

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

УДК 621.3.049.77: 621.793

То
Куанг Тханг

Формирование термочувствительных структур на основе легированного
оксида ванадия для интегральных неохлаждаемых микроболометров

АВТОРЕФЕРАТ

на соискание степени магистра технических наук
по специальности 1-39 80 03 «Электронные системы и технологии»

Научный руководитель
кандидат технических наук, доцент
Голосов Дмитрий Анатольевич

Минск 2022

ВВЕДЕНИЕ

За последние годы отмечается существенный прогресс в развитии инфракрасных изображающих систем различного назначения на основе неохлаждаемых микроболометрических матриц. В качестве термочувствительного слоя приемных элементов микроболометров наиболее перспективным является использование пленок оксида ванадия (VO_x). Одним из основных свойств, обеспечивающим широкое применение оксида ванадия, является наличие у него температурно-индуцируемой кристаллографической трансформации (фазового перехода металл-полупроводник), сопровождающейся изменением проводимости и нелинейными оптическими эффектами.

Однако существует ряд недостатков пленок оксида ванадия при применении их для формирования активных слоев неохлаждаемых микроболометров, как нестабильность их свойств в процессе нанесения пленок и процессе эксплуатации, сложность формирования требуемого оксида, низкая воспроизводимость, низкий температурный коэффициент сопротивления, большое удельное сопротивление. Это приводит к необходимости улучшения характеристик пленок оксида ванадия.

Улучшение свойств пленок оксида ванадия может быть достигнуто за счет модификации слоев VO_2 путем легирования их дополнительными металлами. По характеру действия на фазового перехода легирующие добавки можно разбить на две группы: группа Nb и группа Cr. К группе Nb относятся Mo, W, Re, действие которых сводится, в основном, к уменьшению температуры ФП. К группе Cr относятся Al, Fe, Ga. Эти присадки превращают V^{4+} в решетке в V^{5+} и способствуют стабилизации низкотемпературных фаз. И поэтому исследованию легированных тонких пленок оксида ванадия в последние годы уделяется большое внимание.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Связь работы с крупными научными программами (проектами) и темами

Диссертационная работа выполнена в рамках научно-исследовательского проекта № 21-3085 "Разработка методов ионно-плазменного формирования активных слоев на основе легированного оксида ванадия для интегральных неохлаждаемых тепловых детекторов" ГПНИ "Фотоника и электроника для инноваций" (сроки выполнения 2021 – 2025 г.г.) и договора № 21-1049Б на выполнение научно-исследовательской работы "Разработка процессов реактивного магнетронного нанесения слоев и исследование характеристик термочувствительных структур неохлаждаемых фотоприемных устройств на основе пленок оксида ванадия" (Заказчик ОАО «ИНТЕГРАЛ» - управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ», сроки выполнения 2021 – 2023 г.г.).

Актуальность темы исследования

За последние годы отмечается существенный прогресс в развитии инфракрасных изображающих систем различного назначения на основе неохлаждаемых микроболометрических матриц. В качестве термочувствительного слоя приемных элементов микроболометров наиболее перспективным является использование пленок оксида ванадия (VO_x). Одним из основных свойств, обеспечивающим применение оксида ванадия, является наличие у него температурно-индуцируемой кристаллографической трансформации (фазового перехода металл – диэлектрик), сопровождающейся изменением проводимости и нелинейными оптическими эффектами. Главным недостатком оксида ванадия является нестабильность свойств пленок в процессе нанесения пленок и процессе эксплуатации. Улучшение свойств диоксида ванадия (расширение спектрального диапазона в сторону более коротких длин волн, снижение температуры фазового перехода, изменения его крутизны и других характеристик) может быть достигнуто за счет модификации слоев VO_2 путем легирования их дополнительными примесями родственных соединений. Поэтому исследованию легированных тонких пленок диоксида ванадия в последние годы уделяется большое внимание.

Цель и задачи исследования

Целью работы является разработка методов реактивного магнетронного формирования легированных пленок оксидов ванадия, изучение зависимости электрофизических свойств пленок от условий синтеза, типа и концентрации

примеси, на основе чего будут разработаны физико-технологические основы для формирования активных слоев интегральных неохлаждаемых тепловых детекторов с улучшенными болометрическими характеристиками.

Для решения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- провести анализ влияния типа и концентрации примеси на структурно-фазовые и электрофизические характеристики легированных слоев оксида ванадия;
- разработать стенд для измерения болометрических характеристик пленок оксида ванадия;
- исследовать особенности формирования легированных слоев оксида ванадия методами реактивного магнетронного распыления;
- исследовать зависимости электрофизических свойств пленок оксида ванадия от условий синтеза;
- исследовать зависимости свойств пленок оксида ванадия от концентрации легирующей примеси;
- разработать рекомендации и сформулировать требования к технологическому процессу для формирования активных слоев интегральных неохлаждаемых тепловых детекторов с улучшенными болометрическими характеристиками.

Объектом исследования являются тонкие пленки легированного оксида ванадия, процессы реактивного магнетронного распыления мозаичных мишеней, термочувствительные структуры на основе пленок оксида ванадия.

Предметом исследования являются процессы ионно-плазменного нанесения тонких пленок, элементный состав, структура, оптические и электрические свойства пленок легированного вольфрамом оксида ванадия.

Научная новизна работы состоит в установлении механизмов и условий влияния режимов реактивного магнетронного нанесения и степени легирования вольфрамом на оптические и электрические свойства легированных вольфрамом слоев оксида ванадия.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Для измерения болометрических характеристик терморезистивных структур разработан автоматизированный стенд, который позволяет измерять такие характеристики пленок, как электрическое сопротивление в диапазоне температур от 20 до 70 °С, зависимость электрического сопротивления от температуры пленки, температурный коэффициент сопротивления.

2. Результаты экспериментальных исследований влияния параметров процесса реактивного магнетронного распыления на электрофизические

характеристики (удельное сопротивление, температурный коэффициент сопротивления) пленок легированного вольфрамом оксида ванадия при распылении ванадиевой мишени и мозаичных V-W мишеней с различным количеством W вставок. Показано, что при реактивном магнетронном распылении мозаичных V-W мишеней в среде Ar/O₂ рабочих газов электрофизические свойства пленок V_{1-x}W_xO_y имеют сильную зависимость от концентрации кислорода в Ar/O₂ смеси газов, что связано с формированием в пленке смеси различных промежуточных оксидов, электрофизические свойства которых имеют большие различия. Электрофизические свойства пленок определяются соотношением концентраций этих оксидов.

3. Результаты экспериментальных исследований влияния степени легирования вольфрамом на электрофизические характеристики пленок оксида ванадия. Установлено, что при добавках вольфрама характер зависимости не изменялся, но характеристики смещались в сторону больших концентраций кислорода. При увеличении количества W вставок с 0 до 2 максимум удельного сопротивления пленок смещался с 16.7 % до 22.4 % O₂. Однако формирование пленок с высоким ТКС наблюдалось в более узком диапазоне концентраций кислорода от 20 – 30 %.

Апробация диссертации и информации об использовании ее результатов

Результаты исследований, вошедшие в диссертацию, докладывались и обсуждались на 57-й и 58-й научных конференциях студентов, магистрантов и аспирантов БГУИР (2020 и 2021); международной юбилейной научно-практической конференции, посвященная 90-летию со дня образования Гомельского государственного университета имени Франциска Скорины (2020); республиканской научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Интеллектуальные системы» (2021).

Опубликование результатов диссертации

По материалам диссертации опубликованы 4 статьи в материалах научных конференций.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключение, списка цитируемой литературы из 44 наименований. Общий объем диссертации 78 страницы, в том числе 51 иллюстрации и 8 таблиц.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** рассмотрены преимущества применения пленок легированного оксида ванадия, а также дается обоснование актуальности темы диссертационной работы.

В **первой главе** на основе анализа свойств, методов получения и применения пленок оксида ванадия установлено, что благодаря особенности фазового перехода полупроводник – металл диоксида ванадия находит множество применений в изделиях электроники: термисторы, мемристоры, логические элементы, элементы памяти, оптические переключатели, ограничители, сенсоры. Для применения в оптических переключателях и «умных» окнах интересен термохромизм, проявляющийся в тонких пленках диоксида ванадия. Установлено, что одним из путей улучшения характеристик пленок оксида ванадия является модификация их свойств путем легирования дополнительными примесями. В основном это связано с попытками стабилизировать метастабильную фазу диоксида ванадия и управлять параметрами фазового перехода диоксида ванадия, такими как температура фазового перехода, ширина петли температурного гистерезиса и т.д..

Во **второй главе** приводится описание экспериментального и диагностического оборудования для нанесения и анализа свойств пленок легированного оксида ванадия. Для нанесения пленок легированного вольфрамом оксида ванадия в работе использован метод реактивного магнетронного распыления мозаичных мишеней в среде Ar/O_2 рабочих газов. Для питания магнетрона применен биполярный асимметричный импульсный ток средней частоты (1 – 100 кГц). Определены методики измерения структурно-фазовых, электрических и оптических характеристик нанесенных пленок легированных вольфрамом оксида ванадия и термочувствительных структур на их основе.

В **третьей главе** приводится описание разработанного стенда для измерения болометрических характеристик терморезистивных структур. Для измерения болометрических характеристик терморезистивных структур разработан автоматизированный стенд, который позволяет измерять такие характеристики пленок, как электрическое сопротивление в диапазоне температур от 20 до 90 °С, зависимость электрического сопротивления от температуры пленки, температурный коэффициент сопротивления. Для автоматизации процесса исследования болометрических характеристик пленок разработано программное обеспечение «AnalyzerTDR». Данная программа обеспечивает пользователям следующие основные функции:

- исследование температурной зависимости сопротивления тонких пленок от времени при поддержании температуры образца в диапазоне температур от 20 °С до 70 °С;

- задание диапазонов изменения выходного напряжения или выходного тока для нагревательного элемента для указанного временного шага;

- поддержание заданной пользователем температуры на экспериментальном образце от времени;

- построение и отображение графиков значений исследуемых параметров в реальном времени;

- возможность указания количества циклов нагрева/охлаждения;

- информирование пользователя о том сколько процентов выполнено из указанного задания;

- возможность сохранения полученных результатов в текстовом файле.

В четвертой главе установлены зависимости влияния параметров процесса реактивного магнетронного распыления на электрофизические характеристики (удельное сопротивление, температурный коэффициент сопротивления) пленок легированного вольфрамом оксида ванадия при распылении ванадиевой мишени и мозаичных V-W мишеней с различным количеством W вставок. Показано, что при реактивном магнетроном распылении мозаичных V-W мишеней в среде Ar/O₂ рабочих газов электрофизические свойства пленок V_{1-x}W_xO_y имеют сильную зависимость от концентрации кислорода в Ar/O₂ смеси газов, что связано с формированием в пленке смеси различных промежуточных оксидов, электрофизические свойства которых имеют большие различия. Электрофизические свойства пленок определяются соотношением концентраций этих оксидов. Установлены зависимости влияния степени легирования вольфрамом на электрофизические характеристики пленок оксида ванадия. Установлено, что при добавках вольфрама характер зависимости не изменялся, но характеристики смещались в сторону больших концентраций кислорода. При увеличении количества W вставок с 0 до 2 максимум удельного сопротивления пленок смещался с 16.7 % до 22.4 % O₂. Однако формирование пленок с высоким ТКС наблюдалось в более узком диапазоне концентраций кислорода от 20 – 30 %.

В заключении сформулированы основные результаты диссертации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. На основе анализа свойств, методов получения и применения пленок оксида ванадия установлено, что благодаря особенности фазового перехода полупроводник – металл диоксида ванадия находит множество применений в изделиях электроники: термисторы, мемристоры, логические элементы, элементы памяти, оптические переключатели, ограничители, сенсоры. Для применения в оптических переключателях и «умных» окнах интересен термохромизм, проявляющийся в тонких пленках диоксида ванадия.

2. Установлено, что одним из путей улучшения характеристик пленок оксида ванадия является модификация их свойств путем легирования дополнительными примесями. В основном это связано с попытками стабилизировать метастабильную фазу диоксида ванадия и управлять параметрами фазового перехода диоксида ванадия, такими как температура фазового перехода, ширина петли температурного гистерезиса и т.д..

3. Для измерения болометрических характеристик терморезистивных структур разработан автоматизированный стенд, который позволяет измерять такие характеристики пленок, как электрическое сопротивление в диапазоне температур от 20 до 70 °С, зависимость электрического сопротивления от температуры пленки, температурный коэффициент сопротивления. Для автоматизации процесса исследования болометрических характеристик пленок разработано программное обеспечение «AnalyzerTDR». Данная программа обеспечивает пользователям следующие основные функции:

- исследование температурной зависимости сопротивления тонких пленок от времени при поддержании температуры образца в диапазоне температур от 20 °С до 70 °С;
- задание диапазонов изменения выходного напряжения или выходного тока для нагревательного элемента для указанного временного шага;
- поддержание заданной пользователем температуры на экспериментальном образце от времени;
- построение и отображение графиков значений исследуемых параметров в реальном времени;
- возможность указания количества циклов нагрева/охлаждения;
- информирование пользователя о том сколько процентов выполнено из указанного задания;
- возможность сохранения полученных результатов в текстовом файле.

4. Установлены зависимости влияния параметров процесса реактивного магнетронного распыления на электрофизические характеристики (удельное

сопротивление, температурный коэффициент сопротивления) пленок легированного вольфрамом оксида ванадия при распылении ванадиевой мишени и мозаичных V-W мишеней с различным количеством W вставок. Показано, что при реактивном магнетронном распылении мозаичных V-W мишеней в среде Ar/O₂ рабочих газов электрофизические свойства пленок V_{1-x}W_xO_y имеют сильную зависимость от концентрации кислорода в Ar/O₂ смеси газов, что связано с формированием в пленке смеси различных промежуточных оксидов, электрофизические свойства которых имеют большие различия. Электрофизические свойства пленок определяются соотношением концентраций этих оксидов.

5. Установлены зависимости влияния степени легирования вольфрамом на электрофизические характеристики пленок оксида ванадия. Установлено, что при добавках вольфрама характер зависимости не изменялся, но характеристики смещались в сторону больших концентраций кислорода. При увеличении количества W вставок с 0 до 2 максимум удельного сопротивления пленок смещался с 16.7 % до 22.4 % O₂. Однако формирование пленок с высоким ТКС наблюдалось в более узком диапазоне концентраций кислорода от 20 – 30 %.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СОИСКАТЕЛЯ

1-А. Влияние отжига на кристаллизацию и оптические характеристики пленок оксида ванадия/ Т.Д. Нгуен, А. И. Занько, Т. К. То, Д. А. Голосов, С. Н. Мельников, В. В. Колос // Материалы Международной ювелирной научно-практической конференции, посвященной 90-летию со дня образования Гомельского государственного университета имени Франциска Скорины, 19-20 ноября 2020 г.: в 3 ч. Ч. 3 / Гомель: ГГУ им. Ф. Скорины, 2020. –С. 147-151.

2-А. То, К.Т. Влияние легирования вольфрамом на электрофизические свойства пленок оксида ванадия / К.Т. То// Сборник материалов 57-ой научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», Минск, 19-23 апреля 2021 г.: Электронные системы и технологии / Минск: БГУИР, 2021. - С. 262-265.

3-А. То, К.Т. Автоматизированный стенд для исследования болометрических характеристик термочувствительных структур / К.Т. То // Сборник материалов XI форума вузов инженерно-технологического профиля союзного государства, Минск, 6-10 декабря 2021 г. / Минск: БНТУ, 2021. – С.

4-А. То, К.Т. Болометрические характеристики пленок оксида ванадия при легировании вольфрамом / К.Т.То // Сборник материалов 58-ой научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», Минск, 18-22 апреля 2022 г.: Электронные системы и технологии / Минск: БГУИР, 2022. -С.