



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011146759/02, 17.11.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.11.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.11.2011

(45) Опубликовано: 27.06.2013 Бюл. № 18

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Kuiri P.K. et al. Formation and growth of SnO₂ nanoparticles in silica glass by Sn implantation and annealing, Journal of applied physics, 102, 024315, 2007, реферат. RU 2425908 C2, 10.08.2011. RU 2052538 C1, 20.01.1996. RU 2390578 C2, 27.05.2010. US 20090220777 A1, 03.09.2009. US 20110026187 A1, 03.02.2011. US 6991975 B1, 31.01.2006.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
УрФУ, Центр интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Зацепин Анатолий Федорович (RU),
Кортов Всеволод Семенович (RU),
Бунтов Евгений Александрович (RU),
Гаврилов Николай Васильевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н. Ельцина"
(RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИМПЛАНТИРОВАННОГО ИОНАМИ ОЛОВА КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА

(57) Реферат:

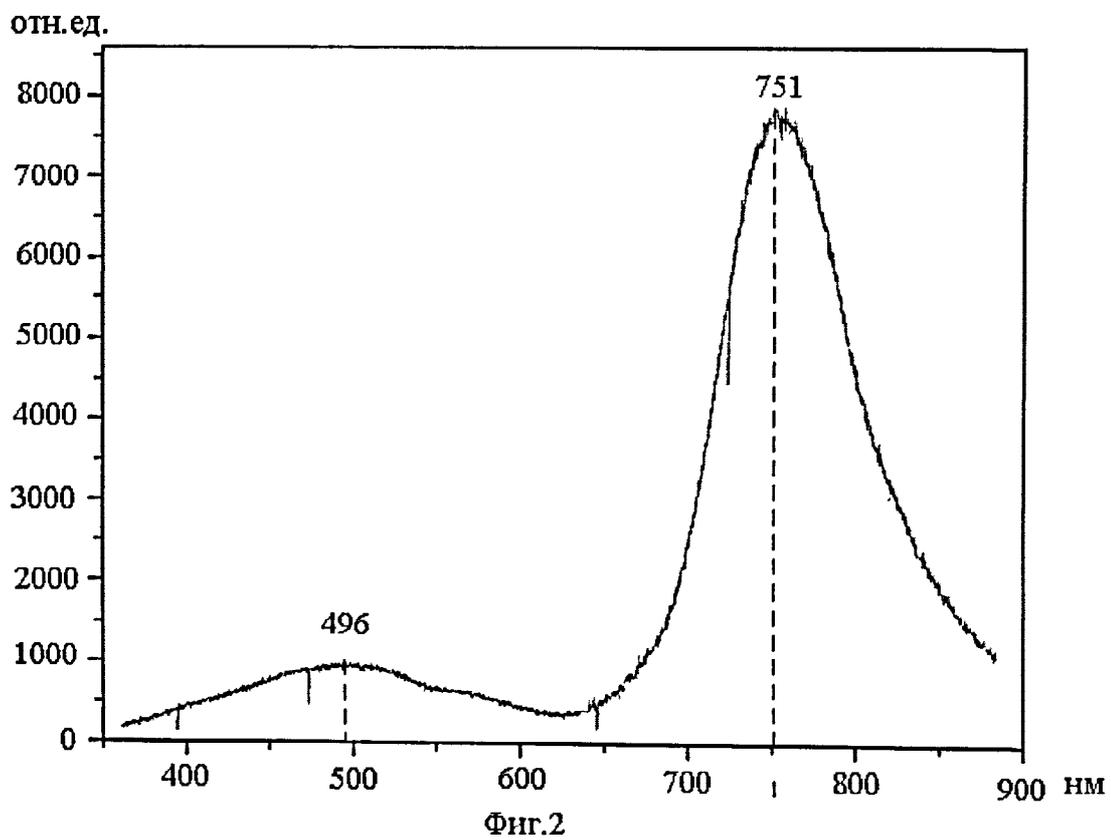
Изобретение относится к способу получения имплантированного ионами олова кварцевого стекла из диоксида кремния с поверхностным слоем, содержащим нанокластеры олова. Упомянутый способ может быть использован при создании компонентов микро-(нано-) и оптоэлектронных устройств. Проводят имплантацию ионов олова в кварцевое стекло и отжиг имплантированного ионами олова кварцевого стекла в воздушной атмосфере. Имплантацию ионов олова проводят в

импульсном режиме при длительности импульсов 0,3-0,4 мс, частоте повторения импульсов 12,5-20 Гц, импульсной плотности ионного тока 0,8-0,9 мА/см², дозе облучения (4,5-5)×10¹⁶ ион/см², энергии ионов олова 30-35 кэВ и температуре диоксида кремния 60-350°С. Отжиг проводят при температуре 800-900°С в течение 50-70 мин в воздушной атмосфере. Обеспечивается получение стекла с повышенным уровнем интенсивности излучения в ближней области инфракрасного диапазона. 2 ил., 1 табл., 3 пр.

RU 2 486 282 C1

RU 2 486 282 C1

RU 2486282 C1



RU 2486282 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21)(22) Application: **2011146759/02, 17.11.2011**(24) Effective date for property rights:
17.11.2011

Priority:

(22) Date of filing: **17.11.2011**(45) Date of publication: **27.06.2013 Bull. 18**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, UrFU,
Tsentr intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Zatsepin Anatolij Fedorovich (RU),
Kortov Vsevolod Semenovich (RU),
Buntov Evgenij Aleksandrovich (RU),
Gavrilov Nikolaj Vasil'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovaniya "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)****(54) METHOD OF PRODUCING QUARTZ GLASS IMPLANTED WITH TIN IONS**

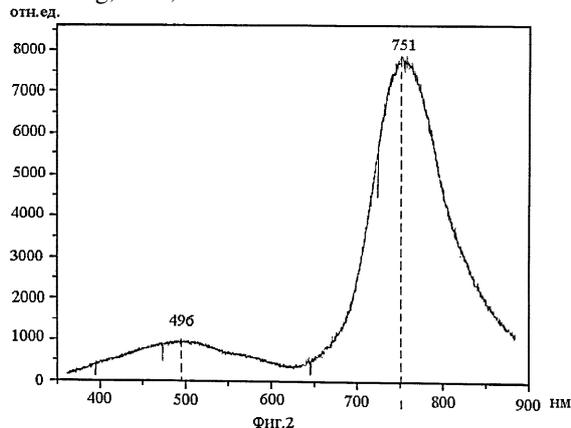
(57) Abstract:

FIELD: physics.

SUBSTANCE: tin ions are implanted into quartz glass and the quartz glass implanted with tin ions is annealed in an air atmosphere. Tin ion implantation is carried out in pulsed mode with pulse duration of 0.3-0.4 ms, pulse repetition frequency of 12.5-20 Hz, pulsed ionic current density of 0.8-0.9 mA/cm², exposure dose of (4.5-5)×10¹⁶ ions/cm², tin ion energy of 30-35 keV and silicon dioxide temperature of 60-350°C. Annealing is carried out at temperature of 800-900°C for 50-70 minutes in an air atmosphere.

EFFECT: obtaining glass with a high level of radiation intensity in the near-infrared range.

2 dwg, 1 tbl, 3 ex



Изобретение относится к кварцевым стеклам, имплантированным ионами олова, и может быть использовано при создании компонентов микро-(нано-) и оптоэлектронных устройств, в частности микроминиатюрных источников света для планарных тонкопленочных волноводных систем и оптических интегральных схем.

Известен легированный оловом материал, представляющий собой основу из кремния с поверхностной пленкой, включающей диоксид кремния и ионы олова [Физика и техника полупроводников, 2007, т.41, в.4, стр.467-470]. Материал содержит две фазы - основу из кремния и пленку из диоксида кремния с оловом. Получен путем выращивания пленки на основе из кремния, с последующей имплантацией в диоксид кремния ионов олова в непрерывном режиме облучения, с последующим отжигом полученного материала при температуре $700\div 1100^{\circ}\text{C}$ в течение одного часа в сухом азоте. При возбуждении пучком электронов (катодолюминесценция) материал имеет три ярко выраженных максимума излучения с относительно низкой интенсивностью (Фиг.1). Один максимум расположен в полосе видимого спектра (400 нм или 3,1 эВ) и вызывается дефектами решетки диоксида кремния, обусловленными влиянием имплантируемых ионов олова. Другой максимум, расположенный в коротковолновой (ближней) области инфракрасного диапазона (760 нм или 1,63 эВ, вблизи границы видимого и инфракрасного диапазонов), имеет меньшую амплитуду, предположительно обусловлен возникшими в результате имплантации нанокластерами олова. Имеется третий максимум излучения пониженной интенсивности в полосе видимого спектра 530 нм (2,34 эВ). Таким образом, энергия возбуждаемого излучения известного материала распределена между тремя полосами, две из которых принадлежат видимой области спектра, а одна находится на границе видимого и инфракрасного диапазонов. При этом максимальная интенсивность излучения в видимой области (длина волны 400 нм) по амплитуде в четыре с половиной раза выше максимальной интенсивности излучения на границе видимого и инфракрасного диапазонов. Энергия излучения известного материала рассредоточена по видимому спектру и ближней области инфракрасного спектра с преобладанием излучения в видимой области.

Недостатком материала является пониженная интенсивность излучения, особенно в ближней области инфракрасного диапазона, что не соответствует требованиям при создании нового поколения приборов оптоэлектроники и фотоники с повышенной степенью интеграции светоизлучающих компонентов, в частности при разработке эффективных микроминиатюрных источников света для планарных тонкопленочных волн сводных систем с соответствующей областью прозрачности.

Известно также легированное оловом кварцевое стекло, представляющее собой основу из аморфного диоксида кремния с поверхностным слоем, состоящим из диоксида кремния и ионов олова в виде металлических кристаллитов (нанокластеров) с размерами $4\div 20$ нм [Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms Volume 91, Issues 1-4, 1 June, 1994, Pages 515-519]. Материал получен путем имплантации в диоксид кремния ионов олова с энергией 400 кэВ, дозой 2×10^{17} ион/см² при комнатной температуре в непрерывном режиме облучения. Материал является однофазной системой, включающей основу из диоксида кремния и поверхностный слой из диоксида кремния с нанокластерами олова.

Недостатком этого материала является низкая интенсивность излучения в ближней области инфракрасного диапазона (700-800 нм или $1,55\div 1,77$ эВ).

Наиболее близким к предлагаемому стеклу является имплантированное оловом кварцевое стекло, представляющее собой основу из диоксида кремния с

поверхностным слоем, состоящим из диоксида кремния, ионов олова в виде металлических кристаллитов (нанокластеров) и нанокластеров оксида олова [Journal of applied physics, 2007, 102, 024315]. Этот материал получен путем имплантации в диоксид кремния ионов олова с энергией 50 кэВ, дозой 2×10^{16} ион/см² при комнатной температуре, с последующим отжигом в азоте при температуре 650°C, после чего осуществлен отжиг в воздухе при температурах 400, 600, 800 и 1000°C. Материал является однофазной системой, включающей основу из диоксида кремния и поверхностный слой из диоксида кремния с нанокластерами олова и нанокластерами оксида олова.

Недостатком прототипа является низкая интенсивность излучения в ближней области инфракрасного диапазона (700÷800 нм или 1,55÷1,77 эВ).

Задачей изобретения является создание способа, обеспечивающего получение материала с повышенной интенсивностью излучения в ближней области инфракрасного диапазона (700÷800 нм или 1,55÷1,77 эВ).

Для решения указанной задачи способ получения имплантированного ионами оловом кварцевого стекла из диоксида кремния с поверхностным слоем, содержащим нанокластеры олова, включающий имплантацию ионов олова в кварцевое стекло и отжиг имплантированного ионами олова кварцевого стекла в воздушной атмосфере, отличается тем, что имплантацию ионов олова проводят в импульсном режиме при длительности импульсов 0,3÷0,4 мс, частоте повторения импульсов 12,5÷20 Гц, импульсной плотности ионного тока 0,8÷0,9 мА/см², дозе облучения $(4,5 \div 5) \times 10^{16}$ ион/см², энергии ионов олова 30÷35 кэВ и температуре диоксида кремния 60÷350°C, а отжиг проводят при температуре 800÷900°C в течение 50÷70 мин.

При фотовозбуждении полученное предложенным способом кварцевое стекло имеет излучение в двух полосах спектра (фиг.2). Одной из них является полоса пониженной интенсивности с максимумом 496 нм (2,5 эВ), связанная с дефектами решетки оксида кремния, вызванными влиянием имплантированных ионов олова. Кроме того, полученное кварцевое стекло имеет излучение увеличенной интенсивности в полосе 751 нм (1,65 эВ), вызванное нанокластерами олова, образовавшимися в матрице диоксида кремния.

Таким образом, энергия возбуждаемого излучения полученного материала распределена между двумя полосами, одна из которых принадлежит видимой области спектра, а другая находится в ближней области инфракрасного диапазона. Интенсивность излучения в ближней области инфракрасного диапазона по амплитуде в восемь раз больше интенсивности излучения в видимой области. Следовательно, энергия излучения полученного материала сосредоточена в основном в ближней области инфракрасного диапазона.

Увеличенный уровень интенсивности излучения в ближней области инфракрасного диапазона является новым, неожиданным техническим результатом изобретения. При использовании полученного предложенным способом материала обеспечивается, в частности, повышение эффективности работы микроминиатюрных источников света для планарных тонкопленочных волноводных систем с вышеуказанной полосой прозрачности (700÷800 нм или 1,55÷1,77 эВ).

На фиг.1 и 2 изображены спектры излучения известного и предложенного материалов. По вертикальным осям отложены интенсивности излучения в относительных единицах (отн.ед.), по горизонтальным - длины волн излучения (нм).

Фиг.1 - спектр излучения материала, представляющего собой основу из кремния с поверхностной пленкой, включающей диоксид кремния и ионы олова [Физика и

техника полупроводников, 2007, т.41, в.4, стр.469, Figure 2 (SiO₂:Sn⁺)]. Вертикальными пунктирными линиями обозначены три спектральные полосы с максимумами излучения на длинах волн 400 нм, 530 нм и 760 нм.

Фиг.2 - спектр излучения предложенного материала, представляющего собой основу из диоксида кремния с поверхностным слоем, включающим нанокластеры олова. Вертикальными пунктирными линиями обозначены две спектральные полосы с максимумами излучения на длинах волн 496 нм и 751 нм.

В таблице приведены режимы импульсного облучения ионами олова основы из диоксида кремния, режимы отжига и интенсивности излучения полученных образцов предложенного кварцевого стекла (1, 2, 3).

Таблица					
№ образца	Длительность и частота повторения импульсов (мс; Гц)	Импульсная плотность ионного тока и энергия ионов (мА/см ² ; кэВ)	Доза облучения и температура диоксида кремния (ион/см ² ; °С)	Температура и время отжига (°С; мин)	Интенсивность излучения на длине волны 751 нм (отн.ед.)
1	0,35; 17	0,85; 33	4,7×10 ¹⁶ ; 200	870; 60	7850
2	0,3; 12,5	0,8; 30	4,5×10 ¹⁶ ; 60	850; 50	6510
3	0,4; 20	0,9; 35	5×10 ¹⁶ ; 350	900; 70	6730

Имплантация ионов олова в кварцевое стекло SiO₂ осуществлялась с помощью ионного источника, работающего в импульсном режиме при указанных в таблице параметрах и вакууме (1,4÷2,5)×10⁻⁴ Торр. Перед имплантацией вакуум-камера ионного источника откачивалась турбомолекулярным насосом до давления 3×10⁻⁵ Торр. Для удаления примесей катода проводилась предварительная имплантация в течение нескольких минут в экран, установленный перед анодом. В качестве катода использовалось гранулированное олово чистотой 99,6%, в качестве анода - образцы аморфного кварцевого стекла типа КУ. Перед облучением образцы кварцевого стекла промыты в спирте в ультразвуковой ванне.

Отжиг производился в воздушной атмосфере с использованием электропечи сопротивления (типа НТ 40/16).

Полученные образцы кварцевого стекла представляют собой плоскопараллельные пластины площадью 1 см², толщиной 3 мм, с поверхностью оптического качества. Поверхностный слой каждого образца включает нанокластеры олова, нижележащая основа образца состоит из нелегированного диоксида кремния. Фотолюминесценция полученного кварцевого стекла возбуждалась ультрафиолетовым излучением с энергией фотонов в интервале 3,7÷12 эВ через монохроматор. Фотолюминесцентные спектры регистрировались с помощью фотоумножителя R6358P Hamamatsu.

Фотолюминесцентный спектр излучения образца №1 полученного кварцевого стекла приведен на фиг.2. Спектры излучения образцов №2 и №3 по форме соответствуют спектру образца №1, отличаясь амплитудами излучения, указанными в таблице.

Ниже описаны примеры изготовления образцов предложенного кварцевого стекла. Номера примеров соответствуют номерам образцов в таблице.

Пример 1. Имплантацию ионов олова в кварцевое стекло ведут с помощью ионного источника, работающего в импульсном режиме с длительностью импульсов 0,35 мс, частотой повторения импульсов 17 Гц, импульсной плотностью ионного тока 0,85 мА/см², дозой облучения 4,7×10¹⁶ ион/см² и энергией ионов олова 33 кэВ, при температуре диоксида кремния 200°С. Последующий отжиг имплантированного

