



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **134157** (13) **U**

(51) МПК

C23C 14/02 (2006.01)

G02B 1/10 (2015.01)

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2018 09712**

(22) Дата подання заявки: **28.09.2018**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.05.2019**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.05.2019, Бюл.№ 9**

(72) Винахідник(и):

**Рогозін Ігор Вікторович (UA),
Кідалов Валерій Віталійович (UA),
Дяденчук Альона Федорівна (UA)**

(73) Власник(и):

**БЕРДЯНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ
ПЕДАГОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ,
вул. Шмідта, 4, м. Бердянськ, 71100 (UA)**

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПЛІВОК ZnO МЕТОДОМ РАДИКАЛО-ПРОМЕНЕВОЇ ГЕТЕРУЮЧОЇ ЕПІТАКСІЇ
З УФ-ОПРОМІНЕННЯ**

(57) Реферат:

Спосіб отримання плівок ZnO, який включає вирощування плівок при опроміненні лазером, що характеризується значним поліпшенням кристалічності отриманих плівок, причому процес отримання плівок проводять методом радикало-променевої гетеруючої епітаксії на монокристалічних підкладках ZnS, ZnSe, ZnTe, орієнтованих в площині (111), а УФ-опромінення сприяє збільшенню швидкості росту плівки при температурі 520 К.

UA 134157 U

Корисна модель належить до способів виготовлення плівок ZnO методом радикало-променевої гетеруючої епітаксії з УФ-опромінення. Оксид цинку - прямозонний напівпровідник, що має ширину забороненої зони 3,37 eV при 300 K, - потенційно перспективний матеріал для створення блакитних і УФ-світлодіодів. Він володіє високим квантовим виходом фото- і катодолюмінісценції, великою енергією зв'язку екситону 60 MeV, а також високою радіаційною стійкістю, що ставить цей матеріал в один ряд з таким перспективним матеріалом, як GaN.

У роботі [Matsumura N., Fukada T., Saraie J. Laser Irradiation during MBE Growth of ZnS_xSe_{1-x} : A New Growth Parameter // J. Cryst. Growth. - 1990. - V. 101. - P. 61-66] вивчено вплив світлового опромінення лазером He-Cd (441,6 нм) на ріст MBE ZnS_xSe_{1-x} ($x=0-0,13$). Зменшувались темпи зростання епітаксійних шарів. В спектрах фотолюмінісценції при 11 K інтенсивність вільного викиду екситонів збільшувалася, і, отже, виявилось, що кристалічність епітаксійних шарів поліпшується.

Найближчим аналогом є [Акопян И.Х., Лабзовская М.Э., Новиков Б.В., Лисаченко А.А., Серов А.Ю., Философов Н.Г. Фотоиндуцированные эффекты в спектрах люминесценции ZnO // Физика твердого тела. - 2018. - Т. 60, вып. 2. - С. 346-350]. Авторами роботи проведено дослідження впливу інтенсивного УФ-опромінення на спектри фотолюмінісценції (ФЛ) порошоків і нанокристалічних плівок ZnO, отриманих методом атомного нашарування (ALD). При кімнатній температурі вивчена поведінка спектрів при безперервному опроміненні УФ-світлом в багаторазових циклах вакуум-атмосфера. При цьому відбувалися зміни інтенсивностей екситонного випромінювання і випромінювання в області "зеленої" лінії, пов'язані з явищами фотодесорбції і фотоадсорбції кисню.

В основу корисної моделі поставлена задача, яку вирішують способом отримання плівок ZnO, який включає вирощування плівок при опроміненні лазером, що характеризується значним поліпшенням кристалічності отриманих плівок, згідно корисної моделі процес отримання плівок проводять методом радикало-променевої гетеруючої епітаксії на монокристалічних підкладках ZnS, ZnSe, ZnTe, орієнтованих в площині (111), а УФ-опромінення сприяє збільшенню швидкості росту плівки при температурі 520 K. Крім того в процесі експерименту використовують Хе-лампу потужністю 3 кВт, УФ-діапазон з довжиною хвилі менше 280 нм при потоці квантів $10^{18}-10^{22}$ с⁻¹ см⁻².

Плівки ZnO отримано оригінальним методом радикало-променевої гетеруючої епітаксії в інтервалі температур 470-1070 K. Як підкладки використовували монокристали ZnS, ZnSe, ZnTe, орієнтовані в площині (111). Суть методу полягає в високотемпературному відпалі підкладок в атомарному кисні (радикалах).

У процесі відпалу відбувається нарощування нових шарів на кристалічній матриці, причому один з компонентів (кисень) надходить з газової фази, а атоми металу гетеруються з об'єму кристалу. Атомарний кисень одержували в ВЧ-розряді при тиску 0,1-10 Па і потужності розряду 40-80 Вт. Поділ заряджених частинок здійснювали за допомогою магнітного фільтру. Концентрація атомарного кисню поблизу поверхні підкладки $\sim 10^{15}-10^{17}$ см⁻³. Така концентрація атомарного кисню еквівалентна тиску молекулярного кисню 10^6-10^8 Па в разі термічної дисоціації при 1000 K.

Як джерело УФ-випромінювання застосовували Хе-лампу потужністю 3 кВт. Використовували УФ-діапазон з довжиною хвилі менше 280 нм при потоці квантів $10^{18}-10^{22}$ с⁻¹ см⁻².

З використанням вищеописаної методики отримані гетероструктури ZnO/ZnSe, ZnO/ZnS, ZnO/ZnTe. Структури отримували при температурі підкладки 720 K, потоці радикалів кисню $J_0=10^{16}$ см⁻² с⁻¹.

Підкладки ZnSe імплантували іонами Zn⁺, Ar⁺ при кімнатній температурі. Енергія імплантуємих іонів при імплантації Zn становила 100 кеВ, при імплантації Ar-300 кеВ. Доза імплантуємих іонів становила $10^{14}-10^{15}$ см⁻². Для очищення поверхні і визначення концентрації елементів в залежності від глибини зразок травили іонами Ar⁺ з енергією 2 кеВ.

Суть корисної моделі пояснюють креслення, де на фіг. 1 представлено дифрактограму плівок ZnO, отриманих при 720 K (без і з УФ-опроміненням) на ZnSe-підкладці. На дифракційній картині (фіг. 1, а) спостерігаються два піки - при 27,3° і 34,4°. Перший пік відповідає підкладці ZnSe (111), другий пік вказує на те, що плівка ZnO орієнтована в площині (0002). Зі збільшенням товщини плівки ZnO пік, викликаний підкладкою, зменшується. Всі плівки мали орієнтацію вздовж осі з вюрцитного структури. Півширина піку (0002) зменшується зі збільшенням температури відпалу і досягає мінімального значення при 870 K.

Опромінення підкладки УФ-світлом призводить до зростання інтенсивності піку 0002 (фіг. 1, б), а пік ZnSe (111) зменшується.

Порівняння дифрактограм дозволять зробити висновок про те, що УФ-опромінення сприяє поліпшенню кристалічної якості підкладки і збільшення швидкості росту плівки. Ці дані підтверджуються результатами дослідження поверхні плівки ZnO за допомогою атомно-силового мікроскопу.

5 На фіг. 2 представлена морфологія поверхні плівок, отриманих при опроміненні підкладки УФ-світлом і при його відсутності. Видно, що-плівки, отримані при звичайних умовах синтезу, мають на поверхні ямки травлення, які, ймовірно, викликані релаксацією радикалів кисню, мігрують поверхнею зростаючого шару. Застосування УФ-випромінювання дозволяє поліпшити кристалічну якість поверхні (фіг. 2, б).

10 Фіг. 3 демонструє профілі розподілу структур. Отримано гетероструктури з плавними і різкими перехідними шарами. У структурах ZnO/ZnTe спостерігається значна взаємодифузія компонентів плівки і підкладки.

Застосування УФ-опромінення дозволяє знизити температуру синтезу і отримати якісні плівки ZnO при температурі 520 К.

15 На фіг. 4 представлена залежність швидкості росту від температури підкладки. Видно, що застосування УФ-випромінювання дозволяє підвищити швидкість росту до 2 мкм/год. При заданому потоці радикалів кисню ($J_0=10^{16} \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$) найбільша швидкість росту досягається при 770 К. При більш високих температурах швидкість росту знижується, що пов'язано зі збільшенням потоків десорбції.

20 Перелік фігур креслення

Фіг. 1. Дифрактограми плівок ZnO, вирощених на ZnSe при температурі відпалу 720 К: а - без УФ-опромінення, б - з УФ-опроміненням; час відпалу 1 година.

Фіг. 2. Морфологія поверхні плівки ZnO, отриманої при 720 К: а - без УФ-опромінення, б - з УФ-опроміненням.

25 Фіг. 3. Концентраційні профілі елементів гетероструктур ZnO/ZnSe (а), ZnO/ZnS (б), ZnO/ZnTe (в), отриманих при 720 К.

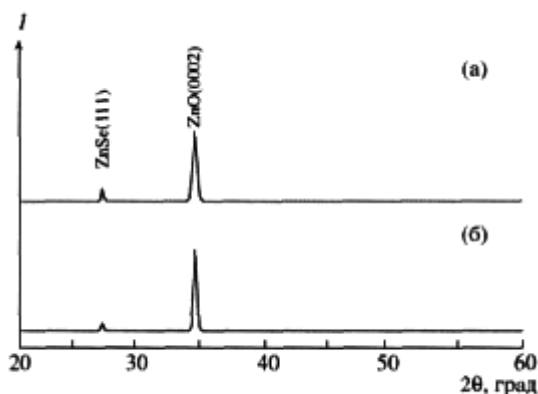
Фіг. 4. Залежності швидкості росту плівки ZnO від температури підкладки: 1 - без УФ-опромінення, 2 - з УФ-опроміненням.

30

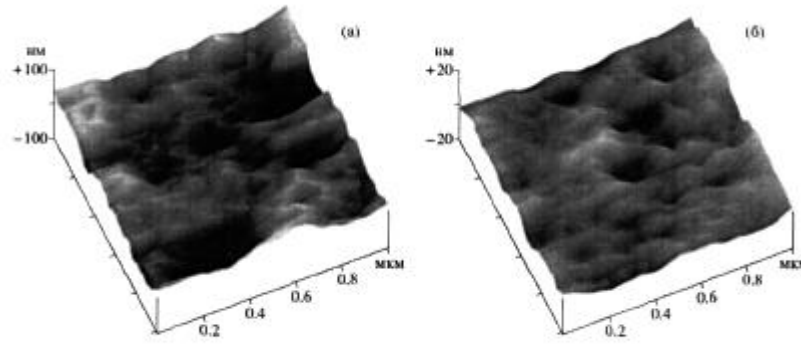
ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб отримання плівок ZnO, який включає вирощування плівок при опроміненні лазером, що характеризується значним поліпшенням кристалічності отриманих плівок, який **відрізняється** тим, що процес отримання плівок проводять методом радикало-променевої гетеруючої епітаксії на монокристалічних підкладках ZnS, ZnSe, ZnTe, орієнтованих в площині (111), а УФ-опромінення сприяє збільшенню швидкості росту плівки при температурі 520 К.

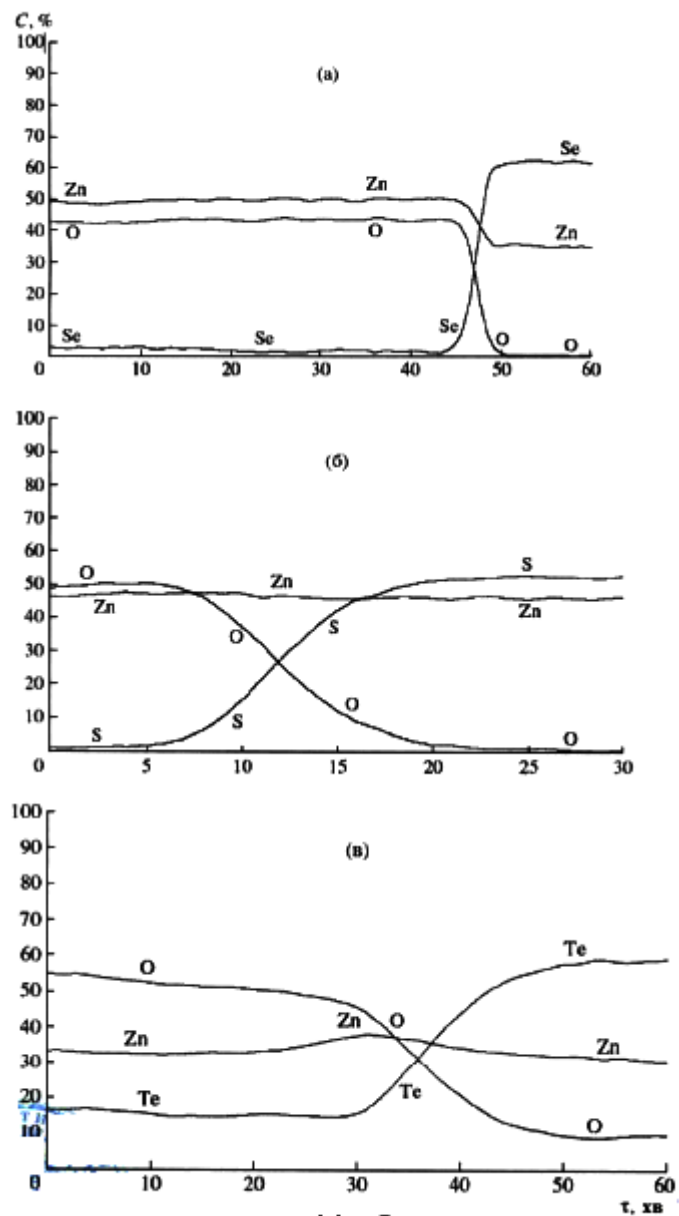
35 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що в процесі експерименту використовують Хе-лампу потужністю 3 кВт, УФ-діапазон з довжиною хвилі менше 280 нм при потоці квантів $10^{18}-10^{22} \text{ с}^{-1} \text{ см}^{-2}$.



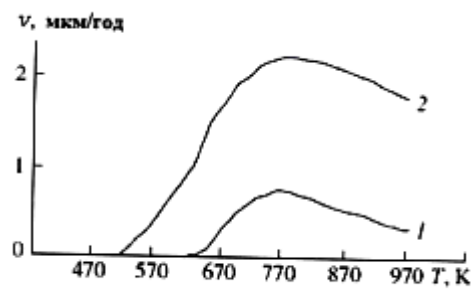
Фіг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фіг. 4

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601