

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
OLIIY TA'LIM, FAN VA INNOVATSIYALAR VAZIRLIGI

FARG'ONA DAVLAT UNIVERSITETI

**FarDU.
ILMIY
XABARLAR**

1995-yildan nashr etiladi
Yilda 6 marta chiqadi

4-2025
ANIQ FANLAR

**НАУЧНЫЙ
ВЕСТНИК.
ФерГУ**

Издаётся с 1995 года
Выходит 6 раз в год

Sh.A.Umarov

Neyron tarmoqlar yordamida anomalionalarni aniqlash tizimini loyihalashtirish 4

S.S.Jo'raboyev, N.M.Abdumutalova, D.U.Turdaliyeva

Kvarternion sonlar jismi ustida aniqlangan n -tartibli matritsaning satr determinanti va uning xossalari 10

К.С.Газиев

Краевая задача для уравнения четвёртого порядка составного типа 15

R.Sulaymonov, Sh. Sh.Shuxratov

Paxtani yirik iflosliklardan tozalashda qobirg'ali kolosniklar ta'sirining tadqiqoti 22

М.Т.Нормурадов, К.Т.Довранов, И.М. Акбаров, Н.Б.Туйчиев, О.Ю.Юлдошев, Г.Х.Хамдамова

Рентгенофазовый и асм-анализ пленок Mn_4Si_7 , осажденных ионно-плазменным методом .. 28

U.T.Berdiyev

Harbiy va fuqarolik sharoitida ratchet turniketlarning samadorligi 34

O.M.Tursunkulov, G.B.Khojjeva, M.A.Sobitov, B.B.Gulyamov, N.J.Uzakbergenov,

K.V.Vyacheslav, Kh.T. Nazarov, Sh.G.Khojiev

Surface formation of molybdenum foils via anodization and laser irradiation for catalytic applications 38

С.М.Отажонов, Р.Н.Эргашев, Қ.А.Ботиров, У.Х.Маъруфова, Л.Э.Эргашева

Исследование влияния глубоких уровней на фотоэлектрические параметры гетероструктур p -CdTe – n -CdS И p -CdTe – n -CdSe 44



UO'K: 539.216:544.653:544.6.076.32

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ И АСМ-АНАЛИЗ ПЛЕНОК Mn_4Si_7 , ОСАЖДЕННЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМ МЕТОДОМ**X-RAY PHASE AND AFM ANALYSIS OF Mn_4Si_7 FILMS DEPOSITED BY ION-PLASMA METHOD****ION-PLAZMA USULI BILAN HOSIL QILINGAN Mn_4Si_7 PLYONKALARINING RENTGEN FAZAVIY VA AFM TAHLILI****Нормурадов Мурадулла Тогаевич¹** ¹Каршинский государственный университет, профессор**Довранов Кувондик Туракулов²** ²Каршинский государственный университет, доцент**Акбаров Исажон Махмиталиевич³** ³Каршинский государственный университет, независимый исследователь**Нурбек Туйчиев Бурхонович⁴** ⁴Каршинский государственный университет, аспирант**Юлдошев Озодбек Юлдошевич⁵** ⁵Каршинский государственный университет, аспирант**Гулжахон Хамдамова Холмуминовна⁶** ⁶Каршинский государственный университет, студент**Аннотация**

В данной работе поликристаллические тонкие пленки марганцевого силицида (Mn_4Si_7) были синтезированы на подложках Si(111) методом ионно-плазменного магнетронного распыления. Исследованы структурные, морфологические и термоэлектрические свойства полученных пленок. Морфология поверхности анализировалась с использованием атомно-силовой микроскопии (АСМ), которая выявила равномерно распределённые нанозерна и характерную шероховатость поверхности. Рентгенофазовый анализ подтвердил формирование тетрагональной кристаллической структуры с доминирующими пиками при определённых углах. Термическая обработка в диапазоне 300–750 K привела к образованию дефектов, которые при более высоких температурах трансформировались в однородные тонкие слои. Метод Ритвельда использовался для уточнения кристаллической структуры и определения индексов Миллера.

Abstract

In this work, polycrystalline manganese silicide (Mn_4Si_7) thin films were synthesized on Si(111) substrates using ion-plasma magnetron sputtering. The structural, morphological, and thermoelectric properties of the films were investigated. Surface morphology was analyzed by atomic force microscopy (AFM), revealing uniformly distributed nano-scale grains and characteristic surface roughness. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the formation of a tetragonal crystal structure with dominant diffraction peaks at specific angles. Thermal treatment in the range of 300–750 K led to the development of defects that transformed into uniform thin layers at higher temperatures. The Rietveld method was used to refine the crystal structure and determine Miller indices.

Annotatsiya

Ushbu ishda polikristalli marġansiliyd (Mn_4Si_7) yupqa plyonkalari Si(111) tagliklarida ion-plazmali magnetron changlatish usuli yordamida hosil qilindi. Olingan plyonkalarining tuzilma, morfologik va termoelektrik xossalari o'rganildi. Sirt morfologiyasi atom-kuch mikroskopiya (AFM) yordamida tahlil qilindi va natijada nano-o'lchamli kristallar va xos sirt notekisliklari aniqlandi. Rentgen difraksiyasi (XRD) tahlili plyonkalarda aniq burchaklarda joylashgan intensiv difraksiyon cho'qqilar bilan tetragonal kristall tuzilmaning shakllanganini ko'rsatdi. 300–750 K harorat oralig'ida termik ishlov berish

FIZIKA-TEXNIKA

natijasida hosil bo'lgan nuqsonlar yuqori haroratda bir xil yupqa qatlamlarga aylanishi kuzatildi. Kristall tuzilma Rietveld metodi yordamida aniqlashtirilib, Miller indekslari hisoblab chiqildi.

Ключевые слова: тонкие пленки Mn_4Si_7 ; магнетронное распыление; ионно-плазменное осаждение; рентгенофазовый анализ; уточнение по Ритвельду.

Keywords: Mn_4Si_7 thin films; magnetron sputtering; ion-plasma deposition; X-ray diffraction; Rietveld refinement.

Kalit so'zlar: Mn_4Si_7 yupqa plyonka; magnetron changlatish; ion-plazma; rentgen faza tahlili; Rietveld metodi.

ВВЕДЕНИЕ

Высокомарганцевый силицид (HMS) является одним из перспективных материалов для применения в области кремниевой микроэлектроники [1]. На основе пленок HMS возможно создание инфракрасных детекторов теплового излучения. Такие детекторы обладают способностью записывать данные в устройства памяти и измерять быстрые процессы, связанные с передачей информации по различным каналам. Кроме того, возможно создание источников света на значительных длинах волн в инфракрасном диапазоне [2–4]. Поэтому изучение роста и электрических свойств пленок HMS представляет большой интерес.

Для получения тонких пленок используются методы ионной имплантации, молекулярно-пучковой эпитаксии, ионно-плазменный и химический методы. Тонкие пленки, полученные ионно-плазменным методом, практически не встречаются в ранее опубликованной литературе, и данный метод можно считать новым. Ионно-плазменный метод основан на ионизации аргона в условиях глубокого вакуума.

Среди всех кремниевых соединений, обладающих термоэлектрической эффективностью, можно выделить соединения, имеющие практическое значение. К ним относятся, например, твердые растворы на основе моносилицида кобальта ($CoSi$), высокомарганцевого силицида ($MnSi_{1.7}$) и Mn_2X ($X = Si, Ge, Sn$). Имеется немного данных о термоэлектрических свойствах материалов Mn_4Si_7 [5, 6]. Высокий коэффициент Зеебека, низкое сопротивление и высокая рабочая температура делают их весьма привлекательными для производства электроэнергии [7, 8]. Однако термоэлектрические свойства пленок Mn_4Si_7 p-типа описаны крайне редко. Мы разработали и охарактеризовали поликристаллические тонкие пленки Mn_4Si_7 p-типа с целью изучения их основных термоэлектрических характеристик.

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ И ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Поликристаллические тонкие пленки HMS были получены с использованием системы магнетронного распыления. Схематическое изображение используемой в данной работе установки магнетронного распыления представлено на рис. 1. В камере устройства Eros-PVD-Desk-Pro был создан высокий вакуум на уровне 10^{-8} Торр с помощью молекулярного турбомолекулярного насоса (Pfeiffer Vacuum) для распыления мишени Mn_4Si_7 .

Сначала поверхность кремниевых подложек была механически очищена с использованием 20%-ного раствора плавиковой кислоты, после чего дополнительно очищена внутри камеры с применением устройства ионизации аргона ("ion gun"), установленного в камере. Для распыления мишени Mn_4Si_7 использовался источник постоянного тока (DC). Ток источника питания магнетрона составлял 657 мА, мощность — 221 Вт, напряжение — 336 В. Чистота мишени Mn_4Si_7 составляла 99.9%. Скорость осаждения варьировалась от 0.4 до 14 Å/с. Толщина каждого слоя контролировалась с использованием монитора SP307.

При подготовке образцов использовалась готовая мишень Mn_4Si_7 , предварительно спрессованная и термически обработанная. В качестве подложки применялись пластины чистого кремния с кристаллографическим направлением (111). Сначала поверхность кремния очищалась от загрязнений с использованием устройства «ионная пушка» в условиях вакуума. Очищенный образец нагревался до температуры 1720 К в течение 2 часов.

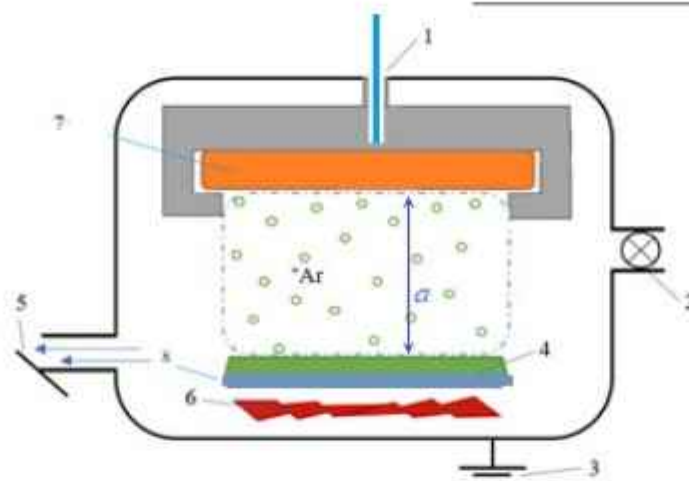


Рисунок 1. Схема экспериментальной установки. 1 – высоковольтный ввод; 2 – подача рабочего газа; 3 – заземление; 4 – подложка; 5 – соединение с вакуумной системой; 6 – нагреватель; 7 – катод; 8 – анод; а – длина катодной области разряда.

Исследования показали, что на поверхности кристалла Si, полученного методом магнетронного распыления, возможно выращивание слоев Mn_4Si_7 толщиной до 40 нанометров, однако полносформированный слой Mn_4Si_7 не образуется. При термическом нагревании в диапазоне температур 300–750 К в тонком покрытии Mn_4Si_7 , выращенном в вакууме, наблюдалось появление пузырьков наноразмера, которые затем лопались, образуя дефекты наномасштаба. Далее, при температуре 750 К, эти дефекты сужались и формировали единое тонкое покрытие Mn_4Si_7 (рис. 2).

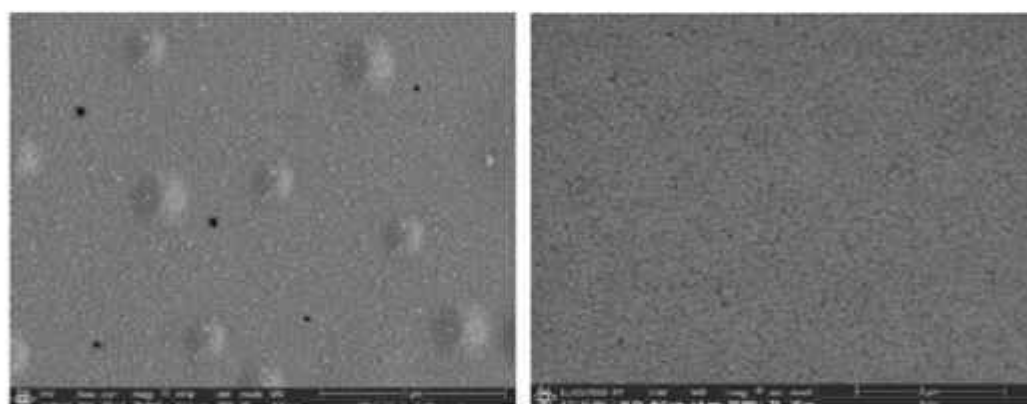


Рисунок 2. Изображение тонкой пленки Mn_4Si_7 до и после нагрева

Поверхностная морфология кристаллов Mn_4Si_7 изучалась с использованием микроскопов Scios FEI и Quanta 200 3D. Для более детального анализа применялся сканирующий зондовый микроскоп SPM 9700HT. С этой целью была выбрана область образца размером 500×500 нм, на которой проводились линии в произвольном направлении, и определялась их полная толщина по ширине.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА

Электрические параметры тонкого слоя образцов Mn_4Si_7 толщиной примерно 34,7–172 нм исследовались с использованием сканирующий электронный микроскоп "alpha sec". Поверхностная морфология анализировалась методом атомно-силовой микроскопии. Структурный анализ кристалла Mn_4Si_7 проводился на рентгеновском дифрактометре XRD-6100; спектры регистрировались при комнатной температуре. Пики на рентгенограмме, определенные по индексам Миллера и межплоскостным расстояниям, указывают на образование новых соединений марганцевого силицида.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 3 представлено 3D-изображение нанопленки марганцевого силицида, выращенной методом магнетронного распыления и полученной с помощью атомно-силового микроскопа. Средняя высота шероховатости пленки HMS составляет $rz = 34,7$ нм, и поверхность полностью покрыта выступающими пиками.

На рис. 4 приведено 2D-изображение нанопленки Mn_4Si_7 . Следует отметить, что при рассмотрении изображения только в двух измерениях различия на поверхности определить затруднительно. Высота островков становится более различимой при переходе к 3D-визуализации. В обоих случаях под поверхностью на больших участках наблюдаются равномерно распределенные волнообразные структуры. Это указывает на то, что тонкий поверхностный слой представляет собой марганцевый силицид.

АФМ-анализ подтверждает, что полученная методом ионно-плазменного распыления пленка имеет наномасштабную структуру.

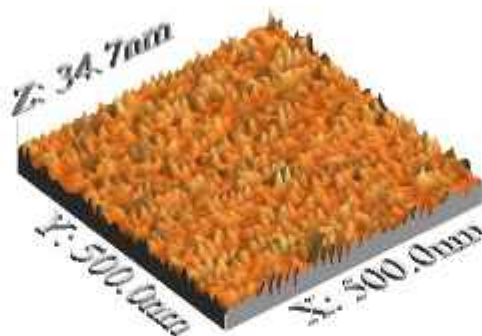


Рисунок 3. Трёхмерные изображения поверхности тонких пленок Mn_4Si_7 , полученные методом атомно-силовой микроскопии



Рисунок 4. Двумерные изображения поверхности тонких пленок Mn_4Si_7 , полученные методом атомно-силовой микроскопии

Был определён качественный состав тонкой пленки марганцевого силицида, кристаллическая структура вещества, а также расположение атомов в элементарной ячейке. Исследована текстура поликристаллических материалов. Кроме того, были проанализированы фазовый состав вещества, фазовые диаграммы, размеры кристаллитов в образце, параметры излучения $Cu-K\alpha$ (b – фильтр, Ni , $\lambda = 1.54178$ Å, режим тока и напряжения: 30 мА, 40 кВ), при постоянной скорости вращения детектора — 0.05° с шагом 4 градуса/мин, в диапазоне углов от 10° до 80° . Мощность рентгеновского излучения составляла 2 кВт. Результаты анализа сравнивались с базой данных. Глубина проникновения излучения $Cu-K\alpha$ составляет около 1 мм (980 мкм) для лёгких элементов (например, углерод) и несколько микрон для тяжёлых элементов (Ag, Pt). Для большинства неорганических веществ глубина проникновения составляет десятки микрон (мкм) при использовании $Cu-K\alpha$ -излучения в простых соединениях.

На рис. 5 представлены спектральные зависимости, полученные методом рентгеновской дифрактометрии пленок Mn_4Si_7 . Также указаны индексы Миллера. Для уточнения структуры по рентгеновским данным использовался метод Ритвельда [9–13].

Принцип метода заключается в использовании независимых измерений интенсивности в каждой точке дифракционной картины с описанием профиля линии с помощью аналитических функций вместо использования интегральной интенсивности отражения. Параметры объекта, включая структурные, аппаратные и прочие характеристики, уточняются с применением метода наименьших квадратов в нелинейной форме. С помощью данной процедуры уточнения были определены индексы Миллера (hkl). Как уже упоминалось выше, рентгеновская дифрактометрия поликристаллических пленок позволяет проводить количественный элементный анализ.

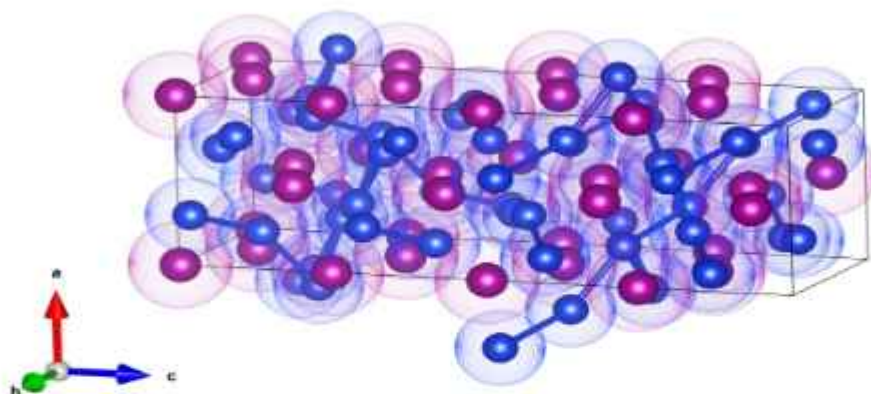


Рисунок 5. Кристаллическая структура (тетрагональная структура, пространственная группа $PM-3m$)

Таблица 1. Тип и параметры кристаллической решётки силицидных пленок.

Силицид	В данной работе		
	Тип решетки	Параметры	решетки
Si	Кубическая	$a=5,45$	
CoSi ₂ [5]	Кубическая	$a=5,40$	
Mn ₄ Si ₇	Тетрагональная	$a=5,7; c=15,3$	

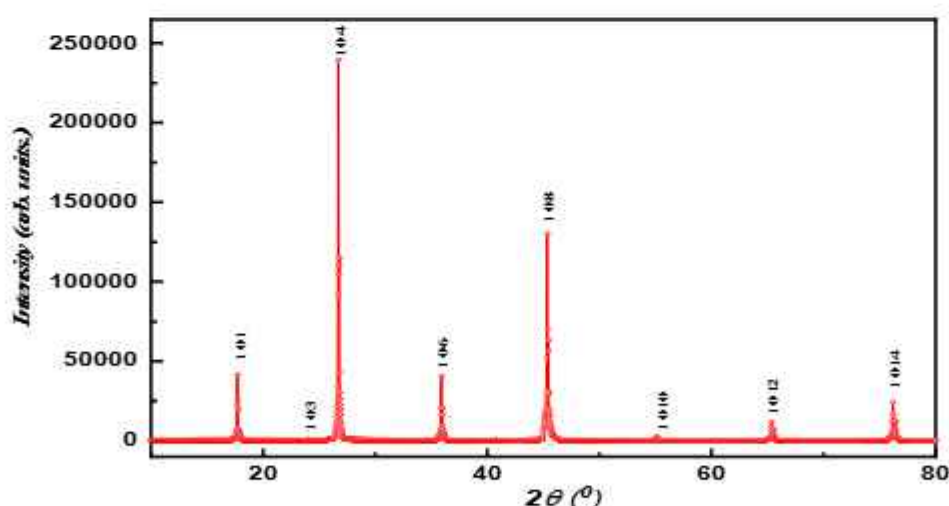


Рисунок 6. Рентгенограмма кристалла Mn_4Si_7 .

На рис. 6 представлены данные рентгенофазового анализа и спектральные зависимости тонкой пленки марганцевого силицида. Рентгеновский анализ при комнатной температуре показывает наличие пиков при углах 17° , 27° , 36° , 45° , 55° , 65° и 77° . Основной идеальный пик наблюдается при угле 27.412° и соответствует плоскости (104). При нагревании до 700 К положение пиков на дифрактограмме остаётся неизменным, однако их интенсивность изменяется. Выделение некоторых летучих лёгких элементов в

FIZIKA-TEXNIKA

процессе нагрева и кристаллизации можно объяснить самой природой кристаллизационного процесса.

Согласно литературным данным по методу рентгенофазового анализа [14, 15], при нагревании образца до 800 К появляются дополнительные пики при определённых углах, хотя их интенсивность и контрастность остаются слабыми.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данном исследовании были изучены структурные, морфологические и термоэлектрические свойства поликристаллических тонких плёнок Mn_4Si_7 , полученных методом ионно-плазменного магнетронного распыления на подложках Si(111). Анализ ACM выявил равномерно распределённые нанозерна на поверхности плёнки. Рентгенофазовый анализ подтвердил тетрагональную кристаллическую структуру с характерными дифракционными пиками, соответствующими индексам Миллера. При термической обработке в диапазоне 300–750 К наблюдалось образование нанопузырьков, которые при повышении температуры формировали стабильный поверхностный слой. Измеренные значения электропроводности и коэффициента Зеебека подтверждают перспективность плёнок Mn_4Si_7 для применения в термоэлектрических устройствах. Полученные результаты закладывают основу для разработки недорогих и эффективных термоэлектрических материалов на основе Mn_4Si_7 .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M. T. Normuradov, I. R. Bekpulatov, V. V. Loboda, B. D. Donaev, and I. Kh. Turapov, "Formation of Mn_4Si_7 films by magnetron sputtering and a wide range of their thermoelectric properties," [*Journal. Physics and Mathematics*, 16, \(2\) \(2023\) 78–88.](#)
2. B. D. Igamov, G. T. Imanova, A. I. Kamardin, and I. R. Bekpulatov, "Formation of targets and investigation of Mn_4Si_7 coatings produced by magnetron sputtering," [*Series "Physics" No 3\(111\) \(2023\) 50–57.*](#)
3. B. B. Pitarch, J. P. Gonjal, A. Powell, P. Ziolkowski, and J. G. Canadas, "Thermal conductivity, electrical resistivity, and dimensionless figure of merit (ZT) determination of thermoelectric materials by impedance spectroscopy up to 250 °C," [*Journal of Applied Physics*, Vol. 124, No. 2, \(2018\) P. 025105.](#)
4. C. L. Shen, S. M. Yang, and K. C. Lu, "Single Crystalline Higher Manganese Silicide Nanowire Arrays with Outstanding Physical Properties through Double Tube Chemical Vapor Deposition," [*Nanomaterials*, 2020, 10\(9\):1880.](#)
5. I. R. Bekpulatov, G. T. Imanova, T. S. Kamilov, B. D. Igamov, and I. K. Turapov, "Formation of *n*-type CoSi monosilicide film which can be used in instrumentation," [*International Journal of Modern Physics B*, Vol. 36, No. 32, \(2022\) 2350164](#)
6. Dao Y Nhi Truong, "Thermoelectric Properties of Higher Manganese Silicides," Waterloo, Ontario, [*Canada*, \(2015\)](#)
7. S. Choia, K. Kuboa, N. Uchiyamaa, and T. Takeuchi, "Thermoelectric properties of higher manganese silicide consolidated by flash spark plasma sintering technique," [*Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 921, \(2022\) P. 166104.](#)
8. Hou Q.R., Zhao W., Chen Y.B., and He Y.J. "Preparation of *n*-type higher manganese silicide films by magnetron sputtering," [*International Journal of Modern Physics B* Vol. 23, No. 16 \(2009\) 3331–3348.](#)
9. M. Yu. Tashmetov, F. K. Khallokov, N. B. Ismatov, I. I. Yuldashova, I. Nuritdinov, et al., "Study of the influence of electronic radiation on the surface, structure and Raman spectrum of a $TlInS_2$ single crystal," [*Physica B: Condensed Matter* Volume 613, \(2021\).](#)
10. M. T. Normuradov, SH. T. Khozhiev, K. T. Dovranov, KH. T. Davranov, M. A. Davlatov, et al., "Development of a technology for the production of nano-sized heterostructured films by ion-plasma deposition," [*Structure of Materials*, ISSN 2071-0194, Ukr. J. Phys. Vol. 68, No.3, \(2023\) 210–215.](#)
11. M. T. Normuradov, Sh. T. Khozhiev, L. B. Akhmedova, I. O. Kosimov, M. A. Davlatov et al., "Peculiarities of $BaTiO_3$ in electronic and X-Ray analysis," [*E3S Web Conf*, Volume 383 \(2023\), 04068.](#)
12. L. Smrcok, V. Langer, M. Halvarsson, and S. Rupp, [*Zeitschrift fuer Kristallographie*, 149, 1979 \(2001\) 216.](#) pp. 409–412.
13. I. V. Erofeeva, M. V. Dorokhin, V. P. Lesnikov, Yu. M. Kuznetsov, A. V. Zdoroveishchev et al., "Thermoelectric effects in nanosized layers of manganese silicide," [*Physics and Technology of Semiconductors*, volume 51, no. 11, \(2017\).](#)
14. Q. R. Hou, W. Zhao, Y. B. Chen, D. Liang, X. Feng et al., "Thermoelectric properties of higher manganese silicide films with addition of chromium," [*Appl. Phys. A86*, \(2007\) 385–389. DOI:10.1007/s00339-006-3795-6](#)
15. Z. M. Wang, Q. R. Hou, and Y.J. He, "Thermoelectric properties of manganese silicide films," [*Appl. Phys. A80*, 1807–1811\(2005\).](#)