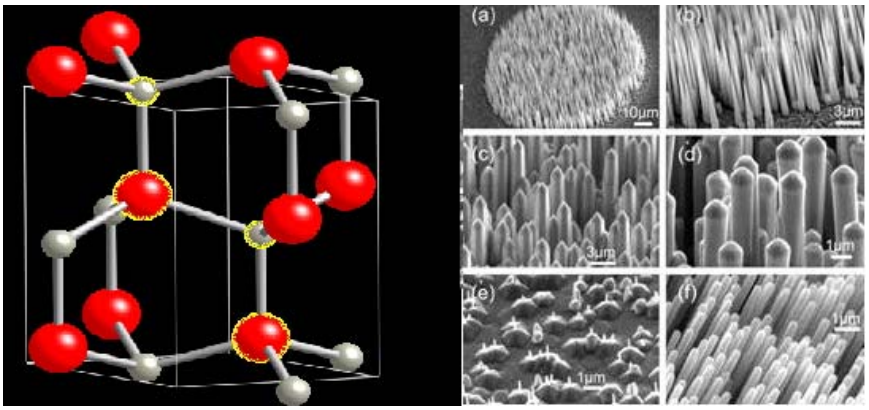
ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΟ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΤΙΚΟ
ΙΔΡΥΜΑ ΚΡΗΤΗΣ

Τίτλος εργασίας

«Ηλεκτρικές μετρήσεις της ειδικής αγωγιμότητας / φωτοαγωγιμότητας λεπτών υμενίων ZnO που έχουν παρασκευαστεί με χημικές μεθόδους από υδατικά διαλύματα»



ΣΠΟΥΔΑΣΤΗΣ
ΕΓΓΛΕΖΑΚΗΣ ΜΙΧΑΛΗΣ

ΕΠΙΒΛΕΠΟΝΤΕΣ ΚΑΘΗΓΗΤΕΣ
κ. ΚΑΤΣΑΡΑΚΗΣ ΝΙΚΟΛΑΟΣ
κ. ΣΑΒΒΑΚΗΣ ΚΩΝΣΤΑΝΤΙΝΟΣ

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

σελίδα

1.1 Οξείδιο του ψευδαργύρου……..……2

1.2 Χρήσεις ZnO……..….4

1.3 Τεχνική εναπόθεσης Ultrasonic Spray Pyrolysis……8

1.4 Τεχνική εναπόθεσης Aqueous Solution Growth (ASG)……..10

1.5 Μικροσκόπια ηλεκτρονικής σάρωσης (SEM)……..12

1.6 Περιθλασιμετρία ακτίνων X (X-Ray Diffraction – XRD)……...13

1.7 Σκοπός της εργασίας……..15

2. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.1 Προετοιμασία υποστρώματος……..17

2.2 Τεχνική A USP (Ultrasonic Spray Pyrolysis)……..…17

2.3 Περιθλασιμετρία ακτίνων X για τα δείγματα ZnO με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis……...20

2.4 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM) για τα δείγματα ZnO με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis……....…22

2.5 Ηλεκτρικές μετρήσεις για τα δείγματα ZnO με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis…….25

2.5.1 Δημιουργία επαφών στα δείγματα…….25

2.5.2 Βάσεις για τη μέτρηση της ηλεκτρικής αντίστασης των δειγμάτων…….……26

2.5.3 Τρόποι μέτρησης τον δειγμάτων ZnO……..….29

2.6 Μέθοδος υπολογισμού ηλεκτρικής αντίστασης……..….33

2.7 Κατηγορίες μετρήσεων…….....34

2.8 Μετρήσεις δειγμάτων από τα αλκοολικά πρόδρομα διαλύματα……..…35
2.8.1 Μετρήσεις σε δείγματα από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης σε διαφορετικό χρόνο εναπόθεσης……...….35
2.8.2 Μετρήσεις σε δείγματα από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης με τη χρήση ακροφύσιου σε απόσταση 5 και 10cm…….……..40
2.8.3 Μετρήσεις σε δείγματα ZnO από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης με και χωρίς τη χρήση ακροφύσιου…….44
2.8.4 Μεταβολή της αντίστασης σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων ZnO……..47
2.8.5 Μεταβολή της ειδικής αντίστασης του ZnO σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων……..50
2.9 Μετρήσεις σε υδατικά διαλύματα……...56
2.9.1 Μεταβολή της αντίστασης σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων……...…60
2.9.2 Μεταβολή ειδικής αντίστασης σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων…….64
2.10. Γενικά συμπεράσματα για τα δείγματα ZnO που εναποτέθηκαν με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis…….…..…68
2.11 Τεχνική Β: Τεχνική Aqueous Solution Growth (ASG)…….69
2.12 Ηλεκτρικές μετρήσεις για τα δείγματα ZnO με την τεχνική aqueous solution growth……70
Βιβλιογραφία……73

1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1.1 Οξείδιο του ψευδαργύρου

Το οξείδιο του Ψευδαργύρου (ZnO) είναι μια χημική ένωση οξυγόνου (O) και ψευδαργύρου (Zn), εξ' ου και οξείδιο, με μοριακό τύπο **ZnO**. Είναι σχεδόν αδιάλυτη στο νερό αλλά διαλυτή σε οξέα ή αλκάλια. Υφίσταται ως λευκή σκόνη, κοινώς γνωστή ως το «λευκό του ψευδαργύρου» σε λευκούς εξαγωνικούς κρυστάλλους.

Παραμένει λευκή όταν εκτεθεί στο σουλφίδιο του υδρογόνου όπως και την υπεριώδη ακτινοβολία. Το κρυσταλλικό οξείδιο του ψευδαργύρου εμφανίζει το πιεζοηλεκτρικό φαινόμενο και είναι θερμοχρωμικό (δηλαδή αλλάζει χρώμα από λευκό σε κίτρινο όταν θερμανθεί και επανακτά το λευκό, όταν επανέλθει στην αρχική θερμοκρασία). Το οξείδιο του ψευδαργύρου αποσυντίθεται σε ατμούς ψευδαργύρου και στο οξυγόνο στους 1975 °C περίπου.

Το υψηλής ποιότητας μονοκρυσταλλικό ZnO είναι σχεδόν διαφανές. Ατμοί οξειδίου του ψευδαργύρου παράγονται κατά το λιώσιμο ορειχάλκου διότι το σημείο τήξης του ορειχάλκου είναι κοντά στο σημείο τήξης του ψευδαργύρου. Έκθεση του ανθρώπου σε οξείδιο του ψευδαργύρου αιωρούμενου στον αέρα όπως επίσης και κατά τη διάρκεια συγκόλλησης μπορεί να προκαλέσει αρνητικές επιπτώσεις, προκαλώντας νευρική ασθένεια γνωστή ως «ασθένεια του μεταλλικού καπνού». Το οξείδιο του ψευδαργύρου εμφανίζεται στη φύση στο ορυκτό του ψευδαργυρίτη (Εικόνα 1).

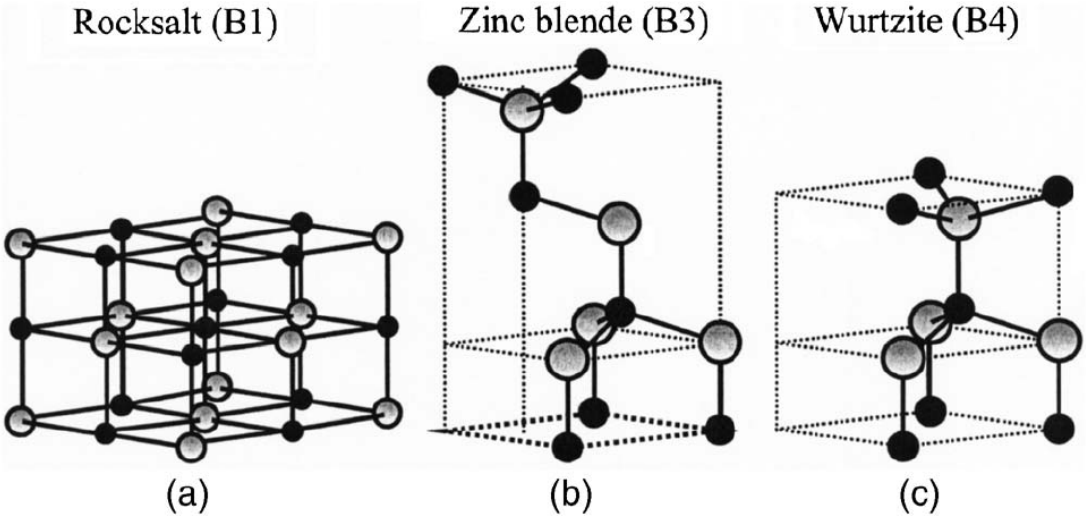


Εικόνα 1: Ψευδαργυρίτης.

Το οξείδιο του Ψευδαργύρου είναι μια ένωση των ομάδων II και IV του περιοδικού πίνακα καθώς ο ψευδάργυρος και το οξυγόνο ανήκουν στις II και IV ομάδα του περιοδικού πίνακα, αντίστοιχα.

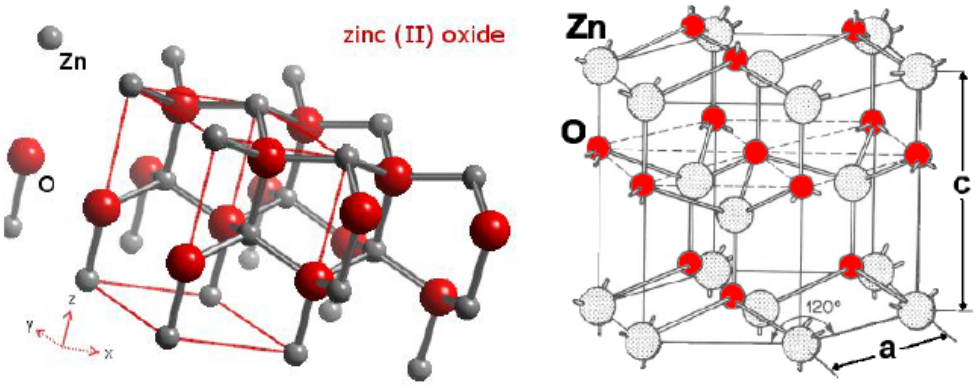
Οι περισσότεροι δυαδικοί ημιαγωγοί II-IV τύπου έχουν κρυσταλλική δομή είτε κυβικού σφαλερίτη (zinc blende), είτε εξαγωνικού βουρτσίτη (wurtzite), όπου κάθε ανιόν περιβάλλεται από τέσσερα κατιόντα τοποθετημένα στις κορυφές ενός τετραέδρου και αντίστροφα. Αυτή η τετραεδρική δομή είναι χαρακτηριστική του ομοιοπολικού δεσμού (sp^3 υβριδισμός) που αναπτύσσεται μεταξύ του μετάλλου και του οξυγόνου.

Το ZnO είναι ένας ημιαγωγός τύπου II-IV που η πολικότητά του τον τοποθετεί στη διαχωριστική γραμμή μεταξύ ομοιοπολικών και ιοντικών ημιαγωγών. Οι πιο κοινές κρυσταλλικές δομές του είναι του wurtzite (B4), του zinc blende (B3) και του rocksalt (B1), όπως παρουσιάζονται σχηματικά στην εικόνα 1.17. Σε συνθήκες περιβάλλοντος, η πιο θερμοδυναμικά σταθερή δομή είναι του wurtzite. Η δομή zinc blende του ZnO μπορεί να σταθεροποιηθεί μόνο κατά τη σύνθεσή του σε κυβικά υποστρώματα ενώ η δομή rocksalt (NaCl) μπορεί να ληφθεί σε σχετικά υψηλές πιέσεις.



Εικόνα 2: Παρουσίαση των κρυσταλλικών δομών του ZnO: (a) κυβικό rocksalt (B1), (b) κυβικός zinc blende (B3), και (c) εξαγωνικός wurtzite (B4). Οι σκιασμένες γκρι και οι μαύρες μπάλες υποδηλώνουν τα άτομα Zn και O αντίστοιχα.

Η κρυσταλλική δομή του ορυκτού wurtzite που προκύπτει από την εξαγωνική διάταξη ανιόντων μέγιστης πυκνότητας (HCP) με πλήρωση των διαθέσιμων ενδοπλεγματικών κενών από κατιόντα έχει παραμέτρους πλέγματος a = 3,250 Å και c= 5,207 Å.



Εικόνα 3: Κρυσταλλική δομή του ZnO τύπου wurtzite εξαγωνικής δομής μέγιστης πυκνότητας (HCP).

1.2 Χρήσεις ZnO

Το ZnO έχει πολυάριθμες χρήσεις που βασίζονται στις σπάνιες ιδιότητές του. Λόγω του μεγάλου ενεργειακού του χάσματος έχει χρησιμοποιηθεί σε στοιχεία υψηλής ισχύος (varistor) και καθώς είναι σχεδόν διαπερατό στο ορατό φάσμα (όπως και τα ανταγωνιστικά In_2O_3 και SnO_2) σε διαφανή ηλεκτρονικά ισχύος.

Αξίζει να σημειωθεί ότι υπάρχει η δυνατότητα μεταβολής του εύρους του ενεργειακού χάσματος μέσω προσμίξεων, όπως π.χ. με την εισαγωγή Cd σε πλεγματικές θέσεις του Zn το διάκενο μπορεί να μειωθεί στα 3 eV περίπου, ενώ με την εισαγωγή Mg ή Ga μπορεί να αυξηθεί στα 4 eV Εμφανίζει έντονα το πιεζοηλεκτρικό φαινόμενο με αποτέλεσμα να χρησιμοποιείται σε αισθητήρες επίπεδων ακουστικών κυμάτων (Surface Acoustic Wave, SAW). Η ιδιότητα της υψηλής διαπερατότητας στο ορατό φάσμα έχει χρησιμοποιηθεί σε διαφανή ηλεκτρόδια σε επίπεδες οθόνες πεδίου (Field Emission Displays, FEDs) και φωτοβολταϊκά κελιά.

Τα τελευταία χρόνια, λόγω του αυξανόμενου ενδιαφέροντος για εύκολη υλοποίηση ημιαγώγιμων διατάξεων εκπομπής φωτός (Light Emitting Diodes, LEDs) και διόδων laser (laser diodes, LDs) πράσινου, ιώδους ή υπεριώδους φωτός βασισμένων στο GaN, έχει βρεθεί ότι το ZnO μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως υπόστρωμα, καθώς εμφανίζει εκπληκτική ομοιότητα στην κρυσταλλική δομή (απόκλιση 2,2 %) με το GaN. Η εύκολη διαθεσιμότητα κρυστάλλων ZnO και η ιδιαίτερα μεγάλη ενέργεια σύνδεσης ζευγών ηλεκτρονίων – οπών (60 meV σε σχέση με τα 25 meV του GaN, που μεταφράζεται σε πιο ισχυρές πηγές φωτός και

σταθερότητα στις διάφορες συνθήκες λειτουργίας) είναι οι βασικοί λόγοι για τους οποίους το ZnO μπορεί να υποκαταστήσει το GaN.

Οι σημαντικότερες λοιπόν χρήσεις του ZnO είναι οι παρακάτω:

1) Ελαστικά- Βιομηχανία ελαστικών

- Συνεισφορά στη χημική ενδυνάμωση των ελαστικών και στην αποτροπή της γήρανσης λόγω υπερθέρμανσης και πίεσης.
- Επιτάχυνση της διαδικασίας σκλήρυνσης των ελαστικών.
- Απορρόφηση της υπεριώδους ακτινοβολίας με αποτέλεσμα την προστασία των ελαστικών από την μακρόχρονη έκθεσή τους στον ήλιο.

2) Παροχή ποικιλίας ιδιοτήτων στον τομέα των πλαστικών

- Βελτίωση μηχανικής αντοχής των πλαστικών -Αύξηση της ανθεκτικότητας
- Βελτίωση θερμικής αντοχής των πλαστικών -Αύξηση της αντοχής στη φωτιά
- Προστασία πλαστικών από τη φθορά του χρόνου και την υπεριώδη ακτινοβολία

3) Συνεισφορά ενός μοναδικού συνδυασμού ιδιοτήτων στην επεξεργασία του γυαλιού

- Μείωση του συντελεστή θερμικής διαστολής του γυαλιού
- Απόδοση υψηλής λαμπρότητας και στιλπνότητας στο γυαλί
- Απόδοση υψηλής σταθερότητας στο γυαλί απέναντι στην παραμόρφωση κάτω από πίεση

4) Οπτικές και βιοχημικές ιδιότητες- Φάρμακα και καλλυντικά

- Απορρόφηση της υπεριώδους ακτινοβολίας, προστασία δέρματος και προσώπου από τον ήλιο και αποφυγή εγκαυμάτων
- Απόδοση στυπτικών ιδιοτήτων για τον έλεγχο του δέρματος
- Απόδοση μυκητοκτόνων ιδιοτήτων

5) Παράγωγη φωτοτυπιών

- Συνεισφορά των φωτοαγώγιμων και ημιαγώγιμων ιδιοτήτων του *ZnO* (μέσω της ειδικής θερμότητας ή/ και του εμπλουτισμού του με διάφορα ξένα στοιχεία) στην αύξηση της αγωγιμότητας
- Τροποποίηση των οπτικών ιδιοτήτων του *ZnO* (με την προσθήκη συγκεκριμένων χρωστικών ουσιών, οι οποίες απορροφούνται από την επιφάνεια του *ZnO*) για την αύξηση της απορροφητικότητας της ακτινοβολίας φωτός στην ορατή περιοχή του φάσματος

6) Συνεισφορά του *ZnO* και των παραγώγων του στην ανάπτυξη της ποιότητας των λιπαντικών

- Χρήση του ZnO στα λιπαντικά λάδια των μηχανών αυτοκινήτου με σκοπό τη μείωση της οξείδωσης και της φθοράς
- Απόδοση ειδικών ιδιοτήτων σε πολλούς τύπους λιπαντικών και γράσων (βελτιωμένη προσκόλληση)

7) ZnO σε οργανικές στρώσεις. Ευρύ φάσμα χημικών, βιοχημικών, οπτικών και φυσικών ιδιοτήτων. Βελτίωση προϊόντων στη βιομηχανία χρωμάτων.

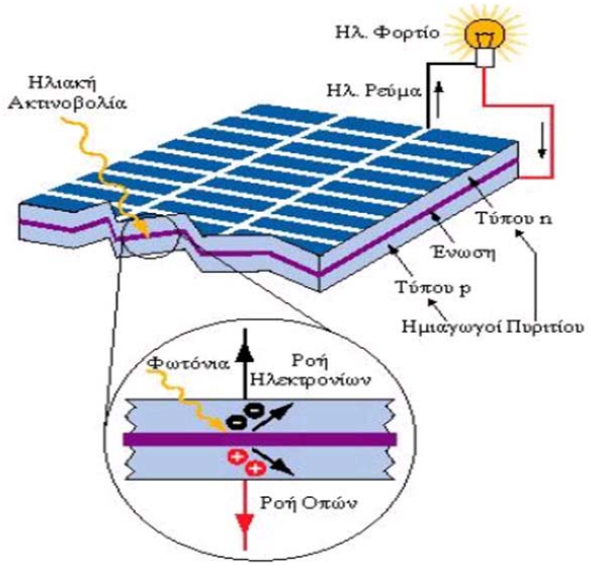
- Καλύτερη επικάλυψη, λευκότητα, καθαρότεροι χρωματικοί τόνοι
- Ανθεκτικότητα. Εξαιρετική προστασία των ατσάλινων κατασκευών από τη διάβρωση σε κανονικές ατμοσφαιρικές συνθήκες αλλά και σε υδάτινες συνθήκες.
- Διατήρηση της φωτεινότητας των χρωμάτων παρά την παρουσία καυσαερίων του θείου.

8) Το ZnO ως συστατικό στα φίλτρα τσιγάρων. Απομάκρυνση συγκεκριμένων ουσιών από τον καπνό του τσιγάρου.

Απομάκρυνση σημαντικών ποσοτήτων υδροκυανίου και υδρόθειου από τον καπνό του τσιγάρου χωρίς να επηρεάζεται η γεύση του.

9) Φωτοβολταϊκά στοιχεία





Εικόνα 4: Φωτοβολταϊκό πάνελ.

Η λειτουργία των Φ/Β συστημάτων βασίζεται στο φωτοβολταϊκό φαινόμενο**,** δηλαδή την άμεση παραγωγή ηλεκτρικής ενέργειας απευθείας από την ηλιακή ακτινοβολία (φως). Η παραγωγή της ηλεκτρικής ενέργειας επιτυγχάνεται με τη χρήση (ημιαγώγιμων) υλικών τα οποία διαθέτουν την ιδιότητα να απορροφούν φωτόνια του ηλιακού φωτός απελευθερώνοντας ηλεκτρόνια (φωτοηλεκτρικό φαινόμενο). Η ροή των ελεύθερων αυτών ηλεκτρονίων συνεπάγεται τη δημιουργία ηλεκτρικού ρεύματος - ηλεκτρικής τάσης.

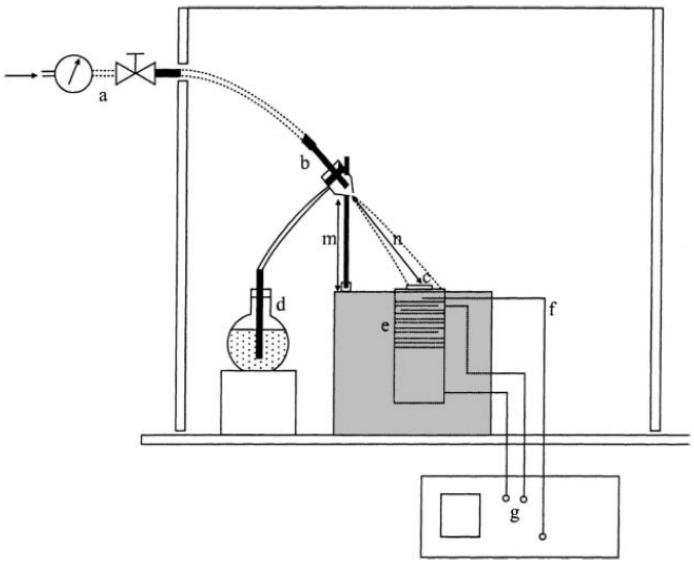
1.3 Τεχνική εναπόθεσης Ultrasonic Spray Pyrolysis

Η τεχνική USP (Ultrasonic Spray Pyrolysis) είναι μια τεχνική απόθεσης μέσω ψεκασμού. Η πυρόλυση ψεκασμού αντιπροσωπεύει μια πολύ απλή και σχετικά οικονομικώς αποδοτική μέθοδο επεξεργασίας (ειδικά όσον αφορά τις δαπάνες εξοπλισμού). Προσφέρει μια εξαιρετικά εύκολη τεχνική που δεν απαιτεί υψηλής ποιότητας υποστρώματα ή χημικές ουσίες.

Η πυρόλυση ψεκασμού χρησιμοποιείται εδώ και πολλές δεκαετίες στη βιομηχανία γυαλιού και στην παραγωγή ηλιακών κυττάρων για την παραγωγή φωτοβολταϊκών.

Κατά την εναπόθεση με πυρόλυση ψεκασμού ένα διάλυμα συμπιέζεται - προωθείται με τη βοήθεια ενός αδρανούς αερίου (π.χ. άζωτο) έτσι ώστε να φθάνει σε ένα θερμαινόμενο υπόστρωμα υπό μορφή πολύ λεπτών σταγονιδίων. Τα συστατικά του διαλύματος αντιδρούν σχηματίζοντας μια χημική ένωση επάνω στο υπόστρωμα. Η επιλογή των χημικών αντιδραστηρίων γίνεται έτσι ώστε να είναι απαραιτήτως πτητικά στη θερμοκρασία της εναπόθεσης.

Παρακάτω βλέπουμε ένα χαρακτηριστικό σύστημα ψεκασμού. Αποτελείται κυρίως από το ακροφύσιο ψεκασμού, το διάλυμα, τη θερμαντική επιφάνεια των υποστρωμάτων, τον ελεγκτή θερμοκρασίας και τον αεροσυμπιεστή ή το προωθητικό αέριο. Για να μετρηθεί η ροή του διαλύματος και του αερίου, χρησιμοποιούνται μετρητές ροής υγρών ή αερίων αντίστοιχα.



Εικόνα 5: Σχηματική αναπαράσταση του συστήματος πυρόλυσης ψεκασμού.

Το πάχος των υμενίων εξαρτάται από την απόσταση μεταξύ του ακροφύσιου και του υποστρώματος, τη θερμοκρασία του υποστρώματος, τη συγκέντρωση του πρόδρομου διαλύματος και τον όγκο του διαλύματος που ψεκάζεται.

Εκτός από την απλότητά της, η τεχνική SP έχει διάφορα πλεονεκτήματα:

- ✓ Προσφέρει έναν εξαιρετικά απλό τρόπο για την παραγωγή υμενίων με προσμίξεις, σε οποιαδήποτε αναλογία, με μόνη απαίτηση την προσθήκη της πρόσμιξης σε κάποια μορφή στο διάλυμα ψεκασμού.
- ✓ Αντίθετα από τις στεγανές μεθόδους απόθεσης ατμού, η spay pyrolysis δεν απαιτεί υψηλής ποιότητας στόχους ή/και υποστρώματα, ούτε απαιτεί κενό σε οποιοδήποτε στάδιο, γεγονός που είναι μεγάλο πλεονέκτημα εάν η τεχνική πρόκειται να εφαρμοστεί σε βιομηχανικές εφαρμογές.
- ✓ Ο ρυθμός εναπόθεσης και το πάχος των υμενίων μπορούν να ελεγχθούν εύκολα μεταβάλλοντας τις παραμέτρους ψεκασμού, εξαλείφοντας τα μειονεκτήματα των χημικών μεθόδων όπως sol-gel που παράγουν υμένια περιορισμένου πάχους.
- ✓ Αντίθετα από τις μεθόδους υψηλής ισχύος όπως της εναπόθεσης μέσω θρυμματισμού (sputtering), δεν προκαλείται τοπική υπερθέρμανση που μπορεί να είναι καταστρεπτική για τα υλικά που εναποτίθενται. Ουσιαστικά δεν

- ✓ υπάρχει κανένας περιορισμός στο υλικό, τις διαστάσεις ή το σχήμα των υποστρωμάτων.
- ✓ Με την αλλαγή της σύστασης του διαλύματος ψεκασμού κατά τη διάρκεια της εναπόθεσης, μπορούν να εναποτεθούν διαστρωματωμένα υμένια με στρώσεις ποικίλου πάχους.



Εικόνα 6: Υπερηχητική γεννήτρια μορίων.

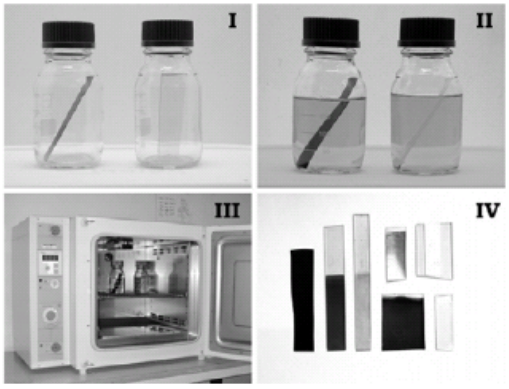
1.4 Τεχνική εναπόθεσης Aqueous Chemical Growth (ACG)

Η τεχνική ACG (*υδροθερμική τεχνική)* παρουσιάστηκε για πρώτη φορά το 2004 από τον L. Vayssieres. Πρόκειται για μια καινοτόμο και οικονομική τεχνική για την παραγωγή λεπτών υμενίων και επικαλύψεων μεταλλικών οξειδίων επάνω σε διάφορα υποστρώματα σε ήπιες θερμοκρασίες *(κάτω από 100 °C).*

Η τεχνική αυτή επιτρέπει την παραγωγή νανο-, μέσο-, και μικρο-μοριακών λεπτών υμενίων καθώς επίσης δισδιάστατων και τρισδιάστατων δομών, χωρίς οποιεσδήποτε παρεμβάσεις στην ενεργοποίηση των υποστρωμάτων, ή της μείωσης της επιφανειακής τους τάσης και χωρίς κάποιες απαιτήσεις για τη θερμική σταθερότητα του συστήματος ή την κρυσταλλικότητα των δομών.

Ένα βασικό πλεονέκτημα της μεθόδου, αν όχι το σημαντικότερο, είναι η δυνατότητα σύνθεσης υλικών σε επιφάνειες μεγάλης κλίμακας π.χ. μερικές δεκάδες

εκατοστόμετρων, ενώ με τη χρήση μεγαλύτερων δοχείων και μεγαλύτερων υποστρωμάτων δίνεται η δυνατότητα να εναποθετηθούν πολύ μεγαλύτερες επιφάνειες. Η τεχνική αυτή δ*εν απαιτεί* ακριβό και περίπλοκο εξοπλισμό ή επικίνδυνα δοχεία υψηλής πίεσης. Είναι πλήρως ανακυκλώσιμη, ασφαλής και φιλική προς το περιβάλλον, δεδομένου ότι ο μόνος διαλύτης που χρησιμοποιείται είναι το νερό. Έτσι, δεν εγκυμονεί κινδύνους όπως αυτούς των οργανικών διαλυτών και της πιθανής τοξικότητάς τους λόγω της εξάτμισής τους.



I. Εισαγωγή των γυμνών υποστρωμάτων ή των λεπτών υμενίων
II. Ολική (ή μερική) βύθιση των υποστρωμάτων στα επιλεγμένα υδατικά διαλύματα μεταλλικών αλάτων σε θερμοκρασία δωματίου
III. Θερμική κατεργασία σε σταθερή θερμοκρασία σε ένα κοινό εργαστηριακό πυριαντήριο κάτω από 100°C.
IV. Παραγωγή νανο-, μέσο- και μικρο- μοριακών λεπτών υμενίων μεγάλης έκτασης.

Εικόνα 7: Αναπαράσταση της τεχνικής ACG.

1.5 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία σάρωσης (SEM)

Το μικροσκόπιο ηλεκτρονικής σάρωσης (**Scanning Electron Microscopy, SEM)** είναι ένα από τα πλέον χρήσιμα εργαλεία διερεύνησης της επιφάνειας ενός δείγματος. Στην Εικόνα 8 βλέπουμε τη διάταξη ενός τέτοιου μικροσκοπίου.



Εικόνα 8: Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM).

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης χρησιμοποιεί ηλεκτρόνια μεγάλης κινητικής ενέργειας, αντί για φως ή υπεριώδη ακτινοβολία, που χρησιμοποιούν τα κοινά μικροσκόπια, για να «φωτίσει» το υπό μεγέθυνση αντικείμενο. Παρέχει εικόνες τριών διαστάσεων που παριστάνουν την εξωτερική επιφάνεια του αντικειμένου.

Για την παραγωγή μιας εικόνας ενός μικροσκοπίου ηλεκτρονικής σάρωσης, η επιφάνεια του δείγματος σαρώνεται με μια δέσμη ηλεκτρονίων, η οποία παράγεται από τη θέρμανση ενός μεταλλικού νήματος, στο επάνω μέρος του μικροσκοπίου . Η δέσμη ακολουθεί μια κάθετη πορεία, κατά μήκος της κολώνας του μικροσκοπίου και περνάει από ηλεκτρομαγνητικούς φακούς, προκειμένου να εστιαστεί και να κατευθυνθεί πάνω στο δείγμα. Μόλις η δέσμη προσπέσει στο δείγμα, τα ηλεκτρόνια (σκεδαζόμενα και δευτερεύοντα) διαχέονται και η ανακλώμενη δέσμη συλλέγεται από ένα σωλήνα καθοδικών ακτίνων (ανιχνευτής), ο οποίος παράλληλα τη μετατρέπει σε σήμα, το οποίο στέλνει σε μια οθόνη.

1.6 Περιθλασιμετρία ακτίνων Χ (X-Ray Diffraction – XRD)

Η περιθλασιμετρία ακτίνων Χ παρέχει πληροφορίες για την κρυσταλλική δομή ενός υλικού, καθώς η απόσταση δύο πλεγματικών επιπέδων σε ένα κρύσταλλο είναι της τάξης του μήκους κύματος της ακτινοβολίας ακτίνων Χ. Ακτινοβολώντας ένα κρύσταλλο με συγγραμική και μονοχρωματική δέσμη ακτίνων Χ, δημιουργείται καταστρεπτική ή ενισχυτική συμβολή των σκεδαζόμενων από τα κρυσταλλικά επίπεδα ακτίνων Χ σύμφωνα με το νόμο του Bragg:

$$n\lambda=2d\sin\theta$$

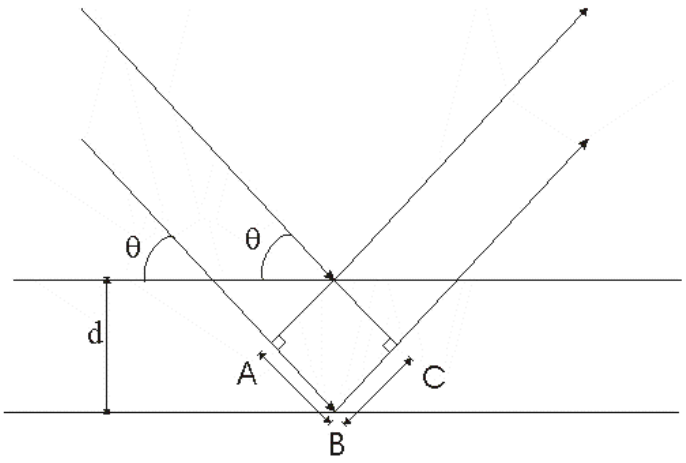
όπου:

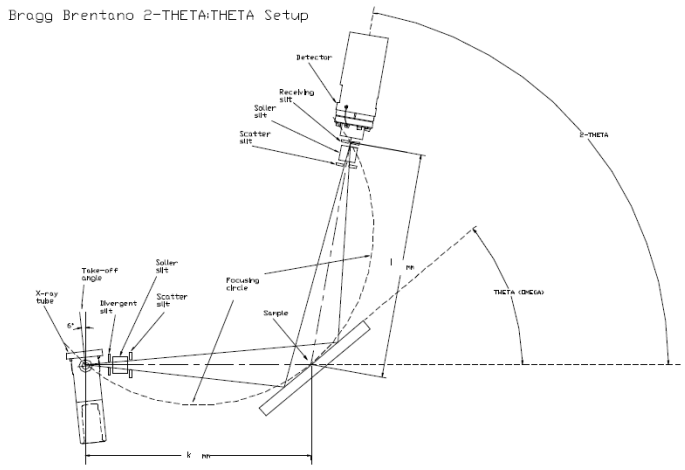
n = ακέραιος αριθμός

λ = το μήκος κύματος της προσπίπτουσας δέσμης ακτίνων Χ

d = η απόσταση δύο κρυσταλλικών επιπέδων (interlattice spacing) και

θ = η γωνία πρόσπτωσης των ακτίνων Χ,





Εικόνα 9: Διάγραμμα που περιγράφει την εξίσωση Bragg.

Η χρήση της περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ στην ανάλυση των υλικών προσδιορίζει:

1) Το είδος των κρυστάλλων, δίνοντας το διάγραμμα της έντασης της περίθλασης ως συνάρτηση των γωνιών και για τον υπολογισμό των πλεγματικών σταθερών.

2) Την ποιότητα των κρυστάλλων, καθώς αποκλίσεις από την ιδανική γωνία περίθλασης υποδεικνύουν την ύπαρξη διαταραχών στο κρυσταλλικό πλέγμα. Τέτοιες αποκλίσεις μπορεί να δημιουργούνται από εσωτερικές τάσεις ή αλλαγή στη στοιχειομετρία του υλικού.

3) Τον τρόπο ανάπτυξης των κρυστάλλων, ανάλογα με τον οποίο προκύπτει:

i) πολυκρυσταλλικό υλικό με τυχαίο προσανατολισμό ανάπτυξης των κρυσταλλικών κόκκων

ii) πολυκρυσταλλικό υλικό με προτιμητέα διεύθυνση ανάπτυξης των κρυσταλλικών κόκκων

iii) μονοκρυσταλλικό υλικό



Εικόνα 10: Περιθλασίμετρο ακτίνων Χ Rigaku (RINT 2000).

1.7 Σκοπός της εργασίας.

Σκοπός της εργασίας αυτής είναι η μέτρηση της ηλεκτρικής αντίστασης λεπτών υμενίων και νανοδομών ZnO που έχουν εναποτεθεί με τις τεχνικές ultrasonic spray pyrolysis και aqueous chemical growth αντίστοιχα. Οι μετρήσεις έγιναν στο σκοτάδι και κάτω από το φως δύο λυχνιών ορατού και υπεριώδους φωτός. Υπολογίστηκαν επίσης οι τιμές της ειδικής αντίστασης ρ για τα δείγματα ZnO γνωστού πάχους.

2. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.1 Προετοιμασία υποστρώματος

Το πρώτο στάδιο της προετοιμασίας για οποιαδήποτε από τις παρακάτω τεχνικές περιλαμβάνει τον καθαρισμό των γυαλιών για την εναπόθεση ZnO. Ο τύπος του γυαλιού που χρησιμοποιήθηκε είναι γυαλί τύπου Corning. Για τον καθαρισμό των υποστρωμάτων τοποθετούνται σε ένα ποτήρι ζέσης, στο οποίο στη συνέχεια ρίχνουμε 30ml H_2SO_4 και 10ml H_2O_2, και τα αφήνουμε εκεί μια ώρα. Στη συνέχεια ξεπλένουμε τα υποστρώματα με άφθονο απιονισμένο νερό και τα αφήνουμε να στεγνώσουν. Με αυτόν το τρόπο λαμβάνονται υποστρώματα μεγάλης καθαρότητας με απώτερο στόχο την επίτευξη λεπτών υμενίων ZnO υψηλής ποιότητας. Μετά τον καθαρισμό τον γυαλιών είμαστε σε θέση να περάσουμε στο στάδιο της εναπόθεσης ZnO.

2.2 Τεχνική Α: Τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP)

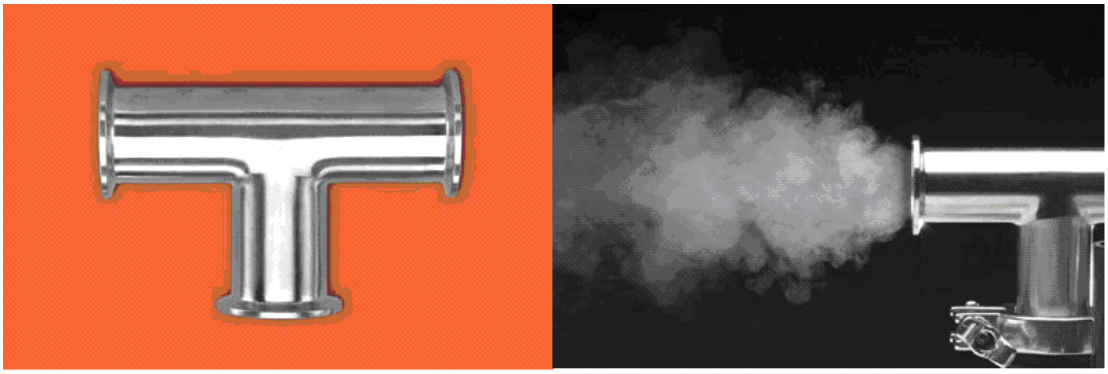
Η τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis είναι μια από τις μεθόδους που χρησιμοποιήθηκαν για την απόθεση λεπτών υμενίων οξειδίου ψευδάργυρου (ZnO). Για την εναπόθεση χρησιμοποιήθηκε μια υπερηχητική γεννήτρια μορίων (ultrasonic particle generator).

Η υπερηχητική γεννήτρια μορίων λειτουργεί σε συχνότητα 2,4 MHz ενώ διαθέτει μια μονάδα με ένα μικροεπεξεργαστή στην μπροστινή όψη. Διαθέτη μία LCD οθόνη και ο χρήστης μπορεί να αλλάξει το ποσοστό με το οποίο τα μόρια παράγονται διαμορφώνοντάς το από 0 ως 100% της πλήρους ικανότητας παραγωγής με βήμα αύξησης 5% (Εικόνα 1α). Η συσκευή διαθέτη ειδικό δοχείο για την τοποθέτηση του πρόδρομου διαλύματος ZnO (Εικόνα 1β).



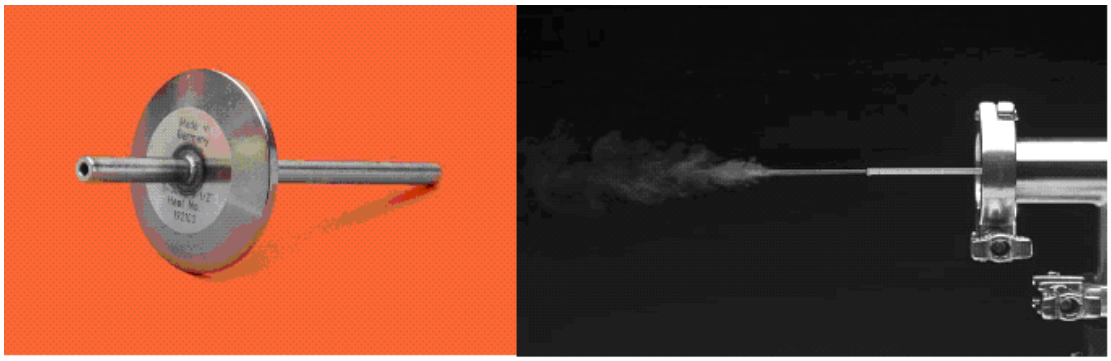
Εικόνα 1: α) front pannel β)Δοχείο αποθήκευσης ZnO

Μετά τη δημιουργία του νέφους από το πρόδρομο διάλυμα ZnO, αυτό εξέρχεται μέσω ειδικών σωλήνων από ανοξείδωτο χάλυβα και με τη βοήθεια ενός κοινού ανεμιστήρα και του προωθητικού αερίου (άζωτο) οδηγείται προς την κατεύθυνση του θερμαινόμενου υποστρώματος, όπως φαίνεται στην παρακάτω Εικόνα 2.



Εικόνα 2: Εξάρτημα σε σχήμα Τ από ανοξείδωτο χάλυβα.

Αν τώρα θέλουμε να περιορίσουμε τη ροή του νέφους του πρόδρομου διαλύματος ZnO, καθώς τα υποστρώματα που χρησιμοποιήσαμε για να κάνουμε την εναπόθεση είναι πολύ μικρά ($10\times10mm^2$) και μια μεγάλη ποσότητα του νέφους χάνεται, τότε προσαρμόζουμε την έξοδο με το ένα ακροφύσιο μικρής διατομής (Εικόνα 3).



Εικόνα 3: Ακροφύσιο.

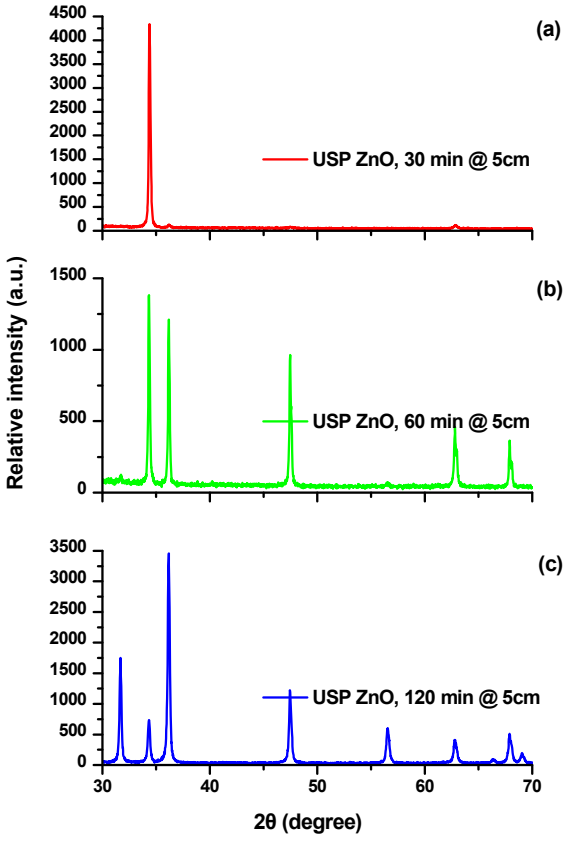
Στην έξοδο του ακροφύσιου έχουμε τοποθετήσει μια θερμαντική πλάκα και έχουμε ρυθμίσει τη θερμοκρασία στην επιφάνειά της στους 350 ^{o}C. Πάνω στην πλάκα αυτή τοποθετούμε κάθε φορά το υπόστρωμα γυαλιού Corning για να γίνει η εναπόθεση ZnO.

Οι εναποθέσεις που έχουν γίνει είναι σε απόσταση 5 και10cm του ακροφύσιου από το υπόστρωμα Corning. Ένας άλλος παράγοντας που παίζει ρόλο εκτός από την απόσταση είναι και ο χρόνος απόθεσης. Στα πειράματα που πραγματοποιήθηκαν στα πλαίσια της πτυχιακής αυτής, όσον αφορά την τεχνική ultrasonic spray pyrolysis, εξετάστηκαν τρεις παράμετροι εναπόθεσης: το είδος του πρόδρομου διαλύματος (αλκοολικό ή υδατικό), η απόσταση ακροφύσιου-υποστρώματος (5 και 10cm) και ο χρόνος εναπόθεσης (30, 60 και 120min),

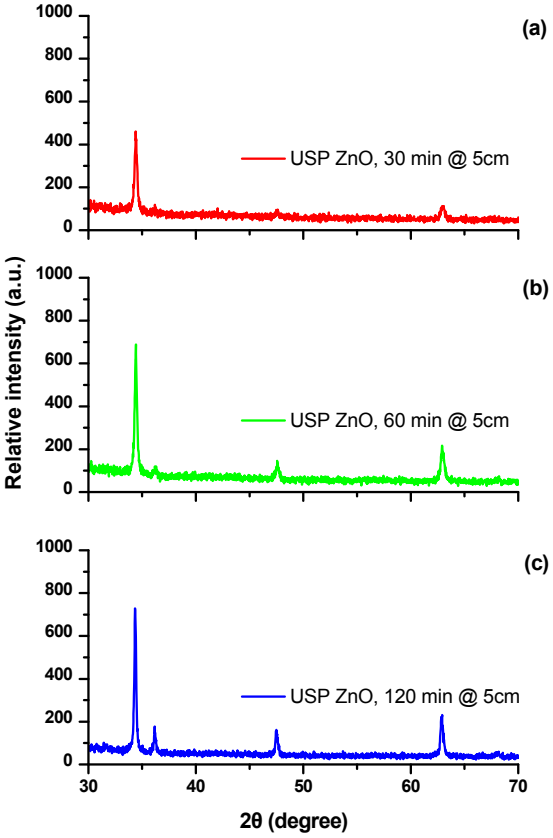
Στη συνέχεια ακολουθεί ο δομικός, μορφολογικός, οπτικός χαρακτηρισμός των δειγμάτων ZnO και τέλος οι ηλεκτρικές μετρήσεις.

2.3 Περιθλασιμετρία ακτίνων Χ για τα δείγματα ZnO με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis

Παρακάτω (εικόνες 4,5) παρουσιάζονται τα διαγράμματα περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ για τα δείγματα ZnO που έχουν εναποτεθεί με την τεχνική USP τόσο σε υδατικά (εικόνα 4) όσο και σε αλκοολικά διαλύματα (εικόνα 5). Διαπιστώνεται ότι αύξηση του χρόνου απόθεσης από 30min σε 60min και στη συνέχεια σε 120min συνεπάγεται παράλληλη αύξηση της κρυσταλλικότητας των δειγμάτων.



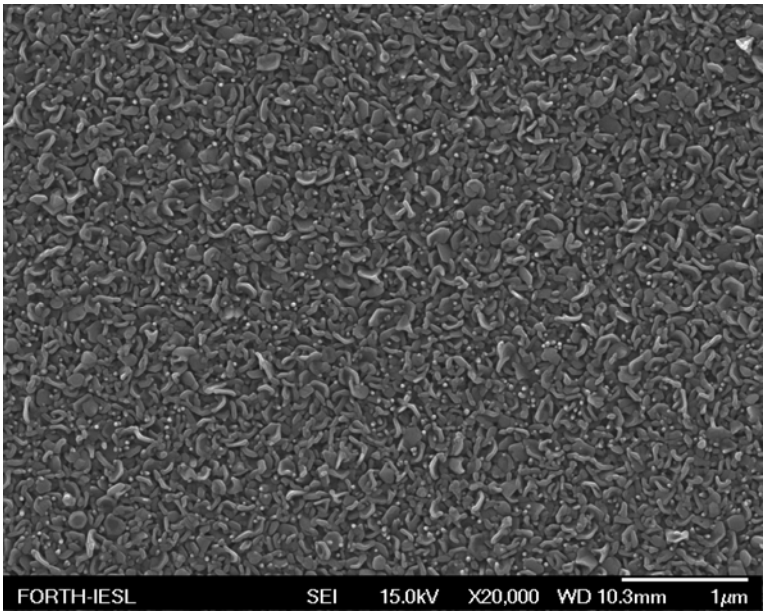
Εικόνα 4: Διαγράμματα περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ για δείγματα ZnO που έχουν δημιουργηθεί με την τεχνική USP από υδατικά πρόδρομα διαλύματα για χρόνο 30, 60 και 120min αντίστοιχα.



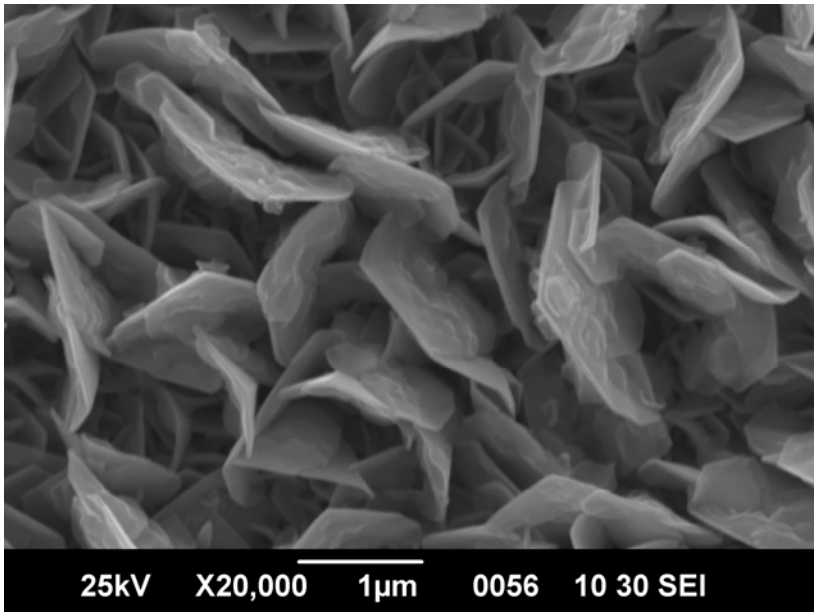
Εικόνα 5: Διαγράμματα περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ για δείγματα ZnO που έχουν εναποτεθεί με την τεχνική USP από αλκοολικά πρόδρομα διαλύματα για χρόνο 30, 60 και 120min αντίστοιχα.

2.4 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM) για τα δείγματα ZnO με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis

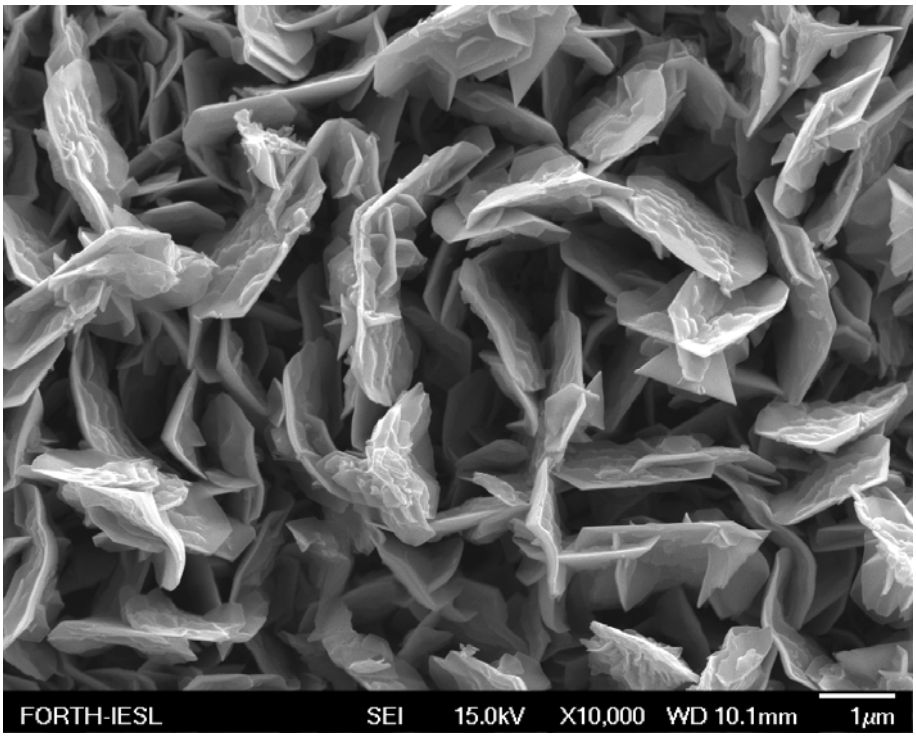
Στις Εικόνες 6, 7, 8 παρουσιάζονται ενδεικτικά φωτογραφίες από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης για τα δείγματα ZnO από υδατικά πρόδρομα διαλύματα για χρόνο 30, 60 και 120min αντίστοιχα. με ακροφύσιο σε απόσταση 5cm.



Εικόνα 6: Υδατικό διάλυμα - ακροφύσιο 4mm @ 5cm & 30min (450deg) X20000.

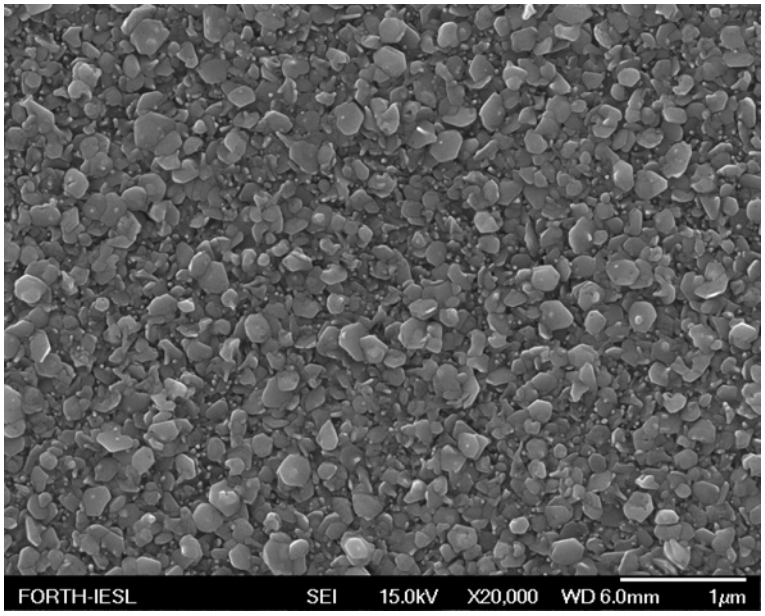


Εικόνα 7: Υδατικό διάλυμα - ακροφύσιο 4mm @ 5cm & 60min (450deg) X20000.

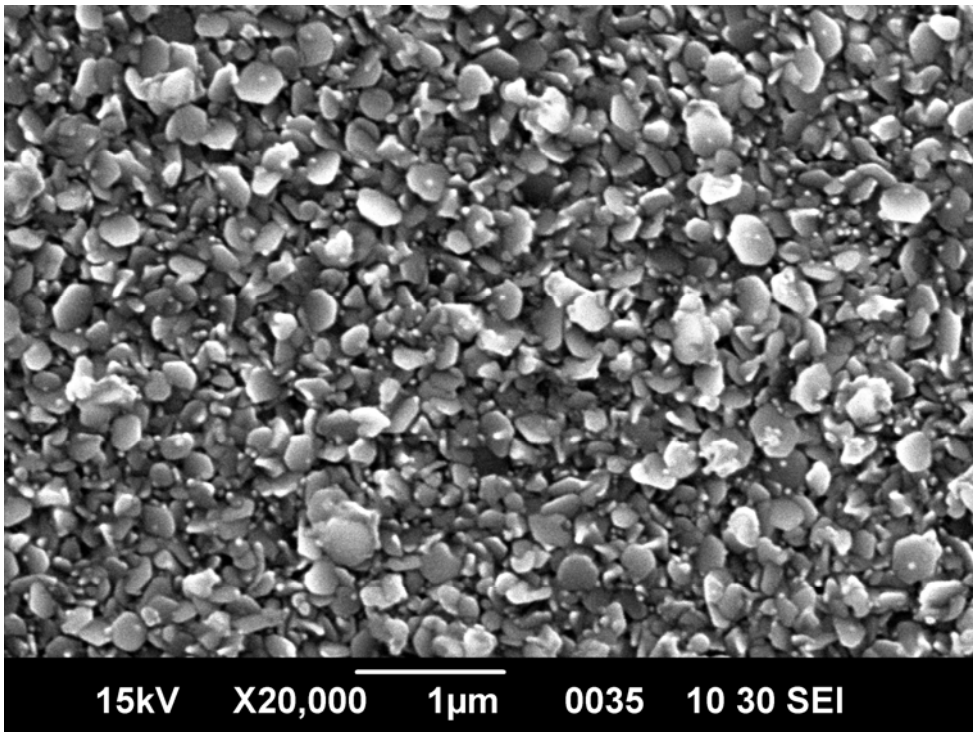


Εικόνα 8: Υδατικό διάλυμα - ακροφύσιο 4mm @ 5cm & 120min (450deg) X10000.

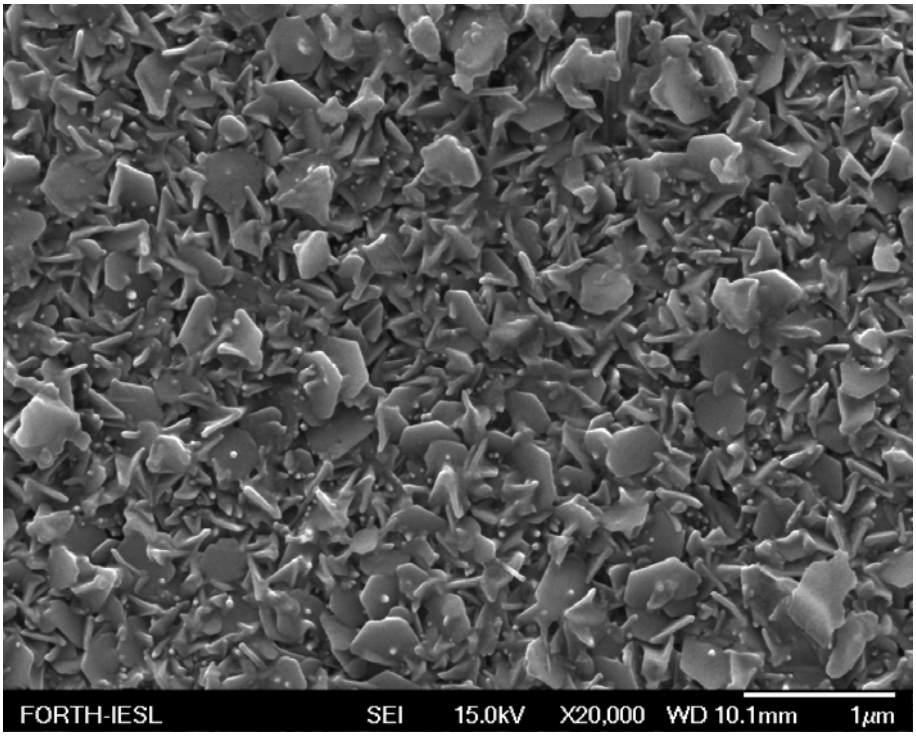
Στις Εικόνες 9, 10, 11 παρουσιάζονται φωτογραφίες από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης για τα αλκοολικά δείγματα ZnO με ακροφύσιο σε απόσταση 5cm.



Εικόνα 9: Αλκοολικό διάλυμα - ακροφύσιο 4mm @ 5cm & 30min (450deg) X20000.



Εικόνα 10: Αλκοολικό διάλυμα - ακροφύσιο 4mm @ 5cm & 60min (450deg) X20000.



Εικόνα 11: Αλκοολικό διάλυμα - ακροφύσιο 4mm @ 5cm & 120min (450deg) X20000.

2.5 Ηλεκτρικές μετρήσεις για τα δείγματα ZnO με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis

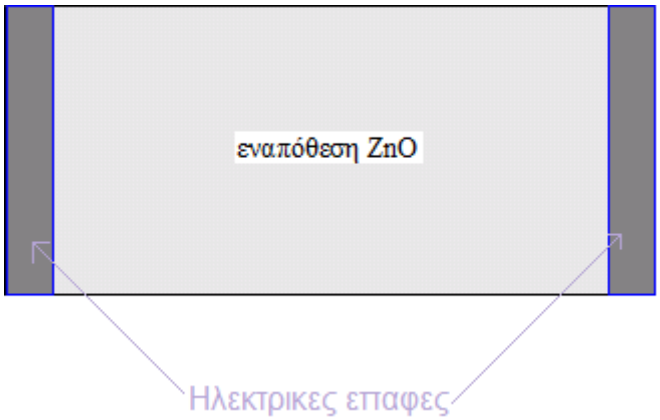
2.5.1 Δημιουργία επαφών στα δείγματα

Για να πραγματοποιηθούν οι ηλεκτρικές μετρήσεις πρέπει καταρχήν να δημιουργηθούν οι κατάλληλες ηλεκτρικές επαφές στα δείγματα.

Οι επαφές αυτές γίνονται από πάστα αργύρου (**silver paste),** συνήθως στις άκρες τον δειγμάτων. Ο άργυρος είναι ένα υλικό που έχει τα παρακάτω χαρακτηριστικά γνωρίσματα:

- υψηλή ηλεκτρική αγωγιμότητα
- χαμηλή ειδική αντίσταση
- άριστη προσκόλληση στο ευρύ φάσμα των υλικών.

Οι επαφές γίνονται με επίστρωση αργύρου στις δυο άκρες τον δειγμάτων για μέτρηση αντίστασης δύο σημείων (2 probe).



Εικόνα 12: Ηλεκτρικές επαφές.

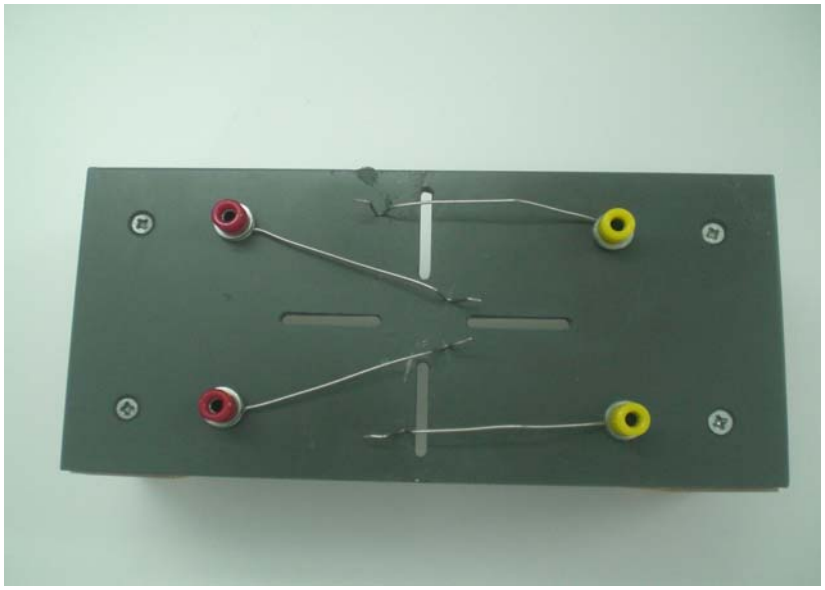
Μετά την επίστρωση των υποστρωμάτων με οξείδιο του ψευδαργύρου (ZnO) και τη δημιουργία ηλεκτρικών επαφών, τα δείγματα είναι έτοιμα για να μετρήσουμε την ηλεκτρική τους αντίσταση.

Για να μετρήσουμε την ηλεκτρική τους αντίσταση λοιπόν τοποθετούμε τα δείγματα σε μια κατάλληλη βάση. Οι βάσεις που χρησιμοποιήθηκαν για την τοποθέτηση τον δειγμάτων και τη μέτρηση της ηλεκτρικής τους αντίστασης είναι τέσσερις διαφορετικές.

2.5.2 Βάσεις για τη μέτρηση της ηλεκτρικής αντίστασης των δειγμάτων

Βάση 1

Τα δείγματα τοποθετούνται στο κέντρο της βάσης. Στη συνέχεια ανασηκώνουμε τις δυο από τις τέσσερις ακίδες τις οποίες τοποθετούμε πάνω στις ηλεκτρικές επαφές των δειγμάτων, αμέσως μετά συνδέουμε τη βάση με τον ηλεκτρονικό υπολογιστή. Η σύνδεση γίνεται με δυο καλώδια που είναι συνδεμένα στον ηλεκτρονικό υπολογιστή και καταλήγουν στις δυο από της τέσσερις υποδοχές της βάσης. Στην Εικόνα 13 βλέπουμε αυτή τη συγκεκριμένη βάση.

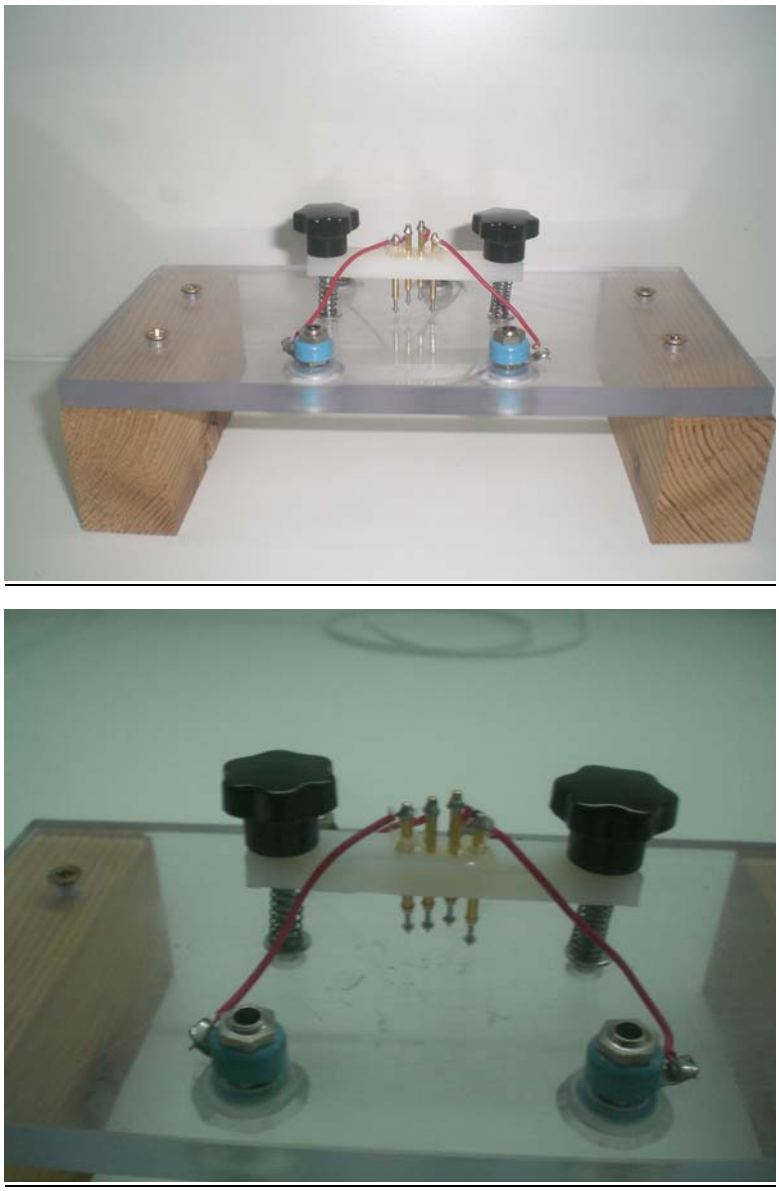


Εικόνα 13: Επιτραπέζια βάση 1

Βάση 2

Στη βάση αυτή τα δείγματα τοποθετούνται επίσης στο κέντρο του δειγματοφορέα κάτω από τις τέσσερις ακίδες, Οι τέσσερις αυτές ακίδες είναι συνδεμένες σε τέσσερις υποδοχές ώστε να μπορούμε εύκολα να συνδέσουμε τη βάση με τον ηλεκτρονικό υπολογιστή. Ανάλογα με το μέγεθος του δείγματος κατεβάζουμε

και τις κατάλληλες ακίδες ώστε να έρθουν σε επαφή με τις ηλεκτρικές επαφές των δειγμάτων (Εικόνα 14).



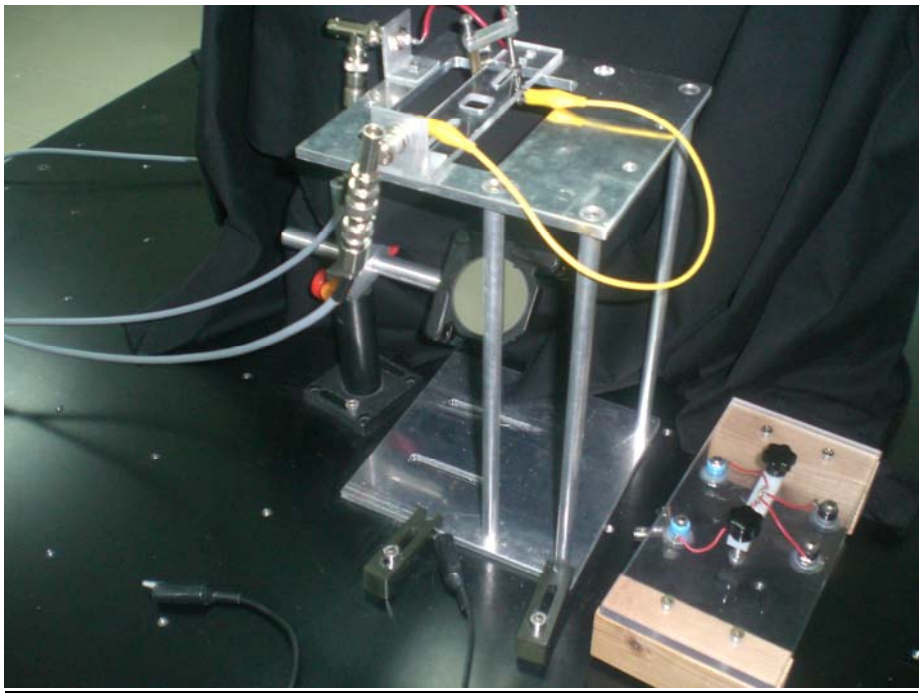
Εικόνα 14: Επιτραπέζια βάση 2.

Βάση 3

Στη βάση αυτή τα δείγματα τοποθετούνται στο πάνω μέρος σε μια κατάλληλη υποδοχή που υπάρχει ώστε να μπορούν να τοποθετηθούν δείγματα οποιουδήποτε μεγέθους. Στη συνέχεια οι δυο ακίδες που είναι συνδεμένες με τον υπολογιστή

κατεβαίνουν ώστε να ακουμπήσουν στις ηλεκτρικές επαφές των δειγμάτων. Στην Εικόνα 15 βλέπουμε τη διάταξη της συγκεκριμένης βάσης.

Αν θέλουμε να κάνουμε και χρήση κάποιας λάμπας ορατής ή υπεριώδους ακτινοβολίας σε κάποια από τα δείγματα, η βάση διαθέτει ειδικό καθρέπτη στο κάτω μέρος της, όπως βλέπουμε στο παρακάτω Σχήμα, ώστε να ανακλάται η δέσμη φωτός και να πέφτει πάνω στο δείγμα που θέλουμε να μετρήσουμε.



Εικόνα 15: Διάταξη βάσης 3.

Βάση 4

Τα δείγματα τοποθετούνται στο κέντρο της βάσης (Εικόνα 16), στη συνέχεια ανασηκώνουμε τις δυο ή/ και τις τέσσερις ακίδες, τις οποίες τοποθετούμε πάνω στις ηλεκτρικές επαφές τον δειγμάτων, ενώ αμέσως μετά συνδέουμε τη βάση με τον ηλεκτρονικό υπολογιστή. Με τη βάση αυτή έχουμε τη δυνατότητα μέτρησης τεσσάρων σημείων (4-probe).

Οι παραπάνω βάσεις συνδέονται όλες με έναν ηλεκτρονικό υπολογιστή, με τη χρήση του οποίου ελέγχεται η μέτρηση τον δειγμάτων. Ο υπολογιστής αυτός έχει τη

δυνατότητα να μετράει την τάση και το ρεύμα, τα οποία μας εμφανίζει στην οθόνη σε μια χαρακτηριστική καμπύλη I-V. Από την κλίση της ευθείας αυτής και αφού ισχύει ο νόμος του Ohm, R=V/I, υπολογίζουμε την ηλεκτρική αντίσταση του εκάστοτε δείγματος.



Εικόνα 16: Επιτραπέζια βάση 4 για μέτρηση 2&4probe.

2.5.3 Τρόποι μέτρησης τον δειγμάτων ZnO.

Κάθε δείγμα μετρήθηκε υπό την επήρεια τριών παραγόντων:

α) Στον αέρα

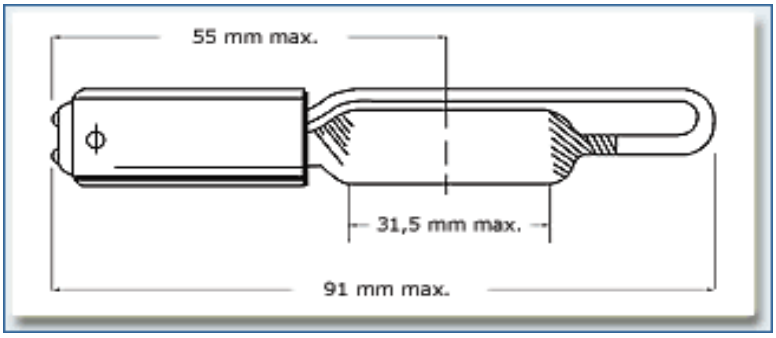
β) Με ένα λαμπτήρα υπεριώδους ακτινοβολίας Philips HPK 125 (solar1)

Ο λαμπτήρας που χρησιμοποιήθηκε για την παροχή της τεχνητής υπεριώδους ακτινοβολίας είναι ένας λαμπτήρας υδραργύρου (Philips HPK 125W).

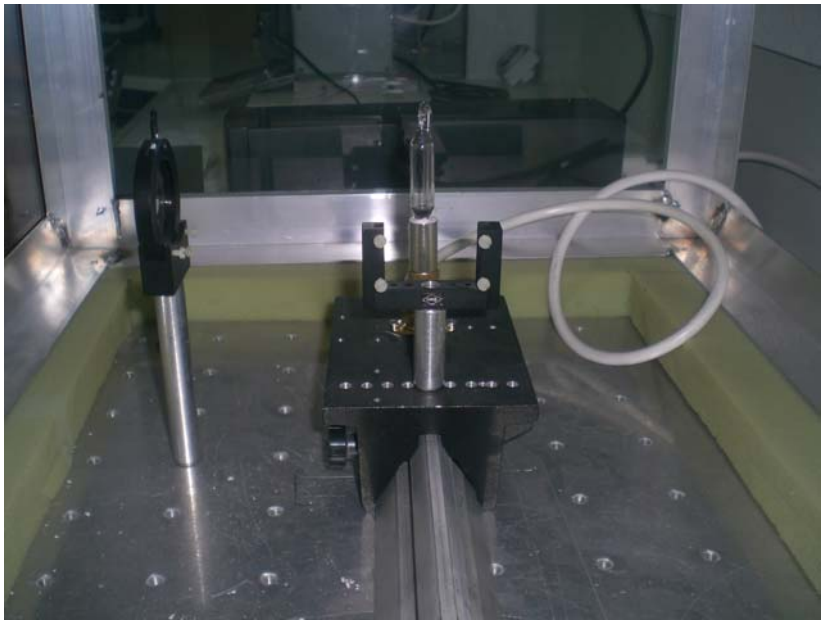
Ο λαμπτήρας υδραργύρου HPK 125W μπορεί να χρησιμοποιηθεί για εφαρμογές όπως φωτοχημικές διεργασίες, αναλυτές υδραργύρου, ιατρικός και περιβαλλοντικός εξοπλισμός καθώς και οι σταθεροί ανιχνευτές μήκους κύματος. Στην Εικόνα 17 βλέπουμε ένα λαμπτήρα υδραργύρου Philips HPK 125W.



Εικόνα 17α: Λαμπτήρα υδραργύρου.



Εικόνα 17β: Λαμπτήρα υδραργύρου.

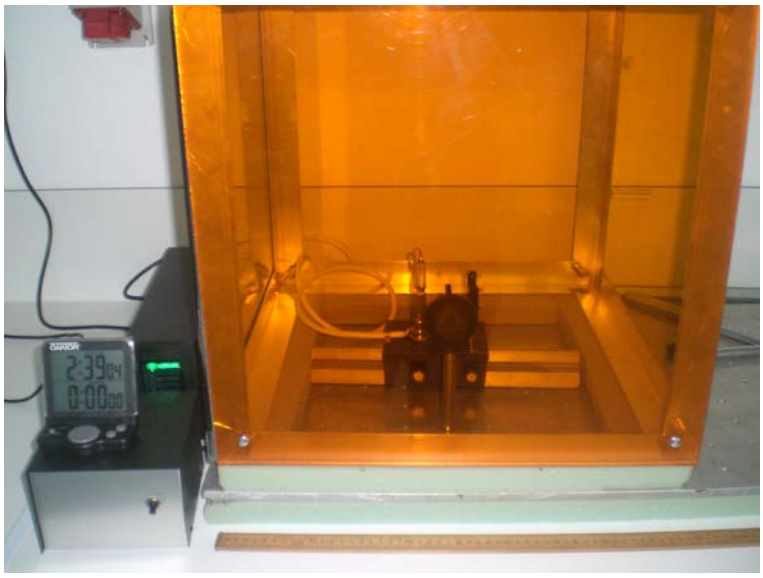


Εικόνα 17γ: Διάταξη λαμπτήρα υδραργύρου.

Οι λαμπτήρες της σειράς HPK 125W έχουν τα παρακάτω χαρακτηριστικά:

Ισχύς λαμπτήρα	125 Watts
Ρεύμα λαμπτήρα	1.15 Amps
Τάση λαμπτήρα	115 Volts
Γενικό μήκος	95 ± 5mm
Μήκος τόξων	30mm
Ηλεκτρόδια	Βολφραμίου
Φωτεινή ροή	4,750 lm @ 100 hrs
Εκτιμημένη διάρκεια ζωής	1000 ώρες
Χρόνος προθέρμανσης	3.5 λεπτά
Παρέχουν τη μέγιστη ενέργεια	365 nm

Στους συγκεκριμένους αυτούς λαμπτήρες λόγω του υψηλού επιπέδου UV ακτινοβολίας που εκπέμπουν πρέπει οι χειριστές που εργάζονται παρουσία του υπεριώδους φωτός να έχουν πάρει μέτρα ασφάλειας για να προφυλαχτούν από την υπεριώδη ακτινοβολία καθώς είναι βλαβερή η απευθείας έκθεση σε αυτήν. Λόγω του υψηλού επιπέδου UV ακτινοβολίας που εκπέμπει η λάμπα αυτή κατά τη χρήση της είχε τοποθετηθεί σε ειδικό πλαίσιο (Εικόνα 18) ώστε να φιλτράρεται η ακτινοβολία που εκπέμπει και να μη δημιουργεί προβλήματα στο χρήστη.



Εικόνα 18: Φίλτρο προστασίας από το λαμπτήρα UV.

γ) Με ένα Λαμπτήρα Newport model 67005 (solar2)

Ο λαμπτήρας αυτός έχει τα παρακάτω χαρακτηριστικά:

- Τύπος: Κατοικίες λαμπτήρων τόξων
- Τύπος πηγής: 50 - 500 W
- Παράγοντας πολλαπλασιασμού φακών: 0,11
- Τύπος συμπυκνωτών: F/1, λιωμένο πυρίτιο
- Παράλληλη διάμετρος παραγωγής: 1,3΄΄
- Σειρά μετάδοσης του υλικού φακών: 200 - 2500 nm
- Υλικό φακών: 200-2500 nm



Εικόνα 19α: Λαμπτήρας Newport.

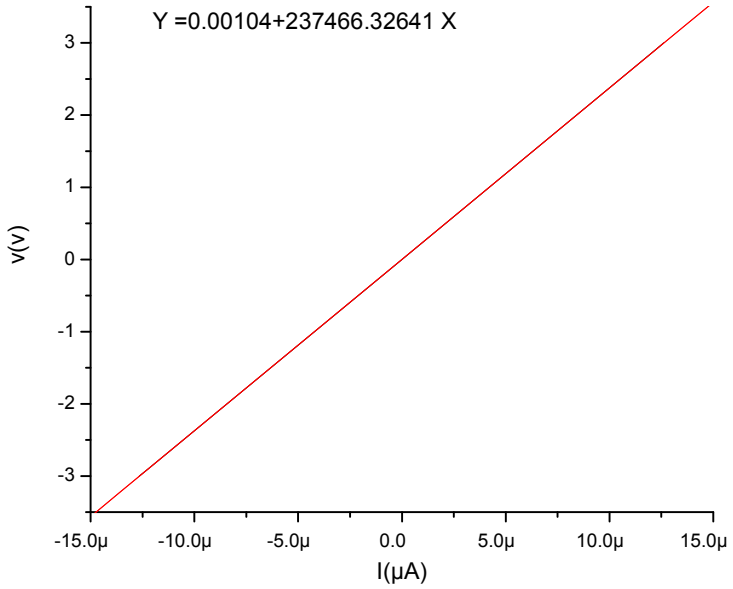


Εικόνα 19β: Διάταξη μέτρησης με λαμπτήρα Newport.

2.6 Μέθοδος υπολογισμού ηλεκτρικής αντίστασης.

Με τη χρήση ενός ειδικού ηλεκτρονικού υπολογιστή γίνεται η μέτρηση των δειγμάτων Ο υπολογιστής αυτός απεικονίζει τις μετρήσεις ρεύματος / τάσης στην οθόνη σε μια χαρακτηριστική καμπύλη I-V, όπως βλέπουμε στο παρακάτω διάγραμμα (Εικόνα 20).

Ας δούμε τώρα αναλυτικά πως γίνεται ο υπολογισμός της ηλεκτρικής αντίστασης από τη χαρακτηριστική καμπύλη που μας βγάζει ο υπολογιστής.



Εικόνα 20: Διάγραμμα I-V.

Στον κατακόρυφο άξονα εμφανίζονται οι τιμές της τάσης V σε Volt και στον οριζόντιο άξονα οι τιμές του ρεύματος I σε nA. Από την κλίση της ευθείας, και εφόσον ισχύει ο νόμος του Ohm, R=V/I, υπολογίζουμε την ηλεκτρική αντίσταση του εκάστοτε δείγματος. Η κόκκινη γραμμή που βλέπουμε στο παραπάνω γράφημα μας δείχνει το fit των μετρήσεων μας με τη βέλτιστη δυνατή ευθεία, στην περίπτωση που το δείγμα εμφανίζει γραμμική συμπεριφορά, από την κλίση της οποίας υπολογίζουμε την ηλεκτρική αντίσταση του εκάστοτε δείγματος.

2.7 Κατηγορίες μετρήσεων.

Οι εργαστηριακές μετρήσεις έχουν πραγματοποιηθεί σε δείγματα που έχουν παρασκευαστεί από δυο διαφορετικά διαλύματα:

A. **Αλκοολικά διαλύματα (MtOH)**
B. **Υδατικά διαλύματα (H_2O)**

Μετρήσαμε την ηλεκτρική αντίσταση σε μια σειρά δειγμάτων που έχουν εναποτεθεί με διαφορετικές παραμέτρους όπως:

- Δείγματα με διαφορετικό χρόνος εναπόθεσης.
- Δείγματα με και χωρίς ακροφύσιο.
- Δείγματα στα οποία αλλάζει η απόσταση που τα έχουμε τοποθετήσει από το ακροφύσιο.

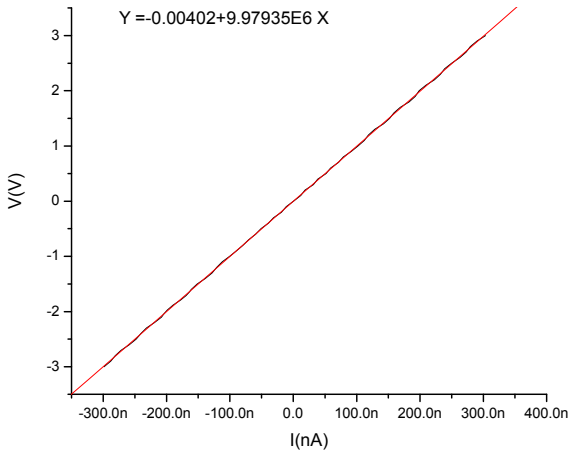
Θα μελετήσουμε επίσης πώς μεταβάλλεται η αντίσταση και η ειδική αντίσταση των δειγμάτων σε σχέση με το πάχος τους.

2.8 Μετρήσεις δειγμάτων από τα αλκοολικά πρόδρομα διαλύματα.

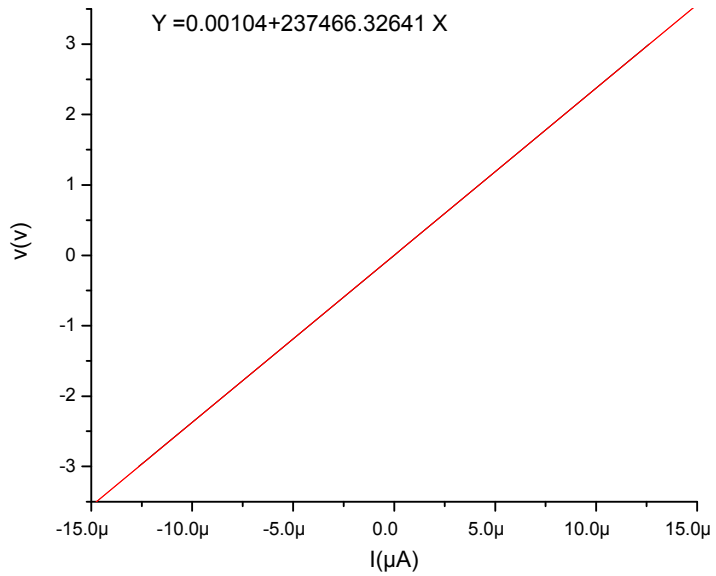
2.8.1 Μετρήσεις σε δείγματα από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης σε διαφορετικό χρόνο εναπόθεσης.

Οι πρώτες μετρήσεις έγιναν σε δείγματα που έχουν εναποτεθεί από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης (CH_4O) σε διαφορετικό χρόνο εναπόθεσης (1, 2, 4 ώρες).

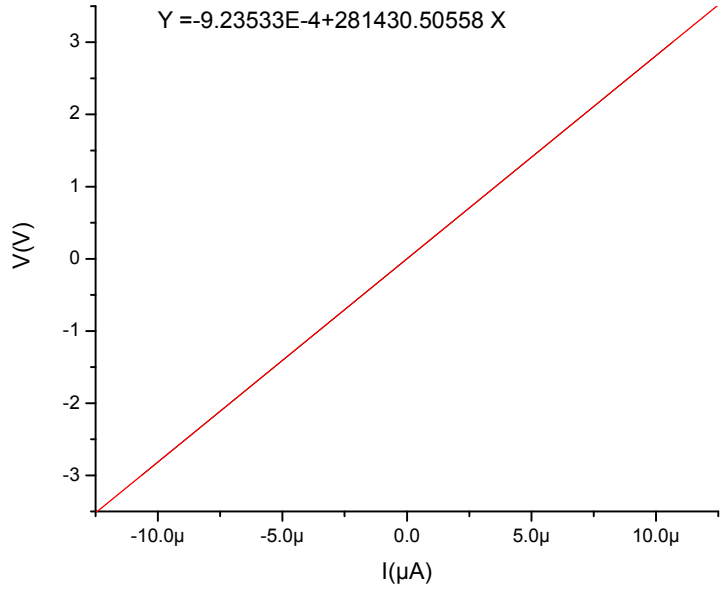
Εναπόθεση 1 ώρα dark



Εναπόθεση 2 ωρών dark

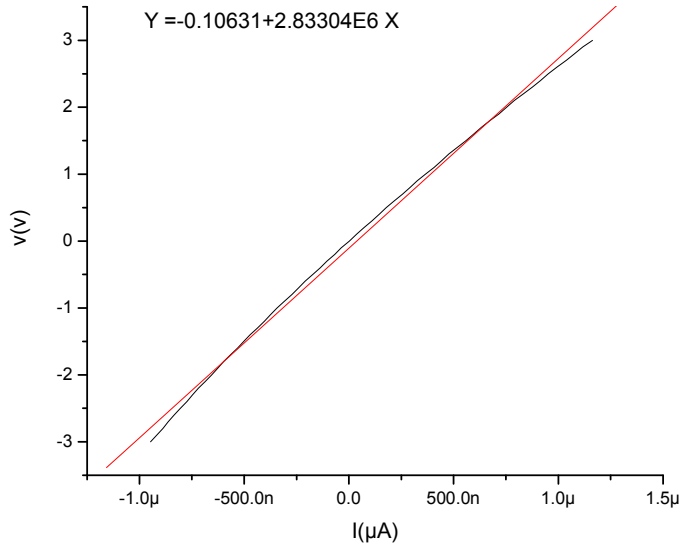


Εναπόθεση 4 ωρών dark

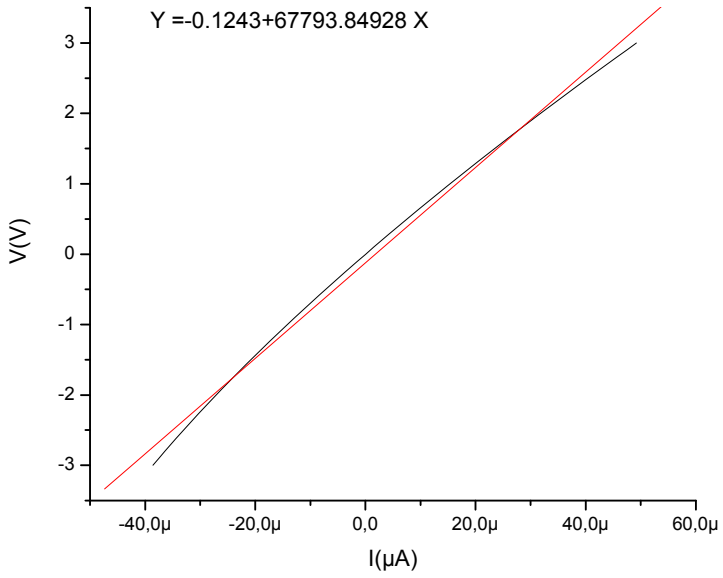


Ας δούμε τώρα πως μεταβάλλεται η αντίσταση των παραπάνω δειγμάτων με την επίδραση της λάμπας υπεριώδους ακτινοβολίας (solar1).

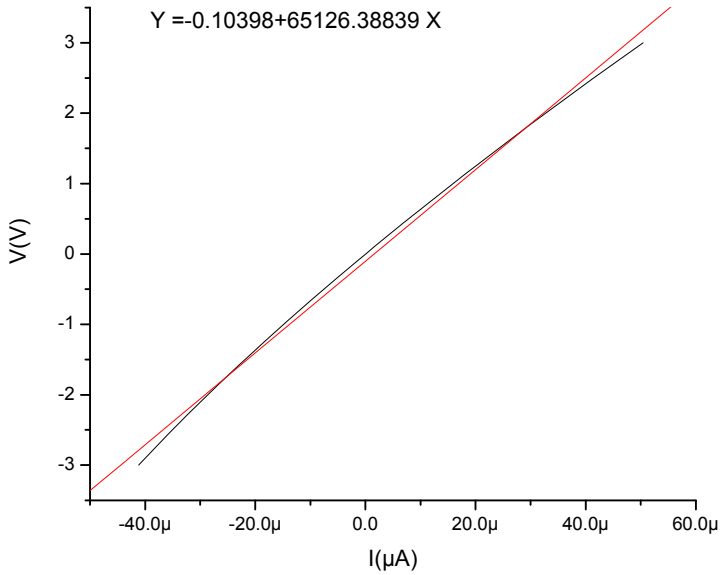
Εναπόθεση 1 ώρα solar1



Εναπόθεση 2 ωρών solar1

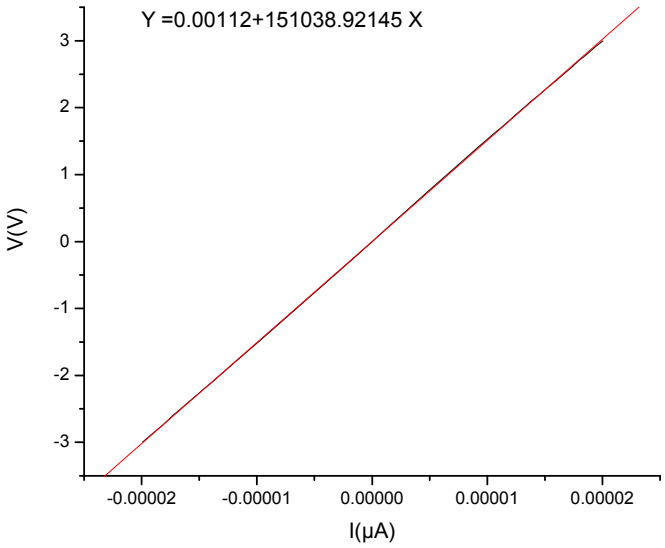


Εναπόθεση 4 ωρών solar1

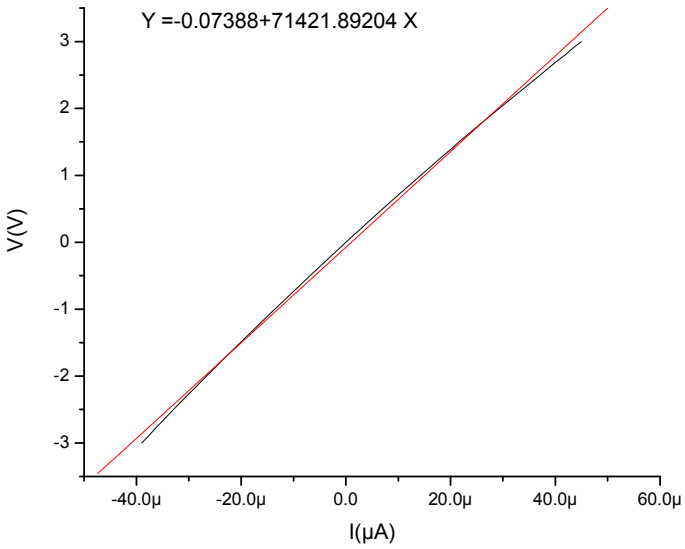


Ας δούμε και πως μεταβάλλεται η αντίσταση των παραπάνω δειγμάτων με την επίδραση της δεύτερης λαμπάς (solar2).

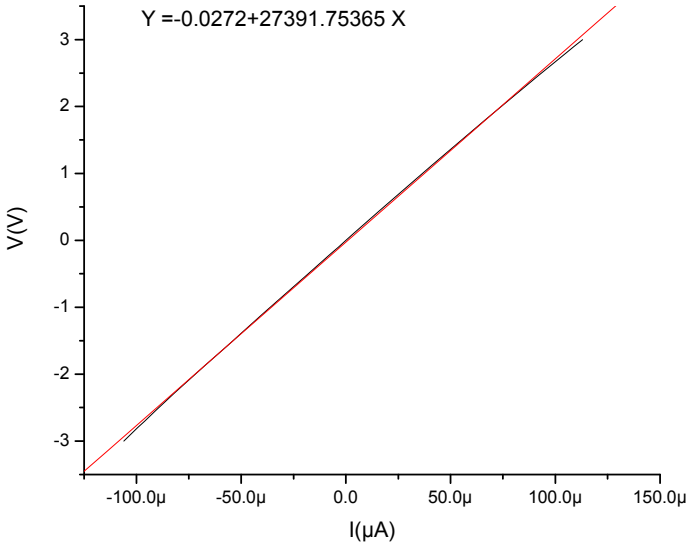
Εναπόθεση 1 ώρα solar2



Εναπόθεση 2 ωρών solar2



Εναπόθεση 4 ωρών solar2



Συμπεράσματα:

Στον Πίνακα 1 έχουμε συγκεντρώσει όλες τις παραπάνω μετρήσεις για να μπορέσουμε να δούμε πως μεταβάλλεται η τιμή της αντίστασης σε σχέση με το χρόνο εναπόθεσης, καθώς επίσης και τη μεταβολή της αντίστασης κάτω από την επίδραση τεχνητού φωτός, από τις δυο διαφορετικές λάμπες.

Δείγματα	L (cm)	w(cm)	t(nm)	**Rdark(Ω)**	**solar1(Ω)**	**solar2(Ω)**
USP ZnO MtOH solution 0.1M 450C/1hr	0.4	0.53	10	**9.979M**	**2.833M**	**151.039k**
USP ZnO MtOH solution 0.1M 450C/2hr	0.65	0.47	20	**237.466k**	**67.794k**	**71.422k**
USP ZnO MtOH solution 0.1M 450C/4hr	0.75	0.4	30	**281.431k**	**65.126k**	**27.392k**

Πίνακας 1.

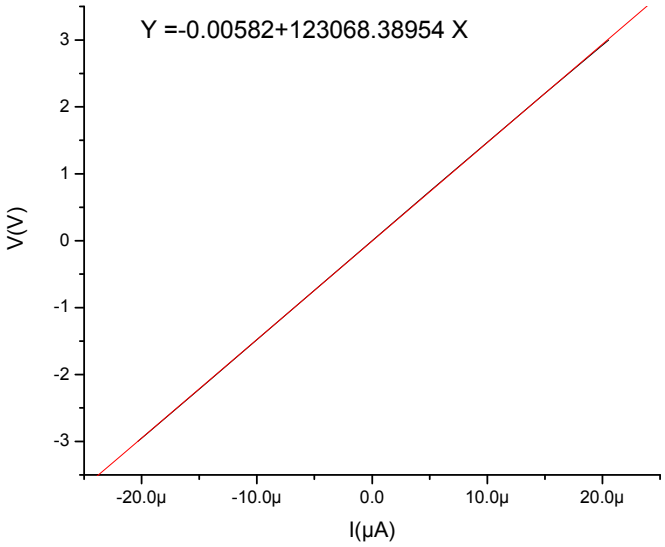
όπου L το πλάτος σε cm ,w το μήκος σε cm και t το πάχος nm.

Συγκρίνοντας τις παραπάνω τιμές των αντιστάσεων παρατηρούμε ότι η τιμή της αντίστασης μεταβάλλεται με το χρόνο εναπόθεσης, δηλ. το πάχος των δειγμάτων. Συγκεκριμένα σε μια ώρα εναπόθεσης έχουμε ηλεκτρική αντίσταση της τάξης των 9.979MΩ ενώ σε δυο ώρες απόθεσης η τιμή της αντίστασης είναι 237.466kΩ. Παρατηρούμε δηλαδή ότι όσο μεγαλώνει ο χρόνος απόθεσης μειώνεται η τιμή της ηλεκτρικής αντίστασης και τα δείγματα γίνονται πιο αγώγιμα.

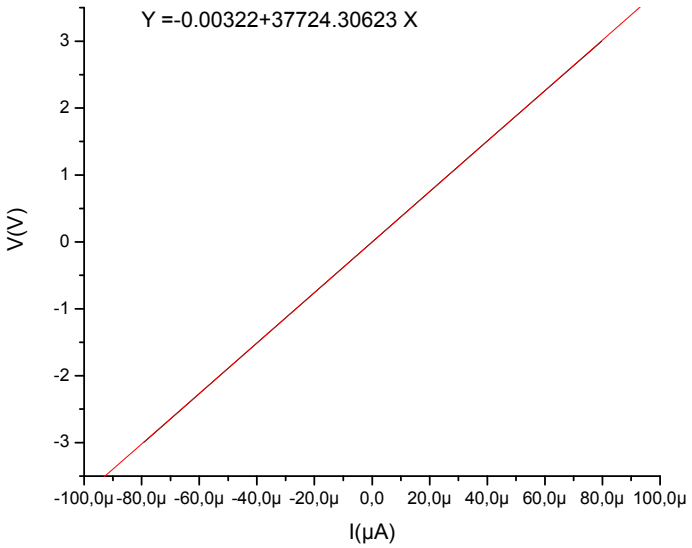
Επίσης παρατηρούμε ότι η τιμή της αντίστασης μειώνεται όταν τα δείγματα βρίσκονται κάτω από την επίδραση τεχνητού φωτός. Για τα δείγματα της μιας ώρας, παρατηρούμε ότι η τιμή της αντίστασης από 9.979MΩ μειώνεται σε 2.833MΩ υπό την επίδραση της solar 1 και σε 151.039kΩ υπό την επίδραση της solar 2. Αντίστοιχες μεταβολές παρατηρούνται και για τα δείγματα με χρόνο εναπόθεσης 2 και 4 ωρών.

2.8.2 Μετρήσεις σε δείγματα από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης με τη χρήση ακροφύσιου σε απόσταση 5 και 10cm.

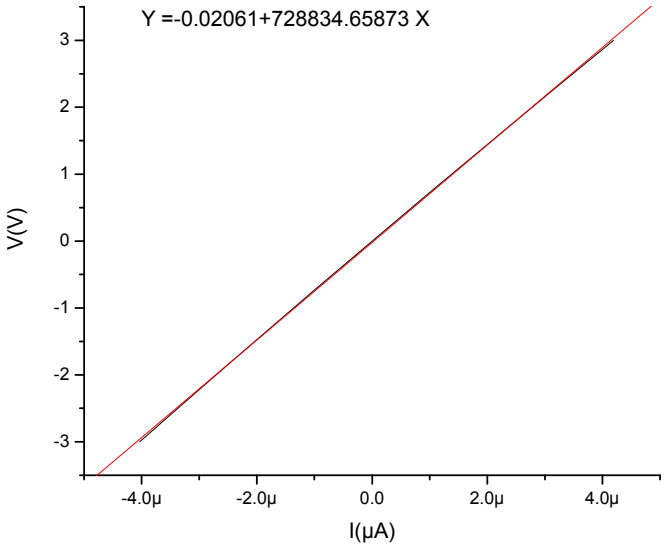
Χρόνος απόθεσης 60 min, απόσταση 5cm



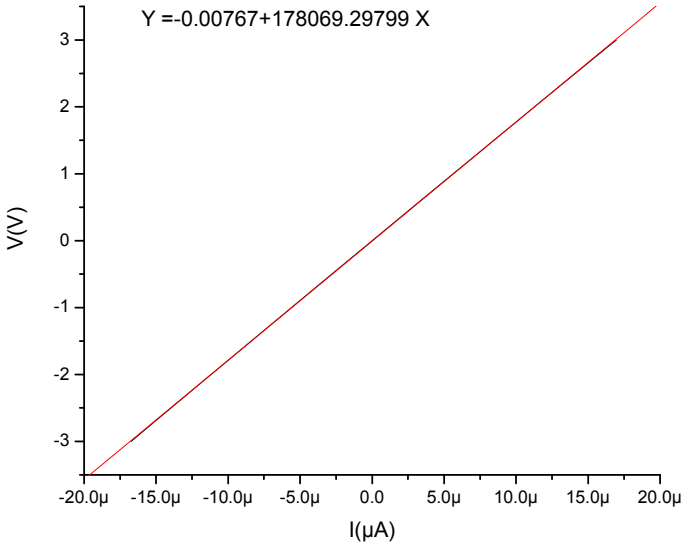
Χρόνος απόθεσης 120 min, απόσταση 5cm



Χρόνος απόθεσης 60 min, απόσταση 10cm



Χρόνος απόθεσης 120 min, απόσταση 10cm



Συμπεράσματα:

Στον Πίνακα 2 υπάρχουν συγκεντρωμένες όλες οι παραπάνω μετρήσεις καθώς επίσης και οι μετρήσεις που έγιναν κάτω από την επίδραση δύο διαφορετικών πηγών τεχνητού φωτισμού.

Παρατηρούμε ότι η απόσταση στην οποία είναι τα δείγματα τοποθετημένα απέναντι από το ακροφύσιο παίζει σημαντικό ρόλο στην ηλεκτρική αντίσταση των δειγμάτων. Πιο συγκεκριμένα, τα δείγματα που είναι τοποθετημένα σε απόσταση 5cm από το ακροφύσιο παρουσιάζουν μικρότερη ηλεκτρική αντίσταση, άρα έχουν μεγαλύτερη ειδική αγωγιμότητα από εκείνα που βρίσκονται σε απόσταση 10cm από το ακροφύσιο.

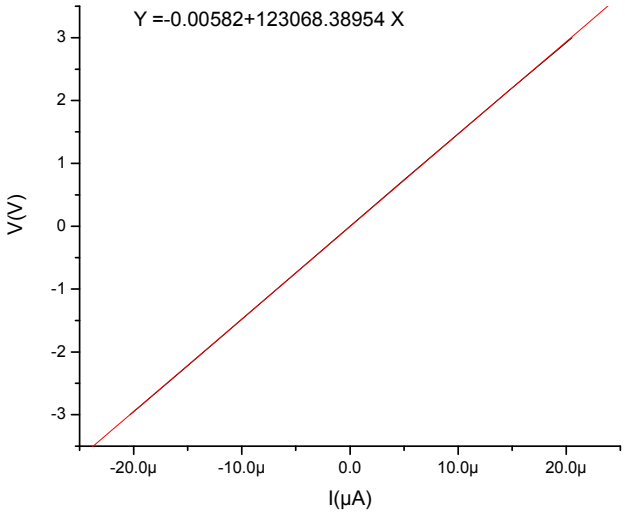
Δείγματα	L(cm)	w(cm)	t(nm)	**Rdark(Ω)**	**solar1(Ω)**	**solar2(Ω)**
450C/60min- 5cm με ακροφύσιο	0.35	0.49	190	**123.068k**	**17.018k**	**9.795k**
450C/120min-5cm με ακροφύσιο	0.31	0.3	300	**37.724k**	**13.576k**	**6.029k**
450C/60min-10cm με ακροφύσιο	0.53	0.34	55	**728.835k**	**75.396k**	**22.387k**
450C/120min-10cm με ακροφύσιο	0.74	0.39	45	**178.069k**	**44.856k**	**22.677k**

Πίνακας 2.

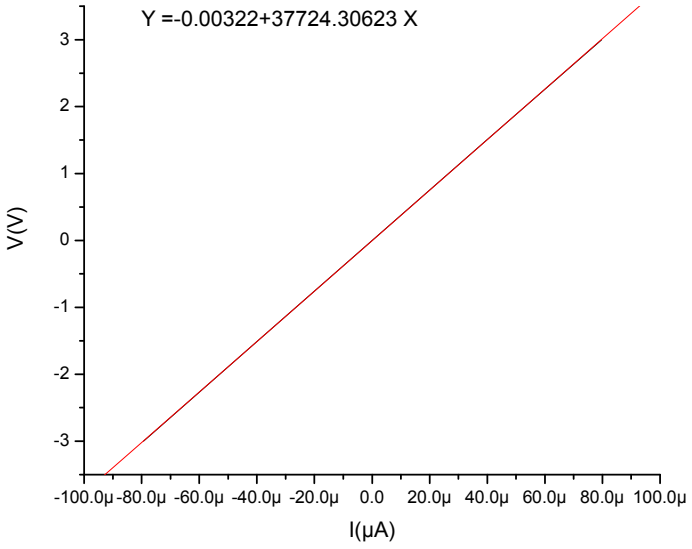
2.8.3 Μετρήσεις σε δείγματα ZnO από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης με και χωρίς τη χρήση ακροφύσιου.

Οι μετρήσεις που ακολουθούν αφορούν και αυτές δείγματα ZnO από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης (CH_4O) στους 450 °C για χρόνο εναπόθεσης μια και δυο ώρες, χωρίς και με τη χρήση ακροφύσιου σε απόσταση 5cm.

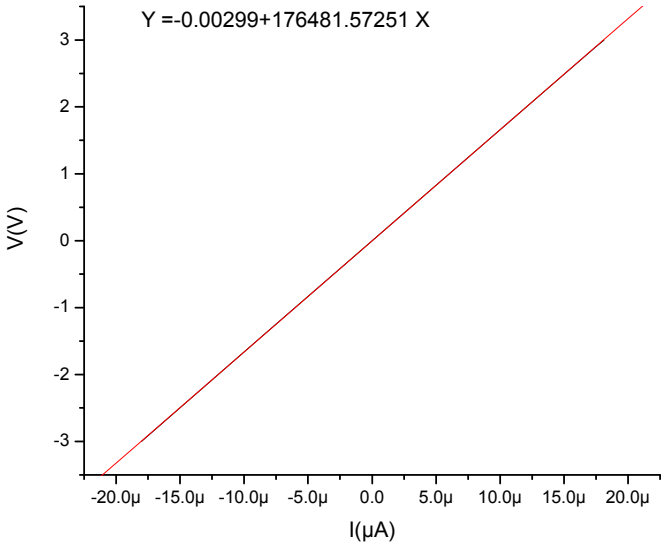
Χρόνος εναπόθεσης 60 min με ακροφύσιο.



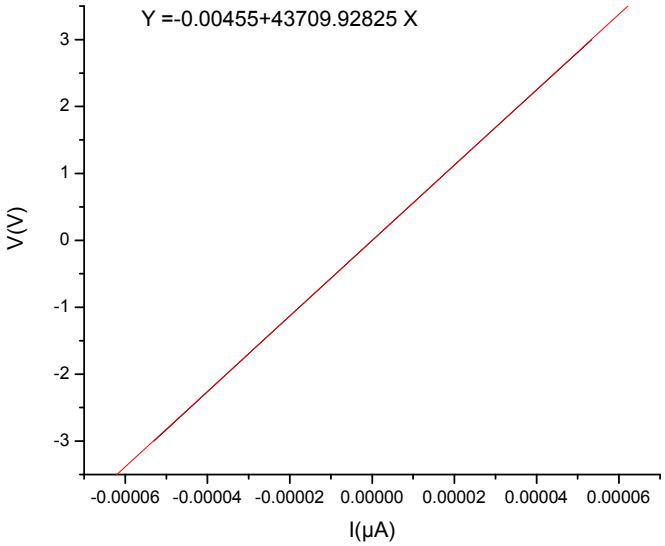
Χρόνος εναπόθεσης 120 min με ακροφύσιο.



Χρόνος εναπόθεσης 60 min χωρίς ακροφύσιο.



Χρόνος εναπόθεσης 120 min χωρίς ακροφύσιο.



Συμπεράσματα:

Στον Πίνακα 3 υπάρχουν συγκεντρωμένες όλες οι παραπάνω μετρήσεις. Παρατηρούμε ότι, με τη χρήση ακροφύσιου, τα δείγματα παρουσιάζουν μικρότερη ηλεκτρική αντίσταση άρα και καλύτερη αγωγιμότητα.

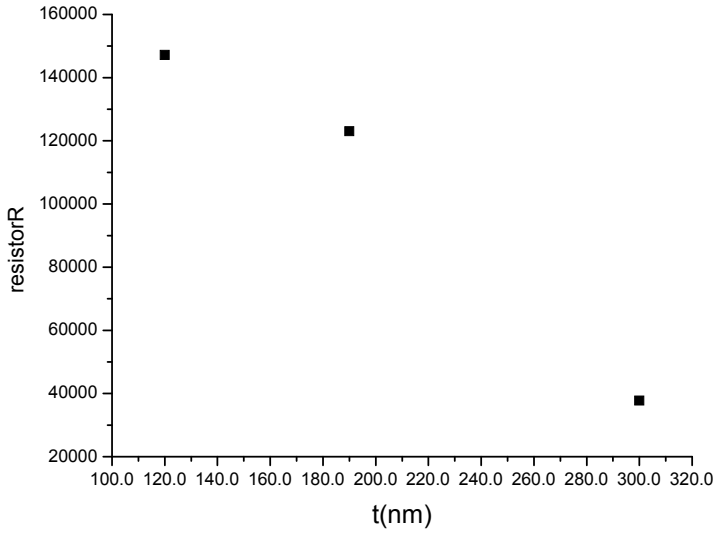
Δείγματα	L(cm)	w(cm)	t(nm)	**Rdark(Ω)**	**solar1(Ω)**	**solar2(Ω)**
450C/60min- με ακροφύσιο	0.35	0.49	190	**123.068k**	**17.018k**	**9.795k**
450C/120min-5cm με ακροφύσιο	0.31	0.3	300	**37.724k**	**13.576k**	**6.029k**
450C/60min-5cm χωρίς ακροφύσιο	0.78	0.33	80	**176.481k**	**67.586k**	**33.731k**
450C/120min-5cm χωρίς ακροφύσιο	0.63	0.54	40	**43.709k**	**13.904k**	**6.789k**

Πίνακας 3.

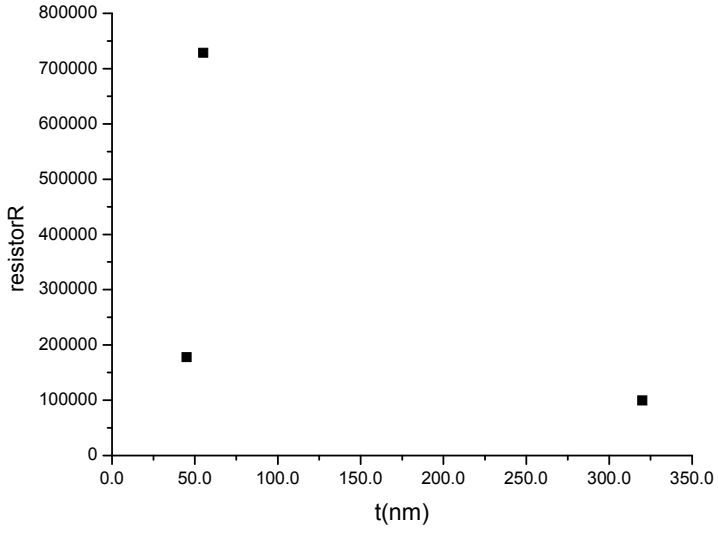
2.8.4 Μεταβολή της αντίστασης σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων ZnO από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης.

Ας δούμε τώρα πως μεταβάλλεται η αντίσταση των παραπάνω δειγμάτων σε σχέση με το πάχος τους, σε μετρήσεις τόσο στο σκοτάδι όσο και κάτω από τεχνητό φως από τις δυο διαφορετικές λάμπες.

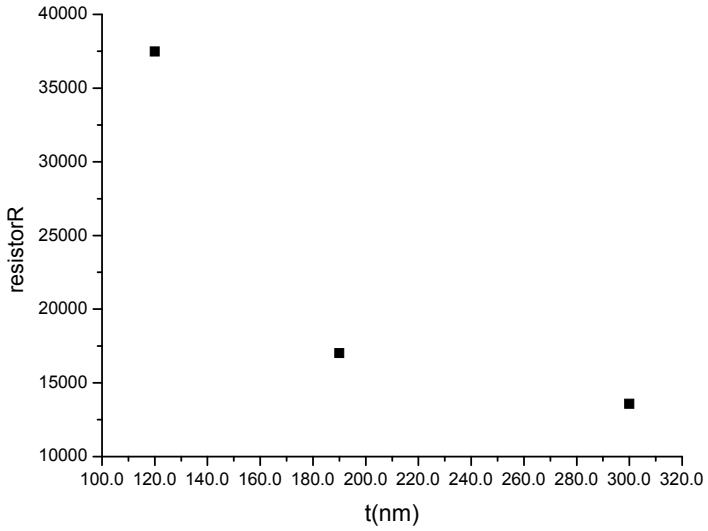
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 5cm dark



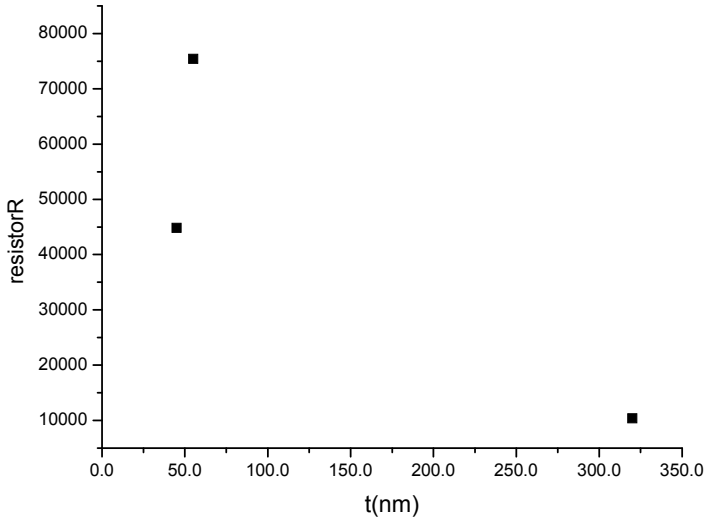
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 10cm dark



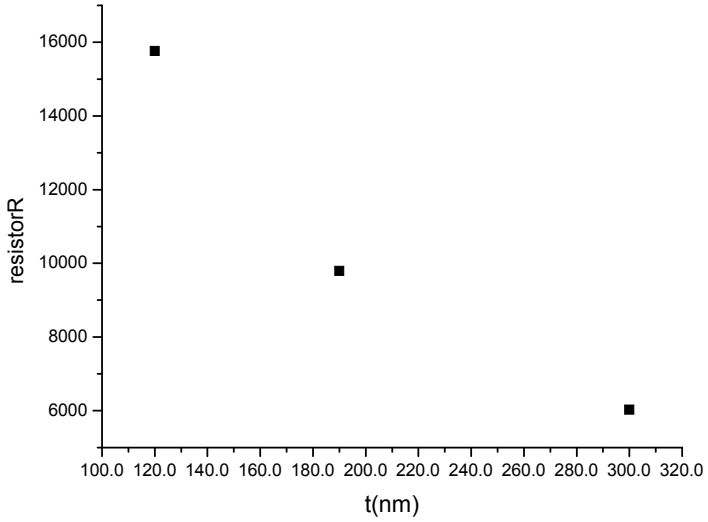
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 5cm με solar1



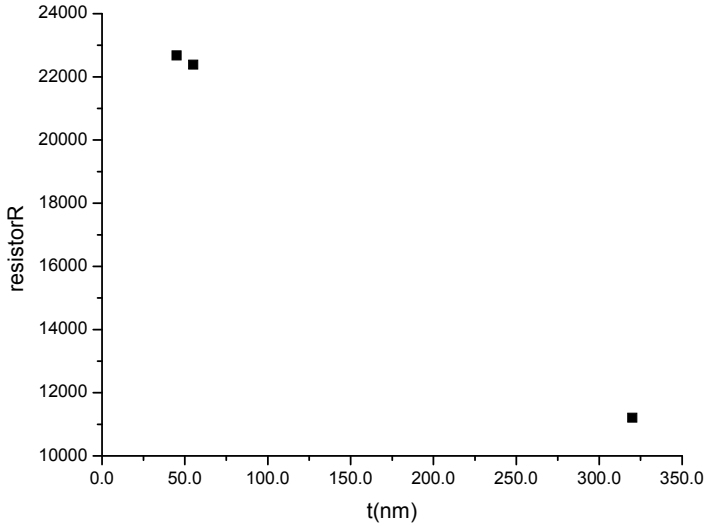
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 10cm με solar1



MtOH 450 ^{o}C απόσταση 5cm με solar2



MtOH 450 ^{o}C απόσταση 10cm με solar2



Δείγματα MtOH	Πάχος(nm)	Αντίσταση R (Ω)		Δείγματα MtOH	Πάχος(nm)	Αντίσταση R (Ω)
30min 5cm dark	120	147186.4		30min 10cm dark	320	99498.99
60min 5cm dark	190	123068.2		60min 10cm dark	55	728834.7
120min 5cm dark	300	37724.31		120min 10cm dark	45	178069.3
30min 5cm solar1	120	37482.69		30min 10cm solar1	320	10379.93
60min 5cm solar1	190	17018.42		60min 10cm solar1	55	75395.6
120min 5cm solar1	300	13575.7		120min 10cm solar1	45	44855.94
30min 5cm solar2	120	15764.1		30min 10cm solar2	320	11211.57
60min 5cm solar2	190	9795.284		60min 10cm solar2	55	22386.62
120min 5cm solar2	300	6028.78		120min 10cm solar2	45	22677.16

Πίνακας 4.

Στις παραπάνω μετρήσεις παρατηρούμε ότι καθώς αυξάνεται το πάχος των δειγμάτων ZnO μειώνεται η τιμή της ηλεκτρικής τους αντίστασης, δηλαδή τα δείγματα με μεγαλύτερο πάχος εμφανίζουν καλύτερη αγωγιμότητα σε σχέση με τα δείγματα με μικρότερο πάχος.

2.8.5 Μεταβολή της ειδικής αντίστασης σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων ZnO από πρόδρομο διάλυμα μεθανόλης.

Η αντίσταση του αγωγού εξαρτάται από τους παρακάτω παράγοντες:

I. Το υλικό που είναι κατασκευασμένος ο αγωγός.
II. Το σχήμα που έχει ο αγωγός.
III. Το μέγεθος του αγωγού.
IV. Η θερμοκρασία που βρίσκεται ο αγωγός.

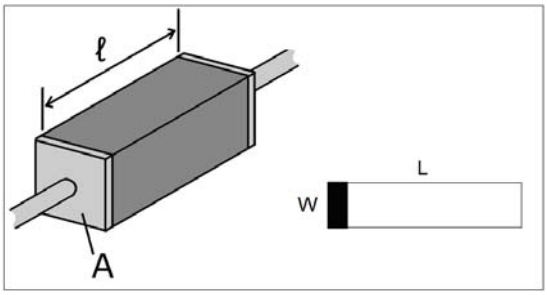
Η *ειδική αντίσταση* ρ ορίζεται ως ο λόγος των μέτρων της έντασης του ηλεκτρικού πεδίου E προς την πυκνότητα ρεύματος J:

$$\rho = \frac{\mathrm{E}}{J} \quad \left(\frac{Vm}{A}\right) = (\Omega m)$$

Ας δούμε τώρα πώς γίνεται ο υπολογισμός της ειδικής αντίστασης σε κάθε ένα από τα παρακάτω δείγματα. Παρακάτω (Εικόνα 21) βλέπουμε το σκαρίφημα με τη μορφή που έχουν τα δείγματα, όπου l το πλάτος σε cm ,w το μήκος σε cm και t το πάχος nm.

Για τον υπολογισμό της ειδικής αντίστασης με βάση την αντίσταση R και τις διαστάσεις που έχει κάθε δείγμα, δίνεται από τον παρακάτω τύπο:

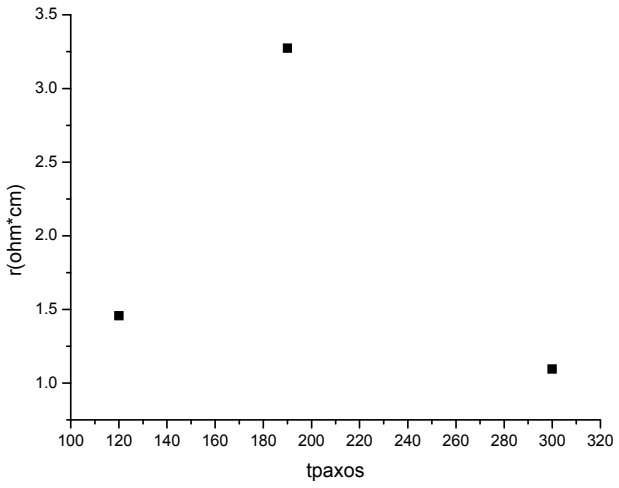
$$\rho = R * \frac{s}{l} \Rightarrow \rho = R * \frac{w * t}{l}$$



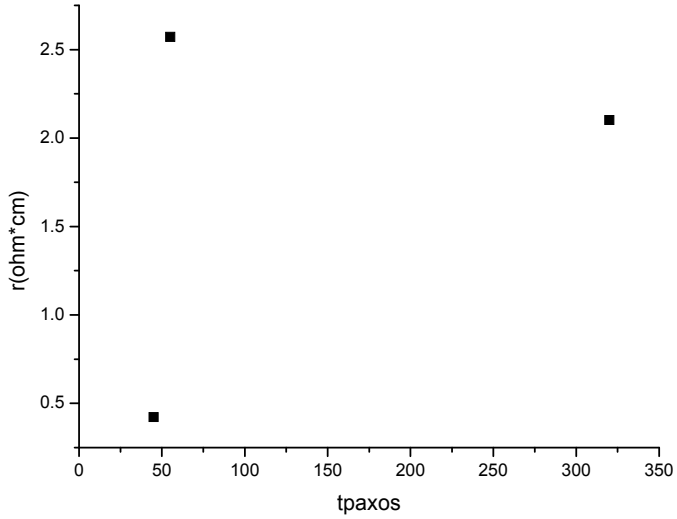
Εικόνα 21: Σκαρίφημα δειγμάτων.

Ας δούμε τώρα πως μεταβάλλεται η ειδική αντίσταση (ρ) των παραπάνω δειγμάτων σε σχέση με το πάχος τους, σε μετρήσεις τόσο στο σκοτάδι όσο και κάτω από το τεχνητό φως από τις δυο διαφορετικές πηγές φωτισμού.

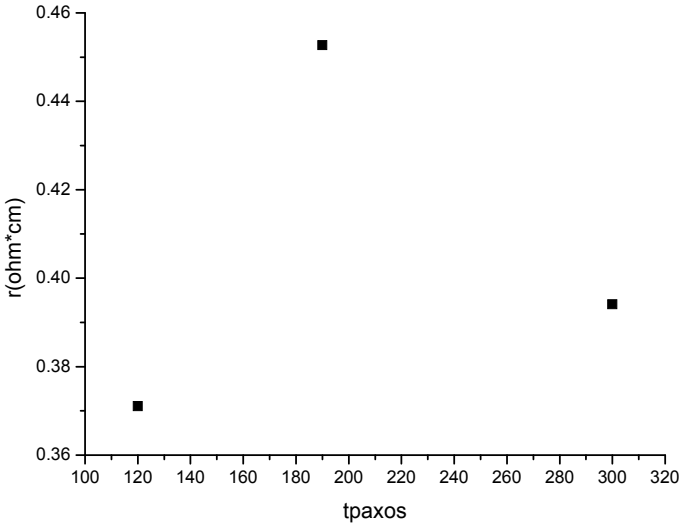
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 5cm dark



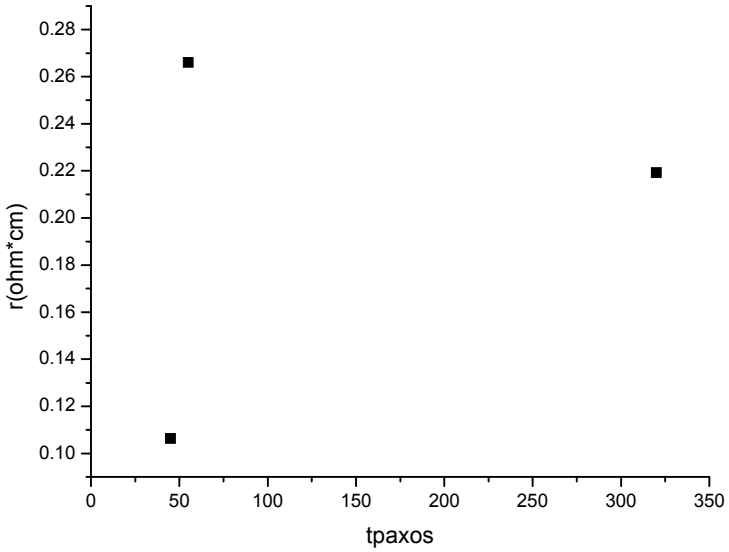
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 10cm dark



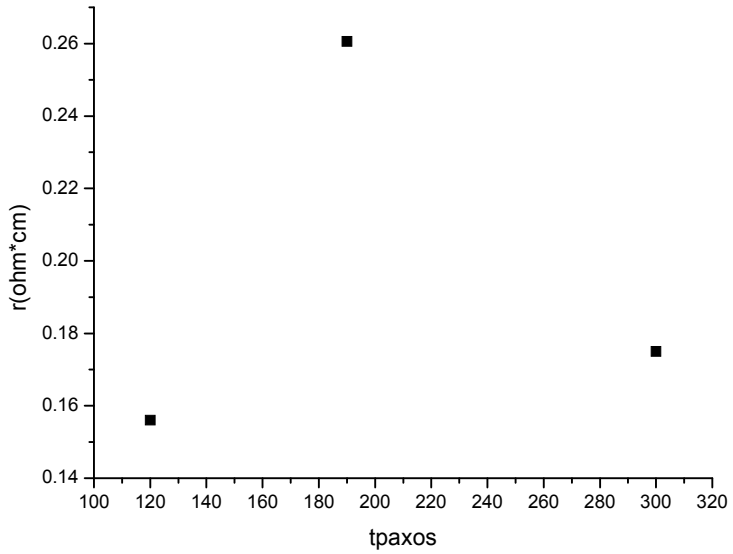
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 5cm solar1



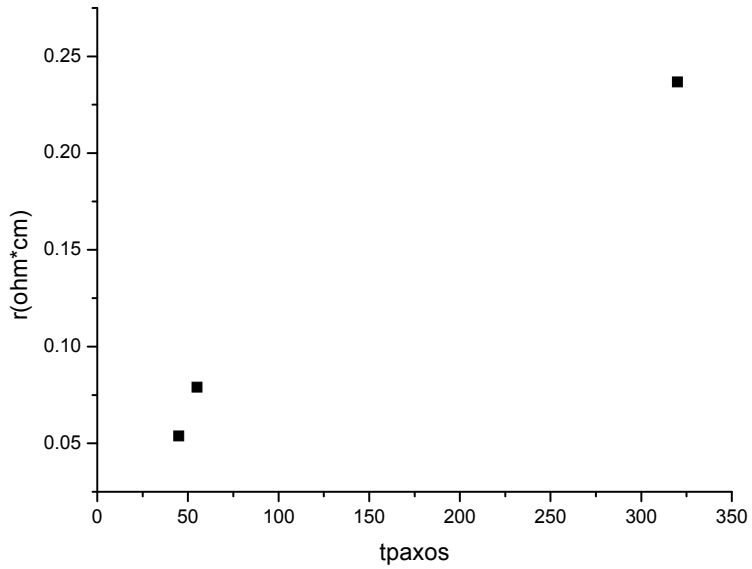
MtOH 450 ^{o}C απόσταση 10cm solar1



MtOH 450 ^{o} C απόσταση 5cm solar2



MtOH 450 ^{o}C απόσταση 10cm solar2



Δείγματα MtOH	πάχος nm	Ειδική αντίσταση (ρ)	Δείγματα MtOH	πάχος nm	Ειδική αντίσταση (ρ)
		ρ(Ohm cm)			ρ(Ohm cm)
30min 5cm dark	120	1,46	30min 10cm dark	320	2,11
60min 5cm dark	190	3,27	60min 10cm dark	55	2,57
120min 5cm dark	300	1,09	120min 10cm dark	45	0,42
30min 5cm solar1	120	0,37	30min 10cm solar1	320	0,22
60min 5cm solar1	190	0,45	60min 10cm solar1	55	0,27
120min 5cm solar1	300	0,39	120min 10cm solar1	45	0,11
30min 5cm solar2	120	0,15	30min 10cm solar2	320	0,24
60min 5cm solar2	190	0,26	60min 10cm solar2	55	0,08
120min5cm solar2	300	0,18	120min10cm solar2	45	0,05

Πίνακας 5.

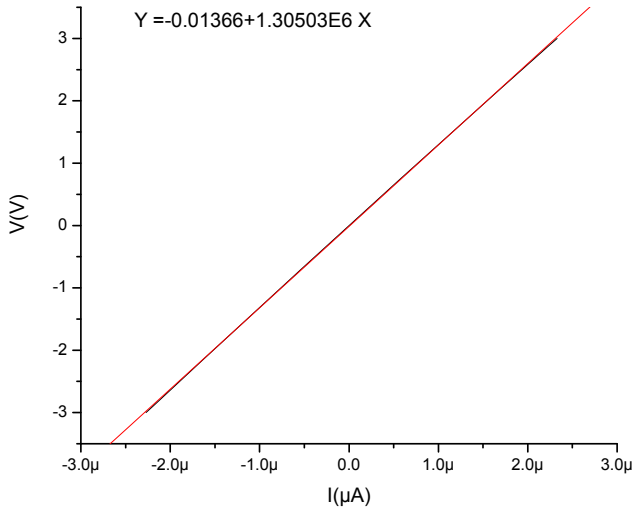
Συμπεράσματα:

Με βάση τα παραπάνω γραφήματα παρατηρούμε ότι η τιμή της ειδικής αντίστασης είναι χαμηλή σε δείγματα με πολύ μικρό πάχος, ενώ καθώς αυξάνεται το πάχος η τιμή της αυξάνεται μέχρι ενός ορισμένου σημείου, και από εκεί και μετά αρχίζει πάλι να μειώνεται (0.4-3Ωcm). Επίσης παρατηρούμε ότι η τιμή της ειδικής αντίστασης μειώνεται όταν τα δείγματα βρίσκονται κάτω από την επίδραση τεχνητού φωτός (100-450mΩcm για solar1 και 50-250mΩcm για solar2).

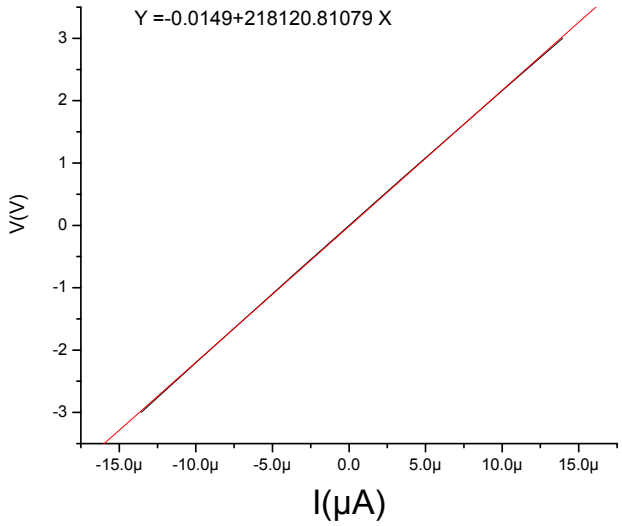
2.9 Μετρήσεις δειγμάτων από τα υδατικά πρόδρομα διαλύματα.

Οι παρακάτω μετρήσεις I-V έγιναν σε δείγματα ZnO που εναποτέθηκαν με τη μέθοδο Ultrasonic Spray Pyrolysis από πρόδρομα υδατικά διαλύματα σε διαφορετικούς χρόνους εναπόθεσης 30, 60 και 120 min, καθώς επίσης και σε διαφορετική απόσταση του υποστρώματος από την άκρη του ακροφύσιου (5cm και 10cm).

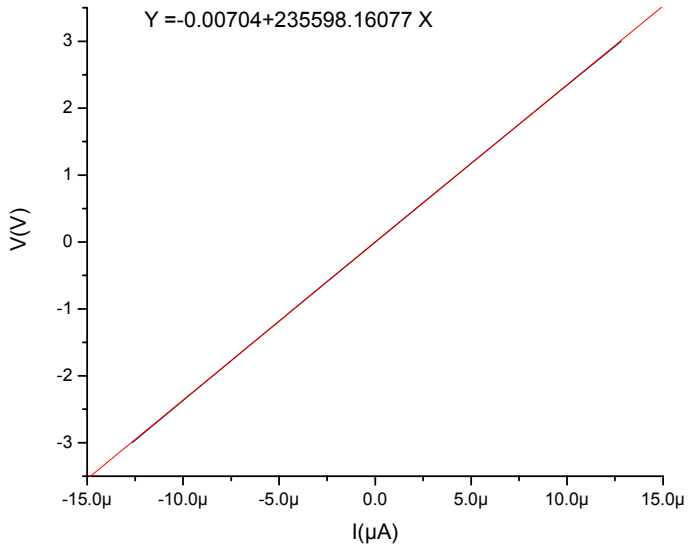
Εναπόθεση 30 min, απόσταση 5cm



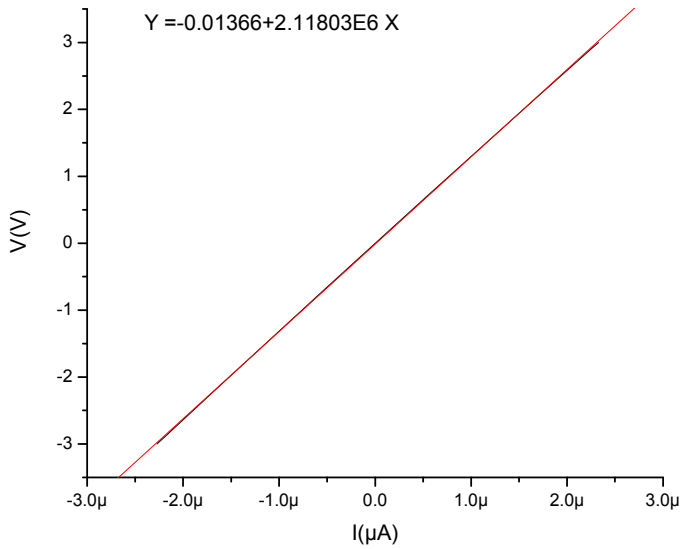
Εναπόθεση 60 min, απόσταση 5cm



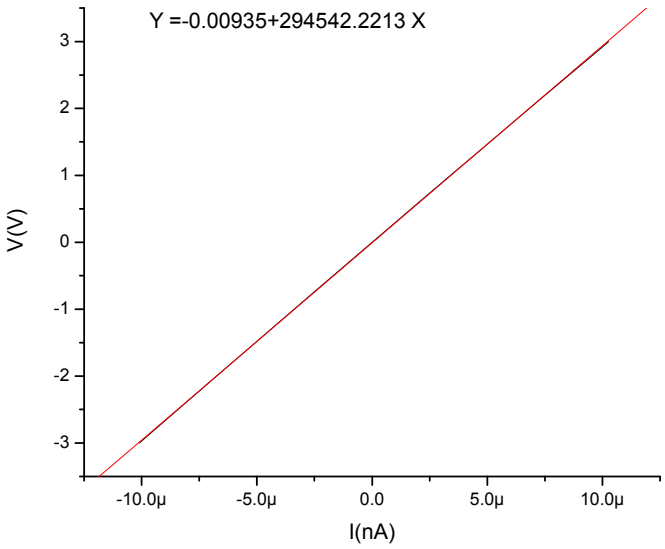
Εναπόθεση 120 min, απόσταση 5cm



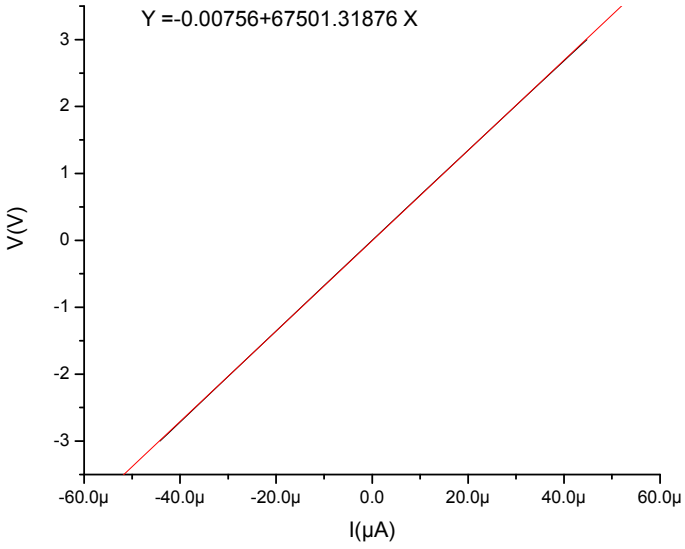
Εναπόθεση 30 min, απόσταση 10cm



Εναπόθεση 60 min, απόσταση 10cm



Εναπόθεση 120 min, απόσταση 10cm



Στον Πίνακα 6 υπάρχουν συγκεντρωμένες όλες οι παραπάνω μετρήσεις καθώς επίσης και οι μετρήσεις που έγιναν τόσο στο σκοτάδι όσο και κάτω από τεχνητό φως από τις δυο διαφορετικές λάμπες.

Και στα υδατικά διαλύματα παρατηρούμε ότι η απόσταση στην οποία τα δείγματα είναι τοποθετημένα απέναντι από το ακροφύσιο παίζει σημαντικό ρόλο στην αγωγιμότητα των δειγμάτων, καθώς τα δείγματα που είναι τοποθετημένα σε απόσταση 5cm από το ακροφύσιο παρουσιάζουν γενικά μικρότερη αντίσταση άρα έχουν μεγαλύτερη αγωγιμότητα σε σχέση από αυτά που βρίσκονται σε απόσταση 10cm από το ακροφύσιο.

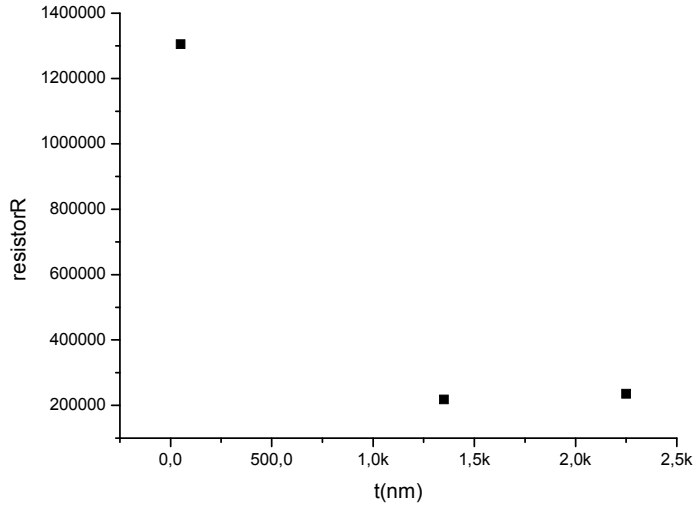
Δείγματα	L (cm)	w(cm)	t(nm)	**Rdark(Ω)**	**solar1(Ω)**	**solar2(Ω)**
450c/30min- 5cm με ακροφύσιο	0.79	0.43	50	**1.305M**	**121.795k**	**44.016k**
450c/60min- 5cm με ακροφύσιο	0.76	0.43	1350	**218.121k**	**17.971k**	**10.534k**
450c/120min- 5cm με ακροφύσιο	0.32	0.4	2250	**235.598k**	**21.990μ**	**6.671k**
450c/30min- 10cm με ακροφύσιο	0.8	0.41	35	**2.118M**	**135.888k**	**62.518k**
450c/60min- 10cm με ακροφύσιο	0.76	0.38	98	**294.542k**	**44.069k**	**20.274k**
450c/120min- 10cm με ακροφύσιο	0.66	0.46	320	**67.501k**	**4.684k**	**2.835k**

. Πίνακας 6.

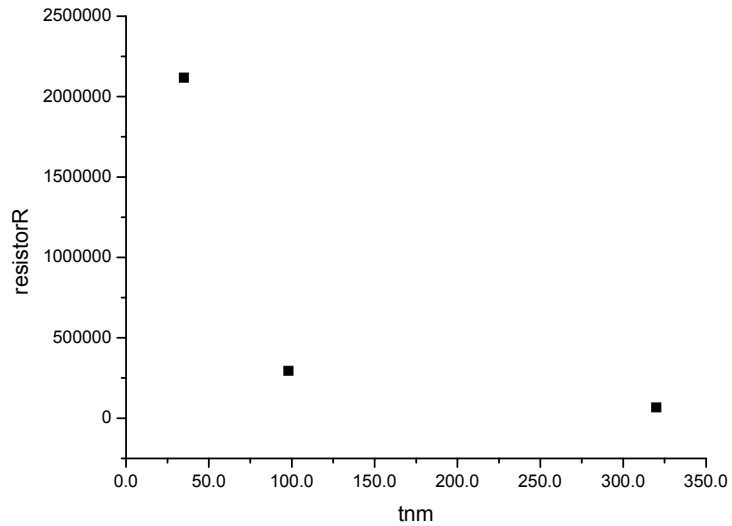
2.9.1 Μεταβολή της αντίστασης των δειγμάτων ZnO από πρόδρομα υδατικά διαλύματα σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων.

Ας δούμε τώρα πως μεταβάλλεται η αντίσταση των δειγμάτων ZnO από πρόδρομα υδατικά διαλύματα σε σχέση με το πάχος τους, σε μετρήσεις τόσο στο σκοτάδι όσο και κάτω από τεχνητό φως από τις δυο διαφορετικές λάμπες.

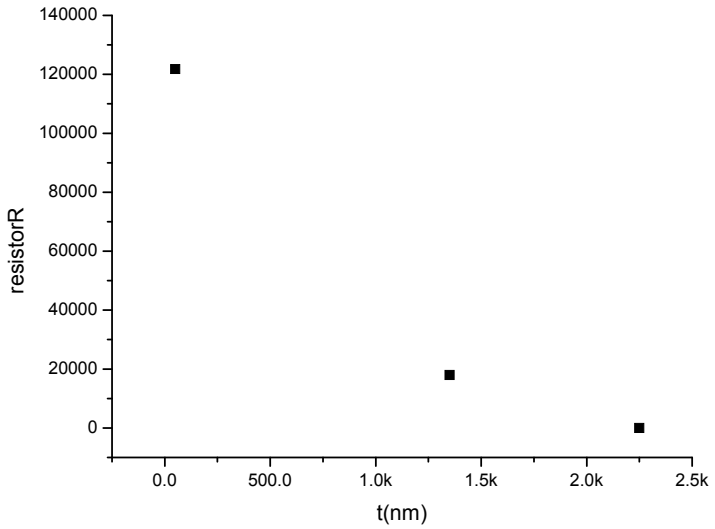
H_2O 450^oC, απόσταση 5cm dark



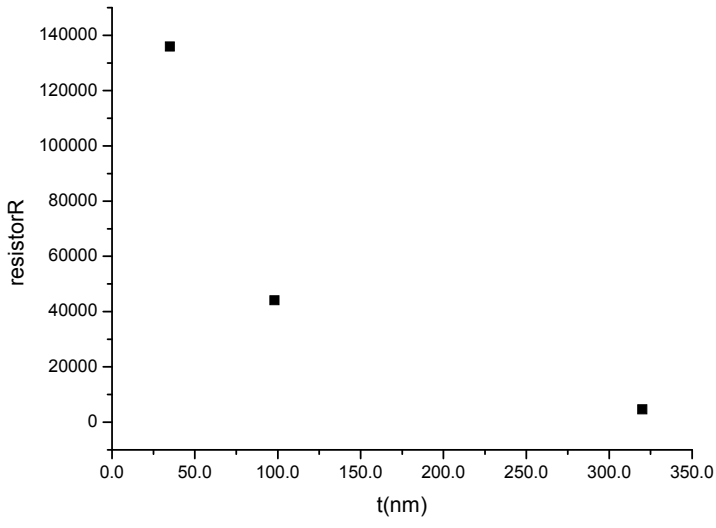
H_2O 450^oC, απόσταση 10cm dark



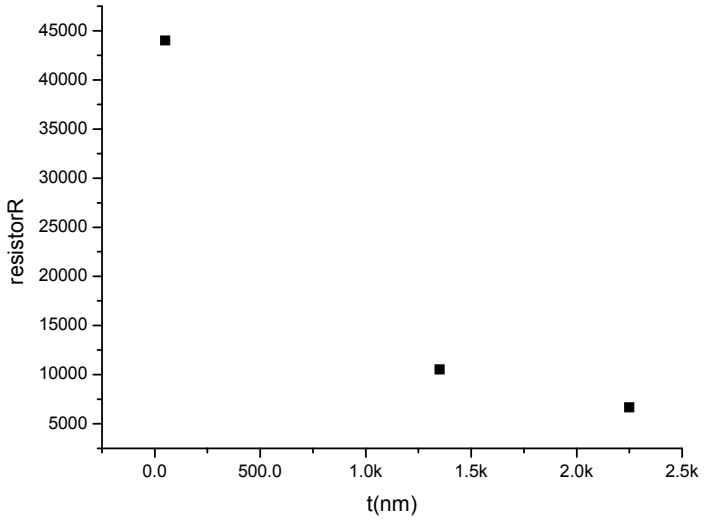
H_2O 450^oC, απόσταση 5cm solar1



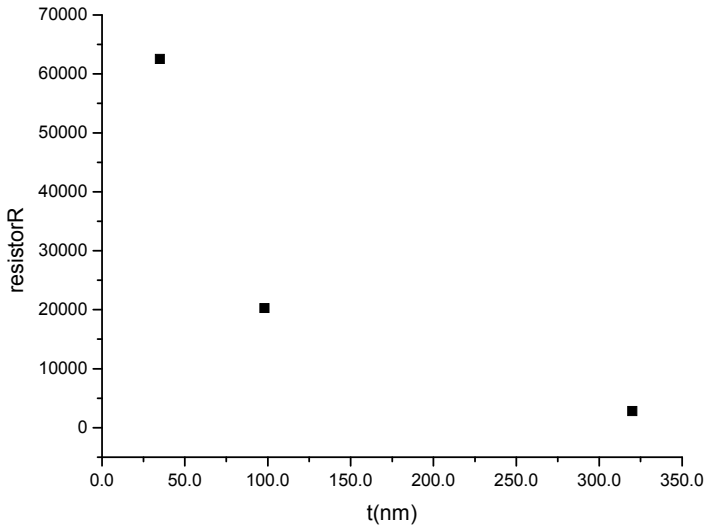
H_2O 450^oC, απόσταση 10cm solar1



H_2O 450^oC, απόσταση 5cm solar2



H_2O 450^oC, απόσταση 10cm solar2



Δείγματα H_2O	πάχος (nm)	**αντίσταση R (Ω)**		Δείγματα H_2O	πάχος (nm)	**αντίσταση R (Ω)**
30min 5cm dark	50	**1305030**		30min 10cm dark	35	**2117730**
60min 5cm dark	1350	**218120**		60min 10cm dark	98	**294542**
120min 5cm dark	2250	**235598**		120min 10cm dark	320	**67501**
30min 5cm solar1	50	**121794**		30min 10cm solar1	35	**135888**
60min 5cm solar1	1350	**17970**		60min 10cm solar1	98	**44069**
120min 5cm solar1	2250	**2198**		120min 10cm solar1	320	**4684**
30min 5cm solar2	50	**44015**		30min 10cm solar2	35	**62517**
60min 5cm solar2	1350	**10533**		60min 10cm solar2	98	**20273**
120min 5cm solar2	2250	**6670**		120min 10cm solar2	320	**2834**

Πίνακας 7.

Συμπεράσματα:

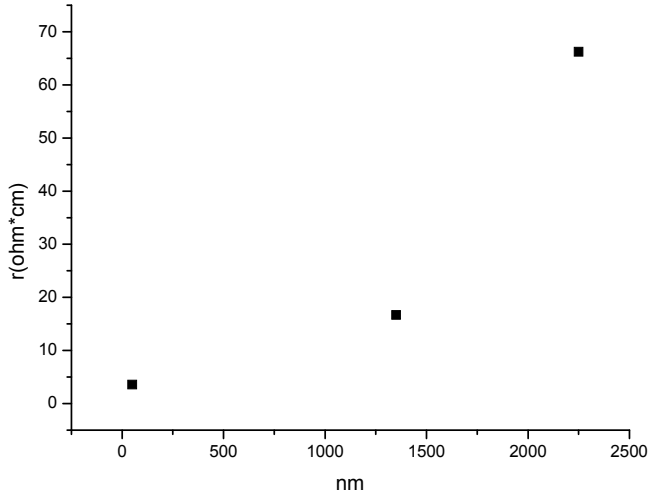
Με βάση τα παραπάνω γραφήματα παρατηρούμε ότι καθώς αυξάνεται το πάχος των δειγμάτων μειώνεται η τιμή της αντίστασης, δηλαδή τα δείγματα με μεγαλύτερο πάχος εμφανίζουν καλύτερη αγωγιμότητα σε σχέση με τα δείγματα με μικρότερο πάχος.

Συγκεκριμένα σε μια ώρα εναπόθεσης έχουμε ηλεκτρική αντίσταση της τάξης των 1,3 MΩ ενώ σε δυο ώρες απόθεσης η τιμή της αντίστασης είναι 218kΩ. Παρατηρούμε δηλαδή ότι όσο μεγαλώνει ο χρόνος απόθεσης μειώνεται η τιμή της ηλεκτρικής αντίστασης και τα δείγματα γίνονται πιο αγώγιμα.

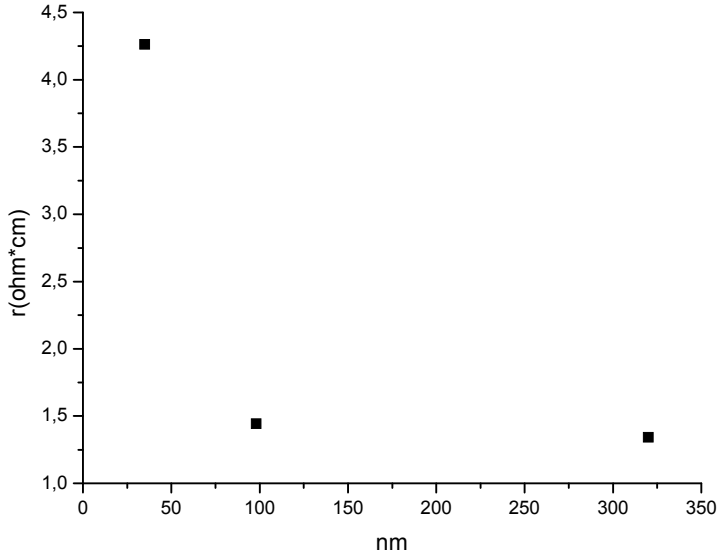
Επίσης παρατηρούμε ότι η τιμή της αντίστασης μειώνεται όταν τα δείγματα βρίσκονται κάτω από την επίδραση τεχνητού φωτός. Για τα δείγματα των 30min, παρατηρούμε ότι η τιμή της αντίστασης από1,3 MΩ μειώνεται σε 0,12 MΩ υπό την επίδραση της solar 1 και σε 44 kΩ υπό την επίδραση της solar 2. Αντίστοιχες μεταβολές παρατηρούνται και για τα δείγματα με χρόνο εναπόθεσης 60 και 120 min.

2.9.2 Μεταβολή ειδικής αντίστασης των δειγμάτων ZnO από πρόδρομα υδατικά διαλύματα σε σχέση με το πάχος των δειγμάτων.

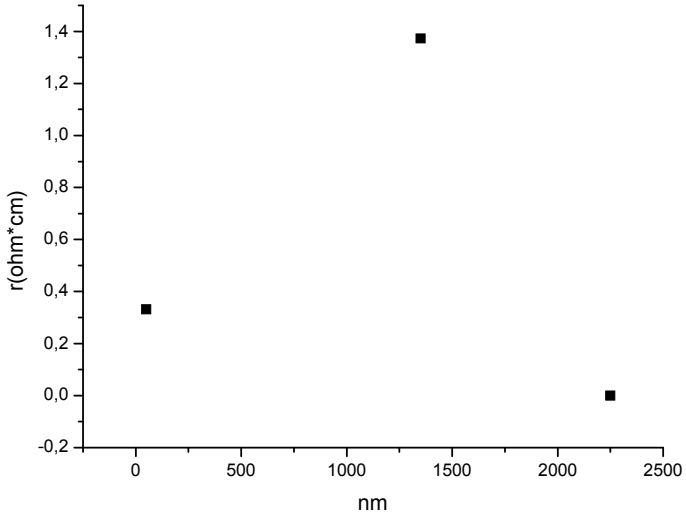
H_2O 450^oC, απόσταση 5cm dark



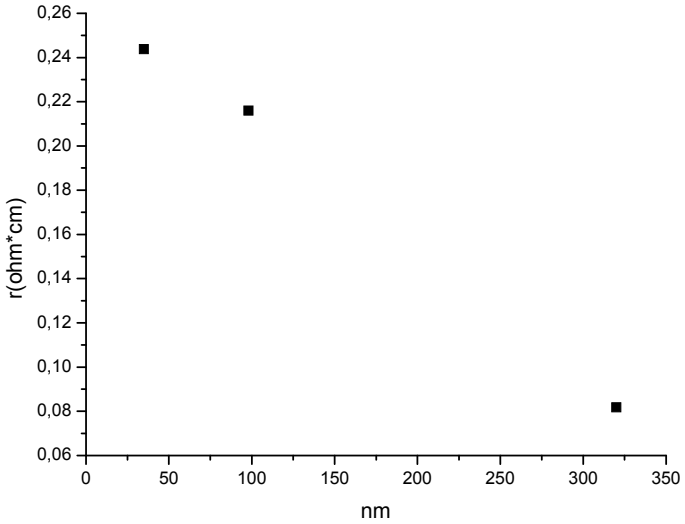
H_2O 450^oC, απόσταση 10cm dark



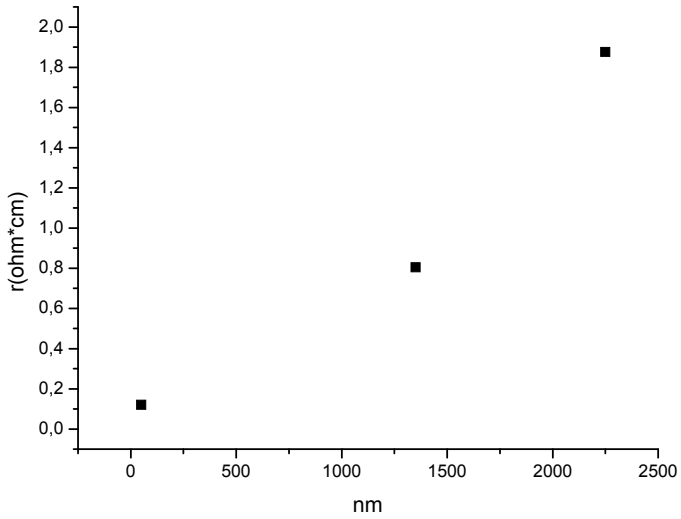
H_2O 450^oC, απόσταση 5cm solar1



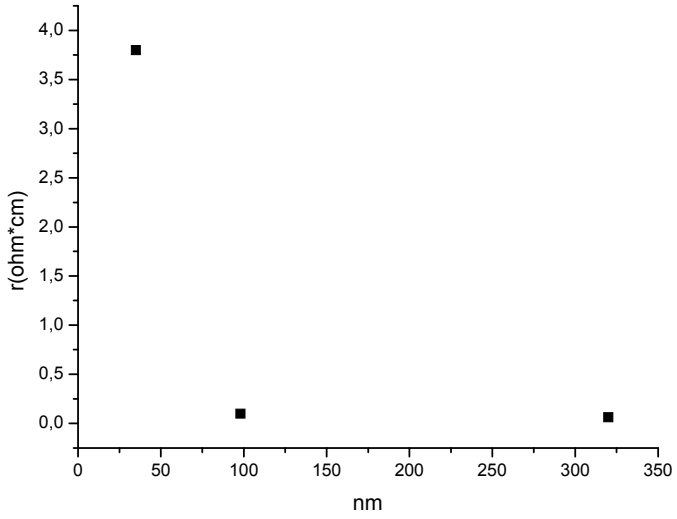
H_2O 450^oC, απόσταση 10cm solar1



H_2O 450^oC, απόσταση 5cm solar2



H_2O 450^oC, απόσταση 10cm solar2



Δείγματα MtOH	πάχος nm	Ειδική αντίσταση (ρ)		Δείγματα MtOH	πάχος nm	Ειδική αντίσταση (ρ)
		ρ(Ohm cm)				ρ(Ohm cm)
30min 5cm dark	50	3,55		30min 10cm dark	35	4,26
60min 5cm dark	1350	16,6		60min 10cm dark	98	1,44
120min 5cm dark	2250	66,3		120min 10cm dark	320	1,34
30min 5cm solar1	50	0,33		30min 10cm solar1	35	0,24
60min 5cm solar1	1350	1,37		60min 10cm solar1	98	0,21
120min 5cm solar1	2250	0,06		120min 10cm solar1	320	0,08
30min 5cm solar2	50	0,12		30min 10cm solar2	35	3,8
60min 5cm solar2	1350	0,8		60min 10cm solar2	98	0,1
120min5cm solar2	2250	1,88		120min10cm solar2	320	0,07

Πίνακας 8.

Συμπεράσματα:

Με βάση τα παραπάνω γραφήματα παρατηρούμε ότι τα δείγματα που απέχουν 5cm από το ακροφύσιο εμφανίζουν διαφορετική συμπεριφορά σε σχέση με τα δείγματα που απέχουν 10cm από το ακροφύσιο. Πιο συγκεκριμένα στα δείγματα που απέχουν 5cm από το ακροφύσιο η τιμή της ειδικής αντίστασης είναι χαμηλή σε δείγματα με πολύ μικρό πάχος ενώ καθώς αυξάνεται το πάχος η τιμή της ειδικής αντίστασης αυξάνεται. Στα δείγματα τώρα που απέχουν 10cm από το ακροφύσιο η ειδική αντίσταση είναι υψηλή σε δείγματα με μικρό πάχος ενώ η τιμή της μειώνεται όσο αυξάνεται το πάχος. Επίσης παρατηρούμε ότι η τιμή της ειδικής αντίστασης μειώνεται όταν τα δείγματα βρίσκονται κάτω από την επίδραση τεχνητού φωτός.

2.10. Γενικά συμπεράσματα για τα δείγματα ZnO που εναποτέθηκαν με την τεχνική Ultrasonic Spray Pyrolysis

- Συγκρίνοντας τις παραπάνω μετρήσεις των δειγμάτων ZnO που εναποτέθηκαν με την τεχνική **Ultrasonic Spray Pyrolysis** παρατηρούμε η τιμή της αντίστασης στο σκοτάδι είναι κατά πολύ μεγαλύτερη από την τιμή της αντίστασης που έχουν τα δείγματα που βρίσκονται κάτω από το τεχνητό φως της λάμπας solar1, ενώ η τιμή της αντίστασης μειώνεται ακόμα περισσότερο για τη λάμπα solar2.
- Επίσης, παρατηρούμε ότι ο χρόνος εναπόθεσης μεταβάλλει την τιμή της αντίστασης, συγκεκριμένα όσο ο χρόνος εναπόθεσης μεγαλώνει η τιμή της αντίστασης μειώνεται.
- Τα δείγματα ZnO που εναποτέθηκαν με τη χρήση ακροφύσιου εμφανίζουν μικρότερη ηλεκτρική αντίσταση σε σχέση με εκείνα που εναποτέθηκαν χωρίς ακροφύσιο.
- Ένας άλλος παράγοντας που επηρεάζει την τιμή της ηλεκτρικής αντίστασης είναι η απόσταση στην οποία έχουμε τοποθετήσει τα δείγματα απέναντι από το ακροφύσιο, συγκεκριμένα τα δείγματα τα οποία βρίσκονται σε απόσταση 5cm από το ακροφύσιο εμφανίζουν καλύτερη ηλεκτρική αγωγιμότητα σε σχέση με τα δείγματα που απέχουν 10cm από το ακροφύσιο.

2.11 Τεχνική Β: Τεχνική Aqueous Solution Growth (ASG)

Η τεχνική Aqueous Solution Growth (υδάτινη χημική ανάπτυξη) παρουσιάστηκε για πρώτη φορά το 2004 από τον L. Vayssieres. Πρόκειται για μια καινοτόμο και οικονομική τεχνική για την παραγωγή λεπτών υμενίων και επικαλύψεων μεταλλικών οξειδίων επάνω σε διάφορα υποστρώματα σε ήπιες θερμοκρασίες (κάτω από 100 °C).

Η τεχνική αυτή επιτρέπει την παραγωγή νανο-, μέσο-, και μικρο-μοριακών λεπτών υμενίων καθώς επίσης δισδιάστατων και τρισδιάστατων δομών, χωρίς οποιεσδήποτε παρεμβάσεις στην ενεργοποίηση των υποστρωμάτων, ή της μείωσης της επιφανειακής τους τάσης και χωρίς κάποιες απαιτήσεις για τη θερμική σταθερότητα του συστήματος ή την κρυσταλλικότητα των δομών.

Ένα βασικό πλεονέκτημα της μεθόδου, αν όχι το σημαντικότερο, είναι η δυνατότητα σύνθεσης υλικών σε επιφάνειες μεγάλης κλίμακας π.χ. μερικές δεκάδες εκατοστόμετρων, ενώ με τη χρήση μεγαλύτερων δοχείων και μεγαλύτερων υποστρωμάτων δίνεται η δυνατότητα να εναποθετηθούν πολύ μεγαλύτερες επιφάνειες.

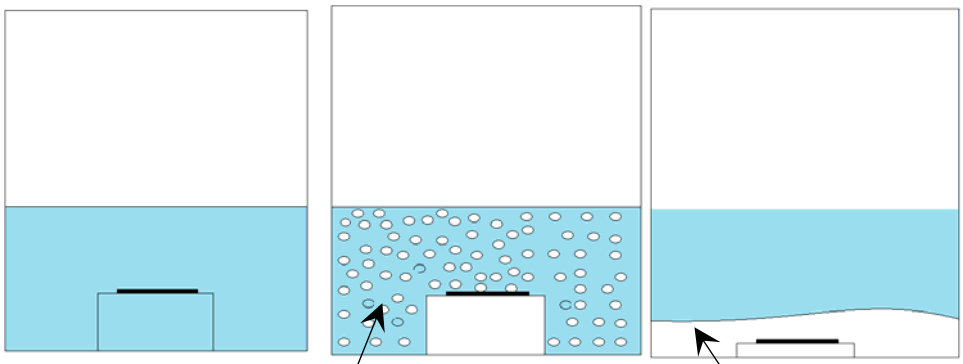
Η τεχνική αυτή δεν απαιτεί ακριβό και περίπλοκο εξοπλισμό ή επικίνδυνα δοχεία υψηλής πίεσης. Είναι πλήρως ανακυκλώσιμη, ασφαλής και φιλική προς το περιβάλλον, δεδομένου ότι ο μόνος διαλύτης που χρησιμοποιείται είναι το νερό. Έτσι, δεν εγκυμονεί κινδύνους όπως αυτούς των οργανικών διαλυτών και της πιθανής τοξικότητάς τους λόγω της εξάτμισής τους.

Το πρώτο στάδιο της προετοιμασίας περιλαμβάνει τον καθαρισμό των γυαλιών για την εναπόθεση ZnO. Ο τύπος γυαλιού που χρησιμοποιήθηκε είναι γυαλί Corning. Για τον καθαρισμό τοποθετούμε τα υποστρώματα σε ένα δοχείο, στο οποίο προσθέτουμε 30ml H_2SO_4 και 20ml H_2O_2 και τα αφήνουμε για μια ώρα τους. Στη συνέχεια ξεπλένουμε τα δείγματα με άφθονο απιονισμένο νερό και τα αφήνουμε να στεγνώσουν. Με αυτό τον τρόπο λαμβάνονται υποστρώματα μεγάλης καθαρότητας με απώτερο στόχο την επίτευξη υμενίων υψηλής ποιότητας.

Κάθε δοχείο πληρώνεται με 50 ml ισομοριακού υδατικού διαλύματος νιτρικού ψευδαργύρου ($Zn(NO_3)_26H_2O$) και εξαμεθυλ-τετραμίνης ($C_6H_{12}N_4$) συγκέντρωσης 0.01M. Μετά την παρασκευή του διαλύματος βάζουμε 50ml σε κάθε μπουκάλι Pyrex, εν’ συνεχεία τοποθετούμε τα γυαλιά σε ειδικές βάσεις (ώστε μετά την εναπόθεση

τους μέσα στα μπουκάλια να μην ακουμπάνε στον πυθμένα) και τα βάζουμε μέσα στα ειδικά μπουκάλια (Εικόνα 22). Τα μπουκάλια τοποθετούνται σ' ένα κοινό φούρνο στους 95 °C και τα αφήνουμε εκεί για διαφορετικά χρονικά διαστήματα (1, 2, 4, 8, 24, 48 ώρες).

Παρατηρώντας τη χημική αντίδραση, διακρίνουμε στα πρώτα στάδιά της το σχηματισμό λευκών σωματιδίων που καταβυθίζονται με την πάροδο του χρόνου (Εικόνα 23). Μετά το πέρας της πρώτης ώρας, είναι εμφανές ένα στρώμα λευκού ιζήματος στον πυθμένα του δοχείου και ενός λεπτού στρώματος ZnO ίδιου χρώματος πάνω στο υπόστρωμα (Εικόνα 24).



(Εικόνα 22)
$(Zn(NO_3)_2.\ 6H_2O)$
$(C_6H_{12}N_4)$

(Εικόνα 23)
Λευκά σωματίδια

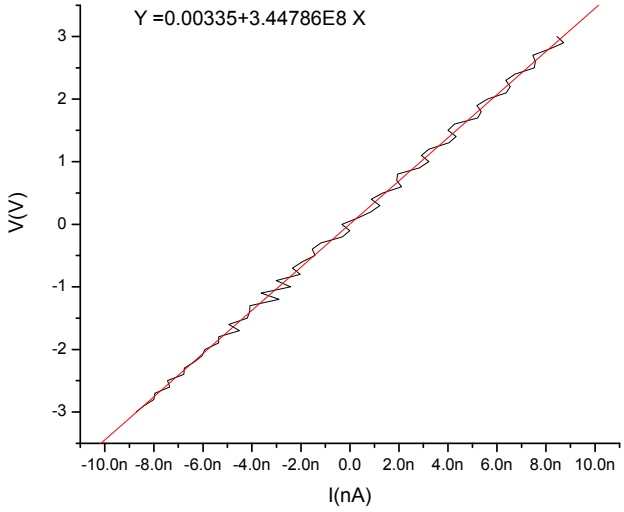
(Εικόνα 24)
Λευκό ίζημα

Μετά το πέρας του επιθυμητού χρόνου εναπόθεσης, εξάγονται τα υποστρώματα από τα δοχεία, ξεπλένονται με υπερκάθαρο νερό για να απομακρυνθούν τυχόν επιφανειακά άλατα ή σύμπλοκα αμινών και στεγνώνονται παρουσία αέρα στους 95 °C.

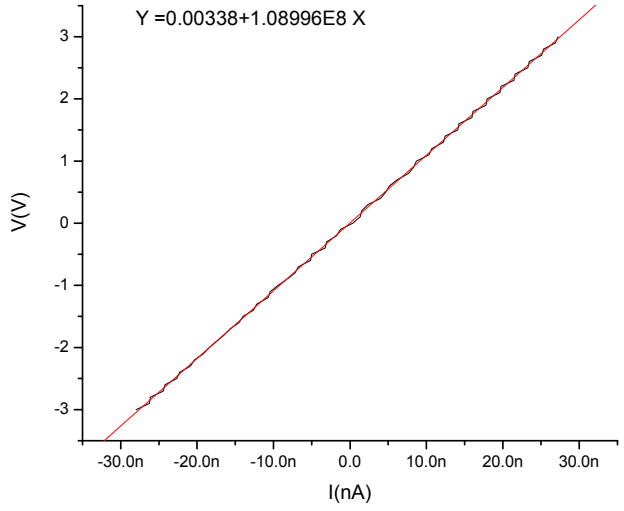
2.12 Ηλεκτρικές μετρήσεις για τα δείγματα ZnO με την τεχνική aqueous solution growth.

Πραγματοποιήθηκαν ηλεκτρικές μετρήσεις για δείγματα ZnO που έχουν παρασκευαστεί με την τεχνική ASG για 5h χρησιμοποιώντας υποστρώματα Corning με τροποποιημένη επιφάνεια με τη χρήση διαλύματος HF 2% κ.β. για χρόνο 10 και 30 min.

HF (2%) 10min, 5h Corning



HF (2%) 30min, 5h Corning



Συμπεράσματα:

Στον Πίνακα 9 παρουσιάζονται οι τιμές της ηλεκτρικής αντίστασης για τις μετρήσεις που έγιναν στο σκοτάδι και κάτω από τεχνητό φωτισμό, με τη χρήση των πηγών solar1 και solar2.

Δείγματα	**L(cm)**	**w(cm)**	**Rdark (Ω)**	**Rsolar1 (Ω)**	**Rsolar2 (Ω)**
HF (2%)10min, 5h corning	1.52	2.54	**344.786M**	**20.530M**	**413.101k**
HF (2%) 30min, 5h corning	2.15	2.03	**108.996M**	**8.582M**	**1.050M**

Πίνακας 9.

- Η πρώτη παρατήρηση έχει να κάνει με της μετρήσεις που έγιναν στο σκοτάδι όσο και κάτω από το τεχνητό φως των πηγών solar1 και solar2. Βλέπουμε ότι η ηλεκτρική αντίσταση των δειγμάτων ZnO, που έχουν παρασκευαστεί με την τεχνική ASG, μειώνεται σημαντικά καθώς τα δείγματα βρίσκονται κάτω από το φως της πρώτης λάμπας (solar1), ενώ επίσης υπάρχει μια ακόμα μεγαλύτερη μείωση της αντίστασης όταν τα δείγματα βρίσκονται κάτω από το φως της δεύτερης λάμπας (solar2).
- Παρατηρούμε επίσης ότι καθώς αυξάνεται ο χρόνος τροποποίησης της επιφάνειας του υποστρώματος Corning με διάλυμα HF από 10 σε 30 λεπτά, η τιμή της ηλεκτρικής αντίστασης μειώνεται (από ~345MΩ σε ~110MΩ).

Βιβλιογραφία

1) Ü. Özgür, Y. I. Alivov, C. Liu, A. Teke, M. A. Reshchikov, S. Doğan, V. Avrutin, S. J. Cho, H. Morkoç, J. Appl. Phys. **98** (2005) 041301.
2) D. P. Norton, Y. W. Heo, M. P. Ivill, K. Ip, S. J. Pearton, M. F. Chisholm, T. Steiner, Materials Today **7**(6) (2004) 34.
3) L. Vayssieres, Adv. Mater. **15** (2003) 464.
4) L. Vayssieres, K. Keis, S.-E. Lindquist, A. Hagfeldt, J. Phys. Chem. B 105 (2001) 3350.
5) M. Andrés-Vergés, A. Mifsud, C. J. Serna, J. Chem. Soc., Faraday Trans. **86** (1990) 959.
6) G. Kenanakis, D. Vernardou, E. Koudoumas, and N. Katsarakis, "Ozone sensing properties of ZnO nanostructures grown by the aqueous chemical growth technique", Sensors and Actuators B **124**, 187-191 (2007).
7) D. Vernardou, G. Kenanakis, S. Kouris, E. Koudoumas, E. Kymakis, and N. Katsarakis, "pH effect on the morphology of ZnO nanostructures grown with aqueous chemical growth", Thin Solid Films **515**, 8764-8767 (2007).
8) D. Vernardou, G. Kenanakis, K. Vlachou, E. Koudoumas, G. Kiriakidis, A. Vairis, and N. Katsarakis, "Influence of solution concentration and temperature on the aqueous chemical growth of ZnO structures", phys. stat. sol. (c) **5,** 3348-3352 (2008).
9) G. Kenanakis; M. Androulidaki, E. Koudoumas, C. Savvakis, and N. Katsarakis, "Photoluminescence of ZnO nanostructures grown by the aqueous chemical growth technique", Superlattices and Microstructures **42**, 473-478 (2007).
10) D. Vernardou, G. Kenanakis, S. Couris, A. C. Manikas, G. A. Voyiatzis, M. E. Pemble, E. Koudoumas, and N. Katsarakis, "Synthesis of ZnO nanostructures on Si (100) by the aqueous chemical growth technique", J. of Cryst. Growth **308**, 105-109 (2007).
11) Πηγές internet:

http://www.en.wikipedia.org/wiki/ZnO

http://www.answers.com/topic/zinc-oxide-ointment

http://www.answers.com/main

http://www.answers.com/topic