

# ДОСЛІДЖЕННЯ ПЛІВОК ОКСИДУ ЦИНКУ МЕТОДАМИ ЕЛЕКТРОННОЇ І АТОМНОСИЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ ТА СПЕКТРАЛЬНОЇ ЕЛІПСОМЕТРІЇ

Л.В. Поперенко<sup>1</sup>, М.В. Раков<sup>1</sup>, В.М. Ткач<sup>2</sup>, І.В. Юргелевич<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Київський національний університет імені Тараса Шевченка,  
фізичний факультет, Київ  
*e-mail*: mikho89@mail.ru

<sup>2</sup> Інститут надтвердих матеріалів НАНУ імені Бакуля, Київ

В цій статті описано мотивацію для дослідження оптичних властивостей плівок ZnO. Методом спектральної еліпсометрії визначено спектральні залежності еліпсометричних параметрів плівок. Методами растрово-електронної (РЕМ) та атомносилової (АСМ) мікроскопії отримано дані про структуру і шорсткість поверхонь плівок. Зроблено деякі висновки про властивості досліджуваних плівок.

## Вступ

Останнім часом оксид цинку широко використовується в нано- й оптоелектроніці завдяки таким властивостям:

- 1) надлишок електронних і діркових форм сильно зв'язаних екситонів, що призводить до ефективної рекомбінації при кімнатній температурі і вище;
- 2) велика ширина забороненої зони (3,37 eV) та велика енергія екситонного збудження (60 meV);
- 3) п'єзоелектричні властивості завдяки нецентральної симетрії;
- 4) здатність змінювати провідність у присутності різних газів;
- 5) можливість вирощування за порівняно низьких температур (менше 1000 K) і підвищена радіаційна стійкість.

Саме тому оксид цинку широко застосовують в ультрафіолетових світлових емітерах, електромеханічних датчиках, люмінесцентних приладах, п'єзоелектричних транзисторах, газових сенсорах тощо. Оксид цинку, легований Al, засто-

совується при виготовленні сонячних батарей.

Для отримання плівок ZnO з бажаними експлуатаційними характеристиками необхідно дослідити вплив умов технологій напilenня на їх фізичні властивості. В даній роботі досліджувались оптичні властивості плівок ZnO, отриманих методом реактивного магнетронного розпилення при різних тисках залишкових газів і різних температурах підкладки.

## Методика експерименту

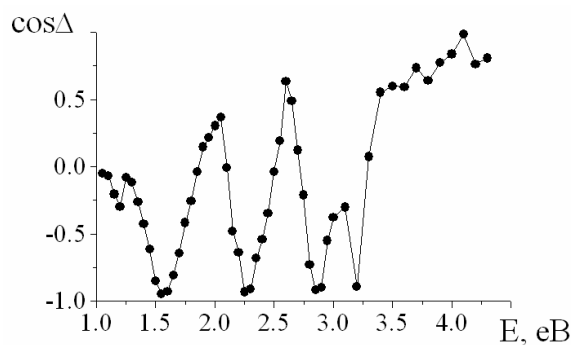
Тонкі плівки ZnO були виготовлені методом реактивного магнетронного розпилення. Парціальні тиски кисню та аргону склали  $1.7 \cdot 10^{-3}$  мбар та  $7.4 \cdot 10^{-3}$  мбар відповідно. Як підкладка використовувався SiO<sub>2</sub> товщиною ~ 210 нм. Зразки плівок ZnO отримували при різних тисках залишкових газів: №1 ( $P_0=2.7 \cdot 10^{-5}$  мбар), №2 ( $P_0=3.4 \cdot 10^{-6}$  мбар), №3 ( $P_0=2.2 \cdot 10^{-7}$  мбар), №4 ( $P_0=9.7 \cdot 10^{-6}$  мбар), №5 ( $P_0=2.5 \cdot 10^{-7}$  мбар). Зразки №1-4 напilenня на підкладку кімнатної температури, а для зразка №5 температура підкладки складала 550°C.

Оптичні характеристики плівок №1, №3 і №5 вимірювались при кімнатній температурі спектроеліпсометричним методом Бітті у спектральній області з енергією фотонів 1-4.3 еВ. Для визначення еліпсометричних параметрів, таких як зсув фаз між р- та s- компонентами вектора поляризації  $\Delta$  та азимут відновленої лінійної поляризації світла  $\Psi$ , були проведені вимірювання інтенсивності світла, що проходило крізь систему поляризатор-зразок-аналізатор при трьох визначених азимутах аналізатора  $\Psi_A=0, 45, 90^\circ$  та фіксованому азимуті поляризатора  $\Psi_P=45^\circ$ .

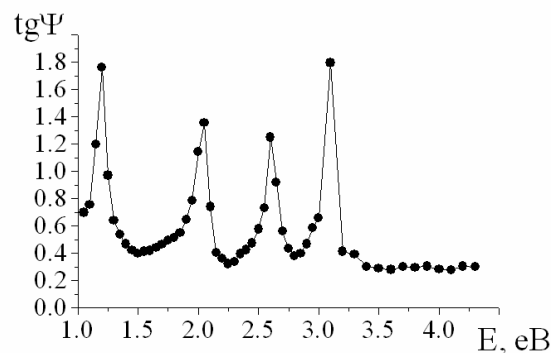
Якщо інтенсивність світла позначати відповідно  $I_1, I_2$  та  $I_3$ , то параметри  $\Delta$  і  $\Psi$  визначаються за формулами [1]:

$$\cos \Delta = \frac{2I_2 - I_1 - I_3}{2\sqrt{I_1 I_3}}, \quad \text{tg} \Psi = \sqrt{\frac{I_1}{I_3}}.$$

Атомносілова мікроскопія (АСМ) надає інформацію про структуру поверхні плівки. Програмне забезпечення Nova дозволяє розрахувати шорсткість поверхні з точністю до декількох нанометрів. Растрово-електронна мікроскопія (РЕМ) дає інформацію про склад речовини плівок.



а)



б)

Рис. 1. Спектральні залежності еліпсометричних параметрів  $\cos \Delta$  (а) і  $\text{tg} \Psi$  (б) від енергії фотона  $E$

### Експериментальні результати та їх обговорення

Спектральні залежності еліпсометричних параметрів  $\cos \Delta$  та  $\text{tg} \Psi$  для зразка №5 тонкої плівки ZnO наведені на рис.1. Подібні залежності спостерігаються і для зразків №1 та №3. Ці спектральні залежності можуть бути умовно поділені на дві частини. В області енергій фотонів 1-3.4 еВ плівки ZnO прозорі і тому спостерігається інтерференційна картина за рахунок багаторазового відбивання між плівкою та підкладкою. Оскільки для ZnO ширина забороненої зони  $E_g \approx 3.37$  еВ, то, починаючи з цієї енергії фотонів, плівки ZnO починають поглинати і на другій частині спектральних залежностей еліпсометричних параметрів ( $E=3.4-4.3$  еВ) інтерференційні коливання не спостеріга-

ються. Для розрахунків ефективних значень показників заломлення  $n$  та поглинання  $k$  тонких плівок ZnO у цій спектральній області застосуємо модель напівнескінченного середовища. В рамках цієї моделі  $n$  та  $k$  можуть бути розраховані за формулами:

$$n = \sqrt{\frac{a^2 - b^2 + \sin^2 \varphi}{2} + \sqrt{\frac{(a^2 - b^2 + \sin^2 \varphi)^2}{4} + a^2 b^2}},$$

$$k = \sqrt{\frac{(a^2 - b^2 + \sin^2 \varphi)^2}{4} + a^2 b^2} - \frac{a^2 - b^2 + \sin^2 \varphi}{2},$$

$$a = \sin \varphi \text{tg} \varphi \frac{\cos 2\Psi}{1 + \sin 2\Psi \cos \Delta},$$

$$b = \sin \varphi \text{tg} \varphi \frac{\sin 2\Psi \sin \Delta}{1 + \sin 2\Psi \cos \Delta}.$$

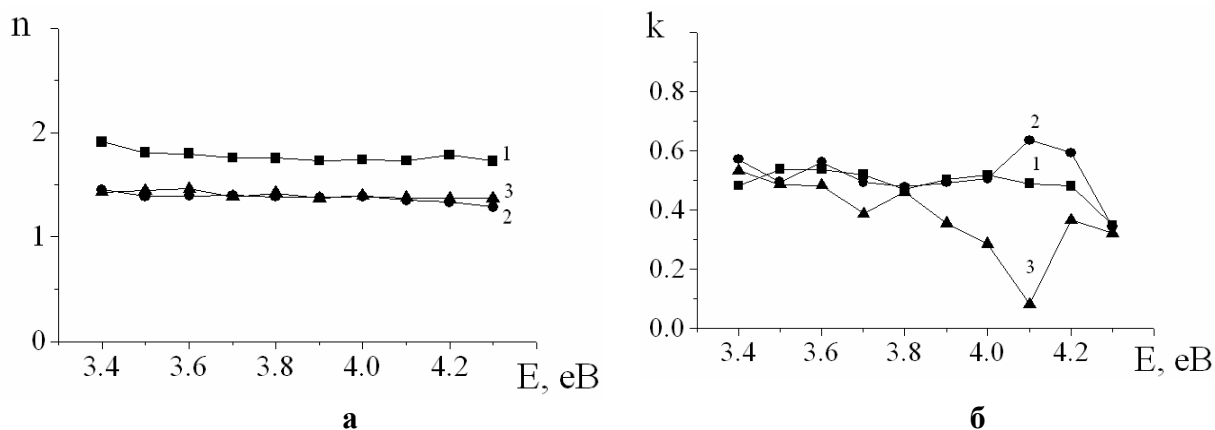


Рис. 2. Спектральні залежності ефективних значень показника заломлення  $n$  (а) і коефіцієнта поглинання  $k$  (б) від енергії фотона  $E$

Дисперсійні залежності показників заломлення  $n$  та поглинання  $k$  тонких плівок ZnO в області енергій фотонів  $E$  3.4-4.3 eV наведені на рис.2. З графіка  $n(E)$  видно, що показник заломлення для зразка №1 в цій області енергій фотонів більший у порівнянні з  $n$  для зразків №3 та №5. Отже, зменшення тиску залишкових газів призводить до зменшення показника заломлення плівок ZnO. Оскільки коливання значення  $n$  визначається коли-

ваннями величини  $b$ , яка, в свою чергу, мала ( $\sim 0,2$ ), то схожість графіків  $n(E)$  для зразків №3 і №5 не дають можливості визначити поведінку показника заломлення при підвищенні температури до 550°C. Так само низька точність для  $\text{tg}\Psi$  не дозволяє визначити справжню поведінку величини  $k$  при енергії фотона, більшій за 4 eV.

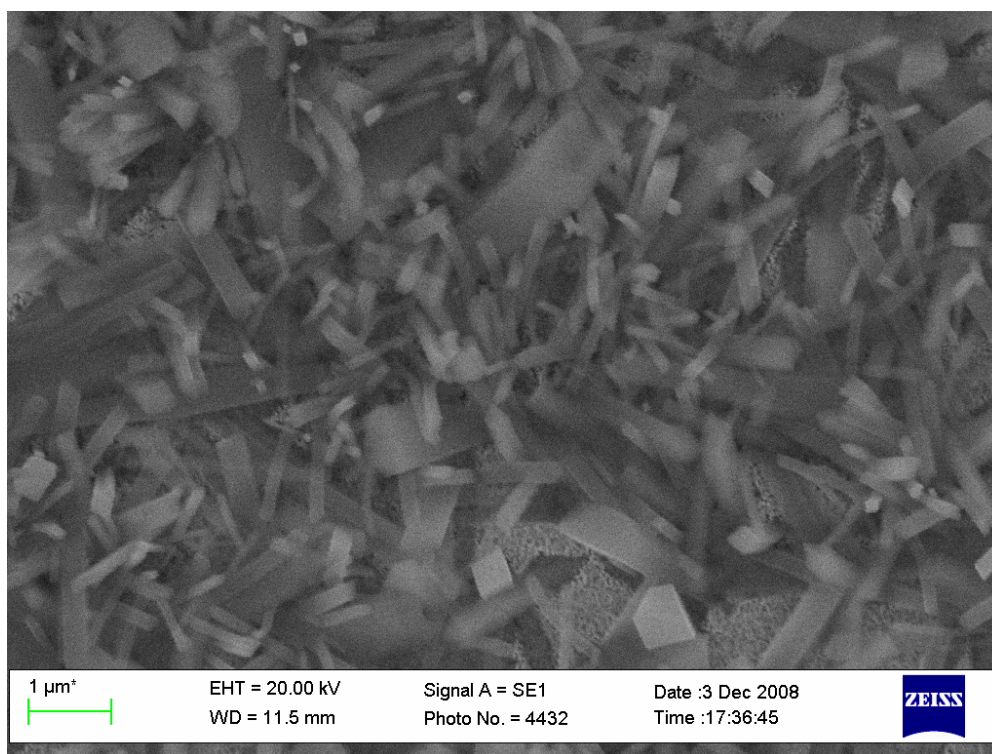


Рис.3. Зображення поверхні плівки, одержане растрово-електронним мікроскопом

Згідно даних АСМ варіація тиску слабо впливає на структуру поверхні плівок, зате підвищення температури зумовлює формування менш упорядкованої і чітко гранулярної структури поверхні. Невпорядкованість структури підтверджує і растрово-електронна мікроскопія

(див. мал. 3). Вона також показує надмірний вміст вуглецю в зразку №5 (в середньому приблизно 15%). Крім того, при менших тисках (зразки №2, 3, 4) в плівках чітко проявляються наноструктури.

Параметри шорсткості для всіх п'яти зразків наведено в Таблиці 1.

Таблиця 1. Параметри шорсткості для п'яти досліджуваних зразків

№ зразка	$R_a$ , нм	$R_z$ , нм	СКВ, нм	$R_{max}$ , нм
1	114,839	350,021	139,415	700,255
2	53,5895	128,879	62,3263	257,439
3	176,054	445,631	206,451	890,11
4	83,0918	221,366	96,2661	454,436
5	33,7302	108,834	41,3531	216,924

З даних таблиці робимо висновок, що чіткої залежності шорсткості плівки від тиску не проглядається, а от підвищення температури до 550°C зумовлює певне зменшення шорсткості. Крім того, так як у нас товщина плівок складає сотні нанометрів, модель напівнескінченного середовища можна вважати придатною для опису їхніх оптичних характеристик.

### Висновки

- 1) Зменшення тиску залишкових газів спричиняє зменшення показника заломлення плівки, але суттєво не впливає на її структуру;

- 2) Нагрів підкладки до 550°C у процесі виготовлення тонкої плівки ZnO спричиняє формування менш упорядкованої і чітко гранулярної структури з підвищеним вмістом вуглецю;
- 3) В умовах даного експерименту неможливо визначити поведінку показника заломлення при підвищенні температури;
- 4) Чіткої залежності шорсткості плівок від тиску не простежується, а підвищення температури до 550°C спричиняє певне зменшення шорсткості.

### Література

1. Борбат А.М., Горбань И.С., Охрименко Б.А., Суббота-Мельник П.А., Шайкевич И.А., Шишловский А.А. Оптические измерения. (Техніка, Киев, 1967) – 418 с.
2. Klaus Ellmer, Andreas Klein, Bernd Rech “Transparent conductive zinc oxide: Basics And Applications In Thin Film Solar Cells” (Springer, 2008) – 446 p.

3. Основы эллипсометрии. Под редакцией А. В. Ржанова. (Наука, Новосибирск, 1979). – 422 с.

## **STUDIES OF ZnO FILMS BY ELECTRON AND ATOMIC FORCE MICROSCOPY AND SPECTRAL ELLIPSOMETRY**

**L.V.Poperenko, M.V.Rakov, V.M.Tkach\*, I.V.Yurgelevich**

Taras Shevchenko National University of Kyiv, Ukraine

\*Bakul Institute of Superhard Materials of NASU, Kyiv

e-mail: mikho89@mail.ru

Spectral dependences of ellipsometric parameters of ZnO films have been determined by spectral ellipsometry. The structure and the roughness of the surfaces of the films have been studied by scanning electron microscopy atomic force microscopy.

