

A. A. Smirnov

Saint Petersburg state electrotechnical university «LETI»

MEASUREMENT OF DYNAMIC PARAMETERS OF DRIFT STEP RECOVERY DIODES

The description of the operation of high-speed current breakers – drift recovery diodes voltage (DSRDs) is presented. The proposed scheme for the study of the dynamics of the electron-hole plasma in DSRDs allows to determine the amplitude and timing of the pulses generated by the load as a single diode structure, and collected diode assembly. Distinguished by its simplicity and flexibility in relation to the types of study DSRDs.

Drift step recovery diode, nanosecond pulses, pump current, electron-hole plasma

УДК 47.09.29: 31.15.35

К. А. Беспалова, А. О. Белорус

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)

Л. В. Шайдаров, А. В. Третьяков

Уральский федеральный университет

им. первого Президента России Б. Н. Ельцина

Исследование влияния технологических параметров на морфологию поверхности пористого кремния

Рассмотрены свойства пористого кремния применительно к биомедицине, получение порошков пористого кремния методом электрохимического анодного травления, а также влияние технологических параметров этого процесса на морфологию получаемых частиц.

Пористые наноматериалы, пористый кремний, нанопорошки, биомедицина, электрохимическое травление, локальная доставка лекарств

Пористый кремний (ПК) находит применение в таких областях, как микро- и оптоэлектроника, фотоника, сенсорика, альтернативная энергетика, наноэлектроника и многих других, благодаря ряду свойств: фотолюминесценции, большой удельной площади поверхности и, как следствие, высокой химической активности, хорошим антиотражающим свойствам, значительно развитой морфологии поверхности и т. д. [1]. В статье рассматриваются порошки, полученные из слоев пористого кремния, для биомедицинских применений. Выбор данного материала связан с такими его важными свойствами, как биосовместимость, биodeградируемость, простота технологии получения и др. [2]–[7]. Наночастицы ПК могут быть применены для инженерии тканей, визуализации опухолей, лечения глазных заболеваний, разработки биодатчиков,

биомаркеров и фотосенсибилизаторов [8], [9]. Порошки ПК также применимы для адресной доставки лекарств – метода, при котором вещества транспортируются напрямую в заданную область организма, выбранную клетку или орган. Частицы ПК могут быть использованы в качестве нагружаемого лекарством контейнера – переносчика, поверхность которого, в свою очередь, покрывается так называемым вектором – веществом, распознающим место доставки. Главными задачами контейнера являются: доставка вещества до больной клетки, высвобождение лекарства и выведение из организма, без побочных действий. Любые параметры порошка, такие как его масса, размеры частиц, из которых он состоит, и их пористость, влияют на количество доставляемого вещества, объем вектора, а также время, затрачиваемое на выско-

бождение лекарства. Технология получения порошков ПК позволяет контролировать свойства производимых частиц-носителей, которые могут быть подобраны индивидуально для каждого случая. Все приведенные факты делают ПК идеальным материалом для производства контейнеров для адресной доставки.

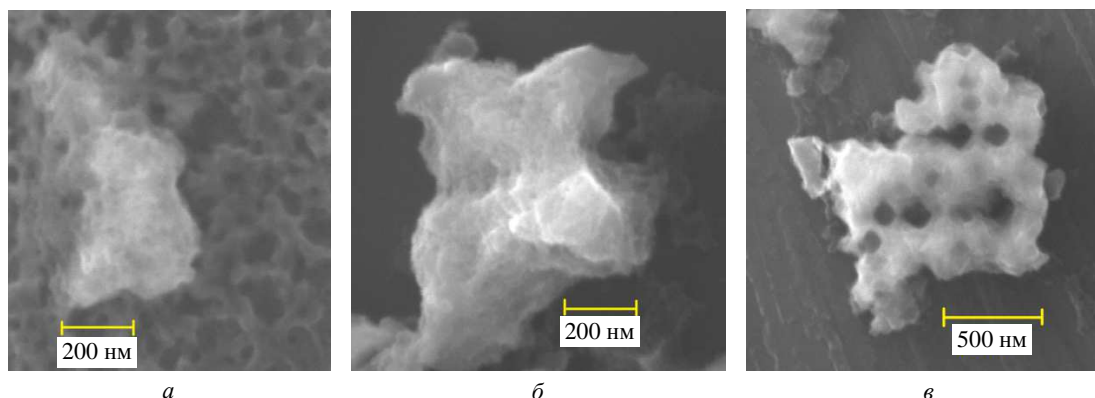
Целью работы являлось исследование морфологии частиц ПК в зависимости от условий получения. В качестве способа получения пористых слоев был использован метод электрохимического анодного травления, применение которого позволяет контролировать диаметр пор кремния, пористость, структуру и толщину пористого слоя, а также фазовый состав на внутренней поверхности пор [10], что является необходимым параметром при создании нанопорошков на основе данного материала. При подготовке образцов пластины монокристаллического кремния (КЭФ 1, КЭФ 0,3) предварительно пошагово очищались в дистиллированной воде, изопропиловом спирте и ацетоне, а также подвергались обработке в ультразвуковой ванне в течение 20 мин. Далее пластины помещались в электрохимическую ячейку с электролитом на основе водно-спиртового раствора фтороводорода. Травление происходило методом сухого контакта, при котором монокристаллическая пластина выступала в качестве анода, а стеклоуглеродный проводящий тигель ячейки – катода. Образцы подвергались травлению в течение 20 мин, при различных плотностях тока анодирования (30 и 70 mA/cm^2), а после были помещены в изопропиловый спирт для обработки ультразвуком в течение 20 мин. При обработке ультразвуком полученный пористый слой разрушался, с образованием наночастиц пористого кремния.

Для исследования порошков ПК были выбраны два метода: растровая электронная микро-

пия (РЭМ) и динамическое рассеяние света (ДРС). Метод РЭМ используется для получения увеличенных изображений исследуемых материалов (в данном случае порошков ПК) и базируется на взаимодействии электронного пучка с исследуемым объектом. Данный метод хорош для наблюдения морфологии поверхности частиц. Были использованы приборы: «TESCAN MIRA II» – для РЭМ; «Photocor Compact» – для ДРС.

Для исследования методом РЭМ порошки наносились механическим дозатором, из полученных дисперсий на основе изопропанола, на подложки монокристаллического кремния. Подложки из кремния были выбраны, поскольку этот материал обладает гладкой поверхностью и достаточной электропроводностью для проведения измерений методом РЭМ [3].

По полученным данным было выявлено, что наибольшее количество частиц ПК наблюдается во второй серии, наименьшее – в первой. Этот результат связан с более высокой плотностью тока анодирования для серии 2, так как при увеличении плотности тока анодирования получается более рыхлая структура материала, которую легче разрушить. Во всех образцах преобладают частицы с размером в сотни нанометров (в среднем 300...600 нм). Лишь в третьей серии наблюдается небольшое отклонение от этого диапазона в сторону частиц с меньшими размерами (100...300 нм). Частицы также различаются по форме (см. рисунок). Так, в первой серии (а) их можно описать как гладкие, почти округлые, во второй (б) – это частицы с острыми углами, слегка продолговатой формы, а третья серия (в) характеризуется почти прямоугольными частицами. Поры в частицах серий 1 и 2 неразличимы на снимках РЭМ, так как составляют единицы нанометров, и лишь в серии 3 – это отчетливо видимые поры в несколько десятков нанометров.



а

б

в

Серия	Марка Si	Время анодирования, мин	Плотность тока анодирования, мА/см ²	Форма частиц	Поры	Динамическое рассеяние света		
						1*	2**	
I	КЭФ 1(111)	20	30	Гладкие, почти округлые	Едва различимые, составляют единицы нанометров	40.5	17.81	
						59.5	194.1	
II	КЭФ 1(111)		70	С острыми углами, слегка продолговатой формы		11.6	18.37	
						74.1	197.2	
III	КЭФ 0,3(111)		70	Прямоугольные		Отчетливо видны, составляют несколько десятков нанометров	14.3	691.9
							8.1	9.3
		53.3			94.8			
					38.6	609.4		

Примечание. 1* – процентное содержание частиц соответствующего размера; 2** – размер частиц, нм.

В данной работе размеры частиц полученных дисперсий порошков ПК измерялись на приборе «Photocor Compact» в научной лаборатории УрФУ им. первого Президента России Б. Н. Ельцина. В основе работы прибора лежит метод ДРС, позволяющий определить коэффициент диффузии дисперсных частиц в жидкости путем анализа корреляционной функции флуктуаций интенсивности рассеянного света. Далее из коэффициента диффузии рассчитывается радиус наночастиц. «Photocor Compact» собран по традиционной схеме спектрометра динамического рассеяния света, предназначенного для многоугловых измерений динамического и статического рассеяния света и измерения размеров наночастиц.

Процесс измерения размеров частиц в ходе эксперимента осуществлялся следующим образом. Кювета с исследуемым раствором помещалась в кюветное отделение анализатора. Свет от лазера, проходя через раствор, рассеивался на дисперсных частицах, имеющих в растворе. Рассеянный свет принимался системой счета фотонов, сигнал с выхода которой подавался на вход коррелятора. Коррелятор накапливал корреляционную функцию флуктуаций интенсивности рассеянного света. По завершении выбранного времени измерения корреляционная функция передавалась в компьютер. Компьютер рассчитывал размер частиц, обрабатывая измеренную корреляционную функцию. В результате компьютерной обработки формировался отчет по полученным данным. Данные сведены в таблицу.

Таким образом, в результате работы были получены порошки и дисперсии пористого кремния и выявлены следующие закономерности по влиянию технологических параметров на морфологию и распределение частиц по размерам. Методами РЭМ и ДРС показано, что порошки ПК полидисперсны. Это связано с выбором технологии измельчения пористого кремния. При этом размеры более 50 % частиц лежат в диапазоне 100...600 нм. Обнаружено, что при более низкой плотности анодирования формируются порошки por-Si, в которой велика доля малых частиц: при плотности тока анодирования 30 мА/см² доля частиц por-Si с размерами 14...20 нм более 40 %. Показано, что в подложках с более высоким уровнем легирования при прочих равных технологических условиях формируются более крупные поры (макропористый кремний) 50...100 нм. По данным ДРС можно наблюдать укрупнение частиц в дисперсиях por-Si, полученных в одинаковых технологических условиях, что, очевидно, связано с процессами агрегации. Показано, что процессы агрегации в дисперсиях порошков por-Si с меньшими по размеру частицами протекают быстрее, что объясняется их более высокой удельной площадью поверхности, а значит и более невыгодным энергетическим состоянием из-за высоких значений поверхностной энергии.

Работа выполнена при поддержке РФФИ в рамках проекта № 14-02-31680, мол-а.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. The study of porous silicon powders by capillary condensation / A. O. Belorus, E. V. Maraeva, Yu. M. Spivak, V. A. Moshnikov // J. of Physics: Conference Series. 2015. Vol. 586, iss. 1. 012017. 5 p.

2. Belarus A. O., Spivak Yu. M., Moshnikov V. A. The research of behavior of powder porosilicon nanoparticles using the method «Drop Projection» // European Science and Technology materials of the IX International research and practice conference, Munich, Germany, Dec. 24–25, 2014. Munich: Vela-Verlag, Waldkraiburg, 2014. Vol. II. P. 268–277.
3. Белорус А. О. Исследование поведения наночастиц порошков пористого кремния методом «растекающей капли» // Современная НАУКА: теоретический и практический взгляд: сб. ст. Междунар. науч.-практ. конф. / РИЦ БашГУ. Уфа, 2015. С. 3–10.
4. Мошников В. А., Спивак Ю. М., Леньшин А. С. Пористый кремний и его применение в биомедицине // Исследование, технология и использование нанопористых носителей лекарств в медицине / под общ. ред. акад. РАН В. Я. Шевченко, акад. РАН О. И. Киселева, В. Н. Соколова. СПб.: Химиздат, 2015. С. 368.
5. Investigations of nanoreactors on the basis of p-type porous silicon: Electron structure and phase composition / A. S. Lenshin, V. M. Kashkarov, Yu. M. Spivak, V. A. Moshnikov // Materials Chemistry and Physics. Aug. 15, 2012. Vol. 135, iss. 2–3. P. 293–297.
6. Исследование электронного строения и химического состава пористого кремния, полученного на подложках *n*- и *p*-типа, методами XANES и ИК-спектроскопии / А. С. Леньшин, В. М. Кашкаров, П. В. Середин, Ю. М. Спивак, В. А. Мошников // ФТП. 2011. Т. 45, вып. 9. С. 1229–1234.
7. Исследование электронного строения и фазового состава пористого кремния / А. С. Леньшин, В. М. Кашкаров, Ю. М. Спивак, В. А. Мошников // ФХС. 2012. Т. 38, вып. 3. С. 383–392.
8. Preparation and investigation of porous silicon nanoparticles for targeted drug delivery / Yu. M. Spivak, E. V. Maraeva, A. O. Belarus, V. A. Moshnikov, N. R. Nigmatzyanova // Smart nanocomposites. 2014. Т. 4, № 1. P. 115–118.
9. Белорус А. О. Применение пористого кремния в биомедицине // Молодой ученый. 2013. № 8. С. 69–74.
10. Спивак Ю. М. Наноструктурированные материалы. Особенности получения и диагностики // Изв. вузов России. Радиоэлектроника. 2013. № 3. С. 59–61.

K. A. Beshpalova, A. O. Belarus
Saint Petersburg state electrotechnical university «LETI»

L. V. Shaidarov, A. V. Tretakov
Ural Federal University

INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF ETCH PROCESS UPON THE MORPHOLOGY OF THE POROUS SILICON PARTICLES

The properties of porous silicon for application in biomedicine are considered. Porous silicon powders were obtained by electrochemical anodic etching. The impact of technological parameters of the etch process upon the morphology of the particles are studied by means of scanning electron microscopy and dynamic light scattering method.

Porous nanomaterials, porous silicon, nanopowders, biomedicine, electrochemical etching, targeted drugs delivery