



Рисунок 3 – Кинемограмма процесса нежелательных колебаний рабочего торца сварного микроинструмента (поз. 1) во время срабатывания электромагнитного механизма зажима микропроволоки

Анализ кинемограммы (рис. 3) позволяет определить уровень паразитной механической связи «механизм зажима микропроволоки – сварной микроинструмент» в конструкции сварочной головки, вызывающей колебания рабочего торца сварного микроинструмента амплитудой порядка ~ 40 мкм, >4 периодов частотой $f \approx 385$ Гц.

В процессе R&D прецизионных устройств с большим количеством степеней свободы мелочей не бывает, но невозможно всё учесть. Анализ кинемограмм, подобных представленным, позволяет выявить ошибки расчётов и довести разрабатываемую конструкцию до совершенства.

Литература

1. Волкенштейн С.С., Коваль В.Я., Мазаник В.М. Исследование быстропротекающих процессов // Наука и инновации. – 2008. – № 2. – С. 34–35.

УДК 544.22+544.08

СТРУКТУРА И МОРФОЛОГИЯ ГАЗОЧУВСТВИТЕЛЬНОЙ КОМПОЗИЦИИ $WO_3-In_2O_3$

Гайдук Ю.С.¹, Реутская О.Г.², Савицкий А.А.¹, Таратын И.А.³

¹Белорусский государственный университет
Минск, Республика Беларусь

²Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь

³ОАО «Минский НИИ радиоматериалов»
Минск, Республика Беларусь

Ранее была изучена чувствительность к ряду газов восстановительной и окислительной природы двухфазной оксидной композиции $WO_3-In_2O_3$, полученной золь-гель методом. Обнаружена высокая газовая чувствительность ($S \leq 2 \times 10^5$ %) данной композиции к диоксиду азота, что позволило изготовить селективные газовые сенсоры NO_2 с низким порогом определения (1 ppm и менее), рабочей температурой < 200 °С, низкой чувствительностью к газам-восстановителям [1, 2]. В настоящей работе представлены результаты исследования структурных и морфологических свойств композиции.

Методика эксперимента. Методика получения композиций приведена в предыдущей публикации [1].

Метод СЭМ применяли для изучения структуры поверхности поликристаллических и плёночных образцов. Образцы изучали при помощи сканирующего электронного микроскопа LEO 1420. Одновременно методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX-анализ) определяли соотношение концентрации атомов металлов в образцах.

Для оценки распределения частиц по размерам использовался относительный метод обсчёта при помощи построения гистограмм, показывающих частоту повторения частиц каждого класса в расчёте на 1000 обчисленных частиц всех классов в сумме.

Метод ПЭМ применяли для изучения размеров и морфологии структуры композиций на микроскопе Hitachi H-800 с ускоряющим напряжением 200 кэВ. Препарирование образцов для просмотра в электронном микроскопе и регистрации электронограмм проводили путём отжига при необходимой температуре с последующим диспергированием ультразвуком в водной среде. Суспензию наносили на поливинилформальевые опорные сетки.

Спектры ЭПР образцов регистрировались на спектрометре RadioPan SE/X–2543 с резонатором H_{102} в X-диапазоне при комнатной температуре. Частота модуляции магнитного поля составляла 100 кГц, амплитуда – 0,1 мТл. Частота СВЧ излучения в резонаторе $\sim 9,3$ ГГц контролировалась частотомером, поляризующее магнитное поле – датчиком ядерного магнитного резонанса.

ИК-спектры записывали на спектрометре AVATAR 330 (Thermo Nicolet) в области волновых чисел (ν) $400 - 700$ cm^{-1} с точностью ± 1 cm^{-1} . Запись производили методом диффузионного отражения при помощи приставки Smart Diffuse Reflectance.

Образцы, высушенные при 20 °С в течение 24 ч, исследовали при помощи синхронного термического анализатора Netzsch STA-449c «Jupiter» в температурной области 20 – 600 °С при скорости нагрева 5°/мин.

Определение удельной поверхности вели методом низкотемпературной адсорбции азота. Метод основан на измерении количества адсорбированного азота из воздуха на поверхности пробы при температуре жидкого азота по изменению давления в системе (установка Клячко-Гурвича).

Обсуждение результатов. Ранее методом РФА было показано уменьшение размера кристаллитов (ОКР) в образцах совместной двухфазной композиции $WO_3-In_2O_3$ по сравнению с индивидуальными оксидами [1, 3]. Это явление может быть связано с образованием в комплексных оксидных системах с различными структурами кристаллов с искаженными неровными гранями, что термодинамически затрудняло их рост.

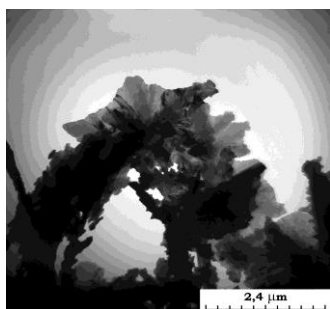


Рисунок 1 – ПЭМ-изображение образца (порошок) композиции $WO_3-In_2O_3$ (50 % мас. In_2O_3 , отжиг 600 °С, 2 ч

По данным СЭМ высушенный и отожжённый при 600 °С золь $WO_3-In_2O_3$ (рисунок 5.5а) представляет собой смесь наноразмерных частиц неправильной формы размером 50÷150 нм. Порошок состоит из достаточно однородных частиц, частично агломерированных. Доля частиц с размером менее 250 нм составляет 925,72 (в расчете на 1000 частиц), их плотность $\approx 25,21 \text{ мкм}^{-1}$. В пределах фракции частиц 0 - 250 нм различимы частицы неправильной формы от 50 нм в диаметре. Отдельные крупные частицы, величиной до 2,0 мкм, представляют собой агломераты плоских ламелей (пластинок).

С увеличением температуры отжига до 800 °С размер частиц возрастал, наблюдалось увеличение среднего размера частиц. Отжиг порошка данной композиции при 800 °С сопровождался началом формирования фазы $In_2(WO_4)_3$.

Удельная поверхность образцов, содержащих 5 и 25 % мас. In_2O_3 существенно превышала удельную поверхность исходных оксидов, а в случае 50 и 75 % мас. In_2O_3 была сопоставима с ними. Для образца, содержащего 5 % мас. In_2O_3 значение удельной поверхности достигало $45,5 \text{ м}^2/\text{г}$.

Материалы с различным количественным отношением оксидов вольфрама и индия обладают различными поверхностными свойствами. Данные ИК-спектроскопии позволяют предположить

более высокую адсорбционную способность композиции $WO_3-In_2O_3$ по сравнению с исходными оксидами за счет сохранения высокой концентрации поверхностных ОН-групп (более высокой или равной In_2O_3).

Наблюдаемое при сравнении кривых ДТГ и ДТА, относящихся к WO и In_2O_3 , и кривых, относящихся к композиции $WO_3-In_2O_3$ смещение пиков, отражающих процессы разложения гидроксидов, в сторону более низких температур может указывать на увеличение дисперсности и структурной дефектности материала и (или) на изменение морфологии и поверхностного состояния частиц оксидов в совместной композиции.

Применение метода ЭПР позволило обнаружить в образцах $WO_3-In_2O_3$ высокую концентрацию парамагнитных дефектов различной природы, отсутствующих, или представленных в образцах индивидуальных оксидов в незначительной концентрации ($g = 4,2998$, $g = 2,0011$, $g = 2,0495$), которые возможно связывать с ионизированными кислородными вакансиями, адсорбированными на поверхности частицами кислорода (O^-), сложными магнитоупорядоченными структурами). Таким образом, исследование методом ЭПР подтверждает выводы о структурном разупорядочении и формировании более сложной дефектной структуры в образцах композиций по сравнению с WO_3 и In_2O_3 . Значительное увеличение концентрации парамагнитных дефектов в образцах совместных композиций является одной из непосредственных причин увеличения их газоадсорбционной активности [3].

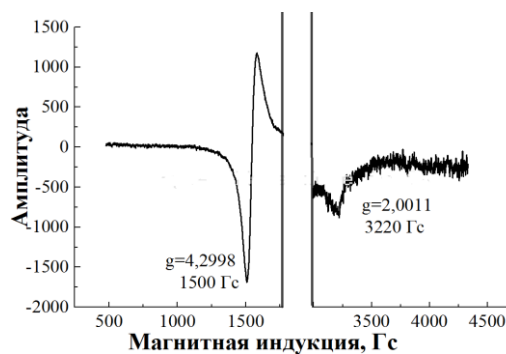


Рисунок 2 – Обзорный спектр ЭПР образца $WO_3-In_2O_3$, отжиг 600 °С, 2 ч

Выводы. Увеличение чувствительности и снижение рабочей температуры происходит за счет структурного разупорядочения и снижения размеров кристаллитов в композициях по сравнению с исходными оксидами и увеличения удельной поверхности. Затруднительно определить количественно вклад каждого из рассмотренных факторов (особенности микроструктуры, различие в удельной поверхности, дефектность кристаллов, наличие поверхностных ОН-групп) в ве-

личину сенсорного отклика, однако в литературе имеется предположение о более значительной роли дефектности кристаллов и состояния поверхности (наличие поверхностных ОН-групп) по сравнению с другими факторами.

Литература

1. Гайдук Ю.С. Датчики диоксида азота на основе композиции $\text{WO}_3\text{-In}_2\text{O}_3$: Материалы 9 МНТК «Приборостроение-2016», Минск, 23–25 ноября 2016 г.

T.1 / Гайдук Ю.С. [и др.] // Белорусский национальный технический университет; под ред. О.К. Гусев [и др.]. – Минск, 2016. – С. 294–296.

2. Гайдук Ю.С. Полупроводниковые газовые датчики на основе композиции оксида вольфрама и оксида индия / Гайдук Ю.С. [и др.] // Нано- и микросистемная техника. – 2018. – № 4. – С. 232–242.

3. Haiduk Yu.S. Study of $\text{WO}_3\text{-In}_2\text{O}_3$ nanocomposites for highly sensitive CO and NO_2 gas sensors / Yu.S. Haiduk [et al.] // Journal of Solid State Chemistry. – 2019. – Vol. 273. – P. 25–31.

УДК 667.7 + 681.7

SONOCHEMICAL SYNTHESIS OF (Y,Eu) $_2\text{O}_3$ PHOSPHORS

Haiduk Yu.S.¹, Khort A.A.², Makhnach L.V.¹, Usenka A.E.¹, Savitsky A.A.¹, Pankov V.V.¹

¹Belarusian State University
Minsk, Republic of Belarus

²A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of The National Academy of Sciences of Belarus
Minsk, Republic of Belarus

$\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Eu}^{3+}$ phosphor exhibits red emissions and possesses excellent chemical stability. It is the only existing red phosphor used in three band-fluorescent lamps. $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Eu}^{3+}$ has attracted great interest for use as red phosphor in fluorescent lamps, high-resolution projection TVs, protection devices and low voltage displays, being a component of cathode ray tube, plasma display panels and field emission displays [1, 2]. High refractive index (>1.9), large band gap (5.8 eV), physical and chemical stability of pure or doped Y_2O_3 provide its potential application in optoelectronics. The morphology and the particle size affect the emission intensity of phosphor. In general, the luminous efficiency of phosphor reduces with decreasing particle size until the quantum size effect does not occur.

Various synthesis methods of the phosphor are studied in order to obtain nanocrystalline materials. Reducing the particle size of the phosphor will expand fields of its application. For instance, nanocrystalline phosphors are suitable for high definition television (HDTV) where conventional bulk phosphor cannot be used [1].

Experimental. In this paper, the structural and morphological properties of samples prepared by the sol-gel and the ultrasonic methods were compared. In the first case, an aqueous solution of ammonia (9.24 M) was added dropwise to an aqueous solution of yttrium and europium nitrates (0.45 M). The process was carried out under continuously magnetic stirring. The resulting sol was decanted, then dried in air at 150 °C. The xerogel was calcinated for 2 h at various temperatures (400, 600, 800 °C). In case of the ultrasonic synthesis method, the mixture of reagents was exposed to ultrasound treatment with a frequency of 29 kHz.

Thermal behavior of the xerogels was evaluated by simultaneous thermal gravimetric analysis DTA–TG (NETZSCH STA 449 F3 Jupiter) from 20 to

600 °C in nitrogen with heating rate of 10 °C/min. X-ray powder diffraction (XRD) analysis was carried out with DRON-3 X-ray diffractometer with $\text{CuK}\alpha_1$ radiation ($\alpha = 1.5405 \text{ \AA}$). The reference data were used from the PDF2 database. The average crystallite size (D) was determined from the diffraction peak broadening using the Scherrer formula $D = K\lambda/\beta\cos\theta$, where D is the average particle size in (nm), K is the Scherrer constant (0.89), λ is the wavelength of X-ray source, β is the full width at half-maximum and θ is the Bragg's angle. The experimental XRD data were processed with HighScorePlus software. Fourier-transform infrared (FTIR) spectra were recorded on Avatar 330 FTIR spectrometer equipped with Smart Diffuse Reflectance system at room temperature using KBr pellet method.

Electron microscopy study was performed by means of the scanning electron microscope Leo-1420 Carl Zeiss.

Results and discussion. Intensive luminescence in the red region of the spectrum under UV excitation (270 nm) was acquired after xerogel calcination at ~550 °C (2 h) and higher.

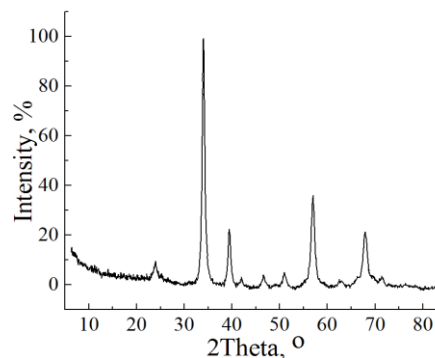


Fig. 1 – XRD spectrum of the sample (powder) of the composition $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Eu}_2\text{O}_3$ (4 % wt. Eu_2O_3 , annealing 600 °C, 2 h). prepared by the sonochemical method