

**ВЛИЯНИЕ НА ВРЕМЕТО НА ИЗПИЧАНЕ ВЪРХУ ДИЕЛЕКТРИЧНИТЕ СВОЙСТВА НА ЛЕГИРАН С КАЛАЕН ДИОКСИД БАРИЕВ ТИТАНАТ****Ивайло Лазаров***Технически университет - Габрово***EFFECT OF CALCINATION TIME ON THE DIELECTRIC PROPERTIES OF DOPED WITH TIN DIOXIDE BARIUM TITANATE****Ivaylo Lazarov***Technical University of Gabrovo***Abstract**

*The paper deals with study the effect of calcination time on the dielectric properties of doped with 0.05 mol% tin dioxide barium titanate. The samples have been calcinated at 1250°C for time 5 and 8 hours. The temperature dependencies of the dielectric permittivity and tangent of the dielectric losses at different frequencies have been obtained. The higher values of the dielectric permittivity and tangent of the dielectric losses have been obtained for samples calcined for eight hours.*

**Keywords:** Barium titanate; Calcination time; Dielectric properties.

**ВЪВЕДЕНИЕ**

Бариевият титанат ( $\text{BaTiO}_3$ ) е сегнетоелектрик с перовскитна структура и отлични диелектрични свойства, намиращ приложение за изработване на кондензатори, многослойни кондензатори (MLCC) и елементи за съхраняване на електрическа енергия. Модифицирането на диелектричните му свойства може да се осъществява чрез добавянето на различни легиращи добавки при което се заместват йони в различни места на кристалната решетка [1]. През последните години все по-голям интерес предизвиква легирането на бариевия титанат ( $\text{BaTiO}_3$ ) с калай (Sn). [2, 3, 4]

С увеличаване броя на калаените йони, заместващи титановите се измества максимумът в температурната зависимост на относителната диелектрична проницаемост ( $\epsilon_r$ ) към по-ниски температури [5].

Друг начин за управление на диелектричните свойства на бариевия титанат е чрез промяна параметрите на технологич-

ния режим при получаване.

Такъв параметър е продължителността на изпичане (синтез). С изменение на продължителността на синтез (спичане) се променят размерите на зърната на изследваната керамика, а от там и диелектричните й свойства [6, 7]. В работа [8] е установено, че с увеличаване продължителността на синтез нарастват стойностите за относителната диелектрична проницаемост ( $\epsilon_r$ ) при стайна температура, увеличават се размерите на зърната на изследваната керамика, но диелектричните загуби нарастват.

Цел на настоящата работа е да се изследва влиянието на продължителността на спичане върху диелектричните свойства на легиран с 0.05 mol% калаен диоксид  $\text{SnO}_2$  синтезиран бариев титанат.

**МАТЕРИАЛИ И МЕТОДИ**

Изследваните материали са получени по стандартна керамична технология. Изходните компоненти са 0.95 mol% готов синте-

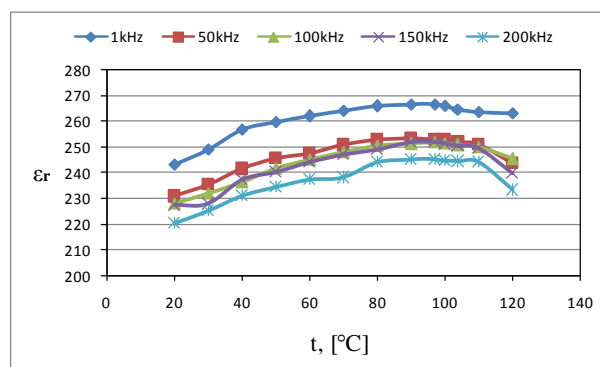
зиран бариев титанат с чистота 99,9% и 0.05 mol% калаен диоксид ( $\text{SnO}_2$ ) с чистота 99.8%. Предимството при използване на готов синтезиран бариев титанат е, че се избягва двойната температурна обработка и повторение на технологичния цикъл при на керамичната технология. При първата температурна обработка се синтезира бариевият титанат с твърдофазни реакции между бариев карбонат  $\text{BaCO}_3$  и титанов диоксид  $\text{TiO}_2$ , а при следващата втора обработка се осъществява спичане на керамиката. По време на спичането се повишава плътността на керамиката, намаляват броят и обемът на порите, пространствено се преразпределят фазите, намаляват се и се изравняват остатъчните напрежения след пресоване.

След подготовка и притегляне на изходните компоненти се извършва тяхното хомогенизиране и смилане в планетарна мелница "Pulvilizete 5" в среда от дейонизирана вода с продължителност 4 часа. Използваните гърнета и мелещи тела (сфери с диаметър 6 и 10 mm) са алундови. След изсушаване на получените състави е прибавен 5% разтвор на поливинилов алкохол. Понататък се извършва гранулиране и пресоване на получените прахове под формата на дискове след достигане на необходимата влажност. Получените образци се спичат във въздушна среда върху алундова подложка, покрита с прах от титанов диоксид  $\text{TiO}_2$  при температура  $1250^\circ\text{C}$  с продължителност 5 и 8 h.

За осъществяване на електрически контакт е използвана сребърна паста, която се спича при температура  $900^\circ\text{C}$  с продължителност 1h. Измерванията на диелектричните свойства са осъществени чрез използването на RLC метър АТ 2816А. Температурните зависимости на  $\epsilon_r$  и  $\text{tg}\delta$  са измерени в диапазона ( $20\div 120$ ) $^\circ\text{C}$  при пет различни честоти – 1, 50, 100, 150 и 200 kHz.

## ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ РЕЗУЛТАТИ

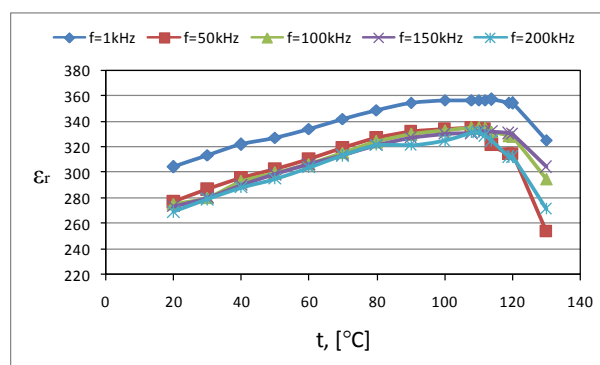
На фиг. 1. са показани получените температурни зависимости на относителната диелектрична проницаемост при различни честоти за материали от легиран с 0.05 mol%  $\text{SnO}_2$  бариев титанат, спечени при температура  $1250^\circ\text{C}$  за време 5h.



**Фиг. 1.** Температурни зависимости на относителната диелектрична проницаемост за материали от 0.95mol%  $\text{BaTiO}_3$ +0.05mol%  $\text{SnO}_2$ , спечени при температура  $1250^\circ\text{C}$  за време 5 h

Стойностите за относителната диелектрична проницаемост ( $\epsilon_r$ ) са най-високи при честота 1 kHz. С увеличаване на честотата стойностите за  $\epsilon_r$  намаляват.

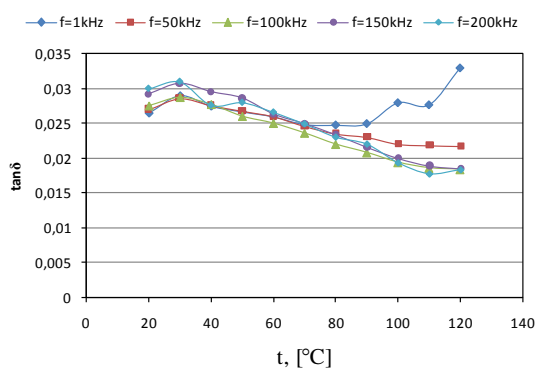
Ходът на температурните зависимости еднакъв при всички честоти, като е наличен максимум при температура около  $95^\circ\text{C}$ .



**Фиг. 2.** Температурни зависимости на относителната диелектрична проницаемост за материали от 0.95mol%  $\text{BaTiO}_3$ +0.05mol%  $\text{SnO}_2$ , спечени при температура  $1250^\circ\text{C}$  за време 8 h

Температурните зависимости на относителната диелектрична проницаемост за материали при различни честоти за материали от легиран с 0.05 mol%  $\text{SnO}_2$  синтезиран бариев титанат, спечени при температура  $1250^\circ\text{C}$  за време 8 h са показани на фиг. 2. Стойностите за относителната диелектрична проницаемост са по-високи в сравнение на тези за материалите, спечени за време 5h при същата температура. Ходът на получените температурни зависимости е подобен на тези на материалите, спечени за време 5

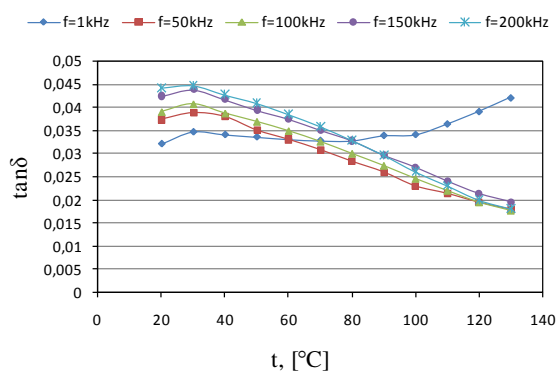
h, но максимални стойности за относителната диелектрична проникваемост са получени при по-висока температура, около 110°C. Зависимостите на тангенса от ъгъла на диелектричните загуби  $\tan\delta$  температурата при различни честоти за материали от легиран с 0.05 mol% SnO<sub>2</sub> бариерен титанат, спечени при температура 1250°C за време 5 h са дадени на фиг. 3.



**Фиг. 3.** Температурни зависимости на тангенса от ъгъла на диелектричните загуби за материали от 0.95 mol% BaTiO<sub>3</sub>+0.05 mol% SnO<sub>2</sub>, спечени при температура 1250°C за време 5 h

Стойностите на  $\tan\delta$  са близки при всички честоти до температура 90°C, със слабо изразен максимум при температура 30°C. При температура над 90°C се наблюдава рязко увеличаване на  $\tan\delta$  при честота 1 kHz.

На фиг. 4. са показани температурните зависимости на  $\tan\delta$  при различни честоти за материали от легиран с 0.05 mol% SnO<sub>2</sub> синтезиран бариерен титанат, спечени при температура 1250°C за време 8 h.



**Фиг. 4.** Температурни зависимости на тангенса от ъгъла на диелектричните загуби за материали от 0.95 mol% BaTiO<sub>3</sub>+0.05 mol% SnO<sub>2</sub>, спечени при температура 1250°C за време 8 h

При температура 30°C се наблюдава слабо изразен максимум на  $\tan\delta$ , както при материалите спечени за време 5 h. С увеличаване на температурата се наблюдава понижаване на стойностите за тангенса от ъгъла на диелектричните загуби, с изключение при честота 1 kHz, където при температура над 80°C  $\tan\delta$  рязко нараства. Стойностите за тангенса от ъгъла на диелектричните загуби са материалите спечени за време 8 h са по-ниски при стайна температура в сравнение с тези за материалите, спечени за време 5 h.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получени и изследвани са диелектричните свойства на сегнетокермични материали от синтезиран бариерен титанат BaTiO<sub>3</sub>, легиран с 0.05 mol% калаен диоксид SnO<sub>2</sub>. Стойностите на относителната диелектрична проникваемост нарастват с увеличаване времето на спичане. Максимумът в температурните зависимости на относителната диелектрична проникваемост е при по-висока температура за материалите, спечени за време 8 h.

С увеличаване времето на спичане са получени по-високи стойности за тангенса от ъгъла при температури близки до стайната. Ходът на изменението на  $\tan\delta$  за изследваните материали е еднакъв и за двете времена на спичане.

## REFERENCE

- [1] Richardson D. W. Modern ceramics engineering: Properties, processing and use in design. Marcel Dekker Inc. New York, 1992.
- [2] Koyaphan W., D. Bomlai. Microstructural and electrical properties of Sn-modified BaTiO<sub>3</sub> lead-free ceramics by two-step sintering method. Advanced in Materials Science and Engineering, 2018.
- [3] Ansari M., K. Sreenivas. Thermogravimetric, dielectric and structural properties of BaSn<sub>0.1</sub>Ti<sub>0.9</sub>O<sub>3</sub> prepared by solid state route. National Conference on Advanced Materials and Technology, 2018, pp. 1-4.
- [4] Al-Akhras M. A., S.Saq'an, Z. Ghadieh. AC electrical properties of polystyrene /ferroelectric barium stannate titanate Ba(Ti<sub>0.9</sub>Sn<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> Ceramic Composition. ACTA PHYSICA POLONICA A, Vol.1 30, 2016, pp. 447-449

- [5] Ansari M., K. Sreenivas. Influence of Sn doping in  $\text{BaSn}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$  ceramics on microstructural and dielectric properties. ICC, 2017, 1-4.
- [6] Karacasulu L., M. Tokkan, M. Bortolotti, G. Ischia, U. Adem. Electrical characteristics of low temperature densified barium titanate. Ceramics International, Vol. 46, 2020, pp. 16670-16676.
- [7] Kim H. T., Y. H. Han. Sintering of nanocrystalline  $\text{BaTiO}_3$ . Ceramics International, Vol. 30, 2004, pp. 1719-1723.
- [8] Rahman M. K., M. F. Hosaain, K. M. Shorowordi, M. A. Matin. Effect of sintering time on dielectric properties of barium titanate and Nb doped barium titanate. Applied Mechanics and Materials, Vol. 860, 2017, pp. 129-133.