مقاله نامه ششمین کنفرانس ملّی خلأ ایران
دانشگاه شهید چمران اهواز
۱۶ و ۱۷ بهمن ماه ۱۳۹۲

تاثیر شار گاز واکنشگر برنانو ساختاراکسید قلع(SnO_2) سنتز شده در شرایط خلاء به روش(CVD)

ملکان ، امید[۱] ؛هراتی زاده، حمید[۱] ؛محمدیان،جواد[۱]
[۱] شاهرود،بلوار دانشجو، دانشگاه صنعتی شاهرود، دانشکده فیزیک

چکیده

مواد نانو ساختار به خاطر ویژگی های منحصر به فردی که نسبت به ساختارهای غیر نانویی از خود نشان می دهند کاربردهای ویژه‌ای در صنایع مختلف را به خود اختصاص داده‌اند. به همین منظور نانو میله های اکسید قلع(SnO_2) به روش CVD و در شرایط خلاء برای کاربری در حسگرهای گازی صنعتی سنتز شده‌اند. در این تحقیق اثر تغییر شار گاز واکنشگر (O_2) و تاثیر آن در مورفولوژی نانو ساختارهای اکسید قلع مطالعه شده است. نتایج نشان می‌دهد که تغییر شار گاز واکنشگر موجب تشکیل نانو ساختارهایی با شکل و ابعاد متفاوت می گردد. نمونه‌های سنتز شده در شار ۱۵۰ sccm از گاز اکسیژن ساختار مناسب و تراکم بهینه‌ای را از نانومیله‌ها با قطری در محدوده‌ی ۳۰-۲۰ nm از خود نشان می‌دهد. این نانو میله ها در شریط مختلف و با تغییر پارامتر های متفاوت سنتز شده اند. در این تحقیق با تغییر شار گاز واکنشگر و شرایط فیزیکی حاکم بر راکتور رشد به شرایط بهینه برای سنتز نانو میله‌های اکسید قلع دست یافتیم.

Effect of reactive gas flow of nanostructured tin oxide (SnO_2) was synthesized in a vacuum method (CVD)

Malekan, Omid[1]; Haratizade, Hamid[1]; Mohamadian, Javad[1]
[1]Shahrood. Daneshjoo Boulevard, Shahrood University of Technology, Physics Department

Abstract

Nanostructured materials due to the unique characteristics compared to other Nano-structures show the specific applications have accounted for in different industries. Therefore, Nano-rods, tin oxide (SnO_2) CVD method and the vacuum conditions have been synthesized for use in industrial gas sensors. In this study, the effect of changing the flow of reactive gas (O_2) and its effect on the morphology of tin oxide nanostructures have been studied. The results indicate that changes in reactive gas flow results in the formation of Nano-structures are with different shapes and dimensions. Samples synthesized in the flux of oxygen150 sccm fit and show optimal density of Nano- rods with diameters in the range 20-30 nm. The Nano-rods in different conditions by varying different parameters have been synthesized. In this study, the change in the physical conditions governing the reactive gas flux reactor optimal growth conditions for the synthesis of tin oxide Nano-rods achieved.

مقدمه

اخیرا نانوساختارهای یک بعدی اکسیدهای فلزی مانند نانو سیم ها, نانو لوله ها و نانو میله ها توجه بسیاری از محققان را به خود جلب کرده اند. این ساختارها به دلیل داشتن نسبت سطح به حجم بسیار بالا و همچنین تنوع کریستالی کاربردهای گسترده بالای این نانو ساختار های یک بعدی،استفاده های زیادی در صنایع مختلف به خود اختصاص داده اند[۱،۲].

نانو ساختارهای یک بعدی اکسید قلع به روش‌های مختلفی مانند اسپری پایرولیزیس،سل ژل، MB-CVD و CVD سنتز می‌شوند. ما در این مطالعه از روش CVD ودر شرایط خلاء به دلیل امکان سنتز در دمای پایین تر ،قابلیت کنترل بیشتر در شرایط رشد و

Archive of SID
www.SID.ir

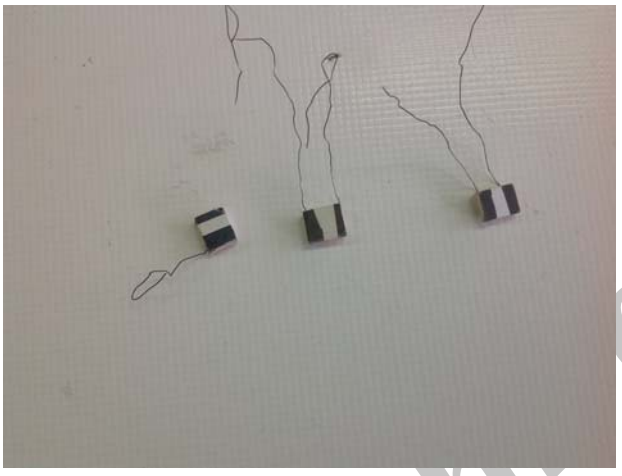
همچنین قابلیت تولید انبوه این نانو ساختار، ارزان قیمت بودن و قابلیت صنعتی شدن استفاده کرده‌ایم[۳].

بخش تجربی

سنتز های انجام شده به روش چگالش از فاز بخار شیمیایی (CVD) می باشد که ماده ی سنتز شده اکسید قلع (SnO_2) و نانو ساختار رشد یافته نانو میله های SnO_2 بر روی زیر لایه ی آلومینا (Al_2O_3) می باشند. ابتدا زیر لایه ها به روش دوغ آبی در ابعاد دلخواه (۱۰×٦× ۲ mm) آماده شده و سپس در دمای ٦۰۰°c (توسط کوره ی الکتریکی دو ناحیه ای high vac - CVD 210 شرکت نانو شات ایران) بیسکویت شده اند پس از آن نمونه‌ها در دمای ۱۲۰۰ °c (توسط کوره ی الکتریکی سه ناحیه ای شرکت کربولایت آلما ۱۸۰۰ °c) بازپخت و برای سنتز نانو ساختارهای اکسید قلع (SnO2) آماده شده‌اند.فرایند سنتز در کوره‌ی الکتریکی دو ناحیه‌ای تحت اتمسفر گازهای خاص که محصول شرکت نانو شات می باشد و قابلیت اتصال به سیستم خلاء بالا را دارد، استفاده شده‌است .

برای فرایند سنتز از دو کپسول حاوی گاز های Ar و O_2 استفاده شده است و فشار گاز توسط رگلاتو به هر کپسول کنترل می شود البته قبل از ورود گاز داخل محفظه ی کوره توسط دو فلو کنترلر جدا شار مشخصی از گاز ها وارد محفظه می گردد. به این نکته توجه کردیم که چون سیستم متصل به پمپ خلا می باشد اتصالات به طور کامل هوا بندی شده تا از نشت گاز به محیط آزمایشگاه و شکستن خلاء جلو گیری شود. لوله ی کوره ی الکتریکی از جنس کوارتز است که قابلیت تحمل خلاء بالا را دارد. برای سیستم خلا از پمپ روتاری استفاده شده است که این پمپ ساخت کشور کره است، دارای ۸ متر مکعب حجم و توانایی ایجاد خلا تا ۱۰ میلی تور را دارد. و برای اندازه گیری خلا موجود در لوله ی کوارتز از خلا سنج دیجیتال استفاده شده است که به صورت سری به پمپ و متعلقات بسته می شود. در مرحله ی سنتز پس از اماده کردن زیر لایه ها و قرار دادن آنها در کوره پارامتر شار گاز واکنشگر (O_2) را در یک مرحله ۱۰۰ sccm و در مرحله ی بعد ۱۵۰ sccm قرار داده ایم. دمای فرایند ۱۰۷۰ °C و شار گاز حامل (Ar) ۳۰۰ sccm می باشد. پس از اتمام فرایند سنتز ،نمونه ها داخل کوره تحت خلاء در زمان مشخصی مانده و بعد از آماده سازی کامل آنها برای آنالیز های SEM و XRD فرستاده شده تا بررسی های لازم انجام شود.

شکل ۱ نمونه‌ها را بعد لایه نشانی و الکترود گذاری نشان می‌دهد این نمونه‌ها آماده شده‌اند تا تست‌های حسگری گاز را انجام دهند. با توجه به شکل سیم‌هایی که از نمونه‌ها بیرون آمده‌اند نقش هیتر در حسگر را ایفا کرده تا دمای کار برای حسگر را تامین کند اختلاف پتانسیل این هیترها توسط باتری تامین می‌شود. نتایج آزمایشات حسگری گازی این نمونه‌ها در آینده منتشر خواهد شد.



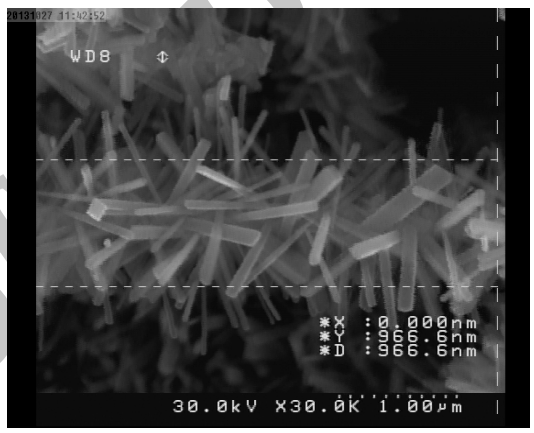
شکل ۱: نمونه‌ها بعد از لایه نشانی و الکترود گذاری

نتایج و بحث

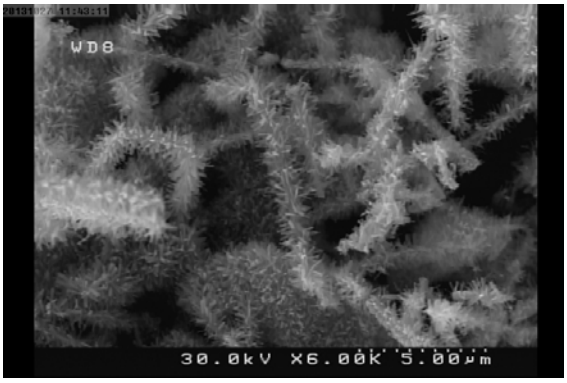
نمونه‌های نانو ساختار اکسید قلع به روش چگالش از فاز بخار شیمیایی و به کمک کوره الکتریکی به روی زیر لایه‌ی آلومینا رشد داده شده‌اند. شکل۲،۳،٤و۵ تصویر SEM نمونه‌های رشد داده شده نانو میله اکسید قلع را نشان می دهند. با توجه به تصاویر SEM می‌توان ساختار های تشکیل‌شده با تغییر شار گاز واکنشگر اکسیژن را برای دو حالت ۱۰۰ sccm و ۱۵۰ sccmمشاهده کرد. در شکل ۳ و٤ نانو ساختار تشکیل شده و نانو میله ها از تراکم خوبی برخوردارند و نظم خوبی را در رشد آنها مشاهد می کنیم و برای

Archive of SID
www.SID.ir

کاربرد های حسگری گازی پاسخدهی مناسبی را از خود نشان می‌دهند. ولی در شکل٤ ساختار تشکیل شده به صورتی است که میله‌ها قطر و طول نسبتا زیادی در حد میکرون داشته و نظمی در رشد آن‌ها مشاهده نمی‌شود. با این وجود تست های حسگری این نمونه‌ها نیز در دست انجام است که در آینده‌ای نزدیک منتشر خواهد شد. طیف پراش پرتو ایکس برای نمونه ای که نانوساختار تشکیل شده را نشان می‌دهد و کریستال های SnO_2 را تصدیق می‌کند. (شکل٦)

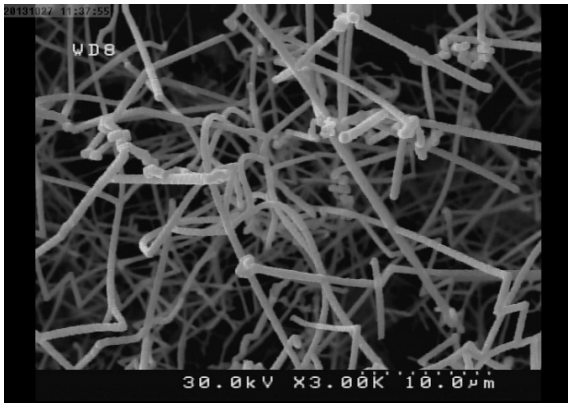


شکل ۲ : تصویر SEM از نانو میله های رشد داده شده SnO_2 با شار گاز واکنشگر ۱۵۰ sccm

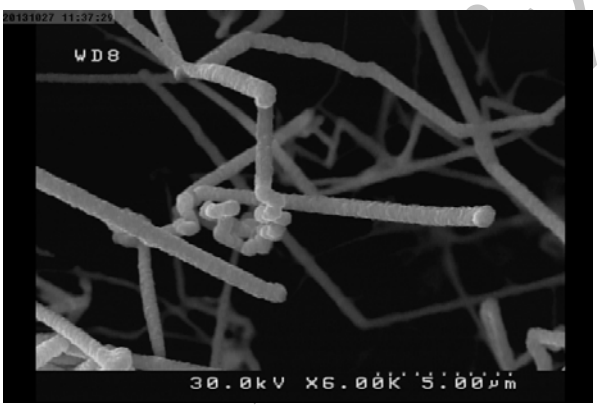


شکل ۳ : تصویر SEM از نانو میله های رشد داده شده SnO_2 با شار گاز واکنشگر ۱۵۰ sccm

در شکل ۵ پیک های مربوط به زوایای ٦٦، ٦٤/٥ ، ٦٢ ، ٥٧/٥ ، ٥٤/٥ ، ٥١/٥ ، ٣٨/٥ ، ٣٧ ، ٣٤ ، ٢٦ تشکیل ساختار تتراگونال SnO_2 را تایید می کند.راستای ترجیحی رشد نانو ساختار ها در جهت (١٠١) می باشد و از رابطه ی دبای شرر اندازه ی ذرات ٢٤ nm بدست می آید.

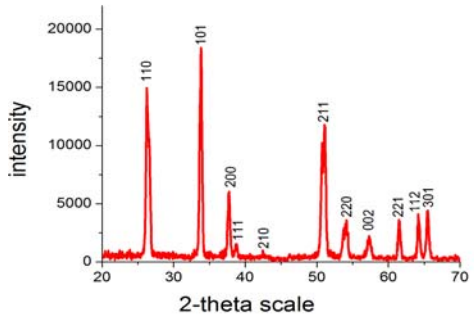


شکل ٤ : تصویر SEM از نانو میله های رشد داده شده SnO_2 با شار گاز واکنشگر ۱۰۰ sccm



شکل ٥: تصویر SEM از نانو میله های رشد داده شده SnO_2 با شار گاز واکنشگر ۱۰۰ sccm

www.SID.ir



شکل ٦ : پراش پرتو ایکس از نانو میله های SnO_2

نتیجه گیری

این تحقیق نشان می‌دهد شار گاز واکنشگر(O_2) یک پارامتر مهم در تشکیل ساختار است که می‌توان نانو ساختار یا ساختارهای متفاوت را تولید کرد. این ساختارها حسگری‌های متفاوتی را از خود نشان داده و هر ساختار عکس العمل متفاوتی را در مقابل گازهای مختلف از خود نشان می‌دهد. به نظر می رسد با توجه به آزمایش‌ها محدوده‌ی ۱۵۰ sccm شرایط بهینه‌ای را برای رشد ایجاد کرده است. راجع به نتایج حسگری این نمونه در آینده گزارش خواهد شد.

مرجع‌ها

[1] IKorotcenkovand; "*TablesMetal oxides for solid-state gas sensors: What determines our choice?*" Materials Science and Engineering B 139 (2007) 1–23

[2] Sunghoon Park, Chanseok Hong, Jungwoo Kang, Namhee Cho,*ChongmuLee;*" Growth of SnO2 nanowires by thermal evaporation on Au-coated Si substrates Glassy Water"; *Current Applied Physics 9 (2009) S230–S233.*

[3].M. Tonezzer and R.G. Lacerda; Zinc oxide nanowires on *carbon* microfiber as flexible gas sensor, *Physica E, 2010.*

Archive of SID

www.SID.ir