

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشکده: فیزیک

گروه: فیزیک حالت جامد

عنوان پایان نامه ارشد

رشد و مشخصه یابی لایه های نازک اکسید ایندیم (In_2O_3)

دانشجو: خدیجه شمس الدینی

استاد راهنما:

دکتر حسین عشقی

پایان نامه ارشد جهت اخذ درجه کارشناسی ارشد

بهمن ماه ۱۳۹۱

تقدیم به

پدر بزرگوارم که الفبای معرفت و ایشار و از خود گذشتگی را به من آموخت و مادر گرامیم

که زیبایی از اندیشه و نام او آغاز می شود.

شکر و قدردانی

اینجانب از استاد راهنمای محترم آقای دکتر حسین عشقی که در انجام این پروژه تلاش و همکاری بی‌شائبه داشته‌اند نهایت سپاس و شکر را دارم.

تعهدنامه

اینجانب **خدیجه شمس الدینی** دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته فیزیک حالت جامد دانشکده فیزیک دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه رشد و مشخصه یابی لایه های نازک اکسید ایندیوم (In_2O_3) تحت راهنمایی جناب آقای دکتر حسین عشقی متعهد می شوم .

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است .
- در استفاده از نتایج پژوهشهای محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است .
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است .
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد و مقالات مستخرج با نام « دانشگاه صنعتی شاهرود » و یا « Shahrood University of Technology » به چاپ خواهد رسید .
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه ، در مواردی که از موجود زنده (یا بافتهای آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است .
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری ، ضوابط و اصول اخلاقی انسانی رعایت شده است

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج ، کتاب ، برنامه های رایانه ای ، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد . این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود .
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد.

چکیده

در این تحقیق تجربی به بررسی مورفولوژی، خواص ساختاری، اپتیکی و الکتریکی نمونه های اکسید ایندیوم خالص که به روش اسپری پایرولیز رشد داده شده اند پرداخته ایم. در این مطالعه برای مشخصه یابی نمونه های رشد یافته از دستگاه های میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)، پراش پرتو ایکس (XRD)، طیف سنجی UV-Vis-NIR، فوتولومینسانس (PL) و مشخصه جریان-ولتاژ (I-V) استفاده کرده ایم.

در طی این تحقیق به منظور ساخت نمونه ها از کلرید ایندیوم (با خلوص ۹۹/۹۹ درصد) در تهیه محلول اسپری استفاده کرده ایم. پارامترهای متغیر در این مطالعه عبارتند از: دمای زیرلایه (۳۵۰ تا ۴۵۰ درجه سلسیوس) و بازپخت، آهنگ لایه نشانی (۱/۷، ۳/۳ و ۴/۸ میلی لیتر بر دقیقه) و بازپخت، نوع زیرلایه (شیشه، سیلیکون و FTO) و سرانجام شیوه اسپری (پالسی و پیوسته).

تصاویر FESEM نمونه ها همواره مؤید شکل گیری نانو ساختارهای گوناگون در لایه بوده و طیف XRD آنها نشان دهنده ساختار های بس بلوری در تمامی لایه ها قبل و بعد از بازپخت است. همچنین طیف عبور نمونه ها بیانگر عبور بالا (< 0.70) در ناحیه مرئی با گاف نواری مستقیم اپتیکی در حدود ۳/۹ الکترون ولت می باشد. طیف فوتولومینسانس (PL) نمونه ها در دمای اتاق مبتنی بر وجود دو قله یکی در ناحیه فرابنفش (متناظر با بازترکیب نوار به نوار) و دیگری در ناحیه مرئی (وابسته به ترازهای ناکاملی های بلوری به ویژه تهی جاهای اکسیژن) می باشد. خواص الکتریکی اندازه گیری شده لایه ها حاکی از مقادیر بالای مقاومت الکتریکی (در حدود مگا اهم) در نمونه هاست به طوری که در معرض تابش نور فرابنفش کاهش قابل ملاحظه ای ملاحظه می شود.

کلید واژه ها: اکسید ایندیوم، اسپری پایرولیز، نانو ساختار، خواص ساختاری، خواص اپتیکی، خواص الکتریکی، مورفولوژی، فوتولومینسانس.

لیست مقالات مستخرج از پایان نامه

۱- شمس الدینی، خدیجه؛ عشقی، حسین (۱۳۹۱) «اثر آهنگ لایه نشانی بر خواص فیزیکی

لایه های نازک نانو ساختار In_2O_3 خالص تهیه شده به روش اسپری پایرولیزیز»، دومین

همایش سالانه نوآوری‌ها در پردازش لایه‌های نازک و مشخصه‌های آن‌ها، کرمان.

۲- شمس الدینی، خدیجه؛ عشقی، حسین (۱۳۹۱) « مطالعه اثر دمای زیر لایه بر خواص

فیزیکی لایه های نازک نانو ساختار In_2O_3 تهیه شده به روش اسپری پایرولیزیز»، نوزدهمین

کنفرانس اپتیک و فوتونیک ایران، دانشگاه زاهدان.

فهرست مطالب

صفحه

عنوان

فصل اول : مروری بر مقالات، مقدمه‌ای بر ویژگی‌های فیزیکی اکسیدایندیوم و لایه نازک آن.

۱-۱-مقدمه	۲
۲-۱-اکسیدایندیوم	۲
۱-۲-۱-ساختار بلوری اکسیدایندیوم	۲
۱-۲-۲-لایه‌های نازک اکسیدایندیوم	۳
۱-۲-۳-کاربردهای لایه‌های نازک اکسیدایندیوم	۳
۱-۳-خصوصیات فیزیکی لایه نازک اکسیدایندیوم	۴
۱-۳-۱-بررسی اثر دمای زیرلایه	۴
۱-۳-۲-بررسی اثر بازپخت	۱۵

فصل دوم : معرفی روش‌های مشخصه‌یابی لایه‌های نازک اکسیدایندیوم

۱-۲-مقدمه	۲۷
۲-۲-میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)	۲۷
۲-۳-طیف پراش پرتو ایکس (XRD)	۲۸
۲-۳-۱-ابعاد بلورک‌ها (D)	۲۹
۲-۳-۲-چگالی دررفتگی (δ)	۳۰
۲-۳-۳-کرنش (ϵ)	۳۰
۲-۴-طیف‌نگاری عبور و بازتاب اپتیکی	۳۱

- ۳۱..... ۱-۴-۲- ضریب جذب
- ۳۲..... ۲-۴-۲- گاف نواری
- ۳۳..... ۳-۴-۲- طیف‌سنجی فوتولومینسانس
- ۳۵..... ۴-۴-۲- فوتورسانایی
- ۳۷..... ۵-۲- ضخامت‌سنجی
- ۳۸..... ۶-۲- مشخصه‌یابی الکتریکی
- ۳۸..... ۱-۶-۲- مقاومت ورقه‌ای و رسانندگی الکتریکی لایه در دمای اتاق
- ۳۹..... ۲-۶-۲- بستگی دمایی مقاومت ورقه‌ای لایه‌ها
- ۴۰..... ۷-۲- ضریب بهینگی

فصل سوم : مراحل رشد و لایه‌های نازک نانو ساختارهای اکسیدایندیوم (In_2O_3) به روش اسپری پايرولیزیز.

- ۴۲..... ۱-۳-۱- مقدمه
- ۴۲..... ۲-۳-۲- روش‌های رشد لایه نازک اکسیدایندیوم
- ۴۳..... ۳-۳-۳- دستگاه اسپری پايرولیزیز
- ۴۴..... ۱-۳-۳- آماده‌سازی زیرلایه
- ۴۵..... ۲-۳-۳- تهیه محلول مورد نیاز در تهیه نمونه‌ها به روش اسپری پايرولیزیز
- ۴۶..... ۳-۳-۳- پارامترهای لایه‌نشانی در روش اسپری پايرولیزیز

فصل چهارم : نتایج بحث در مورد مورفولوژی، خواص ساختاری، اپتیکی و الکتریکی لایه نازک اکسیدایندیوم تهیه شده به روش اسپری پايرولیزیز

- ۴۹..... ۱-۴-۱- مقدمه

۲-۴- بررسی تاثیر دمای زیر لایه و بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌های نازک نانوساختار اکسید

ایندیوم ۵۰

۲-۴-۱ بررسی تاثیر دمای زیر لایه بر خواص فیزیکی لایه‌های نازک نانوساختار اکسید ایندیوم... ۵۰

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها ۵۰

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه‌ها ۵۱

(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها ۵۴

(د) مطالعه خواص الکتریکی و ضریب بهینگی لایه‌ها ۵۷

(ه) مطالعه تحت نوردهی ۵۹

(و) مطالعه طیف فوتولومینسانس لایه‌ها ۶۱

۲-۴-۲: مطالعه تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌های In_2O_3 ۶۱

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها ۶۲

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه‌ها ۶۳

(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها ۶۶

(د) مطالعه خواص الکتریکی و ضریب بهینگی لایه‌ها ۶۹

(ه) مطالعه تحت نوردهی ۷۰

۳-۴ : بررسی آهنگ لایه‌نشانی و بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌های نازک نانوساختار اکسید ایندیوم

..... ۷۳

۳-۴-۱ بررسی اثر آهنگ لایه‌نشانی خواص فیزیکی لایه‌های In_2O_3 ۷۳

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها ۷۳

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه‌ها ۷۴

(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها ۷۷

(د) مطالعه خواص الکتریکی و ضریب بهینگی لایه‌ها ۸۰

- ۸۱..... (ه) مطالعه تحت نوردهی
- ۸۲..... ۲-۳-۴ مطالعه تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌های In_2O_3
- ۸۲..... (الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها
- ۸۳..... (ب) مطالعه خواص ساختاری لایه‌ها
- ۸۵..... (ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها
- ۸۸..... (د) مطالعه خواص الکتریکی و ضریب بهینگی لایه‌ها
- ۹۰..... (ه) مطالعه تحت نوردهی
- ۹۲..... ۴-۴ : بررسی اثر زیرلایه بر خواص فیزیکی لایه‌های نازک نانوساختار اکسیدایندیوم
- ۹۲..... ۱-۴-۴ بررسی اثر نوع زیرلایه با آهنگ لایه‌نشانی $3/3\text{ml/min}$
- ۹۲..... (الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها
- ۹۳..... (ب) بررسی خواص ساختاری لایه‌ها
- ۹۵..... (ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها
- ۹۶..... ۲-۴-۴ بررسی اثر نوع زیرلایه با آهنگ لایه‌نشانی $1/7\text{ml/min}$
- ۹۶..... (الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها
- ۹۷..... (ب) بررسی خواص ساختاری لایه‌ها
- ۹۹..... (ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها
- ۱۰۱..... ۵-۴ : بررسی اثر اسپری به صورت پالسی بر خواص فیزیکی لایه‌های اکسیدایندیوم
- ۱۰۱..... (الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه‌ها
- ۱۰۲..... (ب) بررسی خواص ساختاری لایه‌ها
- ۱۰۵..... (ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه‌ها
- ۱۱۰..... نتیجه‌گیری

مراجع ١١٤

فهرست شکل‌ها

شکل	صفحه
شکل ۱-۱ : نمایش طرح‌وار ساختار مکعبی In_2O_3 ، دایره‌های کوچک اتم‌های اکسیژن و دایره‌های بزرگ اتم ایندیوم	۳
شکل ۲-۱ : مورفولوژی سطح نمونه‌ها در دماهای زیرلایه‌ای مختلف	۴
شکل ۳-۱ : توپولوژی سطح نمونه‌ها در دماهای مختلف	۵
شکل ۴-۱ : طیف XRD لایه‌های نازک اکسید ایندیوم تهیه شده در دماهای متفاوت	۶
شکل ۵-۱ : طیف عبوری نمونه‌ها	۶
شکل ۶-۱ : طیف PL لایه‌های اکسید ایندیوم تهیه شده در زیرلایه با دماهای مختلف	۸
شکل ۷-۱ : تصویر SEM لایه نازک اکسید ایندیوم لایه‌نشانی شده بر روی زیرلایه در دمای 698 K	۸
شکل ۸-۱ : طیف XRD نمونه‌های لایه‌نشانی شده در دماهای مختلف	۹
شکل ۹-۱ : طیف عبور نمونه‌ها در زیرلایه با دمای‌های متفاوت: $T_a = 623\text{ K}$ (a)، $T_b = 673\text{ K}$ (b)، $T_c = 698\text{ K}$ (c) و $T_d = 773\text{ K}$ (d) و $T_e = 773\text{ K}$ (e)	۱۰
شکل ۱۰-۱ : $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب انرژی برای نمونه در دمای 698 K	۱۰
شکل ۱۱-۱ : طیف پرتو ایکس لایه‌های اکسید ایندیوم لایه‌نشانی شده در دمای 698 K در زمان‌های مختلف	۱۱
شکل ۱۲-۱ : تصاویر SEM لایه نازک اکسید ایندیوم لایه‌نشانی شده بر روی زیرلایه در دماهای متفاوت: $T_a = 250^\circ\text{C}$ (a)، $T_b = 300^\circ\text{C}$ (b)، $T_c = 350^\circ\text{C}$ (c) و $T_d = 400^\circ\text{C}$ (d)	۱۲
شکل ۱۳-۱ : توپوگرافی سه بعدی سطح نمونه‌ها با استفاده از تصاویر AFM	۱۲
شکل ۱۴-۱ : طیف XRD لایه‌های رشد داده شده در دماهای مختلف زیرلایه	۱۳

- شکل ۱-۱۵: تغییر ابعاد دانه و کرنش بر حسب دمای زیر لایه ۱۴
- شکل ۱-۱۶: طیف عبور لایه‌های اکسیدایندیوم لایه‌نشانی شده در دماهای متفاوت ۱۴
- شکل ۱-۱۷: تصویر SEM لایه‌های نازک اکسیدایندیوم نمونه‌های رشد داده شده: A (a و b) و C (c) ۱۵
- شکل ۱-۱۸: طیف پرتو ایکس لایه‌های اکسیدایندیوم لایه‌نشانی شده ۱۶
- شکل ۱-۱۹: تصاویر AFM لایه‌های نازک اکسیدایندیوم بازپخت شده‌ی نمونه B در دماهای: $^{\circ}\text{C}(a)$ ۵۰۰، $^{\circ}\text{C}(b)$ ۶۰۰، $^{\circ}\text{C}(c)$ ۸۰۰، $^{\circ}\text{C}(d)$ ۹۰۰، $^{\circ}\text{C}(e)$ ۱۰۰۰ و $^{\circ}\text{C}(f)$ ۱۱۰۰ ۱۷
- شکل ۱-۲۰: تصاویر AFM لایه‌های نازک اکسیدایندیوم بازپخت شده نمونه D در دماهای: $^{\circ}\text{C}(a)$ ۵۰۰، $^{\circ}\text{C}(b)$ ۶۰۰، $^{\circ}\text{C}(c)$ ۸۰۰، $^{\circ}\text{C}(d)$ ۹۰۰، $^{\circ}\text{C}(e)$ ۱۰۰۰ و $^{\circ}\text{C}(f)$ ۱۱۰۰ ۱۸
- شکل ۱-۲۱: میانگین اندازه دانه با استفاده از تصاویر AFM برای نمونه‌های بازپخت شده: نمونه‌های (1) D، (2) C و (3) B ۱۸
- شکل ۱-۲۲: طیف پرتو ایکس لایه‌های اکسیدایندیوم (D-A) بازپخت شده در دمای ۸۰۰ و $^{\circ}\text{C}$ ۱۰۰۰ ۱۹
- شکل ۱-۲۳: تصاویر SEM از سطح و مقطع عرضی نمونه رشد داده شده (a,b) و نمونه‌های بازپخت شده در دماهای $^{\circ}\text{C}$ (c,d) ۴۰۰ و $^{\circ}\text{C}$ (e,f) ۵۰۰ ۲۰
- شکل ۱-۲۴: طیف پرتو ایکس نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت و ابعاد دانه‌ها بر حسب دمای بازپخت نمونه ۲۱
- شکل ۱-۲۵: جذب لایه‌های اکسیدایندیوم در دماهای بازپخت شده مختلف ۲۲
- شکل ۱-۲۶: گاف نواری اپتیکی لایه‌های اکسیدایندیوم در دماهای مختلف ۲۲
- شکل ۱-۲۷: تراکم حامل، تحرک و مقاومت الکتریکی نمونه‌ها بر حسب دماهای متفاوت بازپخت ۲۳
- شکل ۱-۲۸: طیف عبور لایه‌ها قبل (a) و بعد (b) از بازپخت ۲۴

- شکل ۱-۲۹: طیف بازتاب نمونه‌ها قبل (a) و بعد (b) از بازپخت ۲۴
- شکل ۱-۳۰: ضریب جذب (a) و گاف نواری (b) نمونه‌های رشد داده شده ۲۵
- شکل ۲-۱: (الف) دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مدل (S360MV2300) دانشگاه تهران. (ب) تصویر شماتیک از اجزاء داخلی مسیر عبور باریکه الکترونی تا سطح نمونه ۲۸
- شکل ۲-۲: (الف) بازتاب پرتو ایکس و تعیین فاصله صفحات بلوری (قانون براگ) و (ب) دستگاه پراش پرتو X مدل Bruker – AXS در دانشگاه دامغان ۲۹
- شکل ۲-۳: (الف) دستگاه اسپکتروفوتومتر (shimadzu UV-1800) دانشگاه صنعتی شاهرود، (ب) محل قرارگیری مرجع و شاهد ۳۱
- شکل ۲-۴: ساختار چاه کوانتومی کپه‌ای و نانوساختار ۳۳
- شکل ۲-۵: تابش حاصل از جفت‌گیری الکترون-حفره ۳۴
- شکل ۲-۶: دستگاه اسپکتروفوتومتر Cary eclipse fluorescence spectrometer-varian در دانشگاه صنعتی شریف ۳۵
- شکل ۲-۷: آشکارساز فوتونی شامل تیغه نیمرسانا و دو اتصال اهمی ۳۶
- شکل ۲-۸: (a) تصویر لامپ جیوه در دانشگاه صنعتی شاهرود و (b) خطوط طیف نشری متعلق به لامپ بخار جیوه ۳۷
- شکل ۲-۹: دستگاه ضخامت سنج (Profilemeter Taylor/Hobson) در دانشگاه صنعتی شاهرود ۳۷
- شکل ۲-۱۰: نمای شماتیک برای اندازه‌گیری مقاومت ۳۸
- شکل ۲-۱۱: اندازه‌گیری مقاومت در دماهای متفاوت ۴۰
- شکل ۳-۱: روش‌های گوناگون لایه نشانی به صورت فیزیکی و شیمیایی ۴۳

- شکل ۳-۲ : (الف) دستگاه اسپری پایرولیزیز استفاده شده (۸۶ Spray Coating System.S.C.S) در دانشگاه صنعتی شاهرود (ب) طرح شماتیک از دستگاه اسپری ۴۴
- شکل ۳-۳ : محلول کلریدایندیوم حل شده در آب دو بار تقطیر ۴۶
- شکل ۴-۱ : مورفولوژی سطح نمونه‌ی رشد داده شده برای نمونه‌های T1، T2 و T3 ۵۱
- شکل ۴-۲ : طیف XRD نمونه‌ها در دمای زیر لایه : 350°C (T1)، 400°C (T2) و 450°C (T3) ۵۲
- شکل ۴-۳ : تغییرات ابعاد بلورک بر حسب دما ۵۳
- شکل ۴-۴ : طیف عبور (الف) و بازتاب (ب) لایه‌های اکسیدایندیوم برای نمونه‌های با دمای زیر لایه : 350°C (T1)، 400°C (T2) و 450°C (T3) ۵۴
- شکل ۴-۵ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه‌ها با دمای زیر لایه (T1) 350°C ، (T2) 400°C و (T3) 450°C ۵۵
- شکل ۴-۶ : مقایسه منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای هر سه نمونه ۵۵
- شکل ۴-۷ : تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ ۵۶
- شکل ۴-۸ : (الف) تغییرات E_g بر حسب دمای زیر لایه و (ب) گاف نواری بر حسب معکوس مربع ابعاد بلورک ۵۷
- شکل ۴-۹ : بستگی $\ln(\rho)$ بر حسب معکوس دمای مطلق ۵۸
- شکل ۴-۱۰ : تغییرات ولتاژ بر حسب جریان در تاریکی (D) و در مجاورت نور فرابنفش (L) ۶۰
- شکل ۴-۱۱ : طیف‌های فوتولومینسانس (PL) با طول موج برانگیختگی 280 nm برای نمونه‌های T1، T2 و T3 ۶۱
- شکل ۴-۱۲ : مورفولوژی سطح نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت ۶۳
- شکل ۴-۱۳ : طیف XRD نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت ۶۴
- شکل ۴-۱۴ : ابعاد بلورک بر حسب دما قبل و بعد از بازپخت ۶۵

شکل ۴-۱۵ : طیف‌های عبور و بازتاب نوری لایه‌های اکسیدایندیوم برای نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت

۶۷.....

شکل ۴-۱۶ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت ۶۸

شکل ۴-۱۷ : تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ برای نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت ۶۹

شکل ۴-۱۸ : تغییرات جریان بر حسب ولتاژ در تاریکی (D) و در مجاورت پرتو فرابنفش (L) ۷۱

شکل ۴-۱۹ : مورفولوژی سطح نمونه‌های R1، R2 و R3 ۷۴

شکل ۴-۲۰ : طیف XRD نمونه‌های با آهنگ لایه‌نشانی (R1) ۱/۷ ml/min، (R2) ۳/۳ ml/min و

(R3) ۴/۸ ml/min ۷۵

شکل ۴-۲۱ : تغییرات ابعاد بلورک بر حسب آهنگ اسپری ۷۶

شکل ۴-۲۲ : تغییرات کرنش بر حسب آهنگ اسپری ۷۷

شکل ۴-۲۳ : (الف) طیف عبور و (ب) طیف بازتاب اپتیکی اکسیدایندیوم در آهنگ لایه‌نشانی مختلف

..... ۷۷

شکل ۴-۲۴ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه‌ها با آهنگ اسپری متفاوت

..... ۷۸

شکل ۴-۲۵ : تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ و تغییرات E_g بر حسب آهنگ اسپری ۷۹

شکل ۴-۲۶ : تغییرات گاف نواری بر حسب معکوس مربع ابعاد بلورک ۸۰

شکل ۴-۲۷ : تغییرات ولتاژ بر حسب جریان در تاریکی (D) و در مجاورت تابش نور لامپ جیوه (L)

..... ۸۱

شکل ۴-۲۸ : مورفولوژی سطح نمونه‌ها قبل از بازپخت (R1، R2 و R3) و بعد از بازپخت (R1a، R2a

و R3a) ۸۳

- شکل ۴-۲۹ : طیف XRD نمونه ها قبل از بازپخت (R1، R2 و R3) و بعد از بازپخت (R1a، R2a و R3a) در هوا در دمای ۵۰۰ درجه ۸۴
- شکل ۴-۳۰ : طیف عبور و بازتاب نمونه ها قبل و بعد از بازپخت ۸۶
- شکل ۴-۳۱ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه ها قبل و بعد از بازپخت ۸۷
- شکل ۴-۳۲ : تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ و گاف نواری بر حسب آهنگ اسپری برای نمونه ها قبل و بعد از بازپخت ۸۸
- شکل ۴-۳۳ : مقاومت ویژه نمونه ها بر حسب آهنگ اسپری ۹۰
- شکل ۴-۳۴ : تغییرات ولتاژ بر حسب جریان در تاریکی و در مجاورت تابش نور لامپ جیوه ۹۰
- شکل ۴-۳۵ : مورفولوژی نمونه ها با زیرلایه های متفاوت با آهنگ ۳/۳ ml/min ۹۳
- شکل ۴-۳۶ : طیف پرتو XRD نمونه های رشد یافته بر روی زیرلایه های متفاوت : شیشه (G)، شیشه پوشیده از اکسیدقلع (F) و ویفر سیلیکون (S) ۹۴
- شکل ۴-۳۷ : تصاویر الف و ب به ترتیب طیف عبور و بازتاب اکسیدایندیوم رشد یافته بر روی زیرلایه شیشه (G) و شیشه پوشیده از اکسیدقلع (F) ۹۵
- شکل ۴-۳۸ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه های F و G ۹۵
- شکل ۴-۳۹ : منحنی تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ ۹۶
- شکل ۴-۴۰ : مورفولوژی نمونه ها با زیرلایه های متفاوت با آهنگ ۱/۷ ml/min ۹۷
- شکل ۴-۴۱ : طیف پرتو XRD نمونه ها با زیرلایه متفاوت ۹۸
- شکل ۴-۴۲ : تصاویر الف و ب، به ترتیب طیف عبور و بازتاب اکسیدایندیوم رشد یافته بر روی زیرلایه شیشه (G) و شیشه پوشیده از اکسیدقلع (F) ۹۹
- شکل ۴-۴۳ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه های F و G ۱۰۰

- شکل ۴-۴۴ : منحنی تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ ۱۰۰
- شکل ۴-۴۵ : مورفولوژی سطح نمونه‌های A, A1 و A2 رشد داده شده ۱۰۲
- شکل ۴-۴۶ : طیف XRD نمونه‌های رشد یافته به صورت پیوسته (A) و پالسی (A1 و A2) ۱۰۳
- شکل ۴-۴۷ : تغییرات ابعاد بلورک بر حسب تغییر پالس اسپری ۱۰۴
- شکل ۴-۴۸ : تغییر پالس بر حسب کرنش ۱۰۵
- شکل ۴-۴۹ : (الف) طیف بازتاب و (ب) طیف عبور اپتیکی اکسیدایندیوم بدون پالس و با پالس‌های متفاوت ۱۰۶
- شکل ۴-۵۰ : ابعاد بلورک بر حسب ضخامت، لایه‌ها ۱۰۶
- شکل ۴-۵۱ : منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه‌ها بدون پالس و با پالس - های متفاوت ۱۰۷
- شکل ۴-۵۲ : مقایسه منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه‌ها ۱۰۷
- شکل ۴-۵۳ : تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ ۱۰۸
- شکل ۴-۵۴ : (الف) تغییرات E_g بر حسب تغییر پالس و (ب) گاف نواری بر حسب معکوس مربع ابعاد بلورک ۱۰۹

فهرست جداول

عنوان	صفحه
جدول ۱-۱ : مقاومت ویژه، تراکم و تحرک حامل‌ها و ضریب بهینگی نمونه‌ها در دماهای مختلف ۷....	
جدول ۱-۲ : ابعاد بلورک در دماهای مختلف ۹.....	
جدول ۱-۳ : ویژگی‌های الکتریکی و اپتیکی لایه‌های اکسیدایندیوم بر حسب تابعی از دمای رشد ۱۰..	
جدول ۱-۴ : مقاومت ویژه الکتریکی و انرژی فعالسازی نمونه‌ها ۱۵.....	
جدول ۱-۵ : میانگین ابعاد بلورک با استفاده از آنالیزهای مختلف برای نمونه‌های رشد داده شده..... ۱۶	
جدول ۱-۶ : اندازه ابعاد بلورک با استفاده از طیف XRD برای نمونه‌های بازپخت شده ۱۹.....	
جدول ۴-۱ : نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه‌های رشد یافته در دمای T1، T2 و T3..... ۵۲	
جدول ۴-۲ : چگالی در رفتگی و کرنش نمونه‌ها در دماهای متفاوت در راستای جهت ترجیحی ۵۳.....	
جدول ۴-۳ : مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه، رسانندگی الکتریکی و انرژی فعالسازی نمونه‌ها ۵۸.....	
جدول ۴-۴ : طیف عبور و ضریب بهینگی نمونه‌ها ۵۹.....	
جدول ۴-۵ : نسبت مقاومت نمونه‌ها در مجاورت نور فرابنفش به تاریکی ۶۰.....	
جدول ۴-۶ : نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه‌های بازپخت شده در دمای ۵۰۰ درجه ۶۵..	
جدول ۴-۷ : فاصله بین صفحات بلوری، چگالی در رفتگی و کرنش در نمونه‌های بازپخت شده در هوا ۶۶.....	
جدول ۴-۸ : مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه و رسانندگی الکتریکی نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت..... ۷۰	
جدول ۴-۹ : طیف عبور و ضریب بهینگی نمونه‌ها بعد از بازپخت ۷۰.....	
جدول ۴-۱۰ : نسبت مقاومت نمونه‌های بازپخت شده در مجاورت نور فرابنفش به تاریکی ۷۲.....	
جدول ۴-۱۱ : نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه‌های رشد یافته با آهنگ لایه‌نشانی متفاوت ۷۵.....	
: R و R2، R1	

- جدول ۴-۱۲ : چگالی دررفتگی و کرنش نمونه‌ها در آهنگ‌های متفاوت ۷۶
- جدول ۴-۱۳ : مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه و رسانندگی الکتریکی نمونه‌ها ۸۰
- جدول ۴-۱۴ : درصد عبور و ضریب بهینگی نمونه‌ها ۸۱
- جدول ۴-۱۵ : نسبت مقاومت نمونه‌ها در معرض نور فرابنفش و در تاریکی ۸۲
- جدول ۴-۱۶ : نتایج حاصل از آنالیز XRD برای نمونه‌های بازپخت شده در دمای ۵۰۰ درجه ۸۴
- جدول ۴-۱۷ : چگالی دررفتگی و کرنش نمونه‌های بازپخت شده در هوا در راستای جهت ترجیحی ۸۵
- جدول ۴-۱۸: مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه و رسانندگی الکتریکی نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت..... ۸۹
- جدول ۴-۱۹ : در صد عبور و ضریب بهینگی نمونه‌ها ۸۹
- جدول ۴-۲۰ : نسبت مقاومت نمونه‌ها در معرض نور لامپ جیوه به مقاومت در تاریکی برای نمونه‌های بازپخت شده ۹۱
- جدول ۴-۲۱ : نتایج حاصل از آنالیز XRD ۹۴
- جدول ۴-۲۲ : نتایج حاصل از آنالیز XRD نمونه‌ها ۹۸
- جدول ۴-۲۳ : نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه‌های رشد یافته به صورت پیوسته و با پالس‌های متفاوت : A، A1 و A2 ۱۰۴
- جدول ۴-۲۴ : چگالی دررفتگی و کرنش نمونه‌ها در پالس‌های متفاوت ۱۰۵

فصل اول

مروری بر مقالات، مقدمه ای بر ویژگی های فیزیکی لایه نازک

اکسید ایندیوم

۱-۱- مقدمه

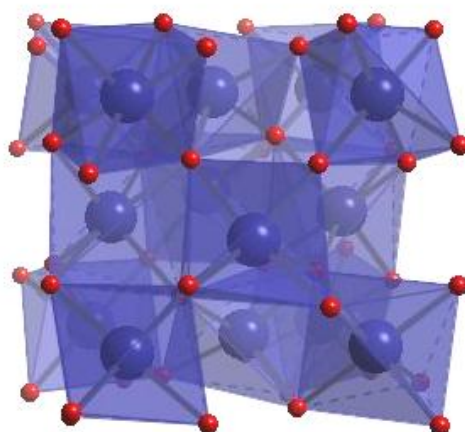
یکی از شاخه های مهم که در سال های اخیر زیاد مورد توجه قرار گرفته است، رشد و مشخصه-یابی لایه های نازک رسانای شفاف می باشد. کاربردهای زیاد این لایه ها با توجه به روش رشد و با در نظر گرفتن پارامترهای وابسته در صنعت مورد توجه است. در ادامه به مروری بر تاریخچه اکسید-ایندیوم و خصوصیات ساختاری، اپتیکی و الکتریکی لایه نازک این ماده که در مقالات معتبر علمی گزارش شده اند، می پردازیم.

۱-۲- اکسید ایندیوم

اکسید ایندیوم (In_2O_3) دارای ترکیب شیمیایی شامل اکسیژن و ایندیوم می باشد که در سال ۱۹۳۰ شناخته شد [۱]. ایندیوم یک عنصر فلزی با ظرفیت 3^+ و عدد اتمی ۴۹ است، این عنصر به-تنهایی فلزی نرم، سبک و به رنگ خاکستری است که قابلیت واکنش آن با آب بسیار ناچیز است [۲].

۱-۲-۱- ساختار بلوری اکسید ایندیوم

اکسید ایندیوم در حالت لایه نازک، ماده ای نیمرسانا با گاف نواری مستقیم بین $3/2$ تا $3/75 \text{ eV}$ می باشد [۳، ۴، ۵]، و دارای جرم مولکولی $277/64 \text{ (gr/mol)}$ ، چگالی $7/179 \text{ (g/cm}^3\text{)}$ و دمای ذوب 1910°C می باشد. اگر این اکسید به صورت آمورف باشد در آب نامحلول، اما در اسیدها حل می-شود، و در حالی که ساختار بلوری داشته باشد در آب و اسید نامحلول می باشد [۲]. این اکسید دارای ساختار مکعبی بیکس-بایت معدنی $(\text{Fe,Mn})_2\text{O}_3$ است. این ساختار مشابه ساختار فلوریت است با این تفاوت که واحدهای مختصاتی MO_8 که در آن موقعیت های اکسیژن در گوشه مکعب و یک اتم فلزی M در مرکز مکعب قرار دارد [۱، ۶]. شکل ۱-۱ نمایش طرح وار از اکسید ایندیوم را نشان می دهد [۷].



شکل ۱-۱: نمایش طرح وار ساختار مکعبی In_2O_3 ، دایره های کوچک اتم های اکسیژن و دایره های بزرگ اتم ایندیوم [۷].

۱-۲-۲- لایه های نازک اکسید ایندیوم

اکسید ایندیوم ماده ای است که در صورت داشتن تناسب عنصری شبیه یک عایق عمل می کند، اما در شرایط عدم تناسب عنصری کامل دارای رفتاری همچون یک نیم رسانا با شفافیت بالا در ناحیه مرئی و بازتاب پذیری در ناحیه IR می باشد [۱]. لایه های نازک این ماده پس از رشد دارای رسانندگی نوع n بوده که این امر ناشی از عدم تناسب عنصری در ماده، بر اثر تهی جاهای اکسیژن در ماده است. برای تهیه این لایه ها از روش های مختلف شیمیایی و فیزیکی از جمله سل-ژل [۸]، تبخیر حرارتی [۹]، اسپاترینگ [۱۰]، پالس لیزر [۱۱]، تبخیر در خلا و اسپری پاپرولیز [۳، ۴، ۱۲] استفاده شده است.

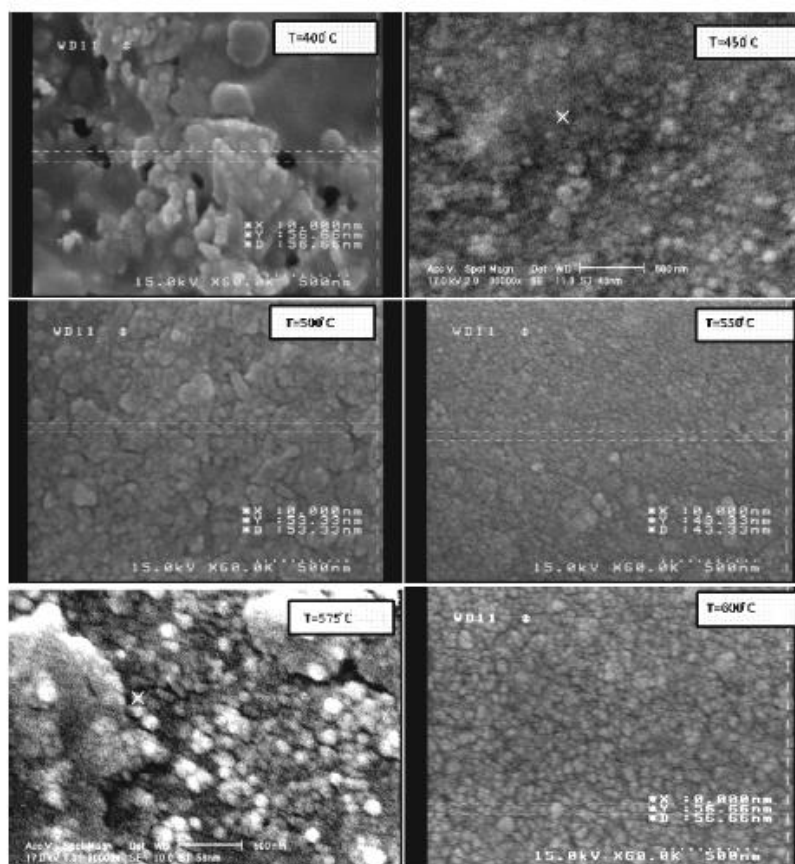
۱-۲-۳- کاربردهای لایه نازک اکسید ایندیوم

از لایه های نازک اکسید ایندیوم به عنوان یک لایه رسانا همراه با عبور اپتیکی بالا در کاربردهای گوناگون از جمله سلول های خورشیدی، حسگرهای گازی (نظیر گازهای O_3 ، NO_x ، Cl_2 و CH_4 و CO) [۱۳، ۱۴، ۱۵]، صفحات نمایش تخت، دیودهای نور گسیل و نیز به عنوان یک عنصر مقاومتی در مدارهای مجتمع مورد استفاده قرار می گیرد.

۳-۱- خصوصیات فیزیکی لایه های نازک تهیه شده به روش اسپری پایرولیز

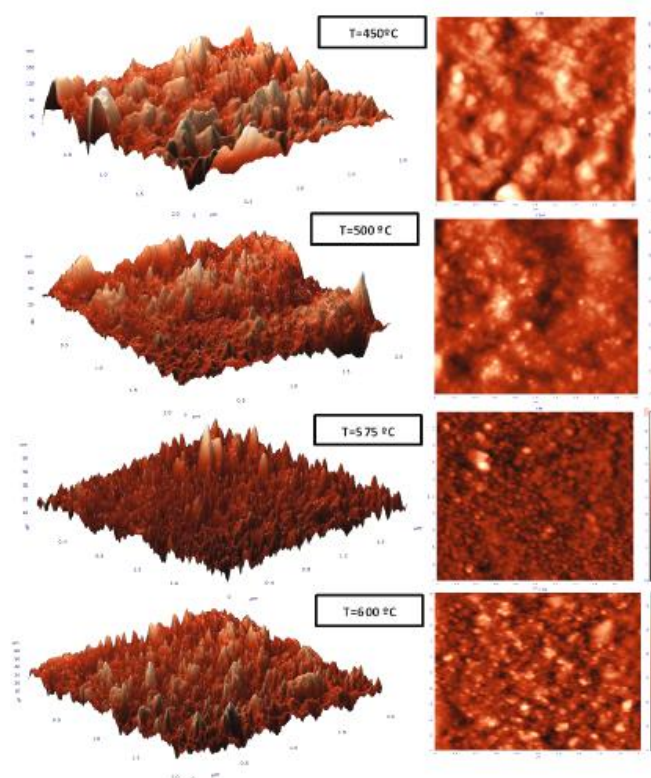
۱-۳-۱- بررسی اثر دمای زیر لایه

لایه های اکسید ایندیوم توسط باقری خطیبانی و همکاران [۱۲] بر روی زیر لایه شیشه به روش اسپری پایرولیز مورد بررسی قرار گرفته است. آنها برای تهیه محلول، ۰/۲ گرم پودر کلرید ایندیوم را در ۴۰ ml آب دو بار تقطیر که حاوی ۵ قطره اسید کلریدریک بوده حل کرده سپس آن را در دمای 90°C به مدت ۵ min با استفاده از رفلکس حرارت داده، آنگاه محلول تهیه شده را با آهنگ اسپری ۱۹ ml/min، بر روی زیر لایه با دمای 400°C - 600°C ، اسپری کردند. شکل ۱-۲ تصاویر SEM لایه-های اکسید ایندیوم تشکیل شده را نشان می دهد. در دمای 400°C سطح لایه دارای تخلخل و ناصافی بوده، که با افزایش دمای زیر لایه به 600°C سطح به مرور صاف و یکنواخت شده است.



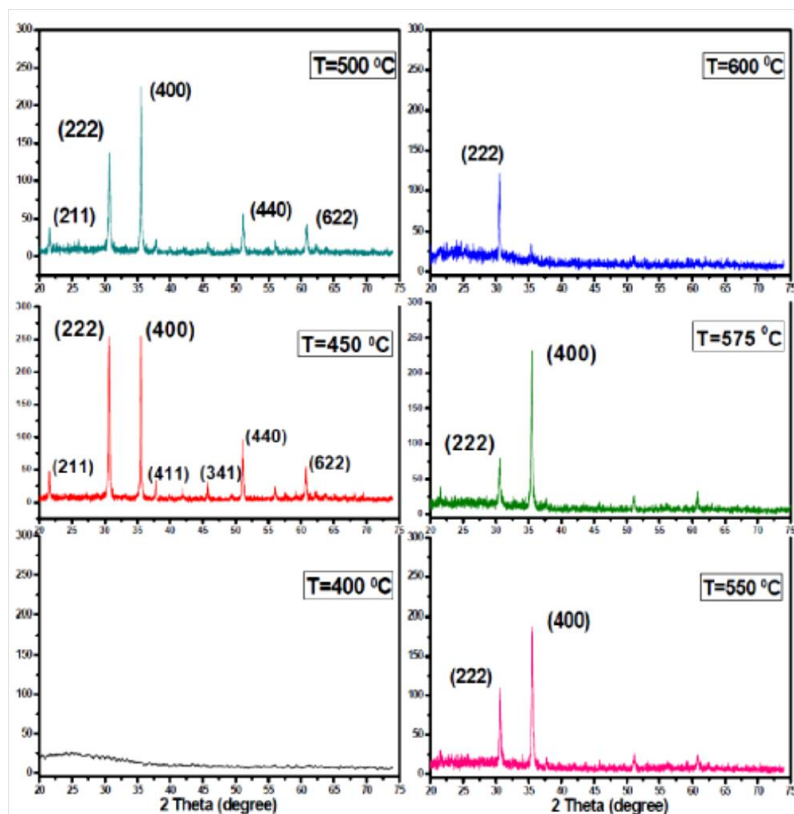
شکل ۱-۲: مورفولوژی سطح نمونه ها در دماهای زیر لایه های مختلف [۱۲].

شکل ۳-۱ تصاویر AFM نمونه ها را نشان می دهد. تصاویر بیانگر این است که در دماهای پایین نمونه های لایه نشانی شده از نظر یکنواختی کیفیت مناسبی نداشته در حالی که با افزایش دما از -55°C به 600°C بهبود قابل توجهی در کیفیت نمونه ها مشاهده شد. این نتایج در توافق خوبی با تصاویر SEM و طیف XRD نمونه ها بوده است.



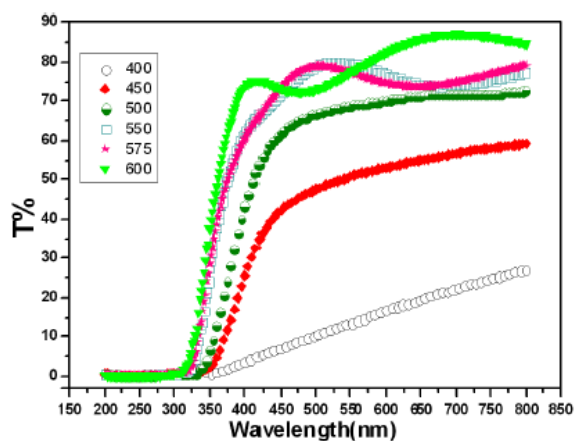
سطح ۳-۱: توپولوژی سطح نمونه ها در دماهای مختلف [۱۲].

شکل ۴-۱ طیف XRD این نمونه ها را نشان می دهد. اگر چه در دمای 400°C نمونه ساختار آمورف داشته اما در دماهای بالای 400°C ، ساختار بس بلوری و مکعبی بیکس بایت تشکیل شده است، از دمای 450°C تا 575°C قله ترجیحی در راستای (400) بوده که با افزایش دما به 600°C قله ترجیحی به (222) تغییر جهت داده است. با استفاده از فرمول شرر (رابطه ۲-۲) ابعاد بلورک محاسبه شده به طوری که با افزایش دمای زیرلایه از 575°C به 600°C ابعاد بلورک ها از $36/02$ به $33/55$ nm کاهش یافته است. گر چه این روند تغییرات، با توجه به افزایش دمای زیرلایه امری غیرمنتظره است.



شکل ۴-۱: طیف XRD لایه های نازک اکسید ایندوم تهیه شده در دماهای متفاوت [۱۲].

شکل ۵-۱: طیف عبور اپتیکی نمونه ها را نشان می دهد. طیف عبور نمونه ها در ناحیه مرئی با افزایش دمای زیر لایه از ۱۳ درصد به ۷۷ درصد افزایش یافته است.



شکل ۵-۱: طیف عبوری نمونه ها [۱۲].

با بررسی ویژگی الکتریکی نمونه ها (جدول ۱-۱) چنان چه ملاحظه می شود با افزایش دما از ۴۵۰ به ۵۷۵ °C مقاومت الکتریکی نمونه ها کاهش یافته و در دمای ۶۰۰ °C افزایش پیدا کرده است. تغییر

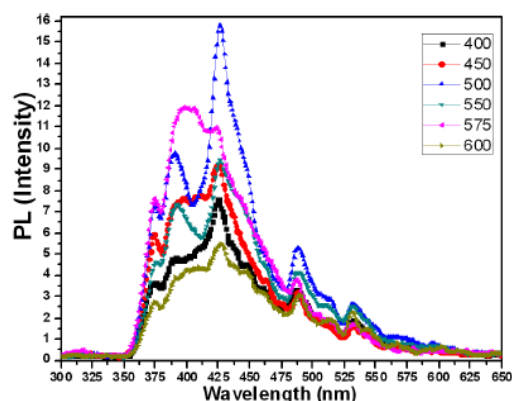
در مقاومت با افزایش دما منجر به افزایش در چگالی حامل ها شده، با اندازه گیری اثر هال به روش وندریپاو در دمای اتاق، نمونه ها دارای رسانندگی از نوع n بودند.

از آن جا که میزان عبور و رسانندگی الکتریکی دو پارامتر مهمی هستند که با یکدیگر رابطه معکوس دارند ملاحظه می شود که نمونه رشد یافته در دمای زیرلایه 575°C دارای بیشترین رسانندگی الکتریکی و نیز بیشترین ضریب بهینگی می باشد.

جدول ۱-۱: مقاومت ویژه، تراکم و تحرک حامل ها و ضریب بهینگی نمونه ها در دماهای مختلف [۱۲].

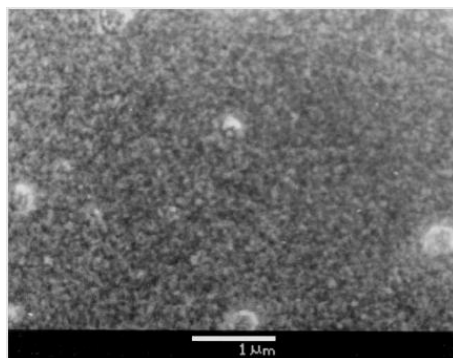
$T_s [^{\circ}\text{C}]$	$R_{sh} [\text{k}\Omega/\square]$	$\rho [\Omega]$	$n [\times 10^{18} \text{ cm}^{-3}]$	$\mu [\text{cm}^2/(\text{V s})]$	$T_{max} [\%]$	$\text{FOM} [\times 10^{-7} \Omega^{-1} \text{ cm}]$
400	16.6	1.060	0.99	5.94	13	8.3×10^{-7}
450	124	6.5	0.07	13.50	51	0.096
500	13	0.416	4.65	3.23	68.5	17.5
550	10	0.121	13.90	3.71	79.6	102
575	5.85	0.147	6.30	6.71	77	125
600	20	0.340	9.55	1.92	77.4	38.6

با اندازه گیری طیف فوتولومینسانس نمونه ها در دمای اتاق با طول موج برانگیختگی 320 nm ، نمونه تهیه شده در دمای 575°C دارای شدت خوبی بوده، در دمای 450°C قله دارای پهن شدگی با شدت کمتر نسبت به نمونه در دمای 575°C بوده است. قله مشاهده شده در طول موج 425 nm برای نمونه رشد یافته در دمای 450°C با قله های تیز در طیف پرتو ایکس قابل مقایسه می باشد. از دیگرام این طیف مشاهده می شود که با افزایش دمای لایه نشانی بلورینگی بهبود یافته و ساختار بهتری تشکیل شده اما در دمای 600°C شدت قله طیف PL کاهش یافته که در توافق خوبی با طیف XRD این نمونه می باشد (شکل ۱-۶).



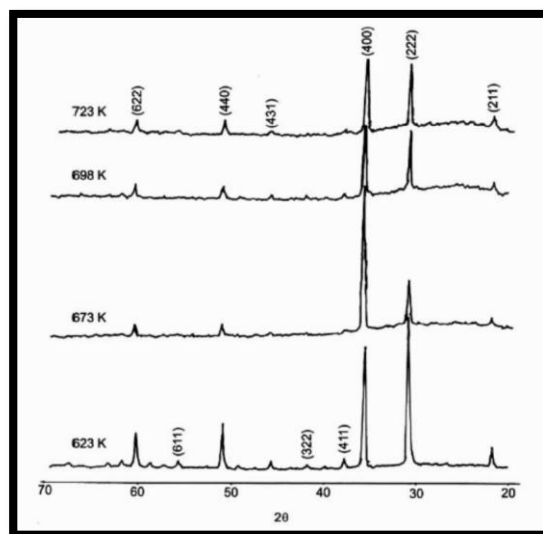
شکل ۱-۶: طیف PL لایه های اکسید ایندیم تهیه شده در زیر لایه با دماهای مختلف [۱۲].

لایه های نازک اکسید ایندیم توسط مانجو و همکاران [۳] به روش اسپری پایرولیزیز مورد بررسی قرار گرفت. در این تحقیق از کلرید ایندیم ($99/99\%$) به عنوان ماده اولیه و حلال اتانول و آب به نسبت ۱:۱، با غلظت ۰/۱ مولار و با آهنگ لایه نشانی ۴/۸ ml/min به ازای دمای زیر لایه ۶۲۳ K نسبت ۷۲۳ بر روی زیر لایه شیشه به مدت ۱۰ دقیقه اسپری شد. تصویر SEM (۷-۱) مربوط به نمونه در دمای زیر لایه ۶۹۸ K را نشان می دهد که اندازه دانه در آن حدود ۱۰۰ nm بدست آمده است.



شکل ۷-۱: تصویر SEM لایه نازک اکسید ایندیم لایه نشانی شده بر روی زیر لایه در دمای ۶۹۸ K [۳].

شکل ۱-۸: طیف XRD لایه ها را در دماهای متفاوت نشان می دهد. این تصاویر بیانگر ساختار بسببوری و مکعبی در همه نمونه ها است. در دمای ۶۲۳ K قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) اما در دماهای بالاتر قله ترجیحی در راستای (۴۰۰) تغییر جهت داده است. جدول ۱-۲ مقادیر مربوط به ابعاد بلورکها برای نمونه ها را که از رابطه شرر (۲-۲) محاسبه شده، نشان می دهد.

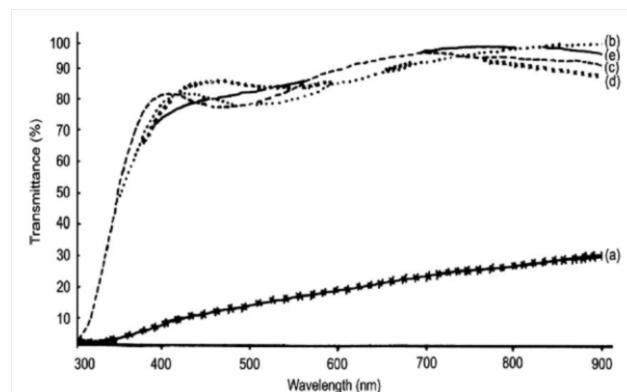


شکل ۱-۸: طیف XRD نمونه های لایه نشانی شده در دماهای مختلف [۳].

جدول ۱-۲ ابعاد بلورک در دماهای مختلف [۳].

Deposition temperature (K)	Grain size (nm)
623	92
673	81
698	97
723	81

طیف عبور این نمونه ها بر حسب طول موج در دماهای مختلف در شکل ۱-۹ آمده است. همان طور که مشاهده می شود، به جز نمونه a که در دمای ۶۲۳ K رشد یافته سایر لایه ها در طول موج بالای ۴۰۰ nm شفاف اند. با توجه به جدول ۱-۳ طیف عبور با افزایش دما در ناحیه مرئی از ۱۷ درصد به ۸۶ درصد افزایش، در حالی که ضخامت نمونه ها از ۲۲۴ تا ۱۰۷ nm کاهش یافته است (جدول ۱-۳).

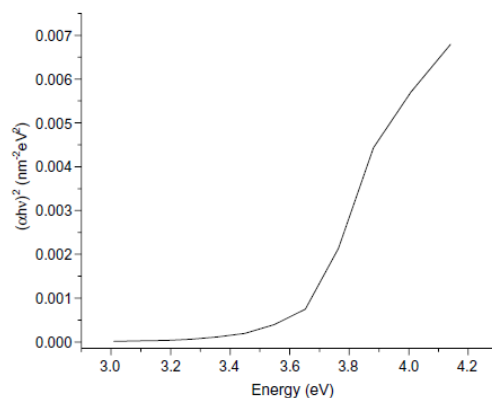


۱-۹: طیف عبور نمونه‌ها در زیر لایه با دمای‌های متفاوت: (a) $T_a = 623$ k، (b) $T_b = 673$ k، (c) $T_c = 698$ k و (d) $T_d = 723$ k و (e) $T_e = 773$ k [۳].

جدول ۱-۳: ویژگی‌های الکتریکی و اپتیکی لایه‌های اکسید ایندیوم بر حسب تابعی از دمای رشد [۳].

Solution concentration (M)	Substrate temperature (K)	Thickness (nm)	Resistivity ($\times 10^{-4} \Omega \text{ m}$)	Transmission at 550 nm (%)	ϕ_{TC} (S)	Band gap (eV)
0.1	623	224	3.4	17	1.3×10^{-11}	3.49
	673	190	11.95	76	1.02×10^{-5}	3.67
	698	167	2.94	83	8.8×10^{-5}	3.68
	723	146	3.07	84	8.38×10^{-5}	3.77
	773	107	3.07	86	7.7×10^{-5}	3.66

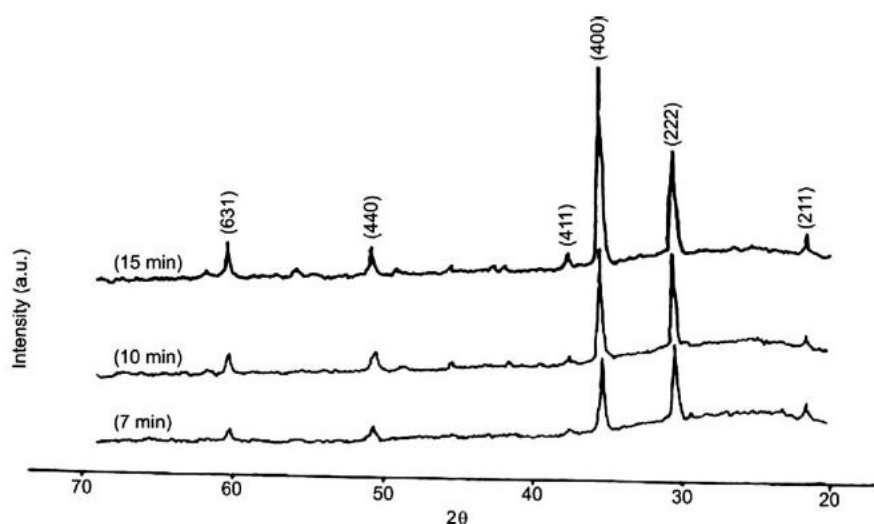
در شکل ۱-۱۰ $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب انرژی برای نمونه رشد یافته در دمای ۶۹۸ K آمده است، گاف نواری سایر نمونه‌ها در جدول ۱-۳ ارائه شده است. چنانچه پیداست گاف نواری اپتیکی با افزایش دما از ۶۲۳ K به ۷۲۳ K افزایش یافته است.



شکل ۱-۱۰: $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب انرژی برای نمونه در دمای ۶۹۸ k [۳].

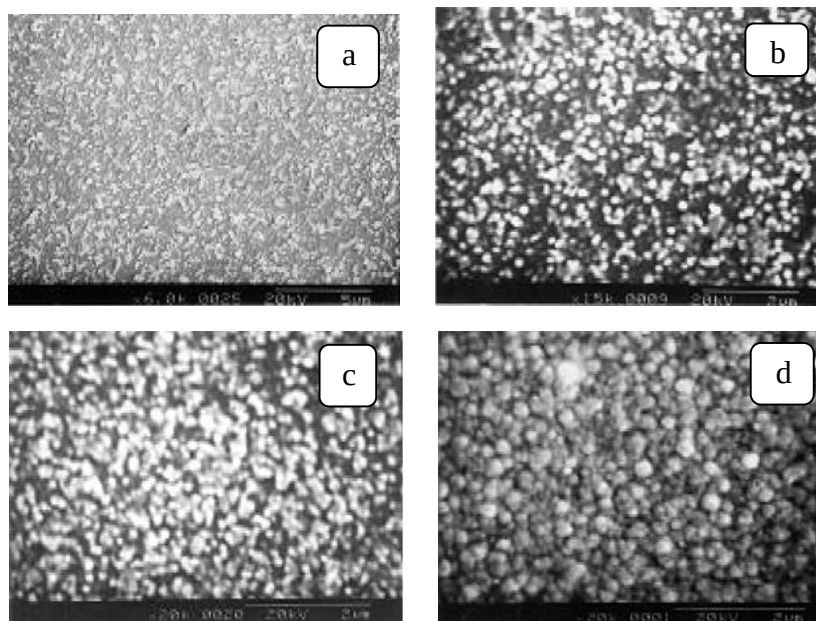
جدول ۱-۳ همچنین مقاومت الکتریکی و ضریب بهینگی نمونه ها را ارائه کرده است. در این بررسی کمترین مقدار مقاومت $2/94 \times 10^{-4} \Omega m$ و نیز بیشترین ضریب بهینگی به مقدار $S \times 10^{-5}$ ۸/۸ مربوط به نمونه رشد یافته در دمای ۶۹۸ K می باشد.

در ادامه این گروه به بررسی تاثیر زمان اسپری در دمای ۶۹۸ K بر ساختار نمونه ها پرداخته اند. شکل ۱-۱۱ طیف پرتو ایکس نمونه ها در دمای ۶۹۸ K را در زمان های متفاوت نشان می دهد. نمونه ها دارای ساختار بس بلوری با جهت ترجیحی (۴۰۰) بوده، با افزایش مدت زمان اسپری شدت قله ترجیحی افزایش یافته است.



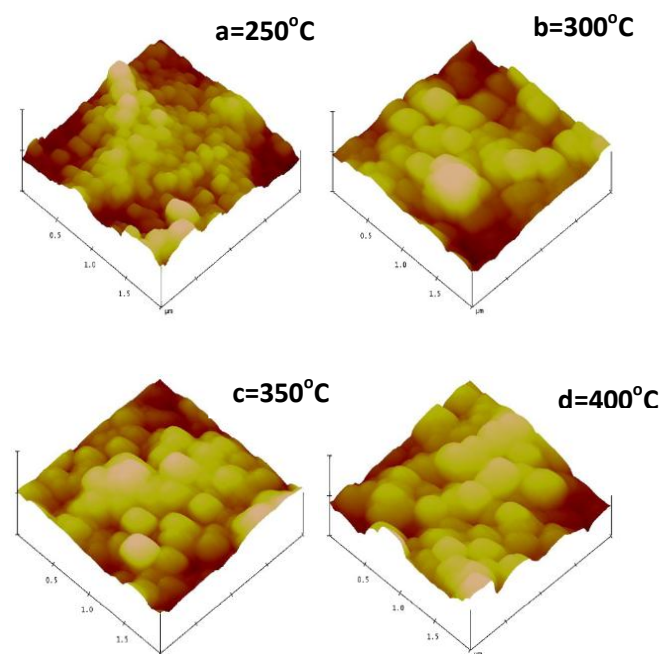
شکل ۱-۱۱: طیف پرتو ایکس لایه های اکسید ایندیوم لایه نشانی شده در دمای ۶۹۸ K در زمان های مختلف [۳].

علاوه بر گزارشات قبلی پراتاب و همکاران [۴] نیز به تحقیق در لایه های نازک اکسید ایندیوم به روش اسپری پائولیزیز پرداخته اند. آنها از کلرید ایندیوم و آب دو بار یونیزه به عنوان حلال با غلظت ۰/۱ مولار، آهنگ اسپری ۶ ml/min به صورت پالسی با اسپری به مدت ۸ ثانیه به همراه ۱-۲ دقیقه توقف، عمل نموده اند. آنها این فرایند را به ازای دماهای زیر لایه ای $250^{\circ}C$ - $450^{\circ}C$ بر روی زیر لایه شیشه لایه نشانی انجام داده اند. تصاویر SEM (شکل ۱-۱۳) نمونه های رشد یافته نشانگر شکل گیری جزایر با دانه های کوچکتر به صورت متراکم در دماهای پایین می باشد (شکل c و ۱۳b). در دمای بالای $400^{\circ}C$ جزایر به صورت لایه ای پیوسته از دانه های بزرگتر رشد یافته اند (شکل ۱۳d).



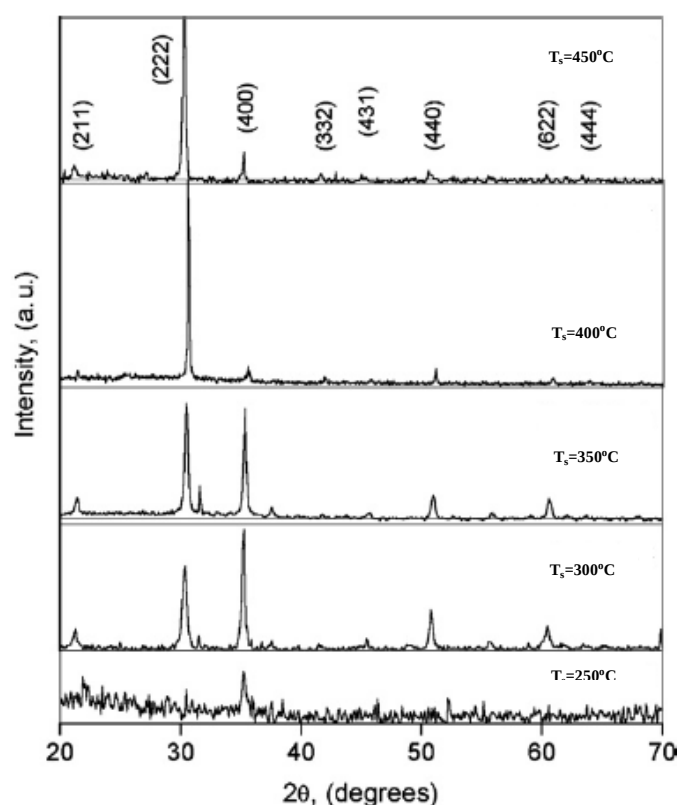
شکل ۱-۱۲ : تصاویر SEM لایه نازک اکسید ایندیوم لایه نشانی شده بر روی زیرلایه در دماهای متفاوت: (a) 250°C ، (b) $T_b = 300^{\circ}\text{C}$ ، (c) $T_c = 350^{\circ}\text{C}$ و (d) $T_d = 400^{\circ}\text{C}$ [۴].

تصاویر AFM سه بعدی از لایه های نازک اکسید ایندیوم در شکل ۱-۱۳ بیانگر سطح لایه ها با دانه های کروی یکدست، که با افزایش دما به علت بهم آمیختگی دانه های کوچک از زبری سطح کاسته شده است.



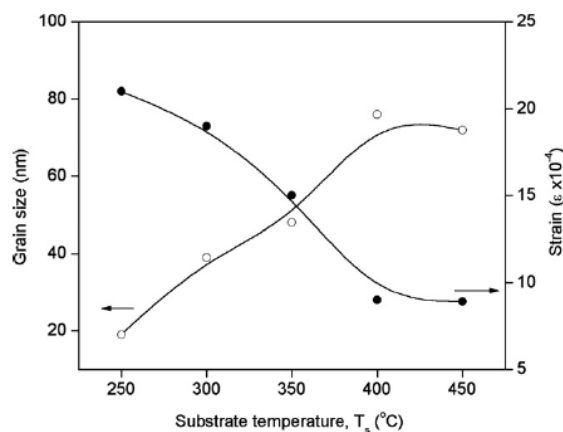
شکل ۱-۱۳ : توپوگرافی سه بعدی سطح نمونه ها با استفاده از تصاویر AFM [۴].

شکل ۱-۱۴ طیف XRD این لایه ها را نشان می دهد. نمونه رشد یافته در دمای 250°C بیشتر دارای زمینه آمورف بوده و در دماهای 300°C تا 350°C رشد بلورها در جهت های مختلف صورت گرفته است. نمونه وابسته به دمای 400°C از شدت قله در راستای ترجیحی (۲۲۲) قویی برخوردار بوده به طوری که در سایر راستاها شدت آنها کاهش یافته است. در دمای بالای 400°C کاهش در شدت تمامی قله ها از جمله قله ترجیحی دیده می شود. این لایه ها دارای ساختار مکعبی و بس بلوری می باشند. ابعاد بلورک ها در این نمونه ها که با استفاده از رابطه شرر محاسبه شده است، در ابتدا با افزایش دمای زیرلایه ای افزایش و در دمای 400°C به بیشترین مقدار برابر 76 nm رسیده است، سپس با افزایش بیشتر دمای زیرلایه این ابعاد کاهش پیدا کرده اند.



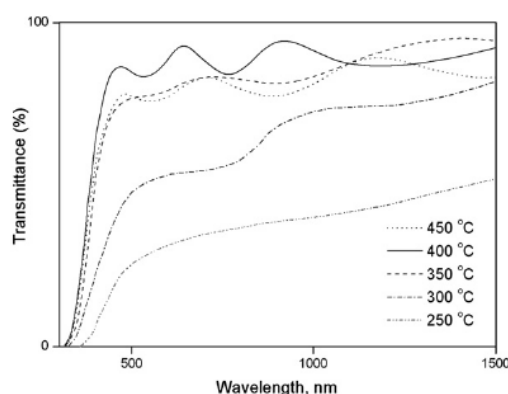
شکل ۱-۱۴ : طیف XRD لایه های رشد داده شده در دماهای مختلف زیرلایه [۴].

شکل ۱-۱۵ میزان کرنش و ابعاد بلورک ها بر حسب دمای زیرلایه را نشان می دهد. چنانچه پیداست با افزایش دمای لایه نشانی میزان کرنش افزایش و ابعاد بلورک ها کاهش یافته است.



شکل ۱-۱۵: تغییر ابعاد دانه و کرنش بر حسب دمای زیرلایه [۴].

شکل ۱-۱۶ طیف عبور این لایه ها را نشان می دهد. چنانچه ملاحظه می شود با افزایش دمای زیرلایه از ۲۵۰ به ۴۰۰ °C طیف عبور از ۲۲٪ به ۸۵٪ افزایش یافته لکن در دمای ۴۵۰ °C عبور لایه ناگهان کاهش پیدا کرده است.



شکل ۱-۱۶: طیف عبور لایه های اکسید ایندیوم لایه نشانی شده در دماهای متفاوت [۴].

این پژوهشگران همچنین مقاومت ویژه الکتریکی لایه ها را در گستره دمایی ۳۰۰ K - ۴۲۵ K مورد بررسی قرار داده اند (جدول ۱-۴). آنها به کمک رابطه ۱-۱ مبادرت به تعیین انرژی فعالسازی (E_a) وابسته به تراز ناخالصی در موقعیت انرژی E_a تا لبه نوار رسانش نموده اند. چنانچه ملاحظه می شود با افزایش دمای رشد، روند کلی مقاومت ویژه و نیز انرژی فعالسازی رو به کاهش گذارده اند.

$$\rho = \rho_0 e^{\frac{E_a}{2KT}} \quad (1-1)$$

جدول ۴-۱ : مقاومت ویژه الکتریکی و انرژی فعالسازی نمونه ها [۴].

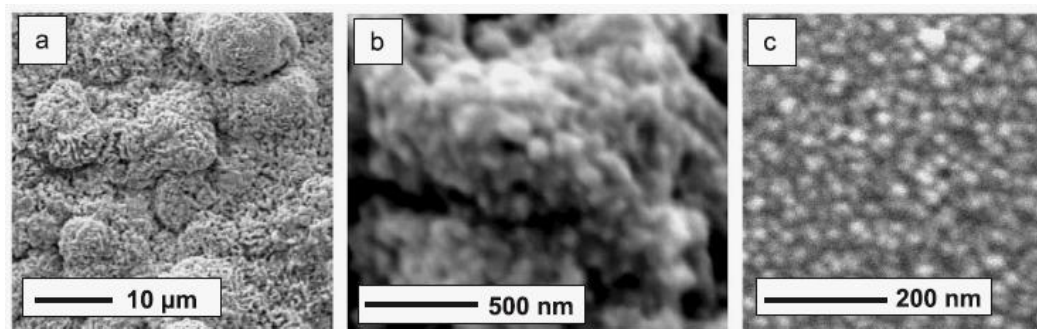
Deposition temperature, T_s (°C)	Resistivity, ρ (Ω cm)	Activation energy, E_a (meV)
250	1.89×10^{-1}	238
300	6.73×10^{-2}	198
350	2.44×10^{-2}	134
400	6.07×10^{-3}	76
450	9.84×10^{-3}	84

محاسبات این تحقیق در مورد ضریب بهینگی نمونه ها حاکی از آن است که بیشترین مقدار مربوط به نمونه رشد یافته در دمای 400°C به مقدار $1.09 \times 10^{-3} \Omega^{-1}$ می باشد.

۱-۳-۲- بررسی اثر بازپخت

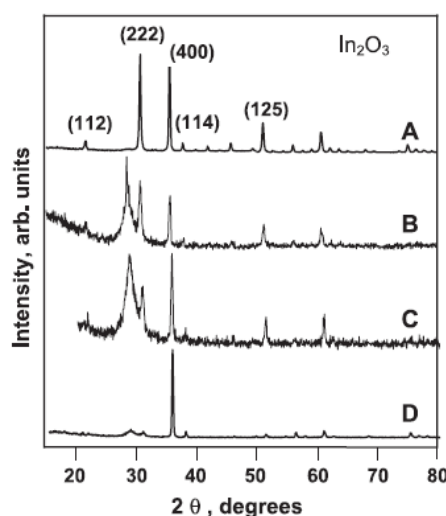
کروتکنکو و همکاران [۱۶] به رشد و بازپخت لایه های اکسید ایندیوم به روش اسپری پایرولیزیز پرداختند. در این تحقیق از ماده اولیه ایندیوم کلراید با غلظت ۰/۲ مولار، آب به عنوان حلال، زیرلایه اکسید سیلیکون و آهنگ لایه نشانی ۴ ml/min-۶ استفاده شد. دمای زیرلایه 400°C و 520°C و ضخامت لایه ها ۵۰ تا ۳۰۰ nm بدست آمده است. نمونه های A و B در دمای 400°C رشد یافته و به ترتیب دارای ضخامت های ۳۰۰ و ۵۰ nm بوده، نمونه های C و D در دمای 520°C رشد داده شده و به ترتیب دارای ضخامت های ۵۰ و ۲۰۰ nm هستند.

شکل ۱-۱۷ تصویر SEM نمونه های A و C را نشان می دهد. این نمونه ها خیلی شکننده و زیر بوده و میانگین اندازه دانه در حدود ۲۰-۷۰ nm بدست آمد (جدول ۴-۱).



شکل ۱-۱۷ : تصویر SEM لایه های نازک اکسید ایندیوم نمونه های رشد داده شده : A (a و b) و C (c) [۱۶].

اندازه دانه با استفاده از آنالیز AFM برای نمونه ها بدست آمده که در جدول ۱-۴ آمده است. شکل ۱۸-۱ طیف پرتو ایکس نمونه ها را نشان می دهد. نمونه A به صورت یک لایه ضخیم دارای مشخصات پودر اکسید ایندیم بوده و قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) داشته، نمونه B و C که دارای ضخانت های یکسان بوده اند تفاوت های ناچیزی در طیف پرتو ایکس آنها مشاهده شده و نمونه D به صورت یک لایه ضخیم و دارای یک قله با شدت زیاد در راستای (۴۰۰) بوده است.



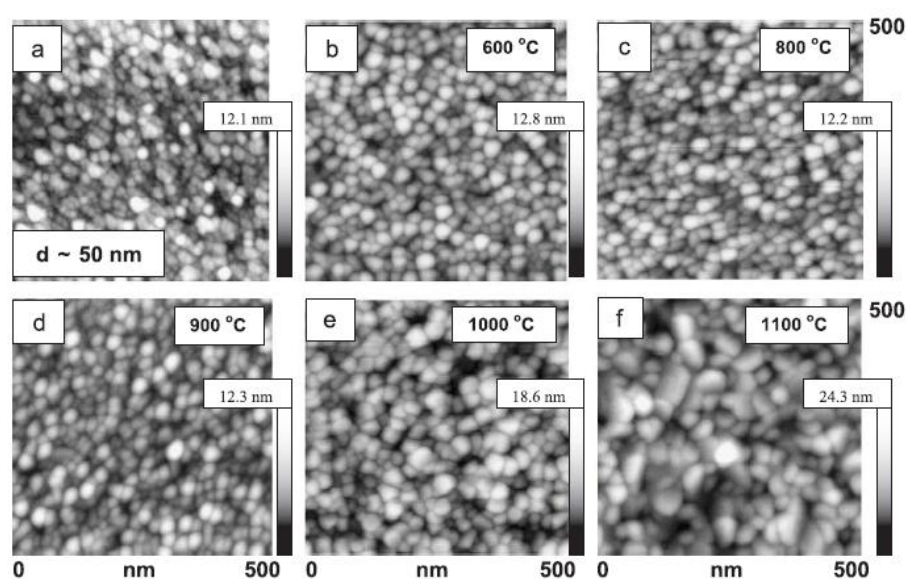
شکل ۱۸-۱ : طیف پرتو ایکس لایه های اکسید ایندیم لایه نشانی شده [۱۶].

در جدول ۱-۵ ابعاد بلورک ها که با استفاده از معادله شرر در راستای (۲۲۲) و (۴۰۰) محاسبه شده، آمده است.

جدول ۱-۵ : میانگین ابعاد بلورک با استفاده از آنالیزهای مختلف برای نمونه های رشد داده شده [۱۶].

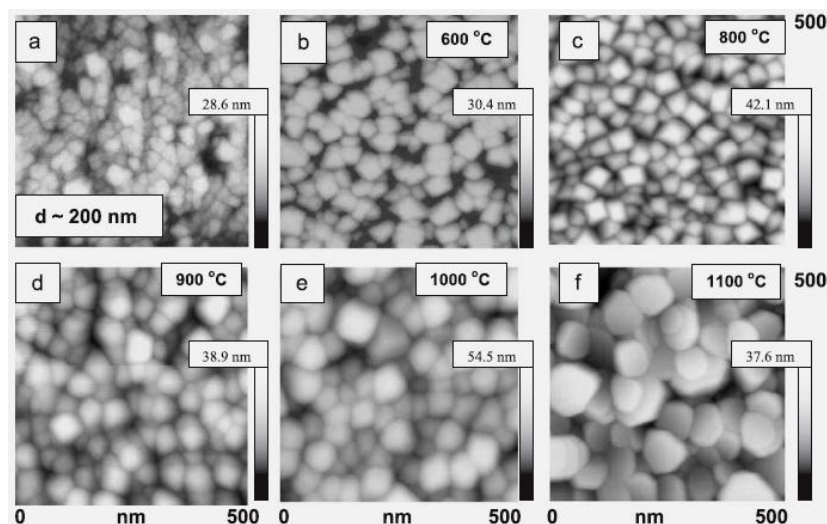
Sample	Parameters	Method of measurement					
		AFM		XRD		SEM	
		Average agglomerate size [nm]	Average crystallite size [nm]	Type of structure	Average crystallite size [nm]		Average crystallite size [nm]
					Crystallographic direction		
					(222)	(400)	
A	T_{pyr} =400 °C, d ~300 nm	200–500 (SEM)	–	Randomly oriented	~44	~57	48–70
B	T_{pyr} =400 °C, d ~50 nm	~23–28	11±3	Randomly oriented	~21	~35	–
C	T_{pyr} =520 °C, d ~50 nm	~25	12±4	Textured	~15	~33	~17
D	T_{pyr} =520 °C, d ~200 nm	~35–40	18±8	Highly textured	~19	~56	~21

لایه ها را به مدت ۱ ساعت در معرض هوا یا N_2 در بازه ی دمایی $500^{\circ}C - 1100^{\circ}C$ بازپخت کردند البته در دمای بازپخت $800^{\circ}C$ زمان بازپخت ۱۴ ساعت در نظر گرفته شد. شکل ۱-۱۹ تصویر AFM نمونه B بازپخت شده در دماهای مختلف را نشان می دهد. تصویر بیانگر این است که لایه های اکسید- ایندیوم به صورت ساختار متراکم شکل گرفته، اندازه دانه ها در اثر بازپخت $12 - 25 \text{ nm}$ بدست آمده که کاهش در اندازه دانه نسبت به قبل از بازپخت را نشان می دهد.



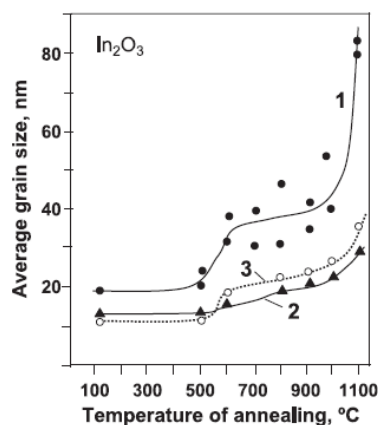
شکل ۱-۱۹ : تصاویر AFM لایه های نازک اکسید ایندیوم بازپخت شده ی نمونه B در دماهای : (a) $500^{\circ}C$ ، (b) $600^{\circ}C$ ، (c) $800^{\circ}C$ ، (d) $900^{\circ}C$ ، (e) $1000^{\circ}C$ و (f) $1100^{\circ}C$ [۱۶].

در شکل ۱-۲۰ تصاویر AFM نمونه D بازپخت شده در دماهای مختلف را نشان می دهد. اندازه دانه متاثر از ضخامت لایه و دمای بازپخت می باشد. در این نمونه که یک لایه ضخیم است، با توجه به دمای بازپخت اندازه دانه تقریباً $28 - 55 \text{ nm}$ تغییر یافته، که نسبت به قبل از بازپخت افزایش اندازه دانه را مشاهده کردیم.



شکل ۱-۲۰: تصاویر AFM لایه های نازک اکسید ایندوم بازپخت شده نمونه D در دماهای: $^{\circ}\text{C}(a) 500$ ، $^{\circ}\text{C}(b) 600$ ، $^{\circ}\text{C}(c) 800$ ، $^{\circ}\text{C}(d) 900$ ، $^{\circ}\text{C}(e) 1000$ و $^{\circ}\text{C}(f) 1100$ [۱۶].

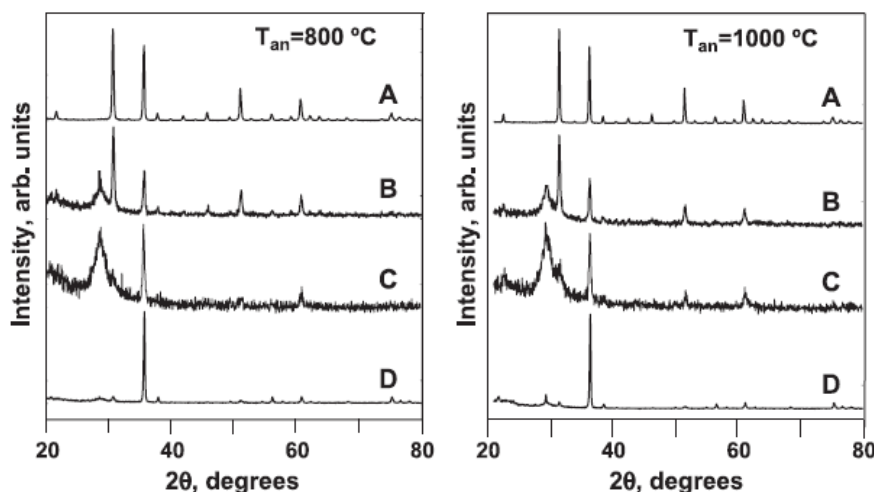
در زمان یکسان تغییر در اندازه دانه ها در دماهای پایین بیشتر از دماهای بالاتر می باشد، لایه ها در دمای بالا پایدارتر بوده است. در شکل ۱-۲۱ تغییرات میانگین اندازه دانه بر حسب زمان بازپخت برای نمونه های مختلف آمده است.



شکل ۱-۲۱: میانگین اندازه دانه با استفاده از تصاویر AFM برای نمونه های بازپخت شده: نمونه های (1) D، (2) C و (3) B [۱۶].

در شکل ۱-۲۲ طیف پرتو ایکس نمونه های بازپخت شده در دمای 800°C و 1000°C آمده است. در طی بازپخت نمونه ها در این دو دما تغییر ناچیزی در ابعاد بلورک ها مشاهده شده، ابعاد بلورک ها در دماهای 500°C و 1000°C بیشترین تغییر را داشته و در اثر بازپخت مقداری افزایش در ابعاد مشاهده

شده است. در اثر بازپخت در دماهای کمتر از 500°C ابعاد دانه بدون تغییر بوده، در دماهای 700°C - 1000°C مقدار کمی در اندازه بلورینگی تغییر ایجاد شده و ابعاد دانه ها اندکی افزایش یافته در حالی که بازپخت در دمای 800°C تاثیری در ساختار لایه ها نداشته است.



شکل ۱-۲۲: طیف پرتو ایکس لایه های اکسید ایندیوم (D-A) بازپخت شده در دمای 800°C و 1000°C [۱۶].

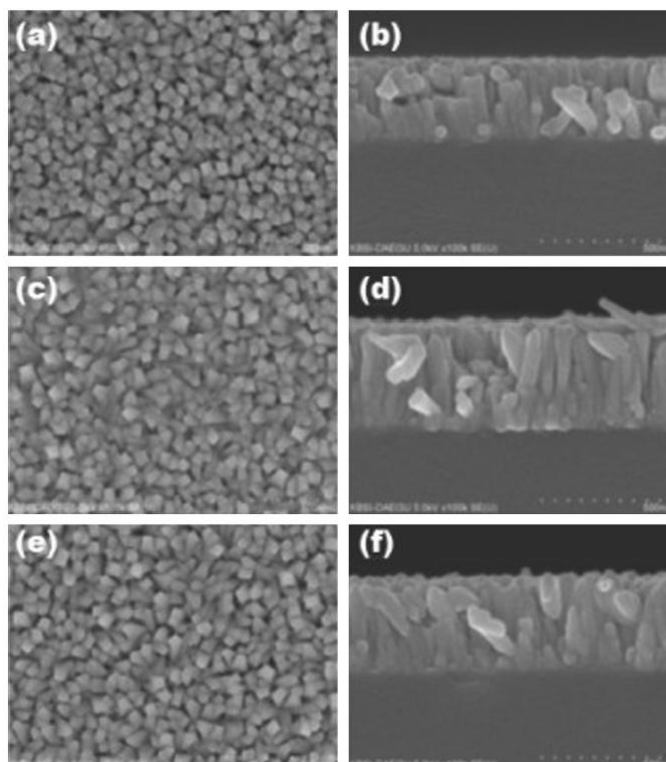
در دماهای بیشتر از 1000°C ابعاد بلورک ها افزایش قابل ملاحظه ای داشته است. بیشترین تاثیر بر روی لایه ضخیم تر بوده، ابعاد بلورک برای نمونه با ضخامت 200 nm با انجام بازپخت 80°C - 100 nm افزایش یافته است. (جدول ۱-۶)

جدول ۱-۶: اندازه ابعاد بلورک با استفاده از طیف XRD برای نمونه های بازپخت شده [۱۶].

Sample	Temperature of annealing/grain size				
	Before [nm]	500°C [nm]	800°C [nm]	1000°C [nm]	1100°C [nm]
A	57	65	60	—	>100
B	35	46	55	56	55
C	33	52	52	53	54
D	56	76	72	—	>100

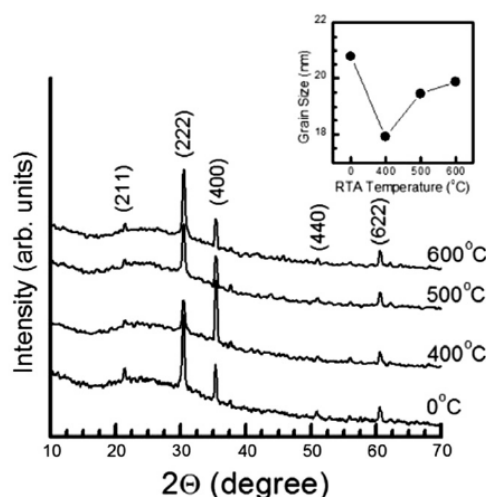
چو [۱۷] لایه های نازک اکسید ایندیوم را بر روی زیر لایه شیشه با استفاده از روش مگنترون اسپاترینگ (rf) رشد داد. در این تحقیق از دانه ایندیوم با قطر $2\text{ }\mu\text{m}$ اینچ (با خلوص 99.999%) استفاده شد، لایه ها را در استون با استفاده از دستگاه آلتراسونیک برای 5 min قرار داده سپس با اتانول و آب

دو بار تقطیر شستشو داده و با گاز نیتروژن خشک کردند. با استفاده از پمپ توربو خلا از مرتبه Torr $^{-6}$ 10×4 ایجاد مرده و از گاز آرگون و اکسیژن به نسبت ۸:۲ با هم مخلوط کرده، آهنگ شارش گاز ۵۰ sccm و فاصله هدف تا زیرلایه ۵۰ mm بوده است. دمای زیرلایه 400°C و از توان ۷۰ وات و آهنگ چرخش زیرلایه ۱۵ rpm استفاده شده است. بعد از عمل لایه نشانی نمونه ها را در خلا در دمای 400°C - 600°C به مدت ۱ دقیقه تحت بازپخت حرارتی سریع قرار داده اند. شکل ۱-۲۳ تصاویر SEM نمونه ها از سطح نمونه و برش از مقطع عرضی را نشان می دهد. این تصاویر حاکی از یکدست بودن سطح نمونه ها بوده، نمونه بدون بازپخت (شکل ۱- a و b - ۲۳) اندازه دانه ۳۵ nm و ارتفاعی در حدود ۳۲۵ nm داشته، نمونه بازپخت شده در دمای 400°C و 500°C (شکل ۱- c و e - ۲۳) یک افزایش متوسط ۵- ۱۰ nm در اندازه دانه ها را نشان می دهد. ضخامت لایه ها در دمای بازپخت 400°C و 500°C (شکل ۱- d و f - ۲۳) به ترتیب ۴۲۵ nm و ۳۷۵ nm بدست آمده است.



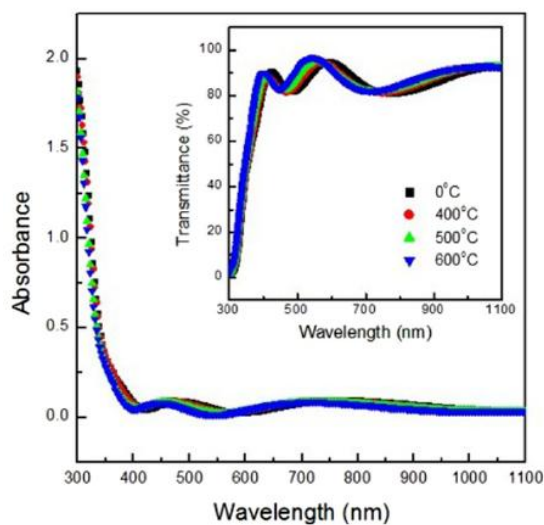
شکل ۱-۲۳ : تصاویر SEM از سطح و مقطع عرضی نمونه رشد داده شده (a,b) و نمونه های بازپخت شده در دماهای 400°C (c,d) و 500°C (e,f) [۱۷].

شکل ۱-۲۴ طیف پرتو ایکس نمونه های رشد داده شده و بازپخت شده را نشان می دهد. نمونه بدون بازپخت دارای قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) بوده در اثر بازپخت نمونه در دمای 400°C قله ترجیحی در راستای (۴۰۰) تغییر جهت داده، در دمای بازپخت 500°C و 600°C جهت قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) تغییر کرده است. میانگین ابعاد دانه ها با استفاده از فرمول شرر محاسبه شده، د ر اثر بازپخت در دمای 400°C ابعاد دانه نسبت به قبل از بازپخت کاهش داشته اما از دمای بازپخت 400°C به 600°C افزایش ابعاد دانه از ۱۸ به ۲۰ nm مشاهده شد (شکل ۱-۲۴).



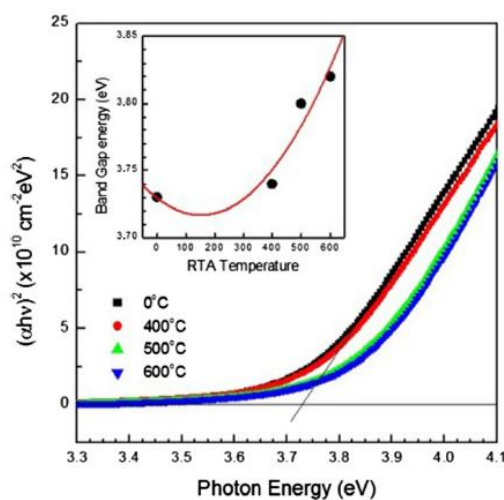
شکل ۱-۲۴ : طیف پرتو ایکس نمونه ها قبل و بعد از بازپخت و ابعاد دانه ها بر حسب دمای بازپخت نمونه [۱۷].

شکل ۱-۲۵ طیف جذب و عبور اپتیکی نمونه ها را نشان می دهد. لبه جذب نمونه قبل از بازپخت در ۳۴۹ nm بوده در اثر بازپخت یک شیفت آبی در لبه جذب ایجاد شده است. مقادیر جذب در دامنه طول موج ۴۰۰ - ۱۱۰۰ nm برای نمونه قبل از بازپخت و بعد از بازپخت در دماهای 400°C و 500°C به ترتیب ۵/۹۳، ۵/۹۰، ۵/۵۸ و ۵/۲۴ درصد بوده و طیف عبور لایه ها از ۸۶ - ۹۰ درصد تغییر کرده است.



شکل ۱-۲۵: جذب لایه های اکسید ایندیوم در دماهای بازپخت شده مختلف [۱۷].

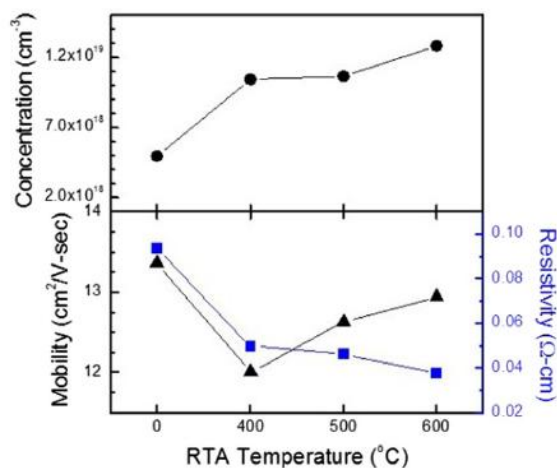
شکل ۱-۲۶ گاف نواری نمونه ها را نشان می دهد. نمونه بدون بازپخت دارای گاف نواری eV 3.73 و در اثر بازپخت نمونه در دماهای $400^\circ C$ و $500^\circ C$ و $600^\circ C$ گاف نواری به ترتیب 3.74 ، 3.80 و $3.82 eV$ بدست آمده است.



شکل ۱-۲۶: گاف نواری اپتیکی لایه های اکسید ایندیوم در دماهای مختلف [۱۷].

شکل ۱-۲۷ تراکم حامل های بار، تحرک و مقاومت الکتریکی را برحسب دمای بازپخت نمونه ها نشان می دهد. در اثر بازپخت تراکم حامل ها از $5 \times 10^{18} cm^{-3}$ به $1.3 \times 10^{19} cm^{-3}$ تغییر داشته،

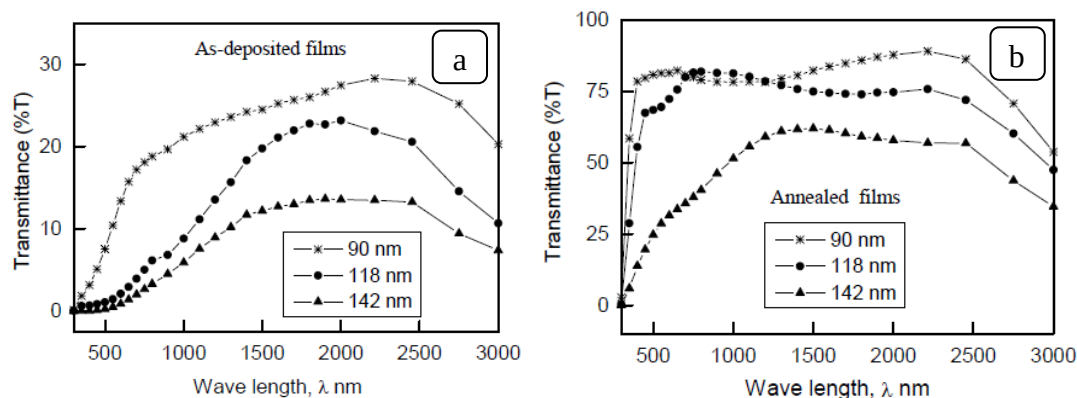
تحرک الکترون ها برای نمونه رشد داده شده ($\text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$) $13/4$ بوده در حالی که در اثر بازپخت در دمای 400°C به کمترین مقدار خود ($\text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$) 12 رسیده است. مقاومت الکتریکی به تدریج با افزایش دمای بازپخت روندی کاهشی داشته است.



شکل ۱-۲۷: تراکم حامل، تحرک و مقاومت الکتریکی نمونه ها بر حسب دماهای متفاوت بازپخت [۱۷].

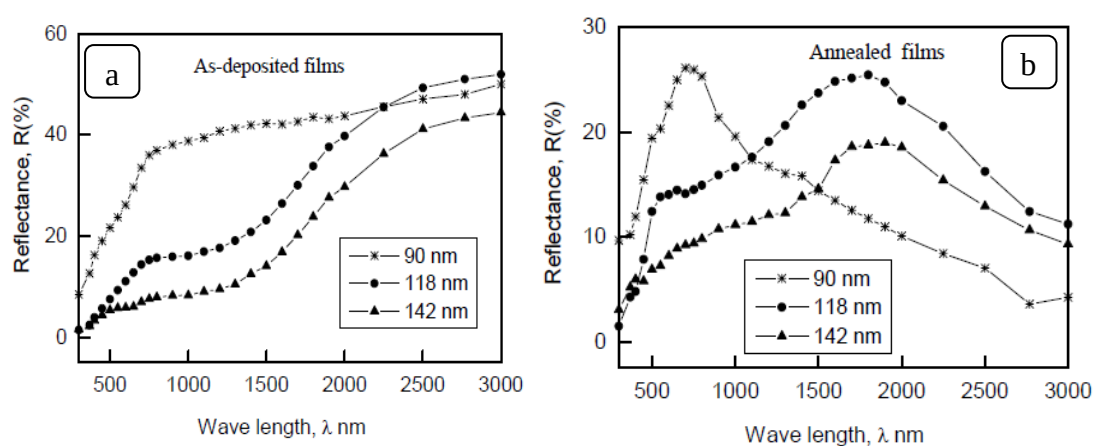
شاه و همکاران [۹] به رشد لایه های اکسید ایندیوم به روش تبخیر حرارتی و بازپخت آنها پرداختند. در این بررسی از زیرلایه شیشه، بوت مولیبدن و خلا از مرتبه 6×10^{-6} Torr استفاده شد. لایه ها در ضخامت های ۹۰، ۱۱۸ و ۱۴۲ nm رشد داده شدند و سپس در دمای ۵۷۳ K در هوا بازپخت شدند.

شکل ۱-۲۸ طیف عبور لایه ها قبل و بعد از بازپخت در گستره ۳۰۰-۳۰۰۰ nm برای ضخامت های مختلف را نشان می دهد. طیف عبور لایه ها قبل از بازپخت در ناحیه فرابنفش پایین و در ناحیه مرئی بالا بوده، در حالی که در ناحیه نزدیک به مادون قرمز کاهش یافته است. بعد از بازپخت طیف عبور روند افزایشی داشته است.



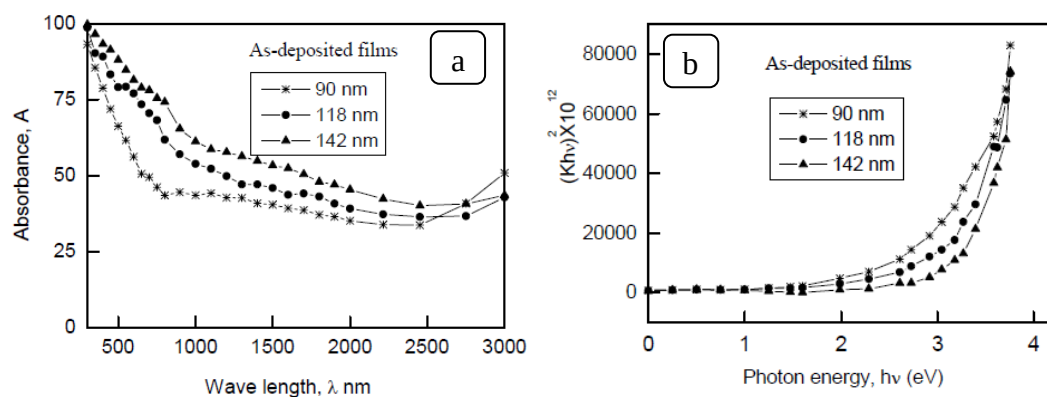
شکل ۲۸-۱: طیف عبور لایه ها قبل (a) و بعد (b) از بازپخت [۹]

شکل ۲۹-۱: طیف بازتاب لایه ها در ناحیه فرابنفش پایین و در ناحیه مرئی افزایش یافته، بعد از بازپخت طیف بازتاب کاهش پیدا کرده است.



شکل ۲۹-۱: طیف بازتاب نمونه ها قبل (a) و بعد (b) از بازپخت. [۹]

با افزایش ضخامت طیف بازتاب و عبور لایه ها کاهش پیدا کرده است. شکل ۳۰ a-۱ تغییرات ضریب جذب نمونه ها بر حسب طول موج در ضخامت های مختلف را نشان می دهد. جذب در ناحیه فرابنفش خیلی بالا بوده و در ناحیه مرئی و نزدیک به مادون قرمز کاهش یافته است. ضریب جذب بعد از بازپخت روند کاهشی پیدا کرده است. شکل ۳۰ b-۱ گاف نواری لایه ها قبل از بازپخت را نشان می دهد، گاف نواری تقریباً مقدار ۳/۱۵ eV را داشته و در اثر بازپخت نمونه ها افزایش پیدا کرده است.



شکل ۱-۳۰: ضریب جذب (a) و گاف نواری (b) نمونه های رشد داده شده. [۹]

فصل دوم

معرفی روش های مشخصه یابی لایه های نازک اکسید ایندیوم

۲-۱- مقدمه

پس از رشد لایه های نازک، مشخصه یابی آنها توسط دستگاه هایی با دقت بالا، نقش مهمی در تعیین ویژگی های فیزیکی آنها دارد. در این فصل به معرفی ابزارهای به کار گرفته شده در آنالیز نمونه ها از جمله میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی^۱، پراش پرتو ایکس^۲، طیف نگاری نوری و طیف فوتولومینسانس^۳ و مشخصه یابی جریان - ولتاژ می پردازیم.

۲-۲- میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)

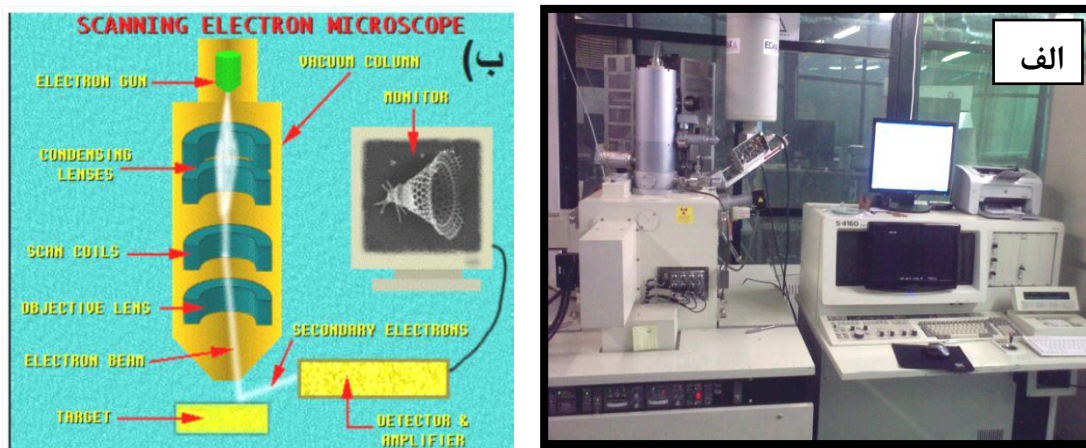
به منظور کسب اطلاعات از مورفولوژی لایه های نازک غالباً از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (شکل ۲-۱) استفاده می شود. در میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی از یک میدان الکتریکی برای تولید پرتو الکترونی مبتنی بر پدیده تونل زنی استفاده می شود. با اعمال یک میدان قوی بر سطح فلز، سد پتانسیل در برابر خروج الکترون ها کاهش یافته و احتمال پدیده تونل زنی از سطح فلز افزایش می یابد. در این شرایط می تواند شار بزرگی از الکترون ها ایجاد گردد. مقدار بار گسیل شده در این فرایند به بزرگی میدان الکتریکی اعمال شده وابسته است. الکترون های ایجاد شده را می توان به کمک میدان های مغناطیسی کانونی و باریکه الکترونی مناسبی تولید کرد. در اثر برخورد باریکه الکترونی با ماده الکترون های ثانویه ایجاد می شوند. مشخصات سطح نمونه توسط اطلاعات الکترون های بازگشتی به دست می آید [۱۸].

به منظور آماده سازی نمونه ها در این روش لازم است سطح لایه های غیرفلزی توسط لایه ای نازک از طلا پوشش داده شود. با این کار بین نمونه و پایه اتصال برقرار می شود. نمونه ها باید عاری از محلول های پاک کننده آلی و روغنی باشند.

^۱ Field Effect Scanning Microscope (FESEM)

^۲ X-ray diffraction (XRD)

^۳ Photoluminescence (PL)



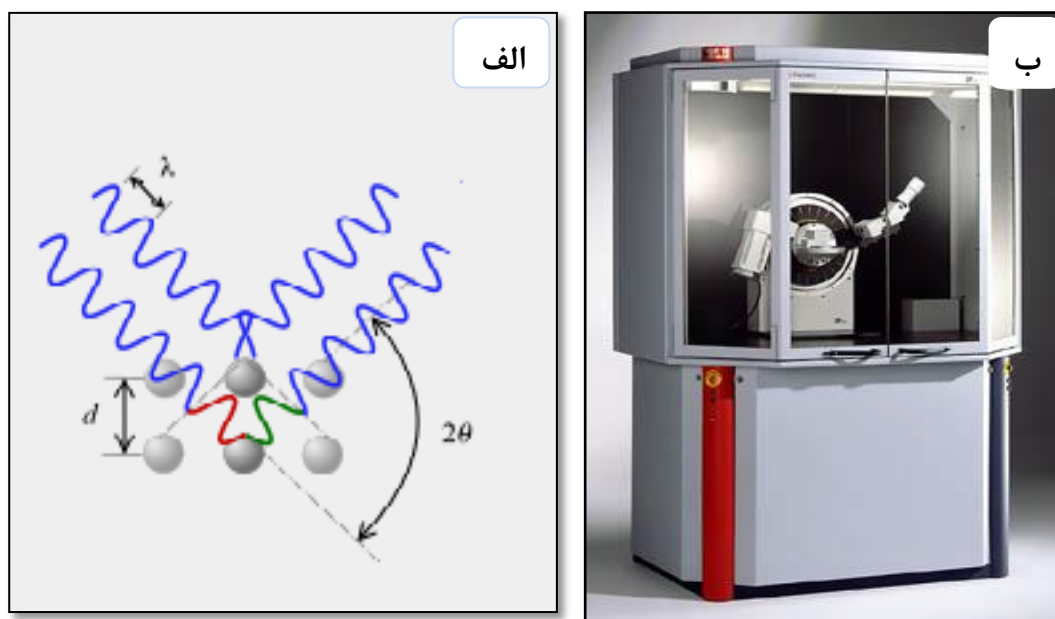
شکل ۲-۱: (الف) دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مدل (S360MV2300) دانشگاه تهران. (ب) تصویر شماتیک از اجزاء داخلی مسیر عبور باریکه الکترونی تا سطح نمونه [۱۹].

۲-۳- طیف پراش پرتو ایکس (XRD)

قانون براگ توسط ویلیام هنری و پسرش ویلیام لورنس براگ مطرح شد. پراش پرتو ایکس بر پایه خاصیت موجی استوار است. هسته اتمها در یک شبکه بلوری به فاصله کمی (در حدود چند آنگستروم) از یکدیگر قرار گرفته اند. بازتابش پرتو ایکس از این صفحات متوالی منجر به تداخل سازنده یا ویرانگر امواج ایکس می شود. در صورتی که امواج تداخل سازنده داشته باشند، با استفاده از فرمول براگ [۲۰]:

$$2d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) = n\lambda \quad (۱-۲)$$

می توان فاصله صفحات بلوری (d_{hkl}) را در راستای hkl بدست می آید. در این رابطه θ زاویه پراش، n مرتبه پراش و λ طول موج پراش پرتو X است (شکل ۲-۲ (الف)).



شکل ۲-۲: الف) بازتاب پرتو ایکس و تعیین فاصله صفحات بلوری (قانون براگ) [۲۱] و ب) دستگاه پراش پرتو X مدل Bruker – AXS در دانشگاه دامغان.

شکل ۲-۲ ب) نمونه ای از دستگاه پراش پرتو X را نشان می دهد. نمونه ها در محل مورد نظر قرار گرفته و پرتویی با خط تابش $\text{CuK } \alpha$ با طول موج $1/54$ آنگستروم به سطح نمونه فرود می آید. چون قسمت نگهدارنده نمونه قابل چرخش است تابش فرودی 2θ می تواند در محدوده $20^\circ - 70^\circ$ سطح نمونه را جاروب می کند. به کمک داده های حاصل از این روش علاوه بر تعیین نوع ساختار بلوری (از طریق مقایسه طیف لایه با کارتهای استاندارد JCPDS^۱ بدست آمده و ابعاد بلورکها) و راستای رشد ترجیحی کمیت های دیگری نظیر ابعاد بلورکها، چگالی دررفتگی ها و کرنش ها را می توان تعیین کرد.

۲-۳-۱ ابعاد بلورکها (D)

در نمونه بلوری (بس بلوری) برای تعیین ابعاد بلورکها غالباً از رابطه شرر [۲۲] استفاده می شود:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-2)$$

^۱ Joint Committee of Powder Diffraction Society

در این عبارت (D) ابعاد بلورک ها λ طول موج پرتو X و β تمام پهنا در نصف بیشینه شدت قله مورد نظر در زاویه پراش θ براگ می باشد.

۲-۳-۲- چگالی دررفتگی (۵):

در علم مواد دررفتگی یک نقص یا بی نظمی در ساختار بلوری به شمار می آید که برای اولین بار توسط ویتو ولترا در سال ۱۹۰۵ مطرح شد. چگالی دررفتگی نمونه ها به عنوان تعداد خطوط در واحد سطح یا طول خط در واحد حجم به کمک رابطه (۲-۳) تعریف می شود [۲۳]:

$$\delta = \frac{1}{D^2} \quad (۳-۲)$$

در این رابطه D ابعاد بلورک می باشد.

۲-۳-۳- کرنش (۴):

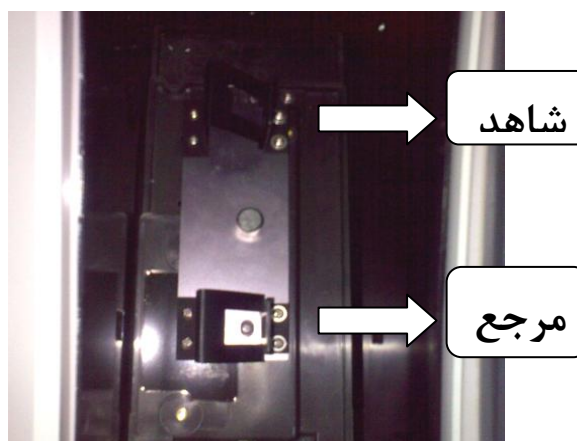
در شرایط ایده آل اتم ها در ماده در جایگاه های خود توسط فنر هایی با طول L به اتم های مجاورشان متصل اند. اگر یکی از اتم ها را در نظر بگیریم که تحت تاثیر یک نیروی خارجی قرار گرفته باشد طول فنر به مقدار ΔL افزایش یافته و کرنش به اندازه $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$ به دست می آید. کرنش موجود در یک نمونه را می توان از بزرگی تمام پهنا در نیمه بیشینه وابسته به قله های طیف XRD با استفاده از رابطه:

$$\varepsilon = \frac{\beta \cos \theta}{4} \quad (۴-۲)$$

بدست آورد [۲۳]. در این رابطه β تمام پهنا در نصف بیشینه شدت قله مورد نظر و θ زاویه پراش براگ است.

۴-۲- طیف نگاری عبور و بازتاب اپتیکی

به منظور تعیین مشخصه یابی اپتیکی نمونه ها غالباً از طیف عبور و بازتاب اپتیکی استفاده می شود. از این داده ها می توان برای تعیین پارامترهای مختلف از جمله: ضریب جذب و گاف نواری لایه ها استفاده کرد. دستگاه طیف نگار مورد استفاده در کار تحقیقی ما در شکل ۲-۳ نشان داده شده است. این دستگاه شامل دو جایگاه یکی برای نمونه لایه نشانی شده (مرجع) و دیگری برای زیرلایه به تنهایی (شاهد) می باشد. دستگاه پس از پردازش داده ها طیف عبور و بازتاب نمونه را نسبت به نمونه شاهد بر حسب طول موج به ما می دهد. گستره طول موج استفاده شده ۳۰۰ تا ۱۱۰۰ نانومتر می باشد.



شکل ۲-۳: (الف) دستگاه اسپکتروفوتومتر (shimadzu UV-1800) دانشگاه صنعتی شاهرود. (ب) محل قرارگیری مرجع و شاهد.

۴-۲-۱- ضریب جذب

با استفاده از طیف عبوری و بازتابی می توان ضریب جذب لایه ها (α) را با استفاده از این رابطه

: [۲۴]

$$\alpha = \frac{1}{t} \ln\left(\frac{(1-R)^2}{T}\right) \quad (۲-۵)$$

بدست آورد. در این رابطه t ضخامت لایه، T عبور اپتیکی و R بازتاب نمونه مورد نظر می باشد. به منظور تعیین ضخامت لایه غالباً از روش های مختلف استفاده می شود. روش به کار گرفته در این تحقیق در بخش ۲-۵ توضیح داده شده است.

۲-۴-۲- گاف نواری

هر گاه نور با انرژی $h\nu$ بر ماده فرود آید در صورتی که انرژی آن بیشتر از گاف نواری باشد جذب می شود اما در صورتی که انرژی مورد نظر کمتر از گاف نواری باشد عبور خواهد کرد. با استفاده از ضریب جذب (α) می توان گاف نواری لایه های نازک را با برونیابی نمودار انرژی بر حسب $(\alpha h\nu)^m$ و محل تقاطع آن با محور افقی بدست آورد [۲۵]:

$$(\alpha h\nu)^m = A(h\nu - E_g) \quad (۲-۶)$$

در این رابطه E_g گاف نواری ماده A یک ثابت است، $h\nu$ انرژی فوتون و α ضریب جذب می باشد. توان $m = ۲$ مربوط به گاف نواری مستقیم و $m = ۰/۵$ مربوط به گاف نواری غیرمستقیم است. عوامل دیگری از جمله اثر محدودیت کوانتومی^۱ نیز بر این کمیت تاثیر می گذارد. این پدیده غالباً در شرایطی که ابعاد دانه بندی نمونه در گستره کوچکتر از ۵۰ nm باشد که در آن ابعاد ذرات تشکیل دهنده لایه با اندازه طول موج دوبروی وابسته به الکترون ها قابل مقایسه باشد، قابل مشاهده و اندازه گیری خواهد بود. به منظور درک بهتر از این پدیده می توان به شکل ۲-۴ که یک ساختار چاه کوانتومی (با یک درجه محدودیت ابعادی) را نشان می دهد، اشاره کرد. در این شرایط ترازهای انرژی در نوارهای رسانش و ظرفیت به جای حالت پیوسته به صورت گسسته (کوانتیده) در می آیند. در این شرایط انتظار می رود گاف نواری ماده در مقایسه با حالت کپه ای افزایش پیدا کند.

¹ Quantum-confinement effect



شکل ۲-۴: ساختار چاه کوانتومی کپه ای و نانوساختار.

ترازهای انرژی به صورت کوانتیده هستند و طبق رابطه :

$$E_n = \frac{\pi^2 \hbar^2 n^2}{2m^* w^2} \quad (۷-۲)$$

بدست می آیند. در این رابطه E_n تراز انرژی در حالت n ام، n شماره تراز انرژی، w عرض چاه، m^* جرم موثر الکترون و $\hbar$ مقداری ثابت می باشد. با توجه به این رابطه ترازهای انرژی متناسب است با:

$$E_n \propto \frac{1}{w^2} \quad (۸-۲)$$

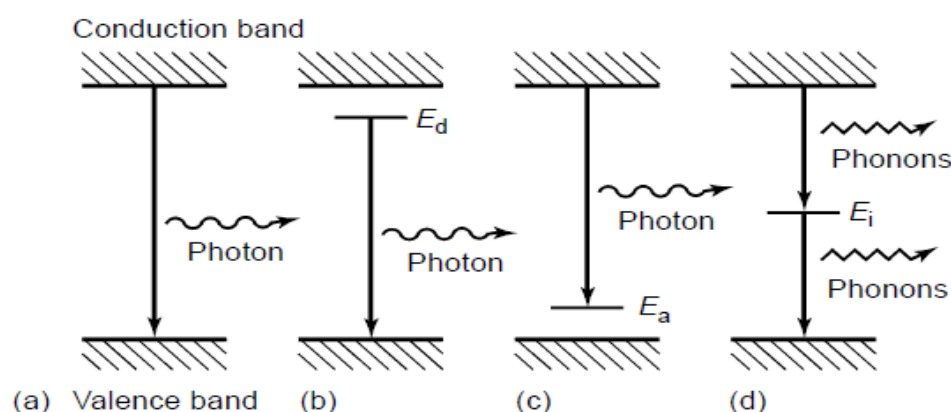
یعنی با عکس مربع عرض چاه در ارتباط می باشد. در نمونه های بس بلوری کمیت w را می توان متناظر با ابعاد بلورک های تشکیل شده در لایه در نظر گرفت.

۲-۴-۳- طیف سنجی فوتولومینسانس^۱

گسیل خودبخودی نور از ماده که پس از تابیدن نور به آن صورت می گیرد به پدیده فوتولومینسانس موسوم است. در اثر تابش نور فرودی انرژی فوتونها به الکترون های ماده داده شده و آنها را از نوار ظرفیت به نوار رسانش منتقل می کند. در این فرایند مجموعه ای از زوج الکترون-حفره ها ایجاد شده، که پس از یک طول عمر معین با هم بازترکیب شده و ایجاد فوتون های نوری می کند. از طیف فوتولومینسانس ماده می توان اطلاعاتی مفید در مورد گاف نواری ماده و قرارگیری ترازهای

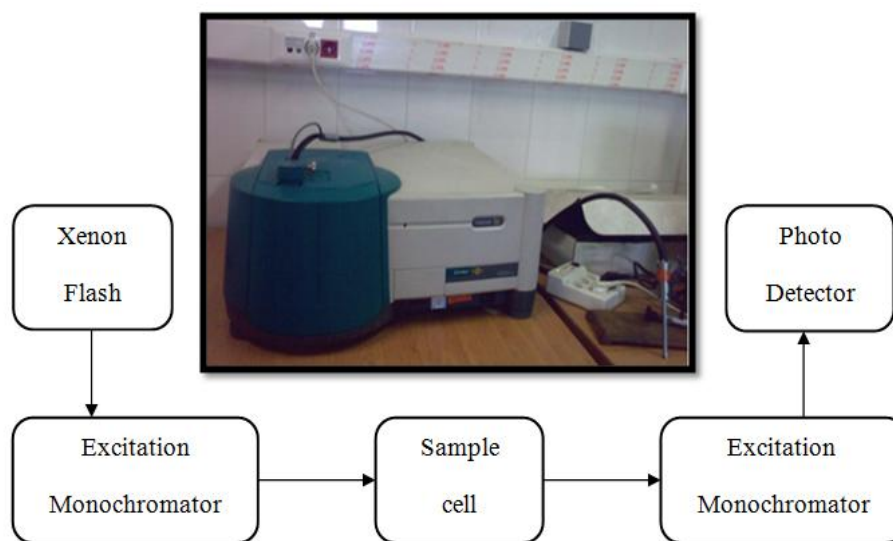
¹ Photoluminescence

ناخالصی در گستره گاف نواری ماده دست یافت. چنانچه می دانیم وجود ناخالصی و ناکاملی ها می-توانند منجر به تشکیل ترازهای انرژی در گاف نواری شوند، این ترازها می تواند نقش ترازهای بخشنده و پذیرنده الکترونی را داشته باشند. ترازهای ایجاد شده به صورت عمیق و کم عمق هستند. ترازهای نزدیک به لبه نوار رسانش یا ظرفیت تراز کم عمق و ترازهای عمیق در وسط گاف نواری قرار می-گیرند. معمولاً ترازهای کم عمق در بازترکیب های تابشی مشارکت بیشتری دارند. شکل ۶-۲ بازترکیب های الکترون - حفره در ترازهای مختلف در گاف نواری را نشان می دهد.



شکل ۶-۲: تابش حاصل از جفت گیری الکترون-حفره [۲۶].

از مزیت های این روش می توان به ویژه به غیرمخرب بودن آن می باشد. در این دستگاه از لامپ زنون به عنوان منبع برانگیزش برای عبور از فیلتر تکفام ساز استفاده شده است. این مشخصه یابی ها توسط دستگاهی که در شکل ۷-۲ نشان داده شده است. در دمای اتاق و با طول موج برانگیزش nm ۲۸۰ صورت گرفته است.



شکل ۷-۲ : دستگاه اسپکتروفتومتر Cary eclipse fluorescence spectrometer-varian در دانشگاه صنعتی شریف.

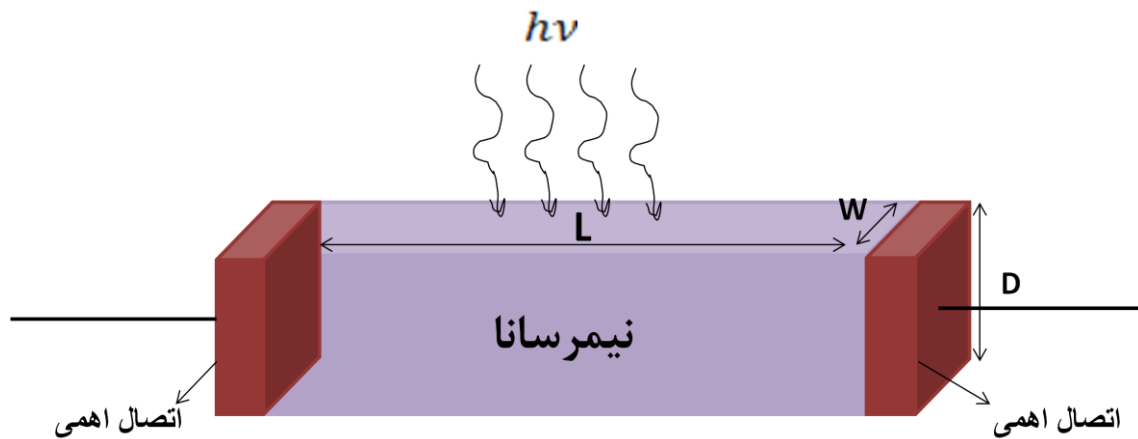
۲-۴-۴- فوتورسانایی^۱

شکل ۸-۲ نمونه ای از یک تیغه نیمرسانا با اتصال های اهمی در دو انتهای تیغه را نشان می دهد. وقتی سطح لایه مورد نظر تحت تابش قرار می گیرد زوج الکترون-حفره یا با گذار نوار به نوار (فرآیند ذاتی) یا با گذارهای شامل ترازهایی در گستره گاف نواری (فرآیند غیرذاتی) تولید می شود تولید این حامل ها منجر به افزایش رسانندگی نمونه می گردد. چنانچه می دانیم در یک نیمرسانا رسانندگی الکتریکی از رابطه:

$$\sigma = q(\mu_n n + \mu_p p) \quad (۹-۲)$$

بدست می آید. σ_{Dark} در شرایط تاریکی و σ_{UV} در شرایط تابش نور فرابنفش n به $n + \Delta n$ و p به $p + \Delta p$ تغییر می یابد [۲۷]. بدین ترتیب به رسانندگی ماده افزوده و یا از مقاومت ویژه آن، که با کمیت مزبور رابطه معکوس دارد، کاسته می شود.

¹ Photo conductivity

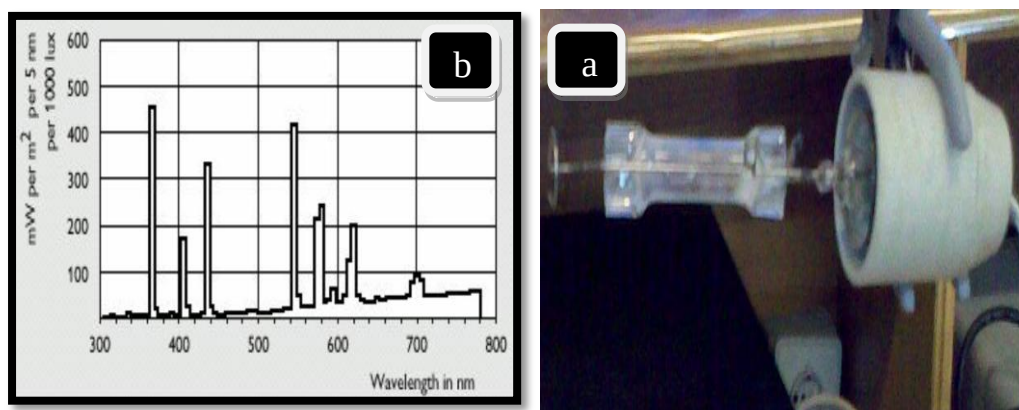


شکل ۸-۲: آشکارساز فوتونی شامل تیغه نیمرسانا و دو اتصال اهمی.

به منظور تهیه نمونه ها قسمت مربعی شکل $1 \times 1 \text{ cm}^2$ از لایه را بوسیله ورقه آلومینیم ماسک گذاری کرده آنگاه با استفاده از دستگاه تبخیر در خلا یک ماده رسانا بر سطح لایه الکتروود گذاری می-کنیم. در این تحقیق از آلومینیم به عنوان الکتروود استفاده شد. با استفاده از سیم مسی و چسب نقره در دو قسمت الکتروود گذاری شده اتصال هایی ایجاد می-کنیم، در ادامه به وسیله دستگاه الکتروانباشت با اعمال ولتاژ مشخص تحت تابش نور فرابنفش (توسط لامپ بخار جیوه)، جریان عبوری از نمونه بدست می آید. فاصله منبع نور تا نمونه 30 cm در نظر گرفته شد.

لامپ بخار جیوه (Mercury vapore lamp)

ما به منظور بررسی تاثیر حساسیت نوری در نمونه ها از یک لامپ جیوه OSRAM 250 W استفاده کرده ایم. تصویر لامپ مورد استفاده و خطوط طیف نشری برای لامپ جیوه به ترتیب در شکل (a) ۹-۲ و (b) ۹-۲ آمده است. دیده می شود که لامپ جیوه خطوطی را در ناحیه فرابنفش دارد.



شکل ۲-۹: (a) تصویر لامپ جیوه در دانشگاه صنعتی شاهرود و (b) خطوط طیف نشری متعلق به لامپ بخار جیوه [۲۸].

۲-۵- ضخامت سنجی

با استفاده از دستگاه سورترونیک^۱ می توان ضخامت لایه های نازک (کمتر از ۱ μm) را تعیین کرد. برای این منظور لازم است قسمتی از سطح شیشه به کار گرفته شده به عنوان زیرلایه را توسط ورقه آلومینیم پوشش داده، با این کار پس از لایه نشانی و برداشتن ورقه آلومینیم قسمتی از سطح نمونه با یک لایه نازک لایه نشانی شده و قسمت دیگر نمونه با یک پله تیز حاصل می شود. در این دستگاه دامنه حرکت پروب نمونه ۴ میلی متر است. شکل ۲-۵ تصویری از این دستگاه را نشان می دهد.



شکل ۲-۵: دستگاه ضخامت سنج (Profilemeter Taylor/Hobson) در دانشگاه صنعتی شاهرود.

¹ Surtronic surface measuring instrument

۲-۶- مشخصه یابی الکتریکی

۲-۶-۱- مقاومت ورقه ای و رسانندگی الکتریکی لایه در دمای اتاق

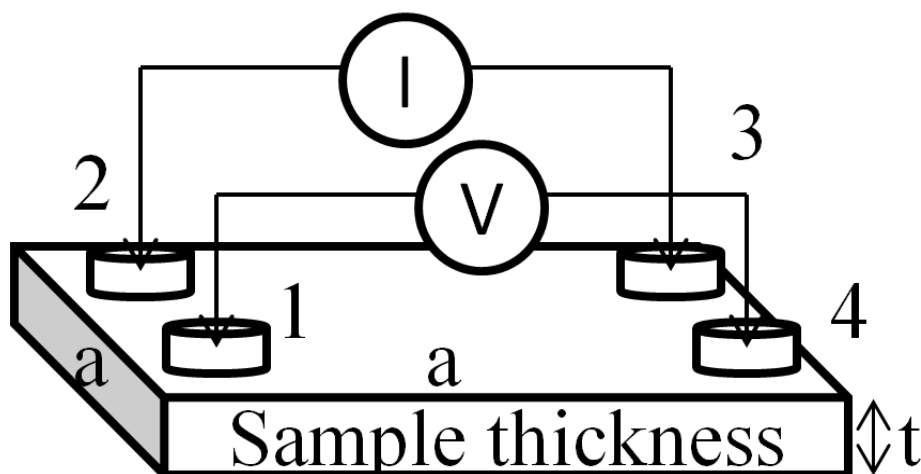
مقاومت ورقه ای لایه های نازک را می توان به روش وندریپاو در دمای اتاق اندازه گیری نمود. برای این کار ۴ اتصال در گوشه نمونه مربعی به مساحت $1 \times 1 \text{ cm}^2$ ایجاد کرده که از دو تا از پایانه ها جریان عبور داده و از دو تای دیگر ولتاژ را اندازه می گیریم (شکل ۲-۱۰). با عوض کردن جای ولتاژ و جریان برای حالت های مختلف مقاومت ورقه ای را به دست می آوریم. مقاومت ورقه ای نهایی از رابطه (۲-۱۰) با وارد کردن یک ضریب تصحیح بدست می آید:

$$R_{sh} = \frac{\pi}{Ln2} \sum_i \frac{V_i}{I_i} \quad (2-10)$$

اندیس i در رابطه ۲-۱۰ مربوط به پایانه های مختلف است و یکای آن به صورت $(\Omega/\square)$ می باشد. در شکل ۲-۱۰ یک لایه مربعی به ضلع a و ضخامت t که جریان الکتریکی از آن عبور می کند را نشان می دهد مقاومت ورقه ای به صورت زیر محاسبه می گردد:

$$R_{sh} = \rho \frac{l}{a} = \rho \frac{a}{at} = \frac{\rho}{t} \quad (2-11)$$

این رابطه بیان می کند که این مقاومت مستقل از طول ضلع است.



شکل ۲-۱۰: نمای شماتیک برای اندازه گیری مقاومت.

از رابطه (۱۲-۲) ρ مقامت ویژه لایه به دست می آید:

$$\rho = R_{sh}t \quad (12-2)$$

یکای آن به صورت (Ωcm) می باشد. رسانندگی با مقاومت ویژه نسبت عکس دارد و از رابطه زیر محاسبه می شود :

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (13-2)$$

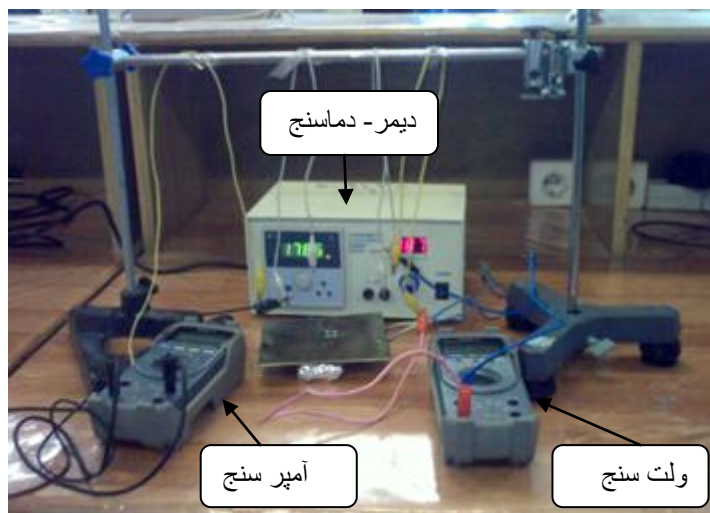
یکای رسانندگی (cm^{-1}) است.

۲-۶-۲- بستگی دمایی مقاومت ورقه ای لایه ها

برای محاسبه انرژی فعالسازی در اینجا از همان نمونه های تهیه شده برای محاسبه مقاومت به روش وندریپا و با اعمال جریان از دو سر ولتاژ را از دو سر دیگر اندازه می گیریم اما در این حالت با اعمال دما به نمونه از دمای اتاق ۲۵ تا ۱۰۰ درجه سانتی گراد این اندازه گیری را برای پایانه های مختلف انجام می دهیم. با استفاده از دستگاه دیجیتالی دیمر-دماسنج دمای مورد نیاز را به نمونه می دهیم. (شکل ۱۱-۲) با استفاده از داده های به دست آمده مقاومت ویژه را محاسبه نموده و با محاسبه ی $\ln$ مقاومت ویژه، نمودار $\ln \rho$ (Ωcm) بر حسب $\frac{1000}{T(K^{-1})}$ را رسم نموده و شیب خط بهینه گذرنده از نقاط را محاسبه می کنیم. در نیمرساناها تغییرات مقاومت ویژه با دما از رابطه (۱۴-۲) پیروی می کند [۲۹].

$$\rho = \rho_0 e^{\frac{E_a}{2KT}} \quad (14-2)$$

با لگاریتم گرفتن از طرفین رابطه (۱۴-۲) شیب را بدست آورده $(\frac{E_a}{2000K})$ سپس آن را مساوی با شیب بدست آمده از نمودار قرار می دهیم، به این ترتیب انرژی فعالسازی E_a محاسبه می شود. واحد انرژی فعالسازی الکترون ولت می باشد.



شکل ۲-۱۱: اندازه گیری مقاومت در دماهای متفاوت.

۲-۷- ضریب بهینگی^۱

اکسیدهای رسانای شفاف همزمان خواص فلزی و دی الکتریکی (شفافیت اپتیکی بالا) دارند. برای آن که معیاری جهت بهینه سازی خواص الکتریکی و اپتیکی داشته باشیم از کمیت ضریب بهینگی استفاده شده است. این رابطه توسط هاگ [۳۰] مطرح شد.

$$\phi = \frac{T^{10}}{R_{sh}} \quad (2-15)$$

در این رابطه T ضریب عبور نمونه ها در طول موج 500 nm که از طیف عبوری به دست می آید و R_{sh} مقاومت ورقه ای نمونه می باشد. واحد ضریب بهینگی زیمنس (S) یا Ω^{-1} می باشد.

¹ Figure of merit

فصل سوم

مراحل آزمایشگاهی رشد لایه های نازک اکسید ایندیوم به روش

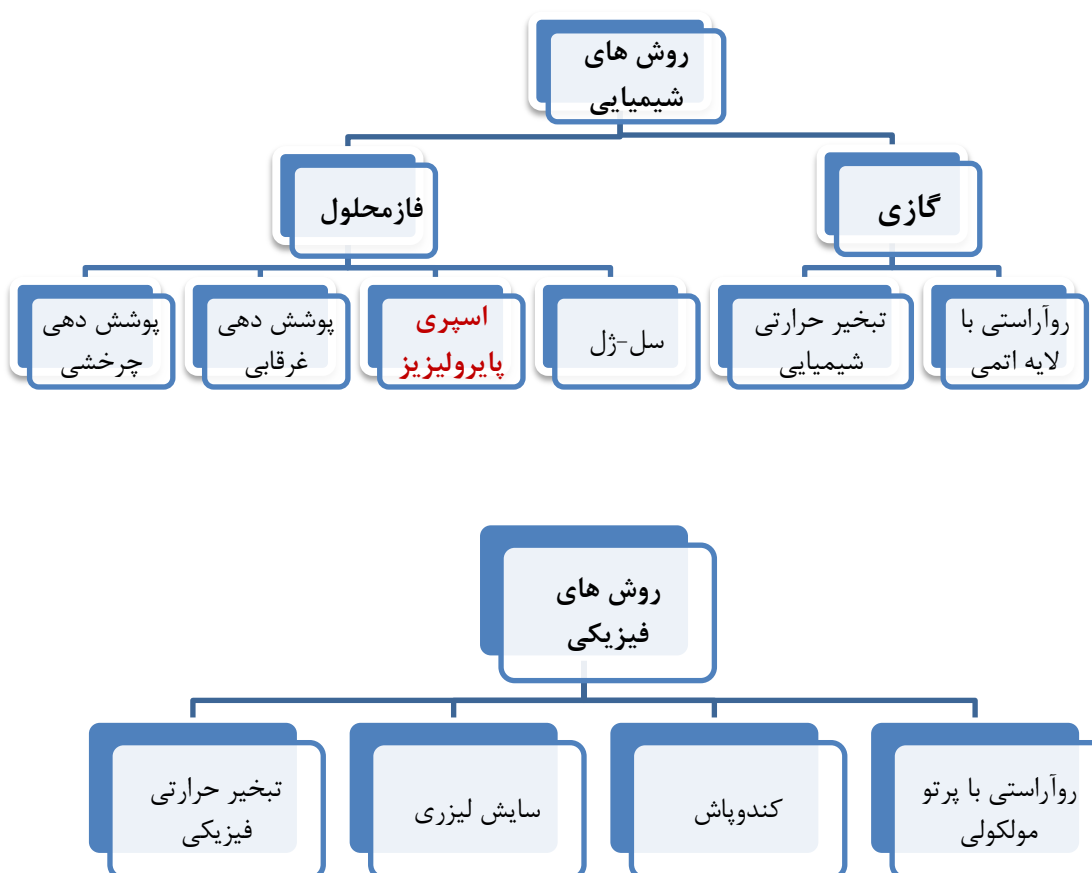
اسری مایرو لیزر

۳-۱- مقدمه

روش‌های رشد نقش مهمی در تعیین خصوصیات فیزیکی لایه‌ها دارد. با لایه‌نشانی به روش‌های مختلف برای یک نوع ماده می‌توان خصوصیات متفاوت فیزیکی را به دست آورد. در این فصل بعد از معرفی مختصر لایه‌نشانی به بررسی روش اسپری پیرولیز برای تهیه لایه‌ها نازک اکسید ایندیوم و تهیه محلول می‌پردازیم.

۳-۲- روش‌های رشد لایه نازک اکسید ایندیوم

روش‌های تهیه لایه‌های نازک را می‌توان به دو دسته روش‌های شیمیایی و فیزیکی تقسیم کرد (شکل ۳-۱). هر کدام از این روش‌ها مزایا و معایبی دارد. از روش‌های اسپاترینگ، سل-ژل، تبخیر در خلا، تبخیر توسط پالس لیزر و اسپری پیرولیز برای رشد لایه نازک اکسید ایندیوم استفاده شده است. از میان این روش‌های رشد روش اسپری، روشی ساده، اقتصادی و از امکان لایه‌نشانی در سطح وسیع برخوردار است. اما کنترل مناسب بر پارامترهای لایه‌نشانی دشوار می‌باشد. با توجه به علاقه مندی ما در این پایان‌نامه به رشد لایه‌ها به روش اسپری پیرولیز به توضیح دقیق‌تر در مورد آن می‌پردازیم.



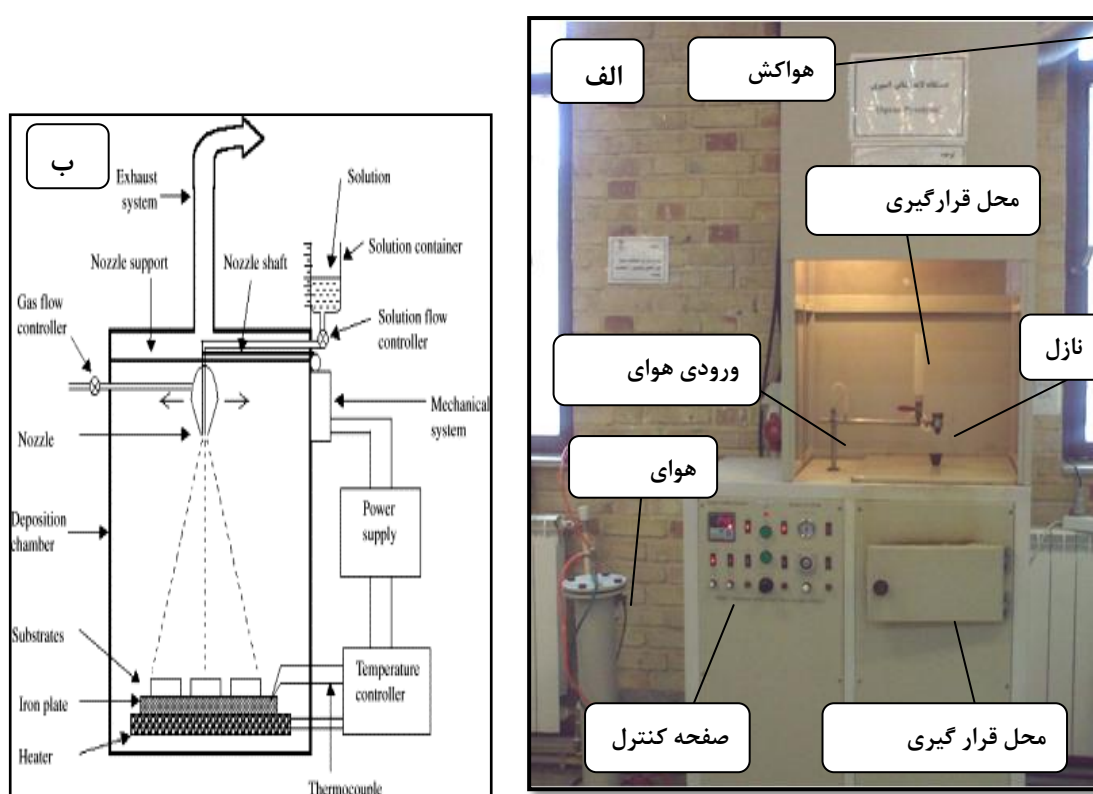
شکل ۳-۱: روش های گوناگون لایه نشانی به صورت فیزیکی و شیمیایی [۳۱].

۳-۳- دستگاه اسپری پیرولیز

دستگاه اسپری پیرولیز با توجه به ارزان بودن شیوه لایه نشانی نسبت به سایر روش ها امکان لایه نشانی در سطوح بزرگ را دارد. در این روش برای تهیه لایه نازک از محلول شیمیایی استفاده می شود. این محلول با استفاده از فشار یک گاز حامل بر روی زیر لایه اسپری می گردد. گاز حامل می تواند اکسیژن یا هوا باشد. در این تحقیق از هوا به عنوان گاز حامل استفاده شده، قسمت های مختلف دستگاه اسپری پیرولیز در شکل ۳-۲ نشان داده شده است.

این دستگاه شامل یک محفظه فلزی عایق همراه یک سیستم کنترل کننده دما، نازل، صفحه داغ چرخان که زیر لایه روی آن قرار می گیرد، هود، کمپرسور هوای خشک می باشد. ابتدا محلول در محل

قرارگیری محلول ریخته شده سپس توسط کمپرسور هوای خشک با تنظیم فشار مورد نظر از طریق نازل خارج شده و به صورت پودر بر روی زیرلایه اسپری می شود. با تغییر میزان جریان الکتریکی عبوری از سیم های تعبیه شده در قسمت زیرین دستگاه می توان دمای سطح داغ را تنظیم کرد. به دلیل دمای بالای زیرلایه عمل تجزیه حرارتی پس از اسپری محلول صورت می گیرد و لایه مورد نظر بر روی زیرلایه تشکیل می شود. قبل از شروع عمل اسپری باید فاصله نازل تا صفحه داغ، آهنگ شارش محلول و سرعت چرخش صفحه داغ را تنظیم و دهانه نازل را توسط الکل تمیز کرد.



شکل ۳-۲: (الف) دستگاه اسپری پائریولیز استفاده شده (S.C.S Spray Coating System) در دانشگاه صنعتی شاهرود (ب) طرح شماتیک از دستگاه اسپری.

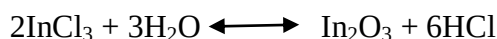
۳-۳-۱- آماده سازی زیرلایه

در تهیه لایه نازک، استفاده از زیرلایه جهت نگهداشتن لایه و شکل گیری آن الزامی است. از زیر لایه شیشه با ابعاد $1 \times 25 \times 72 \text{ mm}^3$ استفاده کردیم، لایه ها باید تمیز و بدون الودگی باشد، جهت

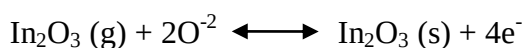
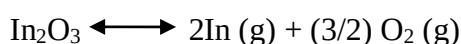
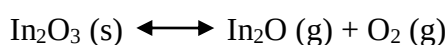
تمیز کردن زیرلایه شیشه ابتدا آن را با آب و صابون شسته سپس در آب مقطر و مایع بر روی شعله گذاشته به حدی که آب به جوش آید، بعد زیرلایه‌ها را بیرون آورده و در آب مقطر قرار می‌دهیم و در ادامه زیر لایه‌ها را در محلول آب و الکل به نسبت ۱ به ۲ گذاشته و در دستگاه آلتراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه قرار می‌دهیم. این کار باعث می‌شود در اثر میدان اعمالی توسط دستگاه آلودگی‌های احتمالی تمیز شود. در ادامه زیرلایه‌ها را بیرون آورده و با گاز بی‌اثر نیتروژن خشک می‌کنیم. برای تمیز کردن زیر لایه سیلیکون ابتدا آن را با مقطر شسته سپس محلولی از ترکیب آب دو بار تقطیر، الکل و استون به نسبت یکسان تهیه کرده و زیرلایه سیلیکون را به مدت ۱۰ دقیقه در آن قرار می‌دهیم. این کار را چند بار تکرار می‌کنیم، آنگاه زیر لایه را در محلول الکل و استون با نسبت مساوی به مدت ۱۵ دقیقه در آلتراسونیک قرار می‌دهیم. در ادامه زیر لایه را با گاز نیتروژن خشک می‌کنیم.

۳-۲- تهیه محلول مورد نیاز در تهیه نمونه‌ها به روش اسپری پایرولیز

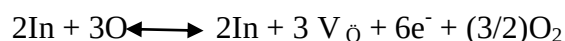
برای تهیه لایه‌های نازک اکسیدایندیوم از کلریدایندیوم (InCl_3) استفاده شد. برای تهیه محلول پودر کلریدایندیوم خالص (۹۹/۹۹ درصد) را در حجم مشخصی از آب دو بار یونیزه ریخته و آن را بر روی همزن مغناطیسی قرار می‌دهیم تا کاملاً محلول شفاف و یکدستی تشکیل شود. این محلول دارای واکنش گرماده می‌باشد. اکسیدایندیوم بر روی سطح داغ در حضور اتمسفر هوا به صورت یک واکنش گرمازا برگشت‌پذیر مطابق رابطه زیر تشکیل می‌گیرد [۳]:



اگر این واکنش کامل شود لایه اکسیدایندیوم با استوکیومتری بالایی بدست می‌آید. لایه‌های بدست آمده در اثر تجزیه مواد شیمیایی بر اثر حرارت رسانا هستند. واکنش‌های مورد انتظار به صورت زیر می‌باشد [۳]:



به ترتیب تهی جاهای اکسیژن یونیزه شده در In_2O_3 غالب می شود، با توجه به واکنش، برای این نواقص داریم [۳]:



لایه شامل $\text{In}_2\text{O}_{3-x}$ ، $(\text{V}_{\text{O}})_x$ و e_{2x} با $x < 0.1$ می باشد در اینجا V_{O} تهی جاهای اکسیژن و e^- مشخصه الکترون است.

برای آماده سازی محلول با یک مولاریته معین ابتدا باید جرم ماده پودری مورد نظر را محاسبه کنیم. برای مثال برای ۴۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار به ۰/۸۸۴ گرم پودر کلرید ایندیم نیاز است که به صورت زیر محاسبه می شود:

$$40 \text{ cc} \times (0.1 \text{ mol} / 1000 \text{ cc}) \times (\text{جرم کلرید ایندیم} = 221.18 \text{ g/mol}) = 0.884 \text{ gr}$$



شکل ۳-۳: محلول کلرید ایندیم حل شده در آب دو بار تقطیر.

۳-۳-۳- پارامترهای لایه نشانی در روش اسپری پیرولیز

لایه نشانی به روش اسپری می تواند تحت تاثیر پارامترهای گوناگون انجام شود. در این تحقیق

برای تهیه نمونه ها پارامترهای لایه نشانی را به شرح زیر به کار بردیم.

۱- دمای زیر لایه : ۳۵۰ تا ۴۵۰ °C و بازپخت نمونه ها در هوا

۲- آهنگ اسپری : ۱/۷، ۳/۳ و ۴/۸ ml/min و بازپخت نمونه ها در هوا

۳- نوع زیرلایه : شیشه، سیلیکون و FTO

۴- بررسی اثر شیوه اسپری (به صورت پالسی و پیوسته)

تعدادی از پارامترها در طی انجام آزمایش بدون تغییر در نظر گرفته شدند :

۱- فاصله نازل تا زیرلایه : ۳۰ cm

۲- فشار گاز حامل (هوا) : ۲/۵ bar

۳- سرعت دوران صفحه داغ : ۲۰ دور بر دقیقه

فصل چهارم

نتایج و بحث در مورد مورفولوژی، خواص ساختاری، پستی و الکتریکی لایه های

نازک اکسید ایندوم تهیه شده به روش اسپری پیرولیز

۴-۱: مقدمه

بررسی خواص مورفولوژی، ساختاری، اپتیکی و الکتریکی لایه های نازک اکسید ایندیوم با توجه به کاربردهای زیادی که دارد از اهمیت ویژه برخوردار است. بدین منظور به بررسی خواص فیزیکی لایه های نازک نانوساختار اکسید ایندیوم پرداختیم. پارامترهای مورد بررسی در این تحقیق توسط روش اسپری پیرولیز شامل بررسی تاثیر دمای زیر لایه و بازپخت بر خواص فیزیکی لایه ها، تاثیر آهنگ اسپری و بازپخت، تغییر نوع زیر لایه و اثر شیوه اسپری (به صورت پالسی و پیوسته) مورد مطالعه قرار گرفت. مورفولوژی سطح نمونه ها با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) بررسی شد. جهت مطالعه ساختار نمونه ها از طیف پراش پرتو ایکس (XRD) توسط دستگاه مدل (Bruker-AXS) با طول موج (nm) $\lambda = 1/5404$ CuK α در بازه زاویه ای $2\theta = 20 - 70$ درجه استفاده شد. از طریق داده هایی که با این آنالیز بدست می آید می توان به محاسبه ابعاد بلورک، فاصله صفحات بلوری، کرنش و چگالی دررفتگی پرداخت. جهت بررسی خواص اپتیکی نمونه ها از جمله طیف عبوری و بازتابی نمونه ها از دستگاه اسپکتروفتومتر UV-Vis مدل (shimadzu UV-1800) در گستره طول موج ۳۰۰-۱۱۰۰ nm و اندازه گیری طیف فوتولومینسانس (PL) نمونه ها در دمای اتاق توسط دستگاه اسپکتروفتومتر فلوئورسانس مدل (Cary eclipse fluorescence spectrometer-varian) شامل قوس لامپ زنون با طول موج برانگیختگی ۲۸۰ nm در گستره طول موج ۳۰۰-۵۰۰ nm استفاده شد. ضریب جذب و گاف نواری نمونه ها با استفاده از طیف بازتاب و عبور نمونه ها بدست آمد. ضخامت سنجی سطح نمونه ها به کمک دستگاه سورترونیک مدل (Profilometer Taylor/Hobson) اندازه گیری شد. جهت بررسی حساسیت نوری بر روی مقاومت الکتریکی نمونه ها از لامپ بخار جیوه (OSRAM 250 W) که حاوی نور فرابنفش است بهره گرفتیم.

۴-۲: بررسی تاثیر دمای زیر لایه و بازپخت بر خواص فیزیکی لایه های نازک نانوساختار

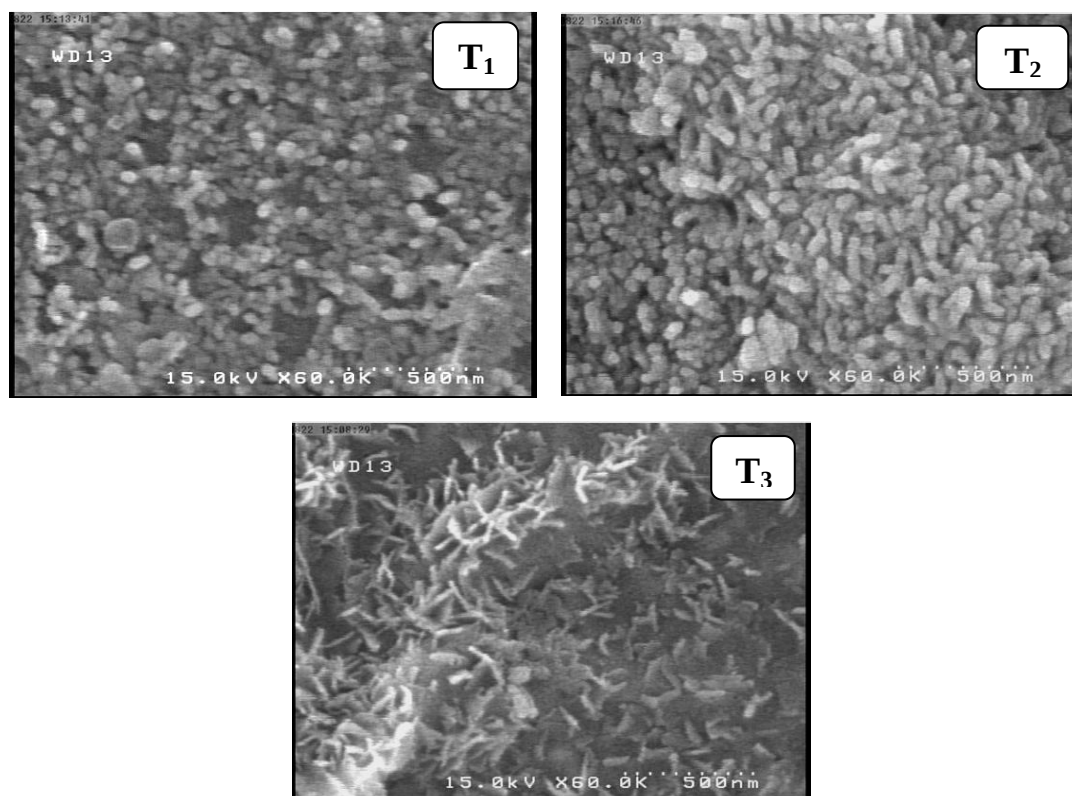
اکسید ایندیوم

۴-۲-۱: بررسی تاثیر دمای زیر لایه بر خواص فیزیکی لایه های نازک اکسید ایندیوم

در این بخش به مطالعه لایه های نازک اکسید ایندیوم که شرایط جزئیات تهیه آن در بخش ۳-۳- آمده است، با روش اسپری پایرولیز در دمای ۳۵۰، ۴۰۰ و ۴۵۰ °C (به ترتیب نمونه های T1، T2 و T3) می پردازیم. این مطالعه شامل مورفولوژی سطح، ساختار نمونه ها، مشخصات نوری، طیف فوتولومینسانس (PL) و ویژگی های الکتریکی می باشد.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

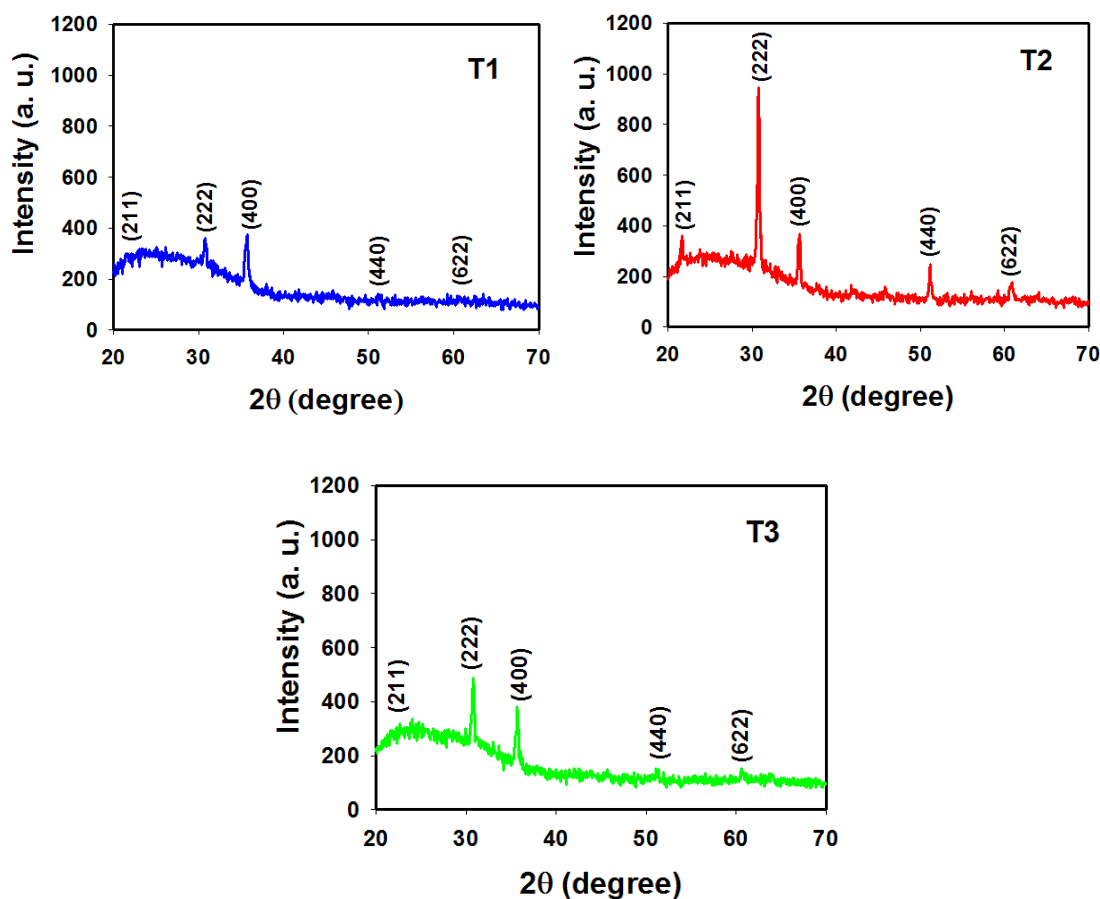
به منظور مطالعه مورفولوژی سطح نمونه ها از تصاویر FESEM استفاده شد. شکل ۴-۱ تصاویر بدست آمده از نمونه های T1، T2 و T3 را در مقیاس ۵۰۰ nm نشان می دهد. این تصاویر نشانگر سطوحی بسیار متخلخل با جلوه های متفاوت می باشد: در نمونه T1 به صورت ذراتی با ابعادی در حدود ۵۰ nm، در نمونه T2 ذرات انباشته بر هم با قطر ۵۰ nm و یا کمتر و طول در حدود ۱۰۰ تا ۲۰۰ nm و در نمونه T3 به صورت شاخه هایی نازک به قطر کمتر از ۵۰ nm و طول ۱۰۰ nm می باشد. تصاویر هر سه نمونه نشانگر شکل گیری نانو ساختارهایی در اندازه های مختلف هستند.



شکل ۴-۱: مورفولوژی سطح نمونه‌ی رشد داده شده برای نمونه‌های T1، T2 و T3.

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه‌ها

طیف پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در شکل ۴-۲ نشان داده شده است. این طیف بیانگر آن است هر سه نمونه ساختارهای بلوری مکعبی داشته بطوری که سم‌گیری ترجیحی در آنها با هم متفاوت است. در نمونه T1 قله ترجیحی در راستای (۴۰۰) بوده و در نمونه T2 به همراه قله‌های ثانویه مختلف به قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) تغییر جهت فاحشی یافته و سرانجام در نمونه T3 قله وابسته به راستای (۲۲۲) دارای بیشترین شدت، که تا حدودی قابل مقایسه با قله (۴۰۰) است. این تغییرات با نتایج گزارش شده توسط پراتاب و همکاران [۴] که با افزایش دما از ۳۵۰ به ۴۰۰ °C قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) رشد قابل ملاحظه‌ای داشته، مطابقت دارد.

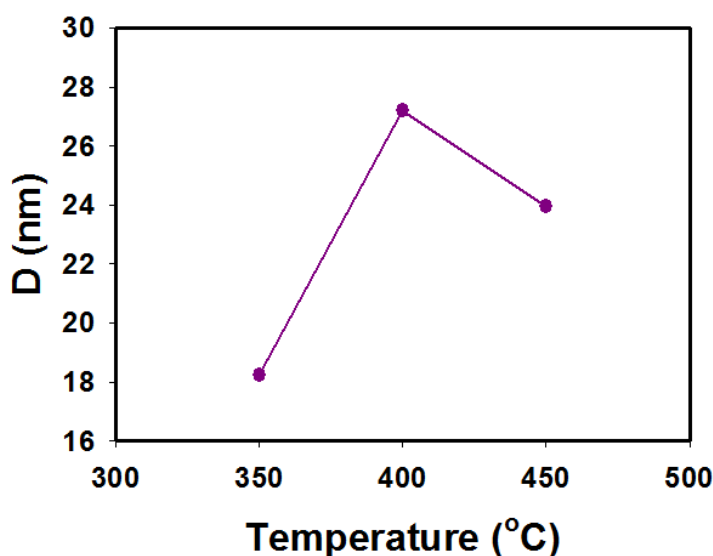


شکل ۴-۲: طیف XRD نمونه‌ها در دمای زیر لایه: 350°C (T1), 400°C (T2) و 450°C (T3).

به منظور تحلیل هر چه بیشتر از این داده‌ها می‌توان با استفاده از معادله شرر (۲-۲) به مطالعه ابعاد بلورک‌ها پرداخت. نتیجه این محاسبات در جدول ۴-۱ و نحوه تغییرات آن‌ها را در شکل ۴-۳ می‌توان مشاهده کرد. این نمودار حاکی از آن است که نمونه T2 دارای بزرگترین ابعاد بلورکی (nm) ۲۷/۱۲ و نمونه T3 دارای کوچکترین ابعاد بلورکی (nm) ۲۳/۹۶ می‌باشد.

جدول ۴-۱: نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه‌های رشد یافته در دمای T1، T2 و T3.

نمونه	جهت ترجیحی	زاویه پراش (2θ)	تمام پهنا در نیمه بیشینه (β), رادیان	ابعاد بلورک‌ها (nm)
T1	(۴۰۰)	۳۵/۶۶۶	۰/۰۰۸۰	۱۸/۲۱
T2	(۲۲۲)	۳۰/۷۵۱	۰/۰۰۵۳	۲۷/۱۲
T3	(۲۲۲)	۳۰/۷۷۲	۰/۰۰۶۰	۲۳/۹۶



شکل ۳-۴: تغییرات ابعاد بلورک بر حسب دما.

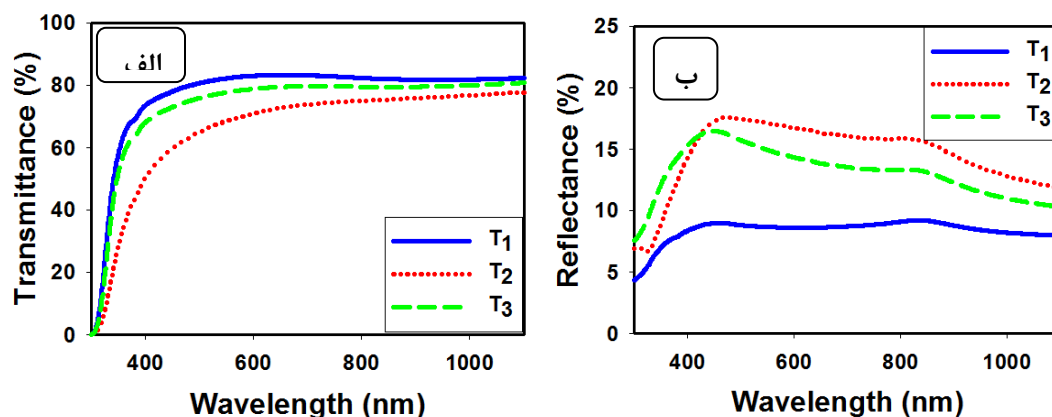
از داده های وابسته به طیف XRD نمونه ها علاوه بر این اطلاعات می توان به مشخصه یابی های بیشتری در زمینه ساختاری پرداخت. از آن جمله با بهره گرفتن از قانون براگ (معادله ۱-۲) می توان فاصله بین صفحات بلوری در راستای جهت ترجیحی، معادله ۲-۴ کرنش بلوری و از طریق معادله ۲-۳ مقدار چگالی دررفتگی ها را در این نمونه ها محاسبه کرد، جدول ۲-۴. چنانچه ملاحظه می شود نمونه T2 از کمترین چگالی دررفتگی و نیز کرنش بلوری و نمونه T1 از بیشترین مقادیر برخوردار است که تا حدودی با طیف های XRD نمونه ها سازگار و با ابعاد بلورک ها در ارتباط می باشد.

جدول ۲-۴: چگالی در رفتگی و کرنش نمونه ها در دماهای متفاوت در راستای جهت ترجیحی.

نمونه	فاصله بین صفحات بلوری $d_{hkl}(\text{nm})$	چگالی دررفتگی $(\delta) (\times 10^{-5} \text{ A}^{-2})$	کرنش $(\epsilon) (\times 10^{-3})$
T1	۰/۲۵	۳/۰۱	۱/۹۰
T2	۰/۲۹	۱/۳۵	۱/۲۰
T3	۰/۲۹	۱/۷۴	۱/۴۴

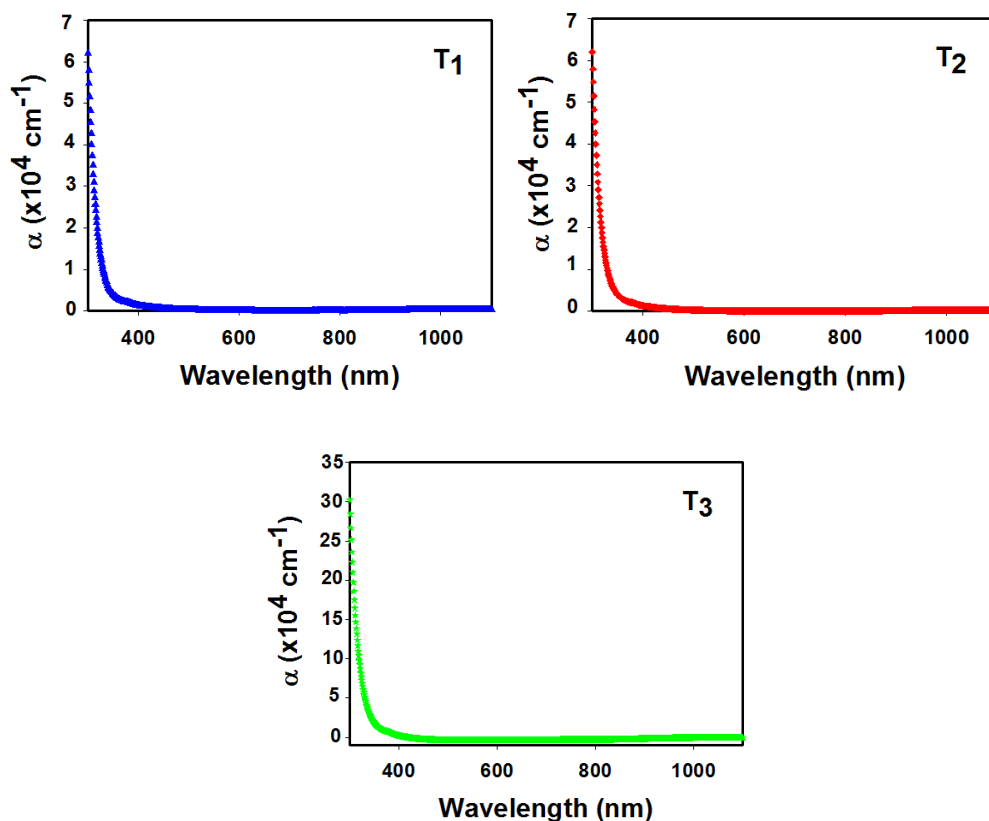
(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

شکل ۴-۴ (الف) و (ب) طیف های عبوری و بازتابی نمونه ها را نشان می دهد. چنانچه پیداست با افزایش دمای زیر لایه از میزان شفافیت طیف عبوری به طور نامنظم ($T_{(T1)} > T_{(T3)} > T_{(T2)}$) کاسته شده است به طوری که نمونه $T1$ ، دارای بیشترین میزان عبور (در حدود ۸۰ درصد) و نمونه $T2$ با عبوری در حدود ۶۸ درصد از کمترین عبور اپتیکی برخوردار است. این تغییرات می تواند عمدتاً متأثر از تغییرات ضخامت لایه ها (به ترتیب ۲۰۰، ۲۲۰ و ۲۱۰ nm در نمونه های $T1$ ، $T2$ و $T3$) باشد. این تغییرات همچنین با توجه به نتایج وابسته به نانوساختارهای تشکیل شده (شکل ۴-۱) و پراکندگی فوتون ها در طی گذر از آنها نیز می باشد. علاوه بر این شکل ۴-۴ (ب) طیف بازتابی نمونه ها را نشان می دهد. این نتایج حاکی از جابجایی موقعیت نمونه های ۱ و ۳ می باشد. به طوری که $T1$ ، ۸ درصد و در نمونه $T2$ به ۱۷ درصد افزایش یافته و با افزایش مجدد دما به $T3$ کاهش بازتاب به ۱۵ درصد مشاهده شد.



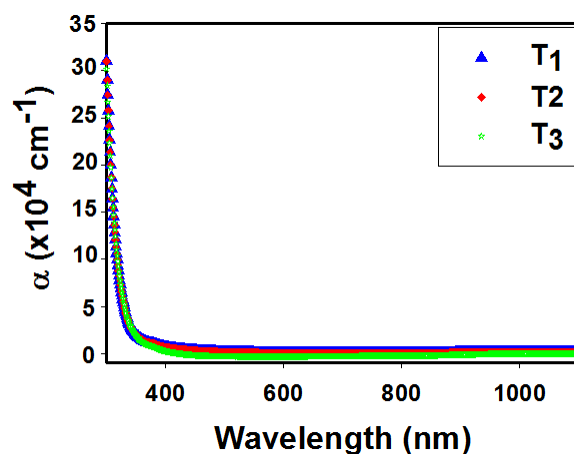
شکل ۴-۴ : طیف عبور (الف) و بازتاب (ب) لایه های اکسید ایندوم برای نمونه های با دمای زیر لایه $T1$ 350°C ، $T2$ 400°C و $T3$ 450°C .

با استفاده از ضخامت لایه ها و رابطه ۲-۵ ضریب جذب (α) نمونه ها محاسبه شد. همان طور که در شکل ۴-۵ مشاهده می شود، با افزایش دمای زیر لایه تغییر چندانی در ضریب جذب نمونه ها ایجاد نشده است.



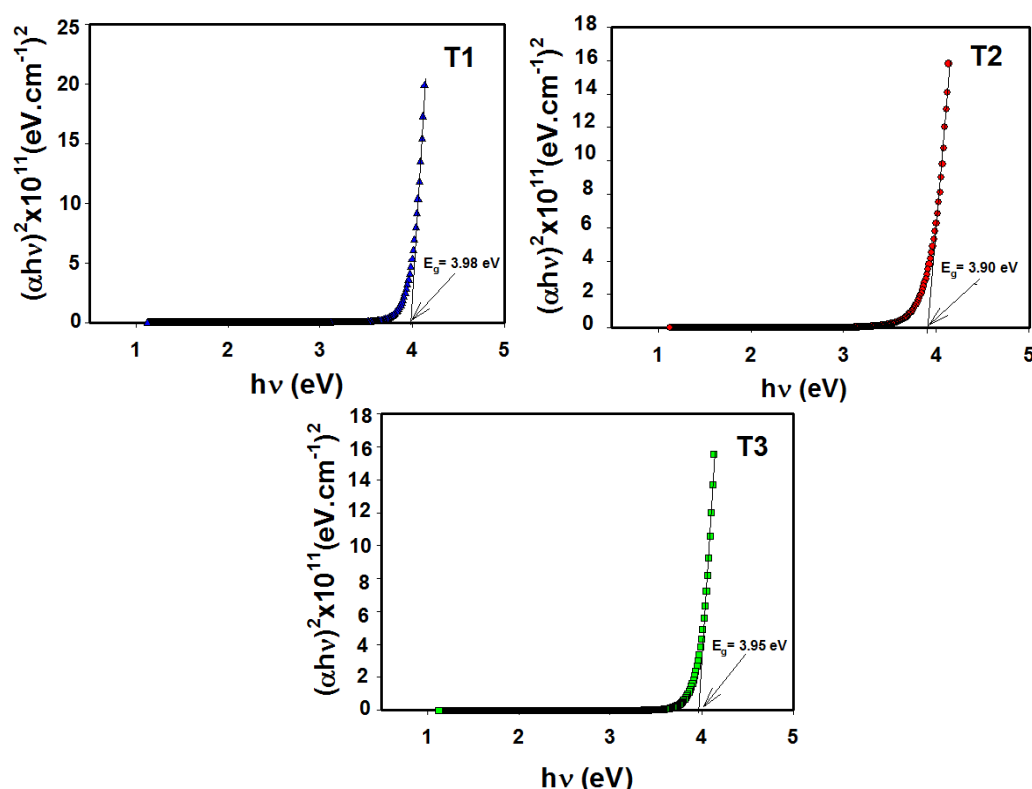
شکل ۴-۵: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه‌ها با دمای زیر لایه 350°C (T₁)، 400°C (T₂) و 450°C (T₃).

جهت مقایسه بهتر ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج هر سه نمونه آنها را در شکل ۴-۶ رسم نمودیم. ملاحظه می‌شود با افزایش دمای لایه‌نشانی تغییری در ضریب جذب مشاهده نشده است.



شکل ۴-۶: مقایسه منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای هر سه نمونه.

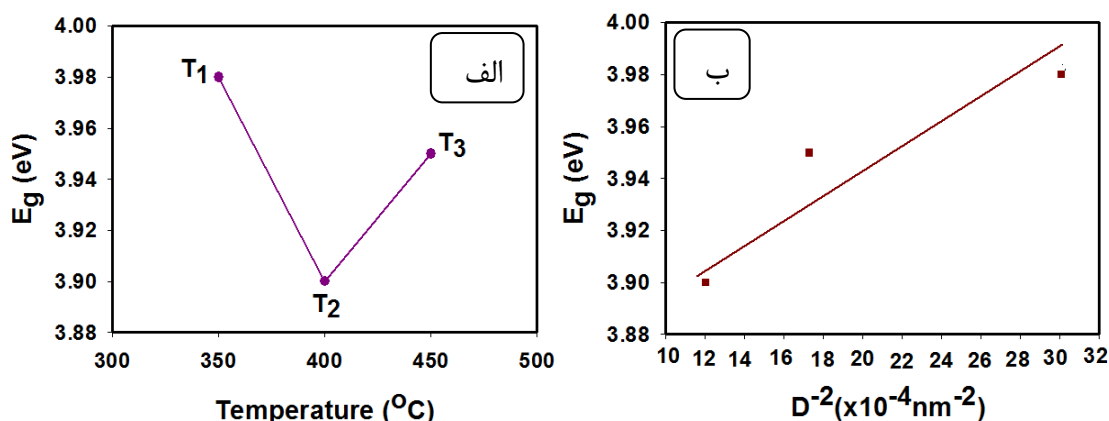
جهت تعیین گاف نواری مستقیم نمونه ها از معادله ۲-۶ استفاده کردیم. با تحلیل داده ها در نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $(h\nu)$ و برونیایی مقادیر بدست آمده در ناحیه انرژی بالا بزرگی گاف نواری مستقیم ماده قابل حصول است. نتایج حاصل در شکل ۴-۷ آمده است. نتایج بدست آمده بترتیب عبارتند از ۳/۹۸، ۳/۹۰ و ۳/۹۵ eV.



شکل ۴-۷: تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$.

شکل ۴-۸ (الف) تغییرات گاف نواری در دماهای زیرلایه ای مختلف را نشان می دهد. نکته جالب آن که تغییرات گاف نواری در این نمونه ها با تغییر ابعاد بلورک ها با توجه به رخداد محدودیت کوانتومی بخوبی سازگار است. بدین معنا که نمونه T1 با بیشترین گاف نواری (۳/۹۸ eV) از کمترین ابعاد بلورکی (۱۸/۲ nm) و نمونه T2 با کمترین گاف نواری (۳/۹۰ eV) دارای بیشترین ابعاد بلورکی (۲۷/۱ nm) است. با توجه به مطالب ارائه شده در بخش ۲-۴-۲، انتظار می رود تغییرات گاف نواری بر

حسب عکس مربع ابعاد بلورک رابطه ای خطی داشته باشد که این امر در مورد نمونه های مورد بررسی در شکل ۴-۸ (ب) آورده شده است.



شکل ۴-۸: (الف) تغییرات E_g بر حسب دمای زیر لایه و (ب) گاف نواری بر حسب معکوس مربع ابعاد بلورک.

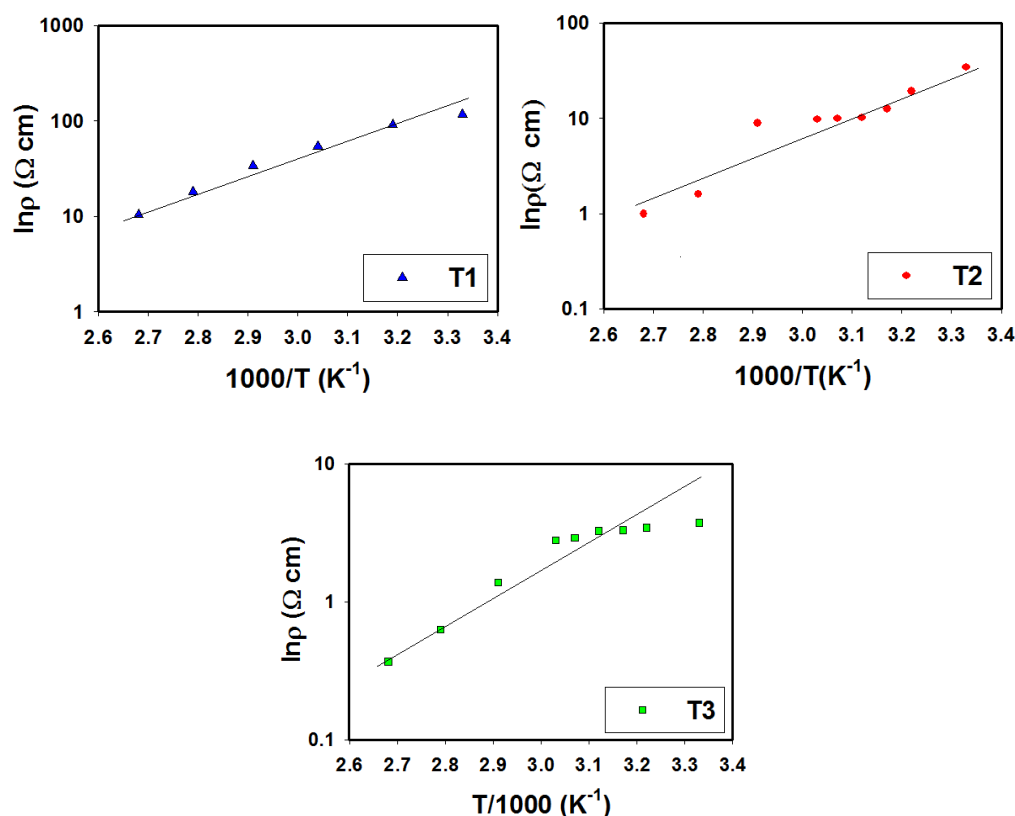
(د) مطالعه خواص الکتریکی و ضریب بهینگی لایه ها

به منظور مطالعه ضریب بهینگی لایه ها علاوه بر خواص اپتیکی از خصوصیات الکتریکی لایه ها مطلع باشیم. برای تعیین خواص الکتریکی نمونه ها از روش وندر پاو (بخش ۲-۶-۱) استفاده کردیم. جدول ۳-۴ جزئیات پارامترهای اندازه گیری شده شامل خواص الکتریکی نمونه ها آمده است. کمترین میزان مقاومت ویژه مربوط به نمونه T2 در حدود $24/7 \Omega \cdot \text{cm}$ که بیشترین رسانندگی و بازتاب را داراست. نمونه T1 دارای بیشترین مقاومت ویژه، کمترین رسانندگی و بازتاب می باشد. انرژی فعال سازی نمونه ها از شیب نمودار $\ln(\rho)$ بر حسب معکوس دمای مطلق (بخش ۲-۶-۲) که در جدول ۳-۴ آمده است. بیشترین مقدار انرژی فعال سازی مربوط به نمونه T3 و کمترین مقدار مربوط به نمونه T1 می باشد. شکل ۴-۹ نمودار $\ln(\rho)$ بر حسب معکوس دمای مطلق را برای نمونه ها از دمای اتاق تا K ۳۷۳ رسم شده است. گر چه در نمونه T1 با کمترین انرژی فعال سازی انتظار بیشترین رسانندگی می رود لکن اندازه گیری ها امری کاملاً متفاوت را نشان می دهد. از آنجا که رسانندگی مواد نیم رسانا متأثر از تراکم حامل های آزاد در لایه است و این کمیت خود متأثر از دو کمیت تراکم ناخالصی (و یا شبه

ناخالصی) و بزرگی انرژی فعالسازی می باشد، این تغییرات می تواند گویای کوچکی تراکم ناخالصی (یا شبه ناخالصی) در این نمونه باشد.

جدول ۴-۳: مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه، رسانندگی الکتریکی و انرژی فعالسازی نمونه ها.

نمونه	مقاومت ورقه ای (R_{sh}) ($(\Omega/\square) \times 10^{-5}$)	مقاومت ویژه (ρ) ($\Omega.cm$)	رسانندگی (σ) ($\Omega.cm$) ⁻¹	انرژی فعالسازی $E_a(eV)$
T1	۱۳/۰۲	۱۱۸/۴	۰/۰۰۸۴	۰/۴۷
T2	۲/۴۷	۲۴/۷	۰/۰۴۰۴	۰/۵۴
T3	۳/۵۵	۳۳/۹	۰/۰۲۹۴	۰/۵۹



شکل ۴-۹: بستگی $\ln(\rho)$ بر حسب معکوس دمای مطلق.

در جدول ۴-۴ ضریب بهینگی (رابطه ۲-۱۵) نمونه ها آمده است. انتظار می رود که بیشترین ضریب بهینگی مربوط به نمونه T2 با کمترین مقدار مقاومت ویژه باشد اما چون دارای کمترین طیف عبور در طول موج ۵۵۰ nm می باشد، کمترین ضریب بهینگی را به خود اختصاص داده است. در

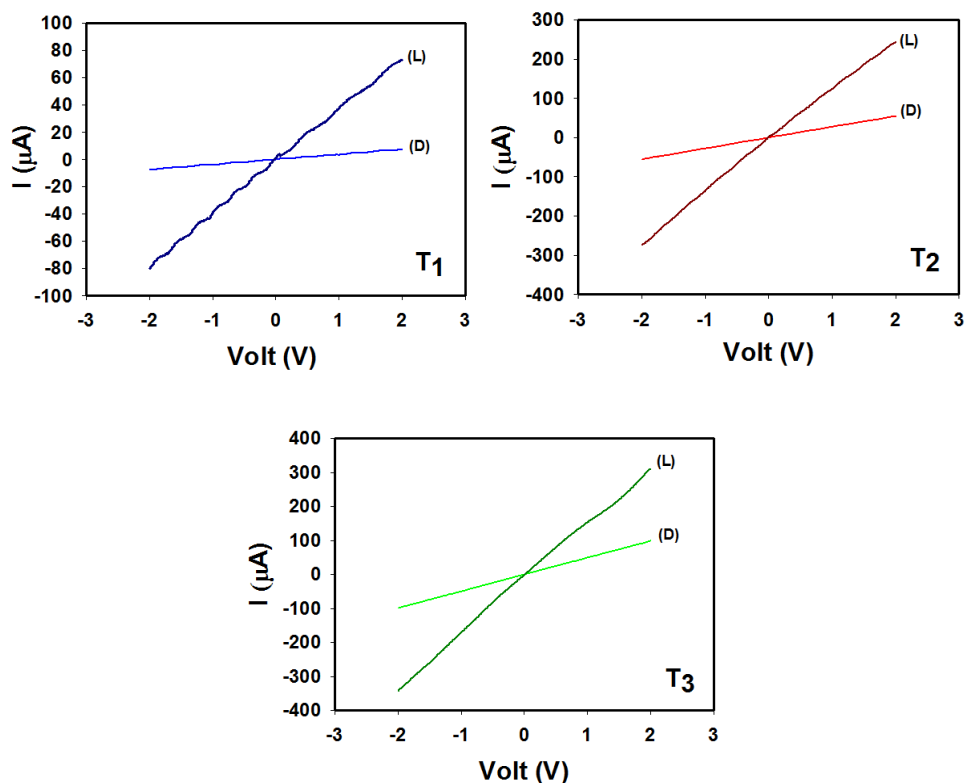
حالی که بیشترین مقدار ضریب بهیئگی مربوط به نمونه T3 با بیشترین عبور در این طول موج و با مقاومت ویژه متوسط می باشد.

جدول ۴-۴ : طیف عبور و ضریب بهیئگی نمونه ها.

نمونه	درصد طیف عبور در طول موج (۵۵۰ nm)	$(\phi_{TC}) (S \times 10^{-7})$ ضریب بهیئگی
T1	۸۲	۱/۰۵۵
T2	۶۸	۰/۸۵۵
T3	۷۸	۲/۳۴۸

(ه) مطالعه تحت نوردهی

جهت بررسی مقاومت نمونه در محیط تاریک و تحت نور فرابنفش، ابتدا نمونه ها را در اندازه cm $2/5 \times 1$ برش داده سپس بوسیله دستگاه تبخیر حرارتی در خلا با پوشش دادن دو انتهای نمونه با آلومینیم مربعی به اندازه cm 1×1 در وسط نمونه ایجاد می کنیم آنگاه به وسیله چسب نقره دو رشته سیم مسی بر قسمت پوشش داده می چسبانیم بعد از خشک شدن چسب با استفاده از دستگاه الکتروانباشت در ازای اعمال ولتاژ به نمونه جریان هایی دریافت می شود. با استفاده از این داده ها نمودار V-I را رسم نموده و شیب نمودار را محاسبه کرده، مقاومت نمونه از معکوس شیب نمودار به دست می آید. ولتاژ اعمالی در بازه ۲- تا ۲ ولت بوده است. در شکل ۴-۱۰ نمودار جریان - ولتاژ نمونه ها نشان داده شده است.



شکل ۴-۱۰: تغییرات جریان بر حسب ولتاژ در تاریکی (D) و در مجاورت نور فرابنفش (L).

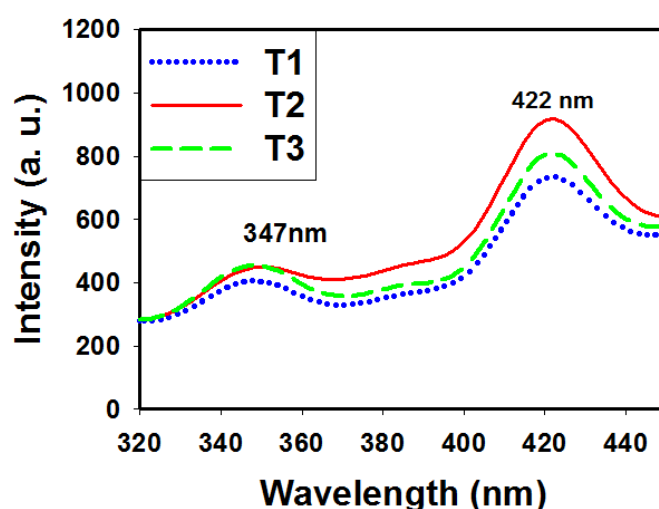
نسبت مقاومت نمونه ها در مجاورت نور فرابنفش به مقاومت در تاریکی در جدول ۴-۵ آمده است. کمترین نسبت مربوط به نمونه T1 به مقدار $10^{-2} \times 12/44$ و بیشترین نسبت به نمونه T3 با مقدار $10^{-2} \times 32/14$ اختصاص یافته است. این تغییرات به علت افزایش تراکم حامل های الکتریکی برانگیخته شده در نمونه که در بخش ۲-۴-۴ اشاره شده است.

جدول ۴-۵: نسبت مقاومت نمونه ها در مجاورت نور فرابنفش به تاریکی.

نمونه	$\frac{R_{UV}}{R_{Dark}}$
T1	$12/44 \times 10^{-2}$
T2	$21/15 \times 10^{-2}$
T3	$32/14 \times 10^{-2}$

(و) مطالعه طیف فوتولومینسانس لایه‌ها

در این نمونه‌ها توانستیم به طیف فوتولومینسانس (PL) با قله‌هایی با شدت قابل توجه در دمای اتاق دست یابیم. شکل ۴-۱۱ طیف‌های PL که در طول موج برانگیختگی ۲۸۰ nm بدست آمده را برای نمونه‌های T1، T2 و T3 نشان می‌دهد. بررسی طیف فوتولومینسانس نمونه‌ها نشانگر حضور قله با طول موج ۳۴۷ nm ($3/57$ eV) متناظر با بازترکیب نوار به نوار و قله با طول موج ۴۲۰ nm ($2/94$ eV) مربوط به ترازهای وابسته به بازترکیب ترازهای ناکاملی‌های بلوری عمدتاً تهی جاهای اکسیژن می‌باشد. لین و همکاران [۳۲] در طول موج برانگیختگی ۲۸۰ nm قله‌ای را در ۴۲۰ nm مشاهده کردند.



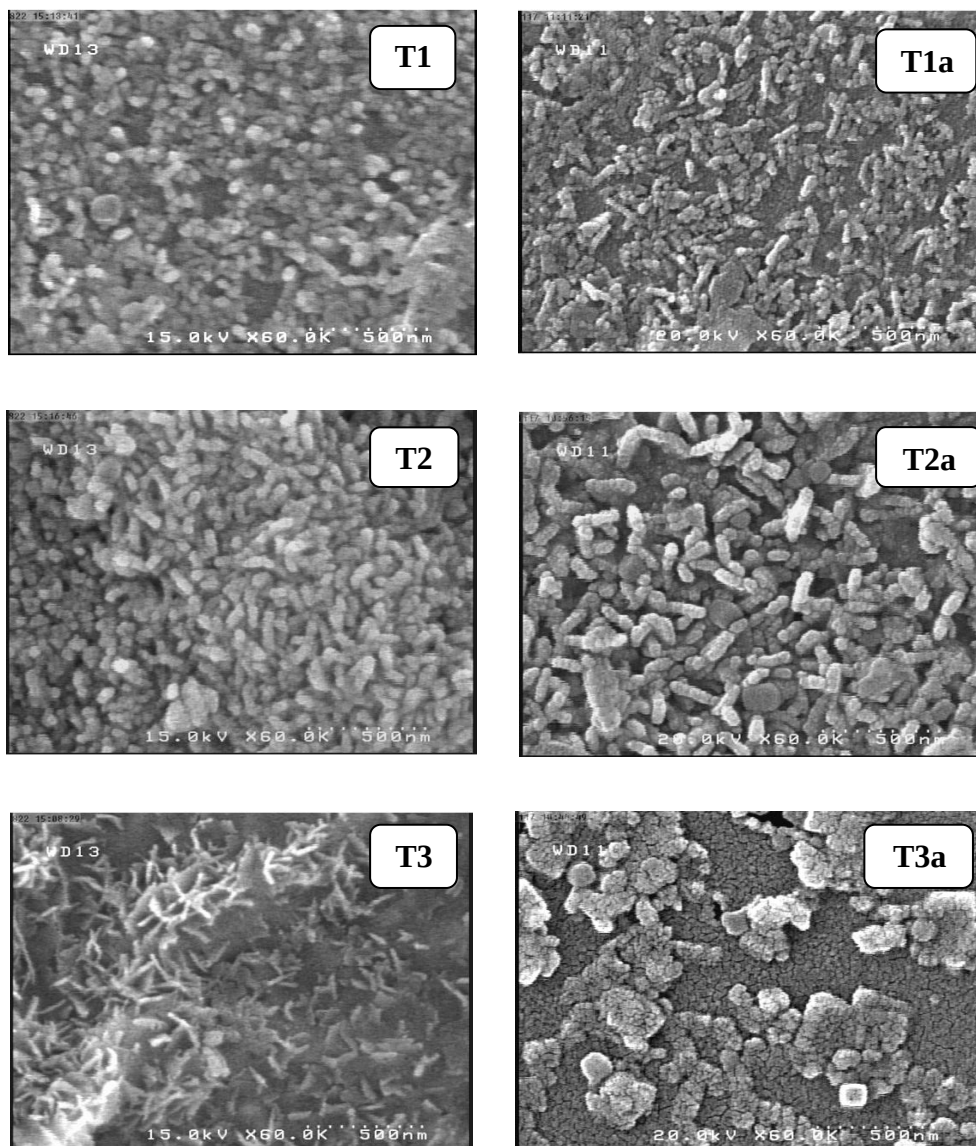
شکل ۴-۱۱ : طیف‌های فوتولومینسانس (PL) با طول موج برانگیختگی ۲۸۰ nm برای نمونه‌های T1، T2 و T3.

۴-۲-۲: مطالعه تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌های In_2O_3

به منظور مطالعه تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌های نازک اکسید ایندیوم مجموعه نمونه‌های یاد شده در بخش ۴-۲ را در داخل کوره‌ای با دمای 500°C در شرایط جو آزمایشگاه به مدت ۱ ساعت قرار دادیم (به ترتیب نمونه‌های T1a، T2a و T3a). در ادامه به بررسی نتایج مورفولوژی سطح، خواص ساختاری، اپتیکی و الکتریکی این نمونه‌ها می‌پردازیم.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

شکل ۴-۱۲ مورفولوژی سطح نمونه های اولیه (قبل از بازپخت) در سمت چپ (T1، T2 و T3) و برای نمونه های بعد از بازپخت در سمت راست (T1a، T2a و T3a) را با مقیاس ۵۰۰ nm نشان می دهد. در نمونه T1 نانو ذرات به صورت انباشته سطح را پوشش داده، با انجام عمل بازپخت این نانو ذرات تا حدودی به صورت غیریکنواخت در اندازه ۴۰ و ۵۰ nm در نمونه، T1a تشکیل شدند. در مورد نمونه T2 نانو میله هایی تشکیل شد، که در اثر بازپخت به ذراتی با قطر بیش از ۵۰ nm و طولی کمتر از ۱۰۰ nm در نمونه، T2a، تغییر پیدا کردند. در نمونه T3 شاخه ها قطری کمتر از ۵۰ nm داشتند، تحت بازپخت نمونه، T3a، یک لایه به صورت ورقه ای و غیر یکنواخت بر روی زمینه یکنواخت زیرین رشد پیدا کردند. به طور کلی به نظر می رسد در اثر بازپخت ابعاد بلورک افزایش یافته و یکنواختی سطح بیشتر شده است.

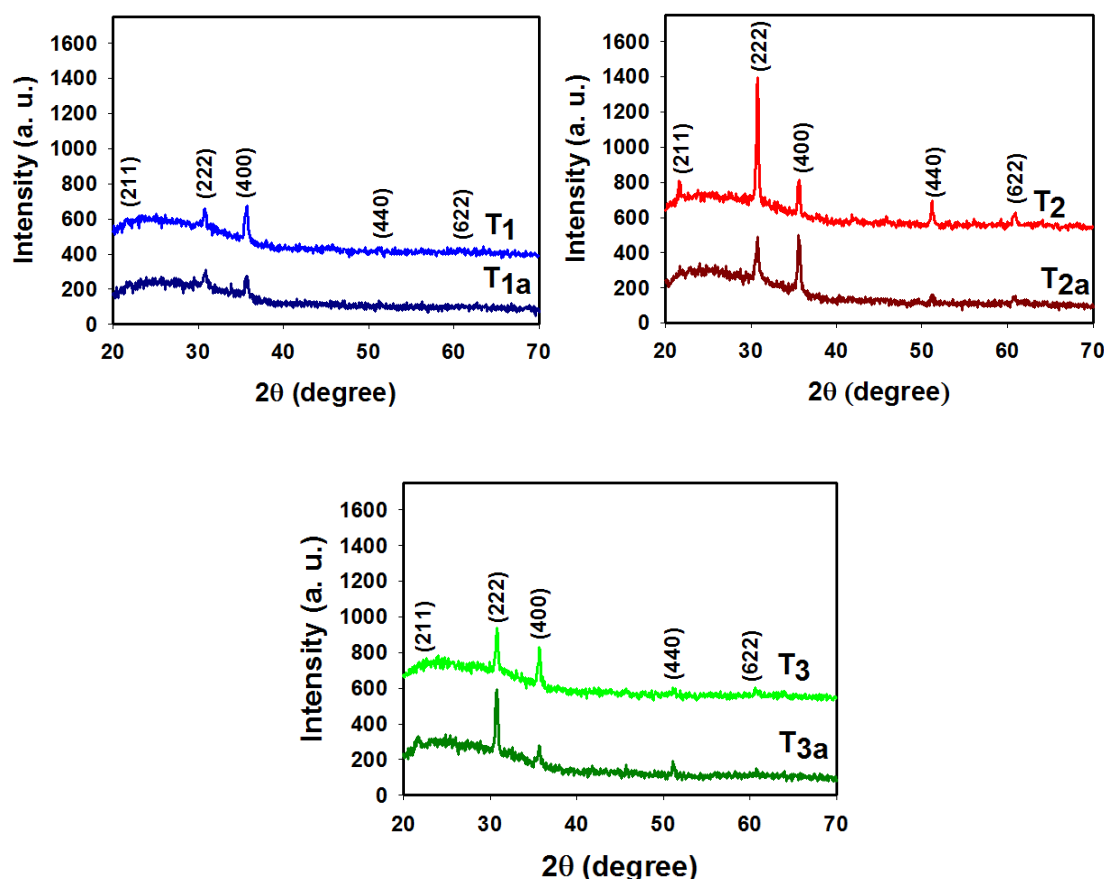


شکل ۴-۱۲: مورفولوژی سطح نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه ها

شکل ۴-۱۳ ساختار بلوری نمونه های بازپخت شده به همراه نمونه ها قبل از بازپخت را نشان می دهد. نمونه T1 دارای قله ترجیحی در راستای صفحه (۴۰۰) بوده که در اثر بازپخت، از شدت قله ها کاسته شده و قله ترجیحی در راستای صفحه (۲۲۲) تغییر جهت داده است. نمونه T2 که در ابتدا دارای ساختار بی بلوری بوده و قله ترجیحی آن در راستای صفحه (۲۲۲) قرار گرفته بود بر اثر عملیات حرارتی، نمونه T2a، از شدت قله ها کاسته شده و قله ترجیحی در امتداد صفحه (۴۰۰) تغییر

جهت داده است. در نمونه ی T3 که قله ترجیحی در راستای صفحه (۲۲۲) شکل گرفته بود، بر اثر بازپخت، نمونه T3a، گرچه ساختار بسلوری خود را حفظ کرده است لکن شدت نسبی در همان راستا افزایش پیدا کرده است. اطلاعات ساختاری مربوط به این نمونه ها در جدول ۴-۶ آمده است.

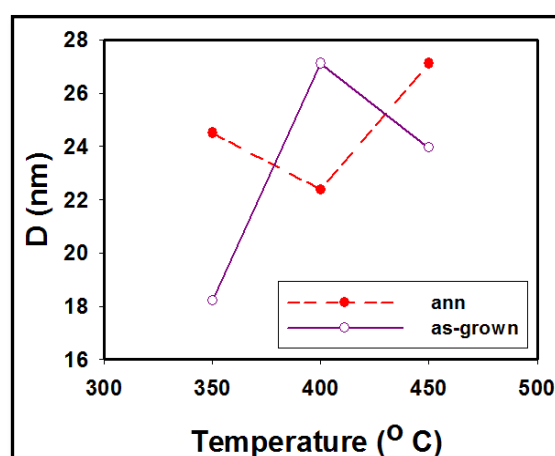


شکل ۴-۱۳: طیف XRD نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

با استفاده از این داده ها و به کارگیری آنها در رابطه شرر (رابطه ۲-۲) می توان ابعاد بلورک ها را در این شرایط بدست آورد. (ستون پنجم در جدول ۴-۶). شکل ۴-۱۴ تغییرات مربوط به ابعاد بلورک های این نمونه ها را به همراه ابعاد بلورک ها قبل از بازپخت نشان می دهد. چنانچه پیداست ابعاد بلورک ها در نمونه T1 و T3 با جهتگیری (۲۲۲) افزایش یافته است در حالی که نمونه T2 ضمن تغییر جهتگیری ترجیحی از (۲۲۲) به (۴۰۰) ابعاد بلورک ها کاهش یافته است. همان طور که ملاحظه خواهد شد این تغییرات ابعادی در خواص اپتیکی لایه موثرند.

جدول ۴-۶: نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه های بازپخت شده در دمای ۵۰۰ درجه.

نمونه	جهت ترجیحی	زاویه (۲θ) قله بیشینه	تمام پهنا در نیمه بیشینه (β)، رادیان	ابعاد بلورک ها (nm)
T1a	(۲۲۲)	۳۰/۸۵۸	۰/۰۰۵۱	۲۴/۵۱ ($\bar{D}$)
T2a	(۴۰۰)	۳۵/۶۲۱	۰/۰۰۶۵	۲۲/۳۹
T3a	(۲۲۲)	۳۰/۷۴۵	۰/۰۰۵۳	۲۷/۱۲



شکل ۴-۱۴: ابعاد بلورک بر حسب دما قبل و بعد از بازپخت.

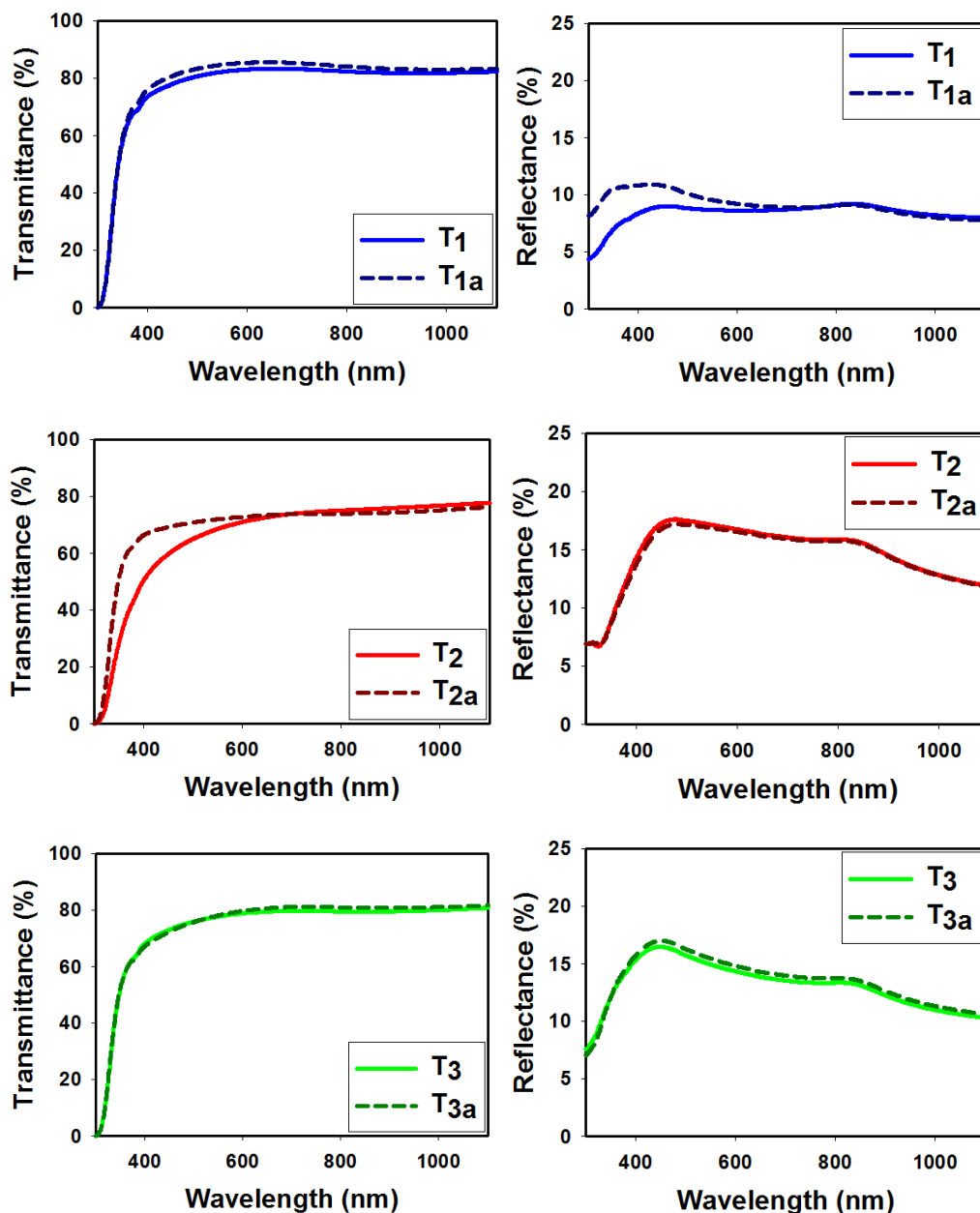
علاوه بر این اطلاعات کمیت های بیشتری در خصوص پارامترهای ساختاری ماده از تحلیل داده های پرتو می توان بدست آورد. از جمله این کمیت ها به فاصله بین صفحات بلوری (d_{hkl}) به کمک قانون براگ (معادله ۲-۱)، چگالی دررفتگی ها (δ) معادله (۲-۳) و میزان کرنش در لایه، معادله ۲-۴، اشاره کرد. مقادیر محاسبه شده برای این نمونه ها در جدول ۴-۷ ارائه شده اند. در اثر بازپخت T3a کمترین و T2a بیشترین کرنش و چگالی دررفتگی را دارند، این نتایج با توجه به طیف XRD و ابعاد بلورک مطابقت دارد.

جدول ۴-۷: فاصله بین صفحات بلوری، چگالی دررفتگی و کرنش در نمونه های بازپخت شده در هوا.

نمونه	فاصله بین صفحات d_{hkl} (nm)	چگالی دررفتگی $(\delta) (\times 10^{-5} A^{-2})$	کرنش $(\epsilon) (\times 10^{-3})$
T1a	$0.27 (\bar{d}_{hkl})$	$1.78 (\bar{\delta})$	$1.44 (\bar{\epsilon})$
T2a	0.25	1.99	1.54
T3a	0.29	1.35	1.27

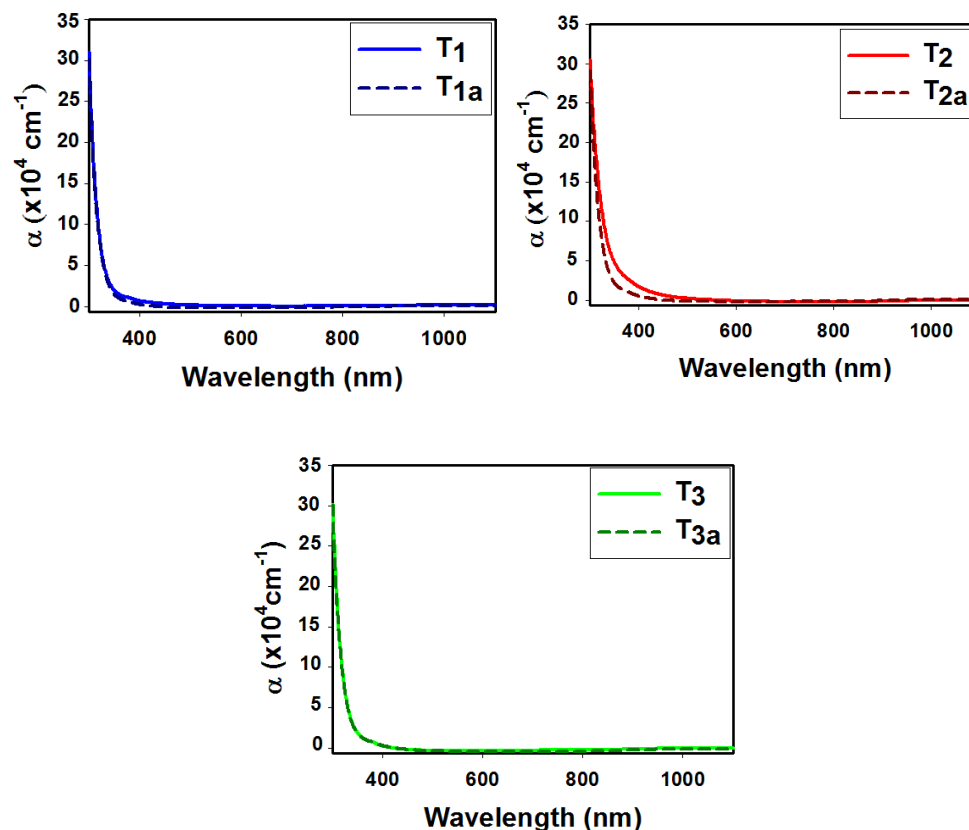
(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

طیف عبور و بازتاب نمونه ها قبل و بعد از بازپخت در شکل ۴-۱۵ آمده است. با انجام عملیات حرارتی طیف عبور در نمونه ها اندکی افزایش داشته، عبور در ناحیه مرئی (۵۵۰ nm) برای نمونه T1a، با ۳ درصد افزایش در حد ۸۵ درصد، نمونه T2a، با افزایش ۴ درصدی در حدود ۷۲ درصد و برای نمونه T3a با ۱ درصد افزایش، به ۷۸ درصد تغییر یافته است. افزایش میزان طیف عبور بعد از بازپخت در نمونه های T1a و T3a با افزایش ابعاد بلورک ها هماهنگی دارد، اما در نمونه T2a انتظار می رود بتوان افزایش طیف عبور را به ابعاد بلورک نسبت داد اما این هماهنگی وجود ندارد، این افزایش در طیف عبور را می توان به همواری سطح بعد از بازپخت نسبت داد. طیف بازتاب نمونه ها بعد از بازپخت دارای تغییرات اندکی در حدود ۱ درصد می باشد.



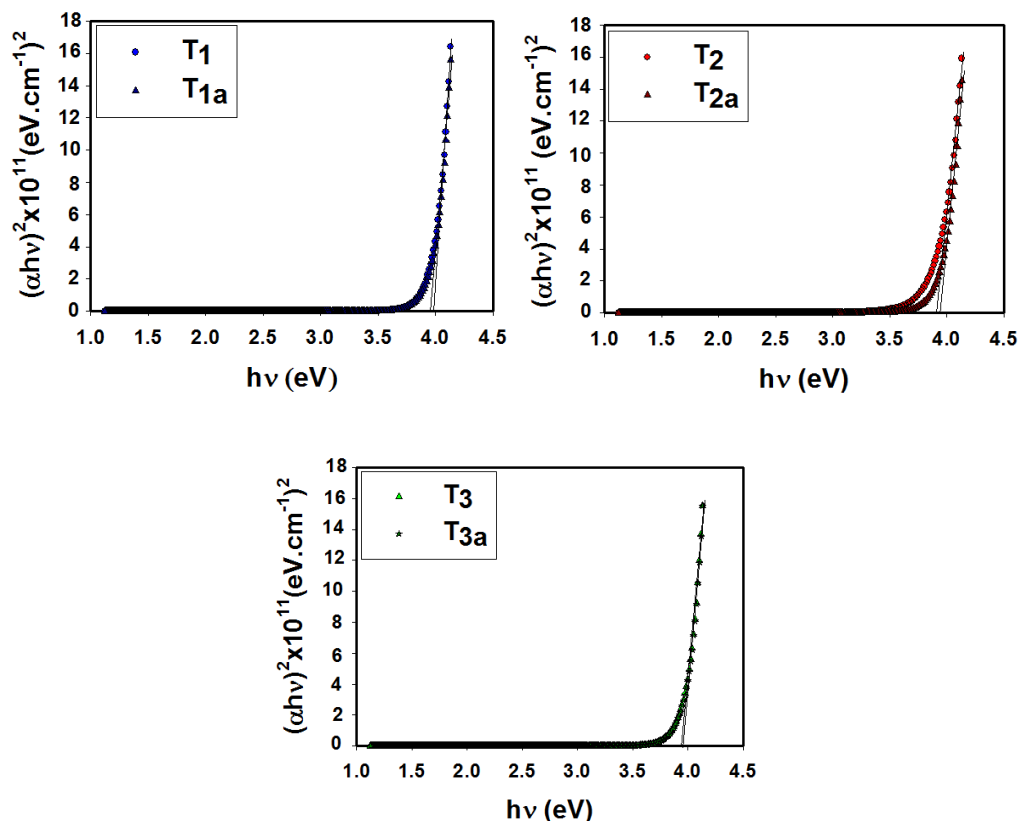
شکل ۴-۱۵: طیف های عبور و بازتاب نوری لایه های اکسید ایندیوم برای نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

با فرض ثابت باقی ماندن ضخامت لایه ها پس از بازپخت ضریب جذب نمونه ها (α) را با استفاده از رابطه ۲-۵ محاسبه کرده ایم، شکل ۴-۱۶ نتایج بیانگر این است که در نمونه های T1a و T3a ضریب جذب نسبت به قبل از بازپخت تغییری پیدا نکرده اما در نمونه T2a اندکی کاهش را نسبت به حالت قبل از بازپخت شاهد هستیم.



۴-۱۶: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت.

جهت تعیین گاف نواری مستقیم نمونه‌ها از معادله (۲-۶) استفاده کردیم. با تحلیل داده‌ها نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ و برون‌یابی مقادیر بدست آمده در ناحیه انرژی بالا با محور افقی گاف نواری اپتیکی لایه‌ها قابل محاسبه است. شکل ۴-۱۷ تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ برای نمونه‌ها قبل و بعد از بازپخت نشان می‌دهد. گاف نواری نمونه T1 مقدار ۳/۹۸ eV که در اثر بازپخت نمونه به ۳/۹۴ eV کاهش یافته، این کاهش را می‌توان به افزایش ابعاد بلورک در اثر بازپخت نسبت داد. در نمونه T2 گاف نواری ۳/۹۰ eV در حالی که در اثر عملیات حرارتی به ۳/۹۵ eV افزایش یافته، که این افزایش ناشی از کاهش ابعاد بلورک بعد از بازپخت می‌باشد. گاف نواری نمونه T3 مقدار ۳/۹۵ eV بدست آمد در حالی که در اثر بازپخت به ۳/۹۳ eV کاهش یافت. این کاهش با افزایش ابعاد بلورک‌ها در اثر بازپخت هماهنگی دارد.



شکل ۴-۱۷: تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ برای نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

(د) مطالعه خواص الکتریکی و ضریب بهینگی لایه ها

با استفاده از روش وندر پائو که در بخش (۲-۶-۱) بیان شد مقاومت الکتریکی نمونه ها را اندازه گیری کردیم. در جدول ۴-۸ خواص الکتریکی نمونه ها آمده است. مقاومت ویژه نمونه ها بعد از بازپخت روند کاهشی داشته به طوری که مقاومت ویژه نمونه T1 مقدار $118/4 \text{ } \Omega.\text{cm}$ و در اثر بازپخت نمونه، T1a به مقدار $44/18 \text{ } \Omega.\text{cm}$ کاهش یافته و نمونه T2 دارای مقاومت ویژه $24/17 \text{ } \Omega.\text{cm}$ در حالیکه تحت بازپخت نمونه، T2a، به مقدار $4/62 \text{ } \Omega.\text{cm}$ کاهش پیدا کرده، نمونه T3 مقاومت ویژه $\Omega.\text{cm}$ $33/9$ داشته و در اثر بازپخت $3/38 \text{ } \Omega.\text{cm}$ به دست آمد. نمونه T2a دارای بیشترین رسانندگی الکتریکی و خاصیت فلزگونی بوده، در حالی که نمونه T1a کمترین رسانندگی و خاصیت فلزگونی را به خود نسبت داده است.

جدول ۴-۸: مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه و رسانندگی الکتریکی نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

نمونه	T1	T1a	T2	T2a	T3	T3a
مقاومت ورقه ای $(R_{sh}) ((\Omega/\square) \times 10^{-5})$	۱۳/۰۲	۴/۸۶	۲/۴۷	۰/۴۶۲	۳/۵۵	۰/۸۳۸
مقاومت ویژه $(\rho) (\Omega.cm)$	۱۱۸/۴	۴۴/۱۸	۲۴/۷	۴/۶۲	۳۳/۹	۸/۳۸
رسانندگی $(\sigma) (\Omega.cm)^{-1}$	۰/۰۰۸۴	۰/۰۲۲۶	۰/۰۴۰۴	۰/۲۱۶۴	۰/۰۲۹۴	۰/۱۱۹۳

در جدول ۴-۹ ضریب بهینگی نمونه ها بعد از بازپخت آمده است (رابطه ۲-۱۵). ضریب بهینگی در نمونه T1 در اثر بازپخت از مقدار $10^{-7} \times 1/0.55$ به $10^{-7} \times 4/0.50$ افزایش یافت. نمونه T2 با انجام عملیات حرارتی از مقدار $10^{-7} \times 0.855$ به $10^{-7} \times 8/1.03$ افزایش پیدا کرد. در نمونه T3 این ضریب در اثر بازپخت از مقدار $2/347$ به $9/947$ افزایش داشته است. هر چند انتظار می رود نمونه T2 قبل و بعد از بازپخت که دارای کمترین مقاومت ورقه ای است بیشترین ضریب بهینگی را داشته باشد اما بدلیل داشتن کمترین طیف عبوری نسبت به دو نمونه دیگر ضریب بهینگی متوسط را به خود اختصاص داده و نمونه T3 قبل و بعد از بازپخت بیشترین ضریب بهینگی را با بیشترین طیف عبوری داراست.

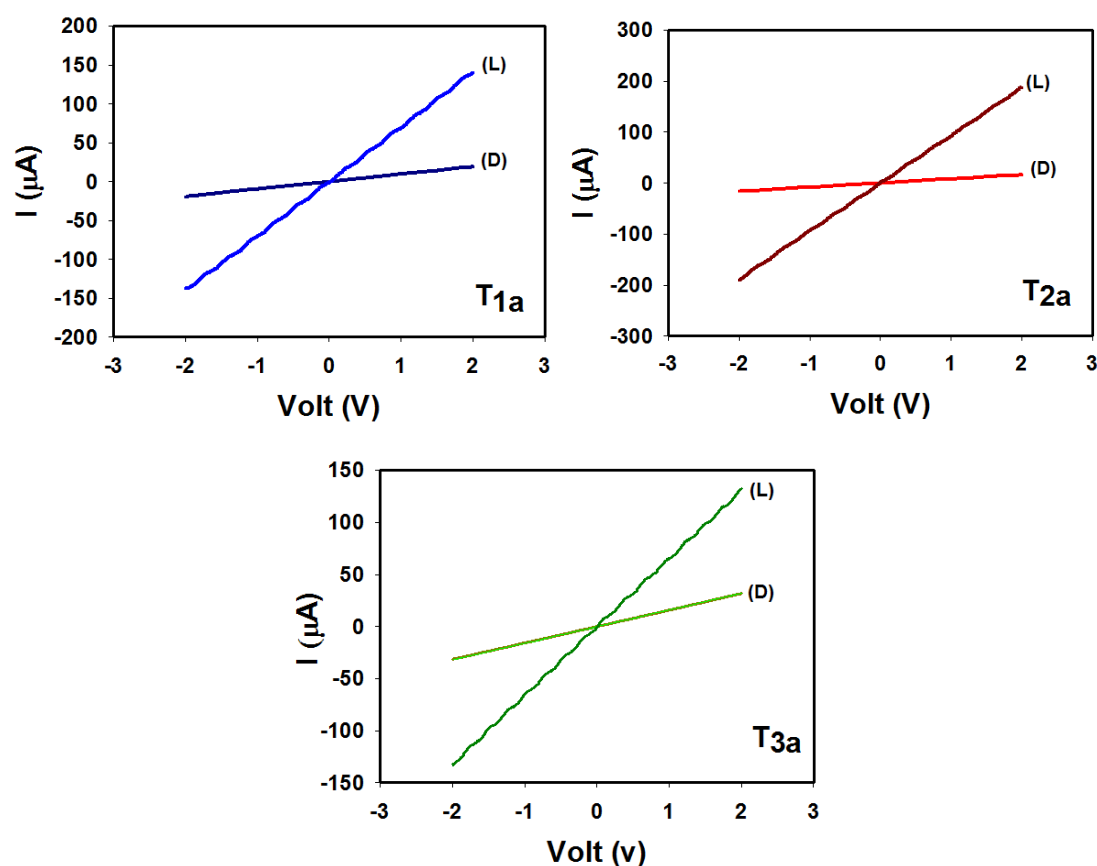
جدول ۴-۹: طیف عبور و ضریب بهینگی نمونه ها بعد از بازپخت.

نمونه	درصد طیف عبور در طول موج (۵۵۰ nm)	(ϕ_{TC}) ضریب بهینگی $(S \times 10^{-7})$
T1a	۸۵	۴/۰۵۰
T2a	۷۲	۸/۱۰۳
T3a	۷۸	۹/۹۴۷

(ه) مطالعه تحت نوردهی

جهت بررسی اثر نور بر مقاومت نمونه ها، ابتدا نمونه ها را در اندازه $1 \text{ cm} \times 2/5$ برش داده سپس بوسیله دستگاه تبخیر در خلا با پوشش دادن دو انتهای نمونه با آلومینیم یک مربعی به اندازه $1 \text{ cm} \times 1$ در وسط نمونه ایجاد میکنیم آنگاه به وسیله چسب نقره دو رشته سیم مسی بر قسمت پوشش داده

می چسبانیم بعد از خشک شدن چسب مقاومت نمونه ها را با استفاده از دستگاه الکتروانباشت، در تاریکی و تحت اثر نور لامپ جیوه مورد بررسی قرار دادیم. در شکل ۴-۱۸ نمودار جریان بر حسب ولتاژ نشان داده شده است. با اندازه گیری معکوس شیب این نمودارها مقاومت نمونه در شرایط متفاوت بدست می آید.



شکل ۴-۱۸: تغییرات جریان بر حسب ولتاژ در تاریکی (D) و در مجاورت پرتو فرابنفش (L).

نسبت مقاومت نمونه های بازپخت شده در مجاورت نور فرابنفش به مقاومت در تاریکی در جدول ۴-۱۰ آمده است. کمترین نسبت مربوط به نمونه T2a به مقدار $10^{-2} \times 9/22$ و بیشترین نسبت به نمونه T3a با مقدار $10^{-1} \times 23/10$ اختصاص یافته است.

جدول ۴-۱۰: نسبت مقاومت نمونه های بازپخت شده در مجاورت نور فرابنفش به تاریکی.

نمونه	$\frac{R_{aUV}}{R_{aDark}}$
T1a	$12/45 \times 10^{-2}$
T2a	$9/22 \times 10^{-2}$
T3a	$22/10 \times 10^{-2}$

۳-۴ : بررسی آهنگ لایه نشانی و بازپخت بر خواص فیزیکی لایه های نازک نانوساختار

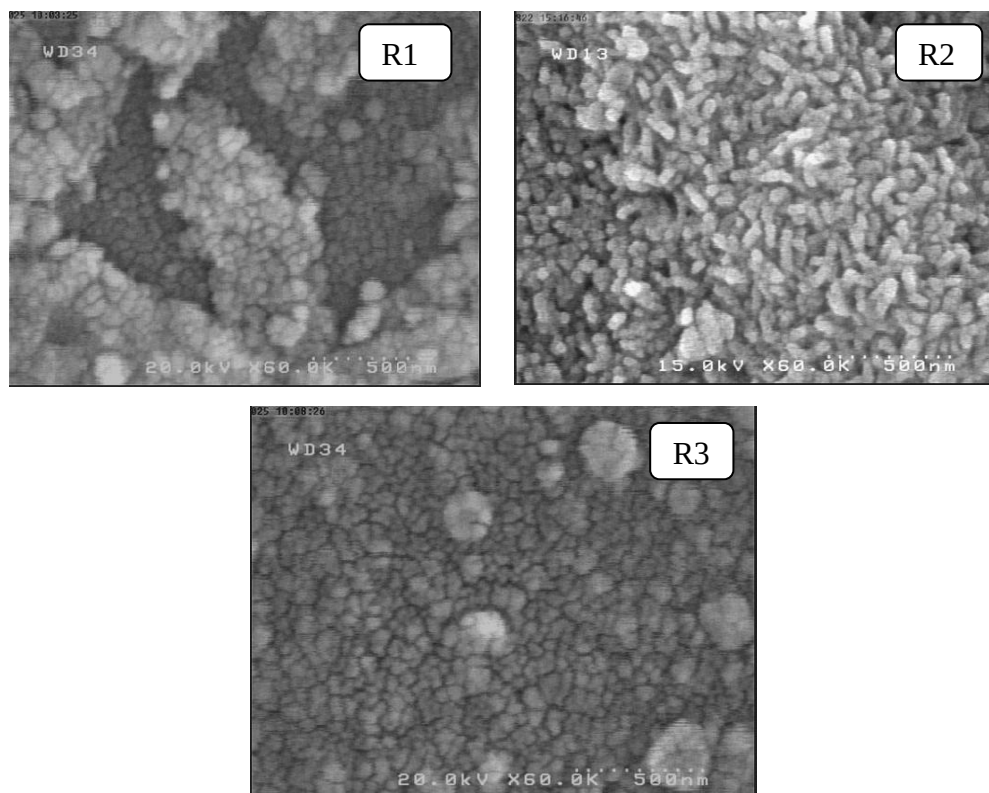
اکسید ایندیوم

۳-۴-۱ بررسی اثر آهنگ لایه نشانی بر خواص فیزیکی لایه های In_2O_3

لایه های نازک اکسید ایندیوم از محلول اولیه کلرید ایندیوم با غلظت ۰/۱ مولار برای نمونه های R، R2 و R3 به ترتیب با آهنگ های متفاوت ۱/۷ ml/min، ۳/۳ ml/min و ۴/۸ ml/min به روش اسپری پیرولیز بر روی زیرلایه شیشه در دمای 400°C لایه نشانی شدند. اندازه گیری ضخامت لایه ها نشانگر آن است که روند یکنواختی نداشته و بترتیب عبارتند از ۱۸۵، ۲۲۰ و ۱۷۵ nm. در ادامه به بررسی مورفولوژی سطح، خواص ساختاری، اپتیکی و الکتریکی لایه ها می پردازیم.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

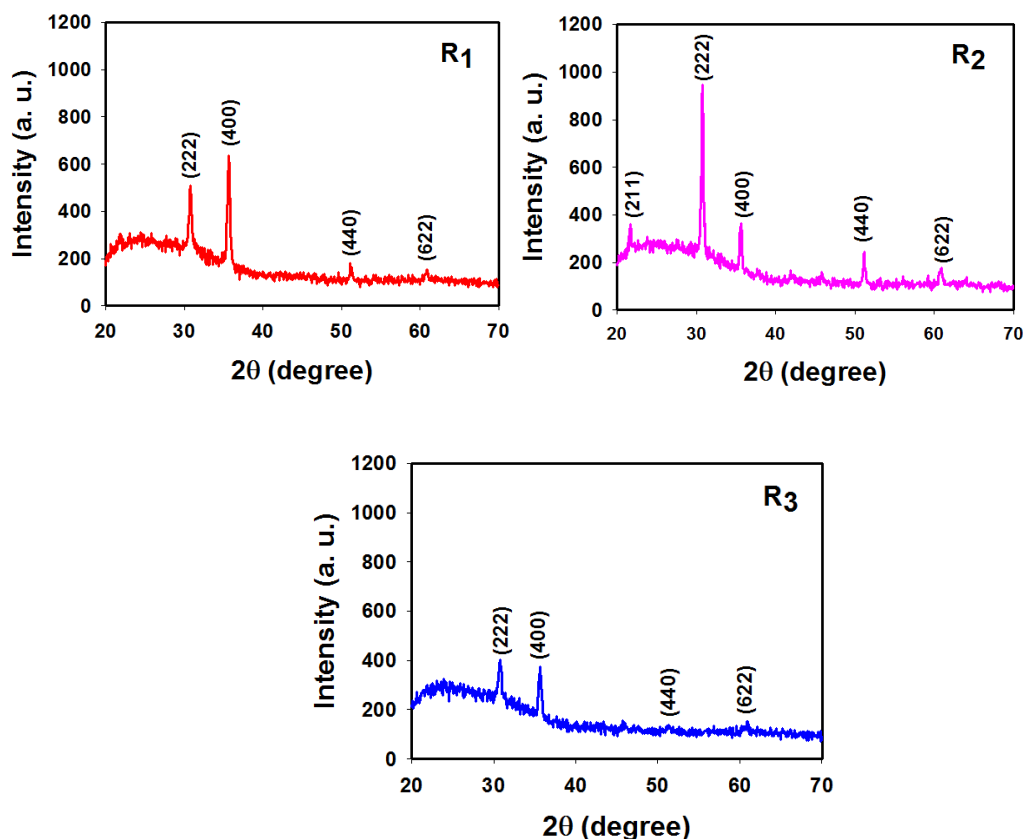
به منظور مطالعه مورفولوژی سطح نمونه ها از تصاویر FESEM استفاده شد. شکل ۴-۱۹ تصاویر بدست آمده از نمونه های R1، R2 و R3 را در مقیاس ۵۰۰ nm نشان می دهد. این تصاویر نشانگر سطوحی غیر یکنواخت با جلوه های تخلخلی متفاوت می باشد. نمونه R1 به صورت گلبول های انباشته برهم با ابعادی در حدود ۴۰ nm، نمونه R2 متشکل از میله هایی با قطر ۵۰ nm و یا کمتر و طولی در حدود ۱۰۰ تا ۲۰۰ nm، و نمونه R3 به صورت ذرات انباشته با ابعادی بین ۲۰ تا ۳۰ nm می باشد.



شکل ۴-۱۹: مورفولوژی سطح نمونه های R1، R2 و R3.

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه ها

شکل ۴-۲۰ اثر آهنگ اسپری بر خواص ساختاری لایه های اکسید ایندیوم را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود تمامی نمونه ها دارای ساختار بس بلوری بوده به طوری که در نمونه R1 قله ترجیحی در راستای صفحه (۴۰۰) قرار گرفته، در حالی که در نمونه R2 این قله به جهت گیری (۲۲۲) متمایل گردیده است، و در نمونه R3 مجدداً ضمن کاهش میزان بلورینگی قله ترجیحی آن در راستای (۴۰۰) واقع شده است. این نتایج نشانگر آن است که نمونه R2 از بیشترین خاصیت بلورینگی برخوردار است.

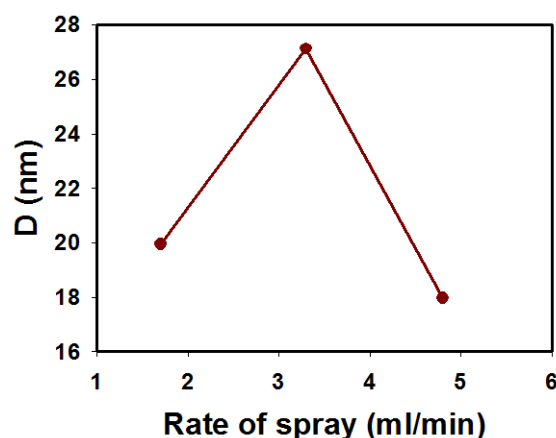


شکل ۴-۲۰: طیف XRD نمونه های با آهنگ لایه نشانی (R1) ۱/۷ ml/min، (R2) ۳/۳ ml/min و (R3) ۴/۸ ml/min.

با استفاده از رابطه شرر (۲-۲) می توان ابعاد بلورک ها را در این نمونه ها بدست آورد. نتیجه این محاسبات در جدول ۴-۱۱ آمده است. با توجه به این نتایج ملاحظه می شود که نمونه R₂ دارای بزرگترین ابعاد بلورکی (۲۷/۱۲ nm) و نمونه R₃ دارای کوچکترین ابعاد (۱۷/۹۷ nm) می باشد. شکل ۴-۲۱ تغییرات ابعاد بلورک ها را بر حسب تابعی از آهنگ اسپری نشان می دهد.

جدول ۴-۱۱: نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه های رشد یافته با آهنگ لایه نشانی متفاوت: R1، R2 و R3

نمونه	جهت ترجیحی	زاویه پراش (2θ)	تمام پهنا در نیمه بیشینه (β)، رادیان	ابعاد بلورک ها (nm)
R ₁	(۴۰۰)	۳۵/۶۴۷	۰/۰۰۷۳	۱۹/۹۴
R ₂	(۲۲۲)	۳۰/۷۵۱	۰/۰۰۵۳	۲۷/۱۲
R ₃	(۴۰۰)	۳۵/۶۲۸	۰/۰۰۸۱	۱۷/۹۷

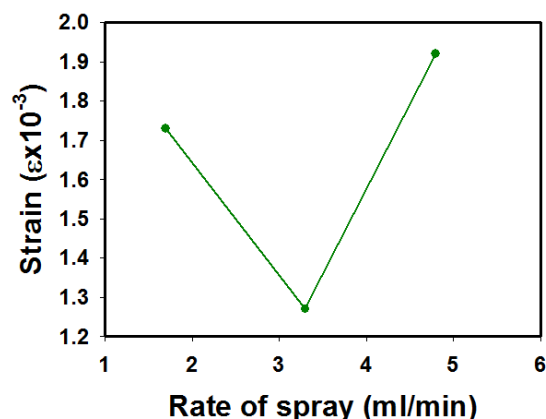


شکل ۴-۲۱: تغییرات ابعاد بلورک بر حسب آهنگ اسپری.

علاوه بر این با استفاده از اطلاعات حاصل از آنالیز طیف های XRD کمیت های دیگر نظیر فاصله بین صفحات، میزان کرنش و چگالی دررفتگی ها (به ترتیب معادلات ۱-۲، ۲-۴ و ۳-۲) قابل محاسبه است. نتایج حاصل در جدول ۴-۱۲ و شکل ۴-۲۲ تغییرات آهنگ اسپری بر حسب کرنش را نشان می دهد. چنانچه پیداست نمونه R2 دارای کمترین کرنش می باشد. همان گونه که انتظار می رود تفاوت ضخامت، در مورفولوژی سطح و همچنین ساختار لایه ها از مهمترین عوامل در تغییر رفتار خواص اپتیکی و الکتریکی لایه ها است که در ادامه به آن می پردازیم. نمونه R2 دارای کمترین مقدار چگالی دررفتگی و کرنش و همچنین بیشترین ابعاد بلورک بوده و نمونه R3 بیشترین چگالی دررفتگی و کرنش را داشته و دارای کمترین ابعاد بلورک می باشد. در شکل ۴-۴ کرنش بر حسب آهنگ اسپری آمده است.

جدول ۴-۱۲: چگالی دررفتگی و کرنش نمونه ها در آهنگ های متفاوت.

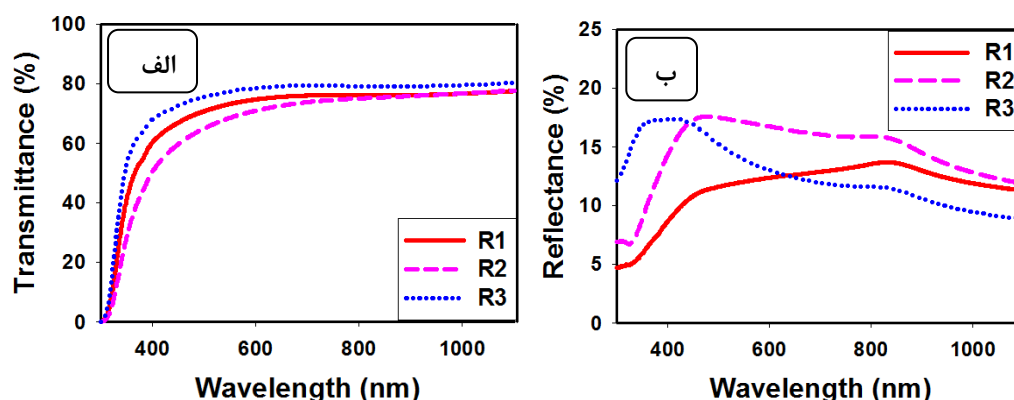
نمونه	فاصله بین صفحات بلوری $d_{hkl}(nm)$	چگالی دررفتگی $(\delta) (\times 10^{-5} A^{-2})$	کرنش $(\epsilon) (\times 10^{-3})$
R1	۰/۲۵	۲/۵۱	۱/۷۳
R2	۰/۲۹	۱/۳۵	۱/۲۷
R3	۰/۲۵	۳/۰۹	۱/۹۲



شکل ۴-۲۲: تغییرات کرنش بر حسب آهنگ اسپری.

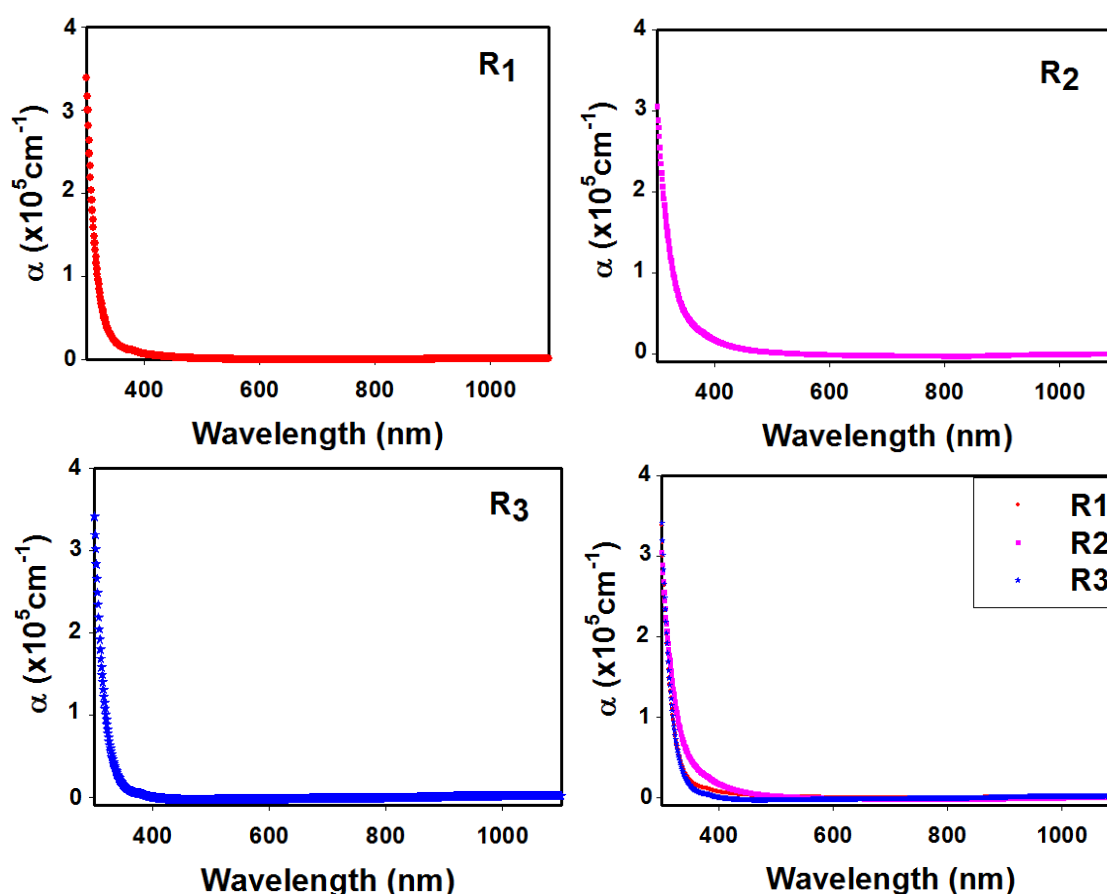
(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

با استفاده از دستگاه طیف سنج نوری، طیف عبوری و بازتابی نمونه ها بدست آمد (شکل ۴-۲۳) آمده است. همان گونه که مشاهده می شود با افزایش آهنگ لایه نشانی طیف عبوری به طور نامنظم افزایش یافته بطوریکه عبور در ناحیه نور مرئی (550 nm) برای نمونه R1، ۷۳ درصد در حالی که در نمونه R2، ۶۸ درصد و نمونه R3 به ۷۷ درصد افزایش یافته است. علت این افزایش را می توان به ضخامت لایه ها (به ترتیب ۱۸۵، ۲۲۰ و 175 nm) نسبت داد. نمونه R2 با بیشترین ضخامت دارای کمترین عبور و نمونه R3 با کمترین ضخامت دارای بیشترین طیف عبور می باشد. طیف بازتاب در ناحیه مرئی (550 nm) برای نمونه R1، ۱۲ درصد و در نمونه R2 به ۱۷ درصد افزایش یافته و با افزایش مجدد آهنگ اسپری در نمونه R3 به ۱۴ درصد کاهش یافته است.



شکل ۴-۲۳: (الف) طیف عبور و (ب) طیف بازتاب اپتیکی اکسید ایندیوم در آهنگ لایه نشانی مختلف.

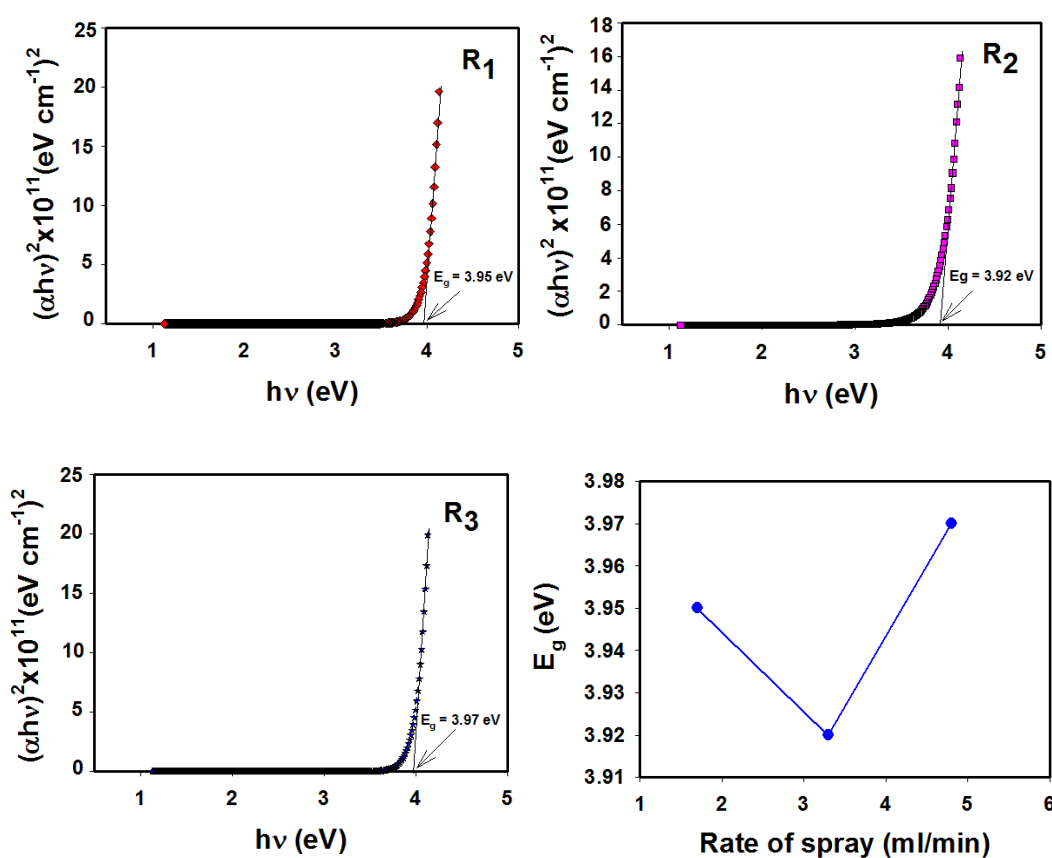
با استفاده از ضخامت لایه ها و رابطه ۲-۵ ضریب جذب (α) نمونه ها قابل محاسبه است. شکل ۴-۲۴ تغییرات (α) بر حسب طول موج را برای هر کدام از نمونه ها به طور جداگانه و نیز مجموعه هر سه نمونه را به صورت یکی به منظور مقایسه با یکدیگر نشان می دهد. می توان دریافت ابتدا با افزایش آهنگ اسپری به R2 ضریب جذب اندکی افزایش یافته با افزایش مجدد آهنگ اسپری به R3 ضریب جذب روند کاهشی پیدا کرده است. ضریب جذب (α) نمونه ها از مرتبه $10^5 (\text{cm}^{-1})$ می باشد.



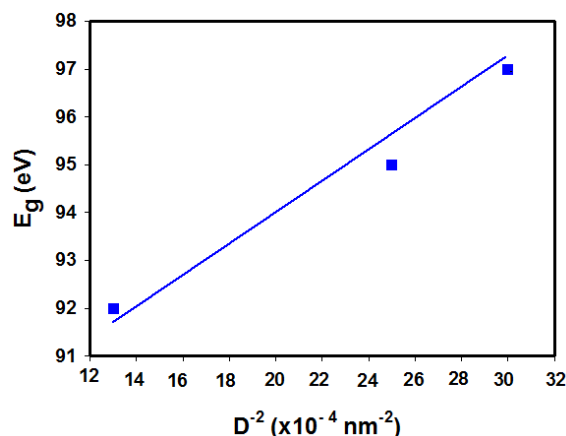
شکل ۴-۲۴: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه ها با آهنگ اسپری متفاوت.

به منظور تعیین گاف نواری مستقیم نمونه ها از معادله (۲-۶) استفاده کرده ایم. این کمیت با تحلیل داده ها در نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $(h\nu)$ و برونیابی داده ها در ناحیه انرژی بالا با محور افقی قابل محاسبه است. نتایج حاصل در تصاویر به طور جداگانه و نیز E_g در شکل ۴-۲۵ آمده است. نکته جالب آن که گاف نواری لایه ها در مورد هر نمونه با ابعاد بلورکها سازگاری دارد. بدین معنا که نمونه

R3 با بیشترین گاف نواری (۳/۹۷eV) از کمترین ابعاد بلورکی و نمونه R2 با کمترین گاف نواری (۳/۹۲eV) دارای بزرگترین ابعاد بلورکی است. این تغییرات نشان از وقوع رخداد پدیده محدودیت کوانتومی در این نمونه ها باشد. به منظور تایید این پدیده چنانچه از معادله ۲-۸ انتظار می رود تغییرات گاف نواری بر حسب عکس مجذور ابعاد بلورک ها بایستی در یک نمودار خطی صدق کنند. شکل ۴-۲۶ این حقیقت را به خوبی نشان می دهد.



شکل ۴-۲۵: تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ و تغییرات E_g بر حسب آهنگ اسپری.



شکل ۴-۲۶: تغییرات گاف نواری بر حسب معکوس مربع ابعاد بلورک.

(د) مطالعه خواص الکتریکی لایه ها

با استفاده از روش وندر پائو که در بخش ۲-۶-۱ بیان شد مقاومت ورقه ای برای نمونه ها اندازه گیری شد که نتایج آن در جدول ۴-۱۳ آمده است. چنانچه پیداست کمترین مقاومت ورقه ای مربوط به نمونه R2 در حدود $2/47 \Omega \cdot \text{cm}$ که بیشترین رسانندگی و بازتاب را داراست و نمونه R3 دارای بیشترین مقاومت ورقه ای و کمترین رسانندگی می باشد.

جدول ۴-۱۳: مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه و رسانندگی الکتریکی نمونه ها.

نمونه	مقاومت ورقه ای (R_{sh}) ($(\Omega/\square) \times 10^5$)	مقاومت ویژه (ρ) ($\Omega \cdot \text{cm}$)	رسانندگی (σ) ($(\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$)
R1	۵/۳۳	۴۴/۸۲	۰/۰۲۲۳
R2	۲/۴۷	۲۴/۷۰	۰/۰۴۰۴
R3	۱۱/۲۹	۸۹/۸۰	۰/۰۱۱۱

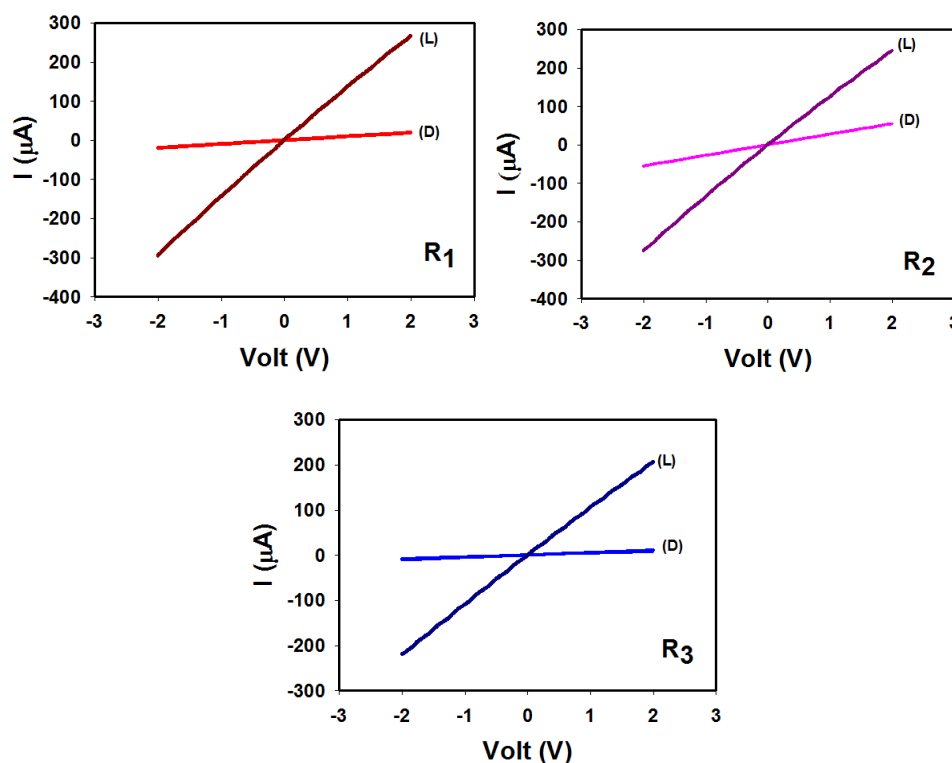
همان طور که انتظار می رود بیشترین ضریب بهینگی مربوط به نمونه R2 با کمترین مقدار مقاومت ویژه است، در حالی که کمترین ضریب بهینگی به نمونه R3 اختصاص یافته است. در جدول ۴-۱۴ ضریب بهینگی آمده است.

جدول ۴-۱۴ : در صد عبور و ضریب بهینگی نمونه ها.

نمونه	درصد طیف عبور در طول موج (۵۵۰ nm)	ضریب بهینگی (ϕ_{TC}) ($S \times 10^{-7}$)
R1	۷۳	۰/۸۰۶
R2	۶۸	۰/۸۵۵
R3	۷۷	۰/۶۴۸

(ه) مطالعه تحت نوردهی

جهت بررسی اثر روشنایی بر مقاومت نمونه ها، ابتدا نمونه ها را در اندازه $1 \times 2/5$ cm برش داده سپس بوسیله دستگاه تبخیر در خلا با پوشش دادن دو طرف نمونه با فلز آلومینیم مربعی به اندازه ۱ cm در وسط نمونه ایجاد کرده و مشخصه I-V لایه ها را در شرایط تاریکی (D) و تحت اثر نور لامپ جیوه (L) مورد بررسی قرار دادیم. شکل ۹-۲۷ نمودار جریان بر حسب ولتاژ را نشان داده است. با اندازه گیری معکوس شیب این نمودارها مقاومت نمونه در شرایط متفاوت به دست می آید.



شکل ۴-۲۷ : تغییرات جریان بر حسب ولتاژ در تاریکی (D) و در مجاورت تابش نور لامپ جیوه (L).

نسبت مقاومت نمونه ها در مجاورت نور فرابنفش به مقاومت در تاریکی در جدول ۴-۱۵ آمده است. کمترین نسبت مربوط به نمونه R3 به مقدار $3/32 \times 10^{-2}$ و بیشترین نسبت به نمونه R2 با مقدار $2/12 \times 10^{-1}$ اختصاص یافته است. این تغییرات ناشی از افزایش تراکم حامل های الکتریکی برانگیخته شده در نمونه (در بخش ۲-۴-۴ اشاره شده) می باشد.

جدول ۴-۱۵ : نسبت مقاومت نمونه ها در معرض نور فرابنفش و در تاریکی.

نمونه	$\frac{R_{UV}}{R_{Dark}}$
R1	$6/62 \times 10^{-2}$
R2	$21/25 \times 10^{-2}$
R3	$3/32 \times 10^{-2}$

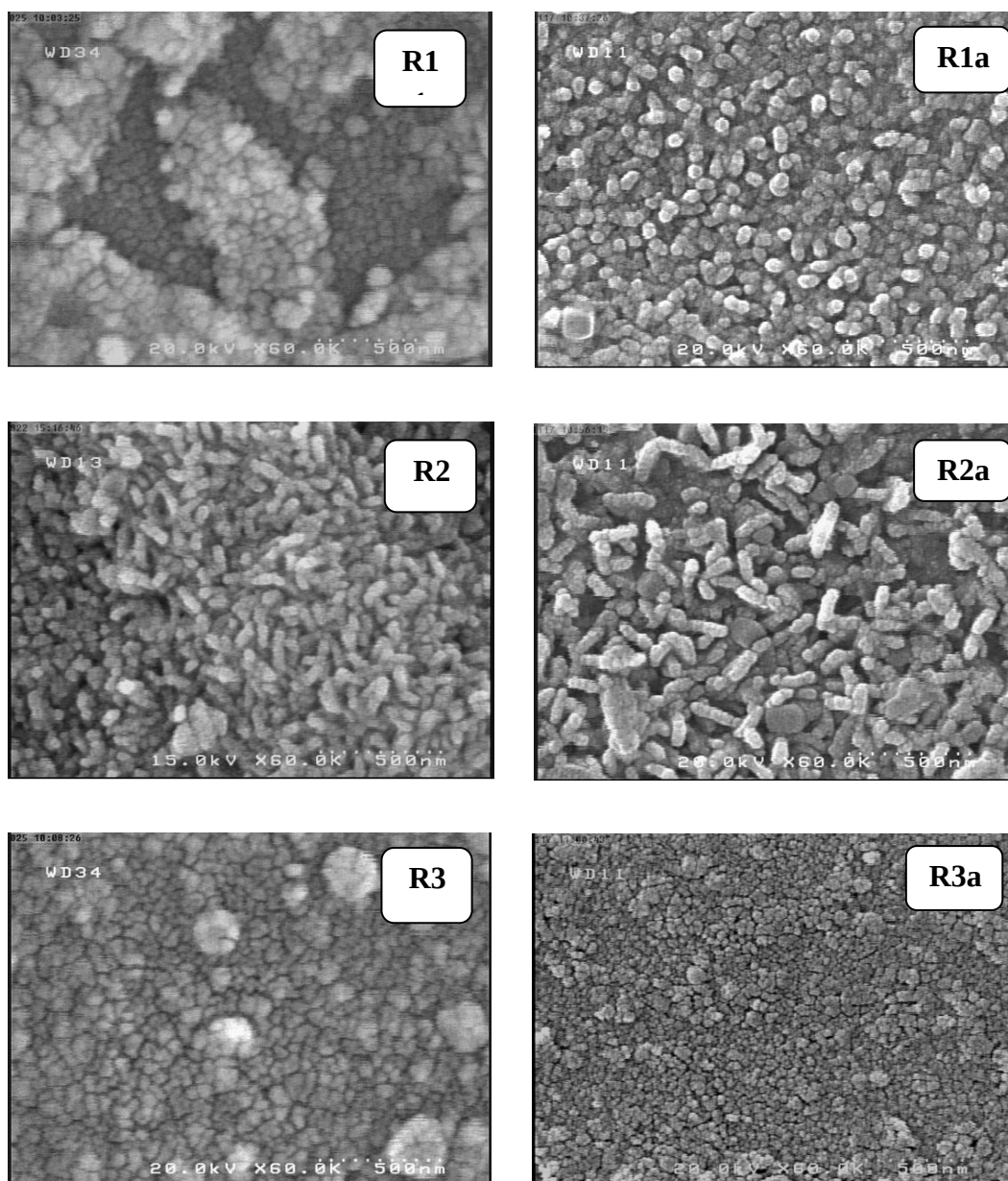
۲-۳-۴ : مطالعه تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه های In_2O_3

به منظور بررسی اثر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه های نازک اکسید ایندیوم رشد یافته در آهنگ- های اسپری متفاوت ۱/۷، ۳/۳ و ۴/۸ ml/min (نمونه های بخش ۴-۳-۱) در دمای $500^{\circ}C$ در شرایط هوا به مدت ۱ ساعت بازپخت شدند، که بترتیب با اسامی R1a، R2a و R3a نامگذاری کرده ایم. در ادامه به بررسی نتایج مورفولوژی سطح، خواص ساختاری، اپتیکی و الکتریکی نمونه ها می پردازیم.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

شکل ۴-۲۸ مورفولوژی سطح نمونه های R1a، R2a و R3a را نشان می دهد. در نمونه R1 که در ابتدا ذرات به صورت گلبول های انباشته برهم قرار گرفته بودند، بر اثر بازپخت به صورت یکدست با اندازه ی در حدود ۵۰ nm سطح نمونه را پوشش داده اند. نمونه R2 که به صورت میله هایی برجسته با قطر ۵۰ nm و یا کمتر و طول در حدود ۱۰۰ تا ۲۰۰ nm تشکیل شده بودند در اثر بازپخت از قطر-

هایی قدری بیشتر برخوردار شده اند. سرانجام نمونه R3 متشکل از ذرات انباشته با اندازه ۵۰ تا ۷۰ بر اثر بازپخت نمونه، R3a، اندازه ذرات به ۳۰ nm به طور یکنواخت کاهش یافته است.

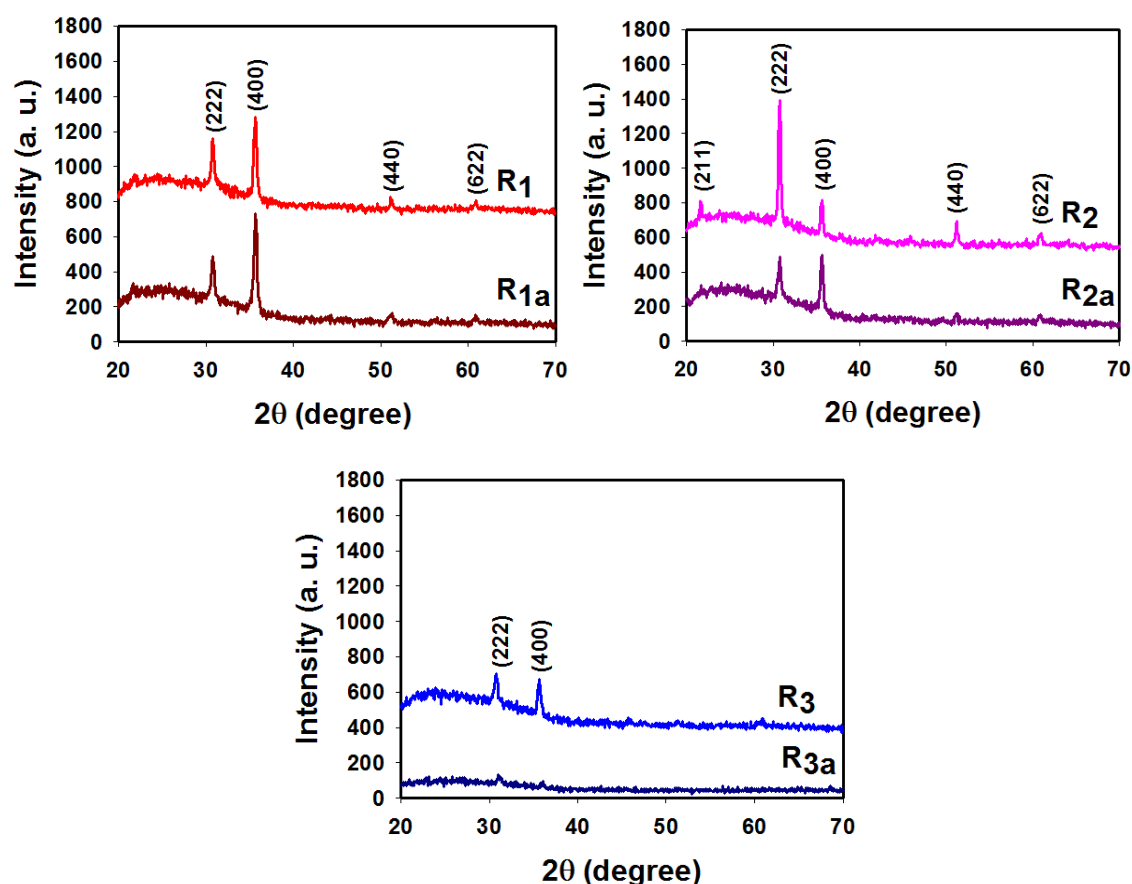


شکل ۴-۲۸: مورفولوژی سطح نمونه ها قبل از بازپخت (R1، R2 و R3) و بعد از بازپخت (R1a، R2a و R3a).

(ب) مطالعه خواص ساختاری لایه ها

شکل ۴-۲۹ ساختار بلوری این نمونه ها را قبل و بعد از بازپخت نشان می دهد. نمونه R1 پس از بازپخت از شدت قله ترجیحی در راستای (۴۰۰) قوی تری برخوردار شده است. در حالی که در نمونه ی

R2 جهت ترجیحی از امتداد (۲۲۲) به جهتگیری (۴۰۰) تغییر سمت داده و از شدت قله ها در راستای دیگر صفحات نیز کاسته شده است. در نمونه ی R3 قله هایی موجود در جهت های (۲۲۲) و (۴۰۰) به شدت تضعیف شده است. اطلاعات ساختاری مربوط به این نمونه ها در جدول ۴-۱۶ آمده است.



شکل ۴-۲۹: طیف نمونه ها قبل از بازپخت (R1، R2 و R3) و بعد از بازپخت (R1a، R2a و R3a) در هوا در دمای ۵۰۰ درجه.

جدول ۴-۱۶: نتایج حاصل از آنالیز XRD برای نمونه های بازپخت شده در دمای ۵۰۰ درجه.

نمونه	جهت ترجیحی	زاویه پراش (۲θ)	تمام پهنا در نیمه بیشینه (β)، رادیان	ابعاد بلورک ها D(nm)
R1a	(۴۰۰)	۳۵/۶۶۲	۰/۰۰۷۰	۲۰/۸۲
R2a	(۴۰۰)	۳۵/۶۲۱	۰/۰۰۶۵	۲۲/۳۹
R3a	-	-	-	-

با استفاده از این داده ها و به کارگیری آنها در رابطه شرر (رابطه ۲-۲) می توان ابعاد بلورک ها را در این شرایط بدست آورد (ستون پنجم در جدول ۴-۱۷). با توجه به این نتایج ملاحظه می شود، نمونه R1a دارای ابعاد بلورکی (۲۰/۸۲ nm) که نسبت به نمونه قبل از بازپخت (۱۹/۹۴ nm) مقداری افزایش در ابعاد بلورک مشاهده شده، نمونه R2a دارای ابعاد (۲۲/۳۹ nm) می باشد، که مقداری کاهش را نسبت به نمونه قبل از بازپخت (۲۷/۱۲ nm) نشان می دهد، در این نمونه کاهش مشاهده شده در ابعاد بلورک بعد از بازپخت را می توان به تغییر در قله ترجیحی نسبت داد. در نمونه R3a بدلیل کاهش بسیار زیاد شدت قله ترجیحی، ابعاد دانه قابل محاسبه نمی باشد.

علاوه بر این با استفاده از اطلاعات حاصل از آنالیز طیف های XRD کمیت های دیگری نظیر فاصله بین صفحات، میزان کرنش و چگالی دررفتگی ها (به ترتیب معادلات ۱-۲، ۲-۴ و ۳-۲) قابل محاسبه است. نتایج حاصل در جدول ۴-۱۷ آمده است.

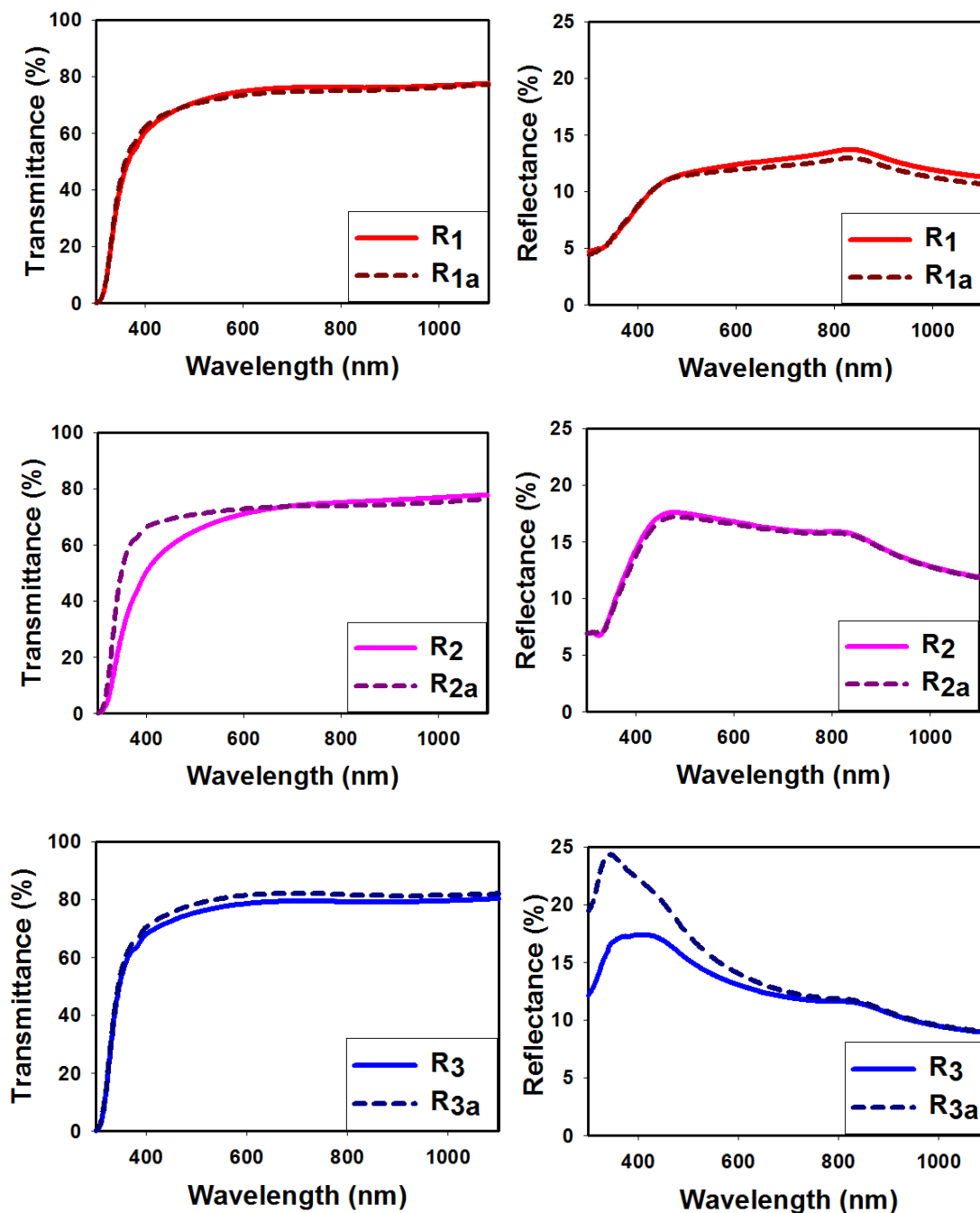
جدول ۴-۱۷: چگالی دررفتگی و کرنش نمونه های بازپخت شده در هوا در راستای جهت ترجیحی.

نمونه	فاصله بین صفحات بلوری (d_{hkl}) (nm)	چگالی در رفتگی (δ) ($\times 10^{-5} A^{-3}$)	کرنش (ϵ) ($\times 10^{-3}$)
R1a	۰/۲۵	۲/۳۰	۱/۶۶
R2a	۰/۲۵	۱/۹۹	۱/۵۴
R3a	-	-	-

(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

شکل ۴-۳۰ طیف عبور و بازتابی نمونه ها قبل و بعد از بازپخت را نشان می دهد. با انجام عملیات حرارتی طیف عبور در نمونه ها اندکی افزایش داشته، عبور در ناحیه مرئی (۵۵۰ nm) برای نمونه R1a، با ۱ درصد کاهش در حد ۷۲ درصد، نمونه R2a، با افزایش ۴ درصدی در حدود ۷۲ درصد و نمونه R3a با ۳ درصد افزایش، به ۸۰ درصد تغییر یافته است. در حالی که طیف بازتاب نمونه های R1a

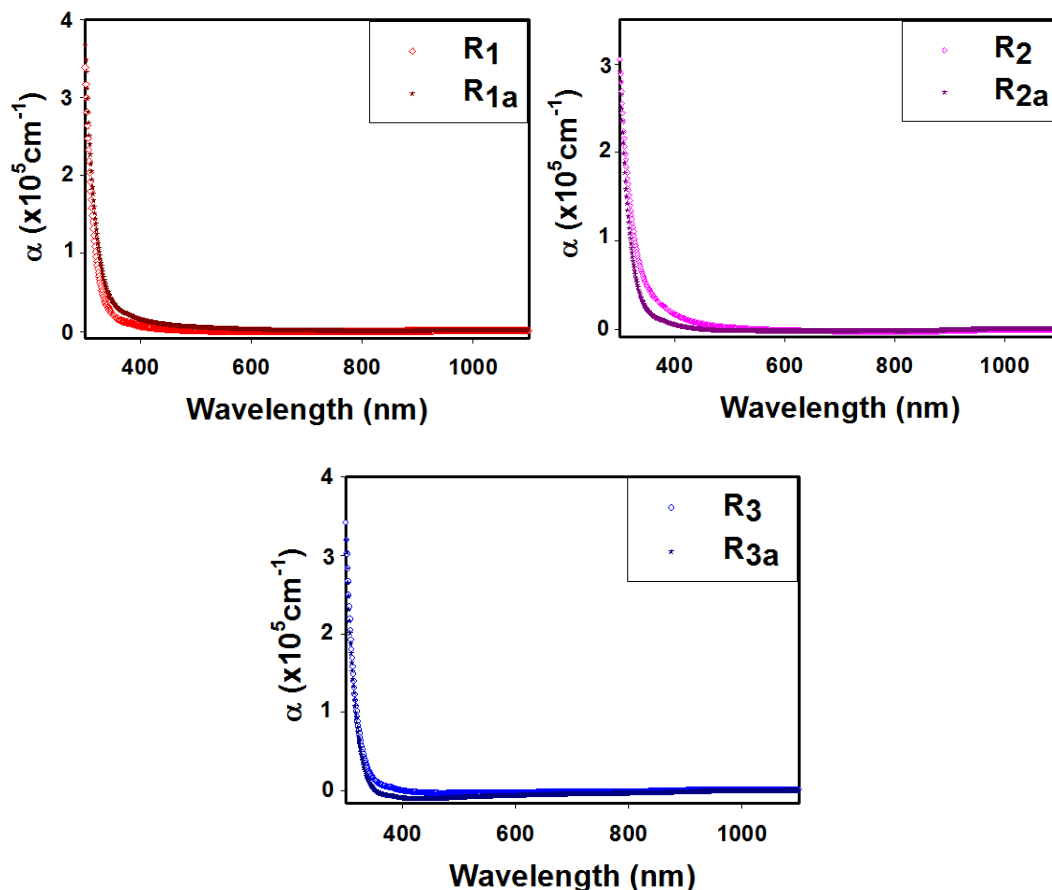
و R2a هر دو با ۱ درصد کاهش به ترتیب ۱۱ و ۱۶ درصد و نمونه R3a با ۲ درصد افزایش به ۱۵ درصد تغییر کرده است.



شکل ۴-۳: طیف عبور و بازتاب نمونه ها قبل و بعد از بازیخت.

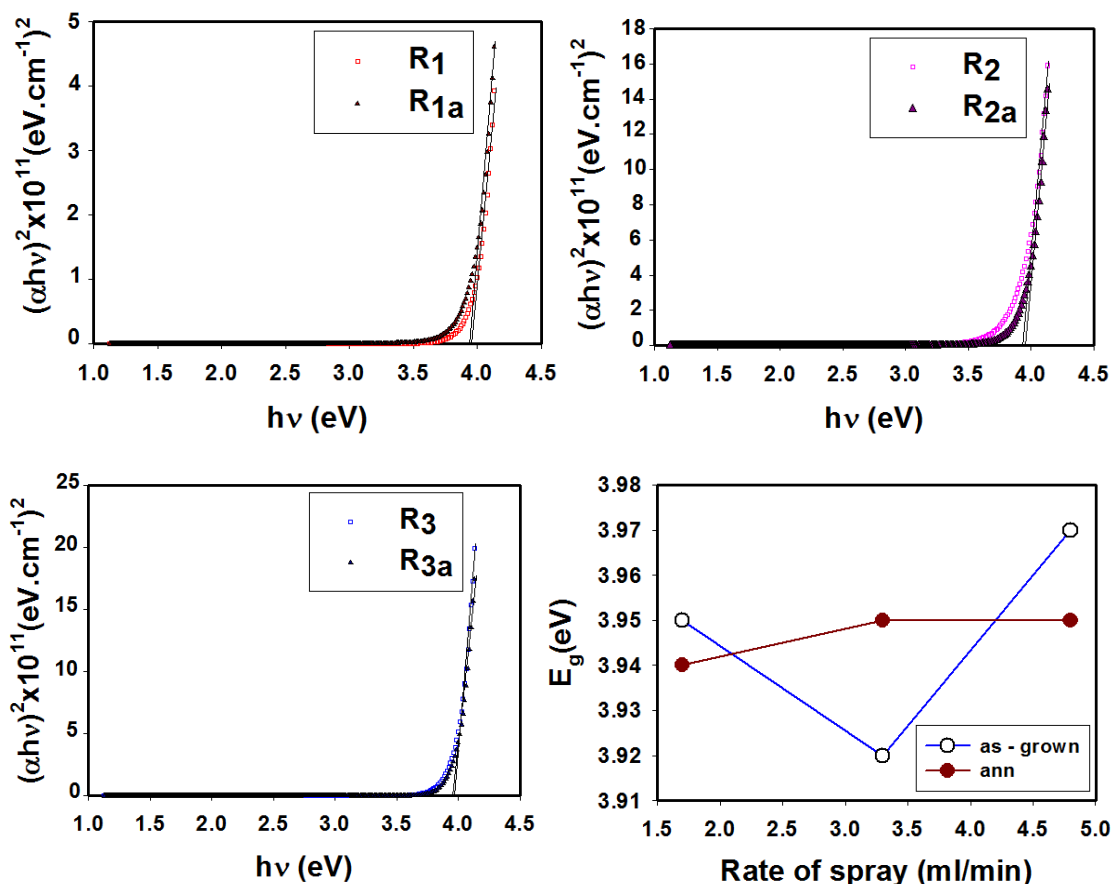
با فرض تغییر نکردن ضخامت لایه ها پس از بازیخت ضریب جذب (α) از رابطه ۲-۵ محاسبه شدند که در شکل ۴-۳۱ نشان داده شده است. این نتایج بیانگر این است که در نمونه های R2a و

R3a ضریب جذب نسبت به نمونه قبل از بازپخت مقداری کاهش داشته اما ضریب جذب نمونه های R1a نسبت به قبل از بازپخت مقداری افزایش را نشان می دهد.



شکل ۴-۳۱: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

برای تعیین گاف نواری مستقیم نمونه ها از معادله ۲-۶ و تحلیل داده ها در نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $(h\nu)$ و برونیابی مقادیر بدست آمده در ناحیه انرژی بالا با محور افقی استفاده کرده ایم. نتایج حاصل در شکل ۴-۳۲ آمده است. گاف نواری نمونه های R1a و R3a تحت عمل بازپخت ۳/۹۴ eV و ۳/۹۵ eV بدست آمد که نسبت به نمونه قبل از بازپخت به ترتیب ۰/۰۱ eV و ۰/۰۲ eV کاهش داشته، در حالیکه برای نمونه R2a گاف نواری ۳/۹۵ eV محاسبه شد که در مقایسه با نمونه قبل از بازپخت ۰/۰۳ افزایش داشته است. این نتایج به خوبی با تغییرات ابعاد بلورکها سازگاری دارد.



شکل ۴-۳۲: تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$ و گاف نواری بر حسب آهنگ اسپری برای نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

(د) مطالعه خواص الکتریکی لایه ها

با استفاده از روش وندر پائو که در بخش ۲-۶-۱ بیان شد مقاومت الکتریکی نمونه ها اندازه گیری شد (جدول ۴-۱۸). مقاومت ویژه نمونه R1 مقدار $44/82 \text{ } \Omega.\text{cm}$ و در اثر بازپخت نمونه، R1a، به مقدار $10/34 \text{ } \Omega.\text{cm}$ کاهش یافته و نمونه R2 دارای مقاومت ویژه $24/70 \text{ } \Omega.\text{cm}$ در حالی که تحت بازپخت نمونه، R2a، به مقدار $4/62 \text{ } \Omega.\text{cm}$ کاهش پیدا کرده، نمونه R3 مقاومت ویژه $89/80 \text{ } \Omega.\text{cm}$ داشته و در اثر بازپخت مقدار مقاومت ویژه $44/70 \text{ } \Omega.\text{cm}$ به دست آمد. نمونه R2a دارای بیشترین رسانندگی بوده، در حالی که نمونه R3a کمترین رسانندگی را به خود نسبت داده است.

جدول ۴-۱۸ : مقاومت ورقه ای، مقاومت ویژه و رسانندگی الکتریکی نمونه ها قبل و بعد از بازپخت.

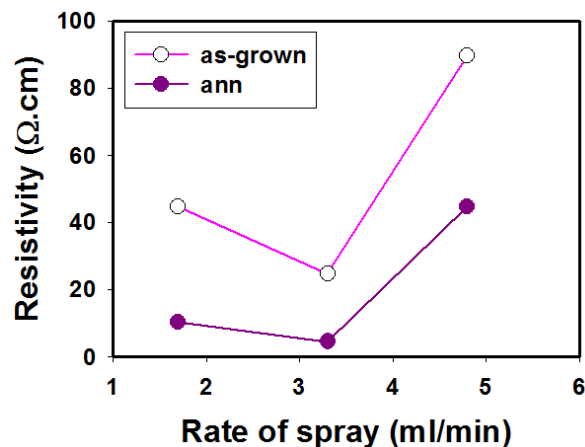
نمونه	R1	R1a	R2	R2a	R3	R3a
$(\Omega/\square) \times 10^{-5}$ (R_{sh}) مقاومت ورقه ای	۵/۳۳	۱/۲۳	۲/۴۷	۰/۴۶۲	۱۱/۲۹	۵/۶۲
$(\Omega.cm)$ (ρ) مقاومت ویژه	۴۴/۸۲	۱۰/۳۴	۲۴/۷۰	۴/۶۲	۸۹/۸۰	۴۴/۷۰
$(\Omega.cm)^{-1}$ (σ) رسانندگی	۰/۰۲۲۳	۰/۰۹۶۷	۰/۰۴۰۴	۰/۲۱۶۴	۰/۰۱۱۱	۰/۰۲۲۳

در جدول ۴-۱۹ ضریب بهینگی نمونه ها آمده است. ضریب بهینگی در نمونه R1 در اثر بازپخت از مقدار $10^{-7} \times 0.806$ به $10^{-7} \times 0.967$ کاهش یافت. نمونه R2 با انجام عملیات حرارتی از مقدار $10^{-7} \times 0.855$ به $10^{-7} \times 0.813$ افزایش پیدا کرد. در نمونه R3 این ضریب در اثر بازپخت از مقدار $10^{-7} \times 0.648$ به $10^{-7} \times 0.910$ افزایش داشته است، که این تغییرات ناشی از کاهش مقاومت ورقه ای تحت اثر بازپخت می باشد.

جدول ۴-۱۹ : در صد عبور و ضریب بهینگی نمونه ها.

نمونه	درصد طیف عبور در طول موج (۵۵۰ nm)	ضریب بهینگی (ϕ_{TC}) ($S \times 10^{-7}$)
R1a	۷۲	۳/۰۴۳
R2a	۷۲	۸/۱۰۳
R3a	۸۰	۱/۹۱۰

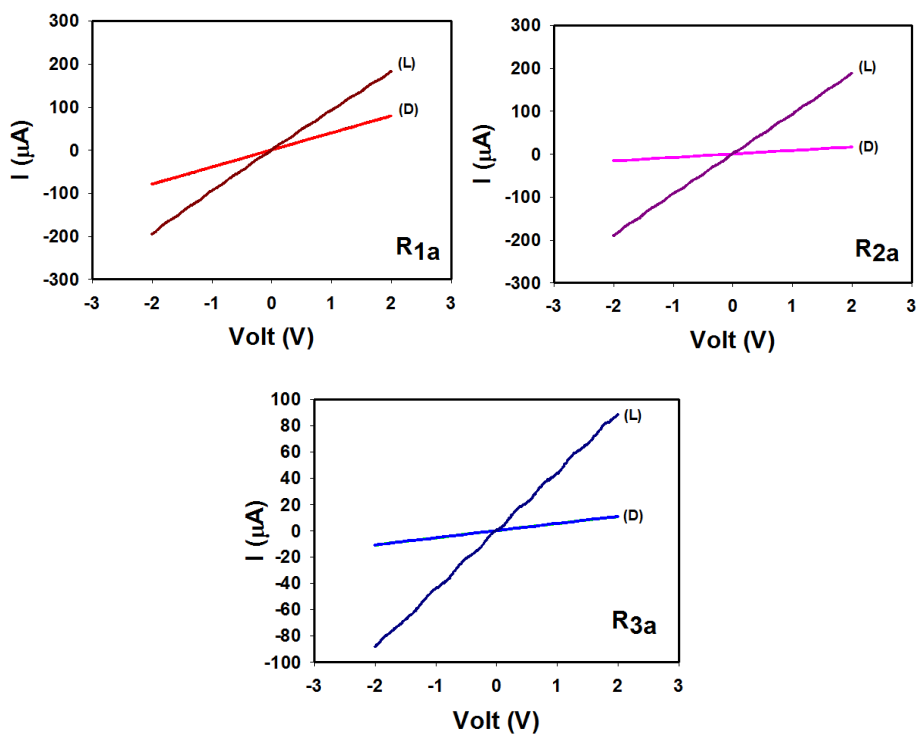
شکل ۴-۳۳ مقاومت ویژه نمونه ها قبل و بعد از بازپخت را بر حسب آهنگ اسپری نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود کمترین مقاومت ویژه مربوط به نمونه با آهنگ ۳/۳ ml/min می باشد که دارای بیشترین رسانندگی و خاصیت فلزگونی می باشد. این تغییرات می تواند متأثر از موقعیت انرژی فعال سازی و تراکم حالت های وابسته به ناکاملی های بلوری در نمونه می باشد.



شکل ۴-۳۳: آهنگ اسپری بر حسب مقاومت ویژه نمونه ها.

(ه) مطالعه تحت نوردهی

جهت بررسی اثر نور و تاریکی بر مقاومت نمونه ها، مشابه روش مطرح شده در بخش ۴-۲-۱ تغییرات I-V در شرایط تاریکی و نورتایی توسط لامپ جیوه اندازه گیری شد. نتایج این اندازه گیری در شکل ۴-۳۴ نشان داده شده است. با اندازه گیری معکوس شیب این نمودارها مقاومت نمونه در شرایط متفاوت بدست می آید.



شکل ۴-۳۴: تغییرات جریان بر حسب ولتاژ در تاریکی (D) و در مجاورت تابش نور لامپ جیوه (L).

نسبت مقاومت نمونه های بازپخت شده در مجاورت لامپ جیوه به مقاومت در تاریکی ($\frac{R_{aUV}}{R_{aDark}}$)

در جدول ۴-۲۰ آمده است. کمترین نسبت مربوط به نمونه R2a به مقدار $9/21 \times 10^{-2}$ و بیشترین

نسبت به نمونه R1a با مقدار $43/26 \times 10^{-2}$ اختصاص یافته است.

جدول ۴-۲۰: نسبت مقاومت نمونه ها در معرض نور لامپ جیوه به مقاومت در تاریکی برای نمونه های بازپخت شده.

نمونه	$\frac{R_{aUV}}{R_{aDark}}$
R1a	$43/26 \times 10^{-2}$
R2a	$9/21 \times 10^{-2}$
R3a	$12/18 \times 10^{-2}$

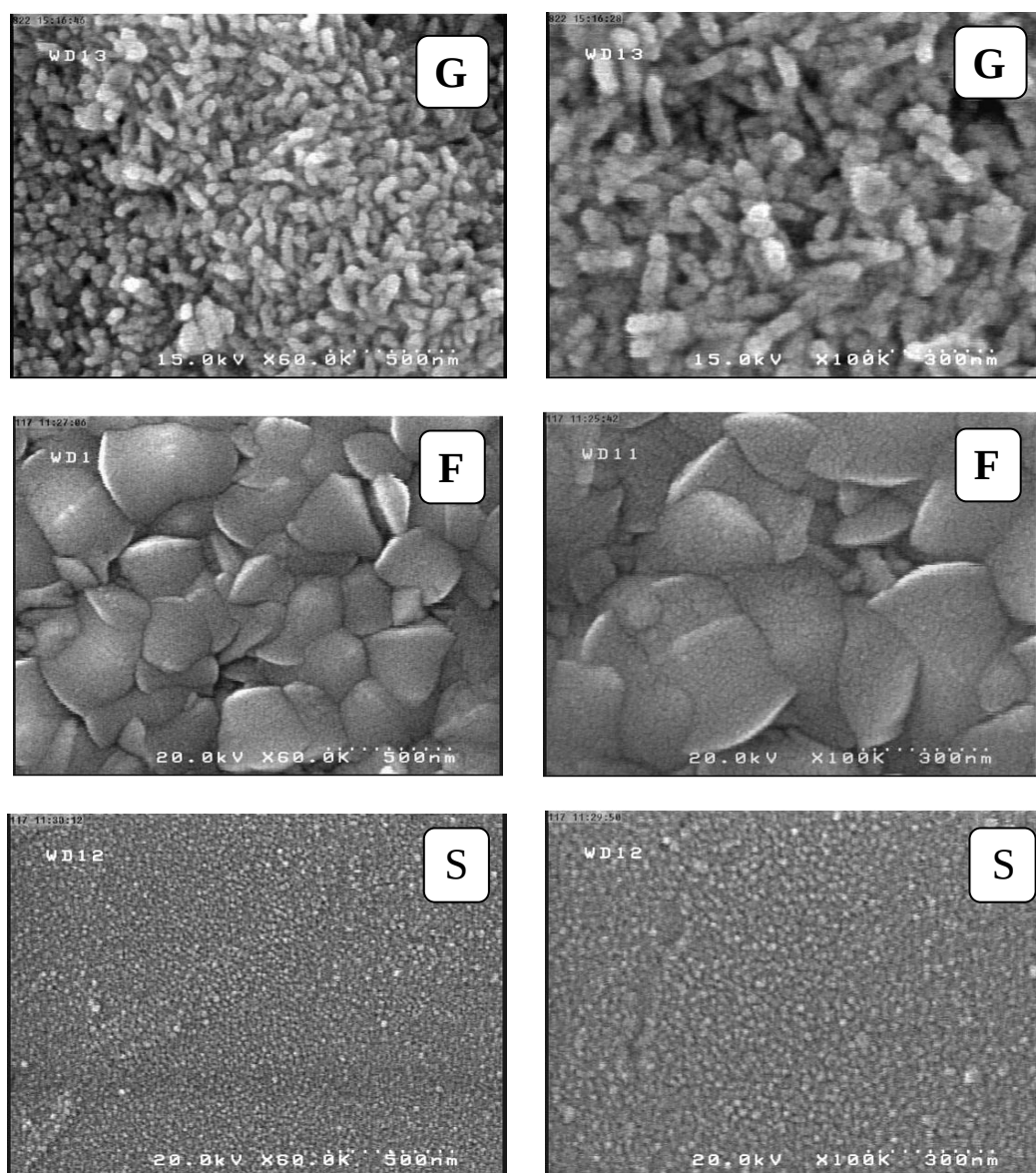
۴-۴: بررسی اثر نوع زیرلایه بر خواص فیزیکی لایه های نازک نانوساختار اکسید ایندیوم

۴-۴-۱: بررسی اثر نوع زیرلایه با آهنگ $3/3 \text{ ml/min}$ لایه نشانی

به منظور اثر نوع زیرلایه محلول اولیه کلرید ایندیوم با غلظت $0/1$ مولار بر روی زیرلایه شیشه، شیشه پوشیده از اکسید قلع (FTO) و ویفر سیلیکون نوع P با جهت گیری (۱۱۱)، در دمای 400°C و حجم 40 ml با آهنگ $3/3 \text{ ml/min}$ لایه نشانی شدند. نمونه ها به ترتیب F، G و S نامگذاری شدند. در ادامه به بررسی مورفولوژی سطح، خواص ساختاری، اپتیکی نمونه ها می پردازیم.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

در شکل ۴-۳۵ مورفولوژی نمونه های F، G و S در دو مقیاس 300 nm و 500 nm نشان داده، نمونه با زیرلایه شیشه میله هایی با قطر 50 nm و یا کمتر و طولی در حدود 100 تا 200 nm است. در حالی که نمونه مربوط به زیرلایه FTO به صورت برگ های پهن که با ذرات ریزی در اندازه 250 nm - 300 پوشیده شده، نمونه مربوط به زیر لایه سیلیکون لایه تقریباً یکنواختی با اندازه ذرات کمتر از 25 nm تشکیل شدند. با تغییر نوع بستر نانوساختارهای ایجاد شده در نمونه G دارای اندازه ذرات متوسط و سطح تقریباً یکنواختی بوده، سطح نمونه F غیر یکنواخت و دارای بیشترین اندازه دانه بوده در حالی - که نانو ذرات تشکیل شده در نمونه S کمترین اندازه دانه را داشته و سطح این نمونه از یکنواختی بیشتری نسبت به سایر نمونه ها برخوردار بوده است.

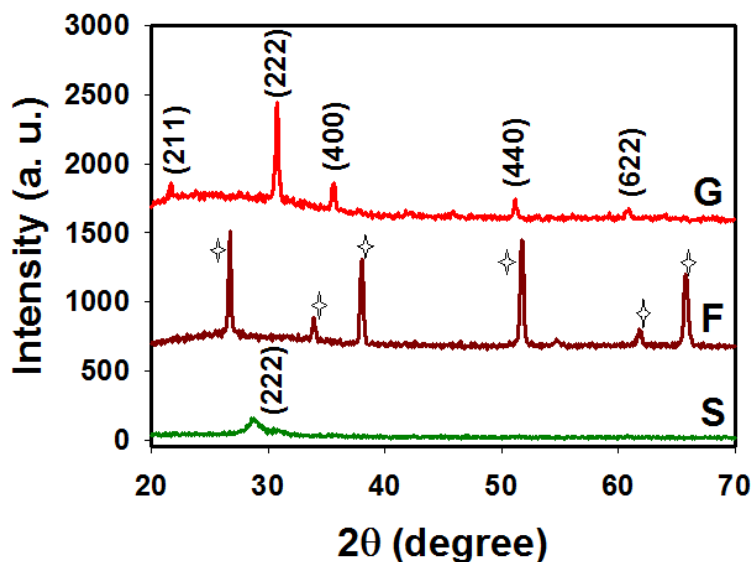


شکل ۴-۳۵: مورفولوژی نمونه ها با زیرلایه های متفاوت با آهنگ ثابت ۳/۳ ml/min.

(ب) بررسی خواص ساختاری لایه ها

شکل ۴-۳۶ طیف پرتو ایکس نمونه های رشد یافته بر روی زیرلایه های متفاوت است. نمونه های رشد یافته بر روی شیشه دارای ماهیت بسلوری است، قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) رشد یافته و در راستاهای مختلف (۲۱۱)، (۴۰۰)، (۴۴۰) و (۶۲۲) قله هایی با شدت کمتر تشکیل شده، اما نمونه ی رشد یافته بر روی زیر لایه FTO دارای ماهیت آمورف بوده و قله ای از اکسید ایندیوم در آن دیده نشد،

لذا قله های مشاهده شده در نمونه با زیرلایه FTO که با علامت ستاره مشخص شده اند مربوط به زیرلایه می باشد. در نمونه با زیر لایه سیلیکون قله بسیار ضعیفی در راستای (۲۲۲) نمایان شده است.



شکل ۴-۳۶: طیف پرتو XRD نمونه های رشد یافته بر روی زیرلایه های متفاوت: شیشه (G)، شیشه پوشیده از اکسید قلع (F) و ویفر سیلیکون (S).

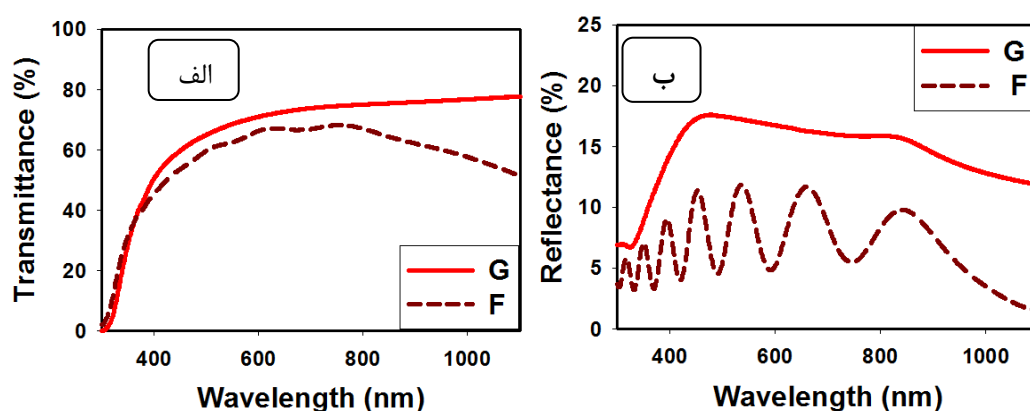
با استفاده از معادله شرر (رابطه ۲-۲) می توان ابعاد بلورک ها را در این نمونه ها به دست آورد، به دلیل این که نمونه های F و S به ترتیب آمورف و قله بسیار ضعیفی دارند، ابعاد بلورک برای آنها قابل محاسبه نیست، اما در مورد نمونه با زیرلایه شیشه ابعاد دانه محاسبه و در جدول ۴-۲۱ آمده است.

جدول ۴-۲۱: نتایج حاصل از آنالیز XRD.

نوع زیرلایه	شیشه
آهنگ لایه نشانی	۳/۳ (ml/min)
زاویه (۲θ) قله بیشینه در راستای (۲۲۲)	۳۰/۷۵۱
تمام پهنا در نیمه بیشینه (β)، رادیان	۰/۰۰۵۳
ابعاد بلورک ها (nm)	۲۷/۱۲

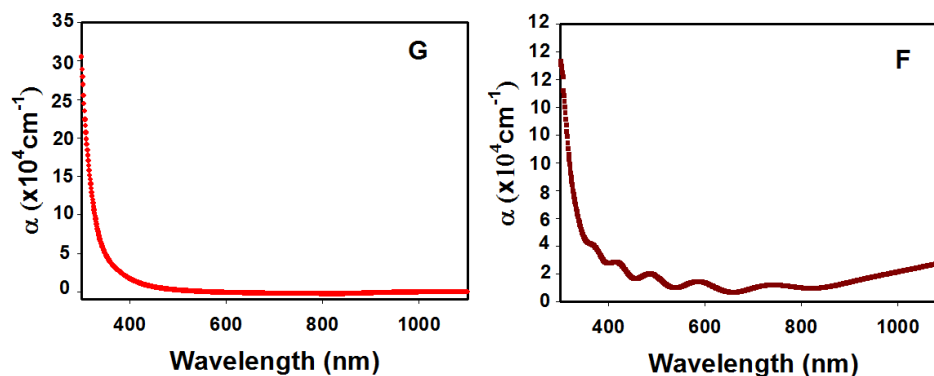
(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

شکل ۴-۳۷ طیف بازتاب و عبور اپتیکی برای نمونه های F، G را در بازه طول موج ۳۰۰ تا ۱۱۰۰ nm نشان می دهد. در ناحیه نور مرئی (۵۵۰ nm) برای نمونه G عبور اپتیکی ۶۸ درصد و طیف بازتابی در حدود ۱۷ درصد می باشد. نمونه F در ناحیه مرئی به ترتیب از عبور و بازتابی در حدود ۶۲ و ۱۰ درصد برخوردار است. میزان شفافیت طیف عبوری نمونه G بیشتر از نمونه F بوده، این تغییرات انتظار می رود به علت ناصافی سطح باشد که نیازمند گرفتن تصاویر AFM از این نمونه هاست.



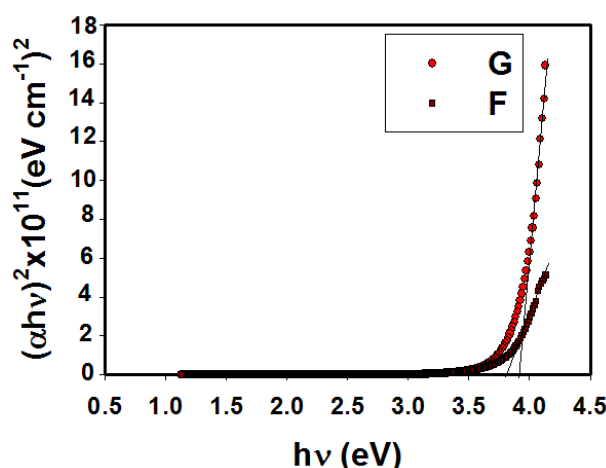
شکل ۴-۳۷: تصاویر الف و ب به ترتیب طیف عبور و بازتاب اکسید ایندیوم رشد یافته بر روی زیرلایه شیشه (G) و شیشه پوشیده از اکسید قلع (F).

با استفاده از داده های طیف عبوری نمونه ها (شکل ۴-۳۷) و ضخامت آنها (۲۲۰ nm) می توان ضریب جذب لایه ها را بوسیله رابطه ۲-۵ تعیین کرد. با توجه به شکل ۴-۳۸ ضریب جذب هر دو نمونه از مرتبه 10^4 cm^{-1} محاسبه شد.



شکل ۴-۳۸: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه های G و F.

با معلوم بودن ضریب جذب لایه ها گاف نواری مستقیم نمونه ها را با رسم شیب نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $(h\nu)$ و تقاطع آن در انرژی های بالا با محور افقی مطابق فرمول (۲-۶) محاسبه می شوند (شکل ۴-۳۹). گاف نواری نمونه G (۳/۹۰ eV) پهن تر از نمونه F (۳/۸۰ eV) به دست آمد. این افزایش در گاف نواری نمونه G نسبت به نمونه F با توجه به ابعاد دانه ها که در تصاویر FESEM (شکل ۴-۳۵) تشکیل شده با پدیده محدودیت کوانتومی سازگاری دارد.



شکل ۴-۳۹: منحنی تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$.

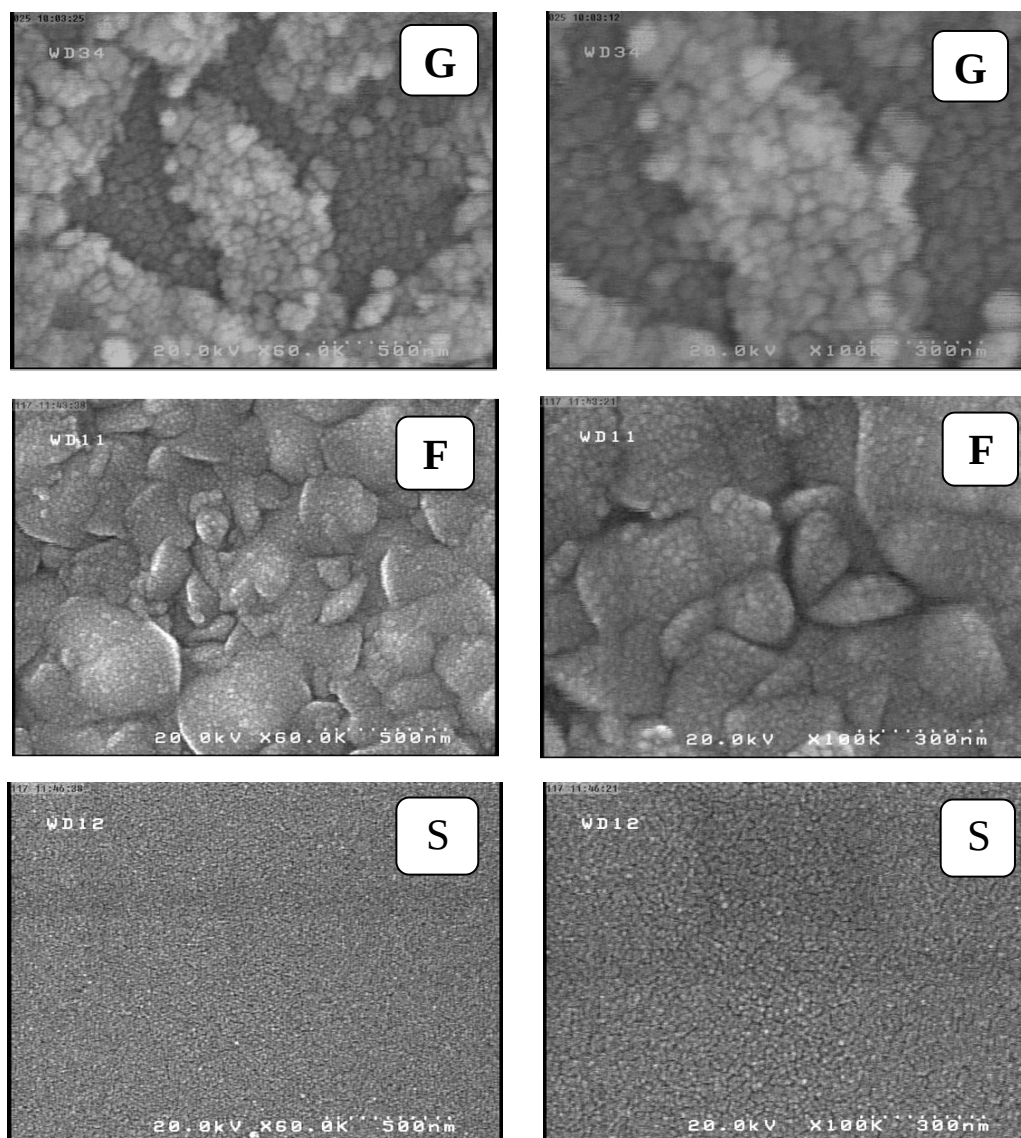
۴-۴-۲: بررسی اثر نوع زیرلایه با آهنگ لایه نشانی ۱/۷ ml/min

به منظور بررسی اثر نوع زیرلایه محلول اولیه کلرید ایندیوم با مولاریته ۰/۱ مولار بر روی زیرلایه شیشه، شیشه پوشیده از اکسید قلع (FTO) و ویفر سیلیکون نوع P با جهت گیری (۱۱۱)، در دمای C و ۴۰۰° و حجم ۴۰ ml با آهنگ ۱/۷ ml/min لایه نشانی شدند. نمونه ها به ترتیب G، F و S نامگذاری شدند. در ادامه به بررسی مورفولوژی سطح توسط تصاویر FESEM، ساختار نمونه ها توسط طیف XRD، مشخصات نوری توسط طیف های عبوری، جذبی نمونه ها می پردازیم.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

در شکل ۴-۴۰ مورفولوژی سطحی برای نمونه های G، F و S مورد مطالعه قرار می دهیم. در نمونه G با زیرلایه شیشه تصاویری از سطوح متخلخل با ذراتی انباشته برهم با توزیعی غیر یکنواخت و

با ابعادی در حدود ۴۰ nm تشکیل شد. در نمونه مربوط به زیر لایه FTO ورقه های انباشته در کنار هم مربوط به زیر لایه توسط لایه نازکی از اکسید ایندیوم به صورت دانه های ریز با ابعاد کمتر از ۱۵۰ nm - ۲۰۰ پوشش داده شده، و در نمونه مربوط به زیر لایه سیلیکون، سطح تقریباً یکنواختی با ابعاد دانه ۱۰ - ۲۰ nm رشد یافته است.

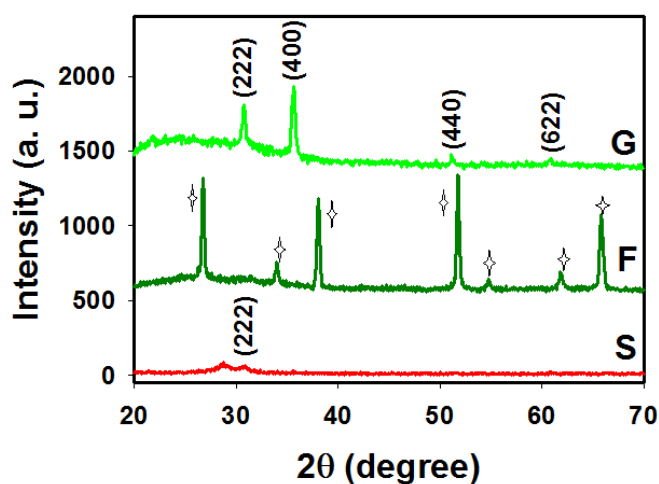


شکل ۴-۴۰ : مورفولوژی نمونه ها با زیر لایه های متفاوت با آهنگ ۱/۷ ml/min.

(ب) بررسی خواص ساختاری لایه ها

شکل ۴-۴۱ طیف پرتو ایکس نمونه های رشد یافته بر روی زیر لایه های متفاوت است. نمونه های رشد یافته بر روی شیشه دارای ماهیت بس بلوری و قله ترجیحی در راستای (۴۰۰) می باشد، قله با

شدت کمتر در راستای (۲۲۲) رشد یافته علاوه بر این در راستای (۴۴۰) و (۶۲۲) قله های بسیار ضعیفی شکل گرفته، اما نمونه ی رشد یافته بر روی زیرلایه FTO دارای ماهیت آمورف بوده و قله ای از اکسید ایندیوم در آن دیده نشده، لذا قله های مشاهده شده در نمونه با زیرلایه FTO که با علامت ستاره مشخص شده اند مربوط به زیرلایه می باشد. در مورد نمونه با زیرلایه سیلیکون قله بسیار ضعیفی در راستای (۲۲۲) نمایان شده است.



شکل ۴-۴۱: طیف پرتو XRD نمونه ها با زیرلایه متفاوت.

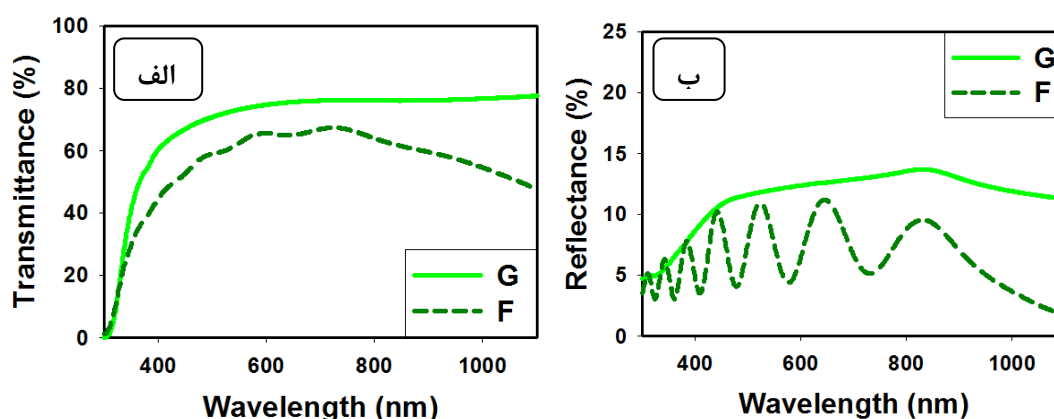
با استفاده از معادله شرر (رابطه ۲-۲) می توان ابعاد بلورک ها را در این نمونه ها بدست آورد، به دلیل این که نمونه های F و S به ترتیب آمورف و قله بسیار ضعیفی دارند، ابعاد بلورک برای آنها قابل محاسبه نیست، اما در مورد نمونه با زیرلایه شیشه ابعاد بلورک محاسبه و در جدول ۴-۲۲ آمده است.

جدول ۴-۲۲: نتایج حاصل از آنالیز XRD نمونه ها.

شیشه	نوع زیرلایه
۱/۷ (ml/min)	آهنگ لایه نشانی
۳۵/۶۴۷	زاویه (۲θ) قله بیشینه در راستای (۴۰۰)
۰/۰۰۷۳	تمام پهنا در نیمه بیشینه (β)، رادیان
۱۹/۹۴	ابعاد بلورک ها (nm)

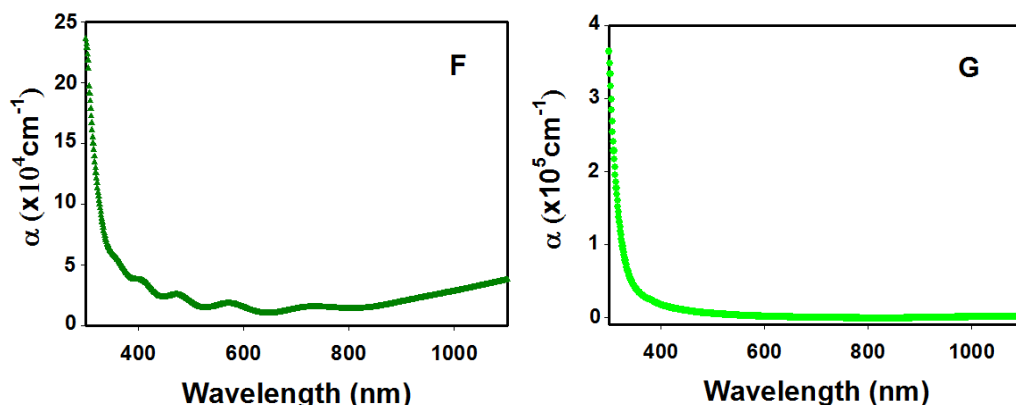
(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

شکل ۴-۴۲ طیف بازتاب و عبور اپتیکی برای نمونه های G و F را در بازه طول موج ۳۰۰ تا ۱۱۰۰ nm نشان می دهد. در ناحیه نور مرئی (۵۵۰ nm) برای نمونه G عبور اپتیکی ۷۳ درصد و طیف بازتابی در حدود ۱۲ درصد می باشد. نمونه F در ناحیه مرئی به ترتیب از عبور و بازتابی در حدود ۶۲ و ۷ درصد برخوردار است. نمونه G دارای طیف عبور بیشتر نسبت به نمونه F بوده، انتظار می رود این تغییر به علت ناصافی سطح بوده باشد که نیاز به گرفتن تصاویر AFM می باشد.



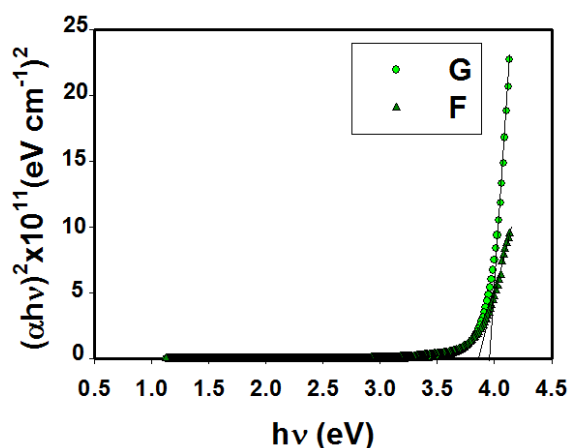
شکل ۴-۴۲: تصاویر الف و ب، به ترتیب طیف عبور و بازتاب اکسید ایندیوم رشد یافته بر روی زیرلایه شیشه (G) و شیشه پوشیده از اکسید قلع (F).

با استفاده از داده های طیف عبوری نمونه ها (شکل ۴-۴۲) و ضخامت آنها (۱۸۵ nm) می توان ضریب جذب لایه ها را بوسیله رابطه ۲-۵ تعیین کرد. با توجه به شکل ۴-۴۳ ضریب جذب نمونه F از مرتبه 10^4 cm^{-1} و برای نمونه G از مرتبه 10^5 cm^{-1} محاسبه شد.



شکل ۴-۴۳: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه های F و G.

با معلوم بودن ضریب جذب لایه ها گاف نواری مستقیم نمونه ها را با رسم شیب نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $(h\nu)$ و تقاطع آن در انرژی های بالا با محور افقی مطابق فرمول ۲-۶ محاسبه می شوند. (شکل ۴-۴۴). گاف نواری نمونه G (۳/۹۵ eV) پهن تر از نمونه F (۳/۸۶ eV) به دست آمد. این افزایش در گاف نواری نمونه G نسبت به نمونه F با توجه به اندازه دانه ها که در تصاویر FESEM (شکل ۴-۴۰) تشکیل شده با پدیده محدودیت کوانتومی مطابقت دارد.



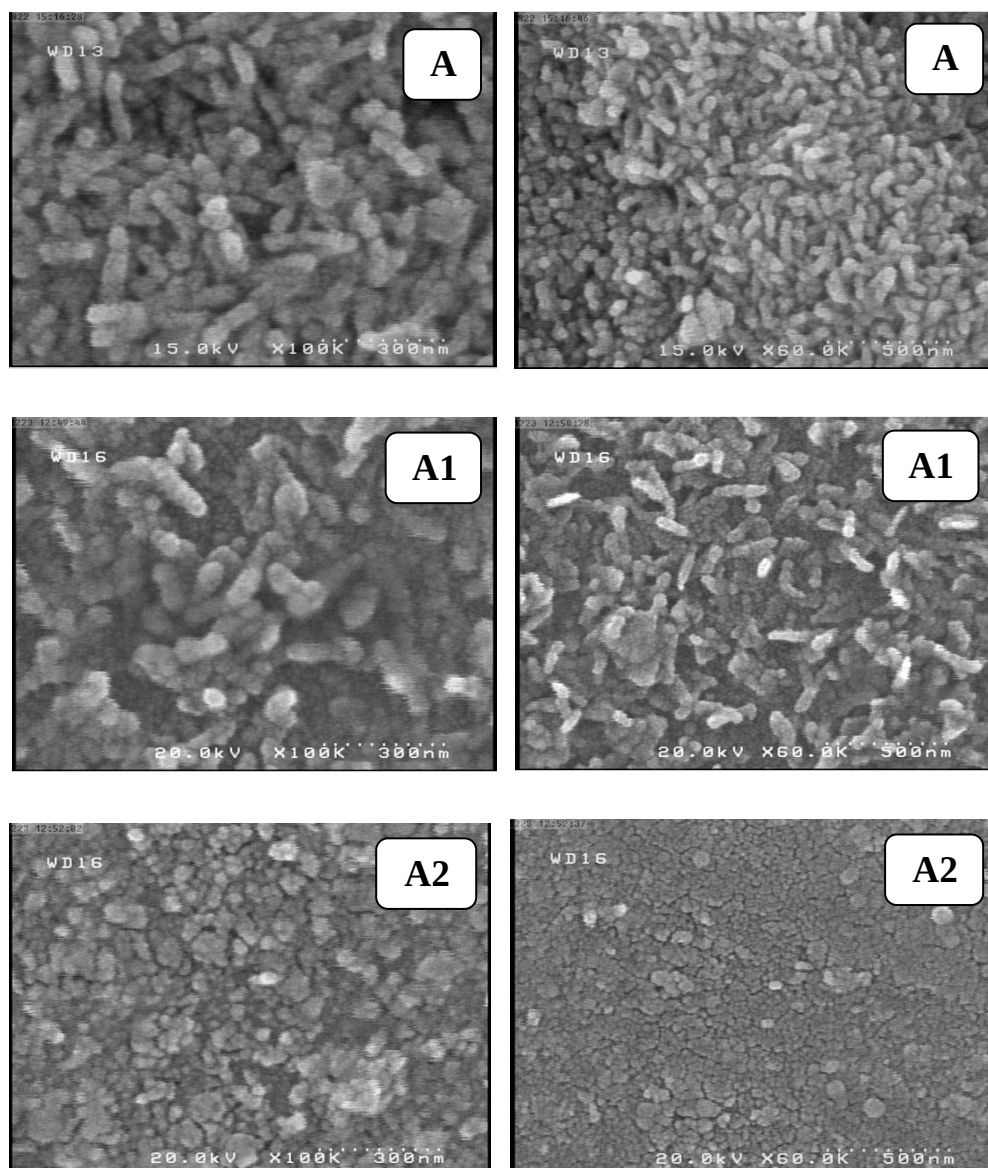
شکل ۴-۴۴: منحنی تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$.

۴-۵: بررسی اثر شیوه اسپری (به صورت پالسی و پیوسته) بر خواص فیزیکی لایه های اکسید ایندیوم

به منظور اثر اسپری به صورت پالسی از محلول اولیه کلرید ایندیوم با غلظت ۰/۱ مولار بر روی زیرلایه شیشه در دمای 400°C و حجم ۴۰ ml با آهنگ ۳/۳ ml/min به سه شیوه متفاوت استفاده کردیم. در روش اول کل حجم محلول را در یک مرحله اسپری کرده، در روش دوم نصف حجم محلول را اسپری نموده به مدت ۲ دقیقه فرایند اسپری را متوقف کرده سپس باقی مانده محلول را اسپری کردیم. در روش سوم حجم محلول را به سه قسمت تقسیم نموده و با اسپری کردن یک سوم از حجم محلول با یک توقف ۲ دقیقه ای در فرایند اسپری یک سوم دیگر از محلول را اسپری کرده و مجدداً با توقف ۲ دقیقه، باقی مانده محلول را اسپری کردیم. نمونه های تهیه شده به ترتیب A، A1 و A2 نامگذاری شدند. در ادامه به بررسی مورفولوژی سطح، خواص ساختاری و اپتیکی نمونه ها می پردازیم.

(الف) مطالعه مورفولوژی سطح لایه ها

به منظور مطالعه مورفولوژی سطح نمونه ها از تصاویر FESEM استفاده شد. شکل ۴-۴۵ تصاویر بدست آمده از نمونه های A، A1 و A2 را در مقیاس ۳۰۰ و ۵۰۰ nm نشان می دهد. این تصاویر نشانگر سطوحی بسیار متخلخل با جلوه های متفاوت می باشد، نمونه A به صورت ذراتی با ابعادی در حدود ۵۰ nm بوده، در نمونه A1 از انباشتگی ذرات کاسته شده و اندازه ذرات در بین ۳۰ - ۴۰ nm بدست آمده و نمونه A2 اندازه ذرات افزایش یافته و ابعادی در حدود ۵۰ - ۶۰ nm داشته اند. مورفولوژی سطح نمونه ها بیانگر این است که با انجام عملیات پالسی بمرور از تخلخل سطحی لایه ها کاسته می شود.

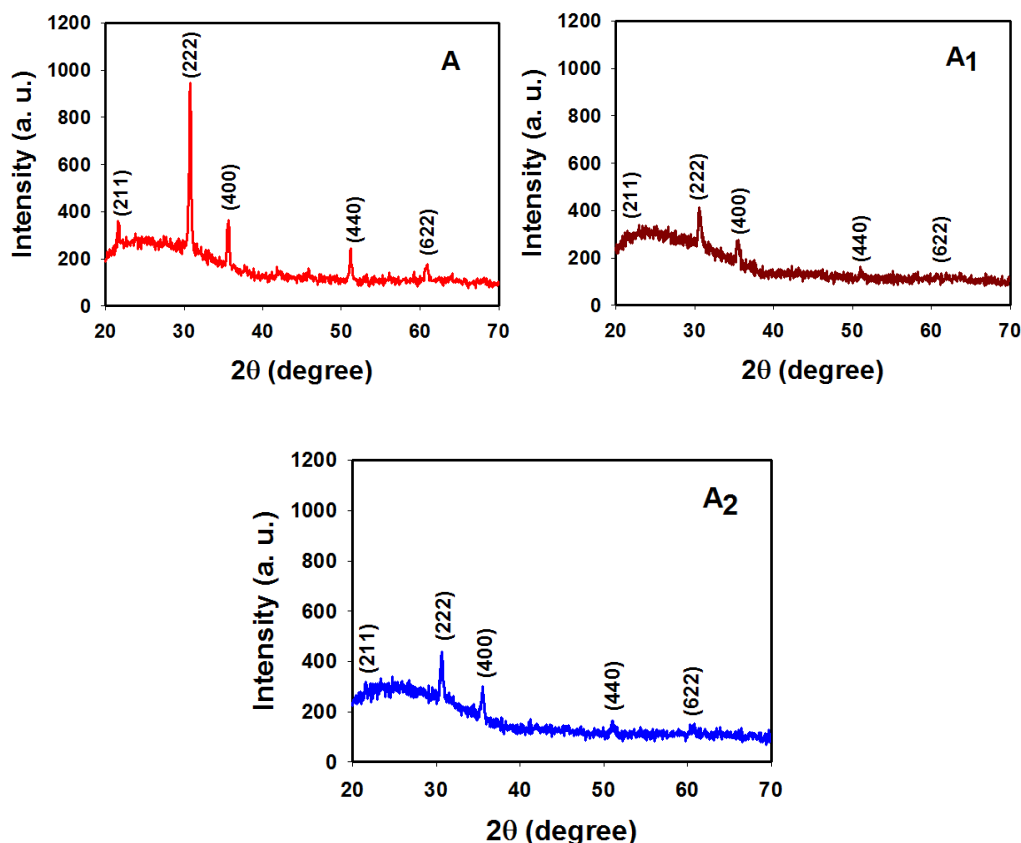


شکل ۴-۴۵: مورفولوژی سطح نمونه های A، A1 و A2 رشد داده شده.

(ب) بررسی خواص ساختاری لایه ها

شکل ۴-۴۶ خواص ساختاری لایه های اکسید ایندیوم را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود تمامی نمونه ها ساختار بس بلوری داشته، در نمونه ی A، قله ترجیحی در راستای (۲۲۲) بوده علاوه بر این قله هایی در راستای صفحات (۲۱۱)، (۴۰۰)، (۴۴۰) و (۶۲۲) رشد یافته است. در نمونه A1 از شدت جهت قله ترجیحی در راستای صفحه (۲۲۲) کاسته شده و در راستای صفحات (۴۰۰) و (۴۴۰) افت زیادی در شدت مشاهده شده، در نمونه A2 قله ترجیحی در همان راستا اندکی افزایش

داشته و در سایر راستاها افزایش ناچیز دیده شده است. این نتایج بیانگر آن است که نمونه A از بیشترین خاصیت بلورینگی برخوردار است.

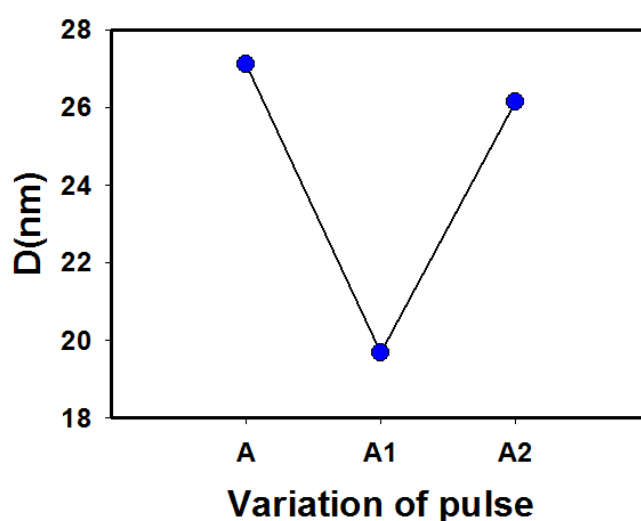


شکل ۴-۴۶: طیف XRD نمونه های رشد یافته به صورت پیوسته (A) و پالسی (A1 و A2).

با استفاده از معادله شرر (۲-۲) می توان ابعاد بلورک ها را در این نمونه ها بدست آورد. نتیجه این محاسبات در جدول ۴-۲۳ آمده است. با توجه به این نتایج ملاحظه می شود که نمونه A دارای بزرگترین ابعاد بلورکی (۲۷/۱۲ nm) و نمونه A1 دارای کوچکترین ابعاد بلورکی (۱۹/۶۹ nm) می باشد. شکل ۴-۴۷ تغییرات ابعاد بلورک ها را بر حسب تابعی از تعداد پالس نشان می دهد. نتیجه می گیریم که اسپری به صورت پیوسته باعث یک تگی و یکنواختی لایه می شود.

جدول ۴-۲۳ : نتایج حاصل از آنالیز پرتو ایکس برای نمونه های رشد یافته به صورت پیوسته و با پالس های متفاوت : A، A1 و A2.

نمونه	جهت ترجیحی	زاویه پراش (2θ)	تمام پهنا در نیمه بیشینه (β) رادیان	ابعاد بلورکها D(nm)
A	(۲۲۲)	۳۰/۷۵۱	۰/۰۰۵۳	۲۷/۱۲
A1	(۲۲۲)	۳۰/۶۰۵	۰/۰۰۷۳	۱۹/۶۹
A2	(۲۲۲)	۳۰/۶۴۳	۰/۰۰۵۵	۲۶/۱۴

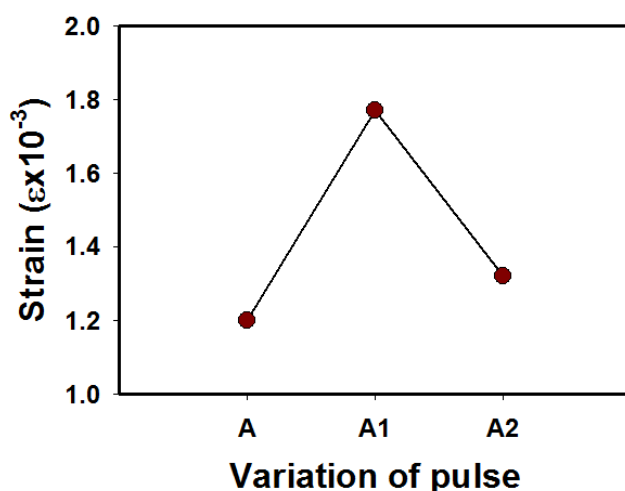


شکل ۴-۴۷ : تغییرات ابعاد بلورک بر حسب تغییر پالس اسپری.

از داده های وابسته به طیف XRD نمونه ها، علاوه بر این اطلاعات می توان به مشخصه یابی های بیشتری در زمینه ساختاری پرداخت، کمیت هایی نظیر فاصله بین صفحات (۲-۱)، میزان کرنش (۲-۲)، و چگالی دررفتگی (۲-۳) قابل محاسبه است. نتایج حاصل در جدول ۴-۲۴ و شکل ۴-۴۸ تغییرات کرنش بر حسب تغییر پالس را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود نمونه A کمترین مقدار چگالی دررفتگی و کرنش و نمونه A1 بیشترین مقدار را داراست. این تغییرات متاثر از ابعاد بلورکها می باشد.

جدول ۴-۲۴: چگالی دررفتگی و کرنش نمونه ها در پالس های متفاوت.

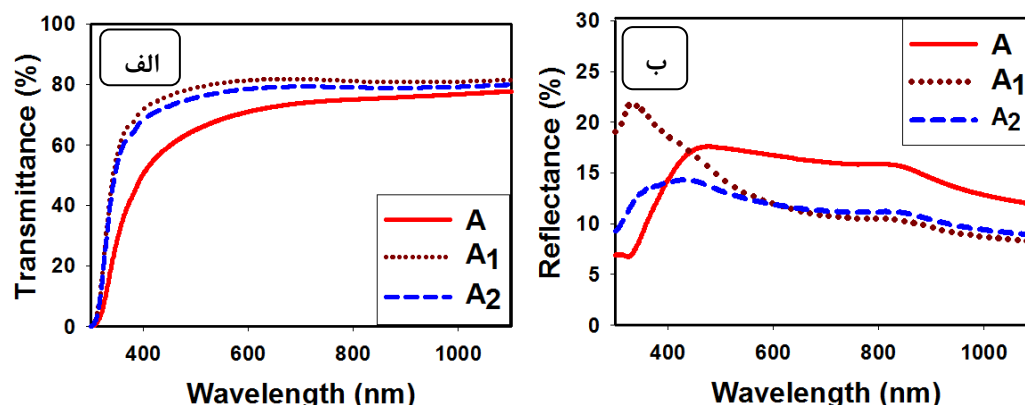
نمونه	فاصله صفحات بلوری d_{hkl} (nm)	چگالی در رفتگی $(\delta) (\times 10^{-5} A^{-2})$	کرنش $(\epsilon) (\times 10^{-3})$
A	۰/۲۹	۱/۳۵	۱/۲۰
A1	۰/۲۹	۲/۵۷	۱/۷۷
A2	۰/۲۹	۱/۴۶	۱/۳۲



شکل ۴-۴۸: کرنش بر حسب تغییر پالس.

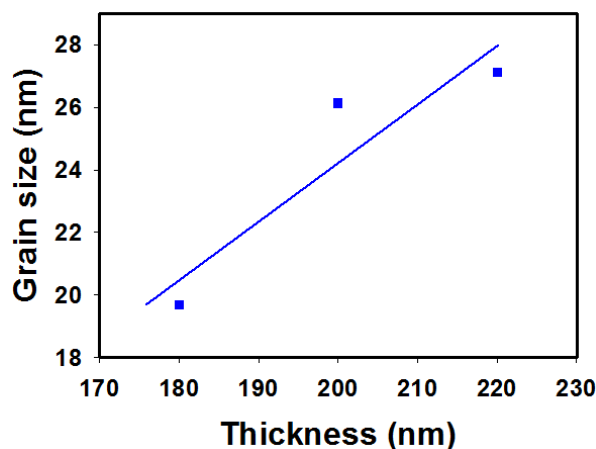
(ج) مطالعه خواص اپتیکی لایه ها

با استفاده از دستگاه طیف سنج نوری، طیف عبوری و بازتابی نمونه ها بدست آمد (شکل ۴-۴۹). همان گونه که مشاهده می شود با تغییر پالس در فرایند اسپری طیف عبوری یک روند افزایشی-کاهشی داشته بطوریکه عبور در ناحیه نور مرئی (۵۵۰ nm) برای نمونه A، ۶۸ درصد در حالی که در نمونه A1، ۸۰ درصد و نمونه A2 به ۷۷ درصد کاهش یافته است. علت این تغییر طیف عبور را می توان به ضخامت لایه ها (۲۲۰، ۱۸۰ و ۲۰۰ nm) نسبت داد. نمونه A با بیشترین ضخامت دارای کمترین عبور و نمونه A1 با کمترین ضخامت دارای بیشترین طیف عبور می باشد. طیف بازتاب در ناحیه مرئی (۵۵۰ nm) برای نمونه A، ۱۷ درصد و در نمونه های A1 و A2 به ترتیب ۱۳ و ۱۲ درصد کاهش یافته است.



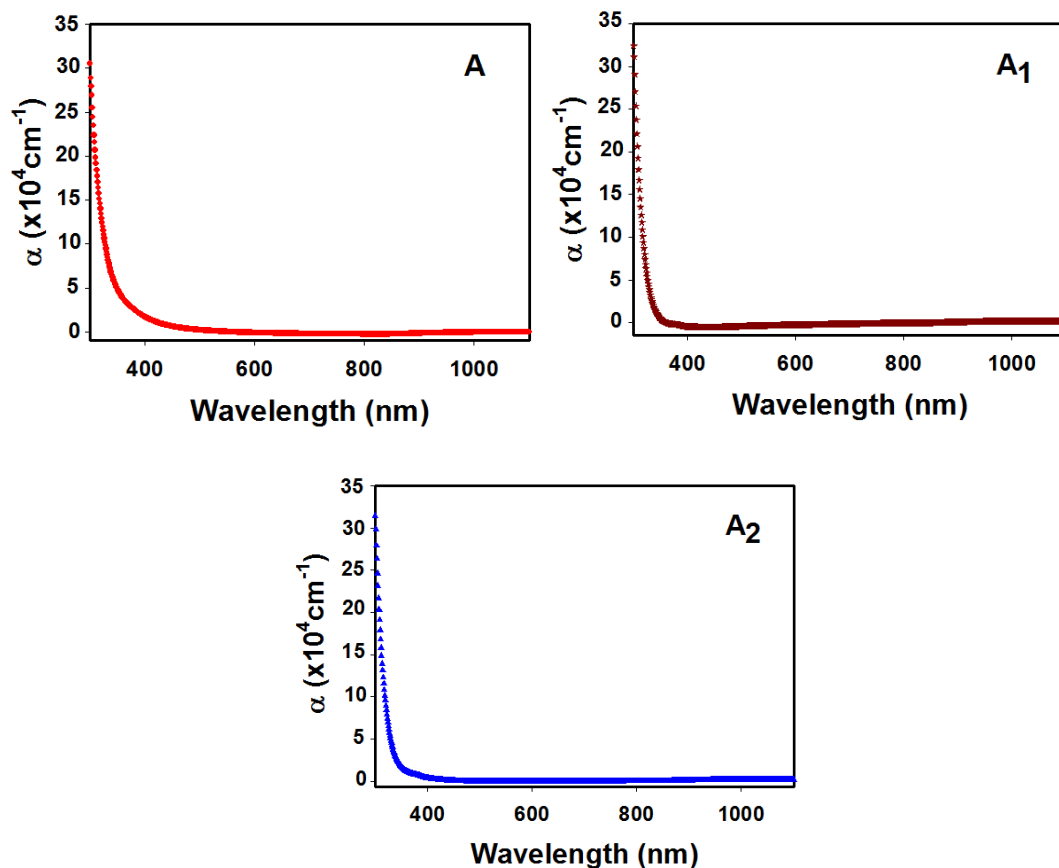
شکل ۴-۴۹: (الف) طیف عبور و (ب) طیف بازتاب اپتیکی اکسید ایندیوم بدون پالس و با پالس های متفاوت.

در شکل ۴-۵۰ ضخامت لایه بر حسب ابعاد بلورک آمده است. نمونه A با بیشترین ضخامت، بیشترین ابعاد بلورک و نمونه A1 با کمترین ضخامت دارای کمترین ابعاد بلورک می باشد. زیاد شدن ضخامت می تواند به افزایش پراکندگی فوتون ها منجر شود ولی به علت افزایش اثر تغییرات اندازه دانه اثر ضخامت کاهش یافته است.



شکل ۴-۵۰: ابعاد بلورک بر حسب ضخامت لایه ها.

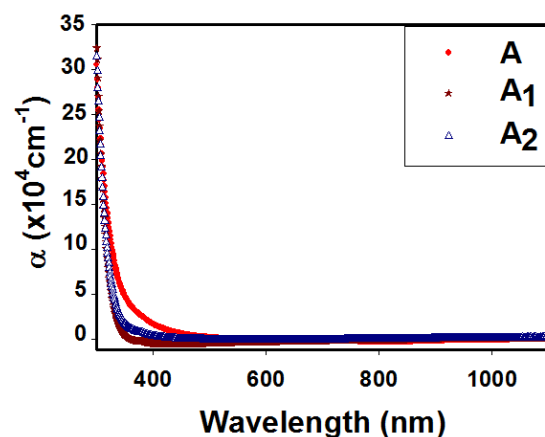
با استفاده از ضخامت لایه ها و رابطه ۲-۵ ضریب جذب (α) نمونه ها قابل محاسبه است. شکل ۴-۵۱ تغییرات α بر حسب طول موج را برای هر کدام از نمونه ها به طور جداگانه نشان می دهد، ضریب جذب (α) نمونه ها از مرتبه $10^4 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$ می باشد.



شکل ۴-۵۱: منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه ها اسپری پیوسته و پالسی.

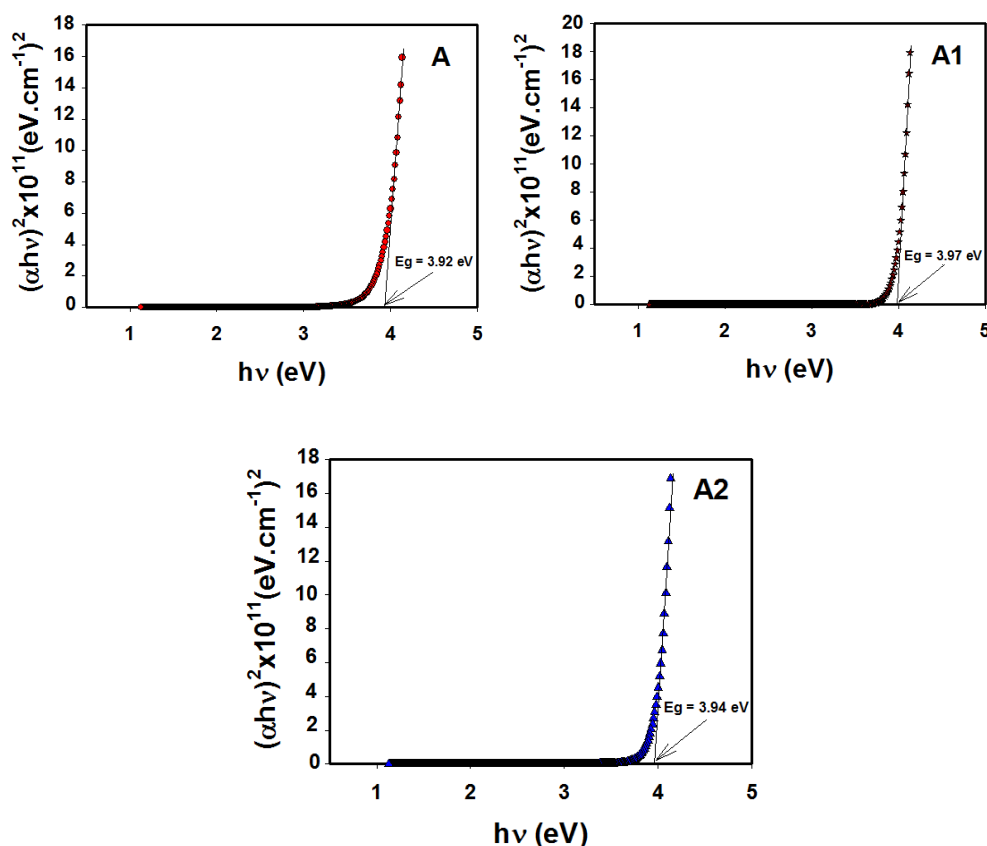
شکل ۴-۵۲ مجموعه هر سه نمونه را به طور یکجا به منظور مقایسه بهتر با یکدیگر نشان می دهد.

بیشترین و کمترین ضریب جذب به ترتیب مربوط به نمونه A و A₁ بوده است.



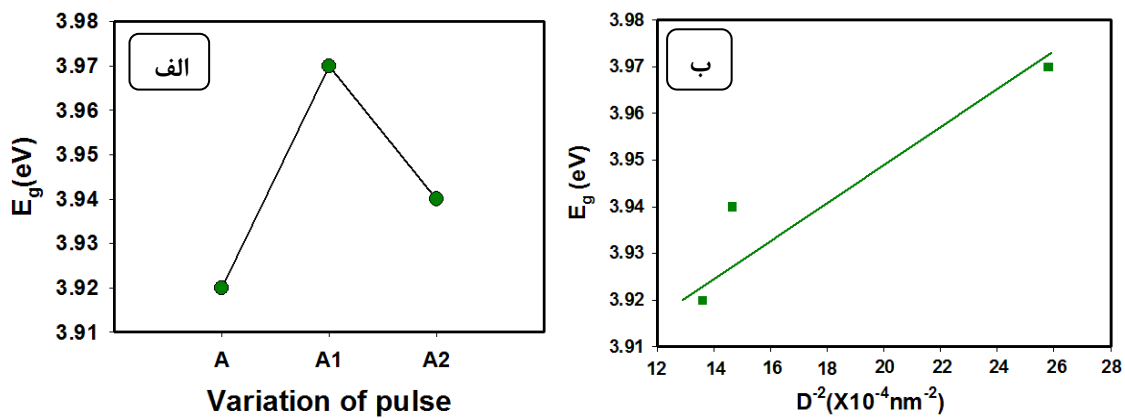
شکل ۴-۵۲: مقایسه منحنی ضریب جذب اپتیکی بر حسب طول موج برای نمونه ها.

جهت تعیین گاف نواری مستقیم نمونه ها از معادله ۲-۶ استفاده کرده ایم. این کمیت با تحلیل داده ها در نمودار $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $(h\nu)$ و برونیایی داده ها در ناحیه انرژی بالا با محور افقی قابل محاسبه است. نتایج حاصل در شکل ۴-۵۳ در مورد هر نمونه به طور جداگانه آمده است. نتایج بدست آمده به ترتیب عبارتند از ۳/۹۲، ۳/۹۷ و ۳/۹۴ eV.



شکل ۴-۵۳: تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ بر حسب $h\nu$

شکل ۴-۵۴ (الف) تغییرات گاف نواری در پالس های مختلف را نشان می دهد. نکته جالب آنکه تغییرات گاف نواری در این نمونه ها با تغییر ابعاد بلورک ها با توجه به رخداد محدودیت کوانتومی بخوبی سازگار است. بدین معنا که نمونه A1 با بیشترین گاف نواری (۳/۹۷ eV) از کمترین ابعاد بلورکی و نمونه A با کمترین گاف نواری (۳/۹۲ eV) دارای بیشترین ابعاد بلورکی است. به منظور تایید این پدیده چنانچه از معادله ۲-۸ انتظار می رود تغییرات گاف نواری بر حسب عکس مجذور ابعاد بلورک ها می بایست در یک نمودار خطی صدق کند. شکل ۴-۵۴ (ب) نشان دهنده این واقعیت است. ا



شکل ۴-۵: (الف) تغییرات E_g بر حسب تغییر پالس و (ب) گاف نواری بر حسب معکوس مربع ابعاد بلورک.

نتیجه‌گیری

ما در این پایان‌نامه به مطالعه مورفولوژی، خواص ساختاری، اپتیکی و الکتریکی نمونه‌های اکسید ایندیوم خالص رشد داده‌شده به روش اسپری پیرولیز با تغییر پارامترهای گوناگون که در ادامه آمده است پرداخته‌ایم.

(۱) بررسی دمای زیرلایه و تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌ها

در این مرحله اثر دمای زیرلایه (شیشه) در گستره 350°C تا 450°C انجام شد. تصاویر FESEM در این نمونه‌ها بیانگر شکل‌گیری نانو ساختارهایی در اندازه‌های مختلف، در حدود 50 nm ، بوده و طیف XRD آنها نشان دهنده، ساختار بلوری مکعبی برای تمامی لایه‌ها می‌باشد. نتایج حاکی از آن است که نمونه رشد یافته در دمای 400°C دارای کمترین چگالی دررفتگی و کرنش است. طیف عبور اپتیکی لایه‌های همگی در ناحیه مرئی شفاف بوده و تغییرات گاف نواری نمونه‌ها با تغییرات ابعاد بلورک‌ها متناظر است که نشانگر وقوع پدیده محدودیت کوانتومی در این نمونه‌هاست. با افزایش دما رسانندگی الکتریکی روندی افزایشی داشته به طوری که بیشترین رسانندگی مربوط به دمای نمونه تهیه شده در دمای 400°C است. با اندازه‌گیری مشخصه جریان-ولتاژ نمونه‌ها در شرایط تاریکی و نیز تحت نورتایی فرابنفش ملاحظه شد نسبت مقاومت الکتریکی در نمونه با دمای زیرلایه ای $^{\circ}\text{C}$ 350 از کمترین برخوردار می‌باشد. بررسی طیف فوتولومینسانس نمونه‌ها نشانگر حضور قله با طول موج 347 nm ($3/57\text{ eV}$) متناظر با بازترکیب نوار به نوار و قله با طول موج 420 nm ($2/94\text{ eV}$) مربوط به ترازهای وابسته به بازترکیب ترازهای ناکاملی‌های بلوری عمدتاً تهی‌جا‌های اکسیژن می‌باشد.

به منظور مطالعه اثر بازپخت نمونه‌ها در داخل کوره و در دمای 500°C در هوای آزمایشگاه به مدت ۱ ساعت بازپخت شدند. تصاویر FESEM نمونه‌ها نشانگر افزایش اندازه بلورک و یکنواختی سطح نمونه‌ها است. طیف XRD نمونه‌ها حاکی از کاهش میزان بلورینگی نمونه‌ها به همراه تغییر

جهت ترجیحی است. طیف عبور لایه‌ها در اثر بازپخت افزایش ناچیزی بدست آورده لکن در مقاومت ویژه نمونه‌ها کاهش قابل ملاحظه‌ای حاصل آمده است.

(۲) بررسی آهنگ لایه‌نشانی و تاثیر بازپخت بر خواص فیزیکی لایه‌ها

نمونه‌های اکسیدایندیوم با آهنگ‌های متفاوت ۱/۷ ml/min، ۳/۳ ml/min و ۴/۸ ml/min بر روی زیرلایه شیشه در دمای 400°C لایه‌نشانی شدند. تصاویر FESEM بیانگر شکل‌گیری سطوحی غیریکنواخت و متخلخل است. با توجه به طیف XRD نمونه‌ها بس‌بلوری بوده به طوری که به ازای آهنگ لایه‌نشانی ۳/۳ ml/min ما شاهد بیشترین بلورینگی، بیشترین ابعاد بلورکی، کمترین چگالی دررفتگی و کرنش بودیم. طیف عبور اپتیکی نمونه‌ها با افزایش آهنگ لایه‌نشانی روند نامنظم افزایشی داشته که این تغییرات به ضخامت لایه‌ها (به ترتیب ۱۸۵، ۲۲۰ و ۱۷۵ nm) نسبت داده می‌شود. گاف نواری با افزایش آهنگ لایه‌نشانی افزایش داشته بطوری که این تغییرات با ابعاد بلورک‌ها و پدیده محدودیت کوانتومی سازگاری داشته است. خواص الکتریکی لایه‌ها بیانگر کمترین مقدار مقاومت ویژه در آهنگ ۳/۳ ml/min بوده و بیشترین رسانندگی الکتریکی و ضریب بهینگی را به خود نسبت داده است. با بررسی نورتابی نمونه‌ها، نسبت مقاومت ورقه‌ای آنها در اثر تابش نور فرابنفش به تاریکی در آهنگ ۴/۸ ml/min کمترین مقدار را داشته است.

با مطالعه اثر بازپخت نمونه‌ها مورفولوژی سطح یکنواخت شده و از تخلخل‌های موجود در سطح نمونه‌ها کاسته شده است. تحلیل داده‌های طیف XRD نمونه‌ها نشانگر آن است که چگالی دررفتگی و کرنش روند کاهشی داشته است. طیف عبوری نمونه‌ها در اثر بازپخت تغییر ناچیزی را نشان می‌دهد و گاف نواری نمونه‌ها نسبت به قبل از بازپخت در نمونه با آهنگ ۱/۷ ml/min و ۴/۸ ml/min کاهش و در آهنگ ۳/۳ ml/min افزایش یافته که این تغییرات با ابعاد بلورک‌ها سازگاری دارد. مقاومت ویژه در نمونه با آهنگ ۳/۳ ml/min کمترین مقدار که دارای بیشترین رسانندگی الکتریکی و

خاصیت فلزگونی و ضریب بهینگی بوده و تحت نورتابی همین نمونه دارای کمترین مقدار نسبت مقاومتی در تابش فرابنفش به تاریکی می باشد.

(۳): بررسی اثر نوع زیر لایه بر خواص فیزیکی لایه ها

(الف) مطالعه به ازای آهنگ اسپری $3/3 \text{ ml/min}$ بر روی زیرلایه های شیشه، شیشه پوشیده از اکسید قلع (FTO) و ویفر سیلیکون نوع P با جهت گیری (۱۱۱): مورفولوژی سطحی برای نمونه با زیرلایه شیشه بهترین کیفیت بلوری را داشته و اندازه دانه در حدود 50 nm است. در نمونه با زیرلایه سیلیکون لایه یکنواخت با اندازه ذرات کمتر از 25 nm تشکیل شده و در نمونه با زیرلایه FTO با ساختار دانه بندی درشت تر (در حدود $250 - 300 \text{ nm}$) بر زیرلایه شکل گرفته است. طیف XRD نمونه ها ماهیت بس بلوری با زیرلایه شیشه، آمورف با زیرلایه FTO و تشکیل یک قله ضعیف در زیرلایه سیلیکون را نشان داده است. گاف نواری نمونه با زیرلایه شیشه از نمونه رشد یافته بر روی FTO بزرگتر بوده که می تواند ناشی از وقوع پدیده محدودیت کوانتومی در این نمونه باشد.

(ب) مطالعه به ازای آهنگ اسپری $1/7 \text{ ml/min}$ بر روی زیرلایه های شیشه، شیشه پوشیده از اکسید قلع (FTO) و ویفر سیلیکون نوع P با جهت گیری (۱۱۱): مورفولوژی نمونه ها در زیرلایه شیشه سطوح متخلخل به صورت غیریکنواخت با اندازه دانه 40 nm شکل گرفته و در نمونه با زیرلایه FTO دانه های ریزی با ابعاد کمتر از $150 - 200 \text{ nm}$ سطح را پوشش داده است. زیرلایه سیلیکون با سطح تقریباً یکنواختی با ابعاد دانه $10 - 20 \text{ nm}$ رشد یافته است. بررسی طیف XRD نمونه ها بس-بلوری بودن در زیرلایه شیشه، آمورف بودن نمونه با زیرلایه FTO و وجود یک قله ضعیف در نمونه با زیرلایه سیلیکون را نشان می دهد. با توجه به نمونه با آهنگ $3/3 \text{ ml/min}$ (قسمت الف) بلورینگی در سطح شیشه نسبت به آهنگ لایه نشانی $1/7 \text{ ml/min}$ کاهش و در دو زیرلایه دیگر تغییر چندانی مشاهده نشده است. طیف عبور زیرلایه شیشه بیشتر از FTO می باشد. گاف نواری نمونه زیرلایه

شیشه پهن‌تر از نمونه با زیرلایه FTO بوده که با توجه به تصاویر FESEM با پدیده محدودیت کوانتومی مطابقت دارد.

(۴) : بررسی اثر شیوه اسپری (به صورت پالسی و پیوسته) بر خواص فیزیکی لایه‌ها

در این مرحله محلول کلرید ایندیوم با سه شیوه متفاوت بر روی زیرلایه شیشه اسپری شده است: در روش اول کل حجم محلول به صورت پیوسته و در یک مرحله اسپری شده است، در روش دوم طی دو مرحله با وقفه ۲ دقیقه‌ای محلول را اسپری کرده و در روش سوم طی سه مرحله حجم مورد نظر را اسپری کرده با وقفه‌های ۲ دقیقه‌ای. مورفولوژی سطح نمونه‌ها با انجام عملیات پالسی بمرور از تخلخل سطحی لایه‌ها کاسته می‌شود. طیف XRD نمونه‌ها نشانگر بهترین حالت بلورینگی در نمونه اسپری شده پیوسته می‌باشد و با ایجاد پالس کیفیت بلوری لایه‌ها کاهش یافته است. نمونه با ایجاد یک پالس دارای کمترین اندازه دانه، بیشترین کرنش و چگالی دررفتگی بوده در حالی که نمونه بدون پالس بیشترین اندازه دانه، کمترین کرنش و چگالی دررفتگی را داشته است. طیف عبوری لایه‌ها روند نامنظمی داشته که با ضخامت لایه‌های تشکیل شده مطابقت دارد. گاف نواری نمونه‌ها به خوبی با تغییر ابعاد بلورک‌ها در نمونه‌ها سازگار است.

مراجع

- [1] C. X. Pedersen, Ph. D, “Growth and characterization of indium oxide (InO_x) films”, Greece, (1998), page 1, 5.
- [2] <http://en.wikipedia.org/wiki/Indium>.
- [3] P.K. Manoj, K.G. Gopchandran, Peter Koshy, V.K. Vaidyan, Benny Joseph. (2006) “Growth and characterization of indium oxide thin films prepared by spray pyrolysis”, *Optical Materials* **28**, 1405–1411.
- [4] P. Prathap, G. Gowri Devi, Y.P.V. Subbaiah, K.T. Ramakrishna Reddy, V. Ganesan . (2008) “Growth and characterization of indium oxide films”, *Current Applied Physics* **8**, 120–127.
- [5] J. Joseph prince, S. Ramamuthy, B. Subramanian, C. Sanjeeviraja, M. Jayachandran. (2002) “Spray pyrolysis growth and material properties of In_2O_3 films”, *Journal of crystal growth*, **240**, 142-151.
- [6] Das. D. Banerjee, R. (1987) “Properties of electron -beam evaporated tin oxide film”, *Thin solid films*, **147**, 321-331.
- [7] http://www.webelements.com/compounds/indium/diindium_trioxide.html.
- [8] M.A. Flores-Mendoza, R. Castanedo-Perez, G. Torres-Delgado, J. Márquez Marín, O. Zelaya-Angel. (2008) “Influence of the annealing temperature on the properties of undoped indium oxide thin films obtained by the sol–gel method”, *Thin Solid Films* **517**, 681–685.
- [9] M. R. Shah, M. K. Alam, M. R. Karim, M. A. Sobhan. (2005) “Study of optical properties of indium oxide (In_2O_3) thin film”, ICME, 28-30, Dhaka, Bangladesh.
- [10] Zijian Yuan, Xiaming Zhu, Xiong Wang, Xikun Cai, Bingpo Zhang, Dongjiang Qiu, Huizhen Wu. (2011) “Annealing effects of In_2O_3 thin films on electrical properties and application in thin film transistors”, *Thin Solid Films*, **519**, 3254–3258.
- [11] R. K. Gupta, N. Mamidi, K. Ghosh, S. R. Mishra, P. K. Kahol. (2007) “Growth and characterization of In_2O_3 thin films prepared by pulsed laser deposition”, *J. Optoelectronics and advanced materials*, **9**, 2211–2216.
- [12] A. Bagheri Khatibani, S.M. Rozati, Z. Bargbidi. (2012) “Preparation, study and nanoscale growth of indium oxide thin films”, *Acta physica polonica A*, **122**, 220-223.
- [13] G. Korotcenkov, V. Brinzari, A. Cerneavski, M. Ivanov, A. Cornet, J. Morante, A. Cabot, J. Arbiol. (2004) “ In_2O_3 films deposited by spray pyrolysis: gas response to reducing (CO , H_2) gases”, *Sensors and Actuators B*, **98**, 122–129.

- [14] G. Korotcenkov, A. Cerneavski, V. Brinzari, A. Vasiliev, M. Ivanov, A. Cornet, J. Morante, A. Cabot, J. Arbiol.(2004) “In₂O₃ films deposited by spray pyrolysis as a material for ozone gas sensors”, *Sensors and Actuators B*, **99**, 297–303.
- [15] V. Golovanov, Matti A. Mäki-Jaskari, Tapio T. Rantala, G. Korotcenkov, V. Brinzari, A. Cornet, J. Morante. (2005) “Experimental and theoretical studies of indium oxide gas sensors fabricated by spray pyrolysis”, *Sensors and Actuators B*, **106**, 563–571.
- [16] G. Korotcenkov, V. Brinzari, M. Ivanov, A. Cerneavski, J. Rodriguez, A. Cirera, A. Cornet, J. Morante . (2005) “Structural stability of indium oxide films deposited by spray pyrolysis during thermal annealing”, *Thin Solid Films*, **479**, 38– 51.
- [17] Shinho. Cho. (2012) “Effects of rapid thermal annealing on the properties of In₂O₃ thin films grown on glass substrate by rf reactive magnetron sputtering”, *Microelectronic Engineering*, **89**, 84–88.
- [18] Kaufmann E. N. and Wiley J. & Sons, Inc. (2003).
- [19] <http://materialsscience.uoregon.edu/ttsem/SEMbasics.html>.
- [20] Fultz B. and Howe J. (2007). “Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials”, Springer, Heidelberg. ISBN 978-3-540-73885-5.
- [21] <http://fa.wikipedia.org/>.
- [22] B.H.P. Klug, L.E. Alexander, (1974). “X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials”, Wiley, New York.
- [23] A. Sawaby, M. S. Selim, S. Y. Marzuk, M. A. Mostafa, A. Hosny, (2010). “Structural, optical and electrochromic properties of NiO thin films”, *physica B*, **405**, 3412-3420.
- [24] Mehdi Adelifard, Hosein Eshghi, Mohamad mehdi Bagheri Mohagheghi, (2012). “An investigation on substrate temperature and copper to sulphur molar ratios on optical and electrical properties of nanostructural CuS thin films prepared by spray pyrolysis” *Applied surface science*, **258**, 5733-5738.
- [25] J. A. Goswami,(1996) Thin Film Fundamentals, New Age International, New Delhi.
- [26] Timothy H. Gfroerer, (2009). “photoluminescence in Analysis of surfaces and Interfaces”. *Encyclopedia of Analytical chemistry*, 9209–9231.

[۲۷] اس. ام. زی، ۱۳۸۸ " فیزیک و تکنولوژی قطعات نیمرسانا " ترجمه غلامحسین سدید

عابدی، چاپ چهارم، دانشگاه امام رضا(ع)-مشهد، ص ۳۳۳ و ۳۳۴.

[28] Craig J. Sansonetti, Marc L. Salit, Joseph Reader. (1996) "Wavelengths of spectral lines in mercury pencil lamps" *Applied optics*, **35**, 74-77.

[29] Yasemin caglar, Mohsen zor, Mujdat caglar, Saliha ilican. (2006) "Influence of the indium incorporation on the structural and electrical properties of zinc oxide films", *J. Optoelectronic & advanced materials*, **5**, 1867–1873.

[30] G. Haacke. (1976) "New figure of merit for transparent conductors " *J. Appl. Phys.***47**, 4086-4089.

[31] Peredins D. Gauckler L. J. (2005), *Journal of Electroceramics*, **14**, 103-111.

[32] Wei He-Lin, Zhang Lei, Liu Zu-Li, Yao Kai-Lun. (2011), *Chin. Phys. B*, **20**, 118102-118107.

Abstract

In this experimental research work we have studied the morphological, structural, optical and electrical properties of pure indium oxide (In_2O_3) samples grown by spray pyrolysis method. In order to characterize the samples we have used Field effect scanning electron microscopy (FESEM), X-ray diffraction (XRD), UV-Vis-NIR spectroscopy, photoluminescence (PL) and I-V characteristics apparatus.

Through this study we have used indium chloride (99.99% purity) as the source material for the spray solvent. The variable parameters in this research are as following: substrate temperature (350 - 450 °C) and annealing, the spray rate (1.7, 3.3 and 4.8 ml/min) and annealing, substrate type (glass, FTO and silicon) and finally the spray method (continuous and pulse).

The FESEM images of the samples confirm the formation of various nanostructures in the films and the XRD spectra indicate that all the layers have a polycrystalline nature before and after annealing. Also the transmission spectra of the samples indicate that all samples have a high transmission (> 70%) in the visible range with a direct optical band gap of about 3.9 eV. The PL spectra of the samples at room temperature are consist of two main peaks, one in the UV region (corresponding to the band to band recombination) and the other in the visible range (corresponding to crystal defects especially oxygen vacancies). The electrical measurements show all the grown layers have a relatively high electrical resistance (about mega ohm) that decreases drastically as they exposed to the UV irradiation.

Keywords: Indium oxide, spray pyrolysis, nanostructure, Structural properties, Optical properties, Electrical properties, Morphology, Photoluminescence.



Shahrood University of Technology

Faculty of physics

Synthesis and Characterization of Indium Oxide (In_2O_3) thin layers

By:

Khadijeh Shamsoddini

Supervision:

Dr. Hossien Eshghi

February

2013