



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011126905/28, 30.06.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
30.06.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.06.2011

(45) Опубликовано: 20.11.2012 Бюл. № 32

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 20020074537 A1, 20.06.2002. US
20060137601 A1, 29.06.2006. US 20090236614
A1, 24.09.2009. US 7655376 B2, 02.02.2010. US
20100255192 A1, 07.10.2010. RU 2421551 C1,
20.06.2011.

Адрес для переписки:

105005, Москва, ул. 2-я Бауманская, 5, МГТУ
им. Н.Э. Баумана, ЦЗИС (для ИУ-4)

(72) Автор(ы):

**Шахнов Вадим Анатольевич (RU),
Панфилов Юрий Васильевич (RU),
Булыгина Екатерина Вадимовна (RU),
Моисеев Константин Михайлович (RU),
Янович Сергей Владиславович (RU),
Беседина Ксения Николаевна (RU),
Власов Андрей Игоревич (RU),
Токарев Сергей Владимирович (RU),
Якимец Дмитрий Вадимович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

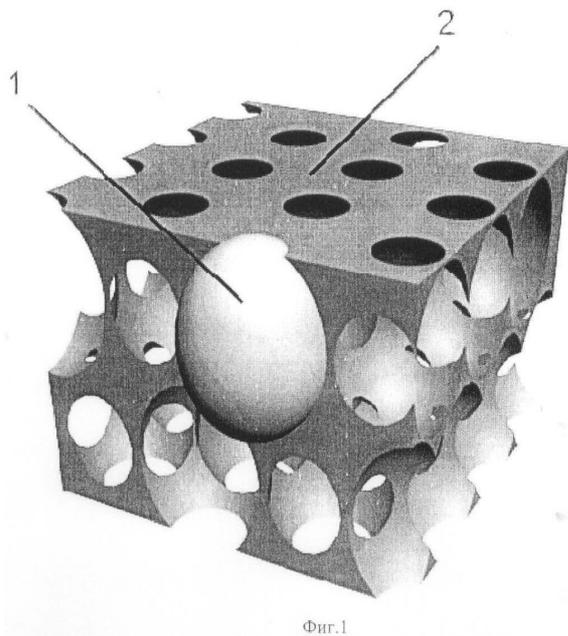
**Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Московский государственный
технический университет имени Н.Э.
Баумана" (RU)**

**(54) СПОСОБ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕРМОЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ
ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ**

(57) Реферат:

Способ может быть использован при создании датчиков температуры для оптоэлектронных систем. Способ включает внедрение материала с изменяемыми посредством внешней температуры свойствами в структуру опала, полученную путем вытравливания коллоидных частиц, формирующих кристаллическую решетку фотонного кристалла с внедренным опалом, внедрение которого проводят методом инфильтрации прекурсора оксида опала. Начальная структура для фотонного кристалла образована частицами полистирола методом осаждения на плоскую подложку. Инфильтрацию прекурсора оксида опала в начальную структуру опала проводят при давлении от 1,2 до 1,5 раз выше атмосферного и температуре от 60 до 80°C. В качестве

внедряемого материала используют мезоморфное вещество, представляющее собой холестерический жидкий кристалл, внедрение которого проводят пропиткой при температуре, большей температуры перехода жидкого кристалла в изотропное состояние (от 70°C), и при давлении от 150 до 200 кПа, с окончательной операцией нанесения на поверхность фотонного кристалла слоя металла толщиной от 150 до 300 нм методом магнетронного распыления со скоростью от 20 до 40 нм/мин для улучшения стабильности структуры в случае нагрева. Технический результат - получение нанокomпозиционных фотонных кристаллов на основе опала с фотонной запрещенной зоной, управляемой посредством изменения температуры окружающей среды. 1 ил.



Фиг.1

RU 2 4 6 7 3 6 2 C 1

RU 2 4 6 7 3 6 2 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
G02B 1/02 (2006.01)
B82Y 20/00 (2011.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2011126905/28, 30.06.2011

(24) Effective date for property rights:
30.06.2011

Priority:

(22) Date of filing: 30.06.2011

(45) Date of publication: 20.11.2012 Bull. 32

Mail address:

105005, Moskva, ul. 2-ja Baumanskaja, 5, MGTU
im. N.Eh. Baumana, TsZIS (dlja IU-4)

(72) Inventor(s):

**Shakhnov Vadim Anatol'evich (RU),
Panfilov Jurij Vasil'evich (RU),
Bulygina Ekaterina Vadimovna (RU),
Moiseev Konstantin Mikhajlovich (RU),
Janovich Sergej Vladislavovich (RU),
Besedina Ksenija Nikolaevna (RU),
Vlasov Andrej Igorevich (RU),
Tokarev Sergej Vladimirovich (RU),
Jakimets Dmitrij Vadimovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Moskovskij gosudarstvennyj tekhnicheskij
universitet imeni N.Eh. Baumana" (RU)**

(54) METHOD OF FORMING THERMOSENSITIVE NANOCOMPOSITE PHOTONIC CRYSTALS

(57) Abstract:

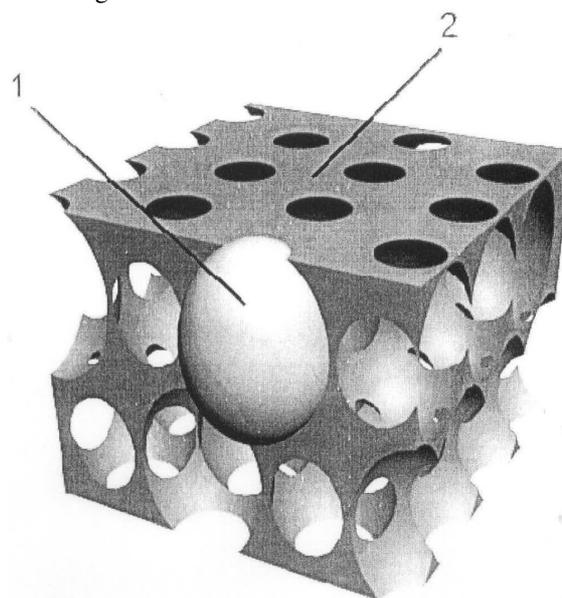
FIELD: physics.

SUBSTANCE: method can be used in designing temperature sensors for optoelectronic systems. The method involves introduction of material with external temperature-variable properties into an opal structure obtained by etching colloidal particles which form the crystal lattice of a photonic crystal with the introduced opal, whose introduction is carried out by infiltrating an opal oxide precursor. The initial structure for the photonic crystal is formed by polystyrene particles via deposition on a flat substrate. Infiltration of the opal oxide precursor into the initial opal structure is carried out at pressure which is 1.2-1.5 times higher than atmospheric pressure and temperature 60-80°C. The introduced material is a mesomorphic substance which is a cholesteric liquid crystal, which is introduced by saturating at temperature higher than the temperature for transition of the liquid crystal an isotropic state (from 70°C), and at pressure 150-200 kPa, with a final operation for depositing onto the surface of the photonic crystal a metal layer with thickness of 150-300 nm by magnetron

sputtering at a rate of 20-40 nm/min in order to improve stability of the structure when heated.

EFFECT: obtaining nanocomposite photonic crystals based on opal with a photonic bandgap which is controlled by varying ambient temperature.

1 dwg



Фиг.1

Область техники

Изобретение относится к способам получения композиционных материалов, в частности нанокomпозиционных фотонных кристаллов на основе опаловых матриц с возможностью изменения ширины фотонной запрещенной зоны.

Уровень техники

Фотонные кристаллы являются новым классом материалов в нанoeлектронике и оптоэлектронике, чьи свойства определяются периодичностью изменения диэлектрической проницаемости, что способствует когерентному распространению света и появлению зонной структуры во всех (полная фотонная запрещенная зона) или в некоторых избранных направлениях в фотонном кристалле.

Явление самоорганизации опаловой (синоним: кремнеземной) структуры, позволяет легко получать опаловые матрицы в лабораторных условиях. Затем, за счет внедрения в поры опала наполнителей с высоким показателем преломления с/без селективным вытравливанием опала можно добиться существенного увеличения оптического контраста.

Путем селективного внесения оптических неоднородностей в фотонные кристаллы возможно получение структур нанокomпозитов, которые будут определенным образом преобразовывать падающее на них электромагнитное излучение. Внести оптические неоднородности структуры можно различными методами, например селективным удалением частиц структуры фотонного кристалла, заполнением межглобулярных пустот веществом с диэлектрической проницаемостью отличной от диэлектрической проницаемости основного каркаса фотонного кристалла.

В качестве вещества внедрения могут быть использованы жидкие кристаллы, которые представляют собой вещества, обладающие одновременно свойствами жидкостей и кристаллов. По структуре они представляют собой жидкости, состоящие из молекул вытянутой формы, определенным образом ориентированных во всем объеме жидкости. В жидкокристаллическое состояние могут переходить только соединения, имеющие ассиметричную форму молекул. Основным свойством жидких кристаллов является их способность изменять ориентацию молекул под воздействием различных внешних факторов, например электрические поля или температуры.

Известен способ получения синтетического кремниевого фотонного кристалла с эффективной топологией (патентная заявка США US 2006/0137601 (A1), МПК C30B 15/00, G02B 5/30, опубликована 29.06.2006 г.). В данном способе фотонный кристалл был синтезирован с помощью метода, основанного на микроформовании в инвертированной опаловой матрице, в котором микроформой служит структура, образованная взаимосвязанными воздушными порами в матрице из кремнезема (опала). При помощи химического осаждения дисилана Si_2H_6 на стенки поверхности микроформы в структуре формируется непрерывный слой кремния заданной толщины, который покрывает поверхность микроформы. Затем при растворении микроформы образуется гранецентрированный кубический кремниевый коллоидный фотонный кристалл с оригинальной топологией и полной фотонной запрещенной зоной.

В этом способе на первом этапе производится изготовление коллоидного кристалла на основе коллоидных частиц, с заданными размерами, формой и компоновкой, где в качестве коллоидных частиц используются микросферы латекса. Для изготовления коллоидного кристалла могут применяться разнообразные методы, например метод осаждения микросфер из суспензии на плоскую подложку, позволяющий получать крупные гранецентрированные кубические коллоидные кристаллы. Затем проводят

инфильтрацию заданного объема прекурсора оксида кремнезема (опала) в промежуточные пустоты коллоидного кристалла для образования окисного покрытия на внешней поверхности коллоидных частиц, где в качестве оксида используется кремнезем, а в качестве прекурсора - этил силикат ((EtO)₄Si). После этого
5 производится удаление коллоидных частиц. Удаление возможно двумя способами: прокаливанием структуры в воздухе при эффективной температуре (около 580°C) или растворением коллоидных частиц в растворителе - толуоле (C₆H₅CH₃). В результате остается окисная форма, в которую затем производится инфильтрация прекурсора
10 кремния с заданным показателем преломления в окисную форму и осаждение этого материала на внутренние поверхности окисной формы. В качестве прекурсора кремния на данном этапе используют дисилан Si₂H₆. Инфильтрация осуществляется в специальной камере при давлении приблизительно 93 кПа и температуре в диапазоне от 200°C до 400°C. Далее производится удаление окисной формы 3% раствором
15 плавиковой кислоты. В результате остается инвертированный коллоидный фотонный кристалл, образованный кремнием, с полной фотонной запрещенной зоной в заданном диапазоне оптических телекоммуникационных длин волн (около полутора микрон).

Способ позволяет получить структуру кремниевого фотонного кристалла с топологической структурой, отличной от ранее синтезируемых коллоидных фотонных кристаллов с высоким отношением показателей преломления. Однако недостатком
20 способа является то, что ширина фотонной запрещенной зоны в таком фотонном кристалле не является изменяемой, что ограничивает область применения образца фотонного кристалла, синтезированного данным методом.

Известен другой способ получения фотонных кристаллов с фотонной запрещенной зоной, регулируемой посредством электрического поля. По этому способу основой фотонного кристалла является структура инвертированного опала, изготовленная из
30 полупроводника с высоким преломляющим индексом, и периодические воздушные включения. В недействительные области инвертированной опаловой матрицы внедрен оптически анизотропный материал и нематический жидкий кристалл этилгексил адипината с более низким индексом преломляемости (патентная заявка США US 2002/074537 (A1), кл. H01S 3/14, опубликована 20.06.2002 г.).

Этот способ формирования композиционной структуры обеспечивает наличие в фотонном кристалле фотонной запрещенной зоны, перестраиваемой посредством
35 электрического поля, однако недостатком способа является то, что изменение фотонной запрещенной зоны не зависит от температуры окружающей среды, так как материалом внедрения являются нематические жидкие кристаллы.

Раскрытие изобретения

Задачей изобретения является разработка способа получения наноконпозиционных фотонных кристаллов на основе опала с фотонной запрещенной зоной, управляемой
45 посредством изменения температуры окружающей среды - это может найти применение в качестве датчиков температуры для оптоэлектронных систем.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения наноконпозиционных материалов на основе опаловой структуры фотонного кристалла, включающем
50 внедрение материалов в опаловую матрицу, в качестве такого материала используют холестерические жидкие кристаллы, внедряемые пропиткой под давлением при температуре выше, чем температура перехода жидкого кристалла в изотропное состояние. Способ формирования термочувствительных наноконпозиционных фотонных кристаллов с изменяемой фотонной запрещенной зоной, управляемой

посредством внешней температуры, заключается во внедрении материала с изменяемыми посредством внешней температуры свойствами в структуру опала, полученную путем вытравливания коллоидных частиц, формирующих кристаллическую решетку фотонного кристалла с внедренным опалом, внедрение которого проводят методом инфильтрации прекурсора оксида опала. Способ отличается тем, что начальная структура для фотонного кристалла образована частицами полистирола методом осаждения на плоскую подложку. Инфильтрацию прекурсора оксида опала в начальную структуру опала проводят при давлении от 1,2 до 1,5 раз выше атмосферного и температуре от 60 до 80°C. В качестве внедряемого материала с изменяемыми от внешней температуры свойствами используют мезоморфное вещество, представляющее собой холестерический жидкий кристалл, внедрение которого проводят пропиткой при температуре, большей температуры перехода жидкого кристалла в изотропное состояние (от 70°C), и при давлении от 150 до 200 кПа, с окончательной операцией нанесения на поверхность фотонного кристалла слоя металла толщиной от 150 до 300 нм методом магнетронного распыления со скоростью от 20 до 40 нм/мин. Последняя операция необходима для улучшения стабильности структуры в случае нагрева.

Холестерические жидкие кристаллы близки к нематическим жидким кристаллам, но их длинные оси повернуты относительно друг друга. Типичным холестериком является, например, амил-пара-(4-цианобензилиденамино)-циннамат. Изменение температуры будет приводить к изменению спиральной структуры холестерического жидкого кристалла. Благодаря использованию холестерических фотонных кристаллов нанокпозиционный материал будет изменять зонную структуру при колебаниях температуры вплоть до тысячных долей градуса.

Фиг.1 представляет холестерический жидкий фотонный кристалл 1 в каркасе фотонного кристалла 2 на основе кремнезема (опала).

Осуществление изобретения

Изобретение может быть осуществлено путем выполнения последовательности операций.

1. На первом шаге выполняется изготовление коллоидного кристалла на основе коллоидных монодисперсных частиц с заданными размерами и формой. В качестве монодисперсных частиц берутся частицы полистирола. Для формирования коллоидного кристалла используется метод осаждения микросфер из суспензии на плоскую подложку. Рекомендуется использовать метод центрифугирования для увеличения степени монодисперсности структуры коллоидного кристалла.

2. Проводится инфильтрация заданного объема прекурсора этилсиликата ((EtO)₄Si) оксида кремния в пустоты коллоидного кристалла методом золь-геля в условиях. Данная операция осуществляется методом пропитки коллоидного кристалла прекурсором оксида кремния при повышенном давлении от 120 до 150 кПа и температуре от 60 до 80°C.

3. Производится удаление коллоидных частиц полистирола. Удаление коллоидных частиц осуществляется растворением частиц полистирола путем помещения образца в 99%-ный раствор ацетона. В результате остается структура из частиц диоксида кремния (кремнезема (опала)), которая обладает свойствами фотонного кристалла.

4. Проводят инфильтрацию прекурсора холестерического жидкого кристалла в поры структуры опала (кремнезема) (фиг.1) для придания фотонному кристаллу высокой чувствительности к изменению внешней температуры. Операция осуществляется методом пропитки под давлением от 150 до 200 кПа и температуре

выше, чем температура перехода холестерического кристалла в изотропное состояние. В качестве жидкого кристалла используется амил-пара-(4-цианобензилиденамино)-циннамат, в данном случае температура проведения операции должна быть в диапазоне от 80 до 100°C.

5 5. На последнем этапе проводят формирование пленки металла толщиной от 150 до 300 нм на поверхности опаловой структуры с внедренным жидким холестерическим кристаллом. Формирование проводят методом магнетронного распыления со скоростью осаждения от 20 до 40 нм/мин.

10 В результате проведения описанных операций будет сформирована структура фотонного кристалла с фотонной запрещенной зоной, изменяемой посредством внешней температуры окружающей среды.

Описанный способ может быть реализован на существующем оборудовании.

15 Таким образом, заявленный способ позволяет сформировать структуру нанокomпозиционного фотонного кристалла с фотонной запрещенной зоной, управляемой посредством изменения внешней температуры.

Формула изобретения

20 Способ формирования термочувствительных нанокomпозиционных фотонных кристаллов с изменяемой фотонной запрещенной зоной, управляемой посредством внешней температуры, заключающийся во внедрении материала с изменяемыми
посредством внешней температуры свойствами в структуру опала, полученную путем
вытравливания коллоидных частиц, формирующих кристаллическую решетку
25 фотонного кристалла с внедренным опалом, внедрение которого проводят методом инфильтрации прекурсора оксида опала, отличающийся тем, что начальная структура для фотонного кристалла образована частицами полистирола методом осаждения на
плоскую подложку, инфильтрацию прекурсора оксида опала в начальную структуру
30 опала проводят при давлении от 1,2 до 1,5 раз выше атмосферного и температуре от 60°C до 80°C, в качестве внедряемого материала с изменяемыми от внешней температуры свойствами используют мезоморфное вещество, представляющее собой холестерический жидкий кристалл, внедрение которого проводят пропиткой при
температуре, большей температуры перехода жидкого кристалла в изотропное
35 состояние (от 70°C), и при давлении от 150 до 200 кПа, с окончательной операцией нанесения на поверхность фотонного кристалла слоя металла толщиной от 150 до 300 нм методом магнетронного распыления со скоростью от 20 до 40 нм/мин.

40

45

50