

Этап № 3 выполнялся в период с 01.07.2015 г. по 31.12.2015 г.

Целью третьего этапа ПНИ является обеспечение задела, достаточного для разработки лабораторных технологических маршрутов получения нанокompозитных анодных и катодных слоёв тонкоплёночных аккумуляторных структур, изолирующих и пассивирующих слоёв, входящих в структуру силовых полупроводниковых приборов.

Задачами этапа являются:

- проведение экспериментальных исследований по выбору и оптимизации состава материалов нанокompозитных анодных слоёв на основе кремния с включением металлов (Al, Zn и др.) для тонкоплёночных аккумуляторных структур;

- проведение экспериментальных исследований по выбору и оптимизации состава материалов нанокompозитных катодных слоёв для тонкоплёночных аккумуляторных структур на основе LiV_2O_5 ;

- проведение экспериментальных исследований по оптимизации технологических режимов нанесения изолирующих и пассивирующих диэлектрических слоёв, входящих в структуру силовых полупроводниковых приборов;

- разработка программы и методик и проведение исследовательских испытаний Установки;

- изготовление экспериментальных образцов анодных и катодных слоёв при их формировании их многокомпонентных и однокомпонентных мишеней, исследование их состава и структуры.

- изготовление экспериментальных образцов и проведение исследований состава и структуры изолирующих и пассивирующих слоёв, входящих в структуру силовых полупроводниковых приборов.

При этом были получены следующие основные результаты:

1. Экспериментальные и технологические исследования по выбору и оптимизации состава материалов анодных слоёв на основе нанокompозитов кремния показали, что структура плёнок должна быть пористой,

сопротивление достаточно низким, а в состав композитной плёнки должны входить такие дополнительные элементы, как Al, O₂, Zn для улучшения демпфирования напряжений растяжения-сжатия при интеркаляции лития в кремний и обеспечения оптимальных соотношений между энергомеханическими свойствами плёночных структур.

2. Установлено, что оптимальной анодной структурой является слоистая система SiOAl-Al, получаемая при распылении композитной мишени Si (90%) – Al (10%) и однокомпонентной мишени Al (100%) в среде Ar-O₂. Развитая морфология поверхности определялась выбором технологических режимов, в основном давления и контролировалась с помощью СЭМ SUPRA 40 и Quanta 3D 200i.

3. Технологический процесс нанесения анодных слоёв состоит из трёх 20-ти минутных цикла с паузами 10 минут между циклами, внутри каждого цикла постоянно работала мишень Si (90%) – Al (10%), а мишень Al включалась дважды по две минуты с интервалом 8 минут, причём мощность подаваемая на первую мишень в три раза превышала мощности второй.

4. Для формирования положительного электрода литий-ионного аккумулятора наиболее перспективным материалом в настоящее время является литированный пентоксид ванадия (LiV₂O₅), тонкоплёночные слои которого можно получить как путём магнетронного распыления ванадиевой мишени в среде кислорода с последующим отжигом и литированием (комбинированный способ), так и непосредственным распылением мишени LiV₂O₅. Комбинированный способ достаточно отработан, но его многостадийность и необходимость использования разнотипного технологического оборудования и технологий может служить серьёзным ограничением при оценке экономической эффективности в массовом производстве.

5. Для формирования положительного электрода тонкоплёночного литий-ионного аккумулятора впервые реализован способ магнетронного распыления многокомпонентной мишени LiV₂O₅ с одновременным

воздействием на растущую плёнку плазмы геликонного разряда, при этом в составе полученных покрытий обнаружены как ванадий и литий, так и соединение LiV_2O_5 , что свидетельствует о потенциальных возможностях данной технологии. Вместе с тем, скорость осаждения плёнок LiV_2O_5 мала и требуется проведения дальнейших работ и исследований, в частности на последующих этапах планируется использовать вакуумно-дуговой распылительный источник, при этом скорость осаждения плёнок может быть увеличена на порядок.

6. Экспериментальные образцы изолирующих (пассивирующих) слоёв, входящих в структуру силовых полупроводниковых приборов, изготавливались путём ВЧ-магнетронного распыления кварцевой мишени (SiO_2), как при воздействии геликонной плазмы, так и без неё. Изучение морфологии поверхности слоя SiO_2 показывает существенное влияние геликонного источника. Поверхность без обработки ионами геликонного источника значительно более шероховатая, чем после обработки такими ионами. Таким образом, обработка поверхности слоя SiO_2 , формируемой как изолирующий или пассивирующий элемент силовых полупроводниковых приборов, потоком ионов геликонной плазмы, будет способствовать улучшению функциональных характеристик приборов.

Исследования состава и структур экспериментальных образцов покрытий, полученных при отдельной и совместной работе геликонного и распылительного источников, проводились на научном оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Диагностика микро- и наноструктур» (ЦКП ДМНС), являющегося интегрированным структурным подразделением ЯрГУ и Ярославского филиала физико-технологического института РАН (ЯФ ФТИАН РАН) с использованием автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа Supra 40, Рентгеновского дифрактометра ARL X'tra, Рамановского спектрометра EnSpectr R532, а также в Центре коллективного пользования «Микросистемная техника и электронная компонентная база» (ЦКП МСТ и ЭКБ) при Научно-

исследовательском университете «МИЭТ» с использованием профилометра Alpha-step 200, эллипсометра Horiba Jobin Yvon Auto SE, растрового электронного микроскопа FEI Quanta 3D FEG, оже-спектрометра PHI-670 xi.