DOI: 10.17117/na.2015.03.172

Поступило в редакцию: 10.03.2015

<http://ucom.ru/doc/na.2015.03.172.pdf>**Рахимбеков А.Ж.****О возможности получения полупроводниковой нанопленки супериоником****Rakhymbekov A.Z.****On the possibility of semiconductor nanofilms superionic**

В статье рассматривается возможность получения полупроводниковой пленки диоксида ванадия, применяющаяся в голографии для записи оптической информации. Синтез осуществляется при высокой температуре с помощью суперионного проводника на основе стабилизированной двуокиси циркония, регулирующего концентрацию кислорода в газовой атмосфере

Ключевые слова: суперионик, температура, камера, атмосфера, ионный, полупроводник

The article discusses the possibility of obtaining a semiconductor film of vanadium dioxide is used in holography for optical information recording. Synthesis is carried out at high temperature using superionic conductor based on stabilized zirconia regulating the oxygen concentration in the gas atmosphere

Key words: superionic, temperature, chamber, atmosphere, ionic, semiconductor

Рахымбеков Айтбай Жапарович

Кандидат физико-математических наук,
профессор, заведующий кафедрой
Жетысуский государственный университет им. И.
Жансугурова
Казахстан, г. Талдыкорган, ул. Жансугурова, 187 А

Rakhymbekov Aitbai Zhaparovich

Candidate of Physico-mathematical Sciences,
Professor, Head of Department
Zhetysu state university named after I. Zhansugurov
Kazakhstan, Taldykorgan, Zhansugurova st., 187 A

Рассмотрен тонкий способ получения полупроводниковой пленки диоксида ванадия – окислением металла в контролируемой с помощью суперионика атмосфере кислорода. Течение и результат окисления зависят от времени и кислородного потенциала газовой фазы π [1], который в простейшем случае смеси кислорода с нейтральным газом, взятой при общем давлении 1 атм., определяется температурой T и парциальным давлением кислорода p :

$$\pi = RT \ln P \quad (1)$$

где R – универсальная газовая постоянная.

Совокупность сочетаний p и T , равновесных по отношению к оксидам V_2O_5 , V_6O_{13} , VO_2 , можно видеть на фазовой диаграмме (рис. 1)

Из нее следует, что сколько бы мы ни выдерживали ванадий при p и T , отвечающих точкам, лежащим выше верхней границы области VO_2 , получим фазу, содержащую кислорода меньше. Выдерживая ванадий при p и T , отвечающим точкам, лежащим ниже нижней границы области VO_2 , получим V_6O_{13} либо V_2O_5 . Однако фазовая диаграмма отражает только термодинамическую сторону процесса.

Рис. 1. Фазовая диаграмма окисления ванадия

Важную, иногда определяющую роль играет кинетика окисления. При недостаточно высоких температурах равновесная степень окисления не достигается, либо достигается за такие большие времена, что окисление целесообразно производить при значениях кислородного потенциала выше равновесного. В последнем случае возникает опасность переокисления. Для расширения возможностей исследования и оптимизации технологии окисления необходимы средства непрерывного управления парциальным давлением кислорода в течение процесса [2].

Наилучшим из таких средств является кислородный насос, основанный на использовании транспортных свойств стабилизированной двуокиси циркония, и предназначенной для дозирования кислорода в атмосфере инертного газа (рис. 2), состоящий из двух блоков: измерительного и качающего определенную порцию кислорода с помощью электрического поля постоянного тока.

Рис. 2. Макет кислородного насоса из суперионика

Чтобы реализовать исключительные возможности кислородного насоса, необходимо при разработке устройства строго выполнять требования к вакуумной плотности керамики и соединений с магистралью, к технологии электродов и к режимам эксплуатации.

Для получения пленок VO₂ путем окисления в регулируемой атмосфере разработана установка, включающая в себя кислородный насос на основе стабилизированной двуокиси циркония. Блок-схема КН, сконструированного для установки синтеза пленок VO₂, показана на рис. 3.

Рис. 3. Блок-схема кислородного насоса

Кроме собственно КН в нее входят электрические печи сопротивления со стабилизированными источниками питания, стабилизированный источник качающего тока, схемы измерения температуры и эдс измерительной секции, источник газового потока с заданным составом и скоростью. Источник газового потока включает в себя баллон сжатым аргон с известной примесью кислорода $p=10$ атм., игольчатый вентиль для регулирования потока, систему осушки и измерительные скорости [3].

КН подключается к электрическим цепям. Величины измеряются цифровым вольтметром Ф-30, ток – миллиамперметром М-82. Источником качающего тока служит ТЕС-20. Термо – эдс термопар измеряются низкоомным потенциометром ПП-63.

Собственно КН показан на рис.3. Качающая и измерительная секция во избежание гальванической связи между ними смонтированы на двух последовательно соединенных трубках 1 из керамики состава +9мол. % V₂O₃. Длина трубки 240 мм, диаметр 10мм, толщина стенки 1 мм. Электроды 2 получены двукратным вжиганием платиновой пасты при 9000С в течение одного часа. Длины качающей и измерительной секции составляют соответственно 100 и 5 мм. Токоотводы 3 выполнены из платиновой проволоки диаметром 0,5 мм. припеченной к пастовому покрытию. Платино-платинородиевые термопары 4

смонтированы непосредственно на качающей и измерительной секциях. Вакуумноплотные соединения качающей и измерительной секциях. Вакуумноплотные соединения качающей и измерительной секции между собой и с газовой магистралью выполнены как это описано вверху [4].

КН подсоединен к технологической камере, в которой производится окисление пленок ванадия.

Рис. 4. Технологическая камера для окисления нанопленки диоксида ванадия

Камера представляет собой трубу из оптического кварца 1 диаметром 60 мм, длиной 600 мм. Труба укреплена вертикально запаянным концом вверх. Газ – аргон с концентрацией кислорода, задаваемой кислородным насосом, поступает в камеру через трубку 2, расположенную в верхней части. Образец 3 в виде пленки ванадия на ситалловой подложке вводится в рабочую зону камеры с помощью держателя 4, укрепленного на съемной пробке 5 с отверстием для выхода газа. В держателе смонтирована термопара 6 для измерения температуры образца. Электрическая цепь сопротивления 7 с регулируемым стабилизированным источником питания обеспечивает заданный температурный режим окисления.

В установке предусмотрена возможность непрерывного оптического контроля процесса окисления. Она снабжена лазером ЛГ-126. Контроль осуществляется на длине волны $\lambda=0.63\text{мкм}$ по интенсивности излучения, отраженного от окисляемого образца. В зависимости от текущего значения толщи-

ны пленки V02 меняются условия интерференции излучения, отраженного от поверхности V02 и металла, что позволяет судить о глубине прокисления образца.

Принципиальные схемы системы оптического контроля состоит из оптической части, лазера красного излучения, которая включает в себя механический прерыватель, зеркало, образец, фотоприемник рабочего сигнала. Электрическая часть включает фотоприемники рабочего и опорного сигналов, фазовый детектор, усилитель и двухкоординатный самописец.

Подготовка установки начинается с подключения газового баллона и установления требуемой скорости газового потока. Затем следует включить питание печей кислородного насоса и камеры и поднять температуру до заданных значений, причем во избежание теплового разрушения керамики скорость подъема температуры кислородного насоса не должна превышать 300град/час. Следует заранее включить приборы системы оптического контроля и питание цепи качающей секции, после чего установить ток качающей секции, обеспечивающий требуемое парциальное давление кислорода на выходе p , связанное с эдс измерительной ячейки формулой (2)

$$P = P^1 \exp\left(-\frac{4FE}{RT}\right) \quad (2).$$

Образец пленки ванадия поместить на площадке держателя и ввести его в рабочую зону камеры, после чего настроить систему оптического контроля так, чтобы отраженный от образца луч лазера попал на фотоприемник. В процессе окисления ванадия интенсивность отраженного луча изменяется, при этом наблюдается отчетливая интерференционная картина, по которой можно судить о глубине прокисления образца рис.6.

Рис. 6. Интерференционная кривая

На рис.6 приведена зависимость интенсивности отраженного образцом луча от времени окисления. Видно, что по мере увеличения толщины пленки

окисла интенсивность отражения падает, осциллируя [5]. Толщину окисной пленки, соответствующую расстоянию между соседними экстремумами, можно получить по формуле $d = (\frac{\lambda}{4n})$, где λ - рабочая длина волны лазера, n - показатель преломления пленки. Для $\lambda = 0.63 \text{ мкм}$ и n для $\text{VO}_2 = 3$ получим $d = 0.05 \text{ мкм}$.

Список литературы:

1. Чеботин В.Н., Перфильев М.В. Электрохимия твердых электролитов. М: Химия, 1978. 312 с.
2. Балкевич Б.Л. Техническая керамика. М.: Стройиздат, 1968. 200 с.
3. Etsell T.H., Eleugas S.N. The electrical propertic of solid oxide electrolytes // Chem. Rev. 1970. Vol. 70. №3. Pp. 339-376.
4. Yuan D., Kroger F.A. Stabilized Zirconia as an Oxygen Dump // J.Electrochem. Soc. 1969. Vol. 116. №5. Pp. 594-600.
5. Филиппов С.И. Теория металлургических процессов. М.: Металлургия, 1967.

© 2015, Рахимбеков А.Ж.

О возможности получения полупроводниковой
нанопленки суперионом

© 2015, Rakhymbekov A.Z.

On the possibility of semiconductor nanofilms
superionic