

Principalele obiectivele ale etapei IV/2017 sunt :

- 1- realizare modele experimentale de structuri de senzori pentru uv si de senzor de gaz pe baza de ZnO nanostructurat obtinut prin procese de crestere hidrotermala si prin oxidarea termica a zincului in atmosfera controlata;
- 2- caracterizarea nanostructurilor si evaluarea raspunsului modelelor obtinute si realizarea platformelor pentru testare senzorilor de gaz si a senzorilor pentru radiatia ultravioleta .

Rezultate obtinute

- ➔ S-au realizat doua seturi de masti tehnologice pentru modelele experimentale pe baza de electrozi interdigitati de Cr/Au (80/150 nm) pe substrat transparent de sticla sau cuar: 1- set de masti pentru structuri cu aria de $\sim 0.4 \text{ mm}^2$, fiecare structura cu 7 perechi de electrozi, cu latimea digitului de $2 \text{ }\mu\text{m}$ si distanta interdigiti de $2 \text{ }\mu\text{m}$, aria padurilor de $80 \times 200 \text{ }\mu\text{m}^2$; 1-set pentru structuri mari cu aria de $2 \times 1 \text{ cm}^2$, cu o regiune activa de expunere de $0,5 \times 0,8 \text{ cm}^2$, distanta interdigiti de $25 \text{ }\mu\text{m}$ si cu trasee lungi la distante de 1 cm de regiunea expusa, padurile suficient de mari pentru a asigura o lipirea firelor de contactare, Fig.1 a, b.



Fig. 1

- ➔ Regiunea de crestere a fost delimitata in PMMA prin litografie cu fascicul electronic (EBL), polimer care se inlatura dupa terminarea cresterii. Pentru realizarea structurilor de senzori pe baza de straturi s-a depus nanostructurate, mesoporoase de ZnO s-a depus un strat de Zn metalic de 200 nm in regiunea delimitata prin masca in zona electrozilor urmata de oxidare termica la temperatura de $375 \text{ }^\circ\text{C}$ preparate prin oxidarea termica a zincului metalic $\text{Ar} + \text{O}_2 + \text{vap}$ timp 10 min . Toate probele au fost investigate in privinta structurii, proprietatilor optice si electrice pentru a verifica reproductibilitatea proceselor dezvoltate pentru integrarea directa a nanostructurilor 1D si 2D de ZnO in structuri de senzori de gaz si de UV. In fig. 2 a, b, este prezentata imaginea optica ale substratelor paternate realizate pe plachete de sticla cu nanostructuri 1D de ZnO crescute - a) si nanostructurile 1D ramase, -b) regiunea electrozilor unde este localizat stratul de ZnO nanostructurat si mesoporos -c).

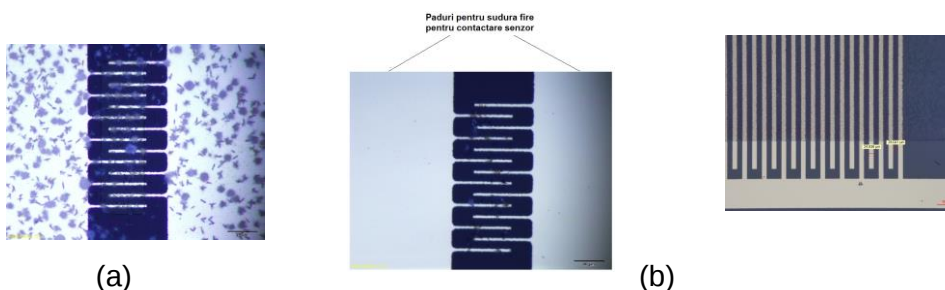


Fig. 2.

- ➔ S-a realizat si experimentat platforma de testare pentru senzori de gaz compusa din: incinta/camera de testare realizata sub forma unui tub din plexiglas cu diametrul interior de 40 mm, ce permite insertia usoara a senzorului, fig. 3. Camera poate fi alimentat cu diverse gaze printr-un capat, la capatul opus fiind dispus un ventilator care poate aerisi rapid, eliminand gazul ramas; incinta in care este amplasat modulul electronic, format dintr-un amplificator diferential cu factor de amplificare programabil, prevazut cu sursa proprie de alimentare; suport pentru conectare senzori cu posibilitate de incalzire; modulul electronic care cuprinde un amplificator diferential cu castig controlabil electronic si un microcontroler prevazut cu o interfata seriala RS232 prin care se controleaza valoarea dorita a amplificarii.

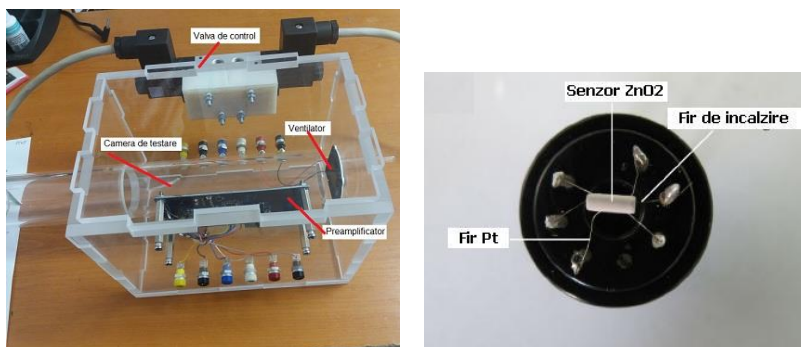


Fig. 3

- ➔ Platforma pentru testare senzor de UV s-a realizat intr-o varianta flexibila prin configurarea unui set-up experimental utilizand componentele achizitionate in cadrul proiectului. Aceasta varianta permite o aliniere de precizie intre sursele de emisie si senzor. Sursele utilizate sunt surse monocromatice – laseri cu emisie la 350nm si 320 nm si lampa cu deuteriu cuplat cu un monocromator. Componentele care au fost achizitionate au fost prezentate in cadrul fazei anterioare, Faza 3/2016 . Pentru platforma de testare s-a ales varianta flexibila adica a construirii set-up experimental pe o masa optica prin achizitionarea suportilor necesar alinierii, fig. 4.

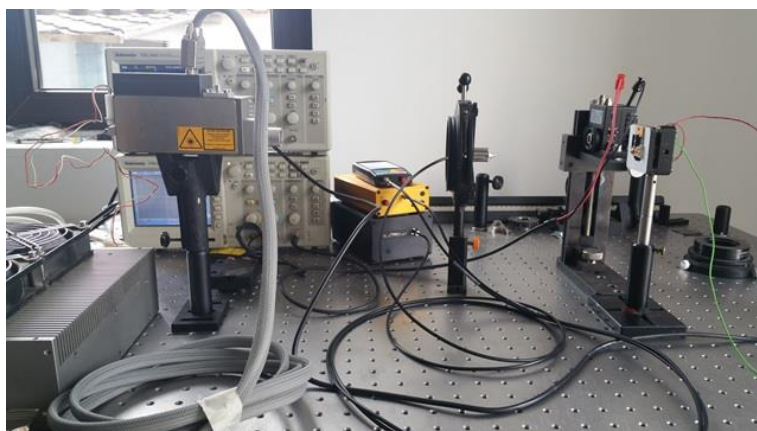


Fig. 4. Configuratie 3 pentru testarea senzorului de UV utilizand ca sursa lampa cu deuteriu

➔ S-a testat răspunsul probelor experimentale de filme de ZnO nanostructurate la acțiunea combinată a radiației ultraviolete și a ozonului pe baza măsurătorilor de variație a rezistenței electrice a stratului semiconductor de ZnO comparativ cu valorile măsurate în condiții atmosferice. Dependența conductanței/ rezistenței de temperatură poate fi asimilată cu o competiție între adsorbția speciilor de oxigen și captura de electroni. Măsurătorile efectuate pentru senzor de gaz oxidant, O₃, au la bază variația conductivității filmelor oxidice, care scade atunci când acestea sunt expuse la o atmosferă de gaz oxidant (ozon) deci rezistența crește. În prima etapă a măsurătorilor, acestea au fost supuse unui proces de fotoreducție prin expunere la radiație UV, când conductivitatea lor crește (rezistența scade). Ozonul a fost produs prin obținut prin expunerea la UV timp de 40 min. a camerei unde s-a introdus O₂ (filmele sunt protejate de lampă). Ciclurile de fotoreducere - reoxidare pentru toate filmele indică o variație reversibilă/ciclică (la temperatura camerei) de până la două ordine de mărime a rezistenței/conductivității electrice, atunci când filmele nanostructurate sunt iradiate cu lumină UV, urmată de reoxidare în atmosferă de ozon. Măsurătorile I-V s-au realizat la câmp electric aplicat de 50 V / cm, Fig. 5.

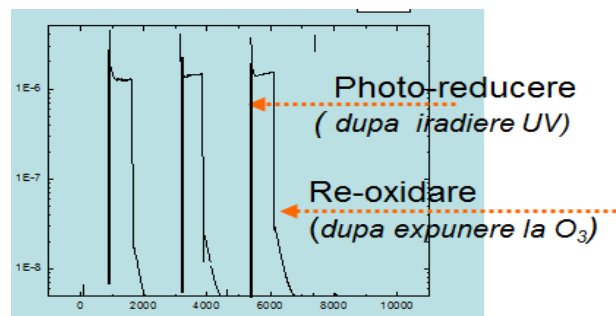


Fig. 5. Cicluri tipice de variație a conductivității electrice în timpul unui proces ciclic de fotoreducție-reoxidare în atmosferă de gaz oxidant a unui film oxidic semiconductor

➔ În figura 6 sunt prezentate fotografiate senzorii pentru UV pe baza de ZnO nanostructurat preparat prin oxidarea termică realizati pe substrat transparent (scrisul sub senzor) și fire conectate pentru testare.

➔



Fig. 6

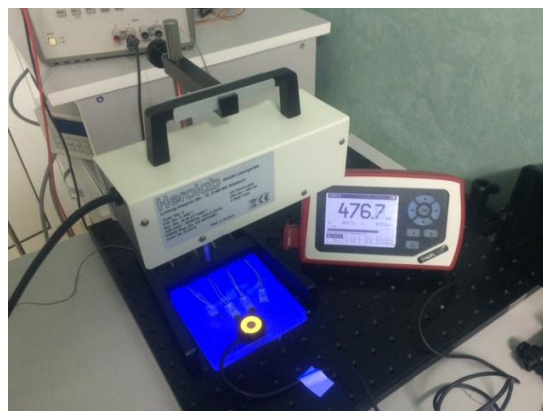
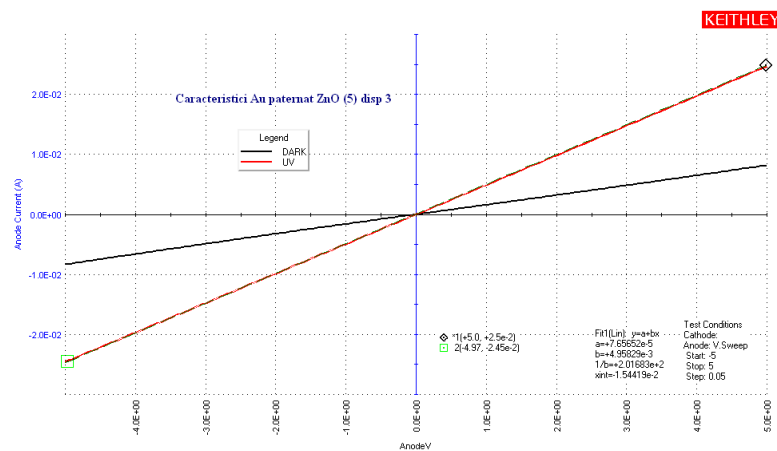
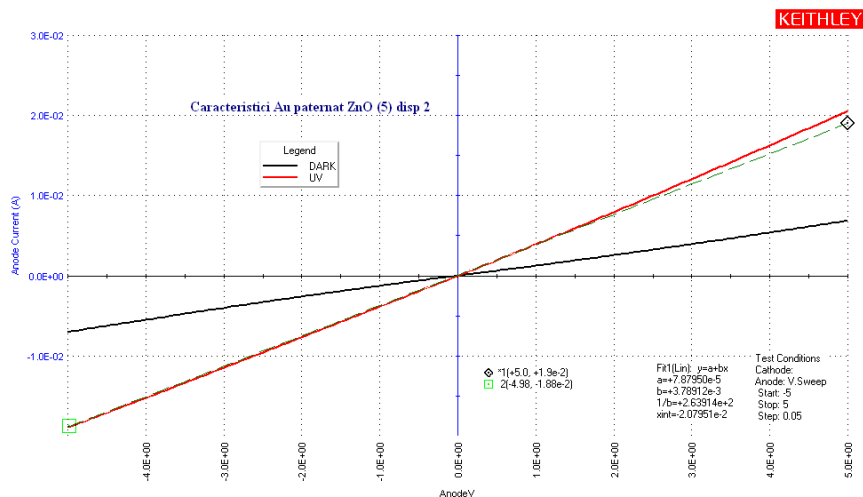


Fig. 18

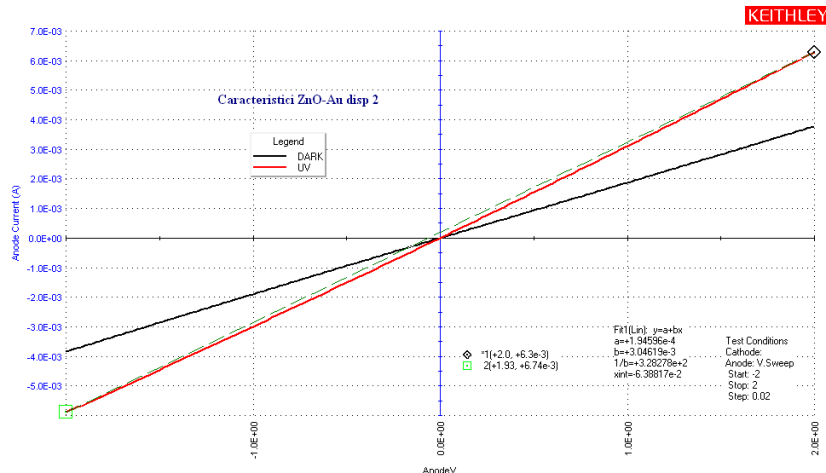
Caracteristicile I-V au fost inregistrate utilizand sistemul de caracterizare pentru dispozitive controlat de computer Model-4200 SCS/C/Keithley, EP6/ Suss MicroTec utilizand programul pentru rezistente cu scanare pe domeniul de tensiuni aplicate de la -5 V la +5V si de la -2V la +2V , in conditii de intuneric si la radiatia UV emisa de lampa de mercur cu $\lambda < 370$ nm, fig. 4.4. - a) fara radiatie UV si b) cu radiatia UV. Firele sudate la structuri au conectate la sistemul Keithley si iradiatiei masurata cu un radiometru a fost de 470 mW/cm^2 . Curbele I-V, Fig. 19, b, c pun in evidenta cresterea curentului generat de radiatia UV in structuri in domeniu 10-20 mA cand tensiunea este de +/- 5V si in domeniu 5-10 mA cand tensiunea este de +/- 2V. Pentru modele realizate, rezistenta in conditii de intuneric este in domeniul $5 \cdot 10^2 \Omega$ - $6 \cdot 10^2 \Omega$ si scade sub actiunea radiatiei UV avand iradianta de 470 mW/cm^2 $3,2 \cdot 10^2 \Omega$ - $4,3 \cdot 10^2 \Omega$, inregistrandu-se variatii ale rezistentei de $1,50 \cdot 10^2 \Omega$ - $1,8 \cdot 10^2 \Omega$. In aceste conditii raspunsul la radiatia UV definit ca raportul dintre curentul generat de radiatie si puterea radiatiei este in domeniul incidente pe aria activa valoarea raspunsului este in domeniul 0,5-0,6 mA/mW. O alta caracteristica importanta este faptul ca nu prezinta sensibilitate la lumina vizibila evidentiat prin faptul ca rezistenta nu se modifica la lumina ambianta.



a)



b)



c)

Fig.19

Rezultatele științifice obținute în cadrul proiectului au fost diseminate prin participarea/ prezentarea de 6 comunicări la conferințe naționale și internaționale și o lucrare ISI trimisă spre publicare la IOPScience.

Rezultatele obținute în derularea celor patru etape și îndeplinirea obiectivelor prevăzute în cadrul fiecărei etape au condus la îndeplinirea obiectivelor proiectului NANOZON, contract 27/2014.

1. "ZnO-based 1D nanostructured transparent thin films obtained by full bottom-up approach from solution for electronic applications", prezentare orală la 3rd World Congress on Materials Science, Engineering Oil, Gas and Petrochemistry, 24-26 august 2017, Barcelona, Spania.
Autori: V. Mușat, M. Mazilu, A. Danciu, B. Diaconu, M. Purica,
2. "ZnO nanowire networks grown by hydrothermal method on patterned substrates directly integrated into sensing devices", prezentare orală la 3rd Global Conference on Materials Sciences", 28-30 August 2017, Istanbul, Turkey,
Autori: M. Purica, V. Musat, A. Dinescu, E. Budianu, F. Comanescu,
3. Microwave-assisted hydrothermal synthesis of 1D nanostructured ZnO based layers for optoelectronic applications, , prezentare poster la 14th International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies 4-7 July 2017, Thessaloniki, Greece
Autori: V. Mușat, A. Filip, N. Țigău, R. Dinică and M. Purica
4. "1D and 2D nanostructured semiconductive materials for light-emitting nano devices", Scientific Conference of Doctoral Schools from UDJ Galati – CSSD-UDJG, 8-9 Iunie 2017.
Autori: Ana Filip, Viorica Musat,
5. "Caracteristici morfologice, optice și electrice ale unor filme subțiri transparente de ZnO depuse din soluție la temperaturi scăzute, , UGALnano7, Galati, 9 iunie 2017.
Autori - Alexandru Alexa, V. Musat
6. " Materiale nanostructurate 1D pe baza de ZnO pentru dispozitive emitatoare de lumina (LED)", , UGALnano7, Galati, 9 iunie 2017.
Autori - Ana-Violeta Filip, Viorica Musat

✓ Lucrare trimisă spre publicare:

"Microwave-assisted hydrothermal synthesis and characterization of 1D nanostructured ZnO based layers for optoelectronic and sensing applications", , trimis spre publicare la IOPScience, Journal of Physics D: Applied Physics, 20 septembrie 2017.

Autori -A. Filip, V. Mușat, N. Țigău, M. Purica, R. Dinică and P. Alexandru