



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

H10N 30/07 (2023.02); H10N 30/092 (2023.02)

(21)(22) Заявка: 2023102796, 08.02.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
08.02.2023Дата регистрации:  
17.05.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.02.2023

(45) Опубликовано: 17.05.2023 Бюл. № 14

Адрес для переписки:

308015, г. Белгород, ул. Победы, 85, НИУ  
"БелГУ", ОИС, Цурикова Наталья Дмитриевна

(72) Автор(ы):

Олейник Андрей Николаевич (RU),  
Кубанкин Александр Сергеевич (RU),  
Гильц Марк Эрнстович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

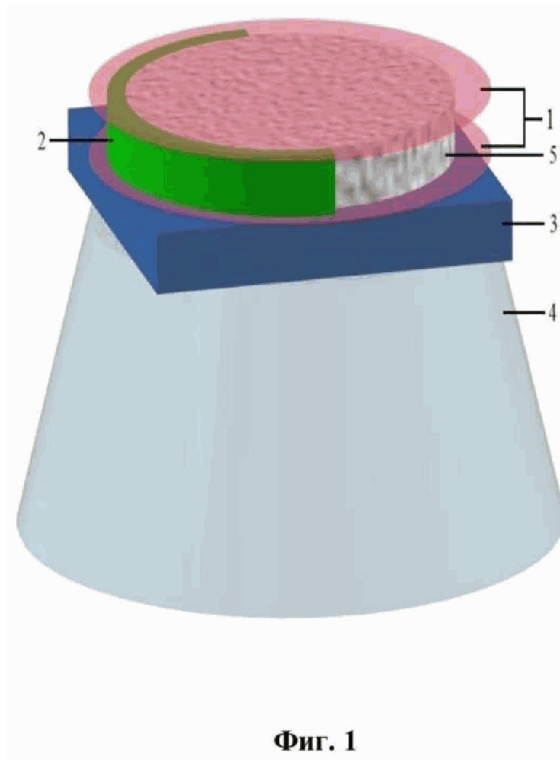
Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Белгородский государственный  
национальный исследовательский  
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: JPH 08306985 A, 22.11.1996. JP  
2009203105 A, 10.09.2009. DE 3819947 C2,  
17.06.1993. JP 2006083016 A, 30.03.2006. WO  
2010087228 A1, 05.08.2010. RU 2789246 C2,  
31.01.2023.

(54) Способ создания ориентированных структур на основе сегнетоэлектрического порошка

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам создания ориентированных структур из порошковых сегнетоэлектриков, которые могут быть использованы в различных устройствах регистрации и управления электромагнитным излучением. Сущность: на первый электрод насыпают сегнетоэлектрический порошок, второй электрод располагают параллельно над первым, под которым установлено устройство изменения температуры, рабочая плоскость которого больше или равна площади изготавливаемой структуры. С нижней стороны устройства изменения температуры установлен источник ультразвукового излучения, направленный вверх. Оба электрода и источник ультразвукового излучения подключены к источнику напряжения.

Затем питание одновременно подается на устройство изменения температуры, высоковольтные электроды и источник ультразвукового излучения. Происходит ориентирование порошка за счет разворота частиц вдоль линии электрического поля. После ориентации частиц порошка по электрическому полю и стабилизации их положения выключают питание электродов и ультразвукового источника. После этого весь объем порошка проливают фиксирующим составом. Температуру структуры увеличивают нагревательным элементом и поддерживают до высыхания фиксирующего состава. Технический результат: повышение эффективности, снижение времени создания структуры. 2 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*H10N 30/07* (2023.01)  
*H10N 30/092* (2023.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*H10N 30/07* (2023.02); *H10N 30/092* (2023.02)

(21)(22) Application: **2023102796, 08.02.2023**

(24) Effective date for property rights:  
**08.02.2023**

Registration date:  
**17.05.2023**

Priority:

(22) Date of filing: **08.02.2023**

(45) Date of publication: **17.05.2023** Bull. № 14

Mail address:

**308015, g. Belgorod, ul. Pobedy, 85, NIU "BelGU",  
OIS, Tsurikova Natalya Dmitrievna**

(72) Inventor(s):

**Oleinik Andrei Nikolaevich (RU),  
Kubankin Aleksandr Sergeevich (RU),  
Gilts Mark Ernstovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniia "Belgorodskii gosudarstvennyi  
natsionalnyi issledovatel'skii universitet" (NIU  
"BelGU") (RU)**

(54) **METHOD FOR CREATING ORIENTED STRUCTURES BASED ON FERROELECTRIC POWDER**

(57) Abstract:

FIELD: ferroelectric powders.

SUBSTANCE: invention is related to methods for creating oriented structures from ferroelectric powders, which can be used in various devices for recording and controlling electromagnetic radiation. Ferroelectric powder is poured onto the first electrode, the second electrode is placed in parallel above the first one, under which a temperature change device is installed, the working plane of which is greater than or equal to the area of the structure being manufactured. A source of ultrasonic radiation directed upwards is installed on the lower side of the temperature change device. Both electrodes and the source of ultrasonic radiation are connected to a voltage source. Power is then

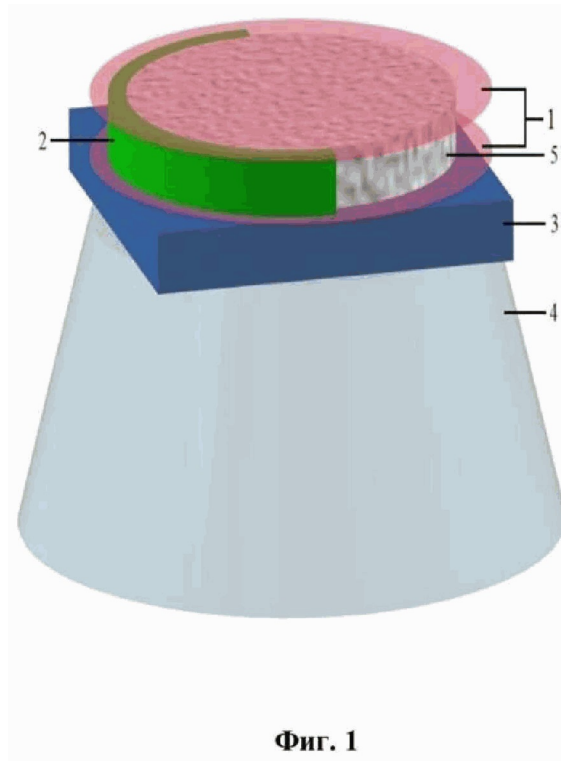
simultaneously applied to the temperature changer, the high voltage electrodes and the ultrasonic source. The powder is oriented by turning the particles along the electric field line. After the powder particles are oriented along the electric field and their position is stabilized, the power to the electrodes and the ultrasonic source is turned off. After that, the entire volume of the powder is effused with a fixing compound. The temperature of the structure is increased by the heating element and maintained until the fixing compound dries.

EFFECT: increased efficiency, reduced time for creating a structure.

1 cl, 2 dwg

**RU 2 796 209 C1**

**RU 2 796 209 C1**



Фиг. 1

Изобретение относится к способу создания ориентированных структур из порошковой среды и может быть использовано в различных устройствах регистрации и управления электромагнитным излучением таких как: электрооптические затворы, подложки для оптической микроскопии, а также в электростимуляционных устройствах, в частности для стимуляции роста биологических объектов.

Сегнетоэлектрические материалы, которые используются в предлагаемом способе, представляют целую группу различных по составу твердых тел. Свойства данных материалов связаны с наличием в материале спонтанной поляризации, направление и величина которой зависит от внешних факторов, таких как изменение температуры, давление и электрическое поле. Такие материалы обладают фазовым переходом из несимметричной спонтанно поляризованной структуры в симметричную и имеют доменную структуру, где каждый домен имеет свой вектор поляризации. Помимо выращивания крупных (до нескольких десятков сантиметров) монокристаллов, существуют способы создания наноразмерных кристаллических порошков, также обладающих сегнетоэлектрическими свойствами.

Известен способ создания наноразмерного порошка танталата лития получаемый золь-гель методом (CN № 101602596, публ. 16.12.2009). Способ заключается в разбавлении исходных материалов, а именно  $Ta_2O_5$  и  $Li_2CO_3$ , с лимонной кислотой, как с комплексным соединителем, и последующего добавления в раствор этерифицирующего агента этиленгликоля. Соединение металла и лимонной кислоты равномерно распределяется в получаемой полимерной сетке, после чего раствор-предшественник высушивают и прокалывают, получая наноразмерный порошок танталата лития.

Известен способ создания дипольно ориентированной пьезоэлектрической структуры (US № 4826616, публ. 02.05.1989), в котором предлагается создание структуры, на основе сегнетоэлектрического порошка и смеси эпоксидных смол, чувствительной к давлению. Ориентация структуры осуществляется приложением к смеси электрического поля с одновременной прокалкой взвеси, для закрепления положения частиц сегнетоэлектрического порошка.

Так же известен способ получения пироэлектрического материала (JP № 2006083016, публ. 30.03.2006), который включает синтез одноосно-ориентированной пироэлектрической керамики методом плазменно-разрядного спекания. Спекание производится путем импульсной подачи постоянного тока при одновременном высокотемпературном (порядка  $2000^{\circ}C$ ) одноосном прессовании аморфного исходного порошка или смеси порошка с пластинчатыми кристаллами.

Общим недостатком подобных способов является необходимость высокотемпературной прокалки образцов для создания ориентированной структуры.

Кроме того, известны способы создания ориентированных структур при помощи магнитных полей.

В одном из таких способов синтезированный пироэлектрический порошок  $SrBi_2Ta_2O_9$  легированный кобальтом помещался в магнитное поле (С. Bedoya и др., Magnetic-field-induced orientation in Co-doped  $SrBi_2Ta_2O_9$  ferroelectric oxide, J. Phys.: Condens. Matter, 2002). За счет легирующего элемента, который увеличивает сегнетоэлектрические свойства исходного материала, происходит поляризация структуры.

Другой способ также основан на ориентации частиц магнитным полем (С. Weiwu и др., Preparation of Grain-Oriented  $Sr_{0.5}Ba_{0.5}Nb_2O_6$  Ferroelectric Ceramics by Magnetic Alignment, J. Am. Ceram. Soc., 2006). Синтезированный и перемолотый порошок SBN50 разбавили в суспензии. После ориентации магнитным полем при комнатной температуре,

образец прокалывают и прессуют.

Общим недостатком способов магнитной ориентации является необходимость равномерного и стабильно контролируемого магнитного поля.

Известно техническое решение создания ориентированной структуры из мелкодисперсного исходного материала, размешанного в жидкости методом электрофореза (JP № H08306985, публ. 22.11.1996). Способ включает в себя создание суспензии. Сегнетоэлектрический порошок добавляли в стакан с растворителем и перемешивали при помощи ультразвукового излучения. В раствор опускается пара электродов и после проведения электрофореза, электрод с осажденными частицами прокалывается при высокой температуре в течение нескольких часов (1-2 часа).

Представленный выше способ создания ориентированной сегнетоэлектрической структуры наиболее близок к предлагаемому способу. Недостатком данного способа является высокотемпературное прокалывание в течение продолжительного времени.

Задачей, на решение которой направлено предлагаемое техническое решение, является получение эффективного способа создания ориентированных структур на основе сегнетоэлектрического порошка, например ниобата лития.

Поставленная задача решается предлагаемым способом - включающим сегнетоэлектрический порошок, металлические электроды, источник напряжения, ультразвуковой источник, причем, вначале на первый электрод насыпают сегнетоэлектрический порошок, а второй электрод параллельно располагают над первым, под которым дополнительно установлено устройство изменения температуры, рабочая плоскость которого больше или равна площади изготавливаемой структуры. С нижней стороны устройства изменения температуры установлен источник ультразвукового излучения, направленный вверх. Оба электрода и источник ультразвукового излучения подключены к источнику напряжения. Затем питание одновременно подается на устройство изменения температуры, высоковольтные электроды и источник ультразвукового излучения, происходит ориентирование порошка за счет разворота частиц вдоль линии электрического поля. А после ориентации частиц порошка по электрическому полю и стабилизации их положения выключают питание электродов и ультразвукового источника, после чего весь объем порошка проливают фиксирующим составом, температура получаемой структуры увеличивается нагревательным элементом и поддерживается до высыхания фиксирующего состава.

Технический результат заключается в более эффективном способе создания ориентированных структур на основе сегнетоэлектрического порошка. Предлагаемый способ отличается от способа, описанного в прототипе использованием сухого сегнетоэлектрического порошка без предварительной подготовки суспензии, а также отсутствием высокотемпературной прокали электродов и получаемой на них структуры, также значительно меньшим временем создания ориентированной структуры из исходного порошка, связанного с отсутствием определенных этапов. Дополнительно в предлагаемом способе активно используются пироэлектрические свойства материала порошка.

Преимущество предлагаемого способа заключается в отсутствии подготовки раствора, прокали ориентированных образцов и в уменьшении времени процесса ориентации и фиксации частиц порошка, по сравнению с аналогичными способами создания ориентированных структур на основе сегнетоэлектрического порошка. Так же следует учесть, что использование суспензии предполагает ослабление пироэлектрического эффекта, за счет стекания заряда в жидкой среде, и увеличение сопротивления к повороту частиц, в то время как в условиях обычного атмосферного

давления и газовой среды наблюдается более сильно выраженный, по сравнению с жидкой средой, пироэлектрический эффект и более слабое влияние среды на поворот частиц порошка.

Способ осуществляется с помощью устройства и поясняется чертежами.

5 Фиг. 1 - изображен общий вид устройства для создания ориентированных структур.

Фиг. 2 - увеличенное изображение полученной ориентированной структуры зафиксированного порошка. Диаметр структуры 16 мм, высота 0.8 мм.

Устройство содержит: электроды 1 первый и второй, с ограничивающими стенками 2, устройство изменения температуры 3, источник ультразвукового излучения 4,  
10 сегнетоэлектрический порошок 5.

Способ осуществления изобретения.

1. На первый электрод 1 с ограничивающими стенками 2 насыпают сегнетоэлектрический порошок 5. Второй электрод лежит над первым электродом на ограничивающих стенках 2 параллельно первому. Оба электрода подключают к  
15 источнику напряжения (на фиг. не показано). Под первым электродом находится устройство изменения температуры 3, (например, элемент Пельтье, диод, лазер), рабочая плоскость которого больше или равна площади изготавливаемой структуры, подключенный к источнику напряжения. С нижней стороны устройства изменения температуры 3 установлен источник ультразвукового излучения 4, направленный вверх.

20 2. Одновременно питание подается на устройство изменения температуры 3, высоковольтные электроды 1 и ультразвуковой источник 4. В этом режиме питание поддерживается в течение времени, которого достаточно для ориентации частиц порошка по электрическому полю и стабилизации их положения относительно собранной конфигурации элементов, например, для элемента Пельтье установлено  
25 время 5 минут.

3. Выключают питание электродов 1 и ультразвукового источника 4. Весь объем порошка проливают фиксирующим составом (смолы, полимеры). Температура порошка увеличивается и поддерживается устройством изменения температуры 3 до времени высыхания фиксирующего состава, которое зависит от объема изготавливаемой  
30 структуры и типа фиксирующего состава.

Пример конкретного выполнения.

Для создания ориентированной структуры из порошка ниобата лития использовался монокристалл ниобата лития раздробленный в мельнице и просеянный сеткой с шириной  
35 ячейки 40 мкм, соответственно размер частиц не превышал 40 мкм. В качестве устройства для изменения температуры порошка использовался элемент Пельтье размерами 30x30 мм. Радиатор между элементом Пельтье и ультразвуковым источником представлял собой медную пластину толщиной 120 мм. Ультразвуковой источник имел мощность 160 Вт и частоту 35000 Гц.

Пример 1

40 Для создания структуры ориентированного порошка ниобата лития, напряжение на элемент Пельтье подавалось 2 В на 2-ом этапе и 4 В на 3-ем этапе. Высота между высоковольтными электродами составляла 1 мм и напряжение, подаваемое на них, составляло 1.5 кВ. Ограничивающие стенки имели форму круга, так структура получила форму цилиндра диаметром 16 мм и высотой 0.8 мм и массой 0.26 г. В качестве  
45 фиксирующего полимером использовался ацетоновый 40% раствор полилактид-ко-гликолида (PGLA) объемом ~10 мл. Ориентирование частиц на 2-ом этапе происходила в течении 5 минут и фиксация раствором на 3-ем этапе 15 мин. Пироэлектрический коэффициент полученной структуры равен  $2.04E-7 \pm 7.54E-8$  [Кл/м<sup>2</sup>К].

## Пример 2

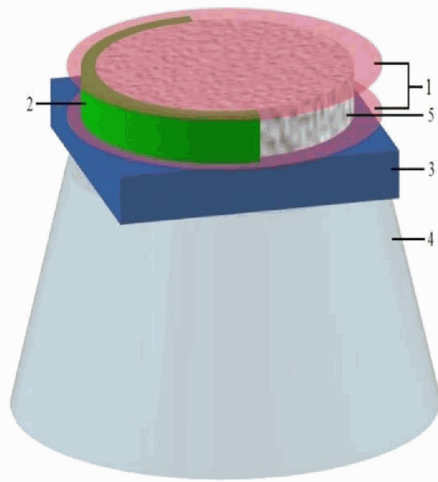
Для создания структуры ориентированного порошка ниобата лития с пирозлектрическим коэффициентом  $1.91E-7 \pm 7.2E-8$  [Кл/м<sup>2</sup>К] напряжение на элемент Пельтье подавалось 2.4 В на 2-ом этапе и 4 В на 3-ем этапе. Порошок массой 0.24 г также охлаждался для ориентировки и фиксировался 12 мл. раствора полилактид-со-гликолида. Время 2-го этапа составляло 5 мин., а фиксация раствором 13 мин.

Предлагаемый способ позволяет получать ориентированные структуры, которые могут использоваться в различных устройствах детектирования, как например температурные датчики сложной формы, в медицине, как среда контроля роста биологических объектов, в устройствах управления электромагнитным излучением, например при изготовлении электронных микросхем и другой техники.

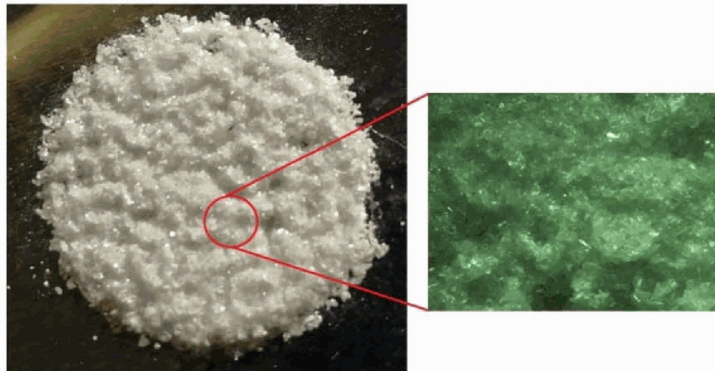
## (57) Формула изобретения

**Способ создания ориентированных структур на основе сегнетоэлектрического порошка, использующий сегнетоэлектрический порошок, металлические электроды, источник напряжения, ультразвуковой источник, отличающийся тем, что на первый электрод насыпают сегнетоэлектрический порошок, а второй электрод параллельно располагают над первым, под которым дополнительно установлено устройство изменения температуры, рабочая плоскость которого больше или равна площади изготавливаемой структуры, с нижней стороны устройства изменения температуры установлен источник ультразвукового излучения, направленный вверх, оба электрода и источник ультразвукового излучения подключены к источнику напряжения, питание одновременно подается на устройство изменения температуры, высоковольтные электроды и источник ультразвукового излучения, происходит ориентирование порошка за счет разворота частиц вдоль линии электрического поля, а после ориентации частиц порошка по электрическому полю и стабилизации их положения выключают питание электродов и ультразвукового источника, после чего весь объем порошка проливают фиксирующим составом, температура получаемой структуры увеличивается нагревательным элементом и поддерживается до высыхания фиксирующего состава.**





Фиг. 1



Фиг. 2