ساخت شیشه‌های الکتروکرومیک با لایه اکسیدنیکل تهیه‌شده به روش لایه‌نشانی چرخشی و با دماهای بازپخت متفاوت

فرزانه رضایی، سید محمد باقر قریشی

کاشان، دانشگاه کاشان، دانشکده کاشان

چکیده – در این پژوهش شیشه های الکتروکرومیک با لایه نازک اکسید نیکل با استفاده از روش لایه نشانی چرخشی طراحی و ساخته‌شده است. ساختار در نظر گرفته‌شده در این مقاله بدین شرح است: *Glass/FTO/NiO/electrolyte/FTO/Glass* **که یک لایه نازک الکتروکرومیک** *(NiO)* **روی سه** *FTO* **به روش لایه نشانی چرخشی، لایه نشانی و سپس در سه دمای ۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه‌سانتیگراد بازپخت شد. پس از آن با استفاده از سه** *FTO* **دیگر و تزریق الکترولیت مایع، سلول‌های الکتروکرومیک ساخته شدند. با اعمال ولتاژ به سلول‌های ساخته شده، زمان پاسخ و میزان عبور اندازه گیری و سپس نتایج بدست آمده با هم مقایسه شدند.**

کلید واژه: الکتروکرومیک، اکسیدنیکل، لایه نشانی چرخشی، زمان پاسخ

Electrochromic windows with nickel oxide film design and fabrication provided by spin coating and with different anneal temperatures

Farzane rezaei, seyyed mohammad bagher ghoraishi

Kashan, university of kashan, Department of Physics

In this study, electrochromic glasses with NiO thin film are fabricated with using spin-coating method. The structure of Glass / FTO / NiO / electrolyte / FTO /Glass is used in this paper. A thin film of NiO is deposited on three of FTO and annealed at temperatures of 250, 350 and 450$_{o}$C. then the electrochromic cells are fabricated by three another FTO and the electrolyte is injected in them .The voltage is applied to the samples. The switching time and transmittance are measured and the results have been compared with together.
Keywords: electrochromic, nickel oxide, spin coating, switching time

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-02]

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

۱- مقدمه

یکی از موضوعات چالش برانگیز قرن جاری در سراسر جهان مسئله انرژی و جلوگیری از اتلاف آن است. پنجره ها مهم ترین جزء ساختمان در اتلاف انرژی محسوب می‌شوند. ازاین رو استفاده از شیشه‌های الکتروکرومیک که خود نوعی شیشه هوشمند محسوب می‌شوند کمک شایانی به کاهش مصرف انرژی از طریق کاهش تقاضا جهت گرمایش، سرمایش و روشنایی داخل ساختمان می‌نماید [۱].

پدیده‌های الکتروکرومیک درواقع شامل تغییرات برگشت پذیر در خواص نوری (شفافیت، جذب و تابش) یک ماده، ناشی از اعمال یک میدان یا جریان الکتریکی و حاصل یک واکنش اکسایش- کاهش است[۲]. این واکنش از طریق رابطه زیر که برای اکسید نیکل نوشته رخ می‌دهد:

$$NiOH + Ni(OH)2 \leftrightarrow NiO3 + 3H+ + 3e-$$

اکسید فلزهای واسطه استفاده‌های مختلفی در دستگاه‌هایی مثل باتری‌ها، سلول های الکتروشیمیایی، شیشه های الکتروکرومیک، کاتالیزگرها و سنسورها دارند[۳].

مواد الکترومیک غیرآلی شامل$WO3$ ، MoO، NiO، NbO و... مورد توجه قرار گرفته اند[۴] که بخشی از آنها به عنوان مواد کاتدی رنگی (رنگی شده در حالت کاهیده) شامل NiO و بخش دیگر آنها به عنوان مواد آندی رنگی (رنگی شده در حالت اکسایش) شامل $WO3$ بررسی شده اند[۵].

اکسید نیکل در حالت بدون اعمال ولتاژ بی رنگ و در حالت اعمال ولتاژ قهوه ای تیره است[۶].

روش‌های مختلفی برای لایه‌نشانی NiO وجود دارد که شامل لایه نشانی چرخشی، غوطه‌وری و تبخیری حرارتی است.

۲- روش و مواد آزمایش

به‌منظور تهیه محلول اکسید نیکل، ابتدا نیکل استات ۰/۵ مولار در ۱۰ میلی‌لیتر متوکسی اتانول حل شده و سپس ۰/۳ میلی‌لیتر مونو اتانول آمین به آن اضافه شد و به مدت یک ساعت بوسیله هم‌زن مغناطیسی هم زده شد. به‌منظور ساخت نمونه‌ها، شیشه‌ها دارای لایه FTO به مساحت $15 \times 25\ mm^2$ با شوینده، آب مقطر، پروپانول، استون آزمایشگاهی و بار دیگر آب مقطر در حمام فراصوتی هرکدام به مدت ۱۰ دقیقه شستشو داده شدند و درنهایت در دمای ۱۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۵ دقیقه خشک شدند. با استفاده از دستگاه لایه‌نشانی چرخشی با سرعت ۳۶۰۰ دور بر ثانیه و به مدت ۳۰ ثانیه برای سه بار روی سه FTO که قبلاً شسته شده بودند، لایه نشانی انجام شد. سپس این زیر لایه‌ها در دمای۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴۵ دقیقه بازپخت شدند. با استفاده از دستگاه ضخامت‌سنج سوزنی (دستگاه surface profilometer با تکنیک سوزنی و با دقت ۱۰ نانومتر)، ضخامت لایه اندازه‌گیری شد که مقدار آن ۳۰۰ نانومتر بدست آمد. سپس سه FTO دیگر به منظور تزریق الکترولیت با مته به قطر۰/۷ میلی‌متر سوراخ گردیدند.

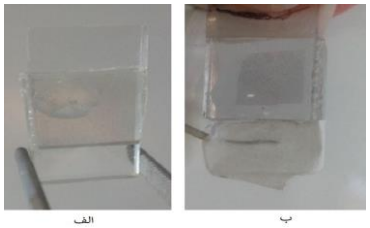
۳- ساخت سلول الکتروکرومیک

برای ساخت سلول الکتروکرومیک از دو شیشه رسانا (FTO) استفاده‌شده است که روی یکی از آنها همان‌طور که گفته شد اکسید نیکل لایه نشانی شده است و شیشه دیگر که روزنه‌ای در آن به‌وسیله مته ایجادشده، بدون لایه است. این دو به‌وسیله‌ی یک لایه‌ی پلیمری جداکننده (اسپیسر) که مربعی به ابعاد ۱*۱ سانتی متر مربع از وسط آن جدا شده است،به هم چسبانده شدند. سپس در فضای خالی ایجاد شده بین آنها از طریق روزنه، الکترولیت لیتیم کلراید ۱ مولار تزریق شد. برای تزریق بهتر الکترولیت، نمونه ساخته شده در خلأ گذاشته شد. برای جلوگیری از تبخیر الکترولیت، روزنه با استفاده از چسبی که مخلوطی از دو ماده رزین اپوکسی و هاردنر است، بسته شد.



شکل ۱: تصویری از اسپیسر و FTO سوراخ شده

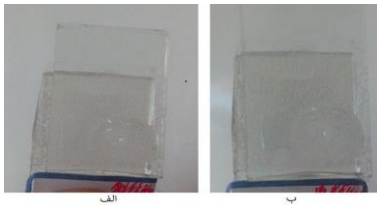
در شکل‌های ۲ ، ۳ و ۴ تصاویری از سلول‌های الکتروکرومیک ساخته شده قبل و بعد از اعمال ولتاژ ۳/۳ ولت، نشان داده شده است.



شکل ۲: الف) سلول ساخته‌شده به روش لایه نشانی چرخشی با دمای بازپخت ۲۵۰ درجه سانتیگراد (بدون اعمال ولتاژ) ب) سلول ساخته‌شده پس از اعمال ولتاژ۳/۳ ولت



شکل ۳: الف) سلول ساخته‌شده به روش لایه نشانی چرخشی با دمای بازپخت ۳۵۰ درجه سانتیگراد (بدون اعمال ولتاژ) ب) سلول ساخته‌شده پس از اعمال ولتاژ۳/۳ ولت



شکل ۴: الف) سلول ساخته‌شده به روش لایه نشانی چرخشی با دمای بازپخت ۴۵۰ درجه سانتیگراد (بدون اعمال ولتاژ) ب) سلول ساخته‌شده پس از اعمال ولتاژ۳/۳ ولت

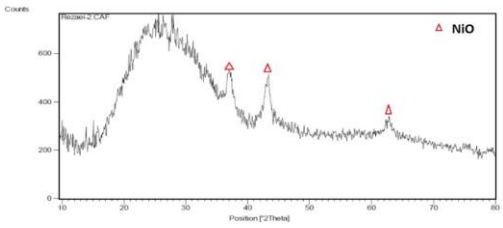
این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-02]

۴- اندازه‌گیری سلول‌های ساخته شده

۴-۱- آنالیز XRD:

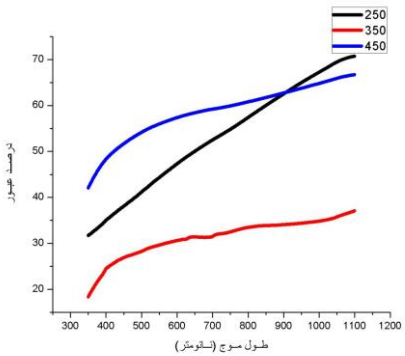
محلول سنتز شده NiO بر روی FTO لایه‌نشانی شد و از آن آنالیز XRD گرفته شد که با توجه به شکل ۵ مشاهده می‌شود که ماده اکسید نیکل لایه نشانی شده دارای سه پیک برجسته است که این پیک‌ها مطابق الگوی اصلی بوده و درنتیجه سنتز به‌درستی انجام‌شده است.



شکل ۵: نمودار XRD از ماده اکسید نیکل سنتز شده

۴-۲- طیف عبور:

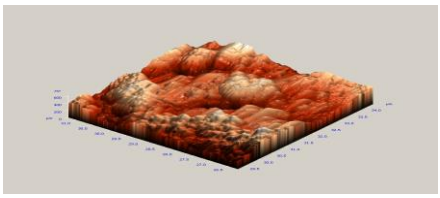
طیف عبور با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتری دو پرتویی برای گستره طول موجی ۳۶۰ تا ۱۱۰۰ نانومتر و با گام ۱ نانومتر بدست آمده است. در شکل ۶ میزان عبور از لایه‌ی اکسید نیکل لایه نشانی شده بر روی FTO و با دماهای بازپخت ۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتیگراد بر حسب طول موج نشان داده شده است.



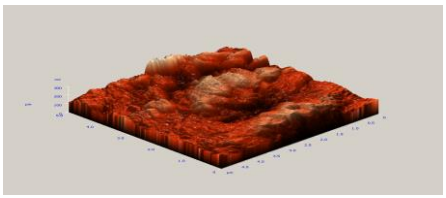
شکل ۶: نمودار تغییرات عبور از لایه‌ی اکسید نیکل لایه نشانی شده بر روی FTO و با دماهای بازپخت ۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتی گراد

۴-۳- آنالیز ریخت شناسی سطحی(AFM):

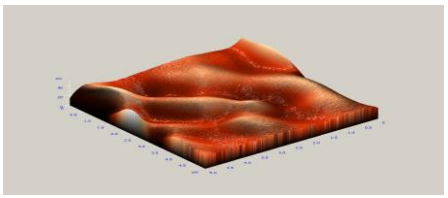
همان‌طور که در شکل‌های ۷، ۸ و ۹ مشاهده می‌شود از لایه اکسید نیکل با دماهای بازپخت ۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتی گراد آنالیز AFM گرفته شد که میانگین پستی و بلندی لایه‌ها به‌ترتیب ۷۰، ۲۸ و ۵ نانومتر است. در نتیجه، بالا رفتن دمای بازپخت باعث یکنواخت‌تر شدن سطح لایه شده است.



شکل ۷: تصویر AFM گرفته‌شده از نمونه لایه نشانی شده به روش چرخشی و با دمای بازپخت ۲۵۰ درجه سانتی گراد



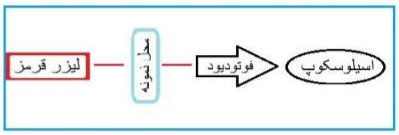
شکل ۸: تصویر AFM گرفته‌شده از نمونه لایه نشانی شده به روش چرخشی و با دمای بازپخت ۳۵۰ درجه سانتی گراد



شکل ۹: تصویر AFM گرفته‌شده از نمونه لایه نشانی شده به روش چرخشی و با دمای بازپخت ۴۵۰ درجه سانتی گراد

۴-۴- زمان پاسخ:

مدت زمان رنگی شدن و بی‌رنگ شدن نمونه را زمان پاسخ می‌گویند که با استفاده از دستگاه آنالیز شامل فوتودیود، لیزر و اسیلوسکوپ برای نمونه‌ها اندازه‌گیری شد که در شکل ۱۰ نمای شماتیکی آن مشاهده می‌شود.

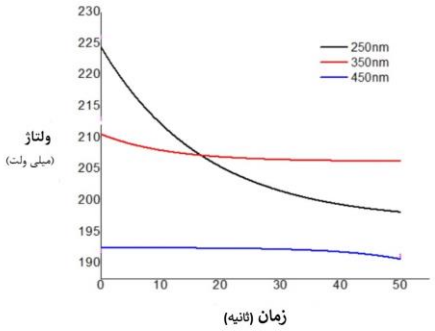


شکل ۱۰: نمای شماتیک از دستگاه آنالیزور

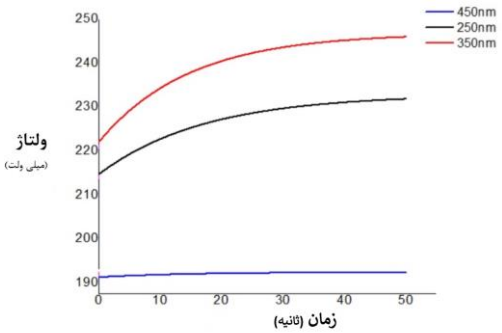
برای تعیین زمان پاسخ نمونه، ۷۰ درصد تغییرات عبور که اختلاف بین زمان کمینه و بیشینه‌ی ولتاژ در نمودار ولتاژ-زمان است، محاسبه شد. نمودارهای ولتاژ-زمان در شکل‌های ۱۱ و ۱۲ مشاهده می‌شوند.

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-02]



شکل ۱۱: نمودار زمان پاسخ سلول‌های الکتروکرومیک ساخته شده به روش چرخشی و با دماهای باز پخت ۲۵۰،۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتی گراد درحالت تیره شدن



شکل ۱۲: نمودار زمان پاسخ سلول‌های الکتروکرومیک ساخته شده به روش چرخشی و با دماهای باز پخت ۲۵۰، و ۳۵۰ و ۴۵۰ سانتی گراد در حالت شفاف شدن

مقایسه سلول‌های ساخته شده با دماهای بازپخت متفاوت و با اعمال ولتاژ ۳/۳ در جدول ۱ آمده است.

جدول۱: زمان پاسخ سلول‌های الکتروکرومیک ساخته شده به روش چرخشی و با دماهای بازپخت ۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتی گراد

زمان پاسخ در حالت شفاف شدن(ثانیه)	زمان پاسخ در حالت تیره شدن(ثانیه)	
۱۹,۶۰	۳,۷۰	اکسیدنیکل لایه - نشانی شده با دمای بازپخت ۲۵۰°C
۱۵,۷	۱,۱۷	اکسیدنیکل لایه نشانی شده با دمای بازپخت ۳۵۰°C
۰,۰۲	۰,۰۶.	اکسیدنیکل لایه- نشانی شده با دمای بازپخت ۴۵۰°C

با آنالیز نمونه‌های ساخته شده با اکسید نیکل به روش لایه‌نشانی چرخشی و با دماهای بازپخت ۲۵۰، ۳۵۰ و ۴۵۰ درجه سانتیگراد و با ساختار Glass/FTO/NiO/electrolyte/FTO/Glass نتایج قابل توجهی به دست آمد.

نتایج نشان می‌دهد زمان پاسخ به دست آمده برای سلولی که لایه اکسید نیکل آن در دمای ۳۵۰ درجه سانتی گراد بازپخت شده است، از مقادیر کمتری برخوردار بوده است. در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد مقادیر زمان پاسخ ناچیز بود و همچنین طبق شکل ۴ تغییر رنگ محسوسی در آن مشاهده نشد و این به معنی آن است که سلول ساخته شده با این دمای بازپخت سلول مطلوبی نیست.

۵- نتیجه‌گیری

باتوجه به اینکه سلول ساخته شده به روش چرخشی با دمای بازپخت ۳۵۰ درجه سانتی گراد زمان پاسخ کمتری نسبت به دیگر سلول‌های ساخته شده با دماهای بازپخت ۲۵۰ درجه سانتی گراد دارد و همچنین مطلوب نبودن سلول ساخته شده با دمای بازپخت ۴۵۰ درجه سانتی گراد ، میتوان گفت که دمای ۳۵۰ درجه سانتی گراد به عنوان دمای بهینه برای لایه نشانی به روش چرخشی پیشنهاد می-شود.

۶- منابع

[1] L. M. Bertus, C. Faure, a. Danine, C. Labrugere, G. Campet, a. Rougier, and a. Duta, “Synthesis and characterization of WO3 thin films by surfactant assisted spray pyrolysis for electrochromic applications,” Mater. Chem. Phys., vol. 140, no. 1, pp. 49–59, 2013.
[2] S. K. Deb, “Photovoltaic-Integrated Electrochromic Device for Smart-Window Applications Preprint,” no. May, 2000.
[3] P.M.S Monk, R.J Mortimer, D.R. Rossensky, Electrochromism: Fundamentals and applications (1995) Weinheim, VCH.
[4] Granqvist, C. G. (Ed.). (1995). Handbook of inorganic electrochromic materials. Elsevier.
[5] Moulki, H., Park, D. H., Min, B. K., Kwon, H., Hwang, S. J., Choy, J. H., ... & Rougier, A. (2012). Improved electrochromic performances of NiO based thin films by lithium addition: from single layers to devices. Electrochimica Acta, 74, 46-52.
[6] Pang, Y., Chen, Q., Shen, X., Tang, L., & Qian, H. (2010). Sizecontrolled Ag nanoparticle modified WO 3 composite films for adjustment of electrochromic properties. Thin Solid Films, 518(8), 1920-1924.

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-02]