

Линь Чаолу (Китай)

Томский политехнический университет, г. Томск

Научный руководитель: Валиев Дамир Талгатович,
к.ф.-м.н., доцент

ЛЮМИНЕСЦЕНТНАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ $MgAl_2O_4$, АКТИВИРОВАННАЯ ИОНАМИ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Люминесцентная керамика, активированная ионами редкоземельных элементов, обладает хорошими люминесцентными свойствами и химическими стойкостью, имеет широкое применение в области волоконных лазеров и светодиодного освещения [1, 2]. Алюмомагниева шпинель ($MgAl_2O_4$) (АМШ) является синтетическим материалом с кубической кристаллической структурой и отличными химическими, тепловыми, диэлектрическими, механическими и оптическими свойствами, служит хорошим материалом для изготовления люминесцентной керамики [3]. В данной работе методом спарка плазменного спекания синтезирована люминесцентная керамика на основе $MgAl_2O_4$, легированная ионами Ce^{3+} . Цель работы заключалась в исследовании влияния концентрации легирования в образцах $MgAl_2O_4: Ce^{3+}$ на структуру и люминесцентные свойства прозрачной шпинельной керамики.

Исследуемые образцы и методика эксперимента

Исследована нелегированная керамика АМШ, нелегированная и легированная ионами Ce^{3+} переменной концентрации (0,1 – 1 мас.%). В данном исследовании использовался коммерчески доступный порошок $MgAl_2O_4$ алюмомагниева шпинели (S30CR, Baikowski Malakoff Inc., США, чистота 99,999%, средний размер частиц 200 нм). Для приготовления керамических образцов, активированных редкоземельными элементами (РЗЭ), использовались порошки редкоземельных элементов CeO_2 (чистота 99,95%, средний размер частиц 100 нм, Неваторг, Россия). Перед процессом спекания механическая смесь порошка оксидов АМШ и РЗЭ смешивалась с этанолом с использованием ультразвуковой обработки высокой мощности (~ 1,2 кВт) в течение 12 мин. Полученную суспензию сушили на воздухе при 120 °С в течение 10 ч. Смешанные гомогенные порошки АМШ, АМШ: Ce^{3+} 0,1 мас.%; 0,5 мас.% и Ce^{3+} 1 мас.%, консолидировали на установке Спарк плазменного спекания (СПС) (SPS 515 S Syntex Inc., Япония) с получением плотной керамики. Требуемое количество порошка (2,8 г) помещали в графитовую фильеру с внутренним диаметром 20 мм. Условия СПС были следующие: температура спекания $T = 1400$ °С, вакуум $P = 10^{-3}$ Па, давление

72 МПа, скорость нагрева 5 °С/мин. Продолжительность нагрева 10 мин. Приготовленные керамические образцы представляли собой цилиндрические пластины толщиной 2,5 мм и диаметром 20 мм. Перед характеристикой образцы полировали на полировальной машине (300 Pro Buehler, Германия) с алмазной суспензией MetaDi (Buehler, Германия).

Спектры оптического пропускания спеченной керамики измеряли на спектрофотометрах Lomo-Photonics SF-256 UVI в спектральном диапазоне 200 – 1100 нм. Спектры излучения измеряли при комнатной температуре с помощью спектрометра на основе двух скрещенных монохроматоров возбуждения и регистрации с использованием ксеноновой лампы мощностью 150 Вт в качестве источника возбуждения. Для возбуждения импульсной катодолюминесценции (ИКЛ) использовался высокоточный ускоритель электронов ГИН-600 ($t_{1/2}$ -7 нс, средняя энергия электронов 250 кэВ, плотность энергии возбуждения ~ 23 мДж/см²). Кинетика затухания люминесценции регистрировалась фотоумножителем ФЭУ-84-6 с использованием монохроматора МДР-23 и цифрового осциллографа LeCROY (350 МГц) с временным разрешением 7 нс. Спектры люминесценции корректировались на спектральную чувствительность оптического тракта. Все измерения проводились при комнатной температуре.

Результаты

Из спектров оптического пропускания (рис. 1) видно, что в области длин волн 200 – 1100 нм коэффициент пропускания неактивированной керамики АМШ составил от 50 до 70%, а область прозрачности охватывал диапазон видимого света (400-780 нм). Показывал, что нелегированная керамика АМШ имеет хорошую прозрачность. После добавления Ce^{3+} коэффициент пропускания керамики АМШ значительно снижается. Сравнивая шпинель, легированную разной концентрацией Ce^{3+} , можно видеть, что с увеличением содержания Ce^{3+} пропускание керамики АМШ сначала увеличивается, а затем уменьшается. Керамики $\text{MgAl}_2\text{O}_4: 0.5\text{Ce}^{3+}$ имеет лучшую прозрачность. Длина волны края пропускания для нелегированной керамики АМШ составляет около 240 нм. Край пропускания керамики, легированной Ce^{3+} , увеличивается до 340 нм. Этот факт указывает на то, что наблюдается эффект красного смещения границы пропускания.

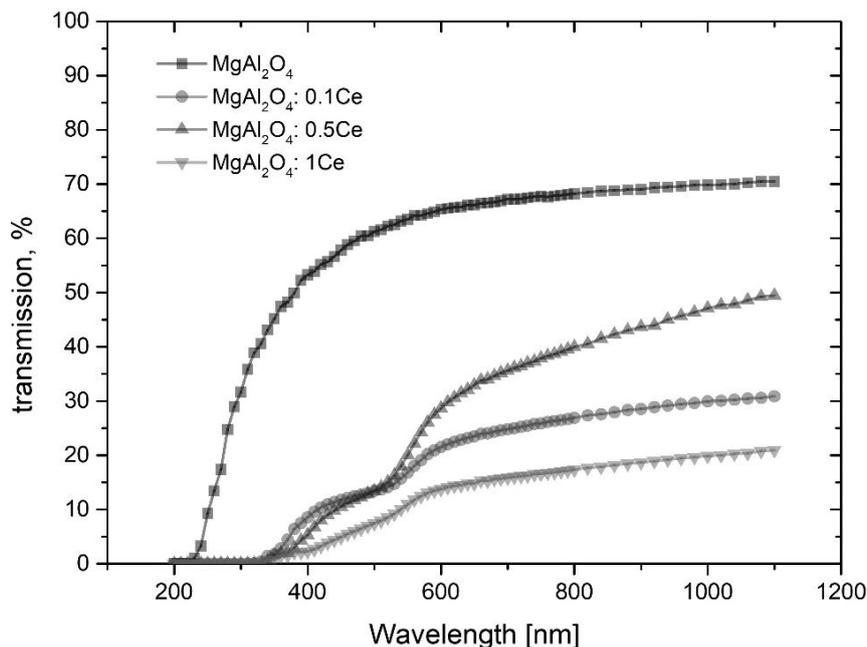


Рисунок 1. Спектры пропускания образцов $MgAl_2O_4$ и $MgAl_2O_4: Ce^{3+}$

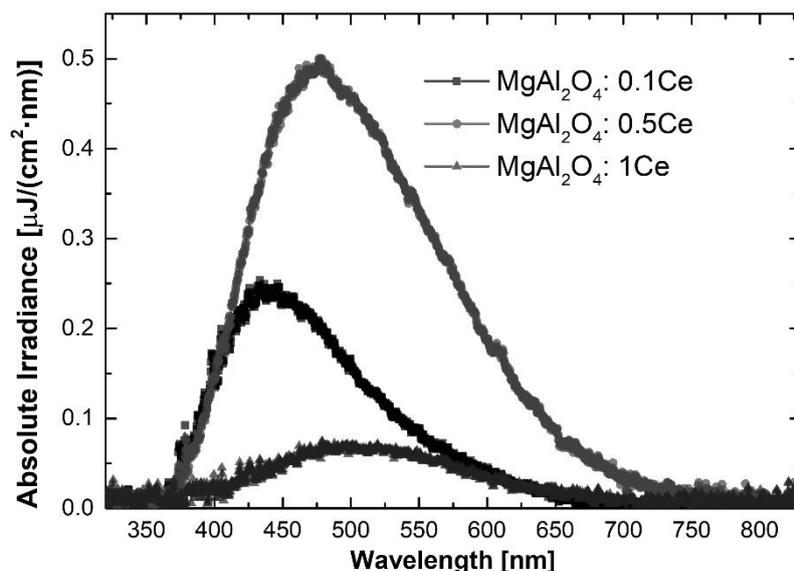


Рисунок 2. Спектры излучения образцов $MgAl_2O_4: Ce^{3+}$

На рис.2 представлены спектры излучения образцов $MgAl_2O_4$, легированных различными массовыми долями Ce^{3+} . Как видно на графике, спектр излучения $MgAl_2O_4: 0.1Ce$ имеет «пурпурную» полосу излучения в диапазоне 350–750 нм с центром около 430 нм, $MgAl_2O_4: 0.5Ce$ имеет «синюю» полосу излучения в диапазоне 350–750 нм с центром около 475 нм, $MgAl_2O_4: 1Ce$ имеет «зеленую» полосу излучения в диапазоне 350–750 нм с центром около 500 нм. Природа люминесценции может

быть обусловлена излучательными переходами в ионе церия $5d - 4f$ [4]. Это показывает, что легирование различными массовыми долями Ce^{3+} может заставить керамику $MgAl_2O_4$ излучать свет разных цветов, и с увеличением концентрации легирования интенсивность света сначала увеличивается, а затем уменьшается. В эксперименте $MgAl_2O_4: 0,5Ce$ имеет самую высокую интенсивность света.

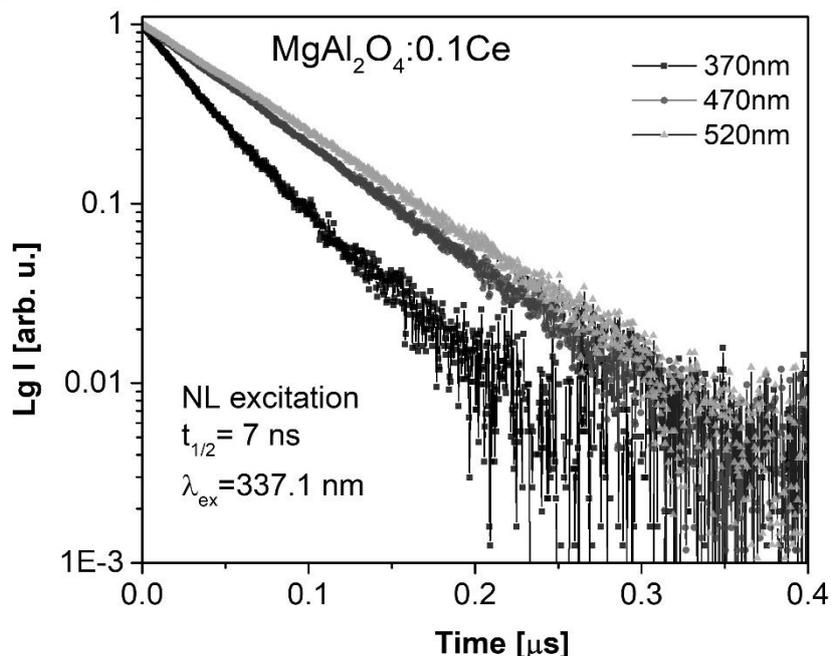


Рисунок 3. Кинетические кривые затухания для $MgAl_2O_4: 0,1Ce$, измеренные в наносекундном временном диапазоне, измеренные для длин волн: 370 нм, 470 нм, 520 нм

На рис. 3 представлена кинетика затухания люминесценции образца $MgAl_2O_4: 0,1Ce$ измеренная на 370, 470 и 520 нм, длинах волн. Показано, что затухание люминесценции в спектральных областях происходит с разным временем затухания. Свет с длиной волны имеет длительное время затухания.

Заключение

Керамика шпинели, легированная нелегированными и РЗЭ ионами, была успешно синтезирована методом СПС. Исследованы оптические и люминесцентные характеристики нелегированных и легированных РЗЭ ионами (ионами церия) АМШ. Результаты показали, что прозрачность керамики снижается после легирования ионами Се. С увеличением массовой доли легированных ионов прозрачность керамики сначала увеличивается, а затем уменьшается. Наилучшей прозрачностью обладает $MgAl_2O_4: 0.5Ce$. Анализ спектра излучения показывает, что цвет люминесценции связан с массовой долей легирования, и по мере увеличе-

ния концентрации ионов активатора интенсивность люминесценции сначала увеличивается, а затем уменьшается. $MgAl_2O_4: 0.5Ce$ имеет самую сильную освещенность. Из кривой затухания люминесценции можно наблюдать, что время люминесценции в наносекундном временном диапазоне связано с длиной волны люминесценции, а свет с большими длинами волн затухает медленно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hua H, Feng S, Ouyang Z, Shao H, Qin H, Ding H, Du Q, Zhang Z, Jiang J, Jiang H. YAGG: Ce transparent ceramics with high luminous efficiency for solid-state lighting application // *Journal of Advanced Ceramics*. – 2019. – Т. 8., № 3. – С. 389–398.
2. Han S, Tao Y, Du Y, Yan S, Chen Y, Chen D. Luminescence Behavior of $GdVO_4: Tb$ Nanocrystals in Silica Glass-Ceramics // *Crystals*. – 2020. – Т. 10., № 5. – С. 396.
3. Ganesh I. A review on magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) spinel: synthesis, processing and applications // *International Materials Reviews*. – 2013. – Т. 58., № 2. – С. 63-112.
4. W. A. I. Tabaza, H. C. Swart, R. E. Kroon. Luminescence of Ce doped $MgAl_2O_4$ prepared by the combustion method // *Physica B: Condensed Matter*. – 2014. – Т. 439. – С. 109-114.

Лю Люян (Китай), Суханов Алексей Викторович,
Воскобойникова Ольга Борисовна
Томский политехнический университет, Томск

КОМПЬЮТЕРНОЕ ЗРЕНИЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ ПАСТЕРИЗОВАННОГО МОЛОКА

Введение

Определение кислотности молока на основе изменения цвета колориметрического сенсора с использованием технологии компьютерного зрения. Значение pH пастеризованного молока составляет 6,8, а при pH ниже 6,5 молоко считается испорченным. При уменьшении значения pH цвет колориметрического сенсора меняется от светло-зеленого до желтого. Используя обычную web-камеру с интерфейсом USB, можно отслеживать изменение цвета реагента и, следовательно, определять значение pH в режиме реального времени, путем преобразования в значе-