

Министерство образования Республики Беларусь  
Учреждение образования  
Белорусский государственный университет  
информатики и радиоэлектроники

УДК 538.911

ГВОЗДОВСКАЯ  
Елизавета Аркадьевна

## НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ ОКСИДЫ ВЕНТИЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ И ИХ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

### **АВТОРЕФЕРАТ**

на соискание степени магистра технических наук  
по специальности 1-41 80 01 Твердотельная электроника,  
радиоэлектронные компоненты, микро- и наноэлектроника,  
приборы на квантовых эффектах

---

Научный руководитель  
доктор физико-математических наук,  
профессор  
ЛАЗАРУК Сергей Константинович

---

Минск 2019

Работа выполнена на кафедре микро- и наноэлектроники учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники»

Научный  
руководитель:

**Лазарук Сергей Константинович,**  
доктор физико-математических наук,  
профессор кафедры микро- и  
наноэлектроники учреждения образования  
«Белорусский государственный университет  
информатики и радиоэлектроники»

Рецензент:

**Завадский Сергей Михайлович,**  
кандидат технических наук, доцент  
кафедры электронной техники и технологии  
учреждения образования «Белорусский  
государственный университет информатики  
и радиоэлектроники»

Защита диссертации состоится «24» июня 2019 г. года в 9<sup>00</sup> часов на заседании Государственной комиссии по защите магистерских диссертаций в учреждении образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники» по адресу: 220013, г.Минск, ул. П.Бровки, 6, 1 уч. корп., ауд. 114, тел.: 293-89-26, e-mail: [kafme@bsuir.by](mailto:kafme@bsuir.by).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники».

## ВВЕДЕНИЕ

Анодные оксиды тугоплавких металлов широко используются в электронике. Исторически, первые применения пленок оксидов барьерного типа, в частности, оксида титана, связаны с изготовлением конденсаторных диэлектриков. В последние годы интерес к этому материалу увеличился за счет его использования в мемристорах, фотоэлектрических преобразователях энергии, для фотокатализа. Кроме того такие пленки все шире используются в медицине в качестве покрытий титановых имплантатов. При этом актуальными становятся их оптические свойства и возможность управления ими. Это необходимо для того, чтобы либо скрыть присутствие имплантата под незакрытыми одеждой участками тела человека, либо наоборот сделать его более заметным, если он используется для временной фиксации нарушенных костных тканей и впоследствии должен быть легко обнаружен и удален.

На сегодняшний день оксид титана получают с различной морфологией, в основном это нанотрубки, нанопровода, наностержни и мезопористые структуры и нанометровые пленки. В последние годы для получения наночастиц  $TiO_2$  используют такие методы, как гидротермальный, сольвотермический, золь-гель, методы прямого окисления, химическое осаждение из паровой фазы, электроосаждение, сонохимический и микроволновой метод.

Многие параметры пленок оксида титана зависят от их толщины. Существуют различные методы контроля толщин тонких пленок. К ним относятся оптические методы (интерферометрия, метод цветовых оттенков, эллипсометрия, абсорбционная спектроскопия), механические методы, электрические и магнитные методы.

Целью диссертации является установление закономерностей влияния режима анодного окисления титана на оптические свойства образующихся пленок плотного оксида титана и на структуру пленок пористого оксида титана, а также исследование электрофизических свойств полученных оксидных пленок.

# ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

## **Актуальность темы магистерской диссертации**

Актуальной задачей является выявление зависимостей оптических и структурных свойств анодного оксида титана от режимов электрохимического анодирования с целью подбора условий для создания покрытий титановых имплантатов, используемых в челюстно-лицевой хирургии.

## **Цель и задачи магистерской диссертации**

*Целью* диссертации является установление закономерностей влияния режима анодного окисления титана на оптические свойства образующихся пленок плотного оксида титана и на структуру пленок пористого оксида титана, а также исследование электрофизических свойств полученных оксидных пленок.

Для выполнения поставленной цели в работе были сформулированы *следующие задачи*:

- Сформировать образцы диоксида титана посредством электрохимического анодирования;
- Определить толщины полученных пленок;
- Определить структурные свойства пленок пористого оксида титана;
- Выявить зависимости толщин пленок оксида титана, его электрофизических, оптических и структурных параметров от режимов анодирования.

## **Объект и предмет исследования**

*Объектом* исследования являются пленки оксида титана, полученные электрохимическим анодированием.

*Предметом* исследования являются структурные, оптические и электрофизические свойства пленок анодного оксида титана.

## **Связь работы с приоритетными направлениями научных исследований и запросами реального сектора экономики**

Работа проводилась в рамках задания ГБЦ 17-3136М «Сформировать пленки оксида титана электрохимическим анодированием и исследовать их оптические свойства».

## **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Установлены закономерности изменения толщины анодного оксида титана в зависимости от напряжения формовки анодного процесса в диапазоне от 10 до 200 В, что позволило определить коэффициент формовки анодирования, который показал уменьшение от 3,2 с выходом на насыщение на уровне  $1,5 \pm 0,1$ .

2. Охлаждение электролита до отрицательных температур позволяет получать нанотрубки оксида титана диаметром до 320 нм и дает возможность получения упорядоченных гексагональных ячеек с пористостью менее 1 % при толщине 20 мкм.

3. Формирование анодных оксидов титана на поверхности титановых имплантатов с заданными оптическими и структурными свойствами перспективны для использования в челюстно-лицевой хирургии.

## **Личный вклад соискателя**

Личный вклад автора состоит в непосредственном участии в проведении всех экспериментов по получению пленок анодного оксида титана, участии в обсуждении полученных результатов, подготовке научных статей по тематике диссертационной работы, а также в написании докладов и участии на конференциях. Совместно с научным руководителем определены структура, цели и задачи исследования, обобщены основные научные результаты. Совместно с соавторами публикаций осуществлялась подготовка и проведение исследований, обсуждались полученные результаты.

## **Апробация результатов диссертации**

Основные теоретические результаты и законченные этапы диссертационной работы были доложены: на XVI Белорусско-российской научно-технической конференции «Технические средства защиты информации» в БГУИР (июнь, 2018); на XXVI международной научно-практической конференции аспирантов, магистрантов и студентов «Физика конденсированного состояния» в Гродно (апрель, 2018); на 54-ой научной конференции студентов, магистрантов, аспирантов в БГУИР (апрель, 2018).

## **Публикации**

По материалам диссертации опубликовано 2 работы. Из них: 1 статья в научном журнале, 1 тезис доклада на конференции.

## **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, общей характеристики работы, четырех глав, заключения, списка использованных источников, графического материала. Общий объем магистерской диссертации составляет 66 страниц, включая 23 иллюстрации, 5 таблиц, библиографический список из 104 наименований.

## КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В *первой главе* кратко рассматривается состояние исследований по теме формирования и использования оксидов тугоплавких металлов, а именно титана, показана структура оксида титана, его свойства и получение. Также уделено внимание биосовместимости титана и его оксидов, что является важным вопросом при использовании полученных структур в качестве покрытий имплантатов.

*Вторая глава* описывает методику проведения эксперимента, в частности, режимы анодирования, используемую аппаратуру. Описаны методы исследования полученных пленок, регистрации спектров и измерения электрофизических параметров.

*Третья глава* посвящена закономерностям формирования пленок оксида титана, в ней приведены основные результаты исследования, показаны режимы в которых проводилось формирование пленок, зависимости толщины и коэффициента формовки от напряжения анодирования, приведены спектры отражения полученных пленок. Также рассмотрены электрофизические свойства пленок оксида титана, рассчитана диэлектрическая постоянная пленок, выявлены зависимости параметров от толщины. Показаны зависимости структурных свойств пористого оксида титана от температуры электролита.

В *четвертой главе* рассматривается перспектива применения полученных пленок в области медицины, а в частности в челюстно-лицевой хирургии.

В *заключении* кратко изложены основные результаты магистерской диссертации, приведены результаты формирования анодных пленок оксида титана.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Процессы электрохимического анодного окисления вентильных металлов широко используются в нанотехнологии, т. к. за счет выбора электрических режимов анодного процесса можно формировать геометрические размеры анодных пленок с точностью до 1 нм. Причем в зависимости от выбора электролита можно получать как плотные, так и пористые пленки. В обоих случаях геометрические размеры формируемых анодных пленок зависят от напряжения формовки. Накопление информации в области анодирования металлов и сплавов, а также поиск моделей адекватно описывающих процессы формирования анодных оксидных пленок позволят найти новые применения данным материалам и структурам на их основе.

В работе приводится описание способов получения пленок оксида титана, описаны материалы и методы, используемые при формировании плотного и пористого оксида титана, а также приведены результаты исследования свойств оксидных структур.

В результате проведения экспериментов были получены пленки диоксида титана. Также были выявлены наиболее важные параметры процесса анодирования, определяющие структуру получаемых пленок. Проведенные исследования показали, что на поверхности титана при помощи электрохимического анодирования могут быть сформированы плотные оксидные пленки с цветовыми оттенками, перекрывающими весь видимый диапазон от красного до фиолетового. Толщина исследуемых оксидов изменяется от 30 до 284 нм линейно относительно анодного напряжения. Коэффициент формовки с ростом анодного напряжения уменьшается от 3,3 с выходом на насыщение на уровне 1,5 нм/В. Они перспективны для придания необходимого цвета титановым имплантатам, используемым в челюстно-лицевой хирургии. Тангенс угла диэлектрических потерь полученных пленок колеблется от 0,053 до 2,42, высокое значение данного параметра указывает на локальные пробой в пленках. Для создания более качественных покрытий требуется усовершенствование методики их формирования, например, подбор подходящей температуры электролита.

В ходе работы была выявлена зависимость структуры пористого анодного оксида титана от температуры электролита. Охлаждение электролита до отрицательных температур позволяет получать нанотрубки оксида титана диаметром до 320 нм и дает возможность получения упорядоченных гексагональных ячеек с пористостью менее 1 % при толщине 20 мкм.



## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА

[1-А.] Гвоздовская, Е. А. Формирование пленок анодного оксида титана и их применение в челюстно-лицевой хирургии / Е. А. Гвоздовская и другие // Аморфные и микрокристаллические полупроводники: Сборник трудов X Международной конференции (Санкт-Петербург, 4 -7 июля 2016 г.). - Санкт-Петербург, 2016. - С. 225-226.

[2-А.] Гвоздовская, Е. А. Оптические свойства анодного оксида титана и его применение в челюстно-лицевой хирургии / Е. А. Гвоздовская и др. // Доклады БГУИР. - 2016. - № 5 (99). - С. 48 - 53.