

## МНОГОСЛОЙНАЯ КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ ФЕРРИТ НИКЕЛЯ ЦИНКА

Шут В.Н., Лалетин В.М., Романов В.А., Сырцов С.Р., Лобановский Л.С.\*

*Институт технической акустики НАН Белоруссии, Витебск, Беларусь,*  
[shut@vitebsk.by](mailto:shut@vitebsk.by)

*\* Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению,  
г. Минск, Беларусь*

С середины 20-х годов сформировалось и интенсивно развивается новое направление в физике активных диэлектрических материалов – создание и исследование структур с изменяющимися по объёму характеристиками (составом) – градиентных ферроиков (graded ferroics, GF) [1]. Особый прогресс был достигнут в получении и исследовании градиентных сегнетоэлектрических структур различного состава с электрофизическими характеристиками, существенно превосходящими параметры однородных материалов. В частности, создание градиентных структур на основе твёрдых растворов титаната бария стронция  $Ba_{x-1}Sr_xTiO_3$  позволило преодолеть основной недостаток, присущий однородным материалам, – их температурную нестабильность, обусловленную сильным изменением диэлектрических характеристик в рабочей области температур [2]. Кроме несомненной практической перспективы, градиентные сегнетоэлектрики оказались весьма перспективными и с научной точки зрения в плане исследования в них особенностей сегнетоэлектрической неустойчивости, процессов поляризации и т.п. Возможность единого термодинамического описания явлений в различных ферроиках (подход Ландау-Гинзбурга) позволяет предположить, что отмеченные эффекты могут проявляться и в других структурах с пространственно изменяющимся составом – в частности в градиентных ферромагнетиках [3]. В частности, наличие в последних градиента намагниченности  $M$  может приводить к появлению в системе встроенного магнитного поля. Несомненный интерес представляет создание градиентных ферромагнитных структур и с целью улучшения «традиционных» магнитных характеристик материалов – магнитной проницаемости, петель гистерезиса и т.п. В то же время объём экспериментальных исследований в данной области невелик.

Целью данной работы является получение многослойной керамики феррит никеля цинка  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  (НЦФ) и исследование её магнитных характеристик.

Методика изготовления образцов

В качестве базового материала для создания многослойной магнитной керамики были выбраны магнитомягкие никель-цинковые ферриты. Материалы этой системы кристаллизуются в структуре шпинели ( $MgAlO_4$ ) и представляют собой твёрдые растворы замещения образованные двумя простыми ферритами, один из которых ( $NiFeO_4$ ) является ферримагнетиком, а другой ( $ZnFeO_4$ ) – немагнитным. Разбавление твёрдого раствора немагнитным ферритом вызывает ослабление основного обменного взаимодействия типа А-В-О, что выражается в монотонном снижении температуры Кюри ( $T_c$ ) при увеличении мольной доли  $ZnFeO_4$  в составе феррошпинели. Значение  $T_c$  варьируется от  $590^\circ C$  для чистого  $NiFeO_4$  ( $x = 0$ ) до  $80^\circ C$  при  $x = 0.7$  [4].

Для изготовления феррита применяли оксиды  $ZnO$  и  $Fe_2O_3$  квалификации ЧДА и  $NiO$  квалификации Ч. Состав шихты рассчитывали с учетом содержания основного вещества. Смешивание и помол исходных компонентов осуществляли в шаровой мельнице в присутствии жидкой среды (этиловый спирт) в течение 0,5 часа. Синтез проводили на воздухе в два этапа. На первой стадии материалы спекали при температуре  $1020^\circ C$  в течение двух часов. Затем проводили помол и повторное спекание при температуре  $1020^\circ C$  в течение одного часа. Используя данную технологию, были получены ферриты  $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$  трёх составов:  $x = 0; 0.1; 0.2$ .

Полученная шихта использовалась для отлива пленок методом шликерного литья.

Отлитые керамические пленки толщиной ~25 мкм прессовали в пакеты с требуемой конфигурацией керамических слоев. Из пакетов вырубали заготовки  $5,5 \times 4,0$  мм<sup>2</sup>. Полученные заготовки спекали методом двухстадийного синтеза. Температура повышалась до максимального значения 1270<sup>0</sup>С, затем снижалась до 1020<sup>0</sup>С и выдерживалась в течении 3-х часов. Магнитные измерения проводились на универсальном автоматизированном вибрационном магнитометре фирмы Cryogenic Limited (Лондон).

Результаты и их обсуждение

Рентгеноструктурные исследования как однородных, так и многослойных образцов, показали, что используемая в настоящей работе технология позволяет получать однофазные структуры во всем диапазоне концентрации Zn ( $x = 0-0.2$ ). Это позволяет предположить, что каждый из пространственных слоев многослойной структуры имеет параметры (в частности, магнитную проницаемость  $\epsilon$  и намагниченность  $M$ ), близкие к параметрам однородных материалов соответствующего состава. Были изучены магнитные характеристики однородных пленок НЦФ с составами, используемыми в дальнейшем при создании многослойных структур ( $x=0-0.2$ ).

Экспериментально полученные петли гистерезиса для однородных образцов имели стандартный вид (рис.) и хорошо аппроксимировались выражением [5]

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

где  $M_s$  — намагниченность насыщения,  $M_r$  – остаточная намагниченность,  $B_c$  – коэрцитивное поле (верхний знак соответствует восходящей ветви петли, нижний знак – нисходящей).

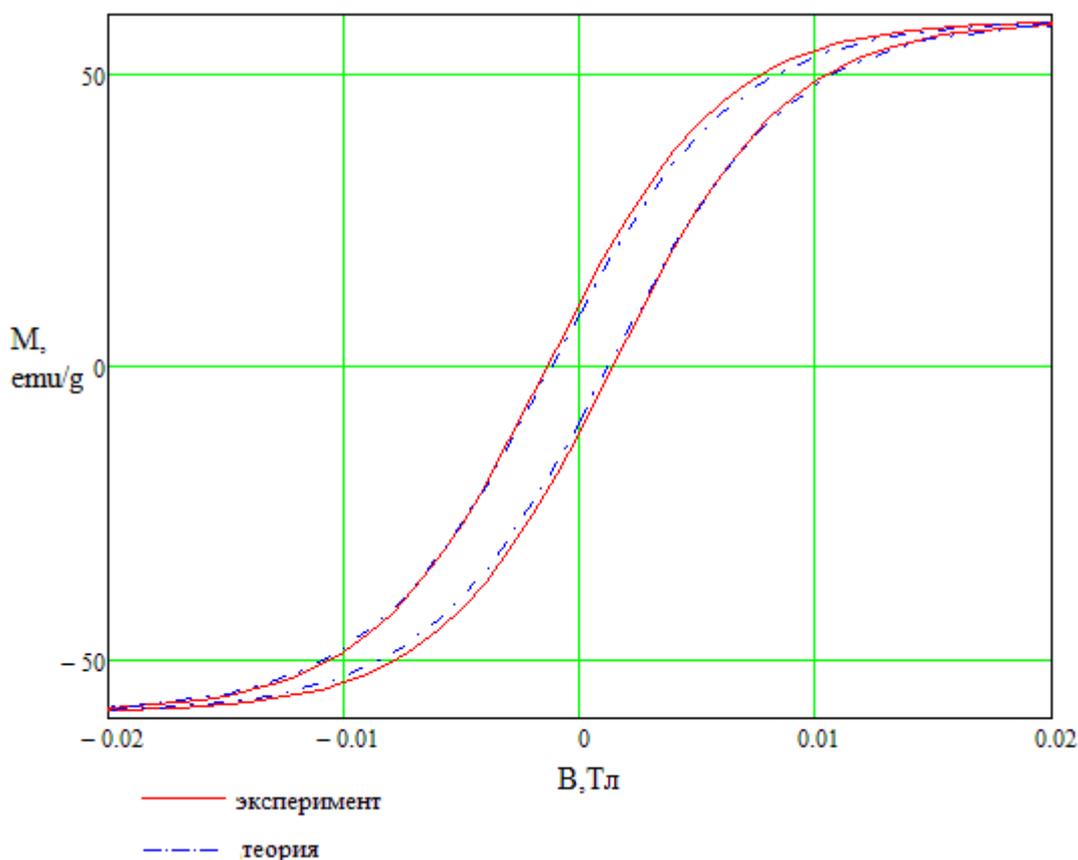
Значение параметра  $\delta$  определяется выражением

$$\delta = E_c \left[ \ln \left( \frac{1 + \frac{M_r}{M_s}}{1 - \frac{M_r}{M_s}} \right) \right]^{-1}$$

Концентрационные зависимости основных параметров ( $M_c$  и  $B_c$ ), характеризующих гистерезисные явления в однородных и многослойных образцах, представлены в таблице.

	Zn 1,0	Zn 2,0	ZnO	многослойный
$B_c, \text{Tл}$	0,00102	0,00109	0,00156	0.00139
$M_r, \text{emu/g}$	9,5	8,5	11	11
$M_s, \text{emu/g}$	55	63	45	59

В данной работе приложенное магнитное поле  $\overline{H}$  было направлено вдоль плоскости образца, т.е. перпендикулярно градиенту состава. При такой геометрии эксперимента возникающее в образце внутреннее магнитное поле (обусловленное изменением состава образца по его толщине)  $\overline{H}_{\text{int}} \perp \overline{H}$  и не должно оказывать влияние на значение суммарной намагниченности  $M$  в образце. Т.е. намагничивание разных слоёв происходит независимым образом. Следовательно, результирующая петля гистерезиса для многослойного образца получается «суммированием» ординат петель отдельных слоёв структуры. Проведённые исследования магнитных характеристик многослойных образцов  $(\text{Ni}_{x-1}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$  подтвердили данное предположение и показали что вид и параметры экспериментальных петель гистерезиса (рис.1) удовлетворительным образом согласуются с теоретическими при использовании значений  $B_c$  и  $M_r$ , определённых для однородных материалов.



**Рис. 1.** Экспериментальная и теоретически рассчитанная петли гистерезиса

Сдвига петель гистерезиса (ни по оси  $M$ , ни по оси  $B$ ) в исследуемых материалах обнаружено не было.

#### Список литературы

1. Shut, V.N. Compositionally graded BST ceramics prepared by tape casting / V.N. Shut, S.R. Syrtsov, V.L. Trublovsky, A.D. Poleyko, S.V. Kostomarov, L.P. Mastyko // *Ferroelectrics*. – 2009. – V. 386, N 1. – P. 125–132.
2. Shut, V. N. Ferroelectric properties of compositionally graded BST ceramics / V. N Shut, S. R. Syrtsov, V. L. Trublovsky // *Phase Transitions: A Multinational Journal* . –2010. – V. 83, N 5. – P. 368–377.
3. Ginzburg V.L. Some remarks on ferroelectricity, soft modes and related problems // *Ferroelectrics* . – 1987 – V. 76, N 1. – P. 3–22.
4. Пасынков, В.В. Материалы электронной техники / В.В. Пасынков, В.С. Сорокин . – Москва: Изд-во Высшая школа, 1986. –366 с.
5. Шут, В.Н. Поляризационные характеристики градиентных толстых пленок  $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$  / В.Н. Шут, С.Р. Сырцов, В.Л. Трубловский // *Физика твердого тела*. –2011. – том 53. – вып. 9. – С.1761–1767.