

Золь-гель метод получения газочувствительных слоев диоксида олова

Тимошенко Дмитрий Александрович

Научный руководитель: доцент кафедры
материаловедения, технологии и управления
качеством, к.ф.-.м.н. Синёв Илья Владимирович

Саратов 2017

Актуальность работы

В настоящее время в системах безопасности применяются газочувствительные сенсоры, работающие на различных физических принципах. Большой интерес имеют полупроводниковые хемосорбционные газовые сенсоры на основе оксидов металлов, достоинствами которых являются: малые размеры, высокая чувствительность, широкий диапазон детектируемых газов, низкая стоимость.

Один из способов получения таких сенсоров является золь-гель метод, преимуществами которого являются: высокая химическая однородность синтезируемых многокомпонентных систем на молекулярном уровне, простота технологического оборудования и самого процесса, возможность плавного управления свойствами материалов.

Цель работы:

Создание газочувствительных сенсоров, на основе диоксида олова, с помощью золь-гель технологии.

Задачи

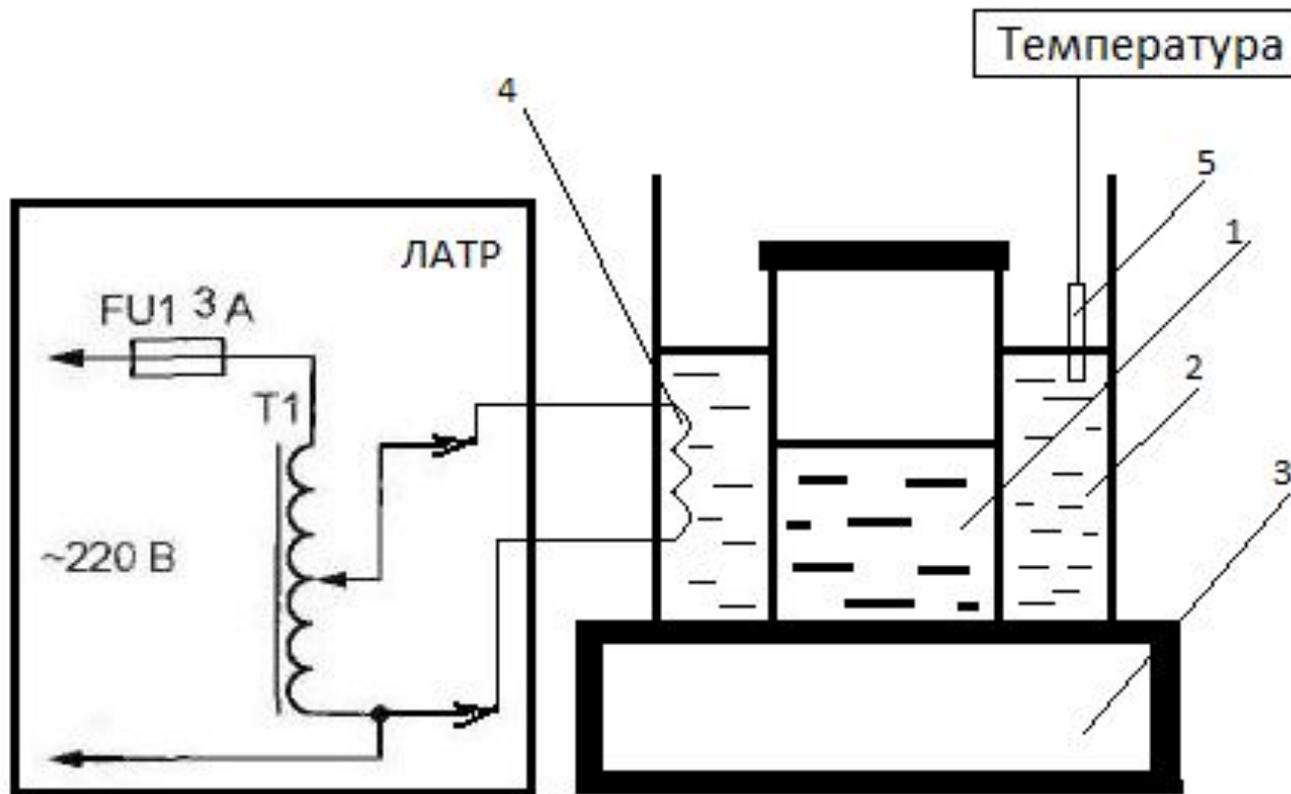
1. Модернизировать установку для создания и получения пленки диоксида олова, золь-гель методом;
2. Получить пленки на основе диоксида олова золь-гель методом;
3. Исследовать свойства полученной пленки, на основе диоксида олова;
4. Измерить газочувствительность полученной пленки диоксида олова.

Золь-гель технология



Золь-гель процесс – технология материалов и нано-материалов, включающая получение золя с последующим переводом его в гель – коллоидную систему, состоящую из жидкой дисперсионной среды, заключенной в пространственную сетку, образованную соединившимися частицами дисперсной фазы.

Модернизация установки



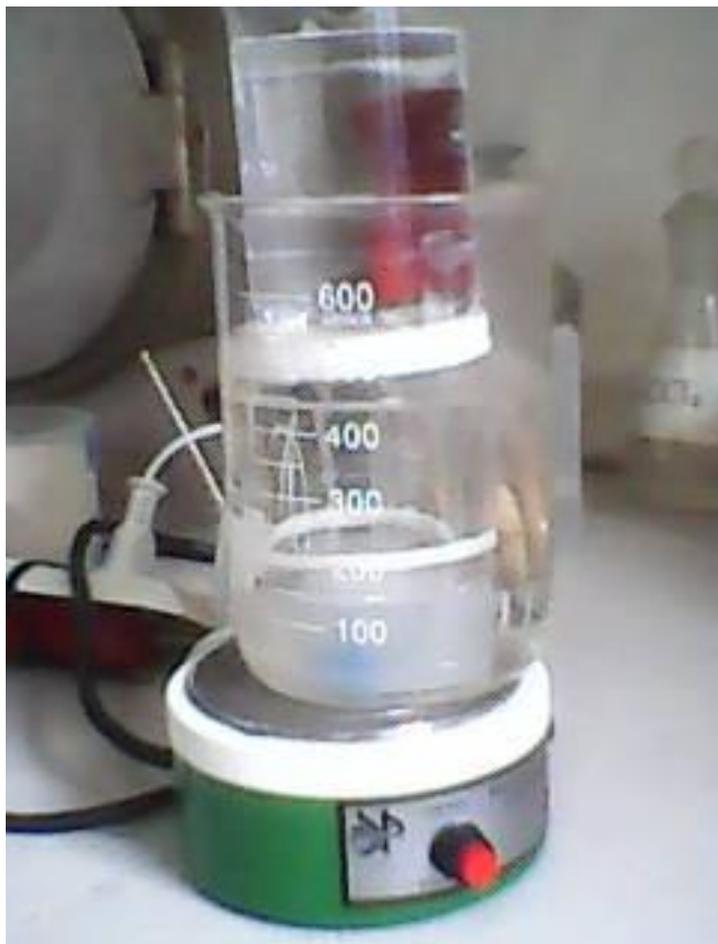
1 – истинный раствор; 2 – дистиллированная вода; 3 – магнитная мешалка; 4 – нагреватель; 5 – датчик температуры.

Компоненты для проведения золь-гель технологии

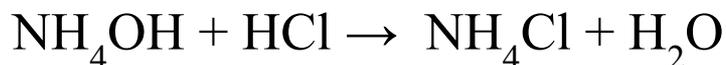


Исходные компоненты:
хлорида олова (ч.д.а.);
изопропилового спирта (ч.д.а.);
раствора аммиака (ч.).

Технология



1) – перемешивание исходных компонентов (5 г. хлорида олова и 50 мл. изопропилового спирта;



2) – добавление 18,2 мл. раствора аммиака (нейтрализация соляной кислоты);



3) – перемешивание раствора магнитной мешалкой (5 минут при $T = 100^\circ\text{C}$);

4) – перемешивание раствора магнитной мешалкой (15 минут при $T = 80^\circ\text{C}$);

5) – созревание раствора (24ч при $T = 24^\circ\text{C}$).

Процесс нанесения коллоидного раствора SnO_2 на подложку



- 1 – обезжиривание поликоровой подложки (CCl_4 в течение 10 минут);
- 2 – нанесение геля на подложку методом центрифугирования ($\omega = 145\text{Гц}$, $t = 30\text{с.}$);
- 3 – высушивание геля (60°C в течение 20 минут).

Стабилизирующий отжиг образцов



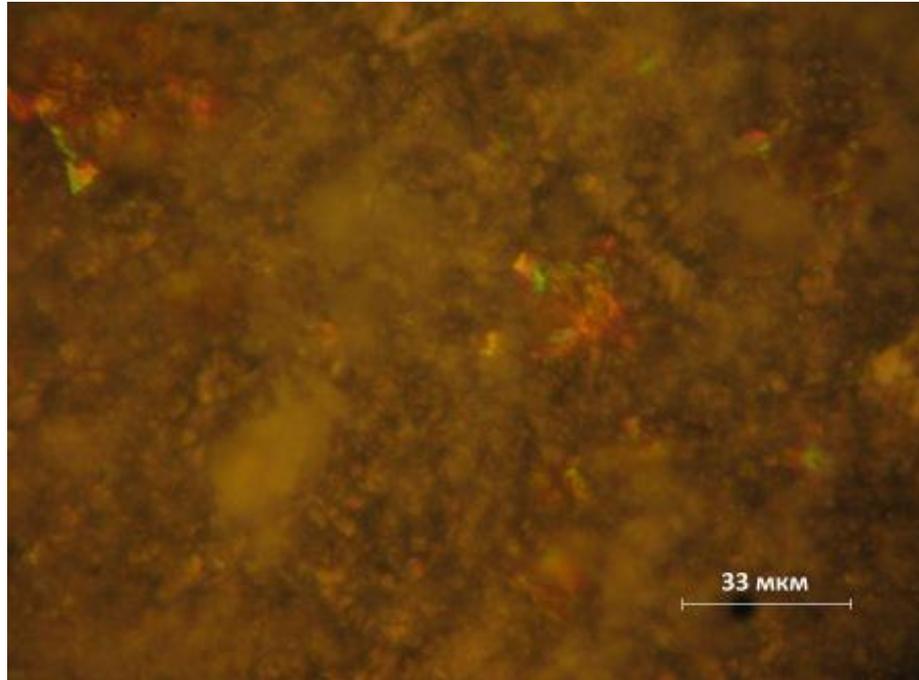
$T=800^{\circ}\text{C}$
 $t=3$ ч.
 O_2

Установка РВД600



Вид внутреннего пространства
вакуумной камеры

Свойства полученных пленок диоксида олова



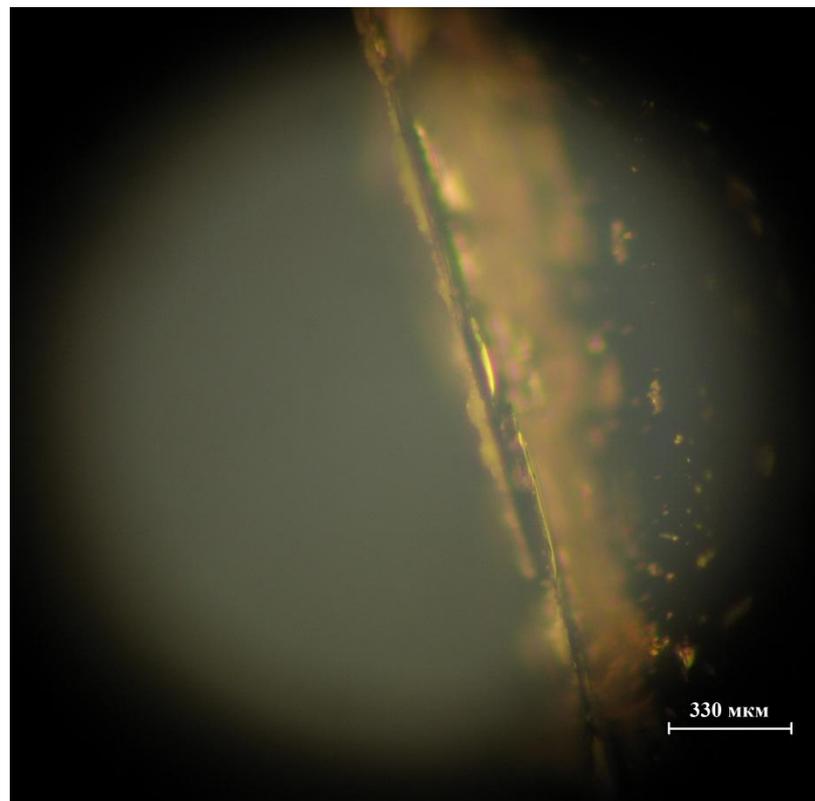
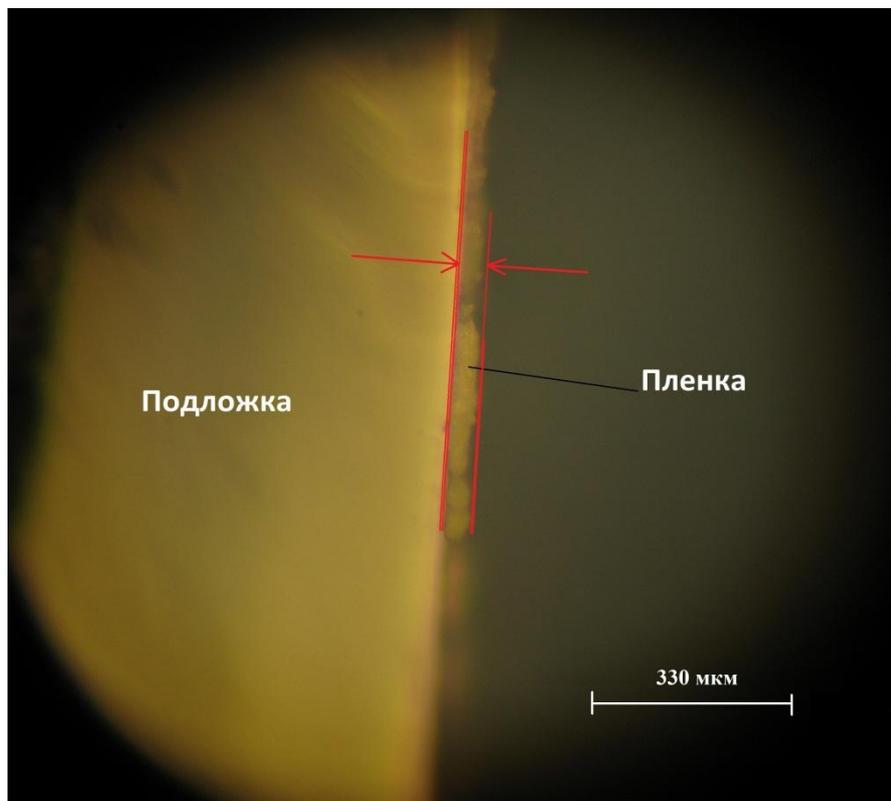
Пленки диоксида олова,
полученные золь-гель методом



Металлографический микроскоп
Альтами MET1M

Результаты измерений

Измерение толщины



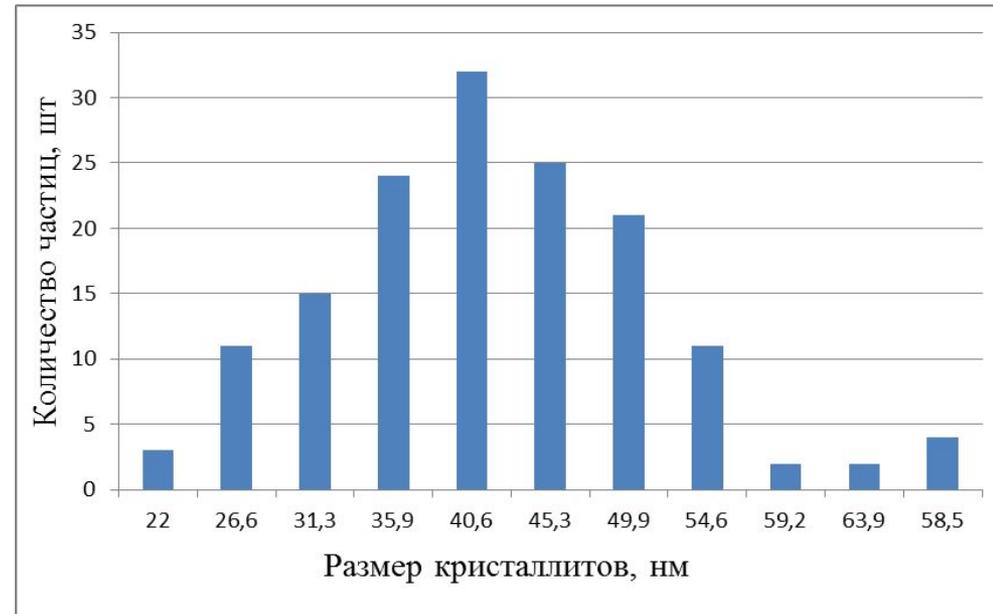
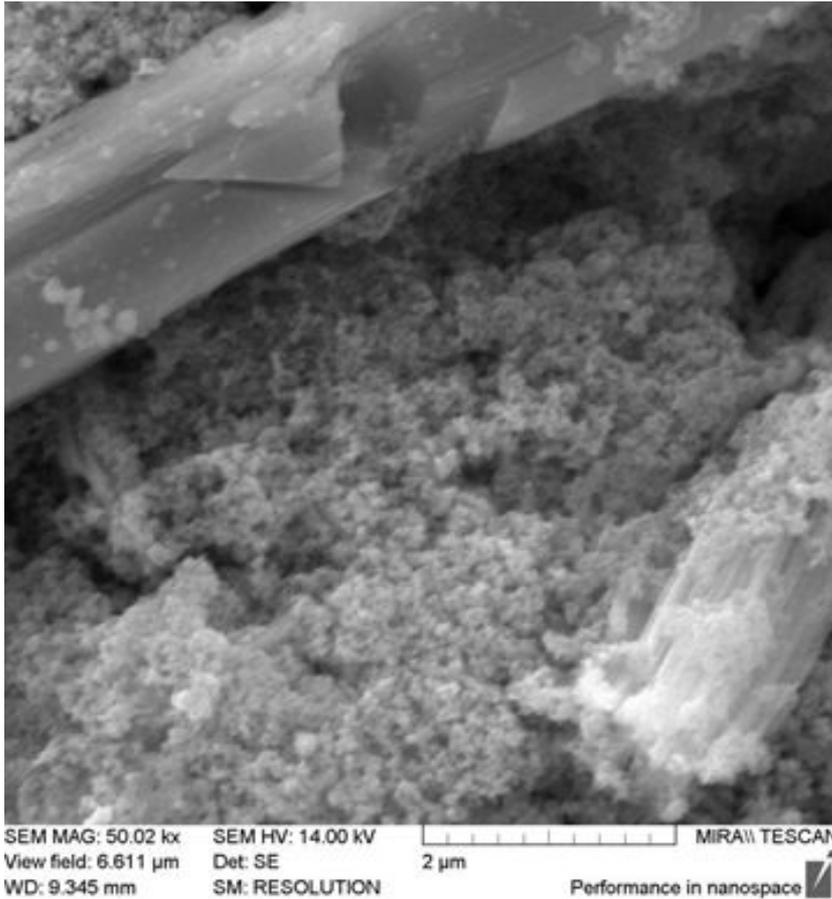
Частоте вращения: 145 Гц.

Время: 30с.

Толщина: 3,6 мкм.

Результаты измерений

Измерение микроструктуры



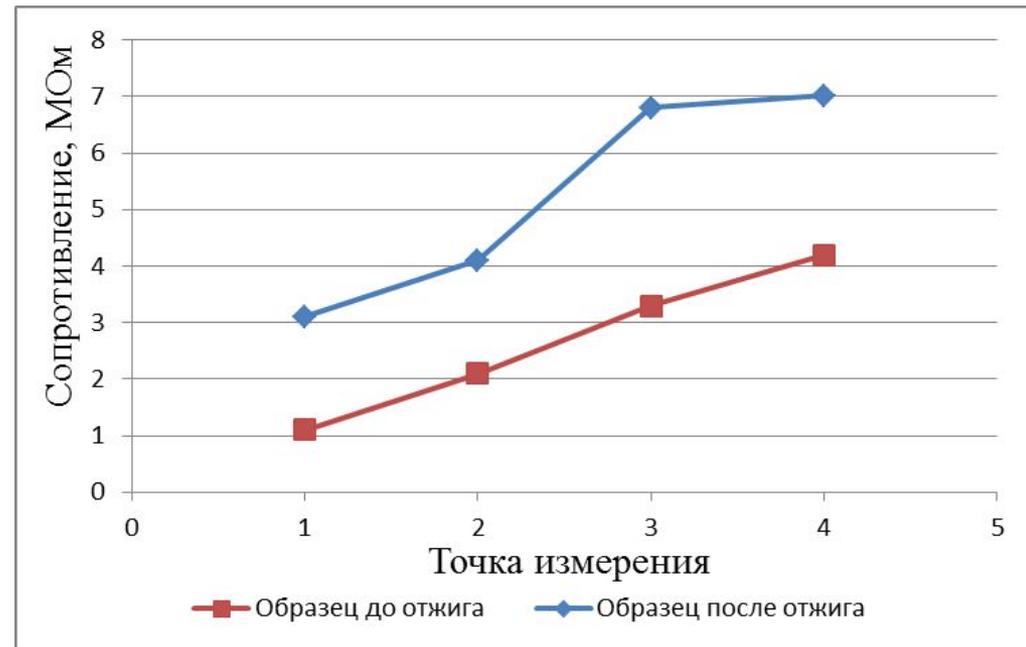
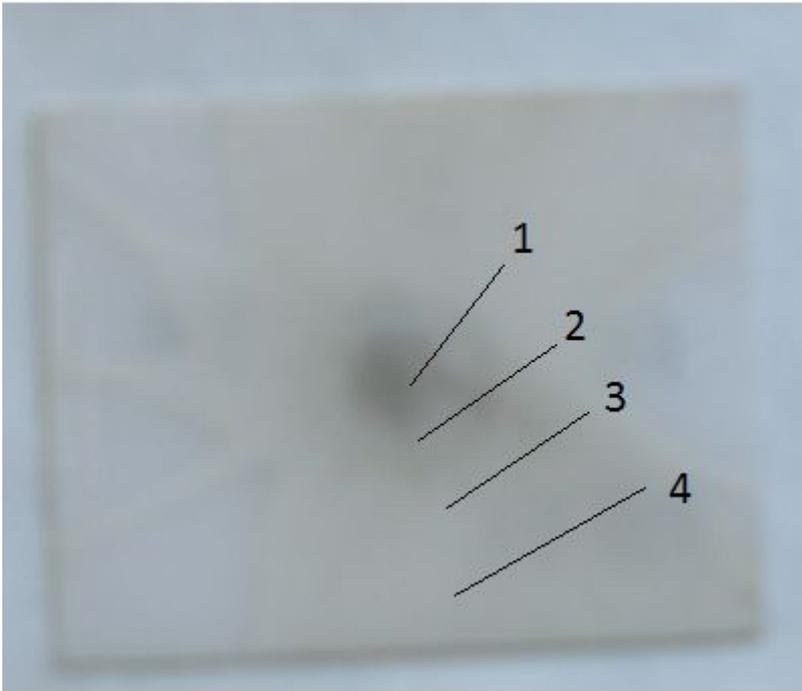
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

$$S = \frac{1}{n-1} \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (2)$$

Средний размер кристаллитов: 33 нм.
Среднеквадратическое отклонение: 12 нм.

Результаты измерений

Измерение сопротивления

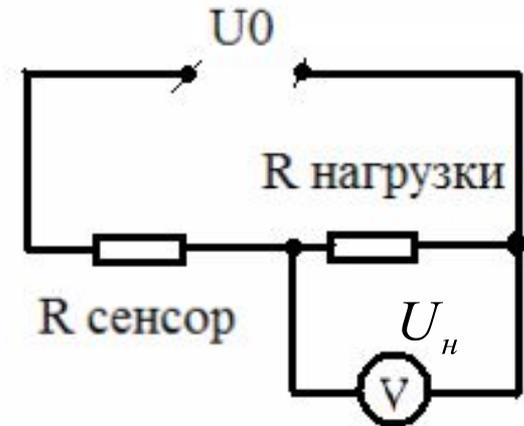


Сопротивление до отжига: 1 МОм – 4 МОм.

Сопротивление после отжига: 3 МОм – 7 МОм.

Измерение газочувствительности

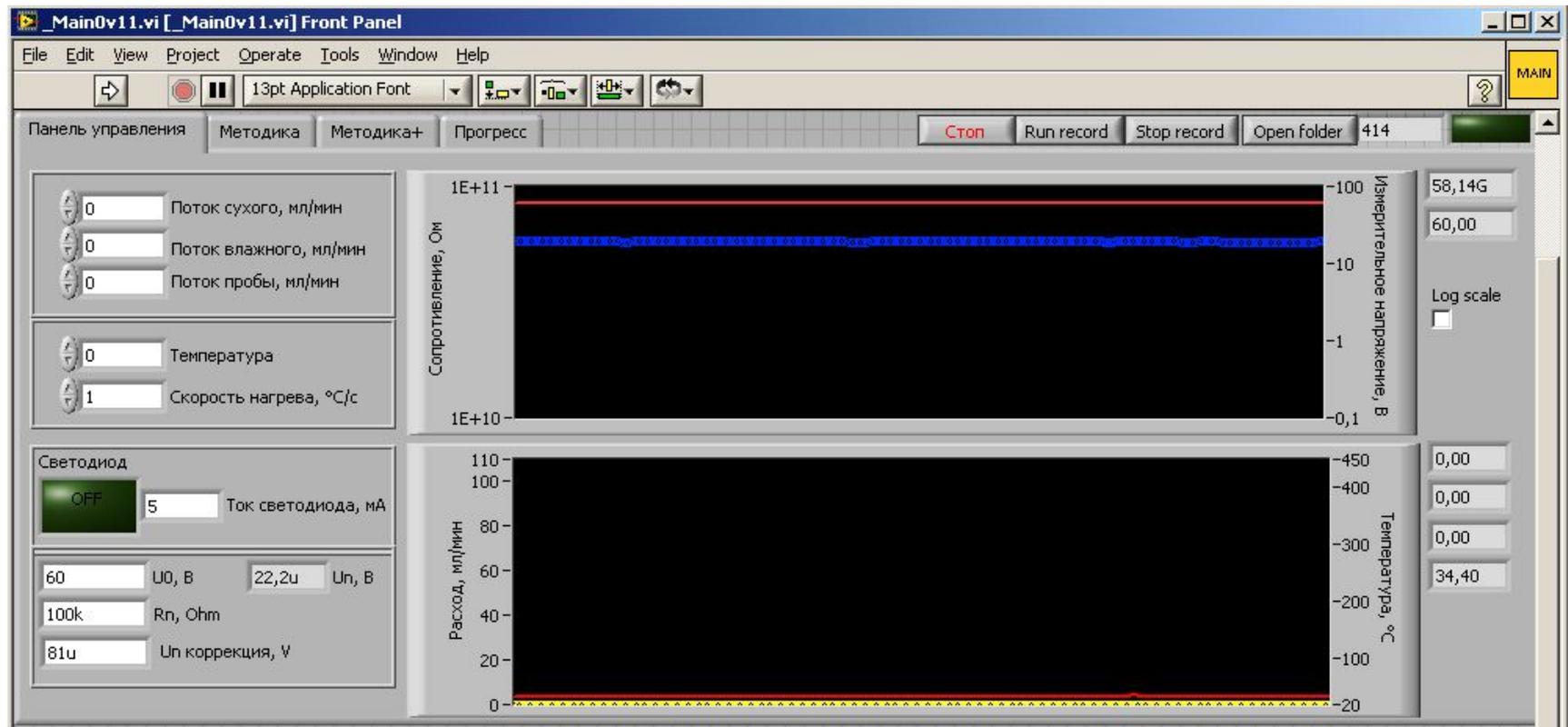
Автоматизированный измерительный комплекс



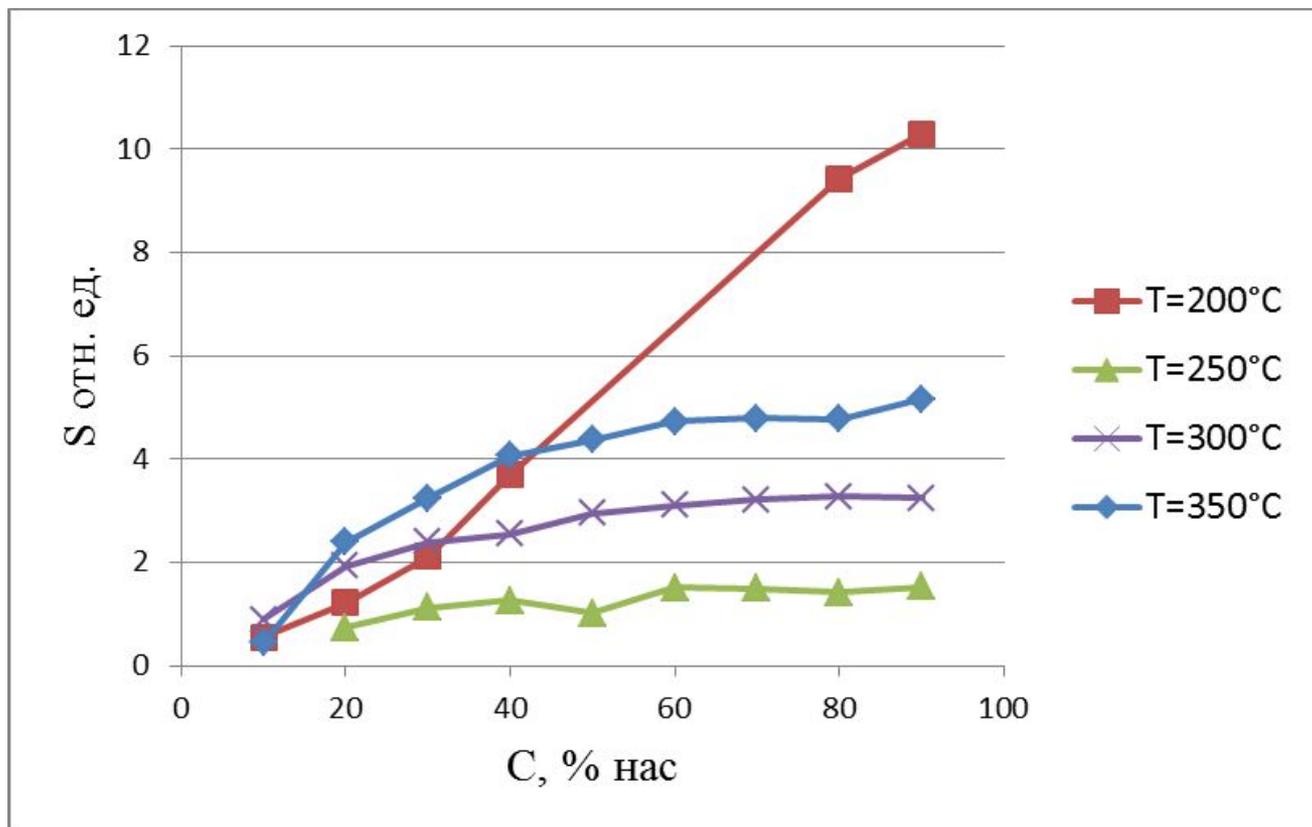
Измерительная схема установки

$$R_c = \frac{U_0 - U_n}{U_n} R_n \quad (3)$$

Автоматизированный измерительный комплекс



Исследование отклика на воздействие паров этанола



$$S = \frac{R_6 - R_9}{R_9} \quad (4)$$

Вывод

Освоена технология получения газочувствительных сенсоров на основе диоксида олова, золь-гель методом.

В ходе работы были получены газочувствительные сенсоры, на основе диоксида олова, золь-гель методом.

Свойства полученных сенсоров газа на основе диоксида олова:

Средний размер кристаллитов – 33,2 нм;

Отклик полученных сенсоров составил до 12 крат.

Спасибо за внимание