

Technická univerzita v Liberci

FAKULTA PEDAGOGICKÁ, katedra fyziky



PIEZOELEKTRICKÉ KOEFICIENTY PZT KERAMIKY A KOMPOZITŮ

Autor:

Mgr. Marie Prokopová

V Liberci dne: 5. 4. 2004

Technická univerzita v Liberci

FAKULTA PEDAGOGICKÁ

Katedra: Fyziky

Obor: Fyzikální inženýrství

PIEZOELEKTRICKÉ KOEFICIENTY PZT KERAMIKY A KOMPOZITŮ

PIEZOELECTRIC COEFFICIENTS OF PZT CERAMICS
AND COMPOSITES

PIEZOELEKTRISCHEN KOEFFIZIENTEN DER PZT KERAMIK
UND DER KOMPOSITEN

Dizertační práce

Autor:

Mgr. Marie PROKOPOVÁ

Adresa:

Staroměstské nám. 87

293 01, Mladá Boleslav

Školitel: Doc. Mgr. Lidmila Burianová, CSc.

Konzultant: Prof. RNDr. Václav Janovec, CSc.

Počet

stran	obrázků	tabulek	pramenů	příloh
88	57	4	41	5

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



3146134313

V Liberci dne: 5. 4. 2004

Podpis:

KFY

88 s. [25] s příl.

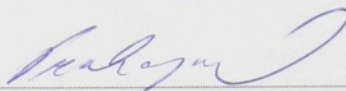
U 406-P

Prohlášení o původnosti práce:

Prohlašuji, že jsem dizertační práci vypracovala samostatně a že jsem uvedla veškerou použitou literaturu.

V Liberci dne: 5. 4. 2004.

Mgr. Marie Prokopová



Prohlášení k využívání výsledků DP:

Byla jsem seznámena s tím, že na mou dizertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

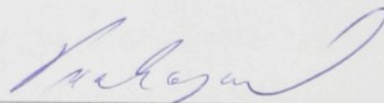
Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé dizertační práce a prohlašuji, že **souhlasím** s případným užitím mé dizertační práce (prodej, zapůjčení, kopírování, apod.).

Jsem si vědoma toho, že užít své dizertační práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

Autor:

Mgr. Marie PROKOPOVÁ

Podpis:



Adresa:

Staroměstské nám. 87

293 01, Mladá Boleslav

Datum:

5. 4. 2004

Poděkování:

Děkuji školitelce Doc. Mgr. Lidmile Burianové, CSc. za odborné vedení během doktorského studia, za pomoc a rady v oblasti teoretické i v oblasti experimentální, poskytované po celé období práce na dizertaci. Rovněž patří dík prof. RNDr. Václavu Janovcovi, CSc. za cenné rady v oblasti teorie. Také bych chtěla poděkovat RNDr. Miroslavu Šulcovi, Ph.D. za poskytnuté rady a pomoc při měření metodou laserové interferometrie.

PIEZOELEKTRICKÉ KOEFICIENTY PZT KERAMIKY A KOMPOZITŮ

Resumé

Práce je zaměřena na měření lineárních piezoelektrických koeficientů piezoelektrické keramiky typu PZT a piezokompozitů typu 0-3 (PZT-epoxy) metodou laserové interferometrie. Je uveden stručný přehled současného stavu problematiky. Druhá část je teoretická se zaměřením na piezokeramiku PZT, stručně jsou zmíněny kompozity a metoda laserové interferometrie. Ve třetí, experimentální, části jsou shrnuty výsledky měření včetně grafů kmitočtových, napěťových a teplotních závislostí posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h . Diskutovány jsou výsledky měření a možné zdroje chyb měření.

PIEZOELECTRIC COEFFICIENTS OF PZT CERAMICS AND COMPOSITES

Summary

This work is focused to the measurement of piezoelectric coefficients of piezoceramics PZT and piezocomposites of type 0-3 (PZT-epoxy) by laser interferometry method. In the first part is a short view of an actual situation of this problem. The second part is theoretical with alignment to piezoceramics PZT, composites and laser interferometry method are short described too. In the third, experimental, part results of measurements including graphs of frequency, voltage and temperature dependences of a displacement d_0 and of piezoelectric coefficients d_{31} , d_{33} and d_h are summarized. There are discussed results of measurements and possible origin of measurement's errors.

PIEZOELEKTRISCHEN KOEFFIZIENTEN DER PZT KERAMIK UND DER KOMPOSITEN

Zusammenfassung

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Messung von linearen Koeffizienten der piezoelektrischen Keramik des Typs PZT und der Piezokompositen des Typs 0-3 (PZT-epox). Benutzt wird dabei die Messmethode Laserinterferometrie. Im ersten Teil der Arbeit ist kurz der gegenwärtige Zustand der Problematik beschrieben. Zweiter Teil der Arbeit ist der theoretische Teil, und befasst sich mit der Piezokeramik PZT, mit den Kompositen und mit der Methode Laserinterferometrie. Im dritten, experimentellen Teil sind die Ergebnisse der Messung einschließlich der Diagramme von Frequenz-, Spannungs- und Temperaturabhängigkeiten der Musterseiteverschiebung d_0 und piezoelektrischen Koeffizienten d_{31} , d_{33} und d_h zusammengefasst. Die Ergebnisse der Messung und mögliche Ursachen den Fehlern sind diskutiert.

OBSAH

SEZNAM SYMBOLŮ	3
1. ÚVOD	6
2. PIEZOELEKTRICKÝ JEV	8
2.1 Tenzorový počet	8
2.2 Lineární piezoelektrické stavové rovnice	10
3. PIEZOKERAMIKA TYPU PZT	13
3.1 Fázový diagram PZT	13
3.2 Piezoelektrické vlastnosti PZT	15
3.2.1 Piezoelektrický koeficient keramiky PZT	15
3.2.2 Vlastní a nevlastní příspěvky k piezoelektrickému koeficientu	16
3.2.3 Adiabatický a izotermický piezoelektrický koeficient	17
4. PIEZOKOMPOZITY	19
4.1 Konektivita	19
4.2 Vlastnosti kompozitů	20
4.2.1 Součtové vlastnosti	20
4.2.2 Výsledné vlastnosti	22
4.2.3 Kombinační vlastnosti	23
5. LASEROVÁ INTERFEROMETRIE	24
5.1 Interference světla	25
5.2 Určení piezoelektrických koeficientů metodou laserové interferometrie	26
6. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	28
6.1 Vztahy pro určení piezoelektrických koeficientů	28
6.2 Použité typy vzorků	30
6.3 Měřené materiály	32
6.4 Podmínky měření	34
7. KMITOČTOVÉ A NAPĚŤOVÉ ZÁVISLOSTI PIEZOELEKTRICKÝCH KOEFICIENTŮ	35
7.1 Jednopaprskový Michelsonův interferometr	36
7.1.1 Kmitočtové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT	37
7.1.2 Napěťové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT	38
7.1.3 Kompozity typu 0-3 se složením PZT - epoxy	40
7.1.4 Stabilita signálu, šum jednopaprskového interferometru	43
7.2 Dvoupaprskový interferometr Mach - Zehnderova typu	45
7.2.1 Kmitočtové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT	47
7.2.2 Napěťové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT	48
7.2.3 Šum dvoupaprskového interferometru	49

7.3	Porovnání měření jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem	50
7.4	Výsledky měření kmitočtových a napětových závislostí piezoelektrických koeficientů	53
8.	SKENOVÁNÍ POVRCHU VZORKŮ	55
8.1	Skenování vzorků s napařenými reflexními vrstvami	55
8.2	Skenování vzorku s nalepeným zrcátkem	58
8.3	Výsledky skenování povrchu vzorků	59
9.	MĚŘENÍ TEPLOTNÍCH ZÁVISLOSTÍ PIEZOELEKTRICKÝCH KOEFICIENTŮ	60
9.1	Uchycení vzorků	62
9.2	Kmitočtové a napětové závislosti piezoelektrických koeficientů pro různá uchycení vzorků	62
9.2.1	Vzorky uchycené v mechanickém držáku	63
9.2.2	Vzorky lepené na kuličce	65
9.3	Teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů	67
10.	DISKUSE	70
10.1	Laserová interferometrie: přesnost měření, porovnání s jinými metodami	70
10.1.1	Hranice použitelnosti laserové interferometrie	70
10.1.2	Srovnání laserové interferometrie s jinými metodami	74
10.2	Vlastní a nevlastní příspěvky materiálových parametrů a jejich teplotní závislosti	76
10.2.1	Vlastní a nevlastní příspěvky k dielektrickým a piezoelektrickým vlastnostem	76
10.2.2	Kvalitativní interpretace teplotních závislostí	78
11.	ZÁVĚR	80
12.	LITERATURA	82
	SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK	85
	PŘÍLOHA	89

SEZNAM SYMBOLŮ

b	šířka vzorku tvaru destičky
C	tepelná kapacita
C_0	statická kapacita
C_h	kapacita náhradního obvodu rezonátoru
c	měrná tepelná kapacita
$c^D_{ijkl}, c^D_{\lambda\mu}$	složky tenzoru elastických modulů při konstantní elektrické indukci
$c^E_{ijkl}, c^E_{\lambda\mu}$	složky tenzoru elastických modulů při konstantní intenzitě elektrického pole
D_i	složky vektoru elektrické indukce
d	průměr vzorku tvaru disku
d_0	posunutí stěny vzorku
$d_{ijk}, d_{i\lambda}$	složky tenzoru piezoelektrického koeficientu
d_h	hydrostatický piezoelektrický koeficient
E_i	složky vektoru intenzity elektrického pole
$e_{ijk}, e_{i\lambda}$	složky tenzoru piezoelektrického modulu
f	kmitočet
f_s	sériový rezonanční kmitočet
f_p	paralelní rezonanční kmitočet
$g_{ijk}, g_{i\lambda}$	složky tenzoru piezoelektrického napět'ového koeficientu
g_h	hydrostatický piezoelektrický napět'ový koeficient
$h_{ijk}, h_{i\lambda}$	složky tenzoru piezoelektrického modulu
I	intenzita světla
$I_{\max}$	maximální intenzita interferujících paprsků
$I_{\min}$	minimální intenzita interferujících paprsků
I_p	intenzita sondujícího paprsku
I_r	intenzita referenčního paprsku
$k_{ijk}, k_{i\lambda}$	složky tenzoru koeficientu elektromechanické vazby
k_p	planární koeficient elektromechanické vazby
k_t	tloušťkově podélný koeficient elektromechanické vazby

Seznam symbolů

L_h	indukčnost náhradního obvodu rezonátoru
l	délka vzorku tvaru tyčinky
P_i	složky vektoru polarizace
p_i^T	složky vektoru pyroelektrického koeficientu při konstantním mechanickém napětí
Q_m	činitel mechanických ztrát
q_i	složky vektoru pyroelektrického modulu
R	odrazivost
R_h	rezistance náhradního obvodu rezonátoru
S_{ij}, S_λ, S_μ	složky tenzoru deformace
$s_{ijkl}^D, s_{\lambda\mu}^D$	složky tenzoru elastických koeficientů při konstantní elektrické indukci
$s_{ijkl}^E, s_{\lambda\mu}^E$	složky tenzoru elastických koeficientů při konstantní intenzitě elektrického pole
T_{ij}, T_λ, T_μ	složky tenzoru mechanického napětí
T_C	Curieova teplota
t	tloušťka vzorku
U	elektrické napětí
U_d	řídící napětí na vzorku
$U_{\max}$	maximální elektrické napětí
$U_{\min}$	minimální elektrické napětí
U_{out}	efektivní výstupní napětí
V	objem
u	rychlost šíření vlny prostředím
X_1, X_2, X_3	osy kartézského souřadného systému
X_h	reaktance náhradního obvodu rezonátoru
x	aktivní délka vzorku
Z_A	akustická impedance
Z_h	impedance náhradního obvodu rezonátoru
α_{jk}, α_μ	složky tenzoru koeficientu teplotní roztažnosti
β_{ij}	složky tenzoru impermitivity
γ_{ij}, γ_μ	složky tenzoru modulu tepelné rozpínavosti
$\text{tg } \delta$	činitel dielektrických ztrát
ε_{ij}^T	složky tenzoru permitivity při konstantním mechanickém napětí (volné permitivity)

Seznam symbolů

ε_{ij}^S	složky tenzoru permitivity při konstantní deformaci (upnuté permitivity)
ε_0	permitivita vakua
$\varepsilon_{ij}/\varepsilon_0$	relativní permitivita
Θ	teplota
λ	vlnová délka světla
ρ	hustota
ρ_i	složky vektoru pyroelektrického modulu
σ	entropie
σ^E	Poissonův poměr
τ	čas
τ_{ij}, τ_{μ}	složky tenzoru koeficientu tepelné rozpínavosti
v	objemový poměr
φ	fáze impedance
ω	kruhový kmitočet
ω_a	antirezonanční kruhový kmitočet
ω_m	kruhový kmitočet odpovídající minimální hodnotě impedance
ω_n	kruhový kmitočet odpovídající maximální hodnotě impedance
ω_p	paralelní kruhový kmitočet
ω_r	rezonanční kruhový kmitočet
ω_s	sériový kruhový kmitočet

Značení termodynamických veličin je ve shodě s [1], citace z [10] jsou upraveny podle značení [1].

1. ÚVOD

Tato práce se zabývá zkoumáním piezoelektrických vlastností piezokeramiky typu $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ (PZT), zvláště v teplotním rozsahu, a vlastností piezoelektrických kompozitů na bázi tohoto tuhého roztoku. Je rozčleněna na tři hlavní celky - teoretickou část, experimentální část včetně výsledků měření a diskuse, a přílohu.

V první části je stručně popsán piezoelektrický jev a piezoelektrický koeficient, piezokeramika typu PZT, piezokompozity i teoretický základ pro výpočty piezoelektrických koeficientů při měření metodou laserové interferometrie.

V experimentální části (kapitola 6) je uveden přehled užitých typů vzorků a vztahů pro výpočty piezoelektrických koeficientů. V dalších kapitolách (kapitoly 7-9) jsou uvedeny jednotlivé metody měření kmitočtových a napěťových závislostí piezoelektrické keramiky PZT a piezokompozitů, skenování vzorků a měření teplotních závislostí piezokeramiky PZT včetně schémat zapojení a výsledných grafů. Tato část obsahuje též diskusi výsledků měření, přítomnosti a vlivu různých vnějších i vnitřních faktorů (kapitola 10).

V příloze je stručně uvedena rezonanční metoda měření včetně výsledků měření parametrů PZT keramiky typu APC 856. Dále jsou zde zařazeny některé doplňující grafy k měření kmitočtových a napěťových závislostí piezoelektrických koeficientů.

Měřením piezoelektrických koeficientů metodou laserové interferometrie se v posledních letech zabývali především *Q.M. Zhang, W.Y. Pan, L.E. Cross* [15]. V této publikaci je pro měření použit jednopaprskový Michelsonův interferometr s laserem o vlnové délce 632,8 nm a vzorky „hard“ keramiky PZT. Měření byla prováděna při pokojové teplotě a kmitočtu 900 Hz. Mechanická rezonance byla pozorována při 5 kHz. Další publikací v této oblasti je [18], kde byl měřen piezoelektrický koeficient d_{33} materiálu LiNbO_3 a VF_2/VF_3 kopolymeru interferometrem Mach-Zehnderova typu.

V České republice se určením piezoelektrických koeficientů metodou laserové interferometrie zabývají především *M. Šulc a L. Burianová* [23, 26, 27].

Měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů keramiky PZT se věnuje hlavně příspěvek *Q.M. Zhang, et al.* [17]. V tomto článku byla měření prováděna rezonanční metodou pro vzorky „hard“ i „soft“ PZT keramiky v teplotním rozsahu 15 - 300 K.

1. Úvod

Ačkoliv se v současné době výzkum piezoelektrických materiálů zaměřuje spíše na tenké vrstvy PZT na Si substrátu [4] a také na nové materiály s vysokou piezoelektrickou odezvou na bázi relaxorů - $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$ (PZN-PT), $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$ (PMN-PT), $\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$ (PYN-PT) [6, 16] aj., má objemová piezokeramika PZT stále nezastupitelné místo mezi piezoelektrickými materiály. Využívá se jí zvláště ve formě aktuátorů (vícevrstevných kompozitů) pro nastavování optických systémů, jako např. polohy objektivu mikroskopu, pro naklánění zrcadel v astronomických teleskopech, pro přesné nastavování polohy teleskopů, jako ultrazvukových měničů pro lékařskou diagnostiku, generátorů ultrazvuku pro čištění, bzučáků, filtrů [32] apod. Další uplatnění nachází piezoelektrická keramika v hydrofonních aplikacích, v armádních aplikacích (tlumení kmitů technických konstrukcí, obtékání profilů), v jehličkových i bublinkových tiskárnách, jako motorky pro automatické zaostřování fotoaparátů, dále v automobilovém průmyslu (inteligentní tlumiče, apod.), a v řadě dalších vědních a technických odvětví a v běžném životě [13].

Tato práce se zabývá měřením piezoelektrických vlastností piezokeramiky PZT a piezoelektrických kompozitů na bázi PZT metodou laserové interferometrie. Původním přínosem práce je zkoumání teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů piezokeramiky PZT pomocí laserové interferometrie a určení piezoelektrických koeficientů piezokompozitů typu 0-3 se složením PZT-polymer, u nichž není možné měřit piezoelektrické koeficienty tradiční rezonanční metodou vzhledem k velkému zatlumení kmitů.

2.1 Tenzorový počet

2. PIEZOELEKTRICKÝ JEV

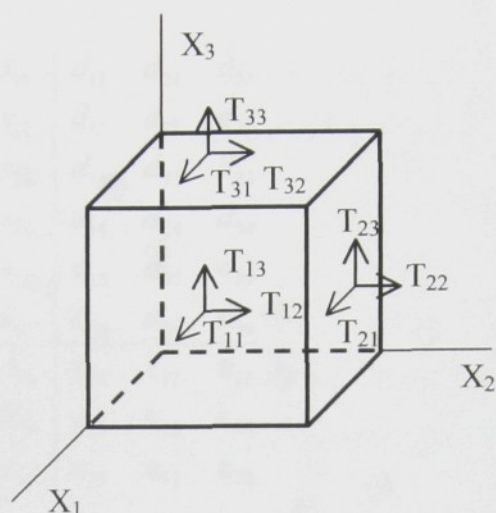
Piezoelektrický jev je schopnost materiálu polarizovat se vlivem mechanického namáhání. Tento jev se nazývá *přímý piezoelektrický jev*. *Převráceným piezoelektrickým jevem* je nazývána mechanická deformace vyvolaná elektrickým polem [29]. Piezoelektrické mohou být pouze krystalické materiály, které nemají střed symetrie, polykrystalické látky a některé polymerní materiály. Piezoelektrický jev představuje lineární interakci mezi elastickým a elektrickým stavem anizotropních látek, které nemají střed symetrie. Z 21 krystalografických grup (tříd), které nemají střed symetrie je pouze třída 432 nepiezoelektrická, zbývajících 20 tříd je piezoelektrických [13].

Přímý piezoelektrický jev spočívá v indukci elektrického náboje na vhodných plochách mechanicky deformovaného vzorku. Převrácený piezoelektrický jev spočívá v deformaci vzorku, na nějž je přiloženo elektrické napětí. Oba jevy jsou úzce provázány, přímé i převrácené piezoelektrické koeficienty jsou ekvivalentní [10]. Přímý piezoelektrický jev (resp. jeho velikost) je charakterizován piezoelektrickým koeficientem, který udává míru polarizace při mechanickém namáhání.

2.1 Tenzorový počet

K popisu vlastností látek se užívá tenzorů prvního řádu (např. polarizace P_i , intenzita elektrického pole E_i , elektrická indukce D_i), druhého řádu (např. mechanické napětí T_{ij} , permitivita ε_{ij} , deformace S_{ij}), třetího řádu (např. piezoelektrický koeficient d_{ijk}), a čtvrtého řádu (např. elastické moduly c_{ijkl} , elastické koeficienty s_{ijkl}). Podle symetrie krystalu lze odvodit symetrie tenzorů různých vlastností - s rostoucí symetrií klesá počet nezávislých nenulových složek.

2. Piezoelektrický jev



Obr. 2.1 Mechanická napětí působící na elementární krychli [28].

Pro přehlednější značení a kvůli možnosti zápisu všech materiálových koeficientů do jediné matice se místo tenzorového zápisu užívá zkrácené maticové značení, viz tabulku 2.1 (dvojice dolních indexů je nahrazena jediným indexem dle zavedených pravidel).

Tab. 2.1 Pravidla pro krácení indexů [12]

Tenzorový zápis	Maticový zápis	Tenzorový zápis	Maticový zápis
$\text{ii} = 11$	$\lambda = 1$	E_i	E_i
$\text{ii} = 22$	$\lambda = 2$	D_i	D_i
$\text{ii} = 33$	$\lambda = 3$	T_{ii}	$T_\lambda \quad \lambda = 1, 2, 3$
$\text{ij} = 23 \text{ nebo } 32$	$\lambda = 4$	T_{ij}	$T_\lambda \quad \lambda = 4, 5, 6$
$\text{ij} = 13 \text{ nebo } 31$	$\lambda = 5$	$S_{ij} \quad \text{když } i = j$	$S_\lambda \quad \lambda = 1, 2, 3$
$\text{ij} = 12 \text{ nebo } 21$	$\lambda = 6$	$S_{ij} \quad \text{když } i \neq j$	$1/2 S_\lambda \quad \lambda = 4, 5, 6$
		$d_{ijk} \quad \text{když } j = k$	$d_{i\lambda} \quad \lambda = 1, 2, 3$
		$d_{ijk} \quad \text{když } j \neq k$	$1/2 d_{i\lambda} \quad \lambda = 4, 5, 6$

2. Piezoelektrický jev

Zásadou použití zkráceného indexového značení můžeme materiálové parametry zapsat do jediné elasto - piezo - dielektrické matice:

s_{11}	s_{12}	s_{13}	s_{14}	s_{15}	s_{16}	d_{11}	d_{21}	d_{31}
s_{21}	s_{22}	s_{23}	s_{24}	s_{25}	s_{26}	d_{12}	d_{12}	d_{32}
s_{31}	s_{32}	s_{33}	s_{34}	s_{35}	s_{36}	d_{13}	d_{23}	d_{33}
s_{41}	s_{42}	s_{43}	s_{44}	s_{45}	s_{46}	d_{14}	d_{24}	d_{34}
s_{51}	s_{52}	s_{53}	s_{54}	s_{55}	s_{56}	d_{15}	d_{25}	d_{35}
s_{61}	s_{62}	s_{63}	s_{64}	s_{65}	s_{66}	d_{16}	d_{26}	d_{36}
d_{11}	d_{12}	d_{13}	d_{14}	d_{15}	d_{16}	ϵ_{11}	ϵ_{12}	ϵ_{13}
d_{21}	d_{12}	d_{23}	d_{24}	d_{25}	d_{26}	ϵ_{21}	ϵ_{22}	ϵ_{23}
d_{31}	d_{32}	d_{33}	d_{34}	d_{35}	d_{36}	ϵ_{31}	ϵ_{32}	ϵ_{33}

V I. a III. kvadrantu jsou piezoelektrické vlastnosti, ve II. kvadrantu elastické a ve IV. kvadrantu dielektrické vlastnosti, vyjádřené odpovídajícími materiálovými koeficienty.

2.2 Lineární piezoelektrické stavové rovnice

Polarizace piezoelektrického materiálu je ovlivněna změnou teploty ($\Delta\Theta$) v důsledku pyroelektrického jevu, mechanickým namáháním v důsledku přímého piezoelektrického jevu, a elektrickým polem [12].

$$D_i = p_i^T \Delta\Theta + d_{ijk}^{\ominus} T_{jk} + \epsilon_{ij}^{\ominus, T} E_j. \quad (2.1)$$

Podobně deformace materiálu je ovlivněna změnou teploty v důsledku teplotní roztažnosti, přiloženým elektrickým polem jako důsledek převráceného piezoelektrického jevu, a tlakem.

$$S_{ij} = \alpha_{ij}^E \Delta\Theta + s_{ijkl}^{\ominus, E} T_{kl} + d_{ijk}^{\ominus} E_k. \quad (2.2)$$

Horní indexy určují, který parametr je konstantní.

2. Piezoelektrický jev

Pokud je teplota konstantní, pak z (2.1) vyplývá vztah

$$D_i = d_{ijk} T_{jk} + \epsilon_{ij}^T E_j, \quad (2.3)$$

určující polarizaci z piezoelektrické odezvy a permitivity materiálu. Rovnice (2.2) dává

$$S_{ij} = s_{ijkl}^E T_{kl} + d_{ijk} E_k. \quad (2.4)$$

Rovnice (2.3) a (2.4) jsou nazývány základními lineárními piezoelektrickými stavovými rovnicemi. Popisují lineární piezoelektrickou odezvu při konstantní teplotě [12]. Jejich zjednodušený zápis je uveden dále.

Elastické vlastnosti jsou popsány elastickými koeficienty $s_{\lambda\mu}$ a elastickými moduly $c_{\lambda\mu}$, které vyjadřují lineární závislost mezi složkami tenzoru deformace S_λ (S_μ) a tenzoru mechanického napětí T_μ (T_λ):

$$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^E T_\mu, \quad T_\lambda = c_{\lambda\mu}^D S_\mu, \quad (\lambda, \mu = 1, 2, \dots, 6). \quad (2.5)$$

Elektrické vlastnosti jsou charakterizovány permitivitou ϵ_{ij} nebo impermitivitou β_{ij} , které vyjadřují lineární závislost mezi složkami vektoru elektrického pole E_j (E_i) a vektoru elektrické indukce D_i (D_j):

$$D_i = \epsilon_{ij}^S E_j, \quad E_i = \beta_{ij}^S D_j, \quad (i, j = 1, 2, 3). \quad (2.6)$$

Piezoelektrické vlastnosti jsou charakterizovány piezoelektrickým koeficientem $d_{i\lambda}$, který v případě přímého piezoelektrického jevu vyjadřuje lineární závislost mezi složkami tenzoru mechanického napětí T_λ a vektoru elektrické indukce D_i . V případě převráceného piezoelektrického jevu vyjadřuje tentýž koeficient lineární závislost mezi složkami tenzoru deformace S_λ a vektoru elektrického pole E_i :

$$D_i = d_{i\lambda} T_\lambda \quad S_\lambda = d_{i\lambda} E_i \quad (2.7)$$

2. Piezoelektrický jev

Pro slabá elektrická a mechanická pole jsou lineární vztahy mezi elektrickými a mechanickými veličinami uvedeny v tabulce 2.2.

Tab. 2.2 Lineární piezoelektrické stavové rovnice ($\lambda, \mu = 1, 2, \dots, 6; i, j = 1, 2, 3$) [28]

Převrácený piezoelektrický jev	Přímý piezoelektrický jev
$T_\lambda = c_{\lambda\mu}^E S_\mu - e_{i\lambda} E_i$	$D_i = e_{i\lambda} S_\lambda + \epsilon_{ij}^S E_j$
$T_\lambda = c_{\lambda\mu}^D S_\mu - h_{i\lambda} D_i$	$E_i = -h_{i\lambda} S_\lambda + \beta_{ij}^S D_j$
$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^E T_\mu + d_{i\lambda} E_i$	$D_i = d_{i\lambda} T_\lambda + \epsilon_{ij}^T E_j$
$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^D T_\mu + g_{i\lambda} D_i$	$E_i = -g_{i\lambda} T_\lambda + \beta_{ij}^T D_j$

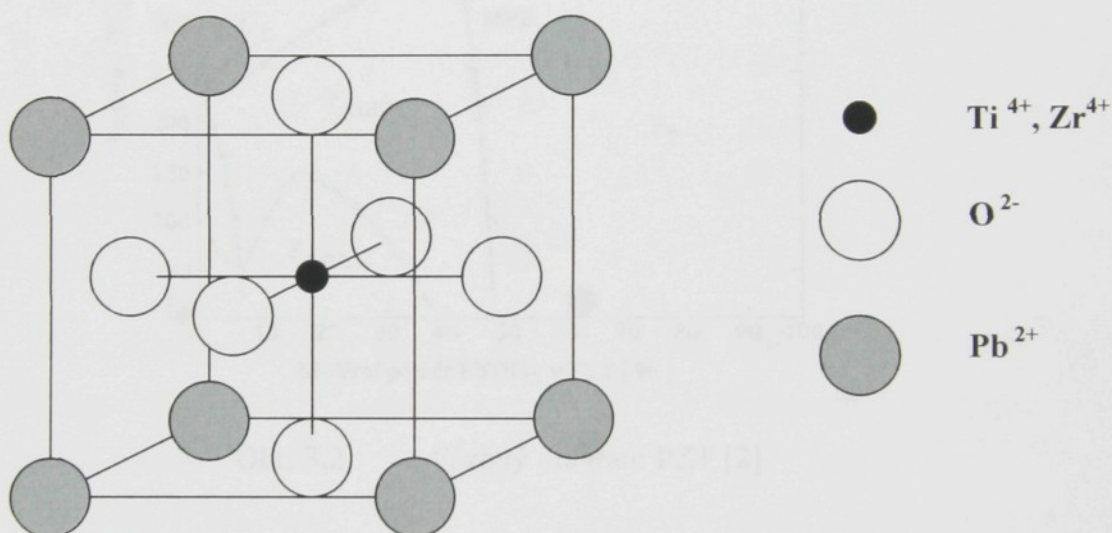
Piezoelektrický koeficient lze vyjádřit ze základních rovnic (2.3) a (2.4) takto

$$d_{ijk} = \frac{\partial D_i}{\partial T_{jk}} = \frac{\partial S_{ij}}{\partial E_k}. \quad (2.8)$$

Přehled všech definic materiálových parametrů je uveden v příloze.

3. PIEZOKERAMIKA TYPU PZT

Piezokeramika typu PZT je tuhý roztok $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$, kde PbTiO_3 je feroelektrická látka a PbZrO_3 je antiferoelektrická. PZT má perovskitovou strukturu, zpolarizovaná patří do grupy symetrií s označením ∞mm , jež odpovídá hexagonální symetrii 6mm (viz Příloha B.5). Vlastnosti, popisované tenzory symetrie ∞mm mají stejné nezávislé koeficienty, jako symetrie 6mm .



Obr. 3.1 Perovskitová struktura [2].

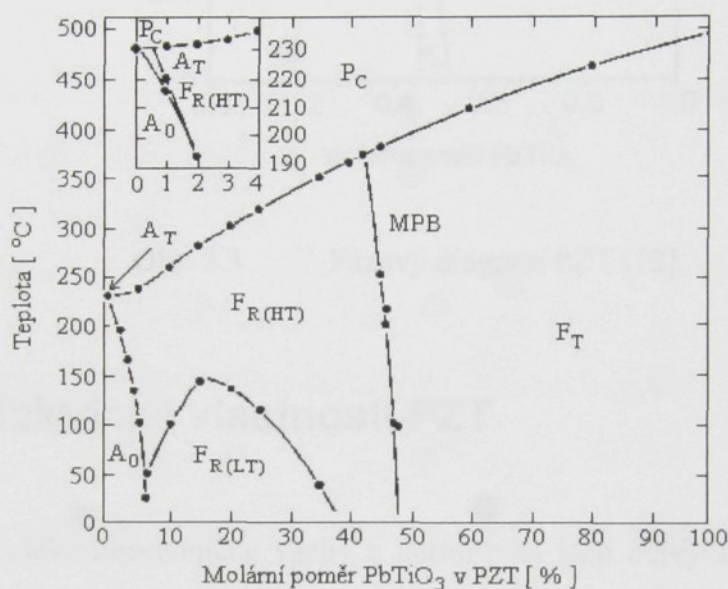
Na obr. 3.1 je elementární buňka perovskitové struktury tuhého roztoku $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$. Malé kationty Zr^{4+} a Ti^{4+} se ve struktuře střídají.

3.1 Fázový diagram PZT

Substitucí Zr^{4+} za Ti^{4+} v PbTiO_3 se redukuje tetragonální distorze. Tím je umožněn vznik feroelektrické fáze romboedrické symetrie $R3\text{m}$. Hranice mezi tetragonální a romboedrickou fází je téměř teplotně nezávislá. Přidávání zirkonu podporuje tvorbu ortorombické antiferoelektrické fáze. Ve fázovém diagramu na obrázku 3.2 je A_O antiferoelektrická ortorombická fáze,

3. Piezokeramika typu PZT

A_T antiferoelektrická tetragonální fáze, P_C paraelektrická kubická, F_R feroelektrická romboedrická, která se dělí na dvě fáze a to HT vysokoteplotní a LT nízkoteplotní, F_T je feroelektrická tetragonální fáze a MPB je morfotropní fázová hranice. Tato fázová hranice je oblast kompozitu, kdy jsou ve stejné míře přítomny obě fáze. Obsah $PbTiO_3$ v PZT se pohybuje mezi 48 až 51 molárními procenty [2].

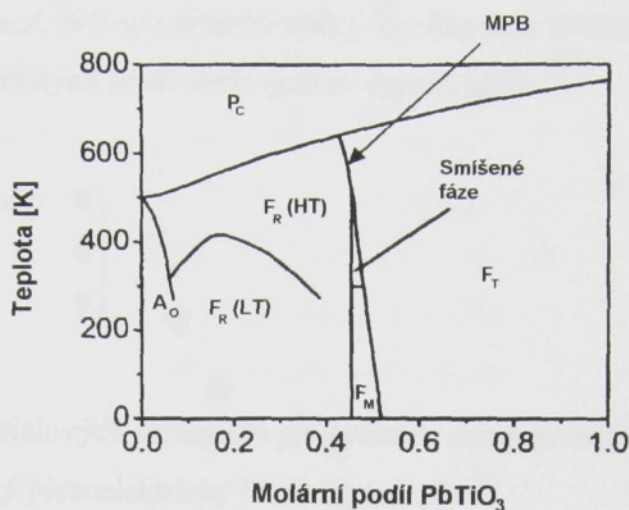


Obr. 3.2 Fázový diagram PZT [2].

Postupným zkoumáním bylo zjištěno, že morfotropní fázová hranice není ostrou čarou mezi romboedrickou a tetragonální fází, ale že existuje jistý pás, v němž tyto dvě fáze koexistují. [13].

V posledních letech bylo zjištěno, že v oblasti MPB při velmi nízkých teplotách se vyskytuje ještě jedna fáze, a to monoklinická. Na obr. 3.3 je P_C je paraelektrická kubická fáze, F_T je feroelektrická tetragonální fáze, $F_R(HT)$ a $F_R(LT)$ jsou feroelektrické oblasti s romboedrickou symetrií při vysokých (HT) a nízkých (LT) teplotách a A_O je antiferoelektrická oblast s ortorombickou symetrií a F_M je feroelektrická monoklinická fáze [12].

3. Piezokeramika typu PZT



Obr. 3.3 Fázový diagram PZT [12].

3.2 Piezoelektrické vlastnosti PZT

Koeficient elektromechanické vazby a permitivita jsou nejvyšší v okolí MPB. Blízkost MPB pomáhá dosažení vysokých hodnot piezoelektrických koeficientů tím, že se zvyšuje snadnost natočení vektoru polarizace.

Piezoelektrické koeficienty, koeficienty elektromechanické vazby a dielektrická permitivita mají nejvyšší hodnoty na tetragonální straně MPB. Napěťový piezoelektrický koeficient má nejvyšší hodnoty v romboedrické fázi [2].

Tvrdá („hard“) piezoelektrická keramika je méně ovlivnitelná jednoosým tlakem, nežli měkká („soft“) piezokeramika [2].

3.2.1 Piezoelektrický koeficient keramiky PZT

Symetrie feroelektrické keramiky po polarizaci je ∞mm . Je zvykem umístit polarizaci do směru osy X_3 a za osu X_1 lze zvolit jakýkoliv směr kolmý na polarizaci. Složky tenzoru piezoelektrických koeficientů polární keramiky jsou d_{33} , $d_{32} = d_{31}$, $d_{24} = d_{15}$, tedy podélný

3. Piezokeramika typu PZT

piezoelektrický koeficient, příčný piezoelektrický koeficient a střižný piezoelektrický koeficient [12]. Matice piezoelektrických koeficientů potom vypadá takto:

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (3.1)$$

Kompletní matice materiálových parametrů pro symetrii ∞mm je uvedena v Příloze B.5.

Pro hydrostatický piezoelektrický koeficient d_h platí:

$$d_h = d_{33} + 2d_{31}. \quad (3.2)$$

Je užitečný pro detekci signálu vyvolaného hydrostatickým tlakem [12].

3.2.2 Vlastní a nevlastní příspěvky k piezoelektrickému koeficientu

V článku [17] se předpokládá, že změny materiálových vlastností jsou výsledkem změn v reakci doménových stěn materiálu. Uvádí se zde, že pro PZT se složením blízko morfortropní fázové hranice tvoří příspěvek doménových stěn více než polovinu dielektrické a piezoelektrické odezvy při pokojové teplotě.

V literatuře se příspěvek jednodoménového materiálu označuje jako *vlastní* příspěvek a příspěvek vícedoménových vlastností materiálu, zejména pohybu doménových stěn, jako *nevlastní*.

Pro určení vlastního a nevlastního příspěvku v keramice se obecně využívají dvě metody. První je založena na kmitočtové disperzní charakteristice dielektrických konstant (v oblasti kmitočtu, kdy doménová stěna nestačí sledovat změny el. pole vzhledem ke své hmotnosti). Druhá je založená na měření vlastností blízko teploty absolutní nuly. (Stěny jsou zachycovány na poruchách, tepelný pohyb pomáhá překonávat energetické bariéry v místech poruch.)

Jelikož dielektrická disperze popisuje pouze dielektrické vlastnosti materiálu, nemůže podat informaci o piezoelektrické odezvě různých částí a o rozdílu mezi příspěvkem 180°

3. Piezokeramika typu PZT

doménových stěn a ne-180° doménových stěn. Zatímco výsledky získané z druhé metody jsou spjaty pouze s materiálovými vlastnostmi blízko teploty absolutní nuly a nemohou být přesně spojeny s materiálovými vlastnostmi ve vyšších teplotách.

Princip metody pro určení vlastního a nevlastního příspěvku dle [17] spočívá v tom, že na rozdíl od vlastního příspěvku, kde se změnou velikosti buňky je spjata změna polarizace, předpokládá se, že změna polarizace způsobená pohybem doménových stěn není příčinou změny velikosti buňky. Následně, pohyb doménových stěn nepřispívá k hydrostatické odezvě materiálu a změna hydrostatického piezoelektrického koeficientu d_h nebude spojena s odezvou z pohybu doménových stěn. Zdá se tedy, že d_h představuje velmi citlivý prostředek k odlišení vlastních a nevlastních příspěvků. Kombinací těchto výsledků s daty měřenými blízko teploty absolutní nuly můžeme dostat teplotní závislost nevlastních příspěvků a vlastních příspěvků pro PZT.

Prezentované výsledky ukazují, že při pokojové teplotě tvoří hlavní část piezoelektrické a dielektrické odezvy v PZT příspěvek doménových stěn. Při pokojové teplotě je vlastní příspěvek dielektrické a piezoelektrické odezvy pro PZT menší než 25% [17].

3.2.3 Adiabatický a izotermický piezoelektrický koeficient

Mezi složkami adiabatického a izotermického piezoelektrického koeficientu existuje dle [10] vztah

$$d_{ijk}^{\sigma} - d_{ijk}^{\Theta} = -p_i^T \left(\frac{\Theta}{C^{T,E}} \right) \alpha_{jk}^E, \quad (3.3)$$

kde d_{ijk}^{σ} – složky adiabatického piezoelektrického koeficientu (při konstantní entropii)

d_{ijk}^{Θ} – složky izotermického piezoelektrického koeficientu (při konstantní teplotě)

p_i^T – složky pyroelektrického koeficientu při konstantním mechanickém napětí

Θ - termodynamická teplota

α_{jk}^E - složky koeficientu teplotní roztažnosti při konstantní intenzitě elektrického pole

$C^{T,E}$ - tepelná kapacita vztažená na 1 m³, platí pro ni $C^{T,E} = C / V$, C je tepelná kapacita.

3. Piezokeramika typu PZT

Vztah mezi tepelnou kapacitou vztaženou na objem a měrnou tepelnou kapacitou c můžeme zapsat takto

$$c = \frac{C}{\rho \cdot V} = \frac{1}{\rho} \cdot C^{T,E} \Rightarrow C^{T,E} = c \cdot \rho \quad (3.4)$$

a tedy po dosazení (3.4) do (3.3) platí

$$d_{ijk}^{\sigma} - d_{ijk}^{\Theta} = -\frac{p_i^T \Theta}{c} \alpha_{jk}^E \frac{1}{\rho} \quad (3.5)$$

Pro PZT-5A (odpovídá APC850) je dle Data Book for Designers, Morgan Matroc Limited a [31]:

$c = 420 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	- měrná tepelná kapacita
$p_3^T = 0,02 \cdot 10^{-2} \text{ C} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	- pyroelektrický koeficient
$\alpha_{11}^E = \alpha_{33}^E = 4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	- koeficient teplotní roztažnosti
$\Theta \approx 293 \text{ K}$	- termodynamická teplota při měření (pokojová, $\Theta \approx 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$)
$\rho = 7700 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	- hustota keramiky

Po dosazení těchto hodnot do vztahu (3.5) dostaneme pro rozdíl adiabatického a izotermického piezoelektrického koeficientu

$$d_{31}^{\sigma} - d_{31}^{\Theta} = d_{33}^{\sigma} - d_{33}^{\Theta} = 7,25 \cdot 10^{-14} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}.$$

Při hodnotě piezoelektrického koeficientu $d_{33} = 400 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$ je tento rozdíl tedy $18 \cdot 10^{-3} \%$ a při hodnotě piezoelektrického koeficientu $d_{31} = 175 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$ je tento rozdíl $40 \cdot 10^{-3} \%$. Tento výsledek souhlasí přibližně s odhadem, pro který uvádí [10] řádovou hodnotu:

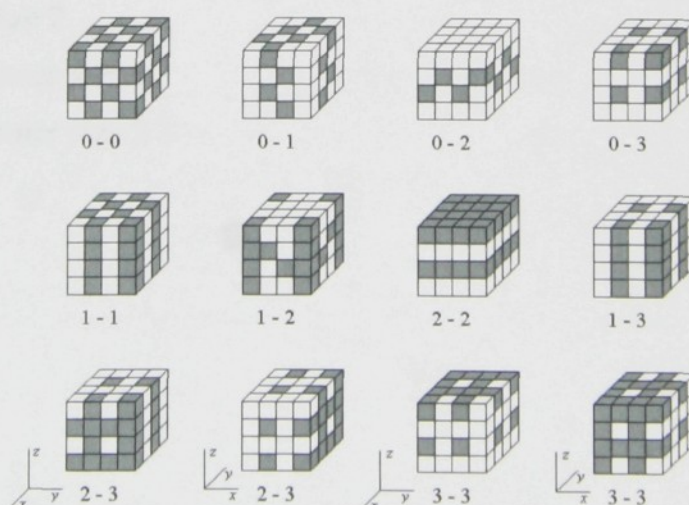
$$\frac{p^T \alpha}{(C/\Theta)d_{i\lambda}} \approx 10^{-3}.$$

4. PIEZOKOMPOZITY

Řada vědních a technických oborů si vyžádala materiály se specifickými vlastnostmi, které nelze najít v jednofázových (homogenních) materiálech. Potřeba zdůraznění žádoucích a potlačení nežádoucích vlastností dala vzniknout novým materiálům, v nichž se vhodnou kombinací složek dosáhne žádaných výsledků. Tyto materiály se nazývají kompozity. Kompozitní materiály našly mnohá uplatnění, ale jejich současné užití v elektronickém průmyslu je značně limitováno.

4.1 Konektivita

Klíčem k určení vlastností kompozitů je teorie konektivity (souvislosti), kterou vypracoval Newnham r. 1978 [9]. Dvoufázové kompozity rozdělil do 10 možných typů, viz obr. 4.1. Každá fáze může být spojitá v 0, 1, 2, nebo 3 směrech, které jsou rovnoběžné se souřadnými osami. V obr. 4.1 první číslo udává dimenzi spojitosti keramiky (šedá barva) a druhé dimenzi spojitosti polymeru (bílá barva). Podle požadovaných vlastností, a podle toho, zda se minimalizují či maximalizují, se též určuje, jaký lze použít model, zda sériový či paralelní (viz dále).



Obr. 4.1 Typy konektivity [9].

4.2 Vlastnosti kompozitů

Vlastnosti kompozitu závisí na poměru objemu složek. V některých případech existují jednoduché odhady hraničních hodnot, kterých lze změnou zastoupení složek dosáhnout. Pro tento účel lze rozdělit vlastnosti kompozitu do několika skupin: součtové, výsledné a kombinační [9, 11].

4.2.1 Součtové vlastnosti

Kritériem k výpočtu koncových (požadovaných) vlastností kompozitu jsou různé modely spojení fází. Krajními případy jsou paralelní a sériové spojení. Reálné hodnoty leží mezi těmito hranicemi.

K ilustraci jednoduchých součtových vlastností nejlépe slouží permitivita [9]. Paralelní spojení fází je na obr. 4.2, v tomto případě permitivita ε_k dvoufázového kompozitu je dána vztahem

$$\varepsilon_k = v_1 \varepsilon_1 + v_2 \varepsilon_2, \quad (4.1)$$

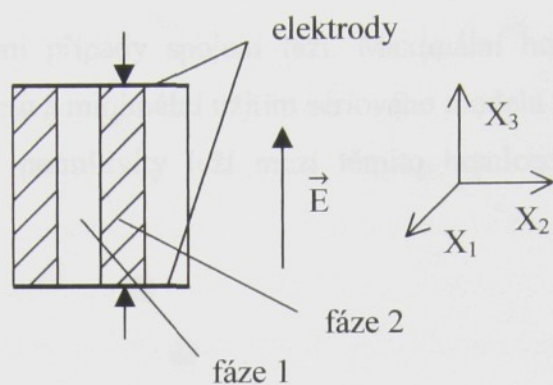
kde ε_1 - permitivita fáze 1

ε_2 - permitivita fáze 2

v_1 - objemový poměr fáze 1

v_2 - objemový poměr fáze 2

4. Piezokompozity



Obr. 4.2 Paralelní spojení fází dvoufázového kompozitu

Sériové spojení fází je na obr. 4.3, v tomto případě permitivita ϵ_k dvoufázového kompozitu je dána vztahem

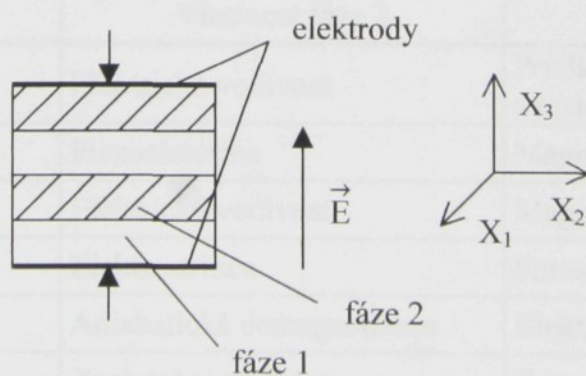
$$\frac{1}{\epsilon_k} = \frac{v_1}{\epsilon_1} + \frac{v_2}{\epsilon_2}, \quad (4.2)$$

kde ϵ_1 - permitivita fáze 1

ϵ_2 - permitivita fáze 2

v_1 - objemový poměr fáze 1

v_2 - objemový poměr fáze 2



Obr. 4.3 Sériové spojení fází dvoufázového kompozitu

4.2.2 Kombinační vlastnosti

Oba modely jsou krajními případy spojení fází. Maximální hodnotu permitivity dostaneme použitím paralelního modelu a minimální užitím sériového modelu [9].

Skutečné hodnoty permitivity leží mezi těmito hranicemi a splňují tzv. Wienerovu nerovnost [7]

$$\frac{1}{\sum_{i=1}^m \frac{v_i}{\varepsilon_i}} \leq \varepsilon \leq \sum_{i=1}^m v_i \varepsilon_i . \quad (4.3)$$

Některé konkrétní vztahy pro přesnější určení vlastností kompozitů jsou uvedeny v Příloze C.

4.2.2 Výsledné vlastnosti

Užitím vhodných fází (s určitou vlastností) lze vyvolat u kompozitu chování, jako by měl požadovanou (výslednou) vlastnost. Pokud fáze 1 vykazuje výstup Y při vstupním působení X a fáze 2 vykazuje výstup Z při vstupu Y, pak výsledný kompozit vykazuje výstup Z při vstupním působení X, tedy má „novou“ vlastnost [13] (viz tab. 4.1).

Tab. 4.1 Příklady výsledných vlastností [9]

Vlastnost fáze 1	Vlastnost fáze 2	Vlastnost kompozitu
Teplotní roztažnost	Elektrická vodivost	Prudký pokles odporu s rostoucí teplotou
Magnetostrikce	Piezoelektrina	Magnetoelektrina
Hallův jev	Elektrická vodivost	Magnetorezistence
Fotovodivost	Elektrostrikce	Fotostrikce
Supravodivost	Adiabatická demagnetizace	Elektrotermální jev
Piezoelektrina	Teplotní roztažnost	Pyroelektrina

4.2.3 Kombinační vlastnosti

Pro jednoduché směšovací vzorce součtových vlastností leží hodnota parametru vyjadřujícího určitou vlastnost kompozitu mezi vlastnostmi jednotlivých fází. To neplatí pro kombinační vlastnosti, které zahrnují dva a více koeficientů. Poissonův poměr ($\sigma^E = -s_{12}^E/s_{11}^E$) je dobrým příkladem. Je známo, že některé kompozitní materiály mají extrémně malé hodnoty Poissonova poměru, menší než je Poissonův poměr jednotlivých fází kompozitu [9].

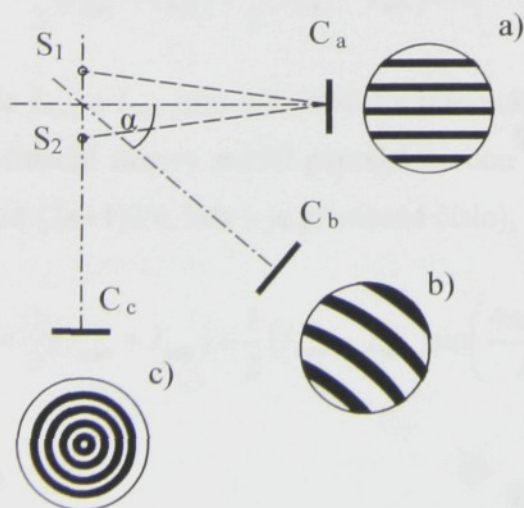
5. LASEROVÁ INTERFEROMETRIE

S rostoucí šíří oblasti využití piezoelektrických materiálů rostou i požadavky na znalost vlastností těchto materiálů. Ty se dají zkoumat různými metodami. Velmi často se využívá metody rezonanční (viz Příloha B). Ta má však nevýhodu v tom, že je pro stanovení materiálových parametrů třeba vzorků určitých typů a rozměrů. Měření se provádějí v oblasti mechanických rezonančních kmitočtů těchto vzorků.

Tuto nevýhodu odstraňuje použití metod subrezonančních. Mezi ně patří i metoda laserové interferometrie, při níž lze použít vzorky s volnější možností volby tvaru a rozměrů. Měření se provádí hluboko pod mechanickou rezonancí vzorku. Avšak tato metoda vyžaduje vysoce kvalitní prvky optické dráhy včetně stabilizovaného laseru a precizní nastavení jednotlivých prvků na optické lavici.

Metodou laserové interferometrie se měří posunutí stěny vzorku (deformace vzorku v určitém směru) vyvolané elektrickým polem v důsledku piezoelektrického jevu.

Je známo, že k interferenci světla a ke vzniku interferenčních proužků může dojít všude tam, kde se překrývají dvě interferující vlny (mohou však vznikat i tzv. falešné interference, viz kap. 10). Vliv polohy stínítka na tvar interferenčních proužků je zobrazen na obr. 5.1. Nejvhodnější pro měření jsou soustředné kroužky (obr. 5.1 c), čím jsou širší, tím je měření přesnější. Posouváním stínítka v interferenčním poli lze zachytit různé tvary interferenčních obrazců.



Obr. 5.1 Vliv polohy stínítka na tvar interferenčního obrazce [24]

- a) stínítka C_a kolmo na osu symetrie zdrojů S_1 a S_2
- b) normála stínítka C_b svírá úhel α s osou procházející středem vzdálenosti obou zdrojů
- c) stínítka C_c umístěno kolmo na spojnici zdrojů

5.1 Interference světla

Pro rovinnou vlnu šířící se ve směru osy X_1 je vektor intenzity el. pole dán vztahem

$$E = E_0 \sin \left(\omega \left(\tau - \frac{x}{u} \right) \right), \quad (5.1)$$

kde E_0 je amplituda intenzity elektrického pole, ω je kruhový kmitočet, τ čas, u rychlost šíření vlny prostředím a x poloha vlny.

Je známo, že intenzita světla I je přímo úměrná čtverci amplitudy intenzity elektrického pole

$$I \approx E_0^2. \quad (5.2)$$

Paprsek se po vstupu do interferometru rozdělí do dvou větví. V referenční větvi dopadá paprsek na referenční zrcátko, v druhé větvi na vzorek. Po opětovném spojení paprsků platí pro intenzitu interferujícího monochromatického světla vlnové délky λ

$$I = I_p + I_r + 2\sqrt{I_p I_r} \cos \left(\frac{4\pi \Delta d}{\lambda} \right), \quad (5.3)$$

kde I_p je intenzita sondujícího paprsku, I_r je intenzita referenčního paprsku, Δd je posunutí vzorku a $2 \Delta d$ je rozdíl optických drah mezi výše zmíněnými paprsky po odrazu na vzorku. Rovnice (5.3) může být přepsána

$$I = \frac{1}{2}(I_{\max} + I_{\min}) + \frac{1}{2}(I_{\max} - I_{\min}) \cos \left(\frac{4\pi \Delta d}{\lambda} \right), \quad (5.4)$$

kde $I_{\max}$ a $I_{\min}$ jsou maximální a minimální intenzita světla interferujících paprsků. Nastavíme-li počáteční fázový rozdíl paprsků z obou větví na $\pi/2$ (odpovídá počátečnímu rozdílu optických drah $(2n+1)\lambda/4$, kde n je přirozené číslo), lze rovnici (5.4) upravit

$$I = \frac{1}{2}(I_{\max} + I_{\min}) + \frac{1}{2}(I_{\max} - I_{\min}) \sin \left(\frac{4\pi \Delta d}{\lambda} \right). \quad (5.5)$$

5. Laserová interferometrie

V blízkosti tzv. $\pi/2$ bodu (viz kap. 6.1) můžeme použít lineární aproximaci funkce $\sin x = x$. Pro malá posunutí $\Delta d < 5$ nm je intenzita světla úměrná posunutí, což nám zjednoduší rovnici (5.5)

$$I = \frac{1}{2}(I_{\max} + I_{\min}) + \frac{1}{2}(I_{\max} - I_{\min}) \left(\frac{4\pi\Delta d}{\lambda} \right). \quad (5.6)$$

Pokud na piezoelektrický vzorek přivedeme harmonické napětí, dostaneme harmonický průběh posunutí $\Delta d = d_0 \cos \omega\tau$. Na fotodetektoru bude střídavé napětí

$$U(t) = U_r + U_{p-p} \cdot \frac{2\pi}{\lambda} \cdot d_0 \cos \omega\tau, \quad (5.7)$$

kde $U_r = 1/2 (U_{\max} + U_{\min})$ je napětí, odpovídající nastavení $\pi/2$ bodu (viz dále), U_{p-p} je rozdíl napětí ($U_{\max} - U_{\min}$), odpovídající maximální změně intenzity interferenčního signálu ($I_{\max} - I_{\min}$) [26].

5.2 Určení piezoelektrických koeficientů metodou laserové interferometrie

Pro charakterizaci piezoelektrických vlastností se používají piezoelektrické koeficienty $d_{i\lambda}$, jež jsou definovány z rovnice (2.8) takto

$$d_{i\lambda} = \frac{\partial S_{\lambda}}{\partial E_i}, \quad (5.8)$$

kde S_{λ} jsou složky tenzoru deformace, E_i jsou složky vektoru intenzity el. pole. Pro deformaci platí vztah:

$$S = \frac{d_0}{x}, \quad (5.9)$$

kde d_0 je maximální posunutí stěny vzorku, x je aktivní délka vzorku (viz obr. 5.2).

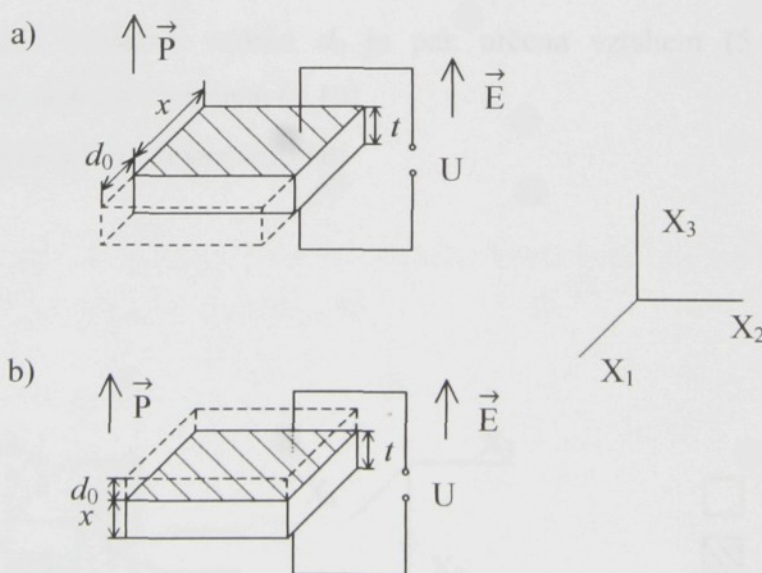
Pro výpočet piezoelektrických koeficientů dle (5.8) s využitím $E = U/t$ (U je napětí na vzorku, t je tloušťka vzorku) platí

$$d_{i\lambda} = \frac{d_0}{U_d} \cdot \frac{t}{x}, \quad (5.10)$$

kde d_0 je amplituda posunutí, U_d je amplituda řídicího střídavého napětí, x je odpovídající délka vzorku ve směru deformace vzorku, t je tloušťka vzorku ve směru aplikovaného elektrického pole (viz obr. 5.2). K určení velikosti piezoelektrických koeficientů je tedy třeba určit amplitudu posunutí d_0 . Po vyjádření d_0 z (5.7) pro ni platí vztah:

$$d_0 = \frac{U_{out}}{U_{p-p}} \cdot \frac{\lambda}{\sqrt{2}\pi}, \quad (5.11)$$

kde U_{out} je efektivní výstupní napětí.



Obr. 5.2 Deformace vzorku - určení piezoelektrických koeficientů a) d_{31} , deformace ve směru osy X_1 b) d_{33} , deformace ve směru osy X_3 .

6. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Interferometrická měření byla prováděna v Laboratoři laserové interferometrie, která se nachází na Katedře fyziky Technické univerzity v Liberci. Byla vybudována v letech 1998 - 2000 jako součást International Center of Piezoelectric Research.

6.1 Vztahy pro určení piezoelektrických koeficientů

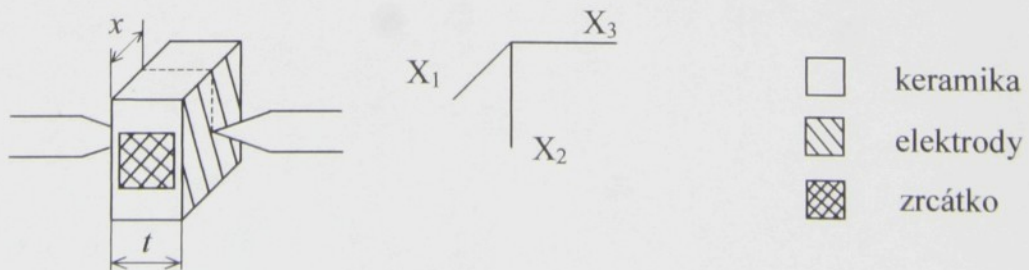
Měření malých posunutí je vhodné provádět v okolí tzv. $\pi/2$ bodu. V tomto bodě je změna intenzity světla, vyvolaná změnou drah paprsků, největší. Před každým měřením je třeba provést kalibraci nastavení interferometru. Pro $\pi/2$ bod platí

$$U_r = \frac{1}{2}(U_{max} + U_{min}). \quad (6.1)$$

Amplituda výsledného posunutí vzorku d_0 je pak určena vztahem (5.11). Piezoelektrické koeficienty jsou dány obecným vztahem (5.10).

Pro piezoelektrický koeficient d_{31} platí

$$d_{31} = \frac{d_0}{U_d} \cdot \frac{t}{x}. \quad (6.2)$$



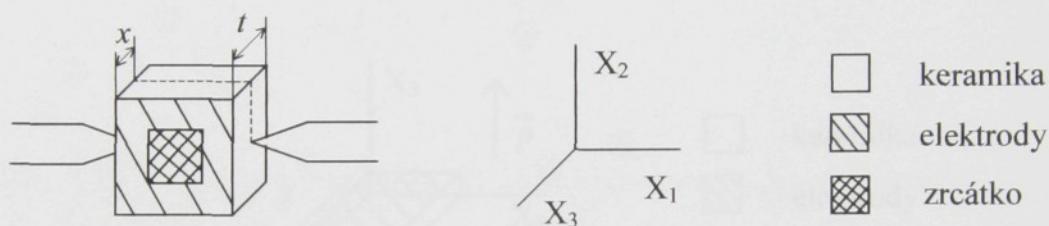
Obr. 6.1 Určení piezoelektrického koeficientu d_{31} .

6. Experimentální část

Pro vzorky lepené zadní stěnou na plošku držáku nebo měřené dvoupaprskovým interferometrem je aktivní délka vzorku x shodná s rozměrem vzorku ve směru dopadajícího paprsku.

Pro piezoelektrický koeficient d_{33} mechanicky uchycených vzorků při měření jednopaprskovým interferometrem platí

$$d_{33} = \frac{d_0}{U_d} \cdot \frac{t}{x} \quad (6.3)$$



Obr. 6.2 Určení piezoelektrického koeficientu d_{33} .

Pro piezoelektrický koeficient d_{33} vzorků lepených zadní stěnou na plošku držáku je $x = t$ a platí tedy

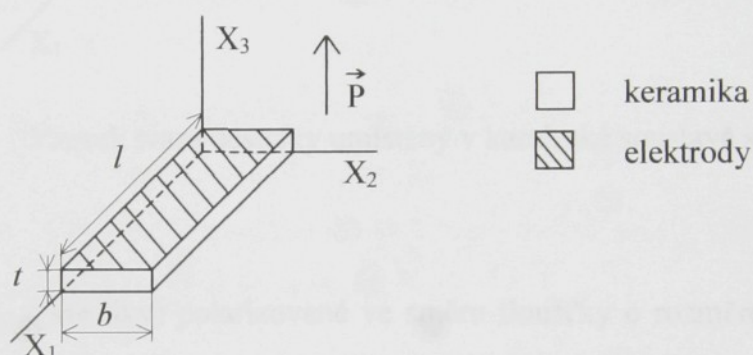
$$d_{33} = \frac{d_0}{U_d} \quad (6.4)$$

Tento vztah rovněž platí pro měření piezoelektrického koeficientu d_{33} mechanicky uchycených vzorků dvoupaprskovým interferometrem.

6.2 Použité typy vzorků

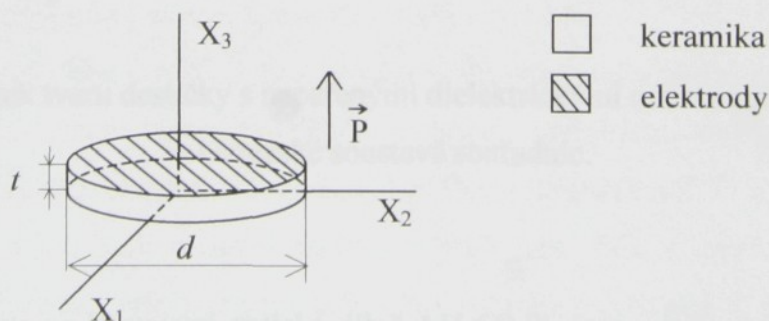
Pro měření kmitočtových, napěťových a teplotních závislostí byly použity vzorky od firmy APC International, Mackeyville, Pennsylvania, USA a kompozity typu 0-3 (PZT-polymer těchto tvarů:

- Tyčinky o délce $l = 15$ mm, šířce $b = 4$ mm a tloušťce $t = 1$ mm, polarizované ve směru tloušťky



Obr. 6.3 Vzorek tvaru tyčinky umístěný v kartézské soustavě souřadnic.

- Disky polarizované ve směru tloušťky o průměru $d = 12$ mm a tloušťce $t = 1$ mm

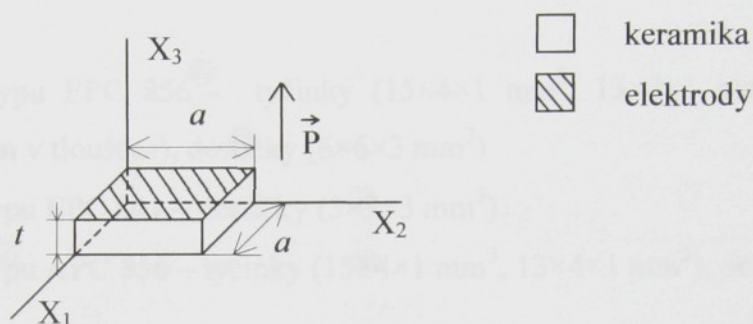


Obr. 6.4 Vzorek tvaru disku umístěný v kartézské soustavě souřadnic.

6. Experimentální část

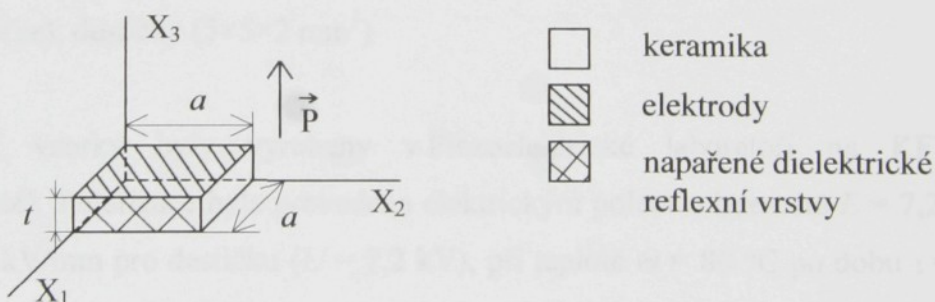
6.3 Měřené materiály

- Pravoúhlé destičky (hranolky) polarizované ve směru tloušťky o rozměrech hlavních ploch $3 \times 3 \text{ mm}^2$, $4 \times 4 \text{ mm}^2$, $5 \times 5 \text{ mm}^2$ a $6 \times 6 \text{ mm}^2$ a tloušťce $t = 2 \text{ mm}$ a $t = 3 \text{ mm}$.



Obr. 6.5 Vzorek tvaru destičky umístěný v kartézské soustavě souřadnic.

- Pravoúhlé destičky (hranolky) polarizované ve směru tloušťky o rozměrech hlavních ploch $4 \times 4 \text{ mm}^2$ a tloušťce $t = 3 \text{ mm}$ s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami



Obr. 6.6 Vzorek tvaru destičky s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami umístěný v kartézské soustavě souřadnic.

Zrcátka byla vyrobena ve Vývojové optické dílně AV ČR Turnov a byla rozměrů $1,5 \times 1,5 \text{ mm}^2$. Napaření dielektrických reflexních vrstev provedla rovněž Vývojová optická dílna AV ČR Turnov.

6.3 Měřené materiály

Byly měřeny vzorky piezoelektrické keramiky typu PZT od firmy APC International Ltd., Mackeyville, Pensylvania, USA, následujících materiálů:

- Piezokeramika typu EPC 856 - tyčinky ($15 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$, $13 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$), disky (12 mm v průměru a 1 mm v tloušťce), destičky ($6 \times 6 \times 3 \text{ mm}^3$)
- Piezokeramika typu EPC 841 – destičky ($3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$)
- Piezokeramika typu APC 856 – tyčinky ($15 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$, $13 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$), destičky ($4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$)
- Piezokeramika typu APC 850 – destičky ($4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$), destičky s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami ($4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$)
- Piezokeramika typu APC 841 – destičky ($4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$), destičky s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami ($4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$)

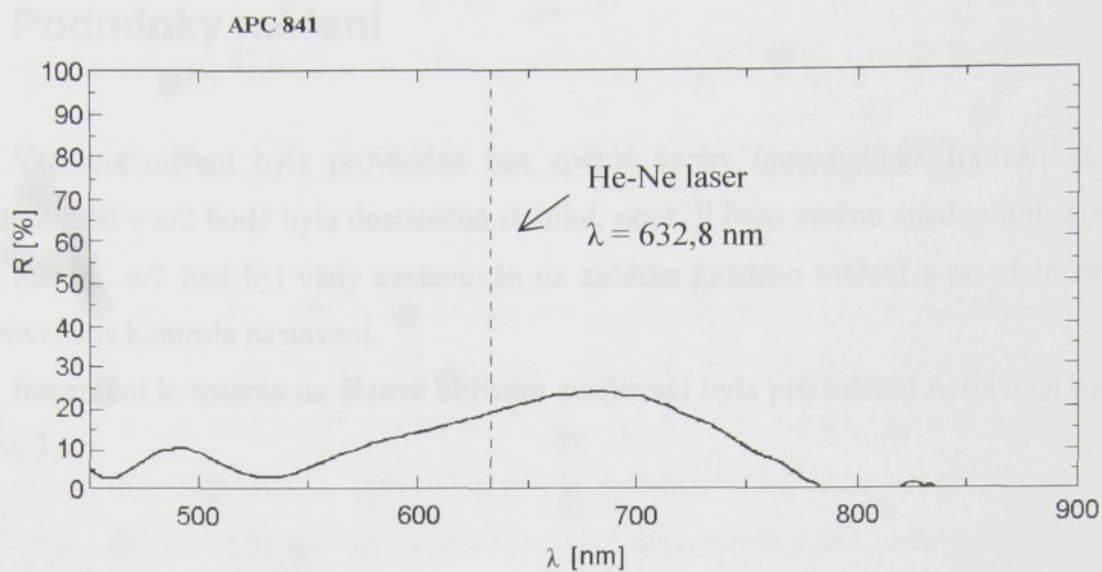
Dále byly měřeny kompozitní vzorky:

- Kompozit typu 0-3, piezokeramika EPC856 + epoxy 1200 – disky (12 mm v průměru a 1 mm v tloušťce), destičky ($5 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$)

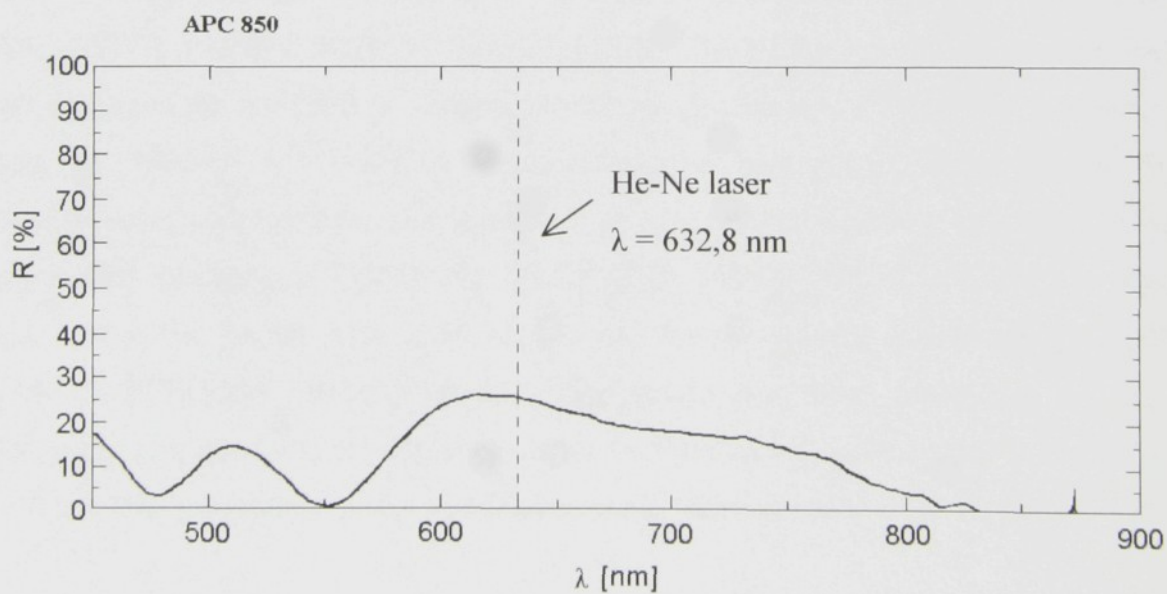
Kompozitní vzorky byly vyrobeny v Piezoelektrické laboratoři na KFY TUL a polarizovány tamtéž. Polarizace byla provedena elektrickým polem o intenzitě $E = 7,2 \text{ kV/mm}$ pro disk a $E = 3,6 \text{ kV/mm}$ pro destičku ($U = 7,2 \text{ kV}$), při teplotě $\Theta = 80 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu $\tau = 15 \text{ min}$ v silikonovém oleji. Objemový poměr keramické složky byl 40%.

Vzorky dodané firmou APC byly opatřeny stříbrnými elektrodami od výrobce a jím též byly polarizovány. Vzorky kompozitů byly opatřeny stříbrnými elektrodami vyrobenými natřením hlavních ploch vzorků směsí Leitsilber 200 firmy Degussa AG.

Na obr. 6.7 a 6.8 jsou reflexní spektra vzorků APC 841 a APC 850 tvaru destičky $4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami (viz obr. 6.6). Měření provedla Vývojová optická dílna AV ČR Turnov. Z obrázků je vidět, že vlnová délka laserového světla použitého při měření ($\lambda = 632,8 \text{ nm}$) je v oblasti s nejvyšší odrazivostí.



Obr. 6.7 Reflexní spektrum pro vzorek s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami APC841.



Obr. 6.8 Reflexní spektrum pro vzorek s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami APC850.

6.4 Podmínky měření

Všechna měření byla prováděna bez zpětné vazby (automatické fixování $\pi/2$ bodu). Hodnota napětí v $\pi/2$ bodě byla dostatečně stabilní, popř. ji bylo možno snadno doladovat ručně během měření. $\pi/2$ bod byl vždy nastavován na začátku každého měření a po ukončení měření byla provedena kontrola nastavení.

Integrační konstanta na fázově citlivém zesilovači byla pro měření nastavena na hodnotu 1 s nebo 3 s.

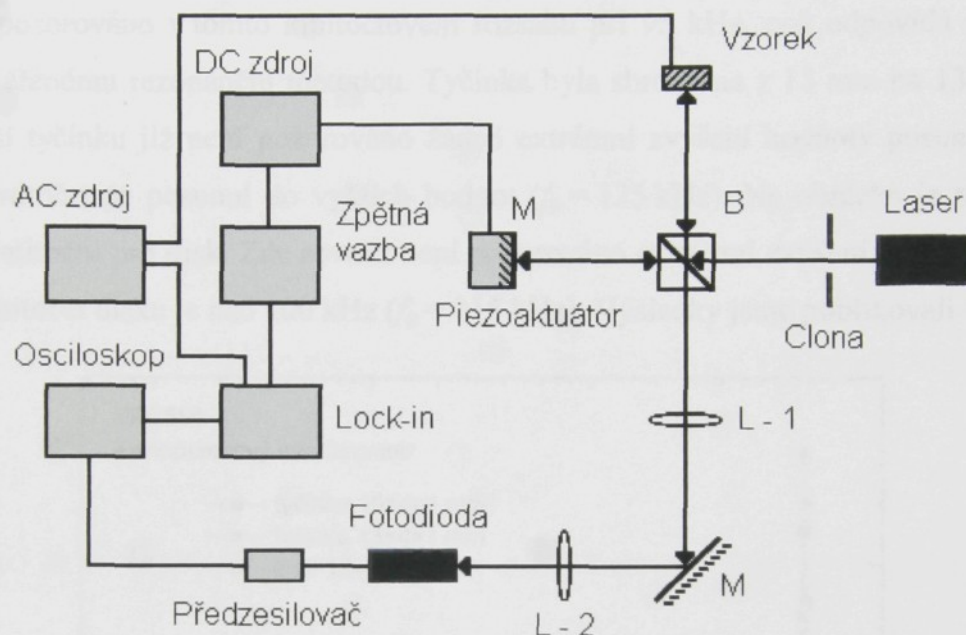
7. KMITOČTOVÉ A NAPĚŤOVÉ ZÁVISLOSTI PIEZOELEKTRICKÝCH KOEFICIENTŮ

Pomocí jednopaprskového Michelsonova interferometru byly měřeny závislosti posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} na kmitočtu, závislosti posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} na napětí, časová stabilita signálu a kmitočtová závislost šumu. Tato měření byla prováděna na vzduchu při pokojové teplotě ($\theta \approx 20^\circ\text{C}$). Stejná měření byla provedena i dvoupaprskovým interferometrem Mach-Zehnderova typu.

Pro měření jednopaprskovým i dvoupaprskovým interferometrem byl použit He-Ne laser (COHERENT Model No. 200, 1,0 mW, stabilizovaný, II. třída) o vlnové délce světla $\lambda = 632,8$ nm. Jako zdroj střídavého napětí na vzorku byl použit HEWLET PACKARD 33120A (15 MHz FUNCTION/ARBITRARY WAVEFORM GENERATOR) s kmitočtovým rozsahem $1\text{ MHz} \div 15\text{ MHz}$ a s napěťovým rozsahem $0,1\text{ V} \div 10\text{ V}$. Pro nastavení $\pi/2$ bodu sloužil aktuátor (PHYSIK INSTRUMENTE) na nějž bylo přiváděno stejnosměrné napětí ze zdroje PHYSIK INSTRUMENTE P-263 (HIGH VOLTAGE PIEZO DRIVER) s možností nastavit velikost výstupního napětí až na 1000 V. Změna napětí na aktuátoru o 1 V vyvolá posunutí stěny aktuátoru se zrcátkem o 5 nm [26]. K detekci signálu byla použita fotodiody do 20 kHz s předzesilovačem, na němž bylo možné nastavit plynule zesílení signálu z fotodiody. Signál byl zobrazován na osciloskopu (HEWLET PACKARD 54600B OSCILOSCOPE) a výsledná hodnota výstupního napětí byla zobrazována na fázově citlivém zesilovači (STANFORD RESEARCH SYSTEMS MODEL SR 830DSP Lock-In Amplifier) pracujícím do 102 kHz. Optické prvky pro interferometry byly vyrobeny ve Vývojové a optické dílně AV ČR Turnov, stejně jako držáky pro optické prvky a podstavec pro držáčky vzorků.

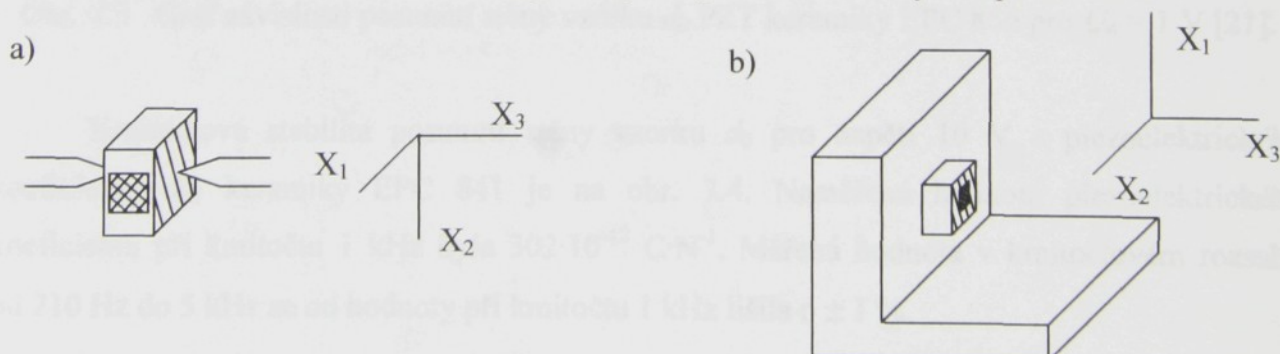
7.1 Jednopaprskový Michelsonův interferometr

Jednopaprskový interferometr je snadno sestavitelný, obsahuje jen malé množství optických prvků. Jeho schéma je na obr. 8.1, kde M je zrcátko, B nepolarizovaný dělič svazku a L čočky.



Obr. 7.1 Schéma zapojení jednopaprskového interferometru.

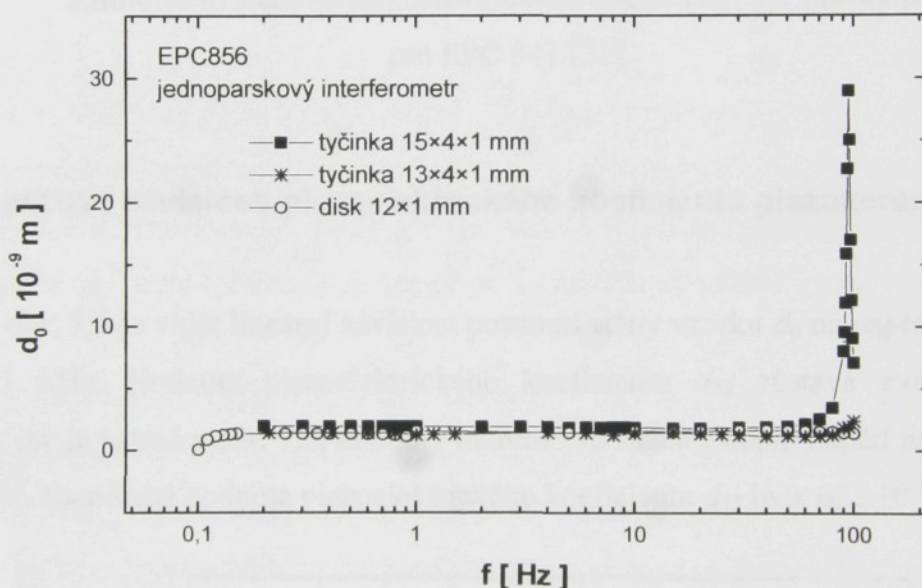
Vzorky je možno uchytit různými způsoby jak mechanicky, tak i lepením. Schématické náčrtky některých uchycení vzorků pro měření jednopaprskovým interferometrem jsou na obr. 7.2. Výhody a nevýhody různých typů uchycení jsou diskutovány v kapitole 10.



Obr. 7.2 Uchycení vzorků pro měření jednopaprskovým interferometrem, a) měření d_{31} , vzorek uchycen mezi hroty, b) měření d_{33} , vzorek lepený na masivu.

7.1.1 Kmitočtové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT

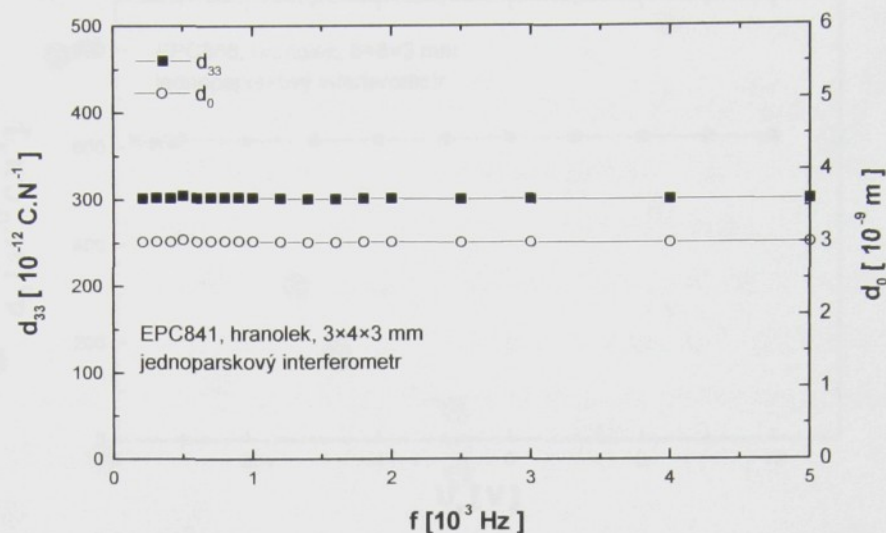
Na obrázku 7.3 je znázorněna závislost posunutí stěny vzorku d_0 na kmitočtu, v rozsahu 200 Hz až 100 kHz, při napětí amplitudy 1 V pro tyčinku z PZT keramiky typu EPC 856 o rozměrech $15 \times 4 \times 1$ mm³. Maximální posunutí (přibližně desetkrát větší než při nízkém kmitočtu) je pozorováno v tomto kmitočtovém rozsahu při 95 kHz, což odpovídá paralelnímu kmitočtu naměřenému rezonanční metodou. Tyčinka byla sbroušena z 15 mm na 13 mm délky. Pro tuto kratší tyčinku již není pozorováno žádné extrémní zvýšení hodnoty posunutí, protože rezonanční kmitočet se posunul do vyšších hodnot ($f_p = 125$ kHz). Na obrázku je též závislost posunutí na kmitočtu pro disk. Zde rovněž není pozorováno extrémní zvýšení hodnoty posunutí; rezonanční kmitočet disku je nad 100 kHz ($f_p = 115$ kHz). Výsledky jsme publikovali v [21]



Obr. 7.3 Graf závislosti posunutí stěny vzorku d_0 PZT keramiky EPC 856 pro $U_d = 1$ V [21].

Kmitočtová stabilita posunutí stěny vzorku d_0 pro napětí 10 V a piezoelektrického koeficientu d_{33} keramiky EPC 841 je na obr. 7.4. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu při kmitočtu 1 kHz byla $302 \cdot 10^{-12}$ C·N⁻¹. Měřená hodnota v kmitočtovém rozsahu od 210 Hz do 5 kHz se od hodnoty při kmitočtu 1 kHz lišila o ± 1 %.

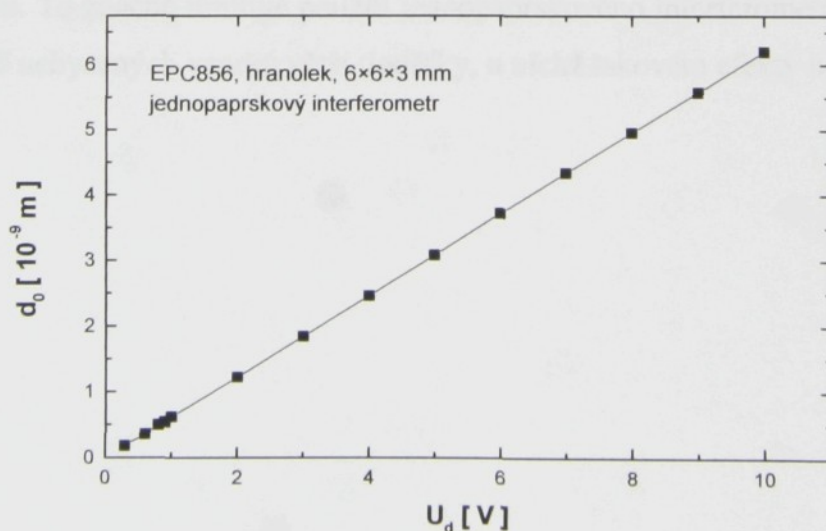
7. Kmitočtové a napětové závislosti piezoelektrických koeficientů



Obr. 7.4 Kmitočtová stabilita piezoelektrického koeficientu d_{33} a posunutí stěny vzorku d_0 pro EPC 841 [21].

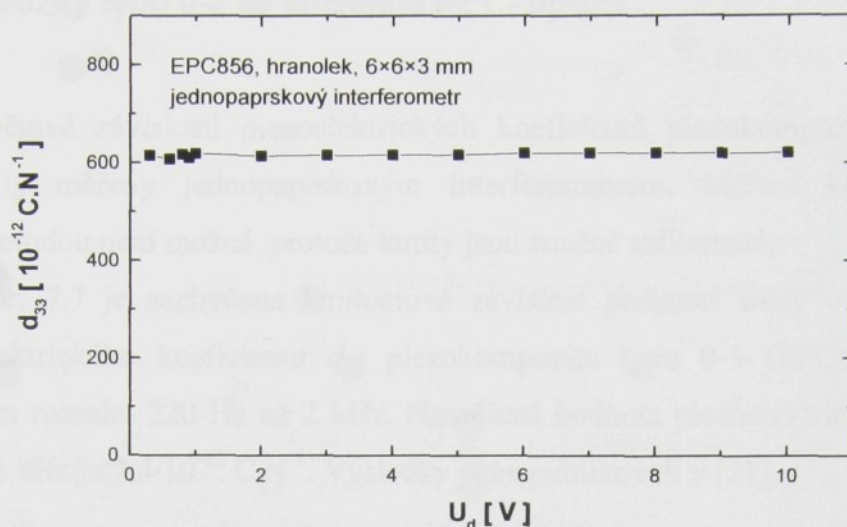
7.1.2 Napětové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT

Na obr. 7.5 je vidět lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 na napětí pro EPC 856 při kmitočtu 1 kHz. Hodnota piezoelektrického koeficientu d_{33} zůstává s rostoucím napětím konstantní, jak je patrné z obr. 7.6, hodnoty měřené pro různá vstupní napětí na vzorku jsou tedy ekvivalentní. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu d_{33} byla $622 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$.



Obr. 7.5 Lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 na napětí pro EPC856.

7. Kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrických koeficientů



Obr. 7.6 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{33} pro EPC856.

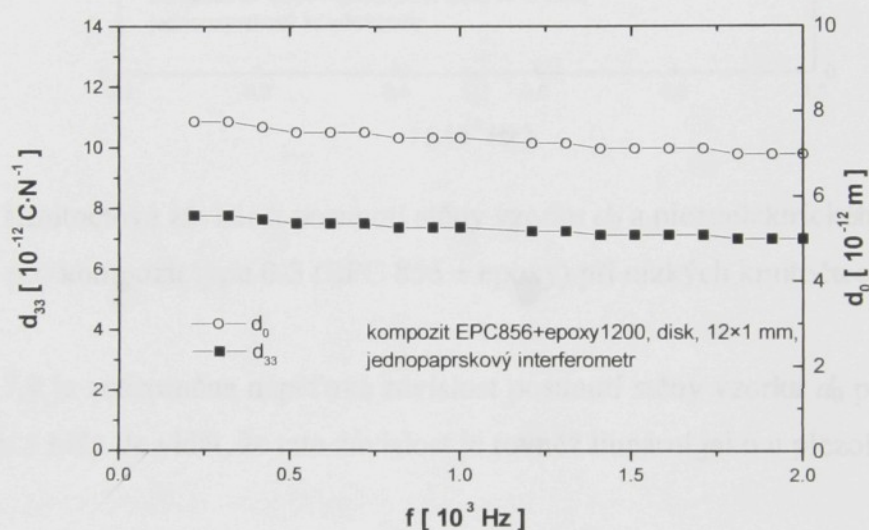
Byly vyzkoušeny další typy uchycení, jako např. lepení na kuprexitovou desku, lepení na trámeček, elastické lepení apod. Grafy pro tyto typy uchycení jsou uvedeny v Příloze. Tato uchycení byla buď příliš volná, takže vzorek kmital téměř nekontrolovaně, nebo příliš pevná a vzorek potom nekmital téměř vůbec. Navíc se do měření promítal i vlastní rezonanční kmitočet držáku.

Jednopaprskový interferometr nemůže odlišit měřené posunutí, vyvolané piezoelektrickým jevem, od mikroskopického posunutí, deformace, vychýlení či prohnutí vzorku, které jsou vyvolány vlastními mechanickými kmity vzorku jako celku. Tyto vlivy jsou závislé na způsobu uchycení. To značně limituje použití jednopaprskového interferometru. Je proto vhodný pro měření pevně uchycených vzorků větší tloušťky, u nichž takovéto efekty nejsou patrné [26].

7.1.3 Kompozity typu 0-3 se složením PZT - epoxy

Kmitočtové závislosti piezoelektrických koeficientů piezokompozitů typu 0-3 (PZT-polymer) byly měřeny jednopaprskovým interferometrem. Měření kompozitů typu 0-3 rezonanční metodou není možné, protože kmity jsou značně zatlumené.

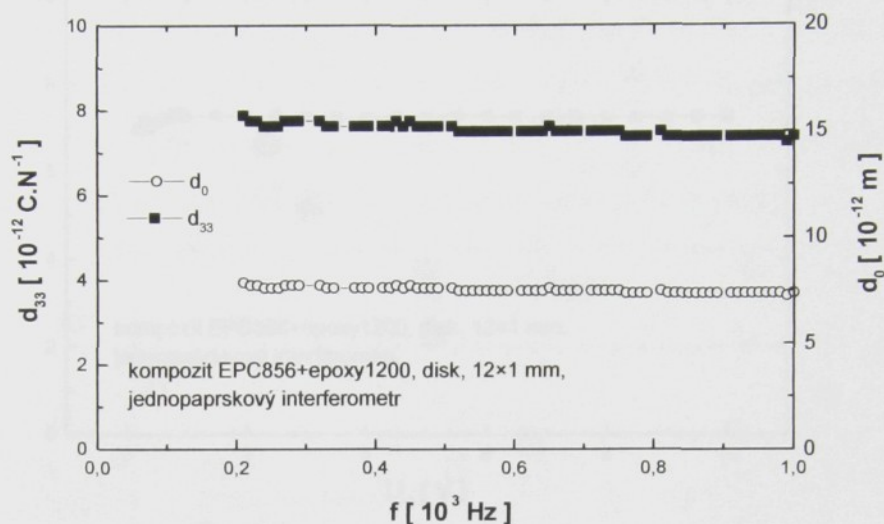
Na obr. 7.7 je zachycena kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro napětí 1 V a piezoelektrického koeficientu d_{33} piezokompozitu typu 0-3 (EPC856 + epoxy 1200) v kmitočtovém rozsahu 220 Hz až 2 kHz. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu d_{33} při kmitočtu 1 kHz je $7,4 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$. Výsledky jsme publikovali v [21].



Obr. 7.7 Závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{33} kompozitu typu 0-3 (EPC 856 + epoxy) na kmitočtu [21].

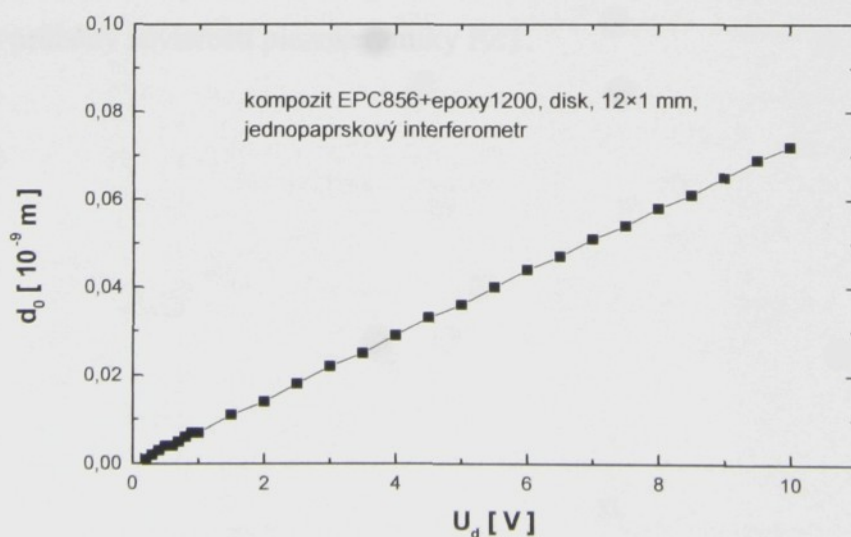
7. Kmitočtové a napětové závislosti piezoelektrických koeficientů

Na obr. 7.8 je kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při napětí 1 V a piezoelektrického koeficientu d_{33} kompozitu typu 0-3 (EPC 856 + epoxy) pro nízké kmitočty.



Obr. 7.8 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{33} pro kompozit typu 0-3 (EPC 856 + epoxy) při nízkých kmitočtech.

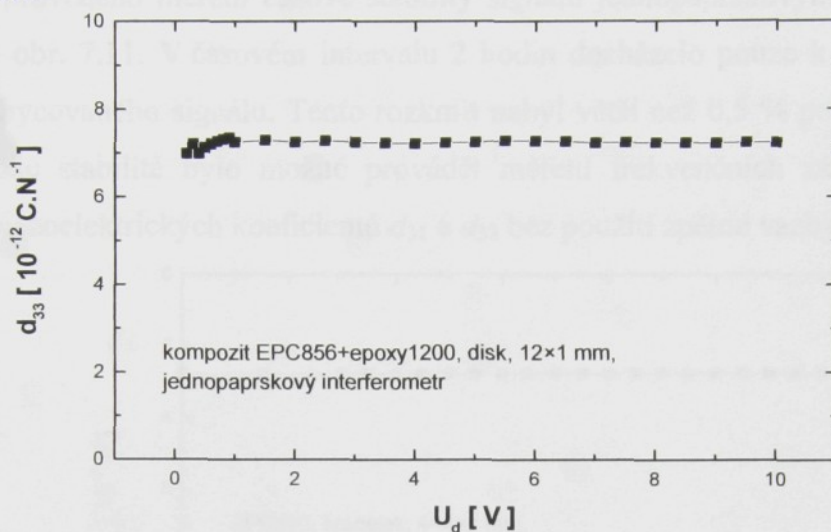
Na obr 7.9 je znázorněna napětová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro kompozit typu 0-3 při kmitočtu 1 kHz. Je vidět, že tato závislost je rovněž lineární jako u piezokeramiky PZT.



Obr. 7.9 Lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 kompozitu typu 0-3 (EPC856 + epoxy) na napětí.

7. Kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrických koeficientů

Linearita napěťové závislosti potvrzuje možnost použití vyšších napětí přiložených na vzorek bez vlivu na výsledný piezoelektrický koeficient, jak je vidět na obr. 7.10. Měření bylo provedeno při kmitočtu 1 kHz.

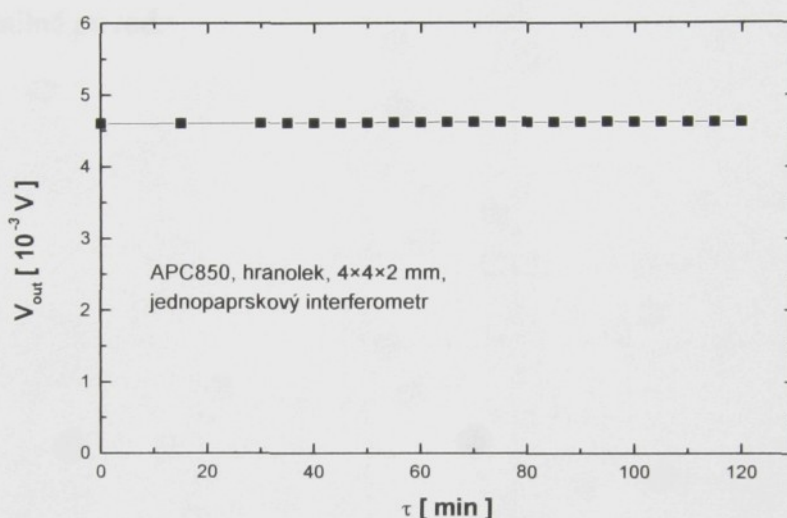


Obr. 7.10 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{33} pro kompozit typu 0-3 (EPC856 + epoxy).

Průběhy kmitočtových i napěťových závislostí kompozitu typu 0-3 (EPC 856 + epoxy) jsou shodné s průběhy závislostí piezokeramiky PZT.

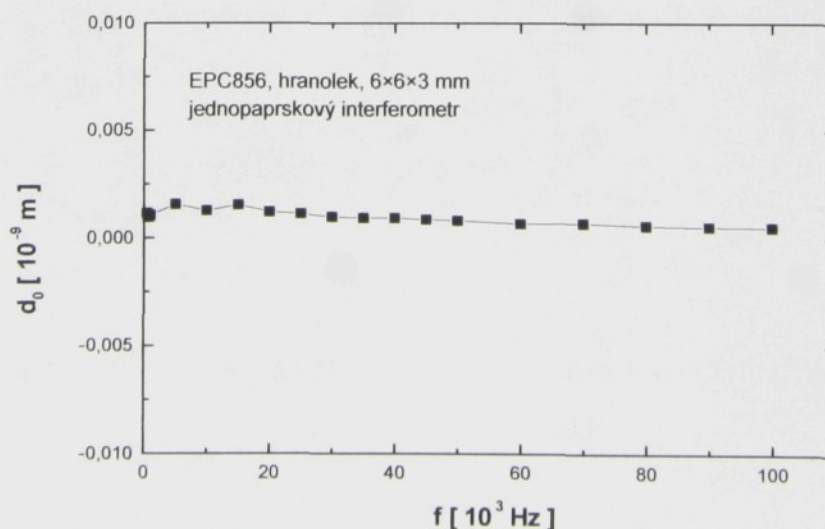
7.1.4 Stabilita signálu, šum jednopaprskového interferometru

Bylo provedeno měření časové stability signálu jednopaprskovým inetrferometrem. Její průběh je na obr. 7.11. V časovém intervalu 2 hodin docházelo pouze k minimálnímu kolísání intenzity zachycovaného signálu. Tento rozkmit nebyl větší než 0,5 % počáteční hodnoty. Díky zjištěné vysoké stabilitě bylo možné provádět měření frekvenčních závislostí posunutí stěn vzorků d_0 a piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} bez použití zpětné vazby.



Obr. 7.11 Časová stabilita signálu jednopaprskového interferometru.

Na obr. 7.12. je vidět kmitočtová závislost šumu, přepočteného na velikost zdánlivého posunutí stěny vzorku d_0 při napětí 3 V. Je vidět značná kmitočtová stabilita šumu.



Obr. 7.12 Kmitočtová závislost šumu pro jednopaprskový interferometr.

7. Kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrických koeficientů

Šum ($d_0 < 0,00157 \cdot 10^{-9}$ m) tvořil 0,09 % z naměřené hodnoty d_0 ($1,84 \cdot 10^{-9}$ m) při kmitočtu 1 kHz. Byl měřen jednopaprskovým interferometrem (obr. 7.1) s tím, že na vzorek nebylo přivedeno elektrické napětí.

Do šumu se promítá i eventuální nepřesné nastavení interferometru, špatná odrazivost zrcátka, apod. Šumy elektronických a optoelektronických obvodů tvoří veličiny statistické povahy a různého původu. Zde se uvažují jen amplitudy šumového napětí v časovém intervalu a nerozlišuje se detailně původ.



Obr. 7.1

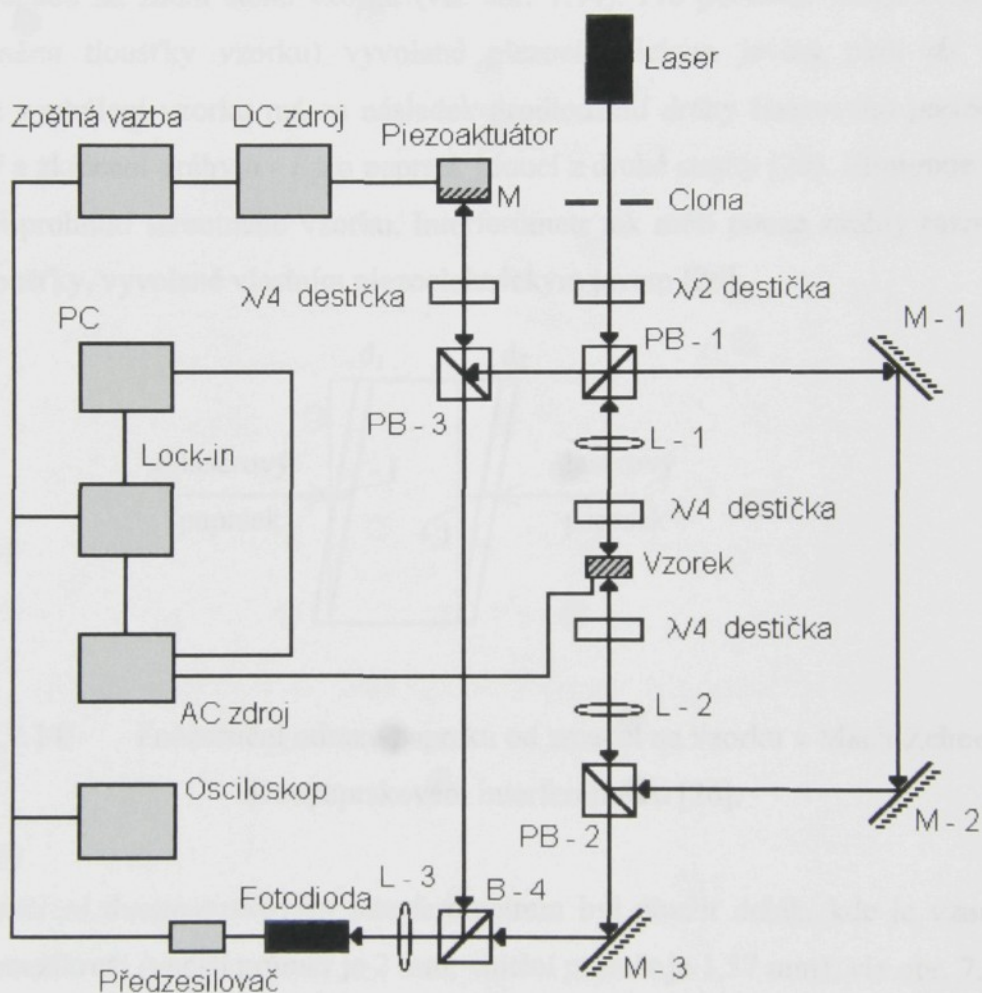
Schéma zapojení jednopaprskového interferometru

Veliké množství optických prvků, které se mohou vyskytnout v interferometru

přivodí pohybové, vyvolávají šumy a zvyšují šumový poměr měření

7.2 Dvoupaprskový interferometr Mach - Zehnderova typu

Dvoupaprskový interferometr je složitější optickou soustavou než jednopaprskový interferometr, ale je přesnější a citlivější. V obr. 7.13 jsou M zrcátka, PB polarizované děliče svazku, B nepolarizovaný dělič svazku, L čočky.



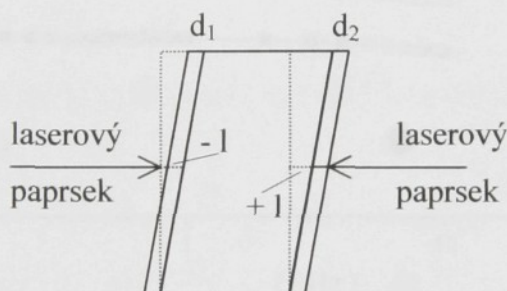
Obr. 7.13 Schéma zapojení dvoupaprskového interferometru.

Velké množství optických prvků, které se mohou vůči sobě vlivem chvění interferometru náhodně pohybovat, vyvolává nárůst šumu a zvyšuje i citlivost interferometru vůči vnějším

7. Kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrických koeficientů

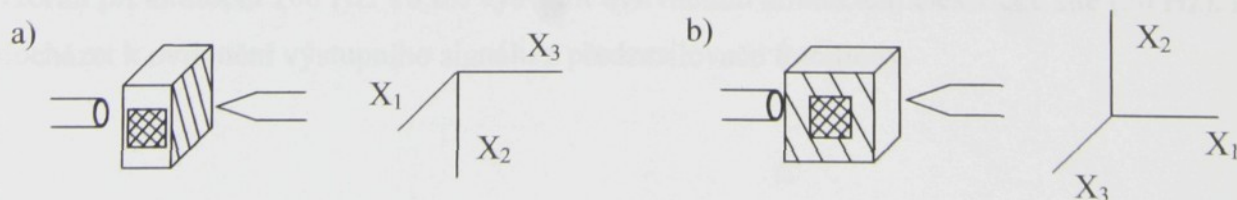
vibracím. Jeho použití je vhodné k měření tenkých vzorků, jako jsou fólie, napařené tenké vrstvy na substrátech apod. [26].

Paprsek laseru je polarizovaným děličem svazku rozdělen do dvou větví. Ve větvi vzorku nejprve paprsek dopadne na čelní plochu vzorku, po odrazu od ní je přiveden optickou soustavou na zadní plochu vzorku. Zkrácení či prodloužení optické dráhy při dopadu na mechanicky posunutou čelní stěnu vzorku je potom kompenzováno ekvivalentním prodloužením optické dráhy při dopadu na zadní stěnu vzorku (viz obr. 7.14). Pro posunutí stěny vzorku s reflexní vrstvou (změnu tloušťky vzorku) vyvolané piezoelektrickým jevem platí $d_0 = d_1 + d_2$. Mechanické vychýlení vzorku má za následek prodloužení dráhy laserového paprsku jdoucího zprava o $+l$ a zkrácení dráhy o $-l$ pro paprsek jdoucí z druhé strany [26]. Eliminuje se posunutí, vychýlení či prohnutí samotného vzorku. Interferometr tak měří pouze změny rozměru vzorku, zpravidla tloušťky, vyvolané vlastním piezoelektrickým jevem [26].



Obr. 7.14 Znárodnění odrazu paprsku od zrcadel na vzorku v Mach-Zehnerově dvoupaprskovém interferometru [26].

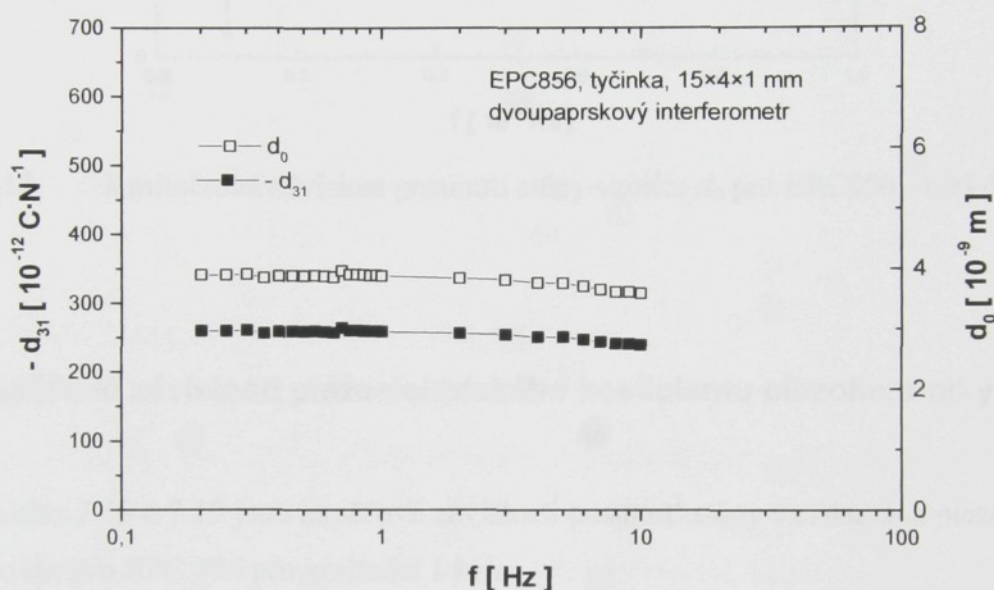
Pro měření dvoupaprskovým interferometrem byl použit držák, kde je vzorek uchycen mezi hrot a mezikruží (vnější průměr je 2 mm, vnitřní průměr je 1,57 mm), viz obr. 7.15.



Obr. 7.15 Schématické znázornění uchycení vzorků v držáku pro měření dvoupaprskovým interferometrem, a) měření d_{31} , b) měření d_{33}

7.2.1 Kmitočtové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT

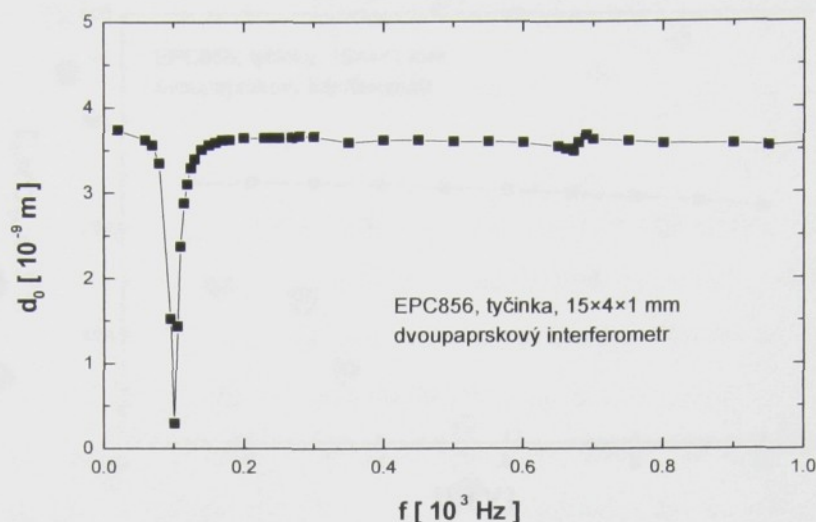
Na obr. 7.16 je znázorněna kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro napětí 1 V a piezoelektrického koeficientu d_{31} keramiky EPC 856 v kmitočtovém rozsahu 200 Hz až 10 kHz. Mírný pokles ve vyšších kmitočtech byl pravděpodobně způsoben kmitočtovou závislostí fotodiody použité pro detekci signálu. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu d_{31} při kmitočtu 1 kHz byla $-259 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$



Obr. 7.16 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro EPC856 - vyšší kmitočty [21].

Obr. 7.17 ukazuje kmitočtovou závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro 1 V pro EPC 856 měřenou podrobně při nízkých kmitočtech. Je zde vidět markantní pokles hodnoty posunutí stěny vzorku při kmitočtu 100 Hz. To lze vysvětlit ovlivněním kmitočtem elektrické sítě (50 Hz). Může docházet k ovlivnění výstupního signálu z předzesilovače fotodiody.

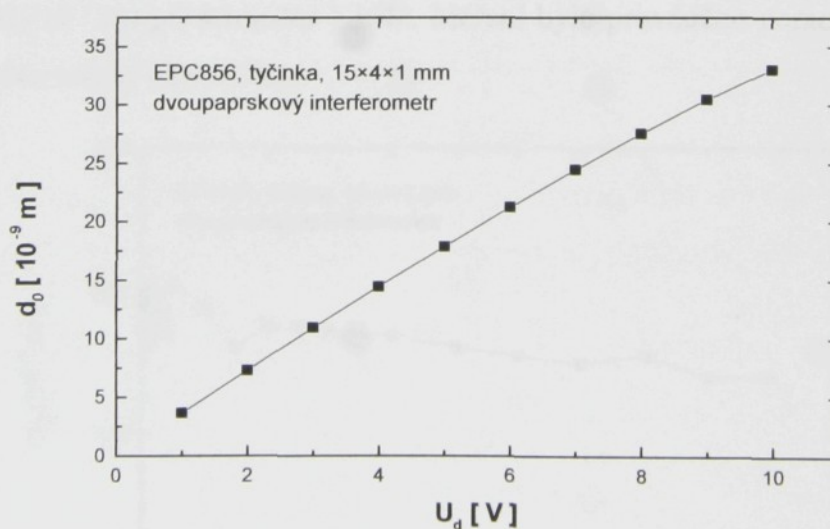
7. Kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrických koeficientů



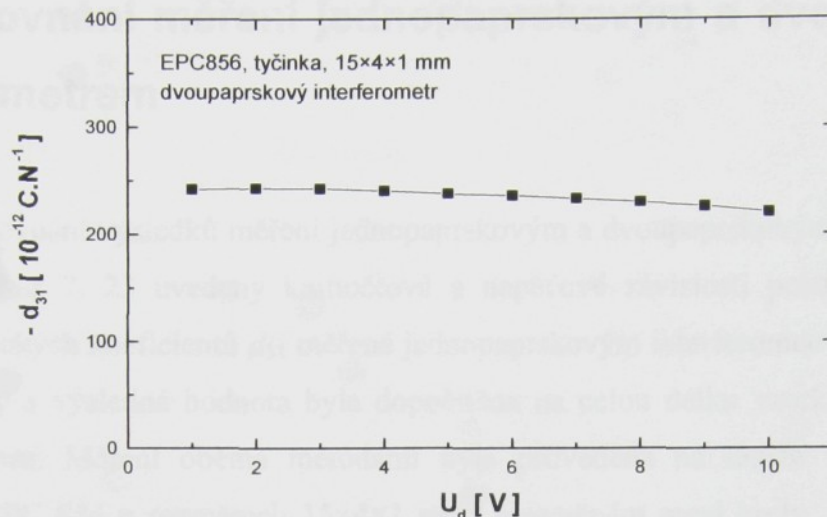
Obr. 7.17 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro EPC856 - nízké kmitočty.

7.2.2 Napěťové závislosti piezoelektrického koeficientu piezokeramiky PZT

Na obr. 7.18 a 7.19 jsou napěťové závislosti posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro EPC 856 pro kmitočet 1 kHz.



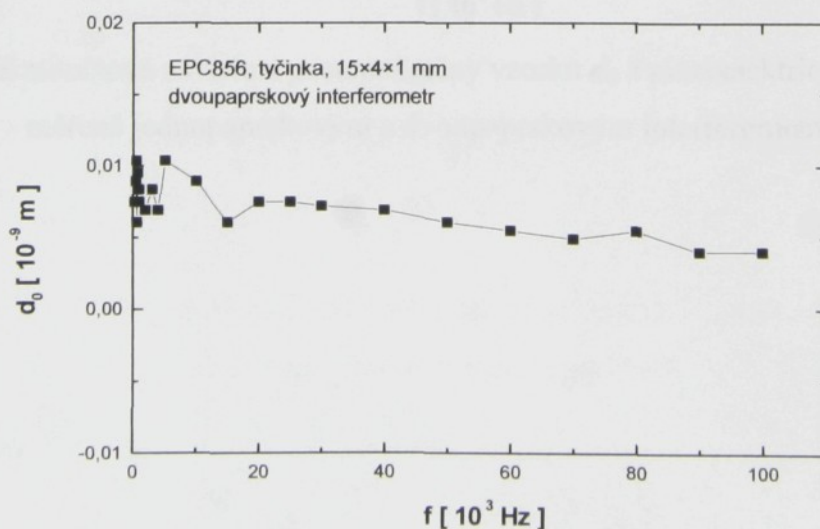
Obr. 7.18 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro EPC856.



Obr. 7.19 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} pro EPC856.

7.2.3 Šum dvoupaprskového interferometru

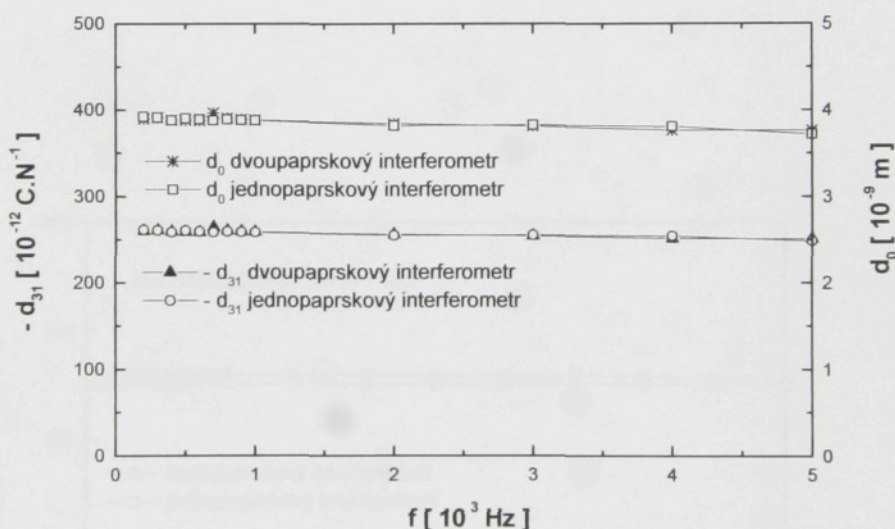
Na obr. 7.20 je kmitočtová závislost šumu, přepočteného na velikost zdánlivého posunutí stěny vzorku d_0 při napětí 1 V, pro dvoupaprskový interferometr. V porovnání s hodnotou šumu jednopaprskového interferometru je větší, to může být způsobeno větším počtem optických prvků i větší náročností na precizní nastavení. Šum ($d_0 < 0,0104 \cdot 10^{-9}$ m) tvořil 0,29 % z naměřené hodnoty d_0 ($3,63 \cdot 10^{-9}$ m) při kmitočtu 1 kHz. Měření bylo prováděno pomocí dvoupaprskového interferometru bez napětí na vzorku.



Obr. 7.20 Kmitočtová stabilita šumu dvoupaprskového interferometru.

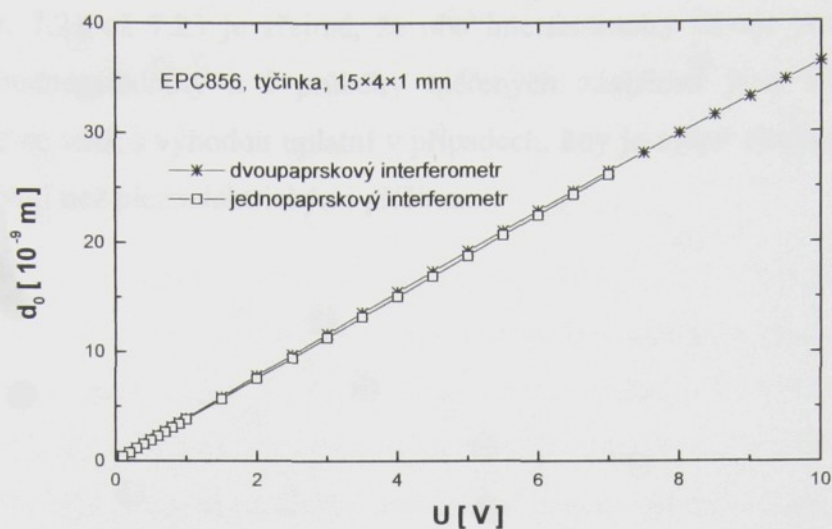
7.3 Porovnání měření jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem

Pro srovnání výsledků měření jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem jsou na obr. 7.21 až 7. 23 uvedeny kmitočtové a napětové závislosti posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrických koeficientů d_{31} měřené jednopaprskovým interferometrem (vzorek byl měřen z jedné strany a výsledná hodnota byla dopočítána na celou délku vzorku) i dvoupaprskovým interferometrem. Měření oběma metodami byla provedena na témže vzorku tvaru tyčinky z materiálu EPC 856 o rozměrech $15 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$ upevněném mezi hroty. Kmitočtové závislosti byly měřeny při napětí 1 V a napětové závislosti při kmitočtu 1 kHz.

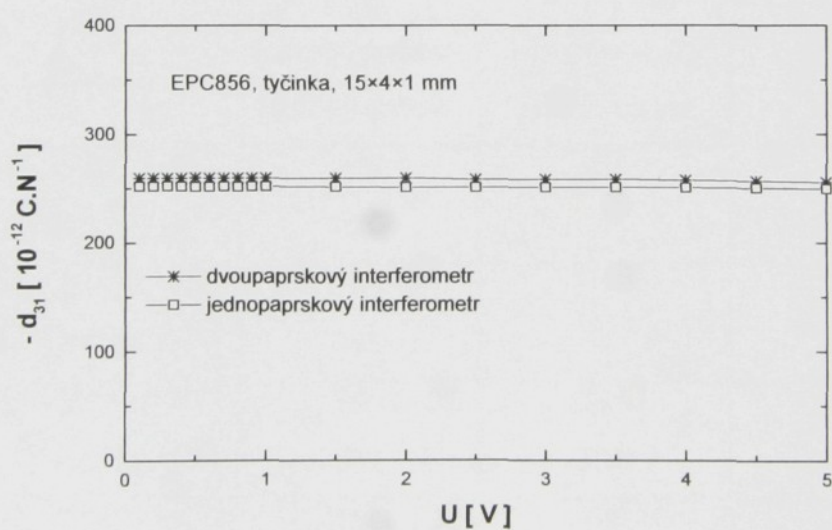


Obr. 7.21 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} měřená jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem.

7. Kmitočtové a napětové závislosti piezoelektrických koeficientů



Obr. 7.22 Napětová závislost posunutí stěny vzorku d_0 měřená jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem.



Obr. 7.23 Napětová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} měřená jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem.

7. Kmitočtové a napětové závislosti piezoelektrických koeficientů

Z obr. 7.21 až 7.23 je zřejmé, že oba interferometry dávají pro objemovou keramiku prakticky shodné hodnoty a i průběhy měřených závislostí jsou shodné. Dvoupaprskový interferometr se však s výhodou uplatní v případech, kdy je nutné eliminovat deformace vzorku vyvolané jinými než piezoelektrickými příčinami.

Z grafických materiálů vyplývá, že měření vzorků PZT objemové keramiky pomocí jednoapráskového i dvoupaprskového interferometru dává shodné výsledky. Rozdílné měření je však u obou měřících čísel a hodnot závislosti d_{31} a d_{32} na frekvenci. Dvoupaprskový interferometr, kdy je odstraňována vliv mechanických vlnění vzorku a deformací vzorku, poskytl nejvyšší přesnost měření. Největší rozdíl je patrný u vzorku keramiky a u vzorku objemové keramiky. Dvoupaprskový interferometr je vhodný pro měření vzorků keramiky, které jsou deformovány pouze mechanickými vlněními.

Tab. 7.1 Měřené hodnoty piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{32} pro vzorky keramiky a objemové keramiky.

materiál	příměr	frekvence	d_{31} (pC/V)	d_{32} (pC/V)
CPC 200	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
CPC 201	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 840	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 841	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 842	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 843	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 844	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 845	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 846	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 847	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 848	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 849	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 850	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 851	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 852	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 853	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 854	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 855	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 856	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 857	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 858	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 859	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 860	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 861	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 862	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 863	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 864	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 865	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 866	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 867	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 868	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 869	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 870	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 871	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 872	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 873	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 874	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 875	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 876	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 877	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 878	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 879	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 880	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 881	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 882	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 883	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 884	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 885	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 886	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 887	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 888	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 889	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 890	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 891	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 892	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 893	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 894	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 895	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 896	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 897	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 898	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 899	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20
APC 900	d_{31} 10^{-12} C/V	10	20	20
	d_{32} 10^{-12} C/V	10	20	20

7.4 Výsledky měření kmitočtových a napěťových závislostí piezoelektrických koeficientů

Z předchozích grafů vyplývá, že měření vzorků PZT objemové keramiky pomocí jednopaprskového i dvoupaprskového interferometru dávají shodné výsledky. Přesnost měření je však u obou metod různá a bude diskutována v kap. 10. Výhodou dvoupaprskového interferometru, kdy je odstraněn vliv mechanických vibrací vzorku a držáku, je větší přesnost měření. Nevýhodou je poměrně složitá instalace a nutnost přesného nastavení všech komponent optické dráhy, jichž je mnohem více, než u jednopaprskového interferometru. Dvoupaprskový interferometr je vhodný pro měření tenkých filmů, fólií, napařených tenkých vrstev na substrátech, apod.

Tab. 7.1 Porovnání hodnot piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} při pokojové teplotě pro kmitočet 1 kHz měřené jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem

materiál	parametr	jednopaprskový interferometr	dvoupaprskový interferometr	d_{33} - metr
EPC 856	$-d_{31}$ [10^{-12} C·N $^{-1}$]	259	259	—
	d_{33} [10^{-12} C·N $^{-1}$]	622	—	—
EPC 841	$-d_{31}$ [10^{-12} C·N $^{-1}$]	109	—	—
	d_{33} [10^{-12} C·N $^{-1}$]	302	—	313
APC 856	$-d_{31}$ [10^{-12} C·N $^{-1}$]	256	215	251
	d_{33} [10^{-12} C·N $^{-1}$]	549	530	547
APC 850	$-d_{31}$ [10^{-12} C·N $^{-1}$]	181	180	191
	d_{33} [10^{-12} C·N $^{-1}$]	397	—	447
APC 841	$-d_{31}$ [10^{-12} C·N $^{-1}$]	103	112	119
	d_{33} [10^{-12} C·N $^{-1}$]	—	—	250
kompozit	$-d_{31}$ [10^{-12} C·N $^{-1}$]	7,3	—	—
	d_{33} [10^{-12} C·N $^{-1}$]	7,4	—	8

7. Kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrických koeficientů

Hodnoty zjištěné měřením jednopaprskovým interferometrem se pro jednotlivé materiály lišily ne více než o 20 % od hodnoty udávané výrobcem. Pro dvoupaprskový interferometr byl tento rozdíl menší než 18 %.

8. SKENOVÁNÍ POVRCHU VZORKŮ

Pro zkoumání plošného rozložení posunutí stěny vzorku (skenování) byly použity vzorky materiálu APC850 a APC841 tvaru destiček o rozměrech $4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami. Byly umístěny v držáku s hrotem proti mezikruží (obr. 7.15). Rovněž byl testován vzorek EPC841 tvaru destičky o rozměrech $3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ s nalepeným zrcátkem. Byl lepen směsí Leitsilber 200 na masivní nepohyblivý držák (obr. 7.2 b).

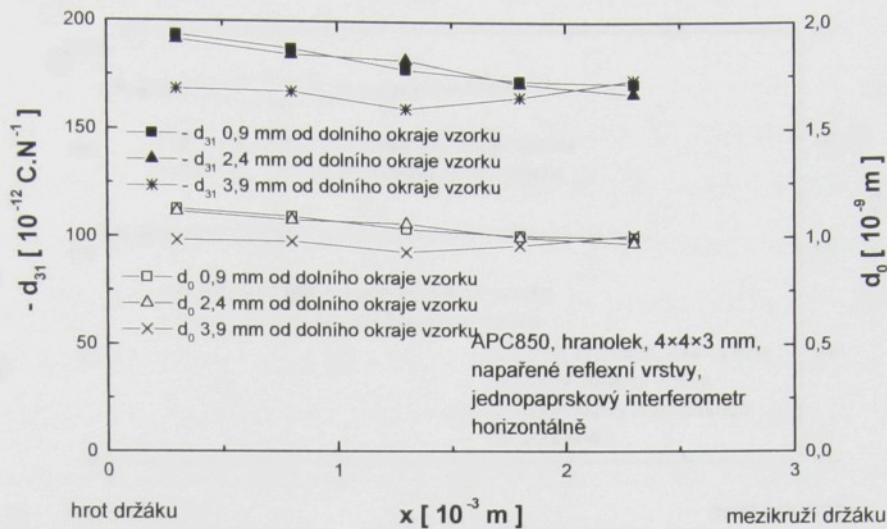
Vzorky s napařenou dielektrickou reflexní vrstvou byly skenovány s použitím jednopaprskového i dvoupaprskového interferometru (obr. 7.13), vzorek keramiky s nalepeným zrcátkem byl skenován s použitím jednopaprskového interferometru (obr. 7.1).

Skenování vzorků bylo provedeno kvůli zjištění rozložení velikosti posunutí stěny vzorku d_0 na povrchu vzorku.

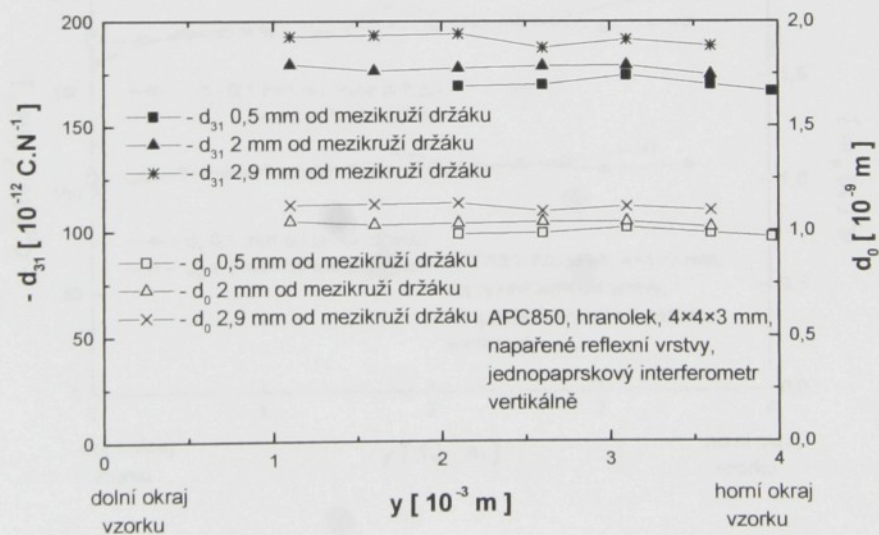
8.1 Skenování vzorků s napařenými reflexními vrstvami

Při měření byly použity vzorky, které měly dielektrické reflexní vrstvy napařené na protilehlých plochách kolmých na elektrody (viz obr. 6.6). U těchto vzorků bylo měření prováděno jednopaprskovým i dvoupaprskovým interferometrem ve směru vertikálním i horizontálním při napětí 5 V a kmitočtu 1 kHz. Výsledky jsou na obr. 8.1 až 8.4.

8. Skenování povrchu vzorků

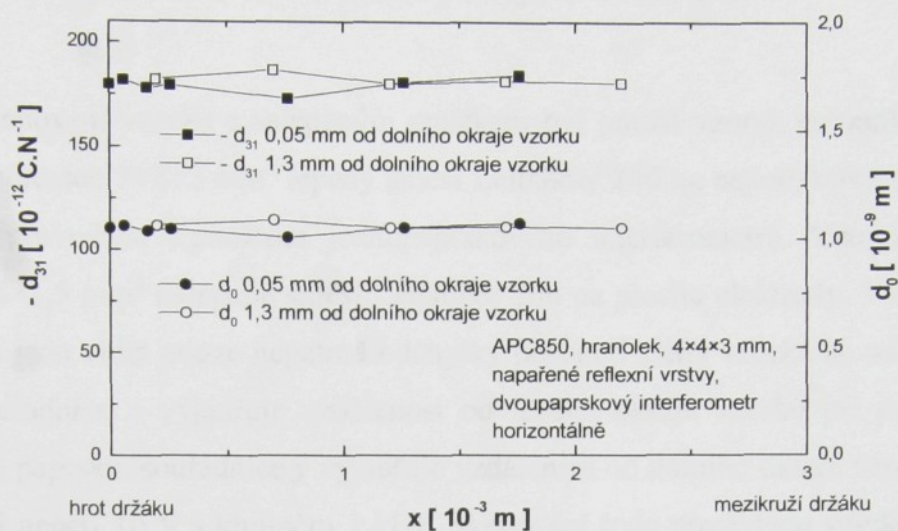


Obr. 8.1 Horizontální sken keramiky s napájenými reflexními vrstvami jednopaprskovým interferometrem

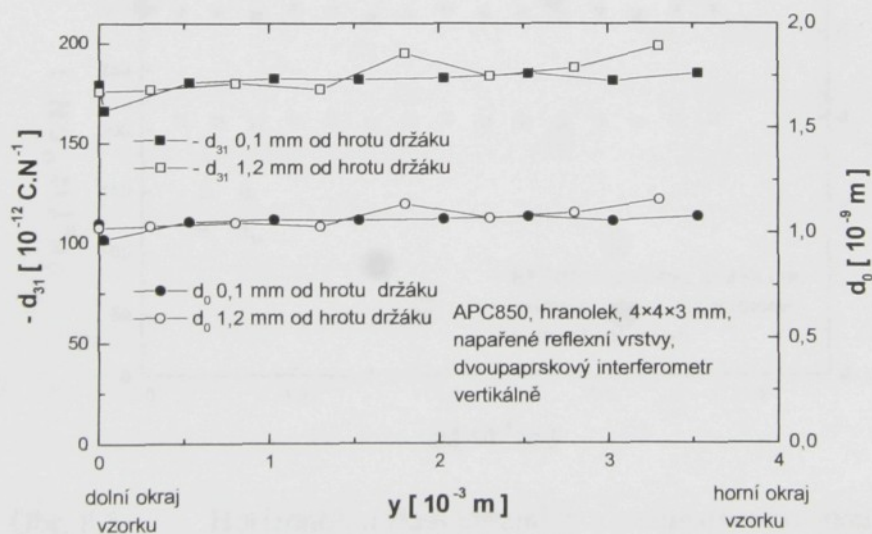


Obr. 8.2 Vertikální sken keramiky s napájenými reflexními vrstvami jednopaprskovým interferometrem

8. Skenování povrchu vzorků



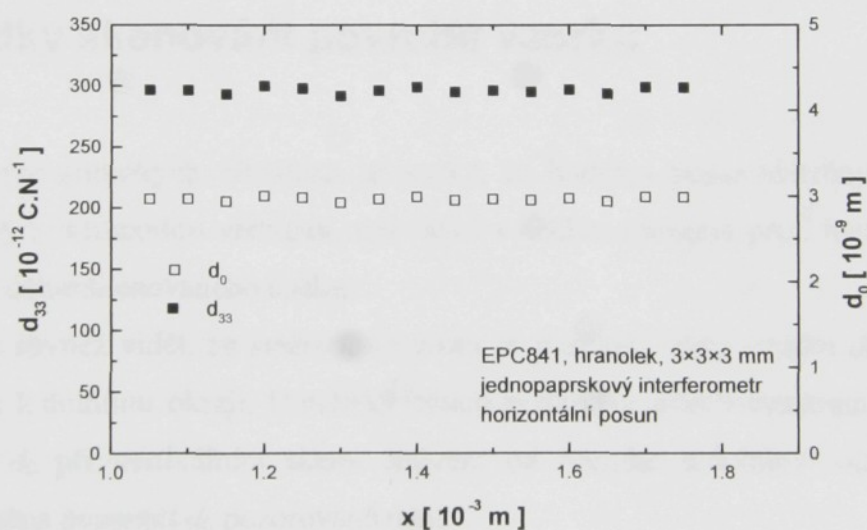
Obr. 8.3 Horizontální sken keramiky s napařenými reflexními vrstvami dvoupaprskovým interferometrem



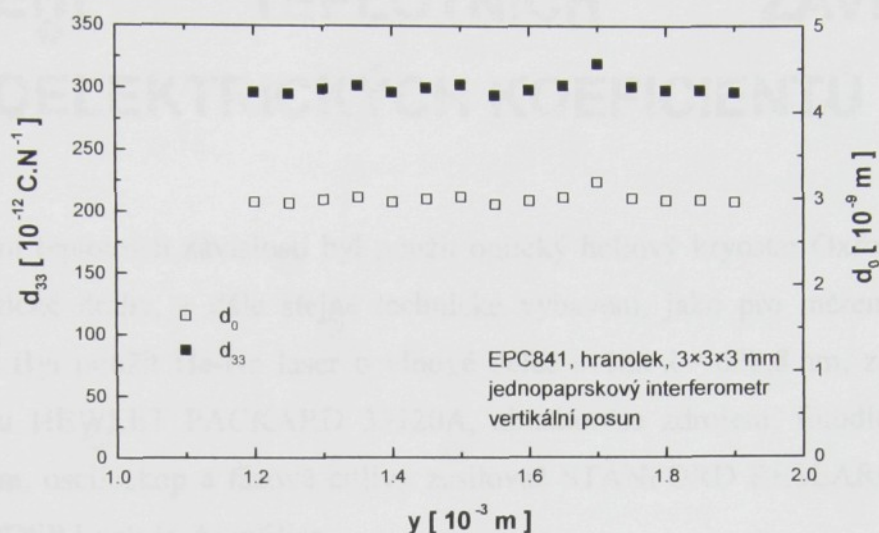
Obr. 8.4 Vertikální sken keramiky s napařenými reflexními vrstvami dvoupaprskovým interferometrem

8.2 Skenování vzorku s nalepeným zrcátkem

Pro skenování vzorku s nalepeným zrcátkem byl použit vzorek keramiky EPC841 tvaru destičky o rozměrech $3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ lepený směsí Leitsilber 200 na nepohyblivý držák (obr.7.2 b). Měření bylo provedeno s použitím jednopaprskového interferometru. Vzorek měl zrcátko o rozměrech $1,5 \times 1,5 \text{ mm}^2$ nalepené směsí Leitsilber 200 na plochu elektrody. Výsledek je na obr. 8.5 a 8.6, kde jsou vidět pouze nepatrné odchylky posunutí stěny vzorku d_0 od střední hodnoty. V grafech souřadnice x vyjadřuje vzdálenost od levého okraje vzorku při pohledu ze směru přicházejícího paprsku, souřadnice y vyjadřuje vzdálenost od dolního okraje vzorku. Měření bylo provedeno při napětí 10 V a kmitočtu 1 kHz. Skenování bylo provedeno středem vzorku jak ve směru horizontálním, tak i ve směru vertikálním.



Obr. 8.5 Horizontální sken keramiky s nalepeným zrcátkem.



Obr. 8.6 Vertikální sken keramiky s nalepeným zrcátkem.

8.3 Výsledky skenování povrchu vzorků

Z uvedených grafických závislostí je patrné, že hodnota posunutí stěny vzorku d_0 pro vzorky s napařenými reflexními vrstvami, upevněné v držáku s hrotem proti mezikruží je téměř konstantní v celé délce skenovaného úseku.

Z grafů je rovněž vidět, že směrem ke hrotu se posunutí stěny vzorku d_0 mírně zvyšuje a rovněž směrem k dolnímu okraji. U měření dvoupaprskovým interferometrem je vidět menší pokles posunutí d_0 při vertikálním skenu směrem od horního k dolnímu okraji. Ve směru horizontálním změna posunutí d_0 pozorovaná není.

Z grafů skenování vzorku s nalepeným zrcátkem, lepeného na nepohyblivý držák je vidět vysoká stabilita posunutí stěny vzorku d_0 v závislosti na měřeném místě. Může to být však způsobeno tím, že zrcátko bylo masivní a tedy kmitalo jako celek. Rovněž nebylo možno určit posunutí na okrajích vzorku, jelikož zrcátko nepokrývalo celou plochu vzorku.

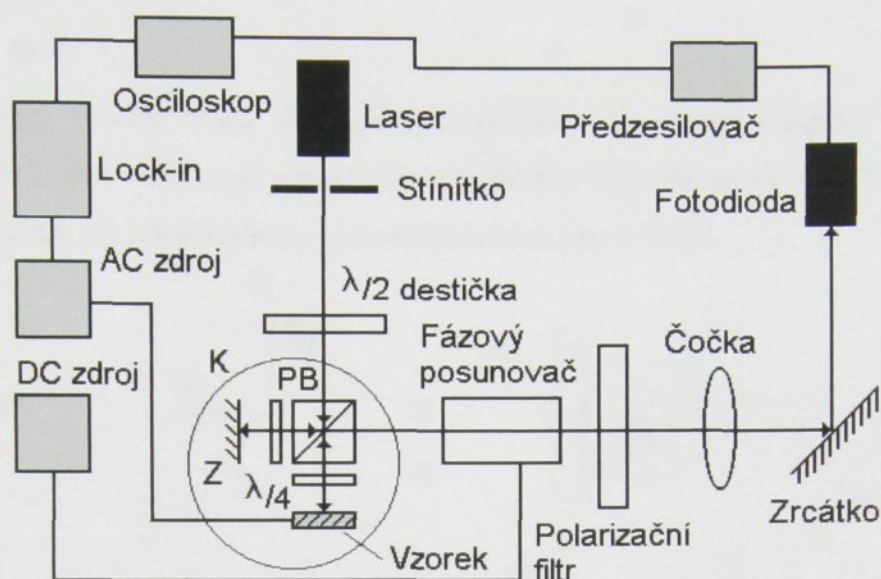
Při skenování povrchů vzorků se může projevit různá velikost keramických oblastí a mikroskulek mezi nimi, rovněž kvalita polarizace jednotlivých oblastí či zrn [40].

9. MEŘENÍ TEPLOTNÍCH ZAVISLOSTÍ PIEZOELEKTRICKÝCH KOEFICIENTŮ

Pro měření teplotních závislostí byl použit optický heliový kryostat Oxford Instruments, umístěný do optické dráhy, a dále stejné technické vybavení, jako pro měření při pokojové teplotě (kap. 7). Byl použit He-Ne laser o vlnové délce světla $\lambda = 632,8 \text{ nm}$, zdroj střídavého napětí na vzorku HEWLET PACKARD 33120A, aktuátor se zdrojem, fotodioda do 20 kHz s předzesilovačem, osciloskop a fázově citlivý zesilovač STANFORD RESEARCH SYSTEMS MODEL SR 830DSP Lock-In Amplifier.

Pro automatické řízení teploty přes PC byl použit fázově citlivý zesilovač (OXFORD Intelligent Temperature Controller - ITC⁵⁰²). Pro chlazení byl použit kryostat (CRYODRIVE 1.5 Oxford Edwards (Oxford Instruments, 10 - 330 K). Pro vytvoření vakua byla použita vývěva (LEYBOVAC PT 150/4, Leybold - Heraeus) a turbomolekulární vývěva (TURBOTRONIC NT 120, Leybold - Heraeus), jakost vakua byla kontrolována pomocí PENNINGVAC PM 410 (Leybold - Heraeus).

Pro měření teplotních závislostí byl užit jednopaprskový mikroiinterferometr [41]. Jedná se o miniaturizovaný jednopaprskový interferometr umístěný na nástavec o průměru 5 cm. Toto uspořádání (obr. 9.1) vylučuje vliv otřesů okolí na celkový interferenční obrazec. Jelikož referenční zrcátko je u tohoto typu interferometru nepohyblivé (u Michelsonova jednopaprskového interferometru je na aktuátoru), je třeba zajistit posun paprsků vůči sobě fázovým modulátorem. Směry polarizací paprsků v obou větvích jsou na sebe kolmé, a paprsky tedy spolu nemohou interferovat. Z tohoto důvodu je do zapojení vložen polarizační filtr nastavený na 45°. Tím se polarizace paprsků natočí do stejného směru a paprsky mohou spolu interferovat.



Obr. 9.1 Schéma zapojení jednopaprskového mikointerferometru pro měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů.

V obr. 9.1 je Z zrcátko, PB je polarizovaný dělič svazku, $\lambda/4$ jsou čtvrtvlnné destičky, K je vakuovaná komora kryostatu.

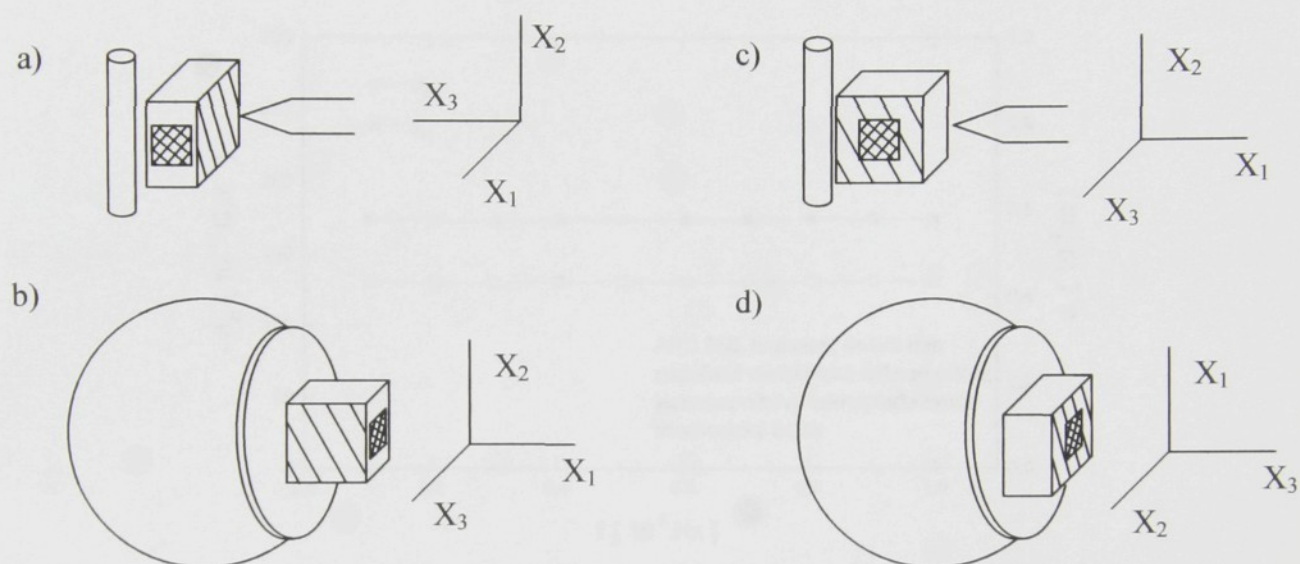
Na přesnost interferenčního měření má podstatný vliv pouze vzájemný pohyb optických elementů, které vedou paprsky mezi jejich rozdělením a opětovným spojením děličem svazku. Vibrace laseru, fotodiody či jiných elementů vně této dráhy paprsků vliv na interferenci nemá. Kmitá-li celý interferometr vůči okolí, vzájemné kmity optických elementů mohou být zanedbatelné a interferenční obraz stabilní.

Umístění interferometru do kryostatu eliminovalo i problém teplotních nehomogenit. Změny teploty vyvolávají teplotní dilatace jak vzorku tak i okének, kterými vstupuje do kryostatu paprsek. Tyto dilatace spolu s teplotními změnami indexu lomu použitých okének by v průběhu měření podstatně a nedefinovaně měnily optickou dráhu ve větvi interferometru se vzorkem.

Fázový modulátor slouží i ke kalibraci, obdobně jako aktuátor. Při vlastním měření se fázovým modulátorem umožní nastavení a udržení definovaného fázového rozdílu $\pi/2$ dvou vzájemně kolmých polarizací paprsků [26].

9.1 Uchycení vzorků

Byly měřeny vzorky tvaru destiček polarizované ve směru tloušťky o rozměrech $4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ a $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$ uchycené v mechanickém držáku i lepené na kuličce. Lepené vzorky vykazují větší stabilitu, ale nižší hodnoty piezoelektrických koeficientů.



Obr. 9.2 Schématické znázornění uchycení vzorků při měření teplotních závislostí,

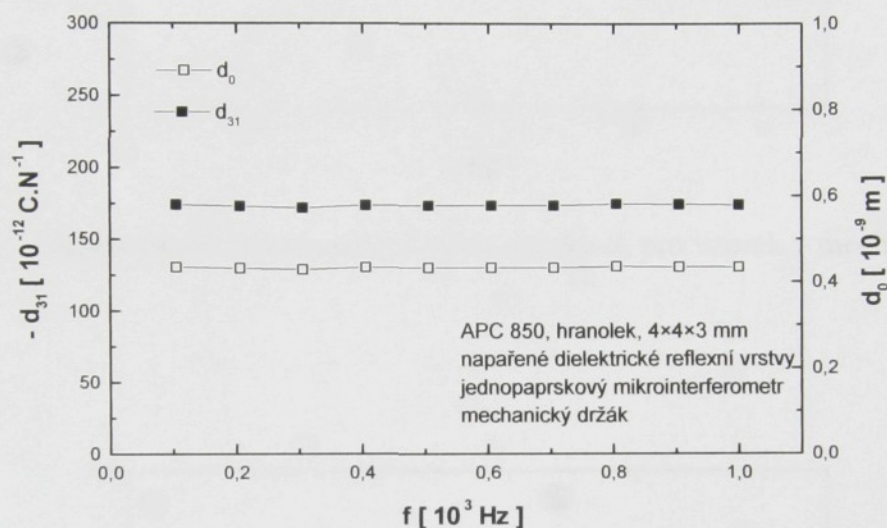
a) měření d_{31} v mechanickém držáku, b) měření d_{31} vzorku lepeného na kuličce, c) měření d_{33} v mechanickém držáku, d) měření d_{33} vzorku lepeného na kuličce.

9.2 Kmitočtové a napět'ové závislosti piezoelektrických koeficientů pro různá uchycení vzorků

Byly testovány dva druhy uchycení vzorků pro měření jednopaprskovým mikointerferometrem, mechanický držák, který měl hrot proti povrchové přímce svislého tenkého válečku (obr. 9.2 a, c) a kulička, na kterou byly vzorky lepeny piceinem (měření d_{31}) nebo tekutým stříbrem Leitsilber 200 od firmy Degussa AG (měření d_{33}).

9.2.1 Vzorky uchycené v mechanickém držáku

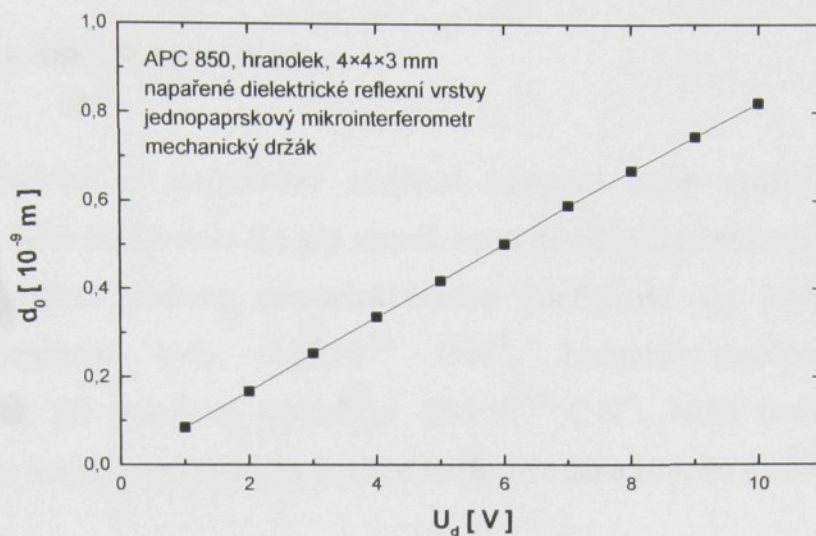
Na obr. 9.3 je kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při napětí 5 V a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro APC 850. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu d_{31} byla $-174 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$.



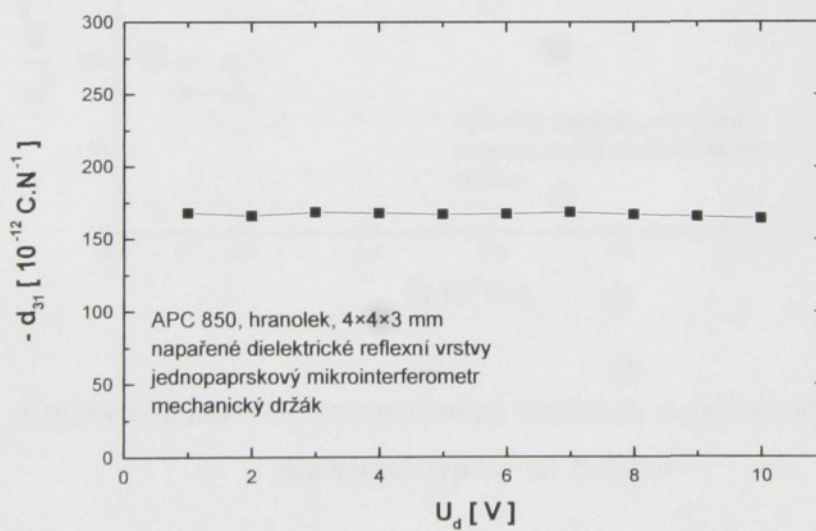
Obr. 9.3 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek v mechanickém držáku.

Na obr. 9.4 je vidět lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 na napětí pro APC 850, vzorek v mechanickém držáku. Stejně jako u jednopaprskového a dvoupaprskového interferometru jsou měření při různých napětích ekvivalentní, jak je vidět na obr. 9.5.

9. Měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů



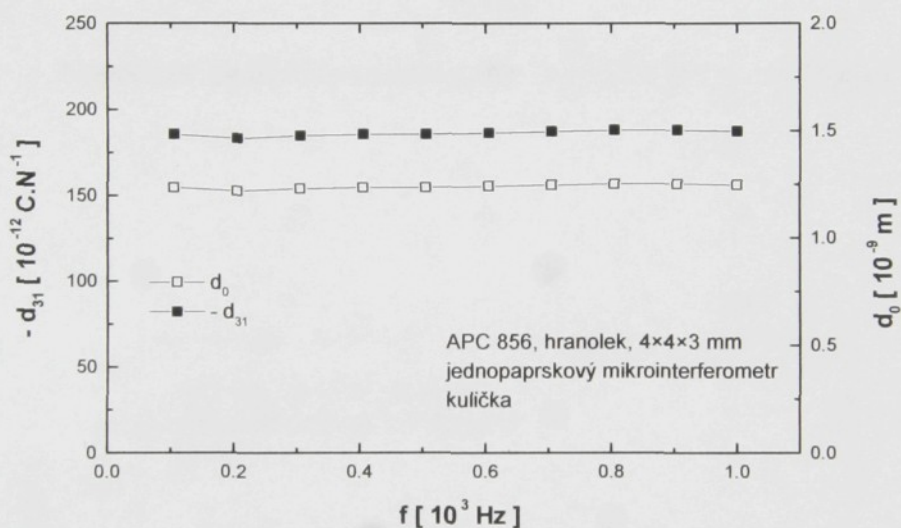
Obr. 9.4 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro vzorek v mechanickém držáku.



Obr. 9.5 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek v mechanickém držáku.

9.2.2 Vzorky lepené na kuličce

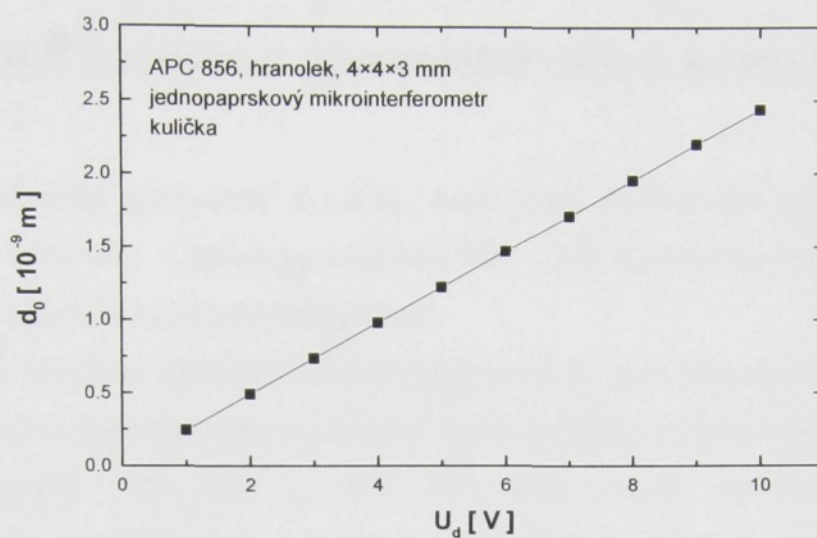
Na obr. 9.6 je kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při napětí 5 V a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek tvaru destičky o rozměrech $4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ APC 856 lepený na kuličce. Hodnota piezoelektrického koeficientu d_{31} měřená jednopaprskovým mikroiinterferometrem byla $-187 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$, hodnota naměřená jednopaprskovým interferometrem při pokojové teplotě je $-256 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$. Nižší hodnota piezoelektrického koeficientu d_{31} vzorku lepeného na kuličce může být dána tím, že použité lepidlo může tlumit kmity vzorku.



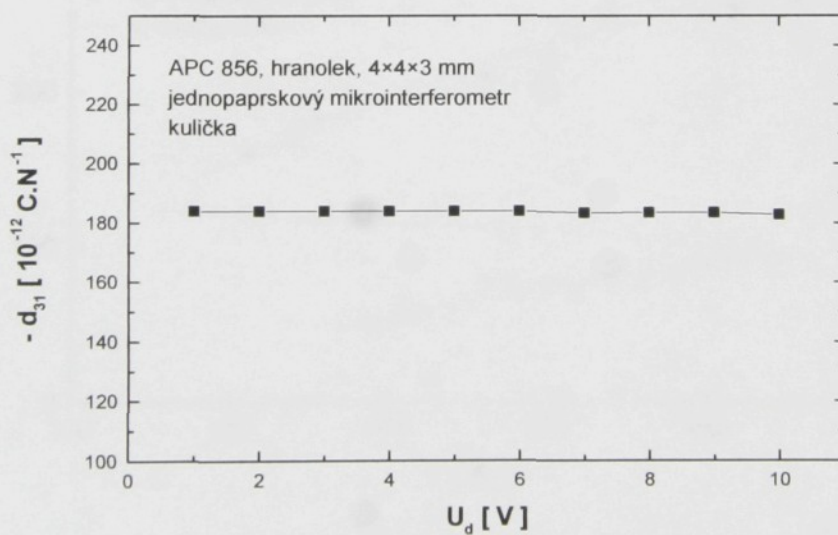
Obr. 9.6 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek lepený na kuličku

Na obr. 9.7 je vidět lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 na napětí pro APC 856, vzorek lepený piceinem na kuličce. Stejně jako u jednopaprskového a dvoupaprskového interferometru jsou měření při různých napětích ekvivalentní, jak je vidět na obr. 9.8.

9. Měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů



Obr. 9.7 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro vzorek lepený na kuličku.



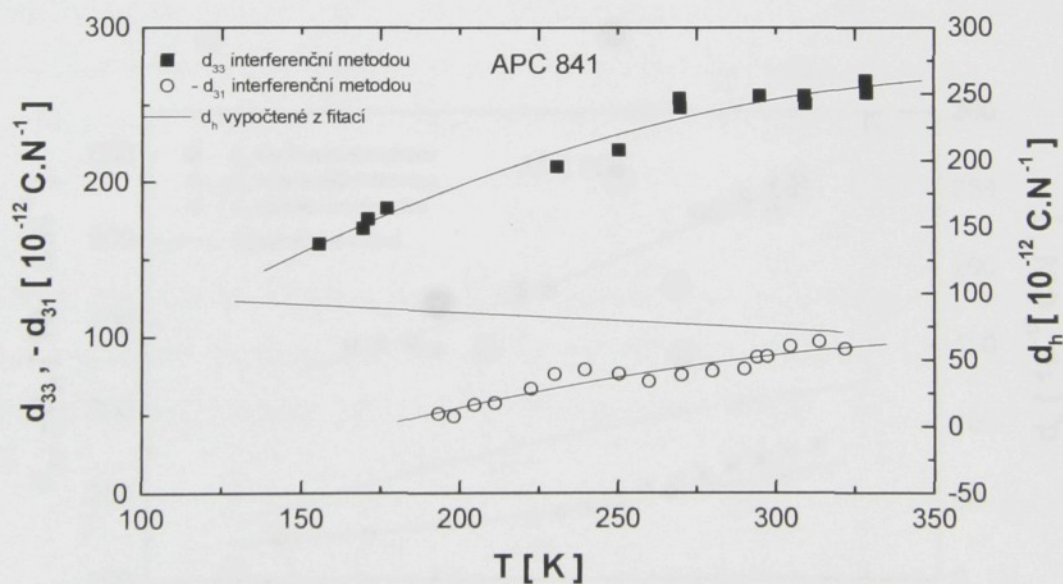
Obr. 9.8 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek lepený na kuličku.

9.3 Teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů

Piezoelektrické koeficienty d_{33} a d_{31} hard (APC 841) a soft (APC 850 a APC 856) keramiky byly stanoveny v teplotním intervalu 150 – 330 K metodou laserové interferometrie. Byl použit jednopaprskový mikroiinterferometr.

Teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů d_{33} a d_{31} jsou uvedeny na obr. 9.9 – 9.11. Z jejich fitací byla vypočtena teplotní závislost hydrostatického piezoelektrického koeficientu d_h .

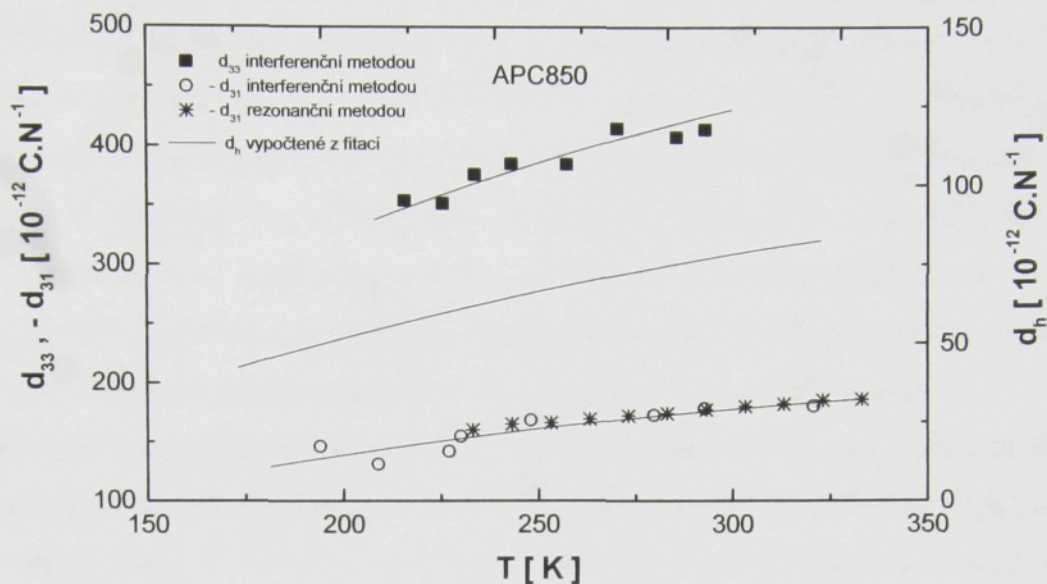
U materiálů APC 856 a APC 850 byla rovněž změřena teplotní závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} rezonanční metodou v Laboratoři rezonančních metod na katedře elektrotechniky a elektromechanických systémů. Teplotní rozsah byl 223 – 423 K. Tvar závislostí odpovídá výsledkům uvedeným v [17]. Výsledky měření jsme publikovali v [22]



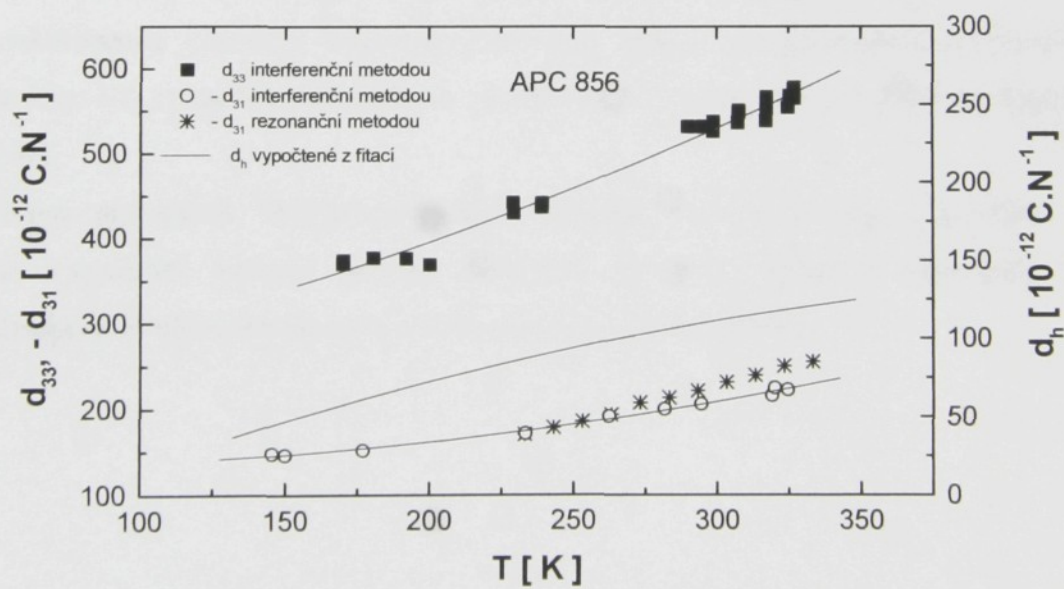
Obr. 9.9 Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h pro „hard“ piezoelektrickou keramiku APC841 [22].

Teplotní závislosti piezoelektrického koeficientu d_{33} a $-d_{31}$ pro APC 841 jsou na obr. 9.9. Piezoelektrický koeficient d_{33} roste v teplotním rozsahu 150 K – 325 K. Nárůst d_{33} je 60 %. Piezoelektrický koeficient $-d_{31}$ vzrůstá v intervalu 180 K – 320 K o 100 %.

9. Měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů



Obr. 9.10 Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h pro „soft“ piezoelektrickou keramiku APC850 [22].



Obr. 9.11 Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h pro „soft“ piezoelektrickou keramiku APC856 [22].

9. Měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů

Na obr. 9.10 jsou zobrazeny teplotní závislosti piezoelektrického koeficientu d_{33} a $-d_{31}$ pro APC 850. Piezoelektrický koeficient d_{33} roste v teplotním rozsahu 220 K - 300 K o 20 %. Nárůst $-d_{31}$ v intervalu 180 K – 320 K je 40 %. Teplotní závislost d_{31} měřená rezonanční metodou je v dobrém souhlasu s teplotní závislostí d_{31} měřenou laserovou interferometrií.

Teplotní závislosti piezoelektrického koeficientu d_{33} a $-d_{31}$ pro APC 856 jsou na obr. 9.11. Piezoelektrické koeficienty d_{33} a $-d_{31}$ rostou v teplotním rozsahu 150 K - 325 K. Nárůst d_{33} je 60 % a nárůst $-d_{31}$ je 20 %. Teplotní závislost d_{31} měřená rezonanční metodou je také v dobrém souhlasu s teplotní závislostí d_{31} měřenou laserovou interferometrií.

Závislosti piezoelektrických koeficientů na teplotě pro všechny typy piezokeramiky PZT byly proloženy parabolickou křivkou třetího řádu. Hydrostatický piezoelektrický koeficient d_h byl spočten z těchto fitací. U “hard” keramiky hydrostatický piezoelektrický koeficient d_h klesá, u “soft” keramiky roste.

Měření byla prováděna v rozsahu teplot 150 – 330 K. Do nižších teplot nebylo měření prováděno z toho důvodu, že tenké křemenné výbrusy sloužící jako čtvrtvlnné destičky v mikointerferometru nemohou být použity do teplot nižších než 150 K. Stejně tak i děliče svazku, u nichž hrozí poškození lepidla, kterým jsou spojené obě jejich poloviny.

Rozkolísanost (variace) teplotních závislostí může být způsobena Barkhausenovými skoky (viz kap. 10), ty mohou být příčinou zjištění, že při opakovaném měření se nenaměří tytéž hodnoty [40].

Měření provedená interferometrickou metodou jsou v souladu s měřením metodou rezonanční s využitím teplotní komory Saunders [19, 20]. Průběhy teplotních závislostí piezoelektrického koeficientu d_{31} jsou u obou metod prakticky shodné.

10. DISKUSE

10.1 Laserová interferometrie: přesnost měření, porovnání s jinými metodami

10.1.1 Hranice použitelnosti laserové interferometrie

Hranice možností interferometrické metody lze rozdělit do dvou skupin. Do první patří omezení daná interferometrem a připojenou elektronikou (kmitočet, citlivost interferometru, podíl signálu a šumu, přesnost jednotlivých prvků). Do druhé skupiny patří omezení daná chováním reálného vzorku (deformace vzorku ve směru jiném, než je směr rovnoběžný s paprskem, uchycení vzorku; ve vysokých kmitočtech se lepený vzorek přestane pohybovat od zadní stěny a stabilním bodem se stane střed vzorku, pohybuje se tedy pouze „volná“ polovina, upevněná část se deformuje směrem do lepidla [5]).

1. Elektronika

Měření maxima a minima výstupního signálu a následné nastavení $\pi/2$ bodu je možné s přesností 0,5%. Chyba měření výstupního signálu na lock-inu je rovněž 0,5%.

2. Optika

Správné a precizní nastavení optické části interferometru je klíčovým bodem pro určení výsledné chyby měření. Protože interferometr obsahuje mnoho prvků, je zde mnoho možných zdrojů chyb.

a) Laser

Vlivem teplotní délkové roztažnosti tubusu laseru může docházet k jeho destabilizaci a následně ke kolísání intenzity světla. Tento vliv je možné odstranit použitím teplotně stabilizovaného laseru. Laser se může rozladit i pokud do něj dopadají paprsky odražené od prvků optické dráhy. Z tohoto důvodu je před něj instalováno stínítko se štěrbinou. Odražené paprsky se nastaví mimo tuto štěrbinu, i když do její těsné blízkosti, a tím se docílí lepší stability laseru.

b) Optická dráha paprsku

Paprsek by měl být nastaven přesně vodorovně, aby procházel všemi optickými prvky kolmo na jejich dopadové plochy. Paprsek má minimální rozbíhavost, na některých prvcích však může docházet k částečnému rozptylu, jehož velikost lze zmenšit posunutím laseru blíže ostatním optickým prvkům, čímž dojde ke zkrácení dráhy paprsku a tím i ke zmenšení úhlu, pod kterým paprsek na optický prvek dopadá.

c) Optické prvky interferometru

Na děličích svazku, na čtvrt a půl vlnných destičkách i na polarizačním filtru a čočkách může docházet ke zpětnému odrazu paprsku. Tento odražený paprsek se skládá s dopadajícím, čímž vytváří falešné interference. V důsledku toho by byl naměřen nižší výstupní signál a následně i vypočteno menší posunutí vzorku. Odstranit odrazy lze nanesením antireflexních vrstev na jednotlivé optické prvky.

d) Interferenční obrazec

Nastavení interferenčního obrazce je klíčovým bodem, který rozhoduje o správném naměření hodnot. Je třeba jej nastavit tak, aby interferenčním obrazcem byly soustředné kroužky (viz obr. 6.1 c). Tento obrazec se pak promítne na fotodiodu. Falešné interference mohou vznikat odrazy na optických prvcích (viz výše) a při měření teplotních závislostí i použitím fázového modulátoru. Tento prvek je tvořen krystalem LiNbO_3 o rozměrech $2 \times 3 \times 36 \text{ mm}^3$ a je nutné nastavit jej přesně rovnoběžně s paprskem, aby v důsledku odrazů na stěnách uvnitř krystalu nevznikala falešná interference. Tento problém je řešitelný též nahrazením modulátoru náhradním zapojením (viz Příloha E).

*3. Vzorky a jejich uchycení**a) Vzorky*

Kvalita nastavení interferenčního obrazce závisí i na kvalitě odrazivého povrchu vzorku. V našem případě se jedná většinou o kvalitu zrcátka, popř. o kvalitu napařené reflexní vrstvy. Nerovnosti mohou způsobit deformaci vlnoploch odraženého světla a tím i nedostatečně kvalitní interferenci. V některých případech může dojít i k vymizení interference v důsledku úplného rozptylu dopadajícího světla na nekvalitních reflexních plochách. Vzorky s napařenou dielektrickou vrstvou měly odrazivost reflexních ploch v intervalu od 20% do 30%. Docházelo k průchodu světla vzorkem a ke snížení intenzity odraženého světla.

b) Držáčky

V neposlední řadě má na měření vliv typ uchycení vzorků (lepení×mechanické uchycení) a i typ držáčku. Byly testovány různé druhy uchycení vzorků pro měření při pokojové teplotě i pro měření teplotních závislostí. Při pokojové teplotě byly měřeny vzorky lepené jednou stěnou na masivní svislý držák a vzorky uchycené mezi hroty nebo v držáku s hrotem proti mezikruží. Při měření teplotních závislostí byly použity vzorky lepené jednou stěnou na kuličku a vzorky uchycené v držáku s hrotem proti povrchové přímce tenkého svislého válečku. Byly vyzkoušeny také další typy uchycení, jako např. lepení na kuprexitovou destičku, lepení na trámeček, elastické lepení apod. Grafy kmitočtových a napětových závislostí pro tyto typy uchycení jsou uvedeny v Příloze D.

Mechanické uchycení má výhodu ve snadné výměně vzorků v držáčku, v možnosti použít držák i k měření dvoupaprskovým interferometrem a v menším tlumení mechanických kmitů. Při použití lepení na kuličku se ztrácí možnost použít držák na měření dvoupaprskovým interferometrem. Velikost deformace vzorku je též většinou snížena použitým lepidlem, dosahuje se tedy nižších hodnot posunutí stěny vzorku. Výhodou je značná stabilita vzorku. To se nejvýznamněji projevilo u měření teplotních závislostí, kde byl tento způsob uchycení (lepení na kuličku) pro měření vhodnější, i přes možný vliv teploty na použité lepidlo. U mechanického držáčku docházelo k nezanedbatelné deformaci držáčku vlivem teplotní roztažnosti, v jejímž důsledku se držáček natočil, rozladil se interferenční obrazec a měření tak bylo méně přesné, popř. nemožné. To se podařilo eliminovat použitím náhradního zapojení místo fázového modulátoru (viz Příloha E). Toto zapojení dává též možnost doladit interferenční obrazec mimo mikointerferometr, který je uzavřen ve vakuované komoře kryostatu.

Nevýhodou je vždy vlastní rezonanční kmitočet některých držáčků, pokud se nalézá v měřeném kmitočtovém rozsahu. U mechanického držáčku z mikointerferometru byl tento rezonanční kmitočet v okolí 700 Hz. U vzorků lepených na kuličku rezonance nebyla v měřeném rozsahu pozorována.

4. Typ interferometru

Jednopaprskový interferometr nemůže odlišit měřené posunutí, vyvolané piezoelektrickým jevem, od mikroskopického posunutí (deformace, vychýlení či prohnutí vzorku), které je způsobeno vlastními mechanickými kmity vzorku jako celku. Tyto vlivy jsou

závislé na způsobu uchycení. To značně limituje použití interferometru. Je proto vhodný pro měření pevně upevněných vzorků větší tloušťky, u nichž takovéto efekty nejsou patrné. Rovněž je třeba dbát na přesné uchycení vzorku, protože výsledná hodnota piezoelektrického koeficientu se dopočítává z aktivní délky vzorku. Výhodou jednopaprskového interferometru je malý počet optických prvků, který usnadňuje jeho sestavení a správné nastavení interference.

Výhodou dvoupaprskového interferometru, kdy je odstraněn vliv mechanických vibrací vzorku a držáku, je větší přesnost měření a zvláště možnost určit piezoelektrický koeficient d_{33} tenkých piezoelektrických vrstev. Nevýhodou je poměrně složitá instalace a nutnost velice přesného nastavení všech komponent optické dráhy, jichž je mnohem více, než u jednopaprskového interferometru. Dvoupaprskový interferometr je vyjimečným měřicím souborem vhodným pro měření tloušťkových deformací tenkých filmů, napařených tenkých piezoelektrických vrstev na substrátech, apod.

Pro jednopaprskový interferometr bylo dosaženo nejlepších výsledků při použití lepení vzorků na masivní nepohyblivý držák (obr. 7.2 b), u dvoupaprskového interferometru to byl držák s hrotem proti mezikruží (obr. 7.15) a pro teplotní závislosti lepení na kuličku (obr. 9.2 b, d).

Rozkolísanost teplotní závislosti piezoelektrického koeficientu může být způsobena kromě výše uvedených příčin i tzv. Barkhausenovými skoky. Jedná se o jev známý z magnetismu, kdy změna magnetizace feromagnetika neprobíhá plynule, ale po skocích. Obdobný jev předpokládáme u feroelektrik. Při tomto jevu vznikají zárodky nových domén, které rostou a splývají. A právě ke splývání domén dochází po skocích [40]. Tento proces není přesně reprodukovatelný. Při různých měřeních se mohou vyskytnout jiné skoky. Dále zde může být patrný vliv anizotropní teplotní roztažnosti krystalických zrn a mikroskopických oblastí mezi zrna.

5. Hranice měřitelnosti

Hranice měřitelnosti velikosti posunutí stěny vzorku je u měření při pokojové teplotě pro jednopaprskový i dvoupaprskový interferometr řádově $10^{-12} \text{ m} \div 10^{-5} \text{ m}$.

Teplotní rozsah heliového kryostatu je od 10 K do 330 K. Měření probíhala v rozsahu teplot 150 K - 330 K s ohledem na citlivost optických částí mikointerferometru na teploty nižší než 150 K.

Výslednou chybu měření piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} metodou laserové interferometrie při pokojové teplotě lze určit jako chybu nepřímých měření. Její hodnota byla stanovena na 2%. Při teplotních měřeních se tato chyba zvýší až na 10% [22].

10.1.2 Srovnání laserové interferometrie s jinými metodami

Pro určování piezoelektrických vlastností materiálů se nejčastěji používá rezonanční metoda. Je však limitována. Její omezení je způsobeno tím, že měření je prováděno při specifickém kmitočtu (obvykle při 1. harmonické) určeného módu kmitu vzorku. K proměření kmitočtových závislostí různých materiálových parametrů je třeba použít vzorků různých tvarů. Rovněž je při měření rezonanční metodou nutné používat vzorky pouze daných typů a rozměrů.

Subrezonanční techniky nabízejí možnost použít pro měření kmitočtových závislostí různých parametrů jediný jednoduchý vzorek. Metoda laserové interferometrie není omezena na rezonátory přesně definovaných tvarů a rozměrů, jaké vyžaduje metoda rezonanční (viz příloha), ale nabízí možnost použití vzorků různých tvarů a rozměrů. Rovněž poskytuje výhodu měření v pásmu subrezonančních kmitočtů od velmi nízkého kmitočtu.

V oblasti rezonančního kmitočtu dochází ke zdánlivému výraznému zvýšení hodnot piezoelektrického koeficientu. Nejedná se však o materiálovou vlastnost, jak je uvedeno v [15], ale jde o zvýšení hodnoty posunutí stěny vzorku (z níž se piezoelektrický koeficient vypočítá) v důsledku mechanické rezonance.

Pro určení piezoelektrického koeficientu kompozitů typu 0-3 (PZT-polymer) je měření metodou laserové interferometrie nezastupitelné. Měření rezonanční metodou zde nelze použít, protože kmity kompozitních vzorků jsou značně zatlumené. Navíc metoda laserové interferometrie dovoluje určení piezoelektrického koeficientu kompozitů typu 0-3 při pokojové teplotě s velkou přesností.

V následující tabulce jsou uvedeny hodnoty piezoelektrických koeficientů pro vybrané materiály měřené rezonanční a interferometrickou metodou a d_{33} - metrem. Metoda interferometrická je rozdělena na měření jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem a jednopaprskovým mikrointerferometrem. Všechna měření probíhala na vzduchu, při pokojové teplotě při kmitočtu 1 kHz (vyjma měření d_{33} - metrem, u nějž je řídicí kmitočet aktuátoru 110 Hz dán výrobcem).

Tab. 10.1 Tabulka naměřených hodnot piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} piezokeramiky typu PZT a kompozitu typu 0-3 (PZT-polymer) při pokojové teplotě a kmitočtu 1 kHz, měřených různými metodami.

	APC 841		APC 850		APC 856		kompozit	
metoda	$-d_{31}$ [pC/N]	d_{33} [pC/N]	$-d_{31}$ [pC/N]	d_{33} [pC/N]	$-d_{31}$ [pC/N]	d_{33} [pC/N]	$-d_{31}$ [pC/N]	d_{33} [pC/N]
d_{33} metr	119	250	191	447	251	547	–	8
Rezonanční metoda	–	–	177	–	250	591	–	–
Jednopaprskový interferometr	103	–	181	397	256	549	7,3	7,4
Dvoupaprskový interferometr	112	–	180	–	215	530	–	–
Jednopaprskový mikro-interferometr	87	256	174	414	187	532	–	–
Výrobce	109	275	175	400	260	620	–	–

Výsledky získané jednotlivými metodami se do značné míry shodují, odchylka mezi piezoelektrickými koeficienty naměřenými různými metodami je maximálně 12%. Výjimkou je koeficient d_{31} pro APC 841 a APC 856, kdy hodnota zjištěná mikrointerferometrem je příliš nízká. U materiálu APC 841 to může být způsobeno tím, že měření bylo prováděno na vzorku uchyceném v mechanickém držáku s hrotem proti povrchové přímce tenkého svislého válečku. Toto uchycení je dosti pevné a vzhledem k malým rozměrům vzorku může dojít k velkému zatlumení kmitů. U materiálu APC 850 mohlo být uchycení poněkud volnější. U materiálu APC 856 bylo měření provedeno na vzorku lepeném na kuličce. V tomto případě mohou být kmity zatlumeny použitým tmelem.

Odchylka naměřených hodnot piezoelektrických koeficientů od hodnot udávaných výrobcem je maximálně 15%, kromě již výše zmíněných koeficientů d_{31} pro APC 841 a APC 856, u nichž však odchylka nepřekračuje 22%.

10.2 Vlastní a nevlastní příspěvky materiálových parametrů a jejich teplotní závislosti

10.2.1 Vlastní a nevlastní příspěvky k dielektrickým a piezoelektrickým vlastnostem

Materiálové vlastnosti piezokeramiky PZT mohou být modifikovány v širokém rozsahu užitím různých příměsí nebo různých výrobních podmínek [2]. Předpokládá se, že tyto změny materiálových vlastností jsou způsobeny především změnami v odezvě doménových stěn v materiálu [17, 33, 34]. V práci [17, 35] se uvádí, že pro PZT se složením blízko morfotropní fázové hranice příspěvek od pohybu doménových stěn je více než polovinou z piezoelektrické a dielektrické odezvy při pokojové teplotě.

V literatuře jsou udávány jako vlastní příspěvky (nebo objemové příspěvky) materiálu materiálové vlastnosti jednodoménového materiálu, zatímco příspěvky z ostatních částí materiálu, zejména z pohybu doménových stěn, jsou společně nazývány nevlastními příspěvky materiálu. S ohledem na tuto konvenci mohou být permitivita, piezoelektrický koeficient a elastický koeficient psány jako součet dvou členů [36]

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{ex}} + \varepsilon_{\text{in}}$$

$$d = d_{\text{ex}} + d_{\text{in}}$$

$$s = s_{\text{ex}} + s_{\text{in}}$$

kde dolní indexy *ex* a *in* znamenají nevlastní a vlastní příspěvky.

K porozumění, jak jsou doménová struktura a pohyb doménových stěn ovlivněny různými výrobními podmínkami a příměsemi (aby materiálové vlastnosti mohly být lépe přizpůsobeny), je třeba kvantitativně popsat změny ε_{ex} , ε_{in} , d_{ex} , d_{in} , s_{ex} a s_{in} s výrobními podmínkami a příměsemi. To je rozlišit nevlastní a vlastní příspěvky z experimentálních dat, která obvykle obsahují obě části. Zhang v [17] uvádí, že se běžně používají dvě metody pro oddělení vlastních a nevlastních příspěvků. Jedna je založena na kmitočtové disperzní charakteristice permitivity a druhá je založena na vlastnostech měřených při teplotách blízkých 0 K [34, 37, 38, 39]. Dielektrická disperze popisuje pouze dielektrické vlastnosti materiálu, nemůže tedy poskytovat informaci o piezoelektrických odezvách z různých částí a o rozdílu mezi odezvami pohybu 180° doménových stěn a ne-180° doménových stěn. Výsledky získané z druhé metody jsou spjaty

pouze s vlastnostmi materiálu blízko absolutní nuly a nemusí být přesně spjaty s materiálovými vlastnostmi při vyšších teplotách.

V článku [17] je představena nová experimentální metodologie, která může přesně a kvantitativně určit příspěvek pohybu doménových stěn a vlastní příspěvek k materiálovým vlastnostem a jejich teplotní závislostem. Užitím této metody byly zkoumány piezoelektrické a dielektrické odezvy z obou příspěvků, vlastního i nevlastního, pro čisté PZT se složení blízko morfotropní fázové hranice a dopované PZT v teplotním rozsahu 10 - 300 K. Základním předpokladem této metody dle [17] je, že na rozdíl od vlastní odezvy, kde jakákoliv změna polarizace bude doprovázena změnou ve velikosti základní buňky, změny polarizace vyvolané pohybem doménových stěn nezpůsobují objemové změny. V důsledku toho, pohyb doménových stěn nebude přispívat k hydrostatické odezvě materiálu a změny piezoelektrického hydrostatického koeficientu d_h nebudou spojeny s odezvou z doménových stěn; tudíž, d_h poskytuje velmi citlivý prostředek k oddělení vnitřních a vnějších materiálových odezev. Spojením těchto výsledků s daty měřeními při teplotě blízko 0 K, byla v [17] získána teplotní závislost nevlastní a vlastní odezvy PZT vzorků. Dále [17] uvádí, že lze využitím jak dielektrické tak i piezoelektrické odezvy získat informaci o změně odezvy 180° doménových stěn a $ne-180^\circ$ stěn se změnou výrobních podmínek a příměsí.

V článku [25] byl zkoumán vzorek RDP (teplota fázového přechodu 146 K) s plochou zlatých elektrod $17,4 \text{ mm}^2$ a tloušťkou 0,45 mm. Kmitočtový rozsah provedených měření byl 1 - 600 kHz, aplikované el. pole 0,14 - 0,28 V/cm a teplotní rozsah 80 - 150 K. Ve výsledných grafech teplotních závislostí piezoelektrického koeficientu a permitivity se objevilo plató, které začíná na teplotě asi 30 K pod teplotou fázového přechodu a pak hodnota piezoelektrického koeficientu (resp. permitivity) prudce klesá s klesající teplotou. Toto plató je dle [25] způsobeno pohybem doménových stěn a znamená přítomnost podstatného nevlastního příspěvku k piezoelektrickým vlastnostem RDP krystalu.

Nevlastní piezoelektrické příspěvky vykazují stejný efekt zamrznání jako permitivita a elastické koeficienty. Dle Fedosova a Sidorkina (V.N. Fedosov, A.S. Sidorkin, Soviet Physics - Solid State 19, 1322 (1977)) se energetické bariéry, které musí stěny překonat, aby mohly vykonávat malé pohyby, značně zvětšují pod teplotou zamrznání [25].

Dle [25] je velký nevlastní příspěvek k piezoelektrickému koeficientu d_{36} při teplotě o 35 K nižší než je teplota fázového přechodu a potom prudce klesá s klesající teplotou.

Měření uvedená v této dizertační práci byla prováděna na vzorcích keramiky PZT z rodiny perovskitů. Plochy stříbrných elektrod vzorků byly $16 - 60 \text{ mm}^2$ a tloušťka vzorků $1 - 1 \text{ mm}$. Kmitočtový rozsah prováděných měření byl $0,2 - 100 \text{ kHz}$, amplituda napětí na vzorku $1 - 10 \text{ V}$ (což odpovídá intenzitě elektrického pole $10 - 100 \text{ V/cm}$). Teplotní rozsah měření byl $150 - 330 \text{ K}$. Byly měřeny piezoelektrické koeficienty d_{31} a d_{33} . Teploty fázových přechodů jednotlivých měřených keramik jsou v intervalu $423 - 630 \text{ K}$. Měření byla tedy prováděna hluboko pod teplotou fázového přechodu a daleko od teploty zamrzání.

Doménovou stěnu lze vychýlit z polohy např. zvýšením teploty nebo intenzity elektrického pole. Při měřeních uvedených v dizertaci byla použita elektrická pole o řádově vyšší intenzitě než v [25], stěny se tedy mohly vychýlit z polohy i při nižších teplotách, než v případě [25], kdy bylo použito elektrické pole o nižší intenzitě.

10.2.2 Kvalitativní interpretace teplotních závislostí

Podle předpokladu v [17], v PZT a podobných perovskitových strukturách pod vlivem slabého vnějšího elektrického pole převládají $ne-180^\circ$ doménové stěny, které jsou feroelastické a ovlivňují jak dielektrické tak i piezoelektrické vlastnosti materiálu. Zatímco 180° stěny, které jsou neferoelastické a ovlivňují pouze dielektrické vlastnosti, jsou zastoupeny méně. Pokud je v materiálu velké množství $ne-180^\circ$ stěn, projevuje se vysoký nárůst nevlastního příspěvku [17].

U námi měřené soft keramiky (APC 856) je tvar teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} konvexní, ve vyšších teplotách roste rychlost zvyšování nevlastního příspěvku. U těchto keramik je snazší pohyb doménových stěn.

Hard keramika (APC 841) má tvar teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů konkávní, ve vyšších teplotách rychlost zvyšování nevlastního příspěvku klesá. Pohyb doménových stěn je v nich více bržděn, než u soft keramiky.

Mezi měřenými materiály tvoří výjimku materiál APC 850, u něhož se udává, že to je soft keramika, má však tvar teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů jako hard keramika, i když plošší. Rovněž má z měřených materiálů nejvyšší Curieovu teplotu ($T_C = 633 \text{ K}$). Nejnižší T_C (423 K) má materiál APC 856 (soft). Hard keramika APC 841 má $T_C = 593 \text{ K}$.

U materiálů APC 841 (hard) a APC 856 (soft) se teplotní závislosti uvedené v této dizertační práci shodují se závislostmi v [17]. Pokud přijmeme interpretaci navrženou v této

publikaci, lze říci, že u obou materiálů je příspěvek doménových stěn podstatný a zodpovídá za zjištěné teplotní závislosti. Pro další materiál, APC 850 (soft), který neodpovídá svým průběhem teplotních závislostí interpretaci [17], nemusí však tato interpretace platit. Metodologii navrženou v [17] lze považovat proto pouze za jednu z možných interpretací teplotních závislostí piezoelektrického koeficientu. Její uplatnění by bylo třeba ověřit dalšími podrobnějšími měřeními.

Nezanedbatelnou úlohu může např. hrát též jednodoménový (vlastní) příspěvek, který může být rovněž teplotně závislý. Měření na jednodoménových krystalech nejsou však k dispozici.

Detailnější interpretace by vyžadovala proměření teplotních závislostí permitivity a remanentní polarizace do dostatečně nízkých teplot tak, aby bylo možno provést extrapolaci do nulové hodnoty teploty, z níž by bylo možno určit vlastní příspěvky k jednotlivým koeficientům.

11. ZÁVĚR

V této práci jsou uvedeny výsledky experimentálního studia piezoelektrických koeficientů piezokeramiky typu PZT v širokém teplotním rozsahu, a piezoelektrických kompozitů typu 0-3 na bázi této keramiky. Byla měřena jak měkká, „soft“, (APC 856 a APC 850), tak i tvrdá, „hard“ (APC 841) keramika. Pro tyto materiály byly uvedeny grafy kmitočtových a napěťových závislostí piezoelektrických koeficientů d_{33} a d_{31} , měřené při pokojové teplotě, skenování povrchů piezokeramických vzorků a také teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů piezokeramiky PZT v rozsahu teplot od 150 K do 330 K. Pro kompozity byly uvedeny kmitočtové a napěťové závislosti piezoelektrického koeficientu d_{33} měřené při pokojové teplotě. Podrobně byly popsány metody měření laserovou interferometrií pomocí jednopaprskového Michelsonova interferometru, dvoupaprskového interferometru Mach - Zehnderova typu a jednopaprskového mikrointerferometru s optickým kryostatem pro měření teplotních závislostí.

Použití laserové interferometrie pro měření kmitočtových závislostí piezoelektrických koeficientů piezokompozitů a teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů piezokeramiky typu PZT je původním přínosem práce. Porovnání výsledků měření piezoelektrických koeficientů různými metodami prokázalo, že hodnoty získané laserovou interferometrií jsou v dobré shodě s výsledky měření jinými metodami (viz tab. 10.1). Výsledky měření teplotních závislostí piezoelektrického koeficientu d_{31} jsou v dobré shodě s výsledky uvedenými v [19, 20], kde byly materiálové parametry měřeny rezonanční metodou v rozsahu teplot od 233 K do 423 K. Teplotní závislosti hydrostatického piezoelektrického koeficientu d_h byly získány z fitací teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů d_{33} a d_{31} .

Podrobně byl testován vliv uchycení vzorků a srovnávány výhody a nevýhody jednopaprskového a dvoupaprskového interferometru (viz Diskuse). Rozbor chyb ukázal, že zdrojem největších chyb je nastavení optické dráhy a nastavení interferenčního obrazce. Odhad výsledné přesnosti interferometrické metody je pro měření při pokojové teplotě 2%, při měření teplotních závislostí v rozsahu teplot od 150 K do 330 K pak 10% [22].

Bylo ověřeno, že laserová interferometrie má oproti standardním metodikám několik podstatných výhod. Především je nezávislá na geometrii vzorku. Z toho plyne možnost měření v širokém rozsahu subrezonančních kmitočtů a také možnost měření vzorků nepravidelných

tvary. Rovněž umožňuje zjišťovat lokální deformace vzorku ve směru aktivní délky (tzv. skenování, kap. 8). Další výhodou měření metodou laserové interferometrie je široký rozsah měření výchylek mechanických posunutí 10^{-12} - 10^{-5} m.

Podstatnou výhodou laserové interferometrie je možnost určení piezoelektrického koeficientu vzorků s velkým mechanickým tlumením, kde nelze použít rezonanční metodu, jak je tomu např. u kompozitů. Pro měření piezoelektrických koeficientů kompozitů typu 0-3 ve složení PZT-polymer je metoda laserové interferometrie nenahraditelná. Použití rezonanční metody je zde vyloučeno z důvodu příliš velkého zatlumení kmitů vzorků. Metoda laserové interferometrie rovněž poskytuje při měření piezoelektrických koeficientů piezokompozitů při pokojové teplotě dostatečnou přesnost.

Systematicky byly proměřeny teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů piezoelektrické keramiky typu PZT v rozsahu teplot 150 - 330 K. Byl zjištěn monotónní vzrůst piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} s teplotou. U materiálů, kde byla měření piezoelektrických vlastností již publikována, byl získán dobrý souhlas našich výsledků s literaturou.

Měření teplotních závislostí piezokeramiky PZT metodou laserové interferometrie je původním příspěvkem k popisu materiálových parametrů této keramiky. Rozšíření teplotního intervalu do nižších teplot než je současných 150 K je předmětem dalšího vývoje v Laboratoři laserové interferometrie. Za původní přínos lze také považovat měření kmitočtových závislostí piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} na vzorcích piezoelektrických kompozitů typu 0 - 3 na bázi PZT.

Porovnání naměřených výsledků a diskuse teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů na monokrystalech a keramice ukazuje, že hodnota piezoelektrických koeficientů a jejich teplotní závislosti jsou podstatným způsobem určovány pohybem doménových stěn, tzv. nevlastním příspěvkem k piezoelektrickým vlastnostem.

12. Literatura

- [1] Ikeda, T.: Fundamentals of Piezoelectricity. Oxford, New York, Tokyo, Oxford University press. 1990.
- [2] Jaffe, B., Cook, W.R., Jaffe, H.: Piezoelectric ceramics. London and New York, Academic Press. 1971.
- [3] Jayasundere, N., Smith, B.V.: Dielectric constant for binary piezoelectric 0-3 composites. J.Appl.Phys., 73(5), 1993, March, American Institute of Physics, 2462-2466.
- [4] Kholkin, A.: Non-linear piezoelectric response in lead zirconate-titanate (PZT) films. Ferroelectrics, 238, 2000, 235 - 243.
- [5] Li, J.F., Moses, P., Viehland, D.: Simple, high-resolution interferometer for the measurement of frequency-dependent complex piezoelectric responses in ferroelectric ceramics. Rev. Sci. Instrum., 66(1), 1995, 215-221.
- [6] Liu, S.F., Park, S.E., Shrout, R., Cross, L.E.: Electric field dependence of piezoelectric properties for rhombohedral $0.955\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - 0.045\text{PbTiO}_3$ single crystals. Journal of applied Physics, 85, 1999, 2810 - 2814.
- [7] Mazur, K.: Polymer-ferroelectric ceramic composites. 11. Kapitola z knihy Nalwa, H.S.: Ferroelectric Polymers. Marcel Dekker Inc., New York, 1995.
- [8] Moulson, A.J., Herbert, J.M.: Electroceramics. Materials properties applications. London, Chapman & Hall, 1997.
- [9] Newnham, R.E: Composite electroceramics. Ferroelectrics, 68, 1986, 1-32.
- [10] Nye, J.F.: Physical properties of crystals. Oxford, Clarendon Press. 1985.
- [11] Safari, A.: Development of piezoelectric composites for transducers. J.PhysIII, France 4, 1994, 1129-1140.
- [12] Setter, N.: Piezoelectric Materials in Devices. Chapter 1 - ABC of Piezoelectricity and Piezoelectric Materials. Lausanne, Switzerland, N. Setter Ceramics Laboratory, EPFL. 2002.
- [13] Uchino, K.: Ferroelectric Devices. New York, Basel, Marcel Dekker, Inc. 2000.
- [14] Xu, Y.: Ferroelectrics materials and their applications. North-Holand, Amsterdam, Elsevier Science Publishers B.V. 1991.

- [15] Zhang, Q. M., Pan, W. Y., Cross, L. E.: Laser interferometer for study of piezoelectric and electrostrictive strains. *J. Appl. Phys.*, 63 (8), 1988, 2492-2496.
- [16] Zhang, S., Priya, S., Furman, E., Shrout, T.R., Randall, C.A.: A random-field model for polarization reversal in $\text{Pb}(\text{Zb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2} - \text{PbTiO}_3$ single crystals. *Journal of Applied Physics*, 91, 2002, 6002 - 6006.
- [17] Zhang, Q.M., Wang, H., Kim, N., Cross, L.E.: Direct evaluation of domain-wall and intrinsic contributions to the dielectric and piezoelectric response and their temperature dependence on lead zirconate-titanate ceramics. *Journal of Applied Physics*, 75 (1), 1994, 445-459.
- [18] Zhao, Z., Chan, H.L.W., Choy, C.L.: Determination of the piezoelectric coefficient d_{33} at high frequency by laser interferometry. *Ferroelectrics*, 195, 1997, 35 - 38.
- [19] Burianova, L., Pustka, M., Prokopova, M., Nosek, J.: Characterization of PZT ceramics in a wide temperature range. *Sborník konference 6th International Workshop on Electronics, Control, Measurement and Signals 2003*. Liberec, 2003, 413 - 417.
- [20] Burianova, L., Prokopova, M., Pustka, M., Nosek, J.: Characterization of PZT ceramics in a wide temperature range. *Report for APC International, Ltd. Liberec*, 2003.
- [21] Burianova, L., Sulc, M., Prokopova, M.: Determination of the piezoelectric coefficients d_{ij} of PZT ceramics and composites by laser interferometry. *Journal of the European Ceramic Society*, 21, 2001, 1387-1390.
- [22] Burianova, L. Sulc, M., Prokopova, M., Nosek, J.: The piezoelectric coefficients in a wide temperature range by laser interferometry. *Ferroelectrics*, 292, 2003, 111 - 117.
- [23] Nosek, J. et al.: About the measurement of the d_{33} piezoelectric coefficient of the PZT film - $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Ti}/\text{Pt}$ substrates using an optical cryostat. *Ferroelectrics*, 292, 2003, 103 - 109.
- [24] Sládková, J.: *Interference světla*. SNTL. Praha 1967
- [25] Štula, M. et al.: Extrinsic contribution to piezoelectric properties of RbH_2PO_4 crystals in the ferroelectric phase. *Journal of the Korean Physical Society*, 32, 1998, S758 - S760.
- [26] Šulc, M., Burianová, L.: Studium piezoelektrických dějů pomocí laserové interferometrie. *Jemná mechanika a optika*, 10, 2001, 338-343.
- [27] Šulc, M., Burianová, L., Nosek, J.: On the precision of the new laser interferometer in a wide temperature range. *Annales de Chimie. Science des Matériaux*. Masson (2001)
- [28] Zelenka, J.: *Piezoelektrické rezonátory*. Academia. Praha 1983.

12. Literatura

- [29] Kolektiv autorů: Výkladový slovník fyziky pro základní vysokoškolský kurz. Prometheus, Praha, 1999.
- [30] IEEE Standard on Piezoelectricity ANSI/IEEE Std 176, (1987).
- [31] Materiálové listy firmy APC International, Ltd., Mackeyville, Pensylvania, USA.
<http://www.americanpiezo.com>
- [32] <<http://www.murata.com>>
<<http://www.physicinstrumente.de>>
<<http://www.americanpiezo.com>>
- [33] Arlt, G., Ferroelectrics, 104, 1990, 217.
- [34] Zhang, X.L., Chen, Z.X., Cross, L.E., Schulze, W.A., J. Mater. Sci., 18, 1983, 968.
- [35] Haun, M.J., PhD. Thesis, The Pennsylvania State University, 1988.
- [36] Herbiet, R., Robels, U., Dederichs, H., Arlt, G., Ferroelectrics, 98, 1989, 107.
- [37] Kersten, O., Schmidt, G., Ferroelectrics, 67, 1986, 191.
- [38] Bottger, U., Arlt, G., Ferroelectrics, 127, 1992, 95.
- [39] Kleemann, W., Schremmer, H., Phys. Rev. B, 40, 1989, 7428.
- [40] Janovec, V.: Konzultace, 2003.
- [41] Šulc, Miroslav: Způsob měření piezoelektrických posunutí pomocí laserového interferometru a laserový interferometr k provedení tohoto způsobu, patent číslo CZ9904400, 1999.

Seznam obrázků a tabulek

Obrázky:

Obr. 2.1	Mechanická napětí působící na elementární krychli	9
Obr. 3.1	Perovskitová struktura	13
Obr. 3.2	Fázový diagram PZT	14
Obr. 3.3	Fázový diagram PZT	15
Obr. 4.1	Typy konektivity.....	19
Obr. 4.2	Paralelní spojení fází dvoufázového kompozitu.....	21
Obr. 4.3	Sériové spojení fází dvoufázového kompozitu.....	21
Obr. 5.1	Vliv polohy stínítka na tvar interferenčního obrazce.....	24
Obr. 5.2	Deformace vzorku - určení piezoelektrických koeficientů a) d_{31} , deformace ve směru osy X_1 b) d_{33} , deformace ve směru osy X_3	27
Obr. 6.1	Určení piezoelektrického koeficientu d_{31}	28
Obr. 6.2	Určení piezoelektrického koeficientu d_{33}	29
Obr. 6.3	Vzorek tvaru tyčinky umístěný v kartézské soustavě souřadnic.	30
Obr. 6.4	Vzorek tvaru disku umístěný v kartézské soustavě souřadnic.....	30
Obr. 6.5	Vzorek tvaru destičky umístěný v kartézské soustavě souřadnic.	31
Obr. 6.6	Vzorek tvaru destičky s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami umístěný v kartézské soustavě souřadnic.....	31
Obr. 6.7	Reflexní spektrum pro vzorek s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami APC841.	33
Obr. 6.8	Reflexní spektrum pro vzorek s napařenými dielektrickými reflexními vrstvami APC850.	33
Obr. 7.1	Schéma zapojení jednopaprskového interferometru.....	36

Obr. 7.2	Uchycení vzorků pro měření jednopaprskovým interferometrem, a) měření d_{31} , vzorek uchycen mezi hroty, b) měření d_{33} , vzorek lepený na masivu.....	36
Obr. 7.3	Graf závislosti posunutí stěny vzorku d_0 PZT keramiky EPC 856 pro $U_d = 1$ V	37
Obr. 7.4	Kmitočtová stabilita piezoelektrického koeficientu d_{33} a posunutí stěny vzorku d_0 pro EPC 841	38
Obr. 7.5	Lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 na napětí pro EPC856.....	38
Obr. 7.6	Napět'ová závislost piezoelektrického koeficientu d_{33} pro EPC856.....	39
Obr. 7.7	Závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{33} kompozitu typu 0-3 (EPC 856 + epoxy) na kmitočtu.....	40
Obr. 7.8	Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{33} pro kompozit typu 0-3 (EPC 856 + epoxy) při nízkých kmitočtech.	41
Obr. 7.9	Lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 kompozitu typu 0-3 (EPC856 + epoxy) na napětí.....	41
Obr. 7.10	Napět'ová závislost piezoelektrického koeficientu d_{33} pro kompozit typu 0-3 (EPC856 + epoxy).	42
Obr. 7.11	Časová stabilita signálu jednopaprskového interferometru.	43
Obr. 7.12	Kmitočtová závislost šumu pro jednopaprskový interferometr.....	43
Obr. 7.13	Schéma zapojení dvoupaprskového interferometru.....	45
Obr. 7.14	Znázornění odrazu paprsku od zrcadel na vzorku v Mach-Zehnerově dvoupaprskovém interferometru	46
Obr. 7.15	Schématické znázornění uchycení vzorků v držáku pro měření dvoupaprskovým interferometrem, a) měření d_{31} , b) měření d_{33}	46
Obr. 7.16	Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro EPC856 - vyšší kmitočty.....	47
Obr. 7.17	Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro EPC856 - nízké kmitočty.	48
Obr. 7.18	Napět'ová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro EPC856.	48
Obr. 7.19	Napět'ová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} pro EPC856.....	49
Obr. 7.20	Kmitočtová stabilita šumu dvoupaprskového interferometru.....	49
Obr. 7.21	Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} měřená jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem.	50

Obr. 7.22	Napět'ová závislost posunutí stěny vzorku d_0 měřená jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem.....	51
Obr. 7.23	Napět'ová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} měřená jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem.....	51
Obr. 8.1	Horizontální sken keramiky s napařenými reflexními vrstvami jednopaprskovým interferometrem	56
Obr. 8.2	Vertikální sken keramiky s napařenými reflexními vrstvami jednopaprskovým interferometrem	56
Obr. 8.3	Horizontální sken keramiky s napařenými reflexními vrstvami dvoupaprskovým interferometrem	57
Obr. 8.4	Vertikální sken keramiky s napařenými reflexními vrstvami dvoupaprskovým interferometrem	57
Obr. 8.5	Horizontální sken keramiky s nalepeným zrcátkem.....	58
Obr. 8.6	Vertikální sken keramiky s nalepeným zrcátkem.....	59
Obr. 9.1	Schéma zapojení jednopaprskového mikrointerferometru pro měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů.....	61
Obr. 9.2	Schématické znázornění uchycení vzorků při měření teplotních závislostí, a) měření d_{31} v mechanickém držáku, b) měření d_{31} vzorku lepeného na kuličce, c) měření d_{33} v mechanickém držáku, d) měření d_{33} vzorku lepeného na kuličce.	62
Obr. 9.3	Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek v mechanickém držáku.....	63
Obr. 9.4	Napět'ová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro vzorek v mechanickém držáku....	64
Obr. 9.5	Napět'ová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek v mechanickém držáku.	64
Obr. 9.6	Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek lepený na kuličku	65
Obr. 9.7	Napět'ová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro vzorek lepený na kuličku.	66
Obr. 9.8	Napět'ová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} pro vzorek lepený na kuličku.	66
Obr. 9.9	Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h pro „hard“ piezoelektrickou keramiku APC841.....	67

Obr. 9.10	Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h pro „soft“ piezoelektrickou keramiku APC850.....	68
Obr. 9.11	Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů d_{31} , d_{33} a d_h pro „soft“ piezoelektrickou keramiku APC856.....	68

Tabulky:

Tab. 2.1	Pravidla pro krácení indexů.....	9
Tab. 4.1	Příklady výsledných vlastností.....	22
Tab. 7.1	Porovnání hodnot piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} při pokojové teplotě pro kmitočet 1 kHz měřené jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem	53
Tab. 10.1	Tabulka naměřených hodnot piezoelektrických koeficientů d_{31} a d_{33} piezokeramiky typu PZT a kompozitu typu 0-3 (PZT-polymer) při pokojové teplotě a kmitočtu 1 kHz, měřených různými metodami.....	75

Obsah

PŘÍLOHA

Obsah

A.	Tabulky	91
A.1	Tabulka katalogových hodnot některých parametrů vybraných piezoelektrických keramik typu PZT.....	91
A.2	Materiálové charakteristiky v lineárních piezoelektrických stavových rovnicích.....	92
B.	Rezonanční metoda měření.....	93
B.1	Náhradní obvod rezonátoru.....	93
B.2	Metoda nulové fáze a materiálové parametry	94
B.3	Výsledná tabulka měření materiálových parametrů rezonanční metodou pro EPC856	95
B.4	Výsledná tabulka materiálových parametrů z literatury	95
B.5	Kompletní elasto-piezo-dielektrická matice materiálu APC856	96
C.	Kompozity - některá pravidla pro určení permitivity kompozitu	97
D.	Grafy	100
D.1	Porovnání měření kmitočtových závislostí piezoelektrického koeficientu jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem	100
D.2	Různé typy uchycení vzorků.....	102
D.2.1	Elastické lepení na hranu.....	102
D.2.2	Vzorek volně položený na plochu držáku	104
D.2.3	Vzorek lepený piceinem na kolíček	106
D.3	Teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů vztažené na teplotu fázového přechodu.....	107
D.4	Vliv krytů kryostatu na velikost piezoelektrického koeficientu	109
E.	Náhradní zapojení fázového modulátoru při měření teplotních závislostí	114

A. Tabulky

A.1 Tabulka katalogových hodnot některých parametrů vybraných piezoelektrických keramik typu PZT [31]

Vlastnost	Jednotka	Symbol	APC 841	APC 850	APC 856
Relativní permitivita	1	$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$	1350	1750	4100
Curieova teplota	°C	T_C	320	360	150
Piezoelektrický koeficient	$10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}$ nebo $\text{m}\cdot\text{V}^{-1}$	d_{33}	275	400	620
		$-d_{31}$	109	175	260
		d_{15}	450	590	710
Hustota	kg/m^3	ρ	7600	7700	7500

$\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F}\cdot\text{m}^{-1}$

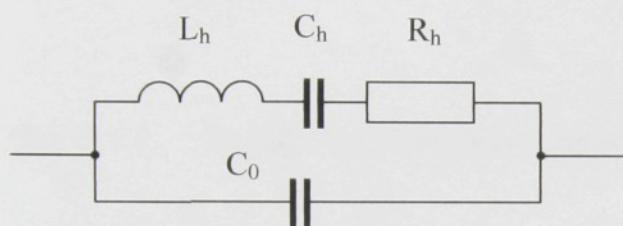
A.2 Materiálové charakteristiky v lineárních piezoelektrických stavových rovnicích [28]

Vlastnosti	Veličina	Označení a definice	Jednotka
tepelné	měrná tepelná kapacita	$c = \frac{\Theta}{\rho} \frac{\partial \sigma}{\partial \Theta} V$	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
elastické	elastický koeficient	$s_{\lambda\mu} = \frac{\partial S_{\lambda}}{\partial T_{\mu}}$	$\text{m}^2 \text{N}^{-1}$
	elastický modul	$c_{\lambda\mu} = \frac{\partial T_{\lambda}}{\partial S_{\mu}}$	$\text{m}^{-2} \text{N}$
dielektrické	permitivita	$\epsilon_{ij} = \frac{\partial D_i}{\partial E_j}$	$\text{m}^{-1} \text{F}$
	impermitivita	$\beta_{ij} = \frac{\partial E_i}{\partial D_j}$	m F^{-1}
piezoelektrické	piezoelektrický koeficient	$d_{i\lambda} = \frac{\partial D_i}{\partial T_{\lambda}} = \frac{\partial S_{\lambda}}{\partial E_i}$	$\text{C N}^{-1}, \text{V}^{-1} \text{m}$
	piezoelektrický koeficient	$g_{i\lambda} = -\frac{\partial E_i}{\partial T_{\lambda}} = \frac{\partial S_{\lambda}}{\partial D_i}$	$\text{m}^2 \text{C}^{-1}, \text{V m N}^{-1}$
	piezoelektrický modul	$h_{i\lambda} = -\frac{\partial E_i}{\partial S_{\lambda}} = -\frac{\partial T_{\lambda}}{\partial D_i}$	$\text{C}^{-1} \text{N}, \text{V m}^{-1}$
	piezoelektrický modul	$e_{i\lambda} = \frac{\partial D_i}{\partial S_{\lambda}} = -\frac{\partial T_{\lambda}}{\partial E_i}$	$\text{m}^{-2} \text{C}, \text{V}^{-1} \text{m}^{-1} \text{N}$
pyroelektrické	pyroelektrický koeficient	$p_i = \frac{\partial D_i}{\partial \Theta} = \frac{\partial \sigma}{\partial E_i}$	$\text{C m}^{-2} \text{K}^{-1}$
	pyroelektrický koeficient	$\pi_i = -\frac{\partial E_i}{\partial \Theta} = \frac{\partial \sigma}{\partial D_i}$	$\text{V m}^{-1} \text{K}^{-1}$
	pyroelektrický modul	$q_i = -\frac{\partial E_i}{\Theta \partial \sigma} = -\frac{\partial \Theta}{\Theta \partial D_i}$	$\text{m}^2 \text{C}^{-1}$
	pyroelektrický modul	$\rho_i = \frac{\partial D_i}{\Theta \partial \sigma} = -\frac{\partial \Theta}{\Theta \partial E_i}$	$\text{V}^{-1} \text{m}$
termomechanické	koeficient tepelné roztažnosti	$\alpha_{\mu} = \frac{\partial S_{\mu}}{\partial \Theta} = \frac{\partial \sigma}{\partial T_{\mu}}$	K^{-1}
	koeficient tepelné rozpínivosti	$\tau_{\mu} = -\frac{\partial T_{\mu}}{\partial \Theta} = \frac{\partial \sigma}{\partial S_{\mu}}$	$\text{N m}^{-2} \text{K}^{-1}$
	modul tepelné rozpínivosti	$\gamma_{\mu} = -\frac{\partial T_{\mu}}{\Theta \partial \sigma} = -\frac{\partial \Theta}{\Theta \partial S_{\mu}}$	1
	modul tepelné roztažnosti	$\sigma_{\mu} = \frac{\partial S_{\mu}}{\Theta \partial \sigma} = -\frac{\partial \Theta}{\Theta \partial T_{\mu}}$	$\text{N}^{-1} \text{m}^2$

B. Rezonanční metoda měření

B.1 Náhradní obvod rezonátoru

Rezonanční metoda měření využívá zapojení náhradního obvodu (obr. B.1.1)



L_h – indukčnost náhradního obvodu rezonátoru
 C_h – kapacita náhradního obvodu rezonátoru
 R_h – rezistence náhradního obvodu rezonátoru
 C_0 – paralelní (statická) kapacita

Obr. B.1.1 Elektrický náhradní obvod rezonátoru pro h-tou harmonickou

Z náhradního obvodu lze určit dva kmitočty:

ω_p - paralelní rezonanční kruhový kmitočet

ω_s - sériový rezonanční kruhový kmitočet

Z kmitočtové závislosti absolutní hodnoty impedance a reálné a imaginární části impedance a z impedance charakteristiky náhradního obvodu vyplývají další význačné kruhové kmitočty:

ω_r - rezonanční kruhový kmitočet odpovídající nulové hodnotě imaginární části impedance

$$X(\omega) = 0$$

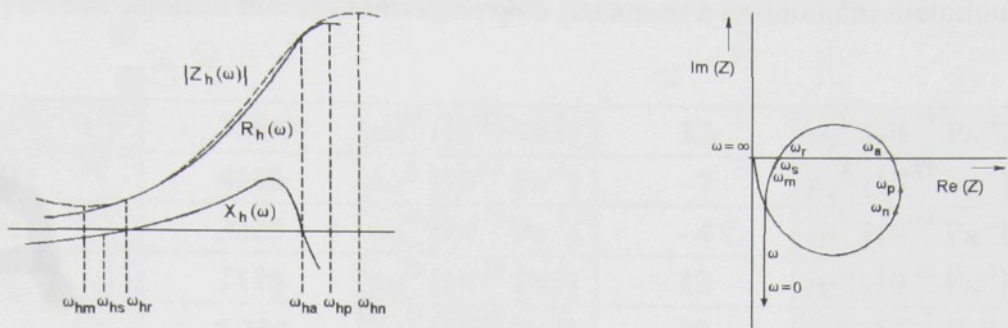
ω_a - antirezonanční kruhový kmitočet odpovídající nulové hodnotě imaginární části impedance

$$X(\omega) = 0$$

ω_m - kruhový kmitočet odpovídající minimální hodnotě impedance ($d|Z(\omega)| / d\omega = 0$)

ω_n - kruhový kmitočet odpovídající maximální hodnotě impedance ($d|Z(\omega)| / d\omega = 0$) [28]

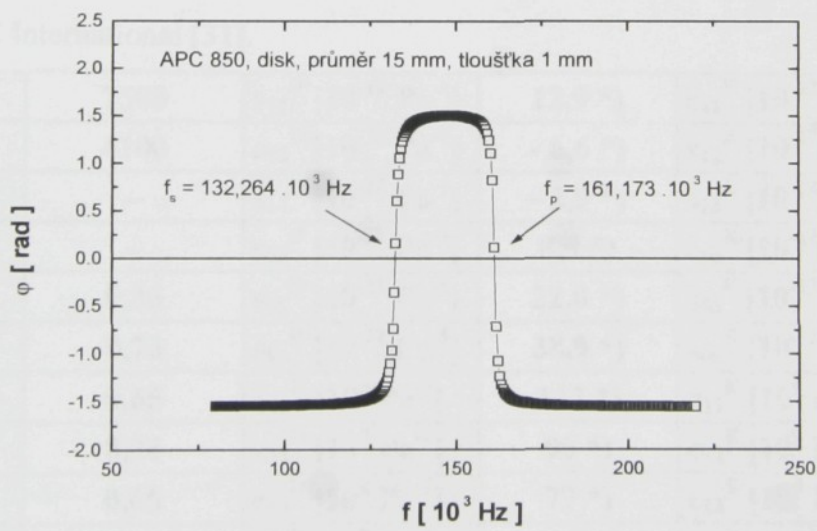
V obrázku B.1.2 je Z_h impedance náhradního obvodu rezonátoru, R_h jeho rezistance a X_h reaktance. Rovněž platí, že $Im(Z) \equiv X_h$ a $Re(Z) \equiv R_h$.



Obr. B.1.2 Rozdíly mezi charakteristickými kruhovými kmitočty náhradního obvodu [28]

B.2 Metoda nulové fáze a materiálové parametry

Stanovení materiálových parametrů z rezonanční metody měření je založeno na určení paralelního a sériového rezonančního kmitočtu. Ty se určí metodou nulové fáze (viz obr. B.2.1) z podmínky $\varphi(Z_h) = 0$.



Obr. B.2.1 Metoda nulové fáze graficky

Z těchto kmitočtů a z kapacity změřené při kmitočtu 1 kHz (a při kmitočtu nad významnými rezonancemi) na vzorcích čtyř typů (hranolky, tyčinky, trámečky, disky) lze určit kompletní matici materiálových parametrů [8, 30].

B.3 Výsledná tabulka měření materiálových parametrů rezonanční metodou pro APC856

ρ [kg·m ⁻³]	7364	s_{11}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	15	s_{11}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	16
$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ [1]	4116	s_{12}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 7	s_{12}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 6
$\epsilon_{11}^T/\epsilon_0$ [1]	3325	s_{13}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 4	s_{13}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 8
$\epsilon_{11}^S/\epsilon_0$ [1]	2116	s_{33}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	12	s_{33}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	21
k_{31} [1]	0,324	s_{55}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	29	s_{55}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	45
k_{33} [1]	0,669	s_{66}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	44	s_{66}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	44
k_{15} [1]	0,603	c_{11}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	129	c_{11}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	130
k_t [1]	0,508	c_{12}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	84	c_{12}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	85
k_p [1]	0,564	c_{13}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	71	c_{13}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	81
d_{31} [10 ⁻¹² C.N ⁻¹]	- 250	c_{33}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	132	c_{33}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	98
d_{33} [10 ⁻¹² C.N ⁻¹]	601	c_{55}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	35	c_{55}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	22
d_{15} [10 ⁻¹² C.N ⁻¹]	695	c_{66}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	23	c_{66}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	23

B.4 Výsledná tabulka materiálových parametrů z literatury

V tabulce jsou uvedeny parametry pro PZT keramiku typu APC 856 dle materiálových listů firmy APC International [31].

ρ [kg·m ⁻³]	7500	s_{11}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	12,9 *)	s_{11}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	15,5 *)
$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ [1]	4100	s_{12}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 6,6 *)	s_{12}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 4,0 *)
$\epsilon_{11}^T/\epsilon_0$ [1]	—	s_{13}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 2,9 *)	s_{13}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	- 8,3 *)
$\epsilon_{11}^S/\epsilon_0$ [1]	—	s_{33}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	8,9 *)	s_{33}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	21,2 *)
k_{31} [1]	0,36	s_{55}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	22,0 *)	s_{55}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	45,0 *)
k_{33} [1]	0,73	s_{66}^D [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	38,9 *)	s_{66}^E [10 ⁻¹² Pa ⁻¹]	38,9 *)
k_{15} [1]	0,65	c_{11}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	142 *)	c_{11}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	126 *)
k_t [1]	0,74	c_{12}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	90 *)	c_{12}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	74 *)
k_p [1]	0,65	c_{13}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	77 *)	c_{13}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	78 *)
d_{31} [10 ⁻¹² C.N ⁻¹]	- 260	c_{33}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	163 *)	c_{33}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	108 *)
d_{33} [10 ⁻¹² C.N ⁻¹]	620	c_{55}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	44 *)	c_{55}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	22 *)
d_{15} [10 ⁻¹² C.N ⁻¹]	710	c_{66}^D [10 ⁹ Pa ⁻¹]	26 *)	c_{66}^E [10 ⁹ Pa ⁻¹]	26 *)

*) V [31] nejsou uváděny hodnoty elastických koeficientů a elastických modulů. Byly použity hodnoty pro materiál TRS600, což odpovídá našemu APC856, zjištěné na <http://www.trsceramics.com/standard.html>.

B.5 Kompletní elasto-piezo-dielektrická matice materiálu APC856

Matice pro symetrii 6mm, resp. ∞ mm [10]

s_{11}	s_{12}	s_{13}	0	0	0	0	0	d_{31}
s_{12}	s_{11}	s_{13}	0	0	0	0	0	d_{31}
s_{13}	s_{13}	s_{33}	0	0	0	0	0	d_{33}
0	0	0	s_{44}	0	0	0	d_{15}	0
0	0	0	0	s_{44}	0	d_{15}	0	0
0	0	0	0	0	s_{66}	0	0	0
0	0	0	0	d_{15}	0	ε_{11}	0	0
0	0	0	d_{15}	0	0	0	ε_{11}	0
d_{31}	d_{31}	d_{33}	0	0	0	0	0	ε_{33}

Konkrétní hodnoty:

16,5	-4,78	-8,45	0	0	0	0	0	-274
-4,78	16,5	-8,45	0	0	0	0	0	-274
-8,45	-8,45	20,7	0	0	0	0	0	593
0	0	0	43,5	0	0	0	741	0
0	0	0	0	43,5	0	741	0	0
0	0	0	0	0	42,6	0	0	0
0	0	0	0	741	0	3130	0	0
0	0	0	741	0	0	0	3130	0
-274	-274	593	0	0	0	0	0	3400

Zdroj - www.efunda.com, materiál PZT-5H („soft“) $\approx$ APC856

$$[s^E] = 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{N}, [d] = 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}, [\varepsilon^T / \varepsilon_0] = 1, \varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$$

C. Kompozity - některá pravidla pro určení permitivity kompozitu

Pro určování permitivity kompozitu z permitivit jednotlivých fází lze použít různá pravidla.

Pro keramické koule rozptýlené ve spojitém polymeru dle [3] platí:

- *Landauerovo pravidlo*: (pro velký objemový poměr koulí)

$$v_1 \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon)}{(\varepsilon_1 + 2\varepsilon)} + v_2 \frac{(\varepsilon_2 - \varepsilon)}{(\varepsilon_2 + 2\varepsilon)} = 0,$$

kde index 1 určuje polymerovou fázi a 2 fázi keramiky a bez indexu je kompozit

- *Kernerovo pravidlo*: (pro velký objemový poměr koulí)

$$\varepsilon = \frac{\varepsilon_1 v_1 + \varepsilon_2 v_2 (E_{2z} / E_{1z})}{v_1 + v_2 (E_{2z} / E_{1z})},$$

kde E jsou průměrná elektrická pole v materiálech 1 a 2 ve směru z , v němž je aplikováno pole E_0

- *Jayasundereho pravidlo*:

$$\varepsilon = \frac{\varepsilon_1 v_1 + \varepsilon_2 v_2 [3\varepsilon_1 / (\varepsilon_2 + 2\varepsilon_1)] [1 + 3v_2 (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) / (\varepsilon_2 + 2\varepsilon_1)]}{v_1 + v_2 (3\varepsilon_1) / (\varepsilon_2 + 2\varepsilon_1) [1 + 3v_2 (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) / (\varepsilon_2 + 2\varepsilon_1)]}$$

uvažuje přítomnost interakcí mezi sousedními koulemi, síla interakcí roste s rostoucím objemovým poměrem keramiky.

Dle [7] pro dvou a vícefázové kompozity platí pravidla:

- *základní pravidlo*: (obecné, na základě teoretických předpokladů i experimentů, vychází z diferenciálních rovnic a okrajových podmínek pro potenciál)

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_2} = f\left(\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2}\right)$$

- *logaritmické Lichteneckerovo pravidlo pro dvě fáze*:

$$\log \varepsilon = v_1 \log \varepsilon_1 + v_2 \log \varepsilon_2$$

- *logaritmické pravidlo pro více fází*:

$$\log \varepsilon = \sum_{i=1}^m v_i \log \varepsilon_i$$

obě tato logaritmická pravidla platí pouze pokud se permitivity složek liší pouze nepatrně

- *Maxwell-Wagnerovo pravidlo:* (pravidelně uspořádané keramické koule)

$$\varepsilon = \varepsilon_1 \frac{2\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + 2\nu_2(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}{2\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - \nu_2(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}$$

- *Modifikované Lichteneckerovo pravidlo*

$$\log \varepsilon = \log \varepsilon_1 + (1 - k)\nu_2 \log \left(\frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1} \right),$$

kde k je charakteristické číslo pro materiál (pro PMMA/BaTiO₃ $k \approx 0,7$), index 1 značí polymer a index 2 keramiku. Toto pravidlo nelépe odpovídá naměřeným hodnotám uvedeného materiálu dle [7].

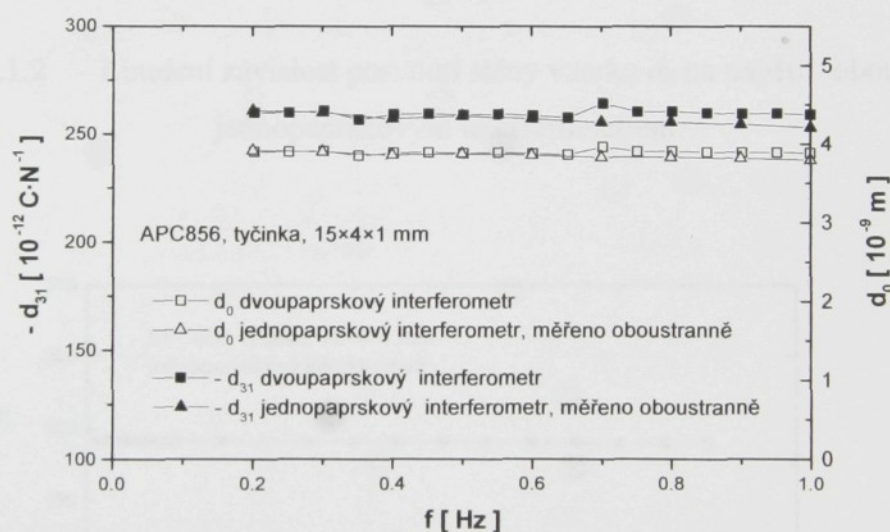
Obecně pro jednotlivé fáze a výsledný kompozit platí dle [11, 14]

Materiál	Klady	Zápory
Piezokeramika (PZT, PbTiO ₃ ...)	d_{33} , d_h vysoké k_t vysoké Permitivita vysoká $\text{tg } \delta$ vysoké	Hustota vysoká Z_A vysoké Q_m vysoké d_h nízké Křehké, neohebné, neslučitelné Vyžadují vlhčení
Polymery (PVDF apod.)	ρ nízké Vysoká flexibilita Permitivita nízká k vysoké	d_{33} , d_h nízké g nízké (snižuje možnost použití jako aktivní prvek) Polarizační pole vysoké - limita tloušťky vzorku
Kompozity (keramika + polymer)	ρ , Z_A , Q_m , $\text{tg } \delta$ - nízké d_h , d_{33} , k_t - průměrné g_h , g_{33} - zlepšení Značná flexibilita	

D. Grafy

D.1 Porovnání měření kmitočtových závislostí jednopaprskovým a dvoupaprskovým interferometrem

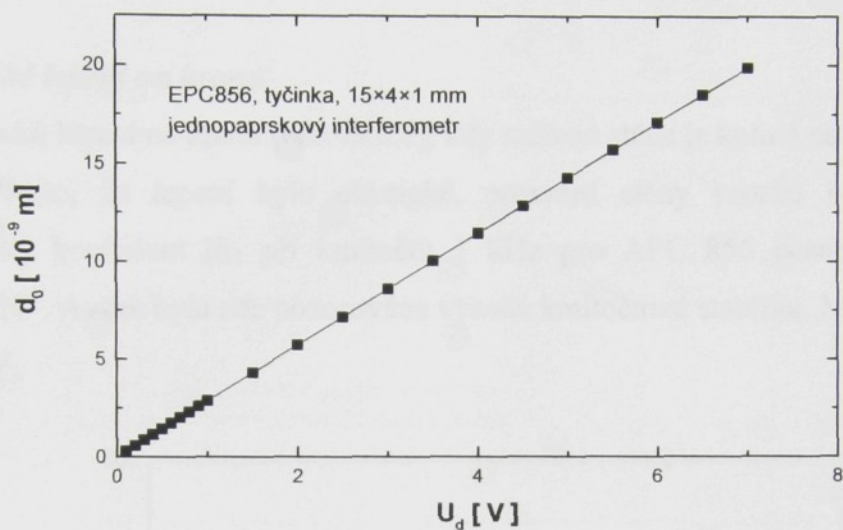
Na obr. D.1.1 je znázorněna kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při napětí 1 V a piezoelektrického koeficientu d_{31} pro tyčinku APC 856 $15 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$, měřenou oboustranně jednopaprskovým interferometrem a dvoupaprskovým interferometrem. Na obr. D.1.2 a D.1.3 jsou napěťové závislosti posunutí stěny vzorku a piezoelektrického koeficientu při kmitočtu 1 kHz pro oboustranné měření jednopaprskovým interferometrem. Napěťové závislosti měření dvoupaprskovým interferometrem jsou uvedeny v kapitole 7.



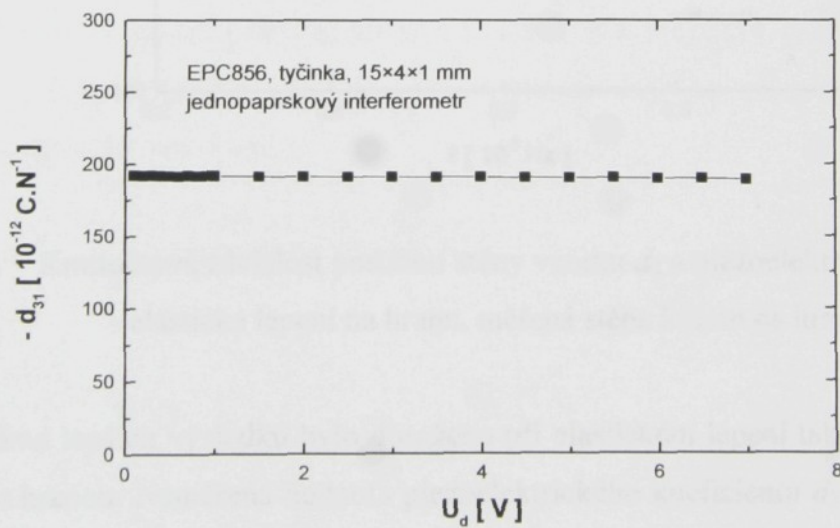
Obr. D.1.1 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} - porovnání měření jednopaprskovým (oboustranně) a dvoupaprskovým interferometrem

Oboustranné měření vzorku při použití jednopaprskového interferometru poskytuje stejné výsledky jako měření dvoupaprskovým interferometrem (viz obr. D.1.1). Lze jej tedy v krajním případě použít. Je nutno však mít vzorek upevněn v držáku, který dovoluje měřit jej z obou stran. Rovněž je nevýhodou, že je nutno provádět měření dvakrát. Vzhledem k vysoké časové stabilitě signálu to však není příliš velký problém. Výhodou je, že sestavení a správné nastavení

jednopaprskového interferometru je nepoměrně snazší a rychlejší než nastavení dvouprskového interferometru.



Obr. D.1.2 Lineární závislost posunutí stěny vzorku d_0 na napětí - oboustranně jednopaprskovým interferometrem.



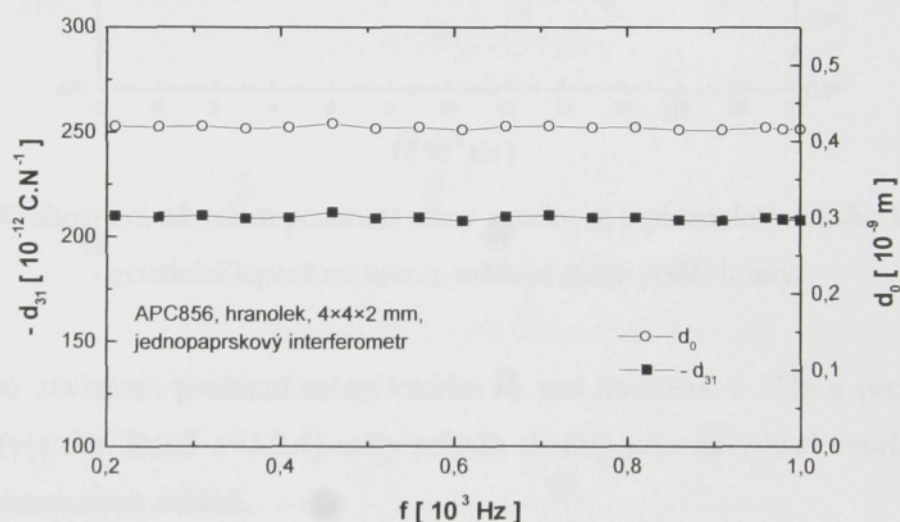
Obr. D.1.3 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} - oboustranně jednopaprskovým interferometrem.

D.2 Různé typy uchycení vzorků

Kromě typů uchycení uvedených v kapitolách 7 - 9 byly testovány další typy, jejich přehled včetně kmitočtových a napětových charakteristik je uveden dále.

D.2.1 Elastické lepení na hranu

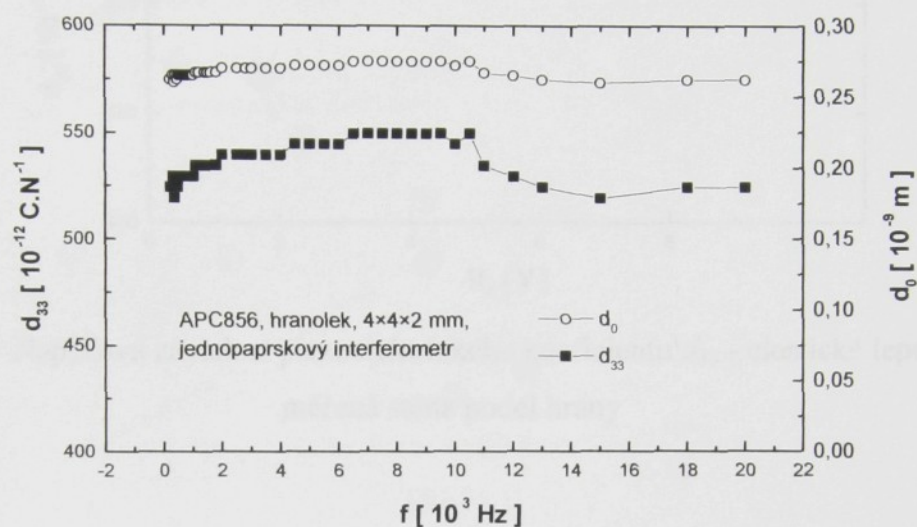
Elastické lepení na hranu (obr. D.2.1), kdy měřená stěna je kolmá na tuto hranu se ukázalo nevhodné. Přesto, že lepení bylo elastické, posunutí stěny vzorku bylo značně sníženo. Piezoelektrický koeficient d_{31} při kmitočtu 1 kHz pro APC 856 dosahoval pouze hodnoty $-208 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$. Avšak byla zde pozorována vysoká kmitočtová stabilita. Měření bylo provedeno při napětí 1 V.



Obr. D.2.1 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} - elastické lepení na hranu, měřená stěna kolmo na hranu

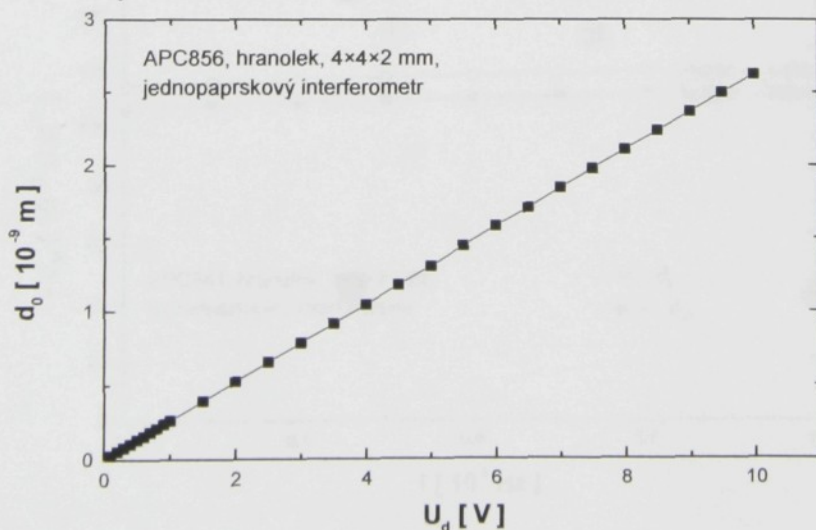
Poněkud lepších výsledků bylo dosaženo při elastickém lepení tak, že měřená stěna byla rovnoběžná s hranou. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu d_{33} byla $529 \cdot 10^{-12} \text{ C} \cdot \text{N}^{-1}$. Avšak kmitočtová stabilita nebyla příliš vysoká (viz obr. D.2.2). Zdá se, že tímto způsobem není vzorek dostatečně pevně uchycen, aby byly odstraněny vlivy kývání vzorku v důsledku jeho kmitání.

Podobná kmitočtová nestabilita byla pozorována při měření vzorku tvaru tyčinky lepené na kuprexitový držák tak, že délka tyčinky byla kolmo na držák. Ve výsledku tohoto měření se objevily jak ohybové kmity tyčinky, tak i vlastní kmitání držáku.

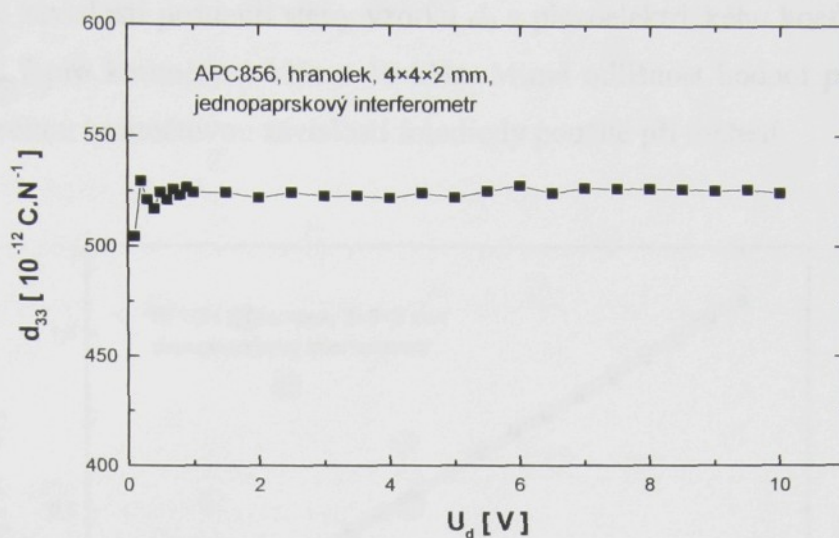


Obr. D.2.2 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{33} - elastické lepení na hranu, měřená stěna podél hrany

Napěťové závislosti posunutí stěny vzorku d_0 pro kmitočet 1 kHz a piezoelektrického koeficientu d_{33} (viz obr. D.2.3 a D.2.4) měly průběh shodný jako závislosti vzorků uchycených do pevných mechanických držáků.



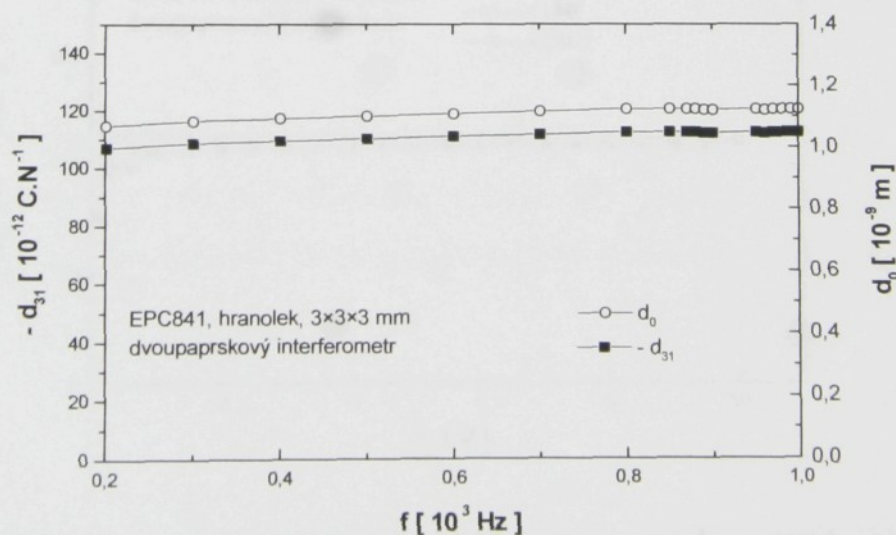
Obr. D.2.3 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 - elastické lepení na hranu, měřená stěna podél hrany



Obr. D.2.4 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{33} - elastické lepení na hranu, měřená stěna podél hrany

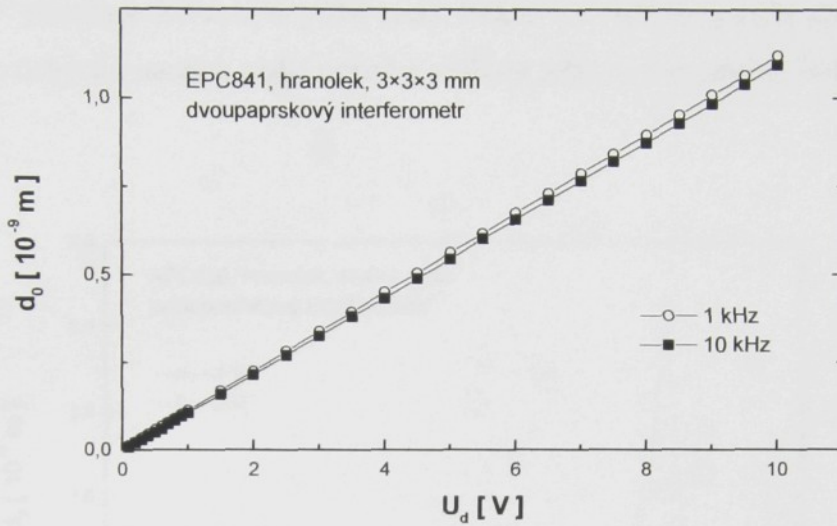
D.2.2 Vzorek volně položený na plochu držáku

Byl měřen i vzorek volně položený na držáku. Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro napětí 10 V a piezoelektrického koeficientu d_{31} v kmitočtovém rozsahu 200 Hz až 1 kHz je na obr. D.2.5. Naměřená hodnota piezoelektrického koeficientu byla $112 \cdot 10^{-12} \text{ C.N}^{-1}$.

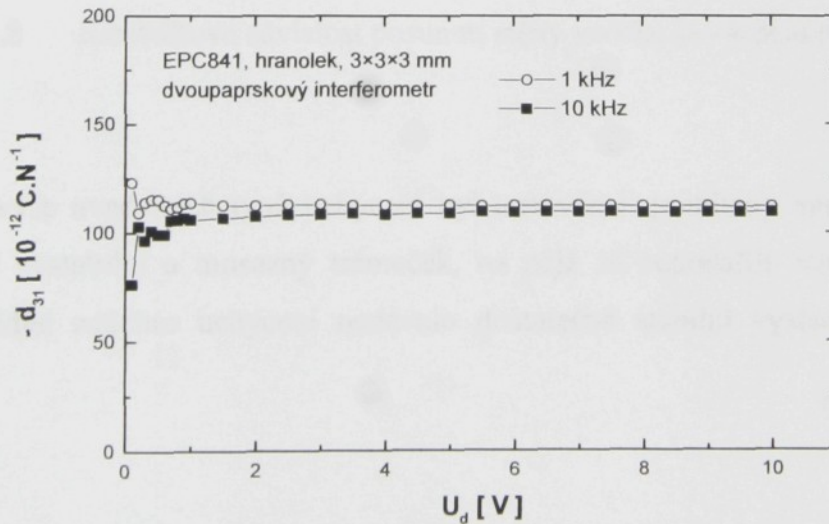


Obr. D.2.5 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} - vzorek volně položený na plochu držáku

Napěťové závislosti posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} jsou na obr. D.2.6 a D.2.7 pro kmitočty 1 kHz a 10 kHz. Mírná odlišnost hodnot pro různé kmitočty může být dána určitou kmitočtovou závislostí fotodiody použité při měření.



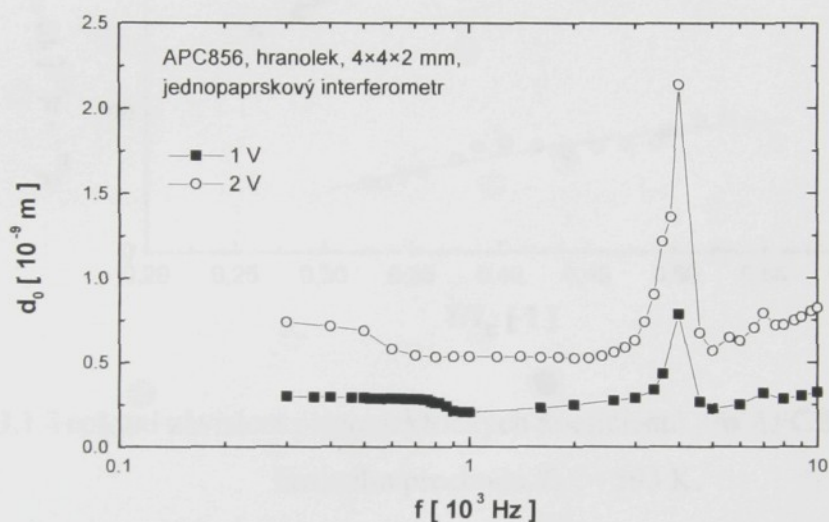
Obr. D.2.6 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 - vzorek volně položený na plochu držáku



Obr. D.2.7 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} - vzorek volně položený na plochu držáku

D.2.3 Vzorek lepený piceinem na kolíček

Na obr. D.2.8 je kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 pro dvě různá napětí vzorku APC 856 lepeného piceinem na kolíček. Toto uchycení se ukázalo jako příliš málo stabilní, neboť plocha kolíčku byla příliš malá. Pokud by však byl použit kolíček s větší plochou, byl by vzorek uchycen naopak příliš pevně a velikost jeho deformace by byla zmenšena.

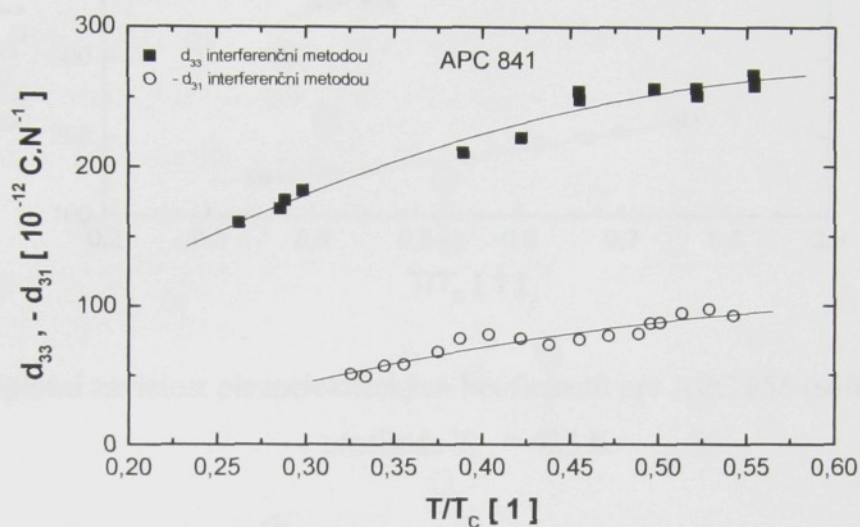


Obr. D.2.8 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 - lepení piceinem na kolíček

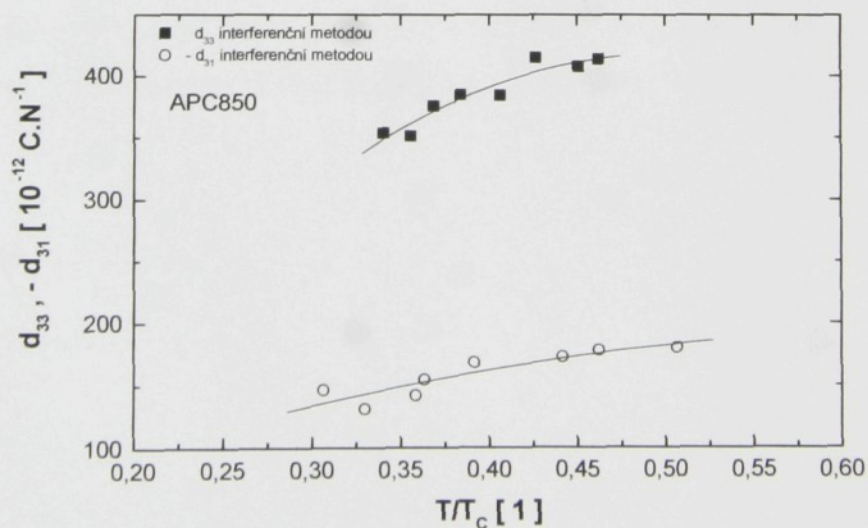
Kromě výše uvedených typů uchycení byl testován kuprexitový vertikální držák, který se ukázal příliš nestabilní a mosazný trámeček, na nějž se nepodařilo vzorek dostatečně pevně přichytit. Žádné z těchto uchycení nedávalo dostatečně stabilní výsledky, nejsou zde proto zařazeny.

D.3 Teplotní závislosti piezoelektrických koeficientů vztažené na teplotu fázového přechodu

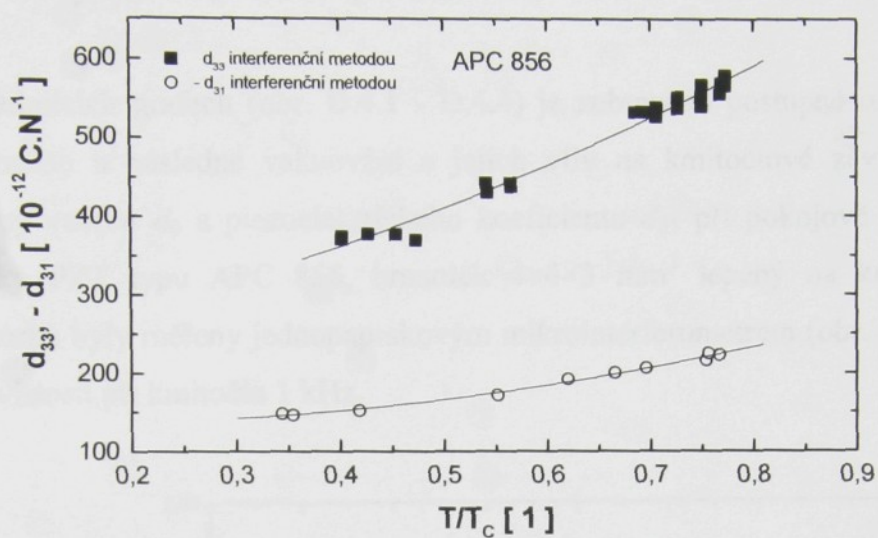
Na obr. D.7.1 až D.7.3 jsou grafy závislostí piezoelektrických koeficientů d_{33} a d_{31} pro „hard“ (APC 841) a „soft“ (APC 850 a APC 856) piezoelektrickou keramiku typu PZT na podílu T/T_C .



Obr. D.3.1 Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů pro APC 841 (hard). Teplota fázového přechodu $T_C = 593 \text{ K}$.



Obr. D.3.2 Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů pro APC 850 (soft). Teplota fázového přechodu $T_C = 633 \text{ K}$.

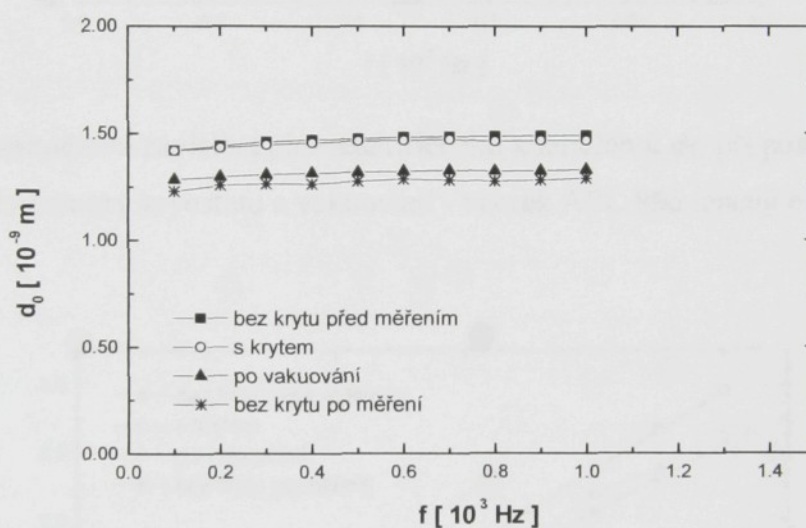


Obr. D.3.3 Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů pro APC 856 (soft). Teplota fázového přechodu $T_c = 423 \text{ K}$.

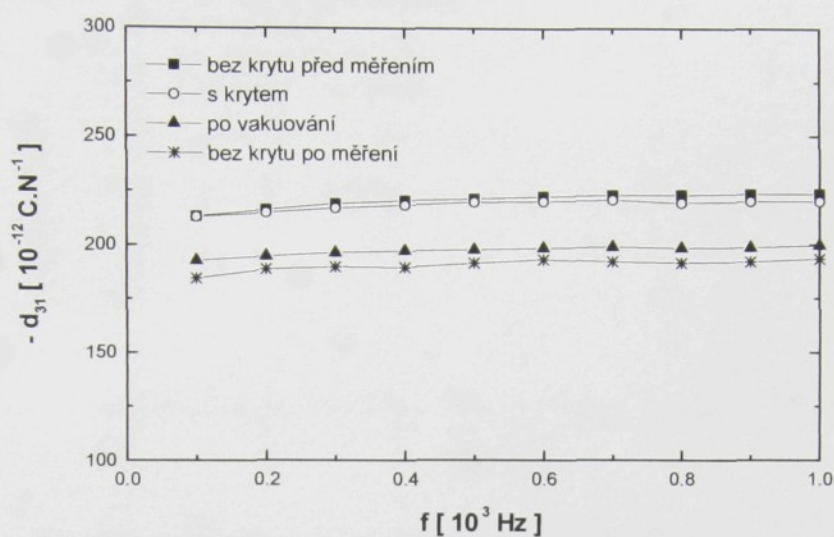
Měření byla prováděna pro napětí 5 V a kmitočet 1 kHz.

D.4 Vliv krytů kryostatu na velikost piezoelektrického koeficientu

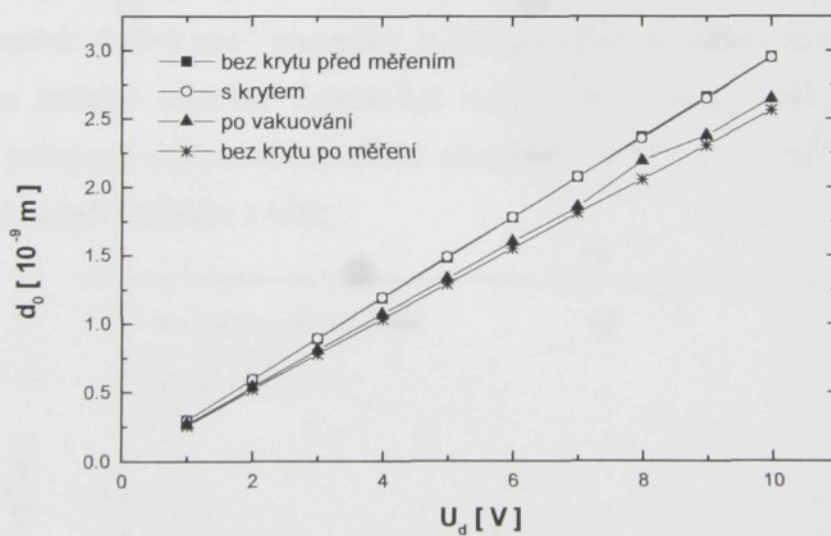
Na následujících grafech (obr. D.4.1 - D.4.4) je zobrazeno postupné uzavírání vzorku do komory kryostatu a následné vakuování a jejich vliv na kmitočtové závislosti naměřených posunutí stěny vzorku d_0 a piezoelektrického koeficientu d_{31} při pokojové teplotě pro vzorek piezokeramiky PZT typu APC 856, hranolek $4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ lepený na kuličce. Kmitočtové závislosti vzorku byly měřeny jednopaprskovým mikroiinterferometrem (obr. 9.1) při napětí 5 V, napěťové závislosti při kmitočtu 1 kHz.



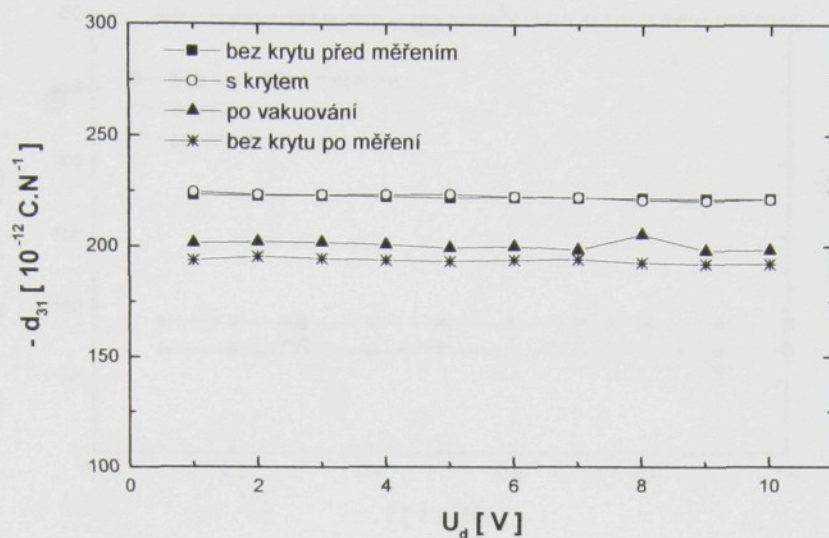
Obr. D.4.1 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 856 lepený na kuličce.



Obr. D.4.2 Kmitočtová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 856 lepený na kuličce.

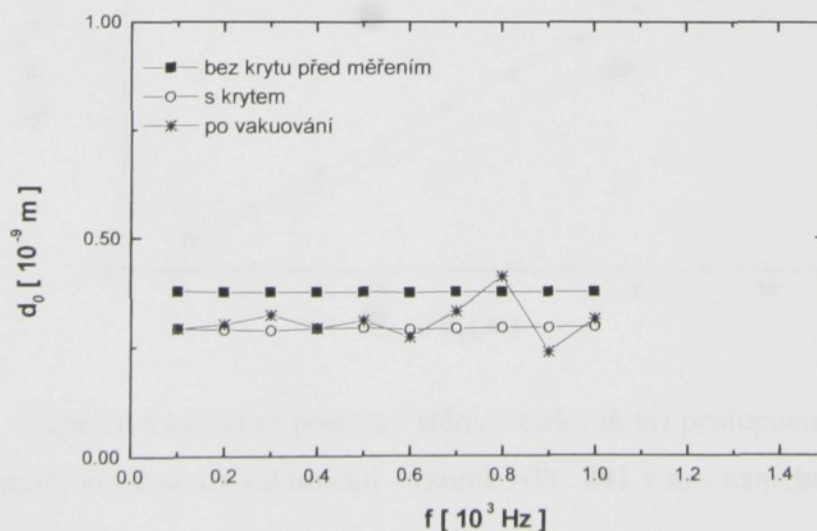


Obr. D.4.3 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 856 lepený na kuličce.

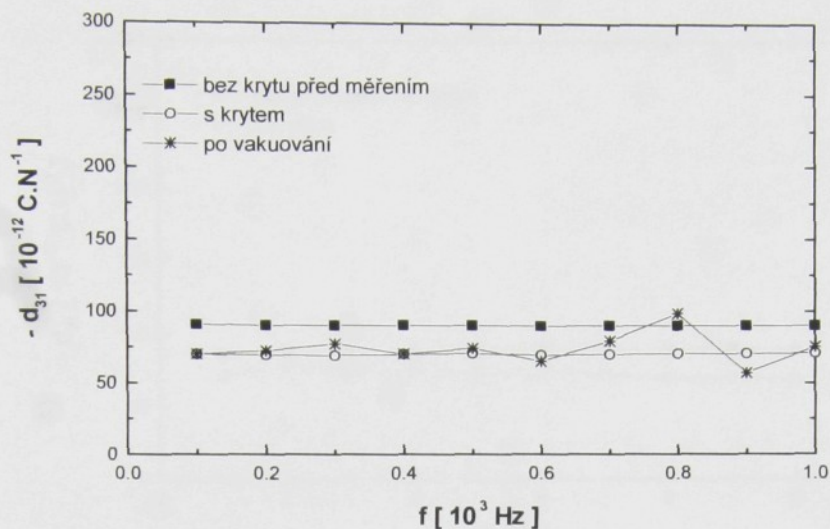


Obr. D.4.4 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 856 lepený na kuličce.

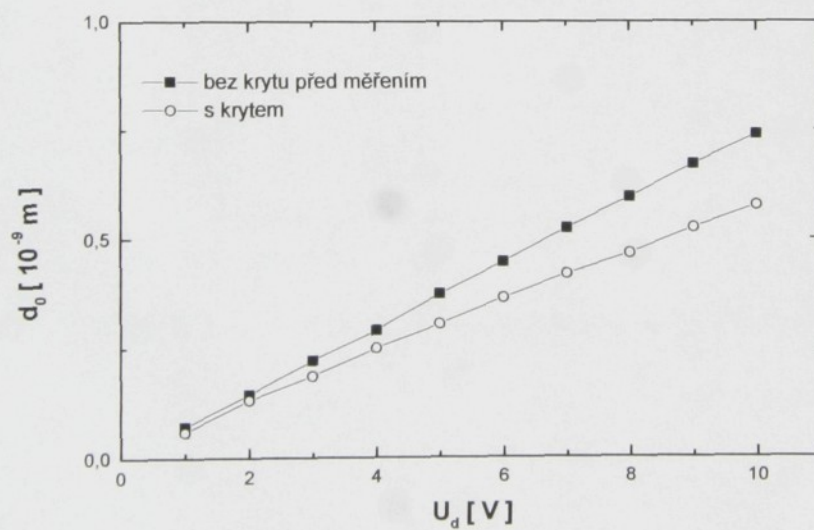
Na obr. D.4.5 - D.4.8 jsou znázorněny kmitočtové a napěťové závislosti pro postupné uzavírání vzorku do komory kryostatu a následné vakuování pro vzorek piezokeramiky PZT typu APC 841, hranolek $4 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ upevněný v mechanickém držáku s hrotem proti povrchové přímce svislého tenkého válečku. Vzorek byl měřen jednopaprskovým mikrointerferometrem (obr. 9.1) při pokojové teplotě. Kmitočtové závislosti vzorku byly měřeny při napětí 5 V, napěťové závislosti při kmitočtu 1 kHz.



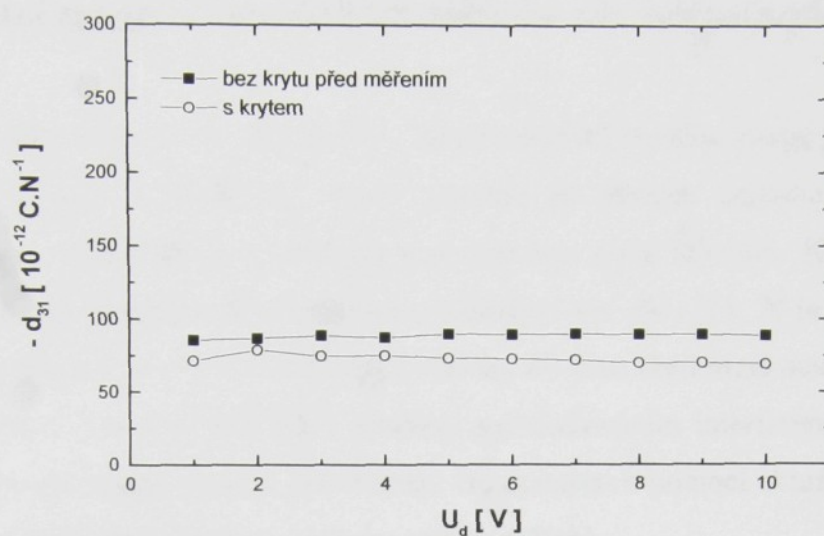
Obr. D.4.5 Kmitočtová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 841 v mechanickém držáku.



Obr. D.4.6 Kmitočtová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 841 v mechanickém držáku.



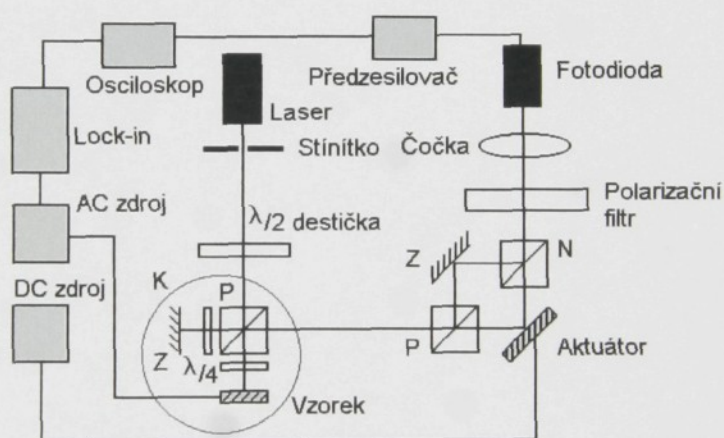
Obr. D.4.7 Napěťová závislost posunutí stěny vzorku d_0 při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 841 v mechanickém držáku.



Obr. D.4.8 Napěťová závislost piezoelektrického koeficientu d_{31} při postupném uzavírání vzorku do komory kryostatu a vakuování - vzorek APC 841 v mechanickém držáku.

E. Náhradní zapojení fázového modulátoru při měření teplotních závislostí

Z fázového modulátoru se mohou do interferenčního obrazce dostat parazitní interferenční proužky. Ty vznikají nežádoucími odrazy paprsku na stěnách krystalu LiNbO_3 , když není paprsek nastaven rovnoběžně s podélnou geometrickou osou krystalu. K odstranění dojde při nahrazení fázového modulátoru náhradním schématem viz obr. E.1, N je nepolarizovaný dělič svazku, Z je zrcátko, P je polarizovaný dělič svazku, $\lambda/4$ jsou čtvrtvlnné destičky, K je vakuovaná komora kryostatu. Toto zapojení řeší i problém s rozladováním interferenčního obrazce vlivem teplotní roztažnosti držáku vzorku. Interferenci lze donastavit pomocí aktuátoru, který je umístěn vně kryostatu a tedy volně přístupný během celého měření.



Obr. E.1 Náhradní zapojení místo fázového modulátoru.

KATEDRA FYZIKY A FYZIKÁLNÍ INŽENÝRSTVÍ

Mgr. Marie Prokopová se narodila 9.11.1975 v Mladé Boleslavi. V roce 1999 absolvovala Pedagogickou fakultu Technické univerzity v Liberci, obor matematika-fyzika. Státní doktorskou zkoušku ve studijním oboru Fyzikální inženýrství se zaměřením na piezoelektrinu složila 22.6.2004. Dizertační práci na téma „Piezoelektrické koeficienty PZT keramiky a kompozitů“ obhájila 22.6.2004.

KATEDRA FYZIKY, FAK. PEDAGOGICKÁ, TU v Liberci

Vážený pan
Doc. Ing. Jiří Vacek, CSc.
děkan FP
zde

Liberec, 5.5.2004

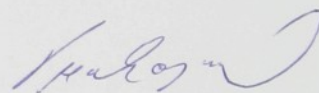
Věc: Přihláška ke státní doktorské zkoušce a k obhajobě disertační práce

Vážený pane děkane,

Přihlašuji se ke státní doktorské zkoušce a k obhajobě disertační práce „*Piezoelektrické koeficienty PZT keramiky a kompozitů*“ v oboru Fyzikální inženýrství.

V Liberci 5.5.2004

Mgr. Marie Prokopová



Děkanát FP obdržel dne: 6.5.2004

Technická univerzita v Liberci
Fakulta pedagogická
Hájkova 6
461 17 LIBEREC