

# MÜXTƏLİF ÖLÇÜLÜ $Al/Fe_3O_4$ NAZİK TƏBƏQƏLƏRİNİN ALINMASI VƏ TƏDQIQI

X.N. ƏHMƏDOVA <sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Elm və Təhsil Nazirliyi, Fizika İnstitutu, H. Cavid pr.131, AZ-1143, Bakı, Azərbaycan,

<sup>2</sup> Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti, Bakı, AZ1010 Azərbaycan

[x.khalilova@rambler.ru](mailto:x.khalilova@rambler.ru)

Təqdim olunmuş işdə nano ölçülü Al və  $Fe_3O_4$  tozlarının laylı nazik təbəqələri alınmışdır. Rentgen difraksiyası metodu ilə tədqiq edilməsi zamanı müəyyən edilmişdir ki,  $h = 30$  və  $60$  nm qalınlıqlı nazik təbəqələrdə Al və  $Fe_3O_4$  maddələri öz kristal quruluşunu saxlaya bilərlər. Bunun əsas səbəbi, onların uyğun olaraq Fm-3m və Fd-3m fəza qruplu kubik simmetriyalı kristal quruluşa malik olmaları ilə izah edilmişdir. Rentgen difraksiyası spektrlərində Al kristallarına uyğun maksimumların (111) və (200) atom müstəvilərinə  $Fe_3O_4$  kristallarına uyğun maksimumların (044) atom müstəvisinə uyğun gəldiyi müəyyən edilmişdir. Nəzərə alsaq ki, ayrı-ayrılıqda götürüldükdə Al və  $Fe_3O_4$  nazik təbəqələri daha kiçik ölçülərdə:  $h = 15$  və  $30$  nm qalınlığında alınmışdır. Buna baxmayaraq kristal quruluş formalaşmışdır. Bunun əsas səbəbi ondan ibarətdir ki, bu maddələrin hər biri kifayət qədər yüksək simmetriyaya malik kubik sinqoniyada kristallaşırlar. Müəyyən edilmişdir ki, bu təbəqələrdə həm alüminium, həm də dəmir oksid təbəqəsi öz quruluş xüsusiyyətlərini saxlayırlar.

**Açar sözlər:** kristal quruluş, rentgen şüalarının difraksiyası, nazik təbəqələr, nanokompozit, laylı quruluş

**PACS:** 4120Gz, 42.72Ai

## 1. Giriş

Metal və metal oksidlər müasir elektronikada geniş tətbiq edilirlər. Bu materiallardan funksional xassələrinə görə deyil, həm də örtük materialları kimi geniş istifadə edilir. Çünki, nano ölçülərdə bu materiallar ətraf mühitlə əlaqəni kəsməyə imkan verir. Ona görə də son zamanlarda metal və metal oksidlərin nano təbəqələrinin alınması və onların tədqiq edilməsi bərk cisim elektronikasının əsas istiqamətlərindəndir. Müəyyən edilmişdir ki, bu materiallar həm də ionlaşdırıcı şüalara qarşı davamlı materiallardır. Ona görə də onların aviasiya və nüvə texnologiyalarında geniş tətbiq imkanları vardır [1-3].

Məlumdur ki, müasir aviasiya texnologiyalarında Al geniş tətbiq edilir. Son zamanlarda elektromaqnit uducu materialların tətbiq edilməsi ehtiyacı yaranmışdır. Alüminiumda maqnit xassələrinin olmamasına görə, Al-Fe sisteminin tətbiq edilməsi zərurəti yaranmışdır. Məlumdur ki, dəmir və onun bir çox oksid birləşmələrində güclü maqnit xassələri vardır. Ona görə də, bu materiallarda ferromaqnit və antiferromaqnit xassələrin tədqiq edilməsi istiqamətində geniş tədqiqatlar aparılır [4-5,15]. O cümlədən bu materiallarda həm də yüksək uduculuq qabiliyyəti müşahidə edilmişdir. Belə materiallardan biri də dəmir oksid nanohissəcikləridir [6-7,13]. Nanotexnologiyanın inkişaf etməsi bu istiqamətdə aparılan tədqiqatları da inkişaf etdirmişdir. Məlumdur ki, materialların nano ölçülərində fərqli funksiyalar müşahidə edilir. Ona görə də bu istiqamətdə daha çox tədqiqatlar aparılır [8-9,14]. Müəyyən edilmişdir ki,  $Fe_3O_4$  tərkibli nanokompozit materiallarda güclü elektromaqnit xassələr, o cümlədən elektromaqnit dalğalarının udulması müşahidə edilir [10,11]. Xüsusi texnologiya vasitəsilə Al ilə örtülmüş  $Fe_3O_4$  nanohissəcikləri üçün  $f = 12.0$  GHz tezliyinin xarakterik olduğu təyin edilmişdir [12].

Elektromaqnit uducu material kimi yeni laylı sistemlərin alınmasına ehtiyac vardır. Çünki laylı sistem-

lərdə udulma ilə yanaşı, həm də elektromaqnit dalğalarının iki mühit arasında sınıması nəticəsində qayıdan şüanın istiqaməti dəyişir. Ona görə də belə materiallardan elektromaqnit dalğalarının qayıtması minimuma endirilir. Belə sistemlərin alınması üçün  $Fe_3O_4$  nazik təbəqələrinin Al təbəqələri ilə sistem şəklində model obyekt hesab edilə bilər. Dəmir oksid və alüminium nazik təbəqələri ayrı ayrılıqda tədqiq edilsələr də, birlikdə sistem şəklində öyrənilməmişdirlər. Bu işdə, şüşə üzərində müxtəlif optimal rejimlərdə Al və  $Fe_3O_4$  nazik təbəqələrindən ibarət laylı sistemlər alınmış və onların quruluş xüsusiyyətləri tədqiq edilmişdir.

## 2. Təcrübələr

**2.1. Nazik təbəqələrin alınması.** Nazik təbəqələr SkySpring Nanomaterials istehsalı olan  $d = 50$  nm ölçülü Al və  $d = 30$  nm ölçülü  $Fe_3O_4$  nanohissəciklərindən alınmışdır. Laylı təbəqələr  $25 \times 19$  mm ölçülü şüşə altlıq üzərində termik tozlandırma metodu ilə alınmışdır. Əvvəlcə şüşənin üzərinə alüminium çökdürülmüş, sonra isə üzərində dəmir oksid təbəqəsi çökdürülmüşdür. Müxtəlif qalınlıqda iki Al- $Fe_3O_4$  nazik təbəqə alınmışdır. Təcrübələr Leybold-Herause L-560 markalı vakuum qurğusunda ( $P = 2 \cdot 10^{-5}$  mbar) aparılmışdır. Nazik təbəqələrin alınmasından əvvəl şüşə altlıqın səthində  $800$  Vt gücündə ion təmizlənməsi aparılmışdır. Tozlandırma prosesini yaxşılaşdırmaq məqsədilə şüşə altlıq vakuum kamerasında  $100^\circ\text{C}$ -ə qədər qızdırılmışdır. Tozlandırma prosesi  $25$  san müddətində aparılmışdır.

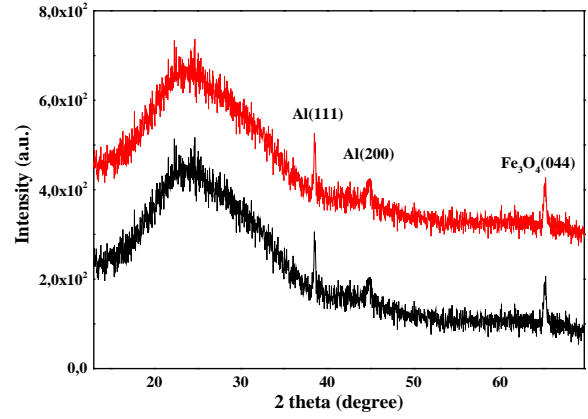
**2.2. Rentgen difraksiyası.** Alınmış nümunələrin struktur fəza analizi D8 Advance XRD difraktometrinə (Bruker, Almaniya) istifadə edilməklə rentgen difraksiya üsulu ilə aparılmışdır. Difraktometrin parametrləri:  $40$  kV,  $40$  mA, CuK $\alpha$ -şüalanma,  $\lambda = 1,5406\text{\AA}$ . Təcrübələr otaq temperaturunda aparılmışdır. Alınmış spektrlər Origin proqramlarında analiz edilmişdir. Difraksiya maksimumları Al və  $Fe_3O_4$  kristallarının ştrix diaqramı ilə müqaisə edilmiş və nazik təbəqələrin kristal quruluşları müəyyən edilmişdir.

### 3. Nəticə və müzakirələr

Alüminium və dəmir oksid sistemindən ibarət laylı nazik təbəqələr şüşə altlıqlar üzərində termik tozlandırma üsulu ilə alınmışdır. Altlıq qismində istifadə olunan  $25 \times 19$  mm ölçülü şüşə lövhə ion təmizlənməsi metodu ilə kimyəvi təmizlənməmişdir. Təbəqələrin müxtəlif qalınlıqlarda alınması məqsədi ilə uyğun optimal rejimlər seçilmişdir. Əvvəlcə  $h = 15$  və  $30$  nm qalınlıqlı Al nazik təbəqələri alınmış, sonra isə onların üzərinə  $h = 15$  və  $30$  nm qalınlıqlı  $Fe_3O_4$  nazik təbəqələri çökdürülmüşdür.

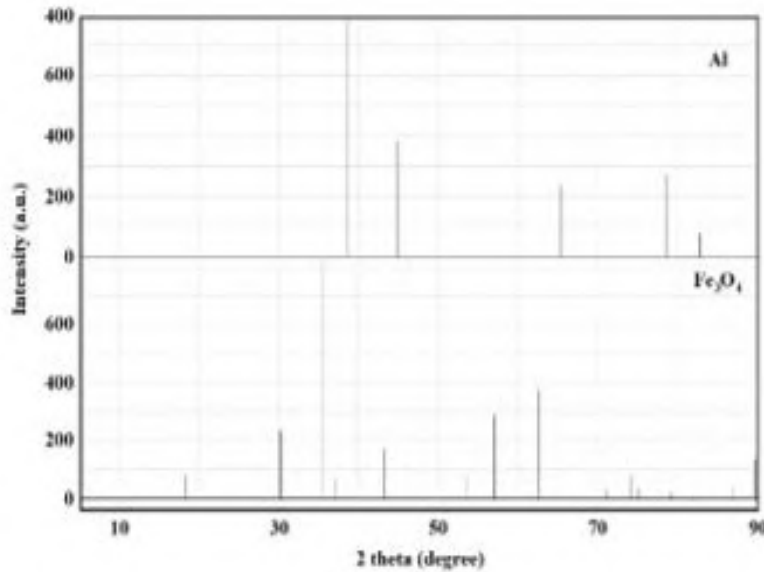
Nazik təbəqələrin səthi dəmir oksid təbəqəsidir və qeyri-şəffaf mühitdir. Qalınlıqları iki dəfə fərqli olmasına baxmayaraq nümunələrin rəngləri demək olar ki, fərqlənmirlər. Bu onunla əlaqədardır ki, dəmir oksid nazik təbəqələri optik şüalar üçün uducu mühit hesab olunur. Təbəqələrin səthi boyunca rəngin dəyişməməsindən görünür ki, termik tozlandırma metodu ilə alınmış təbəqələr kifayət qədər bircins alınmışdır. Bu xüsusiyyətlər materialın fiziki-kimyəvi xassələrinin tədqiqi zamanı alınmış nəticələrin dəqiqliyini və etibarlılığını artırır.

Nazik təbəqələrin formalaşmasını müəyyən etmək üçün, bu təbəqələrin quruluş aspektlərinin öyrənilməsi vacibdir. Bu məqsədlə, şüşə altlıqlar üzərində alınmış Al- $Fe_3O_4$  sisteminin kristal quruluşu rentgen difraksiyası metodu ilə otaq temperaturunda tədqiq edilmişdir. Normal şəraitdə alınmış rentgen difraksiyası spektrləri şəkil 1-də göstərilmişdir.



Şəkil 1. Şüşə altlıq üzərində alınmış 30 nm (qara) və 60nm (qırmızı) qalınlıqlı Al- $Fe_3O_4$  nazik təbəqələrinin rentgen difraksiyası spektrləri.

Spektrlərin Origin proqramında analiz edilmişdir.  $10^\circ \leq 2\theta \leq 70^\circ$  difraksiya bucağı intervalında üç maksimum müşahidə edilmişdir. Nazik təbəqələrdə əlavə fon da yaranmışdır ki, bu da bərk cisimlər fizikasından məlum olan amorflaşma ilə əlaqədardır. Bu maksimumları analiz etmək üçün Al və  $Fe_3O_4$  kristalları üçün Diamond 2.3 proqramında difraksiya diaqramı qurulmuşdur. Əvvəlki tədqiqatlar zamanı alınmış nəticələrə uyğun olaraq qurulmuş diaqramlar şəkil 3-də göstərilmişdir [28, 29].



Şəkil 2. Al və  $Fe_3O_4$  kristallarının difraksiya diaqramları [28, 29].

Şəkil 1 və 2-də verilmiş difraksiya diaqramlarının rentgen difraksiyası spektrləri ilə müqaisəsindən müəyyən edilmişdir ki, nazik təbəqələrdə həm Al kristalları, həm də  $Fe_3O_4$  kristalları formalaşmışdır. Spektrlərdə  $2\theta = 38.57^\circ$  və  $44.79^\circ$  difraksiya bucaqlarında müşahidə edilən iki difraksiya maksimumu Al kristallarına uyğun gəlmişdir. Analiz nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, bu atom müstəviləri Fm-3m fəza qruplu kubik simmetriyalı kristal quruluşunda (111) və (200) atom müstəvilərinə uyğun gəlir. Spektrlərdə  $2\theta = 65.18^\circ$  difraksiya

bucaqlarında müşahidə edilən üç difraksiya maksimumu  $Fe_3O_4$  kristallarına uyğun gəlmişdir. Analiz nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, bu atom müstəviləri Fd-3m fəza qruplu kubik simmetriyalı kristal quruluşunda (044) və (200) atom müstəvilərinə uyğun gəlir.

Quruluş tədqiqatları zamanı müəyyən edilmişdir ki, kiçik ölçülərdə alınmasına baxmayaraq, nazik təbəqələrdə kristal quruluş formalaşmışdır. Nəzərə alsaq ki, ayrı-ayrılıqda götürüldükdə Al və  $Fe_3O_4$  nazik təbəqələri daha kiçik ölçülərdə:  $h = 15$  və  $30$  nm qalınlığında

alınmışdır. Buna baxmayaraq kristal quruluş formalaşmışdır. Bunun əsas səbəbi ondan ibarətdir ki, bu maddələrin hər biri kifayət qədər yüksək simmetriyaya malik kubik sinqoniyada kristallaşırlar. Ona görə termik

tozlandırma metodu ilə şüşə üzərinə çökdürülərkən Al nazik təbəqəsi və onun üzərində  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nazik təbəqəsi yarana bilər.

- [1] *Y. Jia, Ch. Maurice, B. Öhlander.* Effect of the alkaline industrial residues fly ash, green liquor dregs, and lime mud on mine tailings oxidation when used as covering material, *Environmental Earth Sciences*, 72, p.319-334, 2014.
- [2] *J. Gao, G. He, Sh. Liang, D. Wang, B. Yang.* Comparative study on in situ surface cleaning effect of intrinsic oxide-covering GaAs surface using TMA precursor and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  buffer layer for HfGdO gate dielectrics, *Journal of Materials Chemistry C*, 6, p.2546-2555, 2018.
- [3] *S.A. Hasanova.* Compared the efficiency of  $\text{TiO}_2$  and N-doped  $\text{TiO}_2$  to degrade btx, *Advanced Physical Research*, 3, 3, P.123-128, 2021.
- [4] *Y.I. Aliyev, T.M. Ilyash, A.O. Dashdemirov, M.R.Allazov, A.V. Trukhanov, Y.G. Asadov, S.H.Jabarov, N.T. Dang.* The structural and vibrational properties of Ni-doped chalcopyrite  $\text{CuFeS}_2$ , *Journal of Ovonic Research*, 14, 2, p.165-169, 2018.
- [5] *N.O. Golosova, D.P. Kozlenko, S.E. Kichanov, E.V. Lukin, L.S. Dubrovinsky, A.I. Mammadov, R.Z. Mehdiyeva, S.H. Jabarov, H.-P. Liermann, K.V. Glazyrin, T.N. Dang, V.G. Smotrakov, V.V.Eremkin, B.N. Savenko.* Structural, magnetic and vibrational properties of multiferroic  $\text{GaFeO}_3$  at high pressure, *Journal of Alloys and Compounds*, 684, p.352-358, 2016.
- [6] *A.V. Trukhanov, V.G. Kostishyn, L.V. Panina, S.H. Jabarov, V.V. Korovushkin, S.V. Trukhanov, E.L. Trukhanova.* Magnetic properties and Mössbauer study of gallium doped M-type barium hexaferrites, *Ceramics International*, 43, 15, p.12822-12827, 2017.
- [7] *A.V. Trukhanov, N.T. Dang, S.V. Trukhanov, S.H.Jabarov, I.S. Kazakevich, A.I. Mammadov, R.Z. Mekhdiyeva, V.A. Turchenko, R.E.Huseynov.* Crystal structure, magnetic properties, and raman spectra of solid solutions  $\text{BaFe}_{12-3x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$ , *Physics of the Solid State*, 58, 5, p.992-996, 2016.
- [8] *A.D. Valiyeva.* Conversion of propanol over the nanostructured NiNaX zeolite catalyst, *New Materials, Compounds and Applications*, 6, 1, p.85-90, 2022.
- [9] *H.D. Ibrahimov, F.A. Amirov, H.J. Huseynov, Z.M.Ibragimova, L.S.Zamanova, R.N.Asadzadeh, S.H. Jabarov.* Carbon nanotubes obtained from natural gas by CVD, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 13, 6, p.1244-1247, 2019.
- [10] *Ch.Zou, Y. Yao, N. Wei, Y. Gong, W. Fu, M. Wang, L. Jiang, X. Liao, G. Yin, Z. Huang, X. Chen.* Electromagnetic wave absorption properties of mesoporous  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  nanocomposites, *Composites Part B: Engineering*, 77, p.209-2014, 2015.
- [11] *Shorstkii, M. Sosnin.* Microwave absorption properties of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  particles coated with Al via rotation magnetic field method, *Coating*, 11, p.621(1-10), 2021.
- [12] *A.D. Fortes, I.G. Wood, L. Vočadlo, K.S. Knight, W.G. Marshall, M.G. Tucker, F. Fernandez-Alonso.* Phase behaviour and thermoelastic properties of perdeuterated ammonia hydrate and ice polymorphs from 0 to 2 GPa, *Journal of Applied Crystallography*, 42, p.846-866, 2009.
- [13] *F.F. Ferreira, E. Granado, Jr.W. Carvalho, S.W.Kycia, D. Bruno, Jr.R. Roosevelt.* X-ray powder diffraction beamline at D10B of LNLS: application to the  $\text{Ba}_2\text{FeReO}_6$  double perovskite, *Journal of Synchrotron Radiation*, 13, p.46-53, 2005.
- [14] *Kh.N. Ahmadova, S.H. Jabarov.* Obtaining of Al nanolayers and crystal structure. *International Journal on "Technical and Physical Problems of Engineering"* (IJTPE) IJTPE - Issue 52, Volume 14, Number 3, pp.116-120 September 2022
- [15] *Kh.N. Ahmadova, S.H. Jabarov.* Obtaining of Al Nanosized Thin Layers and Their Structural Properties. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 2022
- [16] *Sh.N. Aliyeva, T. R. Mehdiyev, S. H. Jabarov, Kh. N. Ahmadova, I. F. Yusibova.* Temperature Dependences of the Total Spin Moment in Nanopowders of  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ( $x=0.0; 0.25; 0.5; 0.75; 1.0$ ) Ferrosinels. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, © The Author(s), under exclusive licence to Springer Science+Business Media, LLC, part of Springer Nature 2022, online 2022

**PREPARATION OF Al and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> LAYERED THIN FILMS AND THEIR STRUCTURAL CHARACTERISTIC**

Obtaining nano layers of metals and metal oxides and studying them is one of the main directions of solid state electronics. It has been established that these materials are also resistant to ionizing radiation. It is known that Al is widely used in modern aviation technologies. Recently, there has been a need to apply electromagnetic absorbing materials. Due to the absence of magnetic properties in aluminum, it was necessary to apply the Al-Fe system. It is known that iron and many of its oxide compounds have strong magnetic properties. Therefore, extensive research is being conducted to investigate ferromagnetic and antiferromagnetic properties of these materials. In the presented work, layered thin layers of nano-sized Al and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> powders were obtained. These thin layers were obtained in the form of Al-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> thin layers of different thicknesses on glass. During the X-ray diffraction study, it was determined that Al and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> substances can keep their crystal structure in thin layers with a thickness of  $h = 30$  and  $60$  nm. The main reason for this is explained by their cubic symmetry crystal structure with Fm-3m and Fd-3m space groups, respectively. In the X-ray diffraction spectra, it was determined that the maxima corresponding to Al crystals correspond to the (111) and (200) atomic planes, and the maxima corresponding to Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> crystals correspond to the (044) atomic plane. The obtained experimental results revealed that Al and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> retain their structural properties in layered thin layers of the Al-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> system, and it is possible to apply  $h \geq 30$  nm thick layers in electronics. If we take into account that Al and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> thin films taken separately were obtained in smaller sizes:  $h=15$  and  $30$  nm thick. Nevertheless, the crystal structure is formed. The main reason for this is that each of these substances crystallizes in cubic syngonia with a fairly high symmetry. Accordingly, a thin layer of Al and a thin layer of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> can be formed on the glass by the thermal sputtering method. It was determined that both aluminum and iron oxide layers retain their structural properties in these layers.

**X.N. Ахмедова**

**ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ СЛОИСТЫХ ПЛЕНОК Al и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> И ИХ СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ**

Получение нанослоев металлов и оксидов металлов и их изучение является одним из основных направлений твердотельной электроники. Установлено, что эти материалы также устойчивы к ионизирующему излучению. Известно, что Al широко используется в современной авиационной технике. В последнее время возникла необходимость в применении материалов, поглощающих электромагнитное излучение. Из-за отсутствия у алюминия магнитных свойств пришлось применить систему Al-Fe. Известно, что железо и многие его оксидные соединения обладают сильными магнитными свойствами. Поэтому проводятся обширные исследования по изучению ферромагнитных и антиферромагнитных свойств этих материалов. В представленной работе были получены слоистые тонкие слои наноразмерных порошков Al и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Эти тонкие слои были получены в виде тонких слоев Al-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> различной толщины на стекле. В ходе рентгеноструктурного исследования установлено, что вещества Al и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> могут сохранять свою кристаллическую структуру в тонких слоях толщиной  $h = 30$  и  $60$  нм. Основная причина этого объясняется их кристаллической структурой кубической симметрии с пространственными группами Fm-3m и Fd-3m соответственно. В спектрах рентгеновской дифракции установлено, что максимумы, соответствующие кристаллам Al, соответствуют атомным плоскостям (111) и (200), а максимумы, соответствующие кристаллам Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, соответствуют атомной плоскости (044). Полученные экспериментальные результаты показали, что Al и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> сохраняют свои структурные свойства в слоистых тонких слоях системы Al-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, и возможно применение слоев толщиной  $h \geq 30$  нм в электронике. Если учесть, что тонкие пленки Al и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, взятые по отдельности, были получены меньших размеров:  $h = 15$  и толщиной  $30$  нм. Тем не менее, кристаллическая структура формируется. Основная причина этого заключается в том, что каждое из этих веществ кристаллизуется в кубических сингониях с достаточно высокой симметрией. Соответственно, методом термического напыления на стекле можно сформировать тонкий слой Al и тонкий слой Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Было установлено, что в этих слоях сохраняют свои структурные свойства как слои оксида алюминия, так и оксида железа.