بررسی زمان لایه نشانی بر ویژگی‌های اپتیکی و الکتروکرومیکی لایه‌های نازک NiO

هوشیار، محبوبه؛ ابارشی، افسانه

گروه فیزیک، دانشگاه شهید بهشتی، تهران

چکیده

در این تحقیق، خواص اپتیکی و الکتروکرومیکی لایه‌های نازک اکسید نیکل (NiO) به‌روش رسوب حمام شیمیایی برحسب تابعی از زمان لایه‌نشانی (10، 20، 30، 40 و 50) دقیقه بر روی زیرلایه فلورین تین اکسید بررسی شده است. ویژگی‌های الکتروکرومیکی و اپتیکی از قبیل؛ طیف عبور، بازده رنگی و چرخه ولتامتری در دو حالت رنگی و بی‌رنگ را برای هر یک از فیلم‌ها در الکترولیت LiClO4-PC بررسی شده و مشاهده شد که با افزایش زمان لایه‌نشانی ویژگی‌های الکتروکرومیکی لایه‌ها افزایش می‌یابد.

The investigation of annealing time on optical and electrochromic properties NiO thin films

Houshiar, Mahboubeh; Abareshi, Afsaneh

Department of Physics, shahid beheshti University, Tehran, Iran [1,2]

Abstract

In this research, WO3Thin films were deposited on flourin tin oxide by Chemical bath deposition. NiO films has been evaluated as a function of the annealing time(10,20,30,40,50 min).
The electrochromic and optical properties were investigated for NiO thin films in a nonaqueous LiClO4-PC electrolyte in colored and bleached states by means of optical transmittance,colored efficiency, cyclic voltammetry measurement and was showed that films electroptical properties improved with increasing deposition time.

PACS No.78.20

مقدمه

مواد الکتروکرومیک موادی هستند که می‌توانند تحت اعمال میدان الکتریکی رنگ خود را به‌طور برگشت‌پذیر تغییر دهند. مواد الکتروکروم به‌طور کلی به دو دسته: اکسید فلزات واسطه و مواد آلی، تقسیم می‌شوند. مواد معدنی دو نوع فرآیند رنگی شدن را نشان می‌دهند: رنگی شده کاتدی و رنگی شده آندی [1]. ترکیبات نیکل در قطعات الکتروکرومیک، سرامیک‌های رنگی، کاتالیست‌های واکنش شیمیایی و باتری‌ها کاربرد دارند [2]. اکسید نیکل (NiO) یک ماده الکتروکرومیک آندی می‌باشد که در ساخت قطعات الکتروکرومیک کاربرد بسیار دارد. فیلم‌های اکسید نیکل در حالت کاهش رنگ خود را از دست می‌دهند و در حالت اکسایش به رنگ قهوه‌ای تیره تبدیل می‌شوند.در نتیجه می‌توانند به عنوان الکترود شمارنده در مقابل لایه‌ی رنگی کاتدیک استفاده شوند. در سال‌های اخیر، این ماده به‌دلیل توان مصرفی کم، بازده رنگی بالا و تأثیرات حافظه تحت شرایط مدار باز، توجه بسیاری را به‌خود جلب کرده است [2]. فیلم‌های نازک اکسید نیکل را با استفاده از روش‌های گوناگونی می‌توان لایه‌نشانی کرد. برخی از این روش‌ها عبارتند از؛ رسوب حمام شیمیایی، اسپاترینگ RF ، الکترونباشت آندی، سل ژل، اسپری پایرولیزیز، لایه‌نشانی شیمیایی و ...[3]. در این پژوهش از روش رسوب حمام شیمیایی استفاده

شده است که از لحاظ هزینه پایین و نیز امکان لایه‌نشانی در ابعاد بزرگ روش مناسب‌تری محسوب می‌شود.

نحوه انجام آزمایش:

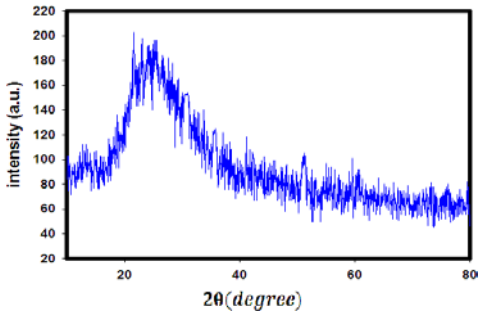
تهیه لایه نازک اکسید نیکل به‌روش رسوب حمام شیمیایی

برای تهیه لایه نازک اکسید نیکل، 4/022 گرم پودر سولفات نیکل (با خلوص 99٪) را با 14 میلی‌لیتر آب مقطر در یک بشر 25 میلی‌لیتری توسط یک چرخنده مغناطیسی مخلوط می‌کنیم، سپس 0/8 گرم پودر پتاسیم پرسولفات (برای آنالیز) را به آن اضافه می‌کنیم. پس از این‌که، این مواد به‌طور کامل در آب مقطر حل شدند، 2 میلی‌لیتر آمونیاک 25٪ به محلول اضافه می‌کنیم. رنگ محلول بر اثر اضافه کردن آمونیاک از سبز روشن به رنگ آبی تیره تغییر می‌کند. حال سمت نارسانای زیرلایه فلورین تین اکساید (FTO) تمیز شده به ابعاد 2/5 cm× 2/5 cm، با چسب نواری پوشانده می‌شود تا از لایه‌نشانی در نواحی غیررسانا جلوگیری گردد. سپس زیرلایه FTO را به‌طور عمود در این محلول که تحت هم‌زدن مداوم با سرعت 750 rpm است به مدت‌های 10 تا 50 دقیقه در دمای 20℃ قرار داده می‌شود. در نهایت زیرلایه از محلول برداشته و در ظرفی که حاوی آب مقطر است فرو برده و بیرون آورده می‌شود، سپس چسب نواری از زیرلایه جدا شده و زیرلایه لایه‌نشانی شده در کوره با دمای 75℃ به مدت 10 دقیقه خشک شده و در دمای 300℃ بازپخت می‌شود [4].

بررسی و تحلیل داده‌ها:

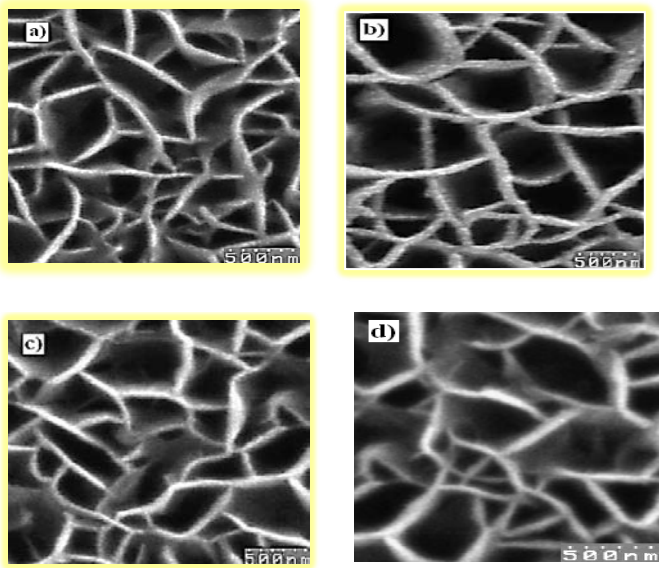
بخش اول: بررسی خواص ساختاری لایه‌ها

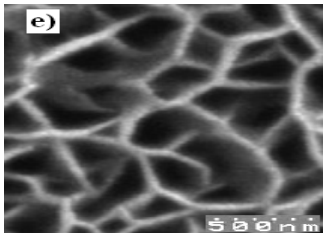
داده‌های XRD (شکل 1) نشان‌دهنده ساختار مکعبی برای لایه نازک اکسید نیکل می‌باشد و نیز با بررسی طیف XRD برای نمونه‌های تهیه شده با زمان لایه‌نشانی متفاوت نشان می‌دهد که با افزایش زمان لایه نشانی ساختار لایه تغییر نکرده است.



شکل1: طیف XRD لایه نازک اکسید نیکل به روش رسوب حمام شیمیایی.

به‌منظور مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها، تصویربرداری SEM انجام شده است. شکل 2 تصویر SEM نمونه‌های NiO را در مقیاس 500nm نشان می‌دهد. چنانچه در این تصاویر دیده می‌شود با افزایش زمان لایه‌نشانی تغییر محسوسی در مورفولوژی سطح نمونه‌ها رخ نداده است و تمامی نمونه‌ها دارای ساختار متخلخل هستند زیرا لایه‌نشانی در شرایط محلول ساکن انجام شده است.

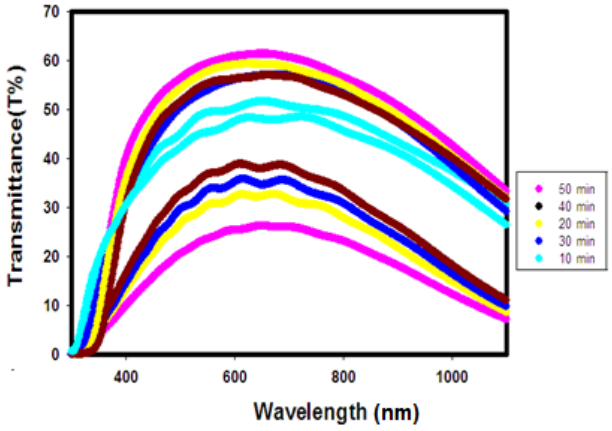




شکل 2: تصویر SEM نمونه‌های NiO با زمان لایه‌نشانی a) 10min، b) 20min، c) 30min، d) 40min و e) 50min .

بخش دوم: بررسی خواص اپتیکی لایه‌ها

شکل3 طیف عبور را برای هریک از فیلم‌های NiO در دو حالت رنگی و بی‌رنگ، در ناحیه طول موج بین 300-1100 نانومتر که توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر uv-1800 اندازه‌گیری شده، نشان می‌دهد. در این طیف، با افزایش زمان لایه نشانی میزان تغییر عبور نیز افزایش یافته است (جدول1). پس میتوان نتیجه گرفت که بهترین زمان لایه‌نشانی برای فیلم نازک NiO برابر با 50 دقیقه حاصل شده زیرا قطعات الکتروکروم باید تغییر عبور بالایی را از خود نشان دهند.



شکل 3: طیف عبوری برای لایه‌های NiO در زمان‌های لایه‌نشانی متفاوت در دو حالت رنگی و بی‌رنگ.

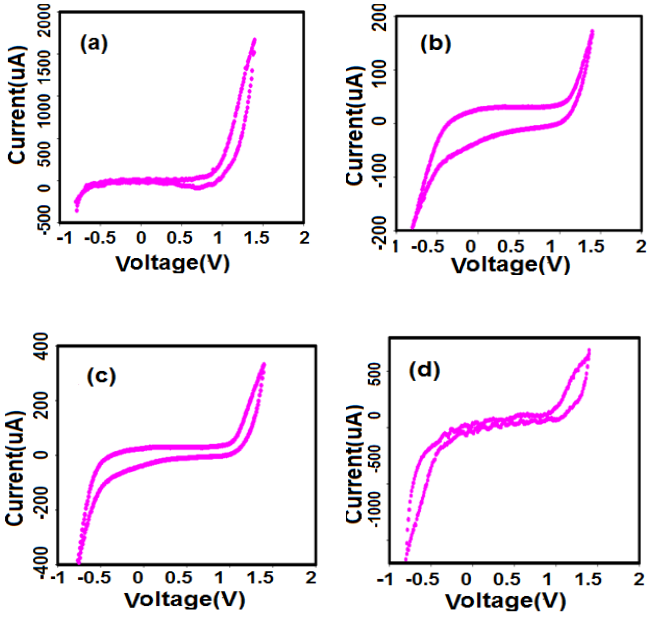
بخش سوم: بررسی چرخه ولتامتری

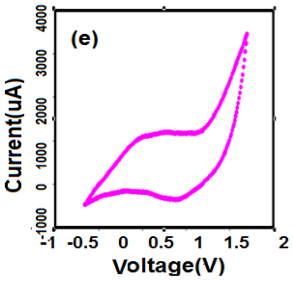
شکل4 منحنی ولتامتر چرخه‌ای فیلم‌های NiO با زمان لایه‌نشانی 10min، 20min، 30min، 40min، 50min را نشان می‌دهد. با توجه به این شکل می‌توان دریافت که با افزایش زمان لایه‌نشانی، مساحت چرخه ولتامتر افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده میزان بار مبادله شده بیشتر است. در نتیجه میزان بازده رنگی نمونه‌ها نیز با افزایش زمان لایه‌نشانی افزایش می‌یابد. با استفاده از فرمول‌های 1 و 2 و نیز با داشتن میزان تغییرات عبور، تغییر چگالی نوری و بازده رنگی (CE) برای این نمونه‌ها محاسبه کردیم که نتایج حاصل از آن‌ها در جدول 1 آمده است.

$$\Delta OD = \mathrm{Log}\frac{T_b}{T_c} \qquad (1)$$

$$CE\ (\lambda) = \eta = \frac{\Delta OD(\lambda)}{q} \qquad (2)$$

که در معادله (1)، T_b و T_c به ترتیب معرف میزان عبور نمونه در حالت بی‌رنگ ورنگی است و $\Delta OD(\lambda)$ نشان‌دهنده‌ی تغییر در چگالی نوری مواد در طول موج λ است که از بار منتقل شده در واحد سطح حاصل می‌شود .





شکل4: تصویر CV نمونه‌های NiO با زمان‌های مختلف لایه‌نشانی a) 10min، b) 20min، c) 30min، d) 40min و e) 50min.

جدول1: تغییرات عبور، تغییر چگالی نوری و بازده رنگی در طول موج 633 nm برای نمونه‌های NiO با زمان‌های لایه‌نشانی متفاوت.

زمان لایه‌نشانی (min)	***50***	***40***	***30***	***20***	***10***
تغییر عبور (ΔT%)	34/54	26/9	21/12	18/02	**4/74**
تغییر چگالی اپتیکی (ΔOD)	0/36	0/263	0/20	0/168	**0/041**
بازده رنگی CE(cm^2/c)	21/65	15/82	12/02	10/11	**2/57**

نتیجه گیری

پس از لایه نشانی فیلم اکسید نیکل به روش رسوب حمام شیمیایی مشاهده شد که طیف XRD نمونه‌ها نشان دهنده ساختار مکعبی برای هریک از فیلم‌ها است و نیز با مقایسه تصاویرSEM نمونه‌ها مشاهده شد که زمان لایه‌نشانی تأثیر فاحش و مشخصی بر مورفولوژی سطح لایه‌ها ندارد. ولی اندازگیری طیف عبور نمونه‌ها نشان داد که تغییر عبور بالای ٪34/54 ، در طول موج 633 نانومتر، برای فیلم نازک اکسید نیکل با زمان لایه نشانی 50 دقیقه با موفقیت به‌دست آمد. مساحت منحنی ولتامتر چرخه‌ای نیز با افزایش زمان لایه‌نشانی افزایش یافته است. هم‌چنین با افزایش زمان لایه‌نشانی طیف عبور اپتیکی، تغییر چگالی اپتیکی و بازده رنگی نمونه‌ها روند افزایشی داشته است. بنابراین بهترین زمان لایه نشانی برای ساخت لایه نازک اکسید نیکل، به عنوان یک قطعه الکتروکرومیک آندی، پس از 50 ثانیه حاصل گردید.

مرجع‌ها

[1]. A.I. Inamdara, A.C. Sonavaneb, S.M. Pawarc, YoungSam Kima, J.H. Kimc, P.S. Patilb, Woong Junga, Hyunsik Ima, Dae-Young Kimd, Hyungsang Kime, “ Electrochromic and electrochemical properties of amorphous porous nickel hydroxide thin films”, Applied Surface Science 257 (2011) 9606–9611.

[2]. “Electrochromic Properties of Solgel NiO – based films”, in Physics, Faculty of Graduate Studies, AnNajah National University, Nablus, Palestine. 2012

[3]. A.C. Sonavanea, A.I. Inamdara,b, P.S. Shindea, H.P. Deshmukhc, R.S. Patila, P.S. Patil; “Efficient electrochromic nickel oxide thin films by electrodeposition”, Journal of Alloys and Compounds 489 (2010) 667–673.

[4]. H. Huang, J. Tian, W.K. Zhang, Y.P. Gan, X.Y. Tao, X.H. Xia, J.P. Tu,” Electrochromic properties Of porous NiO thin film as a counter electrode for NiO/WO_3 complimentary electrochromic windows,Electrochimica Acta 56(2011),Pages 4281-4286.