

УДК 621.373.826:533.9+537.9

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПЛЕНОК ОКСИДА ЦИРКОНИЯ, ЛЕГИРОВАННЫХ ОКСИДОМ ИТТРИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОГО ОСАЖДЕНИЯ В ВАКУУМЕ

Н. А. БОСАК<sup>1)</sup>, А. Н. ЧУМАКОВ<sup>1)</sup>, А. А. ШЕВЧЕНОК<sup>2)</sup>, Л. В. БАРАН<sup>3)</sup>,  
В. В. МАЛЮТИНА-БРОНСКАЯ<sup>4)</sup>, А. Г. КАРОЗА<sup>1)</sup>, А. А. ИВАНОВ<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Институт физики им. Б. И. Степанова Национальной академии наук Беларуси,  
пр. Независимости, 68, 220072, г. Минск, Беларусь

<sup>2)</sup>Белорусский государственный аграрный технический университет,  
пр. Независимости, 99, 220023, г. Минск, Беларусь

<sup>3)</sup>Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь

<sup>4)</sup>ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника»,  
пр. Независимости, 68, 220072, г. Минск, Беларусь

Проведены исследования тонких пленок, осажденных в вакууме ( $2 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.) на кремниевую и стеклянную подложки при многоимпульсном высокочастотном (10–15 кГц) лазерном воздействии (плотность мощности лазерного излучения 100 МВт/см<sup>2</sup> и расстояние от мишени до подложки 40 мм), на керамику из оксида циркония ZrO<sub>2</sub>, легированную оксидом иттрия 5 % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Изучена морфология полученных пленок с помощью атомно-силовой микроскопии. Выявлены особенности спектров пропускания в видимой, ближней инфракрасной и средней инфракрасной области. Пропускание пленки оксида циркония на кремниевой подложке достигало 12 % в области спектра от 1,0 до 2,5 мкм, а в области от 2,6 до 6,0 мкм составляло 4,7 %. На стеклянной подложке пропускание на длине волны 643 нм равнялось 60 %, а на длине волны 2500 нм достигало 87 %. В средней инфракрасной области пропускание при волновом числе 2548 см<sup>-1</sup> составляло 70 % и достигало 75 % при 3566 см<sup>-1</sup>. Вольт-амперные и вольт-фарадные характеристики полученных пленок оксида циркония

### Образец цитирования:

Босак НА, Чумаков АН, Шевченко АА, Баран ЛВ, Малютина-Бронская ВВ, Кароза АГ, Иванов АА. Структура и свойства пленок оксида циркония, легированных оксидом иттрия, полученных методом лазерного осаждения в вакууме. *Журнал Белорусского государственного университета. Физика.* 2020;2:10–18.  
<https://doi.org/10.33581/2520-2243-2020-2-10-18>

### For citation:

Bosak NA, Chumakov AN, Shevchenok AA, Baran LV, Malutina-Bronskaia VV, Karoza AG, Ivanov AA. Structure and properties of zirconium oxide films doped with yttrium oxide obtained by laser deposition in vacuum. *Journal of the Belarusian State University. Physics.* 2020;2:10–18. Russian.  
<https://doi.org/10.33581/2520-2243-2020-2-10-18>

### Авторы:

**Николай Александрович Босак** – кандидат физико-математических наук; ведущий научный сотрудник центра «Физика плазмы».

**Александр Никитич Чумаков** – доктор физико-математических наук; заведующий лабораторией радиационной плазмодинамики.

**Александр Аркадьевич Шевченко** – кандидат технических наук, доцент; доцент кафедры физики агроэнергетического факультета.

**Людмила Владимировна Баран** – кандидат физико-математических наук; заведующая сектором обслуживания научных исследований кафедры физики твердого тела физического факультета.

**Виктория Владимировна Малютина-Бронская** – научный сотрудник.

**Анатолий Григорьевич Кароза** – ведущий инженер центра аналитических и спектральных измерений.

**Алексей Александрович Иванов** – младший научный сотрудник центра «Физика плазмы».

### Authors:

**Nikolai A. Bosak**, PhD (physics and mathematics); leading researcher at the center «Plasma physics».

[n.bosak@ifanbel.bas-net.by](mailto:n.bosak@ifanbel.bas-net.by)

**Aleksandr N. Chumakov**, doctor of science (physics and mathematics); head of the laboratory of radiation plasma dynamics.

[chumakov@dragon.bas-net.by](mailto:chumakov@dragon.bas-net.by)

**Aleksandr A. Shevchenok**, PhD (engineering), docent; associate professor at the department of physics, faculty of agro-power.

[alexsh56@mail.ru](mailto:alexsh56@mail.ru)

**Liudmila V. Baran**, PhD (physics and mathematics); head of the research services sector, department of solid-state physics, faculty of physics.

[baran@bsu.by](mailto:baran@bsu.by)

**Victoria V. Malutina-Bronskaia**, researcher.

[malyutina@oelt.basnet.by](mailto:malyutina@oelt.basnet.by)

**Anatoly G. Karoza**, leading engineer at the center for analytical and spectral measurements.

**Aliaxei A. Ivanov**, junior researcher at the center «Plasma physics».

[demaks94@gmail.com](mailto:demaks94@gmail.com)

характеризовались нелинейностью, включающей гистерезис, и, вероятно, обусловлены наличием дискретных поверхностных состояний с широким энергетическим спектром, связанных с наночастицами и нанокристаллическими включениями пленки.

**Ключевые слова:** высокочастотное лазерное воздействие; пассивный затвор; структура тонких пленок;  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$ ; спектр пропускания; видимая область; ближняя ИК-область; средняя ИК-область; вольт-амперная характеристика; вольт-фарадная характеристика.

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF ZIRCONIUM OXIDE FILMS DOPED WITH YTTRIUM OXIDE OBTAINED BY LASER DEPOSITION IN VACUUM

N. A. BOSAK<sup>a</sup>, A. N. CHUMAKOV<sup>a</sup>, A. A. SHEVCHENOK<sup>b</sup>, L. V. BARAN<sup>c</sup>,  
V. V. MALUTINA-BRONSKAYA<sup>d</sup>, A. G. KAROZA<sup>a</sup>, A. A. IVANOV<sup>a</sup>

<sup>a</sup>*B. I. Stepanov Institute of Physics, National Academy of Sciences of Belarus,  
68 Niezaliežnasci Avenue, Minsk 220072, Belarus*

<sup>b</sup>*Belarusian State Agrarian Technical University, 99 Niezaliežnasci Avenue, Minsk 220023, Belarus*

<sup>c</sup>*Belarusian State University, 4 Niezaliežnasci Avenue, Minsk 220030, Belarus*

<sup>d</sup>*SSPA «Optics, Optoelectronics and Laser Technology»,  
68 Niezaliežnasci Avenue, Minsk 220072, Belarus*

*Corresponding author: A. A. Ivanov (demaks94@gmail.com)*

The thin films deposited in vacuum ( $2 \cdot 10^{-2}$  mm Hg) on the silicon and glass substrates under the multi-pulse high-frequency (10–15 kHz) laser exposure (laser radiation power density  $100 \text{ MW/cm}^2$  and the distance from the target to the substrate 40 mm) for zirconium oxide  $ZrO_2$  ceramics doped with yttrium oxide 5%  $Y_2O_3$ . The morphology of the obtained films was studied using atomic force microscopy. The features of transmission spectra in the visible, near infrared and middle infrared region were revealed. The transmission of the zirconium oxide film on the silicon substrate reached 12% in the spectral region from 1.0 to 2.5  $\mu\text{m}$ , and in the region from 2.6 to 6.0  $\mu\text{m}$  was 4.7%. On a glass substrate, the transmittance at a wavelength of 643 nm was 60%, and at a wavelength of 2500 nm it reached 87%. In the middle infrared region, transmission at a frequency of  $2548 \text{ cm}^{-1}$  was 70% and reached 75% at a frequency of  $3566 \text{ cm}^{-1}$ . The volt-ampere and capacitance-voltage characteristics of the obtained zirconium oxide films were characterized by non-linearity, including hysteresis, and are probably due to the presence of discrete surface states with a wide energy spectrum associated with nanoparticles and nanocrystalline film inclusions.

**Keywords:** high-frequency laser effect; passive shutter; the structure of thin films  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$ ; transmission spectra; visible region; near infrared region; middle infrared region; volt-ampere characteristic; capacitance-voltage characteristic.

### Введение

Материалы на основе диоксида циркония представляют значительный интерес во многих областях науки и техники [1–3]. Изготовление таких материалов с необходимыми эксплуатационными характеристиками основано на легировании  $ZrO_2$  оксидами щелочно-земельных или редкоземельных металлов, что позволяет при относительно низких температурах получать высокотемпературные формы диоксида циркония: тетрагональную или кубическую [3]. Соединения на его основе входят в состав как конструкционных (лопатки турбин, режущий инструмент), так и функциональных материалов (твердотельные источники тока, медицинские изделия, мишени для распыления). Оксид циркония имеет большие перспективы применения в качестве high-k диэлектрика, так как обладает высокой диэлектрической проницаемостью, большой шириной запрещенной зоны (5,1 эВ) и высокой термической стабильностью с кремнием (до  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ ) [4]. Формирование и исследование зависимости диэлектрической проницаемости, тангенса угла диэлектрических потерь и ширины запрещенной зоны от содержания кислорода в смеси газов Ar и  $O_2$  в процессе нанесения пленок оксида циркония методом реактивного магнетронного распыления представлены в работе [5]. Высокочастотное лазерное воздействие на керамическую распыляемую мишень [6] способно обеспечить эффективное получение пленок. В [7] показано, что технологическими режимами осаждения нанопленок можно управлять с помощью положительного потенциала на сетке по отношению к подложке, изменяя величину ионного потока на подложку и его длительность.

Цель работы – комплексное исследование лазерно-осажденных пленок оксида циркония, легированных оксидом иттрия.

### Экспериментальная установка и методы исследований

Особенности высокочастотного многоимпульсного лазерного воздействия на металлы и композиционные материалы при атмосферном, пониженном и повышенном давлении окружающего их воздуха исследовались с помощью экспериментальной установки и диагностического комплекса (рис. 1), созданных на основе промышленного лазера ГОС-1001 (см. рис. 1, элемент 2). Применение полусферического резонатора с выносными зеркалами (*1* – глухое зеркало с радиусом кривизны 2,5 м; *3* – полупрозрачное плоское зеркало с коэффициентом отражения  $\approx 37\%$  на длине волны излучения лазера 1,064 мкм) обеспечивало получение квазинепрерывных лазерных импульсов либо серии повторяющихся лазерных импульсов длительностью  $\sim 1$  мкс в зависимости от юстировки резонатора. Однако режима регулярных импульсов длительностью  $\sim 85$  нс на полувысоте с управляемой частотой повторения таких импульсов от 5 до 50 кГц удалось достичь лишь при использовании крупногабаритного пассивного затвора из радиационно-облученного фторида лития с  $F_2^-$ -центрами окраски *1*.

Для инициирования приповерхностной плазмы лазерное излучение (ЛИ) фокусировалось линзой *9* с фокусным расстоянием 62 мм на поверхность облучаемых материалов (*13*) в относительно однородное пятно диаметром 2 мм. Измерение энергии и регистрация формы импульсов воздействующего ЛИ осуществлялись с помощью прибора ИМО-2Н (*26*) и фотоприемников на основе фотоэлементов ФК-19 (*16, 18, 20, 25*) и фотодиодов ФД-10Г (*27*), сигналы с которых подавались на запоминающие осциллографы С8-14 и С8-13 (*28*). Плотность мощности ЛИ на поверхности мишени изменялась путем применения нейтральных светофильтров *5* в диапазоне  $10^5$ – $10^9$  Вт/см<sup>2</sup>.

Динамика формирования лазерных плазменных факелов, образуемых периодическими плазменными сгустками, изучалась высокоскоростными фотографическими и спектроскопическими методами с использованием камеры СФР (*19*), дифракционного либо призменного спектрографа и высокоскоростного киноспектрографа (*11*). Установка была снабжена фотоприемной и регистрирующей аппаратурой (*16, 18, 28*), обеспечивающей фиксирование отраженного ЛИ в обратном направлении и под углом  $35^\circ$ ,

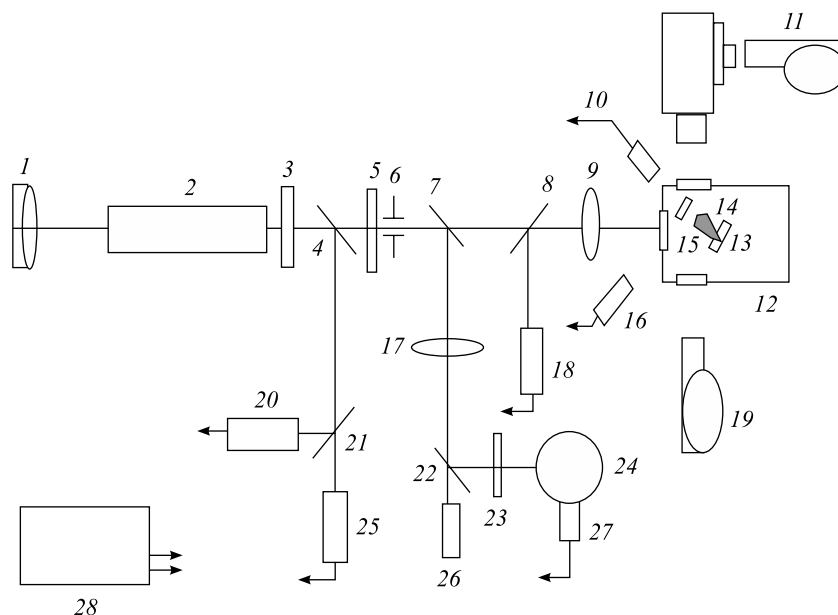


Рис. 1. Схема лазерной установки: *1* – пассивный затвор с LiF :  $F_2^-$ -центрами окраски, совмещенный с глухим зеркалом; *2* – активный элемент на неодимовом стекле; *3* – выходное зеркало; *4, 7, 8, 21, 22* – светоделители; *5, 23* – светофильтры; *6* – диафрагма; *9, 17* – фокусирующие линзы; *10* – фотодиод ФД-21КП; *11* – киноспектрограф; *12* – вакуумная камера; *13* – мишень; *14* – плазменный факел; *15* – кремниевая подложка; *16, 18, 20, 25* – фотоприемники ФК-19; *19* – фоторегистратор; *24* – интегрирующая сфера; *26* – измеритель энергии ИМО-2Н; *27* – фотодиод ФД-10Г; *28* – блок осциллографов

Fig. 1. Laser circuit: *1* – passive gate with LiF :  $F_2^-$  – color centers, combined with a deaf mirror; *2* – active element on neodymium glass; *3* – output mirror; *4, 7, 8, 21, 22* – beam splitters; *5, 23* – light filters; *6* – aperture; *9, 17* – focusing lenses; *10* – photo diode PD-21KP; *11* – spectrograph; *12* – vacuum chamber; *13* – target; *14* – plasma torch; *15* – silicon substrate; *16, 18, 20, 25* – FK-19 photodetectors; *19* – photo recorder; *24* – integrating sphere; *26* – IMO-2H energy meter; *27* – photodiode PD-10G; *28* – oscilloscopes block

что позволяло наблюдать поведение этого излучения в процессе его воздействия на облучаемые материалы с помощью традиционных методик. Для измерения электрических потенциалов на мишенях использовался электрический зонд, согласованный с электронным осциллографом. Для проведения экспериментов в широком диапазоне давления установка оснащена вакуумной камерой (12) с устройством для откачки воздуха до  $2 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст., а также камерой высокого давления до 10 бар с необходимой газораспределительной и измерительной аппаратурой. Обе камеры снабжены оптическими окнами для ввода воздействующего ЛИ и вывода оптического излучения, применяемого в диагностических целях. При многоимпульсном высокочастотном лазерном облучении поверхности распыляемой мишени осуществлялось эффективное эрозионное плазмообразование [6]. Для реализации многоимпульсного режима генерации лазера с высокой частотой повторения импульсов внутри резонатора вблизи глухого зеркала установлен пассивный оптический затвор из радиационно-облученного кристаллического фторида лития LiF с F<sub>2</sub><sup>-</sup>-центрами окраски. Частота повторения импульсов изменялась за счет варьирования уровня накачки лазера и оптической плотности затвора (рис. 2).

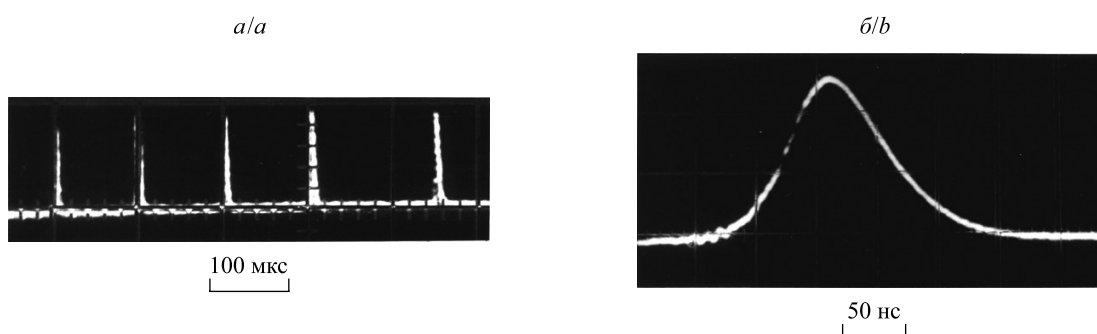


Рис. 2. Серия импульсов, генерируемая лазером с пассивным затвором (а), и форма отдельного импульса (б)

Fig. 2. A series of pulses generated by a laser with a passive shutter (a) and the shape of a separate laser pulse (b)

В качестве исходных материалов для получения распыляемых мишеней использованы промышленные микроразмерные порошки на основе диоксида циркония ДЦИ-5 по ТУ-344–2000 (ОАО «Чепецкий механический завод», Россия) квалификации «ч.», содержащего 99,3 % основного компонента ZrO<sub>2</sub>, легированного 5 мас. % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, средней дисперсностью 5 мкм, насыпной плотностью 2,55 г/см<sup>3</sup>. Распыляемые керамические мишени получали методом статического формования при давлении 500 МПа, спекание выполняли в камерной лабораторной электропечи в воздушной среде при температуре 1600 °С в течение 2 ч. В мишени содержалось около 80 % моноклинной фазы и 20 % тетрагональной фазы. Плотность мишени 5,94 г/см<sup>3</sup>. Микроструктура исходной мишени представлена на рис. 3.

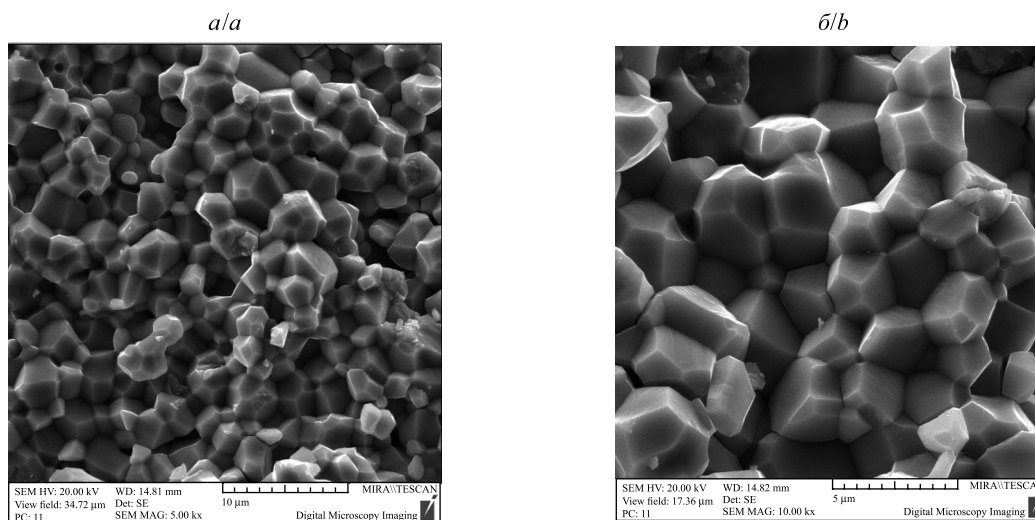


Рис. 3. Микроструктура керамики (спекание: 1700 °С, 1 ч 20 мин) на основе диоксида циркония (ДЦИ-5) при увеличении  $\times 5000$  (а) и  $\times 10\,000$  (б)

Fig. 3. Microstructure of zirconia-based ceramics (DTSI-5) (sintering 1700 °C, 1 h 20 min) at magnifications  $\times 5000$  (a) and  $\times 10\,000$  (b)



Морфология поверхности и шероховатость тонких пленок легированного оксида циркония, полученных на стеклянной и кремниевой подложках КДБ-12 (100), изучались методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47 PRO (ЗАО «НТ-МДТ», Россия). Использовались бесконтактные кремниевые кантилеверы с коэффициентом жесткости 2,5–10,0 Н/м, резонансной частотой 115–190 кГц и радиусом кривизны острия 10 нм. Исследование морфологии поверхности проводилось методом постоянной силы в амплитудно-модуляционном режиме [8]. Для нахождения основных параметров шероховатости образцы сканировались в пяти различных точках и рассчитывалось среднее значение определяемой величины с помощью программного пакета обработки АСМ-изображений. Размер области сканирования для всех точек составлял  $20 \times 20$  мкм.

Измерение вольт-амперных характеристик (ВАХ) и вольт-фарадных характеристик (ВФХ) на частоте 100 кГц и 1 МГц выполнялось с использованием лабораторного стенда на основе измерителя иммитанса E7-20 при комнатной температуре. Указанные характеристики регистрировались при изменении напряжения прямого и обратного смещения в диапазоне от  $-12$  до  $+12$  В. Пропускание оптического излучения тонкими пленками в видимой области и ближнем инфракрасном (ИК) диапазоне спектра измерялось на спектрофотометре Cary 500 Scan. Спектры пропускания в средней ИК-области регистрировались с помощью ИК-фурье-спектрометра NEXUS (*Thermo Nicolet*, США) в диапазоне волновых чисел  $400\text{--}4000$  см<sup>-1</sup>.

Методом многоимпульсного высокочастотного лазерного воздействия на поверхность распыляемой мишени получены пленки оксида циркония, легированного оксидом иттрия, на подложках из кремния КДБ-12 (100) и стекла. Осаждение макроскопически однородных тонких пленок  $ZrO_2$  с легирующими добавками 5 %  $Y_2O_3$  достигалось при плотности мощности ЛИ  $100$  МВт/см<sup>2</sup>, частоте повторения импульсов  $10\text{--}15$  кГц, давлении в вакуумной камере  $2 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. и расстоянии  $40$  мм от мишени до подложки.

На рис. 4, а, б, представлена морфология поверхности подложек, на которые наносились пленки. При сканировании области  $20 \times 20$  мкм находилась средняя шероховатость поверхности – перепад высот, размер по оси  $z$  (разрешающая способность по оси  $z$  определяется характеристиками пьезосканера и составляет доли нанометра). При сканировании большого участка попадают крупные образования, латеральный размер которых достигает  $1$  мкм (размер по оси  $x$ ). Маленькие частицы с латеральным размером менее  $10$  нм при сканировании области  $20 \times 20$  мкм не определяются. Участок сканирования  $5 \times 5$  мкм выбирался на однородной поверхности между крупными образованиями, с тем чтобы крупные частицы в него не попадали. При описании АСМ-изображений размером  $5 \times 5$  мкм используется латеральный размер структурных элементов, т. е. в плоскости  $xy$ . И если радиус кривизны кончика иглы превышает указанный размер структурных элементов, то их невозможно визуализировать.

Методом АСМ на кремниевых подложках обнаружены протяженные линейные дефекты поверхности с максимальной высотой неровностей  $60$  нм, при этом средняя шероховатость такой подложки не превышала  $6$  нм. Поверхность стеклянной подложки однородная, без структурных особенностей, средняя шероховатость  $14$  нм, а максимальная высота неровностей не более  $40$  нм.

При осаждении на кремний легированные пленки оксида циркония повторяют рельеф подложки, а средняя шероховатость поверхности составляет  $38$  нм. Так, на АСМ-изображениях (рис. 4, в) наблюдаются цепочки частиц легированного оксида циркония, сформировавшихся на дефектах подложки, со средним латеральным размером  $200$  нм и высотой  $30$  нм (рис. 4, д). При уменьшении области сканирования до  $5 \times 5$  мкм методом АСМ выявить структурные особенности полученной пленки не удалось (рис. 5, а). Вероятно, размер структурных элементов меньше  $10$  нм, поэтому различить их с помощью кантилевера с радиусом кривизны кончика зонда  $10$  нм не представляется возможным. В промежутках между цепочками на ровной, гладкой поверхности с шероховатостью  $5$  нм встречаются отдельные крупные образования с латеральным размером  $0,5\text{--}1,0$  мкм и высотой до  $160$  нм (рис. 5, в).

При осаждении пленок  $ZrO_2 + 5\%$   $Y_2O_3$  на стеклянную подложку формируются наночастицы примерно таких же размеров, как и в пленке на кремниевой подложке (рис. 4, з, е; 5, б, з), но они расположены хаотично. Средняя шероховатость пленки также составляет  $38$  нм.

Спектр пропускания пленки оксида циркония  $ZrO_2 + 5\%$   $Y_2O_3$  на кремниевой подложке в видимой области и ближней ИК-области приведен на рис. 6, а, а в средней ИК-области – на рис. 6, б. В части спектра от  $1,0$  до  $2,5$  мкм пропускание достигает  $12\%$ , а в средней ИК-области от  $2,6$  до  $6,0$  мкм составляет  $4,7\%$ .

Спектр пропускания пленки оксида циркония  $ZrO_2 + 5\%$   $Y_2O_3$  на стеклянной подложке в видимой области и ближней ИК-области приведен на рис. 7, а, а в средней ИК-области – на рис. 7, б. Пропускание на длине волны  $643$  нм составляет  $60\%$ , а на длине волны  $2500$  нм достигает  $87\%$ . В средней ИК-области пропускание при волновом числе  $2548$  см<sup>-1</sup> равняется  $70\%$  и достигает  $75\%$  при  $3566$  см<sup>-1</sup>.

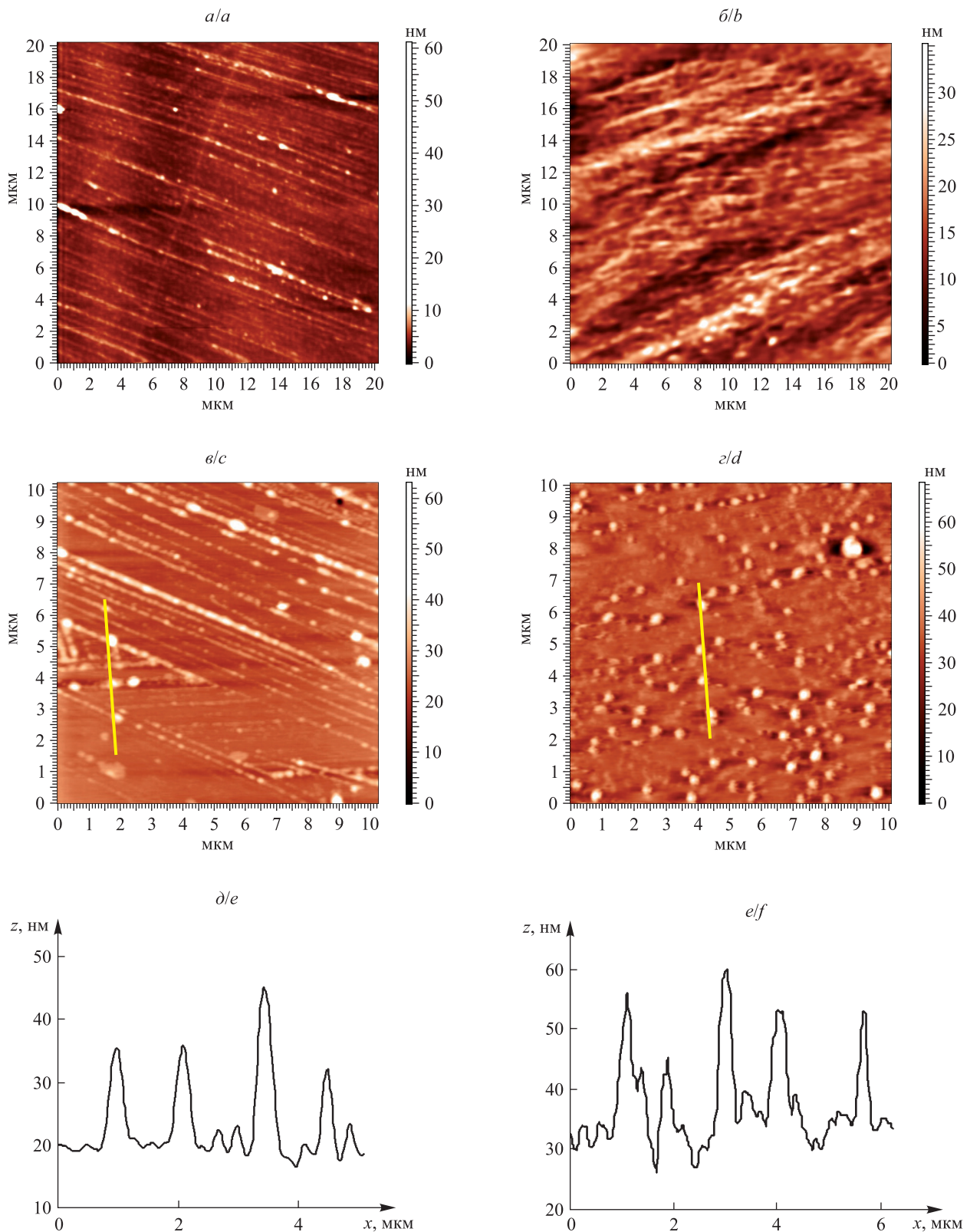


Рис. 4. АСМ-изображения поверхности кремниевой (а) и стеклянной (б) подложек, пленок оксида циркония, легированного оксидом иттрия, осажденных на кремниевую (в) и стеклянную (г) подложки. Профили сечения рельефа поверхности пленок вдоль выделенной линии, осажденных на кремниевую (д) и стеклянную (е) подложки

Fig. 4. AFM images of the surface silicon substrate (a), glass substrate (b), yttrium oxide doped zirconia film deposited on the silicon (c) and glass (d) substrates. Profiles of the cross section of the surface relief of the films along the selected line deposited on a silicon (e) and glass (f) substrates

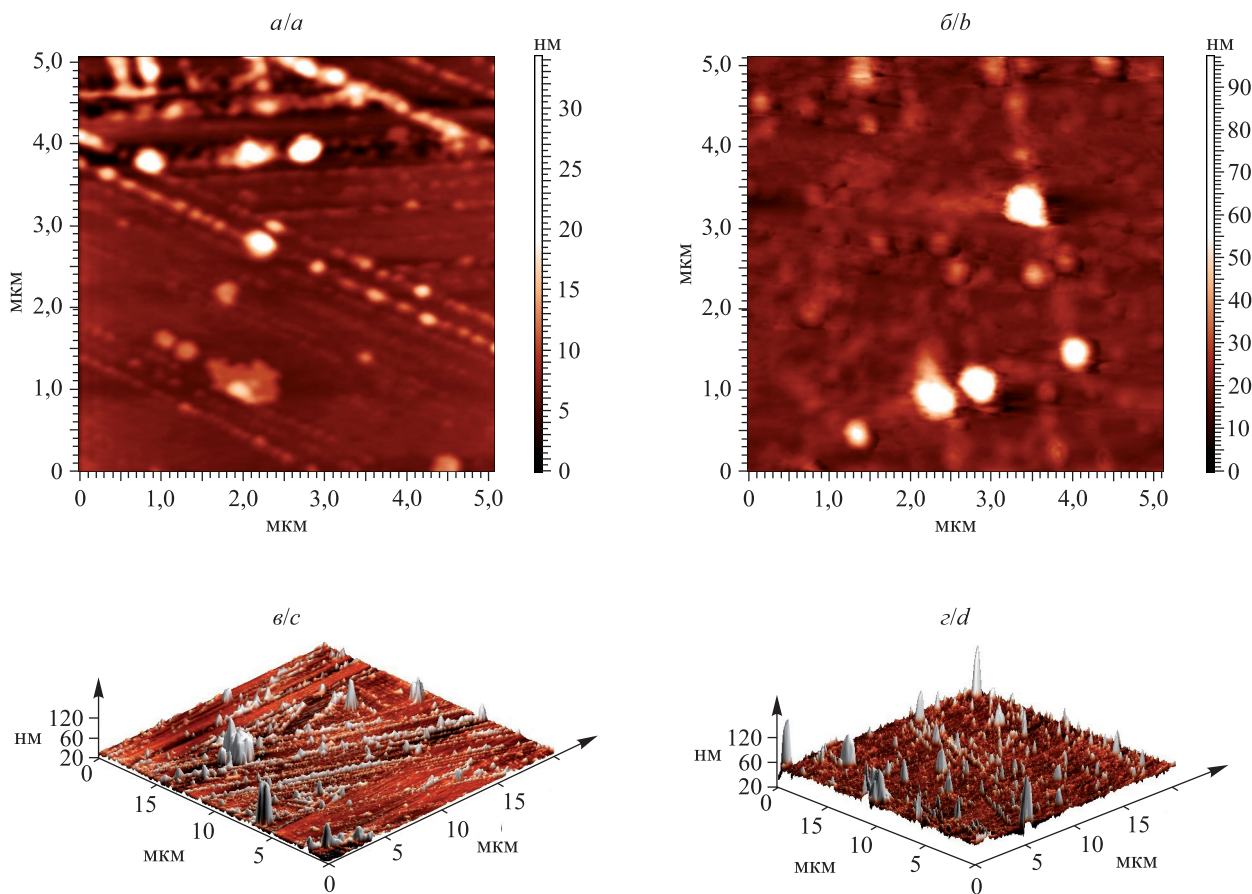


Рис. 5. АСМ-изображения поверхности лазерно-осажденной тонкой пленки оксида циркония  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$  на кремнии (а, в) и на стекле (б, г)

Fig. 5. AFM images of the surface of a laser-deposited thin film of zirconium oxide  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$  on silicon (a, c) and glass substrates (b, d)

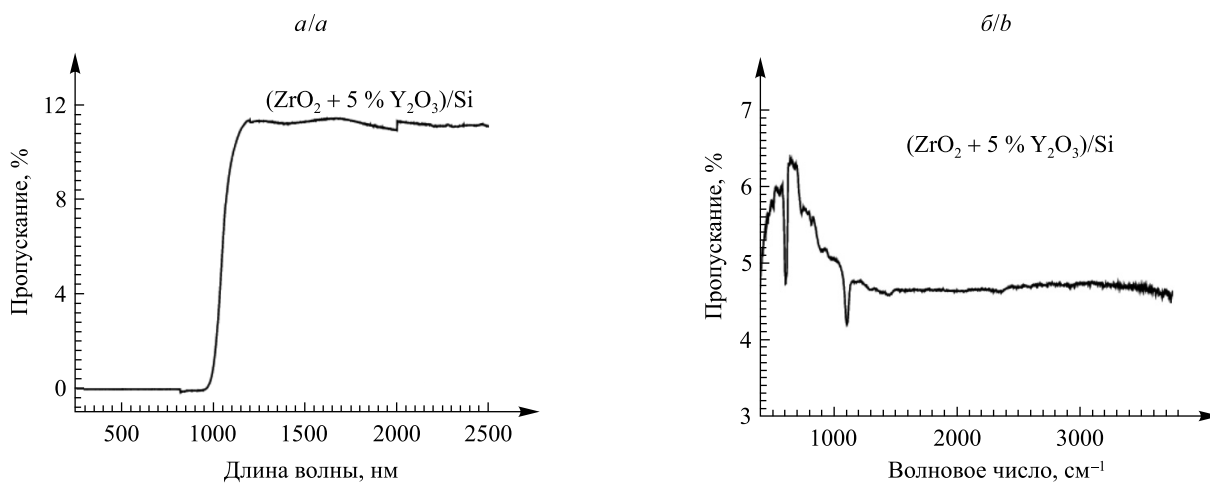


Рис. 6. Спектр пропускания пленки оксида циркония  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$  на кремниевой подложке в видимой, ближней ИК (а) и средней ИК (б) области

Fig. 6. Transmission spectrum of a laser-deposited  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$  film on a silicon substrate in the visible region and near infrared region (a), middle infrared region (b)

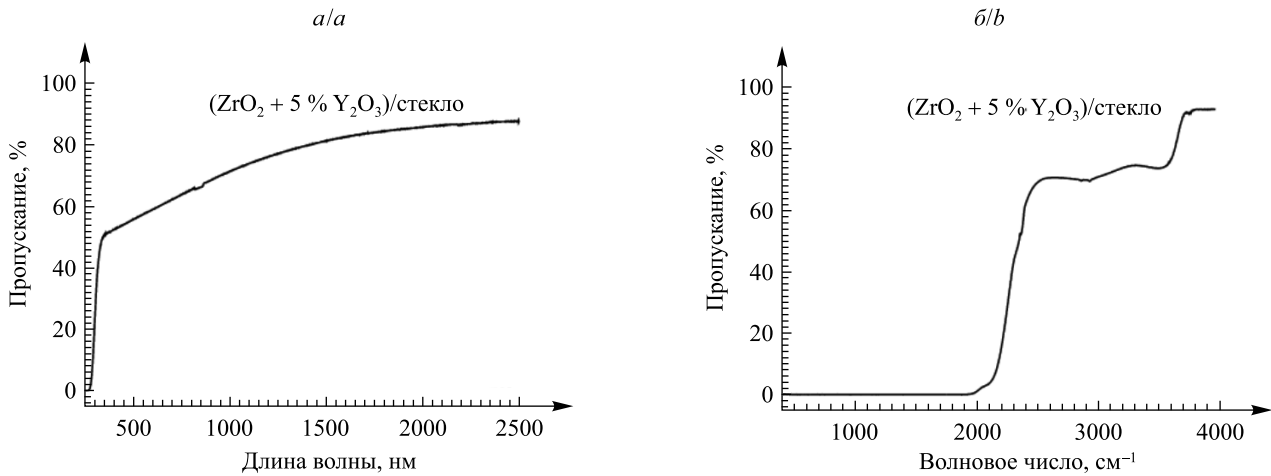


Рис. 7. Спектр пропускания пленки оксида циркония  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$  на стеклянной подложке в видимой, ближней ИК (а) и средней ИК (б) области

Fig. 7. Transmission spectrum of a laser-deposited  $ZrO_2 + 5\% Y_2O_3$  film on a glass substrate in the visible region and near infrared region (а), middle infrared region (б)

На рис. 8 представлены ВАХ и ВФХ исследуемой пленки на кремниевой подложке. Анализ ВАХ показал, что механизм протекания тока в значительной мере обусловлен строением пленки, в частности наличием наноразмерных частиц, и имеет прыжковый и туннельный характер. На ВАХ видны участки с отрицательным дифференциальным сопротивлением (см. рис. 8, а), которые воспроизводятся при повторном измерении. Наличие таких участков говорит о возможном блокировании проводимости, которое обусловлено процессами перезарядки дискретных поверхностных состояний, связанных с наночастицами и нанокристаллическими включениями.

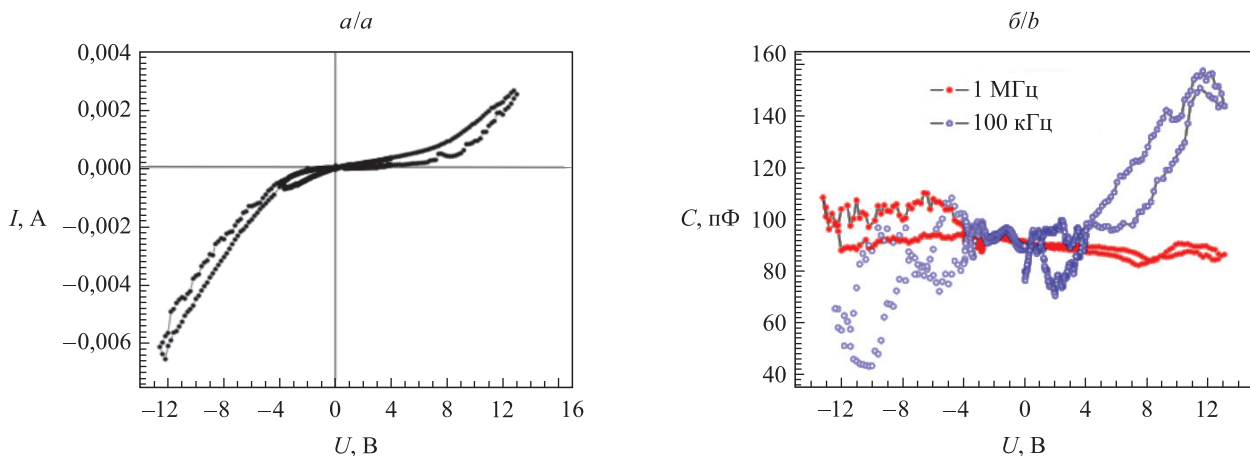


Рис. 8. Вольт-амперная (а) и вольт-фарадная (б) характеристики тонкой пленки оксида циркония, легированного оксидом иттрия, на кремнии

Fig. 8. Volt-ampere (а) and voltage-farad (б) characteristics of thin film of yttria doped zirconium oxide on silicon substrate

Следует также отметить, что в матрице, окружающей нанокристаллические включения, могут существовать дополнительные энергетические состояния, которые связаны с отдельными наночастицами, не входящими в указанные включения. Оксид циркония  $ZrO_2$  – это диэлектрик с высокой диэлектрической проницаемостью ( $\approx 23$ ). ВФХ исследуемой системы отличается от классической высокочастотной ВФХ МОП-структур. На ней наблюдаются множество максимумов и гистерезис, а также отсутствие участков, описывающих емкость диэлектрика и полупроводника, причем на частоте сигнала 100 кГц при положительных напряжениях смещения емкость структуры выше, чем на частоте сигнала 1 МГц. Такое поведение ВФХ может быть обусловлено наличием дискретных состояний с широким энергетическим спектром, связанных с морфологией и нестехиометричностью пленки [9–11].



## Заклучение

Методами высокочастотного импульсного лазерного осаждения получены и исследованы пленки оксида циркония на кремниевой и стеклянной подложках, легированные оксидом иттрия с массовой долей 5 %. Данные пленки характеризуются нанокристаллической структурой, при этом на поверхности формируются частицы со средним латеральным размером 200 нм и высотой 30 нм, хаотично расположенные в случае осаждения на стеклянную подложку, и в виде протяженных линейных цепочек при осаждении на кремниевую подложку. Встречаются также отдельные крупные включения с латеральным размером 0,5–1,0 мкм и высотой до 160 нм. Пропускание пленки оксида циркония на кремниевой подложке в области спектра от 1,0 до 2,5 мкм достигает 12 %, а в области от 2,6 до 6,0 мкм составляет 4,7 %. ВАХ и ВФХ пленок оксида циркония характеризуются нелинейностью, включающей гистерезис, и обусловлены наличием дискретных поверхностных состояний с широким энергетическим спектром, связанных с наночастицами и нанокристаллическими включениями пленки.

## Библиографические ссылки

1. Суздаев ИП. Нанокластеры и нанокластерные системы. Организация, взаимодействие, свойства. *Успехи химии*. 2001;70(3):203–240.
2. Петрунин ВФ, Попов ВВ, Чжу Хунчжи, Тимофеев АА. Синтез нанокристаллических высокотемпературных фаз диоксида циркония. *Неорганические материалы*. 2004;40(3):303–311.
3. Шевченко ВЯ, Баринов СМ. *Техническая керамика*. Москва: Наука; 1993. 187 с.
4. Neubrand A, Schafer R, Thielicke B, Westerheide R, Schäuble R. Materials design studies for creep and thermal shock resistant oxide ceramic matrix composites. In: Singh M, Kerans RJ, Lara-Curzio E, Naslain R, editors. *HT-CMC5. Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites; 2004 September 12–16; Seattle, USA*. Westerville: American Ceramic Society; 2005. p. 253–258.
5. Вилья Н, Голосов ДА, Завадский СМ, Мельников СН, Окоджи ДЭ. Формирование пленок оксида циркония методом реактивного магнетронного распыления. В: Углов ВВ, редактор. *Взаимодействие излучений с твердым телом. Материалы 12-й Международной конференции; 19–22 сентября 2017 г.; Минск, Беларусь*. Минск: Издательский центр БГУ; 2017. с. 438–440.
6. Минько ЛЯ, Чумаков АН, Босак НА. Об эффективном режиме эрозионного приповерхностного плазмообразования в воздухе при импульсно-периодическом лазерном воздействии. *Квантовая электроника*. 1990;17(11):1480–1484.
7. Гончаров ВК, Пузырев МВ, Ступакевич ВЮ. Физические процессы в лазерном источнике ионов алюминия с управляемой энергией для нанесения нанопленок. *Журнал Белорусского государственного университета. Физика*. 2017;3:79–87.
8. Миронов ВЛ. *Основы сканирующей зондовой микроскопии*. Москва: Техносфера; 2004. 144 с.
9. Ефремов МД, Камаев ГН, Володин ВА, Аржанникова СА, Качурин ГА, Черкова СГ и др. Кулоновское блокирование проводимости пленок SiO<sub>2</sub> при одноэлектронной зарядке кремниевой квантовой точки в составе цепочки электронных состояний. *Физика и техника полупроводников*. 2005;39(8):945–951.
10. Малютина-Бронская ВВ, Залесский ВБ, Леонова ТР. Электрические свойства пленок оксида цинка, легированных редкоземельными элементами. *Доклады БГУИР*. 2011;6:39–43.
11. Малютина-Бронская ВВ, Залесский ВБ, Леонова ТР, Белоус АИ, Плебанович ВИ. Емкостные характеристики структур оксикарибид кремния – кремний. *Доклады БГУИР*. 2006;5:99.

## References

1. Suzdalev IP. Nanoclusters and nanocluster systems. Organization, interaction, properties. *Uspekhi khimii*. 2001;70(3):203–240. Russian.
2. Petrunin VF, Popov VV, Zhu Hongzhi, Timofeev AA. Synthesis of nanocrystalline high-temperature phases of zirconium dioxide. *Neorganicheskie materialy*. 2004;40(3):303–311. Russian.
3. Shevchenko VYA, Barinov SM. *Tekhnicheskaya keramika* [Technical ceramics]. Moscow: Nauka; 1993. 187 p. Russian.
4. Neubrand A, Schafer R, Thielicke B, Westerheide R, Schäuble R. Materials design studies for creep and thermal shock resistant oxide ceramic matrix composites. In: Singh M, Kerans RJ, Lara-Curzio E, Naslain R, editors. *HT-CMC5. Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites; 2004 September 12–16; Seattle, USA*. Westerville: American Ceramic Society; 2005. p. 253–258.
5. Villa N, Golosov DA, Zavatsky SM, Melnikov SN, Okoji DE. The formation of zirconium oxide films by reactive magnetron sputtering. In: Uglov VV, editor. *Interaction of Radiation with Solids. Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference; 2017 September 19–22; Minsk, Belarus*. Minsk: Publisher Center of the Belarusian State University; 2017. p. 438–440. Russian.
6. Min'ko LYa, Chumakov AN, Bosak NA. [On the effective conditions of erosion surface plasma formation in air upon exposure to the repetitively pulsed laser radiation]. *Quantum Electronics*. 1990;17(11):1480–1484. Russian.
7. Goncharov VK, Puzyrev MV, Stupakevich VU. Physical processes in a laser source of aluminum ions with controlled energy for applying nanofilms. *Journal of the Belarusian State University. Physics*. 2017;3:79–87. Russian.
8. Mironov VL. *Osnovy skaniruyushchei zondovoi mikroskopii* [The basics of scanning probe microscopy]. Moscow: Tekhnosfera; 2004. 144 p. Russian.
9. Efremov MD, Kamaev GN, Volodin VA, Arzhannikova SA, Kachurin GA, Cherkova SG, et al. [Coulomb blockade of the conductivity of SiO<sub>2</sub> films due to one-electron charging of a silicon quantum dot in a chain of electronic states]. *Fizika i tekhnika poluprovodnikov*. 2005;39(8):945–951. Russian.
10. Malyutina-Bronskaya VV, Zalessky VB, Leonova TR. [Electrical properties of zinc oxide films doped with rare-earth elements]. *Doklady BSUIR*. 2011;6:39–43. Russian.
11. Malyutina-Bronskaya VV, Zalessky VB, Leonova TR, Belous AI, Plebanovich VI. [Capacitive characteristics of silicon oxycarbide – silicon structures]. *Doklady BSUIR*. 2006;5:99. Russian.