

М. Ф. С. Х. АЛЬ-КАМАЛИ, А. А. БОЙКО, Д. А. ГОЛОСОВ, Т. Х. ДОАН,  
А. М. МИХАЛКО

## ФОРМИРОВАНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ ИОННО-ЛУЧЕВЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ МИШЕНЕЙ НА ОСНОВЕ МИКРОПОРОШКОВ ПИРОГЕННОГО КРЕМНЕЗЕМА, СОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЯ МЕДИ\*

Во введении указан объект исследования – тонкие пленки, полученные ионно-лучевым распылением мишеней на основе микропорошков пирогенного кремнезема, содержащих соединения меди. Целью исследования является изучение поведения ионов меди при формировании тонких пленок методом ионно-лучевого распыления мишени состава  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  в смеси газов  $\text{Ar}/\text{O}_2$ . В основной части представлены результаты исследования структурных и оптических свойств тонких пленок толщиной  $\sim 100$  нм, сформированных ионно-лучевым распылением мишеней на основе микропорошков пирогенного кремнезема, содержащих соединения меди. Морфология поверхности пленки в целом показывает интегральную однородность и фактически не зависит от состава газовой среды, при этом наблюдается некоторая «зернистость» поверхности покрытия, что характерно для распыления пористых мишеней, состоящих из агломератов или доменных структур. Полученные частотные зависимости диэлектрической проницаемости пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  показали снижение диэлектрической проницаемости в интервале 10 кГц – 1 МГц. Обнаружено, что при толщине пленки  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  менее 100 нм тонкопленочный конденсатор не всегда формируется. Основываясь на анализе оптических параметров полученных пленок в зависимости от среды распыления, высказано предположение, что в инертной среде в пленке формируется большая концентрация глобулярного  $\text{CuO}$  сферической формы, а также возможно восстановление оксида меди до  $\text{Cu}^+$  и, вероятно, до  $\text{Cu}^0$ , о чем свидетельствует изменение  $\epsilon$  и  $\text{tg}\delta$ , а также увеличение оптической ширины запрещенной зоны тонких пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  от 3,909 до 3,972 эВ при увеличении содержания кислорода в смеси газов  $\text{Ar}/\text{O}_2$ . Полученные пленки могут быть использованы в качестве активных сред в солнечных элементах, сенсорах и других устройствах.

**Ключевые слова:** золь-гель метод, мишень  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$ , тонкая пленка, наночастица, ионно-лучевое распыление, электрические свойства, оптические параметры.

**Введение.** В настоящее время особый интерес представляют пленки, сочетающие в себе диэлектрическую основу, легированную ионами полупроводниковых элементов. Возможность создания комплексных мишеней с гомогенно распределенным

---

*Аль-Камали Марван Фархан Саиф Хассан*, мл. науч. сотрудник НИЛ «Техническая керамика и наноматериалы» ГГТУ им. П. О. Сухого (Беларусь).

**Адрес для корреспонденции:** пр. Октября, 48, 246029, г. Гомель, Беларусь; e-mail: marwan.ye2@gmail.com

*Бойко Андрей Андреевич*, д-р техн. наук, доц., проректор по научной работе ГГТУ им. П. О. Сухого (Беларусь).

**Адрес для корреспонденции:** пр. Октября, 48, 246029, г. Гомель, Беларусь; e-mail: boiko@gstu.by

*Голосов Дмитрий Анатольевич*, канд. техн. наук, доц., доц. каф. электронной техники и технологии, БГУИР (Беларусь).

**Адрес для корреспонденции:** ул. П. Бровки, 6, 220072, г. Минск, Беларусь; e-mail: dmgolesov@gmail.com

*Доан Тхе Хоанг*, аспирант каф. электронной техники и технологии БГУИР (Беларусь); науч. рук. – Д. А. Голосов, канд. техн. наук, доц., доц. каф. электронной техники и технологии БГУИР (Беларусь).

**Адрес для корреспонденции:** ул. П. Бровки, 6, 220072, г. Минск, Беларусь; e-mail: thehoang1979@gmail.com

*Михалко Алексей Михайлович*, аспирант каф. оптики ГГУ им. Франциска Скорины (Беларусь); науч. рук. – А. В. Рогачёв, д-р хим. наук, профессор, член-корреспондент НАН Беларуси (Беларусь).

**Адрес для корреспонденции:** ул. Советская, 102, 246003, г. Гомель, Беларусь; e-mail: michalko.97@mail.ru

полупроводником заданной концентрации, покрытым диэлектрическим слоем, является актуальной и важной.

Тонкие пленки, содержащие оксид меди, обладают полупроводниковыми свойствами, являются перспективными для применений в качестве активных сред в солнечных элементах, сенсорах и других устройствах [1; 2]. Известно, что химическая система Cu-O образует несколько форм оксидов, устойчивых в определенных температурных диапазонах. Для получения пленок  $\text{Cu}_2\text{O}$  и  $\text{CuO}$  применяют различные методы, среди которых можно выделить: распыление, лазерную абляцию, термическое испарение и др. [3]. Одними из наиболее широко применяемых являются методы ионно-лучевого распыления [4–6]. Основным требованием к мишеням, используемым для напыления в вакууме тонких пленок, является высокая степень гомогенности гранулометрического и химического состава.

Получение объемных материалов, содержащих частицы полупроводников в диэлектрической матрице с возможностью регулирования степени окисления меди, в том числе и восстановления до  $\text{Cu}^0$  с использованием золь-гель метода, описано в работе [7]. Это достигалось тем, что в структуре открытых и закрытых пор ксерогеля, как в нанореакторах, осуществлялись реакции по получению оксида или металлической меди с последующей локализацией формирующейся фазы в виде агломератов микро- и наночастиц соответствующих соединений металла. В частности, достаточно эффективно на основе мезопористого материала типа кремнезем SBA-15 (поскольку кремнезем является химически нейтральным материалом и может быть достаточно успешно применен при получении инертных матриц-носителей), обладающего гексагонально-упорядоченным массивом цилиндрических пор ( $d = 6\text{--}27$  нм), по модифицированной золь-гель технологии путем трансформации хлорида железа (III) в его оксид был реализован синтез наночастиц железа (в порах SBA-15) и восстановление до металла в токе водорода при  $600\text{ }^\circ\text{C}$  [8].

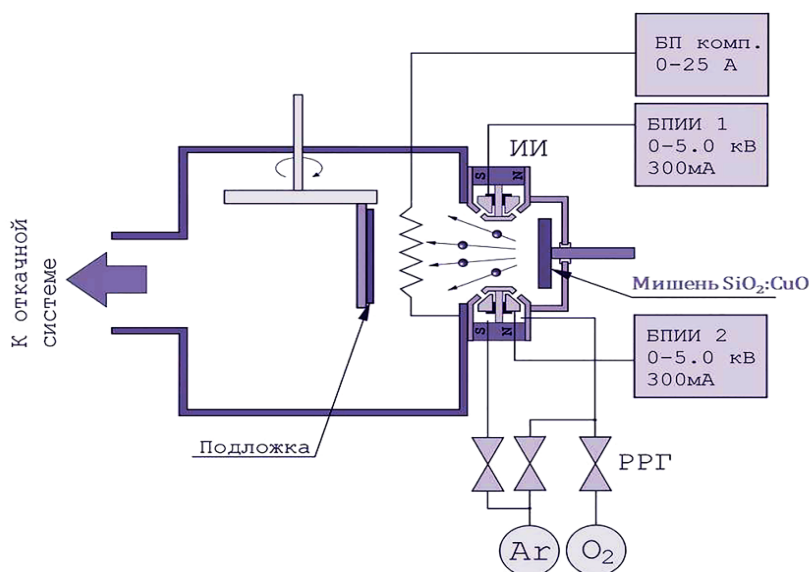
Целью данной работы является изучение поведения ионов меди при формировании тонких пленок методом ионно-лучевого распыления мишени состава  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  в смеси газов  $\text{Ar}/\text{O}_2$ .

В данной работе приведены результаты фазового состава и морфология тонких пленок состава  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$ , полученных методом ионно-лучевого распыления мишеней  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  на Si-подложки, измерены значения диэлектрической проницаемости  $\epsilon$ , тангенса угла диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta$  конденсатора в диапазоне частот  $10\text{ кГц} - 1\text{ МГц}$  в зависимости от изменения напряжения смещения до  $10\text{ В}$ .

**Материалы и методика проведения эксперимента.** Для получения мишеней использовался высокодисперсный кремнезем (техническое название – аэросил марки А-380), синтезированный в процессе гидролиза тетраоксида кремния в токе кислородно-водородного пламени при  $T > 1000\text{ }^\circ\text{C}$ . Порошок аэросила содержит в себе примеси воды, хлористого водорода, некоторых оксидов и твердые крупные частицы двуоксида кремния (грит) [9]. Ионы меди вводились в виде водорастворимой соли – нитрата меди  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . Вначале готовили водную дисперсию аэросила (золь), в которую добавляли нитрат меди, и подвергали ультразвуковой обработке в течение 1 ч. На основе водной дисперсии аэросила, содержащей нитрат меди заданной концентрации, были получены объемные ксерогели путем сушки в термошкафу при  $T = 80\text{ }^\circ\text{C}$ , затем ксерогели термообработывали на воздухе при  $T = 800\text{ }^\circ\text{C}$ . При этом осуществлялся переход нитрата меди в оксид. Полученный композит размалывали до состояния высокодисперсных микропорошков. Далее методом одноосного прессования формировали мишени. В качестве временной связки применялся водный раствор поливинилового спирта концентрацией  $1,5\text{--}3\text{ мас. \%}$ . Окончательную термообработку проводили при температуре  $800\text{ }^\circ\text{C}$ . Диаметр мишеней соответствовал  $79,6 \pm 1,5$  мм, а толщина –  $\sim 7$  мм.

Пленки  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  наносились методом ионно-лучевого распыления. Схема экспериментальной установки для нанесения пленок представлена на рисунке 1.

Установка выполнена на базе вакуумного поста ВУ-2. Камера установки была оборудована двухлучевым ионным источником на основе ускорителя с анодным слоем DBIS-001, который использовался для предварительной ионной очистки поверхностей подложек и распыления материала мишени. Для нейтрализации ионных пучков и компенсации поверхностного заряда, возникающего при распылении диэлектрических мишеней, был применен накальный компенсатор.



Пояснения: БП комп. – блок питания накального компенсатора, БПИИ – блок питания ионного источника, РРГ – автоматический регулятор расхода газа.

Источник: [6].

**Рисунок 1– Схема экспериментальной установки, используемая для нанесения пленок  $\text{SiO}_2\text{:CuO}$  методами ионно-лучевого распыления**

В качестве подложек использовались пластины высоколегированного монокристаллического кремния ЭКЭС 0,01 (100), оптическое стекло ВК7 толщиной 2 мм. Подложки устанавливались на вращаемый подложкодержатель барабанного типа, что позволяло поочередно подводить подложки в зону нанесения.

Перед нанесением слоев камера вакуумной установки откачивалась до остаточного давления  $10^{-3}$  Па и производилась предварительная ионная очистка подложек. Для этого рабочий газ Ar подавался в ассистирующую ступень ионного источника до рабочего давления  $2.0 \times 10^{-2}$  Па. Время очистки, энергия ионов и ток разряда во всех экспериментах были постоянными и составляли 5 мин (режим вращения подложкодержателя), 500 эВ, 70 мА соответственно.

После это производилась очистка поверхности мишени от загрязнений и адсорбированных газов. Для этого подложки отводились от зоны нанесения. Распыление мишени  $\text{SiO}_2\text{:CuO}$  осуществлялось ионами  $\text{Ar}^+$  с энергией 1300 эВ, генерируемыми распыляющей ступенью двухлучевого ионного источника DBIS-001. Ток разряда во всех экспериментах был постоянным и составлял 200 мА (ток мишени 110 мА). Время очистки мишени – 10 мин.

После очистки мишени производилось нанесение слоев  $\text{SiO}_2\text{:CuO}$ . Подложки подводились в зону нанесения. В газораспределительную систему распыляющей

ступени ионного источника подавались рабочие газы. Содержание кислорода в газовой смеси Ar/O<sub>2</sub> изменялось тремя режимами (0, 50 и 100 %) при общем расходе газов 20–24 мл/мин (давление в камере примерно 0,02 Па). Расход рабочих газов Ar/O<sub>2</sub> в распыляющий ионный источник контролировался регуляторами расхода газа РРГ-1. Применение автоматических регуляторов расхода газа позволило точно поддерживать в течение процесса соотношение парциальных давлений рабочих газов. При нанесении слоев SiO<sub>2</sub>:CuO использовались следующие режимы распыления: напряжение разряда  $U_d = 5$  кВ, ток разряда  $I_d = 200$  мА; ток соленоида  $I_c = 3.4$  А; расстояние «мишень – подложка» 23,5 см, время нанесения показано в таблице 1.

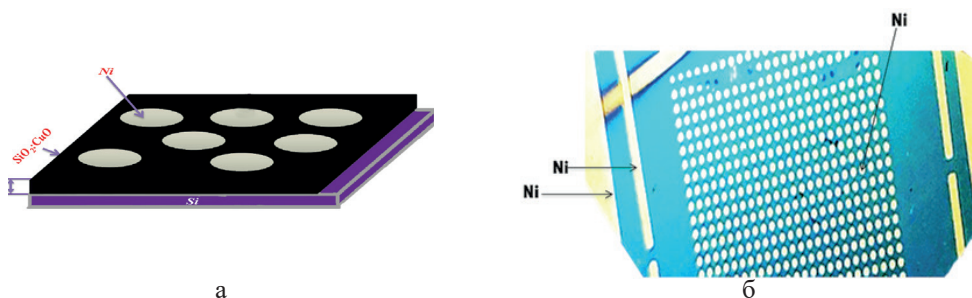
Таблица 1 – Режимы нанесения пленок SiO<sub>2</sub>:CuO

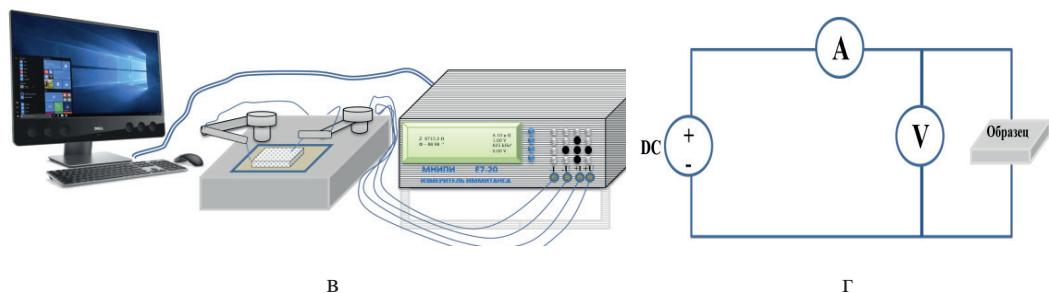
Состав мишени и концентрация в а. е. м.	Тип и концентрация распыленного газа	Количество газа (мл/мин)	Время распыления (мин)	Геометрическая толщина, нм
Мишень состава SiO <sub>2</sub> :CuO (1 Si: 0,20 Cu)	100 % Ar	Ar = 20	5	103
	50 % Ar, 50 % O <sub>2</sub>	Ar = 12, O <sub>2</sub> = 12	18	106
	100 % O <sub>2</sub>	O <sub>2</sub> = 24	32	109

Толщина нанесенных слоев определялась с помощью оптического интерферометрического профилометра ПОИ-08. Спектры пропускания в диапазоне 200–900 нм получены с помощью спектрофотометра Проскан МС-121. Для измерения диэлектрических характеристик пленок оксида кремния формировались МОП (металлооксид-полупроводник)-структуры. Для этого на нанесенную пленку оксида кремния методом ионно-лучевого распыления через маску наносился верхний Ni-электрод (рисунок 2). Площадь обкладки конденсатора составляла 0,096 мм<sup>2</sup>. Емкость и тангенс угла диэлектрических потерь измерялись с использованием измерителя иммитанса Е7-20 на частотах 25–10<sup>6</sup> Гц. Значения диэлектрической проницаемости рассчитывались исходя из толщины диэлектрического слоя и емкости конденсаторной структуры по формуле.

$$\varepsilon = \frac{Cd}{\varepsilon_0 S}, \quad (1)$$

где  $C$  – емкость конденсатора,  $d$  – толщина слоя сегнетоэлектрика,  $\varepsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12}$  Ф/м,  $S$  – площадь конденсатора. Вольт-фарадные характеристики получены с помощью измерителя иммитанса Е7-20.



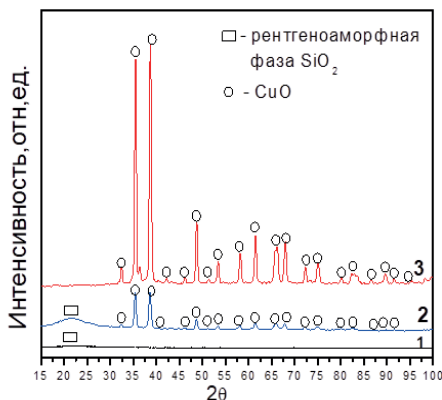


Пояснения: схематичное изображение структуры (а), типичный внешний вид структуры (б), принципиальная схема прибора для измерения ВАХ-образцов (в), принципиальная схема измерения ВАХ-образцов (г).

Рисунок 2 – Схематичное изображение структуры  $\text{Si/SiO}_2\text{:CuO/Ni}$

Морфология полученной конденсаторной структуры исследовалась методом растровой электронной микроскопии (СЭМ) на установке HITACHI S-4800. Рентгенодифракционные исследования проводились на автоматизированном дифрактометре GNR APD 2000 PRO с использованием монохроматического  $\text{CuK}_\alpha$ -излучения.

**Результаты и их обсуждение.** Рентгенофазовый анализ сформированных мишеней приведен на рисунке 3. Видно, что  $\text{SiO}_2$  в составе мишени имеет аморфное состояние, а  $\text{CuO}$ , вне зависимости от состава газовой среды, сохраняет моноклинную кристаллическую сингонию (карточка PDF № 48-1548 по каталогу JCPDS-1996).



Пояснения: 1 – чистый  $\text{SiO}_2$ , 2 – мишень  $\text{SiO}_2\text{:CuO}$ , 3 – эталонный спектр оксида меди степени химической чистоты «ЧДА».

Рисунок 3 – РФА-спектры мишеней состава  $\text{SiO}_2\text{:CuO}$

Методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) исследовали поверхность и скол сформированной пленки. На рисунке 4 приводится СЭМ-изображение поверхности пленки  $\text{SiO}_2\text{:CuO}$  на  $\text{Si}$ -подложке. Морфология поверхности пленки в целом показывает интегральную однородность и фактически не зависит от состава газовой среды, при этом наблюдается некоторая «зернистость» поверхности покрытия, что характерно для распыления пористых мишеней, состоящих из агломератов или доменных структур.

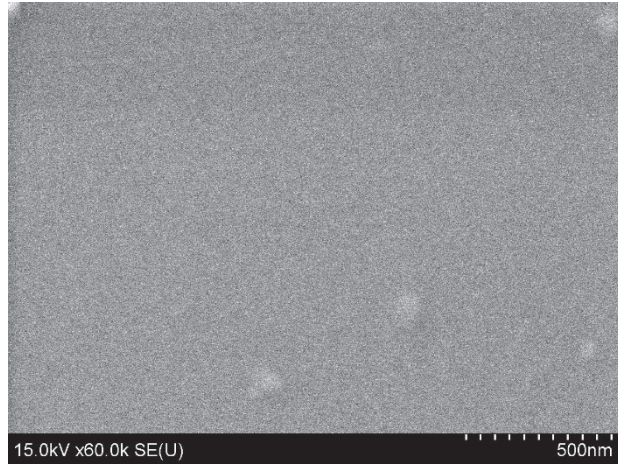
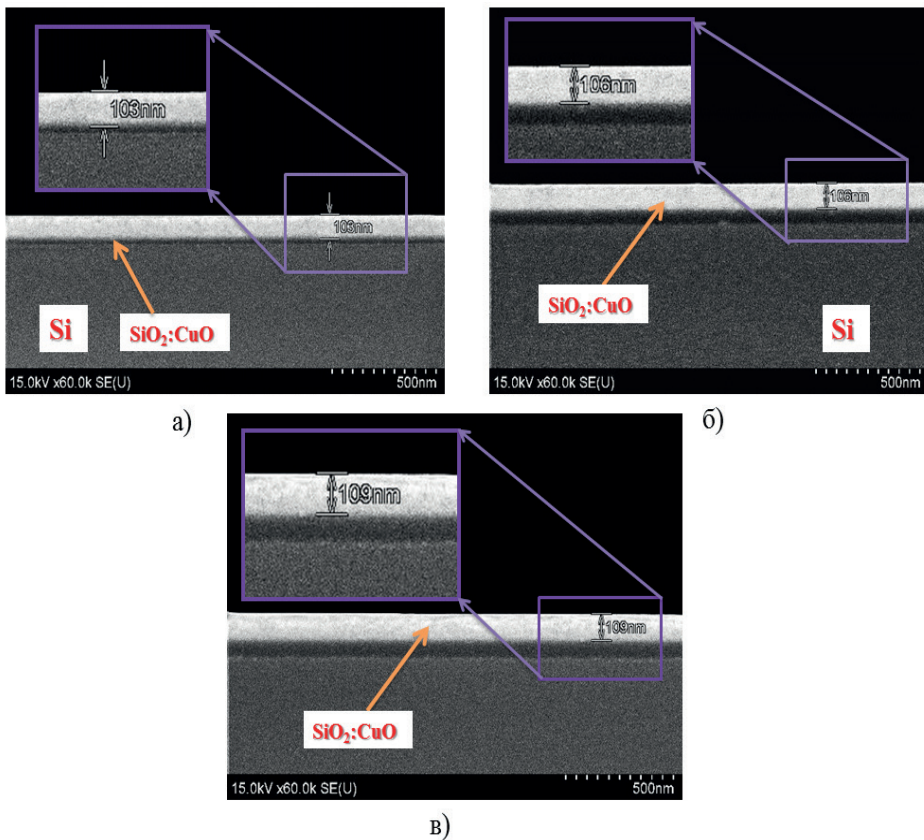


Рисунок 4 – СЭМ-изображение поверхности тонкой пленки  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  на подложке из полированного кремния, нанесенной ионно-лучевым распылением (Ar 100 %)

СЭМ-изображение скола сформированного покрытия  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  показано на рисунке 5. Видно, что пленка формируется плотная и однородная.



Пояснения: а – Ar 100 %, б – 50 % Ar и 50 %  $\text{O}_2$ , в – 100 %  $\text{O}_2$ .

Рисунок 5 – СЭМ-изображение поверхности скола тонкой пленки, нанесенной методом ионно-лучевого распыления мишени состава  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  на подложке из полированного кремния при различном составе рабочего газа

Результаты измерений емкости и тангенса угла диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta$  полученных конденсаторных структур и вычисленные значения диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  представлены в таблице 2. Измерения проводились на частотах 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000 кГц. Видно, что с ростом частоты емкость пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  уменьшается во всем интервале напряжения смещения.

Таблица 2 – Параметры полученной конденсаторной структуры при различном соотношении газов аргона и кислорода

Частота, кГц	Емкость, пФ			Тангенс угла диэлектрических потерь, $\text{tg}\delta$			Диэлектрическая проницаемость, $\epsilon$		
	концентрация газов			концентрация газов			концентрация газов		
	100 % Ar	50 % Ar и 50 % O <sub>2</sub>	100 % O <sub>2</sub>	100 % Ar	50 % Ar и 50 % O <sub>2</sub>	100 % O <sub>2</sub>	100 % Ar	50 % Ar и 50 % O <sub>2</sub>	100 % O <sub>2</sub>
10	47,3	49,5	42,2	0,051	0,444	0,249	5,62	6,06	5,31
20	46,6	55,5	38,9	0,037	0,278	0,115	5,55	6,79	4,90
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
50	45,9	51,4	40	0,029	0,091	0,039	5,47	6,29	5,03
100	45,4	49,6	38,9	0,029	0,087	0,042	5,40	6,08	4,89
200	44,9	49,7	39,1	0,019	0,035	0,012	5,34	6,09	4,92
500	45,5	50,7	40,1	0,016	0,019	0,010	5,42	6,21	5,05
1000	48,5	54	42,7	0,037	0,039	0,037	5,78	6,61	5,37

Значения диэлектрической проницаемости ( $\epsilon$ ) и тангенса угла диэлектрических потерь ( $\text{tg}\delta$ ), измеренные в диапазоне 10 кГц – 1 МГц, изменяются следующим образом: при концентрации распыленного газа аргона 100 %  $\epsilon$  изменяется от 5,34 до 5,78,  $\text{tg}\delta$  – от 0,051 до 0,016, при концентрации распыленного газа (аргона 50 % и кислорода 50 %) изменение диэлектрической проницаемости происходит в диапазоне 6,06–6,79,  $\text{tg}\delta$  – от 0,444 до 0,019, а при концентрации распыленного газа кислорода 100 % изменение  $\epsilon$  составляет 4,89–5,37,  $\text{tg}\delta$  – от 0,249 до 0,010. Полученные частотные зависимости диэлектрической проницаемости пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  показывают снижение диэлектрической проницаемости в интервале 10 кГц – 1 МГц. Обнаружено, что при толщине пленки  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  менее 100 нм тонкопленочный конденсатор не всегда формируется, что, предположительно, вызвано шунтированием структуры. При этом максимум достигается при нанесении пленок в среде смеси газов (50 % Ar и 50 % O<sub>2</sub>).

Исследование оптических свойств полученных пленок (рисунок 6), показывает, что оптическая плотность зависит от условий формирования пленки. Максимум пропускания в области 350–450 нм соответствует пленкам, полученным в среде 50 % Ar и 50 % O<sub>2</sub>, при этом в области 550–650 нм максимальное поглощение соответствует среде 100 % Ar. Это может свидетельствовать о том, что в инертной среде в пленке формируется большая концентрация глобулярного CuO сфероидальной формы, а также возможно восстановление оксида меди до Cu<sup>+</sup> и, вероятно, до Cu<sup>0</sup>, о чем свидетельствует изменение  $\epsilon$  и  $\text{tg}\delta$ . При повышении концентрации кислорода в области 550–650 нм поглощение значительно снижается, а кривая выравнивается, указывая на «размазанный» характер распределения оксида меди по поверхности глобул матрицы SiO<sub>2</sub>. Более оптически плотная структура пленок формируется при нанесении в среде кислорода, что подтверждается данными спектральной зависимости квадрата коэффициента поглощения пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$ , нанесенных при различном содержания кислорода в смеси газов Ar/O<sub>2</sub> (рисунок 7).

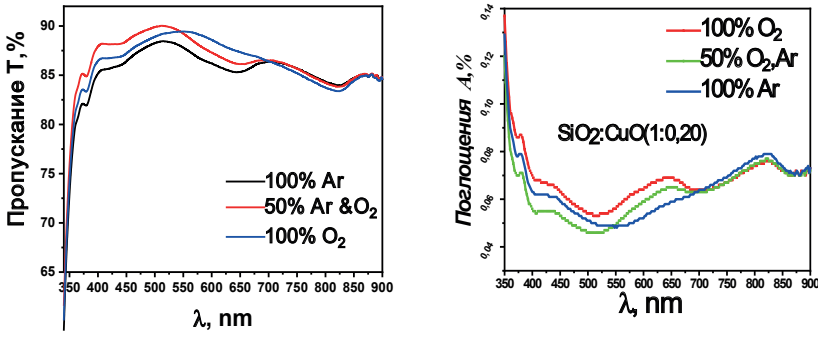


Рисунок 6 – Спектры оптического пропускания (а) и поглощения (б) пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$ , нанесенных при различном содержании кислорода в смеси газов  $\text{Ar}/\text{O}_2$

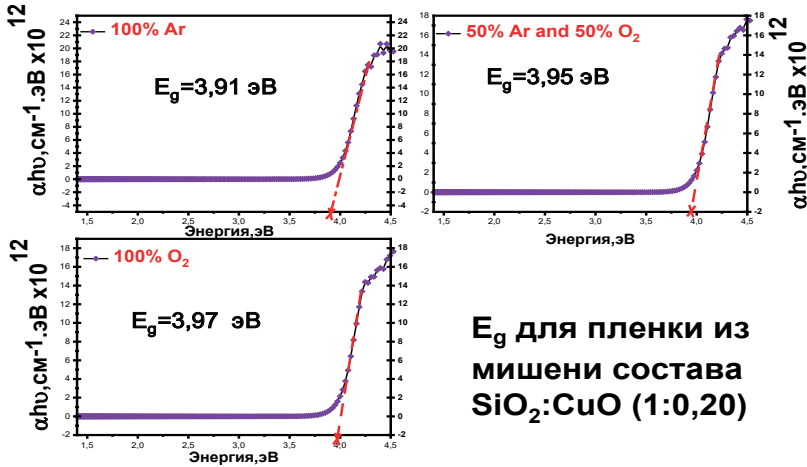


Рисунок 7 – Спектральные зависимости квадрата коэффициента поглощения пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$ , нанесенных при различном содержании кислорода в смеси газов  $\text{Ar}/\text{O}_2$

Ширина запрещенной зоны определялась по краю собственного поглощения пленок [10]. Для случая прямых межзонных переходов зависимость между коэффициентом поглощения  $\alpha$  и энергией фотонов  $E$  описывается уравнением

$$\alpha(E) = A\sqrt{E - E_g}, \quad (2)$$

где  $A$  – константа, не зависящая от частоты,  $E_g$  – ширина запрещенной зоны. В идеальном случае при графическом представлении результатов в шкале  $\alpha^2(E)$  экспериментальные точки должны ложиться на прямую с наклоном  $A^2$ , причем при  $\alpha = 0$  эта линия пересекает ось  $E$  в точке  $E = E_g$  (рисунок 7). Установлено, что оптическая ширина запрещенной зоны тонких пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  изменялась от 3,909 до 3,972 эВ при увеличении содержания кислорода в смеси газов  $\text{Ar}/\text{O}_2$ . Расширение запрещенной зоны при увеличении концентрации кислорода в процессе нанесения может быть связано с увеличением концентрации носителей заряда и сдвигом Бурштейна–Мосса [11]. Этот факт также говорит в пользу возможного восстановления оксида меди до  $\text{Cu}^+$  и, вероятно, до  $\text{Cu}^0$ .

**Заключение.** Проведены исследования структурных и оптических свойств тонких пленок (толщиной  $\sim 100$  нм), сформированных ионно-лучевым распылением мишеней



на основе микропорошков пирогенного кремнезема, содержащих соединения меди. Морфология поверхности пленки в целом показывает интегральную однородность и фактически не зависит от состава газовой среды, при этом наблюдается некоторая «зернистость» поверхности покрытия, что характерно для распыления пористых мишеней, состоящих из агломератов или доменных структур. Полученные частотные зависимости диэлектрической проницаемости пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  показывают снижение диэлектрической проницаемости в интервале 10 кГц – 1 МГц. Обнаружено, что при толщине пленки  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  менее 100 нм тонкопленочный конденсатор не всегда формируется. Основываясь на анализе оптических параметров полученных пленок в зависимости от среды распыления, высказано предположение, что в инертной среде в пленке формируется большая концентрация глобулярного  $\text{CuO}$  сфероидальной формы, а также возможно восстановление оксида меди до  $\text{Cu}^+$  и, вероятно, до  $\text{Cu}^0$ , о чем свидетельствует изменение  $\epsilon$  и  $\text{tg}\delta$ , а также увеличение оптической ширины запрещенной зоны тонких пленок  $\text{SiO}_2:\text{CuO}$  от 3,909 до 3,972 эВ при увеличении содержания кислорода в газовой смеси  $\text{Ar}/\text{O}_2$ .

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ping, Z. A combined experimental-computational study on nitrogen doped  $\text{Cu}_2\text{O}$  as the wide-spectrum absorption material / Z. Ping [et al.] // *J. Semicond.* – 2014. – Vol. 35, issue 10. – P. 103001 (5 pages).
2. Tenkyong, T. Investigation of sol-gel processed  $\text{CuO}/\text{SiO}_2$  nanocomposite as a potential photoanode material / T. Tenkyong [et al.] // *Materials Science-Poland.* – 2015. – Vol. 33, issue 4. – P. 826–834.
3. Шаповалов, В. И. Нанопорошки и пленки оксида титана для фотокатализа : обзор / В. И. Шаповалов // *Физика и химия стекла.* – 2010. – Т. 36, № 2. – С. 148–193.
4. Оленин, А. Ю. Химическое модифицирование поверхности наночастиц серебра. Получение частиц-янусов / А. Ю. Оленин, Т. Р. Низамов, Г. В. Лисичкин // *Российские нанотехнологии.* – 2014. – Т. 9, – № 9–10. – С. 19–24.
5. Pshenova, A. Porous glasses with silver nanoparticles as the sensitive material for sensors to measure the index of refraction of analytes / A. Pshenova, D. Klyukin, A. Sidorov, O. Andreeva // *Journal of Optical technology.* – 2016. – Vol. 83, issue 7. – P. 438–440.
6. Вилья, Н. Формирование пленок оксида титана методом реактивного магнетронного распыления / Н. Вилья, Д. А. Голосов, Т. Д. Нгуен // *Доклады БГУИР.* – 2019. – № 5 (123). – С. 87–93.
7. Алексеенко, А. А. Синтез и свойства ксерогелей состава  $\text{SiO}_2:\text{Cu}^0$ , предназначенных для применения в биомедицинских исследованиях / А. А. Алексеенко, М. Ф. С. Х. Аль-Камали, О. А. Титенков // *Вестник ГГТУ им. П. О. Сухого.* – 2020. – № 3–4. – С. 40–47.
8. Аль-Камали, М. Ф. С. Х. Структурообразование  $\text{SiO}_2$ -ксерогелей, содержащих соединения меди различного фазового состава / М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Алексеенко, О. А. Титенков // *Проблемы физики, математики и техники.* – 2020. – № 3 (44). – С. 7–12.
9. Подденежный, Е. Н. Золь-гель синтез оптического кварцевого стекла : монография / Е. Н. Подденежный, А. А. Бойко. – Гомель : ГГТУ им. П. О. Сухого, 2002. – 210 с.
10. Садовников, С. И. Структура и оптические свойства нанокристаллических пленок сульфида свинца / С. И. Садовников, Н. С. Кожевникова, А. А. Ремпель // *Физика и техника полупроводников.* – 2010. – Т. 44, № 10. – С. 1394–1400.
11. Достанко, А. П. Электрические и оптические свойства пленок оксида цинка, нанесенных методом ионно-лучевого распыления оксидной мишени / А. П. Достанко [и др.] // *Физика и техника полупроводников.* – 2014. – Т. 48, вып. 9. – С. 1274–1279.

Поступила в редакцию 15.04.2022.

“Vesnik of Yanka Kupala State University of Grodno. Series 6. Engineering Science”

Vol. 12, No. 2, 2022, pp. 14–23

doi.org/10.52275/2223-5396-2022-12-2-14-23

© Yanka Kupala State University of Grodno, 2022

### Formation of composite coatings by ion-beam spraying of targets based on pyrogenic silica micro-powders containing copper compounds

M. F. S. H. Al-Kamali <sup>1</sup>, A. A. Boiko <sup>2</sup>, D. A. Golosov <sup>3</sup>, T. Kh. Doane <sup>4</sup>, A. M. Mikhalko <sup>5</sup>

<sup>1</sup> *Sukhoi State Technical University of Gomel (Belarus)*

Octiabria Ave., 48, 246029, Gomel, Belarus; e-mail: marwan.ye2@gmail.com

<sup>2</sup> *Sukhoi State Technical University of Gomel (Belarus) (Belarus)*

Octiabria Ave., 48, 246029, Gomel, Belarus; e-mail: boiko@gstu.by

<sup>3</sup> Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (Belarus)  
P. Brovki St., 6, 220072, Minsk, Belarus; e-mail: dmgoosov@gmail.com

<sup>4</sup> Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (Belarus)  
P. Brovki St., 6, 220072, Minsk, Belarus; e-mail: thehoang1979@gmail.com

<sup>5</sup> Francisk Skorina Gomel State University (Belarus)  
Sovetskaya St., 102, 246003, Minsk, Belarus; e-mail: michalko.97@mail.ru

**Abstract.** In the introduction, the object of research is indicated – thin films obtained by ion-beam spraying of targets based on pyrogenic silica micro-powders containing copper compounds. The aim of the research is to study the behavior of copper ions during the formation of thin films by ion beam sputtering of a SiO<sub>2</sub>:CuO target in an Ar/O<sub>2</sub> mixture of gases. The main part presents the results of a study of the structural and optical properties of thin films (~ 100 nm thick) formed by ion beam spraying of targets based on pyrogenic silica micro-powders containing copper compounds. The morphology of the film surface as a whole shows integral homogeneity and in fact does not depend on the composition of the gas medium, while there is some “granularity” of the coating surface, which is typical for spraying porous targets consisting of agglomerates or domain structures. The obtained frequency dependences of the dielectric constant of SiO<sub>2</sub>:CuO films showed a decrease in the dielectric constant in the range of 10 kHz – 1 MHz. It was found that when the SiO<sub>2</sub>:CuO film thickness is less than 100 nm, a thin-film capacitor is not always formed. Based on the analysis of the optical parameters of film accumulation depending on the sputtering medium, it was suggested that in an inert medium a large absorption of globular spheroidal CuO is formed in the film, and copper oxide can also be reduced to Cu<sup>+</sup> and possibly to Cu<sup>0</sup>. It is indicated by the change in  $\epsilon$  and  $\text{tg}\delta$ , as well as an increase in the optical prohibited gap of SiO<sub>2</sub>:CuO thin films from 3.91 to 3.97 eV with an increase in the oxygen content in the Ar/O<sub>2</sub> gas mixture. The resulting films can be used as active media in solar cells, sensors and other devices.

**Keywords:** sol-gel method, SiO<sub>2</sub>:CuO target, thin film, nanoparticle, ion beam sputtering, electrical properties, optical parameters.

## References

1. Ping Z. [et al.]. Combined experimental-computational study on nitrogen doped Cu<sub>2</sub>O as the wide-spectrum absorption material. *J. Semicond.*, 2014, vol. 35, issue 10, p. 103001 (5 pages).
2. Tenkyong T. [et al.]. Investigation of sol-gel processed CuO/SiO<sub>2</sub> nanocomposite as a potential photoanode material. *Materials Science-Poland*, 2015, vol. 33, issue 4, pp. 826-834.
3. Shapovalov V. I. Titanium oxide nanopowders and films for photocatalysis [*Nanoporoshki i plenki oksida titana dlia fotokataliza : obzor*]. *Physics and chemistry of glass*, 2010, vol. 36, No. 2, pp. 148-193.
4. Olenin A. Yu., Nizamov T. R., Lisichkin G. V. Chemical modification of silver nanoparticles. Janus particle production [*Khimicheskoe modifitsirovanie poverkhnosti nanochastits serebra. Poluchenie chastits-ianusov*]. *Russian Nanotechnologies*, 2014, vol. 9, No. 9-10, pp. 19-24.
5. Pshenova A. [et al.]. Porous glasses with silver nanoparticles as the sensitive material for sensors to measure the index of refraction of analytes. *Journal of Optical technology*, 2016, vol. 83, issue 7 pp. 438-440.
6. Villa N., Golosov D. A., Nguyen T. D. Formation of titanium oxide thin films by reactive magnetron sputtering [*Formirovanie plenok oksida titana metodom reaktivnogo magnetronnogo raspilyeniia*]. *Doklady BGUIR*, 2019, No. 5 (123), pp. 87-93.
7. Alekseenko A. A., Al-Kamali M. F. S. H., Titenkov O. A. Synthesis and properties of xerogels of composition SiO<sub>2</sub>:Cu<sup>0</sup>, intended for application in biomedical research [*Titenkov Sintez i svoistva kserogelei sostava SiO<sub>2</sub>:Cu<sup>0</sup>, prednaznachemykh dlia primeneniia v biomeditsinskikh issledovaniiaakh*]. *Bulletin of GGTU named after P. O. Sukhoi: scientific and practical journal*, 2020, No. 3-4, pp. 40-47.
8. Al-Kamali M. F. S. H. Alekseenko A. A., Titenkov O. A. Structure formation of SiO<sub>2</sub>-xerogels containing copper compounds of different phase composition [*Strukturoobrazovanie SiO<sub>2</sub>-kserogelei, soderzhashchikh soedineniia medi razlichnogo fazovogo sostava*]. *Scientific and technical journal “problems of physics, mathematics and technics”*, 2020, No. 3 (44), pp. 7-12.
9. Poddenezhny E. N., Boiko A. A. Sol-gel synthesis of optical quartz glass [*Zol'-gel' sintez opticheskogo kvartzevogo stekla: monografiia*]. Gomel, 2002, 210 p.
10. Sadvnikov S. I., Kozhevnikova N. S., Rempel A. A. Structure and optical properties of nanocrystalline lead sulfide films [*Struktura i opticheskie svoistva nanokristallicheskikh plenok sul'fida svintsia*]. *Physics and technology of semiconductors*, 2010, vol. 44, No. 10, pp. 1394-1400.
11. Dostanko A. P. [et al.]. Electrical and optical properties of zinc oxide films deposited by ion-beam sputtering of an oxide target [*Elektricheskie i opticheskie svoistva plenok oksida tsinka, nanosenykh metodom ionno-luchevogo raspilyeniia oksidnoi misheni*]. *Physics and technology of semiconductors*, 2014, vol. 48, No. 9, pp. 1274-1279.

---

\*Работа выполнена в рамках задания 2.2.6 ГПНИ «Конвергенция-2025» (подпрограмма «Микромир, плазма и Вселенная»), финансируемого из средств республиканского бюджета по государственным программам научных исследований на 2021–2025 гг. в Республике Беларусь.