

АННОТАЦИЯ

диссертационной работы на тему:

«ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКТОВ САМООРГАНИЗАЦИИ ТОНКИХ СЛОЕВ ОКСИДА ЦИНКА НА ПОВЕРХНОСТИ ИЕРАРХИЧЕСКОГО ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В

ОПТОЭЛЕКТРОНИКЕ», представленной на соискание степени доктора философии (PhD) по специальности 6D071000 – «Материаловедение и технология новых материалов»

КЕМЕЛБЕКОВА АЙНАГУЛЬ ЕРЖАНОВНА

Цель работы.

Целью настоящей диссертационной работы является исследование трансформации морфологии поверхности при формировании структур por-Si/ZnO путем синтеза светоизлучающих частиц ZnO с некомпенсированным зарядом.

Задачи исследования

Для достижения поставленных целей были поставлены следующие задачи:

- Разработка методов синтеза образцов с развитой морфологией поверхности;
- Определение механизмов образования структур различного масштаба;
- Исследование частиц с некомпенсированным зарядом при формировании вещества;
- Исследование люминесцентных свойств, полученных образцов.

Объектом исследований являются:

- Структуры оксида цинка различного уровня, сформированные на поверхности иерархического пористого кремния с электронной проводимостью;
- Структуры оксида цинка различного уровня, сформированные на поверхности иерархического пористого кремния с дырочной проводимостью.

Методы модернизации объектов

Полученные в диссертационной работе структуры были охарактеризованы путем сочетания ряда передовых методов исследования и анализа:

- Для формирования пористого кремния был применен метод электрохимического травления;
- Для формирования зародышевых структур оксида цинка был применен метод центрифугирования;
- Для формирования основных слоев оксида цинка был применен золь-гель метод, для нанесения основных слоев был применен метод спрей пиролиза;

Методы исследования объектов

- Структуру поверхности полученных пленок изучали с помощью аналитического сканирующего (растрового) электронного микроскопа СЭМ, JSM-6490LA;
- Светоизлучающие свойства были изучены методом фотолюминесценции (ФЛ), которая измерялась с помощью спектрофотометра Agilent Cary Eclipse в спектральном диапазоне от 200 до 800 нм.
- Парамагнитные свойства вещества были исследованы методом спектроскопии электронного парамагнитного резонанса, с применением прибора JES-FA200.
- Определение площади удельной поверхности материалов было реализовано методом БЭТ основанным на процессе тепловой десорбции газа-адсорбата (аргона или азота).
- Для определения рельефа поверхностей был использован метод атомно-силовой микроскопии, JSPM-5200.
- Для исследования структуры, текстуры и фазового состава моно- и поликристаллических образцов был применен Рентгеновский дифрактометр «Буревестник» ДРОН-6.

Основные положения (доказанные научные гипотезы и другие выводы, являющиеся новыми знаниями), выносимые на защиту

- Формирование пористой структуры кремния при удалении поверхностного слоя и уменьшении плотности тока анодирования в процессе электрохимического травления и нанесение 25 слоев оксида цинка методами центрифугирования и спрей-пиролиза позволило сформировать иерархическую структуру поверхности, включающая макро и мезо поры, а также кластеры вещества различных размеров.
- Пошаговое изменение мощности СВЧ в процессе насыщения сигнала ЭПР позволило эффективно выделить полезный сигнал, а представление спектра в интегральной форме при разложении на составляющие идентифицировать парамагнитные центры с различной природой.
- Нанесение 25 слоев оксида цинка на поверхность иерархического пористого кремния с электронной проводимостью, позволило сформировать гетероструктуру с образованием нанокристаллов, интенсивность фотолюминесценции которой повышена.
- Изменение условий записи спектров ЭПР в процессе насыщения сигнала позволило выявить формирование структур ZnO разного уровня на границах пор иерархического кремния через механизм образования F- центров.

Обоснование необходимости проведения научно-исследовательской и работы

Обоснованием необходимости проведения данной научно-исследовательской работы является актуальность исследований в создании новых материалов и структур для оптоэлектроники.

Композиты на основе наноматериалов, встроенных в матрицы различной природы, являются перспективными для функциональных устройств нового поколения. Они могут состоять из широкого спектра соединений, включающих неорганические, органические и гибридные структуры [1].

Большой интерес представляют эффекты самоорганизации низкоразмерных систем на поверхности твердого тел посредством образования периодически упорядоченных структур. Это связано с тем, что процесс определяется квантовыми явлениями, которые предполагают новые подходы к пониманию природы образования материи.

Пористый кремний (por-Si) является привлекательным материалом благодаря тому, что его внутренний объем может быть использован в качестве нанореактора для синтеза различных частиц. Пространственное разделение пор уменьшает эффект агрегации наночастиц. Контролируя форму и размер каналов, можно исследовать различные материалы с заданными геометрическими размерами и формами. Изменяя морфологию поверхности: размеры, равномерность расположения выходов пор и шероховатость поверхности, можно управлять процессом образования зародышей во время синтеза вещества на ее поверхности. В этом случае значительную роль играет состав поверхностных адсорбционных центров, их энергетические характеристики и свойства смачиваемости. Более того, por-Si является перспективным материалом благодаря его очевидной совместимости с кремниевой микроэлектроникой [2, 3].

Структуры на основе частиц оксида цинка, интегрированных в кремниевые подложки, перспективны в качестве компонентов различных полупроводниковых приборов. Образование нанокластеров ZnO на поверхности и в порах образца является важным процессом, который может быть использован в газовых датчиках, поскольку их чувствительность повышается с увеличением площади поверхности [4-13].

Формирование структур с многоступенчатой иерархией на поверхности связано с эффектами на квантовом уровне. При этом нано и микроструктуры содержат активные частицы с различными свойствами. Влияние постепенно изменяющегося магнитного поля на процесс их колебания между возбужденным и основным энергетическими состояниями позволил идентифицировать свойства частиц. Исследование методами атомно-силовой микроскопии и спектроскопии электронного парамагнитного резонанса в совокупности позволило выявить образования различного масштаба и определить их энергетические свойства.

Описание основных результатов исследования

В настоящей диссертации представлены разработанные в ходе исследований методов синтеза иерархической структуры пористого кремния и оксида цинка.

Показано, что методом электрохимического анодного травления на поверхности кремния образована иерархическая структура пор. Нанесение слоев оксида цинка формирует нанокристаллы на поверхности. Распределение данных образований по поверхности образца и их размер одинаковы.

Определен механизм формирования структур, где важную роль играет то, что нанесение пленок происходит на горячую подложку при 4000С.

С увеличением количества наносимых слоев сигнал ЭПР усиливается, идентифицировано несколько его причин и основной вклад вносят вакансии кислорода. Исследование насыщения сигнала ЭПР показало, что образец с 25 слоями содержит одинаковые по характеристикам ПМЦ, равномерно распределенные в объеме образца. Локализация ПМЦ с ростом числа слоев становится более упорядоченной.

С увеличением количества наносимых слоев ZnO ФЛ растет. Экситонное свечение максимально при формировании 25 слоев ZnO, что связано с увеличением толщины пленки. Более того сигнал ФЛ от вакансий кислорода с захваченным на них зарядом так же усиливается.

Таким образом, нанесение 25 слоев покрытия ZnO на поверхность пористого кремния усиливает светоизлучающие свойства и формирует энергетически устойчивые наноструктуры.

Поставленные в диссертационной работе задачи решены в полном объеме, исследованы структурные, фотолюминесцентные и ЭПР свойства синтезированных структур. Определены технологические параметры синтеза.

Обоснование новизны и важности полученных результатов

- Впервые при получении иерархического пористого кремния и формирования на нем частиц оксида цинка были синтезированы фрактальные структуры с тремя уровнями иерархии.
- Впервые процесс кристаллизации структур был выявлен методом насыщения сигнала ЭПР, основанным на зависимости от времени релаксации парамагнитного центра.
- Впервые для выявления слабоинтенсивного растущего сигнала ЭПР был применен циклический метод насыщения сигнала.

Соответствие направлениям развития науки или государственным программам

Тема диссертационной работы соответствует специализированному научному направлению «Энергетика и машиностроение» по приоритету «Альтернативная энергетика и технологии: возобновляемые источники энергии, ядерная и водородная энергетика, другие источники энергии» Национального научного совета при Правительстве Республики Казахстан.

Исследования, приведенные в данной диссертации были выполнены в рамках проекта грантового финансирования МНВО РК ИРН: AP09260940 «Оптимизация структуры тонких плёнок для изготовления солнечных элементов на гибкой подложке» (2021-2023гг).

Личный вклад автора

Личный вклад автора заключается в выполнении экспериментальных исследований, изложенных в диссертационной работе, включая, методик экспериментальных исследований, проведение исследований, анализ и оформление результатов в виде публикаций и научных докладов.

Апробация работы

Материалы диссертационной работы докладывались в следующих конференциях и симпозиумах:

Международного уровня:

1. The 4th International Conference on Materials: Advanced and Emerging Materials (Barcelona, Spain) (2022).

2. IX-X международная научно – практическая конференция «Наука настоящего и будущего» (Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова) (2021), (2022)

3. II международный научный форум «Ядерная наука и технологии» (Алматы) (2019).

Республиканского уровня:

1. IV International Scientific Forum “Nuclear science and technologies” (Almaty, 2022)

Публикации

По материалам диссертационной работы опубликовано 16 печатных работ, из них 3 статьи в международных рецензируемых научных журналах, входящие в БД Scopus/Web of Science:

1. Abdullin, K. A., **Kemel’bekova, A. E.**, Lisitsyn, V. M., Mukhamedshina, D. M., Nemkaeva, R. R., & Tulegenova, A. T. Aerosol Synthesis of Highly Dispersed $Y_3Al_5O_{12}:Ce^{3+}$ Phosphor with Intense Photoluminescence //Physics of the Solid State. – 2019. – Т. 61. – С. 1840-1845. Percentile 27, Cites score 1.6

2. Murzalinov, D., Dmitriyeva, E., Lebedev, I., Bondar, E. A., Fedosimova, A. I., & **Kemelbekova, A.** The Effect of pH Solution in the Sol–Gel Process on the Structure and Properties of Thin SnO₂ Films //Processes. – 2022. – Т. 10. – №. 6. – С. 1116. (Processes - Scopus процентиль в категории Chemical Engineering 55%, WoS квартиль Q2, IF=3.352) (SCOPUS) <https://doi.org/10.3390/pr10061116>

3. Murzalinov, D., **Kemelbekova, A.**, Seredavina, T., Spivak, Y., Serikkanov, A., Shongalova, A., [Zhantuarov S.](#), Moshnikov V., Mukhamedshina, D.. Self-Organization Effects of Thin ZnO Layers on the Surface of Porous Silicon by Formation of Energetically Stable Nanostructures //Materials. – 2023. – Т. 16. –

4 статьи в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МНУВО РК:

1. **Кемелбекова А.Е.**, Мухамедшина Д.М. Синтез высокодисперсных форм оксида цинка легированных редкоземельными элементами (обзор), Комплексное Использование Минерального Сырья. №4.2019, Алматы, стр. 12-18, ISSN 2224-5243
2. **Кемелбекова А.Е.**, Мухамедшина Д.М., Мить К.А., Мошников В.А. // Обзор современных методов получения тонких пленок ZnO:Eu // Вестник КазНУТУ №6.2019, Алматы, стр. 824-829, ISSN 1680-9211 (химико-металлургические науки)
3. **А. Kemelbekova**, E. A. Dmitrieva, I. A. Lebedev, E. A. Grushevskaya, D. O. Murzalinov, A. I. Fedosimova, Zh., A. T. Temiraliyev The effect of deposition technique on formation of transparent conductive coatings of SnO₂ // Physical Sciences and Technology (KazNU). – 2022. – Vol. 9. No (КОКСНВО) <https://doi.org/10.26577/phst.2022.v9.i1.05>
4. **А.Е.Кемелбекова**, А.Қ.Шонғалова, С.Қ. Шегебай, М. Карибаев, Ж.Сайлау, А.С. Серикканов // Проведение скрининговых расчетов кристаллической структуры ZnO и изучение применения в перовскитных солнечных элементах, «Вестник НАН РК», № 2, 2022 г. Стр. 122-133

9 трудов международных научно-практических конференций:

1. Мухамедшина Д.М., **Кемелбекова А.Е.** Получение пленок оксида цинка легированных оксидом европия методом золь-геля, РДРЗ-19, V- всероссийская конференция с международным участием, «V-российский день редких земель», 2019 г, стр.78.
2. **Кемелбекова А.Е.** ZnO:Eu құрылымдық ерекшеліктерін зерттеу, Ғылымының өзекті мәселелері-Халықаралық практикалық конференция материалдары, 22 қараша, 2018ж, <https://doi.org/10.31643/2018.061>
3. **Кемелбекова А.Е.**, Мухамедшина Д.М., Мить К.А., Мошников В. А., Синтез и исследование антиотражающих пленок ZnO:Eu для увеличения КПД солнечных фотоэлементов. Печатное II международный научный форум «Ядерная наука и технологии», 24-27 июня 2019 г. Алматы: РГП ИЯФ. стр. 126
4. **Кемелбекова А.Е.**, Мухамедшина Д.М., Мить К.А., Синтез, строение и люминесцентные свойства комплекса оксида цинка легированные РЗМ, «Нанопизика и Наноматериалы», Сборник научных трудов международного симпозиума, 27-28 ноября, 2019. Санкт-Петербург. стр. 116-121.
5. **Кемелбекова А.Е.**, Обзор синтеза наностержней ZnO, выращенных химическим путем на пористой кремниевой подложке, IX Научно – практическая конференция с международным участием «Наука настоящего и будущего», (Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова). ННБ IX, Санкт-Петербург, 13 – 15 мая 2021, стр.80-83
6. **А.Е.Кемелбекова**, Д.М.Мухамедшина, Д.О.Мурзалинов, Н.В. Идрисов

Эффекты самоорганизации тонких слоев ZnO на поверхности пористого кремния //X международная научно- практическая конференция «Наука настоящего и будущего» (Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова). – 2022
https://nmb.etu.ru/assets/files/rezultaty/mag/2022/nmb-x_2022_tom-1.pdf

7. Murzalinov D, **Kemelbekova A** Formation of light-emitting particles with different parameters by coating ZnO on a silicon surface with several porosity levels / The 4th International Conference on Materials: Advanced and Emerging Materials (Barcelona,Spain).–P.33

https://icm2022.sciforum.net/events_files/642/customs/fba04cb7bfb982480fdb838031250a49.pdf

8. М.А. Бегунов, Е.А. Дмитриева, **А.Е. Кемелбекова**, Д.О. Мурзалинов Дефектообразование светоизлучающих частиц при формировании иерархической пористой поверхности $\text{ZnO/SiO}_2/\text{Si}$ структур / XI международная научно- практическая конференция «Наука настоящего и будущего» (Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова). – 2023

9. Т.А. Середавина, Д.О. Мурзалинов, Р.М. Жапаков, **А.Е. Кемелбекова**, Е.А. Дмитриева, С.Р. Жантуаров Формирование сверхтонких светоизлучающих структур ZnO путем захвата вещества на границах пор иерархического кремния / XIII Международная конференция «Аморфные и микрокристаллические полупроводники», 3-5 июля, Москва. – 2023.