

Западно-Казахстанского региона РК и испытывающего дефицит стройматериалов местного производства.

Таким образом, в результате проведенных экспериментов установлено, что пропитка отходов добычи и пиления известняка-ракушечника обеспечивает получение песка и щебня для слоев дорожных конструкций, отвечающих требованиям стандартов к строительно-дорожным материалам.

Литература

1. Массалимов И.А., Бабков В.В., Мусавиров Р.С., Чуйкин А. Е., Амирханов К.Ш., Мирсаев Р.Н. Способ гидрофобизации шифера. Патент России № 2243191 // БИПМ – 2004. – №36.

2. Мусавиров Р.С., Массалимов И.А., Бабков В.В., Чуйкин А.Е., Балобанов М.А., Шарабыров М.В. Пропиточные гидрофобизирующие композиции на основе водорастворимой серы. // Строительные материалы. – 2003. – №10. – С. 25 – 27.

СИНТЕЗ НАНОСТРУКТУР SiC и C МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ОСАЖДЕНИЯ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ В МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЕ НА Fe КАТАЛИЗАТОРАХ

А.К. Кенжегулов¹, Б.З. Мансуров¹, Б.С. Медянова^{1,2}, Г.С. Суюндыкова^{1,2}, Г. Партизан^{1,2},
М.Е. Мансурова^{1,2}, Б.Е. Жумадилов^{1,2}, У.П. Козтаева³, Б.А. Алиев²

¹Центр инновационных технологий Института проблем горения, 050050, ул. Полежаева, 20, Алматы, Казахстан

²Казахский Национальный Университет им. аль-Фараби, 050040, пр. аль-Фараби, 71, Алматы, Казахстан

³Институт Ядерной Физики, 050032, ул. Ибрагимова, 1, Алматы, Казахстан

E-mail: kazakh_1403@mail.ru

Аннотация

Представлены результаты экспериментов по синтезу наноструктур SiC и C методом химического осаждения из газовой фазы в микроволновой плазме на Fe катализаторах. В качестве подложек использовались пластины полированного монокристаллического и пористого кремния, на поверхность которых был напылен тонкий слой катализатора. Исследован процесс получения наноструктур SiC и C методом химического осаждения из газовой фазы в микроволновой плазме, зависимость структуры и морфологии образцов от температуры синтеза.

Abstract

The results of experiments on the synthesis of SiC and C nanostructures on Fe catalysts by the method of microwave plasma assisted chemical vapor deposition are presented. The plates of polished single-crystal and porous silicon coated with a thin layer of catalyst were used. The process of obtaining SiC and C nanostructures by the method of microwave plasma assisted chemical vapor deposition and the dependence of the structure and morphology of the samples on the synthesis temperature were studied.

Введение

Одномерные (1D) наноструктуры, такие как нановолокна или нанотрубки, вызывают большой интерес в области фундаментальных исследований, а также потенциальных прорывных применений. Среди многих материалов, карбид кремния (SiC) имеет интересные физические, химические и электронные свойства. По этой причине 1D наноструктуры карбида кремния, которые сочетают в себе отличные внутренние свойства с низкой размерностью, имеют большой потенциал [1].

Синтез наноструктур SiC осуществляют в присутствии катализаторов на основе переходных металлов (Fe, Ni, Co) с добавками различных промоторов при температуре в области 500-1500°C [2].

Недавно одномерные (1D) полупроводниковых наноструктуры (волокна, трубки) стали целью интенсивных исследований, благодаря своим уникальным применениям в производстве электронных, оптоэлектронных и сенсорных устройств нанометрового масштаба. Из-за их потенциального применения в наноустройствах, 1D полупроводниковые наноматериалы были выбраны в качестве одного из топ-10 технологий в Техническом обзоре Массачусетского технологического института в 2003 году [3].

Детали эксперимента

Подготовка подложек

В качестве подложек использовались пластины монокристаллического кремния марки КДБ-20 (производитель Siegert Wafer GmbH, Германия) размерами 1×1 см с ориентацией [100] и [111].

Так же с целью активации поверхности в процессе синтеза в Учебной лаборатории полупроводникового приборостроения Физико-технического факультета КазНУ были подготовлены подложки из пористого кремния (ПК). Для этого кристаллический кремний предварительно обрабатывался в ацетоне и помещался в раствор H₂SO₄:H₂O₂ в течение 5 минут, с последующей промывкой в деионизованной воде. Затем пластины погружались в травитель HF:H₂O в течение 1 минуты, после чего тщательно промывались. ПК был сформирован электрохимическим анодированием в модифицированном растворе состава HF (45%): этоксиэтанол : вода в соотношении 1:2:1. Плотность тока и время анодирования соответственно составили: 15 мА и 10 минут. После травления образцы с пористым кремнием тщательно промывались в деионизованной воде и просушивались на воздухе с помощью освещения ПК красной лампой в течение 5 минут. Далее были осаждены Fe пленки в течение 5 мин методом магнетронного распыления на базе ВУП-5М. Нанесение катализаторов на кремний проводилось в атмосфере Ar/H₂, величина смещения потенциала между электродами 600В, ток плазмы 28-30 мА. Рабочее давление камеры составляло 10⁻² мм.рт.ст.

Синтез наноструктур

Синтез наноструктур проводился в Отделе поверхности и технологий новых материалов Института Материаловедения Университета г. Зиген (Германия) на установке химического осаждения из газовой фазы в микроволновой плазме (МВ-ХОГФ) системы ASTEX (частота 2.45 ГГц).

Эксперименты проводились в атмосфере смеси газов триметилсилана ((CH₃)₄Si) и водорода, скорость потока которых составляла 10 и 400 см³/мин, соответственно. Длительность всех экспериментов – 120 мин.

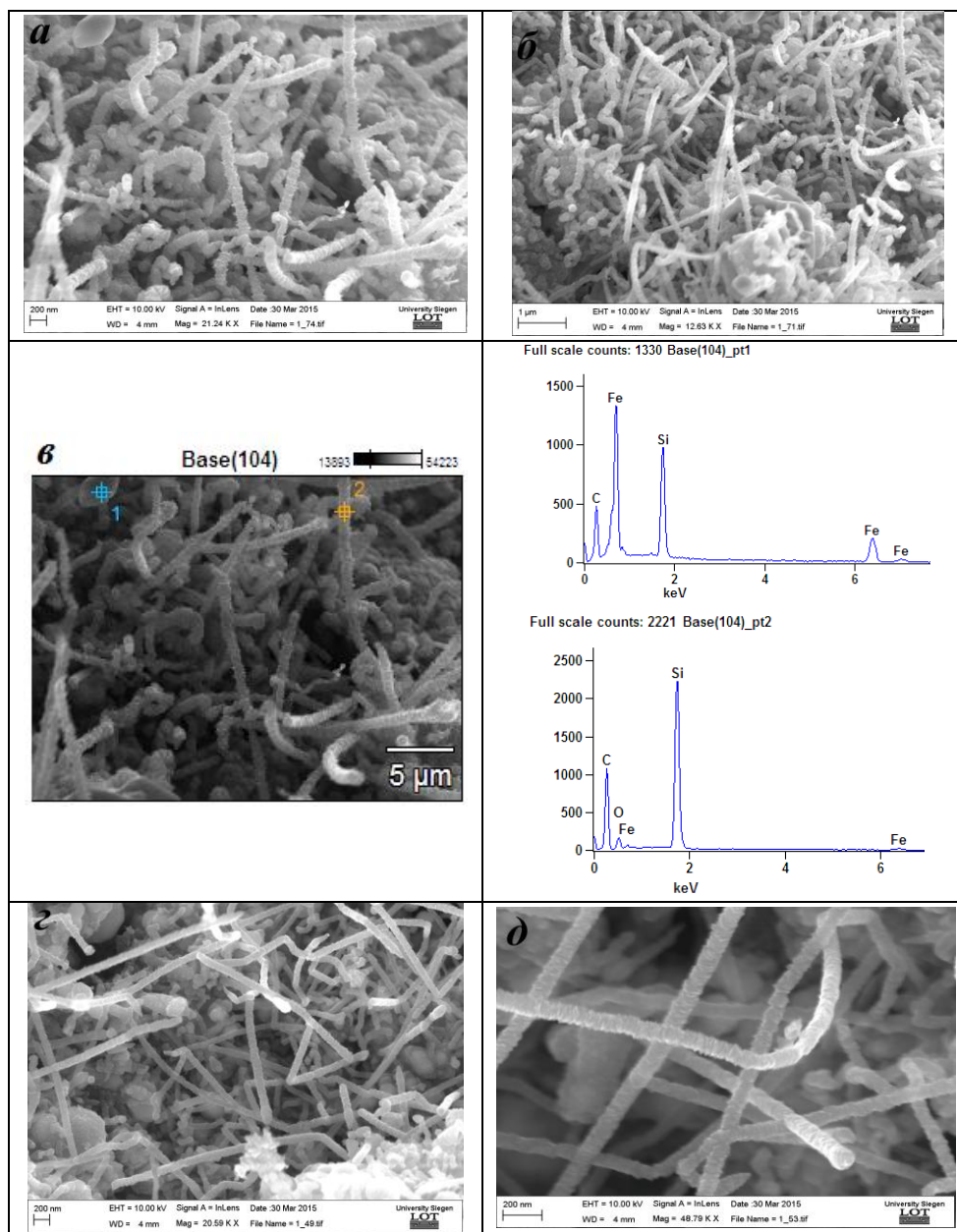
Результаты и обсуждение

Метод сканирующей электронной микроскопии

Полученные образцы были изучены методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в Институте Материаловедения Университета г. Зиген. Для исследования морфологии и толщины образцов использовался автоэмиссионный сканирующий электронный микроскоп сверхвысокого разрешения фирмы Zeiss модели Gemini Ultra 55 вместе с устройством для рентгеноспектрального микроанализа исследуемого образца в

микроскопе от фирмы «Thermo Scientific».

На рисунке 1 представлены результаты исследований образцов, синтезированных при температуре подложки 600°C на буферном слое Fe методом СЭМ. Можно заметить, что на обеих подложках рост НС носит массовый характер по всей поверхности подложки (рис. 1а, б и г). На рисунках 1г и 1д видно, что нановолокна, полученные на полированных подложках с ориентацией [111] являются более прямыми и тонкими. Диаметр образований составляет 80-150 нм. Энергодисперсионные рентгеновские спектры указывают на то, что содержание углерода в НС варьируется от 40 до 70%.



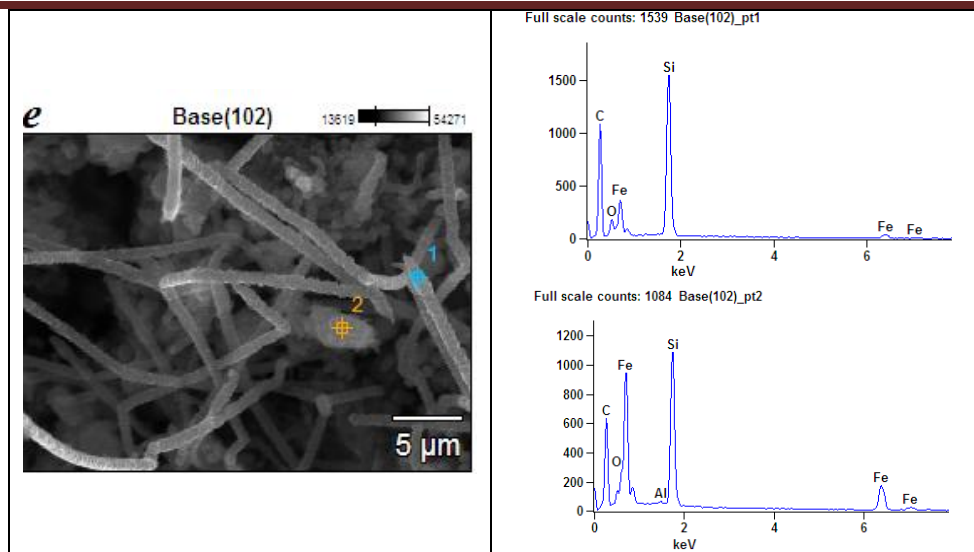


Рис. 2 – СЭМ-изображения и энергодисперсионные рентгеновские спектры образцов синтезированных при температуре подложки 600°C. а, б, в – на полированном Si (100), г, д, е – на ПК (111)

Метод комбинационного рассеяния света

Полученные образцы были исследованы методом комбинационного рассеяния света (КРС) в Национальной нанотехнологической лаборатории открытого типа с помощью спектрометра NT-MDT NTegra Spectra (длина волны лазерного излучения $\lambda = 473$ нм). На рисунке 2 приведены спектры КРС некоторых образцов.

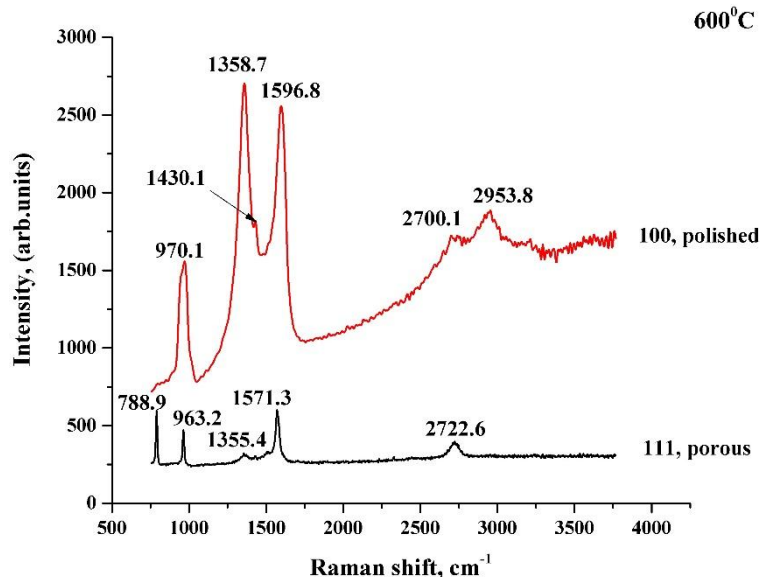


Рисунок 2 - Спектры КРС углеродных наноструктур, полученных при температуре 600°C

В верхнем образце можно заметить пик при 970.1 см^{-1} , соответствующий продольной моде карбида кремния 3C-SiC [4]. Пики D и G расположены в области 1358.7 и 1596.8 см^{-1} . Наличие второго порядка в пределах 2700.1 см^{-1} , а также D+G пика в области 2953.8 см^{-1} позволят судить о наличии углеродных нанотрубок. Дополнительный пик при 1430.1 см^{-1} соответствует группам CH_3 [5]. Для второго образца основные углеродные пики наблюдаются в области 1355.4 и 1571.3 см^{-1} . Как и в первом образце присутствуют пики карбида кремния в пределах 788.9 и 963.2 см^{-1} . Пик, расположенный в области 2722.6 см^{-1}

соответствует группе 2D, отвечающей за кристалличность.

Заклучение

Были проведены эксперименты по синтезу наноструктур SiC и C на Fe буферном слое методом химического осаждения из газовой фазы в микроволновой плазме.

Исследования методом сканирующей электронной микроскопии показали, что полученные НС имеют диаметр 50-150 нм и шероховатую поверхность. Образование наноструктур происходит на буферном слое Fe. Анализ результатов сканирующей электронной микроскопии образцов показывает, что в отличии от полированного Si рост наноструктур на поверхности пористого кремния носит более массовый характер. Энергодисперсионные рентгеновские спектры указывают на то, что содержание углерода в НС варьируется от ~40 до ~90 %.

Результаты исследований методом комбинационного рассеяния света подтвердили, что присутствуют углеродные наноструктуры карбида кремния со структурой политипа 3C-SiC. Также можно отметить присутствие основных углеродных пиков в пределах ~1300 и ~1500 см⁻¹, которые соответствуют углеродным наноструктурам на обоих типах подложек. Анализ показал, что наиболее оптимальной температурой для получения наноструктур карбида кремния является 600°C.

Авторы благодарят к.ф.-м.н. Диханбаева К.К. за помощь в подготовке образцов пористого кремния, профессора Ксин Джанга – директора Института Материаловедения Университета г. Зиген (Германия) за предоставленную возможность использования оборудования.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Комитета Науки МОН РК № 3823/ГФ4.

Литература

[1] Latu-Romain L. and Ollivier M. Silicon carbide based one-dimensional nanostructure growth: towards electronics and biology perspectives // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2014. – Vol.47. – P. 203001.

[2] Кузнецов В. Л., Усольцева А. Н., Мазов И. Н. Общие закономерности формирования углеродных наноструктур и нитевидных кристаллов карбида кремния на поверхности металлических катализаторов // Рос. Хим. Ж. – 2004 – т. XLVIII - №5 – С. 37-45.

[3] Weimin Zhou, Yafei Zhang, Xiaoming Niu, and Guoquan Min. One-Dimensional SiC Nanostructures: Synthesis and Properties // Springer – June 2008 – Chapter 2. – P. 17-44.

[4] Junho Jeong, Gwi-Sang Chung, Shigehiro Nishino. Raman Scattering Investigation of Polycrystalline 3C-SiC Film Deposited on SiO₂ by Using APCVD with Hexamethyldisilane //Journal of the Korean Physical Society. – 2008. – Vol. 52, No. 1. – P. 43-47.

[5] Keith B. Dillon, David W. H. Rankin. Spectroscopic Properties of Inorganic and Organometallic Compounds // Royal Society of Chemistry. – 20 December, 2000. – Vol.33 - P. 311.