

ФОРМИРОВАНИЕ АНТИОТРАЖАЮЩИХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Представлен метод формирования антиотражающих покрытий на основе наноструктурированного оксида циркония с использованием двухстадийного электрохимического анодирования. В качестве исходных материалов исследованы циркониевая фольга и тонкие пленки циркония, нанесенные методом магнетронного распыления. Процесс анодирования проводился в гальваностатическом режиме в водных растворах хлорида натрия и лимонной кислоты. Установлено, что последовательная смена электролитов позволяет управлять морфологией и составом слоев: от пористого циркония до наноструктурированного оксида циркония. С помощью растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального анализа изучена структура и элементный состав полученных пленок, выявлено встраивание углеродсодержащих анионов в структуру оксида. Экспериментально показано, что разработанная методика позволяет существенно снизить коэффициент отражения в видимом и ближнем ИК-диапазоне (380–1000 нм) до уровня около 1%. Полученные результаты характеризуются высокой воспроизводимостью (дисперсия не более 0,1%). Разработанные покрытия перспективны для применения в интегральной оптике, системах оптических межсоединений и устройствах преобразования световой энергии.

Цирконий, относящийся к группе тугоплавких металлов, сегодня широко применяется в двух ключевых областях: при создании медицинских имплантов [1; 2], а также в производстве компонентов интегральной электроники, включая запоминающие устройства, конденсаторы большой емкости и сенсоры [3–7]. Востребованность циркония и материалов на его основе объясняется его уникальными характеристиками: высокой износостойкостью, химической инертностью, отличными изоляционными свойствами и низкими диэлектрическими потерями в окисленной форме. В данной работе разработан метод формирования антиотражающих покрытий на основе наноструктурированного оксида циркония.

В ходе работы использовались два типа исходных материалов: циркониевая фольга толщиной 30 мкм и тонкие циркониевые пленки, нанесенные методом магнетронного распыления на кремниевые подложки. Толщина осажденных пленок варьировалась в пределах 200–250 нм. Предварительная подготовка образцов включала обезжиривание поверхности с последующей промывкой в дистиллированной воде. Для получения пленок анодного оксида циркония применялась двухэлектродная электрохимическая ячейка. Анодирование проводилось в гальваностатическом режиме при плотности тока от 10 до 20 мА/см². В качестве электролитов использо-

вались 1%-е водные растворы: хлорида натрия (для первого анодного процесса) и лимонной кислоты (для второго). Продолжительность процесса анодирования составляла от 10 до 20 минут.

Для исследования морфологии сформированных пленок была использована растровая электронная микроскопия (РЭМ). Для оценки элементного состава пленок использовался рентгеноспектральный анализ. Спектры отражения сформированных пленок снимались на спектрофотометре МС-12 в области длин волн (λ) 380–1000 нм. На рисунке 1 представлено РЭМ изображение типичной пленки, полученной в результате процессов электрохимического анодирования. Из рисунка видна наноструктура пленки.

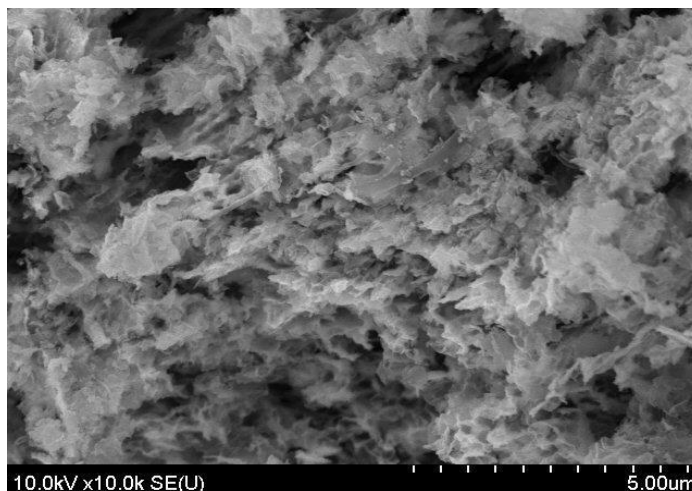


Рисунок 1 – РЭМ изображения поверхности; пористой пленки оксида циркония

В результате проведенных исследований было установлено, что выбор электролита для проведения анодного процесса оказывает влияние на структуру формируемых оксидных пленок. Так, при анодировании циркония в водных растворах хлористого натрия формируется наноструктурированная пористая пленка, состоящая из пористого циркония, а после второго анодирования в водном растворе лимонной образуется пленка наноструктурированная пленка оксида циркония.

На рис. 2 представлены результаты рентгеноспектрального анализа сформированной пленки. Как видно на рисунке, сформированная пленка состоит из оксида циркония нестехиометрического состава с примесными атомами углерода. Присутствие углерода объясняется встраиванием углеродсодержащих анионов из электролита во время анодирования в водном растворе лимонной кислоты.

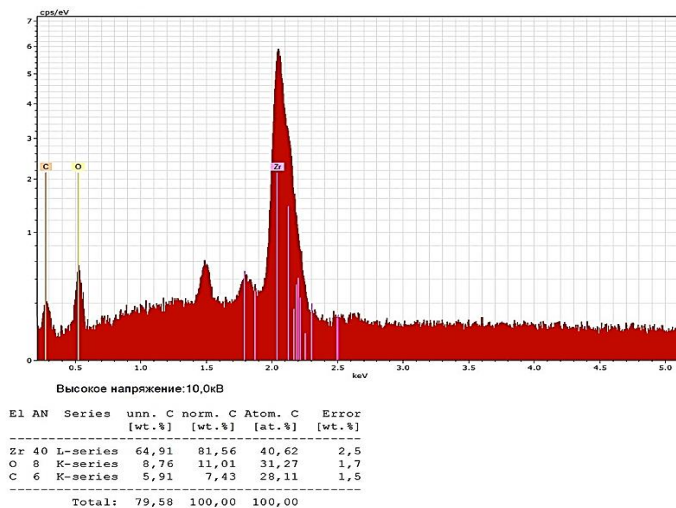


Рисунок 2 – Рентгеноспектральный анализ пористой плёнки оксида циркония

На рисунке 3 представлены спектры отражения сформированных пленок после первого и второго процессов анодирования.

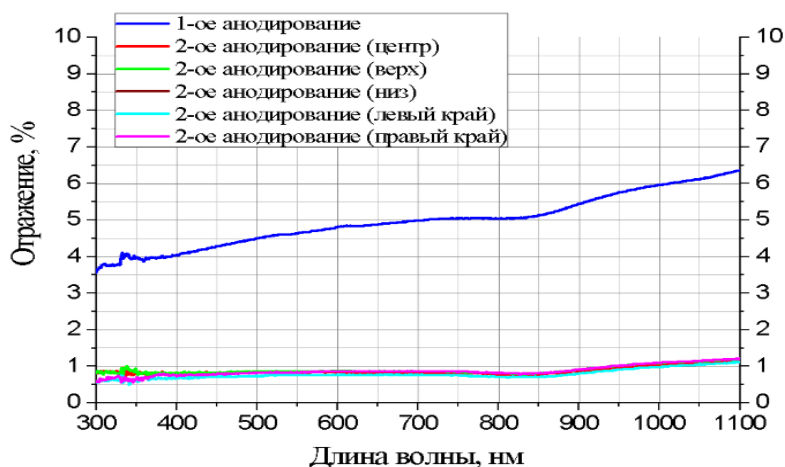


Рисунок 3 – Спектры отражения сформированных плёнок после первого и второго процессов анодирования

Как видно из рисунка 3 спектры отражения исследуемых образцов после первого анодирования находятся в диапазоне от 3 до 5 % для видимого диапазона. После второго анодного процесса отраженный световой сигнал снижается до уровня около 1 %. Измерения отраженного сигнала на финальных образцах проводились в 5 точках: центр и четыре крайних точки. Дисперсия отраженного сигнала не превышала 0,1 %, что свидетельствует о высокой воспроизводимости полученных результатов.

Полученные антиотражающие покрытия могут быть использованы в интегральной оптике для управления световыми потоками. В частности, при изготовлении систем оптических межсоединений [8-10], а также в устройствах, обеспечивающих преобразование световой энергии в другие виды энергии [11-12].

Список литературы

1. Wiedemann, T. G. Clinical Guideline for Zirconia Dental Implants: A Comprehensive and Critical Review and Update / T. G. Wiedemann // *Journal of Clinical Medicine Research*. – 2024. – Vol. 5(3). – P. 1–7.
2. Багаев, С. И. Биоактивные покрытия на основе оксидов титана и тантала для титановых имплантатов / С. И. Багаев, И. П. Смягликов, С. К. Лазарук, О. В. Купреева // *ФТИ НАН Беларуси*. – 2021. – Кн. 1. – С. 250–263.
3. Lazarouk, S. K. Nanoporous oxides of refractory metals: fabrication and properties / S. K. Lazarouk, D. A. Sasinovich, V. E. Borisenko // *Physica Status Solidi C*. – 2008. – Vol. 5 (12). – P. 3690–3693.
4. Lazarouk, S. Anodic nanoporous titania for electro-optical devices / S. Lazarouk, Z. Xie, V. Chigrinov, H. S. Kwok // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2007. – Vol. 46 (7R). – P. 4390–4394.
5. Lazarouk, S. Porous and pillar structures formed by anodization for vertical alignment of nematic liquid crystal / S. Lazarouk, A. Muravski, D. Sasinovich, V. Chigrinov, H. S. Kwok // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2007. – Vol. 46 (10R). – P. 6889–6892.
6. Jaguiro, P. Porous silicon avalanche LEDs and their application in optoelectronics and information displays / P. Jaguiro, P. Katsuba, S. Lazarouk, A. Smirnov // *Acta Physica Polonica A*. – 2007. – Vol. 112 (5). – P. 1031–1036.
7. Lazarouk, S. Optical characterization of reverse biased porous silicon light emitting diode / S. Lazarouk, S. Katsuba, A. Tomlinson, S. Benedetti, C. Mazzoleni, V. Mulloni, G. Mariotto, L. Pavese // *Materials Science and Engineering: B*. – 2000. – Vol. 69–70. – P. 114–117.
8. Lazarouk, S. K. 3D Silicon Photonic Structures Based on Avalanche LED with Interconnections Through Optical Interposer / S. K. Lazarouk, A. A. Leshok, T. A. Kozlova, A. V. Dolbik, L. D. Vi, V. K. Ilkov, V. A. Labunov // *International Journal of Nanoscience*. – 2019. – Vol. 18, No. 3–4. – P. 1940091.
9. Лазарук, С. К. Эффективность лавинных светодиодов на основе пористого кремния / С. К. Лазарук, А. А. Лешок, В. А. Лабунов, В. Е. Борисенко // *Физика и техника полупроводников*. – 2005. – Т. 39, № 1. – С. 149–152.
10. Lazarouk, S. K. Electroluminescence from nanostructured silicon embedded in anodic alumina / S. K. Lazarouk, D. A. Sasinovich, P. S. Katsuba, V. A. Labunov, A. A. Leshok, V. E. Borisenko // *Semiconductors*. – 2007. – Vol. 41 (9). – P. 1109–1112.
11. Lazarouk, S. Visible Electroluminescence from Al-Porous Silicon Reverse Bias Diodes Formed on the Base of Degenerate n-Type Silicon / S. Lazarouk, V. Bondarenko, P. Pershukovich, S. La Monica, G. Maiello // *MRS Online Proceedings Library Archive*. – 1994. – Vol. 358. – P. 659–664.
12. Jaguiro, P. Si-based optoelectronic couple / P. Jaguiro, P. Katsuba, S. Lazarouk, S. Moore, A. Smirnov // *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*. – 2009. – Vol. 41 (6). – P. 1094–1096.

This article presents a method for forming antireflective coatings based on nanostructured zirconium oxide using two-stage electrochemical anodization. Zirconium foil and thin zirconium films deposited by magnetron sputtering were studied as starting materials. The anodization process was carried out in galvanostatic mode in aqueous solutions of sodium chloride and citric acid. It was found that sequentially changing electrolytes allows for controlling the morphology and composition of the layers: from porous zirconium to nanostructured zirconium oxide. Using scanning electron microscopy and X-ray spectral analysis, the structure and

elemental composition of the resulting films were studied, revealing the incorporation of carbon-containing anions into the oxide structure. Experiments have shown that the developed technique can significantly reduce the reflectivity in the visible and near-IR ranges (380–1000 nm) to approximately 1%. The obtained results are characterized by high reproducibility (dispersion no more than 0.1%). The developed coatings are promising for use in integrated optics, optical interconnect systems, and light energy conversion devices.

Симоненко Дарья Александровна, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Республика Беларусь, simonenk0daria1@gmail.com.

Бердова Эвелина Андреевна, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Республика Беларусь, evelinaberdova975@gmail.com.

Научный руководитель – *Лешок Андрей Александрович*, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры микро- и нанoeлектроники Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники, Минск, Республика Беларусь, leshok@bsuir.by.