

طراحی و ساخت شیشه‌های الکتروکرومیک با لایه اکسید تنگستن تهیه شده به روش لایه‌نشانی چرخشی

نیره، داروغه؛ سید محمد باقر، قرشی

کاشان، دانشگاه کاشان، دانشکده فیزیک، گروه لیزر و فوتونیک

چکیده - در این پژوهش شیشه‌های الکتروکرومیک با لایه نازک اکسید تنگستن به روش لایه‌نشانی چرخشی طراحی و ساخته شد. بدین منظور ساختار Glass / FTO / WO₃ / electrolyte / FTO / Glass در نظر گرفته شد که شامل یک لایه الکتروکرومیک (WO₃) روی یک رسانای شفاف (FTO)، الکترولیتی شامل کاتیون‌های Li⁺ و یک رسانای شفاف (FTO) می‌باشد. سپس با اعمال ولتاژ، میزان عبور، زمان پاسخ و فاکتور رنگ نمونه ساخته شده اندازه‌گیری شد و این پارامترها با نمونه ساخته شده به روش تبخير حرارتی مقایسه شد.

کلید واژه - اکسید تنگستن، الکتروکرومیک، سل-ژل، فاکتور رنگ.

Electrochromic windows with tungsten oxide film design and fabrication provided by spin coating

Nayyereh, Daroogheh 1; S.M. Bagher, Ghorashi 2

Abstract - In this study, electrochromic glass with tungsten oxide thin film designed and fabricated by spin coating. For this purpose, structure Glass / FTO / WO₃ / electrolyte / FTO / Glass was considered, which include an electrochromic layer (WO₃) on a transparent conductor (FTO), electrolyte containing Li⁺ cations and a transparent conductor layer. Then with voltage applied, transmission, switching speed and coloration efficiency for fabricated sample was measured and these parameters were compared with fabricated sample by thermal evaporation.

Keywords: Tungsten oxide, electrochromic, Sol-gel, coloration efficiency.

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

مقدمه

صرفه‌بودن و داشتن انعطاف‌پذیری شیمیایی بالا تهیه گردید و سپس لایه‌نازک اکسید تنگستن به روش لایه‌نشانی چرخشی آماده گردید.

۱- روش و مواد آزمایش

به منظور تهیه‌ی پیش‌ماده پرسوساید تنگستیک، ۳/۲۵ گرم پودر تنگستن از شرکت مرک خریداری و با ۲۰ میلی لیتر آب اکسیژن و ۲ میلی‌لیتر آب مقطر ترکیب گردید. به دلیل گرمایش باعث شدن واکنش، محلول در حمام آب ویخ در دمای بین ۰ تا ۱۰ درجه سانتیگراد نگه‌داری شد. پس از حدود ۲۰ ساعت محلول سفید و شفاف به دست آمده را از کاغذ صافی عبور داده و ۲۰ میلی‌لیتر اسیداستیک به آن اضافه کرده و به مدت ۶ ساعت در دمای ۵۵ درجه سانتی‌گراد رفلکس شد. بعد از رفلکس محلول زرد رنگ را در دمای ۰ درجه سانتی‌گراد خشک گردید، ماده جامد زرد رنگ و پوسته پوسته بدست آمد که پرسوساید تنگستیک نامیده می‌شود.

سپس ۱ گرم از ماده تهیه شده را با ۳ میلی‌لیتر اتانول مرک در دمای ۵۰ درجه بر روی همزن مغناطیسی به مدت ۴۸ ساعت قرار داده شد. به منظور تهیه نمونه‌ها، شیشه‌ها به مساحت 20×15 میلی‌متر مربع دارای لایه FTO با مقاومت سطحی ۸ اهم بر مترمربع برش زده شد. این زیر لایه‌ها به ترتیب در آب و مواد شوینده، متانول، استون و آب دوبار تقطیر در حمام فراصوتی هر کدام به مدت ۱۰ دقیقه شسته و شو داده شدند و در نهایت هر کدام به مدت ۲۰ دقیقه در کوره با دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد خشک گردید.

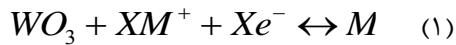
به منظور لایه نشانی پیش‌ماده پرسوساید تنگستیک از روش لایه نشانی چرخشی و با سرعت ۳۵۰۰ و زمان ۳۰ ثانیه استفاده گردید و تمام زیر لایه‌ها به مدت ۲ ساعت در کوره با دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد خشک شدند. تعداد دیگری از زیر لایه‌های FTO به منظور تزریق الکتروولیت با مته با قطر ۷/۰ میلی‌متر سوراخ گردید.

۱-۱- بستن سیستم الکتروکرومیک

لایه‌های FTO و WO_3 توسط یک لایه اسپیسر (سولین) به هم متصل شدند و در فضای خالی بین آن‌ها الکتروولیت لیتیم کلراید ۱ مولار تزریق گردید. جهت جلوگیری از تبخیر الکتروولیت از لامل و اسپیسر برای بستن روزنه استفاده کردیم.

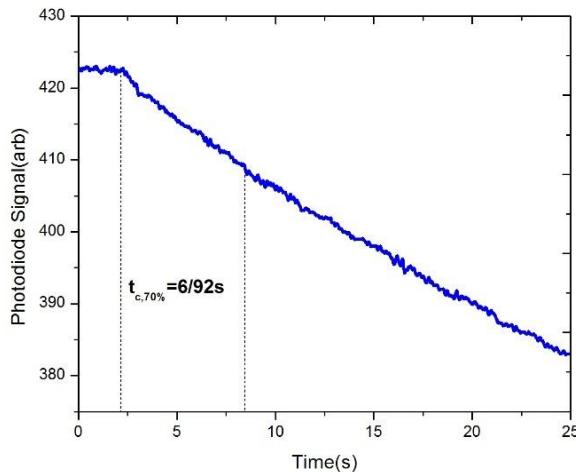
مطلوب نگه داشتن هوای داخل ساختمان در طول زمستان و تابستان به ویژه در کشورهایی با تغییرات آب و هوایی زیاد امری ضروری و مهم محسوب می‌شود. حدود یک سوم انرژی یک ساختمان از طریق پنجره‌های آن به هدر می‌رود بنابراین پنجره‌ها مهم‌ترین جزء ساختمان در اتلاف انرژی محسوب می‌شوند و تلاش برای کاهش مصرف انرژی برروی پنجره‌ها متمرکز شده است. در این راستا جدیدترین ایده برای حفظ انرژی استفاده از مواد هوشمند و پنجره‌های هوشمند در ساختمان‌ها می‌باشد. دسته بزرگی از مواد هوشمند با عنوان مواد الکتروکرومیک شناخته شده‌اند، که این مواد قادرند با اعمال یک محرک خارجی میزان عبور، جذب و بازتاب قابل کنترلی داشته باشند [۱]. شیشه‌های الکتروکرومیک یکی از انواع شیشه‌های هوشمند هستند که می‌توان جذب و عبور نور را در آن تغییر داد. استفاده از این پنجره‌های الکتروکرومیک منجر به کاهش شدید مصرف انرژی توسط کاهش بارهای خنک‌کننده و بار گرمایش و کاهش تقاضا برای روشناهی می‌شود [۲] و [۳]. در میان مواد الکتروکرومیک، اکسید فلزات واسطه، مخصوصاً اکسید تنگستن به علت گاف نواری بالا در طول ۳۰ سال گذشته مورد توجه بسیار قرار گرفته‌است. فیلم‌های نازک آمورف یا چند بلوری اکسید تنگستن را به کمک روش‌های تبخیر در خلا، کندو پاش، سل-ژل و... می‌توان آماده ساخت [۴].

در یک سیستم الکتروکرومیک، پس از اعمال ولتاژ منفی به لایه‌ی الکتروکرومیک WO_3 ، این لایه کاهیده می‌شود و هم‌زمان یون‌های M^+ انباسته شده در لایه‌ی ذخیره یونی از طریق محلول الکتروولیت در سرتاسر لایه‌ی WO_3 مطابق با واکنش زیر پخش می‌شوند تا ترکیب جایگیری شده M^+WO_3 تشکیل شود.

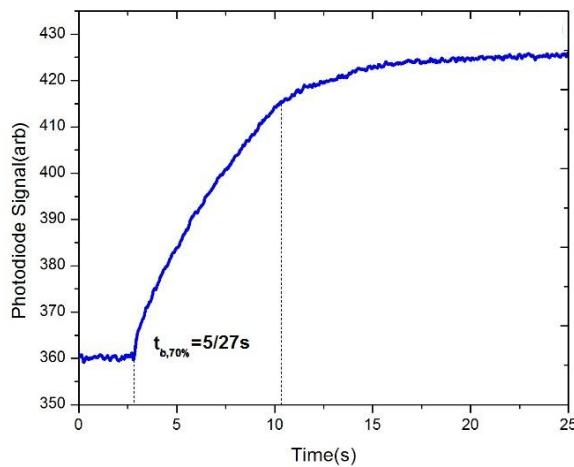


در نتیجه‌ی این واکنش خواص اپتیکی لایه‌ی WO_3 تغییر می‌کند و به طور برگشت پذیر از می‌رنگ به آبی تیره تغییر رنگ می‌دهد [۵] و [۶].

فیلم‌های نازک اکسید تنگستن با استفاده از روش‌های مختلف مانند کندو پاش، تبخیر حرارتی، اسپری بخار، رسوب شیمیایی، سل-ژل و... آماده می‌گردد. در این پژوهش اکسید تنگستن به روش سل-ژل به دلیل مقرون به



شکل ۴: نمودار زمان پاسخ رنگ شدن.



شکل ۵: نمودار زمان پاسخ بی رنگ شدن

با توجه به چیدمان ارائه شده، با اعمال ولتاژ به نمونه نمودارهای ولتاژ-زمان مطابق با شکل‌های ۴ و ۵ بدست می‌آید. معمولاً زمان پاسخ، زمان لازم برای ۷۰٪ تغییرات رنگ سلول در نظرگرفته می‌شود که با تعیین اختلاف زمان کمینه و بیشینه نمودار ولتاژ-زمان، زمان پاسخ محاسبه می‌گردد. براساس نمودارهای رسم شده، زمان پاسخ برای حالت رنگ ۶/۹۲ ثانیه و برای حالت بی رنگ شدن ۵/۲۷ ثانیه بدست آمد.

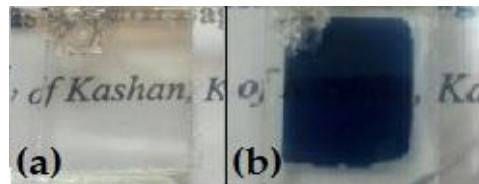
برای محاسبه فاکتور رنگ از روابط زیر استفاده می‌شود:

$$\eta = \frac{\Delta OD}{Q_d} \quad (1)$$

$$\Delta OD = \log \frac{T_b}{T_c} \quad (2)$$

که در آن OD ، T_c و T_b به ترتیب تغییرات چگالی

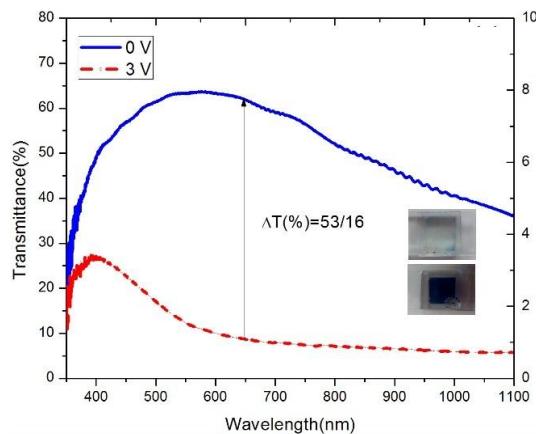
در شکل ۱ تصاویری از نمونه ساخته شده در حالت‌های شفاف و رنگی نشان داده شده است.



شکل ۱: (a) قبل از اعمال ولتاژ، (b) بعد از اعمال ولتاژ.

۲-۱- اندازه‌گیری‌ها

الف: طیف عبور: طیف عبور با استفاده از دستگاه اسپکتروسکوپی دو بروتی برای گستره‌ی طول موجی ۳۵۰ تا ۱۱۰۰ نانومتر با ۰/۴۲۷ گام اندازه‌گیری شد.



شکل ۲: منحنی طیف عبور سیستم بر حسب طول موج در ولتاژ‌های ۰ و ۳ ولت.

ب: زمان پاسخ و فاکتور رنگ: مدت زمان رنگی شدن، سفید شدن و بازده رنگ نمونه با استفاده از دستگاه آنالیزor شامل فوتودیود، لیزر و اسیلوسکوپ اندازه‌گیری شد که در شکل ۳ نمای شماتیکی از آن نشان داده شده است.



شکل ۳: نمای شماتیک از دستگاه آنالیزور.

نمودارهای زمان پاسخ رنگی در شکل ۴ و حالت سفید شدن در شکل ۵ نشان داده شده است.

اپتیکی، بار ورودی، میزان عبور در حالت شفاف و میزان عبور در حالت رنگی می‌باشد و هرچه میزان فاکتور رنگ بیشتر باشد، نمونه به حالت بهینه نزدیک‌تر می‌شود.

۲- نتیجه‌گیری

با اندازه‌گیری نمونه ساخته شده به روش سل-ژل با ساختار Glass / FTO / WO₃ / electrolyte / FTO /Glass ، درصد عبور سیستم با اعمال ولتاژ ۳ ولت در طول موج ۶۵۰ نانومتر به میزان ۵۳/۱۶٪ کاهش می‌یابد و زمان پاسخ برای حالت رنگی ۶/۹۲ ثانیه و برای حالت بی-رنگ شدن ۵/۲۷ ثانیه تعیین شد. همچنین مقدار فاکتور رنگی محاسبه شده در این مقاله نیز ۲۹۵/۳۴ cm²/C می‌باشد که براساس پژوهش‌های دیگران میزان زمان پاسخ و فاکتور رنگ بدست آمده برای روش‌های تبخیر حرارتی به ترتیب ۱۰s و ۱۸۱ cm²/C و برای روش اسپری به ترتیب ۵/۵s و ۴۳ cm²/C می‌باشد. همانطور که مشاهده می‌شود پارامترهای بدست آمده به روش سل ژل تا حد زیادی با روش‌های دیگر مشابه و حتی در مواردی نتایج بهتر حاصل شده است [۵] و [۷].

مراجع

- [1] S.K. Deb, "Handbook of Inorganic Electrochromic Materials"; Appl. Opt., suppl. 3 (1969) 192.
- [2] R. Baetens, B. Petter, and A. Gustavsen, "Solar Energy Materials & Solar Cells Properties , requirements and possibilities of smart windows for dynamic daylight and solar energy control in buildings: A state-of-the-art review," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 94, no. 2, pp. 87–105, 2010.
- [3] 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.
- [4] A. A. Argun, P. Aubert, B. C. Thompson, I. Schwendeman, C. L. Gaupp, J. Hwang, N. J. Pinto, D. B. Tanner, A. G. Macdiarmid, and J. R. Reynolds, "Multicolored Electrochromism in Polymers: Structures and Devices," pp. 4401–4412, 2004.
- [5] Joakim K., Arne R., Angle-resolved optical characterization of an electrochromic device, *solar energy*. Vol. 68, No. 6, pp. 493-497, 2000.
- [6] Junichi N, Graham D.M., Yumiko S., *Durability of electrochromic glazing, solar energy materials & solar cells*. 56 (1999) 309-319 .
- [7] C. Li, F. Lin, R. M. Richards, and C. A. Wolden, "Solar Energy Materials & Solar Cells The influence of sol – gel processing on the electrochromic properties of mesoporous WO₃ films produced by ultrasonic spray deposition," vol. 121, pp. 163–170, 2014.