



## ZAKLJUČNO POROČILO RAZISKOVALNEGA PROJEKTA

### A. PODATKI O RAZISKOVALNEM PROJEKTU

#### 1. Osnovni podatki o raziskovalnem projektu

<b>Šifra projekta</b>	J2-3633
<b>Naslov projekta</b>	Teksturirane keramične plasti za senzorje in aktuatorje
<b>Vodja projekta</b>	24272 Tadej Rojac
<b>Tip projekta</b>	J Temeljni projekt
<b>Obseg raziskovalnih ur</b>	7560
<b>Cenovni razred</b>	C
<b>Trajanje projekta</b>	05.2010 - 04.2013
<b>Nosilna raziskovalna organizacija</b>	106 Institut "Jožef Stefan"
<b>Raziskovalne organizacije - soizvajalke</b>	
<b>Raziskovalno področje po šifrantu ARRS</b>	2 TEHNIKA 2.09 Elektronske komponente in tehnologije 2.09.01 Materiali za elektronske komponente
<b>Družbeno-ekonomski cilj</b>	13.02 Tehnološke vede - RiR financiran iz drugih virov (ne iz SUF)
<b>Raziskovalno področje po šifrantu FOS</b>	2 Tehniške in tehnološke vede 2.02 Elektrotehnika, elektronika in informacijski inženiring

### B. REZULTATI IN DOSEŽKI RAZISKOVALNEGA PROJEKTA

#### 2. Povzetek raziskovalnega projekta<sup>1</sup>

SLO

Mikro-elektro-mehanski sistemi postajajo vse kompleksnejši. V njih vidno mesto dobivajo tudi **integrirani piezoelektrični materiali**, ki se uporabljajo kot senzorji, aktuatorji in pretvorniki. Integracija piezoelektrikov se dogaja tudi v medicinskih ultrazvočnih (UZ) pretvornikih in elementih za energetiko (ang. energy harvesting). Eden od problemov teh materialov je, da zaradi integracije na nosilec postanejo precej manj učinkoviti. Piezoelektrični koeficient  $d_{33}$  je, na primer, že zgolj zaradi vpetja več kot polovico manjši kot v volumenski keramiki. Zelo pomemben faktor, ki vpliva na prodor teh materialov v omenjene aplikacije, je zato **povečanje učinkovitosti**

**piezoelektričnih plasti na nosilcih (podlagah).** Drug pomemben element je kemijska sestava. Današnji **uporabni piezoelektriki skoraj vsi vsebujejo okrog 60% svinčevega oksida**, ki je okolju in človeku škodljiv. Čeprav jih današnja zakonodaja še tolerira, je v raziskavah izrazito močna težnja po **iskanju učinkovitih piezoelektrikov, ki ne vsebujejo svinca.**

Temeljni raziskovalni projekt je obravnaval oba omenjena problema: i) nizki odziv integriranih piezoelektrikov in ii) razvoj okolju-prijaznih piezoelektrikov. **Cilj projekta** je bil ovrednotiti možnost povečanja učinkovitosti piezoelektričnih integriranih debelih plasti s **teksturo, tj. preferenčno orientacijo zrn.** Znano je namreč, da lahko piezoelektrični odziv volumenske keramike povečamo s teksturo za več kot polovico. Tovrstnih podatkov o debelih plasteh ni.

Projekt je bil osredotočen na dva perovskitna materiala in sicer  **$\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  (PMN-PT)**, ki spada v sam vrh najbolj učinkovitih piezoelektričnih materialov, in  **$(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$  (KNN)**, ki pa spada med najbolj obetavne kandidate, ki bi lahko nadomestili široko uporabljene materiale na osnovi svinčevih perovksitov, med katerimi spada tudi PMN-PT.

Učinkovit **način priprave teksturiranih ali usmerjenih plasti piezoelektričnega materiala** sestoji iz orientacije anizotropnih delcev, recimo monokristalnih ploščic, v keramičnem prahu. To se da doseči z nalivanjem suspenzij prahu in ploščic, pri čemer se ploščice uredijo v smer nalivanja. Usmerjenost se v kasnejših fazah priprave ohrani in prispeva k orientirani rasti zrn med visokotemperaturno obdelavo. V projektu smo ugotovili, da lahko zelo podobne razmere kot pri nalivanju, dosežemo tudi pri tiskanju past na nosilce. Možno je torej, da **usmerjene plasti piezoelektrikov pripravimo z metodo sitotiska.**

Zadnji del projekta je bil namenjen **implementaciji.** V tem sklopu smo študirali **integracijo materialov v kompleksnejše debeloplastne strukture** in s tem proučevali možnost uporabe materialov in tehnologije za izdelavo resonančnega senzorja tlaka in visokofrekvenčnega ultrazvočnega pretvornika.

ANG

Micro-electro-mechanical systems (MEMS) are becoming increasingly complex. A **breakthrough of piezoelectric materials** in these systems, e.g., as integrated thick films, made possible to broaden their functionality in terms of sensing, actuation and transducer operation. Integration of piezoelectric materials is also occurring in other devices, such as medical ultrasound (US) transducers and energy harvesting devices. One of the main problems of these materials is that their electromechanical (EM) performance is reduced once the materials are integrated onto substrates. Because of the clamping of the integrated piezoelectric onto the substrate, the piezoelectric  $d_{33}$  coefficient is reduced for more than 50% relative to the non-clamped bulk ceramics. A critical factor that determines the implementation of these materials into the aforementioned applications is thus their **performance, which needs to be improved.** Another problem is the chemical composition. **Vast majority of available piezoelectric ceramic materials contain approximately 60% of lead**, which is toxic. Even though the present EU legislations permit the use of such materials, significant research activities are focused on the **search for new lead-free alternatives.**

The research project was focused on the two aforementioned problems: i) low EM response of integrated piezoelectrics and ii) development of environmentally friendly materials. **The aim of the project** was to evaluate the possibility of increasing the EM response of integrated piezoelectric thick films by **texturing, i.e., grain orientation.** It is well known that the EM response can be increased by texturing bulk ceramics, whereas data for thick films are not known.

The project is focused on two perovskite materials, i.e.,  **$\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  (PMN-PT)**, which is one of the most efficient lead-based piezoelectrics, and  **$(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$  (KNN)**, which is

considered as a promising alternative for the replacement of the lead-based perovskites in a wide range of applications.

A **reliable way of preparing textured thick films** consists of orientation of anisotropic particles, e.g., single-crystal plate-like particles, in a conventional ceramic powder. This can be achieved, e.g., by tape casting, whereby the anisotropic particles become aligned in the casting direction. This orientation is then maintained upon subsequent processing stages and assures preferential grain growth during the final heat treatment. Within the project we confirmed that similar conditions as those during the tape casting can be achieved with the screen-printing method. It is thus possible to **prepare textured piezoelectric thick-film structures using screen-printing technology**.

The last part of the project was devoted to **implementation**. Here, we studied the **integration of the piezoelectric materials into complex thick-film structures**, evaluating the possibility to use these materials and the technology for the fabrication of resonance pressure sensors and high-frequency US transducers.

### 3. Poročilo o realizaciji predloženega programa dela na raziskovalnem projektu<sup>2</sup>

#### 1.) UVOD, DELOVNA HIPOTEZA IN CILJI PROJEKTA

Piezoelektriki, to so materiali, ki izkazujejo sklopitev električnih in mehanskih lastnosti, dobivajo vse večji pomen v mikro-elektro-mehanskih sistemih (MEMS) in ultrazvočnih (UZ) napravah za medicinsko diagnostiko. V takih sistemih je potrebno piezoelektrični material integrirati na podlago, običajno v obliki debelih plasti, nanešenih recimo s sitotiskom. Eden od ključnih problemov je, da se, v primerjavi z volumensko keramiko, odziv vpetega piezoelektrika na podlago izrazito zmanjša, tudi za 80%. **Hipoteza projekta** je naslednja. Glede na to, da je piezoelektrični koeficient  $d_{33}$  anizotropna lastnost piezoelektrika in je torej odvisen od kristalografske orientacije, predvidevamo, da je elektro-mehanski (EM) odziv piezoelektrične plasti možno povečati s pripravo teksturirane (usmerjene) plasti. Tako povečanje odziva so že dokazali za volumensko keramiko. **Cilj projekta** je torej ovrednotiti možnost povečanja EM odziva plasti izbranih materialov z usmerjenostjo (teksturo), tj. z orientacijo zrn, ter razumeti in razviti metode procesiranja takih plasti. Možnost implementacije piezoelektričnih materialov smo študirali s pripravo dveh demonstratorjev, to sta resonančni senzor tlaka in visokofrekvenčni UZ pretvornik.

Ukvarjali smo se z dvema materialoma in sicer  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{PbTiO}_3$  (PMN-PT) in  $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NO}_3$  (KNN). PMN-PT spada v sam vrh najbolj učinkovitih piezoelektrikov, vendar vsebuje strupen svinec. KNN velja za enega najbolj obetavnih okolju-prijaznih kandidatov, ki bi lahko nadomestili piezoelektrike na osnovi svinčevih perovskitov.

Delo je bilo razdeljeno v pet tematskih sklopov, ki so se nanašali na:

- i) pripravo prahov in kali,
- ii) pripravo debelih plasti,
- iii) strukturno in funkcionalno karakterizacijo plasti in
- iv) pripravo demonstratorjev.

Poročilo o realizaciji projektne dela je razdeljeno v dva sklopa, ki povzemata rezultate dela vseh sklopov in sicer na PMN-PT in KNN.

#### 2.) REALIZACIJA PROGRAMA DELA NA RAZISKOVALNEM PROJEKTU

##### 2.1.) Debele plasti PMN-PT

V okviru projekta smo z mehanokemijsko aktivacijo najprej pripravili drobnozrnat keramični prah sestave  $0.65\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0.35\text{PbTiO}_3$  (PMN–PT), iz katerega smo v nadaljevanju pripravili pasto za sitotisk debelih plasti. S sodelavci iz »Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid« (ICMM) smo pripravili kali PMN–PT. Postopek temelji na pretirani rasti zrn PMN–PT in njihovi separaciji. Sprva je bilo potrebno optimizirati pripravo volumenske keramike PMN–PT tako, da smo dobili keramiko z velikimi zrni. Z raztapljanjem keramike v očetni kislini in ultrazvočnim vibriranjem, smo nato ločili zrna in tako pripravili kali. Pripravo in lastnosti usmerjene (teksturirane) keramike PMN–PT smo objavili v mednarodni reviji (COBISS.SI-ID [27373095](#)) ter predstavili na dveh mednarodnih konferencah (COBISS.SI-ID [24878631](#), COBISS.SI-ID [25976871](#)).

Pri pripravi usmerjenih plasti je bilo potrebno rešiti dva ključna problema: i) doseči čim večjo stopnjo orientacije kali po tiskanju in ii) čim višjo sintrano gostoto plasti. Orientiranost (001) kockastih kali po tiskanju smo dosegli s primerno reologijo paste za tiskanje. Pri sintranju plasti s kalmi smo ugotovili, da je zgoščevanje omejeno zaradi togih vključkov kali. Problem smo rešili z optimizacijo deleža kali v prahu (5 ut.%) in velikostjo kali (10  $\mu\text{m}$ ). Po optimiziranju procesa sintranja smo dosegli maksimalno povečanje površine kali za 22% ter usmerjenost v smeri [001] enako Lotgering faktorju 10%. Na to temo trenutno pripravljamo objavo (Uršič et al., 2014). Vredno je omeniti, da usmerjene piezoelektrične debele plasti po tej metodi še niso bile omenjene v literaturi. Gre torej za originalen prispevek k znanosti na področju elektronskih komponent in tehnologij.

Nadalje smo raziskali domensko strukturo usmerjenih plasti PMN–PT. Le-ta ima namreč ključno vlogo pri feroelektričnem in piezoelektričnem odzivu plasti in je v literaturi malo raziskana. S kolegi iz ICMM smo ugotovili, da je domenska struktura plasti, zaradi same vpetosti, izredno kompleksna in se močno razlikuje od domenske strukture volumenske keramike. Rezultate smo objavili (COBISS.SI-ID [25895463](#)) in jih predstavili na dveh mednarodnih konferencah (COBISS.SI-ID [24882727](#), COBISS.SI-ID [25036839](#)).

Usmerjene in neusmerjene plasti smo funkcijsko okarakterizirali. Ugotovili smo, da imajo usmerjene plasti višji piezoelektrični koeficient  $d_{33}$  (t.j. od 210 pm/V do 255 pm/V, odvisno od amplitude električnega polja), v primerjavi z neusmerjenimi plastmi enake sestave (t.j. 180 pm/V) in s tem potrdili prvotno hipotezo projekta. Gre za izredno dober rezultat upoštevajoč stopnjo usmerjenosti samih plasti. Po pričakovanjih, je usmerjenost plasti povečala tudi dielektrično konstanto in remanentno polarizacijo ( $P_r$ ), slednjo za faktor 1,5. Študirali smo tudi vpliv hrapavosti elektrode na feroelektrične lastnosti debelih plasti PMN–PT in ugotovili, da je  $P_r$  višja, tem bolj je elektroda hrapava (objava: COBISS.SI-ID [27555367](#)).

V okviru izven-projektne sodelovanja z družbama HIPOT-RR d.o.o. in KEKON d.o.o. smo načrtovali in izdelali piezoelektrične resonančne senzorje tlaka na osnovi debelih plasti PMN–PT. Pri usmerjenih plasteh z dodanimi monokristali smo opazili, da so med žganjem nekateri monokristali v debeloplastni strukturi zrastle v širino tudi do 500 mikrometrov, zaradi česar se je struktura upognila. V nadaljnjem smo se osredotočili na neusmerjene plasti, saj so le-te po termični obdelavi ostale ravne. Senzorsko membrano smo nato pritrdili na ohišje iz LTCC (keramika z nizko temperaturo žganja), s kanali in praznino. Resonančni senzor tlaka je sicer tehnološko še le v zgodnji razvojni fazi, vendar je projekt omogočil prvi korak k reševanju problemov integracije, torej ustvaril je podlago za prve demonstracijske senzorje.

V sodelovanju z Univerzo v Toursu, Francija, smo pripravili ultrazvočne pretvornike (UZ) na osnovi debelih plasti PMN–PT. Izkazalo se je, da so lastnosti UZ pretvornika na osnovi neusmerjenih debelih plasti PMN–PT nekoliko boljše (sklopitveni faktor  $k_t=0.46-0.48$ ) kot tiste na osnovi usmerjenih plasti ( $k_t=0.42$ ). Plasti PMN–PT sicer izkazujejo dobre lastnosti za UZ

pretvornike, celo boljše kot so lastnosti plasti iz široko uporabljenega  $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$  (PZT). Študijo smo objavili v mednarodni reviji s področja (COBISS.SI-ID [26701607](#)).

## 2.2.) Debele plasti KNN

Drugi del raziskav se je nanašal na pripravo debelih plasti KNN. V primerjavi s plastmi PMN-PT, o pripravi debelih plasti KNN je malo podatkov. V okviru projekta smo zato opravili sistematično študijo o procesiranju debelih plasteh KNN s sitotiskom. To nam daje prednost pred ostalimi po svetu, namreč plasti KNN so resni kandidati za ultrazvočne aplikacije, recimo za medicinske namene.

Prah KNN smo pripravili s sintezo v trdnem stanju z dvakratno kalcinacijo. Pripravljeni prah KNN je bil fin in enofazen, toda vseboval je večje delce, katere velikost je dosegla tudi 15 mikronov. Ti delci so vodili do ne-enakomerne mikrostrukture debelih plasti. Ugotovili smo, da delci zrastejo med drugo kalcinacijo, zato smo njihov nastanek uspešno preprečili z znižanjem temperature te kalcinacije iz  $800^\circ\text{C}$  na  $750^\circ\text{C}$ .

Plasti pripravljene iz čistega prahu KNN s sitotiskom so bile porozne, zato smo njihovo zgoščevanje izboljšali z dodatkom alkalijskih germanatov (KNG), ki se talijo pri  $\sim 750^\circ\text{C}$ . Po podatkih iz literature, dodatek germanatnih stekel izboljša zgoščevanje KNN. V okviru projekta smo tudi preučili in razvili ustreznejšo pot za sintezo KNG, kot sicer navedeno v literaturi. KNG smo tako pripravili s sintezo iz taline, s čimer smo se izognili ostankom reaktantov v končnem KNG.

Z dodatkom 1 ut % KNG in izostatskim stiskanjem smo uspešno pripravili goste plasti KNN. V okviru optimizacije sintranja plasti KNN smo določili tudi optimalno temperaturo sintranja in ugotovili, da je prisotnost zasipa, ki uravnava atmosfero med sintranjem plasti s hlapnimi alkalijskimi oksidi, ključna za pripravo enofaznih plasti z enakomerno velikostjo zrn. Rezultate dela smo objavili v reviji, ki spada v sam vrh področja keramike (COBISS.SI-ID [27204135](#)).

Plasti KNN z dodatkom KNG so bile kristalografsko orientirane v smereh  $[100]_{\text{pc}}$  in manj v  $[10-1]_{\text{pc}}$ . Po literaturi sodeč, imajo monokristali  $\text{KNbO}_3$  in Li-modificiranega KNN, ki so izostrukturalni s KNN, najvišji elektromehanski odziv v smeri  $[100]_{\text{pc}}$ , zaradi česar lahko pričakujemo izboljššan elektromehanski odziv v plasteh, ki so orientirane v smeri  $[100]_{\text{pc}}$ .

Ugotovili smo, da se kristalografska orientacija v plasteh KNN pojavi zaradi tlačnih napetosti v plasti, ki so posledica višjega linearnega termičnega razteznostnega koeficienta korundne podlage v primerjavi s KNN. Dobro zgoščene plasti tako omogočajo prenos tlačnih napetosti v plasti in s tem kristalografsko orientacijo pri ohlajanju, kar smo tudi potrdili z visokotemperaturno rentgensko difrakcijo. To pomeni, da je kristalografsko orientacijo v plasteh KNN mogoče doseči brez uporabe kali. Odločili smo se torej, da bomo študirali orientirane plasti in orientacijo uravnavali s kontrolo napetosti v plasti, torej z izborom podlage, ne pa z dodatkom kali, ki je sicer tehnološko precej zahtevnejše. Plasti KNN smo tako pripravili na podlagah KNN,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in  $\text{MgO}$ , ki se razlikujejo v koeficientih termičnih raztezov. Strukturno in mikrostrukturno karakterizacijo takih plasti smo opravili na našem odseku medtem ko smo funkcionalne karakteristike izmerili v sodelovanju s prof. Draganom Damjanovicem iz Politehnične šole v Lausanni, Švica.

Pripravljene plasti KNN so bile občutljive na vlago, kar je v splošnem znano za ta material. Zmanjšanje občutljivosti plasti KNN na vlago bi zahtevalo nadaljnjo raziskovalno delo. Projekt je sicer identificiral ključne probleme, ki bi jih bilo potrebno rešiti in postavil podlago za nadaljnje študije: recimo izbrati bi bilo potrebno na-vlago neobčutljiv dodatek, ki tvori tekočo fazo med

sintranjem plasti.

Kljub občutljivosti na vlago, smo plasti KNN uspešno polarizirali. Direktni piezoelektrični koeficient  $d_{33}$  je znašal 44 pC/N, obratni pa med 70 in 96 pm/V, odvisno od amplitude električnega polja. Te vrednosti predstavljajo ~50% vrednosti  $d_{33}$ , ki ga običajno merimo v keramiki KNN. Opazili smo, da je 50% znižanje  $d_{33}$  v plasteh KNN nenavadno majhno v primerjavi s plastmi na osnovi svinca, kjer se  $d_{33}$  običajno zniža za 70–80%. Na podlagi literaturnih podatkov smo prišli do ugotovitve: tako majhno znižanje  $d_{33}$  gre pripisati posebnim mehanskim lastnostim materiala KNN. Odkritje je splošno veljavno za družino Na,K niobatov in daje plastem na osnovi KNN še večji potencial za aplikacije, namreč piezoelektrični odziv KNN je manj občutljiv na elastično vpetost na podlago kot je to značilno za PZT in PMN-PT. Rezultate dela smo objavili (J. Pavlič et al., *J Am Ceram Soc*, 2014, sprejeto v objavo, DOI:10.1111/jace.12797).

Pripravili smo debeloplastno strukturo KNN na tanki korudni podlagi, podobno kot v primeru PMN-PT, ki je služila kot demonstrator resonančnega senzorja tlaka. Kljub izvedljivosti priprave take strukture, senzorja nismo uspeli karakterizirati, saj se je zaradi postopka priprave plast navlažila predno bi jo lahko uspešno polarizirali. Integracija KNN v demonstratorje se je izkazala težavna in zahteva dodatno raziskovalno delo predvsem na kontroli higroskopsnosti plasti KNN.

Poleg dveh znanstvenih člankov, smo rezultate projekta predstavili tudi na številnih konferencah: ICC3 2010, Piezo 2011, MIDEM 2012, ISAF ECAPD PFM 2012, SKD 2012, Dan mladih raziskovalcev KMBO 2013, Piezo 2013 in ECERS 2013. Na tematiko projekta je kandidat Jernej Pavlič opravil diplomsko nalogo in zaključuje doktorsko delo.

#### 4. Ocena stopnje realizacije programa dela na raziskovalnem projektu in zastavljenih raziskovalnih ciljev<sup>3</sup>

Ocena stopnje realizacije programa je pozitivna. Po planu smo uspešno opravili vse delovne sklope ter izvedli načrtan program. Prišli smo do znanstveno relevantnih dognanj in uporabnih rezultatov, ki ustvarjajo podlago za nadaljnje raziskave in razvoj piezoelektričnih debelih plasti.

Ocena stopnje realizacije programa je v nadaljevanju podana ločeno za PMN-PT in KNN.

##### 1.) Plasti PMN-PT

Po planu smo pripravili keramični prah in kali PMN–PT, iz katerih smo pripravili delno usmerjene (teksturirane) debele plasti. Plasti so izkazale dobre feroelektrične in piezoelektrične lastnosti, boljše kot neusmerjene plasti iste sestave. S tem smo prvotno hipotezo projekta potrdili, tj. odziv plasti je do določene mere možno povečati z usmerjenostjo.

Po planih smo pripravili tri demonstracijske izdelke: dva ultrazvočna (UZ) pretvornika in resonančni senzor tlaka. Težave usmerjenih plasti so se pokazala v fazi implementacije in sicer zaradi prekomerne rasti kali so se nekatere senzorske strukture upognile. V primeru integriranega PMN-PT v UZ pretvorniku, povečanja odziva z usmerjenostjo, kot smo to dosegli na testnih debeloplastnih strukturah, nismo opazili. Projekt je sicer vodil do novega spoznanja, da plasti PMN–PT v splošnem izkazujejo dobre lastnosti za UZ pretvornike, celo boljše kot so lastnosti plasti iz široko uporabljenega  $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$  (PZT).

##### 2.) Plasti KNN

Po planu projekta smo izboljšali sintezni postopek in uspešno pripravili fin in enofazen prah KNN ter kalijev-natrijev germanat (KNG), ki služi kot sredstvo za izboljšanje zgoščevanja keramike in plasti KNN.

Identificirali smo optimalne pogoje za pripravo gostih plasti KNN brez razpok in drugih defektov. Plasti KNN se strukturno obnašajo drugače kot plasti PMN-PT. Kristalografsko orientacijo v smeri  $[100]_{pc}$  je mogoče doseči brez uporabe kali, pač pa se jo vzbudi z napetostmi, ki se pojavijo kot posledica razlike termičnih razteznostnih koeficientov med podlago in plastjo. Orientacijo plasti KNN lahko torej kontroliramo z uporabo različnih podlag, kar precej poenostavi sicer težaven postopek priprave usmerjenih plasti s kalmi.

Eden od ciljev projekta je bilo ovrednotiti možnost povečanja piezoelektričnega odziva plasti, ki je zaradi vpetosti plasti na podlago običajno precej nižji od odziva volumenske keramike istega materiala. Projekt je vodil do zanimive ugotovitve, da je omenjeno zmanjšanje piezoelektričnega koeficienta  $d_{33}$  v plasti KNN dejansko precej manjše kot je to značilno za debele plasti na osnovi svinčevih perovskitov. S to ugotovitvijo so se plasti KNN, po uporabnosti, približale že uveljavljenim svinčevim perovskitom.

Uspelo nam je pripraviti debeloplastno strukturo, ki služi kot demonstrator senzorja tlaka. Tudi pri KNN so se pojavile težave pri integraciji, v tem primeru, so bile plasti občutljive na vlago, kar je znano za ta material. S projektom smo dokazali, da je možno debele plasti KNN uspešno integrirati v kompleksnejše strukture in s tem do določene mere izpolnili načrtovani projektni plan.

#### **5. Utemeljitev morebitnih sprememb programa raziskovalnega projekta oziroma sprememb, povečanja ali zmanjšanja sestave projektne skupine<sup>4</sup>**

V času raziskovalnega projekta smo ugotovili, da se plasti KNN v fazi sintranja orientirajo spontano v dveh smereh in sicer  $[100]_{pc}$  in  $[10-1]_{pc}$ . Glede na to, da smo potrdili, da so zrna v plasti še vedno naključno orinetirana, gre v tem primeru za kristalografsko orientacijo povezano z orientacijo feroelektričnih/feroelastičnih domen v KNN. Mehanizem orientacije smo razložili z visokotemperaturno rentgensko difrakcijo in primerjavo termičnih razteznostnih koeficientov posameznih komponent debeloplastne strukture, to so korundna podlaga, elektroda Pt in plast KNN. Kristalografska orientacija se pojavi med ohlajanjem zaradi tlačnih napetosti v plasti, ki so posledica višjega linernega termičnega razteznostnega koeficienta korundne podlage (8 ppm/K) v primerjavi s KNN (2.96 ppm/K za monoklinsko fazo in 4.35 ppm/K za tetragonalno fazo). Opažena orientacija plasti KNN ima pred prvotnim planom, ki je predvideval, da se usmerjenost inducira z uporabo kali, več prednosti:

- i) gre za spontan proces, ki se pojavi med termično obdelavo plasti, kar pomeni, da je z vidika procesiranja veliko ugodnejši kot sicer težavno teksturiranje z uporabo kali
- ii) omogoča orientacijo v smeri  $[100]_{pc}$ , vzdolž katere lahko, po obstoječih literarnih podatkih (Liang et al., J. Appl. Phys. 108, 094111, 2010), pričakujemo visoke piezoelektrične odzive,
- iii) omogoča kontrolo smeri in obsega kristalografske orientacije z izborom podlage (ker se orientacija pojavi kot posledica razlike v termičnih razteznostnih koeficientih podlage in KNN, lahko na orientacijo vplivamo z izborom podlag z različnimi termičnimi razteznostnimi koeficienti).

Na podlagi teh ugotovitev, smo se tekom izvajanja projekta odločili, da se bomo, v primeru plasti KNN, osredotočili na omenjeno spontano kristalografsko orientacijo, zato smo prvoten plan, tj. pripravo usmerjenih plasti KNN s kalmi, opustili.

V času projekta smo spoznali, da so plasti KNN občutljive na vlago, celo bolj kot je to značilno za keramiko KNN. Ker je to na področju alkalijskih niobatov še vedno eden od aktualnih problemov, smo se v sklopu projekta usmerili k iskanju rešitev za pripravo stabilnejših plasti KNN. Delo še ni končano, kljub temu pa je projekt omogočil nekaj smernic, na primer, dodatek za sintranje plasti, tj. kalijev natrijev germanat, ki sicer omogoči pripravo gostih plasti KNN, je občutljiv na vlago. V prvi fazi bi bilo torej potrebno poiskati alternativne in na-vlago stabilnejše dodatke za sintranje



plasti KNN.

Upoštevač problem občutljivosti plasti KNN na vlago smo se odločili, da bomo prvotni plan priprave prototipa ultrazvočnega pretvornika iz KNN opustili. Osredotočili smo se izključno na drugo predlagano aplikacijo, tj. senzor tlaka, ki je ravno tako omogočil realizacijo prvotnih aplikativnih ciljev projekta, tj. ovrednotenje možnosti integracije plasti KNN v kompleksnejše debeloplastne strukture in identifikacija ključnih problemov pri integraciji. Strukturo smo pripravili, vendar potrebne so nadaljnje optimizacije in raziskave, ki bi bile, v prvi fazi, osredotočene predvsem na zmanjšanje občutljivosti plasti KNN na vlago.

V času projekta smo se soočili z zmanjšanjem sestave projektne skupine in sicer se je v letu 2012 dr. Janez Holc upokojil, dne 23.12.2012 pa je umrla dosedanja vodja tega projekta, prof. dr. Marija Kosec. Od dneva 28.12.2012 je na sedanjem projektu vodja dr. Tadej Rojac.

## 6. Najpomembnejši znanstveni rezultati projektne skupine<sup>5</sup>

Znanstveni dosežek			
1.	COBISS ID	25895463	Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO	Študij domenske strukture v debelih plasteh 0.65Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> -0.35PbTiO <sub>3</sub> z mikroskopom na atomsko silo s piezoelektričnim modulom
		ANG	Ferroelectric domain configurations in 0.65Pb(Mg(1/3)Nb(2/3))O <sub>3</sub> -0.35PbTiO <sub>3</sub> thick films determined by piezoresponse force microscopy
	Opis	SLO	Študirali smo domensko strukturo v debelih plasteh sestave 0.65Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> - 0.35PbTiO <sub>3</sub> (PMN-PT). Odkrili smo kompleksno ne-180° domensko strukturo z izrazito variacijo v karakteristični dolžini (od mikronskih pa vse do nanometrskih dimenzij) in morfologiji domen. Študijo smo opravili na delno teksturiranih debelih plasteh, na matričnih področjih stran od zraslih področij okoli kali. Variacija v karakteristični dolžini in morfologiji domen je posledica relaksorskega/feroelektričnega obnašanja materiala PMN-PT, kar je bilo predhodno pokazano na volumenski keramiki, in lahko povzroči stabilizacijo domenske strukture tako na nanometrskem kot tudi na mikrometrskem nivoju. Preučili smo tudi vpliv tlačnih napetosti na domensko strukturo delno teksturiranih debelih plasti PMN-PT.
		ANG	Complex non-180° domain configurations with strong variations in the characteristic length (from micrometre size down to the nanoscale) and morphology were found in 0.65Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> - 0.35PbTiO <sub>3</sub> (PMN-PT) thick films. The study was done on textured films on the matrix area, away from the grown areas. This strong variation in domain configurations is most probably the result of the slowing down of the kinetics of the relaxor/toferroelectric transition on approaching a grain size around a micrometre, an effect previously reported for bulk ceramics, which results in the stabilization of submicrometre and nanoscale intermediate domain configurations. In addition, the influence of the in-plane compressive stress exerted by the substrate on the domain structure was studied as well.
	Objavljeno v	Institute of Physics; Journal of physics; 2012; Vol. 45, no. 26; str. 265402-1-265402-11; Impact Factor: 2.528; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 2.629; A': 1; WoS: UB; Avtorji / Authors: Uršič Hana, Ricote Jesús, Amorín Harvey, Holc Janez, Kosec Marija, Algueró Miguel	
	Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek	
2.	COBISS ID	27373095	Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO	Texturirana keramika Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> -PbTiO <sub>3</sub> z visokim piezoelektričnim odzivom pripravljena po metodi rasti zrn na kaleh
		ANG	Pb(Mg(1/3)Nb(2/3))O <sub>3</sub> -PbTiO <sub>3</sub> textured ceramics with high piezoelectric



		response by a novel templated grain growth approach
Opis	SLO	<p>Pripravili smo teksturirano keramiko <math>\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3</math> po metodi rasti zrn na kaleh (ang. templated grain growth approach, TGG). Keramika je bila sintetizirana iz prahu pripravljenega z mehanokemijsko aktivacijo, tako kot delno teksturirane plasti narejene v okviru tega projekta. Tudi kali <math>\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3</math> so bile pripravljene po enakem postopku kot kali uporabljene v debelih plasteh, torej z metodo pretirane rasti zrn. Keramika je izkazovala največjo teksturo in najboljše funkcionalne lastnosti, če je bila pripravljena iz kali s povprečno velikostjo približno 30 mikronov (kar je večje kot kali, ki smo jih uporabili v debelih plasteh). Teh kali v debelih plasteh ni bilo mogoče uporabiti, zaradi debeline plasti pripravljenih s sitotiskom, ki je manjša od 100 mikronov, ker v tem primeru kali zasedajo velik del plasti in rast okrog kali ne more poteči. Zato smo v okviru projekta za pripravo debelih plasti uporabljali kali velikosti 10 mikronov.</p>
	ANG	<p>We prepared textured <math>\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3</math> ceramics by templated grain growth approach (TGG). The ceramics was synthesized from a powder prepared by mechanochemical activation, that is, in a similar way as the partially textured thick films studied in the frame of this project. Also the templates were prepared in the same way as the templates used in thick films, i.e., by exaggerated grain growth approach. We found out that the ceramics exhibited the highest texture and the best functional properties when it was prepared by templates of an average size of approximately 30 microns, which is larger than the templates used for the thick films. These templates could not be used in the preparation of the textured thick films, because the thickness of the films prepared by screen-printing was less than 100 microns and hence the templates would occupy the major part of the films and the growth around the templates would not occur. Therefore, for the preparation of thick films the 10 micron templates were used.</p>
Objavljeno v		American Ceramic Society; Journal of the American Ceramic Society; 2013; 7 str.; Impact Factor: 2.107; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 0.768; A": 1; A': 1; WoS: PK; Avtorji / Authors: Amorín Harvey, Uršič Hana, Ramos Pablo, Holc Janez, Moreno Rodrigo, Chateigner Daniel, Ricote Jesús, Algueró Miguel
Tipologija		1.01 Izvirni znanstveni članek
3.	COBISS ID	26701607 Vir: COBISS.SI
Naslov	SLO	Debele plasti $0.65\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.35\text{PbTiO}_3$ za visokofrekvenčne piezoelektrične pretvornike
	ANG	$0.65\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.35\text{PbTiO}_3$ thick films for high-frequency piezoelectric transducer applications
Opis	SLO	<p>Pripravili in okarakterizirali smo piezoelektrične ultrazvočne (UZ) pretvornike na osnovi neteksturiranih debelih plasti PMN-PT. Plasti izkazujejo zelo dobre lastnosti za visokofrekvenčne aplikacije. V primeru vezave večih UZ elementov (ang. "linear-array transducer") so lastnosti pretvornika na osnovi PMN-PT materiala celo boljše kot lastnosti pretvornika na osnovi široko uporabljenega PZT materiala.</p>
	ANG	<p>We have prepared and characterized piezoelectric ultrasound transducers (UT) based on the PMN-PT non-textured thick films. The films showed outstanding properties for high-frequency applications. In the case of a linear-array transducer, the properties of the transducer based on the PMN-PT material were even superior to those based on the widely used PZT material.</p>
Objavljeno v		Physical Society of Japan; Japan Society of Applied Physics; Japanese journal of applied physics; 2013; Vol. 52, no. 5; str. 055502-1-055502-6;

		Impact Factor: 1.067; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 2.629; WoS: UB; Avtorji / Authors: Uršič Hana, Levassort Franck, Holc Janez, Lethiecq Marc, Kosec Marija
	Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek
4.	COBISS ID	27204135 Vir: COBISS.SI
	Naslov	<p><i>SLO</i> Mikrostrukturne, strukturne, dielektrične in piezoelektrične lastnosti debelih plasti kalijevega natrijevega niobata</p> <p><i>ANG</i> Microstructural, structural, dielectric and piezoelectric properties of potassium sodium niobate thick films</p>
	Opis	<p><i>SLO</i> V okviru študije debelih plasti <math>K0.5Na0.5NbO3</math> (KNN) smo preučili vpliv različnih pogojev priprave na mikrostrukturne in strukturne lastnosti debelih plasti KNN. Osredotočili smo se predvsem na vpliv prisotnosti zasipa in temperaturo sintranja. Uporabili smo KNN z dodatkom kalijevega natrijevega germanata (KNG), ki je pri temperaturah sintranja tekoč, s čimer se poveča sinterabilnost KNN. Ugotovili smo, da je prisotnost zasipa ključna za pripravo enofaznih plasti. Prišlo smo do zaključka, da je temperatura <math>1100^{\circ}C</math> optimalna temperatura za pripravo gostih plasti KNN. Opazili smo, da je v plasteh prisotna kristalografska orientacija v smereh <math>[100]_{pc}</math> in <math>[10-1]_{pc}</math>. Razložili smo mehanizem tega pojava. Prisotnost opažene orientacije gre pripisati tlačnim napetostim, ki se razvijejo zaradi razlike v termičnih koeficientih raztezka med plastjo KNN in korudno podlago. Poleg tega smo poročali tudi o dielektričnih in piezoelektričnih lastnosti plasti in te lastnosti primerjali z lastnostmi keramike.</p> <p><i>ANG</i> In the framework of a systematic study, we presented the influence of the processing parameters, in particular, the presence of a packing powder during sintering and the sintering temperature on the microstructural and structural properties of potassium sodium niobate (<math>K0.5Na0.5NbO3</math> or KNN) thick films. These KNN thick films were prepared with a 1 mass % addition of potassium sodium germanate (KNG), which serves as a liquid-phase sintering aid. The sintered films exhibited preferential crystallographic orientations along <math>[100]_{pc}</math> and <math>[10-1]_{pc}</math> directions, the origin of which lies in the compressive stresses developed during cooling as a result of the thermal expansion mismatch between the film and the substrate. In addition, the dielectric permittivity, dielectric losses and the piezoelectric <math>d_{33}</math> coefficient of the obtained films were compared with those of the KNN bulk ceramics.</p>
	Objavljeno v	Elsevier; Journal of the European Ceramic Society; 2014; Vol. 34, issue 2; str. 285-295; Impact Factor: 2.360; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 0.768; A'': 1; A': 1; WoS: PK; Avtorji / Authors: Pavlič Jernej, Malič Barbara, Rojac Tadej
	Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek
5.	COBISS ID	27355175 Vir: COBISS.SI
	Naslov	<p><i>SLO</i> Priprava enofaznih in finih prahov <math>(K0.5Na0.5)NbO3</math> z reakcijo v trdne stanju pri <math>625^{\circ}C</math> iz prekurzorjev <math>Nb2O5</math> in K, Na acetatov</p> <p><i>ANG</i> Preparation of phase-pure <math>K(0.5)Na(0.5)NbO3</math> fine powders by a solid-state reaction at <math>625^{\circ}C</math> from a precursor comprising <math>Nb2O5</math> and K, Na acetates</p>
	Opis	<p><i>SLO</i> V sklopu projekta smo sodelovali s Prof. Mamoru Senno iz Keio University, Japonska. V okviru obiska profesorja na našem odseku smo skupaj razvili nov postopek priprave finih prahov <math>K0.5Na0.5NbO3</math> (KNN). Metoda sestoji iz atritorskega mletja delcev <math>Nb2O5</math> v etanolni raztopini natrijevega in kalijevega acetata. Pripravili smo enofazne prahove KNN z dvakratno kalcinacijo pri temperaturah <math>450-650^{\circ}C</math>, kar je približno <math>100-200^{\circ}C</math> nižje od običajnih temperatur kalcinacij pri klasični sintezi KNN v trdnem stanju. Metoda bi lahko bila uporabna za pripravo finih in homogenih prahov za tiskanje debelih plasti KNN.</p>

	ANG	Within the project we collaborated with Prof. Mamoru Senna from Keio Universtiy, Japan. During the visit of the professor at our department we developed a new synthesis method for the preparation of fine and single-phase $K0.5Na0.5NbO3$ (KNN) powders. The method consists of attrition milling of fine $Nb2O5$ particles suspended in an ethanol solution of sodium and potassium acetates. We obtained a single-phase KNN powder by calcining the milled powder twice at temperatures as low as 450-650°C, which are 100-200°C lower than those typically used during conventional solid-state synthesis of KNN. We believe this method could provide fine KNN powders that may be used for screen-printing of KNN thick films.
Objavljeno v		American Ceramic Society; Journal of the American Ceramic Society; 2014; Vol. 97, issue 2; str. 413-419; Impact Factor: 2.107; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 0.768; A'': 1; A': 1; WoS: PK; Avtorji / Authors: Mamoru Senna, Pavlič Jernej, Rojac Tadej, Malič Barbara, Kosec Marija
Tipologija		1.01 Izvirni znanstveni članek

### 7. Najpomembnejši družbeno-ekonomski rezultati projektne skupine<sup>6</sup>

Družbeno-ekonomski dosežek		
1.	COBISS ID	24882727 Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO Domenska struktura $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ - $PbTiO_3$ nanostrukturirane keramike in debelih plasti določena s PFM
		ANG Domain configurations of $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ - $PbTiO_3$ nanostructured ceramics and thick films by PFM
	Opis	SLO Referat na konferenci obravnava domensko strukturo teksturiranih materialov, še posebej razliko med keramiko in debelimi plastmi PMN-PT. Omenili smo tudi pripravo in strukturno karakterizacijo teksturiranih debelih plasti in keramike, ki so bili pripravljene v sklopu tega projekta.
		ANG The conference talk presented the details of the domain structure of the textured PMN-PT materials. The emphasis was given on the differences in the domain structure between the bulk ceramics and the thick films. In addition, the synthesis and structural characterization of textured thick films and bulk ceramics, which were studied within this project, were also discussed.
	Šifra	B.03 Referat na mednarodni znanstveni konferenci
	Objavljeno v	s. n.]; On the processing and properties of nanostructured single- and multiphase ferroics and multiferroics: strengths, needs and joint initiatives; 2011; 1 str.; Avtorji / Authors: Uršič Hana, Ricote Jesús, Amorín Harvey, Holc Janez, Kosec Marija, Algueró Miguel
	Tipologija	1.12 Objavljeni povzetek znanstvenega prispevka na konferenci
2.	COBISS ID	25976871 Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO Teksturirana keramika $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3PbTiO_3$ z visokim piezoelektričnim odzivom
		ANG $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ - $PbTiO_3$ textured ceramics with very high piezoelectric response by ceramic-only technology
	Opis	SLO Namen prispevka na mednarodni konferenci je bilo predstaviti pripravo kali (monokristalov PMN-PT), ki smo jih uporabili pri pripravi usmerjenih plasti PMN-PT. Kali so bile pripravljene po metodi pretirane rasti zrn iz mehanokemijsko aktiviranega prahu. Poleg teksturiranih plasti PMN-PT, smo v sodelovanju z inštitutom ICMM/CSIC pripravili teksturirano keramiko z enako sestavo. Keramiko smo pripravili z namenom, da bi primerjali

		lastnosti teksturirane keramike z lastnostmi teksturiranih plasti. Izkazalo se je, da je razmerje med piezoelektričnim koeficientom d33 teksturirane keramike in teksturiranih plasti PMN-PT približno enake velikosti kot razmerje d33 neteksturirane keramike z neteksturiranimi plastmi PMN-PT.
	ANG	In the frame of the project we have succeeded in preparing PMN-PT templates by exaggerated grain growth of nanocrystalline powder obtained by mechanochemical activation. Furthermore, we have also succeeded in the processing of textured ceramics from these templates using a procedure that involves ceramic-only technology from a single-source powder. The textured ceramics was prepared in order to compare the properties of the ceramics with those of the textured films. The ratio between the piezoelectric d33 coefficient of the textured ceramics and textured films is similar to the ratio of the d33 between the non-textured ceramics and non-textured films. The results of these studies were presented on an international conference.
Šifra	B.03 Referat na mednarodni znanstveni konferenci	
Objavljeno v	IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Society; Abstract book; 2012; Str. 394; Avtorji / Authors: Amorín Harvey, Uršič Hana, Holc Janez, Kosec Marija, Moreno Rodrigo, Chateigner D., Ramos Pablo, Ricote Jesús, Algueró Miguel	
Tipologija	1.12 Objavljeni povzetek znanstvenega prispevka na konferenci	
3.	COBISS ID	24392743   Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO Piezoelektriki, ki ne vsebujejo svinca: volumenska keramika, debele plasti in monokristali
		ANG Lead free piezoelectrics: bulk, thick films and single crystals
	Opis	SLO V vabljenem predavanju na mednarodni konferenci smo predstavili naše rezultate priprave in lastnosti piezoelektrikov, ki ne vsebujejo svinca na osnovi alkalijskih niobatov. Zaradi izjemno zanimivih lastnosti debelih plasti, smo v vabljenem predavanju vključili takrat sveže rezultate iz tega raziskovalnega projekta. Rezultati so se nanašali na mehanizem zgoščevanja in kristalografsko orientacijo plasti, kot novost na tem področju.
		ANG The invited talk on an international meeting summarises the results of our group on the processing and properties of lead-free piezoelectrics based on alkaline niobates. Due to the high relevance, we also included some of the results on KNN thick films obtained within this project. The novel results concerned the sintering and the structural orientation of the KNN thick films.
	Šifra	B.04 Vabljen predavanje
	Objavljeno v	The Korean Ceramic Society; Program & abstracts; 2010; Avtorji / Authors: Kosec Marija
	Tipologija	1.12 Objavljeni povzetek znanstvenega prispevka na konferenci
4.	COBISS ID	25977383   Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO Kristalografsko orientirane debele plasti K <sub>0.5</sub> Na <sub>0.5</sub> NbO <sub>3</sub> pripravljene z metodo sitotiska
		ANG Crystallographically oriented K(0.5)Na(0.5)NbO <sub>3</sub> thick films prepared by screen-printing
	Opis	SLO Namen prispevka je bil predstaviti vpliv različnih parametrov sinteze na strukturne in mikrostrukturne lastnosti debelih plasti (K <sub>0,5</sub> Na <sub>0,5</sub> )NbO <sub>3</sub> (KNN). Predstavili smo dodatek kalijevega-natrijevega germanata (KNG) kot sredstva za izboljšanje zgoščevanja plasti KNN. Poleg tega smo predstavili tudi vpliv zasipa, tj. prahu KNN, ki preprečuje sublimacijo hlapnih alkalijskih oksidov iz plasti, na fazno sestavo, strukturo in

		mikrostrukturo plasti. V sklopu prispevka smo predstavili tudi piezoelektrične lastnosti pripravljenih plasti KNN. Predstavljeno delo je v celoti rezultat tega raziskovalnega projekta.
	ANG	The aim of our contribution was to present the influence of the different processing parameters on the structure and microstructure of the (K <sub>0.5</sub> Na <sub>0.5</sub> )NbO <sub>3</sub> (KNN) thick films. We presented the potassium-sodium germanate, i.e., a liquid phase sintering aid, which is required for the preparation of dense KNN thick films. In addition, the influence of the packing powder, i.e., a KNN powder that controls the sublimation of volatile alkali oxides, on the structure and microstructure of the films was also discussed. Finally, we presented the piezoelectric properties of the as-prepared KNN thick films. The results presented on this conference were entirely obtained within this research project.
	Šifra	B.03 Referat na mednarodni znanstveni konferenci
	Objavljeno v	IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Society; Abstract book; 2012; Str. 541; Avtorji / Authors: Pavlič Jernej, Kosec Marija, Holc Janez, Rojac Tadej
	Tipologija	1.12 Objavljeni povzetek znanstvenega prispevka na konferenci
5.	COBISS ID	34237445 Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO Processing and properties of (K,Na)NbO <sub>3</sub> thick films
		ANG Priprava in karakterizacija debelih plasti na osnovi (K,Na)NbO <sub>3</sub>
	Opis	SLO Veliko rezultatov na področju sinteze in lastnosti debelih plasti KNN, ki so relevantni za ta projekt, je bilo pridobljeno v okviru diplomskega dela Jerneja Pavliča. V njem je poleg že opisanih rezultatov tudi veliko eksperimentalnih podrobnosti o pripravi in karakterizaciji plasti.
		ANG A significant number of results on KNN thick films, which are relevant for this project, have been obtained within the diploma work of Jernej Pavlič. In addition to results on the processing and characterization, the document contains a lot of experimental details. In Slovene language only. Abstract in English.
	Šifra	D.10 Pedagoško delo
	Objavljeno v	[J. Pavlič]; 2010; V, 44 f.; Avtorji / Authors: Pavlič Jernej
	Tipologija	2.11 Diplomsko delo

## 8. Drugi pomembni rezultati projektne skupine<sup>7</sup>

Vredno je omeniti, da je projekt okrepljen številne sodelave z domačimi podjetji in domačimi ter tujimi raziskovalnimi institucijami: HIPOT RR d.o.o., KEKON d.o.o., CO-NAMASTE, ICMM/CSIC iz Madrida (Španija), Univerza v Toursu (Francija) in Politehnična šola v Lausanni (EPFL, Švica).

V okviru dela na raziskovalnem projektu je nastala diplomska naloga in doktorsko raziskovalno delo Jerneja Pavliča. Slednje se zaključuje v letošnjem letu (predviden zaključek v septembru 2014).

## 9. Pomen raziskovalnih rezultatov projektne skupine<sup>8</sup>

### 9.1. Pomen za razvoj znanosti<sup>9</sup>

SLO

Na področju raziskav učinkovitih piezoelektrikov smo v okviru projekta naredili velik korak. Prvi smo pokazali, da je mogoče s tiskanjem in sintranjem pripraviti feroelektrične debele plasti Pb (Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> (PMN-PT), ki vsebujejo kali, katerih velikost vsaj 10-krat presega

velikost osnovnih delcev prahu. Nadalje smo pokazali, da je z metodo rasti zrn na kaleh (ang. templated grain growth - TGG) možno pripraviti delno teksturirane debele plasti. Pokazali smo torej, da je rast zrn na kaleh možna tudi v piezoelektričnih plasteh in ne samo v piezoelektrični keramiki, kot je bilo predhodno objavljeno. Še več, pripravili smo homogene debele plasti, saj smo uporabili kali z enako sestavo, kot je sestava samih debelih plasti. Tovrstnih raziskav na področju debelih piezoelektričnih plasti do sedaj še ni bilo. Naše delno teksturirane plasti so izkazovale višje piezoelektrične in feroelektrične lastnosti kot neteksturirane plasti enake sestave.

V okviru projekta smo raziskali tudi domensko strukturo debelih plasti PMN-PT. Predhodno o tem še niso poročali. Ugotovili smo, da so zaradi vpetosti na podlago debele plasti PMN-PT med ohlajanjem pod tlačnimi napetostmi, kar izrazito vpliva na domensko strukturo plasti. Le-ta se zato močno razlikuje od domenske strukture volumenske keramike (H. Uršič et al., J. Phys. D: Appl. Phys. 45, 2012).

Trdna raztopina (K,Na)NbO<sub>3</sub> (KNN) še vedno velja za eno najbolj obetavnih kandidatov, ki bi lahko v več piezoelektričnih aplikacijah nadomestila materiale na osnovi svinčevih perovskitov, kot sta Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> (PZT) in PMN-PT. Navkljub izrednem zanimanju za ta material in potencialu za visokofrekvenčne ultrazvočne aplikacije, je v primerjavi z volumensko keramiko podatkov o debelih plasteh KNN izredno malo. Pomanjkanje je tudi študij, ki bi se na sistematičen način lotevale problema procesiranja debelih plasti KNN in kontrole fazne sestave, strukture in mikrostrukture, kot so to v preteklosti naredili za debele plasti PZT (Kosec et al., J. Eur Ceram. Soc. 19, 1999, pp. 949-954).

Rezultati raziskovalnega projekta predstavljajo velik napredek na področju debelih plasti KNN. Cilj, ki smo si ga zastavili, je razumevanje kompleksne povezave med procesiranjem debelih plasti KNN s sitotiskom in njihovimi lastnostmi, saj je to prvi korak k pripravi kvalitetnih plasti z dobrim piezoelektričnim odzivom. To smo dosegli s sistematično analizo mikrostrukture, strukture in zgoščevanja plasti v odvisnosti od temperature sintranja in prisotnosti/odsotnosti zasipa med žganjem. Iste študije so vodile do zanimivega odkritja: debele plasti KNN kažejo kristalografsko orientacijo vzdolž smeri [100]pc in manj v [10-1]pc. Razložili smo mehanizem tega pojava. Orientacija je rezultat sprostitve termičnih napetosti v plasti, ki so posledica različnih termičnih razteznostih koeficientov plasti in podlage (Pavlič et al., J. Eur. Ceram. Soc. 37, 2014, 285-295). Odprli smo torej novo pot pri kontroli orientacije plasti KNN in potencialno piezoelektričnega odziva plasti z izborom podlage, kar smo v kasnejši fazi projekta tudi dokazali.

S podrobno študijo piezoelektričnega odziva pripravljenih debelih plasti KNN smo ugotovili, da je znižanje piezoelektričnega koeficienta d<sub>33</sub> v plasteh KNN, zaradi vpetosti na podlago, tj. približno 50%, nenavadno majhno v primerjavi s plastmi na osnovi svinca, kjer se d<sub>33</sub> običajno zniža za 70–80%. Na podlagi literaturnih podatkov smo ugotovili, da gre tako majhno znižanje d<sub>33</sub> pripisati posebnim mehanskim lastnostim materiala KNN. Odkritje daje plastem na osnovi KNN še večji potencial za aplikacije, namreč piezoelektrični odziv KNN je manj občutljiv na elastično vpetost na podlago, kot je to značilno za PZT in PMN-PT (J. Pavlič et al., J Am Ceram Soc, 2014, sprejeto v objavo, DOI: 10.1111/jace.12797).

ANG

The results of the project represent a significant progress in the field of efficient piezoelectric perovskite materials. For the first time, we proved that is possible to prepare screen-printed ferroelectric Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> (PMN-PT) thick films with the addition of seeds, which are more than 10-times larger than the size of the main powder particles used for screen printing. Moreover, we showed that it is possible to prepare partially textured thick films using the template grain growth (TGG) method. The growth of the grains on the seeds is thus also possible in thick films and not only in ceramics, as reported earlier. In addition, we were able to prepare homogenous thick films by using seeds of the same composition as that of the primary powder particles. Our partially textured films exhibited improved piezoelectric and ferroelectric properties relative to the non-textured films of the same composition. The results are new and thus represent an original contribution to science.

Within the project, we studied the domain structure of the PMN-PT thick films. Because the thick films are clamped onto the substrate, compressive stresses are developed in the films

during cooling, which greatly affect their domain structure. Such domain structure is thus distinctly different from that in the bulk ceramics (H. Uršič et al., J. Phys. D: Appl. Phys. 45, 2012).

The (K,Na)NbO<sub>3</sub> (KNN) solid solution is still considered as one of the most promising candidates for the replacement of lead-based perovskites, such as (PZT), in a wide range of applications. Despite the potential of this material for high-frequency ultrasound applications, much less data exist on the KNN thick films as compared to the bulk counterpart. There is also a lack of systematic studies oriented toward the processing of the KNN thick films and its relation to the phase composition, structure and microstructure. Such studies were performed earlier for PZT thick films (Kosec et al., J. Eur Ceram. Soc. 19, 1999, pp. 949-954).

The results of the project made possible to significantly progress in the field of KNN thick films. The goal was to relate the processing of the thick films (screen printing) with their properties, as this is the first step to be done in order to obtain good films with reproducible properties. We achieved this goal by performing a systematic analysis of the structure, microstructure and densification of the films as a function of the sintering temperature and the presence/absence of the packing powder during sintering. The same studies led to an interesting observation: the KNN films showed crystallographic orientation along [100]<sub>pc</sub> and less along [10-1]<sub>pc</sub> direction. We explained the mechanism of this phenomenon. The orientation is a result of compressive thermal stresses, which are generated in the films as a consequence of the mismatch between the thermal expansion coefficients of the film and the substrate (Pavlič et al., J. Eur. Ceram. Soc. 37, 2014, 285-295). This opened up a possibility to control the orientation of the films by selection of the substrate, which we subsequently confirmed.

Within a detailed study of the piezoelectric properties of the KNN thick films we found that the reduction of the piezoelectric d<sub>33</sub> coefficient of the KNN films relative to the KNN ceramics, i.e., 50%, is much smaller as compared to that in other lead-based thick films where the reduction of d<sub>33</sub> may reach 70-80%. Based on an extensive literature review on a wide range of materials we finally concluded that this small reduction of d<sub>33</sub> is related to the specific elastic properties of the KNN. This general finding provides an even greater potential for the application of KNN thick films, as the piezoelectric response of KNN is less susceptible to the substrate clamping in comparison to PZT or PMN-PT (J. Pavlič et al., J Am Ceram Soc, 2014, accepted, DOI: 10.1111/jace.12797).

## 9.2. Pomen za razvoj Slovenije<sup>10</sup>

SLO

Zaključen temeljni raziskovalni projekt ima poleg znanstveno-raziskovalnih rezultatov tudi družbeno-ekonomske učinke na različnih nivojih.

V okviru temeljnega raziskovalnega projekta smo ovrednotili možnost integracije debelih plasti dveh najbolj obetavnih piezoelektrikov, to sta Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> (PMN-PT) in (K,Na)NbO<sub>3</sub> (KNN), v kompleksne debeloplastne strukture. Na ta način smo pridobili osnovna znanja o integraciji teh piezoelektrikov v konkretne senzorske, aktuatorske in visokofrekvenčne elektromehanske pretvorniške elemente, kot sta resonančni senzor tlaka in ultrazvočni (UZ) pretvornik. Ta tematika zahteva nadaljnje aplikativne raziskave in je v taki obliki dolgoročno zanimiva tako za podjetja (HIDRIA, HIPOT-RR, HYB, IN.MEDICA, KEKON, KEKO Oprema), kakor tudi za raziskovalne skupine na področju elektronskih komponent, mikroelektronike in mikrosistemov.

Rezultati temeljnega raziskovalnega projekta so se uporabili pri delu v enem od projektov v Centru odličnosti NAMASTE (Napredni nekovinski materiali s tehnologijami prihodnosti). Center odličnosti NAMASTE je multidisciplinarni in transdisciplinarni konzorcij raziskovalnih institucij in industrije. Center povezuje 10 raziskovalnih skupin, tri zasebne raziskovalne organizacije ter vrsto slovenskih tehnološko naprednih podjetij, med katerimi prevladujejo prodorna srednja in manjša podjetja. Partnerji so razpršeni skoraj po vseh Slovenskih regijah. Raziskovalni rezultati so se uporabili tudi pri delu v Razvojnem centru IN.Medica (Inovativni medicinski sistemi in metode zdravljenja). Ta razvojni center slovenskega gospodarstva na področju industrijskega sektorja farmacije in biotehnologije je bil ustanovljen leta 2011 in je lociran v regiji



Jugovzhodna Slovenija.

Širjenje raziskovalnih rezultatov dviga ugled slovenskih raziskovalnih institucij v Evropskem raziskovalnem področju. Tudi na tej osnovi je bila raziskovalna skupina povabljena v projekt 7. okvirnega programa CERAMPOL (FP7-280995-2; "Ceramic and polymeric membrane for water purification of heavy metal and hazardous organic compound" ali »Keramične in polimerne membrane za odstranjevanje težkih kovin in nevarnih organskih snovi iz vode«). Projekt se že izvaja. Poleg raziskovalne skupine v projektu sodeluje tudi slovensko podjetje. Slovenski partnerji so v projektu zadolženi za razvoj vibracijskega sistema za čiščenje keramičnih membran, ki so kontaminirane z odpadnimi vodami. Vibracije vzbujajo integrirani piezoelektrični aktuatorji. Poleg tega je raziskovalna skupina, zaradi vrhunskih kompetenc na področju piezoelektričnih materialov, povabljena tudi v nove, šele nastajajoče, raziskovalne ali razvojno-inovativne projekte (H2020, ERA-NET, EUREKA). Pri tem je pomembno, da raziskovalna skupina že tradicionalno v mednarodne projekte povabi in vplete tudi eno ali več slovenskih podjetij.

ANG

The research project gained not only scientific results, but also social-economic results on various levels.

Within the project we evaluated the possibility to integrate two most promising piezoelectric materials, i.e.,  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  (PMN-PT) and  $(\text{K,Na})\text{NbO}_3$  (KNN), into complex thick-film structures. We thus gained new knowledge on the integration of these materials into specific sensor, actuator and transducer elements, such as the pressure resonance sensor and ultrasound (US) transducer. This topic requires further applicative research and it is of interest for several companies (HIDRIA, HIPOT-RR, HYB, IN.MEDICA, KEKON, KEKO Oprema) and research groups from the field of electronic components, microelectronics and microsystems.

The results of the project were used in the Center of Excellence NAMASTE. CO NAMASTE is a multidisciplinary and transdisciplinary consortium of different research and industrial organizations. The center gathers 10 research teams, 3 private research organizations and a wide range of different technologically advanced companies from Slovenia. The partners involved span from very different regions in Slovenia. The results of this project were also used in the center for development IN.Medica. This center, which was found in 2011 and it is located in the south-eastern Slovenian region, operates in the industrial field of pharmacy and biotechnology.

The dissemination of the project results contributed to the reputation of the Slovenian research institutions in the European research area. On this basis, our research institution was invited in a 7FP EU project CERAMPOL (FP7-280995-2; "Ceramic and polymeric membrane for water purification of heavy metal and hazardous organic compound"). The project is currently under way. In addition to our research institution, a Slovenian company is also involved in this project. The Slovenian partners are responsible for the development of a vibration system for cleaning of ceramic membranes, which are contaminated from industrial waste-water. The vibrations are realized with integrated piezoelectric actuators. Due to our knowledge on piezoelectrics, to which the present research project contributed, our group is being invited into new research and development projects (H2020, ERA-NET; EUREKA). It is important to note that the institution regularly invites one or more Slovenian companies into EU projects.

**10. Samo za aplikativne projekte in podoktorske projekte iz gospodarstva!  
Označite, katerega od navedenih ciljev ste si zastavili pri projektu, katere konkretne rezultate ste dosegli in v kakšni meri so doseženi rezultati uporabljeni**

Cilj		
<b>F.01</b>	<b>Pridobitev novih praktičnih znanj, informacij in veščin</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>

<b>F.02</b>	<b>Pridobitev novih znanstvenih spoznanj</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.03</b>	<b>Večja usposobljenost raziskovalno-razvojnega osebja</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.04</b>	<b>Dvig tehnološke ravni</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.05</b>	<b>Sposobnost za začetek novega tehnološkega razvoja</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.06</b>	<b>Razvoj novega izdelka</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.07</b>	<b>Izboljšanje obstoječega izdelka</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.08</b>	<b>Razvoj in izdelava prototipa</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.09</b>	<b>Razvoj novega tehnološkega procesa oz. tehnologije</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.10</b>	<b>Izboljšanje obstoječega tehnološkega procesa oz. tehnologije</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>

	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.11</b>	<b>Razvoj nove storitve</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.12</b>	<b>Izboljšanje obstoječe storitve</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.13</b>	<b>Razvoj novih proizvodnih metod in instrumentov oz. proizvodnih procesov</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.14</b>	<b>Izboljšanje obstoječih proizvodnih metod in instrumentov oz. proizvodnih procesov</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.15</b>	<b>Razvoj novega informacijskega sistema/podatkovnih baz</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.16</b>	<b>Izboljšanje obstoječega informacijskega sistema/podatkovnih baz</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.17</b>	<b>Prenos obstoječih tehnologij, znanj, metod in postopkov v prakso</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.18</b>	<b>Posredovanje novih znanj neposrednim uporabnikom (seminarji, forumi, konference)</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.19</b>	<b>Znanje, ki vodi k ustanovitvi novega podjetja ("spin off")</b>	

	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.20</b>	<b>Ustanovitev novega podjetja ("spin off")</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.21</b>	<b>Razvoj novih zdravstvenih/diagnostičnih metod/postopkov</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.22</b>	<b>Izboljšanje obstoječih zdravstvenih/diagnostičnih metod/postopkov</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.23</b>	<b>Razvoj novih sistemskih, normativnih, programskih in metodoloških rešitev</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.24</b>	<b>Izboljšanje obstoječih sistemskih, normativnih, programskih in metodoloških rešitev</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.25</b>	<b>Razvoj novih organizacijskih in upravljaljskih rešitev</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.26</b>	<b>Izboljšanje obstoječih organizacijskih in upravljaljskih rešitev</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.27</b>	<b>Prispevek k ohranjanju/varovanje naravne in kulturne dediščine</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>

	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.28</b>	<b>Priprava/organizacija razstave</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.29</b>	<b>Prispevek k razvoju nacionalne kulturne identitete</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.30</b>	<b>Strokovna ocena stanja</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.31</b>	<b>Razvoj standardov</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.32</b>	<b>Mednarodni patent</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.33</b>	<b>Patent v Sloveniji</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.34</b>	<b>Svetovalna dejavnost</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
<b>F.35</b>	<b>Drugo</b>	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>

**Komentar**


---

--

**11. Samo za aplikativne projekte in podoktorske projekte iz gospodarstva!**  
**Označite potencialne vplive oziroma učinke vaših rezultatov na navedena področja**

	<b>Vpliv</b>	<b>Ni vpliva</b>	<b>Majhen vpliv</b>	<b>Srednji vpliv</b>	<b>Velik vpliv</b>	
<b>G.01</b>	<b>Razvoj visokošolskega izobraževanja</b>					
G.01.01.	Razvoj dodiplomskega izobraževanja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.01.02.	Razvoj podiplomskega izobraževanja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.01.03.	Drugo: <input type="text"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.02</b>	<b>Gospodarski razvoj</b>					
G.02.01	Razširitev ponudbe novih izdelkov/storitev na trgu	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.02.	Širitev obstoječih trgov	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.03.	Znižanje stroškov proizvodnje	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.04.	Zmanjšanje porabe materialov in energije	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.05.	Razširitev področja dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.06.	Večja konkurenčna sposobnost	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.07.	Večji delež izvoza	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.08.	Povečanje dobička	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.09.	Nova delovna mesta	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.10.	Dvig izobrazbene strukture zaposlenih	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.11.	Nov investicijski zagon	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.12.	Drugo: <input type="text"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.03</b>	<b>Tehnološki razvoj</b>					
G.03.01.	Tehnološka razširitev/posodobitev dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03.02.	Tehnološko prestrukturiranje dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03.03.	Uvajanje novih tehnologij	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03.04.	Drugo: <input type="text"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.04</b>	<b>Družbeni razvoj</b>					
G.04.01	Dvig kvalitete življenja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.02.	Izboljšanje vodenja in upravljanja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.03.	Izboljšanje delovanja administracije in javne uprave	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.04.	Razvoj socialnih dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.05.	Razvoj civilne družbe	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.06.	Drugo: <input type="text"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.05.</b>	<b>Ohranjanje in razvoj nacionalne naravne in kulturne dediščine in identitete</b>					
	<b>Varovanje okolja in trajnostni</b>					

<b>G.06.</b>	<b>razvoj</b>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.07</b>	<b>Razvoj družbene infrastrukture</b>					
G.07.01.	Informacijsko-komunikacijska infrastruktura	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.07.02.	Prometna infrastruktura	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.07.03.	Energetska infrastruktura	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.07.04.	Drugo:	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.08.</b>	<b>Varovanje zdravja in razvoj zdravstvenega varstva</b>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
<b>G.09.</b>	<b>Drugo:</b>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	

**Komentar**

--

**12.Pomen raziskovanja za sofinancerje<sup>11</sup>**

	Sofinancer		
1.	Naziv		
	Naslov		
	Vrednost sofinanciranja za celotno obdobje trajanja projekta je znašala:		EUR
	Odstotek od utemeljenih stroškov projekta:		%
	Najpomembnejši rezultati raziskovanja za sofinancerja	Šifra	
		1.	
		2.	
		3.	
		4.	
		5.	
	Komentar		
	Ocena		

**13.Izjemni dosežek v letu 2013<sup>12</sup>****13.1. Izjemni znanstveni dosežek**

Naslov: Posebne mehanske lastnosti KNN omogočajo, da je zmanjšanje piezoelektričnega koeficienta  $d_{33}$  v debelih plasteh KNN manjše kot je to značilno za debeli plasti ostalih feroelektrikov

Uspešno smo pripravili goste debele plasti  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$  (KNN) brez defektov. Ugotovili smo, da lahko kristalografsko orientacijo v plasteh vzbudimo z izbiro podlage, kar predstavlja alternativo teksturiranju s kalmi.

Plasti imajo zaradi vpetosti na podlago nižje piezoelektrične odzive kot volumenska keramika. Ugotovili smo, da je piezoelektrični koeficient  $d_{33}$  plasti KNN enak  $\sim 50\%$  koeficienta keramike KNN, kar je precej manj kot v plasteh ostalih feroelektričnih materialov, npr.  $(Pb(Zr,Ti)O_3)$  (PZT) in  $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3-PbTiO_3$  (PMN-PT). Manj izrazito zmanjšanje  $d_{33}$  v plasteh KNN gre pripisati posebnim mehanskim lastnostim KNN. S to ugotovitvijo so se debele plasti KNN, po



uporabnosti, približale plastem PZT in PMN-PT. Rezultati projekta odpirajo nove možnosti za nadaljnje raziskave.

### 13.2. Izjemni družbeno-ekonomski dosežek

Naslov: Izdelava in karakterizacija ultrazvočnih pretvornikov na osnovi delno teksturiranih in neteksturiranih debelih plasti  $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3-PbTiO_3$  (PMN-PT)

V sodelovanju z univerzo v Toursu, Francija in »Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid« (ICMM) smo pripravili in okarakterizirali ultrazvočne pretvornike (UZ) na osnovi delno teksturiranih in neteksturiranih debelih plasti PMN-PT. Plasti PMN-PT izkazujejo dobre lastnosti za UZ pretvornike, celo boljše kot so lastnosti plasti iz široko uporabljenega  $Pb(Zr,Ti)O_3$  (PZT).

## C. IZJAVE

Podpisani izjavljam/o, da:

- so vsi podatki, ki jih navajamo v poročilu, resnični in točni
- se strinjamo z obdelavo podatkov v skladu z zakonodajo o varstvu osebnih podatkov za potrebe ocenjevanja ter obdelavo teh podatkov za evidence ARRS
- so vsi podatki v obrazcu v elektronski obliki identični podatkom v obrazcu v pisni obliki
- so z vsebino zaključnega poročila seznanjeni in se strinjajo vsi soizvajalci projekta

### Podpisi:

*zastopnik oz. pooblaščen oseba  
raziskovalne organizacije:*

in

*vodja raziskovalnega projekta:*

Institut "Jožef Stefan"

Tadej Rojac

### ŽIG

Kraj in datum:

### Oznaka prijave: ARRS-RPROJ-ZP-2014/46

<sup>1</sup> Napišite povzetek raziskovalnega projekta (največ 3.000 znakov v slovenskem in angleškem jeziku) [Nazaj](#)

<sup>2</sup> Napišite kratko vsebinsko poročilo, kjer boste predstavili raziskovalno hipotezo in opis raziskovanja. Navedite ključne ugotovitve, znanstvena spoznanja, rezultate in učinke raziskovalnega projekta in njihovo uporabo ter sodelovanje s tujimi partnerji. Največ 12.000 znakov vključno s presledki (približno dve strani, velikost pisave 11). [Nazaj](#)

<sup>3</sup> Realizacija raziskovalne hipoteze. Največ 3.000 znakov vključno s presledki (približno pol strani, velikost pisave 11) [Nazaj](#)

<sup>4</sup> V primeru bistvenih odstopanj in sprememb od predvidenega programa raziskovalnega projekta, kot je bil zapisan v predlogu raziskovalnega projekta oziroma v primeru sprememb, povečanja ali zmanjšanja sestave projektne skupine v zadnjem letu izvajanja projekta, napišite obrazložitev. V primeru, da sprememb ni bilo, to navedite. Največ 6.000 znakov vključno s presledki (približno ena stran, velikost pisave 11). [Nazaj](#)

<sup>5</sup> Navedite znanstvene dosežke, ki so nastali v okviru tega projekta. Raziskovalni dosežek iz obdobja izvajanja projekta (do oddaje zaključnega poročila) vpišete tako, da izpolnite COBISS kodo dosežka – sistem nato sam izpolni naslov objave, naziv, IF in srednjo vrednost revije, naziv FOS področja ter podatek, ali je dosežek uvrščen v A'' ali A'. [Nazaj](#)

<sup>6</sup> Navedite družbeno-ekonomske dosežke, ki so nastali v okviru tega projekta. Družbeno-ekonomski rezultat iz obdobja izvajanja projekta (do oddaje zaključnega poročila) vpišete tako, da izpolnite COBISS kodo dosežka – sistem nato sam izpolni naslov objave, naziv, IF in srednjo vrednost revije, naziv FOS področja ter podatek, ali je dosežek uvrščen v A'' ali A'.

Družbeno-ekonomski dosežek je po svoji strukturi drugačen kot znanstveni dosežek. Povzetek znanstvenega dosežka je praviloma povzetek bibliografske enote (članka, knjige), v kateri je dosežek objavljen.

Povzetek družbeno-ekonomskega dosežka praviloma ni povzetek bibliografske enote, ki ta dosežek dokumentira, ker je dosežek sklop več rezultatov raziskovanja, ki je lahko dokumentiran v različnih bibliografskih enotah. COBISS ID zato ni enoznačen, izjemoma pa ga lahko tudi ni (npr. prehod mlajših sodelavcev v gospodarstvo na pomembnih raziskovalnih nalogah, ali ustanovitev podjetja kot rezultat projekta ... - v obeh primerih ni COBISS ID). [Nazaj](#)

<sup>7</sup> Navedite rezultate raziskovalnega projekta iz obdobja izvajanja projekta (do oddaje zaključnega poročila) v primeru, da katerega od rezultatov ni mogoče navesti v točkah 6 in 7 (npr. ni voden v sistemu COBISS). Največ 2.000 znakov, vključno s presledki. [Nazaj](#)

<sup>8</sup> Pomen raziskovalnih rezultatov za razvoj znanosti in za razvoj Slovenije bo objavljen na spletni strani: <http://sicris.izum.si/> za posamezen projekt, ki je predmet poročanja [Nazaj](#)

<sup>9</sup> Največ 4.000 znakov, vključno s presledki [Nazaj](#)

<sup>10</sup> Največ 4.000 znakov, vključno s presledki [Nazaj](#)

<sup>11</sup> Rubrike izpolnite / prepisite skladno z obrazcem "izjava sofinancerja" <http://www.arrs.gov.si/sl/progproj/rproj/gradivo/>, ki ga mora izpolniti sofinancer. Podpisan obrazec "Izjava sofinancerja" pridobi in hrani nosilna raziskovalna organizacija – izvajalka projekta. [Nazaj](#)

<sup>12</sup> Navedite en izjemni znanstveni dosežek in/ali en izjemni družbeno-ekonomski dosežek raziskovalnega projekta v letu 2013 (največ 1000 znakov, vključno s presledki). Za dosežek pripravite diapozitiv, ki vsebuje sliko ali drugo slikovno gradivo v zvezi z izjemnim dosežkom (velikost pisave najmanj 16, približno pol strani) in opis izjemnega dosežka (velikost pisave 12, približno pol strani). Diapozitiv/-a priložite kot priponko/-i k temu poročilu. Vzorec diapozitiva je objavljen na spletni strani ARRS <http://www.arrs.gov.si/sl/gradivo/>, predstavitev dosežkov za pretekla leta pa so objavljena na spletni strani <http://www.arrs.gov.si/sl/analize/dosez/>. [Nazaj](#)

Obrazec: ARRS-RPROJ-ZP/2014 v1.03  
64-0B-60-FD-E7-CC-4A-65-BE-D5-B9-0E-27-28-B9-A0-FB-63-03-4D

## **Priloga 1**

# TEHNIKA

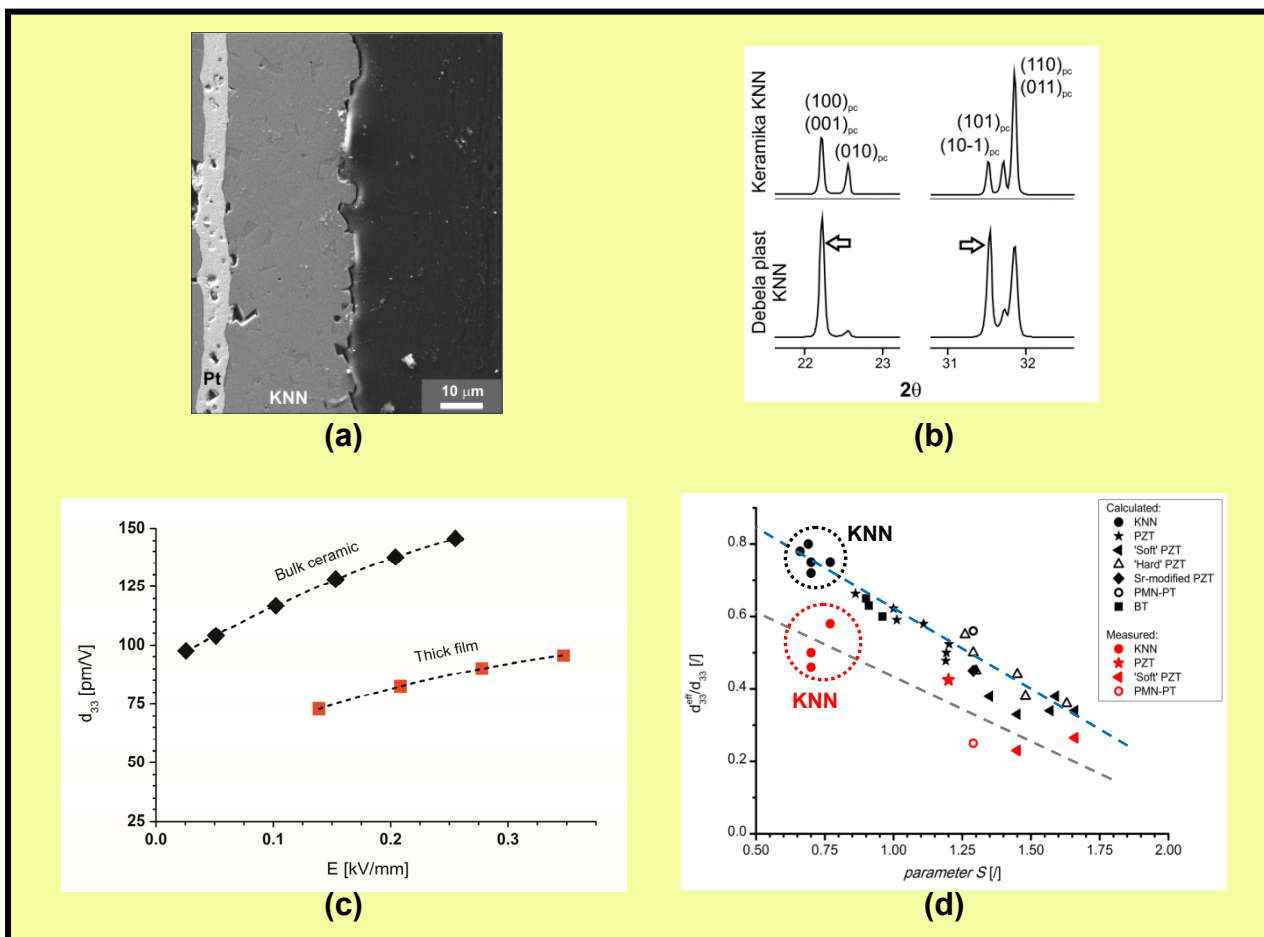
Področje: 2.09 – Elektronske komponente in tehnologije

Dosežek: **Posebne mehanske lastnosti KNN omogočajo, da je zmanjšanje piezoelektričnega koeficienta  $d_{33}$  v debelih plasteh KNN manjše kot je to značilno za debeli plasti ostalih feroelektrikov**

•**Vir:** Pavlič et al., Small Reduction of the Piezoelectric  $d_{33}$  Response in Potassium Sodium Niobate Thick Films, *J Am Ceram Soc*; DOI: 10.1111/jace.12797.

Z optimizacijo pogojev priprave smo uspešno pripravili goste debele plasti  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$  (KNN) brez defektov. Ugotovili smo, da lahko kristalografsko orientacijo v plasteh KNN vzbudimo z izbiro podlage, kar predstavlja alternativo teksturiranju s kalmi.

Plasti imajo zaradi vpetosti na podlago običajno nižje piezoelektrične odzive kot volumenska keramika. Ugotovili smo, da je piezoelektrični koeficient  $d_{33}$  plasti KNN enak  $\sim 50\%$  koeficienta keramike KNN, kar je precej manj kot v plasteh ostalih feroelektričnih materialov, kot so, na primer,  $(Pb(Zr,Ti)O_3)$  (PZT) in  $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3-PbTiO_3$  (PMN-PT). Manj izrazito zmanjšanje  $d_{33}$  v plasteh KNN gre pripisati posebnim mehanskim lastnostim KNN. S to ugotovitvijo so se debele plasti KNN, po uporabnosti, približale plastem PZT in PMN-PT. Rezultati projekta odpirajo nove možnosti za nadaljnje raziskave na tem področju.



**Slika 1:** (a) Presek goste in enofazne plasti KNN brez vidnih defektov. (b) Rentgenski difraktogrami plasti in keramike KNN, iz katerih je razvidna kristalografska orientacija v plasteh (puščice). (c) Piezoelektrični odziv debele plasti in keramike KNN v odvisnosti od amplitude zunanega električnega polja. (d) Razmerje piezoelektričnega koeficienta v plasti in keramiki ( $d_{33}^{eff}/d_{33}$ ) v odvisnosti od parametra  $S$ , ki vsebuje elastične koeficiente materialov. Zmanjšanje piezoelektričnega odziva v debelih plasteh KNN je manj izrazito kot v ostalih piezoelektričnih materialih.

## **Priloga 2**

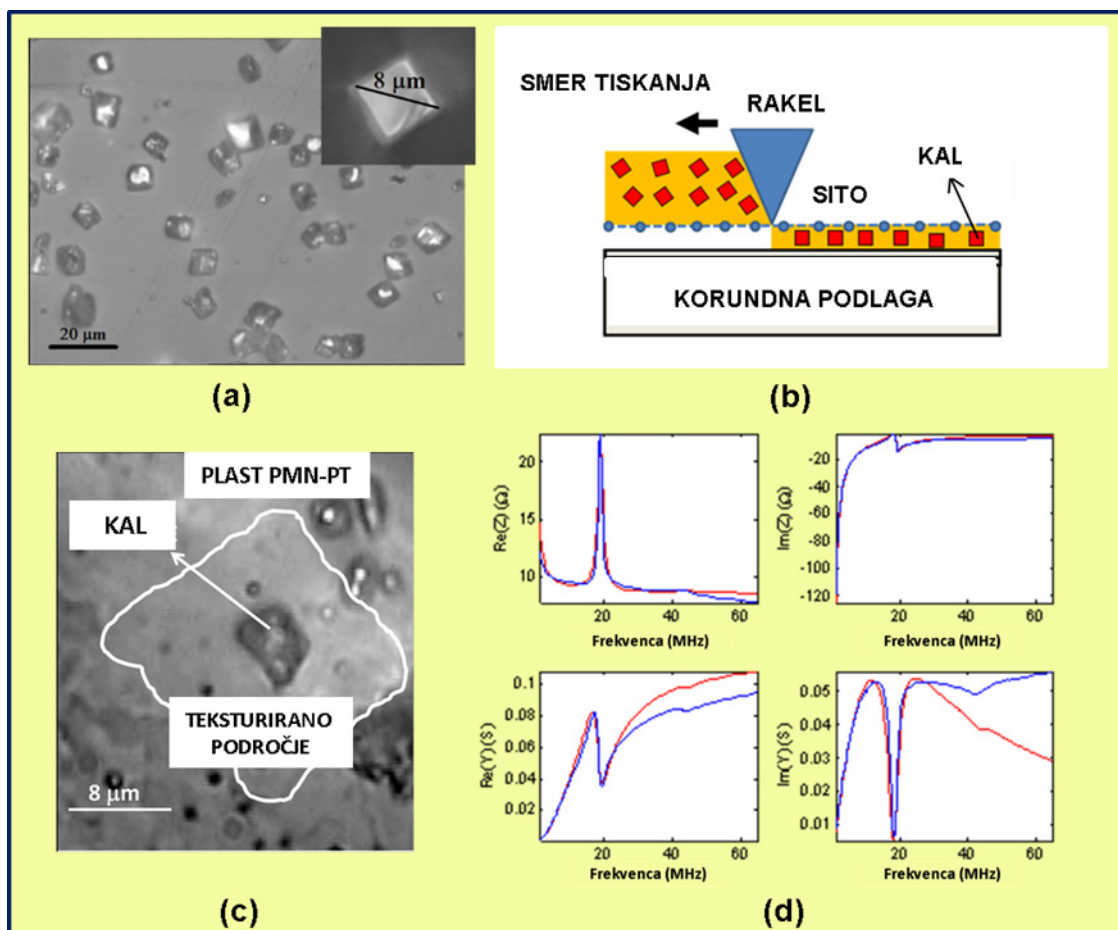
# TEHNIKA

Področje: 2.09 – Elektronske komponente in tehnologije

Dosežek: Izdelava in karakterizacija ultrazvočnih pretvornikov na osnovi delno teksturiranih in neteksturiranih debelih plasti  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  (PMN-PT)

Vir: teksturirane plasti: H. Uršič, F. Levassort, J. Holc, M. Lathiecq, M. Kosec, M. Alguero, H. Amarin, neobjavljeno; neteksturirane plasti H. Uršič et al., Jpn.J. Appl. Phys. 2013.

V sodelovanju z univerzo v Toursu, Francija in »Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid« (ICMM) smo pripravili in okarakterizirali **ultrazvočne pretvornike (UZ)** na osnovi delno **teksturiranih** (slika 1) in **neteksturiranih debelih plasti PMN-PT**. Izkazalo se je, da so lastnosti UZ pretvornika na osnovi neteksturiranih debelih plasti PMN-PT nekoliko boljše (sklopitveni faktor  $k_t=0.46\text{--}0.48$ ) kot tiste na osnovi teksturiranih plasti ( $k_t=0.42$ , izračunano iz meritev prikazanih na sliki 1d). Plasti PMN-PT sicer izkazujejo dobre lastnosti za UZ pretvornike, celo boljše kot so lastnosti plasti iz široko uporabljenega  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  (PZT).



**Slika 1:** (a) Slika kali PMN-PT narejena z optičnim mikroskopom (v sodelovanju z ICMM Madrid), (b) skica sitotiska delno teksturirane debele plasti v ultrazvočnem pretvorniku in (c) slika teksturiranega področja okrog kali v debeli plasti PMN-PT po sintranju narejena z optičnim mikroskopom. (d) Teoretična (rdeče) in eksperimentalna (modro) meritev impedance (Z) in admittance (Y) UZ pretvornika na osnovi teksturiranih debelih plasti (izmerjeno na Univerzi v Tours, Francija).