

# KHẢO SÁT SỰ ẢNH HƯỞNG CỦA NHIỆT ĐỘ ĐẾN CẤU TRÚC MÀNG ZnO:Al ĐƯỢC TỔNG HỢP BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHÚN XẠ MAGNETRON

Nguyễn Kim Hồng Phúc<sup>(1)</sup>, Trần Tuấn<sup>(2)</sup>, Lê Văn Hiếu<sup>(2)</sup>, Phan Bách Thắng<sup>(2)</sup>

(1) Trường Cao đẳng Công nghiệp IV, TP. HCM

(2) Trường ĐH Khoa Học Tự nhiên – ĐHQG-HCM

(Bài nhận ngày 30 tháng 10 năm 2003)

**TÓM TẮT:** Mục đích của công trình này là khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đến cấu trúc của màng ZnO:Al được tổng hợp từ bia gốm bằng phương pháp phún xạ magnetron DC có từ trường không cân bằng.

## I. MỞ ĐẦU

Hiện nay màng oxide dẫn điện trong suốt (TCO) đang được quan tâm nghiên cứu ở nhiều phòng thí nghiệm trên thế giới và trong nước. Trong công trình [1], chúng tôi đã khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đến tính chất quang và điện của màng ZnO:Al được tổng hợp bằng phương pháp phún xạ magnetron DC có từ trường không cân bằng, với các bia gốm có nồng độ ZnO pha tạp theo tỉ lệ 1, 2, 3 % Wt Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Các kết quả chứng tỏ rằng với nồng độ ZnO pha tạp 2% Wt Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> màng ZnO:Al có độ truyền qua trong vùng khả kiến cao và độ dẫn điện tốt nhất. Vì vậy, trong công trình này chúng tôi khảo sát nhiệt độ đến cấu trúc của màng theo phổ nhiễu xạ tia X của màng ZnO pha tạp 2 % Wt Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Từ phổ nhiễu xạ tia X, ta tính được kích thước hạt bằng công thức Debye-Scherrer [2]

$$b = \frac{0.9 \lambda}{\Delta(2\theta) \cos \theta} \quad (1)$$

Ở đó: - b là kích thước hạt (nm)

-  $\Delta(2\theta)$  là độ rộng của đỉnh phổ tại nửa cường độ vạch phổ (rad)

-  $2\theta$  là vị trí đỉnh phổ (độ)

-  $\theta$  là góc nhiễu xạ bậc nhất (độ)

Thay  $\theta$  vào hệ thức Bragg xác định được hằng số mạng  $l = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$  (2)

## II. THỰC NGHIỆM

### 1. Tổng hợp màng ZnO:Al 2% Wt theo nhiệt độ để khác nhau

Màng ZnO:Al được tổng hợp theo phương pháp phún xạ magnetron DC bằng hệ chân không tại phòng thí nghiệm Vật lý chân không, ĐH KHTN Tp.HCM. Các thông số tổng hợp màng được ghi ở bảng 1. **Bảng 1: Các thông số tổng hợp màng ZnO:Al**

Phương pháp phủ màng	Phún xạ magnetron DC không cân bằng
Bia phún xạ	ZnO pha tạp 2 % Wt Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Khoảng cách bia & đế	4,5 cm
Áp suất phún xạ	10 <sup>-3</sup> Torr
Nhiệt độ đế (Ts)	50 ÷ 250 °C
Dòng phóng điện	100mA
Thời gian phủ màng	90 phút

Để thay đổi nhiệt độ đế trong quá trình phủ màng, đế thủy tinh được đặt trên một trục đỡ có thiết bị cấp nhiệt cho đế lên 300 °C. Đế được đặt vuông góc với bia và cứ 5 phút đế được xoay 180° để màng có độ đồng đều cao.



## 2. Phổ nhiễu xạ tia X

Cấu trúc tinh thể của màng được nghiên cứu thông qua phổ nhiễu xạ tia X. Phổ nhiễu xạ tia X của màng ZnO:Al được ghi trên máy XD-5A với bức xạ ( $\text{Cu K}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}^0$ ) của phân viện mở luyện kim Tp. HCM, được trình bày trên hình 1.

## III. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

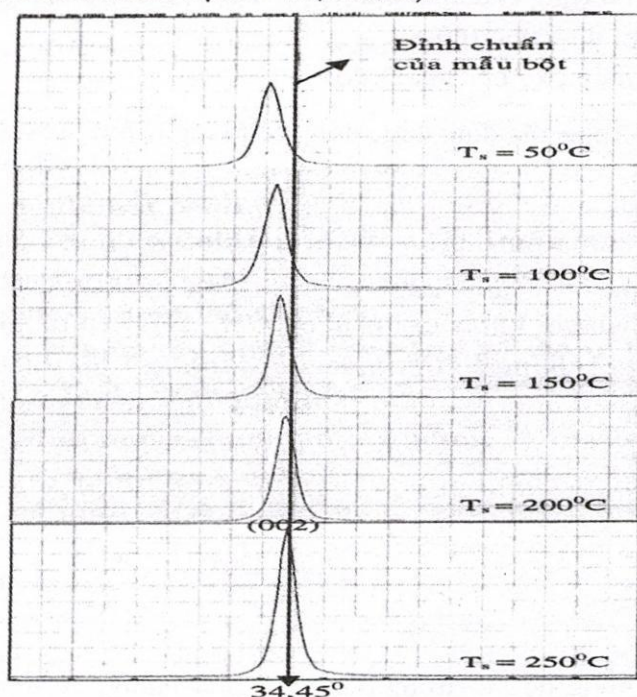
Từ phổ nhiễu xạ tia X, ta có thể tính được  $\Delta(2\theta)$ ,  $2\theta$ , b hằng số mạng l, mặt mạng (hkl) của màng ZnO: Al ở những nhiệt độ khác nhau. Kết quả được trình bày trong bảng 2

Mẫu	$T_s$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$2\theta$ ( $^{\circ}$ )	$\Delta(2\theta)$ ( $^{\circ}$ )	b(nm)	Hkl
43	50	34,1518	0,375	22,1306	002
64	100	34,197	0,345	24,058	002
54	150	34,244	0,337	24,632	002
61	200	34,258	0,322	25,789	002
41	250	34,327	0,308	27,018	002

Bảng 2: Kích cỡ hạt b, hằng số mạng tương ứng với mặt mạng (hkl) của màng ZnO:Al được tổng hợp theo nhiệt độ khác nhau.

Từ hình 1 cho thấy rằng, phổ nhiễu xạ tia X ở các màng dẫn điện đều xuất hiện một vạch (002) của ZnO với cường độ lớn. Điều đó chứng tỏ trục C trực giao với bề mặt để có định hướng lớn nhất. Sự có mặt của các đỉnh nhiễu xạ cũng cho thấy với những thông số tạo màng như trên, ta có thể tổng hợp được màng có cấu trúc tinh thể ở tất cả các nhiệt độ, ngay cả ở nhiệt độ phòng.

Tuy nhiên, quan sát điện trở suất  $\rho$  [1] và từ các kết quả trong bảng 2 của màng được phủ trong dãy nhiệt độ  $50 \div 100^{\circ}\text{C}$ , ta thấy màng có điện trở suất bé khi độ rộng vạch phổ càng hẹp, tức kích thước hạt càng lớn ( màng ZnO pha tạp 2% Wt  $\text{Al}_2\text{O}_3$  được tổng hợp ở nhiệt độ để  $T_s = 50^{\circ}\text{C}$  có điện trở suất  $\rho = 3.10^{-3} \Omega.\text{cm}$ , độ rộng  $\Delta(2\theta) = 0,375^{\circ}$  kích thước hạt  $b = 22,1306\text{nm}$ . Nhưng với nhiệt độ để  $T_s = 250^{\circ}\text{C}$ , điện trở suất  $\rho = 9.10^{-4} \Omega.\text{cm}$  ứng với độ rộng  $\Delta(2\theta) = 0,308^{\circ}$  và kích thước hạt  $b = 27,018\text{nm}$ ).



Hình 1: Sự phụ thuộc của phổ nhiễu xạ tia X theo nhiệt độ để trong quá trình tổng hợp màng ZnO pha tạp 2% Wt  $\text{Al}_2\text{O}_3$



Ở nhiệt độ đế cao ( $T_s = 250^\circ\text{C}$ ), màng ZnO:Al có điện trở suất thấp và kích thước hạt lớn hơn so với các màng phủ ở nhiệt độ  $T_s \leq 250^\circ\text{C}$  là phù hợp với mô hình cấu trúc vùng Thromton [3]. Với nhiệt độ nóng chảy của ZnO khoảng  $1900^\circ\text{C}$  ( $T_m = 1900^\circ\text{C}$ ),  $T_s = 250^\circ\text{C}$  thì tỉ số  $T_s / T_m \approx 0.13$  nằm trong vùng cấu trúc bó chặt T của mô hình Thromton.

Khi tăng nhiệt đế thì đỉnh phổ (002) của màng dẫn điện dịch về phía góc ( $2\theta$ ) lớn, tức càng dịch chuyển đến gần đỉnh phổ (002) của mẫu bột chuẩn ZnO ( $2\theta = 34,45^\circ$ ). Từ biểu thức xác định ứng suất màng mỏng [4]

$$\sigma = \frac{Y}{2\nu} \left( \frac{d - d_0}{d_0} \right) \quad (3)$$

Ở đó:  $d$  là khoảng cách mặt mạng trong màng chứa ứng suất  
 $d_0$  là khoảng cách mặt mạng trong khối không có ứng suất  
 $Y$  và  $\nu$  là suất Young và hệ số Poisson của vật liệu màng.

Từ định luật Bragg, suy ra:

$$\frac{d - d_0}{d_0} = - \frac{\theta - \theta_0}{\theta_0} \quad (4)$$

Ở đó:  $\theta$ ,  $\theta_0$  là góc tương ứng với đỉnh phổ màng và góc tương ứng với đỉnh phổ mẫu chuẩn bột.

Từ (3) và (4) suy rằng, màng dẫn điện càng tốt thì ứng suất nén giảm.

#### IV. KẾT LUẬN

Màng ZnO:Al được tổng hợp ở nhiệt độ đế cao ( $T_s = 250^\circ\text{C}$ ), có điện trở suất thấp và kích thước hạt lớn hơn so với các màng phủ ở nhiệt độ đế  $T_s < 250^\circ\text{C}$ . Với  $T_s = 250^\circ\text{C}$ , thì  $T_s / T_m \approx 0.13$  vậy màng ZnO:Al nằm trong vùng cấu trúc bó chặt T của mô hình Thromton. Màng ZnO:Al có định hướng theo mạng (002), điều này phù hợp với các kết quả nghiên cứu khác [5], [6].

*Nhóm tác giả chân thành cảm ơn sự giúp đỡ của chương trình nghiên cứu cơ bản MS44 03-03.*

## INVESTIGATING INFLUENCE OF THE SUBSTRATE TEMPERATURE ON STRUCTURE OF ZnO:Al FILMS PREPARED BY MAGNETRON SPUTTERING METHOD

Nguyen Kim Hong Phuc, Tran Tuan, Le Van Hieu, Phan Bach Thang

**ABSTRACT:** *The purpose of this work is to study influence of the substrate temperature on the structure of ZnO: Al thin films which were deposited by magnetron sputtering method with unbalance magnetic from the ceramic targets.*

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Nguyễn Kim Hồng Phúc, Trần Tuấn, Nguyễn Hữu Chí, Phan Bách Thắng – Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đế lên tính chất quang điện của màng ZnO:Al được tổng hợp bằng phương pháp phún xạ magnetron.
- [2] J. Hinze and K. Elloner. In Situ measurement of mechanical stress in polycrystalline Zinc-oxide thin film prepared by magnetron sputtering. Journal of applied physics V.88, N5 September 2000, P.2443 -2450
- [3] JA. Thornton, J. Vac, Sci. technol, 1974
- [4] Milton Ohring, The material science of thin film – Harcourt brace Jovanovich Publishers - 1992
- [5] P.F. Carcia, Z.G. Li and M. Rerly. The magnetic and microstructural properties of Pt/Co multilayers grown on ZnO. J.appl. Phys 73(10) 15 May 1993, p.6424-6426.
- [6] M. Bender et al. Production and characterization of Zinc oxide thin films for room temperature Ozone sensing. Thin solid films 418 (2002), p 45- 50.