

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ И ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ SiNP

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 4 курса 4091 группы
направления 22.03.01 «Материаловедения и технологии материалов»
института физики

Удовенко Анастасии Владимировны

Научный руководитель,
доцент, к.ф.-м.н., доцент

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Д.В. Терин

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой,
д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов 2021

Введение. Пористый кремний (por-Si) представляет собой наноструктурированный материал, получаемый различными методами химического и электрохимического травления. Возможные применения пористого кремния в оптоэлектронике, технологии плоских дисплеев и биохимических датчиков вызвали большой интерес с момента открытия его светоизлучающих свойств в 1990 году Л. Кэнхэмом.

Характерной чертой пористого кремния является удельная площадь его внутренней поверхности. Наличие развитой химически активной поверхности обуславливает уникальные свойства пористого кремния, которые существенно зависят от формы, диаметра и количества пор.

Исследование пористого кремния является актуальным на сегодняшний день направлением научных изысканий. Оно имеет как практическое значение, контролируемое получение пористой структуры с заданными свойствами, так и теоретическое значение, фундаментальное понимание процессов, происходящих при травлении монокристаллической подложки с получением развитой пористой структуры.

В настоящее время проблема изучения эффекта воздействия γ -квантов на свойства пористого кремния при дозах облучения 8, 16 и 24 кР является важной и актуальной. Исследования, проведенные другими авторами, находятся в других, более высоких диапазонах с различными гамма источниками и энергиями. В настоящей работе максимальная доза облучения составила 24кР при получении на облученной подложке 40кР. Облучение проводилось на автоматизированной установке, где человеческая ошибка в оценке времени и суммарной дозы облучения сведена к минимуму.

Целью выпускной квалификационной работы является исследование морфологии и оптических свойств мезо-и нанопористого кремния от условий получения *in situ*.

На основе поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- получение наноструктурированного кремния методом металл-стимулированного химического травления при γ – облучении *in situ*;

- изучение морфологии поверхности образцов пористого кремния методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии;
- исследование спектров отражения полученных образцов в видимой и ИК областях спектра;
- проведение анализа профиля поверхности наноструктурированного кремния;
- исследование смачиваемости поверхности пористой структуры.

Дипломная работа занимает 52 страницы, имеет 31 рисунок и 7 таблиц.

Обзор составлен по 28 информационным источникам.

Во введение рассматривается предмет исследования, обоснована актуальность работы, сформулирована цель и задачи работы, апробация работы.

В первом разделе работы рассматриваются методы формирования пористого кремния, его основные свойства и применения. Наиболее подробно описаны этапы метода металл-стимулированного химического травления монокристаллического кремния.

Во втором разделе работы описываются методы исследования образцов пористого кремния. Для изучения морфологии поверхности использовались сканирующая и атомно-силовая микроскопия. С целью изучения влияния облучения на шероховатость образцов, снимки, полученные с атомно-силового микроскопа, обрабатывались с помощью программного комплекса Gwyddion. При дальнейшем исследовании влияния γ -облучения на свойства полученных образцов пористого кремния проводилось исследование смачивания поверхности водой с помощью прецизионного оптического тензиометра. Методы спектроскопии в видимом и ИК-диапазоне позволили провести анализ изменения коэффициента полного и зеркального отражения пористой структуры от дозы облучения, на основе данных ИК-спектроскопии был определён состав поверхности пористого кремния.

Во третьем разделе работы рассматривается подготовка образцов к травлению, подготовка травящих растворов, технология получения пористого

кремния методом металл-стимулированного химического травления при воздействии γ -излучения *in situ*.

В четвертом разделе рассматриваются оптические свойства полученного нанопористого кремния. Коэффициент отражения исследовался с помощью спектрофотометра СФ-56 в видимом диапазоне спектра и Фурье-ИК-спектрометра в ИК-диапазоне.

В пятом разделе рассматривается исследование параметров профиля поверхности с помощью сканирующей и атомно-силовой микроскопии. Получены результаты измерения шероховатости полученных структур пористого кремния. В данном разделе рассматривается изменение шероховатости в зависимости от дозы облучения образцов.

В шестом разделе рассматривается исследование динамического краевого угла смачивания водой пористой структуры. Смачивание на шероховатых поверхностях по сравнению с гладкими имеет ряд особенностей. Причиной изменений данных показателей является наличие на поверхности микровыступов и отличие площади контакта жидкости и шероховатой поверхности в сравнение с гладкой. В разделе рассмотрено изменение краевого угла смачивания в зависимости от дозы облучения.

Основное содержание работы

Формирование нанопористых структур Si проводилось на необлученных и облученных малыми дозами γ -квантов подложках [1]. Подложки предварительно обрабатывались тормозным ускорителем электронов бетатрона СГУ при максимальной энергии $E=25\text{МэВ}$. Подложки помещались в центре пучка γ -излучения на расстоянии 75 см от платиновой тормозной мишени, доза облучения составила 0, 30 и 40 кР.

Перед непосредственным погружением образцов в травящий раствор они погружаются в раствор металлизации для осаждения Ag на поверхность подложки. После подготовки травящего водного раствора, а также подложек (облученных и необлученных) с осажденным на их поверхности серебром, реактор с травящим раствором помещается в зону облучения медицинского

линейного ускорителя электронов. Ускоритель откалиброван по поглощенной дозе в максимуме ионизации, доза облучения составляла 24 кР при получении образцов в течение часа. Через 20 минут из реактора извлекали первую серию образцов (доза облучения составила 8 кР), вторую извлекли на сороковой минуте (доза облучения 16 кР) и через час – третью (доза облучения 24 кР).

В работе представлены исследования отражения от полученных при обработке γ -облучением структур SiNP в видимом и ИК областях спектра. Измерения коэффициента отражения на ИК-спектрометре позволили оценить состав поверхности готовых SiNP при различных условиях получения. Для всех исследуемых образцов характерны устойчивые минимумы отражения Si–O, которые находятся в диапазоне от 1080 до 1200 см^{-1} . Так же характерный пик находится в диапазоне от 2900 до 2960 см^{-1} , при этом максимумы 2900–2930 см^{-1} выражают связь C–H валентные колебания в CH_2 , а 2939–2960 см^{-1} выражают связь C–H валентные колебания в CH_3 [2].

Структурные изменения образцов пористого кремния изучаются с помощью сканирующего и атомно-силового микроскопа. Полученные результаты позволяют получить зависимости глубины вытравленного слоя пористого кремния от времени травления.

Глубина вытравленного пористого слоя зависит от времени травления, при увеличении времени травления высота столбов пористого кремния увеличивается.

Снимки с атомного-силового микроскопа подвергались обработке с помощью программного комплекса Gwyddion [3], посредством инструмента измерения шероховатости. Построен график зависимости шероховатости R_a от времени травления образцов.

Из приведенного графика можно заметить, что с увеличением дозы γ - облучения происходит изменение шероховатости SiNP. Обнаружено, что шероховатость уменьшится по мере того, как доза облучения увеличивалась, что может свидетельствовать об упорядочении поверхности получаемых

структур, аналогичные результаты по изменению шероховатости так же наблюдается и в других исследованиях [4].

Для проведения исследования смачиваемости поверхности пористой среды были отобраны серии образцов с облученной и необлученной подложкой. Динамический угол смачивания исследовался с помощью тензиометра Theta Lite Optical Tensiometr TL 100.

По данным обработки видеоизображений с помощью программного обеспечения AttensionThetta были построены зависимости краевого угла смачивания от времени.

При выполнении измерений равновесного краевого угла смачивания дистиллированной водой поверхности образцов SiNP было обнаружено, что образцы с пористой структурой проявили более гидрофобные свойства по сравнению с подложкой. Образцы, полученные на подложке с наибольшим облучением, были сравнительно менее гидрофобными, чем образцы с необлученной подложкой, краевой угол смачивания для которых составлял более 90° . Уменьшение значения равновесного краевого угла смачивания в соответствии с уравнением Венцеля-Дерягина может происходить по причине уменьшения шероховатости для гидрофобных поверхностей [5].

Заключение. В ходе выполнения практики получены следующие результаты:

1 проведено получение наноструктурированного кремния методом металл-стимулированного химического травления при воздействии γ -излучения *in situ*;

2 методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии изучена морфология поверхности полученных образцов;

3 проведено исследование спектров отражения образцов пористого кремния в видимой и ИК областях спектра;

4 проведен анализ профиля поверхности наноструктурированного кремния;

5 проведено исследование смачиваемости поверхности пористого кремния.

Глубина пористого слоя на промежутке от 20 до 40 минут зависит от облучения незначительно, однако при получении образцов 60 минут зависимость от облучения резко увеличивается. Данные ИК-спектроскопии свидетельствуют, что коэффициент полного отражения в видимом диапазоне прямо пропорционально зависит от дозы облучения образца. В ИК-диапазоне увеличение дозы облучения ведет к небольшому росту коэффициента отражения, однако различие этого параметра зачастую порядка погрешности измерений. С помощью ИК-спектрометрии были выявлены характерные устойчивые минимумы отражения, соответствующие определенным химическим связям, которые наблюдаются в пористом кремнии.

Для исследования влияния облучения на морфологию пористого кремния, полученные с помощью атомно-силовой микроскопии снимки подвергались обработке посредством инструмента измерения шероховатости. Было выявлено, что шероховатость облучаемых образцов уменьшалась с увеличением дозы γ -облучения, измерения структурных свойств, полученных образцов показали нелинейный характер. Исследование динамического контактного угла смачивания водой поверхности пористого кремния показало, что поверхность пористой структуры обладает более гидрофобными свойствами по сравнению с подложкой. Краевой угол смачивания образцов уменьшался с увеличением дозы γ -облучения, что может говорить об уменьшении шероховатости полученных на облученной подложке образцов. Работа адгезии с уменьшением равновесного контактного угла смачивания увеличивается, что может свидетельствовать об увеличении взаимодействия контактирующих фаз.

Представленные результаты работы докладывались и обсуждались на студенческой научной конференции института физики, 26 апреля 2021 г., г. Саратов, на международной научной конференции Ломоносов 2021 в заочном формате.

Список использованных источников

1 Белобровая, О. Я. Влияние малых доз гамма-излучения на оптические свойства наноструктурированного кремния, полученного методом металл-стимулированного химического травления *in situ* / О. Я. Белобровая, В. В. Галушка, В. С. Исмаилова, В. П. Полянская, В. И. Сидоров, Д. В. Терин, А. А. Машков // Изв. Саратов. ун-та. Нов. сер. Сер. Физика. – 2020. – Т. 20, № 4. – С. 1-11.

2 Гаврилов, С. А. Электрохимические процессы в технологии микро-и наноэлектроники / С. А. Гаврилов, А. Н. Белов. – М. : ИНФРА-М, 2011. – 240 с.

3 Гвиддион [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL : <http://gwyddion.net/> (дата обращения: 25.04.2021). – Загл. с экрана. – Яз. англ.

4 Pandaram, P Non-linear structural and surface morphological modifications due to gamma irradiation in p-type porous silicon / P. Pandarama, A. Saranyab, S. Jothic, B. Lawrencec, N. Prithivikumaranc, N. Jeyakumaranc // Materials Science in Semiconductor Processing. – 2019. – V. 104. – P. 1-10.

5 Адамсон, А. Физическая химия поверхностей / А. Адамсон. – М. : Издательство «МИР», 1979. – 568 с.