



بیست و ششمین کنفرانس اپتیک و  
فوتونیک ایران و دوازدهمین کنفرانس  
مهندسی و فناوری فوتونیک ایران،  
دانشگاه خوارزمی،  
تهران، ایران.  
۱۶-۱۵ بهمن ۱۳۹۸



## بررسی خواص رنگ زایی اپتیکی لایه های $\text{MoO}_3$ ایجاد شده بر روی زیر لایه پارچه به منظور شناسایی گاز هیدروژن

زهرا، معصومی دهقی، مهدی رنجبر، مهدی ترابی گودرزی

دانشکده فیزیک دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان

چکیده - در این پژوهش لایه های اکسید مولیبدن ( $\text{MoO}_3$ ) به روش کندوپاش RF بر روی زیر لایه ی پارچه پلی استر، ساخته شده و خواص رنگ زایی اپتیکی آن در معرض گاز هیدروژن مورد بررسی قرار می گیرد. تغییر رنگ لایه های شکل گرفته به وسیله ی حسگر رنگ شناسایی شده و میزان پاسخ حسگرها به غلظت های مختلف گاز هیدروژن تعیین می گردد. ساختار فازی، ریخت شناسی و خواص اپتیکی به ترتیب توسط آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و طیف سنجی UV-Vis مورد بررسی قرار گرفته است.

کلید واژها - اکسید مولیبدن، پارچه پلی استر، کندوپاش RF، حسگر رنگ

## Investigation of optical gasochromic properties of deposited $\text{MoO}_3$ thin films on the textile substrate for Hydrogen gas sensing

Zahra; Masoumi dehaghi; Mehdi; Ranjbar; Mehdi; Torabi godarzi;

Department of Physics, Isfahan university of Technology, Isfahan

Abstract: In this study, molybdenum oxide ( $\text{MoO}_3$ ) thin films are fabricated by RF sputtering on polyester textile substrate, and its optical coloration properties are investigated under hydrogen gas exposure. The color change of formed layers is detected by a color sensor and the response of the sensors is determined to different concentrations of hydrogen gas. Phase structure, morphology and optical properties of fabricated layers are investigated by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and UV-Vis spectroscopy analysis, respectively.

Keywords:  $\text{MoO}_3$ , polyester textile, RF sputtering, color sensor

## مقدمه

در بین انواع اکسیدهای فلزات واسطه، اکسید مولیبدن یک کاندید ایده‌آل و متمایز در خواص رنگ زایی در زمینه فوتوکرومیک [۱]، الکتروکرومیک [۲] و گازوکرومیک [۳] است. اکسید مولیبدن یک نیم رسانای نوع n با گاف اپتیکی پهن است [۴]. حساسیت رنگ زایی اکسید مولیبدن به حضور گاز هیدروژن بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۵]. امروزه گاز هیدروژن به عنوان سوخت پاک و تجدیدپذیر جایگزین مناسبی برای سوخت‌های فسیلی در صنعت به شمار می‌رود. نکته قابل توجه قابل اشتعال بودن این گاز در ترکیب با هوا است. اکسید مولیبدن هنگامی که در معرض گاز هیدروژن قرار می‌گیرد، تغییر رنگ می‌دهد که می‌توان از آن به عنوان حسگر گاز هیدروژن استفاده کرد [۶]. الیف پلی استر (PET)، یک الیف بسیار مهم در نساجی می‌باشد. با توجه به استحکام بالا، پایداری مکانیکی مناسب، قابلیت انعطاف پذیری و کم هزینه بودن [۷]، می‌توان از آن به عنوان زیرلایه‌ی مناسب در ساخت برچسب‌های هوشمند برای استفاده در لباس‌های کار بهره گرفت. در این پژوهش خواص رنگ زایی اپتیکی لایه‌های اکسید مولیبدن به منظور شناسایی گاز هیدروژن در دمای اتاق مورد بررسی گرفته است.

## مواد و روش‌های آزمایش

به منظور فعال سازی لایه‌های اکسید مولیبدن، پالادیم به عنوان کاتالیست هیدروژن با استفاده از روش کندوپاش DC بر روی زیرلایه پارچه با ضخامت ۱۵ نانومتر لایه نشانی شد. سپس اکسید مولیبدن توسط تارگت (MoO<sub>3</sub>) با استفاده از روش کندوپاش RF با توجه به شرایطی که در جدول (شماره ۱) آمده است، بر روی زیر لایه‌ی پارچه لایه نشانی شده است.

جدول ۱: پارامترهای لایه نشانی استفاده شده در ساخت لایه‌های اکسید مولیبدن

| دمای (K) | زمان (s) | توان (w)RF | شاراکسیژن (sccm) | شارآرگون (sccm) | نمونه |
|----------|----------|------------|------------------|-----------------|-------|
| ۳۰۰      | ۳۰       | ۱۰۰        | ۳                | ۳۷              | S1    |
| ۳۰۰      | ۳۰       | ۱۰۰        | ۲                | ۳۸              | S2    |
| ۳۰۰      | ۳۰       | ۱۰۰        | ۱                | ۳۹              | S3    |

به منظور شناسایی و بررسی فاز ساختارهای تشکیل یافته از آزمون پراش پرتوایکس (XRD) به وسیله‌ی دستگاه AW- Asenware XDM300 در زاویه‌ی ۸۰-۱۰°، جهت ریخت شناسی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل QUANTA FEG450 و به منظور مقایسه‌ی کمی تغییر رنگ نمونه‌ها، طیف انعکاسی سه نمونه از دستگاه Datacolore international در محدوده‌ی طول موج مرئی استفاده شد. خواص حسگری اپتیکی در غلظت‌های مختلف هیدروژن در بازه‌ی ۲۵۰-۱۰۰۰۰ ppm و دمای اتاق انجام پذیرفت. تغییرات رنگ لایه‌های حسگر توسط سنسور رنگ TCS3200 اندازه‌گیری و به وسیله‌ی پلت فرم میکرو کنترلر Arduino بر روی رایانه ثبت گردید. خروجی این حسگر رنگ به صورت سه عدد RGB در بازه‌ی ۲۵۶-۰ می‌باشد. به منظور استفاده از داده‌های حسگر رنگ جهت تعیین خواص حسگری لایه‌های گازوکرومیک کمیت شدت (I) به صورت زیر تعریف می‌شود.

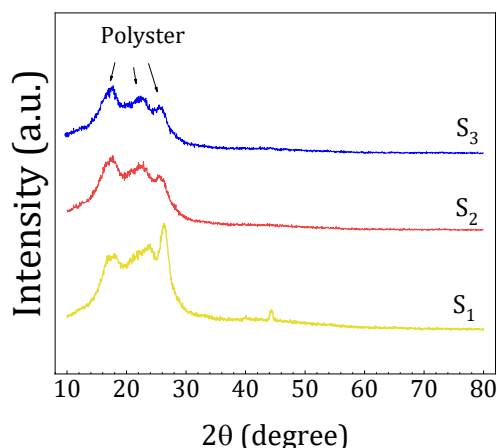
$$I = \frac{R+G+B}{3} \quad (1)$$

میزان پاسخ حسگرگازوکرومیک با استفاده از فرمول زیر محاسبه می‌شود که در آن I<sub>air</sub> شدت رنگ قبل از گازدهی و I<sub>gas</sub> شدت رنگ بعد از گاز دهی می‌باشد.

$$S = \frac{I_{air}-I_{gas}}{I_{gas}} * 100 \quad (2)$$

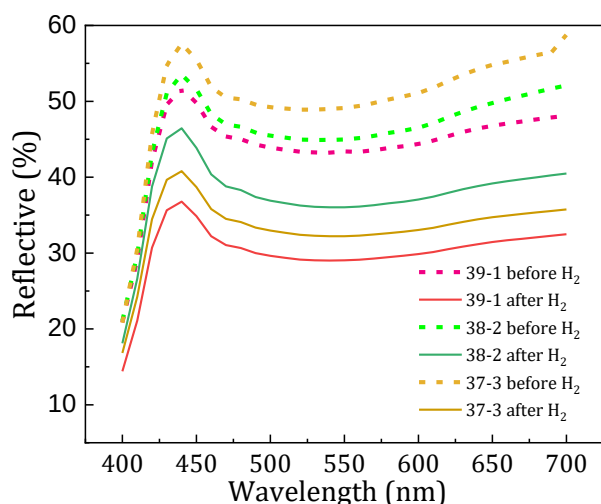
## مباحث و نتایج

استر می‌باشند. که دارای ساختاری بی شکل هستند و گزینه‌ای مناسب برای امر حسگری گازی می‌باشند.



شکل ۲: طیف XRD اندازه‌گیری شده نمونه‌های مورد بررسی

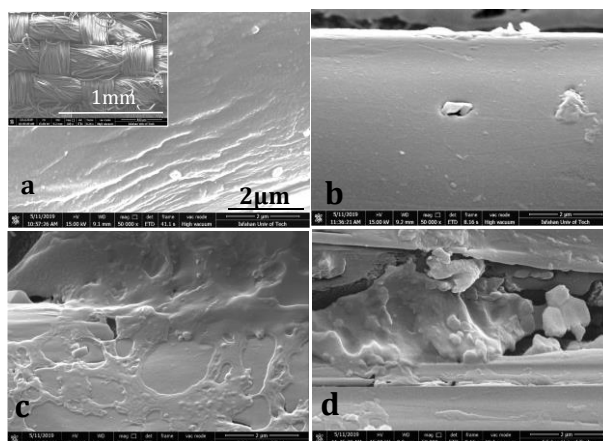
شکل ۳: طیف اندازه‌گیری شدت انعکاس نمونه‌ها را نشان می‌دهد. نتایج اندازه‌گیری حاکی از آن است که شدت انعکاس برای هر سه نمونه بعد از گاز دهی با گاز هیدروژن کاهش یافته است. این امر دلالت بر تیره شدن نمونه‌ها و به طبع افزایش جذب لایه است.



شکل ۳: طیف بازتاب نمونه‌ها قبل و بعد از گاز هیدروژن

با توجه به اندازه‌گیری طیف بازتاب مشخص شد که لایه‌ها دارای توانایی رنگ زایی در هنگام مجاورت با گاز هیدروژن هستند. به منظور بررسی کمی میزان تغییر رنگ در غلظت‌های مختلف گاز هیدروژن، داده‌های تغییر رنگ با استفاده از حسگر اندازه‌گیری شد. در شکل ۴ تغییرات

شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی لایه‌های اکسید مولیبدن تشکیل شده بر روی الیاف پلی استر را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل ۱ (a) سطح الیاف پلی استر قبل از لایه‌های نشانی نشان داده شده است، می‌توان مشاهده نمود که الیاف دارای قطری میانگین بین ۱۲-۱۰ μm می‌باشند. تصاویر b الی d سطح الیاف را پس از لایه‌های نشانی نشان می‌دهند. این تصاویر حاکی از شکل‌گیری لایه‌های اکسید مولیبدن بر روی الیاف پلی استر می‌باشند. همچنین می‌توان مشاهده نمود تمامی لایه‌ها فاقد شکل بندی خاصی بوده و در تمامی موارد از شکل سطوح الیاف پیروی می‌نمایند.



شکل ۱: تصاویر مربوط به میکروسکوپ الکترونی (SEM) بر روی زیرلایه‌ی پارچه پلی استر (a): قبل از لایه‌های نشانی اکسید مولیبدن، (b) الی (d): پس از لایه‌های نشانی به ترتیب برای نمونه‌های S1 الی S3

شکل ۲ طیف XRD اندازه‌گیری شده برای نمونه‌های S1-S3 را نشان می‌دهد. نتایج اندازه‌گیری شده نشان دهنده‌ی عدم وجود قله‌های پراش وابسته به صفحات اکسید مولیبدن می‌باشد. این نتایج حاکی از ساختار کریستالی بی شکل و همچنین فوق ریز بودن بلورک‌های سازنده‌ی لایه‌ی اکسید مولیبدن می‌باشد. قله‌های مشاهده شده در بازه‌ی ۱۵-۳۰ درجه وابسته به فاز شبه بلوری الیاف پلی

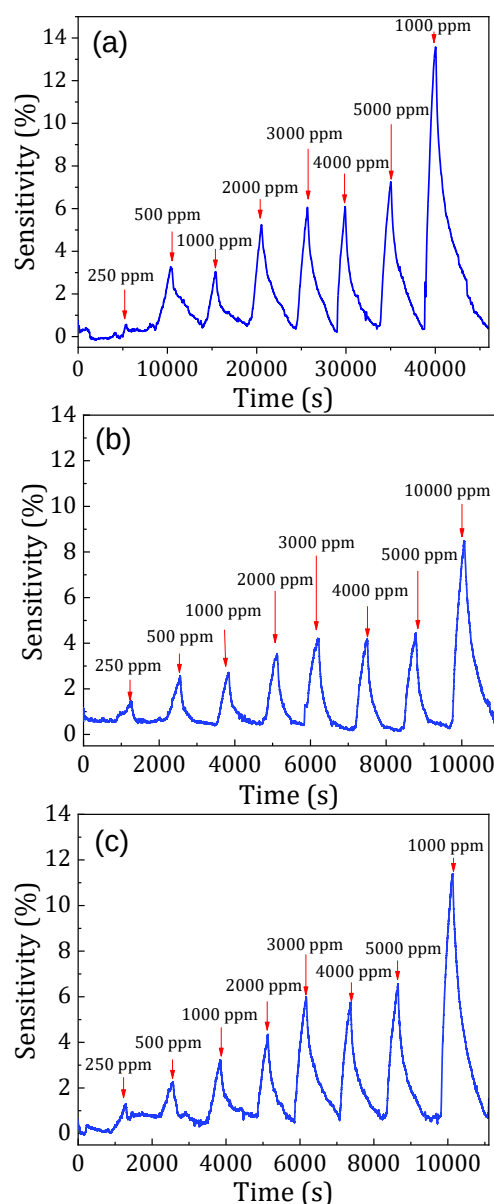
## نتیجه گیری

در این پژوهش با استفاده از روش کندوپاش، لایه‌های اکسید مولیبدن بر روی پارچه تهیه شد. نتایج (XRD) حاکی از بی‌شکل بودن لایه‌های تشکیل شده است. تصاویر (SEM) نشان دهنده پوشش الیاف بصورت یکنواخت و نیز نتیجه‌ی حسگری گازی بر مبنای تغییر رنگ لایه‌ها نشان می‌دهد که لایه‌های تشکیل شده حتی به غلظت‌های پایین (۲۵۰ ppm) در دمای اتاق پاسخ می‌دهند. از حسگرهای ساخته شده می‌توان برای تشخیص گاز هیدروژن در غلظت‌های مختلف استفاده نمود.

## مراجع ها

- [1]. M.Rao, K. Ravindranadh, A. Kasturi, and M. Shekhawat, "Structural Stoichiometry and Phase Transitions of MoO<sub>3</sub> Thin Films for Solid State Microbatteries," *Research Journal of Recent Sciences*, ISSN, vol. 2277, p. 2502, 2013.
- [2]. K. A. Gesheva and T. Ivanova, "A Low-Temperature Atmospheric Pressure CVD Process for Growing Thin Films of MoO<sub>3</sub> and MoO<sub>3</sub>-WO<sub>3</sub> for Electrochromic Device Applications," *Chemical vapor deposition*, vol. 12, pp. 231-238, 2006.
- [3]. T. Fleisch and G. Mains, "An XPS study of the UV reduction and photochromism of MoO<sub>3</sub> and WO<sub>3</sub>," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 76, pp. 780-786, 1982.
- [4]. M. B. Rahmani, S.-H. Keshmiri, J. Yu, A. Sadek, L. Al-Mashat, A. Moafi, et al., "Gas sensing properties of thermally evaporated lamellar MoO<sub>3</sub>," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 145, pp. 13-19, 2010.
- [5]. J. Zhou, N. S. Xu, S. Z. Deng, J. Chen, J. C. She, and Z. L. Wang, "Large-Area Nanowire Arrays of Molybdenum and Molybdenum Oxides: Synthesis and Field Emission Properties," *Advanced Materials*, vol. 15, pp. 1835-1840, 2003.
- [6]. Zhenyun Zhao, Jing Zhou, Tao Fan, Lanqian Li, Zulan Liu, Yiping Liu, Ming Lu, "An effective surface modification of polyester fabrics for improving the interfacial deposition of polypyrrole layer," *Materials Chemistry and Physics*. 203 (2018) 89e96.
- [7]. J. Okumu, F. Koerfer, C. Salina, and M. Wuttig, "In situ measurements of thickness changes and mechanical stress upon gasochromic switching of thin MoO<sub>x</sub> films," *Journal of applied physics*, vol. 95, pp. 7632-7636, 2004.

کمی میزان پاسخ حسگرها بر حسب زمان در غلظت‌های مختلف برای تمامی نمونه‌ها نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که در تمامی نمونه‌ها پاسخ به کمترین غلظت مورد بررسی (۲۵۰ ppm) وجود دارد. همچنین با افزایش غلظت گاز میزان پاسخ حسگرها نیز افزایش می‌یابد به طوری که برای نمونه‌ی S1 دارای حداکثر پاسخ ۱۴٪ در غلظت ۱۰۰۰۰ ppm می‌باشد. می‌توان مشاهده نمود که در بازه‌ی غلظت‌های مورد بررسی تمامی حسگرها برگشت پذیری باشد.



شکل ۴: (a-c) به ترتیب نمودار تغییرات پاسخ حسگری S1-S3 در غلظت‌های ۲۵۰-۱۰۰۰۰ ppm از گاز هیدروژن