

Рис. 8. Сферы ПММА

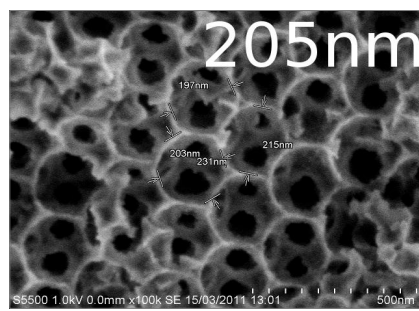


Рис. 9. Инверсный кварцевый опал, полученный из сфер ПММА

На рис. 8, 9 приведены электронные снимки сфер ПММА и полученного из них инверсного опала. Видно, что диаметр пор меньше диаметра осажденных сфер из-за усадки при отжиге.

В результате проведенного исследования представленных сфер ПММА и искусственных опалов на их основе с помощью растрового электронного микроскопа были получены следующие результаты:

- выявлено изменение размеров сфер под действием электронного пучка;
- исследована структура искусственных и инверсных кварцевых опалов;

– экспериментальным путем доказано, что упаковка сфер в опале – плотнейшая гексагональная.

#### Библиографические ссылки

1. Шабанова Н. А. Химия и технология нанодисперсных оксидов : учеб. пособие. М. : Академкнига, 2001.
2. Китайгородский А. И. Молекулярные кристаллы. М. : Наука, 1971.
3. Суйковская Н. В. Химические методы изучения тонких прозрачных пленок / отв. ред. Е. А. Подгорная. Л. : Химия, 1971.

I. V. Nemtsev, A. V. Shabanov, O. V. Shabanova

#### ELECTRON MICROSCOPY INVESTIGATION OF POLYMETHYLMETHACRYLATE SPHERICAL PARTICLES & ARTIFICIAL OPALS BASED ON IT

*The authors describe production of spheric particles of polymethylmethacrylate by means of their sedimentation and following generation of solid opal-like structures, with following annealing and formation of inverse structure opal.*

*Keywords: field emission electron microscopy, polymethylmethacrylate, artificial and inverse opals.*

© Немцев И. В., Шабанов А. В., Шабанова О. В., 2012

УДК 621.315.592

О. И. Подкопаев, А. Ф. Шиманский, П. С. Бычков, В. В. Вахрин

#### ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОПТИЧЕСКИ АКТИВНОГО КИСЛОРОДА НА ДЕФЕКТНУЮ СТРУКТУРУ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГЕРМАНИЯ

*Методом ИК-Фурье-спектроскопии определено содержание оптически активного кислорода в монокристаллах полупроводникового германия различных марок. Установлена взаимосвязь концентрации кислорода и плотности дислокаций.*

*Ключевые слова: германий, монокристаллы, плотность дислокаций, ИК-Фурье-спектроскопия, содержание кислорода.*

Монокристаллы германия с минимальным содержанием дефектов, прежде всего дислокаций, имеют колоссальную перспективу в связи с развитием полупроводниковых нанотехнологий. Такие кристаллы востребованы в фотоэлектронике в качестве подложек

для эпитаксиальных  $A^{III}-B^V$  оптико-электронных структур, которые используются для изготовления солнечных элементов на основе систем GaInP/GaInAs/Ge, являющихся эффективными фотопреобразователями, имеющими КПД выше 39 %. Бездислокационный

германий обеспечивает решение проблем, возникающих в связи с использованием кремния при создании наноразмерных транзисторных структур. Высокая подвижность носителей заряда  $> 2\,000\text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$  (минимум в 2 раза выше, чем в Si) позволяет с большим успехом использовать его для создания быстродействующих ячеек памяти. Малодислокационный германий необходим в производстве радиационно стойких фотоэлектрических детекторов, где требуются кристаллы с содержанием линейных дефектов порядка  $100\text{ см}^{-2}$  и менее [1; 2].

Одной из вредных примесей, оказывающих влияние на дефектную структуру и свойства монокристаллов Ge, является кислород [3; 4].

В связи с этим целью работы явилось определение содержания оптически активного кислорода в монокристаллическом германии различных марок и выявление взаимосвязи концентрации кислорода и плотности дислокаций.

**Методика проведения исследования.** Для проведения экспериментов применяли ИК-Фурье-спектрометр Nicolet 380. За основу принимали стандартную методику определения содержания кислорода в кремнии [5]. В отличие от Si, исследование Ge производили с использованием модернизированной приставки нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) Smart Performer. Из конструкции приставки удаляли кристалл ZnSe и на его место устанавливали исследуемый образец, к поверхности которого прижимали наконечник спектрометра. Такая методика измерений позволяет исключить из оптической схемы держатель образцов и исследовать кристаллы произвольной формы с плоскопараллельными противоположными поверхностями в широком диапазоне их геометрических размеров. В таких условиях возможна работа с пластинами большого диаметра до 160 мм, без их разрушения.

Регистрацию ИК-спектров осуществляли в диапазоне волновых чисел от 700 до  $1\,000\text{ см}^{-1}$  с накоплением 32 спектров. Расчет содержания  $\text{O}_2$  проводили по интенсивности кислородного пика с волновым числом  $842,780\text{ см}^{-1}$  [6] относительно базовой линии по

известной формуле [5], скорректированной на длину луча:

$$N = 1,05 \cdot 10^{17} \left( 2,3 \cos 10,08^\circ \cdot \frac{D}{2d} \right) \text{ см}^{-3}, \quad (1)$$

где  $D$  – оптическая плотность относительно базовой линии в интервале волновых чисел от 700 до  $1000\text{ см}^{-1}$ ;  $d$  – толщина образца;  $10,08^\circ$  – угол, под которым ИК-излучение проходит через кристалл германия с показателем преломления, равным 4,0, в исследуемом волновом диапазоне.

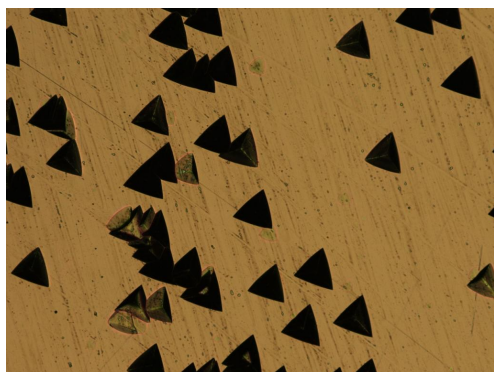
Объектами исследования служили монокристаллы германия, выращенные в кристаллографическом направлении по методу Чохральского. Из исследуемых кристаллов вырезали образцы в форме пластин толщиной 10 мм, затем их обрабатывали на шлифовальном станке Satis LOH-200 и подвергали полированию до шероховатости поверхности  $Ra = 0,01$ . Для выявления дислокаций пластины травили в течение 3 мин в водном растворе, содержащем 12 масс. % KOH и 8 масс. %  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ .

**Результаты и обсуждение.** Регистрацию ИК-спектров проводили на монокристаллах германия оптического качества марки ГМО и особо чистого германия (ОЧГ), плотность дислокаций в которых составляла  $2,5 \cdot 10^3\text{ см}^{-2}$ , а также на бездислокационных кристаллах  $p$ -типа, легированных галлием.

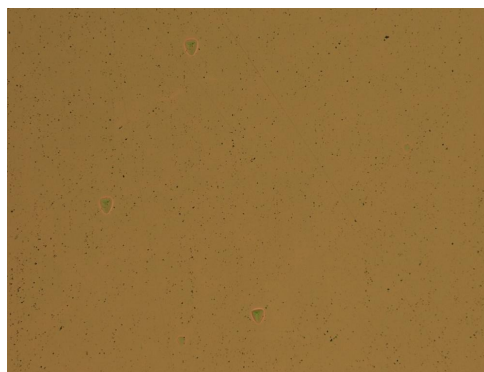
Галлий добавляется в расплав германия с целью связывания растворенного в нем кислорода, как раскислитель, имеющий большее химическое сродство к кислороду, нежели германий. При этом кислород выводится из расплава в составе шлака, а также связывается в кластерные структуры и в неактивной форме захватывается растущим кристаллом [7].

Микрофотографии протравленной на дислокации поверхности исследуемых образцов приведены на рис. 1.

ИК-спектры кристаллов ОЧГ и ГМО оказались подобными. Пример их типичного спектра приведен на рис. 2, кривая 1. Он характеризуется наличием интенсивного пика с волновым числом  $842,780\text{ см}^{-1}$ , обусловленного присутствием в кристаллах оптически активного кислорода.



а



б

Рис. 1. Микрофотографии поверхности монокристаллических образцов,  $\times 100$ : а – ГМО и ОЧГ с плотностью дислокаций  $\sim 2\,500\text{ см}^{-2}$ ; б – бездислокационный кристалл

По результатам расчета по формуле (1) содержание атомов кислорода в исследуемых кристаллах составляет  $(0,90...1,20) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ .

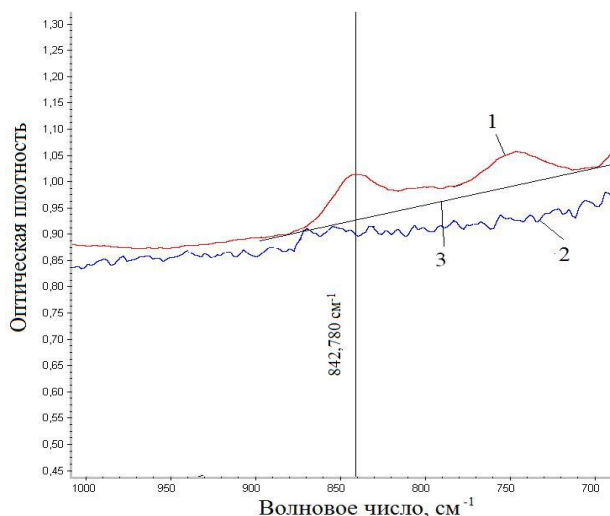


Рис. 2. ИК-спектры кристаллов германия:  
1 – образцы ГМО и ОЧГ; 2 – малодислокационный германий;  
3 – базовая линия

Спектр бездислокационных кристаллов (рис. 2, кривая 2) отличается от рассмотренных отсутствием пика, отвечающего колебаниям связи Ge–O, что является следствием низкого содержания  $O_2$  на уровне чувствительности спектрометра  $< 0,20 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ .

Полученные экспериментальные данные коррелируют с результатами работы [6], в которой также изучались ИК-спектры бездислокационных кристаллов Ge *p*-типа. Исследования проводились на монокристаллах непосредственно после их выращивания, а также после отжига в вакууме при  $10^{-8}$  атм и температуре 700 К. Полученные ИК-спектры приведены на рис. 3.

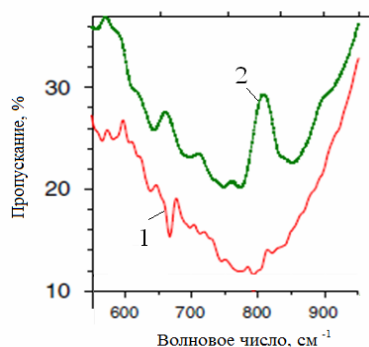


Рис. 3. ИК-спектры бездислокационного германия, легированного галлием:  
1 – до отжига; 2 – после отжига в вакууме при 700 К [6]

Как следует из приведенных данных, кислородный пик в спектре бездислокационных кристаллов отсутствует, как и в нашем случае. Вместе с тем данный пик появляется после отжига кристаллов в вакууме, как следствие взаимодействия германия с остаточным

кислородом среды. Оценим вероятность протекания взаимодействия германия с кислородом при температуре выращивания кристаллов германия 1273 К по величине  $\Delta G_{1273 \text{ К}}^{\circ}$  реакции:



Можно показать, что для данной реакции  $\Delta G_{1273 \text{ К}}^{\circ}$  составляет  $-334\,995$  Дж. В соответствии с законом действующих масс

$$\Delta G_{1273 \text{ К}}^{\circ} = -RT \ln K_p = RT \ln P_{\text{O}_2(\text{GeO}_2)}, \quad (3)$$

где  $P_{\text{O}_2(\text{GeO}_2)}$  – давление диссоциации  $\text{GeO}_2$ , являющееся критерием сродства германия к кислороду. По результатам расчета по уравнению (3) значение  $P_{\text{O}_2(\text{GeO}_2)}$  при 1273 К составляет  $1,76 \cdot 10^{-14}$  атм.

Из этого можно сделать вывод о том, что в течение процесса выращивания монокристаллов Ge из расплава при парциальном давлении кислорода в газовой фазе, превышающем расчетную величину  $1,76 \cdot 10^{-14}$  атм (что соответствует содержанию кислорода в газе, равному  $1,76 \cdot 10^{-4}$  ppm, при давлении в системе 1 атм), будет протекать реакция окисления германия с образованием в расплаве гетерогенных включений  $\text{GeO}_2$ , являющихся источником образования дислокаций, и, соответственно, будет наблюдаться нарушение структуры растущего кристалла.

На основании проведенных исследований можно заключить, что плотность дислокаций и концентрация  $O_2$  в монокристаллах германия взаимосвязаны, причем, кислород является одним из факторов, определяющих структурное совершенство кристаллов.

#### Библиографические ссылки

1. Claeys C. L., Simoen E. Germanium-based technologies: from materials to devices. Elsevier, 2007.
2. Depuydt B., Theuwis A., Romandic I. Germanium: From the first application of Czochralski crystal growth to large diameter dislocation-free wafers // Materials Science in Semiconductor Processing (August–October). 2006. Vol. 9. Iss. 4–5. P. 437–443.
3. Claeys C. L., Simoen E. Extended Defects in Germanium: Fundamental and Technological Aspects. Springer, 2009.
4. Taishi T., Ohno Y., Yonenaga I. Reduction of grown-in dislocation density in Ge Czochralski-grown from the  $B_2O_3$ -partially-covered melt // J. of Crystal Growth. 2009. Vol. 311. Iss. 22. P. 4615–4618.
5. ГОСТ 19658–81. Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия. М.: Изд-во стандартов, 1981.
6. Seref Kalema, Romandicb I., Theuwis A. Optical characterization of dislocation free Ge and GeOI wafers // Materials Science in Semiconductor Processing. 2006. № 9. P. 753–758.
7. Кирьянова Т. В., Рябец А. Н., Левинзон Д. И. Свойства кислородсодержащего германия, легированного редкоземельными элементами // Складні системи і процеси. 2003. № 2. С. 12–17.

O. I. Podkopaev, A. F. Shimansky, P. S. Bychkov, V. V. Vahrin

## THE INFLUENCE OF OPTICALLY ACTIVE OXYGEN CONTENT ON THE DEFECT STRUCTURE OF SINGLE CRYSTAL GERMANIUM

*The authors propose a technique to determine the content of optically active oxygen in single crystal germanium by Fourier infrared spectroscopy and determine concentration of oxygen in germanium samples of different views. The interrelationship of optically active oxygen and dislocation density is revealed as well.*

*Keywords: germanium single crystals, the dislocation density, FT-IR spectroscopy, the oxygen content.*

© Подкопаев О. И., Шиманский А. Ф., Бычков П. С., Вахрин В. В., 2012

УДК 621.6.09: 534.01

Е. В. Раменская, Ю. А. Филиппов, Н. А. Амельченко

## МЕХАНИЗМ ГЕНЕРИРОВАНИЯ И РАСПРОСТРАНЕНИЯ ВИБРАЦИИ В ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ МАШИНАХ

*Изложены новые результаты исследований в области механики технологических процессов изготовления изделий ракетно-космической техники, раскрывающие механизм образования вибрации на основе принципа формирования и распространения цепной реакции процесса колебания в технологических машинах.*

*Ключевые слова: механизм, вибрация, технологический процесс, моделирование.*

В последние годы заметно оживился темп роста освоения новых изделий ракетно-космической техники, сопровождающийся вводом в эксплуатацию прогрессивных средств технологического оснащения (СТО) и модернизацией существующего парка технологических машин. При анализе мировых показателей конкурентоспособности СТО по пяти направлениям – точность, надежность, производительность, удобство обслуживания, безопасность работы – важное место занимают вопросы оценки вибрационных процессов, понимания и объяснения механизма генерирования вибрации в рабочих машинах.

**Технологическая постановка задачи.** Раскрытие механизма генерирования вибрации в СТО расширяет эффективность их использования, заключающуюся в обеспечении рациональных режимов обработки заготовок по условию минимизации амплитуд компонент вибрации. В технологических системах наибольший интерес представляет степень влияния вибрации на шероховатость и точность обработки.

Основными причинами возбуждения вибрации в СТО являются режимы резания и подачи, особенности конструктивного исполнения режущего инструмента и СТО [1]. При этом значительную роль играют неравномерные вращательные и (или) поступательные движения рабочих валов и суппортов, эксцентриситет между осью вращения шпинделя с режущим инструментом и осью, проходящей через центры элементарных подвижных и вращающихся масс, принадлежащих базовым механизмам.

**Физическая постановка задачи.** В технологических машинах, работающих со стружкообразованием и без него, в процессе работы возникают разнообраз-

ные механические неуправляемые движения в форме поперечных, угловых, случайных колебаний. Установление механизма и концептуальных причин возникновения колебательных процессов в рабочих машинах является тем фактором, который позволяет активно управлять параметрами вибрации. Это особенно важно на стадиях анализа и формирования проектных решений, разработки конструкторской документации конкурентоспособной продукции.

Физико-механические свойства материалов определяются химическим составом и строением их атомов. Орбитальная скорость движения электрона  $10^6$  м/с согласуется со скоростью распространения упругих волн деформации в металле  $6,7 \cdot 10^3$  м/с [2].

При взаимодействии между положительными ионами и отрицательными коллективизированными электронами действуют электрические силы притяжения, стягивающие между собой ионы. Частота колебаний атомов порядка  $10^{13}$  Гц [3].

**Математическая постановка задачи.** Механика технологических процессов формообразования контура деталей базируется на математических началах Ньютона и Лагранжа, базовой теории малых колебаний. Конструкции СТО обладают жесткостью, массой, упругостью динамической системы, характеризующими вибрационные процессы и входящими в дифференциальные уравнения движения. При определенных условиях вибрация может быть опасной для конструкций по признакам разрушения и вредной с точки зрения снижения качества и производительности обработки. Основной задачей в теории управления динамики работы СТО является удержание