

საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი

ხელნაწერის უფლებით

ლილი ნადარაია

ნანოკრისტალური კომპოზიციური მასალების მიღება და კვლევა

დოქტორის აკადემიური ხარისხის მოსაპოვებლად
წარდგენილი დისერტაციის

ავტორეფერატი

თბილისი

2011 წელი

სამუშაო შესრულებულია საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის, ინფორმატიკისა და მართვის სისტემების ფაკულტეტის, ფიზიკის დეპარტამენტის, ნახევარგამტარული მიკროელექტრონიკის და ფიზიკური მასალათმცოდნეობის მიმართულებაზე, ნანოტექნოლოგია და ნანომასალების სპეციალობით.

სამეცნიერო ხელმძღვანელი: ფიზ. მათ მეცნ. დოქტორი
პროფ. ნიკოლოზ ჯალაბაძე

რეცენზენტები: ფიზ. მათ მეცნ. დოქტორი
პროფ. თამაზ მარსაგიშვილი;
ფიზ. მათ მეცნ. დოქტორი
პროფ. ნიკოლოზ ჩიხრაძე

დაცვა შედგება 2011 წლის 29 აპრილს, 2 საათზე საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის ინფორმატიკისა და მართვის სისტემების ფაკულტეტის სადისერტაციო საბჭოს კოლეგიის სხდომაზე, კორპუსი 6, აუდიტორია -----
მისამართი: 0175, თბილისი, კოსტავას 77.

დისერტაციის გაცნობა შეიძლება სტუ-ს ბიბლიოთეკაში, ხოლო ავტორეფერატისა - სტუ-ს ვებგვერდზე.

სადისერტაციო საბჭოს მდივანი -----

თინათინ კაიშაური

სამუშაოს ზოგადი დახასიათება

თემის აქტუალურობა.

სწრაფი ტექნოლოგიური განვითარება სულ უფრო მეტად მოითხოვს ახალი ტიპის მასალებს მკვეთრად გაუმჯობესებული მახასიათებლებით. შესაბამისად, მთელი მსოფლიოს მასშტაბით მოწინავე სამეცნიერო ცენტრებში მეცნიერები მუშაობენ ახალი ტიპის კომპოზიციური მასალების მისაღებად. დღესდღეობით, როდესაც ნანოტექნოლოგიური რევოლუციის საწყის ეტაპზე ვიმყოფებით, განსაკუთრებით გამახვილებულია ყურადღება ნანოკრისტალური მასალების მიღებასა და კვლევაზე. საყოველთაოდ აღიარებული ფაქტია, რომ მარცვალთა ზომების ნანო დონემდე შემცირება, კვანტური და ზედაპირული ეფექტების გაძლიერებასთან ერთად, უდიდეს ზეგავლენას ახდენს ნანომასალის თვისებებზე. ამდენად, მასალის საექსპლუატაციო თვისებებს განსაზღვრავს მისი სტრუქტურა, რომელიც ყალიბდება მიღების ტექნოლოგიური ციკლის საწყისი ეტაპიდან. კონკრეტული მასალის ნანოკრისტალურ მდგომარეობაში მისაღებად მთელი რიგი ტექნოლოგიები შემუშავებული, მაგრამ მხოლოდ სწორად შერჩეული ტექნოლოგიური ციკლი იძლევა საშულებას, საბოლოოდ მიღებული მასიური ნიმუში თუ ფხვნილი იყოს იმ თვისებების მქონე, რომელიც დააკმაყოფილებს შესაბამის მოთხოვნებს. ფხვნილის მიღების მრავალი მეთოდიდან ყველაზე ოპტიმალურად ჩვენს მიერ შემუშავებული მოდიფიცირებული ზოლ-გელ მეთოდი მიგვაჩნია.

ნანოკრისტალური ფხვნილები აქტიურად გამოიყენება სხვადასხვა სფეროებში დანაფარებისათვის და ასევე მასიური ნანოკრისტალური ნიმუშების მისაღებად. მიუხედავად იმისა, რომ ნანოკრისტალური ფხვნილების მიღების ტექნოლოგიები შედარებით უკეთაა განვითარებული, ჯერ კიდევ პრობლემას წარმოადგენს ნანოკრისტალურობის შენარჩუნება შეცხოვრებულ ნამზადებში. ასეთი ნიმუშის მიღება გულისხმობს ფხვნილის კომპაქტირებასა და შეცხოვას. შესაბამისად, შეცხოვისათვის აუცილებელი

ტემპერატურა, ხშირ შემთხვევაში, განაპირობებს მარცვალთა ინტენსიურ ზრდას და ნამზადის ჩვეულებრივი სტრუქტურის ჩამოყალიბებას. თუკი მოხერხდება შეცხოვის პროცესების მართვა გარკვეულწილად შეზღუდულ დროში და შედარებით დაბალი ტემპერატურების გამოყენებით, მაშინ რეალურია სასურველი შედეგების მიღწევა. ამ პრინციპის რეალიზაცია კი შესაძლებელია დანადგარის გამოყენებით, რომლის მუშაობაც ეფუძნება ნაპერწკლოვან პლაზმური სინთეზის (SPS) მეთოდს. ეს მეთოდი გულისხმობს მაღალი სიდიდის მქონე პულსირებადი მუდმივი დენის გატარებას გრაფიტის წნეხ-ყალიბში მოთავსებულ ფხვნილში. ფხვნილში გამავალი დენი წარმოქმნის ნაპერწკალს ფხვნილის ნაწილაკებს შორის, რაც იწვევს პლაზმურ პროცესებს და ნაწილაკებს შორის შეცხოვის დაწყებას. ნაპერწკლის შედეგად შექმნილი რკალი ნაწილაკების ზედაპირებს შორის არსებობს მხოლოდ დროის მცირე მონაკვეთში იმის გამო, რომ პულსირებადი დენის სიხშირე მაღალია. ეს მცირე პერიოდი სრულიად საკმარისია იმისთვის, რომ შეიქმნას მაღალი ტემპერატურა და შესაბამისად წარიმართოს შეცხოვის პროცესი, მაგრამ არ არის საკმარისი იმისთვის, რომ ეს ტემპერატურა გავრცელდეს ნანოკრისტალურ ნაწილაკებში მთლიანად და მოახდინოს მარცვალთა ზრდის პროვოცირება.

როგორც ცნობილია, კვაზი-რეზონანსული პირობის შექმნით, როდესაც ულტრაბგერითი ვიბრაციის ამპლიტუდა პროპორციულია ან ექვივალენტურია მარცვალთა ან აგლომერაციათა ძირითადი ზომების, შესაძლებელია მიღებული ნიმუშის ნანოკრისტალურობის შენარჩუნება, ფორიანობის შემცირება და სიმკვრივის გაზრდა. ამდენად ჩვენს მიერ განხორციელდა ულტრაბგერითი ზემოქმედების დამატება შეცხოვის პროცესში, რაც კიდევ უფრო ეფექტურს ხდის კომპაქტირება-შეცხოვას. ეს მეთოდი შედარებით ახალია, ამდენად ამ ტექნოლოგიის არსი და მიმდინარე პროცესები სხვადასხვა მასალისთვის არაა სრულად შესწავლილი. ამ პერსპექტიული მეთოდის გამოყენებით შესაძლებელია

მთელი რიგი ახალი მასალების ნანოკრისტალური მდგომარეობით მიღება და მათი ფიზიკო-მექანიკური თვისებების გაუმჯობესება.

საყოველთაოდ ცნობილია, რომ სალი შენადნობები ფართოდ გამოიყენება ტექნიკაში და ყოფაცხოვრებაში. მათი გამოყენება შესაძლებელია მჭრელ იარაღებად, ცვეთამედეგი დეტალების დასამზადებლად, დეტალებისათვის, რომლებიც მუშაობენ როგორც მაღალ ასევე დაბალ ტემპერატურაზე, კოსმოსურ ვაკუუმში და სხვა. თუმცადა თანამედროვე ბაზარზე მათი ფიზიკო-მექანიკური და საექსპლოატაციო თვისებები საგრძნობლად ჩამორჩება მათდამი წაყენებულ მოთხოვნებს. ამდენად სალი შენადნობების მიღება ნანოკრისტალური სტრუქტურული მდგომარეობით, ცხადია, მათ ეფექტურობას კიდევ უფრო გაზრდის.

სცინტილატორები ფართოდ გამოიყენება გამა და რენტგენის სხივების რეგისტრაციისათვის მთელ რიგ დანადგარებში, როგორცაა კომპიუტერული ტომოგრაფია (CT), პოზიტრონულ-ემისიური ტომოგრაფია (PET), ბირთვულ და ნაწილაკების ფიზიკასთან დაკავშირებულ ექსპერიმენტებში და გეოფიზიკურ გამოკვლევებში. ტრადიციულად, სცინტილატორები მიიღება მონოკრისტალების სახით. მონოკრისტალების წარმოება კი საკმაოდ რთული ამოცანაა და მათი გამოსავლიანობა მხოლოდ 15-50% შეადგენს. ამიტომ ისინი საკმაოდ ძვირად ფასობენ და მათი გამოყენების არეალი შეზღუდულია. ამჟამად მიმდინარეობს სამუშაოები მაღალეფექტური სცინტილაციური მასალების მისაღებად. ეს მასალები გაცილებით გაიაფდება, თუ მონოკრისტალები შეიცვლება კერამიკით. კერამიკის მიღება კი შესაძლებელია ფხვნილთა მეტალურგიის მეთოდით. გარკვეული წარმატებების მიუხედავად, ასეთი ტექნოლოგიით ვერ გახდა შესაძლებელი გამჭვირვალე ნიმუშების მიღება. ამ პრობლემის გადაწყვეტა რეალურად მიგვაჩნია თუ სცინტილატორებს მივიღებთ ნანოკრისტალური სტრუქტურული მდგომარეობით.

სამუშაოს მიზანი და ამოცანები

ამრიგად, წინამდებარე სადისერტაციო ნაშრომის კვლევის ამოცანები შემდეგნაირად შეგვიძლია ჩამოვყალიბოთ:

- დაბალი აგრერირების ხარისხის მქონე ნანოკრისტალური კომპოზიციური მასალების ფხვნილების მიღების ახალი ტექნოლოგიების შემუშავება;
- სალი შენადნობების, კარბიდული მასალების და სცინტილატორების ნანოფხვნილების მიღება;
- კომპოზიციური მასალების ნანოკრისტალური ფხვნილებიდან მასიური ნამზადების მიღება ახალი SPS მოწყობილობის გამოყენებით;
- SPS პროცესის მექანიზმის კვლევა სხვადასხვა მასალებისათვის და მოწყობილობის მოდერნიზაცია.

კვლევის ობიექტები და მეთოდები

კვლევის ობიექტებს წარმოადგენდა კომპოზიციური მასალები ნანოკრისტალური სტრუქტურული მდგომარეობით როგორც ფხვნილის, ასევე მასიური ნიმუშების სახით.

სალი შენადნობებიდან შესწავლილი იყო :

- სტანდარტული - WC-Co, TiC-Ni, TiC-Ni-Mo, TiC-Ni-Mo-W;
- ახალი - მცირეფოლფრამიანი TiC-Ni-Mo-W;

კარბიდული მასალებიდან - WC, TiC, Mo₂C, B₄C;

სცინტილაციური მასალებიდან გამოვიკვლიეთ:

- სილიკატები - Lu₂SiO₅:Ce (LSO), Lu₂Si₂O₇:Ce (LPS),
- ალუმინატები - LuAlO₃:Ce (LuAP), Lu₃Al₅O₁₂:Ce (LuAG),
- ვოლფრამატები - CaWO₄, CdWO₄, PbWO₄ და ZnWO₄.

საჯავშნე მასალებიდან შესწავლილ იქნა:

- კომპოზიტები B₄C- TiB₂, TiC-SiC, TiB₂-TiN, TiB₂-TiC, TiB₂-TiN-TiC.

ნანოკრისტალური ფხვნილის მისაღებად გამოიყენებოდა მოდიფიცირებული ზოლ-გელ მეთოდი, ხოლო კომპაქტირებისა და შეცხოვისათვის გამოიყენებოდა ნაპერწკლოვან პლაზმური სინთეზი (SPS).

ნაშრომის ძირითადი შედეგები და მეცნიერული სიახლე

მეცნიერულ სიახლეს წარმოადგენს ნანოკრისტალურ ფხვნილთა მიღების მოდიფიცირებული ზოლ-გელ მეთოდი. როგორც ცნობილია, ზოლ-გელ პროცესი (გელური ტექნოლოგია) წარმოადგენს გარკვეული ქიმიური და ფიზიკო-ქიმიური თვისებების მქონე ნივთიერებების (კომპოზიტების) მიღების ტექნოლოგიას. ამ პროცესს საფუძვლად უდევს თავდაპირველად ზოლის მიღება და მისი გელში გადაყვანა. კლასიკურისაგან განსხვავებით, ზოლი მიღებული იქნა ორგანულ გამხსნელთა სისტემაში მცირე რაოდენობით წყლის თანაობისას. წყლის რაოდენობაზე დამოკიდებული სამიზნო ნივთიერება რა სახით იქნება მიღებული – ამორფულ მდგომარეობაში თუ მსხვილი კრისტალების სახით. კლასიკურისაგან განსხვავებით ამ შემთხვევაში, ნაწილაკების კოაგულაცია მოვახდინეთ სადისპერსიო არის დუდილით, ხოლო გამხსნელთა სისტემა მყარ გელს მოვაშორეთ დეკანტაციით ან გაფილტვრით. ამასთანავე, ჩვენს შემთხვევაში ზოლი წარმოიქმნა არა ჰიდროლიზის შედეგად, არამედ იონ-მიმოცვლითი რეაქციებით, რომლებიც ორგანულ გამხსნელებში უფრო დაბალი სიჩქარით ხასიათდებიან, ვიდრე წყალში.

ტექნოლოგიური ციკლის ზუსტი დაცვა უზრუნველყოფს ფხვნილების ნანოკრისტალურობას 10-100 ნმ-ის ფარგლებში. მიღებულია ნანოკრისტალური მდგომარეობით სალი შენადნობების ნამზადები ტიტანისა და მოლიბდენის კარბიდის ბაზაზე, რომელთა ფიზიკო-მექანიკური მახასიათებლებიც დაახლოებით 20%-ით გაუმჯობესებულია ჩვეულებრივ სტრუქტურულთან მიმართებაში. აღსანიშნევია SPS მეთოდის ეფექტურობა მასალათა დაბალტემპერატურული შეცხოვისათვის და ნანოკრისტალურობის შენარჩუნებისათვის კომპაქტირებულ ნიმუშებში.

სიახლეს წარმოადგენს შეცხოვის პროცესში პულსურებადი წნევისა და ულტრაბგერითი ზემოქმედების გამოყენება, რის საშუალებითაც მიიღწევა მაქსიმალური სიმკვრივე და ფორიანობის აღმოფხვრა. ჩამოყალიბდა და გამოიკვეთა სცინტილაციური კერამიკების შეცხოვის სპეციფიკა და თავისებურებანი. მნიშვნელოვან შედეგს წარმოადგენს იტრიუმის სილიკატის ნანოფხვნილის წარმადობა მონოკრისტალის ზრდისათვის. ძალზე მნიშვნელოვანი კვლევები ჩატარდა ტიტანისა და ბორის კარბიდების ბაზაზე არსებული კომპოზიციების სისტემების ჩამოყალიბებაზე, რომელთა გამოყენებაც შესაძლებელი იქნება საჯავშნე მასალებად.

გამოქვეყნებული შრომები. დისერტაციის შინაარსი ასახულია 6 გამოქვეყნებულ შრომაში.

სამუშაოს აპრობირება: სამუშაოს შედეგები წარმოდგენილი იყო შემდეგ კონფერენციებზე: საერთაშორისო ნანოტექნოლოგიის გამოფენა და კონფერენცია Nano Tech 2011(ტოკიო, იაპონია, 2011), ახალგაზრდა მასალათმცოდნეთა საერთაშორისო კონფერენციაზე Junior Euromat 2010 (ლოზანა, შვეიცარია 2010), მე-10 საერთაშორისო კონფერენცია არაორგანული სცინტილატორები და მათი გამოყენება SCINT 2009 (ჟეჟუ, სამხრეთ კორეა 2010), მე-12 NSTI ნანოტექნოლოგიის კონფერენცია და გამოფენა Nanotech 2009(ჰიუსტონი, აშშ 2009), მე-17 ამერიკის კონფერენცია კრისტალის ზრდა და ეპიტაქსია (ვისკონსინი, აშშ 2010), მე-11 NSTI ნანოტექნოლოგიის კონფერენცია და გამოფენა Nanotech 2008 (ბოსტონი, აშშ 2008), სიმპოზიუმი რადიაციის გაზომვასა და გამოყენებაზე SORMA WEST 2008 (ბერკლი, აშშ 2008), მე-11 საერთაშორისო სიმპოზიუმი ალუმინის შენედნობებზე ICAA11(აჰენი, გერმანია 2008).

ნაშრომის სტრუქტურა და მოცულობა

სადისერტაციო ნაშრომი შედგება შესავლის, სამი თავისაგან, დასკვნისა და ციტირებული ლიტერატურისაგან. სამუშაო შეიცავს 167 ნაბეჭდ გვერდს, 6 ცხრილს, 74 სურათსა და 186 დასახელების ბიბლიოგრაფიას.

ნაშრომის ძირითადი შინაარსი

შესავალი მოიცავს სადისერტაციო ნაშრომის აქტუალობას. ნაჩვენებია კომპოზიციური მასალების მნიშვნელობა მრეწველობის განვითარებისათვის. აღნიშნულია ნანოტექნოლოგიის განვითარებისა და ნანომასალების დანერგვის აუცილებლობა. მოკლედაა განხილული ნანოკრისტალური კომპოზიციური მასალების მიღების ტექნოლოგიის ყველა ეტაპი. ყურადღება გამახვილებულია სალ შენადნობებზე, კარბიდულ, სცინტილაციურ და საჯავშნე მასალებზე.

პირველი თავი წარმოადგენს ლიტერატურულ ანალიზს ყველა იმ პრობლემის გარშემო, რომელთა კვლევაც განხორციელდა სადისერტაციო ნაშრომში. კერძოდ განიხილება: ნანოტექნოლოგიის არსი და მნიშვნელობა; სცინტილატორების მნიშვნელობა გამოსხივების დეტექტირებისა და რეგისტრაციისათვის; კონკრეტულად განიხილება ყველაზე გავრცელებული სცინტილატორების ლუტეციუმის სილიკატებისა და ალუმინატების, ასევე იტრიუმის სილიკატისა და ალუმინატების მიღებასთან დაკავშირებული პრობლემები და სცინტილაციური თვისებები; სცინტილაციური კერამიკების მიღების ტექნოლოგიები და მათი გამჭვირვალობის მიღებასთან დაკავშირებული პრობლემები; ტიტანისა და მოლიბდენის ფუძეზე არსებული სალი შენადნობების გამოყენების არეალი, მათი წარმოების ტექნოლოგიები და სტრუქტურული თავისებურებანი; ნანოკრისტალურ ფხვნილთა მიღების მეთოდები და მათი ნაკლოვანებები; შეცხოვა-კომპაქტირებისას არსებული მეთოდების ნაკლოვანებები

ნანომასალების წარმოებისათვის და მათთან მიმართებაში SPS მეთოდის უპირატესობა; ამ მეთოდის ისტორია და თანამედროვე მიღწევები.

როგორც ცნობილია ნანომასალების ფიზიკო-მექანიკური თვისებები მნიშვნელოვნად განსხვავდება ჩვეულებრივი კრისტალური სტრუქტურის მქონე მასალებისგან, რაც გამოწვეულია ზედაპირული ფენების როლის მნიშვნელოვანი ზრდით საერთო ენერგეტიკულ ბალანსში. ეს კი თავის მხრივ იწვევს სტრუქტურის, ატომთა რხევის სპექტრის, დიფუზიურ და სხვა სატრანსპორტო პროცესების რადიკალურ ცვლილებებს.

ცნობილია, რომ რენტგენის და γ -სხივების დეტექტირებისათვის გამოიყენება არაორგანული სცინტილატორები, თავიანთი მაღალი ატომური ნომრისა და მაღალი სიმკვრივის გამო. ისინი, როგორც წესი, მიიღებიან მონოკრისტალის ზრდის მეთოდით. მიღების სირთულე, სიძვირე, შეზღუდვები ზომებში და მონოკრისტალების დაბალი გამოსავალი ზღუდავს ამ მეტად პერსპექტიული მასალების გამოყენებას. ამ ბოლო ხანებში განიხილება მონოკრისტალების ზრდის მეთოდის ჩანაცვლება შედარებით მარტივი და იაფი, ოპტიკურად გამჭვირვალე პოლიკრისტალური სცინტილაციური კერამიკების მიღების მეთოდით. მეცნიერები იმედოვნებენ, მიიღონ კერამიკული სცინტილატორები, რომლებიც იქნებიან უფრო ჰომოგენური, მაღაპირებელი ელემენტის მატრიცაში განაწილების თვალსაზრისით, მარტივად მისაღები და ეკონომიური. კვლევები ძირითადად მიმდინარეობს კუბური სტრუქტურის პოლიკრისტალური კერამიკების მიღებაზე, როგორც გარდატეხის ერთი მაჩვენებლის მქონე და ოპტიკურად იზოტროპულ მასალებზე. არაკუბური კრისტალის ანიზოტროპულობის გამო, ადგილი აქვს მასში უწესრიგოდ განლაგებულ კრისტალებში გამავალი სხივის მრავალჯერად გარდატეხას, რაც იწვევს სინათლის მრავალმხრივ გაბნევას, ანუ მასალის დაბინდულობასა და არაგამჭვირვალობას. კვლევები არაკუბური სტრუქტურის კერამიკების (LSO, YSO) ოპტიკური თვისების გაუმჯობესებისათვის ორი განსხვავებული მიდგომით მიმდინარეობს.

ერთის მხრივ, ცდილობენ პოლიკრისტალური კერამიკის მიღებას განსაკუთრებული დიდი ზომის მარცვლებით და მეორეს მხრივ, პირიქით, ძალზედ მცირე ზომის მარცვლებით. ეს უკანასკნელი მიდგომა ეფუძნება იმ პრინციპს, რომ ნაწილი ზომის კრისტალი, რომელიც სინათლის ტალღის სიგრძეზე გაცილებით უფრო მცირე ზომისა იქნება, მინიმუმამდე დაიყვანს სინათლის გაბნევას.

გარდამავალ მეტალთა კარბიდები, განსაკუთრებით კი ტიტანის კარბიდი, თავისი უნიკალური თვისებებით, ინტენსიური კვლევის ობიექტები არიან. ტიტანის კარბიდის წარმოების და მოხმარების ზრდამ იგი გადააქცია მყარი ტანის ფიზიკის საინტერესო და სამოდულო ობიექტიდან, ფართო საწარმოო გამოყენების ობიექტად. ასევე მეტად მნიშვნელოვანია მოლიბდენისა და ბორის კარბიდი.

ძალზე მიმზიდველია ტიტანის კარბიდის ფუძის მქონე სალი შენადნობების გამოყენება განსაკუთრებით ჯავშანჭილეტებში და საფრენი აპარატების დასაცავად. ასევე საუკეთესო მასალას წარმოადგენს ბორის კარბიდიც და კომპოზიციური მასალები, რომლებიც შესაძლებელია მივიღოთ მისი გამოყენებით. ბორის კარბიდის მიღება არა თუ ნანოკრისტალური სტრუქტურული მდგომარეობით, არამედ ჩვეულებრივი სტრუქტურითაც, მეტად პრობლემატურია. ასევე პერსპექტიული მასალაა ტიტანის კარბიდისა და დიბორიდის კომპოზიცია. თუ ნანოკრისტალური სალი შენადნობების მიღება ვოლფრამის კარბიდის ფუძეზე, ასე თუ ისე გადაწყვეტილია, ეს არ ითქმის ტიტანის კარბიდის ფუძის მქონე სალი შენადნობებზე, ვინაიდან ამ დროს მრავალი პრობლემა არის გადასაჭრელი. ამიტომ ამ ტექნოლოგიის დამუშავება ძალზე მნიშვნელოვანია.

ჩატარებულია მოყვანილი ლიტერატურის ანალიზი და მის საფუძველზე ჩამოყალიბებულია კვლევის მიზნები და ამოცანები.

მეორე თავში წარმოდგენილია ნანოკრისტალურ ფხვნილთა მიღების და მასიური ნიმუშების შეცხოების ექსპერიმენტული ნაწილი. მოყვანილია კომპოზიციურ მასალათა ფიზიკო-მექანიკური თვისებებისა და

სტრუქტურის შესწავლის მეთოდები და ნიმუშების მომზადების წესი შემდგომი ანალიზისათვის. ნიმუშების სტრუქტურა შესწავლ იქნა რენდგენო- დიფრაქტომეტრისა და მასკანირებელი ელექტრონული მიკროსკოპის (მემ) მეშვეობით. დიფრაქციული პროფილის ანალიზის შედეგად ხდებოდა მარცვლოვნების თეორიული გაანგარიშება. ასევე ხდებოდა ნიმუშების თერმო ანალიზი და სტრუქტურაში თავისუფალი ნახშირბადის განსაზღვრა. ფიზიკო-მექანიკური თვისებებიდან შეისწავლებოდა სიმკვრივე და ფორიანობა, სისაღე, ცხელი სისაღე და მიკროსისაღე, სიმტკიცის ზღვარი ღუნვისას, ხაზოვანი გაფართოება, კუთრი ელექტროწინაღობა და თერმომდგრადობა.

ფხვნილთა წარმოების ტექნოლოგია აღწერილია კონკრეტული მასალისათვის, სცინტილაციური და სალი შენადნობების შემთხვევებში. სცინტილაციური მასალებიდან განხილულია ლუტეციუმისა და იტრიუმის სილიკატები და ალუმინატები, აგრეთვე ტყვიის, კალციუმის, კადმიუმის და ცინკის ვოლფამატები. დადგენილია ზოლ-გელ სინთეზის დროს სხვადასხვა ნაერთების გამოყენების და დანამატების ეფექტურობა ნანოკრისტალურობის მისაღწევად. აღწერილია მარცვლოვნების დამოკიდებულება ტემპერატურასთან მიმართებაში და საწყისი კომპონენტების თანაფარდობის მნიშვნელობა მონოფაზური სისტემების მიღებისათვის. მოყვანილია იტრიუმის სილიკატის მონოკრისტალთა ზრდის ჩოხრალსკის მეთოდი.

$Y_2O_3-Al_2O_3$ სისტემაში არსებობს სამი ტიპის ნაერთი: $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG)- კუბური მოწი, $YAlO_3$ (YAP)-ორთორომბულ პეროვსკიტი, და $Y_4Al_2O_9$ (YAM), მონოკლინური სტრუქტურა. სამივე მონოფაზური სტრუქტურის მიღება შესაძლებელია მოდიფიცირებული ზოლ-გელ მეთოდის გამოყენებით. ზოლ-გელ პროცესის პირველ სტადიაზე ფორმირდება გარკვეული ქიმიური შედგენილობის მაღალდისპერსიული ზოლის კოლოიდური ხსნარი. სტაბილურ ზოლში დისპერსიული ფაზის ნაწილაკების ზომა $10^{-9} \square 10^{-6}$ მ აღწევს. ზოლში აშკარაა გამყოფი ზედაპირი დისპერსიულ ფაზასა და

სადისპერსიო არეს შორის (გამხსნელთა სისტემა). დისპრესიული ფაზის კონცენტრაციის გაზრდით ან მათი ჰიდროლიზით ნაწილაკებს შორის მყარდება გარკვეული კონტაქტები (ბმები, კავშირები) და წარმოიქმნება კოაგულაციური სტრუქტურები (ნაწილაკების შეერთება უფრო მსხვილ აგრეგატებად). ამ დროს ზოლი გადადის გელში. წარმოქმნილი აგრეგატები დაბალი სიმტკიცით (მდგრადობით) ხასიათდებიან, რადგან მათ შორის მოქმედებს ვან-დერ-ვაალსის ძალები.

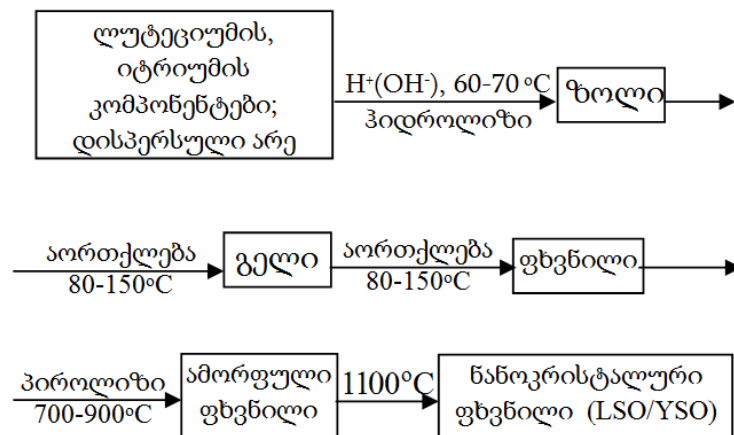
კარბიდული მასალებიდან მიღებულ იქნა ვოლფრამის, ტიტანისა და მოლიბდენის ნანოკრისტალური კარბიდები. ტიტანის კარბიდის მიღება აღწერილია უროტროპინისა და ქლორიდის გამოყენებით. სტრუქტურულად და მორფოლოგიურად ერთგვაროვანი მოლიბდენის კარბიდის მიღებისათვის აუცილებელია მოლიბდენისა და ნახშირბადის ატომების მაქსიმალური თანაბარი განაწილება საწყის კაზმში. ცხადია ეს შესაძლებელია ხსნარებში. მოლიბდენის კარბიდის დაბალტემპერატურული სინთეზი MoCl_5 – პოლიმერ - გამხსნელის გამოყენებით განხორციელდა.

დეტალურადაა აღწერილი SPS მეთოდის მუშაობის პრინციპი და თავისებურებანი გამტარი და იზოლატორი მასალების შემთხვევებში. შეცხოვის რეჟიმები დამოკიდებული იყო საკვლევი მასალის ელექტროგამტარებლობის უნარზე. იზოლატორი მასალებისათვის გამოიყენებოდა გრაფიტის წნებ-ყალიბი, ხოლო გამტარი მასალებისათვის ფოლადისა და გრაფიტის წნებ-ყალიბი საიზოლაციო ფენის შემცველობით. ამით იქმნებოდა საშუალება დენის გავლისა უშუალოდ ფხვნილში. სცინტილაციური ფხვნილების კომპაქტირება წარმოებდა სხვადასხვა რეჟიმებზე: $P=20 \times 50 \text{ მპა}$, გრაფიტის წნებ-ყალიბში $T=2 \times 15 \text{ წთ}$ ხანგრძლივობით $1200-1400^\circ\text{C}$ ტემპერატურებზე.

შეცხოვის პროცესში წნეხის ჭოკის გადაადგილებით იზომებოდა ნიმუშის ჩაჯდომა და შეცხოვის ხარისხი. აღწერილია მოწყობილობაში ულტრაბგერითი ზემოქმედების დამატების სპეციფიკა და მეთოდები.

მესამე თავში მოყვანილია ის ძირითადი შედეგები, რომლებიც მიღებულ იქნა კვლევითი სამუშაოს ჩატარების შედეგად.

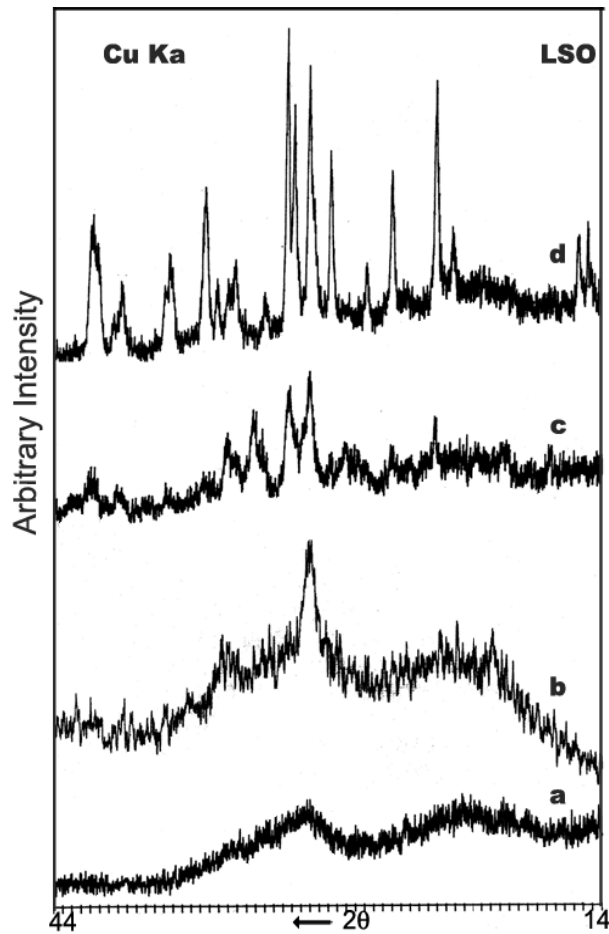
წინამდებარე სამუშაოს ერთ-ერთ მიზანს წარმოადგენდა Ce^{3+} იონებით დოპირებული ლუტეციუმის სილიკატების ნანოფაზური ფხვნილების მიღების ოპტიმალური მეთოდების შემუშავება და ზოლ-გელ პროცესით მიღებული გელების პიროლიზისას მიმდინარე პროცესების შესწავლა (სურ. 1).



სურ. 1 ზოლ-გელ პროცესის განხორციელების სქემა

მონოფაზური LSO ან LPS მიიღება მხოლოდ ლუტეციუმის ნიტრატის გამოყენების შემთხვევაში, ხოლო ქლორშემცველ სისტემებში ადგილი აქვს LSO, LPS, Lu_2O_3 და SiO_2 ნარევების წარმოქმნას. ანალოგიური შედეგია მიღებული კატალიზატორად მარილმჟავის ან ქლორის მჟავის გამოყენებისას. გელის პიროლიზისას ლუტეციუმის (III) ოქსიდის წარმოქმნა აშკარად მიუთითებს ქლორის ატომების მნიშვნელოვან როლზე არასასურველი ნაერთების ჩამოყალიბებაში. ზოლ-გელ პროცესში მიღებული გელის თანდათანობითი გახურებით შეიმჩნევა შემდეგი ფაზური გადასვლები: მისი $900^{\circ}C$ -მდე გახურებით წარმოიქმნება ამორფული ფხვნილი (სურ. 2.a). ამ ფხვნილის შემდგომი გახურებით ($>900^{\circ}C$) იწყება მისი დაკრისტალება (სურ. 2.b) და $1100^{\circ}C$ -ზე იგი გადადის ნანოკრისტალურ ფაზურ მდგომარეობაში (სურ. 2.c) $1100^{\circ}C$ -ის ზევით

იწყება ორთოსილიკატის ნაწილაკების ინტენსიური კრისტალიზაცია, ამიტომ მათი რენტგენოდიფრაქციები სრულყოფილ დიფრაქციულ სურათს იძლევა (სურ. 2.d).

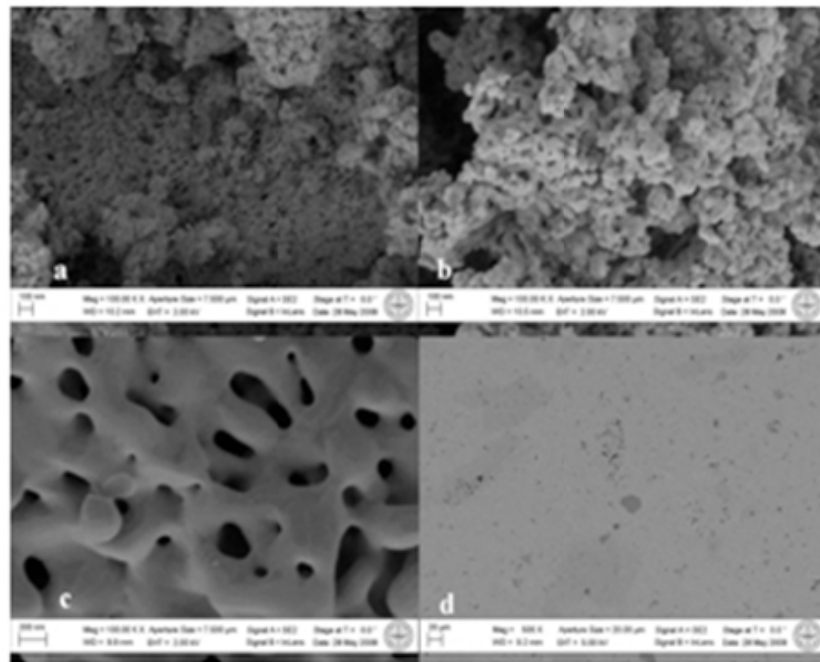


სურ. 2 LSO ფაზის ჩამოყალიბების დამოკიდებულება ტემპერატურაზე.

იტრიუმის სილიკატის სცინტილაციური ფხვნილის მიღებისას გამოყენებული იყო ზოლ-გელის, თანადალექვის და გამოწვის მეთოდის კომბინაცია. საწყის კომპონენტებად გამოიყენებოდა იტრიუმის ოქსიდი, ტეტრაეტოქსისილანი და ცერიუმის ნიტრატი.

შესწავლილი იყო იტრიუმის სილიკატის სტრუქტურული მდგომარეობა სხვადასხვა ტემპერატურებზე (1000°C, 1100°C და 1300°C 2 საათის დაყოვნებით) (სურ. 3 და სურ. 4). რენტგენოგრაფიულმა გამოკვლევებმა ცხადყო რომ 800°C-ზე სინთეზის შედეგად მიღებული სილიკატი ამორფულია. 900°C ზე სინთეზის შედეგად ფხვნილი

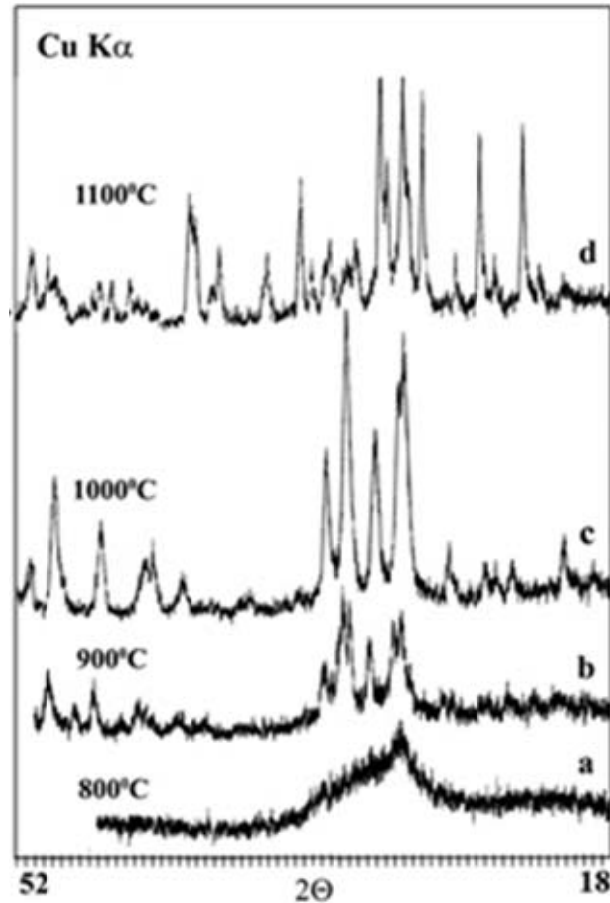
ყალიბდება როგორც X1 ტიპის მონოკლინური სტრუქტურა. იგივე ტიპის სტრუქტურა შენარჩუნდა 1000 °C რომელიც შეესაბამება PDF-2 # 00-052-1810 მონაცემთა ბაზის სტრუქტურას. X1 ტიპის მონოკლინური სტრუქტურა სტაბილურია 1050 °C–ამდე, ხოლო ამ ტემპერატურის ზემოთ იგი განიცდის ფაზურ გარდაქმნას და ყალიბდება როგორც X2 ტიპის (PDF-2 # 00-036-1476) მაღალტემპერატურული სტრუქტურა.



სურ. 3 . YSO ფხვნილის SEM სურათები სინთეზირებული : a-900°C, b- 1100°C, c-1300°C; d- ცხლად დაწნეხილი 1300°C, 2სთ.

მოყვანილი ელექტრონული მიკროფოტოგრაფიები გვიჩვენებს სხვადასხვა ტემპერატურებზე სინთეზირებული YSO:Ce³⁺ კერამიკის ფხვნილის მარცვლოვანების ცვლილებას. როგორც სურათებიდან ჩანს, ტემპერატურა განაპირობებს ფხვნილის მარცვლების მნიშვნელოვან ზრდას. მაგალითად 900°C–ზე მიღებული ფხვნილის მარცვების ზომა მერყეობს 12-20ნმ–ს ფარგლებში, 1100°C–ზე უკვე იზრდება 50-70ნმ–ამდე, ხოლო უკვე 1300°C–ზე იტრიუმის სილიკატის მარცვლები იწყებენ შეცხოვას და მათი ზომები აღწევს 200-300ნმ–ს ამიტომ 1300°C იყო მიჩნეული, როგორც

შეცხობა- კომპაქტირებისთვის ოპტიმალურ ტემპერატურად და ცხლად დაწნეხვისთვისაც შეირჩა ეს ტემპერატურული რეჟიმი. თუმცაღა ამ ტემპერატურაზე 2 საათის ხანგრძლივობით შეცხობა შეუძლებელს ხდის შენარჩუნდეს ნანოკრისტალურობა მზა ნიმუშში.



სურ. 4. YSO ფხვნილის რენტგენოდიფრაქტოგრამები.

საბოლოოდ შემცხვარი ნიმუში გამოდის ჩვეულებრივი და არა ნანოსტრუქტურის. ამიტომ იტრიუმის სილიკატი (YSO), რომელსაც არ აქვს კუბური სტრუქტურა რჩება გაუმჭვირვალე.

ტენესის უნივერსიტეტში შეფასებული იქნა Y_2SiO_5 სცინტილაციური ნანოფხვნილის გამოყენების შესაძლებლობა საწყის მასალად მონოკრისტალების ზრდისათვის. გამოზრდილ იქნა ერთი YSO:Ce მონოკრისტალი ჩვენს მიერ მომზადებული ნანოფხვნილისაგან და მეორე

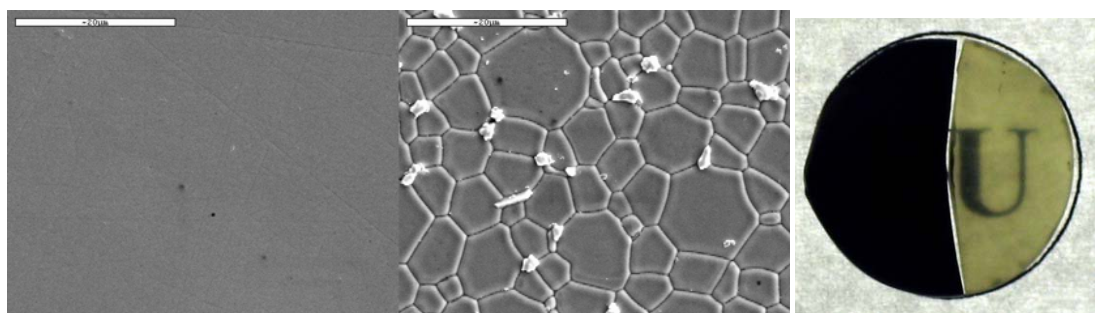
სტანდარტულ ურთიერთრეაგირებაში არ მყოფი Y_2O_3 , SiO_2 და CeO_2 კომპონენტებისაგან. აღსანიშნავია რომ, ნანოფხვნილის დანადგარში ჩატვირთვის პროცესი უფრო მარტივი და ენერგეტიკულად ეკონომიური გამოდგა, ვიდრე სტანდარტული ფხვნილისა. ეს გარემოება გამოწვეულია იმით, რომ ნანოფხვნილი არ იმუხტება, ხოლო დნობის პროცესი უფრო სტაბილურად და შედარებით დაბალ ტემპერატურაზე მიმდინარეობს. სცინტილაციური თვისებების ანალიზით დაფიქსირდა, ამ მასალისათვის ცერიუმით დოპირებისას დამახასიათებელი ემისიისა და აღვანების ტალღის სიგრძეები. საბოლოოდ ნანოფხვნილისგან გაზრდილი YSO მონოკრისტალის სცინტილაციური თვისებების უპირატესობები, ჩვეულებრივად, მიღებული მონოკრისტალის თვისებებთან შედარებით, შემდეგნაირად შეგვიძლია ჩამოვაყალიბოთ:

- ხანმოკლე ჩაქრობის დრო 56 ნწ (ჩაქრობის დრო ჩვეულებრივი კრისტალისა იყო 76 ნწ)
- გაზრდილი სინათლის გამომსხიველობა
- უკეთესი ენერგეტიკული გარჩევისუნარიანობა ერთგვაროვნების მიხედვით.
- 300 ნმ ტალღის სიგრძეზე ემისიის შეზღუდვა
- გაზრდილი აბსორბცია მოკლე ტალღის სიგრძეზე.
- ერთგვაროვნება, ფხვნილის ელექტროსტატიკური დაუმუხტავობა და მარტივი ჩატვირთვის პროცესი.

შეგვიძლია ვთქვათ რომ, ამ უპირატესობებს განაპირობებს საწყის ნანოფხვნილის მატრიცაში მადოპირებელი ელემენტის ჰომოგენური განაწილება და ფხვნილის ერთგვაროვნება.

ლუტეციუმის ალუმინატის სინთეზი შესაძლებელია ალუმინის ხსნადი კომპონენტების გამოყენებით. $Lu_3Al_5O_{12}$ (LuAG)ის მიღება, ზოლ-გელ მეთოდის გამოყენებით მიღებული გელისა და ასევე მარილების ხსნარის აორთქლებით მიღებული მასის, პიროლიზით საკმაოდ რთულია და გარკვეულ სიძნელეებთან არის დაკავშირებული. რთული პროცესია

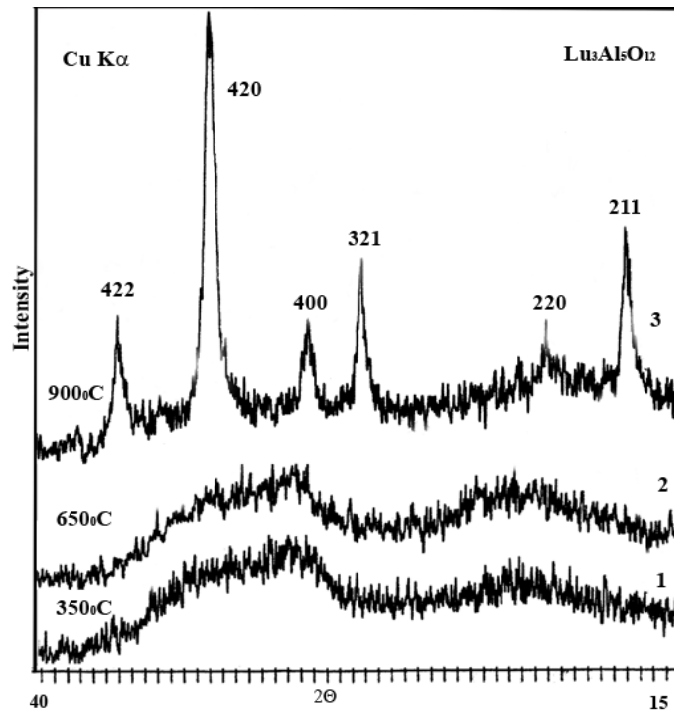
აგრეთვე მივიღოთ ლუტეციუმის პიროალუმინატი LuAP. ალუმინატის ფაზური სისუფთავე დამოკიდებულია ზოლ-გელ პროცესის კომპონენტების ბუნებასა და გელის პიროლიზის პროცესზე. LuAG დოპირებული პრაზეოდიმით მიღებული იყო ჩვენს მიერ მყარფაზოვანი რეაქციით ბოსტონის უნივერსიტეტში. ფხვნილის ფორმირება განვახორციელეთ ცხლად დაწნეხვით 1700°C-ზე 2 საათი 55მპა წნევის ქვეშ. მიღებული ნიმუში იყო შავი ფერის შუქგამტარი კერამიკა. 15 სთ 1300°C-ზე გამოწვის შემდეგ მივიღეთ მოყვითალო ფერის გამჭვირვალე კერამიკა, მარცვლოვნებით 3-10მკმ. მიუხედავად იმისა რომ კერამიკა არ იყო ნანოსტრუქტურის გამჭვირვალობის განმსაზღვრელი, იყო მისი სრულად ფორმირებული კუბური სტრუქტურა და შეცხოების რეჟიმების ზუსტი დაცვა, რამაც განაპირობა მარცვლებს შორის სრულყოფილი საზღვრები. მე-5 სურათზე ნაჩვენებია ელექტრონული მიკროფოტოგრაფიები ცხლად დაწნეხილი LuAG კერამიკის (a და b) და ფოტოსურათი (c). ხოლო მე-6 სურათზე მოყვანილია – LuAG ალუმინატის ფხვნილის რენდგენოგრამები. ჩანს, რომ ლუტეციუმის ალუმინატი რენტგენულად ამორფული მიიღება 700°C-ამდე. ნანოკრისტალური მდგომარეობა ფორმირებას იწყებს 750°C-ზე და სრულად ყალიბდება 900°C-ზე.



სურ. 5. ცხლად დაწნეხილი LuAG კერამიკის : a და b ელექტრონული მიკროფოტოგრაფიები, c - ფოტოსურათი: მუქი ნახევარი - გამოწვის გარეშე; მოყვითალო გამჭვირვალე ნახევარი - გამოწვის შემდგომ.

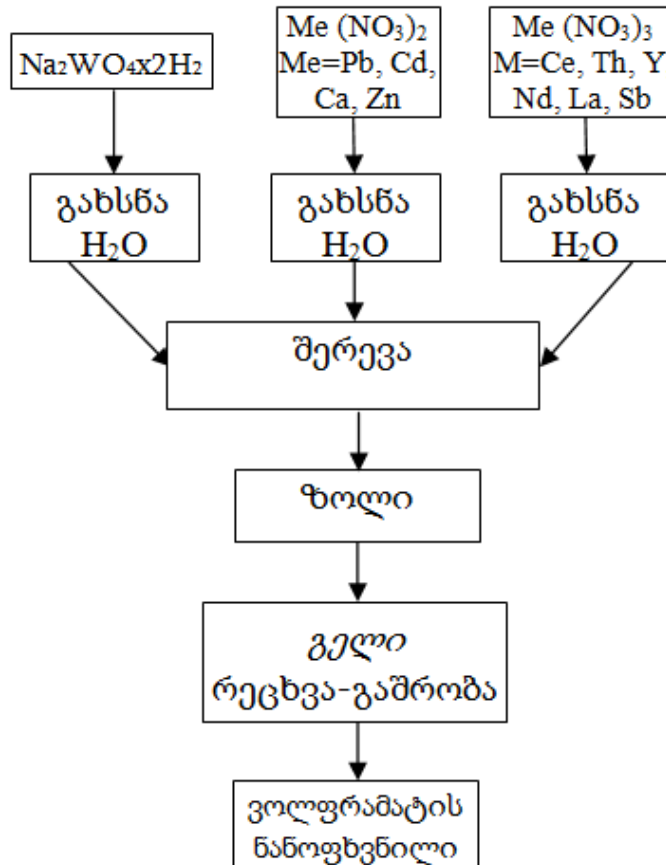
ტექნოლოგიური რეჟიმებისგან ცოტაოდენი გადახრაც კი განაპირობებს მეორე არასასურველი ფაზის, ლუტეციუმის ოქსიდის,

ჩამოყალიბებას. სინთეზის ტემპერატურის მატებით სტრუქტურული მდგომარეობა არ იცვლება იმისდა მიუხედავად რომ კრისტალების ზომები იზრდება.

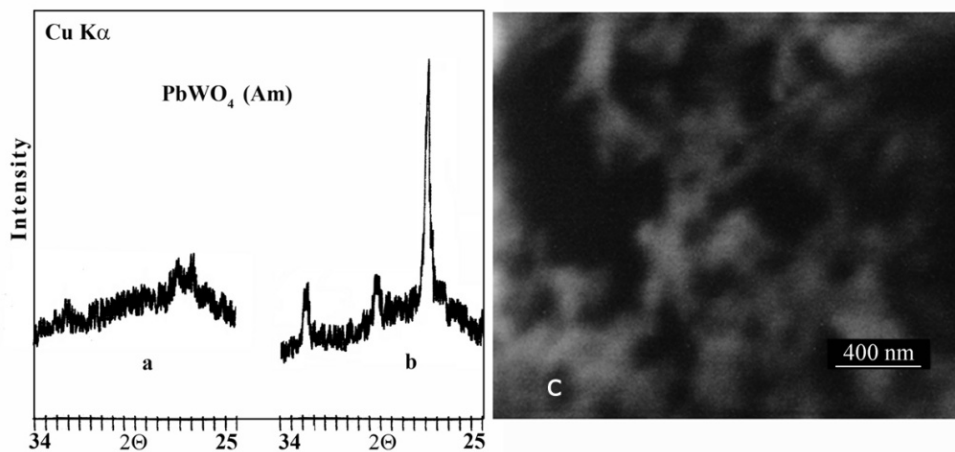


სურ. 6. LuAG ალუმინატის ფხვნილის დიფრაქტოგრამა სინთეზირებული სხვადასხვა ტემპერატურებზე: 1 -350 °C; 2- 650 °C; 3- 900 °C.

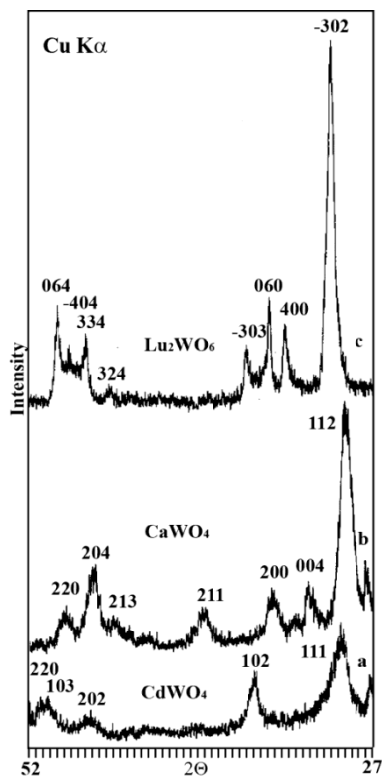
ნანოკრისტალური ვოლფრამატის ფხვნილები მიღებული იყო ასევე ზოლ-გელ, თანადალექვის და კომბინირებული მეთოდების გამოყენებით. ამ შემთხვევაში სქემატური სახე მოდიფიცირებული ზოლ-გელ პროცესისა ნაჩვენებია სურ. 7-ზე. მიღებული ტექნოლოგია გამოყენებული იყო სხვადასხვა ვოლფრამატების მისაღებად. სურ. 8-ზე მოყვანილია სხვადასხვა რეჟიმებით მიღებული ტყვის ვოლფრამატის ნანოკრისტალური ფხვნილის რენტგენოგრამები (a და b) და ელექტრონული მიკროფოტოგრაფია (c). ხოლო მე-9 სურათზე მოცემულია რენტგენოდიფრაქტოგრამები კადმიუმის $CdWO_4$ (a), კალციუმის $CaWO_4$ (b) და ლუტეციუმის Lu_2WO_6 (c) ნანოფხვნილებისა.



სურ. 7 ვოლფრამატის ნანოფხვნილის მოდიფიცირებული ზოლ-გელ პროცესის სქემა

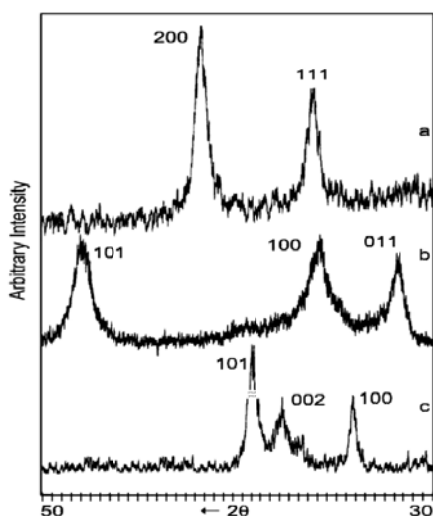


სურ. 8. ტყვიის ვოლფრამატის ნანოკრისტალური ფხვნილი: a-რენტგენამორფული PWO-Am, b-რენტგენოდიფრაქციული სურათი გამომწვარი ნანო PWO ფხვნილის, c-ელექტრონული მიკრო-ფოტოგრაფია.

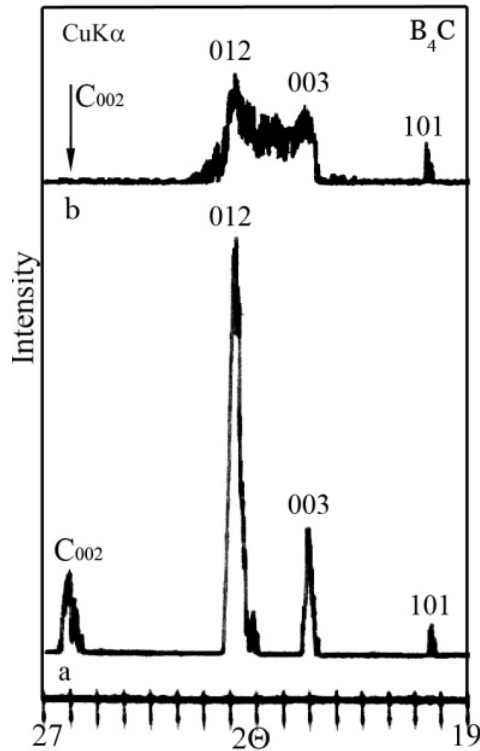


სურ. 9. ვოლფრამატის ფხვნილები CdWO_4 (a), CaWO_4 (b) და Lu_2WO_6 (c)

კარბიდული მასალებიდან მიღებული იყო ვოლფრამის, ტიტანის, მოლიბდენის და ბორის ნანოკრისტალური კარბიდები. მე-10 სურათზე ნაჩვენებია TiC, WC და Mo_2C რენტგენოდიფრაქტოგრამები, ხოლო მე-11 სურათზე, - ნანოკრისტალური ბორის კარბიდისა. შესაძარებლად აქვე მოყვანილია სტანდარტული ტექნოლოგიით მიღებული ბორის კარბიდის დიფრაქტოგრამები.



სურ. 10. რენტგენოდიფრაქტოგრამები ანილინის გამოყენებით სინთეზირებული ნანოკარბიდებისა: a)TiC, b)WC, c) Mo_2C .

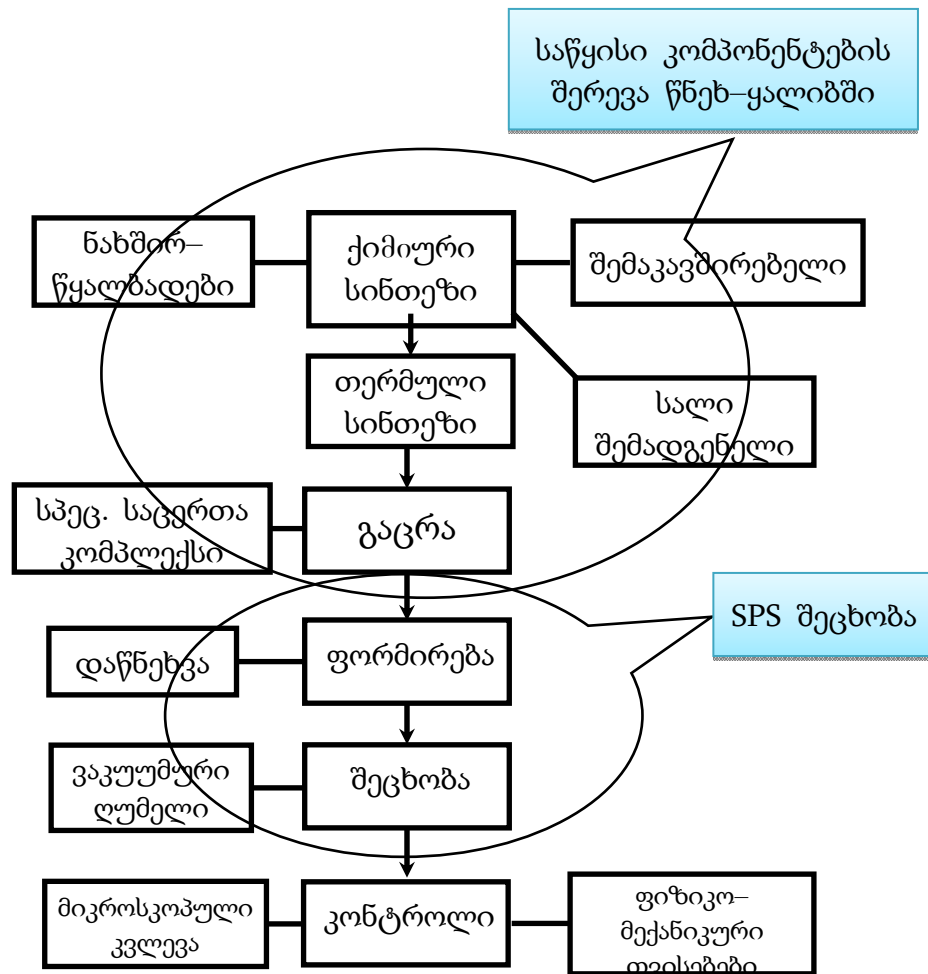


სურ. 11. ბორის კარბიდის რენტგენოდიფრაქტოგრამები; a-სტანდარტული, b-ნანოკრისტალური.

აღსანიშნავია, რომ ნანოკრისტალური ბორის კარბიდი მიღებული იყო SPS მეთოდის გამოყენებით და სინთეზირების ტემპერატურა მხოლოდ $1700^{\circ}C$ შეადგენდა, დრო კი 5-10 წთ, მაშინ როდესაც სტანდარტული ტექნოლოგიით $2100^{\circ}C$ ტემპერატურაა საჭირო, სინთეზირების დრო კი რამდენიმე საათი. სტანდარტული ტექნოლოგიით ბორის კარბიდის მიღებისას მას გარკვეული რაოდენობის თავისუფალი ნახშირბადი მისდევს (სურ. 11a) და მას დამატებითი სპეციალური ტექნოლოგიით აცილებენ. ჩვენს მიერ მიღებული ბორის კარბიდი კი თავისუფალ ნახშირბადს არ შეიცავს (სურ. 11b).

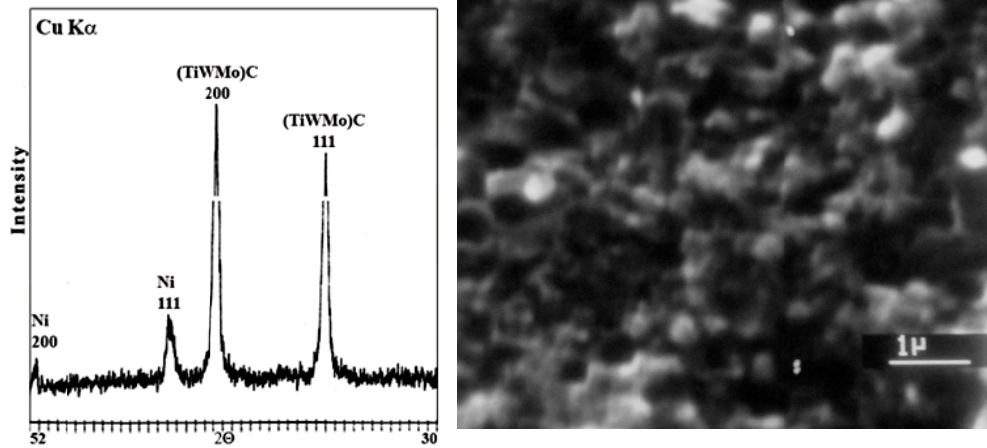
მე-12 სურათზე ნაჩვენებია სალი შენადნობების მიღების ტექნოლოგიის სქემატური სახე. მოდიფიცირებული ტექნოლოგია აერთიანებს დაწვრილმარცვლოვნების და პლასტიფიცირების ოპერაციებს, მნიშვნელოვნად ამარტივებს ტექნოლოგიას და იწვევს საბოლოო პროდუქტის თვისებების გაუმჯობესებას, პლასტიფიკატორის თანაბარი განაწილებისა და ფხვნილთა მარცვლების დაჟანგვისაგან დაცვის გამო.

მიუხედავად ამისა, ეს ტექნოლოგია ვერ აღმოფხვრის იმ პრობლემას, რომელიც დაკავშირებულია ფხვნილთა დაწვრილმარცვლოვნება-შერევასთან. როგორც ცნობილია, სალი შენადნობები შედგება სალი შემადგენელი ნაწილისაგან (კარბიდები, ბორიდები, ნიტრიდები, ოქსიდები და ა.შ.) და შემაკავშირებელი მეტალისგან. სალი შემადგენელი ნაწილი მყიფე მასალებია და ისინი დაწვრილმარცვლოვნებისას, განიცდიან რა მყიფე მსხვრევას, ღებულობენ ნანოზომებს. გამოკვლევებით დადგინდა, რომ შეცხოვრილი ნანოკრისტალური სალი შენადნობების მიღება შესაძლებელია მოვახდინოთ საწყისი კომპონენტების მექანიკური შერევით და შემდეგ SPS შეცხოვრებით. აღსანიშვანია რომ SPS დროს მიმდინარე პროცესებმა ხელი შეუწყო ერთდროულად ქიმიურ სინთეზს ანუ ნაერთის ჩამოყალიბებას და შეცხოვა-კომპაქტირებას (სურ. 13).



სურ. 12. სალი შენადნობების მიღების ტექნოლოგიის სქემატური სახე.

1-ლ ცხრილში ნაჩვენებია სტანდარტული და ნანოტექნოლოგიით მიღებული ზოგიერთი სალი შენადნობის მახასიათებლები. ნანოტექნოლოგიის განოყენებით ფიზიკო-მექანიკური თვისებები უმჯობესდება ~15-20%-ით. ტექნოლოგიის შემდგომი დახვეწით ამ შედეგის გაუმჯობესებაც შესაძლებელია.



სურ. 13. სრულად შემცხვარი ნანოკრისტალური (TiW,Mo)C-Ni სისტემის რენტგენოგრამა და მემ სურათი, მიღებული საწყისი კომპონენტების (TiH₂, NiCl₂, MoO₃, WO₃) პირდაპირი შერევითა და SPS შეცხობით.

ცხრილი 1. ზოგიერთი სალი შენადნობების ფიზიკო-მექანიკური მახასიათებლები

სალი შენადნობის თვისებები	H20	H20 Nano	T20M8	T20 Nano	T20W8	T20W8 Nano	T20H	T20H Nano	BK-6	BK-6 Nano
სიმკვრივე გრ/სმ ³	5,5	5,55	5,75	5,80	5,9	6	5,85	5,9	15	15
ფორიაობა %	0,30	0,25	0,15	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
სისაღე HRA	89	90	90	92	91,5	92,5	91,5	93	90	92
სიმტკიცის ზღვარი ღუნვაზე კგ/მმ ²	120	135	135	150	155	170	160	180	150	170
ცხელი სისაღე H _{კგ} /მმ ²										
20°C	1450	1540	1550	1680	1650	1720	1760	1800	1550	1670
200°C	1150		1135		1380		1550			
400°C	940		1075		1150		1400			
600°C	770		925		1080		1130			
800°C	470		670		750		780			
1000°C	165		380		480		470			
1200°C	80		190		290		280			
კუთრი ელექტრო წინაღობა მკომ*სმ	120	125	110	115	125	130	90	100	23,4	25

დასკვნები

1. შემუშავებულია კომპოზიციური მასალების ნანოკრისტალური ფხვნილების მიღების ახალი ტექნოლოგია, დაფუძნებული მოდიფიცირებულ ზოლ-გელ მეთოდზე;
2. შემუშავებულია დაბალი აგრერირების ხარისხის მქონე ნანოკრისტალური კომპოზიციური მასალების ფხვნილების მიღების ახალი ტექნოლოგია;
3. შექმნილია კომპოზიციური მასალების ნანოკრისტალური ფხვნილებიდან მასიური ნამზადების მისაღები ახალი მოწყობილობა, დაფუძნებული ნაპერწკლოვან პლაზმურ სინთეზის (SPS) მეთოდზე;
4. SPS მოწყობილობის საშუალებით მიღებულია ნანოკრისტალური სტანდარტული - WC-Co, TiC-Ni, TiC-Ni-Mo, TiC-Ni-W და ახალი მცირევოლფრამიანი- TiC-Ni-Mo-W ტიპის ნანოკრისტალური სალი შენადნობები;
5. მიღებულია WC, TiC, Mo₂C, B₄C ნანოკრისტალური ფხვნილები და მასიური ნიმუშები ნანოკრისტალური სტრუქტურული მდგომარეობით;
6. SPS მოწყობილობის საშუალებით მიღებულია სცინტილატორები: სილიკატები - Lu₂SiO₅:Ce (LSO), Lu₂Si₂O₇:Ce (LPS), Y₂SiO₅:Ce (YSO), Y₂Si₂O₇:Ce (YPS) ალუმინატები - LuAlO₃:Ce (LuAP), Lu₃Al₅O₁₂:Ce (LuAG), YAlO₃:Ce (LuAP), Y₃Al₅O₁₂:Ce (YAG), ვოლფრამატები - CaWO₄, CdWO₄, PbWO₄ და ZnWO₄.
7. SPS მოწყობილობის საშუალებით მიღებულია საჯავშნე მასალები: B₄C- TiB₂, TiC-SiC, TiB₂-TiN, TiB₂-TiC, TiB₂-TiN-TiC.

Georgian Technical University

On the rights of manuscript

Nadaraia Lili

**Development and investigation of nanocrystalline composite
materials**

The abstract

of the thesis represented for attainment of the
doctoral academic degree

Tbilisi, Georgia

2011

The work was prepared and done in the Technical University of Georgia;
Faculty of Informatics and Control Systems;
Department of Physics;
Direction of Semiconducting Microelectronics and Physical Material Science;
The specialty – Nanotechnology and Nanomaterials

The scientific supervisor: Professor Nikoloz Jalabadze
Doctor of Physical and Mathematical Science

The Reviewers: Professor Nikoloz Chikhradze
Doctor of Physical and Mathematical Science
Professor Tamaz Marsagishvili
Doctor of Physical and Mathematical Science

The defense of thesis will occur on April 29, 2011 at 2pm
In the Technical University of Georgia, at the session of dissertation council
Address: 77, Kostava Str., 0175, Georgia

The thesis is available in the library of Technical University of Georgia
The abstract is available in the webpage of Technical University of Georgia

Scientific secretary of the Council -----

Abstract

Objective of the work is development of a new technology for producing nanocrystalline powder of composite materials with low rate of aggregation and via new SPS device manufacturing of hard metals, transition metal carbides, scintillation and armor materials in nanocrystalline structural state. The developed technology is based on the spark plasma synthesis (SPS) method. There were fabricated nanocrystalline standard WC-Co, new low-tungsten TiC-Ni-Mo-W, new tungsten-less TiC-Ni-Mo-Nb and TiC-Fe-Ni nanocrystalline hard metals. WC, TiC, Mo₂C, B₄C, WC-TiC nanocrystalline powders and bulk samples with nanocrystalline structure condition was fabricated from carbide materials. Scintillation materials such as: silicates Lu₂SiO₅:Ce (LSO), Y₂SiO₅:Ce (YSO) Lu₂Si₂O₇:Ce (LPS), Y₂Si₂O₇:Ce (YPS); aluminates LuAlO₃:Ce (LuAP), YAlO₃:Ce (YAP), Lu₃Al₅O₁₂:Ce (LuAG), Y₃Al₅O₁₂:Ce (YAG); Tungstate materials CaWO₄, CdWO₄, PbWO₄ and ZnWO₄. It is known that work pieces with nanocrystalline structure condition have much higher performance than those with an ordinary structure. There are known number of techniques for manufacturing of nanocrystalline materials in powder condition however a question of manufacturing bulk pieces in the same nanocrystalline state is still a problem. One of the main reasons for the above mentioned is that compaction and synthesizing of nanocrystalline powders are accompanied with intensive growth of particles – the process which promotes to formation of pieces in an ordinary crystalline state instead of being crystallized in the desirable nanocrystalline state.

Most promising method for fabrication of pieces with the preserved nanocrystalline structure is compaction and sintering by using SPS process. We have already developed device based on the SPS method. Principle of working of the SPS-based device is the following: Passing of a pulsed DC of low voltage and high magnitude through a powder material creates high temperature mainly in the area of particle contact. High temperatures created in microseconds are not sufficient for spreading through the whole mass of a powder and hence, temperature of powder mass remains rather low and the processes of grain growth do not proceed. However the temperatures created between the surfaces of powder particles are quite sufficient for providing the processes of synthesizing and therefore the obtained material remains nanocrystalline.

Devices of the SPS type available worldwide are intended for using only of conductive powders, or the materials capable to gain conductivity after heating. Otherwise there cannot be created any spark between powder particles and subsequently, plasma cannot be created. Therefore using of such devices for dielectric materials is not appropriate. Another problem while applying such devices is using of nanocrystalline powders with high rate of aggregation. Our goal is to get rid of the mentioned negative characteristics of the existed device for compaction and synthesizing of not only conductive materials but also of nonconductive materials as well as of aggregated composite materials. To achieve this goal is possible if we add to the SPS processes the processes created by high-voltage condenser discharge, ultrasonic excitation and pulse pressure. Combined influence of these processes will promote to compaction of nanopowders and to preservation of the structure in nanocrystalline state.

Generally, scintillation materials are obtained as single crystals. Production of single crystals is rather a hard task and their output issue is 15-50%. Therefore their cost is high and an area of application is very restricted. At present there are provided works on manufacturing high-efficient scintillation materials. These materials will become cost effective if the single crystals are replaced with ceramics. Ceramics can be obtained by the method of powder metallurgy. In spite of certain achievements the technology did not permit to prepare transparent samples. This problem is soluble in the case if scintillators are prepared in nanocrystalline structural condition. The developed nanotechnology gives an opportunity to prepare lots of standard scintillation materials as well as new prospective materials which are hard to be obtained as single crystals. Powders of nanocrystalline scintillation materials are characterised with low rate of agglomeration.

It is very well known that hard metals are widely used in technic and every day existence. They are used for cutting tools, for preparing wear resistant tools working in high or low temperatures and cosmic vacuum. However physic – mechanical and operating properties substantially drop behind nowadays market requirements. Therefore obtaining hard materials in nanocrystalline conditions could increase their efficiency.

დისერტაციის შედეგები გამოქვეყნებულია შემდეგ პუბლიკაციებში

1. L. Nadaraia, N. Jalabadze, R. Chedia, M. Antadze and L. Khundadze. Preparation of tungstate nanopowders by sol-gel method IEEE Transactions on Nuclear Science, Volume 57, Issue 3, 2010, Page(s): 1370 – 1376, 2010
2. Lili Nadaraia, Nikoloz Jalabadze, Roin Chedia, Tengiz Kukava and Levan Khundadze. Problems for Manufacturing Nanocrystalline Yttrium Silicate Materials. IEEE Transactions on Nuclear Science, Volume 56, Issue 3, 2009, Page(s): 972 – 976, 2009.
3. N. Jalabadze, L. Nadaraia, A. Mikeladze, R. Chedia, T. Kukava, L. Khundadze. Spark Plasma Synthesis (SPS) Device for Sintering of Nanomaterials, Nanotech 2009 Vol. 1, pp 67-70, 2009
4. R. Chedia, N. Jalabadze, L. Khundadze, T. Kukava, L. Nadaraia Development of New Nanocrystalline lutetium Aluminates, Aluminium alloys: Their physical and mechanical properties, Volume 2, edited by Jürgen Hirsch, 2009, pp 2315-2322, 2008.
5. Nikoloz V. Jalabadze, Roin Chedia, Tengiz Kukava and Lili Nadaraia. Development of New Technologies for the Manufacturing of Nanocrystalline Scintillation Materials. IEEE Transactions on Nuclear Science, Volume 55, Issue 3, June 2008 Page(s):1514 – 1522, 2008.
6. N. Jalabadze, A. Mikeladze, R. Chedia, T. Kukava, L. Nadaraia and L. Khundadze Development of New High Performance Nanocrystalline Hard Metals. Nanotechnology 2008: Materials, Fabrication, Particles, and Characterization - Technical Proceedings of the 2008 NSTI Nanotechnology Conference and Trade Show, Volume 1. Pages: 297-300, 2008.