

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ КОЛЛОИДНЫХ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ГЕТЕРОСТРУКТУР НА ИХ СПЕКТРАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

### STUDY OF THE INFLUENCE OF THE PARAMETERS OF THE PROCESS OF OBTAINING COLLOID PHOTONIC CRYSTAL HETEROSTRUCTURES ON THEIR SPECTRAL CHARACTERISTICS

А.Р.Ибрагимов, А.А.Шатаев, О.М.Медведева, К.Р.Минько, С.С.Серопян,  
Е.В.Панфилова(ORCID:0000-0001-7944-2765) / panfilova.e.v@bmstu.ru

A.R.Ibragimov, A.A.Shataev, O.M.Medvedeva, K.R.Minko, S.S.Seropyan, E.V.Panfilova

МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва

*Фотонно-кристаллические гетероструктуры являются перспективным для инженерии фотонных запрещенных зон материалом. Технологичный способ их получения основывается на использовании коллоидных пленок, сформированных в процессе самоорганизации сферических коллоидных частиц диаметром в сотни нанометров. Вакуумное осаждение функциональных материалов на такие пленки позволяет сформировать двумерные и трехмерные фотонно-кристаллические слоистые и композитные структуры, а также массивы регулярно расположенных наночастиц. В настоящей работе представлены результаты экспериментальных исследований влияния параметров магнетронного осаждения металлов на поверхность коллоидных пленок полистирола на характеристики фотонной запрещенной зоны формируемых структур. Выявлено, что варьируя длительностью процесса и мощностью источника, можно управлять длиной волны фотонной запрещенной зоны и существенно изменять спектр отражения гетероструктур. Показано, что выявленные эффекты воспроизводятся одинаковым образом независимо от используемых методов и оборудования для получения коллоидных пленок и оборудования для вакуумного осаждения металлов. В работе представлены результаты атомно-силового и спектрофотометрического исследования сформированных посредством магнетронного осаждения вольфрама и титана на поверхность коллоидных пленок полистирола гетероструктур.*

*This work presents the results of experimental studies of the influence of the parameters of magnetron deposition of metals on the surface of colloidal polystyrene films on the characteristics of the photonic band gap of the structures being formed.*

*The paper presents the results of atomic force and spectro-photometric studies of hetero-structures formed by means of magnetron deposition of tungsten and titanium on the surface of colloidal polystyrene films.*

*Ключевые слова: спектрофотометрические исследования гетероструктур, коллоидные пленки полистирола, спектральные характеристики.*

*Key words: spectrophotometric studies of heterostructures, colloidal polystyrene films, spectral characteristics.*

## ВВЕДЕНИЕ

Гетероструктуры, получаемые на основе коллоидных фотонно-кристаллических пленок являются перспективным материалом для использования в оптоэлектронике, сенсорике, медицине и ряде других областей [1]. Вакуумное осаждение материалов на коллоидную пленку позволяет получить как слоистые, так и трехмерные композиции и массивы регулярно расположенных наночастиц [2]. Технология осаждения коллоидных

пленок постоянно совершенствуется [3], технология вакуумного осаждения материалов хорошо отработана, поэтому соответствующие процессы могут быть использованы для получения гетероструктур с воспроизводимыми характеристиками фотонной запрещенной зоны (ФЗЗ). В [2] показано, что при осаждении на коллоидную пленку функциональный материал может образовать пленку на поверхности и / или проникнуть в пустоты между коллоидными частицами. Параметры ФЗЗ определяются толщинами образуемых при этом слоев и их показателями преломления. Величина этих параметров, в свою очередь, зависит от параметров процесса осаждения функционального материала, размера коллоидных частиц и плотности их упаковки в структуру фотонного кристалла. Поскольку состояние ФЗЗ определяется большим количеством параметров, вопрос выявления зависимостей, имеющих место быть в названных процессах, является весьма актуальным. Немногочисленные публикации [4, 5] на эту тему являются результатом теоретических разработок. Однако, представленные в них модели требуют апробации на практике. В настоящей работе представлены обобщение результатов экспериментального исследования процесса получения образцов фотонно-кристаллических гетероструктур методом магнетронного осаждения металлов на поверхность коллоидной пленки полистирольного латекса, выполненного на разном оборудовании.

## МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Исследуемый технологический процесс включал в себя операции очистки подложек, осаждения коллоидных пленок, нанесения на их поверхность пленок функционального материала и последующего контроля. Очистка осуществлялась в ультразвуковой ванне «Skumen JP-010T» последовательно в ацетоне, спирте и деионизированной воде. В эксперименте использовались подложки из ситалла и поликора. Коллоидные пленки осаждались методом центрифугирования на установке «ELMI CM-6MT» с последовательно увеличиваемой частотой вращения 200 об/мин (60 с), затем 1000 об/мин (120 с) далее 2000 об/мин (10 с) и вертикального вытягивания из коллоидной суспензии на универсальном экспериментальном стенде [6] со скоростью движения подложки 0.4 мм/мин. В процессах использовались стандартные образцы полистирольного монодисперсного латекса PS в карбоксильной группе -COOH с начальной концентрацией суспензии 10% и диаметром частиц 300 нм. Данный раствор в ходе проведения экспериментов доводился до концентрации 1% при вертикальном вытягивании и 5% при центрифугировании добавлением 95% раствора этилового спирта. Высушивание пленок происходило при нормальных условиях в атмосфере. Перечисленные режимы были признаны ранее [6] наиболее эффективными для получения фотонно-кристаллических структур используемыми в работе методами. Магнетронное осаждение функционального материала осуществлялось на лабораторных установках «ЛУНТИК» и УВН-1 одновременно на две подложки (одна из которых была с коллоидной пленкой, другая являлась свидетелем). Параметры осаждения на установке УВН-1 были следующими: ток 75 мА, напряжение 4 В, давление  $2 \cdot 10^{-2}$  мбар, расстояние от мишени до подложки 50 мм, время нанесения изменялось от 8 до 10 мин. На установке «ЛУНТИК» мощность варьировалась в диапазоне от 150 Вт до 200 Вт, время осаждения изменялось от 5 мин до 10 мин. Спектры отражения были получены на спектрофотометре *Epsilon*. Исследование морфологии пленок осуществлялось с помощью сканирующего зондового микроскопа *SolverNEXT* методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в режиме прерывистого контакта. Измерение толщины пленок осуществлялось на профилометре «TR200». В результате на образцах-свидетелях, полученных на установке УВН-1, средняя толщина пленки Ti составила 83 нм для времени осаждения 8 мин и 125 нм для времени осаждения 10 мин. Средняя толщина пленки Ni, осажденной на установке «ЛУНТИК» составила 85 нм для времени осаждения 5 мин и мощности магнетрона 150 Вт, 183 нм для времени осаждения 5 мин и мощности магнетрона 200 Вт, 271 нм для времени осаждения 10 мин и мощности магнетрона 150 Вт, 327 нм для времени осаждения 10 мин и мощности магнетрона 200 Вт.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные коллоидные пленки при визуальном контроле обнаруживали выраженную опалесценцию. Спектрофотометрическое исследование подтвердило фотонно-кристаллическую природу образцов. Последующий АСМ-контроль выявил наличие у них структуры фотонного поликристалла. На рис. 1 представлены АСМ-изображение и спектры отражения пленок, полученных методом вертикального вытягивания, а также спектр отражения пленки, полученной методом центрифугирования. Среднее значение длины волны ФЗЗ полученных образцов составило 582 нм для тех из них, которые были получены методом вертикального вытягивания, и 575 нм – для центрифугирования. Очевидно, что использованные в эксперименте режимы центрифугирования позволили получить несколько более плотно упакованную, но при этом менее упорядоченную структуру, чем методом вертикального вытягивания. Последующее осаждение металла видоизменило внешний вид образцов, а также их ФЗЗ. На рис. 2 представлен внешний вид образцов, а на рис. 3 и 4 представлены спектры отражения, демонстрирующие основные выявленные закономерности.

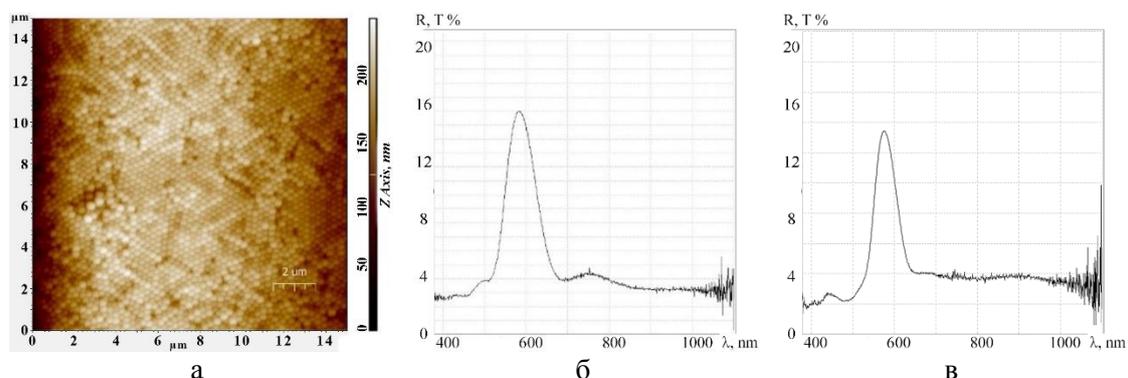


Рис. 1. Результаты АСМ-исследования (а) и измерения спектральных характеристик отражения коллоидных пленок, полученных методом вертикального вытягивания (а, б) и центрифугирования (в).

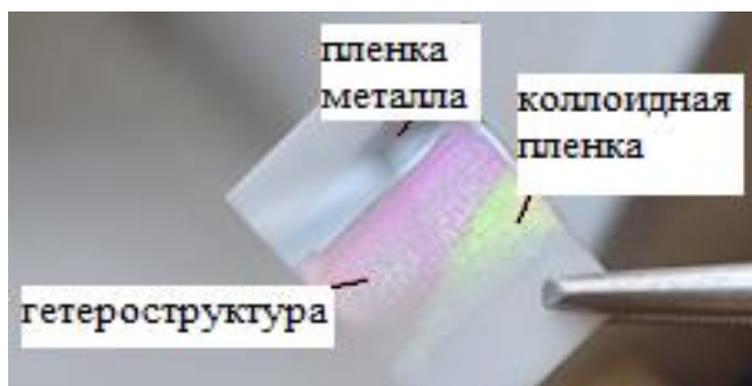


Рис. 2. Изображение образца с областями, занятыми коллоидной пленкой полистирола, пленкой титана и гетероструктурой.

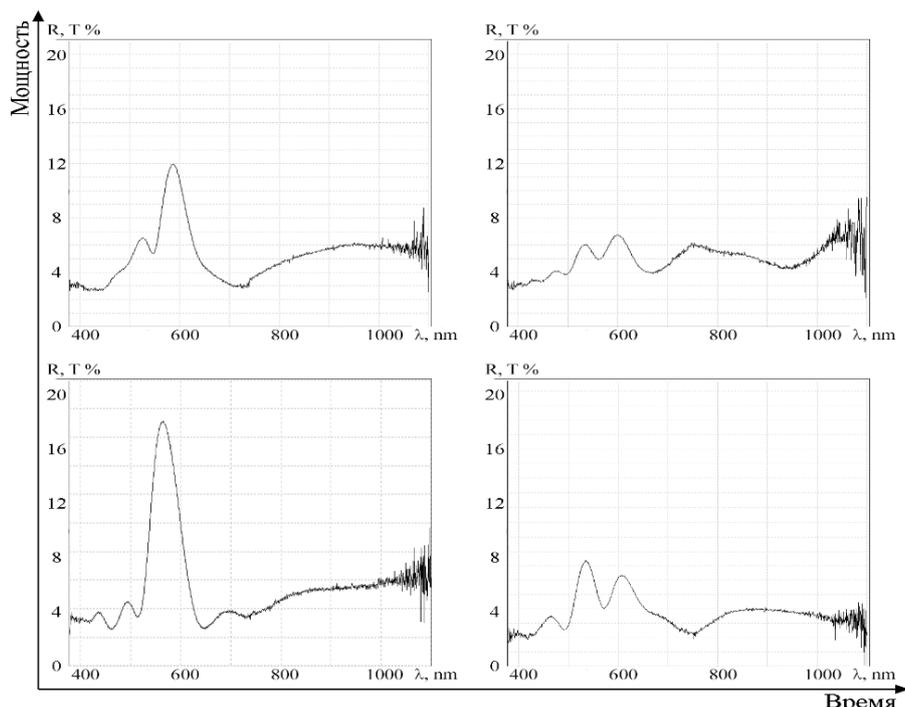


Рис. 3. Результаты измерения спектральных характеристик отражения образцов, полученных методом центрифугирования и последующего магнетронного осаждения на установке ЛУНТИК.

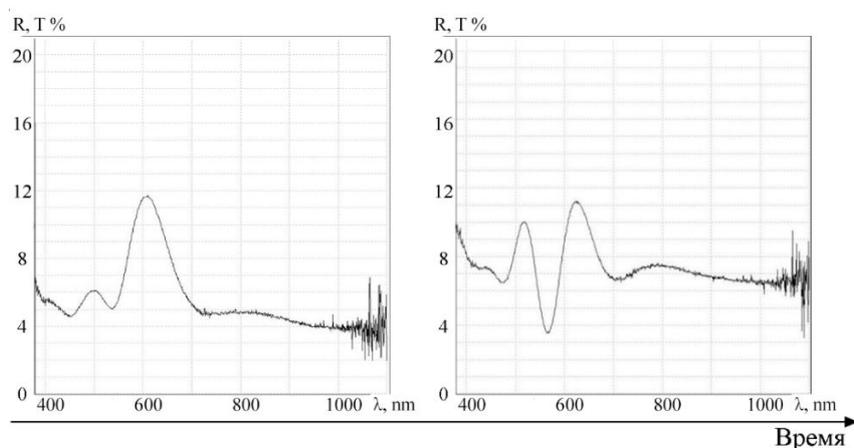


Рис. 4. Результаты измерения спектральных характеристик отражения образцов, полученных методом вертикального вытягивания и последующего магнетронного осаждения на установке УВН-1.

Исходные коллоидные пленки имеют один ярко выраженный пик, соответствующий ФЗЗ. Положение этого пика соответствует длине волны, определяемой по закону дифракции Брэгга для опаловой матрицы с ГЦК упаковкой микросфер диаметром 300 нм. После кратковременного осаждения металла с невысокой энергией распыляемых частиц положение этого пика и интенсивность отражения в его области практически не изменяются, но обнаруживается появление еще одного максимума отражения, связанного с интерференцией в тонких пленках. Если же энергия частиц была при этом более высокой, длина волны ФЗЗ сдвигалась в сторону ИК части спектра, что объясняется формированием в коллоидной пленке слоя с заполненными металлом

межсферическими пустотами. При этом длина волны пика, соответствующего эффектам в пленке металла теперь уже большей толщины также сдвигалась вправо. В случае более длительного осаждения функционального материала продолжалось смещение пиков в сторону ИК области, возникали множественные интерференционные эффекты. При этом интенсивность отражения в области ФЗЗ верхнего заполненного металлом слоя уменьшалась, в том числе, и за счет роста его пленки на поверхности коллоидной пленки. Если же при длительном осаждении металла более высокой была и энергия осаждающихся частиц, то смещение спектральных максимумов отражения вправо уже не обнаруживалось, все максимумы становились менее выраженными. Очевидно, при росте сплошной пленки на поверхности коллоидной пленки заполнение пустот в ней прекращается, а сама пленка металла становится непрозрачной. Характерно, что описанные выше эффекты обнаруживаются независимо от способов получения коллоидных пленок, используемого для этого и осаждения функциональных слоев оборудования, а также осаждаемого материала.

### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

Выявленные закономерности могут быть использованы в области инженерии фотонных запрещенных зон, а также при анализе оптических свойств, полученных ФКГ. Полученные при анализе данные могут быть полезны для изготовления ФК устройств, которые работают на эффекте ФЗЗ. Формирование слоев с заданной структурной геометрией позволяет получить требуемые спектральные характеристики. Подобные разработки актуальны для исследования в технологии получения ФКГ с заданными оптическими свойствами, например, для модуляторов оптического излучения, перестраиваемых фотоприемников и дисплеев, в которых манипуляция цветом пикселей осуществляется при помощи фотонных кристаллов.

### **ЛИТЕРАТУРА**

1. Панфилова Е.В. Перспективные методы формирования планарных наноструктур // Наноинженерия, Машиностроение. 2014, №8 – с. 29-33.
2. Панфилова Е. В., Доброносова А. А. Особенности формирования и свойства тонких пленок и массивов частиц золота, получаемых на поверхности опаловых пленок // Инженерный журнал: наука и инновации. – 2017. – №. 8 (68).
3. П.В. Лебедев-Степанов и др. Самосборка наночастиц в микрообъеме коллоидного раствора: физика, моделирование, эксперимент // Российские нанотехнологии. 2013. № 3-4 - с. 5-23.
4. Ulmeanu M., Filipescu M., Medianu R. V. Fabrication of 2-D nanostructures via metal deposition through a colloidal mask: comparison between thermal evaporation and RF magnetron sputtering // *physica status solidi c*. – 2008. – Т. 5. – №. 12. – С. 3584-3587.
5. Zhang X. et al. Magnetron sputtering deposition of Ag/Ag<sub>2</sub>O bilayer films for highly efficient color generation on fabrics // *Ceramics International*. – 2020. – Т. 46. – №. 9. – С. 13342-13349.
6. Panfilova E. V., Syritskii A. B., Ibragimov A. R. Optimization of the photonic crystal colloidal films deposition by means of atomic force microscopy // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – IOP Publishing, 2019. – Т. 699. – №. 1. – С. 012034.