

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ СИНТЕЗА МАКРОПОРИСТОГО КРЕМНИЯ НА СМАЧИВАНИЕ ЕГО ПОВЕРХНОСТИ РАСТВОРАМИ МЕЛАМИНА

Кастевич А.А.

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
г. Минск, Республика Беларусь

Чубенко Е.Б. – канд. техн. наук, доцент

В данной работе исследованы зависимости изменения краевого угла смачивания поверхности макропористого кремния водным раствором, содержащего меламин, от состава раствора и режимов электрохимического анодирования при получении слоя макропористого кремния.

Графитоподобный нитрид углерода является одним из перспективных фотокаталитических материалов на сегодняшний день благодаря своей электронной структуре. Средняя по величине ширина запрещенной зоны, а также температурная и химическая стабильность делает графитоподобный нитрид углерода подходящим материалом для создания фотокатализаторов. Синтез структур нитрида углерода на подложке, обладающей большой удельной площадью поверхности, позволяет увеличить эффективность реакций фотокатализа.

Одним из методов синтеза графитоподобного нитрида углерода является термическая поликонденсация меламин при температуре 450–550 °С. Данный процесс является многостадийным. Сначала происходит образование гептазиновых колец в процессе термического разложения меламин (мелем), которые ведут себя как мономеры с тремя функциональными группами, конденсирующиеся на финальном этапе в конечный продукт – графитоподобный нитрид углерода.

В рамках данной работы было проведено исследование смачиваемости поверхности макропористого кремния водным раствором меламин. Хорошая смачиваемость позволит заполнить поры в пористой матрице прекурсором для синтеза графитоподобного нитрида углерода, что необходимо для создания конформных покрытий из этого материала для создания покрытий с большой удельной площадью поверхности и высокой эффективностью фотокатализа.

В результате проведенных экспериментов было установлено, что краевой угол смачивания поверхности макропористого кремния раствором, содержащим меламин, полученного путем электрохимического травления монокристаллического кремния КДБ-12/24 (100) при плотности тока 8 мА/см² в водном растворе HF(45 об.%):DMCO=10:46 составил 105°, что свидетельствует о невысокой степени смачивания. Это явилось основанием для проведения серии экспериментов для поиска зависимостей, влияющих на смачивание поверхности макропористого кремния водным раствором, содержащим меламин.

Была проведена серия экспериментов по установлению степени смачивания поверхности макропористого кремния меламин-содержащим раствором. Было приготовлено несколько образцов пористого кремния с различными значениями параметров процесса синтеза, представленными в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры формирования слоев монокристаллического кремния

№ образца	1	2	3	4	5
Состав среды анодирования	Водный раствор HF(45 об.%):DMCO=10:46			Водный раствор HF(45 об.%):DMCO = = 10:92	Водный раствор HF(45 об.%):DMCO = = 10:23
Время анодирования, мин	42	20	5	20	
Плотность тока, мА/см ²	4	8	32	8	

Также были приготовлены три водных раствора, содержащих меламин, с различной концентрацией меламин. В раствор также было добавлено поверхностно активное вещество лаурилсульфат натрия. Составы растворов представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Состав водных растворов меламин

Номер раствора	1	2	3
Концентрация меламин, мг/мл	0,75	1,5	3
Концентрация лаурилсульфата натрия, мг/мл	0,1		

Было установлено, что, относительно образца, полученного при анодной плотности тока 8 мА/см² уменьшение плотности тока анодирования до 4 мА/см² вызывает уменьшение пористости

кремния с 62 до 38 %, максимальный диаметр пор при этом возрос с 2,02 мкм до 2,67 мкм. При увеличении плотности до 32 мА/см² происходит электрополировка монокристаллического кремния. Относительно образца, изготовленного с применением раствора HF(45 об.%):DMCO=10:46, изменение пропорции до 10:92 вызывает уменьшение степени пористости кремния с 62 до 40 %, что связано с уменьшением концентрации плавиковой кислоты в растворе, максимальный диаметр пор уменьшился с 2,02 мкм до 1,43 мкм. Анодирование в электролите в водном растворе HF(45 об.%):DMCO=10:23 не приводит к созданию макропор на поверхности кремния.

Был произведен анализ краевых углов смачивания поверхностей образцов 1 – 5 растворами. Результаты представлены на рисунках 1 и 2.



Рисунок 1 – Зависимость среднего по растворам краевого угла смачивания от образца макropористого кремния



Рисунок 2 – Зависимость среднего по образцам макropористого кремния краевого угла смачивания от смачивающего раствора

Как видно из рисунка 1, наилучшая смачиваемость наблюдается у образца 3, который соответствует электрополированному монокристаллическому кремнию. Среди образцов макropористого кремния 1, 2, 4 наименьший краевой угол смачивания наблюдается у образца 2 и составляет 66 градусов, наибольший – у образца 1, 80,3°. Средние краевые углы смачивания для растворов варьировались от 70,3° до 77°, наилучшую смачиваемость обеспечивает раствор 1 с наименьшей концентрацией меламина, однако разница незначительная.

Таким образом, в ходе работы установлено, что варьирование режимов электрохимического анодирования монокристаллического кремния КДБ-12/24 (100) не приводит к значительному изменению диаметра и структуры пор в данном электролите, и незначительно влияет на смачивание поверхности водным раствором меламина. Изменение концентрации меламина в данном растворе влияет на краевые углы смачивания крайне незначительно. Однако наилучшие результаты по углу смачивания получены на образцах макropористого кремния, полученного в растворе HF(45 об.%):DMCO=10:46 при плотности тока 8 мА/см² в водных растворах меламина с добавлением лаурилсульфата натрия в качестве поверхностно активного вещества. Данные результаты могут быть использованы для создания композитных материалов пористый кремния/графитоподобный нитрид углерода.

Данная работа выполнена в рамках задания 1.56 ГПНИ Республики Беларусь «Физическое материаловедение, новые материалы и технологии».

Список использованных источников:

1. Завацкий, С.А., Бондаренко А.В. Гравиметрические методы определения пористости анодно обработанного кремния: особенности реализации и оценка точности / С.А. Завацкий, А.В. Бондаренко // Доклады БГУИР. 2017. №8 (110)
2. Горячев, Д. Н. О механизме образования пористого кремния/ Д.Н. Горячев, Л.В. Беляков, О.М. Сресели// Физика и техника полупроводников, 2000, том 34, вып. 9 – С. 1130–1134.