Al/Fe₃O₄ NAZİK TƏBƏQƏLİ SİSTEMLƏRİNİN ALINMASI VƏ STRUKTUR TƏDQİQİ

2023

X.N. ƏHMƏDOVA^{1,2}

¹ Elm və Təhsil Nazirliyi Fizika İnstitutu, H. Cavid pr.131, AZ-1143, Bakı, Azərbaycan, ²Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti, Bakı, AZ1010 Azərbaycan <u>x.khalilova@rambler.ru</u>

İşdə nano ölçülü Al və Fe₃O₄ tozlarının laylı nazik təbəqələri rentgen difraksiyası metodu ilə tədqiq edilmiş və bu zaman müəyyən edilmişdir ki, h = 30 və 60 nm qalınlıqlı nazik təbəqələrdə Al və Fe₃O₄ maddələri öz kristal quruluşunu saxlaya bilirlər. 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, Fe₃O₄ kristallarına uyğun maksimumların (044) atom müstəvisinə uyğun gəldiyi müəyyən edilmişdir. Nəzərə alsaq ki, ayrı-ayrılıqda götürüldükdə Al və Fe₃O₄ nazik təbəqələri daha kiçik ölçülərdə: h = 15 və 30 nm qalınlığında alınmışdır. Buna baxmayaraq, kristal quruluş formalaşmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, bu təbəqələrdə həm alüminium, həm də dəmir oksid təbəqəsi öz quruluş xüsusiyyətlərini saxlayırlar.

Açar sözlər: kristal quruluş, nazik təbəqələr. kristal quruluş, Fe₃O₄ nazik təbəqələri PACS: 78.66.Sq 73.50.-h, 73.61.-r

1. GİRİŞ

Metal və metal oksidlər müasir elektronikada geniş tətbiq edilirlər. Bu materiallardan yalnız funksianal 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]. O cümlədən, bu materiallarda həm də yüksək uduculuq qabiliyyəti müşahidə edilmişdir. Belə materiallardan biri də dəmir oksid nanohissəcikləridir [6-7,13]. Nanotexnologiyanın inkisaf 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, Fe₃O₄ tərkibli nanokompozit materiallarda güclü elektromagnit xassələr, o cümlədən elektromagnit dalğalarının udulması müşahidə edilir [10, 11]. Xüsusi texnologiya vasitəsilə Al ilə örtülmüş Fe₃O₄ nanohissəcikləri üçün f = 12.0 GHz tezliyinin xarakterik olduğu təyin edilmişdir [12].

Elektromaqnit uducu material kimi yeni laylı sistemlərin alınmasına ehtiyac vardır. Çünki laylı sistemlərdə udulma ilə yanaşı, həm də elektromaqnit dalğalarının iki mühit arasında sınması nəticəsində qayıdan şüanın istiqaməti dəyişir. Ona görə də, belə materiallardan elektromaqnit dalğalarının qayıtması minimuma endirilir. Belə sistemlərin alınması üçün Fe₃O₄ 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 Fe₃O₄ nazik təbəqələrindən ibarət laylı sistemlər alınmış və onların quruluş xüsusiyyətləri tədqiq edilmişdir.

2. TƏCRÜBƏLƏR

Nazik təbəqələr SkySpring Nanomaterials istehsalı olan d = 50 nm ölçülü Al və d = 30 nm ölçülü Fe₃O₄ nanohissəciklərindən alınmışdır. Laylı təbəqələr 25×19mm 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-Fe₃O₄ nazik təbəqə alınmışdır. Təcrübələr Leybold-Herause L-560 markalı vakuum qurğusunda (P=2·10⁻⁵mbar) aparılmışdır. Nazik təbəqələrin alınmasından əvvəl şüşə altlığın səthində 800 Vt gücündə ion təmizlənməsi aparılmışdır. Tozlanma prosesini yaxşılaşdırmaq məqsədilə şüşə altlıq vakuum kamerasında 100°C-ə qədər qızdırılmışdır. Tozlandırma prosesi 25 san müddətində aparılmışdır.

Alınmış nümunələrin struktur faza analizi D8 Advance XRD difraktometrindən (Bruker, Almaniya) istifadə edilməklə rentgen difraksiya üsulu ilə aparılmışdır. Difraktometrin parametrləri: 40 kV, 40 mA, CuK α – şüalanma, λ = 1,5406 Å. Təcrübələr otaq temperaturunda aparılmışdır. Alınmış spektrlər Origin proqramlarında analiz edilmişdır. Difraksiya maksimumları Al və Fe₃O₄ kristallarının ştrix diaqramı ilə müqayisə edilmiş və nazik təbəqələrin kristal quruluşları müəyyən edilmişdir.

3. NƏTİCƏ VƏ MÜZAKİRƏLƏR

Alüminium və dəmir oksid sistemindən ibarət laylı nazik təbəqələr şüşə altlıqlar üzərində termik tozlandırma üsulu ilə alınmışdır. Altlıq qismində istifadə olunan 25×19 mm ölçülü şüşə lövhə ion təmizlənməsi metodu ilə kimyəvi təmizlənmişdir. 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 = 15və 30 nm qalınlıqlı Fe₃O₄ 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-Fe₃O₄ 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-Fe₃O₄ nazik təbəqələrinin rentgen difraksiyası spektləri.

Spektrlərin Origin proqramında analiz edilmişdir. $10^{\circ} \le 2\theta \le 70^{\circ}$ 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 Fe₃O₄ kristalları üçün Diamond 2.3 proqramında difraksiya diaqramı qurulmuşdur. Əvvəlki tədqiqatlar zamanı alınmış nəticələrə uyğun olaraq qurulmuş diaqramlar şəkil 2-də göstərilmişdir [15].

Şəkil 1 və 2-də verilmiş difraksiya diaqramlarının rentgen difraksiyası spektrləri ilə müqayisəsindən müəyyən edilmişdir ki, nazik təbəqələrdə həm Al kristalları, həm də Fe₃O₄ kristalları formalaşmışdır. Spektrlərdə $2\theta = 38.57^{\circ}$ və 44.79° 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 2θ = 65.18° difraksiya bucaqlarında müşahidə edilən üç difraksiya maksimumu Fe₃O₄ 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.



Şəkil 2. Al və Fe₃O₄ kristallarının difraksiya diaqramları [15].

Quruluş tədqiqatları zamanı müəyyən edilmişdir ki, kiçik ölçülərdə alınmasına baxmayaraq, nazik təbəqələrdə kristal quruluş formalaşmışdır. Nəzərə alsaq ki, ayrı-ayrılıqda götürüldükdə Al və Fe₃O₄ 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 gərə termik tozlandırma metodu ilə şüşə üzərinə çökdürülərkən Al nazik təbəqəsi və onun üzərində Fe₃O₄ nazik təbəqəsi yarana bilir.

Şüşə altlıqlar üzərində termal çökmə yolu ilə əldə edilən Al və Fe₃O₄ nazik təbəqələrinin səth quruluşu skan edən elektron mikroskopdan istifadə edilməklə tədqiq edilmişdir. Nümunələr üçün 2D formatda alınmış səth quruluşu şəkil 3-də göstərilmişdir.şəkildən görünür ki, şüşə üzərində alüminium və dəmir oksidi nanohissəcikləri kifayət qədər homojen formada çökmüş və bircins mühit alınmışdır. Nümunələrin səthində müəyyən bir rəng fərqi meydana çıxdı ki, bu da təbəqələrin qalınlığından asılı olaraq optik xüsusiyyətlərin fərqi ilə izah olunur. Nazik təbəqələrin səth quruluşu 5000 əmsalı ilə böyüdülmüş və mikron miqyasında alınmışdır.

Şəkil 3-dən göründüyü kimi nazik təbəqələr kifayət qədər homogendir. Səth strukturunda kiçik çıxıntılar müşahidə edilib ki, bu da səthdə dəmir oksidi nanohissəciklərinin olduğunu göstərir.

SEM analizi zamanı nazik təbəqələrin kimyəvi tərkibinin təhlili də aparılmışdır. Elementar analizlərin nəticələri cədvəl 1-də göstərilmişdir.

Cədvəl 1-də təqdim olunan tərkibin təhlilindən nümunələrdə çoxlu sayda Si atomunun tapıldığını görmək olar. Bu, Al və Fe₃O₄-dən nazik təbəqələrin alındığı şüşə substrata uyğundur. Təhlildən görünür ki, burada Al və Fe elementləri ilə yanaşı, kifayət qədər böyük miqdarda O elementi var. a və b analizlərindən görünür ki, nümunələrdə Fe atomlarının konsentrasiyası nə qədər böyük olduğundan asılı olaraq təbəqələrin qalınlığı artır.. Bu, Fe₃O₄ təbəqəsinin qalın təbəqələrdə daha yaxşı əmələ gəlməsi ilə əlaqədardır.

Al/Fe₃O₄ sist emindəki nazik təbəqələrin qalınlığını və səthin hamarlığını öyrənmək üçün atom qüvvəsi mikroskopunda tədqiqatlar aparılmışdır. 2D formatında nümunələrin səth quruluşu şəkil 4-də göstərilmişdir. Şəkil 4-də göstərilən səth quruluşundan görünür ki, alınan nazik təbəqələrin səthi ideal şəkildə hamar deyil. Bu təsvirlər 98×98 nm ölçüləri olan a və b nümunələri üçün 2D-də əldə edilmiş səth strukturlarıdır. İncə təbəqələrin səth strukturunun daha dəqiq təsviri üçün 3D formatında təsvirlər alınmışdır. Alınan nəticələr şəkil 5-də göstərilmişdir.



Şəkil 3. Şüşə substratda alınmış Al & Fe₃O₄ nazik təbəqələrinin SEM təsviri. a) 30 nm qalınlığında, b) 60 nm qalınlığında.

Şüşə substratda alınan Al və Fe₃O₄ nazik

Cədvəl 1.

təbəqələrinin kimyəvi tərkibinin təhlili			
sample a		sample b	
Element	%	Element	%
0	46.01	0	46.93
Si	12.81	Si	27.62
Al	30.83	Al	10.65
Fe	4.82	Fe	8.69
Ca	2.40	Ca	4.03
Na	1.87	Na	1.06
Mg	1.26	Mg	1.03
Total	100	Total	100



Şəkil 4. Al və Fe₃O₄ nazik təbəqələrinin ikiölçülü AFM təsviri.



Şəkil 5. Al və Fe₃O₄ nazik təbəqələrinin üçölçülü AFM təsviri.

X.N. ƏHMƏDOVA

Şəkil 5-də göstərilən səth quruluşundan məlum olur ki, müxtəlif qalınlıqlarda Al /Fe₃O₄ nazik təbəqələri alınmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, nümunə qalınlığı a: da = 30 nm və nümunə qalınlığı b: db = 60 nm. AFM tədqiqatları zamanı nümunələrin qalınlığı ilə bağlı əldə edilən nəticələr SEM tədqiqatları zamanı səthin strukturu və tərkibinin təhlilindən əldə edilən nəticələrlə tam uyğundur.

- [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 Al₂O₃ buffer layer for HfGdO gate dielectrics, Journal of Materials Chemistry C, 6, p.2546-2555, 2018.
- [3] *S.A. Hasanova*. Compared the efficiency of TiO₂ and N-doped TiO₂ to degrade btex, Advanced Physical Research, 3, 3, p.123-128, 2021.
- [4] Y.I. Aliyev, T.M. Ilyasli, 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 CuFeS₂, 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 GaFeO₃ 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 BaFe_{12-x}Al_xO₁₉. 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] I. Shorstkii, M. Sosnin. Microwave absorption properties of Fe₃O₄ particles coated with Al via rotation magnetic field method, Coating, 11, p.621(1-10), 2021.
- [11] 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.
- [12] 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 Ba₂FeReO₆ double perovskite, Journal of Synchrotron Radiation, 13, p.46-53, 2005.
- [13] 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.
- [14] *Kh.N. Ahmadova, S.H. Jabarov.* Obtaining of Al Nanosized Thin Layers and Their Structural Properties. Arabian Journal for Science and Engineering, 2022
- [15] 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 Fe₃O₄/C nanocomposites, Composites Part B: Engineering, 77, p. 209-2014, 2015.

Kh.N. Ahmadova

PREPARATION AND STRUCTURE STUDY OF THIN LAYER SYSTEMS OF AI/Fe₃O₄

In this work, layered thin films of nano-sized Al and Fe₃O₄ powders were studied by X-ray diffraction method, and it was determined that Al and Fe₃O₄ substances can maintain 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 Fe₃O₄ crystals correspond to the (044) atomic plane. If we take into account that Al and Fe₃O₄ thin films taken separately were obtained in smaller sizes: h = 15 and 30 nm thick. Nevertheless, the crystal structure is formed. It was determined that both aluminum and iron oxide layers retain their structural properties in these layers.

Al/Fe₃O₄ NAZİK TƏBƏQƏLİ SİSTEMLƏRİNİN ALINMASI VƏ STRUKTUR TƏDQİQİ

Х.Н. Ахмедова

ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ТОНКОСЛОЙНЫХ СИСТЕМ АІ/Fe₃O₄

В данной работе методом рентгеновской дифракции исследованы слоистые тонкие слои наноразмерных порошков Al и Fe₃O₄ и установлено, что вещества Al и Fe₃O₄ 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 рентгеновских дифракционных спектрах установлено, что максимумы, соответствующие кристаллам Al, соответствуют атомным плоскостям (111) и (200), а максимумы, соответствующие кристаллам Fe₃O₄, соответствуют атомной плоскости (044). Если учесть, что тонкие пленки Al и Fe₃O₄, взятые по отдельности, были получены меньших размеров: толщиной h = 15 и 30 нм. Тем не менее кристаллическая структура формируется. Установлено, что слои оксидов алюминия и железа сохраняют в этих слоях свои структурные свойства.

Qəbul olunma tarixi:03.11.2023