

УДК 538.9

ФАЗООБРАЗОВАНИЕ И СТРУКТУРА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ СИСТЕМЫ $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$

© 2023 г. Е. В. Глазунова^{1, *}, Л. А. Шилкина¹, А. В. Нагаенко²,
И. А. Вербенко¹, Л. А. Резниченко¹

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования “Южный федеральный университет”, Научно-исследовательский институт физики, Ростов-на-Дону, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования “Южный федеральный университет”, Институт высоких технологий и пьезотехники, Ростов-на-Дону, Россия

*E-mail: kate93g@mail.ru

Поступила в редакцию 14.04.2023 г.

После доработки 15.05.2023 г.

Принята к публикации 29.05.2023 г.

Методом твердофазного синтеза и спекания по обычной керамической технологии получены беспримесные твердые растворы системы $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ с $0.05 \leq x \leq 0.50$. В интервале $0.25 < x < 0.35$ обнаружен морфотропный фазовый переход из ромбоэдрической фазы в кубическую. Показано различие в симметрии материала при “масштабировании” (увеличении массы синтезированного продукта). Установлено влияние $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ и $\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ на характер формирования зеренной структуры.

DOI: 10.31857/S0367676523702216, EDN: KETQSP

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее важных направлений в материаловедении является физика мультиферроиков. Однако синтез мультиферроиков сопряжен с рядом технологических проблем, а также кристаллографических и кристаллохимических особенностей. Например, при получении одного из наиболее известных сегнетомагнетиков – BiFeO_3 возникают некоторые трудности. Его тяжело получить в виде чистого соединения (без примесей), так как он находится на границе устойчивости перовскитной структуры [1–3]. Кроме того, он имеет низкий уровень магнитоэлектрических взаимодействий, обусловленный, с одной стороны, особенностями магнитной и кристаллической структур, а с другой, – большой разницей между температурами антиферромагнитного и сегнетоэлектрического (СЭ) фазовых переходов. С этой точки зрения наиболее интересны такие мультиферроики, как $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ (температура Кюри, $T_C \sim 380$ К и температура Нееля, $T_N \sim 150$ К) и $\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ ($T_C \sim 180$ К и $T_N \sim 350$ К), которые в сочетании с друг другом могут позволить сблизить температуры магнитного и сегнетоэлектрического упорядочений [4–7]. Данные соединения в настоящее время недостаточно изучены, имеются противоречия в литературных данных как по поводу кристаллической структуры этих ве-

ществ, так и по поводу их диэлектрических свойств [8, 9], что к тому же усугубляется критической зависимостью их фазового состава, структуры и свойств от термодинамической предыстории (условий получения) [10, 11].

В связи с этим, целью данной работы является установление закономерностей фазообразования твердых растворов (ТР) многокомпонентной системы $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$.

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектами исследования стали ТР тройной системы $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ с $0.05 \leq x \leq 0.50$ с шагом $\Delta x = 0.05$. В качестве исходного сырья использовались: Bi_2O_3 (99%), PbO (98%), Fe_2O_3 (99%), WO_3 (99.9%), Nb_2O_5 (98%). Изготовление ТР осуществляли методом двухстадийного твердофазного синтеза, в рамках которого образцы подвергались ступенчатому обжигу (первый синтез, $T_{\text{синт } 1}$, и второй синтез, $T_{\text{синт } 2}$) с промежуточным помолом и перемешиванием после каждого обжига. Выбор оптимальных режимов изготовления проводился на серии опытных (экспериментальных) образцов путем варьирования температур обжига и последующим рентгеновским контролем фазового состава, а также определением относительной

плотности ($\rho_{\text{отн}}$) образцов. Оптимальными режимами синтеза были выбраны $T_{\text{синт } 1} = 800^\circ\text{C}$; $T_{\text{синт } 2} = 850^\circ\text{C}$; $\tau_{\text{синт } 1} = \tau_{\text{синт } 2} = 10$ ч. Оптимальные температуры спекания составили $T_{\text{сп}} = 870$ – 890°C (в зависимости от состава), время спекания $\tau_{\text{сп}} = 2$ ч.

Рентгеновские исследования проводили с использованием дифрактометра ДРОН-3 на отфильтрованном CoK_α -излучении с фокусировкой по Брэггу–Брентано. Содержание примесных фаз оценивалось по относительной интенсивности их сильной линии $(I/I_1) \cdot 100$, где I – интенсивность сильной линии примесной фазы, I_1 – интенсивность сильной линии фазы со структурой типа перовскита. Для расчета структурных параметров (линейных – a , b , c , угловых – α , β , объема – V ячейки перовскита) использовались стандартные методики. Точность определения параметров перовскитной ячейки: линейных $\Delta a = \Delta c = \pm 0.003 \text{ \AA}$; угловых $\Delta \alpha = \Delta \beta = \pm 0.05^\circ$; объема $\Delta V = \pm 0.05 \text{ \AA}^3$.

Определение экспериментальной (кажущейся) плотности ($\rho_{\text{эксп}}$) образцов осуществляли методом гидростатического взвешивания, где в качестве жидкой среды использовали n -октан. Расчет рентгеновской (теоретической) плотности ($\rho_{\text{рентг}}$) производили по формуле: $\rho_{\text{рентг}} = 1.66 \frac{MZ}{V}$, где Z – число формульных единиц в одной элементарной ячейке, M – молекулярная масса, V – объем перовскитной ячейки в Å^3 . Относительную плотность ($\rho_{\text{отн}}$) рассчитывали по формуле

$$\rho_{\text{отн}} = \frac{\rho_{\text{эксп}}}{\rho_{\text{рентг}}} \times 100\%.$$

Микроструктуру спеченных керамик оценивали на сколе образца с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-6390L с системой микроанализаторов фирмы Oxford Instruments.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

При получении ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$: опытных образцов (1 г) и серийных образцов (50 г) был проведен подбор оптимальных условий фазообразования (получение керамики с наименьшим содержанием примесной фазы, и наибольшей относительной плотностью), результат которого показан в табл. 1–3. Из табл. 1 видно, что при температурах первого синтеза ниже 750°C в ТР исследуемой системы формируются примесные фазы характерные для BiFeO_3 : $\text{Bi}_{36}\text{Fe}_2\text{O}_{57}$ и $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ [12, 13]. При повышении температуры до 800°C и при увеличении концентрации компонентов x эти примесные фазы исчезают и формируется фаза пирохлора, которая представляет

собой $\text{Pb}_3\text{Nb}_4\text{O}_{13}$ и ТР на его основе. В табл. 2 представлен результат оптимизации условий второго синтеза ТР. Показано, что при $T_2 = 850^\circ\text{C}$ примесная фаза исчезает практически во всех соединениях за исключением $x = 0.30$ и $x = 0.50$. Выявлено, что после спекания примесные фазы $\text{Bi}_{36}\text{Fe}_2\text{O}_{57}$ и $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ формируются только в ТР близких к BiFeO_3 ($x = 0.05$). Интенсивность сильных линий этих фаз не превышает 5–7% от интенсивности основной линии перовскитной фазы. В ТР с $x > 0.05$ после спекания примесные фазы отсутствуют.

Рентгеноструктурный анализ также показал, что в системе $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ происходит морфотропный фазовый переход из ромбоэдрической фазы (Рэ) в кубическую (К) в интервале $0.25 < x < 0.35$, характеризующийся сосуществованием Рэ и К фаз. Структура ТР с $x = 0.35$ имеет слабое искажение элементарной ячейки относительно кубической и не приводит к трансформации уширенных одиночных дифракционных линий в мультиплеты, поэтому симметрия этого ТР обозначена нами как псевдокубическая (Пск). ТР с $x > 0.35$ имеют кубическую симметрию.

На фрагментах рентгенограмм, включающих линии $(111)_\text{к}$ и 200 (см. рис. 1а и 1б), видно, что при изготовлении серийных образцов (рис. 1б) наблюдается трансформация реальной структуры керамики по сравнению с опытными образцами (рис. 1а), вплоть до изменения симметрии усредненной элементарной ячейки. Так, например, в опытном образце с $x = 0.10$ (рис. 1а) рентгеновские линии 111 и 200 просто уширены, а в серийном образце (рис. 1б) четко видна модуляция в направлении $\langle 111 \rangle$ (симметричные диффузные максимумы) и раздвоение линии 200. В опытном образце при $x = 0.20$ линия 111 двойная, а при $x = 0.25$ она состоит из нескольких близко расположенных линий, при этом появляется модуляция в направлении $\langle 100 \rangle$ (диффузные максимумы в основании линии 200). При спекании серийной партии образцов с $x = 0.20, 0.25$ модуляция разрушается, и диффузное рассеяние вблизи рентгеновских линий 111 и 200 только свидетельствует о сегрегации атомов одного сорта.

В результате оптимизации условий спекания показано, что лучшей спекаемостью обладают ТР из интервала концентраций $0.25 \leq x \leq 0.45$. Это может быть обусловлено тем, что здесь происходит морфотропный фазовый переход, способствующий интенсификации диффузионных процессов и массопереносу. Также, на примере ТР с $x = 0.05$ и $x = 0.50$ показано, что применение механоактивации (МА) к пресс-порошку перед спеканием позволяет повысить относительную плотность керамики на 5–10% (табл. 3).

Таблица 1. Относительная интенсивность, $I_{отн}$, примесных фаз в ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$, полученных после первого обжига (первый синтез)

Первый синтез	Опытные образцы		Серийные образцы
	$T_{\text{синт 1}} = 750^\circ\text{C}$	$T_{\text{синт 1}} = 800^\circ\text{C}$	$T_{\text{синт 1}} = 800^\circ\text{C}$
	$I_{отн}, \%$ (примесной фазы)		
$x = 0.05$	50 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 26 $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$	<1 пироклор*	4 $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$
$x = 0.10$	42 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 22 $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$	7 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$	10 Bi_2O_3
$x = 0.15$	20 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 15 $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$	14 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 8 пироклор	<1 пироклор
$x = 0.20$	17 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 10 $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$	10 пироклор	<1 Bi_2O_3 <1 пироклор
$x = 0.25$	18 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 15 пироклор	9 пироклор	14 пироклор
$x = 0.30$	16 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 14 пироклор	10 Bi_2O_3 11 пироклор	8 пироклор
$x = 0.35$	12 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 15 пироклор	10 пироклор	9 пироклор
$x = 0.40$	15 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 16 пироклор	8 пироклор	5 Bi_2O_3 11 пироклор
$x = 0.45$	12 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 25 пироклор	4 Bi_2O_3 8 пироклор	<1 Bi_2O_3 7 пироклор
$x = 0.50$	8 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 25 пироклор	11 пироклор	11 пироклор

* Пироклор состава $\text{Pb}_3\text{Nb}_4\text{O}_{13}$ и ТР на его основе.

Таблица 2. Относительная интенсивность, $I_{отн}$, примесных фаз в ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$, полученных после второго обжига (второй синтез)

Второй синтез	Опытные образцы		Серийные образцы
	$T_{\text{синт 1}} = 750^\circ\text{C}$ $T_{\text{синт 2}} = 800^\circ\text{C}$	$T_{\text{синт 1}} = 800^\circ\text{C}$ $T_{\text{синт 2}} = 850^\circ\text{C}$	$T_{\text{синт 1}} = 800^\circ\text{C}$ $T_{\text{синт 2}} = 850^\circ\text{C}$
	$I_{отн}, \%$ (примесной фазы)		
$x = 0.05$	8 $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ 2 $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$	0	0
$x = 0.10$	16 Bi_2O_3	0	0
$x = 0.15$	7 Bi_2O_3 3 пироклор*	4 пироклор	0
$x = 0.20$	0	0	0
$x = 0.25$	10 пироклор	4 пироклор	0
$x = 0.30$	9 пироклор	7 пироклор	5 пироклор
$x = 0.35$	6 пироклор	0	0
$x = 0.40$	5 пироклор	5 пироклор	0
$x = 0.45$	5 пироклор	5 пироклор	0
$x = 0.50$	6 пироклор	5 пироклор	4 пироклор

* Пироклор состава $\text{Pb}_3\text{Nb}_4\text{O}_{13}$ и ТР на его основе.

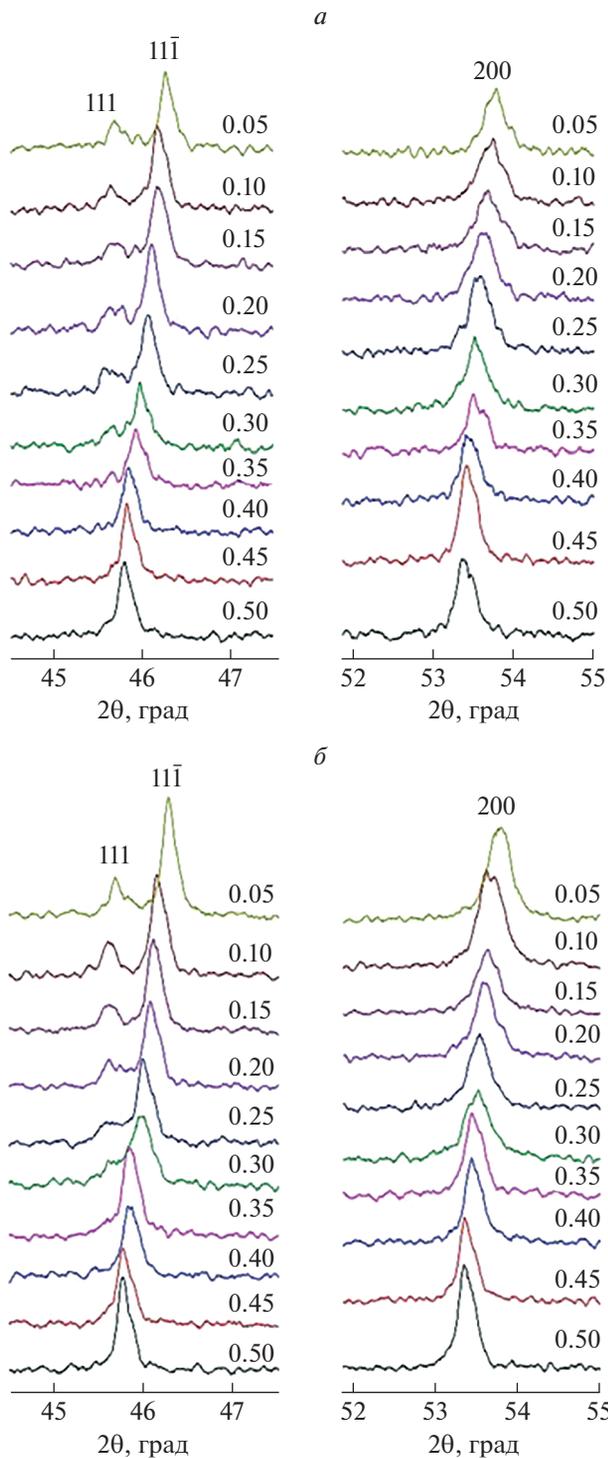


Рис. 1. Отдельные дифракционные линии 111 и 200 ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ для опытных (а) и серийных (б) образцов.

В табл. 4 показано сравнение параметра (a), элементарной ячейки, полуширины линии 200 (b_{200}) и относительной плотности керамик, $\rho_{\text{отн}}$

для опытных и серийных образцов. В интервале $0.30 \leq x \leq 0.35$ по значениям $b_{200}(x)$ для опытных образцов заметен инвариантный эффект, обычно сопровождающий структурную перестройку, при этом увеличение b_{200} , не наблюдается. В серийных образцах, наоборот, $b_{200}(x)$ при $x = 0.3$ имеет локальный максимум, соответствующий сосуществованию двух фаз. Параметр a в серийных образцах имеет два участка поведения, близкого инвариантному эффекту в интервалах $x: 0.25 \leq x \leq 0.30$ и $0.35 \leq x \leq 0.40$. Разный характер изменения a и b_{200} в опытных и серийных образцах свидетельствует о неоднородности ТР, связанной с образованием сегрегаций атомов одного сорта, которые происходят вблизи дефектов структуры [14].

Изменение $\rho_{\text{отн}}$ (табл. 4) свидетельствует о том, что ТР с $x = 0.20$ является смесью двух Рэ фаз с разными параметрами ячейки, что, по-видимому, и приводит к заметному снижению плотности керамики.

На рис. 2 представлены фрагменты микроструктуры керамик системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$. Для всех микроструктур ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ характерна неоднородная картина с хаотической упаковкой кристаллитов (рис. 2). Габитус зерен – неправильные многогранники. По мере увеличения x появляются зерна в виде параллелепипедов ($x = 0.50$, выделены штриховыми линиями). Указанная форма зерен свидетельствует о том, что спекание происходит в присутствии жидкой фазы (ЖФ), количество которой увеличивается по мере насыщения системы компонентами, дающими легкоплавкие эвтектики (PbO , WO_3 , Bi_2O_3 , Nb_2O_5 , Fe_2O_3) в различных соотношениях друг с другом [15–17]. По мере увеличения x до 0.30 (рис. 3) средний размер зерен меняется немонотонно с максимумом при $x = 0.15$. Наиболее рыхлая, дефектная структура наблюдается при $x = 0.20$, что объясняет снижение плотности этих ТР и может быть связано, как указано выше, с формированием двух Рэ фаз с разными параметрами ячейки. Увеличение x до 0.35 приводит к уплотнению зеренной структуры, что, по-видимому, связано как с ростом разнообразия катионов, положительно влияющим на кинетику спекания [18], так и с увеличением количества ЖФ в системе, которая способствует интенсификации усадки и позволяет получить керамику с высокой плотностью и малой остаточной пористостью. Немонотонное изменение размера зерен ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ в интервале $0.05 \leq x \leq 0.30$ свидетельствует о возможных структурных перестройках. При переходе в кубическую фазу размер зерен выравнивается, а микроструктура становится более однородной.

Таблица 3. Относительная плотность, $\rho_{отн}$, ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ после спекания

Спекание							
		Опытные образцы				Серийные образцы	
$T_{сп}; \tau_{сп} - 2ч$		870°C	880°C	890°C	900°C	870°C	890°C
		$\rho_{отн}, \%$					
$x = 0.05$	Без МА	91.4	91.2	90.3	–	90.0	–
	МА	92.2	–	93.7	–	94.1	–
$x = 0.10$		82.5	83.6	92.3		–	92.3
$x = 0.15$		76.0	75.8	89.7	89.4	–	90.3
$x = 0.20$		80.2	80.8	82.6	82.3	–	82.1
$x = 0.25$		86.4	–	93.6	–	–	94.2
$x = 0.30$		93.1	–	95.3	96.6	–	94.2
$x = 0.35$		91.6	–	94.2	94.0	–	94.2
$x = 0.40$		89.7	–	93.1	93.0	–	92.6
$x = 0.45$		89.3	–	93.0	93.5	–	93.8
$x = 0.50$	Без МА	81.7	–	87.7	87.8	–	87.0
	МА	–	–	94.4	–	–	95.4

МА – механоактивация.

Таблица 4. Параметр, a , элементарной ячейки, полуширина линии 200, b_{200} , и относительная плотность керамик, $\rho_{отн}$, ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ для опытных (оп.) и серийных (сер.) образцов

x	Симметрия		$a, \text{Å}$		$b_{200}, (^\circ)$		$\rho_{отн}, \%$	
	оп.	сер.	оп.	сер.	оп.	сер.	оп.	сер.
0.05	Рэ	Рэ	3.967	3.966	0.28	0.31	90.3	89.8
0.10	Рэ	Рэ	3.970	3.973	0.33	0.34	92.3	92.3
0.15	Рэ	Рэ	3.970	3.976	0.34	0.32	89.7	90.3
0.20	Рэ	Рэ	3.976	3.978	0.31	0.30	82.6	82.1
0.25	Рэ + К	Рэ + К	3.979	3.983	0.31	0.29	93.6	94.2
0.30	Рэ + К	Рэ + К	3.983	3.984	0.31	0.31	95.3	94.2
0.35	Пск	Пск	3.983	3.988	0.28	0.25	94.2	94.2
0.40	К	К	3.988	3.988	0.27	0.24	92.9	92.6
0.45	К	К	3.989	3.994	0.23	0.22	94.0	93.8
0.50	К	К	3.992	3.994	0.27	0.23	87.7	87.0

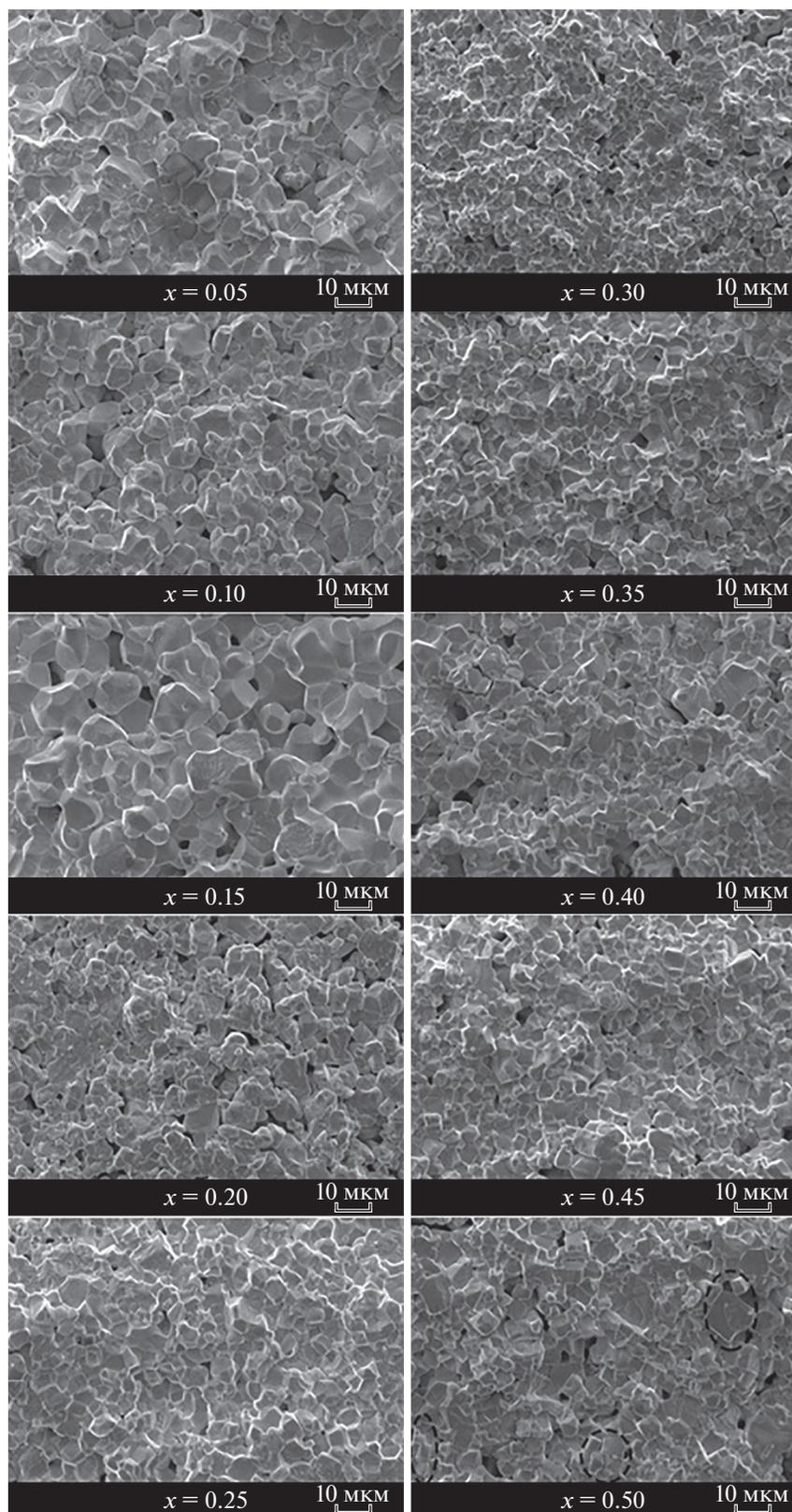


Рис. 2. Фрагменты микроструктур ТР системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3-x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$.

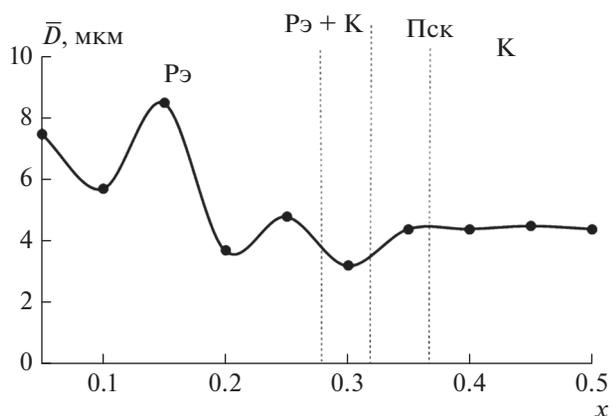


Рис. 3. Зависимость среднего размера зерна ТР системы $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ от концентрации x .

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано, что в системе $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ происходит морфотропный фазовый переход из ромбоэдрической фазы в кубическую в интервале $0.25 < x < 0.35$. При введении в систему $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ и $\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ образуется жидкая фаза, способствующая интенсификации процесса усадки и получению керамики с высокой плотностью.

Установлено также, что при “масштабировании” технологии получения ТР системы $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ наблюдается трансформация реальной структуры керамики, сопровождающаяся изменением симметрии усредненной элементарной ячейки, что важно учитывать при внедрении материалов на его основе в производство.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (государственное задание в сфере на-

учной деятельности, проект № 0852-2020-0032)/(БАЗ0110/20-3-07ИФ), ЦКП НИИ физики ЮФУ).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Фесенко Е.Г. Семейство перовскита и сегнетоэлектричество. М.: Атомиздат, 1972. 248 с.
2. Phapale S., Mishra R., Das D. // J. Nucl. Mater. 2008. V. 373. P. 137.
3. Carvalho T.T., Tavares P.B. // Mater. Lett. 2008. V. 62. P. 3984.
4. Matteppenevar Sh., Rayaprol S., Angadi B., Sahoo B. // J. Alloys Compounds. 2016. V. 677. No. 8. P. 27.
5. Matteppanavar S., Shivaraja I., Rayaprol S. et al. // J. Supercond. Nov. Magn. 2017. V. 30. No. 5. Art. No. 1317.
6. Nagaraja T., Dadami S. T., Matteppanavar S. et al. // AIP Conf. Proc. 2018. V. 1942. Art. No. 140041.
7. Nagaraja T., Dadami S.T., Basavaraj Angadi // AIP Conf. Proc. 2018. V. 1953. Art. No. 070013.
8. Li H., Zhuang J., Bokov A.A. et al. // J. Eur. Ceram. 2021. V. 41. P. 310.
9. Shivaraja I., Matteppanavar S., Deshpande S.K. et al. // J. Alloys Compounds. 2019. V. 800. P. 334.
10. Zhu W.M., Ye Z.-G. // Ceram. Int. 2004. V. 30. P. 1435.
11. Садыков Х.А., Вербенко И.А., Резниченко Л.А. и др. // Констр. композ. матер. 2013. № 2. С. 50.
12. Powder diffraction file. Data card. Inorganic section. Set 42, card 181. Swarthmore: JCPDS, 1948.
13. Powder diffraction file. Data card. Inorganic section. Set 20, card 836. Swarthmore: JCPDS, 1948.
14. Вест А. Химия твердого тела теория и приложения. Часть 1. М.: Мир, 1988. 558 с.
15. Галахов Ф.Н. Диаграммы состояния систем тугоплавких оксидов. Вып. 5. Ч. 4. Л.: Наука, 1988. 348 с.
16. Галахов Ф.Н. Диаграммы состояния систем тугоплавких оксидов. Вып. 5. Ч. 2. Л.: Наука, 1986. 359 с.
17. Ma J., Ma W., Li Q. et al. // J. Mater. Sci. Mater. Electron. 2014. V. 25. P. 3695.
18. Shi J., Chen X., Sun C. et al. // Ceram. Int. 2020. V. 46. P. 25731.

Phase formation and structure in the solid solutions of the $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ system

E. V. Glazunova^a*, L. A. Shilkina^a, A. V. Nagaenko^b, I. A. Verbenko^a, L. A. Reznichenko^a

^aInstitute of Physics, Southern Federal University, Rostov-on-Don, 344090 Russia

^bInstitute of High Technologies and Piezotechnics, Southern Federal University, Rostov-on-Don, 344090 Russia

*e-mail: kate93g@mail.ru

The solid solutions of the $(1 - x)\text{BiFeO}_3 - x/2\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - x/2\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ system in the concentration range $0.05 \leq x \leq 0.50$ were produced by solid state method and sintering using conventional ceramic technology. In the range $0.25 < x < 0.35$, a morphotropic phase transition from the rhombohedral phase to the cubic phase was found. The difference in symmetry when “scaling” the material is shown. The influence of $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ and $\text{PbFe}_{2/3}\text{W}_{1/3}\text{O}_3$ on the grain structure formation was established.