

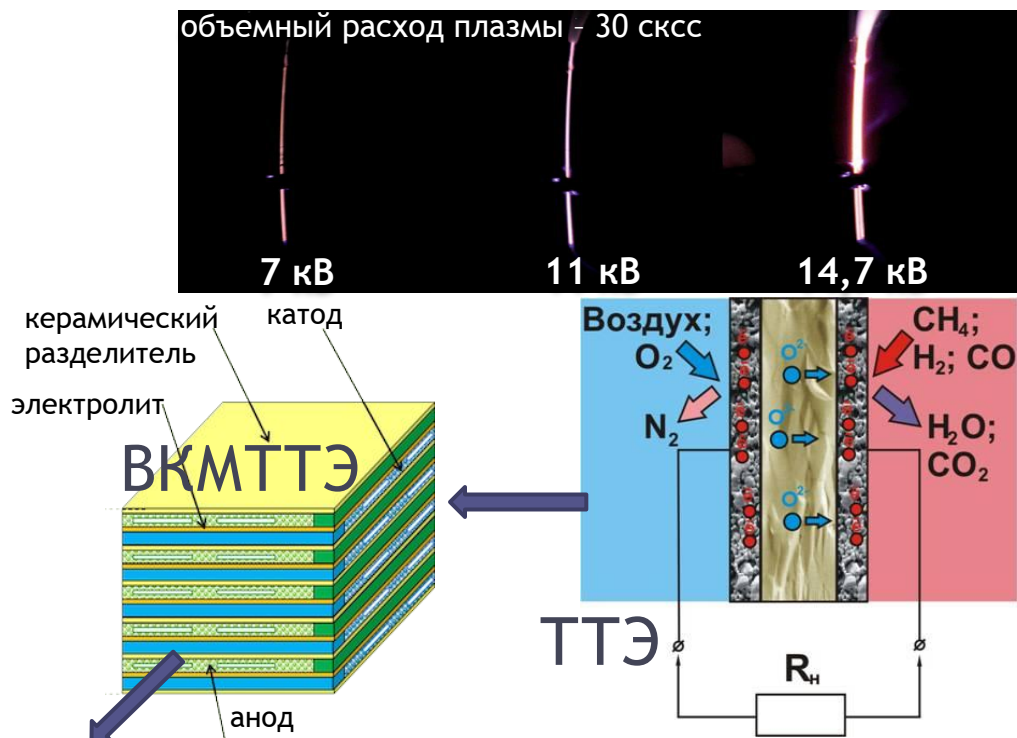
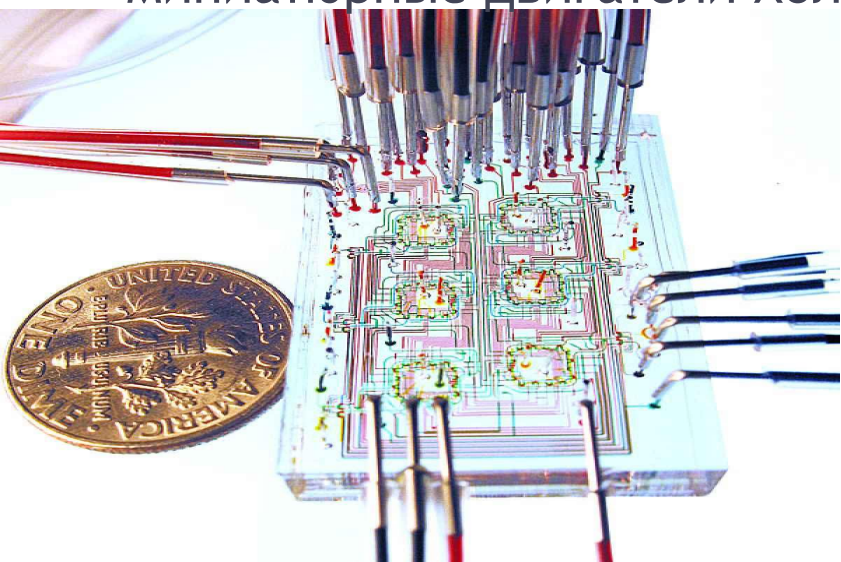
Структура и спектрально-люминесцентные свойства микрокристаллических трубок на основе ZrO_2

Автор бакалаврской работы: Д. В. Мягков
Руководитель работы: д-р физ.-мат. наук П. А. Рябочкина

Актуальность

Применение

- микрофлюидика
- твердооксидные топливные элементы
- армирующие компоненты композиционных материалов
- доставщики лекарств
- оптические волноводы
- миниатюрные двигатели Холла



Цели и задачи

Цели

Исследование морфологии, фазового состава и спектрально-люминесцентных свойств микрокристаллических трубок на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, легированных ионами Yb^{3+} .

Задачи

1. Исследование морфологии микрокристаллических трубок на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, легированных ионами Yb^{3+} , методами оптической микроскопии и сканирующей электронной микроскопии
2. Исследование фазового состава микрокристаллических трубок на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, легированных ионами Yb^{3+} , методами рентгенофазового анализа и спектроскопии комбинационного рассеяния света
3. Исследование люминесцентных характеристик микрокристаллических трубок на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, легированных ионами Yb^{3+}

Методика получения

Микрористаллические трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 были получены сотрудниками тартуского университета М. Партом и Т. Татте методом золь-гель технологии.

$$m_{p-p} X^{1,2}(NO_3)_3 (x, y, \nu_{X_2^{1,2}O_3}, \nu_{X_2^{2,1}O_3}) = 2 \frac{\nu_{X_2^{1,2}O_3} M_{X^{1,2}(NO_3)_3}}{w_{X^{1,2}(NO_3)_3} M_{Zr(OBu)_4}} \left(\frac{\nu_{X_2^{2,1}O_3}}{\nu_{Zr(OBu)_4}} + 1 \right) \frac{xy}{1 - \nu_{X_2^{2,1}O_3}}$$

$$m_{H_2O}(x, y) = \frac{M_{H_2O}}{M_{Zr(OBu)_4}} F xy$$

$$X^{1,2} = Y^{3+}, Yb^{3+}$$

x – масса y %-ого раствора
бутоксида циркония

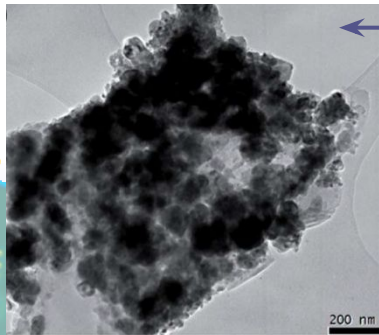
ν – мольная доля

w – массовая доля

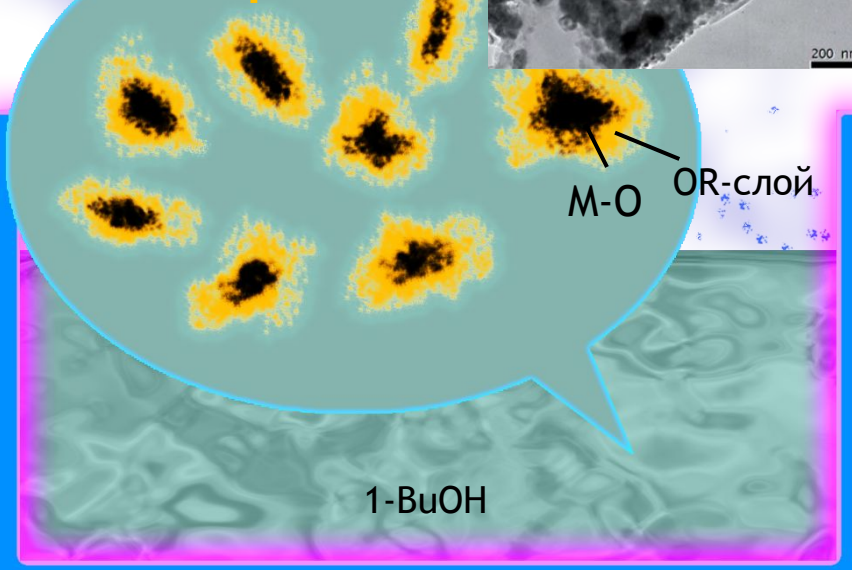
M – молярная масса

F – фактор вязкости

← СЭМ изображение
агрегировавших частиц СДЦ



алкоксидные
мицеллы



золь-гель прекурсора

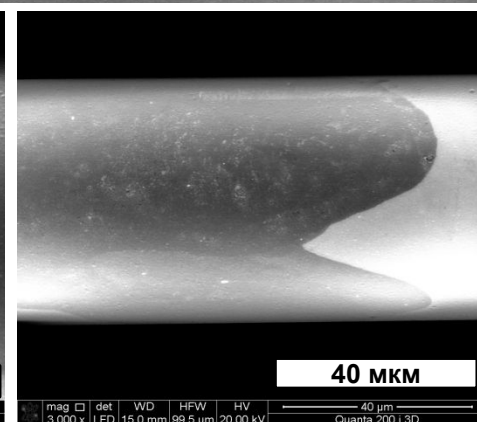
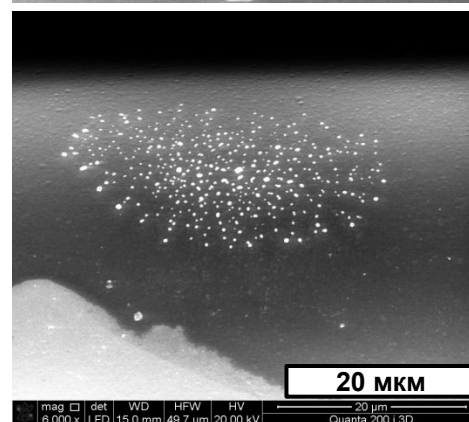
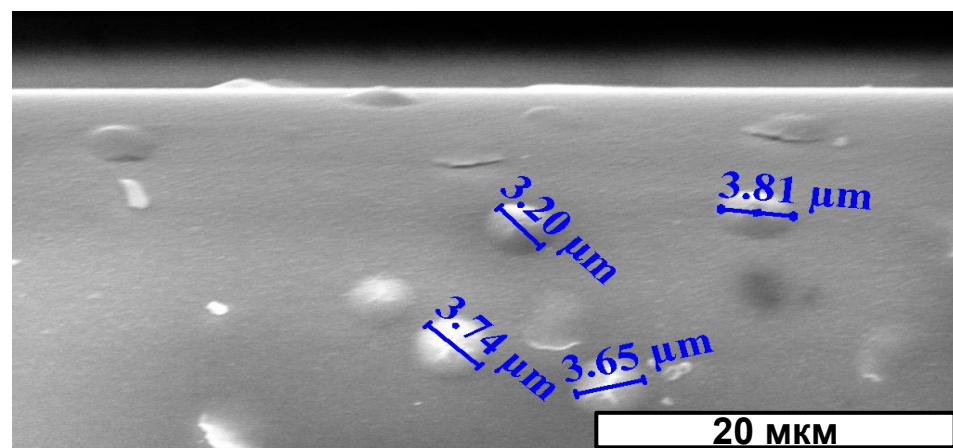
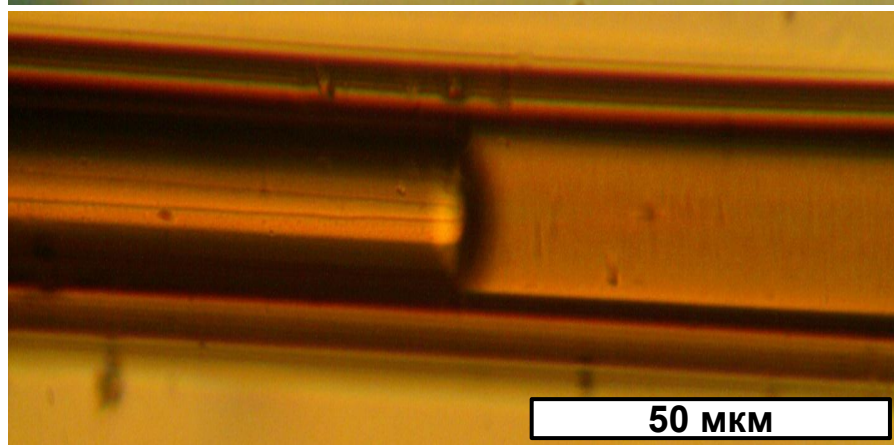
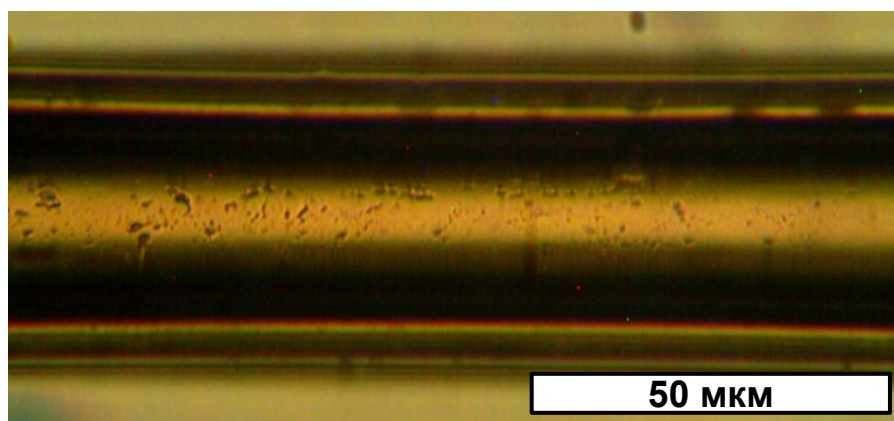
Требуемый состав (относительно 5 г 80%-го раствора бутоксида циркония)	Результаты расчета необходимого количества растворов нитратов в 1-бутаноле и воды



жидкие волокна, вытянутые из золь-геля

Исследование морфологии микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3

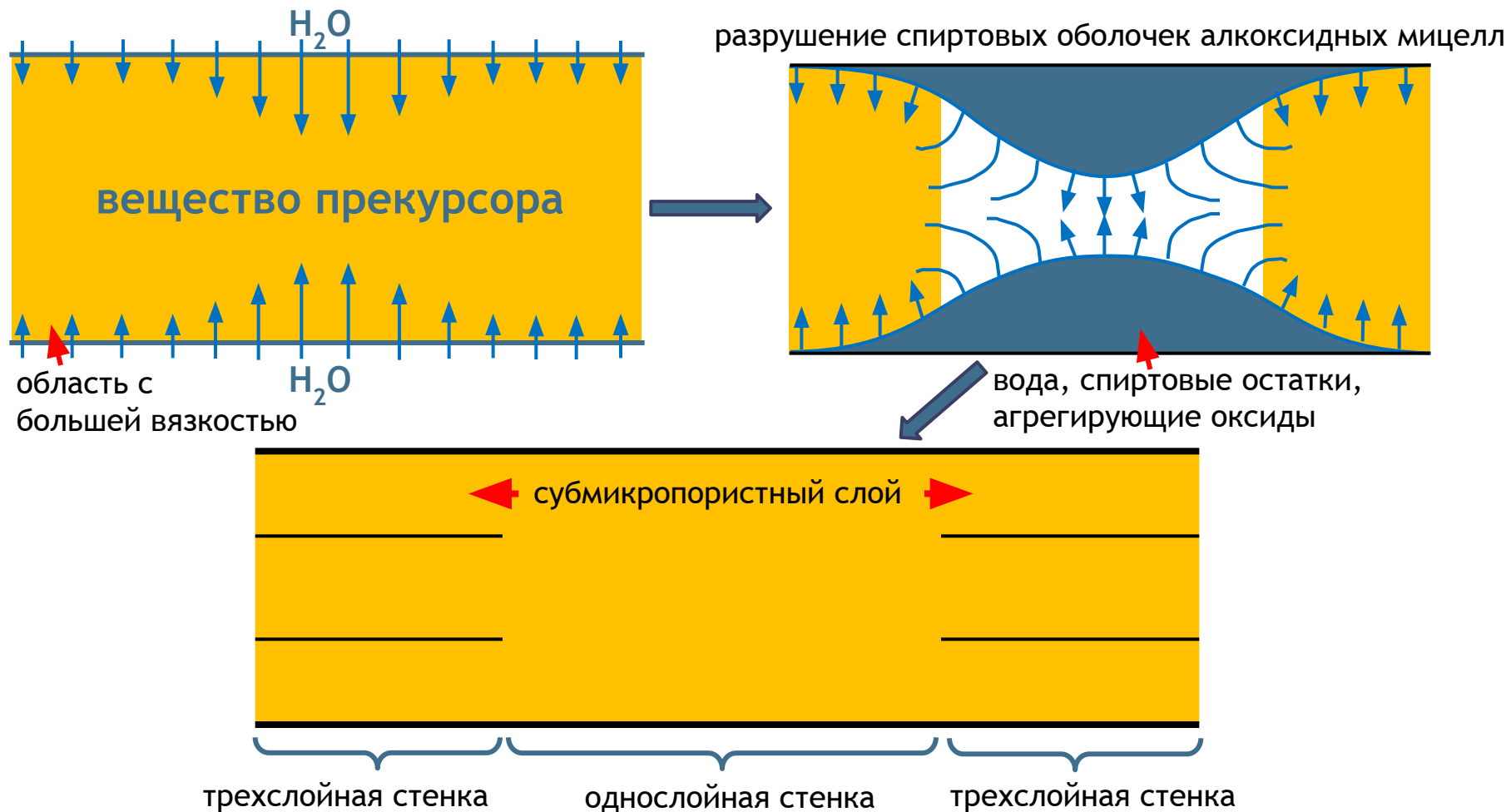
Для изучения морфологии микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 использовались оптический микроскоп *Levenhuk D670T* и сканирующий электронный микроскоп *Quanta 200 I 3D*.



Фотография микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 , полученные с помощью оптической микроскопии в проходящем свете

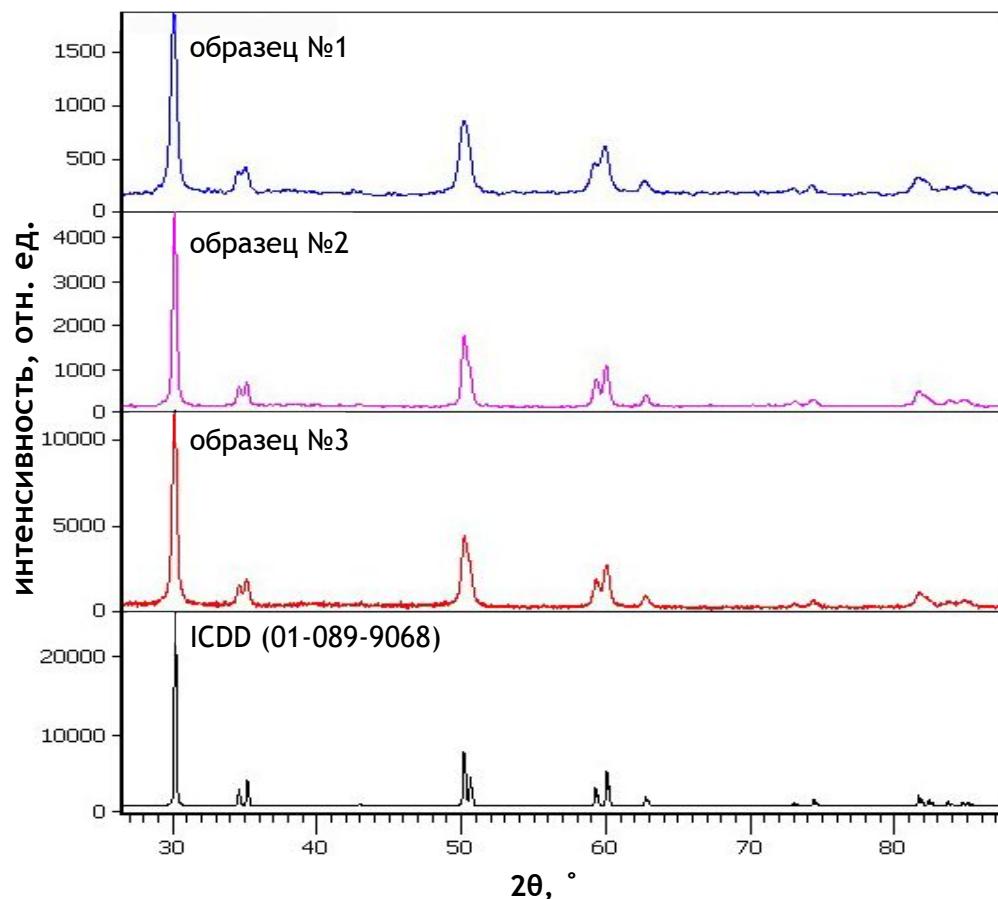
СЭМ-изображения обнаруженных дефектов микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3

Механизм образования участков с различным числом слоев стенок микрокристаллических трубок на основе ZrO_2



Фазовый анализ микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3

Для исследования фазового состава микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 использовались рентгеновский дифрактометр *Empyrean* (CuK_α -излучение с длиной волны 1,5414 Å) и спектрометр *InVia Raman microscope* (возбуждение лазерным пучком с длиной волны 514 нм).



Дифрактограммы микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 и дифрактограмма ICDD $(Zr_{0,94}Y_{0,06})O_{1,88}$

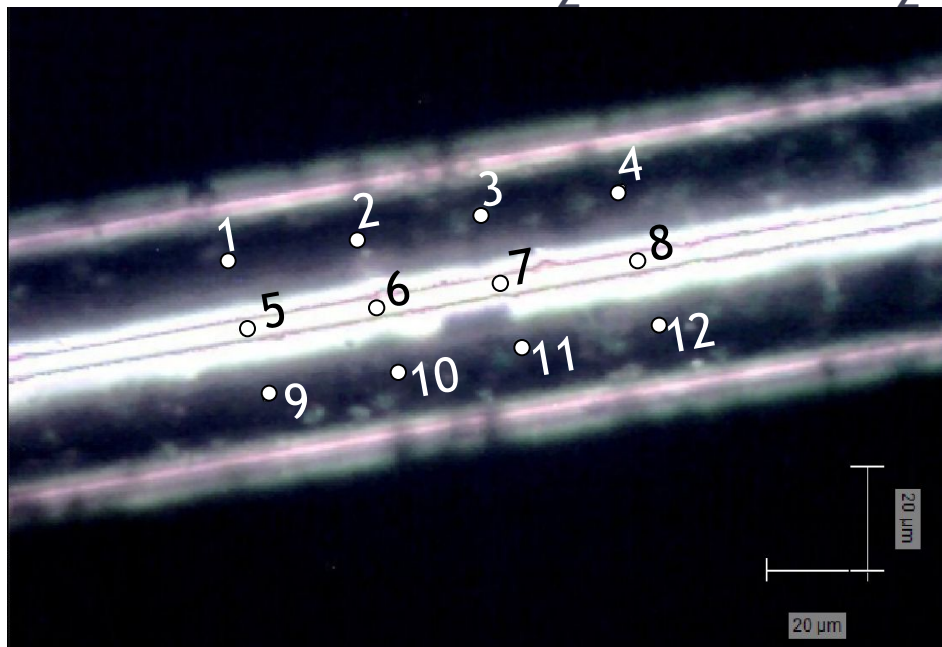
Микрокристаллические трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3	Параметры элементарной ячейки ZrO_2		
Образец №1	3,607	3,607	5,178
Образец №2	3,606	3,606	5,174
Образец №3	3,604	3,604	5,173
Нестабилизированные тетрагональные твердые растворы ZrO_2	3,64	3,64	5,27

Значения параметров элементарной ячейки диоксида циркония микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3

Микрокристаллические трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3		
Образец №1	6,08	0,113
Образец №2	6,07	0,039
Образец №3	10,48	0,026

Значения плотности и величины микронапряжений исследуемых образцов микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3

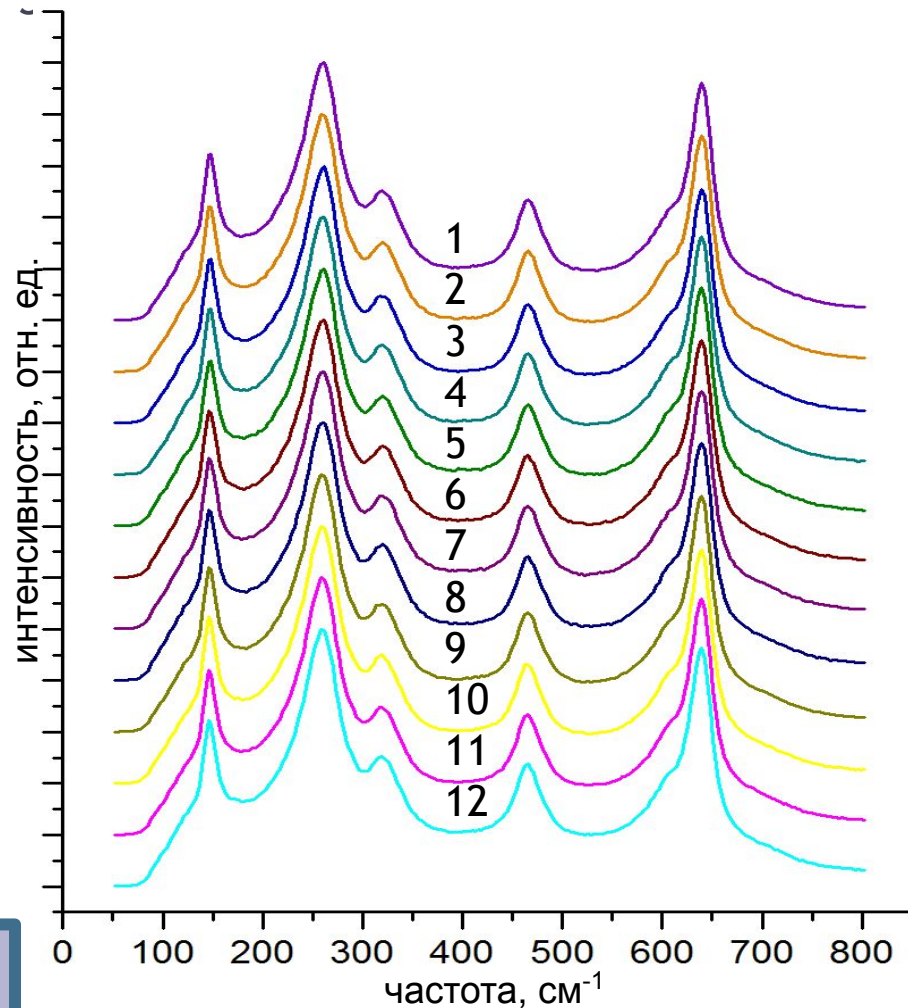
Фазовый анализ микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3



Фотография микрокристаллической трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 , сделанная на *InVia Raman microscope*, с указанием точек фокусировки возбуждающего лазерного излучения.

Спектральный анализ КРС и рентгеновский фазовый анализ свидетельствуют о том, что

микрокристаллические трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 обладают тетрагональной фазой.



КРС-спектры микрокристаллической трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 ($\lambda_{\text{возб}} = 514 \text{ нм}$)

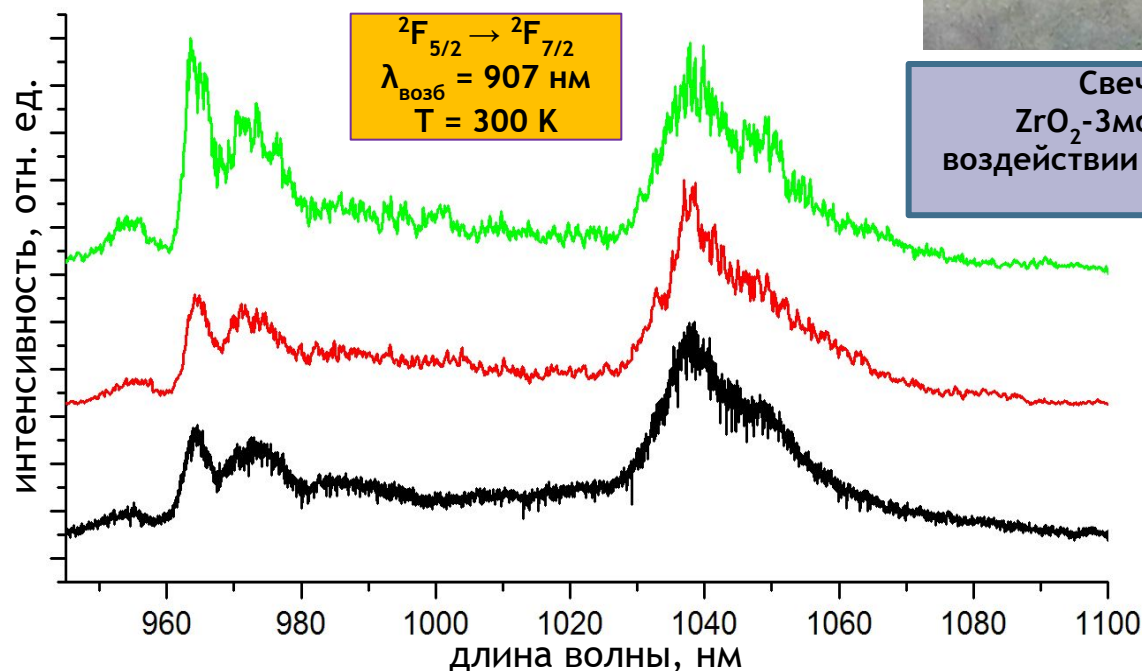
Спектрально-люминесцентные характеристики микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3

Спектры люминесценции регистрировались с помощью установки на базе монохроматора МДР-23, для возбуждения люминесценции Yb^{3+} использовалась лазерная система, состоящая из твердотельных лазеров LX329 (на основе Ti:Sapphire) и LQ829 (на основе YAG:Nd).

- монокристалл ZrO_2 -2,5мол.% Y_2O_3 -0,3мол.% Yb_2O_3
- монокристалл ZrO_2 -1мол.% Y_2O_3 -1,8мол.% Yb_2O_3
- микротрубка ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3



Свечение микрокристаллической трубки ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 , наблюдаемое при воздействии сфокусированного лазерного пучка с длиной волны 972 нм



Спектры люминесценции микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 и монокристаллов ZrO_2 -1мол.% Y_2O_3 -1,8мол.% Yb_2O_3 , ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3



Механизм кооперативной люминесценции ионов Yb^{3+} в микрокристаллических трубках ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 при возбуждении 972 нм

Результаты

1. Методами оптической микроскопии и сканирующей электронной микроскопии исследована морфология микрокристаллических трубок на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, легированных ионами Yb^{3+} .
2. Методами рентгеновского фазового анализа и КРС-спектроскопии показано, что микрокристаллические трубки на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, легированных ионами Yb^{3+} , характеризуются тетрагональной структурой.
3. Выявлено, что спектры люминесценции, обусловленной переходом ${}^2\text{F}_{5/2} \rightarrow {}^2\text{F}_{7/2}$ ионов Yb^{3+} в микрокристаллических трубках ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 , аналогичны спектрам люминесценции ионов Yb^{3+} в монокристаллах тетрагонального диоксида циркония составов:
1) ZrO_2 -1мол.% Y_2O_3 -1,8мол.% Yb_2O_3 ; 2) ZrO_2 -2мол.% Y_2O_3 -0,8мол.% Yb_2O_3 ;
3) ZrO_2 -2,5мол.% Y_2O_3 -0,3мол.% Yb_2O_3 ; 4) ZrO_2 -3,4мол.% Y_2O_3 -0,3мол.% Yb_2O_3 .
4. Для микрокристаллических трубок ZrO_2 -3мол.% Y_2O_3 -2мол.% Yb_2O_3 выявлено наличие излучения в синей области спектра при возбуждении Yb^{3+} на уровень ${}^2\text{F}_{5/2}$ с длиной волны возбуждения, равной 972 нм, что может быть обусловлено кооперативной люминесценцией ионов Yb^{3+} , либо люминесценцией ионов посторонней примеси, например, ионов Tm^{3+} .

Спасибо за внимание