

Получение слоев нанокompозита $por\text{-Si/SnO}_x$ для газовых микро- и наносенсоров

© В.В. Болотов[¶], П.М. Корусенко, С.Н. Несов, С.Н. Поворознюк, В.Е. Росликов,
Е.А. Курдюкова, Ю.А. Стенькин, Р.В. Шелягин, Е.В. Князев,
В.Е. Кан, И.В. Пономарева

Омский филиал Института физики полупроводников им. А.В. Ржанова
Сибирского отделения Российской академии наук,
644018 Омск, Россия

(Получена 18 октября 2010 г. Принята к печати 22 октября 2010 г.)

Слои гетерофазных нанокompозитов, основанных на пористом кремнии и нестехиометрическом оксиде олова, получены различными методами. Структура, элементный и фазовый состав полученных нанокompозитов исследованы с помощью просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния света, электронной оже-спектроскопии и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Полученные данные подтверждают формирование нанокompозитных слоев с толщиной до 2 мкм и коэффициентом стехиометрии SnO_x $x = 1.0\text{--}2.0$. При термообработках 770 К наблюдалась значительная диффузия олова в матрицу пористого кремния с $D_{\text{eff}} \approx 10^{-14}$ см²/с. Тестовые сенсорные структуры, сформированные на основе слоев нанокompозита $por\text{-Si/SnO}_x$, полученных с использованием магнетронного напыления, показали достаточно высокую стабильность свойств и чувствительность к NO_2 .

1. Введение

Чувствительность используемых в настоящее время планарных газовых сенсоров определяется эффективной площадью их чувствительных элементов. При миниатюризации газовых сенсоров возникает необходимость увеличения эффективной площади чувствительного элемента при уменьшении общих линейных размеров сенсора, что может быть достигнуто при использовании структур с развитой поверхностью. К таким структурам относятся слои наноструктурированных кремния и углерода [1–4]. Так, слои пористого кремния, получаемые электрохимическими методами, обладают внутренней поверхностью, удельная площадь которой достигает 600 м²/см³ [5], а также высокой сорбционной способностью и высокой чувствительностью к молекулам летучих веществ [6–8]. Однако стабильность структур на пористом кремнии невелика из-за процессов постепенного окисления стенок пор. Вместе с тем известны химические сенсоры на основе гранулированных пленок оксидов металлов (SnO_x , $\text{In/Ga}_2\text{O}_3$ и др.) [9,10].

В связи с перспективой применения в микро- и наносенсорике целью данной работы было получение и исследование структурных свойств, химического состава, электрофизических характеристик и чувствительности к химическим реагентам слоев гетерофазных нанокompозитов на основе пористого кремния и нестехиометрического диоксида олова $por\text{-Si/SnO}_x$, полученных методами магнетронного напыления олова с последующим окислением до SnO_x , осаждения из парогазовой фазы (ПГФ), молекулярного напыления (МН). Структура полученных композитов исследовалась с помощью просвечивающей электронной

микроскопии, комбинационного рассеяния света, элементный и фазовый состав изучался методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), электронной оже-спектроскопии (ЭОС) и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), изучались вольт-амперные характеристики тестовых сенсорных структур.

2. Эксперимент

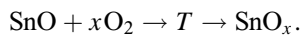
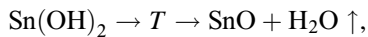
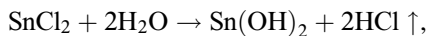
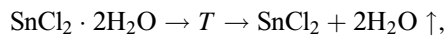
Композиты $por\text{-Si/SnO}_x$ формировались на слоях пористого кремния, полученных анодным травлением полированных пластин монокристаллического кремния p -типа КДБ-0.005 (111) толщиной 300 мкм. Для анодного травления использовался электролит состава $\text{HF}(42\%):\text{C}_3\text{H}_7\text{OH} = 1:1$, плотность тока $j = 75$ мА/см². Время травления составляло 40 с при получении слоев толщиной ~ 1.5 мкм. Пористость полученных слоев составляла 40%, по данным комбинационного рассеяния света элементы скелетона пористого кремния имели размеры 8–10 нм [11,12]. По данным ПЭМ, характерные размеры пор в слое пористого кремния составляют 100–200 Å.

Для формирования композита $por\text{-Si/SnO}_x$ магнетронным напылением проводилось напыление Sn в вакууме при давлении 0.1 Па в плазме аргона, ток разряда составлял 100 мА, напряжение 500 В, длительность процесса напыления 15 мин. После напыления структуры $por\text{-Si/SnO}_x$ проходили термообработку в кислородсодержащей атмосфере.

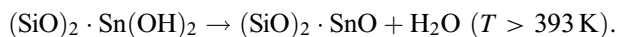
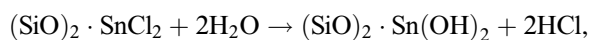
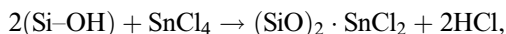
Композит $por\text{-Si/SnO}_x$, полученный при осаждении из ПГФ, формировался при частичном окислении SnO (при температуре 470 К), образующегося при термическом

[¶] E-mail: bolotov@obisposcsbras.ru

распаде и гидролизе соединения $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (при температуре 670 К):



С целью формирования композита *por-Si/SnO_x* методом МН слой *por-Si* выдерживался в среде жидкого безводного SnCl_4 при комнатной температуре в течение 20 мин, затем — в парах воды при температуре 373 К в течение 1.5 ч для удаления HCl при гидролизе. Взаимодействие поверхностных гидроксильных групп стенок пор с летучим и легко гидролизующимся SnCl_4 приводит к формированию нового слоя на поверхности:



Окончательная сушка образцов проводилась в вакууме (0.05 Па) при температуре 420 К в течение 1 ч. Прогрев приводил к обезвоживанию слоя с образованием привитого слоя, содержащего SnO_x . В ряде случаев процесс МН повторялся.

Исследование структуры полученных образцов осуществлялось с использованием ПЭМ на микроскопах ЭМ-125 и JEOL JEM 2100 в светлопольном режиме. Для исследований в ПЭМ образцы утонялись на установке ионного травления до появления кратера с клиновидными стенками. Изображение регистрировалось как на краю „клина“, так и на участках с большей толщиной, что позволяло сделать выводы о распределении кластеров SnO_x по глубине слоя композита.

Исследования элементного и фазового состава образцов нанокompозита проводились методами ЭОС с использованием спектрометра OРС 200 и РФЭС в AlK_α -излучении с использованием спектрометра EA-150, входящих в состав аналитического комплекса фирмы „Riber“ в условиях сверхвысокого вакуума, методом энергодисперсионного анализа (ЭДА) на установке INKA-250 Oxford Instruments, входящей в состав электронного микроскопа JEOL JEM 2100. Для исследования изменения состава по глубине методом ЭОС применялось распыление поверхности ионами аргона с энергией 3 кэВ. При исследовании методами ЭОС и РФЭС для количественного анализа использовался известный метод расчета [12,13], учитывающий элементную чувствительность и позволяющий определить концентрацию элемента относительно общего количества элементов на заданной глубине.

Исследования газовой чувствительности производились путем измерения поперечного сопротивления тестовой структуры при экспозиции в газе и дегазации на воздухе. Вольт-амперные характеристики (ВАХ) измерялись LCR-метром Agilent E4980.

3. Результаты экспериментов и их обсуждение

3.1. Нанокompозит *por-Si/SnO_x*, полученный магнетронным напылением олова

На изображениях в ПЭМ образцов нанокompозита *por-Si/SnO_x*, полученных магнетронным напылением, видны островки, имеющие диаметр 50–100 Å (рис. 1, а). Островки имеют преимущественно эллиптическую форму и равномерно распределены по поверхности. Местами видно слияние островков.

Спектры ЭДА показывают увеличение концентрации атомов олова, кремния и кислорода в центре островков, на основании чего можно предположить, что в результате магнетронного напыления на кристаллитах кремния (элементах скелетона) формируются островки оксида олова. В спектрах ЭДА за пределами островков также наблюдаются атомы олова и кислорода, из чего можно предположить, что олово проникает в глубь слоя пористого кремния, покрывая стенки пор.

Данные, полученные с помощью метода микродифракции (дифракционного анализа) в области островков (см. вставку на рис. 1, а), свидетельствуют о присутствии монокристаллического кремния (Si , период $d = 2.116 \text{ \AA}$), оксидов олова (SnO $d = 1.856 \text{ \AA}$, SnO_2 $d = 2.45 \text{ \AA}$), а также оксида кремния (SiO_2 $d = 1.52 \text{ \AA}$).

Анализ обзорного спектра РФЭС для данных образцов в широком диапазоне энергий связи E_b показал наличие в образце Si, Sn, O, C [13]. Положение основного пика Sn $3d_{5/2}$ составляет 486.4 эВ, а разность между пиками для Sn $3d_{5/2}$ и Sn $3d_{3/2}$ $\Delta = 8.5$ эВ. Полученные значения соответствуют оксиду олова SnO_x [13]. Анализ пика Sn $3d_{5/2}$ показывает, что некоторая часть Sn (до ~ 14%) находится в несвязанном состоянии.

На оже-спектрах регистрируются линии кремния Si(LMM), олова Sn(MNN), кислорода O(KLL) и углерода C(KLL). Пик кремния Si(LMM) имеет четкое разделение на 2 составляющие, с максимумами на 76 и 92 эВ, отвечающие оксидам кремния и чистому кремнию соответственно. С увеличением глубины травления более 100 нм линия чистого кремния существенно (в 2–2.5 раза) превосходит по интенсивности линию окисленного кремния.

По оценкам, произведенным по скорости ионного травления пористого кремния, пик олова Sn(MNN) регистрируется на спектрах вплоть до глубины 300 нм. Дублетный оже-переход Sn(MNN) слабо разрешается, что может указывать на суперпозицию в спектрах линий окислов SnO_x и атомов олова в свободном состоянии [12,14–16].

Оценки коэффициента стехиометрии x для SnO_x показали (см. таблицу), что $x = 1.7$ как вблизи поверхности, так и на границе слоя нанокompозита и пористого кремния. С учетом вышесказанного можно предположить, что олово в состав нанокompозита входит в основном в виде нестехиометричного оксида SnO_x , с практически постоянным коэффициентом x по всей толщине

Характеристики слоев нанокompозита *por*-Si/SnO_x, полученные из данных оже- и РФЭС-спектроскопии

Образец		Толщина слоя композита <i>por</i> -Si/SnO _x (L^*), нм	Предельная глубина для SnO _x , нм	Величина X для SnO _x			Положение фотоэлектронных пиков, эВ	
				$L/10$	$L/2$	L	Sn3d	Si2p
Магнетронное напыление	Без отжига 770 К	300	100	1.7	1.8	1.7	486.4 ± 0.2	99.1 ± 0.2
		1500	1000	1.9	2.0	1.8	486.4 ± 0.2	103 ± 0.2
Парогазовое осаждение		> 1500	700	1.0	1.4	2.0	485.8 ± 0.2	99.2 ± 0.2
Молекулярное наплаивание		> 2000	500	1.3	1.2	1.0	486.2 ± 0.2	99.4 ± 0.2

Примечание. * Оценка глубины L и других пространственных характеристик профилей примесей сделана на основе полученной экспериментальной величины скорости ионного травления пористого кремния $v_{etch} = 2$ нм/мин.

слоя нанокompозита. Подобное поведение коэффициента стехиометрии x в условиях более быстрого спада концентрации атомов олова по отношению к концентрации атомов кислорода при их диффузионном движении свидетельствует о том, что в условиях магнетронного напыления лимитирующим для состава окислов олова являются не концентрации атомов олова и кислорода, а температура и энергетические параметры реакций формирования окислов. Это предположение подтверждается экспериментами по термическому отжигу образцов.

В спектрах РФЭС образцов нанокompозита, прошедших термообработку при 770 К, главный пик олова Sn $3d_{5/2}$ имел ту же энергию, что и в спектрах неотожженного образца, но при этом пик свободного олова отсутствовал. Следовательно, отжиг при 770 К приводит к полному окислению олова вблизи поверхности образца. Одновременно наблюдается значительное увеличение глубины проникновения атомов олова в пористый слой вплоть до 1500 нм (см. таблицу). Аномально большая глубина проникновения атомов Sn, очевидно, вызвана диффузией по поверхностям пор в структуре пористого кремния. Оценка коэффициента стехиометрии SnO_x по вышеприведенной схеме показала, что величина x практически постоянная по толщине слоя и составляет величину $x = 1.8-2.0$ как вблизи поверхности, так и на расстоянии от 1000 до 1500 нм от поверхности (см. таблицу). На основании вышесказанного можно предположить, что олово в основном входит в состав нанокompозита в виде смеси нестехиометрических оксидов, в которой преобладающей фазой является диоксид олова SnO₂.

Таким образом, совокупность данных ПЭМ, оже- и РФЭС-спектроскопии для композита *por*-Si/SnO_x, сформированного методом магнетронного напыления, свидетельствует об образовании слоев нанокompозита *por*-Si/SnO_x с достаточно равномерным распределением оксида олова по поверхности и глубине.

3.2. Нанокompозит *por*-Si/SnO_x, полученный осаждением из ПГФ

Исследования методом ПЭМ (рис. 1, *b*) нанокompозита *por*-Si/SnO_x, полученного осаждением из парогазовой фазы, показывают присутствие на поверхности

островков с размерами от 50 до 300 Å. По сравнению с магнетронным распылением при ПГФ-осаждении образуются островки большего размера и плотность покрытия поверхности нанокompозита островками ниже. На изображениях высокого разрешения (см. вставку на рис. 1, *b*) видно, что эти островки представляют собой конгломерат более мелких островков с видимой кристаллической структурой, образующих поликристалл (см. вставку на рис. 1, *b*). Спектры ЭДА указывают на присутствие в области островков, а также за их пределами атомов кислорода, кремния и олова. Однако максимальная концентрация олова наблюдается в области островков. Из этого можно предположить, что зарождение островков оксида олова происходит на кристаллитах кремния. Так как размеры пор составляют 100–200 Å, возможно перекрытие их островками оксида олова, что должно приводить к снижению эффективной площади нанокompозита.

Данные микродифракции (см. вставку на рис. 1, *b*) показывают наличие как кристаллической, так и поликристаллической фазы в образце. Анализ картин микродифракции свидетельствует о присутствии в слоях следующих соединений: SnO₂ ($d = 1.43$ Å), SnO ($d = 1.6$ Å), Sn₂O₅ ($d = 3.29$ Å), SiO ($d = 1.65$ и 1.967 Å), SiO₂ ($d = 2.36$ и 3.36 Å).

Для данных образцов, как и в предыдущем случае, были зафиксированы рентгеновские фотоэлектронные спектры от четырех элементов: Si, Sn, O, C. Энергия основного пика Sn ($3d_{5/2}$) составляет 485.8 эВ (см. таблицу), что позволяет предположить наличие фазы SnO_x со значением $x < 2$ [13,14].

На обзорных спектрах ЭОС наблюдаются линии, соответствующие оже-переходам Sn, O, Si. Вблизи поверхности кремниевый пик Si (*LMM*) разделяется на две составляющие, отвечающие оксидам кремния и чистому кремнию [12]. Однако на глубинах более 700 нм регистрируется только линия, соответствующая чистому кремнию.

Дублетный оже-переход олова Sn (*MNN*) наблюдается как на поверхности, так и на глубинах свыше 1500 нм (см. таблицу). Наблюдается сдвиг линий олова и кислорода относительно положений линий чистых веществ, что также свидетельствует о формировании оксида олова [12,14].

Оценки коэффициента стехиометрии x показали, что олово во всем слое нанокompозита присутствует в виде смеси оксидов, причем значение x существенно

изменяется с глубиной. Если на поверхности и в приповерхностной области данный коэффициент близок к $x = 1$, то на глубинах от 700 до 1300 нм значение коэффициента стехиометрии x увеличивается и достигает значений $x = 1.4$ на середине профиля и $x = 2.0$ в конце профиля (см. таблицу). Это свидетельствует о преобладании фазы SnO_2 , существенности поверхностной диффузии при формировании распределения окиси олова по толщине слоя и при несколько более быстром уменьшении концентрации олова в процессе диффузии, чем концентрации кислорода с увеличением расстояния от поверхности.

Таким образом, данные ПЭМ и элементного анализа показывают, что при ПГФ осаждения происходит формирование слоев нанокompозита $por-Si/SnO_x$ толщиной более 1500 нм. Однако в отличие от магнетронного напыления распределение оксида олова по поверхности неравномерное, с образованием кластеров, перекрывающих поры и уменьшающих эффективную площадь нанокompозита.

3.3. Нанокompозит $por-Si/SnO_x$, полученный методом МН

По изображениям в ПЭМ (рис. 1, *c*) видно, что для образцов, полученных с использованием метода молекулярного наплавления, образуются островки большого размера ($d = 200-8000 \text{ \AA}$), округлой формы, с ярко выраженными границами. Островки располагаются на всей поверхности образца и покрывают от 30 до 50% его площади. Также содержатся многочисленные островки размером в сотни и тысячи нанометров.

Спектры ЭДА показывают, что в области островков наблюдается значительная концентрация олова и кислорода. За пределами островков в основном регистрируются кремний и кислород, а также незначительное количество олова. Таким образом, можно говорить о том, что при молекулярном наплавлении происходит формирование крупных кластеров оксида олова на поверхности пористого кремния.

Данные микродифракции (см. вставку на рис. 1, *c*) свидетельствуют о наличии поликристаллического оксида олова. Состав, форму и размеры островков можно объяснить особенностями данного метода получения нанокompозита. После выдержки пористого кремния в растворе безводного $SnCl_4$ образуются микрокапли на поверхности, которые в дальнейшем приводят к формированию достаточно крупных островков оксида олова на поверхности.

Обзорный фотоэлектронный спектр поверхности показал наличие тех же элементов, что и для предыдущих образцов. Положение максимума наиболее интенсивного пика олова $Sn 3d_{5/2}$ соответствует нестехиометричному оксиду олова SnO_x [13,14]. На плече пика $Sn 3d_{5/2}$ регистрируется пик свободных атомов олова. При этом интенсивность пика, соответствующего SnO_x , составляет приблизительно 85% от общей интенсивности пика,

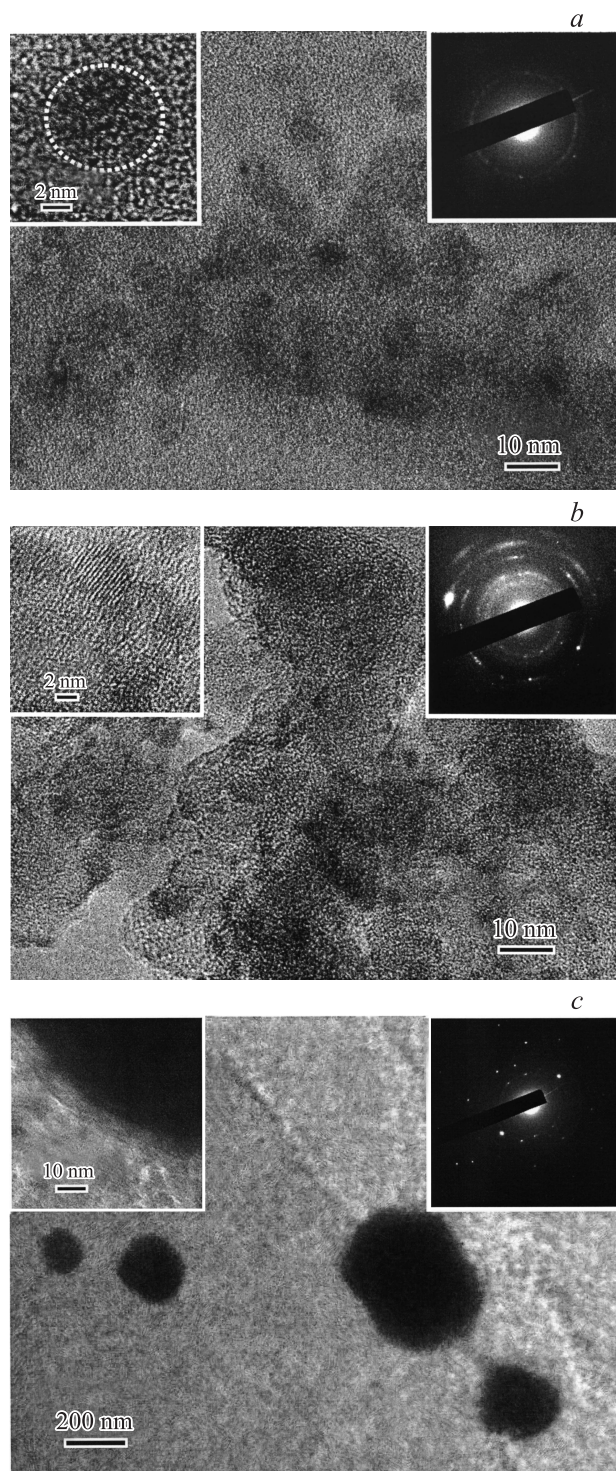


Рис. 1. ПЭМ-изображения слоев нанокompозита $por-Si/SnO_x$, полученных: *a* — методом магнетронного напыления, *b* — методом осаждения из парогазовой фазы, *c* — методом молекулярного наплавления. На вставках: слева — ПЭМ-изображения высокого разрешения, справа — изображения микродифракции.

остальные 15% относятся к атомам свободного олова. Оже-переходы для олова $\text{Sn}(\text{M}_4\text{N}_{45} \text{N}_{45})$ и $\text{Sn}(\text{M}_5\text{N}_{45} \text{N}_{45})$ регистрируются вплоть до глубины 2000 нм. При этом положение пиков смещено относительно значений энергии для чистого олова, что свидетельствует о том, что олово находится преимущественно в окисленном состоянии [12].

Расчет коэффициента стехиометрии x для SnO_x показал, что для различных глубин он меняется от $x = 1.3$ на поверхности до $x = 1.0$ в конце профиля (см. таблицу), из чего следует, что олово в образце находится в виде смеси нестехиометрических окислов, среди которых преобладает SnO с небольшим количеством свободных атомов Sn. Изменение величины x от расстояния до поверхности (см. таблицу) показывает что некоторое падение концентрации кислорода на глубине обусловлено особенностями метода молекулярного наслаивания, в котором количество и состав SnO_x определяются капиллярными процессами. В целом полученные данные для метода МН свидетельствуют о формировании неоднородных слоев нанокompозита por-Si/SnO_x .

4. Газочувствительные свойства нанокompозита por-Si/SnO_x

Результаты ПЭМ, ЭОС и РФЭС показывают, что наиболее равномерное распределение оксида олова, в слое нанокompозита наблюдается при магнетронном напылении олова, с последующим термоотжигом на воздухе. На таких образцах была исследована чувствительность сенсорных структур к оксиду азота (NO_2).

Для электрофизических исследований создавались слои нанокompозита por-Si/SnO_x толщиной ~ 1.5 мкм. Тестовая структура для измерений ВАХ формировалась путем напыления на поверхность нанокompозита алюминиевого контакта диаметром 3.5 мм. Второй контакт, к сильно легированной кремниевой подложке, осуществлялся с помощью пасты In:Ga. Полученная тестовая структура (см. вставку на рис. 2) помещалась в герметичную измерительную камеру, оснащенную нагревательным элементом для проведения измерений при $T = 300\text{--}570$ К. Диоксид азота получался в ходе реакции:



Исследования газовой чувствительности производились путем измерения вольт-амперных характеристик (ВАХ) тестовой структуры при экспозиции в газе и дегазации на воздухе. Из полученных ВАХ рассчитывалось сопротивление структуры.

Чувствительность сенсорного элемента к экспозиции в газе определялась как $S = (R_0 - R_g)/R_0$, где R_g — сопротивление структуры после экспозиции в газе, R_0 — начальное сопротивление структуры до экспозиции в газе.

ВАХ тестовой структуры por-Si/SnO_x при температурах измерения в диапазоне 300–470 К показаны на

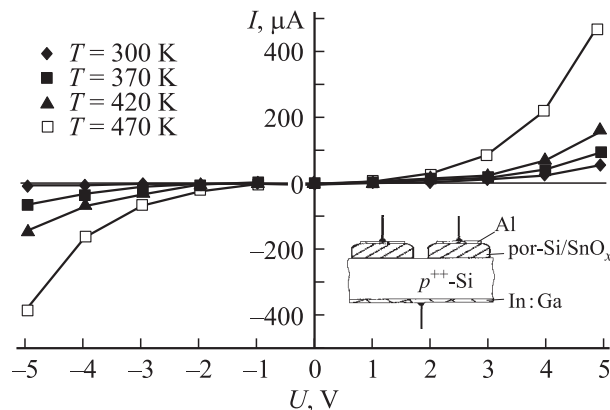


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики структур на основе слоев нанокompозита por-Si/SnO_x . Температура предварительной термообработки нанокompозита 680 К, температура измерения ВАХ 300–470 К. На вставке — схематическое изображение тестовой структуры.

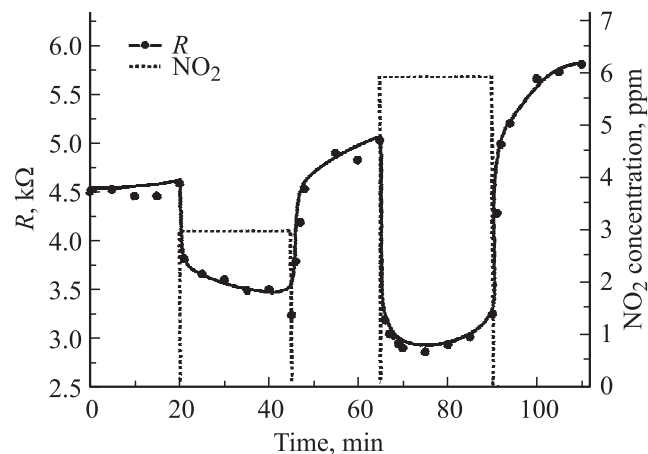


Рис. 3. Кинетика изменения сопротивления слоев нанокompозита por-Si/SnO_x в циклах экспозиции при различных концентрациях NO_2 и при десорбции на воздухе. Температура измерения $T = 470$ К.

рис. 2. Как видно на рис. 2, ВАХ для всех температур измерений имеют ярко выраженный нелинейный характер. С увеличением температуры сопротивление структуры уменьшается.

На рис. 3 представлена зависимость сопротивления тестовой структуры por-Si/SnO_x при температуре 470 К от времени в циклах экспозиции при различных концентрациях NO_2 и при десорбции на воздухе. Как видно на рис. 3, при воздействии диоксида азота сопротивление тестовой структуры уменьшается, причем изменения пропорциональны концентрации NO_2 . Рассчитанная чувствительность к диоксиду азота составляет 0.29 и 0.42 при концентрациях 3 и 6 млн⁻¹ соответственно. Время отклика сенсорной структуры не превышало 40 с, а время релаксации сопротивления структуры к исходной составляло ≤ 40 с. Исследования газовой чувствитель-

ности нанокompозита, проведенные через три месяца, показывают стабильность его свойств.

5. Заключение

Проведенные сравнительные исследования различных методов получения показали, что применение методов магнетронного напыления олова с последующими диффузией и окислением, осаждение из ПГФ, МН позволяют сформировать пористые нанокompозитные слои *por-Si/SnO_x*.

При отжиге образцов, полученных с применением магнетронного напыления, наблюдается аномально большая глубина проникновения Sn (~ 1.5 мкм) вследствие диффузии по поверхностям кристаллитов в пористом кремнии. Оценочная величина $D_{\text{eff}} \approx L^2/t = 10^{-14}$ см²/с, что на 2 порядка больше, чем D_{eff} в монокристаллическом Si при 1270 К. Для слоев, полученных методом магнетронного напыления, коэффициент стехиометрии x для SnO_x практически постоянен по толщине и составляет величину 1.7–1.8 и 1.8–2.0 для структур до термообработок и прошедших термообработку при 770 К соответственно (см. таблицу).

В случае осаждения из ПГФ наблюдается рост коэффициента x для SnO_x с увеличением расстояния от поверхности: $x_s = 1.0$ и $x_v = 2.0$, что обусловлено более сильным уменьшением концентрации олова с расстоянием от поверхности при диффузии, чем концентрации растворенного кислорода.

Тестовые сенсорные структуры, сформированные на основе слоев нанокompозита *por-Si/SnO_x*, полученных с использованием магнетронного напыления, показали достаточно высокую чувствительность к NO₂ и стабильность свойств. Применение дополнительных термообработок позволяет получать слои нанокompозитов *por-Si/SnO_x* с необходимой величиной x , что открывает перспективы оптимизации структуры нанокompозитов для их применения в газовых микросенсорах [15,17].

Авторы выражают благодарность М.В. Тренихину за помощь в исследованиях методом просвечивающей электронной микроскопии и Д.В. Чередову за помощь в проведении электрофизических измерений.

Список литературы

- [1] Y.X. Liang, Y.J. Chen, T.H. Wang. Appl. Phys. Lett., **85** (4), 666 (2004).
- [2] R. Angelucci, A. Poggi, L. Dori, G.C. Cardinali, A. Parisini, A. Tagliani, M. Mariasaldi, F. Cavani. Sensors Actuators A, **74**, 95 (1999).
- [3] C. Cobianu, C. Savaniu, O. Buiu, D. Dascalu, M. Zaharescu, C. Parlog, A. van den Berg, B. Pecz. Sensors Actuators B, **43**, 114 (1997).
- [4] U. Gruning, A. Yelon. Thin Sol. Films, **255**, 135 (1995).
- [5] S. Borini. J. Appl. Phys., **102**, 093 709 (2007).
- [6] G. Amato, L. Boarino, F. Bellotti. Appl. Phys. Lett., **85**, 4409 (2004).

- [7] Z. Gaburro, C.J. Oton, L. Pavesi, L. Pancheri. Appl. Phys. Lett., **84**, 4388 (2004).
- [8] H. Meixner, U. Lampe. Sensors Actuators B, **33**, 198 (1996).
- [9] K. Kalantar-zadeh, B. Fry. *Nanotechnology-Enabled Sensors* (Springer Science + Business Media, 2008).
- [10] В.В. Болотов, Ю.А. Стенькин, Н.А. Давлеткильдеев, О.В. Кривоzubов, И.В. Пономарева. ФТП, **43**, 100 (2009).
- [11] В.В. Болотов, Ю.А. Стенькин, В.Е. Росликов, В.Е. Кан, И.В. Пономарева, С.Н. Несов. ФТП, **43**, 957 (2009).
- [12] L.E. Davis, N.C. MacDonald, P.W. Palmberg, G.E. Riach, R.E. Weber. *Handbook of Auger electron spectroscopy* (Minnesota, PEI, 1986) p. 8.
- [13] C.D. Wagner, W.M. Riggs, L.E. Davis, J.F. Moulder, G.E. Mullenberg. *Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy* (Minnesota, PEI, 1986) p. 10.
- [14] Д. Бриггс, М.П. Сих. *Анализ поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии* (М., Мир, 1987).
- [15] G.E. Buono-Core, G.A. Cabello, H. Espinoza, A.H. Klahn, M. Tejos, R.H. Hill. J. Chil. Chem. Soc., **51**, 950 (2006).
- [16] G. Hoflund, D. Asbury. Thin Sol. Films, **129**, 139 (1985).
- [17] S.H. Park, Y.C. Son, W.S. Willis, S.L. Suib, K.E. Creasy. Chem. Mater., **10**, 2389 (1998).

Редактор Т.А. Полянская

Por-Si/SnO_x nanocompound layers formation for gas micro- and nanosensors

V.V. Bolotov, P.M. Korusenko, S.N. Nesov,
S.N. Povoroznyuk, V.E. Roslikov, E.A. Kurdyukova,
Yu.A. Sten'kin, R.V. Shelyagin, E.V. Knyazev, V.E. Kan,
I.V. Ponomareva

Omsk branch of Rzhanov Institute
of Semiconductor Physics, Siberian Branch
of Russian Academy of Sciences,
644018 Omsk, Russia

Abstract The hetero-phase nanocompound layers based on porous silicon and nonstoichiometric tin oxide (*por-Si/SnO_x*) were produced by various methods. Structure, elemental and phase compositions of the obtained nanocompounds were examined by means of transmission electron microscopy, scanning electron microscopy, Raman scattering spectroscopy, Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy. The results showed formation of *por-Si/SnO_x* nanocompound layers with thickness up to 2 μm with $x = 1.0-2.0$. The enhanced diffusion of tin atoms into porous matrix after annealing at 770 K was observed with $D_{\text{eff}} \approx 10^{-14}$ cm²/s. The test gas sensing structures based on magnetron sputtered *por-Si/SnO_x* nanocompound layers show high sensitivity to NO₂ and stability.