

NAZİK TƏBƏQƏLİ ŞÜŞƏ/In₂O₃:Sn STRUKTURLARIN ELEKTROFİZİKİ VƏ OPTİK XASSƏLƏRİ

Ş.O. EMİNOV, İ.İ. QURBANOV, E.M. ƏKBƏROV,
C.A. QULİYEV, F.E. MƏMMƏDOV

Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının Fizika İnstitutu,

Bakı şəh. AZ-1143, H. Cavid, 131

c.quliyev@physics.science.az

Şəffaf və keçirici indium qalay oksidi (In₂O₃:Sn) nazik təbəqələri maqnetron püskürtmə yolu ilə şüşə altlıq üzərinə çökdürülmüşdür. In₂O₃:Sn nazik təbəqəsinin çökdürülməsi prosesi 60 Vt gücündə qaz boşalmasında aparılmışdır. Kameranın limit təzyiqi $9.8 \cdot 10^{-4}$ Pa, işlək halda isə $5 \cdot 10^{-1}$ Pa olmuşdur. Səthin quruluşu və morfolojiyası, nazik təbəqələrin elektrik və optik xassələri rentgen difraktometriyası və optik spektrometriya ilə öyrənilmişdir. X-ray difraksiyasının tədqiqi polikristallik nazik təbəqələrin kub fazasının yarandığını, morfoloji analiz zəncəfiləbənzər quruluşların meydana gəldiyini göstərdi və rentgen spektri indium (In), qalay (Sn) və oksigen (O) elementlərinin olduğunu təsdiqlədi. Nazik In₂O₃:Sn təbəqələrinin optik və elek-trik xassələrinin təsirinin öyrənilməsi (yüksək tezlikli maqnetron püskürtmə ilə istehsal olunan) In₂O₃:Sn təbəqələrinin şəffaflığının çökmə kamerasındakı plazmadakı oksigen tərkibi ilə düz mütənasib, termiki işlənmə temperaturu ilə təbəqənin müqavimətinin isə ona tərs mütənasib olduğunu göstərir. Məlum oldu ki, termiki işlənmə çökdürülmüş In₂O₃:Sn təbəqələrinin opto-elektrik xüsusiyyətlərinin keyfiyyətinin yüksəldilməsində mühüm rol oynayır.

Açar sözlər: In₂O₃:Sn, ITO, nazik təbəqələr, rentgen difraktometri

PACS: 78.20.-e, 73.00.00

GİRİŞ

Son 30-40 illər ərzində qalay oksid (SnO₂), indium oksid (In₂O₃), indium qalay oksid (In₂O₃:Sn və ya ITO) və sink oksid (ZnO) elektronika və optoelektronika sahələrində geniş istifadə olunan əsas aparıcı ŞKO-lar olmuşlar. Stioxometrik In₂O₃ şəffaf məxsusi yarımkeçiricidir. Şəffaf yarımkeçirici olan *n*-tip indium qalay oksidin (In₂O₃:Sn) alınması üçün Indium Stanumla əvəz olunaraq aşqarlana bilir [1]. In₂O₃:Sn təbəqələrinin maye kristal ekranlarda, günəş elementlərinin şəffaf elektrodlarında və fotodetektorlarda istifadəsi xüsusi olaraq cəzb edicidir. Belə nümunələr üçün yüksək keyfiyyətli In₂O₃:Sn təbəqələrinin tipik parametrləri olan xüsusi müqaviməti 200 $\mu\Omega$ sm-dən aşağı, görünən spektrdə isə optik keçiriciliyi 80-95% aralığında olmasını tələb edir. Hal-hazırda həm materialların fundamental nəzəriyyəsi, həm də onların hazırlanma texnologiyası üzərində böyük işlər görülmüşdür [2]. In₂O₃:Sn təbəqələrinin optik və elektrik xüsusiyyətləri təbəqələrin mikro strukturundan və qəfəs defektlərindən sıx asılıdır. Onlar isə öz növbəsində istifadə olunan çökdürmə üsulundan və prosesin, oksigenin parsial təzyiqi, altlığın temperaturu, tozlandırma gücü və s. kimi şəraitindən asılıdırlar [3]. Həmçinin, təcrübədə təbəqələrin optik və elektrik xüsusiyyətlərinin xarakteristikaları vacib məsələlərdən biridir. Materialların optik xüsusiyyətləri dielektrik funksiyası vasitəsilə izah edilir ($\epsilon = \epsilon_1 + i\epsilon_2$). Təbəqələrin bəzi parametrləri dielektrik funksiyasının dalğa uzunluğundan asılılığı nəticəsində əldə edilə bilər [5].

TƏCRÜBİ HİSSƏ

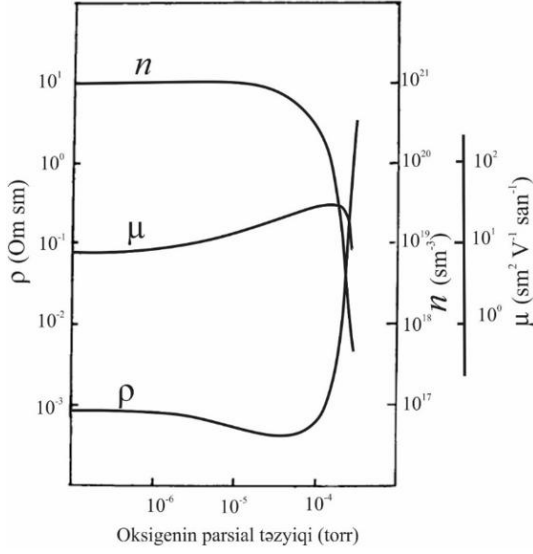
Nazik təbəqəli In₂O₃:Sn-nun maqnetron tozlandırma üsulu ilə alınması üçün kameraya işçi Ar qazını və müəyyən miqdarda O₂ daxil etməklə 90% In₂O₃ və

10% SnO₂ nisbətli hədəfdən istifadə olunmuşdur. Çökdürmə prosesini aparmazdan əvvəl, altlığın və hədəfin səthinə təmizləmək məqsədi ilə, vakuum kamerasında Arqonun təzyiqi $8 \cdot 10^{-1}$ Pa şəraitində 200-500 Vt gücündə qaz boşalması vasitəsilə $t=2$ dəq müddətində ion təmizləmə aparılmışdır. Sonra 60 Vt gücündə qaz boşalmasında In₂O₃:Sn nazik təbəqəsinin çökdürülməsi prosesi aparılmışdır. Kameranın limit təzyiqi $9.8 \cdot 10^{-4}$ Pa, işlək halda $5 \cdot 10^{-1}$ Pa olmuşdur [4]. Təcrübənin nəticəsi olaraq qeyd etmək olar ki, In₂O₃:Sn təbəqəsinin xüsusi müqaviməti çökdürülmə müddətinin artması ilə azalır. Lakin, bu zaman örtüyün qalınlığı artır, bu da onun şəffaflığına mənfi təsir edir. Belə halda, maqnetron tozlandırma metodunda nazik təbəqəli In₂O₃:Sn-nun tətbiqində təbəqələrin əsas xüsusiyyətlərinə (keçiricilik və şəffaflıq) ən çox təsir edən aşağıdakı parametrlərdir: tətbiq rejimi (sabit cərəyan (DC) və ya yüksək tezlikli (YT) tozlandırma), altlığın temperaturu, reaktiv qazın mövcudluğu (O₂) və çökmə müddəti. Məhz bu parametrlər In₂O₃:Sn örtüyünün xüsusiyyətlərini yaxşılaşdırmaq üçün zəruridir.

NƏTİCƏLƏRİN MÜZAKİRƏSİ

In₂O₃:Sn təbəqələri Leybold Heraeus qurğusunda maqnetron tozlandırma üsulu ilə oksigenin vakuum kamerasında $q_{O_2}=0, 5$ və 10% olan müxtəlif faizlərində çökdürülmüşdür. Sonra həmin nümunələr 200, 400 və 500°S temperaturlarında Arqon və hava mühitlərində termiki işlənmişdir. Çökdürülmə zamanı ITO təbəqələrinin elektrik xüsusiyyətlərində oksigenin parsial təzyiqinin rolu şəkil 1-də göstərilmişdir. Şəkildən görüldüyü kimi oksigenin 10^{-4} - 10^{-5} torr parsial təzyiqi arasında yürüklüyü artır, daşıyıcıların konsentrasiyası və keçiriciliyi isə azalır. Bu onunla izah olunur ki, oksigen təbəqənin kristallaşmasını artırır. In₂O₃-in elektrik keçiriciliyi oksigen vakansiyaları və bu vakansiyalar arasındakı legirə olunan atomlar ilə əlaqədardır.

Dörd zondlu kontakt vasitəsilə müqavimətin ölçülməsi elektrik hadisəsinin öyrənilməsində geniş istifadə olunan çoxtərəfli üsuldür. Bəzi quruluşların ölçülməsində kontakt müqavimətinin təsiri istisna edilə bilər.



Şəkil 1. In₂O₃:Sn-nin elektrik xüsusiyyətlərində oksigenin təsiri.

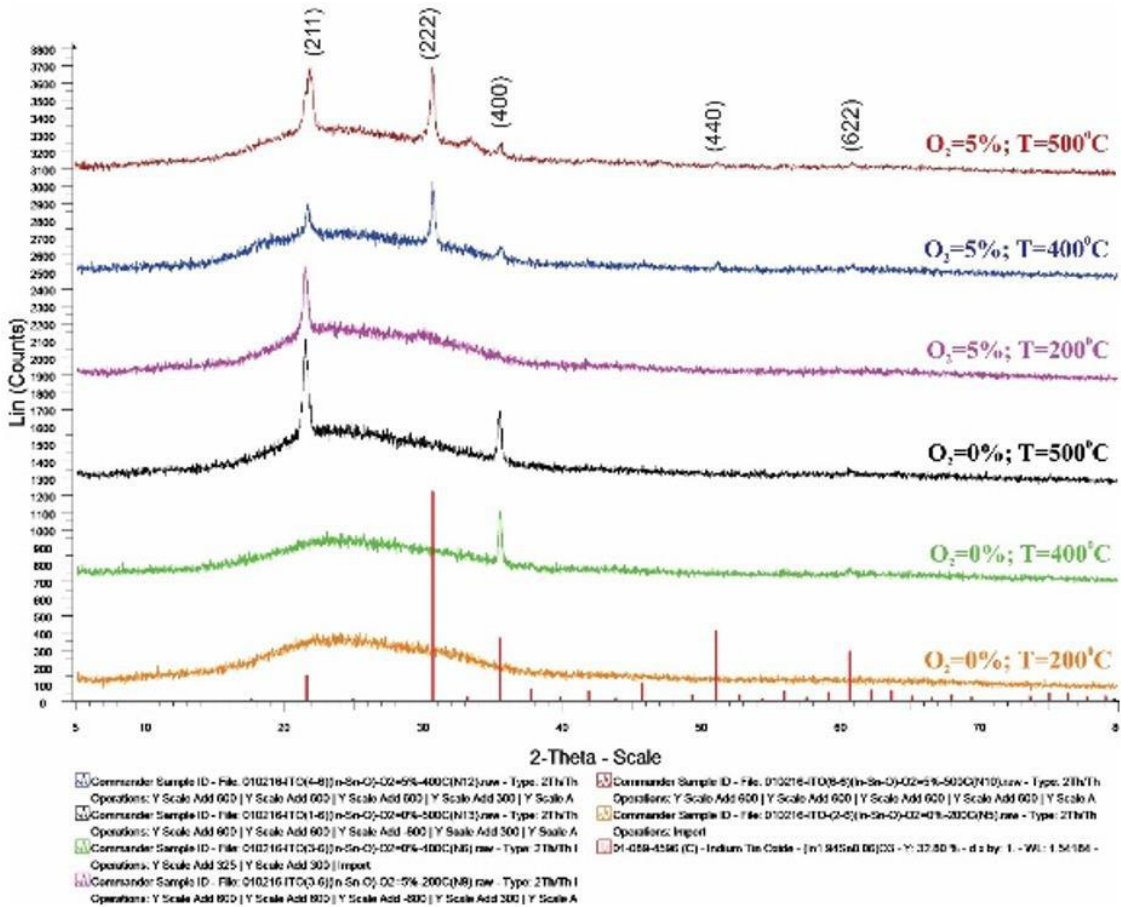
Bu üsulla müqavimətin ölçülməsi əsasən qeyri-xətti quruluşlar üçün yararlıdır. Nümunənin ölçülməsi üçün dörd ədəd metal ucluqlar (zondlar) nümunənin səthinə yaxınlaşdırılır. Xarici zondlar arasında cərəyanı

təchiz etmək üçün $I = 30\text{mA}$ yüksək cərəyan mənbəyi istifadə olunur, daxili iki zondlar arasındakı gərginlik isə voltmetr vasitəsilə ölçülür. Zondlararası məsafə 1mm-dir. Nəticə etibarlı ilə, təbəqələrin səth müqaviməti aşağıdakı bərabərliklə hesablanır.

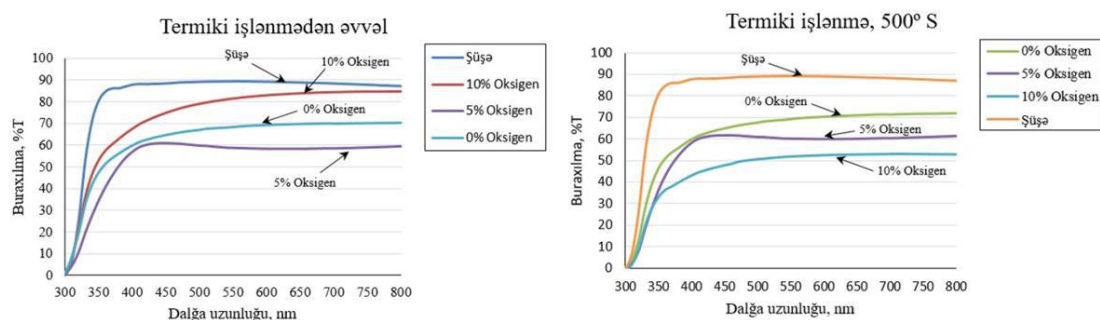
$$R_s = \frac{\pi}{\ln 2} \cdot \frac{V}{I} \quad (1)$$

Burada, $\pi/\ln 2$ cərəyanın yayılmasını nəzərə alan bir vurğudur.

Maqnetron tozlandırma üsulu ilə qurğunun kəmərasına daxil edilmiş müxtəlif parsial təzyiqlərdə (0% və 5%) oksigen mühitində tozlandırılmış, müxtəlif temperaturlarında (200, 400, 500^oS) və qaz mühitlərində (Ar, hava) termiki işlənmiş quruluşların rentgen-faza analiz təsviri (difraktoqramması) şəkil 2-də verilmişdir. Şəkil-dən görüldüyü kimi, maqnetrona oksigenin olmaması şəraitində (O₂=0%) alınan və Ar qazında T=200^oS-də termiki işlənən təbəqələr üçün difraktoqramda 2θ=18÷38 diapazonunda geniş diffuziya “qozbelliyi” müşahidə olunur. Bu isə təbəqənin tərkibində amorf faza quruluşlu materialların mövcudluğunu göstərir. [6,7]-də göstəridiyi kimi, In₂O₃:Sn təbəqələrinin amorf strukturu əsas etibarlı ilə böyüyük təbəqənin səthindəki atomların kiçik yürüklüyü ilə və onların kristallik qəfəsin formalaşması üçün yetərsiz olan zəif aktivliyi ilə izah olunur. Həmçinin orada göstərilmişdir ki, sözü gədən diffuziya qozbelliyi strukturda şüşə ağıllığının da mövcudluğu ilə bağlıdır.



Şəkil 2. 0, 5% oksigendə 200, 400 və 500^oC temperaturlarında In₂O₃:Sn təbəqələrinin XRD qrafiki.



Şəkil 3. $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ təbəqələrinin optik buraxılma spektrinin ($T\%$) oksigenin parsial təzyiqindən asılılığı

Təbəqənin termiki işlənmə temperaturunun artması ilə (400-500°C-ə qədər) diffuziya qozbelliyinin eni bir qədər ($2\theta=22\div33^\circ$ çərçivəsində) daralır, hündürlüyü (intensivliyi) isə artır. Bu dəyişmə isə təbəqədə struktur çevrilməsi nəticəsində ola bilər. Spekrtdə (400) difraksiya maksimumunun mövcud olması kristallik təbəqənin formalaşma başlanğıcını göstərir. Beləliklə, termiki işlənmə temperaturunun artırılması difraksiya piklərinin intensivliyinin həm artmasına, həm də daralmasına səbəb olur. $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ difraksiya spektrinə xas olan $T=500^\circ\text{C}$ -də (222) və (211) piklərinin intensivliklərinin (400) pikinin intensivliyinə nisbətləri 4.8 (J_{222}/J_{400}) və 3.7 (J_{211}/J_{400}) qiymətləri verir. 200°S -dən yuxarı temperaturlarda termiki işlənmiş $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ təbəqələri çökdürülmə kamerasındakı qaz qarışığında ($\text{Ar}-\text{O}_2$) oksigenin miqdarından asılı olmayaraq In_2O_3 dayanıqlı kubik fəzanı ehtiva etməsi haqda nəticəyə gəlməyə əsas verir.

Şəkil 3-də şüşə/ $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ nümunələrin 300-800nm aralığında optik buraxılmasının spektrləri təsvir edilmişdir. Şəkil 3-də solda $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ təbəqələrinin termiki

işlənmədən öncəki optik buraxılma spektrinin ($T\%$) oksigenin parsial təzyiqindən asılılığı göstərilmişdir. Bu şəkildən görünür ki, $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ təbəqələrinin şəffaflığı çökdürülmə kamerasında $q_{\text{O}_2}=5\%$ oksigenin əlavə olunması ilə $q_{\text{O}_2}=0\%$ nisbətən ($T=60\%$) ciddi şəkildə dəyişmir, amma oksigenin miqdarını $q_{\text{O}_2}=10\%$ -a qədər artırmaqla onun şəffaflığı kəskin olaraq artır ($T=90\%$).

Şəkil 3-də sağda isə $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ təbəqələrinin 500°S -də aparılmış termiki işlənmədən sonrakı optik buraxılma spektrinin oksigenin parsial təzyiqindən asılılığı göstərilmişdir. Buradan görünür ki, nümunələri 500°S -də termiki işlənmədən sonra $q_{\text{O}_2}=0\%$ (oksigensiz) şəraitində alınan təbəqələrin şəffaflığı termiki işlənmədən əvvəlkinə nisbətən yüksəlir ($T=80\%$). Digər tərəfdən, $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ -nin şəffaflığı $q_{\text{O}_2}=5\%$ oksigen əlavə etməklə buna nisbətən azalır ($T=75\%$) və spektrin udulma kənarının 300-450 nm həddində qısa dalğa uzunluğu tərəfə sürüşməsi müşahidə olunur.

- [1] M.D. Benoy, E.M. Mohammed, B.M. Suresh et. al. Brazilian Journal of Physics, 2009. vol. 39, issue 4, p. 629-631.
- [2] V.A. Dao, H. Choi, J. Heo et. al. Current Applied Physics, 2010. vol. 10, № 3, p. 506-509.
- [3] W. Gou-Jen. C. He-Tsing. Current Nanoscience, 2009. vol. 5, issue 3, p. 297-301.
- [4] J.A. Guliyev, G.Kh. Mamedova, Sh.O. Eminov et. al. Physical properties of R-F sputtered ITO and electrochemically deposited ITO/CdS thin

films. IV international scientific conference of young researchers, Baku, Azerbaijan, 29, 30 april, 2016, p. 82.

- [5] K. Jae-Ho, S. Tae-Yeon, A.Kyung-Jun et al. Applied Surface Science, 2018, v. 440, p. 1211-1218.
- [6] A.K. Kulkarni, K.H. Schulz, T.S. Lim et. al. Thin Solid films, 1999. vol. 345, issue 2, p. 273-277.
- [7] C.H. Weijtens, P.A. Van Loon./ Thin Sol. Film., 1991, vol. 196, issue 1, p. 1-10.

Sh.O. Eminov, İ.I. Gurbanov, E.M. Akbarov, J.A. Guliyev, F.E. Mammadov

ELECTROPHYSICAL AND OPTICAL PROPERTIES OF THE THIN-FILM GLASS/ $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ STRUCTURES

Transparent and conductive indium tin oxide (ITO) thin films were fabricated onto glass substrates by magnetron sputtering. The process of multiplication of a thin ITO layer was carried out at a discharge of 60 W. The limiting pressure in the chamber was $9.8 \cdot 10^{-4}$ Pa, during operation $5 \cdot 10^{-1}$ Pa. The structure and morphology of the surface, and the electrical properties of thin films were studied by X-ray diffractometry and optical spectrometry. X-ray diffraction study showed the formation of a cubic phase of polycrystalline thin films. Morphological analysis showed the formation of structures similar to ginger, and the X-ray spectrum confirmed the presence of the elements indium (In), tin (Sn) and oxygen (O). The study of the effect of annealing on the optical and electrical properties of deposited thin ITO films (manufactured using high-frequency magnetron sputtering) shows that the transparency of ITO films is directly proportional to the oxygen content in the plasma in the deposition chamber and increases with increasing annealing temperature, the sheet resistance is inversely proportional to it. It is understood that thermal annealing plays an important role in improving the quality of the optoelectronic properties of deposited ITO films.

Ш.О. Эминов, И.И. Гурбанов, Э.М. Акбаров, Дж.А. Гулиев, Ф.Э. Маммадов

**ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТРУКТУР
ТОНКОПЛЕНОЧНОЕ СТЕКЛО/In₂O₃:Sn**

Прозрачные и проводящие тонкие пленки оксида индия и олова (ITO) были нанесены на стеклянные подложки методом магнетронного напыления. Процесс размножения тонкого слоя In₂O₃: Sn проводился при разряде 60 Вт. Предельное давление в камере составляло $9,8 \cdot 10^{-4}$ Па, при работе $5 \cdot 10^{-1}$ Па. Структура и морфология поверхности, и электрические свойства тонких пленок изучались методами рентгеновской дифрактометрии и оптической спектроскопии. Рентгеноструктурное исследование показало образование кубической фазы поликристаллических тонких пленок. Морфологический анализ показал образование структур, похожих на имбирь, и рентгеновский спектр подтвердил присутствие элементов индия (In), олова (Sn) и кислорода (O). Изучение влияния отжига на оптические и электрические свойства осажденных тонких пленок ITO (изготовленных с использованием высокочастотного магнетронного распыления) показывает, что прозрачность пленок ITO прямо пропорционально содержанию кислорода в плазме в камере напыления и увеличивается с увеличением температуры отжига, сопротивление листа обратно пропорционально ему. Понятно, что тепловой отжиг играет важную роль в улучшении качества оптоэлектрических свойств полученных пленок ITO.

Qəbul olunma tarixi: 12.04.2021