University of Mosul
College of Science

Preparation of Laser Active Medium Using Sol-Gel Technique

Ph.D. Thesis Submitted By

Mohammed Alwan Hamza Abd Al-Gubori

To

Council of the College of Science University of Mosul In Partial Fulfillment of the requirement for the Degree of
DOCTOR OF PHILOSOPHY
In
Molecular physics

Supervised by :
Prof. Dr. Anwar Mustafa Ezzat
Prof. Dr. Adnan Saleh Mohammad

2014 A.H. **1435 A.D.**

ABSTRACT

This work describes a synthesis of Neodymium ions Nd^{3+} doped Titanium dioxide TiO_2 via sol-gel technique (doping ratio equal to 2%wt, 5%wt, 7%wt and 12%wt). Annealed process was done for pure and doped samples at temperature 570^oC. The period of annealed process for pure samples are equal to ½,1, 2 and 3 hours, while the period of annealed for doped samples is equal to 2 hours. Prepared samples were analyzed by a variety of techniques, including X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared radiation (FTIR), absorption and emission spectrometer to investigate the structure and spectroscopic properties of doped samples.

XRD analysis shows that TiO_2 prepared samples have amorphous structure turn to polycrystalline anatase structure after annealing process. The lattice constant parameters 'a' and 'c' of the tetragonal lattice anatase TiO_2 powder has been calculated; the results showed that the value of 'a' remains essentially unchanged, while the lattice constant 'c' increases with lowest dopant ratio then decreases with highest dopant ratio. This is due to a combination of interstitial and substitutional accommodation of the dopant ions. The grain size was calculated by using Scherer's formula and it was found that the grain size of TiO_2 particles decreased with increasing of Nd^{3+} doped ratio.

FTIR spectrums for pure and doped samples after annealing show a single transmission peak at wave number around 1200 cm^{-1}. The transmission ratio of the peak depends on Nd^{3+} concentrations and its value rises from 1.82% (for pure TiO_2) to 86.9% (for doped with 12%wt Nd^{3+}). FTIR analysis suggests that we could use Nd:TiO_2 nanoparticle powder as optical band-pass filter at a wavelength around 8.34μm (~1200 cm^{-1}).

The absorption and emission spectra to Nd:TiO_2 sample are close similar to absorption and emission spectra of Nd:YAG crystal. Emission spectrum shows that energy levels manifolds $^4I_{9/2}$ and $^4I_{11/2}$ of Nd^{3+} are affected by crystal field of TiO_2 and split into energy sublevels which are quietly different from the known energy sublevels of Nd^{3+} in YAG or glass medium. A Judd-Ofelt analysis is performed to calculate the optical properties of Nd^{3+} ions embedded in TiO_2 and compare it with optical properties of Nd:YAG crystal. In compression with Nd: YAG (peak at 1063nm), the doped TiO_2 prepared sample have a suitable stimulation peak emission cross-section $\sigma_{em}(\lambda)$ for the peak at 1069nm (transmission $^4F_{3/2} \rightarrow {}^4I_{11/2}$).

The conclusions of this study show that the doped Titania sample have an optical properties similar to optical properties Nd:YAG crystal, which gives an acceptable indication in the direction of using sol-gel technique to prepare Nd: TiO_2 as a solid state laser active medium.

جامعة الموصل

كلية العلوم

تحضير وسط ليزري فعال باستخدام تقنية الصول – جل

اطروحة تقدم بها الطالب

محمد علوان حمزة عبد الجبوري

الى

مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل وهي جزء من متطلبات نيل

درجة الدكتوراه فلسفة في إختصاص

علوم فيزياء الجزيئية

بإشراف

الأستاذ الدكتور انور مصطفى عزت **الاستاذ الدكتور عدنان صالح محمد**

1435 هـ ***2014 م***

المستخلص

يصف هذا العمل استخدام تقنية الصول–جل Sol-gel لتحضير عينات من مادة ثاني اوكسيد التيتانيوم TiO_2 المشوبة بايون النديميوم الثلاثي Nd^{+3} (وبنسب إشابة 2%wt ، 5%wt ، 7%wt و 12%wt). خضعت العينات المحضرة (النقية و المشوبة) لعملية التلدين بدرجة حرارة 570°C ولفترات زمنية تعادل ½، 1 ، 2 و 3 ساعات بالنسبة للعينات النقية، بينما فترة التلدين للعينات المشوبة تعادل 2 ساعة. لأجل التحقق من الخصائص التركيبية والطيفية للعينات المحضرة، اجريت على العينات فحوصات حيود الاشعة السينية XRD ،فحوصات FTIR ، فحوصات طيف الامتصاص و فحوصات طيف التألق.

وبينت فحوصات XRD أن العينات المحضرة ذات بُنية عشوائية تتحول الى التركيب المتعدد التبلور لمادة TiO_2 وبطور الأناتيس بعداجراء التلدين. تم حساب ثوابت الشبيكة الرباعية لطور الأناتيس. وجد ثبوت قيمة 'a' مع تغيير نسبة الإشابة بينما زيادة قيمة 'c' بزيادة نسب الإشابة لحالة نسب الإشابة الواطئة ومن ثم إنخفاض قيمة 'c' عند نسب الإشابة العالية. مما يؤشر على حصول حالتي إنتشار و استبدال مواقع للأيون الفعال Nd^{3+} داخل التركيب البلوري لـ TiO_2. ووجد أن الحجم الحبيبي لجسيمات TiO_2 يقل مع زيادة معدل الإشابة بالأيون الفعال.

بينت فحوصات FTIR للعينات بعد اجراء عملية التلدين إن مسحوق مادة TiO_2 يملك قمة نفاذية قريبة من $1200\ cm^{-1}$، وان كل من عملية التلدين والإشابة بالايون Nd^{3+} ترفع من قيمة نفاذية هذه القمة ويجعلها القمة الوحيدة الظاهرة ضمن المدى $400 - 4000\ cm^{-1}$. معدل النفاذية لهذه القمة يرتفع من 1.8% (لعينة TiO_2 النقية) الى 86.9% (لعينة TiO_2 المشوبة بنسبة 12%wt). مما يعطي مؤشراً على امكانية استخدام مسحوق $Nd:TiO_2$ كمرشح بصري عند الطول الموجي $8.34\mu m$ ($\sim 1200cm^{-1}$).

طيف امتصاص وتألق العينات المشوبة في المجال المرئي قريب الشبه من طيف الامتصاص والتألق المعروف لبلورة Nd:YAG مصنعة بالطرق التقليدية. من خلال طيف التألق تبين ان المستويات الطاقية لأيون Nd^{3+} تتأثر بالمجال البلوري لـ TiO_2 وتنقسم لمستويات طاقية فرعية تختلف عن ما هو معلوم عن المستويات الطاقية الفرعية للأيون Nd^{3+} في الوسط المُضيف الزجاج او البلورة YAG . بتطبيق نظرية Judd-Oflet ومن خلال تحليل طيفي الامتصاص والتالق تم حساب الخصائص الطيفية للعينات المحضرة والبلورة Nd:YAG، وجد أن مقدار المقطع العرضي للانبعاث المحفز $\sigma_{em}(\lambda)$ Stimulated Emission cross-section للعينات المحضرة (الخاص بقمة التألق 1069nm) وهو تقريبا قريب من قيمته المحسوبة للبلورة Nd:YAG (الخاص بقمة التألق 1063nm).

أشارت نتائج هذه الدراسة إلى أن العينات المشوبة تملك خصائص بصرية قريبة من الخصائص البصرية للبلورة Nd:YAG. مما يولد مؤشراً لإمكانية استخدام تقنية الصول– جل لإنتاج عينات $Nd:TiO_2$ كوسط ليزري فعال.