

## УСЛОВИЯ ТЕРМООБРАБОТКИ ПЛЕНОК LLZ НА ОСНОВАНИИ ДАННЫХ ОПТИЧЕСКОЙ ДИЛАТОМЕТРИИ

Лялин Е.Д.<sup>(1)</sup>, Ильина Е.А.<sup>(1)</sup>, Перишина Л.С.<sup>(1,2)</sup>, Беляков С.А.<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН

620137, г. Екатеринбург, ул. Академическая, д. 20

<sup>(2)</sup> Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

В современном мире быстро растет популярность тонкопленочных материалов. Тонкие пленки широко используются в различных отраслях таких, как медицина, энергетика, микроэлектроника и др. Применение тонкопленочных технологий в области высокотемпературной электрохимии позволяет снизить внутреннее сопротивление элемента и увеличить его мощность. Немаловажную роль в получении тонкопленочного электролита играет используемая методика и его последующая термическая обработка.

В данной работе представлен подбор условий температурной обработки пленки  $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$  (LLZ), полученной методом шликерного литья. Состав шликерной массы для получения однородной пленки был подобран экспериментально. Шликерная масса имела состав: 37 % порошок  $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ , приготовленный золь-гель методом; 7,5 % поливинилбутираль ПШ-1; 3,7 % полиэтиленгликоль (ПЭГ-200); 1,8 % рыбий жир; 50 % изопропиловый спирт. Шликер получали помолом смеси исходных компонентов в шаровой мельнице (FRITSCH, Германия).

Пленку твердого электролита  $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$  получали путем отливания и разглаживания шликера на Ti подложке аппликатором с зазором 200 мкм на установке MTI MSK AFA-NC100.

Для сохранения однородной бездефектной поверхности пленки  $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$  необходимо подобрать скорость нагрева образца при удалении органической связи. Подбор скорости нагрева термообработки пленки твердого электролита LLZ был произведен с помощью оптической дилатометрии на приборе TA Instruments ODP 868 в температурном диапазоне от 25 до 900 °C с различными скоростями нагрева: 2 и 5 °C/мин. Нагрев со скоростью 5 °C/мин приводил к значительной деформации пленки на начальных стадиях нагрева. В то время как при скорости нагрева 2 °C/мин с 25 до 200 °C происходит монотонное увеличение размера пленки. Незначительные деформации наблюдаются вплоть до 400 °C, при дальнейшем нагреве объем образца уменьшается и в дальнейшем практически не меняется. Объемные изменения пленки связаны с удалением органических компонентов. Таким образом, на основании проведенных исследований был предположен оптимальный режим термообработки для удаления органической связи, состоящий из двух ступеней: нагрев от 25 до 200 °C со скоростью 2 °C/мин и выдержка 60 мин; дальнейший нагрев от 200 до 500 °C со скоростью 5 °C/мин и выдержкой 30 мин.