

УДК 539.23

DOI: 10.34824/VKNIIRAN.2023.15.4.12

## ФОРМИРОВАНИЕ ПЛЕНОК BSN НА ПОДЛОЖКАХ MgO(001) В ЁМКОСТНОМ ВЫСОКОЧАСТОТНОМ РАЗРЯДЕ

© Ковтун А.П. (a), Умхаева З.С. (b), Алиев И.М. (c, d)

(a) Федеральный исследовательский центр ЮНЦ РАН, лаборатория наноразмерных активных сред и материалов, старший научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, kovtun.ap@mail.ru, Ростов-на-Дону

(b) Комплексный научно-исследовательский институт им. Х.И. Ибрагимова РАН, Грозный, отдел материаловедения заведующая отделом, доктор физико-математических наук, zargan.umhaeva@yandex.ru, Грозный

(c) Комплексный научно-исследовательский институт им. Х.И. Ибрагимова РАН, отдел материаловедения, старший научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, ialiew@mail.ru, Грозный

(d) Чеченский государственный университет им. А.А. Кадырова, доцент кафедры физическая электроника, кандидат физико-математических наук, ialiew@mail.ru, Грозный

**Аннотация.** В работе представлены результаты получения и исследования мишени  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Nb_2O_6$ , используемой для напыления пленок BSN на подложку MgO(001). Мишени  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Nb_2O_6$  были получены методом твердофазного синтеза при оптимальных температурах 1250°C и последующего спекания при 1375-1400°C. Напыление пленок BSN на подложки MgO(001) проводилось методом емкостного ВЧ-разряда в кислороде при давлении 0.5 торр, мощности 140-190 Вт и температуре подложки 450-750°C. Рентгеноструктурный анализ показал формирование текстурированной структуры BSN(001) на подложке уже после 2-3 мин напыления. Определена зависимость параметра решетки с пленок BSN от времени напыления. После 15 мин параметры близки к объемному материалу.

**Ключевые слова:** сегнетоэлектрики, керамика, пленки, подложка, рентгенограммы, ниобат барий стронция.

## FORMATION OF BSN FILMS ON MgO (001) SUBSTRATES IN CAPACITIVE HIGH-FREQUENCY DISCHARGE

© Kovtun Anatoly Pavlovich (a), Umkhaeva Zargan Saipudinovna (b), Aliev Islam Magomedovich (c, d)

(a) Federal Research Center SSC RAS, Russian Federation, Rostov-on-Don, laboratory of nano-sized active media and materials, senior scientist, candidate of physical and mathematical sciences, kovtun.ap@mail.ru

(b) Kh. Ibragimov Complex Institute of Russian Academy of Sciences, Grozny, Department of Materials Science, Head of Department, Associate Professor, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, zargan.umhaeva@yandex.ru

(c) Kh. Ibragimov Complex Institute of Russian Academy of Sciences, Grozny; Department of Materials Science, Senior Researcher, Candidate of Physical and Mathematical Sciences.

(d) Chechen State University named after. A.A. Kadyrov, Grozny; Associate Professor of the Department of Physical Electronics, Candidate of Physical and Mathematical Sciences, ialiew@mail.ru

**Abstract.** The paper presents the results of obtaining and studying the  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Nb_2O_6$  target used for sputtering BSN films onto a MgO(001) substrate.  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Nb_2O_6$  targets were obtained by solid-phase synthesis at optimal temperatures of 1250°C and subsequent sintering at 1375-1400°C. Sputtering of BSN films onto MgO(001) substrates was carried out using a capacitive RF discharge method in oxygen at a pressure of 0.5 Torr, a power of 140–190 W, and a substrate temperature of 450–750°C. X-ray diffraction analysis showed the formation of a textured BSN(001) structure on the substrate after 2-3 minutes of deposition. The dependence of the lattice parameter  $c$  of BSN films on the deposition time was determined. After 15 min, the parameters are close to the bulk material.

**Key words:** ferroelectrics, ceramics, films, substrate, X-ray diffraction patterns, barium strontium niobate.

## ВВЕДЕНИЕ

Ниобат бария-стронция ( $BaSrNbO$ ) представляет собой сегнетоэлектрический оксид со структурой перовскита. В последние годы значительный интерес проявляется к исследованию тонких пленок этого материала, обладающих уникальным комплексом физических свойств. Пленки  $BaSrNbO$  могут быть получены различными методами, такими как магнетронное RF-распыление, лазерная абляция, золь-гель технология и др. Оптимальные структурные характеристики демонстрируют эпитаксиальные пленки, выращенные на подложках с кубической или тетрагональной структурой, таких как MgO,  $SrTiO_3$ ,  $NdGaO_3$ .

Пленки BSN обладают высоким структурным совершенством и кристаллизуются в перовскитовой структуре. При этом наблюдается тетрагональное искажение элементарной ячейки, обусловленное смещением ионов ниобия. Такие структурные особенности определяют проявление сегнетоэлектрических свойств в пленках.

Синтез керамики BSN-50 [1,2] проводился двукратным твердофазным синтезом при температурах 1200-1350°C. Установлено, что оптимальная температура синтеза составляет 1250°C.

Из полученной керамики BSN-50 были изготовлены мишени диаметром 50 мм для напыления пленок. Оптимальная температура спекания мишеней составила 1375-1400°C.



**Рисунок 1. Фотография крупногабаритного образца (Ø 50 мм х 3 мм) – «мишени» состава  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Nb_2O_6$**

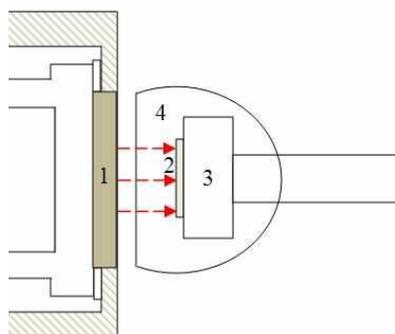
Измерения диэлектрических характеристик керамики BSN-50, проведенные нами, показали, что полученные мишени обладают следующими характеристиками:

- Петли диэлектрического гистерезиса имеют вытянутую форму, остаточная поляризация  $\sim 0.024$  Кл/м<sup>2</sup>, коэрцитивное поле  $\sim 7.2 \cdot 10^5$  В/м.
- При комнатной температуре диэлектрическая проницаемость  $\epsilon \sim 900$ ,  $\text{tg}\delta \sim 0.05$  на частоте  $10^4$  Гц.
- Наблюдается максимум диэлектрической проницаемости  $\epsilon(T)$  и тангенса угла потерь  $\text{tg}\delta(T)$  в области фазового перехода  $90-110^\circ\text{C}$ .
- BSN-50 демонстрирует поведение, типичное для сегнетоэлектриков с размытым фазовым переходом из сегнетоэлектрической в параэлектрическую фазу.

Полученные характеристики являются оптимальными для керамических мишеней BSN-50 для напыления сегнетоэлектрических пленок.

Получение временной серии пленок BSN на MgO(001) проводилось методом емкостного ВЧ-разряда с использованием мишеней BSN-50.

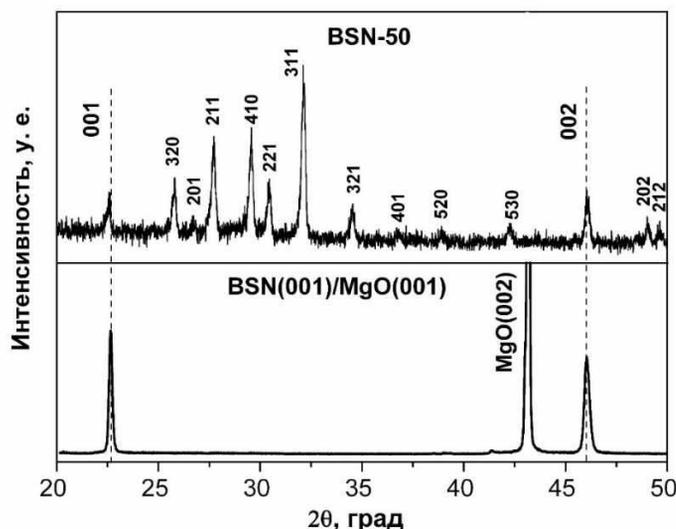
В методе напыления пленок в емкостном высокочастотном разряде (ЕВЧР) (рис. 2) мишень лежит на катоде разряда, вторым электродом разряда является разрядная камера. Подложка помещается в зону свечения разряда и располагается вблизи мишени, подвергается тепловому воздействию пучковой компоненты электронов в разряде. Разряд зажигается в кислороде при давлении  $P \sim 0.5$  торр. Керамическая мишень диаметром около  $d = 50$  мм приклеивается специальным клеем к катоду, расстояние от мишени до подложки  $r = 12$  мм. При мощности ВЧ разряда в диапазоне  $W = 140 \dots 200$  Вт происходит интенсивное распыление мишени - часть мишени превращается в пылевую компоненту разряда.



**Рисунок 2. Схема напыления пленок в емкостном высокочастотном разряде.**

мишень-(1), подложка-(2), держатель подложки-(3), отрицательное свечение-(4), красными стрелками указано пучок электронов, которые разогревают подложку при включенном разряде

На рисунке 3 приведены рентгенограммы мишени (вверху) и типичные рентгенограммы пленок BSN(001) на MgO(001).

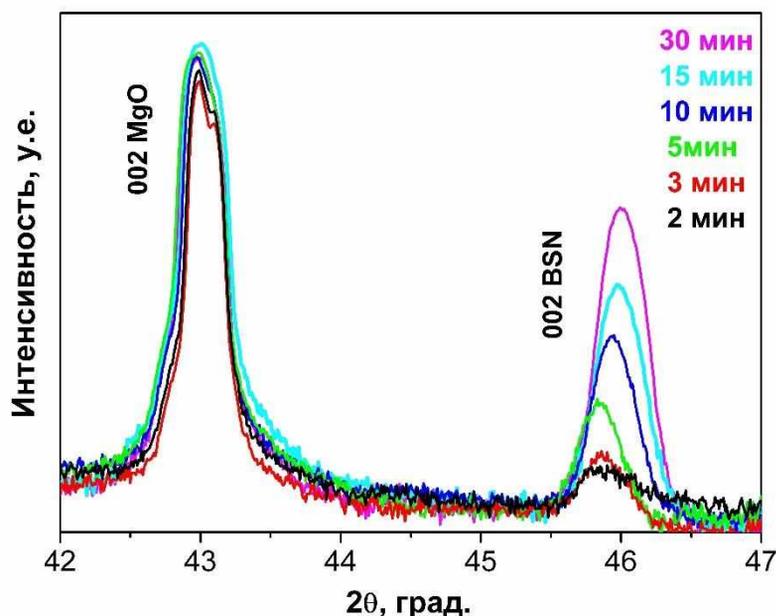


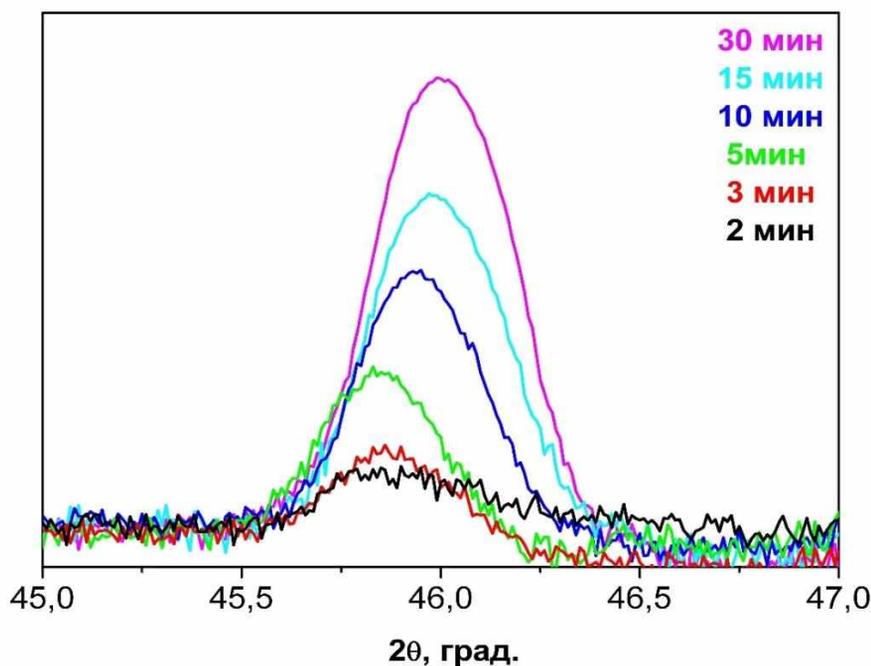
**Рисунок. 3 - Рентгенограммы мишени состава BSN 50-вверху и пленки на подложке MgO(001) - внизу**

На рентгенограмме видно (рис. 3), что методом напыления по схеме ЕВЧР можно получить пленки BSN, которые согласно нашим данным, удовлетворяют всем условиям, предъявляемым к высоко текстурированным пленкам, сформулированным ранее в работах [3-5].

Также была получена серия пленок BSN с временем осаждения от 1 до 30 минут.

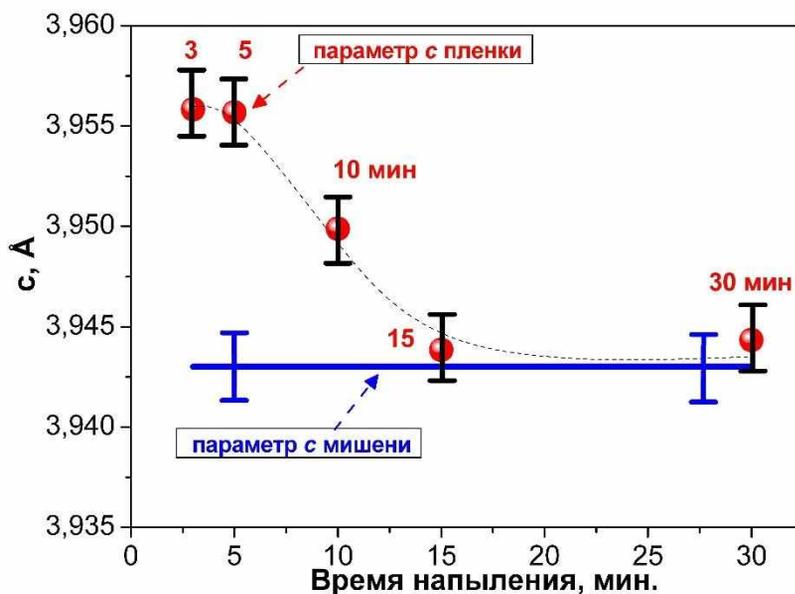
Рентгеновская дифракция показала формирование текстурированной структуры BSN(001) на подложке уже после 2 минут роста.





**Рисунок 4 - Рентгенограмма интенсивности 002 рефлекса структуры BSN(001)/MgO(001) серий пленок - вверху и профиль 002 BSN рефлекса - внизу**

Было установлено смещение пика (002) BSN в зависимости от времени осаждения. После 15 минут параметр с пленки близок к объемному BSN. Таким образом, получена серия текстурированных пленок BSN различной толщины на MgO(001) для дальнейшего исследования.



**Рис.5 Определение зависимости параметра решетки с пленок BSN от времени напыления.**

По значению угла  $2\theta$  максимума пика из рефлекса можно определить расстояние между атомными плоскостями — это расстояние соответствует  $c$  параметра кристаллической решетки ниобата барий стронция. Рентгеноструктурный анализ показал формирование текстурированной структуры BSN(001) на подложке уже после 2-3 мин напыления.

Определена зависимость параметра решетки с пленок BSN от времени напыления. После 15 мин параметры близки к объемному материалу.

### ВЫВОДЫ

Таким образом, методика синтеза керамик  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Nb_2O_6$  методом твердофазного синтеза с последующим спеканием при указанных условиях синтеза позволяет получать мишени с оптимальными свойствами для напыления пленок. Нами разработана методика напыления пленок BSN методом емкостного ВЧ-разряда. Получен ряд пленок BSN различной толщины на подложках MgO(001). Проведен рентгеноструктурный анализ пленок, показавший формирование текстурированной структуры BSN(001) на подложке. Выполнен анализ параметра элементарной ячейки с пленок BSN в зависимости от времени осаждения. Показано, что после 15 мин осаждения структурные параметры пленок BSN близки к параметрам объемной керамики.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Абубакаров, А. Г. Оптимизация условий получения и свойства бинарной системы  $BaNb_2O_6 - SrNb_2O_6$  / А.Г. Абубакаров, И.А. Вербенко, А.В. Павленко, Г.Н. Толмачев, Л.А. Резниченко, Л.А. Шилкина, И.М. Алиев, С.Х. Алихаджиев. // Известия РАН. Серия. Физическая. – 2014. – Т. 78. – № 8. – С. 943-945.
2. Абубакаров, А. Г. Оптимизация условий получения и свойства керамик бинарной системы  $BaNb_2O_6 - SrNb_2O_6$  / А. Г. Абубакаров, И. А. Вербенко, А. В. Павленко [и др.] // Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2014. – Т. 78, № 8. – С. 943-950. – DOI 10.7868/S0367676514080043. – EDN SJDOGJ.
3. Мухортов В.М., Юзюк Ю.И. Гетероструктуры на основе наноразмерных сегнетоэлектрических пленок: получение, свойства и применение. Изд-во: ЮНЦ РАН. 2008. – 224 с.
4. Мухортов, В.М. Гетероэпитаксиальный рост пленок сложного оксида из самоорганизованной системы, образующейся в плазме газового разряда. / В.М. Мухортов, Ю.И.Головко, Г.Н.Толмачев, А.И.Машенко //ЖТФ. – 1999. – Т. 69. – В.12. – С. 87-91.
5. Мухортов, В.М. Механизм высокочастотного распыление сложных оксидов. / В.М.Мухортов, Г.Н.Толмачев, Ю.И.Головко, А.И.Машенко // ЖТФ. – 1998. – Т.68 – В.9. – С. 99-103

### REFERENCES

1. Abubakarov, A. G. Optimization of conditions for obtaining and properties of the binary system  $BaNb_2O_6 - SrNb_2O_6$  / A.G. Abubakarov, I.A. Verbenko, A.V. Pavlenko, G.N. Tolmachev, L.A. Reznichenko, L.A. Shilkina, I.M. Aliyev, S.H. Alikhajiev. // Izvestia of the Russian Academy of Sciences. Series. Physical. - 2014. – Vol. 78. – No. 8. – pp. 943-945.
2. Abubakarov, A. G. Optimization of production conditions and properties of ceramics of the  $BaNb_2O_6 - SrNb_2O_6$  binary system / A. G. Abubakarov, I. A. Verbenko, A.V. Pavlenko [et al.] // Izvestiya Rossiyskoy akademii nauk. The series is physical. - 2014. – Vol. 78, No. 8. – pp. 943-950. – DOI 10.7868/S0367676514080043. – EDN SJDOGJ.
3. Mukhortov V.M., Yuzyuk Yu.I. Heterostructures based on nanoscale ferroelectric films: preparation, properties and application. Publishing house: YUNTS RAS. 2008. – 224 p.

4. Mukhortov, V.M. Heteroepitaxial growth of films of complex oxide from a self-organized system formed in a gas discharge plasma. / V.M. Mukhortov, Yu.I. Golovko, G.N.Tolmachev, A.I.Mashchenko //ZhTF. – 1999. – Vol. 69. – V.12. – pp. 87-91.

5 Mukhortov, V.M. Mechanism of high-frequency sputtering of complex oxides. / V.M.Mukhortov, G.N.Tolmachev, Yu.I.Golovko, A.I.Mashchenko // ZHTF. – 1998. – Vol.68 - V.9. – pp. 99-103