

УДК 666.638, 666.651-652  
ПОЛУЧЕНИЕ ПЛЕНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ НА МИКРОПОРИСТЫХ  
ПОДЛОЖКАХ РАЗЛИЧНЫМИ МЕТОДАМИ

Е. М. ДЯТЛОВА, О. А. СЕРГИЕВИЧ  
Белорусский государственный технологический университет

А. А. ШЕВЧЕНОК  
Белорусский государственный аграрный технический университет  
Минск, Беларусь

Актуальность работы обусловлена разработкой новых керамических сегнетоэлектрических материалов на основе модифицированного феррита висмута и его твердых растворов для нанокompозитов, а также функциональных покрытий на микропористых подложках с использованием различных дисперсионных сред, которые могут быть рекомендованы в качестве материалов для изготовления интегрированных исполнительных элементов приборов и устройств автоматики.

Целями работы являются синтез микро- и нанокристаллических керамических составляющих с заданными сегнето-, пьезо- и магнитными свойствами и формирование функциональных покрытий на их основе для получения интеллектуальных композитов. Объектами исследования являются керамические материалы на основе систем  $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-R}_x\text{O}_y$  и  $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-R}_x\text{O}_y$  с использованием модифицирующих добавок и пленочные покрытия на их основе.

Для заполнения структур с целью формирования функциональных покрытий в работе были предложены и исследованы следующие способы нанесения покрытия на подложках из анодированного  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : нанесение суспензии с приложением магнитного поля и без; нанесение раствора  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  с последующей термообработкой; нанесение раствора  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  с последующей термообработкой; нанесение раствора-прекурсора с последующей термообработкой; нанесение  $\text{BiFeO}_3$  и  $\text{BaTiO}_3$  импульсным лазерным напылением. В качестве дисперсных фаз для получения пленочных покрытий выбраны синтезированные сегнетоэлектрические материалы на основе модифицированных  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  и  $\text{BiFeO}_3$ , полученных методами высокотемпературного спекания и энергоэффективным нитрат-цитратным экзотермическим синтезом.

У синтезированных материалов исследование дисперсности производилось методом лазерной гранулометрии, позволяющим получить количественное распределение частиц по размеру в микро- и нанодисперсном диапазоне. Использованы различные методы диспергации синтезированных частиц. Первичная диспергация позволяет разрушать агрегаты частиц, образовавшиеся в процессе синтеза, смещая интервал распределения частиц с 30...250 мкм до 0,1...15 мкм. При последующем растирании в агатовой ступке в течение 1-го и 2-го часов интервал распределения частиц за счет адгезионных сил



увеличивается до 50 и 100 мкм соответственно. При прокаливании образцов, подвергнутых первичной диспергации, доля нанометрового диапазона (100...200 нм) увеличивается на 5 %. Сравняя гранулометрический состав прокаленных порошков до и после помола в планетарной мельнице в течение 10 и 15 мин, можно отметить, что 50 % объема порошка составляют частицы с размерами:  $\leq 35$  мкм (без помола),  $\leq 10$  мкм (10 мин),  $\leq 5,5$  мкм (15 мин). При помоле в течение 10 мин доля частиц нанометрового диапазона близка к образцу, не подвергавшемуся помолу, а при 15 мин – значительно выше.

Увеличение длительности помола вызывает агрегацию частиц  $\text{BiFeO}_3$ , независимо от метода синтеза. При использовании нитрат-цитратного метода синтеза по сравнению с традиционным спеканием получают более тонкодисперсные фракции феррита висмута до наноразмерных частиц, поэтому его можно использовать для заполнения пористых структур с порами, превышающими размер частиц. Феррит висмута высокотемпературного спекания после помола в течение оптимального времени (20 мин) имеет средний размер частиц около 5...6 мкм и его можно рекомендовать для получения пленочных поверхностных покрытий.

Нанопористая подложка из анодированного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  имеет диаметр менее 300 нм с шагом 350 нм. Опробованы следующие дисперсионные среды: вода, этанол и ацетон, значительно отличающиеся показателем поверхностного натяжения. Получение пленочных покрытий методом магнетронного распыления на установке КАТОД-1 не позволяет обеспечить качественного введения керамических сегнетоэлектриков в пористые структуры; и эта технология может быть реализована для получения поверхностных пленок или для заполнения подложек с более крупными порами. Импульсное лазерное напыление феррита висмута на подложку анодированного алюминия обеспечивает формирование поверхностного слоя толщиной около 2 мкм, а также на некоторых участках происходит незначительное заполнение объема пористой структуры. Следует отметить, что образовавшаяся пленка из феррита висмута имеет волнообразное строение с шагом волны около 150...200 нм. Одной из причин недостаточного заполнения поровой структуры может быть поверхностное натяжение водной среды. Поэтому были опробованы другие дисперсионные среды, обладающие более низкими показателями поверхностного натяжения и вязкости: ацетон и этанол.

Более равномерное и качественное покрытие на поверхности подложки наблюдалось при использовании этанола, по сравнению с ацетоном, т. к. он имеет большую вязкость. При использовании в качестве дисперсионной среды ацетона керамические суспензии агрегативно неустойчивы, плохо наносятся на поверхность, поэтому дальнейшие исследования с ними не проводились.

Установлено, что устойчивое формирование покрытий достигнуто при использовании нанодисперсного феррита висмута и этаноловой дисперсионной фазы. Разработанные материалы образуют качественные поверхностные пленочные покрытия, которые можно использовать для получения чувствительных слоев различных компонентов электронной техники.