

Contractor: INCDFM

Cod fiscal : RO9068280

anexa la procesul verbal de avizare interna nr.

**De acord,
DIRECTOR GENERAL
Dr. Ionut Enculescu**

**Avizat,
DIRECTOR DE PROGRAM
Dr. Lucian Pintilie**

RAPORT DE ACTIVITATE AL FAZEI

Contractul nr.: 10N/10.03.2016

Proiectul: Sinteza si caracterizarea materialelor nanostructurate, straturilor subtiri si heterostructurilor

Faza nr. 2: Investigarea structurala si a starilor de valenta ale vanadiului in PZT dopat cu vanadiu si niobiu prin metodele TEM-EELS si RES

Termen: 13.05.2016

1. Obiectivul proiectului:

Prezentul proiect isi propune sa desfasoare studii detaliate privind sinteza materialelor multifunctionale, a nanomaterialelor si nanocompozitelor, a straturilor subtiri si heterostructurilor precum si caracterizari aprofundate privind proprietatile lor structurale, electrice, magnetice, optice, etc. cu scopul declarat de a identifica potentiale aplicatii de interes economic sau societal.

2. Rezultate preconizate pentru atingerea obiectivului:

Scopul este de a obtine noi cunostinte si de a dezvolta noi aplicatii in domenii de interes ridicat cum ar fi industriile de inalta tehnologie (electronica, optoelectronica, telecomunicatii, spatiu si securitate, senzoriala, auto, etc.), energetica (in special surse regenerabile si stocare) si medicina. Avand la dispozitie o infrastruktura diversificata pentru depuneri de straturi subtiri, multistraturi si compozite complexe (PLD, pulverizare RF, diverse metode chimice, MAPLE, CVD, SPS), proiectul isi propune sa combine diverse materiale functionale, sub forma de straturi subtiri sau nano-obiecte, in arhitecturi complexe care sa duca la caracteristici imbunatatite sau la noi functionalitati derivate din diferite tipuri de cuplaje la interfete. Dintre materialele functionale se au in vedere cele cu proprietati semiconductoare, dielectrice/ feroelectrice/ multiferice/ piroelectrice/piezoelectrice si supraconductoare. Un accent aparte va fi pus pe

anduranta in exploatare, cost redus, flexibilitate, abundenta naturala a elementelor constitutive si amprenta redusa asupra mediului inconjurator

3. Obiectivul fazei:

Determinarea starii de valenta si a localizarii ionilor de vanadiu in ceramicile de PZT dublu dopate cu Nb si V. Studiile au fost efectuate in cadrul proiectului CERIC nr. 20152049 cu titlul: "Investigation of vanadium valence state in vanadium doped PZT by TEM-EELS, EPR and XANES/XAFS", aprobat in urma competitiei din luna martie 2015 (Call 2).

4. Rezultate preconizate pentru atingerea obiectivului fazei:

Determinarea microstructurii ceramicilor de PZT cu diferite nivele de dopare cu vanadiu si niobiu prin tehnici de microscopie electronica de inalta rezolutie. Determinarea starilor de valenta si a localizarii ionilor de vanadiu in aceste ceramici prin tehnici spectroscopice RES in multifrecventa si EELS.

5. Rezumatul fazei: (maxim 5 pagini)

Investigatii prin tehnici de microscopie electronica in inalta rezolutie

Au fost investigate trei probe sub forma de pulbere de $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ (PZT) co-dopate cu niobiu, vanadiu si litiu, cu indicativele de sarja

PZT(1): $\text{Pb}(\text{Nb}_{0.01}\text{V}_{0.01}\text{Li}_{0.007}\text{Ti}_{0.463}\text{Zr}_{0.51})\text{O}_3$, tratat termic la 1150 °C

PZT(4bis): $\text{Pb}(\text{Nb}_{0.02}\text{V}_{0.01}\text{Li}_{0.007}\text{Ti}_{0.463}\text{Zr}_{0.50})\text{O}_3$, tratat termic la 1150 °C

PZT(5): $\text{Pb}(\text{V}_{0.02}\text{Li}_{0.007}\text{Ti}_{0.463}\text{Zr}_{0.51})\text{O}_3$, tratat termic la 1150 °C

Pe langa acestea au fost analizate si pulberi de oxid de vanadiu, V_2O_3 , VO_2 si V_2O_5 , folosite ca etaloane in determinarea starii de oxidare a vanadiului prezent in probele de mai sus.

Investigatiile microstructurale s-au efectuat prin microscopie electronica analitica prin transmisie (TEM) utilizand microscopul electronic de inalta rezolutie JEM ARM 200F. Probele au fost examinate in microscopul electronic atat in modul conventional (difractie de electroni, imagistica in contrast de difractie) cat si in mod scanare (STEM) cu fascicul convergent. Compozitia chimica a fost investigata utilizand microscopul electronic in modurile analitice EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) si EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy).

Probele au fost preparate prin dispersare in etanol, solutiile astfel obtinute au fost picurate pe grile de microscopie electronica cu membrana de carbon si introduse in microscop.

Scopul acestui studiu este de a determina starile de valenta ale vanadiului in probele de mai sus folosind metode TEM-EELS.

Rezultate:

Imaginea TEM (Fig. 1a) a fost achizitionata pe o arie din proba **PZT(1)**, iar diagrama de difractie de electroni corespunzatoare imaginii TEM indica structura PZT. Proba a fost inclinata astfel incat aria pe care s-a inregistrat diagrama de difractie de electroni sa ajunga in axul de zona [010], identificandu-se astfel structura tetragonala a PZT, cu grupul spatial P4mm (nr. 99) si constantele de retea $a=b=4.017 \text{ \AA}$, $c=4.139 \text{ \AA}$.

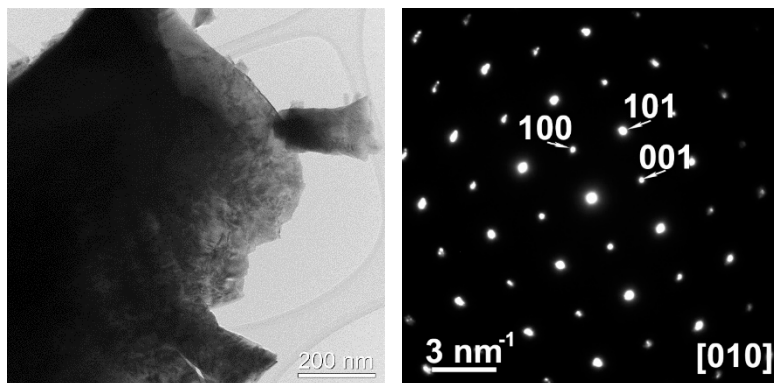


Fig. 1. (a) Imaginea TEM a unei particule din proba **PZT:1%V+1%Nb (1)** si (b) diagrama de difractie de electroni corespunzatoare imaginii (a).

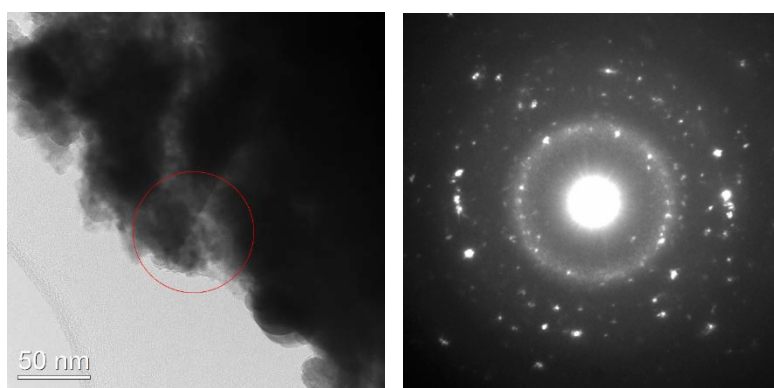


Fig. 2. (a) Imaginea TEM a unei particule din proba **PZT:1%V+1%Nb (1)** in care s-a identificat vanadiu si (b) diagrama de difractie de electroni corespunzatoare zonei din interiorul cercului rosu.

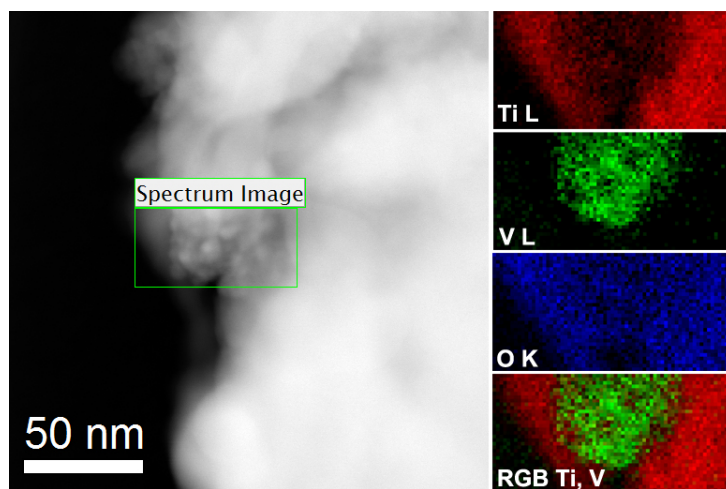


Fig. 3. (a) Imaginea HAADF-STEM corespunzatoare imaginii TEM 2a si (b) harti EELS-SI pe aria din interiorul dreptunghiului verde din imaginea (a).

In imaginea TEM din Fig. 2a este incercuita cu rosu aria in care s-a identificat vanadiu, si pe care s-a inregistrat digarama de difractie de electroni din Fig.2b. Aceasta diagrama de difractie

nu a putut fi indexata, neexistand nicio structura in baza de date cu distantele interplanare masurate in difractie.

Pe aceeasi arie s-a achizitionat cubul de date EELS-SI (EELS – Spectrum Imaging). Din hartile extrase ale V, Ti si O se poate observa distributia acestor elemente pe aria analizata. Harta vanadiului si a titanului arata ca cele doua elemente sunt separate, vanadiul nefiind dopant in structura matrice ce contine titan. Harta oxigenului arata faptul ca cele doua elemente, titan si vanadiu, sunt oxidate. De aici ne rezulta faptul ca aceasta arie contine doua structuri diferite, una incluzand oxidul de titan, iar cealalta oxidul de vanadiu. Deoarece din difractia de electroni nu s-au putut identifica cele doua structuri se poate ca acestea sa fie structuri bazate pe Ti si V, nestoichiometrice, inca neindexate.

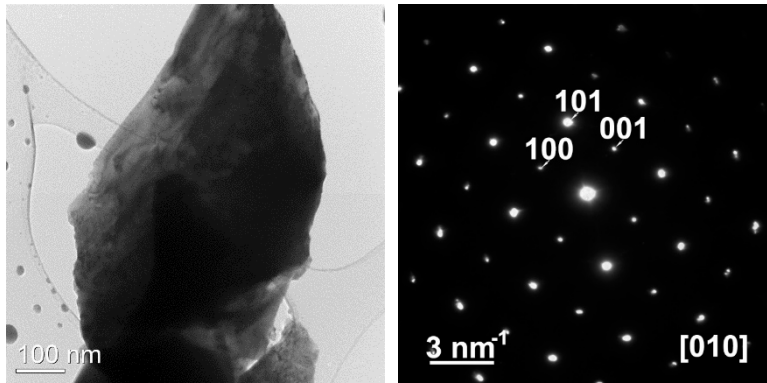


Fig. 4. (a) imaginea TEM a unei particule din proba **PZT:1%V+2%Nb (4bis)** si (b) diagrama de difractie de electroni corespunzatoare imaginii (a).

In Fig. 4 se poate observa imaginea TEM si diagrama de difractie corespunzatoare imaginii TEM achizitionate pe proba **PZT(4bis)**. Ca si in cazul precedent proba a fost inclinata astfel incat aria pe care s-a inregistrat diagrama de difractie de electroni sa ajunga in axul de zona [010], identificandu-se astfel structura tetragonala a PZT.

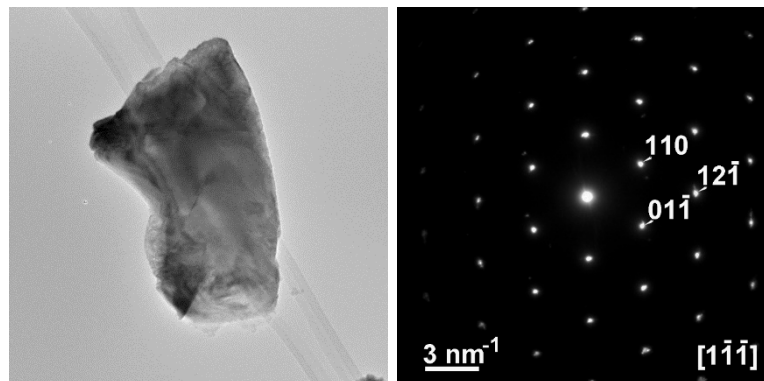


Fig. 5. (a) imaginea TEM a unei particule din proba **PZT:2%V (5)** si (b) diagrama de difractie de electroni corespunzatoare imaginii (a).

Au fost identificate si zone cu faze secundare care contineau vanadiu, dar instabilitatea probei in fasciculul de electroni a condus la incapacitatea de a achizitiona diagrame de difractie pe aceste arii. In schimb s-au achizitionat spectre EELS care urmeaza a fi comentate in ultima parte a rezultatelor.

Fig. 5 arata imaginea TEM si diagrama de difractie de electroni pe proba **PZT(5)**. In acest caz proba a fost inclinata astfel incat aria pe care s-a inregistrat diagram de difractie de electroni sa ajunga in axul de zona $[1-1-1]$, identificandu-se astfel structura tetragonala a PZT.

Faza secundara PbV_2O_6 a fost identificata in proba **PZT(5)** conform diagramei de difractie din Fig. 6b aferenta imaginii TEM 6a. Proba a fost adusa in axul de zona $[011]$, identificandu-se faza ortorombica a PbV_2O_6 cu grupul spatial $Pnma$ (nr. 62) si constantele de retea $a=9.771 \text{ \AA}$, $b=3.684 \text{ \AA}$, $c=12.71 \text{ \AA}$. In structura PbV_2O_6 vanadiul are starea de valenta +5, confirmata mai tarziu si prin spectroscopie EELS.

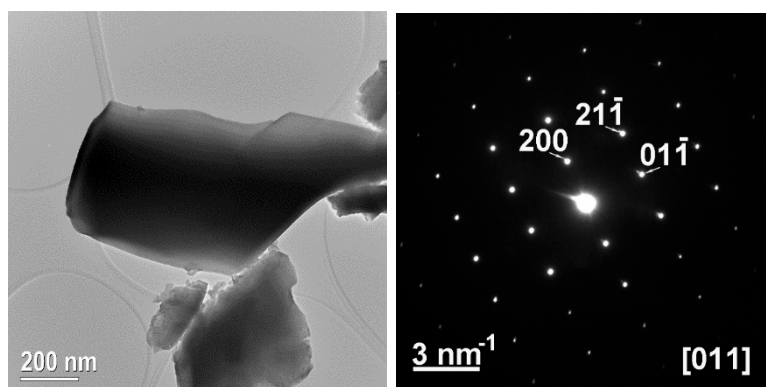


Fig. 6. (a) Imaginea TEM a unei particule din proba **PZT:2%V (5)** in care s-a identificat vanadiu si (b) diagrama de difractie de electroni corespunzatoare imaginii (a).

Pentru a determina starea de valenta a vanadiului in probele analizate s-a folosit spectroscopia EELS. Se cunoaste faptul ca spectroscopia EELS este o tehnica care ne ofera informatii nu doar despre tipul atomului ci si despre starea de oxidare a acestuia, aceasta informatie fiind regasita in structura fina a picului corespunzator atomului analizat.

Pentru achizitia spectrelor EELS pe probele etalon s-a folosit o dispersie de 0.1 eV/ch rezultand o rezolutie energetica de 1.4 eV , iar in cazul probelor de interes dispersia a fost de 0.5 eV/ch si o rezolutie de 3 eV .

Fig. 7 arata spectrele EELS cu liniile L2, L3 ale vanadiului si linia K a oxigenului in probele **PZT(1)**, **PZT(4bis)**, **PZT(5)** si in probele etalon, V_2O_3 , VO_2 , V_2O_5 . Din Figura 7 se poate observa cum variaza raportul intensitatilor liniilor L2 si L3 corespunzatoare vanadiului in functie de starea de oxidare a acestuia. Aparitia acestor linii, L2 si L3, se datoreaza tranzitiilor $2p_{1/2} - 3d$, respectiv $2p_{3/2} - 3d$, iar tipul acestor tranzitii se reflecta atat in deplasarea energetica a liniilor catre dreapta cat si in raportul intensitatilor liniilor. Linia L3 cu energia ce mai mica este separata de linia L2 datorita interactiei spin-orbita. Aceasta despicare este in medie de 7 eV in cazul vanadiului.

Analizand spectrul EELS achizitonat pe proba **PZT(1)** se poate observa ca atat raportul L3/L2 cat si deplasarea energetica in raport cu vanadiul metalic corespunde cu proba etalon VO_2 , in care starea de oxidare a vanadiului este +4.

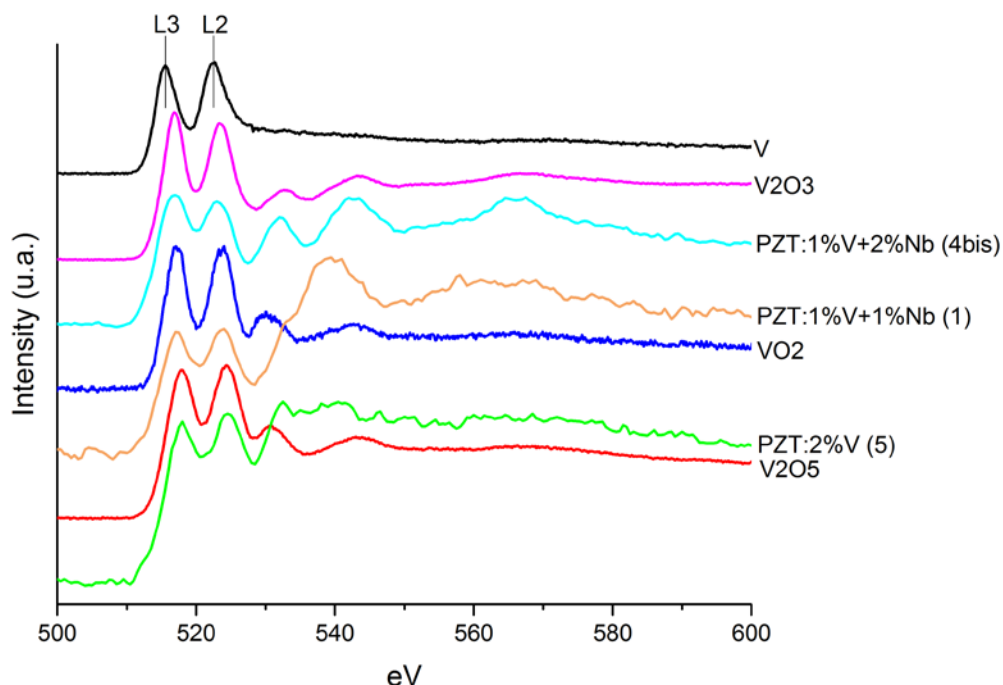


Fig. 7. Spectrele EELS ale probelor **PZT:1%V+1%Nb (1)**, **PZT:1%V+2%Nb (4bis)**, **PZT:2%V (5)** si ale oxizilor V_2O_3 , VO_2 , V_2O_5 , folositi ca etalon.

In cazul probei **PZT(4bis)** spectrul EELS arata o clara diferenta de intensitate intre linia L3 si L2 (intensitatea L3 > intensitatea L2), iar deplasarea energetica de 1.4 eV corespunde cu proba etalon de V_2O_3 , cu V^{+3} .

Spectrul EELS corespunzator probei **PZT(5)** este similar cu spectrul EELS al probei etalon V_2O_5 in care raportul L3/L2 este subunitar si exista aceeasi deplasare energetica in raport cu vanadiului metalic. Starea de oxidare +5 a vanadiului este confirmata de diagrama de difractie din Fig. 6b.

Investigatii prin spectroscopie RES in multifreventa

Au fost investigate cinci probe sub forma de pulbere de $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ (PZT) co-dopate cu niobiu, vanadiu si litiu, cu indicativele de sarja PZT(1), PZT(4bis) si PZT(5), precum si

PZT(2): $Pb(Nb_{0.02}V_{0.01}Li_{0.007}Ti_{0.458}Zr_{0.505})O_3$, tratat termic la 1250 °C

PZT:Nb: $Pb(Nb_{0.02}Li_{0.007}Ti_{0.463}Zr_{0.51})O_3$, tratat termic la 1250 °C

Au fost efectuate masuratori de rezonanta electronica de spin (RES) in regim continuu in banda X de frecventa (9.4 GHz) la temperatura camerei (TC) si in banda Q de frecventa (34 GHz) la 90 K, folosind echipamentele existente in cadrul Centrului de cercetari prin tehnici RES avansate (CetRESav) din cadrul INCDFM. Masuratorile au fost efectuate in conditii de sensibilitate marita (putere de microunde 10 mW in banda X si ~2.7 mW in banda Q), amplitudinea modulatiei campului magnetic 0.4 mT, scanari multiple), pentru a putea pune in evidenta semnale foarte slabe.

Probele au fost introduse in tuburi de cuarț cu diametrul interior/diametrul exterior de 1 mm/1.6 mm si, respectiv, 2 mm/3 mm pentru masuratorile in benzile Q si X.

Rezultate:

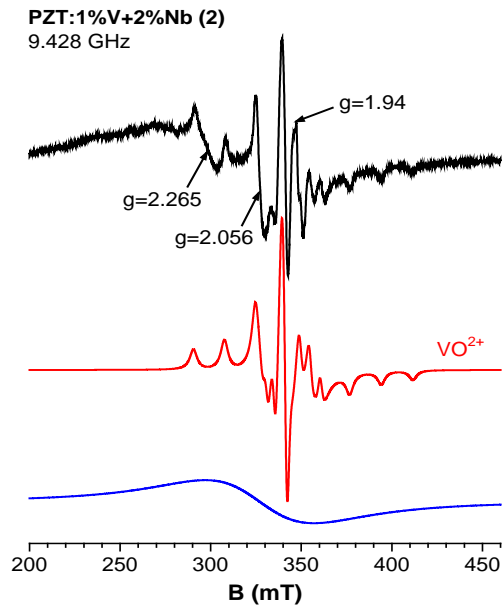
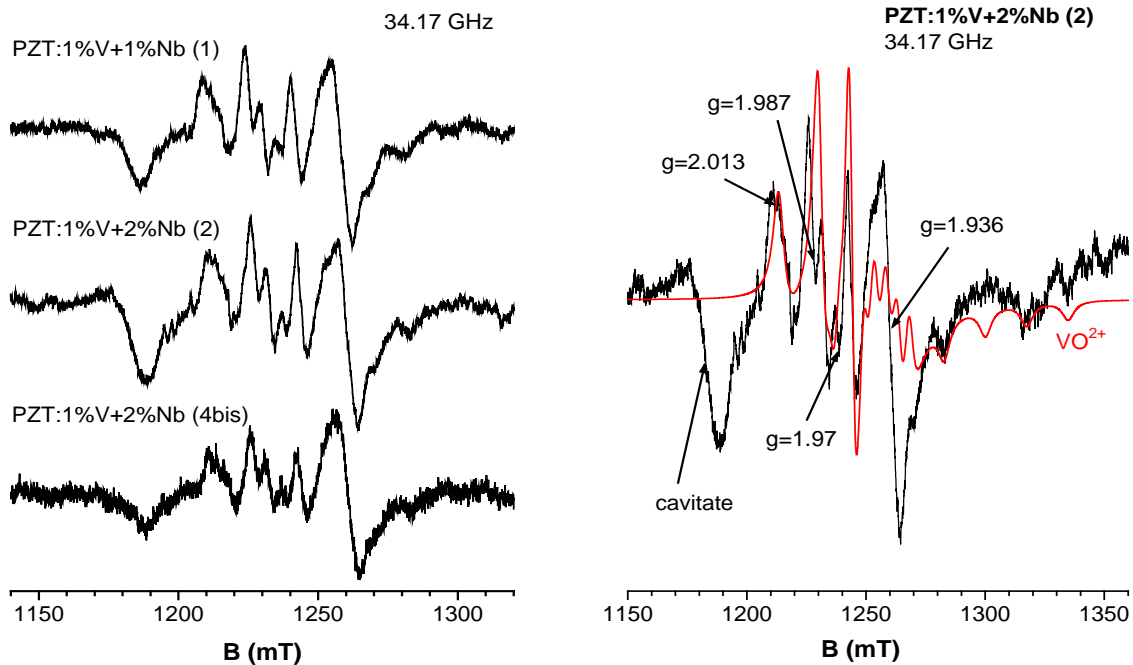


Fig.1. Spectrul RES in banda X al probei **PZT:1%V+2%Nb (2)** masurat la TC.

Spectrele RES obtinute au aratat prezenta mai multor centri paramagnetici. Doar unul dintre acesti centri este asociat ionilor de vanadiu, si anume centrul VO^{2+} constand dintr-un ion V^{4+} cuplat cu un ion O^{2-} . Analiza spectrelor RES observate in cazul centrilor VO^{2+} a fost efectuata folosind Hamiltonianul de Spin (HS) caracteristic unui centru paramagnetic cu spin electronic $S=1/2$ si spin nuclear $I=7/2$, corespunzator izotopului ^{51}V cu abundenta izotopica 100%:

$$H = \mu_B B \cdot g \cdot S + S \cdot A \cdot I + -\mu_N g_N B \cdot I \quad (1)$$

unde primul si ultimul termen reprezinta interactiile Zeeman electronica si respectiv nucleara, iar al doilea termen reprezinta interactia hiperfina. Axele principale ale tensorilor g si A sunt coliniare, cu axa z in lungul directiei V-O. Spectrul RES corespunde unui centru cu simetrie axiala.



(a)

(b)

Fig. 2. (a) Spectrele RES in banda Q ale probelor **PZT:1%V+1%Nb (1)**, **PZT:1%V+2% Nb (2)** si **PZT:1%V+2%Nb (4bis)** masurate la 90 K. (b) Spectrul calculat al centrilor VO^{2+} suprapus peste spectrul experimental al probei **PZT:1%V+2%Nb (2)**.

Determinarea parametrilor HS si simularea spectrelor experimentale utilizand acesti parametri a fost efectuata folosind programul specializat EasySpin.¹ Valorile parametrilor HS astfel obtinute sunt: $g_{\perp} = 1.951 \pm 0.001$, $g_{\parallel} = 1.918 \pm 0.001$, $|A_{\perp}| = (42 \pm 1) \times 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$, $|A_{\parallel}| = (155 \pm 1) \times 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$ si largimea de linie varf-la-varf $\Delta B = 2.8 \pm 0.1 \text{ mT}$ pentru spectrul in banda X si, respectiv, $\Delta B = 3.5 \pm 0.2 \text{ mT}$ pentru spectrul in banda Q.

Spectrul in banda X al centrului VO^{2+} (Fig. 1) este suprapus peste o linie larga cu forma Lorentziana, centrata pe $g \sim 2.06$ si cu largime de linie varf-la-varf $\Delta B \sim 60 \text{ mT}$. Aceasta linie provine, foarte probabil, de la centri paramagnetici aflati in concentratii locale mari, cu puternice interactii dipolare magnetice intre ei.

Pe langa aceasta linie larga exista alte linii suprapuse peste spectrul VO^{2+} . Semnalul de la $g \sim 2.265$ observat in PZT poate fi datorat prezentei unei impuritati de metal tranzitional. Linia de la $g \sim 1.94$ a fost asociata in ref. [2] cu centrul Ti^{3+} , in timp ce linia de la $g \sim 2.056$ poate fi atribuita unor defecte asociate oxigenului.³

Spectrele in banda Q ale probelor **PZT(1)**, **PZT(2)** si **PZT(4bis)** (Fig. 2a) sunt foarte asemanatoare, continand spectrul caracteristic al centrilor VO^{2+} (Fig. 2b). Ca si in cazul spectrului in banda X, se observa cateva linii suprapuse peste spectrul VO^{2+} , la valori ale factorului g de aproximativ 1.936, 1.97 si 1.987, care pot fi atribuite centrilor de tip Ti^{3+} si Zr^{3+} nu numai in PZT, ci si in fazele secundare prezente in ceramica. In Tabelul 1 sunt date pentru comparatie valori ale factorilor g ale centrilor Ti^{3+} si Zr^{3+} observati in alte sisteme. In ceea ce priveste semnalul de la $g \sim 2.013$, acesta poate fi datorat centrilor O_2^- .^{4,5}

In cazul probei **PZT(5)** spectrul in banda Q a relevat prezenta unei linii largi cu forma Gaussiana la $g = 1.9378 \pm 0.0005$, cu largime de linie varf-la-varf $\Delta B \sim 10 \text{ mT}$ (Fig. 3a). Acest semnal provine de la un centru asociat cu un electron capturat, precum Ti^{3+} si Zr^{3+} , si el se regaseste si in celelalte probe dopate cu vanadiu. Este posibila si o alta explicatie pentru acest semnal. Astfel, studiile de microscopie electronica au pus in evidenta prezenta unei faze secundare cristalizate de PbV_2O_6 .

Momo et al.⁹ au observat un semnal larg la $g = 1.932$ intr-o sticla de PbV_2O_6 supusa unui tratament de devitrificare, pe care l-au asociat ionilor V^{4+} , formati prin captura unui electron la un ion V^{5+} . Largimea varf-la-varf a semnalului este considerabil mai mica decat domeniul de camp magnetic ocupat de spectrul V^{4+} cu structura hiperfina rezolvata. Absenta structurii hiperfine este atribuita miscarii de salt a electronului intre ioni adiacenti in retea, miscare care conduce si la ingustarea semnificativa a spectrului. Linia larga, structurata de la $g \sim 2.044$ provine foarte

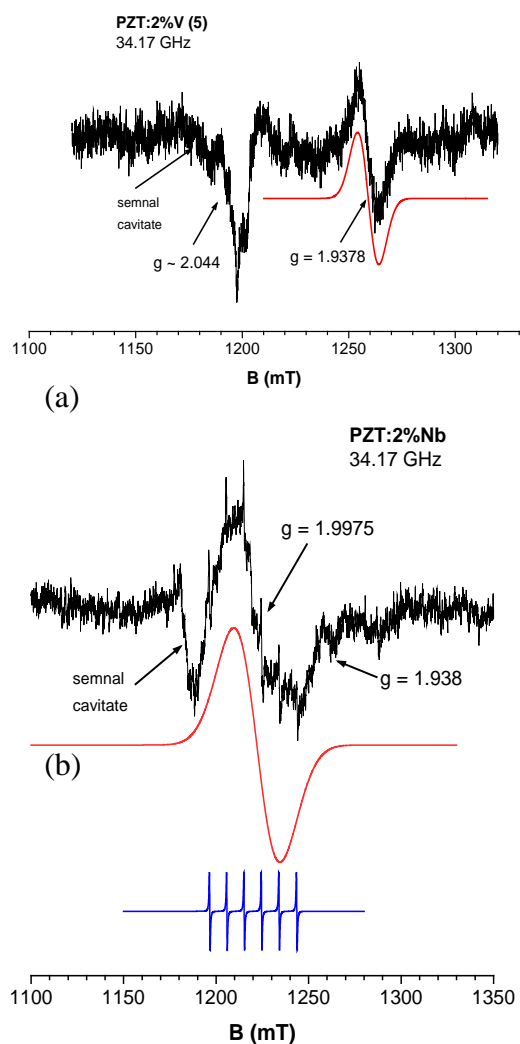


Fig. 3. (a) Spectrul RES in banda Q al probei **PZT:2%V (5)** masurat la 90 K. (b) Spectrul RES in banda Q al probei **PZT:2%Nb** masurat la 90 K.

probabil de la centri de captura de goluri asociati oxigenului.³ Valoarea relativ mare a acestui factor poate fi explicata prin posibila prezenta a unor impuritati in vecinatatea ionului de oxigen.¹⁰

Tabelul 1. Parametrii RES ai centrilor Ti^{3+} si Zr^{3+} observati in diferite materiale.

Centru / retea gazda	g_{\square}	g_{\parallel}	Ref.
Zr^{3+} coordonat de 6 O^{2-} / monocristale de ZrO_2	1.852	1.989	[6]
Zr^{3+} de suprafata / nanopulberi de ZrO_2	1.975	1.958	[7]
Ti^{3+} / PZT	1.94	1.94	[2]
Ti^{3+} / TiO_2 rutil	1.9665	1.9475	[8]
Ti^{3+} / TiO_2 anatase	1.9876	1.9615	[8]

In spectrul RES al probei **PZT:Nb** se observa o linie larga cu forma Gaussiana la $g = 1.9975 \pm 0.0005$, cu largime de linie varf-la-varf $\Delta B \sim 25$ mT (Fig. 3b), care poate proveni de la diferite defecte. Apare de asemenea un spectru caracteristic ionilor impuritate Mn^{2+} ($S = 5/2$, $I = 5/2$) cu $g = 2.0007 \pm 0.0002$ si $A = -(87.9 \pm 0.5) \times 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$. Aspectul spectrului si valorile parametrilor RES conduc la concluzia ca ionii Mn^{2+} sunt localizati in pozitii coordonate de 6 ioni O^{2-} , intr-o retea cristalina cu un grad ridicat de dezordine.¹¹ La $g \sim 1.938$ apare un semnal slab.

Concluzii

Studiile TEM pe probele **PZT(1)**, **PZT(4bis)** si **PZT(5)** au aratat, rin diagramele de difractie de electroni, prezenta unor faze secundare bazate pe vanadiu. Imagistica spectrala EELS-SI a evidentiat o segregare a oxidului de vanadiu intr-o matrice ce contine oxid de titan. Prin spectroscopie EELS s-au identificat starile de oxidare ale vanadiului ca fiind +4 in proba **PZT:1%V+1%Nb (1)**, +3 in proba **PZT:1%V+2%Nb (4bis)** si +5 in proba **PZT:2%V (5)**.

Studiile RES au identificat prezenta ionilor V^{4+} izolati in retea cristalina a PZT in cele trei probe co-dopate cu V si Nb. In proba **PZT:2%V (5)** dopata cu V_2O_5 exista ioni V^{4+} in faza cristalizata secundara PbV_2O_6 . Deoarece semnalul RES asociat acestor centri este prezent si in probele co-dopate, este posibil ca aceasta faza sa fie prezenta si in aceste probe, dar in cantitate mai mica si mai slab cristalizata, fapt pentru care nu a fost evidentiat prin HRTEM. Rezultatele obtinute indica faptul ca valenta si distributia ionilor de vanadiu este diferita in probele cu cantitate diferita de Nb_2O_5 adaugata in ceramica de PZT.

Referinte

- [1] S. Stoll, A. Schweiger, J. Magn. Reson. 178 (2006) 42-55
- [2] W. L. Warren, B. A. Tuttle et al, Appl. Phys. Lett. 62 (1993) 482-484
- [3] G. Yang, Z. Jiang et al, J. Mater. Chem. 20 (2010) 5301-5309
- [4] D.-Y. Lu, T. Ogata et al, Appl Magn Reson 40 (2011) 213-220
- [5] J. M. Coronado, A. J. Maira et al, Langmuir 17 (2001) 5368-5374
- [6] V. M. Orera, R. I. Merino et al, Phys. Rev. B 42 (1990) 9782-9789
- [7] N. Korsunskaya, M. Baran et al, Mater. Res. Express 1 (2014) 045011
- [8] R. Scotti, M. D'Arienzo et al, Appl. Catalysis B 88 (2009) 497-504
- [9] F. Momo, A. Sotgiu et al, J. Mater. Sci 17 (1982) 3221-3226
- [10] C. Gionco, S. Livraghi et al, Chem. Mater. 27 (2015) 3936-3945
- [11] M. Stefan, S.V. Nistor, J. N. Barascu, J. Magn. Reson. 210 (2011) 200-209

6. Rezultate, stadiul realizării obiectivului fazei, concluzii și propuneri pentru continuarea proiectului (se vor preciza stadiul de implementare a proiectului, gradul de indeplinire a obiectivului cu referire la tintele stabilite si indicatorii asociati pentru monitorizare si evaluare).

Studiile TEM pe probele **PZT:1%V+1%Nb (1)**, **PZT:1%V+2%Nb (4bis)** si **PZT:2%V (5)** au aratat prezenta unor faze secundare asociate vanadiului. Imagistica spectrala EELS-SI a evidentiat o segregare a oxidului de vanadiu intr-o matrice ce contine oxid de titan.

Din studiile EELS au fost identificate stările de oxidare ale vanadiului ca fiind +4 in proba **PZT:1%V+1%Nb (1)**, +3 in proba **PZT:1%V+2%Nb (4bis)** si +5 in proba **PZT:2%V (5)**.

Studiile RES au identificat prezenta ionilor V^{4+} izolati in rețeaua cristalina a PZT in cele trei probe co-dopate cu V si Nb. In proba **PZT:2%V (5)** exista ioni V^{4+} in faza cristalizata secundara PbV_2O_6 .

Rezultatele obtinute indica faptul ca valenta si distributia ionilor de vanadiu este diferita in probele cu cantitate diferita de Nb_2O_5 adaugata in ceramica de PZT.

Aceste rezultate urmeaza a fi corelate de catre cercetatorii care au propus proiectul CERIC nr. 20152049 cu proprietatile piezoelectrice si feroelectrice ale ceramicilor, in vederea ajustarii parametrilor de sinteza.

Rezultatele obtinute in cadrul acestei faze de proiect fac obiectul articolului stiintific in curs de redactare pentru publicarea in revista *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, intitulat “*Vanadium valence states in PZT codoped with V and Nb determined by electron energy loss and magnetic resonance spectroscopies*”, articol avand ca autori pe R.F. Negrea, C. Ghica, M. Stefan, D. Ghica, A.M. Vlaicu, L. Amarande (INCDFM, Magurele).

Stadiul realizarii obiectivului: Obiectivele acestei faze au fost indeplinite in totalitate.

Responsabil proiect
Dr.Adrian Crisan

Responsabili faza
Dr. Raluca Negrea

Dr. Mariana Stefan