

УДК 681.2.082

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СЛОЕВ In_2O_3 ДЛЯ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ГАЗОВЫХ СЕНСОРОВ

Реутская О.Г.¹, Денисюк С.В.², Куданович О.Н.², Мухуров Н.И.², Лугин В.Г.³, Таратын И.А.⁴

¹Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь

²ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника»
Минск, Республика Беларусь

³Центр физико-химических методов исследования БГТУ
Минск, Республика Беларусь

⁴ОАО «Минский НИИ радиоматериалов»
Минск, Республика Беларусь

Тонкие металлооксидные пленки, сформированные золь-гель методом, находят широкое применение в качестве чувствительных элементов полупроводниковых газовых сенсоров благодаря возможности получения газочувствительных материалов заданного состава и морфологии. В данной работе представлены результаты исследования морфологии пленок In_2O_3 , сформированных золь-гель методом на подложках из анодного оксида алюминия со слоем никрома. Отжиг полученных структур проводился в вакууме.

Методика эксперимента. Пленка оксида индия была сформирована золь-гель методом на поверхности подложки из анодного оксида алюминия (АОА) со слоем сплава никрома. Образцы в виде квадратов $10 \times 10 \text{ мм}^2$ из нанопористого анодного оксида алюминия толщиной 40 мкм были изготовлены методом анодирования полированной алюминиевой фольги с последующей фотолитографией, удалением металлической основы и отжигом при температуре $860 \text{ }^\circ\text{C}$ [1].

На пористой поверхности подложек из АОА сформирован слой из никрома толщиной 0,3 мкм для изучения совместимости металлооксидных чувствительных слоев и материалов тонкопленочных электродов. Осаждение пленки на основе In_2O_3 на поверхности образцов осуществлялось послойным нанесением каждого из отдельных слоев с промежуточным термическим просушиванием продолжительностью 5 с [2]. На образцы с пленкой никрома наносилась капля коллоидного раствора с последующей сушкой при температуре $100 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 30 минут. Затем образцы помещались в вакуумную муфельную печь МПВ-3 и вакуумировались до давления в $5 \cdot 10^{-5} \text{ мм. рт. ст.}$ Отжиг проводился при температурах 600 и $750 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 часа для образцов № 1 и № 2 соответственно.

На образце № 3 золь-гель методом была сформирована пленка на основе In_2O_3 с добавлением Ga_2O_3 (8 %). Образец подвергался термовакуумной обработке при температуре $700 \text{ }^\circ\text{C}$, по аналогии с № 1 и № 2.

Исследование морфологии образцов осуществлялось с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-6510LV с бло-

ком энергодисперсионной спектроскопии для определения элементного состава.

Результаты и обсуждение. СЭМ-изображения поверхности образца № 1 (рисунок 1) после отжига в вакууме при температуре $600 \text{ }^\circ\text{C}$ демонстрирует образование однородной несплошной пленки с большим количеством дефектов в виде трещин по всей поверхности. Снимки с большим разрешением показывают результат образования пленки, состоящей из спеченных агломератов с размытыми границами и без четкой огранки. Энергодисперсионный спектр образца № 1 приведен на рисунке 2.

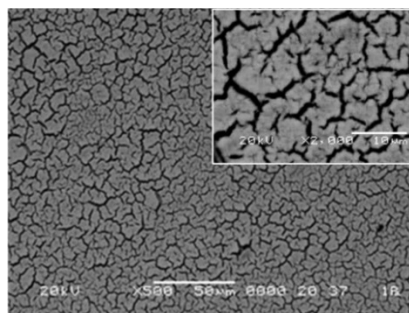


Рисунок 1 – СЭМ-изображение образца № 1, отожженного в вакууме при температуре $600 \text{ }^\circ\text{C}$

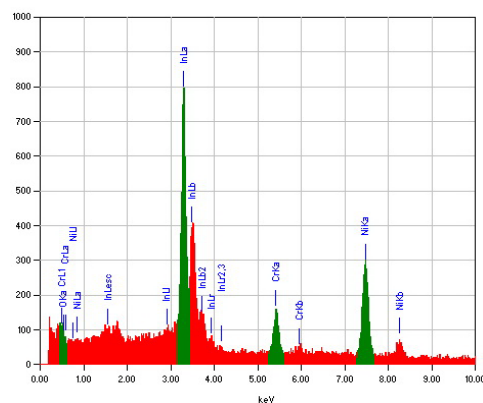


Рисунок 2 – Энергодисперсионный спектр образца № 1

Результаты энергодисперсионного анализа показали наличие в составе поверхности образца не только пиков индия, но и пики никеля и хрома, относящиеся к предварительно сформированной металлической пленке, имитирующей

поверхность токопроводящих элементов газочувствительного сенсора.

Схожие результаты получены при отжиге образцов при температуре 750 °С (образец № 2) – образование несплошной пленки с большим количеством дефектов в виде трещин (рисунок 3), что увеличивает общую площадь поверхности пленки. Энергодисперсионный анализ (рисунок 4) выявляет наличие в составе образца индия, никеля и хрома. Высокая интенсивность пиков никеля и хрома, как и в случае образца № 1, указывает на то, что трещины на поверхности пленки достигают слоя нихрома.

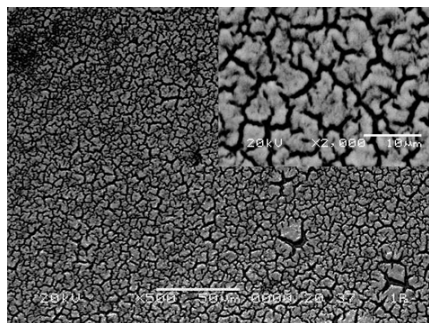


Рисунок 3 – СЭМ-изображение образца № 2, отожженного в вакууме при температуре 750 °С

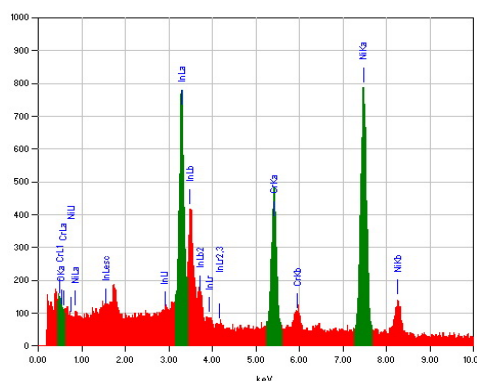


Рисунок 4 – Энергодисперсионный спектр образца № 2

Микрофотография образца № 3 (рисунок 5), отожжённого в вакууме при температуре 700 °С, демонстрирует образование неоднородной по толщине несплошной мелкозернистой пленки с большим количеством трещин на ее поверхности, состоящей из спеченных агрегатов неправильной формы без четких граней и нечеткими размытыми границами. При этом крупные трещины ориентированы преимущественно в одном направлении. Данные энергодисперсионного анализа показали наличие пиков, соответствующих индию, галлия, никелю и хрому, при этом величина пиков никеля и хрома, составляющих

слой из сплава нихром, указывает на сквозной характер трещин пленки $\text{In}_2\text{O}_3\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (рисунок 6).

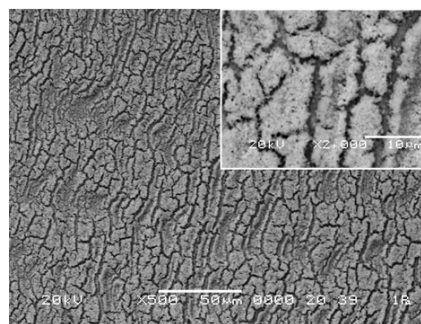


Рисунок 5 – СЭМ-изображение образца № 3, отожженного в вакууме при температуре 700 °С

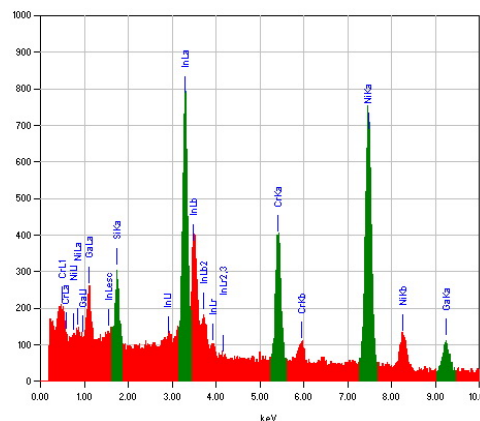


Рисунок 6 – Энергодисперсионный спектр образца № 3

Создание газочувствительных пленок на основе оксида индия, на подложках из анодного оксида алюминия со сформированным слоем нихрома толщиной 0,3 мкм, методами золь-геля с послойным нанесением и финальной термовакуумной обработкой при температурах 600–750 °С, позволяет получать однородные пленки для газовых сенсоров с развитой поверхностью и удовлетворительной адгезией к металлическим слоям.

Литература

1. Денисюк С.В. Пористый анодный оксид алюминия как основа газовых сенсоров / С.В. Денисюк, О.Н. Куданович // Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе: материалы 6-го междунар. симпозиума, посвящ. 45-летию Института порошковой металлургии, Минск, Беларусь, 19–20 октября 2017 г. / Институт порошковой металлургии; редколлегия: А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск – Раков, 2017. – С. 430–436.
2. Реутская О.Г. Измерения концентрации газов CO и NO₂ мультисенсорной микросистемой в режиме импульсного нагрева / О.Г. Реутская, Ю.М. Плескачевский // Приборы и методы измерений. – 2017. – Т. 8, № 2. – С. 160–167.