

На правах рукописи



Облов Константин Юрьевич

**МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗГОТОВЛЕНИЯ
СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОКСИДНЫХ ГАЗОВЫХ
СЕНСОРОВ НА ОСНОВЕ ТЕХНОЛОГИИ ЛАЗЕРНОЙ
МИКРОФРЕЗЕРОВКИ**

05.27.01 – «Твердотельная электроника, радиоэлектронные компоненты, микро-
и нано- электроника, приборы на квантовых эффектах»

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Автор:

Москва 2021 г.

Диссертация выполнена на кафедре Микро- и нанoeлектроники федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Научный руководитель: кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник, доцент кафедры Микро- и нанoeлектроника НИЯУ МИФИ, г. Москва
Самотаев Николай Николаевич

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Южный федеральный университет»
Малюков Сергей Павлович

доктор технических наук, профессор – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»
Баранов Александр Михайлович

кандидат технических наук – Государственный научный центр "Научно-производственный комплекс "Технологический центр"
Суханов Александр Вялимирович

Защита состоится *20 января 2021 г.* __ час. __ мин. на заседании диссертационного совета МИФИ.05.03 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31, тел. (499) 788-56-99).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте <http://ds.mephi.ru>.

Автореферат разослан «_____» 2020 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном экземпляре, заверенный печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь
диссертационного совета, к.т.н.



Д.С. Веселов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. В настоящее время современное состояние электронных компонентов ориентировано на концепцию Интернета вещей (IoT). Особая практическая проблема внедрения Интернета вещей (IoT) заключается в том, что необходимо обеспечить максимальную автономность и низкую стоимость средств измерений - датчиков различных физических параметров. Одним из интересующих параметров для измерения с помощью инструментов Интернета вещей является концентрация опасных газов: взрывоопасных и токсичных. Развитие и усложнение производственных процессов в различных отраслях экономики нуждается в усовершенствовании систем безопасности на предприятиях и в быту, в частности, требуется улучшение систем газового мониторинга, способных на ранних стадиях детектировать утечки взрывоопасных и токсичных газов, предотвращая техногенные и экологические аварии и катастрофы.

Микромощные и высокоселективные газовые сенсоры позволяют увеличивать эксплуатационные характеристики портативных приборов обнаружения токсичных и взрывоопасных газов, что приводит к уменьшению времени срабатывания приборов, миниатюризации их габаритов, позволяя улучшить контроль за газовой средой на потенциально опасных объектах.

В области измерения концентрации газов широкое распространение получили металлооксидные газовые сенсоры, благодаря совместимости технологии их производства с микроэлектронной технологией, которая в основном используется для производства микроэлектромеханических (МЭМС) нагревателей. Общая конструкция металлооксидного датчика представляет собой комбинацию нагревательного и газочувствительного электродов, расположенных на диэлектрическом основании, и чувствительного к газу слоя, покрывающего газочувствительный электрод. Микронагреватель определяет значение потребляемой мощности газового сенсора и обеспечивает нагрев газочувствительного слоя до рабочей температуры, при которой происходит адсорбция содержащегося в воздухе газообразного контролируемого вещества на поверхности чувствительного слоя сенсора, что приводит к изменению его электропроводности.

Разработки в области газочувствительных металлооксидных сенсоров в последние десятилетия сосредоточены на миниатюризации габаритных размеров, минимизации потребляемой сенсорами мощности и развитии технологий производства,

которые позволяют получить недорогой продукт для широкого спектра областей применения. Использование металлооксидных сенсоров в форм-факторе в качестве устройств поверхностного монтажа (SMD корпус) дает преимущество в виде легкой интеграции сенсоров в различные потребительские устройства, смартфоны, планшеты, промышленные вентиляционные устройства и другие приложения.

Решения для SMD корпусирования представлены ведущими производителями металлооксидных сенсоров (SGX, AMS, Bosch, Sensirion, Figaro и др.). Большинство металлооксидных сенсоров в форм-факторе SMD состоят из кремниевого МЭМС микронагревателя и SMD корпуса из различных материалов, таких как пластик, металлопластик или металлокерамика. Однако существующие технологические решения имеют несколько недостатков:

- нет возможности заменить в технологическом цикле производства газовых сенсоров кремний, используемый в качестве диэлектрического основания микронагревателя, на другой материал, например ZrO_2 или Al_2O_3 керамику, имеющую более низкую теплопроводность и электропроводность, особенно при высоких температурах;
- невозможно использовать на кремниевом чипе газочувствительные материалы, требующие высокотемпературного отжига при температурах выше 600-700 градусов;
- дороговизна производственного оборудования для кремниевой технологии, долгий срок окупаемости, сложность технологических циклов и их перенастройки, что приводит к необходимости выпуска больших серий газовых сенсоров с одинаковой конфигурацией и не подходит для выпуска специализированных изделий.

В данной работе описывается создание усовершенствованных металлооксидных газовых сенсоров на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов с предельно низким энергопотреблением с использованием разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки, позволяющего производить лазерную фрезеровку широкого перечня материалов: кремния, керамики и различных металлов. Технология лазерной микрофрезеровки экономически более эффективна в процессе производства газовых сенсоров, чем кремниевая микроэлектронная технология, в отношении одного образца к общим затратам на производство. Технология лазерной

микрофрезеровки применима для обработки широкого перечня материалов, подходит для многономенклатурного производства и позволяет изготавливать чипы микронагревателей и SMD корпуса для специализированных металлооксидных газовых датчиков в одном производственном цикле, сокращая время и уменьшая затраты на производство.

Целью диссертационной работы является создание усовершенствованных специализированных металлооксидных сенсоров для детектирования токсичных и горючих газов в SMD корпусе типоразмера SOT-23 с предельно низким энергопотреблением на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1) разработать технологичную и надежную конструкцию металлооксидного газового сенсора на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов для работы в среде агрессивных газов, превосходящую по энергоэффективности и миниатюризации аналоги, представленные на рынке;

2) исследовать с использованием методов компьютерного моделирования мощностные параметры микронагревателей на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов для их оптимизации, направленной на уменьшение потребляемой мощности и миниатюризацию габаритных размеров микронагревателей;

3) разработать программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки, позволяющий изготавливать в одном производственном цикле чипы микронагревателей и SMD корпуса для специализированных металлооксидных газовых сенсоров методом лазерной микрофрезеровки керамических Al_2O_3 и ZrO_2 материалов;

4) провести оптимизацию технологии магнетронного напыления платины для уменьшения количества производственного брака и увеличения гибкости технологии формирования металлизированных электродов на поверхности керамических Al_2O_3 и ZrO_2 материалов, включающую технологические решения по улучшению адгезии платиновой металлизации к керамическим материалам и использованию лазерной микрофрезеровки для формирования топологических рисунков на металлизации;

5) отработать технологию изготовления специализированных металлооксидных газовых сенсоров, произведя оптимизацию технологических процессов;

6) проверить изготовленные специализированные металлооксидные газовые сенсоры на селективность к испытуемым газам.

Объектами и методами реализации указанных исследований являются металлооксидные газовые сенсоры в SMD корпусе типоразмера SOT-23, изготовленные на основе керамических Al_2O_3 и ZrO_2 материалов методом лазерной микрофрезеровки с использованием разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки. Программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки разработан на базе иттербиевого импульсного волоконного лазера мощностью 20 Вт производства IPG-Photonics с длиной волны 1,064 мкм и регулируемой длительностью импульса от 4 до 200 нс. Компьютерное моделирование физических процессов производилось с использованием программного продукта COMSOL Multiphysics. Изготовление чертежей и 3D моделирование конструкции составных частей газового сенсора осуществлялось с использованием программного продукта Autodesk Inventor. Для изготовления газовых сенсоров использовался разработанный автором программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки. Исследования газовой чувствительности и быстродействия изготовленных сенсоров проводились на экспериментальных стендах с использованием сертифицированных генераторов-разбавителей и аттестованных источников микроконцентраций и поверочных газовых смесей в Университете Кореи (Korea University, Сеул, Республика Корея).

Научная новизна диссертации заключается в создании усовершенствованных металлооксидных сенсоров для детектирования токсичных и горючих газов в формате SMD корпуса с предельно низким энергопотреблением для газовых сенсоров на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов при помощи технологии лазерной микрофрезеровки. При этом получены следующие **научные результаты**:

1) разработана высокотехнологичная конструкция металлооксидного газового сенсора в SMD корпусе типоразмера SOT-23 на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов, позволяющая более чем в 2 раза снизить энергопотребление по сравнению с аналогичными металлооксидными сенсорами на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов, полученными с использованием LTCC технологии (99 ± 7 мВт, против 260 мВт при рабочей температуре $450^\circ C$);

2) разработан программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки, позволяющий производить гибкую настройку процесса лазерной микрофрезеровки, включая впервые реализованные функции: 4-х координатную лазерную микрофрезеровку массива изделий, автоматический подбор режимов лазерной

микрофрезеровки и возможность изготовления в одном производственном цикле чипов микронагревателей и SMD корпусов для специализированных металлооксидных газовых сенсоров;

3) предложена и обоснована результатами проведенных исследований новая методика формирования топологических рисунков из платины на керамических материалах за счет лазерной абляции сплошного слоя металлизации. Данная методика ускоряет процесс подбора оптимальной конфигурации электродов для чипов микронагревателей газовых сенсоров с двухсторонним расположением электродов и полностью заменяет процесс формирования электродов магнетронным напылением через маску при одностороннем расположении электродов на Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалах. Новая методика формирования топологических рисунков платиновой металлизации позволяет уменьшить производственный брак до 1% (брак при магнетронном напылении через маску увеличивается при повторном ее использовании и может превосходить 50%) и увеличить гибкость процесса формирования электродов на поверхности Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов за счет возможности быстрого изменения их топологии.

Основные положения диссертации, выносимые на защиту:

- 1) конструкция металлооксидного газового сенсора в SMD корпусе типоразмера SOT-23;
- 2) методика тестирования потребляемой микронагревателями мощности;
- 3) компьютерное моделирование мощностных параметров микронагревателей на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов, оптимизация конфигурации чипа микронагревателя;
- 4) методика формирования топологических рисунков из платины на поверхности Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов с использованием технологии лазерной микрофрезеровки;
- 5) функциональные возможности разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки;
- 6) технологический маршрут изготовления специализированных металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусе типоразмера SOT-23;
- 7) тестирование изготовленных специализированных металлооксидных газовых сенсоров на селективность к испытуемым газам.

Практическая значимость работы определяется следующими результатами:

1) изготовлены методом лазерной микрофрезеровки специализированные металлооксидные газовые сенсоры для работы в среде агрессивных газов в SMD корпусе типоразмера SOT-23 на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов, превосходящие по энергопотреблению аналоги из LTCC керамики (99 ± 7 мВт, против 260 мВт при рабочей температуре 450 °С). Изготовленные газовые сенсоры обладают высокой селективностью в сочетании с различными материалами газочувствительных слоев к оксиду азота NO_2 , триметиламину $(CH_3)_3N$ и ксилолу $(CH_3)_2C_6H_4$;

2) отработана методика компьютерного моделирования потребляемой микронагревателем мощности, заменяющая итерационный эмпирический процесс оптимизации топологии электродов и конфигурации чипа микронагревателя, позволившая снизить потребляемую микронагревателем мощность на 26,7% за счет изменения конфигурации чипа, без изменения его внешних габаритных размеров;

3) разработан программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки, позволяющий изготавливать в одном технологическом цикле до 1500 многономенклатурных керамических МЭМС структур и SMD корпусов для них в месяц;

4) разработана методика формирования топологических рисунков из платины на керамических мембранах за счет лазерной абляции материала металлизации. Данная методика ускоряет процесс подбора оптимальной конфигурации электродов для чипов микронагревателей газовых сенсоров с двухсторонним расположением электродов и полностью заменяет процесс формирования электродов магнетронным напылением через маску при одностороннем расположении электродов на Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалах. Новая методика формирования топологических рисунков позволила уменьшить производственный брак до 1% (брак при магнетронном напылении через маску увеличивается при ее повторном использовании и может превосходить 50%) и увеличить гибкость процесса формирования электродов на поверхности Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов за счет возможности быстрого изменения топологии металлизации.

Личный вклад автора. В основу данной работы легли результаты исследований металлооксидных газовых сенсоров и различных технологий их изготовления, проведенные лично автором в период с 2010 по 2020 гг. в составе международной НИЛ "Инжиниринг наноэлектромеханических систем и сенсоров" НИЯУ МИФИ. Сенсоры

были изготовлены автором в технологической лаборатории кафедры Микро- и наноэлектроники НИЯУ МИФИ. Оптимизация режимов магнетронного напыления платины проводилась на кафедре Физики плазмы НИЯУ МИФИ.

Эксперименты по нанесению газочувствительных металлооксидных слоев выполнялись автором на кафедре материаловедения и инжиниринга в Университете Кореи (Korea University, Сеул, Республика Корея).

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались на научной сессии НИЯУ МИФИ (г. Москва, 2012, 2013, 2014, 2015); 28-й и 29-й международной конференции EUROSENSORS (Германия, г. Фрайбург, 2014, Италия, г. Брешиа, 2015); International Siberian Conference on Control and Communications (SIBCON) (г. Омск, 2015); XIX Международной телекоммуникационной конференции студентов и молодых ученых "Молодежь и наука" (г. Москва, 2015); V Международной конференции «Лазерные, плазменные исследования и технологии» (г. Москва, 2019); 1-й, 2-й и 3-й международной телекоммуникационной конференции «Современные микро- и наноэлектронные системы и технологии» (Москва, 2015, 2017; 2019); 1-й и 2-й Международной конференции по процессам и производству металлических материалов ICMMPM (Южная Корея, Джей-Джу 2018, 2019); The 8-th GOSPEL Workshop. Gas Sensors Based on Semiconducting Metal Oxides: Basic Understanding & Application Fields (Italy, Ferrara, 2019).

Публикации. По материалам диссертационной работы опубликовано 41 печатная работа, в том числе 5 статей в журналах из перечня ВАК, 3 статьи в журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus. Получено 6 патентов Российской Федерации: 5 патентов на полезные модели и 1 патент на программу для электронных вычислительных машин. Список печатных работ приведен в конце автореферата.

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка цитируемой литературы и приложений А и Б. Общий объем диссертации составляет 155 страниц, включая 79 рисунков, 10 таблиц и 71 библиографическую ссылку.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении сформулирована актуальность работы, поставлены цели и задачи исследований, рассмотрена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, изложены основные положения, выносимые на защиту. Представлен краткий обзор структуры диссертации.

Первая глава (литературный обзор). В рамках проведённого аналитического обзора были выявлены патенты и публикации в научных журналах, содержащие научно-техническую информацию, представляющую интерес при разработке мембранной конструкции нагревательного элемента для газовых сенсоров. Аналитический обзор показал, что за рубежом основной упор в разработке технологии изготовления микронагревательных элементов для газовых сенсоров идет в направлении развития кремниевой технологии. Это влечет за собой слабый интерес к использованию альтернативных технологий, в частности, лазерной микрофрезеровки керамических материалов, для технологического процесса производства которых требуется нестандартное оборудование, что, в свою очередь, отражается на числе запатентованных МЭМС конструкций на основе сверхтонких мембран из окиси алюминия и иных керамических материалов.

Кремниевые МЭМС микронагреватели имеют существенные температурные ограничения и позволяют, как правило, нагревать газочувствительный слой до температуры не выше 400 °С в режиме непрерывной работы и тем более не позволяют осуществлять однократный долговременный технологический нагрев до высокой температуры 700 - 800 °С, необходимый для стабилизации газочувствительных свойств металлооксидного слоя. Это делает актуальным применение керамических материалов для изготовления микронагревателей для газовых металлооксидных сенсоров, стабильно работающих до температуры 900 °С. Керамическая МЭМС технология является существенной альтернативой кремниевой технологии, позволяя изготавливать маломощные микронагреватели, способные работать в жестких условиях эксплуатации и беспроводных системах мониторинга.

Для производства газовых сенсоров на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов необходимо выбрать эффективную технологию обработки керамики. Аналитический обзор технологий обработки керамических материалов показал, что лазерная микрофрезеровка керамики, в отличие от технологии механической

фрезеровки и микрошлифовки, а также от других методов, использующих излучение, обеспечивает лучший контроль за процессом, повышенное качество изделий, не требует вакуумной камеры и является наиболее производительным методом. Однако на рынке не представлено оборудование для лазерной микрофрезеровки, специализирующееся на изготовлении МЭМС структур, что требует существенной доработки программно-аппаратной части стандартных лазерных станков для возможности их эффективного использования в процессе лазерной микрофрезеровки МЭМС структур.

Вторая глава посвящена выбору конструкции и описанию процесса изготовления металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусе типоразмера SOT-23. На основе проведенного в первой главе аналитического обзора различных конфигураций микронагревателей выбрана мембранная конструкция чипа на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов. Дальнейшее уточнение конфигурации микронагревателя проводится путем изготовления и тестирования на потребляемую мощность при рабочей температуре нагревательного электрода $450\text{ }^\circ\text{C}$ четырех тестовых вариантов конструкций: «меандр», «прямой мост», «диагональный мост» и «песочные часы». Для измерения потребляемой микронагревателями мощности разработана методика, позволяющая на основе вольтамперной характеристики вычислить зависимость мощности нагревателя от его температуры (рис. 1), что ввиду миниатюрных размеров невозможно сделать с использованием тепловизоров, при их средней разрешающей способности 100 мкм на 1 пиксель.

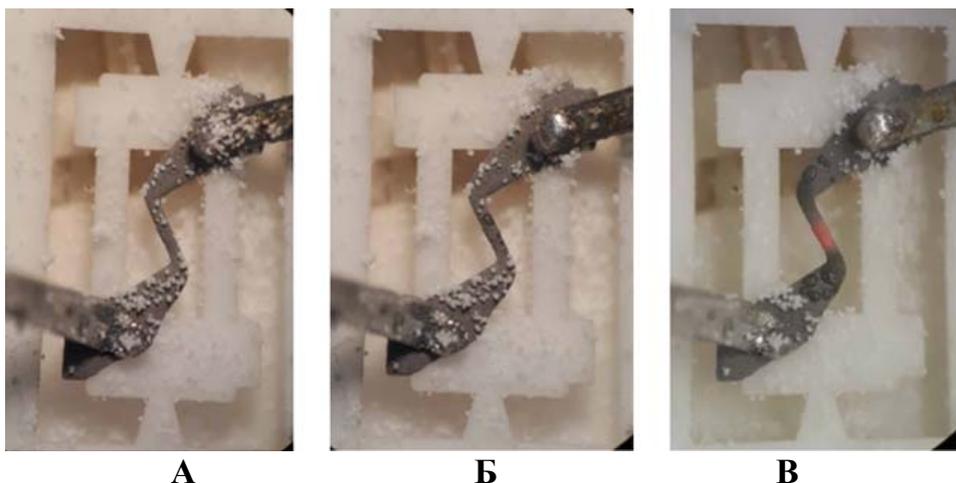


Рисунок 1. Процесс измерения потребляемой микронагревателем мощности. Белые точки – частицы порошка полиамида PA220. Ширина центральной зоны микронагревателя 100 мкм , толщина 40 мкм , толщина платиновой металлизации 20 мкм . На изображениях микронагреватель, осыпанный порошком полиамида: А - при комнатной температуре; Б - при температуре более $180\text{ }^\circ\text{C}$; В - при температуре более $600\text{ }^\circ\text{C}$.

В ходе тестовых испытаний для последующей оптимизации выбрана конструкция чипа микронагревателя газового сенсора типа «прямой мост» с потребляемой мощностью 311 ± 28 мВт при температуре нагревательного электрода 450 °С (рис. 2).

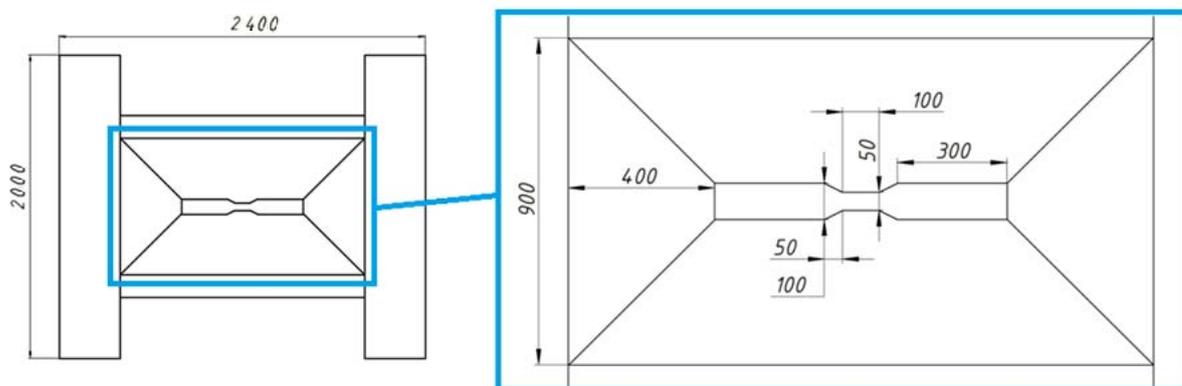


Рисунок 2. Конфигурация чипа микронагревателя типа «прямой мост» (размеры в микрометрах).

Дальнейшая оптимизация выбранной конфигурации чипа микронагревателя произведена с помощью компьютерного моделирования зависимости потребляемой нагревательным электродом мощности от геометрических размеров частей чипа в программном обеспечении Comsol, позволившая уменьшить энергопотребление чипа микронагревателя при рабочей температуре 450 °С на 26,7% за счет изменения конфигурации чипа при его неизменных габаритных размерах. Температурное распределение оптимизированной конфигурации чипа при рабочем режиме микронагревателя 450 °С представлено на рисунке 3.

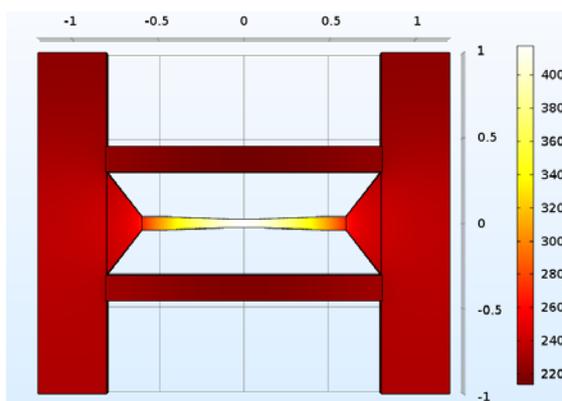


Рисунок 3. Температурное распределение микронагревателя при нагреве до 450 °С.

Также проведено компьютерное моделирование зависимости потребляемой микронагревателем мощности от толщины металлизации нагревательного электрода, показавшее необходимость максимально возможного уменьшения толщины металлизации электрода (рис. 4).

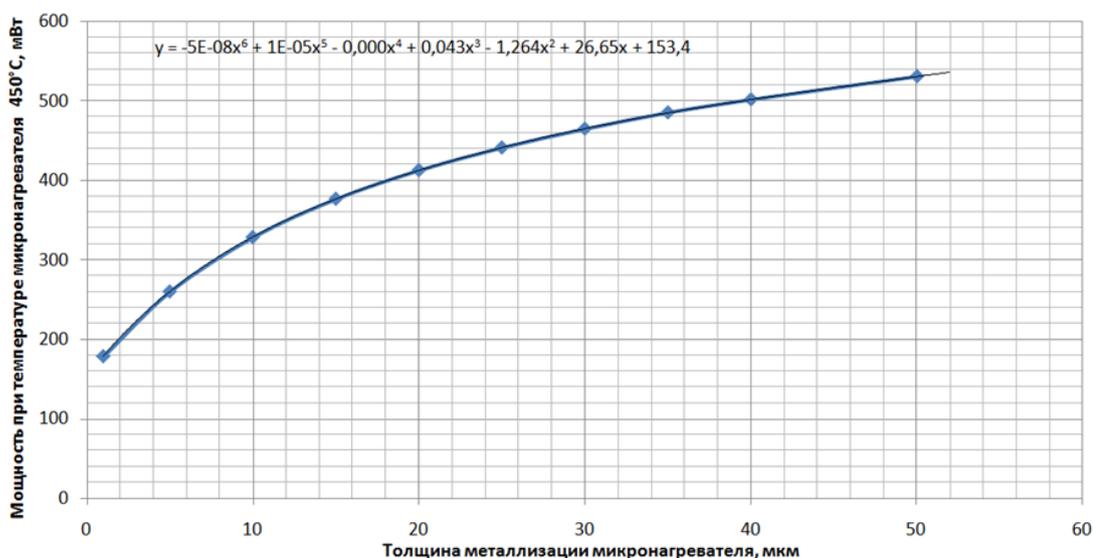


Рисунок 4. График зависимости потребляемой мощности при температуре микронагревателя 450 °С от толщины металлизации микронагревателя, построенный по данным компьютерного моделирования.

Итоговая конфигурация чипа микронагревателя, учитывающая результаты компьютерного моделирования и особенности технологий, задействованных в процессе изготовления газового сенсора, а именно: магнетронного напыления платины через маску и капельного нанесения дозирующим клапаном газочувствительного слоя, представлена на рисунке 5.

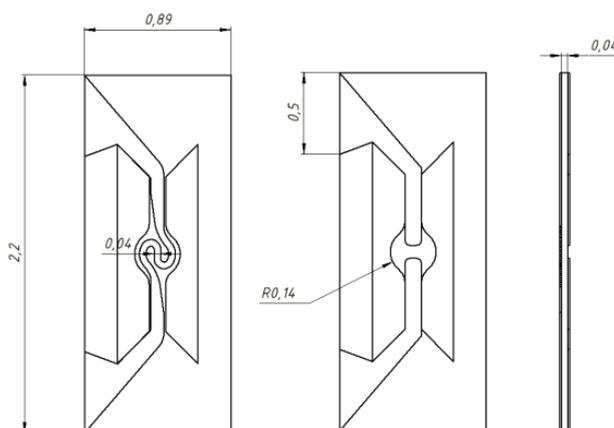


Рисунок 5. Конструкция чипа микронагревателя из ZrO_2 керамики толщиной 40 мкм, разработанная по итогам компьютерного моделирования и учитывающая особенности технологий, задействованных в процессе изготовления газового сенсора (размеры в миллиметрах).

Для упрощения технологического процесса и уменьшения брака в ходе нанесения платиновых электродов на поверхность керамических чипов методом магнетронного напыления предложена и обоснована результатами проведенных исследований новая методика формирования топологических рисунков электродов из платины на

поверхности керамических чипов микронагревателей за счет лазерной абляции сплошного слоя материала металлизации. Данная методика ускоряет процесс подбора оптимальной конфигурации электродов для чипов микронагревателей газовых сенсоров с двухсторонним расположением электродов (рис. 6) и полностью заменяет процесс формирования электродов магнетронным напылением через маску при одностороннем расположении электродов на Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалах.

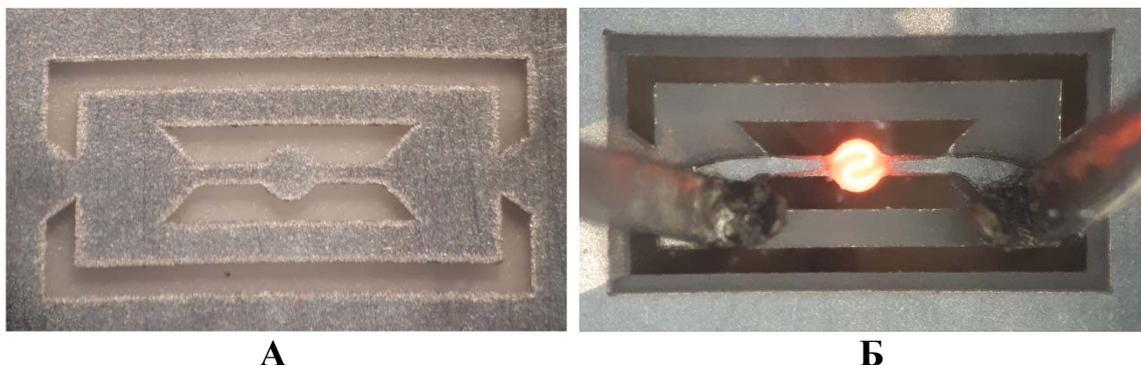


Рисунок 6. На изображении: А - чип со сплошной платиновой металлизацией, напыленной в магнетроне; Б - чип микронагревателя со сформированным с использованием технологии лазерной микрофрезеровки нагревательным электродом при температуре нагревателя 610°C .

Новая методика формирования топологических рисунков платиновой металлизации позволяет уменьшить производственный брак до 1% (брак при магнетронном напылении через маску увеличивается при повторном ее использовании и может превосходить 50%) и увеличить гибкость процесса формирования электродов на поверхности Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов за счет возможности быстрого изменения их топологии (рис. 7).



Рисунок 7. Формирование топологии нагревательного электрода на керамической ZrO_2 подложке толщиной 40 мкм путем лазерной микрофрезеровки: А - шириной 30 мкм; Б - шириной 70 мкм.

На основе вышеизложенных данных произведен выбор материалов, конструкции, и топологии электродов чипа микронагревателя, а также технологий изготовления газового сенсора:

- в качестве материала чипа микронагревателя выбрана ZrO_2 керамика толщиной 40 мкм. Обработка керамической подложки для изготовления массива чипов производится с использованием технологии лазерной микрофрезеровки;
- в качестве материала электродов чипа микронагревателя выбрана платина. Нанесение металлизированных электродов происходит с использованием технологии магнетронного напыления через никелевую маску;
- в качестве материалов газочувствительного слоя используются наноструктурированные материалы, селективные к испытываемым газам. Нанесение газочувствительного слоя на чип микронагревателя производится с использованием дозирующего клапана с пневматическим приводом;
- в качестве материала SMD корпуса газового сенсора выбрана Al_2O_3 керамика толщиной 500 и 630 мкм. Обработка керамической подложки для изготовления массива крышек и оснований SMD корпусов производится с использованием технологии лазерной микрофрезеровки;
- в качестве материала металлизации контактных площадок SMD корпуса выбрана серебряная паста. Нанесение металлизации на контактные площадки производится с использованием ручного электронного дозатора.

С использованием описанных выше технологий изготовлен образец чипа микронагревателя (рис. 8 А) и SMD корпус для металлооксидного газового сенсора (рис. 8 Б), характеризующийся быстрым монтажом чипа в основание корпуса и легкой установкой крышки корпуса .

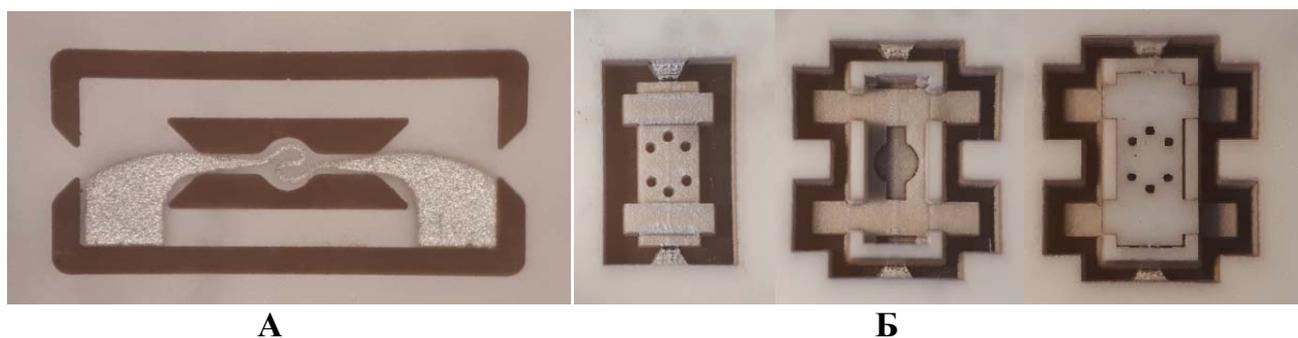


Рисунок 8. На изображении: А - чип микронагревателя с нанесенным методом магнетронного напыления нагревательным электродом; Б - основание и крышка SMD корпуса металлооксидного газового сенсора.

В третьей главе обоснована актуальность разработки программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки для производства специализированных

металлооксидных газовых сенсоров, приведено описание технологического цикла изготовления газовых сенсоров. Подробно рассмотрена программная и аппаратная части разработанного комплекса лазерной микрофрезеровки.

Изготовление специализированных газовых сенсоров, как и любого коммерческого продукта, выводимого на рынок, должно характеризоваться коротким производственным циклом, высокой мобильностью производства (возможностью быстрой переналадки и многономенклатурного выпуска изделий), низким количеством брака и невысокой себестоимостью.

Для изготовления чипов микронагревателей металлооксидных газовых сенсоров из керамических материалов необходим следующий набор оборудования:

- лазерный маркер с длиной волны 1,06 мкм с программным обеспечением, позволяющим реализовать лазерную микрофрезеровку по 3D модели (например ПО MaxiGraf);
- магнетрон для напыления металлизации;
- муфельная печь с температурой нагрева до 1000 °С;
- дозирующий клапан с системой позиционирования для нанесения газочувствительного слоя.

С использованием описанного выше стандартного оборудования, представленного на рынке, цикл изготовления 50 металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусе типоразмера SOT-23 составляет 3,5 рабочих дня. Наибольшее количество брака (до 60%) возникает на этапах лазерной микрофрезеровки и обусловлено тем, что программное обеспечение лазерных маркеров не специализируется на микрофрезеровке и изготовлении массива изделий. При этом количество брака, суммируемое на всех этапах производства, может достигать 100%.

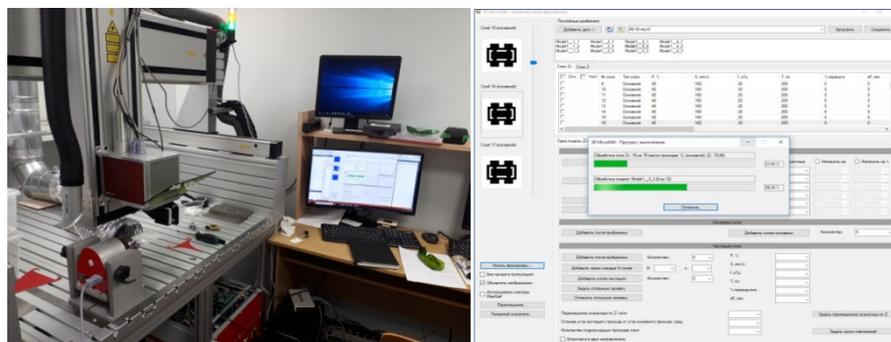
Для уменьшения брака на этапе лазерной микрофрезеровки и увеличения производительности проведена модернизация стандартного лазерного маркера. В результате разработан программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки (рис. 10 А), использование которого в технологическом цикле изготовления металлооксидных газовых сенсоров снизило брак на этапах лазерной микрофрезеровки до 1 % и сократило производственный цикл изготовления 50 металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусе типоразмера SOT-23 до 1 дня.

На рисунке 9 изображено схематичное представление узлов и иерархии управляющих сигналов разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки.



Рисунок 9. Схематичное представление основных узлов и иерархии управляющих сигналов разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки.

Управление аппаратной частью программно-аппаратного комплекса происходит с помощью программного обеспечения, написанного на языке программирования «С#» (рис. 10 Б).



А

Б

Рисунок 10. На изображении: А - внешний вид программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки; Б - графический интерфейс разработанного программного обеспечения.

Разработанное программное обеспечение позволяет реализовать:

- широкую функциональность 4-х координатной лазерной микрофрезеровки массивов изделий;
- широкую функциональность настройки и возможность «горячей» корректировки параметров лазерного излучения;
- автоматический подбор режимов лазерной микрофрезеровки;

- возможность в процессе лазерной микрофрезеровки рассмотреть обрабатываемый участок с 2000-кратным увеличением и измерить профиль обрабатываемой поверхности.

В четвертой главе приведено подробное описание технологического маршрута изготовления металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусе типоразмера SOT-23 с использованием разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки. Описан процесс испытания специализированных металлооксидных газовых сенсоров на основе наноструктурированных газочувствительных материалов.

Ниже рассмотрен технологический цикл изготовления серии из 50 металлооксидных газовых сенсоров, включающий следующие этапы:

- 1) лазерная микрофрезеровка массива из 50 чипов микронагревателей на керамической ZrO_2 подложке толщиной 40 мкм;
- 2) лазерная микрофрезеровка масок для магнетронного напыления с нагревательными и газочувствительными электродами из никелевой фольги толщиной 20 мкм;
- 3) магнетронное напыление газочувствительных и нагревательных электродов;
- 4) отжиг чипов с напыленными электродами;
- 5) лазерная микрофрезеровка массива из 50 оснований и крышек SMD корпусов на керамических Al_2O_3 подложках толщиной 500 и 630 мкм;
- 6) нанесение металлической пасты на контактные площадки оснований SMD корпусов ручным электронным дозатором;
- 7) сборка чипов микронагревателей с основаниями SMD корпусов;
- 8) нанесение газочувствительного слоя на массив из 50 чипов микронагревателей с использованием пневматического дозирующего клапана;
- 9) сборка и герметизация стеклянной пастой зазоров между основаниями и крышками SMD корпусов;
- 10) отжиг массива из 50 газовых сенсоров;
- 11) разделение массива на отдельные газовые сенсоры.

Изготовление чипов микронагревателей происходит путем перфорации керамической ZrO_2 подложки с размерами 48×30 мм и толщиной 40 мкм с использованием технологии лазерной микрофрезеровки (рис.11). В качестве варьируемых параметров лазерного излучения выбраны: длительность импульсов

лазерного излучения (T); средняя мощность лазерного излучения (P); скорость перемещения лазерного луча по поверхности обрабатываемого материала (S); частота импульсов лазерного излучения (f); плотность линий, вдоль которых производится перемещение лазерного луча, выраженное в количестве линий на миллиметр (ρ). Используемые параметры лазерного излучения при изготовлении чипов микронагревателей на основе ZrO_2 керамики: $T=50$ нс, $P=4.6$ Вт, $S=480$ мм/с, $f=48$ кГц.

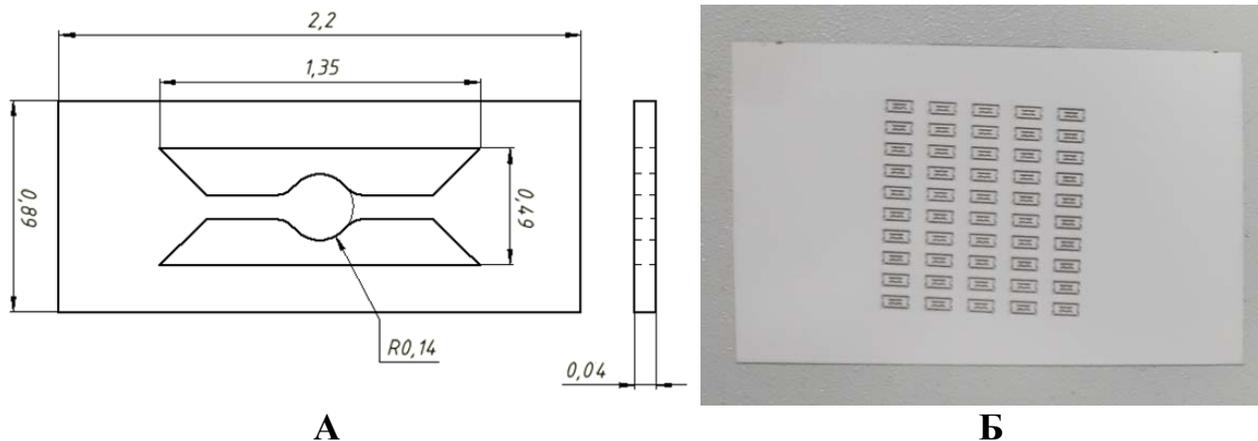


Рисунок 11. На изображении: А - чертеж чипа микронагревателя (размеры в миллиметрах); Б - керамическая ZrO_2 подложка с массивом из 50 чипов микронагревателей.

Изготовление масок для магнетронного напыления осуществляется из никелевой фольги толщиной 20 мкм. Изготовленная маска и подготовленные к магнетронному напылению оснастки с магнитным прижимом представлены на рисунке 12.

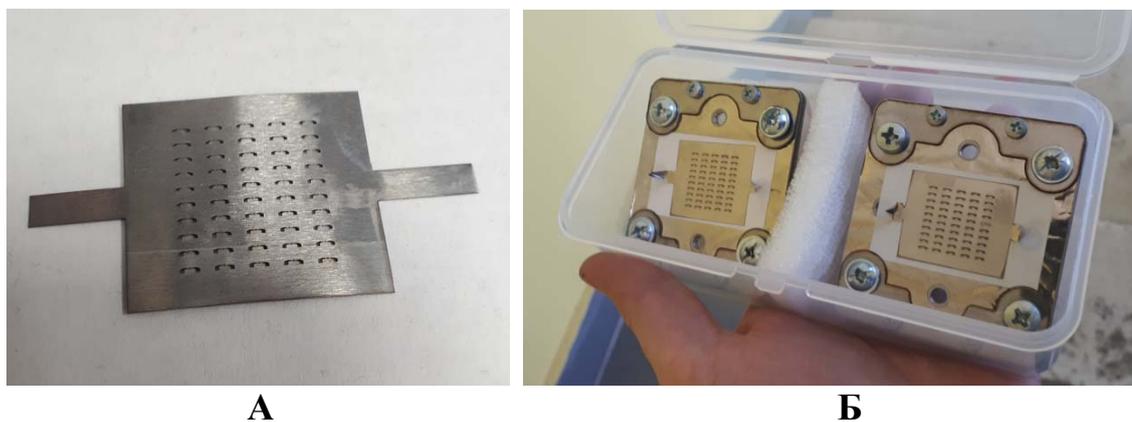


Рисунок 12. На изображении: А - никелевая маска для магнетронного напыления нагревательных электродов; Б - подготовленные к магнетронному напылению оснастки с магнитным прижимом.

Для изготовления оснований и крышек SMD корпусов для газовых сенсоров используются Al_2O_3 керамические подложки толщиной 500 и 630 мкм (рис. 13). Общее время лазерной микрофрезеровки 50 крышек и корпусов SMD корпуса занимает 11,5 часов. Процесс лазерной микрофрезеровки проводится полностью в автоматическом режиме и позволяет формировать очередь обработки из нескольких программ с автоматическим

перемещением лазерного маркера с помощью ЧПУ портальной системы (с числовым программным управлением) между керамическими подложками с автоматической подстройкой фокусного расстояния. Данная функциональность разработанного программно-аппаратного комплекса лазерной микрофрезеровки позволяет изготавливать чипы микронагревателей, крышки и основания SMD корпусов в одном технологическом цикле.

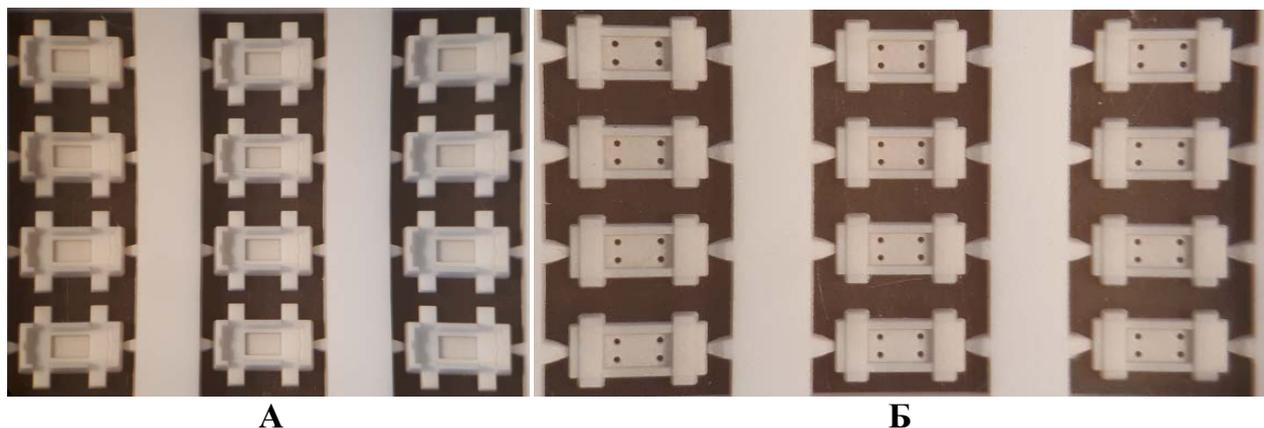


Рисунок 13. На изображении массив изготовленных лазерной микрофрезеровкой: А - оснований SMD корпусов для газовых сенсоров; Б - крышек SMD корпусов для газовых сенсоров.

Серебряная паста, наносимая на контактные площадки SMD корпуса (рис. 14 А) в сочетании с флюсом средней активности подходит для пайки корпуса оловянно-свинцовым или бессвинцовым припоем при температурах до 250 °С. С использованием той же пасты осуществляется электрический контакт между чипом микронагревателя и контактными площадками SMD корпуса (рис. 14 Б). Нанесение газочувствительного слоя проводится с помощью оборудования для позиционирования дозирующего клапана DiepenseMate D-595 и самого пневматического дозирующего клапана Nexjet-8 (рис. 14 В).

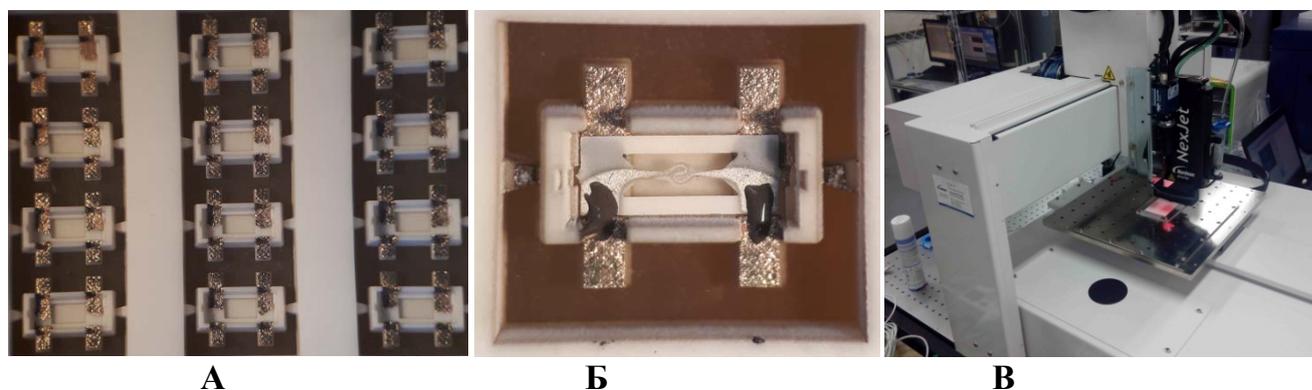


Рисунок 14. На изображении: А - массив оснований SMD корпусов с нанесенной на контактные площадки серебряной пастой; Б - процесс монтажа чипа микронагревателя в основание SMD корпуса; В - процесс нанесения газочувствительного слоя на чипы микронагревателей с использованием пневматического дозирующего клапана.

После монтажа крышек SMD корпусов и отжига массива металлооксидных газовых сенсоров (рис. 15) проводится их разделение на чипы.

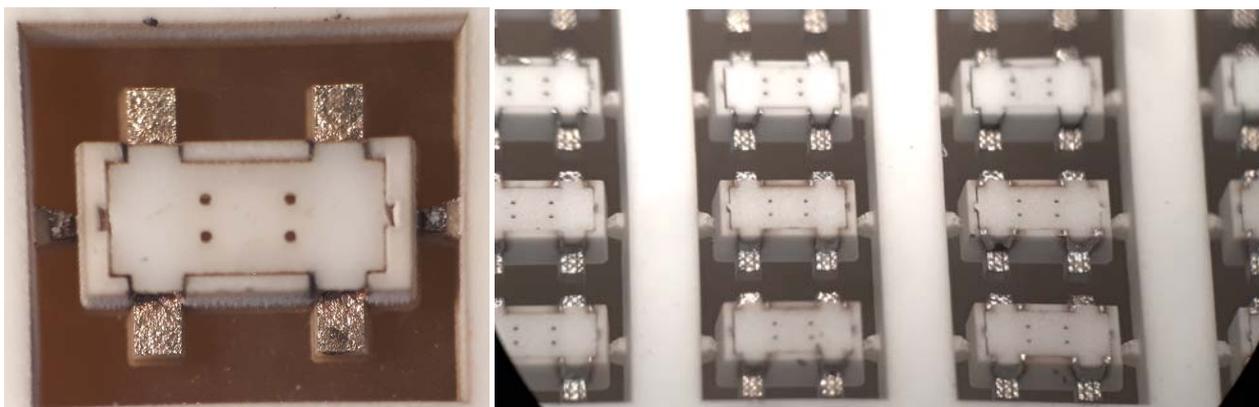
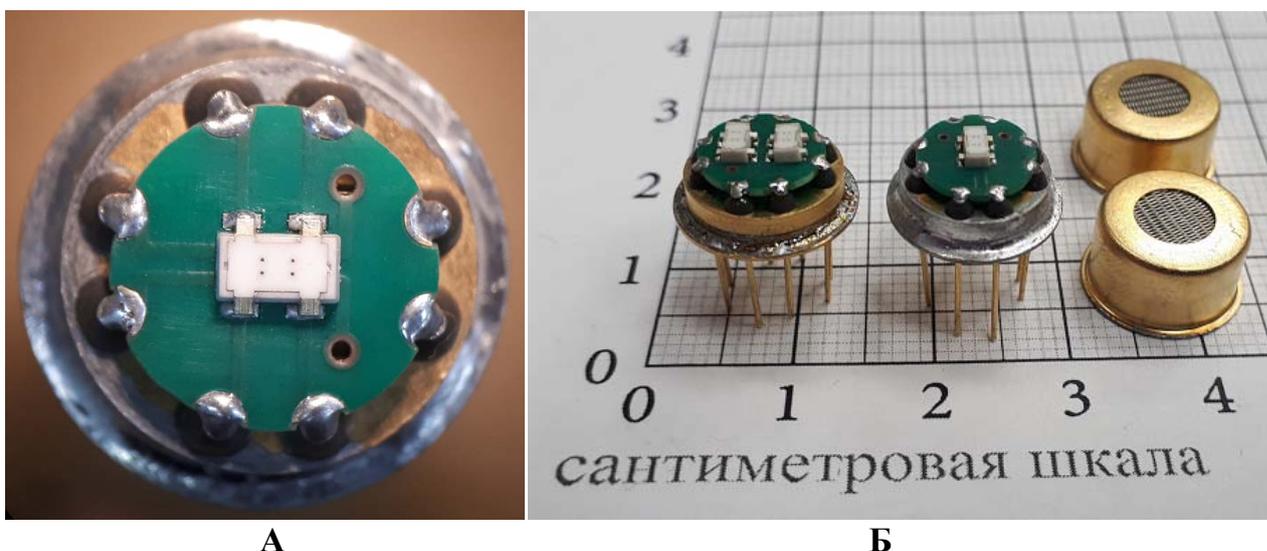


Рисунок 15. Итоговый внешний вид газового сенсора в SMD корпусе типоразмера SOT-23.

В настоящее время большинство газоаналитических систем работают с корпусами типоразмера TO-8, поэтому для возможности интеграции изготовленных сенсоров в корпус TO-8 изготовлена печатная плата переходник. Общий вид изготовленных металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусе типоразмера SOT-23, смонтированных в корпус TO-8 через плату-переходник представлен на рисунке 16.



А

Б

Рисунок 16. Металлооксидный газовый сенсор в SMD корпусе типоразмера SOT-23, смонтированный в корпус TO-8 через плату-переходник: А - увеличенное изображение; Б - общий вид.

Газовые сенсоры, изготовленные на основе наноструктурированных газочувствительных материалов, были протестированы на селективность к следующим газам:

- ксилол - токсичный газ или бесцветная жидкость, широко используемая в строительстве, промышленности и медицине в качестве растворителя;

- диоксид азота - токсичный газ или желтоватая жидкость, применяется при производстве серной и азотной кислот, используется при производстве жидкого ракетного топлива и взрывчатых веществ;
- триметиламин - токсичный огнеопасный газ, используется при производстве лекарственных средств, а также в качестве регулятора роста растений.

В ходе испытаний температура газочувствительного слоя металлооксидного газового сенсора контролируется с помощью источника питания с регулируемым напряжением по температурному профилю, построенному с использованием методики тестирования мощности микронагревателей (рис. 17).

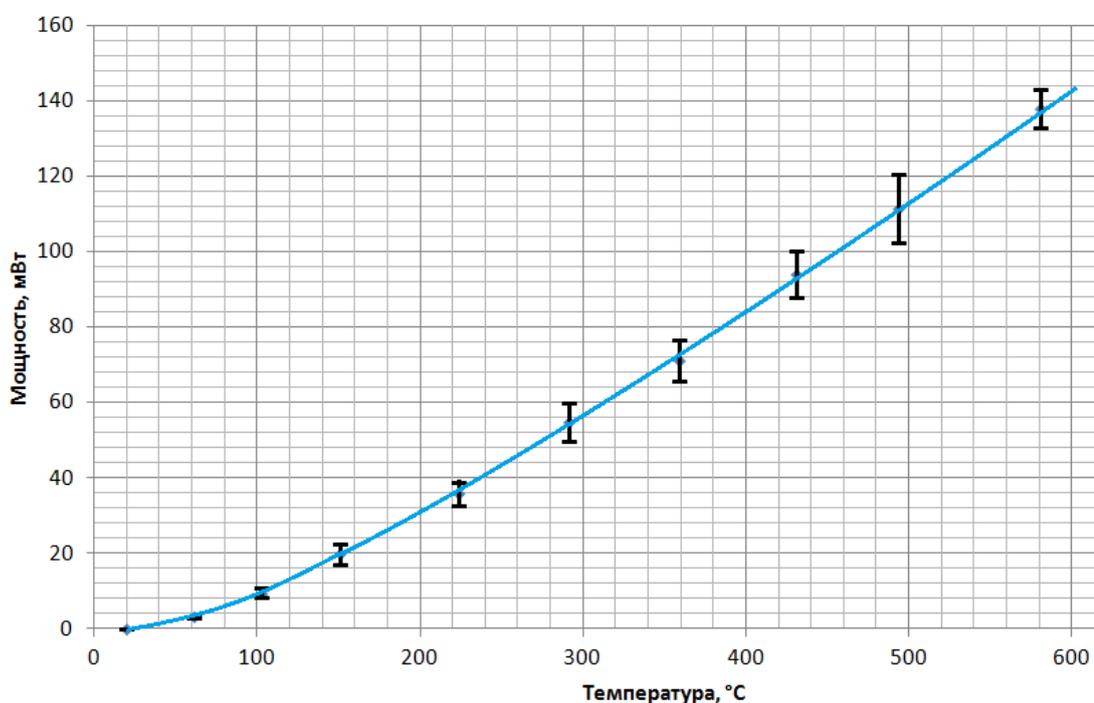


Рисунок 17. Температурный профиль испытываемых газовых сенсоров в SMD корпусе.

Результаты испытаний газовых сенсоров на основе наноструктурированных газочувствительных материалов показали высокую селективность изготовленных сенсоров к испытываемым газам: сенсоры в SMD корпусе типоразмера SOT-23 в сочетании с газочувствительным слоем из оксида вольфрама WO_3 можно использовать как высокоселективные датчики оксида азота NO_2 , в сочетании с газочувствительным слоем из порошка $Au-Cr_2O_3$ можно использовать как высокоселективные датчики триметиламина $(CH_3)_3N$, в сочетании с газочувствительным слоем из порошка $Pd-Co_3O_4$ можно использовать как высокоселективные датчики ксилола $(CH_3)_2C_6H_4$ (рис. 18).

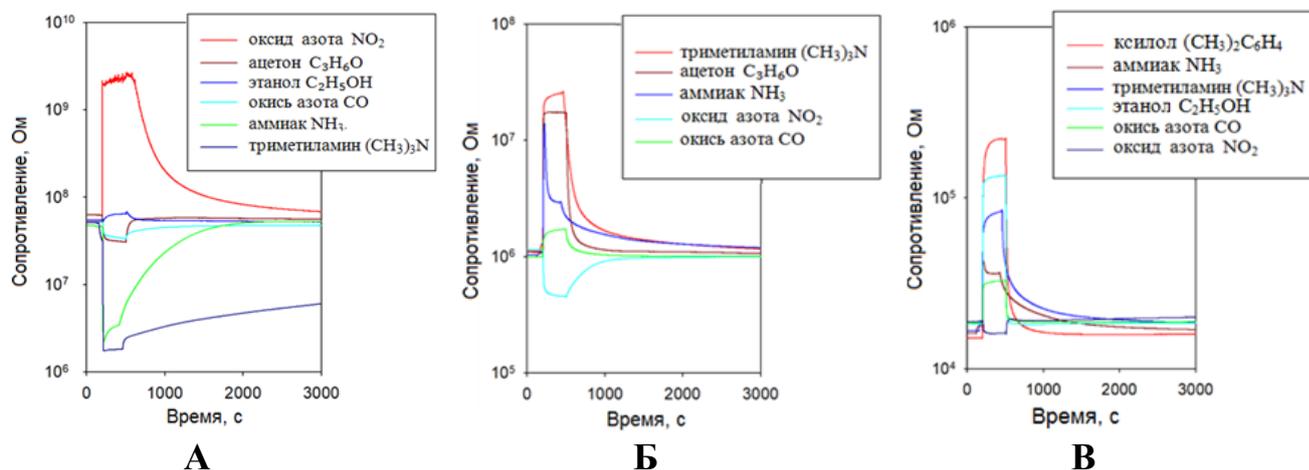


Рисунок 18. Характеристика газочувствительного слоя, нанесенного на изготовленный газовый сенсор на основе: А - порошка WO_3 для обнаружения оксида азота NO_2 ; Б - порошка $Au-Cr_2O_3$ для обнаружения триметиламина $(CH_3)_3N$; В - порошка $Pd-Co_3O_4$ для обнаружения ксилола $(CH_3)_2C_6H_4$.

Результатом вышеперечисленных работ является создание усовершенствованных металлооксидных газовых сенсоров для детектирования токсичных и горючих газов в SMD корпусе типоразмера SOT-23 с предельно низким энергопотреблением для газовых сенсоров на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов: 99 ± 7 мВт при рабочей температуре сенсора $450^\circ C$, высокоселективных в сочетании с наноструктурированными газочувствительными материалами к испытуемым газам.

ВЫВОДЫ

Основные научные и практические результаты диссертации заключаются в следующем:

1. Разработана высокотехнологичная конструкция металлооксидного газового сенсора в SMD корпусе типоразмера SOT-23, позволяющая достигнуть предельно низкого энергопотребления для газовых сенсоров на основе Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов: 99 ± 7 мВт при рабочей температуре сенсора $450^\circ C$. Научно-технический уровень полученных результатов находится на уровне лучших достижений в данной области и превосходит по параметрам (размеры, энергопотребление) существующие аналоги, изготавливаемые на основе существенно более дорогостоящей, чем лазерная микрофрезеровка, LTCC технологии (260 мВт при рабочей температуре сенсора $450^\circ C$).

2. За счет применения компьютерного моделирования мощностных параметров микронагревателей газовых сенсоров получены результаты, позволившие обосновать топологию предельно компактного, для применяемой технологии, керамического микронагревателя в SMD корпусе типоразмера SOT-23. Компьютерное моделирование

мощностных параметров микронагревателей позволило снизить потребляемую микронагревателем мощность на 26,7%, только за счет изменения конфигурации чипа, без изменения его внешних габаритов, а также вывести зависимость потребляемой микронагревателем мощности от толщины слоя металлизации нагревательного электрода.

3. Предложена и обоснована результатами проведенных исследований новая методика формирования топологических рисунков из платины на поверхности керамических материалов за счет лазерной абляции материала металлизации с топологическими элементами любых геометрических форм и минимальными размерами от 40 мкм. Экспериментально подтверждено улучшение адгезии, наносимой на керамические подложки методом магнетронного напыления платиновой металлизации с толщиной слоя 500 нм, путем увеличения на керамической ZrO_2 подложке шероховатости до $Ra = 416$ нм методом лазерной микрофрезеровки в одном технологическом цикле с изготовлением чипов микронагревателей газовых сенсоров.

4. Разработан программно-аппаратный комплекс лазерной микрофрезеровки, позволяющий производить гибкую настройку процесса лазерной микрофрезеровки, включая впервые реализованные функции: 4-х координатную лазерную микрофрезеровку массива изделий, автоматический подбор режимов лазерной микрофрезеровки и возможность изготовления в одном производственном цикле чипов микронагревателей и SMD корпусов для специализированных металлооксидных газовых сенсоров. Программно-аппаратный комплекс на базе лазерного маркера не имеет аналогов на рынке и позволяет осуществлять 4-х координатную лазерную микрофрезеровку листовых материалов (металлы, керамика, кремний) толщиной от 0,005 до 10 мм с широкой функциональностью настроек. Точность совмещения лазерной микрофрезеровки при обработке листового материала с двух сторон (с поворотом на 180°) составляет ± 5 мкм. Скорость фрезеровки Al_2O_3 и ZrO_2 керамических материалов до 200 мм³/ч. Разработанный программно-аппаратный комплекс позволяет производить позиционирование сканатора относительно обрабатываемого материала с точностью ± 5 мкм.

5. Разработан технологический маршрут изготовления специализированных металлооксидных газовых сенсоров, позволяющий изготавливать до 1,5 тысяч

специализированных металлооксидных газовых сенсоров в SMD корпусах типоразмера SOT-23 в месяц.

6. Проведены испытания газовых сенсоров на основе наноструктурированных газочувствительных материалов, которые показали высокую селективность изготовленных металлооксидных газовых сенсоров к испытуемым газам: сенсоры в SMD корпусе типоразмера SOT-23 в сочетании с газочувствительным слоем из оксида вольфрама WO_3 можно использовать как высокоселективные датчики оксида азота NO_2 , в сочетании с газочувствительным слоем из порошка $Au-Cr_2O_3$ можно использовать как высокоселективные датчики триметиламина $(CH_3)_3N$, в сочетании с газочувствительным слоем из порошка $Pd-Co_3O_4$ можно использовать как высокоселективные датчики ксилола $(CH_3)_2C_6H_4$.

Список работ, опубликованных по теме диссертации:Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК:

1. Самотаев Н.Н., Подлепецкий Б.И., Васильев А.А., Писляков А.В., Соловьев С.А., Облов К.Ю., Сушко Д.В. Формирование селективных откликов полупроводникового датчика метан, водород и монооксид углерода в воздухе. // Датчики и системы. 2012, №11(162), с.26-30.
2. Самотаев Н.Н., Иванова А.В., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Каменев С.А., Санков Н.С. Мультисенсорная система с беспроводным каналом связи для мониторинга газового состава среды. // Датчики и системы. 2015, № 1 (188), с. 38-41.
3. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Иванова А.В., Андреев А.О., Васильев А.А., Соколов А.В., Писляков А.В. Технология изготовления нагревательных элементов для газочувствительных датчиков методом лазерной микрообработки. // Датчики и системы. 2015, № 11 (197), с. 52-55.
4. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Иванова А.В., Васильев А.А., Соколов А.В., Ким В.П., Ткачев С.В., Губин С.П., Потапов Г.Н., Кохтина Ю.В., Низан А.В. Экономичная технология формирования металлических слоев на керамических пленках для газочувствительных датчиков. // Датчики и системы. 2016, № 4 (202), с. 36-40.
5. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Иванова А.В., Горшкова А.В., Этрекова М.О. Лазерная микрофрезеровка в мелкосерийном производстве металлооксидных датчиков на основе керамических мембранных структур по МЭМС-технологиям. // Датчики и системы. 2019, №5 (236), с. 54-58.

Статьи, индексируемые в системах баз данных Scopus и Web of Science:

1. Vasiliev A.A., Pisljakov A.V., Sokolov A.V., Samotaev N.N., Soloviev S.A., Oblov K., Guarnieri V., Lorenzelli L., Brunelli J., Maglione A., Lipilin A.S., Mozalev A., Legin A.V. Non-silicon MEMS platforms for gas sensors. // Sensors and Actuators, B: Chemical Volume 224, 1 March 2016, Pages 700-713. Published by Elsevier Ltd. DOI: 10.1016/j.snb.2015.10.066.
2. Oblov K.Yu., Samotaev N.N., Etrekova M.O., Gorskova A.V. Laser Micromilling Technology as a Key for Rapid Ceramic MEMS Devices. // Physics of Atomic Nuclei, 2019, Vol. 82, No. 11. Pages 1508-1512. DOI: 10.1134/S1063778819110152.
3. Samotaev N., Litvinov A., Etrekova M., Oblov K., Filipchuk D., Mikhailov A. Prototype of nitro compound vapor and trace detector based on a capacitive MIS sensor. // Sensors (Switzerland), 2020, Vol. 20 No. 5, № 1514. DOI: 10.3390/s20051514

Статьи и материалы конференций:

1. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А. Исследования газовых сенсоров на основе керамических МЭМС структур. // В книге: НАУЧНАЯ СЕССИЯ НИЯУ МИФИ-2012 аннотации докладов: в 3 томах. 2012. с. 131. Москва, Россия, 1-4 февраля 2012.
2. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А., Кушнерук А.В. Тестирование газовых сенсоров на основе керамических МЭМС структур на механическую надежность конструкции. // В книге: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013 Аннотации докладов: в 3 томах. 2013. с. 139. Москва, Россия, 1-6 февраля 2013.
3. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А., Кушнерук А.В. Микроэлектромеханические системы на основе свободных мембранных конструкций из оксида кремния. // В книге: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013 Аннотации докладов: в 3 томах. 2013. с. 138а. Москва, Россия, 1-6 февраля 2013.
4. Кушнерук А.В., Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А. Исследования газовых сенсоров на основе диоксида олова, выполненных по технологии трафаретной печати. // В книге: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013 Аннотации докладов: в 3 томах. 2013. с. 138. Москва, Россия, 1-6 февраля 2013.
5. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А., Кушнерук А.В., Казаков В.В., Румянцев Е.К. Исследование механических свойств пленки оксида кремния и платиновой металлизации на ней после лазерной микрообработки. // В книге: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2014 Аннотации докладов: в 3-х томах. О.Н. Голотюк (ответственный редактор). 2014. с. 68. Москва, Россия, 30 июня – 4 июля 2014.
6. Облов К.Ю., Казаков В.В., Румянцев Е.К., Самотаев Н.Н., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А., Кушнерук А.В. Моделирование кантилевероподобных структур на основе оксида кремния для использования в качестве микронагревателя. // В книге: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2014 Аннотации докладов: в 3-х томах. О.Н. Голотюк (ответственный редактор). 2014. с. 67а. Москва, Россия, 30 июня – 4 июля 2014.
7. Самотаев Н.Н., Кушнерук А.В., Облов К.Ю., Соловьев С.А. Мелкосерийная технология производства чипов для полупроводниковых газовых сенсоров на основе лазерной микрообработки оксида кремния. // В книге: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2014 Аннотации докладов: в 3-х томах. О.Н. Голотюк (ответственный редактор). 2014. с. 67. Москва, Россия, 30 июня – 4 июля 2014.

8. Samotaev N., Ivanova A., Oblov K., Soloviev S., Vasiliev A. Wi-Fi wireless digital sensor matrix for environmental gas monitoring. // *Procedia Engineering* Volume 87, 2014, Pages 1294-1297. Published by Elsevier Ltd. DOI: 10.1016/j.proeng.2014.11.684.

9. Самотаев Н.Н., Соловьев А.Ю., Иванова А.В., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Сушко Д.В., Васильев А.А. Совместное моделирование тепловых и электрических характеристик микронагревателя. // В книге: НАУЧНАЯ СЕССИЯ НИЯУ МИФИ-2015 Аннотации докладов: в 3-х томах. Ответственный редактор О.Н. Голотюк. 2015. с. 115. Москва, Россия, 16-20 февраля 2015.

10. Самотаев Н.Н., Иванова А.В., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Азарова А.В., Сушко Д.В., Васильев А.А. Получение микронагревателей на основе лазерной микрообработки оксида циркония. // В книге: НАУЧНАЯ СЕССИЯ НИЯУ МИФИ-2015 Аннотации докладов: в 3-х томах. Ответственный редактор О.Н. Голотюк. 2015. с. 114а. Москва, Россия, 16-20 февраля 2015.

11. Самотаев Н.Н., Иванова А.В., Облов К.Ю., Соловьев С.А., Азарова А.В., Сушко Д.В. Технология нанесения металлизации методом лазерного спекания микропорошков. // В книге: НАУЧНАЯ СЕССИЯ НИЯУ МИФИ-2015 Аннотации докладов: в 3-х томах. Ответственный редактор О.Н. Голотюк. 2015. с. 114. Москва, Россия, 16-20 февраля 2015.

12. Облов К.Ю. Разработка и изготовление тестовых маломощных микронагревателей методом лазерной микрообработки керамических материалов. // В книге: XIX Международная телекоммуникационная конференция студентов и молодых ученых "Молодежь и наука" Тезисы докладов. О.Н. Голотюк (ответственный редактор). 2015. С. 158-159. Москва, Россия, 1 октября -10 декабря 2015.

13. Vasiliev A. A., Sokolov A. V., Legin A. V., Samotaev N. N., Oblov K. Yu., Kim V. P., Tkachev S. V., Gubin S. P., Potapov G. N., Kokhtina Yu., Nisan A. V. Additive technologies for ceramic MEMS sensors. // *Procedia Engineering* Volume 120, 2015, Pages 1087-1090. Published by Elsevier Ltd. DOI: 10.1016/j.proeng.2015.08.775.

14. Oblov K., Ivanova A., Soloviev S., Samotaev N., Pisljakov A., Sokolov A., Vasiliev A. Fabrication of metallization by laser sintering of micro powders. // *Physics Procedia* Volume 72, 2015, Pages 470-474. Published by Elsevier B.V. DOI: 10.1016/j.phpro.2015.09.011.

15. Oblov K., Ivanova A., Soloviev S., Samotaev N., Vasiliev A., Sokolov A., Pisljakov A. Fabrication of microheater by selective laser sintering of ruthenium dioxide

micropowder. // *Physics Procedia* Volume 72, 2015, Pages 480-484. Published by Elsevier B.V. DOI: 10.1016/j.phpro.2015.09.014.

16. Oblov K., Ivanova A., Soloviev S., Samotaev N., Lipilin A., Vasiliev A., Sokolov A. Fabrication of microhotplates based on laser micromachining of zirconium oxide. // *Physics Procedia* Volume 72, 2015, Pages 485-489. Published by Elsevier B.V. DOI: 10.1016/j.phpro.2015.09.057.

17. Oblov K., Ivanova A., Soloviev S., Samotaev N., Vasiliev A., Sokolov A., Pislakov A. Fabrication of microhotplate by selective laser sintering of micropowder for thermal conductivity measuring sensors. // *Procedia Engineering* Volume 120, 2015, Pages 736-739. Published by Elsevier Ltd. DOI: 10.1016/j.proeng.2015.08.787.

18. Oblov K., Ivanova A., Soloviev S., Samotaev N., Vasiliev A., Sokolov A. Technology for fast fabrication of glass microhotplates based on the laser processing. // *Physics Procedia* Volume 72, 2015, Pages 465-469. Published by Elsevier B.V. DOI: 10.1016/j.phpro.2015.09.094.

19. Oblov K., Ivanova A., Soloviev S., Samotaev N., Vasiliev A., Sokolov A. Fabrication of MEMS platform for sensors applications by laser micro engraving. // *Physics Procedia* Volume 72, 2015, Pages 475-479. Published by Elsevier B.V. DOI: 10.1016/j.phpro.2015.09.013.

20. Samotaev N. N., Ivanova A. V., Oblov K. Yu., Laguzov P. V., Sokolov A. V. Digital intellectual sensors for gas analysis system. // 2015 International Siberian Conference on Control and Communications, SIBCON 2015 – Proceedings. Publisher: IEEE. DOI: 10.1109/SIBCON.2015.7147209.

21. Samotaev N. N., Ivanova A. V., Oblov K. Yu., Vasiliev A. A. Wireless digital platform for environmental gas monitoring. // 2015 International Siberian Conference on Control and Communications, SIBCON 2015 – Proceedings. Publisher: IEEE. DOI: 10.1109/SIBCON.2015.7147208.

22. Ivanova A.V., Oblov K.Y., Soloviev S.A., Samotaev N.N., Gurkovskiy B.V., Mironov V.D. Fabrication MEMS platform for sensors applications by laser micro engraving. // *IFMBE Proceedings* Volume 55, 2016, Pages 285-288. DOI: 10.1007/978-981-287-736-9_69.

23. Samotaev N., Ivanova A., Oblov K., Laguzov P., Sokolov A. Towards generic intelligent WSN platform for hazardous gases detection. // *Lecture Notes of the Institute for Computer Sciences, Social-Informatics and Telecommunications Engineering, LNICST* Volume 170, 2016, Pages 250-259. DOI: 10.1007/978-3-319-47075-7_29.

24. Oblov K.Yu., Ivanova A. V., Soloviev S. A., Zhdanov S. V., Voronov Yu. A., Florentsev V. V. Carbon dioxide gas sensor based on optical control of color in liquid indicator. // IOP Conference Series-Materials Science and Engineering 151 (2016) 01203. IOP Publishing. DOI: 10.1088/1757-899X/151/1/012031.
25. Vasiliev A. A., Sokolov A. V., Pisliakov A. V., Oblov K.Yu., Samotaev N. N., Kim V. P., Tkachev S. V., Gubin S. P., Potapov G. N., Kokhtina Yu., Nisan A. V. Automotive MEMS sensors based on additive technologies. // IOP Conference Series-Materials Science and Engineering 151 (2016) 012024. IOP Publishing. DOI: 10.1088/1757-899X/151/1/012024.
26. Samotaev N., Oblov K., Ivanova A. Laser micromilling technology as a key for rapid prototyping SMD ceramic MEMS devices. // MATEC Web of Conferences 207, 04003 (2018). Published by EDP Sciences. DOI: 10.1051/mateconf/201820704003.
27. Самотаев Н.Н., Облов К.Ю., Горшкова А.В. Технология лазерной микрофрезеровки как ключ к быстрому прототипированию керамических МЭМС-устройств. // Сборник трудов конференции V Международная конференция Лазерные, плазменные исследования и технологии ЛаПлаз 2019, Москва, Россия, 12-15 февраля 2019.
28. Samotaev N., Oblov K., Gorshkova A., Fritsch M., Mosch S., Vinnichenko M., Trofimenko N., Kusnezoff M., Fuchs F., Wissmeier L. Ceramic microhotplates for low power metal oxide gas sensors. // Materials Today: Proceedings (2019), Vol. 30, pp. 448-451. DOI: 10.1016/j.matpr.2019.12.394
29. Samotaev N.N., Oblov K. Yu., Ivanova A. V. Perspective technology for low-scale production of SMD MOX gas sensors. // IOP Conference Series-Materials Science and Engineering 498 (2019) 012034. IOP Publishing. DOI: 10.1088/1757-899X/498/1/012034.
30. Samotaev N., Oblov K., Ivanova A., Gorshkova A., Podlepetsky B. Rapid prototyping of mox gas sensors in form-factor of smd packages. // 2019 IEEE 31st International Conference on Microelectronics, MIEL 2019 - Proceedings 8889576, c. 157-160 DOI: 10.1109/MIEL.2019.8889576.
31. Samotaev N., Oblov K., Etrekova M., Ivanova A., Veselov D., Gorshkova A. Thin Platinum Films Topology Formation on Ceramic Membranes. // Materials Science Forum, 2020, Vol. 977, pp 272-276. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.977.272
32. Samotaev N., Oblov K., Veselov D., Podlepetsky B., Etrekova M., Volkov N., Zibilyuk N. Technology of SMD MOX Gas Sensors Rapid Prototyping. // Materials Science Forum, 2020, Vol. 977, pp 231-237. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.977.231
33. Samotaev N., Oblov K., Etrekova M., Veselov D., Gorshkova A., Parameter studies of ceramic MEMS microhotplates fabricated by laser micromilling technology. //

Патенты РФ:

1. Самотаев Николай Николаевич (RU), Облов Константин Юрьевич (RU), Иванова Анастасия Владимировна (RU), Соловьев Сергей Александрович (RU). Программа газового мониторинга. Номер регистрации (свидетельства): RU 2016661253 (20.11.2016) ПрЭВМ.

2. Облов Константин Юрьевич (RU), Самотаев Николай Николаевич (RU), Этрекова Майя Оразгельдыевна (RU), Онищенко Евгений Михайлович (RU). Патент на полезную модель №192819 Газовый сенсор от 02.10.2019 (RU 192819 U1). Заявка №: 2019118497.

3. Облов Константин Юрьевич (RU), Самотаев Николай Николаевич (RU), Этрекова Майя Оразгельдыевна (RU), Онищенко Евгений Михайлович (RU). Патент на полезную модель № 192938 Газовый сенсор от 08.10.2019 (RU 192938 U1). Заявка №: 2019120319.

4. Облов Константин Юрьевич (RU), Самотаев Николай Николаевич (RU), Этрекова Майя Оразгельдыевна (RU), Онищенко Евгений Михайлович (RU), Филипчук Дмитрий Валерьевич (RU). Патент на полезную модель №196983 (RU 196 983 U1) Газовый сенсор от 23.03.2020. Заявка №: 2019135813.

5. Облов Константин Юрьевич (RU), Самотаев Николай Николаевич (RU), Этрекова Майя Оразгельдыевна (RU), Онищенко Евгений Михайлович (RU), Филипчук Дмитрий Валерьевич (RU). Патент на полезную модель №199011 (RU 199 011 U1) Газовый сенсор от 07.08.2020. Заявка №: 2019137523.

6. Облов Константин Юрьевич (RU), Самотаев Николай Николаевич (RU), Онищенко Евгений Михайлович (RU), Филипчук Дмитрий Валерьевич (RU). Патент на полезную модель № 196427 (RU 196 427 U1) Керамический корпус для газочувствительного полупроводникового сенсора от 28.02.2020. Заявка №: 2019142734.

Подписано в печать: _____ г.

Заказ № _____

Тираж – 100 экз.

Типография « _____ »