

**А. В. Семченко¹, В. В. Сидский¹, О. И. Тюленкова¹,
В. Е. Гайшун¹, Д. Л. Коваленко¹, В. В. Ткаченко²**

¹г. Гомель, ГГУ имени Ф. Скорины

²ГНУ «ОИПИ НАН Беларуси»

СИНТЕЗ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ НАНОСТРУКТУРНЫХ СВЕТОПОГЛОЩАЮЩИХ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ

Введение

В работе предложено решение одной из основных проблем, препятствующих внедрению перовскитных солнечных элементов – получить тонкий равномерный светопоглощающий слой гибридного перовскита на большой площади. [1].

Актуальность решаемой проблемы заключается в необходимости поиска новых материалов и конструкций, способных поглощать солнечный свет практически всех длин волн и при этом обладать эффективностью поглощения, которая практически не зависит от угла падения излучения. Материал должен обладать радиационной стойкостью, что позволит увеличить эффективность модулей солнечных элементов для применения в космической аппаратуре. Главным фактором, сдерживающим использования наноструктурных светопоглощающих золь-гель покрытий на основе оксидов металлов в модулях солнечных элементов, является отсутствие детального понимания гомогенных и гетерогенных процессов золь-гель синтеза наноструктурных светопоглощающих слоев, а также взаимосвязи параметров роста

и структурных свойств синтезированных материалов. Наличие такой информации создает основу для воспроизводимого синтеза наноструктурных светопоглощающих слоев с требуемыми структурными характеристиками, а также расширяет сферу их применения. Светопоглощение наноструктурных золь-гель покрытий достигается за счет формирования наночастиц оксидов металлов (Fe, Co, Er, Ni и т. д.) в диамагнитной матрице, а также за счет формирования рельефа с цилиндрическими каналами внутри тонких пленок.

Методы исследования

Исследования морфологии светопоглощающих золь-гель покрытий на основе оксидов металлов проводили методом высокоразрешающей атомно-силовой микроскопии (АСМ) на микроскопе SOLVER 47-PRO (производство фирмы «NT-MDT», Россия), позволяющем выявить структурные поверхностные образования нанометрового масштаба (минимальный шаг сканирования 0,0004 нм; 0,0011 нм; 0,006 нм). Предел допускаемой относительной погрешности измерений линейных размеров в плоскости XY не более $\pm 1\%$, размеров по оси Z не более $\pm 5\%$ а предел допускаемой абсолютной погрешности сечения геометрических размеров в режиме компаратора (при номинальных размерах более 10 нм) составляет $\pm 1 \text{ нм} + 0,001L$.

Экспериментальная часть

Для получения наноструктурных светопоглощающих золь-гель покрытий на основе оксидов металлов, использовались технологические приемы, отработанные для синтеза ксерогелей. Однако в случае получения композитных плёнок, содержащих соединения металлов, имеется ряд существенных технологических особенностей, требующих индивидуального подхода к синтезу на поверхности композитной плёнки покрытия стабильного стехиометрического состава [2].

На скорость созревания пленкообразующего раствора влияет множество факторов, в частности, температура, которая не должна превышать 70 °C. Высокая температура в золе приводит к ускорению процесса поликонденсации, что приводит к формированию полимеров большей размерности с более высоким содержанием оксида [3]. Достаточно качественные однородные прозрачные композитные плёнки оксида кремния толщиной 0,1...0,3 мкм получаются из растворов с соотношением компонентов ТЭОС:Н₂O: С₂Н₅ОН: 1:0,17:1,6 [4].

Одним из наиболее важных вопросов, возникающих при формировании функциональных слоев, является обеспечение высокой адгезии композитных плёнок к поверхности подложки. Оксидные плёнки обладают хорошей адгезией к поверхности стекла и кремния вследствие образования химических связей на границе раздела системы пленка-подложка. Композитные плёнки за счет гидроксильных групп взаимодействуют с поверхностным слоем стекла и образуют ковалентные связи с выделением воды.

Золь-гель пленки с общей формулой BiFeO₃ (BFO-пленка) и BiFeO₃: Co (BFO:Co-пленка) синтезировали золь-гель методом. В качестве исходных соединений были использованы неорганические соли металлов с молярным соотношением (Bi:Fe) = (1:1) и толуол в качестве растворителя. Гелеобразование происходило под действием центробежной силы. Концентрация кобальта составляла 0,4 и 0,6 %. Пленки наносили на подложку Pt /TiO₂ / BPSG /SiO₂/Si методом центрифугирования при различных скоростях подложки (500–1000 об/мин) или методом погружения. Для достижения желаемой толщины (200–300 нм) золь наносили 2–3 раза после термической обработки каждого слоя при температуре 250 °C. Отжиг BFO- и BFO: Co для формирования структуры перовскита проводили при 550 °C в течение 60 мин.

Таблица 1 – Параметры синтеза BiFeO₃ – плёнок

Золь-гель пленки	Состав	Температура отжига, °C	Время отжига, мин
BFO	Bi-Fe-O	550	60
BFO 0.4 % Co	Bi-Fe-O: Co		
BFO 0.6 % Co	Bi-Fe-O: Co		

На рисунке 1 приведены АСМ-изображения BFO- и BFO:Co (0,4 %), BFO: Co (0,6 %) -пленок, полученных золь-гель методом.

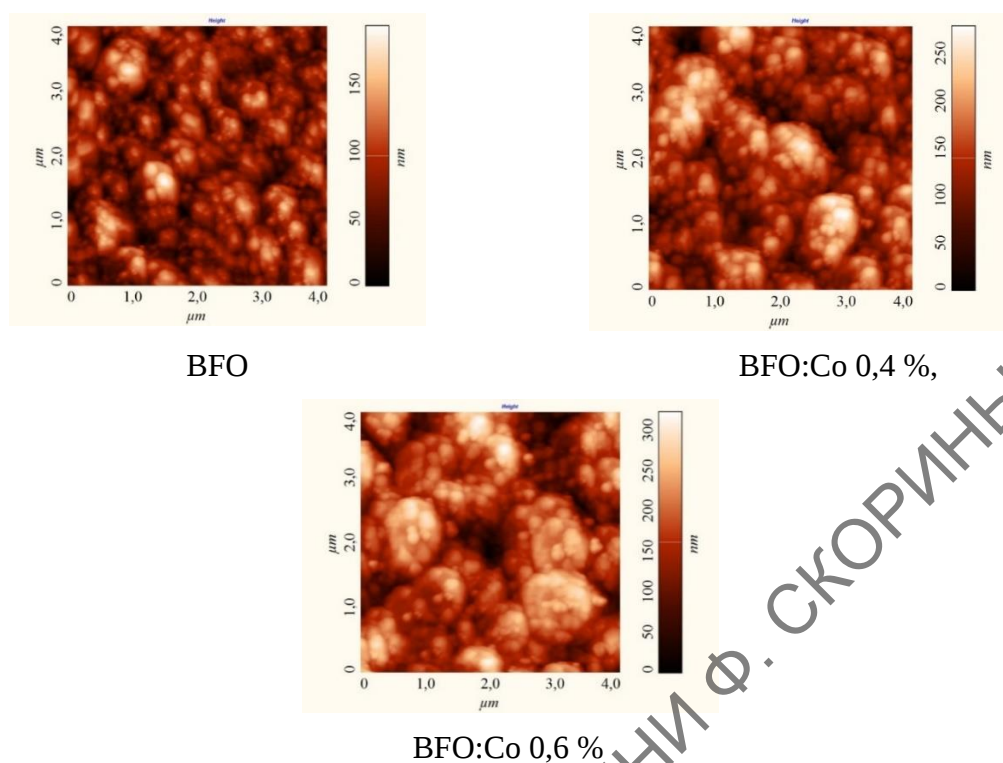


Рисунок 1 – АСМ - изображения BFO и BFO:Co -пленок, полученных золь-гель методом

Как видно из рисунка 1, средний размер частиц увеличивается с добавлением ионов кобальта и достигает 100 нм. Поверхность пленки BFO-Co также имеет повышенный уровень шероховатости по сравнению с пленкой BFO.

Установлены параметры золь-гель процесса, позволяющие синтезировать наноструктурные светопоглощающие золь-гель покрытия на основе оксидов металлов. Золь-гель пленки с общей формулой BiFeO_3 (BFO-пленка) и $\text{BiFeO}_3:\text{Co}$ (BFO:Co-пленка) синтезировали золь-гель методом с молярным соотношением $(\text{Bi}:\text{Fe}) = (1:1)$ с концентрацией кобальта 0,4 и 0,6 %. Толщина пленок составляла порядка $200 \div 300$ нм. С увеличением содержания нитрата кобальта вязкость золя увеличивается, что приводит к увеличению толщины пленок. Средний размер частиц при легировании кобальтом и составляет около 100 нм. Поверхность пленки BFO-Co имеет повышенный уровень шероховатости по сравнению с пленкой BFO.

Список использованных источников

- 1 Fabrication of Well-Aligned ZnO Nanorods Using a Composite Seed Layer of ZnO Nanoparticles and Chitosan / H. Zafar, I. bupoto, S. Mohamad A. lSalhi // Polymer Materials. – 2013. – Vol 6, № 10. – P. 4361–4374.
- 2 Yeshchenko, O. Л. Size-dependent melting of copper nanoparticles in silica matrix revealed by optical spectroscopy / O. Л. Yeshchenko, I. M. Dmitruk, A. A. Alexeenko, A. M. Dmytruk // Physics, Chemistry and Application of Nanostructures (Proceedings of Intern. Conf. Nanomeeting 2007), 22–25 May, 2007. – Minsk, Belarus. – 2007. – P. 324–327.
- 3 Зайцев, Н. А. Структурно-примесные и электрофизические свойства системы Si-SiO_2 / Н. А. Зайцев, И. О. Шурчков. – Москва, 1993. – 192 с
- 4 Суйковская, Н. В. Химические методы получения тонких прозрачных пленок / Н. В. Суйковская. – Ленинград : Химия, 1971. – 199 с.