

Белюсов Сергей Алексеевич – Воронежский государственный технический университет; e-mail: heroy777@mail.ru; 394000, г. Воронеж, Московский проспект, 14; тел.: 89507652116; кафедра полупроводниковой электроники и нанoeлектроники; аспирант.

Носов Андрей Андреевич – e-mail: sir.baters@yandex.ru; кафедра полупроводниковой электроники и нанoeлектроники; аспирант.

Рембеза Станислав Иванович – e-mail: rembeza@yandex.ru; кафедра полупроводниковой электроники и нанoeлектроники; д.ф.-м.н.; профессор.

Кoшелева Наталья Николаевна – e-mail: vstu-ppе@mail.ru; кафедра полупроводниковой электроники и нанoeлектроники; к.т.н.; доцент.

Belousov Sergey Alekseevich – Voronezh State Technical University; e-mail: heroy777@mail.ru; 14, Moscow Avenue, Voronezh, 394000, Russia; phone: +79507652116; the department of semiconductor electronics and nanoelectronics; postgraduate student.

Nosov Andrey Andreevich – e-mail: sir.baters@yandex.ru; the department of semiconductor electronics and nanoelectronics; postgraduate student.

Rembeza Stanislav Ivanovich – e-mail: rembeza@yandex.ru; the department of semiconductor electronics and nanoelectronics; dr. of phys.-math. sc.; professor.

Kosheleva Natalia Nicolaevna – e-mail: vstu-ppе@mail.ru; the department of semiconductor electronics and nanoelectronics; cand. of eng. sc.; associate professor.

УДК 621.38-022.532

DOI 10.18522/2311-3103-2016-10-2740

В.А. Смирнов

НАНОЛИТОГРАФИЯ ЭЛЕМЕНТОВ НАНОЭЛЕКТРОНИКИ НА ОСНОВЕ ОКСИДА ТИТАНА*

Представлены результаты исследования режимов формирования оксидных наноразмерных структур на поверхности тонкой пленки титана при проведении локального анодного окисления. Представлены результаты формирования макетов элемента резистивной памяти на основе мемристорных структур и элементов нанoeлектроники на основе наноразмерных каналов проводимости методом локального анодного окисления на поверхности тонкой пленки титана. Исследовано влияние основных управляющих параметров процесса ЛАО на геометрические размеры оксидных наноразмерных структур, сформированных на поверхности тонкой пленки титана. Исследовано влияние амплитуды и длительности импульсов напряжения при ЛАО, а также относительной влажности на высоту и диаметр ОНС титана. Показано, что при повышении относительной влажности от 50±1 % до 90±1 % происходило уменьшение амплитуды напряжения процесса формирования ОНС методом ЛАО от 6 до 5,5 В, а также увеличение высоты ОНС титана от 1,3±0,2 до 3,5±0,8 нм и диаметра от 35,4±1,8 до 42,5±2,9 нм, соответственно. При увеличении длительности импульсов напряжения от 10 до 1000 мс происходит увеличение высоты ОНС от 1,38±0,19 до 3,78±0,45 нм. Показано, что оксидные наноразмерные структуры титана, сформированные методом ЛАО, обладают мемристорным эффектом, равномерным в пределах структуры макета элемента резистивной памяти. При приложении отрицательного напряжения 5 В, структура переключалась в состояние с “высоким” сопротивлением 1,4±0,4×10⁹ Ом, а при приложении положительного напряжения 5 В структура переключалась в состояние с “низким” сопротивлением 2,3±1,1×10⁸ Ом. Представлены

* Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-29-14023 офи_м. Результаты получены с использованием оборудования Научно-образовательного центра "Нанотехнологии" Южного Федерального Университета.

результаты формирования наноразмерных каналов проводимости шириной менее 100 нм в тонкой пленке титана методом ЛАО для изготовления макетов элементов наноэлектроники различной сложности. Для макета логического элемента были получены наноразмерные каналы проводимости шириной около 20 нм. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления элементов резистивной памяти и элементов наноэлектроники с использованием зондовых нанотехнологий.

Нанотехнологии; наноматериалы; наноэлектроника; локальное анодное окисление; атомно-силовая микроскопия; тонкая пленка титана; оксидные наноразмерные структуры; нанолитография; мемристорные структуры; RRAM.

V.A. Smirnov

NANOLITHOGRAPHY OF ELEMENTS OF NANO-ELECTRONICS BASED ON TITANIUM OXIDE

The paper presents the results of a study of oxide nanostructures (ONS) formation modes on the surface of a thin film of titanium during the local anodic oxidation. Presented are the results of the formation of a resistive memory cell layouts based on memristor structures and elements of nanoelectronics based on nanoscale conductance channels by local anodic oxidation on the surface of a thin film of titanium. The influence of basic governing LAO process parameters on the geometric dimensions of the oxide nanostructures formed on the surface of a thin film of titanium is studied. The effect of the voltage amplitude and the pulse duration at the LAO and the relative humidity at the height and diameter of the titanium ONS is studied. It is shown that by increasing the relative humidity of $50\% \pm 1$ to $90 \pm 1\%$ occurred a decrease in amplitude voltage ONS forming process by LAO from 6 to 5.5 V, and an increase in the height of titanium ONS from 1.3 ± 0.2 to 3.5 ± 0.8 nm and a diameter from 35.4 ± 1.8 to 42.5 ± 2.9 nm, respectively. By increasing the voltage pulse width from 10 to 1000 ms the height of the ONS increases from 1.38 ± 0.19 to 3.78 ± 0.45 nm. It is shown that the titanium oxide nanostructures formed by LAO have memristor effect uniform structure within the resistive memory cell layout. By applying a negative voltage of 5 V, the structure switches to "high" resistance state to $1.4 \pm 0.4 \times 10^9 \Omega$, while the positive voltage is applied, the structure is switched to the "low" resistance $2.3 \pm 1.1 \times 10^8 \Omega$. The results of the formation of nanoscale conductance channel width of less than 100 nm in a thin film of titanium by LAO for the manufacture of elements of nanoelectronics layouts of varying complexity are given. For logical element nanoscale the conductance channels of about 20 nm in width were obtained. The results can be used in the development of technological processes of manufacturing the resistive memory elements and elements of nanoelectronics by using probe nanotechnology.

Nanotechnology; nanomaterials; local anodic oxidation; atomic force microscopy; thin titanium film; oxide nanostructures; nanolithography; memristor; RRAM.

Введение. Научно-технический прогресс в ближайшем будущем будет определяться развитием нанотехнологии, одним из основных направлений которой является разработка и исследование энергонезависимых запоминающих устройств с высокими значениями быстродействия и степени интеграции, а также разработка приборов и устройств на основе квантовых наноразмерных структур [1–19]. С развитием нанотехнологий, были разработаны мемристорные структуры, резистивные свойства которых выражены в появлении состояний с высоким (HRS) и низким (LRS) сопротивлением при приложении электрического поля [3–11]. Перспективным применением мемристорных структур является изготовление элементов резистивной оперативной памяти (RRAM) на основе окислов металлов [11–15]. К основным достоинствам такой памяти можно отнести энергонезависимость, высокое быстродействие, малые размеры ячейки записи информации, а также низкое энергопотребления [11–15].

Существует большое количество окислов металлов, которые обладают мемристорным эффектом и могут быть использованы для изготовления структур элементов RRAM [9]. Оксид титана (TiO_2) является одним из перспективных и наиболее изученных бинарных окислов металлов который обладает высокой скоростью переключения между состояниями с высоким и низким сопротивлением около 5 нс [11, 16, 17].

Кроме того, создание перспективной элементной базы нанoeлектроники связано с разработкой и исследованием методов нанолитографии поверхности подложки с высоким пространственным разрешением. Одним из перспективных методов формирования элементов нанoeлектроники является нанолитография методом локального анодного окисления с использованием сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) [20]. Основным достоинством ЛАО является высокая разрешающая способность, возможность исследования электрических и топографических характеристик, сформированных наноразмерных структур в реальном времени, а также относительно низкая себестоимость технологического процесса. С использованием ЛАО были получены структуры диэлектрических барьеров, резистивных масок для селективного травления, шаблоны, которые могут быть использованы при формировании элементов нанoeлектроники (элементов памяти, квантовых точек, нанопроводников, одноэлектронных транзисторов, каталитических центров и др.) [21–40].

Формирование ОНС на поверхности подложки методом ЛАО происходит за счет приложения к системе зонд-подложка импульсов напряжения. При этом в образующемся между зондом и подложкой мениске из адсорбированной на поверхности подложки воды протекает электрохимическая реакция, сопровождающаяся процессами электро- и массопереноса ионизированных атомов подложки и гидроксильных групп с образованием оксидов, и водорода [1, 2, 20–38]. При повышении относительной влажности происходит увеличение геометрических параметров оксидных наноразмерных структур в сочетании с меньшим временем роста оксида в высоту [20–27]. Также из экспериментальных исследований установлено, что на кинетику процесса ЛАО кроме параметров импульсов напряжения (длительности, амплитуды) и влажности, влияние оказывают фотонное излучение [20–27]. Имеются сообщения о влиянии амплитуды колебания кантилевера на геометрические параметры ОНС, сформированных методом ЛАО в полуконтактном режиме АСМ [20–27].

К настоящему времени основные механизмы зондовой нанолитографии методом ЛАО достаточно изучены, что позволяет использовать этот метод для разработки технологических процессов изготовления элементов нанoeлектроники [1–20, 28–40]. При этом актуальной задачей является исследование влияния электрического поля на кинетику процесса ЛАО для управления параметрами формируемых ОНС и модификации их свойств.

Целью работы является исследование режимов зондовой нанолитографии методом ЛАО, выявление влияния амплитуды и длительности импульсов напряжения, а также относительной влажности на формирование оксидных наноразмерных структур в пленке титана. Исследование возможностей ЛАО для формирования макетов структур элементов нанoeлектроники на основе наноразмерных каналов проводимости в тонкой пленке титана.

Методика исследования. В качестве экспериментальных образцов использовались тонкие пленки титана, полученные методом магнетронного распыления на многофункциональной установке Auto 500 (BOC Edwards, Англия). Формирование ОНС проводилось с использованием сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) Solver P47 Pro (производитель – ЗАО “Нанотехнология-МДТ”, г. Зеленоград) при приложе-

нии импульсов напряжения к системе зонд-подложка амплитудой от 5 до 10 В, сигнале цепи обратной связи СЗМ (параметр Set Point) 0,1 нА и длительности импульсов напряжения 1000 мс. При проведении ЛАО применялись кремниевые кантилеверы марки NSG 11 с проводящим W_2C покрытием, относительная влажность воздуха внутри технологической камеры СЗМ контролировалась с помощью цифрового измерителя влажности Oregon Scientific ETHG913R. В результате на поверхности пленки титана формировались наноструктуры, состоящие из 49 островковых ОНС (рис. 1).

Статистическая обработка полученных АСМ-изображений производилась с использованием программного пакета Image Analysis 3.5, по разработанной методике выполнения измерений, аттестованной в соответствии с ГОСТ Р 8. 563-96.

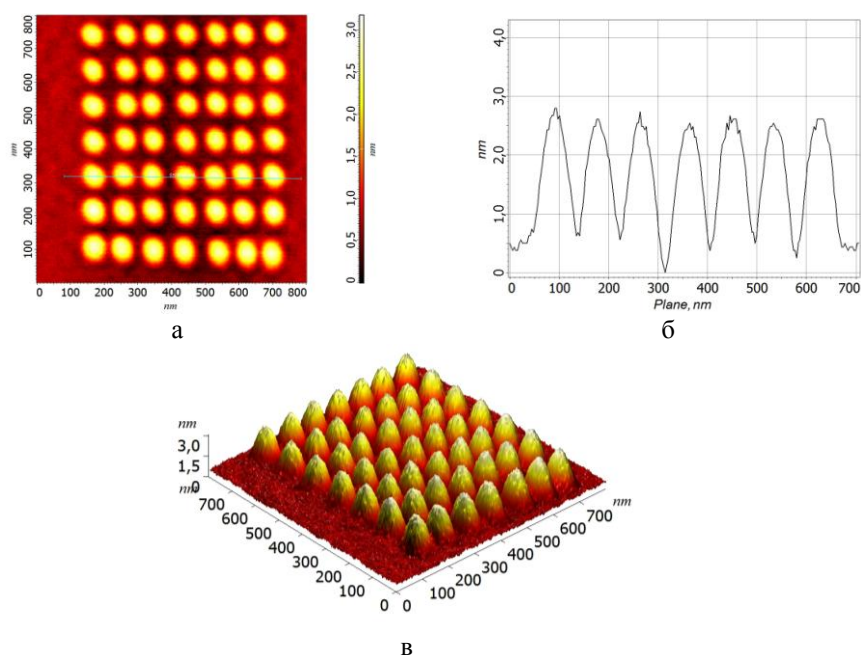


Рис. 1 Оксидные наноразмерные структуры, сформированные на поверхности тонкой пленки титана методом ЛАО: а, в – АСМ-изображения; б – профилограмма вдоль линии на (а)

В работе проводилось исследование влияния длительности импульсов напряжения на геометрические параметры формируемых ОНС титана. На поверхности пленки титана методом ЛАО формировались ОНС (рис. 2) при приложении импульсов напряжения амплитудой 10 В с различной длительностью от 10 до 1000 мс. Относительная влажность составляла $90 \pm 1\%$, скорость сканирования 1,5 мкм/с, SetPoint=0,5 нА. Определение значений высоты ОНС проводилось путем статистической обработки полученных АСМ-изображений массивов ОНС титана, с использованием программного пакета Image Analysis 3.5. На рис. 2 представлены АСМ-изображения полученных оксидных наноразмерных структур на поверхности пленки титана, а также зависимость высоты ОНС от длительности импульсов напряжения при ЛАО.

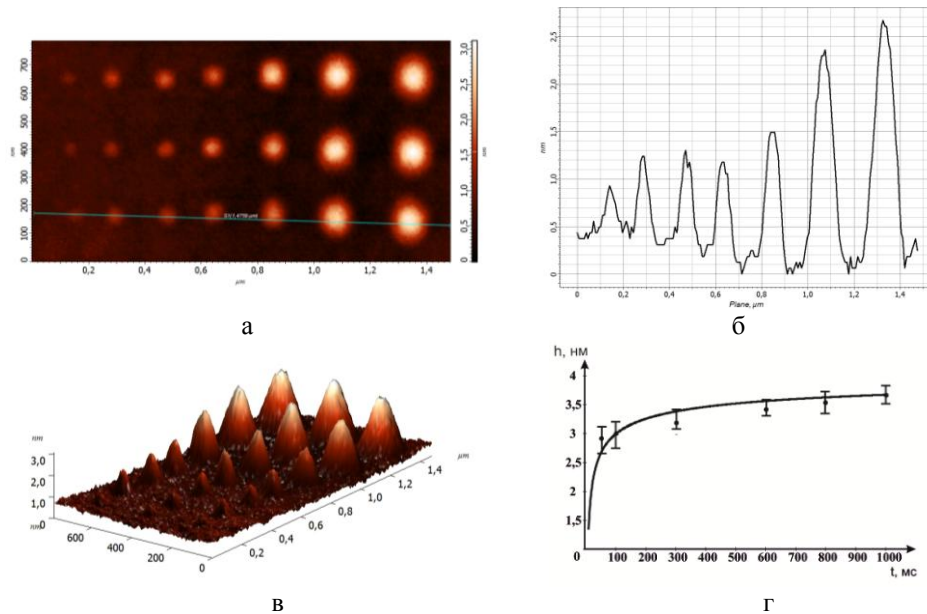


Рис. 2. АСМ-изображения ОНС, сформированных при различной длительности импульсов напряжения (а, в). Профилограмма вдоль линии на а (б). Зависимость высоты ОНС от длительности импульсов напряжения при ЛАО (г)

Создание макета резистивной памяти на основе мемристорных структур проводилось в пленке титана, толщиной 18 нм, нанесенной на поверхность структуры SiO₂/Si методом магнетронного распыления на установке Auto 500. Затем, растровым электронным микроскопе с ионной колонной Nova Nanolab 600 (FEI, Нидерланды) методом фокусированных ионных пучков проводилось травление пленки титана, в результате чего были получены структуры нижних контактов. Затем, методом ЛАО в полуконтактном режиме АСМ с использованием кремниевых кантилеверов марки NSG11 с проводящим Pt покрытием, формировались ОНС титана высотой около 6 нм (рис. 3).

Локальное анодное окисление структур проводилось на зондовой нанолaborатории Ntegra (NT-MDT, Россия) в растровом режиме, при приложении к системе зонд-подложка импульсов отрицательного напряжения амплитудой 10 В, скорости сканирования зонда 4 мкм/с и *Set Point* = 0,5 нА. Влажность контролировалась с помощью цифрового измерителя влажности Oregon Scientific ETHG913R и составляла 50±1 %. На рис. 3 представлены РЭМ и АСМ-изображения макета элемента резистивной памяти на основе мемристорных структур, сформированных методом ЛАО пленки титана.

Также, разработка и создание элементов нанoeлектроники основано на использовании наноразмерных каналов проводимости в тонких металлических пленках, которые проявляют квантовые свойства проводимости при комнатной температуре. Для наблюдения эффекта квантования проводимости необходимо чтобы поперечные размеры канала были менее 100 нм [1, 2].

В работе формирование макетов нанoeлектроники на основе наноразмерных каналов проводилось в тонкой пленке титана методом ЛАО при подаче импульсов напряжения амплитудой 10 В, скорости сканирования 1 мкм/с, относительной влажности 70±1 % и *SetPoint* 0,5 нА. На рис. 4–6 представлены АСМ-изображения полученных структур макетов элементов нанoeлектроники на основе наноразмерных каналов проводимости.

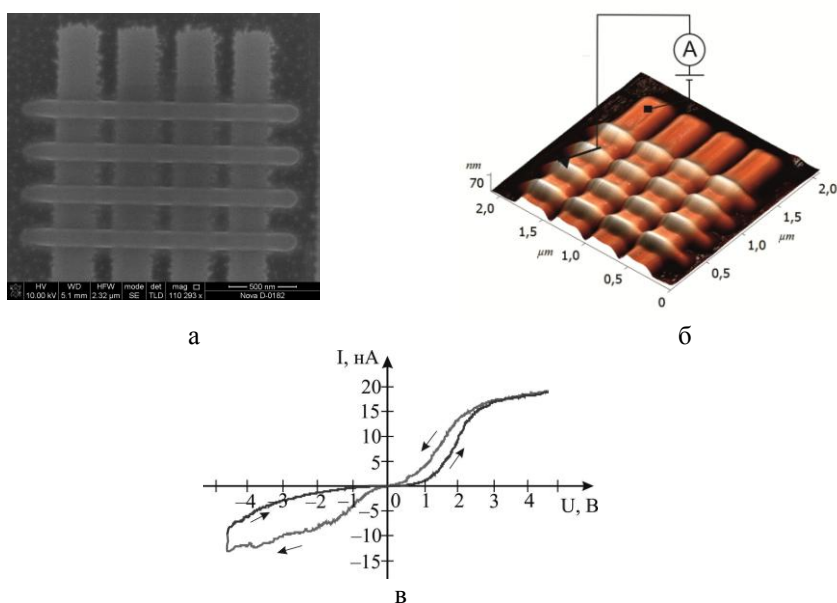


Рис. 3. Макет элемента резистивной памяти на основе мемристорных структур, сформированных методом ЛАО пленки титана: а – РЭМ-изображение; б – АСМ-изображение; в – ВАХ структуры

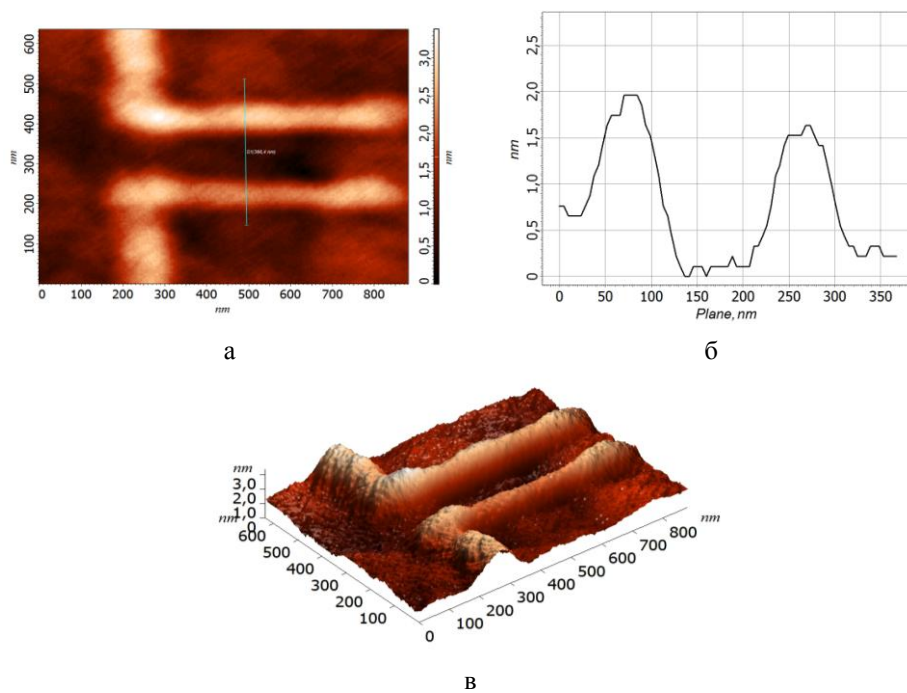


Рис. 4. Макет элемента нанoeлектроники на основе диодной структуры, сформированной в пленке титана методом ЛАО: а, в – АСМ-изображения; б – профилограмма вдоль линии на (а)

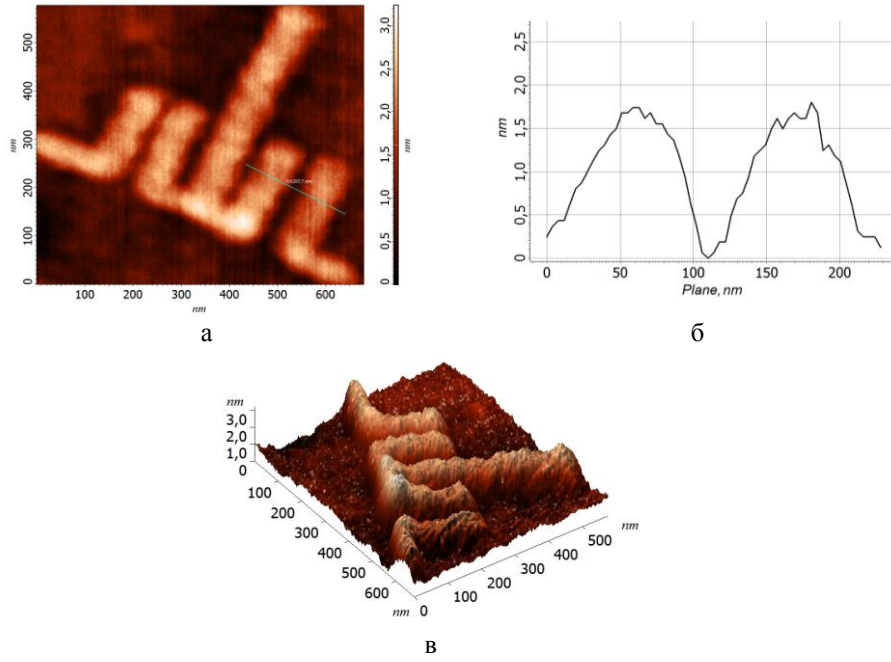


Рис. 5. Макет логического элемента нанoeлектроники на основе наноразмерных каналов проводимости в пленке титана методом ЛАО: а, в – АСМ-изображения; б – профилограмма вдоль линии на (а)

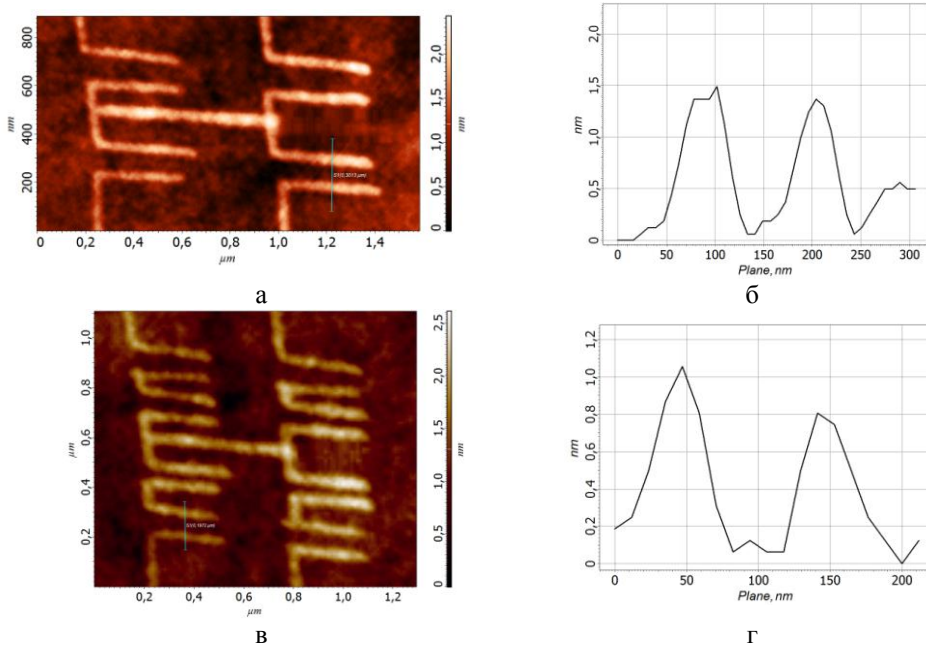


Рис. 6. Формирование макетов баллистических выпрямителей на основе наноразмерных каналов проводимости в пленке титана методом ЛАО: а, в – АСМ-изображения; б – профилограмма вдоль линии на (а); г – профилограмма вдоль линии на (в)

Результаты и обсуждение. В результате по полученным статистическим данным были построены зависимости средних значений высоты и диаметра ОНС арсенида галлия от амплитуды приложенного напряжения при различных значениях относительной влажности, анализ которых показал, что электрическое поле в системе зонд-подложка оказывает значительное влияние на процесс формирования ОНС методом ЛАО, т.к. при повышении амплитуды приложенного напряжения геометрические параметры сформированных ОНС титана возрастали. Большее напряжение смещения приводит к формированию большего количества заряженных частиц, достигающих поверхности раздела оксид-подложка, где происходит рост ОНС.

Кроме того, анализ показал, что при повышении относительной влажности от 50 ± 1 % до 90 ± 1 % происходило уменьшение амплитуды напряжения процесса формирования ОНС методом ЛАО от 6 до 5,5 В, а также увеличение высоты ОНС титана от $1,3 \pm 0,2$ до $3,5 \pm 0,8$ нм и диаметра от $35,4 \pm 1,8$ до $42,5 \pm 2,9$ нм, соответственно. Относительная влажность является одним из основных параметров процесса ЛАО, характеризующим количество адсорбированной на поверхности пленки титана молекул воды. Зависимость напряжения ЛАО пленки титана может быть обусловлена количеством молекул воды в системе зонд-подложка. При низкой относительной влажности количества молекул адсорбированной влаги недостаточно, чтобы обеспечить протекания реакции окисления поверхности подложки. Поэтому, напряжение, при котором начинается реакция окисления, будет уменьшаться с увеличением относительной влажности внутри технологической камеры СЗМ. Также рост геометрических параметров, сформированных ОНС, при повышении относительной влажности может быть за счет увеличения контактной области между зондом и водой, в результате чего происходит увеличение диаметра сформированного водяного мениска.

Анализ результатов на рис. 2, показал, что, при формировании ОНС наблюдалось характерное насыщение графиков зависимостей геометрических параметров ОНС титана от длительности импульсов напряжения при ЛАО, формирование оксидных наноразмерных структур более интенсивно происходил на начальных стадиях проведения ЛАО. Анализ полученных зависимостей показал, что при увеличении длительности импульсов напряжения от 10 до 1000 мс происходит увеличение высоты ОНС от $1,38 \pm 0,19$ до $3,78 \pm 0,45$ нм. На более поздних стадиях формирования ОНС происходило более медленно, что может быть связано с тем, что заряженные частицы диффундируют к поверхности подложки через слой растущего окисла, высота которого в начале процесса ЛАО незначительная, следовательно, скорость роста ОНС высокая. При увеличении высоты формируемых ОНС происходит понижение величины электрического поля в слое окисла, при этом поток заряженных частиц окислителя к поверхности подложки снижается и скорость роста ОНС уменьшается.

Анализ ВАХ макета элемента резистивной памяти на основе мемристорных структур, АСМ-изображение которого представлено на рис. 3, показал, что оксидные наноразмерные структуры титана, сформированные методом ЛАО, обладают мемристорным эффектом, равномерным в пределах структуры элемента [3–16]. При приложении отрицательного напряжения 5 В, структура переключалась в состояние с “высоким” сопротивлением $1,4 \pm 0,4 \times 10^9$ Ом, а при приложении положительного напряжения 5 В структура переключалась в состояние с “низким” сопротивлением $2,3 \pm 1,1 \times 10^8$ Ом. Возникновение мемристорного эффекта в структуре $Ti/TiO_x/Pt$ может быть связано с механизмом на основе наноразмерных каналов проводимости [3–16], согласно которого, при приложении внешнего электрического поля дефекты в окисле формируют наноразмерные каналы проводимости, приводящие к переходу окисла из высокоомного в низкоомное состояние [3–16].

На рис. 4–6 представлены АСМ-изображения сформированных методом ЛАО макетов структур элементов наноэлектроники на основе ОНС титана. Для диодной структуры в тонкой пленке титана был сформирован наноразмерный канал шириной около 70 нм (рис. 4). Логический элемент состоял из двух наноразмерных каналов проводимости в пленке титана шириной около 20 нм (рис. 5). Для структур баллистического выпрямителя на основе 4 и 8 каналов проводимости (рис. 6), сформированных в тонкой пленке титана методом ЛАО, ширина каналов составляла около 40 и 50 нм, соответственно.

Заключение. В работе представлены результаты формирования макета элемента резистивной памяти на основе мемристорных структур и макетов структур элементов наноэлектроники на основе наноразмерных каналов проводимости методом локального анодного окисления на поверхности тонкой пленки титана. Исследовано влияние основных управляющих параметров процесса ЛАО на геометрические размеры оксидных наноразмерных структур, сформированных на поверхности тонкой пленки титана. Исследовано влияние амплитуды и длительности импульсов напряжения при ЛАО, а также относительной влажности на высоту и диаметр ОНС титана. Показано, что при повышении относительной влажности от 50 ± 1 % до 90 ± 1 % происходило уменьшение амплитуды напряжения процесса формирования ОНС методом ЛАО от 6 до 5,5 В, а также увеличение высоты ОНС титана от $1,3 \pm 0,2$ до $3,5 \pm 0,8$ нм и диаметра от $35,4 \pm 1,8$ до $42,5 \pm 2,9$ нм, соответственно. При увеличении длительности импульсов напряжения от 10 до 1000 мс происходило увеличение высоты ОНС от $1,38 \pm 0,19$ до $3,78 \pm 0,45$ нм. Показано, что оксидные наноразмерные структуры титана, сформированные методом ЛАО, обладают мемристорным эффектом, равномерным в пределах структуры макета элемента резистивной памяти. При приложении отрицательного напряжения 5 В, структура переключалась в состояние с “высоким” сопротивлением $1,4 \pm 0,4 \times 10^9$ Ом, а при приложении положительного напряжения 5 В структура переключалась в состояние с “низким” сопротивлением $2,3 \pm 1,1 \times 10^8$ Ом. Представлены результаты формирования наноразмерных каналов проводимости шириной менее 100 нм в тонкой пленке титана методом ЛАО для изготовления макетов элементов наноэлектроники различной сложности. Для макета логического элемента были получены наноразмерные каналы проводимости шириной около 20 нм. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления элементов резистивной памяти и элементов наноэлектроники с использованием зондовых нанотехнологий.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления элементной базы наноэлектроники с применением зондовых нанотехнологий.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Чаплыгин Ю.А. Нанотехнологии в электронике. – М.: Техносфера, 2005. – 448 с.
2. Неволин В.К. Зондовые нанотехнологии в электронике. – М.: Техносфера, 2006. – 160 с.
3. Heinzel T. Mesoscopic Electronics in Solid State Nanostructures. – WILEY-VCH Verlag GmbH & Co, 2007. – 416 p.
4. Curson N. J., Nemutudi R. and Jones G.A.C. Ballistic transport in a GaAs/Al_xGa_{1-x}As one-dimensional channel fabricated using an atomic force microscope // Applied Physics Letters. – 2001. – No. 78. – P. 3466.
5. Meena J.S., Sze S.M., Chand U., Tseng T.-Y. Overview of emerging nonvolatile memory technologies // Nanoscale Research Letters. – 2014. – Vol. 9 (1). – P. 1-33.
6. Ting-Chang Chang, Kuan-Chang Chang, Tsung-Ming Tsai, Tian-Jian Chu and Simon M. Sze Resistance random access memory // Materials Today. – 2016. – Vol. 19, No. 5. – P. 254-264.

7. Cong Ye, JiayiWu, Gang He, Jieqiong Zhang, Tengfei Deng, Pin He, HaoWang. Physical Mechanism and Performance Factors of Metal Oxide Based Resistive Switching Memory: A Review // Journal of Materials Science & Technology. – 2016. – Vol. 32. – P. 1-11.
8. Raoux S. et al. Phase-change random access memory: A scalable technology // IBM Journal of Research And Development. – 2008. – Vol. 52, No. 4/5. – P. 465-479.
9. Cheng H.Y. Atomic-level engineering of phase change material for novel fast-switching and high-endurance PCM for storage class memory application // IEEE International Electron Devices Meeting. – 2013. – P. 758-761.
10. Akinaga H., Shima H. Resistive Random Access Memory (ReRAM) Based on Metal Oxides // Proc. IEEE. – 2010. – Vol. 98, No. 12. – P. 2237-2251.
11. Sekar D.C. et al. Technology and circuit optimization of resistive RAM for low-power, reproducible operation // IEEE International Electron Devices Meeting. – 2014. – P. 657-660.
12. Chua L. Nonlinear Circuit Foundations for Nanodevices, Part I: The Four-Element Torus // Proc. IEEE. – 2003. – Vol. 91. – P. 1830-1859.
13. Sieu D. Ha and Shriram Ramanathan. Adaptive oxide electronics: A review // Journal of applied physics. – 2011. – Vol. 110. – P. 071-101.
14. Jang-Sik Lee. Progress in non-volatile memory devices based on nanostructured materials and nanofabrication // J. Mater. Chem. – 2011. – No. 21. – P. 14097.
15. Strukov D, Snider G, Stewart D. The missing memristor found // Nature. – 2008. – Vol. 453. – P. 80-83.
16. Baatar Chagaan, Porod Wolfgang, Roska Tamas. Cellular Nanoscale Sensory Wave Computing. – US: Springer, 2010. – 589 p.
17. Kügeler C, Rosezin R, Linn E. Materials, technologies, and circuit concepts for nanocrossbar-based bipolar RRAM // Appl. Phys. A. – 2011. – Vol. 102. – P. 791-809.
18. Do Y., Kwak J., Bae Y. Hysteretic bipolar resistive switching characteristics in TiO₂/TiO_{2-x} multilayer homojunctions // Appl. Phys. Lett. – 2009. – No. 95. – P. 3.
19. Szot K., Rogala M., Speier W., Klusek Z. TiO₂ – a prototypical memristive material // Nanotechnology. – 2011. – No. 22. – P. 21.
20. Смирнов В.А., Агеев О.А. Нанолитография методом локального анодного окисления полупроводников и металлов // Известия ТРТУ. – 2005. – № 9 (59). – С. 61.
21. Агеев О.А., Коноплев Б.Г., Смирнов В.А. и др. Фотоактивация процессов формирования наноструктур методом локального анодного окисления пленки титана // Известия высших учебных заведений. Электроника. – 2010. – № 2 (82). – С. 23-30.
22. Агеев О.А., Поляков В.В., Смирнов В.А., Коломийцев А.С. Исследование влияния режимов фотонной стимуляции на процессы нанолитографии методом локального анодного окисления // Известия ТРТУ. – 2006. – № 9-1 (64). – С. 117.
23. Авиллов В.И., Агеев О.А., Смирнов В.А. и др. Формирование и исследование матрицы мемристоров на основе оксида титана методами зондовой нанотехнологии // Известия высших учебных заведений. Электроника. – 2014. – № 2 (106). – С. 50-57.
24. Агеев О.А., Коноплев Б.Г., Смирнов В.А. и др. Исследование режимов фотонностимулированной зондовой нанолитографии методом локального анодного окисления пленки титана // Нано- и микросистемная техника. – 2008. – № 1 (90). – С. 14-16.
25. Агеев О.А., Коноплев Б.Г., Смирнов В.А. и др. Зондовая фотонно-стимулированная нанолитография структур на основе пленки титана // Микроэлектроника. – 2007. – Т. 36, № 6. – С. 403-408.
26. Агеев О.А., Солодовник М.С., Смирнов В.А. и др. Исследование режимов формирования оксидных наноразмерных структур арсенида галлия методом локального анодного окисления // Известия вузов. Электроника. – 2012. – № 2 (94). – С. 43-50.
27. Агеев О.А., Солодовник М.С., Смирнов В.А. и др. Исследование режимов локального анодного окисления эпитаксиальных структур арсенида галлия // Известия ЮФУ. Технические науки. – 2011. – № 4 (117). – С. 8-13.
28. Ageev O.A., Balakirev S.V., Bykov A.I.V. et al. Development of new meta-materials for advanced element base of micro- and nanoelectronics, and microsystem devices // In: Advanced Materials – Manufacturing, Physics, Mechanics and Applications. Parinov, Chang, Topolov (Eds.). – Springer International Publishing Switzerland. 2016. – P. 563-580.

29. Агеев О.А., Беляев А.Е., Болтовец Н.С., Конакова Р.В., Миленин В.В., Пулипенко В.А. Фазы внедрения в технологии полупроводниковых приборов и СБИС. – Х.: НТК “Институт монокристаллов”, 2008. – 392 с.
30. Ageev O.A., Blinov Yu.F., Il'in O.I., Kolomitsev A.S., Konoplev B.G., Rubashkina M.V., Smirnov V.A., Fedotov A.A. Memristor effect on bundles of vertically aligned carbon nanotubes tested by scanning tunnel microscopy // *Technical Physics*. – 2013. – Vol. 58, No. 12. – P. 1831-1836.
31. Агеев О.А., Алексеев А.Н., Соколов И.А., Коноплев Б.Г. Комплексный подход к технологическому оснащению центра прикладных разработок. Опыт реализации в НОЦ «Нанотехнологии» ЮФУ // *Известия ЮФУ. Технические науки*. – 2011. – № 4 (117). – С. 207-210.
32. Агеев О.А., Сюрик Ю.В., Климин В.С., Федотов А.А. Получение нанокompозитных полимерных материалов, модифицированных углеродными наноструктурами, на основе НАНОФАБ НТК-9 // *Известия ЮФУ. Технические науки*. – 2009. – № 1 (90). – С. 135-142.
33. Агеев О.А., Быков В.А. Технологическое оборудование для создания наносистемной техники // *Нанотехнологии. Экология. Производство*. – 2010. – № 5. – С. 68-70.
34. Достанко А.П., Аваков С.М., Агеев О.А. и др. Технологические комплексы интегрированных процессов производства изделий электроники. – Мн.: Белорусская наука. 2016. – 251 с.
35. Сеченов Д.А., Касимов Ф.Д., Агаев Ф.Г., Светличный А.М., Агеев О.А. Активируемые процессы микроэлектронной технологии. – Баку: Изд-во ЭЛИМ, 2000. – 258 с.
36. Агеев О.А., Достанко А.П., Толочко Н.К., Бордусов С.В. Интенсификация процессов формирования твердотельных структур концентрированными потоками энергии. – Мн.: Бестпринт, 2005. – 682 с.
37. Гусев Е.Ю., Гамалеев В.А., Михно А.С., Мироненко О.О. Исследование режимов нанесения нанокристаллических пленок оксида цинка методом высокочастотного реактивного магнетронного распыления // *Фундаментальные исследования*. – 2012. – № 11-2. – С. 389-391.
38. Гусев Е.Ю., Житяева Ю.Ю., Коломийцев А.С., Гамалеев В.А., Коц И.Н., Быков А.В. Исследование режимов жидкостного травления жертвенного слоя SiO₂ для формирования микромеханических структур на основе Si*/SiO₂/Si // *Известия ЮФУ. Технические науки*. – 2015. – № 2 (163). – С. 236-245.
39. Гусев Е.Ю., Житяева Ю.Ю., Быков А.В., Бесполудин В.В. Исследование электрофизических свойств пленок поликристаллического кремния для создания микроэлектромеханических систем // *Известия ЮФУ. Технические науки*. – 2015. – № 9 (170). – С. 126-134.
40. Гусев Е.Ю., Гамалеев В.А., Михно А.С., Быков А.В., Житяева Ю.Ю. Оптимизация конструкции контактно-металлизационной системы пьезокантнелевера для атомно-силовой микроскопии // *Известия ЮФУ. Технические науки*. – 2014. – № 9 (158). – С. 158-165.

REFERENCES

1. Chaplygin Yu.A. Nanotekhnologii v elektronike [Nanotechnology in electronics]. Moscow: Tekhnosfera, 2005, 448 p.
2. Nevolin V.K. Zondovye nanotekhnologii v elektronike [Probe nanotechnology in electronics]. Moscow: Tekhnosfera, 2006, 160 p.
3. Heinzl T. Mesoscopic Electronics in Solid State Nanostructures. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co, 2007, 416 p.
4. Curson N. J., Nemutudi R. and Jones G.A.C. Ballistic transport in a GaAs/Al_xGa_{1-x}As one-dimensional channel fabricated using an atomic force microscope, *Applied Physics Letters*, 2001, No. 78, pp. 34-66.
5. Meena J.S., Sze S.M., Chand U., Tseng T.-Y. Overview of emerging nonvolatile memory technologies, *Nanoscale Research Letters*, 2014, Vol. 9 (1), pp. 1-33.
6. Ting-Chang Chang, Kuan-Chang Chang, Tsung-Ming Tsai, Tian-Jian Chu and Simon M. Sze Resistance random access memory, *Materials Today*, 2016, Vol. 19, No. 5, pp. 254-264.
7. Cong Ye, JiayiWu, Gang He, Jieqiong Zhang, Tengfei Deng, Pin He, HaoWang. Physical Mechanism and Performance Factors of Metal Oxide Based Resistive Switching Memory: A Review, *Journal of Materials Science & Technology*, 2016, Vol. 32, pp. 1-11.
8. Raoux S. et al. Phase-change random access memory: A scalable technology, *IBM Journal of Research And Development*, 2008, Vol. 52, No. 4/5, pp. 465-479.

9. Cheng H.Y. Atomic-level engineering of phase change material for novel fast-switching and high-endurance PCM for storage class memory application, *IEEE International Electron Devices Meeting*, 2013, pp. 758-761.
10. Akinaga H., Shima H. Resistive Random Access Memory (ReRAM) Based on Metal Oxides, *Proc. IEEE*, 2010, Vol. 98, No. 12, pp. 2237-2251.
11. Sekar D.C. et al. Technology and circuit optimization of resistive RAM for low-power, reproducible operation, *IEEE International Electron Devices Meeting*, 2014, pp. 657-660.
12. Chua L. Nonlinear Circuit Foundations for Nanodevices, Part I: The Four-Element Torus, *Proc. IEEE*, 2003, Vol. 91, pp. 1830-1859.
13. Sieu D. Ha and Shriram Ramanathan. Adaptive oxide electronics: A review, *Journal of applied physics*, 2011, Vol. 110, pp. 071-101.
14. Jang-Sik Lee. Progress in non-volatile memory devices based on nanostructured materials and nanofabrication, *J. Mater. Chem.*, 2011, No. 21, pp. 14097.
15. Strukov D, Snider G, Stewart D. The missing memristor found, *Nature*, 2008, Vol. 453, pp. 80-83.
16. Baatar Chagaan, Porod Wolfgang, Roska Tamas. Cellular Nanoscale Sensory Wave Computing. US: Springer, 2010, 589 p.
17. Kügeler C, Rosezin R, Linn E. Materials, technologies, and circuit concepts for nanocrossbar-based bipolar RRAM, *Appl. Phys. A*, 2011, Vol. 102, pp. 791-809.
18. Do Y., Kwak J., Bae Y. Hysteretic bipolar resistive switching characteristics in TiO₂/TiO_{2-x} multilayer homojunctions, *Appl. Phys. Lett.*, 2009, No. 95, pp. 3.
19. Szot K., Rogala M., Speier W., Klusek Z. TiO₂ – a prototypical memristive material, *Nanotechnology*, 2011, No. 22, pp. 21.
20. Smirnov V.A., Ageev O.A. Nanolitografiya metodom lokal'nogo anodnogo okisleniya poluprovodnikov i metallov [Nanolithography by local anodic oxidation of semiconductors and metals], *Izvestiya TRTU [Izvestiya TSURE]*, 2005, No. 9 (59), pp. 61.
21. Ageev O.A., Konoplev B.G., Smirnov V.A. i dr. Fotoaktivatsiya protsessov formirovaniya nanostruktur metodom lokal'nogo anodnogo okisleniya plenki titana [The photo-activation of processes of formation of nanostructures by local anodic oxidation film of titanium], *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Elektronika [Izvestiya of higher educational institutions. Electronics]*, 2010, No. 2 (82), pp. 23-30.
22. Ageev O.A., Polyakov V.V., Smirnov V.A., Kolomiitsev A.S. Issledovanie vliyaniya rezhimov fotonnoy stimulyatsii na protsessy nanolitografii metodom lokal'nogo anodnogo okisleniya [Study of the effect of photon stimulation on the processes nanolithography by local anodic oxidation], *Izvestiya TRTU [Izvestiya TSURE]*, 2006, No. 9-1 (64), pp. 117.
23. Avilov V.I., Ageev O.A., Smirnov V.A. i dr. Formirovanie i issledovanie matritsy memristorov na osnove oksida titana metodami zondovoy nanotekhnologii [The formation and study of the memristor matrix based on titanium oxide by scanning probe nanotechnology], *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Elektronika [Izvestiya of higher educational institutions. Electronics]*, 2014, No. 2 (106), pp. 50-57.
24. Ageev O.A., Konoplev B.G., Smirnov V.A. i dr. Issledovanie rezhimov fotonnostimulirovannoy zondovoy nanolitografii metodom lokal'nogo anodnogo okisleniya plenki titana [The study of modes of potential-based probe nanolithography by local anodic oxidation film of titanium], *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika [Nano- and Microsystem technology]*, 2008, No. 1 (90), pp. 14-16.
25. Ageev O.A., Konoplev B.G., Smirnov V.A. i dr. Zondovaya fotonno-stimulirovannaya nanolitografiya struktur na osnove plenki titana [The probe photon-induced nanolithography structures based on films of titanium], *Mikroelektronika [Microelectronics]*, 2007, Vol. 36, No. 6, pp. 403-408.
26. Ageev O.A. Solodovnik M.S., Smirnov V.A. i dr. Issledovanie rezhimov formirovaniya oksidnykh nanorazmernykh struktur arsenida galliya metodom lokal'nogo anodnogo okisleniya [The study of the modes of formation of nanoscale oxide structures of gallium arsenide by local anodic oxidation], *Izvestiya vuzov. Elektronika [Izvestiya of higher educational institutions. Electronics]*, 2012, No. 2 (94), pp. 43-50.
27. Ageev O.A., Solodovnik M.S., Smirnov V.A. i dr. Issledovanie rezhimov lokal'nogo anodnogo okisleniya epitaksial'nykh struktur arsenida galliya [Gallium arsenide epitaxial structures local anodic oxidation regimes investigation], *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences]*, 2011, No. 4 (117), pp. 8-13.

28. Ageev O.A., Balakirev S.V., Bykov A.V. et al. Development of new meta-materials for advanced element base of micro- and nanoelectronics, and microsystem devices, In: *Advanced Materials – Manufacturing, Physics, Mechanics and Applications*. Parinov, Chang, Topolov (Eds.). Springer International Publishing Switzerland. 2016, pp. 563-580.
29. Ageev O.A., Belyaev A.E., Boltovets N.S., Konakova R.V., Milenin V.V., Pilipenko V.A. Fazy vnedreniya v tekhnologii poluprovodnikovyykh priborov i SBIS [The implementation phase in the technology of semiconductor devices and VLSI]. Kharkov: NTK "Institut monokristallov", 2008, 392 p.
30. Ageev O.A., Blinov Yu.F., Il'in O.I., Kolomiitsev A.S., Konoplev B.G., Rubashkina M.V., Smirnov V.A., Fedotov A.A. Memristor effect on bundles of vertically aligned carbon nanotubes tested by scanning tunnel microscopy, *Technical Physics*, 2013, Vol. 58, No. 12, pp. 1831-1836.
31. Ageev O.A., Alekseev A.N., Sokolov I.A., Konoplev B.G. Kompleksnyy podkhod k tekhnologicheskomu osnashcheniyu tsentra prikladnykh razrabotok. Opyt realizatsii v NOTs «Nano-tekhnologii» YuFU [Comprehensive approach to technological equipping for R&D center. The experience in implementing of SEC «Nanotechnology» SFedU] *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki* [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences], 2011, No. 4 (117), pp. 207-210.
32. Ageev O.A., Syurik Yu.V., Klimin V.S., Fedotov A.A. Poluchenie nanokompozitnykh polimernykh materialov, modifitsirovannykh uglerodnymi nanostrukturami, na osnove NANOFAB NTK-9 [Production of nanocomposite polymeric materials based on multifunctional modular nanotechnological platform NANOFAB NTK-9], *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki* [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences], 2009, No. 1 (90), pp. 135-142.
33. Ageev O.A., Bykov V.A. Tekhnologicheskoe oborudovanie dlya sozdaniya nanosistemnoy tekhniki [Technological equipment for the creation of nanosystem technology]m *Nanotekhnologii. Ekologiya. Proizvodstvo* [Nanotechnology. Ecology. Production], 2010, No. 5, pp. 68-70.
34. Dostanko A.P., Avakov S.M., Ageev O.A. i dr. Tekhnologicheskie komplekсы integrirovannykh protsessov proizvodstva izdeliy elektroniki [Technological systems integrated bathrooms of the production processes of electronics products]. Minsk: Belorusskaya nauka. 2016, 251 p.
35. Sechenov D.A., Kasimov F.D., Agaev F.G., Svetlichnyy A.M., Ageev O.A. Aktiviruemye protsessy mikroelektronnoy tekhnologii [Activated processes in microelectronic technology]. Baku: Izd-vo ELM, 2000, 258 p.
36. Ageev O.A., Dostanko A.P., Tolochko N.K., Bordusov S.V. Intensifikatsiya protsessov formirovaniya tverdotel'nykh struktur kontsentriruyannymi potokami energii [Intensification of processes of formation of solid structures by the concentrated streams of energy]. Minsk: Bestprint, 2005, 682 p.
37. Gusev E.Yu., Gamaleev V.A., Mikhno A.S., Mironenko O.O. Issledovanie rezhimov naneseniya nanokristallicheskikh plenok oksida tsinka metodom vysokochastotnogo reaktivnogo magnetronnogo raspyleniya [The study of modes of application of nanocrystalline films of ZnO by RF reactive magnetron sputtering], *Fundamental'nye issledovaniya* [Fundamental research], 2012, No. 11-2, pp. 389-391.
38. Gusev E.Yu., Zhityaeva Yu.Yu., Kolomiitsev A.S., Gamaleev V.A., Kots I.N., Bykov A.V. Issledovanie rezhimov zhidkostnogo travleniya zherstvennogo sloya SiO₂ dlya formirovaniya mikromekhanicheskikh struktur na osnove Si*/SiO₂/Si [Research of wet sio₂ sacrificial layer etching for mems structures forming based on poly-SI*/SIO₂/SI], *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki* [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences], 2015, No. 2 (163), pp. 236-245.
39. Gusev E.Yu., Zhityaeva Yu.Yu., Bykov A.V., Bespoludin V.V. Issledovanie elektrofizicheskikh svoystv plenok polikristallicheskogo kremniya dlya sozdaniya mikroelektromekhanicheskikh sistem [Research of electrophysical properties of polycrystalline silicon films for mems structures forming], *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki* [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences], 2015, No. 9 (170), pp. 126-134.
40. Gusev E.Yu., Gamaleev V.A., Mikhno A.S., Bykov A.V., Zhityaeva Yu.Yu. Optimizatsiya konstruksii kontaktno-metallizatsionnoy sistemy p'ezokantilevera dlya atomno-silovoy mikroskopii [Structural optimization of the contact system of the piezocantilever for atomic force microscopy], *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki* [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences], 2014, No. 9 (158), pp. 158-165.

Статью рекомендовал к опубликованию д.т.н., профессор О.А. Агеев.

Смирнов Владимир Александрович – Южный федеральный университет; e-mail: vasmirnov@sfnedu.ru; 347928, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2; тел.: +78634371611; кафедра нанотехнологий и микросистемной техники; к.т.н.; доцент.

Smirnov Vladimir Aleksandrovich – Southern Federal University; e-mail: vasmirnov@sfnedu.ru; 2, Shevchenko, street, Taganrog, 347928, Russia; phone: +78634371767; the department of nanotechnology and microsystems; cand. of eng. sc.; associate professor.

УДК 546.621/623:17

DOI 10.18522/2311-3103-2016-10-4052

**О.В. Карбань, Е.И. Саламатов, Г.Н. Коныгин, О.Ю. Гончаров,
Ф.З. Гильмутдинов**

ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА НАНОКОМПОЗИТОВ Al_2O_3+xFe *

Использование метода компактирования порошковых материалов для синтеза термоструктур позволяет контролировать процесс формирования структуры, размер зерен и пористости и реализовать требуемую структуру материала, формирующую щель в фонном спектре. Предложен новый метод создания термоструктур на основе композитов Al_2O_3+xFe , позволяющий сохранять нанодисперсную структуру материала при отсутствии шпинельной фазы в интерфейсных областях. Процесс, включает механоактивацию смеси порошков оксида алюминия и предварительно механосинтезированного нанокристаллического карбида железа с последующим компактированием и спеканием. Разложение цементита с последующим восстановлением железа и формированием металлических частиц в керамической матрице при спекании ингибирует процесс образования шпинельной фазы. На основании механоактивации смеси оксида алюминия и нанокристаллического Fe_3C получены гомогенные порошки. Гомогенная структура порошков, сформировавшихся в процессе механоактивации способствует консолидации как металлических зерен, так и керамических. Финишная структура и фазовый состав композитов определяются методом компактирования. Использование методов магнито-импульсного прессования (МИП) и одноосного сухого прессования с одновременным ультразвуковым воздействием (УЗ) позволило получить компакты с относительной плотностью 0.5–0.65 и не привело к изменению фазового состава компактов. Состав и размер металлических частиц определяется методом и условиями компактирования. Для МИП-образцов при спекании происходит разложение цементита с последующим восстановлением железа и формированием металлических частиц α -железа в керамической матрице, а для УЗ-образцов формируются частицы неупорядоченного твердого раствора $Fe-Al$. Показано, что в отличие от спекания системы Al_2O_3+xFe , при содержании Fe_3C более 5 % в исходной механической смеси порошков шпинельная фаза при спекании не образуется.

Термоструктуры; композиты Al_2O_3+F ; нанокерамика.

O.V. Karban, E.I. Salamatov, G.N. Konygin, O.Yu. Goncharov, F.Z. Gilmutdinov

FEATURES OF SYNTHESIS OF NANOCOMPOSITES Al_2O_3+xFe

Powder compaction method used for synthesis of thermocrystals provides control of the structure formation process, grain and pore size, it permits to realize the required material structure which forms the gap on phonon spectrum. Proposed is the new method of creation of thermocrystals based on the composites Al_2O_3+xFe , it permits to preserve the nano-disperse structure of material in absence of spinel phase in interface areas. The process involves a mixture of aluminium oxide mechanoactivation powders and pre mechanothesized nanocrystalline iron carbide followed by compaction and sintering. The cementite reduction followed by decomposition of iron and formation of metal particles in a ceramic matrix during the sintering process inhibits

* Работа поддержана проектами РФФИ № 15-07-02563156 и 16-07-00592.