

05;12

## **Зависимость прочностных свойств ниобатной сегнетокерамики от дисперсности пентаоксида ниобия**

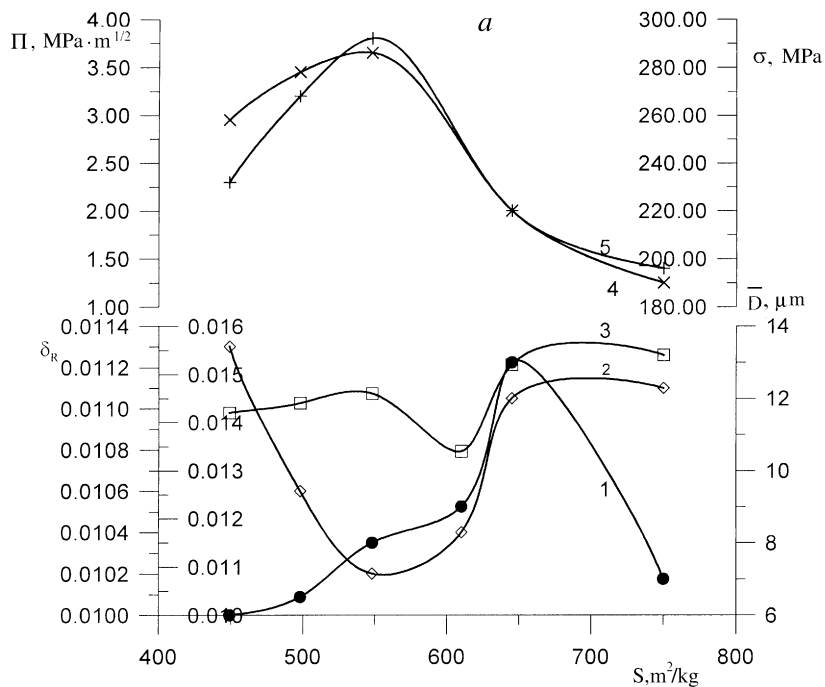
© М.И. Коваленко, Л.А. Резниченко, О.Н. Разумовская,  
С.О. Крамаров

Научно-исследовательский институт физики  
Ростовского государственного университета  
Ростовский государственный педагогический университет  
E-mail: mary@tdu.donpac.ru

*Поступило в Редакцию 11 апреля 2000 г.*

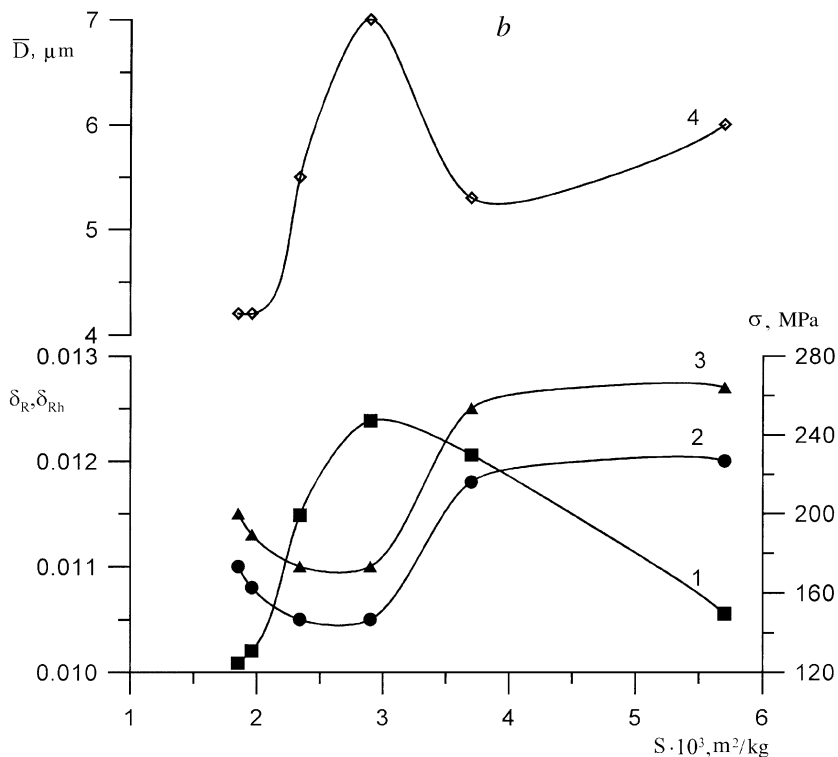
Установлено существенное влияние на прочностные характеристики ниобатных сегнетокерамик дисперсности исходного пентаоксида ниобия. Показано, что лучшими механическими свойствами обладают керамические образцы с минимальными деформациями элементарных ячеек, соответствующими определенным интервалам значений удельной поверхности частиц пентаоксида ниобия. Сделано заключение о необходимости учета полученных результатов при разработке и создании пьезотехнической продукции различного назначения.

В [1–3] нами установлено существенное влияние на механическую прочность керамик ниобатов щелочных металлов кристаллохимических характеристик А-катионов, термодинамической предыстории материалов, характера сформированной в них зеренной структуры. Выявлен различный механизм саморазрушения керамик на основе ниобата лития (НЛ) [1] и ниобата натрия (НН) [2]. Показано, что в первом случае нарушение целостности образцов вызвано действующими на кристаллиты внутренними механическими напряжениями термоупругой природы, возникающими за счет анизотропных деформаций кристалли-



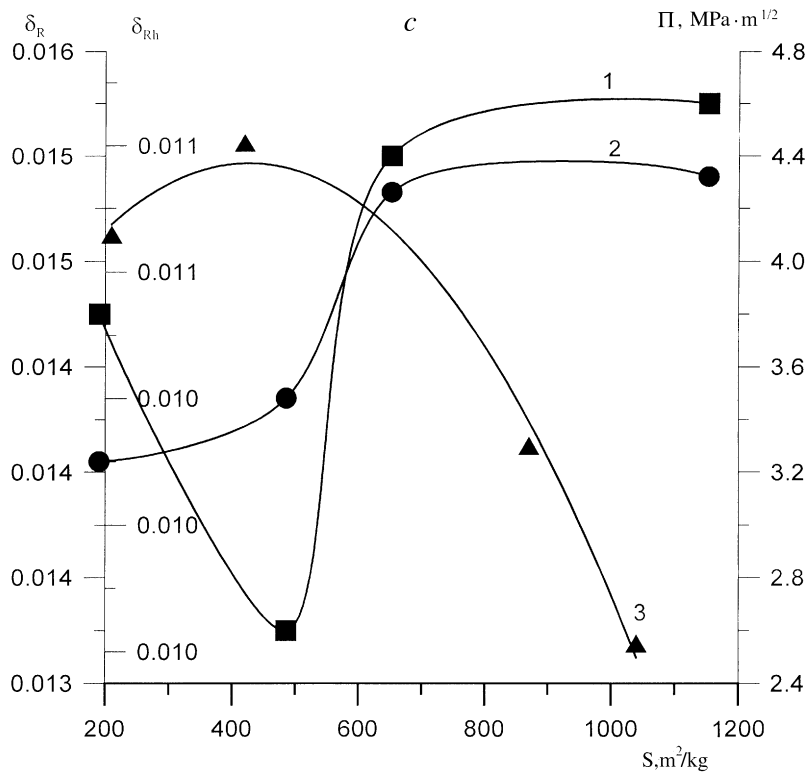
Зависимость структурных, микроструктурных и прочностных характеристик от удельной поверхности порошка  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  различных квалификаций: *a* — "Нбо-ПТ" (В.Пышма): 1 —  $\bar{D}$ , 2 —  $\delta_R$ , 3 —  $\delta_{Rh}$ , 4 —  $\Pi$ , 5 —  $\sigma$ ; *b* — осч (Химико-технологический институт, Москва): 1 —  $\sigma$ , 2 —  $\delta_R$ , 3 —  $\delta_{Rh}$ , 4 —  $\bar{D}$ ; *c* — типа "осч", гетерофазный метод ("Красный химик", С.-Петербург): 1 —  $\delta_R$ , 2 —  $\delta_{Rh}$ , 3 —  $\Pi$ .

тов. При этом характерно распространение трещин преимущественно по межкристаллитным границам. Во втором разупорядочение является итогом комбинированного воздействия механических напряжений различной природы. В качестве составляющих выступают внутренние механические напряжения, определяющие появление трещин Гриффитса в результате саморазрушения наиболее крупных кристаллитов или их кластеров, и макроскопические напряжения, возникающие при быстром охлаждении образцов из-за неоднородности их состава и градиента



(Продолжение рисунка).

температуры по объему и вызывающие рост этих трещин. При этом образцы распадаются на достаточно крупные и прочные осколки. Сделано заключение о зависимости прочностных свойств ниобатных сегнето-керамик (НСК) от технологических режимов и операций, формирующих их структуру. Так, определен оптимальный температурный интервал спекания НСК, выход за пределы которого в сторону повышения температуры спекания  $T_1$  приводит к развитию процессов вторичной прерывистой рекристаллизации с быстрым ростом зерен до критических размеров и появлению трещин. Еще одним немаловажным фактором, от которого могут зависеть механические свойства НСК, является физико-



(Продолжение рисунка).

химическое состояние основного сырьевого компонента —  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , в частности его гранулометрического состава, не регламентируемого действующими стандартами. На это указывает обнаруженное нами сильное влияние дисперсности  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  на структурные, микроструктурные и электрофизические параметры НСК [4–6]. Для различных квалификаций  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  были установлены допустимые интервалы колебаний удельной поверхности ( $S$ ) порошков  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , обеспечивающие получение НСК с оптимальными свойствами.

Цель настоящего исследования — проследить за изменением прочностных свойств НСК при вариации  $S$   $\text{Nb}_2\text{O}_5$ .

В качестве объекта исследования выбран твердый раствор (ТР) системы  $(\text{Na}, \text{Li})\text{NbO}_3$ , лежащий в основе разработанного нами материала ПКР-35 [7]. Для его синтеза использовались пробы заводских партий  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  квалификации "Нбо-Пт" (В. Пышма) с  $S = (449 \div 745) \text{ m}^2/\text{kg}$  и "осч" ("Красный химик", С.-Петербург) с  $S = (210 \div 1040) \text{ m}^2/\text{kg}$ , а также  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , приготовленный в Химико-технологическом институте (г. Москва) гетерофазным методом, с  $S = (1852 \div 5770) \text{ m}^2/\text{kg}$  (типа "осч"). В качестве прочностных характеристик выбраны  $\sigma$  — предел прочности на растяжение при коаксиальном изгибе дисков,  $\Pi$  — показатель вязкости разрушения при краевом сколе. Методики изложены в [8]. Образцы изготовлены в виде дисков  $\text{Ø}10 \times 1 \text{ mm}$ .

На рисунке представлены зависимости  $\sigma$  и  $\Pi$  от  $S \text{ Nb}_2\text{O}_5$  различных квалификаций. Здесь же показаны значения однородного параметра деформации элементарных ячеек сосуществующих ромбической ( $\delta_R$ ) и ромбоэдрической ( $\delta_{Rh}$ ) фаз и средний размер зерна  $\bar{D}$  керамик, заимствованные из [4–6]. Видно, что поведение прочностных характеристик, так же как структурных и микроструктурных, немонотонно при укрупнении  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . При этом их максимумы расположены там же, где и экстремумы  $\delta_R$ ,  $\delta_{Rh}$ ,  $\bar{D}$ , в том случае, когда положение последних совпадает ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$  типа "осч"), либо сдвинуты в сторону минимальных деформаций ячейки преобладающей R-фазы ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$  — "Нбо-Пт" и "осч"). Это можно объяснить ослаблением внутренних механических напряжений в НСК при уменьшении спонтанной деформации. Рост  $\bar{D}$  при этом не сказывается негативно на прочностных свойствах НСК, так как размер зерен остается еще очень далеким от критического, инициирующего появление микротрещин. Совершенствование же межзеренных границ в рассматриваемых областях оптимальных  $S \text{ Nb}_2\text{O}_5$  способствует их лучшей спайности и, как следствие, уплотнению и упрочнению керамик.

Таким образом, при производстве пьезотехнической продукции из НСК необходимо учитывать существенное влияние на ее прочность дисперсности исходного  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  для получения изделий с высокими механическими свойствами использовать партии  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  с установленными в [4–6] значениями  $S \text{ Nb}_2\text{O}_5$ .

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант № 99–02–17575).

## Список литературы

- [1] *Бондаренко Е.И., Комаров В.Д., Резниченко Л.А.* и др. // ЖТФ. 1988. Т. 58. № 9. С. 1771–1774.
- [2] *Бондаренко Е.И., Чернышков В.А., Резниченко Л.А.* // Пьезоэлектрические материалы и преобразователи. Вып. 9. Докл. I Межведомств. семинара "Физика прочности сегнетоэлектриков и родственных материалов". Ростов-на-Дону: Изд-во РГПУ, 1991. С. 56–60.
- [3] *Резниченко Л.А., Алешин В.А., Чернышков В.А.* и др. // Полупроводники-сегнетоэлектрики. Ростов-на-Дону: Изд-во РГПУ, 1994. С. 123–126.
- [4] *Резниченко Л.А., Разумовская О.Н., Комаров В.Д.* и др. // Изв. АН СССР. Сер. Неорган. матер. 1990. Т. 26. № 10. С. 2184–2189.
- [5] *Резниченко Л.А., Донскова Т.В., Разумовская О.Н.* и др. // Изв. АН СССР. Сер. Неорган. матер. 1990. Т. 26. № 10. С. 2190–2193.
- [6] *Резниченко Л.А., Желнова О.А., Иванова Л.С.* // Изв. АН СССР. Сер. Неорган. матер. 1993. Т. 29. № 6. С. 862–867.
- [7] *Данцигер А.Я., Разумовская О.Н., Резниченко Л.А.* и др. // Высокоэффективные пьезокерамические материалы (Справочник). Ростов-на-Дону: Изд-во АО "Книга", 1994. 30 с.
- [8] *Зацаринный В.П.* Прочность пьезокерамики. Ростов-на-Дону, 1978. 170 с.