

Влияние поляризации на радиопоглощающие свойства керамики $\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3\text{-PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3\text{-PbGeO}_3$ (PMN-PZT-PG)

П.А. Астафьев, Я.А. Рейзенкинд, А.А. Павелко, К.М. Жидель

Научно-исследовательский институт физики Южного федерального университета

Аннотация: Многокомпонентные системы на основе сегнетоэлектрического (PbTiO_3), антисегнетоэлектрического (PbZrO_3) и релаксорного ($\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3$) компонентов рассматриваются в качестве перспективных материалов СВЧ-техники. В рамках всестороннего исследования свойств данного материала измерены зависимости пьезомодуля d_{33} от состава, зависимости спектра коэффициентов передачи и отражения цилиндрических образцов от состава, а также рассчитаны зависимости спектра коэффициента поглощения от состава. Выявлено, что поляризация образцов не оказывает существенного влияния на электрические параметры в СВЧ-диапазоне, что, вероятнее всего, связано с отсутствием структурных изменений поляризованного материала в сравнении с неполяризованным.

Ключевые слова: керамика, поляризация, сегнетоэлектрики, радиопоглощающие свойства

1. Введение

Исследования электрических свойств сегнетоэлектрических материалов в СВЧ-диапазоне активно ведутся уже в течение нескольких десятилетий [1-3]. Эти материалы обладают высокими значениями относительной диэлектрической проницаемости, что, в совокупности с рядом других параметров, позволяет применять их в СВЧ-устройствах таких как резонаторы, фильтры, фазовращатели, выполняя тем самым требование миниатюризации, предъявляемое ко всем современным радиоэлектронным компонентам.

Развитие методов синтеза и исследования функциональных материалов приводит к появлению большого разнообразия многокомпонентных систем, которые могут демонстрировать лучшие характеристики в сравнении с однокомпонентными или двухкомпонентными системами. Так, например, материалы на основе сегнетоэлектрического (PbTiO_3), антисегнетоэлектрического (PbZrO_3) и релаксорного ($\text{PbNb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}\text{O}_3$) компонентов могут, предположительно, иметь подходящие электрические свойства для применения в диэлектрических резонаторах. Материалы таких устройств должны обладать низкими электромагнитными потерями в как можно более широком диапазоне частот. Одним из факторов, влияющих на электрические свойства в СВЧ-диапазоне сегнетоэлектриков, является фазовый состав. В связи с тем, что фазовый состав поляризованной и неполяризованной керамики может отличаться, поляризация сегнетоэлектрической керамики может повлиять на ее радиопоглощающие свойства.

Таким образом, целью данной работы было исследование радиопоглощающих и резонансных свойств поляризованной керамики состава $0.98(x\text{PbTiO}_3-y\text{PbZrO}_3-0.15\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3)-0.02\text{PbGeO}_3$ на микрополосковой линии в СВЧ-диапазоне.

2. Объекты

Объектами исследования послужили поляризованные керамические образцы твердых растворов многокомпонентной системы $0.98(x\text{PbTiO}_3-y\text{PbZrO}_3-$

$0.15\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3$)– 0.02PbGeO_3 (далее PbTiO_3 – PT, PbZrO_3 – PZ, $\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3$ – PMN, PbGeO_3 – PG, вся система – PMN-PZT-PG). При этом молярная доля PT от образца к образцу варьировалась в пределах ($0.3 < x < 0.55$). Фазовая диаграмма (треугольник Гиббса) с указанием составов исследуемых образцов представлен на рисунке 1.

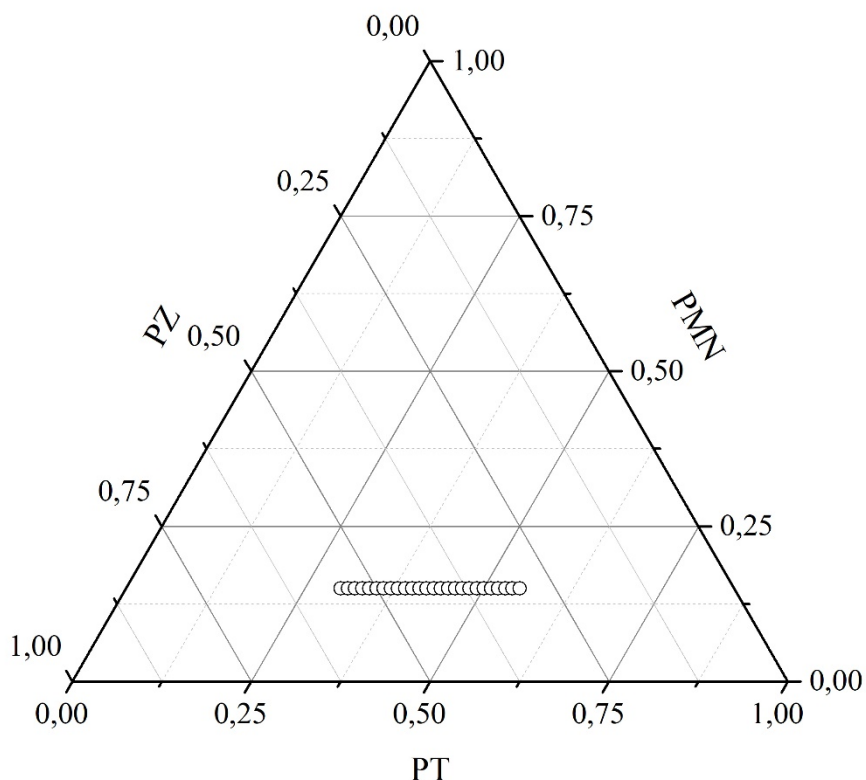


Рисунок 1. Исследованное сечение системы PMN-PZT-PG (треугольник Гиббса)

Для изготовления керамики была использована обычная керамическая технология, исследования ее микроструктуры, электромеханических и электрических свойств были представлены в работе [4] и в цитируемых там статьях. В рамках этих работ керамика была изготовлена в виде цилиндрических столбиков диаметром 10 мм, после чего эти столбики были нарезаны на диски толщиной 1 мм. Погрешность диаметра образцов составляет не более 0,05 мм, а толщины – не более 0,03 мм. Для проведения исследования электрических свойств на торцы образцов были нанесены электроды, образцы были поляризованы. В рамках текущей работы электроды с образцов были сняты путем травления в азотной кислоте.

3. Методы

Измерения пьезоэлектрического модуля d_{33} проводились при помощи измерителя d_{33} YE2730A «APC International Ltd». Радиотехнические измерения выполнялись с помощью векторного анализатора цепей (далее VNA) P9375A "Keysight", имеющим рабочий диапазон частот 300 кГц – 26.5 ГГц. Для измерений использовалась измерительная ячейка, представляющая из себя прямолинейный отрезок микрополосковой линии (далее МПЛ) на подложке из эпоксидного материала, армированного стекловолокном (FR4), с коаксиальными разъемами стандарта SMA 3.5

с обоих концов. Рабочий диапазон частот разъемов до 18 ГГц. Для соединения МПЛ с измерительными кабелями VNA использовались СВЧ-переходы стандарта PC 3.5 с предельной рабочей частотой 26.5 ГГц. При каждой серии измерений проверялось качество контактов коаксиальных соединителей МПЛ и СВЧ-кабелей VNA путем анализа частотных зависимостей S-параметров. На рисунке 2 представлены частотные зависимости S-параметров корректно присоединенной МПЛ.

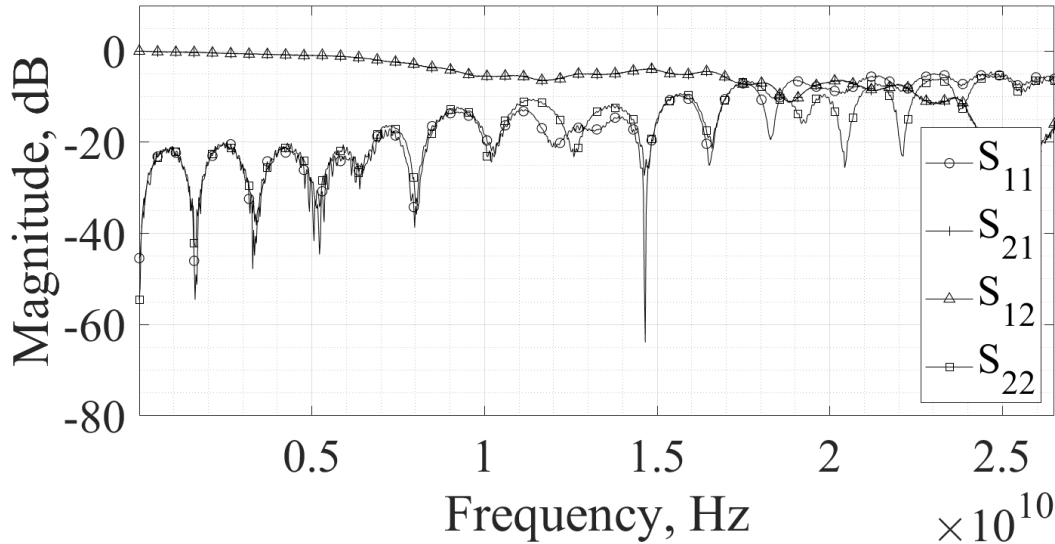


Рисунок 2. S-параметры МПЛ.

Ширина полосы частот с удовлетворительной степенью согласования (уровень коэффициентов отражения (S_{11} , S_{22}) не превышает -20 Дб) составляет около 7 ГГц. На более высоких частотах в местах пайки центральных проводников разъемов к МПЛ возникает излучение, и часть энергии теряется. Самые мелкие пульсации коэффициента отражения с минимальным шагом по частоте, на рисунке 2, вызваны интерференцией малых отражений от мест соединений коаксиальных переходов с измерительными кабелями и разъемами измерительной ячейки.

Исследование проводилось с помощью методики, описанной в работе [5]. Для сравнения коэффициента поглощения двух и более материалов между собой сначала измерялись S-параметры МПЛ без образца. Энергию, рассеянную в МПЛ, можно вычислить как разность энергии падающей волны и суммы энергий отраженной и прошедшей волны. Затем образцы последовательно размещались в одно и то же место на МПЛ и для них аналогичным способом вычислялась рассеянная энергия. Учитывая, что энергия, рассеянная в МПЛ с образцом больше, чем в МПЛ без образца, можно найти их разность. Эта разность будет показывать, какая часть энергии рассеялась при внесении образца в измерительную ячейку. Она состоит из энергии, поглощенной образцом, рассеянной в окружающее пространство за счет наличия образца, и энергии, поглощенной подложкой МПЛ. Третий вклад может возникнуть из-за того, что электромагнитная волна, отраженная образцом, может устремиться в подложку МПЛ. Методика позволяет проводить сравнение уровня поглощения электромагнитных волн СВЧ-диапазона в различных материалах с близкими электрическими параметрами.

4. Результаты и обсуждение

Так как образцы были изготовлены и поляризованы ранее, в первую очередь проверялась степень их поляризации. В качестве параметра для оценки степени поляризации был использован пьезоэлектрический модуль d_{33} . Результаты измерения представлены на рисунке 3.

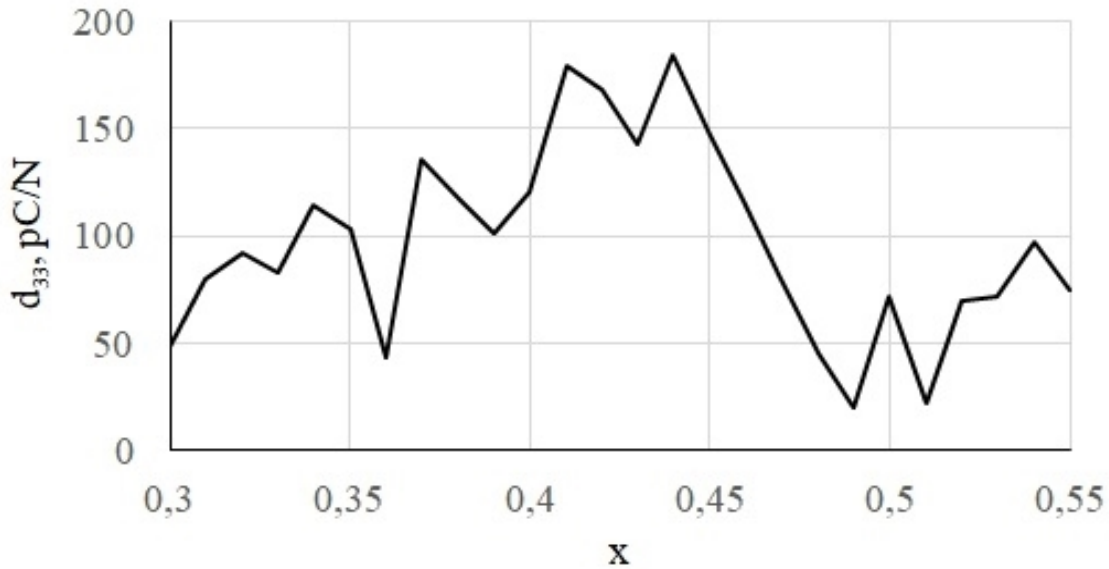


Рисунок 3. Пьезоэлектрический модуль (d_{33}) образцов различного состава.

Сравнивая уровень поляризации с полученными ранее результатами [4], можно увидеть ослабление поляризации в области концентраций РТ $x = 0,35$, что может быть связано со старением образцов, однако в рамках данного исследования это несущественно. Предлагается оценить степень и характер влияния поляризации на резонансные и радиопоглощающие свойства образцов.

На рисунке 4 представлен внешний вид зависимости S-параметров системы с образцом от частоты (для примера выбран образец с концентрацией РТ $x = 0,54$).

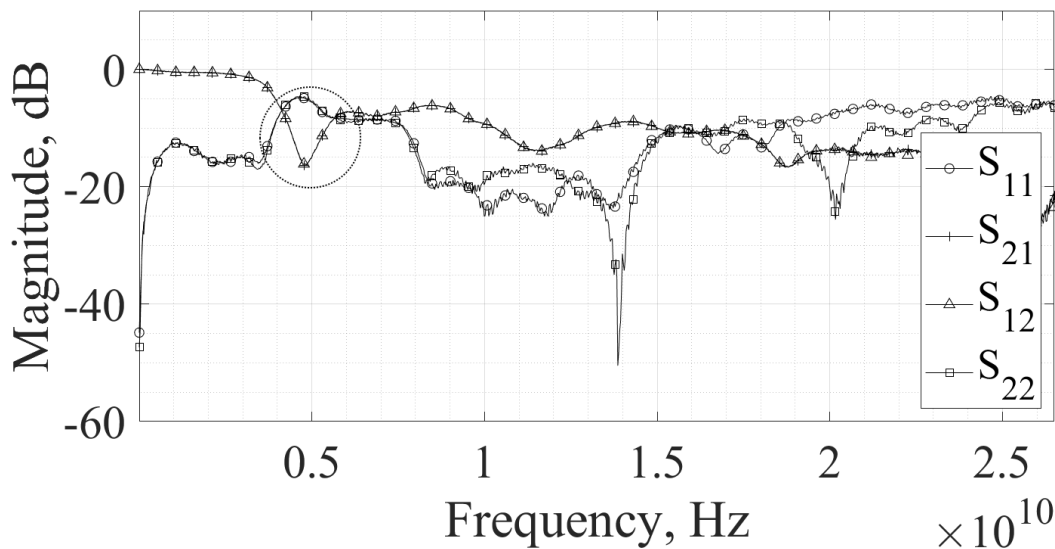


Рисунок 4. S-параметры системы с образцом. Окружностью выделен резонансный провал коэффициента передачи.

При помещении образца энергия отраженной волны перераспределяется так, что пропадают интерференционные провалы коэффициента отражения. Образец с высокой диэлектрической проницаемостью в электромагнитном поле МПЛ представляет собой диэлектрический резонатор, благодаря чему возникают провалы коэффициента передачи на собственных резонансных частотах образца.

Ранее нами уже были исследованы радиопоглощающие свойства данной

многокомпонентной системы [6], при этом была обнаружена корреляционная взаимосвязь радиопоглощающих свойств с фазовым составом образцов (чем больше различных фаз в морфотропной области, тем шире полоса с высоким уровнем поглощения). При поляризации фазовый состав может незначительно измениться, стремясь к большему упорядочению, что в свою очередь может повлиять на поглощающие свойства. На рисунке 5 представлены зависимости коэффициента передачи (S_{12}) от частоты и концентрации РТ для поляризованных образцов в сравнении с неполяризованными.

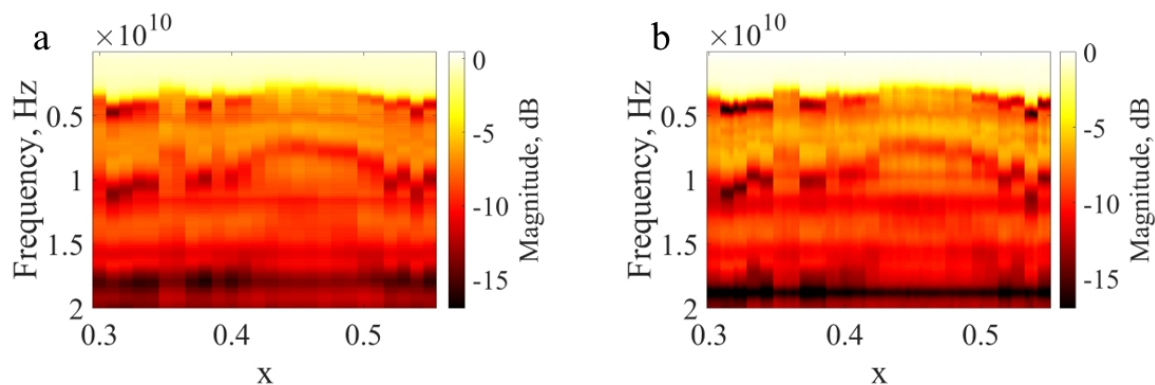


Рисунок 5. Зависимости коэффициента передачи (S_{12}) от частоты и состава неполяризованных (а) и поляризованных (б) образцов системы PMN-PZT-PG.

Как видно из диаграмм, частотные зависимости коэффициента передачи идентичны. Поведение резонансных провалов на частотах 5 и 10 ГГц в зависимости от концентрации в поляризованных образцах схоже с таковым в неполяризованных. Отсутствие существенных отличий также наблюдается и для коэффициента поглощения (рисунок 6).

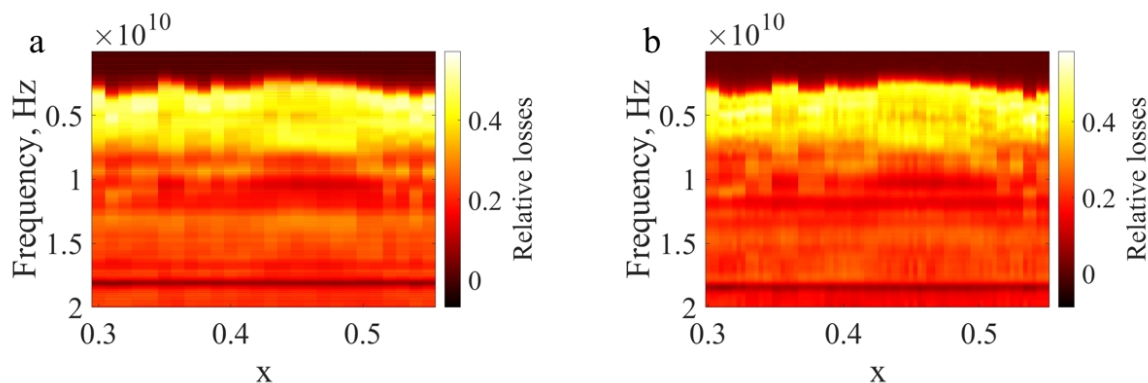


Рисунок 6. Зависимости коэффициента поглощения от частоты и состава неполяризованных (а) и поляризованных (б) образцов системы PMN-PZT-PG.

В связи с предполагаемыми перспективами применения исследуемых материалов в СВЧ-технике целесообразно провести сравнение их характеристик с характеристиками материалов, применяемых в различных секторах радиоэлектронной промышленности. На рисунке 7 представлено сравнение коэффициентов поглощения одного из образцов PMN-PZT-PG, имеющего резонансные минимумы коэффициента передачи, с образцом той же формы, изготовленного из материала СВЧ-поглотителя на основе карбонильного железа, а также с промышленным диэлектрическим резонатором (ДР) на основе титаната бария.

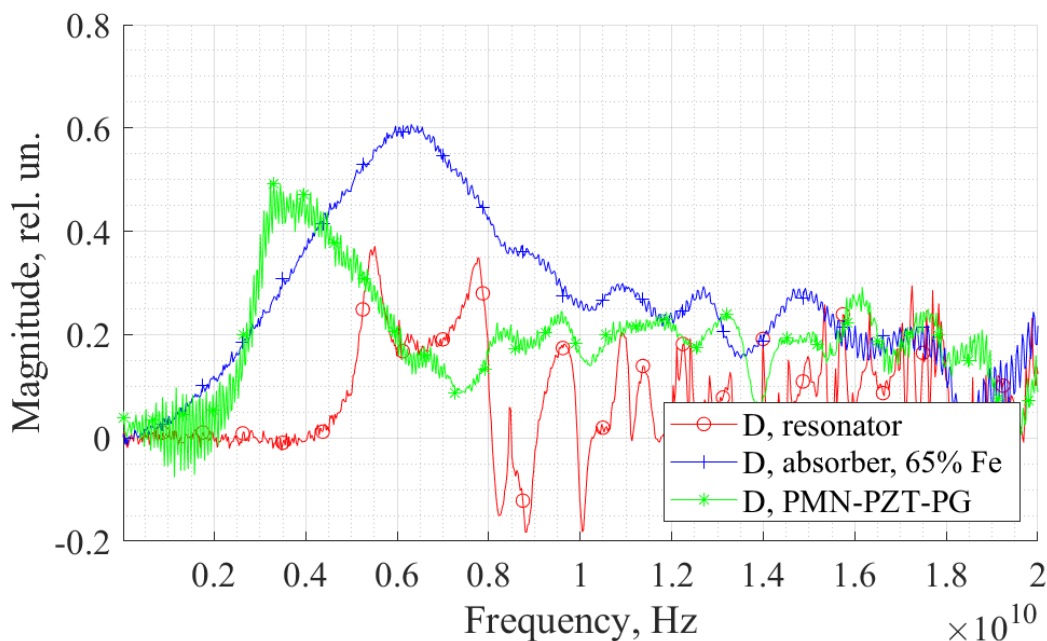


Рисунок 7. Зависимости коэффициента поглощения от частоты образцов системы PMN-PZT-PG, диэлектрического резонатора и образцов материала СВЧ-поглотителя

Коэффициент поглощения исследуемых образцов существенно ниже, чем у СВЧ-поглотителя, что ограничивает область применения исследуемого материала. Сравнение с резонатором в данном случае не вполне корректно, т.к. резонатор имеет размеры, отличные от образца, однако можно увидеть, что общий уровень потерь в резонаторе ниже, и вероятно, обусловлен возникновением резонанса. Отрицательный коэффициент поглощения ДР в диапазоне 8-10 ГГц указывает на улучшение согласования МПЛ в этом диапазоне при наличии ДР.

5. Выводы

Исследование показало, что поляризация образцов оказывает незначительное влияние на резонансные и радиопоглощающие свойства многокомпонентной системы $0.98(x\text{PbTiO}_3 - y\text{PbZrO}_3 - 0.15\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3) - 0.02\text{PbGeO}_3$, что, вероятнее всего, связано с отсутствием микроструктурных различий поляризованной керамики в сравнении с неполяризованной.

Сравнение характеристик исследуемой системы с характеристиками промышленных образцов различных материалов показало отсутствие перспектив использования исследуемого материала в качестве СВЧ-поглотителей. Для оценки перспектив применения в других областях необходимо проводить более глубокое исследование электрических свойств, в частности спектров диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь, с использованием электродинамического моделирования.

Исследование выполнено при **финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (Государственное задание в сфере научной деятельности научный проект № (0852-2020-0032)/(БА30110/20-3-07ИФ))**.

Список литературы

1. Tagantsev A. K. et al. Ferroelectric materials for microwave tunable applications //Journal of electroceramics. – 2003. – Т. 11. – №. 1. – С. 5-66.
2. Petrov V. M., Gagulin V. V. Microwave absorbing materials //Inorganic Materials. – 2001. – Т. 37. – №. 2. – С. 93-98.

3. Lancaster M. J., Powell J., Porch A. Thin-film ferroelectric microwave devices //Superconductor Science and Technology. – 1998. – Т. 11. – №. 11. – С. 1323.
4. Reznitchenko L. A. et al. Phase equilibrium and properties of solid solutions of $\text{PbTiO}_3\text{-PbZrO}_3\text{-PbNb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}\text{O}_3\text{-PbGeO}_3$ system //Inorganic Materials. – 2009. – Т. 45. – №. 2. – С. 173-181.
5. Рейзенкинд Я. А., Клещенков А. Б., Лерер А. М., Нойкин Ю. М. Сравнительная экспресс-оценка потерь энергии электромагнитного поля в электрически активных материалах с помощью микрополосковой линии. – Ростов-на-Дону; Таганрог: Изд-во Южного федерального ун-та. – 2021.
6. Astafev P. et al. Microwave-Absorbing Properties of $\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3\text{-PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3\text{-PbGeO}_3$ (PMN-PZT-PG) Solid Solutions on a Microstrip Line in the Microwave Range //Crystals. – 2022. – Т. 12. – №. 4. – С. 551.