

І.М. Черненко, К.В. Часовський, Ю.С. Тарасенко

## Структурні властивості плівок оксидів олова і цинку

*Дніпропетровський національний університет,  
вул. Наукова 13, м. Дніпропетровськ, 49050, Україна*

Отримано плівки SnO, SnO<sub>2</sub>, ZnO реактивним магнетронним розпиленням. На установці ДРОН-2.0 у Со Ка випромінюванні рентгенофазовим аналізом визначені структура і переважна орієнтація отриманих плівок.

**Ключові слова:** мішень, магнетрон, розпилення, тигель, текстура.

*Стаття поступила до редакції 07.08.2002; прийнята до друку 23.08.2003.*

Одержання плівок оксидів металів складна технічна задача, оскільки для їх напилювання необхідно розпорошувати оксиди металів, що найчастіше неможливо через їхню високу температуру плавлення і нестійкість при нагріванні. Крім того, плавлення оксидів металів у вакуумі супроводжується реакцією оксидів з металами тиглів і нагрівальних елементів, що приводить до появи небажаних домішок в одержуваних плівках [1].

Якщо одержувати плівки чистих металів, а потім окисляти їх, звичайно виходять плівки оксидів з поганими оптичними властивостями і поганою адгезією. Такі плівки часто містять одночасно кілька фазових сполук [2].

Найбільш придатними для нанесення тонких плівок оксидів металів є методи іонно-плазмового й електронно-променевого розпилення [3,4,5]. Але при розпиленні діелектриків на постійному струмі потенціал поверхні мішені миттєво стає рівним потенціалу анода в іонно-плазмовому методі і катода в електронно-променевому методі, і процес розпилення зупиняється. Для усунення поверхневого потенціалу в іонно-плазмових методах необхідно подавати перемінну напругу, від частоти якої залежить швидкість розпилення мішені. Найбільш ефективно розпилення відбувається, коли частота подаваної напруги збігається з власною частотою плазми, що залежить від дебаєвської довжини екранування. Значення максимальної частоти, коли підводять велику потужність, може досягати десятків мегагерц, а частота власних коливань плазми зміщена в гигагерцову область. Таким чином, коефіцієнт корисної дії таких розпилювальних систем дуже низький і великі швидкості розпилення одержати дуже складно.

Для одержання простих оксидів, нітридів металів і інших сполук найбільш прийнятні методи

реактивного розпилення, при яких в атмосфері активного газу розпорошується чистий метал і на підкладку осаджується сполука металу й активного газу.

Найбільш простим є метод реактивного магнетронного розпилення на постійному струмі. Цей метод примітний тим, що мішень повинна бути металевою і при розпиленні магнетронною системою чистого металу в середовищі активного газу відбувається осадження сполуки металу з реактивним газом. На підкладку осаджується плівка сполуки металу з окислювачем, що при сталості параметрів напилювання має постійний фазовий склад. У залежності від величини чотирьох параметрів: сили струму магнетрона, температури підкладки, парціального тиску активного й інертного газів, можуть виходити плівки різних фазових станів.

У даній роботі приведені результати напилювання і дослідження властивостей плівок оксидів олова і цинку. Для одержання плівок використовували вакуумну установку ВУП-5М, обладнану магнетронною приставкою на постійному струмі для напилювання металевих немагнітних плівок. Для нанесення плівок оксидів металів установка була додатково оснащена системою змішування активного й інертного газів і їхнього напуску в робочий об'єм. Як інертний газ використовували аргон високої чистоти, як активний газ - кисень.

Для виміру товщини оксидних плівок здійснили модернізацію системи інтерференційного виміру товщини. У результаті зроблених змін промінь лазера попадав на підкладку під кутом 30°, обходячи навколо магнетрона.

Для точного визначення і підтримки постійної температури підкладки був обраний диференціальний термопарний метод, при якому не

Структурні властивості плівок оксидів олова і цинку

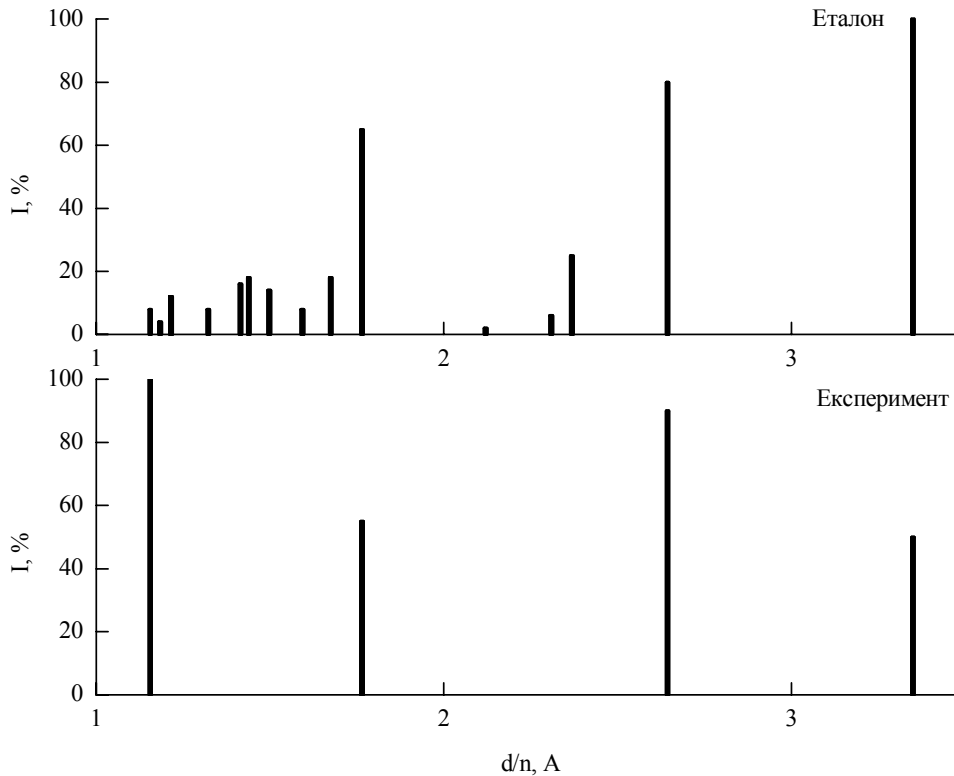


Рис. 1. Залежність інтенсивності розсіювання від міжплощинної відстані для плівок  $\alpha$ - $\text{Bi}_2\text{O}_3$ .

Таблиця 1.

Параметри напилювання  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\delta$  та аморфної модифікацій оксиду вісмуту.

Структура	Струм магнетрона, мА	Температура підкладки, К	Парціальний тиск кисню, Па	Швидкість напилювання, Å/с	Колір
SnO	90	300	0,13	5	жовтий
SnO <sub>2</sub>	80	300	0,27	15	прозорий
ZnO	120	300	3	12	прозорий

вносилися погрішності при зміні температури проводів термомпари. Для вимірів використовували диференціальну хромель-копелеву термомпару, один кінець якої вимірював температуру підкладки, а другий був термостабілізований. Термостабілізацію здійснювали за допомогою охолоджуваного проточною водою радіатора.

Поліпшення рівномірності нанесення плівок оксидів зажадало застосування обертового підкладкотримача, що також додатково виготовили з урахуванням габаритних розмірів корпусу підкладкотримача і робочого об'єму. Використання обертового підкладкотримача дозволило у три рази підвищити площу плівок.

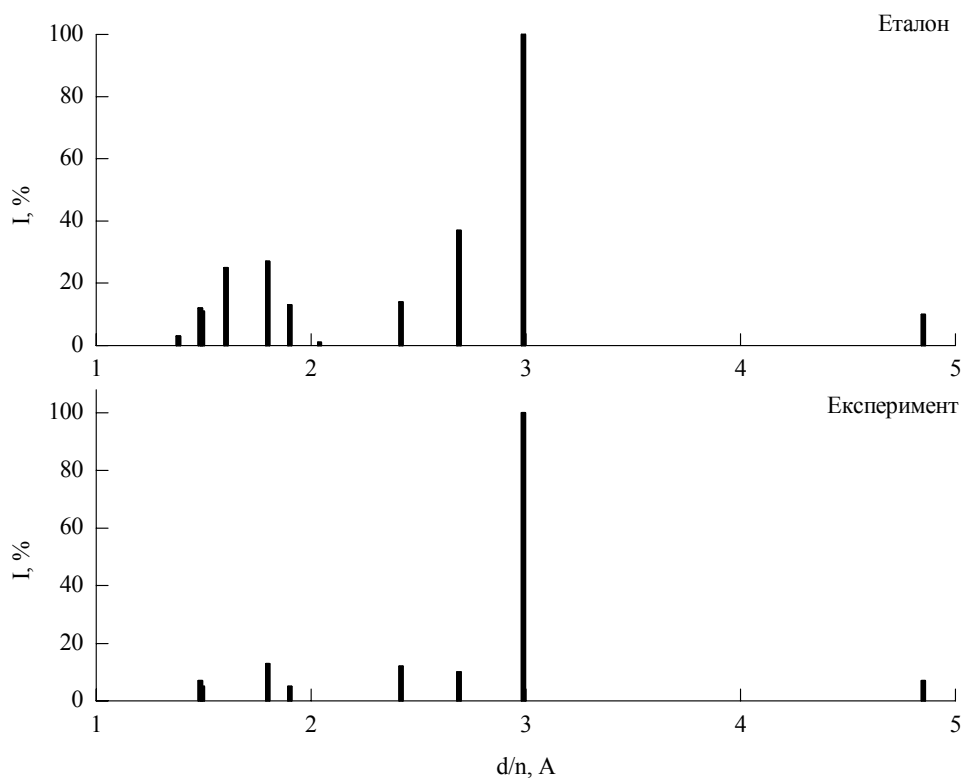
Також для збільшення діапазону тисків, які потрібно підтримувати постійними під час напилювання, було зроблене блокування електронних вузлів автоматики установки ВУП-5М. Докладніше про усі вищевикладені зміни можна

прочитати в [6].

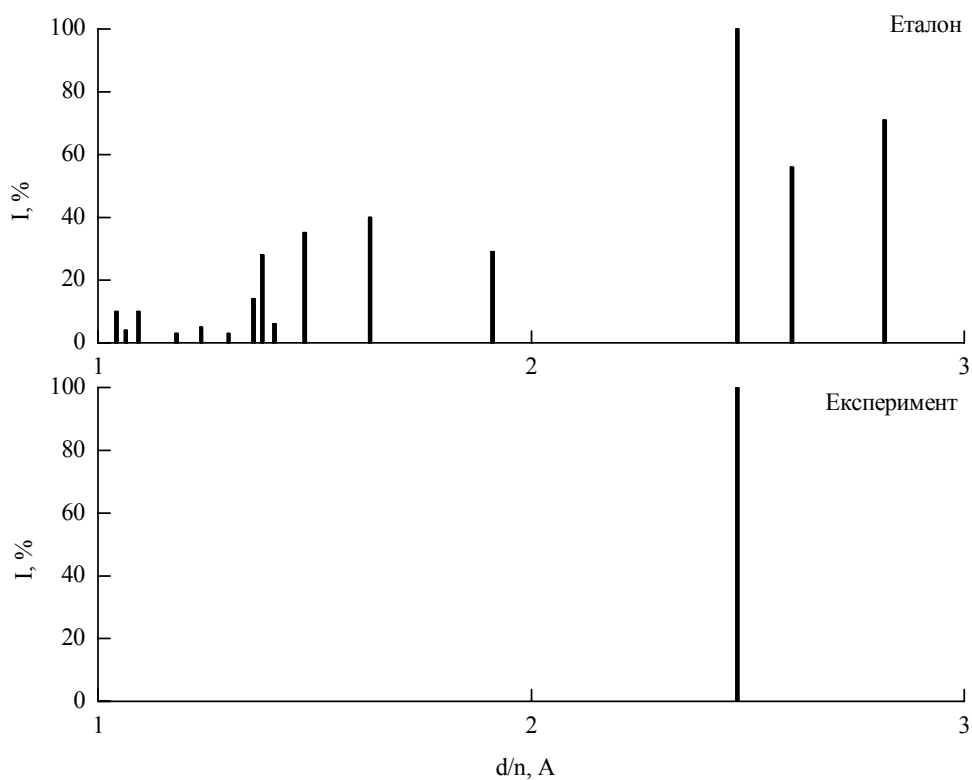
Напилювання плівок робили на скло і ситал. Для визначення товщини плівок використовували гелій-неоновий лазер з довжиною хвилі 680 нм. Структуру кристалічних ґрат і текстуру отриманих плівок перевіряли рентгенофазовим аналізом на установці ДРОН-2.0 у  $\text{Co K}_\alpha$ - випромінюванні.

Для напилювання плівок оксиду олова використовували мішень металевого олова, чистотою 99,9 %. Як зазначено в таблиці 1, плівки SnO<sub>2</sub> напиляли при струмі магнетрона 80 мА, парціальному тиску кисню 0,27 Па, при температурі підкладки 300 К. При швидкості осадження 15 Å/с, за час напилювання 45 хв. одержували плівки SnO<sub>2</sub> товщиною 3,5 мкм. Отримані плівки були безбарвними і прозорими.

Також отримані плівки SnO. Ці плівки одержували при струмі магнетрона 90 мА, парціальному тиску кисню 0,13 Па і температурі



**Рис. 2.** Залежність інтенсивності розсіювання від міжплощинної відстані для плівок  $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ .



**Рис. 3.** Залежність інтенсивності розсіювання від міжплощинної відстані для плівок  $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ .

підкладки 700 К. Отримані плівки SnO мали жовтий відтінок.

Для одержання плівок оксиду цинку як мішень використовували металевий цинк, чистотою 99,9%. Плівки ZnO напіляли при струмі магнетрона 180 мА, парціальному тиску кисню 3 Па і температурі підкладки 300 К. Швидкість осадження складала 12 Å/с. Отримані плівки мали товщину 2 мкм.

Результати рентгеноструктурних досліджень для плівок SnO<sub>2</sub> приведені на рис. 1. Тут приведені залежності інтенсивностей відображення I від межплощинної відстані d/n для плівок SnO<sub>2</sub> і еталонних значень таблиці ASTM. При порівнянні еталонних і експериментальних значень інтенсивності можна визначити, що отримані плівки мають полікристалічний характер і переважну орієнтацію полікристалів у площині [222].

На рис. 2 представлені результати рентгенофазового аналізу для плівок SnO. Порівнюючи амплітуди інтенсивності відображення

від отриманих плівок з еталонними знайшли, що ці плівки полікристалічні і слабо орієнтовані в площині [101].

Аналогічно з рис. 3 визначили, що отримані плівки ZnO також полікристалічні і мають сильну текстуру в площині [101].

Отримані різними методами плівки оксиду олова авторами [7,8,9] мали високу прозорість і питому провідність. Плівки, що складаються із суміші SnO і SnO<sub>2</sub>, використовуються в якості прозорих провідних покриттів. Плівки ZnO виявляють п'єзоелектричні властивості і їх використовують як газові датчики [10].

**Черненко І.М.** – професор, доктор фізико-математичних наук;  
**Часовський К.В.** – асистент;  
**Тарасенко Ю.С.** – доцент, кандидат фізико-математичних наук.

- [1] P.V. Chapham. Preparation and properties of spattered bismuth oxide films // *Br. Appl Phys.*, **18**, pp. 363-369 (1967).
- [2] J. George, B. Pradeep, K.S. Joseph. Oxidation of bismuth films in air and superheated steam // *Thin Solid Films*, **144**, pp. 255-264 (1986).
- [3] M.I. Lieberman, R.C. Medrud. Reactively spattered oxide films // *Electrochem. Soc.*, **116**, pp. 242-247 (1969).
- [4] G. Perhizzo, C.K. Jen, E.L. Adler. Characteristics of reactive magnetron spattered ZnO films // *IEEE Ultrason. Sump. Montreal*, **1**, pp. 373-375 (1989).
- [5] J. George, B. Pradeep. X-ray diffraction studies of Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films prepared by reactive and activated reactive evaporation // *Thin Solid Films*, **148**, pp. 257-263 (1987).
- [6] И.М. Черненко, К.В. Часовский. Вакуумная технология получения тонких диэлектрических пленок // *Сборник докладов 4-го Международного симпозиума «Вакуумні технології й устаткування»*, Харків, сс. 324-327 (2001).
- [7] Sanon Geeta, Rup Raj, Mansugh Abhai. Growth and characterization of tin oxide films prepared by chemical vapour deposition // *Thin Solid Films*, **190**(2), pp. 287-293 (1990).
- [8] Е.М. Панкратьев, В.П. Рюмин, Н.П. Щелкина. *Технология полупроводниковых слоев оксида олова*. Энергия, М. 56 с. (1969).
- [9] G. Storveglieri, G. Faglia, S. Gropelli, P. Nelli. A. Gamenzi. A new technique for growing large surface area SnO<sub>2</sub> thin film // *Semicond. Sci. and Technol.*, **5**(12), pp. 1231-1235 (1990).
- [10] A. Ghost, S. Basu. Spray SVD deposition and characterisation of surface modified zinc oxide thick films for gas sensor // *Mater. Chem. and Phys.*, **27**(1), pp. 45-51 (1991).

I.M. Chernenko, K.V. Chasovskyy, Yu.S. Tarasenko

## Structural Properties of Films of Oxides of Tin and Zincum

*Dnipropetrovsk National University,  
 13, Naukova Str., Dnipropetrovsk, 49050, Ukraine*

A SnO, SnO<sub>2</sub>, ZnO films were gained by a jet magnetron sputtering. Structure and preferred orienteation of obtained films determined by the X-rays analysis in Co K<sub>α</sub> radiation on instalation DRON - 2.0.