

Микроструктурные особенности и комплексные электромеханические параметры бессвинцовых сегнетопъезокерамик

Н.А. Швецова¹, М.А. Луговая¹, И.А. Швецов¹, А.П. Турыгин², В.Я. Шур², А.Н. Рыбьянец¹

¹Южный федеральный университет, 344090 Ростов-на-Дону, Россия
e-mail: wbeg161@gmail.com

²Уральский федеральный университет, 620002 Екатеринбург, Россия

Интерес к бессвинцовым сегнетопъезокерамикам связан, главным образом, с возрастающим вниманием к экологическим проблемам. Среди известных бессвинцовых керамик на основе ниобатов щелочных металлов наибольший практический интерес представляют сегнетопъезокерамики на основе твердых растворов $(\text{Na},\text{Li})\text{NbO}_3$ [1], демонстрирующие низкие значения диэлектрической проницаемости ($\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 \approx 150$) и плотности ($\rho \approx 4500$ г/см³) при высоких значениях механической добротности ($Q_m \approx 1000$) и пьезоэлектрических параметров ($d_{33} \approx 40$ пКл/Н). Такой набор параметров делает эти составы конкурентоспособными и перспективными для ряда высокочастотных ультразвуковых применений. Однако, несмотря на длительные исследования, высокочастотные свойства бессвинцовых сегнетопъезокерамик до настоящего времени практически не исследовались. В литературе также отсутствуют данные о полных наборах упругих, диэлектрических и пьезоэлектрических параметрах, а также особенностях микро- и доменной структуры ниобатных сегнетопъезокерамик.

Целью настоящей работы являлось исследование микроструктурных особенностей и комплексных упругих, диэлектрических и пьезоэлектрических параметров бессвинцовых сегнетопъезокерамик на основе твердых растворов системы $(\text{Na},\text{Li})\text{NbO}_3$ в диапазоне частот до 100 МГц.

В качестве объекта исследования была выбрана бессвинцовая сегнетопъезокерамика состава $\text{Na}_{0.86625}\text{Li}_{0.12375}\text{Sr}_{0.01}\text{Nb}_{0.988}\text{Al}_{0.01}\text{O}_{2.995}$ [1]. В структурном отношении выбранный состав представлял собой двухфазную систему сосуществующих ромбической и ромбоэдрической фаз с преобладанием ромбической фазы. Экспериментальные образцы сегнетопъезокерамики получались методом крупноблочного горячего прессования. Исследуемые образцы пьезокерамики представляли собой диски, отполированные с одной стороны, поляризованные перпендикулярно плоскости полировки.

Визуализация рельефа поверхности керамики проводилась с помощью сканирующего электронного микроскопа Merlin (Carl Zeiss, Германия) с использованием детекторов In-lens и SE2 Carl Zeiss (ускоряющее напряжение 3 - 5 кВт, рабочее расстояние 2.3 - 5.2 мм). Визуализация сегнетоэлектрической доменной структуры выполнялась с помощью сканирующего зондового микроскопа Asylum MFP-3D (Asylum Research, США). Измерения проводились в режиме силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО). Для измерений использовались зонды серии HA_NC W2C (ScanSens) с W₂C покрытием и радиусом закругления зонда 10 нм. Измерения комплексных упругих, диэлектрических и пьезоэлектрических параметров пьезоэлементов выполнялись на стандартных образцах с помощью анализатора импеданса Agilent 4294A и программы анализа резонансных спектров PRAP по разработанной авторами методике [2]. Для получения полного набора комплексных констант использовался стандартный для класса симметрии 6 мм набор одномерных мод колебаний и набор образцов различной формы и размеров. Частотные зависимости комплексных электромеханических параметров экспериментальных образцов исследовались путем последовательного анализа импедансных спектров для основного резонанса и резонансов высших порядков толщинной моды колебаний [2]. Микрофотографии полированной поверхности и доменной структуры образцов пьезокерамики приведены на Рисунках 1 и 2.

Из микрофотографий видно, что исследованная горячепрессованная пьезокерамика характеризуется низкой пористостью $P \approx 1\%$, хаотичной упаковкой кристаллитов с

прямыми и искривленными границами кристаллитов средним размером $R \approx 7$ мкм и периодической доменной структурой, типичной для ниобатных пьезокерамик. Полный набор комплексных констант исследованной сегнетопьезокерамики приведен в Таблице 1.

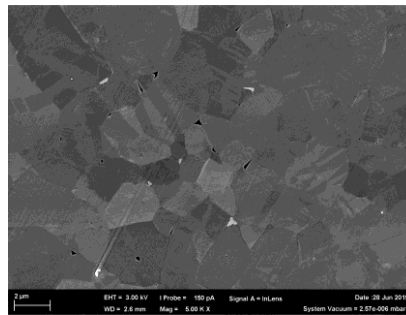


Рисунок 1. SEM микрофотография полированной поверхности образца сегнетопьезокерамики $\text{Na}_{0.86625}\text{Li}_{0.12375}\text{Sr}_{0.01}\text{Nb}_{0.988}\text{Al}_{0.01}\text{O}_{2.995}$.

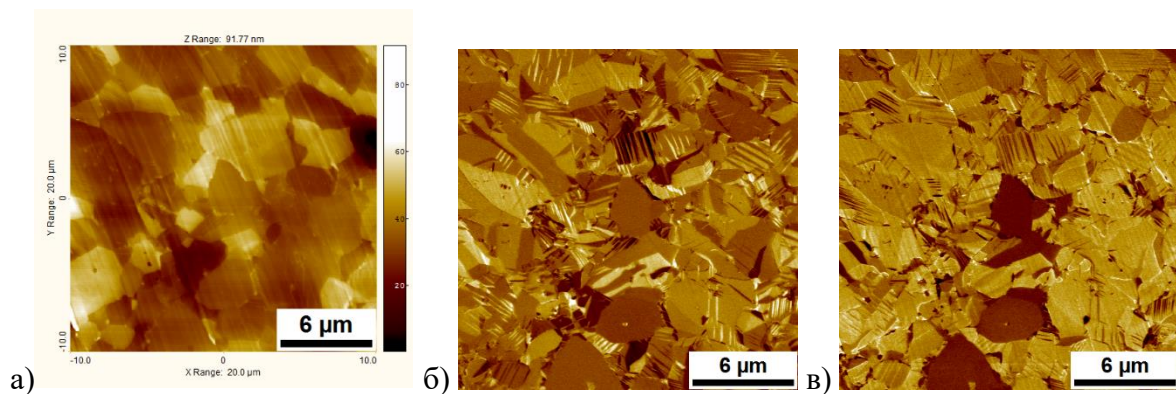


Рисунок 2. Микрофотографии доменной структуры образца $\text{Na}_{0.86625}\text{Li}_{0.12375}\text{Sr}_{0.01}\text{Nb}_{0.988}\text{Al}_{0.01}\text{O}_{2.995}$: (а) топограмма, (б) вертикальная, (в) латеральная компоненты сигнала СМО.

Таблица 1. Комплексные константы исследованной сегнетопьезокерамики.

Параметр	Действительная часть	Мнимая часть	Параметр	Действительная часть	Мнимая часть
S_{11}^E (м ² /Н)	$6.81 \cdot 10^{-12}$	$-1.34 \cdot 10^{-14}$	d_{15} (Кл/Н)	$3.04 \cdot 10^{-11}$	$-1.98 \cdot 10^{-12}$
S_{12}^E (м ² /Н)	$-1.38 \cdot 10^{-12}$	$3.49 \cdot 10^{-15}$	d_{31} (Кл/Н)	$-1.01 \cdot 10^{-11}$	$1.1 \cdot 10^{-13}$
S_{13}^E (м ² /Н)	$-1.04 \cdot 10^{-12}$	-	d_{33} (Кл/Н)	$3.19 \cdot 10^{-11}$	$-2.02 \cdot 10^{-12}$
S_{33}^E (м ² /Н)	$7.02 \cdot 10^{-12}$	$-9.73 \cdot 10^{-14}$	ϵ_{11}^T (Ф/м)	$1.32 \cdot 10^{-9}$	$-1.18 \cdot 10^{-10}$
S_{55}^E (м ² /Н)	$1.58 \cdot 10^{-11}$	$-6.56 \cdot 10^{-14}$	ϵ_{33}^T (Ф/м)	$1.12 \cdot 10^{-9}$	$-1.94 \cdot 10^{-11}$
S_{66}^E (м ² /Н)	$1.64 \cdot 10^{-11}$	$-3.37 \cdot 10^{-14}$	ρ (кг/м ³)	$4.5 \cdot 10^3$	-

Исследование частотных зависимостей электрофизических параметров в частотном диапазоне до 100 МГц показало, что исследованная бесвинцовая сегнетопьезокерамика наряду с низкой диэлектрической проницаемостью, низкой плотностью и высокой скоростью звука, характеризуется отсутствием упругой дисперсии и относительно низким по сравнению с пьезокерамиками системы ЦТС затуханием ультразвуковых волн в высокочастотном диапазоне и может быть использована в высокочастотных ультразвуковых преобразователях для медицинской техники и неразрушающего контроля.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (научный проект № 0852-2020-0032 (БАЗ0110/20-3-08ИФ)).

1. Y. Saito, H. Takao, T. Tani, et al., *Nature* **432** (2004).
2. М.А. Lugovaya, I.A. Shvetsov, N.A. Shvetsova, et al., *Ferroelectrics* **571**, 263 (2021).