

*А.В. Платенкин, С.Н. Баршутин**

МЕТОД КОНТРОЛЯ НАНООБЪЕКТОВ В ДИСПЕРСНЫХ СРЕДАХ

В настоящее время для производства углеродных нанобъектов применяют различные методы синтеза. Конечным продуктом этих методов чаще всего является дисперсный порошок, включающий нанобъекты.

Разработка сравнительно простых в использовании и точных методов идентификации нанобъектов в ультрадисперсных порошках является актуальной задачей.

Исследование свойств, которые непосредственно связаны со структурой нанобъектов, позволило остановиться на том, что нанобъекты обладают квантовыми свойствами и характеризуются наличием квазистационарных энергетических уровней. Определяя значения этих уровней, возможно однозначно идентифицировать нанобъекты.

Для определения энергетических уровней возможно использование многослойных гетероструктур с толщиной слоев 1 – 10 нм, в которых проявляется волновая природа носителей заряда, в частности открывается возможность наблюдения резонансного туннелирования электронов через систему потенциальных ям и барьеров.

Примером такой многослойной гетероструктуры является резонансно-туннельный диод, который представляет собой двухбарьерную структуру с квантовой ямой [1].

Главным элементом такой структуры является квантовая яма, которая может формироваться из проводникового или полупроводникового материала. Толщина слоя квантовой ямы подбирается в зависимости от природы материала и устанавливается такой, чтобы в нем наблюдалось размерное квантование [2].

В случае использования нанобъектов при формировании квантовой ямы количество квазистационарных уровней увеличивается в соответствии с энергетической структурой нанобъектов (рис. 1, уровни $E_0 + eV_1 + E_0 + eV_2, \dots, E_0 + eV_n$). В этом случае при достижении внешнего напряжения значений V_1, V_2, \dots, V_n носители заряда будут туннелировать через барьер, достигая значений энергий E_1, E_2, \dots, E_n . Причем на вольтамперной характеристике будут наблюдаться несколько пиков, соответствующих этим энергиям.

* Работа выполнена под руководством д-ра техн. наук, проф. ГОУ ВПО ТГТУ В.Н. Чернышова.

Для формирования вольтамперной характеристики была изготовлена измерительная ячейка (ИЯ), которая представляет собой туннельно-резонансный диод, где потенциальная яма сформирована с использованием нанобъектов дисперсной среды (рис. 2).

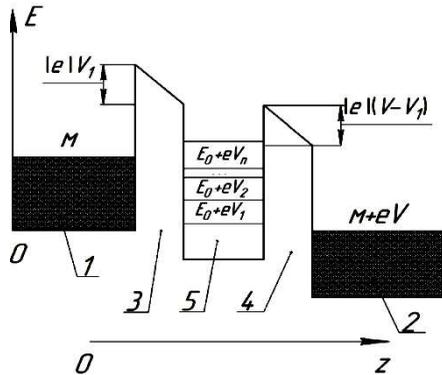


Рис. 1. Энергетическая диаграмма идеализированного резонансно-туннельного диода. Потенциальная яма с набором квазистационарных состояний $E_0 + eV_1, E_0 + eV_2, \dots, E_0 + eV_n$

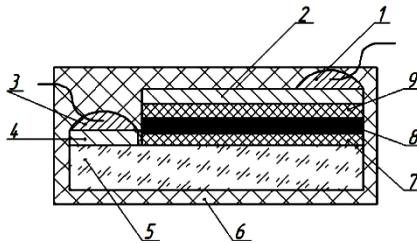


Рис. 2. Структура измерительной ячейки:

1, 3 – омические контакты; 2, 4 – контактные площадки; 5 – кремниевая подложка; 6 – изоляционный диэлектрик; 7, 9 – диэлектрические слои; 8 – нанобъекты

Из пластины полупроводникового кремния на установке «Алмаз» вырезали заготовку размером 50 мм^2 . На поверхности заготовки методом термического окисления в реакторе атмосферного давления при температуре $800 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 50 минут формировали первый барьерный слой SiO_2 толщиной не более $5 - 7 \text{ нм}$.

Затем на поверхность диэлектрического слоя нанесли исследуемый ультрадисперсный порошок, содержащий фуллерены, предвари-

тельно выделив их. Для этого использовали наиболее удобный и широко распространенный метод экстракции фуллеренов из продуктов термического разложения графита. На первой стадии из исследуемого ультрадисперсного порошка отбирали пробу массой $m_n = 5$ мг. Далее пробу растворяли в 150 мл смеси гексана и толуола в соотношении 95:5 для выделения максимально чистого фуллерена C_{60} . При этом фуллерены, обладающие значительной растворимостью в указанной смеси, отделяются от нерастворимой фракции, содержание которой в фуллеренсодержащем порошке составляет обычно 85...90%. После отстаивания в течение суток полученную жидкую смесь отделяли от осадка, диспергировали в закрытом объеме в вакууме и осаждали на поверхность первого барьерного слоя при температуре ~ 70 °С. После этого проводили сушку при температуре 300 °С в течение 10 мин. Таким образом, был сформирован слой с нанобъектами, образующий квантовую яму со спектром энергетических уровней, соответствующих структуре наноматериала.

Далее на сформированный слой дисперсной среды на установке УВН-71П нанесли диэлектрический второй барьерный слой монооксида кремния толщиной не более 5 нм. Затем на поверхность этого диэлектрического слоя термическим напылением в вакууме нанесли металлический слой меди толщиной 2 мкм – первый контакт измерительной ячейки. В плавиковой кислоте протравили 30% заготовки до первого слоя кремния – сформировали «окно» под второй контакт. В последней операции формирования измерительной ячейки также термическим напылением в вакууме нанесли металлический слой меди на очищенную от окисла поверхность полупроводника – второй контакт измерительной ячейки.

Для примера исследовали дисперсные материалы с заранее известной концентрацией фуллерена C_{60} , равной $98 \pm 2\%$ и $30 \pm 2\%$. Предварительно из литературных источников [2] были найдены значения первых пяти энергетических уровней спектра фуллерена C_{60} : $E_1 = 3,6$ эВ, $E_2 = 5,3$ эВ, $E_3 = 7,8$ эВ, $E_4 = 8,8$ эВ, $E_5 = 9,1$ эВ. Эти значения внесены в базу данных.

Затем сняты вольтамперные характеристики измерительных ячеек без добавления материала с C_{60} и с добавлением C_{60} с концентраций $98 \pm 2\%$ и $30 \pm 2\%$ изменением потенциала с 0 до 10 В и фиксацией тока. В результате по полученной кривой (рис. 3) в координатах напряжение–ток по пикам определены резонансные потенциалы, при которых наблюдается значительное увеличение тока. Эти значения совпали с теоретическими расчетами.

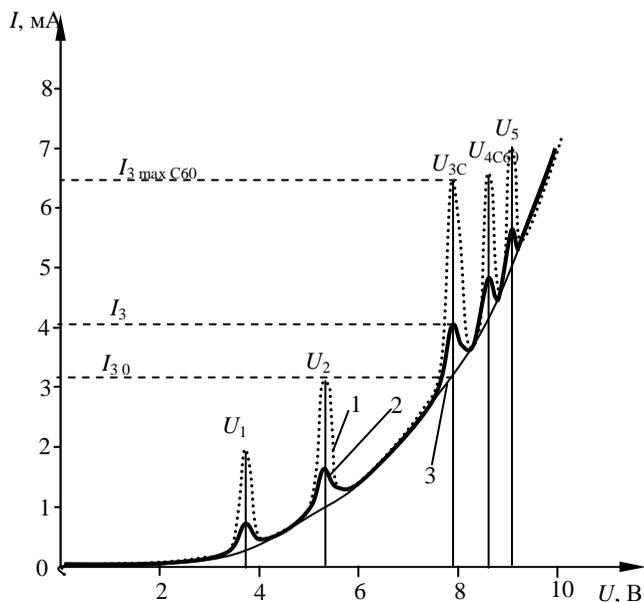


Рис. 3. ВАХ туннельно-резонансной структуры, квантовая яма которой сформирована фуллеренами C_{60} :
 1 – концентрация C_{60} $98 \pm 2\%$; 2 – $30 \pm 2\%$; 3 – без C_{60}

Таким образом, использование свойств туннельно-резонансной структуры для идентификации нанообъектов в дисперсных средах позволит контролировать техпроцесс на разных этапах производства нанообъектов, а также даст возможность идентифицировать нанообъекты в конечном продукте.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Демиховский, В.Я. Физика квантовых низкоразмерных структур / В.Я. Демиховский, Г.А. Вультер. – М. : Логос, 2000. – 248 с.
2. Елесин, В.Ф. Резонансное туннелирование электронов, взаимодействующих с фононами / В.Ф. Елесин // ЖЭТФ. – 2003. – Т. 123, вып. 5. – С. 1096 – 1105.

*Кафедры «Материалы и технологии»,
 «Информатизация правовой деятельности»
 ГОУ ВПО ТГТУ*