## Получение нанокомпозитных структур при магнетронном осаждении материала на коллоидные пленки кремнезема и исследование их свойств

E.H. Галаганова, Д. А. Сотников Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-ая Бауманская д.5 lenagalaganowa@mail.ru, denis.sotnikov.2012@mail.ru

В работе представлено исследование нанокомпозитных структур, полученных методом магнетронного распыления титана на темплат, сформированный в процессе осаждения коллоидных частиц кремнезема на стеклянные и ситалловые подложки. Изучено влияние мощности и времени распыления на формирование нанокомпозитных структур. Выявлены особенности процессов роста металлической пленки на опаловой матрице и внедрения металла в ее структуру.

The influence of the process of the nanocomposite structure formation and the study of their properties. E.N. Galaganova, D.A. Sotnikov. The paper presents a study of nano-composite structures obtained by magnetron sputtering of titanium on a template formed during the deposition of colloidal silica particles on glass and Sitall substrates. The influence of power and time of spraying on the formation of nano-composite structures is studied. Features of processes of a metal film growth on an opal matrix and introduction of metal in its structure are revealed.

#### Введение

Использование нанокомпозитных материалов в устройствах микро- и наноэлектроники позволяет открывать новые эффекты, свойства и закономерности протекания физико-химических явлений. Область применения нанокомпозитов довольно широка: нанокомпозит состава InN (квантовые точки) — полупроводниковые наноэлектронные устройства; С, Si, Ge (3D - нанооптические системы) — активные системы усиления, генерации, управления в лазерных устройствах; Ga, Ti, Fe (3D-нанокомпозиты и нанорешетки, «металлические» фотонные кристаллы — элементы магнитной памяти, отражатели [1]. В технике применяются не только прямые фотоннокристаллические структуры, но и инверсные фотонные кристаллы, образованные с помощью основы из микросферных коллоидных частиц, выступающих в роли темплата.

Формирование инверсного фотонного кристалла невозможно без процесса внедрения функционального материала в темплат. В зависимости от используемого функционального материала меняются свойства и характеристики инверсной структуры. Например, если в качестве материала внедрения использовать магнитные материалы, то можно получить пористую 3-D структуру с коэффициентом заполнения до 76%.

Установка напыления тонких пленок «Лунтик» (рис. 1) предназначена для проведения исследовательских работ в области осаждения тонких пленок методами магнетронного распыления и термического испарения. Термовакуумный метод получения тонких пленок основан на нагреве в вакууме вещества до его активного испарения и конденсации испаренных атомов на поверхности подложки. Преимуществами метода является высокая чистота осаждаемого материала (процесс проводится при высоком и сверхвысоком вакууме), универсальность (наносят пленки металлов, сплавов, полупроводников, диэлектриков) и относительная простота реализации [2]. Одним из главных недостатков термического метода является капельная фаза, которая образуется вследствие появления паров в толще испаряемого материала, которые при прохождении через расплав металла захватывают макрочастицы мишени [3]. Также метод отличается нерегулируемой скоростью осаждения, непостоянной и нерегулируемой энергией осаждения [4].

Сущность магнетронного метода заключается в распылении мишени-катода высокоэнергетичными ионами рабочего газа. Магнетронный метод распыления характеризуется локализованной плазмой вблизи катода-мишени, что позволяет существенно

увеличить скорость распыления, благодаря большой плотности ионного тока при меньших рабочих давлениях [4].

В процессе формирования нанокомпозитных материалов одним из важных факторов является энергия частиц функционального материала, определяющая результативность его внедрения в темплат [5]. При использовании магнетронной распылительной системы существенно повышается скорость роста пленок и адгезия, поскольку кинетическая энергия распыляемых атомов значительно превышает кинетическую энергию испаренных атомов [3]. Исходя из вышеперечисленных факторов, в качестве метода распыления функциональных покрытий выбран метод магнетронного распыления.



Рис. 1. Установка магнетронного распыления.

На установке магнетронного вакуумного нанесения был проведен эксперимент по внедрению титана в темплат, сформированный методом седиментации из коллоидного раствора кремнезема [6].

Исследование влияния технологических режимов осаждения функционального материала на степень заполнения темплата

Возможные варианты осаждения титана на темплат в верхний слой представлены на рис. 2.

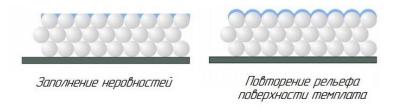


Рис. 2. Варианты формирования верхнего слоя.

Для выявления особенностей процесса роста металлической пленки на опаловой матрице был проведен следующий опыт: на темплат, сформированный на ситалловой подложке, методом магнетронного распыления нанесены пленки титана различных толщин при разных значениях энергии распыляемых частиц (рис. 3). В таблице 1 приведены значения основных параметров режима нанесения титана. Таким образом, при каждом значении мощности (700 Вт и 350 Вт) на темплат был осажден титан толщиной на гладком образце свидетеле 50 и 100 нм.

#### Контроль длины волны в области ФЗЗ

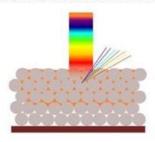


Рис. 3. Контроль глубины заполнения темплата.

Таблица 1. Технологические режимы.

Наименование параметра	Обозначение	Единица измерения	Значение
Давление в вакуумной камере	P	Па	2
Расход аргона	Y	см <sup>3</sup> /мин	55
Мощность магнетрона	Pw	Вт	700
			350
Сила тока	Ι	A	1,43
		11	1,2
Напряжение	U	В	401
			292
Продолжительность	t	сек	60/30
Расстояние до подложки	L	MM	65

Для этих четырех образцов был проведен спектрофотометрический анализ до и после нанесения титана (рис. 4).

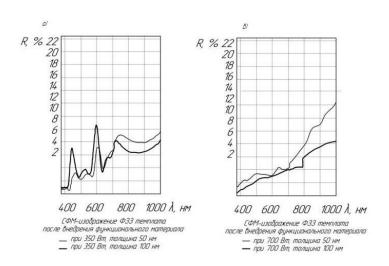


Рис. 4. Спектры отражения образцов полученного темплата. а) до нанесения титана; б) после нанесения титана.

Количество слоев в структуре темплата рассчитано по формуле (1) и равно 5. Фотонная запрещенная зона у образца без пленки титана наблюдалась на длинах волн 430 нм, 500 нм, 570 нм и 650 нм. Положение фотонной запрещенной зоны для образов после нанесения титана представлены в таблице 2.

$$h = \frac{\lambda_{\rm l}}{2 \cdot n_{\rm eff} \cdot \cos \theta (1 - \frac{\lambda_{\rm l}}{\lambda_2})} \tag{1}$$

Таблица 2 –Положения ФЗЗ.

Толщина 50 нм, мощность 350 Вт						
Пик 1	Пик 2	Пик 3	Пик 4			
471 нм	588 нм	632 нм	786 нм			
Толщина 50 нм, мощность 700 Вт						
436 нм	521 нм	663 нм	1093 нм			
Толщина 100 нм, мощность 350 Вт						
450 нм	540 нм	617 нм	750 нм			
Толщина 100 нм, мощность 700 Вт						
Фотонная запрещенная зона отсутствует						

На спектрах отражения образцов с толщиной титана 50 нм, соответствующих мощностям 350 Вт присутствуют характерные пики, что свидетельствует о сохранении фотоннокристаллической структуры образцов. На четвертом образце пленка толщиной 100 нм, образованная при мощности в 700 Вт, сформировала сплошное покрытие титана на темплате, и ФЗЗ не обнаруживается.

Смещения положения всех пиков ФЗЗ на первых трех образцах в сторону ИК-излучения также свидетельствует о заполнении межсферичного пространства темплата, так как при внедрении титана в пленку кремнезема получается композитная структура с собственным значением коэффициента преломления. Напротив, при распылении на мощности 700 Вт титан начинает активно осаждаться на верхний слой и образует сплошную пленку на темплате. Из-за этого материал не достигает слоев, расположенных ниже.

### Исследование влияния технологических режимов осаждения функционального материала на его проникновение в темплат

Для определения проникновения материала в темплат на толщину структуры целесообразно использовать стеклянную подложку для обеспечения возможности контроля структуры со стороны нижних слоев (рис. 5).

Контроль коэффициента отражения в области ФЗЗ

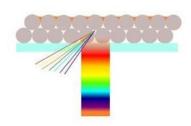


Рис. 5. Исследование образца на стеклянной подложке.

Подложка закреплялась на подложкодержателе и помещалась в вакуумную камеру установки. После откачки до 2 Па проводилась тренировка в течение 10-15 минут, затем подложкодержатель поворачивался и проводился процесс нанесения. В таблице 3 представлены режимы осаждения материала внедрения.

Таблица 3. Технологические режимы.

Наименование параметра	Обозначение	Единица измерения	Значение
Давление в вакуумной камере	P	Па	2
Расход аргона	Y	см <sup>3</sup> /мин	55
Мощность магнетрона	Pw	Вт	700
Сила тока	I	A	1,43
Напряжение	U	В	401
Продолжительность	t	сек	60
Расстояние до подложки	L	MM	65

В результате осаждения титана на темплате образовалась пленка толщиной 50 нм. На рис. 6 представлены результаты спектрофотометрического исследования полученного образца. Спектрофотометрия проводилась с обратной стороны структуры опал — титан через стекло в четырех точках каждого образца.

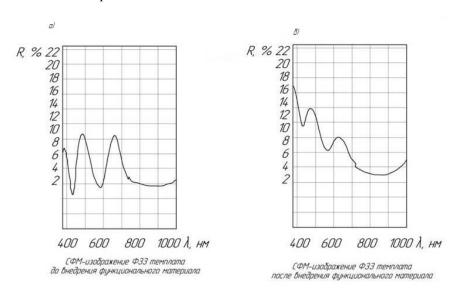


Рис. 6. Спектры отражения образцов. a) – до осаждения титана б) - после осаждения титана.

Толщина фотонно-кристаллического темплата рассчитана по спектру, представленному на рис. 6.а в соответствии с выраженем (1) [7] и составляет два слоя.

Фотонная запрещенная зона темплата наблюдалась на длинах волн 370 нм, 470 нм, 660 нм, а значение четвертого пика в среднем выходило за границы исследуемой области. После осаждения титана пики фотонной запрещенной зоны сдвинулись незначимо (длины волн 381 нм, 471 нм и 639 нм, соответственно).

Полученные результаты, по-видимому, свидетельствуют о том, что титан заполнил межсферичное пространство верхнего слоя, но не проник до слоя, контактирующего со стеклом.

#### Заключение

Результаты теоретических и экспериментальных исследований показали, что для внедрения функционального материала, необходимо использовать метод магнетронного распыления на малых мощностях ( $300-350~{\rm Br}$ ), так как это обеспечивает проникновения материала на глубину до 3-4 слоев фотоннокристаллическоой структуры.

### XXVI Научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» Судак, 16 – 21 сентября 2019 г

#### Литература

- 1. Булыгина Е.В., Макарчук В.В., Панфилов Ю. В. Наноразмерные структуры: классификация, формирование и исследование: Учебное пособие для Вузов. М.: САЙНС-ПРЕСС, 2006. 80с.
- 2. Гольдаде В.А., Федосенко Н. Н. Методы получения тонких пленок. ГГУ им. Ф. Скорины, 2015. 41c.
- 3. Дунюшкина Л.А. Введение в методы получения пленочных электролитов для твердооксидных топливных элементов: монография / Л.А. Дунюшкина. Екатеринбург: УРО РАН, 2015. – 126 с.
- 4. Панфилов Ю. В. Нанесение тонких пленок в вакууме/ Технологии в электронной промышленности, №3, 2007
- 5. Ф.И.ГРИГОРЬЕВ Осаждение тонких пленок из низкотемпературной плазмы и ионных пучков в технологии микроэлектроники: Учебное пособие / Моск. гос. ин-т электроники и математики. М., 2006.
- 6. Kuleshova V. L., Panfilova E. V., Prohorov E. P. Automated device for vertical deposition of colloidal opal films //2018 International Russian Automation Conference (RusAutoCon). IEEE, 2018. C.1-5.
- 7. Саполетова, Н. А., Мартынова Н. А., Напольский К. С., Елисеев А. А., Лукашин А.В., Колесник И. В., Третьяков Ю. Д. (2011). Самосборка коллоидных частиц в присутствии электрического поля. ФИЗИКА ТВЕРДОГО ТЕЛА, 53(6), 1064-1068.

# Математическое моделирование геометрических и электрических характеристик островковых тонких пленок на начальных стадиях роста

A.A. Исаева, С.В. Сидорова Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 7, кафедра МТ-11 E-mail: sidorova\_bmstu@mail.ru

Приведены области применения металлических островковых наноструктур в науке и технике. Проведены экспериментальные исследования для отработки режимов формирования металлических тонких пленок. Представлен принцип контроля начальных стадий роста по изменению туннельного тока между островковыми наноструктурами. Получены серии образцов ОТП меди и алюминия, толщины которых измерены на атомно-силовом микроскопе. Смоделированы зависимости геометрических и электрических характеристик тонких пленок и ОНС от параметров технологического процесса.

Geometric and electric mathematical modeling of island films growth initial stage. A.A.Isaeva, S.V.Sidorova. The metal island nanostructures application fields in science and technology are presented. Experimental studies are carried out using the UVN-1M vacuum unit to test the metal thin films formation modes. The control principle at the initial stages of growth on the tunneling current change between the island thin films is presented. Series of copper and aluminum ITF samples are obtained. The derived samples thicknesses are measured using an atomic-force microscope. As a result, the geometric and electrical characteristics dependence of thin films and island nanostructures on the process parameters are simulated.

#### Введение

Островковые тонкие пленки и наноструктуры востребованы во многих областях науки: микро- и наноэлектроника, оптика, фотоника, лазерная техника, солнечная энергетика и т. д.

В настоящее время исследования показывают возможность применения островковых тонких пленок в солнечных панелях и устройствах на их основе.