

Лабораторная работа №7

Золь-гель метод синтеза газочувствительных пленок диоксида олова

Цель работы: закрепить теоретические знания о методах формирования наноструктурированных покрытий.

Оборудование и материалы: химическая посуда, магнитная мешалка, термостат, центрифуга, трубчатая высокотемпературная печь, установка для исследования газочувствительности, хлорид олова, изопропиловый спирт, поликорковые пластины.

Краткие теоретические сведения.

Существует большое разнообразие методов формирования газочувствительных слоев. Лидером на рынке сенсоров газа является фирма Figaro. Анализ линейки их сенсоров показывает, что основной технологией, которой они пользуются при создании сенсоров газа является золь-гель процесс.

Золь-гель процесс позволяет получать наноструктурированные слои с размером зерен до единиц нм, что позволяет получить максимальную чувствительность приборов. Основное преимущество золь-гель метода заключается в высокой степени гомогенизации исходных компонентов. Это достигается благодаря растворению солей и оксидов исходных веществ в соответствующем растворе.

Термином «золь-гель процесс» обозначают технологию получения материалов, включая получение золя и последующее превращение его в гель с целью приготовления катализаторов, адсорбентов, керамических и других композиционных материалов.

Он состоит из нескольких стадий:

Получение золя – высокодисперсной коллоидной системы с жидкой или газообразной средой. В ее объеме распределена другая фаза в виде мелких твердых частиц, капелек жидкости или пузырьков газа.

Образование геля – дисперсной системы с жидкой средой, в которой частицы дисперсной фазы образуют пространственную структурную сетку.

Сушка – удаление жидкости из пространственной структуры геля.

Обжиг – формирование стеклообразного или керамического материала.

Порядок выполнения работы.

Для приготовления золя берется 5 грамм порошка хлорида олова ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). В качестве растворителя используется изопропиловый спирт ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) – 25 мл. Перемешивание осуществлялось на магнитной мешалке при температуре 100°C в течение 20 минут.

Схема изготовления пленок SnO_2 представлена на рисунке



В течение первых 5 минут скорость перемешивания составляет 2000 об/мин. После закипания раствора скорость перемешивания снижается до 200 об/мин. Емкость с раствором необходимо накрыть стеклянной крышкой.

Далее полученный золь созревает при комнатной температуре в течение 24 часов.

Полученный золь наносится на поликоровые подложки методом центрифугирования.

Далее образцы подвергаются отжигу в атмосфере кислорода при 800°C.

На образцы наносятся контакты методом высокочастотного магнетронного распыления мишени из нержавеющей стали. В качестве маски используется натянутая нихромовая проволока диаметром 30 мкм.

Далее производится определения газочувствительности полученных слоев к парам этанола.

Требования к отчету.

Задача составления отчета – формирование у студентов навыков ведения технологической документации, составления протоколов эксперимента.

Отчет по лабораторной работе должен содержать:

- титульный лист,
- цель работы,
- краткие теоретические сведения,
- порядок выполнения работы,
- выводы.

Контрольные вопросы:

1. В чем преимущество золь-гель процесса синтеза газочувствительных пленок?
2. Охарактеризуйте метод синтеза нанопорошков осаждением из коллоидных растворов.
3. Какие основные этапы включает в себя золь-гель процесс?
4. Какие факторы оказывают влияние на процесс агломерации наночастиц, полученных золь-гель методом?
5. Как предотвратить агломерацию наночастиц?

Список рекомендованной литературы:

1. Мошников В. А. и др. Золь-гель технология микро-и нанокompозитов: Учебное пособие/ Под ред. ОА Шиловой //СПб.: Издательство «Лань». – 2013. – 304 с.
2. Введение в процессы интегральных микро- и нанотехнологий: в 2 т. / под общ. ред. Ю. Н. Коркишко. Т. 1 : Физико-химические основы технологии микроэлектроники / Ю. Д. Чистяков, Ю. П. Райнова. - М. : БИНОМ. Лаб. знаний, 2010. - 392 с.
3. Введение в нанотехнологию / Н. Кобаяси ; пер. с яп. А. В. Хачояна ; под ред. Л. Н. Патрикеева. - 2-е изд. - М. : БИНОМ. Лаб. знаний, 2008. - 134 с.
4. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. - 2-е изд., испр. - М.: Физматлит, 2009. - 414 с.