الجمهورية العربية السورية
جامعة البعث- كلية العلوم
قسم الفيزياء

تحضير أفلام رقيقة من TiO_2 بطريقتي البخ و Sol-Gel ودراسة خصائصها الفيزيائية

دراسة أعدت لنيل درجة الماجستير في فيزياء المادة الكثيفة

إعداد الطالبة:

أميرة زكريا العكام

بإشراف

الدكتور ناصر سعد الدين

أستاذ في جامعة البعث ـ قسم الفيزياء

1436هـ-2015م

SYRIAN ARAB REBUPLIC

ALBATH UNIVERSITY

FACULTY OF SCIENCES

PHYSICS DEPARTMENT

Preparation thin Films TiO_2Using Spray and Sol-Gel Methods and Study its PhysicalProperties

THESIS PREPARED TO GET M.Sc. IN PHYSICS Dense matter

Submitted by:

Amera Zakria Alakam

Under supervision of

Prof. **Nasser Saad Aldin**

1436هـ-2015م

الملخص

SUMMARY

يعد ثنائي أكسيد التيتانيوم مادة مناسبة للاستخدامات الصناعية في الوقت الحاضر بسبب طبيعتها الكيميائية فهي تملك نشاطاً تحفيزياً ضوئياً photocatalytic مهماً، وثباتية فيزيائية جيدة، وذات تكلفة منخفضة. يتبلور ثنائي أكسيد التيتانيوم بثلاثة أطوار: anatase و brookite و rutile. الطور rutile هو الأكثر ثباتاً وهو الشكل الذي يتحول له ثنائي أكسيد التيتانيوم من brookite و anatase بالحرارة.

حضرت أفلام رقيقة من TiO_2 بطريقتي البخ و SOL-GEL على ركائز من الزجاج العادي باستخدام المحاليل الأولية من ثلاثي كلوريد التيتانيوم والإيتانول وهيدروكسيد الصوديوم وحمض كلور الماء والماء المقطر. لدنت الأفلام المحضرة بطريقة SOL-GEL حرارياً عند درجات حرارة مختلفة لمدة ساعة واحدة. أما الأفلام المحضرة بطريقة البخ فقد تنوعت درجة حرارة الركيزة ضمن المجال°c(200-300-400-500). تمت دارسة الخصائص البنيوية للأفلام المحضرة والمعالجة حرارياً باستخدام جهاز الأشعة السينية (XRD) و المجهر الماسح الالكتروني (SEM). بينت الدراسة أن الأفلام المحضرة بطريقةSOL-GEL تتبلور وفق البنية البلورية (anatase) عند درجة حرارة 200°c أما عند درجات حرارة °c(300-400-500) تتبلور وفق البنية البلورية (orthorhombic). أما الأفلام المحضرة بطريقة البخ تتبلور وفق البنية البلورية (orthorhombic). تم حساب ثوابت الشبكة البلورية ووجد أنها تتوافق بشكل جيد مع بيانات بنك المعلومات JCPDS ومع بعض الأعمال العلمية. أما صور المسحوبة بالمجهر الماسح الالكتروني (SEM) للأفلام المحضرة فقد أظهرت تشكل حبيبات ناعمة ومتجانسة. حيث لوحظ تطور في البنية البلورية و حجم الحبيبة للأفلام TiO_2 بتاثير المعالجة الحرارية، كما تمت دراسة الخصائص الضوئية للأفلام المحضرة باستخدام جهاز السبيكتروفوتومتر. و أظهرت النتائج أن عرض المجال المحظور المباشر للأفلام المحضرة يتراوح بينev (2.6-3.8)، حيث لوحظ في كلا الطريقتين أن عرض المجال المحظور يزداد بازدياد درجة الحرارة. أما نفوذية الأفلام المحضرة بطريقةSOL-GEL بلغت حوالي 85%، أما نفوذية الأفلام المحضرة

بطريقة البخ بلغت حوالي 95%، ويعزى ذلك إلى طريقة التحضير وحجم الحبيبات المتشكلة. أظهرت النتائج أن قرينة انكسار الأفلام المحضرة بطريقةSOL-GEL تتراوح بين (2.1-2.7)، أما قيم قرينة الانكسار للأفلام المحضرة بطريقة البخ فكانت تتراوح بين(1.7-2.6). تم إجراء المقارنة بين الطريقتين حيث لوحظ بالنسبة للدراسة البنيوية أنه كلما ازدادت درجة الحرارة كان هناك تحسناً في البنية البلورية للأفلام المحضرة سواءً كان في تلدين الركائز أم برفع درجة حرارة الركيزة في حالة البخ الحراري.

وأخيراً نرجو أن نكون قد ساهمنا في بناء لبنة في مسيرة البحث العلمي، أملينا أن يسهم عملنا في تحقيق صرح من صروح العلم لبناء سوريا المستقبل.

Summary

Titanium dioxide is a suitable material for industrial use at the present time because of its nature as it has an efficient photocatalytic activity, good physical stability, and a low cost. Titanium dioxide is known for its three phases: anatase, brookite, and rutile. Rutile phase is the most stable form into which Titanium dioxide turns from anatase and brookite phase by heat.

TiO_2 thin films were prepared by spray and SOL-GEL methods on regular glass substrates using the initial solutions of titanium trichloride, ethanol, sodium hydroxide, hydrochloric acid, and distilled water.

SOL-GEL prepared films were thermally annealed at different temperatures for an hour. The substrate temperature for the spray prepared films varied between (200- 300-400-500) °c.

The structural properties of the prepared, thermally-treated films were studied using the X-ray Diffraction (XRD) and a Scanning Electron Microscope (SEM). The study showed that the films prepared by

SOL-GEL method crystallized according to the crystalline structure of (anatase) at 200°c, while at the temperatures (300-400-500)°c they crystallize according to the crystalline structure of (orthorhombic). The spray prepared films crystallize according to the crystalline structure of (orthorhombic). The crystalline network constants were calculated and were found to correspond well with the data of the data bank JCPDS and with some scientific works.

The analysis of the prepared films in the (SEM) showed the formation of soft and homogeneous grains, where a development of the crystalline structure and the size of grains of TiO_2 films were observed as an influence of thermal treatment. The optical properties of the prepared films were studied using spectrophotometer.

The results showed that the of band gap energy the films ranges from (2.6-3.8) ev for the direct forbidden band. It was observed, in both methods, that the width of the forbidden band increases with the increase

of temperature. The transmission of the films prepared by the SOL-GEL method was about 85%, and the transmission of the films prepared by the spray method was about 95%, and this is due to the preparation method and the size of formed grains.

The results showed that the refractive index of the films prepared by the SOL-GEL method ranges from (2.1-2.7) while the refractive index of the films prepared by the spray method ranges from (1.7-2.6). The two methods were compared and it was observed that, for the structural study, the crystalline structure of the prepared films improves with the increase of temperature whether at substrate annealing or the increase of the temperature of the sprayed substrate.