать влияние физико-механических параметров пьезоэлектрического слоя на функциональные параметры мембранной структуры.

3. Разработан способ проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических сенсоров, отличающийся учётом влияния физико-механических параметров материалов структуры многослойных мембран, а также конструкции и параметров подвесов мембранных структур, что позволяет разрабатывать многочастотные матричные пьезоэлектрические микроэлектромеханические ультразвуковые сенсоры.

Практическая значимость работы:

1. На примере структуры $\text{Si/SiO}_2/\text{Mo/ZnO/Mo}$ установлены критические значения порогового критерия, при достижении которых на этапе проектирования многослойной мембранной структуры возможно не учитывать параметры пьезоэлектрического слоя с заданным уровнем погрешности расчётов. Показано, что критическое значение порогового критерия $-0,3$ дБ соответствует погрешности расчётов $3,9\%$.

2. Определены режимы отжига материалов слоёв многослойных мембран для снижения значений механических напряжений. Показано, что механические напряжения снижаются: в плёнках молибдена с $-204,2 \pm 5$ до $-79,7 \pm 7$ МПа после отжига при 240°C , а в плёнках оксида цинка с $-716,5 \pm 0,4$ до $-457,5 \pm 0,2$ МПа после отжига при 330°C .

3. Разработан макет микроэлектромеханического сенсора для волоконно-оптического акустического приёмника, позволяющий повысить чувствительность приёмника в $2,8$ раза при снижении резонансной частоты в $1,6$ раза.

4. Разработан унифицированный технологический маршрут изготовления многочастотных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

5. На основе разработанного способа проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических сенсоров

предложена конструкция многочастотной матрицы пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров унифицированных по параметрам преобразователей, защищенная патентом (RU 217945 U1).

Положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности влияния физико-механических параметров материалов и конструктивных параметров мембран на функциональные параметры матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров, на основе которых предложен пороговый критерий, позволяющий оценивать влияние физико-механических параметров пьезоэлектрического слоя на функциональные параметры мембранной структуры.

2. Способ проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических сенсоров, позволяющий разрабатывать многочастотные сенсоры.

3. Унифицированный технологический маршрут изготовления многочастотных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

Реализация результатов работы:

Диссертационная работа выполнялась в НОЦ «Нанотехнологии» ЮФУ и на кафедре НТ МСТ ИНЭП в соответствии с планом научного проекта №20-37-90087 «Мембраны для акустических микроэлектромеханических датчиков» (Российский фонд фундаментальных исследований, 2020-2022 гг.)

Имеется три акта, подтверждающие сведения о практическом использовании результатов диссертационной работы: в учебном процессе на кафедре НТ МСТ ЮФУ, а также при выполнении НИР в Институте нанотехнологий, электроники и приборостроения ЮФУ и в Институте автоматизации и процессов управления Дальневосточного отделения Российской академии наук.

При выполнении работ в рамках диссертационного исследования использовалось технологическое и аналитическое оборудование НОЦ «Нанотехнологии» ЮФУ и Института автоматизации и процессов управления Дальневосточного отделения Российской академии наук.

Апробация работы:

Основные научные результаты диссертационной работы были доложены и обсуждались на международных конференциях и семинарах различного уровня: The International Conference «Micro and Nanoelectronics – 2021» (ICMNE-2021) including the extended Session «Quantum Informatics» (г. Звенигород, Россия, 2021), 7th and 8th International Schools and Conferences «Saint Petersburg OPEN» (г. Санкт-Петербург, Россия), International conference «Physica.SPb/2020» (г. Санкт-Петербург, Россия), International Conferences on «Physics and Mechanics of New Materials and Their Applications» (PHENMA) 2019 (г. Ханой, Вьетнам), Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием "КомТех" 2019-2021 (г. Таганрог, Россия).

Публикации:

По теме диссертации опубликовано 16 печатных работ. Список основных публикаций автора состоит из четырех статей, опубликованных в изданиях, входящих в перечень ВАК, а также четырех статей, опубликованных в изданиях, входящих в базы данных Scopus и Web of Science.

Структура и объем диссертации:

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка используемых источников и приложения. Диссертация изложена на 154 страницах, включая 24 таблицы, 104 рисунка и списка используемых источников из 100 наименований.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, представлены цель и основные задачи исследования, научная новизна и практическая значимость, а также сведения об апробации результатов и структуре диссертации.

В первой главе представлены результаты аналитического обзора литературных источников по проблеме создания ультразвуковых датчиков матричного типа, которые используются в диагностических целях. Использование микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров (МЭМС УЗ-сенсоры) в данных устройствах позволяет устранить такие недостатки, как высокая энергоёмкость, массивность устройств и дороговизна изготовления.

Проведён анализ конструкций МЭМС УЗ-сенсоров. Выявлено, что конструкция мембран на балочных подвесах позволяет повысить чувствительность при достаточно высоких значениях резонансной частоты. Улучшение характеристик многослойных мембран достигается за счёт использования различных активных пьезоэлектрических слоёв, а также конструкций с полусферической формой мембран. Однако изготовление мембран таких форм сложнее в отличие от плоских. Сделан вывод о необходимости проведения исследований влияния физико-механических параметров материалов слоёв на функциональные параметры многослойных мембран с учётом их конструктивных параметров.

Показано, что при разработке современных конструкций матриц пьезоэлектрических МЭМС УЗ-сенсоров основной тенденцией является расширение диапазона рабочих частот и увеличение чувствительности. Определено, что матрицы с сенсорами различных форм и размеров позволяют значительно расширить диапазон рабочих частот без существенной потери чувствительности. Однако в таких матрицах используются преобразователи с различной ёмкостью, что усложняет систему обработки сигналов.

Проведён анализ технологий изготовления мембран. Выявлено, что на этапе формирования многослойных мембран в плёнках формируются механические напряжения, которые отрицательно влияют на выходные характеристики сенсора. Сделан вывод о необходимости проведения

исследования влияния технологических условий формирования материалов многослойных мембранных структур на их функциональные свойства и параметры.

По результатам аналитического обзора литературных источников были сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе представлены результаты теоретических исследований влияния физико-механических параметров материалов слоёв на функциональные параметры многослойных мембран.

На рисунке 1 представлено схематическое изображение многослойной мембраны, которая использовалась при проведении теоретических исследований.

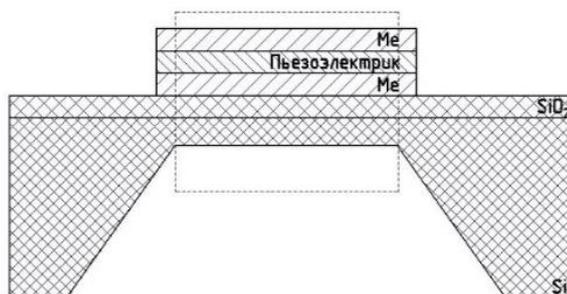


Рисунок 1 – Схематическое изображение многослойной мембраны (пунктирной линией обозначена активная часть, используемая в расчётах)

Для оценки влияния толщин пьезоэлектрического и кремниевого слоёв на резонансную частоту были проведены расчёты зависимостей резонансной частоты от толщин слоёв для двух структур: Si/SiO₂ (1 мкм)/Mo(0,1 мкм)/ZnO/Mo(0,1 мкм); Si/SiO₂(1 мкм)/Mo(0,2 мкм).

Проведенный анализ влияния материалов слоёв и их геометрических параметров на резонансную частоту показал, что в многослойной мембране с увеличением отношения толщины кремния h_{Si} к толщине слоя пьезоэлектрика $h_{ПЭ}$ влияние последнего на резонансную частоту уменьшается. На основании этого предложен пороговый критерий D , который рассчитывался по формуле:

$$D = 20 \lg \frac{f_{\text{без ПЭ}}}{f_{\text{с ПЭ}}} \quad (1)$$

где $f_{\text{без ПЭ}}$ – резонансная частота структуры без пьезоэлектрического слоя, $f_{\text{с ПЭ}}$ – резонансная частота структуры с пьезоэлектрическим слоем.

Пороговый критерий D показывает выраженное в децибелах отношение значений резонансных частот. Полученные результаты представлены в виде зависимостей D от толщины слоя пьезоэлектрика (рисунок 2).

Определены критические значения порогового критерия ($D_{кр}$), при которых на этапе проектирования возможно с заданным уровнем погрешности расчётов не учитывать параметры пьезоэлектрика (таблица 1). На рисунке 3 представлены зависимости толщины пьезоэлектрика от толщины кремния, при которых достигается значение критерия $D_{кр}$ с заданным уровнем погрешности расчётов.

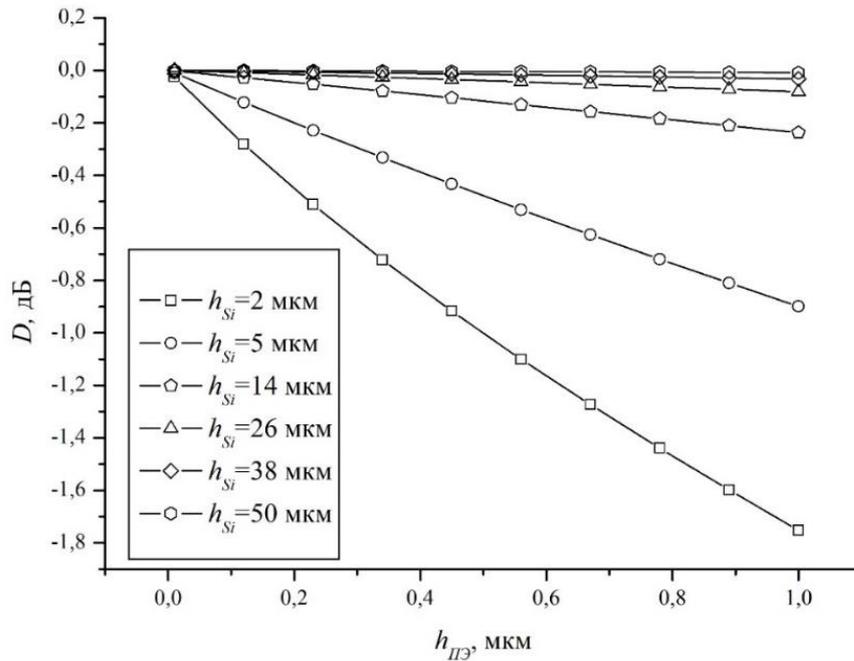


Рисунок 2 – Зависимость порогового критерия D от толщины слоя пьезоэлектрика

Таблица 1 – Значения отношений резонансных частот мембранных структур, при которых достигается заданный уровень критерия $D_{кр}$

$D_{кр}, \text{дБ}$	$f_{без ПЭ}/f_c \text{ ПЭ}$	$1-f_{без ПЭ}/f_c \text{ ПЭ}, \%$
$\geq -0,3$	$\geq 0,965$	$\leq 3,9$
$\geq -0,4$	$\geq 0,954$	$\leq 4,6$
$\geq -0,5$	$\geq 0,944$	$\leq 5,6$

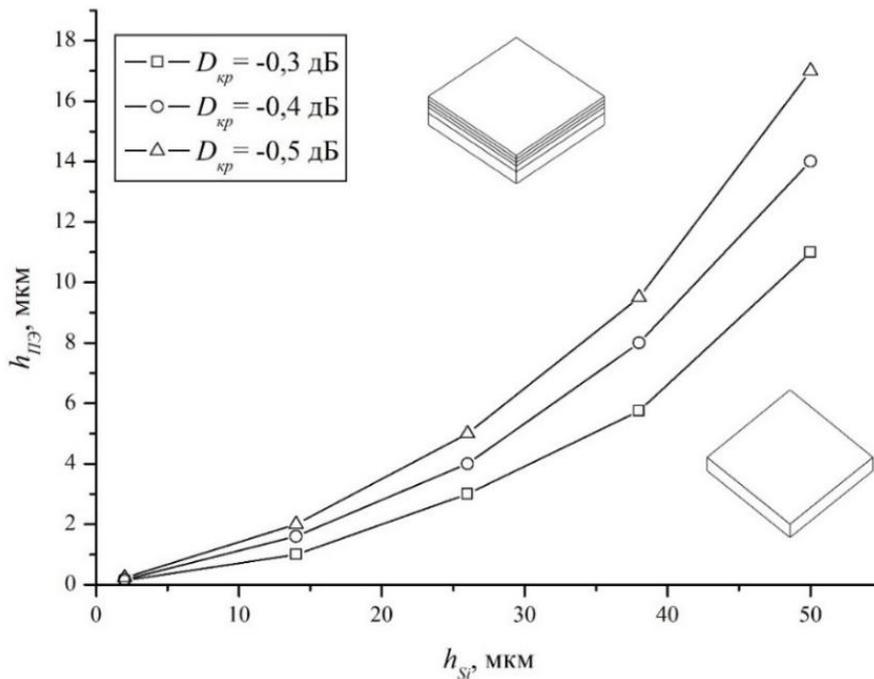


Рисунок 3 – Зависимость толщины пьезоэлектрика от толщины кремния, при которых достигается значение критерия $D_{кр}$ с заданным уровнем погрешности расчётов

Предложены конструкции мембран на балочных подвесах (рисунок 4). Конструкция обоих типов состоит из квадратной мембраны с четырьмя подвесами (конструкция типа I), симметрично расположенными по сторонам. Отличие заключается в том, что у конструкции типа II дополнительно по углам расположены четыре подвеса.

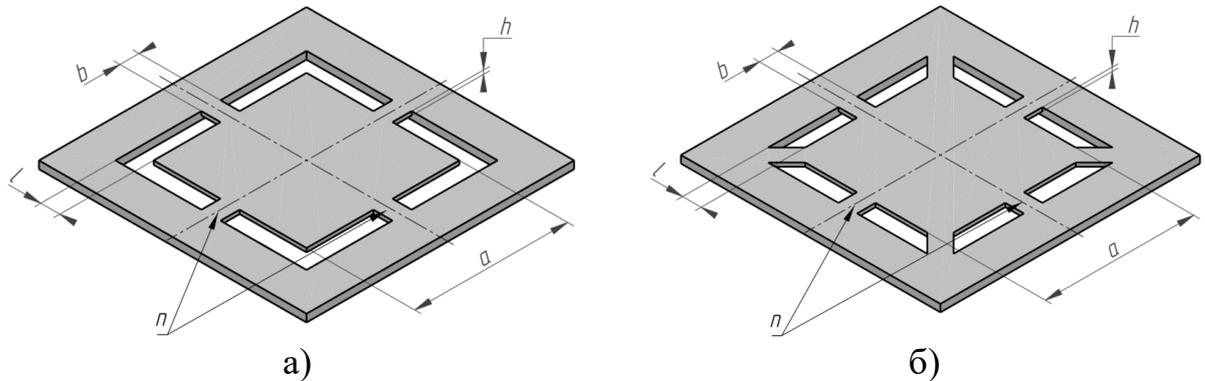


Рисунок 4 – Схематическое изображение конструкции мембраны типа I (а) и типа II (б)

Для оценки влияния параметров подвесов на резонансную частоту и чувствительность мембраны проводились расчёты с фиксированными геометрическими параметрами мембраны. При этом варьировались значения ширины и длины подвесов, а также их количество. Дополнительные поперечные подвесы располагались симметрично относительно центральных по каждой стороне квадратной мембраны с шагом равным половине ширины подвеса. Помимо этого, при расчётах конструкции мембраны типа II под действием звукового давления оценивалось влияние отсутствия поперечных подвесов. На рисунке 5 представлена зависимость резонансной частоты от ширины подвесов для двух типов конструкций мембран. На рисунке 6 представлены зависимости резонансной частоты f , механической чувствительности $S_{мех}$ и чувствительности преобразователя $S_{эл}$ от длины и количества подвесов для конструкции мембраны типа II.

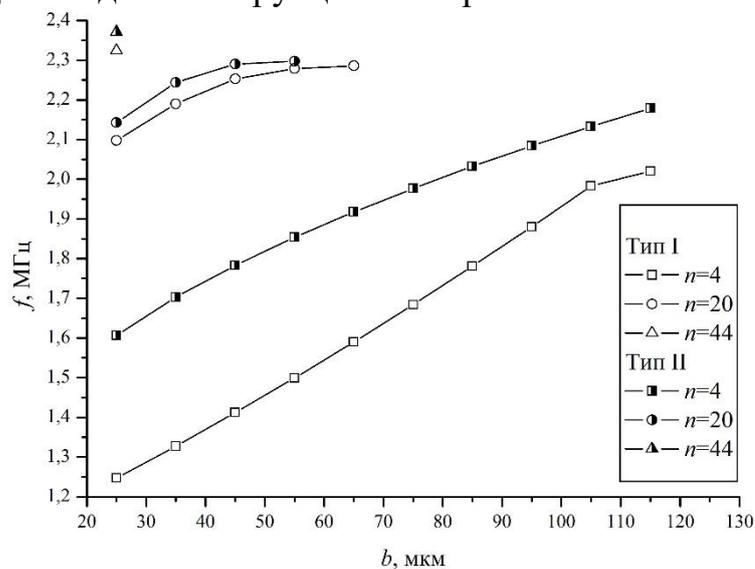
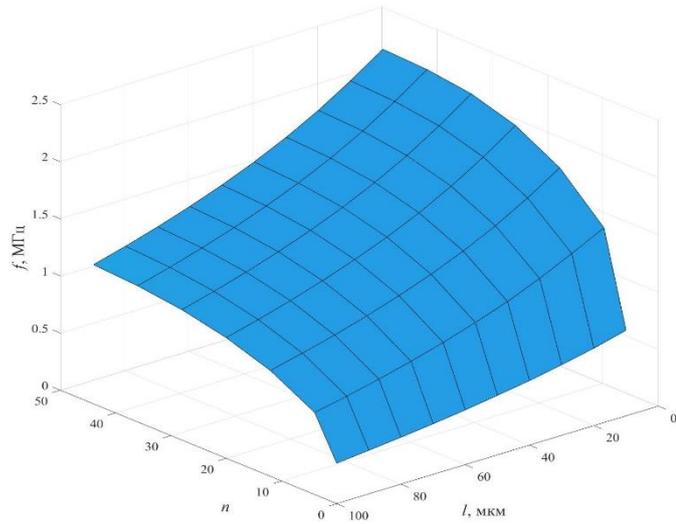
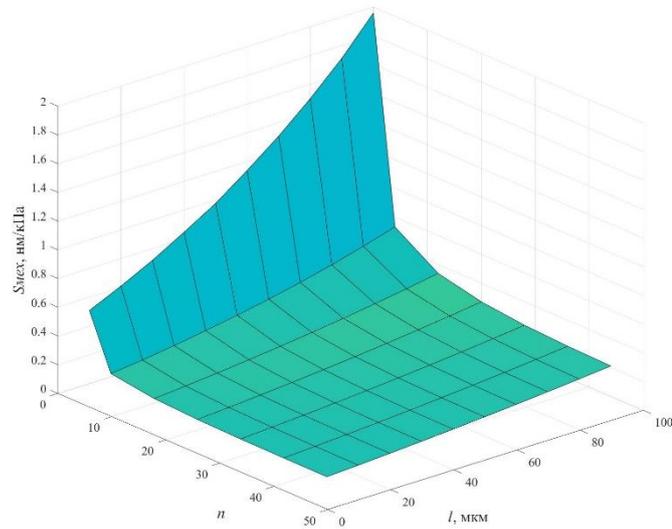


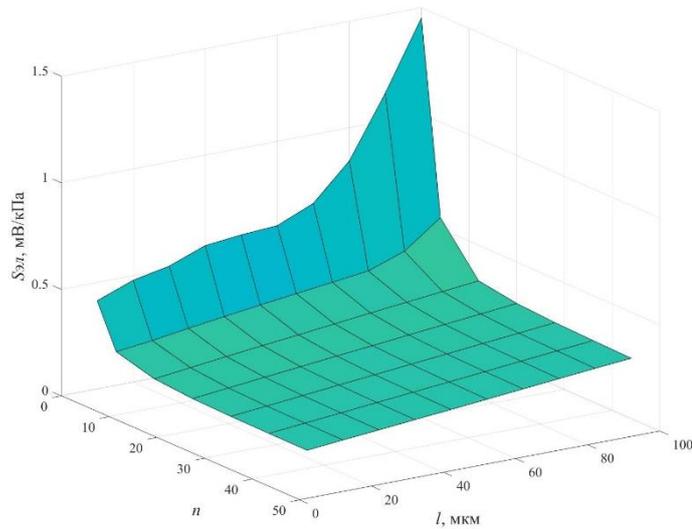
Рисунок 5 – Зависимость резонансной частоты мембран от ширины подвесов при фиксированной длине подвесов 80 мкм



а)



б)



в)

Рисунок 6 – Зависимость резонансной частоты (а), механической чувствительности (б) и чувствительности преобразователя (в) от длины и количества подвесов конструкции мембраны типа II при фиксированной ширине подвесов 25 мкм

Выбраны наиболее подходящие тип конструкции мембраны и геометрические параметры, которые позволяют достичь диапазона частот от 1 до 3 МГц (таблица 2).

Таблица 2 – Параметры конструкции мембраны типа П

Параметр	Значение
Длина стороны мембраны a , мкм	500
Толщина мембраны h , мкм	50
Длина подвесов l , мкм	50
Ширина подвесов b , мкм	25
Количество поперечных подвесов n	0-44

Проведено теоретическое исследование предложенных конструкций мембран в режиме излучения. Для достижения интенсивности звукового излучения мембран в диапазоне от 0,1 до 0,3 мВт/см² на преобразователь требуется подавать напряжение не выше 1 В.

Представлены результаты исследования влияния внутренних механических напряжений в слоях многослойной структуры на начальный прогиб мембраны на балочных подвесах. На рисунке 7 представлена зависимость прогиба мембраны от внутренних механических напряжений в слое ZnO.

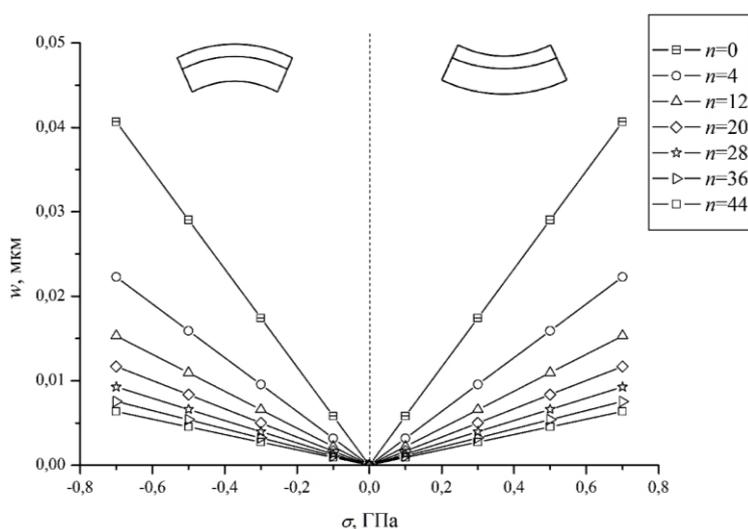


Рисунок 7 – Зависимость прогиба мембраны от внутренних механических напряжений в слое ZnO

Установлено, что с увеличением количества подвесов влияние внутренних механических напряжений на прогиб уменьшается, что связано с увеличением жёсткости структуры. В связи с чем сделан вывод, что при использовании конструкций на балочных подвесах требуется минимизация внутренних напряжений в слоях многослойной структуры или использование типа закреплений, которые позволяют увеличить жёсткость мембраны.

Разработан способ проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических МЭМС-сенсоров на основе балочных структур (рисунок 8).

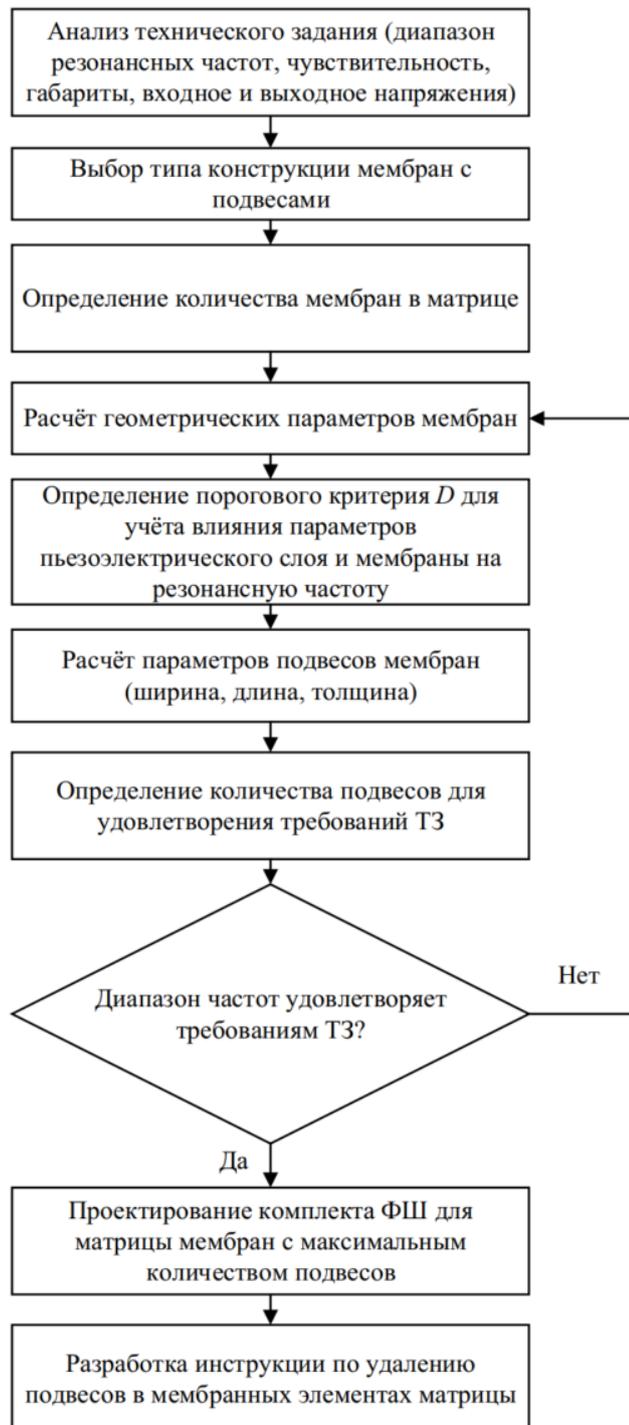
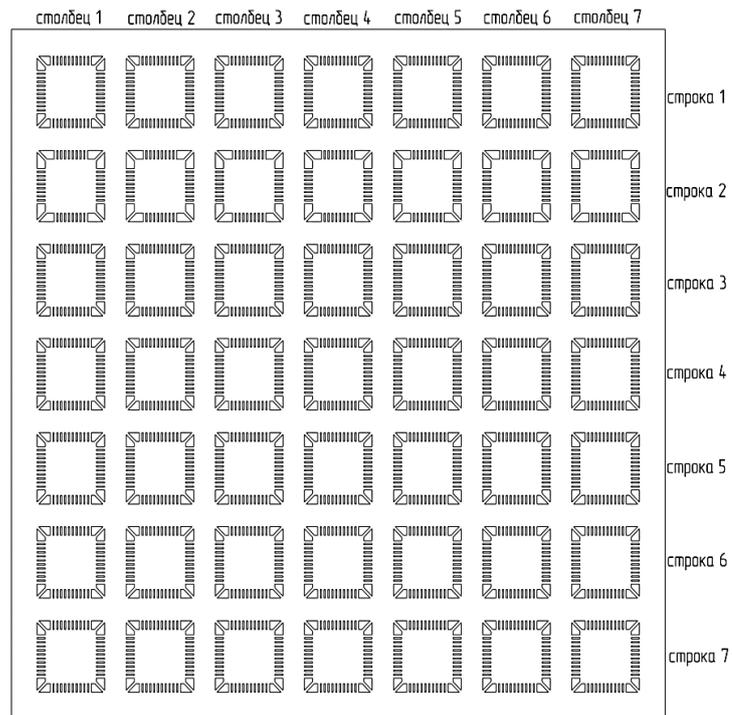
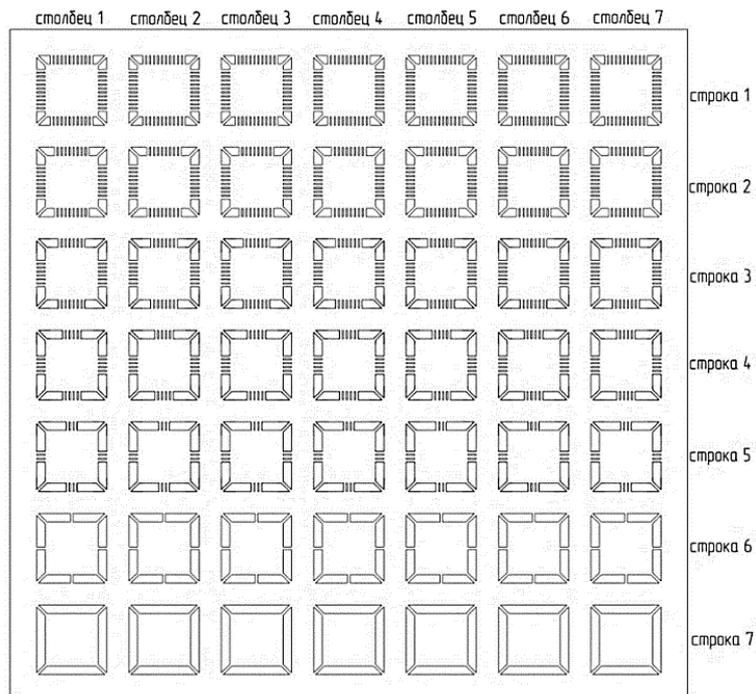


Рисунок 8 – Способ проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических МЭМС-сенсоров

Используя разработанный способ, была спроектирована конструкция матрицы мембран размерностью 7×7 с рабочим диапазоном частот от 0,52 до 1,7 МГц, механической чувствительностью от 0,98 до 0,11 нм/кПа и чувствительностью преобразователей от 0,594 до 0,204 мВ/кПа (рисунок 9). Собственная ёмкость каждого элемента предложенной матрицы составляет 188 пФ. Интенсивность звукового излучения при подаваемом напряжении 1 В для разработанной матрицы лежит в диапазоне от 0,27 до 1,35 мВт/см².



а)



б)

Рисунок 9 – Матрица мембран для пьезоэлектрических МЭМС УЗ-сенсоров: исходная (а); после удаления подвесов (б)

На рисунке 10 представлена зависимость чувствительности преобразователей элементов матрицы от резонансной частоты.

Полученные результаты показали, что мембранные матричные пьезоэлектрические МЭМС УЗ-сенсоры на основе балочных структур позволяют расширить диапазон рабочих частот при одинаковой ёмкости преобразователей каждого элемента матрицы.

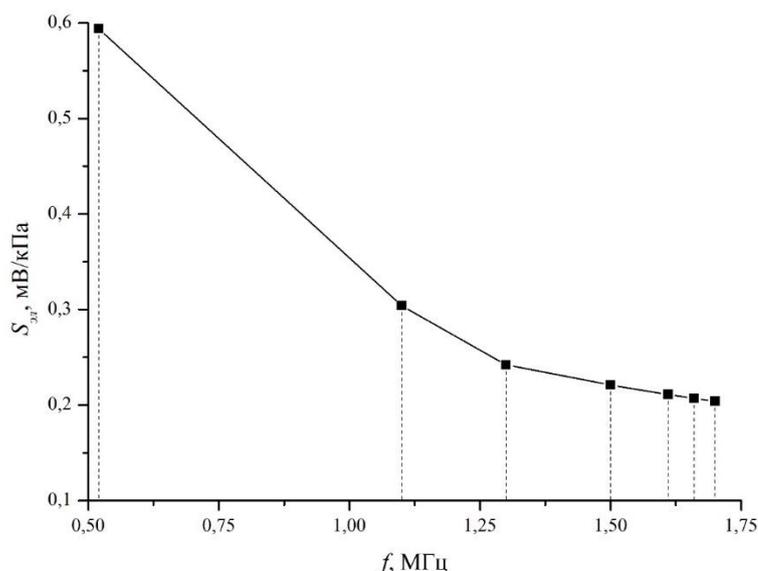


Рисунок 10 – Зависимость чувствительности преобразователей элементов матрицы от резонансной частоты

В третьей главе представлены результаты экспериментальных исследований влияния технологических условий формирования материалов многослойных мембранных структур на их функциональные свойства и параметры. Установлены закономерности влияния технологических режимов формирования на параметры материалов и функциональные параметры мембран, на основе которых определены режимы получения материалов слоёв многослойной мембранной структуры со сниженными механическими напряжениями.

Проведены исследования защитных свойств плёнок оксида кремния, полученных различными методами (плазмохимическое осаждение из газовой фазы (ПХО), термическое окисление) при анизотропном жидкостном травлении (АЖТ) в растворе КОН. Выявлено, что термически стабилизированный плазменный оксид кремния травится медленнее в растворе КОН в $\sim 1,6$ раза.

Экспериментально установлено, что при травлении оксидных плёнок в растворе КОН образуются локальные дефекты. Однако у плёнок, полученных методом ПХО количество дефектов и их размер меньше. Выявлено, что причиной дефектообразования на поверхности плёнок является неоднородность скорости травления.

Установлено, что для получения кремниевых мембран толщиной менее 50 мкм методом АЖТ в качестве защитного покрытия необходимо использовать плёнки термически стабилизированного плазменного оксида толщиной не менее 2 мкм.

Проведены исследования влияния температуры и концентрации раствора КОН на процесс травления кремния. Выявлено, что характер экспериментальных зависимостей скоростей травления кремния в растворах КОН совпадает с теоретическими данными, но имеет расхождение по численным значениям, что связано с разной энергией активации.

В таблице 3 представлены значения шероховатости поверхности кремния при различной температуре и концентрации раствора КОН. Установлено, что оптимальными параметрами травления методом АЖТ, которые позволяют получить гладкую поверхность кремния (95 ± 3 нм) при достаточно высокой скорости травления (2,2 мкм/мин), являются концентрация раствора КОН 30 % и температура травления 80 °С.

Таблица 3 – Значения шероховатости поверхности кремния (нм) при различной температуре и концентрации КОН

Температура, °С	Концентрация, %		
	20	30	40
60	340 ± 4	95 ± 8	101 ± 5
70	385 ± 8	94 ± 5	200 ± 10
80	400 ± 5	95 ± 3	280 ± 6

Проведены исследования механических напряжений σ в плёнках Мо, полученных методом магнетронного распыления. Выявлено, что механические напряжения в плёнках Мо составили $-204,2 \pm 5$ МПа. Установлено, что отжиг полученных плёнок Мо при температуре 240 °С в течение 5 минут приводит к снижению механических напряжений и поверхностного сопротивления и к увеличению размера зёрен и шероховатости поверхности Rq (таблица 4). Характер таких изменений связан с тем, что при повышении температуры происходит увеличение размера зёрен и шероховатости, что в свою очередь приводит к снижению поверхностного сопротивления и механических напряжений в плёнках.

Таблица 4 – Параметры плёнок Мо

Параметр	До отжига	После отжига
σ , МПа	$-204,2 \pm 5$	$-79,7 \pm 7$
Поверхностное сопротивление, Ом/□	935 ± 3	$81,3 \pm 3$
Rq , нм	8 ± 1	$20 \pm 0,5$
Размер зёрен, нм	30 ± 5	70 ± 3

Проведены исследования механических напряжений в плёнках ZnO, полученных методом магнетронного распыления. Механические напряжения в плёнках ZnO составили $716,5 \pm 0,4$ МПа. Установлено, что отжиг полученных плёнок ZnO при температуре 330 °С в течение 5 минут приводит к снижению механических напряжений, размера зёрен и шероховатости (таблица 5). Такое влияние температуры на характеристики плёнок ZnO связано с повышением подвижности атомов.

Таблица 5 – Параметры плёнок ZnO

Параметр	До отжига	После отжига
σ , МПа	$-716,5 \pm 0,4$	$-457,5 \pm 0,2$
Поверхностное сопротивление, Ом/□	165 ± 5	170 ± 1
Rq , нм	22 ± 1	18 ± 1
Размер зёрен, нм	$32,3 \pm 1$	$30 \pm 0,3$

Исследованы влияние концентрации O_2 при формировании плёнок ZnO методом магнетронного распыления и последующего отжига на пьезоэлектрические свойства полученных плёнок. Выявлено, что с увеличением концентрации O_2 размер зёрен увеличивается, тогда как пьезоэлектрические свойства плёнок ZnO уменьшаются (таблица 6). Характер таких изменений может быть обусловлен тем, что при повышении концентрации O_2 выше 50 % в плёнках ZnO уменьшается количество кислородных вакансий и собственных дефектов. На рисунке 11 показано изменение пьезомодуля d_{33} плёнок ZnO от температуры отжига.

Таблица 6 – Параметры полученных плёнок ZnO

Ar:O ₂	Температура отжига, °C	d_{33} , пм/В	Rq , нм	Размер зёрен, нм
60:40	-	9,36±0,2	5,1±0,1	77,6±27,0
	300±10	29,2±0,2	3,1±0,1	67,6±25,4
	400±10	13,7±0,2	6,6±0,1	70,3±20,9
	500±10	6,11±0,03	9,7±0,1	83,5±28,4
50:50	-	9,72±1,4	4,7±0,1	117±39,1
	300±10	28,3±0,28	4,4±0,1	71,9±22,8
	400±10	10,7±0,25	5,3±0,1	77,2±24,5
	500±10	7,3±0,04	29,4±0,1	82±23,2
40:60	-	6,8±0,1	4,1±0,1	116±40,2
	300±10	13,9±0,07	4,0 ±0,1	57,9±23,2
	400±10	19,1±0,1	6,7±0,1	102,2±67,7
	500±10	0,1	20,4±0,1	103±39,7

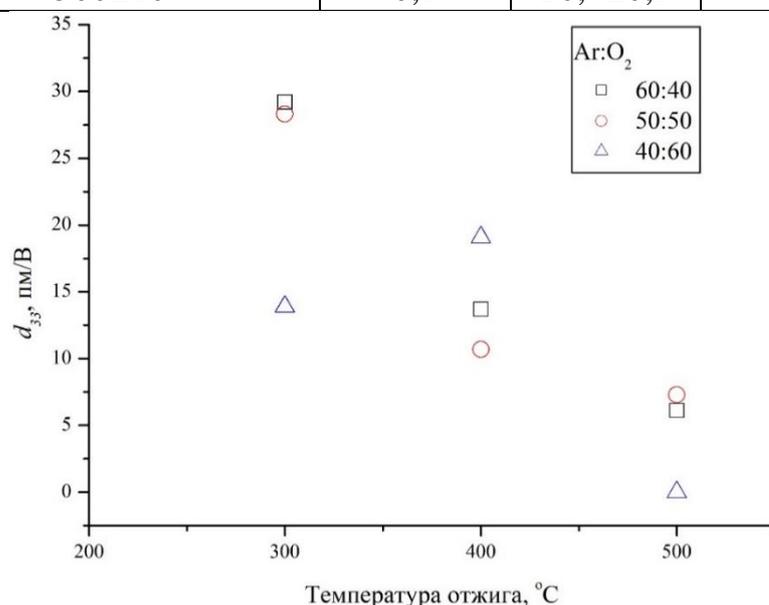


Рисунок 11 – Зависимость d_{33} плёнок ZnO от температуры отжига

Установлено, что с увеличением температуры отжига от 300 до 500 °C размер зёрен и шероховатость поверхности увеличиваются, тогда как пьезомодуль уменьшается. Характер таких изменений обусловлен тем, что чем выше температура отжига, тем интенсивнее диффузия и аннигиляция точечных дефектов.

В четвертой главе представлены результаты разработки и исследования матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

На основе теоретических результатов были разработаны макеты МЭМС-сенсоров для волоконно-оптического акустического приёмника в качестве чувствительного элемента. Разработка выполнялась по заданию Института автоматики и процессов управления Дальневосточного отделения Российской академии наук (ИАПУ ДВО РАН, г. Владивосток). Функциональные параметры МЭМС-сенсоров представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Функциональные параметры МЭМС-сенсоров

Параметр	Значение
Давление воздействия, Па	от 0,1 до 14
Резонансная частота, кГц	10,5; 6,5
Размеры МЭМС-сенсора, не более, см	1,5×1,5

С учётом функциональных параметров МЭМС-сенсоров, а также конструктивных параметров измерительного стенда были разработаны и изготовлены мембраны двух типов: жесткозакрепленные (рисунок 12 (а)) и с поперечными подвесами (рисунок 12 (б)).

Рассчитанные на основании разработанного способа проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических МЭМС-сенсоров геометрические параметры мембран, а также их резонансные частоты представлены в таблицах 8, 9.

Для каждого МЭМС-сенсора была измерена амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) на стенде, разработанном в ИАПУ ДВО РАН (рисунок 13).

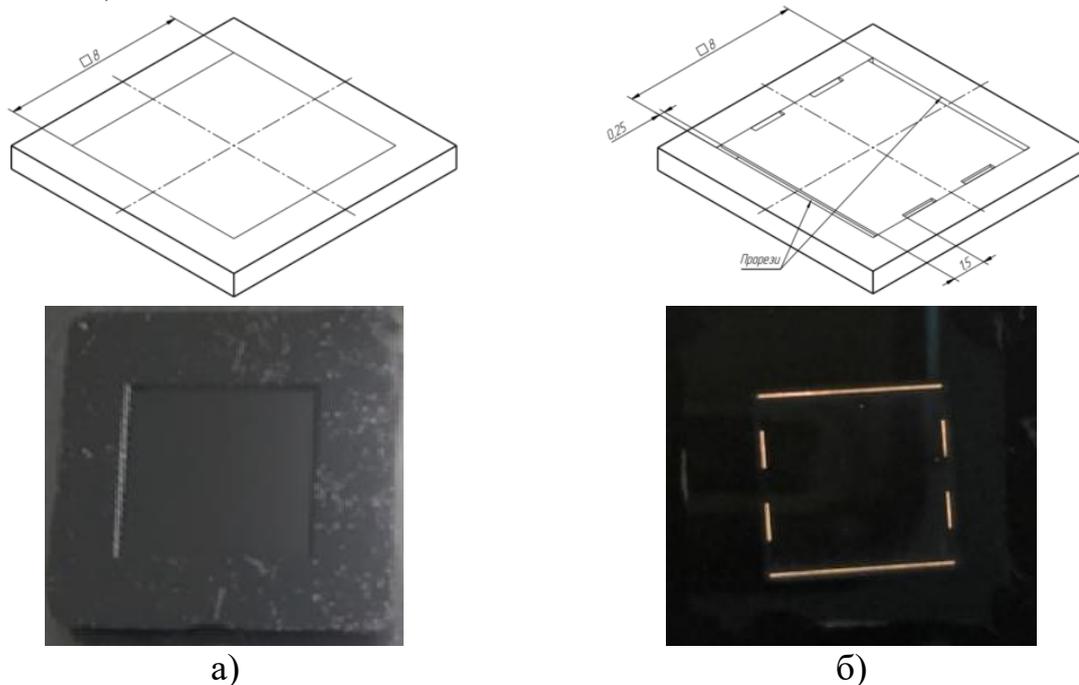
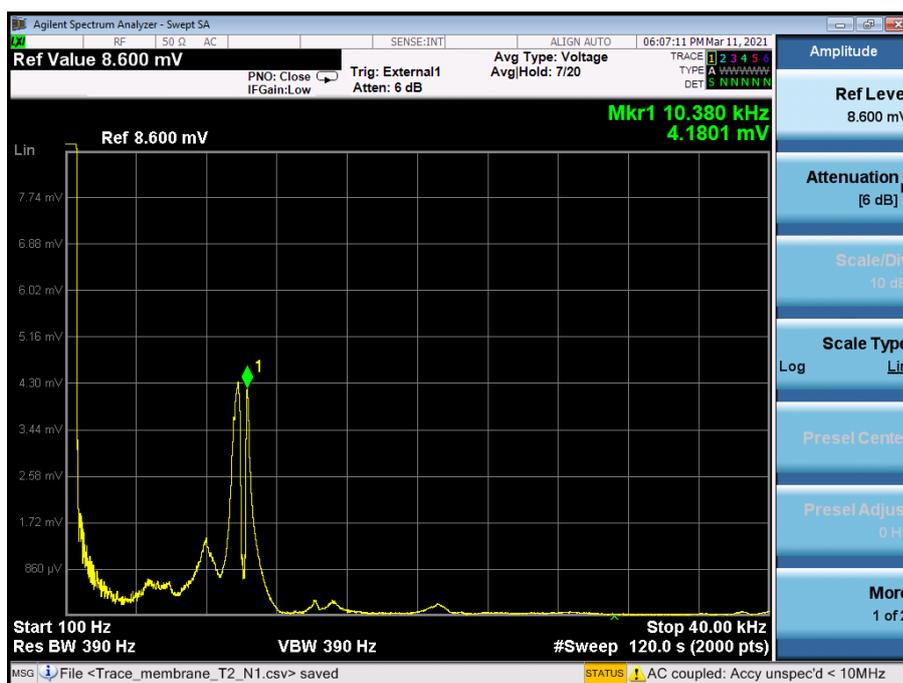


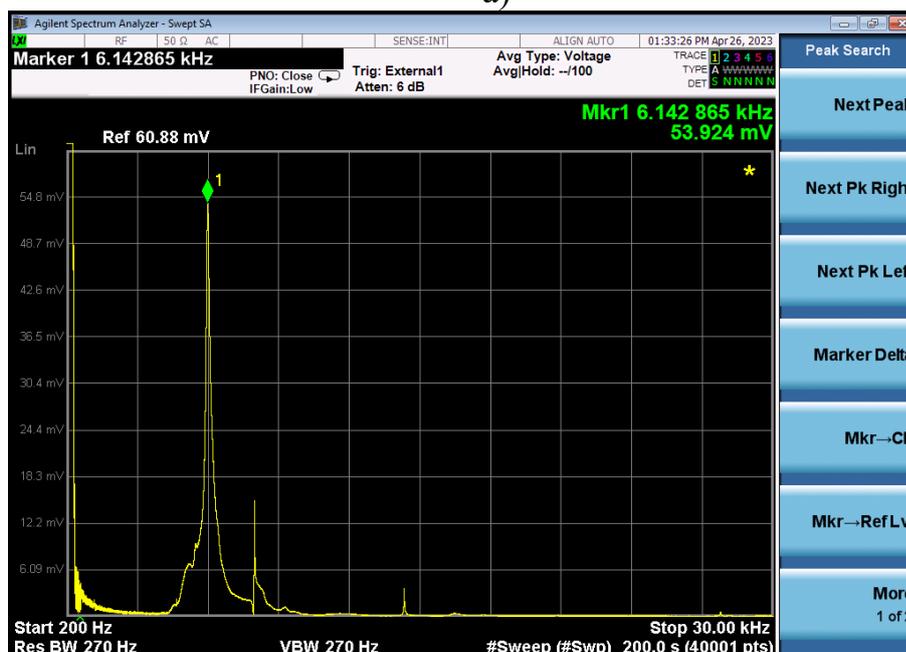
Рисунок 12 – МЭМС-сенсор на основе кремниевой мембраны: жёсткозакрепленной (а), с поперечными подвесами (б)

Таблица 8 – Параметры конструкции мембран

Параметр	Значение
Длина стороны мембраны, мм	8
Толщина мембраны, мкм	50
Ширина прорези, мкм	250
Длина подвеса, мкм	250
Ширина подвесов, мм	1,5
Количество подвесов	6



a)



б)

Рисунок 13 – АЧХ МЭМС-сенсора на основе кремниевой мембраны: жёсткозакреплённой (а); с поперечными подвесами (б)

Анализ полученных результатов показал, что чувствительность мембран с поперечными подвесами выше в $\sim 2,8$ раза. Резонансная частота МЭМС-сенсора на основе жёсткозакрепленной мембраны составила 10,38 кГц, а МЭМС-сенсора на основе мембраны с поперечными подвесами 6,14 кГц. В таблице 9 представлены заданные функциональные параметры и полученные характеристики МЭМС-сенсоров.

Таблица 9 – Функциональные параметры МЭМС-сенсоров

Параметр	Заданные	Теоретически рассчитанные	Экспериментально полученные
Резонансная частот, кГц	10,5; 6,5	10,1; 6,3	10,38; 6,14
Сторона квадратного образца, не более, см	1,5	1,3	1,3

Полученные экспериментальные значения резонансных частот имеют расхождение с результатами численного моделирования 1,5 %.

Таким образом, результаты разработки и экспериментального исследования макетов микроэлектромеханического сенсора для волоконно-оптического акустического приёмника подтверждают достоверность предложенного способа проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических сенсоров и показывают возможность его применения для разработки многочастотных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

На основе полученных результатов была предложена конструкция многочастотного матричного пьезоэлектрического МЭМС УЗ-сенсора (рисунок 14) и разработан технологический маршрут его изготовления (таблица 10). В таблице 11 представлены результаты сравнения параметров разработанного многочастотного матричного пьезоэлектрического МЭМС УЗ-сенсора с параметрами сенсоров, представленных в литературных источниках.

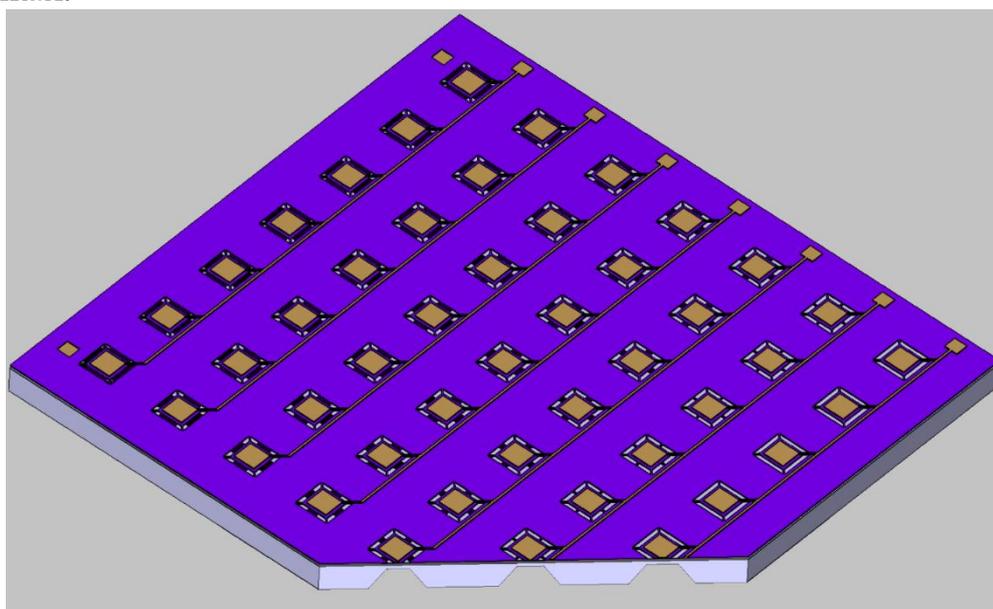
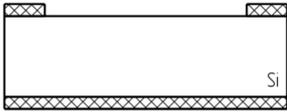
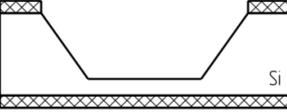
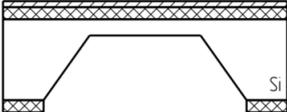
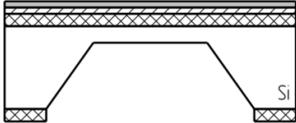


Рисунок 14 – Топология многочастотного матричного пьезоэлектрического МЭМС УЗ-сенсора

Таблица 10 – Технологический маршрут изготовления многочастотного матричного пьезоэлектрического МЭМС УЗ-сенсора

<p>Этап 1. Очистка кремниевой подложки КЭФ 4,5 (100) методом RCA</p>

<p>Этап 2. Формирования плёнок SiO_x с обеих сторон подложки методом ПХО</p>
<p>Нанесение плёнок SiO_x с обеих сторон подложки производится методом плазмохимического осаждения из газовой фазы. Общий расход газа 980 см³/мин, газовое соотношение 161,5:8,5:710 см³/мин (Ar:SiH₄:N₂O), ВЧ мощность 10 Вт и общее давление 1 мм. рт. ст.</p> 
<p>Этап 3. Фотолитография и травление SiO_x (6:1)</p>

<p>Этап 4. Травление кремния до требуемой остаточной толщины мембраны</p>
<p>Анизотропное жидкостное травление кремния в 30 %-ном растворе КОН при температуре 80 °С.</p> 
<p>Этап 5. Формирование нижнего электрода из Мо</p>
<p>Нанесение плёнок Мо проводится методом магнетронного распыления. Чистота молибденовой мишени 99,95 %. Формирование плёнок Мо происходит в газовой среде Ar. Мощность магнетронного разряда и температура нагрева подложки 200 Вт и 90-110 °С соответственно. После нанесения плёнок проводится быстрый термический отжиг при температуре 250 °С.</p> 
<p>Этап 6. Формирование активного слоя из ZnO</p>
<p>Формирование плёнок ZnO проводится методом магнетронного распыления. Чистота цинковой мишени 99,95 %. Соотношение газов 50:50 (Ar:O₂), мощность магнетронного разряда 100 Вт и температура нагрева подложки 100-105 °С. После нанесения плёнок проводится быстрый термический отжиг при температуре ≈300 °С.</p> 

Продолжение таблицы 10

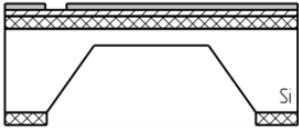
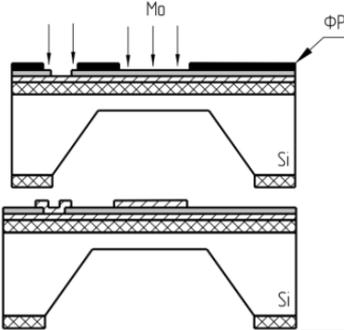
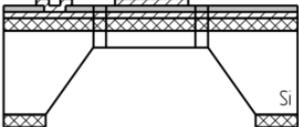
Этап 7. Фотолитография и травление активного слоя из ZnO	
Травление ZnO проводится в индуктивно-связанной плазме.	
	
Этап 8. Формирование верхнего электрода	
Нанесения плёнок Mo проводится методом магнетронного распыления на фоторезист для дальнейшей обратной (взрывной) фотолитографии.	
	
Этап 9. Формирование подвесов	
Прорези в многослойной структуре, включая кремниевую мембрану, формируются методом глубокого реактивного ионного травления.	
	
Этап 10. Удаление необходимого количества подвесов	
Подвесы удаляются фемтосекундным лазером. Лазер Pharos Light Conversion, вторая гармоника 515 нм, длительность импульса 290 нс.	

Таблица 11 – Сравнение параметров разработанного многочастотного матричного пьезоэлектрического МЭМС УЗ-сенсора с аналогами

	Разработанный многочастотный матричный МЭМС УЗ- сенсор	Двухчастотный МЭМС УЗ- сенсор [1]	Многочастотный МЭМС УЗ- сенсор [2]
Стадия разработки	Теоретический	Макет	Макет
Активный слой	ZnO	ЦТС	ЦТС
Толщина активного слоя, мкм	0,1	3	9
Резонансная частота, МГц	от 0,52 до 1,7	0,77; 2,3	1,2; 3,7; 7,8
Чувствительность, нм/В	от 830 до 540	595; 112	130; 35; 8

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы:

1. Проведен анализ преимуществ и недостатков современных конструктивно-технологических решений матричных МЭМС УЗ-сенсоров. Установлено, что при разработке современных конструкций матриц пьезоэлектрических МЭМС УЗ-сенсоров основной тенденцией является расширение диапазона рабочих частот и увеличение чувствительности.

2. Теоретически исследовано влияние физико-механических и геометрических параметров материалов слоёв на резонансную частоту мембраны. Предложен пороговый критерий, позволяющий оценивать влияние физико-механических параметров пьезоэлектрического слоя на функциональные параметры мембранной структуры. Предложены конструкции мембран на балочных подвесах с чувствительностью выше в $\sim 2,3$ раза по сравнению с жёсткозакреплёнными.

3. Разработан способ проектирования мембранных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических сенсоров, отличающийся учётом влияния физико-механических параметров материалов структуры многослойных мембран, а также конструкции и параметров подвесов мембранных структур, что позволяет разрабатывать многочастотные матричные пьезоэлектрические микроэлектромеханические ультразвуковые сенсоры.

4. Экспериментально установлены закономерности влияния технологических режимов формирования на параметры материалов и функциональные параметры мембран. Выявлено, что термически стабилизированный плазменный оксид кремния травится медленнее в растворе КОН в $\sim 1,6$ раза. Определено, что наиболее однородная поверхность кремниевой мембраны получается при травлении в растворе КОН 30 % при температуре 80 °С.

5. Экспериментально установлено, что механические напряжения в плёнках Мо и ZnO, полученных методом магнетронного распыления, снижаются под воздействием быстрого термического отжига в ~ 2 раза. Установлено, что плёнки ZnO, полученные методом магнетронного распыления с концентрацией кислорода 40 %, а затем отожженные при температуре 300 °С имеют наиболее высокий пьезомодуль ($29,2 \pm 0,2$ пм/В).

6. Разработан и исследован макет микроэлектромеханического сенсора для волоконно-оптического акустического приёмника с повышенной в 2,8 раза чувствительностью и сниженной в 1,6 раза резонансной частоты.

7. Разработан унифицированный технологический маршрут изготовления многочастотных матричных пьезоэлектрических микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.

8. Предложена конструкция многочастотного матричного пьезоэлектрического микроэлектромеханического ультразвукового сенсора, унифицированного по параметрам преобразователей, защищенная патентом (RU 217945 U1).

В приложении имеются акты внедрения и использования результатов диссертации в учебном процессе, научно-исследовательских работах и на предприятии.

СПИСОК ЦИТИРУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

- [1] Liu, L. A dual-frequency piezoelectric micromachined ultrasound transducer array with low inter-element coupling effects/ L. Liu, W. Ji, Z. Xing [et al.] // Journal of Micromechanics and Microengineering. – 2021. – Vol. 31. – 045005.
- [2] Haoran, W. A multi-frequency PMUT array based on ceramic PZT for endoscopic photoacoustic imaging / W. Haoran, Y. Hao, J. Huabei [et al.] // Proc. 21st International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducer). – Orlando, USA – 2021. – P. 30-33.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Работы, опубликованные в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ:

1. Малохатко, С. В. Проектирование и формирование кремниевых мембран для акустических датчиков / Малохатко С. В., Гусев Е. Ю., Житяева Ю. Ю. // Известия ЮФУ. Технические науки. – 2019. – №6(208). – С. 53-61.
2. Малохатко, С. В. Исследование маскирующих свойств пленок оксида кремния для создания кремниевых мембран методом жидкостного травления / Малохатко С. В., Гусев Е. Ю. // Известия ЮФУ. Технические науки. – 2020. – №6(216). – С. 196-203.
3. Малохатко, С. В. Исследование температурно-концентрационных режимов анизотропного жидкостного травления монокристаллического кремния / Малохатко С. В., Бакшевников Д. А., Гусев Е. Ю. // Известия ЮФУ. Технические науки. – 2021. – №3(220). – С. 128-134.
4. Расчет колебаний кремниевых мембран для акустического приемника / Ефимов Т. А., Рассолов Е. А., Кульчин Ю. Н., Малохатко С. В., Гусев Е. Ю., Агеев О. А., Завестовская И. Н. // Краткие сообщения по физике ФИАН. – 2022. – Т. 49, №3. – С. 19-24.

Работы, опубликованные в изданиях, индексируемых в БД Scopus и Web of Science:

5. Research of the mechanical parameters of silicon membranes for acoustic sensors / S. V. Malokhatko, E. Yu. Gusev, E. A. Rassolov, A. M. Khannanov, O. A. Ageev // Journal of Physics: Conference Series. – 2020. – Vol. 1695, No 1. – Art. No 012183.
6. Design of silicon membranes for ultrasonic transducers and its fabrication by anisotropic wet etching / S. V. Malokhatko, E. Yu. Gusev, J. Y. Jityaeva, O. A. Ageev // Journal of Physics: Conference Series. – 2020. – Vol. 1697, No 1. – Art. No 012100

7. Influence of active structure parameters on resonant frequency of acoustic transducer membranes / S. V. Malokhatko, E. Yu. Gusev, O. A. Ageev // Journal of Physics: Conference Series. – 2021. – Vol. 2086, No 1. – Art. No 012193.
8. Research of resonance frequencies of silicon membranes for a fiber-optic acoustic receiver / S. V. Malokhatko, E. Y. Gusev, O. A. Ageev, T. A. Efimov, E. A. Rassolov, R. V. Romashko // Proceedings of SPIE - International Conference on Micro- and Nano-Electronics 2021. – 2022. – Vol. 12157. – Art. No 121570R. – P. 203-208.

ПАТЕНТЫ

1. Патент на полезную модель № 217945 U1 Российская Федерация, МПК В06В 1/06, H04R 17/00. Многочастотная матрица ультразвуковых преобразователей : № 2023107060 : заявл. 24.03.2023 : опубл. 25.04.2023 / С. В. Малохатко, Е. Ю. Гусев, О. А. Агеев ; патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Южный федеральный университет".

Личный вклад автора диссертации в опубликованных работах:

- в [1,4] – разработка и проведение теоретических исследований функциональных параметров мембран;
- в [2,3] – проведение исследований, анализ результатов, определение режимов формирования мембран;
- в [5,7] – проведение теоретических исследований, определение закономерностей влияния параметров материалов на функциональные параметры многослойных мембран;
- в [6,8] – проектирование конструкции кремниевых мембран для микроэлектромеханических ультразвуковых сенсоров.