

NAMANGAN DAVLAT
UNIVERSITETI
ILMIY AXBOROTNOMASI, [2026-9]
ISSN:2181-1458
ISSN:2181-0427



01.00.00-FIZIKA-MATEMATIKA
journal.namdu.uz
PHYSICS AND MATHEMATICS

UDK 620.187:539.26

ТЕРМИК ОКСИДЛАШ ОРҚАЛИ ОЛИНГАН Nb_2O_5 YUPQA PLYONKALARINING STRUKTURAVIY VA RAMAN-SPEKTROSKOPIK XUSUSIYATLARI

Qodirov Asilbek Raxmon o' g' li

Nazariy va eksperimental kafedraasi tayanch doktoranti

Qarshi davlat universiteti
asilbekqodirov980@gmail.com

Bozorova Nasiba Ro' zali qizi

Mustaqil tadqiqotchi

Xoliqulov Dostonbek Qahramon o' g' li

Nazariy va eksperimental fizika kafedraasi magistranti

xoliqulovdoston1998@gmail.com

Qarshi davlat universiteti

Ibrohimova Sabohat Shoyimovna

Buxoro davlat universiteti o' qituvchisi

ibrohimosabohat6@gmail.com

Annotatsiya: Mazkur tadqiqotda Si(111) monokristall tagliklariga impulsli radiochastotali (RF) magnetron changlatish usuli bilan turli changlatish vaqtlarida hosil qilingan niobiy (Nb) yupqa plyonkalarining atmosfera sharoitida yuqori haroratli termik oksidlanishi natijasida yuzaga keladigan strukturaviy va Raman-spektroskopik xususiyatlari o' rganildi. Dastlabki Nb plyonkalari 99,95 % tozalikdagi niobiy mishtenidan impulsli RF rejimida 300W quvvatda 3 va 5 minut davomida olindi. Hosil bo' lgan plyonkalarining qalinligi mos ravishda 136 va 228nm ni tashkil etdi. Olingan plyonkalar 600°C haroratda 2 soat davomida mufel pechida termik oksidlandi. Namunalarning elementar tarkibi to' lqin uzunligi dispersiyali rentgen-fluoresans spektrofotometri (WDXRF) yordamida, kristallografik tuzilishi rentgen difraksiyasi (XRD) orqali, tebranish xususiyatlari esa 532nm lazerli Raman spektroskopiyasi yordamida tadqiq qilindi. Raman spektrlarida 200–300 cm^{-1} , 680 cm^{-1} va 900–1000 cm^{-1} sohalarida kuzatilgan tebranishlar mos ravishda Nb–O–Nb deformatsion tebranishlari, Nb–O cho' zilish tebranishlari hamda Nb=O bog' larining tebranishlari bilan bog' liq ekanligi aniqlandi. Termik oksidlanishdan keyin 677–683 cm^{-1} va 930–940 cm^{-1} sohalaridagi Raman signallarining saqlanib qolishi niobiy oksidida Nb–O bog' lari va ularning turli koordinatsion tuzilmalariga xos tebranishlarning mavjudligini ko' rsatadi. XRD natijalarida oksidlanishdan keyin 22,6°, 28,9°, 36,5°, 37,0° va 46,2° atrofida yangi difraksion reflekslarning paydo bo' lishi kuzatildi. 5 minut davomida olingan qalinroq Nb plyonkasida ushbu reflekslarning nisbatan yaqqolroq namoyon bo' lishi plyonka qalinligining keyingi oksidlanish va kristallanish jarayonlariga ta'sir ko' rsatishi mumkinligini ko' rsatadi. Sherrer tenglamasi asosida baholangan kogerent kristallit o' lchami oksidlangan namunalarda taxminan 41–87 nm oralig' ida bo' ldi. WDXRF natijalari Nb mavjudligini tasdiqlagan bo' lsa-da, kislorod miqdorini miqdoriy aniqlashdagi cheklovlar sababli oksidning stexiometrik tarkibi XRD va Raman spektroskopiyasi natijalari bilan birgalikda tahlil qilindi. Olingan natijalar metall Nb yupqa plyonkalarini keyinchalik termik oksidlash orqali Nb–O asosidagi kristallangan oksid plyonkalarini hosil qilish mumkinligini va Nb qatlamining qalinligi oksidlanishdan keyingi kristallografik xususiyatlarga ta'sir qilishi mumkinligini ko' rsatadi.

Kalit so' zlar: niobiy, Nb_2O_5 , yupqa plyonka, RF magnetron purkash, termik oksidlanish, kristallanish, kristallit o' lchami, XRD, Raman spektroskopiyasi, WDXRF.

СТРУКТУРНЫЕ И РАМАН-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЁНОК Nb_2O_5 , ПОЛУЧЕННЫХ ПУТЁМ ТЕРМИЧЕСКОГО ОКИСЛЕНИЯ

Аннотация: В настоящем исследовании изучены структурные и раман-спектроскопические свойства тонких плёнок ниобия (Nb), сформированных на монокристаллических подложках Si(111) методом импульсного радиочастотного (RF) магнетронного распыления при различных временах распыления, после их высокотемпературного термического окисления в атмосферных условиях. Исходные плёнки Nb были получены из мишени ниобия чистотой 99,95 % в импульсном RF-режиме при мощности 300 Вт в течение 3 и 5 минут. Толщина полученных плёнок составила соответственно 136 и 228 нм. Полученные плёнки подвергались

термическому окислению в муфельной печи при температуре 600 °C в течение 2 часов. Элементный состав образцов исследовали методом волнодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопии (WDXRF), кристаллографическую структуру — методом рентгеновской дифракции (XRD), а колебательные свойства — методом рамановской спектроскопии с использованием лазера с длиной волны 532 нм. В спектрах комбинационного рассеяния наблюдаемые в областях 200–300 см⁻¹, 680 см⁻¹ и 900–1000 см⁻¹ колебания были связаны соответственно с деформационными колебаниями связей Nb–O–Nb, валентными колебаниями связей Nb–O и колебаниями связей Nb=O. После термического окисления сохранение рамановских сигналов в областях 677–683 см⁻¹ и 930–940 см⁻¹ указывает на наличие в оксиде ниобия колебательных мод, характерных для связей Nb–O и различных координационных структур. В результате XRD-анализа после окисления наблюдалось появление новых дифракционных рефлексов вблизи 22,6°, 28,9°, 36,5°, 37,0° и 46,2°. Более выраженное проявление этих рефлексов в более толстой плёнке Nb, полученной в течение 5 минут, указывает на возможное влияние толщины плёнки на последующие процессы окисления и кристаллизации. Оценённый с использованием уравнения Шеррера размер когерентных кристаллитов в окисленных образцах составил приблизительно 41–87 нм. Несмотря на то, что результаты WDXRF подтвердили наличие Nb, из-за ограничений количественного определения кислорода его содержание и стехиометрический состав оксида анализировались совместно с результатами XRD и рамановской спектроскопии. Полученные результаты показывают возможность формирования кристаллизованных оксидных плёнок на основе Nb–O посредством последующего термического окисления тонких металлических плёнок Nb, а также возможное влияние толщины слоя Nb на кристаллографические свойства после окисления.

Ключевые слова: ниобий, Nb₂O₅, тонкая плёнка, RF-магнетронное распыление, термическое окисление, кристаллизация, размер кристаллитов, XRD, рамановская спектроскопия, WDXRF.

STRUCTURAL AND RAMAN-SPECTROSCOPIC PROPERTIES OF Nb₂O₅ THIN FILMS OBTAINED BY THERMAL OXIDATION

Abstract: In this study, the structural and Raman-spectroscopic properties of niobium (Nb) thin films deposited on monocrystalline Si(111) substrates by pulsed radio-frequency (RF) magnetron sputtering at different sputtering times were investigated after high-temperature thermal oxidation under atmospheric conditions. The initial Nb films were deposited from a niobium target with a purity of 99.95% in pulsed RF mode at a power of 300 W for 3 and 5 min. The thicknesses of the resulting films were 136 and 228 nm, respectively. The deposited films were thermally oxidized in a muffle furnace at 600 °C for 2 h. The elemental composition of the samples was investigated by wavelength-dispersive X-ray fluorescence (WDXRF), the crystallographic structure was characterized by X-ray diffraction (XRD), and the vibrational properties were investigated by Raman spectroscopy using a 532 nm laser. The Raman spectra exhibited vibrational features in the 200–300 cm⁻¹, 680 cm⁻¹, and 900–1000 cm⁻¹ regions, which were associated with Nb–O–Nb deformation vibrations, Nb–O stretching vibrations, and Nb=O bond vibrations, respectively. After thermal oxidation, the persistence of Raman signals in the 677–683 cm⁻¹ and 930–940 cm⁻¹ regions indicates the presence of vibrational modes characteristic of Nb–O bonds and different coordination structures in niobium oxide. XRD analysis revealed the appearance of new diffraction reflections near 22.6°, 28.9°, 36.5°, 37.0°, and 46.2° after oxidation. The more pronounced appearance of these reflections in the thicker Nb film deposited for 5 min suggests that the film thickness may influence the subsequent oxidation and crystallization processes. The coherent crystallite size estimated using the Scherrer equation was approximately 41–87 nm in the oxidized samples. Although the WDXRF results confirmed the presence of Nb, owing to the limitations in the quantitative determination of oxygen, the stoichiometric composition of the oxide was evaluated in conjunction with the XRD and Raman spectroscopy results. The obtained results demonstrate the possibility of forming crystallized Nb–O-based oxide films through subsequent thermal oxidation of metallic Nb thin films and suggest that the thickness of the Nb layer may influence the crystallographic properties after oxidation.

Keywords: niobium, Nb₂O₅, thin film, RF magnetron sputtering, thermal oxidation, crystallization, crystallite size, XRD, Raman spectroscopy, WDXRF.

Kirish.

Niobiy (Nb) va uning oksidlari funksional yupqa plyonkalar olishda muhim materiallardan biri hisoblanadi. Xususan, niobiy pentoksid (Nb₂O₅) yuqori kimyoviy va termik barqarorligi, optik xususiyatlari hamda keng taqiqlangan zona kengligi sababli optoelektronika, fotonika va sensorika kabi sohalarda istiqbolli material sifatida o'rganilmoqda [1, 8, 9]. Nb₂O₅ yupqa plyonkalarining funksional xususiyatlari ularning fazaviy tarkibi, kristallik darajasi, kristallit o'lchami va mikrostrukturasi bilan sezilarli darajada bog'liq [1, 6, 7].

Niobiy–kislorod tizimining o' ziga xos jihati turli oksidlanish darajalariga ega bo' lgan NbO, NbO₂, Nb₂O₅ hamda nostexiometrik NbO_x fazalarining mavjudligidir [1–3]. Ushbu fazalarning shakllanishiga kislorod muhitining xususiyatlari, ishchi gaz sharoitlari, taglik harorati, plazma parametrlari va termik ishlov berish sharoitlari ta'sir ko' rsatadi [2, 3, 7]. Shu sababli niobiy oksid yupqa plyonkalarini olishda oksidlanish jarayoni bilan bir qatorda hosil bo' ladigan fazaning strukturaviy holatini boshqarish ham muhim hisoblanadi.

Magnetron changlatish usuli niobiy va uning oksid plyonkalarini olishning samarali fizik usullaridan biridir [1, 3, 4]. Ushbu usulda changlatish rejimi, ishchi gaz bosimi, plazma quvvati va boshqa parametrlarni o' zgartirish orqali plyonkaning qalinligi va strukturaviy xususiyatlarini boshqarish mumkin [3, 4]. Reaktiv magnetron chanlatish bo' yicha tadqiqotlarda kislorod miqdorini o' zgartirish orqali NbO, NbO₂ va Nb₂O₅ fazalarining shakllanishi mumkinligi ko' rsatilgan [2, 3, 7]. Biroq bunday jarayonda oksid fazasining shakllanishi bir vaqtning o' zida bir nechta texnologik parametrlarning o' zgarishiga bog' liq bo' lishi mumkin.

Niobiy oksidli qatlamlarni shakllantirishning muqobil yondashuvlaridan biri metall Nb plyonkasini dastlab vakuum sharoitida hosil qilish va keyinchalik uni oksidlovchi muhitda termik ishlov berishdan iborat. Bunday ikki bosqichli usulda boshlang' ich metall qatlamining qalinligi va strukturaviy holati keyingi oksidlanish jarayoniga ta'sir qilishi mumkin [2, 3, 7]. Shu nuqtai nazardan, Nb plyonkasining qalinligini changlatish davomiyligini o' zgartirish orqali nazorat qilish va bir xil termik oksidlanish sharoitida hosil bo' lgan oksid qatlamlarining xususiyatlarini taqqoslash oksidlanish jarayonining strukturaviy jihatlarini o' rganish uchun qulay yondashuv hisoblanadi.

Termik ishlov berish niobiy oksidli plyonkalarining strukturaviy holatini o' zgartirish va kristallanish jarayonini yaxshilashda muhim rol o' ynaydi [6, 7]. Magnetron changlatish qurilmasining RF rejimi orqali olingan Nb₂O₅ plyonkalarining termik ishlovi bo' yicha tadqiqotlarda haroratning oshishi bilan amorf holatdan kristallangan holatga o' tish va XRD reflekslari intensivligining ortishi kuzatilgan [6]. Shu bilan birga, Nb–O tizimida fazaviy tarkib faqat termik ishlov haroratiga emas, balki dastlabki plyonkaning tarkibi va hosil bo' lish sharoitlariga ham bog' liq [2, 7]. Shuning uchun ham metall Nb qatlamining dastlabki qalinligi bilan uning termik oksidlanishidan keyingi kristallografik holati o' rtasidagi bog' liqlikni eksperimental o' rganish muhimdir.

Niobiy oksidlarining strukturaviy va tebranish xususiyatlarini aniqlashda rentgen difraksiyasi (XRD) va Raman spektroskopiyasi bir-birini to' ldiruvchi usullar hisoblanadi [1, 5, 6]. Raman spektrlarida past to' lqin sonlari sohasidagi signallar Nb–O–Nb bog' larining deformatsion tebranishlari bilan, 500–700 sm⁻¹ atrofida polosalar Nb–O bog' larining cho' zilish tebranishlari bilan bog' lanadi. 850–1000sm⁻¹ oralig' idagi signallar esa terminal Nb=O guruhlar mavjudligini ko' rsatishi mumkin [1, 5]. Biroq Raman spektridagi alohida polosa Nb₂O₅ fazasini mustaqil ravishda yakuniy identifikatsiya qilish uchun yetarli emas. Shu sababli Raman natijalarini XRD ma'lumotlari bilan birgalikda tahlil qilish niobiy oksid qatlamining strukturaviy holatini ishonchli tarzda tushuntirish imkonini beradi [1, 2].

Adabiyotlar tahlili shuni ko' rsatadiki, niobiy oksid yupqa plyonkalarini olish bo' yicha tadqiqotlarning katta qismi RF magnetron changlatish, tayyor Nb₂O₅ nishonidan foydalanish yoki boshqa sintez usullariga qaratilgan [1–7]. Shu bilan birga, dastlab metall Nb plyonkasini impulsli RF magnetron changlatish orqali turli qalinliklarda shakllantirib, keyinchalik bir xil atmosfera sharoitida termik oksidlash va boshlang' ich Nb qatlamining qalinligi bilan oksidlanishdan keyingi strukturaviy hamda tebranish xususiyatlari o' rtasidagi farqlarni birgalikda o' rganish masalasi alohida ilmiy qiziqish uyg' otadi. XRD orqali kristallografik o' zgarishlarni va Raman spektroskopiyasi orqali Nb–O bog' larining tebranish holatini tahlil qilish termik oksidlanish jarayonining fizik xususiyatlarini yaxshi tushuntirib beradi.

Bizning tadqiqotimizning maqsadi Si(111) monokristall kremniy tagliklariga magnetron changlatish qurilmasining impulsli RF rejimida 3 va 5 minut davomida hosil qilingan, mos ravishda 136,8 va 228 nm qalinlikdagi Nb yupqa plyonkalarini 600 °C haroratda 2 soat davomida atmosfera havosida termik oksidlash natijasida hosil bo' lgan qatlamlarning strukturaviy va Raman-spektroskopik xususiyatlarini o' rganish hamda dastlabki Nb plyonkasi qalinligi bilan oksidlangan qatlamning kristallografik xususiyatlari o' rtasidagi bog' liqlikni aniqlashdan iborat.

TADQIQOT METODOLOGIYASI

Niobiy (Nb) yupqa plyonkalari p-tipli monokristall Si(111) tagliklariga EPOS PVD Desk Pro magnetron purkash qurilmasida impulsli RF rejimda hosil qilindi. Tajribada diametri 76,2 mm va tozaligi 99,95 % bo' lgan Nb mishenidan foydalanildi. Si(111) tagliklari plyonka hosil qilishdan oldin izopropil spirti bilan yuvilib, ultratovushli vannada tozalandi. Mazkur dastlabki ishlov taglik sirtidagi organik va boshqa ifloslanishlarni kamaytirish hamda Nb plyonkasining taglik yuzasida bir tekis shakllanishini ta'minlash maqsadida amalga oshirildi.

Tozalangan Si(111) tagliklari vakuum kamerasiga joylashtirilib 6×10^{-6} Torr gacha vakuum hosil qilindi. Changlatish vaqtida ishchi gaz sifatida tozaligi 99,999 % bo' lgan argondan (Ar) foydalanildi. Changlatish vaqtida Ar gazining sarfi 40 sccm, ishchi bosim $3,2 \times 10^{-3}$ Torr darajasida saqlandi. Mishen–taglik orasidagi masofa 100 mm ni tashkil etdi. Plyonkalar

RF rejimda, 300 W quvvatda amalga oshirildi. Impuls chastotasi 100 kHz ni tashkil etdi. Nb plyonkasining changlatish tezligi kvars kristalli datchik yordamida nazorat qilindi va 7,6 Å/s ni tashkil etdi.

Tajribaning davomida o'zgaruvchi sifatida Nb plyonkasini changlatish vaqti tanlandi. Boshqa texnologik parametrlar o'zgartirilmagan holda Nb plyonkalari 3 va 5 minut davomida changlatildi. 7,6 Å/s changlatish tezligida 3 minutlik changlatish uchun nazariy jihatdan 136,8 nm, 5 minutlik changlatish uchun esa 228 nm qalinlikdagi plyonkalar hosil qilindi. Tajribada aniqlangan plyonka qalinliklari mos ravishda 136 va 228 nm ni tashkil etdi.

$$d = v \cdot t \quad (1)$$

bu yerda d — plyonka qalinligi, v — changlatish tezligi, t — changlatish davomiyligi.

3 minutlik changlatishda:

$$d_1 = 7,6 \text{ Å/s} \times 180 \text{ s} = 1368 \text{ Å} = 136,8 \text{ nm} \quad (2)$$

5 minutlik changlatishda:

$$d_2 = 7,6 \text{ Å/s} \times 300 \text{ s} = 2280 \text{ Å} = 228,0 \text{ nm} \quad (3)$$

Shu tariqa, changlatish davomiyligini o'zgartirish orqali boshlang'ich Nb qatlamining qalinligini nazorat qilish va uning keyingi termik oksidlanish jarayoniga ta'sirini baholash imkoniyati yaratildi.

Olingan Nb plyonkalari keyingi bosqichda mufel pechida termik oksidlandi. Oksidlanish jarayoni mufel pechida 600 °C haroratda 2 soat davomida amalga oshirildi. Termik ishlov berish jarayonida metall Nb qatlamining kislorod bilan o'zaro ta'siri natijasida Nb–O bog'larining shakllanishi va niobiy oksidli qatlamning rivojlanishi uchun sharoit yaratildi. 3 va 5 minut davomida changlatilgan Nb plyonkalari bir xil oksidlanish harorati va davomiyligida termik ishlovdan o'tkazildi. Shu sababli oksidlanishdan keyin kuzatiladigan strukturaviy farqlarni boshlang'ich Nb qatlamining qalinligi bilan bog'liq holda tahlil qilish imkoniyati mavjud bo'ldi.

Oksidlanishdan oldingi va keyingi namunalarning kristallografik tuzilishi XRD-6100 qurilmasida rentgen difraksiyasi (XRD) usuli yordamida o'rganildi. Raman spektrlari 532 nm to'liq uzunligiga ega lazer yordamida qayd etildi. Olingan Raman spektrlari Nb–O bog'lari bilan bog'liq tebranish modalarini aniqlash va termik oksidlanish natijasida plyonka tarkibida yuzaga kelgan strukturaviy o'zgarishlarni baholash uchun tahlil qilindi. Bundan tashqari, elementar tarkibni qo'shimcha baholash maqsadida to'liq uzunligi bo'yicha dispersiv rentgen-fluoresans (WDXRF) tahlilidan foydalanildi.

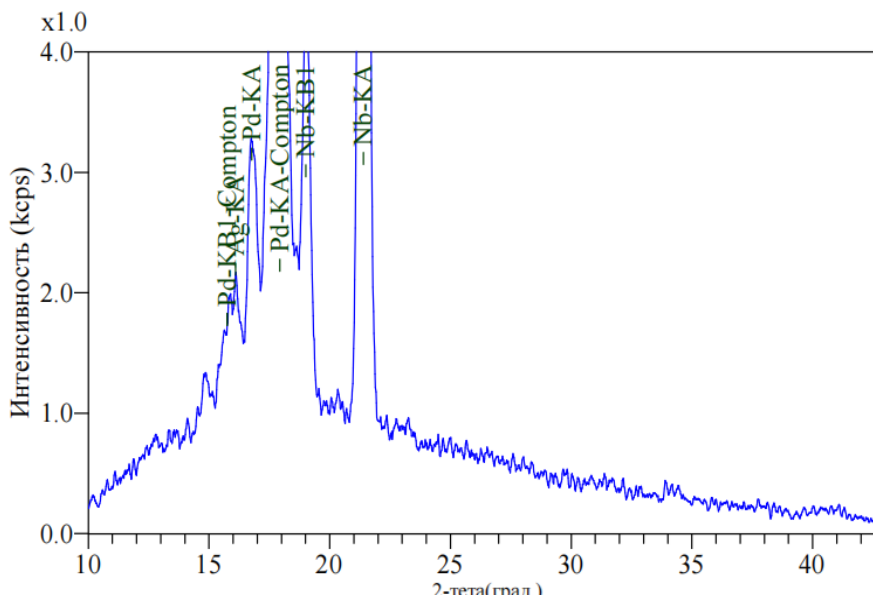
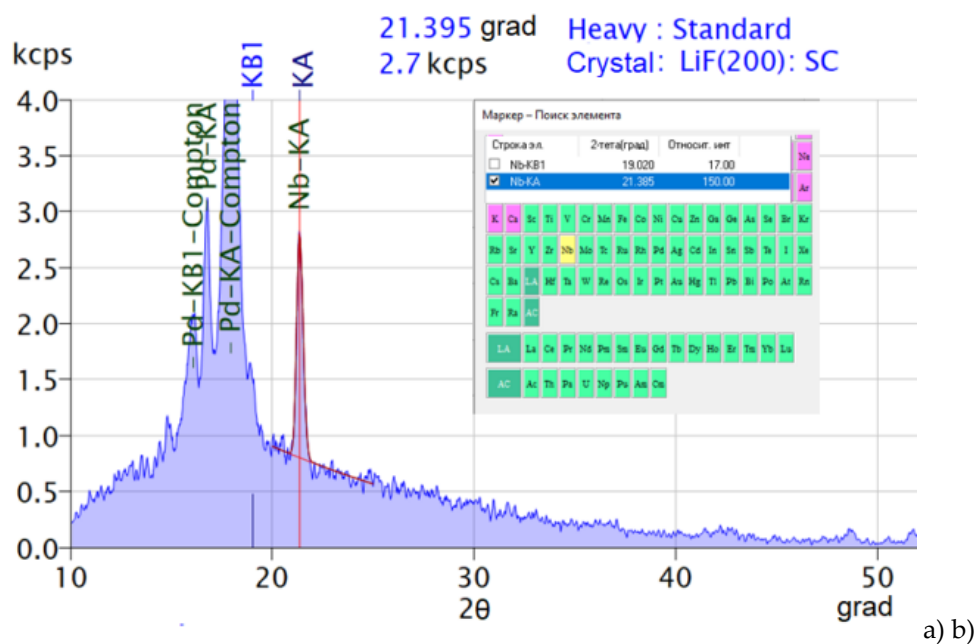
1-jadval. Niobiy va uning oksidi yupqa plyonkalarini hosil qilish parametrlari

Namuna hosil qilish parametri	Namuna-1	Namuna-2
Qalinligi	136,8 nm	228 nm
Changlatish vaqti	3 min	5 min
Rejim	Impulsli RF (100 kHz)	Impulsli RF (100 kHz)
Quvvat	300 W	300 W

XRD, Raman spektroskopiyasi va WDXRF natijalarining kompleks tahlili orqali dastlabki Nb plyonkalarining termik oksidlanishi natijasida yuzaga kelgan strukturaviy va tarkibiy o'zgarishlar tahlil qilindi. Bunda XRD natijalari kristallografik fazalarni aniqlashda, Raman spektroskopiyasi Nb–O bog'lari va ularning tebranish xususiyatlarini tavsiflashda, WDXRF esa niobiy elementining mavjudligini qo'shimcha tasdiqlashda asosiy dalillar sifatida qo'llanildi.

Natijalar va ularning muhokamasi

Turli changlatish vaqtlarida olingan boshlang'ich plyonkalarining elementar tarkibi WDXRF spektral o'lchovlari yordamida tahlil qilindi (1-rasm). 3 daqiqa davomida olingan 1-namunaning WDXRF spektrida (1a-rasm) 21,395° burchakdagi cho'qqi 2,7 kcps intensivlikka ega bo'lib, u Nb K α chizig'iga tegishliligi aniqlandi. 19,02° da ancha kuchsiz Nb K β cho'qqisining kuzatilishi plyonkada niobiyning mavjudligini tasdiqlaydi.

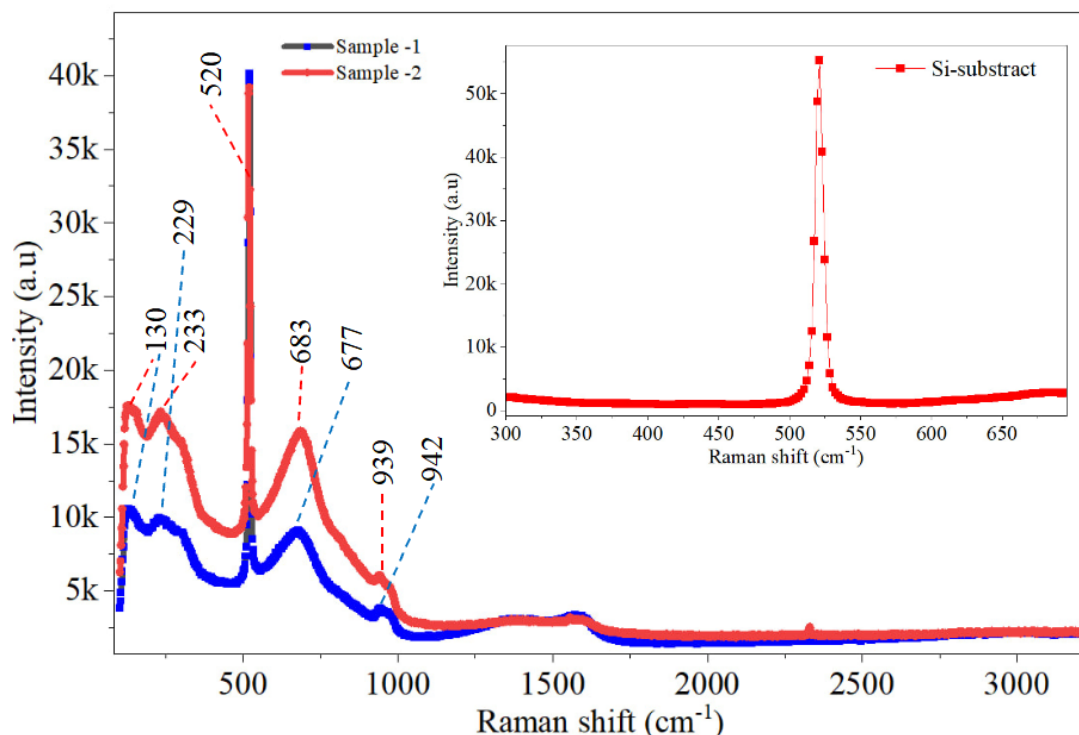


1-рasm. Magnetron purkash usulida 3 daqiqa (a) va 5 daqiqa (b) davomida olingan Si/Nb yupqa plyonkalarining WDXRF spektrlari.

5 daqiqa davomida olingan 2-namunada (1b-rasm) Nb K α cho'qqisining burchak holati o'zgarmagan, biroq uning intensivligi sezilarli darajada ortgan. Shuningdek, 19,02° dagi Nb K β_1 cho'qqisi intensivligining olti baravar oshishi namunalarda Nb mavjudligini yana bir bor tasdiqlaydi.

Spektrlarda kuzatilgan Pd ga tegishli cho'qqilar Kompton sochilishi bilan bog'liq detektor artefaktlari hisoblanadi. Ular barcha spektrlarda kuzatiladi va namuna tahliliga ta'sir ko'rsatmaydi. Rentgen o'lovchilari aralash gazli atmosfera (CH₄/Ar gaz aralashmasi) sharoitida amalga oshirildi. WDXRF spektrlarida kislorod signalining mavjud emasligi ushbu sharoitlarda kislorod kabi juda yengil elementlarni miqdoriy aniqlashdagi ma'lum qiyinchilik bilan izohlanadi, garchi nazariy jihatdan ftordan boshlab elementlarni aniqlash mumkin bo'lsa-da. Shu sababli WDXRF Nb₂O₅ ning stexiometrik tarkibini yoki oksidlanish darajasini bevosita aniqlamaydi. Fazalarni identifikatsiya qilish asosan XRD va Raman natijalariga tayanadi, WDXRF esa niobiy elementining mavjudligini qo'shimcha ravishda tasdiqlaydi.

Raman spektrlari termik qizdirish jarayonida Nb yupqa plyonkalarida **Nb-O bog'larining hosil bo'lishi va rivojlanishini** ko'rsatdi (2-rasm). Termik ishlov berishdan oldingi namunada 131, 232, 303, 687 va 942sm⁻¹ da Raman polosalari (cho'qqilari) kuzatildi.



2-rasm. Dastlabki Nb changlatish davomiyligi 3 va 5 daqiqani tashkil etgan, 600°C da oksidlangan namunalarning Raman spektrlari.

521 cm^{-1} dagi kuchli cho'qqi Si tagligiga xos Raman modasiga mos keladi. 200–300 cm^{-1} diapazonidagi polosalar Nb–O–Nb bog'larining deformatsion tebranishlari, 680–690 cm^{-1} sohasidagi polosa esa Nb–O poliedrlarining cho'zilish tebranishlari bilan bog'liq. Bundan tashqari, 900–1000 cm^{-1} sohasidagi polosalar terminal **Nb=O bog'larining tebranishlari** bilan mos keladi. Shunday qilib, termik ishlov berishdan oldingi namunada ham ushbu xususiyatlarning mavjudligi Nb sirtida havodagi tabiiy oksidlanish natijasida yupqa **NbO_x qatlami** hosil bo'lganligini ko'rsatadi. 600 °C haroratda 2 soat davomida izoxron termik ishlov berilgandan so'ng 3 daqiqalik plyonkada 130, 229, 677 va 942 cm^{-1} , 5 daqiqalik plyonkada esa 130, 233, 683 va 939 cm^{-1} dagi polosalar aniqlandi. Xususan, 130, 230 va 680 cm^{-1} atrofidagi polosalarning birgalikda kuzatilishi Nb₂O₅ **ga xos tebranish modalariga** yaxshi mos keladi. Adabiyot ma'lumotlariga ko'ra, Nb₂O₅ 128, 228 va 301 cm^{-1} dagi cho'qqilar hamda 690 cm^{-1} atrofidagi Nb–O cho'zilish polosa bilan identifikatsiya qilinadi. Bizning natijalarimizda 680 cm^{-1} ga yaqin polosa 3 va 5 daqiqalik plyonkalar uchun mos ravishda 677 va 683 cm^{-1} da kuzatildi. Bu termik oksidlanish jarayonida Nb–O bog'larining barqaror hosil bo'lishini ko'rsatadi. Taxminan 940 cm^{-1} dagi polosalarning saqlanib qolishi terminal Nb=O bog'lari kabi yuqori tartibli Nb–O turlarining mavjudligini qo'llab-quvvatlaydi.

Dastlabki qalinliklari turlicha bo'lgan 3 va 5 daqiqalik Nb qatlamlarining 600 °C da termik ishlov berilgandan keyingi asosiy Raman polosalari deyarli bir xil. Bu termik ishlov berish plyonka sirtida Nb₂O₅ **ga boy oksid qatlamining** hosil bo'lishiga olib kelishini va uning tebranish strukturasi dastlabki changlatish davomiyligiga nisbatan sezilarli darajada mustaqil ekanligini ko'rsatadi. Shunga qaramay, Nb₂O₅ fazasini yakuniy identifikatsiya qilish XRD natijalari bilan birgalikda baholanishi kerak.

Si/Nb yupqa plyonkalarining kristallografik xususiyatlari **Cu K α nurlanishi** yordamida XRD usulida o'rganildi. XRD difraktogrammalaridagi reflekslarning kristallografik parametrlarini baholashda Bragg qonunidan foydalanildi:

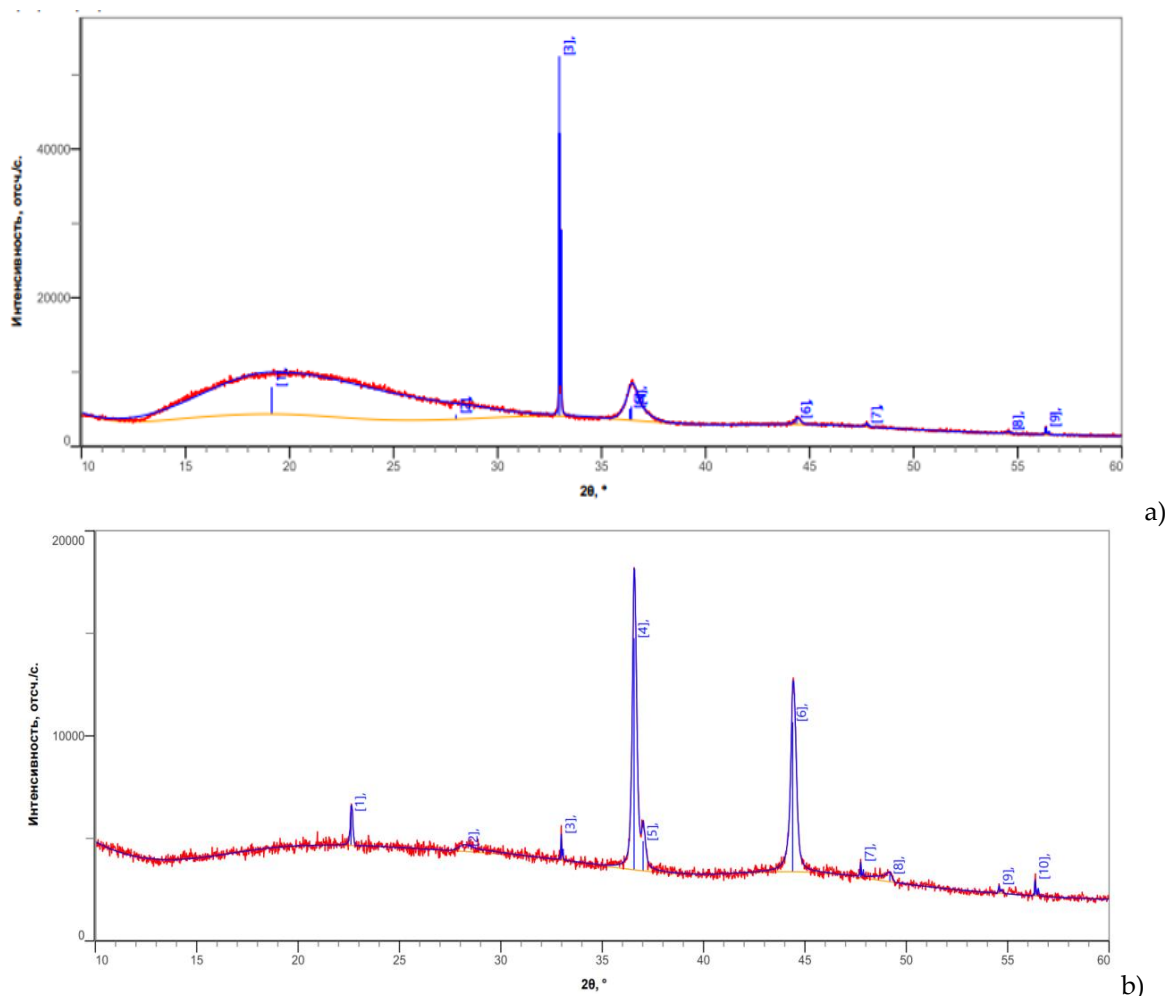
$$k\lambda = 2d \sin \theta \quad (4)$$

bu yerda k — difraksiya tartibi, λ — Cu K α nurlanishining to'liq uzunligi (1,5406Å), d — kristall tekisliklari orasidagi masofa, θ — Bragg burchagi.

3 daqiqa davomida olingan Nb plyonkasining boshlang'ich holatdagi difraktogrammasida 32,96°, 47,73° va 56,34° da kuzatilgan reflekslar mos ravishda Si(200), Si(220) va Si(311) tekisliklarining difraksiya reflekslariga tegishli. Metall Nb ga xos bo'lgan **bcc-Nb(110)** refleksi (taxminan 38,5°) aniqlanmadi. Buni nanoskopik Nb qatlamidan keladigan kuchsiz XRD signalining kuchli Si taglik signali fonida sezilmasligi bilan tushuntirish mumkin.

600 °C da 2 soat davomida termik ishlov berilgandan so'ng 3-namunaning difraktogrammasi sezilarli darajada o'zgardi (3a-rasm). Xususan, 22,60°, 36,55° va 37,00° burchaklarda yangi yoki sezilarli darajada kuchaygan reflekslar paydo

5 daqiqa davomida olingan va keyinchalik 600 °C da 2 soat davomida termik qizdirilgan Nb plyonkasining XRD difraktogrammasida oksid fazasiga tegishli reflekslar yanada yaqqol namoyon bo' ldi. 22,618°, 28,87°, 36,548°, 36,998° va 46,201° burchaklarda kuzatilgan reflekslar Nb₂O₅ ning xarakterli difraksion chiziqlariga mos keladi. Xususan, 22,618° dagi refleks eng yuqori intensivlikka ega bo' lgan, 36,548° dagi refleksning nisbiy intensivligi esa taxminan 75 % ni tashkil etgan. 3 daqiqalik namuna bilan taqqoslaganda, 5 daqiqalik plyonkada 46,20° dagi refleksning paydo bo' lishi oksid qatlamining yanada rivojlangan kristallografik strukturaga ega ekanligini ko' rsatadi.



Termik oksidlanishdan keyin hosil bo'lgan kristall fazaning kogerent kristallit o'lchami rentgen difraksiya reflekslarining yarim maksimumdagi to'liq kengligi (FWHM) asosida Scherrer tenglamasi yordamida baholandi:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (5)$$

Sherrer tenglamasi yordamida aniqlangan **kogerent kristallit o' lchamlari** 3 daqiqalik namunadagi asosiy Nb₂O₅ bilan bog' liq reflekslar uchun 42–77 nm, 5 daqiqalik namuna uchun esa 41–87 nm oralig' ida bo' ldi. 22,6° dagi refleks uchun kristallit o' lchami 3 daqiqalik namunada 77,2 nm dan 5 daqiqalik namunada 87,1 nm gacha oshdi. XRD natijalari Nb plyonkasining oksidlanganligini va 600 °C da 2 soat davomida termik ishlav berish jarayonida kristall Nb₂O₅ fazasi hosil bo' lganligini ko' rsatadi. 5 daqiqalik namunada Nb₂O₅ ga tegishli reflekslarning yanada yaqqol namoyon bo' lishi

dastlabki Nb qatlamining changlatish davomiyligi oksidlanishdan keyingi kristall strukturaga ta'sir qilishini ko'rsatadi [1, 2].

XULOSA

Si(111) monokristall tagliklariga impulsli RF magnetron changlatish usuli orqali 3 va 5 minut davomida changlatilda hamda mos ravishda 136 va 228 nm qalinlikdagi Nb yupqa plyonkalari hosil qilindi. Ushbu plyonkalarni 600 °C haroratda 2 soat davomida mufel pechida termik oksidlash natijasida ularning strukturaviy va tebranish xususiyatlarida sezilarli o'zgarishlar kuzatildi.

Raman spektroskopiyasi natijalarida oksidlanishdan keyin 130, 229–233, 677–683 va 939–942 cm^{-1} sohalarida polosalar qayd etildi. 130 va 229–233 cm^{-1} atrofidagi modalar Nb–O–Nb bog' lari bilan bog' liq tebranishlarni, 677–683 cm^{-1} sohasidagi polosa Nb–O bog' larining cho'zilish tebranishlarini, 939–942 cm^{-1} atrofidagi signal esa terminal Nb=O turlarining mavjudligini qo'llab-quvvatlaydi. 3 va 5 minutlik namunalar uchun asosiy Raman polosalarining yaqin joylashuvi oksidlanishdan keyingi tebranish holatning boshlang' ich Nb plyonkalari qalinligiga nisbatan kuchli o'zgarish ko'rsatmagani ko'rsatdi.

XRD tahlilida termik oksidlanishdan keyin 22,6°, 28,9°, 36,5°, 37,0° va 46,2° sohalarida yangi reflekslarning paydo bo'lishi oksid qatlamining kristallanishini ko'rsatdi. 5 minut davomida olingan qalinroq boshlang' ich Nb plyonkasida oksid fazasiga tegishli reflekslarning yanada yaqqol namoyon bo'lishi va 46,2° atrofidagi refleksning kuzatilishi boshlang' ich qatlam qalinligining oksidlanishdan keyingi kristallografik holatga ta'sir qilganini ko'rsatadi.

Scherrer tenglamasi asosida baholangan kogerent kristallit o'lchami 3 minutlik namunada 42–77 nm, 5 minutlik namunada esa 41–87 nm oralig'ida bo'ldi. 22,6° refleks uchun kristallit o'lchamining 77,2 nm dan 87,1 nm gacha ortishi qalinroq boshlang' ich Nb qatlamida kristallanish jarayonining nisbatan rivojlanganligini ko'rsatadi.

WDXRF natijalarida Nb ga tegishli xarakterli signallarning aniqlanishi niobiy elementining mavjudligini tasdiqladi. Shu bilan birga, mazkur usulning kislorodni miqdoriy aniqlashdagi cheklovlari sababli oksidning stexiometrik tarkibi WDXRF asosida mustaqil ravishda belgilab berilmadi. XRD va Raman natijalarining kompleks tahlili termik oksidlanish natijasida Nb–O asosidagi, Nb₂O₅ ga mos keluvchi kristallangan oksid fazasining shakllanganligini ko'rsatadi.

Tadqiqot natijalari boshlang' ich Nb plyonkasining changlatish davomiyligi, ya'ni qalinligi, bir xil termik oksidlanish sharoitida hosil bo'ladigan oksid qatlamining kristallografik xususiyatlariga ta'sir qilishini ko'rsatdi. Bunda Raman spektrlari nisbatan o'xshash bo'lib qolgan bo'lsa, XRD natijalari qalinroq boshlang' ich qatlamda kristallografik reflekslarning yanada aniq namoyon bo'lishini ko'rsatdi.

Foydalanilgan adabiyotlar

- [1]. "Preparation and Characterization of Nb_xO_y Thin Films: A Review" was published by N.C. Emeka, P.E. Imoisili, and T.-C. Jen in the journal Coatings in December 2020 (Vol. 10, No. 12, Art. 1246). <https://doi.org/10.3390/coatings10121246>
- [2]. Fridriksson E.G., Tryggvason T.K., Arnalds U.B., Ingason A.S., Magnus F. Growth of NbO, NbO₂ and Nb₂O₅ thin films by reactive magnetron sputtering and post-annealing // Vacuum. – 2022. – Vol. 202. – Art. 111179. [doi:10.1016/j.vacuum.2022.111179](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.111179)
- [3]. Foroughi-Abari A., Cadien K.C. Growth, structure and properties of sputtered niobium oxide thin films // Thin Solid Films. – 2011. – Vol. 519, No. 10. – P. 3068–3073. – [doi: 10.1016/j.tsf.2024.140424](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2024.140424)
- [4]. Duyar Coşkun Ö., Demirel S. The optical and structural properties of amorphous Nb₂O₅ thin films prepared by RF magnetron sputtering // Applied Surface Science. – 2013. – Vol. 277. – P. 35–39. – [doi: 10.1016/j.apsusc.2013.03.116](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.03.116)
- [5]. Horcholle B., Labbé C., Portier X., et al. Growth and study of Tb³⁺ doped Nb₂O₅ thin films by radiofrequency magnetron sputtering: Photoluminescence properties // Applied Surface Science. – 2022. Vol. 597. Art. 153711 [doi:10.1016/j.apsusc.2022.153711](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.153711)
- [6]. Mohamed S.A., Abd El-Raheem M.M.A., Ahmed M.R. Interplay between the heat treatment and structural and optical properties of Nb₂O₅ thin films // Journal of Materials Science: Materials in Electronics. – 2024. – Vol. 35. – Art. 1412. – [doi: 10.1007/s10854-024-13101-6](https://doi.org/10.1007/s10854-024-13101-6)
- [7]. Yu S., Liu L., Wang A., Fang F., Li Z., Zhang J. Effects of oxygen partial pressure and annealing on the morphology, structure and optical properties of Nb₂O₅ films prepared by magnetron sputtering // Optical Materials. – 2026. – Vol. 174. – Art. 118031. – [doi: 10.1016/j.optmat.2026.118031](https://doi.org/10.1016/j.optmat.2026.118031)
- [8]. Ahmad I. A systematic review on Nb₂O₅ based photocatalysts: Crystallography, synthetic methods, design strategies, and photocatalytic mechanisms // Advances in Colloid and Interface Science. – 2024. – Vol. 324. – Art. 103093. – [doi:10.1016/j.cis.2024.103093](https://doi.org/10.1016/j.cis.2024.103093)
- [9]. El-Muraikhi M.D. Nanostructured Nb₂O₅ as chemiresistive gas sensors // Ceramics International – 2024. – Vol. 50. – P. 54897–54906. – [doi:10.1016/j.ceramint.2024.10.450](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.10.450)
- [10]. Yu C., et al. Solvothermal growth of Nb₂O₅ films on FTO coated glasses and their electrochromic properties // Ceramics International. – 2021. – Vol. 47. – P. 9651–9659. – [doi: 10.1016/j.ceramint.2020.12.104](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.104)

11. [11]. Mokrushin A.S., et al. Chemoresistive gas-sensing properties of highly dispersed Nb₂O₅ obtained by programmable precipitation // Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – Vol. 868. – Art. 159156. [doi:10.1016/j.jallcom.2021.159090](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159090)