

08

## Особенности осаждения оксида алюминия на массив нитевидных нанокристаллов ИТО

© В.В. Аксенова<sup>1,2</sup>, А.С. Павлюченко<sup>1</sup>, Л.К. Марков<sup>1</sup>, И.П. Смирнова<sup>1</sup>, М.В. Меш<sup>2</sup>,  
Д.С. Шестаков<sup>2</sup>, В.А. Вербо<sup>2</sup>, Д.Ю. Волков<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> АО „СКТБ Кольцова“,  
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: valeriya11-12@mail.ru

Поступила в Редакцию 30 апреля 2024 г.

В окончательной редакции 28 октября 2024 г.

Принята к публикации 30 октября 2024 г.

В данной работе исследовался процесс осаждения оксида алюминия на пленки, образованные нитевидными нанокристаллами ИТО, а также влияние защитного слоя на оптические характеристики покрытия. На начальных стадиях пленка  $\text{Al}_2\text{O}_3$  покрывает тонким слоем поверхность отдельных нитевидных нанокристаллов, сохраняя градиентный характер показателя преломления покрытия. По мере увеличения слоя  $\text{Al}_2\text{O}_3$  вследствие разброса нанокристаллов ИТО по высоте формируется рельеф, образуемый куполообразными выпуклостями на поверхности получаемой пленки с характерным масштабом до 1 мкм, что позволяет создать эффективно рассеивающую свет структуру.

**Ключевые слова:** наноструктурированные пленки, ИТО, магнетронное распыление, оксид алюминия, рассеяние света.

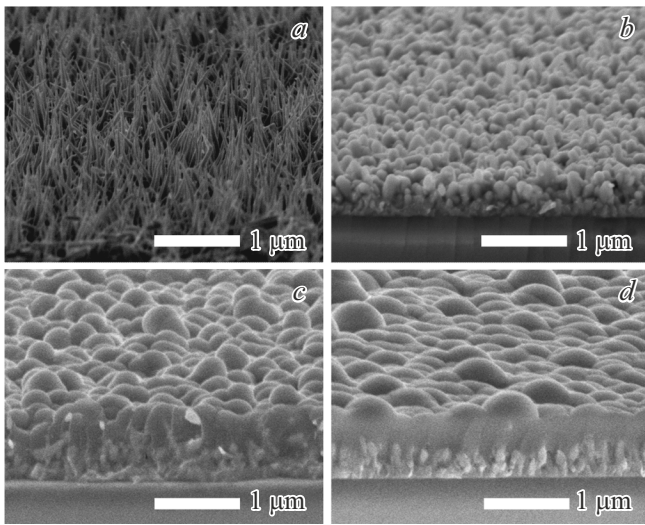
DOI: 10.61011/FTT.2024.12.59569.6542PA

Покрытия на основе прозрачного проводящего оксида индия-олова (ИТО) нашли широкое распространение в оптических и электронных приборах. Данные покрытия наносятся различными вакуумными методами, такими как магнетронное распыление [1], электронно-лучевое испарение [2] или химическое осаждение из газовой фазы [3].

Изменение параметров процесса напыления может привести к изменению получаемых покрытий. Например, если проводить процесс магнетронного распыления в бескислородной плазме и подогревать стеклянную подложку до температуры выше температуры плавления индия и олова, рост пленки ИТО осуществляется по механизму пар-жидкость-кристалл, что приводит к формированию на поверхности подложки нитевидных нанокристаллов ИТО, при этом их диаметр напрямую зависит от размера капель расплавленного металла [4,5]. Плотность покрытия, сформированного из нитевидных нанокристаллов ИТО, монотонно возрастает в пленке от минимальных значений на ее внешней границе до плотности сплошной пленки ИТО, у границы с подложкой. Появление градиента плотности покрытия, в свою очередь, приводит к появлению градиента эффективного показателя преломления в направлении, перпендикулярном поверхности подложки, что обеспечивает подавление френелевского отражения на границе сред и, соответственно, просветление оптических элементов с покрытием из ИТО [6]. Одним из недостатков такой модификации поверхности покрытия из оксида индия-

олова является возможная деградация оптических характеристик материала в результате взаимодействия с окружающей средой из-за развитой поверхности нитевидных нанокристаллов. Решением этой проблемы может стать нанесение поверх нанокристаллов оптически прозрачного покрытия  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Но за счет нанесения покрытия на очень развитую поверхность (согласно расчетам в [7] удельная поверхность увеличивается более чем в 20 раз в процессе структурирования) в процессе роста защитного покрытия может измениться итоговая толщина формируемого слоя  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , если используются химические методы осаждения пленок. Указанные в работе толщины покрытий  $\text{Al}_2\text{O}_3$  получены из оценки толщин пленок, осажденных на контрольные образцы с плоской пленкой ИТО. В данной работе исследовался процесс осаждения оксида алюминия на пленки, образованные нитевидными нанокристаллами ИТО, а также влияние защитного слоя на оптические характеристики покрытия.

Были получены покрытия, состоящие из массива нитевидных нанокристаллов ИТО с нанесенным поверх них защитным покрытием с толщиной от 10 до 300 нм. Пленки ИТО наносились на установке магнетронного распыления Izovac Astra-S. Пленки наносились на нагретую подложку при отсутствии кислорода в рабочей камере. Защитные покрытия  $\text{Al}_2\text{O}_3$  были выращены методом молекулярного наслаивания на установке Picosun P-300B. С помощью установки Radiant IS-LI исследовались диаграммы направленности диффузного



**Рис. 1.** СЭМ-изображение пленки, образованной массивом нитевидных нанокристаллов ИТО без слоя оксида алюминия (a) и с нанесенным поверх слоем  $\text{Al}_2\text{O}_3$  толщиной: b — 10 nm, c — 150 nm, d — 300 nm.

пропускания направленного лазерного пучка, падающего нормально к поверхности (длина волны излучения 488 nm). Для получения SEM-изображений плёнок использовался сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-7001F. Спектры пропускания и отражения образцов исследовались на спектрометре Optronic Laboratories OL 770.

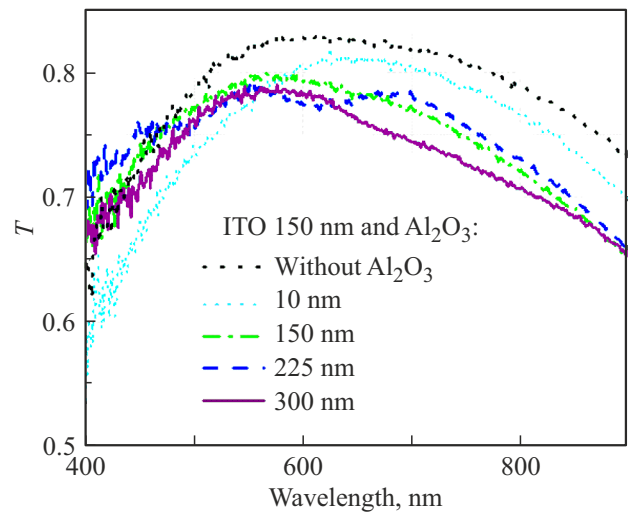
На рис. 1 приведены СЭМ-изображения скола образца со сформированными слоями наноструктурированного ИТО и слоями  $\text{Al}_2\text{O}_3$  различной толщины, количество циклов нанесения которых соответствует 10, 150, 300 nm пленки, наносимой на гладкую подложку.

На начальных стадиях пленка  $\text{Al}_2\text{O}_3$  покрывает отдельные нитевидные нанокристаллы, не формируя сплошного покрытия. Изотропность процесса роста слоя оксида алюминия на структурированной пленке ИТО приводит к значительной модификации поверхности покрытия с возникновением рельефа микронного размера на завершающей стадии. Из-за разброса нанокристаллов ИТО по высоте при осаждении  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с толщиной слоя 300 nm происходит формирование рельефа из куполообразных выпуклостей с характерным масштабом около 0.5  $\mu\text{m}$  и более.

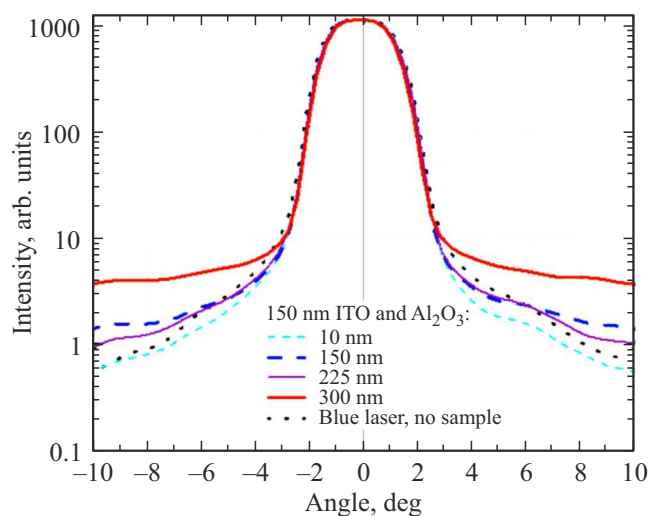
На рис. 2 приведены спектры пропускания полученных структур. На спектрах образцов с толщинами оксида алюминия 10 и 150 nm видно отсутствие интерференционных максимумов и минимумов. Это согласуется с данными СЭМ-изображений образцов: тонко нанесенный слой  $\text{Al}_2\text{O}_3$  покрывает отдельные нанокристаллы ИТО, сохраняя градиент плотности пленки по направлению от среды к подложке и связанный с ним градиент показателя преломления материала, четкая граница среды и пленки при этом отсутствует. При толщине  $\text{Al}_2\text{O}_3$

225 nm появляются интерференционные максимумы и минимумы, вследствие изменения профиля эффективного показателя преломления покрытия. При дальнейшем наращивании поверхности до 300 nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$  характерный размер отдельных неоднородностей на концах самых длинных нанокристаллов ИТО начинает превосходить длину волны излучения, что приводит к увеличению рассеяния падающего на поверхность света, в этом случае происходит подавление френелевского отражения.

На рис. 3 представлены результаты измерения угловых диаграмм рассеяния света образцами, нормированные на максимальное значение. При увеличении толщины осажденного слоя оксида алюминия происходит увеличение рассеяния света. На образце с толщиной



**Рис. 2.** Спектры пропускания структурированного ИТО с нанесенным на него слоем оксида алюминия разной толщины: 10, 150, 225, 300 nm.



**Рис. 3.** Рассеяние структурированного ИТО с нанесенным на него слоем оксида алюминия разной толщины: 10, 150, 225, 300 nm.

$\text{Al}_2\text{O}_3$  10 nm эффекта рассеяния света не обнаруживается. Масштаб неоднородности на его поверхности (порядка 100 nm) меньше длины волны излучения лазера (488 nm), поэтому работает приближение эффективной среды, и шероховатость поверхности рассматривается волной как усредненная среда. При толщине  $\text{Al}_2\text{O}_3$  150 nm на поверхности формируется рельеф с масштабом порядка 250–300 nm, что еще позволяет использовать приближение эффективной среды. За счет увеличения масштаба рельефа и появления отдельных выпуклостей большего размера происходит увеличение рассеяния по сравнению с образцом с 10 nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Интересно уменьшение рассеяния на образце с толщиной  $\text{Al}_2\text{O}_3$  225 nm по сравнению с толщиной 150 nm и увеличение на образце с толщиной  $\text{Al}_2\text{O}_3$  300 nm. По всей видимости, уменьшение рассеяния связано с уплощением рельефа при зарастании поверхности, при этом последующее увеличение рассеяния связано с формированием на поверхности неоднородностей с размером более 0.5  $\mu\text{m}$ , что больше длины волны излучения, из-за чего излучение более не воспринимает поверхность как усредненную среду. Эти данные хорошо коррелируют со спектрами пропускания образцов, где у образца с толщиной слоя  $\text{Al}_2\text{O}_3$  225 nm имеются выраженные интерференционные максимумы и минимумы.

В работе показано, что на начальных стадиях пленка  $\text{Al}_2\text{O}_3$  покрывает тонким слоем поверхность отдельных нитевидных нанокристаллов ГТО, сохраняя градиентный характер покрытия. По мере увеличения толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  формируется рельеф, образуемый куполообразными выпуклостями на поверхности получаемой пленки с характерным масштабом до 1  $\mu\text{m}$ , что позволяет создать эффективно рассеивающую свет структуру, которая может быть использована для повышения эффективности вывода света в различных оптоэлектронных приборах.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Y. Zhang, Q. Li, Z. Tian, P. Hu, X. Qin, F. Yun. *SN Applied Sciences* **2**, 1–11 (2020).
- [2] Y. Shen, Y. Zhao, J. Shen, X. Xu. *JOM* **69**, 1155–1159 (2017).
- [3] S.M. Yang, H.K. Yen, K.C. Lu. *Nanomaterials* **12**, 6, 897 (2022).
- [4] N. Yamamoto, K. Morisawa, J. Murakami, Y. Nakatani. *ECS Solid State Letters* **3**, 7, 84 (2014).
- [5] M. López, J.L. Friero, M. Nuez-Martínez, M. Pedemonte, F. Palacio, F. Teixidor. *Nanomaterials* **10**, 10, 1974 (2020).
- [6] L.K. Markov, A.S. Pavluchenko, I.P. Smirnova. *Semiconductors* **53**, 172–179 (2019).
- [7] L.K. Markov, A.S. Pavluchenko, I.P. Smirnova, M.V. Mesh, D.S. Kolokolov, A.P. Pushkarev. *Semiconductors* **57**, 5, 257–262 (2023).

Редактор К.В. Емцев