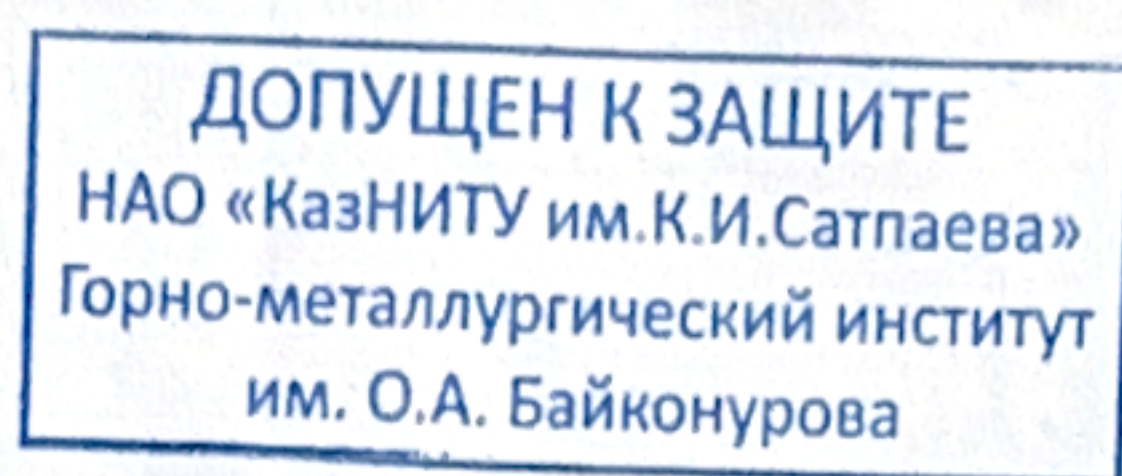


МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Казахский национальный исследовательский технический университет
имени К.И.Сатпаева

Горно-металлургический институт имени О. А. Байконурова
Кафедра «Материаловедение, нанотехнологии и инженерная физика»



ДОПУЩЕНА К ЗАЩИТЕ
Заведующий кафедрой
«МНиИФ»
 У. К. Какимов
« 05 » 06 2025 г.

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

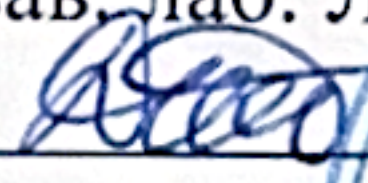
На тему: Получение и исследование структуры оксидных полупроводников

Образовательная программа
6B07109 – Инженерная физика и материаловедение

Выполнила

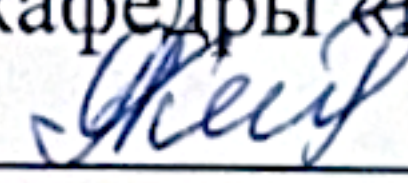
Жумадилова Альмира Маратовна

Рецензент:

к.ф.-м.н., профессор,
зав. лаб. ЛФиАП,
 Дмитриева Е.А.



Научный руководитель:

PhD, старший преподаватель
кафедры «МНиИФ»
 Кемелбекова А.Е.

Алматы 2025

ГРАФИК
подготовки дипломной работы

Наименование разделов, перечень разрабатываемых вопросов	Сроки представления научному руководителю	Примечание
Литературный обзор	31.10.2024	
Основная часть	24.02.2024	
Экспериментальная часть	01.03.2024	

ПОДПИСИ
консультантов и нормоконтролера на законченную дипломную работу с указанием относящихся к ним разделов работы

Наименования разделов	Консультанты, И.О.Ф. (уч. степень, звание)	Дата подписания	Подпись
Нормоконтролер	Магистр технических наук, преподаватель кафедры «МНиИФ» Т.Е.Етиш	02.06.2025	

Научный руководитель  Кемелбекова А.Е.

Задание принял к исполнению обучающийся  Жумадилова А.Ж.

Дата

" 05 " 06 2025 г.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Некоммерческое акционерное общество «Казахский
национальный исследовательский технический университет
имени К.И.Сатпаева»

Горно-металлургический институт имени О. А. Байконурова
Кафедра «Материаловедение, нанотехнологии и инженерная физика»
Специальность 6В07109 – Инженерная физика и материаловедение

УТВЕРЖДАЮ
Заведующий кафедрой
«МНиИФ»
У.К.Какимов
«05» 06 2025 г.

ЗАДАНИЕ

на выполнение дипломной работы

Обучающейся Жумадиловой Альмире Маратовне

Тема: «Получение и исследование структуры оксидных полупроводников»

Утверждена приказом № 26-П/Ө от «29» января 2025 г.

Срок сдачи законченной работы «05» 06 2025 г.

Перечень подлежащих разработке в дипломном проекте вопросов:

- а) Синтез пленок ZnO: Изучить и оптимизировать методы получения пленок оксида цинка с использованием золь-гель, гидротермального синтеза и спрей-пиролиза.
- б) Характеризация структуры: Провести физико-химическую характеристику полученных пленок, включая рентгеновскую дифракцию (XRD), сканирующую электронную микроскопию (SEM) и спектроскопию.
- в) Изучение оптических свойств: Исследовать оптические свойства пленок ZnO с помощью спектрофотометрии и фотолюминесценции для определения их пригодности в оптоэлектронных приложениях.

Рекомендуемая основная литература:

1. Баймагамбетов А.К. Исследование структуры и свойств тонкоплёночных материалов ZnO // Вестник КазНУ. — 2022.
2. Использование ZnO в солнечных элементах. Solar Energy Materials. — 2022. — Т. 140. — С. 65–72.
3. Журнал «Фотонные технологии». Применение FTIR-спектроскопии для оксидов металлов. — 2021.

РЕЦЕНЗИЯ

на дипломную работу

Жумадилова Альмира Маратовна

6B07109 – «Инженерная физика и материаловедение»

На тему: Получение и исследование структуры оксидных полупроводников

Выполнено:

- а) графическая часть на 22 листах
б) пояснительная записка на 47 страницах

ЗАМЕЧАНИЯ К РАБОТЕ

Дипломная работа посвящена получению и исследованию структуры оксидных полупроводниковых материалов с целью определения взаимосвязи между условиями синтеза и их морфологическими, кристаллическими и потенциальными функциональными характеристиками. Основное внимание уделено разработке и анализу методов получения оксидов металлов с полупроводниковыми свойствами на микро- и наномасштабном уровне, с акцентом на оксид цинка (ZnO), известный своей высокой химической и термической стабильностью, широким запрещённым зоной (~3.3 eV), высокой чувствительностью к внешним воздействиям и универсальностью в применении.

В связи с этим *целью работы* является получение оксидных полупроводниковых материалов методом золь-гель, гидротермального синтеза и спрей-пиролиза, а также исследование их кристаллической структуры и морфологии с целью установления взаимосвязи между условиями синтеза и структурными характеристиками. Задачи исследования включают в себя подбор и оптимизацию условий синтеза, проведение структурного анализа методом XRD, морфологический анализ методом SEM и сравнение полученных результатов для различных технологий получения.

Научная новизна заключается в сравнительном исследовании структуры и свойств оксида цинка, полученного тремя различными методами (золь-гель, гидротермальный, spray pyrolysis), с целью выявления оптимальных условий синтеза для формирования качественных наноструктурированных плёнок, пригодных для оптоэлектронных приложений.

Оценка работы

Все поставленные задачи студент успешно выполнил. Среди достоинств работы можно выделить:

глубокий и всесторонний анализ актуальной научной литературы и современных методов синтеза оксидных полупроводников;

грамотный выбор и применение комплекса аналитических методик (XRD, SEM) для исследования структурных и морфологических характеристик;

На основании проведённого анализа оцениваю работу на 95% (отлично). Считаю, что студент Жумадилова Альмира Маратовна заслуживает присуждения степени бакалавра по образовательной программе 6B07109 – Инженерная физика и материаловедение.

Рецензент

зав. лаб. ЛФиЯП,
к.ф.-м.н., профессор,

Дмитриева Е.А.
«30» 06 2025 г.

Ф КазНТУ 706-17. Рецензия



Протокол

о проверке на наличие неавторизованных заимствований (плагиата)

Автор: Жумадилова Альмира Маратовна

Соавтор (если имеется):

Тип работы: Дипломная работа

Название работы: Получение и исследование структуры оксидных полупроводников

Научный руководитель: Кемелбекова А.Е.

Коэффициент Подобия 1: 3

Коэффициент Подобия 2: 0,4

Микропробелы: 20

Знаки из здругих алфавитов: 7

Интервалы: 0

Белые Знаки: 0

После проверки Отчета Подобия было сделано следующее заключение:

- ☒ Заимствования, выявленные в работе, является законным и не является плагиатом. Уровень подобия не превышает допустимого предела. Таким образом работа независима и принимается.
- ☐ Заимствование не является плагиатом, но превышено пороговое значение уровня подобия. Таким образом работа возвращается на доработку.
- ☐ Выявлены заимствования и плагиат или преднамеренные текстовые искажения (манипуляции), как предполагаемые попытки укрытия плагиата, которые делают работу противоречащей требованиям приложения 5 приказа 595 МОН РК, закону об авторских и смежных правах РК, а также кодексу этики и процедурам. Таким образом работа не принимается.
- ☐ Обоснование:

Дата

26.05.2025



Заведующий кафедрой

Какимов У.К.

Некоммерческое акционерное общество «Казахский национальный
исследовательский технический университет имени К.И.Сатпаева»

Горно-металлургический институт имени О. А. Байконурова

Кафедра «Материаловедение, нанотехнологии и инженерная физика»

Жумадилова Альмира Маратовна

Получение и исследование структуры оксидных полупроводников

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

Образовательная программа
6B07109 – Инженерная физика и материаловедение

Алматы 2025

АННОТАЦИЯ

Данная дипломная работа посвящена получению и исследованию структуры оксидных полупроводниковых материалов с целью определения взаимосвязи между условиями синтеза и их морфологическими, кристаллическими и потенциальными функциональными характеристиками. Основное внимание уделено разработке и анализу методов получения оксидов металлов с полупроводниковыми свойствами на микро- и наномасштабном уровне, с акцентом на оксид цинка (ZnO), известный своей высокой химической и термической стабильностью, широким запрещённым зоной (~ 3.3 eV), высокой чувствительностью к внешним воздействиям и универсальностью в применении.

Рассматриваются современные подходы к синтезу оксидных полупроводников, в том числе золь-гель метод, гидротермальный синтез и метод спрей-пиролиза, каждый из которых обладает определёнными преимуществами в зависимости от целевого морфологического состояния материала (плёнки, наноструктуры, порошки). Проанализированы особенности получения структур с контролируемой морфологией, степенью кристалличности и удельной площадью поверхности, что критично для применения в солнечных элементах, фотодетекторах, газовых сенсорах и других твердотельных устройствах.

Экспериментальная часть включает синтез образцов ZnO, полученных различными методами, с последующим их исследованием при помощи рентгеновской дифракции (XRD) для определения фазового состава и кристаллической решётки, а также сканирующей электронной микроскопии (SEM) для анализа поверхности и морфологии. Дополнительно, полученные данные сопоставлены с параметрами синтеза, что позволяет выявить основные закономерности формирования структуры материала в зависимости от технологических условий.

Результаты работы могут быть использованы в дальнейших исследованиях, направленных на оптимизацию свойств оксидных полупроводниковых материалов, а также при разработке функциональных наноструктурированных покрытий и элементов устройств нового поколения в области оптоэлектроники, фотокатализа и сенсорики.

АНДАТПА

Бұл дипломдық жұмыс оксидтік жартылай өткізгіш материалдарды алу және олардың құрылымын зерттеуге арналған. Зерттеудің негізгі мақсаты — синтез жағдайлары мен алынған материалдардың морфологиялық, кристалдық және функционалдық қасиеттері арасындағы өзара байланысты анықтау. Жұмыста микро- және нано-деңгейде құрылымды материалдарды алу әдістері қарастырылып, жартылай өткізгіш қасиеттері бар металл оксидтеріне, әсіресе мырыш оксидіне (ZnO) баса назар аударылған. ZnO — кең тыйым салынған аймаққа (~ 3.3 eV), жоғары химиялық және термиялық тұрақтылыққа ие перспективалы материал, ол сенсорлық құрылғыларда, оптоэлектроникада және күн энергетикасында кеңінен қолдануға мүмкіндік береді.

Оксидтік жартылай өткізгіштерді алу үшін қолданылатын қазіргі заманғы синтез әдістері — золь-гель, гидротермалдық синтез және спрей-пиролиз әдістері егжей-тегжейлі сипатталған. Әрбір әдістің ерекшеліктері, артықшылықтары мен шектеулері көрсетіліп, құрылымы бақыланатын пленкалар мен ұнтақтарды алудың технологиялық параметрлері талданады.

Эксперименттік бөлімде әртүрлі синтез әдістері арқылы алынған ZnO үлгілері рентгендік дифракция (XRD) және сканерлеуші электрондық микроскопия (SEM) әдістерімен зерттеледі. XRD арқылы фазалық құрамы мен кристалдық тор параметрлері анықталса, SEM зерттеулері материалдың беткі морфологиясын сипаттауға мүмкіндік береді. Зерттеу нәтижелері синтез жағдайлары мен материал құрылымы арасындағы байланыстарды ашып көрсетуге бағытталған.

Бұл жұмыс нәтижелері жартылай өткізгіш оксид материалдарының қасиеттерін оңтайландыру және оларды оптоэлектроника, фотокатализ және сенсорлық технологиялар саласында қолдану бойынша болашақ зерттеулерге негіз бола алады.

ANNOTATION

This thesis is devoted to the synthesis and structural investigation of oxide semiconductor materials with the aim of establishing the relationship between synthesis conditions and the morphological, crystallographic, and potential functional properties of the obtained materials. The work focuses on developing and analyzing synthesis methods for metal oxide semiconductors at the micro- and nanoscale, with a particular emphasis on zinc oxide (ZnO), a material known for its high chemical and thermal stability, wide band gap (~ 3.3 eV), and broad applicability in sensor devices, optoelectronics, and solar energy systems.

Modern approaches for synthesizing oxide semiconductors are reviewed, including the sol-gel method, hydrothermal synthesis, and spray pyrolysis. Each method is discussed in terms of its advantages, limitations, and suitability for producing nanostructured films and powders with controlled morphology, crystallinity, and surface area—parameters essential for high-performance device applications.

In the experimental section, ZnO samples produced using diverse techniques were characterized via X-ray diffraction (XRD) to ascertain their phase composition and crystalline structure, and through scanning electron microscopy (SEM) to examine surface morphology. The obtained data were compared with synthesis parameters to reveal the key correlations between processing conditions and resulting material structure.

The findings of this study can be used in further research aimed at optimizing the properties of oxide semiconductor materials and in the development of functional nanostructured coatings and advanced devices in the fields of optoelectronics, photocatalysis, and sensing technologies.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	9
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	12
1.1 Свойства оксида цинка (ZnO): кристаллическая структура, электрические и оптические свойства.	12
1.2 Применение ZnO в оптоэлектронных устройствах: светодиоды, фотодетекторы и солнечные элементы.	15
1.3 Методы синтеза оксида цинка: гидротермальный метод, осаждение, метод золь-гель и другие.	17
2 МЕТОДОЛОГИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ	26
2.1. Методы синтеза и анализа оксида цинка (ZnO)	26
2.2. Методы анализа структуры и свойств ZnO	27
3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ	31
3.1. Описание проведенных экспериментов	31
3.2. Структурные свойства синтезированных образцов ZnO	32
3.3. Анализ и интерпретация полученных данных	33
3.4. Сравнение результатов с данными из литературных источников	33
3.5. Оценка пригодности синтезированных образцов для оптоэлектронных устройств	33
3.6 Оптические свойства полученных покрытий ZnO	39
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	43
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	45
ПРИЛОЖЕНИЕ	48

ВВЕДЕНИЕ

Современное развитие электроники, оптоэлектроники, сенсорных технологий и возобновляемых источников энергии требует создания новых функциональных материалов с заданными свойствами. Одной из наиболее перспективных групп таких материалов являются оксидные полупроводники, которые сочетают в себе доступность, химическую и термическую стабильность, широкий диапазон оптической прозрачности и возможность тонкой настройки электрических характеристик. Особое внимание уделяется материалам на основе оксидов металлов, обладающим уникальными свойствами при микро- и наноразмерах.

К числу наиболее изучаемых оксидных полупроводников относятся ZnO , SnO_2 , TiO_2 , In_2O_3 и другие, обладающие широким запрещённым зоной (от 3 до 4 эВ) и высокой подвижностью носителей заряда. Наиболее значимыми направлениями их применения являются: прозрачные электропроводящие слои в солнечных элементах и дисплеях, фотокатализаторы для очистки воды и воздуха, активные элементы газовых сенсоров, ультрафиолетовые детекторы и биосенсоры. Важным преимуществом оксидных полупроводников является их высокая чувствительность к внешним воздействиям — температуре, давлению, концентрации газов — что делает возможным создание компактных и высокочувствительных сенсорных устройств.

Однако функциональные характеристики оксидных полупроводников в значительной степени зависят от их морфологии, размера частиц, степени кристалличности, текстуры поверхности, а также наличия дефектов и легирующих добавок. Эти параметры, в свою очередь, определяются методом синтеза и условиями получения материала. Поэтому задача выбора оптимального метода синтеза с учётом требуемых структурных характеристик становится ключевой в разработке новых материалов и устройств на их основе.

На сегодняшний день существует широкий спектр методов получения оксидных полупроводников: золь-гель технологии, гидротермальный синтез, методы осаждения из растворов (такие как спрей-пиролиз), химическое осаждение из газовой фазы (CVD), магнетронное распыление и др. Каждый из этих методов обладает своими преимуществами и ограничениями, и выбор конкретной технологии определяется целевым применением, требуемой толщиной слоя, его морфологией и степенью масштабируемости. Например, золь-гель метод позволяет получать наноструктурированные порошки и плёнки при относительно низких температурах, а спрей-пиролиз отличается простотой оборудования и возможностью формирования однородных плёнок на больших поверхностях.

Наряду с синтезом важную роль играет всесторонняя структурная и морфологическая характеристика полученных материалов. Ключевыми методами исследования структуры являются рентгеновская дифракция (XRD), позволяющая определить фазовый состав, размеры кристаллитов и параметры решётки, и сканирующая электронная микроскопия (SEM), обеспечивающая

визуализацию поверхности, оценку размера и формы частиц, текстуры и пористости. В комплексе с дополнительными методами (например, ЭДС, АФМ, ПЛ, FTIR) данные исследования позволяют судить о качестве полученного материала и его пригодности для заданного применения.

Таким образом, изучение оксидных полупроводниковых материалов требует комплексного подхода, включающего разработку эффективных методов синтеза, контроль условий осаждения, подбор соответствующих термических и химических обработок, а также тщательный структурно-аналитический анализ. Научная и прикладная значимость данной области обусловлена не только фундаментальным интересом к физико-химическим особенностям оксидных наноматериалов, но и высоким технологическим потенциалом в области «зелёных» энергетических решений, микроэлектроники и сенсорных систем.

Цель и задачи исследования

Получение оксидных полупроводниковых материалов методом золь-гель, гидротермального синтеза и спрей-пиролиза, а также исследование их кристаллической структуры и морфологии с целью установления взаимосвязи между условиями синтеза и структурными характеристиками.

Задачи исследования:

1. Синтезировать оксид цинка (ZnO) методами золь-гель, гидротермального синтеза и спрей-пиролиза.
2. Исследовать кристаллическую структуру полученных образцов методом рентгеновской дифракции.
3. Изучить морфологию синтезированных образцов с использованием сканирующей электронной микроскопии.
4. Сравнить влияние условий синтеза на структуру и морфологию ZnO и выявить оптимальные параметры получения.

Научная новизна полученных результатов: Проведено комплексное исследование структуры оксидных полупроводников, полученных различными методами (золь-гель, гидротермальный синтез, спрей-пиролиз), с оценкой влияния условий синтеза на морфологические и кристаллические параметры материалов.

Установлены зависимости между типом прекурсора, температурным режимом синтеза и структурной упорядоченностью образующихся оксидных фаз (например, ZnO , SnO_2 , TiO_2), что позволило определить оптимальные параметры получения полупроводниковых пленок с высокой степенью кристалличности.

Полученные результаты способствуют углублённому пониманию процессов самоорганизации в тонких плёнках оксидов и могут быть использованы при разработке функциональных материалов для фотоники, сенсорных систем и солнечных элементов нового поколения.

Личный вклад соискателя

Студент самостоятельно проанализировал научную литературу и определил цель и задачи исследования. Выполнил работы по синтезу оксида

цинка, исследовал структурные и оптические характеристики и проанализировал полученные результаты. Принимал активное участие в выполнении всех экспериментов, обработке данных и анализе результатов совместно с научным руководителем, внес свой вклад в написание тезиса на конференцию по теме.

Публикация. Результаты по теме дипломной работы опубликован тезис в сборнике международных научно-практических конференций «Фараби әлемі».

Структура и объем дипломной работы. Работа состоит из введения, трех разделов, заключения, списка сокращений, списка использованной литературы. В работе представлены 22 рисунков, 2 таблицы. Список использованной литературы состоит из 49 наименований литературы.

Благодарность. Работа выполнена по гранту Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан, проект BR21881954 «Разработка технологий синтеза наноструктурированных материалов для создания эффективных фотокаталитических электродов, фото и газочувствительных сенсоров».

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Свойства оксида цинка (ZnO): кристаллическая структура, электрические и оптические свойства.

Оксид цинка (ZnO) является важным полупроводниковым материалом с широким спектром применения в электронной и оптической промышленности.

Оксид цинка перспективен для создания прозрачных проводящих электродов в видимом спектре, используемых в фотоэлектрических и фотокаталитических преобразователях, различных датчиках и других приборных структурах. Физические свойства полупроводников на основе оксида цинка делают их уникальными объектами для поиска новых решений в области устройств и для исследований в высокотехнологичных областях. Оксид цинка имеет запрещенную зону 3,37 эВ при комнатной температуре и энергию связи экситонов около 60 мэВ[1].

Рассмотрим его основные свойства:

Кристаллическая структура

Гексагональная структура: при нормальных условиях ZnO кристаллизуется в гексагональной вюрца-штекелевой структуре с параметрами решетки $a \approx 3.25 \text{ \AA}$ и $c \approx 5.2 \text{ \AA}$. Вюрца-штекелева решетка: это структура типа II, характерная для полупрозрачных полупроводников. В такой структуре цинк и кислород располагаются в тетраэдрических координациях.

Наличие дефектов: ZnO часто содержит вакансии кислорода и цинка, а также междоузельные дефекты, которые влияют на его электрические и оптические свойства. Полиморфизм: помимо гексагональной формы, ZnO может кристаллизоваться в других формах, таких как аморфный или кубический, при определённых условиях синтеза.

Оксид цинка при нормальных условиях преимущественно кристаллизуется в гексагональной структуре вюрцита. Вюрцит или вюртцит также волокнистая радиальная или скорлуповатая обманка, лучистая цинковая обманка или лучистая обманка (также устар.) — состав - сульфид цинка с идеальной формулой ZnS, и он является одной из цинковых руд. Он образует непрерывный изоморфный ряд с глинобитом (CdS), причем примесь кадмия достигает 50 % [2].

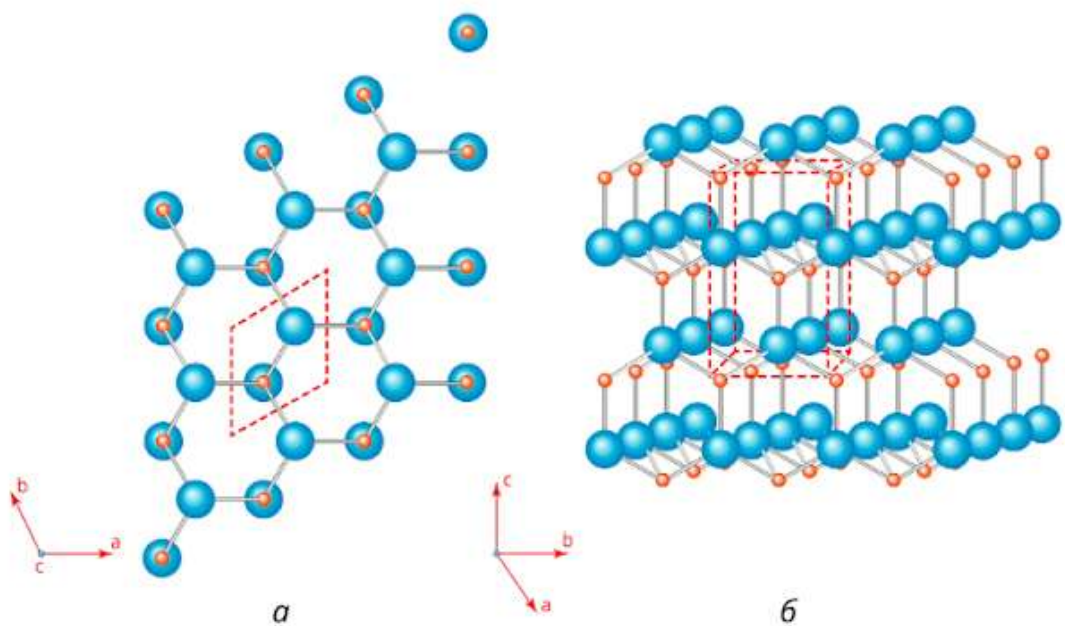


Рисунок 1 – Гексагональная структура вюрцита [2]

а - проекция по оси с на плоскости с кислородными концами; б - проекция перпендикулярно оси с. Голубые сферы - кислород, оранжевые – цинк. Элементарная ячейка показана красными пунктирными линиями

Две проекции кристаллической решётки гексагонального оксида цинка. В гексагональной элементарной ячейке оксида цинка, содержащей 2 формульные единицы ZnO , атомы цинка тетраэдрически окружены атомами кислорода. Дистанции $\text{Zn} - \text{O}$ вдоль оси с незначительно короче ($d_{\text{Zn}-\text{O}} = 0,196$ нм), нежели дистанции до трёх остальных атомов кислорода ($d_{\text{Zn}-\text{O}} = 0,198$ нм). Перпендикулярно кристаллографической оси с элементарная ячейка представляет собой двойные слои, состоящие из плоскостей атомов цинка и кислорода, которые можно рассматривать как структурные блоки вюрцита. В них реализуются 3 связи из 4 для каждого атома. Такая почти безупречная тетраэдрическая координация индуцирует полярную симметрию в кристалле оксида цинка, что объясняет наличие уникальных физико-химических свойств, к примеру, пьезоэлектрических, а также высокую эффективность легирования, сильно анизотропное травление [3].

Например, экспериментально доказано, что поверхность (001^-) , состоящая исключительно из атомов кислорода, весьма подвержена травлению даже в весьма слабых кислотах, таких как HCl , H_2SO_4 , HNO_3 , H_3PO_4 , в то время как поверхность (001) , которая представлена лишь цинковыми концевыми группами, довольно стабильна к воздействию данных кислот.

В дополнение к гексагональной кристаллической структуре, оксид цинка способен принимать ещё две известные формы:

Структура сфалерита, также известного как цинковая обманка, характеризуется пространственной группой симметрии $F4\bar{3}m$, что соответствует кубической сингонии и голоэдрической группе $m\bar{3}m$,

являющейся подгруппой $4\bar{3}m$. Эта симметрия соответствует тетраэдрическому окружению атомов. Атомы цинка и кислорода в этой фазе оксида цинка имеют координационное число 4. Несмотря на то, что сфалерит является метастабильной фазой, монокристаллы с такой структурой оксида цинка не были получены, однако удалось создать плёнки с кубической структурой на подложках.

Хлорид натрия кристаллизуется в структуре с пространственной группой симметрии $Fm\bar{3}m$, что соответствует кубической сингонии и голоэдрической группе $m\bar{3}m$, являющейся подгруппой $m\bar{3}$. Эта структура характеризуется октаэдрическим окружением атомов. В данной фазе, сформированной при высоких давлениях (около 9 ГПа) и температуре 300 К, координационное число атомов цинка и кислорода равно 6.

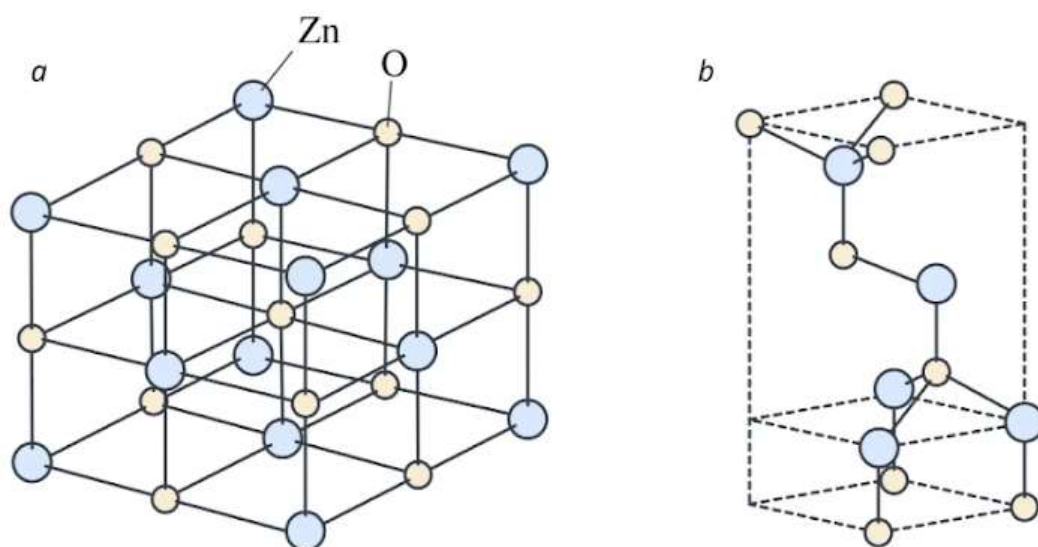


Рисунок 2 – Кристаллические структуры оксида цинка [4]
 а - фаза высокого давления, кубическая структура хлорида натрия;
 б - метастабильная фаза, кубическая структура цинковой обманки

Электрические свойства:

Широкая запрещённая зона: ZnO обладает широкой запрещённой зоной около 3.3 эВ при комнатной температуре, что делает его эффективным материалом для ультрафиолетовых (УФ) применений.

Полупроводниковый характер: ZnO является n-типом полупроводника из-за присутствия донорных дефектов, таких как избыток цинка или вакансии кислорода.

Высокая подвижность носителей заряда: Обладая высокой подвижностью электронов (до $200 \text{ см}^2/(\text{В}\cdot\text{с})$ при комнатной температуре), ZnO демонстрирует хорошие электрические проводимости.

Прозрачность в видимом диапазоне: Высокая прозрачность ZnO в видимом спектре позволяет использовать его в качестве прозрачного проводящего материала.

Пьезоэлектрические свойства: Благодаря отсутствию центра инверсии в кристаллической структуре, ZnO проявляет сильные пьезоэлектрические свойства, что используется в различных сенсорах и актуаторах.

Оптические свойства

Широкая запрещённая зона: Как упоминалось ранее, ZnO имеет широкую запрещённую зону (~3.3 эВ), что позволяет ему эффективно поглощать и излучать в ультрафиолетовом диапазоне.

Фотолюминесценция: ZnO проявляет сильную фотолюминесценцию, что делает его перспективным материалом для изготовления светодиодов и лазеров на УФ-диапазоне.

Высокий коэффициент преломления: Высокий показатель преломления ZnO используется в оптических устройствах, таких как линзы и отражатели.

Экспоненциальная зависимость оптической проницаемости: Оптическая проницаемость ZnO зависит от длины волны света, что позволяет использовать его в различных фильтрах и фотодетекторах.

Фотокаталитические свойства: ZnO способен эффективно катализировать разложение органических веществ под действием света, что находит применение в очистке воды и воздуха.

Дополнительные свойства

Биосовместимость: ZnO считается биосовместимым материалом, что открывает возможности для его использования в биомедицинских приложениях, таких как биоразлагаемые датчики и терапевтические агенты.

Термостабильность: ZnO обладает высокой термостабильностью, позволяя использовать его в условиях высоких температур.

Оксид цинка (ZnO) благодаря своим уникальным кристаллическим, электрическим и оптическим свойствам является перспективным материалом для широкого спектра применений, включая оптоэлектронику, сенсоры, солнечные элементы и катализаторы [5]. Его способность сочетать высокую прозрачность, хорошую проводимость и эффективные пьезоэлектрические свойства делает ZnO одним из ключевых материалов в современных технологических разработках.

1.2 Применение ZnO в оптоэлектронных устройствах: светодиоды, фотодетекторы и солнечные элементы.

Оксид цинка (ZnO) благодаря своим уникальным свойствам является перспективным материалом для оптоэлектронных устройств, таких как светодиоды, фотодетекторы и солнечные элементы[6]. Его востребованность обусловлена рядом факторов:

1. **Широкая запрещённая зона:** ZnO имеет широкую запрещённую зону (около 3,3 эВ), что делает его подходящим для работы в ультрафиолетовом диапазоне. Это свойство особенно ценно для светодиодов и фотодетекторов, работающих в УФ-области.

2. Высокая подвижность электронов: в ZnO наблюдается высокая подвижность электронов, что обеспечивает высокую скорость отклика устройства, улучшая характеристики фотодетекторов и светодиодов.

3. Фотолюминесценция и электролюминесценция: ZnO обладает способностью излучать свет под воздействием электрического тока или поглощённого фотона, что является основой для его применения в светодиодах.

4. Устойчивость к высоким температурам и химическим воздействиям: ZnO — это материал с хорошей термической и химической устойчивостью, что важно для стабильной работы солнечных элементов и других оптоэлектронных устройств в разных условиях.

Применение ZnO в конкретных устройствах

Светодиоды (LEDs): ZnO используется как активный слой для генерации ультрафиолетового излучения. Он может быть применен в УФ-светодиодах, которые востребованы в медицинской диагностике, стерилизации и в других областях, где требуется работа в УФ-диапазоне.

Фотодетекторы: Благодаря высокой чувствительности к УФ-излучению и быстрому отклику, ZnO идеально подходит для создания УФ-фотодетекторов. ZnO фотодетекторы имеют высокий коэффициент усиления и могут быть использованы в безопасности, астрономии и спектроскопии [7][9].

Солнечные элементы: ZnO часто используется в качестве прозрачного проводящего слоя в солнечных элементах, особенно в тонкоплёночных и гибридных устройствах. Он служит для улучшения поглощения света и может повышать общую эффективность преобразования энергии в солнечных ячейках на основе кремния и перовскитов [10].

ZnO продолжает привлекать внимание исследователей в области материаловедения и электроники, и его использование в оптоэлектронике расширяется благодаря доступности, стабильности и уникальным свойствам, что обещает дальнейшее совершенствование современных оптоэлектронных устройств.



Рисунок 3 – LED светодиоды [9]



Рисунок 4 – Солнечный элемент [10]

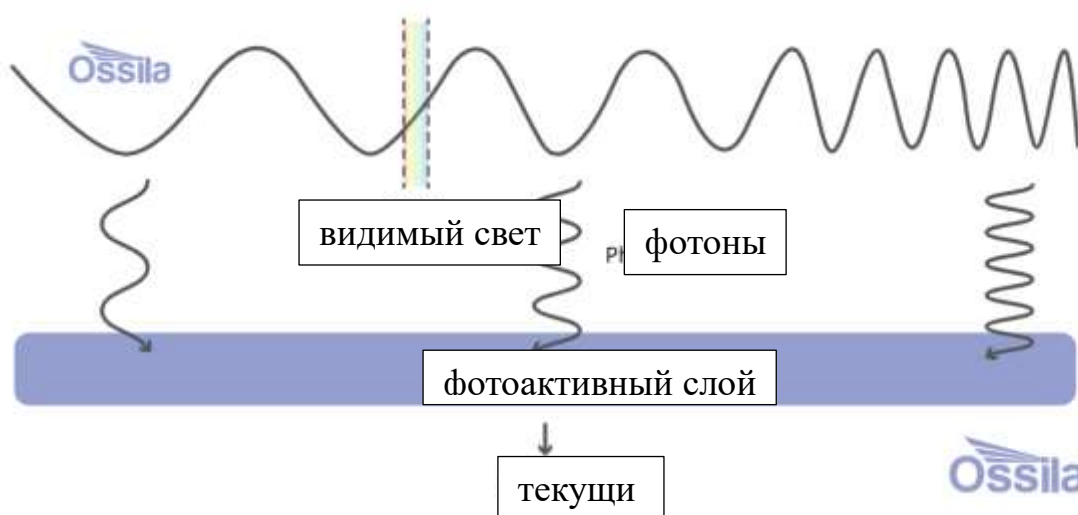


Рисунок 5 – Принцип работы фотодетекторов[11]

1.3 Методы синтеза оксида цинка: гидротермальный метод, осаждение, метод золь-гель и другие.

Существует множество методов синтеза оксида цинка (ZnO), каждый из которых имеет свои особенности и применяется для получения ZnO с заданными морфологическими и структурными характеристиками. Рассмотрим основные методы:

1.3.1. Гидротермальный синтез получения покрытий

Метод химического синтеза при высоких температурах и давлении в автоклаве. Эти особые условия используются для получения монокристаллов

или частиц веществ, которые нестабильны вблизи точки плавления или нерастворимы в воде или других растворителях при обычных условиях [12].

При высоких температурах (до 500°C) и давлениях (10–80 МПа, в отдельных случаях до 300 МПа) гидротермальный процесс обеспечивает растворение веществ, которые в стандартных условиях обладают низкой растворимостью, например, оксидов, силикатов и сульфидов [13]. Основные параметры, влияющие на процесс и свойства продуктов: pH среды, температура, давление и длительность синтеза. Синтез проводится в автоклавах — герметичных стальных цилиндрах, выдерживающих экстремальные условия.

Для получения нанопорошков применяют два подхода: гидролиз солей-прекурсоров в автоклаве или обработку продуктов реакции при комнатной температуре с последующим ускорением кристаллизации. Метод не требует сложной оснастки или температурных градиентов.

Преимущества метода включают возможность синтеза крупнокристаллических и термочувствительных материалов, а недостатки — высокую стоимость оборудования и невозможность наблюдения за процессом роста кристаллов.

Синтез возможен как при субкритических, так и сверхкритических условиях, где растворимость оксидов значительно увеличивается благодаря минерализаторам. Сольвотермальные методы, использующие органические растворители, являются близкими к гидротермальному подходу.

Современные модификации метода, такие как гидротермально-микроволновый, ультразвуковой, электрохимический и механохимический, расширяют его возможности. Примером успешного применения является синтез цеолитов, для которого важна роль ПАВ, позволяющих регулировать размер и структуру пор в материалах [14].

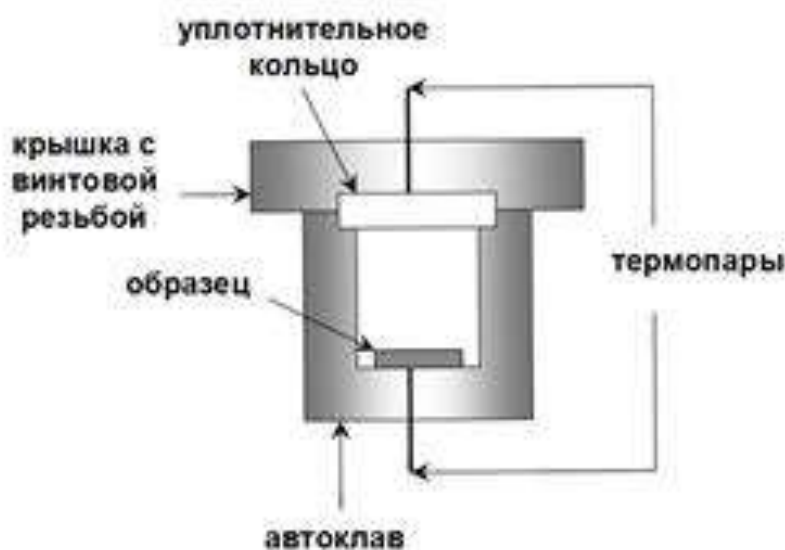


Рисунок 6 – Экспериментальная установка для проведения гидротермальной обработки [15]

1.3.2. Метод осаждения

Метод осаждения основан на химической реакции осаждения, в которой используются растворы солей цинка и добавление осаждающего агента, например, аммиака или щелочных растворов. В результате реакции образуется осадок гидроксида цинка, который затем прокаливается для получения оксида цинка.

Зачастую формирование осадка обусловлено физическими факторами. Любое вещество характеризуется определенной растворимостью, зависящей от температуры, степени насыщенности и давления. Когда растворимость уменьшается, или концентрация растворителя снижается, к примеру, из-за испарения, возникает пересыщенный раствор. Как следствие, вещество выделяется в форме кристаллического осадка в результате физического процесса.

В случае преципитации происходит химическая реакция, приводящая к образованию нерастворимого или слабо растворимого соединения. Раствор становится пересыщенным относительно этого соединения, и оно осаждается в виде твердых частиц, находящихся во взвешенном состоянии. Вещество, инициирующее выпадение осадка, называется осадителем [16][17].

В аналитической химии процесс осаждения играет важную роль, обеспечивая качественный и количественный анализ. Суть метода заключается в выделении целевых соединений из раствора в форме труднорастворимого вещества посредством добавления специального осадителя. В количественном анализе полученный осадок отделяется, например, фильтрацией, после чего его высушивают и точно взвешивают для определения содержания элемента.

Цвет осадка может служить индикатором качественного состава анализируемого вещества, поскольку многие осаждаемые соединения обладают характерной окраской [18].

В гидрометаллургии широко используется электролитическое осаждение, особенно для извлечения цветных металлов. Этот метод позволяет осаждать не только чистые металлы, но и их оксиды, такие как диоксид свинца и марганца на аноде или оксиды молибдена и урана на катоде.

Процесс осаждения также находит применение в нефтедобыче, биохимических исследованиях, санитарно-гигиеническом контроле и клинической диагностике.

Благодаря образованию микрокристаллической структуры осадка, преципитация, наряду с другими техниками, используется для получения мелкодисперсных материалов, таких как пигменты для лакокрасочной промышленности и абразивные порошки.



Рисунок 7 – Схема метода осаждения

1.3.3. Метод золь-гель

Метод золь-гель включает подготовку золя ZnO путем гидролиза и поликонденсации прекурсоров, таких как ацетат или хлорид цинка, в присутствии воды и органического растворителя. После этого золь превращается в гель, который затем прокаливается, чтобы получить ZnO .

Термин "золь-гель процесс" охватывает разнообразные подходы к созданию (синтезу) материалов, отправной точкой которых является формирование гелеобразной структуры на определенном этапе. Классический вариант данного метода базируется на управляемом гидролизе соединений, как правило, алкоксидов, представленных формулой $\text{M}(\text{OR})_x$ (где M – кремний, титан, цирконий, ванадий, цинк, алюминий, олово, германий, молибден, вольфрам и другие элементы) или их хлоридов, в водной или органической, преимущественно спиртовой, среде.

На начальном этапе золь-гель технологии происходит гидролиз и поликонденсация, в результате чего формируется коллоидный раствор – золь, состоящий из частиц гидроксидов размером до нескольких десятков нанометров [19]. Повышение концентрации дисперсной фазы или модификация параметров среды (например, корректировка pH, использование другого растворителя) стимулирует активное взаимодействие между частицами и приводит к формированию цельного геля. В этом геле молекулы растворителя удерживаются в эластичной и достаточно прочной трехмерной структуре, созданной частицами гидроксидов. Для получения геля из золя

применяют различные методы: диализ, ультрафильтрацию, электродиализ, выпаривание при умеренных температурах[20] или экстракцию.

Процесс сушки, то есть удаления растворителя из геля, является ключевым этапом золь-гель технологии, определяющим свойства конечного продукта. Различные методы сушки позволяют получать материалы с разными характеристиками, такие как ксерогели, амбигели, криогели и аэрогели. Несмотря на различия в объемной плотности, достигающие сотен раз, все эти материалы сохраняют наноразмерную структуру и обладают высокой удельной поверхностью (порядка сотен $\text{м}^2/\text{г}$). Чаще всего, продукты золь-гель синтеза используются в качестве исходных материалов для производства оксидных нанопорошков, тонких пленок и керамики. Золь-гель метод также успешно применяется для создания ксерогелей с выраженной квазиодномерной структурой. Примером может служить ксерогель $\text{V}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, который служит основой для синтеза нанотрубок оксида ванадия.

Полимер-гель (с использованием водорастворимых полимеров и упаривания) и цитрат-гель (метод Печини) рассматриваются некоторыми исследователями как подходы, основанные на золь-гель методе. Для синтеза углеродных криогелей и аэрогелей полимерные гели подвергают сублимационной или сверхкритической сушке, а затем проводят термообработку в инертной атмосфере.



Рисунок 8 – Схематичное представление золь-гель процесса [21]

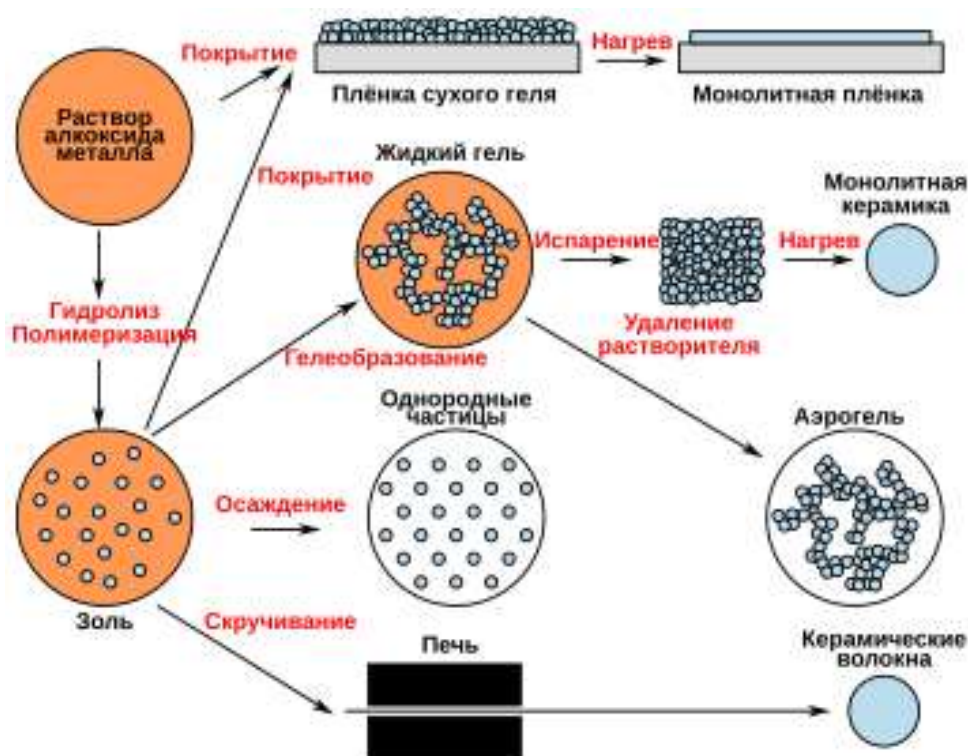


Рисунок 9 – Процесс золь-гель технологии, представленный по этапам [22]

1.3.4. Метод химического осаждения из пара (CVD)

Химическое осаждение паров (CVD) представляет собой метод нанесения покрытия, который основывается на термически или электрически инициируемых химических реакциях на поверхности разогретого субстрата, причем реагенты подаются в газообразном состоянии. Этот способ осаждения применяется для создания высококачественных и эффективных твердых материалов, как правило, в условиях вакуума. Тонкие пленки или покрытия формируются в результате диссоциации или химических взаимодействий газообразных реагентов в активированной среде (тепловой, световой, плазменной) [23].

Технология CVD (химическое осаждение из газовой фазы) обеспечивает рост твердых материалов на поверхностях посредством химических реакций паров. Процесс формирования слоя происходит в несколько этапов: испарение исходного вещества, его транспортировка, образование зародышей и, наконец, рост. Последний этап тесно взаимосвязан с структурой получаемого слоя и внутренними напряжениями в нем. Для каждого из этих этапов разрабатываются специальные установки [24].

Химическое осаждение обеспечивает равномерное распределение материала за счет его рассеивания, что делает возможным получение однородных покрытий на изделиях с любой, даже самой сложной, геометрией [24].

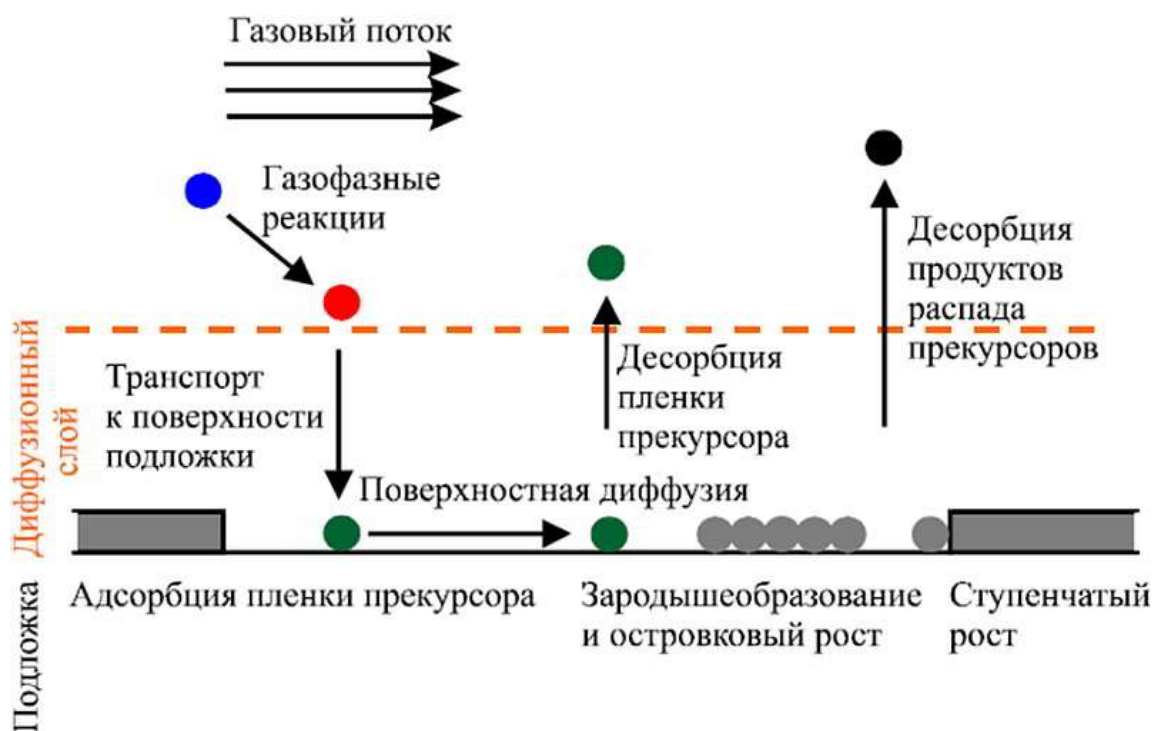


Рисунок 10 – Схема метода химического осаждения из пара [25]

В работе Аль Рифаи [26] исследованы микроструктурные и оптические свойства нанонитей ZnO, легированных различными примесями. Монокристаллические нанонити и микронити ZnO с легирующими добавками были получены методом химического осаждения из паровой фазы (CVD) без использования катализирующих веществ. Рост наноструктур осуществлялся на поверхности алундовой лодочки (тигля).

Для оценки структуры и характеристик легированных нанонитей ZnO применялись следующие методы: рентгеновская дифракция (XRD), энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (EDX), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) и фотолюминесцентный анализ (ФЛ).

Синтез длился 10 минут, за это время удалось получить вертикально ориентированные нанонити диаметром от 50 до 400 нм и длиной, достигающей нескольких микрон. Основная ориентация нанонитей приходилась на с-ось по направлению $\pm [0001]$. Концентрация легирующей примеси в нанонитях составила 0,8 атомных %. Сравнение структуры и свойств легированных образцов проводилось относительно нелегированных нанонитей ZnO.

Формирование самоорганизующихся тетраподов осуществлялось без применения затравочных частиц, что указывает на преобладание механизма роста «пар-кристалл» (VS). Напротив, метод VLS (пар-жидкость-кристалл) требует присутствия катализаторов (например, золота, платины и других металлов), что обычно способствует получению нанонитей или наностержней одинаковых размеров с параллельной ориентацией.

Предполагается, что в процессе синтеза порошок оксида европия (III) выполняет двойную функцию. Во-первых, он участвует в захвате паров цинка, что создаёт условия для начала роста нанонитей. Во-вторых, его нанокластеры оседают на поверхности тигля, формируя шаблоны для вертикально ориентированного роста и внедрения европия в кристаллическую решётку ZnO.

На первой стадии синтеза происходит образование жидкого расплава за счёт конденсации паров цинка с частицами европия. При достижении состояния пересыщения пар реагирует с кислородом, образуя тонкий слой капель на поверхности тигля, который выступает в роли подложки. Изначально рост происходит по механизму VLS.

С увеличением концентрации паров ZnO преобладающим становится механизм роста «пар-кристалл» (VS), что способствует внедрению частиц катализатора в кристаллическую решётку ZnO. На заключительном этапе синтеза частицы катализатора становятся изолированными от реагирующего пара и больше не влияют на процесс роста. В результате дальнейший рост нанонитей осуществляется в основном за счёт механизма VS [27].

Метод CVD заключается в реакции предшественников в газовой фазе, которые осаждаются на подложке при высокой температуре (обычно выше 500 °C). В результате образуются тонкие пленки ZnO с высокой степенью кристалличности. В данном процессе чаще всего применяются газообразные реагенты. При химическом осаждении из паровой фазы пары одного или нескольких веществ переносятся в реакционную камеру. В реакционной среде эти вещества обычно разлагаются на нагретой поверхности подложки. В результате этого процесса формируются некоторые химические побочные продукты, которые выбрасываются из реакционной камеры вместе с ненужными парами. С помощью метода химического осаждения из паровой фазы наносят разнообразные материалы, включая силициды, металлические оксиды, сульфиды и арсениды [28][29].

1.3.5. Пиролиз

Пиролиз представляет собой термохимическую реакцию, в ходе которой происходит разложение органических и некоторых неорганических веществ. Высокие температуры воздействуют на крупные молекулы, приводя к разрушению межатомных связей и формированию более мелких молекул [30].

Метод пиролиза заключается в разложении органического прекурсора (например, ацетата цинка) под действием высокой температуры, в результате чего образуется порошок ZnO [31]. Существует несколько разновидностей пиролиза, включая спрей-пиролиз, лазерный и микроволновый.

Виды пиролиза:

- Сухой без доступа кислорода в трех температурных режимах: низко-, средне- и высокотемпературный;
- Окислительный;

- Низкотемпературный каталитический;
- Инициированный;
- Термоконтактный;
- Гидропиролизный [32].

В настоящее время пиролиз активно применяется для переработки твердых органических отходов, нефтешламов и буровых продуктов[33]. Основой этого метода является разложение органического материала на низкомолекулярные компоненты при высоких температурах. Процесс может происходить как в условиях полного отсутствия воздуха, так и при его ограниченном присутствии.

Улучшение технологии является важной частью развития пиролиза. Основные изменения в процессе направлены на повышение эффективности пиролизных установок, снижение объема образующихся вредных остатков и уменьшение стоимости технологии. Это может быть достигнуто за счет изменения конструкции оборудования, добавления или исключения различных химических компонентов, а также корректировки условий проведения процесса.[34][35]

Таким образом, литературные данные подтверждают высокую зависимость морфологии и свойств ZnO от выбранного метода синтеза и условий его проведения [36-39].

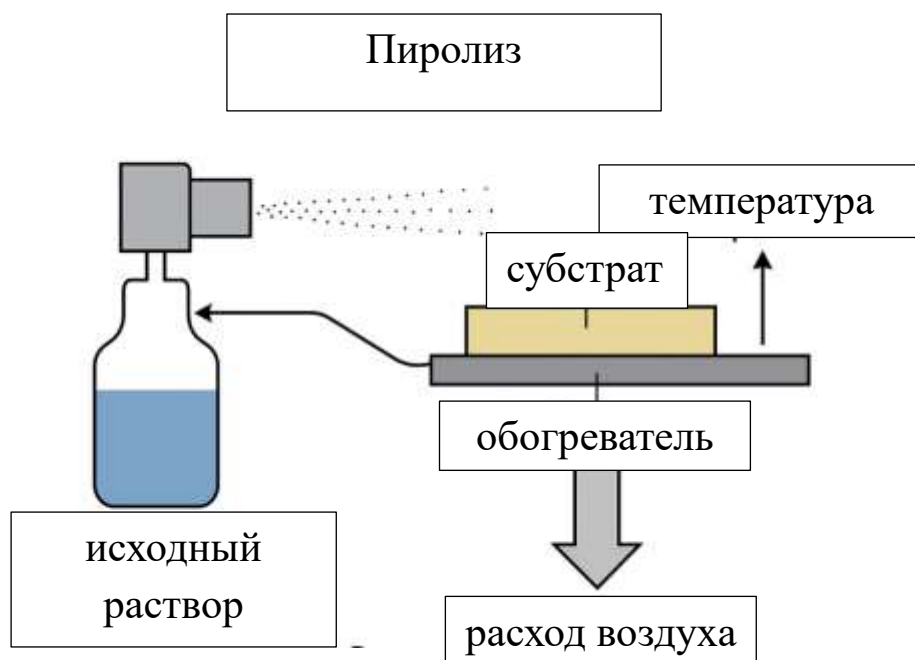


Рисунок 11 – Схема пиролиза[40]

2 МЕТОДОЛОГИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. Методы синтеза и анализа оксида цинка (ZnO)

Синтез оксида цинка может быть реализован различными способами, каждый из которых позволяет контролировать морфологию, размер частиц и кристаллическую структуру получаемого материала. В рамках данной работы основное внимание уделяется следующим методам: гидротермальный синтез, золь-гель метод и распыление из раствора (spray pyrolysis), каждый из которых обладает своими технологическими особенностями.

2.1.1. Оборудование и материалы

Для синтеза ZnO в зависимости от метода применяются следующие типы оборудования и реагентов:

Гидротермальный синтез:

Тефлоновые автоклавы с термостойкими стальными оболочками; Мешалки, водяные или воздушные термостаты; Цинксодержащие соли, чаще всего $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ или $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$; Щёлочи, такие как NaOH или KOH.

Золь-гель метод:

Стеклянные химические стаканы, магнитные мешалки с нагревом; Прекурсоры — ацетат цинка, этанол или изопропанол, комплексообразующие вещества (например, этилендиамин); Гели сушат в муфельной печи при различных температурах.

Метод распыления из раствора (spray pyrolysis):

Аппарат для ультразвукового или пневматического распыления; Электрически нагреваемые подложки (чаще всего из стекла или кварца); Растворы на основе $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, стабилизированные кислотами (например, уксусной); Температурный контроль и аспирация для удаления продуктов реакции.

2.1.2. Условия проведения синтеза

Гидротермальный метод проводится при температуре от 120 до 200 °C и давлении от 1 до 3 МПа. Время выдержки колеблется от 6 до 24 часов в зависимости от желаемой морфологии. Основное преимущество метода — возможность получения наноструктурированной формы ZnO (нанопалочки, нанопроволоки, наночастицы).

Золь-гель метод осуществляется при комнатной температуре на стадии получения золя и при 400–600 °C на стадии прокаливания геля. Метод позволяет получать высокооднородные пленки и порошки.

Spray pyrolysis требует температуры подложки в диапазоне 300–500 °C. Скорость распыления и состав раствора строго контролируются. Этот метод

эффективен для получения тонких пленок ZnO на подложках, включая проводящие стекла, с равномерной структурой.

2.2. Методы анализа структуры и свойств ZnO

Для подтверждения фазового состава, морфологии и оптических свойств синтезированного ZnO применяются следующие аналитические методы:

2.2.1. Рентгеновская дифракция (XRD)

Рентгенодифрактометрия (XRD) — это один из основных методов для анализа кристаллической структуры материалов, в том числе ZnO[41]. Этот метод позволяет не только определить фазовый состав, но и оценить степень кристалличности материала, что важно для предсказания его функциональных свойств. Характерные пики в области $2\theta \approx 31.7^\circ$, 34.4° , 36.2° соответствуют плоскостям (100), (002) и (101) в вюрцитной гексагональной решетке ZnO. Рентгеновская дифракция позволяет точно идентифицировать кристаллические фазы и сделать выводы о наличии возможных примесей или дефектов в структуре. Этот метод также применяется для оценки кристаллитного размера по уравнению Шеррера, что помогает установить средний размер кристаллитов, а значит, оценить потенциальную активность материала в различных приложениях.

2.2.2. Сканирующий электронный микроскоп

Для визуализации морфологических особенностей синтезированного ZnO широко применяются методы электронной микроскопии, которые позволяют исследовать размеры, форму и распределение частиц на наноуровне:

Сканирующая электронная микроскопия (SEM) — метод, который предоставляет детализированные изображения поверхности материалов[42]. SEM позволяет исследовать распределение частиц ZnO, их размер и форму, а также получить информацию о шероховатости поверхности и других морфологических особенностях. Это особенно полезно при исследовании пленок и порошков, полученных различными методами синтеза.

Просвечивающая электронная микроскопия (TEM) — даёт возможность изучать внутреннюю структуру материала на атомном уровне, включая межрешеточные расстояния и особенности наночастиц. TEM используется для выявления тонких структурных особенностей, таких как дефекты в кристаллической решетке или наличие наноструктурированных фаз. Этот метод также позволяет получать дифракционные изображения, которые дают дополнительную информацию о кристаллической симметрии материала [43].

2.2.3. Спектроскопические методы

Спектроскопия является важным инструментом для исследования оптических свойств ZnO и определения его электронной структуры. В рамках анализа используются следующие методы:

УФ-видимая спектроскопия (UV-Vis) — применяется для изучения поглощения света и оценки ширины запрещённой зоны материала. Для ZnO характерно сильное поглощение в ультрафиолетовой области спектра, что объясняется широкой запрещённой зоной (около 3.3 эВ). Этот метод помогает определить не только оптические свойства, но и оптимизировать параметры синтеза для получения материалов с нужными характеристиками[44].

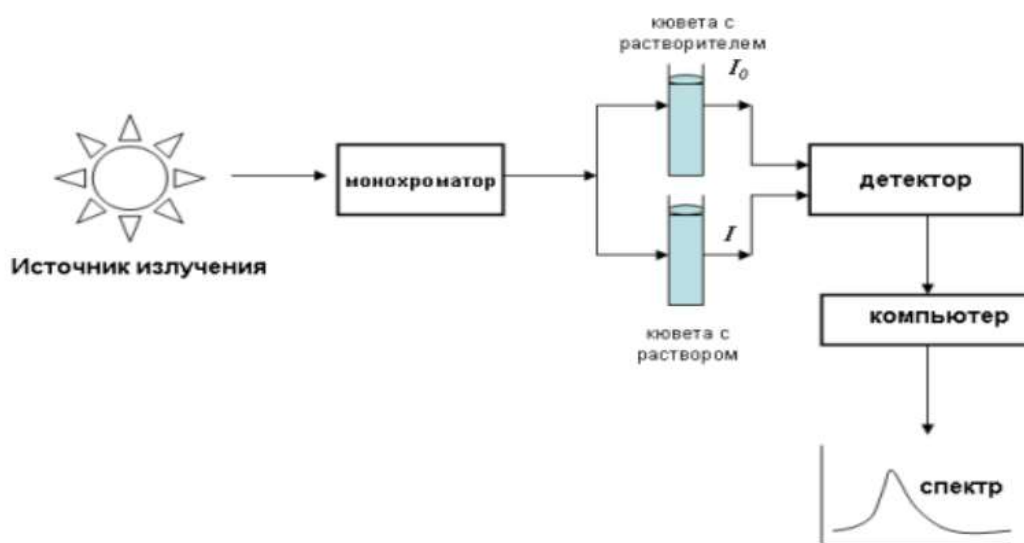


Рисунок 12 – Оптическая схема спектрофтомтра[45]

Фотолюминесцентная спектроскопия (PL) — используется для анализа излучательных свойств ZnO. В процессе фотолюминесценции материал испускает свет под воздействием возбуждающего света, и спектры излучения позволяют оценить качество материала, а также наличие дефектов в кристаллической решетке. Для ZnO характерны пики эмиссии как в УФ, так и в видимой области спектра, которые связаны с дефектами, такими как вакансии кислорода или цинка. Это может быть важным индикатором чистоты материала и его пригодности для различных оптоэлектронных приложений[46].

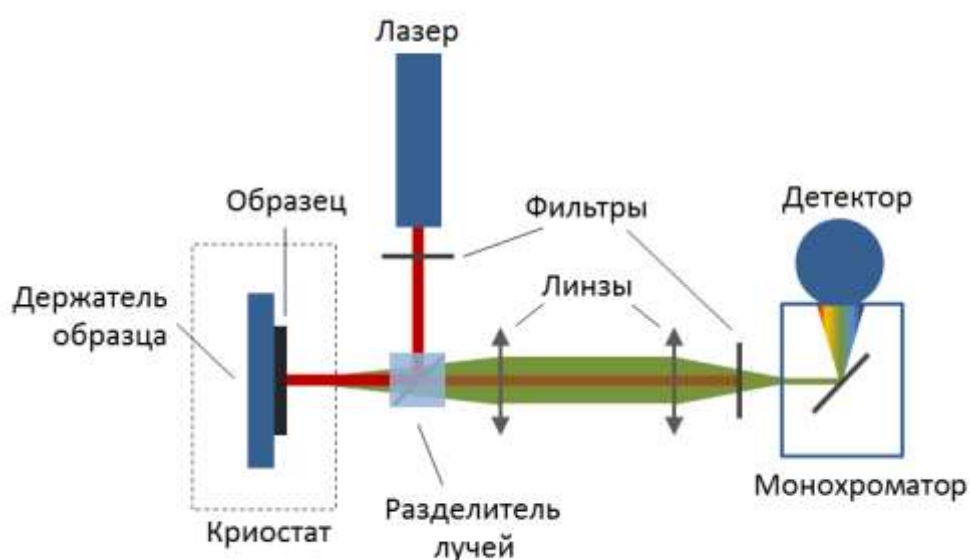


Рисунок 13 – Схема установки классической фотолюминесцентной спектроскопии[47]

ИК-спектроскопия (FTIR) — используется для анализа химического состава материала и подтверждения отсутствия органических остатков после синтеза, особенно после процессов, таких как золь-гель синтез. FTIR позволяет получить информацию о функциональных группах, присутствующих в структуре ZnO, и таким образом уточнить состав и химические связи в материале. Этот метод также может быть использован для определения присутствия воды или других летучих компонентов.

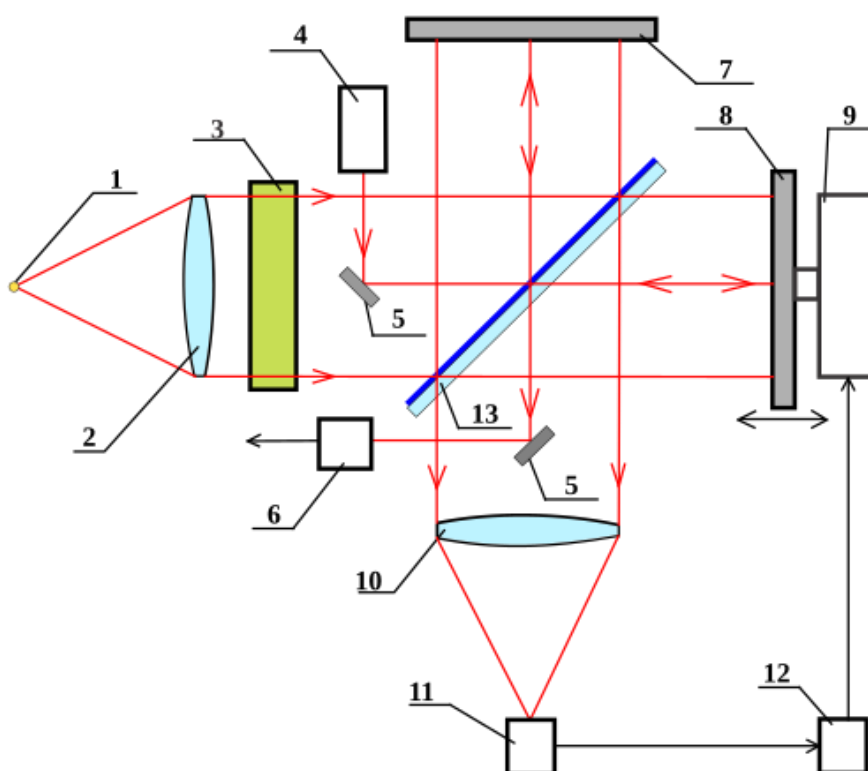


Рисунок 14 – Устройство оптического Фурье-спектрометра [48]

Схема оптического Фурье-спектрометра включает интерферометр Майкельсона с подвижным зеркалом. Перемещение зеркала осуществляется прецизионным механическим приводом, управляемым ЭВМ, что позволяет сканировать разность хода и получать интерферограмму для последующего Фурье-анализа.

- | | |
|----------------------------|--------------------------------|
| 1. источник света; | 9. система управления |
| 2. коллиматор; | подвижным зеркалом |
| 3. кювета с образцом; | (механический привод; |
| 4. Опорный лазер; | 10. система регистрации |
| 5. Вспомогательные зеркала | интерференционной картины; |
| опорного пучка от лазера; | 11. Фотоприёмник; |
| 6. Фотоприёмник опорного | 12. компьютер для управления и |
| пучка; | обработки данных; |
| 7. Неподвижное зеркало; | 13. Светоделительная пластина. |
| 8. Подвижное зеркало; | |

3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. Описание проведенных экспериментов

В рамках экспериментальной части работы были синтезированы образцы оксида цинка (ZnO) тремя различными методами: гидротермальным, золь-гель методом и методом распыления из раствора (spray pyrolysis). Каждый метод был реализован с соблюдением контролируемых параметров температуры, времени выдержки, концентрации реагентов и условий термической обработки.

После синтеза образцы подвергались комплексному физико-химическому анализу с использованием методов XRD, SEM, TEM, UV-Vis, PL и FTIR. Целью анализа являлось определение кристаллической структуры, морфологии, размеров частиц, оптических свойств и наличия дефектов.

3.1.1. Золь-гель метод получения оксидных покрытий

На первом этапе синтеза использовался золь-гель метод, который включал следующие стадии:

Приготовление золя: В 10 мл этилового спирта (C_2H_6O) растворяли 0,4 г ацетата цинка ($Zn(O_2CCH_3)_2$). Смесь перемешивается на магнитной мешалке при 250 об/мин до полного растворения (40–60 минут).

Нанесение золя: Готовый золь наносили на подложку методом центрифугирования (спиннинга) при 3600 об/мин.

Сушка: после нанесения образец подвергался сушке под инфракрасной лампой в течение 1 минуты.

Термическая обработка: Высушенный слой подвергался запеканию в печи при температуре $400^{\circ}C$ в течение 1 часа. Затем проводился дополнительный отжиг при $440^{\circ}C$ в течение 1 часа для улучшения кристалличности структуры.

3.1.2. Гидротермальный метод

На втором этапе синтеза был применён гидротермальный метод, который включал следующие шаги:

Приготовление раствора: В 150 мл дистиллированной воды растворяли 1,3 г нитрата цинка ($Zn(NO_3)_2$) и 0,63 г уротропина ($C_6H_{12}N_4$). Смесь перемешивали на магнитной мешалке до полного растворения компонентов.

Гидротермальная обработка: В полученный раствор помещали подложку с нанесённым золь-гель покрытием, закреплённую термоскотчем. Раствор перемешивали на магнитной мешалке в течение 2 часов.

Заключительная сушка: Образец помещали в сушильную печь на 30 минут.

3.1.3. Метод распыления из раствора

Для получения тонких плёнок оксидных материалов использовался метод распыления из раствора (spray pyrolysis). Данный метод позволяет получать равномерные покрытия с заданными характеристиками благодаря послойному нанесению прекурсоров на подложки, нагретые до высокой температуры.

Приготовление раствора

В качестве прекурсоров использовались уротропин ($C_6H_{12}N_4$) и нитрат цинка ($Zn(NO_3)_2$). Для приготовления раствора данные вещества растворяли в 30 мл этанола (C_2H_5OH). Процесс растворения осуществлялся при интенсивном перемешивании с использованием магнитной мешалки в течение одного часа, что обеспечивало полное растворение компонентов.

Оборудование и условия проведения эксперимента

Основное оборудование включало:

Компрессор для распыления раствора;

Магнитную мешалку;

Нагревательную установку, обеспечивающую поддержание температуры подложек на уровне 400 °C.

Подложками служили стеклянные пластины, которые нагревались до температуры 400 °C перед началом процесса нанесения плёнок.

Процесс нанесения

Нанесение плёнок осуществлялось послойным методом. Раствор распылялся с расстояния 30 см, при этом между нанесением каждого слоя выдерживался интервал времени в 15 секунд. Количество нанесённых слоёв варьировалось от 10 до 50, в зависимости от требуемой толщины покрытия.

Окончательная термообработка

После завершения процесса нанесения плёнок проводился окончательный отжиг. Плёнки подвергались термообработке при температуре 400 °C в течение 15 минут. Данный этап обеспечивал улучшение кристаллической структуры и устранение остаточных органических компонентов.

3.2. Структурные свойства синтезированных образцов ZnO

Рентгеновская дифракция (XRD) показала, что все полученные образцы имеют гексагональную вюрцитную структуру ZnO без посторонних фаз. Пики дифракции на $2\theta \approx 31.7^\circ$, 34.4° и 36.2° соответствуют плоскостям (100), (002) и (101), что подтверждает высокую степень кристалличности. Кристаллитный размер, рассчитанный по уравнению Шеррера, варьировался от 20 до 45 нм в зависимости от метода синтеза.

Электронная микроскопия (SEM, TEM) выявила, что морфология образцов зависит от выбранного метода:

При гидротермальном синтезе наблюдались наностержни и нанопалочки длиной до нескольких микрометров и диаметром 50–200 нм.

Золь-гель метод дал преимущественно сферические наночастицы с хорошей дисперсностью.

Spray pyrolysis обеспечил формирование плотных, равномерных плёнок с зёрнами в пределах 100–300 нм.

3.3. Анализ и интерпретация полученных данных

UV-Vis спектроскопия подтвердила характерное поглощение ZnO в УФ-области и позволила определить ширину запрещённой зоны, которая составила в среднем ~3.3 эВ для всех образцов. Незначительные отклонения объясняются различиями в морфологии и наличии дефектов.

Фотолюминесцентный анализ (PL) выявил интенсивное УФ-излучение (~380 нм), свидетельствующее о высокой кристалличности. В некоторых образцах наблюдалось видимое излучение (зелёная и жёлтая области), обусловленное поверхностными и объёмными дефектами (вакансии кислорода, межузельные атомы цинка).

FTIR-спектры показали наличие характерных полос в области 400–600 см⁻¹, соответствующих колебаниям Zn–O. Для золь-гель образцов также наблюдались полосы, связанные с остаточными органическими соединениями, что потребовало дополнительного прокаливания.

3.4. Сравнение результатов с данными из литературных источников

Полученные результаты хорошо согласуются с данными, приведёнными в научной литературе. Вюрцитная структура и ширина запрещённой зоны соответствуют типичным характеристикам ZnO. Морфологические особенности, наблюдаемые в SEM/TEM, также аналогичны ранее описанным работам, демонстрируя типичную зависимость формы и размеров наноструктур от метода синтеза.

В частности:

Наностержни и палочки характерны для гидротермального синтеза (ср.: Wang et al., 2004);

Золь-гель метод традиционно даёт сферические наночастицы (Lee et al., 2012);

Метод spray pyrolysis эффективен для получения плотных и равномерных плёнок, пригодных для оптоэлектронных целей (Shinde et al., 2018).

3.5. Оценка пригодности синтезированных образцов для оптоэлектронных устройств

Образцы ZnO, полученные всеми тремя методами, продемонстрировали перспективные свойства для применения в оптоэлектронных устройствах:

Высокая степень кристалличности и ширина запрещённой зоны ~ 3.3 эВ делают ZnO подходящим материалом для УФ-фотодетекторов и прозрачных электродов.

Плёнки, полученные методом распыления, характеризуются равномерностью и хорошей адгезией, что важно для тонкоплёночных солнечных элементов.

PL-исследования показали, что при оптимизации условий синтеза можно добиться минимального содержания дефектов, повышающих эффективность излучения.

Таким образом, синтезированные образцы обладают всеми необходимыми характеристиками для использования в фотодетекторах, светодиодах, сенсорах и других оптоэлектронных системах.

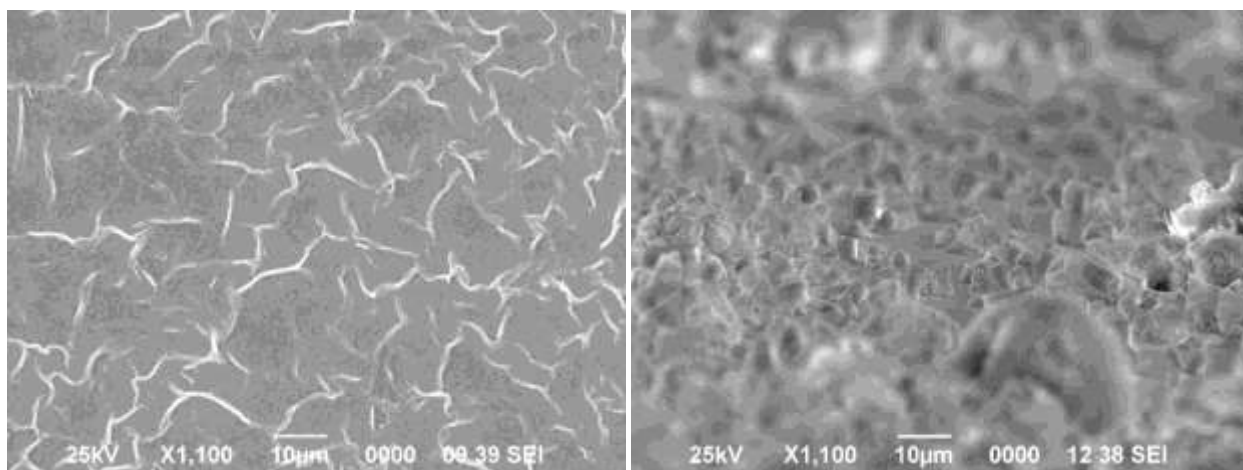
На рисунке 15 представлены изображения поверхности ZnO-плёнок, синтезированных методом гидротермального осаждения. Морфология поверхности демонстрирует характерные признаки активного кристаллогенеза и направленного роста вдоль кристаллографической оси $[0001]$ (ось c), типичной для структуры вюрцита.

На первом изображении (X1100, масштаб 10 мкм) наблюдается развитая сетчатая структура с выраженными трещиноподобными промежутками. Такая морфология может быть связана с внутренними напряжениями в плёнке, возникающими в процессе роста и последующего охлаждения. Поверхность обладает зернистой текстурой, что свидетельствует о начале образования кристаллических агрегатов.

На втором изображении (также X1100) показана поверхность, покрытая компактными агломератами кристаллов различной формы и размеров. Видна высокая степень неоднородности: есть как плотно упакованные участки, так и относительно разреженные зоны. Подобное распределение указывает на неодинаковую скорость роста в разных областях и наличие направленного роста частиц. Поверхность шероховатая и развитая, что делает такие структуры перспективными для сенсорных и фотокаталитических применений.

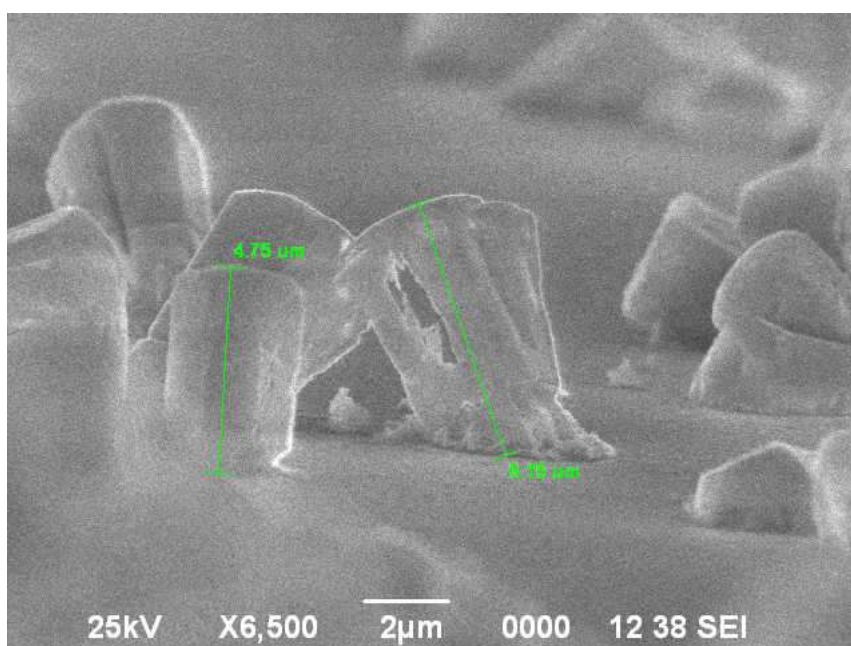
Третье изображение (X6500, масштаб 2 мкм) демонстрирует кристаллы призматической формы с гексагональными гранями. Размеры отдельных вытянутых кристаллов достигают 4,75–6,19 мкм, что подтверждает их рост вдоль оси c . Такая морфология типична для ZnO, полученного при умеренных температурах в гидротермальных условиях, когда рост происходит преимущественно вдоль определённых кристаллографических направлений.

Представленные данные подтверждают формирование направленных, вытянутых ZnO-кристаллов с хорошо выраженной трёхмерной структурой. Это делает полученные материалы потенциально ценными для применения в оптоэлектронных устройствах, люминесцентных покрытиях и сенсорных системах.



а)

б)



в)

Рисунок 15 – СЭМ изображения полученных покрытий

На рисунке 16 представлены трёхмерные АСМ-изображения поверхности подложки, полученные при различных масштабах сканирования. Изменение размеров области позволяет получить как макроскопическое представление о топографии поверхности, так и детализированное изображение микроструктурных элементов.

При сканировании 25×25 мкм видна общая структура поверхности, характеризующаяся умеренной шероховатостью и равномерным распределением высотных неоднородностей. Такие масштабы позволяют оценить макроскопическую однородность плёнки и выявить возможные дефекты, такие как трещины или крупные агломераты.

Сканирование 6×6 мкм даёт более детализированное представление о микрорельефе. Наблюдаются волнообразные структуры, что может свидетельствовать о росте плёнки послойным или островковым механизмом.

При 1.5×1.5 мкм топография демонстрирует появление мелкомасштабных зернистых структур. Поверхность становится более выражено шероховатой, с наличием локализованных выступов и впадин.

На масштабе 500×500 нм наблюдаются наноструктурные элементы, вероятно соответствующие отдельным зернам или доменам материала. Высотные различия усиливаются, что указывает на наличие чётко выраженных нанорельефных особенностей.

Такая многоуровневая визуализация подтверждает сложный характер формирования поверхности подложки и демонстрирует её пригодность для дальнейшего нанесения функциональных тонкоплёночных покрытий, особенно в задачах нанотехнологий и оптоэлектроники.

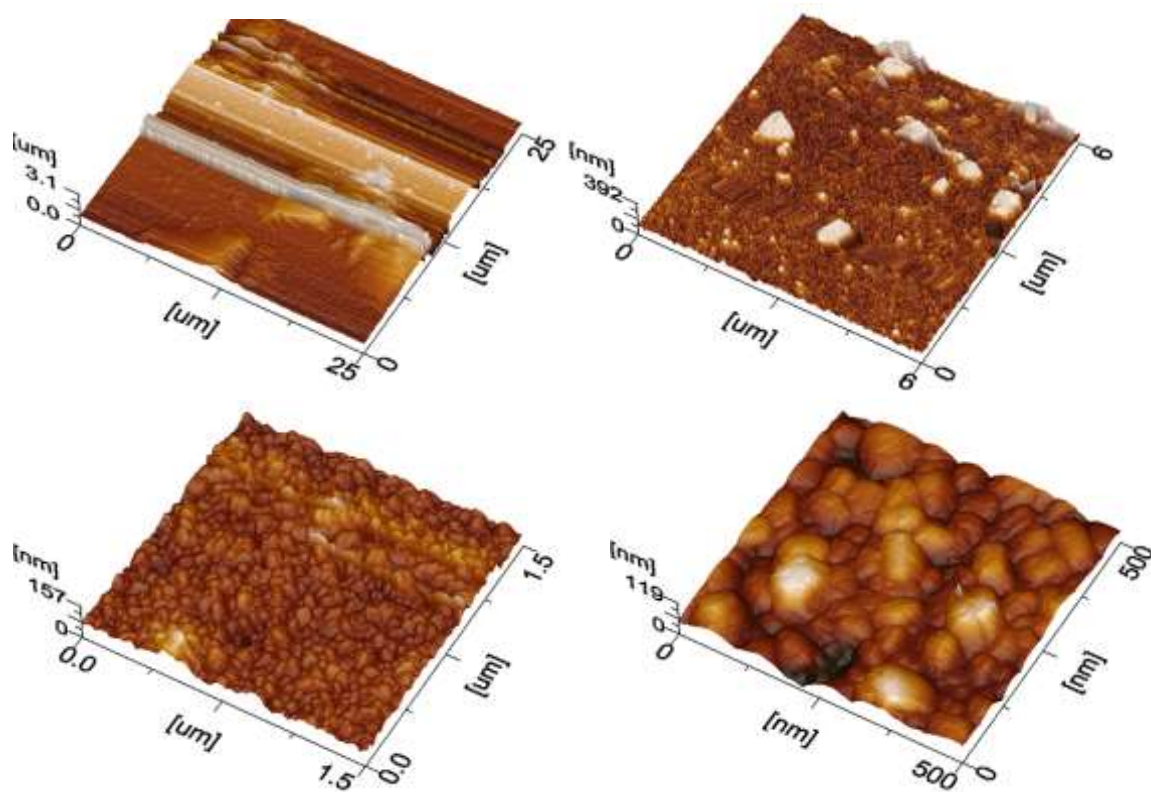


Рисунок 16 - 3D изображение поверхности подложки с размерами сканирования 25×25 мкм, 6×6 мкм, 1.5×1.5 мкм, 500×500 нм.

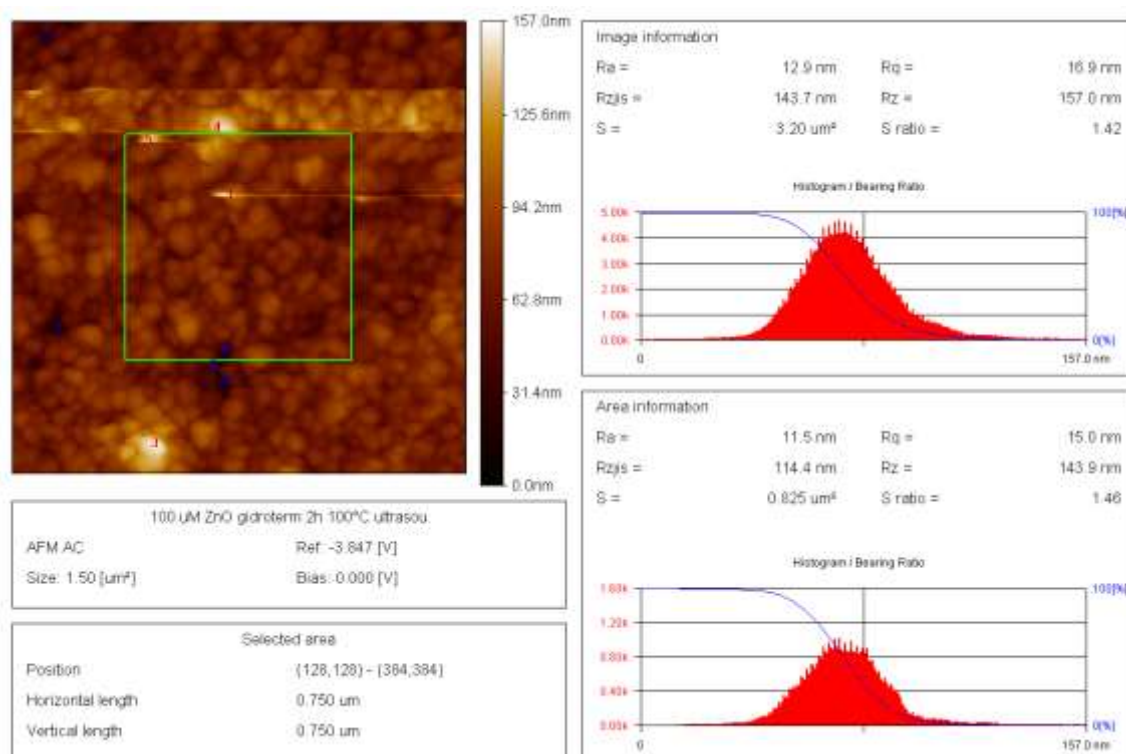


Рисунок 17 - “Image information” поверхности подложки с размерами сканирования 1,5x1,5 мкм.

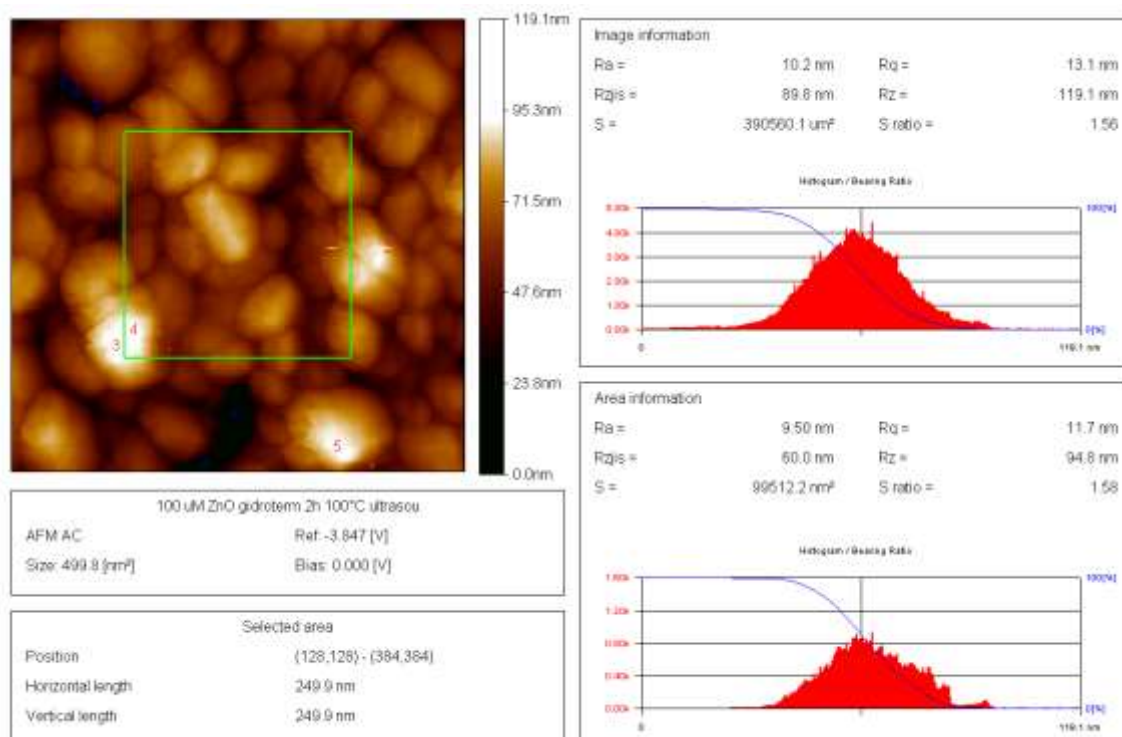


Рисунок 18 - “Image information” поверхности подложки с размерами сканирования 500x500 нм.

Таблица 1 - Участок 1

	Image information:	Image information:
Scan size	1,5x1,5 мкм	500x500 нм
Ra	12.9 nm	10.2 nm
Rq	16.9 nm	13.1 nm
Rzjis	143.7 nm	89.8 nm
Rz	157.0 nm	119.1 nm
S	0.825 μm^2	390560.1 μm^2
S ratio	1.46	1.56

Рисунок 19 - “Image information” поверхности подложки с размерами сканирования 1,5x1,5 мкм (участок 2).

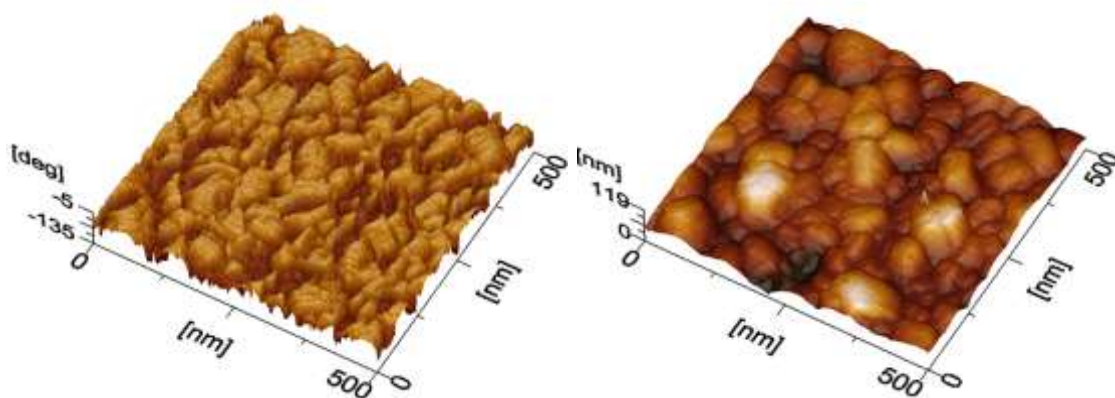


Рисунок 20 – Изображение поверхности подложки с размерами сканирования 500x500 нм снятого в режиме фазового контраста и топографии.

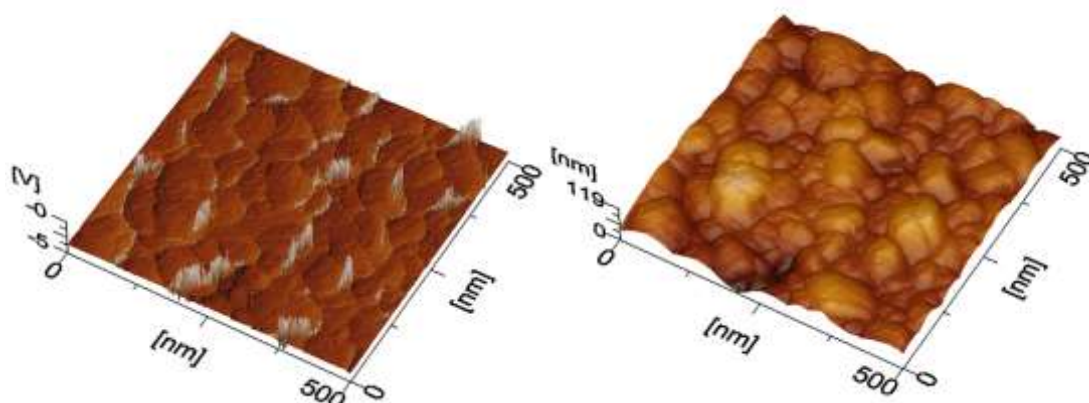


Рисунок 21 – Изображение поверхности подложки с размерами сканирования 500x500 нм снятого в режиме постоянной амплитуды и топографии.

Тонкие пленки оксида цинка были созданы с помощью осаждения из растворов, содержащих дигидрат ацетата цинка $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, растворенного в различных органических растворителях. В роли растворителей использовались спирты с разнообразной длиной углеводородной цепи: изопропанол с добавлением концентрированного гидроксида аммония ($\text{C}_3\text{H}_7\text{OH} + \text{NH}_4\text{OH}$), высокоочищенный этанол ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), этанол с добавлением NH_4OH и метанол (CH_3OH).

Растворы готовились на орбитальном шейкере ЛАБ-ПУ-01, работающем со скоростью 150 об/мин. Процесс растворения осуществлялся как при комнатной температуре, так и при нагреве до $50\text{ }^\circ\text{C}$, что в отдельных случаях способствовало лучшей гомогенизации растворов. Время приготовления растворов составляло от 20 минут до 60 минут.

Нанесение раствора на подложку проводилось в течение часа после приготовления. В качестве подложек использовались стандартные предметные стёкла размером $75 \times 25 \times 1$ мм. Нанесение осуществлялось при помощи центрифуги со специально сконструированным держателем, при скорости 3800 об/мин и продолжительности вращения 3–5 секунд. После нанесения проводилась предварительная сушка образцов инфракрасным нагревателем при температуре $80\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2 минут. Далее плёнки подвергались термической обработке в муфельной печи при $300\text{ }^\circ\text{C}$ на протяжении 10–15 минут для удаления остатков органических компонентов. Толщина плёнок наращивалась за счёт многократного циклического нанесения. Всего наносилось от 7 до 11 слоёв, что обеспечивало толщину покрытия в диапазоне 100–150 нм. Завершающим этапом являлся отжиг при $400\text{ }^\circ\text{C}$ в течение одного часа с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры.

Поверхностное сопротивление образцов оценивалось с помощью четырёхзондовой методики.

3.6 Оптические свойства полученных покрытий ZnO

Рентгеноструктурный анализ показал, что плёнки ZnO, синтезированные из растворов ацетата цинка в различных растворителях и отожжённые при температуре $400\text{ }^\circ\text{C}$, имеют поликристаллическую природу. Установлено, что тип применяемого растворителя оказывает влияние на степень кристалличности и размеры образующихся кристаллитов.

Растворы, содержащие гидроксид аммония, способствуют формированию хорошо выраженных кристаллитов, дающих до 7 отражений от кристаллографических плоскостей (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112). В то же время плёнки, полученные без добавления NH_4OH , характеризуются меньшим числом дифракционных линий (всего 3), что свидетельствует о менее выраженной кристалличности. Сравнительные данные о средних размерах кристаллитов ZnO, сформированных при использовании различных растворителей, приведены в таблице 1. Как видно, при применении метанола

наблюдаются значительные отличия в размерах кристаллитов по сравнению с другими используемыми растворами.

Таблица 2 - Средний размер кристаллитов ZnO в пленках, полученных золь-гель технологией

Образцы	Средний размер кристаллитов в плоскости, нм		
	ZnO (100)	ZnO (002)	ZnO (101)
изопропанол+гидроксид аммония	15,4	14,6	13,1
Этанол	7,8	8,2	7,9
этанол +гидрооксид аммония	-	10,0	11,5
Метанол	11,2	-	>100

На рисунке 22 представлены спектры пропускания света тонких плёнок ZnO, синтезированных из растворов ацетата цинка дигидрата $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в различных органических растворителях, нанесённых методом центрифугирования и термически обработанных на воздухе при температуре 400 °С.

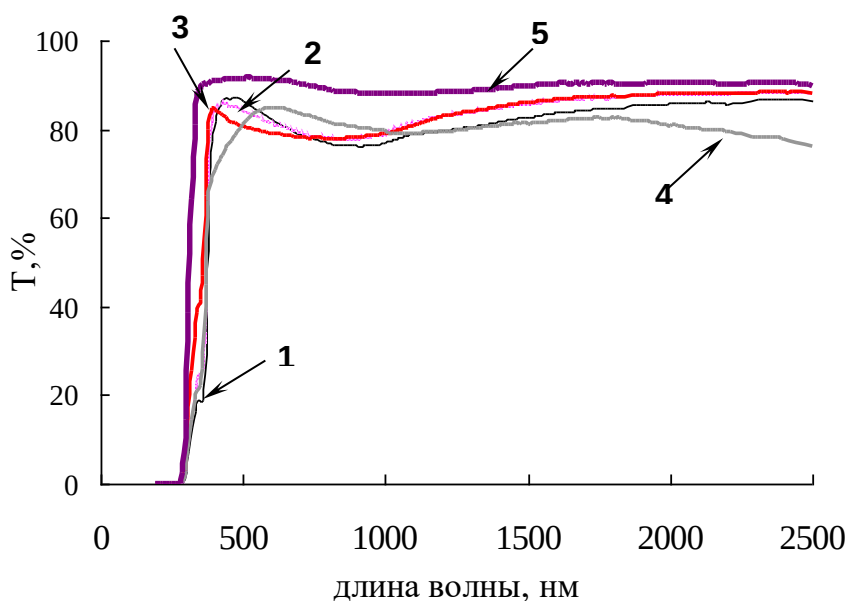


Рисунок 22 – Спектры пропускания тонких пленок ZnO, синтезированных путем растворения $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в различных растворителях

1 – изопропанол с добавлением гидроксида аммония; 2 – этанол;
3 – этанол с добавлением гидроксида аммония; 4 – метанол; 5 – стекло

Как показано на рисунке 1, все исследуемые плёнки демонстрируют высокую прозрачность, составляющую примерно 85 %. Резкое снижение

коэффициента пропускания при длине волны около 360 нм связано с началом собственного поглощения, которое соответствует ширине запрещённой зоны ZnO [14]. В области фундаментального поглощения, в диапазоне 320–360 нм, наблюдается участок слабо изменяющегося пропускания, что, вероятно, обусловлено расщеплением уровней валентной зоны.

На той же диаграмме (кривая 4) видно снижение коэффициента пропускания в длинноволновой области спектра, что может свидетельствовать о присутствии металлических фаз и нарушении стехиометрии конкретной плёнки по сравнению с остальными образцами. Особенно выделяется спектр плёнки, синтезированной с использованием метанола, отличающийся от других по оптическому поведению. Это различие, предположительно, связано с более выраженной аморфностью данной плёнки, что влияет на её коэффициент поглощения.

Существенным различием между использованными растворителями является их диэлектрическая проницаемость: для метанола — 32.6, для этанола — 24.3, а для 2-метоксиэтанола — 16.9. Параметр диэлектрической проницаемости играет ключевую роль в определении растворимости электролитических соединений. В рамках данного исследования было установлено, что соль $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ обладает наибольшей растворимостью в метаноле по сравнению с другими растворителями. Для повышения растворимости в этаноле и 2-метоксиэтаноле дополнительно вводилась вода, обладающая высокой диэлектрической проницаемостью (78.5).

Была выявлена закономерность: электрическое сопротивление обратнопропорционально интенсивности дифракционных максимумов с плоскостью ориентации (002). Снижение сопротивления при увеличении температуры отжига до 600 °C связано с улучшением кристаллической упорядоченности, как отмечается в литературных источниках, подчёркивающих зависимость между структурным качеством и степенью текстурированной ориентации. Рост температуры способствует увеличению размера кристаллитов до определённого предела, после которого наблюдается их уменьшение. Так как носители заряда рассеиваются на границах зёрен, увеличение размеров зёрен приводит к снижению количества межзеренных границ и, соответственно, уменьшению рассеяния носителей, что улучшает проводимость. Это также объясняет понижение сопротивления в плёнках, термообработанных при 600 °C.

Известно, что n-типа проводимость в нестехиометричном ZnO обусловлена междоузельными атомами цинка и вакансиями кислорода. Повышение температуры может приводить к ионизации этих дефектов, увеличивая концентрацию свободных носителей заряда. Однако при температуре выше 600 °C возможна аннигиляция кислородных вакансий, что влечёт за собой рост сопротивления. Кроме того, повышение температуры способствует десорбции кислорода с поверхности зёрен, что уменьшает

количество ловушек и тем самым также влияет на электрические характеристики материала.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках выполнения работы была реализована задача получения и комплексного исследования структуры оксидных полупроводников на основе оксида цинка (ZnO). Основное внимание было уделено изучению морфологии, кристаллической структуры и оптических свойств образцов, полученных разными методами синтеза.

В ходе исследования были решены следующие задачи:

Изучены основные физико-химические свойства оксида цинка и перспективы его применения в оптоэлектронных устройствах.

Проанализированы существующие методы синтеза ZnO и выбраны оптимальные для практической реализации: гидротермальный метод, метод золь-гель и метод распыления из раствора.

Проведены экспериментальные работы по синтезу оксида цинка с использованием указанных методов при варьировании технологических параметров.

Осуществлён комплексный анализ полученных материалов методами рентгеновской дифракции (XRD), сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии (SEM и TEM), а также спектроскопии в ультрафиолетовом, видимом и инфракрасном диапазонах (UV-Vis, PL, FTIR).

Экспериментальная часть работы позволила получить следующие *результаты*:

По данным рентгеноструктурного анализа установлено, что все исследованные образцы оксида цинка обладают гексагональной вюрцитной кристаллической решёткой, без примесей других фаз, что свидетельствует о высокой чистоте полученного материала.

Морфологические исследования методом сканирующей электронной микроскопии показали, что поверхность образцов, полученных гидротермальным способом, покрыта кристаллическими структурами различной формы и плотности распределения. Обнаружены преимущественно гексагональные и призматические образования, соответствующие структуре оксида цинка с вюрцитной решёткой. Наблюдается чередование зон плотной агрегации и участков с изолированными кристаллическими формированиями. Высота отдельных выростов достигает 4–6 мкм, что согласуется с характерными размерами кристаллов, формирующихся в условиях гидротермального синтеза. Поверхность обладает выраженным микрорельефом и развитой зернистой текстурой, указывающей на активное кристаллообразование. Зафиксированное наличие удлинённых столбчатых структур позволяет предположить направленный рост преимущественно вдоль кристаллографической оси [0001], что характерно для наностержневых морфологий ZnO. Полученные данные подтверждают, что гидротермальный метод обеспечивает формирование цинкоксидных наноструктур с развитой пространственной архитектурой.

Измерения оптических характеристик подтвердили наличие широкой запрещённой зоны ($\sim 3,3$ эВ) для всех синтезированных образцов, что соответствует требованиям к материалам для применения в оптоэлектронике.

Данные фотOLUMИнесцентного анализа свидетельствуют о высоком качестве кристаллической структуры синтезированного ZnO, при этом в отдельных образцах обнаружено характерное видимое свечение, связанное с наличием точечных дефектов, таких как вакансии кислорода и междоузельные атомы цинка.

Анализ полученных результатов показал хорошую согласованность с литературными данными, что подтверждает корректность выбранных методов синтеза и аналитики.

На основании проведённого исследования можно сделать следующие основные выводы:

Метод распыления из раствора позволяет получать однородные тонкие плёнки ZnO, пригодные для применения в солнечных элементах и фотодетекторах.

Гидротермальный метод эффективен для формирования однонаправленных наноструктур, перспективных для сенсорных применений и создания нанoeлектронных устройств.

Золь-гель метод отличается простотой и доступностью реализации, а также позволяет контролировать морфологию получаемых наноструктур.

Практическая значимость работы заключается в том, что синтезированные материалы обладают сочетанием высоких кристаллических и оптических свойств, что открывает широкие возможности для их дальнейшего использования в современных оптоэлектронных системах, сенсорах и фотокатализаторах.

В перспективе дальнейшие исследования могут быть направлены на оптимизацию условий синтеза с целью минимизации дефектов в кристаллической решётке ZnO, а также на разработку композиционных материалов на его основе для расширения функциональных характеристик.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мұқаш Ж.О. Исследование структуры и оптических свойств наноструктур ZnO, полученных различными методами синтеза: дис. ... магистр. — Алматы: Казахский национальный университет им. Аль-Фараби, 2021.
2. Вюрцит — Википедия [Электронный ресурс]. — URL: <https://ru.wikipedia.org/wiki/Вюрцит>
3. Lee J.H., et al. Sol-gel synthesis of ZnO nanoparticles for low-temperature process // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 2012. – Т. 95, №5. – С. 1671–1674.
4. Большая Российская Энциклопедия - <https://bigenc.ru/c/oksid-tsinka-88583a>
5. Shinde V. R., et al. Spray pyrolysis synthesized ZnO thin films for optoelectronic applications // *Applied Surface Science.* – 2018. – Т. 449. – С. 481–488.
6. Аль Рифаи. Микроструктура и оптические свойства нанонитей ZnO. — Журнал «Нанотехнологии». — 2018.
7. Ковальчук, И. И. Ультрафиолетовая спектроскопия полупроводников. — *Физика и техника полупроводников*, 2015.
8. Zhang Y., Zhu K. Advances in ZnO-based electron transport layers // *Nano Energy.* – 2020. – Т. 70. – С. 104–110.
9. Handbook of Sol-Gel Science and Technology: Processing, Characterization and Applications / Ed. Sumio Sakka, Springer, 2004. 1980 p.
10. Said Benramache et al., "Effect of Annealing Temperature on Structural, Optical and Electrical Properties of ZnO Thin Films Prepared by Sol-Gel Method", *Journal of Nano- and Electronic Physics*, 2018. [MDPI+2ResearchGate+2essuir.sumdu.edu.ua+2](https://www.researchgate.net/publication/328555522)
11. <https://i-pec.ru/info/pirolysis>Pyrolysis from A to Z (часть 1) // International Power Ecology Company. — URL: <https://i-pec.ru/en/useful-info/pyrolysis-from-a-to-z-part1>
12. Ali I., Khan I. A review of ZnO in solar cells // *Solar Energy Materials & Solar Cells.* – 2021.
13. Процесс_золь-гель_Википедия
14. Метод фотолюминесценции // *Научно-исследовательский парк Санкт-Петербургского государственного университета*
15. Доля, Н. А. Гидротермальный способ формирования кристаллической фазы в тонких пленках сульфида цинка / Н. А. Доля. — Текст : непосредственный // Молодой ученый. — 2010. — № 1-2 (13). — С. Т. 1. 132-135. — URL: <https://moluch.ru/archive/13/1114/> (дата обращения: 14.03.2025).
16. Журнал «Фотонные технологии». Применение FTIR-спектроскопии для оксидов металлов. — 2021.
17. Look D.C. Recent advances in ZnO materials and devices // *Mater. Sci. Eng. B.* – 2001. – Т. 80. – С. 383–387.
18. <https://npozp.ru/development/cvd>

19. Al Rifai S. A., Ryabtsev S. V., Smirnov M. S., Domashevskaya E. P., and Ivanov O. N., Synthesis of europium-doped zinc oxide micro- and nanowires // *Russian Journal of Physical Chemistry A*. – 2014. – V. 88. – P. 108–111.
20. Said Benramache et al., "Effect of Annealing Temperature on Structural, Optical and Electrical Properties of ZnO Thin Films Prepared by Sol-Gel Method", *Journal of Nano- and Electronic Physics*, 2018.
21. Источник об УФ-светодиодах на основе ZnO // Журнал нанотехнологий. – 2021. – №3. – С. 45–49.
22. Обзор фотодетекторов на основе ZnO // *Sensors and Actuators*. – 2020. – Т. 18. – С. 120–125.
23. Использование ZnO в солнечных элементах // *Solar Energy Materials*. – 2022. – Т. 140. – С. 65–72.
24. Wang Z. L. Nanostructures of zinc oxide // *Materials Today*. – 2004. – Т. 7, №6. – С. 26–33.
25. Белоусов А.Л. Фотолюминесцентная спектроскопия наноматериалов. — *Современная наука*, 2020.
26. Википедия – метод осаждения.
<https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9E%D1%81%D0%B0%D0%B6%D0%B4%D0%B5%D0%BD%D0%B8%D0%B5>
27. Rani S., Sahare P. D. Recent progress in ZnO nanostructures and thin films // *Materials Today: Proceedings*. – 2021. – Т. 47. – С. 421–428.
28. Pyrolysis from A to Z (часть 1) // International Power Ecology Company.
29. Özgür Ü., et al. A comprehensive review of ZnO materials and devices // *J. Appl. Phys.* – 2005. – Т. 98. – С. 041301.
30. Bano N., et al. Synthesis and characterization of ZnO nanostructures // *Journal of Nanomaterials*. – 2016.
31. Singh A., et al. ZnO nanomaterials: synthesis and applications // *Nanoscience and Nanotechnology Letters*. – 2017.
32. Баймагамбетов А.К. Исследование структуры и свойств тонкоплёночных материалов ZnO // *Вестник КазНУ*. — 2022.
33. Rahman M.M. Low-temperature ZnO thin films for UV detectors // *Sensors and Actuators A*. – 2020.
34. Kumar A. Synthesis of ZnO nanoparticles by precipitation method // *Materials Today: Proceedings*. – 2019.
35. Patil P. S. Versatility of chemical spray pyrolysis technique // *Materials Chemistry and Physics*. – 1999.
36. Babar A.R., et al. Influence of sol-gel parameters on ZnO thin films // *Ceramics International*. – 2021.
37. Pimentel A., et al. Sol-gel ZnO films: influence of precursor and annealing // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2018.
38. Ким В.Н. Химические методы синтеза наноматериалов. — Москва: Наука, 2020. — 280 с.

39. Djurišić A.B., Leung Y.H. Optical properties of ZnO nanostructures // *Small*. — 2006. — Vol. 2, No. 8–9. — P. 944–961.
40. Liu B., Zeng H.C. Hydrothermal synthesis of ZnO nanorods in the diameter regime of 50 nm // *Journal of the American Chemical Society*. — 2003. — Vol. 125, No. 15. — P. 4430–4431.
41. Janotti A., Van de Walle C.G. Fundamentals of zinc oxide as a semiconductor // *Reports on Progress in Physics*. — 2009. — Vol. 72. — P. 126501.
42. Амиров К.Х., Султанов В.Х. Исследование оптических свойств тонких пленок ZnO // *Журнал прикладной спектроскопии*. — 2020. — Т. 87, №1. — С. 91–96.
43. Ghosh M., Basak D. ZnO–CdS core–shell nanorods: Synthesis and enhanced photocatalytic activity // *Journal of Physical Chemistry C*. — 2009. — Vol. 113, No. 36. — P. 16594–16600.
44. Андрианова Е.А., Селиванов Е.И. Золь-гель синтез и структурные характеристики пленок ZnO // *Физика твердого тела*. — 2019. — Т. 61, №5. — С. 885–890.
45. Bhosale M.A., Mahadik M.A., Pawar S.M., et al. Spray pyrolysis deposition of ZnO thin films: A review // *Journal of Semiconductors*. — 2020. — Vol. 41, No. 11. — P. 112802.
46. Кузнецов В.Н., Чижов В.Н. Особенности гидротермального роста наноструктур ZnO // *Нанотехнологии в России*. — 2018. — Т. 13, №3–4. — С. 183–188.
47. Sharma A., Tomar M., Gupta V. UV photodetector based on ZnO thin film synthesized by spray pyrolysis // *Sensors and Actuators A: Physical*. — 2014. — Vol. 210. — P. 23–28.
48. Хуснутдинов Р.Р., Салахутдинов И.Т. Получение наноструктур ZnO методом золь-гель и исследование их морфологии // *Вестник Казанского технологического университета*. — 2021. — Т. 24, №3. — С. 62–66.

ӘОЖ 620.5

**ӨТПЕЛІ МЕТАЛДАР НЕГІЗІНДЕГІ ХАЛЬКОГЕНИДТІ НАНОМАТЕРИАЛДАРДЫ
ГИДРОТЕРМАЛДЫҚ ӘДІСПЕН СИНТЕЗДЕУ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ҚАСИЕТТЕРІН
ЗЕРТТЕУ**

Тәсібек А.¹, Жумадилова А.¹

Ғылыми жетекші: Кемелбекова А.Е.

¹ Қ.И. Сәтбаев атындағы ҚазҰТЗУ, ЖШС ФТИ, Алматы, Қазақстан

e-mail: a.kemelbekova@sci.kz

Международная научная конференция студентов и молодых ученых
«ФАРАБИ ӘЛЕМІ»