
TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky a mezioborových inženýrských studií

Studijní program: B2612 – Elektrotechnika a informatika

Studijní obor: 2612R011 – Elektronické informační a řídicí systémy

Teplotní roztažnost piezoelektrické PZT keramiky

Thermal expansion of piezoelectric PZT ceramics

Bakalářská práce

Autor:	Dana Pelikánová
Vedoucí práce:	Doc. RNDr. Miroslav Šulc, Ph.D.
Konzultant:	Doc. Mgr. Jiří Erhart, Ph.D.

V Liberci 19. 5. 2006

Prohlášení

Byl(a) jsem seznámen(a) s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé bakalářské práce a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé diplomové práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom(a) toho, že užít své diplomové 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).

Bakalářskou práci jsem vypracoval(a) samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum

Podpis

Touto cestou děkuji všem, kteří mi během řešení bakalářské práce jakkoli pomohli a bez nichž by tato práce nemohla vzniknout.

Dana Pelikánová

Abstrakt

Cílem bakalářské práce je studium teplotní roztažnosti piezoelektrické PZT keramiky. Práce se nejprve zabývá základními elektromechanickými vlastnostmi piezoelektrických látek jako je piezoelektrina, feroelektrina a pyroelektrina. Dále následuje popis PZT keramiky a jejích vlastností, včetně popisu teplotní roztažnosti a jejích koeficientů. Teplotní roztažnost PZT keramiky se měří pomocí laserové interferometrie. Zkoumají se vzorky tvaru kvádrů malých rozměrů, pro které byly upraveny laserový interferometr HP Agilent a Michelsonův interferometr. Vzorky se proměřují v širokém rozsahu teplot. Proto byla uzpůsobena teplotně stabilizovaná komůrka. K měření byly použity zkratované vzorky tvrdé keramiky (APC 880, APC 856) a měkké keramiky (APC 850, APC840). Z naměřených hodnot byly určeny složky tenzoru teplotní roztažnosti.

Klíčová slova: PZT keramika; teplotní roztažnost; laserová interferometrie

Abstract

The purpose of thesis is the study of the thermal expansion of piezoelectric PZT ceramics. The work is dealing about basic elektromechanical property of piezoelectric material, as a piezoelectricity, ferroelectricity and pyroelectricity. Description of a PZT ceramic follows, including description of thermal expansion and its coefficients. Thermal expansion of PZT ceramics is measured by laser interferometry. The small prism shape samples were studied. Laser interferometer HP Agilent and Michelson interferometer were modified for them. Samples are measured in broad range of temperatures. A temperature stabilized chamber was adapted for this measurement. Short-circuited samples of hard ceramics (APC 880, APC 840) and soft ceramics (APC 850, APC856) were applied. Components of thermal expansion tensor were specified from measured values.

Keywords: PZT ceramics; thermal expansion; laser interferometry

Obsah:

ABSTRAKT	5
ABSTRACT	5
OBSAH.....	6
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ	8
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK.....	9
1. ÚVOD	10
2. ELEKTROMECHANICKÉ VLASTNOSTI PEVNÝCH LÁTEK	11
2.1. PIEZOELEKTRICKÝ JEV	11
2.2. PYROELEKTRICKÝ JEV	12
2.3. POPIS FEROELEKTRICKÉHO JEVU	12
3. PZT KERAMIKA	13
3.1. POPIS PZT KERAMIKY	13
3.2. VLASTNOSTI PZT KERAMIKY	15
3.2.1. ZKRÁCENÉ INDEXOVÉ OZNAČENÍ	15
3.2.2. MATERIÁLOVÉ KOEFICIENTY	15
3.3. TEPLOTNÍ ROZTAŽNOST PIEZOELEKTRICKÉ LÁTKY	18
3.3.1. POPIS TEPLOTNÍ ROZTAŽNOSTI	18
3.3.2. PŘÍČINA TEPLOTNÍ ROZTAŽNOSTI	18
3.3.3. TEPLOTNÍ KEFICIENTY DÉLKOVÉ ROZTAŽNOSTI	19
3.3.4. DÉLKOVÁ ROZTAŽNOSTI PIEZOELEKTRICKÉ LÁTKY	20
4. MĚŘÍCÍ METODY	21
4.1. MĚŘENÍ KAPACITY	21
4.2. MĚŘENÍ KOEFICIENTŮ d_{33} A d_{31}	21
4.3. MĚŘENÍ POMOCÍ LASEROVÉ INTERFEROMETRIE	22
4.3.1. INTERFERENCE ELEKTROMAGNETICKÝCH VLN	22
4.3.2. LASEROVÁ INTERFEROMETRIE.....	23
4.3.3. TYPY INTERFEROMETRŮ	23
4.3.4. MODIFIKACE MĚŘÍCÍ SOUSTAVY	25
5. POPIS TEPLOTNĚ STABILIZOVANÉ KOMŮRKY	29
6. POPIS EXPERIMENTU.....	31

7. VÝSLEDKY MĚŘENÍ A JEJICH ZHODNOCENÍ	36
7.1. ZKUŠEBNÍ VZORKY VYROBENÉ Z MĚDI A HLINÍKU	37
7.2. VZOREK APC 840.....	39
7.3. VZOREK APC 850.....	41
7.4. VZOREK APC 856.....	41
7.5. VZOREK APC 880.....	44
7.6. NEZKRATOVANÝ VZOREK	45
7.7. TABULKA KOEFICIENTŮ TEPLOTNÍ DÉLKOVÉ ROZTAŽNOSTI PZT KERAMIKY	46
8. ZÁVĚR	47
LITERATURA.....	48
PŘÍLOHA A – NAMĚŘENÉ HODNOTY	49

Seznam použitých symbolů

A, B, C	Parametry pro výpočet sinusovky
C	Kapacita kondenzátoru
C_0	Statická kapacita piezoelektrického rezonátoru
D_i	Vektor elektrické indukce
d	Vzdálenost mezi deskami kondenzátoru
$d_{ijk}, d_{i\lambda}$	Složky nábojového tenzoru piezoelektrického koeficientu
E_i	Vektor intenzity elektrického pole
$g_{ijk}, g_{i\lambda}$	Složky tenzoru napětového piezoelektrického koeficientu
$\vec{k}$	Vlnový vektor ve směru šíření vlny
l	Celková délka vzorku
l_0	Počáteční délka vzorku
P	Vektor parametrů
p_i	Vektor pyroelektrických koeficientů
R	Rekonstrukční matice
$s_{ijkl}^E, s_{\mu\lambda}^E$	Složky tenzoru elastických koeficientů při konstantním elektrickém poli
S_λ	Vektor deformace
S	Plocha desky kondenzátoru
T_μ	Vektor elastického napětí
X	Vektor bodů x
Y	Vektor bodů y
α	Koeficient teplotní délkové roztažnosti
β_{ij}	Tenzor impermitivity
Δl	Prodloužení vzorku
Δt	Přírůstek teploty
$\Delta\varphi$	Fázový rozdíl světelných vln
ϵ_0	Permitivita vakua
ϵ_{ij}	Tenzor permitivity
θ	Termodynamická teplota
ω	Úhlová frekvence vlny

Seznam použitých zkratk

APC	American Piezo Ceramics Inc.
D	Čtvrtvlnová destička
DS	Nepolarizovaný dělič svazku
DP	Dělič paprsků
HP	Hewlett Packard
MPB	Morphotropic Phase Boundary - morfotropní fázová hranice
PDS	Polarizovaný dělič svazku
PZT	Piezoelektrická keramika ve složení $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$
PZ	Zirkoničitan olova - PbZrO_3
PT	Titaničitan olova - PbTiO_3
Z	Zrcátko

1. Úvod

Piezoelektrické materiály jsou v dnešní době velmi důležitou součástí technických a průmyslových aplikací. Současný výzkum je zaměřen hlavně na nalezení materiálů s lepšími piezoelektrickými vlastnostmi a na důkladné prozkoumání chování těchto materiálů za různých podmínek.

PZT keramika, která je zkoumána v této práci, se vyznačuje tím, že její složení umožňuje existenci stejné fáze materiálu pro široký teplotní rozsah. V tomto rozsahu nedochází k fázovým přechodům, to znamená, že materiálové vlastnosti zůstávají neměnné.

Přesto, že pro použití PZT keramiky v technických aplikacích je teplota důležitým parametrem, nebylo nikdy provedeno měření závislosti délkové roztažnosti na teplotě. Proto je moje práce zaměřena na určení koeficientu teplotní roztažnosti. Toto měření však není standardní záležitostí. Přesné změření závislosti délkové roztažnosti na teplotě malých vzorků PZT keramiky je obtížně proveditelné. Proto je potřeba použít citlivou metodu, kterou je laserová interferometrie. Pro vlastní experiment bylo ještě potřeba modifikovat teplotně stabilizovanou komůrku, ve které se vzorek ohříval.

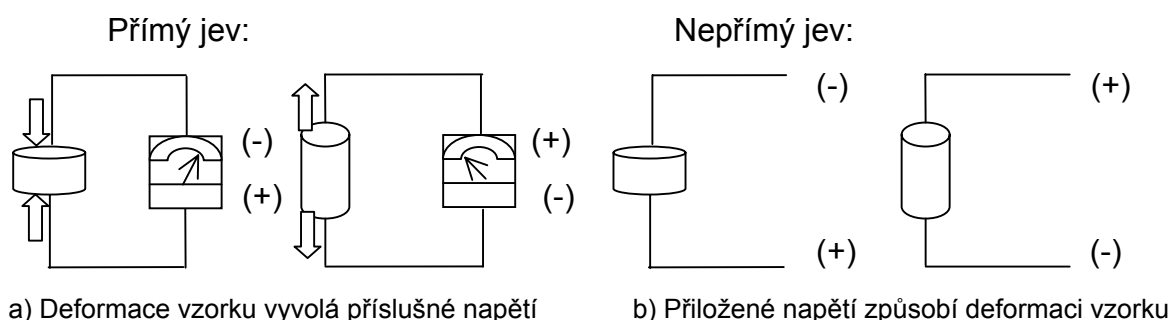
Výsledky měření vedly k určení tenzorů teplotní roztažnosti. V práci jsou také prezentovány lineární závislosti roztažení vzorků na teplotě.

2. Elektromechanické vlastnosti pevných látek

2.1 Piezoelektrický jev

Piezoelektrický jev se vyznačuje tím, že u piezoelektrických látek je vznikající elektrický náboj přímo úměrný mechanickému namáhání. To znamená, že mechanická deformace vyvolá elektrickou polarizaci, což nazýváme přímým jevem (obr.1.1 (a)). Naopak přivedené elektrické napětí vyvolá mechanické namáhání. Tomu říkáme nepřímý jev (obr.1.1 (b)) neboli obrácený piezoelektrický jev.

Tento jev byl objeven v roce 1880 bratry Peirrem a Jaquesem Curieovými a od poloviny 20.století se průmyslově využívá.



Obr.1.1. Přímý (a) a převrácený (b) piezoelektrický jev

Piezoelektrický jev je podmíněn tím, že látka nesmí mít střed symetrie. To splňuje 21 krystalových tříd ze 32 možných. Výjimkou je krystalická třída 432, která sice nemá střed symetrie, ale vzhledem k tomu, že prvky symetrie mají symetrické rozložení, piezoelektrický jev také nevykazuje. Piezoelektrický jev tedy najdeme u 20-ti krystalových struktur.

2.2 Pyroelektrický jev

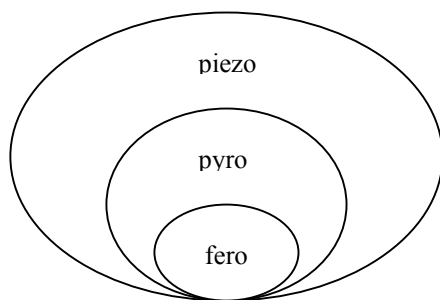
Při pyroelektrickém jevu vznikne elektrický náboj na povrchu látky vlivem změny elektrické polarizace při změně teploty. K tomuto jevu také existuje jev obrácený, tak zvaný elektrokalorický jev.

Pyroelektrický jev vykazují pouze krystalové třídy s polární osou, kterých je deset z předchozích dvaceti. Tento jev se vyskytuje například u $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ nebo u křemene.

2.3 Feroelektrický jev

U materiálů vyznačujících se feroelektrickým jevem existuje spontánní uspořádání elektrických dipólů. To znamená, že dochází ke spontánní polarizaci, kdy dojde k orientaci dipólových momentů. Takové materiály se projevují doménovou strukturou, kdy oblasti s rozdílnými materiálovými vlastnostmi jsou prostorově ohraničeny, a jejich charakteristika polarizace je hysterezní smyčkou. [5]

Vzájemné vztahy těchto vlastností vystihuje následující diagram (obr. 2)



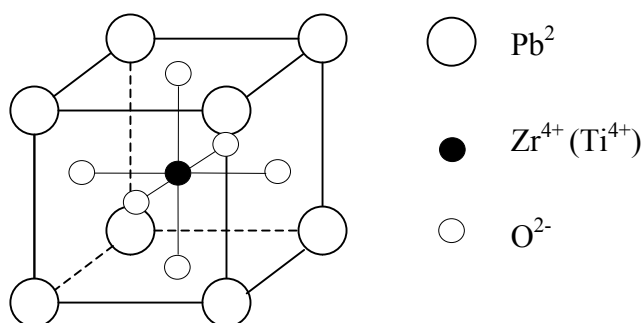
Obr.2. Vzájemný vztah mezi piezoelektrickými, pyroelektrickými a feroelektrickými látkami

3 PZT keramika

3.1 Popis PZT keramiky

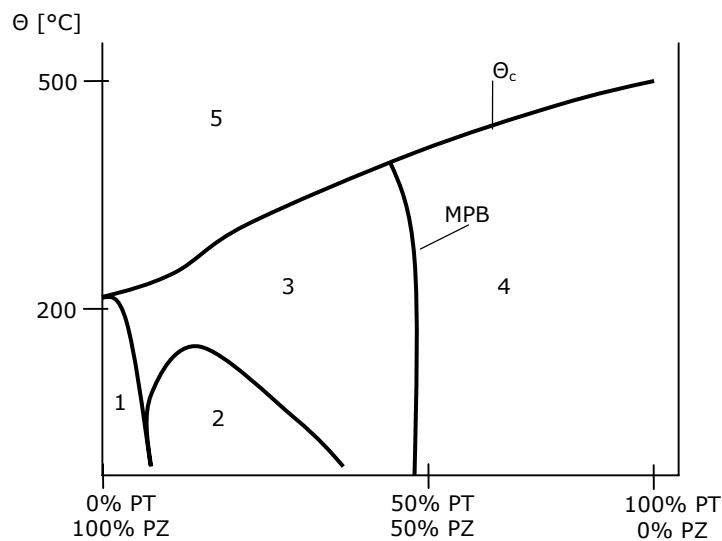
Objev PZT keramiky spadá do 50.let 20.století, přesněji do roku 1954. Tyto keramiky mají dobré feroelektrické vlastnosti a proto se u nich vyskytuje piezoelektrický jev.

Jako PZT keramiku označujeme materiály, které jsou na bázi tuhých roztoků oxidů olova, zirkonu a titanu (PbZrO_3 a PbTiO_3). Složení těchto oxidů se nejčastěji používá v poměru 48% PZ a 52% PT. Obě tyto látky mají perovskitovou strukturu, jejíž symetrie je znázorněna na obr.3



Obr.3. Základní buňka perovskitové struktury

Na stavovém diagramu systému PZT keramiky vidíme, že právě v této oblasti se nachází morfotropní fázová hranice (MPB), kde existují společně dvě fáze. To způsobuje stálost materiálových vlastností, protože nedochází k fázovým přechodům, které mění symetrii materiálu (obr.4).



- 1 - Antiferoelektrická ortorombická oblast
- 2 - Feroelektrická nízkoteplotní trigonální oblast
- 3 - Feroelektrická vysokoteplotní trigonální oblast
- 4 - Feroelektrická tetragonální oblast
- 5 - Paraelektrická kubická oblast

Obr.4. Stavový diagram

Také můžeme pozorovat stav, kdy se keramika při přechodu nad určitou teplotou stane paraelektrickou, to znamená, že u ní zanikne feroelektrická vlastnost. Tuto teplotu nazýváme Curieova teplota a pro PZT keramiku se pohybuje obvykle v rozmezí od 150°C do 360°C.

PZT keramika je polykrystalický materiál, to znamená, že je tvořen ze zrn, uvnitř kterých jsou domény tvořící lamely. Zrna jsou nahodile uspořádána vůči sobě a proto je nutné je srovnat co nejvíce do jednoho směru. To se provádí polarizací, například nanesením elektrod. Z tohoto hlediska rozlišujeme měkké (soft) a tvrdé (hard) keramiky. U soft keramik lze snadno dosáhnout pohybu doménových stěn a proto stačí polarizovat při nižších teplotách a slabších elektrických polích. U hard keramiky je potřeba polarizovat při silnějším elektrickém poli a při vyšší teplotě, která také usnadňuje pohyb doménových stěn. Nesmí však přesáhnout Curieovou teplotu.

Piezoelektrická keramika má po polarizaci polární symetrii ∞mm . [1]

3 Vlastnosti PZT keramiky

3.2.1 Zkrácené indexové označení

Nejprve bychom si měli vysvětlit zjednodušení, které je možno zavést u indexů vlastností krystalické látky. Ty jsou anizotropní, to znamená, že vzhledem ke směru polarizace mají různé hodnoty. Proto se k jejich popisu používají tenzory. Počet složek tenzoru závisí na jeho řádu, tedy tenzor n-tého řádu má 3^n různých složek. Vzhledem k tomu, že krystalické látky vykazují symetrii, můžeme využít nahrazení dvou indexů jedním podle následující tabulky (tab.1).

Tab.1:

11	22	33	23,32	13,31	12,21
1	2	3	4	5	6

3.2.2 Materiálové koeficienty

Základní elektromechanické vlastnosti materiálu jsou vlastnosti elastické, piezoelektrické a dielektrické.

Tenzor elastických konstant je označen symbolem $s_{\lambda\mu}$ a označuje poměr deformace S_λ a elastického napětí T_μ .

$$S_\lambda = s_{\lambda\mu} \cdot T_\mu$$

$$s_{\lambda\mu} = \begin{pmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{12} & s_{11} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{13} & s_{13} & s_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(s_{11} - s_{12}) \end{pmatrix}$$

Tenzor piezoelektrických konstant $d_{i\mu}$ vyjadřuje u přímého piezoelektrického jevu poměr mezi elektrickou indukcí D_i a mechanickým napětím T_μ

$$D_i = d_{i\mu} \cdot T_\mu$$

$$d_{i\mu} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

U nepřímého jevu je to pak poměr mezi deformací S a intenzitou elektrického pole E .

$$S_{\lambda} = d_{i\lambda} \cdot E_i$$

Dielektrickou vlastnost materiálu vyjadřuje tenzor permitivity ε_{ij} , který můžeme charakterizovat jako poměr elektrické indukce D a intenzity elektrického pole E .

$$D_i = \varepsilon_{ij} \cdot E_j$$

$$\varepsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

Když nebudeme uvažovat tepelné jevy, výsledné lineární stavové rovnice pak budou mít tvar:

$$S_{\lambda} = s_{\lambda\mu}^E \cdot T_{\mu} + d_{j\lambda} \cdot E_j$$

$$D_i = d_{i\mu} \cdot T_{\mu} + \varepsilon_{ij}^T \cdot E_j$$

kde tenzorové veličiny deformace S_{λ} a elastické napětí T_{λ} znázorněné v maticovém tvaru vypadají takto:

$$S_{\lambda} = \begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{pmatrix} \quad T_{\lambda} = \begin{pmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{pmatrix}$$

A vektorové veličiny intenzita elektrického pole E a posunutí D takto:

$$E_i = \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix} \quad D_i = \begin{pmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{pmatrix}$$

Lineární stavové rovnice lze zapsat také ve tvaru:

$$S_{\lambda} = s_{\lambda\mu}^D T_{\mu} + g_{j\lambda} D_j \quad \text{pro nepřímý piezoelektrický jev}$$

$$E_i = -g_{i\mu} T_{\mu} + \beta_{ij}^T D_j \quad \text{pro přímý piezoelektrický jev}$$

kde tenzor $g_{i\mu}$ vyjadřuje poměr intenzity elektrického pole E a elastického napětí T nebo poměr deformace S a elektrické indukce D.

$$g_{i\mu} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & g_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & g_{15} & 0 & 0 \\ g_{31} & g_{31} & g_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Symbol β_{ij} se nazývá impervitivita a vyjadřuje převrácenou hodnotu permitivity, to znamená podíl intenzity elektrického pole E a elektrické indukce D. $\beta_{ij} = \frac{1}{\epsilon_{ij}}$

$$\epsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \beta_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \beta_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \beta_{33} \end{pmatrix}$$

[1]

3.3 Teplotní roztažnost piezoelektrické látky

3.3.1 Popis teplotní roztažnosti

Teplotní roztažností nazýváme fyzikální jev, při kterém dochází ke změně rozměrů tělesa při změně jeho teploty. S rostoucí teplotou se zvětšuje délka i objem pevné látky a zmenšuje se její hustota.

U pevných látek, jako jsou například tyče, dráty a podobně převažuje roztažnost jednoho směru. To nazýváme délkovou teplotní roztažností a platí lineární vztah, kdy je prodloužení tělesa přímo úměrné počáteční délce a přírůstku teploty:

$$\Delta l = l_0 \alpha \Delta t$$

jeho celková délka l pak bude vyjádřena lineární funkcí :

$$l = l_0(1 + \alpha \Delta t)$$

Veličina α je tzv. teplotní součinitel (teplotní koeficient) délkové roztažnosti daného materiálu. Jeho jednotka je K^{-1} a hodnota této fyzikální veličiny je pro každou látku charakteristickým parametrem.

Nutno poznamenat, že tento vztah platí poměrně přesně pouze pro běžný rozsah teplot v řádu několika desítek stupňů. Při větším rozsahu teplot (stovky či tisíce stupňů) je třeba tuto lineární závislost nahradit přesnější závislostí kvadratickou.

Se změnou rozměrů souvisí i změna objemu. Tento jev popisuje objemová teplotní roztažnost těles:

$$V = V_0(1 + \beta \Delta t)$$

kde β je teplotní součinitel objemové roztažnosti. U izotropní látky je $\beta \sim 3\alpha$.
Jednotkou je také K^{-1} .

3.3.2 Příčina teplotní roztažnosti

Pro pochopení tepelné roztažnosti je možné vycházet z představy klasického oscilátoru popisující dvojici atomů při teplotě T a vliv anharmonických členů v potenciální energii na jejich střední vzdálenost.

Vzájemné působení sil mezi atomy mají při různých vzdálenostech různý charakter. Při větší vzdálenosti mezi atomy mají tyto síly charakter přitažlivých sil, ale se zmenšením vzdálenosti mezi atomy se změní znaménko sil a atomy se začnou odpuzovat. Proto říkáme, že atomy vykonávají anharmonické kmity.

Jelikož se zvýšením teploty dochází ke zvýšení energie molekulového pohybu, rostou tepelné kmity atomů mřížky. Atomy mají větší amplitudu kmitání a začnou převládat odpudivé síly nad přitažlivými. Důsledkem je, že střední vzdálenost mezi atomy se zvětší a tím se také zvětší objem tělesa. [6]

3.3.3 Teplotní koeficienty délkové roztažnosti

Teplotní koeficient délkové roztažnosti se značí α a jeho jednotkou je K^{-1} nebo také $^{\circ}C^{-1}$.

Definuje ho vztah
$$\alpha = \frac{1}{l} \left(\frac{\partial l}{\partial \theta} \right)_{\theta_0}$$

Pomocí tohoto koeficientu rozšíříme lineární stavové rovnice, které platí jen při zanedbání tepelných vlivů.

Při zapojení se zkratovanými elektrodami má stavová rovnice tvar:

$$S_{ij} = s_{ijkl}^{E,\theta} T_{kl} + d_{kij} E_k + \alpha_{ij}^{E,T} \Delta \theta \quad (1)$$

s nezkratovanými elektrodami vypadá stavová rovnice pak takto:

$$S_{ij} = s_{ijkl}^{\theta,D} T_{kl} + g_{kij} D_k + \alpha_{ij}^{D,T} \Delta \theta \quad (2)$$

Pro přímý jev má rovnice tvar:

$$D_i = d_{ikl} T_{kl} + \varepsilon_{ik}^{T,\theta} E_k + p_i^{T,E} \Delta \theta \quad (3)$$

p_i označuje pyroelektrický koeficient a jeho jednotkou je $[C/K.m^2]$

3.3.4 Délková roztažnost piezoelektrické látky

Rovnici (3) s přečíslovanými indexy $D_k = d_{klm} T_{lm} + \varepsilon_{kl}^{T,\theta} E_l + p_k^{T,E} \Delta\theta$

dosadíme do rovnice (2) a dostaneme vztah

$$\begin{aligned} S_{ij} &= \alpha_{ij}^{D,T} \Delta\theta + s_{ijkl}^{D,T} T_{kl} + g_{kij} (p_k^{T,E} \Delta\theta + d_{klm} T_{lm} + \varepsilon_{kl}^{T,\theta} E_l) = \\ &= (\alpha_{ij}^{D,T} + g_{kij} p_k^{T,E}) \Delta\theta + (s_{ijkl}^{D,T} + g_{kij} d_{klm}) T_{lm} + g_{kij} \varepsilon_{kl}^{T,\theta} E_l \end{aligned}$$

Porovnáním koeficientů u proměnných $\Delta\theta$, T_{lm} , E_l , a srovnáním s rovnicí (3) dostáváme rozdíl teplotních koeficientů pro elektrody zkratované a nezkratované

$$s_{ijlm}^{E,\theta} = s_{ijlm}^{\theta,D} + g_{kij} d_{klm}$$

$$d_{kij} = g_{lij} \varepsilon_{lk}^{T,\theta}$$

$$\alpha_{ij}^E - \alpha_{ij}^D = \sum_k p_k^T g_{kij}$$

Jelikož vektor pyroelektrických koeficientů má tvar $p = (0, 0, p_3)$, při použití zkráceného indexového označení dostaneme rozdíl teplotních koeficientů pro dva směry:

$$\alpha_{11}^E - \alpha_{11}^D = p_3^T g_{31}$$

$$\alpha_{33}^E - \alpha_{33}^D = p_3^T g_{33}$$

Koeficienty g_{kij} neznáme, a proto využijeme vztahu $d_{ijk} = \varepsilon_{il} \cdot g_{ljk}$. Se zkráceným indexovým označením vypočítáme g ze vztahů

$$g_{33} = \frac{d_{33}}{\varepsilon_{33}} \quad \text{a} \quad g_{31} = \frac{d_{31}}{\varepsilon_{33}}$$

Kde konstanty d_{33} d_{31} zjistíme měřením na d_{33} (d_{31}) metru a permitivitu ε_{33} určíme změřením kapacity vzorku.

Po dosazení získáme vztahy pro teplotní koeficienty délkové roztažnosti piezoelektrické látky:

$$\alpha_{11}^E - \alpha_{11}^D = p_3^T \frac{d_{31}}{\varepsilon_{33}}$$

$$\alpha_{33}^E - \alpha_{33}^D = p_3^T \frac{d_{33}}{\varepsilon_{33}}$$

4. Měřicí metody

4.1 Měření kapacity

Statické měření kapacity vzorku spočítáme jako kapacitu deskového kondenzátoru ze vztahu:

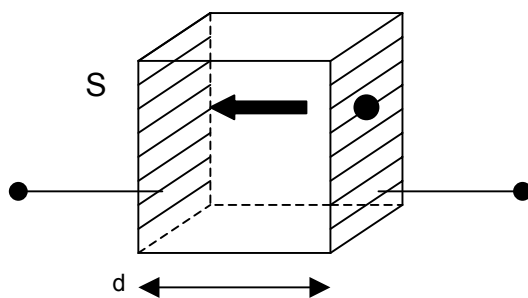
$$C = \varepsilon_{33}^T \varepsilon_0 \frac{S}{d}$$

kde C je kapacita kondenzátoru

S je plocha desky kondenzátoru a

d je vzdálenosti mezi deskami

U našeho vzorku to vypadá takto (obr.5.1):



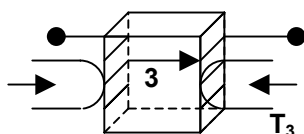
Šipka s tečkou označují směr polarizace

Obr.5. Polarizovaný vzorek

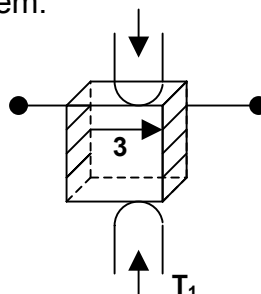
4.2 Měření koeficientů d_{33} a d_{31}

Tyto koeficienty změříme přímo podle obrázku (obr.5.2 (a), (b)):

a) d_{33} – metrem:



b) d_{31} – metrem:



Obr. 52.2. Vzorek měřený d_{33} – metrem (a) a d_{31} – metrem

4.3 Měření pomocí laserové interferometrie

4.3.1 Interference elektromagnetických vln

Nejprve si řekneme něco o světelných vlnách. Světlo je druh elektromagnetického vlnění, které můžeme popsat pomocí dvou na sebe navzájem kolmých vektorů a to vektorem elektrického pole $\vec{E}$ a vektorem magnetické indukce $\vec{B}$.

Při popisu monochromatické vlny upřednostníme popis pomocí elektrického pole, neboť jeho silové účinky jsou větší než silové účinky magnetické indukce.

$$\vec{E}(\vec{r}, t) = \vec{E}(\vec{r}) \cdot \exp i(\omega \cdot t - \vec{k} \cdot \vec{r})$$

Vektor $\vec{E}$ je obecně závislý na čase i na umístění v prostoru,

Vektor $\vec{E}(\vec{r})$ nazýváme komplexní amplitudou a je to na čase nezávislá část $\vec{E}$,

ω je úhlová frekvence vlny a $\vec{k}$ je vlnový vektor ve směru šíření vlny.

Z linearity vlnové funkce vyplývá princip superpozice, tzn. že je-li v prostoru více optických vln, výsledná vlnová funkce je rovna součtu jednotlivých vlnových funkcí.

Intenzita výsledné vlnové funkce ale nemusí být součtem intenzit jednotlivých vln, protože mezi nimi dochází k interferenci. Intenzitu superpozice vyjádříme rovnicí

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cdot \cos \Delta\varphi \quad \text{kde } \Delta\varphi \text{ je rozdíl jednotlivých fází vln}$$

Jsou-li vůči sobě vlny posunuty o vzdálenost d , pak vlnový vektor $\vec{k} = \frac{\Delta\varphi}{d}$.

To můžeme přepsat do tvaru $\vec{k} = \frac{2\pi}{\lambda}$, kde λ je vlnová délka, neboli délka jedné periody vlny. Výsledná rovnice, pomocí které můžeme měřit posunutí oproti vlnové délce použitého světla, vypadá tedy takto: $I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cdot \cos(2\pi d / \lambda)$

4.3.2 Laserová interferometrie

K měření velmi malých posunutí, jako například k měření posunutí vyvolaných piezoelektrickým jevem nebo teplotní roztažností malých vzorků potřebujeme použít citlivou a přesnou metodu, která je schopna tato malá posunutí změřit. K tomu je nejvhodnější laserová interferometrie v homodynových detektorech.

Interferometrie v heterodynových detektorech není podstatná pro náš experiment, a proto není nutné ji popisovat. Viz [3]

Princip laserové interferometrie v homodynových detektorech spočívá v tom, že dochází k interferenci dvou paprsků o stejné frekvenci. Paprsek se rozdělí do dvou větví, kdy dopadá v jedné větvi na vzorek a v druhé větvi na referenční zrcátko, a poté se znovu spojí. Intenzita interferované vlny s vlnovou délkou λ má pak intenzitu

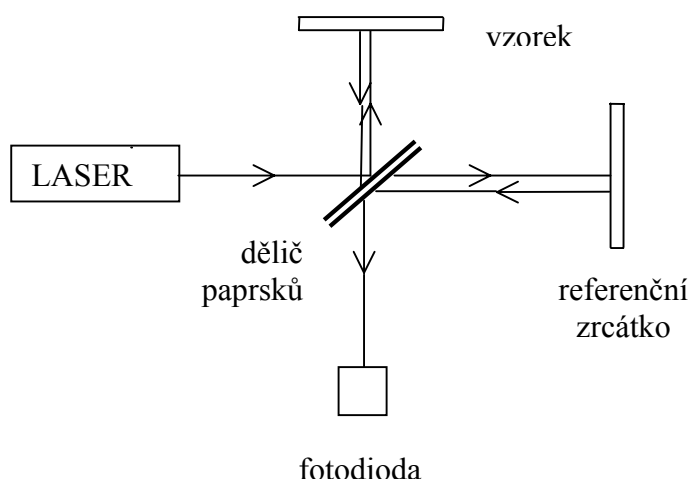
$$I = I_p + I_r + 2\sqrt{I_p I_r} \cdot \cos \Delta\varphi$$

I_p je intenzita paprsku, který směřujeme na vzorek s posunutím, I_r je intenzita referenčního paprsku a $\Delta\varphi$ je rozdíl jednotlivých fází vln.

4.3.3 Typy interferometrů

Nejpoužívanějším interferometrem je jednopaprskový Michelsonův interferometr (obr.4.1).

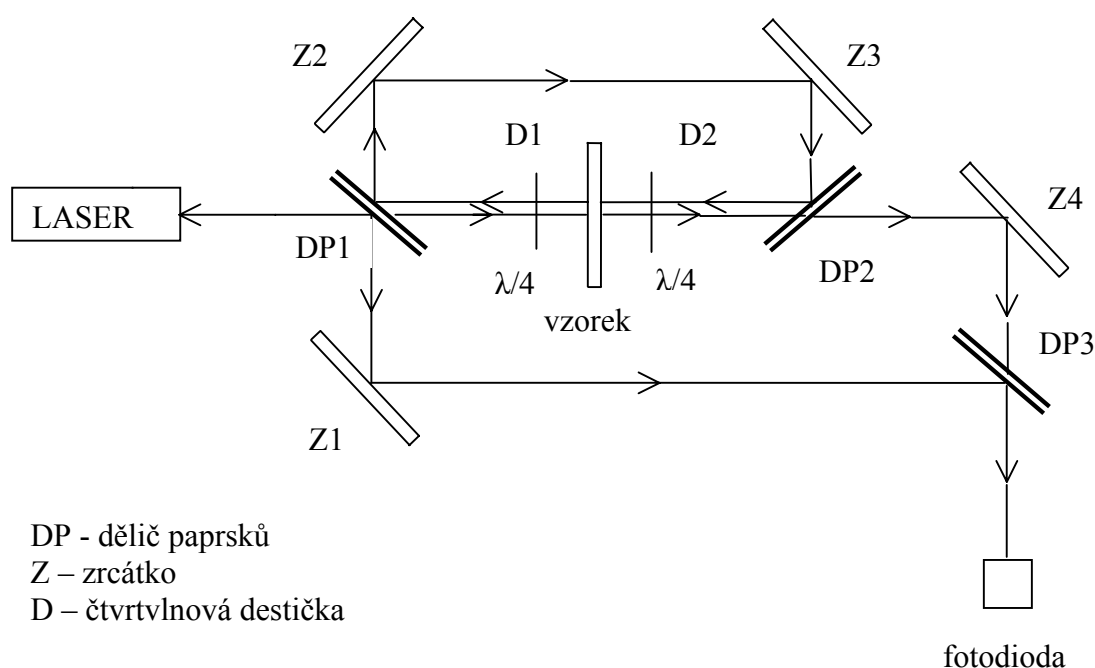
Jeho princip je velice jednoduchý a spočívá v tom, že nepolarizovaný dělič rozdělí laserový paprsek do dvou ortogonálních větví, a po odrazu na vzorku a na referenčním zrcátku se opět na nepolarizovaném děliči spojí. Cestou na fotodiodu pak dojde k interferenci. Intenzita světla na fotodiodě pak odpovídá interferenční rovnici (4).



Obr. 4.1. Schéma Michelsonova interferometru

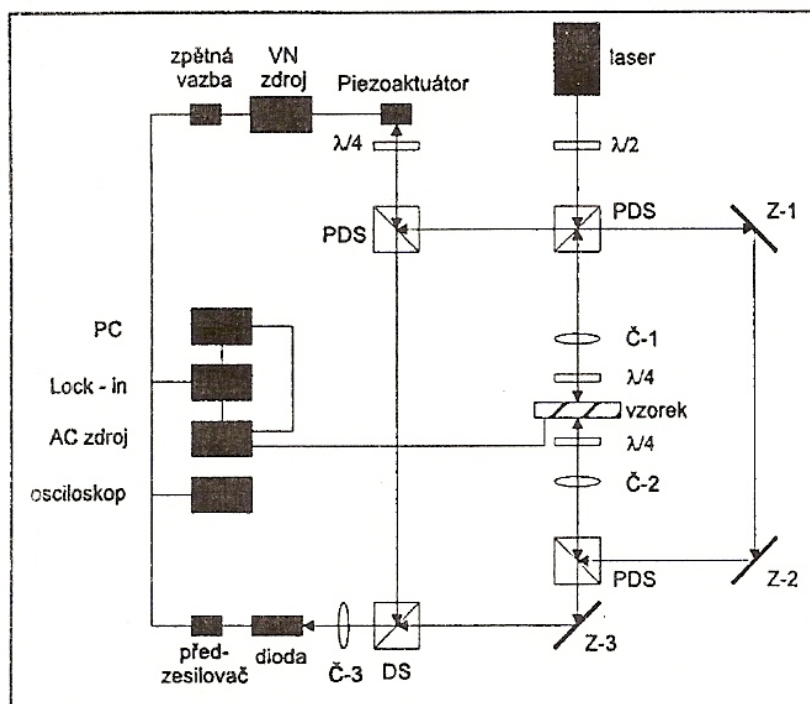
Nevýhodou Michelsonova interferometru je nepřesnost. Interferometr nedokáže rozlišit měřené posunutí vyvolané piezoelektrickým jevem od deformace vzorku, jeho vychýlení nebo posunutí vyvolané vlastními kmity vzorku.

Tento problém odstraňuje dvoupaprskový Mach-Zehnderův interferometr (obr.4.2). Tentokrát je paprsek laseru rozdělen do dvou větví pomocí polarizačního děliče. Ve větvi vzorku se pak kompenzuje posunutí, vychýlení či prohnutí samotného vzorku a to tím způsobem, že paprsek nejprve dopadne na přední stranu vzorku a poté je optickou soustavou odchýlen a přiveden také na zadní stranu vzorku. Tím interferometr měří pouze změny rozměru vzorku vyvolané vlastním piezoelektrickým jevem.



Obr.4.2. Schéma Mach-Zehnderova interferometru

Přesné zapojení Mach-Zehnderova interferometru je zobrazeno na dalším obrázku (Obr. 4.3), kde zrcátka jsou označena Z, čočky Č, polarizovaný dělič svazku PDS a nepolarizovaný dělič svazku PD.



Obr.4.3. Schéma dvoupaprskového interferometru (Převzato z [3])

4.3.4 Modifikace měřící soustavy

Pro měření ve vyšších teplotách bylo potřeba sestavit teplotně izolovanou komůrku, která je součástí měřící soustavy. Je to z toho důvodu, že změna teploty změní nejen velikost vzorku, ale ovlivní i všechny optické součásti. Také změní index lomu vzduchu, tedy ovlivní fázový posun optických vln.

Pro vlastní měření byl určen laserový interferometr LA120. Tento interferometr je přímo uzpůsoben k mechanickému měření posunutí, kdy posouvající se část měřeného vzorku umístěného v teplotní komůrce doléhá na jednu část soustavy. Tou je koutový odražeč, na kterém se paprsek odráží. Po odrazu se vrací zpět na polarizační hranol, kde interferuje s referenčním paprskem. Podle posunu měřeného vzorku se posune také koutový odražeč, čímž se zkrátí dráha sondujícího paprsku. Podle změny dráhy se pak mění interferenční proužky mezi referenčním a sondujícím paprskem. Z posunu referenčních proužků se tedy dá určit posun vzorku, nebo-li v našem případě roztažení vzorku způsobené vlivem teploty.

Tento interferometr byl však již dlouho nepoužívaný a nepodařilo se ho znovu zprovoznit.

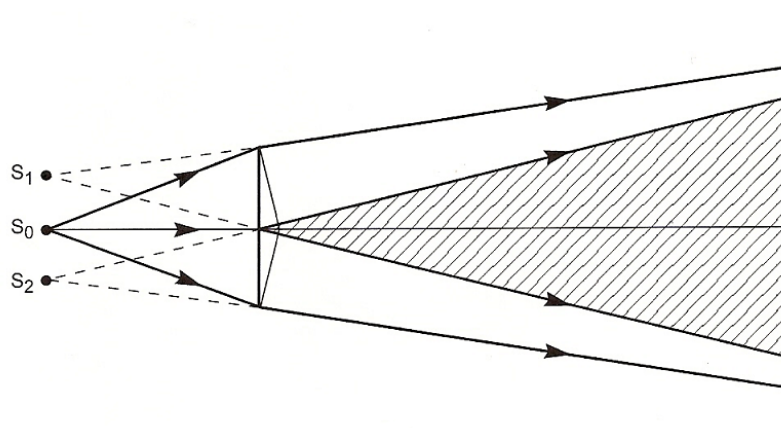
Do optické laboratoře byl zakoupen nový interferometr Hewlett Packard Agilent, který se jevil jako použitelný pro prováděné měření.

Silný svazek paprsků vycházející z HP laseru byl nasměrován do komůrky, kde polovinou dopadal na zrcátko nalepené na měřeném vzorku a druhou polovinou na referenční zrcátko nalepené těsně vedle vzorku na podložce. Po odrazu od zrcátek se obě poloviny svazku vyšle z komůrky měly spojit a tedy vytvořit interferenci.

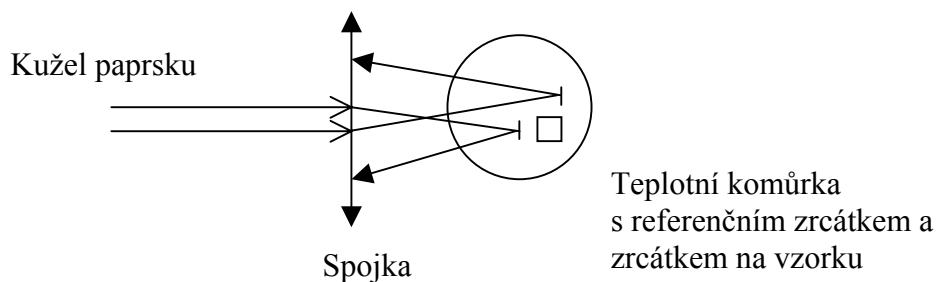
Tato metoda má však několik úskalí. Zrcátka nalepená na vzorku a na podložce by musely být přesně vodorovná, aby se poloviny svazku spojily. I kdyby se je tak podařilo nalepit, vlivem tvrdnutí lepidla, a hlavně vlivem působící teploty při proměřování, se zrcátka nakloní o určitý úhel. Tím se svazek paprsků rozdělí na dva paprsky, které jsou různoběžné.

Tento problém se vyřešil tím, že se před komůrku umístila čočka, přesněji spojka. Vylepšení spočívá v tom, že paprsek projde čočkou a osvětlí zrcátka pod různými úhly. Myšlenka této metody je znázorněna na obrázku (Obr.4.5). Po odrazu od zrcátek se paprsek dále rozšiřuje a po zpětném průchodu čočkou se odrazy od obou zrcátek v určité části překrývají. V tomto místě vznikne interference (Obr.4.6).

Tato metoda má však nevýhodu v tom, že každé posunutí zrcátka způsobí změnu místa překryvu kuželů paprsku. To se neobejde bez neustálého nastavování interferencí a přemisťování fotodiody. Větší problém je však ještě s intenzitou interferujících paprsků, kdy při velkém rozšíření paprsku dojde k razantnímu poklesu intenzity světla. Ta je poté nedostatečná k vytvoření použitelných interferenčních proužků.



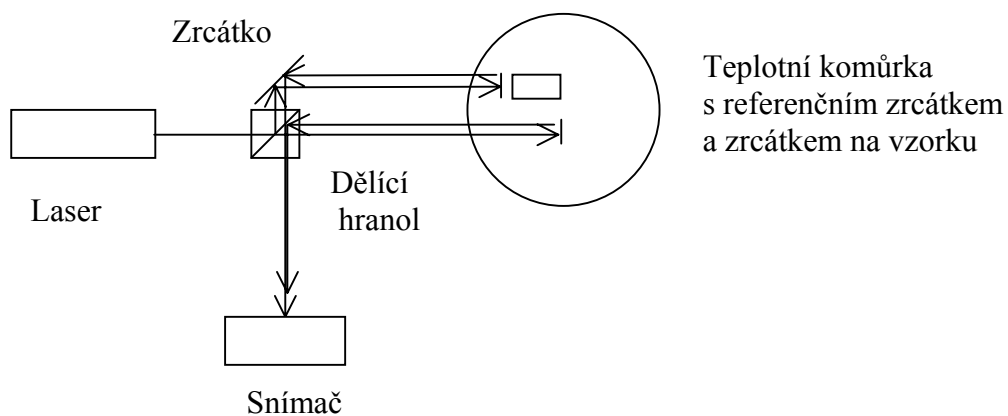
Obr. 4.5. Metoda osvětlování vzorku rozšiřujícím se paprskem pomocí klínu (Převzato z [8])



Obr. 4.5. Schéma měření roztažnosti vzorku pomocí metody osvětlování zrcátek rozšiřujícím se paprskem

Proto byla sestavena optická soustava, která řeší problém naklonění zrcátek (Obr.4.7, Obr. 4.8). Paprsek nejprve projde dělícím hranolem. Část paprsku, která přes hranol projde, osvětlí referenční zrcátko. Část paprsku, která se odkloní kolmo od rozhraní hranolu, je přivedena na druhé zrcátko umístěné na vzorku. Vzorek a reference se osvětlují dvěma nezávislými paprsky.

Po odrazu od zrcátek se paprsky vrací na hranol, kde se spojí a vytvoří jeden interferenční paprsek, který snímáme.



Obrázek 4.7. Optická soustava, která byla použita při experimentu



Obrázek 4.8. Fotografie použité optické soustavy



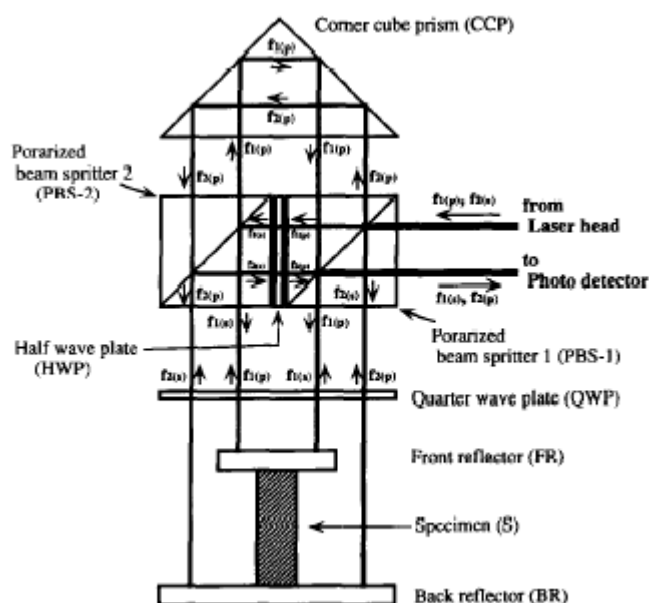
Obrázek 4.9. Fotografie zkratovaného vzorku s nalepeným zrcátkem

5. Popis teplotně stabilizované komůrky

Pro naše účely stačilo modifikovat teplotně stabilizovanou komůrku, kterou pro svou diplomovou práci vyrobil Ing. Jiří Tryzna v roce 2005 [5]. Tato komůrka má topné tělísko a dvě platinová čidla teploty Pt1000. Jedno čidlo je přidělané přímo na topném tělísku a druhé čidlo je umístěné do blízkosti vzorku. Komůrka má také konektor pro připojení turbomolekulární vývěvy Turbotronik NT120, která slouží k vytvoření vakua uvnitř komůrky. Tím se omezí změna indexu lomu vzduchu při různých teplotách, která by způsobovala fázový posun optických vln. Vakuum v komůrce také slouží k omezení přenosu tepla mezi stolečkem interferometru a stěnami komůrky.

K regulaci teploty byl k dispozici teplotní regulátor, který sestrojil Ing. Miroslav Novák v roce 2000. Tento regulátor má rozsah teplot (-165°C ; 175°C) a rozptyl jeho hodnot činí přibližně $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

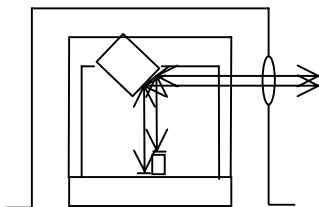
Úprava komůrky spočívá v sestavení optické soustavy uvnitř tak, že je zde zahrnuta i kompenzace rozpínání vzorku do všech stran a rozpínání vlivem teploty všech částí komůrky. Myšlenku této kompenzace lze snadno pochopit z obrázku (Obr.5.1), kde je znázorněn dvoupaprskový interferometr [7].



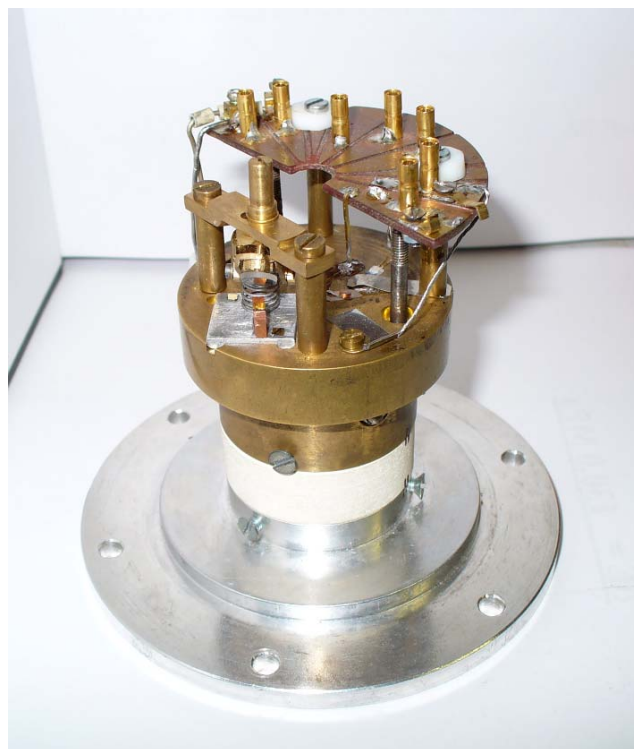
Obr.5.1. Schéma dvoupaprskového interferometru (Převzato z [7])

Tím, že je vzorek přilepen na podložce a osvětlován zezhora, se kompenzuje jeho rozpínání ve všech směrech. V měřeném směru se rozpíná jenom nahoru. Protože je referenční zrcátko přilepeno na stejnou podložku jako vzorek se stejným nalepeným zrcátkem, kompenzuje se rozpínání všech ostatních částí komůrky, jako je například měděný stoleček nebo cínová podložka. Protože interference vzniká od těchto dvou zrcátek, posun interferenčních proužků je způsoben pouze posunem vzorku ve vertikálním směru.

Osvětlování zrcátek shora je realizováno tak, že paprsek prochází skleněným okénkem na straně komůrky dovnitř, kde je přidělané zrcátko, u kterého se dá regulovat sklon a otočení. Od zrcátka se paprsky odrazí kolmo dolů na vzorek a referenci a poté se paprsky zase zpětně odrazí na zrcátku ven z komůrky (Obr.5.2, Obr.5.3).



Obr. 5.2. Optická soustava uvnitř teplotně stabilizované komůrky



Obr. 5.3. Vnitřek teplotně stabilizované komůrky

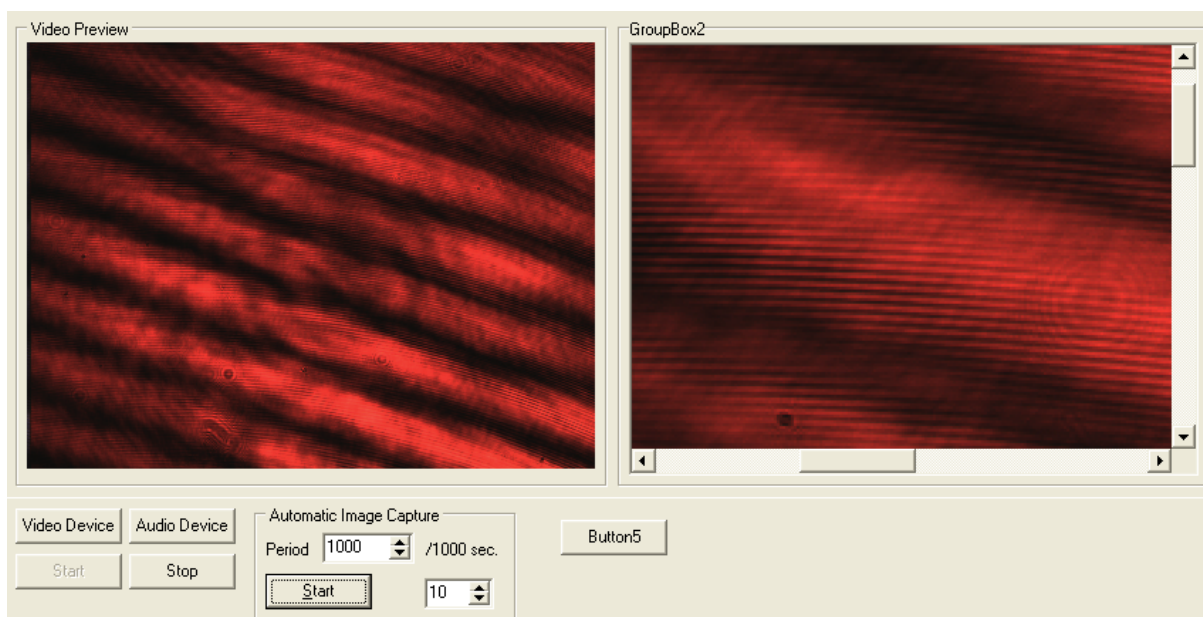
6. Popis experimentu

Optická soustava byla sestavena s laserem HP Agilent 8054. Ten má čidlo pro vyhodnocení interference a jejího posunutí. Posun proužků se přímo vyhodnocuje softwarem pro tento laser.

Senzor má však pevně nastavenou minimální mez intenzity světelné vlny, kterou vyhodnocuje. Jelikož intenzita našeho interferenčního paprsku byla menší, tento způsob snímání posunu byl nevhodný.

Snímání interference se tedy provedlo CCD kamerou Lumenera LU275 s rozlišením 1600x1200 pixel. Toto řešení bylo vhodnější než snímat interferenci pomocí fotodiody. Vyhodnocení posunu interferenčních proužků z fotodiody by sice bylo jednodušší, ale CCD kamera má výhodu v tom, že má větší plochu snímače. Je tedy přesnější.

Při vlastním experimentu byly pomocí programu pro CCD kameru snímány obrázky interference v určitém intervalu (Obr.6.1). V tomto intervalu byly také zapisovány teploty vyhodnocené z čidla umístěného poblíž vzorku.

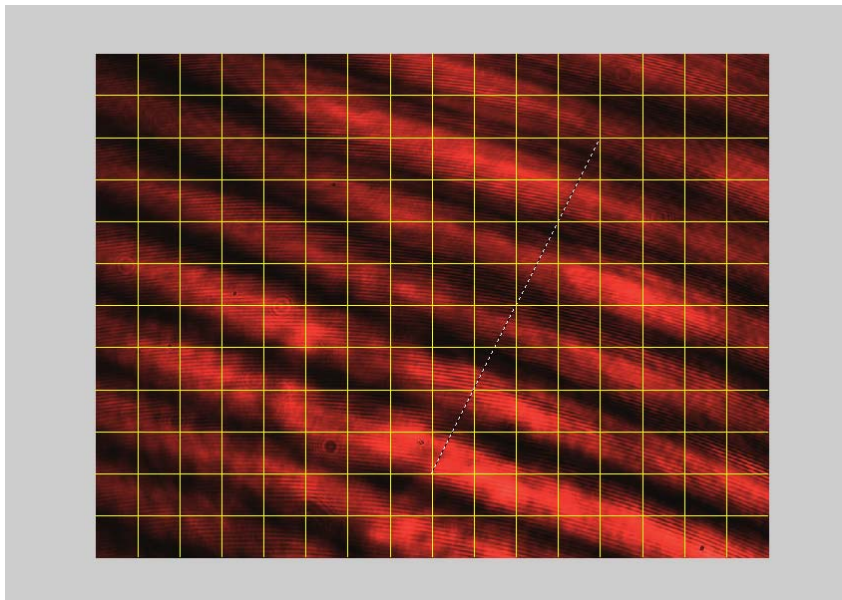


Obr.6.1.Program na focení snímaných referencí

Z nasnímaných obrázků interferenčních proužků bylo ale ještě nutné provést vyhodnocení posunu, to znamená vypočítat, o kolik nm se vůči sobě posunuly proužky na sousedních obrázcích.

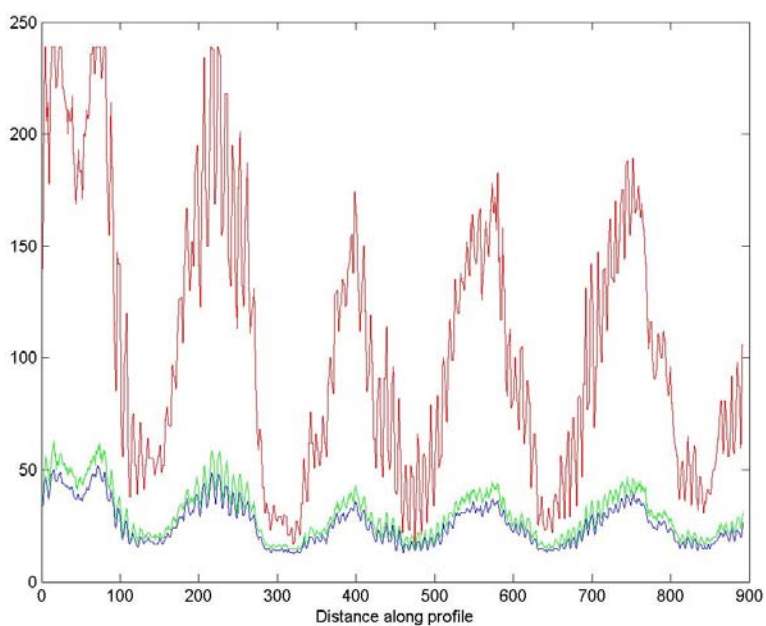
To bylo provedeno pomocí programu Matlab 6.5, kde byl naprogramován výpočet posunu proužků na obrázcích pomocí intenzit jednotlivých proužků.

Nejprve se obrázek načetl do programu. Po načtení se na něm vytvořila síť. Pomocí této sítě se určoval směr, ve kterém se sledoval posun (Obr.6.2).



Obr.6.2 Síť vytvořená na obrázku interferencí

V tomto směru se určily intenzity jednotlivých bodů, jejichž proložení vidíme na dalším obrázku (Obr.6.3).



Obr.6.3. Intenzity referenčních proužků

Aby se dal z těchto grafů intenzit počítat posun, bylo je nutné proložit harmonickou funkcí. Jako nejvhodnější se jeví funkce, která má tvar:

$$Y = A + B \cdot \sin(koef \cdot X) + C \cdot \cos(koef \cdot X)$$

kde Y je vektor bodů y a X je vektor bodů x.

Výraz $C \cdot \cos(koef \cdot X)$ vyjadřuje fázový posun této sinusovky.

Po převedení do maticového zápisu pak funkce vypadá takto:

$$\begin{pmatrix} 1 & \sin(koef \cdot x_1) & \cos(koef \cdot x_1) \\ 1 & \sin(koef \cdot x_2) & \cos(koef \cdot x_2) \\ 1 & \sin(koef \cdot x_3) & \cos(koef \cdot x_3) \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & \sin(koef \cdot x_n) & \cos(koef \cdot x_n) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} A \\ B \\ C \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ \vdots \\ y_n \end{pmatrix}$$

První matici si pojmenuji jako rekonstrukční

$$R = \begin{pmatrix} 1 & \sin(koef \cdot x_1) & \cos(koef \cdot x_1) \\ 1 & \sin(koef \cdot x_2) & \cos(koef \cdot x_2) \\ 1 & \sin(koef \cdot x_3) & \cos(koef \cdot x_3) \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & \sin(koef \cdot x_n) & \cos(koef \cdot x_n) \end{pmatrix}$$

$$\text{vektor parametrů si nazvu } P = \begin{pmatrix} A \\ B \\ C \end{pmatrix}$$

$$\text{Tedy } R \cdot P = Y$$

Vektor Y známe, a matici R si můžeme dopočítat. Ještě ale neznáme koef., který určuje frekvenci sinusovky, která proloží graf intenzit. Proto si ho dočasně zvolím za konstantu a dopočítám matici R.

Vektor parametrů by tedy byl $P=R^{-1} \cdot Y$

To by však platilo pouze za předpokladu, že matice R by byla čtvercová. Můžeme ale vypočítat pseudo-inverzní matici, která daný problém řeší. Pseudo-inverzní matice je ekvivalentní k výpočtu metodou nejmenších čtverců.

Na výpočet této matice existuje v Matlabu příkaz, který vypadá takto:

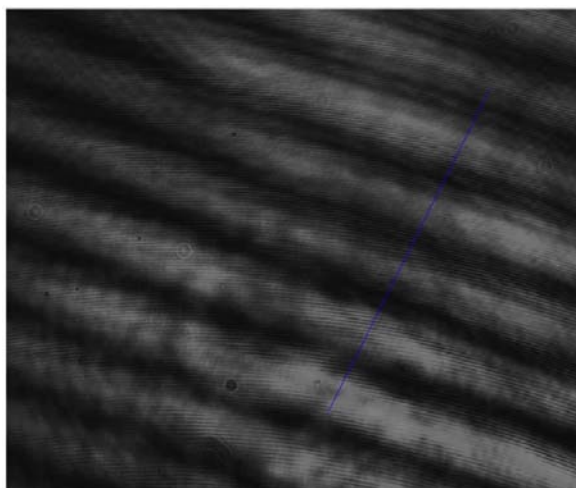
$R^{-1}=\text{pinv}(R)$.

Vektor parametrů se tedy vypočítá:

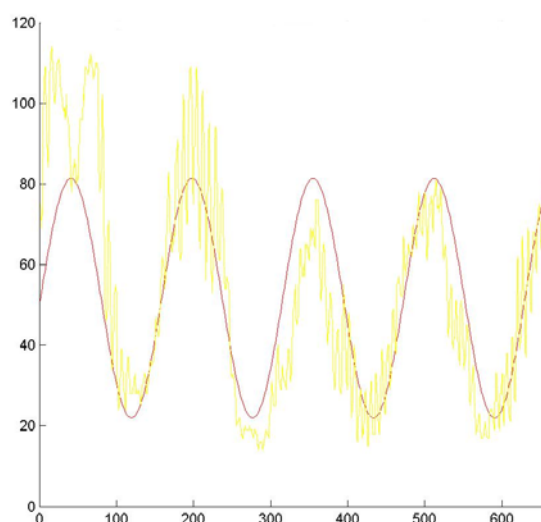
$$[A \ B \ C] = \text{pinv}(R) \cdot [y_1 \ y_2 \ \dots \ y_n]$$

Koeficient, který jsem si dočasně zvolila jako konstantu si nyní můžu dopočítat. To bylo realizováno pomocí funkce v Matlabu, která počítá normu pro vektor ($\text{NORM}(R.C-y)$). Tato norma vyjadřuje rozdíl mezi reálnými hodnotami a hodnotami proložené sinusovky.

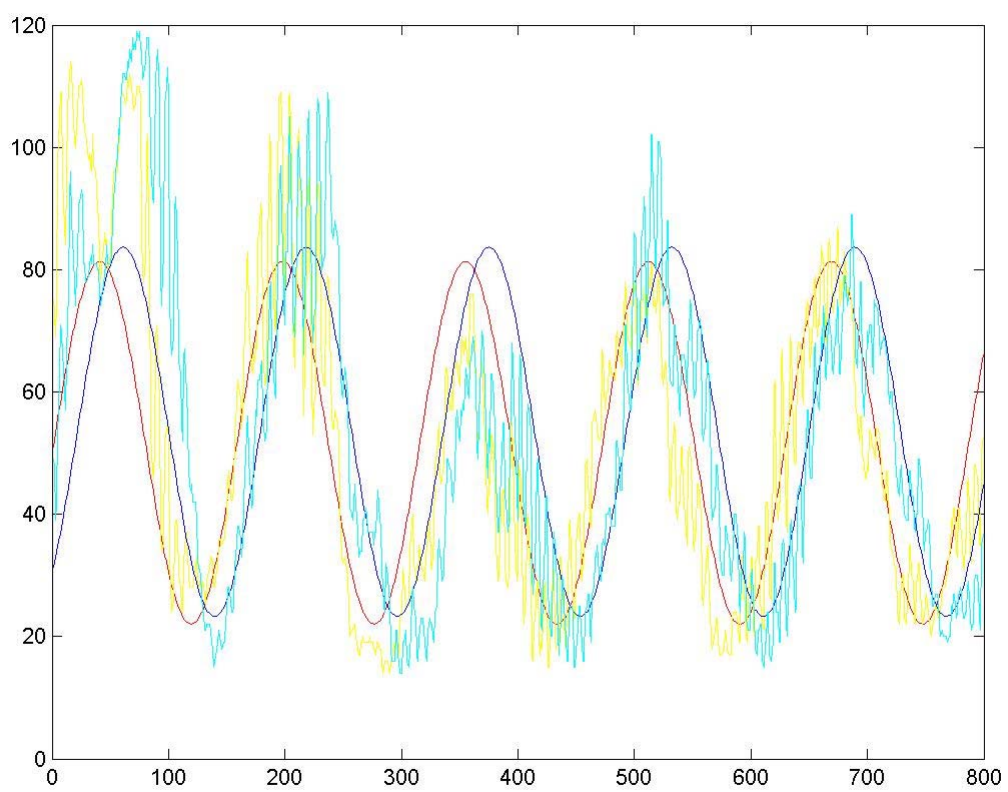
Vytvořím si tedy vektor koeficientů od 0,001 do 1 po malém kroku (0,001). Koeficient, pro který se vypočítala nejmenší norma, zvolím jako frekvenci pro harmonickou funkci. Posun se tedy počítá jako fázový posun mezi sinusovkami sousedních obrázků(Obr.6.4).



Obr.6.4(a). První obrázek převedený na černobílý s vyznačeným směrem vyhodnocení



Obr.6.4(b). Sinusovka proložená grafem intenzit proužků z prvního obrázku



Obr.6.4 (c).Sinusovky pro dva sousední obrázky

7. Výsledky měření a jejich zhodnocení

Vzorky měly být proměřeny za různých podmínek elektrického zapojení. Měření nezkratovaných vzorků se však nedalo provést. Bylo to z toho důvodu, že náboj na elektrodách byl nestabilní a rozlézal se po povrchu. Teplotní závislost pak nebyla lineární. Bylo tedy provedeno pouze měření zkratovaných vzorků, kdy elektrody byly propojeny vodivým drátkem připevněným na elektrodách stříbrnou pastou.

Při proměřování vzorků se občas stalo, že vlivem teploty se interferenční proužky zdeformovaly a tím znehodnotily měření. Bylo to nejspíše způsobeno tím, že při velkých teplotách se nalepená zrcátka mohla uvolnit a změnit dráhu referenčního paprsku. Proto jsou některé vzorky proměřené jen v malém rozsahu teplot, kde ještě nedocházelo k natáčení proužků, jejich deformaci nebo k jejich ztrátě.

Nejprve byla měřicí metoda vyzkoušena na vzorku z materiálu, u kterého je koeficient teplotní roztažnosti známý. Pro tyto účely jsem proměřila vzorek hliníku a vzorek mědi.

Zkoumané vzorky z PZT keramiky jsem pak proměřila ve dvou směrech (příčném a podélném). Podélný směr je směr rovnoběžný s polarizací a příčný směr je směr kolmý k polarizaci. Nejprve jsem měřila příčný směr. Protože vzorek se při prvním zahřátí může chovat jinak než při dalších zahřátích, byl tento směr proměřen dvakrát. Poté jsem měřila vzorky ve podélném směru.

Vzorky byly proměřeny v rozsahu teplot přibližně od 25°C do 80°C.

Závislost roztažení vzorku na teplotě je lineární. Chyby měření byly proto vypočítány z lineární regrese jako směrodatná odchylka od parametru regrese.

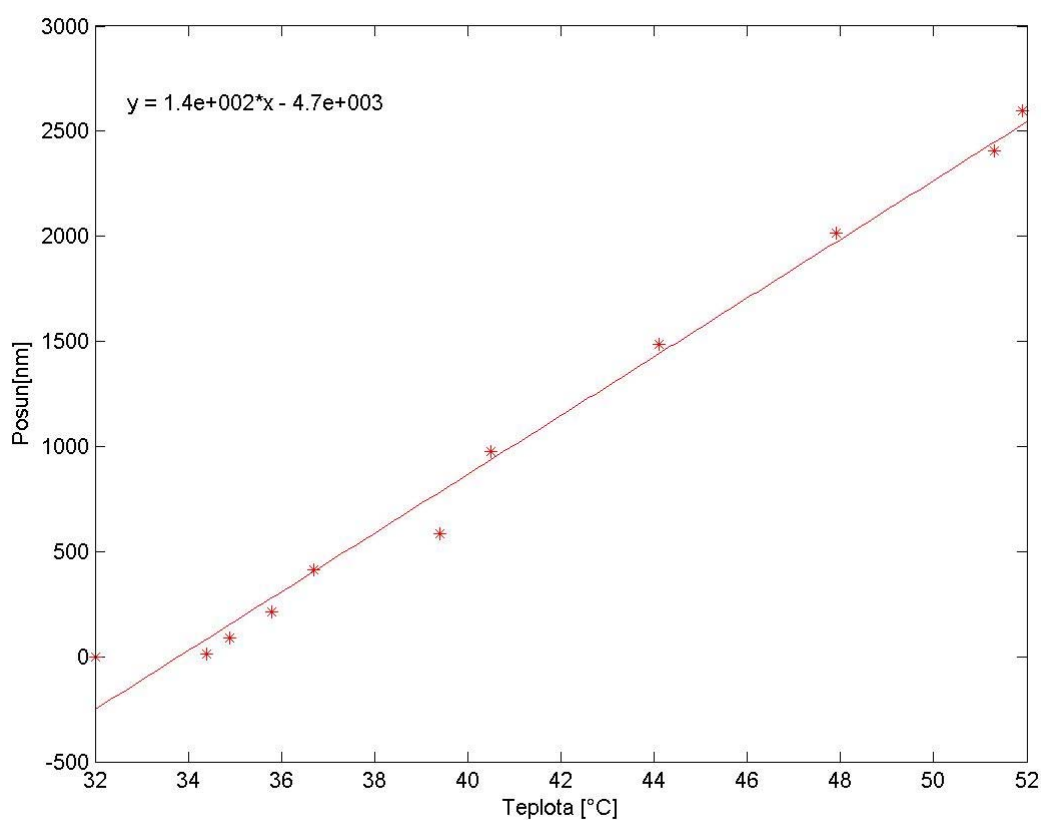
U jednotlivých vzorků prezentuji grafy lineární závislosti posunu vzorku na teplotě a rovnice těchto přímk. Dále uvádím koeficient teplotní roztažnosti s určenou chybou. Tento koeficient byl vypočítán pomocí směrnice přímky, která byla určena lineární regresí. Tato směrnice vyjadřuje změnu rozměru, která nastane při dané změně teploty. Proto jsem tuto směrnici vydělila rozměrem vzorku, který byl určen

pomocí mikrometru SOMET s chybou měření $\pm 5 \mu\text{m}$. Tato chyba je však vůči chybě vypočítané z lineární regrese zanedbatelná.

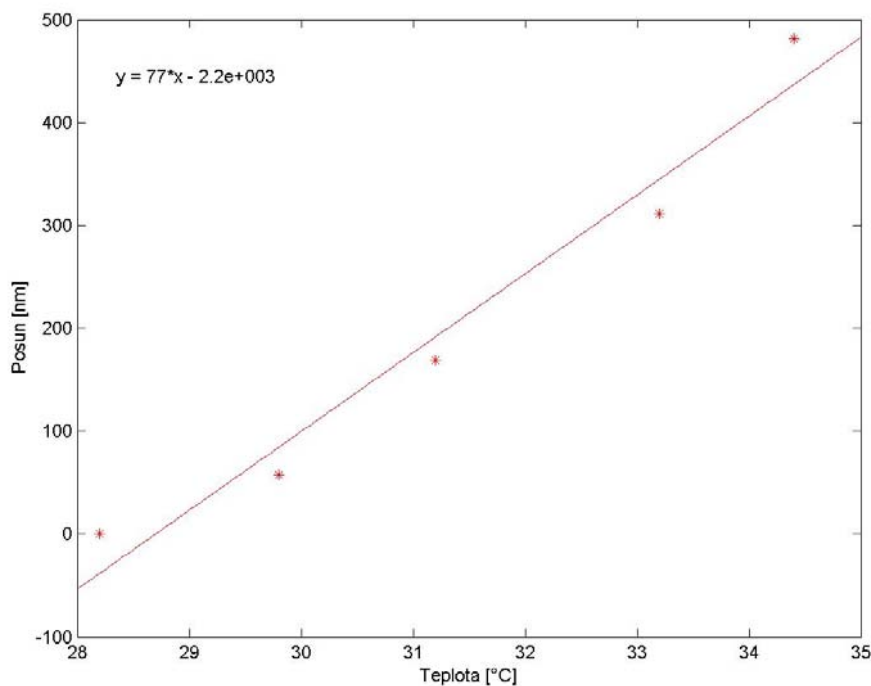
Tabulky teplot a vypočtených posunů jsou uvedeny v příloze.

7.1 Zkušební vzorky vyrobené z mědi a hliníku

Jelikož závislost roztažení vzorku hliníku a mědi na teplotě je známá, nebylo potřeba proměřovat vzorky v širokém rozsahu teplot (Graf 7.1 (a), (b)).



Graf 7.1 (a). Graf závislosti roztažení vzorku hliníku na teplotě



Graf 7.1 (b). Graf závislosti roztažení vzorku mědi na teplotě

Koeficienty teplotní délkové roztažnosti vypočtené z provedených měření vypadají takto:

Pro hliník $\alpha_{AL} = (27,6 \pm 1,1) \cdot 10^{-6} / K$

Pro měď $\alpha_{Cu} = (15,4 \pm 1,7) \cdot 10^{-6} / K$

Chyba měření pro hliník je tedy 3,8%, pro měď je to 11,0%

Můžeme je porovnat s tabulkovými hodnotami uvedenými ve strojnických tabulkách:

Pro hliník $\alpha_{AL} = 23,1 \cdot 10^{-6} / K$

Pro měď $\alpha_{Cu} = 17 \cdot 10^{-6} / K$

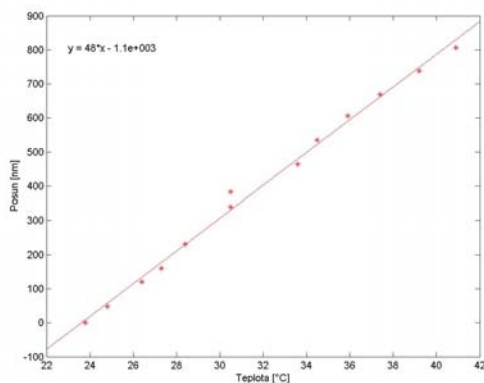
Naměřená hodnota koeficientu teplotní roztažnosti hliníku se od tabulkové hodnoty liší o 21,2%, měď o 9,4%.

Změřená hodnota mědi s tolerancí tedy tabulkové hodnotě odpovídá.

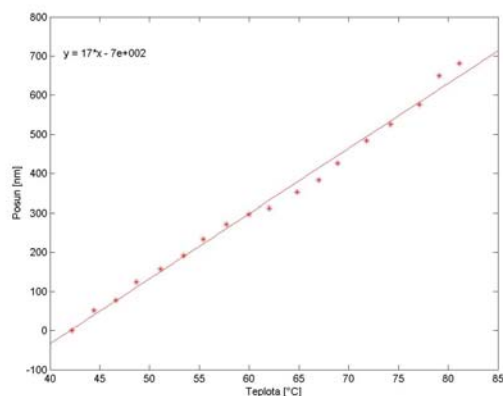
Pro hliník je odchylka od tabulkové hodnoty větší i přes to, že byly hodnoty naměřeny s malou chybou. Je to způsobeno tím, že měřený vzorek obsahoval cizí příměsy.

7.2 Vzorek APC 840

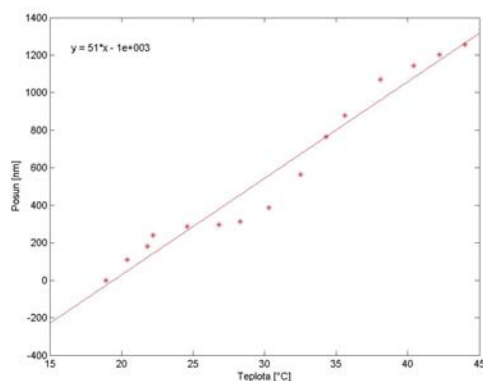
Naměřené hodnoty měřené v příčném a podélném směru proložené přímkou jsou vidět na grafech (Graf 7.2 (a), (b), (c), (d)).



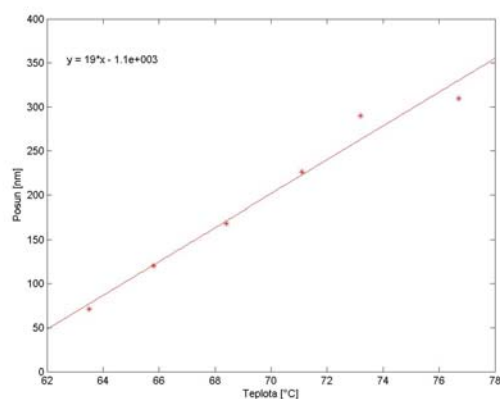
Graf 7.2 (a). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru v teplotním rozsahu do 45°C



Graf 7.2 (b). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru v teplotním rozsahu od 45°C



Graf 7.2 (c). Graf závislosti roztažení vzorku v podélném směru v teplotním rozsahu do 45°C



Graf 7.2 (d). Graf závislosti roztažení vzorku v podélném směru v teplotním rozsahu od 45°C

Tento vzorek se při teplotách do 45°C rozpínal rychleji než v teplotním intervalu po 45°C. Proto byla závislost posunu na teplotě proložena přímkou po částech a stejně tak koeficient vypočtený pro vzorek je různý pro tyto dva intervaly.

Koeficienty teplotní délkové roztažnosti vypočtené z provedených měření vypadají takto:

Příčný směr, 1.zahřátí:

$$\text{Pro teploty do } 45^{\circ}\text{C} \quad \alpha_{11} = (9,6 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

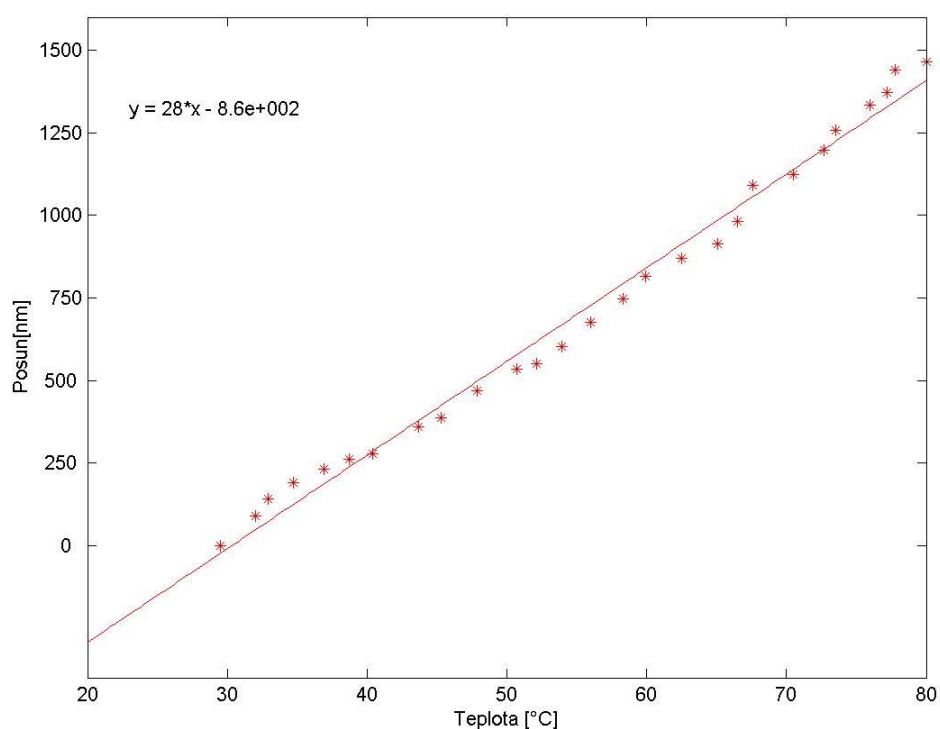
$$\text{Pro teploty od } 45^{\circ}\text{C} \quad \alpha_{11} = (3,33 \pm 0,07) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Podélný směr:

$$\text{Pro teploty do } 45^{\circ}\text{C} \quad \alpha_{33} = (10,2 \pm 0,7) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

$$\text{Pro teploty od } 45^{\circ}\text{C} \quad \alpha_{33} = (3,8 \pm 0,3) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Při druhém zahřátí vzorku už se tato anomálie neprojevila, proto nebylo potřeba interval teplot a vlastnosti vzorku pře těchto teplotách rozdělovat (Graf 7.2 (e)).



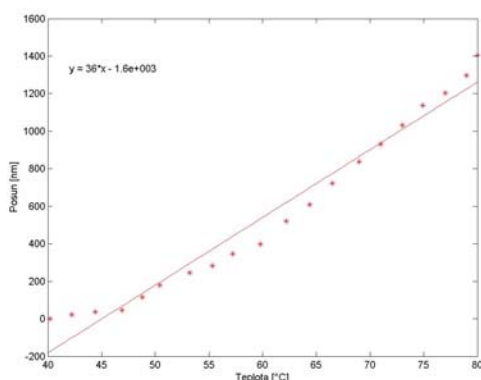
Graf 7.2 (e). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při druhém zahřátí

Vypočtený koeficient teplotní délkové roztažnosti má velikost:

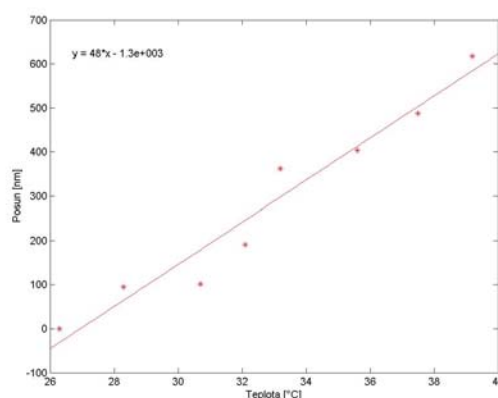
$$\alpha_{11} = (5,69 \pm 0,12) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

7.3 Vzorek APC 850

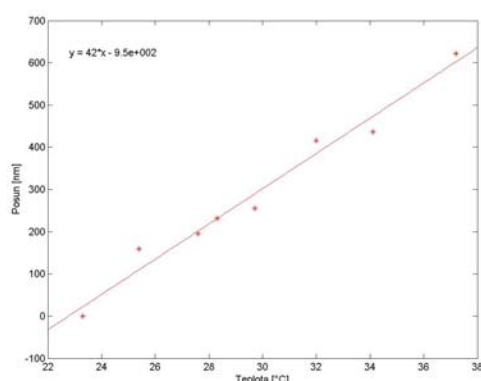
Závislost posunu na teplotě při prvním ohřátí v příčném směru vidíme na grafu (Graf 7.3 (a)). První hodnoty, jejichž závislost není lineární, vznikají proto, že vzorky jsou špatně tepelně vodivé, a tudíž trvá určitou dobu, než se začnou vlivem teploty rozpínat.



Graf 7.3 (a). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při prvním zahřátí



Graf 7.3 (b). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při druhém zahřátí



Graf 7.3 (c). Graf závislosti roztažení vzorku v podélném směru

Vypočtené koeficienty teplotní délkové roztažnosti:

Příčný směr, 1.zahřátí:

$$\alpha_{11} = (7,2 \pm 0,3) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Příčný směr, 2.zahřátí:

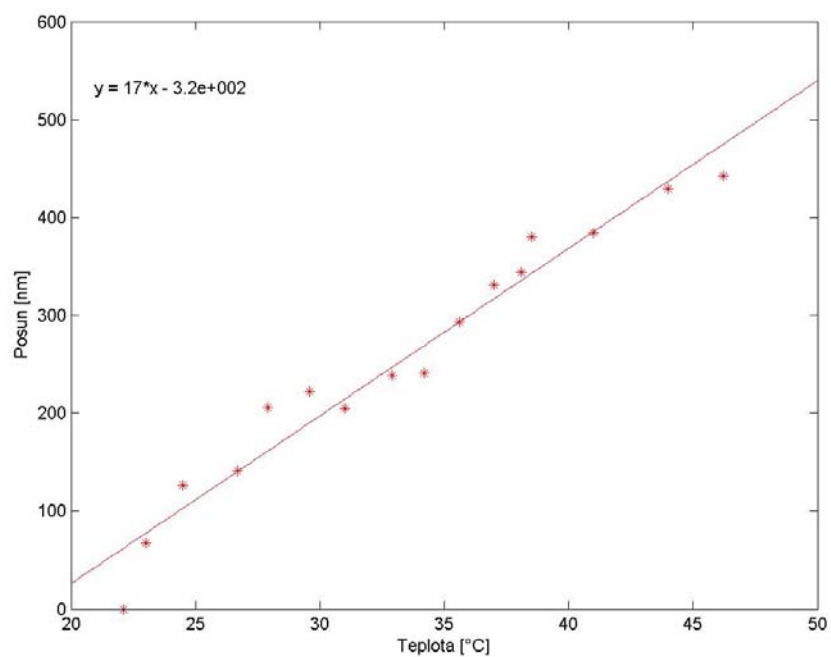
$$\alpha_{11} = (9,6 \pm 0,9) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Podélný směr:

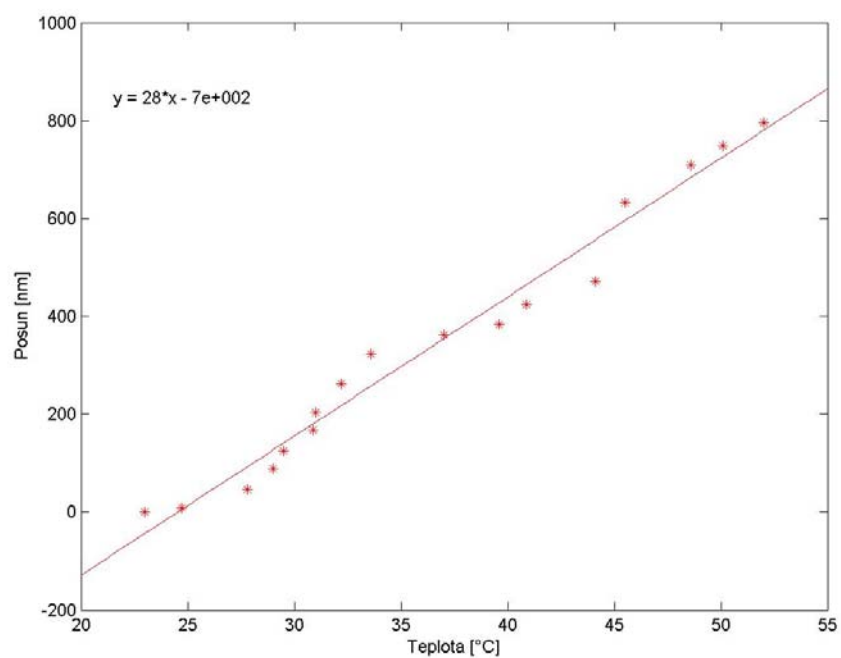
$$\alpha_{33} = (8,4 \pm 0,6) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

7.4 Vzorek APC 856

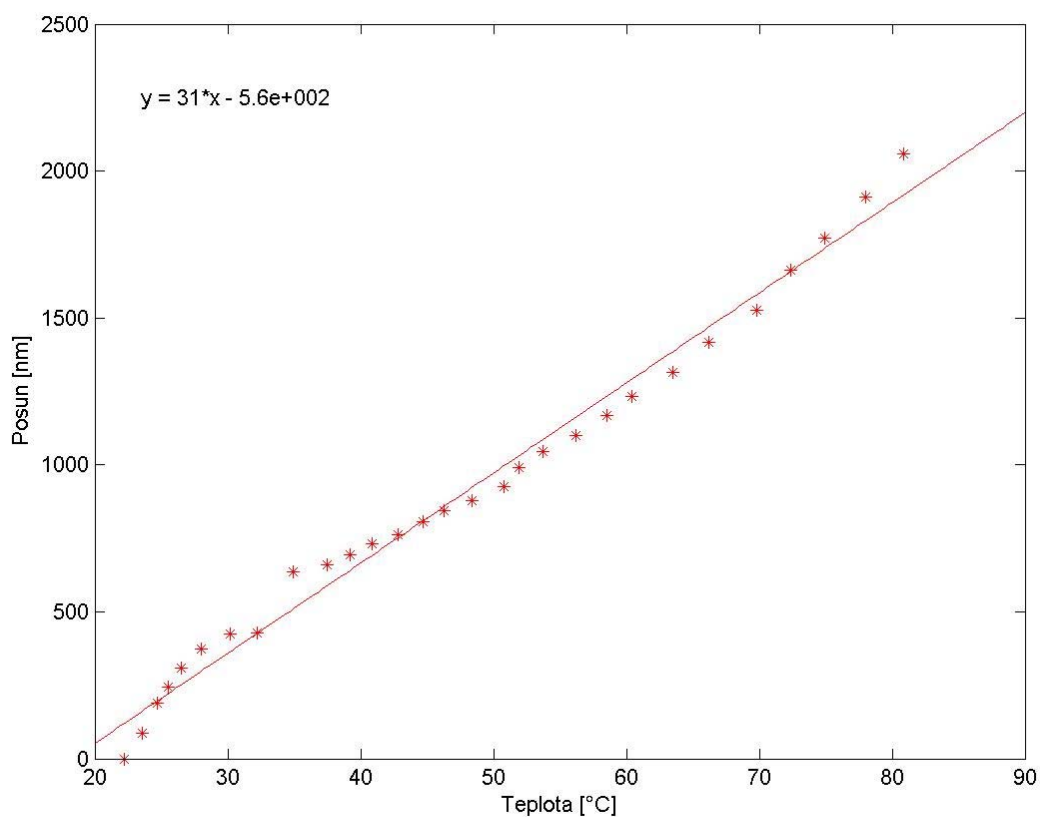
Závislosti roztažení vzorku na teplotě při prvním a při dalším zahřátí příčném směru jsou zobrazeny na grafech (Graf 7.4 (a), (b)). Závislost získanou při měření v podélném směru pak vidíme na grafu (Graf 7.4 (c)).



Graf 7.4 (a). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při prvním zahřátí



Graf 7.4 (b). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při druhém zahřátí



Graf 7.4 (c). Graf závislosti roztažení vzorku v podélném směru

Vypočtený koeficient teplotní délkové roztažnosti ve příčném směru je menší než v tom samém směru při druhém zahřátí.

Příčný směr, 1.zahřátí:

$$\alpha_{11} = (3,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Příčný směr, 2.zahřátí:

$$\alpha_{11} = (5,6 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

V podélném směru má pak koeficient teplotní délkové roztažnosti velikost:

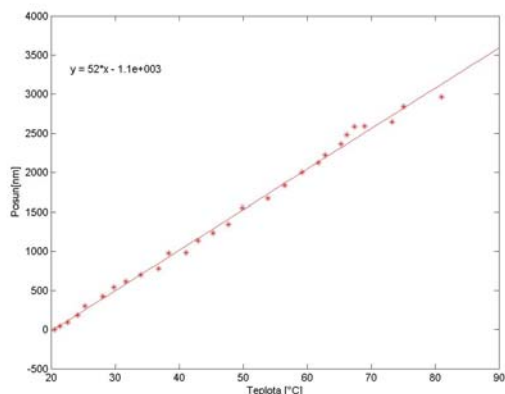
Podélný směr:

$$\alpha_{33} = (6,16 \pm 0,14) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

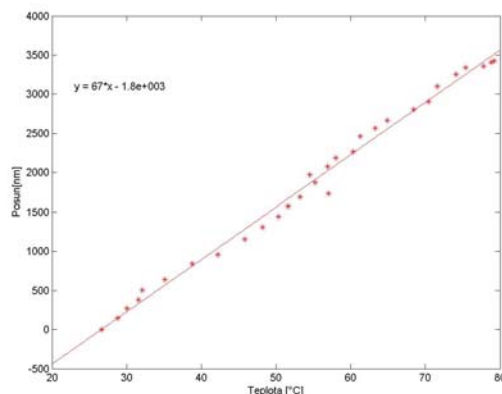
7.5 Vzorek APC 880

Jelikož koeficienty vypočtené ze závislosti roztažení vzorku na teplotě při měření v příčném směru byly oproti ostatním vzorkům velké (Graf 7.5 (a), (b)), provedla jsem toto měření ještě jednou s jiným vzorkem. Vypočtený koeficient z tohoto měření (Graf 7.5 (c)) vyšel ale podobně jako u prvního vzorku.

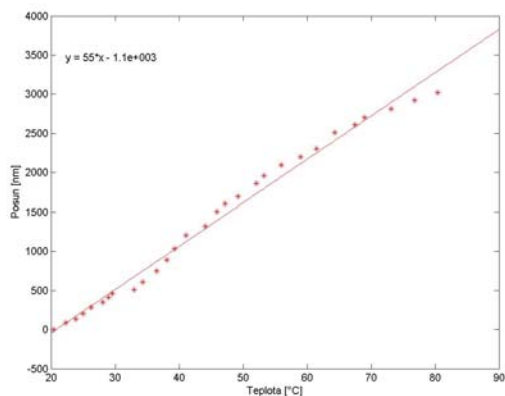
Druhý vzorek byl pak ještě proměřen v podélném směru (Graf 7.5 (d)).



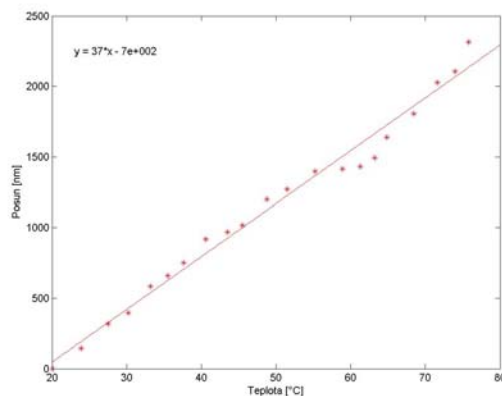
Graf 7.5 (a). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při prvním zahřátí



Graf 7.5 (b). Graf závislosti roztažení vzorku v příčném směru při druhém zahřátí



Graf 7.5 (c). Graf závislosti roztažení jiného vzorku v příčném směru



Graf 7.5 (d). Graf závislosti roztažení vzorku v podélném směru

Určené koeficienty teplotní délkové roztažnosti:

Příčný směr, 1.zahřátí:

$$\alpha_{11} = (10,30 \pm 0,14) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Příčný směr, 2.zahřátí:

$$\alpha_{11} = (13,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Příčný směr, 3.zahřátí:

$$\alpha_{11} = (11,0 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

Podélný směr:

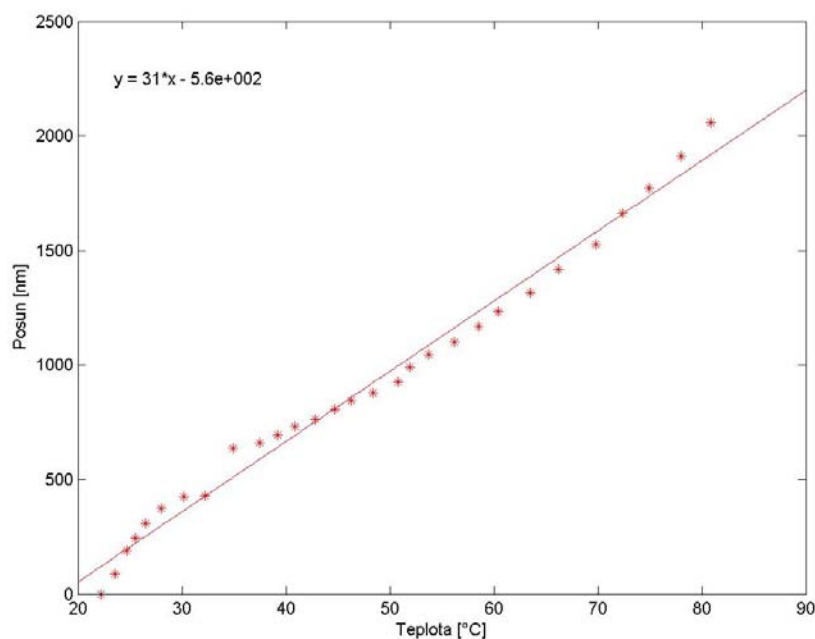
$$\alpha_{33} = (7,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

7.6 Nezkratovaný vzorek

Kvůli úplnosti bylo provedeno také jedno měření nezkratovaného vzorku.

Byl změřen vzorek APC 880 podélným směrem. Pro nestabilitu náboje na elektrodách vznikla velká chyba pro koeficient teplotní délkové roztažnosti.

Naměřená závislost je znázorněna na grafu (Graf 7.6).



Graf 7.6. Graf závislosti roztažení nezkratovaného vzorku ve směru 33

Určený koeficient teplotní délkové roztažnosti:

$$\alpha_{33} = (6,1 \pm 0,5) \cdot 10^{-6} / \text{K}$$

7.7 Tabulka koeficientů teplotní délkové roztažnosti PZT keramiky

Vzorek	zahřátí	$\alpha_{11} [10^{-6} / K]$	$\alpha_{33} [10^{-6} / K]$
APC 840	První	(pro $t < 45^{\circ}\text{C}$): $9,6 \pm 0,2$	(pro $t < 45^{\circ}\text{C}$): $10,2 \pm 0,7$
		(pro $t > 45^{\circ}\text{C}$): $3,33 \pm 0,07$	(pro $t > 45^{\circ}\text{C}$): $3,8 \pm 0,3$
	Druhé	$7,2 \pm 0,3$	
APC 850	První	$5,69 \pm 0,12$	$8,4 \pm 0,6$
	Druhé	$9,6 \pm 0,9$	
APC 856	První	$3,4 \pm 0,2$	$6,16 \pm 0,14$
	Druhé	$5,6 \pm 0,2$	
APC 880	První	$10,30 \pm 0,14$	$7,4 \pm 0,2$
	Druhé	$13,4 \pm 0,2$	
	Třetí	$11,0 \pm 0,2$	
Nezkratovaný vzorek	První	$6,1 \pm 0,5$	

Tab.7.7. Tabulka vypočtených složek koeficientu teplotní délkové roztažnosti pro vzorky z PTZ keramiky

8. Závěr

Cílem bakalářské práce bylo určit tenzory teplotní délkové roztažnosti u piezoelektrických PZT keramik. Tento koeficient nebyl ještě nikdy naměřen. Protože měření závislosti roztažení vzorku na teplotě je velmi obtížně proveditelné, jsou tyto koeficienty spíše orientační. V práci je ale ukázána cesta, kterou se dají koeficienty při důkladnějších kompenzacích určit s dobrou přesností.

Pro vlastní měření byla nejprve modifikována teplotní komůrka, která řeší kompenzaci teplotních roztažností ostatních částí optické soustavy. Díky vakuu uvnitř komůrky se také kompenzuje změna indexu lomu vzduchu, který je spolu se vzorkem ohříván.

K měření byla zvolena metoda měření pomocí laserové interferometrie, která je velmi přesná. Jako optická soustava byl zvolen modifikovaný jednopaprskový Michelsonův interferometr. K měření byla použita optická soustava s laserem Hewlett Packard Agilent a s CCD kamerou Lumenera. Výsledky měření byly zpracovány pomocí programu Matlab 6.5, který vypočítal posun interferenčních proužků na obrázcích, které byly nasnímány fotokamerou.

Přesnost měření byla nejprve ozkoušena na vzorcích z materiálu, u kterých je koeficient teplotní délkové roztažnosti známý. Měřený vzorek byl naměřen přesněji než hliníkový vzorek. To bylo způsobeno tím, že vzorek obsahoval cizí příměsi.

Z výsledků měření byly určeny závislosti roztažení vzorků na teplotě při prvním zahřátí a při dalších zahřátích ve dvou směrech. Z těchto závislostí byly určeny koeficienty teplotní délkové roztažnosti. Tyto koeficienty jsou naměřeny s chybou do 10%.

Znalost teplotních závislostí piezoelektrických PZT keramik je velmi důležitá pro využití těchto „chytrých“ materiálů v technických aplikacích. Tato práce nastiňuje orientační teplotní závislosti pro tvrdé i měkké PZT keramiky a způsob, kterým jsou tyto závislosti měřitelné.

Literatura

- [1] J.Erhart.: *Piezoelektrické “chytré” materiály pro elektrotechniku*, PZT keramika, Elektro 11 (2002) 4-7
- [2] W.R.Cook Jr., D.A.Berlincourt, F.J.Scholz: *Thermal Expansion and Pyroelectricity in Lead Titanate Zirconate and Barium Titanate*, J.Appl.Phys. 34, 5 (1963) 1392-1398
- [3] Šulc M., Burianová L.: *Studium piezoelektrických dějů pomocí laserové interferometrie*, Jemná mechanika a optika 10/01, 338-343
- [4] Bass M.: *Handbook of Optics*, McGraw-Hill Inc., New York, 1995
- [5] Tryzna Jiří: *Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů krystalů PMN-PT*, Liberec, 2005. Diplomová práce na Fakultě mechatroniky a mezioborových inženýrských studií Technické univerzity v Liberci.
- [6] Meier Zdeněk: *Vlastnosti kompozitů s uhlíkovou výstuží*, Liberec, 1992. Diplomová práce na Fakultě strojní Technické univerzity v Liberci.
- [7] M. Okaji, N. Yamada, K. Nara, H. Kato: *Laser interferometric dilatometer at low temperatures: application to fused silica SRM 739*. Criogenics 35 (1995) 887-891
- [8] D. Malacara: *Optical shop testing*. John Wiley & Sons, New York, 1992. ISBN 0-471-52232-5.

Příloha A

Tabulky naměřených hodnot teplot a vypočtených posunů vzorků pro příčný i podélný směr.

Hliník:

Teplota [°C]	32	34,9	34,4	35,8	36,7
Posun [μm]	0	0,0867	0,1392	0,211	0,4111

39,4	40,5	44,1	47,9	51,3	51,9
0,5835	0,9745	1,4883	2,0135	2,4047	2,5988

Měď:

Teplota [°C]	28,2	29,8	31,2	33,2	34,4
Posun [μm]	0	0,0577	0,1688	0,3115	0,4818

Vzorek APC 840, příčný směr, první měření, $t < 45^{\circ}\text{C}$:

Teplota [°C]	23,8	24,8	26,4	27,3	28,4	30,5
Posun [μm]	0	0,0485	0,1209	0,1604	0,2312	0,3399

30,5	33,6	34,5	35,9	37,4	39,2	40,9
0,3838	0,4642	0,5351	0,6064	0,6689	0,7382	0,8061

Vzorek APC 840, příčný směr, první měření, $t > 45^{\circ}\text{C}$:

Teplota [°C]	42,2	44,4	46,6	48,7	51,1	53,4	55,4	57,7	60
Posun [μm]	0	0,0520	0,773	0,1236	0,1571	0,1919	0,2338	0,2710	0,2967

62	64,8	67	68,9	71,8	74,2	77,1	79,1	81,1
0,3123	0,3525	0,3836	0,4256	0,4839	0,5259	0,5761	0,6501	0,6815

Vzorek APC 840, podélný směr, první měření, $t < 45^{\circ}\text{C}$:

Teplota [°C]	18,9	20,4	21,8	22,2	24,6	26,8	28,3
Posun [μm]	0	0,110	0,181	0,240	0,286	0,296	0,314

30,3	32,5	34,3	35,6	38,1	40,4	42,2	44
0,286	0,565	0,766	0,878	1,070	1,143	1,203	1,256

Vzorek APC 840, podélný směr, první měření, $t > 45^{\circ}\text{C}$:

Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	63,5	65,8	68,4	71,1	73,2	76,7	79,7
Posun [μm]	0	0,0710	0,1201	0,1686	0,2263	0,2901	0,3097

Vzorek APC 840, příčný směr, druhé měření:

Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	29,5	32	32,9	34,7	36,9	38,7	40,4	43,7	45,3
Posun [μm]	0	0,089	0,141	0,190	0,231	0,262	0,278	0,359	0,388

47,9	50,7	52,1	53,9	56	58,3	59,9	62,5	65,1
0,468	0,533	0,550	0,603	0,675	0,748	0,817	0,870	0,915

66,5	67,6	70,5	72,7	73,5	76	77,2	77,8	80
0,983	1,090	1,125	1,197	1,256	1,335	1,371	1,441	1,464

Vzorek APC 850, příčný směr, první měření:

Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	40,2	42,2	44,4	46,9	48,8	50,4
Posun [μm]	0	0,022	0,038	0,046	0,115	0,180

53,2	55,3	57,2	59,8	62,2	64,4	66,5
0,247	0,281	0,347	0,398	0,520	0,610	0,721

69	71	73	74,9	77	79	80
0,837	0,930	1,030	1,137	1,204	1,296	1,406

Vzorek APC 850, příčný směr, druhé měření:

Teplota [°C]	26,3	28,3	30,7	32,1	33,2	35,6	37,5	39,2
Posun [μm]	0	0,0947	0,1015	0,1914	0,3618	0,4036	0,4880	0,6172

Vzorek APC 850, podélný směr, první měření:

Teplota [°C]	23,3	25,4	27,6	28,3	29,7	32	34,1	37,2
Posun [μm]	0	0,1587	0,1954	0,2315	0,2557	0,4155	0,4365	0,6218

Vzorek APC 856, příčný směr, první měření:

Teplota [°C]	22,1	23	24,5	26,7	27,9	29,6	31	32,9
Posun [μm]	0	0,0678	0,1265	0,1411	0,2055	0,2224	0,2052	0,2384

34,2	35,6	37	38,1	38,5	41	44	46,2
0,2408	0,2933	0,3307	0,3446	0,3805	0,3840	0,4296	0,4422

Vzorek APC 856, příčný směr, druhé měření:

Teplota [°C]	23	24,7	27,8	29	29,5	30,9	31	32,2
Posun [μm]	0	0,093	0,0459	0,0894	0,1248	0,1677	0,2033	0,2617

33,6	37	39,6	40,9	44,1	45,5	48,6	50,1	52
0,3225	0,3623	0,3840	0,4240	0,4713	0,6317	0,7090	0,7490	0,7970

Vzorek APC 856, podélný směr, první měření:

Teplota [°C]	22,2	23,6	24,7	25,5	26,5	28	30,2	32,2	34,9
Posun [μm]	0	0,086	0,188	0,245	0,308	0,374	0,424	0,428	0,636

37,5	39,2	40,9	42,8	44,7	46,3	48,4	50,8	51,9	53,7
0,659	0,695	0,730	0,763	0,808	0,845	0,879	0,927	0,992	1,046

56,2	58,5	60,4	63,5	66,2	69,8	72,4	74,9	78	80,9
1,099	1,167	1,234	1,316	1,418	1,527	1,661	1,773	1,910	2,060

Vzorek APC 880, příčný směr, první měření:

Teplota [°C]	20,6	21,4	22,6	24,2	25,3	28,1
Posun [μm]	0	0,044	0,090	0,187	0,301	0,425

29,8	31,7	34	36,8	38,4	41,1	43
0,542	0,614	0,700	0,783	0,976	0,985	1,136

45,3	47,7	49,9	53,9	56,5	59,2	61,8
1,234	1,344	1,554	1,673	1,835	1,999	2,3127

62,8	65,3	66,2	67,4	69	73,3	75,1	81
2,223	2,362	2,478	2,584	2,590	2,649	2,843	2,965

Vzorek APC 880, příčný směr, druhé měření:

Teplota [°C]	26,7	28,8	30	31,6	32,1	35,1	38,8
Posun [μm]	0	0,148	0,270	0,382	0,503	0,638	0,840

42,2	45,8	48,2	50,3	51,6	53,2	55,2	57
0,958	1,152	1,310	1,440	1,571	1,687	1,871	1,732

54,5	56,9	58	60,3	61,3	63,3	64,9	69,4
1,972	2,073	2,185	2,265	2,463	2,567	2,667	2,809

70,4	71,6	74,1	75,4	77,8	78,8	79,2
2,902	3,101	3,257	3,341	3,356	3,409	3,423

Vzorek APC 880, příčný směr, třetí měření:

Teplota [°C]	20,4	22,3	23,9	25	26,3	28,1	29	29,6	33
Posun [μm]	0	0,084	0,137	0,206	0,281	0,350	0,413	0,462	0,512

34,3	36,5	38,1	39,3	41,1	44,1	45,9	47,2	49,2	52,1
0,611	0,750	0,890	1,033	1,206	1,319	1,504	1,603	1,693	1,860

53,3	56	59	61,5	64,3	67,5	69	73,1	76,8	80,4
1,956	2,095	2,199	2,300	2,509	2,611	2,699	2,809	2,920	3,020

Vzorek APC 880, podélný směr, první měření:

Teplota [°C]	20,1	23,9	27,5	30,2	33,2	35,5	37,6
Posun [μm]	0	0,146	0,318	0,396	0,586	0,662	0,752

40,6	43,5	45,5	48,8	51,5	55,2	58,9
0,920	0,970	1,019	1,200	1,271	1,397	1,415

61,3	63,2	64,8	68,4	71,6	74	75,8
1,432	1,491	1,638	1,807	2,027	2,107	2,314

Nezkratovaný vzorek APC 880, podélný směr, první měření:

Teplota [°C]	21	23,5	27,5	28,5	31	32,7
Posun [μm]	0	0,0549	0,0801	0,0927	0,2936	0,4581

35,1	37,1	39,5	41,5	43,2	45,5	47,3
0,5162	0,5279	0,5959	0,6373	0,6680	0,6760	0,7071

Tabulka změřených rozměrů vzorků v příčném a v podélném směru

Vzorek	Rozměr vzorku v příčném směru [mm]	Rozměr vzorku v podélném směru [mm]
APC 880	5,01	5,00
APC 840	4,975	4,99
APC 856	4,98	4,975
APC 850	4,975	5,000
Měď	5,19	
Hliník	5,00	