6D071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы бойынша философия ғылымдарының докторы (PhD) дәрежесін алуға арналған диссертациялық жұмысқа

АҢДАТПА

СУЮНДЫКОВА ГУЛНУР СЕРИККАЛИЕВНАНЫҢ «КРЕМНИЙ КАРБИДІНІҢ НАНОҚҰРЫЛЫМЫН ПЛАЗМАХИМИЯЛЫҚ ТҰНДЫРУ ӘДІСІМЕН СИНТЕЗДЕУ»

Жалпы сипаттамасы.

Диссертациялық жұмыс плазмахимиялық тұндыру әдістері — жоғары жиілікті реактивті магнетрондық тозаңдату және микротолқынды плазмахимиялық газ фазасынан тұндыру арқылы алынатын кремний карбиді наноқұрылымдарының қалыптасу процестерін эксперименттік зерттеуге арналған.

Жұмыста плазмахимиялық синтездің негізгі параметрлерінің, соның ішінде температураның, газдық ортаның құрамының, металл катализатор түрінің, сондай-ақ кремний төсеніштерінің кристаллографиялық бағдары мен морфологиясының қалыптасатын наноқұрылымдардың морфологиялық және құрылымдық сипаттамаларына әсері зерттелді.

Жүргізілген кешенді эксперименттік зерттеулер нәтижесінде синтез шарттары мен 3C-SiC наноқұрылымдарының параметрлері, соның ішінде олардың пішіні, өлшемдері, таралу тығыздығы, тиімді оптикалық тыйым салынған аумақ ені және құрылымдық сипаттамалары арасындағы өзара байланыс анықталды.

Зерттеудің өзектілігі.

Кремний карбидінің (SiC) наноқұрылымдары жоғары термиялық және химиялық тұрақтылығы, механикалық беріктігі, радиациялық төзімділігі және электрофизикалық қасиеттерінің кең ауқымымен ерекшеленуіне байланысты үлкен ғылыми қызығушылық тудырады. Мұндай ерекшеліктер оларды фотоэлементтер, сутегі алуға арналған фотокаталитикалық жүйелердегі белсенді элементтер, сенсорлар, композициялық материалдардағы және функционалдық жабындарда армирлеуші фаза ретінде қолданудың перспективтілігін айқындайды.

Кремний карбидінің наноқұрылымдарының алуан түрлілігі ішінде ерекше орынды жоғары меншікті беткі ауданына, қасиеттерінің айқын анизотропиясына және заряд пен жылуды тиімді тасымалдау арналарына ие талшықты бірөлшемді құрылымдар алады. Мұндай ерекшеліктер оларды сенсорлардың белсенді элементтері, эмиссиялық құрылымдар, композитті материалдар мен функционалдық жабындардың армирлеуші компоненттері ретінде қолдануға перспективалы етеді.

SiC наноқұрылымдарын синтездеу әдістерінің белсенді дамуына қарамастан, қолданыстағы тәсілдердің көпшілігі органосилан прекурсорларын пайдаланатын энергияны көп қажет ететін жоғары температуралы процестерге

негізделген, бұл қоршаған ортаға қауіп төндіреді және морфологияны басқарудың күрделілігімен байланысты. Сонымен қатар, қолданыстағы зерттеулердің басым бөлігі қабыршақтарды қалыптастыруға бағытталғандықтан, талшықты наноқұрылымдардың, әсіресе төмен температуралы плазмахимиялық жағдайларда басқарылатын өсу мәселелері жеткілікті деңгейде зерттелмеген. Бұл технологиялық мүмкіндіктерді шектеп, процестерді практикалық жүзеге асыруды қиындатады.

Осыған байланысты жоғары жиілікті реактивті магнетрондық тозаңдату (ЖЖРМТ) және микротолқынды плазмахимиялық газ фазасынан тұндыру (МТ-ПХГФТ) сияқты плазмахимиялық тұндыру әдістері ерекше қызығушылық тудырады. Дәстүрлі тәсілдермен салыстырғанда бұл әдістер синтез температурасын төмендетуге, реакциялық ортаның құрамын икемді түрде басқаруға, ЖЖРМТ әдісінде органсиландық прекурсорларды қолданбауға, сондай-ақ түзілетін наноқұрылымдардың морфологиясын бақылауға мүмкіндік беретін бірқатар артықшылықтарға ие.

Сонымен қатар, кремний карбидін плазмахимиялық әдістермен синтездеуге арналған ғылыми жұмыстарды талдау қолда бар нәтижелердің көбіне фрагментарлы сипатта екенін және наноқұрылымдардың қалыптасу заңдылықтары туралы толық түсінік бермейтінін көрсетеді. Атап айтқанда, металл катализатор түрінің, сондай-ақ кремний төсеніштерінің кристаллографиялық бағдарлануы мен морфологиясының (тегіс және кеуекті) SiC наноқұрылымдарының қалыптасу процестеріне әсері жеткілікті жүйелендірілмеген. Бұл бағытта кешенді эксперименттік зерттеулердің жеткіліксіздігі қалыптасатын наноқұрылымдардың тығыздығын, ұзындығын және құрылымдық жетілдірілуін мақсатты түрде басқаруды қиындатады.

Осыған байланысты плазмахимиялық жағдайларда кремний карбидінің талшықты наноқұрылымдарының қалыптасу заңдылықтарын анықтауға бағытталған кешенді зерттеулер жүргізу өзекті ғылыми-техникалық міндет болып табылады.

Диссертациялық жұмыстың мақсаты – кремний карбидінің микро- және наноқұрылымдарын плазмахимиялық тұндыру әдістерімен алу және синтездің технологиялық параметрлері мен материал сипаттамалары арасындағы корреляциялық тәуелділіктерді анықтау.

Зерттеу міндеттері:

1. Кремний карбиді микро- және наноқұрылымдарын жоғары жиілікті реактивті магнетронды тозаңдату және микротолқынды плазмахимиялық газ фазасынан тұндыру әдістерімен синтездеу.

2. Жоғары жиілікті реактивті магнетронды тозаңдату параметрлерінің (газдардың қатынасы, температура және төсеніш бағдары) синтезделетін кремний карбидінің құрылымдарының сипаттамаларына әсерін зерттеу.

3. Металл катализаторы (Ni, Cu), кремний төсеніштерінің (кристаллографиялық бағдары (100 және 111), морфологиясы (тегіс және кеуекті)) түрінің және МТ-ПХГФТ әдісінің технологиялық параметрлерінің наноқұрылымдалған кремний карбидінің сипаттамаларына әсерін зерттеу.

Зерттеу әдістері:

Зерттеу әдістеріне РФТ (фазалық құрам мен құрылым), СЭМ (морфология мен геометрия), ЖКШ (кристалдылық пен фонондық қасиеттер), SAED және EDX-талдауы бар ПЭМ (ішкі құрылым және элементтік құрам), сондай-ақ спектрофотометрия әдістерді қамтиды. Деректердің шынайылығын қамтамасыз ету үшін эксперименттер плазмахимиялық синтез параметрлері мен катализатор түрлерін бақыланатын түрде өзгерту арқылы жүргізілді.

Зерттеу нысаны – жоғары жиілікті реактивті магнетронды тозаңдату және микротолқынды плазмахимиялық газ фазасынан тұндыру әдістерімен алынған кремний карбидінің наноқұрылымдары.

Зерттеу пәні – SiC құрылымдарының морфологиялық және құрылымдық сипаттамалары және оларды синтездеудің оңтайлы технологиялық параметрлері.

Жұмыстың **ғылыми жаңалығы.** Алғаш рет:

1. Жоғары жиілікті реактивті магнетронды тозаңдату әдісімен 600–700 °C төсеніш температурасында органосилан прекурсорларын қолданбай 3C-SiC микро- және наноқұрылымдарын алу мүмкіндігі көрсетілді.

2. Микротолқынды плазмохимиялық газ фазасынан тұндыру кезінде 3C-SiC талшықты наноқұрылымдарын қалыптастыру үшін ең қолайлы жағдайлар никель катализаторын қолданғанда және 700–800 °C температурада жүзеге асырылатыны анықталды. Бұл ретте кремний төсенішінің кристаллографиялық бағдарының түрі ((100) немесе (111)) қалыптасатын құрылымдардың морфологиясына айтарлықтай әсер етпейтіні көрсетілді.

3. Микротолқынды плазмохимиялық газ фазасынан тұндыру (T ≈ 700 °C) кезінде Si(111) төсеніштерінің кеуекті құрылымын қолдану 3C-SiC наноқұрылымдарының өсу морфологиясына айтарлықтай әсер ететіні анықталды. Осы жағдайларда беткі қабат морфологиясы мен төсеніштің кристаллографиялық бағдарының үлесі басымдыққа ие болатыны көрсетілді, бұл никель мен мыстың талшықтардың қалыптасуына тигізетін әсеріндегі айырмашылықтарды азайтады және жоғары тығыздықты (~ 40 мкм$^{-2}$) біртекті наноталшық массивтерін алуды қамтамасыз етеді.

Қорғауға ұсынылған ғылыми тұжырымдар:

1. 3C-SiC микро- және наноқұрылымдарын жоғары жиілікті реактивті магнетронды тозаңдату әдісімен қалыптастыру Ar/C_2H_2 газ ортасында 1:(0,01–0,03) қатынастар диапазонында және 600–700 °C төсеніш температурасында органосилан прекурсорларын қолданбай қамтамасыз етіледі

2. Микротолқынды плазмахимиялық газ фазасынан тұндыру әдісімен тегіс кремний төсеніштерінде 3C-SiC талшықты наноқұрылымдарының тығыз массивтерін синтездеу тетраметилсилан мен сутегі газды ортасында никель катализаторын қолдану арқылы 700–800 °C температура диапазонында жүзеге асырылады.

3. Никель немесе мыс катализаторлары бар (111) бағдарлы кеуекті кремний төсеніштерін ~700 °C температурада тетраметилсилан мен сутегі ортасында микротолқынды плазмахимиялық газ фазасынан тұндыру әдісін қолдану тығыз және біртекті 3C-SiC наноталшықтар массивтерінің өсуіне ықпал етеді.

Жұмыстың ғылыми маңыздылығы.

Диссертациялық жұмыстың ғылыми маңыздылығы органосилан прекурсорларын қолданбай, магнетронды тозаңдату және микротолқынды плазмохимиялық газ фазасынан тұндыру әдістері арқылы 3C-SiC наноқұрылымдарын синтездеу мүмкіндігін көрсетуде жатыр. Зерттеу барысында синтез температурасының, катализатор түрінің және төсеніш морфологиясының наноталшықтардың өсу параметрлеріне (тығыздығы, ұзындығы, реттелгендігі) және құрылымдық ерекшеліктеріне әсері анықталды.

Жұмыстың практикалық маңыздылығы.

Жұмыстың практикалық маңыздылығы 3C-SiC наноқұрылымдарын алудың энергия үнемдейтін, экологиялық қауіпсіз және басқарылатын технологиялық режимдерін ұсынумен айқындалады. Алынған нәтижелер наноқұрылымдарды кремний негізіндегі тандемдік күн элементтерінде кең тыйым салынған аймақты жұту қабаты ретінде, сондай-ақ суды фотокаталитикалық ыдырату жүйелерінде және күштік наноэлектроника құрылғыларында қолдану мүмкіндігін көрсетеді. Зерттеу нәтижелері материалтану және нанотехнология салаларында мамандар даярлау барысында оқу үдерісіне енгізуге, сондай-ақ болашақ зерттеулерге негіз ретінде пайдалануға ұсынылады.

Мемлекеттік бағдарламалармен және ғылыми-зерттеу жұмыстарымен байланысы. Диссертациялық жұмыс әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университетінде орындалды. Негізгі ғылыми нәтижелер Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігі қаржыландыратын іргелі зерттеулер бағдарламасы аясында, «Табиғи, соның ішінде су ресурстарын ұтымды пайдалану, геология, жаңа материалдарды өңдеу және технологиялар» басымдығы бойынша AP05132865 «Кремний карбиді наноқұрылымдарын синтездеудің плазмахимиялық технологиясын әзірлеу» тақырыбындағы жоба шеңберінде (2018–2020 жж.) әзірленді.

Автордың жеке үлесі. Автор зерттеу міндеттерін қоюды, тәжірибелерді жоспарлауды, нәтижелерді өңдеу мен интерпретациялауды және диссертация мәтінін жазуды орындады. Магнетронды тозаңдату әдісімен синтез жасау және қондырғыны модернизациялау жұмыстары автормен жүргізілді. МТ-ПХГФТ әдісі бойынша тәжірибелерде автор режимдерді таңдау мен нәтижелерді талдауды жүзеге асырды. Құрылымдық және морфологиялық зерттеулердің бүкіл кешені (РФА, СЭМ, ЖКШ спектроскопиясы, спектрофотометрия) автордың өзімен орындалды және интерпретацияланды. Ғылыми қағидалар, қорытындылар және рецензияланатын журналдардағы ғылыми мақалалар ізденушінің өзімен дербес дайындалды.

Жұмыстың апробациясы. Диссертациялық жұмыста алынған нәтижелер келесідей дерек көздерінде жарияланды:

1. **Suyundykova, G. S.,** Mansurov, B. Z., Partizan, G., Kenzhegulov, A. K., Medyanova, B. S., Aliev, B. A., Zhumadilov, B. E. X-ray Investigation of SiC Nanostructure on Cu Films. // Journal of Nano- and Electronic Physics. 2019. Vol. 11. No. 2. (https://doi.org/10.21272/jnep.11(2).02002). (Scopus percentile 31% Q3)
2. Mansurov B.Z., Kenzhegulov A.K., Medyanova B.S., Partizan G., **Suyundykova G.S.,** Zhumadilov B., Mansurova M.E., Koztayeva U.P., Aliyev B.A.

Investigation of SiC and C nanostructures obtained by MWCVD // Eurasian Chemico-Technological Journal. 2017. Vol. 19. No. 2. P. 165–175. (https://doi.org/10.18321/ectj648). (WoS: IF 1.2, Q3. Scopus percentile 14%)

3. Zhumadilov B., **Suyundykova, G. S.,** Partizan G., Medyanova B., Kenzhegulov A., Aliyev B. Structure and morphology of SiC nanostructures synthesized on Cu films // Materials Today. 2020. Vol. 31. P. 417–420. (https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.385). (Scopus percentile 38%, Q3)
4. **Суюндыкова Г.С.,** Мансуров Б.З., Кенжегулов А.К., Медянова Б.С., Партизан Г., Жумадилов Б.Р., Алиев Б.А. Синтез наноструктур SiC и C на буферном слое Ni методом плазмохимического осаждения // Вестник Казахстанско-Британского технического университета. 2018. Т. 16. Вып. 2. С. 28–37.
5. **Суюндыкова Г.С.,** Кенжегулов А.К., Мансуров Б.З., Медянова Б.С., Партизан Г. Исследование наноструктур SiC и C, полученных на поверхности буферного слоя меди // Современные проблемы физики конденсированного состояния, нанотехнологии и наноматериалов: материалы V Междунар. науч. конф. Алматы, 2018. С. 287.
6. **Суюндыкова Г.С.,** Кенжегулов А.К., Оспанали А.Т., Медянова Б.С., Партизан Г., Алиев Б.А. СЭМ-исследование наноструктур SiC, полученных методом высокочастотного магнетронного распыления // Вестник КазНИТУ. Технические науки. 2020. № 3 (139). С. 268–273.
7. Kenzhegulov A.K., **Suyundykova, G. S.,** Mansurov B.Z., Medyanova B.S. Synthesis of SiC nanostructures on the surface of copper films // The Physics and Chemistry of Carbon and Nanoenergetic Materials: proceedings of the X International Symposium. Almaty, 2018. Ch. 7. P. 1.
8. **Суюндыкова Г.С.,** Мансуров Б.З., Кенжегулов А.К., Медянова Б.С. Синтез наноструктур SiC и C на Ni-пленках методом МТ-ПХГФТ // Химическая физика и наноматериалы: материалы III конференции студентов и молодых ученых, посвященной памяти Мансурова Батыра Зулхаировича. Алматы, 2018. С. 32.

Диссертациялық жұмыстың құрылымы және көлемі.

Диссертациялық жұмыс кіріспеден, төрт бөлімнен, қорытындыдан және пайдаланылған әдебиеттер тізімінен тұрады. Диссертациялық жұмыстың жалпы көлемі 121 бетті құрайды, оның ішінде 89 сурет, 7 кесте, 5 формуладан және 179 атаудан тұратын пайдаланылған әдебиеттер тізімі қамтылған.