

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

УДК 621.384.637

Логунов  
Константин Тимофеевич

Оксиды переходных металлов, сформированные методом синтеза нанослоёв в  
плазме высокой плотности

### **АВТОРЕФЕРАТ**

на соискание степени магистра  
по специальности 1-41 80 01 «Микро- и наноэлектроника»

---

Научный руководитель  
Котов Дмитрий Анатольевич  
кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры микро- и  
наноэлектроники

---

Минск 2023

## **ВВЕДЕНИЕ**

Пленки оксидов переходных металлов являются одним из ключевых материалов современной науки и промышленности, большое внимание уделяется исследованию пленок оксидов переходных металлов с целью поиска перспективных материалов для приборов вакуумной и плазменной электроники, микроэлектроники и устройств медицинского назначения и т. д. В сферу их применения также входят различные функциональные покрытия, которые как улучшают определенные свойства материалов, так и дают им совершенно иные, не типичные для них характеристики, позволяющие использовать их на передовом уровне науки и промышленности, в таких областях как авиационная и космическая техника, машиностроении, медицине, энергетике, цифровой микроэлектронике

. Кроме того, возможность использования одного материала для различных задач при наличии у него разнообразных свойств, в зависимости от толщин, позволяет решить проблемы рабочего пространства, что особенно важно в связи с процессами миниатюризации, и многие связанные с этим экономические проблемы. Также в тонких пленках возможны эффекты, отсутствующие в материалах, превосходящих их по размерам, что дает совершенно новые возможности для исследований и применения в различных областях.

Применение метода магнетронного распыления в цикле с окислением индуктивно-связанной плазмой даст возможность получать ультратонкие пленки переходных металлов, после чего проводить окисление полученных ультратонких пленок переходных металлов. Это позволит получать за цикл тонкую пленку оксида переходного металла.

В данной работе рассматривается процесс осаждения нанослоев оксида ванадия и оксида титана. Целью диссертационной работы является получение образцов тонких пленок оксидов переходных металлов, а также исследование параметров и оптических свойств полученных пленок для определения качества слоев, полученных данным методом.

Диссертационная работа выполнена самостоятельно, проверена в системе «Антиплагиат». Процент оригинальности составляет 95%. Результат проверки представлен в Приложении А.

## **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

**Актуальность темы магистерской диссертации.** Актуальность работы определяется проблемой получения тонких и ультратонких плёнок оксидов

переходных металлов с заданной стехиометрией и, как следствие, необходимостью разработки новых методов и методик их получения.

### **Цель и задачи исследования**

Целью исследования является изучение процесса получения и оптических свойств тонких пленок оксидов переходных металлов полученных методом синтеза нанослоев в плазме высокой плотности.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Провести анализ современных подходов и методов формирования тонких пленок оксидов переходных металлов.
2. Выбрать методы исследования морфологии, структуры, фазового состава, оптических свойств полученных тонких и ультратонких плёнок, а также параметров технологических процессов.
3. Разработать экспериментальный комплекс для формирования тонких и ультратонких плёнок оксидов переходных металлов методом синтеза нанослоёв в плазме высокой плотности.
4. Исследовать свойства полученных покрытий. Выявить зависимости между параметрами процесса их синтеза и полученными характеристиками.

### **Объект и предмет исследования.**

В качестве объекта исследования выбраны пленки оксида титана и ванадия и технологические процессы их получения с применением плазмы.

Предмет исследования – зависимости и закономерности формирования пленок оксидов титана и ванадия, а также их свойств от режимов их получения.

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

Работа выполнялась в рамках ГБЦ №21-3144 «Разработать научно-технические принципы построения технологии формирования тонких пленок на основе оксидов переходных металлов с заданными свойствами методом синтеза нанослоев в плазме высокой плотности» задание 3.02.1 ГПНИ Конвергенция-2025 «Квазидвумерные материалы со свойствами изоляторов, полупроводников и металлов для целей нанофотоники, магнитоэлектроники и сенсорики», подпрограммы «Междисциплинарные исследования и новые зарождающиеся технологии»;

ГБЦ №21-3087 «Формирование конструктивных элементов интегральных неохлаждаемых тепловых детекторов на основе оксидов переходных металлов методом синтеза конденсированной фазы в плазме высокой плотности» задание 3.3 ГПНИ Фотоника и электроника для инноваций «Разработка методов

формирования конструктивных элементов и подходов к компьютерному проектированию приборных структур интегральных неохлаждаемых тепловых детекторов на основе кремниевой технологии», подпрограммы «Микро- и наноэлектроника»;

ГБЦ №21-3126 «Формирование многофункциональных покрытий методом синтеза конденсированной фазы из магнитоуправляемых потоков индукционно связанной плазмы высокой плотности» задание 3.1.01 ГПНИ Материаловедение, новые материалы и технологии «Исследование процессов формирования многофункциональных покрытий из магнитоуправляемых потоков металлической и углеродной плазмы в многокомпонентной реакционной среде», подпрограммы «Электромагнитные, пучково-плазменные и литейно-деформационные технологии обработки и создания материалов».

**Основные положения диссертации, выносимые на защиту.** На защиту выносятся следующие основные результаты:

С использованием экспериментального комплекса на базе вакуумной установки «ВУ-1БСП» с магнетронной распылительной системой, источником высокоплотной плазмы и пространственно-временным разделением процессов в камере получены тонкие и ультратонкие пленки оксидов  $TiO_2$  и  $V_2O_5$ , сформированные методом синтеза нанослоёв в плазме высокой плотности, с показателем преломления  $n = 1,923 - 2,279$  и  $n = 2,363 - 2,879$  соответственно, получаемых при режимах магнетронного распыления для титана (ток разряда 1 А, расстояние мишень-подложка 150 мм, расход газа Ar – 1,06-1,31 л/ч) и ванадия (ток разряда 1 А, расстояние мишень-подложка 150 мм, расход газа Ar – 1,06-1,31 л/ч) и последующем режиме окисления в кислородной плазме высокой плотности для титана (время процесса от 2-х до 4-х минут) и ванадия (время процесса от 3-х до 6 минут) при мощности 550 Вт, частоте питающего сигнала 13,56 МГц, расходе газа  $O_2$  60 см<sup>3</sup>/мин.

#### **Личный вклад соискателя**

Вклад соискателя состоит в постановке задач исследований, разработке методик и проведении экспериментальных исследований, формулировке выводов и практических рекомендаций, разработке и оформлении технологических решений в виде патентных материалов, обработке, анализе и интерпретации экспериментальных результатов, полученных автором лично и в соавторстве в БГУИР – А.Н. Осипов, А.В. Аксючиц, Ю.В. Запорожченко, Н.В. Леонович, и предприятия ОАО «ИНТЕГРАЛ» – А.И. Занько. Основные результаты диссертации получены автором лично. Научный руководитель кандидат технических наук, доцент Дмитрий Анатольевич Котов координировал

и оказывал консультативную помощь при выполнении исследований, обсуждении и обобщении научных результатов.

**Апробация результатов диссертации.** Основные теоретические результаты и законченные этапы диссертационной работы, а также результаты прикладных исследований и разработок были доложены на 51-й научной конференции студентов, магистрантов, аспирантов БГУИР, 2015.

### **Публикации.**

Результаты исследований, включенные в диссертацию, докладывались автором на следующих конференциях:

XXIX Международная научно-практическая конференции аспирантов, магистрантов и студентов «Физика конденсированного состояния» (Гродно, 2021); 56-я, 57-я научная конференция аспирантов, магистрантов и студентов БГУИР (Минск, 2020,2021); Plasma Physics and Plasma Technology: IX International conference (Minsk, 12-16 september, 2022); XIII Belarusian-Serbian symposium “Physics and diagnostics of laboratory and astrophysical plasmas” December 13–17, 2021, Minsk, Belarus.

**Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, общей характеристики работы, трёх глав, заключения и списка использованных источников, включающего 22 наименования. Общий объем диссертации составляет 73 страниц.

### **Опубликование результатов диссертации**

3 статьи в сборниках материалов конференций, 3 тезиса докладов на конференциях

## **КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** рассмотрено современное состояние проблемы получения тонких и ультратонких пленок оксидов переходных металлов, а также дается обоснование актуальности темы диссертационной работы.

В **первой главе** приводится аналитическое исследование современных методов получения тонких и ультратонких оксидов переходных металлов. В ходе дальнейших исследований установлено, что наиболее перспективным методом получения тонких и ультратонких плёнок оксидов переходных металлов является метод синтеза нанослоёв в плазме высокой плотности.

Во **второй главе** рассмотрен экспериментальный комплекс, при помощи которого осуществлялось получение тонких и ультратонких плёнок оксидов переходных металлов методом синтеза нанослоёв в плазме высокой плотности.

Для получения металлических плёнок использовалась магнетронная распылительная система с диаметром мишени 80 мм из ванадия и титана. Экспериментальный комплекс был разработан на основе установки ВУ-1БСп..

Для их последующего окисления экспериментальный комплекс был оснащён источником индуктивно-связанной плазмы. Для получения высокочастотного сигнала использовался ВЧ блок питания GA-13.1 мощностью 1 кВт компании «Мощная ВЧ аппаратура». В качестве блока согласования использовалось Автоматическое согласующее устройство AMIL-3000 производства ООО "Изовак".

Представлены методы и методики проведения исследований, включая такие приборы как: спектофотометр МС 122, интерференционный микроскоп МИИ-4, эллипсометр Horiba Uvisel 2, атомно-силовой микроскоп (АСМ) NT-206, Рамановский конфокальный лазерный микроскоп Confotec® NR500.

В **третьей главе** приведены результаты экспериментальных исследований процесса формирования оксидов тонких плёнок переходных металлов.

Установлены оптимальные режимы напыления и последующего окисления тонких и ультратонких плёнок оксидов титана и ванадия.

Изучены оптические характеристики полученных покрытий до и после процесса окисления в высокоплотной плазме.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе проведены аналитические исследования методов получения тонких пленок оксидов переходных металлов. Установлено, что метод синтеза нанослоев в высокоплотной индуктивно-связанной плазме является наиболее перспективным в силу хорошей воспроизводимости стехиометрических пленок оксидов переходных металлов. Данный метод является циклическим и в основу цикла положены два основных процесса. Весь цикл проводится в одной вакуумной камере.

Первым процессом является магнетронное распыление, результатом которого является получение ультратонкой пленки переходного металла. Проведена оценка скорости осаждения пленок ванадия и титана в зависимости от таких характеристик, как ток разряда и давление. Выявлены режимы работы для титана (ток разряда 1 А, расстояние мишень-подложка 150 мм, расход газа Ar – 1,06-1,31 л/ч) и ванадия (ток разряда 1 А, расстояние мишень-подложка 150 мм, расход газа Ar – 1,06-1,31 л/ч). Найдены наиболее эффективные режимы в данных диапазонах. Также была проведена оценка оптических параметров полученных покрытий.

Вторым процессом является окисление полученного ультратонкого

металлического слоя в индуктивно-связанной плазме высокой плотности. Для данного процесса была проведена оценка изменения показателя преломления в зависимости от длительности процесса. Исходя из полученных зависимостей был сделан вывод о наиболее перспективном диапазоне окисления для титана (от 2-х до 4-х минут) и ванадия (от 3-х до 6 минут). Полученные покрытия были исследованы при помощи рамановской спектроскопии. Кроме того, были проведены исследования оптических характеристик полученных пленок оксидов переходных металлов. Всё это позволило подтвердить воспроизводимое получение стехиометрических соединений оксидов переходных металлов.

## СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ

1. Леонович Н.В., Занько А.И., Логунов К.Т. / Процесс формирования алмазоподобных углеродных покрытий с применением индуктивно-связанной плазмы. // Физика конденсированного состояния: материалы XXIX международной научно-практической конференции аспирантов, магистрантов и студентов. Гродно: ГрГУ им. Я.Купалы, 2021. – 236-237 с.

2. Логунов, К. Т. Методика проведения спектроскопических исследований плазмы / Логунов К. Т., Аксютчиц А. В. // Радиотехника и электроника : сборник тезисов докладов 56-й научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, апрель-май 2020 года / Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники. - Минск : БГУИР, 2020. - С. 102-103.

3. Логунов, К. Т. Исследование параметров разрядной системы генерации нетермической неравновесной плазмы при атмосферном давлении / Аксютчиц А. В., Запорожченко Ю. В., Логунов К. Т. // Радиотехника и электроника : сборник тезисов докладов 57-й научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, апрель 2021 года / Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники. – Минск : БГУИР, 2021. – С. 148–150.

4. Логунов, К. Т. Процесс формирования алмазоподобных углеродных покрытий с применением плазмы высокой плотности / Леонович Н. В., Занько А. И., Логунов К. Т. // Радиотехника и электроника : сборник тезисов докладов 57-й научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, апрель 2021 года / Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники. – Минск : БГУИР, 2021. – С. 101–103.

5. A.V. Aksyuchits, D.A. Kotov, Logunov, A.N. Osipov, / Research characteristics of plasma jet generated by coaxial dielectric barrier discharge at atmospheric pressure / Plasma Physics and Plasma Technology: IX International conference (Minsk, 12-16 september, 2022) /B.I. Stepanov Institute of Physics National Academy of Sciences of Belarus – Minsk, 2022. – 87 p.

6. A. Aksiuchyts, A. Zanko, D. Kotov, K. Logunov, Y. Zaparozhchanka. Diagnostics of the cold atmospheric plasma jet characteristics / XIII Belarusian-Serbian symposium “Physics and diagnostics of laboratory and astrophysical plasmas” December 13–17, 2021, Minsk, Belarus – 42 pp.