

УДК 666.655+538.955

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДВУХСЛОЙНОГО
КОМПОЗИТА BCZT/MFO**А.А. Прач, А.Ю. Рыбаченко, А.А. Волов

Научный руководитель: профессор, д.т.н., Р.А. Сурменев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: nastya.prach@mail.ru

**STUDY OF STRUCTURAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF A BILAYER BCZT/MFO
COMPOSITE**A.A. Prach, A.Y. Rybachenko, A.A. Volov

Scientific Supervisor: Prof. Dr. R.A. Surmenev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: nastya.prach@mail.ru

Abstract. *In the present study, we investigated magnetoelectric and dielectric properties of bilayer $0.5\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3-0.5(\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3/\text{MnFe}_2\text{O}_4$ composite.*

Введение. Прямой магнитоэлектрический (МЭ) эффект заключается в индуцировании электрической поляризации в материале во внешнем магнитном поле. В свою очередь, обратный МЭ эффект основан на изменении намагниченности при приложении электрического поля [1]. Магнитным и сегнетоэлектрическим состояниями можно управлять и переключать их с помощью напряженности электрического и магнитного полей, соответственно. Магнитоэлектрический эффект в композитах зависит от микроструктуры композита и типа связи. Потенциальными областями применения композитных МЭ материалов являются датчики магнитного поля, устройства с настройкой электрического поля и магнитного поля на микроволновых и миллиметровых волнах, а также миниатюрные антенны [2].

Таким образом, **целью данной работы** является исследование магнитоэлектрических и диэлектрических характеристик двухслойного композита $0.5\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3-0.5(\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3$ (BCZT)/ MnFe_2O_4 (MFO).

Экспериментальная часть. Феррит марганца был получен гидротермальным синтезом. Для этого 1,2 ммоль $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ и 2,4 ммоль $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяли в деионизированной воде и добавляли 0,75 М раствор NaOH. Формирование феррита марганца происходило после температурной обработки раствора (200 °С) в автоклаве в течение 3 ч. После окончания синтеза для понижения щелочности реакционной массы ее промывали водой до нейтрального pH. После сушки, порошок феррита марганца смешивали со связующим, прессовали и отжигали при 1000 °С в течение 2 ч.

Сложный оксид состава BCZT был получен механохимическим синтезом с помощью планерной шаровой мельницы (Retsch PM 200). Помол осуществлялся в течение 12 ч при скорости 250 об/мин. Полученную смесь отжигали при 1100 °С в течение 5 ч и смешивали со связующим, прессовали и

отжигали при температуре 1450 °С в течение 3 ч. Поляризацию керамики проводили при 2 кВ/мм в силиконовом масле при температуре 40 °С.

Морфология синтезированных нанопорошков и керамики была исследована с помощью растровой электронной микроскопии (Quanta 200 3D). Структурные исследования выполнялись с помощью рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu XRD-7000. Значения пьезоэлектрической постоянной d_{33} были измерены спустя сутки после поляризации при комнатной температуре с помощью Piezo d_{33} Test System (APC International Ltd). Поляризационные кривые были получены при комнатной температуре и частоте 1 Гц при использовании тестера сегнетоэлектриков aix ACCT system TF - analyzer 2000 (Германия). Для определения показателя механической добротности и электромеханического коэффициента использовали измеритель иммитанса RLC-метр АКТАКОМ АМ-3026 (Россия). Прямой магнитоэлектрический эффект был исследован на экспериментальной автоматизированной установке для исследования магнитоэлектрических эффектов в НОЦ «Магнитоэлектрические материалы и устройства» РТУ МИРЭА (г. Москва).

Результаты. Распределение частиц порошка BCZT по размеру является бимодальным с максимумами в 200 и 800 нм. Средний размер зерен керамики находится в диапазоне от 10 до 12 мкм. Полученные наночастицы MFO имеют сферическую форму и средний диаметр 74 ± 16 нм. По данным рентгенофазового анализа порошок феррита марганца содержит незначительное количество гематита. Порошок BCZT, полученный в данной работе, обладает кубической структурой перовскита. Для дифрактограммы керамики, расщепление рефлексов (111) и ($1\bar{1}1$) при $\sim 39^\circ$ и рефлекс (200) при $\sim 45^\circ$ указывают на присутствие орторомбической фазы. С другой стороны, одиночный рефлекс (111) при $\sim 39^\circ$ и рефлексы (002) и (200) при $\sim 45^\circ$ указывают на присутствие тетрагональной фазы.

Среднее значение пьезомодуля d_{33} при комнатной температуре полученной керамики составляет 342 ± 11 пКл/Н. Значение механической добротности и электромеханического коэффициента керамики, рассчитанные на резонансной частоте (рис. 1), равны $Q_m = 28$ и $k = 26$ %, соответственно.

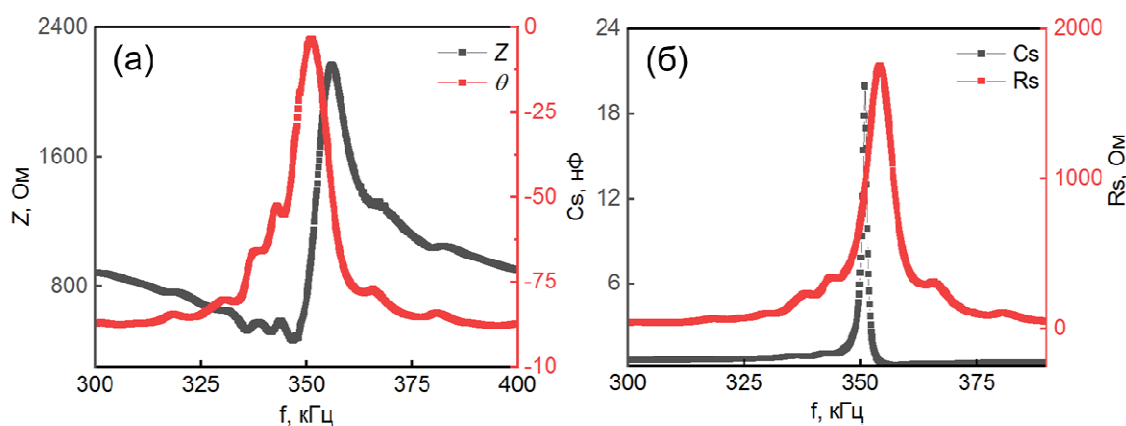


Рис. 1. а) Зависимость импеданса и фазы от частоты, б) зависимости емкости и сопротивления от частоты

Производилось измерение относительной диэлектрической проницаемости в диапазоне температур от 30 до 120 °С. Установлено максимальное значение $\epsilon_m = 15451$ было при температуре 110 °С. Петля диэлектрического гистерезиса керамики BCZT (рис. 2) вышла на насыщение при напряженности электрического поля 11,82 кВ/см при значении коэрцитивной силы 2,06 кВ/см.

Поляризация насыщения ($P_{\text{нас}}$) изменялась от 2,24 до 13,61 мкКл/см², остаточная поляризация ($P_{\text{ост}}$) от 0,72 до 3,87 мкКл/см².

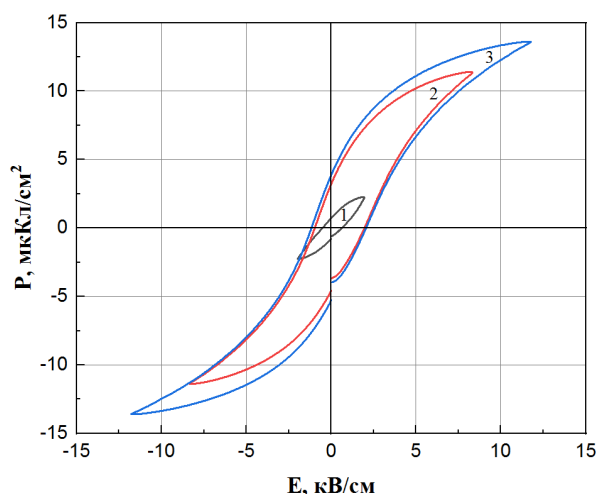


Рис. 2. Петли диэлектрического гистерезиса керамики BCZT при напряжении 1) 0,4, 2) 1,7, 3) 2,4 кВ

Значение максимальной запасенной электрической энергии, рассчитанной по формуле 1, равно $J_{\text{запас}} = 115,13$ мДж/см³ при КПД = 72%.

$$J_{\text{запас}} = \int_{P_{\text{ост}}}^{P_{\text{нас}}} EdP \quad (1)$$

Для определения магнитоэлектрического коэффициента ламината BCZT/MFO измеряли амплитудно-частотную характеристику в диапазоне постоянных магнитных полей $H = 0-3$ кЭ и амплитуде переменного магнитного поля $h = 0,25$ Э, при этом магнитное поле прикладывали в плоскости таблетки и по нормали к плоскости таблетки. Значение МЭ-коэффициентов (α) равны 0,05 и 0,07 В/(Э·см), соответственно.

Заключение. В данной статье экспериментально исследован магнитоэлектрический эффект в керамических композиционных материалах на основе феррита марганца и пьезокерамики цирконата-титаната бария-кальция. Значение МЭ-коэффициентов равны 0,05 и 0,07 В/(Э·см).

Авторы выражают благодарность за помощь в проведении исследований директору Фетисову Ю.К., сотрудникам НОЦ «Магнитоэлектрические материалы и устройства» РТУ МИРЭА за помощь в проведении исследований, а также Холкину А.Л. (ТПУ, г. Томск).

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (соглашение #075-15-2021-588 от 1.06.2021).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lam K.H., Lo C.Y., Chan H.L.W. Frequency response of magnetoelectric 1–3-type composites // Journal of Applied Physics. – 2010. – V. 107. – №. 9. – P. 3901.
2. Nan C.W., Bichurin M.I., Dong S., Viehland D. Multiferroic magnetoelectric composites: Historical perspective, status, and future directions // Journal of Applied Physics. – 2007. – V. 103. – №. 3. – P. 1101.