

**А.Н. Чумаков¹, А.А. Шевченко², Л.В. Баран³,
В.В. Малютина-Бронская⁴, А.Г. Кароза¹, Н.А. Босак¹,
А.А. Иванов¹**

¹ГНУ «Институт физики имени Б.И. Степанова» НАН Беларуси,
Минск, Беларусь

²ГНУ «Институт порошковой металлургии» НАН Беларуси,
Минск, Беларусь

³УО «Белорусский государственный университет», Минск, Беларусь

⁴ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника»
НАН Беларуси, Минск, Беларусь

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПЛЕНОК $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОГО ОСАЖДЕНИЯ В ВАКУУМЕ

Введение

Наноматериалы на основе диоксида циркония представляют значительный интерес для развития нанотехнологий [1, 2]. Получение материалов на основе ZrO_2 основано на легировании диоксида циркония оксидами щелочноземельных или редкоземельных металлов, что позволяет при относительно низких температурах получать высокотемпературные формы ZrO_2 : тетрагональную или кубическую [3]. Соединения на его основе используют для получения как конструкционных, так и функциональных материалов [4]. Высокочастотное лазерное воздействие на керамическую распыляемую мишень [5] способно обеспечить эффективное получение пленок. Пленки на основе оксида циркония ZrO_2 используются в качестве буферных покрытий, стойких к воздействиям высокой температуры плазмы, и в качестве материала твердотельных электролитов. Цель работы состоит в получении и комплексном исследовании лазерно-осажденных пленок оксида циркония, легированных оксидом иттрия.

1. Эксперимент и результаты

Экспериментальная установка на основе неодимового лазера ($\lambda = 1,06$ мкм) включала оптическую систему транспортировки лазерного излучения к распыляемой мишени, вакуумную камеру и измерительно-диагностический комплекс. Для получения многоимпульсного режима генерации лазера с высокой частотой повторения импульсов внутри резонатора был установлен пассивный оптический затвор из радиационно-облученного кристаллического фторида лития LiF с

F_2^- -центрами окраски. Частота повторения лазерных импульсов изменялась варьированием уровня накачки лазера и оптической плотности затвора; длительность лазерных импульсов на полувысоте составляла ~ 85 нс. Эффективное осаждение тонких пленок достигалось при плотности мощности лазерного излучения $q = 100$ МВт/см² и частоте повторения импульсов $f \sim 20\text{--}30$ кГц. Пленки осаждались при давлении 2,7 Па.

Для получения тонких пленок использовались керамические мишени, полученные из порошка оксида циркония высокой чистоты (с содержанием основного вещества 99,96 % по массе). В качестве легирующей добавки с концентрацией 5 % по массе применялся порошок оксида иттрия. Керамические мишени получались методом статического формования с последующим отжигом в воздушной среде при температуре 1580°C в течение 2 ч. Топография поверхности образцов исследовалась с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47 -Pro (НТ-МДТ, Россия) в полуконтактном режиме. Измерение электрофизических характеристик легированных пленок оксида циркония проводилось на автоматизированном измерителе иммитанса Е7-20 (Беларусь) при комнатной температуре. Измерение емкостных зависимостей проводилось на двух частотах 1 МГц и 100 кГц.

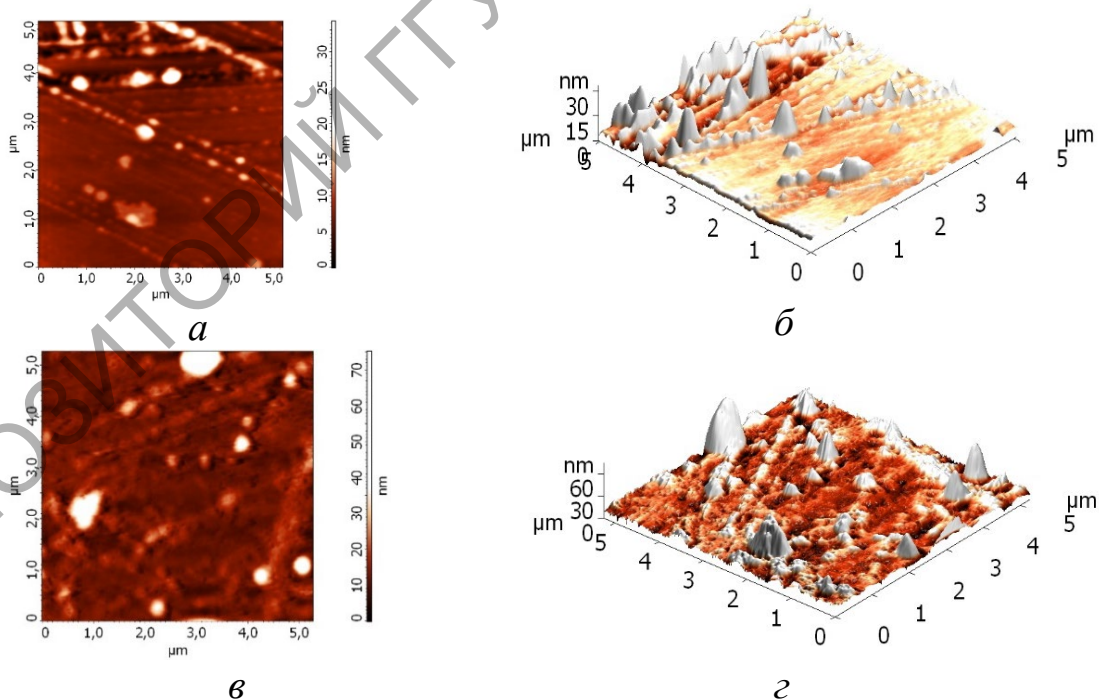


Рисунок 1 – Топография поверхности лазерно-осажденной тонкой пленки оксида циркония $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$ на кремнии (а,б) и на стекле(в,з)

Пропускание оптического излучения тонкими пленками в ближнем инфракрасном (ИК) диапазоне спектра измерялось на спектрофотометре Carry 500 Scan. Спектры пропускания в дальней инфракрасной области регистрировались с помощью ИК-Фурье-спектрометра NEXUS (Thermo Nicolet) в диапазоне $400\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ с разрешением 2 см^{-1} после 128 сканов. Микроструктура тонких пленок оксида циркония, легированных оксидом иттрия, на кремниевой подложке КДБ-12 (100) изучалась по изображениям, полученным с использованием атомно-силовой микроскопии, с размером исследуемого поля $5\times 5\text{ мкм}$ (рисунок 1, 2).

Установлено, что средний латеральный размер частиц на кремниевой подложке составляет $55,9\text{ нм}$, высота частиц не превышает 25 нм .

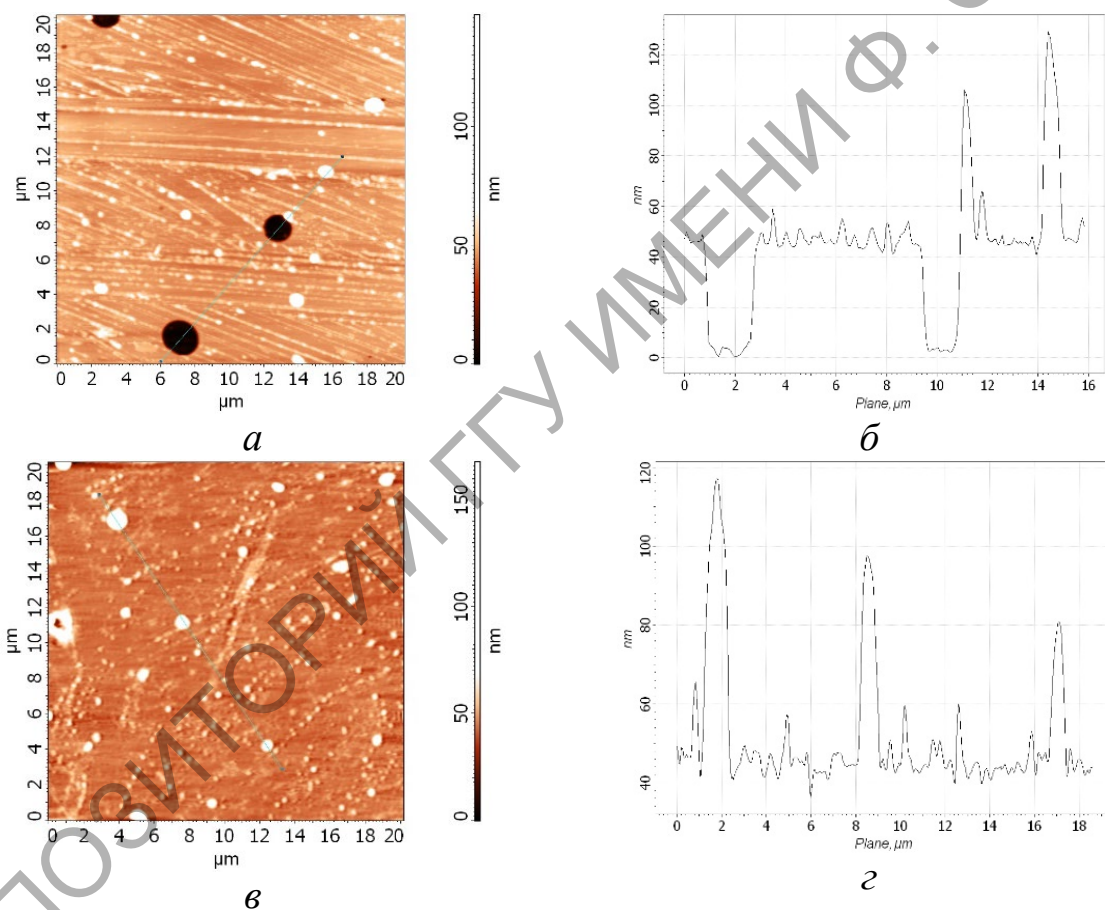


Рисунок 2 – Структура поверхности (*a* – на кремнии, *в* – на стекле) и профиль (*б* – на кремнии, *г* – на стекле) вдоль линии сканирования тонкой пленки оксида циркония

Спектр пропускания пленки оксида циркония $\text{ZrO}_2 + 5\%\text{Y}_2\text{O}_3$ на кремниевой подложке в видимой и ближней ИК-области приведен на рисунок 3.

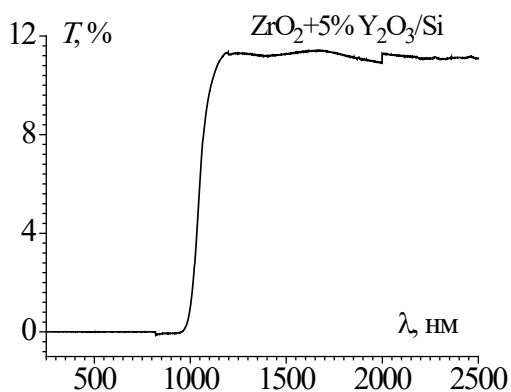


Рисунок 3 – Спектр пропускания пленки оксида циркония $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$ на кремниевой подложке в видимой и ближней ИК-области

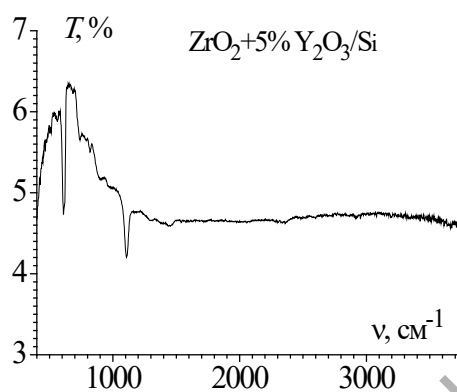


Рисунок 4 – Спектр пропускания пленки оксида циркония $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$ на кремниевой подложке в средней ИК-области

В области спектра от 1 мкм до 2,5 мкм пропускание достигает 12%, а в средней ИК-области от 3 мкм до 6 мкм составляет 5% (рисунок 4).

Спектр пропускания пленки оксида циркония $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$ на стеклянной подложке в видимой и ближней ИК-области представлен на рисунке 5, а в средней ИК-области – на рисунке 6.

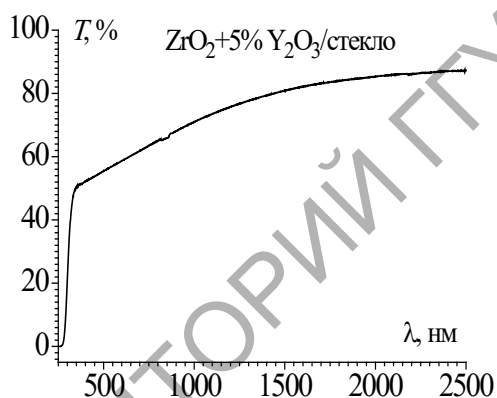


Рисунок 5 – Спектр пропускания пленки оксида циркония $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$ на стеклянной подложке в видимой и ближней ИК-области

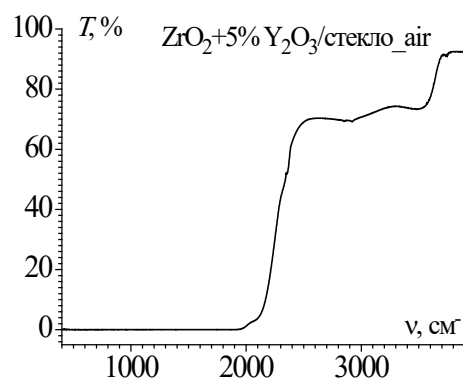


Рисунок 6 – Спектр пропускания пленки оксида циркония $ZrO_2 + 5\%Y_2O_3$ на стеклянной подложке в средней ИК-области

Вольт-амперные характеристики (ВАХ) и вольт-фарадные характеристики (ВФХ) исследуемой пленки на кремниевой подложке представлены на рисунках 7 и 8.

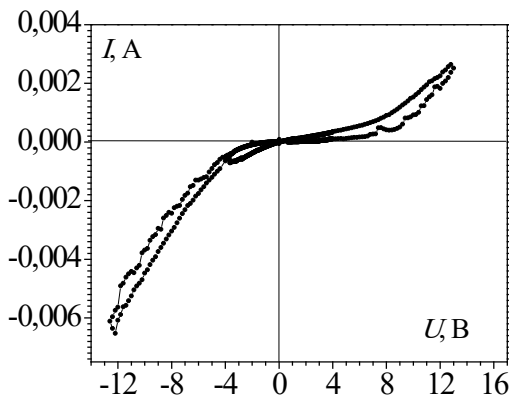


Рисунок 7 – Вольт-амперная характеристика легированного оксида циркония на кремнии

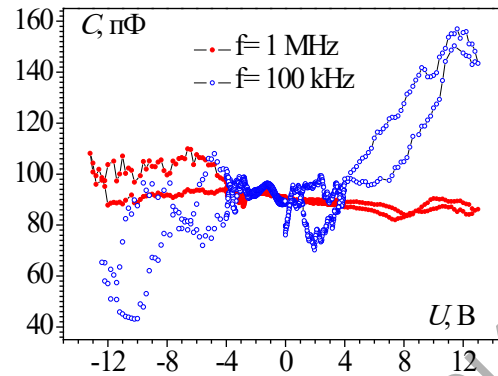


Рисунок 8 – Вольт-фарадная характеристика структуры легированного оксида циркония на кремнии

Анализ ВАХ показал, что механизм протекания тока обусловлен в значительной мере строением пленки, в частности наличием наноразмерных частиц, и имеет прыжковый и туннельный характер. На ВАХ видны участки с отрицательным дифференциальным сопротивлением (рисунок 7), которые воспроизводятся при повторном измерении. Наличие таких участков говорит о возможном блокировании проводимости, вызванном процессами перезарядки дискретных поверхностных состояний, связанных с наночастицами и нанокристаллическими включениями. Следует также отметить, что в матрице, окружающей нанокристаллические включения, могут существовать дополнительные энергетические состояния, связанные с отдельными наночастицами, не входящими в нанокристаллические включения. Наличие в диэлектрическом слое наночастиц, поверхностные состояния границы раздела могут способствовать возникновению гистерезисных эффектов.

Оксид циркония ZrO_2 – это диэлектрик с высокой диэлектрической проницаемостью ($\kappa \approx 23$). ВФХ должна иметь характерный вид как для МОП-структур, но наличие дискретных состояний, связанных с морфологией пленки, проявляется на ВФХ в виде множественных максимумов и гистерезиса. Это говорит о том, что дискретные состояния имеют широкий энергетический спектр.

Вывод

Методами высокочастотного импульсного лазерного осаждения получены и исследованы пленки оксида циркония на кремниевой подложке, легированные оксидом иттрия с массовой долей 5%. Полученные пленки характеризуются зернистой структурой со средним латеральным размером отдельных частиц 56 нм и высотой 25 нм. На

поверхности пленок обнаружены кратеры, глубина которых составляет 50 нм, а ширина достигает 2 мкм. Пропускание пленок оксида циркония на кремниевой подложке достигает 12% в области спектра от 1 мкм до 2,5 мкм, а в области от 3 мкм до 6 мкм составляет 5%. Вольт-амперные и вольт-фарадные характеристики пленок оксида циркония характеризуются нелинейностью, включающей гистерезис.

Литература

1. Суздаев, И.П. Нанокластеры и нанокластерные системы. Организация, взаимодействие, свойства / И.П. Суздаев, П.И. Суздаев // Успехи химии. – 2001. – Т. 70, № 3. – С. 203–240.
2. Синтез нанокристаллических высокотемпературных фаз диоксида циркония / В.Ф. Петрунин [и др.] // НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. – 2004. – Т. 40, № 3. – С. 303–311.
3. Шевченко, В.Я. Техническая керамика / В.Я. Шевченко, С.М. Баринов. – М.: Наука, 1993. – 187 с.
4. Neubrand A. Materials design studies for creep and thermal shock resistant oxide ceramic matrix composites / A. Neubrand, R. Schafer // (Published Conference Proceedings style), in Proc. of the 5 Int. Conf. HT CMC, Seattle. – 2005. – P. 253–258.
5. Минько, Л.Я. Об эффективном режиме эрозионного приповерхностного плазмообразования в воздухе при импульсно-периодическом лазерном воздействии / Л.Я. Минько, А.Н. Чумаков, Н.А. Босак // Квантовая электроника. – 1990. – Vol. 17, № 11. – P. 1480–1484.

**С.В. Шалупаев¹, Ю.В. Никитюк¹, А.А. Серeda¹,
Г.А. Баевич¹, В.М. Кульбенков²**

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Гомель, Беларусь

²УЧПП «КУВО», Могилев, Беларусь

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ВАКУУМНЫХ СТЕКЛОПАКЕТОВ НА ИХ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫЕ СВОЙСТВА

Введение

Стеклопакеты представляют собой герметичные изделия, состоящие из нескольких листов стекла, собранных и герметизированных в