(10). Tarricq Y., Soubiran C., Casamiquela L., Cantat-Gaudin T., Chemin L., Anders F., et al. 3D kinematics and age distribution of the open cluster population. Astronomy & Astrophysics. 2021, vol. 647. A19.

Сиддиков Рустамжон Уктамович (старший преподаватель, Кокандский государственный университет; E-mail: sidrus1073@mail.ru; ORCID: 0000-0001-9350-9284),
Сулаймонов Хусанбой Маннопович (Dsc, старший преподаватель кафедры физики, Ферганский государственный технический университет; E-mail: xusanboy.sulaymonov@gmail.com; ORCID: 0000-0003-0790-1584),
Юлдашев Носиржон Хайдарович (д.ф.-м.н., профессор кафедры физики, Ферганский государственный технический университет; E-mail: uzferfizika@mail.ru; ORCID: 0000-0003-0226-3528; SPIN-код: 6884-1461)

ТЕХНОЛОГИЯ И МИКРОСТРУКТУРА ТЕНЗОЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ПЛЕНОК $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$

Аннотация. *В данной работе исследуются некоторые аспекты технологии изготовления и топологической микроструктуры тензорезистивных поликристаллических пленок твердого раствора $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$. С помощью электронной дифрактометрии и микрофотографий поверхности и поперечного скола анализируется влияние технологических факторов на микроструктуру и чувствительность пленок к деформации. На основе комбинации полученных экспериментальных данных предложен механизм формирования сети микротрещин в поликристаллических пленках $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$, объясняющий высокую тензочувствительность. Показано, что из-за неоднородности состава возникает внутреннее механическое напряжение, приводящее к образованию как поверхностных, так и объемных сетей микротрещин, которые разделяют пленки на ряд отдельных проводящих блоков, а резкие изменения их количества и состояния контакта при внешней деформации вызывают эффект аномально высокой чувствительности к деформации.*

Ключевые слова: *тензорезистивные пленки $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$, технологии изготовления, микроструктуры поверхности и поперечного скола, внутреннее напряжение, сети микротрещин, коэффициент тензочувствительности.*

$(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ TENZOSEZGIR PLYONKALARINING TEXNOLOGIYASI VA MIKROSTRUKTURASI

Annotatsiya. *Mazkur ishda $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ qattiq eritmasi asosidagi tenzorezistiv polikristallik plyonkalarning olish texnologiyasi va topologik mikrostrukturasi tadqiq qilingan. Elektron difraktometriya usuli hamda sirt va ko'ndalang kesim mikrofotosuratlarini tahlil qilish orqali texnologik omillarning plyonkalarning mikrostrukturasi va deformatsiyaga sezgirlik xususiyatlariga ta'siri o'rganildi. Olingan eksperimental natijalarni kompleks tahlil qilish asosida polikristallik $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ plyonkalarida mikro yoriqlar tarmog'ining shakllanish mexanizmi taklif qilindi. Ushbu mexanizm plyonkalarning yuqori tenzosezgirlik xususiyatini tushuntirish imkonini beradi. Aniqlanishicha, kimyoviy tarkibning bir jinsli emasligi ichki mexanik kuchlanishlarning yuzaga kelishiga olib keladi va natijada sirt hamda hajmiy mikro yoriqlar tarmoqlari hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan mikro yoriqlar tarmog'i plyonkani alohida elektr o'tkazuvchi bloklarga ajratadi. Tashqi deformatsiya ta'sirida ushbu bloklar orasidagi kontaktlar soni va holatining keskin o'zgarishi elektr qarshilikning sezilarli o'zgarishiga olib keladi hamda anomal yuqori tenzosezgirlik effektini yuzaga keltiradi.*

Kalit so'zlar: *tenzorezistiv plyonkalar, $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$, olish texnologiyasi, sirt va ko'ndalang kesim mikrostrukturasi, ichki mexanik kuchlanishlar, mikroyoriqlar tarmog'i, tenzosezgirlik koeffitsiyenti.*

TECHNOLOGY AND MICROSTRUCTURE OF STRAIN-SENSITIVE $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ FILMS

Annotation. *This work investigates the technological aspects of fabrication and the topological microstructure of strain-sensitive polycrystalline $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ solid-solution films. The influence of technological parameters on the microstructure and strain sensitivity of the films was studied using electron diffraction analysis as well as microscopic examination of surface morphology and cross-sectional fracture images. Based on the combined analysis of experimental results, a mechanism for the formation of a microcrack network in polycrystalline $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ films is proposed to explain their enhanced strain sensitivity. It was demonstrated that compositional inhomogeneity generates internal mechanical stresses, resulting in the formation of both surface and bulk microcrack networks. These microcrack networks divide the film into a set of electrically conductive blocks, while deformation-induced changes in the number and state of interblock contacts cause pronounced variations in electrical resistance, leading to an anomalously high strain sensitivity effect.*

Keywords: *strain-sensitive films, $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$, fabrication technology, surface and cross-sectional, microstructure, internal mechanical stress, microcrack networks; gauge factor.*

Введение. Узкозонные полупроводники теллуридов висмута (Bi_2Te_3) и сурьмы (Sb_2Te_3) со слоистой кристаллической структурой [1,2] широко применяются в качестве термоэлементов, инфракрасных (ИК) фотодетекторов, топологических изоляторов [1-4] и высокочувствительных тензодатчиков [2,5]. Особый интерес к данным материалам обусловлен ещё и использованием их в устройствах спинтроники и гибких электронных системах [6,7]. В последнее время особую актуальность приобретает изучение влияния механических деформаций на электронную структуру и транспортные свойства пленочных образцов Bi_2Te_3 и Sb_2Te_3, т.к. деформационные воздействия существенно модифицируют их зонную структуру и морфологию поверхности, что приводит к сильному изменению концентрации и подвижности носителей заряда, а также оптических характеристик [2,5]. Понимание этих эффектов критически важно для разработки деформационно-чувствительных сенсоров, гибких термоэлектрических устройств и оптоэлектронных приборов нового поколения.

Широко распространенным способом получения пленок Bi_2Te_3 является вакуумное осаждение их при температуре 100–200^{0}С. Свежеприготовленные пленки, как правило, обладают слабыми устойчивыми параметрами. Эффективным способом варьирования свойств пленок является их термическая обработка (ТО) в вакууме, на воздухе, под шихтой, содержащей различные хлориды и др. В процессе ТО наряду с изменениями электрофизических свойств происходят и изменения фазового состава, параметров кристаллической решетки, преобладающей ориентации кристаллитов, размеры блоков и микродеформации решетки. Однако в настоящее время детально не выяснены вопросы влияния структурных несовершенств на тензоэлектрические свойства. Данные по исследованию субструктуры, состава пленок Bi_2Te_3 в литературе отсутствуют. Субструктура пленок в основном определяется в направлении, перпендикулярном к подложке. Поэтому комплексное исследование субструктуры и электрофизические свойства пленок весьма перспективно как в научном, так и прикладном аспекте. Результаты исследования субструктуры могут быть использованы для разработки технологии получения пленок с заданными свойствами, для повышения стабильности и воспроизводимости их параметров. Поэтому исследование изменений несовершенств структуры, электрофизических свойств в зависимости от технологических факторов изготовления является актуальной задачей.

В данной работе рассмотрены некоторые вопросы технологии изготовления и топологические микроструктуры поверхности тензорезистивных поликристаллических пленок твердого раствора $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$, существенно определяющие их электрофизические и тензочувствительные свойства. Показано, что с ростом скорости испарения при постоянной температуре подложки (или наоборот) увеличивается размер зерен D в пленках, что сопровождается появлением флуктуаций интенсивности на электронных дифракционных кольцах, а в микрофотографиях поверхности и поперечного скола пленок при толщинах $d \geq 3$ мкм обнаруживаются сети микротрещин, направленных параллельно и под небольшими углами к поверхности подложки. На основе полученных экспериментальных данных предложен механизм аномально высокой тензочувствительности поликристаллических пленок $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$.

Технология, методы и результаты исследования. Образцы для тонкого изучения микроструктуры и исследования тензорезистивных свойств изготовили по методике, изложенной в [2]. Заданное количество материала (~500 мг) $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ с определенным значением x испарялось из танталовой лодочки в промышленной установке ВУП-5М. Сначала пленки толщиной около 1000 Å конденсировали на углеродные подложки, а затем выращивали пленки с размерами 5х10 мм^2, толщинами d=4–10 мкм. Изучали влияние скорости конденсации W и температуры подложки $T_п$ на структуру и фазовый состав пленок. Скорость конденсации слоев составляла ~200 Å/с при $T_п$ = 50, 150°С и 80, 200, 450 Å/с при $T_п$= 90°С.

Температура испарителя измерялась оптическим пирометром, в ряде случаев – приваренной в нижней центральной части испарителя хромель-алюмелевой термопарой. Временная стабильность температуры испарения автоматически контролировалась по величине пропускаемого через испаритель тока. Подложка из полиамидной пленки ПМ-1, слюды или дюралюминия устанавливалась на расстоянии h=45–55 мм от испарителя, для достижения оптимальных тензометрических свойств. Нагрев подложек осуществлялся специальными электронагревателями и контролировался автоматическим мостом. Подложки, испарители и элементы под колпачного устройства обраба-

тывались азотным раствором. Для стабилизации параметров свежеприготовленные образцы подвергались дополнительному обжигу в вакууме, на воздухе
при 500 К или при пропускании импульсов тока. Толщина напыляемых слоев определялась интерферометром МИИ-4, а скорость напыления рассчитывалась по известным значениям толщины и времени напыления пленок.

Предварительный анализ показывает, что полученные пленки Bi_2Te_3–Sb_2Te_3 являются поликристаллическими p-типа проводимости; с ростом толщины пленок до d~0,20–0,25 мкм размер зерна пленок увеличивается до ~0,85 мкм, а шероховатость возрастает. Оказывается, что при толщинах d ≥ 3 мкм начинают образоваться сети микротре-щин в пленках (рис. 1). При дальнейшем росте толщины число микротрещин в пленке растет (рис. 1, *б*), объем пленки оказывается разделенным этими трещинами на ряд отдельных проводящих блоков. Микротрещины в пленке могут во-никнуть, если в процессах конденса-ции или термообработки происходят структурно-фазовые превращения в твердом состоянии, сопровождающиеся изменением объема, следовательно, приводящие к большим внутренним механическим напряжениям, что согласуется с особенностями испарения сплава $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ и результатами анализа химического состава пленки [8-10]. Очевидно, что причина возникновения микротрещин является следствием возникновения упругих напряжений, которые превышают предел прочности пленок. Трещины, перпендикулярные поверхности, могут образовываться из-за различия коэффициентов теплового расширения пленки и подложки. Образование трещин параллельных поверхности внутри объема пленки на первый взгляд кажется странным. Однако это можно понять, если учесть, что химический и фазовый состав из-меняется по толщине пленки. На основании совокупности полученных результатов предложена модель возникновения сети микротрещин в пленках, полученных испарением в вакууме соединения $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$.

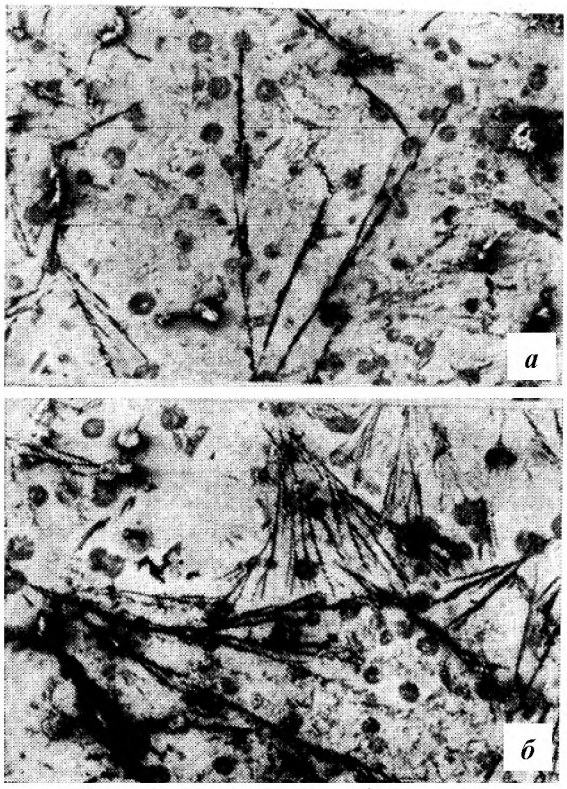


Рис. 1. Проявление образования сети микротрещин в электронной микрофотографии (x10 000) свежеприготовленных пленок $(Bi_{0,25}Sb_{0,75})_2Te_3$ при толщинах d=3 мкм (а), d=4 мкм (б). $T_п$=90^{0}C, W=200 Å/с.

Известно [1], что в пленках, состав которых соответствует смесям $Me+M_2Te_3$, может происходить распад метастабильных твердых растворов на основе $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ с узкой областью гомогенности в более стабильный твердый раствор β- или γ-модификации, которая в зависимости от содержания обычно сопровождается изменением удельного объема пленки, что приводит в конечном случае к появлению в ней механических напряжений и образованию в пленке системы микротрещин. Система микротрещин делит пленку на отдельные микроблоки, контактирование между которыми и обеспечивает, на наш взгляд, высокие значения КТЧ.

Для оценки величины возможных объемных эффектов в пленках нами рассчитаны средние атомные объемы всех известных кристаллических фаз системы Bi-Sb-Te, полученные делением объема элементарной ячейки на число атомов в ней (Таблица 1).

Таблица 1

	$Bi_{10}Te_8$	Sb_2	Te_2	Bi_2	$SbTe_2$	Sb_2Te_3	Sb_3Te_3	Bi_2Te_3	Bi_4Te_3
$V_{ср}$, Å^3	30,0	34,1	35,4	32,1	31,2	30,7	33,8	33,5	34,3
a, Å	4,31	4,46	4,54	4,28	4,26	4,26	4,38	4,40	4,47
c, Å	11,2	11,85	11,8	30,4	23,8	17,6	30,5	24,0	119,0
N	6	6	6	15	12	9	15	12	60

Все фазы исследуемой системы имеют ромбоэдрическую или гексагональную структуру. Атомные объемы рассчитывались по формуле [1]

$$V_{am} = \sqrt{3}ca^2 / 2N \ , \qquad (1)$$

где c и a- параметры гексагональной элементарной ячейки; N-число атомов в ней. Параметры гексагональных элементарных ячеек химических элементов взяты из [1]. Различие атомных объемов кристаллических фаз достигает 15%. Ясно, что при фазовых превращениях такие объемные эффекты приводят к образованию значительных упругих напряжений в пленке. Так как атомы Bi и Sb замещают друг друга в соединениях системы Bi-Sb-Te, то для данной кристаллической структуры средний атомный объем зависит от соотношения концентраций этих элементов. Можно сделать вывод, что изменение химического состава по толщине существенно влияет на напряженное состояние пленок, причем значительную роль здесь играет выделение кристаллических фаз теллура вблизи подложки и сурьмы вблизи поверхности, так как атомные объемы различаются на 13,7%. Таким образом, напряжения, возникающие в процессе конденсации и термообработки пленок, обусловлены структурно-фазовой и химической неоднородностью пленок по толщине. Эти напряжения являются основной причиной возникновения трещин как параллельных, так и перпендикулярных поверхности пленки. Так как температура подложки $T_п$ и скорость конденсации W влияют на химический и фазовый состав пленок, ясно, что от этих параметров зависят также и упругие напряжения в пленках. Зависимость размера зерен в пленках $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ от $T_п$ и W, по всей вероятности, не является определяющим параметром коэффициента тензочувствительности.

Заключение. Разработана технология получения тензорезистивных пленок $(Bi_xSb_{1-x})_2Te_3$ с x=0,25 методом термического испарения из танталовой лодочки заданного количества (~500 мг) исходного материала смеси порошков (Bi_2Te_3) и (Sb_2Te_3) на полиамидные, дюралюминиевые и слюдяные подложки, нагретые до температуры 320–420 К в промышленной установке ВУП-5М, и подвергнутых последующему отжигу при 400 К. Впервые предложен механизм аномально высокой тензочувствительности пленок Bi_2Te_3–Sb_2Te_3, заключающийся в образовании за счет внутренних механических напряжений сети микротрещин, разделяющих пленки на ряд отдельных проводящих блоков, и сверхчувствительности изменения их количества и состояния контактирования под внешней деформации.

Список использованной литературы:

[1] . Гольцман Б.М., Кудинов В.В., Смирнов И.А. Полупроводниковые термоэлектрические материалы на основе Bi_2Te_3. М., “Наука”, 1972, 320 с.

[2] . Абдуллаев Э.А., Юлдашев Н.Х. Эффект пьезосопротивления в халькогенидах свинца и висмута. Ч.1. Ташкент, «Фан», 1989, 182 с.

[3] . Park J., Lee S., Kim B.H., Kim J.S. (2015). Reversible Fermi level tuning of a Sb_2Te_3 topological insulator by structural deformation. Nano Letters, 15(6), p. 3820–3826. https://doi.org/10.1021/ACS.NANOLETT.5B00553

[4] . S.J.Youn, A.J.Freeman. Quasiparticle band gap in the topological insulator Bi2Te3. Phys. Rev. B 63, 085 112 (2001). https: //link.aps.org › doi › Phys.Rev. 88.165135/

[5] .Shneck R., Nemov S., Drachev V.P., Chernyak L., and Dashevsky Z. (2021). Generation of 30 kbar hydrostatic pressure in Bi_2Te_3 thin films by uniaxial deformation and its effect on the band structure. Physical Review B, 104(11), 115137. https://doi.org/10.1103/PHYSREVB.104.115137

[6] . Lorenzi B., Marini M., Dimaggio E., Zampini F., Soci C., Pennelli G., & Narducci D. (2020). Self-powered broadband photo-detection and persistent energy generation with junction-free strained Bi_2Te_3 thin films. Optics Express, 28(16), 23191-23204. https://doi.org/10.1364/OE.399040

[7] . Inamoto T., Takashiri M., Nishino Y., & Ito K. (2016). Experimental and first-principles study of the electronic transport properties of strained Bi_2Te_3 thin films on a flexible substrate. Journal of Applied Physics, 120(12), 125105. https://doi.org/10.1063/1.4963875

[8] . Сулаймонов Х.М., Умаров М.Г., Юлдашев Н.Х. Тензочувствительность поликристаллических пористых пленок. Актуальные проблемы современной науки. Россия. 2015, № 4, с. 149–151.

[9] . Sulaymonov Kh.M., Yuldashev N.Kh. Effect of Internal Stresses on the Static Strain Characteristics of p- Composite Films. Journal of surface investigation: X-RAY, synchrotron and neutron techniques, 2016, vol.10, № 4, pp. 52–56.

[10] . Mamadieva D.T., Sulaymonov Kh.M., Siddikov R.U., Yuldashev N Kh. Investigation of Tensoelectric and Dielectric Properties of Bi2Te2-Bi2Sb2 Solid Solution Films under Microwave Field Exposure. Journal of Applied Mathematics and Physics -USA, vol. 13, № 12, 2025, p. 4548–4566.