

**МОРФОЛОГИЯ Ti, V ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ТЫЛЬНЫХ КОНТАКТОВ БИОСЕНСОРОВ**Барайшук С.М.<sup>1</sup>, Голосов Д.А.<sup>2</sup>, Шевченко А.А.<sup>1</sup>, Мельникова Г.Б.<sup>3</sup><sup>1</sup> Белорусский государственный аграрный технический университет,  
220023, пр. Независимости 99, Минск, Беларусь<sup>2</sup> Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
220013, ул. Петруся Бровки 6, Минск, Беларусь<sup>3</sup> Белорусский государственный педагогический университет имени Максима Танка,  
220030, ул. Советская, 18, Минск, Беларусь  
e-mail: bear\_s@rambler.ru

**Аннотация.** Целью работы являлось исследование влияния наличия тыльного проводящего слоя полученного магнетронным распылением Ti, а так же параметров процесса нанесения и последующего отжига на свойства топографии и структуру поверхности пленок оксида ванадия VO<sub>x</sub>, осажденных методом реактивного магнетронного распыления V мишени в Ar/O<sub>2</sub> смеси газов. Установлено, что после нанесения пленки имеют аморфную структуру. Процессы кристаллизации наблюдаются при температурах более 300 °С. И качественно схожи для пленок оксида ванадия VO<sub>x</sub> осажденных на структуры Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Si, Ti/Si и Ti/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Si, что позволяет использовать предварительное нанесение Ti, для формирования тыльных контактов сенсорных элементов без изменения основных характеристик их поверхности. Проведенные, методом атомно-силовой микроскопии, исследования параметров получаемых покрытий показывает, что средняя арифметическая шероховатость остается низкой а структура поверхности качественно согласовывается с оптической и сканирующей электронной микроскопией. Показано, что в результате отжига пленок в атмосфере кислорода при температурах 400 °С формируются покрытия по структуре и шероховатости идентичные и не зависящие от состава подложки, что показывает принципиальную возможность получения пленок с управляемыми сенсорными свойствами и указывает на возможность использования данных пленок в качестве термочувствительных слоев микроболометров.

**Ключевые слова:** сенсоры, тонкие пленки, топография поверхности, магнетронное распыление, тыльные контакты

**Введение.** В настоящее время интенсивно развивается индустрия сенсорики и сенсорные технологии, проводится разработка и исследование материалов и технологий, позволяющих выполнять интеграцию сенсорных структур с микроэлектронными и микромеханическими системами на физическом уровне, позволяющем реализовать такое решение с применением существующих или перспективных промышленных технологий. Разработка сенсорных структур одно из ведущих направлений в создании новейших технологий мониторинга и диагностики биологических, природных, медицинских объектов и глобальных систем [1-3].

В частности в работе [4] авторами показана принципиальная возможность использования тонкопленочных покрытий на основе различных металлов полученных методом осаждения покрытий в условиях ассистирования собственными ионами. При этом показано, что в состав таких покрытий входят оксиды металла, и возможно управление топографией и составом покрытий получаемых таким методом. В работе [5] проведены исследования электрофизических характеристик пленок оксида ванадия, нанесенных методом реактивного магнетронного распыления ванадиевой мишени, показано, что при концентрации кислорода в Ar/O<sub>2</sub> смеси рабочих газов 17–25 % без нагрева подложек получены пленки оксида ванадия характеристиками, которые позволяют использовать данные пленки в качестве термочувствительных слоев микроболометров.

**Методика получения покрытий и их исследования.** Пленки оксида ванадия наносились методом импульсного реактивного магнетронного распыления V мишени (чистота 99,96 %) в среде Ar/O<sub>2</sub> рабочих газов. Схема установки магнетронного нанесения и методика проведения экспериментов по нанесению пленок описана в работе [5]. Пленки наносились на структуры Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Si, Ti/Si и Ti/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Si при следующих условиях: ток разряда It = 1,5 А, потоки аргона и кислорода QAr = 50 мл/мин, QO<sub>2</sub> = 10 мл/мин, время нанесения 6 мин 40 с. При этом напряжение разряда составляло Ut = 525 В. Толщина нанесенных пленок составляла порядка 150 нм. Для формирования кристаллической структуры нанесенные пленки подвергались отжигу в атмосфере кислорода на установке ИК нагрева. Температура отжига изменялась от 100 до 450 °С. Время отжига варьировалось от 10 до 120 мин. Изображения поверхности пленки получены с помощью оптического микроскопа Micro 200. Атомно-силовые изображения поверхности и данные по топографии получены методом атомно-силовой микроскопии (NT 206 (Microtestmachines Co., Беларусь) в контактном режиме.

**Результаты и их обсуждение.** Оптическая микроскопия показывает, что внешне поверхность полученных пленок зависит от времени и температуры отжига, в частности наиболее наглядно меняется поверхность пленок VO. На рисунке 1 представлены оптические изображения поверхности пленок, отожженных при температуре 400 °С и времени отжига от 10 до 120 мин. При малом времени отжига (10 мин, рис. 1 а) на поверхности пленки визуально определяются пятна, что, по видимому связано с формированием областей, в которых оксид ванадия находится в различных оксидных состояниях.

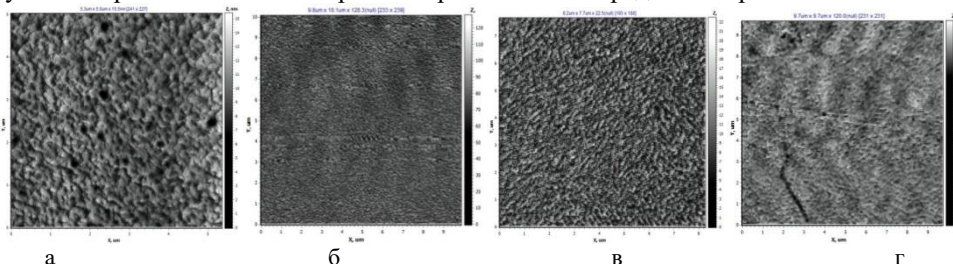
Кроме того, на поверхности пленки формируются округлые кристаллиты, которые визуально имеют выпуклую форму. Эти кристаллиты при продолжении отжига более длительное время становятся центрами кристаллизации. При увеличении времени отжига начинается рост кристаллов в виде ветвей из центров

кристаллизации (рис.1 б) При времени отжига более 60 минут на поверхности образовывается сплошная поликристаллическая структура (рис. 1 в).



**Рисунок 1** – Оптическое изображение поверхности пленки оксида ванадия после отжига при  $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$  и различного времени отжига: а – 10 мин, б – 20 мин, в – 120 мин ( $\times 1000$  крат)

Изображения поверхности структур  $\text{VO}/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$  полученные методом атомно-силовой микроскопии представлены на рисунке 1. Для данных образцов перед получением сенсорного слоя оксида ванадия на поверхность структуры  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$ , предварительно, методом магнетронного распыления, наносился тыльный проводящий контакт Ti. После чего, формировалось покрытие  $\text{VO}_x$  из ванадиевой мишени (чистота 99,96 %) методом импульсного реактивного магнетронного распыления в среде  $\text{Ar}/\text{O}_2$  рабочих газов.



**Рисунок 2** – АСМ изображения поверхности структур  $\text{V}/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$  без отжига – (а), с отжигом при температуре  $200^{\circ}\text{C}$  – (б),  $300^{\circ}\text{C}$  – (в),  $400^{\circ}\text{C}$  – (г).

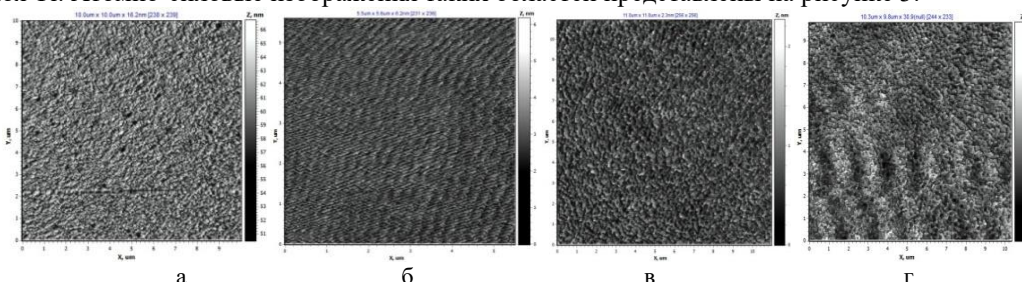
Атомно-силовые изображения поверхности пленок оксида ванадия, отожженных при различной температуре (время отжига  $t = 10$  мин) хорошо согласуются с представленными в работе [6] СЭМ изображением пленок. Непосредственно после нанесения пленки оксида ванадия обладали высокой сплошностью и низкой шероховатостью ( $0,6\text{ нм}$  по площадке  $100\text{ мкм}^2$ ) поверхности (рис. 2 а). При отжиге с температурой  $200^{\circ}\text{C}$  поверхность становилась более однородной, и шероховатость снижалась (табл. 1), однако отжиг при такой температуре по-видимому не приводит к формированию на поверхности зеренной структуры. Процессы кристаллизации отмечались при температурах 300 и  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  (рис. 2 в,г). При этом структура пленок становилась зернистой в виде ячеек кристаллитов размером до  $60\text{--}90\text{ нм}$ , что так же хорошо согласуется с данными приведенными в работе [6].

**Таблица 1** – Шероховатость поверхности получаемых структур

Температура отжига, $^{\circ}\text{C}$	Поверхность структуры			
	$\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$	$\text{V}/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$	$\text{V}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$	$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$
200	0,5	0,4	0,5	0,8
300	0,4	0,2	0,2	0,8
400	0,3	0,2	0,2	0,9
Без отжига	0,6	0,6	0,5	1,2

При увеличении температуры отжига размеры зерен увеличивались, что приводило к формированию на поверхности сплошной зернистой структуры с поперечным размером зерен  $50\text{--}90\text{ нм}$  и длиной  $140\text{--}180\text{ нм}$  (рис.2 в, г), однако шероховатость такой поверхности остается низкой, что связано с «деградацией» поверхностных структур. При этом на поверхности начинает идентифицироваться упорядоченное ориентирование таких зерен в масштабные кристаллиты, что, по-видимому, и дает в итоге оптическую картину представленную на рисунке 1 б, в.

Отдельно были исследованы области в которых покрытие  $\text{VO}_x$  осаждалось непосредственно на  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$ , без подслоя Ti. Атомно-силовые изображения таких областей представлены на рисунке 3.



**Рисунок 3** – АСМ изображения поверхности структур  $\text{V}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$ ; без отжига – (а), с отжигом при температуре  $200^{\circ}\text{C}$  – (б),  $300^{\circ}\text{C}$  – (в),  $400^{\circ}\text{C}$  – (г).

Как видно (рис. 3 а) на поверхности формируется аналогичное покрытие с визуально более мелкими структурными элементами имеющее сопоставимые параметры шероховатости. А в случае проведения отжига (рис. 3 б-г) структура поверхности становится качественно схожа с покрытиями осажденными на титановом подслое. Сколь либо значительная разница видна при температурах отжига 200 °С, при повышении температуры на поверхности образуются зерна с меньшим разбросом размеров; ширина в поперечнике 70–90 нм и длиной 160–200 нм (рис.3 г). Так же как и на рисунке 2 г просматривается формирование упорядоченного расположение зерен по поверхности.

Таким образом структура поверхности  $\text{VO}_x$  осажденных на  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$  с предварительным осаждением  $\text{Ti}$  тыльного электрода и без него оказались схожи, шероховатость таких покрытий при температуре отжига более 300 °С, крайне низка и составляет 0,2 нм по площадке 100  $\mu\text{m}^2$ , что позволяет говорить о их идентичных свойствах и указывает на возможность, аналогичную показанной в работе [7] использовать  $\text{Ti}$  покрытия для формирования тыльных контактов сенсорных элементов, а всю структуру  $\text{VO}/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$  в качестве термочувствительного элемента микроболометров

**Заключение.** Проведены исследования состава подложки и влияния температуры отжига в атмосфере кислорода на структуру и характеристики топографии пленок оксида ванадия. Показано, что процессы формирования зеренной структуры наблюдаются при температурах более 300 °С. В результате отжига пленок в атмосфере кислорода при температурах 400 °С формируются покрытия по структуре и шероховатости идентичные и не зависящие от состава подложки, что показывает принципиальную возможность получения пленок с управляемыми сенсорными свойствами и представляет направление использования данных пленок в качестве термочувствительных слоев микроболометров. Разработанные при этом системы могут найти применение при создании сенсорных микро-наносистем.

*Работа выполнена при поддержке Министерства образования Республики Беларусь № ГР 20211250*

#### **Список литературы / References:**

1. Балышева, О.Л. Разработка информационно-справочной системы компонентов на ПАВ /О.Л. Балышева, Ю.Г. Смирнов, Л.П. Коновалова // *Микросистемная техника*, №10, 2003. – с.6-9.
2. Злотопольский В. М. Сорбционно-частотные датчики и биосенсоры для контроля состава газов и жидких сред/В.М. Злотопольский, А.А.Родникова// *Авиакосмическая и экологическая медицина*.–2002.–Т.36.- №1.–С.5-11.
3. Особенности развития и внедрения медицинских биосенсоров в Российской Федерации / А.А. Балякин, А.С. Мальшев, М.В. Мамонов, С. Б. Тараненко // *Фундаментальные исследования*.2014. – № 9-7. – С. 1558-1562.
4. Tashlykov I. et al. Surface Properties of Me/Si Structures Prepared by Means of Self-Ion Assisted Deposition // *Acta Physica Polonica*, A. – 2014. – Т. 125. – №. 6.
5. Нгуен Т.Д., Занько А.И., Голосов Д.А., Завадский С.М., Мельников С.Н., Колос В.В. Электрофизические свойства пленок оксида ванадия, нанесенных методом реактивного магнетронного распыления. *Доклады БГУИР*. 2020; 18(6): 94-102.
6. Нгуен Т.Д., Занько А.И., Голосов Д.А. и др. Влияние отжига на структурно-фазовые и электрофизические свойства пленок оксида ванадия. *Доклады БГУИР*. 2021;19(3):22-30.
7. Вертель М., Барайшук С. Исследование морфологии подложек для сенсоров оптического излучения полученных нанесением  $\text{Ti}$  покрытий методом магнетронного распыления на сталь *Матер. науч.-практ. конф. «Энергосбережение – важнейшее условие инновационного развития АПК»*. Минск, 2021. с.341–343.

#### **MORPHOLOGY OF Ti, V COATINGS FOR REAR CONTACTS OF BIOSENSORS**

Baraishuk S.M.<sup>1</sup>, Golosov D.A.<sup>2</sup>, Shevchenok A.A.<sup>1</sup>, Melnikova G.B.<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Belarusian state agrarian technical university,  
220023, Nesavisimosti av. 99, Minsk, Belarus

<sup>2</sup> Belarusian state university of informatics and radioelectronics,  
220013, P. Brovki Str. 6, Minsk, Belarus

<sup>3</sup> Belarusian state pedagogical university named after Maxim Tank,  
220030, Sovetskaya Str, 18, Minsk, Belarus  
e-mail: bear\_s@rambler.ru

**Abstract.** The aim of this work was to study the effect of the presence of a rear conducting layer obtained by magnetron sputtering of  $\text{Ti}$ , as well as the parameters of the deposition process and subsequent annealing, on the topographic properties and surface structure of vanadium oxide  $\text{VO}_x$  films deposited by reactive magnetron sputtering of a V-target in an  $\text{Ar}/\text{O}_2$  gas mixture. It is established that after deposition the films have an amorphous structure. Crystallization processes are observed at temperatures above 300 °С. And they are qualitatively similar for vanadium oxide  $\text{VO}_x$  films deposited on  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$ ,  $\text{Ti}/\text{Si}$ , and  $\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}$  structures, which makes it possible to use pre-spraying of  $\text{Ti}$  to form rear contacts of sensor elements without changing the main characteristics of their surface. Conducted by the method of atomic force microscopy, studies of the parameters of the obtained coatings show that the arithmetic mean roughness remains low and the surface structure is qualitatively consistent with optical and scanning electron microscopy. It is shown that, as a result of film annealing in an oxygen atmosphere at temperatures of 400 °С, coatings are formed that are identical in structure and roughness and do not depend on the composition of the substrate, which shows the fundamental possibility of obtaining a film with controllable sensory properties and indicates the possibility of using these films as heat-sensitive films. layers. microbolometers.

**Key word.** sensors, thin films, surface topography, magnetron sputtering, rear contact