

Tööstusdoktorantuuri programmi raport (jaanuar - veebruar - märts).

Jaanuar:

Planeeriti:

- Planeerida tegevused projekti kogu ulatuse lõikes. Plaanide tegemisel peaksid osalema kõik juhendajad.
- Projektiga seotud kirjanduse ja seotud materjalide kogumine ja läbitöötamine.

Tehti:

- Alustuseks kohtuti kõigi kolme juhendajaga vaadati üle ja korrigeeriti plaanid nelja erineva ISI WEB of Science 1.1 tasemel uurimustööartikli koostamiseks. Plaanid koostati iga artikli jaoks eraldi, samuti seati paika ja hinnati kriitiliselt ajalisi plaane nende kirjutamiseks.

Tulemusena seati sihiks järgmiste temaatiliste artiklite kirjutamine:

- Sool-geel meetodil sünteesitud YSZ torude kristallstruktuuranalüüs ja selle temperatuurikäitumine.
- YSZ mikrotorude omaduste ning füüsiliste mõõtmete ning kuju varieerimise võimalused.
- Vedelmetallanood tahkeoksiidsete YSZ mikrotorude põhiste elementide konstrueerimine ja testimine.
- YSZ mikrotorude põhiste protonjuhtivate kõrgetemperatuursete tahkeoksiidsete kütuselementide konstrueerimine ja katsetamine.

Otsustati, et esimesena hakatakse tööle nimistus esimese artikliga „Sool-geel meetodil sünteesitud YSZ torude kristallstruktuuranalüüs ja selle temperatuurikäitumine.”,

Eesmärgi saavutamiseks otsustati varieerida materjalides üütriumoksiidi sisaldust vahemikus 1-10% (0YSZ 3YSZ 4YSZ 5YSZ 8YSZ and 10YSZ). Vahemik valiti kirjanduse baasil, kui teada olevalt kristallstruktuuri varieerimiseks efektiivne.

Perioodil tegeldi ühtlasi kirjanduse otsinguga, keskendudes peamiselt järgmistele teemadele:

- faasiüleminekud stabiliseeritud YSZ materjalides ja võimalused nende XRD põhiseks uuringuks.
- Üütriumoksiidi mõju faasiüleminekutele ja kristaliitide kasvule sool-geel valmistatud materjalides.

Veebruar:

Planeeriti

- Sünteesida 7 erineva üütriumoksiidi sisldusega YSZ sool-geel lähtematerjali.
- Kooguda täiendavalt kirjandust esimese teadusartikli kirjandusülevaate koostamiseks.

Teostati

- Planeeritavad lähteained sünteesiti, vanandati ja aurustati järjestikku solventide eemaldamiseks. Materjalide valmistamine koosnes järgmistest etappidest: süntees, vanandamine segades magnetsegajal (oluline reaktsioonide lõpule jõudmiseks); solventide eemaldamine vaakumaurustamise teel, saadud materjalide valamine süstlasse. Saadud materjalid ekstrudeeriti mikrotorudeks, mis seejärel vanandati, kuumutati kõrgendatud niiskusega ahjus (180 C) ja kuututati lõpptemperatuurini (950C).

Kõigi materjalide ekstrusioon viidi läbi samal päeval vähendamaks keskkonnatingimuste liigset varieerumist ja mõju protsessidele. Vakumeerimisel muutus 10YSZ osaliselt tahkeks ja ta eemaldati valimist kui edasiste katsete jaoks ebahomogeenne. Samuti otsustati sarjast eemaldada 0YSZ kui ebastabiilne - vakumeerimisel tekib samuti sade mistõttu fiibrite tõmbamine sellest ei ole võimalik. Materjalide teisi parameetreid ei varieeritud.

Kirjanduse uuringuis keskenduti:

- spetsiifiliselt sool-geel meetodil valmistatud materjalidele, kui näitele molekulaarseist lähtematerjalidest sünteesitud „bottom-up,, tüüpi materjalidest.
- Metastabiilse tetragonaalse faasi tekkega seotud nähtusele sool-geel YSZ materjalides.

Märts:

Plaanis:

- Ekstrudeerida ja järeltöödelda kõik viis sünteesitud materjali.
- Teostada sünteesitud materjalide XRD analüüs.
- Kirjutada lõpuni esimese artikli kirjandusülevaade.

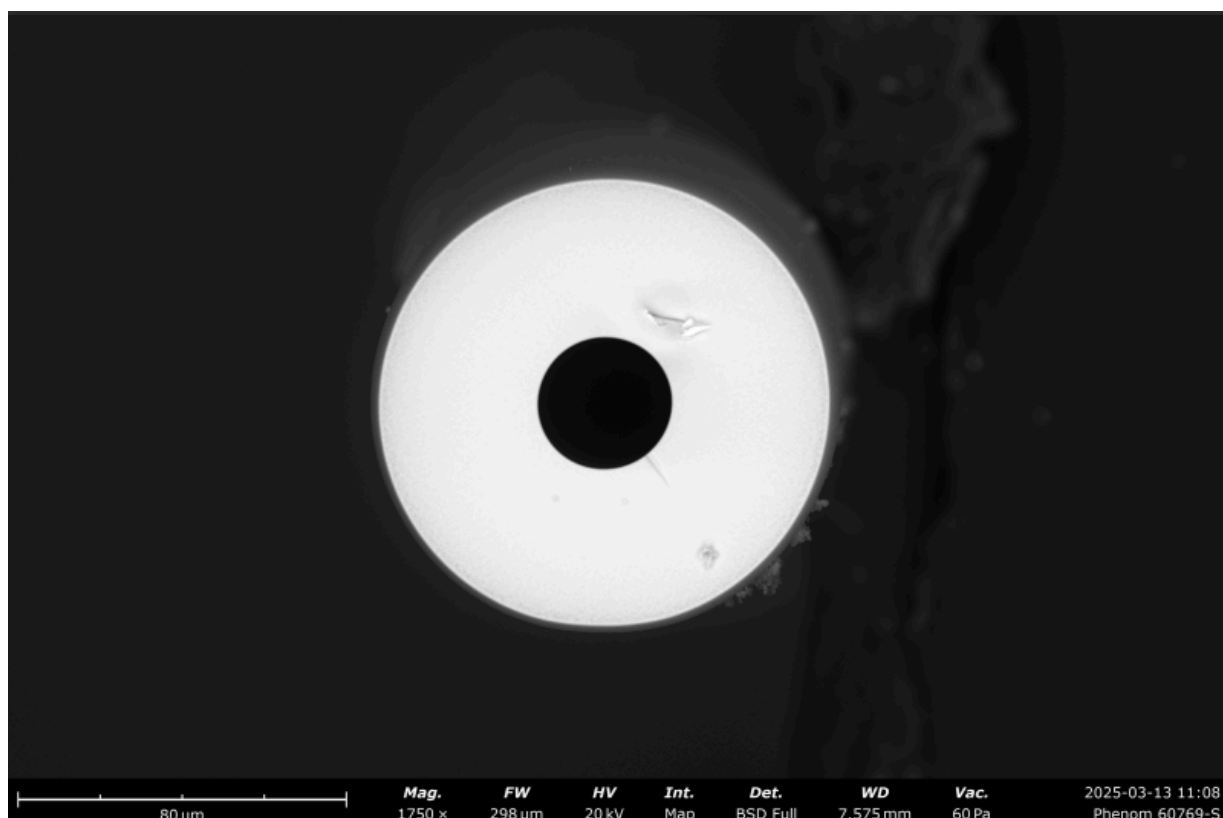
Teostati:

Kõik sünteesitud lähtematerjalid roteeriti solvendivabaks kahe järjestikuse päeva jooksul. Mõlemal päeval olid laboris mõõdetud temperatuur ja õhuniiskus samad. Materjalide saavutatud viskoossused olid oodatavalt sarnased ning ühtlasi ekstrusiooniks sobilikud. Kirjandusest on teada, et ekstrusiooniks sobib viskoossuste vahemik paarisajast paari tuhandeni puaasini. Materjalide saavutatud sarnane viskoossus viitab materjalide struktuuralsele homogeensusele. Pärast ekstrusiooni lasti materjalidel labori õhuga sarnastel tingimustel olevais spetsiaalsetes hermeetilistes kastides (minimeerimaks õhu liikumist) vananeda 24 tundi. Seejärel kuumutati fiibreid üleöö kõrgendatud niiskusega õhus temperatuuril 180C. Misjärel kuumutati saadud materjalid 950C ni. Selle lõpliku kuumutamise kestel eralduvad või põlevad materjalidest orgaanilised lisandid ning leiab aset materjali tihenemine ja kristallisatsioon. Materjalide termiline töötlus viidi läbi kõikide materjalidega sarnasel režiimil.

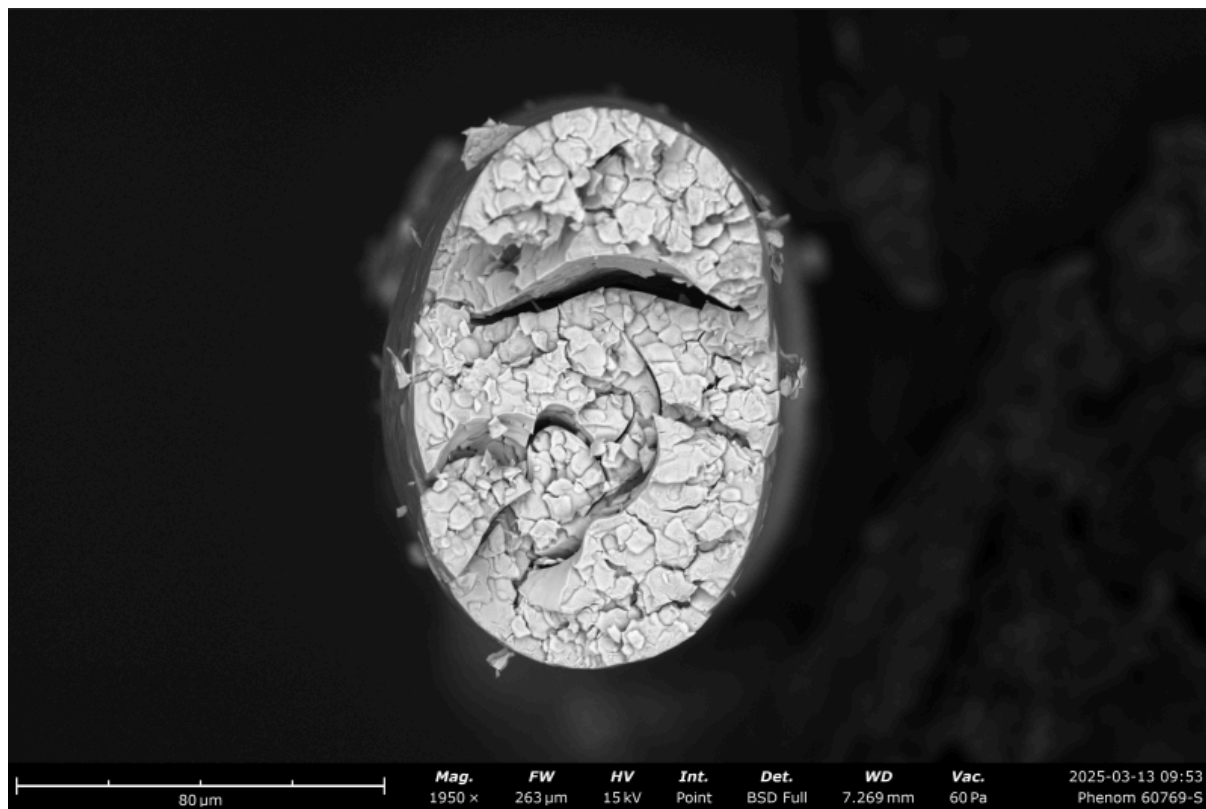
Aruandeperioodil sünteesiti ühtlasi 5 ja 10 % TiO₂ sisaldusega materjalinäidised. Selleks viidi lähtematerjalidesse sobilik kogus titaanalkoksiidi.

Valmistatud materjalid viidi XRD analüüsi, kust ei ole veel kirjalikku tagasisidet tulnud. Suuliselt on teada antud, et materjalides varieerus monokliinse faasi sisaldus, olles suurim madalama üütriumoksiidiga materjalidel, mis sobib hästi kokku varasema kirjandusega.

SEM analüüs näitas samuti oodatavat tulemust - 3YSZ lähteaine võimaldas valmistada torusid, mis kuumutades ei purunenud. Lähteained 1YSZ ja 8YSZ ei võimaldanud kasutatavaid torusid valmistada. Materjalid 4YSZ ja 5YSZ võimaldasid küll torusid valmistada aga saadud materjalide geomeetrid ei olnud edasisteks kasutusteks sobilikud.



SEMi kujutis 3 YSZ torust.



SEMi kujutis 8YSZ "torust"