JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ
العدد السابع والعشرون
(٢٥٧) (٢٧٤)

تأثير تغيير درجات الحرارة على الخصائـــص التركيبية الحجمية للأغشية الرقيقة المحضرة من ثالث أكسيد التنغستن (wo3) المستخدمة في تصنيع أجهزة المتحسس الغازي

م . م أكرم ابراهيم علي
ah230068ued@st.tu.edu.iq
أ . د نديم خالد حسن
nadimkh4@tu.edu.iq
جامعة تكريت / كلية التربية للعلوم الصرفة/ قسم الفيزياء

المستخلص

في هذا البحث تم دراسة خصائص حساسات الغاز للأغشية (WO_3 : Cuo_2) اذ تم ترسيب ثنائي اوكسيد النحاس (Cuo_2) فوق ركائز من الكوارتز من النوع N–Type اذ رسبت العينات باستعمال تقنية التبخير الحراري في الفراغ, تكونت اغشية منتظمة ورقيقة ومستوية من دون تكتلات وتم اكسدة العينات في الفرن الكهربائي عند درجة حرارة (600, 550, 500)°C لمدة ساعة ثم يترك يبرد لمدة (24)hr , وبعدها تم ترسيب طبقة (WO_3) كأغشية رقيقة فوق طبقة (Cuo_2) بطريقة الاستئصال بالليزر النبضي بعد كبس مادة (WO_3) على شكل اقراص تحت حمل (5Tan), وبعدها تمت الاكسدة في الفرن الكهربائي للعينات المحضرة عند درجات حرارة 700)°C 800, 750,) لمدة ساعة ثم يترك يبرد لمدة (24)hr , اذ ظهر التوزيع المنتظم للحبيبات النانوية الكروية توزيعًا مضغوطًا ومتجانسًا مع بعض التكتلات الحبيبية التي تظهر على شكل عناقيد. لحصولنا على افضل انتظام بلوري حسب المقطع العرضي لفحص (Cross–Sectional) , ومن خلال فحوصات حيود الاشعة السينية (XRD) أظهر فحص الأشعة السينية زيادة طفيفة في حجم الجسيمات النانوية مما ادى الى تناقص الحجم البلوري اذ تم حسابه من خلال معادلة شرر . وبينت نتائج مجهر القوة الذرية AFM انه عند ترسيب ثلاثي اوكسيد التنغستن ينخفض معدل خشونة السطح مع انخفاض الحجم البلوري للمادة، ومن خلال نتائج المجهر الالكتروني الماسح FESEM ان المادة النقية تكون على شكل جسيمات كروية وتكون جميع الاغشية متجانسة من خلال مظهر السطح وتكون الذرات بشكل كروي تقريبا وبزيادة مقدار درجة حرارة التلدين يصبح شكل السطح متكتل ويزداد معدل الحجم الحبيبي.

JOBS مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

الكلمات المفتاحية: الحبيبات النانوية ، الاغشية الرقيقة، النظام البلوري، الاكسدة، التبخير الحراري، الاستئصال بالليزر

The effect of temperature changes on the structural and bulk properties of thin films prepared from Tungsten dioxide (WO3)used in the manufacture of gas sensors

M.M.Akram Ibrahim Ali
ah230068ued@st.tu.edu.iq
Prof.Dr.Nadim Khaled Hassan
nadimkh4@tu.edu.iq
Tikrit University/ College of Education for Pure Sciences/ Department of Physics

Abstract:

In the research the properties of gas sensors (WO3:Cuo2) were studies Copper oxide was deposited on N-type quartz substrates , where samples were deposited using the vacuum evaporation technique. Regular ,thin,flat films were formed without agglomerations. The samples were oxidized in an electric furnace at a temperature of (500,550 and 600 ^{o}C) for one hour, then left to cool for (24h) . After that ,a layer of (WO3) was deposited as thin films on top of layer of (CuO2) using the pulsed laser ablation method after the material (WO3) was shaped like tablets under load (5Tan). After that ,the prepared samples were oxidized in an electric furnace at temperatures of (700,750 and 800 ^{o}C) for an hour, then left to cool for (24 hr). The regular distribution of the nano spherical grains appeared compressed and homogeneous with some granular agglomeration that appeared in the form of clusters . We obtained the best crystal regularity according to the cross-section of the examination . The examination (XRD) showed , and through x-ray diffraction examination cross-sectional x-rays showed a slight increase in the size of the nano particles , which led to a decrease in the crystal size, as calculated by the Scherer's equation. The results of the atomic force microscope (AFM) showed that when deposition of Tungsten trioxide, the surface roughness rate decreased with the decrease in the crystal size of the material. The results of the scanning electron microscope(FESEM) showed that the pure material was in the form of spherical particles, and all the films were homogeneous in terms of the surface appearance, and the atoms were

almost spherical. With an increase in the annealing temperature, the surface shape became lumpy and the average grain size increased.

Keywords :Nano grains, thin films , crystalline system , oxidation , thermal evaporation , laser ablation

Introduction مقدمة :

أصبحت تقنية النانو في طليعة المجالات الأكثر أهمية وإثارة في مجال علوم الفيزياء والعلوم الأخرى فقد أعطت أملا كبيرا لثورات علمية في المستقبل القريب والتي ستغير وجهة التقنية في العديد من التطبيقات وهي تُصنف اليوم بوصفها جيلاً خامسا للتطور التقني ويمكن إرجاع تقنية النانو الى عملية التحكم والتلاعب بالمادة على مستوى الأبعاد الذرية وعملية التحكم هذه مماثلة للهندسة في مستوى النانو وان عملية التصنيع النانوي(Nanofabrication) ترتبط بشكل تام بهذه الهندسة(Kuhn،2020, 203–240). يعتمد مفهوم تقنية النانو على أن المادة التي تتركب من جسيمات نانوية ستُبدي خصائص جديدة مما يقود الى سلوك جديد يعتمد على حجم هذه الجسيمات ،فقد لوحظ كمثال لذلك أن كل من التركيب الالكتروني، والتوصيلية، والتفاعلية، ودرجة الانصهار، والخصائص الميكانيكية للمادة تتغيركلها عندما يقل حجم الجسيمات عن قيمة حرجة من الحجم إذ انه كلما اقترب حجم المادة من الأبعاد الذرية خضعت المادة لقوانين ميكانيك الكم بدلا من قوانين الفيزياء التقليدية وإن اعتماد سلوك المادة على حجمها يمكننا من التحكم بهندسة خواصها، وبناء عليه فقد استنتج الباحثون أن لهذا المفهوم تقنية عظيمة تشمل مجالات تقنية واسعة ومتنوعة، وبشكل عام هي تلك التي تتعامل مع تراكيب متعددة من المواد ذات أبعاد من رتبة النانومتر وان عالم النانو يعد الحد الفاصل بين عالم الذرات والجزيئات وبين عالم المايكرو(Alsalhi, Dwayyan and M. 2007,23) يشتق مصطلح التقنية النانوية من مقياس النانومتر(Nanometer) وهذا العلم يفتح حقبة جديدة من التكامل الأساسي البحثي عند المقياس النانوي (Nanoscale) فالمنتجات المهمة تُصنع ضمن هذا المقياس، إذ إن البحوث جارية لتصنيع نبائط أكثر كفاءة وان الأولوية للسنوات القادمة في الوقت الراهن ستركز على كل من المجال الطبي وتحويل الطاقة والزراعة، والكترونيات النانو، والعوامل المحفزة، والمستحضرات الصيدلانية (Matthias Werner,Hans–Jorg, 2013,112) وعلى ضوء ذلك فقد تمكن العلماء من تصنيع أشكال نانوية التركيب (Nanostructure Shapes) لا تُرى بالعين المجردة تشابه في حقيقتها أشكالا موجودة في الطبيعة أو غير موجودة ومثال على ذلك تصنيع القضبان النانوية(Nanorods) والأسلاك النانوية (Nanowires) والأنابيب النانوية

(Nanotubes) والألياف النانوية (Nanofibers) والكثير من الأشكال رائعة التكوين، وكذلك تصنيع النبائط الالكترونية المعروفة مثل الترانزستورات، والخلايا الشمسية، والدايودات، والمتحسسات وغيرها(Jagadish , Pearton , 2011, 45) وعملية التصنيع هذه ترتبط بصورة مباشرة بداية بتقنيات تحضير مختلفة من أهمها تقنية الأغشية الرقيقة (Thin Films) المعروفة (Fortin, , Zribi, 27,2009)

هدف الدراسة: Study objective

(1). الحاجة لاعتماد التقنيات الحديثة المستعملة في تصنيع الهياكل النانوية باهظة الثمن.

(2). توظيف الوقت في تصنيع المتحسس الغازي للتغلب على هذه المشكلة بإستعمال طريقة منخفضة التكلفة وخلال فترة زمنية قصيرة بتقنية الترسيب بالليزر النبضي (PLD)

(3). محاولة تحضير اغشية رقيقة من البنية النانوية ثاني اوكسيد النحاس بإضافة ثالث اوكسيد التنكستن (WO_3) ومن ثم تحسينها والرفع من جودتها.

الأغشية الرّقيقة النانوية : Nano thin films

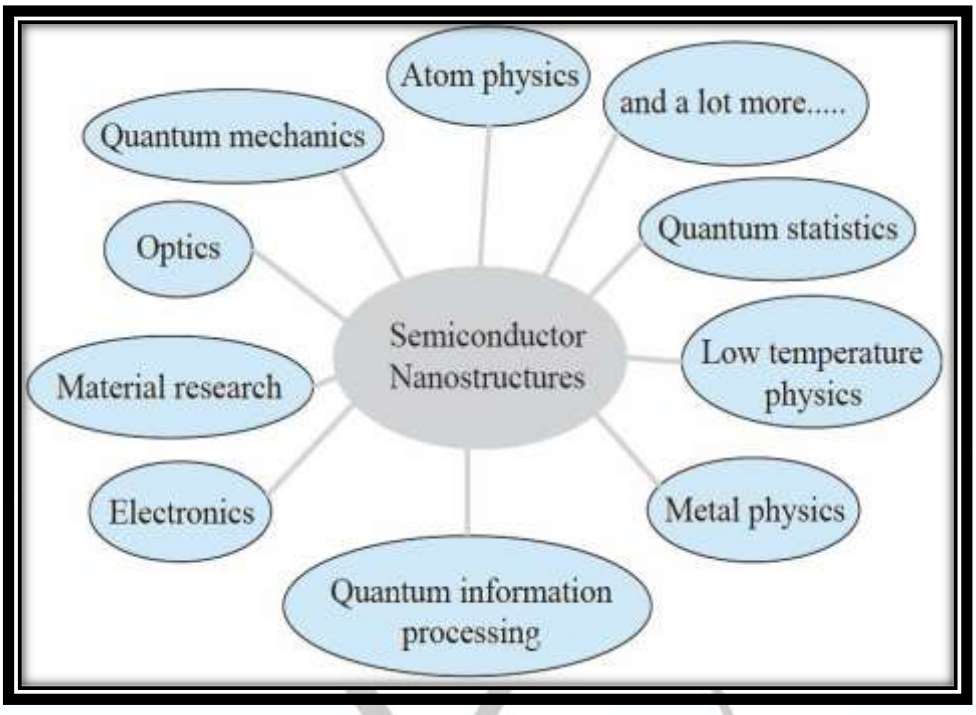
تحظى الأغشية الرّقيقة النّانويّة لأشباه الموصّلات بأهمية كبيرة في الوقت الحاضر لاستعمالها في مجالات متعددة ‘حيث تستعمل في أجزاء واسعة من الدوائر الالكترونية ومنها في المتسعات والمرشحات والمقاومات الترانزستورات والكثير غيرها، أمّا بالنسبة للتطبيقات البصريّة فيستفاد منها في أجهزة الاستنساخ والتصوير الفوتوغرافي، كما تستعمل في صناعة المرشحات البصريّة يستفاد منها في صناعة المرايا العاكسة والخلايا الضوئية والطلاءات العاكسة وغير العاكسة، وتظهر أهمية الأغشية الرّقيقة في صناعة الخلايا الشّمسيّة والكواشف الضوئية. اذ تترسب هذه الأغشية على مواد أخرى مختلفة تستعمل كأرضيّات ترسيب تدعى قواعد (Substrates) بسبب ضآلة سمك هذه الأغشية مما يجعلها سهلة الكسر. وتعتمد هذه القواعد على طبيعة الاستعمال والدراسة والتطبيق ومن الأمثلة الزّجاج بأنواعه والسّليكون والكوارتز والالمنيوم وغيرها (Eckortova, 57,1977)، وكذلك استعملت في طلاء العدسات والمرايا لبعض الاطوال الموجية ذات الصفات المهمة لاستعمالها في الخلايا الضوئية photo cell والخلايا الشّمسيّة solar cell بشكل عام (johnwiley,71,1985) وكذلك تم استعمال الأغشية الرّقيقة في تركيب الأجهزة الالكترونية بشكل مقومات Rectifiers ومتسعات Capacitors وترانزستورات Transistors في الحاسبات الرقميةDigital Computers

كما ان للإغشية الرّقيقة استعمالات أخرى في الذاكرة المغناطيسية والكواشف Detectors ودوائر الفتح والغلق والمحارير الشعاعية Bolometers وذلك بسبب خفة وزنها وصغر حجمها وقدرتها الفائقة في أداء عملها فضلا عن استعمالها في بعض المواد لمنع تاكلها الكيميائي او لإظهار بعض المواد بالمظهر الجميل كما في طلاء المعادن الرخيصة بأخرى ثمينة لرفع قيمتها المادية والجمالية (48,1969,Harris,Berry) يستعمل مصطلح الأغشية الرّقيقة لوصف طبقة او طبقات متعددة من ذرات المادة لا يتعدى سمكها مايكرو متر واحد او عددا من النانومتر (36,1976,Shirland)

أشباه الموصلات النانوية Semiconductor Nanostructures

ترتبط أشباه الموصلات ذات التراكيب النانوية مع باقي العلوم الفيزيائية ارتباطا وثيقا من حيث التصنيع أو التفسير، فهي اليوم إحدى الركائز المهمة في مجال تصنيع النبائط ذات التراكيب النانوية، إذ إن عالم النانو يبدأ فيها من اقل من (100nm) وينتهي الى (1nm) او اقل من ذلك ومبدئيا هذه الحدود ليست صارمة ، وان اغلب عمليات تصنيع نبائطها تُنجز عن طريق عملية ترسيب الأغشية الرقيقة المعروفة (Kuhn، 2020, 240–203)،ان الترانزستورات تأثير المجال (FET: field–effect transistors) التي تم حديثا تستعمل أنابيب أو قضبان نانوية شبه موصلة مفردة بين قطبين معدنيين تقوم مقام قناة تتدفق خلالها الإلكترونات (Korkin، 69,2008,Rosei) إذ يمكن التحكم في تدفق التيار عبر هذه القناة (بالسماح أو الإيقاف)، وذلك بتطبيق فولتيات على قطب ثالث قريب منهما، والشكل(1) يبين مخططين توضيحيين لاستعمال التراكيب النانوية في تصنيع الترانزستورات. وتمتاز النبائط المبنية على الأنابيب النانوية في درجة حرارة الغرفة بمميزات كهربائية مماثلة لنظائرها في السليكون وبجودة أعلى فمثلا قطب البوابة (Electrode Gate) يستطيع أن يغير موصلية قناة الأنبوب النانوي بمعامل يبلغ مليونًا أو أكثر، مقارنة بالترانزستورات السليكونية، ونظرا لحجمه بالغ الصغر، فإن ترانزستور (FET) المصنوع من الأنابيب النانوية يمكنه أن يشكل مفتاحاً (Switch) موثوقًا فيه، مستعملا طاقة أقل بكثير من الطاقة التي تستهلكها نبائط السليكون، ويتنبأ النظريون بأن قاطعة نانوية المقياس تستطيع أن تعمل بسرعات تقدر بالتيراهرتز (Terahertz) او أكثر، أي انها (1000) مرة أسرع من المعالِجات الموجودة حالياً (4545–4547.2009,Shim,Hwang,Kang,Park,Oh)

JOBS مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

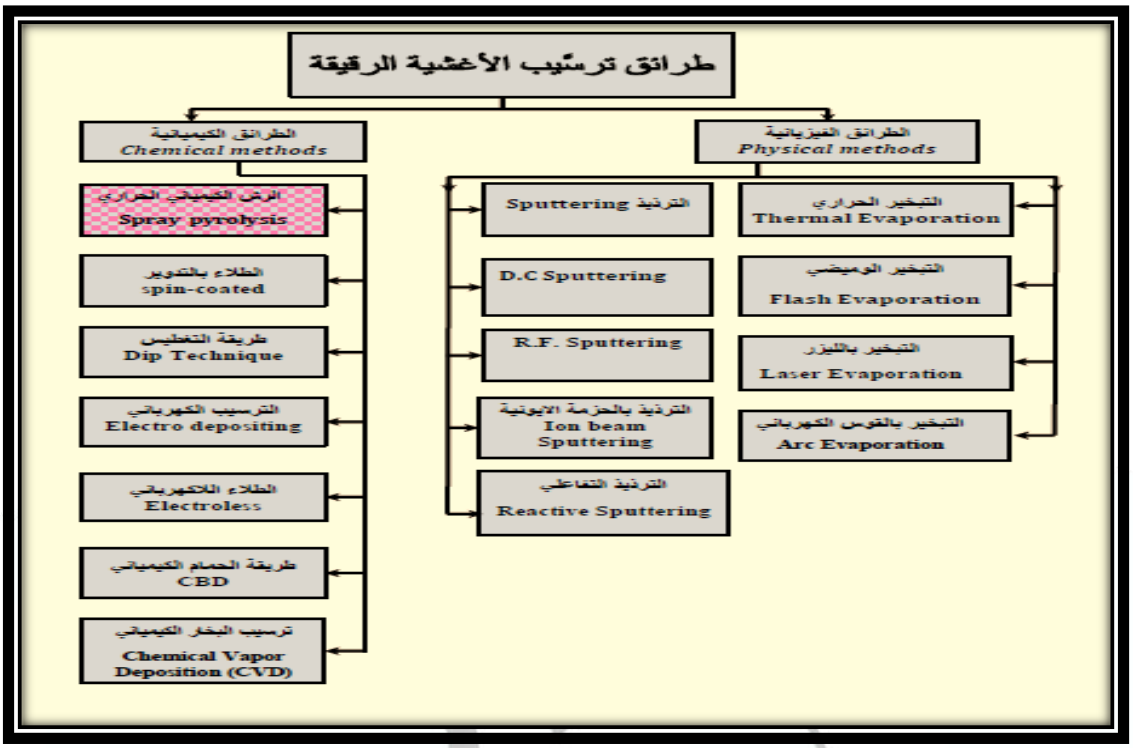


شكل(1) مخطط يبين الارتباط بين أشباه الموصلات النانوية والعلوم الأخرى
(48,1969,Harris,Berry)

طرائق تحضير الأغشية الرقيقة: Thin Films Deposition Methods

لقد تنوعت طرق تحضير الأغشية الرقيقة وتطورت بدرجة كبيرة جدا لاسيما خلال السنوات الأخيرة، وتمتلك هذه الطرق دقة عالية في تعيين وتحديد سمك الغشاء وطريقة تجانسه، ولكل طريقة ميزاتها الخاصة وخصوصيتها وتصنف هذه الطرق إلى نوعين اساسيين يوضحهما الشكل (2) وقد استعملنا في بحثنا هذا طريقة التبخير الحراري في الفراغ وتقنية الترسيب بالليزر النبضي (PLD):

JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ



الشكل(2) مخطط طرائق ترسيب الاغشية الرقيقة

(1129-1136,1982,Helmholdt,Burggraaf,Van,Verkerk)

طريقة التبخير الحراري تحت الفراغ:

Thermal Evaporation Under Vacuum Method

تُعد طريقة التبخير الحراري في الفراغ (التسخين بالمقاومة) من أكثر الطرائق إستعمالاً في تحضير الأغشية الرقيقة والمفارق الهجينة، وذلك لِما تتمتع به من محاسن عملية عن التقنيات الأخرى ومنها:

١. الحصول على أغشية ذات نقاوة عالية (وذلك لتبخر المادة في حجرة مفرغة من أغلب الغازات والأبخرة الأخرى، فتضمن عدم حدوث عملية الأكسدة الحرارية للغشاء المترافقة مع وجود غاز الأوكسجين، وكذلك التخلص من ذرات الغبار وغيرها التي من الممكن أن تكوّن عيوباً في التركيب البلوري للغشاء المُحضر) .

٢. إن درجة التفريغ العالي والضغط الواطئ mbar (10^{-6}–10^{-9}) داخل حجرة التبخير يمنع حدوث التلوث وكذلك فإن نقطة إنصهار المادة تقل بإنخفاض الضغط، فضلاً عن تقليل إحتمالية حدوث

عمليات التصادم (الإستطارة) ما بين ذرات المادة المتبخرة و ذرات الغازات الأخرى المتواجدة في حيز التبخير.

٣. الحصول على أغشية ذات أقل عدد ممكن من مراكز الإجهاد (التوتر الداخلي) الذي ينتج من وجود ذرات الغبار أو الذرات الغريبة في حجرة التبخير.

٤. الحفاظ على الأرضيات (القواعد) المُعدة للترسيب من الأضرار السطحية، مع إمكانية الحصول على عينات عديدة بظروف التحضير نفسها والسُمك في وقت قليل، فضلا عن سهولة تحضير العينات.

وبالرغم من هذه المحاسن الإيجابية لطريقة التبخيرالحراري في الفراغ إلا أن لها بعض السلبيات منها: أنها غير ملائمة في تحضير الأغشية الرقيقة للمُركبات (Compound Semiconductors) بسبب الإرتفاع التدريجي في درجة الحرارة الذي يعمل على إنفصال عناصر هذه المركبات، أنها طريقة محدودة لتبخير العناصر والمركبات ذات درجة الإنصهار الواطئة، فقدان جزء من المادة المتبخرة داخل حجرة التبخير، درجة إلتصاق الغشاء المحضر بالأرضيات (Substrate) ضعيفة نسبةً إلى تقنية الترذيذ ، وكذلك لا يمكن فيها تحضير غشاء بمساحة كبيرة. وتتأثر عملية تحضيرالأغشية الرقيقة بتقنية التبخيرالحراري في الفراغ بعوامل متعددة، من أهمها : ضغط الهواء داخل حجرة التبخير، درجة حرارة القاعدة المعدّة للترسيب، مدى نظافة الحجرة والأرضيات من التلوث، معدل الترسيب، المسافة بين الحويض والأرضيات وكذلك نوع مادة وشكل الحويض المناسب المستعمل لتبخير المادة، وإن لهذه العوامل دوراً مهماً في تحديد مدى تجانس ونسبة نقاوة الغشاء المُحضر من الشوائب ومن تعرضه للأكسدة نتيجة تصادم ذرات بخار المادة مع ذرات الهواء داخل حجرة التفريغ.

إن عملية ترسيب الغشاء المُحضر بهذه الطريقة تسلك ثلاث مراحل بعدعملية التفريغ؛ فتبدأ أولاً بتحويل المادة المراد ترسيبها (بعد وضعها في الحويض Boat) من الحالة الصلبة إلى الغازية بعد تسخين الحويض إلى درجة حرارة تبخر المادة، ثم إنتقال ذرات المادة من مصدر التبخير (التسخين) إلى الأرضيات عبر الفراغ و تتكثيف وترسيب هذه الذرات على الأرضيات المعدة للترسيب. و لأجل حصول هذه المراحل بنجاح، فيستوجب التعرف على مقدار ضغط الهواء (m Par or Torr) المناسب داخل الحجرة لحصول الشرط الكافي للتبخير في الفراغ والذي يشترط على أن يكون مقدار معدل المسار الحر {"معدل المسافة التي تقطعها جزيئة قبل أن تصطدم بجزيئة ثانية"} أكبر من

JOBS مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

المسافة بين حويض التبخير وأرضيات الترسيب، إذ يرتبطان وعلى هذا الأساس يجب أن يكون أدنى مقدار لضغط التفريغ هو ($P=10^{-4}$ Torr) الحصول على اكبر معدل المسار الحر ومِن ثَمّ الحصول على تبخير وإنتقال وتكثيف ذرات المادة بشكل أفضل لنمو وتجانس الغشاء الرقيق .

منظومة التبخير الحراري الفراغي Vacuum Thermal Evaporation System

فإن هذه المنظومة تتألف من أربعة أجزاء أساسية هي :-

١.حجرة التبخير (Evaporation Chamber) ٢. مضخات التفريغ (Vacuum Pumps)

٣. أجهزة قياس الفراغ (Vacuum gauges) ٤. منظومة التبريد (Cooling System):

شكل (٣) يوضح المنظومة المستخدمة في تحضير الاغشية

منظومة الليزر Laser System

تم استخدام ليزر Nd:YAG النبضي المصنع من قبل شركة (DIAMON-288 pattern EPLS System) بطول موجي قدره (١٠٦٤ nm) في عملية ترسيب النماذج المحضرة على قواعد الكوارتز اذ تتكون المنظومة من مجهز القدرة, ونظام تحكم بالحاسوب ونظام تبريد داخلي, إذ يتم تثبيت مسار أشعة الليزر على الهدف يدوياً اذ يتميز الليزر المستخدم بالمواصفات الاتية.

١. طاقة الليزر (mJ(100- 1000 الطاقة المستخدمة (٦٠٠) mJ

JOBS مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

٢.التردد 1 ~ 6) Hz) التردد المستخدم (٦)Hz

٣. الطول الموجي لليزر 532–1064 nm) = λ) الطول الموجي المستخدم (١٠٦٤)nm

٤. مدة كل نبضة = (١٠ n sec) .

٥. طريقة التبريد للجهاز: تكون عن طريق تدوير ماء الجهاز الساخن يدويا بماء بارد من خلال خزان موجود داخل الجهاز.

١. حجرة الترسيب Sediment chamber

هي حجرة اسطوانية الشكل قطرها (٣٠cm) وارتفاعها (٤٠cm)مصنوعة من الكوارتز. تحدث فيها عملية ترسيب الأغشية , بوساطة الليزر النبضي عند التفريغ العالي وتم تصميمها بحيث تحتوي على بوابة لخروج الغاز عند التفريغ ومشاهدة أشعة الليزر.

٢ عملية نمو الأغشية الرقيقة بتقنية الليزر النبضي

The process of growth of thin films with pulse laser technology

إنَّ عملية ترسيب النماذج المحضرة من أقراص أوكسيد التنغستن فوق طبقة أوكسبيد النحاس تمت داخل حجرة التفريغ في منظومة الليزر تم تشغيل المضخة الخاصة للتفريغ المربوط مع حجرة التفريغ بعد احكام اغلاقها وينخفض الضغط تدريجيا وبعد مدة٤٥ min)) تم وصول الضغط الى(١٠–٣ mbar).

وتتضمن عملية الترسيب خطوات أساسية هي:

١. تفاعل اشعة الليزر النبضي مع الهدف الذي هو عبارة عن قرص المسحوق المكبوس.

٢. يترسب الغشاء على شريحة الكوارتز في درجة حرارة الغرفة وعند ضغط التفريغ المنخفض (١٠–٣ mpar) يبين الشكل (٤) عملية ترسيب الاغشية وكيفية تثبيت الشريحة الزجاجية أمام الهدف و بمسافة (٣± ١) cm والمسافة بين الهدف ونقطة انطلاق اشعة الليزر (١٥cm) وكانت طاقة الليزر المناسبة للترسيب (٦٠٠m.J) وبتردد (٦Hz) وبعدد نبضات (٧٠٠) نبضة اذ تصنع أشعة الليزر الساقطة مع سطح الهدف زاوية (٤٥o).

JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

الشكل (٤) مخطط لحجرة الترسيب و جهاز الليزر المستخدم في ترسيب الأغشية.

تحضير النماذج Form preparation process

تم استعمال مادة أوكسيد النحاس (CuO_2) ذات النقاوة 99.9 ذات صناعة هندية على شكل مسحوق يتم وضعها في الحويض في جهاز التبخير الحراري وتم ترسيبها على شرائح الكوارتز عند درجات حرارة تتراوح بين (600° C ,and 550 ,500) ثم توضع في الفرن الكهربائي لغرض التلدين لمدة ساعة ثم يتم تبريدها في الفرن لمدة (24) ساعة ، تم استعمال مادة أوكسيد التنغستن الثلاثي (WO_3) على شكل اقراص توضع في القالب لكبس المادة على شكل قرص ذي قطر(10)mm ثم تضغط العينة بمكبس الهيدروليك على (5) طن لمدة زمنية (5) دقائق لتخرج العينات ثم تلدن في الفرن لمدة زمنية (1) ساعة على درجة حرارة 500°C ثم تخرج بعد ان تبرد ، ان الغرض من الكبس هو لتقترب درجة حرارة تبخر المادتين وعدم انفصالها في اثناء الترسيب (أي

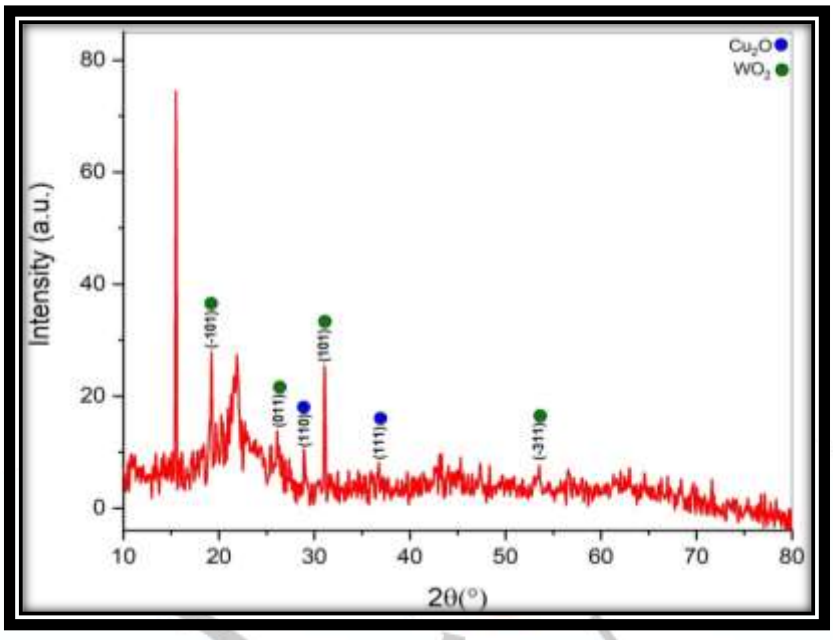
ان المادة عند الضغط تتسامى) يتم ترسيب مادة أوكسيد التنغستن الثلاثي (WO_3) على العينات بطريقة الترسيب بالليزر وبمعدل (700) قصفة لكل عينة بعدها توضع في الفرن الكهربائي لغرض التلدين عند درجات حرارة تتراوح بين ($700, 750$,and 800 C ^{o}) لمدة ساعة ثم يتم تبريدها في الفرن لمدة (24h) .

فحوصات حيود الاشعة السينية: **X-Ray Diffraction Test**

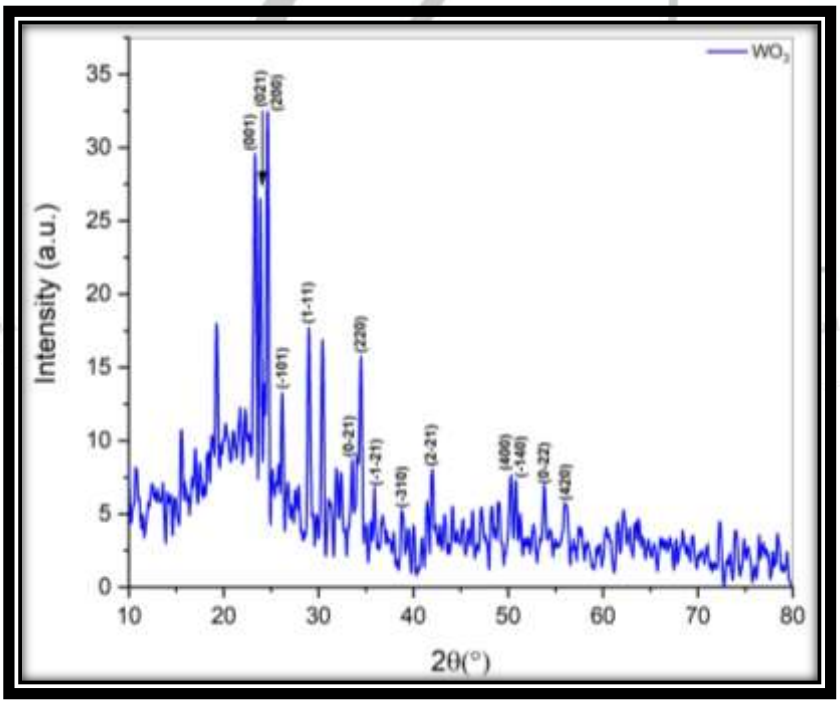
تمت في هذة الدراسة دراسة حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد طبيعة النمو البلوري ، وترتيب الذرات، وتشكل المستويات لأغشية (WO_3:CuO_2) الرقيقة عند ترسيب ثاني اوكسيد النحاس وثالث اوكسيد التنغستن ولعدد نبضات (700) نبضة لكل عينة ولدرجات حرارة مختلفة . حيث يبين الشكل(6,7,8) أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لأغشية ثالث اوكسيد التنغستن WO_3 المترسبة فوق طبقة من ثنائي اوكسيد النحاس CuO_2 والتي تم تحضيرها على ركائز من الكوارتز بطريقة الترسيب بالليزر النبضي وبدرجة حرارة تلدين قدرها ($700,750,800$ C^0). كذلك ظهرت جميع العينات ذات تركيب متعددة التبلور وبمزيج من الطورين احادي الميل (Monoclinic) لشبيكة WO_3 و الرباعي القائم (Tetragonal) لشبيكة CuO_2 ولكن ظهرت الشدة بنسب مختلفة تبعا لاختلاف درجات حرارة التلدين . هنالك اختلاف طفيف في مواقع القمم بسبب نشوء اجهادات في الشبيكة والذي يدل على انتشار بعض الايونات للمادة المضافة لتكون بمثابة ذرات تشويب استبدالية, وبسبب الاختلاف في حجم ايون النحاس نسبة الى حجم ايون التنغستن. ، عِلماً بإن جهاز حيود الأشعة السينية المستعمل المملكة المتحدة من نوع (XRD panalytical X Pert Pr) .

مما يؤدي إلى تقليل الطاقة الحرة للسطح البلوري ، فإن النواة ذات القيمة المنخفضة للطاقة الحرة للسطح البلوري ستهيمن (Zhu ,Tang, Yang, and Dai . ,2011 ,4816–4823).

JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

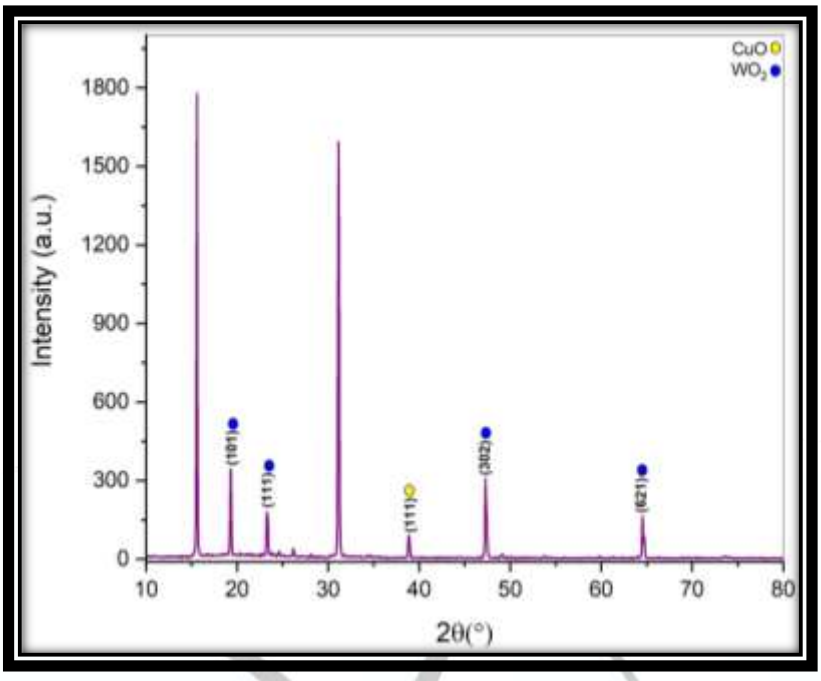


الشكل(5) : أنماط حيود الاشعة السينية لأغشية (WO_3 : CuO_2) المحضرة بالليزر النبضي بعدد (700) نبضة على ارضيات الكوارتز وعند درجة حرارة تلدين ($700\ C^0$)



الشكل(6): أنماط حيود الاشعة السينيةلأغشية (CuO_2 : WO_3) المحضرة بالليزر النبضي بعدد (700) نبضة ارضيات الكوارتز البلوري بعدد نبضات(750) نبضة.

JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ



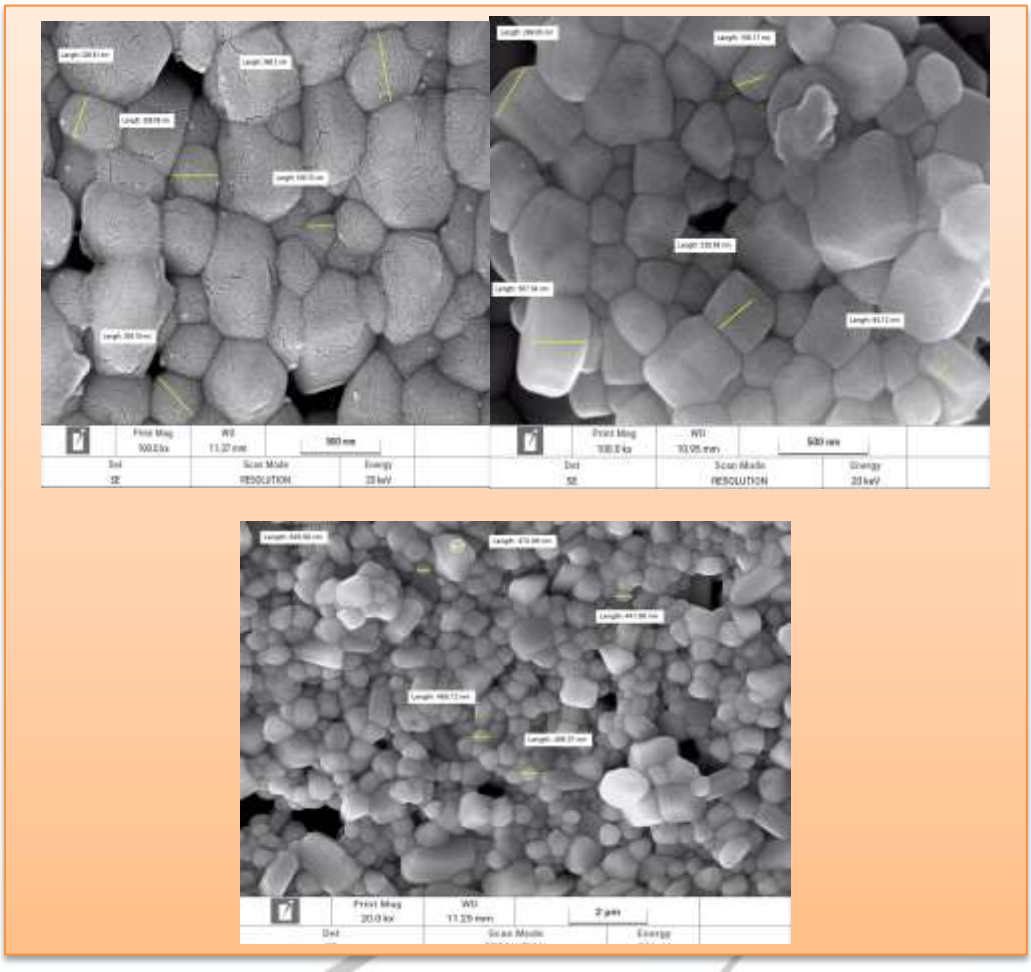
الشكل(7): أنماط حيود الاشعة السينية السينيةلأغشية (CuO_2 : WO_3) المحضرة بالليزر النبضي بعدد (700) نبضة على ارضيات الكوارتز البلوري بعدد نبضات(800) نبضة..

قياسات المجهر الإلكتروني الماسح (FESEM):

Scanning Electron Microscope Measurements (FESEM)

يعد المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) من التقنيات العلمية المهمة في مجال الأغشية الرقيقة، فهو أداة رائعة لمشاهدة العالم غير المرئي من الأجسام الدقيقة جداً و لا سيما فيما يتعلق بالتراكيب النانوية، وذلك عن طريق صور مفصّلة ثلاثية الأبعاد ومكبرة بدرجات تفوق تلك الناتجة عن المجاهر الضوئية، وفي دراستنا الحالية تم الحصول على صور مجهرية ذات تراكيب نانوية مختلفة الأشكال والأحجام و واضحة المعالم وبقوة تكبير (1)،000،000) X (magnification بإستعمال المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) نوع ألمانيا شركة / ZEISS SIGMA.

JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ



شكل (8): مورفولوجية FE-SEM للأغشية المحضرة (WO_3:CuO_2) باستعمال عدد نبضات700 على ركيزة الكوارتز عند درجة حرارة ($700.750.800\ C^0$)

قياسات مجهر القوة الذرية (AFM):

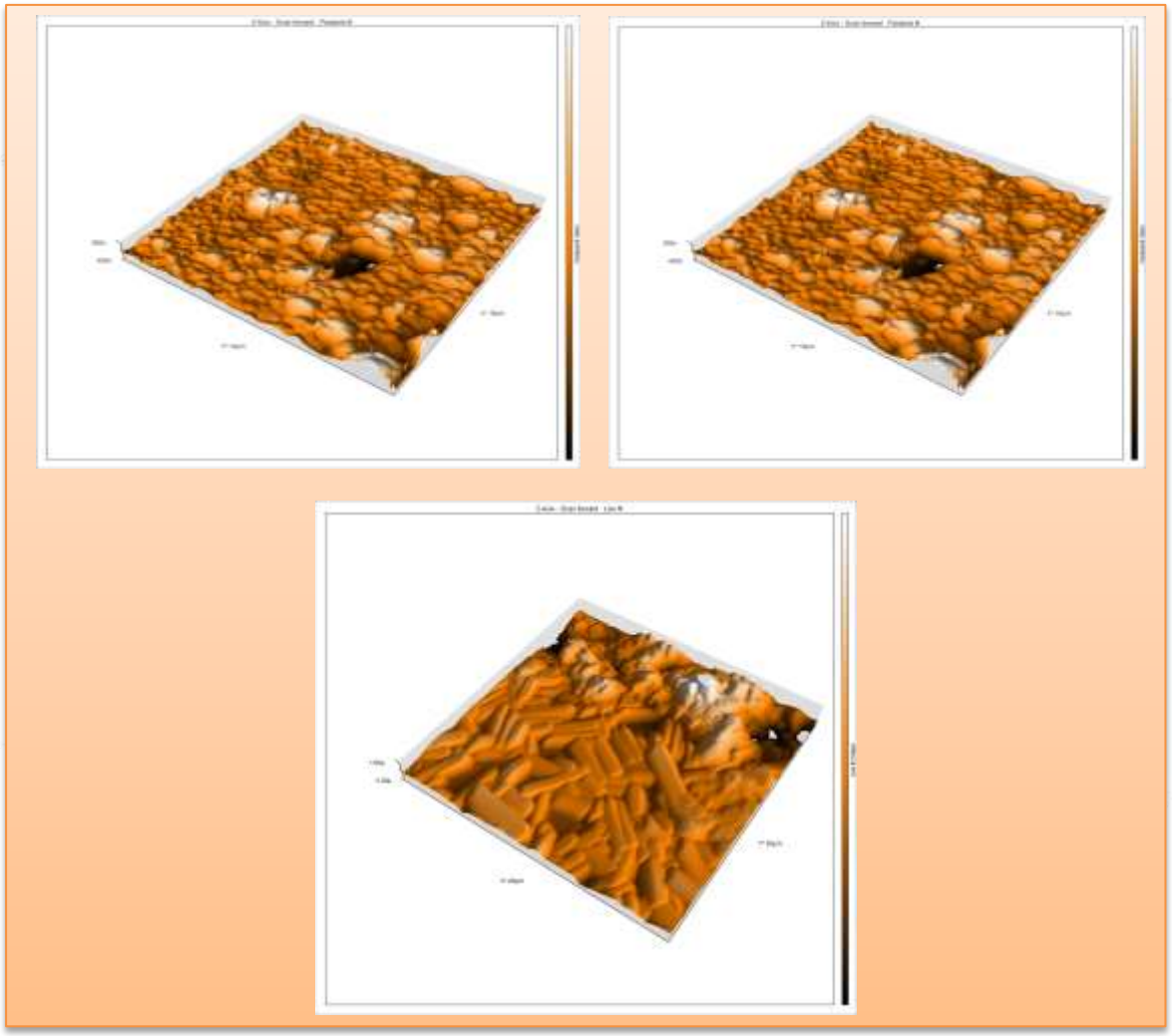
Atomic Force Microscope Measurements (AFM)

من خلال هذه التقنية ، تم التعرف على كيفية توزيع وترتيب الذرات على سطح الغشاء قلا بدّ من دراسة سطوح الأغشية المحضرة من خلال استعمال تحليل مجهر القوة الذرية (AFM) لدراسة طبوغرافية السطح .ويستعمل مجهر القوة الذرية (AFM) لدراسة خصائص سطوح الأغشية المُحضرة ومدى تأثرها بظروف التحضير، ويزودنا بمعلومات دقيقة عن مقدار خشونة السطح ومعدل الخشونة Roughness (RMS) وعن عدد الحبيبات وكذلك معرفة مقدار الحجم الحبيبي (Grain Size)

JOBS
مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

للحبيبات المتكونة وأشكال تكوّنها في الغشاء الرقيق. نلاحظ ان معدل الخشونة للاغشية المحضرة على ركائز الكوارتز عند ترسيب طبقتين من ثنائي أوكسيد النحاس و فوقها طبقة من ثلاثي أوكسيد التنغستن تكون اكثر خشونة واكبر مساحة سطحية ويعزى ذلك الى حدوث إنماء بلوري اكبر للحبيبات بشكل عمودي على السطح وهذا يتفق مع الباحث AngelinPrema وجماعته (96-100,2016, Angelin, John, Arockia, and Dharmalingam .).

إستعمال مجهر القوة الذرية (AFM) نوع المانيا /SPMDuaLScope TM DS



شكل (9) طبوغرافيا (AFM) لأغشية CuO_2 : WO_3المحضرة بالليزر النبضي على ارضيات الكوارتز وعند درجة حرارة تلدين ($700.750.800\ C^0$).

الاستنتاجات: **Conclusions**

JOBS مجلة العلوم الأساسية
Journal of Basic Science
Print -ISSN 2306-5249
Online-ISSN 2791-3279
العدد السابع والعشرون
٢٠٢٥م /١٤٤٦هـ

١.. أظهرت نتائج فحوصات حيود الاشعة السينية ان مادة ثلاثي اوكسيد التنكستن المترسب فوق طبقة ثنائي اوكسيد النحاس (WO_3 : CuO_2) متعددة التبلور من النوع الرباعي (Tetragonal) تستقر وتنتظم اكثر لكن بزيادة التطعيم يؤدي الى العشوائية في التركيب البلوري.

٢.. بينت نتائج فحوصات المجهر الالكتروني الماسح ان التطعيم في أوكسيد التنكستن الثلاثي عمل على تحسين مواصفات الشكل السطحي وأعطى بعض التجانس وكثافة في انتشار الحبيبات بحجم منسق ثابت وزيادة في الحجم البلوري وهذا ما يتناسب مع النتائج المستحصلة في (XRD).

٣.. مورفولوجيا اغشية (WO_3 : CuO_2) على قواعد الكوارتز اظهر التوزيع المنتظم للحبيبات النانوية الكروية حيث كان توزيعا مضغوطا متجانسا مع ظهور تجمعات حبيبية اشبه بالعناقيد بحسب نتائج فحص FE-SEM.

٤.تبين من خلال قياسات مجهر القوة الذرية ان هنالك انخفاض في قيمة الخشونة السطحية مع الانخفاض في معدل الحجم الحبيبي للذرات السطحية بزيادة نسبة الترسيب .

المشاريع المستقبلية : Future Projects

١.دراسة تاثير ضغط الغاز في منظومة الترسيب بالليزر النبضي على الخصائص التركيبية والبصرية للاغشية (WO_3 : Co_2) وتاثيره على كفاءة خواص المتحسس الغازي.

٢.[استعمال ركائز معدنية او بلاستيكية بدل الكوارتز ودراسة خصائصها التركيبية والبصرية والكهربائية والتحسسية.

٣.تصنيع متحسسات غازية من اغشية (WO_3 : CuO_2) باستعمال طريقة التحضير بالرش الكيميائي او بالترذيذ .

المصادر: Reference

1. Kuhn، S. C.، Carmele، A.، Knorr، A.، & Richter، M. (2020). Theory of Spectroscopy and Light Emission of Semiconductors Nanostructures. In Semiconductor Nanophotonics (pp. 203-240). Springer، Cham.

2. A. Dwayyan and M. Alsalhi "*Introduction to Nanotechnology*" King Saud University Press، 1st edition، (2007).

3.Hans-Jorg Fecht and Matthias Werner "The *Nano–Micro Interface"* Wiley-Vch Verlag GmbH & Co. KGaA، Weinheim، (2013).

4. Jagadish، C.، & Pearton، S. J. (Eds.). (2011). Zinc oxide bulk، thin films and nanostructures: processing، properties، and applications. Elsevier.

5.Zribi، A.، & Fortin، J. (Eds.). (2009). Functional thin films and nanostructures for sensors: synthesis، physics and applications. Springer Science & Business Media.

6.L. Eckortova,"Physics of thin films", Plenum Press, (1977).
7.Sze SM (1985)"physics of semiconductor Device NewYork "john wiley and son.Inc.
8.Berry R.W. Hall P.M. and Harris T. (1969) "Thin FilmTechnology, New York. Litton Education Publishing.
9.F.A. Shirland, "Solar Cell", editd by Bachas C, E. IEFF Press New York, p:36, (1976).
10. Korkin، A.، & Rosei، F. (Eds.). (2008). Nanoelectronics and photonics: from atoms to materials، devices، and architectures. Springer Science & Business Media.
11. Oh، J. Y.، Park، J.، Kang، S. Y.، Hwang، C. S.، & Shim، H. K. (2009). Room temperature fabrication of ZnO nanorod films: synthesis and application as a channel layer of transparent thin film transistors. Chemical communications، (30)، 4545-4547.
12. Verkerk، M. J.، Van de Velde، G. M. H.، Burggraaf، A. J.، & Helmholdt، R. B. (1982). Structure and ionic conductivity of Bi2O3 substituted with lanthanide oxides. Journal of physics and chemistry of solids، 43(12)، 1129-1136.
13. G. Li, X. Zhu, X. Tang, W. Song, Z. Yang, J. Dai, Y. Sun, X. Pan, and S.411 Dai, „Doping and annealing effects on ZnO:Cd thin films by solgel method,“ J. Alloy. Compd. J. Alloy. Compd., vol. 509, no. 14, pp. 4816–4823, 2011.”
14. Angelin Prema, R. John Xavier, P. Arockia Sahayaraj, C. Pragathiswaran, and V. Dharmalingam, "Characterization of cadmium sulfide thin film grown by chemical bath deposition technique with SEM, XRD, EDAX and AFM analysis " Der Pharma Chemica, 8(4), (2016) ,96-100.