

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Металлургия және өнеркәсіптік инженерия институты

Инженерлік физика кафедрасы

«Керамикалық жұқа қабықшаларды импульсті лазерлі тұндыру әдісі арқылы
алу және зерттеу»

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы

Алматы 2020

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Металлургия және өнеркәсіптік инженерия институты

Инженерлік физика кафедрасы

ҚОРҒАУҒА ЖІБЕРІЛДІ

«Инженерлік физика»

кафедра меңгерушісі

PhD доктор

_____ Р.Е. Бейсенов

«____» _____ 2020 ж.

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

Тақырыбы: «Керамикалық жұқа қабықшаларды импульсті лазерлі тұндыру әдісі арқылы алу және зерттеу»

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы

Орындаған

Айтөре Ж.А.

Пікір беруші:

кіші ғылыми қызметкері

_____ А.Л. Мереке,

«____» мамыр 2020 ж.

Ғылыми жетекшісі:

PhD доктор

_____ Бейсенов Р.Е.

«____» мамыр 2020 ж.

Алматы 2020

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ
Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Металлургия және өнеркәсіптік инженерия институты

Инженерлік физика кафедрасы

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы

**ҚОРҒАУҒА
ЖІБЕРІЛДІ**
«Инженерлік физика»
кафедра меңгерушісі
PhD доктор
_____ Р.Е. Бейсенов

«_____» _____ 2020 ж.

**Дипломдық жұмыс орындауға
ТАПСЫРМА**

Білім алушы: Айтөре Жанар

Тақырыбы: «Керамикалық жұқа қабықшаларды импульсті лазерлі тұндыру әдісі арқылы алу және зерттеу»

Университет ректорының «27» қаңтар 2020 ж. №762-б бұйырығымен бекітілген
Аяқталған жұмысты тапсыру мерзімі « 27 » мамыр 2020 ж.

Дипломдық жұмыстың бастапқы берілістері: 1) PLD әдісі, 2) PLD құрылғысы,
3) Вакуум туралы мәлімет

Дипломдық жұмыста қарастырылған мәселелер:

а) PLD құрылымы, қасиеттері

б) Жұқа қабатты қабықшаларды PLD әдісімен алу

в) Дайын материалдардың қасиеттерін бақылау

Ұсынылған негізгі әдебиет атаулары:

1. 1M. C.RAO.Pulsed laser deposition -ablation mechanism and applications //Modern Physics. –2013.–Vol. 22.–P. 355-360

Дипломдық жұмысты дайындау
КЕСТЕСІ

Бөлімдер атауы, қарастырылатын мәселер тізімі	Ғылыми жетекші мен кеңесшілерге көрсету мерзімдер	Ескертулер
Әдеби шолу	23.01.2020 - 28.01.2020	
Тәжірибелік бөлім	02.03.2020 – 07.03.2020	
Дипломдық жұмысты алдын – ала қорғау	27.04.2020	

Дипломдық жұмыс (жоба) бөлімдерінің кеңесшілері мен норма бақылаушының аяқталған жұмысқа (жобаға) қойған **қолтаңбалары**
(жұмысқа қарасты тараулардың нұсқаумен)

Бөлім атауы	Кеңесшілер, (ғылыми дәрежесі, атағы)	Қол қойылған күні	Қолы
Әдеби шолу	Р.Е. Бейсенов, PhD докторы		
Тәжірибелік жұмыстар	А.Л. Мереке, Физика-техникалық институттың кіші ғылыми қызметкері		
Нормоконтролер	А.Б. Телешева, PhD докторы		

Ғылыми жетекші _____ Бейсенов Р.Е.

Тапсырманы орындауға алған білім алушы _____ Айтөре Ж.А.

Күні « » _____ 2020 ж

АҢДАТПА

Дипломдық жұмыс: 32-беттен, 24-суреттен, 33-пайдаланған әдебиет көзінен тұрады.

Зерттеу нысаны: импульсті лазерлі жүйесімен алынған жұқа пленка және олардың қасиеттері.

Өзектілігі: қазіргі уақытта ИЛО, қабықшаның қалыңдығын, тозаңдану температурасын реттеу қабілетінің арқасында қажетті қасиеттері бар жұқа пленкаларды қалыптастырудың кең қолданылатын әдістерінің бірі болып табылады. Импульстік лазерлік тұндыру әртүрлі материалдардан жұқа пленкаларды жасау тәсілі ретінде қолданылады. Бұл басқа әдістермен салыстырғанда, импульстік лазерлік тұндыру әдісінің негізгі артықшылығы болып табылады. Бұл қасиеттер, мысалы, жоғары температуралы жоғары өткізгіштер сияқты күрделі керамикалық материалдарды өндіру үшін маңызды;

АННОТАЦИЯ

Дипломная работа состоит из 32 страниц, 22 рисунков, 33 использованных источников литературы, работа состоит из введения и 3 глав.

Объектом исследования являются тонкие пленки, полученные с помощью импульсной лазерной системы, и их свойства.

Цель работы – Получение пленок и исследование их свойств ИЛО

Актуальность: В настоящее время ИЛО является одним из широко используемых методов формирования тонких пленок с необходимыми свойствами, благодаря способности регулировать толщину пленки, температуру напыления и так далее. Импульсное лазерное осаждение представляет собой способ изготовления тонких пленок из различных материалов. Это и является ключевым преимуществом импульсного лазерного осаждения по сравнению с другими методами. Это важно, например, для производства сложных керамических материалов, таких как высокотемпературные сверхпроводники;

ABSTRACT

Thesis consists of 3 chapters, 32 pages, includes 22 figures, 33 used literature sources.

The object of the study is: carbon coatings obtained by means of a pulse laser system and their properties.

Purpose of the work - Production of films and study of their properties of PLD
Relevance: Currently, PLD is one of the widely used methods of forming thin films with the necessary properties, due to the ability to control film thickness, spraying temperature, and so on.

Pulsed laser deposition is a method of making thin films from various materials. This is a key advantage of pulsed laser deposition over other methods. This is important, for example, for the production of complex ceramic materials such as high temperature superconductors;

МАЗМҰНЫ

	КІРІСПЕ	9
1	ӘДЕБИ ШОЛУ	10
1.1	ИЛҚ әдісі	10
1.2	PLD қондырғысы үшін стандартты сипаттамалар	11
1.3	Иттрий оксидімен тұрақтандырылған цирконий диоксиді	15
2	ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ	17
2.1	ИЛҚ қондырғысына арналған YSZ нысанын алу	17
3	НӘТЕЖИЕЛЕР ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЛҚЫЛАУ	20
	ҚОРЫТЫНДЫ	30
	ПАЙДАЛАНҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ	31

КІРІСПЕ

Импульсті лазерлік қондыру әдісімен (PLD) жұқа қабатты электролитті жасауға болатыны белгілі. Материалдардың құрамы күрделі болғандықтан жұмыс температурасы 400-600°C шамасында болатын, жоғары иондық өткізгіштікке ие болатын, сапасы жоғары қабаттарды жасау мүмкінділігінің тәсілін табу қажет.

YSZ электролитінің қабатын өсіру үшін эпитаксиальді әдісін таңдау, дәстүрлі ұнтақ технологиялар (жоғары температурада престоу әдістемесі) қалыңдығы 10 мкм және одан жоғары қабаттарды жасауға мүмкіндік береді, сондықтан ОЭ функционалды қабаттарын минимализациялауға бағытталған зерттемелер қолдану мүмкін емес. Импульстік лазерлік қондыру әдісінде негізгі параметрлерді тәуелсіз реттеуге болады, әдістің тұрақтылығы тұрғысынан қарағанда жұқа қабаттарды қондырудың ең оңтайлы әдістердің бірі болып табылады және нәтижесінде қажетті құрылымдық және эксплуатациялық қасиеттері бар біртекті беттерді алу, сонымен қатар үлкен ауданды беттерді өңдеу мүмкіншіліктері бар[1].

Импульсті лазерлік қондыру әдістемесіне арналған нысаналарды қалыптастыру үшін керамикалық материалдарды ыстық престоу әдісімен өңдеу іске асырылады. Ыстық престоу әдісі зертханалық зерттеулерде және өндірісте көптеген қолданыс табуда, біріншіден бұл қондырғы мен жабдықтар қолжетімді және салыстырмалы түрде арзан болуымен байланысты. Одан бөлек, ыстық престоу әдісі нанотехнологиялар мен нано индустрияның дамуымен байланысты қолданысы арта түсті. Қысым және температураның нано ұнтақтарға бір уақытта әсер береді, нәтижесінде тығыздығы жақын үлгілерді алуға мүмкіндік бар. Материалдарды термо-механикалық өңдеу үшін әзірленген ыстық престоудің артықшылығы: өңдеудің жеңілдігі, ұзақ қызмет көрсету мерзімі, сонымен қатар құны да жоғары емес.

Қолданылып жатқан технологияның негізгі міндеті – қатты оксидті отындық элементтің салмағы мен өлшемін кішірейту және жұмыс температурасын 400-550°C дейін төмендету болып табылады және сол арқылы ҚООЭ енгізуді тежейтін және оның құнын арттыратын факторлардың санын азайту. Оған құрылымдық материалдарды таңдау шектеулігі дегеніміз жоғары температураның әсерінен көптеген металдардың тотығып, коррозияға ұшырауы, сонымен қатар термоциклдеу кезінде физикалық-химиялық қасиеттердің тұрақтылығы және жұмыс режиміне шығару уақыты деген сияқты факторлар мысал бола алады.

1. ӘДЕБИ ШОЛУ

1.1 Импульсті лазерлік қондыру әдісі

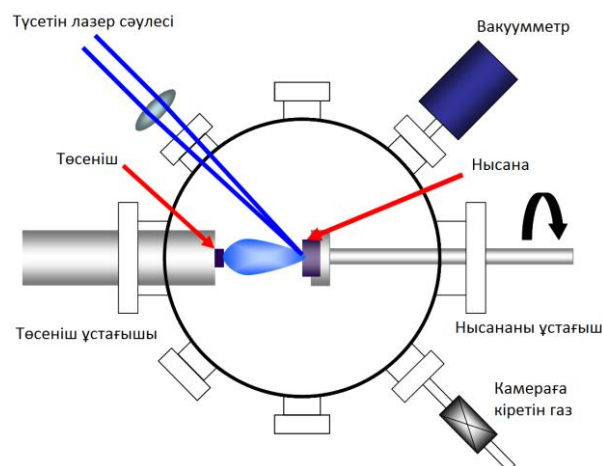
Импульсті лазерлік тұндыру алғаш рет 1965 жылы М. Смит пен Ф. Тернер жартылай өткізгіштерді және диэлектрлік жұқа пленкаларды алу үшін пайдаланды. Содан бері бұл әдіс оксидтердің, нитридтердің немесе карбидтердің барлық түрлері үшін, сондай-ақ металл жүйелерін және тіпті күрделі полимерлерді, фуллерендерді алу үшін қарқынды қолданылды. Венкатесан $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ жоғары өткізгіш материалдың жұқа пленкасын лазерлік тәсілмен тұндыра алды. Содан бері импульстік лазерлік тұндыру технологиясы жоғары сапалы кристалды пленкаларды, мысалы, легирленген дайындау үшін қолданылады[2].

1990-ші жылдары қайталану жиілігі жоғары және импульстің қысқа ұзақтығы бар лазерлер сияқты жаңа лазерлік технологияларды әзірлеу PLD-ді жұқа, күрделі стехиометриясы бар белгілі бір пленкалардың өсуі үшін өте бәсекеге қабілетті құрал болды[3].

PLD-дің тарихи ең маңызды қолданылуы-жоғары температуралы аса өткізгіш жұқа пленкалар саласында болды. PLD $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO) пленкаларын тұндыру үшін қолданылуы мүмкін екенін көрсету соңғы онжылдықта жоғары температуралы аса өткізгіштік зерттеулерінің айтарлықтай санын тудырды және қоғамда PLD-де зерттеуді ынталандырды. PLD технологиясы пленканы тұндыру басқа әдістерімен салыстырғанда айтарлықтай артықшылықтары бар екені анықталды.

Жоғары өткізгіш пленкалардан басқа, PLD күрделі керамикалық оксидтердің пленкаларда жоғары сапалы ферроэлектрлік, магниторезистивті және соңғы үлкен магниторезистивті кедергіні демонстрациялайды

Импульсті лазерлік қондыру әдісі - энергиясы жоғары лазердің көмегімен алдын-ала дайындалған нысананы буландырып, төсенішке қондыру. PLD қондырғысының сыртқы бейнесі мен әдіс сызбасы 1,2 суреттерде бейнеленген.



1 Сурет - Импульсті лазерлік қондыру әдісінің сызбасы

Импульсті лазерлі қондыру әдісі KrF эксимерлі лазерлі сәуледен, диэлектрлі айна, фокустаушы линза, нысананы ұстағыш, төсеніш ұстағышы, вакуумды насос, төсеніш және камерада тұрады[4-8].

Импульсті лазерлік қондыру әдісі газды фазадағы физикалық қондыру әдісі тобына жатады. Жоғары энергетикалық импульсті лазер нысана материалымен әсерлесе өнімнің біршама қатарының түзілуіне әкеледі, оның ішінде материалдың жарылыс бейнелі булануы кезінде түзілетін тек электрон, ион, бейтарап бөлшектер ғана емес, нысана материалының қатты микробөлшектері қатысады. Осы бөлшектердің болашақтағы қозғалыс траекториясы және олардың энергия бойынша орналасуы тек интенсивтілікке, ұзақтыққа және импульсті лазер бөлшектеріне ғана байланысты емес, ол жұмыс камерасының қысымына да байланысты. Төменгі вакуумда лазерлі абляция жүргізу зарядталған бөлшектердің үлкен бөлігі болатын өнімнің жіңішке алауының құрылуына әкеледі, ал осы шартта қабықшаның құрылуы кезінде жоғары энергетикалық зарядталған бөлшектермен екінші реттік тозаңдату процесінің рөлі үлкен.

Камерадағы қысымды көтеру кезінде өнім абляция бұлты көбінесе бейтарап бөлшектерден және жүйе бойынша төменгі қысымды буға жақындайды.

Осындай шарттарда жоғары сапалы қабықты алу және бүркеу зерттеу техникалық есептерде қиын болып табылады, қазіргі уақытта материал қатары үшін ойдағыдай шешілген. Лазерлі абляция әдісінің басты артықшылығы ең алдымен нысана материалы құрамына кіретін қабықша құрастыру, катионды стехиометрия үйлесіміне сәйкес келетін жоғары деңгей жатады және көп компонентті материалдар үшін өте маңызды. Өнімнің абляция конденсациясы кезінде жоғары деңгей толығыуы төсемнің барлық бетінде ұрық құрылу интенсивтілігіне және қабықша құрылған жоғары морфологиялық біркелкілігіне алып келеді. Жоғары дәрежелі кристалдық қабықша алу үшін мүмкіндік беретін жұқа қабықшалы әдіс үшін сипатталады. Қабықша камера материалы құраушыларымен улану практикасының толық болмауы және сәуленің аз ену есебінен көмекші қондырғылар маңызды жұмыс атқарады. Вакуумдық камера сыртында орналастырылған сәулелендіргіш кең аралықта, тозаңдану кезінде газдық атмосфера құрамын өзгертуге мүмкіндік береді. Әдістің кемшілігіне абляция өнімдерінің диаметрі шағын алаумен шартталған, вакуумда абляция кезінде біркелкі тозаңдану зонасының аз геометриялық өлшемі, сонымен қоса қабықша қатты бөлшектермен ластану мүмкіндігі және жоғары жылдамдықты тозаңдану кезінде нысана материалының балқу тамшысы жатады[9-12].

1.2 PLD қондырғысы үшін стандартты сипаттамалар:

- 1 бейненің максималды өлшемі: диаметрі 0,5-12;
- 2 төсемнің максималды температурасы: кремний үшін (оттегі ортада) 950°C, басқа материалдар үшін 850 °C (сапфир және т.б.);
- 3 төсем бетіндегі температура бірқалыпты ± 8 °C;

- 4 жұмыс қысымы: стандартты комплектацияда 5×10^{-7} Торр, ал шлюзді камера және вакуумды элементті қыздыру жүйесі кезінде 5×10^{-7} Торр-ға дейін;
- 5 нысана саны 6 данаға дейін;
- 6 төсемнен нысанаға днийнгі қашықтық: 50-100 мм реттеліп басқарылады;
- 7 нысанаға лазер сәулесінің түсу бұрышыны: 60 градус;
- 8 лазердің сипаттамалары: FSbNd:YAG қоса әртүрлі көздерді таңдау мүмкіндігі. Стандартты лазердің толқын ұзындығы: 280нм (KrF).



2 Сурет - PLD қондырғысының сыртқы бейнесі

Вакуумдық камераның жалпы сипаттамалары:

- 1 өлшемі: тапсырыс берушінің спецификациясына байланысты;
- 2 материал: базалық құрамда тот баспайтын болат AISI 304 немесе жоғары жауапты қолданыс үшін 316L;
- 3 камераның ішіне материал шаңдатуынан қорғайтын, камераның ішкі кеңістігі үшін арнайы алмалы экран орнатылған;
- 4 камераның жоғары фланец ішкі кеңістікке қызмет ету ыңғайлылығы үшін электр жетекке ие – шлюз камерасы қолданысы кезінде витонға тығыздалғыштық, мысқа міндетті емес;
- 5 тозаңдану процесін бақылау және үлгіні жылжыту үшін камераның ішін көруге арналған терезелерімен жабдықталған. Сонымен камера ішкі жарықтандырумен қамтамасыз етілген. Камераның басқа фланец (жалпақ сақина немесе диск) Conflat (CF) стандартқа ие және мысқа күміс жалатылған төсеммен тығыздалған. Барлық қондырылған тозаңдану көздері қорғаныш жапқышқа ие;
- 6 вакуумдық камера жүйені масштабтау мүмкіндігімен өнім блогы, басқарылатын аппарат, басқа аналитикалық аспаптар үшін барлық қажетті заттар жақтауға орналастырылған[13]. 3 суретте камераның іші көрсетілген.



3 Сурет - Камераның ішкі кеңістігі

Вакуумдық жүйенің ерекшеліктері.

Жүйе VAT (Швейцария) өндірісінің вакуумдық электро пневматикалық арматурасымен жабдықталған. Жоғары вакуумды насос ретінде 3000л/с-қа дейін өндіретін турбомолекулярлы насос *Oerlikon Leybold Vacuum* (Германия), *Pfeiffer Vacuum* (Австрия) қолданылады. Форвакуумды құрғақ насос *Hanbell* (Тайвань), *EBARA* (Япония) 3000 м³/ч өнімділігімен, ионды және магнитті-зарядты насостар *Gamma Vacuum* (АҚШ). Сонымен қоса, жүйе *ERSTEVAK* (Ю. Корея) вакуумды крионасосамен жабдыкталуы мүмкін. VAT реттеуші бекітпе кадамды электр қозғалтқышпен жабдықталады, купеде газ шығынын реттейтін және мембрана MKS (АҚШ) сыйымдылықты вакууметрмен қысымды 1-500 мТорр диапазонында реттеуге мүмкіндік береді. Вакуумды өлшейтін жалпы құрал: конвекциялық төмен вакуумды датчик және *Oerlikon Leybold Vacuum* (Германия) өндірісі ыстық катодты ионизациялық вакууметр.

Газ жіберу жүйесінің ерекшелігі.

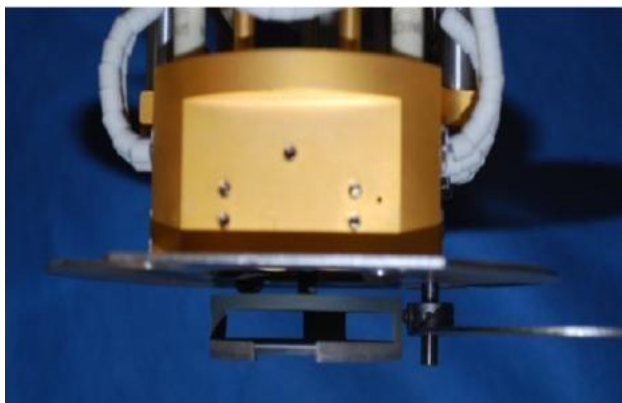
Жүйе 1-50 сссм. диапазонында жұмыс істейтін газ шығынын сандық реттеушімен жабдықталған Bronkhorst (Нидерланды). Төсемнің айналу қыздырғышының ерекшеліктері.

Қыздырғыш(4 сурет) осындай магнетронды, тозандандыру және МЛЭ секілді PLD-мен ортақ процесті мінсіз қолдану үшін патентті технологияға ие. Төсемді қыздыру мүмкіндігі басқа жағдайларда 850°C және мөлдір емес материалдарды қолдану кезінде 950°C-қа дейін. Қыздырғыш ретінде алтын шандатуға ие рефлекторлы 4 қысқа толқынды шам болып табылады. Шам су салқындатуға ие. Көздер тез ажырайтын қосылыстарға ие және оңай өздігінен алмастыруы мүмкін. Температура К типті жылу сезгіш элементтің көмегімен бақыланады, ал реттеу *Eurotherm контроллер* көмегімен жүзеге асырылады.

Қыздырғышта қызуға берік Inconel құймасынан дайындалған төсем ұстағыш жөнделеді. Берілген модуль ферромагнитті сұйықтық базасында вакуумды қосу көмегімен айналуға алып келеді. Айнарудың максималдық жиілігі 40 айн/мин. Сонымен қоса, берілген модуль қондырылған материалмен нысана ара қашықтығын реттеп, вертикаль бойынша айналуы мүмкін. Реттелген диапазон 50-100 мм.

Жинақтамада жеткізілім әртүрлі типтік өлшемдегі үлгі үшін төсем астында стандартты жинақтамалы жиектемеумен орналастырылады.

Базалық конфигурациядағы қондырғылы жинақтамада қондырылған материалды нысана үшін 6 позициялы әткеншек қойылады. Максималдық айналу жылдамдығы 50 айн/мин. Программалық қамсыздандыру бір қабатты құрамдастырған және көпқабатты төсемде, автоматты режимде толығымен қондыру процесін жүргізуге мүмкіндік береді. Барлық 6 қону орындары қондыру процесі кезінде материалды қорғау үшін нысананы жапқышпен жабдықтау астында. Әткеншек ферромагнитті сұйықтық базасында өте жоғары вакуумды нығыздауға ие. Үлгі ұстағышы ретіндегі мысал 5 суретте.



4 Сурет - Қыздырғыш комбинациясында төсем ұстағыш



5 Сурет - Үлгі ұстағыш қондырғысы үшін жиектеме мысалы

Оптикалық даңғыл жолының (тракт) артықшылықтары.

Оптикалық даңғыл жол толқын ұзындығы 248 нм лазерлі (KrF) жұмыс үшін қажетті толымдайтын базада құрастырылған. Оптика сұраныс бойынша, басқа толқын ұзындықтары бойынша тұрғызылуы және жинақталуы мүмкін. Стандартты жинақтамада айна микрометрлы кинематикалық тірекке қосылған. Екінші ретгі айнада қондыру процесі кезінде нысананы біркелкі жұмсап қамсыздандыру үшін бағдарламаланатын сызықты орын ауыстыру енгізілу орнатылған.

Қондыру процесі кезінде компонентті сақтау үшін вакуумдық камераның ішінде оптикалық жүйенің барлық маңызды бөлігі ысырмамен

жабдықталған. Лазерлі сәулелену енгізу төсем жарықтанумен 2" терезе арқылы жүзеге асырылады.

Басқару жүйесінің сипаттамасы.

Басқару жүйесі LabView базасында алдын-ала орнатылған программамен қамтамасыз етілген арнайы компьютер көмегімен жүзеге асырылады.

Жүйе келесі жүйе элементімен бақылауға және жүргізуге мүмкіндік береді:

- 1 төсемнің айналу жылдамдығы және нысанаға дейінгі аралық;
- 2 қажетті нысананы және нысананың айналу жылдамдығын таңдау;
- 3 лазер шоғын жайғастыру, талап етілген импульс жиілігін және талам етілген қуатын таңдау;
- 4 газ шығыны реттегішін басқару;
- 5 талап етілген үлестік қысымын орнату;
- 6 вакуумдық жүйені басқару;
- 7 PLD төсем температурасын реттеу.

Қондыру программасы оңай жазылып және компьютерге сақталына алады.

Қосымшада комбинаторлық төсемді қондыру үшін стандартты программалық қамсыздандыруға кеңейту пакеті тапсырылады. Мысалы: BaTiO₃ немесе SrTiO₃ базасында.

Қондырғы қаптамасы. Қондырғы толық тексерістен өтеді және орау және транспорттау алдында тестілеуден өтеді. Қорап барлық жеткізу көлігі бойынша нормаға және ережесіне сәйкес келеді[14].

1.3 Иттрий оксидімен тұрақтандырылған цирконий диоксиді

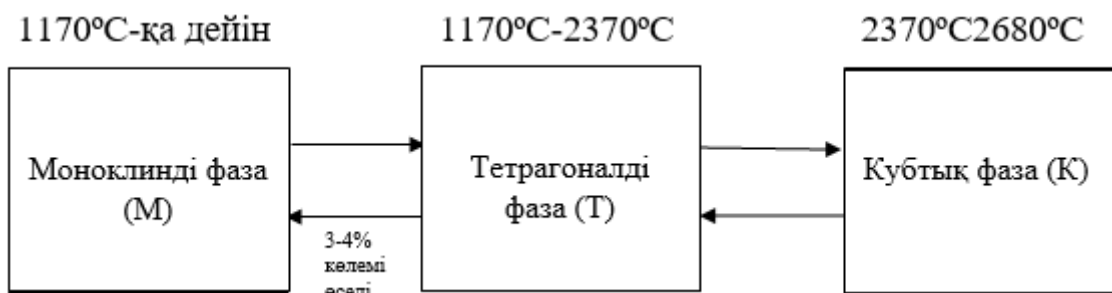
Цирконий диоксиді (**ZrO₂**) - табиғатта бадделеит минералы түрінде кездеседі. Түссіз көпклинді кристаллдар (тығыздығы 5,8 г/см³) және түссіз тетрагональды кристаллдар (тығыздығы 6,1 г/см³). Таза цирконий диоксиді баяу балқитын және жоғары температурада тұрақты $t_{\text{бал}}=2680^{\circ}\text{C}$, $t_{\text{қай}}=4300^{\circ}\text{C}$. Төмен салыстырмалы жылу өткізгіштікке ие.

Диаманитен суда аз ерігіш, әртүрлі химиялық реагенттермен байланысы тұрақты. Цирконий диоксиді (**ZrO₂**) **өзіндік жоғарғы термодинамикалық жылу оқшаулағышты және химиялық тұрақтылықты көрсетеді. Иттрий оксидті (Y₂O₃) цирконийді қоспалау Zr⁴⁺ Y³⁺ арқылы ауыстырылады[15-20].**

Цирконий диоксидін әртүрлі термиялық процестерден және диссоциациялану арқылы цирконий концентратынан кремний оксидін кетіру жолымен алады. Осыдан балқыған цирконий диоксидін (көпклинді және тұрақты) термиялық процеспен ажыратып алады. Сонымен бірге, цирконий диоксидін алу үшін баделлеиттің (98-99 % ZrO₂) және калдаситивтің (70-80 % ZrO₂) концентранттары қолданылады. Қазіргі уақытта баделлеиттен кем дегенде 20 % цирконий диоксиді өндіріледі. 90 жылдар басында 60%-тен көп.

Жоғары таза цирконий диоксиді химиялық әдіспен өндіріледі. Содан толық (FSZ - Fully Stabilized Zirconia) және бөлшекті (PSZ - Partially Stabilized Zirconia) тұрақтылықпен моноклинді және тұрақты болып бөлінеді.

Цирконий диоксиді (ZrO_2) үш кристаллдық фаза түрінде кездеседі: моноклинді (М), тетрагоналді (Т) және кубтық (К). Қыздыру уақыты кезінде цирконий диоксиді фазалық түрлендіру процесіне келеді[21-26]. Аталған түрлендіру 6 суретте бейнеленген.



6 Сурет - Цирконий диоксидінің фазалық түрлендіруі

Моноклинді фаза бөлме температурасында және 1170°C дейін термодинамикалық тұрақты болып келеді. Осы температурадан жоғары цирконий диоксиді тығыз тетрагоналді фазаға ауысуы жүреді. Тетрагоналді фаза 1170°C-тан 2370°C-қа дейінгі температурада тұрақты. Цирконий диоксиді 2370°C –тан жоғары температурада кубтық фазаға ауысады. Қыздыру кезінде моноклинді фазадан тетрагоналді фазаға ауысу кезінде көлем 5%-ға кемуі қоса жүреді. Салқындау кезінде тетрагоналді фазадан моноклинді фазаға ауысу, 100°C-тан 1070°C температура аралығындағы диапозонда жүреді және көлем 3-4% артуы қоса жүреді[27].

YSZ артықшылықтары:

- 1 тұрақтылығы;
- 2 бағасы жағынан тиімді;
- 3 иондық өткізгіштігі жоғары.

YSZ кемшіліктері:

- 1 эксплуатацияның жоғары температурасы сутегі және оттегі ионынан құралған су реакциясының энергиясын төмендетеді;
- 2 жоғары температурада материалда термиялық кеңеюге алып келуі мүмкін;

- 3 цирконий сынғыш болып табылады;
- 4 жылытуға ұзақ уақыт қажет етеді.

YSZ болашағы:

- 1 төменгі температурада иондық өткізгішінің жоғарылауы;
- 2 аз термиялық кернеу;
- 3 төменгі тұрақтылық[29-33].

2 ТӘЖІРИБЕЛІК БӨЛІМ

2.1 Импульсті лазерлік қондыру қондырғысына арналған YSZ нысанын алу

Laser Scribing machine (Model: BXM-50) қондырғысы арқылы кремний төсеніштерін 10x10мм өлшемімен төрт бөлікке кесіп аламыз. Қондырғы 7 суретте көрсетілген.

Лазердің кернеуі 17 В, жиілігі 10.32 Гц, энергиясы 16 А.



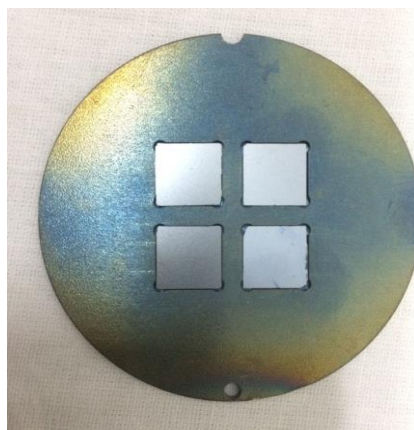
7 Сурет - Laser Scribing machine (Model: BXM-50) қондырғысы арқылы кремний төсеніштерін кесу

Лазермен кескен кездегі үлгінің бетіне жиналған тотықты тотықсыздандыру үшін HF қышқылы қолданылады. HF қышқылына салынған үлгімізді ультрадыбысты ваннада 1 минут ұстадық. Одан кейін үлгімізді ацетон қышқылына салып, ультрадыбысты ваннада(8-сурет) 1 минут ұстаймыз.



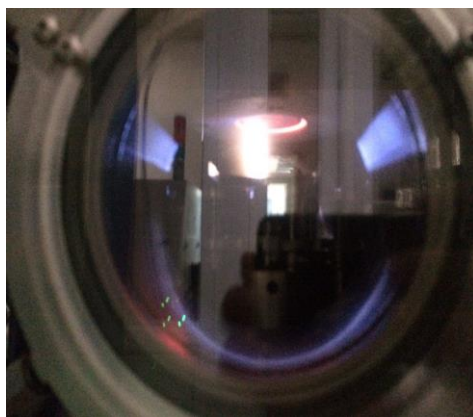
8 Сурет - Ультрадыбысты ваннада үлгіні тазалау

Одан кейін үлгімізді дистилденген суға салып, ультрадыбысты ваннада 1 минут ұстаймыз. Кейін үлгіміз жақсы тазартылу үшін ЦП4+су қышқылына салып, ультрадыбыс ваннасына 1-3 минут аралығында ұстадық. Жақсы тазартылған үлгілерді микроскоппен тексердік. Одан кейін үлгілерді электронды микроскоп құрылғысы арқылы тегістігін тексердік. Енді тазартылып болған үлгімізді(9-сурет) PLD қондырғысы арқылы ары қарай морфологиясын зерттейміз. Ол үшін төрт үлгімізді PLD қондырғысының ұстағышына саламыз.



9 Сурет - Тазаланып алынған Si үлгіміз

Қондырғыны механикалық насос арқылы қысымын 10^{-2} дәрежесіне дейін түсіреміз. Қысым түскеннен кейін, турбомолекулярлық насос арқылы қысымын 10^{-5} дәрежеге дейін түсіреміз. Температураны 700 градусқа көтеріп, 60 минут қыздырамыз.



10 Сурет - Ультракүлгін лазермен атқылау

Жоғары температурасына жеткеннен кейін 60 минут бойы сол температурада ұстаймыз. Осы кезде энергиясы жоғары ультракүлгін лазермен атқылаймыз. Процесс 10 суретте көрсетілген.

Лазердің параметрлері:

- $\nu=10$ Гц;
- $U= 22$ кВ;
- $E=450$ мДж.

Ультракүлгін лазермен атқылаған кезде нысана буланып, төсенішке қонып, қабат пайда болады. Одан кейін 60 минутта 100 градусқа түсіріп, суытамыз.



11 Сурет - Суытып алынған үлгіні электронды микроскоп арқылы анализ жасаймыз.

3 Нәтижелер және оларды талқылау

PLD камерасында 50°C қадаммен 550-800°C температура кезінде кремний төсенішіне YSZ жұқа қабатын қондыру жүргізілді. YSZ қабатын қондыру тұрақты параметрлер, яғни камера қысымы 200 мТорр, жиілігі 20 Гц, энергиясы 400 мДж және уақыты 60 минут кезінде жүргізілді.

1- кестеде PLD әдісі арқылы кремний төсенішінде YSZ жұқа қабықшасын тұндыру параметрлері көрсетілген.

1 – Кесте - YSZ қабатын қондыру параметрлері

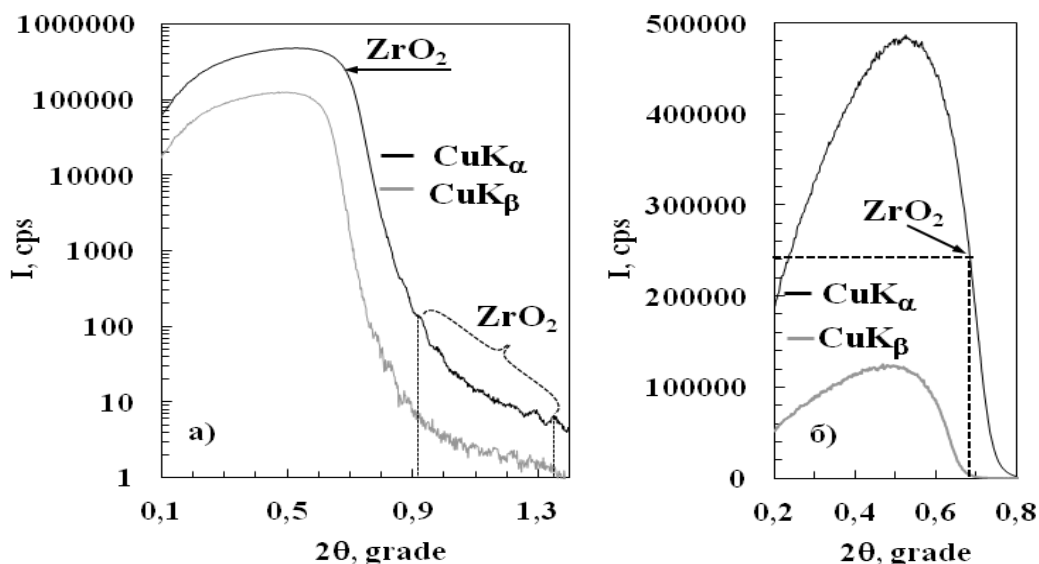
Үлгі №	1	2	3	4	5	6	7
Нысана	YSZ	YSZ	YSZ	YSZ	YSZ	YSZ	YSZ
Төсеніш	Si100	Si100	Si100	Si100	Si100	Si100	Si100
Қысым, мТорр	2×10^{-6}	2×10^{-6}	2×10^{-6}	2×10^{-6}	2×10^{-6}	2×10^{-6}	2×10^{-6}
Қондыру температурасы, °C	550	600	650	700	750	800	600
Лазер жиілігі, Гц	20	20	20	20	20	20	20
Газды тудыратын ағын қысымы, мТорр	200	200	200	200	200	200	200
Уақыт, мин	60	60	60	60	60	60	120
Лазердің энергиясы, мДж	400	400	400	400	400	400	400

600°C температурада, ультракүлгін лазердің энергиясы 400 мДж болатын, ағында O₂ 200 сссм және айналу 40айн/мин кезінде YSZ өсуі жүргізілді, 120 минут уақытта кремний үлгісінің бетінде электролит қабатының радиалды құрылуын көрсетті, яғни әркелкілік қондыру болғанын айтты.

Қондырылған қабаттың құрылымдық анализін, қалыңдығын, тығыздығын және бұдырлығын өлшеу рентгендік рефлектометрия әдісімен зерттелген болатын. Лазерлі абляция әдісімен синтезделген YSZ пленкасы рентгендік рефлектометрия әдісімен зерттелді. Henke программасын пайдалану арқылы, толық ішкі шағылудың критикалық бұрыш $2\theta_c = 0,68515^\circ$ шамасына байланысты YSZ пленкасының тығыздық мөлшеріне бағалау

жүргізілді (2-кесте). Кестелік деректерді жоғарылататын ($5,68 \text{ г/см}^3$) пленканың тығыздығы $6,146 \text{ г/см}^3$ - ке тең.

Пленканың қалыңдығы $d = \lambda/2\theta$ нм формуласы бойынша анықталған болатын. Мұндағы λ - CuK_α (0,154 нм) немесе CuK_β (0,139 нм) сәулелену толқын ұзындығы(12-сурет), ал 2θ -төменгі шың арасындағы қашықтық (3-кесте). ZrO_2 пленкасының қалыңдығы $\sim 146 \text{ нм}$ тең болды.



12 Сурет - Логарифмдік(а) және табиғи(б) масштабта ZrO_2 пленкасы екі спектральды сызықты CuK_α (0,154 нм) және CuK_β (0,139 нм) пайдалану арқылы рентгендік рефлектометриясы

2 – Кесте - henke программасы бойынша ZrO_2 қабат тығыздығын анықтау

Пленка	$I_{\max}$	$I_{\max}/2$	$2\theta_c$	θ_c	θ_c	$\rho, \text{ г/см}^3$
ZrO_2	487376	243688	0,68515	0,342575	5,979	6,146

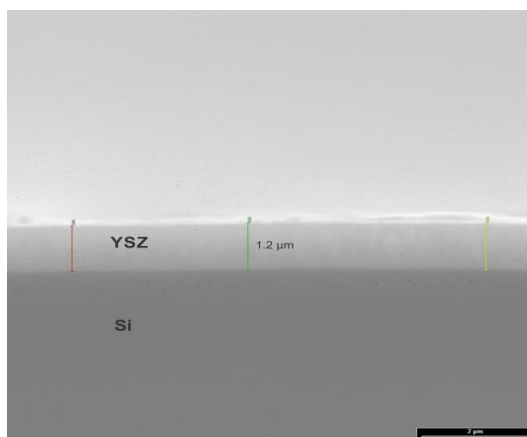
3 – Кесте - $2d \cdot \sin\theta = \lambda$ немесе $d = \lambda/2\theta$ формуласы бойынша ZrO_2 қабат тығыздығын анықтау

Пленка	$(2\theta)_j$	$(2\theta)_i$	$j - i$	$2\theta_{av} = [(2\theta)_j - (2\theta)_i] / (j - i)$	λ	$d = \lambda/2\theta, \text{ нм}$
ZrO_2	1,348	0,924	7	0,060571429	0,15420	145,9

Қондырылған YSZ пленкасының морфологиясы жартылай контактты әдісті қолдану арқылы сканерлеуші электронды микроскопта JEOL JSM- 6490 және атомды-күштік микроскопта СОЛБЕР PRO- М зерттелген болатын.

120 минут қондыру уақыты кезінде электролит қалыңдығы 1,2 микрон дәрежесіне жетті және электролит осындай қалыңдықта ешқандай газбен диффузияға түспейді, сонымен қоса құрылымдық ақауы кішірейеді. Осындай жұқа, тығыз және ақаусыз электролитті алу үшін. Омдық кедергіде жоғалуды

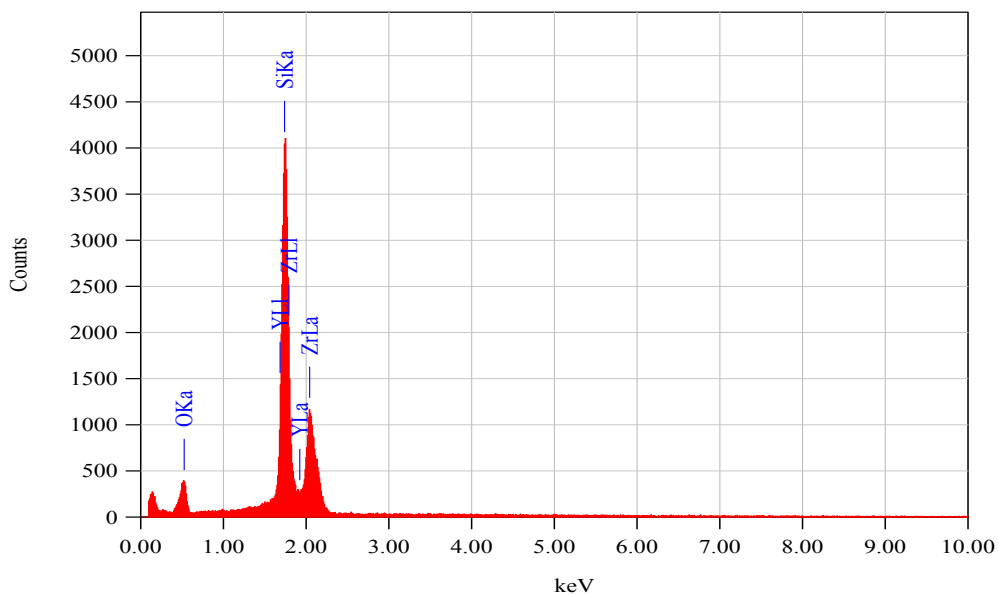
төмендету үшін электролитті қондыру жұқа қабатта орындалады, сонымен қатар электрод аз қалыңдыққа жетеді. Жұмыс температурасын төмендетуге электролитте ион өтетін жолды максималды қысқарту арқылы қол жеткізеді. Бұл меншікті қуаттың анағұрлым өсуі кезінде отын элементінің өлшемі, салмағы және жұмыс температурасының (450-550°C-қа дейін) елеулі азаюын береді.



13 Сурет - Жұқа пленкалы YSZ/Si жүйесінің көлденең қимасының СЭМ микрофотографиясы

EDX анализі нысанаға басынан берілген компоненттердің дұрыс байланысын көрсетті. Иттрияның 8% құрамы YSZ қабатындағы басқа компоненттерімен салыстырғанда негізгі компоненттердің концентрациясын өзгерту арқылы электролит қасиеттерімен түрлену мүмкіндігін көрсетеді.

Алынған нәтижелер төсеніш бетінде жұқа пленкалы электролит қалыптастыру әдісі ұсынылған поликристалды никелден төменгі температура кезінде жеткілікті жоғары меншікті сипаттамамен ЖПҚООЭ дайындауға мүмкіндік беретінін көрсетті.



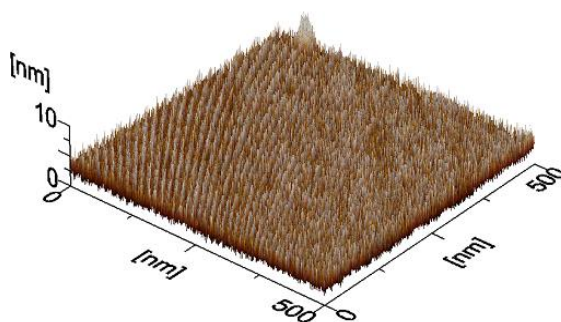
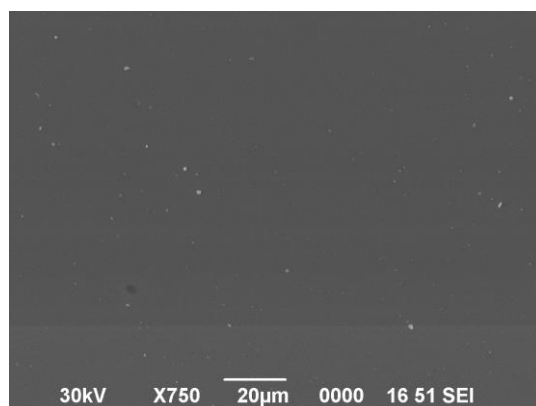
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2112

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	ound	mass%	Cation	K
O K	0.525	11.94	0.22	27.98				8.2371
Si K	1.739	38.67	0.10	51.63				49.4669
Y L	1.922	8.27	0.75	3.49				6.8280
Zr L	2.042	41.12	0.48	16.90				35.4680
Total		100.00		100.00				

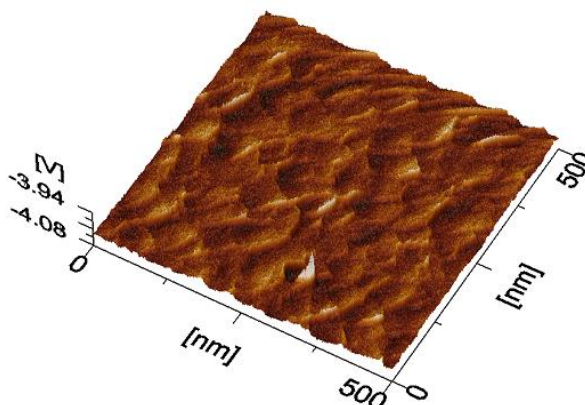
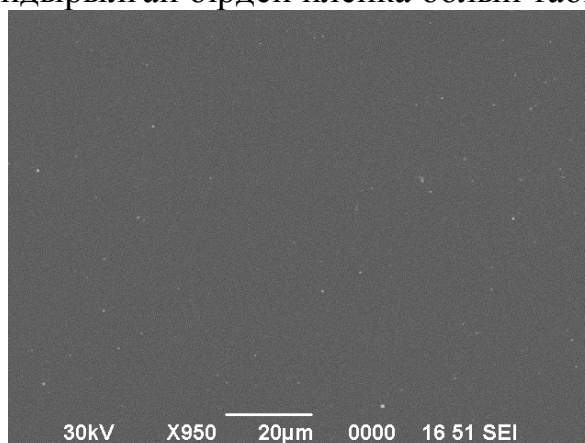
14 Сурет - PLD әдісімен қондырылған YSZ қабатының EDX анализі

15 (а,б) суретінде Si(100) төсенішінде 550 °C температурада, энергиясы 400 мДж және 60 мин уақытта YSZ пленканың СЭМ және АҚМ бейнесі көрсетілген. YSZ пленканың СЭМ бейнесі PLD әдісі үшін шағын квазисфералық құрылымымен біркелгі тегіс бетті көрсетеді. 500 x 500 нм аймағында АҚМ арқылы зерттелген беттің морфологиясы жеткілікті тегіс біркелкі микроқұрылымды анық көрсетілген аморфты құрылымға ие.



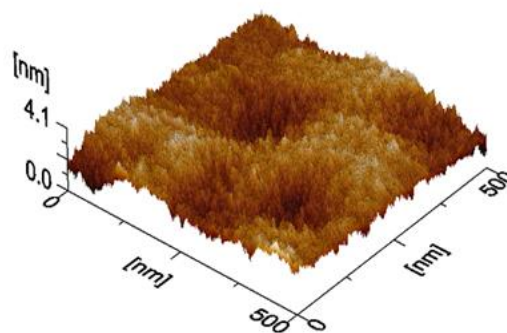
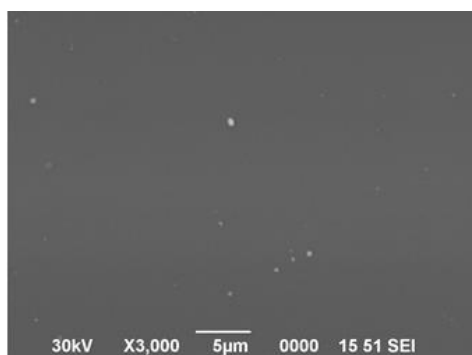
15 Сурет - 550 °C температурада, энергиясы 400 мДж және 60 минут уақытта Si(100) төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының (а) АҚМ және (б) СЭМ бейнесі

16 (а,б) суретте Si(100) төсенішінде 600 °C температурада, энергиясы 400 мДж және 60 мин уақытта YSZ пленканың СЭМ және АКМ бейнесі көрсетілген. YSZ пленканың СЭМ бейнесі 600°C қондыру температурасында да шағын квазисфералық құрылымымен біркелкі тегіс бетке ие. АКМ көмегімен 500 x 500 нм сканерлеу аймағында зерттелген беттің морфологиясы белгілі бір ретпен орналасқан кристалдардың құрылуын көрсетеді. Температурасын 650 °C-қа дейін көтеру кезінде (18 а, б -сурет) аморфты құрылыммен ұқсас аралық түзілімнің құрылуы қаралады. СЭМ бейнесі төмен температура кезінде қондырылған бірдей пленка болып табылады.

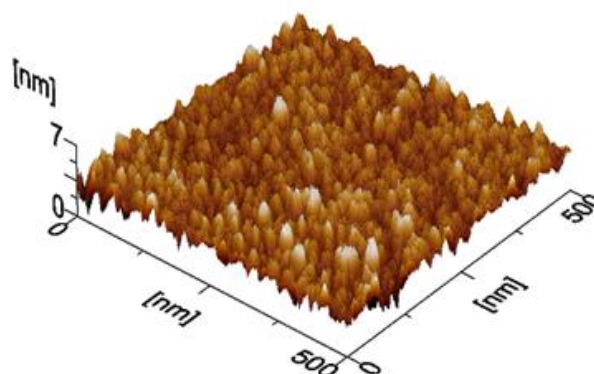
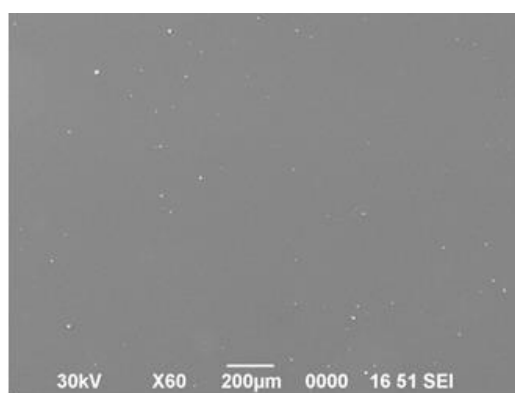


16 Сурет - Энергиясы 400 мДж, 60 минут уақытта және температурасы 600 °C кезінде Si(100) төсеміне қондырылған YSZ пленканың (а) АКМ және (б) СЭМ бейнесі

17 (а,б) суретте Si(100) төсенішінде 750 °C температурада, энергиясы 400 мДж және 60 мин уақытта YSZ пленканың СЭМ және АКМ бейнесі көрсетілген. АКМ беттің сканерленуі биіктігі 7 нм болатын үшкір кристалдың құрылуын көрсетеді. СЭМ бейнесі төмен температура кезінде қондырылған бірдей пленка болып табылады.



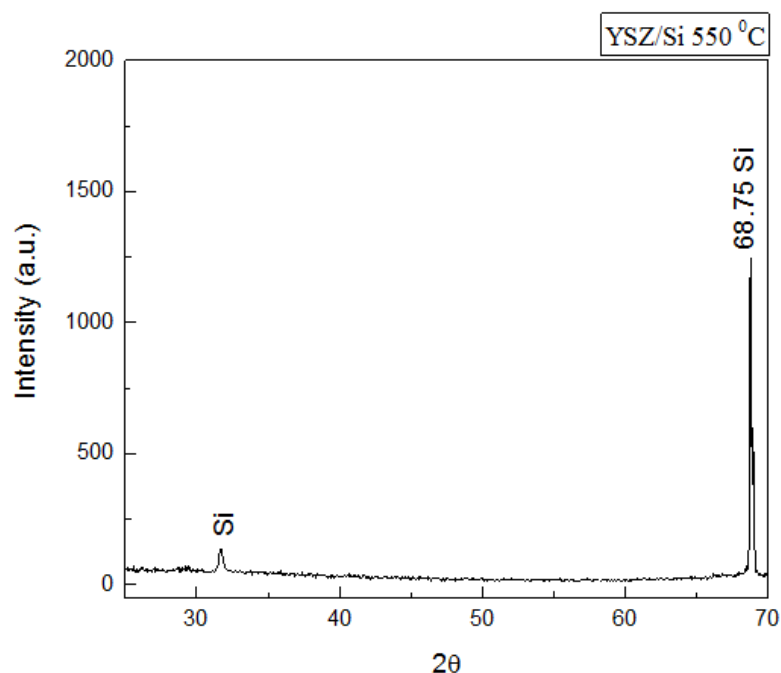
17 Сурет - Энергиясы 400 мДж, 60 минут уақытта және температурасы 650 °С кезінде Si(100) төсеміне қондырылған YSZ пленканың (а) АҚМ және (б) СЭМ бейнесі



18 Сурет - энергиясы 400 мДж, 60 минут уақытта және температурасы 750 °С кезінде Si(100) төсеміне қондырылған YSZ пленканың (а) АҚМ және (б) СЭМ бейнесі

YSZ пленкасының құрылымы «ДРОН 6» құрылғысында рентгендік дифракция әдісімен зерттелген болатын. Үлгілер $0,05^\circ$ қадаммен, экспозиция уақыты 2 секундта және 2θ 13-70 $^\circ$ дифракциялық шағылу бұрышында сканерленді.

19 - суретте 550 °С температура кезінде YSZ пленкасы қондырған үлгінің дифракциялық шағылуы көрсетілген. Дифракция сипаты YSZ кристалдық құрылымы үшін толығымен болмайды, тек монокристалды кремний 100 бағдарымен интенсивті шегінде болады.



19 Сурет - температурасы 550 °C кезінде Si төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының рентгендік дифракциясы

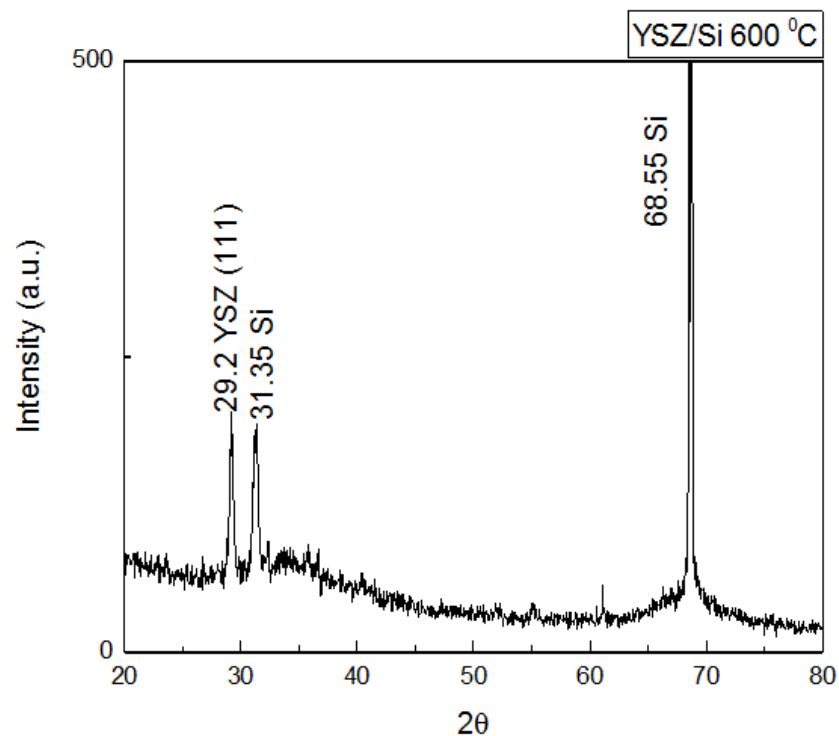
Диффрактомен алынған анализден 500 °C төменгі температура диапазонында қондырылған YSZ пленкасы 111 бағдарда кристалдық құрылым үшін 2θ - 25-35° шағылу аймағында кеңейген шегімен аморфты құрылымға ие екені анықталды.

20 - суретте температурасы 600 °C кезінде қондырылған YSZ пленкасының рентгендік диффрактограммасы көрсетілген. Қондыру температурасын 600 °C-қа көтеру кезінде YSZ (111) кристалының бағдарлануы үшін төменгі интенсивті сипаттамен дифракциялық шегі 2θ – 29.25° құрылуын бақылайды.

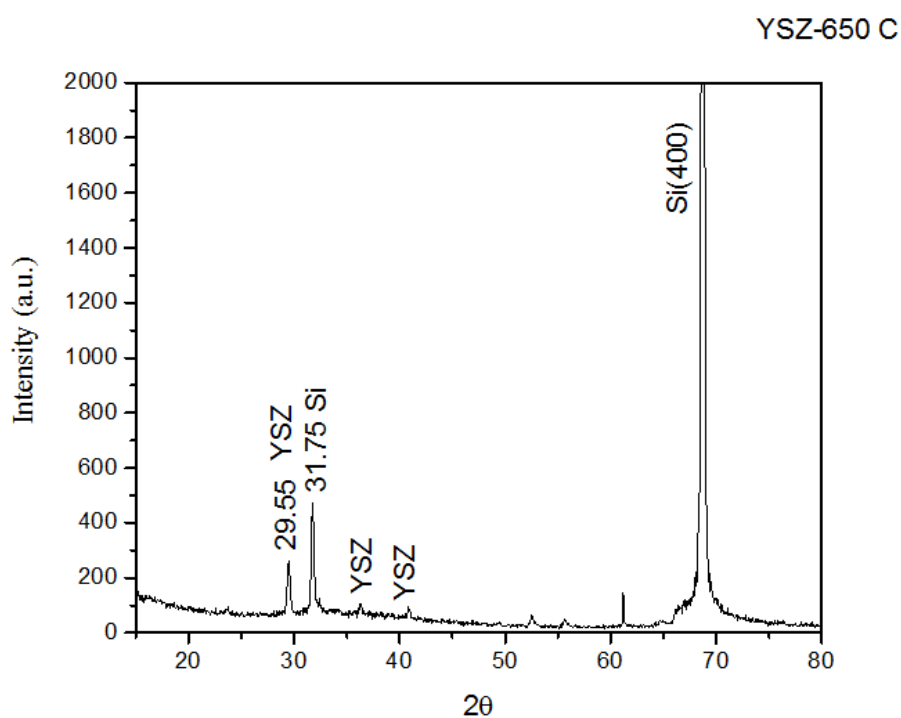
21 - суретте температурасы 650 °C кезінде қондырылған YSZ пленкасының диффрактограммасы көрсетілген. 650 °C температура кезінде қондырылған пленканың диффрактограммасы 2θ - 38, 42° шағылумен поликристалдық фазаның құрылуын көрсетеді.

700 °C температура кезінде (22 - сурет) қондырылған YSZ пленканың дифракциясы 111 үшін 29.25° шағылуда интенсивтілік бойынша айырмашылыққа ие. Сублимацияланған нысана материалының әртекті бүрку кезінде қалыптасқан наноөлшемді кристалдың минималды шағылуда пленканың құрылымы поликристалды болып табылады. Шеррер формуласы бойынша есептелген кристаллиттердің өлшемі 20-40 нм өлшемімен кристалдардың құрылуын көрсетеді.

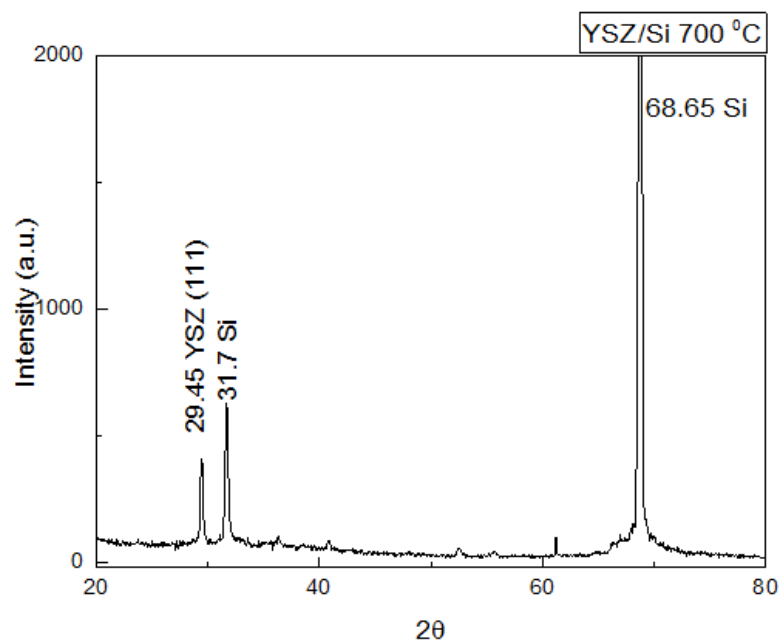
23, 24 - суреттерде алынған диффрактограмда әрі қарай 750 °C, 800 °C көтерілген температураларда YSZ кристалдық фазасының елеулі өзгеріс болмайды.



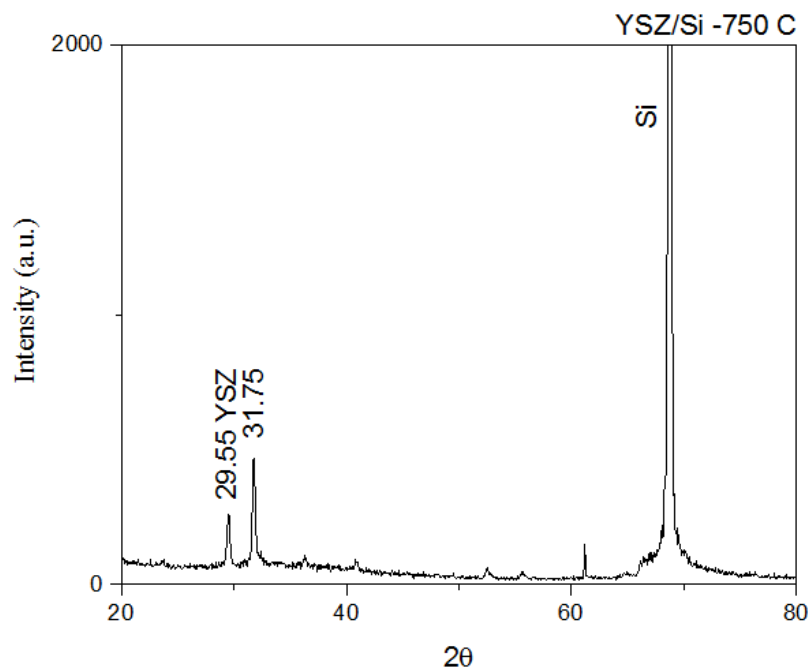
20 Сурет - 600 °C температура кезінде Si төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының рентгендік дифракциясы



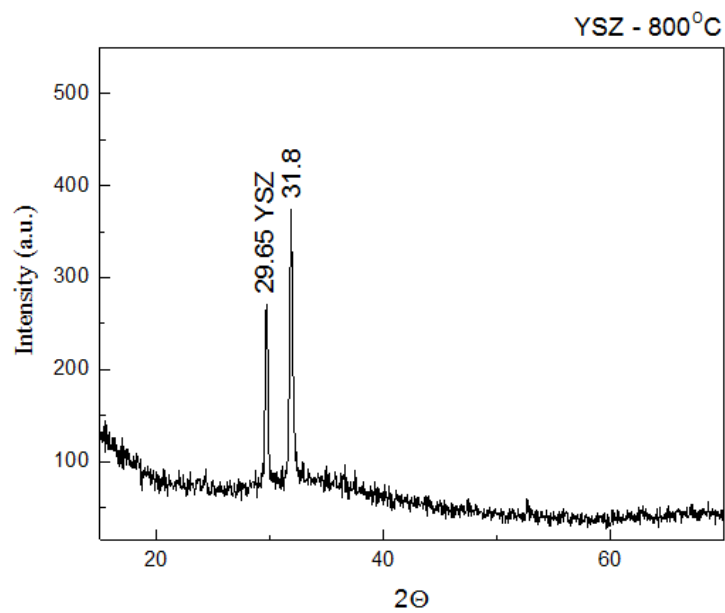
21 Сурет - 650 °C температура кезінде Si төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының рентгендік дифракциясы



22 Сурет - 700 °C температура кезінде Si төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының рентгендік дифракциясы



23 Сурет - 750 °C температура кезінде Si төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының рентгендік дифракциясы



24 Сурет - 800 °C температура кезінде Si төсенішіне қондырылған YSZ пленкасының рентгендік дифракциясы

ҚОРЫТЫНДЫ

Тәжірибе жұмыс үстінде 50 °С кадаммен 550-800 °С температура кезінде PLD камерасында кремний төсенішіне YSZ жұқа қабықшасын қондыру жүргізілді. YSZ қабықшасын қондыру тұрақты параметрлерде, яғни оттегінің аса таза ағыны 500 см³/мин, камера қысымы 200 мТорр, жиілігі 20 Гц, энергиясы 400 мДж және 60 минут уақытта жүргізілді.

Рентгендік рефлектометрия әдісімен қабаттың қалыңдығы мен тығыздығы зерттелді. Қондырылған YSZ қабықшаның қалыңдығы қондыру уақыты 60 минут және лазердің жиілігі 20 Гц кезінде төсеніш температурасына тәуелсіз 140- тан 200 нм-ге дейін өзгереді. Қабықшаны әркелкі қондыру ол PLD камерасында сенсордың дұрыс жұмыс жасамайтынын түсіндіреді. Қабықшаның тығыздығы барлық үлгі үшін әркелкі және 5.6 – 6.0 г/см³ мән арасында болады.

Қондырылған YSZ қабықшаның рентгендік дифрактограммнан алынған анализ 500 °С төмен температура диапазонында қондырылған YSZ қабықшасы 111 бағдарлауда кристалдық құрылым үшін үлкейген шекте аморфты құрылымға ие екені анықталды. Қондыру температурасын 600 °С-ға дейін көтеру кезінде YSZ (111) кристалын бағдарлау үшін төмен интенсивтілікте $2\theta - 29.25^\circ$ дифракциялық шегінің құрылуы бақыланады. Қондырылған қабықшаның дифрактограммасы 650 °С температура кезінде $2\theta - 38, 42^\circ$ шағылуда поликристалдық фазаның құрылуын көрсетеді. Қондырылған YSZ қабықшасының дифракциясы 700 °С температура кезінде (111) үшін 29.25° шығылуда интенсивтілік бойынша айырмашылыққа ие екенін көрсетеді. Қабықшаның құрылымы нысананың сублимацияланған материалының әркелкі бүркуі кезінде калыптасуы, наноөлшемді кристалдың минималды шағылуында поликристалды болып табылады. Шеррер формуласы бойынша есептелген кристаллиттердің өлшемі 20-40 нм өлшемінде кристалдардың құрылуын көрсетеді. Әрі қарай қондыру температурасын 750, 800, 850 °С көтеру кезінде YSZ кристалдық фазасының өзгеруі болмайды.

АКМ 550 °С температура кезінде қондырылған YSZ қабықшасы жеткілікті тегіс біртекті топографиясымен анық аморфты құрылымын көрсетеді. Бірақ 600 °С температурадан жоғары болған кезде құрылымдық анализдің нәтижесімен растайтын түйіршіктің өсуін бақыланды.

Қондырылған YSZ қабықшасының бетінің СЭМ микробейнесі квазисфералық құрылыммен тегіс бет құрылғанын көрсетеді.

YSZ жұқа қабықшасының синтезі бойынша алынған нәтижелер жоғары энергетикалық тығыздықпен жұқақабықшалы қатты оксидті отын элементінде электролит материалы ретінде пайдалану жоспарланып отыр.

ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

- 1 R. Guptaa., V. Guptaa., M. Tomar. Structural and dielectric properties of PLD grown BST thin films // Vacuum. – 2019. – Vol.159. – P.69-75.
- 2 Розанов Л.Н. Вакуумная техника. – М.: Высшая школа, 2007. – 391 с.
- 3 Пипко А.И. Основы вакуумной техники. – М.: Энергоатомиздат, 1992. – 334 с.
- 4 N.Q.Minh, J.Am.Ceram.Soc.76,563(1993).
- 5 D.Perednis, L.J.Gauckler, Solid State Ionics 166, 229 (2009).
- 6 J.H.Joo, G.M.Choi, Solid State Ionics 177. 1053 (2006)
- 7 T.Petrovsky, H.U.Anderson, V.Petrovsky, Mater.Res.Soc.Symp.Proc.756,EE4.7.1 (2003)
- 8 Дэннис Макмиллан. Сканирующая электронная микроскопия, 1928-1965.
- 9 Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Ф. Растровая электронная микроскопия и рентгенский микроанализ- М.:Мир, 1984. 3003с.
- 10 S.G.Yoon, H.K.Kim, M.J.Kim, H.M.Lee, D.H.Yoon, Thin Solid Films 475,2005.-239с.
- 11 F.Zhou, K.Adachi, K.Kato, Thin Solid Films 497,2006.-95с.
- 12 Жданов Г.С., Основы рентгеноструктурного анализа, М.-Л.,1940;
- 13 R.Aguilar, V.Trtik, F.Sanchez, C.Ferrater and M.Varela, Thin Solid Films, 304,225-228 (1997).
- 14 F.Kokai, Journal of Applied Physics,72(2),699-704 (1992).
- 15 R.Nedelec, S.Uhlenbruck, D.Sebold, V.Haanappel, H.P.Buchkremer, D.Stover, Dense yttria-stabilised zirconia electrolyte layers for SOFC by reactive magnetron sputtering, J.Power Sources 205 (2012) 157-163.
- 16 Бокий Г.Б., Порай-Кошиц М.А., Рентгеноструктурный анализ. М.,1964.
- 17 Иголинская Н.М., Рентгеноструктурный анализ полимеров. Кемерова., 2008.
- 18 B.Hobein, F.Tietz, D.Stover. M.Cekada, P.Panjan, DC sputtering of yttria-stabilised zirconia films for solid oxide fuel cell applications, J.Eur. Ceram.Soc.21 (10-11) (2001) 1843-1876.
- 19 R.G.Green, L.Barre, J.B.Giorgi, Nano-structures in YSZ(100) surface:implications for metal deposition experiments, Surf. Sci. 601(3) (2007) 792-802.
- 20 Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э. М., Мир, 1984.
- 21 И.С.Бредихин. Оптимизация структуры и состава композиционного Ni/YSZ анода для твердооксидных топливных элементов.

Электронный ресурс: http://physics.mipt.ru/science/conference/f_2h45oe/a_2h45qz/f_9guo-arpet8khwau.

22 Практическая электронная растровая микроскопия. Под ред. Дж.Гоулдстейна и Х.Яковица.М.,1978.

23 Джеймс Р. Оптические принципы диффракции рентгеновских лучей.-М.: Издательство иностранной литературы,1950.

24 Белов Н.В., Структурная кристаллография,М.:1951.

25 H.Iwahara, T.Esaka, K.Takeda, Advances in ceramics, in: Science and technology of zirconia III,vol.24, The American ceramic Society, Columbus, OH, 1988,p.907.

26 Fronzi M., Soon A., Delley B., Traversa E., Stampfl C.: Stability and morphology of cerium oxide surfaces in an oxidizing environment: a first-principles investigation.J.Chem.Phys.131 (2009).

27 Рашкович Л.Н. Атомная-силовая микроскопия процессов кристаллизации в растворе,2001-102-105с.

28 Wachsman,E.D., Lee,K.Y.: Lowering the temperature of solid oxide fuel cells. Science 334,935-939 (2011).

29 Chen, L.B.:Yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings-a review.Surf.Rev.Lett.13,535-544 (2006).

30 Fabbri E., Pergolosi D., Traversa E.: Ionics conductivity in oxide heterostrucures: the role of interfaces.11(2010).

31 Блохин М.А. Физико рентгеновских лучей.М.,1957.

32 В.Л.Миринов. Основы сканерующей зондовой микроскопии.2004-110с.

33 Суслов А.А., Чижик С.А. Сканирующие зондовые микроскопы. Материалы,Технологии,Инструменты-Т.2 1992-78с.