

Formulár ZK - Záverečná karta projektu

Riešiteľ: Prof. RNDr. Ján Dusza, DrSc.	Evidenčné číslo projektu: COST-0042-06
Názov projektu: Korelácia elektrofyzikálnych a mechanických vlastností s mikroštruktúrnymi parametrami vo feroelektrických materiáloch perovskitového typu	

Na ktorých pracoviskách bol projekt riešený:	Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, 043 53 Košice
Ktoré zahraničné pracoviská spolupracovali pri riešení (názov, štát):	Queen Mary University of London, Materials Department, UK
	Pennsylvania State University, MRI, USA

Udelené patenty alebo podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory vychádzajúce z výsledkov projektu:	
Publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu (uved'te i publikácie prijaté do tlače): <i>Uvádzajte maximálne päť najvýznamnejších publikácií.</i>	DUSZA, J. - ŠAJGALÍK, P. Silicon nitride and alumina-based nanocomposites. In Handbook of nanoceramics and their based nanodevices. Vol. 2. - Stevenson Ranch, California : American Scientific Publishers, 2009, p. 253-283. ISBN 1-58883-116-7.
	HEGEDUSOVÁ, L. - KOVALČIKOVÁ, A. - CENIGA, L. - DUSZA, J.: Contact strength and crack formation in monolithic ceramic materials: Materials Science and Engineering A 527 (2009)1179-1184
	DUSZA, J. - MORGIEL, J. - TATARKO, P. - PUCHÝ, V.: Characterization of interfaces in ZrO ₂ - carbon nanofiber composite. Scripta Materialia, 61, 2009, s.253-256
	BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - MIHALIK, J.: Effect of Sintering Time on the Phase Composition in PFN Ceramics Prepared by Sol-Gel Process. Key Engineering Materials, 409, 2009, s.317-321
	ANDREJOVSKÁ, J. - MIHALIK, J. - KOVAĽ, V. - BRUNCKOVÁ, H. - DUSZA, J.: Microstructure and properties of Pb free piezoelectric ceramics based on (K _{0.5} Na _{0.5})NbO ₃ . Acta Metallurgica Slovaca, 15, 2009, no. 2, s.112-116
V čom vidíte uplatnenie výsledkov projektu:	Zlepšenie súčasnej úrovne fundamentálneho poznania v oblasti štúdia vzájomného vzťahu medzi mikroštruktúrnymi aspektami a výslednými elektrickými a mechanickými vlastnosťami feroelektrických materiálov perovskitového typu. Poznatky získané pri riešení projektu bude možné v blízkej budúcnosti ďalej využiť smerom k príprave elektrokeramických materiálov s vylepšenými dielektrickými, feroelektrickými a a piezoelektrickými vlastnosťami pre aplikácie v mikro/nano -elektromechanických systémoch a FeRAM zariadeniach.

Charakteristika výsledkov

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - slovensky:

V úzkej spolupráci s Pennsylvania State University, USA boli pripravené tenké $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ (PZT) feroelektrické filmy odlišných hrúbok s pomerom $\text{Zr}/\text{Ti} = 52/48$ na štandardných platinizovaných kremíkových (Si) podložkách LSMCD (Liquid Source Misted Chemical Deposition) metódou a taktiež usporiadané štruktúry PZT mikrotrubic technikou vákuovej infiltrácie pórovitých Si substrátov polymérnym PZT roztokom. Experimentálne bola dokázaná vysoká fázová čistota tak PZT filmov ako aj mikrotrubic s (111)-preferovanou kryštalografickou orientáciou perovskitovej fázy. Následne boli na tenkých feroelektrických filmoch zrealizované elektromechanické a feroelektrické merania, ktoré ukázali, že LSMCD technológiou je možné pripraviť piezoelektrické filmy vynikajúcich vlastností s širokým aplikačným využitím. V prípade usporiadaných štruktúr feroelektrických PZT mikrotrubic boli realizované experimenty orientované na paralelné usporiadanie a orientáciu mikrotrubic medzi litograficky definovanými Ti/Au elektródami pomocou dielektroforézie. Pozorovania na optickom mikroskope ukázali, že na Si substráte s 12 μm medzerou medzi vzájomne prepojenými mikroelektródami je možné dosiahnuť relatívne dobré usporiadanie a orientáciu 25-30 μm dlhých a 400 nm hrubých PZT rúriek pri aplikovanom 5 Vrms napätí s frekvenciou 10 Hz.

V rámci vyvolaného APVV projektu sa riešiteľský kolektív zaoberal aj problematikou prípravy a charakterizáciou bezolovnatej piezoelektrickej keramiky $(\text{K},\text{Na})\text{NbO}_3$ -typu ako odpoveď na nedávne legislatívne opatrenia EU týkajúce ochrany životného prostredia. Na základe RTG analýz a mikroštruktúrnych meraní bolo dokázané, že pridávanie AgNbO_3 napomáha procesu zhusťovania $(\text{K},\text{Na})\text{NbO}_3$ keramiky a zlepšuje účinnosť spekania bezolovnatej piezoelektrickej keramiky.

$\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$, $(1-x)\text{PMN}$ - $x\text{PFN}$, perovskitový systém bol pripravený sól-gél syntézou miešaním octanov Pb, Mg a Fe s Nb-etylénglykol-vínnym komplexom. Na tomto komplexnom oxidickom systéme bol študovaný vplyv teploty spekania na obsah pyrochlórovej fázy vo finálnej PMN-PFN keramike. Mikroštruktúrne analýzy ukázali, že optimálna teplota spekania PMN-PFN systému sa takmer lineárne posúva z 1200°C k 1150°C s pridávaním PFN zložky do komplexného oxidického systému, pričom bola potvrdená prítomnosť rôznych typov pyrochlórových fáz ($\text{PbFe}_8\text{O}_{13}$, $\text{Pb}_3\text{Fe}_4\text{Nb}_4\text{O}_{13}$ a $\text{Pb}_3\text{Nb}_4\text{O}_{13}$) vo finálnej keramike. V prípade prípravy čistej PFN keramiky bolo ukázané, že prebytok Pb zavedný v procese syntézy práškového nanoprekurzora vedie k nárastu obsahu perovskitovej fázy vo finálnej nestechiometrickej keramike.

Summary of the project results and the fulfillments of the project goals (max. 20 lines) -english:

In order to elucidate and develop current understanding of the mechanical origin of effects that influence the ferroelectric and ferroelastic subcoercive behavior and switching processes in ferroelectrics, $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ (PZT) thin films and unconstrained high aspect ratio PZT microtube structures were prepared and investigated in close co-operation with the Pennsylvania State University, USA. The ferroelectric PZT thin films of different thickness, with a Zr/Ti ration of 52/48, were prepared on standard platinized Si wafers using a Liquid Source Misted Chemical Deposition (LSMCD) technique. After annealing at temperature of 750 C for 1 min in oxygen ambient, the films exhibited good phase purity with a (111)-preferred crystallographic orientation. The C-V and P-E hysteresis measurements in wide frequency range showed that mist deposited PZT films exhibit the electrical properties comparable with those of other processing methods. High aspect ratio ferroelectric tube structures with a diameter of 1.5 μm and length of about 30 μm were prepared by vacuum infiltration of $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ solution precursor into meso porous silicon templates. The x-ray diffraction analysis and scanning electron microscopy of annealed one-dimensional PZT nano structured

materials confirmed the (111)-preferred orientation of the perovskite phase and hollow structure of well crystallized micro tubes, respectively. The research on optimum alignment of hundreds ferroelectric micro tubes between the pre-patterned interdigitated Ti/Au electrodes through the dielectrophoretic effect revealed that factors such as the electrode gap, shape, magnitude and frequency of an applied electrical signal can control substantially dielectrophoretic long-range forces, and hence spatial movement of PZT micro tubes. A square wave signal of 5 Vrms and 10 Hz was found to be the most effective in assembling the tubes on a 12 μm microelectrode gap.

For lead free KNN-based piezoelectrics prepared by high-energy mechanical milling of raw materials, it was demonstrated that the substitution of AgNbO_3 for $(\text{K},\text{Na})\text{NbO}_3$ results in more effective process of sintering. $(1-x)\text{PMN}-(x)\text{PFN}$ perovskite system with $x = 0.0-1.0$ was prepared through sol-gel synthesis by mixing acetates of Pb, Mg and Fe with Nb-ethylene glycol-tartrate complex. The effect of the sintering temperature on phase purity of the PFN-PMN system was investigated. Microstructural analysis showed that the sintering temperature shifts from 1200 $^\circ\text{C}$ to 1150 $^\circ\text{C}$ as the amount of PFN is increased from $x = 0$ to $x = 0,5$. The results of EDX and XRD analysis demonstrated that the more complex types of pyrochlore phases occur in sintered PMN-PFN ceramics. For $x = 1$, i.e. pure PFN ceramics, the excess of Pb resulted in increasing the content of perovskite phase in final ceramic materials.

Podpisom záverečnej karty riešiteľ vyjadruje svoj súhlas so zverejnením údajov v nej uvedených.

Podpis zodp. riešiteľa:

Podpis štatutárneho zástupcu:

Dátum:

Pečiatka: