

Анализ морфологии микроструктуры керамики титаната бария, спеченной при различных температурах

И.Л. Мыльников, В.Ю. Нурмухаметов, А.С. Антонова, А.И. Дедык

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»

Аннотация: проведено сравнение двух методик измерения размеров зёрен в керамике BaTiO_3 , изготовленной при спекании в интервале температур 1200–1425 °С. Показано, что результаты, полученные предложенным лабораторным методом и стандартным хордовым методом, согласуются между собой.

Ключевые слова: титанат бария, керамика, сегнетоэлектрики

Введение

Физические свойства сегнетоэлектрической керамики определяются несколькими ключевыми факторами, включая размер зерен, плотность материала, наличие легирующих примесей и структурных дефектов. Особый интерес представляют размерные эффекты (grain-size effects), которые проявляются в изменении таких характеристик, как диэлектрическая проницаемость, температура фазового перехода (ФП) и величина температурного гистерезиса в зависимости от размера зёрен в поликристалле [1]. Например, в керамике на основе титаната бария (BaTiO_3 , ВТ) уменьшение размеров зерен приводит к снижению температуры фазового перехода из сегнетоэлектрического в параэлектрическое состояние [2–4].

Важной особенностью сегнетоэлектриков является температурный гистерезис – различие температур фазового перехода при нагреве и охлаждении [5,6]. Это явление играет значительную роль в практических применениях, таких как твердотельные охладители, работающие на основе электрокалорического эффекта (ЭКЭ). ЭКЭ характеризуется изменением температуры материала под действием переменного электрического поля в адиабатических условиях. В сегнетоэлектриках, включая ВТ, ЭКЭ может достигать нескольких градусов (0.5–5 °С) [7]. Однако температурный гистерезис, величина которого сопоставима или даже превышает ΔT , снижает эффективность таких устройств.

Для прогнозирования электрокалорических свойств материала и минимизации гистерезисных потерь необходимо точное определение размеров зерен в керамике. В данной работе для анализа микроструктуры использовались методы сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с последующей обработкой изображений двумя способами: хордовым и лабораторным. Полученные данные позволяют не только оценить влияние микроструктуры на функциональные характеристики материала, но и определить его пригодность для применения в энергоэффективных твердотельных охладителях.

Методики оценки размеров зёрен

Для оценки размеров зёрен в исследуемых образцах был использован метод, названный лабораторным. Он основан на обработке микрофотографий в программе Adobe Photoshop. Методика включала следующие этапы:

1. Первичная обработка изображений, полученных методом сканирующей электронной микроскопии.

2. Калибровка масштаба с использованием эталонного отрезка.
3. Визуальное определение границ зёрен и выделение областей с применением инструмента «Лассо».
4. Автоматизированный расчет параметров с помощью функции «Выполнить измерения».

Хордовый метод представляет собой стандартную методику в материаловедении для количественной оценки микроструктурных характеристик различных материалов, включая металлы, керамические и композитные системы. Данный подход реализуется следующим образом:

1. На микрофотографию материала наносится система параллельных прямолинейных отрезков, которые, пересекая замкнутые границы зерен, становятся хордами внутри зерна.
2. Фиксируется длина каждого отрезка хорды, заключенного между границами отдельных зерен.
3. Полученный массив данных подвергается статистической обработке.
4. На основании распределения длин хорд рассчитывается средний размер зёрен.

В ходе проведенных измерений хордовым методом распределение зёрен по размерам хорошо согласуется с данными, полученными лабораторным методом анализа. Таким образом, лабораторный метод по точности не уступает стандартному и позволяет проводить автоматизированный расчёт параметров.

Заключение

В рамках данного исследования был осуществлён синтез серии керамических образцов титаната бария при температурах спекания от 1200 до 1425 °С, что обеспечило формирование образцов с различной зёрненной структурой.

Для анализа микроструктуры использовались микрофотографии, полученные методом сканирующей электронной микроскопии. Сравнительный анализ показал хорошую сходимость результатов между разработанным лабораторным методом обработки изображений и классическим хордовым методом определения размеров зёрен.

Результаты данного исследования вносят значимый вклад в развитие керамических технологий, открывая перспективы для создания высококачественных материалов, применимых в инновационных твердотельных охлаждающих системах.

Список литературы

1. Kinoshita K. Grain-size effects on dielectric properties in barium titanate ceramics / K. Kinoshita, A. Yamaji // *Journal of applied physics*. – 1976. – V. 47. – Is. 1. – P. 371-373.
2. Damjanovic D. Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics / D. Damjanovic // *Reports on progress in physics*. – 1998. – V. 61. – Is. 9. – P. 1267.
3. Pandya S. Pyroelectric energy conversion with large energy and power density in relaxor ferroelectric thin films / S. Pandya, J. Wilbur, J. Kim // *Nature materials*. – 2018. – V. 17. – Is. 5. – P. 432-438.
4. Qiu C. Transparent ferroelectric crystals with ultrahigh piezoelectricity / C. Qiu, B. Wang, N. Zhang // *Nature*. – 2020. – V. 577. – Is. 7790. – P. 350-354.
5. Khanchaitit P. Ferroelectric polymer networks with high energy density and improved discharged efficiency for dielectric energy storage / P. Khanchaitit, K. Han, Qi Li // *Nature communications*. – 2013. – V. 4. – Is. 1. – P. 2845.
6. Yan F. et al. Cooling-rate-dependent dielectric properties of (Pb (Mg 1/3 Nb 2/3) O 3) 0.67 (PbTiO 3) 0.33 single crystals in ferroelectric phase // *Applied physics letters*. – 2002. – T. 81. – №. 24. – C. 4580-4582.
7. Xu Z. Enhanced electrocaloric effect in Mn+ Y co-doped BT ceramics near room temperature / Z. Xu, H. Qiang // *Materials Letters*. – 2017. – V. 191. – P. 57-60.