

Etapa III , 22.12.2016 - « Elaborare procese tehnologice si metode de caracterizare pentru modelele experimentale de senzori de gaze si detectoare de UV pe baza de ZnO nanostructurat »

Obiectivele etapei III/2015 au fost :

- (i) experimentare si optimizare de procese prin crestere in solutie a nanostructurilor 1D si 2D de ZnO dopate cu Al si de obtinere a straturilor mesoporoase de ZnO prin oxidare termica ZnO pentru integrarea directa a acestora in structuri de senzori;
- (ii) configurarea si asamblarea platformei pentru testarea senzorilor de gaz si UV.

Rezultatele obtinute sunt prezentate in continuare.

➔ Au fost obținute din soluții apoase, la temperaturi de maxim 95°C, filme de ZnO dopate cu Al nanostructurate 1D și 2D și caracterizate morfologic, structural, optic și electric. Morfologia filmelor Al:ZnO obținute prin metoda hidrotermală constă majoritar în nanofire sau din amestec de nanofire și nanoperiți când sunt obținute la 95°C și respectiv la 80°, Fig. 1. La creșterea concentrației dopantului, cristalinitatea filmului se deteriorează și orientarea după axa – c scade; proba dopată cu 4% Al crescută la 70°C și cea dopată cu 6% Al crescută la 95°C sunt amorfe, evidentiat prin spectrele Raman din Fig. 2,a,b,c,d,e,. În domeniul VIS, transmitanța optica a probelor variaza în intervalul 77 (pentru 0%Al) –85% (pentru 2 și 4%Al, 95°C, Fig.3a,b. Creșterea concentrației de dopare deplasează spre UV (*blueshift*) marginea fundamentală de absorbție (efectul *Burstein-Moss*).

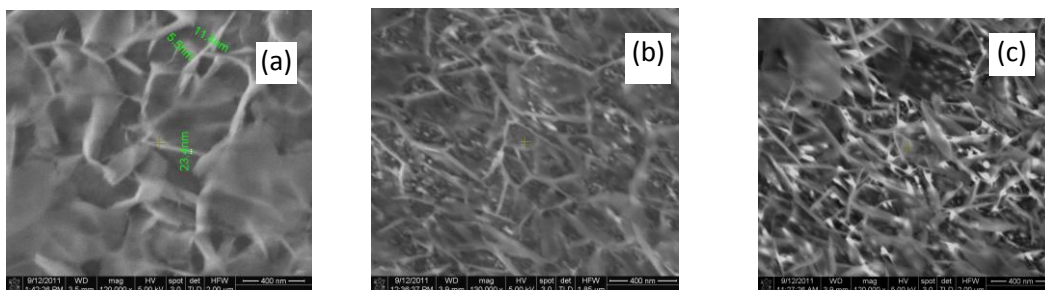
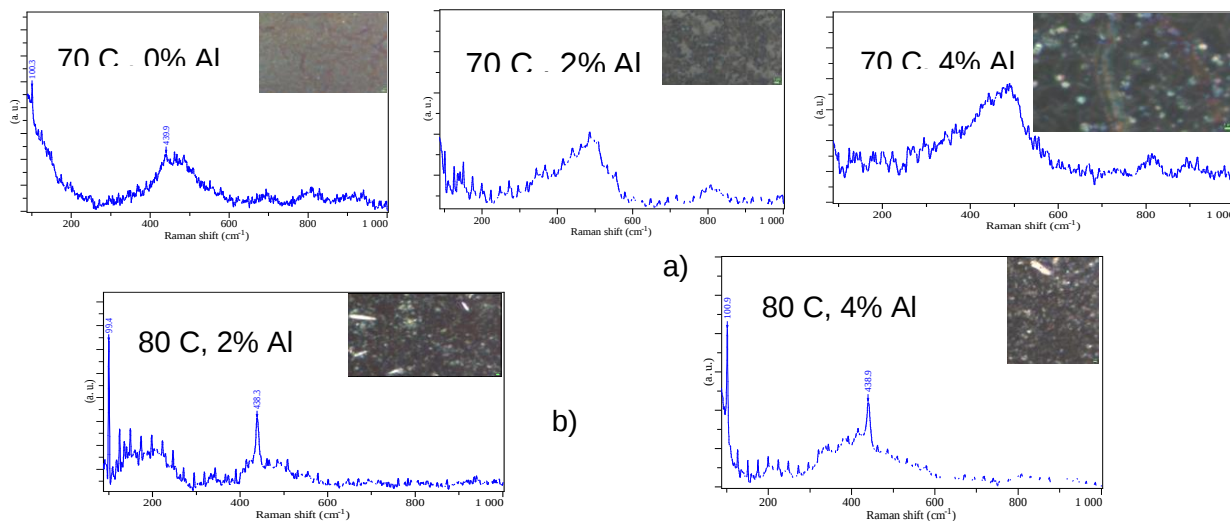


Fig. 1. Imagini SEM ale nanostructurilor Al:ZnO dopate cu 2 wt% Al obținute la diferite temperaturi de creștere: 70°C (a), 80°C (b) și 95°C (c)



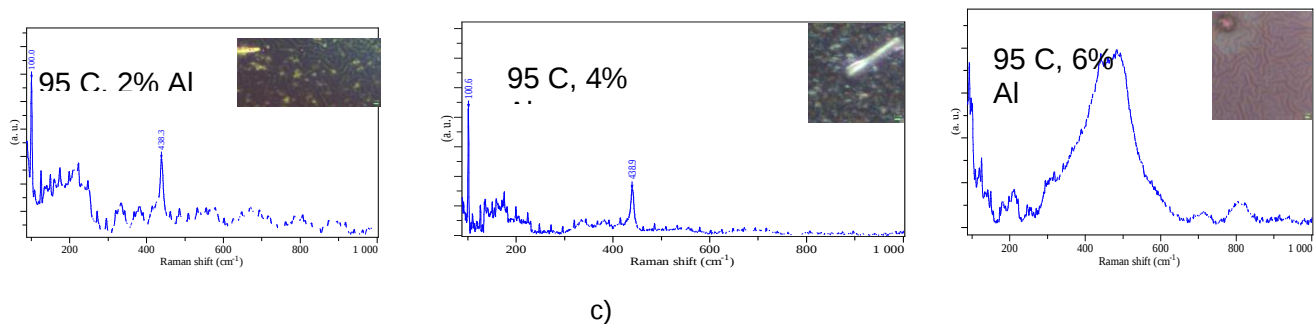


Fig.2. Spectrele pentru probele de 1D ZnO crescute pe substrat de sticla la diferite temperaturi: a) 70 °C, b) 80 °C, c) 90 °C.

În Figura 3 sunt prezentate spectrele de transmisie optică ale filmelor nanostructurate de ZnO nedopat (nanofire), comparativ cu spectrele nanostructurilor rezultate (nanofire si nanofoi sau nanopereti) prin dopare cu diferite concentrații de Al, obținute la 70°C (Fig 3 a) și 95°C

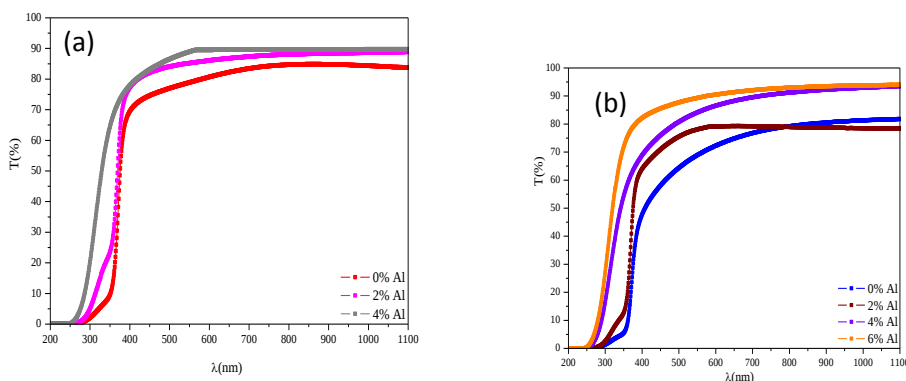


Fig. 3. Spectrele de transmisie optică ale nanostructurilor pe bază de ZnO preparate la diferite concentrații de dopare și la temperaturile: 70°C (a) si 95°C (b)

Masuratorile electrice pe filmele nanostructurate otinute au fost realizate in configuratia Metal (Au)/Izolator (M/S) (Fig. 4 a, b, c). Aceste masuratori au permis identificarea mecanismelor de conductie (ohmica sau conductie limitata de sarcina spatiala) specifice filmele semiconductoare obtinute la diferite temperaturi si concentratii de dopare.

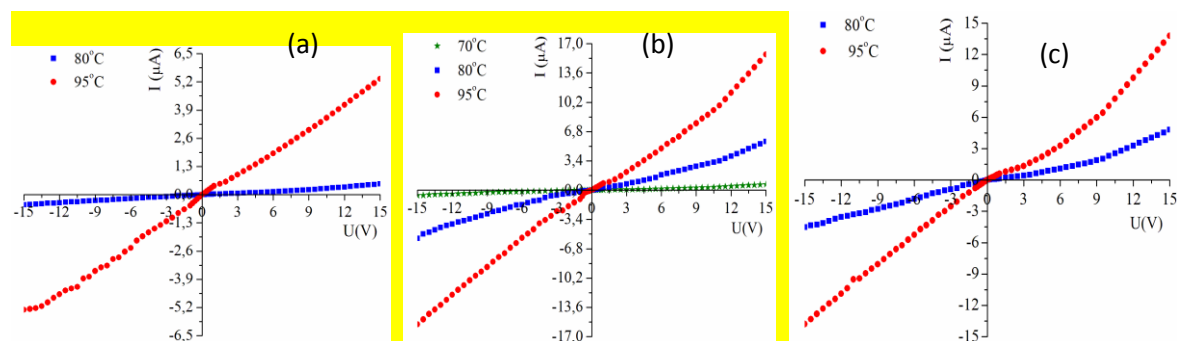


Fig. 4. Curbele I-V caracteristice pentru filmele ZnO nedopate (a) si dopate cu 2wt%Al (b) sau cu 4wt%Al (c) obtinute la diferite temperaturi

➔ S-au efectuat experimentari pentru obtinerea din solutie de filme nanostructurate 2D de hidroxi dublu laminari de zinc si aluminiu (Zn-Al HDL) pe substraturi metalice si oxidice. In cazul filmelor crescute pe substraturi metalice s-a identificat prin XRD in filme atat faza de oxi-hidroxi de aluminiu (Al OOH), cat si cea de hidroxi de zinc ($Zn(OH)_2$), alaturi de faza majoritara Zn-Al HDL. La filmele crescute pe substrat de oxid s-a identificat prin metoda de difracție de raze X prezența fazelor cristaline de hidroxi de zinc și aluminiu carbonatat, cu formula chimica $Zn_{0.56}Al_{0.44}(OH)_2(CO_3)_{0.22}H_2O$. Avand o suprafata specifica foarte mare si o structura dublu laminara aceste nanostructuri sunt indicate pentru realizarea de diverse dispozitive cum sunt si senzorii de radiatie sau gaze. In Figurile 5 a, b se prezinta comparativ morfologia filmelor Zn-Al-HDL obtinute din solutie pe diferite substraturi, la diferite concentratii de $Zn(Ac)_2$ si HMTA si diferite durate de crestere.

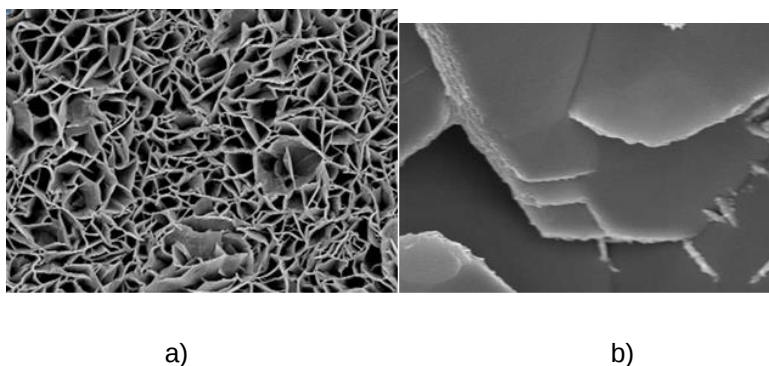


Fig. 5. Imagini SEM pentru probele Zn-Al DHL crescute pe substraturi metalice timp de 60 minute (a) si 225 minute (b).

➔ S-au realizat prin achizitii de componente si asamblarea acestora doua tipuri de set-up experimental – unul pentru testarea senzorilor de gaz care utilizeaza un microcontroler pentru operare si al doilea pentru evaluarea si calibrarea senzorului pentru radiatia UV.

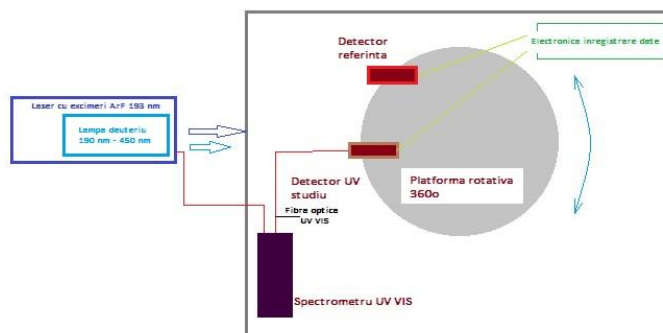


Fig. 6. Partile componente ale sistemului optic si electronic pentru caracterizarea si calibrarea detectorului de UV propuse sunt prezentate in schema din figura 4.2

Rezultatele stiintifice obtinute in cadrul proiectului au fost diseminate prin publicarea a 2 lucrari in jurnale ISI si participarea/ prezentarea de 6 comunicari la conferinte nationale si internationale. Rezultatele obtinute demonstreaza indeplinirea obiectivelor din planul de realizare al proiectului pentru aceasta faza.

Rezultatele stiintifice obtinute in cadrul proiectului au fost diseminate prin publicarea a 2 lucrari in jurnale ISI si participarea/ prezentarea de 6 comunicari la conferinte nationale si internationale. Rezultatele obtinute demonstreaza indeplinirea obiectivelor din planul de realizare al proiectului pentru aceasta faza.

1. *“Effect of doping concentration and temperature on the morphology, crystallinity and electrical conductivity of Al:ZnO nanostructured films grown from aqueous solution”*

Autori: V. Musat^{□C}, M. Mazilu , N. Tigau , P. Alexandru, A. Dinescu, M. Purica^{□C} ,
Thin Solid Films 617 (2016) 120–125

2. *Raman Study of Compositional Variations in $Zn_xCd_{1-x}Se$ Films Prepared by Thermal Vacuum Evaporation”,*

Autori: D. Nesheva, F. Comanescu, I. Bineva, M. Purica, Z. Levi, Z. Aneva, R. Muller , J.
Nanosci. Nanotechnol. 16, 8513-8518 (2016)

3. *“1D and 2D Al-doped ZnO nanostructures by aqueous solution localized growth on glass substrate for transparent electronic devices”,*

Autori: M. Purica, E. Budianu, A. Dinescu, V. Musat, F. Cpmnescu

11th International Conference on Physics of Advanced materials, ICPAM 2016, September 8-14, 2016,
Cluj-Napoca, Romania

ICPAM Book of Abstract, pag. 136-137

4. *„Raman study of Al doped ZnO nanostructured films grown from aqueous solution”*

Autori: M. Purica , F. Comanescu, V. Musat

4-th Conference on Advanced Applied Raman Spectroscopy , may 18-21, 2016,
Berlin, Germany.

International Raman Fest Book of Abstracts , pag 108-109