

А. В. Пенько, А. А. Маевский
(ГГУ имени Ф. Скорины, Гомель)

Науч. рук. **В. В. Сидский**, канд. техн. наук, доцент

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ BST ЗОЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ РАЗДЕЛЬНОГО ГИДРОЛИЗА

В последние годы активно развивается золь-гель технология – это процесс, включающий в себя переход системы из жидкой фазы (золь) в твердую фазу (гель) посредством химических реакций гидролиза и конденсации предшественников металлов. По этой технологии получают материалы на основе неорганических оксидов (SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 и др.). В основе метода золь-гель процесса соединения проходят стадии по схеме раствор – золь – гель – оксид. Такой метод обеспечивает возможность точного управления структурой получаемого вещества на молекулярном уровне. В этой статье рассмотрим эксперименты изготовления BST золь-гелей с помощью гидролиза. Реакция гидролиза может протекать с кислотным (HCl , HNO_3 , CH_3COOH) или основным (NH_4OH) катализом, в результате чего получают различные продукты.

Технология изготовления представляет собой несколько этапов, которые проходит раствор, представленные в блок-схеме.

Технология нанесения пленок золь-гель методом начинается с выбора способа приготовления рабочих растворов каждого из металлов, необходимых для формирования желаемого состава. Существуют 3 главных метода для их приготовления: 1) все соединения металлов готовят в виде алкоксидов; 2) соединения металлов готовят в виде алкоксидов и солей; 3) соединения металлов готовят в виде других соединений.

При использовании золь-гель метода для формирования пленки рабочий раствор, содержащий соединения нужных металлов, наносят, используя методики погружения подложки, распыления на подложку и вращения подложки с нанесенным на нее рабочим раствором. Последняя методика выглядит предпочтительнее из-за возможности достаточно точно регулировать толщину пленки, а также равномерности покрытия по всей площади подложки. Толщина пленки зависит от скорости вращения и вязкости раствора. Скорость вращения подложки варьируется от 1000 до 7000 об/мин, а время – от 5 до 120 секунд.

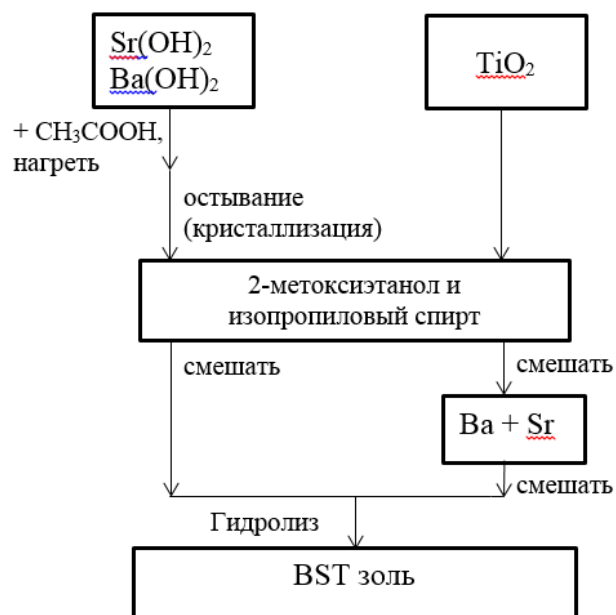


Рисунок 1 – Блок-схема формирования тонкопленочных однослойных и многослойных сегнетоэлектрических материалов и нанокompозитных пленочных структур золь-гель методом

В результате нанесения золь-гель методом получены тонкопленочные однослойные и многослойные сегнетоэлектрические материалы и нанокompозитные пленочные структуры с толщинами 350-1000 нм. Золь-гель метод был использован для синтеза тонких пленок и порошков $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ с различными соотношениями Ba и Sr ($x = 0,8; 0,9; 1$).

Проведены исследования поляризации многослойных образцов титаната бария-стронция в зависимости от методики получения (раздельный гидролиз (смешивание компонентов проводили в отдельных ёмкостях), так и общий гидролиз всех компонентов в одной ёмкости) и от дополнительного отжига.

В результате дополнительного отжига при температуре 400 °С, в течение 5 минут, наблюдается рост остаточной поляризации полученных BST и BT пленок. Указанный факт справедлив только для пленок, синтезированных раздельным гидролизом. Это связано с тем, что на стадии приготовления золя при использовании одного и того же растворителя раздельный гидролиз проходит полностью для каждого из соединений металлов в отличие от совместного гидролиза, где из-за различных скоростей реакции некоторые металлы гидролизуются не полностью.

На рисунке 2 приведены исследования зависимости ёмкости сегнетоэлектрической пленки BST от частоты для образца $x = 0,8$. Максимальная ёмкость наблюдалась при температуре 58 °С (870 пФ).

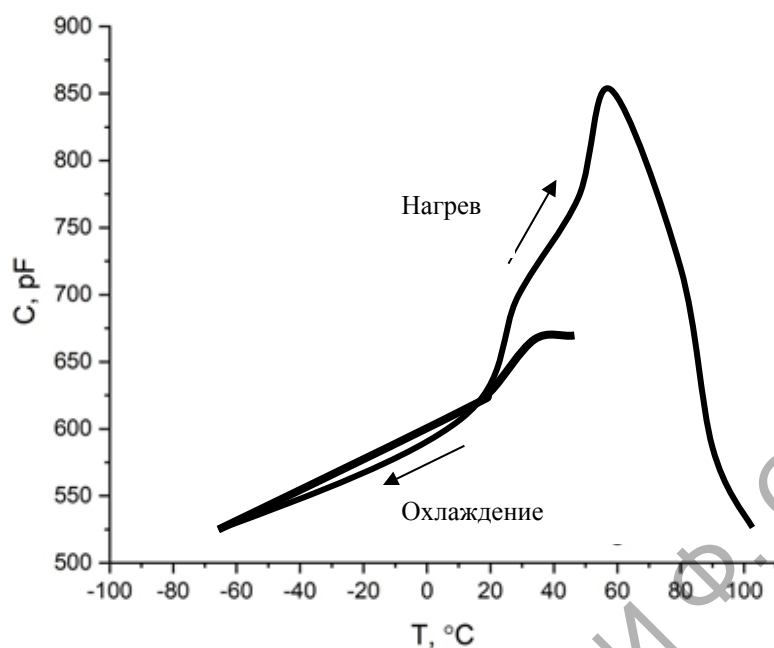


Рисунок 2 – Температурная зависимость ёмкости плёнок (BST 0.8 (Ba 0.8)) при частоте 1 мГц

Качественно характер зависимости совпадает с кривой для порошка того же состава, что позволяет сделать вывод о формировании аналогичной структуры в тонкой пленке.

Литература

1. Zhang, C. Dielectric properties and point defect behavior of antimony oxide doped Ti deficient barium strontium titanate ceramics / C. Zhang, Z. xin Ling, G. Jian, and F. xu Chen // Trans. Nonferrous Met. Soc. China, English Ed. – 2017. – Vol. 27. – №12. – p. 2656–2662.