

## ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПЛЕНКИ ТИТАНАТА БАРИЯ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

Е. А. Печерская<sup>1</sup>, У. С. Чихрина<sup>2</sup>, О. В. Карпанин<sup>3</sup>, П. Е. Голубков<sup>4</sup>, С. А. Гурин<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Пензенский государственный университет, Пенза, Россия

<sup>1, 5</sup> iit@pnzgu.ru, <sup>2</sup> chikhulyana@yandex.ru, <sup>3</sup> karpanino@mail.ru, <sup>4</sup> golpavpnz@yandex.ru

**Аннотация.** *Актуальность и цели.* Объектом исследований выступает сегнетоэлектрическая пленка титаната бария, для получения которой авторами предложен метод микродугового оксидирования, ранее широко применяемый для развития поверхности изделий из металлов и сплавов легкой группы. Предмет исследований – параметры, характеризующие качество полученной пленки, от которых также зависят возможные направления ее использования. В представленном исследовании в качестве таких параметров рассмотрен спектральный состав, а также шероховатость поверхности. *Материалы и методы.* Для получения сегнетоэлектрической пленки титаната бария применен метод микродугового оксидирования. При этом титановая подложка погружалась в гальваническую ячейку, заполненную электролитом на основе гидроксида бария. Для измерения шероховатости использован лазерный контурграф – профилометр Mitaka PF-60. *Результаты.* Представлены результаты измерений шероховатости поверхности, а также спектрального состава титаната бария на образцах двух типов: с предварительно подготовленной в молочной кислоте подложке и необработанной подложкой из титана. *Выводы.* Определены основные параметры, характеризующие шероховатость: среднее арифметическое отклонение профиля, высота неровностей по десяти точкам, максимальная высота неровностей и другие. Шероховатость поверхности титаната бария зависит от способа его получения и обработки. Выполнен сравнительный анализ представленных экспериментальных результатов, что подтвердило повышение твердости, снижение шероховатости покрытий для подложек, которые подвергались предварительному травлению.

**Ключевые слова:** микродуговое оксидирование, измерение шероховатости, спектральный состав, титанат бария

**Финансирование:** работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, проект «Фундаментальные основы цифрового двойника технологического процесса формирования оксидных покрытий с заданными свойствами методом микродугового оксидирования» № 123091800009-1.

**Для цитирования:** Печерская Е. А., Чихрина У. С., Карпанин О. В., Голубков П. Е., Гурин С. А. Исследование морфологии поверхности сегнетоэлектрической пленки титаната бария, полученной методом микродугового оксидирования // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2024. № 4. С. 116–122. doi: 10.21685/2307-5538-2024-4-13

## INVESTIGATION OF THE SURFACE MORPHOLOGY OF A FERROELECTRIC BARIUM TITANATE FILM OBTAINED BY MICROARC OXIDATION

E.A. Pecherskaya<sup>1</sup>, U.S. Chikhryna<sup>2</sup>, O.V. Karpanin<sup>3</sup>, P.E. Golubkov<sup>4</sup>, S.A. Gurin<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Penza State University, Penza, Russia

<sup>1, 5</sup> iit@pnzgu.ru, <sup>2</sup> chikhulyana@yandex.ru, <sup>3</sup> karpanino@mail.ru, <sup>4</sup> golpavpnz@yandex.ru

**Abstract.** *Background.* The object of research is a ferroelectric film of barium titanate, for which the authors proposed a method of microarc oxidation, previously widely used for the development of the surface of products made of metals and alloys of the light group. The subject of research is the parameters characterizing the quality of the obtained film, which also determine the possible directions of its use. In the presented study, the spectral composition and surface roughness are considered as such parameters. *Materials and methods.* The method of microarc oxidation was used to obtain a ferroelectric film of barium titanate. In this case, the titanium substrate was immersed in a galvanic cell filled with an electrolyte based on barium hydroxide. A Mitaka PF-60 laser contour profiler was used to measure roughness. *Results.* The results of measurements of surface roughness and spectral composition of barium titanate on two types of samples are presented: with a substrate pre-prepared in lactic acid and an untreated titanium substrate. *Conclusions.* The main

parameters characterizing the roughness are determined: the arithmetic mean deviation of the profile, the height of the irregularities at ten points, the maximum height of the irregularities and others. The surface roughness of barium titanate depends on the method of its preparation and processing. A comparative analysis of the presented experimental results was performed, which confirmed an increase in hardness and a decrease in the roughness of coatings for substrates that were subjected to preliminary etching.

**Keywords:** microarc oxidation, roughness measurements, spectral composition, barium titanate

**Financing:** the work was carried out with the support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, the project «Fundamentals of the digital twin of the technological process of formation of oxide coatings with specified properties by the method of microarc oxidation» No. 123091800009-1.

**For citation:** Pecherskaya E.A., Chikhrina U.S., Karpanin O.V., Golubkov P.E., Gurin S.A. Investigation of the surface morphology of a ferroelectric barium titanate film obtained by microarc oxidation. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol' = Measuring. Monitoring. Management. Control.* 2024;(4):116–122. (In Russ.). doi: 10.21685/2307-5538-2024-4-13

### *Введение*

Титановые сплавы обладают рядом преимуществ (высокая коррозионная стойкость, прочность), благодаря чему получили широкое распространение в авиационной и медицинской отраслях промышленности.

Титанат бария представляет собой соединение бария и титана с химической формулой BaTiO<sub>3</sub>. Это кристаллы, не имеющие цвета и не растворяющиеся в воде. Титанат бария получают путем сплавления оксида бария с двуокисью титана или термическим разложением гидротитаната бария. Титанат бария широко используется в различных областях. Он применяется в качестве диэлектрика при изготовлении керамических конденсаторов. Материал отличается наименьшим размытием структурного фазового перехода, что позволяет использовать его в производстве интегральных микросхем, нано- и микросистемной техники [1, 2]. Также он используется в качестве материала для пьезоэлектрических микрофонов и пьезокерамических излучателей. В оптических интегральных микросхемах тонкие пленки титаната бария могут использоваться для маршрутизации информационных потоков. Также возможно управление диэлектрической проницаемостью за счет изменения внешнего электрического поля. Недостатками в применении сплавов титана являются низкая адгезия к полимерным материалам, а также хрупкость, мешающая применять его в парах трения.

### *Измерение шероховатости поверхности пленки титаната бария*

Шероховатость поверхности является важным параметром, который влияет на многие аспекты, включая трение, износ и адгезию изделий машино- и приборостроения. Шероховатость характеризует степень неровности поверхности. Она определяется размерами и формой неровностей поверхности материала или изделия. Основными параметрами, характеризующими шероховатость, являются среднее арифметическое отклонение профиля ( $R_a$ ), высота неровностей по десяти точкам ( $R_z$ ), максимальная высота неровностей ( $R_{max}$ ) и др. Перечисленные параметры могут быть определены посредством профилограммы поверхности (рис. 1, 2). Шероховатость поверхности титаната бария зависит от способа его получения и обработки. Обычно она составляет от 0,1 до 1 мкм. Однако точные значения могут варьироваться в зависимости от конкретного образца и требований к нему.

В работе представлены результаты измерения шероховатости поверхности титаната бария, полученные с помощью лазерного контурографа – профилометра Mitaka PF-60. Лазерная профилометрия – это метод измерения шероховатости поверхности с помощью лазера. Этот метод профилометрии имеет ряд преимуществ перед контактными методами измерения шероховатости. Во-первых, лазеры могут обеспечить очень высокую точность измерений, что делает этот метод идеальным для измерения малых неровностей поверхности. Во-вторых, процесс измерения с помощью лазера обычно занимает меньше времени по сравнению с другими методами измерений, что позволяет обрабатывать большое количество образцов за короткое время. Кроме того, данному методу присуща меньшая субъективная погрешность, поскольку результаты измерений не зависят от оператора в связи с автоматизацией процесса. Также преимуществом метода является его неразрушающее воздействие на образец исследования, поскольку лазер не повреждает и не стирает даже тонкое и неустойчивое покрытие [3, 4].

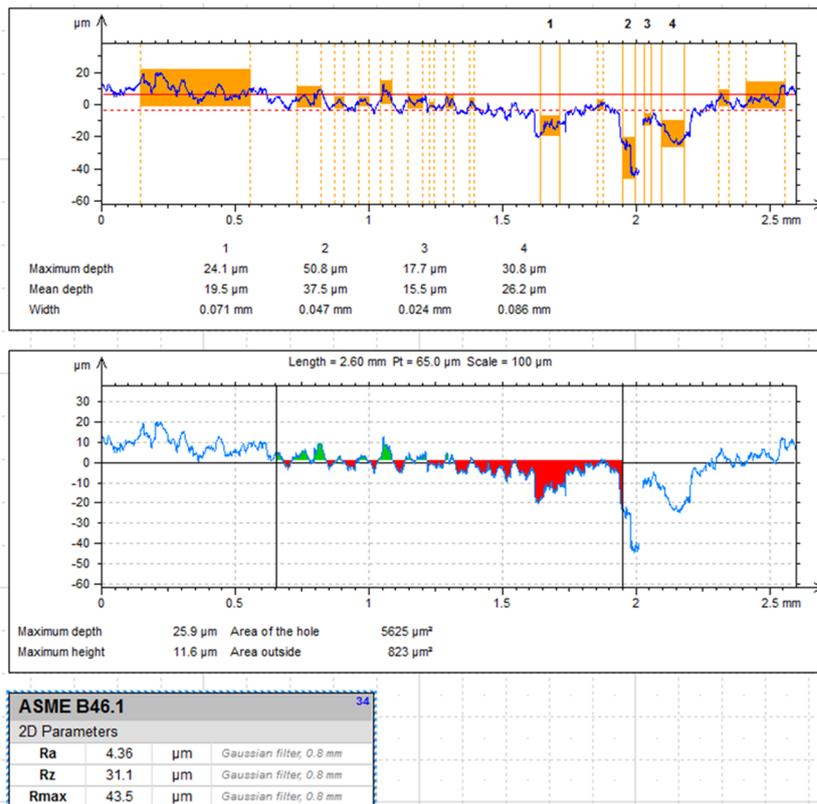


Рис. 1. Профилограмма образца покрытия титаната бария на неподготовленном образце титана

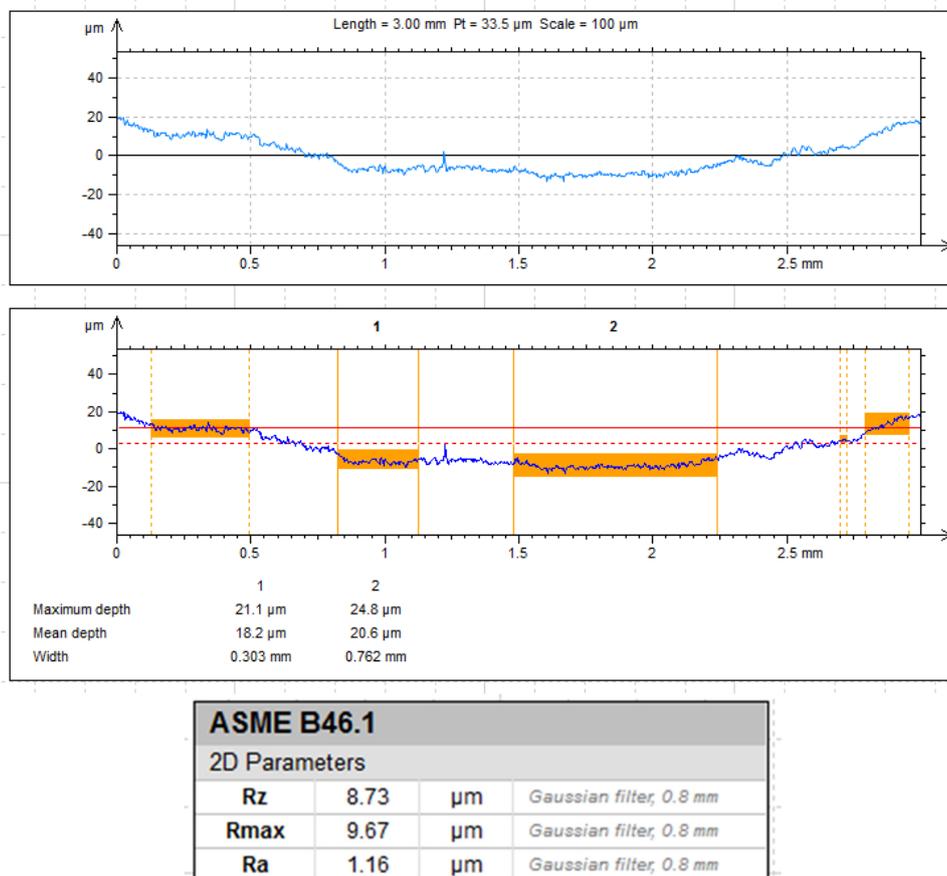


Рис. 2. Профилограмма образца покрытия на подготовленном в кислоте образце

Экспериментальное нанесение покрытия на подложку из титана производилось с помощью метода микродугового оксидирования (МДО) [5]. Процесс заключается в пропускании тока большой плотности через границу раздела металл-электролит. В результате на поверхности образца возникают разряды с высокими локальными температурами и давлениями. Этот метод открывает широкие возможности для нанесения покрытий с широчайшим спектром применения. В процессе микродугового оксидирования можно за короткое время получить стойкое равномерное покрытие, зачастую имеющее высокую адгезию [6, 7].

В первой части экспериментов образцы титана, не прошедшие обработку в молочной кислоте, погружались в электролит для нанесения пленки титаната бария. В результате было получено покрытие (рис. 1), имеющее относительно низкую прочность (легко удаляется заостренным предметом) и выраженную шероховатость. Это указывает на то, что для лучшего сцепления и увеличения адгезии нанесенного покрытия необходима предварительная обработка образца титана с целью снятия поверхностного слоя, так как требуется получить покрытие с улучшенными характеристиками [8].

Во второй части экспериментов образцы титана подвергались травлению в кислоте. Этот процесс необходим для удаления части материала с поверхности, образованию на ней микро рельефа. Травление позволяет улучшить сцепление оксидного слоя с основным материалом, тем самым сделав покрытие более прочным. Кроме того, травление может использоваться для удаления загрязнений и окислов с поверхности титана перед началом процесса микродугового оксидирования.

Травление образцов титановых пластин проводилось на протяжении двадцати минут в молочной кислоте. Реакция титана с молочной кислотой приводит к образованию соли титана и выделению углекислого газа.

В результате оксидирования было получено более стойкое покрытие с меньшей шероховатостью (рис. 2) по сравнению с покрытием, нанесенным на чистый титан. Это объясняется тем, что во время обработки кислотой удалось улучшить качество подготовки испытуемого образца [9], увеличив его шероховатость и сняв поверхностный слой<sup>1</sup>.

### Спектральный анализ полученных образцов

Был выполнен спектральный анализ двух образцов титаната бария, первый из которых не был подготовлен (рис. 3), а второй подвергся травлению в молочной кислоте (рис. 4). Спектральный анализ образца необходим для получения информации о его составе и свойствах. Этот метод позволяет определить наличие и концентрацию определенных элементов или соединений в образце, а также изучить его структуру и физико-химические характеристики. Спектроскопические методы могут обнаруживать очень маленькие количества вещества. Это делает их полезными для анализа следовых количеств элементов или соединений.

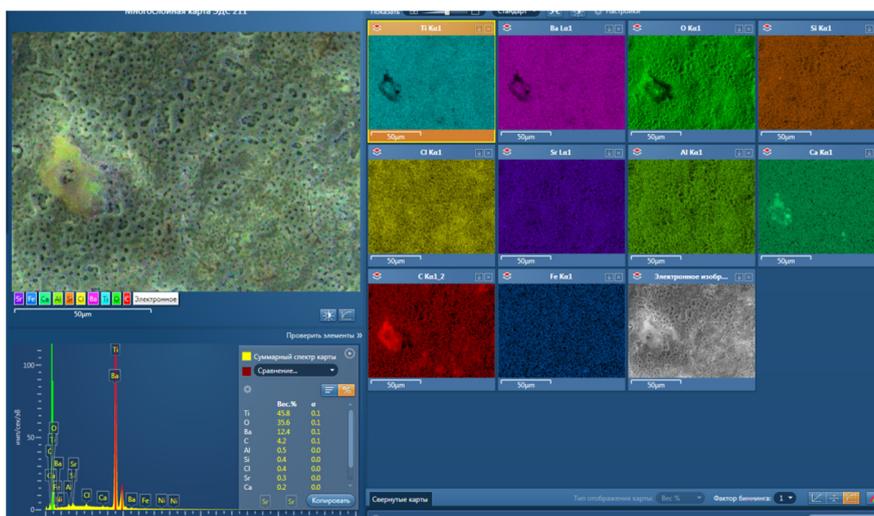


Рис. 3. Спектроскопия образца титаната бария, предварительно не обработанного в молочной кислоте

<sup>1</sup> ГОСТ 2789–73. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики.

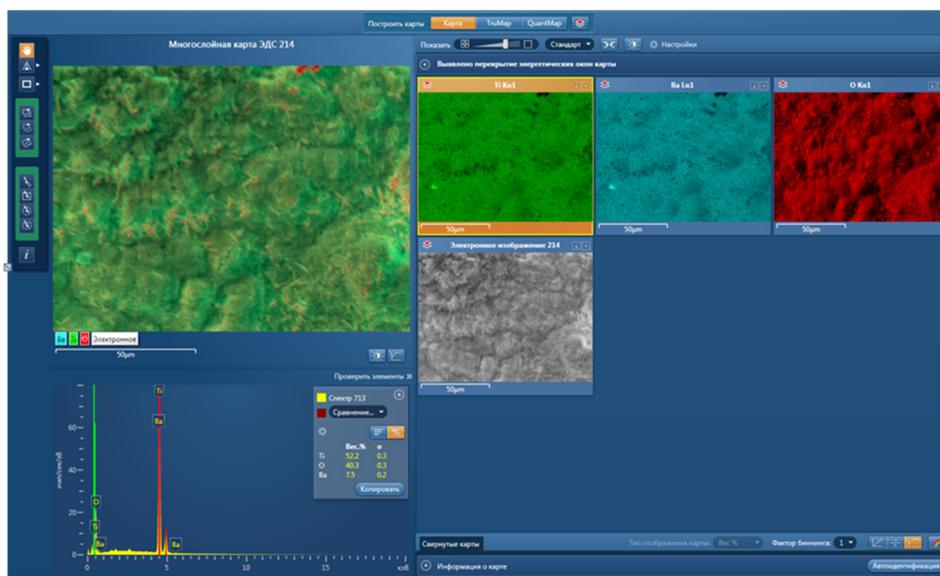


Рис. 4. Спектроскопия образца титаната бария, предварительно обработанного в молочной кислоте

В результате спектрального анализа были установлены следующие характеристики (табл. 1): процентное содержание кислорода, титана, бария образцов, которые не подвергались обработке в кислоте (образцы 1, 2) и подверженных предварительному травлению в молочной кислоте (образцы 3 и 4).

Таблица 1

#### Спектральный состав полученных образцов

| Химический элемент                     | Процентное содержание химического элемента, % |                      |                  |                                 |
|--|---|----------------------|------------------|---------------------------------|
|  | Максимальное значение                         | Минимальное значение | Среднее значение | Среднеквадратическое отклонение |
| Образец № 1 (без подготовки в кислоте) |   |                      |                  |                                 |
| O                                      | 37,79   | 36,90                | 37,22            | 0,49                            |
| Ti                                     | 48,80   | 48,45                | 48,60            | 0,18                            |
| Ba                                     | 14,56   | 13,76                | 14,18            | 0,40                            |
| Образец № 2 (без подготовки в кислоте) |   |                      |                  |                                 |
| O                                      | 43,82   | 41,63                | 42,98            | 1,18                            |
| Ti                                     | 46,56   | 44,95                | 45,67            | 0,82                            |
| Ba                                     | 13,41   | 9,96                 | 11,35            | 1,82                            |
| Образец № 3 (с подготовкой в кислоте)  |   |                      |                  |                                 |
| O                                      | 41,16   | 39,85                | 40,44            | 0,66                            |
| Ti                                     | 52,73   | 51,78                | 52,23            | 0,48                            |
| Ba                                     | 6,55  | 5,39                 | 6,11             | 0,63                            |
| Образец № 4 (с подготовкой в кислоте)  |   |                      |                  |                                 |
| O                                      | 39,67   | 54,95                | 6,55             | 0,38                            |
| Ti                                     | 38,92   | 54,31                | 54,64            | 0,32                            |
| Ba                                     | 6,55  | 5,39                 | 6,11             | 0,64                            |

#### Заключение

Для получения сегнетоэлектрической пленки титаната бария применен метод микродугового оксидирования: титановая подложка погружена в гальваническую ячейку, заполненную электролитом на основе гидроксида бария. Образцы были получены двумя способами: без предварительной обработки подложек и с предварительным их травлением в молочной кислоте.

Представлены результаты исследования шероховатости поверхности полученных образцов посредством лазерного контурографа – профилометра типа Mitaka PF-60, а также выполнен спектральный анализ полученных пленок.

Результаты спектрального анализа показали, что концентрация титаната бария на образцах травленого титана уменьшилась более, чем в 2 раза. Это можно объяснить тем, что у бария

стало меньше центров кристаллизации. Шероховатость поверхности титаната бария зависит от способа его получения и предварительной обработки подложек. Сравнительный анализ различных образцов показал, что более высокой твердостью и низкой шероховатостью обладают покрытия на предварительно обработанных в молочной кислоте подложках.

### Список литературы

1. Печерская Е. А. Метрологические аспекты исследования активных диэлектриков для микро- и наноиндустрии // Нано- и микросистемная техника. 2007. № 7. С. 41–44.
2. Печерская Е. А. Методы и средства исследования активных диэлектриков для наноиндустрии: системный подход : монография. Пенза : Инф.-изд. центр Пенз. гос. ун-та, 2008. 130 с.
3. Кострикина И. А., Макаркин Л. А. Методика измерения шероховатости объектов высокого класса чистоты // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2019. № 1. С. 48–54.
4. Elhamshary N., Abouelatta Ossama Badie, Amar Ibrahim Mohamed, Gadelmawla Elamir. Surface Roughness Measurement Using Light Sectioning Method and Computer Vision Techniques // Mansoura Engineering Journal. 2020. Vol. 29, iss. 1. Article 20. doi: 10.21608/bfemu.2020.132820
5. Дуюнова В. А., Оглодков М. С., Герасимов М. В. [и др.]. Особенности формирования электролитно-плазменных покрытий из никельсодержащих электролитов на титановых сплавах // Труды ВИАМ. 2021. № 7 (101). URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/osobennosti-formirovaniya-elektrolitno-plazmennyyh-pokrytiy-iz-nikelsoderzhaschih-elektrolitov-na-titanovyh-splavah> (дата обращения: 05.10.2024).
6. Голубков П. Е., Печерская Е. А., Козлов Г. В. [и др.]. Исследование влияния частоты измерительного сигнала на погрешность косвенного измерения свойств оксидных покрытий // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2022. № 1. С. 64–72.
7. Печерская Е. А., Голубков П. Е., Карпанин О. В. [и др.]. Исследование влияния технологических параметров процесса микродугового оксидирования на свойства оксидных покрытий // Известия вузов. Электроника. 2019. Т. 24, № 4. С. 363–369.
8. Уайтхауз Д. Метрология поверхностей. Принципы, промышленные методы и приборы. Долгопрудный : Интеллект, 2009. 472 с.
9. Пасынков В. В., Сорокин В. С. Материалы электронной техники. 2-е изд., перераб. и доп. М. : Высш. шк., 1986. 366 с.

### References

1. Pecherskaya E.A. Metrological aspects of research of active dielectrics for micro- and nanoindustry. *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika = Nano- and microsystem engineering*. 2007;(7):41–44. (In Russ.)
2. Pecherskaya E.A. *Metody i sredstva issledovaniya aktivnykh dielektrikov dlya nanoindustrii: sistemnyy podkhod: monografiya = Methods and means of research of active dielectrics for the nanoindustry: a systematic approach : a monograph*. Penza: Inf.-izd. tsentr Penz. gos. un-ta, 2008:130. (In Russ.)
3. Kostrikina I.A., Makarkin L.A. Method of measuring the roughness of high-purity objects. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol' = Measurement. Monitoring. Management. Control*. 2019;(1):48–54. (In Russ.)
4. Elhamshary N., Abouelatta Ossama Badie, Amar Ibrahim Mohamed and Gadelmawla Elamir. Surface Roughness Measurement Using Light Sectioning Method and Computer Vision Techniques. *Mansoura Engineering Journal*. 2020;29(1):Article 20. doi: 10.21608/bfemu.2020.132820
5. Duyunova V.A., Oglodkov M.S., Gerasimov M.V. et al. Features of the formation of electrolyte-plasma coatings from nickel-containing electrolytes on titanium alloys. *Trudy VIAM = Proceedings of VIAM*. 2021;(7). (In Russ.). Available at: <https://cyberleninka.ru/article/n/osobennosti-formirovaniya-elektrolitno-plazmennyyh-pokrytiy-iz-nikelsoderzhaschih-elektrolitov-na-titanovyh-splavah> (accessed 05.10.2024).
6. Golubkov P.E., Pecherskaya E.A., Kozlov G.V. et al. Investigation of the effect of the frequency of the measuring signal on the error of indirect measurement of the properties of oxide coatings. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol' = Measurement. Monitoring. Management. Control*. 2022;(1):64–72. (In Russ.)
7. Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Karpanin O.V. et al. Investigation of the influence of technological parameters of the microarc oxidation process on the properties of oxide coatings. *Izvestiya vuzov. Elektronika = Izvestiya vuzov. Electronics*. 2019;24(4):363–369. (In Russ.)
8. Uaytkhauz D. *Metrologiya poverkhnostey. Printsipy, promyshlennyye metody i pribory = Metrology of surfaces. Principles, industrial methods and devices*. Dolgoprudnyy: Intellekt, 2009:472. (In Russ.)
9. Pasyнков V.V., Sorokin V.S. *Materialy elektronnoy tekhniki. 2-e izd., pererab. i dop. = Materials of electronic technology. 2nd ed., revised and additional*. Moscow: Vyssh. shk., 1986:366. (In Russ.)

*Информация об авторах / Information about the authors***Екатерина Анатольевна Печерская**

доктор технических наук, профессор,  
заведующий кафедры информационно-  
измерительной техники и метрологии,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: iit@pnzgu.ru

**Ekaterina A. Pecherskaya**

Doctor of technical sciences, professor,  
head of the sub-department of information  
and measuring equipment and metrology,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Ульяна Сергеевна Чихрина**

студентка,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: chikhulyana@yandex.ru

**Ulyana S. Chikhrina**

Student,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Олег Валентинович Карпанин**

заведующий службой калибровки и ремонта,  
кафедра информационно-измерительной  
техники и метрологии,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: karpanino@mail.ru

**Oleg V. Karpanin**

Head of calibration and repair service,  
sub-department of information  
and measuring equipment and metrology,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Павел Евгеньевич Голубков**

кандидат технических наук, доцент кафедры  
информационно-измерительной техники,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: golpavpnz@yandex.ru

**Pavel E. Golubkov**

Candidate of technical sciences, associate professor  
of the sub-department of information  
and measuring equipment,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Сергей Александрович Гурин**

кандидат технических наук,  
старший научный сотрудник  
лаборатории «Полет»,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: iit@pnzgu.ru

**Sergey A. Gurin**

Candidate of technical sciences,  
senior researcher of the laboratory "Polet",  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов /  
The authors declare no conflicts of interests.**

**Поступила в редакцию/Received 24.07.2024**

**Поступила после рецензирования/Revised 19.08.2024**

**Принята к публикации/Accepted 02.09.2024**