

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА РОСТА НАНОСТРУКТУР СУЛЬФИДА МЕДИ В ОБЪЕМЕ МАТРИЦЫ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

**М.Б. МУРАДОВ, С.А. ТАЛЫБОВА, А.Г. МУРАДОВА,
А.М. МАГЕРРАМОВ, М.А. АЛЛАХВЕРДИЕВ, А.Г. ЯШАР**

Бакинский Государственный Университет

AZ1145 Баку, ул. З. Халилова, 23

Skanedici elektron mikroskopunun köməyi ilə silisium dioksidin həcmində mis sulfid nanozərrəciklərin yetişdirilməsi tədqiq edilmişdir. Silisium dioksid matrisi zol-gel texnologiyası ilə alınmışdır. Silisium dioksidin morfolojiyası öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, o tetraedrik və məsaməli struktura malikdir. Göstərilib, ki formalaşma mexanizmi əvvəlcə mikrokristallitlərin səthində nanohissəciklərin yaranması ilə başlanır. Sonra isə onlar bir birilə birləşərək mikrokristallitin səthində nazik təbəqə əmələ gətirir.

В данной работе с помощью сканирующей электронной микроскопии исследовались образцы наноструктур сульфида меди, сформированные в объеме диоксида кремния. Матрицу диоксида кремния сформировали с помощью золь-гель технологии. Была изучена морфология диоксида кремния. Выяснено, что она имеет тетраэдрическую пористую структуру. Показано, что процесс роста наноструктур CuS начинается с образования наночастиц сульфида меди на поверхности микрокристаллитов. Дальнейшее увеличение количества циклов приводит к слиянию наночастиц и образованию тонкого слоя сульфида меди на поверхности микрокристаллитов диоксида кремния.

In present work was investigated growth process of copper sulfide nanoparticles in volume of silicon dioxide matrix by SEM. The matrix of silicon dioxide was obtained Sol-Gel technology. It was found out that it has tetrahedral porous structure. The growth process of CuS began with formation of nanoparticles in surface of dioxide silicon microcrystallites. In increasing of quantity of cycles in result of coalescence process was formed thin films of CuS in surface of microcrystallites.

ВВЕДЕНИЕ

Полупроводниковые нанокомпозиты являются перспективными материалами для применения в оптоэлектронике [1], солнечной энергетике [10], для создания высокоскоростных процессоров, работающих в терагерцовом диапазоне [2-4]. Одним из простых способов формирования наноструктур является золь-гель технология. С помощью этого метода были сформированы наноструктуры, ZnS[5], Ag[6], SnO₂/Zn [7], CuSe [8], CuO[8], Cu[8], TiO₂ [9], были исследованы их оптические свойства.

Целью данной работы являются получение нанокомпозитов на основе диоксида кремния и наноструктур CuS, используя комбинации золь-гель технологии и послойной хемосорбции ионов. Преимущество такого комбинированного метода состоит в том, что он позволяет контролировано изменить долю полупроводника в объеме матрицы диоксида кремния. Это в свою очередь должно приводить изменению электрических и оптических свойств нанокомпозита. Управляя межчастичным расстоянием, степенью покрытия матрицы наноструктурами можно управлять физическими свойствами нанокомпозитов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методика формирования нанокомпозитов SiO₂ /CuS состояла из двух этапов:

Первый этап состоит в том, что с помощью золь-гель технологии формировали пористую структуру n(SiO₂) [5]. После этого с помощью послойной хемосорбции ионов в объеме матрицы n(SiO₂) сформировали наночастицы сульфида меди. Пористую матрицу (SiO₂) формировали следующим образом: исходными компонентами служили алкооксид металла тетраэтоксисилан (ТЭОС) - Si(OC₂H₅)₄ и

дистиллированная вода. Смешивали их в пропорции 20:1. Для ускорения процесса гидролиза и поликонденсации, в качестве катализатора в реакционную смесь добавляли одну каплю концентрированной соляной кислоты. В результате гидролиза образовался золь поликремниевой кислоты, которая накапливалось на дне сосуда. Отдельно приготавливается водная эмульсия силасорба 600, размер частиц которых составляет 10μm. При добавлении водной эмульсии силасорба 600 к золю образуется однородная гелеобразная масса. Процесс является экзотермическим и происходит с выделением тепла. Полученные в результате гидролиза, вода и этиловый спирт выделяются из массы с помощью центрифугирования и удаляются. Полученная смесь разливается на подложку заданной геометрии, нейтрализуется с помощью аммиака и сушится при комнатной температуре в закрытом контейнере 2-3 часа. Для удаления продуктов нейтрализации (аммиак, аммоний хлористый, остатки соляной кислоты), полученная пластинка промывается дистиллированной водой, просушивается и помещается в муфельную печь для термической обработки при температуре 600 °C. Управляя температуры отжига можно контролировать степень пористости полученных структур.

Следующий этап: процесс роста наночастиц осуществляется с помощью послойной хемосорбции ионов из растворов электролитов. В качестве источников анионов и катионов использовали водные растворы солей CuSO₄·5H₂O и Na₂S·9H₂O, концентрации растворов которых составляли 0,1M. Процесс роста был начат с сорбцией ионов меди. Матрицу n(SiO₂) (далее подложка) погружали в раствор, содержащий ионы меди. Время сорбции меди составляло 15 мин. После сорбции подложку трижды промывали в дистиллированной воде в течение 15 мин. А потом ее

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА РОСТА НАНОСТРУКТУР СУЛЬФИДА МЕДИ В ОБЪЕМЕ МАТРИЦЫ...

погружали в раствор электролита, содержащий ионы серы и держали 15 мин. Далее подложку промывали в дистиллированной воде. В дальнейшем, процесс наращивания позволяет увеличивать количество полупроводника в объеме матрицы диоксида кремния. С увеличением количества циклов образцы приобретают темный оттенок, что указывает на образование сульфида меди.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Были получены образцы с двумя и шестью циклами роста. Полученные образцы исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) марки LEO SUPRA. На рис. 1 показана микрофотография исходного образца диоксида кремния. Средний размер кристаллитов $n(\text{SiO}_2)$ составляет 9,84 μm , которые имеют тетраэдрическую структуру. Система является пористой, размеры межкристаллических пор меняются от 90 до 100 нм.



Рис. 1. Микрофотография поверхности диоксида кремния, полученная с помощью СЭМ

На рис. 2 показана микрофотография поверхности образцов после двух циклов роста. Как видно из рисунка, на поверхности образца сформировались наночастицы со средним размером от 60 до 110 нм. В некоторых участках размеры частиц достигают 170 нм. Такой относительно большой размер частиц, по-видимому, объясняется большой плотностью сорбционных центров. Это приводит к уменьшению межчастичного расстояния и ускоряет процесс коалесценции частиц. В результате происходит укрупнение полученных наночастиц. На рис. 3 показана микрофотография поверхности образца после шести циклов роста. Как видно из рисунка, поверхность образца покрыта тонким слоем сульфида меди. Как видно из микрофотографии слой сульфида меди состоит из наночастиц с размером 91 нм.

Как видно из представленных рисунков процесс роста происходит следующим образом: сначала на активных центрах сорбируются ионы меди. При одном и двух циклах роста на поверхности микрокристаллитов $n(\text{SiO}_2)$ образуются наночастицы CuS . Между близлежащими

частицами происходит процесс коалесценции. С увеличением количества циклов уменьшаются расстояния между частицами и усиливается коалесцентные процессы. В результате поверхность микрокристаллита покрывается тонким слоем пленки сульфида меди.

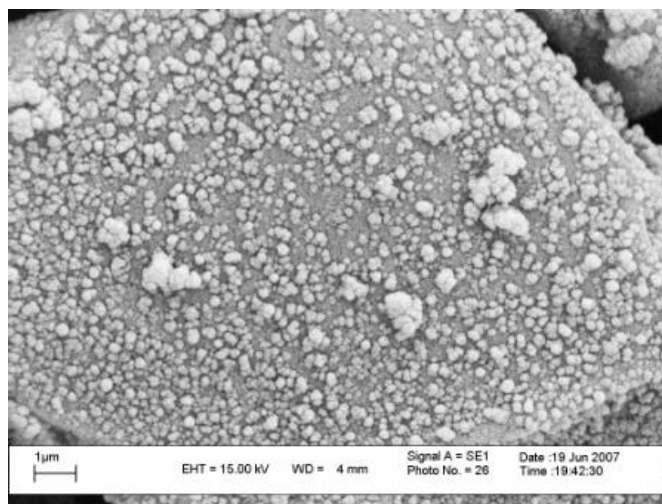


Рис. 2. Микрофотография поверхности диоксида кремния с наночастицами CuS два цикла роста на СЭМ

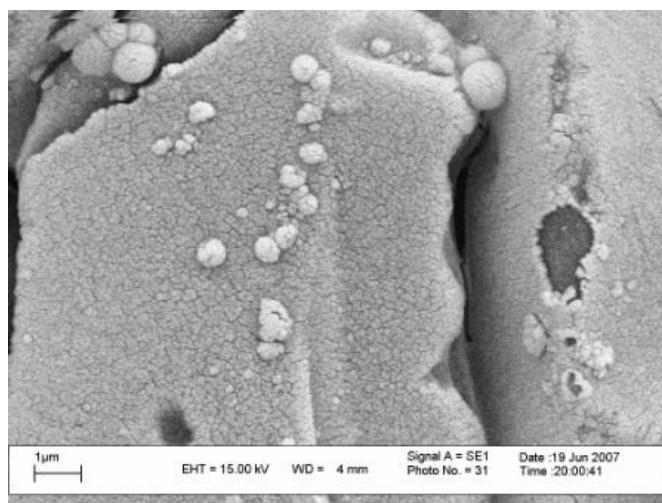


Рис. 3. Микрофотография поверхности диоксида кремния с наночастицам CuS шесть циклов роста на СЭМ

Таким образом, в данной работе был изучен процесс формирования наноструктур сульфида меди на поверхности микрокристаллитов $n(\text{SiO}_2)$ с помощью сканирующей электронной микроскопии. Было показано, что процесс роста происходит с образованием наночастиц в начальных стадиях роста. При увеличении количества циклов эти частицы сливаются, и покрывают поверхность микрокристаллита тонким слоем CuS .

-
- [1]. *М.Б. Мурадов, Г.М. Эйвазова, Н.Г. Дарвишов, С.Э. Багурова*, Azerb. Nat. Transaction of Azerbaijan Acad. of Sci, Ser. of Phys.-Math. Sci., №5 (2004) 145.
- [2]. *J Han, W. Zhang, W. Chen, L. Thamizhamani, Z.Zhu, J. phus, Chem., B. D Condence Matter*, Mater Surf Interfaces Biophys, Feb 9; 110 (5) (2006) 1989
- [3]. *T.Y. Zhang and J.C. Cao*, Appl. Phys., 97 (2005) 024307
- [4]. *J. Sigmund, C. Cydlo, and H.L. Hartnagel, N. Benker, H. Fuess, F. Rutz, T. Kleine-Ostmann, M.Koch*, Appl. Chem., 72 (2000) 252103
- [5]. *B.Brattacharjee, D.Ganguli, K. Lakoubovsku, A. Stesmans and S. Chaudhuri*. MS received (2002)
- [6]. *Masayuki Yamone*, Department of Inorganic Materials, Tokyo Institute of Technology, Tokyo 152-8552, Japan
- [7]. *Т.Д.Малиновский, В.И. Сочков*, Известие ВУЗов, Физика №12 (2003) 17-19
- [8]. *А.А. Алексеенко, В.С. Гурин, К.В. Юмашев, С.А. Золотовская, Г.А. Жавнерко, Л.В. Судник*. Матер. Квант. Элект. и Фотоники. Сем. Наноструктурные материалы-2000г. Беларусь- Россия (г. Москва)
- [9]. *M.Langlet, A. Kim, M. Audier, J.M. Herman, J. Sol-Gel Sci. Tech.* 25 (2002) 23
- [10]. *S. Gunesh, H. Neugebauer, N. S. Sariciftci, J. Rather, M. Kovalenko, G. Pillwein, W. Heiss*, Adv. Funct. Mater. 16 (2006) 1095-1099

Daxil olunub: 01.07.2007