

А.В. Савицький¹, О.С. Заїка¹, О.М. Плетньов¹,
В.О. Гудименко¹, О.П. Поспелов², Г.В. Камарчук¹

¹Фізико-технічний інститут низьких температур ім. Б.І. Веркіна НАН України
просп. Леніна, 47, 61103, Харків
e-mail: asavitsky@ilt.kharkov.ua

²Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»,
вул. Фрунзе, 21, 61002, Харків

СУЧАСНИЙ ДОСЛІДНИЦЬКИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ РОЗВ'ЯЗАННЯ ЗАВДАНЬ МЕТОДОМ МІКРОКОНТАКТНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ ЯНСОНА

Створено автоматизований мікроконтактний дослідницький комплекс, до якого застосовано ряд оригінальних технічних та програмних рішень. Комплекс містить мікроконтактний спектрометр, криогенну систему, вакуумну систему, комірку для газочувливих досліджень, генератори газів, пристрої для створення нанорозмірних контактів, оригінальне програмне забезпечення. Комплекс має багатофункціональні можливості для дослідження мікроконтактів, нанооб'єктів, мезоскопічних структур та актуальних матеріалів у широкому інтервалі температур (від 1,3 К до 300 К). Установка дозволяє істотно скоротити час проведення експериментів та підвищити продуктивність праці дослідника.

Ключові слова: мікроконтактна спектроскопія Янсона, мікроконтактний газочувливий ефект, точковий контакт, нанотехнологія, сенсори.

Вступ

Мікроконтактна спектроскопія (МКС) Янсона належить до передових методів, які застосовуються як для дослідження широкого спектру фізичних явищ на атомарному рівні, так і для розробки новітніх нанотехнологій. Серед класичних фундаментальних наукових застосувань МКС Янсона слід відзначити дослідження спектрів електрон-фононої взаємодії в металах у нормальному і надпровідному станах, енергетичної щільності в традиційних і високотемпературних надпровідниках, нефононних квазічастинкових збуджень у металевих провідних об'єктах, електричних флуктуацій (шумова спектроскопія) тощо [1]. За допомогою точкових контактів (у англійській літературі використовується термін «точковий контакт», що є еквівалентним поняттю «мікроконтакт» у російськомовних публікаціях) отримано низку принципово нових результатів при вивченні спінової поляризації та квантування провідності. Останніми роками було відкрито ряд явищ у мікроконтактах, які надають реальні можливості для створення сучасних технічних пристроїв з використанням фундаментальних основ МКС

Янсона. До них належать, зокрема, мікроконтактний газочувливий [2] та спіновентильний [3] ефекти. Виявлені при цьому властивості точкових контактів є основою для розробки надчутливих наносенсорів, що перевершують за своїми параметрами існуючі аналоги, та нових елементів спінової електроніки.

Безумовно МКС Янсона є ефективним науково-дослідницьким інструментом та технологією, яка постійно та швидко розвивається. Це, у свою чергу, потребує відповідного прогресу в техніці та методах досліджень, що застосовуються при її використанні. З метою успішного вирішення науково-дослідних та технологічних задач на рівні сучасних нанотехнологій нами було створено автоматизований мікроконтактний дослідницький комплекс, у якому реалізовано ряд оригінальних технічних та програмних рішень. Комплекс поєднує в собі мікроконтактний спектрометр, криогенну систему з набором криостатів, вакуумну систему, оригінальні пристрої для створення нанорозмірних точкових контактів, комірку для газочувливих досліджень, генератори газів, оригінальне програмне забезпечення.

Мікроконтактний спектрометр

Набір електронного обладнання, об'єднаного в єдину експериментальну установку, яка призначена для дослідження характеристик мікроконтактів, називається мікроконтактним спектрометром. Поряд зі стандартними електронними приладами, мікроконтактний спектрометр включає ряд оригінальних технічних і програмних рішень. У даний час – це багатофункціональна установка, що відповідає найвищим вимогам, встановленим до відповідного наукового устаткування в провідних лабораторіях світу. У поєднанні з кріогенною системою, набором кріостатів, вакуумною системою, пристроями для створення нанорозмірних мікроконтактів, оригінальним програмним забезпеченням автоматизований мікроконтактний спектрометр формує мікроконтактний дослідний комплекс, який має такі технічні характеристики:

- температурний діапазон вимірювань: 1,3-300 К;
- чутливість: $1 \cdot 10^{-9}$ В;
- частотний діапазон генератора: 0,5 Гц-100 кГц;
- мінімальний розмір мікроконтакту з прямою провідністю: 1Å.

Мікроконтактний спектрометр складається зі схем для реєстрації вольт-амперної характеристики (ВАХ) мікроконтактів, першої та другої похідної ВАХ, надлишкового струму в надпровідному стані. Він дозволяє проводити вимірювання електрофізичних параметрів нано- та мезо-об'єктів, може застосовуватися для виявлення і дослідження нанокластерів невідомих фаз і з'єднань у матеріалі матриці, а також для вивчення на атомарному рівні широкого розмаїття властивостей нових перспективних матеріалів і композитів, включаючи квантування провідності, спінову поляризацію, параметри об'єктів у надпровідному стані, розмірні ефекти тощо. Процес вимірювань повністю автоматизований. Мікроконтактний спектрометр забезпечує проведення вимірювань при різних умовах: у широкому інтервалі температур, під впливом магнітного поля, при взаємодії з газовими середовищами.

Блок-схема мікроконтактного спектрометра, що включає канали вимірювання

ВАХ мікроконтакту та її першої і другої похідних, зображена на рис. 1.

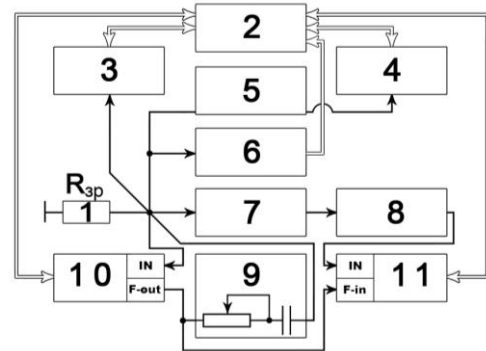


Рис. 1. Блок-схема мікроконтактного спектрометра. 1 – зразок (мікроконтакт); 2 – персональний комп'ютер; 3, 4 – мультиметри Keithley; 5 – генератор розгортки струму; 6 – пристрій для вимірювання надлишкового струму; 7 – повторювач напруги; 8 – резонансний LC-фільтр; 9 – перетворювач напруга-струм; 10, 11 – селективні підсилювачі SR830.

Через зразок 1 протікає постійний струм, що лінійно змінюється від електронного джерела 5. Вимірювання струму через мікроконтакт та спаду напруги на ньому здійснюється за допомогою мультиметрів 3 та 4. Для запису першої гармоніки модулюючої напруги на контакт від електронного джерела струму 5 подається постійний струм зсуву, який модулюється змінним струмом низької частоти. Для цього використовується генератор низькочастотних сигналів, конструктивно розташований у селективному підсилювачі 10, і перетворювач напруга-струм 9. Роль перетворювача 9 виконує RC-ланцюжок, в якому $R \gg R_{sp}$. У поєднанні з RC-ланцюжком джерело модулюючого сигналу працює в режимі джерела струму. Для надійної роботи схеми в режимі джерела струму співвідношення між опором R_{sp} зразка (мікроконтакту) і величиною опору RC ланцюжка має бути не менше 1:1000. Генератор низькочастотних сигналів одночасно служить джерелом опорної напруги для синхронних детекторів селективних підсилювачів 10 і 11.

Для вимірювання другої похідної ВАХ використовуються резонансний LC-фільтр 8 [4] і селективний підсилювач 11. Фільтр шунтує вхід селективного підсилювача 11 на частоті модуляції і посилює рівень другої гармоніки у вхідному сигналі підсилювача. Цифрові дані з мультиметрів

3, 4 та селективних підсилювачів 10, 11 подаються до блока реєстрації персонального комп'ютера 2.

При проведенні експериментів опір створюваних мікроконтактів часто відрізняється один від одного в десятки і сотні разів. Це може призвести до змін у роботі фільтра. Тому, щоб забезпечити стабільну роботу фільтра незалежно від величини опору зразка, в схему спектрометра введена електронна розв'язка у вигляді повторювача напруги 7. Вимірювання надлишкового струму мікроконтакта в надпровідному стані здійснюється за допомогою оригінального пристрою 6 [5]. Його робота полягає у вимірюванні та посиленні різниці відхилень ВАХ мікроконтакта від закону Ома в нормальному і надпровідному станах.

Відмінною особливістю даного мікроконтактного спектрометра є приладова комплектація і програмний продукт, що дозволяють проводити одночасну реєстрацію всіх кривих і параметрів, які необхідні для обробки результатів експерименту (струму, що протікає через зразок, падіння напруги на зразку, електричного опору зразка, ВАХ, першої та другої похідних сигналу на зразку, надлишкового струму, що протікає через контакт у надпровідному стані). Вимірювання виконуються одночасно по декількох паралельних вимірювальних каналах.

Ця особливість дозволяє значно скоротити час проведення експерименту, а також підвищити достовірність реєстрованих даних, оскільки при послідовній реєстрації кривих можливо варіювання характеристик зразка в результаті зміни опору при протіканні струму через зразок. Зображення кривих на екрані дисплея дозволяє провести своєчасний відбір потрібних даних, а також при необхідності скорегувати хід проведення експерименту.

Генератор розгортки струму

Одним з найважливіших приладів мікроконтактного спектрометра є електронне джерело струму, роль якого виконує генератор розгортки струму (ГРС), спеціально розроблений для виконання мікроконтактних досліджень (рис. 2).

ГРС виготовлений у вигляді автономного блока на основі мікропроцесора MSP430F149. Він живиться від мережі змінного струму $\sim 220\text{В}$ і має зв'язок з персональним комп'ютером через порт RS-232. ГРС може працювати в автономному режимі без зв'язку з персональним комп'ютером, або в режимі управління від персонального комп'ютера. В автономному режимі оператор задає всі необхідні параметри і команди з передньої панелі прилада. ГРС забезпечує розгортку струму в п'яти діапазонах: $-2 \dots +2 \text{ мкА}$; $-20 \dots +20 \text{ мкА}$; $-2 \dots +2 \text{ мА}$; $-20 \text{ мА} \dots +20 \text{ мА}$; $-250 \dots +250 \text{ мА}$. Кожен діапазон розділений на 20 піддіапазонів. Кількість швидкостей розгортки струму дорівнює 9.

ГРС містить оригінальне програмне забезпечення, яке забезпечує роботу прилада за наступним алгоритмом. Після етапу завантаження параметрів через блок керування 1 в приладі багаторазово повторюється основний цикл роботи. Протягом основного циклу в ГРС процесором 3 проводиться вимірювання поточного значення струму на вихідному підсилюючому каскаді 5 через плату аналогово-цифрового перетворювача 6, індикація заданих значень параметрів, поточного значення струму та режиму роботи приладу через блок індикації 2, обслуговування процесу розгортки струму платою цифрово-аналогового перетворювача 4, виконання команд від персонального комп'ютера в режимі управління від персонального комп'ютера, аналіз стану розташованих на передній панелі органів управління приладом також забезпечується блоком керування 1.

Програмне забезпечення

Основна роль програмного забезпечення, спеціально розробленого для роботи мікроконтактного спектрометра, полягає в автоматизації процесу реєстрації даних. Програмне забезпечення працює в операційному середовищі Microsoft Windows.

Програмне забезпечення виконує одночасну реєстрацію всіх даних, які потрібні для подальшої обробки отриманих результатів. Програмне забезпечення реалізує чотири основні функції:

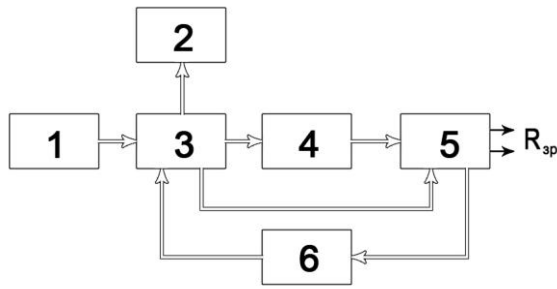


Рис. 2. Блок-схема генератора розгортки струму. 1 – блок керування; 2 – блок індикації; 3 – процесор; 4 – плата цифрово-аналогового перетворювача; 5 – вихідний підсилюючий каскад; 6 – плата аналогово-цифрового перетворювача.

- тестування апаратної частини спектрометра;
- визначення калібрувальних коефіцієнтів для характеристик, що реєструються;
- проведення експерименту і запис його результатів в один з файлів архівної бази;
- робота з даними накопичувальної бази.

Тестування апаратної частини спектрометра включає перевірку працездатності блока реєстрації для кожного з каналів, який має система. Процес проведення експерименту включає в себе наступні стадії:

- введення даних про експеримент у діалогове вікно програми "MCSpectr" (підготовка експерименту);
- реєстрація усіх необхідних залежностей і керування цим процесом в ході експерименту;
- запис інформації про проведення експерименту в поточний файл бази даних.

Робота з матеріалами бази даних включає перегляд результатів експериментів, експорт даних, а також видалення з бази забракованих дослідником результатів. Програма дає можливість відкривати (закривати) вікна графіків, змінювати інтервал реєстрації характеристик, не зупиняючи експеримент. При перегляді результатів надається можливість спільного перегляду графіків окремих експериментів у режимах накладання та зсуву. Це дозволяє оперативно проводити попередній аналіз даних і корегувати хід експерименту.

Низькотемпературні досліді

Невід'ємною складовою низькотемпературного експерименту є гелієвий кріостат. Температуру рідкого гелію всередині кріостата можна варіювати від 4,2 К до 1,5 К шляхом відкачування пари. Залежно від розв'язуваної задачі може використовуватись надпровідний соленоїд, або соленоїд, намотаний мідним дротом. Останній охолоджується рідким азотом, що дозволяє значно економити рідкий гелій. З метою оптимізації експерименту було додатково ізольовано ємність з рідким азотом. У зовнішній вакуумній сорочці було розташовано кілька шарів майлару, який відбиває частину теплового випромінювання ззовні. Це дозволило кріорідинам випаровуватися менш інтенсивно, а отже тривалість експерименту зросла. Для дослідження зразків у широкому діапазоні температур використовується проміжний кріостат, який дозволяє здійснювати швидкий перехід від гелієвих температур до кімнатних і навпаки (рис. 3).

Перевагою проміжного кріостата є можливість швидкого отримання і підтримки необхідної температури безпосередньо в області розташування досліджуваного зразка. Для регулювання та установки заданого значення температури можна використовувати термометр і нагрівач. Проміжний кріостат створений на основі пристроїв, описаних в роботах [6, 7]. Він занурюється у ванну з рідким He^4 , тиск парів над якою дорівнює атмосферному. При роботі в області температур вище 4,2 К проміжний кріостат підтримується на потрібному рівні над рідиною в парах гелію.

Досліді в газових середовищах

Відкриття мікроконтактного газочутливого ефекту [2] дало значний поштовх до розвитку нового напрямку досліджень властивостей точкових контактів в газових середовищах при кімнатних температурах. Унікальні параметри точкових контактів створюють серйозні передумови для застосування їх в якості сенсорів нового типу, які забезпечують реалізацію нових підходів в сенсорній техніці. Останнім часом за

допомогою точково-контактних сенсорів отримано пріоритетні результати, які застосовуються для розробки нових методів неінвазивної діагностики стану організму людини шляхом аналізу газу, що вона видихає [8].

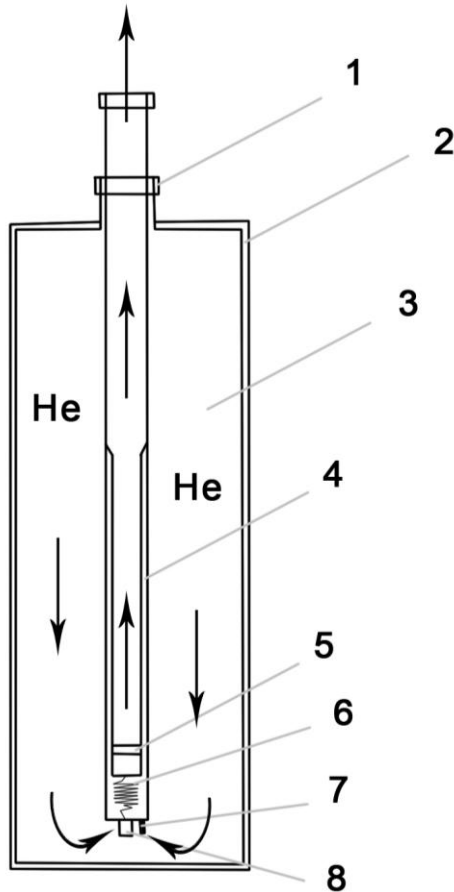


Рис. 3. Схематичний вигляд проміжного кріостата. 1 – герметичний ущільнювач, 2 – вакуумна сорочка основного кріостата, 3 – об’єм з рідким гелієм, 4 – вакуумна сорочка проміжного кріостата, 5 – внутрішній фільтр, 6 – капіляр, 7 – трубка для відкачування вакуумної сорочки, 8 – зовнішній фільтр.

З метою дослідження сенсорних властивостей точкових контактів було розроблено та створено спеціальну комірку (рис. 4). Вона являє собою скляну колбу з двома кранами для входу та виходу газу, що досліджується. В середині герметичної колби розташовано пристрій для створення точкових контактів. Усі деталі комірки виготовлені з хімічно нейтральних матеріалів. Механізм мікрозміщень знаходиться ззовні колби.

Для проведення досліджень електропровідності точкових контактів в газових середовищах необхідні калібровані суміші

газів. Отримання каліброваних сумішей кожного з газів-окислювачів або газів-відновників є науково-технічним завданням. Для його вирішення були розроблені генератори мікропотоків аміаку [9] та оксиду азоту, які забезпечують синтез газів у лабораторних умовах із застосуванням фізико-хімічних перетворень в реакційних об’ємах. Один з мікрогенераторів забезпечує отримання стабільних концентрацій окису азоту на рівні 1...5 ppm. В якості газа-носія використовували аргон високої чистоти.



Рис. 4. Зовнішній вигляд комірки для дослідження впливу газових середовищ.

Створення точкових контактів

Точкові контакти створюються за допомогою спеціального пристрою, який забезпечує мікропереміщення електродів, що використовуються для отримання мікроконтактів, та регулювання зусилля прижиму їх один до одного. Він надає можливість переміщення електродів відносно один одного з шагом 0,025 мкм. Пристрій

дозволяє виконувати експерименти з наноструктурними об'єктами. Він також забезпечує створення мікроконтактів за методами зсуву [10], «голка-ковадло» та розриву (break junction) [1]. Можливо також формування точкових контактів дендритного типу з застосуванням електрохімічної технології.

Висновки

Створено мікроконтактний дослідний комплекс для визначення характеристик точкових контактів і вивчення інших наноб'єктів, мезоскопічних структур і матеріалів при різних умовах: у широкому інтервалі температур, під впливом магнітного поля, при взаємодії з газовими середовищами. Розроблено програмне забезпечення, що дозволяє повністю автоматизувати процес вимірювань і проводити одночасну реєстрацію всіх кривих і параметрів, які необхідні для обробки результатів експерименту (струму, що протікає через зразок, падіння напруги на зразку, електричного опору зразка, ВАХ, першої та другої похідних сигналу на зразку, надлишкового струму, що протікає через контакт в надпровідному стані). Вимірювання вико-

нуються одночасно по декількох паралельних вимірювальних каналах мікроконтактного спектрометра. Це дозволяє значно скоротити час проведення експерименту, а також підвищити достовірність реєстрованих даних. Розроблено генератор розгортки струму, який містить інтерфейс зв'язку з персональним комп'ютером і може працювати як в автономному режимі, так і в режимі управління від персонального комп'ютера. Для проведення експериментів, пов'язаних з дослідженням електропровідності мікроконтактів в газових середовищах, ГРС забезпечує реєстрацію ВАХ при струмах менше 10 мкА. Для дослідження зразків в широкому діапазоні температур використовується проміжний кріостат, який дозволяє здійснювати швидкий перехід від гелієвих температур до кімнатних і навпаки. Для проведення досліджень електропровідності мікроконтактів в газових середовищах розроблені генератори мікропотоків аміаку та оксиду азоту, які забезпечують синтез газів в лабораторних умовах із застосуванням фізико-хімічних перетворень в реакційних об'єктах.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Naidyuk Yu.G. and Yanson I.K. Point-contact spectroscopy. New York: Springer, 2005. – P. 300.
2. Kamarchuk G.V., Pospelov O.P., Yermenko A.V., Faulques E., Yanson I.K. Point-Contact Sensors: New Prospects for a Nanoscale Sensitive Technique // *Europhys. Lett.* – 2006. – Vol. 76. – P. 575-581.
3. Yanson I.K., Naidyuk Yu.G., Fisun V.V., Konovalenko A., Balkashin O.P., Triputen L.Yu. and Korenivski V. Surface spin-valve effect // *Nano Letters.* – 2007. – Vol. 7. – P. 927-931.
4. Янсон И.К., Шкляревский О.И. Микроконтактная спектроскопия металлических сплавов и соединений // *ФНТ.* – 1986. – Т. 12. – С. 899-933.
5. Камарчук Г.В., Хоткевич А.В., Хоткевич В.В., Янсон И.К. Простое устройство для измерения избыточного тока сверхпроводящих слабых связей с непосредственной проводимостью // М., 1986. – 7 с. – Деп. в ВИНТИ 11.03.86, № 1656-B86.
6. DeLong L.E., Symko O.G. and Wheatley S.C. Continuously Operating He4 Evaporation Refrigerator // *Rev. Sci. Instrum.* – 1971. – Vol. 42. – P. 147-150.
7. Engel B.N., Ihas G.G., Adams E.D., Fombarlet C. Insert for rapidly producing temperatures between 300 and 1 K in a helium storage Dewar // *Rev. Sci. Instr.* – 1984. – Vol. 55. – P. 1489-1491.
8. Kamarchuk G.V., Pospelov A.P., Kushch I.G. Sensors for exhaled gas analysis: an analytical review. In: “Volatile biomarkers: non-invasive diagnosis in physiology and medicine”. Ed. by Amann A. and Smith D. Chapter 15, p. 265-300 (Elsevier, Amsterdam, 2013).
9. Сахненко М.Д., Ненастіна Т.О., Камарчук Г.В. Електрохімічний мікрогенератор амоніаку // *Вісник НТУ «ХП».* – 2007. – № 31. – С. 159-165.

10. Чубов П.Н., Янсон И.К., Акименко А.И. Электрон-фононное взаимодействие в алюминиевых микроконтактах // ФНТ. – 1982. – Т. 8. – С. 64-80.

Стаття надійшла до редакції 02.04.2013

A.V. Savitsky¹, A.S. Zaika¹, A.M. Pletnev¹, V.A. Gudimenko¹,
A.P. Pospelov², G.V. Kamarchuk¹

¹B. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering
47 Lenin Ave., Kharkov, 61103, Ukraine

²National Technical University “Kharkov Polytechnic Institute”
21 Frunze Str., Kharkov, 61002, Ukraine

MODERN RESEARCH COMPLEX FOR PROBLEMS SOLUTION BY YANSON POINT-CONTACT SPECTROSCOPY

The automative point-contact research complex has been created using a number of original technical and software solutions. It includes a point-contact spectrometer, a cryogenic system, a vacuum system, a cell for gas-sensitive investigations, gas generators, a mechanism for creation of nanosized point contacts, an original software package. The point-contact complex provides a multifunctional approach for investigation of point contacts, nanoobjects, mesoscopic structures and emerging materials at a wide temperature range (1.3-300 K). The setup allows essential reducing work time of experiments and significant gains in researcher productivity.

Keywords: Yanson point-contact spectroscopy, point-contact gas-sensitive effect, point contact, nanotechnology, sensors.

А.В. Савицкий¹, А.С. Заика¹, А.М. Плетнёв¹,
В.А. Гудименко¹, А.П. Поспелов², Г.В. Камарчук¹

¹Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН
Украины, пр. Ленина, 47, 61103, Харьков

²Национальный технический университет «Харьковский политехнический
институт», ул. Фрунзе, 21, 61002, Харьков

СОВРЕМЕННЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ МЕТОДОМ МИКРОКОНТАКТНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ЯНСОНА

Создан автоматизированный микроконтактный исследовательский комплекс, в котором применен ряд оригинальных технических и программных решений. Комплекс включает микроконтактный спектрометр, криогенную систему, вакуумную систему, ячейку для газочувствительных исследований, генераторы газов, устройства для создания наноразмерных контактов, оригинальное программное обеспечение. Комплекс имеет многофункциональные возможности для исследования микроконтактов, нанообъектов, мезоскопических структур и актуальных материалов в широком интервале температур (от 1,3 К до 300 К). Установка позволяет существенно сократить время проведения экспериментов и повысить производительность труда исследователя.

Ключевые слова: микроконтактная спектроскопия Янсона, микроконтактный газочувствительный эффект, точечный контакт, нанотехнология, сенсоры.