

*Е.В. ХРИСТИЧ*, мл. науч. сотр., НТУ «ХПИ»,  
*Г.Н. ШАБАНОВА*, д-р техн. наук, глав. научн. сотр., НТУ «ХПИ»,  
*С.М. ЛОГВИНКОВ*, д-р техн. наук, проф., ХНЭУ, Харьков,  
*О.Л. РЕЗИНКИН*, д-р техн. наук, проф., НТУ «ХПИ»,  
*В.И. РЕВУЦКИЙ*, асп., НТУ «ХПИ»,  
*Е.Г. ПОНУЖДАЕВА*, зав. лаб. НИПКИ «Молния», НТУ «ХПИ»,  
*Е.В. СОСИНА*, асп., НТУ «ХПИ»,  
*В.В. ЛЕДЕНЕВ*, канд. техн. наук, доц. НТУ «ХПИ»,  
*В.Г. КОБЗИН*, канд. техн. наук, ХНЭУ, Харьков.

## **РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ И ОСНАСТКИ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЕГНЕТОМАГНИТНЫХ КОМПОЗИТНЫХ СТРУКТУР НА ОСНОВЕ ТИТАНАТОВ СТРОНЦИЯ И БАРИЯ**

В статье приведены результаты исследования в области создания композиционных сегнетомагнетиков: разработка составов, технологии и оснастки для изготовления деталей, используемых в качестве рабочего тела нелинейных формирующих приборов. Исследование электрофизических характеристик данного композита проводилось методом Соьера-Тауера при температурах 25 – 70 °С. Разработана пресс-форма для апробирования перспективных вариантов получения слоистого сегнетомагнитного композита из синтезированных сегнетокерамических материалов, в сочетаниях с ферритом и карбонильным железом.

**Ключевые слова:** сегнетомагнитный композит, барийстронциевые титанаты, пресс-форма, нелинейность, петля гистерезиса, импульсные генераторы.

### **Введение.**

Развитие научно-технического прогресса в значительной мере связано с достижениями в области прикладного материаловедения, важнейшей задачей которого является создание высокоэффективных материалов с заданным комплексом свойств. Достаточно интересны при разработке функциональных материалов нелинейные системы, свойствами которых можно управлять с помощью внешних полей – электрического, магнитного, механического. Такие материалы используются при создании перестраиваемых элементов связи (радиофильтров, твердотельных генераторов и др.) и являются системами, в которых спонтанно возникает поляризация, намагниченность или механические деформации.

© Е.В. Христи, Г.Н. Шабанова, С.М. Логвинков, О.Л. Резинкин, В.И. Ревуцкий, Е.Г. Понуждаева,  
Е.В. Сосина, В.В. Леденев, В.Г. Кобзин, 2014

Особо интересны в этом плане мультиферроики – материалы, одновременно имеющие хотя бы два из трех параметров структурно-фазовой упорядоченности – магнитный, электрический или механический. В настоящее время синтезирован ряд однофазных систем, в которых одновременно проявляется спонтанное магнитное и электрическое упорядочение (сегнетомагнетики), но недостатком однофазных систем является слабое проявление сегнетоэлектрических и магнитных свойств в различных температурных диапазонах, что затрудняет их применение в технике [1 – 4]. В связи с этим достаточно актуально исследование в области создания композиционных сегнетомагнетиков: разработка составов, технологии и оснастки для изготовления деталей, используемых в качестве рабочего тела нелинейных формирующих приборов.

### **Экспериментальная часть.**

Прессование является относительно простой в реализации технологией формирования слоистых нелинейных композитных материалов [5, 6]. Данная технология предполагает создание слоев из частиц порошка сегнетокерамики и карбонильного железа или феррита с соответствующим полимерным наполнителем, спрессованных в соответствующей пресс-форме. Для исследования поляризации и намагничивания сегнетомагнитных композитов сформованы образцы, соответственно, в форме плоских цилиндров и колец. Диаметр экспериментальных образцов на порядок превосходит их высоту.

В процессе формирования сегнетоэлектрического композита использовался синтезированный заранее [7, 8] порошок твердого раствора состава  $(\text{Ba}_{0.75}\text{Sr}_{0.25})(\text{Ti}_{0.95}\text{Zr}_{0.05})\text{O}_3$  чередуясь слоями с полимерным наполнителем. Давление при формировании композита составляло 4 МПа. В качестве полимерного связующего-наполнителя использовался эмульсионный поливинилхлорид. Ферромагнитные слои композита образованы смесями ферритов (никель-цинковый феррит марки 60НН) и карбонильного железа с эмульсионным поливинилхлоридом (в качестве пластификатора для прессования ферритового порошка был использован стеарат цинка ( $\text{C}_{36}\text{H}_{70}\text{O}_4\text{Zn}$ )). Обжиг проводился в печи муфельного типа при температуре 800 °С (в окислительной среде) с выдержкой при максимальной температуре 1 час.

Для изготовления образцов композита в виде таблеток и колец была разработана и изготовлена специальная технологическая оснастка. Стальная пресс-форма в разобранном и собранном виде представлена на рис. 1 и 2.

Пресс-форма состоит из нижней основы (1), верхней фиксирующей крышки (2), с помощью которой прижимаются шайбы (3). С помощью шайб регулируется толщина каждого следующего слоя образца. Прессование непосредственно обеспечивается верхним (4) и нижним (5) пуансонами. Для создания отверстия в образце используется разборная шпилька (6).

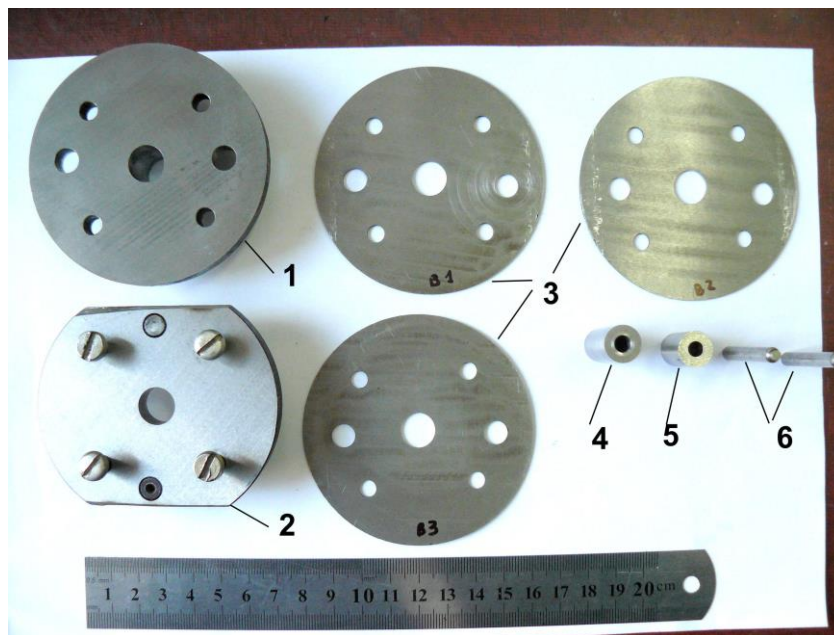


Рис. 1 – Пресс-форма в разобранном виде.



Рис. 2 Пресс-форма в собранном виде.

С помощью разработанной формы были получены образцы слоистого сегнетомагнитного композита с чередующимися сегнетоэлектрическими и ферромагнитными слоями в виде таблеток и плоских колец толщиной до 2 мм, диаметром 9,5 мм и площадью, нанесенных на их поверхность серебряных электродов, до 50 мм<sup>2</sup> (рис. 3). Исследование электрофизических характеристик данного композита проводилось методом Сойера-Тауера при температурах 25 – 70 °С.

Исследования проводились на экспериментальных стендах, и в соответствии с методиками [9], идентичными для образцов сегнетокерамики, синтезированных по технологии высокотемпературного синтеза. Установлено, что изменяя соотношение толщин сегнетоэлектрических и ферромагнитных слоев композита, можно в широких диапазонах и независимо друг от друга влиять на нелинейность его диэлектрической и магнитной проницаемостей. Формы зарегистрированных зависимостей магнитной индукции ( $B$ ) от напряженности поля ( $H$ ) свидетельствуют о возможности практического использования полученных композитов как рабочей среды высоковольтных нелинейных формирующих линий. Регистрация осциллографом сигналов, пропорциональных намагниченности и индукции магнитного поля, позволяет наблюдать на экране петли магнитного гистерезиса, построенные для исследуемого экспериментального образца. Для строительства петель гистерезиса использовалась программа Microsoft Excel.

### **Результаты и их обсуждение**

Внешний вид полученных образцов слоистого сегнетомагнитного композита с чередующимися сегнетоэлектрическими и ферромагнитными слоями в виде колец представлен на рис. 3.

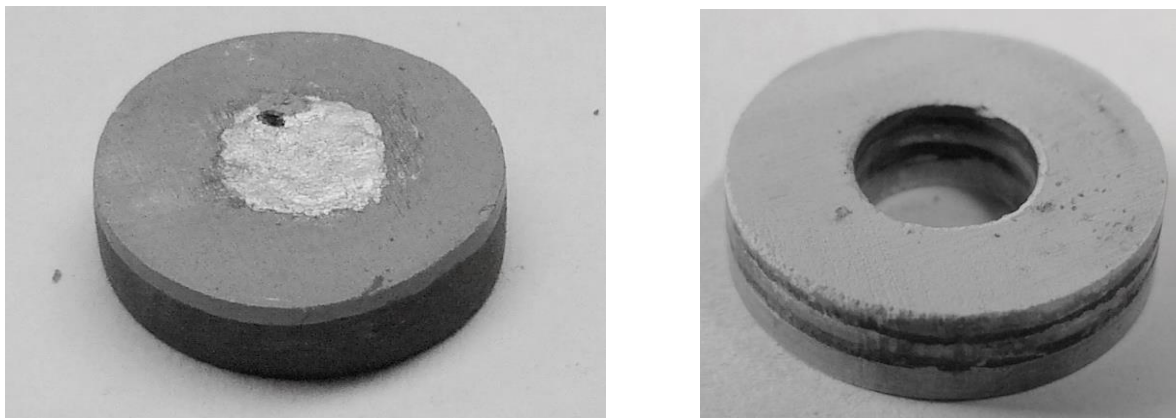


Рис. 3 Опытные композитные образцы 2-х и 5-ти слойного сегнетомагнитного композита.

На рис. 4 представлены микрофотографии поверхности излома полученного композитного образца, изготовленного по разработанной технологии.

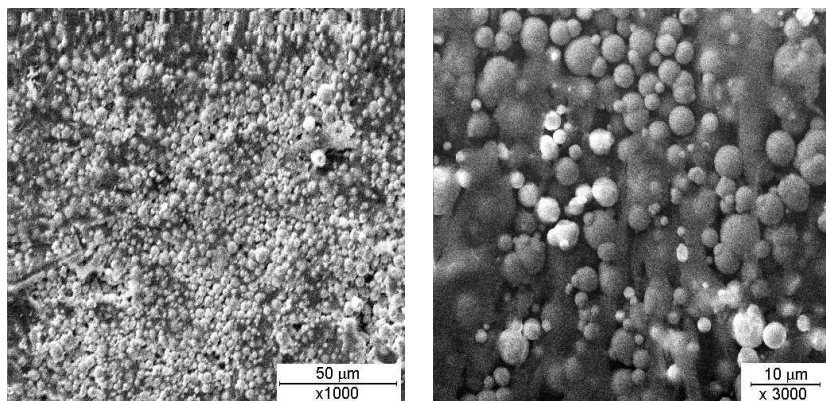
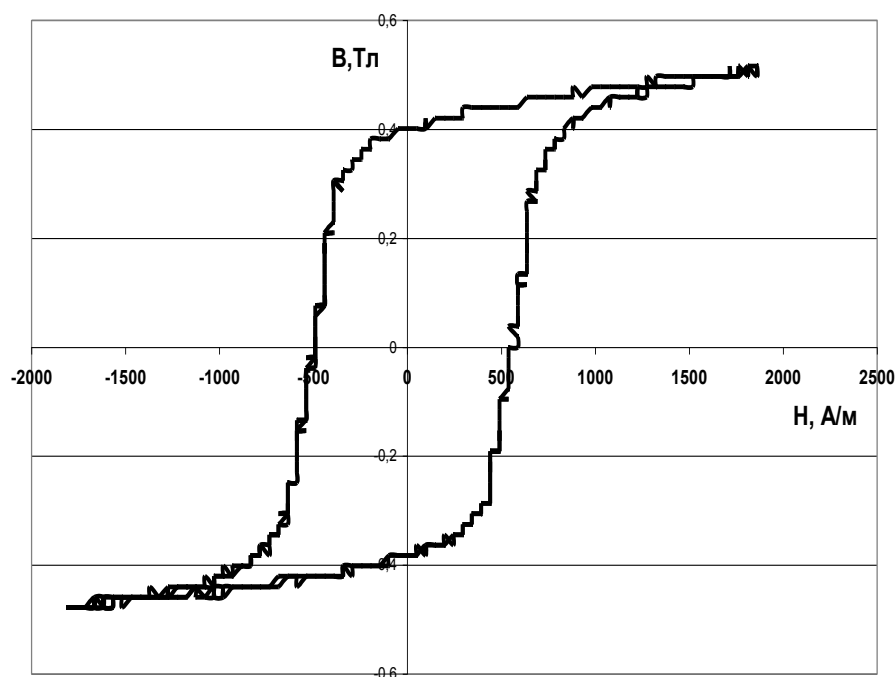


Рис. 4 Поверхность излома сегнетомагнитного композитного образца (сегнетокерамический слой и ферромагнитный слой).

В результате анализа структуры композита видно, что смешение сегнеточастиц и частиц феррита имеет случайный характер, что разграничивает их электрофизические возможности, и позволяет использовать композиты в качестве мультиферроика.

На рис. 5 приведена петля магнитного гистерезиса и основные параметры для частоты 1 кГц.



$$B_m = 0,52 \text{ Тл}, H_m = 1616 \text{ А/м}, H_c = 540 \text{ А/м}, B_s = 0,40 \text{ Тл}.$$

Рис. 5 Петля гистерезиса композитного материала при частоте 1 кГц

Из рис. 5 видно, что при высоких значениях напряженности электромагнитных полей обеспечивается высокий уровень нелинейности характеристик, а судя по площади петли гистерезиса – существуют небольшие потери на изменение ориентировки доменов в соответствии с изменением направления векторов электрической и магнитной напряженностей.

### Заключение

Разработана пресс-форма для апробирования перспективных вариантов получения мультиферроика - слоистого сегнетомагнитного композита из синтезированных сегнетокерамических материалов, в сочетаниях с ферритом и карбонильным железом. Полученные композиты были испытаны в формирующих линиях импульсных генераторов, в качестве сегнетомагнитной рабочей среды, позволяющей получать ударные электромагнитные волны при постоянном волновом сопротивлении, индукция насыщения ( $B_m$ ) которых составила 0,52 Тл, при напряженности магнитного поля ( $H_m$ ) 1616 А/м, остаточная индукция ( $B_s$ ) - 0,4 Тл, коэрцитивная сила ( $H_c$ ) – 540 А/м.

**Список литературы:**1. Белоус А.Г. Мультиферроики: синтез, структура и свойства / А.Г. Белоус, О. И. Вьюнов // Укр. хим. Журнал. – 2012. – Т. 78, № 7. – С. 3-31. 2. Веневцев Ю.Н. Сегнетомагнетики / Веневцев Ю.Н., Гагулин В.В., Любимов В.Н. – М.: Наука, 1982. – 187 с. 3. Сегнетомагнетики / [Веневцев Ю.Н., Жданов Г.С., Рогатинская Ю.Е. и др.] – Ростов-на-Дону: РГУ, 1968. – 155 с. 4. Солопан С.О. Фундаментальні проблеми водневої енергетики // С.О. Солопан., О.І. В'юнов, А.Г. Білоус; за ред. В.Д. Походенка – К: КІМ, 2010. – С. 17-20. 5. Tretyakov Yu.D. Cryochemical Technology of advanced materials / Yu.D. Tretyakov, N.N. Oleynikov, O.A. Shlyakhtin . – London: Chapman and Hall, 1997. – 319 p. 6. Левин Б.Е. Физико-химические основы получения, свойств и применения ферритов / Левин Б.Е., Третьяков Ю.Д., Летюк Л.М. – М.: Metallurgiya, 1979. – 472 с.

7. Синтез сегнетокерамических материалов на основе композиций системы SrO – BaO – TiO<sub>2</sub> / [Шабанова Г.Н., Христич Е.В., Логвинков С.М. и др.] // Вісник Національного технічного університету “Харківський політехнічний інститут”. – 2008. – № 41. – С. 169-174. 8. Христич Е.В. Сегнетокерамические материалы с нелинейными электрофизическими свойствами в системе BaO – SrO – TiO<sub>2</sub> / Е.В. Христич, Г.Н. Шабанова, С.М. Логвинков // Огнеупоры и техническая керамика. – 2012. – № 7-8. – С. 35-40. 9. Резинкин О.Л. Методика экспериментального исследования свойств сегнетоэлектриков в импульсных электрических полях / О.Л. Резинкин, В.В. Вытришко // Вісник НТУ «ХПИ». – Харьков: НТУ «ХПИ». – 2008. – № 13. – С. 37 – 42.

1. Belous A.G. Multiferroiki: sintez, struktura i svoystva / A.G. Belous, O. I. Vyunov // Ukr. him. Zhurnal. – 2012. – Т. 78, # 7. –S. 3-31. 2. Venevtsev Yu.N. Segnetomagnetiki / Venevtsev Yu.N., Gagulin V.V., Lyubimov V.N. – М.: Nauka, 1982. – 187 s. 3. Segnetomagnetiki / [Venevtsev Yu.N., Zhdanov G.S., Rogatinskaya Yu.E. i dr.] – Rostov-na-Donu: RGU, 1968. – 155 s. 4. Solopan S.O. Fundamentalni problemi vodnevoyi energetiki // S.O. Solopan., O.I. V'yunov, A.G. Bllous; za red. V.D. Pohodenka – K: KIM, 2010. – S. 17-20. 5. Tretyakov Yu.D. Cryochemical Technology of advanced materials / Yu.D. Tretyakov, N.N. Oleynikov, O.A. Shlyakhtin . – London: Chapman and Hall, 1997. – 319 p. 6. Levin B.E. Fiziko-himicheskie osnovyi polucheniya, svoystv i prime-neniya ferritov / Levin B.E., Tretyakov Yu.D., Letyuk L.M. – М.: Metallur-giya, 1979. – 472 с. 7. Sintez segnetokeramicheskikh materialov na osnove kompozitsiy sis-temyi SrO – BaO – TiO<sub>2</sub> / [Shabanova G.N., Hristich E.V., Logvinkov S.M. i dr.] // Вісник Natsionalnogo tehnlchnogo unlvrsitetu “Harklvskiy poli-tehlnchniy Institut”. – 2008. – # 41. – S. 169-174. 8. Hristich E.V. Segnetokeramicheskie materialyi s nelineynymi elek-trofizicheskimi svoystvami v sisteme BaO – SrO – TiO<sub>2</sub> / E.V. Hristich, G.N. Shabanova, S.M. Logvinkov // Ogneuporyi i tehni-cheskaya keramika. – 2012. – # 7-8. – S. 35-40. 9. Rezinkin O.L. Metodika eksperimentalnogo is-sledovaniya svoystv segnetoelektrikov v impulsnyih elektricheskikh polyah / O.L. Rezinkin, V.V. Vyitrishko // Вісник NTU «НПІ». – Harkov: NTU «НПІ». – 2008. – # 13. – S. 37 – 42.