

СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ГРАДИЕНТНОЙ КЕРАМИКИ
НА ОСНОВЕ НИКЕЛЬ – ЦИНКОВОГО ФЕРРИТАШут В.Н., Сырцов С.Р., Лалетин В.М., Трубловский В.Л., Медведева Ю.В.,
*Петлицкий А.Н.

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, Беларусь

*ОАО «ИНТЕГРАЛ», г. Минск, Беларусь

e-mail: shut@vitebsk.by

Одним из наиболее быстро развивающимся направлением в физике активных диэлектрических материалов является разработка структур с изменяющимися по объёму характеристиками – **градиентных ферроиков (graded ferroics, GF)** [1]. Теоретически предсказано появление ряда уникальных и практически значимых эффектов (например, смещение петель гистерезиса), возникающих в таких системах при приложении переменных электрических (магнитных, деформационных) полей. Наибольший объем работ, выполненных к настоящему времени в данном направлении, посвящен исследованию систем с сегнетоэлектрической неустойчивостью. В частности, создание градиентных структур на основе твёрдых растворов $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ позволило преодолеть один из главных недостатков, присущих однородным материалам – температурную нестабильность их характеристик. В тоже время в градиентных сегнетоэлектриках экспериментально не подтверждено наличие эффектов, предсказанных теорией. Поэтому большой интерес представляет исследование указанных эффектов в градиентных магнитных структурах. Создание таких материалов весьма перспективно и в плане модификации их «традиционных» магнитных характеристик – проницаемости, удельной намагниченности и т.п. Отметим, что в последние годы появились работы, подтверждающие увеличение магнитоэлектрического эффекта в композиционных структурах с градиентной магнитной подсистемой. Целью данной работы является исследование структуры и свойств градиентной керамики на основе феррита $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$, полученной по толсто пленочной технологии.

Объектом исследования являлись многослойные структуры $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$, содержание цинка в которых составляло $x = 0; 0.1; 0.2$. Из исходных порошков методом шликерного литья получали пленки толщиной $\sim 25 \mu m$ [2]. Однородные структуры (с фиксированной концентрацией цинка) собирались из пленок одинакового состава. Для изготовления градиентных структур совместно прессовались пленки различных составов $(Ni_1Fe_2O_4 + (Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4 + (Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$ (по три пленки каждого состава)). Для уменьшения диффузионных процессов на границах слоев с различным составом был применен двухступенчатый режим спекания образцов. На первом этапе температура полученных заготовок повышалась до максимального значения $1270^\circ C$, затем снижалась до $1100^\circ C$ при которой осуществлялась выдержка в течение 3 h. Окончательная толщина многослойных образцов составляла $\sim 200 \mu m$.

Рентгеноструктурные исследования, образцов показали, что используемая технология синтеза позволяет получать однофазные структуры в диапазоне концентрации замещения никеля цинком $x=0-0.2$. Параметры элементарных ячеек градиентной структуры с обеих сторон идентичны их значениям для однородных материалов соответствующего состава. На рисунке 1 представлены SEM-изображения поверхностей градиентного образца с различным содержанием цинка – соответственно при $x=0$ (рис. 1а) и $x=0.2$ (рис. 1б). Однородная микроструктура материалов обеих поверхностей свидетельствует о сбалансированности условий синтеза.

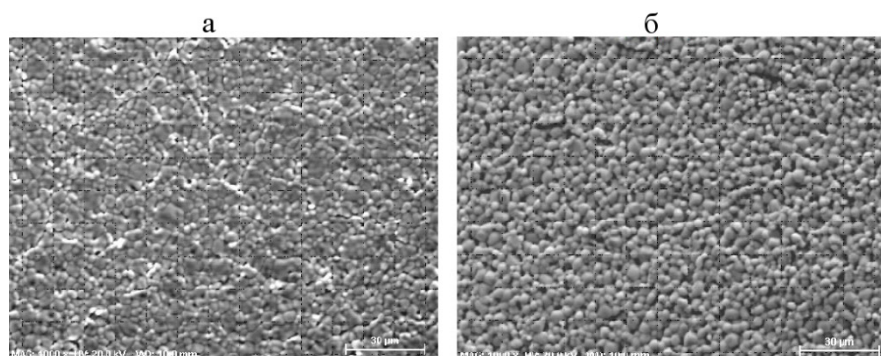


Рисунок 1 - SEM-изображения поверхностей градиентной магнитной керамики с различным содержанием цинка (а – $x=0$, б – $x=0.2$)

SEM-изображение торцевой поверхности и пространственное распределение основных элементов по толщине керамики представлены на рисунке 2.

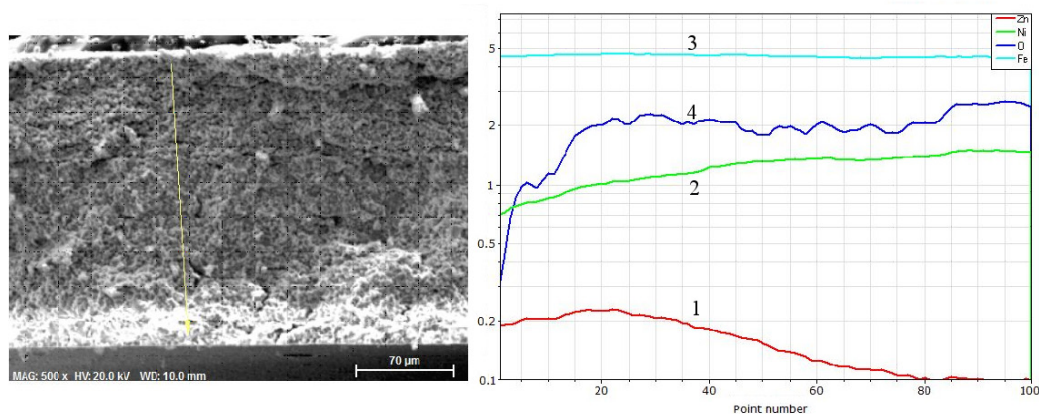


Рисунок 2- SEM-изображение торцевой поверхности и распределение элементов по толщине образца (1 – цинк, 2 – никель, 3 – железо, 4 – кислород)

Видно, что используемая в данной работе технология позволяет добиться квазинепрерывного распределения ионов цинка и никеля по толщине образца в диапазоне концентраций от $x=0$ до 0.2. Можно предположить, что изменение магнитных и диэлектрических характеристик происходят преимущественно по толщине пленок, а каждый из слоев многослойной структуры имеет магнитную восприимчивость χ и удельную намагниченность σ , близкие к параметрам однородных материалов соответствующего состава.

Были изучены зависимости удельной намагниченности градиентных структур от величины индукции магнитного поля $\sigma=f(B)$ при комнатных температурах в геометрии параллельного и перпендикулярного направления магнитного поля относительно плоскости пленок. При приложении поля параллельно плоскости образца петли гистерезиса для всех однородных образцов имели стандартный вид (рис. 3). Для аппроксимации петель гистерезиса каждого из слоев образца использовались выражения :

$$\sigma = \pm \sigma_s \operatorname{th}\left(\frac{\pm B - B_c}{2\delta}\right)$$

где σ_s – намагниченность насыщения, σ_r – остаточная намагниченность (верхний знак соответствует восходящей ветви петли, нижний знак – нисходящей).

Результаты эксперимента подтвердили предположение, что результирующая петля магнитного гистерезиса градиентной структуры может быть образована «суммированием» ординат петель магнитного гистерезиса отдельных слоев структуры (рис. 3).

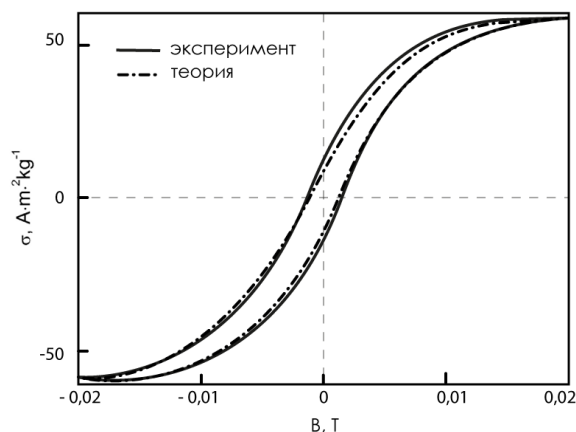


Рисунок 3- Петли магнитного гистерезиса образца с градиентом состава (магнитное поле параллельно поверхности слоя)

В случае если внешнее поле коллинеарно градиенту величины намагниченности (градиенту состава) – $\mathbf{H} \parallel \nabla \sigma$, петли имели вид, представленный на рисунке 4.

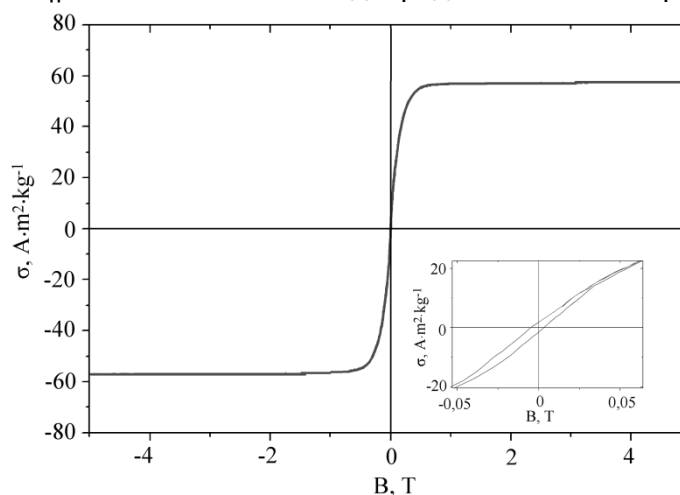


Рисунок 4 - Петли магнитного гистерезиса образца с градиентом состава (магнитное поле $\mathbf{H} \parallel \nabla \sigma$). На вставке детально изображена область вблизи $B = 0$

В пределах погрешности эксперимента, сдвига петли гистерезиса (ни по оси σ , ни по оси B), свидетельствующего о наличии в исследуемых материалах внутреннего поля обнаружено не было. Вероятной причиной этого является наличие в системе полидоменной структуры, препятствующей появлению внутреннего магнитного поля.

Используемый в данной работе метод получения градиентных структур, может быть эффективен при изготовлении магнитных материалов (в частности, ферритов) с модифицированными характеристиками.

Список литературы:

- [1] J.V. Mantese, S.P. Alpay. Graded Ferroelectrics, Transpacitors and Transponents. Springer, New York. (2005). 153 p.
- [2] В.Н. Шут, С.Р. Сырцов, Л.С. Лобановский, К.И. Янушкевич. ФТТ, **58**, 1907, (2016).