

الملخص

في هذه الدراسة تم تحضير أغشية رقيقة من ثنائي أكسيد الزركونيوم ZrO_2 غير المطعمة والمطعمة بكل من القصدير Sn والنيكل Ni بتقنية هلام – سائل (sol-gel) وبطريقة الترسيب بالغمر (Dip-coating) فوق صفائح زجاجية من نوع بيركس (pyrex) وكذلك من السيلسيوم. من خلال تحليل حيود الأشعة السينية للشرائح، تبين أنها ذات بنية بلورية رباعي وجوه هرمي Tétragonale مع توجه مفضل وفق الإنعكاس (111). كما أن متوسط حجم الحبيبات للعينات يتراوح بين 9.53 و 12.64 نانومتر لأكسيد الزركونيوم المطعم بالقصدير ومن 9.53 إلى 22.9 نانومتر لأكسيد الزركونيوم المطعم بالنيكل. التحليل الحراري أفضى إلى ظهور ذروة ماصة للحرارة من 84 إلى 90 درجة مئوية وذروة ناشرة للحرارة من 489 إلى 531 درجة مئوية. التحليل الطيفي الضوئي للأشعة تحت الحمراء (FTIR) يمثل أشرطة متموقعة عند 612cm^{-1} و 736cm^{-1} والتي تنسب على التوالي إلى وضع التمديد والاهتزازات غير المتماثلة للروابط Zr-O و O-Zr-O. كما أظهرت لنا النتائج المتحصل عليها أن هذه الأغشية تمتاز بنفاذية عالية في المجال المرئي تتجاوز 60 % و فجوة طاقة (E_g) تتراوح بين 3,99 eV و 3,92 eV. فيما يخص الممانعة المركبة أثبتت لنا التحاليل للشرائح الرقيقة أنها توافق دارة $R_p C_p$ بالتوازي، حيث C_p هي سعة الطبقة و R_p هي مقاومتها. الناقلية الكهربائية تخضع لقانون Arrhenius لطاقتي تنشيط.

الكلمات المفتاحية: هلام- سائل، أكسيد الزركونيوم، المطعم النيكل، المطعم القصدير، فجوة طاقة، التحليل الطيفي للمقاومة.

Résumé

Des films de ZrO_2 non dopé et dopé au Sn et au Ni ont été préparés en utilisant le procédé Sol-gel et déposés selon la technique dip-coating. Les diffractogrammes de diffraction des rayons X montrent une structure tétragonale avec une orientation préférentielle selon la réflexion (111). La taille moyenne des grains des échantillons varie de 9,53 à 12,64 nm pour $ZrO_2:Sn$ et de 9,53 à 22,9 nm pour $ZrO_2:Ni$. L'analyse thermique a donnée des pics endothermiques de l'ordre de 84 à 90 °C et des pics exothermiques de l'ordre de 489 à 531°C. Les spectres infrarouges à transformée de Fourier (FTIR) représentaient des bandes situées à 612 et 736 cm^{-1} , qui sont respectivement attribuées au mode d'étirement et aux vibrations asymétriques des liaisons Zr-O et O-Zr-O. Tous les films ont présenté une transmittance élevée dans la plage visible supérieure à 60% et la bande interdite (gap optique E_g) diminue de 4,085 à 4,061 eV pour $ZrO_2:Sn$ et varie de 3,99 à 3,92 eV pour $ZrO_2:Ni$. Les mesures d'impédance montrent que le circuit équivalent des échantillons est un $R_p C_p$ où C_p est la capacité de la couche et R_p sa résistance. La conductivité électrique suit la loi d'Arrhenius avec deux énergies d'activation.

Mots clés : Sol-gel, ZrO_2 , Dopants (Sn, Ni), Gap optique, Spectroscopie d'impédance

Abstract

Films of Sn-doped ZrO_2 and Ni-doped ZrO_2 were prepared using the sol-gel based dip-coating technique. The X-ray diffraction patterns showed a tetragonal structure with a preferential orientation along the (111) plane. The average grain size of the samples varies from 9.53 to 12.64 nm for Sn-doped ZrO_2 and from 9.53 to 22.9 nm for Ni-doped ZrO_2 . Thermal analysis revealed endothermic peaks in the range 84–90 °C and exothermic peaks appearing in the range 489–531 °C. Fourier transform infrared (FTIR) spectra depicted bands located at 612 and 736 cm^{-1} , which are attributed to stretching mode and asymmetric vibrations of Zr–O and O–Zr–O bonds respectively. All films exhibited high transmittance in the visible range above 60% and the optical band gap (E_g) decreases from 4.085 to 4.061 eV for Ni-doped ZrO_2 and from 3,99 to 3.92 eV for Ni-doped ZrO_2 . The impedance measurements show that the equivalent circuit of the samples is an $R_p C_p$ where C_p is the capacitance of the layer and R_p its resistance. The electrical conductivity was found to follows an Arrhenius law with two activation energies.

Keywords: Sol-gel, ZrO_2 , Sn-doped, Ni-doped, Optical band gap, Impedance spectroscopy.