

PACS: 78.66.Sq 73.50.-h, 73.61.-r

Al və Fe_3O_4 NAZİK TƏBƏQƏLİ SİSTEMLƏRİNİN QURULUŞ XÜSUSİYYƏTLƏRİ

X.N. Əhmədova^{1,2}, S.H. Cabarov¹, Ş.N. Əliyeva^{1,2}, X.O. Sadiq², V.K. Səricanova²

(AMEA-nın akademiki A.M.Həşimov tərəfindən təqdim edilmişdir)

İşdə nano ölçülü Al və Fe_3O_4 tozlarının laylı nazik təbəqələri rentgen difraksiyası metodu ilə tədqiq edilmiş və bu zamanı müəyyən edilmişdir ki, $h = 30$ və 60 nm qalınlıqlı nazik təbəqələrdə Al və Fe_3O_4 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 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. Müəyyən edilmişdir ki, bu təbəqələrdə həm alüminium, həm də dəmir oksid təbəqəsi öz quruluş xüsusiyyətlərini saxlayır.

Açar sözlər: kristal quruluş, nazik təbəqələr, kristal quruluş, Fe_3O_4 nazik təbəqələri

Giriş

Metal və metal oksidlər müasir elektronika-da geniş tətbiq edilir. 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 zamanlar 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 zamanlar 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 material-

lardan 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 sistemlərdə 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 öyrənilməmişdir. Bu işdə, şüşə üzərində müxtəlif

optimal rejimlərdə Al və Fe_3O_4 nazik təbəqələ-rindən ibarət laylı sistemlər alınmış və onların quruluş xüsusiyyətləri tədqiq edilmişdir.

Təcrübələr

Nazik təbəqələr SkySpring Nanomaterials istehsalı olan $d = 50$ nm ölçülü Al və $d = 30$ nm ölçülü Fe_3O_4 nanohissəciklərindən alınmışdır. Laylı təbəqələr 25×19 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. Tozlanma prosesini yaxşılaşdırmaq məqsədilə şüşə altlıq vakuum kamerasında 100°C -yə qədər qızdırılmışdır. Tozlandırma prosesi 25 san müddətində aparılmışdır.

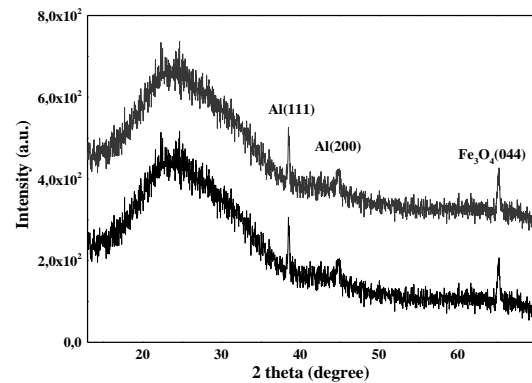
Alınmış nümunələrin struktur faza analizi D8 Advance XRD difraktometrindən (Bruker, Almaniya) istifadə edilməklə, rentgen difraksiya üsulu ilə aparılmışdır. Difraktometrin parametrləri: 40 kV, 40 mA, $\text{CuK}\alpha$ – şüalanma, $\lambda = 1,5406$ Å. Təcrübələr otaq temperaturunda aparılmışdır. Alınmış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

Nəticə və müzakirələr

Alüminium və dəmir oksid sistemindən ibarət laylı nazik təbəqələr şüşə altlıqlar üzərində termik tozlandırma üsulu ilə alınmışdır. Altlıq qismində istifadə olunan 25×19 mm ölçülü şüşə lövhə ion təmizlənməsi metodu ilə kimyəvi təmizlənməmişdir. Təbəqələrin müxtəlif qalınlıqlarda alınması məqsədilə uyğun optimal rejim 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.

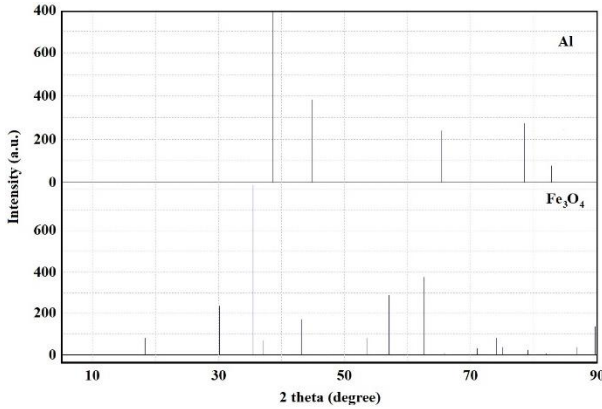
Nazik təbəqələrin səthi dəmir oksid təbəqəsidir və qeyri-şəffaf mühitdir. Qalınlıqları iki dəfə fərqli olmasına baxmayaraq nümunələrin rəngləri demək olar ki, fərqlənmir. Bu onunla əlaqədardır ki, dəmir oksid nazik təbəqələri optik şüalar üçün uducu mühit hesab olunur. Təbəqələrin səthi boyunca rəngin 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 60 nm (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 fizikasıdan məlum olan amorflaşma ilə əlaqədardır. Bu maksimumları analiz etmək üçün Al və Fe_3O_4 kristallarına Diamond 2.3 proqramında difraksiya diaqramı qurulmuşdur. Əvvəlki tədqiqatlar zamanı alınmış nəticələrə uyğun olaraq qurulmuş diaqramlar şəkil 3-də göstərilmişdir. [28,29]



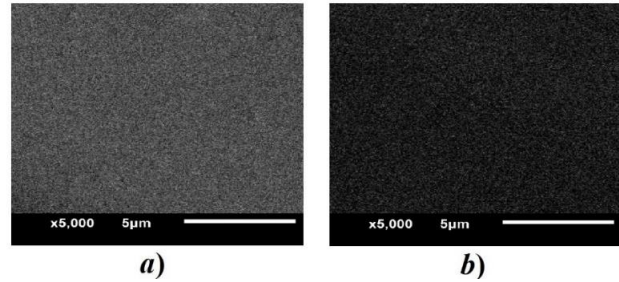
Şəkil 2. Al və Fe_3O_4 kristallarının difraksiya diaqramları [28,29]

Şəkil 1 və 2-də verilmiş difraksiya diaqramlarının rentgen difraksiyası spektrləri ilə müqayisəsindən müəyyən edilmişdir ki, nazik təbəqələrdə həm Al kristalları, həm də Fe_3O_4 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 $2\theta = 65.18^\circ$ 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 kristallaşır. Ona görə termik tozlandırma meto-

du ilə şüşə üzərinə çökdürülərkən Al nazik təbəqəsi və onun üzərində Fe_3O_4 nazik təbəqəsi yarana bilər.

Şüşə altlıqlar üzərində termal çökmə yolu ilə əldə edilən Al və Fe_3O_4 nazik təbəqələrinin səth quruluşu skan edən elektron mikroskopdan istifadə edilməklə tədqiq edilmişdir. Nümunələr üçün 2D formatda alınmış səth quruluşu şəkil 2-də göstərilmişdir. Şəkildən görünür ki, şüşə üzərində alüminium və dəmir oksidi nanohissəcikləri kifayət qədər homogen formada çökmüş və biricins mühit alınmışdır. Nümunələrin səthində müəyyən bir rəng fərqi meydana çıxdı ki, bu da təbəqələrin qalınlığından asılı olaraq optik xüsusiyyətlərin fərqi ilə izah olunur. Nazik plyonkaların səth quruluşu 5000 əmsal ilə böyüdülmüş və mikron miqyasında alınmışdır.



Şəkil 3. Şüşə substratda alınmış Al və Fe_3O_4 nazik təbəqələrinin SEM təsviri. a) 30 nm qalınlığında, b) 60 nm qalınlığında

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

ƏDƏBİYYAT

1. Jia Y., Maurice Ch., 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. Gao J., He G., Liang Sh., Wang D., Yang B. 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. *Hasanova S.A.* Compared the efficiency of TiO₂ and N-doped TiO₂ to degrade btex, *Advanced Physical Research*, 3, 3, p.123-128, 2021
 4. *Aliyev Y.I., Ilyashli, T.M., Dashdemirov A.O., Allazov M.R., Trukhanov A.V., Asadov Y.G., Jabarov S.H., Dang N.T.* The structural and vibrational properties of Ni-doped chalcopyrite CuFeS₂, *Journal of Ovonic Research*, 14, 2, p.165-169, 2018
 5. *Golosova N.O., Kozlenko D.P., Kichanov S.E., Lukin E.V., Dubrovinsky L.S., Mammadov A.I., Mehdiyeva R.Z., Jabarov S.H., Liermann H.-P., Glazyrin K.V., Dang T.N., Smotrakov V.G., Eremkin V.V., Savenko B.N.* Structural, magnetic and vibrational properties of multi-ferroic GaFeO₃ at high pressure, *Journal of Alloys and Compounds*, 684, p.352-358, 2016
 6. *Trukhanov A.V., Kostishyn V.G., Panina L.V., Jabarov S.H., Korovushkin V.V., Trukhanov S.V., Trukhanova E.L.* Magnetic properties and Mössbauer study of gallium doped M-type barium hexaferrites, *Ceramics International*, 43, 15, p.12822-12827, 2017
 7. *Trukhanov A.V., Dang N.T., Trukhanov S.V., Jabarov S.H., Kazakevich I.S., Mammadov A.I., Mekhdiyeva R.Z., Turchenko V.A., Huseynov R.E.* 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. *Valiyeva A.D.* Conversion of propanol over the nanostructured NiNaX zeolite catalyst, *New Materials, Compounds and Applications*, 6, 1, p.85-90, 2022
 9. *Ibrahimov H.D., Amirov F.A., Huseynov H.J., Ibragimova Z.M., Zamanova L.S., Asadzadeh R.N., Jabarov S.H.* 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. *Shorstkii I., Sosnin M.* Microwave absorption properties of Fe₃O₄ particles coated with Al via rotation magnetic field method, *Coating*, 11, p.621(1-10), 2021
 11. *Fortes A.D., Wood I.G., Vočadlo L., Knight K.S., Marshall W.G., Tucker M.G., Fernandez-Alonso F.* 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. *Ferreira F.F., Granado E., Carvalho Jr.W., Kycia S.W., Bruno D., Roosevelt Jr.R.* 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. *Ahmadova Kh.N., Jabarov S.H.* 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. *Ahmadova Kh.N., Jabarov S.H.* Obtaining of Al Nanosized Thin Layers and Their Structural Properties// *Arabian Journal for Science and Engineering*, 2022
 15. *Aliyeva Sh.N., Mehdiyev T. R., Jabarov S. H., Ahmadova Kh. N., Yusibova I. F.* Temperature Dependences of the Total Spin Moment in Nanopowders of Ni_{1-x}Zn_xFe₂O₄ (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

¹ AR Elm və Təhsil Nazirliyinin Fizika İnstitutu

² Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti

x.khalilova@rambler.ru

STRUCTURAL CHARACTERISTICS OF THIN-FILM SYSTEMS OF Al and Fe₃O₄**Kh.N. Ahmadova, S.H. Jabarov, Sh.N. Aliyeva, X.O. Sadig, V.K. Sarijanova**

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.

Keywords: crystalline structure, thin layers, crystal structure, Fe₃O₄ thin films

СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ СИСТЕМ Al и Fe₃O₄**Х.Н. Ахмедова, С.Х. Джабаров, Ш.Н. Алиева, Х.О. Садиг, В.К. Сариджанова**

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.

Ключевые слова: кристаллическая структура, тонкие слои, кристаллическая структура, тонкие пленки Fe₃O₄