

NANO ÖLÇÜLÜ AL NAZİK TƏBƏQƏLƏRİNİN ALINMASI VƏ ONLARIN QURULUŞ XÜSUSİYYƏTLƏRİ

X.N. ƏHMƏDOVA^{1,2}, S.H. CABAROV¹, Ş.N. ƏLİYEVƏ^{1,2}, X.O. SADIQ²

¹ Azərbaycan Elm və Təhsil Nazirliyinin Fizika İnstitutu, Bakı, AZ-1143, Azərbaycan

² Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti, Bakı, AZ1010 Azərbaycan

x.khalilova@rambler.ru

Termiki tozlandırma metodu ilə vakuum şəraitində Al nazik təbəqələri sintez edilmişdir. Nazik təbəqələr hissəciklərinin ölçüsü 40-60 nm olan nanotozdan alınmışdır. Müxtəlif qalınlıqlarda alınmış nazik təbəqələrin kristal quruluşu və səth quruluşu tədqiq edilmişdir. Nazik təbəqənin kristal quruluşunun, toz halında Al nanohissəciklərinin kristal quruluşu ilə müqaisəsi aparılmışdır. Tədqiqatlar rentgen difraksiyası metodu ilə aparılmışdır. Al nazik təbəqələrinin səth quruluşu və tərkib analizi Skanedic Elektron Mikroskopunda aparılmışdır. Tərkib analizlərindən məlum olur ki, nazik təbəqələr əsasən Al-dan ibarətdir. Alınmış nazik təbəqələrin səth quruluşu Atom Qüvvə Mikroskopunda da tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, alınmış təbəqələr kifayət qədər bircins alınmışdır. Nazik təbəqələrin 2D və 3D formatlarda səthi tədqiq edilmiş və müəyyən edilmişdir ki, bu təbəqələrin qalınlığı 15, 20 və 40 nm-dir.

Açar sözlər: Kristal quruluş, SEM analiz, AQM.

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

1. GİRİŞ

Nano ölçülü materiallarda müxtəlif maraqlı fiziki xassələrin müşahidə edilməsi, onların öyrənilməsi istiqamətində aparılan tədqiqatları sürətləndirmişdir [1,2]. Məlumdur ki, materialların ölçülərində kiçilmə baş verdikcə bir çox fiziki xassələri dəyişir. Ona görə də nano ölçülərdə materialların tədqiq edilməsi onların tətbiq imkanlarını daha da genişləndirir. Nanomateriallar arasında metal və metal oksidləri xüsusi yer tuturlar. Müəyyən edilmişdir ki, metal nanohissəcikləri əsasında alınmış kompozit materiallarda müxtəlif yeni funksional xassələr müşahidə edilir [3, 4].

Nano ölçülü Al son zamanlarda ən geniş tədqiq edilən nanomateriallardandır [5]. Onların belə geniş tədqiq edilməsinin səbəbi tətbiq imkanlarının geniş olması ilə əlaqədardır. Müəyyən edilmişdir ki, normal halda açıq havada Al nanohissəcikləri su molekulları ilə birləşərək $Al(OH)_3$ əmələ gətirirlər. Quruluş tədqiqatları nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, Al nanohissəciklərinin kristal quruluşu Fm-3m fəza qruplu kubik siinqoniyə malik olur. $Al(OH)_3$ birləşməsinin kristal quruluşu isə $P1_2/a_1$ fəza qruplu monoklin simmetriyalı kristal quruluşu uyğun gəlir. Bu birləşmə xarici təsirlərə qarşı davamlı olmur. Müəyyən edilmişdir ki, elektron şüalanması zamanı alüminium hidroksid parçalanır və su molekulları ayrılır. $\Phi = 1.03 \times 10^{18} \text{ sm}^{-2}$ fluence qədər elektron şüası ilə şüalanmış nümunələrdə təmiz alüminium nanohissəcikləri alınmışdır. Tədqiqat nəticələri rentgen difraksiyası və Raman spektroskopiyası metodları ilə alınmışdır [6].

Al nanohissəciklərinin müxtəlif fiziki xassələrinin tədqiq edilməsinə baxmayaraq, nano ölçülü nazik təbəqələri kifayət qədər tədqiq edilməmişdir. Son zamanlarda ölçülərin kiçildilməsi istiqamətində aparılan tədqiqatlar arasında nazik təbəqələrin öyrənilməsi xüsusi yer tutur. Məlumdur ki, nazik təbəqələr halında materiallar fərli xüsusiyyətlərə malik olurlar. Onların fiziki xassələri toz və kristal halında olan xassələrindən fərqlənirlər. Yarımqeçirici materialların nazik təbəqələrinin

də yeni elektrik və optik xüsusiyyətlər müşahidə edilmişdir [7-11]. Metallar yarımqeçirici materiallarla müqayisədə fiziki proseslərə daha həssas olurlar. Ona görə də, onlarda ölçü effektlərinin tədqiq edilməsi vacibdir. Al nazik təbəqələrinin alınması, quruluşunun və fiziki xassələrinin tədqiq edilməsi bu materialın müxtəlif sahələrdə tətbiq imkanlarını daha da genişləndirəcəkdir. Bu işdə Al nazik təbəqələri alınmış, onların səth və kristal quruluşları, kimyəvi tərkibi tədqiq edilmişdir. Tədqiqatlar rentgen difraksiyası, Skanedic Elektron Mikroskop və Atom Qüvvə Mikroskopu metodları vasitəsilə otaq temperaturunda və normal şəraitdə yerinə yetirilmişdir.

2. TƏCRÜBƏLƏR

Nazik təbəqələrin alınması. Tədqiq obyektini olaraq $d = 40-60$ nm ölçülü Al nano hissəcikləri götürülmüşdür (SkySpring Nanomaterials, Inc. 2935 Westhollow Drive, Houston, TX, 77082, USA, <https://www.ssnano.com/>). Nano tozlardan termik tozlandırma metodu ilə nazik təbəqələr alınmışdır. Termiki tozlandırma təcrübəsi Leybold-Herause L-560 markalı vakuum qurğusunda aparılmışdır. Vakuum kamerasında işçi təzyiq $2 \cdot 10^{-5}$ mbar qeydə alınmışdır. Altıq qismində səthi kimyəvi təmizlənmiş 25×19 mm ölçülü şüşə lövhədən istifadə olunmuşdur. Termiki tozlandırmadan əvvəl şüşə altıqın səthində 800 Vt gücündə ion təmizlənməsi aparılmışdır. Tozlanma prosesini yaxşılaşdırmaq məqsədilə şüşə altıq vakuum kamerasında 100°C -ə qədər qızdırılmışdır. Termiki tozlandırma prosesi 25 san müddətində aparılmışdır. Müxtəlif qalınlıqlarda alınmış a , b və c nümunələrinin foto şəkliləri 1-də göstərilmişdir.

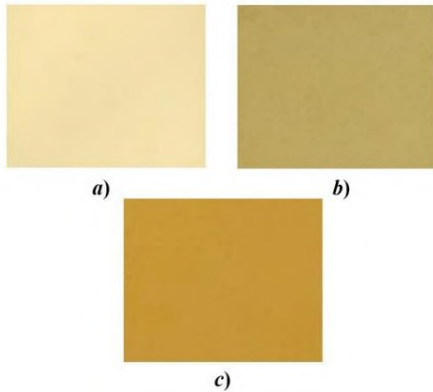
Nümunələrin SEM analizləri Scanning Electron Microscope (ZEISS, SIGMA VP)-unda yerinə yetirilmişdir [9]. Bu mikroskopda otaq temperaturunda materialların səth quruluşunu tədqiq etmək mümkündür. Bununla yanaşı, elektronların elementlərin elektron bulundundan səpilməsinə əsasən kimyəvi element analizi də aparmaq mümkündür. Bu işdə Al nazik təbəqələrində

element analizi aparılmış və faizlərlə miqdarı göstərilmişdir.

Al nazik təbəqələri N8 NEOS Atom Qüvvə mikroskopunda tədqiq edilmişdir. 2D və 3D formatında alınmış şəkillərdən və histqramlardan səth quruluşu haqqında məlumatlar əldə edilmiş, nazik təbəqələrin qalınlığı müəyyən edilmişdir.

3. NƏTİCƏLƏR VƏ MÜZAKİRƏLƏR

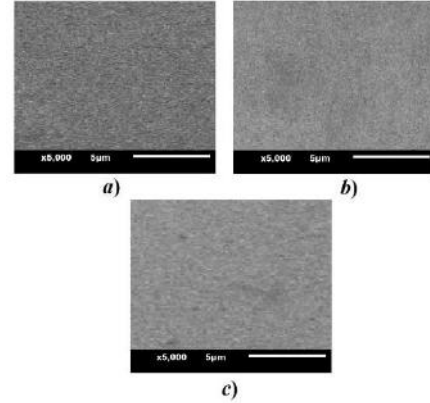
Süşə altlıqlar üzərində termik tozlandırma üsulu ilə alınmış nazik təbəqələrindən görünür ki, alüminium nanohissəcikləri kifayət qədər bircins formada çökdürülmüşdür (şəkil 1). Lakin nümunələrin quruluşunda rəng fərqi yaranmışdır ki, bu da onların qalınlığında və səth quruluşundakı fərqlərlə əlaqədardır. Alınmış nazik təbəqələrin bircinsliyinin daha dəqiq öyrənilməsi üçün səth quruluşunun tədqiq edilməsinə ehtiyac vardır. Bu məqsədlə, Skanedic Elektron Mikroskopunda səth quruluşu tədqiq edilmişdir. Nümunələrin otaq temperaturunda və normal şəraitdə alınmış səth quruluşları şəkil 2-də verilmişdir. 5000 dəfə böyüdülmüş səth quruluşu mkm miqyasında alınmışdır. Şəkildən görüldüyü kimi, nazik təbəqələr alınmışdır və 5 mkm ölçüdə səthdə xırda çıxıntılardan ibarət hissə olmur ki, bu da daha kiçik ölçülərdə səth effektlərinin olmasının göstəricisidir.



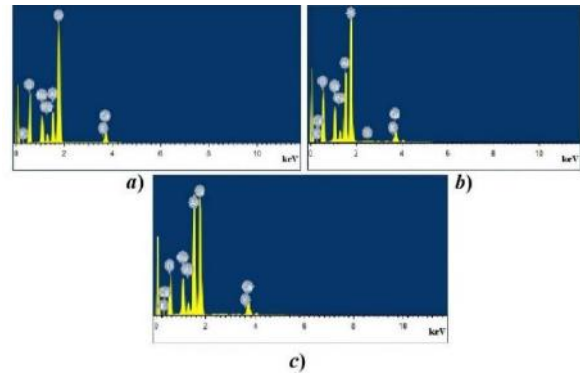
Şəkil 1. Müxtəlif qalınlıqlı Al nazik təbəqələri.

SEM analiz nəticəsində həm də nazik təbəqələrin kimyəvi tərkib analizi də aparılmışdır. Alınmış analiz nəticələri şəkil 3-də verilmişdir.

Şəkil 3-də verilmiş tərkib analizlərindən görünür ki, əsasən Si atomları aşkar edilmişdir. Bu Al nazik təbəqələrinin alındığı şüşə altlığa uyğun gəlir. Analizlərdən görünür ki, Al elementi ilə yanaşı O elementinin də miqdarı yüksəkdir. Oksigen atomlarının konsentrasiyasının yüksək olması, şüşənin tərkibində olması və səthdə olan Al atomlarının O atomları ilə birləşərək Al₂O₃ əmələ gətirməsidir. a, b və c analizlərindən görünür ki, təbəqələrin qalınlığından asılı olaraq nümunələrdə Al atomlarının konsentrasiyası artır.



Şəkil 2. Al nazik təbəqələrinin SEM şəkliləri.



Şəkil 3. Al nazik təbəqələrinin kimyəvi tərkib analizi.

Bu da ondan irəli gəlir ki, oksidləşmə yalnız təbəqələrin səthində gedir. Elementlərin faizlə miqdarları cədvəl 1-də verilmişdir.

Cədvəl 1.

Şüşə altlıq üzərində alınmış Al nazik təbəqələrinin kimyəvi tərkib analizi.

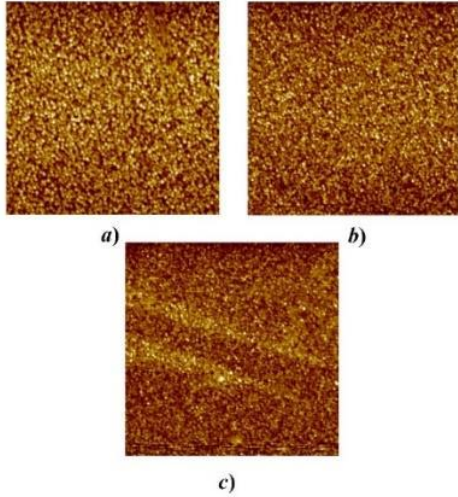
a nümunəsi		b nümunəsi		c nümunəsi	
Element	%	Element	%	Element	%
O	47.30	O	46.87	O	46.64
Si	30.37	Si	26.54	Si	21.90
Na	8.84	Al	12.05	Al	18.51
Al	7.09	Na	8.40	Na	7.47
Ca	4.31	Ca	4.01	Ca	3.51
Mg	2.14	Mg	2.01	Mg	1.81
K	0.12	K	0.13	K	0.16
Cəmi	100	Cəmi	100	Cəmi	100

Cədvəldə verilmiş qiymətlərdən görüldüyü kimi nümunələrdə Al elementinin miqdarı müxtəlifdir. Bu

onunla əlaqədardır ki, Al təbəqəsinin qalınlığı artdıqca daha çox nazik təbəqə analiz edilir. Al təbəqəsinin

qalınlığı az olduqda isə daha çox şüşənin tərkibi analiz edilir. Bu analiz nəticəsində məlum olmuşdur ki, nümunələrin nazik təbəqələrinin qalınlıqları $d_a < d_b < d_c$. Lakin skanedici elektron mikroskopunda təbəqələrin qalınlıqlarını dəqiq təyin etmək mümkün deyildir. Al nazik təbəqələrinin qalınlığını təyin etmək üçün Atom Qüvvə Mikroskopunda tədqiqatlar aparılmışdır.

Al nazik təbəqələrinin qalınlığını və səthin hamarlığını öyrənmək məqsədi ilə Atom Qüvvə Mikroskopunda tədqiqatlar aparılmışdır. 2D formatında nümunələrin səth quruluşu şəkil 4-də verilmişdir.



Şəkil 4. Al nazik təbəqələrinin 2D formatda AFM şəkli.

Şəkil 4-də verilmişdir səth quruluşundan görünür ki, alınmış nazik təbəqələrin səthi ideal hamar alınmışdır. Bu şəkillər 98×98 nm ölçüdə a , b və c nümunələri üçün 2D formatında alınmış səth quruluşlarıdır. Al nazik təbəqələri müxtəlif qalınlıqlarda alınmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, a nümunəsinin qalınlığı: $d_a = 15$ nm, b nümunəsinin qalınlığı: $d_b = 20$ nm, c nümunəsinin qalınlığı isə: $d_c = 40$ nm alınmışdır. AQM tədqiqatları zamanı nümunələrin qalınlıqları haqqında alınmış nəticələr SEM tədqiqatları zamanı səth quruluşu və tərkib analizlərindən alınmış nəticələrə tamamilə uyğun gəlir.

Nümunələrdə Al nazik təbəqəsinin qalınlığı artdıqca tərkib analizlərində Al elementinin miqdarı da artmışdır. AQM məlumatlarına əsasən səthdəki çirəklərin Z_{ij} maksimum qiyməti alınmışdır. Bu qiymətlərə əsasən səthin orta kvadratik kələkötürlüyü

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{N_x N_y} \sum_{j=1}^{N_y} \sum_{i=1}^{N_x} Z_{ij}^2}$$
 və asimmetriya əmsalını

$$S_{sk} = \frac{1}{S_q^3 N_x N_y} \sum_{j=1}^{N_y} \sum_{i=1}^{N_x} Z_{ij}^3$$
 təyin etmək mümkündür.

Burada $Z_{ij} = Z(x_i \cdot y_j)$ səthin orta səviyyəsinə əsasən hesablanır. Göründüyü kimi təcrübədən Z_{ij} qiymətini müəyyən etməklə ona əsasən səth quruluşu haqqında digər məlumatları əldə etmək mümkündür. Müxtəlif qalınlıqlarda alınmış Al nazik təbəqələrinin səth parametrləri cədvəl 2-də verilmişdir.

Cədvəl 2.

Al nazik təbəqələrinin səth parametrləri.

a nümunəsi		b nümunəsi		c nümunəsi	
Z_{ij}	15 nm	Z_{ij}	20 nm	Z_{ij}	40 nm
S_q	8.81 nm	S_q	11.74 nm	S_q	32.86 nm
S_{sk}	0.05	S_{sk}	0.07	S_{sk}	0.14

4. NƏTİCƏLƏR

Şüşə altlıqlar üzərində 15, 20 və 40 nm qalınlıqlı Al nazik təbəqələri alınmış, onların səth quruluşu tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, qalınlıq artdıqca səthdə hamarlaşma baş verir. AQM məlumatlarına əsasən Z_{ij} maksimum qiyməti alınmış, səthin orta kvadratik kələkötürlüyü və asimmetriya əmsalını təyin edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, nazik təbəqənin qalınlığı artdıqca təbəqənin səthi daha hamar olur və keyfiyyəti artır. SEM və AQM analizləri nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, termiki tozlandırma metodu ilə vakuum şəraitində Al nanotəbəqələrinin alınması mümkündür və bu təbəqələr kifayət qədər bircinsliyə malik olurlar.

[1] T.G. Naghiyev. Neutron-alpha reactions in nano α -Si₃N₄ particles by neutrons, Modern Physics Letters A, 36, 24, P.2150181, 2021.

[2] E.M. Huseynov, T.G. Naghiyev, A.A. Garibov, N.R. Abbasov, O.A. Samedov, R.C. Gasimov, M.A. Bayramov, EPR spectroscopy of neutron irradiated nanocrystalline boron nitride (h-BN) particles, Ceramics International, 47, 5, P.7218-7223, 2021.

[3] Y. Zhou, X. Peng, F. Wang. Oxidation of a novel electrodeposited Ni-Al nanocomposite film at 1050 °C, Scripta Materialia, 50, 12, P.1429-1433, 2004.

[4] J. Musil, P. Zeman, H. Hrubý, P.H. Mayrhofer. ZrN/Cu nanocomposite film - a novel superhard material, Surface and Coatings Technology, 120-121, P.179-183, 1999.

[5] S. Cheng, Y.H. Zhao, Y.T. Zhu, E. Ma. Optimizing the strength and ductility of fine structured 2024

Al alloy by nano-precipitation, Acta Materialia, 55, 17, P.5822-5832, 2007.

[6] S.H. Jabarov, T.T. Abdullayeva, S. Huseynli, M.N. Mirzayev, A.S. Abiyev, E. Demir, M.Yu. Tashmetov, B.A. Abdurakhimov. Comparative properties of irradiated Al nanoparticles via vibrational spectroscopy and X-ray diffraction method, Modern Physics Letters B, 35, 34, P.2150512, 2021.

[7] Sh.O. Eminov. Study of the impurity photoconductivity in p -InSb using epitaxial p^+ contacts, Semiconductors, 50, 8, P.1005-1009, 2016.

[8] A.I. Bayramov, N.T. Mamedov, T.D. Dzhafarov, Y.N. Aliyeva, Kh.N. Ahmadova, E.H. Alizade, S.Q. Asadullayeva, M.S. Sadigov, Sh.Kh. Ragi-mov. Photoluminescence and optical transitions in C60 fullerene thin films deposited on glass,

- silicon and porous silicon// Thin Solid Films 690 (2019) 137566.
- [9] Ayaz Bayramov, Elvin Alizade, Samir Mammadov, Avtandil Tavkhelidze, Nazim Mamedov, Yegana Aliyeva, Khuraman Ahmedova, Saida Asadullayeva, Larissa Jangidze, and Givi Skhiladze. Optical properties of surface grated Si-based multilayer structure, J. Vac. Sci. Technol. B, Vol. 37, No. 6, Nov/Dec 2019
- [10] T. K. Nurubeyli, Kh. N. Ahmadova. The role of the spectral matrix effect in the element analysis of biological fluids in ICP-MS, Modern Physics Letters B Vol. 35, No. 05, 215009, 2021
- [11] Masahiro Nakajima, Ryo Asaba, Akinori Suzuki, Yong-Gu Shim, Kazuki Wakita, Kh. Khalilova, Nazim Mamedov, Ayaz Bayramov and Emil Huseynov. Structure and optical properties of CdS:O films by cathode sputtering, Phys. Status Solidi, 2015, C 12, № 6, pp. 781-784.