

УДК 541.13

Л.А.Гейн (6 курс, каф. ТМЭТ), Л. А.Филатов, асс.

ПОЛУЧЕНИЕ ПЛЕНОК КАТАЛИЗАТОРА ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК

Высокие автоэмиссионные характеристики покрытий из углеродных нанотрубок (УНТ) позволяют их использовать в качестве материала катодов в вакуумных микролампах различного назначения. Для успешного применения материала требуется получение на плоских подложках вертикальных массивов УНТ. Такая задача решается с помощью CVD-технологий, основанных на проведении реакции термохимического разложения углеродсодержащих газообразных соединений на поверхности металлического катализатора. В качестве катализатора обычно используются пленки Ni, Co, Fe. Успешное зародышеобразование УНТ и их рост обеспечивают размеры и плотность зерен катализатора, размещенных на подложке. Основными требованиями к УНТ являются их однородность по высоте, диаметру, плотности расположения на поверхности, их гомофазность и вертикальность. В большой степени эти характеристики УНТ определяет морфология катализатора, которая становится ключевым параметром для осаждения УНТ. Диаметр УНТ и плотность их расположения на поверхности задаются размерами и плотностью зерен катализатора. Таким образом, основная проблема получения больших массивов УНТ связана с подготовкой поверхности подложки при помощи нанесения на нее одинаковых по размеру частиц катализатора с заданной плотностью.

В данной работе для получения пленок катализатора выбран дешевый и простой метод электрохимического осаждения. Подобный процесс легко контролировать (посредством контроля количества электричества, пропущенного через ячейку), что особенно актуально при нанесении слоев малой толщины (менее 5 нм), требуемой для рассматриваемого применения. Этот способ пока единственный, с помощью которого можно получать отдельно стоящие зерна катализатора с различной плотностью расположения по подложке, не прибегая к помощи различных видов литографии.

Используемая электролитическая ячейка содержала никелевый анод и кремниевую подложку используемую в качестве катода. Чтобы в течение зародышеобразования УНТ сократить взаимную диффузию между слоем катализатора и кремнием, на подложку вакуумно-термическим способом был нанесен подслой из титана или хрома (100 или 200 нм). В рассматриваемой системе эти металлы обладают хорошими барьерными для диффузии свойствами. Процесс осаждения контролировался при помощи генератора прямоугольных импульсов и осциллографа. Типичную плотность тока через ячейку поддерживали на уровне 50 мА/см², время осаждения варьировали в пределах 20-1000 мс. Использовали хлористый электролит: 300 г/л NiCl₂·6H₂O, 30 г/л H₃BO₃. Большое значение для процесса электролитического осаждения Ni имеет показатель pH электролита, т.к. при pH<2 процесс не идет, а при pH>6 на катоде образуется слой Ni(OH)₂. В ходе работы pH электролита поддерживался на уровне 5. Морфология поверхности пленок катализатора анализировалась посредством атомной силовой микроскопии.

УНТ осаждали с помощью плазмохимического осаждения из газовой фазы (общее давление 350 Па в системе реагентов C₂H₂-NH₃, газовый разряд постоянного тока имел параметры U=510 В и j=1 мА/см², температура осаждения 600°C). Полученные слои анализировали с помощью растровой электронной микроскопии.

В данной работе электролитическим способом были получены слои никеля разной толщины (0,2 — 50 нм). Пленки были гладкие и не способствовали формированию плотных массивов УНТ. Слои катализатора толщиной около 4 нм позволили синтезировать УНТ малого диаметра (менее 10 нм) с низкой плотностью по поверхности подложки. Для более успешного управления осаждением и структурой покрытий из УНТ необходимо существенно изменить морфологию никелевых пленок. Электрохимический способ осаждения для этого имеет много возможностей (например, варьирование плотностью тока, а также параметрами электролита: pH, температура, состав, концентрация реактивов).