06

Искровой плазменный синтез керамических мишеней на основе In_2O_3

© А.К. Ахмедов,[1] Э.К. Мурлиев,[1] А.Ш. Асваров[2]

[1]Институт физики им. Х.И. Амирханова Дагестанского федерального исследовательского центра РАН, 367015 Махачкала, Россия
[2]Отделение „Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова“ Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ „Курчатовский институт“, 119333 Москва, Россия
e-mail: cht-if-ran@mail.ru

Поступило в Редакцию 1 мая 2025 г.
В окончательной редакции 20 июня 2025 г.
Принято к публикации 26 июня 2025 г.

Исследовано влияние основных действующих факторов метода искрового плазменного спекания (прикладываемое давление, температура и длительность изотермической выдержки) на процессы консолидации частиц субмикронных оксидных порошковых композиций с различным содержанием оксида индия, кинетику уплотнения и микроструктуру формирующейся керамики. Целью работы было получение керамики высокой плотности трех актуальных для практического применения составов: In_2O_3-SnO_2 в весовом соотношении 9:1, In_2O_3-ZnO в весовом соотношении 9:1 и In_2O_3-Ga_2O_3-ZnO в весовом соотношении 1:1:1. Установлено, что при искровом плазменном спекании всех трех составов существует максимальная температура изотермической выдержки (950 °C), выше которой начинается снижение плотности со значительной потерей массы исходной навески, обусловленное интенсификацией процесса термического разложения оксида индия. Проведена оптимизация режимов спекания, по результатам которой получены керамические мишени диаметром 50 mm относительной плотностью не ниже 94 % от расчетной плотности для каждого состава. Тестовое магнетронное распыление полученных мишеней показало высокую стабильность разряда, без признаков дугообразования, что свидетельствует о высокой однородности их состава и свойств.

Ключевые слова: керамика, спекание, консолидация частиц, магнетронное распыление.

DOI: 10.61011/JTF.2026.01.62042.97-25

Введение

В настоящее время тонкие пленки на основе оксида индия, благодаря высоким электрическим и оптическим характеристикам, широко применяются в качестве прозрачных электродов в различных оптоэлектронных устройствах, работающих в видимом диапазоне [1–4]. Так, прозрачные электроды на основе In_2O_3, легированного оловом (ITO, Indium Tin Oxide), на протяжении уже полувека остаются стандартом для традиционных устройств (дисплеи, солнечные панели на основе Si) [1,3,5,6]. В свою очередь, низкотемпературные аморфные пленки In_2O_3 с примесью Zn (IZO, Indium Zinc Oxide) предпочтительнее для формирования прозрачных электродов в устройствах „гибкой“ электроники на полимерных подложках [4,7]. В качестве весьма перспективных материалов для прозрачных электродов рассматриваются также и ряд других композиций на основе легированного различными элементами In_2O_3 [8,9].

Однако прозрачные электроды не единственная область применение оксида индия. Замена кремния на In-содержащие двойные (IZO) и тройные (IGZO, Indium-Gallium-Zinc Oxide) оксиды, характеризующиеся высокой полевой подвижностью, в каналах активно-матричных МДП-транзисторных структур позволила увеличить разрешение дисплеев, а также расширить диапазон их яркости и контрастности [10,11].

Функциональные пленки на основе In_2O_3 получают различными разновидностями методов физического и химического осаждения [1,12,13]. По совокупности технологических и коммерческих факторов основным промышленным методом формирования функциональных слоев оптоэлектроники является метод магнетронного распыления керамических мишеней соответствующего состава [14,15]. При этом к керамическим мишеням, используемым для промышленного осаждения проводящих и полупроводниковых оксидных пленок, предъявляется ряд специфических требований, соответствие которым абсолютно необходимо для стабильного получения высококачественных однородных пленок. В частности, керамическая мишень должна иметь высокую чистоту состава, изоморфную микрокристаллической структуру и низкую пористость [16]. Такие свойства обеспечивают однородность процесса формирования тонкой пленки за счет снижения вероятности дугообразования во время распыления мишени, а также увеличивают срок ее стабильной службы [17,18]. Для случая керамических мишеней на основе In_2O_3 высокая плотность и однородность состава достигается путем использования ультрадисперсных порошков [16], применения дорогостоящего

технологического оборудования и длительных многостадийных технологических процессов (изостатическое прессование, автоклавный отжиг в контролируемых средах и т.д.) [19].

Однако поисковые работы в области оксидной электроники зачастую подразумевают рутинную оптимизацию составов распыляемых мишеней. Поэтому в условиях лаборатории важно иметь экспресс-метод, обеспечивающий быстрое получение серии небольших керамических мишеней приемлемой плотности (более 90 % от теоретической плотности) различного состава с максимально точным сохранением исходно закладываемого соотношения компонент.

Таким методом может быть метод искрового плазменного спекания (SPS, Spark Plasma Sintering). SPS-консолидация отличается существенно меньшей, по сравнению другими методами, температурой и длительностью высокотемпературной фазы, что, в целом, способствует получению плотной мелкозернистой керамики с сохранением элементного и фазового состава исходной порошковой смеси [20].

Настоящая работа направлена на демонстрацию перспективности использования метода SPS в качестве быстрого подхода для получения в условиях лаборатории компактных керамических мишеней на основе In_2O_3 требуемого химического состава и приемлемой плотности. Для достижения поставленной цели было проведено исследование влияния основных действующих факторов метода SPS (прикладываемое давление, температура и длительность изотермической выдержки) и состава исходных порошковых композиций на процесс уплотнения и микроструктуру формирующейся In-содержащей керамики.

1. Материалы и методы исследования

В работе использовались коммерческие микропорошки In_2O_3 (чистота 99.99 %, ООО „Завод редких металлов“, РФ), SnO_2 (чистота 99.95 %, ООО „Химснаб“, РФ), ZnO (чистота 99.999 %, Testbourne LTD, Великобритания) и Ga_2O_3 (чистота 99.99 %, ООО „Завод редких металлов“, РФ). В табл. 1 представлен состав подготовленных исходных смесей.

Однородность порошковой смеси достигалась путем девятичасового перемешивания в атмосфере аргона в шаровой мельнице при соотношении массы мелющих тел (ZrO_2:Y) к массе оксидной смеси 4:1 и скорости вращения барабана 60 rpm. Через каждые три часа активации порошковая смесь усреднялась путем трехкратного просеивания через сито с ячейками $100 \times 100\,\mu$m и затем снова загружалась в бак для дальнейшего перемешивания. Далее порошковые смеси подвергались атмосферному отжигу в муфельной печи СНОЛ12/16 (ООО „Термокерамика“, РФ) в контейнере из оксида алюминия при 750 °C в течение 10 h. После обжига порошки дополнительно просеивались через сито с ячейками $500 \times 500\,\mu$m и использовались для получения композиционных керамических мишеней.

Таблица 1. Исходный состав подготовленных порошковых оксидных смесей

Керамика	Масса компонент в смеси, g			
	In_2O_3	SnO_2	ZnO	Ga_2O_3
ITO	504	56	–	–
IZO	504	–	56	–
IGZO	187	–	187	187

Искровое плазменное спекание порошков осуществляли на лабораторной SPS-установке собственной разработки, технические характеристики и принципиальные особенности которой описаны ранее [21]. Дискообразные керамические образцы были получены путем SPS-косолидации порошковых навесок соответствующих составов массой 55 g в графитовой пресс-форме с внутренним диаметром матрицы 51 mm. Спекание керамик проводилось в условиях форвакуума при остаточном давлении в камере $P_0 \leq 1$ Pa. Скорость выхода на температуру изотермической выдержки для всех экспериментов была неизменной и составляла 50 °C/min. Оптимизация режимов спекания проводилась по основным действующим факторам SPS-метода — прикладываемому в ходе спекания давлению P_{SPS}, температуре T_{SPS} и длительности t_{SPS} изотермической выдержки. По завершении каждого цикла SPS остывание матрицы с консолидированным образцом проводилось в вакууме при снятом внешнем давлении.

После извлечения из пресс-формы дискообразные керамические образцы для удаления с их поверхности графитовых включений от оснастки пресс-формы подвергались процедуре шлифования с использованием карбидокремниевого порошка (марка F120, ООО „Литпромабразив“, РФ). В ходе данной процедуры с каждой из плоских сторон образца удалялось не менее 0.5 mm приповерхностного керамического материала. Далее образцы подвергались ультразвуковой очистке и сушке при 150 °C.

Кажущаяся плотность керамик ρ_{exp} определялась в полном соответствии с методикой, определяемой ГОСТ 2409–2014 [22] с использованием электронных аналитических весов Adventurer ARC 120 (OHAUS, США). Расчет истинной плотности для многокомпонентных составов согласно правилу смеси по формуле

$$\rho_{theor}^{-1} = \sum X_i/\rho_i,$$

где X_i — массовая доля i-й компоненты смеси, а ρ_i — ее плотность. В соответствии со справочными данными плотности In_2O_3, SnO_2, ZnO и Ga_2O_3 были взяты равными 7.18, 7.01, 5.61 и 5.88 g/cm^3 соответственно.

Морфология скола керамик исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа LEO 1450 (Carl

Таблица 2. Влияние температуры изотермической выдержки T_{SPS} на кажущуюся плотность керамических образцов ($t_{SPS} = 300$ s и $P_{SPS} = 30$ MPa)

Керамика	ρ_{theor}, g/cm^3	ρ_{exp}, g/cm^3			
		$T_{SPS} = 850\,^\circ$C	$T_{SPS} = 900\,^\circ$C	$T_{SPS} = 950\,^\circ$C	$T_{SPS} = 1000\,^\circ$C
ITO	7.16	5.00	6.24	6.88	6.80*
IZO	6.98	4.85	6.03	6.50	–**
IGZO	6.21	5.27	5.69	5.81	–**

Примечание. * — фиксация значительной потери массы исходной навески ($\approx 3\,\%$); ** — фиксация нарушения целостности образца после изъятия из пресс-формы.

Zeiss, Германия). Для исследования фазового состава керамик был задействован порошковый дифрактометр PANalytical X'PERT PRO MPD (Malvern Panalytical BV, Нидерланды) с источником излучения Cu-Kα в диапазоне $2\theta = 15 - 75^\circ$.

2. Результаты и их обсуждение

2.1. Оптимизация режимов спекания

По степени влияния на процесс SPS-консолидации изначально непроводящих порошковых материалов главным действующим технологическим фактором является температура T_{SPS}. Далее следуют давление P_{SPS} и длительность изотермической выдержки при температуре спекания t_{SPS} [20,23]. Поэтому оптимизация процесса спекания ITO, IZO и IGZO проводилась по этим трем факторам в такой же последовательности. Оптимальным считался режим, при котором достигалась максимальная плотность образца при сохранении исходной массы навески.

В табл. 2 приведены данные по зависимости кажущейся плотности керамик ρ_{exp} от температуры изотермической выдержки при неизменных значениях $t_{SPS} = 300$ s и $P_{SPS} = 30$ MPa для всех образцов. Можно видеть, что при меньшем содержании In_2O_3 в смеси (керамика IGZO) уплотнение начинается на более ранних стадиях — при $T_{SPS} = 850\,^\circ$C относительная плотность, определяемая как

$$\rho_{\%} = (\rho_{exp}/\rho_{theor}) \cdot 100\,\%$$

в образце IGZO достигла 85 %, тогда как относительная плотность керамик ITO и IZO не превышала 70 %. Увеличение температуры T_{SPS} до 950 °C положительно сказывается на процессе уплотнения для всех трех составов — их относительная плотность $\rho_{\%}$ достигает значений заметно выше 90 %, причем наиболее интенсивный рост плотности наблюдается в образце ITO, в котором при $T_{SPS} = 950\,^\circ$C было достигнуто значение $\rho_{exp} = 6.88$ g/cm^3 ($\rho_{\%} = 96.1\,\%$). При дальнейшем повышении T_{SPS} до 1000 °C в керамике ITO наблюдается уменьшение плотности, сопровождающееся потерей массы на $\sim 3\,\%$, а керамики IZO и IGZO разрушились с расслоением при извлечении из пресс-формы. Оба факта свидетельствуют о значительном вкладе процессов газообразования при данной температуре [24]. Одним из возможных источников газообразных продуктов является процесс высокотемпературной возгонки матричного материала керамик по следующей реакции:

$$In_2O_3 \xrightarrow{>950\,^\circ C} In_2O + O_2.$$

В поддержку этого тезиса можно отметить предыдущий результат по синтезу керамики в системе Zn-Ga-O на этой же SPS-установке в близких технологических режимах [25]. Данный эксперимент показал, что оптимальная температура для такой оксидной системы была выше и составляла $T_{SPS} = 1050\,^\circ$C. Только при $T_{SPS} > 1050\,^\circ$C в керамике ZnO:Ga наблюдалось снижение плотности за счет термовозгонки компонент керамики.

Таким образом, оптимальной температурой искрового плазменного спекания субмикронных порошковых смесей на основе оксида индия можно считать $T_{SPS} = 950\,^\circ$C, выше которой происходит интенсификация процесса разложения оксида индия. Образующиеся при этом газообразные продукты, скапливаясь в порах, препятствуют их схлопыванию, формируя в керамике разветвленную микропористую структуру, которая при определенных условиях становится причиной ее разрушения после снятия внешнего давления.

Таблица 3. Влияние давления P_{SPS} на кажущуюся плотность керамических образцов ($t_{SPS} = 300$ s и $T_{SPS} = 950\,^\circ$C)

Керамика	ρ_{exp}, g/cm^3		
	$P_{SPS} = 30$ MPa	$P_{SPS} = 40$ MPa	$P_{SPS} = 50$ MPa
ITO	6.88	6.92	–*
IZO	6.50	6.56	–*
IGZO	5.81	5.87	–*

Примечание. * — нарушения целостности образца (расслоение) после изъятия из пресс-формы.

В табл. 3 приведены данные по зависимости кажущейся плотности керамик от давления прессования P_{SPS} при $t_{SPS} = 300$ s и оптимальной $T_{SPS} = 950\,^{\circ}$C. Здесь можно отметить, что увеличение давления до $P_{SPS} = 40$ MPa приводит к росту кажущейся плотности керамик всех трех составов. Однако при дальнейшем увеличении давления до значения $P_{SPS} = 50$ MPa все керамики разрушились при их извлечении из пресс-формы, причем разрушение носило характер расслоения, что также может быть связано с затруднением выхода газообразных продуктов разложения оксида индия из объема спекаемой керамики.

Результат изучения влияния длительности изотермической выдержки t_{SPS} на кажущуюся плотность керамик различного состава при оптимизированных значениях температуры (950 °C) и давления (40 MPa) обобщен в табл. 4. Согласно данным, представленным в таблице, увеличение длительности выдержки t_{SPS} от 0 до 300 s приводит к росту плотности всех керамик. Однако в случае $t_{SPS} > 300$ s характер зависимости кажущейся плотности ρ_{exp} от длительности SPS-процесса уже отличается от состава к составу. Если в образце IGZO наблюдается непрерывный рост ρ_{exp} с увеличением времени выдержки вплоть до $t_{SPS} = 600$ s, то в образцах ITO и IZO при $t_{SPS} > 300$ s имеет место незначительное снижение ρ_{exp}, сопровождаемое также потерей массы консолидируемого материала на $\sim 1\,\%$. Исходя из факта, что образцы ITO и IZO содержат исходно почти в три раза больше оксида индия по сравнению с составом IGZO, наблюдаемое в ITO и IZO снижение кажущейся плотности при увеличении длительности изотермической выдержки до 600 s также можно связать с частичной термической возгонкой оксида индия, имеющей место при $T_{SPS} = 950\,^{\circ}$C.

2.2. Микроструктура и свойства керамик

Таким образом, на основе проведенных исследований были определены оптимальные режимы SPS-синтеза, обеспечивающие достижение в In-содержащих оксидных керамиках относительной плотности $\rho_{\%}$ не менее 94 % от расчетного значения для данного состава (табл. 5). Далее нами была исследована микроструктура данных образцов.

На рис. 1 представлены микрофотографии сколов плотных образцов керамик. Можно видеть, что керамика ITO (рис. 1, *a*) имеет плотную однородную структуру с небольшим количеством закрытых пор размерами от 1 до 10 μm, занимающих менее 5 % исследованной площади. В свою очередь, сколы керамик IZO и IGZO (рис. 1, *b*, *c*) имеют менее однородную структуру и пористость в них носит очаговый характер. Количество пор и их суммарная площадь на микрофотографиях для IZO и IGZO выше, чем у ITO, что находится в согласии с данными гидростатического взвешивания.

Мы полагаем, что наблюдаемые различия в морфологии сколов синтезированных керамик могут быть связаны как с особенностями агломерации частиц компонентов керамик в процессе подготовки порошковых смесей, так и разнохарактерностью взаимодействия (растворение, фазообразование) оксидов Sn, Zn и Ga с матричным оксидом индия в процессе SPS-консолидации.

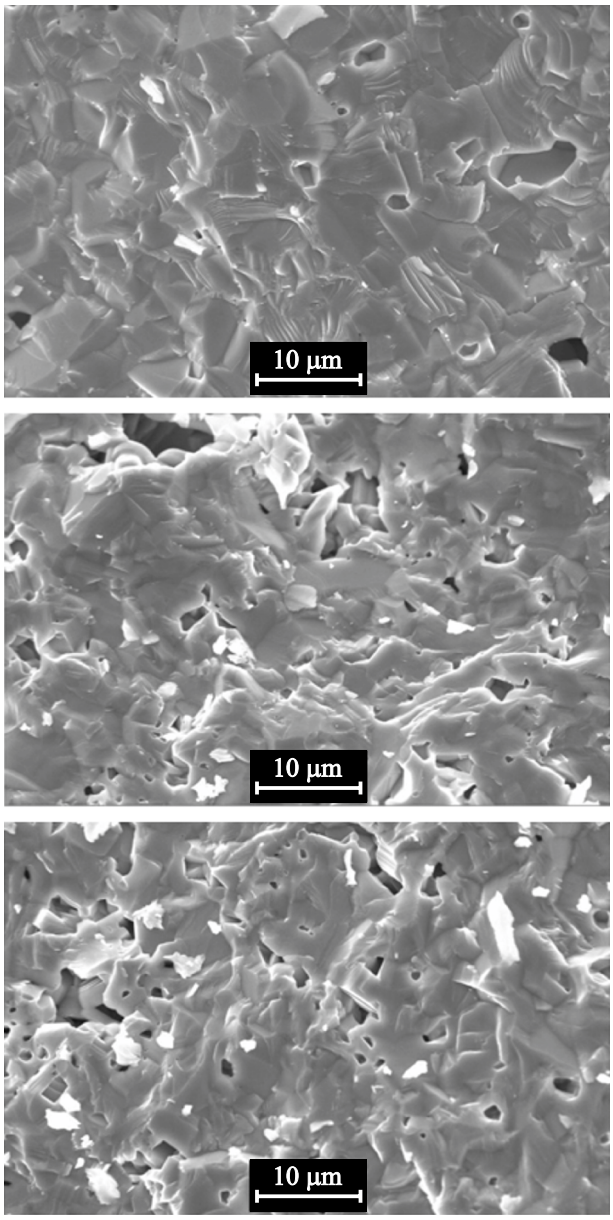


Рис. 1. Микрофотографии сколов In-содержащих керамик, синтезированных при оптимизированных значениях SPS-режима: *a* — ITO, *b* — IZO, *c* — IGZO.

Действительно, согласно данным рентгенофазового анализа керамика ITO, по окончанию 300-секундной SPS-консолидации, представляет собой однофазный материал — на ее дифрактограмме присутствуют только рефлексы кубической фазы In_2O_3 (рис. 2, верхний спектр). Это свидетельствует о полном растворении примеси Sn в матрице In_2O_3. Вместе с тем дифрактограммы IZO (рис. 2, нижний спектр) и IGZO (рис. 3) свидетель-

Таблица 4. Влияние длительности изотермической выдержки t_{SPS} на кажущуюся плотность керамических образцов ($T_{SPS} = 950\,^{\circ}C$ и $P_{SPS} = 40$ MPa)

Керамика	ρ_{exp}, g/cm^3				
	$t_{SPS} = 0$ s	$t_{SPS} = 30$ s	$t_{SPS} = 100$ s	$t_{SPS} = 300$ s	$t_{SPS} = 600$ s
ITO	6.37	6.74	6.81	6.92	6.87*
IZO	5.86	6.22	6.34	6.56	6.52*
IGZO	5.35	5.73	5.80	5.87	5.89

Примечание. * — однопроцентная потеря массы относительно исходной навески.

Таблица 5. Оптимальные режимы SPS-синтеза In-содержащих керамических мишеней приемлемой плотности

Керамика	Действующие факторы SPS			Характеристики мишени	
	T_{SPS}, °C	P_{SPS}, MPa	t_{SPS}, s	ρ_{exp}, g/cm^3	$\rho_{\%}$, %
ITO	950	40	300	6.92	96.6
IZO			300	6.56	94.0
IGZO			600	5.89	94.8

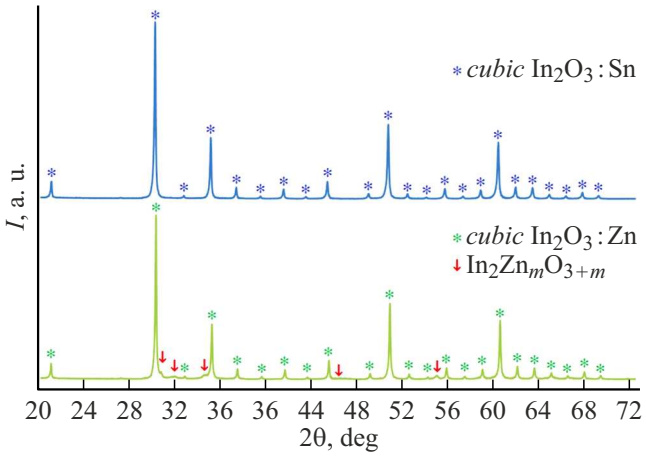


Рис. 2. Дифрактограммы керамик ITO и IZO, синтезированных при оптимизированных значениях SPS-режима.

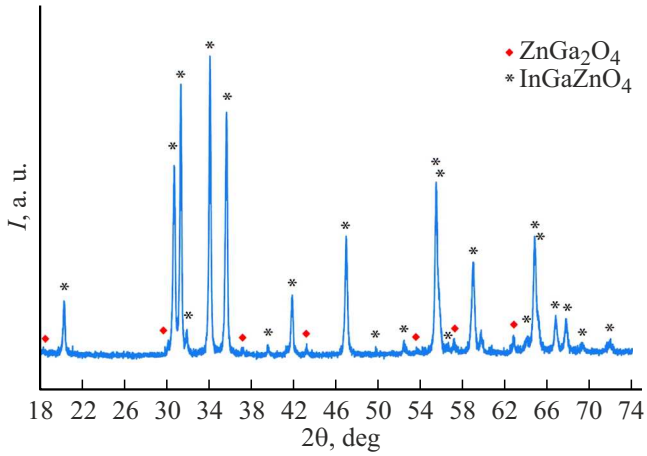


Рис. 3. Дифрактограмма керамики IGZO, синтезированной при оптимизированных значениях SPS-режима.

ствуют о двухфазном состоянии керамик. В керамике IZO после 300-секундной SPS-консолидации, помимо основной кубической фазы In_2O_3, присутствует примесная фаза двойного оксида — одного из представителей гомологического ряда $In_2Zn_mO_{3+m}$, а в IGZO, полученной при $t_{SPS} = 600$ s, сосуществуют основная фаза $InGaZnO_4$ и вторичная фаза шпинели $ZnGa_2O_4$. Двухфазность керамик IZO и IGZO можно объяснить меньшим относительно Sn и Ga пределом растворимости цинка в In_2O_3 (согласно [26], он не превышает единиц атомных процентов и сильно зависит от состава атмосферы синтеза).

По результатам оптимизации для каждого состава были получены композиционные керамические мишени диаметром 50 mm относительной плотностью не менее 94 %. Тестовое магнетронное распыление на постоянном токе (dc-режим) полученных мишеней показало высокую стабильность разряда, без признаков дугообразования. На рис. 4 приведена фотография внешнего вида керамических мишеней различного состава, полученных при оптимизированных SPS-режимах, после тестового распыления. Можно видеть, что для всех трех керамических мишеней характерен темный цвет. Такое изменение цвета SPS-консолидированного материала подтверждает как факт высокотемпературного взаиморастворения компонентов керамик, так и то, что синтез керамик протекал в условиях сильного обеднения по кислороду. Отклонение состава керамик в сторону дефицита

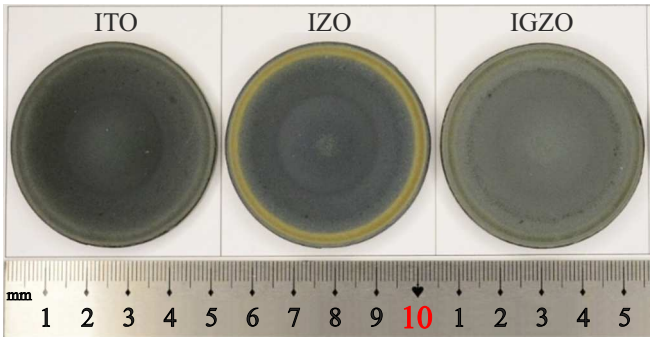


Рис. 4. Внешний вид керамик после шлифовки поверхности и *dc*-магнетронного распыления в атмосфере аргона.

кислорода подтверждалось также тем, что они характеризовались низким электросопротивлением, что позволило осуществить далее их распыление в *dc*-режиме. По результатам двухчасовых тестовых распылений все мишени сохранили целостность, а сформировавшиеся на их поверхности при распылении кольцеобразные зоны эрозии визуально однородны, без наростов и следов дугообразования, что свидетельствовало о высокой однородности и стабильности процесса их распыления.

В завершение хотелось бы отметить, что на основании анализа полученных результатов по SPS-консолидации микронных порошков и сопоставления результатов с литературными данными [20,27–29] нами запланирован ряд дальнейших работ, направленных на достижение в In-содержащей керамике при ее SPS-консолидации ультраплотного состояния. По нашему мнению, для этого, в первую очередь, необходим поиск способов „запереть“ образующийся в объеме керамики при высоких температурах гемиоксид In_2O. Работы будут включать как оптимизацию процесса подготовки исходных порошковых смесей [26], так и совершенствование температурных режимов их консолидации [27], в том числе за счет варьирования скорости нагрева и введения дополнительных полок изотермической выдержки [28].

Заключение

Изучено влияние основных действующих факторов метода искрового плазменного спекания (прикладываемое давление, температура и длительность изотермической выдержки) на процессы консолидации частиц субмикронных оксидных порошковых композиций In_2O_3-SnO_2 (в весовом соотношении — 9:1), In_2O_3-ZnO (9:1) и In_2O_3-Ga_2O_3-ZnO (1:1:1), кинетику уплотнения и микроструктуру формирующейся при этом керамики.

На основании полученных результатов можно сделать следующие выводы:

1) интенсификация процессов разложения и возгонки оксида индия при искровом плазменном спекании порошковых смесей с высоким его содержанием в вакууме в графитовых пресс-формах ограничивает максимально допустимую температуру процесса на уровне 950 °C;

2) потеря массы в консолидируемых керамиках, связанная с возгонкой In_2O_3, накладывает ограничения также и на длительность изотермической выдержки. Для составов, содержащих до 90 wt.% In_2O_3, оптимальная длительность изотермической выдержки при 950 °C ограничена 300 s.

По результатам проведенной оптимизации для каждого из составов исходных микропошковых смесей были получены керамические образцы с относительной плотностью $\rho_{\%}$ не хуже 94 %, которые по демонстрируемым характеристикам могут быть успешно использованы в качестве распыляемых мишеней для *dc*-магнетронного осаждения прозрачных проводящих и полупроводниковых слоев ITO, IZO и IGZO.

Благодарности

При проведении работы использовалось оборудование Аналитического центра коллективного пользования ДФИЦ РАН и ЦКП „Структурная диагностика материалов“ Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ „Курчатовский институт“.

Финансирование работы

Работа проведена в рамках выполнения государственных заданий Дагестанского федерального исследовательского центра (в части синтеза керамических образцов) и Национального исследовательского центра „Курчатовский институт“ (в части характеризации образцов).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] А.Ф. Иванов, Ф.С. Егоров, Н.Д. Платонов, В.Л. Матухин, Е.И. Теруков. ФТП, **56** (3), 315 (2022). DOI: 10.21883/FTP.2022.03.52117.9747 [A.F. Ivanov, F.S. Egorov, N.D. Platonov, V.L. Matukhin, E.I. Terukov. Semiconductors, **56** (3), 211 (2022). DOI: 10.21883/SC.2022.03.53063.9747]

[2] Ю.С. Жидик, П.Е. Троян, В.В. Козик, С.А. Козюхин, А.В. Заболотская, С.А. Кузнецова. Изв. вузов. Физика, **63** (7), 31 (2020). DOI: 10.17223/00213411/63/7/31 [Y.S. Zhidik, P.E. Troyan, V.V. Kozik, S.A. Kozyukhin, A.V. Zabolotskaya, S.A. Kuznetsova. Russ. Phys. J., **63** (7), 1139 (2020). DOI: 10.1007/s11182-020-02167-4]

[3] В.В. Аксенова, И.П. Смирнова, Л.К. Марков, А.С. Павлюченко, Д.С. Колоколов, М.В. Меш. ФТТ, **65** (12), 2148 (2023). DOI: 10.61011/FTT.2023.12.56745.5093k

[4] G. Goncalves, V. Grasso, P. Barquinha, L. Pereira, E. Elamurugu, M. Brignone, R. Martins, V. Lambertini, E. Fortunato. Plasma Process. Polym., **8** (4), 340 (2011). DOI: 10.1002/ppap.201000149

[5] K. Ellmer. Nature Photon., **6**, 809 (2012). DOI: 10.1038/nphoton.2012.282
[6] U. Betz, M. Kharrazi Olsson, J. Marthy, M.F. Escolá, F. Atamny. Surf. Coat. Technol., **200** (20–21), 5751 (2006). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.08.144
[7] A.K. Akhmedov, E.K. Murliev, A.S. Asvarov, A.E. Muslimov, V.M. Kanevsky. Coatings, **12** (10), 1583 (2022). DOI: 10.3390/coatings12101583
[8] N. Yamada, M. Yamada, H. Toyama, R. Ino, X. Cao, Y. Yamaguchi, Y. Ninomiya. Thin Solid Films, **626**, 46 (2017). DOI: 10.1016/j.tsf.2017.02.032
[9] А.К. Ахмедов, А.Ш. Асваров, Э.К. Мурлиев, З.В. Шомахов. Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов, **16**, 565 (2024). DOI: 10.26456/pcascnn/2024.16.565 [A.K. Akhmedov, A.Sh. Asvarov, E.K. Murliev, Z.V. Shomakhov. Phys. Chem. Aspects Study Clusters, Nanostructures Nanomater., **16**, 565 (2024). DOI: 10.26456/pcascnn/2024.16.565]
[10] H. Hsieh, H. Lu, H. Ting, C. Chuang, C. Chen, Y. Lin. J. Inf. Disp., **11** (4), 160 (2010). DOI: 10.1080/15980316.2010.9665845
[11] K.M. Lee, N. Kim, J.K. Lee, H.J. Lee, S.Y. Kim, T.G. Kim. Appl. Surf. Sci., **686**, 162102 (2025). DOI: 10.1016/j.apsusc.2024.162102
[12] А.С. Тойкка, Н.В. Каманина. Письма в ЖТФ, **50** (2), 36 (2024). DOI: 10.61011/PJTF.2024.02.56982.19722
[13] B. Zhao, M. Nisula, A. Dhara, L. Henderick, F. Mattelaer, J. Dendooven, C. Detavernier, Adv. Mater. Interfaces, **7** (23), 2001022 (2021). DOI: 10.1002/admi.202001022
[14] R. Tietema. In S. Hashmi, G.F. Batalha, C.J. Van Tyne, B. Yilbas (editors). *Comprehensive Materials Processing* (Elsevier B.V., Amsterdam, 2014), DOI: 10.1016/B978-0-08-096532-1.00430-1
[15] M. Braun. In: A. Nee (editor). *Handbook of Manufacturing Engineering and Technology* (Springer, London, 2013), DOI: 10.1007/978-1-4471-4976-7_28-9
[16] Z. Fang, Z. Tan, F. Jiang, S. Huang, J. Qin, Y. Wang, X. Han, Y. Li, M. Hu, J. Zeng. Ceram. Int., **50** (1), 2271 (2024). DOI: 10.1016/j.ceramint.2023.10.345
[17] B.L. Gehman, S. Jonsson, T. Rudolph, M. Scherer, M. Weigert, R. Werner. Thin Solid Films, **220**, 333 (1992). DOI: 10.1016/0040-6090(92)90594-2
[18] K. Utsumi, O. Matsunaga, T. Takahata. Thin Solid Films, **334**, 30 (1998). DOI: 10.1016/S0040-6090(98)01111-0
[19] B.G. Lewis, R. Mohanty, D.C. Paine. *Proceedings of 37th annual technical conference* (Society of Vacuum Coaters, Albuquerque, NM, 1994), p. 432. https://www.svc.org/clientuploads/directory/resource_library/94_432.pdf
[20] T. Taeuchi, H. Kageyama, H. Nakazawa, T. Atsumi, S. Tamura, N. Kamijo, A. Takeuchi, Y. Suzuki. J. Am. Ceram. Soc., **91** (8), 2495 (2008). DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02503.x
[21] А.Ш. Асваров, А.Э. Муслимов, А.К. Ахмедов, А.Х. Абдуев, В.М. Каневский. ПТЭ, **5**, 138 (2019). DOI: 10.1134/S0032816219050033 [A.S. Asvarov, A.E. Muslimov, A.K. Akhmedov, A.K. Abduev, V.M. Kanevsky. Instrum. Exp. Tech., **62** (5), 726 (2019). DOI: 10.1134/S0020441219050038]
[22] ГОСТ (Межгосударственный стандарт) 2409–2014: *Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения* (Стандартинформ, М., 2014)
[23] Z.A. Munir, U. Anselmi Tamburini, M. Ohyanagi. J. Mater. Sci., **41** (3), 763 (2006). DOI: 10.1007/s10853-006-6555-2
[24] J.A. Lewis. Annu. Rev. Mater. Sci., **27**, 147 (1997). DOI: 10.1146/annurev.matsci.27.1.147
[25] A.K. Akhmedov, A.S. Asvarov, S.S. Makhmudov, V.M. Kanevsky. Ceramics, **6** (3), 1302 (2023). DOI: 10.3390/ceramics6030080
[26] D.H. Park, K.-Y. Son, J.-H. Lee, J.-J. Kim, J.-S. Lee. Solid State Ion., **172** (1–4), 431 (2004). DOI: 10.1016/j.ssi.2004.03.029
[27] E. Medvedovski, N. Alvarez, O. Yankov, M.K. Olsson. Ceram. Int., **34** (5), 1173 (2008). DOI: 10.1016/j.ceramint.2007.02.015
[28] F. Chen, S. Yang, J. Wu, J. Galaviz Peres, Q. Shen, J. Schoenung, E. Lavernia, L. Zhang. J. Am. Ceram. Soc., **98** (3), 732 (2014). DOI: 10.1111/jace.13381
[29] N.J. Loh, L. Simao, C.A. Faller, A. De Noni Jr, O.R.K. Montedo. Ceram. Int., **42** (11), 12556 (2016). DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.05.065