

## МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ УСТРОЙСТВА-КОНЦЕПЦИЯ ПРАКТИЧЕСКОЙ РЕАЛИЗАЦИИ.

Юрченко В.И.

*ФГУП "НИИПП", г.Томск, ул. Красноармейская 99а*

Для построения современных радиоэлектронных и автоматизированных систем наиболее эффективным является использование интегрированных узлов. Наличием единого исполнителя значительно облегчается реализация единого системного подхода к проектированию аппаратуры, единого технического уровня и единого технологического цикла ее изготовления. Единый технологический комплекс должен предусматривать наличие развитой базы материаловедения, позволяющей создавать полупроводниковые структуры кремния и сложных соединений как неотъемлемую часть технологического цикла создания интегрированных изделий, аналитической базы материаловедения, обеспечивающей установление корреляции между параметрами материала и изделий из него, современных средств рентгено-электронно- и оптической литографий для изготовления шаблонов и обеспечения необходимых размеров элементов, вплоть до субмикронных, единых технологических процессов получения кристаллов и сборки изделий из Si, GaAs, InP с учетом особенностей этих материалов. Единый технологический комплекс предусматривает также создание корпусов в керамическом исполнении и развитую базу аналитического и контрольно-измерительного оборудования для проверки и испытания кристаллов и изделий в целом. Единый технический комплекс предусматривает наличие высококвалифицированных кадров в области системо- и схемотехнического проектирования, материаловедения, технологии создания опытных и серийных изделий на всех стадиях их создания.

Представлены структура основных и обеспечивающих научно-технических направлений, компоненты, узлы и модули, предполагаемые к разработке, сферы применения изделий на основе кремния и полупроводниковых соединений АЗВ5 в вооружении, военной технике и народном хозяйстве.

Представлено "Дерево целей" развития технологического комплекса по производству микроизделий на основе кремния и сложных полупроводниковых соединений АЗВ5.

Работы концепции сформулированы в соответствии с перечнем проблем, решение которых необходимо для создания технологического центра. Предполагается, что в зависимости от приоритетов потребностей будут реализовываться, в первую очередь, те работы, в которых в данное время имеется реальная потребность, обеспечивающую, в том числе, и задачи производства.

Василий Иванович Юрченко: [sneg@sneg.tomsk.su](mailto:sneg@sneg.tomsk.su)

## ПРОЕКТ СТАНЦИИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ «МОНОКРИСТАЛЬНАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ» НА НАКОПИТЕЛЕ ВЭПП-4

Д.Ю. Наумов<sup>1</sup>, И.Л. Жогин<sup>1</sup>, Б.П. Толочко<sup>1</sup>, С.Е. Бару<sup>2</sup>, В.Р. Грошев<sup>2</sup>, Г.А. Савинов<sup>2</sup>

*1 – Институт химии твердого тела и механохимии, 630128 Новосибирск, Россия*

*2 – Институт ядерной физики, 6300090 Новосибирск, Россия*

В настоящее время, исследование структуры монокристаллов проводятся на автоматических дифрактометрах. В дальнейших расчетах используются специальные комплексы программ для ЭВМ. Лимитирующие стадии исследования – подбор монокристалла,

удовлетворяющего требованиям метода, и время, необходимое для измерения интенсивностей (сбора данных).

Во всех автоматических четырёхкружных дифрактометрах с точечным детектором с помощью механической части дифрактометра (гониометр) монокристалл устанавливается в пространстве по отношению к пучку так, чтобы наблюдался дифракционный максимум (рефлекс). Используя детекторы рентгеновского излучения, собирают информацию об интенсивности дифракционного максимума в данном месте пространства. Детектор рентгеновского излучения, находясь в каком-то месте пространства, регистрирует количество квантов за какое-то время. Весь процесс сбора данных сводится к последовательному перебору всех возможных мест пространства, где может наблюдаться дифракционный максимум. Средняя производительность такого рода дифрактометров – 2000 рефлексов в сутки. Время эксперимента определяется количеством рефлексов (сложностью кристаллической структуры).

В дифрактометрах с двухкоординатным детектором принцип сбора данных иной: неподвижный детектор одновременно фиксирует несколько дифракционных максимумов, которые возникают при повороте кристалла относительно вертикальной оси гониометра на определенный угол. Таким образом, время эксперимента не зависит от количества дифракционных максимумов, но зависит от качества и дифрагирующей способности кристалла.

Проблема быстрого и качественного сбора дифракционных данных, на данный момент, является актуальной. Решение такого рода проблемы сводится к увеличению интенсивности рентгеновского излучения, используемого для дифракции на монокристалле. Использование синхротронного излучения совместно с регистрацией данных с помощью двухкоординатного детектора, на наш взгляд, является оптимальным путем решения обсуждаемых задач.

В данной работе предлагается проект станции «Монокристалльная дифрактометрия» на накопителе ВЭП-4. Станция предназначена для регистрации двумерных дифракционных картин качания с помощью двухкоординатного детектора ДЕД-5. Это позволит решать задачи определения кристаллической структуры из данных монокристалльной дифрактометрии. Использование двухкоординатного детектора, а также интенсивного синхротронного излучения позволит существенно сократить время сбора данных дифракции (до 15 минут).

Использование разработанной методики быстрого сбора данных позволяет проводить эксперименты для быстроразлагающихся образцов. Небольшое время, требуемое для сбора данных, делает возможным проведение экспериментов в нестандартных условиях. Например, при проведении эксперимента при пониженной температуре существенно сокращается расход охладителя, а также не происходит конденсации паров воды на самом кристалле. Использование синхротронного излучения также позволит исследовать образцы с малой дифрагирующей способностью (монокристаллы с размером  $\sim 0,05$  мм). Применение двухкоординатного детектора позволит быстро определять качество образцов, что существенно сократит время на подбор монокристалла, удовлетворяющего требованиям метода.

Основная и первичная информация о дифракции рентгеновского излучения на кристалле содержится в профиле рефлексов. От метода обработки этих данных зависит дальнейшее качество расшифровки и уточнения структуры. В рамках данного проекта разрабатывается программное обеспечение, позволяющее улучшить математическую обработку первичных данных дифракционного эксперимента, особенно для экспериментов, проведенных в нестандартных условиях (пониженные или повышенные температуры, повышенное давление).

Дмитрий Юрьевич Наумов [d.y.naumov@iname.com](mailto:d.y.naumov@iname.com)

## PROJECT OF THE SYNCHROTRON RADIATION STATION "CRYSTAL DIFFRACTION" ON VEPP-4 STORAGE RING

D.Y. Naumov<sup>1</sup>, I.L. Zhogin<sup>1</sup>, B.P. Tolochko<sup>1</sup>, S.E. Baru<sup>2</sup>, V.R. Groshev<sup>2</sup>, G.A. Savinov<sup>2</sup>

*1 – Institute of Solid State Chemistry & Mechanochemistry, 630128 Novosibirsk, Russia*

*2 – Institute of Nuclear Physics, 630090 Novosibirsk, Russia*

Now, research of structure of crystals are carried out on automatic diffractometers. In the further accounts the special complexes of the computer programs are used. A limiting stages of research are selection of a crystal satisfying the method requirements and time for measurement intensities (data collection).

In all automatic four-circle diffractometers with the dot detector, with the help of a mechanical part of diffractometer (goniometer) the crystal is placed in space in relation to a beam so that reflex is observed. Using detectors of x-ray radiation, the information about intensity of diffraction maximum in the given place of space are collected. The detector of x-ray radiation, being in any place of space, registers quantity of quanta for a time. All process of data collection is consecutive reiteration of all possible places of space, where diffraction maximum can be observed. Average productivity of such type diffractometers is about 2000 reflexes per day. The time of experiment is determined by number of reflexes (complexity of crystal structure).

In diffractometers with the two-coordinate detector a principle of data collection is different. The motionless detector simultaneously collect a little of diffraction maxima, which arise during rotation of a crystal concerning a vertical axis of goniometer on the certain corner. Thus, the time of experiment does not depend on amount of diffraction maxima, but depends on quality and diffraction ability of a crystal.

At present, the problem of the fast and qualitative data collection is very urgent. Possible decision of the problem is increasing of intensity of x-ray radiation used for diffraction on a crystal. On our sight, usage of synchrotron radiation together with registration of the data with the help of the two-coordinate detector is an optimum way to solve the problem.

In the present work the project of station "Crystal Diffraction" on the VEPP-4 storage ring is discussed. The station is intended for registration of 2D diffraction pictures with the help of the two-coordinate detector DED-5. It will allow to solve tasks of solution of crystal structure from the crystal diffraction data. Use of the two-coordinate detector, and also intensive synchrotron radiation will allow essentially to reduce time of data collection (about 15 minutes).

Use of the developed technique of fast data collection allows to carry out experiments for quick decomposing samples. The small time required for data collection makes possible realization of experiments in non-standard conditions. For example, during experiment at lowered temperature the charge of cryogenic agent is essentially reduced, and also there is no condensation of water vapor on the crystal. Use synchrotron radiation also will allow to investigate samples with small diffracting ability (crystals with the size of  $\sim 0,05$  mm). The application of the two-coordinate detector makes possible to quickly determine quality of samples, that will essentially simplify the selection of a crystal needed by the method requirements.

The basic and primary information about diffraction of x-ray radiation on a crystal is contained in a structure of reflexes. The quality of decoding and specification of structure depends on a method of processing of these data. Within the present project the software allowing to improve mathematical processing of primary diffraction data will be developed, especially for the experiments which have been carried out in non-standard conditions (low or high temperatures, high pressure, etc).

Dmitry Naumov [d.y.naumov@iname.com](mailto:d.y.naumov@iname.com)



## ПОРТАТИВНЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКТОМЕТР С ВЫСОКИМ РАЗРЕШЕНИЕМ ДЛЯ РАБОТЫ В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ УГЛОВ

Ю.А.Гапонов<sup>а</sup>, Е.А.Дементьев<sup>б</sup>, Б.П.Толочко<sup>а</sup>, Д.И.Кочубей<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Институт химии твёрдого тела и механохимии, Кутателадзе, 18, Новосибирск, 630128

<sup>б</sup>Институт ядерной физики им.Будкера, Лаврентьева, 11, Новосибирск, 630090

<sup>а</sup>Институт катализа, Лаврентьева, 5, Новосибирск, 630090

Спроектирован и разработан рентгеновский дифрактометр для проведения экспериментов по дифракции в широком диапазоне углов (оптическая схема - модифицированная схема Бонзе-Харта) для исследования реорганизации структуры в ходе химических процессов перехода вещества из жидкообразного в кристаллическое состояние (с характерным временем реакции - 10 часов) для моделирования процесса зарождения новой фазы в реакциях твёрдых тел [1]. В качестве монитора и детектора использовались ФЭУ в счётном режиме. В качестве кристалл-анализатора использовался двухкристальный анализатор с пластинами кристалла  $\text{Si}_{111}$  (с изменяемым относительным углом второго кристалла для уменьшения высших гармоник в спектре исходного монохроматического СИ). Управляющая электроника выполнена в стандарте CAMAC. Дифрактометр управляется компьютером Sun SPARCStation со SVIC/VCC интерфейсными модулями в операционной системе Solaris 2.4.

Для управления дифрактометром было спроектировано и разработано управляющее приложение SAXSTools. Для обработки данных малоуглового эксперимента (Гинье и Порода - аппроксимация, вычисление функции распределения по расстояниям  $p(r)$  и электронной функции распределения  $\rho(r)$ ) было спроектировано и разработано приложение SAXSTreat. Приложение было разработано с использованием C++ интерфейсной библиотеки [2].

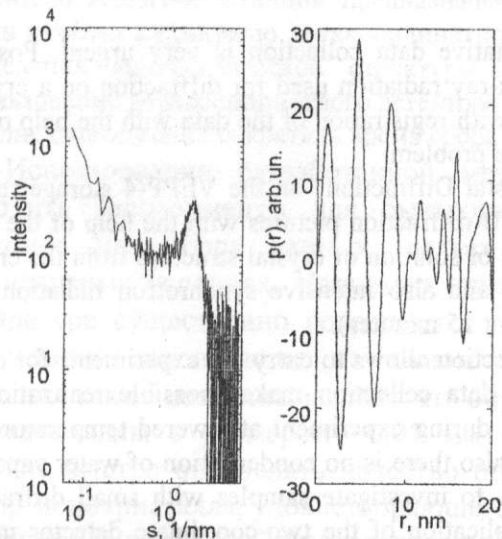


Рис. 1. Малоугловая дифрактограмма и вычисленная функция распределения по расстояниям  $p(r)$  тестового образца платинового катализатора.

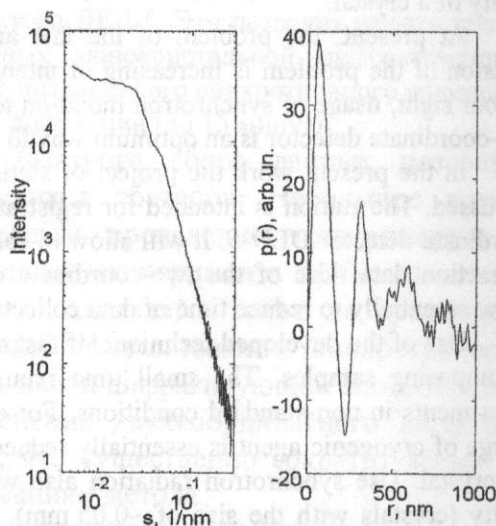


Рис. 2. Малоугловая дифрактограмма и вычисленная функция распределения по расстояниям  $p(r)$  тестового образца синтезированного опала.

Дифрактометр позволяет проводить измерения (для энергии фотонов 8кэВ) с точностью по волновому вектору  $\delta S \sim 0.002 \text{ nm}^{-1}$ , минимальным значением волнового вектора  $S_{\min} \sim 0.01 \text{ nm}^{-1}$  (что эквивалентно получению информации о рассеивающих центрах с размерами 200-500 нм) и максимальным значением волнового вектора  $S_{\max} \sim 50 \text{ nm}^{-1}$  (что эквивалентно значению угла рассеяния  $2\Theta \sim 80^\circ$ ).

На Рис. 1 и Рис. 2 изображены малоугловые дифрактограммы и вычисленные функции распределения по расстояниям  $p(r)$  тестовых образцов платинового катализатора и синтезированного опала.

**Литература:**

- [1]. Yu.A.Gaponov et al, J. Synchrotron Rad., V5 (1998) 962-963.
- [2]. Yu.A.Gaponov et al, J. Synchrotron Rad., V5 (1998) 593-595.

Юрий Александрович Гапонов gaponov@inp.nsk.su

**PORTABLE HIGH PRECISION SMALL/WIDE ANGLE X-RAY SCATTERING  
DIFFRACTOMETER**

Yu.A.Gaponov<sup>a</sup>, E.A.Dementyev<sup>b</sup>, B.P.Tolochko<sup>a</sup>, D.I.Kochubei<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Institute of Solid State Chemistry, Kutateladze, 18, Novosibirsk, 630128, Russia

<sup>b</sup>Budker Institute of Nuclear Physics, Lavrentyeva, 11, Novosibirsk, 630090, Russia

<sup>c</sup>Borisev Institute of Catalysis, Lavrentyeva, 5, Novosibirsk, 630090, Russia

The portable high precision Small/Wide Angle X-ray Scattering diffractometer (modified Bonze-Hart optical scheme) was designed and developed for investigation of structure rearrangement during liquid state - solid state transformations (with reaction time 10 or more hours) for simulating the solid state phase formation [1]. As monitor and detector the FEM detectors are used. As analyzer double crystal Si<sub>111</sub> analyzer (with changeable relative angle of the second crystal) is used. All controlling electronics is designed in CAMAC. The diffractometer is controlled by Sun SPARCStation with SVIC/VCC modules under Solaris 2.4 operating system.

For controlling the experiment with designed diffractometer the Control Application SAXSTools was designed and developed. For treatment the SAXS data (Guinier and Porod approximations, distance distribution function  $p(r)$  and density distribution function  $\rho(r)$  calculation) the Treatment Application SAXSTreat was designed and developed. The application was designed using the C++ Interface Object Library [2].

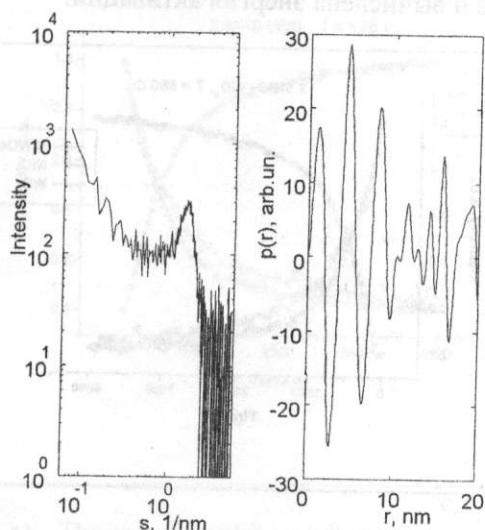


Fig. 1. The SAXS curve and calculated distance distribution function of test Pt-based catalyst sample.

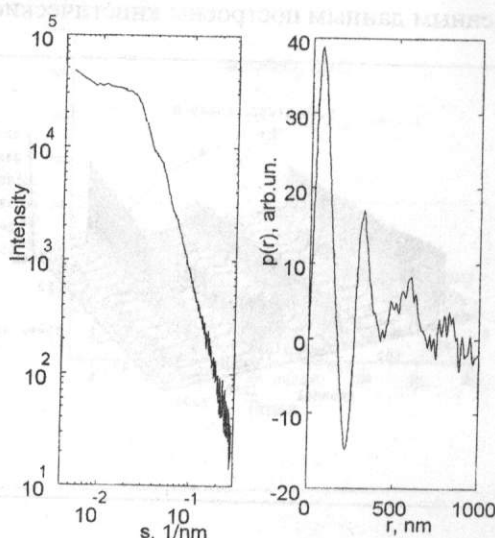


Fig. 2. The SAXS curve and calculated distance distribution function of test synthesized opal sample.

Diffractionmeter allows one to obtain the SAXS curve (for photon energy 8 keV) with accuracy about  $\delta S \sim 0.002 \text{ nm}^{-1}$ ,  $S_{\min} \sim 0.01 \text{ nm}^{-1}$  (scattered centers with the size about 200-500 nm may be observed) and  $S_{\max} \sim 50 \text{ nm}^{-1}$  (scattering angle is about  $80^\circ$ ).

Figure 1 and Figure 2 shows the SAXS curve and calculated  $p(r)$  of test Pt-based catalyst sample and test synthesized opal sample. There are particles with the size about 3 nm and 140 nm in first and second cases respectively.

This work was undertaken with financial support of the RBRF of the Ministry of Science of Russian Government (N99-03-32834).

#### References:

- [1]. Yu.A. Gaponov et al, J. Synchrotron Rad., V5 (1998) 962-963.  
 [2]. Yu.A. Gaponov et al, J. Synchrotron Rad., V5 (1998) 593-595.

Yurii Gaponov gaponov@inp.nsk.su

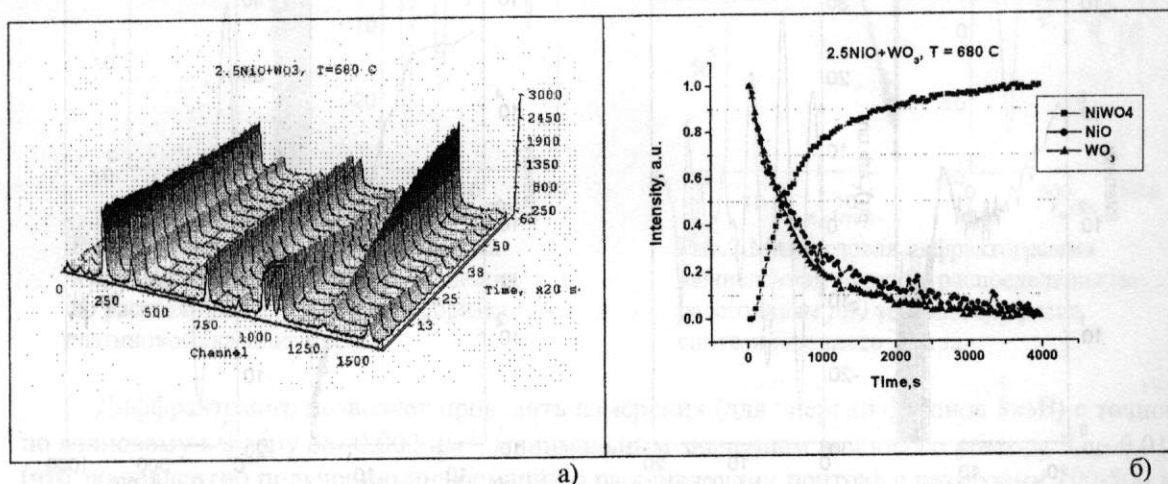
5-80

### ПРИМЕНЕНИЕ ДИФРАКТОМЕТРИИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ КИНЕТИКИ ТВЕРДОФАЗНОГО ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА ВОЛЬФРАМАТА НИКЕЛЯ 'IN SITU'.

М.Р. Шарафутдинов, Б.П. Толочко, Н.З. Ляхов

Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, Россия

Исследование твердофазной реакции между NiO и  $\text{WO}_3$  было проведено на станции "Дифракционное кино" накопительного кольца ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН. Для получения данных использовались однокоординатный детектор ОД-3 и метод дифракционного кино. Время одного "кадра" составляло 15-20 с и эксперимент продолжался до тех пор, когда либо одна из фаз исчезала, либо интенсивность пика  $\text{NiWO}_4$  не изменялась. Температура в печи контролировалась термпарой и составляла 580 С, 625 С, 675 С и 725 С. Состав исходной смеси изменялся от  $0.1\text{NiO}+0.9\text{WO}_3$  до  $0.9\text{NiO}+0.1\text{WO}_3$  через 0.2 при каждой температуре. По полученным данным построены кинетические кривые и вычислена энергия активации.



а) Поведение системы  $2.5\text{NiO}+\text{WO}_3$  при температуре синтеза  $T=680^\circ\text{C}$

б) Кинетика расхода компонентов и синтеза  $\text{NiWO}_4$