

РОЗРОБКА ПРОГРАМНО-АПАРАТНОГО КОМПЛЕКСУ ДЛЯ КОНТРОЛЬОВАНОГО АНОДНОГО ОКИСЛЕННЯ

Т.С. Лебєдєва¹, П.Г. Сутковий, Ю.О. Фролов, П.Б. Шпильовий^{2*}

ORCID: [0000-0002-3860-0744](https://orcid.org/0000-0002-3860-0744)¹; [0000-0003-1006-8263](https://orcid.org/0000-0003-1006-8263)²

Інститут кібернетики імені В.М. Глушкова НАН України, Київ

* Листування: shpylovy@gmail.com

Open Access under [CC BY-NC 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/) License

Development of a Software and Hardware Complex for Controlled Anodic Oxidation

Tetyana Lebyedyeva, Pavlo Sutkovyi, Yurii Frolov, Pavlo Shpylovyi*

V.M. Glushkov Institute of Cybernetics of the NAS of Ukraine, Kyiv

* Correspondence: shpylovy@gmail.com

Introduction. Anodic oxide films of metals, both dense and nanostructured (nanoporous, nanotubular) are widely used in modern microelectronics. By liquid anodizing of multilayer thin-films structures it is possible to obtain not only sequential layered structures from oxides, but also periodic three-dimensional nanostructures, which is extremely difficult to make by other methods. The field of applications of anodic oxide films is expanding with the growth of the ability to control their parameters: thickness, structure, morphology. It is possible to vary the sizes of structural elements of anodic oxides by changing of anodizing parameters preseted by equipment: voltage, current density, electrolyte composition, anodic oxidation time. Along with this, there is the task of precise control over the process, which is carried out by registering of the dependences $V(t)$, $I(t)$, $dV/dt(t)$, $dV/dt(V)$ on the electrochemical cell *in-situ*. Information on $dV/dt(V)$ can be used to study the characteristics of layers being anodized (thickness of thin metal films and transition layers, oxygen content in the films, surface roughness), especially in the case of multilayer thin film structures. In such a way, the manufacturing method can simultaneously be a research method. The creation of software and hardware complex that provides the necessary anodization modes and careful control of the output data in real time is relevant for our developments on nanostructured sensor substrates, and can also be useful for other applications.

The purpose of the work. The work is devoted to the creation of an improved software and hardware complex for controlling the parameters of liquid anodising with extended ranges of operating currents and voltages, as well sampling rate. The complex is designed for the formation of anodic oxide films, both dense and nanostructured, and for studying the processes of formation of anodic oxides and thin-film structures during their anodization *in-situ*.

Results. An advanced software and hardware complex for controlled anodizing has been created. Its development used a modular design principle with maximum separation of digital and analog circuits, optimized power supply circuits, adjustable signal sampling rate from the electrolytic cell, and a computer communication protocol. The improved device is designed to set and record current and voltage during the anodization in electrolytic cell where dense or nanostructured anodic oxide is formed in direct current mode or in constant voltage mode. When anodizing occurs in direct current mode, the range of currents set by the operator is 1 μ A to 20 mA. When anodizing occurs in constant voltage mode, oxide formation is first carried out in constant current source mode, and when the preseted voltage value is reached, the transition from constant current mode to voltage source mode is automatically performed, while the current through the forming oxide film is recorded *in-situ*. The range of voltages that can be set by the operator: 0 – 200 V. The software provides the ability to visualize $I(t)$, $V(t)$, $dV/dt(t)$, and $dV/dt(V)$ on the computer in real time, the ability to average the output data, and further work with the data in various processing programs. Voltage and current recording is performed with a time resolution adjustable by the operator: 2,5 ms; 5 ms; 10 ms; 25 ms; 0,1 s; 0,5s.

Conclusions. Owing to improvements in circuit design, the device's interference stability has been increased, stable operation of the measuring complex over a wide range of currents and voltages has been achieved, and the data reading interval has been reduced. The created software and hardware measuring complex makes it possible to perform controlled anodization on samples with different areas (from units to hundreds of mm^2) on massive metals, thin films and multilayer thin-film structures. It can be used for research, development, and manufacturing of samples in areas related to the creation and study of dense and nanostructured anode oxides and nanomaterials based on them. The areas of application of the measuring complex include the development and manufacture of elements for optical and electrochemical sensors, electrochromic devices, solar cells, photocatalysis, new promising energy storage elements, and biomedicine (biosensors, implant coatings, drug delivery systems).

Keywords: software and hardware complex, controlled anodic oxidation, dense anodic oxides, nanostructured anodic oxides, thin-film structures.

Анотація

Вступ. Анодні оксидні плівки металів – як щільні, так і наноструктуровані (нанопористі, нанотрубчасті) – широко застосовуються в сучасній мікроелектроніці. Рідинним анодуванням багатошарових тонкоплівкових структур можна отримувати не лише послідовні шаруваті оксидні структури, а й періодичні тривимірні тонкоплівкові наноструктури, що вкрай складно зробити іншими методами. Сфера застосування анодних оксидних плівок розширюється із зростанням можливостей контролю їхніх параметрів – товщини, структури та морфології. Варіювання розмірів структурних елементів анодних оксидів здійснюється складом електроліту, а також шляхом зміни параметрів анодування – напруги, щільності струму, та часу анодного окислення, які задаються обладнанням. Поряд із цим існує задача точного контролю за протіканням процесу анодування, що здійснюється шляхом реєстрації в реальному часі залежностей $V(t)$, $I(t)$, $dV/dt(t)$, $dV/dt(V)$ на електрохімічній комірці. Інформація щодо $dV/dt(V)$ може бути використана для дослідження характеристик шарів, що аноднуються (товщини тонких плівок металів та перехідних шарів, вмісту кисню у плівках, шорсткості поверхні), особливо у випадку багатошарових тонкоплівкових структур. Таким чином, метод виготовлення одночасно може бути і методом дослідження. Створення програмно-апаратного комплексу, який забезпечує необхідні режими анодування та ретельний контроль вихідних даних у реальному часі, є актуальним для розробок наноструктурованих сенсорних підкладок, а також може бути корисним для широкого кола застосувань.

Мета роботи – створення удосконаленого програмно-апаратного комплексу для контролю параметрів рідинного анодування з розширеними діапазонами робочих струмів, напруги та часової дискретності опитування. Комплекс призначений для проведення формування анодних оксидних плівок – як щільних, так і наноструктурованих, а також для дослідження процесів формування анодних оксидів і тонкоплівкових структур у процесі їх анодування.

Результати. Створено удосконалений програмно-апаратний комплекс для контрольованого анодування, при розробці якого було використано модульний принцип побудови з максимальним розділенням цифрових і аналогових кіл. Оптимізовано схеми живлення, опитування електролітичної комірки та протокол обміну даними з комп'ютером. Розроблений прилад призначений для задання та реєстрації струму і напруги при функціонуванні електролітичної комірки, у якій відбувається формування анодного оксиду в режимі постійного струму та/або в режимі постійної напруги. При анодуванні в режимі постійного струму оператор може задавати струм у діапазоні $1 \div 20$ мА, при цьому реєструються значення $V(t)$, $dV/dt(t)$ та $dV/dt(V)$. При анодуванні у режимі постійної напруги спочатку здійснюється формування оксиду в режимі джерела струму, а при досягненні заданого значення напруги автоматично здійснюється перехід від режиму джерела струму в режим джерела напруги, при цьому в реальному часі реєструється струм через плівку оксиду, що формується. Діапазон напруг, які можуть задаватися оператором: $0 \div 200$ В. Програмне забезпечення надає можливість візуалізації $I(t)$, $V(t)$, $dV/dt(t)$ та $dV/dt(V)$ на екрані комп'ютера у реальному часі, можливість усереднення вихідних даних і подальшу роботу з даними в різних програмах обробки. Реєстрація напруги здійснюється з регульованою оператором часовою дискретністю: 2,5 мс; 5 мс; 10 мс; 25 мс; 0,1 с; 0,5 с; 2,5 с; 10 с.

Висновки. У результаті вдосконалення схемотехнічних рішень підвищено заводо захищеність приладу, досягнуто стабільності роботи комплексу в широкому діапазоні струмів і напруг, а також зменшено інтервал зчитування даних. Створений програмно-апаратний комплекс надає можливість проведення контрольованого анодування зразків із різними площами (від одиниць до сотень mm^2) як на масивних

металах, так і на тонких плівках та багатошарових тонкоплівкових структурах. Комплекс може бути використаний для досліджень, розробок і виготовлення зразків в галузях, пов'язаних з створенням та дослідженням щільних та наноструктурованих анодних оксидів та наноматеріалів на їх основі. Основними сферами застосування комплексу є розробка та виготовлення елементів для оптичних і електрохімічних сенсорів, електрохромних пристроїв, сонячних елементів, фотокаталізу, для нових перспективних елементів збереження енергії та для біомедицини (біосенсори, покриття імплантатів, системи доставки лікарських засобів).

Ключові слова: програмно-апаратний комплекс, контрольоване анодне окислення, щільні анодні оксиди, наноструктуровані анодні оксиди, тонкоплівкові структури.

Вступ. Вдосконалення мікроелектронних технологій дало змогу перейти до вивчення та стабільного відтворення об'єктів, масштабу десятків – сотень нанометрів, що відкриває нові можливості як для використання нових фізичних явищ, так і подальшої мініатюризації пристроїв. Одним із таких об'єктів, що є предметом наших досліджень, – це тонкі плівки самовпорядкованих наноструктурованих анодних оксидів металів товщиною десятки – сотні нанометрів, які можуть слугувати хвилеводним шаром в оптичних сенсорах та біосенсорах на основі затухаючих світлових хвиль. Найпоширенішим методом отримання самоупорядкованих наноструктурованих оксидів металів – це рідинне анодування [1]. Цей спосіб має важливу перевагу – використовуючи певні електроліти можна керувати структурою оксидних плівок. Анодування в електролітах, що містять речовини, які в процесі анодування частково розчинюють утворюваний оксид, дозволяє отримати широку гамму оксидних структур нанорозмірного масштабу, зокрема заглиблення, пори, нанодроти, нанострижні, наноконуси і т. ін. Шляхом зміни параметрів анодування – напруги, щільності струму, складу, температури електроліту, швидкості його перемішування, можна варіювати розміри структурних елементів оксиду від одиниць до сотень нанометрів. До того ж, шляхом рідинного анодування багатошарових тонкоплівкових структур, можна отримувати не тільки послідовні шаруваті структури з оксидів, а також добиватися «проростання» одного оксиду крізь інший (часто по матриці поруватого верхнього оксиду), отримуючи таким чином періодичну нанорозмірну структуру двох різних оксидів, що вкрай складно зробити іншими методами [2].

При формуванні оксидних плівок методом рідинного анодування слід розрізняти два основних об'єкти дослідження, а саме: масивні зразки металів (пластини та фольги) і осаджені на підкладки плівки металів.

Маніпулювання таким об'єктом, як оксид на металевій фользі, з точки зору мікроелектроніки, вкрай незручне. Масові процеси мікроелектроніки зазвичай застосовуються до плівок, осаджених на підкладки.

При формуванні наноструктурованих оксидних плівок методом анодування з металевих плівок, осаджених на підкладки, виникають певні складнощі. По-перше, якщо анодування масивних зразків для отримання самовпорядкованих оксидів може тривати кілька годин, оксиди утворені з тонких плівок металу на підкладках, мають обмежену товщину і наскрізне анодування таких плівок займає хвилини, або навіть секунди. За цей обмежений час часто не встигає сформуватися повноцінна тривимірна наноструктура. Для отримання структур, подібних до тих, що отримуються на фользі, доводиться ретельного підбирати склад електроліту та параметри режимів анодування.

Режими процесу анодування встановлюються шляхом керування джерелом живлення, і, в залежності від мети, використовуються потенціостатичний (V_{const}), гальваностатичний (I_{const}) режими, режим розгортки напруги в часі із заданою швидкістю або змішаний режим, який включає у себе перехід між вищезначеними режимами в процесі анодування. Контроль за процесом здійснюється шляхом реєстрації у реальному часі залежностей $V(t)$, $I(t)$.

Крім цього, існує задача вирощування багатошарових оксидних плівок, при якій виникають питання визначення їх товщини та ширини межі між двома матеріалами. Це можна зробити, використовуючи метод профілів анодування («анодну спектроскопію»). Оскільки кожен метал має свою постійну анодування, яку можна інтерпретувати як швидкість анодування (при формуванні щільних

оксидів – $\Delta d = k \cdot \Delta V$, де Δd – приріст товщини анодованого шару, ΔV – падіння напруги на ньому). По величині ΔV на шарі оксиду, утвореного з шару металу анодним окислюванням, можна оцінити товщину плівок металу. Якщо ж спостерігати похідну $dV/dt(t)$ в режимі реального часу при гальваностатичному анодному окисленні, можна дуже точно відслідковувати величину та зміну швидкості анодування при переході від одного до іншого металу, тобто спостерігати за просуванням фронту анодування крізь товщу багат шарової тонкоплівкової структури та отримувати інформацію про зміни хімічного складу, структури або щільності матеріалів, крізь який просувається фронт анодування, а також про ширину границь розділів плівок. Дослідження залежності $dV/dt(V)$ дає можливість ірозрахувати товщини плівок та меж розділу. Вперше такий підхід був використаний при оцінці якості бар'єрного шару джозефсонівських структур Nb/AlO_x-Al/Nb, товщина якого складає 3 – 5 нм [3, 4] і застосований та розвинений нами при контролі процесу анодування різних тонкоплівкових структур [5, 6]. В процесі проведення досліджень була розроблена методика кількісної оцінки товщини перехідного шару тонкоплівкових структур вентильних металів [7]. Теоретична чутливість «анодної спектроскопії» надзвичайно велика – один-два атомних шари, але для її практичної реалізації потрібне ретельно розроблене обладнання для управління і контролю процесу анодування.

Зазвичай обладнання для проведення рідинного анодування включає в себе стандартний потенціостат/гальваностат або лише стабілізоване джерело живлення та мультиметр, сполучений з комп'ютером [8 – 12]. Це пояснюється тим, що фіксовані режими V_{const} або I_{const} , при підтриманні заданих температури та складу електроліту, самі по собі гарантують стабільність параметрів отриманого оксиду і реєстрації залежностей $V(t)$, $I(t)$ достатніх для проведення анодування та спостереження основних його етапів.

Отримання додаткової інформації про хід процесу анодування є необхідним, коли дослідження стосуються об'єктів мікроелектроніки – багат шарових і тонкоплівкових структур вентильних металів та/або їх оксидів і виникають питання визначення товщини шарів структури, товщини перехідних шарів, оцінки вмісту кисню у плівках або перехідних шарах, шорсткості поверхні. Ці дослідження можливі насамперед із використанням традиційних фізичних методів, зокрема Оже-спектроскопії, вторинної іонної мас-спектроскопії, електронної та атомно-силової мікроскопії. Проте апаратура для таких методів є дуже дорогою і не завжди доступною для кожної лабораторії. При відпрацюванні технології кількість зразків, що потребують дослідження, вимірюється десятками, а їхнє дослідження за комерційними стандартами є занадто вартісним. У ситуації, коли метод виготовлення одночасно може бути і методом дослідження, раціональним є створення комп'ютеризованого комплексу, який забезпечував би необхідні режими анодування, та їх контроль – як управління та реєстрацію $V(t)$ та $I(t)$, так і ретельний контроль dV/dt для контролю кінетики анодного окислення багат шарових тонкоплівкових структур та їх експрес-дослідження в реальному часі, безпосередньо під час формування.

Практичним призначенням створюваного програмно-апаратного комплексу є проведення анодного окислення та експрес-дослідження тонких плівок і тонкоплівкових структур на основі плівок алюмінію, ніобію та титану, осаджених на підкладки при формуванні як щільних, так і наноструктурованих пористих анодних оксидів для створення сенсорних структур. Комплекс може бути також застосований для роботи з іншими матеріалами та з масивними зразками.

Попередньо нами вже були проведені спроби розробки такого програмно-апаратного комплексу та дослідження за його допомогою тонкоплівкових структур [6, 13, 14]. Водночас було виявлено ряд недоліків цього приладу: наявність аналогових шумів, недостатня частота опитування для дослідження швидкісних процесів зміни похідних під час анодування. Тому даний комп'ютеризований програмно-апаратний комплекс для анодування слід розглядати як макетний зразок відповідного пристрою, з досвіду експлуатації якого було поставлено завдання розробити вдосконалений прилад для контрольованого анодного окислення тонких плівок.

Підходи до створення удосконаленого приладу

Прототип розроблюваного приладу використовував єдину плату з електронними схемами, які реалізували всі функції електрохімічного стенду анодного окислення. Недоліком такої конструкції є об'єднання цифрових і аналогових кіл на одній друкованій платі. Тому при розробці удосконаленого приладу для контрольованого анодного окислення тонких плівок було використано модульний принцип побудови з максимальним розділенням цифрових та аналогових кіл.

Технічне завдання на удосконалений прилад для анодування практично не змінилось; були лише уточнені окремі параметри, зокрема інтервали вимірювання, діапазони струмів, а також розрядність ЦАП і АЦП. Новий удосконалений прилад для анодного окислення, як і раніше, призначений для реєстрації струму та напруги в реальному часі під час функціонування електролітичної комірки у двох режимах.

А. Режим постійного струму.

В даному режимі підтримується стала щільність струму через електрохімічну комірку, в якій відбувається перетворення металевої плівки на плівку оксиду. Задаються такі діапазони струмів: $1 \div 500$ мкА; $0,5 \div 20$ mA; розрядність ЦАП джерела струму – 16 біт. Діапазон напруг, що вимірюються на комірці, складає $0 \div 200$ В; розрядність АЦП вимірювання напруги – 16 біт. Проводиться реєстрація наростання падіння напруги на зростаючому оксидному шарі з регульованою оператором часовою дискретністю: 2,5 мс; 5 мс; 10 мс; 25 мс; 0,1 с; 0,5 с; 2,5 с; 10 с.

Б. Режим постійної напруги.

У цьому режимі формування оксиду спочатку здійснюється в режимі джерела струму (через неможливість підтримання сталої напруги при малому опорі плівки). Після досягнення заданої перед початком анодування значення напруги, проводиться перехід від режиму джерела струму до режиму джерела напруги. При цьому реєструється спад струму на плівці оксиду, що формується.

Під час удосконалення приладу було використано корпус ComracPRO 3U 42HP з касетними модулями 3U 14HP. В корпусі розміщено три модулі однакового розміру. Перший модуль містить схему живлення від мережі 230 В, 50 Гц з фільтром придушення високочастотних завад. Другий модуль містить первинні джерела живлення постійного струму з напругами +10 В, -14 В, +225 В, а також схему стабілізатора напруги +210 В. Третій модуль – модуль керування, містить усі основні електронні вузли приладу для контрольованого анодного окислення тонких плівок (рис. 1), які зосереджені на двох друкованих платах (рис. 1,б). На першій платі (на рис. 1,б показана вертикально) розміщені схеми цифрової частини приладу: мікроконтролер з супутніми схемами; контролер USB-порту; схеми контролю напруг живлення; гальванічні розв'язки між цифровими сигналами керування та аналоговими пристроями; вентилятор охолодження підсилювача напруги зі схемами керування обертами; стабілізатори напруги +5 В для цифрових кіл, +5 В для аналогових кіл та ± 15 В.

На другій платі (на рис. 1,б показана горизонтально) зосереджені схеми аналогової частини приладу, а саме: АЦП з схемами узгодження рівнів вхідних сигналів (на рис. 1,б розміщений на зворотній стороні друкованої плати); ЦАП з джерелом референтної напруги (на рис. 1,б також розміщений на зворотній стороні друкованої плати); кероване ЦАПом джерело постійного струму для анодування; диференційний підсилювач напруги анодування з датчиком температури радіаторів; схема перемикачів між режимами постійного струму та постійної напруги; стабілізатор напруги -10 В для живлення диференційного підсилювача.

Розділення цифрової та аналогової частин на різні друковані плати сприяло зменшенню впливу високочастотних завад від цифрових схем на роботу аналогових пристроїв. Крім того, розміщення мікросхем АЦП і ЦАП на зворотній стороні друкованої плати, яка закривається металевою стінкою модуля, створює додаткові умови екранування схем, чутливих до зовнішніх завад.

Друковані плати цифрової та аналогової частин разом з друкованою платою модуля первинних джерел живлення з'єднуються між собою за допомогою роз'ємів через об'єднувальну друковану плату, розміщену в задній частині корпусу приладу для контрольованого анодного окислення. Також на цій друкованій платі розміщено первинні джерела живлення $\pm 16,5$ В та +9 В для аналогових кіл.

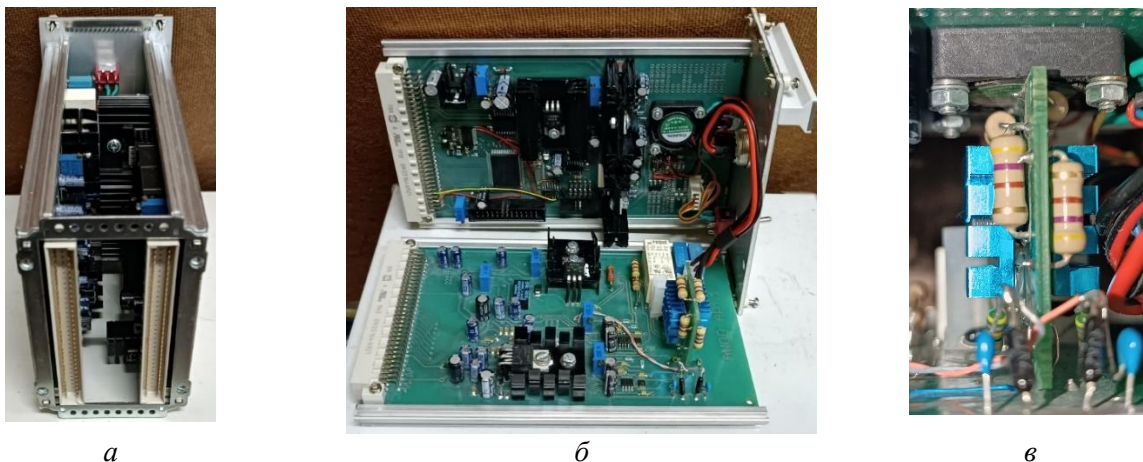


РИС. 1. Модуль управління: а – загальний вигляд; б – друковані плати цифрової та аналогової частин у розкритому вигляді; в – диференційний підсилювач напруги з вентилятором охолодження

Окрім суттєвих конструктивних змін, в удосконаленому приладі для контролюваного анодного окислення тонких плівок було доопрацьовано низку схемотехнічних рішень електронних вузлів, зокрема: змінено схему блока живлення; мікроконтролер ATMEGA128-16AI замінено на M30624FGPFP фірми Renesas разом із відповідними схемами обв'язування; змінено інтерфейс USB-порту; додано роз'єм для можливості перспективного підключення цифрового LCD-дисплея контролю сервісу; змінено схему комутації режимів постійного струму та постійної напруги; до диференційного підсилювача напруги анодування додано датчик температури для контролю його теплового режиму; перерозподілено входні порти АЦП.

Елементи схеми живлення розподілено між окремими модулями та друкованими платами. Електричну схему модуля первинних джерел живлення показано на рис. 2. Окремо на цій електричній схемі виділено субмодуль PS1, принципову електричну схему якого показано на рис. 3.

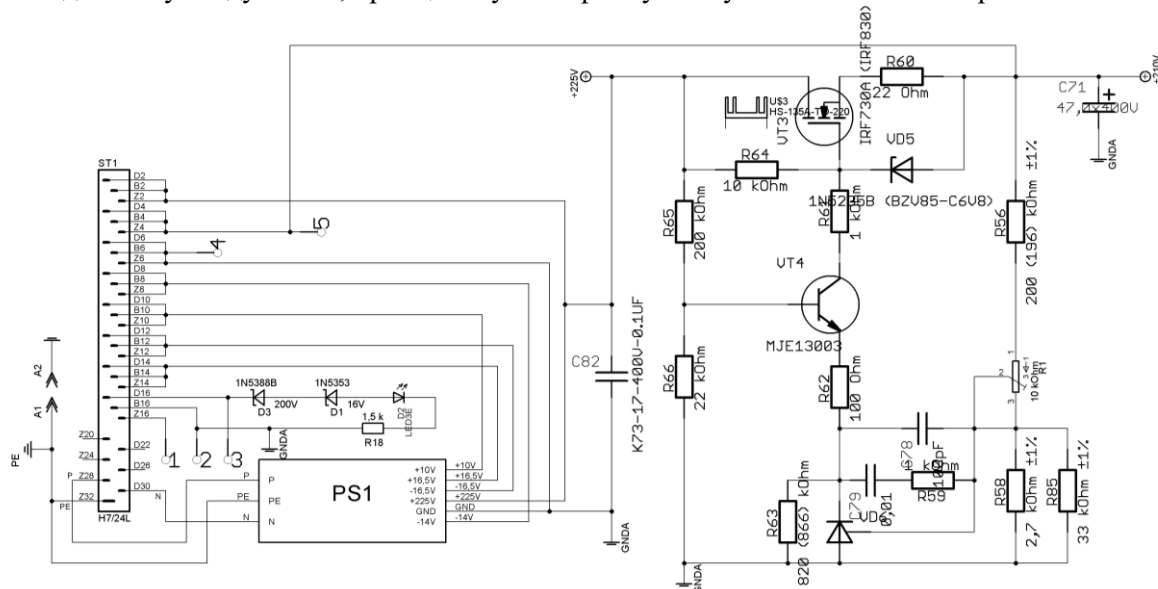


РИС. 2. Електрична схема модуль первинних джерел живлення

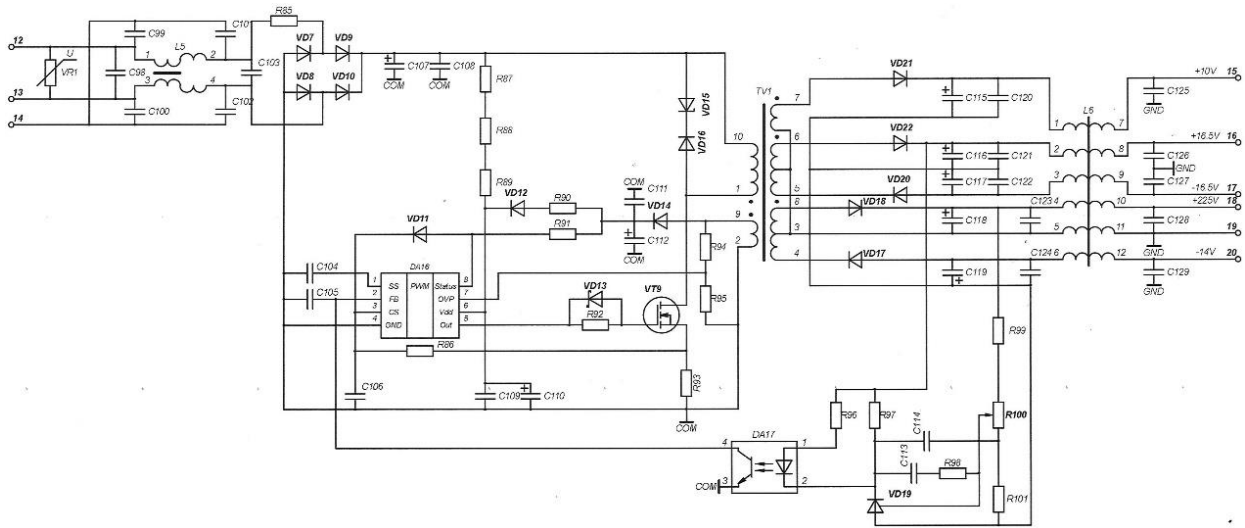


РИС. 3. Електрична схема субмодуля PS1

Субмодуль PS1 зібраний за схемою імпульсного джерела живлення, що забезпечує його високий коефіцієнт корисної дії (ККД) при мінімальних теплових навантаженнях. Використання вихідного імпульсного трансформатора дало змогу реалізувати широкий вибір вихідних напруг, зокрема напругу +225 В, що забезпечує заданий діапазон напруги на комірці анодування $0 \div 200$ В. Додатковий стабілізатор напруги, електронну схему якого показано на рис. 4, формує напругу +210 В, яка використовується під час роботи приладу в режимі постійного струму.

Ще одне первинне джерело живлення розміщене на об'єднуючій друкованій платі поблизу задньої панелі приладу для контрольованого анодного окислення тонких плівок. Це джерело побудоване за трансформаторною схемою, оскільки його вихідна напруга $\pm 16,5$ В використовується в аналогових схемах і має забезпечувати мінімум високочастотних завад.

На друкованих платах цифрової та аналогової частин приладу розміщені відповідні параметричні стабілізатори напруги, які живляться від зазначених вище первинних джерел живлення.

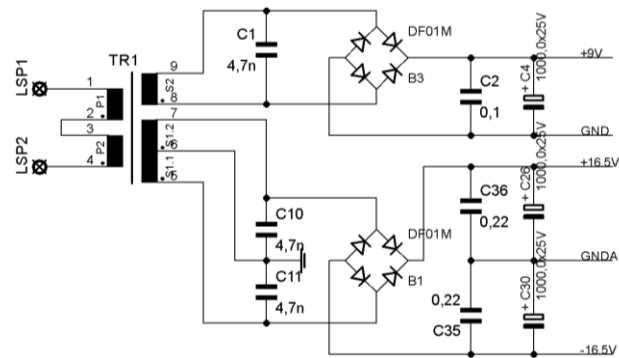


РИС. 4. Електрична схема трансформаторного первинного джерела живлення

Електричну схему цифрової частини приладу для контрольованого анодного окислення, на жаль, неможливо опублікувати через її надмірний розмір. Загальним функціонуванням цифрової частини керує мікроконтролер M30624FGPFP з відповідним програмним забезпеченням, який забезпечує обмін командами та даними між приладом для контрольованого анодного окислення тонких

плівок і інтерфейсною програмою на ПК. Зв'язок із ПК забезпечується за допомогою мікросхеми USB-інтерфейсу FT245RL. У макетному зразку приладу було використано мікросхему FT232RL з послідовним інтерфейсом до мікроконтролера, тоді як FT245RL має паралельний інтерфейс зв'язку з мікроконтролером. Внесені зміни дозволили значно зменшити час обміну даними з мікроконтролером.

Під час розробки даного приладу було закладено можливості його подальшого вдосконалення. Зокрема, на друкованій платі цифрової частини передбачено роз'єм, через який дозволяє за потребою підключати до мікроконтролера додатковий LCD-дисплей, наприклад для контролю параметрів роботи приладу, або інше обладнання.

Електричну схему аналогової частини приладу для контрольованого анодного окислення тонких плівок також неможливо опублікувати через її надмірний розмір. Загалом, під час її проектування, основні зусилля були спрямовані на забезпечення стабільності заданих параметрів анодування, а також на точне вимірювання значень струму та напруги на електролітичній комірці в процесі анодного окислення.

Особливу увагу було приділено вимірюванню падіння напруги безпосередньо на електрохімічній комірці. Це падіння вимірюється за допомогою диференційного підсилювача з високим входним опором при підключенні чотиризондовим методом через роз'єм J3 (рис. 5,а).

Налагодження диференційного підсилювача виявило низку суттєвих проблем. Використання класичної схеми повторювачів напруги на польових транзисторах забезпечує підвищену термостабільність, але за умови використання транзисторів VT5–VT6 і VT7–VT8, виготовлених одночасно на одному напівпровідниковому кристалі. На жаль, не вдалося підібрати такі пари транзисторів, які одночасно витримували б досить високі напруги. Крім того, режим роботи транзисторів, реалізований у макетному зразку приладу, (визначений номіналами резисторів, розрахованими під час проектування схеми), призводив до їх надмірного нагрівання, що викликало значний дрейф вихідної напруги.

Для вирішення зазначених проблем було змінено конструкцію диференційного підсилювача (рис. 5,б) та оптимізовано режими роботи транзисторів. Номінали резисторів, показані на рис. 5,а значно зменшили нагрівання транзисторів.

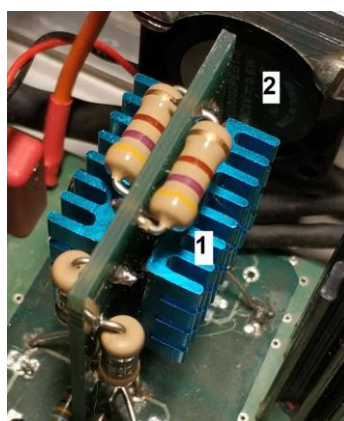
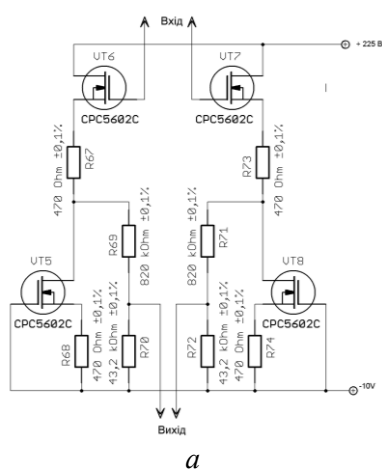


РИС. 5. Диференційний підсилювач напруги анодування: а – електрична схема; б – модуль диференційного підсилювача (1 – радіатор з парою транзисторів, 2 – додатковий вентилятор охолодження)

Для підбору пар транзисторів з близькими параметрами було зібрано схему їх тестування шляхом вимірювання початкового струму. Було зафіксовано сильну залежність параметрів транзисторів

від температури. Тому під час їх тестування використовувалися прижимні контакти, щоб уникнути нагріву транзисторів у процесі припаювання. Результати тестування наведені в таблиці.

ТАБЛИЦЯ. Результати тестування транзисторів

Порядковий номер транзистора	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Початковий струм [мА]	4,46	4,72	4,66	4,62	4,68	4,64	4,16	4,14	4,14	4,06	4,00	3,92

За результатами тестування було відібрано дві пари транзисторів із початковим струмом 4,66 – 4,68 мА та 4,62 – 4,64 мА. Це дозволило досягти мінімального значення напруги зміщення диференційного підсилювача.

Узгодження теплових режимів пар транзисторів VT5–VT6 і VT7–VT8 було досягнуто шляхом їх розміщення на двох окремих радіаторах по одному для кожної пари. Сформований у такий спосіб окремий модуль диференційного підсилювача додатково охолоджується власним вентилятором. Між радіаторами встановлено датчик температури DS18S20, покази якого періодично зчитуються мікроконтролером, що дає змогу відповідним чином контролювати оптимальну швидкість обертання вентилятора. На рис. 6 показано високу стабільність вихідної напруги протягом більш ніж двох годин тестування. Похибка вимірювання напруги не перевищує $\pm 0,2$ В.

В макетному зразку пакети байтів передавалися до мікросхеми USB-інтерфейсу FT232RL через послідовний канал UART0. Внаслідок цього час, необхідний для передавання 50 байтів даних, був досить значним і становив близько 14 мс. В удосконаленому приладі пакети байтів передаються від мікроконтролера до мікросхеми USB-інтерфейсу FT245RL паралельною шиною і час передачі пакету даних скорочується до 0,23 мс. Це дозволило зменшити інтервали вимірювання в 10 раз до 2,5 мс.

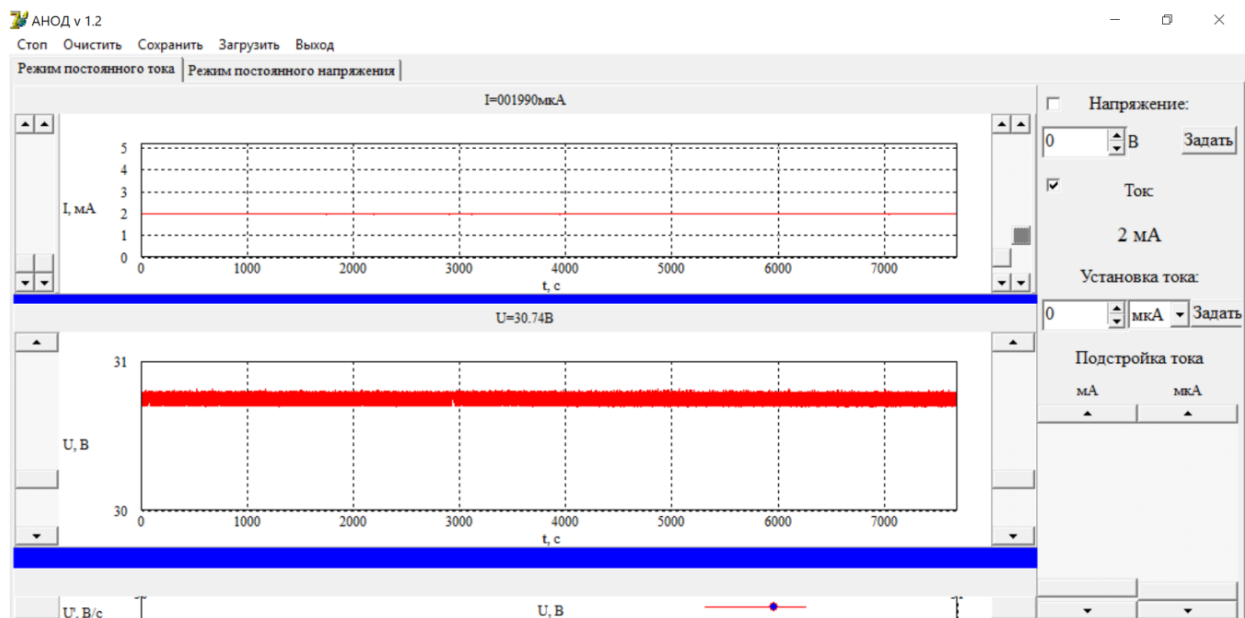


РИС. 6. Тестування стабільності диференційного підсилювача

Додатковою функцією удосконаленого програмного забезпечення є підтримання сталої температури радіаторів диференційного підсилювача, що використовується для вимірювання напруги на вимірювальній комірці. Кожні три секунди програмне забезпечення вимірює температуру радіаторів і, у разі перевищення, вмикає вентилятор охолодження. При цьому швидкість обертання вентилятора зростає зі збільшенням перегріву радіаторів.

Було проведено тестування модифікованого електрохімічного стенду анодного окислення, результати якого показані на рис. 7.

Показане вікно користувача програми «Anod» під час наскрізного анодування тонкоплівкової структури Al на Ti на підкладці з ситалу. Товщини плівок Al та Ti, розраховані за швидкістю осадження, становлять приблизно 22 нм та 20 нм відповідно; площа анодування – 2,25 мм². Анодування проводилося в електроліті на основі пентаборату амонію, етиленгліколю та води, що забезпечує формування щільних анодних оксидів Ti та Al. Процес здійснювався в режимі постійного струму ($I = 100$ мкА) з інтервалом опитування 0,1 с. Вікно програми дозволяє у режимі реального часу відстежувати залежності: $I(t)$, $V(t)$, $dV/dt(t)$ та $dV/dt(V)$. У вікні $V(t)$ спостерігаються лише два лінійні участки зростання напруги, розділені нелінійною перехідною ділянкою. Вікно $dV/dt(t)$ дає змогу чітко виокремити два етапи анодування плівок металів зі сталими швидкостями анодування, а також пік, що відповідає перехідному шару з оксидом титану між ними. Вікно $dV/dt(V)$ містить інформацію про інтервали напруг на кожному з відрізків, що дозволяє, використовуючи співвідношення $\Delta d = k \cdot \Delta V$, визначити товщину плівок, підданих анодуванню, а також ширину межі розділу між ними. Розраховані за профілями анодування товщини плівок алюмінію та титану становлять 20,6 нм та 19,4 нм відповідно. Ширина межі розділу, включно з шаром оксиду, утвореним внаслідок гетерування залишкових газів вакуумної камери в інтервалі часу між осадженням плівок, складає близько 13 нм.

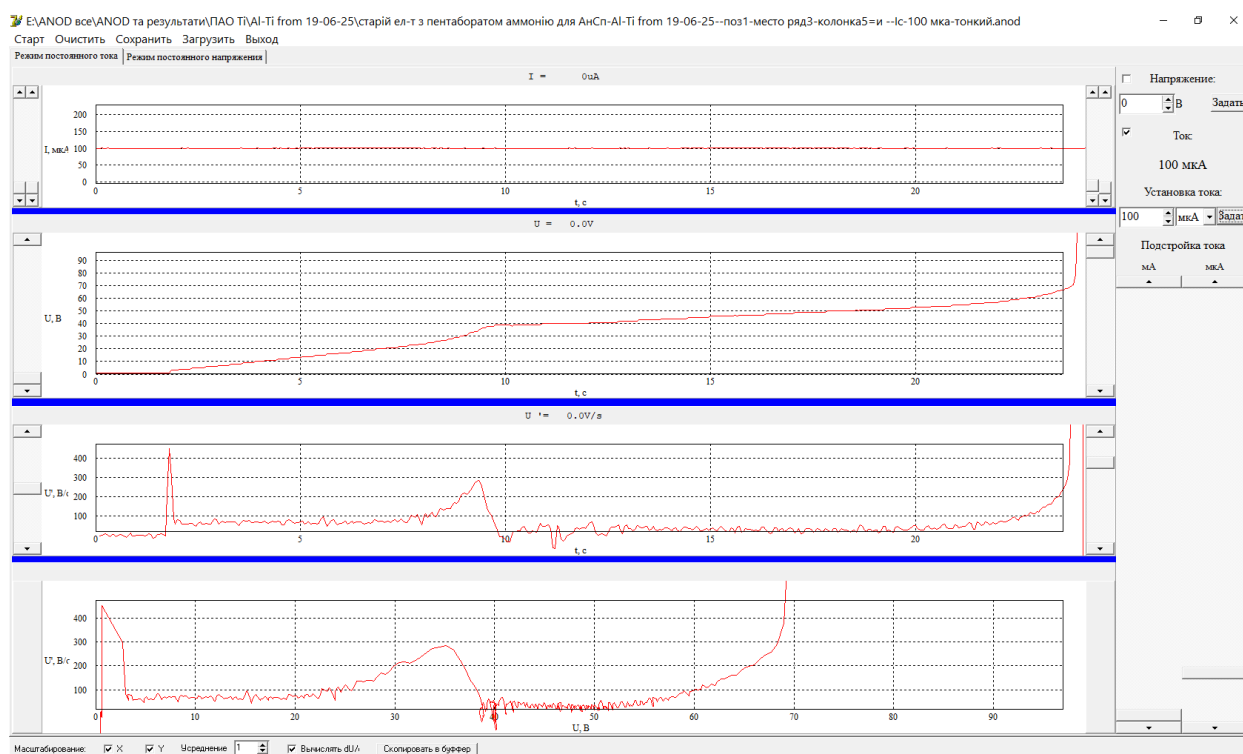


РИС. 7. Тестування удосконаленого приладу для контрольованого анодного окислення тонких плівок

Висновки. Створений програмно-апаратний комплекс для контролю параметрів рідинного анодування забезпечує можливість анодного окислення зразків у широкому діапазоні струмів і напруг, що відкриває можливість проведення та дослідження анодного окислення на зразках з різними площами – від одиниць до сотень мм².

Завдяки вдосконаленню схемотехнічних рішень підвищено заводо захищеність приладу, досягнуто стабільності роботи комплексу в широкому діапазоні струмів і напруг, зменшено інтервал зчитування даних. Програмне забезпечення надає можливість візуалізації $I(t)$, $V(t)$, $dV/dt(t)$ та $dV/dt(V)$ у реальному часі, можливість усереднення вихідних даних, подальшу роботу з ними в різних програмах обробки.

Розроблений програмно-апаратний комплекс може бути застосований для досліджень, розробок і виготовлення зразків у галузях, пов'язаних із виготовленням та дослідженням щільних та наноструктурованих анодних оксидів та наноматеріалів на їх основі, а також для дослідження багатошарових тонкоплівкових структур методом контрольованого анодного окислення. Сферами застосування комплексу є контрольоване анодування як масивних металів, так і металевих плівок, осаджених на підкладки для сенсорних та інших функціональних застосувань, зокрема в електрохромних пристроях, сонячних елементах сенсорибілізовані барвниками, фотокаталізу (включаючи розщеплення води для отримання водню, деградацію забруднень та зменшення викидів CO₂), у біомедицині (біосенсори, покриття імплантатів, системи доставки лікарських засобів), а також для створення перспективних елементів збереження енергії.

Авторські внески: Лебедева Т.С. – постановка задачі, дослідження, узагальнення результатів, редагування; Сутковий П.Г. – розробка схемотехнічних рішень, написання первинного варіанту; Фролов Ю.О. – створення програмного забезпечення; Шпильовий П.Б. – дослідження, концептуалізація, редагування.

Список літератури

1. Sulka G. Nanostructured Anodic Metal Oxides. Elsevier. 2020. 484 p. <https://doi.org/10.1016/c2017-0-04824-3>
2. Kamnev K., Bendova M., Pytlíček Z., Prasek J., Kejík L., Güell F., Llobet E., Mozalev A. Se-doped Nb₂O₅-Al₂O₃ composite-ceramic nanoarrays via the anodizing of Al/Nb bilayer in selenic acid. *Ceramics International*. 2023. Vol. 49, Iss. 22, Part A. P. 34712–34725. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.08.134>
3. Huggins H.A., Gurvitch M. Preparation and characterization of Nb/AlO_x-Al/Nb Josephson junctions. *J. Appl. Phys.* 1985. Vol. 57. P. 2103–2109. <https://doi.org/10.1063/1.334403>
4. Imamura T., Hasuo S. Characterization of Nb/AlO/sub x/-Al/Nb junction structures by anodization spectroscopy. *IEEE Trans. on Magn.* 1989. Vol. 25, No. 2. P. 1131–1134. <https://doi.org/10.1109/20.92840>
5. Lebedeva T.S., Navala S.Ya., Vojtovich I.D., Shpilevoy P.B. Express-control of superconducting microcircuits technology by anodization spectroscopy method. *J. De Phys.* 1996. Vol. 6. P. C3-403–C3-408. <https://doi.org/10.1051/jp4:1996361>
6. Lebyedyeva T., Kryvyi S., Lytvyn P., Skoryk M., Shpylovyi P. Formation of Nanoporous Anodic Alumina by Anodization of Aluminum Films on Glass Substrates. *Nanoscale Res. Lett.* 2016. 11:203. <https://doi.org/10.1186/s11671-016-1412-y>
7. Лебедева Т.С., Озеров М.В., Шпилевой П.Б. Моделирование и исследование переходного слоя тонкопленочных структур. *Комп'ютерні засоби, мережі та системи*. 2012. С. 157–164.
8. Truong N., Doohun K., Dae-Yeong J., Min-Woo K., Jong U. Formation behavior of nanoporous anodic aluminum oxide films in hot glycerol/phosphate electrolyte. *Electrochimica Acta*. 2012. Vol. 83. P. 288–293. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2012.08.019>
9. Roslyakov I.V., Koshkodaev D.S., Eliseev A.A., Hermida-Merino D., Ivanov V.K., Petukhov A.V., Napolskii K.S. Growth of Porous Anodic Alumina on Low-Index Surfaces of Al Single Crystals. *J. Phys. Chem. C* 2017. Vol. 121. P. 27511–27520. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b09998>
10. Pligovka A., Poznyak A., Norek M. Optical Properties of Porous Alumina Assisted Niobia Nanostructured Films—Designing 2-D Photonic Crystals Based on Hexagonally Arranged Nanocolumns. *Micromachines*. 2021. Vol. 12. P. 589. <https://doi.org/10.3390/mi12060589>

11. Mardare A.I., Wieck A.D., Hassel A.W. Microelectrochemical lithography: A method for direct writing of surface oxides. *Electrochimica Acta*. 2007. Vol. 52. P. 7865–7869. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2007.06.048>
12. Mardare A.I., Mardare C.C., Kollender J.P., Huber S., Hassel A.W. Basic properties mapping of anodic oxides in the hafnium–niobium–tantalum ternary system. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2018. Vol.19, No. 1. P. 554–568. <https://doi.org/10.1080/14686996.2018.1498703>
13. Lebyedyeva T.S., Minov Y.D., Sutkovyi P.G., Frolov Y.O., Shpylovyy P.B., Starodub M.F. Development and Application of Devices Based on Surface Plasmon Resonance. *Cybernetics and Computer Technologies*. 2020. **1**. 62–73. <https://doi.org/10.34229/2707-451X.20.1.7>
14. Lebyedyeva T.S., Sutkovyi P.G., Frolov Y.O., Shpylovyi P.B. Determination of the roughness of aluminium films by the anodization profiles method for nanotechnologies based on porous anodic alumina. *2021 IEEE 11th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP)*. 2021. P. 1–4. <https://doi.org/10.1109/nap51885.2021.9568565>

Received/Одержано 03.12.2025

Accepted/Прийнято 26.05.2026

Published/Надруковано 01.06.2026