

Учреждение образования  
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ИНФОРМАТИКИ И РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ»

УДК 621.389;544.653

СТЕПАНОВ  
Андрей Анатольевич

**ПРОЗРАЧНЫЕ НАНОСЕТЧАТЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ ПЛЕНКИ С  
РЕЛЬЕФНОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТОВ И УСТРОЙСТВ  
ОПТОЭЛЕКТРОНИКИ**

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

по специальности 05.27.01 – твердотельная электроника, радиоэлектронные  
компоненты, микро- и наноэлектроника, приборы на квантовых эффектах

Минск 2012

Работа выполнена в учреждении образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники»

Научный руководитель                      Смирнов Александр Георгиевич  
доктор технических наук, профессор,  
профессор кафедры микро- и нано-  
электроники, заведующий НИЛ 4.7 УО  
«Белорусский государственный  
университет информатики и  
радиоэлектроники»

Официальные оппоненты:                      Гапоненко Сергей Васильевич  
Член-корреспондент Национальной  
академии наук Беларуси, доктор  
физико-математических наук,  
профессор, заведующий лабораторией  
нанооптики ГНУ «Институт физики  
НАН Беларуси»

Соловьев Ярослав Александрович,  
кандидат технических наук, доцент,  
главный технолог филиала  
«ТРАНЗИСТОР» ОАО «ИНТЕГРАЛ»

Оппонирующая организация:                      ГНУ «Институт химии новых материалов»  
НАН Беларуси

Защита состоится « 15 » ноября 2012 г. в 14<sup>30</sup> на заседании совета по защите диссертаций Д 01.05.03 при ГНУ «Институт физики им. Б.И. Степанова Национальной академии наук Беларуси» по адресу 220072, г. Минск, пр. Независимости, 68, к. 218, e-mail: [ifanbel@ifanbel.bas-net.by](mailto:ifanbel@ifanbel.bas-net.by), тел. (017) 283-91-58

## КРАТКОЕ ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время наблюдается чрезвычайно высокий интерес к прозрачным проводящим материалам, который можно объяснить значительным увеличением объемов выпуска и повсеместным применением современной электронной техники на их основе, включая все виды дисплеев, солнечные элементы, сенсорные панели, «умные стекла» и др. Это вызвано не только потребностью в достижении более высокой производительности, но также и расширением функциональности и областей применения прозрачных проводящих материалов.

В настоящее время в оптоэлектронной промышленности доминируют прозрачные проводящие материалы на основе легированных оксидов, например,  $\text{In}_2\text{O}_3$  и  $\text{SnO}_2$  (ITO) или  $\text{ZnO}$  с коэффициентом оптического пропускания на уровне 80 – 85% и поверхностным сопротивлением менее 50 Ом/□. Однако известного набора свойств этих материалов уже не достаточно, чтобы удовлетворять потребности всех возможных областей применения. В связи с этим поиск новых альтернативных материалов с улучшенными технологическими и эксплуатационными, а также экономическими параметрами и характеристиками, является актуальной и практически важной задачей.

Данная диссертационная работа посвящена поиску и комплексному исследованию наносетчатых алюминиевых пленок, формируемых низкотемпературным методом без использования литографических операций и характеризующихся уникальным набором свойств, включая оптическую прозрачность, низкое поверхностное сопротивление и регулярную рельефную поверхность в виде гексагональной сотовой структуры. Практическое применение этих материалов в разнообразных оптоэлектронных приборах и устройствах позволяет упростить их конструкцию и технологию производства при одновременном улучшении эксплуатационных свойств и снижении стоимости.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Связь работы с крупными научными программами и темами

Тема диссертации утверждена Советом учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники» (протокол № 363-0 от 30.12.2009 г.) и соответствует разделу 6 «Лазерные, оптические, оптико-, опто-, микро- и радиоэлектронные технологии и системы» и «Научные основы создания и функционирования оптико-электронных микросистем, устройств молекулярной электроники и кремниевой фотоники, электронных и оптических систем обработки

информации на спиновых эффектах; нанотехнологии, наноструктуры и наноматериалы в электронике, оптике, оптоэлектронике» приоритетных направлений фундаментальных и прикладных научных исследований Республики Беларусь на 2011 – 2015 гг., утвержденных Постановлением Совета Министров Республики Беларусь 19 апреля 2010 г. № 585.

Диссертационная работа выполнена в УО «Белорусском государственном университете информатики и радиоэлектроники» в рамках следующих заданий республиканских научно-технических программ, хоздоговоров и контрактов:

– ГКПНИ «Электроника», задание 3.03 «Разработать физико-технологические основы проектирования и изготовления мощных полупроводниковых приборов, интегральных микросхем и жидкокристаллических дисплеев высокой яркости с использованием высокоэффективных терморегулирующих микросистем на основе тепловых трубок, изготовить и исследовать экспериментальные образцы указанных приборов, провести апробацию в условиях производства и разработать практические рекомендации их коммерческого применения» (2006 – 2010 гг., № госрегистрации 20063722).

– ГКПНИ «Нanomатериалы и нанотехнологии», задание 4.12 «Разработка схемотехнических и топологических вариантов, конструкций и технологий изготовления светоизлучающих микродисплеев высокого разрешения на основе наноструктурированных материалов, интеграция их с драйверами в одном кремниевом кристалле для использования в персональных видеoproекционных устройствах нового поколения» (2006 – 2010 гг., № госрегистрации 20063723).

– ГПНИ «Функциональные материалы и технологии, наноматериалы», задание 2.4.15 «Разработка технологий получения и исследование самоорганизующихся наноструктур на основе кремния, Al, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и органических соединений для солнечных элементов, дисплейных устройств и элементов микро- и нанофотоники» (2011 – 2013 гг., № госрегистрации 20120400).

– ГПНИ «Конвергенция», задание 3.1.03 «Разработать и исследовать физико-химические и технологические основы создания высокоэффективных солнечных элементов, светоизлучающих панелей и дисплейных устройств на основе наноструктурированных органических и неорганических материалов, в том числе на гибких носителях. Разработать концепцию организации массового их производства по принципу «с рулона-на-рулон» (2011 – 2013 гг., № госрегистрации 20115153).

– Контракт с ЗАО НПП «Русская Авионика» (РФ) №09-1103к «Исследовать возможность формирования прозрачных резистивных покрытий на стеклянных подложках на основе наноструктурированных

материалов для перспективных устройств отображения информации» (2009 – 2011 гг.).

– Контракт с ЗАО НПП «Русская Авионика» (РФ) №11-1214к «Исследовать возможность формирования высокоэффективных просветляющих и антибликовых покрытий на основе наноструктурированных неорганических материалов» (2011 – 2014 гг.).

– Международный проект БРФФИ–РФФИ №Т12Р-040 «Теоретическое и экспериментальное исследование ориентационных эффектов на границе раздела ЖК-упорядоченная наноструктурированная поверхность для элементов и устройств наноэлектроники и нанофотоники нового поколения» (2012 – 2013 гг.).

– Международный проект 2009NRF-POC001-068, «Высокоэффективная электрогенерируемая хемилюминесценция с коллоидными квантовыми точками в ультратонких ячейках для дисплейных применений», Наньянский технологический университет (2009 – 2010 гг.).

– Международный проект седьмой рамочной программы Евросоюза «BELERA» №295043 «Reinforcing carbon nanotubes and photonics research cooperation between the Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics and the European Research Area» (2012 – 2013 гг.).

### **Цель и задачи исследования**

Целью диссертационной работы является получение и комплексное исследование наносетчатых алюминиевых пленок, формируемых методом электрохимического анодирования без использования литографических операций и характеризующихся уникальным сочетанием свойств, включая оптическую прозрачность в видимом диапазоне спектра, низкое поверхностное сопротивление и регулярную рельефную поверхность, способную гомеотропно ориентировать молекулы нематических жидких кристаллов.

Для достижения этой цели были поставлены и решены следующие задачи:

- теоретически исследовать зависимости электрофизических свойств наносетчатых алюминиевых пленок от их характеристических параметров;
- провести комплекс экспериментальных исследований по формированию наносетчатых алюминиевых пленок в различных режимах анодирования, выявить оптимальные режимы;
- изучить морфологию наносетчатых алюминиевых пленок, формируемых при различных режимах анодирования;

- измерить основные электрофизические параметры наносетчатых алюминиевых пленок, формируемых в оптимальных режимах;
- изучить ориентационные эффекты взаимодействия поверхности наносетчатых алюминиевых пленок с молекулами нематических жидких кристаллов;
- разработать конструктивно-технологические варианты изготовления жидкокристаллических индикаторов с использованием наносетчатых алюминиевых пленок в качестве прозрачных электродов и ориентирующей поверхности;
- исследовать основные электрофизические параметры разработанных жидкокристаллических индикаторов.

**Объектом исследования** являются наносетчатые алюминиевые пленки, формируемые методом электрохимического анодирования без использования литографических операций.

**Предметом исследования** являются электрофизические и ориентационные свойства наносетчатых алюминиевых пленок, закономерности изменения их свойств в зависимости от режимов формирования.

#### **Положения, выносимые на защиту**

1. Наносетчатая алюминиевая пленка с варьируемым размером пор в диапазоне 30 – 300 нм обладает коэффициентом пропускания в видимом диапазоне спектра от 25 до 90% и эффективным поверхностным сопротивлением от 10 до 1000 Ом/□ соответственно, что позволяет использовать такие пленки в качестве прозрачных электродов элементов и устройств оптоэлектроники.

2. Размер шага алюминиевой наносетки линейно зависит от напряжения анодирования, что позволяет контролируемо формировать пленки с размерами пор 200 – 270 нм в водном растворе 0,04 М щавелевой кислоты с коэффициентом пропускания в видимом диапазоне спектра 80% и эффективным поверхностным сопротивлением менее 50 Ом/□ для их использования в качестве прозрачных электродов жидкокристаллических дисплеев.

3. Наносетчатая алюминиевая пленка с регулярной рельефной поверхностью с размером пор менее 200 нм гомеотропно ориентирует молекулы нематических жидких кристаллов с минимальным временем переориентации в электрическом поле 2 мс, что позволяет использовать такую пленку в качестве ориентирующего слоя жидкокристаллических дисплеев с временным разделением цветовых полей.

### Личный вклад соискателя

В диссертации изложены результаты исследований, выполненных автором лично и в соавторстве. В совместно опубликованных работах автором осуществлялись постановка задачи, обоснование направлений решения научных проблем, разработка методик проведения исследований, непосредственное проведение исследований, анализ результатов и формулировка выводов. Автором лично предложены технология формирования наносетчатых алюминиевых пленок на различных типах подложек, методики их исследования, конструкции и технологии изготовления жидкокристаллических индикаторов.

Определение целей и задач исследования, обсуждение и обобщение основных научных результатов исследований проводились совместно с научным руководителем, доктором технических наук, профессором А.Г. Смирновым. Напыление алюминиевых пленок на стеклянные и полимерные подложки осуществлялось при участии сотрудника СП «Изовак» Е.А. Хохлова. Обсуждение процессов анодирования тонких пленок алюминия проводилось с сотрудниками НИЧ БГУИР доктором технических наук В.А. Соколом, кандидатом технических наук А.И. Воробьевой, Т.И. Ореховской. Исследования морфологии и структуры наносетчатых пленок алюминия с помощью растровой электронной микроскопии проводились самостоятельно и при участии заведующего лабораторией «Синтеза и анализа микро- и наноразмерных материалов» ГНУ «ИТМО им. А.В. Лыкова НАН Беларуси» кандидата технических наук С.А. Филатова. Анализ электрооптических параметров жидкокристаллических дисплеев проводился совместно с заведующим лабораторией «Оптика конденсированных сред» НИУ «ИПФП им. А.Н. Севченко» БГУ кандидатом физико-математических наук В.И. Лапаником и сотрудником лаборатории «Материалы и технологии ЖК-устройств» ГНУ «ИХНМ НАН Беларуси» кандидатом физико-математических наук А.А. Муравским.

## **Апробация результатов диссертации**

Результаты исследований по теме диссертации докладывались и обсуждались на международных научно-технических конференциях, в том числе на: 29th International Display Research Conferences «Eurodisplay» (г. Рим, Италия, 2009 г.); Asia Society for Information Display Research Conferences (Гуанджоу, Китай, 2009 г.); 17th International Symposium «Advanced Display Technologies» (г. Симеиз, Украина, 2009 г.); Международный форум по нанотехнологиям «Rusnanotech» (г. Москва, Россия, 2009 г.); 18th International Symposium «Advanced Display Technologies» (г. С. Петербург, Россия, 2010 г.); Международной конференции «Наноструктурные материалы-2010: Беларусь, Россия, Украина» (г. Киев, Украина, 2010 г.); Международной конференции «Global Photonics-2010» (г. Сингапур, 2010 г.); 19-ом международном симпозиуме «Перспективные технологии дисплеев и полупроводниковой осветительной техники» (г. Логойск, Беларусь, 2011 г.); Международной конференции по физике, химии и применению наноструктур: «Nanomeeting» (г. Минск, Беларусь, 2011 г.); Society for Information Display International Symposium, Seminar & Exhibition «Display Week – 2011» (г. Лос-Анджелес, США, 2011 г.); 24st International Vacuum Nanoelectronics Conference (г. Вупперталь, Германия, 2011 г.); 30th International Display Research Conference (Аркашон, Франция, 2011 г.); IX Международной конференции и VIII Школе молодых ученых «Кремний-2012» (г. С. Петербург, Россия, 2012 г.); VIII Международной конференции «Аморфные и микрокристаллические полупроводники» (г. С. Петербург, Россия, 2012 г.); 24th International Liquid Crystal Conference «ILCC 2012» (г. Майнц, Германия, 2012 г.).

## **Опубликованность результатов**

По результатам исследований, представленных в диссертации, опубликовано 21 научная работа, в том числе, 3 статьи в рецензируемых научных журналах, 1 статья в научном сборнике, 6 статей в сборниках материалов научных конференций, 11 тезисов докладов на научных конференциях.

Общий объем публикаций по теме диссертации, соответствующих пункту 18 Положения о присуждении ученых степеней и присвоении ученых званий в Республике Беларусь, составляет 2,83 авторских листа.

## **Структура и объем диссертации**

Диссертация состоит из введения, общей характеристики работы, основной части из 5 глав, заключения, списка использованных источников и приложений.



**Первая глава** посвящена анализу существующих материалов, обладающих оптической прозрачностью и электрической проводимостью, методам их формирования и свойствам. Определены основные преимущества и недостатки, рассмотрены области их применения. Выявлены и сформулированы существующие технологические и экономические проблемы в использовании существующих материалов.

На основании литературных данных сделан вывод о перспективности использования наноструктурированных материалов, сформированных низкотемпературными методами без литографических процессов.

**Во второй главе** разработана модель наносетчатой алюминиевой пленки, рассчитаны оптическая прозрачность и эффективное поверхностное сопротивление в зависимости от ее характеристических параметров. **В третьей главе** предложена технология формирования наносетчатых алюминиевых пленок и представлены результаты экспериментальных исследований. Изучены морфология и электрофизические свойства полученных структур. **В четвертой главе** проведены численное моделирование и экспериментальные исследования взаимодействия наносетчатых алюминиевых пленок, обладающих регулярной рельефной поверхностью, с молекулами нематических жидких кристаллов. **В пятой главе** описаны разработанные конструкторско-технологические варианты изготовления жидкокристаллических индикаторов с наносетчатыми алюминиевыми пленками, используемыми в качестве прозрачных электродов и ориентирующих молекулы жидких кристаллов слоев. **В приложениях** приведены документы об использовании результатов диссертации.

Общий объем диссертации составляет 134 страницы, включая 84 страницы основного текста, 76 иллюстраций, 6 таблиц, списка используемых источников из 190 наименований, включая публикации соискателя, на 13 страницах.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ**

**Во введении** и в общей характеристике работы дано обоснование актуальности темы диссертационной работы и определены цели и задачи исследования, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе «Прозрачные проводящие материалы: технологии получения, свойства и применения»** представлен анализ материалов обладающих оптической прозрачностью, преимущественно в видимой области спектра, и низким поверхностным сопротивлением в их историческом развитии, начиная с 1930х гг.. Обоснована функциональная необходимость прозрачных проводящих материалов в устройствах оптоэлектроники, приведены их электрофизические свойства и технология

получения. Анализ существующих материалов и технологий формирования выявил необходимость поиска новых, в том числе наноструктурированных материалов, обладающих оптической прозрачностью в видимой области спектра не менее 80% и эффективным поверхностным сопротивлением от 10 до 1000 Ом/□, получаемых низкотемпературными методами без субмикронных литографических процессов и характеризующихся низкой стоимостью, повышенной адгезией, механической прочностью и химической стабильностью.

Во второй главе «Характеристические параметры и численное моделирование электрофизических свойств наносетчатых алюминиевых пленок» предложена модель наносетчатой алюминиевой пленки исходя из модели регулярной ячеистой структуры пористого оксида алюминия (рисунок 1).

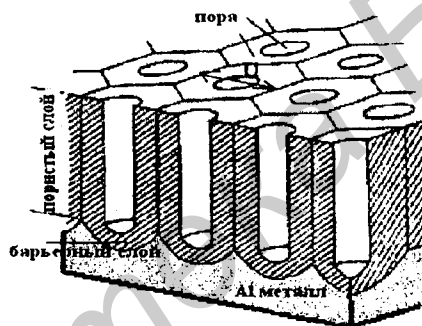
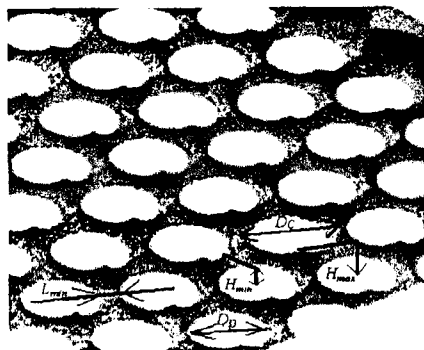


Рисунок 1 – Модель структуры пористого оксида алюминия

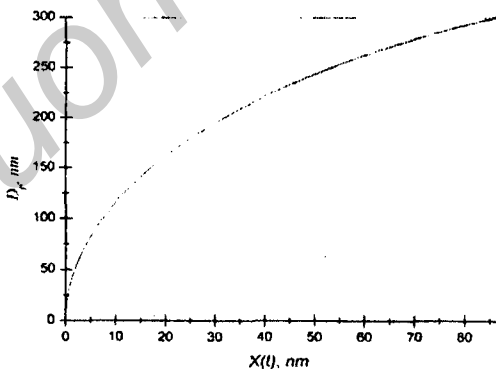
Форма доннышек ячеек оксида алюминия с регулярной сотовой структурой на границе раздела барьерный слой/металл представляет собой выпуклые полусферы, при этом поверхность алюминиевой пленки наследует "обратный" рельеф поверхности. При управляемом процессе формирования пористого оксида алюминия, остановив процесс в момент касания барьерного слоя прозрачной диэлектрической подложки (стекло), структура алюминиевой пленки после селективного травления пористого оксида приобретает вид, представленный на рисунке 2.



**Рисунок 2 – Морфология и характеристические параметры наносетчатой алюминиевой пленки**

Оставшаяся пленка алюминия структурируется и приобретает сетчатую морфологию. В расчетах нами использованы следующие характеристические параметры: размер ячейки  $D_c$ ; диаметр пор  $D_p$ ; максимальная  $H_{max}$  и минимальная  $H_{min}$  толщина; минимальная ширина  $L_{min}$  алюминиевой сетки.

Установлено, что шаг наносетчатой алюминиевой пленки  $D_c$  равен размеру ячейки пористого оксида алюминия  $D$ . Определены количественные соотношения между размером ячеек, диаметром поры, высотой алюминиевой наносетки в зависимости от режимов формирования. Зависимость диаметра поры и толщины наносетчатой алюминиевой пленки от времени анодирования для размера ячейки 300 нм представлена на рисунке 3.



**Рисунок 3 – Зависимость диаметра поры от времени анодирования**

С увеличением времени анодирования, диаметр пор увеличивается, а толщина алюминия уменьшается (рисунок 4), вплоть до разрывов и перехода

наносетчатой пленки в структуру отдельных нанодоменов алюминия (рисунок 4 в).

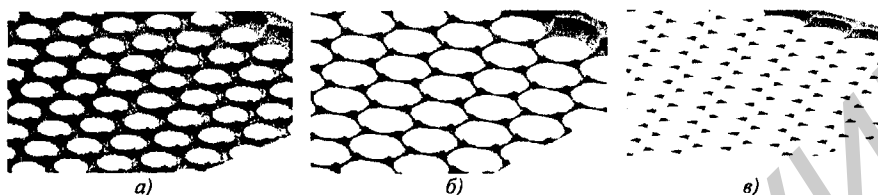


Рисунок 4 – Наносетчатая алюминиевая пленка в момент времени  $t_1$  (а),  $t_2$  (б) и  $t_3$  (в), причем  $t_1 < t_2 < t_3$

Наносетчатая алюминиевая пленка обладает электрической проводимостью за счет алюминиевой сетки и оптической прозрачностью за счет пор. С практической точки зрения, интерес представляет структура, которая одновременно обладает конечным поверхностным сопротивлением и максимальной оптической прозрачностью.

Нами промоделированы наносетчатые алюминиевые пленки с использованием пакета «FDTD Solutions LUMERICAL» для расчета их оптического пропускания и пакета «COMSOL Multiphysics» для расчета эффективного поверхностного сопротивления. Результаты моделирования оптического пропускания на длине волны  $\lambda = 550$  нм представлены на рисунке 5.

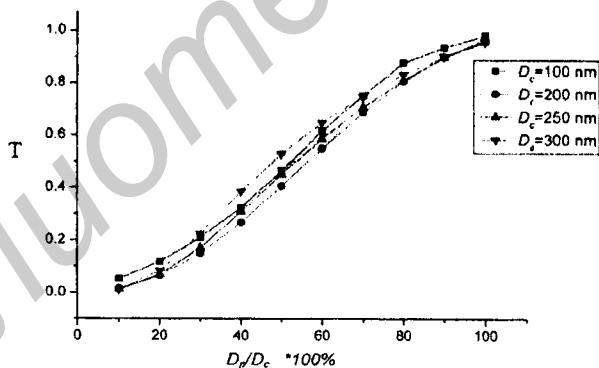
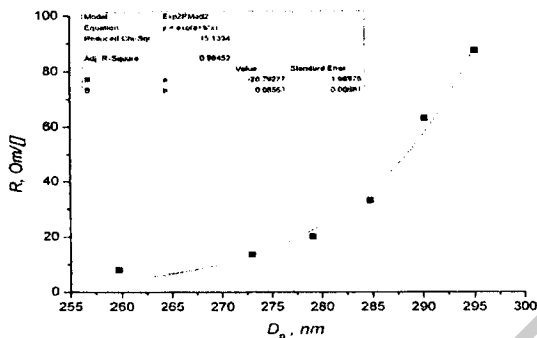


Рисунок 5 – Результаты численного моделирования оптического пропускания наносетчатых алюминиевых пленок

Как видно из рисунка 5, максимальная прозрачность наносетчатых алюминиевых пленок в видимом диапазоне может достигать 90%.



**Рисунок 6 – Зависимость эффективного поверхностного сопротивления наносетчатых алюминиевых пленок**

Установлено, что с увеличением пор, поверхностное сопротивление увеличивается экспоненциально. Для алюминиевой наносетки с размером ячеек 300 нм кривая аппроксимируется функцией  $R(D_p) = \exp(bx-a)$ , где коэффициенты  $a = 20,8$  и  $b = 0,08$  (Рисунок 6).

В третьей главе «Технология формирования, морфология и электрофизические свойства наносетчатых алюминиевых пленок» обоснован выбор технологии формирования наносетчатых алюминиевых пленок и представлены результаты экспериментального исследования электрофизических свойств в зависимости от режимов формирования.

Установлено, что исходные пленки алюминия толщиной 200 нм, полученной методом магнетронного распыления алюминиевой мишени чистотой 99,99% на стеклянную подложку при рабочем давлении в камере 0,1 Па и остаточном давлении - не более 0,003 Па, имеют размеры зерен 114 - 210 нм.

Определены режимы электрохимического анодирования в ячейке погруженного типа с перемешиванием электролита магнитной мешалкой с шириной алюминиевого держателя, равной ширине анодируемых образцов.

Экспериментально установлено, что при одностадийном управляемом анодировании в потенциостатическом режиме в составном электролите водных растворов серной и щавелевой кислот с концентрацией 9 г/л и 120 г/л соответственно при напряжении анодирования 20 В, в 0,3 М водном растворе щавелевой кислоты с рабочими напряжениями 30 - 40 В, в 0,04 М водном растворе щавелевой кислоты с напряжениями анодирования 60 - 80 В, в 0,4 М водном растворе фосфорной кислоты, в 9% растворе яблочной кислоты при напряжении анодирования 200 В при температуре 8 - 12°C формируются наносетчатые алюминиевые пленки с размерами ячеек от 50 нм до 510 нм.

Завершение процесса анодирования контролируется по характерному уменьшению тока на конечной стадии (рисунок 7).

Отношение конечного тока  $I_1$  анодирования к току анодирования в момент касания внешним краем барьерного слоя диэлектрической подложки  $I_0$  изменяется в диапазоне от 0,8 до 0,2.

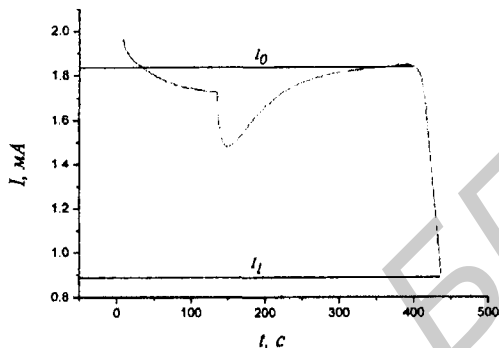


Рисунок 7 – Изменение тока от времени анодирования

После процесса анодирования пористый оксид алюминия удаляли в селективном травителе  $\text{CrO}_3:\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{O}$  при температуре  $70^\circ\text{C}$  в течение 10 – 20 минут в зависимости от толщины оксидной пленки.

Микрофотографии морфологии поверхности осажденной пленки алюминия и наносетчатой алюминиевой пленки, исследованные с помощью сканирующего электронного микроскопа SUPRA-55WDS, изображены на рисунке 8.

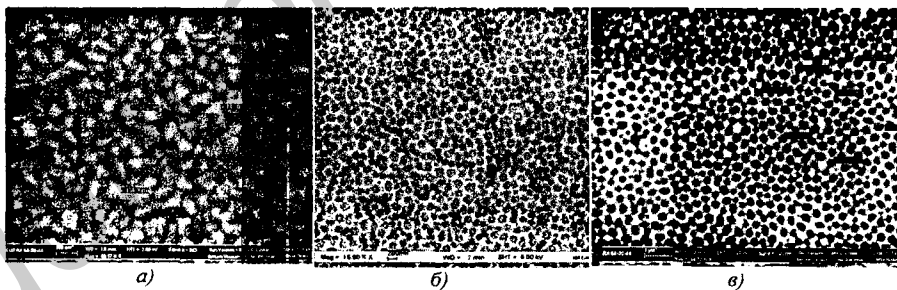


Рисунок 8 – Морфология поверхности осажденной пленки алюминия (а) и наносетчатой алюминиевой пленки (б, в)

Исследованы спектры пропускания для наносетчатых алюминиевых пленок, полученных в 0,04 М щавелевой кислоте при напряжении

аноодирования 80 В с отношением конечного тока  $I_1$  аноодирования к току аноодирования в момент касания внешним краем барьерного слоя диэлектрической подложки  $I_0$  в диапазоне 0,7 – 0,2. В тот момент времени, когда барьерный слой касается стеклянной подложки, наносетчатая алюминиевая пленка практически не пропускает свет, а коэффициент пропускания на длине волны 550 нм составляет менее 20%.

При увеличении диаметра пор, прозрачность наносетчатой алюминиевой пленки увеличивается, достигая 85% в тот момент времени аноодирования, при котором соотношение  $I_1/I_0 = 0,2$ .

Эффективное поверхностное сопротивление наносетчатых алюминиевых пленок измерено 2-х зондовым методом с помощью мультиметра MAS-345. Результаты измерений для наносетчатых алюминиевых пленок полученных в 0,04 М щавелевой кислоте при напряжении аноодирования 80 В представлены на рисунке 9.

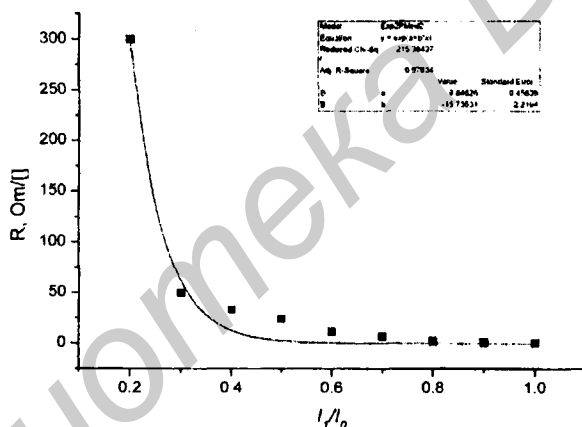


Рисунок 9 – Зависимость эффективного поверхностного сопротивления  $R$  от  $I_1/I_0$

Пленки полученные при напряжении аноодирования 80 В обладают эффективным поверхностным сопротивлением от 4,5 до 50 Ом/□. Коэффициент оптического пропускания таких пленок варьируется в пределах от 50 до 80%.

Экспериментально исследована однородность и временная стабильность наносетчатых алюминиевых пленок по площади с помощью жидкокристаллической ячейки, в которой одним электродом является стандартная пленка ИТО, а в качестве контр-электрода используется исследуемая наносетчатая алюминиевая пленка.



**Рисунок 10 – Тестовая ЖК-ячейка в включенном (слева) и выключенном (справа) состоянии**

Однородное и стабильное «включение», изображенное на рисунке 10, по всей области ЖК-ячейки служит доказательством отсутствия критических разрывов наносетчатой алюминиевой пленки по всей тестируемой области и, следовательно, возможности их практического использования в качестве прозрачных электродов для элементов отображения дисплейных устройств.

В четвертой главе «Взаимодействие наносетчатых алюминиевых пленок с молекулами нематических жидких кристаллов» представлены результаты теоретического и экспериментального исследований взаимодействия молекул нематических жидких кристаллов (НЖК) с поверхностью наносетчатых алюминиевых пленок. Тип ориентации молекул НЖК на поверхности наносетчатых алюминиевых пленок с различным диаметром пор определен в результате численного моделирования и представлен в таблице 1. Все расчеты сделаны для случая, когда глубина пор не превышает 50 нм.

Если поверхность пор и зазор между ними покрыт слоем ориентирующего материала с высокой энергией сцепления, энергия сцепления находится на уровне  $1 \cdot 10^{-2} \text{ J/m}^2$ , в этом случае получить гомеотропную ориентацию за счет пор невозможно. Энергия сцепления находится на уровне  $1 \cdot 10^{-4} \text{ J/m}^2$  при нанесении определенных полиимидов или в случае шероховатости стенок пор. В этом случае возможен наклонный и гомеотропный тип ориентации в зависимости от размеров пор. Энергия сцепления находится на уровне  $1 \cdot 10^{-6} \text{ J/m}^2$  в случае отсутствия на поверхности алюминиевой пористой структуры ориентирующего материала (полиимид), в этом случае однородная стабильная гомеотропная ориентация может быть достигнута при диаметре пор менее 250 нм.



Таблица 1 – Тип ориентации молекул НЖК

Диаметр пор / энергия сцепления ( $J/m^2$ )	50 нм	100 нм	150 нм	200 нм	250 нм
$1 \cdot 10^{-2}$	планарная	планарная	планарная	планарная	планарная
$1 \cdot 10^{-4}$	гомеотропная	гомеотропная	наклонная	наклонная	планарная
$1 \cdot 10^{-6}$	гомеотропная	гомеотропная	гомеотропная	гомеотропная	наклонная

Используя в качестве ориентирующего слоя алюминиевую наносетку с диаметром ячеек от 50 до 200 нм (рисунок 4.3), можно достичь улучшения качества и стабильности ориентации жидкокристаллического материала, временных и электрооптических характеристик жидкокристаллических устройств отображения информации, упрощения и удешевления процесса ориентации.

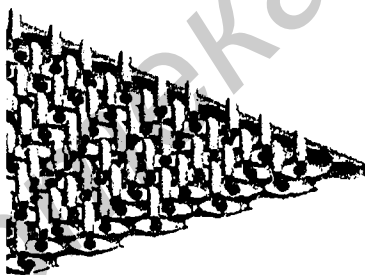


Рисунок 11 – Гомеотропная ориентация молекул НЖК на наносетчатой алюминиевой пленке

Макроскопическая однородная по площади гомеотропная ориентация проверена коноскопическими измерениями. В отсутствие электрического поля вертикально-ориентированные молекулы жидкого кристалла, находящиеся между скрещенными поляроидами, свет не пропускают.

В пятой главе «Конструктивно-технологические варианты изготовления жидкокристаллических индикаторов на основе наносетчатых алюминиевых пленок» представлены варианты конструкций и технологий изготовления индикаторов на основе нематических ЖК с прозрачными электродами и ориентирующими слоями из наносетчатых

алюминиевых пленок, формируемых методом электрохимического анодирования. В таблице 2 справа представлен разработанный технологический маршрут в сравнении со стандартным (слева).

Таблица 2 – Технологические маршруты изготовления ЖК индикаторов:

Стандартный процесс	Разработанный процесс
1. Резка стекла	1. Резка стекла
2. Очистка стекла	2. Очистка стекла
3. фотолитография	3. Напыление алюминия, $d = 200$ нм
4. Нанесение полиимида	4. Электрохимическое анодирование
5. отжиг	5. Селективное травление оксида
6. Натирание полиимида	6. Фотолитография
7. Очистка стекла	7. Нанесение спейсеров, $d = 3,7$ мкм
8. Нанесение спейсеров	8. Сборка индикатора
9. Сборка индикатора	9. Вакуумное заполнение ЖК
10. Сушка под давлением	10. Герметизация отверстия заполнения ЖК
11. Вакуумное заполнение ЖК	11. Предварительная проверка
12. Герметизация отверстия заполнения ЖК	12. Наклейка поляризаторов и отражателя
13. Предварительная проверка	13. Контроль функционирования
14. Наклейка поляризаторов и отражателя	
15. Контроль функционирования	

Разработанный маршрут содержит на 2 технологические операции меньше, что приводит к сокращению технологического цикла, экономии материалов, трудо- и энергозатрат, т.е. снижает себестоимость изделия. Конструкция ЖК индикатора, изготовленного с применением наносетчатых алюминиевых пленок, представлена на рисунке 13.

Исследованы два типа индикаторов со стандартным ориентирующим материалом (JALS-2021) и с наносетчатыми алюминиевыми пленками (NVL-1). Исследуемые индикаторы заполнялись композициями LCMVA-1 – жидкий кристалл с отрицательной диэлектрической анизотропией и LCMVA-1+NP – жидкий кристалл с наночастицами.

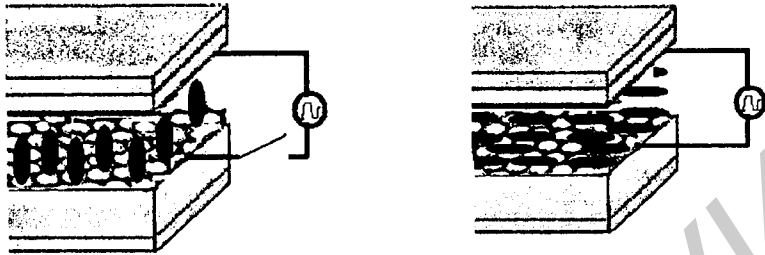


Рисунок 13 – Конструкция ЖК индикатора

Вольт-контрастные и временные параметры и характеристики разработанных и стандартных жидкокристаллических индикаторов представлены на рисунках 14 – 16, из которых видно, что использование наносетчатых алюминиевых пленок в качестве прозрачных электродов и ориентирующих слоев позволяет существенно снизить пороговые напряжения и времена включения-выключения жидкокристаллических индикаторов по сравнению со стандартными.

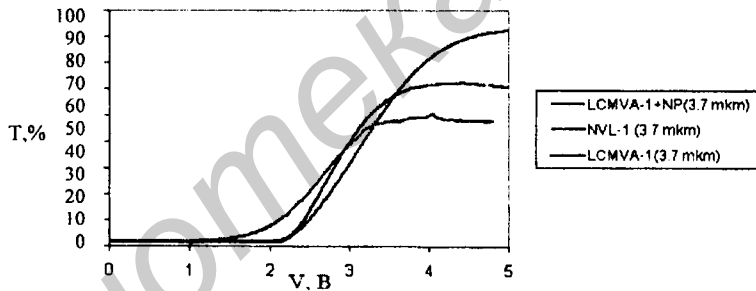


Рисунок 14 – Вольт-контрастные характеристики и пороговые напряжения ЖК индикаторов

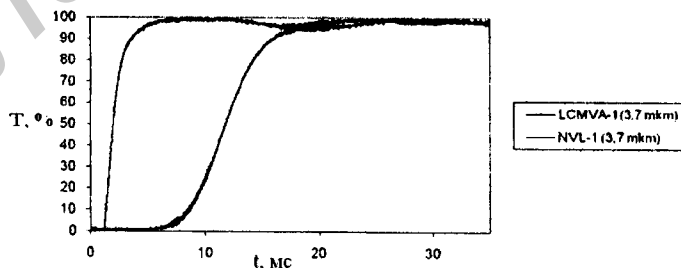
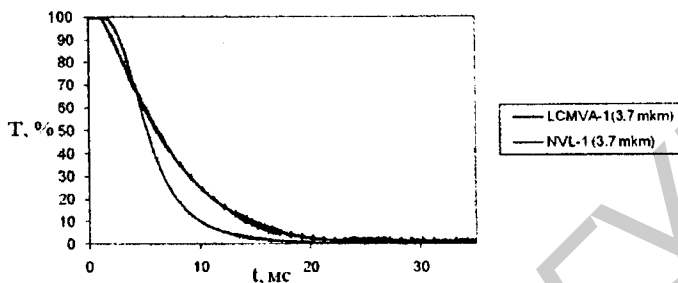


Рисунок 15 – Динамические характеристики «включения» ЖК индикатора

Время включения разработанного ЖК индикатора составляет менее 2 мс.



**Рисунок 16 – Динамические характеристики «выключения» ЖК индикатора**

Предложенные конструкции и технологии изготовления ЖК индикаторов прошли опытно-промышленную проверку на филиале ФОТЭК НПО «Интеграл» и РУП «Дисплей». Полученные результаты приведены в актах испытаний.

В приложениях приводятся материалы об использовании результатов диссертационной работы в опытно-промышленном производстве и учебном процессе.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

### Основные научные и практические результаты диссертации

1. Установлена взаимосвязь между характеристическими параметрами наносетчатой алюминиевой пленки и ее оптическим пропусканием и эффективным поверхностным электрическим сопротивлением, что позволило обосновать выбор диапазонов варьирования параметров электрохимического анодирования алюминия на стеклянных подложках для формирования прозрачных проводящих покрытий с необходимыми электрофизическими параметрами [1-А, 4-А, 5-А, 6-А, 8-А].

2. Оптимизированы режимы формирования и впервые экспериментально получены наносетчатые алюминиевые пленки с минимальной толщиной 20 нм и размером ячеек 50 - 510 нм, коэффициентом пропускания в диапазоне 20 - 80% и поверхностным электрическим сопротивлением менее 50 Ом/□ [5-А, 9-А, 10-А, 12-А, 15-А, 17-А].

3. Впервые экспериментально установлено, что наносетчатые алюминиевые пленки с регулярной рельефной поверхностью гомеотропно, стабильно и однородно ориентируют молекулы нематических жидких кристаллов [11-А, 13-А, 16-А, 18-А, 20-А, 21-А].

4. Разработаны и опробованы в опытно-промышленном производстве конструктивно-технологические варианты жидкокристаллических индикаторов на основе наносетчатых алюминиевых пленок, выполняющих функции прозрачных электродов и ориентирующей поверхности, что позволило уменьшить количество технологических операций, снизить материалоемкость и себестоимость изделий при одновременном улучшении их эксплуатационных параметров [2-А, 3-А, 6-А, 7-А, 14-А, 19-А].

### Рекомендации по практическому использованию результатов

1. Предложено использовать наносетчатые алюминиевые пленки в качестве прозрачных электродов и ориентирующих покрытий для нового поколения жидкокристаллических дисплеев с последовательной передачей цветовых полей, обладающих существенным потенциалом для увеличения разрешения и яркости изображения, необходимых для изделий специального назначения (авионика, космические и военные системы) и других видов дисплеев [Приложение А, В, Г, заявка на Белорусский патент № И20120571].

2. Разработанные конструкция и технологический маршрут изготовления жидкокристаллических дисплеев апробированы в условиях опытно-промышленного производства РУП «Дисплей» (г. Минск) при

создании ЖКУ DG169TS3FP6, изготовленных по технологическому процессу с использованием наносетчатых алюминиевых пленок, выполняющих одновременно функции прозрачных электродов и ориентирующей поверхности, что позволило исключить из технологического процесса ряд операций и снизить себестоимость изделий на 3 - 5% [Приложение Б].

3. Результаты диссертационной работы используются в учебном процессе БГУИР на кафедре микро- и наноэлектроники в лекционном курсе по дисциплине «Нанотехнологии и наноматериалы в электронике» [Приложение Д].

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СОИСКАТЕЛЯ

### Статьи в научных журналах

1–А. Self-organized nanostructured anodic oxides for display applications / P. Jaguiro, A. Stsiapanau, A. Hubarevich, Y. Mukha, A. Smirnov // *Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics*. - 2010. - V. 13, - P. 305-308.

2–А. Chemiluminescence display / P. Jaguiro, A. Stsiapanau, A. Smirnov // *Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics*. - 2010. - V. 13, - P. 298-301.

3–А. Nanosized metal and anodic oxide films with improved optical features for displays and photonic devices / A. Smirnov, A. Stsiapanau, A. Mohammed, Y. Mukha, A. Hadi, M. Dohah, // *Physics, Chemistry and Application of Nanostructures*, World Press, Singapore, 2011, P. 519-522.

4–А. Степанов, А.А. Структура, морфология и электрофизические свойства прозрачных наносетчатых пленок алюминия / А.А. Степанов, А.Г. Смирнов // *Доклады БГУИР*. – 2012. - Т.5 (67), - с. 21–27.

### Статьи в сборниках материалов научных конференций

5–А. Electrochemical fabrication of alignment and multifunctional nanostructured layers for LCD A. Smirnov, P. Jaguiro, A. Stsiapanau, A. Martinovich, A. Maksimov, S. Tarasevich, V. Lapanik, H.S. Kwok, Proc. 29<sup>th</sup> Int. Display Research Conf., September 2009, Rome, Italy, pp. 548-550.

6–А. Combined nanostructured layers for display applications A. Smirnov, A. Stsiapanau, A. Mohammed, E. Mukha, H.S. Kwok, A. Murauski, // Proc. SID Symposium “Display Week-2011”, Los-Angeles, USA, May 2011, P.1385-1387.

7–А. Self-ordered metallic nanotips: fabrication process, properties and possible applications A. Smirnov, A. Stsiapanau, Y. Mukha, // *Technical Digest of 24<sup>th</sup> Int. Vacuum Nanoelectronics Conference*, July 2011, Wuppertal, Germany, p. 42-43.

8–А. Aluminum Nanoporous Films as Transparent Conductive Electrodes in Displays A. Stsiapanau, A. Smirnov, E. Mukha, T. Orechovskaya, V. Loiko, 31 Int. Display Research Conf., September 2011, Arcashon, France, p.134-135.

9–А. Прозрачное проводящее алюминиевое наносетчатое покрытие и технология его получения А.А. Степанов, А.Г. Смирнов, Е.В. Муха, Т.И. Ореховская, А.В. Пасынков, О.Е. Хохлова, // *Материалы международного симпозиума «Перспективные технологии дисплеев и полупроводниковой осветительной техники»*, март 2011, г. Логойск, РБ, с.140-144.

10–А. Гомеотропная ориентация ЖК наноструктурированными рельефными поверхностями А.Е. Муха, А.А. Степанов, А.Г. Смирнов, В.И.

Лапаник, // Материалы международного симпозиума «Перспективные технологии дисплеев и полупроводниковой осветительной техники», март 2011, г. Логойск, РБ, с.183-187.

### Тезисы докладов на научных конференциях

11–А. А.А. Степанов, П.В. Жагиро, А.Г. Смирнов, Наноструктурированные металлические прозрачные проводящие покрытия для солнечных элементов и устройств отображения информации нового поколения, Сб. тезисов докладов 2 международного конкурса научных работ молодых ученых в области нанотехнологий, международный форум по нанотехнологиям-2009, октябрь 2009, Москва, РФ, стр. 112-113 (награжден дипломом).

12–А. P. Jaguiro, V. Lapanik, A. Stsiapanau, A. Maksimov, A. Martinovich, A. Smirnov, Nanostructured layer which capable to produce vertical alignment for LCDs, Abstracts 17<sup>th</sup> Int. Symposium “Advanced Display Technologies”, October 2009, Simeiz, Ukraine, p.17.

13–А. P. Jaguiro, A. Stsiapanau, A. Smirnov, New types of self assembled anode-oxide nanostructures for modern display devices, Abstracts 17<sup>th</sup> Int. Symposium “Advanced Display Technologies”, October 2009, Simeiz, Ukraine, p.27 (диплом за лучший доклад).

14–А. А. Смирнов, А. Stsiapanau, А. Hubarevich, E. Mukha, Nanostructured transparent conductive electrodes for displays and solar cells, Abstracts of 15<sup>th</sup> int. Conference on the Science and Technology of Emissive Displays and Lighting and 18<sup>th</sup> Advanced Display Technologies int. Symposium ADT-2010, September 2010, Russia, С. Петербург, p. 267.

15–А. А. Смирнов, А. Stsiapanau, E. Mukha, Nanostructured alumina as an effective LC alignment media // Abstracts of 15<sup>th</sup> int. Conference on the Science and Technology of Emissive Displays and Lighting and 18<sup>th</sup> Advanced Display Technologies int. Symposium ADT-2010, September 2010, Russia, С.Петербург, p. 161.

16–А. Е.В. Муха, А.А. Степанов, А.А. Губаревич, А.Г. Смирнов, А.А. Муравский, Низкотемпературная технология формирования прозрачных низкоомных самоорганизующихся наноструктур для приборов микро- и нанoeлектроники, Тезисы 2-ой международной научной конференции «Наноструктурные материалы-2010, Украина, Киев, октябрь 2010, стр.138.

17–А. А.А. Степанов, А.Г. Смирнов, Е.В. Муха, А.А. Муравский, Формирование нанопористых рельефных поверхностей для создания гомеотропной ориентации нематических жидких кристаллов, Тезисы 2-ой



международной научной конференции «Наноструктурные материалы-2010, Украина, Киев, октябрь 2010, стр. 262.

18–А. А. Smirnov, A. Stsiapanau, New type of a transparent conductive nanostructured thin film for photonic devices, Abstracts of Int. Conf. “Global Photonics-2010”, Singapore, December 2010, p.64.

19–А. А.А. Степанов, А.Г. Смирнов, Е.В. Муха, Г.В. Литвинович, Д. Васкевич, А. Пасынков, Новый тип прозрачных проводящих наноструктурированных слоев для перспективных приборов фотоники // Abstracts of 19<sup>th</sup> Advanced Display Technologies int. Symp. ADLT-2011, February 2011, Logoisk, Belarus с. 14.

20–А. А.А. Степанов, А.Г. Смирнов, Е.В. Муха, Н. Марус, Д. Шляпик, Гомеотропная ориентация жидких кристаллов наноструктурированными рельефными поверхностями //Abstracts of 19<sup>th</sup> Advanced Display Technologies int. Symp. ADLT-2011, February 2011, Logoisk, Belarus, с.8.

21–А. А.Г. Смирнов, Е.В. Муха, А.А. Степанов, Технологические методы создания рельефных наноструктурированных поверхностей для ориентации нематических жидких кристаллов// Тезисы 1-ой международной конференции «Междисциплинарные исследования и технологии будущего», май 2011, Минск, Беларусь, с. 29.

## РЭЗІЮМЭ

Сцяпанаў Андрэй Анатольевіч

### Празрыстыя нанасеткавыя алюмініевыя плёнкі з рэльефнай паверхняй для элементаў і прылад оптаэлектронікі

*Ключавыя словы:* празрыстыя праводзячыя матэрыялы, нанасеткавыя плёнкі, алюміній, нанатэхналогіі, электрахімічнае аналізаванне, нематычныя вадкія крышталі, арыентуючыя паверхні, оптаэлектронныя прыборы, вадкакрысталічныя дысплеі.

*Мэта работы:* атрыманне і комплекснае даследаванне нанасеткавых плёнак алюмінія, якія фарміруюцца метадам электрахімічнага аналізавання без выкарыстання літаграфічных аперацый, якія характарызуюцца ўнікальным спалучэннем уласцівасцяў, уключаючы аптычную празрыстасць у бачным дыяпазоне спектру, нізкае павярхоўнае супраціўленне і рэгулярную рэльефную паверхню, здольную гемаатропна арыентаваць малекулы нематычных вадкіх крышталяў.

*Атрыманьня вынікі і іх навізна:* устаноўлены тэрэтычныя залежнасці паміж характарыстычнымі параметрамі нанасеткавай алюмініевай плёнкі і яе аптычным прапусканнем і павярхоўным электрычным супраціўленнем, што дазволіла вызначыць неабходныя рэжымы электрахімічнага аналізавання плёнак алюмінія для атрымання празрыстых праводзячых пакрыццяў з зададзенымі электрафізічнымі параметрамі. Аптымізаваны рэжымы фарміравання і ўпершыню эксперыментальна атрыманы нанасеткавыя алюмініевыя плёнкі з мінімальнай таўшчынёй 20 нм і памерам пораў 50-510 нм, каэфіцыентам прапускання ў дыяпазоне 20-80% і эфектыўным павярхоўным электрычным супраціўленнем менш за 50 Ом/□.

Упершыню эксперыментальна ўстаноўлена, што нанасеткавыя алюмініевыя плёнкі з рэгулярнай рэльефнай паверхняй гемаатропна, стабільна і аднастайна арыентуюць малекулы нематычных вадкіх крышталяў. Распрацаваны і апрабаваны ў доследча-прамысловай вытворчасці канструкцыя і тэхналагічны працэс вырабу вадка-крышталічных індыхатараў на аснове нанасеткавых алюмініевых плёнак з рэгулярнай рэльефнай структурай, якія выконваюць адначасова функцыі празрыстых электродаў і арыентуючай паверхні.

*Ступень выкарыстання:* вынікі дысертацыйнай працы выкарыстаныя пры вырабе вадка-крышталічных індыхатараў DG169TS3FP6 на РУП «Дысплей».

*Галіна прымянення:* оптаэлектроніка і сістэмы адлюстравання інфармацыі.

## РЕЗЮМЕ

Степанов Андрей Анатольевич

### **Прозрачные наносетчатые алюминиевые пленки с рельефной поверхностью для элементов и устройств оптоэлектроники**

*Ключевые слова:* прозрачные проводящие материалы, наносетчатые пленки, алюминий, нанотехнологии, электрохимическое анодирование, нематические жидкие кристаллы, ориентирующие поверхности, оптоэлектронные приборы, жидкокристаллические дисплеи.

*Цель работы:* получение и комплексное исследование наносетчатых пленок алюминия, формируемых методом электрохимического анодирования без использования литографических операций и характеризуемых уникальным сочетанием свойств, включая оптическую прозрачность в видимом диапазоне спектра, низкое поверхностное сопротивление и регулярную рельефную поверхность, способную гомеотропно ориентировать молекулы нематических жидких кристаллов.

*Полученные результаты и их новизна:* установлены теоретические зависимости между характеристическими параметрами наносетчатой алюминиевой пленки и ее оптическим пропусканием и поверхностным электрическим сопротивлением, что позволило определить необходимые режимы электрохимического анодирования пленок алюминия для получения прозрачных проводящих покрытий с заданными электрофизическими параметрами. Оптимизированы режимы формирования и впервые экспериментально получены наносетчатые алюминиевые пленки с минимальной толщиной 20 нм и размером пор 50-510 нм, коэффициентом пропускания в диапазоне 20-80% и поверхностным электрическим сопротивлением менее 50 Ом/□.

Впервые экспериментально установлено, что наносетчатые алюминиевые пленки с регулярной рельефной поверхностью гомеотропно, стабильно и однородно ориентируют молекулы нематических жидких кристаллов. Разработаны и опробованы в опытно-промышленном производстве конструкция и технологический процесс изготовления жидкокристаллических индикаторов на основе наносетчатых алюминиевых пленок с регулярной рельефной структурой, выполняющих одновременно функции прозрачных электродов и ориентирующей поверхности.

*Степень использования:* результаты диссертационной работы использованы при изготовлении ЖК устройств DG169TS3FP6 на РУП «Дисплей».

*Область применения:* оптоэлектроника и системы отображения информации.

## SUMMARY

Stsiapanau Andrei

### **Transparent nanomeshy aluminum films with relief surface for optoelectronics components and devices**

*Key words:* transparent conductive materials, nanomeshy films, aluminum, nanotechnology, electrochemical anodization, nematic liquid crystals, alignment surfaces, optoelectronic devices, liquid crystal displays

*The aim of the research:* development and comprehensive research of nanomeshy aluminum films formed by electrochemical anodization without using lithographic operations and characterized by a unique combination of properties including optical transparency in the visible spectrum range, low surface resistance and regular relief surface, capable to align homeotropically nematic liquid crystal molecules.

*The results obtained and their novelty:* theoretical relationships between the characteristic parameters of nanomeshy aluminum film and its optical transmittance and surface resistance are established, which allows to determine the necessary electrochemical anodization regimes of aluminum films to fabricate transparent conductive coatings with specified electrophysical parameters. Formation regimes are optimized and for the first time nanomeshy aluminum films with a pore size of 50-510 nm and transmittance of 20-80% and surface resistance of less than 50 Ohm/□ have been obtained experimentally.

It is experimentally proved that nanomeshy aluminum film with a regular relief surface consistently and uniformly aligns homeotropically molecules of the nematic liquid crystals. Design and fabrication process of a liquid crystal displays based on nanomeshy aluminum films with a regular relief structure that act both as transparent electrodes and an alignment surface have been developed and tested in pilot production.

*Degree of utilization:* applied results of the thesis were used in pilot production of several types of LC devices at Belarusian companies «Display» and «INTEGRAL»

*Field of application:* optoelectronics and display systems.



*Научное издание*

**СТЕПАНОВ АНДРЕЙ АНАТОЛЬЕВИЧ**

**ПРОЗРАЧНЫЕ НАНОСЕТЧАТЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ ПЛЕНКИ С  
РЕЛЬЕФНОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТОВ И УСТРОЙСТВ  
ОПТОЭЛЕКТРОНИКИ**

Специальность 05.27.01 – Твердотельная электроника, радиоэлектронные компоненты, микро- и нанoeлектроника, приборы на квантовых эффектах

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Подписано в печать 26.09.2012.	Формат 60x84 <sup>1/16</sup>	Бумага офсетная.
Гарнитура «Таймс».	Отпечатано на ризографе.	Усл. печ. л. 1,86.
Уч.- изд. л. 1,6.	Тираж 70 экз.	Заказ 470.

Издатель и полиграфическое исполнение: учреждение образования  
«Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники»  
ЛИ №02330/0494371 от 16.03.2009. ЛП №02330/0494175 от 03.04.2009  
220013, Минск, П. Бровки, 6