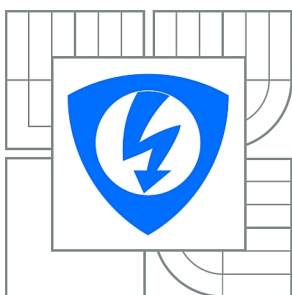


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNologiÍ
ÚSTAV AUTOMATIZACE A MĚŘICÍ TECHNIKY

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF CONTROL AND INSTRUMENTATION

MĚŘENÍ PARAMETRŮ PIEZOELEKTRICKÝCH AKTIVNÍCH PRVKŮ SNÍMAČŮ AKUSTICKÉ EMISE

MEASUREMENT OF THE PARAMETERS OF PIEZOELECTRIC ACTIVE ELEMENTS FOR
ACOUSTIC EMISSION SENSORS

DIZERTAČNÍ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. JIŘÍ FIALKA

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. Ing. PETR BENEŠ, Ph.D.

BRNO 2015

ABSTRAKT

Práce se věnuje problematice měření parametrů piezoelektrických materiálů a vlivu teploty na jejich stabilitu. V úvodní části je stručně vysvětlena problematika piezoelektrického jevu, jeho využití, způsob výroby piezoelektrických materiálů a metody měření jejich vlastností. V praktické části práce je přehledně uveden postup měření a výpočtu kompletní matice materiálových koeficientů z definovaných vzorků PZT keramiky. Postupnou úpravou dostatečně velkého disku byla vyrobena celá sada piezoelektrických vzorků pro všechny typy kmitů, splňující kritéria příslušných norem. Tenký plátek pro příčně podélné kmity, tenký disk pro radiální a tloušťkové kmity, váleček pro tloušťkově podélné kmity a tenký plátek pro tloušťkově střížné kmity. Ke stanovení matice koeficientů a popisu postupu měření byla použita keramika NCE51 firmy Noliac, příp. i starší PCM51. V obou případech se jedná o měkkou PZT keramiku složenou z tuhých roztoků zirkoničitanu olovnatého a titaničitanu olovnatého $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$. Vzájemný molární poměr zirkonu a titanu definuje krystalografickou strukturu uvnitř keramiky a jednotlivé fázové přechody. Skutečná struktura a chemické složení měřených vzorků byly ověřeny rentgenovou difrakční spektroskopií respektive prvkovou analýzou energiově disperzní spektroskopií (EDS).

K měření vzorků a následnému výpočtu všech koeficientů byla použita frekvenční metoda. Pro měření bylo využito precizního impedančního analyzátoru Agilent 4294A a měřicí pinzety Tweezers Contact Test Fixture 16334A. Provedenými experimenty byla ověřena možnost rychlého stanovení kompletní matice koeficientů piezoelektrické keramiky bez větších nároků na výrobu sady vzorků nutných pro měření. Získaná hodnota nábojového koeficientu byla ověřena přímými metodami, optickou metodou využívající laserového interferometru, vibrometrickou metodou a metodou skokové změny síly působící na element. Na základě provedených měření a experimentů byly metody porovnány a definovány jejich výhody a nevýhody.

Hlavní pozornost byla věnována problematice chování piezoelektrického materiálu při teplotách v okolí Curieova bodu. Depolarizace zvýšenou teplotou v okolí Curieova bodu je významnou materiálovou vlastností PZT keramiky, která je však obtížně měřitelná. Využití běžné vibrometrické metody (d_{33} -metry) pro měření teplotních závislostí je technologicky náročné, proto byla použita pro stanovení teplotních závislostí frekvenční metoda. Jako indikátor zobrazující stav depolarizace PZT keramiky byl zvolen piezoelektrický nábojový koeficient, jehož hodnotu lze frekvenční metodou dobře měřit. Přesnost frekvenční metody byla ověřena porovnáním s vibrometrickou metodou na různých rozměrech válečků z PZT keramiky NCE51, určených pro podélné typy kmitů. Výsledkem práce je ověřená metodika měření, která umožňuje dosáhnout přesného stanovení hodnoty Curieova bodu, tzn. fázového přechodu keramiky do kubické krystalografické struktury. Experiment rovněž prokázal možnost postupné řízené depolarizace keramiky pomocí vysoké teploty a současně i hranice teploty, při kterých již začíná docházet k nevratné změně piezoelektrických vlastností PZT keramiky. U keramiky NCE51 respektive PCM51 dochází k nevratným změnám na 95% Curieovy teploty.

ABSTRACT

The doctoral thesis discusses the measurement of parameters of piezoelectric (PZT) materials and the influence of temperature on their stability. In the introductory sections, the author briefly explains the piezoelectric effect and its use; simultaneously, methods for the preparation of piezoelectric materials and the measurement of their properties are presented to illustrate the analyzed problem. The experimental part of the thesis describes the procedure of measuring and calculating the complete matrix of material coefficients from samples of PZT ceramics. The applied set of piezoelectric samples complying with relevant European and world standards was made in the form of thin plates, thin discs and cylinders, via gradual modification of the large disc. The samples produced are a thin plate for the traverse length and thickness shear modes, a thin disc for the radial and thickness extension modes, and a cylinder for the longitudinal length mode. The NCE51 and/or the older PCM51 ceramics obtained from the company Noliac Ceramics were used in determining the complete matrix and describing the measurement method. Both these types are soft piezoceramics composed from a solid solution of lead zirconate and lead titanate with the general chemical formula of $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$. The molar ratio between the zirconium and the titanium affects the crystal structure inside the ceramics and the individual phase transitions. The real crystallographic structure and chemical composition of the samples were confirmed by X-ray diffraction spectroscopy and energy dispersive spectroscopy (EDS), respectively.

The frequency method was used for the measurement and calculation of all material coefficients. An Agilent 4294A impedance analyzer and a set of measuring tweezers marketed as “Tweezers Contact Test Fixture 16334A” were used in the process. Fast determination of the entire matrix of coefficients without any special requirement for the preparation of the samples to be measured was tested and verified. The charge coefficients of the piezoelectric material were confirmed by direct methods including the laser interferometer technique, the vibrometric method, and the procedure utilizing changes of the force applied to the sample. The advantages and disadvantages of the methods were compared and defined based on measurements and their results.

The main part of thesis was focused on the behavior of piezoelectric material at high temperatures near the Curie point. Depolarization performed by means of a high temperature approaching the Curie point constitutes a significant yet hardly measurable material property of PZT ceramics. Commonly available vibrometric methods (d_{33} -meters) do not appear to be suitable for the measurement of temperature dependencies, and for that reason the frequency technique was used. The piezoelectric charge coefficient, whose value can be effectively measured via the above-discussed frequency method, was selected as the indicator showing the depolarization state in the applied piezoelectric ceramics. The accuracy of the procedure was verified via comparison of the vibrometric method in cylinders of the NCE51 ceramics with different sizes, which are designed for the longitudinal length mode. The result is an optimized measurement methodology which facilitates accurate determination of the Curie temperature, namely phase transition to the cubic crystallographic structure. The experiment also proved the applicability of progressive, controlled depolarization of PZT ceramics via high temperature, and it also enabled us to define the temperature limits at which there occur irreversible changes of the piezoelectric properties of piezoceramics. In the measured NCE51 and PCM51 materials, the limit for the irreversible changes was equal to 95% of the Curie temperature.

KLÍČOVÁ SLOVA

Akustická emise, piezoelektrický jev, PZT keramika, nábojový koeficient, frekvenční metoda, vibrometrická metoda, teplotní závislost, teplotní depolarizace.

KEYWORDS

Acoustic emission, piezoelectric effect, PZT ceramics, charge coefficient, frequency method, vibrometric method, temperature dependence, temperature depolarization.

FIALKA, J., *Měření parametrů piezoelektrických aktivních prvků snímačů akustické emise*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2015. 156 s. Vedoucí dizertační práce doc. Ing. Petr Beneš, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou doktorskou práci na téma „Měření parametrů piezoelektrických aktivních prvků snímačů akustické emise“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího doktorské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené doktorské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této doktorské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení S 11 a následujících autorského zákona č.121/2000Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

Brno

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu dizertační práce doc. Ing. Petru Benešovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé dizertační práce.

Brno

.....
(podpis autora)

OBSAH

1	ÚVOD.....	9
2	CÍLE PRÁCE	10
3	PIEZOELEKTRIKA	11
3.1	Piezoelektrický jev	12
3.1.1	<i>Chování piezoelektrického materiálu.....</i>	<i>12</i>
3.2	Využití piezoelektrického jevu v praktických aplikacích	13
3.3	Složení PZT keramiky a fázové diagramy (Curieova teplota).....	14
3.4	Proces výroby piezoelektrické keramiky	19
3.5	Způsoby připojení piezoelektrických měničů	22
3.6	Elektrody používané u PZT keramiky	23
3.7	Polarizace PZT keramiky	23
3.8	Hysterezní křivky	24
4	DEFINICE ZÁKLADNÍCH VELIČIN.....	27
4.1	Materiálové koeficienty.....	30
4.2	Náhradní elektrické schéma piezoelektrického měniče	32
5	METODY MĚŘENÍ MATERIÁLOVÝCH KOEFICIENTŮ	34
5.1	Frekvenční metoda měření materiálových koeficientů	34
5.2	Přímé metody měření materiálových koeficientů	37
5.3	Optická metoda měření nábojového koeficientu.....	38
5.4	Měření nábojového koeficientu při změně působící síly	40
6	MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY PŘI VYSOKÝCH TEPLOTÁCH.....	42
6.1	Řízená změna parametrů piezoelektrických elementů	44
7	VYUŽITÍ RENTGENOVÉ DIFRAKČNÍ SPEKTROSKOPIE PRO MĚŘENÍ PZT KERAMIKY	48
8	VYUŽITÍ PZT KERAMIKY VE SNÍMAČÍCH AKUSTICKÉ EMISE.....	50
8.1	Širokopásmové snímače akustické emise	51
9	REALIZACE MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ	54
9.1	Technologie zpracování měřených piezoelektrických elementů	54
9.2	Polarizace piezoelektrické keramiky.....	56
9.3	Postup a technické řešení polarizace	57
9.4	Praktické ověření metod pro měření materiálových koeficientů	58
9.4.1	<i>Stanovení úplné matice koeficientů frekvenční metodou.....</i>	<i>59</i>
9.5	Přímé měření nábojového koeficientu optickou metodou využívající laserového interferometru.....	64
9.6	Přímé měření nábojového koeficientu při skokové změně síly.....	67
9.7	Přímé měření nábojového koeficientu vibrometrickou metodou.....	69
10	EXPERIMENTÁLNÍ MĚŘENÍ TEPLOTNÍCH ZÁVISLOSTÍ PZT KERAMIKY	71

11 VÝSLEDKY MĚŘENÍ PARAMETRŮ PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY	75
11.1 Složení piezoelektrické keramiky	75
11.1.1 Příprava vzorků pro měření na SEM mikroskopu.....	76
11.2 Polarizace piezoelektrické keramiky.....	78
11.3 Metody měření materiálových koeficientů	81
11.3.1 Frekvenční metoda měření	81
11.3.2 Měření parazitních vlivů spojených s frekvenční metodou	82
11.3.3 Vliv geometrických rozměrů piezoelektrických měničů	86
11.3.4 Měření nábojových koeficientů vibrometrickou metodou	90
11.4 Porovnání metod měření materiálových koeficientů	92
12 VÝSLEDNÉ TEPLOTNÍ VLASTNOSTI PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY	94
12.1 Měření základních teplotních závislostí PZT keramiky.....	94
12.1.1 Měření vlivu cyklování teploty na materiálové koeficienty.....	97
12.2 Měření fázových přechodů neboli Curieova bodu	98
12.3 Vliv doby ohřevu na ustálení materiálových koeficientů.....	103
12.4 Měření závislosti materiálových koeficientů při vysokých teplotách převyšujících Curieův bod PZT keramiky.....	106
12.5 Měření teplotních závislostí v radiálním a tloušťkovém módu tenkého disku	114
12.6 Využití rentgenových difraktometrů pro stanovení fázových přechodů	118
12.7 Řízená tepelná depolarizace piezoelektrických elementů	121
12.7.1 Přímá vibrometrická metoda měření.....	123
12.7.2 Frekvenční metoda měření	124
12.7.3 Porovnání frekvenční a vibrometrické metody měření	128
13 ZÁVĚR.....	129
SEZNAM POUŽÍVANÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	131
Seznam používaných symbolů	131
Seznam používaných zkratk	133
LITERATURA.....	135
PŘÍLOHY.....	142
Seznam příloh.....	142
Měření teplotní hysterezní křivky PZT keramiky (rozsah -20 °C až 140 °C).....	142
Měření teplotní hysterezní křivky PZT keramiky (rozsah 30 °C až 320 °C).....	145
Měření vlivu cyklování teploty na materiálové koeficienty PZT keramiky	147
Měření teplotních závislostí materiálových koeficientů PZT keramiky	150

1 ÚVOD

V polovině 20. století se objevuje metoda akustické emise (AE) určená pro nedestruktivní zkoušení materiálů a od té doby je široce využívána. Snímač akustické emise je základním prvkem měřicího řetězce a jeho vlastnosti významně ovlivňují kvalitu získaných dat [1]. Důležitou součástí snímače akustické emise je aktivní měřicí prvek, který je nejčastěji vyráběn z piezoelektrické keramiky označované také jako PZT keramika. Ta je využívána především pro převod mechanické výchylky povrchu na elektrický signál. Keramický element je přímo spojený přes vazební prostředí s testovaným povrchem [2]. Aktivní prvky snímačů AE se obvykle používají ve tvaru komolého kužele pro širokopásmové snímače [3, 4] nebo disků a válečků u rezonančních snímačů. Po vhodné úpravě je však i tyto výrobně jednodušší tvary možné použít jako aktivní prvky pro širokopásmové snímače [5, 6].

Významný vliv na výsledné vlastnosti snímače AE mají materiálové koeficienty piezokeramiky. Pro optimální návrh snímače je nutné znát jejich hodnoty. V práci jsou proto probrány základní metody a principy měření materiálových koeficientů, mezi které se řadí v dnešní době nejčastěji používaná frekvenční metoda pro stanovení celé matice materiálových koeficientů popsaná evropskou [7, 8, 9, 10] i světovou normou [11], nebo některá z přímých optických nebo vibrometrických metod pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu.

Frekvenční metoda je následně využita pro stanovení základních teplotních závislostí v širokém rozsahu teplot od záporných hodnot až do teplot převyšujících Curieův bod dané keramiky. Jelikož se jedná o měření na teplotách dosahujících až 500 °C a současně na vysokých frekvencích, byly pro tato měření vyrobeny speciální měřicí kleště, které splňují požadované parametry a je možné je umístit do použitých kalibračních teplotních komor.

Výsledkem měření je vytvoření a ověření metodiky pro stanovení teplotních charakteristik základních materiálových koeficientů, včetně definice doby potřebné pro ustálení parametrů elementu uvnitř pece na aktuální nastavené teplotě a dále hodnoty Curieových teplot u měřených typů měkké keramiky. Naměřená hodnota Curieovy teploty je ověřena pomocí rentgenového difraktometru, který umožňuje stanovení fázového přechodu do kubické krystalografické struktury.

Na základě provedených měření byla realizována řízená depolarizace piezoelektrické keramiky při působení vysoké teploty. Na parametrech měkké keramiky NCE51 je zobrazen vliv postupného ohřevu v okolí Curieova bodu a vliv částečné depolarizace na významné materiálové koeficienty. Je tím dokázána možnost částečné depolarizace v objemu elementu a tím i vytvoření gradientu materiálových koeficientů v délce vzorku.

Výsledky je možné využít jednak při návrhu a popisu chování snímačů AE, ale také pro doplnění matic koeficientů a tím i výraznému zpřesnění simulačních modelů obsahujících piezoelektrické elementy.

2 CÍLE PRÁCE

Hlavním cílem disertační práce je studium elektrických a mechanických vlastností piezoelektrické keramiky využívané jako aktivního prvku pro snímače akustické emise a dále zkoumání vlivu teploty na změny elektromechanických parametrů piezoelektrického materiálu.

Bude řešena problematika aktivního prvku snímače AE ve formě částečně depolarizovaného piezoelementu. Využití částečně depolarizované keramiky pro konstrukci širokopásmových snímačů AE není příliš publikováno a stále zde zůstává mnoho nejasností. Mezi hlavní problémy patří stanovení stupně depolarizace a definice přechodu mezi polarizovanou a depolarizovanou částí PZT keramiky.

Na PZT keramice tvořené směsí tuhých roztoků zirkoničitanu olovnatého PbZrO_3 a titaničitanu olovnatého PbTiO_3 v různých poměrech $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ budou nejprve porovnány přímé a nepřímé metody stanovení materiálových koeficientů. Na to bude navazovat ověření vlivu teploty na chování základních parametrů keramiky, pro rozsahy od záporných teplot až po hodnoty převyšující Curieův bod. Po zvládnutí všech důležitých metod měření bude na vybraných vzorcích vyzkoušen vliv částečné depolarizace vysokou teplotou. Tímto experimentem by měla být dokázána možnost řízené depolarizace piezoelektrické keramiky, a to pouze ve zvolených částech. Částečnou depolarizaci PZT keramiky je možné použít jednak pro stabilizaci frekvenčních charakteristik, tak současně pro ovlivnění rezonanční frekvence a materiálových parametrů.

Hlavní cíle práce lze shrnout následovně:

- Metodika měření piezoelektrických koeficientů.
 - Návrh a realizace technologie zpracování vzorků určených pro měření a výpočet referenčních hodnot koeficientů.
 - Návrh a realizace metod pro měření materiálových koeficientů, zahrnující frekvenční metodu pro určení kompletní matice materiálových koeficientů a přímé vibrometrické a optické metody pro určení nábojového koeficientu.
 - Výpočet piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů PZT keramiky pro radiální, tloušťkové, podélné, příčné podélné a tloušťkově střižné typy kmitů.
- Vliv teploty na piezokeramiku.
 - Návrh a realizace přípravků pro měření elektrických parametrů piezoelementů při vysokých teplotách.
 - Popis a stanovení fázového přechodu do kubické krystalografické struktury označovaného také jako Curieův bod.
 - Porovnání měření Curieova bodu pomocí teplotní závislosti kapacity vzorku s rentgenovou difrakční analýzou.
 - Měření teplotní závislosti základních materiálových koeficientů od záporných teplot do teploty přesahující Curieův bod keramiky, doplněné o měření teplotní hysterezní křivky a vlivu cyklování teploty.
 - Sledování vlivu doby ohřevu na změny materiálových koeficientů.
- Návrh a optimalizace metody pro řízenou částečnou depolarizaci PZT keramiky.

3 PIEZOELEKTRINA

Piezoelektrický jev se vyznačuje dlouhou historií. K nejstarším popisům jevu patří zprávy z Cejlonu a Indie, ve kterých je popisováno, že při vhození turmalínových krystalů do horkého popela jsou jemné částičky popela nejdříve ke krystalu přitahovány a poté odpuzovány. Tento jev se pod názvem „Cejlonské magnety“ dostal do Evropy až po dovozu turmalínových krystalů holandskými obchodníky v roce 1703. Na základě výzkumu Brewstera na krystalech Seignettovy soli a jiných se vlivem domněnky o vzniku nábojů vlivem působení tepla začal užívat název „piezoelektrina“. Až později se prokázalo, že se jedná o jev elektrické polarizace, během které vznikají na plochách krystalů daných krystalografických tříd elektrické náboje vyvolané jednak přímým účinkem tepla a případně mechanickými deformacemi [12].

Na počátku se prokazováním piezoelektrického jevu u různých látek zabývali např. v roce 1817 Haüy na vápenci a v roce 1827 Becquerel na amorfních krystalech jako je slída, sádrovec, vápenec a topas. Jak se později ukázalo, vznik náboje na těchto materiálech nebyl zapříčiněn piezoelektrickým jevem, ale možným třením nebo kontaktním rozdílem potenciálů.

Objev piezoelektrického jevu je přisuzován bratrům Pierru a Jacquesovi Curieovým. Ve svém výzkumu se nejprve zaměřili na krystaly turmalínu, kde pozorovali vznik náboje s opačnou polaritou na koncích polárních os při stlačování krystalu. Později prokázali, že doba existence povrchových nábojů, dle jejich názvu „polární elektřiny“, je závislá na době trvání působícího tlaku. Jelikož je vznik elektrických nábojů úměrný mechanickému namáhání, byl tento jev nazván jako přímý piezoelektrický jev podle řeckého *piezdó* v překladu tlačit. Svůj objev prezentovali na veřejnosti v roce 1880. Dalším výzkumem tento jev prokázali na křemeni, blejnu zinkovém, kyselině vinné a jiných krystalech bez středu souměrnosti. Piezoelektrický jev u těchto materiálů prokazovali zatížením krystalu známou hmotností. Krystal byl vložen mezi dvě vodorovné elektrody, na kterých se měřila velikost generovaného náboje [12].

Nepřímý piezoelektrický jev, tedy vznik mechanických deformací úměrných elektrickému poli, byl na základě upozornění M. G. Lippmanna, který pomocí termodynamických úvah zjistil možnou existenci obráceného piezoelektrického jevu u piezoelektrického krystalu, potvrzen bratry Curieovými roku 1881 přibližně rok po objevení přímého jevu. Nejasnosti okolo přímého a nepřímého piezoelektrického jevu byly postupně vyjasňovány na základě termodynamických principů (W. Thomson, P. Duhem, F. Pockels a W. Voigt).

U nás se piezoelektrikou zabýval v roce 1899 F. Nachtikal pod vedením W. Voigta, který měřil koeficienty křemene a turmalínu. J. Valasek se v roce 1921 zapsal objevem feroelektriny u Seignettovy soli. Dále se piezoelektrikou zabývali V. Petržílka na Fyzikálním ústavu Karlovy univerzity v Praze [12, 13], J.B. Slavík na Českém vysokém učení technickém [14], J. Zelenka [15] v Liberci, J. Kazelle na VUT v Brně [16] nebo ve výzkumném centru Tesla Hradec Králové [17, 18]. V současné době pokračuje výzkum piezoelektrických materiálů na různých vědeckých pracovištích např. na Akademii věd v Praze, nebo v Liberci pod vedením prof. Erharta [19, 20].

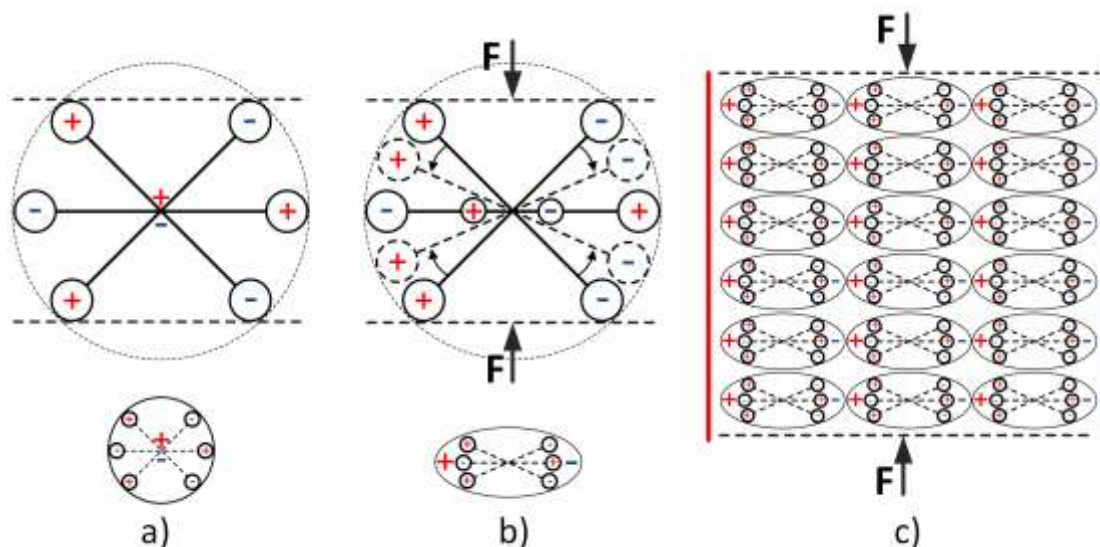
Záslouhou A. Langevina, W. P. Masona a W. G. Cadyho se začal piezoelektrický jev využívat i v technice a do průmyslového využití se poté dostal od poloviny 20. století [12]. Piezoelektrický jev se využívá v mnohých odvětvích techniky jako je elektrotechnika, automatizace, měření, radiotechnika, telekomunikační, televizní, rozhlasová a výpočetní technika, ultrazvukové sondy, optika, automobilová, spotřební i lékařská technika.

3.1 Piezoelektrický jev

Generování náboje vlivem působící síly na piezoelektrický element lze vysvětlit na jednoduchém molekulárním modelu zobrazeném na obrázku 3.1a. V klidovém stavu před působením externí síly se těžiště negativních a pozitivních nábojů každé molekuly shodují a navenek se jeví jako elektricky neutrální. Začne-li na materiál působit externí síla, jeho vnitřní struktura se začne deformovat, naruší se rovnováha mezi náboji a dojde k částečnému oddělení pozitivních a negativních těžišť nábojů, čímž dojde ke vzniku dvojic s kladným i záporným nábojem tzv. malých dipólů, zobrazených na obrázku 3.1b. Jedná se o stav, kdy se přestane vzájemně kompenzovat účinek nábojů různých znamének, a na opačných stranách elektrické osy vznikne přebytek opačných nábojů. Protilehlé póly uvnitř materiálu se vzájemně vyruší a na povrchu materiálu, tedy i na přilehlých elektrodách se objeví vázaný náboj (obrázek 3.1c), tento jev je označován jako tzv. polarizační efekt [21].

Vzájemný vztah mezi přímým a obráceným piezoelektrickým jevem je popsán Lippmannovým pravidlem.

„Elektrické pole způsobuje v piezoelektrickém krystalu deformace, které pak samy vyvolávají přímý piezoelektrický jev, ten zeslabuje účinek působícího vnějšího pole. Při deformaci piezoelektrického krystalu vznikají na jeho plochách náboje takového znaménka, že jimi způsobený nepřímý piezoelektrický jev působí proti účinkům deformace.“ [13]

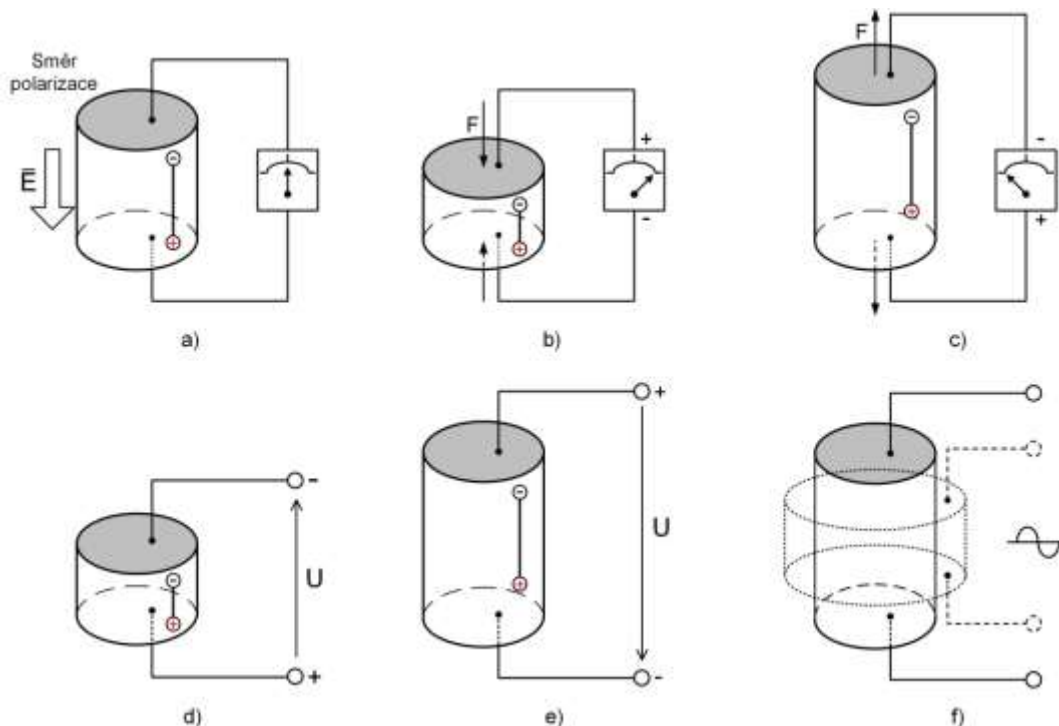


Obr. 3.1 Jednoduchý model vysvětlující piezoelektrický jev a) neexcitovaná molekula, b) molekula je vystavena vlivu externí síly F, c) polarizační efekt na povrchu materiálu. Převzato a upraveno dle [21].

3.1.1 Chování piezoelektrického materiálu

Chování piezoelektrického válečku v závislosti na působení mechanického namáhání nebo elektrického pole je zobrazeno na obrázku 3.2. Z důvodu popisu piezoelektrického přímého a nepřímého jevu je zde vyobrazená velikost deformací oproti reálným hodnotám značně nadhodnocena. Příklad nezatíženého vzorku je zobrazen na obrázku 3.2a. Vektor polarizace je rovnoběžný s osou válečku. Je-li piezoelektrický vzorek mechanicky stlačován nebo napínán mění se jeho dipólový moment a na elektrodách vzorku je generován náboj, který se na kapacitě elementu mění na odpovídající napětí. Při stlačování elementu v podélném nebo natahování ve směru kolmém ke směru polarizace vzniká napětí stejné polarity odpovídající původní orientaci polarizačního napětí (obrázek 3.2b). Napínáním elementu v podélném

směru polarizace nebo při stlačování ve směru kolmém ke směru polarizace je výsledná polarita napětí opačná než polarizační napětí (obrázek 3.2c). Princip obou těchto jevů je založený na přímém piezoelektrickém jevu, a jedná se o aplikace tzv. generátorového typu. Přímý piezoelektrický jev nastává v případě, když piezoelektrický měnič transformuje mechanickou energii, kterou je stlačován nebo napínán, na energii elektrickou.



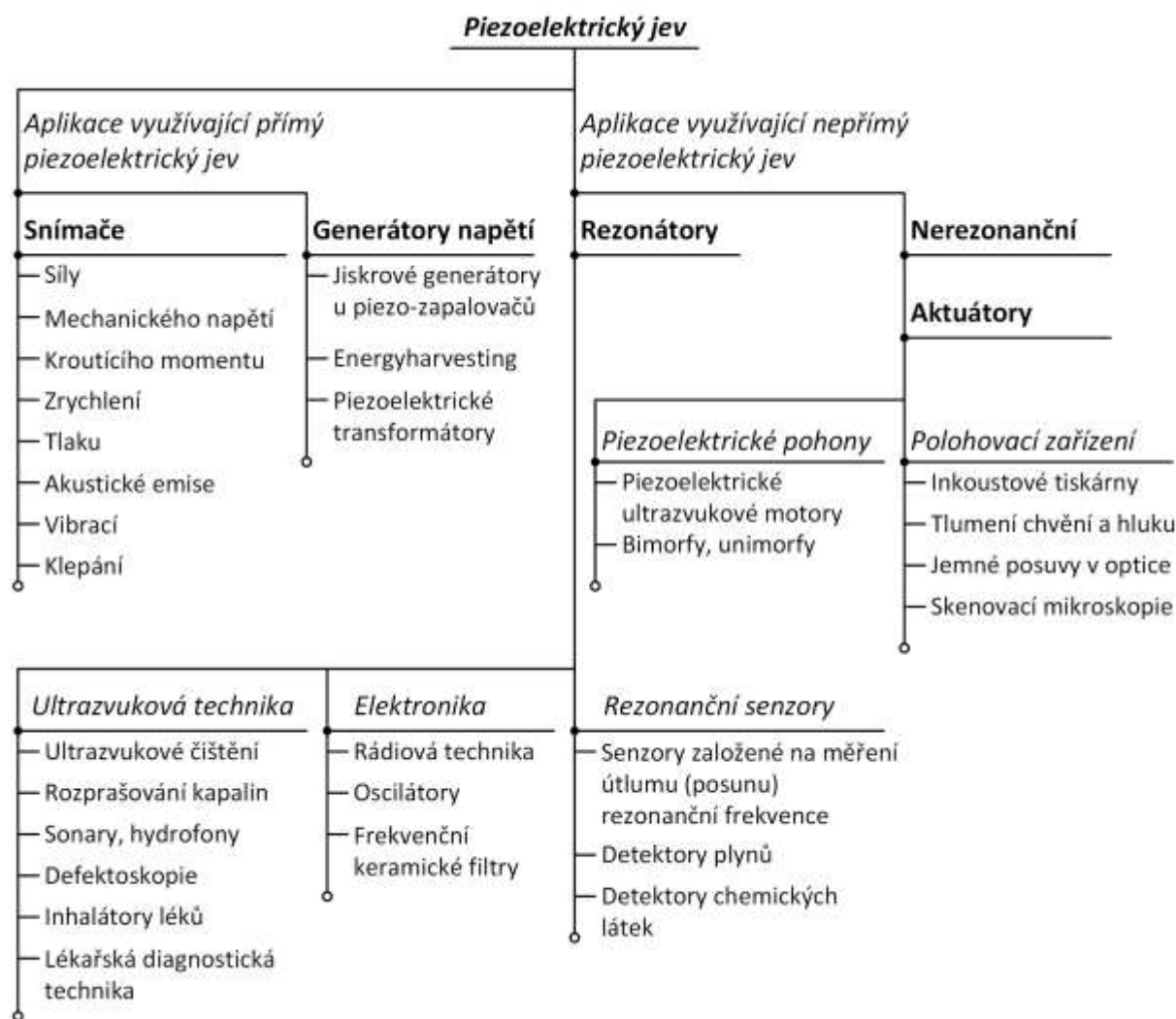
Obr. 3.2 Chování piezoelektrického válečku v závislosti na mechanickém namáhání a na působení elektrického pole: a) nezatížený váleček; b) stlačení válečku, polarita generovaného a polarizačního napětí je stejná; c) napínání válečku, polarita generovaného a polarizačního napětí je opačná; d) snížení válečku, připojené a polarizační napětí má opačnou polaritu; e) prodloužení válečku, připojené a polarizační napětí má stejnou polaritu; f) podélné kmitání válečku po připojení střídavého napětí. Převzato a upraveno dle [22, 23].

Nepřímého piezoelektrického jevu je naopak využíváno pro přeměnu elektrické energie na mechanickou. Při připojení napětí opačné polarity než je polarizační napětí se piezoelektrický měnič zmenší a současně rozšíří (obrázek 3.2d). Má-li přiložené napětí stejnou polaritu jako je polarizační napětí měniče, dojde k prodloužení a k současnému zúžení průměru piezoelektrického elementu (obrázek 3.2e).

Po připojení piezoelektrického měniče na střídavé napětí se začne element střídavě prodlužovat a zkracovat s frekvencí použitého napětí (obrázek 3.2f). Děj je nazýván jako tzv. motorová akce nebo vibrační mód, kdy se elektrická energie převádí na mechanickou energii. Tohoto principu se využívá např. u piezoelektrických motorů, v ultrazvukových generátorech, reproduktorech a v dalších aplikacích [22, 23].

3.2 Využití piezoelektrického jevu v praktických aplikacích

Piezoelektrické materiály ve všech možných modifikacích se využívají v mnoha praktických aplikacích. U PZT keramiky se využívají její piezoelektrické vlastnosti, které jsou popsány piezoelektrickým jevem a to tzv. přímým a nepřímým. Výhodou piezoelektrického materiálu je možnost předání energie a současně přijmutí odezvy systému stejným elementem.

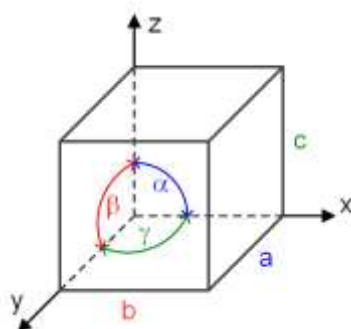


Obr. 3.3 Využití piezelektrického jevu u praktických aplikací. Převzato a upraveno dle [20, 24].

V současné době pokračuje výzkum v oblastech využívajících piezelektrické materiály, jako jsou např. nové typy snímačů, aktuátorů, případně upravených složení piezelektrických materiálů z důvodu zvýšení piezelektrických koeficientů, Curieovy teploty nebo koeficientu přeměny mechanické energie na elektrickou. Rozsah aplikací využívajících piezelektrické materiály je na obrázku 3.3. Piezelektrický jev proto byl, a stále je, v centru pozornosti mnoha výzkumných pracovišť po celém světě [20, 24].

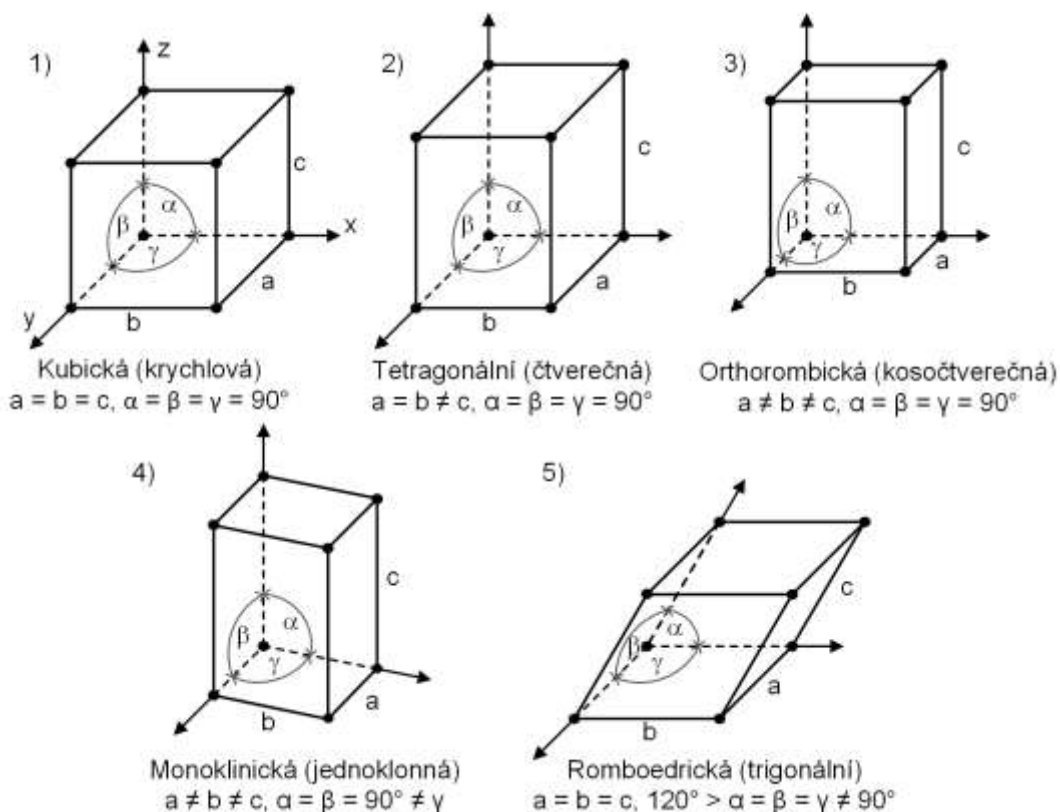
3.3 Složení PZT keramiky a fázové diagramy (Curieova teplota)

PZT keramiku tvoří směs dvou tuhých roztoků zirkoničitanu olovnatého PbZrO_3 a titaničitanu olovnatého PbTiO_3 v poměru $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}, \text{Ti}_x)\text{O}_3$. Jedná se o pevné krystalické látky a jejich strukturu můžeme charakterizovat pomocí krystalové mřížky, kterou lze stavět ze 14 typů základních krystalových buněk. Popis základní buňky je znázorněn na obrázku 3.4, kde a , b , c jsou délky stran hranolu, xyz je počátek souřadnicového systému krystalografických os, a α , β , γ jsou úhly, které svírají hrany základní buňky, body v krystalové mřížce jsou tzv. mřížkové (uzlové) body.



Obr. 3.4 Popis základní krystalové buňky. Převzato a upraveno dle [25, 26].

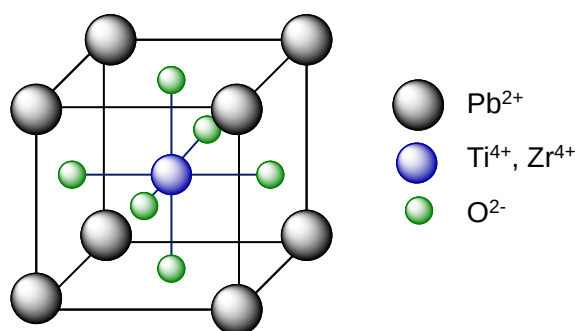
Podle osy symetrie se krystaly dělí do 7 krystalografických soustav, ve kterých mohou existovat 4 typy základních mřížek – prostá (P nebo R), bazálně centrovaná (C), prostorově centrovaná (I) a plošně centrovaná mřížka (F) [25, 26]. U PZT keramiky se kromě triklinické (trojklonné) a hexagonální (šesterečné) vyskytuje zbývajících 5 krystalografických soustav (obrázek 3.5): 1) Kubická (krychlová), 2) Tetragonální (čtverečná), 3) Ortorombická (kosočtverečná), 4) Monoklinická (jednoklonná) a 5) Romboedrická (trigonální).



Obr. 3.5 Typy krystalových mřížek u PZT keramiky. Převzato a upraveno dle [25-27].

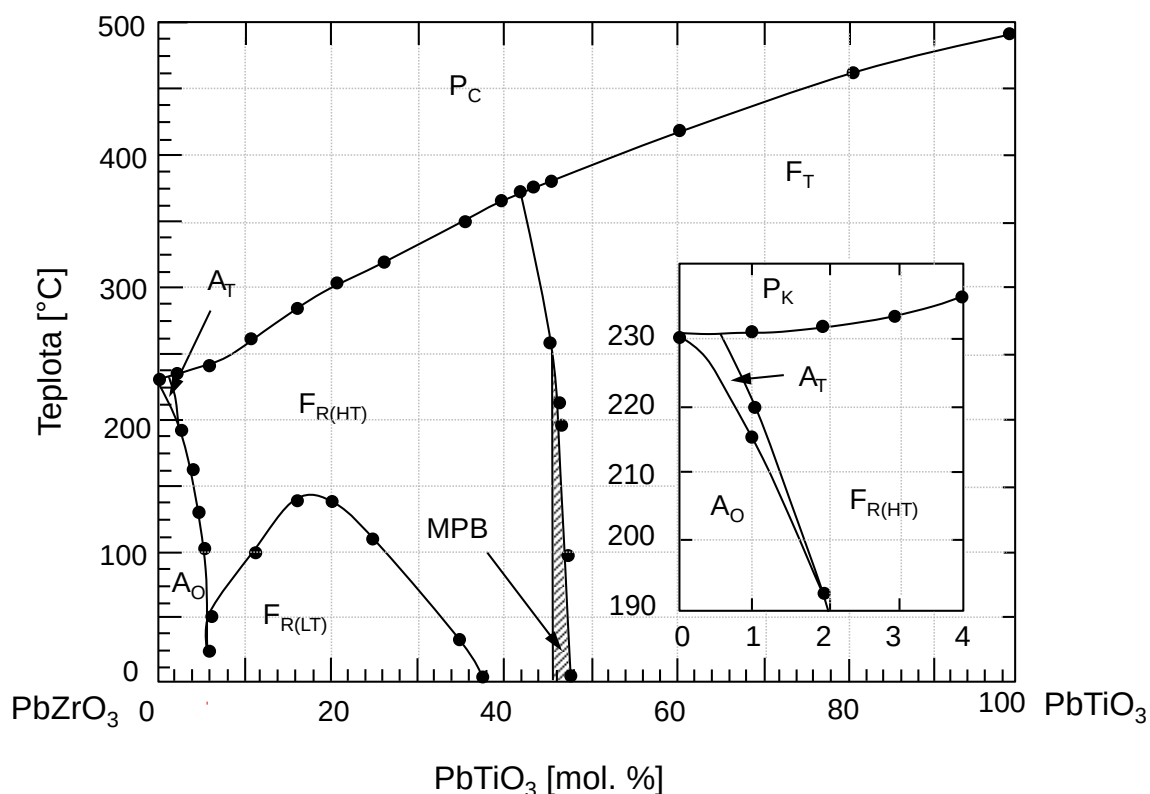
Titaničitán olovnatý PbTiO_3 (PT) je za normálních podmínek ferroelektrická látka s tetragonální symetrií ($P4mm$, kde P označuje prostou buňku). Při teplotě 490°C dochází k přechodu z ferroelektrické tetragonální fáze na paraelektrickou kubickou fázi ($Pm3m$) [28].

Zirkoničitán olovnatý PbZrO_3 je prototyp anti ferroelektrického krystalu s orthorombickou (kosočtverečnou) krystalovou mřížku s bodovou grupou symetrie ($R3m$, kde R označuje prostou buňku u romboedrické struktury). Při teplotě 230°C se stejně jako titaničitán olovnatý transformuje na vysokoteplotní paraelektrickou kubickou fázi ($Pm3m$). [29]. Základní perovskitová struktura pro oba krystaly je uvedena na obrázku 3.6.

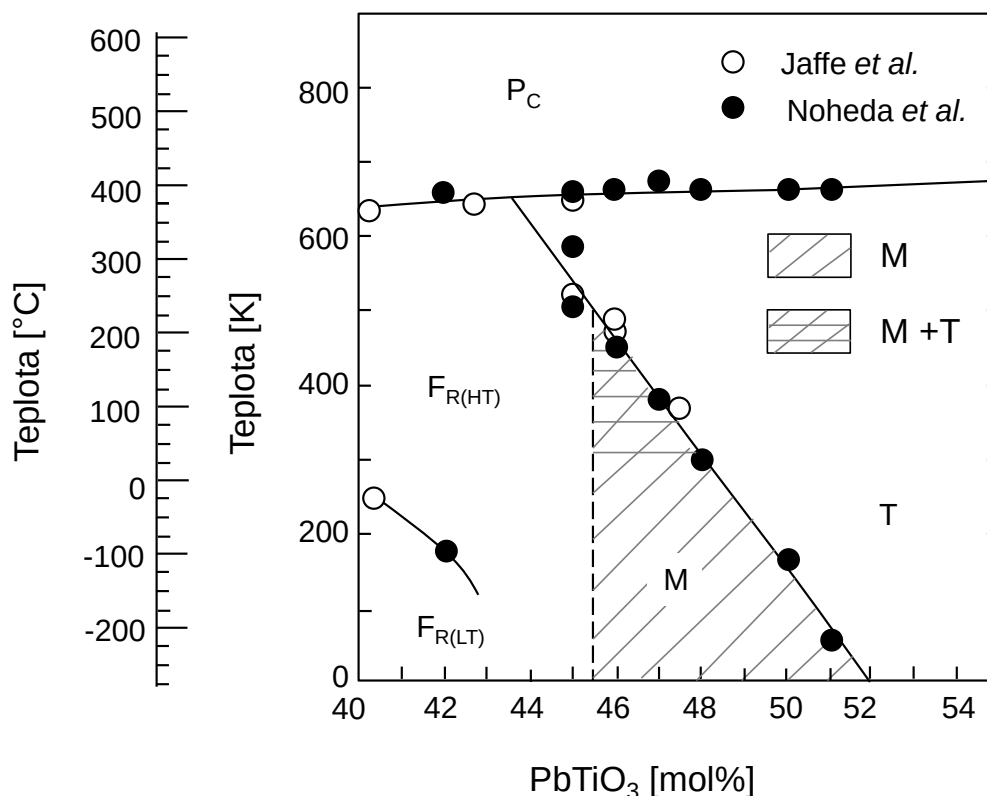


Obr. 3.6 Základní buňka PbTiO_3 a PbZrO_3 v kubické fázi s $Pm\bar{3}m$ symetrií. Převzato a upraveno dle [28, 30].

Chování keramiky v závislosti na složení lze popsat pomocí binárního (dvousložkového) fázového diagramu (obrázek 3.7), který umožňuje určit, jaká mikrostruktura existuje při dané teplotě pro dané složení materiálu. Vzhledem k tomu, že je keramika složena z tuhých roztoků, tak se v systému do teploty 500 °C vyskytuje pouze jedna a to pevná fáze, ale se dvěma složkami (zirkoničitan a titaničitan) a mění se pouze krystalografická struktura. Fázový diagram pro vyšší teploty bude uveden dále v textu. Na ose x jsou znázorněna molární procenta PbTiO_3 . Zatímco je při hodnotě 100 mol. % obsažen pouze čistý titaničitan, při 0 mol. % je v systému obsažen pouze čistý zirkoničitan. Na vertikální ose y je vynesena teplota a jedná se tedy o fázový diagram za konstantního tlaku. Z grafu lze určit základní informace týkající se krystalových struktur a teplot fázových přechodů.



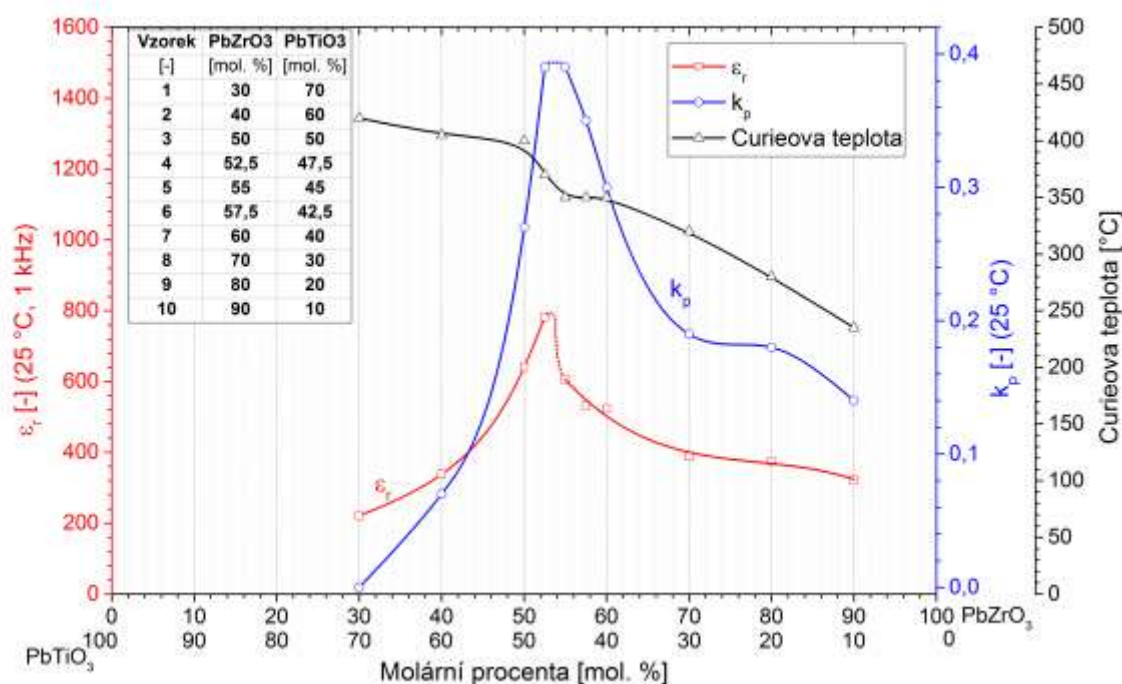
Obr. 3.7 Fázový diagram PbZrO_3 - PbTiO_3 keramiky $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ v rozmezí tuhých roztoků. Převzato a upraveno dle [31, 32].



Obr. 3.8 Fázový diagram $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}, \text{Ti}_x)\text{O}_3$ v oblasti morfortropní fázové hranice. Přejato a upraveno dle [33].

Ve fázovém diagramu se v závislosti na složení keramiky vyskytují následující oblasti. Antiferoelektrická oblast s orthorombickou (A_O) a tetragonální (A_T) krystalovou strukturou u složení blízkému čistému zirkoničitanu. Feroelektrická oblast s romboedrickou nízkoteplotní strukturou ($F_{R(LT)}$) s přibývajícím složením PbTiO_3 až do 38 mol. % a feroelektrická oblast s romboedrickou vysokoteplotní krystalovou strukturou ($F_{R(HT)}$) se složením přibližně do 48 mol. % PbTiO_3 . Feroelektrická tetragonální fáze (F_T) se v systému vyskytuje u složení keramiky od 50 mol. % PbZrO_3 : 50 mol. % PbTiO_3 až do 100 mol. % (čistého) PbTiO_3 . Další oblastí je morfortropní fázová hranice (MPB), která se nachází v oblasti složení naší keramiky (48 – 50 % PbTiO_3 a 50 – 52 % PbZrO_3) a bude popsána detailněji v následujícím textu. Poslední oblastí je paraelektrická s kubickou krystalovou strukturou (P_C) a to v celém rozsahu složení keramiky nad teplotou přechodu mezi feroelektrickou a paraelektrickou oblastí (Curieovou teplotou).

$\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}, \text{Ti}_x)\text{O}_3$ keramika s poměrem složení 52:48 (52 % PZ a 48 % PT) je v současné době nejvíce používána. Toto složení se nachází v blízkosti morfortropní fázové hranice (MPB) mezi romboedrickou feroelektrickou a tetragonální feroelektrickou fází (obrázek 3.8), kde byly experimentálně zjištěny při teplotě 25 °C maximální hodnoty piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů. První měření velikosti jednotlivých koeficientů na vzájemném hmotnostním poměru zirkoničitanu a titaničitanu realizoval již v roce 1955 Jaffe [32]. Závislost dielektrického koeficientu ϵ_r , elektromechanického planárního koeficientu k_p a Curieovy teploty je zobrazena na obrázku 3.9. Pro tento experiment byla připravena série směsí PbZrO_3 , PbTiO_3 , $\text{PbO}:\text{SnO}_2$ a PbHfO_3 . Z toho deset vzorků odpovídalo složení PbZrO_3 a PbTiO_3 . Jednotlivá molární procenta jsou uvedena v grafu na obrázku 3.9.

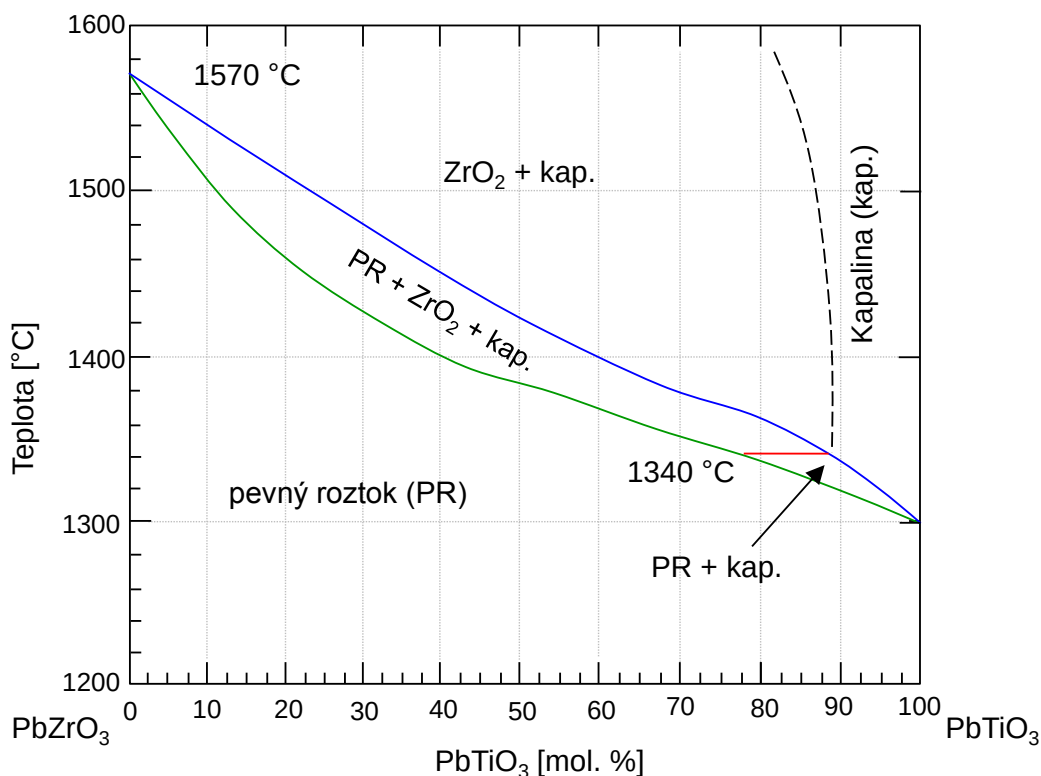


Obr. 3.9 Závislost relativní dielektrické permitivity ϵ_r a planárního koeficientu vazby k_p měřeného při 25 °C pro různá složení tuhých roztoků PbTiO_3 - PbZrO_3 . Převzato a upraveno dle [32].

Jak již bylo řečeno, existenci MPB fáze studoval nejdříve Jaffe et al. v roce 1955 [32], který předpokádal, že se v morfotropním fázovém rozhraní spolu vyskytují romboedrická a tetragonální fáze. V roce 2000 byla Nohedou tato teorie potvrzena v [33] a v roce 2005 byla Coxem a Nohedou upřesněna pomocí rentgenové difraktometrie existence monoklinické fáze a její směsi s tetragonální fází v rozmezí složení 45,5 až 52 mol. % PT a 48 až 54,5 mol. % PZ [34]. Avšak kompletní hranice mezi romboedrickou, monoklinickou a tetragonální fází ve fázovém diagramu nebyla dosud přesně stanovená vzhledem ke složitosti rozlišení mezi těmito třemi fázemi [35].

Fázový diagram pro tání PZT keramiky při vysokých teplotách sestavili a uvedli jako první Fushimi a Ikeda v roce 1967 [36] a je znázorněn na obrázku 3.10. Ve fázovém diagramu jsou uvedeny 2 hlavní křivky. Spodní zelená křivka solidu udává mezní složení tuhého roztoku a pod ní je přítomný pouze tuhý roztok. Nad horní modrou křivkou likvidu se vyskytuje pouze kapalná fáze ve formě taveniny. Červená křivka znázorňuje peritaktickou přeměnu, která probíhá při konstantní teplotě 1340 °C. Je to reakce tuhých roztoků s taveninou, kdy vznikají krystalické látky nového typu (tuhý roztok, oxid zirkoničitý ZrO_2 a tavenina). Mezi křivkami jsou společné oblasti tuhého roztoku s ZrO_2 a kapaliny.

PbTiO_3 taje kongruentně při 1300 °C. To znamená, že se taví na taveninu PbTiO_3 . PbZrO_3 taje inkongruentně při 1570 °C – rozkládá se a vzniká tavenina jiného složení (oxid zirkoničitý ZrO_2) než odpovídá stechiometrickému poměru zirkoničitanu olovnatého. Přechod z kongruentního do inkongruentního tání tuhých roztoků je při teplotě 1340 °C. Při nižších teplotách pod 500 °C je systém složitější a zahrnuje tuhé roztoky PbTiO_3 a PbZrO_3 s různými krystalovými strukturami (obrázek 3.7 a 3.8).



Obr. 3.10 Fázový diagram PbZrO_3 - PbTiO_3 keramiky $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}, \text{Ti}_x)\text{O}_3$ v rozmezí teplot tání.
Převzato a upraveno dle [36].

3.4 Proces výroby piezoelektrické keramiky

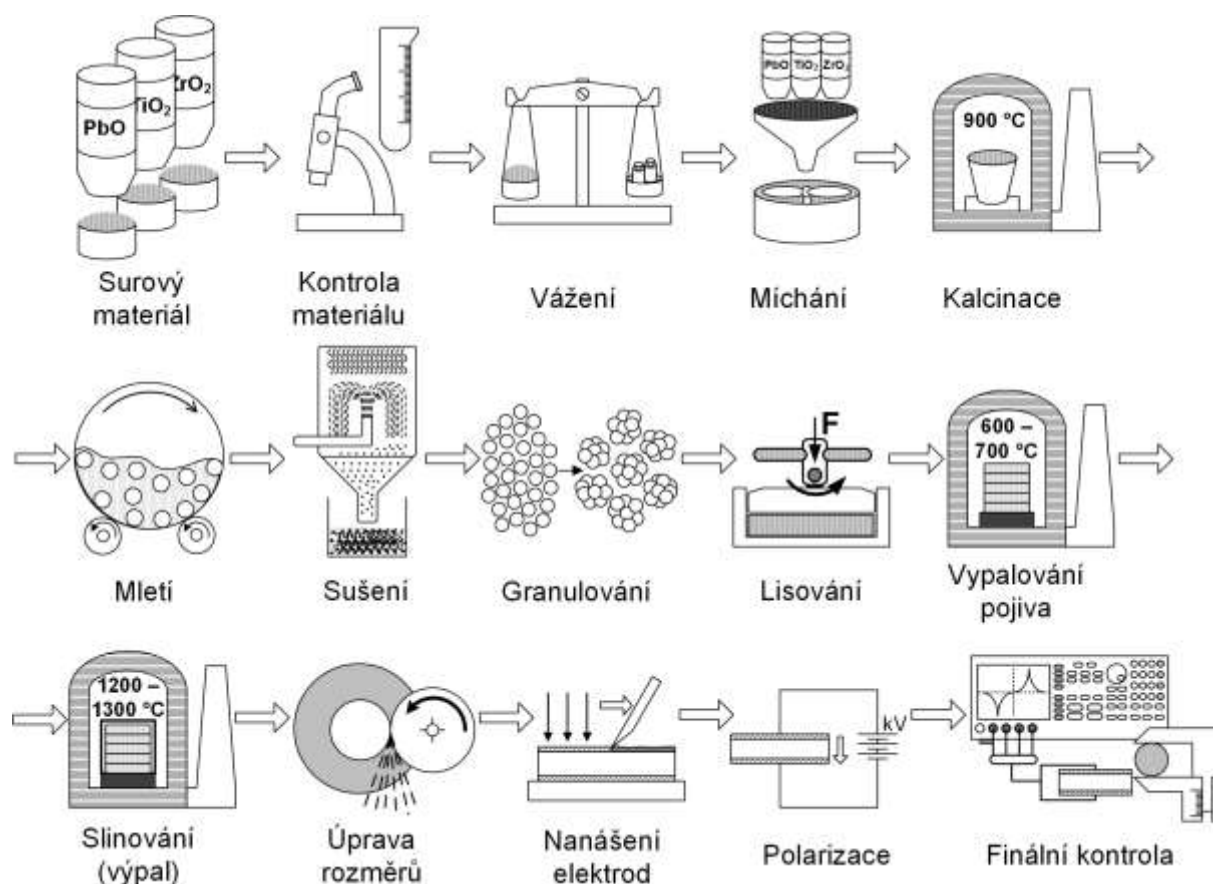
Jeden z nejvíce rozšířených piezoelektrických materiálů je perovskit, založený na bázi pevných roztoků zirkoničitanu olovnatého a titaničitanu olovnatého $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}, \text{Ti}_x)\text{O}_3$. Ve hmotnostním složení 50 % PbO a 50 % směsi PbZrO_3 a PbTiO_3 je označován také jako dvojný perovskit. Celý postup výroby na obrázku 3.11 zahrnuje výběr vstupních surovin, vývoj receptury, postup mletí, homogenizaci, žárovou syntézu (známou jako slinování) pevných roztoků $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}, \text{Ti}_x)\text{O}_3$, mletí syntetizovaných kalcinátů, tvarování povrchu slinutých vzorků, nanášení elektrod, polarizace a zkušební měření.

Piezoelektrické polykrystalické materiály lze zpracovávat oproti monokrystalům poměrně jednoduchou technologií do různých variant tvarů a velikostí. Pro výrobu piezoelektrických materiálů je možné uplatnit technologické postupy známé z výroby keramiky. Tímto postupem se získává materiál s vysokou reprodukovatelností za nízkou cenu. PZT keramika může být v průběhu výroby dotována dalšími sloučeninami (např. niobitem Nb nebo oxidem boritým B_2O_3). V tomto případě jsou tyto sloučeniny připraveny odděleně a do výsledné směsi jsou přidány až před granulací a následným lisováním.

Surový výchozí materiál je často ve formě oxidů (v tomto případě směs PbO , ZrO_2 , TiO_2), karbonátů a případně meziproduktů. Množství oxidů je počítáno v souladu s požadovaným chemickým složením. Jednotlivé oxidy i přídatné složky jsou naváženy a namíchány v přesném stechiometrickém poměru. Dalším krokem výroby je mletí takto připravené směsi a to metodou mletí za mokra, případně za sucha. Nejčastěji se používají kulové, vibrační nebo třecí mlýny. Volba metody a typu mlýnu má významný vliv na homogenizaci, velikosti zrn mleté suroviny (může být dosaženo až velikosti zrn $< 20 \mu\text{m}$) a jejich distribuci. Po mletí je směs po odvodnění a vysušení připravena na termální kalcinaci při 900 $^\circ\text{C}$. Kalcinace

je prováděna pod slinovací teplotou daného materiálu. Dochází při ní k reakci v pevné fázi mezi výchozími surovinami a k přechodu do polykrystalické fáze. Zároveň se syntézou ukončí vedlejší objemové kontrakce (smrštění a deformace materiálu). Výsledný kalcinát se poté znovu důsledně mele, odvodní a suší. Sušení je v současnosti často prováděno tzv. metodou sušení rozprašováním („spray-drying“) při které se směs za současného proudění horkého vzduchu rozstříkuje pod tlakem na stěny vysokých bubnů, odkud usušená padá na dno nádoby. I tento zdánlivě jednoduchý proces má mnoho proměnných, které mohou ovlivnit následné lisování prášku do požadovaného tvaru. Mezi hlavní patří volba teploty uvnitř bubnu, průměr rozstříkovací trysky, rychlost rozstříkování i množství přidaného pojiva. Během této metody sušení dojde ke granulaci směsi, která je dále preferována u lisování za studena.

Výsledné tvary se následně slinují při teplotách pohybujících se v oblasti 1200 °C až 1300 °C. Nastavená hodnota teploty se volí dle požadavku odpovídajícímu příslušnému materiálu. Během procesu slinování se ideálně kulovité částice namíchaných prášků společně spojí krčky, difuzí dojde k uzavírání pórů a tvoří se hustá sktruktura. Výsledná hustota by měla být větší než 95 % teoretické hustoty s kvalitní pórovitostí a rovnoměrně rozložená v celém elementu. V poslední době byly testovány různé typy přísad do slinovacího procesu, které se zejména uplatní u silných vrstev. Teplota výpalu se poté může pohybovat i pod 1000 °C, což se uplatní například u slinování keramických vrstev založených na substrátu oxidu křemičitého. Literatura uvádí [37], že elementy mají po slinování stejný tvar jako po lisování, nicméně během procesu dochází obvykle k smrštění o 13 až 15 % oproti původní velikosti.



Obr. 3.11 Zobrazení postupu výroby PZT keramiky $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$, Převzato a upraveno dle [37, 38].

Vypálené komponenty se do výsledné podoby upravují např. řezáním, broušením na plocho, broušením vnitřního nebo vnějšího průměru a povrchovým leštěním, tedy lapováním. Požadavek na výsledný rozměr elementu je dán buďto přímo nebo nepřímo přes rezonanční frekvenci. U základních tvarů je možné definovat rozměr měniče pomocí požadované rezonanční frekvence a známé frekvenční konstanty daného materiálu, z těchto hodnot je následně dopočítán požadovaný rozměr.

Po důkladném očištění se na takto upravené elementy nanášejí stříbrné nebo zlaté a niklové elektrody. Metody nanášení elektrod lze rozdělit na běžně používanou metodu sítotisku a následné vypalování, vakuové napařování, vakuové naprašování případně chemickým nanášením. Volba metody nanášení elektrod je založena na ceně, na požadovaném frekvenčním rozsahu měniče a na teplotních nebo chemických podmínkách použití.

Floučinka elektrod nanášených pomocí sítotisku se pohybuje v rozmezí 5 až 10 μm . Směs pro nanášení je míchána z vodivého kovu nebo slitiny a ze skleněné frity. Při použití masky je možné vytvořit elektrody se vzorem, např. měnič s přetaženou elektrodou, kdy je možné celý element kontaktovat z jedné strany. Sítotiskem nanášené elektrody je nutné na povrchu vypalovat při teplotách v rozmezí 600 až 800 $^{\circ}\text{C}$. Během tohoto procesu nanášená vodivá pasta přilne k povrchu keramiky. Mezi hlavní parametry ovlivňující kvalitu výsledné elektrody patří příprava povrchu keramiky. Čistota povrchu keramiky je zodpovědná za následnou přilnavost vodivé pasty. Dalšími parametry ovlivňujícími kvalitu elektrody jsou rovnoměrnost nanášené vrstvy, viskozita použité vodivé pasty a důsledná kontrola vypalovací teploty a času procesu vypalování elektrod. Většinu problému souvisejících s elektrodami je možné při sítotisku zpětně dohledat ve výrobním procesu. U ostatních metod jako je např. chemická nebo naprašovací metoda je celý proces komplikovanější.

Elementy mají po nanášení elektrod již výsledný tvar. Pro získání piezoelektrických vlastností je nutné je polarizovat pomocí stejnosměrného pole s gradientem, který je řízen charakterem polarizovaného materiálu a podmínkami polarizace především pak teplotou při které je PZT keramika polarizována. Během polarizace jsou náhodně orientované domény v keramických zrnech uspořádány dle působení vnějšího elektrického pole.

PZT element je v průběhu polarizace uložen v lázni, nejčastěji se jedná o silikonový nebo transformátorový olej. Použitá olejová lázeň musí mít dostatečnou elektrickou pevnost, aby se zabránilo elektrickému přeskoku mezi elektrodami. Zároveň slouží pro rovnoměrný ohřev polarizovaného elementu. Vyšší teplota je udržována z důvodu snížení hodnoty koerzivní síly materiálu a usnadnění celého procesu polarizace. Gradient elektrického pole se pohybuje podle typu PZT keramiky od 2 do 4 $\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$. U měkké keramiky se používá nižší napětí v okolí 2 až 3 $\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$. Naproti tomu tvrdý typ keramiky je nutné polarizovat vyšším elektrickým polem až 4 $\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$ a výš. Polarizační napětí se udržuje po celou dobu polarizace a přerušuje se až při poklesu teploty pod 80 $^{\circ}\text{C}$ nebo 100 $^{\circ}\text{C}$. Teplota se volí podle hodnoty Curieova bodu dané PZT keramiky.

Výsledná orientace domén je poměrně stálá pokud nedojde k ohřevu materiálu nad teplotu fázového přechodu nebo nedochází k výraznému působení mechanického napětí na element. U PZT keramik je fázový přechod spojen s Curieovým bodem, který se u běžně používaných typů keramiky pohybuje v rozmezí od 250 $^{\circ}\text{C}$ až do 400 $^{\circ}\text{C}$.

V některých aplikacích, kde jsou vyžadovány měniče pro střížný typ kmitů, je potřeba použít vzorky se speciálním postupem polarizace. U těchto vzorků je polarizace prováděna v jiném směru, než je výsledný pracovní směr měniče. Elektrody použité pro polarizaci jsou pouze dočasné a po skončení polarizace je nutné je odstranit. V tomto případě není vhodné

použít elektrody nanášené sítotiskem, jelikož je nutné je zapéct do povrchu pomocí teploty přesahující Curieovu teplotu dané PZT keramiky a element by byl tedy opět depolarizován. Z tohoto důvodu se u těchto aplikací využívá metody založené na chemickém principu, případně metoda napařování.

Závěrečná kontrola je prováděna po 24 hodinách od polarizace. Kontrola zahrnuje testování vazby mezi elektrodou a povrchem keramiky, stejně jako měření rozměrových tolerancí a dielektrických a piezoelektrických vlastností. Zkušební metody testů jsou popsány např. v normách [7-11]. Záznam z výstupní kontroly obsahuje údaje o polarizaci, materiálu použitého na elektrody, geometrických rozměrech elementů, hodnotách rezonančních frekvencí, elektromechanickém faktoru, mechanické jakosti a případně zobrazené impedanční spektrum měřeného vzorku. Tyto záznamy slouží především koncovému uživateli, ale lze na jejich základě dodatečně upravovat výrobní proces [25, 26, 37, 38].

3.5 Způsoby připojení piezoelektrických měničů

Existuje více způsobů jak připojit na PZT element kontakty. Mezi ty nejznámější patří [22]:

Upnutí vzorku – jedná se o upevnění vzorku do kontaktních kleští. To ale bývá často nespolehlivé z důvodu malé odolnosti vůči vibracím PZT elementu uvnitř kleští.

Pájení – pájení dává výhodu vodivého spoje. Vlivem stárnutí na něm však může dojít k únavě spoje a jeho poškození. Dalším problémem pájení PZT keramiky je její teplotní závislost, kde v místě pájení může dojít k částečné depolarizaci PZT elementu. Před pájením je tedy nutné znát Curieovu teplotu dané PZT keramiky a samotný proces pájení musí být co nejkratší.

Lepení – lepení je využíváno jak z hlediska upnutí piezoelektrického měniče, tak pro připojení kontaktního spoje. Moderní epoxidová nebo akrylátová lepidla poskytují pevné a přesto pružné spoje mezi sousedními povrchy. U lepení se v tolika případech neobjevuje problém s únavou spojů a pracovní teploty lepidel dosahují až 150 °C. Před samotným lepením je potřeba jeden z povrchů zdrsnit a obě lepené plochy k sobě přitlačit silou až 10^5 Pa ($10^5 \text{ N}\cdot\text{m}^{-2}$).

Většina vodivých lepidel se zakládá na bázi epoxidu s částicemi vodivého materiálu. Využívány jsou např. částice stříbra případně niklu. Tyto vodivá lepidla se mnohdy popisují jako „třídimenzionální“ a vyznačují se elektrickou vodivostí v celém svém objemu. Nevýhodou je možný zkrat okolních částí při vytlačení části lepidla mimo lepený spoj. Možný způsob jak se případnému zkratu okolních částí zbytkovým lepidlem vyhnout je popsán v publikaci [22].

Postup spočívá v příměsi definovaných částic niklového prášku o velikosti asi 10 μm do lepidla v celkovém obsahu asi 10% z celé hmotnosti. Lepené povrchy jsou k sobě opět přitlačeny silou. Částice niklu se vlivem přitlačení obalí (dochází k tzv. karbonyl-niklovému procesu) a vytvoří monomolekulární jednoduchou vrstvu mezi lepenými povrchy. Přitlačení obou lepených povrchů silou se zajistí dostatečné množství spolehlivých elektrických kontaktů. Pouze asi 2 % plochy nejsou niklem pokryty dostatečně, avšak tento jev nesnižuje kvalitu celkového kontaktu. Procentuální množství částic niklu v lepidle je tak nízké, že nehrozí nebezpečí zkratu při vytlačení přebytku lepidla na stranách spoje. Tento způsob je nazýván jako jednodimenzionální vodivé lepení.

3.6 Elektrody používané u PZT keramiky

Stříbrná elektroda je nejčastěji využívaný typ elektrody, používá se ve formě tenkovrstvých i tlustovrstvých typů elektrod. Obvykle se na povrch PZT elementu nanáší sítotiskem a vypaluje se při vysokých teplotách v okolí 850 °C. Tloušťka takto vyrobené elektrody se poté pohybuje v rozmezí 5 až 10 µm. Vypálená elektroda je dostatečně odolná pro případné pájení kontaktů. Mezi výrobce stříbrných past patří např. DuPont (5504N), Heraeus, ESL (Electro Science Laboratories).

Druhý způsob nanášení stříbrných elektrod se využívá spíše pro dočasné kontaktování, kdy je povrch elementu potřen stříbrnou pastou. Takto nanesená vrstva se nemusí vypalovat, jelikož k zaschnutí dochází při pokojové teplotě. Avšak teplotní i mechanická odolnost tohoto typu elektrod je výrazně nižší než u vypálené elektrody. Na tento typ elektrody není možné jednoduše pájet. Teplotní odolnost bývá omezena asi do 140 °C.

Příležitostně bývá nutné odstranit z povrchu elektrody vrstvu sulfidu stříbrného, který vzniká na elektrodách vlivem znečištěného ovzduší. K odstranění této vrstvy se používá metoda známá jako „glass brush“ tedy kartáčové čištění [22].

Pro napájení kontaktů se využívá mikropájka s nastavenou teplotou na hrotu v rozmezí 250 až 300 °C. Pro pájení se používá směs cínu a olova v poměru Sn60Pb40 nebo Sn62Pb36Ag2 spolu s vhodným tekutým (pryskyřicovým) tavidlem. V současnosti je již kladen velký důraz na využívání tzv. bezolovnatého pájení. Čas samotného pájení by měl být co nejkratší v rozsahu 3 ± 1 sekundy.

Zlaté elektrody se často využívají ve spojení s dalšími příměsemi, jedná se např. o nikl. Tloušťka elektrod se pohybuje v rozmezí od 0,26 do 0,29 µm.

Niklové elektrody jsou obvykle na povrch PZT elementu nanášeny vakuovým napařováním (vacuum-evaporated), kdy má elektroda zpravidla tloušťku 0,2 až 0,5 µm.

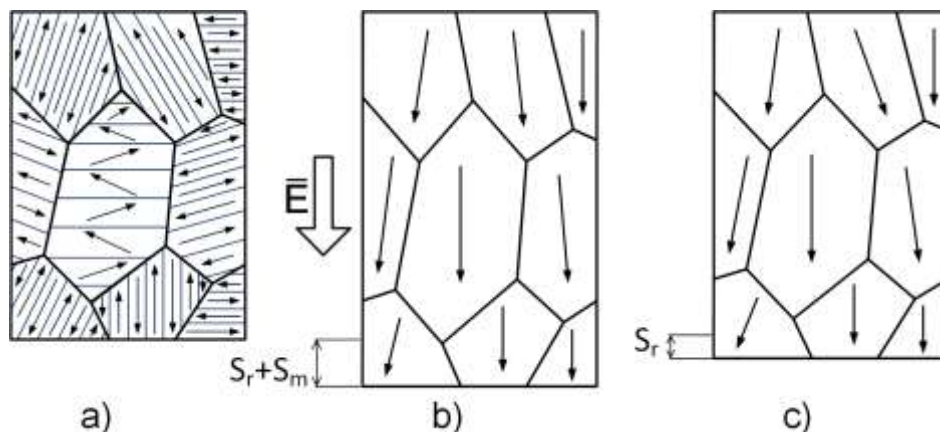
Při pájení na poniklovanou plochu by měla být teplota pájecího hrotu nastavena nejméně na 400 °C. Vysoká teplota v kombinaci s tavidlem pro nikl pomáhá k rychlému odstranění zoxidované horní vrstvy na elektrodě. K minimalizaci přechodu tepla z pájecího hrotu do PZT keramiky by čas samotného pájení neměl přesáhnout 3 sekundy.

3.7 Polarizace PZT keramiky

Z oblasti elementárních buněk, ve které jsou jejich dipóly natočeny stejným směrem, vzniknou tzv. domény. V materiálu jsou však dipólové momenty nepravidelně rozloženy, a proto je výsledný náboj nulový. Během deformace elementu a tedy i domén sice vzniká na jejich stěnách náboj, ten se však vzájemně vyrovnává a výsledný efekt je zanedbatelný. Element v tomto stavu nevykazuje piezoelektrický jev (obrázek 3.12a), domény uvnitř materiálu nejsou vzájemně natočeny o 180° ale pouze o 90° u tetragonální struktury nebo o 71° a 109° u romboedrické struktury.

K polarizaci PZT elementu dochází při jeho vložení do elektrického pole s vysokou intenzitou. Působením vysokonapětového pole se domény ve směru působení tohoto pole vyrovnají (obrázek 3.12b), zároveň dochází k deformaci složené z remanentní deformace S_r a deformace S_m odpovídající elektrickému poli mezi bodem S_r a saturačním napětím. Velikosti deformací jsou zobrazené na hysterezní křivce S-E na obrázku 2.4b. Domény, u kterých vektory polarizace obsahují složky shodné se směrem působícího pole, rostou následkem změn polohy doménových hranic, oproti ostatním odchýleným. Důsledkem polarizace po odpojení PZT elementu od elektrického pole je zachována orientace velké části

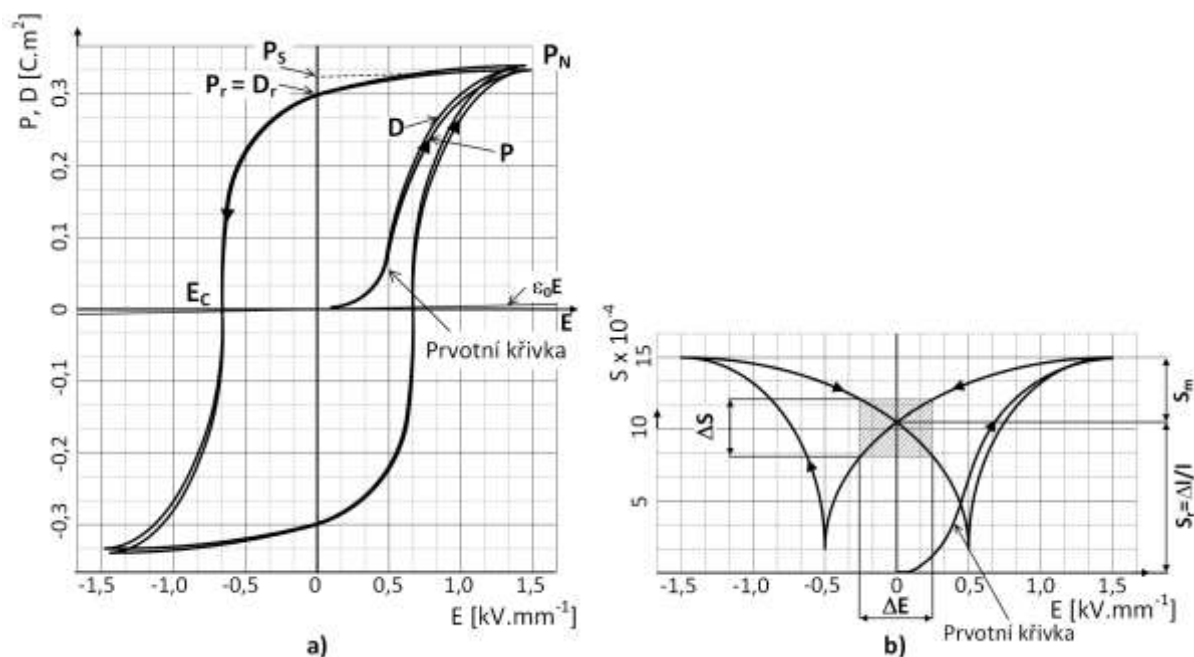
dipólů získané během polarizace, (obrázek 3.12c). Podmínky polarizace jsou podrobněji popsány v postupu výroby PZT keramiky [22, 39].



Obr. 3.12 Popis elektrických dipólových momentů v polykrystalickém materiálu a) před polarizací, b) během polarizace c) po polarizaci. Převzato a upraveno dle [39].

3.8 Hysterezní křivky

U feroelektrických materiálů, mezi které patří i PZT keramika, běžně dochází vlivem projevu doménové struktury ke vzniku hysterezních křivek. Polarizační proces je možné sledovat pomocí závislosti průměrné elektrické polarizace P na intenzitě vnějšího elektrického pole E . V tomto případě se bude jednat o element opatřený elektrodami tak, že vytvořené elektrické pole uvnitř elementu je rovnoběžné s osou nanesených elektrod. Není-li element doposud polarizován elektrickým polem, je stále rozdělen na různě orientované domény a jeho makroskopická polarizace je tedy nulová. Pokud je nepolarizovaný element připojen na postupně rostoucí elektrické pole při teplotě udržované mírně pod Curieovým bodem, začnou se dipóly vyrovnávat ve směru polarizačního napětí a sledují tzv. výchozí křivku, jak je vidět na obrázku 3.13a.



Obr. 3.13 Hysterezní křivka a) závislosti polarizace P a indukce elektrického pole D na intenzitě vnějšího elektrického pole E a b) závislost deformace S na vnějším elektrickém poli E . Převzato a upraveno dle [22].

Při dosažení hodnoty intenzity koercitivního pole E_c přejde spontánní polarizace ve všech doménách do směru vnějšího elektrického pole. Piezoelektrickou keramiku je tedy nutné polarizovat polem vyšším, než je její vlastní koercitivní pole E_c . Hodnoty koercitivního pole se pohybují u běžně vyráběné keramiky od $0,5$ do $1 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$. Překročí-li elektrické pole mezní hodnotu, nedochází již k dalšímu nárůstu polarizace, protože všechny dipóly jsou již zarovnané ve směru pole. Materiál dosáhne bodu nasycení P_N (často označován jako bod saturace). Po snížení elektrického pole na nulu nezůstanou dipóly dokonale vyrovnány, ale snaží se vrátit zpět do původních preferovaných směrů v rámci jednotlivých domén. Nevrátí se však do svých původních před-polarizačních směrů. Uvnitř krystalu existuje několik přednostních směrů, dipóly tak zůstávají v preferovaných směrech nejlépe odpovídajících původnímu směru polarizace vnějším elektrickým polem. Při $E = 0$ v elementu zůstává tedy i nadále velmi vysoký stupeň polarizace. Výsledná remanentní polarizace P_r není tedy nulová, ale o něco nižší než je spontánní polarizace P_s . Spontánní polarizaci je v tomto případě možné stanovit extrapolací lineární části hysterezní křivky k hodnotě $E = 0$. Spontánní polarizace každé z domén pozitivně ovlivňuje výslednou polarizaci elementu, stejně tak jako posuvy doménových stěn. Při obrácení polarity polarizačního napětí klesne nejprve polarizace k nule a dále pak narůstá v záporném směru k saturační polarizaci P_N . Po snížení elektrického pole na nulu klesne i polarizace na remanentní polarizaci. Po opětovném navýšení elektrického pole v kladném směru bude polarizace nejprve klesat k nule a poté narůstat až k hodnotě P_N . Tak vzniká hysterezní křivka závislosti polarizace P na elektrickém poli E [12, 20].

Hysterezní křivka se liší pro různé typy měkké i tvrdé piezoelektrické keramiky. PZT keramika s nižší hodnotou dielektrických ztrát $\tan\delta$, má užší hysterezní křivku a využívá se především ve výkonových aplikacích např. ultrazvukové pračky a svařování. PZT keramika s vyšší hodnotou dielektrických ztrát $\tan\delta$ se vyznačuje širší hysterezní křivkou a je vhodná např. pro měřicí aplikace – senzory, případně pro aktuátory [22].

Křivka závislosti změny indukce elektrického pole D na elektrickém poli E ($\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$) věrně kopíruje křivku polarizace. Například na vrcholu hysterezní křivky je hodnota elektrické indukce D vyšší než hodnota polarizace P . Při $E = 0$ se obě křivky protínají, pak i výsledná hodnota $D_r = P_r$.

Při znalosti hodnoty indukce elektrického pole D ($\text{C}\cdot\text{m}^{-2}$), permitivity vakua $\varepsilon_0 = 8,854187 \times 10^{-12} \text{ F}\cdot\text{m}^{-1}$ a elektrického pole E ($\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$) je možné určit hodnotu elektrické polarizace P ($\text{C}\cdot\text{m}^{-2}$) ze vztahu:

$$D = \varepsilon_0 E + P \quad (3.1)$$

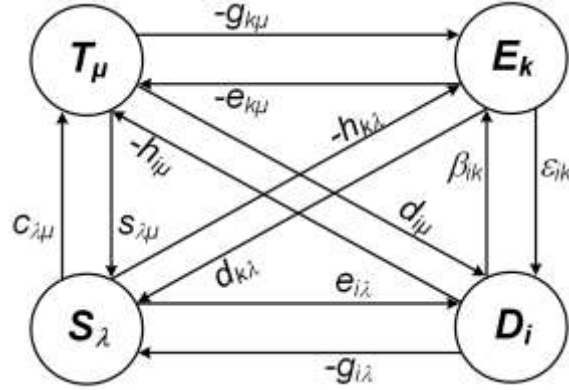
Polarizace piezoelektrické keramiky je spojena s deformací elementu. Vzájemná závislost deformace S a intenzity elektrického pole E se stanovuje z hysterezní křivky (obrázek 3.13b). Křivka koresponduje s hysterezní křivkou elektrické polarizace a elektrické indukce. V anglické literatuře je tato závislost deformace S na elektrickém poli E nazývána jako „butterfly loop“.

Při nulové intenzitě elektrického pole ($E = 0$) je zachována remanentní deformace S_r , v jejímž okolí mohou nastat piezoelektrické jevy. Je-li na element opakovaně připojováno elektrické pole, odpovídá vzniklá deformace S_m deformaci mezi remanentní deformací S_r a maximální deformací při saturaci. Z hysterezní křivky je patrné, že v případě změny intenzity elektrického pole ΔE dojde i ke změně deformace ΔS . Hystereze spojená s deformací elementu v závislosti na elektrickém poli může vést u některých aplikací i ke komplikacím, jako např. využití PZT keramiky u aktuátorů [12, 17, 20, 22].

Hysterezní křivka závislosti deformace S se měří společně se závislostí elektrické polarizace P a elektrické indukce D na intenzitě elektrického pole E . Z těchto křivek lze stanovit kvalitu provedené polarizace.

4 DEFINICE ZÁKLADNÍCH VELIČIN

Celkový popis piezoelektřiny zahrnuje 24 stavových rovnic popisujících vztahy mezi mechanickými, elektrickými a termodynamickými vlastnostmi a vychází z tzv. Heckmannova diagramu. Zahrnuje složky tenzorů mechanické deformace S_λ a elastického napětí T_λ . Druhá dvojice pak složky vektorů indukce elektrického pole D_i (často označované jako elektrické posunutí) a intenzity elektrického pole E_i , tedy elektrické veličiny. Třetí dvojice popisuje vliv absolutní teploty Θ a entropie σ .



Obr. 4.1 Lineární elektromechanické stavové rovnice. Převzato a upraveno dle [20].

Je-li Heckmannův diagram redukován na vzájemný vztah mezi složkami mechanických veličin S_λ a T_λ a elektrických veličin D_i a E_i , pak piezoelektrický jev popisují dvě dvojice veličin podle obrázku 4.1 a popis je redukován na 8 lineárních piezoelektrických stavových rovnic (4.1) až (4.8) platných pro izotermické a adiabatické děje kde $\lambda, \mu = 1$ až 6 a $i, k = 1, 2, 3$ [15, 20, 40].

Stavové rovnice popisující nepřímý piezoelektrický jev:

$$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^E T_\mu + d_{k\lambda} E_k \quad (4.1)$$

$$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^D T_\mu + g_{i\lambda} D_i \quad (4.2)$$

$$T_\mu = c_{\lambda\mu}^E S_\lambda - e_{k\mu} E_k \quad (4.3)$$

$$T_\mu = c_{\lambda\mu}^D S_\lambda - h_{i\mu} D_i \quad (4.4)$$

Stavové rovnice popisující přímý piezoelektrický jev:

$$D_i = d_{i\mu} T_\mu + \epsilon_{ik}^T E_k \quad (4.5)$$

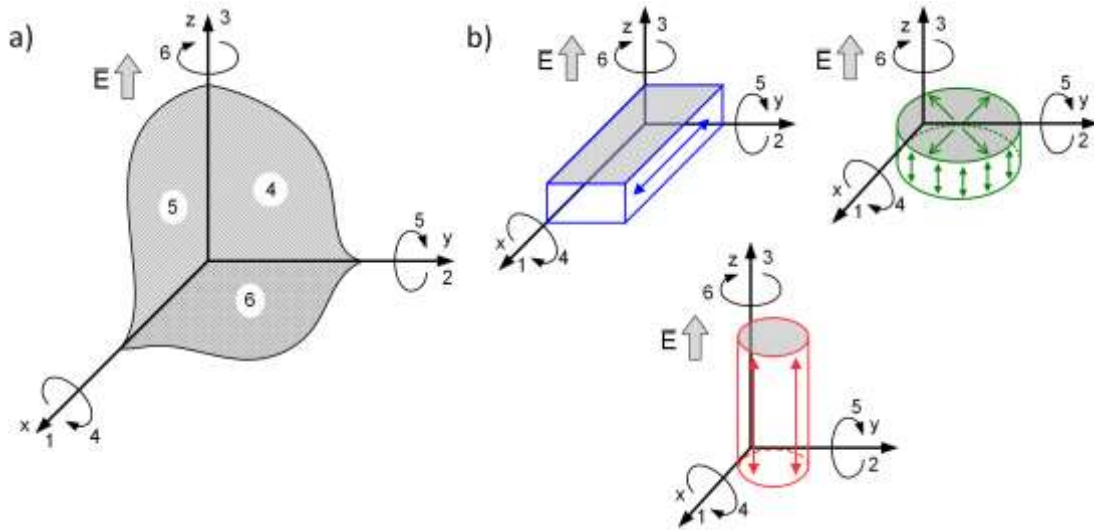
$$D_i = e_{i\lambda} T_\mu + \epsilon_{ik}^S E_k \quad (4.6)$$

$$E_k = -g_{k\mu} T_\mu + \beta_{ik}^T D_i \quad (4.7)$$

$$E_k = -h_{k\lambda} T_\lambda + \beta_{ik}^S D_i \quad (4.8)$$

Podrobný popis materiálových koeficientů používaných v rovnicích (4.1) až (4.8) je uveden v tabulce 4.1.

Stavové rovnice je možné převést do grafické podoby zobrazené na obrázku 4.2. V této pravotočivé ortogonální soustavě souřadnic jsou souřadnicím x, y, z přiřazeny čísla 1, 2, 3 a rovinám yz, xz, xy odpovídají čísla 4, 5, 6. Vektor polarizace E prochází rovnoběžně s osou z .



Obr. 4.2 a) Pravoúhlý souřadnicový systém XYZ, b) zobrazení základních typů elementů v pravoúhlém souřadném systému XYZ. Převzato a upraveno dle [17, 23].

Mechanické veličiny deformace S_λ a elastické napětí T_λ mají po šesti složkách, kde λ je rovna 1 až 6. První tři složky 1, 2, 3 odpovídají směrům 1, 2, 3 a další tři složky 4, 5, 6 naznačují roviny 4, 5, 6, ve kterých se nachází deformace nebo elastické napětí. Elektrické veličiny, intenzita pole E_i a posunutí D_i mají tři složky, které odpovídají směrům 1, 2, 3.

Materiálové koeficienty jsou definovány při konstantních hodnotách zbylých nezávislých veličin. Horní index E u elastických koeficientů $s^E_{\lambda\mu}$ a modulů $c^E_{\lambda\mu}$ označuje, že jsou definovány pro konstantní elektrické pole (elektrody jsou zkratovány). Konstantní indukce elektrického pole (el. posunutí) je značena indexem D ($s^D_{\lambda\mu}, c^D_{\lambda\mu}$), elektrody jsou rozpojeny. Permittivita ε a impermeabilita β jsou definovány při konstantním elektrickém poli ($\varepsilon^E_{ik}, \beta^E_{ik}$) a při konstantní deformaci ($\varepsilon^S_{ik}, \beta^S_{ik}$). Pro konstantní elektrické pole a indukci el. pole jsou definovány i piezoelektrické koeficienty $d_{i\lambda}, h_{i\lambda}, g_{i\lambda}, e_{i\lambda}$, kde platí:

$$e^D_{i\lambda} = d^E_{i\lambda} = d_{i\lambda} \text{ a } d^D_{i\lambda} = g^E_{i\lambda} = g_{i\lambda} \quad (4.9)$$

$$e^E_{i\lambda} = e_{i\lambda} \text{ a } h^E_{i\lambda} = h_{i\lambda} \quad (4.10)$$

Ze stavových rovnic je možné odvodit vztahy mezi materiálovými koeficienty. Ty základní jsou uvedeny v (4.11), při neuvádění dolních indexů [15, 39].

$$\begin{aligned} d &= e \cdot s^E = \varepsilon^T \cdot g & e &= d \cdot c^E = \varepsilon^S \cdot h \\ g &= h \cdot s^D = \beta^T \cdot d & h &= g \cdot c^E = \beta^S \cdot e \\ s^E - s^D &= d^t \cdot g = g^t \cdot d & c^D - c^E &= e^t \cdot h = h^t \cdot e \\ \varepsilon^T - \varepsilon^S &= e \cdot d^t = d \cdot e^t & \beta^S - \beta^T &= h \cdot g^t = g \cdot h^t \\ \beta^{T \text{ nebo } S} &= (\varepsilon^{T \text{ nebo } S})^{-1} & c^{E \text{ nebo } D} &= (s^{E \text{ nebo } D})^{-1} \end{aligned} \quad (4.11)$$

Tab. 4.1 Materiálové koeficienty užívané v piezoelektrických lineárních stavových rovnicích.
Převzato a upraveno dle [15, 40].

Koeficient	Definice	Jednotka
Skupina elastických koeficientů		
Elastický koeficient při konstantním elektrickém poli ($E = \text{konst.}$)	$s_{\lambda\mu}^E = \left(\frac{\partial S_{\lambda}}{\partial T_{\mu}} \right)_{E=\text{konst}}$	$[\text{m}^2 \cdot \text{N}^{-1}]$
Elastický koeficient při konstantní elektrické indukci ($D = \text{konst.}$)	$s_{\lambda\mu}^D = \left(\frac{\partial S_{\lambda}}{\partial T_{\mu}} \right)_{D=\text{konst}}$	$[\text{m}^2 \cdot \text{N}^{-1}]$
Elastický modul při konstantním elektrickém poli ($E = \text{konst.}$)	$c_{\lambda\mu}^E = \left(\frac{\partial T_{\lambda}}{\partial S_{\mu}} \right)_{E=\text{konst}}$	$[\text{m}^{-2} \cdot \text{N}]$
Elastický modul při konstantním elektrickém poli ($D = \text{konst.}$)	$c_{\lambda\mu}^D = \left(\frac{\partial T_{\lambda}}{\partial S_{\mu}} \right)_{D=\text{konst}}$	$[\text{m}^{-2} \cdot \text{N}]$
Skupina dielektrických koeficientů		
Permitivita při konstantním elastickém napětí ($T = \text{konst.}$)	$\varepsilon_{ik}^T = \left(\frac{\partial D_i}{\partial E_k} \right)_{T=\text{konst}}$	$[\text{F} \cdot \text{m}^{-1}]$
Permitivita při konstantní deformaci ($S = \text{konst.}$)	$\varepsilon_{ik}^S = \left(\frac{\partial D_i}{\partial E_k} \right)_{S=\text{konst}}$	$[\text{F} \cdot \text{m}^{-1}]$
Impermeabilita při konstantním elastickém napětí ($T = \text{konst.}$)	$\beta_{ik}^T = \left(\frac{\partial E_k}{\partial D_i} \right)_{T=\text{konst}}$	$[\text{m} \cdot \text{F}^{-1}]$
Impermeabilita při konstantní deformaci ($S = \text{konst.}$)	$\beta_{ik}^S = \left(\frac{\partial E_k}{\partial D_i} \right)_{S=\text{konst}}$	$[\text{m} \cdot \text{F}^{-1}]$
Skupina piezoelektrických koeficientů		
Piezoelektrický nábojový koeficient při konstantním elektrickém poli ($E = \text{konst.}$) a elastickém napětí ($T = \text{konst.}$)	$d_{i\lambda} = \left(\frac{\partial D_i}{\partial T_{\lambda}} \right)_{E=\text{konst}} = \left(\frac{\partial S_{\lambda}}{\partial E_i} \right)_{T=\text{konst}}$	$[\text{C} \cdot \text{N}^{-1}],$ $[\text{V}^{-1} \cdot \text{m}]$
Piezoelektrický napěťový koeficient při konstantní elektrické indukci ($D = \text{konst.}$) a elastickém napětí ($T = \text{konst.}$)	$g_{i\lambda} = - \left(\frac{\partial E_i}{\partial T_{\lambda}} \right)_{D=\text{konst}} = \left(\frac{\partial S_{\lambda}}{\partial D_i} \right)_{T=\text{konst}}$	$[\text{m}^2 \cdot \text{C}^{-1}]$
Piezoelektrický modul při konstantní elektrické indukci ($D = \text{konst.}$) a deformaci ($S = \text{konst.}$)	$h_{i\lambda} = \left(\frac{\partial E_i}{\partial S_{\lambda}} \right)_{D=\text{konst}} = - \left(\frac{\partial T_{\lambda}}{\partial D_i} \right)_{S=\text{konst}}$	$[\text{V} \cdot \text{m} \cdot \text{N}^{-1}]$
Piezoelektrický modul při konstantním elektrickém poli ($E = \text{konst.}$) a deformaci ($S = \text{konst.}$)	$e_{i\lambda} = \left(\frac{\partial D_i}{\partial S_{\lambda}} \right)_{E=\text{konst}} = - \left(\frac{\partial T_{\lambda}}{\partial E_i} \right)_{S=\text{konst}}$	$[\text{C}^{-1} \cdot \text{N}],$ $[\text{V} \cdot \text{m}^{-1}]$

4.1 Materiálové koeficienty

Piezoelektrická keramika se před polarizací jeví jako izotropní materiál a po polarizaci má polární symetrii ∞ mm.

Materiálové elastické s , piezoelektrické d a dielektrické ε koeficienty elektromechanických vlastností jsou anizotropní. Mají tedy různé hodnoty v různých směrech vzhledem ke směru polarizace. Tenzorové složky materiálových koeficientů je možné s využitím symetrie napsat ve zjednodušeném maticovém tvaru [17, 20, 39].

Matice pro tenzor $s_{\lambda\mu}$ elastických koeficientů má tvar:

$$s_{\lambda\mu} = \begin{bmatrix} s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \cdot (s_{11}^E - s_{12}^E) \end{bmatrix} \quad (4.12)$$

Číselné hodnoty tenzoru $s_{\lambda\mu}$ definují poměr deformace (střihu) k elastickému (střihovému) napětí. Index $\lambda = 1, 2, 3$ definuje směr deformace nebo elastického napětí a pro $\lambda = 4, 5, 6$ rovinu střihu nebo elastického napětí. Index $\mu = 1, 2, 3$ definuje směr elastického napětí nebo deformace a pro $\mu = 4, 5, 6$ rovinu elastického napětí nebo střihu.

Matice pro tenzor ε_{ij} permitivity má tvar:

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^T & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^T & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \quad (4.13)$$

Tenzor ε_{ij} vyjadřuje poměr elektrického posunutí k intenzitě elektrického pole. Index $i = 1, 3$ vyjadřuje směr elektrického posunutí a index $j = 1, 3$ směr elektrického pole (k tomuto směru jsou elektrody kolmé).

Matice pro tenzor $d_{i\mu}$ piezoelektrických koeficientů:

$$d_{i\mu} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (4.14)$$

Matice pro tenzor $d_{i\mu}$ piezoelektrických koeficientů (4.14), je uváděna také jako transponovaná matice $d_{i\lambda}$ (4.15), která je použita v rovnici (4.1):

$$d_{i\lambda} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & d_{13} \\ 0 & 0 & d_{13} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{15} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (4.15)$$

Tenzor $d_{i\mu}$ je možné pomocí stavových rovnic popsat dvěma fyzikálně rovnocennými definicemi. Kdy první definice popisuje tenzor $d_{i\mu}$ jako poměr indukce elektrického pole k působícímu elastickému napětí při konstantním E a druhá jako poměr deformace k působící intenzitě elektrického pole (tabulka 4.1).

První index $i = 1, 2, 3$ definuje směr elektrického pole. Význam druhého indexu je závislý na tom, jedná-li se o přímý nebo nepřímý piezoelektrický jev. U nepřímého piezoelektrického jevu popisuje index μ pro $\mu = 1, 2, 3$ směr vyvolané deformace nebo rovinu stříhu pro $\mu = 4, 5, 6$. U přímého piezoelektrického jevu popisuje index μ směr působícího elastického napětí nebo rovinu, ve které elastické napětí působí.

Kompletní matice koeficientů piezoelektrické keramiky zahrnující rovnice (4.1 a 4.5), tedy elastické, piezoelektrické a dielektrické koeficienty elektromechanických vlastností, je zapsána jako (4.16 a 4.17):

$$\begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \cdot (s_{11}^E - s_{12}^E) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{15} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (4.16)$$

$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^T & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^T & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (4.17)$$

Často se uvádí i matice elastických, piezoelektrických a dielektrických modulů. Rovnice (4.3 a 4.6) je možné zapsat v maticovém tvaru jako:

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11}^E & c_{12}^E & c_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^E & c_{11}^E & c_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ c_{13}^E & c_{13}^E & c_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{55}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \cdot (c_{11}^E - c_{12}^E) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} 0 & 0 & e_{31} \\ 0 & 0 & e_{31} \\ 0 & 0 & e_{33} \\ 0 & e_{15} & 0 \\ e_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (4.18)$$

$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^S & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^S & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^S \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (4.19)$$

Podrobný popis výpočtu jednotlivých materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky ze vstupních naměřených parametrů bude popsán v experimentální části práce.

4.2 Náhradní elektrické schéma piezoelektrického měniče

Z funkčního hlediska se piezoelektrický měnič chová jako elektrický jednobran, který využívá piezoelektrické, elastické a dielektrické vlastnosti měniče. V případě elektrických vlastností je měnič popisován jako elektrický oscilační obvod. Jedná se o sériový rezonanční obvod s paralelní kapacitou, zobrazený na obrázku 4.3a, který vyjadřuje chování piezoelektrického měniče v okolí jeho rezonanční frekvence. Náhradní obvod na obrázku 4.3a je složen ze statické kapacity elementu C_0 , která je závislá na dielektrických vlastnostech (permitivitě materiálu), na tloušťce elementu a na ploše elektrod. Dynamické parametry představuje sériová kombinace R_h , C_h a L_h . Ta závisí nejen na rozměrech měniče, tvaru a umístění elektrod, ale především na elastických a piezoelektrických koeficientech. V případě ideálního bezetrátového měniče by z náhradního obvodu vypadl odpor R_h . Tento případ by nastal při nulových ztrátách během přeměny elektrické energie na mechanickou (elastickou). Náhradní obvod rovněž neobsahuje svodový odpor R_0 zařazený paralelně ke kapacitě C_0 , který udává izolační vlastnosti materiálu a z důvodu zanedbatelného vlivu se do náhradního obvodu nezahrnuje.

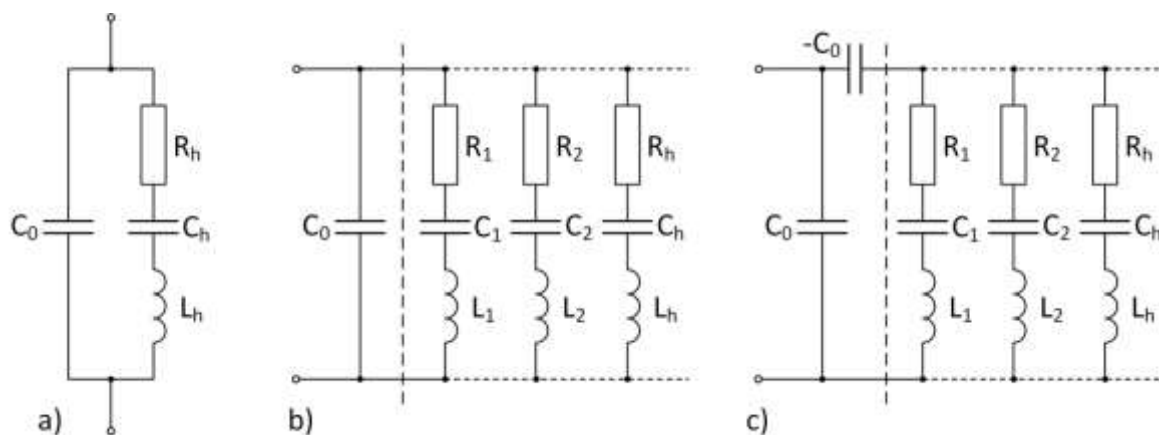
Rovnice pro výpočet hodnoty činitele jakosti z náhradního schématu je rovna:

$$Q_h = \frac{2 \cdot \pi \cdot f_s \cdot L_h}{R_h} \quad (4.20)$$

Výsledná hodnota sériové f_s a paralelní f_p rezonanční frekvence je podle náhradního obvodu na obrázku 4.3a rovna:

$$f_s = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_h \cdot C_h}} \text{ a } f_p = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_h \cdot \frac{C_0 \cdot C_h}{C_0 + C_h}}} = f_s \cdot \sqrt{1 - \frac{C_h}{C_0}} \quad (4.21)$$

Při sériové rezonanční frekvenci je impedance dvojbranu čistě reálná. Je-li frekvence nižší než f_s je charakter impedance kapacitní, při frekvencích vyšších než f_s je induktivní.

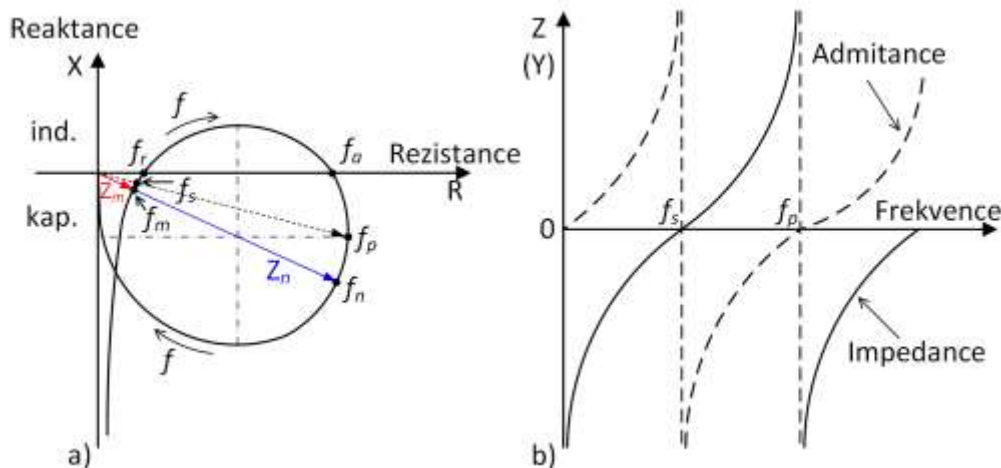


Obr. 4.3 Elektrický náhradní obvod piezoelektrického měniče a) platný v blízkém okolí rezonanční frekvence, b) doplněný o další parametry pro popis piezoelektricky volných kmitů v celém frekvenčním spektru a c) pro piezoelektricky upnuté typy kmitů. Převzato a upraveno dle [15, 17, 21, 39].

Reálný měnič má vždy více rezonančních frekvencí, pro jeho popis se základní obvod doplňuje dalšími paralelně řazenými sériovými rezonančními prvky R_h , C_h , L_h , které reprezentují vyšší harmonické ve frekvenčním spektru rezonátoru. Takto upravený obvod je pro volné typy kmitů zobrazen na obrázku 4.3b a pro upnuté typy kmitů na obrázku 4.3c.

U ideálně piezoelektricky neupnutého typu kmitů je směr elektrického pole kolmý na směr šíření elastické vlny, jedná se o radiální kmity, příčně podélné kmity. U ideálně upnutého typu kmitů je směr elektrického pole rovnoběžný s pohybem elastické vlny, a jedná se tloušťkové kmity, tloušťkově střížné kmity a podélné kmity [8, 17].

Vlastnosti elektrického náhradního obvodu je možné popsat na jedné rezonanční frekvenci. Parametry se určují pomocí impedanční charakteristiky měniče, tedy závislosti impedance na frekvenci. Z průběhu této charakteristiky lze odečíst základní rezonanční a antirezonanční frekvence měniče.



Obr. 4.4 a) Impedanční charakteristika piezoelektrického měniče v okolí h-té rezonance zobrazená v komplexní rovině. b) Závislost impedance a admitance ideálního bezetrátového el. náhradního obvodu na frekvenci.

Převzato a upraveno dle [7, 17, 39].

Celkový průběh impedanční charakteristiky elektrického náhradního obvodu piezoelektrického měniče v okolí h-té vlastní rezonance vyneseny v komplexní rovině je zobrazen na obrázku 4.4a. V případě postupu v hodografu ve směru nárůstu lze definovat následující frekvence f_m , při které je absolutní hodnota impedance minimální, rezonanční frekvenci f_r , při které je reaktance obvodu poprvé nulová a celková impedance měniče má čistě reálný charakter. Následují antirezonanční frekvence f_a při které je reaktance měniče podruhé nulová tzn. nulová hodnota imaginární části impedance a frekvence f_n pro kterou má impedance maximální absolutní hodnotu.

Za předpokladu zanedbání tlumení je dále uváděna sériová rezonanční frekvence f_s při nulové reaktanci celého obvodu a paralelní rezonanční frekvence f_p uváděná pro nekonečně velkou reaktanci měniče (obrázek 4.4b). Hodnota sériové rezonanční frekvence f_s je shodná s rezonanční frekvencí sériového rezonančního obvodu R_h, C_h, L_h . Frekvence f_s a f_p jsou spolu vázány pomocí parametrů náhradního obvodu. Odvození vztahu pro frekvence f_s a f_p plyne z vlastností beztrátového obvodu, tedy při $R_h = 0$.

Sériová rezonanční frekvence f_s leží mezi frekvencemi f_r a f_m a paralelní rezonanční frekvence mezi frekvencemi f_a a f_n . Vzdálenosti mezi f_m a f_r , případně f_n a f_a závisí na velikosti činitele jakosti Q_h , kdy platí pravidlo čím menší rozdíl Δf tím větší hodnota Q_h . V případě nekonečné hodnoty činitele jakosti frekvence f_m a f_r splynou s f_s a frekvence f_n a f_a s f_p .

Tři páry charakteristických rezonančních frekvencí ($f_r - f_a, f_s - f_p$ a $f_m - f_n$) jsou ve shodě pro nízkotrátový piezoelektrický rezonátor, platí tedy $f_r \approx f_s \approx f_m$ a $f_a \approx f_p \approx f_n$. Kde dle evropské normy EN 50324-2 lze definovat f_m a f_n při frekvenci odpovídající minimální respektive maximální impedanci, frekvence f_r a f_a při nulovém fázovém úhlu a frekvence f_s a f_p jsou stanoveny při komplexních měřeních.

5 METODY MĚŘENÍ MATERIÁLOVÝCH KOEFICIENTŮ

Metody měření materiálových koeficientů lze rozdělit do dvou skupin. První skupinu tvoří metody pro stanovení kompletní matice koeficientů a druhou metody pro přímé měření požadovaných piezoelektrických koeficientů. Mezi základní metody měření celé matice koeficientů PZT keramiky patří tzv. frekvenční metoda [9, 11, 41-45]. Mezi přímé metody patří např. optická metoda využívající laserového interferometru založená na nepřímém piezoelektrickém jevu [46-50] nebo vibrometrická metoda využívaná u tzv. d_{33}/d_{31} -metrů založená na přímém piezoelektrickém jevu [54-59].

Všechny uvedené metody jsou často používány, jelikož se vyznačují vysokou přesností měření. Jejich společnou nevýhodou je nutnost použití speciálních a přesných měřicích přístrojů.

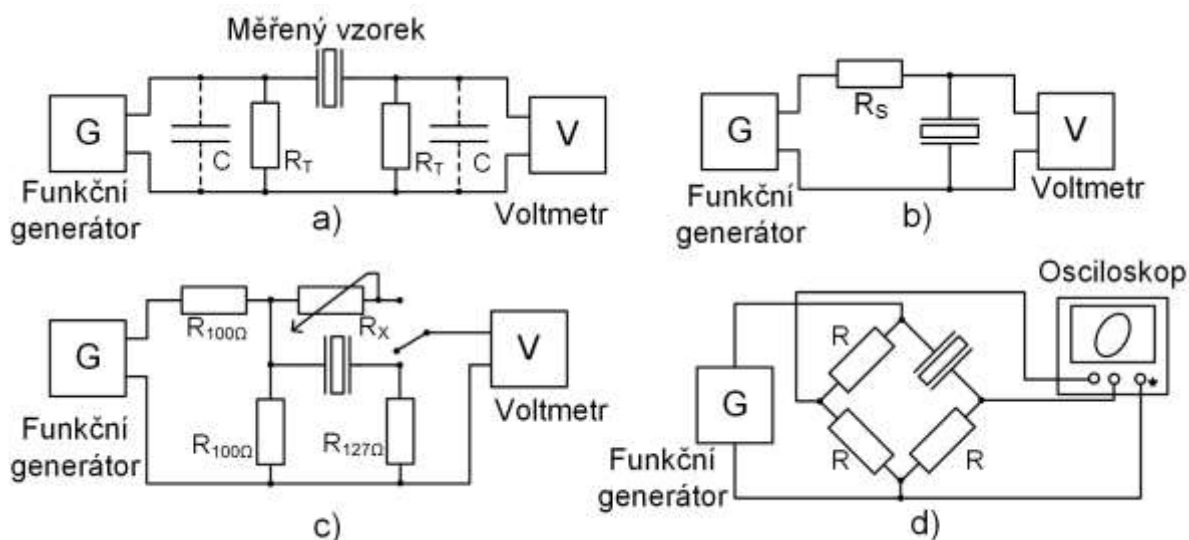
5.1 Frekvenční metoda měření materiálových koeficientů

Frekvenční metoda je v současnosti nejpoužívanější metodou pro stanovení kompletní matice materiálových koeficientů, ale také pro měření jednotlivých koeficientů. Ke stanovení celé matice je však nutné vyrobit sadu vzorků z piezoelektrické keramiky jedné šarže skládající se z tenkého plátku, válečku a tenkého disku. Metoda je definována jak ve světové normě CEI/IEC 60483: 1976 [11] tak v evropské normě EN 50324:2002, která se skládá ze tří hlavních částí. V první části „Termíny a definice“ EN 50324-1 [8] jsou popsány definice pojmů z piezoelektriky. V navazující druhé a třetí části nazvané Metody měření – Nízký výkon EN 50324-2 [9] a Vysoký výkon EN 50324-3 [10] jsou popsány základní měření spolu se vztahy pro výpočet koeficientů. V evropské normě EN 50324 je přehledněji zapsán postup výpočtu koeficientů a minimální hodnoty poměrů stran měřených vzorků piezoelektrické keramiky. Obě normy, evropská i původní světová, obsahují jak základní definice, tak požadavky na rozměry vzorků pro jednotlivé typy kmitů a vychází z předchozího výzkumu piezoelektriky a metod měření materiálových koeficientů uvedeného např. v [17, 31, 32, 60, 61]. Nevýhodou frekvenční metody je požadavek dodržení předepsaných minimálních poměrů rozměrů stran vzorků pro měřené typy kmitů. Postup výroby jednotlivých vzorků pro požadované typy kmitů bude dále popsán v experimentální části práce.

Existuje mnoho způsobů jak měřit rezonanční frekvence u piezoelektrických elementů. Od měření využívajících generátor signálu, čítač, voltmetr a odporové dekády až po využití spektrálního, obvodového nebo impedančního analyzátoru, případně RLC metrů, zůstává princip frekvenční metody stále stejný. Hlavní rozdíl mezi přístroji je v citlivosti a frekvenčním rozsahu. Pro přesnější měření jsou využívány impedanční analyzátory Agilent nebo Wayne Keer, které umožňují přímé zobrazení impedanční a fázové charakteristiky v reálném čase. Tato přednost je často využívána při odečtu rezonanční (f_r) a antirezonanční (f_a) frekvence a dále pak pro kontrolu vlivu uchycení vzorku v měřicích kleštích na impedanční charakteristiku. Některé používané způsoby měření rezonančních frekvencí jsou zobrazeny na obrázku 5.1.

Základním předpokladem při použití metod zobrazených na obrázku 5.1 je minimální hodnota impedance měniče při rezonanční frekvenci a maximální hodnota při antirezonanční frekvenci. Při použití metody na obrázku 5.1a je piezoelektrický měnič, zapojený v příčné větvi π článku, buzen z generátoru. Voltmetrem je měřena velikost napětí při rezonanční a antirezonanční frekvenci měniče. Při rezonanční frekvenci je na voltmetru napětí maximální, při antirezonanční frekvenci klesne napětí na voltmetru na minimální hodnotu [17]. Odpor R_T by měly být menší než je rezonanční odpor piezoelektrického měniče. Podle

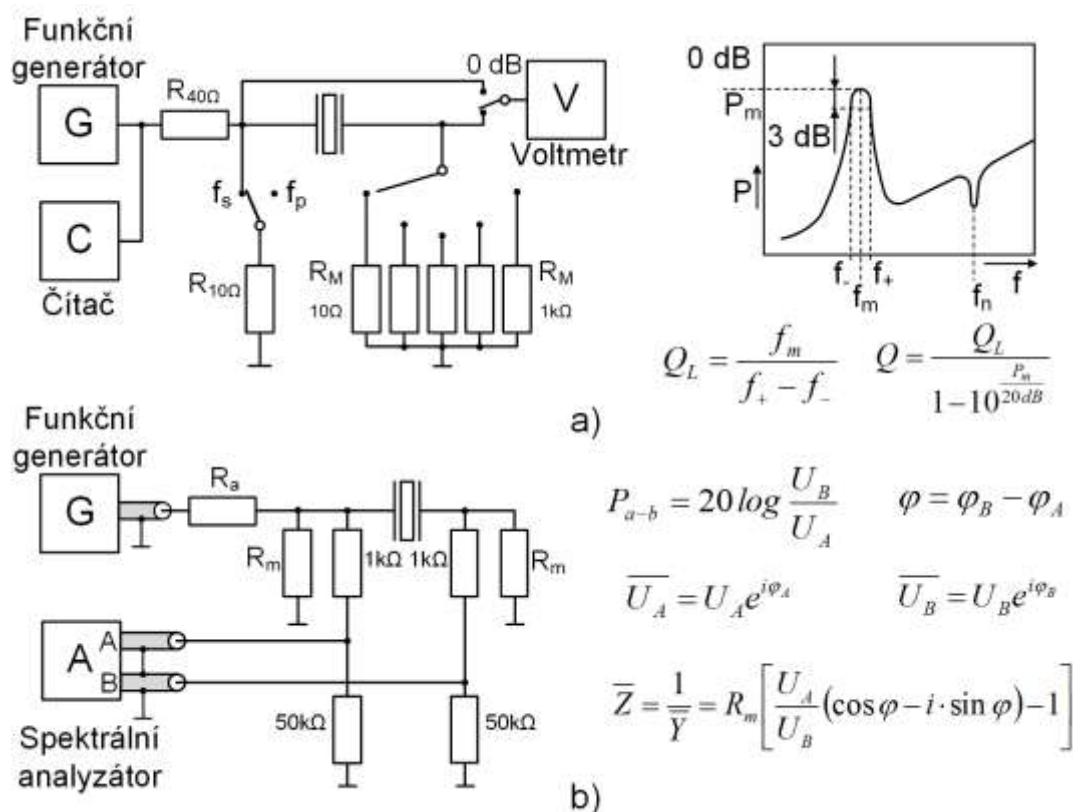
[62, 63] lze obvod doplnit o kondenzátory C , připojené paralelně k odporům R_T . Odpor piezoelektrického měniče odpovídající rezonanční frekvenci se určí substituční metodou. Měnič je uveden do rezonance a poté je nahrazen za odpor, který je nastaven na hodnotu, při které údaj na voltmetru odpovídá hodnotě při zapojeném měniči v rezonanci. Celý proces lze zjednodušit zapojením měniče podle obrázku 5.1c popsaném v [23], kde je na vstup voltmetru střídavě přepínán výstup z piezoelektrického měniče a potenciometru R_X . Z důvodu vysoké impedance piezoelektrického měniče při antirezonanční frekvenci, má zapojení podle obrázku 5.1a malou citlivost, tedy i nižší přesnost měření. Proto je pro měření antirezonanční frekvence vhodnější použít zapojení podle obrázku 5.1b. V tomto případě je napětí na voltmetru minimální při rezonanční frekvenci a maximální při antirezonanční frekvenci.



Obr. 5.1 Způsoby stanovení rezonančních frekvencí piezoelektrického měniče na základě měření minima a maxima impedance; a) zapojení do π článku [9, 17, 62, 63]; b) zvýšení přesnosti měření antirezonanční frekvence [17, 62]; c) obdobné zapojení π článku spolu s přímým měřením impedance [23]; d) měření pomocí fázové metody [17].

Způsob měření metodou zobrazenou na obrázku 5.1d je založen na odporovém můstku, kde je piezoelektrický měnič zařazen do jedné jeho větve. Napětí připojená na oba kanály osciloskopu jsou úměrná proudům, které protékají oběma větvemi můstku. V klidovém stavu je na obrazovce zobrazena elipsa. Je-li nastavená frekvence napájecího napětí rovna rezonanční frekvenci měniče, lze si měnič představit jako reálnou impedanci a obě napětí přiváděná na osciloskop jsou ve fázi. Pak se elipsa na obrazovce změní v přímku. Obdobný případ nastane při měření antirezonanční frekvence.

Pro metody založené na zapojeních dle obrázku 5.1 a,b,c bylo třeba vyrobit i měřicí přípravek. Vhodnou konstrukci lze nalézt v [61]. Měřený měnič byl upnut mezi dva komolé kuželíky s velmi malým vrchním průměrem, to kvůli minimalizování spoje mezi piezoelektrickým měničem a měřicím hrotem. V případě zvolení příliš velkého měřicího hrotu, u kterého by vrchní plocha odpovídala ploše měřeného měniče, by docházelo k výraznému utlumení měniče a ovlivnění jeho impedanční charakteristiky.



Obr. 5.2 Způsoby stanovení rezonančních frekvencí piezoelektrického měniče frekvenční metodou.
Převzato a upraveno dle [39, 64].

Pro vyhodnocení výstupního signálu je namísto voltmetru možné pro určení rezonanční frekvence použít spektrální analyzátor. Tímto se zabývá standard z roku 1957 [64]. Při jeho použití však zůstává problém s měřením odporu během rezonance. Metoda zobrazená na obrázku 5.2a je založena na měření rezonanční frekvence f_m při minimální impedanci a antirezonanční frekvenci f_n při maximální impedanci [64]. Výpočet efektivního elektromechanického koeficientu je v tomto případě závislý pouze na rezonanční a antirezonanční frekvenci a nezávisí na tvaru měniče. Činitel mechanické jakosti Q_L je v tomto případě určen z frekvencí f_+ a f_- měřených při poklesu o 3 dB vzhledem k maximálnímu útlumu P_m . V případě, že P_m není dostatečně malé ($P_m \ll -20 \text{ dB}$), musí být přímo získaná hodnota Q_L korigována. Obdobně jako v případě na obrázku 5.2a a 5.2b je impedance rovná rezonanční frekvenci určena nahrazením měniče za odporovou dekádu.

Nové verze spektrálních a obvodových analyzátorů jsou již připojeny přes rozhraní na stolní počítač, kde probíhá přímo zpracování naměřené hodnoty výstupní napěťové úrovně. Měřicí systémy se rozdělují na ty, které měří impedanci přímo a na ty které měří pouze napěťovou úroveň. Na obrázku 5.2b je zobrazeno zapojení, pomocí kterého lze dopočítat hodnoty komplexní impedance ze změny napěťové úrovně P_{a-b} a fázového rozdílu φ mezi signálovými vstupy A a B. Vzhledem k tomu, že vypočtené hodnoty materiálových koeficientů jsou kromě feroelektrických vlastností materiálu částečně závislé na amplitudě budícího signálu, je důležité udržovat napětí na měřeném měniči při změně frekvence konstantní. Pro buzení měniče se využívá funkčních generátorů s napěťovým zdrojem. Výstupní impedance by měla být co nejnižší v poměru k impedanci měřeného měniče. Odpor měniče je označován jako R_s a platí $R_m \ll R_s$. Volba odporu R_m je závislá na geometrických rozměrech měřeného měniče. Obecně je požadována hodnota menší než 1Ω . V určitém

případě může být měřený napěťový signál tak malý, že není dosaženo dostatečného odstupu signálu k šumu. V tomto případě je doporučeno zvyšovat hodnotu odporu R_m na přibližnou hodnotu R_s [39].

Rezonanční metody podle obrázku 5.1 byly využívány do příchodu moderních impedančních analyzátorů. Při jejich použití dochází ke komplikaci při současném měření rezonanční frekvence a hodnoty odporu na této frekvenci. Výrazným problémem je měření rezonančních kmitočtů tloušťkových módů, které se pohybují v řádu jednotek MHz. Celé zapojení je nutné mít v tomto případě dobře odstíněné. Tento nedostatek lze odstranit použitím impedančního analyzátoru nebo moderních RLC metrů, u kterého je možnost přímého zapojení k měřicímu přístroji pomocí sond určených do vysokých frekvencí. U starších typů impedančních analyzátorů a RLC metrů je k provedení kompletního měření vhodné připojit počítač s aplikací pro okamžitý výpočet impedanční charakteristiky měniče a vyhodnocení celého měření. To není potřeba u moderních impedančních analyzátorů, kde je proměřená impedanční a fázová charakteristika měniče zobrazená přímo na obrazovce přístroje. Je možné se tak vyhnout problému se zdvojenými vrcholy při měření rezonanční a antirezonanční frekvence, tedy nejednoznačného určení těchto frekvencí. Jednou z dalších výhod je zvýšení přesnosti měření a možnost uložení naměřených průběhů do počítače.

Většina laboratoří zabývající se měřením parametrů keramických materiálů obvykle využívá precizní impedanční analyzátor, u kterého je zajištěna vysoká přesnost měření. Nejčastěji jsou využívány impedanční analyzátory od firmy Agilent a Wayne Kerr, konkrétně Agilent E4294A s měřicím rozsahem od 40 Hz do 110 MHz [66] v současnosti je nahrazován typem Keysight E4990A s frekvenčním rozsahem od 20 Hz do 120 MHz a Wayne Kerr 65120B určený pro frekvence od 20 Hz do 120 MHz [67]. Hlavní rozdíl mezi přístroji je v citlivosti a frekvenčním rozsahu. Mezi další možné přístroje pro souběžné měření impedance a fáze lze zařadit i levnější RLC metry, například přístroj HIOKI 3532 pro frekvence 42 Hz až 5 MHz [68] nebo Agilent E4980A schopný měřit od 20 Hz do 2 MHz [69]. Tyto RLC metry nemají takový frekvenční rozsah a přesnost. Zpracování dat je při měření závislostí na frekvenci řešeno přes ovládací programy, jako jsou například LabVIEW od společnosti National Instruments nebo VEE od společnosti Agilent.

Pro měření impedanční a fázové charakteristiky je potřeba k impedančním analyzátorům a RLC metrům pořídit speciální měřicí kleště, schopné měřit do vyšších frekvencí. Pro takové měření je možné použít měřicí kleště Tweezers contact test fixture 16334A od společnosti Agilent [66] určené do frekvence 15 MHz nebo měřicí kleště Pincher Probe 9143 od společnosti HIOKI, které se dají použít do frekvence 5 MHz [68].

5.2 Přímé metody měření materiálových koeficientů

Pro měření vzorků, které nesplňují podmínku minimálních poměrů u rozměrů stran nebo v případě požadavku na měření pouze jednotlivých piezoelektrických koeficientů, se využívají tzv. přímé metody.

Patří mezi ně optická metoda založená na obráceném piezoelektrickém jevu. Nejčastěji je využívána ve spojitosti s laserovým interferometrem pro přímé měření piezoelektrických nábojových koeficientů (d_{31} , d_{33} a d_{15}), z hlediska přesnosti měření je mnohem náročnější na přípravu vhodných podmínek pro měření než předchozí frekvenční metoda. V praxi není pro svoji náročnost využívána tolik jako frekvenční metoda nebo metoda vibrometrická. Princip metody spočívá v měření změny rozměrů vzorku po přivedení stejnosměrného nebo střídavého napětí. Tato změna rozměrů respektive výchylky přímo odpovídá velikosti

budicího napětí. Ze vstupního napětí, změny rozměrů a rozsahu na interferometru je možné vypočítat piezoelektrický nábojový koeficient. Pro měření je možné využít jak interferometr sestavený z jednotlivých komponentů [45-49], tak kompletní sestavu jako je například interferometr Polytec [70], Lasertex, Agilent, SIOS a mnoho dalších.

Jedná se o metodu často využívanou v laboratorních podmínkách, hlavním důvodem je vysoká cena interferometru, vysoké nároky na odstínění měřicího pracoviště proti parazitním vibracím a kladením důrazu na vysoké rozlišení použitých interferometrů, které by se mělo pohybovat v řádu jednotek nanometrů. I malé výchylky nebo otřesy během měření značně zasahují do přesnosti odečítání hodnot, která se projeví na výsledné hodnotě nábojového koeficientu. Je tedy kladen důraz jednak na přesnost, s jakou musí být měřicí zařízení zkonstruované a současně na odstínění měřicího přípravku od okolních vibrací. Tuto chybu lze omezit použitím vysokonapěťového zesilovače pro buzení elementu, např. firem TREK nebo Matsusada. Vhodnou volbou napětí a budicího kmitočtu je výrazně eliminována chyba způsobená okolními vibracemi. Tento způsob měření využívá i měřicí a vyhodnocovací systém aixDBLI (Double beam laser interferometr system) od německé společnosti aixACCT System GmbH. Výhodou je vysoká přesnost měření při správné konstrukci měřicího pracoviště a přímé měření piezoelektrického nábojového koeficientu bez zdlouhavých výpočtů a podmínky minimálních rozměrů vzorku.

Metoda stanovení nábojového koeficientu pomocí přímého měření náboje na vzorku během zatížení/odlehčení elementu je založena na přímém piezoelektrickém jevu [9, 65]. Tuto metodu je možné rozdělit na dvě varianty. První varianta publikovaná v [44, 45], využívá pro výpočet nábojového koeficientu speciální přípravek, ve kterém je piezoelektrický element zatížen předem definovanou silou F . Při odlehčení piezoelementu je náboj měřen pomocí voltmetrů s vysokým vstupním odporem, mezi které je možno zařadit elektrometr Keithley 6217 [71] nebo je výstup z piezoelektrického elementu veden přes nábojový zesilovač se známou převodní konstantou ($\text{pC} \cdot \text{mV}^{-1}$). Napětí odpovídající působící síle je na výstupu zesilovače měřeno multimetrem nebo měřicí kartou např. NI 9234 od National Instruments.

Druhá vibrometrická varianta využívající přípravku s vibračním stolem je často v praxi používaná u tzv. „ d_{33}/d_{31} -metrů“. Všechny uváděné přístroje jsou schopné měřit koeficient d_{33} . Dále existují modely určené pro měření koeficientů d_{33} a d_{31} , které se liší hlavně cenou. Mezi výrobce těchto přístrojů patří KCF Technologies (model PM3500), Sensor Technology Ltd. (model SS01-01), Piezotest (d_{33} PiezoMeter Systems), APC Interantional (Wide-Range d_{33} Tester nebo 8000 Piezo d_{33} Tester), HC Materials Corporation (d_{33}/d_{31} -metr model ZJ-6B, nebo d_{33} -metr model ZJ-3B/4B), Concord Electroceramics Industries. Díky použití vibračního stolu a referenčního snímače síly je zajištěno stálé buzení piezoelektrického elementu definovanou silou a současně je zajištěna vysoká opakovatelnost měření.

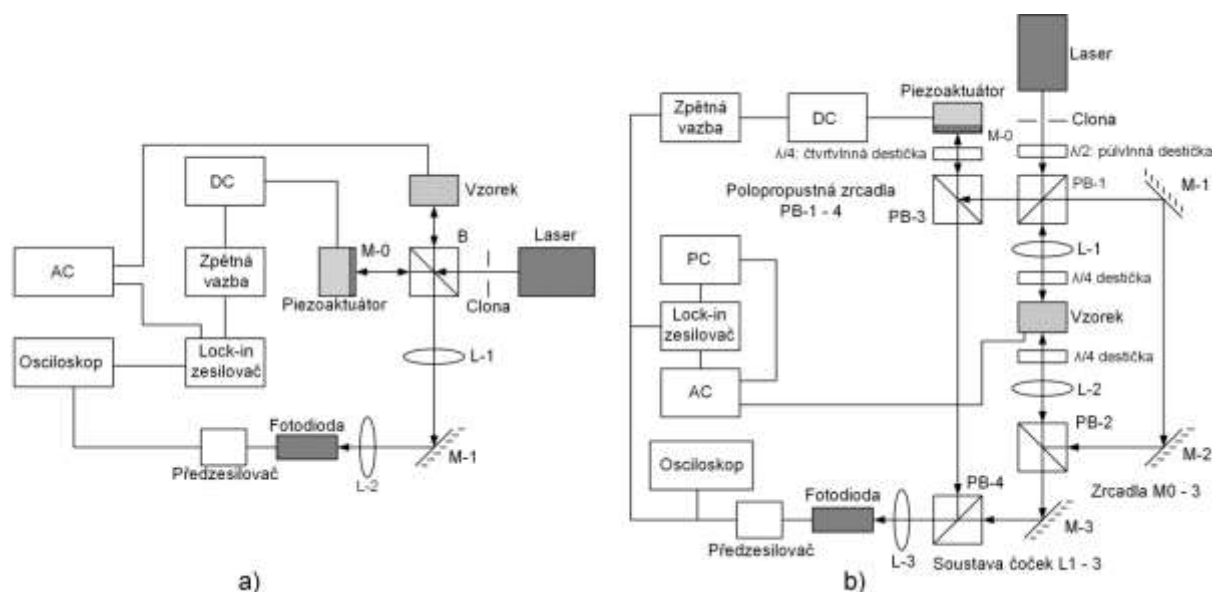
Obě varianty pro přímé měření nábojového koeficientu založené na přímém piezoelektrickém jevu nemají tak vysoké nároky na odstínění měřicího přípravku od okolních vibrací a dají se realizovat s celkem běžným laboratorním vybavením.

5.3 Optická metoda měření nábojového koeficientu

Publikace zabývající se měřením piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí optické metody se nejvíce liší v použitém typu interferometru, ve složení piezoelektrické keramiky a na způsobu jejího buzení a s tím souvisejících výsledných závislostech, ve kterých je uváděna závislost piezoelektrického nábojového koeficientu na frekvenci nebo na přiloženém elektrickém poli. Největší podíl textů tvoří ty zmiňující se o piezoelektrickém

nábojovém koeficientu, jako o hodnotě vhodné pro hodnocení kvality výsledného měniče. Spíše je popisováno nové chemické složení keramiky. Samotná metoda měření pomocí laserové interferometrie je zde používána jen pro svoji rychlost a přesnost měření, ale princip této metody zde není popisován.

Mezi první kategorii publikací, ve kterých je popisován způsob využití laserového interferometru pro měření výchylky vzorku, patří [45-49]. Měření výchylky způsobené přivedeným napětím pomocí jedno-bodového nebo dvou-bodového Michelsonova interferometru popisuje např. Burianová [46]. Jako zdroj světla je použit Helium-Neon laser, konkrétně typ Coherent 200 HeNe Laser. V tomto případě je výstupem závislost piezoelektrického nábojového koeficientu měřeného pomocí obou typů laserových interferometrů na frekvenčním pásmu. Příklad použití jedno-bodového laserového interferometru je znázorněn na obrázku 5.3a. Pro buzení měřeného vzorku je použito střídavé napětí, které je zároveň přivedeno na zesilovač Lock-in. K získání ideálního pracovního bodu je pomocí piezoelektrického aktuátoru posouváno referenční rameno a do obvodu je zavedena zpětná vazba pro stabilizaci pracovního bodu interferometru. Je-li vzorek nalepen na podložce, měření jedno-bodovým interferometrem je mnohem těžší, jelikož nalepením se odstraní průhyb a současně dojde k útlumu. Druhým řešením je použití dvou-bodového laserového interferometru na obrázku 5.3b. Použitím dvou-bodového laserového interferometru je potlačen vliv průhybu elementu.



Obr. 5.3 Schéma zapojení a) jedno-bodového laserového interferometru a b) dvou-bodového laserového interferometru. Převzato a upraveno dle [46].

Piezoelektrický koeficient lze vypočítat podle [46], ze vztahu:

$$d_{ij} = \frac{\partial S_j}{\partial E_i} = \frac{d_0}{U} \cdot \frac{t}{l} \quad (5.1)$$

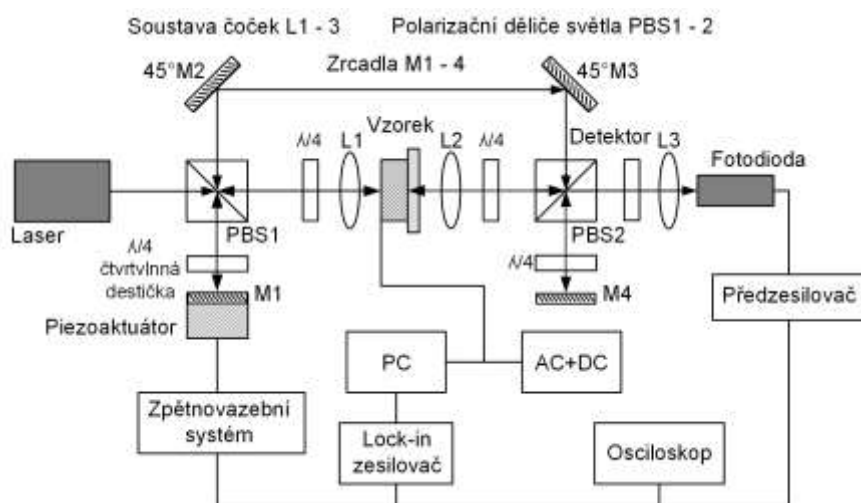
kde

$$d_0 = \left(\frac{\lambda}{\sqrt{2\pi}} \right) \cdot \left(\frac{V_{out}}{V_{p-p}} \right) \quad (5.2)$$

Výsledný piezoelektrický nábojový koeficient d_{ij} ($\text{m} \cdot \text{V}^{-1}$) se dá vyjádřit jako parciální derivace poměru tenzoru mechanické deformace S_j a intenzity elektrického pole E_i .

Pro výpočet nábojového koeficientu je nejprve potřeba určit amplitudu kmitů vzorku v závislosti na budícím napětí d_0 (nm) ze vztahu (5.2), kde V_{out} (V) odpovídá maximální změně rušivého signálu v důsledku změn v rozdílu optické dráhy způsobenou malou změnou výchylky při vibracích a V_{p-p} (V) odpovídá maximální změně intenzity rušivého signálu způsobené měnění se optickou dráhou od $\lambda/2$. Oba výstupy V_{out} a V_{p-p} jsou výstupy z fotoelektrického detektoru. Do výsledného vztahu pro stanovení nábojového koeficientu lze dosadit amplitudu řídicího napětí U (V), tloušťku vzorku ve směru aplikovaného elektrického pole t (mm) a délku odpovídající směru deformace vzorku l (mm).

Podobným způsobem je piezoelektrický nábojový koeficient měřen u tenkých piezoelektrických filmů [49]. Pro měření výchylky je zde použit Michelsonův interferometr. Amplituda kmitů d_0 je počítána obdobně jako v rovnici (5.2), výsledný nábojový koeficient je pak vypočítán jako poměr podélných kmitů disku k amplitudě napájecího střídavého napětí. Výstupem tohoto měření je závislost piezoelektrického nábojového koeficientu v závislosti na přivedeném elektrickém poli. Výsledná charakteristika má při postupném zvyšování a následném snížení napětí tvar hysterezní smyčky.



Obr. 5.4 Mach-Zehnderův dvou-bodový laserový interferometr. Převzato a upraveno dle [48].

Obdobně je měření výchylky tenkých filmů v závislosti na připojeném napětí měřeno Mach-Zehnderovým interferometrem zobrazeným v dvou-bodovém uspořádání na obrázku 5.4 [48]. Měřicí systém laserového skenovacího vibrometru PSV3000 od Polytecu je složen z kontroléru OFV-3001, skenovací hlavy MSV-Z-40 a mikroskopického adaptéru OFV-072. Minimální rozlišení interferometru je $1 \cdot 10^{-3}$ Å. Celý optický systém je v tomto případě uložen ve stíněné schránce pro ochranu před akusticky vyvolanými vibracemi a vzduchovému proudění.

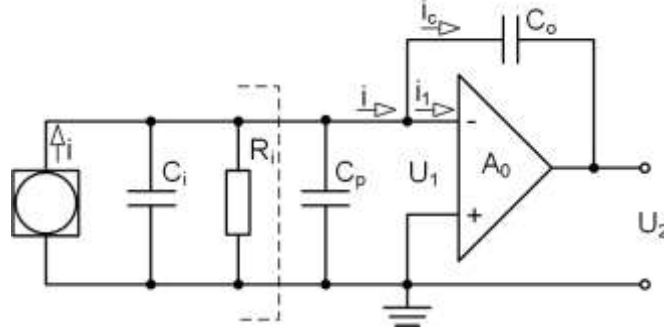
5.4 Měření nábojového koeficientu při změně působící síly

Oba způsoby měření nábojového koeficientu jsou založeny na přímém piezoelektrickém jevu. Pro realizaci těchto metod není požadována podmínka, aby rozměry piezoelektrického měniče odpovídaly předepsaným hodnotám z normy. Podobně jako u optické metody je i tato určena především pro měření nábojového koeficientu a v praxi je využívána častěji.

Při použití metody jednorázového odlehčení/zatížení je piezoelektrický měnič ve formě válečku nebo tenkého disku zatížen silou F_x ve směru tloušťky a na elektrodách umístěných kolmo k působící síle, v případě tenkého plátku na elektrodách rovnoběžných s působící silou, vznikne elektrický náboj Q , tento proces lze popsat rovnicí,

$$d_{ij} = \frac{Q}{F_x}, \quad (5.3)$$

ze které lze přímo vypočítat piezoelektrický nábojový koeficient d_{ij} ($\text{C} \cdot \text{N}^{-1}$) měřením náboje Q (C) na elektrodách při působící síle F (N).



Obr. 5.5 Schéma zapojení náhradního obvodu a nábojového zesilovače s připojeným piezoelektrickým měničem. Převzato a upraveno dle [55].

Pro měření je nutné použít vhodné metody s citlivostí nejméně v jednotkách nC [17], např. metodu s využitím nábojového zesilovače popsanou v [24, 55] a zobrazenou na obrázku 5.5. U této metody oproti starší metodě měření napětí na kapacitě odpadá vliv naměřené hodnoty náboje na kapacitě vzorku C_i . Měřený náboj ovlivňuje pouze hodnotu koeficientu d_{ij} piezoelektrické keramiky. Měřený vzorek, na který působí síla F , si lze představit jako elektrický obvod sestavený z paralelního zapojení zdroje proudu i , kapacity C_i a odporu R_i , jak je vidět na obrázku 5.5 v čárkovaně oddělené části. Je-li proud zdroje i roven,

$$i = d_{ij} \frac{dF}{dt}, \quad (5.4)$$

pak generovaný náboj Q je podle náhradního zapojení na obrázku 4.14 roven,

$$Q = \int_0^i i \cdot dt = d_{ij} \int_0^F dF = d_{ij} \cdot F \quad (5.5)$$

Ve vztahu (5.5) je zanedbán vliv svodového odporu R_i , jelikož časová konstanta τ vypočítaná z velikosti odporu R_i a kapacity C_i , bude větší než doba t potřebná ke změně síly působící na vzorek. U reálného přípravku je to doba zvednutí zatěžovací páky ze vzorku. Musí tedy platit $t \ll \tau$, v tomto případě je vliv odporu R_i na přesnost měření zanedbatelný.

Zesílení nábojového zesilovače A_0 se blíží nekonečnu, v tom případě pro libovolné napětí U_2 na výstupu zesilovače je vstupní napětí U_1 téměř nulové, a tedy i proud i je nulový. Proud dodaný při zatížení piezoelektrického měniče nabíjí kapacity C_i a C_p , kde C_p je paralelní kapacita přívodních vodičů a vstupních obvodů zesilovače. Proud současně teče do kapacity C_0 zapojené ve zpětné vazbě zesilovače. Pak $i = i_c$ a napětí U_2 je rovno.

$$U_2 = \frac{Q}{C_0} = Q \cdot k_q \quad (5.6)$$

Podle [55] je v zapojení použit operační zesilovač se zesílením větším jak 10^4 , poté je vliv kapacit $C_i + C_p$ na přesnost měření dán stejným poměrem a je menší než jedna deseti-tisícina poměru $C_0/(C_i + C_p)$. Vliv kapacit $C_i + C_p$ na přesnost měření piezoelektrického nábojového koeficientu d_{ij} se dá tedy zanedbat.

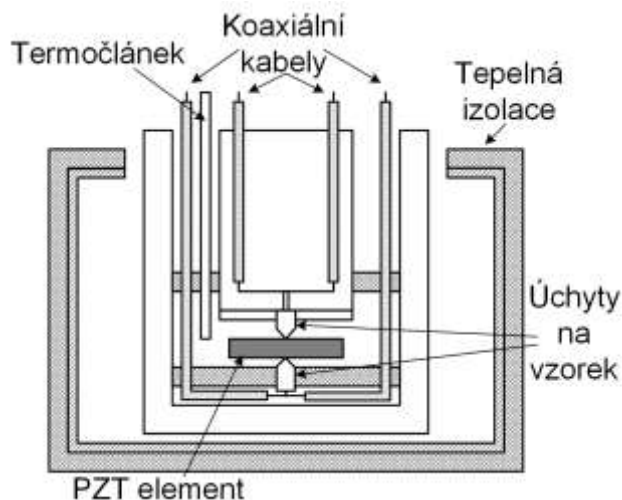
6 MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY PŘI VYSOKÝCH TEPLOTÁCH

U aplikací v měřicí technice kde je využívána PZT keramika, jako jsou například ultrazvukové snímače, snímače akustické emise, snímače pro defektoskopii nebo výkonové aplikace, kde je piezoelektrická keramika použita jako aktivní prvek, je důležité znát chování piezoelektrického materiálu při působení vysoké teploty blízké Curieovu bodu, kdy již může docházet k depolarizaci PZT keramiky. Měřením závislosti piezokeramiky na vysokých teplotách blízkých se Curieovu bodu a popisu měřicího vybavení vhodného pro tato měření se obecně věnuje pouze malé množství publikací, mezi které patří např. [32, 72-74].

Podobně významné využití znalostí závislosti parametrů piezokeramiky na teplotě je při návrhu snímačů a aktivních prvků pomocí simulačních návrhových systémů jako COMSOL nebo ANSYS, kde tyto závislosti materiálových vlastností nejsou obvykle uvažovány, protože ani výrobci je ve svých katalogových listech neuvádí. Při ohřevu piezokeramiky do teploty blízké Curieovu bodu přitom dochází k významným změnám materiálových vlastností a to až do stavu částečné nebo úplné depolarizace materiálu. Obvykle je tak celá problematika teplotní závislosti piezokeramiky zjednodušena na zavedení limitu pro maximální pracovní teplotu materiálu.

Definovaný průběh teplotních závislostí materiálových koeficientů a hodnoty Curieova bodu je důležitá i z pohledu částečné depolarizace piezoelektrického elementu tepelnou vlnou. Depolarizace pomocí vysoké teploty může být využita při požadavku na vytvoření gradientu piezoelektrického koeficientu v tloušťce nebo délce vzorku. U takto upravených elementů je znám vliv částečné depolarizace na výsledné chování piezoelektrického materiálu. To lze uplatnit jednak při procesu návrhu širokopásmových snímačů akustické emise nebo při využití keramiky pro výkonové a budicí aplikace, kdy dochází k výraznému ohřevu samotného elementu vlivem mechanického kmitání.

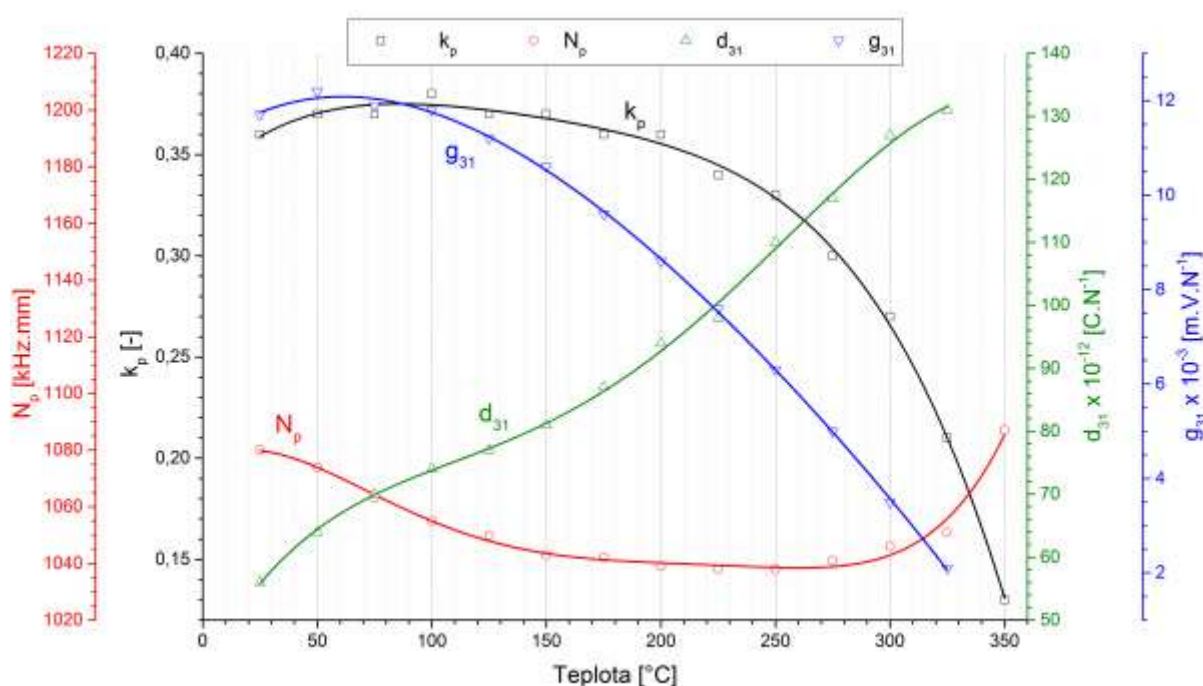
Údaje pro PZT keramiku NCE51 nejsou volně dostupné. U tohoto typu keramiky je uváděna pouze hodnota Curieova bodu. Každý typ keramiky má svůj Curieův bod na jiné teplotě, tuto hodnotu udává výrobce keramiky. V některých případech se však od skutečné hodnoty může lišit o jednotky až desítky stupňů. Proto je před řízenou depolarizací keramiky důležité přesně stanovit Curieův bod neboli fázový přechod.



Obr. 6.1 Zobrazení experimentálního návrhu laboratorní pece pro měření závislosti piezoelektrických koeficientů na teplotě. Převzato a upraveno dle [72].

K měření materiálových koeficientů na vysokých teplotách je především využívána frekvenční metoda, v některých případech pak přímá optická nebo vibrometrická metoda. Frekvenční metoda bývá zvolena při požadavku na měření teplotní závislosti elastických, piezoelektrických a dielektrických koeficientů. Ze závislosti dielektrického koeficientu respektive relativní dielektrické permitivity materiálu na teplotě je stanoven Curieův bod keramiky. V menší míře, zpravidla pro měření teplotních závislostí nábojového koeficientu, se používají obě přímé metody. Pro všechny způsoby ale platí vysoké požadavky na konstrukci měřicího přípravku. Specifická konstrukce určená pro frekvenční metodu měření je zobrazena na obrázku 6.1 a podrobněji popsána v [72, 73]. Měřený vzorek je umístěn mezi úchyty, které jsou připojeny koaxiálním kabelem k impedančnímu analyzátoru HP4194A.

Teplota v komoře je měřena pomocí termočlánku odpovídajícího typu, pro zvolený rozsah teplot. V tomto případě se jednalo o termočlánek typu K. Nevýhoda zapojení spočívala v použití koaxiálních kabelů, které musí být schopny vydržet velmi vysoké teploty. S tím souvisí i jejich vysoká cena a nedostatek výrobců, kteří jsou schopni je vyrobit. Podrobněji je konstrukce laboratorní pece popsána v [73]. Současně je zde měření měkké a tvrdé piezokeramiky rozšířeno o měření do záporných teplot na systému „Quantum Design Physical Properties Measurement System PPMS“. Na základě propojení systému pece a PPMS je možné měřit keramiku v rozsahu od 2 do 600 K (-271,15 až 326,85 °C).



Obr. 6.2 Závislost materiálových koeficientů keramiky $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})\text{O}_3$ na teplotě.

Převzato a upraveno dle [32].

Vliv teploty na piezoelektrické koeficienty PZT keramiky v okolí Curieova bodu je v literatuře málo diskutován. Mezi prvními začal studovat vlastnosti PZT keramiky na teplotě Jaffe a kol., své výsledky popsal v [32] a později shrnul v knize „Piezoelectric Ceramics“ [31]. Jak již bylo popsáno v úvodu práce, pro své pokusy vyrobil různé koncentrace tuhých roztoků PbZrO_3 a PbTiO_3 , u kterých testoval jak materiálové vlastnosti, tak teplotní závislosti

materiálu. Curieovu teplotu namíchaných sloučenin stanovil pomocí rentgenového difraktometru a elektrické parametry pomocí frekvenční metody měření, u které se odkazuje na Masona [83]. Závislost elektrických parametrů na teplotě byla měřena pomocí pomalu ohřívané plotny, na které byly uloženy dva vzorky. Na jednom ze vzorků byla pomocí termočlánku chrom-alumel (typ K) stanovena teplota a na druhém blízko umístěném vzorku byly měřeny elektrické parametry. Pro své pokusy vyrobil Jaffe [32] 10 vzorků s různými vzájemnými poměry PbZrO_3 a PbTiO_3 , u kterých pomocí rentgenového difraktometru stanovil Curieovu teplotu. Závislost elektrických vlastností na teplotě je publikována pouze u dvou vzorků, a to u $\text{Pb}(\text{Zr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475})\text{O}_3$, kde se jednalo o tetragonální strukturu a $\text{Pb}(\text{Zr}_{0,55}\text{Ti}_{0,45})\text{O}_3$, u které předpokládal koexistenci tetragonální a romboedrické struktury, tedy umístění na morfotropní fázové hranici. Příklad výsledné závislosti pro $\text{Pb}(\text{Zr}_{0,55}\text{Ti}_{0,45})\text{O}_3$ je zobrazen na obrázku 6.2. Výsledné hodnoty koeficientů publikované v roce 1955 v porovnání se současností nedosahují takových velikostí, jelikož i samotná technologie zpracování a přípravy surovin od té doby výrazně pokročily.

Často používaná frekvenční metoda měření bývá v některých případech při stanovení teplotních závislostí doplňována o některou z přímých metod. Porovnáním vibrometrické metody, zde označované jako Berlincourtova, a frekvenční metody se zabývá [82], kde je popsáno chování materiálu do Curieovy teploty 260 °C respektive do 280 °C na keramice typu PZT5 a PZT8 od výrobce BaoDing HongSheng. Jedná se tedy spíše o nižší hodnoty Curieovy teploty. Pro měření je sestaven přípravek uložený v teplotní komoře a jako celek umístěný na vibračním stolku z d_{33} -metru ZJ-27, k měření je využit Lock-in zesilovač SRS830 nebo impedanční analyzátor AP-4294A. Chování materiálu na teplotě je stanoveno pomocí obou metod a výsledky jsou porovnány na nábojových koeficientech ($-d_{31}$, d_{33} , d_{15}), napěťových koeficientech ($-g_{31}$, g_{33} , g_{15}) a relativních dielektrických permitivitách ($\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$, $\epsilon_{11}^T/\epsilon_0$).

Obdobné publikace se vztahují na porovnání teplotních závislostí piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů pomocí frekvenční metody např. [74]. V tomto případě je pro měření využita měkká EC-65 a tvrdá EC-69 PZT keramika firmy EDO Ceramics. Měřené vzorky jsou umístěny v teplotní komoře Delta Design 9023 s kontrolérem 9015, měřeny jsou čtyřvodičovým zapojením měřicími kleštěmi HP 16048A na impedančním analyzátoru Agilent 4294A. Materiálové koeficienty nejsou v tomto případě měřeny až do Curieova bodu, ale celý systém umožňuje díky příslušenství k teplotní komoře měření v rozsahu od -165 do 195 °C. Pro měření teplotních závislostí v pracovní oblasti snímačů lze využít teplotní pec Espec typ PL-2 KH jako v [79] vhodnou pro teplotní rozsahy od -40 až do 150 °C. Případně v [84] se pro měření vlivu teploty na piezoelektrický koeficient využívá teplotní systém Saunders 4220A.

Další publikace popisující teplotní měření keramiky na vysokých teplotách již většinou neuvádí přímo detailní schéma přípravku, ale popisují měření jako celek jako je např. v [76] měřena teplotní závislost pomocí frekvenční metody. Zde je již kladen především důraz na chování piezoelektrického materiálu v tomto případě BiSc-PbTiO_3 , nikoli na popis přípravku pro teplotní měření.

6.1 Řízená změna parametrů piezoelektrických elementů

Ke změně materiálových parametrů u piezoelektrické keramiky nedochází vždy jen nežádoucími jevy, jako jsou samovolné stárnutí materiálu, vliv teploty, mechanické deformace nebo vnějšího elektrického pole. V některých případech lze závislost na vnější

podmínky využít při výrobě nebo práci s keramikou např. stabilizace frekvenční charakteristiky nebo materiálových koeficientů teplotou, polarizace keramiky vnějším elektrickým polem, řízená depolarizace keramiky působením vysoké teploty.

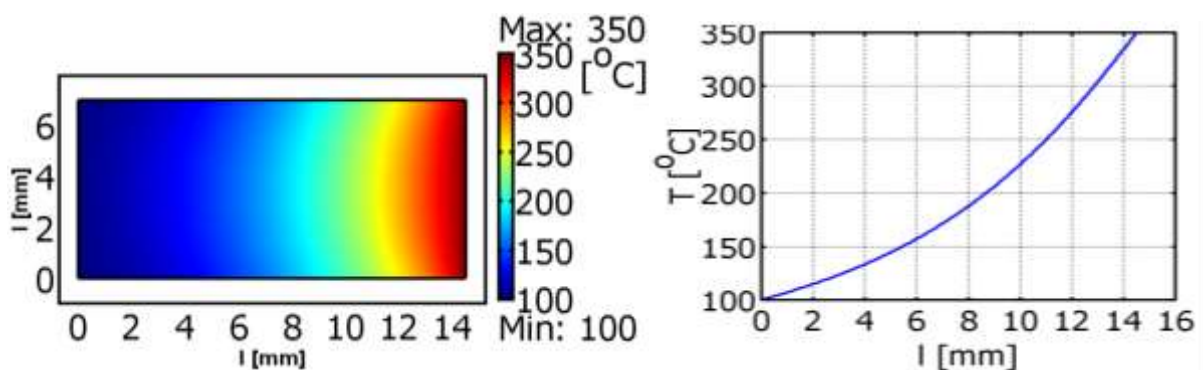
Z pohledu využití piezoelektrické keramiky v rezonančních i širokopásmových snímačích akustické emise byl dán požadavek na vytvoření aktivního prvku s gradientem piezoelektrického nábojového koeficientu v délce nebo tloušťce elementu. Gradient piezoelektrických koeficientů lze vytvořit metodou založenou na chemickém principu nebo metodou řízené depolarizace případně polarizace. Obecně není problém řízené depolarizace přímo popisován, jsou popsány pouze vlivy teploty, elektrického pole a mechanického napětí na PZT keramiku.

První chemická metoda je založena na skládání jednotlivých vrstev keramiky, kdy každá z vrstev má odlišný vzájemný poměr zirkoničitanu a titaničitanu v případě PZT keramiky nebo je materiál dotován dalšími sloučeninami. Takto vytvořená keramika je nazývána „rainbow“ neboli duhová keramika. Částečně je problém výroby tohoto typu keramiky popsán v [85, 86].

Metody ovlivňující vlastnosti již vyrobeného elementu se rozdělují na polarizaci pomocí vnějšího elektrického pole [22, 23, 39, 87-92], depolarizaci působením mechanického namáhání [93-96] a řízenou depolarizaci zvýšením teploty nad Curieův bod v části elementu [97-99]. U tohoto rozdělení je pominuta postupná depolarizace vlivem stárnutí keramiky.

Nejčastěji je udávána depolarizace vlivem zvýšení teploty, jelikož přímo souvisí s použitím materiálu v běžné praxi. Tepelná depolarizace je často využívána pro stabilizaci materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky. Při nárůstu teploty roste i tepelná energie, současně pak i pohybová energie stavebních elementů uvnitř materiálu. V důsledku tohoto nárůstu se domény snaží zaujmout jinou polohu vzhledem ke své původní orientaci. Je-li překročena Curieova teplota, získají všechny polohy stavebních elementů stejnou pravděpodobnost a následkem toho zaniknou elementární dipóly. Poklesne-li teplota zpět na laboratorní teplotu, dojde ke zpětné transformaci elementárních buněk a ke vzniku elementárních dipólů, ale jejich orientace je již jiná než před nárůstem teploty. Piezoelektrická keramika se začne svými vlastnostmi blížit izotropnímu materiálu a její piezoelektrické vlastnosti zanikají. Samotná Curieova teplota závisí na chemickém složení materiálu a pohybuje se v rozsahu 200 °C až do 500 °C. V současné době se začínají objevovat takové složení keramiky s Curieovým bodem pohybujícím se i okolo 1000 °C, čímž se ztrácí hlavní nevýhoda oproti křemenným rezonátorům, které se vyznačují mnohem výše položenou Curieovou teplotou než piezoelektrická keramika. Pro ideální pracovní oblast a skladování by mělo platit „ $q_{max} \leq \frac{1}{2}q_{Curierova\ teplota}$ “ [17]. Nejvíce se používá částečná depolarizace pomocí teploty pro stabilizaci piezoelektrické keramiky, je možné ji využít i pro zlepšení průběhu impedanční a fázové charakteristiky.

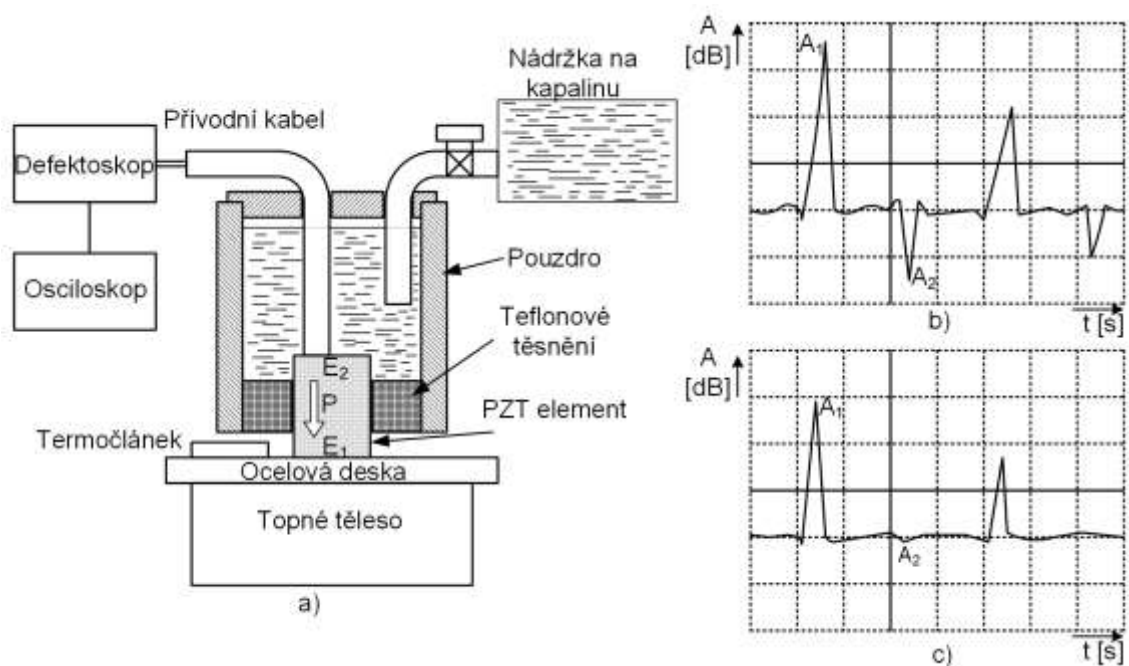
Řízenou depolarizaci vysokou teplotou si lze představit na následujícím modelu v programu COMSOL. Na jedné elektrodě je nastavena teplota převyšující Curieův bod a na druhé elektrodě je nastavena teplota výrazně pod Curieovou teplotou. Výsledný gradient teploty je vidět na obrázku 6.3. U elektrody, kde teplota převyšuje Curieovu teplotu, je předpoklad, že bude piezoelektrická keramika depolarizována. Naproti tomu na chladnější straně zůstane keramika nezměněna. Nejasností ale je zjištění stavu depolarizace neboli kam až dosáhne ve vzorku depolarizovaná část a jaký bude mít průběh přestup z polarizované do depolarizované části, zdali se jedná o skokovou změnu nebo průběžný nárůst.



Obr. 6.3 Fyzikální model piezoelektrické keramiky při působení tepelné vlny ze 100 na 350 °C a zobrazení rozložení teploty v délce celého vzorku.

Vlivem postupné depolarizace tepelnou vlnou na parametry piezoelektrické keramiky se zabýval ruský fyzik Koroljev v patentu [97, 98]. Pro částečnou depolarizaci piezoelektrické keramiky sestavil zařízení, které je zobrazeno na obrázku 6.4. Cílem konstrukce přípravku je stabilizace charakteristik piezoelektrických materiálů pro sjednocení materiálových parametrů a vyhlazení průběhů charakteristik pomocí částečné depolarizace. Princip depolarizace a získání A-skanů zobrazený na obrázku 6.4b,c spočívá v uložení PZT elementu na pracovní plochu topného tělesa. Vzorek je od topného tělesa oddělen destičkou z dobře tepelně vodivého materiálu, spodní deska je nahřívána na teplotu převyšující Curieovu teplotu dané keramiky. Teplota je měřena termočlánkem vhodným pro zvolený rozsah teplot. Materiál je na elektrodě E_1 postupně depolarizován. Druhá elektroda E_2 je ponořena v nádobce s kapalinou ohřátou na teplotu 80 až 90 °C. U této elektrody nebude vlivem nižší teploty docházet k depolarizaci vzorku, jelikož se nastavená teplota pohybuje hluboko pod Curieovou teplotou. Měřený vzorek je upevněn v izolačním těsnění, které je určené pro vyšší teploty. K piezoelektrickému disku je upevněn přívod od defektoskopu přes vysokofrekvenční kabel. Disk je během tepelné vlny buzen elektrickými pulzy defektoskopu, výsledná amplituda vnitřních odrazů je zobrazena na osciloskopu. Signál z defektoskopu zobrazený na osciloskopu tedy slouží jako kontrola stavu depolarizace. Z hodnot amplitudy odražených signálů je definován stupeň depolarizace, jako poměr dvou amplitud následujících impulzů za sebou, tedy A_1/A_2 , jak je vidět na obrázku 6.4b,c. Je-li vzorek plně polarizovaný, je poměr amplitud A_1/A_2 akustických impulzů malý. S rostoucím poměrem A_1 k A_2 roste i stupeň depolarizace. Ve výsledku zůstávají pouze liché kladné impulzy, sudé záporné se postupně s rostoucí teplotou ztrácejí. Základním kritériem pro stanovení pravidelnosti procesu je velikost prvního akustického impulzu a vyloučení výskytu přebytečných akustických impulzů v užitečném signálu vzniklými náhodnými odrazy uvnitř materiálu [99]. Pro rozpoznání částečně depolarizovaného a plně polarizovaného materiálu má A-scan z defektoskopu tvar zobrazený na obrázku 6.4b,c. Na obrázku 6.4b je vidět průběh pro plně polarizovaný disk a na obrázku 6.4c je již průběh získaný po částečné depolarizaci materiálu.

Doba zahřívání elektrod by se měla pohybovat mezi 15 až 17 s, aby byl vzorek depolarizován z 10 až 20 %. Pro zvýšení depolarizace na 30 až 40 % je doporučeno provést celý proces 2 krát až 3 krát s přerušeními alespoň 1 až 2 minut. Výhodou této metody je možnost provést depolarizaci piezoelektrické keramiky s různými hodnotami Curieovy teploty, jelikož horní nastavenou teplotu na topném tělese lze regulovat. Piezoelektrické vzorky použité pro depolarizaci mohou být válečky s výškou několikrát větší než průměr nebo disky o průměru větším než je tloušťka disku.



Obr. 6.4 a) Konstrukční schéma přípravku pro řízenou částečnou depolarizaci piezoelektrické keramiky. Zobrazení akustických impulzů z defektoskopu pro b) polarizovaný a c) částečně polarizovaný piezoelektrický disk. Převzato a upraveno dle [97].

Obdobně je tomu při změně materiálových koeficientů pomocí elektrického pole a mechanického napětí. U částečné polarizace pomocí přiloženého elektrického pole by neměla být překročena doporučená velikost intenzity pole pro měkkou i tvrdou PZT keramiku, uvedená v kapitole 9.2. Převyšuje-li intenzita elektrického pole tyto hodnoty, může dojít k průrazu a zničení materiálu [93-96]. Mezi mechanické namáhání se řadí působení okolní síly na piezoelektrický materiál. Deformace může být způsobena například přilepením elementu k držáku nebo k seismické hmotě. Mezní údaje mechanických napětí jsou závislé na složení materiálů, na jeho pracovních podmínkách a většinou se určují individuálně pro dané podmínky [17].

Vzájemné porovnání vlivu vysokého elektrického pole a mechanické deformace působící na element z měkké a tvrdé PZT keramiky je popsáno např. v [93]. Pro porovnání je zvolena EC-69 (tvrdá) a EC-65 (měkká) keramika, firmy EDO Corporation. Celkové srovnání je zobrazeno na elastických koeficientech, elektromechanickém vazebním faktoru a nábojovém koeficientu. Tyto materiálové koeficienty jsou vypočítány pomocí frekvenční metody měření, hodnoty rezonančních frekvencí jsou měřeny impedančním analyzátozem Agilent E4294A, nábojový koeficient je následně ověřen přímým měřením s využitím laserového interferometru. Pro depolarizaci pomocí mechanického tlaku je zvoleno předpětí 160 MPa s navyšujícím krokem 10 MPa. Při deformaci elektrickým polem je na materiál připojeno stejnosměrné napětí ± 3 kV, výsledný nastavený rozsah elektrického pole působícího na vzorek je $\pm 1,5$ MV $\cdot$ m $^{-1}$. Z výsledných hodnot vyplývá výrazná sestupná závislost piezoelektrického nábojového koeficientu a elektromechanického faktoru při působení přepětí 160 MPa nebo elektrického pole 1,5 MV $\cdot$ m $^{-1}$ u měkké keramiky. Naproti tomu u tvrdé keramiky se koeficienty vrací zpět na původní hodnoty. Minimální změna piezoelektrických koeficientů u tvrdé keramiky je připisována mnohem nižším hodnotám koeficientů oproti měkké PZT keramice, proto zde vliv depolarizace není tak patrný.

7 VYUŽITÍ RENTGENOVÉ DIFRAKČNÍ SPEKTROSKOPIE PRO MĚŘENÍ PZT KERAMIKY

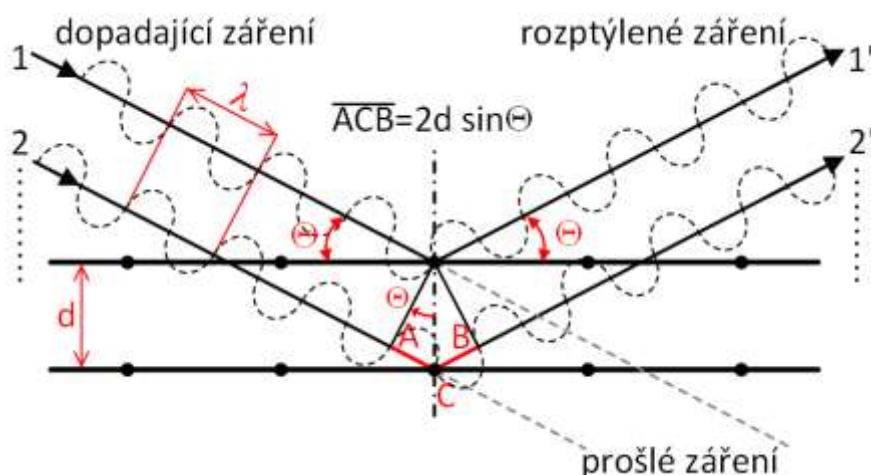
Rentgenová difrakční spektroskopie využívající rentgenové záření s vlnovou délkou v rozmezí 10 až 0,1 nm (10^{-8} až 10^{-12} m) je základní nedestruktivní metoda vhodná pro studium krystalové struktury materiálů. RTG záření objevil roku 1895 Wilhelm Conrad Röntgen a v roce 1901 za tento objev získal Nobelovu cenu. Jedná se o ionizující elektromagnetické záření o energiích desítek až stovek keV, které lze definovat dle rovnice,

$$E = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (7.1)$$

kde E je energie záření (keV), h je Planckova konstanta ($\text{J}\cdot\text{s}^{-1}$), c je rychlost šíření záření ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) a λ je vlnová délka záření (nm). RTG záření vzniká v rentgence (lampě). Vlnová délka je závislá na složení antikatody v lampě, ta je nejčastěji z mědi nebo kobaltu, a je řádově shodná s meziatomovými vzdálenostmi. Po dopadu RTG záření na krystal může dojít k jeho částečnému pohlcení a průniku skrz látku nebo k difrakci (rozptylu). W. H. Bragg a jeho syn W. L. Bragg odvodili roku 1912 Braggovu rovnici popisující difrakci záření na krystalové mřížce. Dle Braggovy rovnice dojde k difrakci (zesilující interferenci) pouze za splnění následujícího vztahu (7.2) odvozeného z difrakce RTG záření na krystalové mřížce, viz obrázek 7.1.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \Theta \quad (7.2)$$

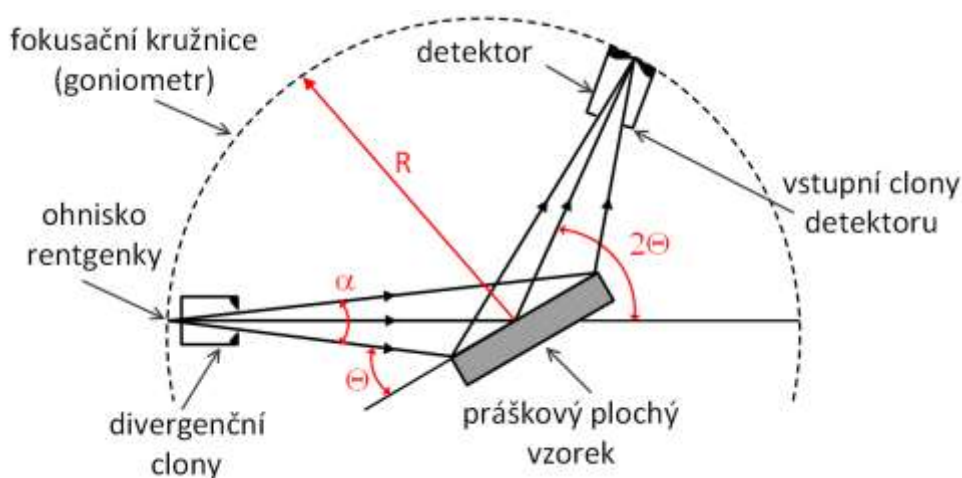
Kde n je celé číslo a udává řád difrakce, d_{hkl} je meziorovinná vzdálenost v krystalu, λ je vlnová délka dopadajícího záření, Θ je úhel mezi směrem dopadajícího elektronu a příslušnou mřížkovou rovinou (Braggův úhel) a jeho dvojnásobek 2Θ je difrakční úhel. Aby došlo k zesilující interferenci, musí platit, že dráhový rozdíl dvou vln je celým násobkem vlnové délky. U vlny 2 je oproti vlně 1 dráhový rozdíl součtem úseček AC a CB. Délku každé úsečky lze vyjádřit pomocí vzdálenosti d_{hkl} a úhlu Θ [100-102].



Obr. 7.1 Difrakce rentgenového záření na krystalické mřížce. Převzato a upraveno dle [102].

Pro analýzu struktury se využívají tři metody. Laueho metoda, kdy na monokrystal dopadá polychromatické záření. Metoda rotujícího krystalu, kdy na monokrystal dopadá monochromatické záření. A třetí metoda Debyeova-Scherrerova, u které na polykrystalický materiál dopadá monochromatické záření. Poslední metoda je využívána pro práškové materiály a tedy i pro měření keramických vzorků.

Jednoduché schéma RTG spektrometru je znázorněno na obrázku 7.2. Rentgenová lampa generuje záření typu α . V případě použití polychromatického záření se toto záření musí ještě dále upravovat pomocí monochromátoru a to filtrací přes materiál absorbující celé spojité spektrum kromě úzkého rozsahu vlnových délek nebo difrakcí za použití monokrystalových monochromátorů. Záření prochází divergenční clonou a pod úhlem Θ dopadá na vzorek. Za splnění Braggovy podmínky dojde k ohybu a odrazu záření, které projde sérií clon a dopadne na detektor. Vzdálenost mezi vzorkem a goniometrem je označena jako R a mění se v závislosti na úhlu a natočení vzorku.



Obr. 7.2 Schéma RTG spektrometru. Jedná se o případ stacionární rentgenky umístěné mimo fokusační kružnici a pohyblivého vzorku, který je natáčen kolem hlavní osy. Převzato a upraveno dle [102].

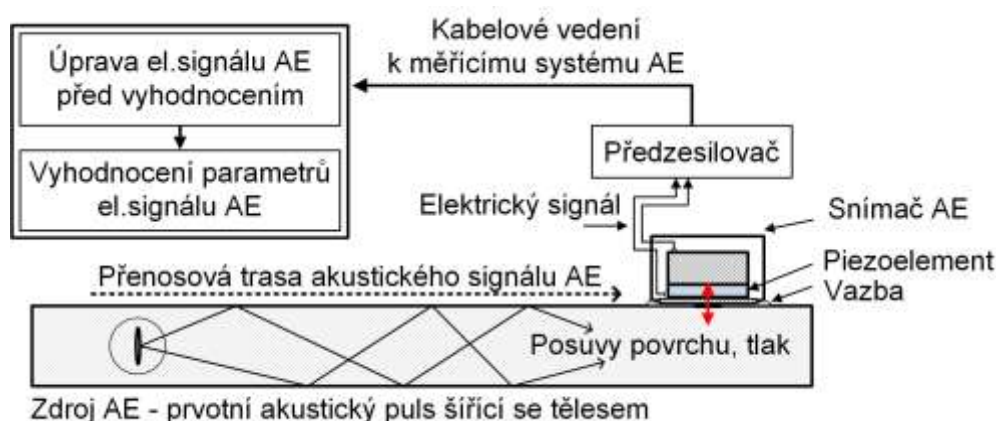
Výstupem z práškového difraktometru je tzv. difraktogram zobrazující závislost poloh maximálních intenzit na naměřených difrakčních úhlech 2Θ . Polohy maxim závisí na krystalové struktuře materiálu (tvaru a velikosti základní buňky) a to umožňuje určit strukturu a parametry mřížky. U vzorku se předpokládá, že se jedná o ideální polykrystalický materiál s různě orientovanými rovnoosými krystaly a zanedbává se u nich účinek texturování, tedy přednostní orientaci zrn vzniklého například v důsledku mechanického působení. Poloha maxim dále může záviset na přesné vlnové délce rentgenového záření.

U materiálů se symetrickou strukturou, kterou představuje např. kubická, obsahují difraktogramy pouze několik vrcholů. Zatímco materiály s méně symetrickou strukturou, jako jsou hexagonální atd., obsahují mnoho dalších vrcholů, u jednofázových materiálů poskytuje intenzita maxim informaci o pozici atomu v krystalu. Velikost krystalinitů a přítomnost poruch krystalové mřížky lze zjistit z šířky čáry v polovině maxima výšky, také označovanou jako FWHM (full width at half maximum). U difraktogramů se vyhodnocování nejčastěji provádí porovnáním RTG diagramů z databází a standardů jako jsou PDF (Power diffraction file) databáze práškových difraktogramů nebo ICDD (Inorganic Crystal Structure Database) databáze struktur.

8 VYUŽITÍ PZT KERAMIKY VE SNÍMAČÍCH AKUSTICKÉ EMISE

Akustická emise je spojována s fyzikálním jevem, kdy deformaci materiálu doprovází akustické praskání nebo akustický šum emitovaný uvnitř materiálu v průběhu deformace. Z praskání a akustického šumu je poté možné získat informaci o přítomnosti a charakteru zdrojového děje. První práce na toto téma se řadí do období padesátých let dvacátého století ve spojení s německým fyzikem Josephem Kaiserem [103].

Metoda akustické emise je určena k detekci procesů v materiálu, kdy je k její aktivaci nutný určitý stimul. Měřené zařízení je během měření namáháno definovaným silovým působením, jako například tlakem, silou nebo intenzitou napětí. Následně jsou sledovány odezvy na materiálu, mezi které patří deformace, změna elektrického potenciálu, zvětšení trhliny nebo četnosti akustické emise. Výsledkem jsou závislosti parametrů akustické emise na parametrech působení sil nebo odezvy [103].



Obr. 8.1 Princip snímání akustické emise. Převzato a upraveno dle [1, 103].

Způsob měření akustické emise je vidět na obrázku 8.1. Akustická emise je popisována jako elastické vlnění, jehož zdrojem je uvolněná energie v materiálu. Toto náhlé uvolnění je nazýváno událostí nebo také zdrojem akustické emise. Po události akustické emise následuje šíření napěťových vln akustické emise od zdroje k místu detekce snímačem AE různého typu, například piezoelektrickým, kapacitním, elektromagneto-akustickým a optickým snímačem. Detekcí vlnění způsobeného událostí pomocí snímače AE je získán na výstupu tohoto snímače elektrický signál. Nejprve je zesílen na předzesilovači, následně před přenosem elektrického signálu kabelem do měřicí aparatury je signál frekvenčně filtrován a impedančně přizpůsoben. Na závěr před vyhodnocením je elektrický signál upraven a zpracován v měřicí aparatuře [1, 103].

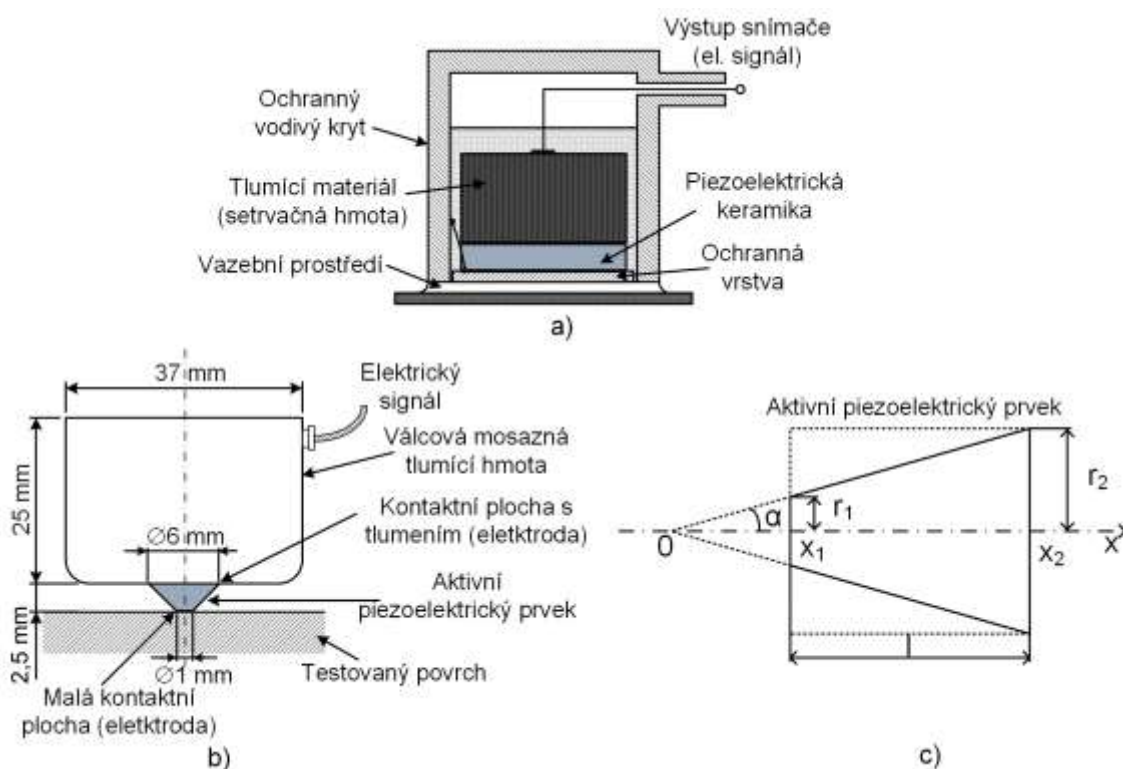
Jedním z nejčastějších využití metody AE je lokalizace aktivních vad, která umožňuje zjistit místo vzniku emisní události vyhodnocením prostorových shluků, kde emisní události vznikají. Poté je možné přiřadit události jednoho shluku stejnému zdroji AE. Lokalizační algoritmus je obvykle založen na porovnávání rozdílů časů příchodu čelní elastické napěťové vlny odpovídající stejné události od různých snímačů. Vyhodnocení procesu v materiálu je pak vhodné provést pomocí charakteristik akustické emise od událostí pocházejících ze stejného zdroje. Tyto charakteristiky akustické emise zjištěné během měření na vzorcích jsou dány třemi faktory a to průběhem procesu v materiálu, který je zdrojem AE, dále vlivem geometrické konfigurace měření a typem použitých snímačů a nakonec rušením od zdrojů,

ktelé nesouvisí se sledovaným procesem [1, 103]. Pro účely lokalizace se vzhledem k vysoké citlivosti obvykle používají rezonanční snímače.

Širokopásmové snímače jsou vhodné za situace, kdy informaci o probíhající procesy hledáme ve frekvenční oblasti, tzn. především procesy, které jsou zdrojem spojitě emise.

8.1 Širokopásmové snímače akustické emise

V praxi je při konstrukci širokopásmového snímače AE používáno mnoho variant. Základní uspořádání piezoelektrického snímače je možné popsat podle obrázku 8.2a [2, 104]. Snímač je složen z aktivního prvku z piezoelektrického materiálu, který je zatížen tlumicí hmotou. Celá konstrukce je pak uložena ve vodivém obalu. Aktivní prvek je k testovanému materiálu připojen přes ochrannou vrstvu a vazební prostředí. Tlumicí materiál má za úkol zvětšit šířku měřeného pásma, zároveň ale ovlivňuje hodnoty materiálových koeficientů. Často bývá vyroben z mosazi nebo epoxidové pryskyřice s wolframovými částicemi. Tvar samotného tlumicího elementu a jeho vliv na piezoelektrickou keramiku je obvykle založen na individuálním návrhu autora snímače [2, 104].

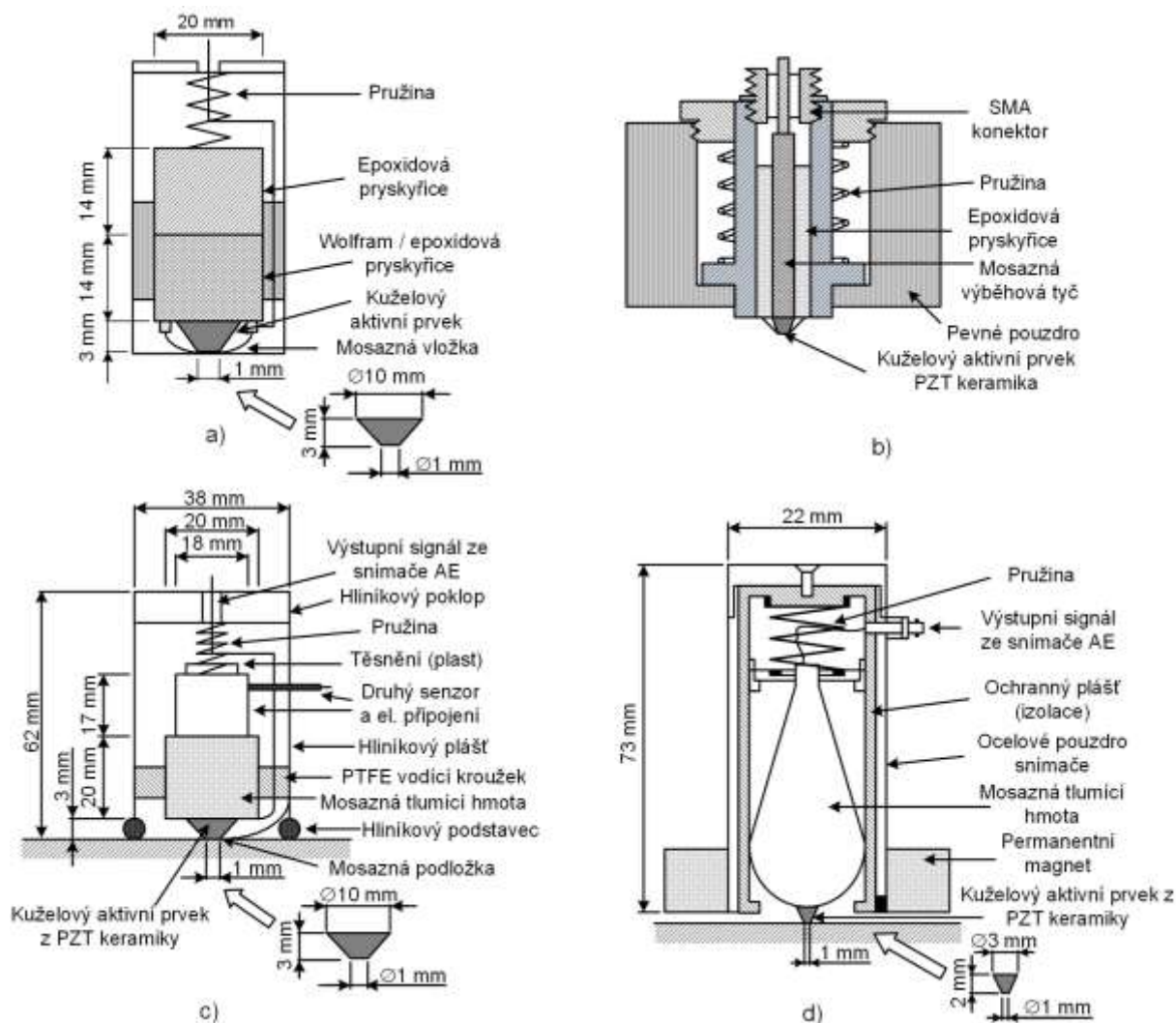


Obr. 8.2 a) Konstruktivní uspořádání piezoelektrického snímače AE [2, 104]; b,c) schématické znázornění kónického snímače dle NBS [2, 104-108].

Jako širokopásmový snímač akustické emise je v současnosti obvykle využíván snímač s kuželovým aktivním prvkem, nazývaný také jako kónický. Uspořádání takového snímače vyvinutého pro účely kalibrace v americkém NIST (dříve NBS) je na obrázku 8.2b. Základem snímače je aktivní piezoelektrický prvek vyrobený broušením nebo laserovým vypalováním z válečku polarizovaného ve směru podélné osy (obrázek 8.2c) [105]. Tento komolý kužel je spojen svou větší elektrodou s tlumicí hmotou v její ose. Tlumicí nebo také setrvačná hmota je vyrobena z mosazného válečku o průměru 37 mm a výšce 25 mm, a je z ní vyveden výstupní signál. Tento způsob řešení je vhodný pro laboratorní účely měření na horizontálním povrchu. Na aktivní prvek pak působí síla odpovídající hmotnosti mosazného válečku. Při

použití na vertikálním povrchu je nutné použít magnetické držáky pro udržení stability snímače na povrchu testovacího materiálu. Výsledný elektrický signál je vyveden pomocí stíněného vodiče přes setrvačnou hmotu. Druhá zemnicí elektroda je připojena na testovací povrch. Proto musí být aktivní plocha i testovací povrch dokonale vodivé [106, 107].

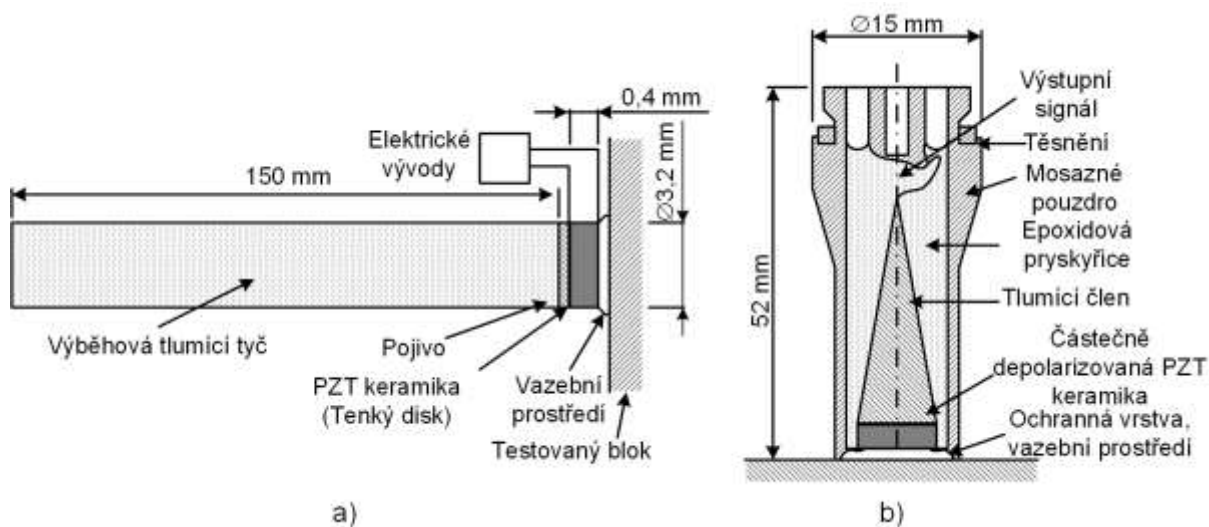
Výhodou širokopásmového snímače s kuželovým aktivním prvkem je potlačení vlastní rezonance aktivního prvku a také omezení vlivu aperturního jevu při zachování dostatečné citlivosti. Aperturní jev u snímače vzniká při šíření vlny po povrchu měřeného materiálu podélně pod snímačem např. u Rayleighovy vlny. Aperturu je možné popsat jako pokles výstupního signálu v případě, že je délka vlny λ srovnatelná s průměrem piezoelektrického disku přiloženého na testovaný povrch. Vznik aperturního jevu může nastat také tehdy, je-li průměr disku celočíselným násobkem vlnové délky. Nastane-li aperturní jev, kladná a záporná půlvlna vybuzeného signálu se odečítá. Pomocí přítomnosti aperturního propadu ve frekvenčním pásmu je možné stanovit typ a směr příchozí vlny, jelikož v případě kolmého dopadu vlny a všesměrového pole aperturní jev nevzniká [103, 104].



Obr. 8.3 Praktické realizace kónických širokopásmových snímačů akustické emise a) snímač AE dle Theobalda [109], b) snímač dle Yung-Chun Leea [110], c) samo-kalibrující se snímač dle Yana a Theobalda [111], d) snímač AERE Harwell [112, 113].

Příklady konstrukčních uspořádání snímačů s kuželovým aktivním prvkem z piezoelektrické keramiky, kde je dotyk s testovacím blokem realizován velmi malou dotykovou plochou jsou zobrazeny na obrázku 8.3. U všech zobrazených snímačů má elektroda spojená s testovacím blokem průměr 1 mm, snímače AE se pak liší hlavně použitou tlumicí hmotou, tvarem tlumiče a technickým konstrukčním řešením snímačů [109-113, 115].

Širokopásmové snímače AE je možné realizovat i při použití malého disku o průměru 2 mm z PZT keramiky, tlumeného tlumičem délky 50 mm. Tento snímač se nazývá PINDUCER a je zobrazený na obrázku 8.4a [114]. Vyrovnaná frekvenční charakteristika se pohybuje od 100 kHz do 2 MHz. Dalším typem je snímač AE využívající částečně depolarizovaného disku z piezoelektrické keramiky podle Korolěva [5]. Tyto snímače není vhodné používat pro povrchovou kalibraci Rayleighovou vlnou, jelikož měření je při frekvencích 400 kHz až 500 kHz silně zatíženo chybou způsobenou aperturním jevem. Tyto širokopásmové snímače AE najdou uplatnění při kalibraci průchozí vlnou. Konstrukce podle Korolěva využívající částečně depolarizovaného piezoelektrického disku pomocí tepelné vlny je zobrazena na obrázku 8.4b.



Obr. 8.4 Širokopásmový piezoelektrický snímač a) typ Pinducer [114], b) využívající částečně depolarizovanou piezoelektrickou keramiku podle Korolěva [5].

9 REALIZACE MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ

Cílem experimentální části práce je srovnání a praktické ověření hlavních metod využívaných pro měření materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky spolu s postupem přípravy měřených vzorků. Nejvíce je tato část zaměřena na určení matice piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů spolu s elektromechanickým vazebním koeficientem [7-11, 41, 42, 60-65, 116, 117] dále na přímé měření piezoelektrického nábojového koeficientu [45-59]. Jsou zde popsány v dnešní době nejčastěji používané metody měření. Tyto metody lze rozdělit na dynamická měření, pod která patří frekvenční metoda, a na statická měření používaná hlavně pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu jednak pomocí přímé optické metody využívající laserového interferometru, měřením náboje při změně působící síly na element nebo vibrometrickou metodou měření. Popsané metody stanovení materiálových koeficientů lze využít na měření teplotních závislostí piezoelektrické keramiky [72-82]. Jako nejvhodnější byla zvolena frekvenční metoda měření. U všech dostupných vzorků byla stanovena Curieova teplota a proměřena teplotní závislost od záporných teplot až do teploty převyšující Curieův bod daného materiálu. Výsledky měření byly využity pro řízenou tepelnou depolarizaci elementu.

Řízená depolarizace, navazující přímo na teplotní měření PZT keramiky, popisuje vliv změny parametrů použitého piezoelektrického měniče. Změna elektromechanických parametrů piezoelektrické keramiky má následně velký vliv na frekvenční charakteristiku snímače pro akustickou emisi. Změnu materiálových koeficientů lze dosáhnout vysokou teplotou [97-99], elektrickým polem [93] a působením velkého tlaku [94-96]. Ne všechny tyto způsoby se dají použít i pro částečnou depolarizaci, proto jsou metody vzájemně porovnány. Jako postup úpravy materiálových koeficientů byla zvolena řízená tepelná depolarizace piezoelektrické keramiky. Měřením částečně depolarizované keramiky je možné definovat odlišné výstupní vlastnosti jak při měření frekvenční charakteristiky samotného měniče, tak při použití s tlumícím členem přímo ve snímači.

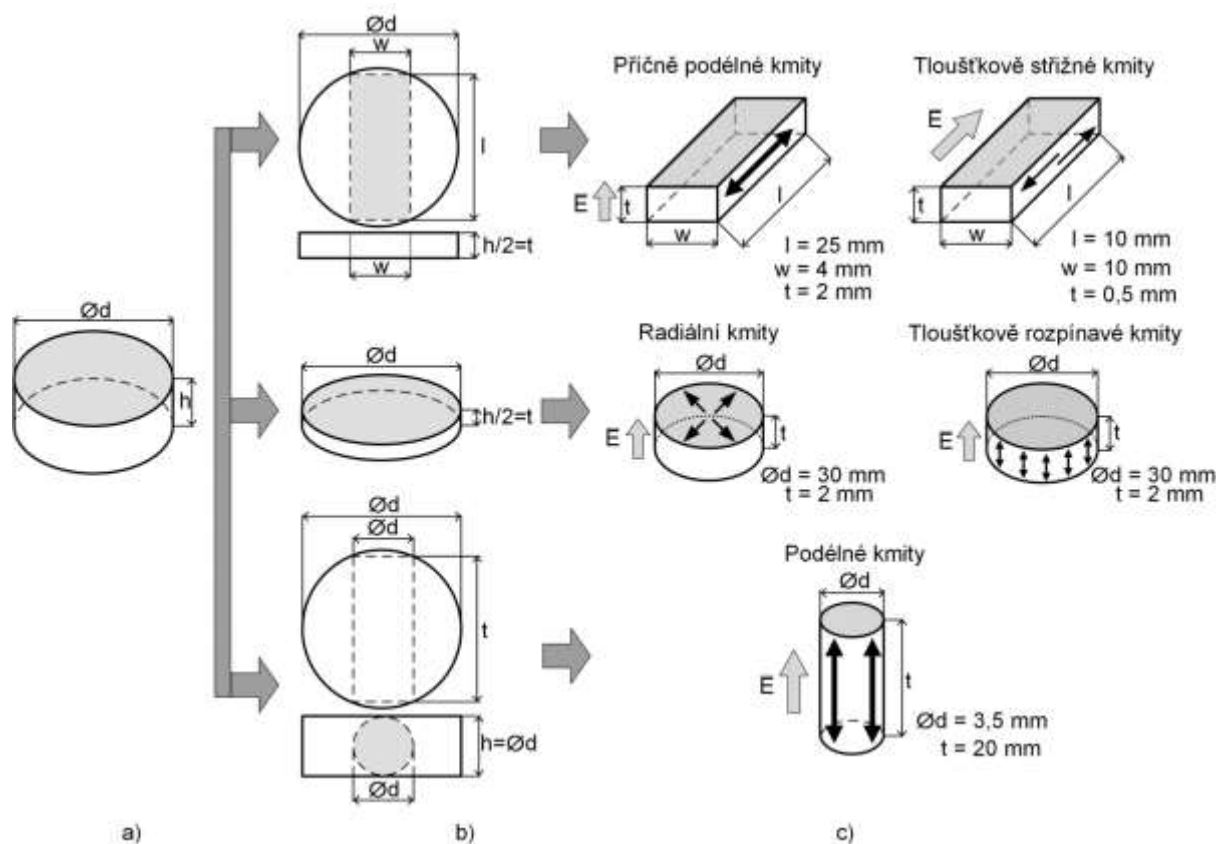
9.1 Technologie zpracování měřených piezoelektrických elementů

Rozsáhlé použití piezoelektrických materiálů v různých technických aplikacích je možné nejen díky jejich fyzikálním vlastnostem a v dnešní době i širokému sortimentu různých tvarů, ale i jejich jednodušší výrobě. Obecně lze pro přípravu piezoelektrických polykrystalických materiálů použít stejné postupy a technologie používané v keramickém průmyslu [118].

V případě měření materiálových koeficientů pro různé typy kmitů není potřeba mnoho kusů od jednotlivých tvarově odlišných elementů. Jelikož výroba malého množství vzorků různých tvarů z jedné šarže piezoelektrické keramiky by byla příliš drahá, s výhodou je možné použít postup výroby celé sady měřených vzorků z disku vhodných rozměrů, jak je vidět na obrázku 9.1.

Existují dva způsoby. U prvního je celá sada vzorků vyrobena z více disků o stejné materiálové šarži [43-45] a druhý způsob je založen na postupné mechanické úpravě jediného velkého disku na jednotlivé požadované tvary popsány v [41]. Minimální rozměry vzorků pro výpočet koeficientů uvádí evropská norma EN 50324-1:2002 [8], i světová norma CEI/IEC 60483: 1976 [11]. Evropská ani světová norma neudává přesné geometrické rozměry piezoelektrických vzorků určených pro měření celé matice materiálových koeficientů, ale

pouze meze rozměrů. Výsledné rozměry elementů byly tedy zvoleny v takovém rozsahu, který splňoval obě normy a souběžně bylo možné bez větších problémů a finančních nákladů tyto elementy vyrobit.



Obr. 9.1 Postup výroby vzorků pro měření materiálových koeficientů z více disků o jedné šarži: a) původní velikost disku, b) výroba tenkého plátku, disku a válečku c) finální produkce tenkých plátků pro příčně podélné a tloušťkově střížné kmity, tenkých disků pro radiální a tloušťkově rozpínavé kmity a válečku pro podélné kmity, dle norem [7-11]. Publikováno v [43-45].

Původní disk (a) byl nejdříve zbaven elektrod a poté broušen na plocho rovinnou brusku. Tím vznikl tenký disk o stejném průměru ale menší tloušťce. Tento tenký disk (b) je přímo určený pro radiální a tloušťkově rozpínavý typ kmitů. Jeho rozměry by měly odpovídat poměru $d/t > 10$. Z tenkého disku byl vyřezán kruhovou pilou tenký plátek (b), určený pro příčně podélné kmity s minimálním poměrem stran $l/t, w > 5$ a tloušťkově střížné kmity s poměrem stran $l/t, w > 3,5$. Z původního disku (a) byl dále vyroben váleček (c), kdy byl z disku nejdříve vyříznut hranol a ten následně zbroušen do kulata. Rozměry válečku určeného pro podélné kmity by měly být nejméně $l/d > 2,5$. Pro porovnání hodnoty nábojového koeficientu d_{33} je možné ponechat několik hranolů o čtvercové podstavě a výšce rovné výšce válečku. Dodržení minimálních poměrů stran je uváděno jako doporučení v evropské i světové normě, není to však podmínkou nutnou. Tímto postupem vyrobené vzorky bylo nutné povrchově opracovat pro dobré přilnutí stříbrných elektrod, tedy pro dosažení co nejlepší vodivosti mezi keramikou a kovem [17].

9.2 Polarizace piezoelektrické keramiky

Princip a obecné podmínky polarizace jsou popsány v teoretickém úvodu práce. Jedná se o konečný proces ve výrobě PZT keramiky, jak je zobrazeno na obrázku 3.12, kdy se vnějším elektrickým polem orientují domény a tak se formují piezoelektrické vlastnosti.

Existuje chladná a teplá polarizace. Chladná polarizace je prováděna při mírně zvýšené teplotě, která je však hluboko pod Curieovým bodem a teplá polarizace, jak už z názvu vyplývá, je prováděna na teplotě převyšující Curieův bod. Orientování doménových stěn se u materiálu provede pod napětím, zahříváním nad Curieovu teplotu a při následném chlazení se doménové stěny uspořádají podle směru působícího elektrického pole, které se pohybuje podle složení polarizovaného materiálu kolem 1 až 2 kV·mm⁻¹. Naproti tomu chladná polarizace musí být prováděna silným elektrickým polem pohybujícím se kolem 2 až 4 kV·mm⁻¹, které se již blíží průraznému napětí. U používané Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O₃ keramiky byla používána jen chladná polarizace. Kdyby se tato keramika zahřála nad Curieův bod, který se pohybuje mezi 340 až 400 °C, měl by materiál příliš malý měrný odpor a snadno by mohlo dojít k průrazu, tedy ke zničení celého vzorku. Bylo tedy výhodnější používat chladnou polarizaci při teplotách od 90 do 140 °C, kde orientace doménových stěn probíhala snadněji a bylo tedy možné používat nižší napětí [118].

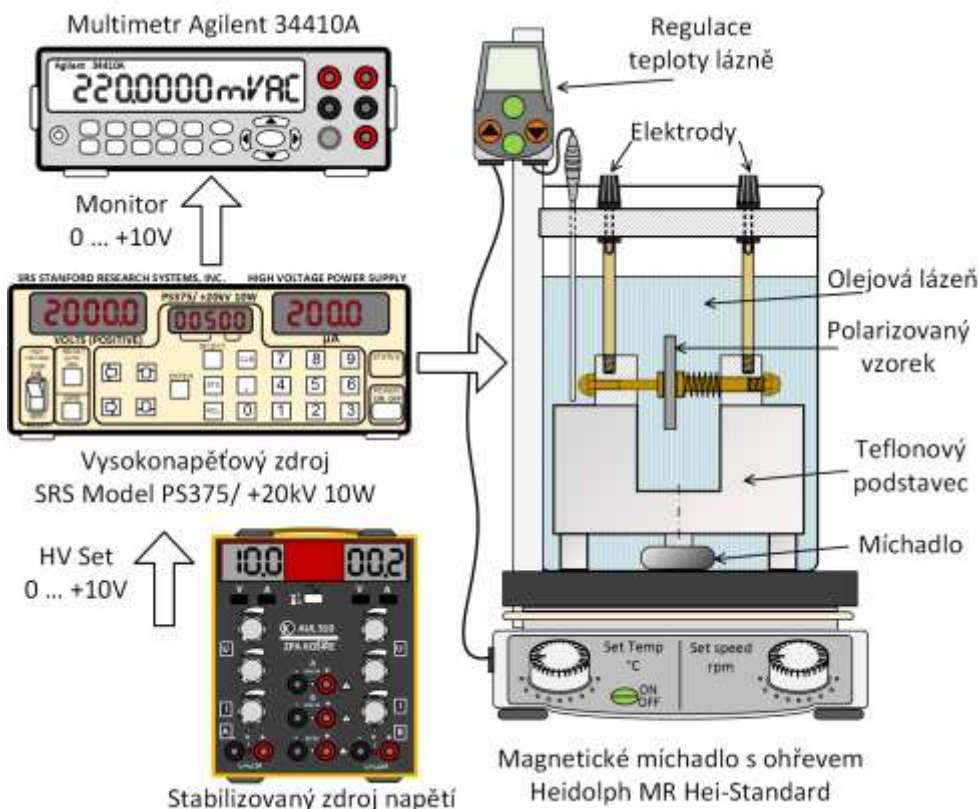
Dále se polarizace PZT keramiky rozděluje na suchou a v ohřátém oleji. Suchá polarizace se provádí v koroně většinou při teplotě okolí asi 25 °C a je často využívána u tenkých keramických vrstev. Polarizace v ohřátém oleji slouží pro omezení vlivu koercitivní síly materiálu. Tento druhý způsob je častěji využíván v průmyslu, jelikož při zvýšení teploty polarizovaného materiálu a tím i snížení hodnoty koercitivní síly není potřeba tak velké polarizační napětí. Vyšší teplota současně zvyšuje pohyblivost doménových stěn a usnadňuje tak průběh polarizace. Pravděpodobnost průrazu dielektrika vlivem mechanického pohybu mezi zrny při působení vysokého napětí nebo prasknutí elementu není při zahřátí tak velká [39].

Pro rovnoměrné prohřátí elementu a kompenzaci malé elektrické pevnosti vzduchu mezi elektrodami je polarizace realizována v oleji s dostatečnou elektrickou pevností. Používají se například silikonové oleje Lukosiol M50 až M250, kde číslo udává viskozitu oleje nebo se případně využívají tzv. transformátorové oleje pro vysoká napětí.

Velikost polarizačního napětí se vztahuje k typu materiálu. Jedná-li se o měkkou „soft“ PZT keramiku, která se vyznačuje dobrou pohyblivostí doménových stěn, lze ji polarizovat při nižších teplotách v rozsahu od 120 do 140 °C i při nižším elektrickém poli v rozmezí od 1,5 do 3 kV·mm⁻¹. Tento typ keramiky je využíván hlavně u snímačů v měřicí technice. Druhý typ zastupuje tvrdá „hard“ PZT keramika, u které jsou doménové stěny více fixovány. Proto je vhodné ji polarizovat při vyšší teplotě, v některých případech i nad Curieovým bodem, a při napětí v rozmezí od 2 ve výjimečných případech do 8 kV·mm⁻¹. Tato keramika je využívána hlavně pro výkonové aplikace. Vlivem polarizace na měkké a tvrdé typy keramik se zaměřují ve své práci např. Kamel [87-89], Zhong [90], Wang [91] a Erhart [92]. Zdroje vysokého napětí využívané pro polarizaci jsou např. od firem Spellman, Glassman, SRS (Stanford Research System) a Trek. Hodnoty polarizačního napětí a doba polarizace nejsou v literatuře uváděny přesně, jelikož jsou často voleny na základě zkušeností [17, 22, 92].

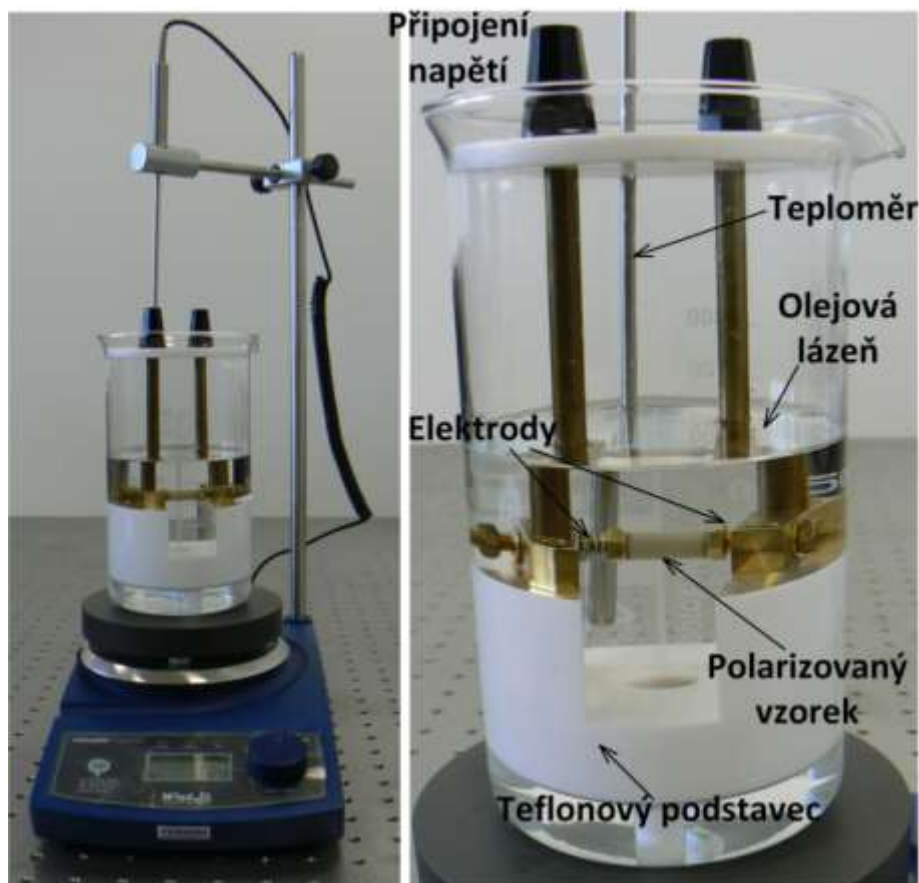
9.3 Postup a technické řešení polarizace

Schéma přípravku pro polarizaci je zobrazený na obrázku 9.2. Polarizace byla prováděna v ohřátém silikonovém oleji Lukosil M50. K napájení byl použit vysokonapěťový zdroj typ PS375 od společnosti SRS – Stanford Research Systems s rozsahem ± 20 kV o maximálním výkonu 10 W. Pro plynulejší regulaci hodnoty výstupního napětí je vhodnější využít externího zdroje stejnosměrného napětí 0 až 10 V. V tomto případě byl pro tento účel zvolen stabilizovaný zdroj napětí Statron typ 2250 případně AUL310. Zdroj SRS dále umožňoval sledovat reálnou hodnotu napětí na výstupu od 0 do 10 V. Externí voltmetr byl využit pouze pro zkušební měření, jelikož hodnotu výstupního napětí je možné odečíst i z displeje vysokonapěťového zdroje. Další součástí přípravku bylo magnetické míchadlo s ohřevem typ MR Hei-Standard od společnosti Heidolph, na kterém byla kádinka Simax s přípravkem umístěným v lázni silikonového oleje Lukosiol M50. Ohřev od společnosti Heidolph byl později nahrazen za adekvátní typ MSH-50D od společnosti Wisd. Magnetické míchadlo s ohřevem bylo zvoleno z důvodu konstantního prohřátí lázně v celém objemu. Přípravek byl proto upraven tak, aby umožňoval proudění kapaliny kolem elementu během celého procesu polarizace. Přípravek byl složen z teflonového podstavce, na kterém byly umístěny mosazné úchyty pro kontaktní elektrody. Z důvodu ohřevu lázně do vysokých teplot byl pro nosné části zvolen teflon jednak pro jeho dobré tepelné i elektrické izolační vlastnosti, ale i pro jeho snadné obrábění při výrobě přípravku. Reálné zobrazení soupravy pro polarizaci piezoelementů tvaru válečku, tenkého disku a plátku a magnetickým míchadlem s ohřevem je zobrazeno na obrázku 9.3 v levé části. Detailní způsob uchycení polarizovaného elementu je zobrazen v pravé části. Přípravek byl sestaven na základě obdobného uspořádání dle prof. Erharta [92].



Obr. 9.2 Schéma zapojení a konstrukce přípravku pro polarizaci piezoelektrické keramiky vysokým napětím v olejové lázni.

Samotný průběh polarizace byl nadefinován podle zvolené PZT keramiky NCE51. Jelikož se jedná o měkkou keramiku, byla teplota lázně nastavena na 140 °C a polarizační napětí na $2 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$. Přípravek se vzorkem byl vložen do přehřáté lázně bez připojeného napětí, které bylo připojeno po ohřátí materiálu v lázni. Napětí bylo připojeno asi 25 až 30 minut, po uplynutí této doby byla postupně snižována teplota na hodnotu 80 až 90 °C. Po ochlazení na požadovanou teplotu bylo napětí odpojeno. Vzorek i s přípravkem byl vyjmut z lázně a následně očištěn. Kontrolní měření parametrů bylo prováděno až po ustálení parametrů vzorku, tedy minimálně 24 h po polarizaci.



Obr. 9.3 Přípravek pro polarizaci piezoelektrických elementů (válečků, tenkých disků a plátků) spolu s detailem připojení polarizovaného elementu.

V rámci zkušebních polarizací bylo vhodné na několika vzorcích proměřit tzv. stárnutí polarizace, kdy byly vzorky po polarizaci měřeny po určitých časových intervalech. Z těchto měření je možné definovat, jak se materiálové koeficienty chovají v závislosti na času od polarizace. Proto je datum polarizace jedním z povinných údajů v kalibračním listu od výrobce PZT keramiky. Příklad závislosti stárnutí jednotlivých koeficientů je uveden ve výsledcích práce (kapitola 11.2).

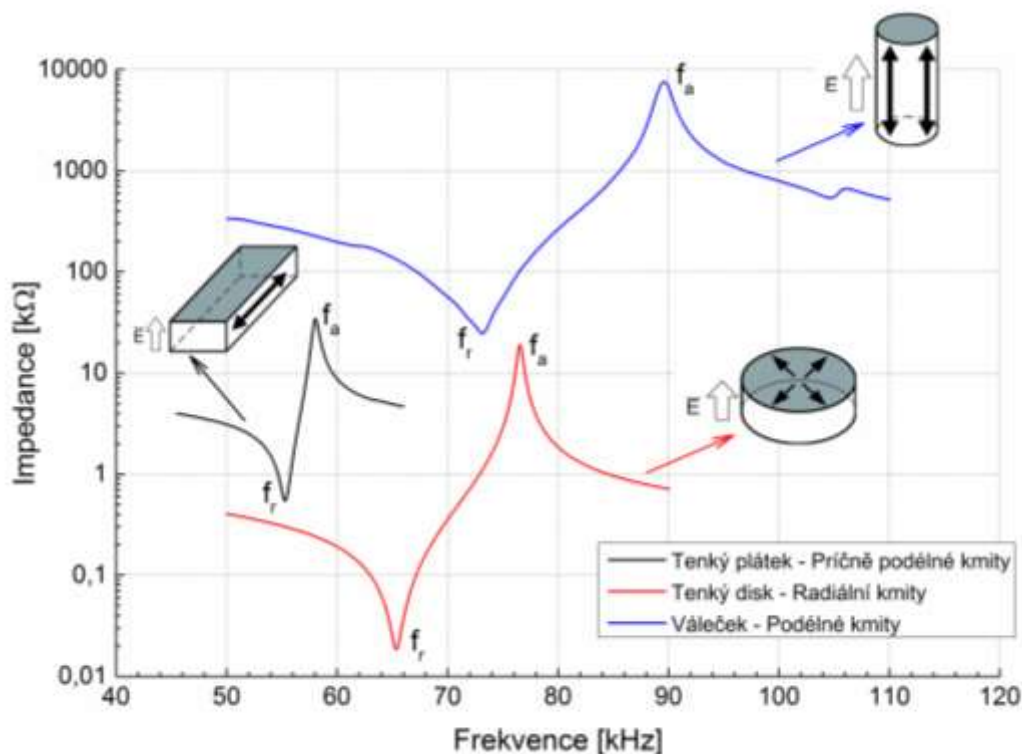
9.4 Praktické ověření metod pro měření materiálových koeficientů

V teoretické části práce jsou popsány základní metody pro stanovení jak kompletní matice, tak i jednotlivých koeficientů piezoelektrické keramiky. Následně budou hlavní z těchto metod využity pro praktické měření.

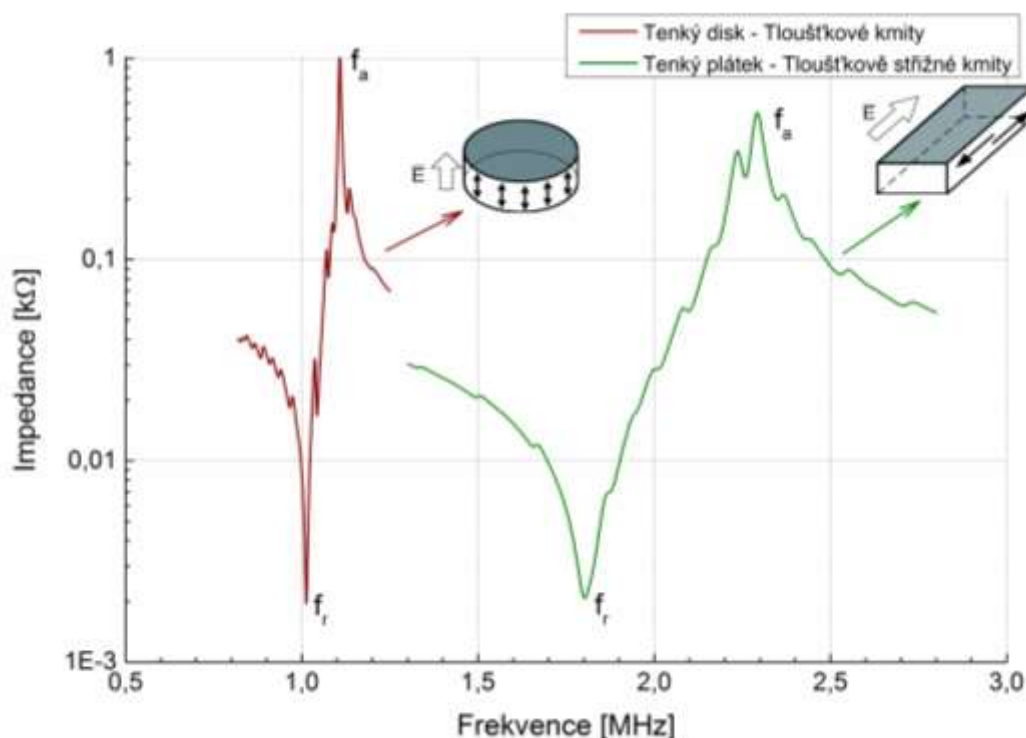
9.4.1 Stanovení úplné matice koeficientů frekvenční metodou

Frekvenční metoda byla realizována pomocí impedančního analyzátoru Agilent 4294A a měřicí pinzety „Tweezers Contact Test Fixture 16334A“. Pro všechna měření bylo budící napětí nastaveno na 500 mV při budící frekvenci 1 MHz. Impedanční analyzátor umožňuje přímé zobrazení impedanční a fázové charakteristiky na displeji přístroje a současně je možné využít automatické načítání dat z přístroje, které se dá následně zpracovat v počítači. To je umožněno připojením přes sběrnici GPIB ke stolnímu počítači. Načítání je provedeno pomocí aplikace IntuiLink pro import dat do MS Excel nebo aplikací v programu LabVIEW. Možnost přímého zobrazení průběhu impedanční a fázové charakteristiky na obrazovce výrazně zvyšuje přesnost odečítání měřených hodnot. Díky tomu u tohoto způsobu měření odpadá problém s možnou záměnou zdvojeného vrcholu při měření rezonanční a antirezonanční frekvence. Tento problém může nastat u přístrojů, kde nelze přímo zobrazovat průběhy charakteristik.

Z výsledných průběhů impedančních případně fázových charakteristik pro tenký plátek, tenký disk a váleček, získaných pomocí impedančního analyzátoru, bylo možné odečíst hodnoty rezonančních frekvencí. Impedanční analyzátor také umožňoval přímé měření kapacity a ztrátového činitele, nahrazoval tak dříve používaná zapojení. Příklad impedančních charakteristik naměřených na sadě vzorků, které odpovídají obrázku 9.1, pomocí impedančního analyzátoru Agilent 4294A je zobrazený pro příčně podélné, radiální a podélné kmity na obrázku 9.4 a pro tloušťkové a tloušťkově střížné kmity na obrázku 9.5.



Obr. 9.4 Impedanční charakteristiky pro příčně podélné kmity tenkého plátku $25 \times 4 \times 2$ mm, radiální kmity tenkého disku $\varnothing 30 \times 2$ mm a podélné kmity válečku $\varnothing 3,5 \times 20$ mm naměřené na impedančním analyzátoru Agilent 4294A. Publikováno v [43-45].

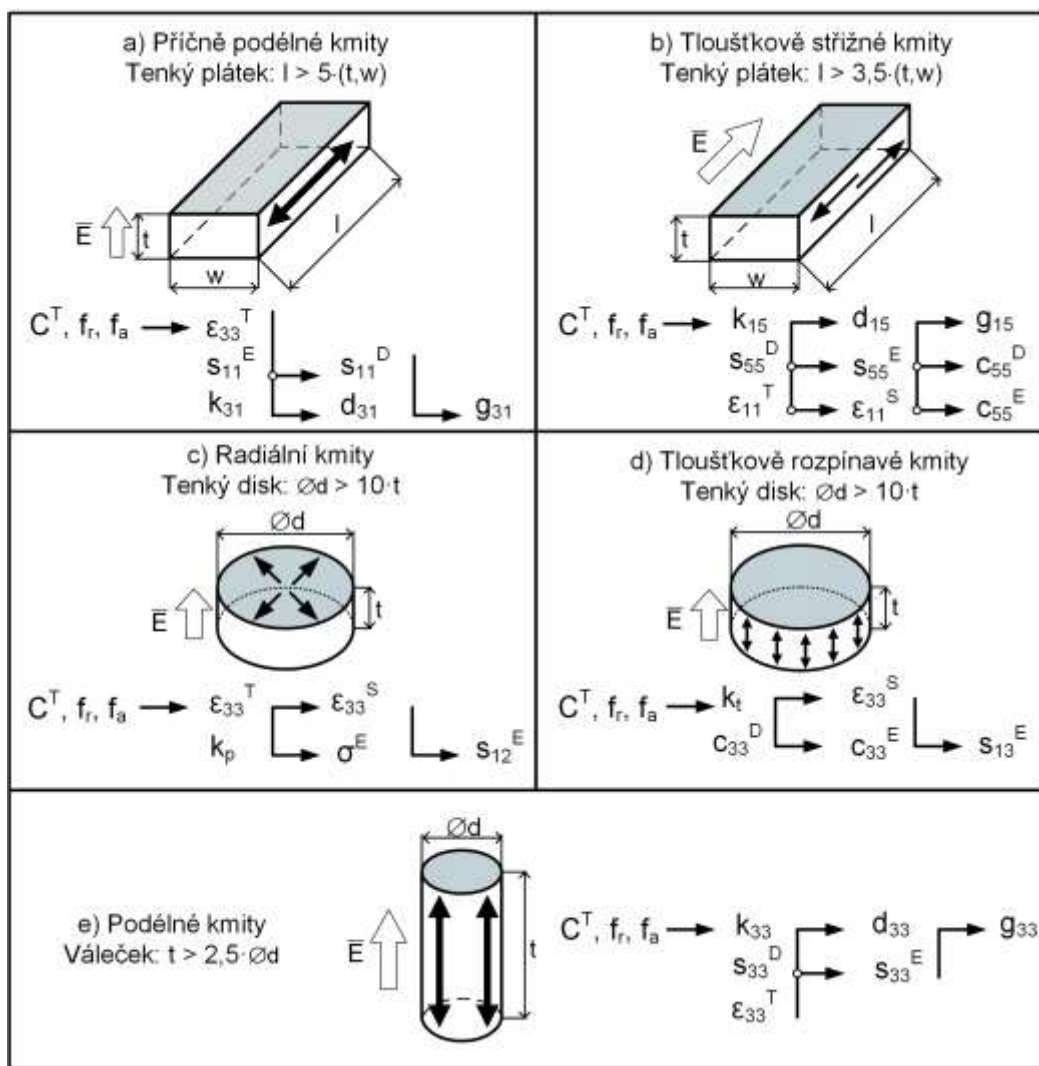


Obr. 9.5 Impedanční charakteristiky pro tloušťkové kmitý tenkého disku $\varnothing 30 \times 2$ mm, tloušťkově střížné kmitý tenkého plátku $10 \times 10 \times 0,5$ mm naměřené na impedančním analyzátoru Agilent 4294A. Publikováno v [43-45].

Materiálové koeficienty byly počítány z naměřených hodnot rezonanční frekvence f_r odpovídající f_m a antirezonanční frekvence f_a (f_n) piezoelektrického měniče pro daný typ kmitů, dále pak z permitivity ϵ_r , geometrických rozměrů měřeného elementu, z hustoty ρ , ztrátového činitele $\tan\delta$ a volné kapacitance C^T měřených hluboko pod rezonančním kmitočtem keramiky, obvykle na 1 kHz.

Přesnost výpočtů výrazně závisí na přesnosti odečítání hodnot potřebných k výpočtu všech materiálových koeficientů. Při využití impedančního analyzátoru je doporučeno využívat maximální počet vzorků, který přístroj umožňuje, v tomto případě se jednalo o typ E4294A, kde lze nastavit maximálně 800 vzorků na zvolený rozsah. S tím souvisí zvýšení přesnosti odečtu žádané hodnoty při zobrazení pouze úzkého frekvenčního pásma v okolí rezonanční frekvence. Současně byla v průběhu měření zvolena pomalá rychlost měření spolu s průměrováním. Následný postup výpočtu elastických, piezoelektrických a dielektrických koeficientů piezoelektrické keramiky pro příčné podélné a tloušťkově střížné kmitý u tenkého plátku, radiální a tloušťkové kmitý u tenkého disku a podélné kmitý u válečku podle evropské normy EN 50324-2:2002 [9] je zobrazený na obrázku 9.6, současně tento postup výpočtu splňuje i světovou normu CEI/IEC 60483:1976 [11].

Podle obrázku 9.6 jsou dále uvedeny vztahy pro výpočet jednotlivých materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky podle (4.16 a 4.17). Vztahy byly odvozeny vhodnými úpravami z rovnic uvedených v evropských i světových normách [7, 9, 11], protože obvykle uváděné vztahy v některých případech neumožňují přímé dosazování naměřených vstupních parametrů (viz. obrázek 9.4 a 9.5).



Obr. 9.6 Postup při stanovení kompletní matice materiálových koeficientů podle evropské normy EN 50324-2: 2002 [9]. Publikováno v [43-45].

Výpočet elastických koeficientů (s_{11}^E , s_{12}^E , s_{13}^E , s_{33}^E , s_{55}^E , s_{66}^E) z koeficientů elektromechanické vazby, kde vstupními parametry je rezonanční frekvence, hustota a rozměry vzorků:

Výpočet elastického koeficientu s_{11}^E pro příčně podélné kmity tenkého plátku:

$$s_{11}^E = \frac{1}{4 \cdot \rho \cdot f_s^2 \cdot l^2} \quad (9.1)$$

Výpočet elastického koeficientu s_{12}^E pro radiální kmity tenkého disku:

$$s_{12}^E = -s_{11}^E \cdot \left(1 - \frac{2 \cdot k_{31}^2}{k_p^2} \right) = -\frac{1}{4 \cdot \rho \cdot f_s^2 \cdot l^2} \cdot \left(1 - \frac{2 \cdot \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a}{f_r} \cdot \frac{1}{\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a}{f_r} - \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a}{f_r}\right)}}{2,51 \cdot \frac{f_a - f_r}{f_r} - \left(\frac{f_a - f_r}{f_r}\right)^2} \right) \quad (9.2)$$

Výpočet elastického koeficientu s_{66}^E z elastických koeficientů pro příčně podélné kmity tenkého plátku s_{11}^E a radiální kmity tenkého disku s_{12}^E :

$$s_{66}^E = 2 \cdot (s_{11}^E - s_{12}^E) \quad (9.3)$$

Výpočet elastického koeficientu s_{33}^E pro podélné kmity válečku:

$$s_{33}^E = \frac{s_{33}^D}{1 - k_{33}^2} = \frac{1}{4 \cdot \rho \cdot f_p^2 \cdot l^2} \cdot \frac{1}{1 - \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right)} \quad (9.4)$$

Výpočet elastického koeficientu s_{13}^E pro tloušťkové kmity tenkého disku:

$$s_{13}^E = \left\{ \frac{1}{2} \cdot \left[s_{33}^E \cdot (s_{11}^E + s_{12}^E) - \frac{s_{11}^E + s_{12}^E}{c_{33}^E} \right] \right\} \quad (9.5)$$

kde elastický modul c_{33}^E je roven:

$$c_{33}^E = c_{33}^D \cdot (1 - k_t^2) = 4 \cdot \rho \cdot f_p^2 \cdot t^2 \cdot \left(1 - \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right) \right) \quad (9.6)$$

Výpočet elastického koeficientu s_{55}^E pro tloušťkově střížné kmity tenkého plátku:

$$s_{55}^E = \frac{s_{55}^D}{1 - k_{15}^2} = \frac{1}{4 \cdot \rho \cdot f_p^2 \cdot t^2} \cdot \frac{1}{1 - \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right)} \quad (9.7)$$

Vztahy pro výpočet elektromechanického vazebního koeficientu k_{ij} , který definuje převod elektrické energie na mechanickou a naopak, jsou uvedeny již v rovnicích pro elastické koeficienty. Výpočet příčného k_{31} a střížného k_{15} koeficientu vazby pro tenký plátek je v rovnicích (9.2) a (9.7), podélného koeficientu vazby k_{33} pro váleček v rovnici (9.4), planárního k_p a tloušťkového k_t koeficientu vazby pro tenký disk v rovnicích (9.2) a (9.6).

V některých případech se uvádí efektivní koeficient elektromechanické vazby k_{eff} :

$$k_{eff}^2 = \frac{f_p^2 - f_s^2}{f_p^2} \quad (9.8)$$

Vztahy pro výpočet dielektrických koeficientů pro příčně podélné kmity ε_{11}^T a pro tloušťkově podélné kmity ε_{33}^T . Vstupními parametry jsou kapacitance a rozměry vzorků.

$$\varepsilon_{11}^T = \varepsilon_{3r} \cdot \varepsilon_0 = C^T \cdot \frac{t}{A}, \text{ kde } A = w \cdot l \quad (9.9)$$

$$\varepsilon_{33}^T = \varepsilon_{3r} \cdot \varepsilon_0 = C^T \cdot \frac{t}{A}, \text{ kde } A = \frac{\pi \cdot d^2}{4} \text{ nebo } A = w \cdot l \quad (9.10)$$

Ze vztahů (9.9) a (9.10) lze odvodit rovnice pro přímý výpočet relativní dielektrické permitivity ε_{3r} odpovídající $\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$ případně $\varepsilon_{11}^T/\varepsilon_0$.

Vstupními parametry pro výpočet piezoelektrických koeficientů (d_{31} , d_{33} a d_{15}) jsou rezonanční frekvence, kapacitance, hustota a rozměry vzorků.

Výpočet nábojového koeficientu d_{31} pro příčně podélné kmity tenkého plátku:

$$d_{31} = k_{31} (\varepsilon_{11}^T \cdot s_{11}^E)^{\frac{1}{2}} = \left(C^T \cdot \frac{t}{4 \cdot \rho \cdot w \cdot l^3} \cdot \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a}{f_r^3} \cdot \frac{1}{\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a}{f_r} - \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a}{f_r}\right)} \right) \quad (9.11)$$

Výpočet piezoelektrického napět'ového koeficientu g_{31} pro příčně podélné kmity:

$$g_{31} = \frac{d_{31}}{\varepsilon_{33}^T} = \frac{d_{31}}{C^T \cdot \frac{t}{w \cdot l}} \quad (9.12)$$

Výpočet nábojového koeficientu d_{33} pro podélné kmity válečku:

$$d_{33} = k_{33} (\varepsilon_{33}^T \cdot s_{33}^E)^{\frac{1}{2}} = \left(\varepsilon_{33}^T \cdot s_{33}^D \cdot \frac{k_{33}^2}{1 - k_{33}^2} \right)^{\frac{1}{2}} =$$

$$= \left(C^T \cdot \frac{t}{\frac{\pi \cdot d^2}{4}} \cdot \frac{1}{4 \cdot \rho \cdot f_a^2 \cdot t^2} \cdot \frac{\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right)}{1 - \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right)} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (9.13)$$

Výpočet piezoelektrického napět'ového koeficientu g_{33} pro podélné kmity:

$$g_{33} = \frac{d_{33}}{\varepsilon_{33}^T} = \frac{d_{33}}{C^T \cdot \frac{t}{\frac{\pi \cdot d^2}{4}}} \quad (9.14)$$

Výpočet nábojového koeficientu d_{15} pro tloušťkově střížné kmity tenkého plátku:

$$d_{15} = k_{15} (\varepsilon_{11}^T \cdot s_{55}^E)^{\frac{1}{2}} = \left(\varepsilon_{11}^T \cdot s_{55}^D \cdot \frac{k_{15}^2}{1 - k_{15}^2} \right)^{\frac{1}{2}} =$$

$$= \left(C^T \cdot \frac{t}{w \cdot l} \cdot \frac{1}{4 \cdot \rho \cdot t^2 \cdot f_a^2} \cdot \frac{\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right)}{1 - \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right)} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (9.15)$$

Výpočet piezoelektrického napětíového koeficientu g_{15} pro tloušťkově střížné kmity:

$$g_{15} = \frac{d_{15}}{\varepsilon_{11}^T} = \frac{d_{15}}{C^T \cdot \frac{t}{w \cdot l}} \quad (9.16)$$

Frekvenční konstanta není přímo uváděna v maticích koeficientů, nicméně se jedná o důležitou konstantu popisující rychlost šíření vlnění uvnitř materiálu. U jednoduchých tvarů keramiky lze podle její hodnoty určit výsledný rozměr elementu pro žádanou rezonanční frekvenci. Vztahy pro výpočet frekvenčních konstant N_1^E , N_p^E , N_t^D a N_3^E jsou uvedeny níže:

Frekvenční konstanta pro příčně podélné kmitů u tenkého plátku:

$$N_1^E = f_s \cdot l \quad (9.17)$$

Frekvenční konstanta pro radiální a tloušťkové kmity u tenkého disku:

$$N_p^E = f_s \cdot d \quad (9.18)$$

$$N_t^D = f_s \cdot t \quad (9.19)$$

Frekvenční konstanta pro podélné kmity u válečku:

$$N_3^E = f_s \cdot t \quad (9.20)$$

Součástí katalogových listů je také činitel mechanické jakosti Q_m , který má bezrozměrnou jednotku a definuje mechanické ztráty rezonátoru. V některých pramenech je uváděn do rovnosti převrácené hodnotě relativní šířce pásma:

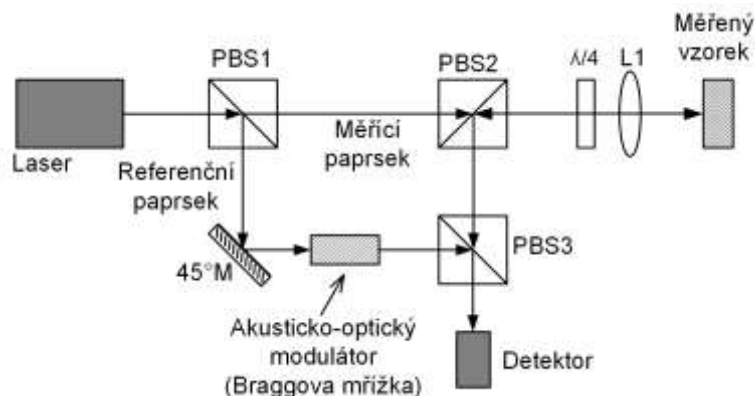
$$Q_m = \frac{1}{2\pi \cdot f_r \cdot |Z| \cdot C^T \cdot k_{eff}^2} = \frac{1}{2\pi \cdot f_s \cdot |Z| \cdot C^T \cdot \left(\frac{f_a^2 - f_r^2}{f_a^2} \right)} \quad (9.21)$$

Frekvenční metoda měření rezonančních frekvencí je oblíbená pro vysokou přesnost a možnost výpočtu všech požadovaných koeficientů. Největší nevýhoda frekvenční metody při určování kompletní matice materiálových koeficientů spočívá v nutnosti výroby normované sady vzorků skládající se z disku, plátku a válečku z PZT keramiky jedné šarže. Metoda je využívána hlavně pro testování piezoelektrického materiálu, převodníků a zařízení ve vývoji a výrobě.

9.5 Přímé měření nábojového koeficientu optickou metodou využívající laserového interferometru

Pro měření byl použit laserový interferometr Polytec OFV-5000 založený na heterodyn timeru principu detekce interferenční fáze. U tohoto typu interferometru je nosný vysokofrekvenční signál generován na fotodetektoru s podporou akusticko-optického převodníku (Braggovy mřížky). Změny amplitudy rychlosti a výchylky měřeného objektu generují frekvenční a fázovou modulaci laserového paprsku v důsledku Dopplerova jevu. Tato modulace

je získána zpět pomocí zpracování signálu ve vhodném demodulátoru neboli dekodéru. Informace o rychlosti je získána z frekvenční modulace Dopplerova signálu, zatímco hodnota výchylky je získána z fázové modulace ve stejném čase [70].



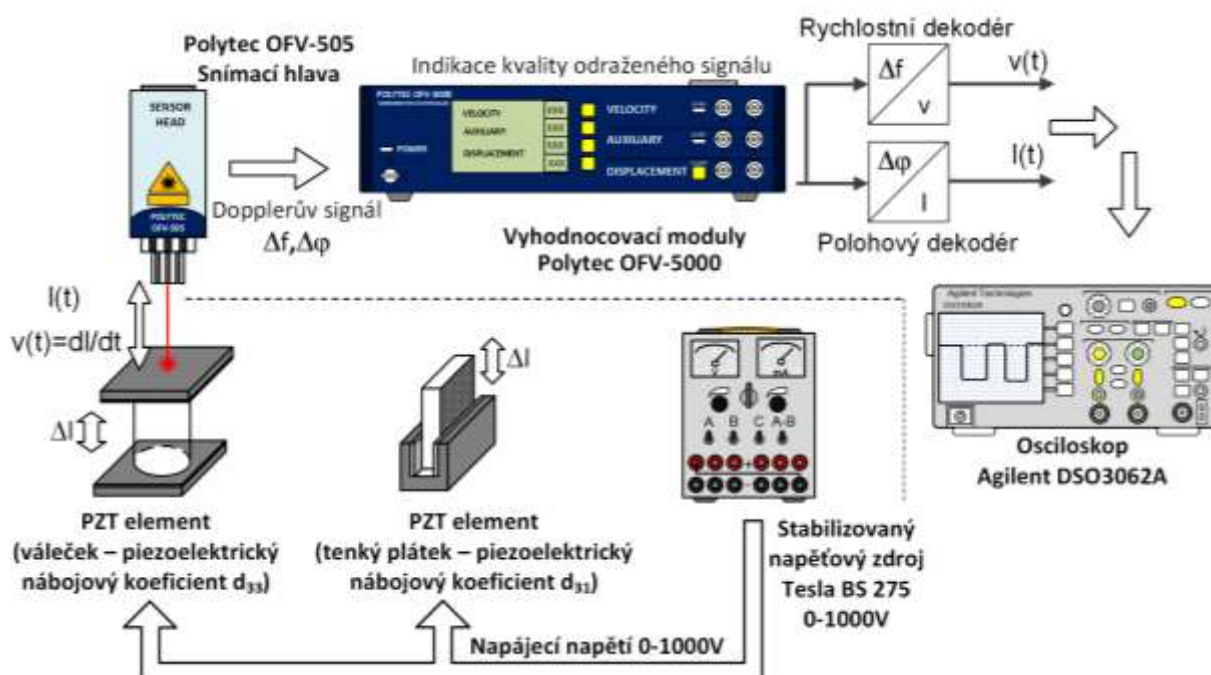
Obr. 9.7 Optická konfigurace interferometru se snímací hlavou OFV-505. Převzato a upraveno dle [70].

Princip měření rychlosti a výchylky je založen na využití modifikovaného Mach-Zehnderova interferometru, zobrazení optické konfigurace ve snímací hlavě OFV-505 je na obrázku 9.7. Jako zdroj světla je pro měření vibrací používán helium neonový laser (He-Ne) ve formě lineárního polarizovaného paprsku směřovaného na měřený objekt. Paprsek je nejprve na polarizačním děliči světla PBS1 rozdělen na paprsek směřovaný na měřený objekt a na referenční paprsek. Paprsek směřovaný na měřený objekt poté prochází přes polarizační dělič světla PBS2 stejně jako přes čtvrt-vlnnou destičku $\lambda/4$ na čočku L1, na které je zaostřen na měřený vzorek a rozptýlen zpět. Polarizační dělič světla PBS2 má spolu se čtvrt-vlnnou destičkou funkci optického vazebního členu, a současně vychyluje paprsek od vzorku směrem na polarizační dělič světla PBS3. Z důvodu symetrie obou ramen vnitřní části interferometru je optický dráhový rozdíl mezi měřicím paprskem a referenčním paprskem zanedbatelný. Výsledný měřený dráhový rozdíl je roven dvojnásobku vzdálenosti mezi polarizačním děličem světla PBS2 a měřeným vzorkem. Akusticko-optický převodník (Braggova mřížka) umístěný v referenčním rameni generuje dodatečný frekvenční offset pro určení znaménka rychlosti. Výsledná signálová interference měřicího a referenčního paprsku je převedena na elektrický signál ve fotodetektoru nejčastěji ve formě fotodiody a následně zpracována v řídicí jednotce.

Blokové schéma pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí laserového interferometru je zobrazeno na obrázku 9.8. Měřicí systém je možné rozdělit na vyhodnocovací část složenou ze snímací hlavy OFV-505, která je detailně zobrazena na obrázku 9.7, vyhodnocovacích modulů OFV-5000 (Polytec) a měření výstupního napětí úměrného buďto rychlosti nebo výchylce, v tomto případě pomocí osciloskopu Agilent DSO3062A. Pro zjednodušení zpracování signálu lze pro měření výstupního napětí použít měřicí kartu s dostatečným rozlišením. Druhou část tvoří buzení měniče ve formě stejnosměrného napětíového zdroje Tesla BS275 a přípravku pro uchycení vzorku.

Vyhodnocovací část OFV-5000 [70] je tvořena z rychlostních VD dekodérů a polohových DD dekodérů. Podle požadavků dané úlohy si uživatel následně volí, které dekodéry bude využívat. V této úloze byl využíván rychlostní dekodér VD-06 s nastaveným největším měřicím rozsahem $50 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$ na frekvenci 350 kHz a dále byl využíván polohový dekodér DD-500 s měřicím rozsahem $0,05 \text{ } \mu\text{m} \cdot \text{V}^{-1}$ na frekvenci 350 kHz. Měřicí hlava OFV-505 [70] obsahuje He-Ne laser s vlnovou délkou 633 nm. Na krátké vzdálenosti byla zvolena přední

čočka OFV-SR určená pro měřicí rozsahy od 60 mm do 5 m. Optimální vzdálenost měřeného vzorku od přední části objektivu interferometru je $234 + (n \cdot l)$ mm, kde $n = 0; 1; 2 \dots$ a $l = 204 \pm 1$ mm.



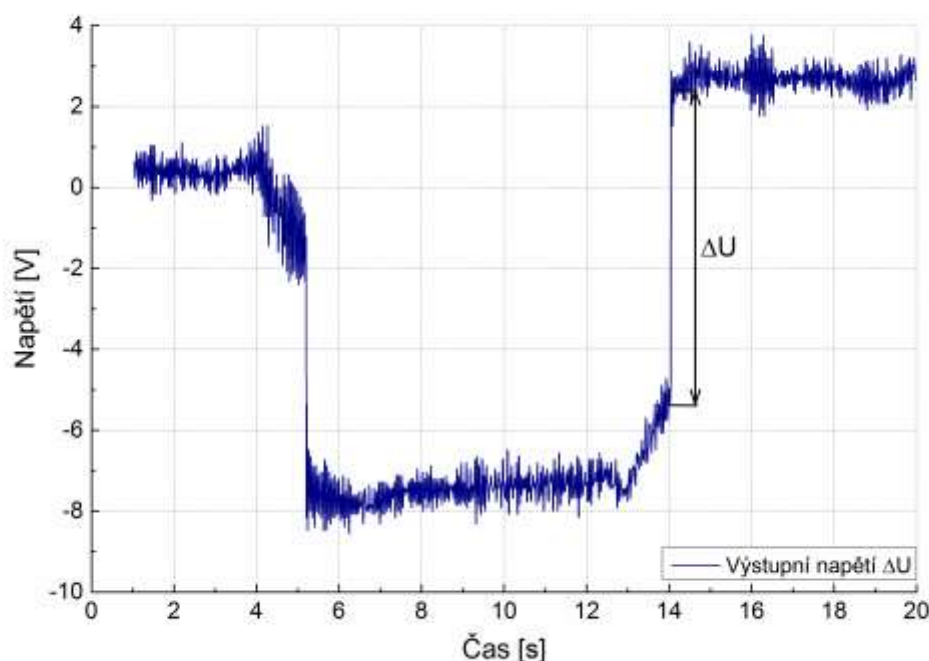
Obr. 9.8 Schéma zapojení laserového interferometru OFV-5000 (Polytec) pro měření nábojového koeficientu na válečku d_{33} a tenkém plátku d_{31} z piezoelektrické keramiky. Publikováno v [44, 45].

Pro co největší odrušení okolních vibrací byl vzorek během měření položen na ocelovém válci a pro zvýšení stability odrazení signálu byl zatížen skleněnou destičkou. Na stranu skleněné destičky, směřující k hlavě interferometru, byl nalepen odrazný štítek pro zvýšení kvality odraženého signálu. Před samotným měřením bylo nutné nechat všechny přístroje a celou soustavu nejméně hodinu stabilizovat, z důvodu ustálení celého zařízení v závislosti na teplotě. Další součástí zapojení je osciloskop Agilent DSO3062A určený pro měření výsledného signálu z interferometru, nebo pro určení rozdílu napětí při sepnutém a rozepnutém napájecím napětí. Jako zdroj napětí byl zvolen typ Tesla BS275 s napětovým rozsahem od 0 do 1000 V. Uvedené typy přístrojů se dají nahradit adekvátními typy splňující dané požadavky.

Stanovení nábojového koeficientu pomocí optické metody bylo založeno na nepřímém piezoelektrickém jevu. Na elektrody měniče bylo přivedeno stejnosměrné napětí. V důsledku toho se tento měnič začal mechanicky roztahovat nebo zmenšovat ve směru osy polarizace, a to podle polarity přiloženého napětí. Výsledné prodloužení nebo zúžení pak záviselo na velikosti přiloženého napětí [22]. Tento děj se dá popsat vztahem,

$$\Delta l = d_{ij} \cdot U_{in} = d_{ij} = \frac{\Delta l}{U_{in}} \quad (9.22)$$

kde U_{in} je napětí přivedené na měnič (V), Δl je změna délky měřeného měniče po připojení na napětí (nm) a d_{ij} je nábojový koeficient ($C \cdot N^{-1}$ nebo $m \cdot V^{-1}$).



Obr. 9.9 Výstupní signál z interferometru odpovídá výchylce vzorku v závislosti na skokové změně napětí na elektrodách vzorku, v tomto případě válečku keramiky PCM51. Publikováno v [44, 45].

V tomto případě bylo měření výchylky vyhodnoceno pomocí osciloskopu DSO3062A. Jestliže nebylo na vzorek přiváděno napětí, nevykazoval ani žádnou změnu výchylky. V případě podélných kmitů u válečku se po skokové změně napětí na elektrodách, tedy po sepnutí zdroje BS275, vzorek prodloužil ve směru polarizace. Tato skoková změna byla vidět i na výstupu z vyhodnocovací ústředny interferometru, tedy na obrazovce osciloskopu. Příklad průběhu výstupního signálu z osciloskopu pro váleček PCM51 $\varnothing 7 \times 14,5$ mm při budícím napětí 1000 V a rozsahu interferometru $50 \text{ nm} \cdot \text{V}^{-1}$ je zobrazen na obrázku 9.9. Piezoelektrický nábojový koeficient pro podélné kmity byl vypočítán ze vztahu 9.23.

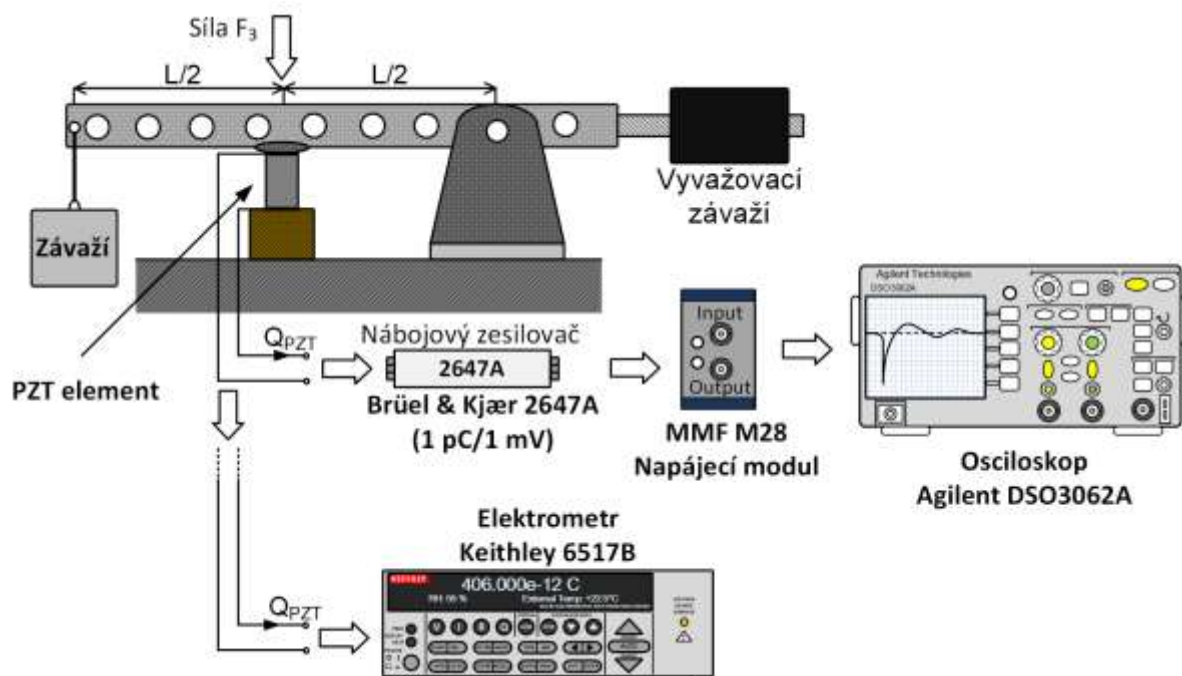
$$d_{33} = \frac{\Delta l}{U_{in}} = \frac{\text{rozsah int erferometru } (\text{nm} \cdot \text{V}^{-1}) \cdot \Delta U (\text{V})}{\text{napájecí napětí } U (\text{V})} \quad (9.23)$$

Nábojový koeficient pro podélné kmity d_{33} ($\text{m} \cdot \text{V}^{-1}$) byl počítán z prodloužení vzorku Δl (nm), které je rovno součinu nastaveného rozsahu na polohovém dekodéru DD-500 $50 \text{ nm} \cdot \text{V}^{-1}$ a rozdílu napětí ΔU (V) při skokové změně napájecího napětí. Prodloužení bylo následně poděleno nastaveným napájecím napětím U_{in} (V). Obdobným způsobem byl měřen nábojový koeficient d_{31} . Rozdíl spočíval pouze ve směru napět'ového buzení vzorku a směru snímání generované výchylky odpovídající budícímu napětí.

9.6 Přímé měření nábojového koeficientu při skokové změně síly

Praktická realizace metody založené na měření generovaného náboje při odlehčení vzorku je zobrazena na obrázku 9.10. V tomto zapojení je změny síly docíleno závažím umístěným na jedné straně páky. V případě vyvážení působí na element statická síla F_3 úměrná závaží. Při skokovém odlehčení je vygenerován náboj úměrný změně síly F_3 . Měření náboje z měniče

bylo realizováno dvěma způsoby. První zahrnuje použití nábojového zesilovače Brüel & Kjær (typ 2647A) s převodní konstantou $1 \text{ pC} \cdot 1 \text{ mV}^{-1}$ a externím napájecím modulem MMF M28. Tuto sestavu je možné nahradit nábojovým zesilovačem AURA (typ C4.2) s nastavitelným zesílením. Výstupní napětíový pulz odpovídající působící síle byl měřen osciloskopem Agilent DSO3062A.



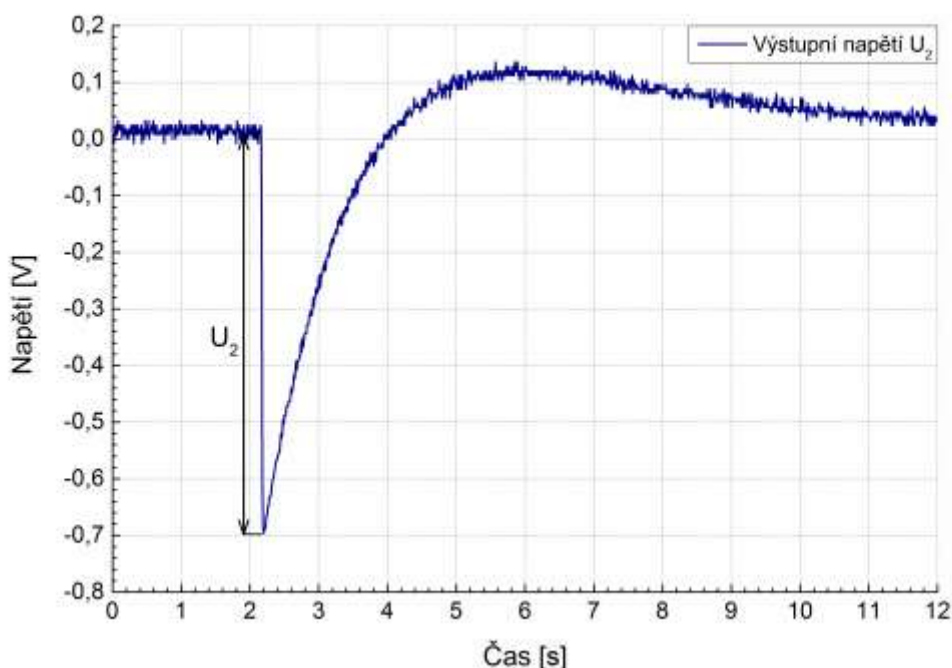
Obr. 9.10 Konstrukční schéma přípravku a zapojení přístrojů pro měření generovaného náboje při odlehčení piezoelektrického měniče. Publikováno v [44, 45].

Hodnota piezoelektrického nábojového koeficientu d_{ij} je vypočítána ze skokové změny síly F_3 a odpovídajícímu napětí U_2 ,

$$d_{ij} = \frac{U_2}{F_3 \cdot k_q} = \frac{U_2}{m \cdot g \cdot k_q} , \quad (9.24)$$

kde d_{ij} je nábojový koeficient ($\text{C} \cdot \text{N}^{-1}$), U_2 (V) je výstupní napětí vyvolané skokovou změnou síly F_3 (N) působící na měnič, k_q je napětíová citlivost nábojového zesilovače ($\text{pC} \cdot \text{mV}^{-1}$), m je hmotnost závaží (kg) a g je tíhové zrychlení ($\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$). Měřený měnič je umístěn uprostřed ramene a tudíž i výsledná síla F_3 bude uprostřed dvojnásobná oproti krajní hodnotě, kde je umístěno závaží. Je-li působící síla měřena přímo snímačem síly, odpadne chyba způsobená výpočtem a měřením reálné hmotnosti zátěže. Průběh výstupního napětí U_2 na čase odpovídající skokové změně síly F_3 naměřené na osciloskopu je zobrazený na obrázku 9.11.

Překmit nulové hodnoty v grafu je způsoben autokompenzačním obvodem pro potlačení stejnosměrného driftu nábojového zesilovače BK2674 s časovou konstantou cca 0,7 Hz. Na přesnost měření nemá autokompenzační obvod zesilovače vliv.



Obr. 9.11 Příklad průběhu výstupního napětí U_2 na čase odpovídající skokové změně síly F_3 naměřené na osciloskopu Agilent DSO3062A (pro váleček $\varnothing 7 \times 14,5$ mm z keramiky PCM51, závaží = 100 g).
Publikováno v [44, 45].

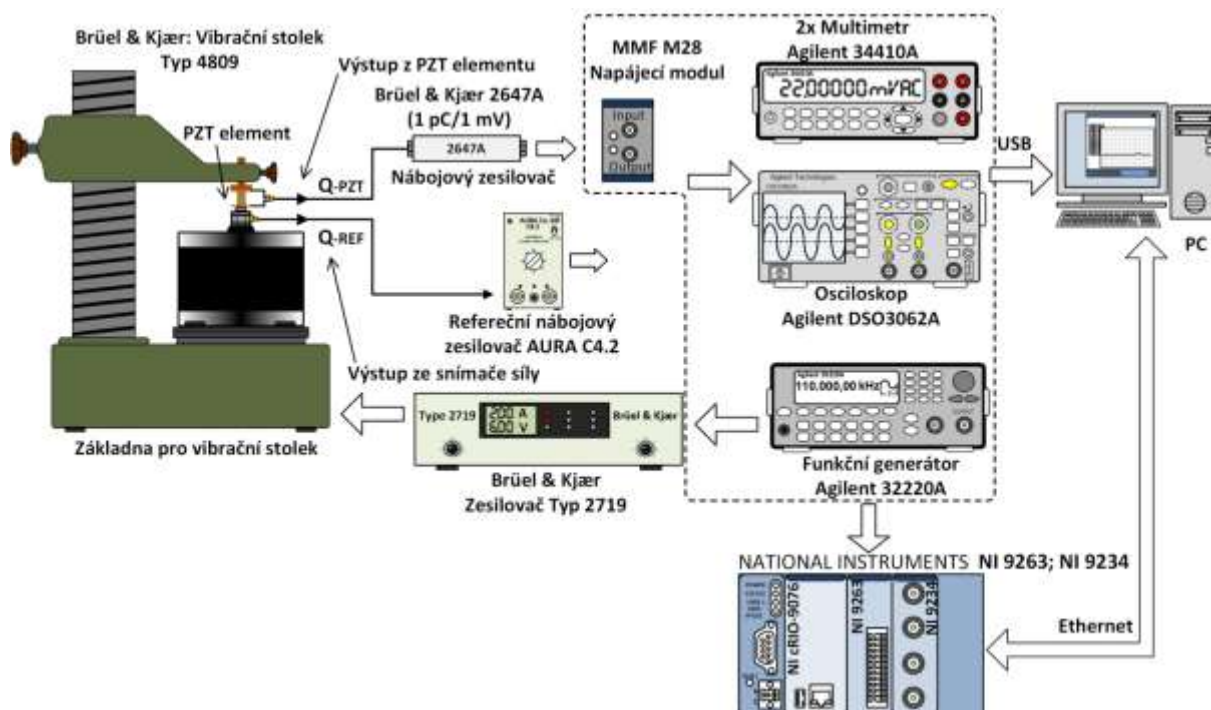
Při volbě druhého způsobu lze celou soustavu zahrnující nábojový zesilovač, napájecí modul a osciloskop nahradit elektrometrem, v tomto případě např. typem 6517B, od společnosti Keithley [71]. Zapojení na obrázku 9.10 zůstává stejné, jako v předchozím případě. Náboj Q_{PZT} , který je přímo úměrný skokové změně síly F_3 působící na piezoelektrický měnič, byl měřen elektrometrem Keithley. Výslednou hodnotu nábojového koeficientu lze vypočítat ze vztahu (9.24).

Při požadavku na zvýšení přesnosti výsledné hodnoty nábojového koeficientu bylo důležité měření pro stejný měnič několikrát zopakovat. Největší chyba v tomto případě nastává při přesném stanovení síly F_3 , problém lze odstranit zabudováním snímače síly do konstrukce přípravku. Tento způsob měření není vhodný pro časté měření nábojového koeficientu, jedná se spíše o laboratorní řešení. Na základě tohoto principu je možné realizovat druhý vibrometrický způsob stanovení nábojového koeficientu, který je popsán dále v textu.

9.7 Přímé měření nábojového koeficientu vibrometrickou metodou

Zapojení laboratorního přípravku pro přímé měření nábojového koeficientu pomocí laboratorního d_{33} -metru je zobrazeno na obrázku 9.12. Experiment byl složen z vibračního stolku Brüel & Kjær (B&K) typ 4809, na jehož vibrujícím středu byl upevněn referenční snímač síly B&K typ 8200 s citlivostí $3,93 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$. Výstup ze snímače síly byl veden přes referenční nábojový zesilovač AURA C4.2 s nastaveným desetinásobným zesílením do multimetru Agilent 34410A. Mezi referenční snímač síly a horní rameno přípravku byl umístěn měřený piezoelektrický element. Náboj generovaný na elektrodách měřeného vzorku byl veden přes nábojový zesilovač B&K typu 2647A s citlivostí $1 \text{ pC} \cdot \text{mV}^{-1}$ do multimetru Agilent 34410A. Oba signály, jak ze snímače, tak z měřeného piezoelektrického elementu, byly z důvodu kontroly průběhů současně zobrazeny na osciloskopu Agilent DSO3062A.

Pro měření byl osciloskop nevhodný z důvodu nedostatečné přesnosti měřeného napětí. Oba zobrazené průběhy na osciloskopu slouží současně pro kontrolu uchycení PZT elementu mezi kontaktní elektrody. Naměřená data byla posílána přes USB rozhraní na vyhodnocení do PC. Pro řízení vibračního stolu slouží funkční generátor Agilent 32220A spolu s výkonovým zesilovačem B&K typ 2719.



Obr. 9.12 Schéma zapojení pro měření nábojového koeficientu d_{ij} vibrometrickou metodou.

Vztah pro výpočet nábojového koeficientu d_{ij} z naměřených hodnot napětí na piezoelektrickém měniči a napětí ze snímače síly je,

$$d_{33} = \frac{U_{PZT}}{F_3 \cdot k_q} = \frac{U_{PZT}}{(U_{SENSOR} \cdot k_{SENSOR}) \cdot k_q} \quad (9.25)$$

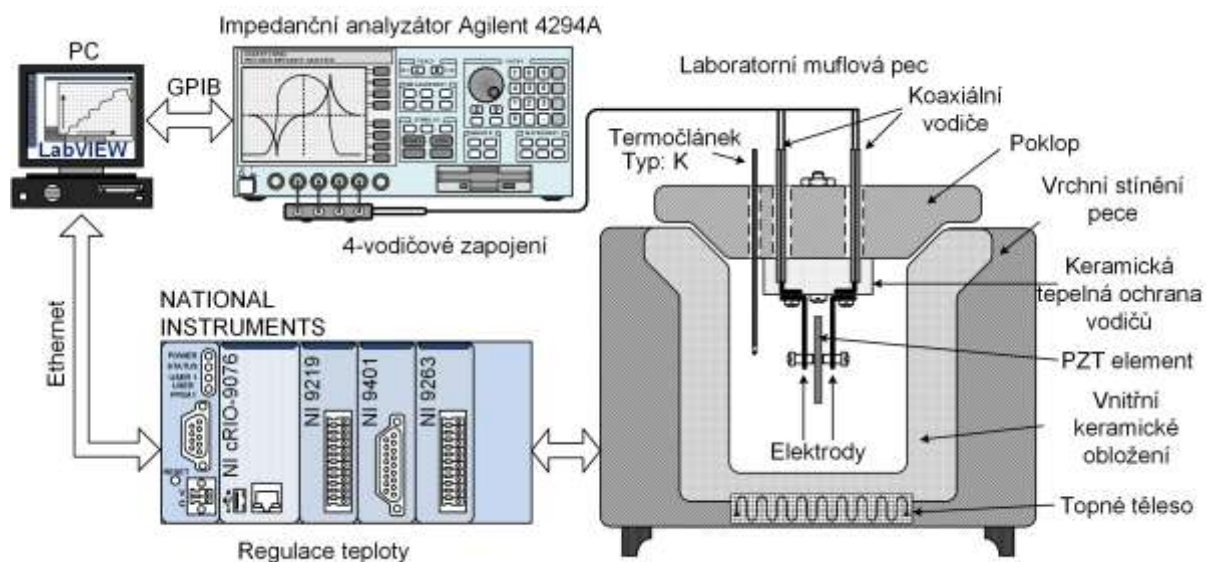
kde d_{33} je nábojový koeficient pro podélné typy kmitů ($C \cdot N^{-1}$), U_{PZT} je výstupní napětí z piezoelektrického měniče měřené multimetrem Agilent 34410A (V), U_{SENSOR} je výstupní napětí ze snímače síly měřené multimetrem Agilent 34410A (V), F_3 je síla působící na měnič ve směru 3 (N), k_q je napětíová citlivost nábojového zesilovače umístěného za měřeným měničem ($pC \cdot mV^{-1}$), k_{SENSOR} je nábojová citlivost použitého snímače síly ($pC \cdot mV^{-1}$).

V případě požadavku na částečně automatizované měření nábojového koeficientu lze zapojení na obrázku 9.12 modifikovat, nahrazením obou multimetrů měřicí kartou NI 9234 se čtyřmi analogovými vstupy a funkčního generátoru modulem NI 9263 se čtyřmi analogovými výstupy. Obě karty jsou propojeny s řídicím počítačem pomocí platformy CompactRIO cRIO-9076 přes ethernetové rozhraní. Přes aplikaci v programu LabVIEW je měřen výstupní signál z nábojových zesilovačů a současně je nastavována amplituda a frekvence budicího signálu pro vibrační stůl.

10 EXPERIMENTÁLNÍ MĚŘENÍ TEPLOTNÍCH ZÁVISLOSTÍ PZT KERAMIKY

Měření na vysokých teplotách a souběžně i na vysokých frekvencích nelze snadno realizovat, proto je kladen velký důraz na volbu vhodné měřicí metody, výběr měřicích přístrojů a konstrukce měřicího přípravku. Je požadováno, aby měřicí aparatura byla schopna správně pracovat až do teplot v okolí 500 °C. Většina, v dnešní době používaných PZT keramik, má Curieovu teplotu v okolí 250 až 400 °C v některých případech i více a běžné měřicí kleště mají pracovní rozsah pohybující se v okolí 110 °C. Samotné měření může trvat i několik hodin, proto je měřicí přípravek realizován tak, aby nedocházelo ke spálení měřicích kleští nebo přívodních vodičů. Konstrukce přípravků bývají proto často stavěny na základě zkušeností s měřením při vysokých teplotách a na vysokých frekvencích.

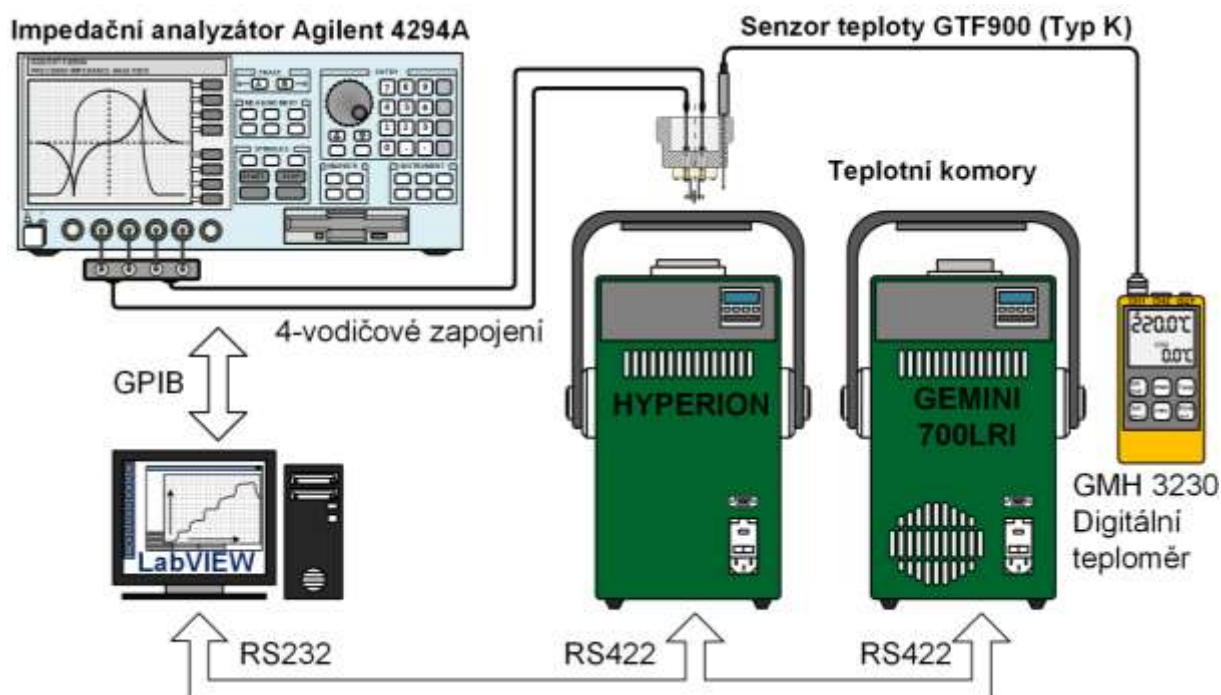
Problém s výrazným vlivem vysoké teploty na přívodní vodiče k měřicím elektrodám se dá vyřešit změnou konstrukce měřicího zařízení, jak bylo realizováno v [45, 77, 78]. Při použití konstrukce na obrázku 10.1 není nutné používat koaxiální kabely určené do vysokých teplot. Úchyty pro měřený vzorek jsou připevněny přímo na spodní straně poklopu pece, kterým jsou současně vyvedeny. Na vnitřní straně jsou chráněny keramickým obalem a volné prostory zasypané jemným pískem. Zbývající netěsnosti se dají utěsnit pomocí kamnářského tmelu určeného pro vyšší teploty. Teplota je zde hlídána pomocí termočlánku typu K. S touto konstrukcí je možné měřit až do teplot okolo 500 °C, to je dostačující pro většinu používaných typů piezoelektrické keramiky. Měřicí kleště jsou přes poklop čtyřvodičově propojeny s impedančním analyzátelem Agilent 4294A. Přípravek je dimenzován na frekvenční metodu měření. Materiálové koeficienty jsou počítány ze vstupních hodnot naměřených na impedančním analyzátoru.



Obr. 10.1 Konstrukční uspořádání pro měření teplotních závislostí PZT keramiky pomocí vysokoteplotní muflové pece. Publikováno v [45].

Celá konstrukce je složena z muflové pece ESA (Elektrodružstvo Praha) typ K59 s maximální nastavitelnou teplotou 1000 °C. Teplota je regulována prostřednictvím aplikace v programu LabVIEW a platformy cRIO-9076 s měřicími kartami NI 9219 a NI 9401. Nevýhodou celého uspořádání při měření malých vzorků je větší prostor uvnitř muflové pece

a možná nerovnoměrnost teploty uvnitř komory. Další nevýhodou je možnost nastavení teploty pouze do kladných hodnot. Na základě výsledků z měření pomocí muflové pece byla celá koncepce přepracována do podoby sestavy, zobrazené na obrázku 10.2, složené z impedančního analyzátoru Agilent 4294A, teplotních kalibračních komor Isotech, stolního počítače a referenčního teploměru GMH 3230.

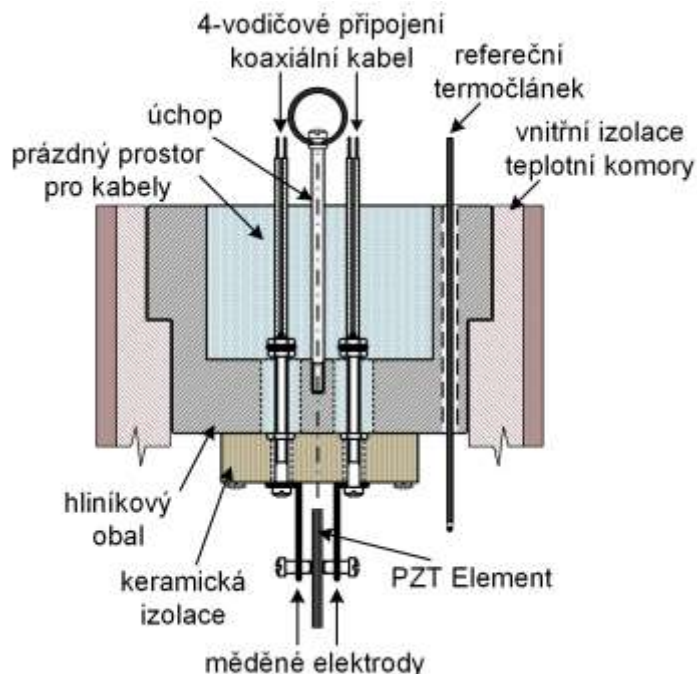


Obr. 10.2 Blokové schéma sestavy pro měření teplotních závislostí piezoelektrické keramiky pomocí kalibračních teplotních komor HYPERION a GEMINI. Publikováno v [78].

Pro měření teplotních závislostí byla využívána frekvenční metoda měření. Výhodou této metody je možnost přímého měření parametrů keramiky v teplotní komoře. Bylo tedy možné měřit vliv teploty na rezonanční a antirezonanční frekvenci měřeného vzorku na aktuální nastavené teplotě.

Sestava byla navržena jednak pro měření teplotních závislostí a stanovení Curieovy teploty, ale současně i pro realizaci částečné depolarizace vysokou teplotou. Vzhledem k požadavku na velký rozsah teplot a dostatečně velký vnitřní prostor pro umístění měřících kleští s měřenými vzorky, byly zvoleny teplotní kalibrační komory Isotech HYPERION a GEMINI 700LRI. Obě teplotní komory mají vnitřní prostor ve tvaru válce o $\varnothing 60$ mm a výšce 120 mm. Pro ohřev a depolarizaci pomocí vysoké teploty byla použita kalibrační teplotní komora GEMINI 700LRI s nastavitelným rozsahem od 30 do 700 °C a absolutní stabilitou $\pm 0,05$ °C. Teplotní komora HYPERION umožňuje nastavení teplot v rozsahu od -20 do 140 °C se stabilitou $\pm 0,03$ °C. Tato teplotní komora slouží pro měření v pracovních oblastech snímačů a pro umístění PZT elementů při jejich chlazení na referenční hodnotu 25 °C. Teplotní komory byly připojeny přes rozhraní RS422/ RS232 na PC, na kterém byla spuštěna aplikace v programu LabVIEW. Ta slouží pro snímání a nastavení aktuální teploty v komoře. Pro nezávislou kontrolu teploty byl v komoře umístěn digitální teploměr Greisinger GMH 3230 s termočlánkem GTF900 (typ K). Externí teploměr měřil teplotu přímo u vloženého vzorku PZT keramiky, naměřená hodnota byla brána jako referenční. Měřený vzorek piezokeramiky byl pomocí čtyřvodičového zapojení připojen k impedančnímu

analyzátoru Agilent 4294A, který byl propojen sběrnicí GPIB k PC. Impedanční analyzátor sloužil pro měření základních parametrů PZT keramiky, tedy rezonanční a antirezonanční frekvence, kapacity na 1 kHz a ztrátového činitele $\tan\delta$. K měření vstupních dat byla využita aplikace v programu LabVIEW. Z naměřených vstupních parametrů a geometrických rozměrů měřeného vzorku keramiky bylo možné dopočítat celou matici materiálových koeficientů.



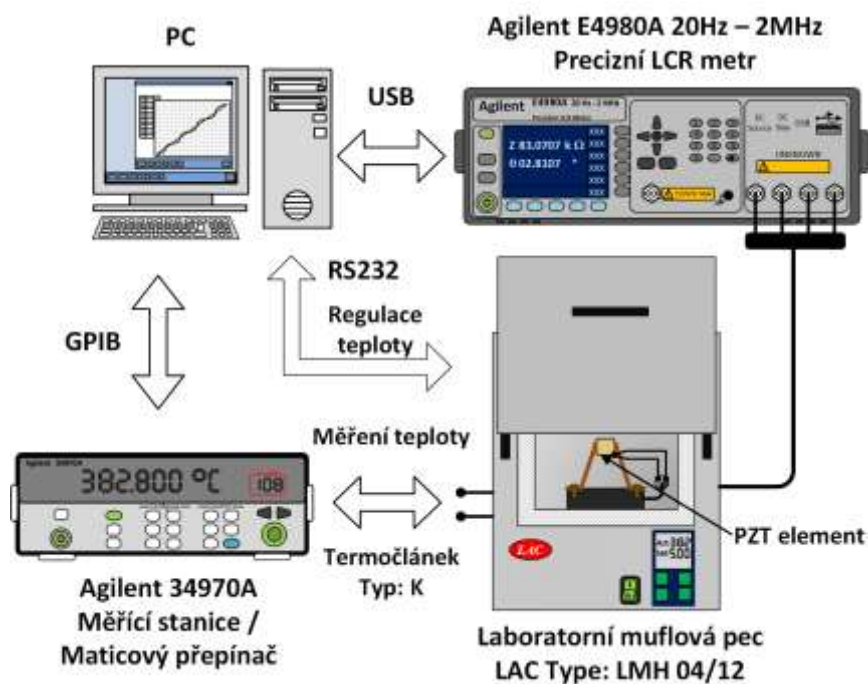
Obr. 10.3 Řez přípravkem pro měření teplotních závislostí piezoelektrické keramiky na vysokých teplotách určených pro kalibrační teplotní komory HYPERION a GEMINI 700LRI. Publikováno v [78].

S běžně dodávaným příslušenstvím k impedančnímu analyzátoru nelze měřit do vyšších teplot přesahujících 100 °C. Proto byly měřené vzorky k analyzátoru připojeny přes speciální měřicí kleště určené do širokého rozsahu teplot a do vysokých frekvencí odpovídající rezonancím měřených piezoelementů. Řez těmito kleštěmi je zobrazen na obrázku 10.3. Přípravek byl realizován tak, aby ho bylo možné umisťovat do obou teplotních kalibračních komor. V případě měření na teplotách přesahujících 300 °C, lze horní prostor nad přípravkem chladit externím vzduchovým větrákem.

Pro kontrolu správnosti naměřených hodnot Curieovy teploty bylo měření teplotní závislosti kapacity C^T a ztrátového činitele $\tan \delta$ na 1 kHz zopakováno pomocí LCR metru Agilent 4980A s frekvenčním rozsahem 20 Hz až 2 MHz. Pro ohřev měřeného elementu byla použita laboratorní pec LAC typ LMH 04/12 určená pro rozsahy 25 až 1200 °C, propojená s PC přes sběrnicí RS232. Regulace teploty byla zajištěna softwarem dodávaným s laboratorní pecí, který ovládá zabudovaný regulátor na laboratorní peci. Pro měření referenční teploty na vzorku byl využíván termočlánek typu K zapojený do měřicí stanice Agilent 34970A připojené přes sběrnicí GPIB k PC. Celý proces měření byl automatizován a řízen pomocí PC.

V tomto případě není kapacita ani ztrátový činitel měřen na vysokých frekvencích. PZT element bylo možné připojit pomocí smaltovaných vodičů, které vydržely teplotu do 450 °C. Vzhledem k tomu, že se jednalo o kontrolu stanovení Curieova bodu, měřeného pomocí

impedančního analyzátoru Agilent 4294A, byl experiment zobrazený na obrázku 10.4, realizován na jiném zapůjčeném vybavení z ústavu Fyziky.

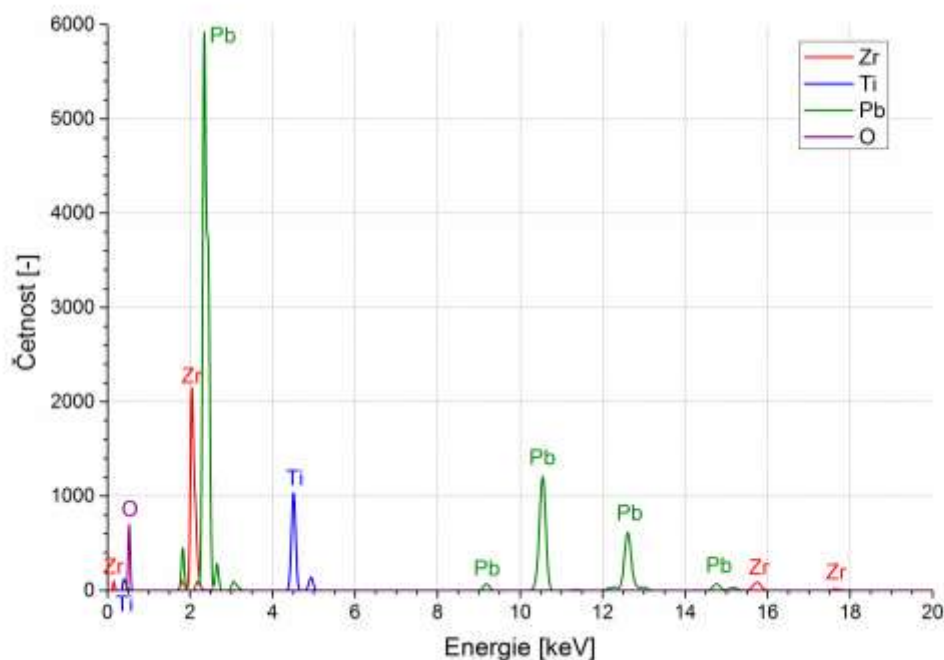


Obr. 10.4 Blokové schéma sestavy pro stanovení Curieova bodu u piezoelektrické keramiky.

11 VÝSLEDKY MĚŘENÍ PARAMETRŮ PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY

11.1 Složení piezoelektrické keramiky

Pro ověření většiny metod měření byla využívána měkká PZT keramika NCE51 od výrobce Noliac s.r.o., který navazuje na výrobu od firmy Piezoceram s.r.o, ta pro tento typ keramiky používala označení PCM51. Stále se ale jedná o stejný typ keramiky s číselným označením 51. V současnosti je keramika vyráběna v pobočce v Libřicích případně v Hradci Králové, kde má výzkum a výroba PZT keramiky tradici v bývalém podniku TESLA. Rozdělení na starší a nově zakoupené vzorky je důležité z pohledu katalogového listu dané keramiky. U vzorků zakoupených pod označením PCM51 se např. projevuje nižší hodnota Curieovy teploty, která je dle výrobce 340 °C oproti nové sadě NCE51, kde se pohybuje dle katalogového listu v okolí 360 °C. Proto bylo u obou typů měřených vzorků stanoveno přibližné složení materiálu rychlou a dostupnou metodou EDS (energieově disperzního spektrometru) za využití skenovacích elektronových mikroskopů (SEM) na pracovištích VUT v Brně. Jedná se o mikroskopy Carl Zeiss EVO LS 10 s EDS detektorem a Carl Zeiss ULTRA PLUS. Na základě těchto měření byl stanoven hmotnostní poměr zirkonu, titanu a dalších případných sloučenin. Chyba stanovení chemického složení materiálu metodou EDS se pohybuje v rozmezí 0,5 až 1%, jedná se tedy o metodu přibližného stanovení hmotnostního složení jednotlivých chemických prvků v měřeném materiálu. Příklad energetického disperzního spektra pro materiál NCE51 je zobrazen na obrázku 11.1. Hmotnostní poměr jednotlivých sloučenin je dán výpočtem plochy pod vrcholy odpovídající danému vysokému napětí. V tomto případě materiál obsahuje výrazné množství olova, ve spektru se dále projevil zirkon a titan. Jelikož se jedná o dvojité perovskit, součet molárních hmotností zirkonu a titanu by měl odpovídat molární hmotnosti olova.



Obr. 11.1 Příklad energieově disperzního spektra EDS pro keramiku NCE51 na rozsahu od 0 do 20 keV, měřeném na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

11.1.1 Příprava vzorků pro měření na SEM mikroskopu

Použité keramické válečky $\varnothing 7 \times 15$ mm bylo nutné před měřením nejprve upravit do požadovaných tvarů. Válečky byly rozříznuty na vodou chlazené pile Struers Secotom 50 a zalisovány do tablety na metalografickém lisu Struers CitoPress10 při teplotě 180 °C a tlaku 350 bar. Na zalití byly použity polymerní hmoty se skleněnými vlákny pod komerčním označením IsoFast a ClaroFast. Měřený povrch výsledného výlisku byl leštěn diamantovou suspenzí na drsnost do 1 μ m leštičkou Struers Tegramin 25. Takto připravené vzorky byly pokoveny ve vrstvě 7 μ m směsí zlata a paladia v poměru 95 % Au a 5 % Pd pomocí naprašovačky kovů Polaron. Posledním krokem před měřením bylo přelepení výlisku uhlíkovým páskem, z důvodu zemnění horní elektrody a odstranění nežádoucího vlivu volných nábojů. Popsaný postup přípravy vzorků byl použit pro měření na mikroskopu CARL ZEISS EVO LS 10. Tento typ mikroskopu obsahuje detektor OXFORD X-Max 80 mm² a umožňuje volbu rozlišení 3 nm a 7 $\times$ až 1 000 000 $\times$ násobné zvětšení. Vzorky lze pozorovat při vakuu i nízkém tlaku 10 až 3000 Pa. Výsledné zalisované vzorky pro měření na mikroskopu EVO LS 10 jsou zobrazeny na obrázku 11.2. Při použití mikroskopu CARL ZEISS ULTRA PLUS probíhala příprava vzorků obdobně, v tomto případě se jednalo pouze o kontrolní měření složení materiálu metodou EDS, nebylo tedy nutné vzorek leštit a pro zalití byl zvolen levnější polystyrén. Požadavek na preciznější přípravu vzorků pro měření na mikroskopu EDS10, spočívala především navazujícím měření krystalografické struktury keramiky.



Obr. 11.2 Zalisované vzorky PZT keramiky pro měření na SEM mikroskopu Carl Zeiss EVO LS 10.

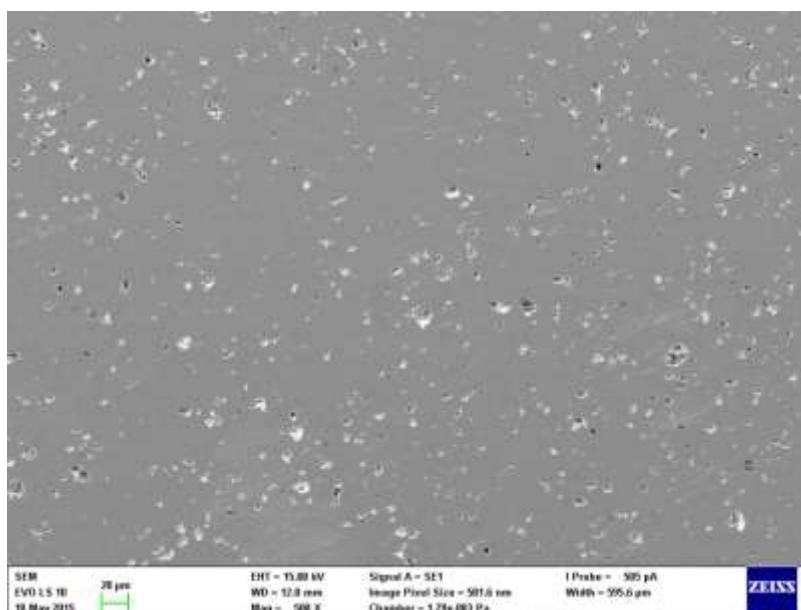
Měření na dvou SEM mikroskopech bylo zvoleno z důvodu zpřesnění poměrů zirkonu a titanu a porovnání výsledků. Významnou úlohu při stanovení složení má i způsob přípravy měřených vzorků. Vzhledem k maximální přesnosti metody, mělo stanovení složení u keramiky spíše orientační charakter a sloužilo především k potvrzení různého hmotnostního poměru zirkonu a titanu u obou vzorků. Výskyt případných dalších sloučenin nebyl pomocí EDS metody potvrzen. Výsledné vzájemné poměry zirkonu a titanu pro keramiky PCM51 i NCE51 jsou uvedeny v tabulce 11.1.

Tab. 11.1 Stanovení prvkového složení piezoelektrické keramiky PCM51 a NCE51.

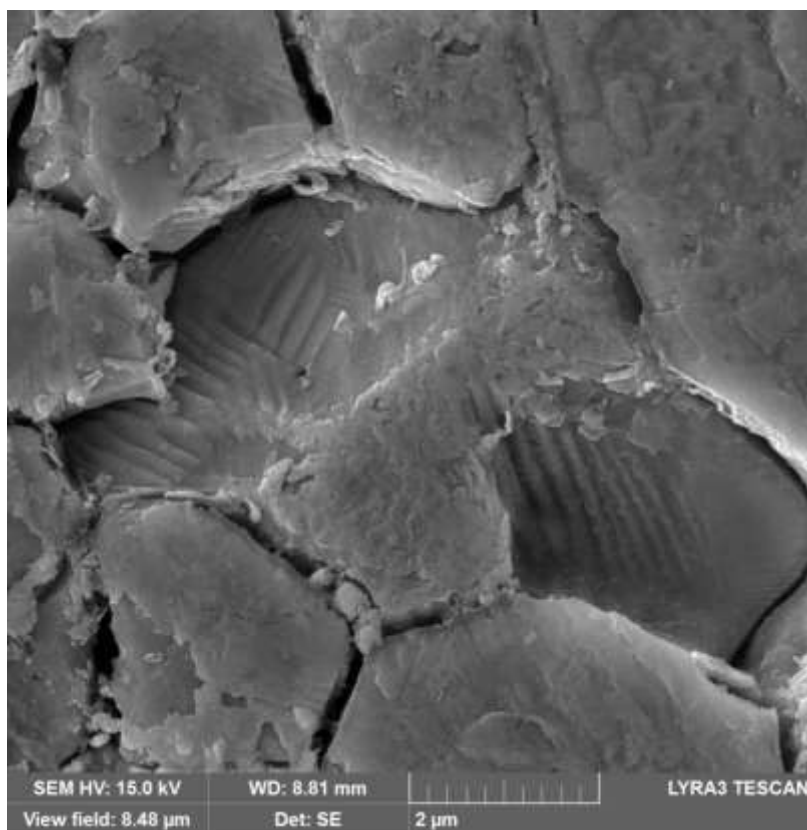
<i>SEM mikroskop</i>	<i>EDS</i>	<i>Keramika</i>	<i>Zr (mol.%)</i>	<i>Ti (mol.%)</i>
CARL ZEISS EVO LS 10 (plocha 1535 μm^2)	EDS	PCM51	51,44	48,56
	EDS	NCE51	52,35	47,65
CARL ZEISS EVO LS 10 (plocha 9,78 mm^2)	EDS	PCM51	52,86	47,14
	EDS	NCE51	52,35	47,65
CARL ZEISS ULTRA PLUS	EDS	PCM51	49,87	50,13
	EDS	NCE51	48,54	51,46

Měření mikroskopem EVO SL 10 bylo z důvodu ověření výsledků nejprve realizováno na menší ploše $\approx 1535 \mu\text{m}^2$ a následně na větší ploše $\approx 9,78 \text{ mm}^2$ snímaného povrchu. Dle předpokladu by měla mít keramika PCM51 poměr molární hmotnosti 0,53 Zr k 0,47 Ti a NCE51 v poměru 0,52 Zr k 0,48 Ti, jedná se tedy o minimální rozdíl, který se pohybuje na mezi rozlišitelnosti použité metody. Vzhledem k podobnému hmotnostnímu složení obou prvků jak titanu, tak zirkonu je vhodnější přesnější metoda WDS (vlnově disperzní spektrometr). V době měření však nebyla tato metoda k dispozici. Podle všech měření nelze jednoznačně určit u keramiky NCE51 oproti PCM51 výrazněji podíl titanu nad zirkonem. Předpokládaným hodnotám poměru Zr a Ti odpovídá více měření na mikroskopu EVO LS 10 oproti měření na typu ULTRA PLUS.

Na základě poměru Zr a Ti lze určit podle již známých fázových diagramů popsaných v kapitole 3.3 typ krystalografické struktury materiálu. V případě použití keramiky se může jednat o tetragonální, romboedrickou nebo monoklinickou krystalografickou strukturu. Typ krystalografické struktury je určen především vzájemným natočením jednotlivých domén. Jejich zobrazení lze docílit částečným naleptáním leštěného vzorku keramiky. K leptání je využívána směs 5 ml HCl, 95 ml destilované vody a jako leptadlo je použito 5 kapek HF, exponovaná doba se pohybuje mezi 12 až 15 s. Čas a doba leptání byly zvoleny na základě experimentů publikovaných Hammerem [120], Hoffmannem [121] a Whatmorem [122].

**Obr. 11.3** Leštěný povrch keramiky PCM51 s viditelnou pórovitostí materiálu, zobrazeno pomocí mikroskopu CARL ZEISS EVO LS 10.

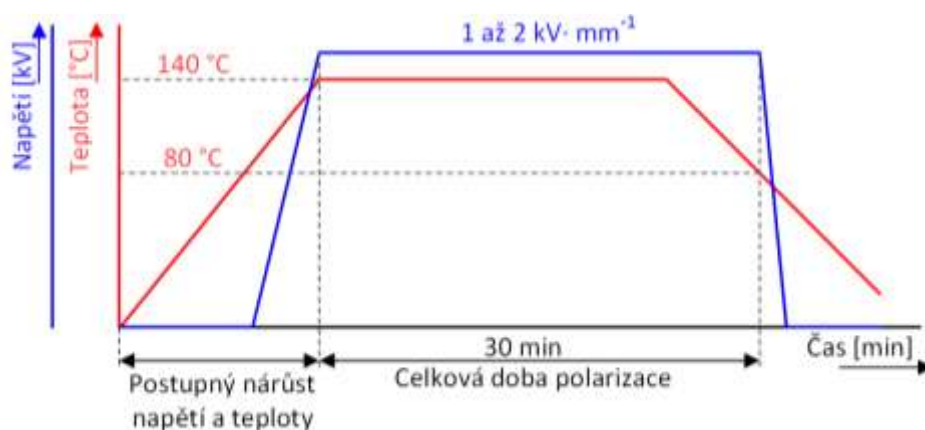
Příklad leštěného povrchu materiálu PCM51 před leptáním je zobrazen na obrázku 11.3. Po broušení a leštění je ze snímku patrná pouze pórovitost materiálu. Výsledný leptaný povrch keramiky PCM51 na obrázku 11.4 odpovídá expozici 16 sekund. V tomto případě je již vidět výrazné oddělení jednotlivých zrn v materiálu, zároveň se již projevují krystalografické struktury dané keramiky. Při prodloužení doby leptání může docházet k oddělení celých zrn z krystalografické struktury.



Obr. 11.4 Zobrazení natočení doménových struktur typu PCM51 (SEM mikroskop TESCAN LYRA3).

11.2 Polarizace piezoelektrické keramiky

Jelikož je celá práce zaměřena na využití keramiky ve snímačích, častěji využívajících měkkou PZT keramiku, byly všechny polarizační experimenty provedeny na tomto typu materiálu. Schematický postup polarizace měkké PZT keramiky PCM51 (NCE51) je zobrazený na obrázku 11.5.



Obr. 11.5 Postup polarizace měkké piezoelektrické keramiky.

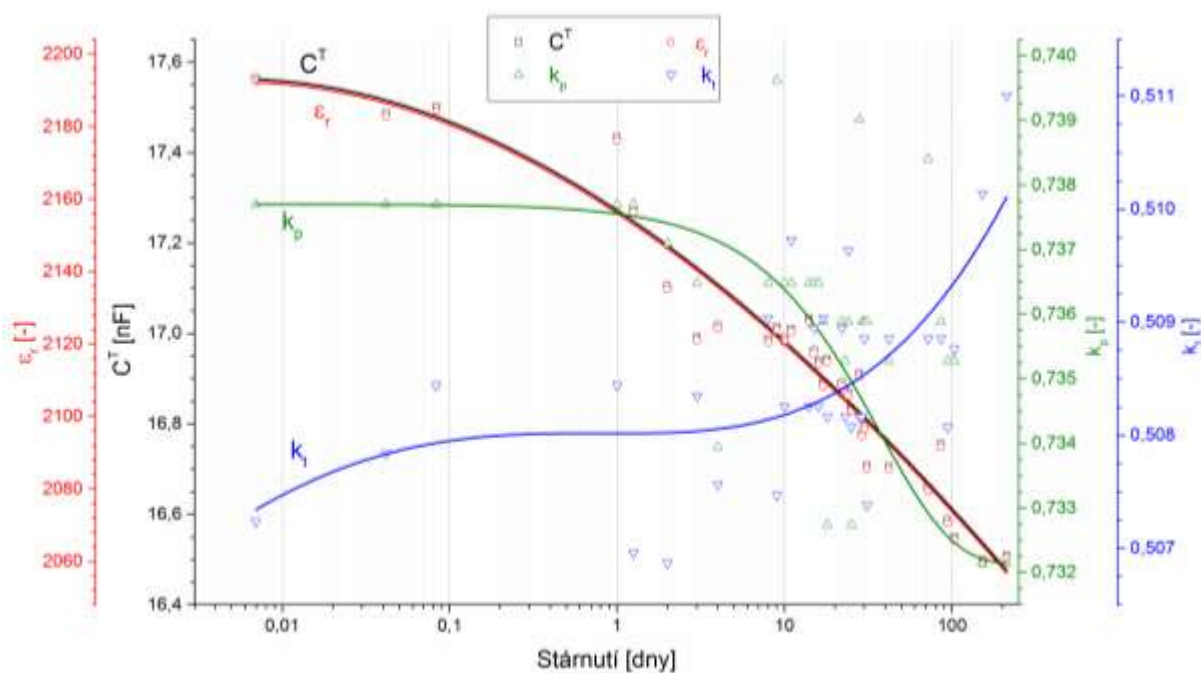
Polarizovaný vzorek byl v závislosti na typu nejprve postupně ohříván v silikonovém oleji na teplotu 100 až 140 °C. Jedná-li se o tenké vzorky, lze je polarizovat při nižší teplotě vzhledem k udávanému Curieovu bodu. U použitého tenkého disku byla teplota nastavena na 120 °C. Polarizace tlustších vzorků, především válečků, u kterých se v důsledku větší tloušťky elementu zvyšuje celkové polarizační napětí, probíhala při vyšší teplotě, v tomto případě na 140 °C. Teplota lázně se zvyšuje z důvodu maximálního omezení koercitivní síly. V případě ohřevu lázně na teplotu blízkou nebo převyšující Curieovu teplotu polarizovaného elementu, se výrazně zvyšuje pravděpodobnost průrazu vlivem vysokého napětí. Po ohřevu lázně na požadovanou teplotu bylo připojeno polarizační napětí v rozsahu 1 až 2 kV·mm⁻¹. Samotný proces polarizace, tedy doba připojeného napětí, probíhala přibližně 30 minut. Kvůli minimalizaci dodatečného ovlivnění domén uvnitř materiálu v důsledku zvýšené teploty bylo napětí odpojeno až po poklesu teploty pod 90 nebo 80 °C.

S polarizací souvisí i tzv. stárnutí piezoelektrické keramiky. Jak uvádí evropská i světová norma, je obecně kladen důraz na to, aby kontrolní měření bylo prováděno až 24 hodin od polarizace. Po této době by vzorky měly být již dostatečně stabilizovány a nemělo by docházet k výrazným změnám materiálových koeficientů a zejména kapacity. I přes to byly pozorovány částečné změny, a proto byly vzorky keramik před umístěním do koncové aplikace podrobeny procesem stárnutí během přirozených podmínek. Aby bylo možné vyloučit okolní vlivy prostředí, byly po dobu tohoto testu uchovávány v suchém prostředí při teplotě 24 ± 2 °C. Pomocí závislostí materiálových koeficientů na čase v dlouhodobém měřítku je možné definovat, jak se bude materiál chovat po dobu jeho životnosti, nebo mohou být odhaleny nedostatky během polarizačního procesu. Na základě výsledků z dlouhodobého měření může být stanovena doba použitelnosti materiálu v praxi, nebo jedná-li se o materiál uložený ve skladu, tak i doba, po které by mělo dojít k tzv. přepolarizování, neboli obnovení prvotních hodnot koeficientů. Po každé následující změně polarizačních podmínek by měl být vybrán vzorek, který bude podroben přirozenému procesu stárnutí.

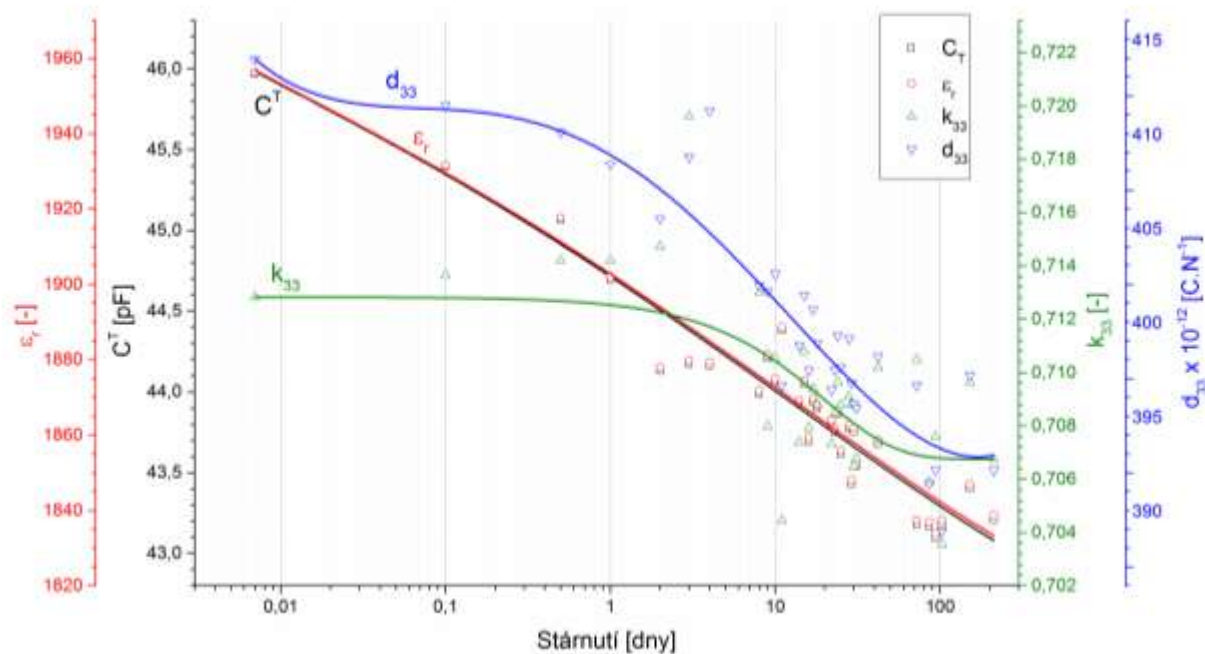
Pro porovnání vlivu změny koeficientů na stárnutí keramiky byly zvoleny dva vzorky, tenký disk Ø 24 × 1 mm a váleček Ø 7 × 14,5 mm, z měkké keramiky PCM51 s Curieovou teplotou rovnou 365 °C. Na vzorky byly pomocí tlustvrstvé technologie nanесeny a následně vypáleny stříbrné elektrody. Vzorky byly polarizovány v lázni silikonového oleje Lukosiol M50. Schéma přípravku a připojení elektrod je zobrazeno na obrázku 9.2 respektive 9.3. Tenký disk byl polarizován při teplotě 120 ± 2 °C a napětí 1000 ± 10 V·mm⁻¹, váleček při teplotě 140 ± 3 °C a napětí 1200 ± 12 V·mm⁻¹, dle postupu na obrázku 11.5. Pro stanovení závislosti hodnot materiálových koeficientů na přirozeném stárnutí byla využívána frekvenční metoda. Všechny vstupní proměnné byly měřeny pomocí měřicí pinzety Agilent 16334A při teplotě 24 ± 2 °C.

Proces stárnutí materiálových koeficientů začíná ihned po polarizaci elementu a největších změn dosahuje v řádu dnů. V tomto případě jsou závislosti dielektrických, elektromechanických a piezoelektrických koeficientů u tenkého disku a válečku na obrázku 11.6 respektive 11.7 měřeny do současných 200 dnů od polarizace. Stárnutí materiálu se projevilo především u kapacity, respektive permitivity, kde změna dosahovala až 7 % jak u tenkého disku, tak i u válečku. Změna elektromechanických koeficientů k_p a k_t u tenkého disku byla do 1 % a k_{33} u válečku do 1,5 %. Výraznější odchylky u elektromechanického faktoru k_{33} jsou spíše způsobeny chybou při odečtu rezonančních frekvencí na válečku. Nábojový koeficient d_{33} byl stanoven pouze u válečku a jeho změna dosahovala 6 %. To je

způsobeno změnou kapacity, která je do výpočtu nábojového koeficientu zahrnuta a částečně chybou odečtu rezonančních frekvencí.



Obr. 11.6 Závislost změny permitivity ϵ_r , kapacity C^T a elektromechanických vazebních koeficientů k_p a k_t na přirozeném stárnutí tenkého disku PCM51 $\varnothing 24 \times 1$ mm, po polarizaci vnějším el. polem.



Obr. 11.7 Závislost změny permitivity ϵ_r , kapacity C^T a elektromechanického k_{33} a nábojového koeficientu d_{33} na přirozeném stárnutí válečku PCM51 $\varnothing 7 \times 14,5$ mm, po polarizaci vnějším el. polem.

11.3 Metody měření materiálových koeficientů

Prakticky byly ověřeny všechny popsané metody měření, tedy frekvenční metoda pro stanovení kompletní matice materiálových koeficientů a přímé metody založené na přímém i nepřímém piezoelektrickém jevu pro určení piezoelektrického nábojového koeficientu. Smyslem prováděných měření bylo zhodnotit výhody a nedostatky použitých metod měření. Pro všechny experimenty byla zvolena tzv. měkká „soft“ piezoelektrická keramika pod označením PCM51 a adekvátní NCE51, vyrobená firmou Noliac Ceramics.

11.3.1 Frekvenční metoda měření

Postup stanovení jednotlivých materiálových koeficientů podle frekvenční metody je podrobně popsán na obrázku 9.6 v experimentální části práce v kapitole 9.4.1. Výsledné vypočítané hodnoty koeficientů byly porovnány s aktuálními údaji od výrobce [119] a jsou zobrazeny v tabulce 11.2. Výpočet kompletní matice materiálových koeficientů byl publikován v [43] a následně v [44, 45]. U keramiky NCE51 (PCM51) výrobce dodatečně stanovil pomocí frekvenční metody dle normy EN50324 a IEC 483 celou matici koeficientů, bylo tedy možné porovnat významné koeficienty pro všechny typy kmitů. V katalogovém listu je uvedena tolerance výsledných piezoelektrických hodnot na $\pm 5\%$ a elektrických vlastností na $\pm 10\%$. Katalogové hodnoty jsou měřeny 24 hodin po polarizaci při teplotě $23 \pm 2^\circ\text{C}$. Porovnávané hodnoty získané pomocí frekvenční metody byly měřeny při teplotě $24 \pm 2^\circ\text{C}$.

Tab. 11.2 Porovnání katalogových hodnot výrobce piezoelektrického materiálu PCM51 (NCE51) a hodnot získaných pomocí frekvenční metody měření.

Materiálové koeficienty	Symbol	Jednotka	Katalogová hodnota	Frekvenční metoda
Příčný koeficient vazby	k_{31}	[-]	0,38	0,38
Podélný koeficient vazby	k_{33}	[-]	0,74	0,71
Střížný koeficient vazby	k_{15}	[-]	0,73	0,69
Planární koeficient vazby	k_p	[-]	0,65	0,64
Tloušťkový koeficient vazby	k_t	[-]	0,50	0,47
Piezoelektrický nábojový koeficient	$-d_{31}$	$[\times 10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}]$	208	198
	d_{33}	$[\times 10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}]$	443	407
	d_{15}	$[\times 10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}]$	669	612
Piezoelektrický napěťový koeficient	$-g_{31}$	$[\times 10^{-3} \text{ V}\cdot\text{m}\cdot\text{N}^{-1}]$	12,4	12,9
	g_{33}	$[\times 10^{-3} \text{ V}\cdot\text{m}\cdot\text{N}^{-1}]$	26,3	25,5
	g_{15}	$[\times 10^{-3} \text{ V}\cdot\text{m}\cdot\text{N}^{-1}]$	38,9	36,9
Elastické koeficienty (konstantní el. pole)	s_{11}^E	$[\times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$	17,0	16,77
	s_{33}^E	$[\times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$	21,3	17,4
	$-s_{12}^E$	$[\times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$	5,36	5,9
	$-s_{13}^E$	$[\times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$	8,69	7,1
	s_{55}^E	$[\times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$	48,9	47,3
	s_{66}^E	$[\times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{N}^{-1}]$	44,6	45,4
	$\varepsilon_{33}^T / \varepsilon_0$	[-]	1900	1880
Relativní dielektrická permitivita	$\varepsilon_{33}^S / \varepsilon_0$	[-]	823	880

Materiálové koeficienty	Symbol	Jednotka	Katalogová hodnota	Frekvenční metoda
Permitivita	$\epsilon_{11}^T / \epsilon_0$	[-]	1940	1900
	$\epsilon_{11}^S / \epsilon_0$	[-]	906	970
	$\epsilon_{33}^T \text{ TP-LLM}$	$[\times 10^{-8}]$		1,47
	$\epsilon_{33}^T \text{ TD-RTM}$	$[\times 10^{-8}]$	1,68	1,56
	$\epsilon_{33}^T \text{ C-LM}$	$[\times 10^{-8}]$		1,74
	$\epsilon_{11}^T \text{ TP-SM}$	$[\times 10^{-8}]$	1,72	1,66
Frekvenční konstanty	N_p^E	[kHz·mm]	1925	1972
	N_t^D	[kHz·mm]	2000	2026
	N_1^E	[kHz·mm]	1370	1432
	N_3^D	[kHz·mm]	1320	1340
	N_{15}	[kHz·mm]	1180	870
Činitel mechanické jakosti	Q_m	[-]	80	77

11.3.2 Měření parazitních vlivů spojených s frekvenční metodou

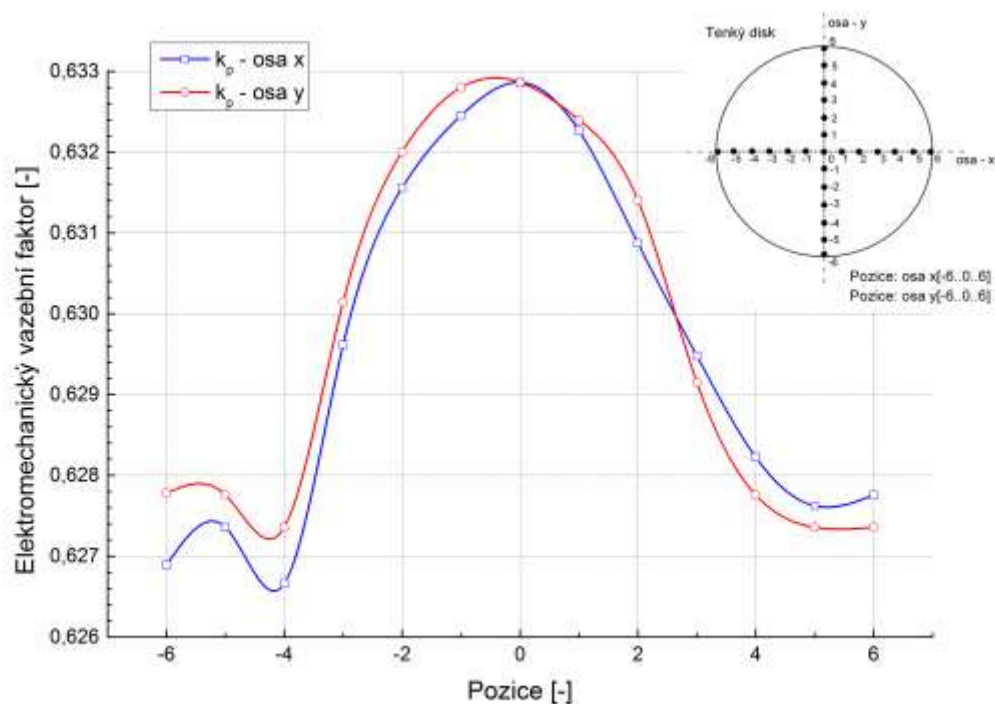
Pro ověření vlivu uchycení vzorku v měřicí pinzetě na přesnost určení rezonančních frekvencí byl proveden experiment s tenkým diskem pro radiální a tloušťkové kmity a tenkým plátkem pro příčně podélné kmity. Měřený element byl umístěn do přípravku s kónickými elektrodami umožňující bodové měření na materiálu dle obrázku 11.8.



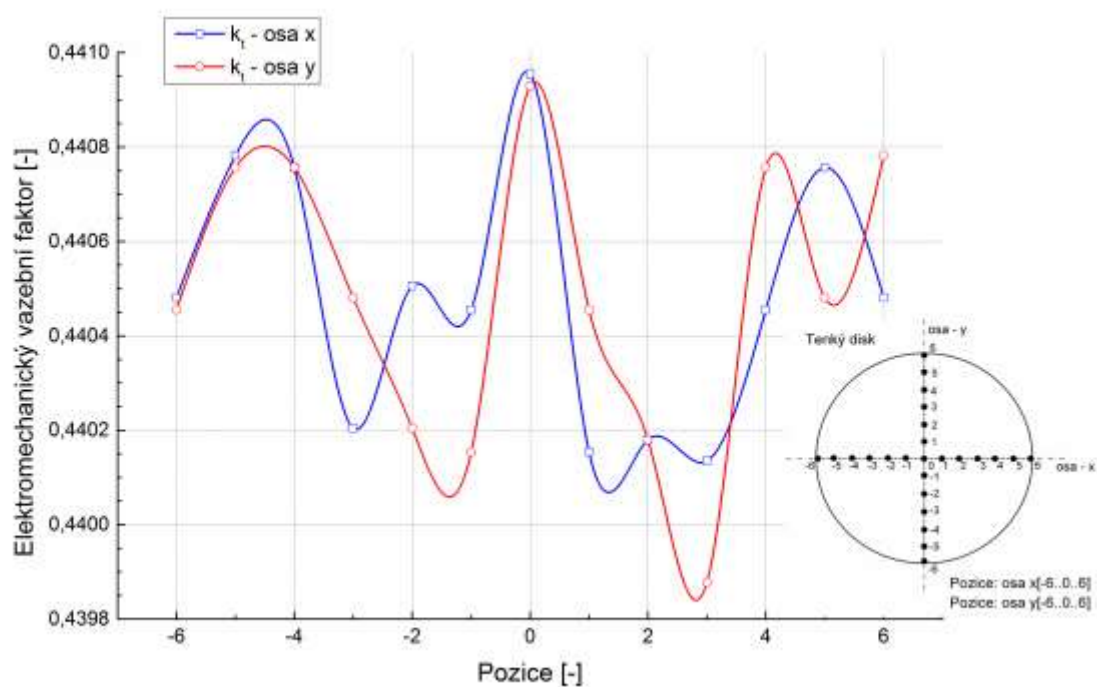
Obr. 11.8 Přípravek pro měření vlivu umístění měřicího hrotu na elektrodě PZT elementu.

Konce hrotů byly postupně připojovány na předem definovanou matici bodů na elektrodách vzorku a tím bylo možné proměřit závislost chování rezonančních a antirezonačních frekvencí na poloze měřicího hrotu. Pro porovnání vlivu polohy hrotu na povrchu elementu byl vzhledem k přímé vazbě elektromechanického koeficientu na rezonanční frekvenci zvolen planární koeficient vazby k_p (obrázek 11.9), tloušťkový koeficient vazby k_t (obrázek 11.10) a příčný koeficient vazby k_{31} (obrázek 11.11).

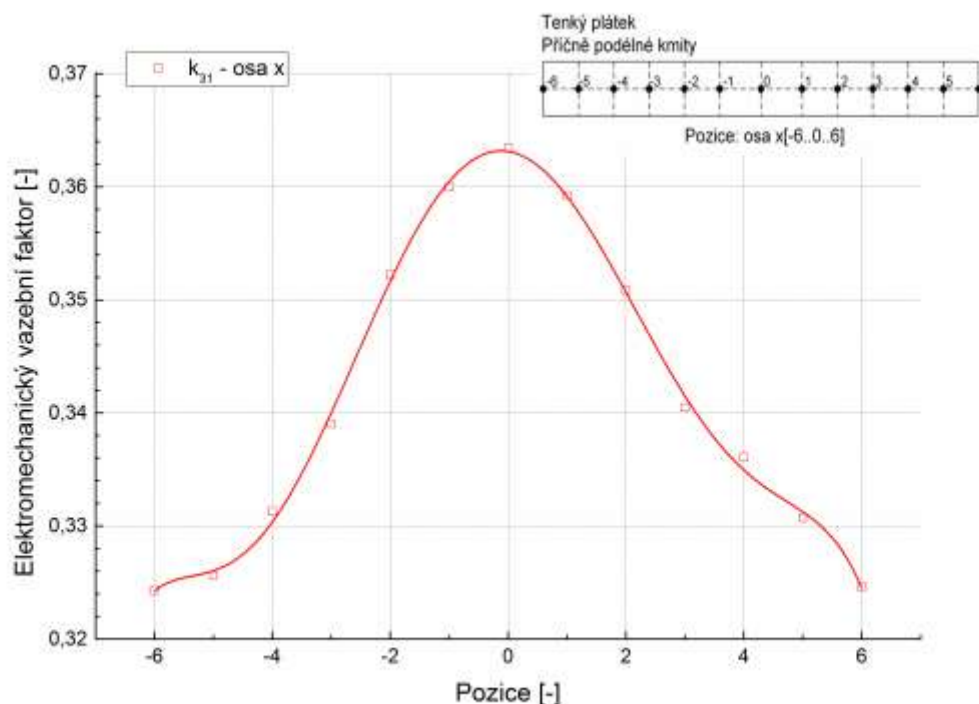
Vliv umístění měřicího hrotu na elektrodě měřeného vzorku pro tenký disk bylo pod 1 % měřené hodnoty, zde byl patrný výrazný rozdíl mezi radiálním a tloušťkovým koeficientem vazby. Tloušťkové kmity se projevují na vysokých frekvencích v řádu MHz. U tenkého plátku byl vliv polohy hrotu mnohem významnější, rozdíl na okrajích proti středu byl až 10 % měřené hodnoty. Naměřená závislost byla dobře opakovatelná a pravděpodobně by ji bylo možné využít i pro diagnostiku kvality a homogenity jednotlivých vzorků.



Obr. 11.9 Závislost koeficientu k_p na poloze měřicích hrotů v ose x a ose y pro tenký disk.



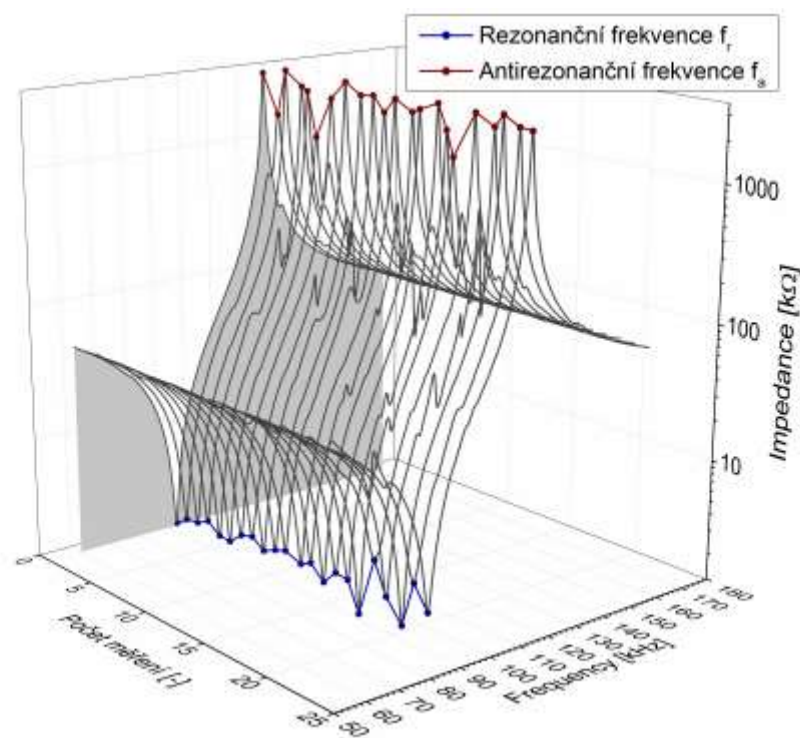
Obr. 11.10 Závislost koeficientu k_t na poloze měřicích hrotů v ose x a ose y pro tenký plátek.



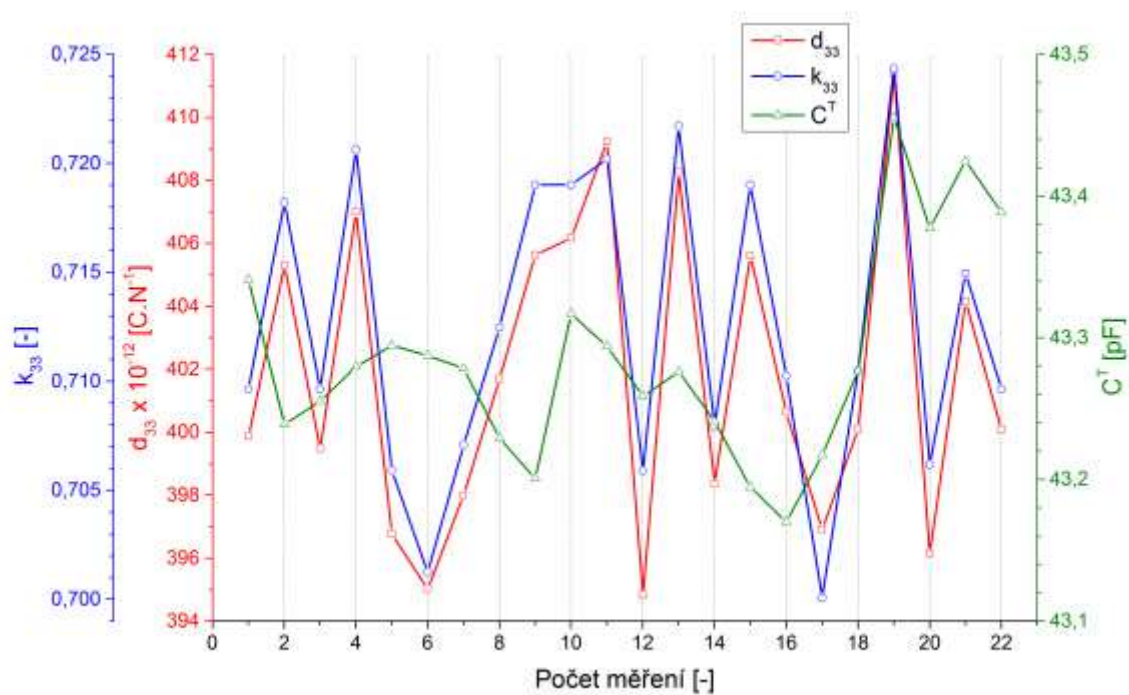
Obr. 11.11 Závislost koeficientu k_{31} na poloze měřicích hrotů v ose x a ose y pro tenký plátek.

Rozložení měřených bodů bylo definováno pro každý vzorek samostatně a je zobrazeno současně s měřenou závislostí elektromechanického koeficientu. Měření potvrzuje známé doporučení pro frekvenční metodu, aby hroty měřicích elektrod byly připojovány na střed vzorků. To platí především pro tenký plátek a tenký disk, u válečku záleží dále na typu použitých měřicích kleští. Jsou-li používány měřicí hroty podobného charakteru jako na obrázku 11.8, je výhodné je připojovat do středu kruhové elektrody. V současné době je velmi často používána měřicí pinzeta (tzv. tweezer test fixture), u které je třeba brát v úvahu velikost uchopovací plochy pinzety, především při měření válečků.

Výsledný vliv vícenásobného náhodného uchopení válečku pomocí měřicí pinzety Agilent 16334A je zobrazený na obrázku 11.12 a 11.13. Vzhledem k následnému využívání při měření teplotních závislostí byl vliv uchycení realizován na válečku z piezoelektrické keramiky PCM51 s rozměry $\varnothing 7 \times 14,5$ mm. Změny na výsledné impedanční charakteristice jsou zobrazeny na obrázku 11.12. Jedná se především o kolísání amplitudy signálu, neboli hodnoty odporu při rezonanci a antirezonanci měniče. Mnohem více se uchycení projevilo na hodnotách impedance, a výrazně méně na poloze rezonance ve frekvenčním spektru. V případě antirezananční frekvence může dojít v některých případech k rozdělení vrcholu. Chyba způsobená měřením rezonančních frekvencí se dále projeví ve výpočtu materiálových koeficientů. Na obrázku 11.13 je zobrazený průběh podélného koeficientu vazby k_{33} , nábojového koeficientu d_{33} a kapacity C^T na 1 kHz. Vliv uchycení je u koeficientů k_{33} a d_{33} do 4 % a u kapacity C^T do 1 %. Výsledná tolerance hodnoty pro piezoelektrické koeficienty, kterou uvádí výrobce pro frekvenční metodu, se pohybuje do 5 %.



Obr. 11.12 Vliv uchycení na impedanční charakteristiku piezoelektrického měniče PCM51 $\varnothing 7 \times 14,5$ mm.



Obr. 11.13 Vliv uchycení válečku PCM51 $\varnothing 7 \times 14,5$ mm na nábojový koeficient d_{33} , podélný koeficient vazby k_{33} a kapacitu C^T na 1 kHz.

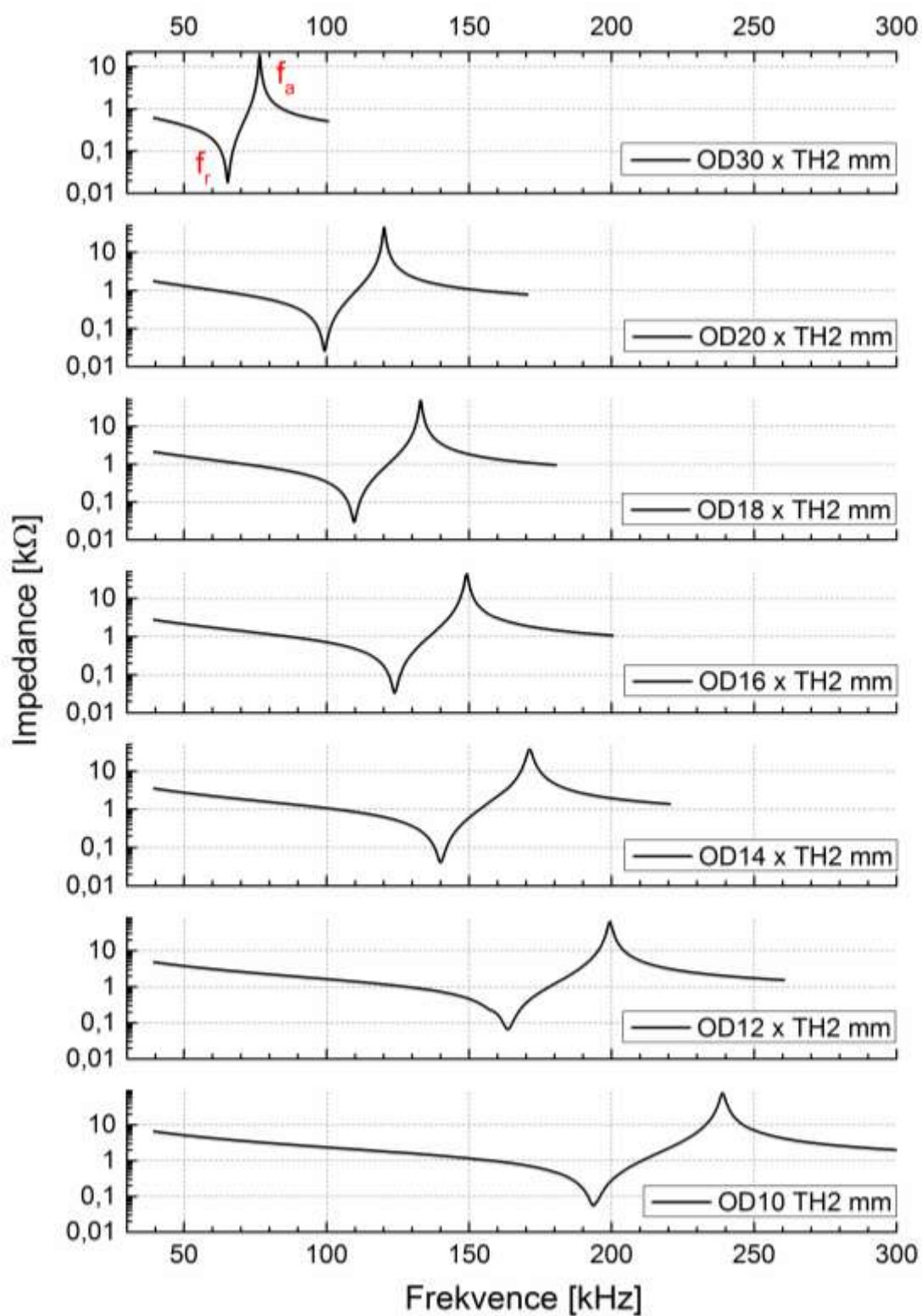
11.3.3 Vliv geometrických rozměrů piezoelektrických měničů

V evropské i světové normě je pro frekvenční metodu doporučen poměr průměru, délky případně výšky k tloušťce daného měniče. Dodržením minimálních poměrů uváděných v obou normách by měla být zaručena shoda mezi vypočítanými materiálovými koeficienty a katalogovým listem materiálu. Frekvenční metodu je sice možné využít i pro měniče, které tyto poměry rozměrů nesplňují, nicméně je nutné dodržet postup výpočtu pro jednotlivé typy kmitů, např. nelze využít vztah pro výpočet nábojového koeficientu d_{33} uváděného u podélných kmitů válečku respektive hranolu na výpočet u tloušťkových kmitů tenkého disku. V obou případech by se jednalo o nábojový koeficient d_{33} , tedy hodnotu pro měnič polarizovaný a buzený případně namáhaný ve směru 3. U tenkého disku se jedná o tloušťkové kmity na vysokých frekvencích v řádu MHz oproti tomu u válečku jde o podélné kmity v řádu kHz. Výsledná hodnota nábojového koeficientu by u tenkého disku dosahovala menší hodnoty než u válečku, což neodpovídá skutečnému piezoelektrickému koeficientu dané keramiky. V tomto případě lze nahradit frekvenční metodu některou z přímých metod měření nábojových koeficientů. Dalším důvodem zařazení minimálních geometrických poměrů stran je zlepšení průběhů impedančních charakteristik měničů, které nalézá uplatnění především u tloušťkových typů kmitů. U radiálních kmitů tento problém zpravidla nenastává. Platí pravidlo čím menší je tloušťka měniče vzhledem k jeho průměru, tím lépe vychází impedanční charakteristika a lze snadněji odečíst rezonanční i antirezonanční frekvenci.

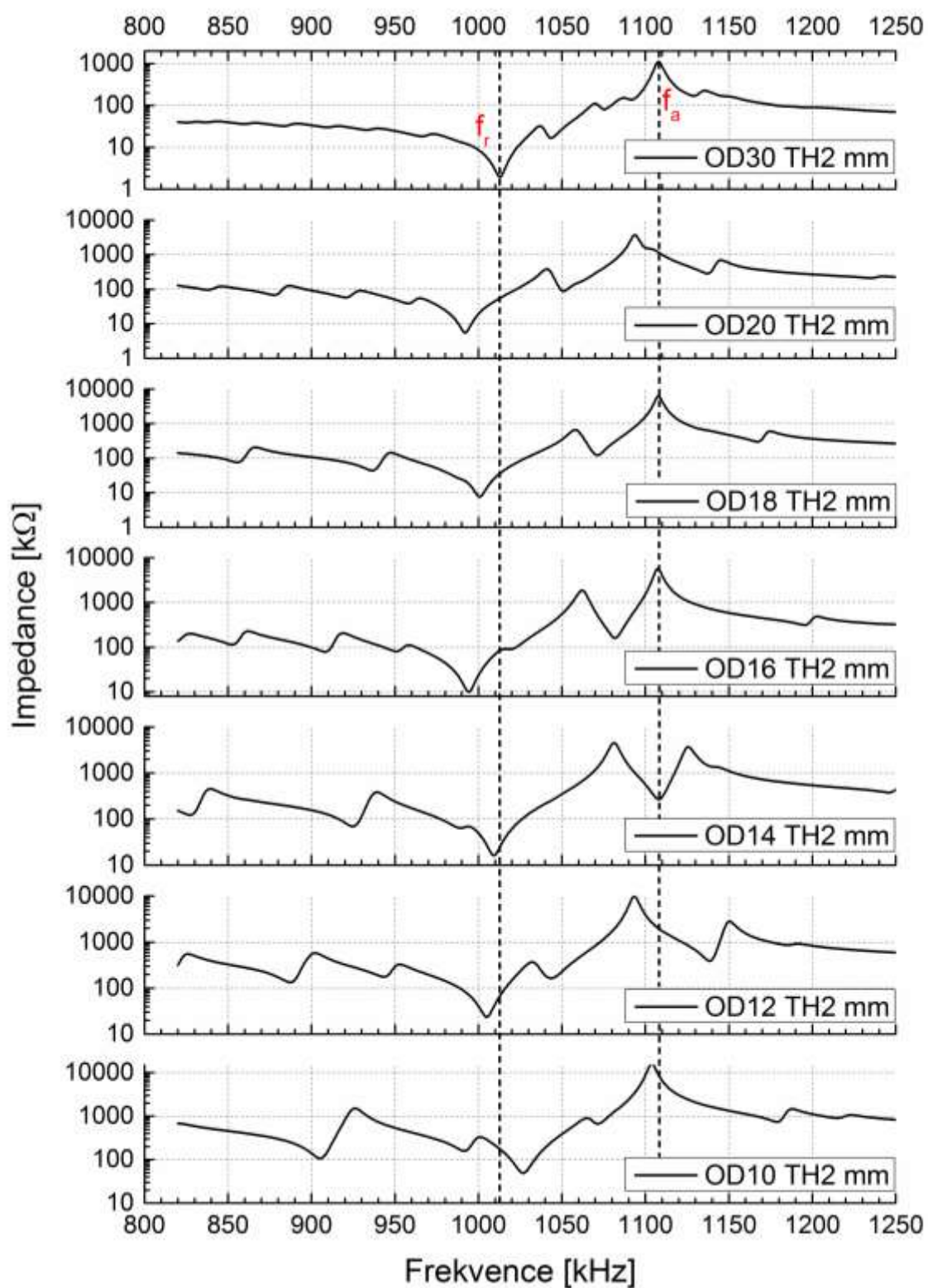
Příklad vlivu změny poměrů průměru k tloušťce měniče je znázorněn na obrázku 11.14 pro radiální typ kmitů a na obrázku 11.15 pro tloušťkový typ kmitů tenkého disku. Pro tento experiment byla vyrobena sada tenkých disků se stejnou tloušťkou 2 mm a různým průměrem od $\varnothing 10$ do $\varnothing 30$ mm. Hodnoty rezonanční frekvence lze pro jednotlivé rozměry odvodit z frekvenční konstanty materiálu PCM51 respektive NCE51. Resonanční kmitočet se pohybuje v této sadě vzorků od nejnižší hodnoty pro $\varnothing 30$ mm na 65 kHz až po nejvyšší hodnotu 194 kHz pro $\varnothing 10$ mm a platí tedy výše zmíněné pravidlo.

Pro tloušťkové kmity platí, že čím tenčí je disk tím vyšší je rezonanční frekvence. V případě disku s tloušťkou 2 mm se rezonance pohybuje na 1 MHz, u vzorku s tloušťkou 1 mm dosahuje hodnoty 2 MHz. Pro měření je často využíván disk s tloušťkou 0,5 mm, kde se tloušťková rezonance pohybuje na 4 MHz. Výhodou těchto disků bývá ve spojení s velkým průměrem čistý průběh impedanční charakteristiky jak v radiálním tak i v tloušťkovém módu.

Rozměry měničů se projevují především na šířce pásma mezi rezonanční a antirezonanční frekvencí hlavně u radiálních kmitů. Naproti tomu u tloušťkových kmitů se větší poměr projeví především čistším průběhem impedance na frekvenci s menšími zámkity a snížením zdvojení vrcholů. Současně může docházet v tloušťkovém módu i ke kolísání hodnoty rezonanční frekvence. To může být způsobeno jednak poměrem průměru k tloušťce disku, ale také tloušťkou elektrod nanesených na disk. V některých případech dochází během broušení disků na plocho k mírným odchylkám v rozměrech, které mohou výrazně ovlivnit hodnotu rezonance. Tyto odchylky však nemusejí být po nanesení elektrody klasickými posuvnými měřítky měřitelné.



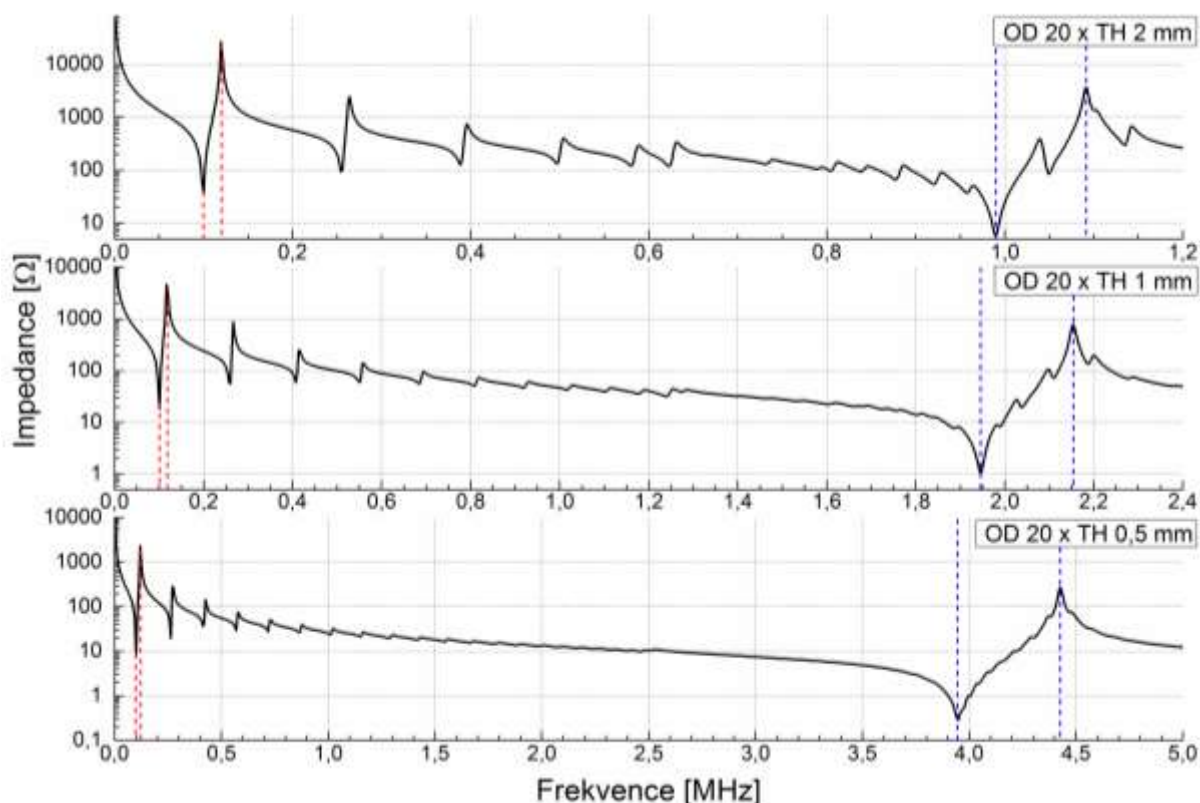
Obr. 11.14 Zobrazení vlivu geometrických rozměrů piezoelektrických měničů na radiální typ kmitů tenkého disku $\varnothing$ 10 až 30 × 2 mm z PZT keramiky PCM51.



Obr. 11.15 Zobrazení vlivu geometrických rozměrů piezoelektrických měničů na tloušťkový typ kmitů tenkého disku $\varnothing$ 10 až 30 × 2 mm z PZT keramiky PCM51.

V následujícím případě je zachován průměr disku a proměnnou veličinou je jeho tloušťka. Jedná se o jednotný průměr $\varnothing$ 20 mm a tloušťky 0,52; 1,03 a 2,03 mm. Výsledné průběhy impedančních charakteristik jsou zobrazeny na obrázku 11.16. Při konstantním průměru všech tří disků se hodnota radiální rezonanční frekvence pohybuje v okolí 100 ± 1 kHz, v grafu je vyznačena červenou barvou. Dle frekvenční konstanty by se hodnoty tloušťkové rezonanční frekvence měly pohybovat v blízkosti 1 MHz pro tloušťku 2 mm, 2 MHz pro tloušťku 1 mm a 4 MHz pro tloušťku 0,5 mm. Všechny tři průběhy modře označených tloušťkových rezonancí na obrázku 11.16 tomuto předpokladu odpovídají, rozdíly jsou způsobeny odchylkou u tloušťky jednotlivých elementů a přesnou hodnotou frekvenční konstanty, pomocí které jsou teoretické hodnoty rezonance dopočítány.

Pro tloušťkový typ kmitů tenkých disků obecně platí již zmiňovaný požadavek na minimální poměr průměru disku k jeho tloušťce, který je $d/t > 10$. I při splnění tohoto požadavku však nemusí být průběh impedanční charakteristiky ideální. U disků s tloušťkou nad 1 mm dochází k ovlivnění tloušťkové rezonance vyššími harmonickými od radiální rezonance, které mohou být vybudeny právě rezonancí tloušťkovou. Tento efekt je již částečně potlačen u disků s tloušťkou 1 mm. Je-li disk tenčí jako v tomto případě 0,5 mm dosahuje jeho tloušťková rezonance hodnot blízkých 4 MHz. Vyšší harmonické frekvence radiální rezonance jsou poté natolik utlumeny, že se výrazně neprojeví v průběhu impedanční charakteristiky. Všechny tři zobrazené průběhy včetně průběhů na obrázcích 11.14 a 11.15 jsou naměřeny impedančním analyzátozem Agilent 4294A a měřicí pinzetou od stejného výrobce s označením 16334A.



Obr. 11.16 Zobrazení vlivu různé tloušťky tenkých disků při konstantním průměru z keramiky PCM51 na průběh impedančních charakteristik. Tenké disky $\varnothing$ 20 mm $\times$ 0,5; 1 a 2 mm.

11.3.4 Měření nábojových koeficientů vibrometrickou metodou

Pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu byly zvoleny válečky z měkké keramiky PCM51 (NCE51). Vzorky byly vybrány tak, aby se lišily jednotlivé poměry výšky vzhledem k průměru podstavy válečku. Geometrické rozměry jednotlivých vzorků spolu s hodnotami nábojového koeficientu získaného frekvenční metodou měření jsou zobrazeny v tabulce 11.3. Hodnoty piezoelektrických nábojových koeficientů získaných pomocí frekvenční metody z rovnice (9.13) jsou zde uvedeny pro jednotlivé vzorky jako referenční hodnoty s tolerancí $\pm 5 \%$ na teplotě $24 \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tab. 11.3 Měřené válečky z keramiky PCM51 (NCE51). Tolerance nábojového koeficientu je $\pm 5 \%$.

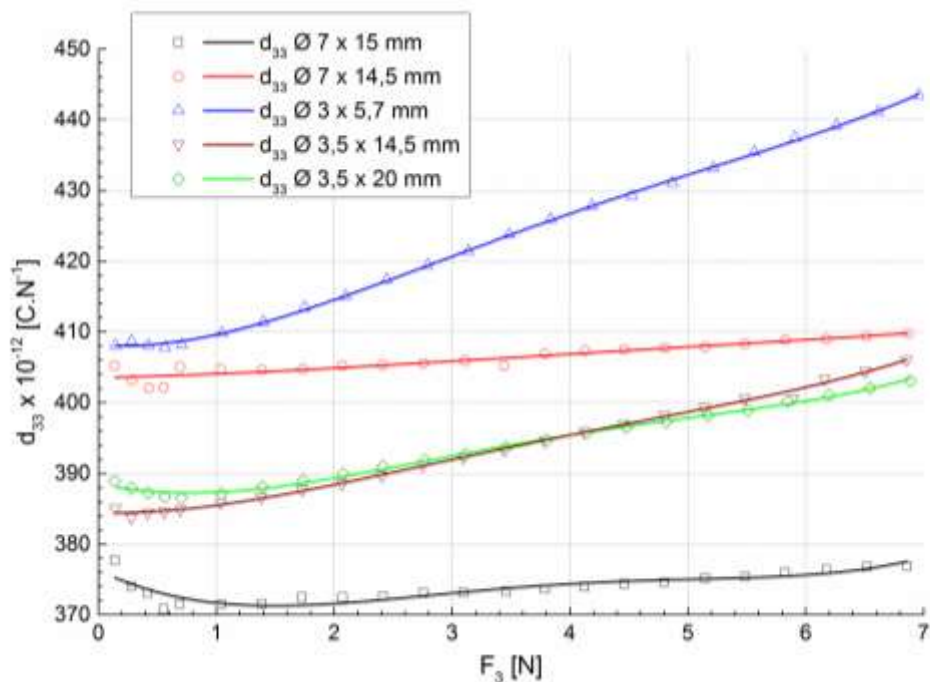
Pořadové číslo	Označení	Průměr ($\varnothing$)	Tloušťka (t)	d_{33}
		[mm]	[mm]	$[\times 10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}]$
01 _(8_01)	$\varnothing 7 \times 15 \text{ mm}$	6,980	15,120	372
02 _(20_03)	$\varnothing 7 \times 14,5 \text{ mm}$	6,970	14,550	407
03 _(6_01)	$\varnothing 3 \times 5,7 \text{ mm}$	2,968	5,731	411
04 _(5_01)	$\varnothing 3,5 \times 14,5 \text{ mm}$	3,568	14,595	394
05 _(1_01)	$\varnothing 3,5 \times 20 \text{ mm}$	3,487	20,079	371

U většiny dnes vyráběných d_{33} metrů založených na vibrometrické metodě jsou parametry pro test měřených piezoelementů nastaveny tak, aby generovaná síla byla rovna 0,25 N a budící frekvence odpovídala 110 Hz. Jelikož vliv působící síly na vzorek nelze zanedbat, měla by generovaná síla minimálně ovlivňovat hodnotu nábojového koeficientu měřeného materiálu. Z toho důvodu byla nejprve proměřena závislost piezoelektrického nábojového koeficientu na velikosti síly F_3 působící vertikálně na vzorek pro konstantní budící frekvenci 110 Hz.

Je-li působící síla na vzorek malá, tedy pohybující v rozmezí $0,25 \pm 0,05 \text{ N}$, může být výsledek zatížen jednak chybou měření dané síly, ale i odečtem výstupního napětí z nábojového zesilovače. Obě tyto chyby se dají omezit použitím snímače síly s dostatečným rozlišením pro malé rozsahy sil nebo použitím nábojového zesilovače s větším zesílením. Pro měření výstupního napětí je nejvhodnější použít multimetr nebo měřicí kartu s dostatečným rozlišením.

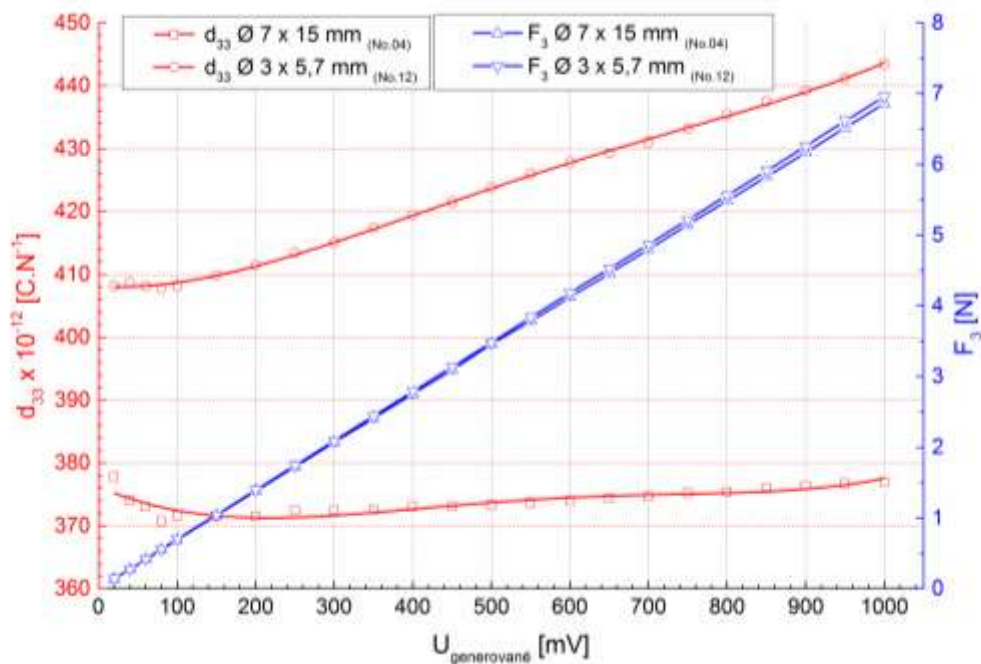
Závislost piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} pro všechny měřené piezoelektrické válečky je zobrazena na obrázku 11.17. Velikost síly F_3 byla nastavována změnou amplitudy budícího signálu z generátoru. Nastavené hodnoty se pohybovaly v rozmezí od 0,14 N do 6,8 N. V rozsahu od 0,2 N do 1 N působící síla výrazně neovlivňovala výsledný nábojový koeficient. Při překročení 1 N se již začíná projevovat vliv síly na krystalovou strukturu měřené keramiky a nábojový koeficient začíná pozvolna narůstat.

U většiny měřených vzorků nemá rozsah nastavených sil F_3 od 0,14 N až 6,8 N na nábojový koeficient výrazný vliv. Odchylka se v celém měřeném rozsahu pohybuje do 2 %, pouze v případě nejmenšího disku dosahuje 9 %. Pro poškození celistvosti keramiky případně k jejímu zničení je zapotřebí tlak o velikosti desítek až stovek MPa.



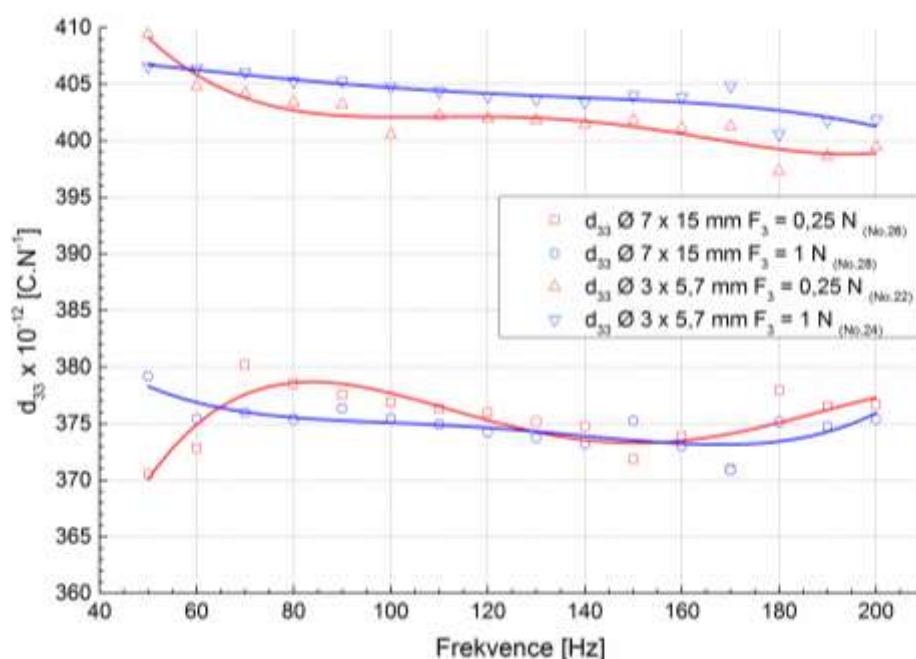
Obr. 11.17 Závislosti piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} na síle F_3 působící na měřený piezoelektrický element pro všechny vzorky keramiky.

Na obrázku 11.18 je zobrazen detailní průběh závislosti nábojového koeficientu d_{33} a působící síly F_3 na referenční hodnotě napětí z generátoru pro válečky $\varnothing 7 \times 15$ mm a $\varnothing 3 \times 5,7$ mm. Napětí z generátoru bylo použito jako reference u všech měření vlivu síly F_3 na nábojový koeficient. Rozměry obou vzorků byly zvoleny záměrně s ohledem na výrazný rozdíl v rozměrech a v závislosti nábojového koeficientu na rostoucí síle F_3 .



Obr. 11.18 Porovnání piezoelektrického nábojového koeficientů d_{33} pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm a $\varnothing 3 \times 5,7$ mm, se zobrazením průběhu síly F_3 působící na vzorek při referenční hodnotě budícího napětí.

U vzorků $\varnothing 7 \times 15$ mm a $\varnothing 3 \times 5,7$ mm byla následně proměřena závislost nábojového koeficientu na budící frekvenci vibračního stolku. Válečky byly měřeny při síle F_3 rovné 0,25 N a 1 N pro budící frekvence od 50 Hz až do 200 Hz. Síla F_3 byla zvolena na základě přechozího měření, kde při měření pod 0,25 N docházelo k výrazné chybě měření síly a při hodnotách nad 1 N se již projevovál vliv síly na nábojový koeficient. Frekvenční rozsah byl odvozen od referenční hodnoty frekvence 110 Hz z předchozího měření. Výsledný průběh závislosti nábojového koeficientu d_{33} na budící frekvenci je zobrazen na obrázku 11.19. Největší chyba měření nastává na nízkých frekvencích mezi 50 až 70 Hz a na rozsahu mezi 150 až 200 Hz, kde dosahuje maxima okolo 2 %. Na celém zvoleném rozsahu tedy nedochází k výrazné chybě měření. Volba budící frekvence v okolí 110 Hz nemá výrazný vliv na výslednou hodnotu nábojového koeficientu d_{33} .



Obr. 11.19 Porovnání piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm a $\varnothing 3 \times 5,7$ mm v závislosti na změně frekvence buzení pro sílu 0,25 N a 1 N.

11.4 Porovnání metod měření materiálových koeficientů

Pro porovnání jednotlivých testovacích metod byl zvolen piezoelektrický nábojový koeficient d_{33} pro podélné kmity válečku a $-d_{31}$ pro příčně podélné kmity tenkého disku. Tabulka 11.4 obsahuje výsledné hodnoty d_{33} a $-d_{31}$ pro použité vzorky válečků s rozměry $\varnothing 3,5 \times 20$ mm a tenkých disků $25(l) \times 4(w) \times 2(t)$ mm.

Výrobce keramiky uvádí pro vzorky s definovaným poměrem výšky vzhledem k průměru podstavy v katalogovém listu materiálu NCE51 [119] hodnoty koeficientů d_{33} i $-d_{31}$ s tolerancí ± 5 %, kde $d_{33} = 443 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$ a $-d_{31} = 208 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$. Pro typ PCM51 udával výrobce v době zakoupení hodnotu $d_{33} = 425 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$ a $-d_{31} = 200 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$ s tolerancí ± 5 %.

V současnosti bývá výroba keramiky automatizována, ale i tak vlivem celého výrobního procesu nebo vstupních surovin dochází k odchylkám v materiálových koeficientech. Ani u stejného typu keramiky není zaručeno, že výsledné hodnoty materiálových koeficientů budou vždy odpovídat katalogovým údajům.

Rozdíl naměřených a vypočítaných hodnot nábojových koeficientů oproti katalogové hodnotě může být způsoben použitím různých rozměrů jednotlivých vzorků případně rozdíly v šaržích materiálu.

Při dodržení správného postupu měření lze považovat všechny popsané metody z hlediska přesnosti za srovnatelné. Mezi hlavní zdroje nejistot patří vliv uchycení vzorku do měřicích kleští u frekvenční metody případně speciálního přípravku u přímých metod. Vhodná metoda je zvolena s ohledem na aplikaci, pro kterou má být využita, a na dostupném laboratorním vybavení.

Vzhledem k požadavku na přesné měření nábojového koeficientu u částečně depolarizovaného elementu byla z popsanych metod zvolena jako referenční frekvenční metoda a pro ověření hodnot nábojových koeficientů byla zvolena vibrometrická metoda. Oproti optické metodě byla vibrometrická snadněji realizovatelná a vůči přímé metodě měření náboje skokovou změnou síly se vyznačovala lepší opakovatelností u měřených válečků.

Tab. 11.4 Výsledné hodnoty nábojových koeficientů d_{33} a $-d_{31}$ stanovených pomocí frekvenční metody a přímými metodami měření.

<i>Měřicí metoda</i>	d_{33}	$-d_{31}$
	$[\times 10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}]$	$[\times 10^{-12} \text{ C}\cdot\text{N}^{-1}]$
Optická metody využívající laserového interferometru	395 ± 38	223 ± 31
Frekvenční metoda měření	407 ± 25	198 ± 12
Přímé měření náboje elektrometrem	402 ± 21	220 ± 17
Přímé měření náboje po zatížení piezoelementu	404 ± 26	206 ± 8
Katalogová hodnota výrobce	425 ± 22	200 ± 10
Vibrometrická metoda	390 ± 20	-

12 VÝSLEDNÉ TEPLOTNÍ VLASTNOSTI PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY

Teplotní zkoušky PZT keramiky lze rozdělit na dvě hlavní části, kde první je zaměřena na stanovení teplotních závislostí určených pro koncové uživatele keramiky a druhá na řízenou změnu materiálových parametrů keramiky. Teplotní závislosti určené pro koncového uživatele se nejčastěji využívají pro doplnění informací o chování hlavních koeficientů na teplotě při vytváření matematického nebo fyzikálního modelu materiálu nebo přímo během návrhu snímače fyzikálních veličin. Mezi tato měření patří především stanovení teplotní hysterezní křivky v pracovní oblasti materiálu respektive snímačů, kde je piezokeramika použita jako aktivní prvek. Obdobně je stanovena teplotní hysterezní křivka na vysokých teplotách, při kterých ale nehrozí depolarizace pizelementu. Následuje určení vlivu cyklování teploty na materiálové koeficienty simulujících náhlou změnu teplot během praktického použití snímače a následné ustálení na běžnou teplotu okolí.

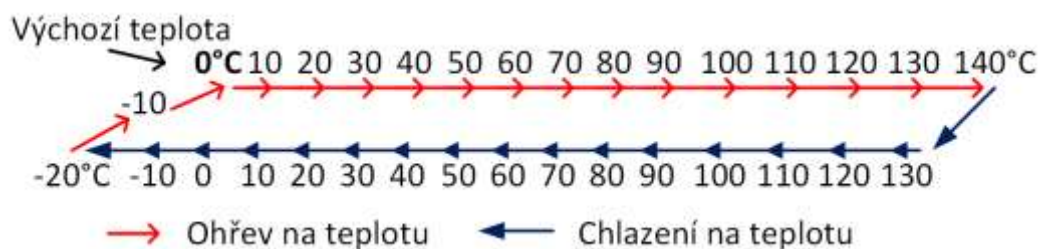
U následujících měření je již nutné počítat, že se jedná o jednorázové měření, jelikož vzorek po nich ztratí své piezoelektrické vlastnosti a pro další využití ho bude třeba opět polarizovat. Mezi tato měření patří stanovení Curieova bodu neboli fázového přechodu u piezoelektrické keramiky pomocí závislosti kapacity na zvyšující se teplotě, v případě zohlednění geometrických rozměrů elementu také teplotní závislost dielektrické permitivity. Poslední měření je zaměřeno na stanovení závislosti všech důležitých piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů od nízké teploty pohybující se od 30 °C až po 390 °C případně 410 °C, tedy hodnoty nad Curieovým bodem. Tento typ měření je jednak důležitý pro získání přehledu o chování jednotlivých koeficientů během fázového přechodu, ale zároveň je z něj možné získat informace pro řízenou depolarizaci piezoelektrického elementu. Pro testování piezoelektrické keramiky jsou využity i některé další metody jako je měření pomocí rentgenového difraktometru, a následné vyhodnocení změny difrakčních spekter.

Rozsah teplotních zkoušek materiálu byl zvolen na základě uváděných hodnot Curieova bodu pro keramiku PCM51 a NCE51. Podle výrobce keramiky měl typ PCM51 v době zakoupení Curieovu teplotu rovnou 340 °C a vzorek NCE51 rovnou 360 °C. Pro všechna teplotní měření byla využívána aparatura popsaná v experimentální části práce.

12.1 Měření základních teplotních závislostí PZT keramiky

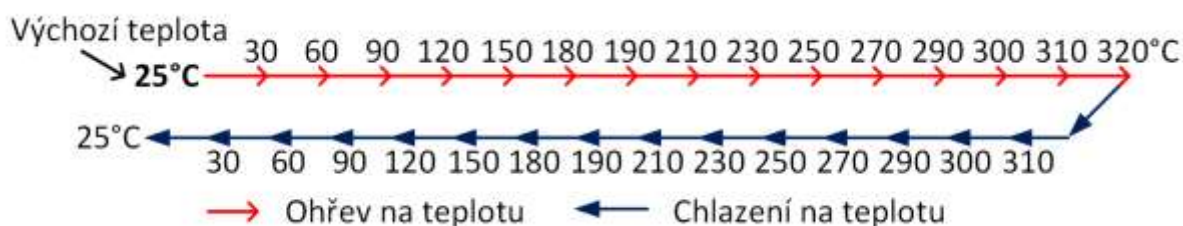
Základní teplotní závislosti popisují chování materiálu na aktuální nastavené teplotě na základě čehož lze upravit hodnoty koeficientů v matematickém modelu nebo predikovat chování snímače na teplotě.

Jedná se o měření hysterezní křivky základních materiálových koeficientů u piezoelektrické keramiky. Teplotní rozsah od -20 do 140 °C pro měření závislosti keramiky na teplotě byl zvolen dle typických požadavků koncového uživatele u aplikací využívajících keramiku. Měřený vzorek byl nejprve ochlazen na 0 °C. Po ustálení byl postupně temperován na hodnotu 140 °C, dle kroku podle obrázku 12.1. Z maximální hodnoty byl vzorek poté ochlazen na hodnotu -20 °C a opět ohříván na počáteční hodnotu 0 °C. Na každé nastavené teplotě byl vzorek temperován 20 minut. Tímto bylo docíleno ustálení měřených parametrů na nastavené žádané hodnotě. Element tedy nebyl ohříván pomocí teplotní rampy, ale teplota byla ustalována na každé nastavené hodnotě. Měření od -20 do 140 °C bylo realizováno v teplotní komoře HYPERION, ve které je pro ohřev i chlazení využíván Peltierův článek.



Obr. 12.1 Proces měření teplotní hysterezní křivky piezoelektrické keramiky v pracovní oblasti snímačů.

Pro následující měření hysterezní křivky na vysokých teplotách byl zvolen rozsah od 30 do 320 °C, tedy do teploty na hranici použitelnosti samotné keramiky, kdy ještě nedochází k nevratným změnám materiálových koeficientů. Vzorek byl ohříván z výchozí teploty 25 do 320 °C dle kroku zobrazeného na obrázku 12.2. Po dosažení maximální hodnoty byl ochlazen na počáteční teplotu 25 °C. Náběh teploty nebyl opět řízen nepřerušovanou teplotní rampou, ale vzorek byl při ohřevu i chlazení na každé nastavené hodnotě temperován po dobu 20 minut. Tímto bylo docíleno ustálení parametrů na žádané hodnotě. Pro měření na rozsahu 30 až 320 °C byla použita teplotní komora GEMINI, která obsahuje pouze topný, nikoliv aktivní chladicí systém.

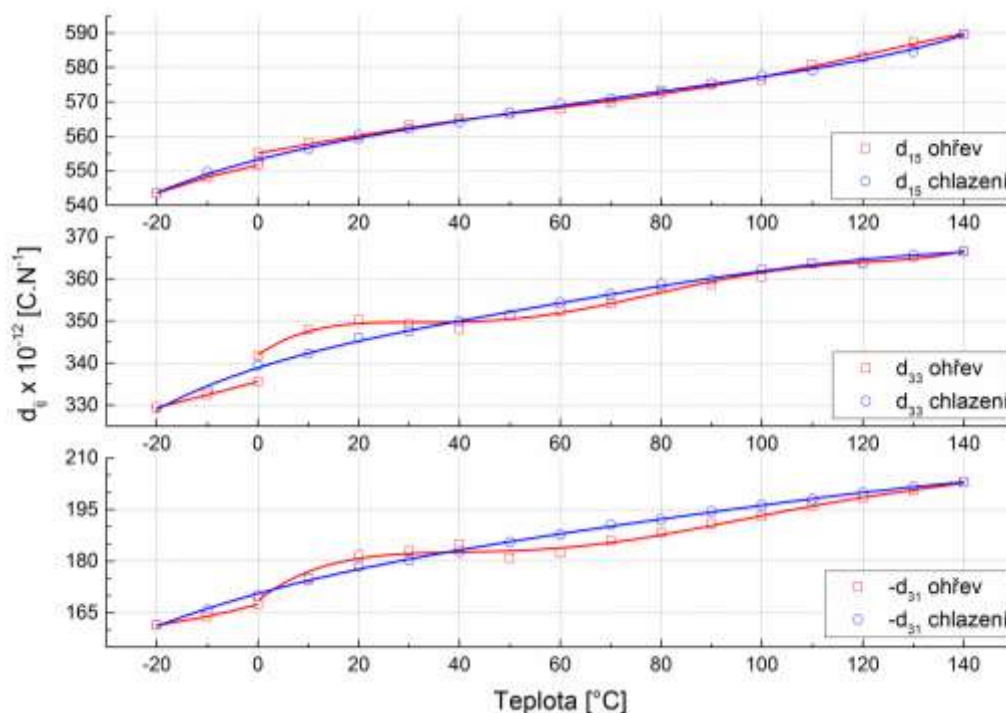


Obr. 12.2 Proces měření teplotní hysterezní křivky piezoelektrické keramiky při vysokých teplotách.

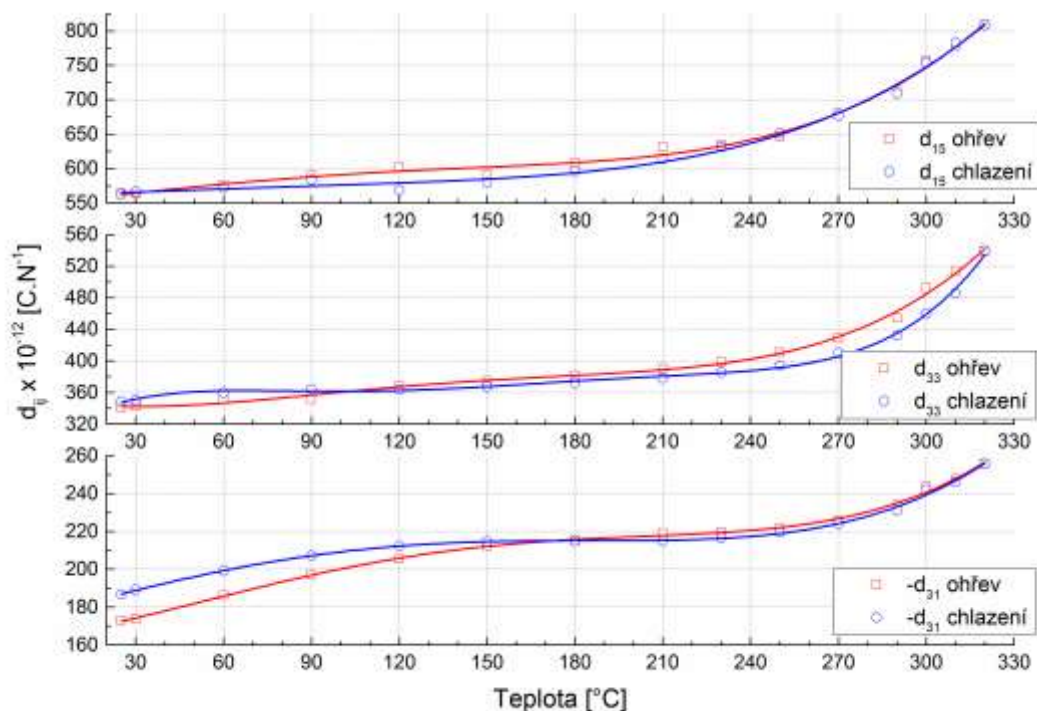
Výsledné průběhy teplotních závislostí zahrnují kompletní matici piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů. Současně jsou zobrazeny i elektromechanické koeficienty. Jako příklad pro vysvětlení způsobu měření jsou zde uvedeny průběhy nábojového koeficientu d_{ij} pro všechny typy kmitů. Další závislosti zahrnující elastické a dielektrické koeficienty jsou uvedeny v příloze práce. Na obrázku 12.3 je zobrazen průběh nábojových koeficientů pro rozsah teplot od -20 do 140 °C a na obrázku 12.4 pro rozsah teplot od 30 do 320 °C. Obě měření jsou rozdělena, jelikož v době měření nebyla k dispozici jedna teplotní komora, která by umožňovala měřit od záporných teplot až do vysokých hodnot převyšujících 300 °C.

Porovnáním vypočítaných hodnot nábojových koeficientů při rozmezí možných pracovních teplot mezi -20 až 140 °C dochází u podélných kmitů (d_{33}) k rozdílu do 10 % z výchozí hodnoty, pro příčně podélných kmitů ($-d_{31}$) do 17 % a u tloušťkově střížných kmitů (d_{15}) se pohybuje do 8 % při srovnání s měřením od laboratorní teploty 25 °C až do hodnoty 320 °C tedy blízké hodnotě Curieovu bodu. Výsledný rozdíl oproti výchozí teplotě pro d_{33} je do 36 %, u $-d_{31}$ je do 37 % a u d_{15} se pohybuje do 32 %. Koeficienty po počátečním lineárním nárůstu přechází do exponenciálního průběhu při přiblížení k fázovému přechodu dané keramiky. V tomto případě se materiál chová stabilně, přibližně do okolí 210 °C, poté již přechází do exponenciálního růstu. Kompletní charakteristika zobrazující celý fázový přechod neboli Curieův bod bude popsána dále v textu.

Měření teplotní hysterezní křivky bylo realizováno na tenkém disku $\varnothing 30 \times 2$ mm (ev. č.2_02), tenkém plátku pro příčně podélné kmity o rozměrech $24 \times 4 \times 2$ mm (ev. č.3_03), válečku $\varnothing 3,5 \times 20,1$ mm (ev. č.1_01), a tenkém plátku pro tloušťkově střížné kmity o rozměrech $10 \times 10 \times 0,5$ mm (ev. č.2_01).



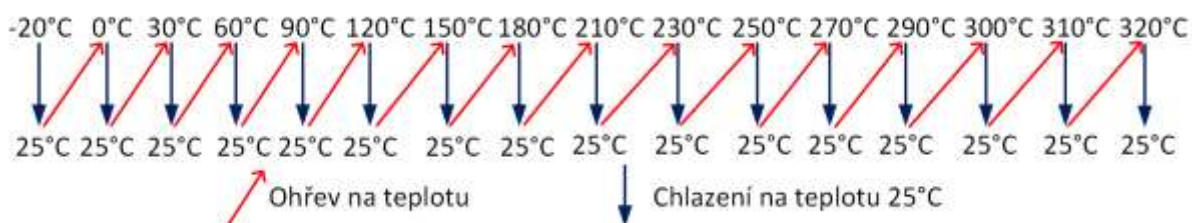
Obr. 12.3 Závislost piezoelektrických nábojových koeficientů $-d_{31}$, d_{33} a d_{15} na ohřevu z 0 do 140 °C, následném ochlazení na -20 °C a ustálení na 0 °C.



Obr. 12.4 Závislost piezoelektrických nábojových koeficientů $-d_{31}$, d_{33} a d_{15} na ohřevu z 25 do 320 °C, následném ochlazení na 25 °C.

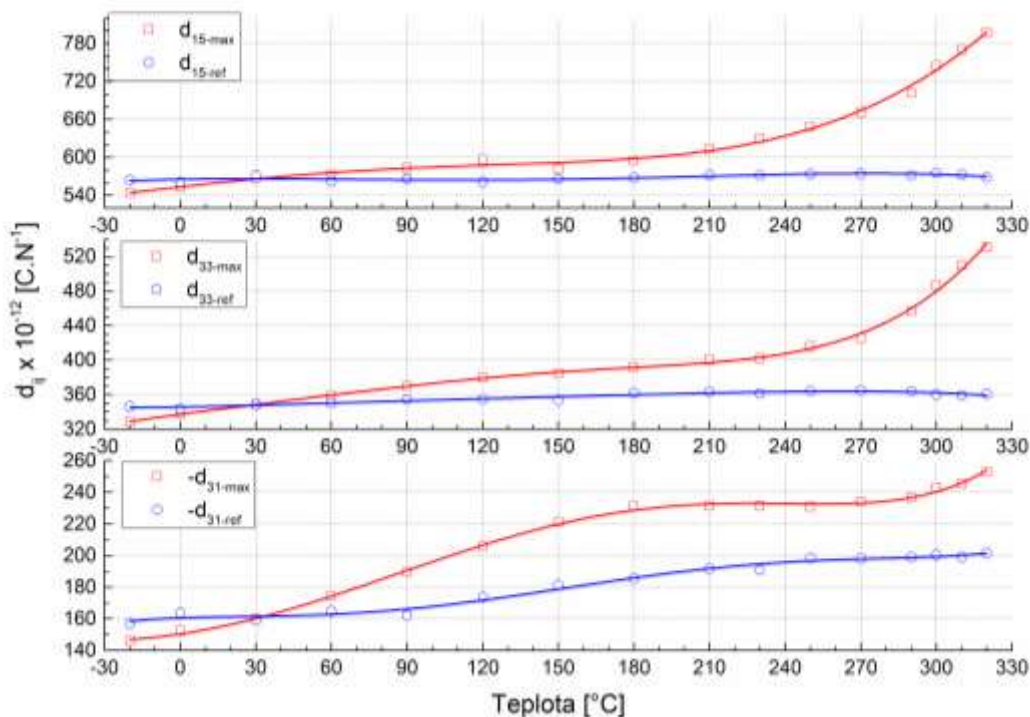
12.1.1 Měření vlivu cyklování teploty na materiálové koeficienty

Výsledné teplotní závislosti piezoelektrických, elastických, dielektrických a elektro-mechanických koeficientů jsou vyneseny v teplotním rozsahu od -20 do 320 °C. Teplotní rozsah byl zvolen od provozních teplot snímačů, až do teploty blízké Curieovu bodu použité keramiky. Během měření teplotní závislosti byl vzorek nejprve umístěn do komory HYPERION s nastavenou požadovanou teplotou, kde byly po ustálení teploty proměřeny jeho parametry. Poté byl přemístěn do druhé komory GEMINI, kde byla nastavena referenční teplota 25 °C, na které byly po ustálení opět proměřeny jeho parametry. Takto byl každý měřený element cyklován od -20 do 320 °C. Postup ohřevu a chlazení krok za krokem je zobrazen na obrázku 12.5. Výsledné charakteristiky materiálových koeficientů na teplotě tedy zobrazují vztah mezi hodnotou koeficientu, který je proměřen na aktuálně nastavené teplotě, a mezi hodnotou, která je měřena po ustálení na pokojovou teplotu 25 °C.



Obr. 12.5 Proces měření koeficientů PZT keramiky v závislosti na cyklování teploty mezi nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 do 320 °C a ustálenou referenční hodnotou 25 °C.

Na obrázku 12.6 je zobrazena teplotní závislost nábojových koeficientů $-d_{31\text{-max}}$, $d_{33\text{-max}}$ a $d_{15\text{-max}}$ měřených při aktuální nastavené teplotě a koeficientů $-d_{31\text{-ref}}$, $d_{33\text{-ref}}$ a $d_{15\text{-ref}}$, které byly měřeny po vychladnutí vzorku z aktuální teploty na teplotu 25 °C. Ostatní průběhy hodnot elastických, dielektrických a elektromechanických koeficientů jsou v příloze.



Obr. 12.6 Závislost piezoelektrických nábojových koeficientů $-d_{31}$, d_{33} a d_{15} na cyklování teploty mezi aktuálně nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 °C až 320 °C a referenční hodnotou 25 °C.

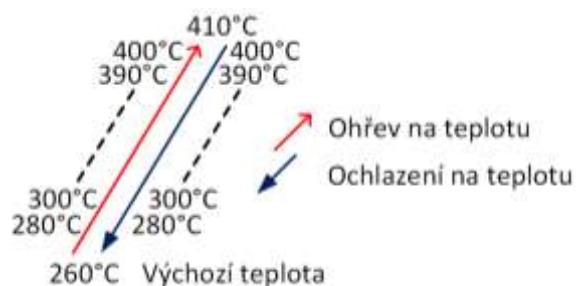
Vliv cyklování teploty byl realizován na tenkém disku $\varnothing 30 \times 2$ mm (ev. č.2_02), tenkém plátku pro příčně podélné kmity o rozměrech $24 \times 4 \times 2$ mm (ev. č.3_03), válečku $\varnothing 3,5 \times 20,1$ mm (ev. č.1_01) a tenkém plátku pro tloušťkově střižné kmity o rozměrech $10 \times 10 \times 0,5$ mm (ev. č.2_01).

Pro stanovení teplotní závislosti kompletní matice materiálových koeficientů byla proměřena celá sada vzorků dle obrázku 9.6 pro požadované typy kmitů. Vstupní parametry byly opět měřeny frekvenční metodou pomocí impedančního analyzátoru Agilent 4294A v závislosti na teplotě. Z těchto hodnot je již možné stanovit matici koeficientů. Pomocí dosažených výsledků lze následně definovat vhodné pracovní podmínky snímačů akustické emise. V praxi bývá tato metoda tepelného cyklování vzorků často využívána i pro stabilizaci frekvenčních charakteristik piezoelektrické keramiky.

12.2 Měření fázových přechodů neboli Curieova bodu

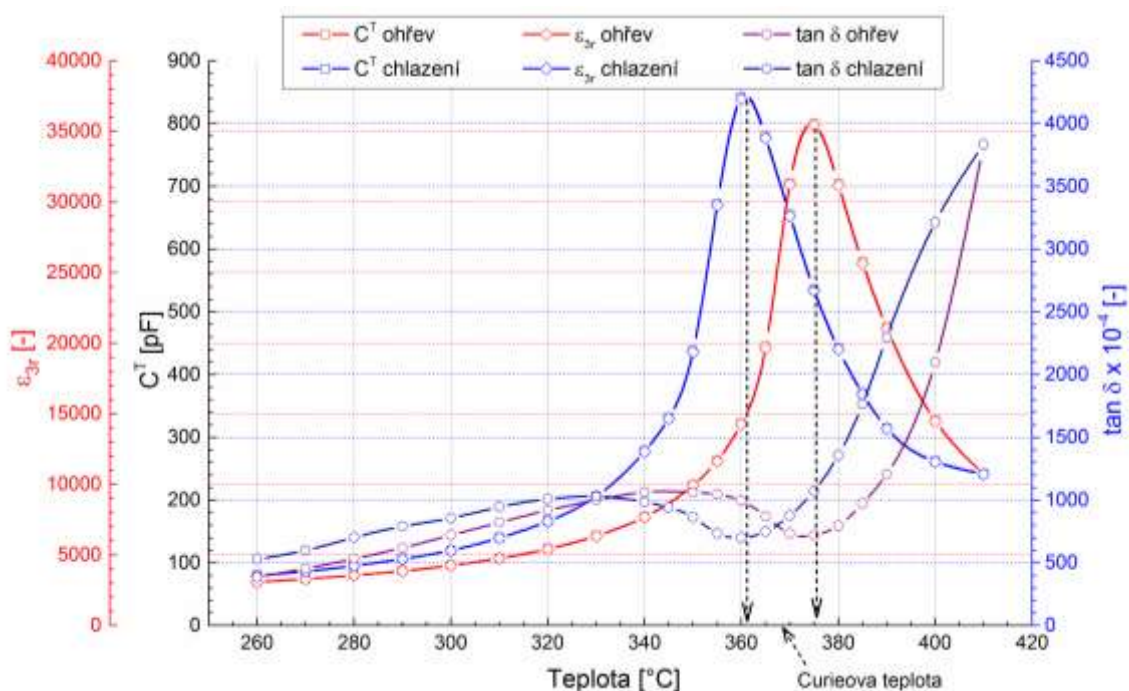
Jedním z hlavních problémů při měření fázového přechodu často označovaného jako Curieův bod je potřeba stanovení základních parametrů jako je kapacita C^T , případně ztrátový činitel $\tan\delta$ na vysokých teplotách v mnoha případech přesahujících hodnoty 300°C a více. Výsledná hodnota Curieovy teploty může být následně využita pro stanovení použitelného teplotního rozsahu keramiky, kde obvyklé doporučení zní tak, aby pracovní rozsah keramiky odpovídal polovině Curieovy teploty. Druhým významem teplotních měření je stabilizace frekvenční charakteristiky nebo řízená tepelná depolarizace, pro obě tyto využití je přesná znalost Curieovy teploty důležitá.

V současné době se pro měření vzájemných přechodů používají dvě základní metody. První je založena na měření elektrických parametrů v závislosti na teplotě, zejména se jedná o kapacitu měřenou hluboko pod rezonancí měniče obvykle na 1 kHz. A druhá je využívána především v souvislosti s rentgenovými difrakčními metodami. Výrobce keramiky většinou ve svém katalogovém listu hodnotu Curieovy teploty uvádí, nicméně nelze zjistit, jakou metodu pro určení této hodnoty použil. Obecně je při základním výzkumu keramických práškových hmot využívána především rentgenová difrakční metoda, v anglické literatuře často známá jako „X-ray diffraction“. Při využití této metody není nutná výroba vzorků s danými geometrickými rozměry a nanesenými elektrodami, jelikož je vzorek měřen v práškové formě. Technické vybavení potřebné pro tuto metodu však není dostupné v každé laboratoři, proto se často využívá i druhá metoda založená na měření elektrických parametrů. Pro případ keramiky PCM51 respektive NCE51 dříve uváděl katalogový list nižší hodnotu 340°C a po upravené změně složení hodnotu 360°C . Po dotazu na výrobce bylo zřejmé, že obě tyto hodnoty jsou stanoveny měřením závislosti kapacity C^T na teplotě. V práci bude starší typ keramiky s Curieovou teplotou rovnou 340°C označován jako keramika PCM51 a druhý typ s hodnotou rovnou 360°C jako materiál NCE51. Jelikož je pro proces depolarizace nutné znát přesnou hodnotu Curieova bodu, bylo měření této hodnoty zopakováno pro starší i nové typy keramiky. Veškerá měření Curieova bodu byla realizována v teplotní komoře GEMINI, která umožňuje rozsah od pokojové teploty 25°C až do teploty 700°C . Pro měření byly použity měřicí kleště, zobrazené na obrázku 10.3, s pracovním rozsahem do 500°C a s přidaným externím větracím systémem pro chlazení přívodních vodičů. Nejprve bylo realizováno několik experimentů pro porovnání vlivu způsobu temperování elementu na výslednou hodnotu Curieovy teploty, podle teplotního schématu zobrazeného na obrázku 12.7.



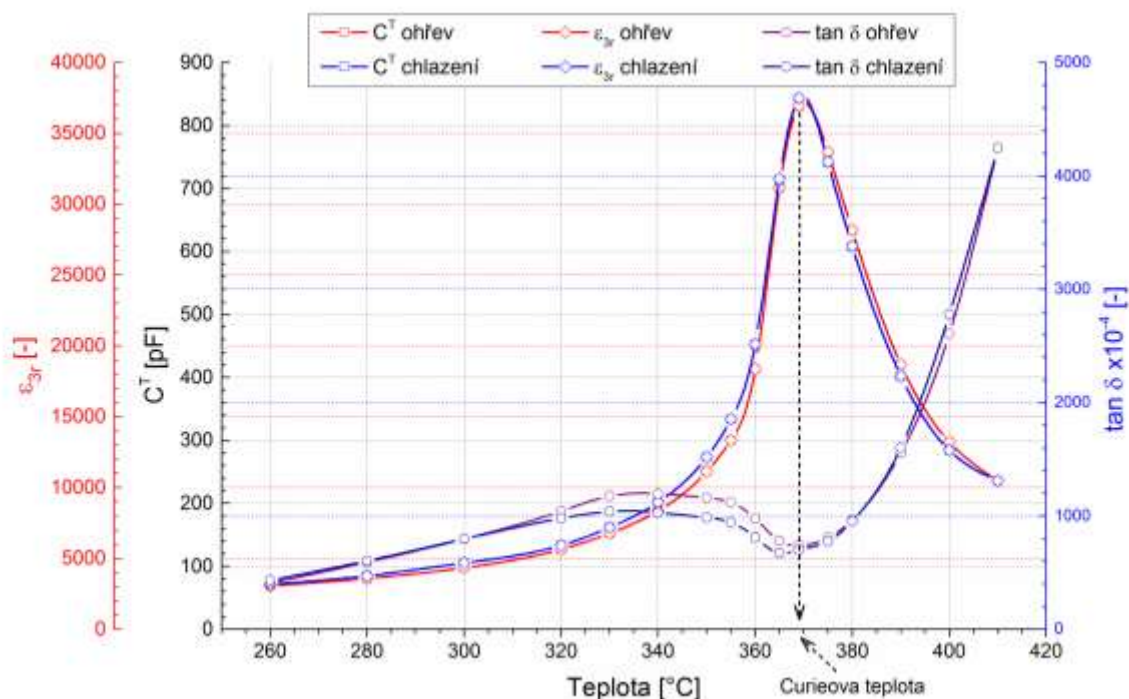
Obr. 12.7 Proces měření fázového přechodu (Curieovy teploty) piezoelektrické keramiky na rozsahu teplot od 260 do 410 °C.

Před samotným měřením bylo třeba zohlednit časovou konstanta měřeného vzorku, neboli jak dlouho bude nutné nechat vzorek temperovat na dané teplotě, aby bylo zajištěno prohřátí celého objemu elementu. V současnosti je většina měření realizována pomocí teplotní rampy, kde se nebere v potaz časová konstanta elementu a za Curieovu teplotu je automaticky považována teplota při maximální hodnotě kapacity během chladnutí. Správná hodnota přitom závisí na rychlosti ohřevu případně chlazení elementu, dále na objemu teplotní komory a rychlosti a výkonu topného systému. Curieova teplota se správně pohybuje mezi maximální hodnotou kapacity při ohřevu a ochlazení elementu. Další chyba nastává v případě nevhodného umístění teplotního snímače, kdy hodnota z teploměru nemusí souhlasit s hodnotou na měřeném elementu. Příklad průběhu teplotní závislosti kapacity C^T , relativní permitivity ϵ_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 je zobrazen na obrázku 12.8. Vzorek byl nejprve ohříván z pokojové teploty 25 °C do teploty 410 °C dle nastavené teplotní rampy 2 °C·min⁻¹ a zpětně byl ochlazován stejnou rychlostí jako při ohřevu na teplotu 25 °C. V grafu je zobrazen pouze rozsah od 260 do 410 °C, kde docházelo největšímu nárůstu hodnoty kapacity C^T respektive relativní permitivity ϵ_{3r} .



Obr. 12.8 Závislost kapacity C^T , relativní dielektrické permitivity ϵ_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 na teplotě při ohřevu z 260 do 410 °C a zpětném ochlazení na 260 °C, pro nastavenou teplotní rampu 2 °C·min⁻¹.

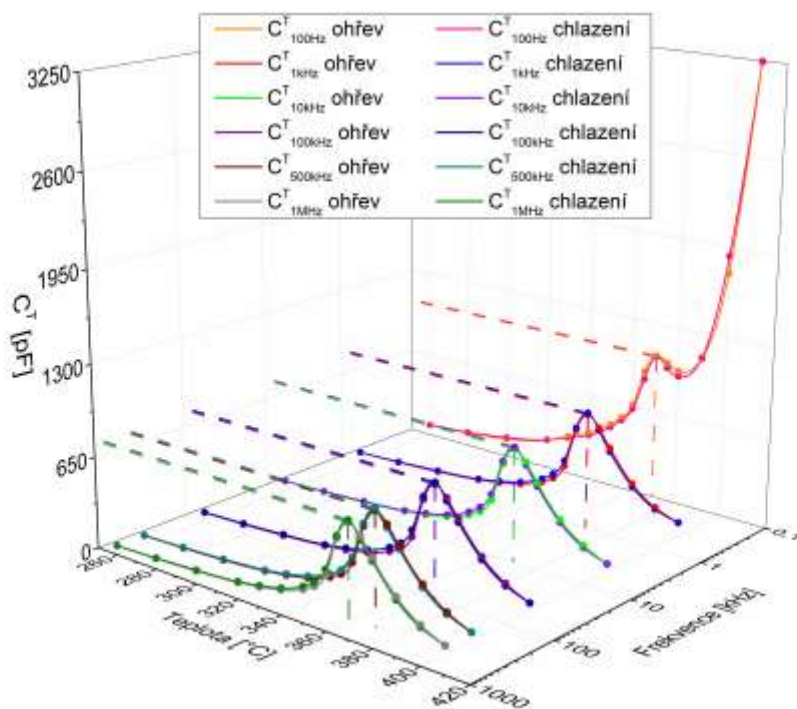
Ve druhém případě byl měřený vzorek zahříván postupně krok po kroku a na každé hodnotě byl temperován minimálně 20 minut pro stabilizaci jeho parametrů. Materiál byl nejprve teplotně stabilizován na 260 °C, poté postupně ohříván do 410 °C a následně opět krok po kroku ochlazován na teplotu 260 °C. Oproti ohřevu rampou by neměl při krokovém ohřevu a ochlazení elementu nastat takový rozdíl v hodnotách Curieovy teploty. Výsledná závislost C^T , ε_{3r} a $\tan \delta$ na teplotě pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 je zobrazena na obrázku 12.9.



Obr. 12.9 Závislost kapacity C^T , relativní dielektrické permitivity ε_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 na teplotě při ohřevu z 260 do 410 °C a zpětném ochlazení na 260 °C, pro postupný ohřev a ustálení na jednotlivých aktuálních teplotách.

V případě nastavení krokové změny teploty je Curieova teplota dle měření rovna 370 °C oproti ohřevu rampou, kde je hodnota při ohřevu rovna 376 °C a při ochlazení 362 °C. Obě vyzkoušené metody dosahují podobné přesnosti, výsledný rozdíl teplot není z pohledu klasického využití materiálu významný. Výraznější rozdíl by mohl vzniknout při volbě vyšší rychlosti ohřevu rampou, nebo snímání referenční teploty na nevhodném místě v teplotní komoře.

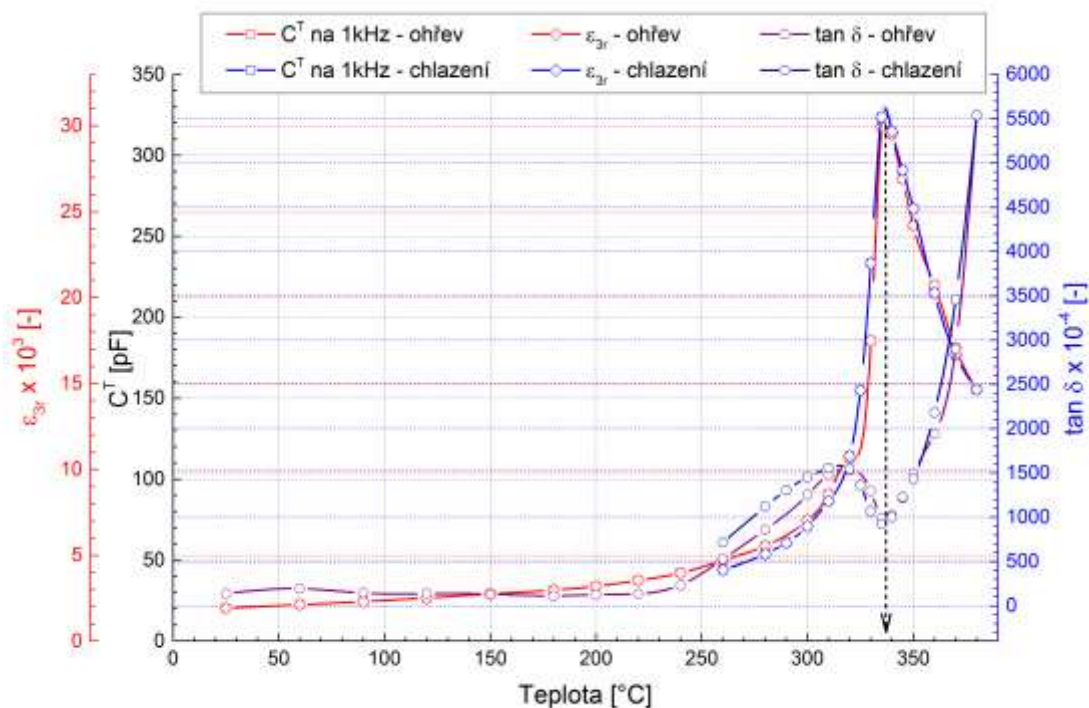
Dle evropské i světové normy se hodnota kapacity C^T měří hluboko pod rezonanční frekvenci na 1 kHz. Je-li požadováno měření kapacity i na jiných kmitočtech, je třeba počítat při volbě frekvence s posunem rezonance vlivem zvyšování teploty. Zvolené frekvence, na kterých jsou kapacita a ztrátový činitel měřeny, by se proto neměly pohybovat blízko rezonančnímu kmitočtu. Na základě těchto poznatků bylo realizováno měření závislosti kapacity na teplotě pro frekvence 100, 1k, 10k, 100k, 500k a 1 MHz na válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51. Výsledný průběh závislosti kapacity C^T pro různé frekvence na teplotě je zobrazen na obrázku 12.10. Měření bylo realizováno postupným nastavováním teploty od výchozí stabilní hodnoty 260 °C až do 410 °C a následném ochlazení na 260 °C. Výsledné průběhy dokládají minimální rozdíl v hodnotách Curieovy teploty při splnění podmínky volby hodnoty frekvencí mimo rezonanční frekvence a jejich vyšší harmonické.



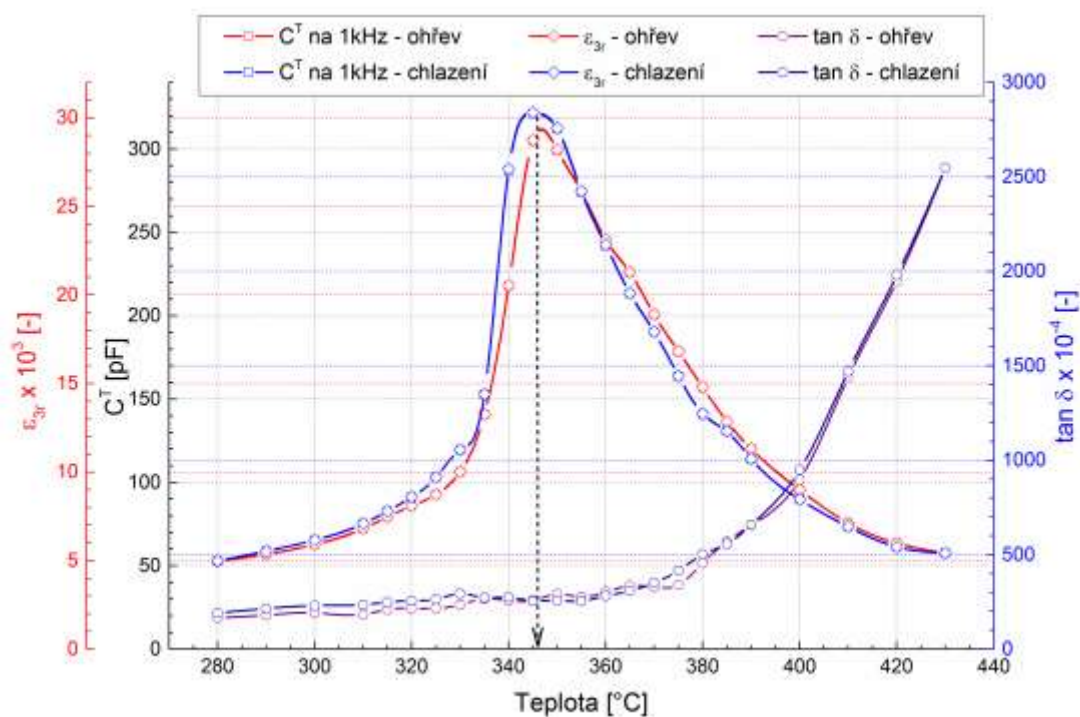
Obr. 12.10 Závislost kapacity C^T na frekvencích 100, 1k, 10k, 100k, 500k a 1MHz u válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 na teplotě při ohřevu z 260 do 410 °C a zpětném ochlazení na 260 °C, pro postupný ohřev a ustálení na jednotlivých aktuálních teplotách.

Po vyhodnocení prvotních měření Curieovy teploty staršího typu PCM51 byl zřejmý minimální rozdíl oproti hodnotě uváděné v katalogovém listu keramiky, která byla s tolerancí $\pm 5 \%$ rovna 340 °C. Oproti naměřenému rozmezí 338 ± 8 °C, přesná hodnota závisí na daném složení měřené šarže keramiky. Na základě těchto výsledků bylo provedeno nezávislé měření teplotní závislosti na pracovišti Ústavu fyziky Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, dle schématu zobrazeného na obrázku 10.4. Pro porovnání průběhů teplotních závislostí zobrazených na obrázcích 12.11 a 12.12 byl zvolen váleček $\varnothing 3 \times 5,6$ mm z keramiky PCM51. Váleček byl nejprve měřen frekvenční metodou dle schématu zapojení na obrázku 10.2 v rozsahu teplot od 25 do 380 °C a zpětně při ochlazení na 260 °C, jak je zobrazeno na obrázku 12.11. Na každé nastavené teplotě je váleček temperován do doby ustálení kapacity C^T na aktuální teplotě. Nastavená teplota byla během měření kontrolována externím teploměrem. Výsledná hodnota Curieova bodu je rovna 337 ± 8 °C.

Během druhého kontrolního měření byl váleček měřen po náběhu teploty od 280 do 430 °C a během zpětného ochlazení na 280 °C. Na každé nastavené teplotě byl vzorek temperován 30 minut. Výsledná závislost na obrázku 12.12 je vztažena k teplotě nastavené na regulátoru muflové pece. Pro kontrolu byl do pece umístěn termočlánek typ K, který však udával během celého měření průměrně vyšší teplotu o 15 až 20 °C. To mohlo být způsobeno nevhodným umístěním termočlátku uvnitř pece, např. blízko topné spirály. Použitý typ pece LMH 04/12 disponuje objemem 4 litry s vnitřním prostorem $170 \times 90 \times 275$ mm a teplota uvnitř měřicího prostoru by se měla pohybovat v toleranci $\pm 5 \%$. Hodnota Curieova bodu byla pro toto měření stanovena na 346 ± 18 °C, což se pohybuje v tolerančním rozmezí měřicí metody.



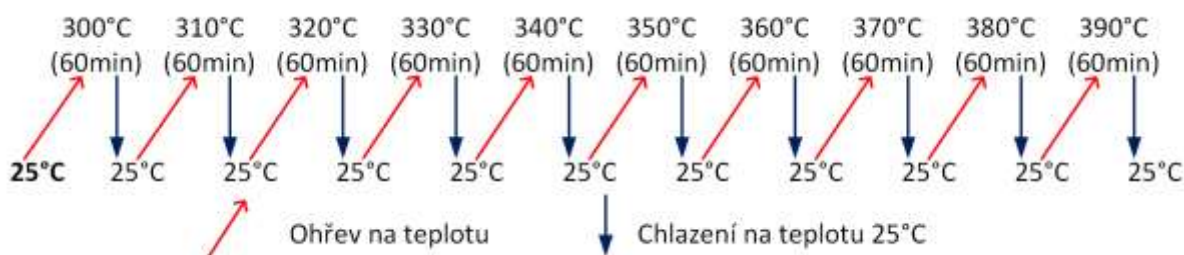
Obr. 12.11 Závislost kapacity C^T , relativní dielektrické permitivity ε_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ válečku $\varnothing 3 \times 5,7$ mm z keramiky PCM51 na teplotě při ohřevu z 25 do 380 °C a zpětném ochlazení na 260 °C, pro postupný ohřev a ustálení na jednotlivých aktuálních teplotách.



Obr. 12.12 Závislost kapacity C^T , relativní dielektrické permitivity ε_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ válečku $\varnothing 3 \times 5,7$ mm z keramiky PCM51 na teplotě při ohřevu z 280 do 430 °C a zpětném ochlazení na 280 °C, pro postupný ohřev a ustálení na jednotlivých aktuálních teplotách. Měřeno na ústavu fyziky Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně.

12.3 Vliv doby ohřevu na ustálení materiálových koeficientů

Po ustálení nastavené teploty v teplotní komoře bylo třeba přičíst čas pro ustálení materiálových koeficientů piezoelektrického elementu. Doba temperování měřených vzorků na jednotlivých teplotách v kalibrační peci byla zvolena dle velikosti daných elementů a aktuální nastavené teploty. Postup stanovení potřebné doby temperování vzorků je zobrazen na zkušebním válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm dle teplotního schéma zobrazeného na obrázku 12.13. Měřený vzorek byl v teplotní komoře umístěn ve vzduchové atmosféře. Pro stanovení skutečné teploty na elementu byl použit digitální teploměr GMH 3230.

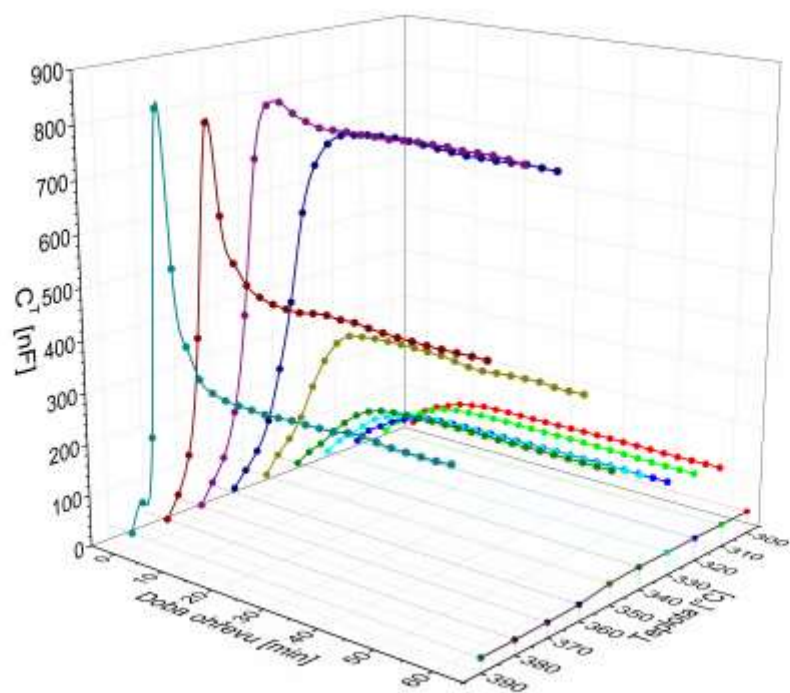


Obr. 12.13 Proces stanovení potřebné doby ohřevu pro stabilizaci materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky na jednotlivých nastavených teplotách.

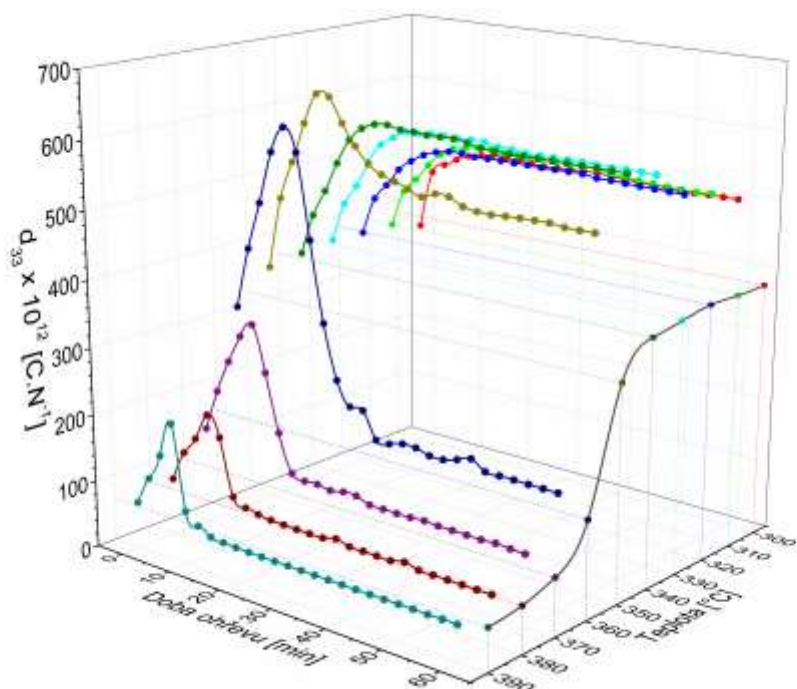
Vzorek byl vložen do teplotní komory GEMINI, kde byla přednastavena požadovaná teplota. Po vložení do komory byly v rozmezí 0 až 60 minut s krokem 2,5 minuty měřeny impedančním analyzátozem Agilent E4294A vstupní parametry pro výpočet materiálových koeficientů. Krok 2,5 minuty byl zvolen s ohledem na dobu potřebnou pro měření na impedančním analyzátoru. Po uplynutí 60 minut byl vzorek z komory vyjmut a vložen do teplotní komory HYPERION, kde byl ochlazen na 25 °C a byly proměřeny jeho elektrické parametry. Teplotní rozsah měření byl nastaven dle hodnot Curieova bodu vzorků PZT keramiky NCE51 respektive PCM51 pohybujících se v rozmezí 300 až 390 °C. Na základě tohoto měření byl sestaven graf závislosti chování keramiky na čase ohřevu, ze kterého je patrné, po jaké době ohřevu v komoře jsou již parametry dostatečně ustáleny.

Na obrázku 12.14 je zobrazena doba ohřevu spolu s potřebným časem k ustálení hodnoty kapacity C^T na aktuální nastavené teplotě. Obrázek doplňuje průběh výsledné hodnoty kapacity C^T měřené vždy po ochlazení a následném ustálení na teplotě 25 °C, který prochází podél teplotní osy po skončení 60-ti minutového měření. Patrný je zejména výrazný vliv v okolí Curieova bodu na hodnoty kapacity C^T , které dosahují svého maxima právě při přechodu Curieova bodu. Oproti původní hodnotě se po ochlazení na 25 °C u kapacity projeví minimální změna. Menší odchylky kapacity C^T po jednotlivých ohřevech mohou být způsobeny odpařením vlhkosti ze vzorků keramiky během ohřevu, částečnou depolarizací nebo trvalou změnou rozměrů po ohřevu.

Výrazněji je konečný vliv teploty patrný na výsledné hodnotě piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} zobrazeného na obrázku 12.15. Jelikož se při výpočtu nábojového koeficientu zohledňuje jednak vliv kapacity tak i rezonančních frekvencí, lze na něm pozorovat vliv částečné depolarizace elementu. Začne-li se teplota blížit k Curieovu bodu, dochází k nevratným změnám nábojového koeficientu, které jsou patrné i po zpětném ochlazení elementu na teplotu 25 °C. Nábojový koeficient dosahuje při ohřevu svého maxima právě na Curieovu bodu, poté začne s nárůstem teploty výrazně klesat. Z grafu je patrná možnost tento koeficient řízeně snižovat na požadovanou hodnotu a tak vytvořit gradient v tloušťce případně délce elementu.



Obr. 12.14 Vliv doby ohřevu válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51 na kapacitu C^T měřenou na 1 kHz pro teplotní rozsah 300 až 390 °C.



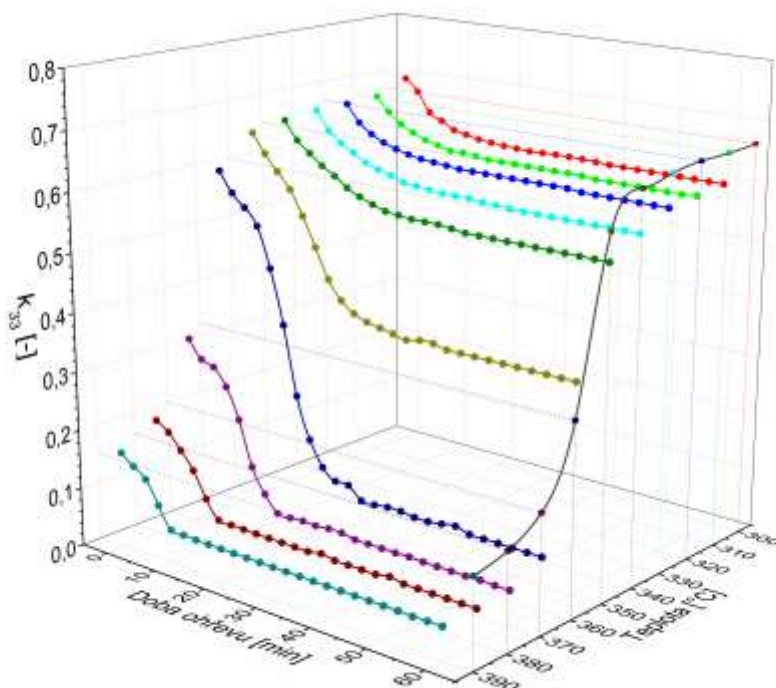
Obr. 12.15 Vliv doby ohřevu válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51 na nábojový koeficient d_{33} pro teplotní rozsah 300 až 390 °C.

Při přechodu přes oblast morfortropní fázové hranice do tetragonální a poté do kubické struktury, dochází k maximálnímu nárůstu hodnot piezoelektrického nábojového koeficientu. Jelikož při přiblížení k Curieově teplotě neboli kubické fázi dochází vlivem výrazného růstu kapacity na teplotě současně k nárůstu nábojového koeficientu. Po překročení Curieova bodu dochází k následnému poklesu nábojového koeficientu spolu s poklesem kapacity až do úplné depolarizace a ztráty piezoelektrických vlastností materiálu. Oproti tomu dále popsany elektromechanický koeficient s rostoucí teplotou klesá v celém rozsahu vlivem vzájemného přiblížení rezonanční a antirezonanční frekvence.

Přímý vliv ohřevu na rezonanční a antirezonanční frekvenci daného materiálu je možné sledovat na podélném elektromechanickém koeficientu k_{33} , který je počítán přímo z rezonanční a antirezonanční frekvence.

$$k_{33}^2 = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_r}{f_a} \cdot \tan\left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{f_a - f_r}{f_a}\right) \quad (12.1)$$

Tak jako u nábojového koeficientu d_{33} dochází k výraznému poklesu i u elektromechanického koeficientu k_{33} v okolí Curieova bodu. Průběh poklesu je zobrazen na obrázku 12.16. Během nárůstu teploty dochází jak ke snížení rozdílu mezi rezonanční a antirezonanční frekvencí, tak i ke snížení hodnoty impedance při antirezonanční frekvenci. Tento jev je přímo úměrný růstu teploty a je-li PZT element ohříván na Curieovu teplotu dochází k trvalým změnám rezonanční i antirezonanční frekvence až do úplného zániku rezonance, tedy i piezoelektrických vlastností materiálu.



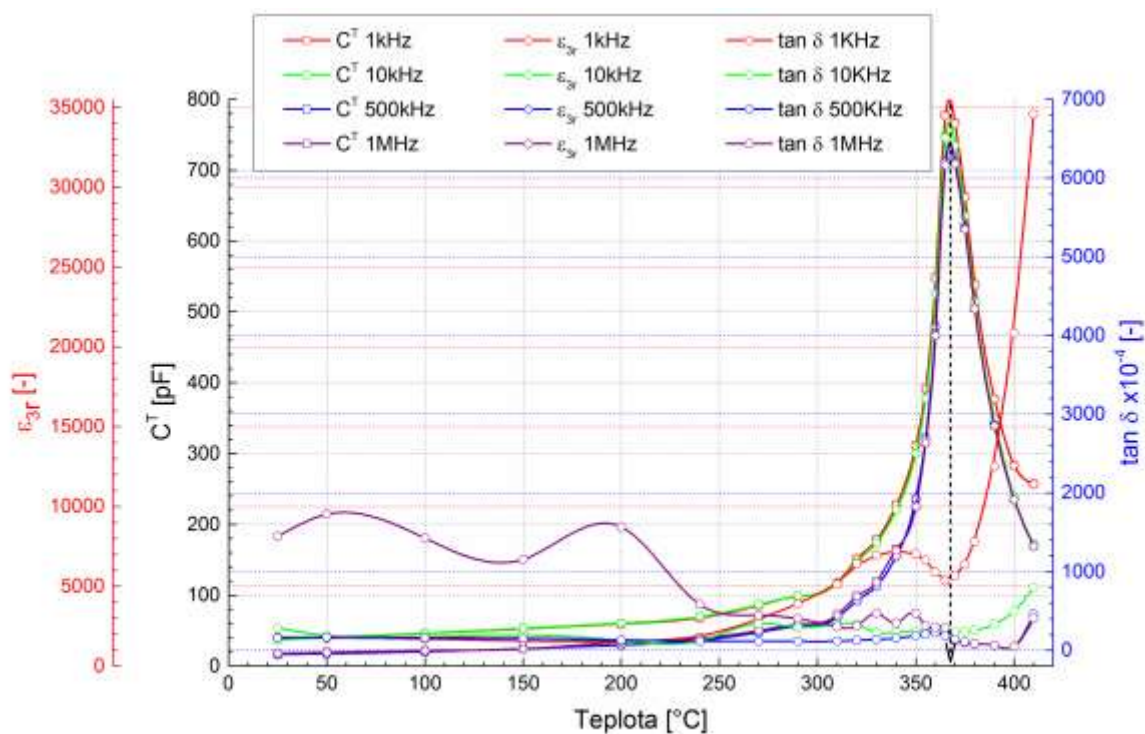
Obr. 12.16 Vliv doby ohřevu válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51 na podélný elektromechanický vazební koeficient k_{33} pro teplotní rozsah 300 až 390 °C.

Na základě výsledků z měření doby potřebné pro ustálení piezoelementu na aktuální nastavené teplotě je možné stanovit dobu potřebnou pro ustálení měřeného elementu $\varnothing 7 \times 15$ mm i dalších geometrických tvarů. Doba potřebná pro ustálení na teplotě se pohybuje mezi 25 až 30 minutami. Po jejím překročení již nedochází k výrazným změnám v chování materiálových koeficientů. Z průběhů na obrázcích 12.14 až 12.16 lze také odhadnout chování keramiky na teplotách v okolí Curieova bodu. Měřený materiál byl výrazně depolarizován na rozhraní teplot 350 až 360 °C. To znamená, že keramiku lze omezeně provozovat i nad Curieovým bodem s ohledem na dobu, po kterou bude materiál teplotě vystaven. Celkovému času temperování bude následně odpovídat výrazné kolísání a následné snížení materiálových koeficientů.

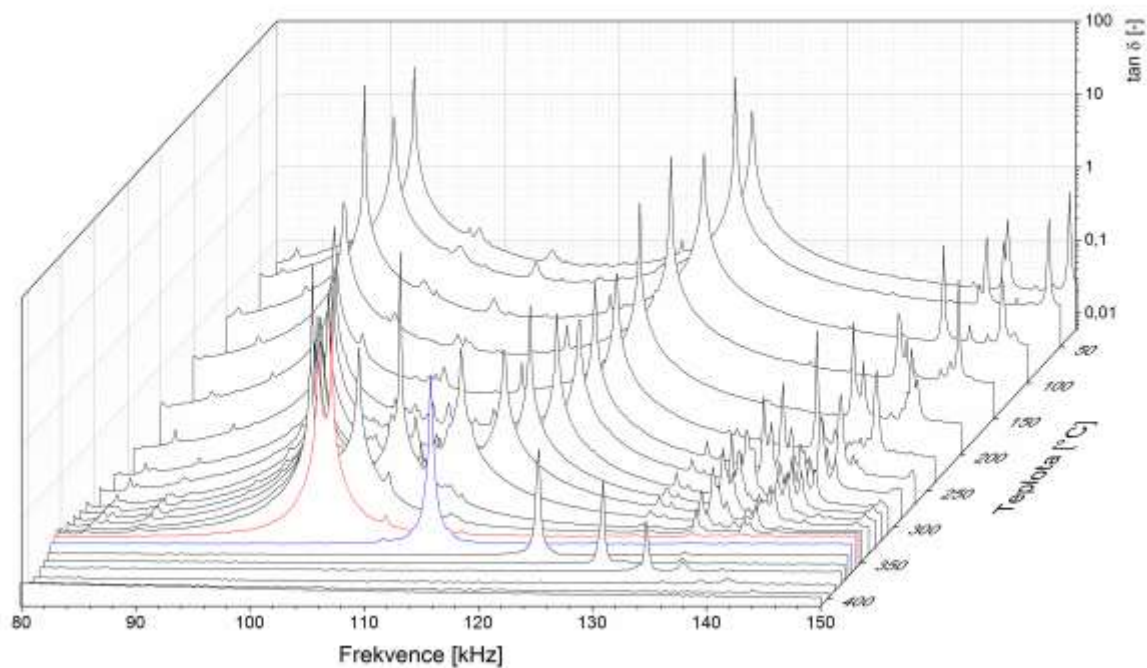
12.4 Měření závislosti materiálových koeficientů při vysokých teplotách převyšujících Curieův bod PZT keramiky

Měření teplotní závislosti keramiky do hodnot nad Curieovou teplotu, lze realizovat pouze pomocí postupného ustalování teploty krok po kroku. Měření pomocí teplotní rampy by bylo zatíženo chybou způsobenou nedostatečným ustálením elementu na nastavené teplotě. Na základě předchozích měření byla potřebná minimální doba pro ustálení na aktuálně nastavené teplotě rovna 20 až 25 minutám. V tomto případě byl měřicí krok stanoven dle předchozího měření Curieovy teploty na válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm, jemnější krok byl nastaven v okolí 365 °C. Pro nové měření je však potřeba piezokeramiku opět polarizovat nebo použít jiný vzorek ze stejné šarže. Závislost na teplotě byla opět měřena v teplotní komoře GEMINI pomocí měřicích kleští zobrazených na obrázku 10.3. Výsledkem měření jsou teplotní závislosti piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů při běžných pracovních podmínkách keramiky, ale současně i chování koeficientů při fázovém přechodu z oblasti morfolotropní fázové hranice a tetragonální struktury do kubické fáze. Nejzřetelnější je právě přechod do kubické krystalové struktury, který bývá spojen s Curieovým bodem. Z pohledu řízené depolarizace a matematických modelů je toto měření důležité vzhledem k předpokladu predikovatelného vývoje koeficientů během částečného ohřevu do vysokých teplot. Jako vstupní parametry pro výpočet materiálových koeficientů byly naměřeny závislosti impedance, fáze a ztrátového činitele ve frekvenčním spektru zahrnujícímu podélné typy kmitů. Z těchto průběhů byly stanoveny hodnoty rezonanční a antirezonanční frekvence. U válečku jsou proměřeny hodnoty kapacity C^T jednak na 1 kHz ale současně na 10k, 500k a 1 MHz a ztrátový činitel $\tan\delta$ na obdobných hodnotách frekvence. Frekvence jsou voleny tak, aby nedocházelo k prolínání s rezonanční frekvencí ani vyššími harmonickými frekvencemi. Průběh závislosti kapacity C^T a ztrátového činitele na frekvenci je zobrazený na obrázku 12.17, dle tohoto průběhu lze předpokládat fázový přechod do kubické krystalové struktury na teplotě 368 ± 8 °C.

Při měření impedanční charakteristiky je výhodné současně měřit i hodnotu ztrátového činitele, který dosahuje svého maxima právě na rezonanční a antirezonanční frekvenci při nulové hodnotě fáze, v tomto případě u podélných kmitů válečku. Postupným vzájemným přibližováním rezonanční a antirezonanční frekvence dochází současně i ke snižování a přibližování maxim ztrátového činitele. Jak zobrazuje obrázek 12.18 lze z průběhu frekvenční závislosti ztrátového činitele $\tan\delta$ na teplotě odvodit přechod do kubické fáze piezoelektrické keramiky. Překročení Curieova bodu na rozmezí 365 °C a 370 °C je vyznačeno přechodem z červené na modrou barvu. I po tomto přechodu materiál stále vykazuje slabé piezoelektrické vlastnosti, které jsou ztraceny až v blízkosti 390 °C.



Obr. 12.17 Teplotní závislost kapacity C^T , relativní dielektrické permitivity ϵ_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ na frekvencích 1k, 10k, 500k, a 1MHz pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51 v rozmezí 25 až 410 °C.



Obr. 12.18 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\tan \delta$ na teplotě pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 30 do 410 °C.

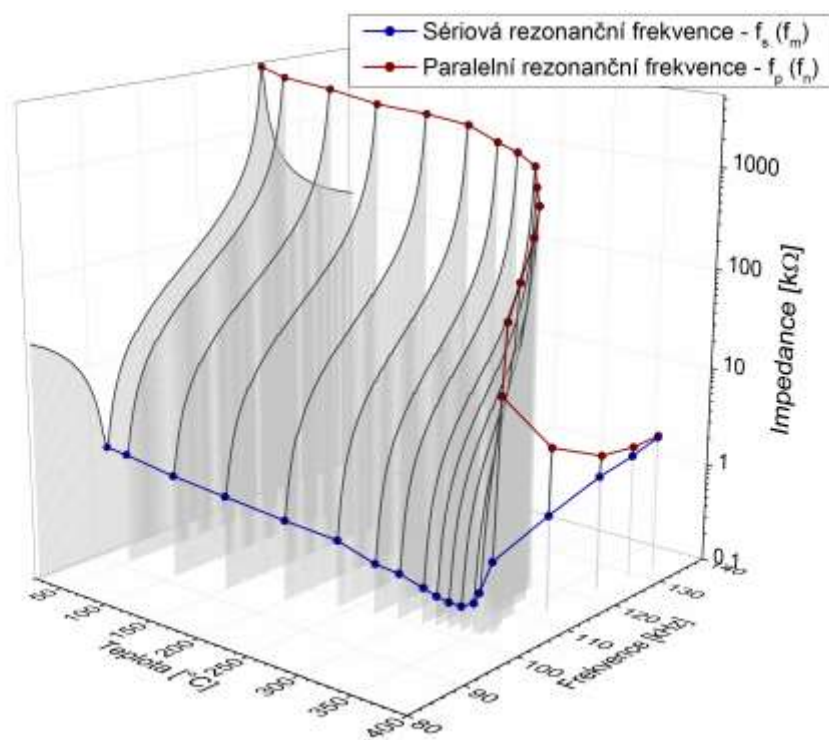
Hodnoty rezonance patří spolu s kapacitou C^T mezi základní vstupní parametry pro výpočet materiálových koeficientů. Jejich závislosti na teplotě se tedy projeví i u ostatních koeficientů. Jak již bylo řečeno, maxima ztrátového činitele na obrázku 12.18 odpovídají rezonanční a antirezonanční frekvenci měniče, přímá závislost rezonanční a antirezonanční frekvence je pak zobrazena na obrázku 12.19. Jedná se o podélný typ kmitů u válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm, u kterého jsou hodnoty rezonance dobře měřitelné v celém rozsahu nastavených teplot. Dále budou popsány případy, ve kterých není průběh rezonancí na teplotě tak jednoznačně dán. Obzvláště se jedná o tloušťkové typy kmitů. Dle zobrazených průběhů na obrázcích 12.19 a 12.20 s rostoucí teplotou dochází k vzájemnému přibližování obou frekvencí až do zániku po překročení Curieova bodu. Tento předpoklad potvrzuje klesající trend podélného elektromechanického faktoru k_{33} , jehož hodnota udává šířku pásma mezi rezonancí a antirezonancí (obrázek 12.21).

U následujících teplotních závislostí je pro hodnotu rezonanční frekvence používán zkrácený tvar f_s při minimální hodnotě impedance a tvar f_p pro antirezonanční frekvenci při maximální hodnotě impedance. Zkrácené tvary f_s a f_p byly zvoleny pro snadnější interpretaci oproti tvarům f_m a f_n , které nejsou v literatuře tak často uváděny. Všechny koeficienty jsou tedy počítány ze vstupních hodnot rezonance a antirezonance při minimální hodnotě respektive při maximální hodnotě impedance.

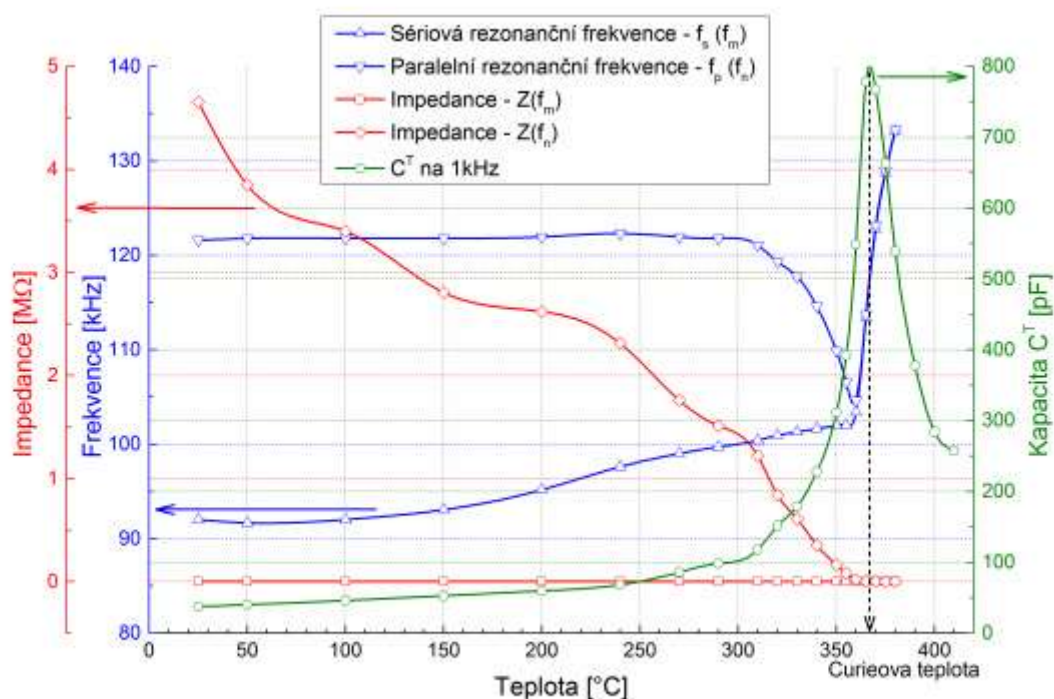
Hodnota f_p oproti f_s začíná výrazně klesat již po překročení 310°C , což může být způsobeno blížícím se přechodem do kubické fáze nebo vzájemným přechodem mezi monoklinickou a tetragonální fází. Tyto vzájemné přechody nejsou pomocí elektrických měřicích metod v současné literatuře jednoznačně definovány. Nejčastěji jsou fázové přechody popsány na základě metody rentgenové difraktometrie měřené na tenkých vrstvách práškových vzorků, tato metoda je popsána v kapitole 12.6.

S poklesem f_p souvisí i klesající trend impedance měřené při antirezonanci $Z(f_n)$, oproti impedanci na rezonanční frekvenci $Z(f_m)$ jejíž hodnota se mění minimálně v celém rozsahu. Samotná rezonance tedy i hodnoty f_s a f_p zanikají až při teplotě 390°C . Přechod do kubické fáze tedy nezpůsobí skokovou změnu případně okamžitou ztrátu piezoelektrických vlastností materiálu. Teplotní závislost hodnot sériové f_s a paralelní f_p rezonanční frekvence, respektive rezonanční a antirezonanční frekvence současně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_n)$, je zobrazen na obrázku 12.20. Pro kontrolu je souběžně vyneseno průběh kapacity C^T na teplotě pro udání přesné hodnoty Curieova bodu.

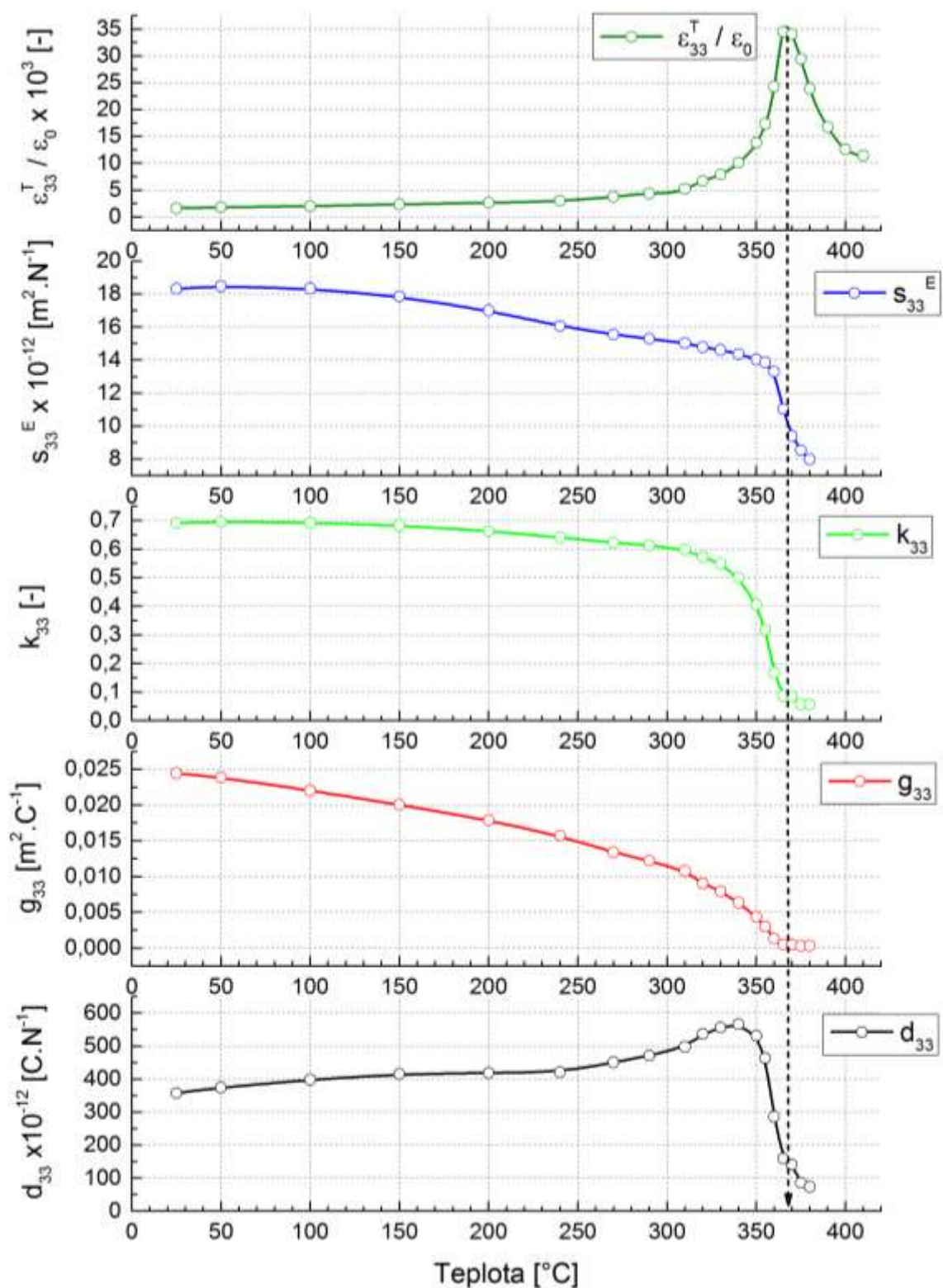
Keramika NCE51 je stabilní do teploty přibližně 300°C . Nad touto hodnotou začne docházet k výrazným změnám na kapacitě C^T , rezonanční a antirezonanční frekvenci, což se projeví na podélném elektromechanickém, elastickém, nábojovém a napětovém koeficientu. Na teplotních průbězích materiálových koeficientů na obrázku 12.21 je vidět, že první přechod nastal již při 340°C . Ten může představovat přechod přes morfotropní fázovou hranici do tetragonální fáze. Současně se začíná projevovat blížící se přechod do kubické fáze, při kterém dochází k výraznému ovlivnění materiálových koeficientů. Krystalová struktura přechází z tetragonální a rychlým oddálením od morfotropní fázové hranice začíná nábojový koeficient prudce klesat. Fázový přechod na kubickou strukturu připadá dle relativní dielektrické permitivity na 368°C . Z pohledu řízené depolarizace je teplota 340°C důležitá, jelikož po překročení této hodnoty se již materiálové koeficienty nevracejí na své původní hodnoty.



Obr. 12.19 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 410 °C pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51.

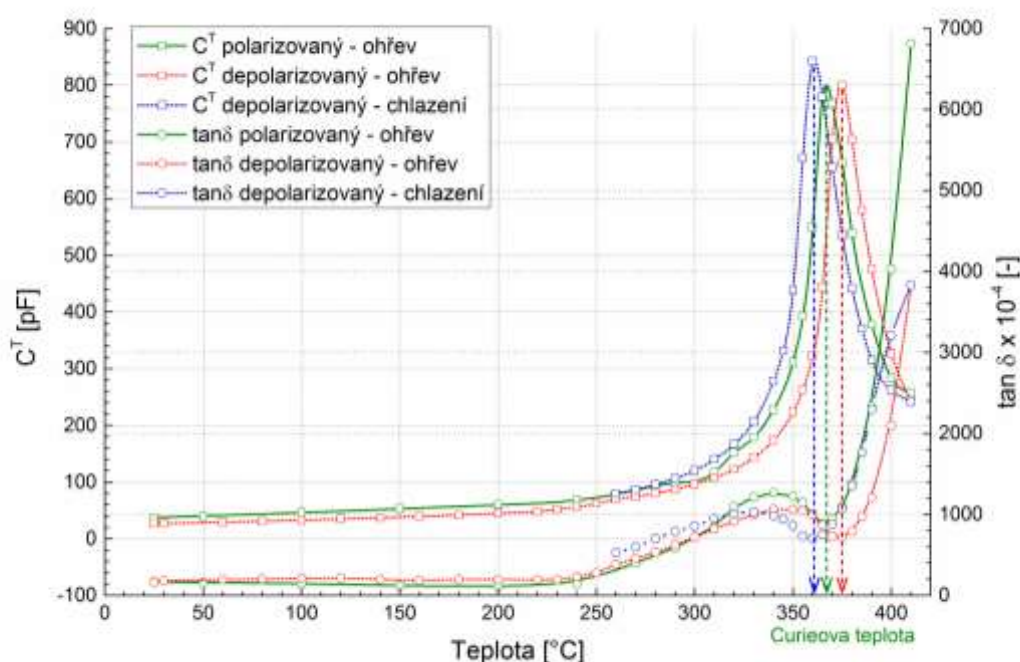


Obr. 12.20 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_p rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_n)$ a průběhem kapacity C^T na 1 kHz. Měření pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 30 do 410 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.



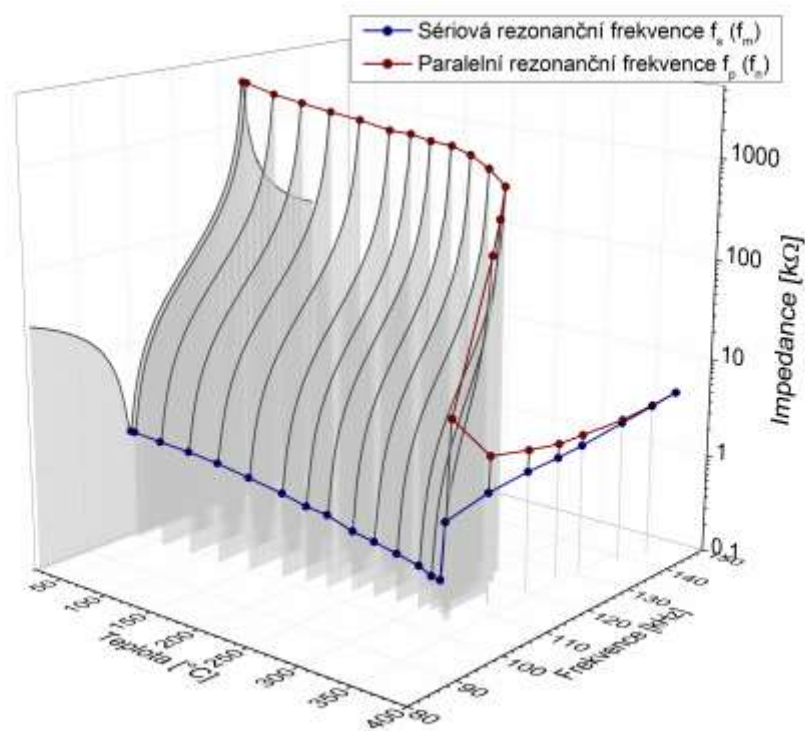
Obr. 12.21 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ϵ_{33} , elastického koeficientu s_{33}^E , podélného elektromechanického faktoru k_{33} , napětového g_{33} a nábojového d_{33} koeficientu). Měření pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 25 do 410 °C.

K vyloučení vlivu polarizace na fázový přechod materiálu byl původní polarizovaný vzorek, na kterém byla proměřena teplotní závislost zobrazená na obrázcích 12.17 až 12.21, po depolarizaci opět proměřen. Výsledný průběh na obrázku 12.22 zobrazuje závislost kapacity C^T a ztrátového činitele na rozsahu teplot při ohřevu od 25 do 410 °C a zpětném ochlazení na 260 °C. Původní měření při stanovení základní závislosti materiálových koeficientů bylo realizováno postupným ohřevem a temperováním po dobu 20 minut. U následujícího měření na depolarizovaném elementu byla zvolena metoda teplotní rampy 2 °C·min⁻¹. Tím bylo stanoveno rozmezí pro určení Curieova bodu. Dle předpokladů se původní hodnota nachází mezi Curieovou teplotou získanou při ohřevu a ochlazení elementu. Samotná depolarizace na fázový přechod materiálu výrazný vliv nemá, přechod je především stanoven složením nikoliv polarizací piezoelementu. Nezáleží tedy, jestli je hodnota Curieovy teploty měřena na polarizovaném nebo depolarizovaném keramickém vzorku.

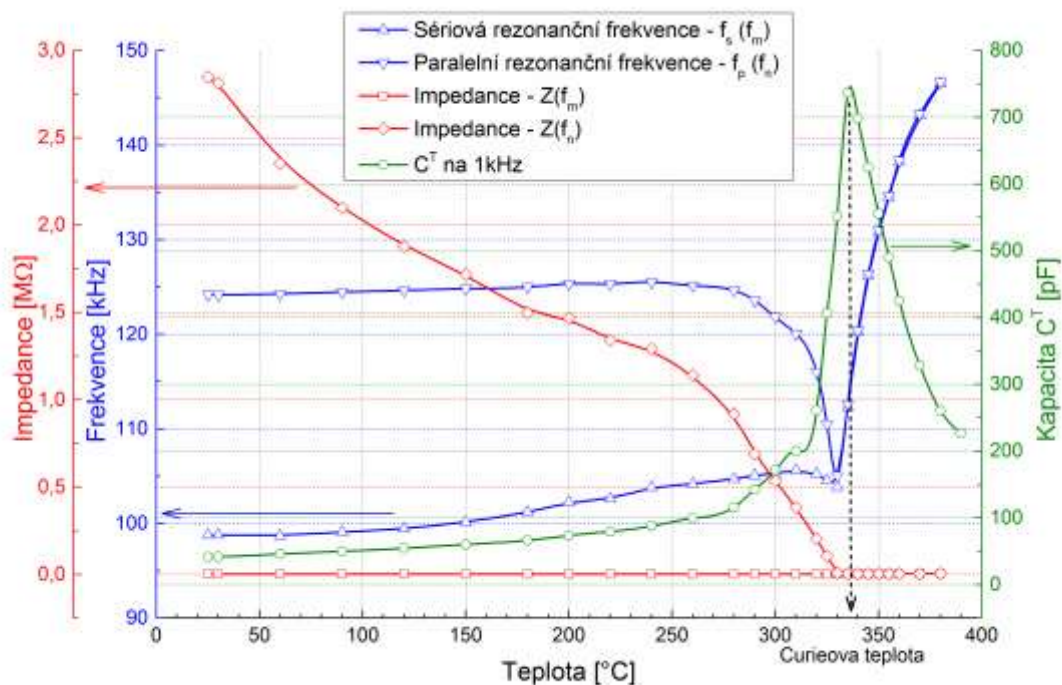


Obr. 12.22 Průběh kapacity C^T a ztrátového činitele $\tan \delta$ na 1 kHz v rozmezí teplot od 25 do 410 °C pro polarizovaný a depolarizovaný váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51.

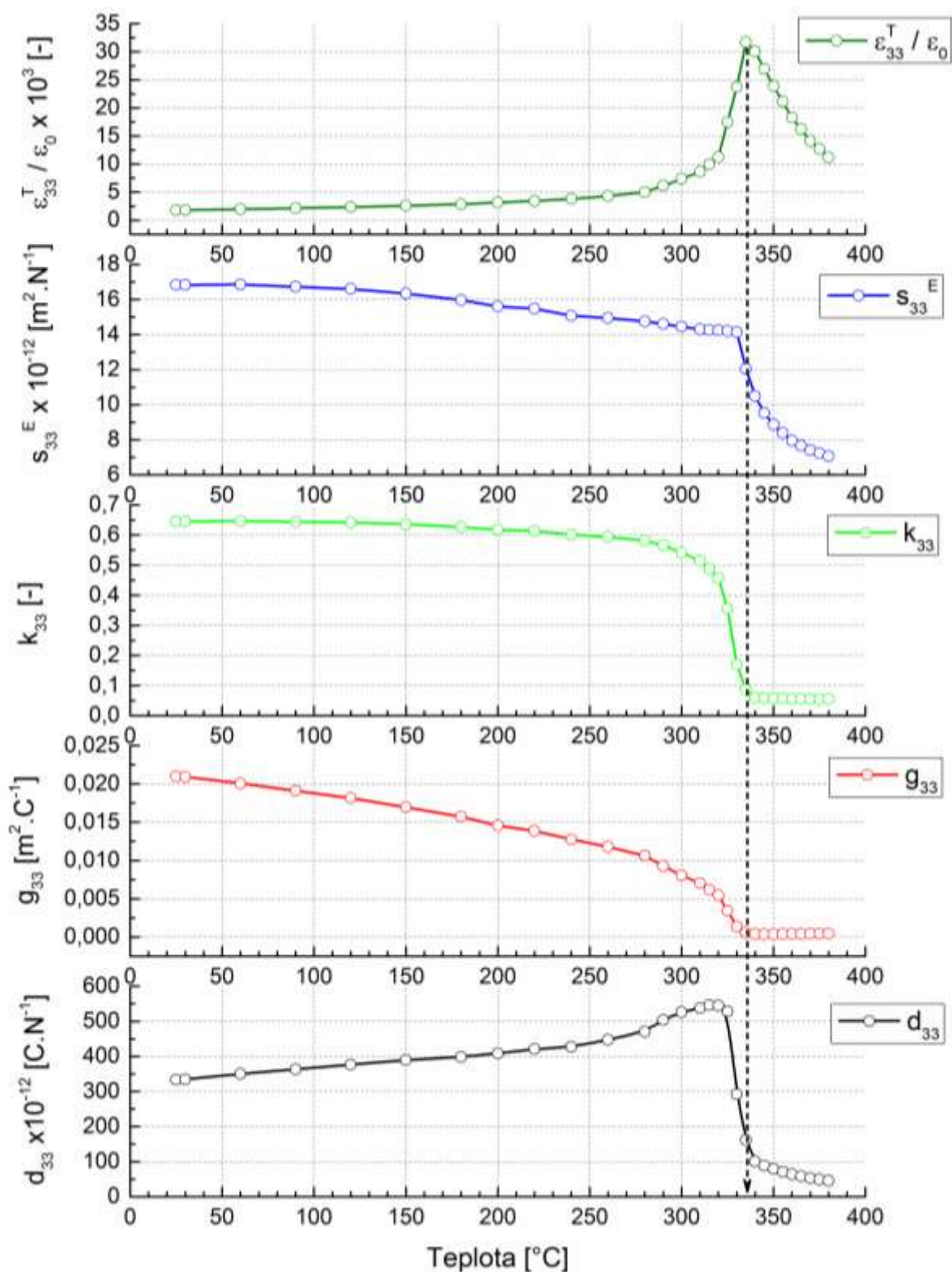
Při změně poměru mezi PbZrO_3 a PbTiO_3 dochází současně ke změně hodnot některých materiálových koeficientů, především Curieovy teploty. Na obrázku 12.23 až 12.25 jsou zobrazeny závislosti materiálových koeficientů keramiky PCM51 na teplotě v rozsahu od 25 do 390 °C. Pro typ PCM51 dochází k přechodu do kubické fáze v okolí 335 až 340 °C. Materiál je stabilní do teploty 290 ± 10 °C. Po překročení těchto hodnot již dochází k výrazným změnám jak rezonanční frekvence, tak kapacity C^T a postupně se začne projevovat částečná depolarizace keramiky. Na tento stav reagují změnou jak dielektrické, elastické tak piezoelektrické koeficienty. Při překročení 320 °C se materiál vzdaluje od morfotropní fázové hranice a přes tetragonální strukturu přechází do kubické fáze. To se projeví výrazným poklesem nábojového koeficientu, který prudce klesá až do úplného přechodu na kubickou fázi, kde téměř zaniká. Při řízené depolarizaci se po překročení teploty 320 °C hodnoty materiálových koeficientů již nevracely na své původní hodnoty.



Obr. 12.23 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 390 °C pro váleček $\varnothing 7 \times 14,5$ mm z PZT keramiky PCM51.



Obr. 12.24 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_p rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_n)$ a průběhem kapacity C^T na 1 kHz. Měření pro váleček $\varnothing 7 \times 14,5$ mm z PZT keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 30 do 390 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.



Obr. 12.25 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ϵ_{33} , elastického koeficientu s_{33}^E , podélného elektromechanického faktoru k_{33} , napět'ového g_{33} a nábojového d_{33} koeficientu). Měření pro váleček $\varnothing 7 \times 14,5$ mm z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 25 do 390 °C.

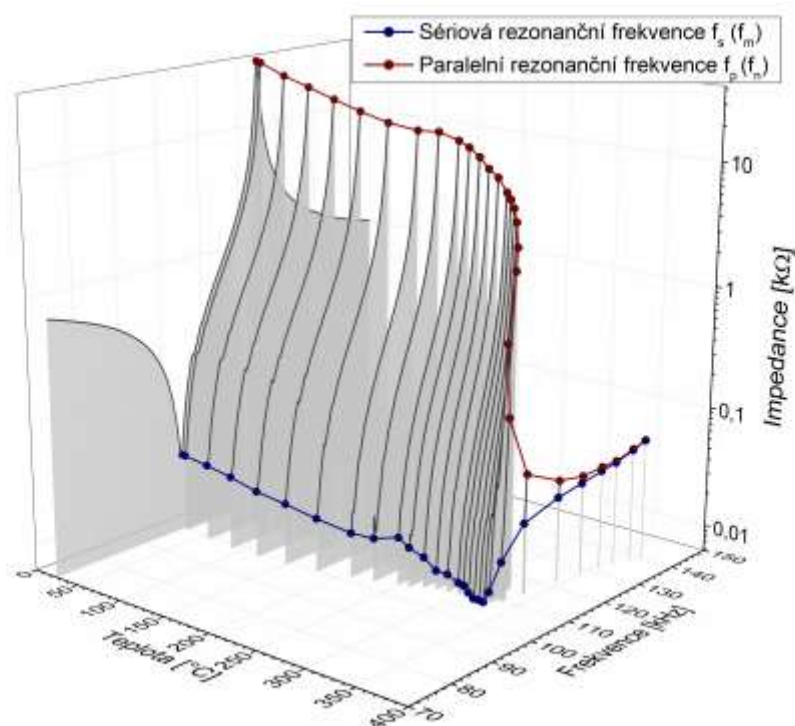
Hlavní rozdíl mezi průběhy u obrázků 12.21 a 12.25 je právě odlišný hmotnostní poměr zirkonu a titanu, který se může projevit na zvýšené hodnotě Curieova bodu a tedy i na přechodu do kubické fáze. U materiálu NCE51 je podíl titanu oproti zirkonu větší než u starší verze PCM51. Případné další rozdíly v chemickém složení obou typů keramik nebyly na základě použitých metod pro stanovení prvkového složení materiálu zjištěny. Materiálové složení dále výrazně ovlivňuje polohu ve fázovém diagramu vůči morfotropní fázové hranici, na které dosahují koeficienty svých maxim. Rozdíl v hmotnostním poměru obou typů keramik není však tak výrazný, aby mu bylo možné rozdíly v hodnotách piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů přisuzovat. Odchytky v jednotlivých hodnotách naměřených na referenční teplotě 25 °C lze spíše přisuzovat chybě metody a případně vlivu geometrických rozměrů, v tomto případě použitých válečků.

Následné kompletní teplotní závislosti tenkého plátku a disku od referenční teploty 25 °C do teploty převyšující Curieův bodu měřeného vzorku jsou uvedeny v příloze práce.

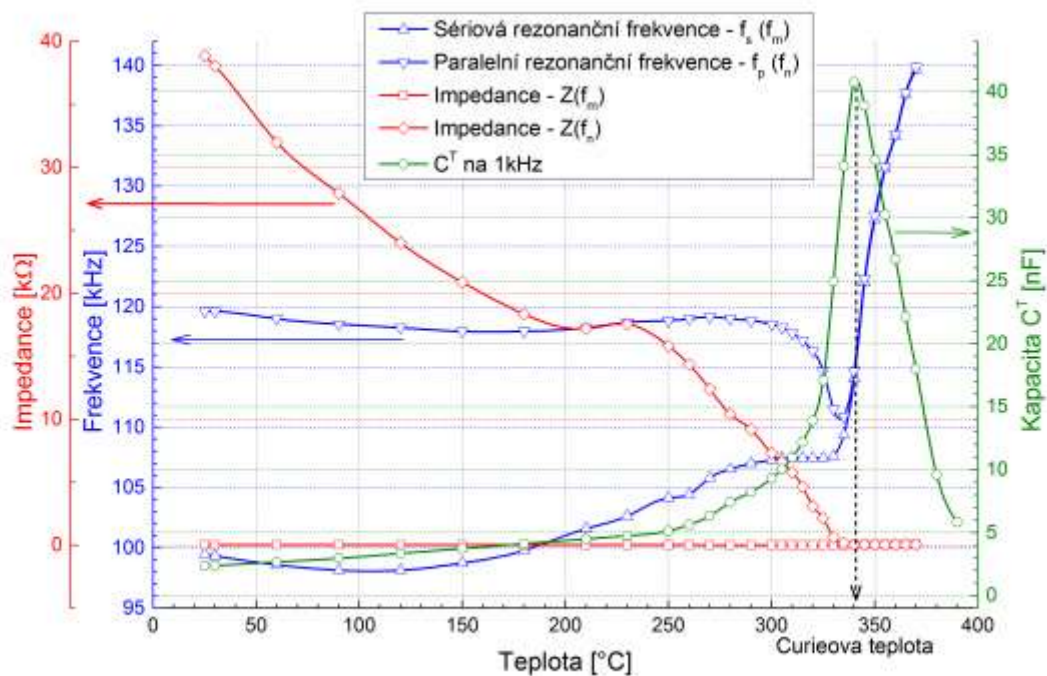
12.5 Měření teplotních závislostí v radiálním a tloušťkovém módu tenkého disku

Je-li měřena teplotní závislost celé matice materiálových koeficientů, musí být proměřeny vzorky určené na příčně podélné, podélné, radiální, tloušťkové a tloušťkově střížné kmity. V některých případech může nastat tzv. zdvojení vrcholů. To znamená, že maximální nebo minimální hodnota impedance ve frekvenčním spektru nemusí být jednoznačně daná. K ovlivnění tloušťkové rezonanční frekvence dochází zpravidla u vzorků měřených v tloušťkovém módu, kde není dostatečný odstup mezi radiální a tloušťkovou rezonancí. Není-li vzorek mechanicky poškozen, jsou častým důvodem vyšší harmonické frekvence navazující na radiální rezonanci, které mohou zasahovat a ovlivňovat průběh impedance v okolí tloušťkové rezonance. Většina automatizovaných systémů pro odečet rezonanční a antirezonanční frekvence je nastavena na měření minimální a maximální hodnoty impedance ve frekvenčním spektru. Jelikož fungují na principu přiřazení rezonanční frekvence k minimální hodnotě impedance a antirezonanční frekvence k maximální hodnotě impedance, může nastat chybný odečet rezonancí, který se dále projeví na výsledných hodnotách koeficientů. Tento problém se projevuje především u tloušťkových typů kmitů u tenkého disku nebo tenkého plátku.

Jako příklad je uvedena teplotní závislost u tenkého disku $\varnothing 20 \times 2$ mm typ PCM51, který je vhodný pro srovnání především díky využití jak v radiálním, tak i v tloušťkovém módu. U tenkého disku je v případě stanovení základních koeficientů doporučeno, aby poměr průměru k tloušťce tenkého disku byl větší nebo roven deseti. To zaručuje, že měření rezonanční a antirezonanční frekvence nebude zatíženo chybou zdvojeného vrcholu. Ve většině těchto případů však není jasné, jak se bude průběh impedance charakteristiky, který je důležitý především pro odečet rezonančních frekvencí, chovat na vyšších teplotách. U radiálních kmitů nebývá v těchto případech problém a průběh impedance na frekvenci nevykazuje žádné jiné maxima nebo minima mimo samotnou rezonanci. Na obrázku 12.26 a 12.27 je zobrazen průběh odečtu rezonanční a antirezonanční frekvence v radiálním módu kmitů tenkého disku. Curieova teplota se v tomto případě pohybuje na rozmezí 340 až 345 °C, k výrazným změnám rezonanční a zejména antirezonanční frekvence dochází již při překročení 300 °C. Nicméně v celém teplotním rozsahu nedochází k chybnému odečtu obou frekvencí.

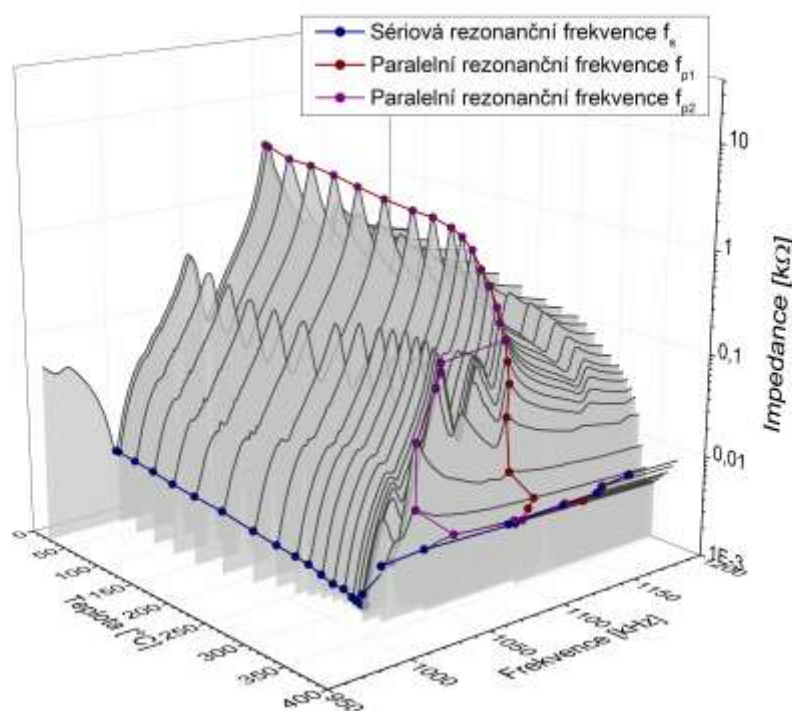


Obr. 12.26 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 390 °C pro radiální kmity tenkého disku $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51.

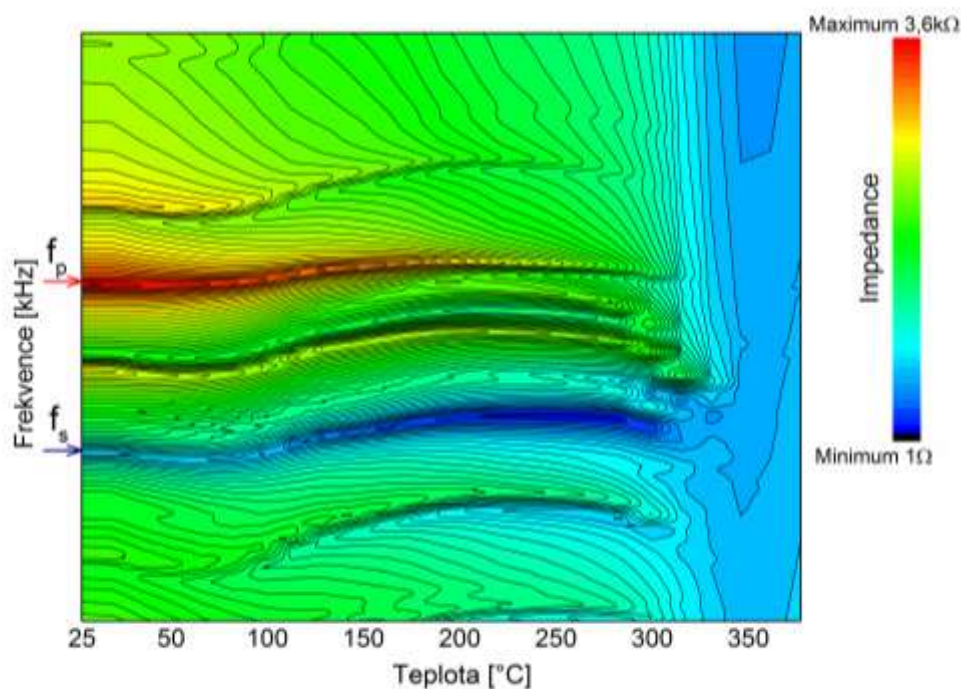


Obr. 12.27 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_p rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_n)$ a průběhem kapacity C^T na 1 kHz. Měření pro tenký disk $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 30 do 390 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.

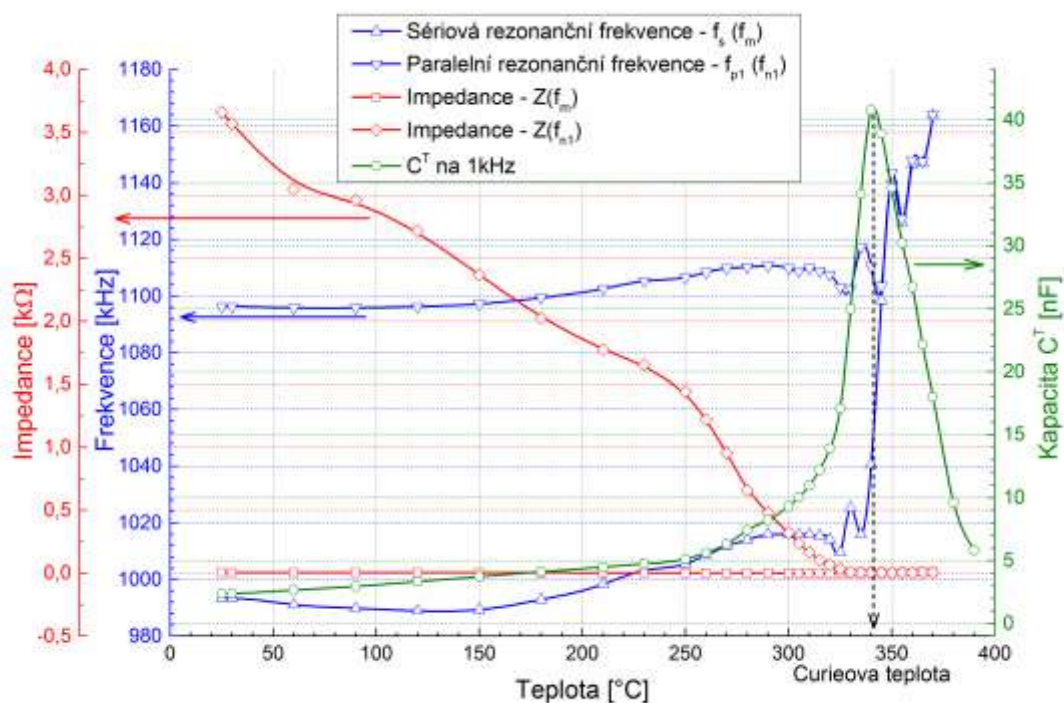
Stanovení tloušťkové rezonanční a antirezonanční frekvence bývá v mnoha ohledech oproti radiálnímu módu mnohem více problematické. Jedná se většinou o vysoké frekvence pohybující se od 1 až do 5 MHz, v některých případech i výše. Kvůli správnému odečtu rezonancí jsou obzvláště na vysokých teplotách kladeny mnohem větší nároky na stínění a konstrukci měřicích kleští. Příklad zobrazených tloušťkových kmitů tenkého disku $\varnothing 20 \times 2$ mm pomocí impedanční charakteristiky je na obrázku 12.28 respektive 12.29 při horním pohledu na jednotlivé průběhy impedančních charakteristik. Je-li vzorek měřen při běžných laboratorních podmínkách na 25 °C, je f_s a f_p vyhodnocena správně dle podmínky minimální impedance na f_s (f_m) a maximální impedance při f_p (f_n). Střední kmitů vyskytující se mezi f_s a f_p se na výsledné hodnotě nijak neprojeví. To však přestává platit po překročení teploty 310 °C. V materiálu již začíná docházet k fázovému přechodu a keramika se postupně depolarizuje, což způsobilo výrazný pokles impedance při antirezonanční frekvenci. Naproti tomu se tento efekt neprojevil u středních kmitů, které se tím staly dominantní oproti správné hodnotě. V mnoha případech pak RLC metry nebo impedanční analyzátory začnou automaticky zaznamenávat hodnotu antirezonanční frekvence, která odpovídá novému maximu impedance ve frekvenčním spektru. To se projeví odečtem nesprávné hodnoty rezonance. Pro potlačení tohoto vlivu je výhodné zobrazit postupný průběh impedančních charakteristik na jednotlivých teplotách, v opačném případě by mohlo dojít k přehlédnutí tohoto jevu. Aby nedocházelo k této chybě je doporučeno neměřit pouze hodnotu rezonanční a antirezonanční frekvence, ale celý průběh impedanční charakteristiky, kde lze dodatečně případné odchylky odhalit a korigovat vůči správné hodnotě. Výsledný efekt především na antirezonanční frekvenci lze porovnat na obrázku 12.30 pro správnou hodnotu f_{p1} a na obrázku 12.31 pro chybnou hodnotu f_{p2} . U správně odečtené hodnoty antirezonanční frekvence nedochází k tak výraznému poklesu frekvence na nižší teplotě, než která odpovídá Curieově bodu.



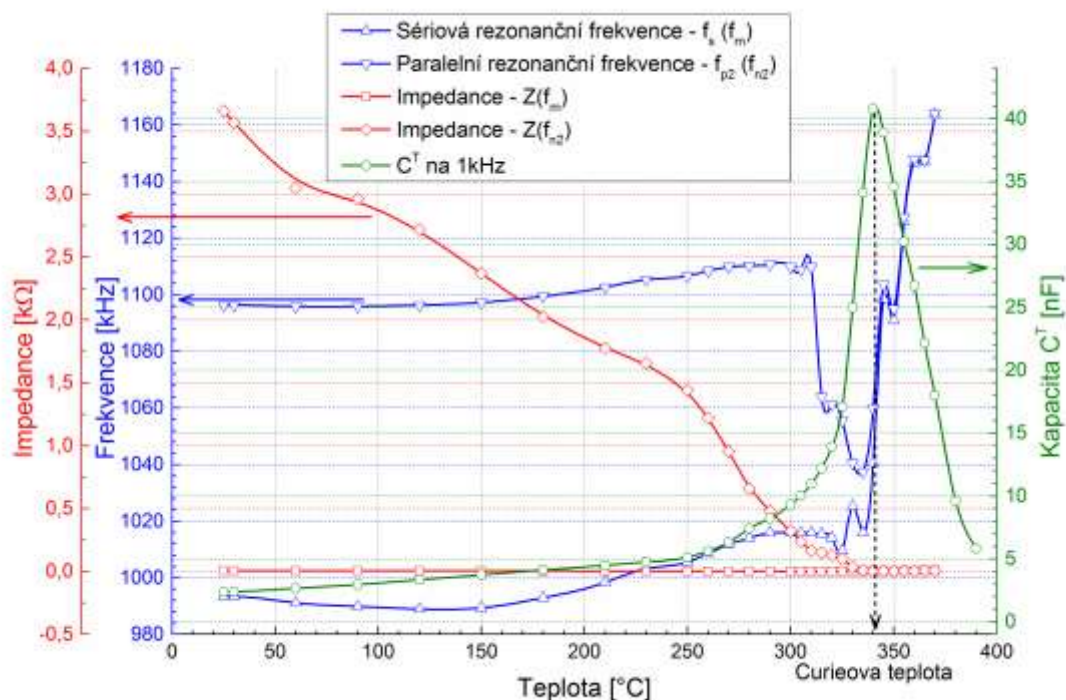
Obr. 12.28 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 390 °C pro tloušťkové kmitů tenkého disku $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51.



Obr. 12.29 Schématické zobrazení průběhů maximálních a minimálních hodnot z impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 390 °C pro tloušťkové kmity tenkého disku $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51. Jedná se o horní pohled na průběhy impedančních charakteristik.



Obr. 12.30 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_{p1} rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$, $Z(f_{n1})$ a průběhem kapacity C^T na 1 kHz. Měření pro tenký disk $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 30 do 390 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.

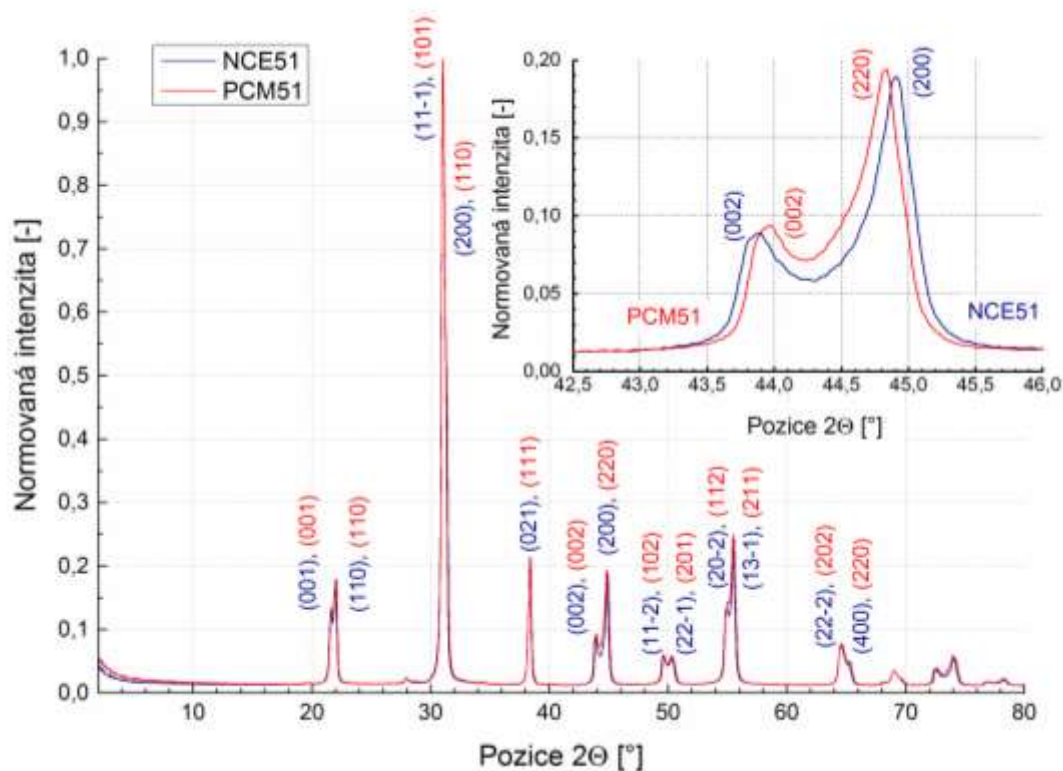


Obr. 12.31 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_{p2} rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$, $Z(f_{n2})$ a průběhem kapacity C^T na 1 kHz. Měření pro tenký disk $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 30 do 390 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.

12.6 Využití rentgenových difraktometrů pro stanovení fázových přechodů

Rentgenová difrakce je vzhledem k hloubce průniku materiálem využívána především k měření tenkých vrstev práškových vzorků. Úhel neboli pozice 2θ je postupně nastavován dle požadavků na měřený vzorek, který je ve formě velmi jemného prášku nanesen na podložku z polymethylmethakrylátu, hliníku nebo ve výjimečných případech z křemenného skla, které nevykazuje odezvu na procházející záření a tomu odpovídá i jeho vyšší cena. Podložka s práškovým vzorkem je umístěna do monochromatického světelného svazku s velkým počtem náhodně orientovaných procházejících částic. V každé z reflektujících rovin materiálu se nachází daný počet částic práškového vzorku s obdobnou orientací. Pro zvýšení pravděpodobnosti splnění Braggovy podmínky odrazu je vzorek otáčen kolem své osy. Závislost intenzity neboli ozářeného objemu vhodně orientovaných krystalů na úhlu 2θ znázorňují tzv. difraktogramy [102].

Ke stanovení krystalové struktury spolu se vzájemným poměrem zirkonu a titanu byl nejprve vzorek z piezoelektrické keramiky PCM51 a NCE51 proměřen na stolním rentgenovém difraktometru MiniFlex 600 od společnosti Rigaku. Jedná se o dvoukruhový difraktometr s Braggovým-Brentanovým uspořádáním a niklovými filtry. Anoda neboli terčik v rentgence difraktometru je vyrobena z mědi (K_α). Generovanému napětí 40 kV a proudu 15 mA odpovídá maximální výkon rentgenového záření 600 W. Pro měření keramiky byl nastaven úhlový rozsah 2θ od 2 do 80° s krokem 0,02°. Optimální rychlost skenování byla dle manuálu nastavena na 10 °·min⁻¹. Velikost částic v práškovém vzorku by neměla přesahovat 10 μm, proto je před měřením doporučeno vzorek prosít na odpovídajícím sítu.



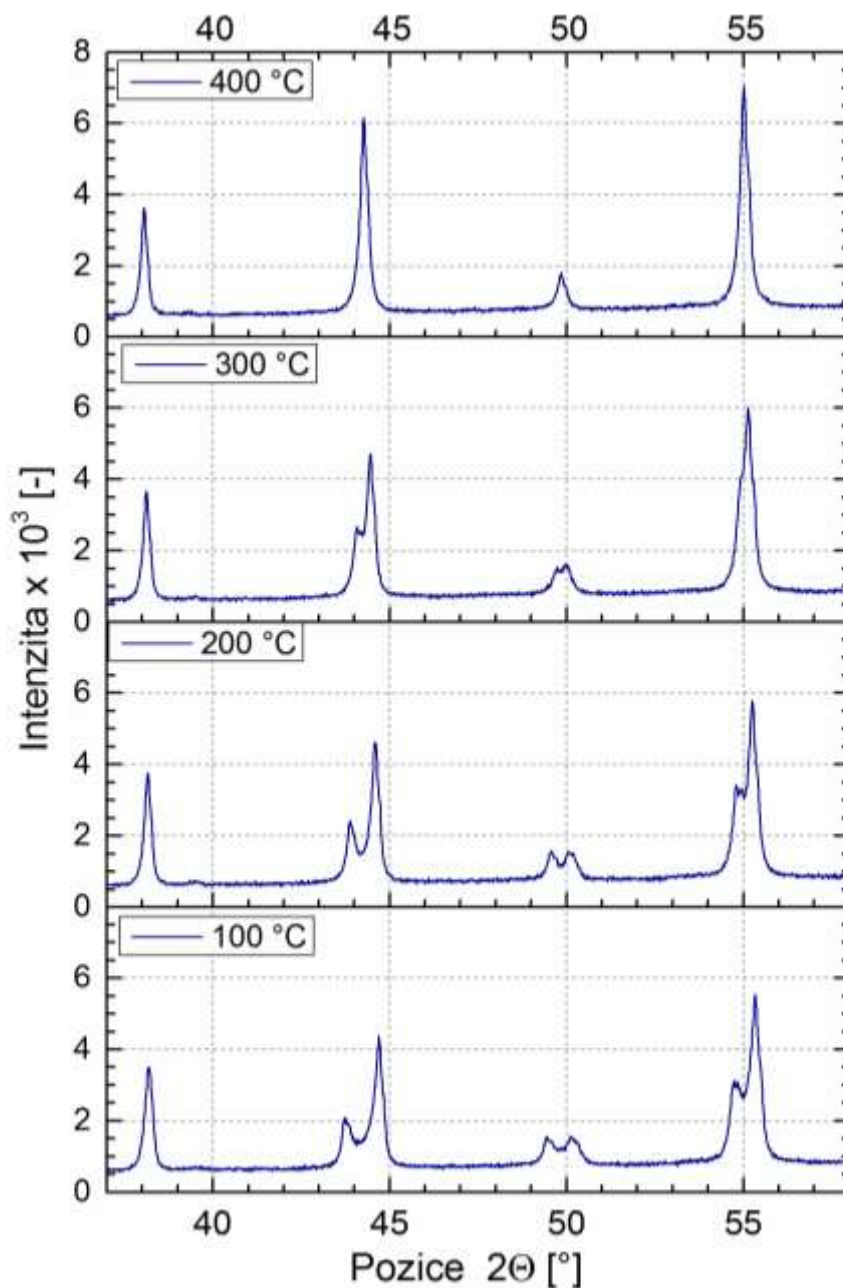
Obr. 12.32 Difraktogram práškového vzorku $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ s dvěma poměry Zr/Ti 53/47 a 52/48. Měřeno na stolním rentgenovém difraktografu MiniFlex 600 v rozmezí 2θ od 2 do 80° při laboratorní teplotě 25°C .

Výsledný poměr Zr a Ti je u piezoelektrické keramiky $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ pomocí rentgenové difrakční analýzy stanoven pro typ PCM51 na 0,53 Zr ku 0,47 Ti. Jedná se tedy o monoklinickou a tetragonální strukturu. U typu NCE51 je stanoven poměr na 0,52 Zr ku 0,48 Ti. V tomto případě jde o tetragonální krystalovou strukturu. Krystalové struktury byly stanoveny pomocí knihovny ICDD (Inorganic Crystal Structure Database). Difraktogram porovnávající oba typy keramiky spolu s hodnotami souřadnic rovin ($h\ k\ l$) zobrazuje obrázek 12.32. V detailu pro 2θ od $42,5^\circ$ až $46,0^\circ$ je zobrazen rozdíl mezi tetragonální strukturou u materiálu NCE51 a monoklinickou strukturou projevující se přiblížením obou píků u materiálu PCM51, ve kterém ve větším poměru převažuje zirkon nad titanem. V případě výskytu pouze trigonální (romboedrické) struktury by se nejednalo o zdvojený vrchol jako v tomto případě, ale v difraktogramu by se zobrazil pouze jeden úzký pík.

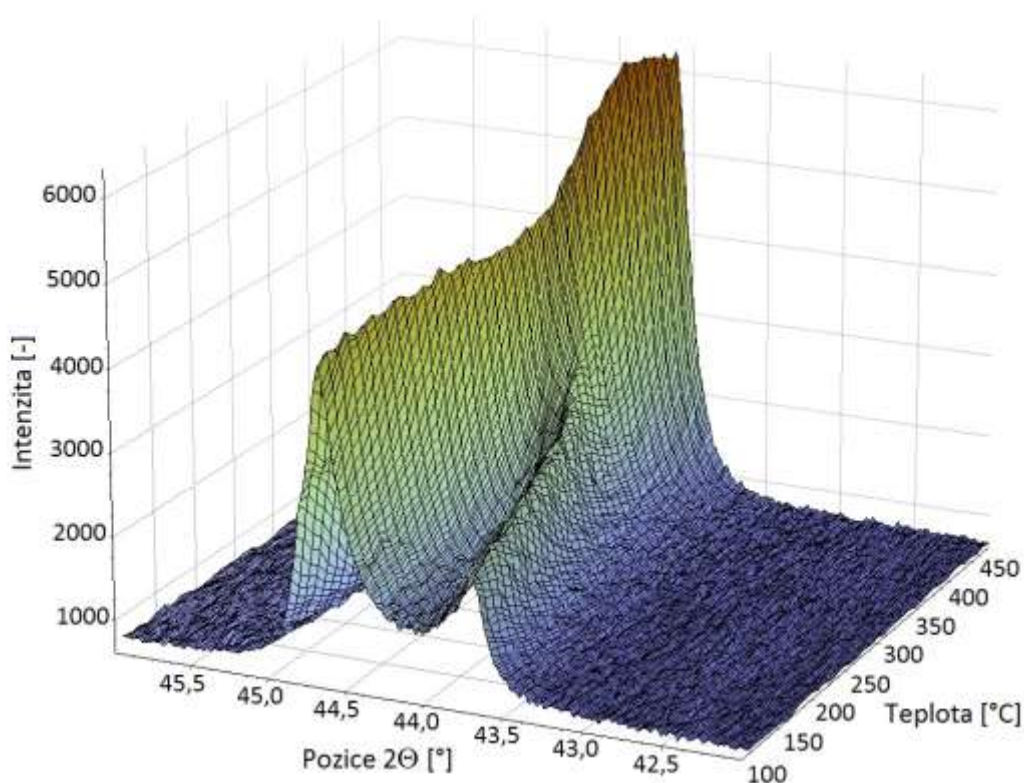
Na základě prvotního měření byla rentgenová difrakční analýza současně využita pro stanovení fázového přechodu neboli Curieova bodu. K tomuto účelu byl materiál proměřen na systému Emphyrean od společnosti PANalytical jehož součástí je i teplotní komora HTK16 od společnosti Anton Paar umožňující nastavení teploty do 1600°C s řízeným nastavením vlhkosti. I v tomto případě se jedná se o dvoukruhový difraktometr s Braggovým-Brentanovým uspořádáním s použitou měděnou anoda v rentgence (K_α) s niklovým filtrem. Pro měření bylo nastaveno napětí na 40 kV při proudu 30 mA. Monochromatické záření pro použitou měděnou anodu má vlnovou délku rovnou $K_{\alpha 1} = 1,5405980\text{ \AA}$ a $K_{\alpha 2} = 1,5444260\text{ \AA}$, kde $1\text{ \AA} = 10^{-10}\text{ m}$. Nastavený rozsah úhlu 2θ je od 15° do 60° s krokem $0,01313^\circ$ a rychlostí měření $23,970^\circ\cdot\text{min}^{-1}$.

Pro porovnání fázového přechodu stanoveného pomocí rentgenové difrakční analýzy a měřením elektrických parametrů na základě frekvenční metody byl vybrán materiál NCE51

se stanovenou Curieovou teplotou při $368 \pm 8^\circ\text{C}$. Výsledný detail průběhu difraktogramu pro teploty 100, 200, 300 a 400°C v rozmezí 2Θ od 37 do 58° je zobrazen na obrázku 12.33. Na teplotě 100 až 300°C je ještě dobře znatelný průběh odpovídající tetragonální struktuře materiálu. Při postupném přiblížení k Curieově teplotě 368°C dochází ke vzájemnému splynutí obou píků zároveň s nárůstem jeho intenzity což dokazuje postupný přechod na kubickou fázi. Kompletní průběh závislosti intenzity na úhlu 2Θ v rozmezí 42 až 46° od teploty 100 až po 470°C je zobrazen na obrázku 12.34. K úplnému přechodu dochází na rozhraní 355 až 370°C , kde je již ustálena hodnota intenzity jednoduchého píku definujícího kubickou strukturu. Měření rentgenových difraktogramů bylo realizováno na Fakultě chemické Vysokého učení technického v Brně.



Obr. 12.33 Detail difraktogramu práškového vzorku $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ s poměrem $\text{Zr}/\text{Ti} = 52/48$ v závislosti na teplotě, měřeno na rentgenovém difraktometru Empyrean, rozmezí 2Θ od 37 do 58° .



Obr. 12.34 3D detail difraktogramu práškového vzorku $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ s poměrem $\text{Zr}/\text{Ti} = 52/48$ v závislosti na teplotě od 100 do 470 °C, měřeno na rentgenovém difraktogramu Empyrean, rozmezí 2Θ od 42 do 46°.

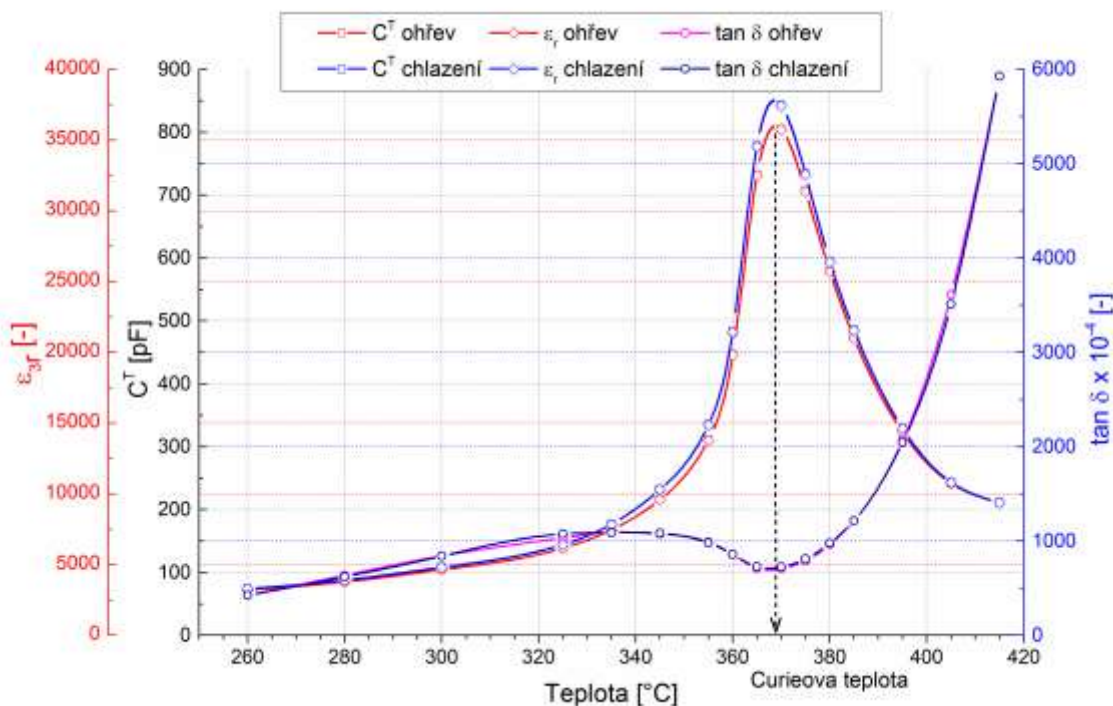
12.7 Řízená tepelná depolarizace piezoelektrických elementů

Po proměření všech základních tepelných charakteristik piezoelektrické keramiky, lze definovat její chování v závislosti na teplotě blízké Curieovu bodu. Definovanou změnu materiálových koeficientů pouze v některých částech piezoelementu pomocí teploty je možné realizovat na základě poznatků z měření základních teplotních charakteristik. Před depolarizací je potřeba stanovit Curieův bod použité keramiky. Výrobce PZT keramiky uvádí hodnotu Curieovy teploty rovnou 360 °C, avšak uváděné hodnoty mohou být v některých případech z důvodu bezpečnosti nižší než je reálná hodnota. Zařízení jsou koncipována na nižší údaj Curieovy teploty a v případě, že provozní teplota keramiky dosáhne těchto hodnot, nedochází k jejímu zničení ani k trvalým změnám. Na obrázku 12.35 je zobrazena teplotní závislost na rozsahu od 260 do 410 °C pro kapacitu C^T a ztrátový činitel $\tan\delta$ na 1 kHz a dále relativní dielektrickou permitivitu ϵ_{3r} , která je vypočítána z geometrických rozměrů a kapacity C^T měřeného vzorku. Průběhy C^T a ϵ_{3r} se proto vzájemně překrývají. Pro tento případ se jednalo o váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm, u kterého je relativní dielektrická permitivita vypočítána podle vztahu:

$$\epsilon_{33}^T = \epsilon_{3r} \epsilon_0 \Rightarrow \epsilon_{3r} = \frac{\epsilon_{33}^T}{\epsilon_0} = \frac{C^T \cdot \frac{4 \cdot t}{\pi \cdot d^2}}{\epsilon_0}. \quad (12.2)$$

Keramiky byla proměřena při ohřevu a následném ochlazení na počáteční teplotu 260 °C. Teplotní schéma odpovídá měření Curieovy teploty dle obrázku 12.7. Měřený vzorek byl vždy po dosažení požadované teploty na této hodnotě temperován 20 minut a po ustálení byly

proměřeny jeho parametry na impedančním analyzátoru. Curieova teplota je obecně definována jako hodnota teploty při maximální hodnotě kapacity C^T a dle evropské normy EN50324-1 by měla být odečítána až při ochlazení vzorku. Dle předchozího popisu v kapitole 12.2 je rozdíl mezi Curieovou teplotou získanou při ohřevu nebo během ochlazení minimální při splnění podmínky, ponechání elementu na každé nastavené teplotě pro ustálení jeho parametrů. Teplota při maximální hodnotě kapacity C^T , respektive ε_{3r} , je v tomto případě rovna 368 ± 8 °C, což odpovídá teplotnímu rozmezí výrobce keramiky.



Obr. 12.35 Závislost kapacity C^T , relativní dielektrické permitivity ε_{3r} a ztrátového činitele $\tan \delta$ válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 na teplotě při ohřevu z 260 do 410 °C a zpětném ochlazení na 260 °C, měřeno metodou postupného ohřevu a ustálení na jednotlivých aktuálních teplotách.

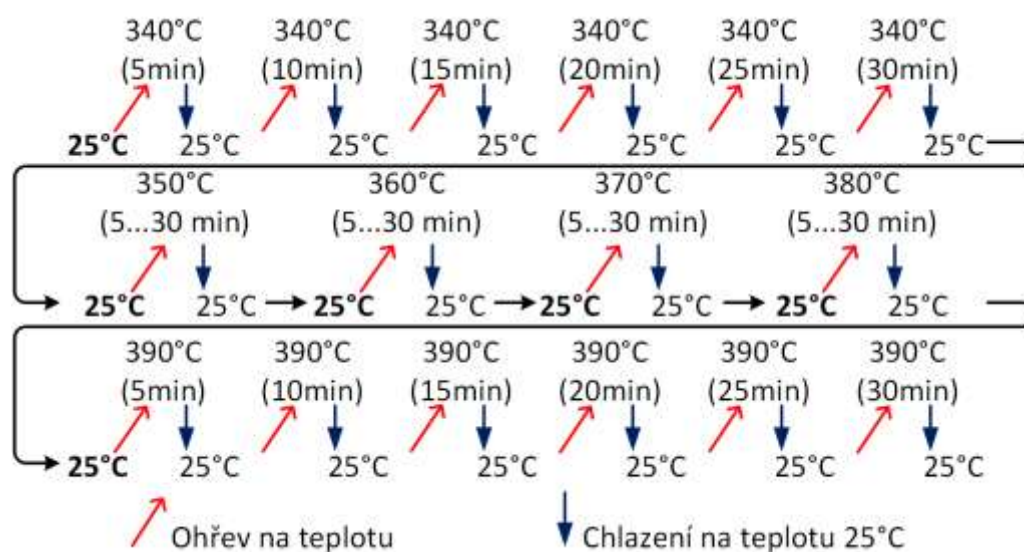
Pro částečnou depolarizaci PZT keramiky vysokou teplotou je využita sestava zobrazená na obrázku 10.2 respektive 10.3. Z výsledných měření doby ohřevu elementu je patrné, že keramika je ohřívána postupně a je tedy možné využít principu částečné depolarizace zobrazeného na modelu z programu COMSOL dle obrázku 6.3, kde je zobrazen vliv tepelné vlny na keramický váleček.

Je-li materiál ponechán v kalibrační peci po určitou dobu, dojde k jeho částečnému ohřátí. Okolí středu keramiky bude ohřáto na teplotu T_1 a okraj na teplotu T_2 . Bude-li platit podmínka kdy $T_2 > T_1$, za předpokladu že T_2 se rovná Curieově teplotě případně hodnotě vyšší, nenastane úplná depolarizace celé keramiky, ale dojde pouze k částečné depolarizaci na okraji elementu. V případě kdy $T_2 = T_1$ dojde podle předpokladů k úplné depolarizaci celého vzorku. Z toho lze usoudit, že částečnou depolarizaci je možné do určité míry regulovat a lze ji provést při splnění následujících podmínek. Musí být předem stanovena Curieova teplota daného piezoelektrického materiálu respektive měřeného vzorku a musí být znám vliv teploty a doby ohřevu na příslušný element.

Částečnou depolarizaci pomocí teploty nelze piezoelektrické koeficienty trvale navýšit, ale pouze snížit na hodnotu odpovídající hodnotě nastavené teploty. Nejedná se tedy o metodu, která by zvyšovala hodnoty koeficientů keramiky. Využití je možné najít například při

požadavku na vytvoření gradientního průběhu piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} v délce respektive tloušťce elementu. Jestliže je na jedné straně elementu původní hodnota nábojového koeficientu d_{33-01} , je v jeho délce postupně snižována na hodnotu d_{33-02} a potom platí $d_{33-01} \gg d_{33-02}$.

Depolarizace tepelnou vlnou byla realizována dle schématu na obrázku 12.36. Piezoelement byl vložen do teplotní komory GEMINI, kde byl temperován po definované době. Poté byl vyjmut a vložen do teplotní komory HYPERION, kde byl ochlazen na teplotu 25 °C. Tento postup byl opakován v rozmezí 5 až 30 min a pro teplotní rozsah od 340 do 390 °C. Časové rozmezí a teplotní rozsah depolarizace byly zvoleny na základě výsledků z měření doby ohřevu piezoelementu zobrazeného na obrázku 12.14 až 12.16. Po každém teplotním cyklu, tedy ohřátí keramiky a ochlazení na teplotu okolí, byl vzorek proměřen frekvenční metodou a pro potvrzení výsledku také přímou vibrometrickou metodou využívající laboratorně sestrojený d_{33} -metr.



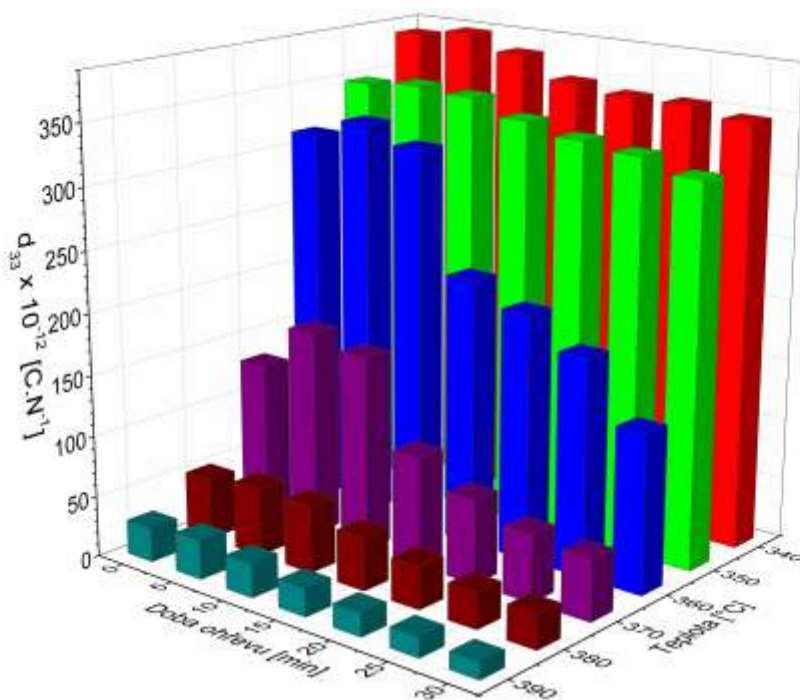
Obr. 12.36 Proces stanovení postupné depolarizace materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky na jednotlivých nastavených teplotách při ohřevu a následném ochlazení na 25 °C.

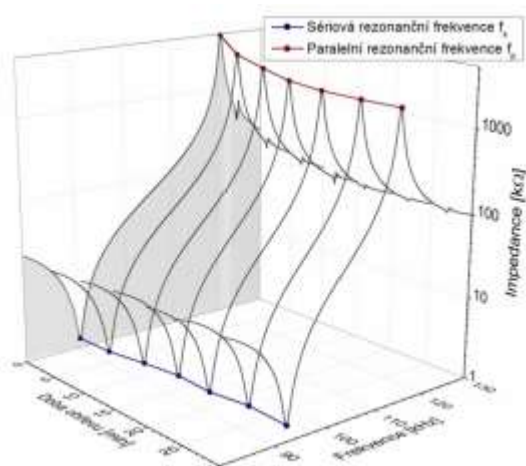
12.7.1 Přímá vibrometrická metoda měření

Hodnoty piezoelektrického nábojového koeficientu byly měřeny přímou vibrometrickou metodou využívající laboratorně sestrojeného d_{33} -metru zobrazeného na obrázku 9.12 pro dvě hodnoty síly F_3 při jedné budící frekvenci 110 Hz. Nejprve byla zvolena síla 0,25 N, která je většinou použita u sériově vyráběných d_{33} -metrů a poté byla hodnota síly nastavena na 1 N. Čtyřnásobně velká síla F_3 oproti 0,25 N při zkušebních měřeních neovlivnila výslednou hodnotu nábojového koeficientu a současně tím bylo docíleno zvýšení odstupu napěťového signálu od šumu na výstupu nábojového zesilovače. Tím byly odstraněny případné chyby při odečtu malých hodnot působící síly F_3 . Výsledný vliv změny působící síly byl však pod rozlišením měřicí metody, proto je zde zobrazen pouze graf s nižší působící silou 0,25 N na obrázku 12.37.

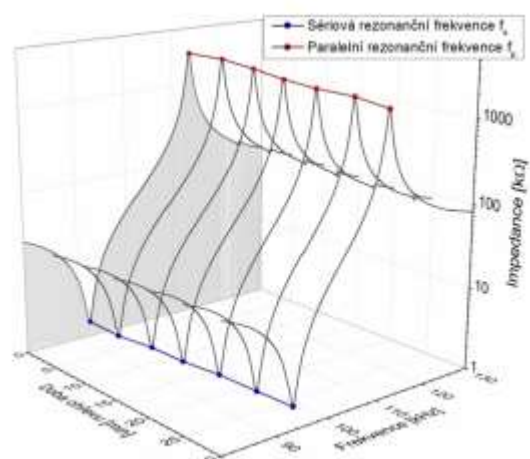
K největšímu snížení nábojového koeficientu dochází na rozsahu teplot od 360 do 370 °C, což odpovídá blízkosti Curieova bodu keramiky NCE51. Výslednou hodnotu koeficientu a tedy i stupeň depolarizace je možné regulovat dobou, po kterou je vzorek temperován uvnitř teplotní komory. Při požadavku na výraznou změnu nábojového koeficientu a tedy i vysoký

stupeň depolarizace je nutné ponechat vzorek v komoře dostatečně dlouhou dobu nebo nastavit vyšší teplotu a vzorek temperovat pouze krátkou dobu. Je-li teplota nastavena výrazně nad Curieův bod, v tomto případě na 380 až 390 °C, nedochází k již výrazným změnám nábojového koeficientu d_{33} a keramika je v této oblasti depolarizovaná téměř v celém svém objemu. Vliv působící síly F_3 je v celém rozsahu měření minimální. Výrazné rozdíly se neprojevují ani na velmi nízkých hodnotách nábojového koeficientu d_{33} .

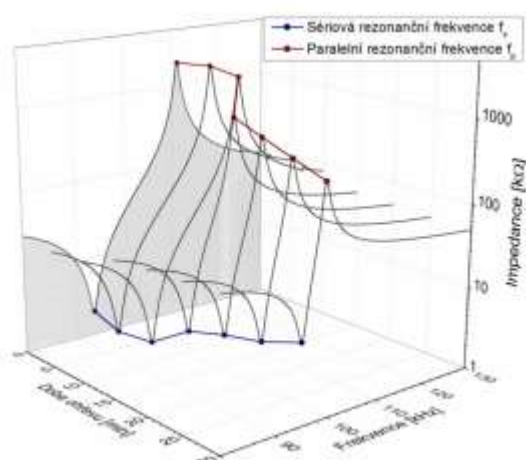




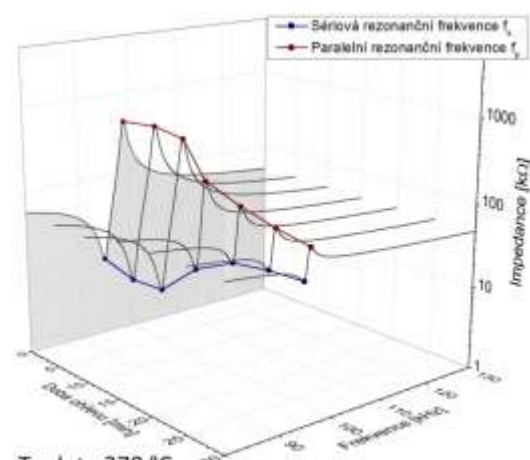
Teplota 340 °C



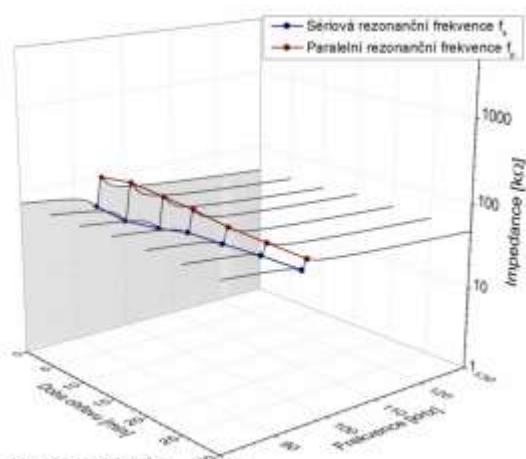
Teplota 350 °C



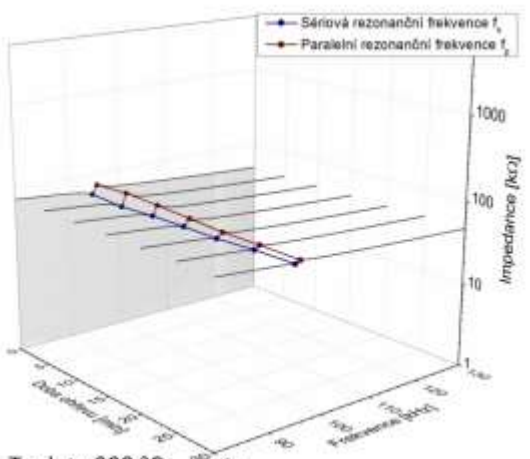
Teplota 360 °C



Teplota 370 °C

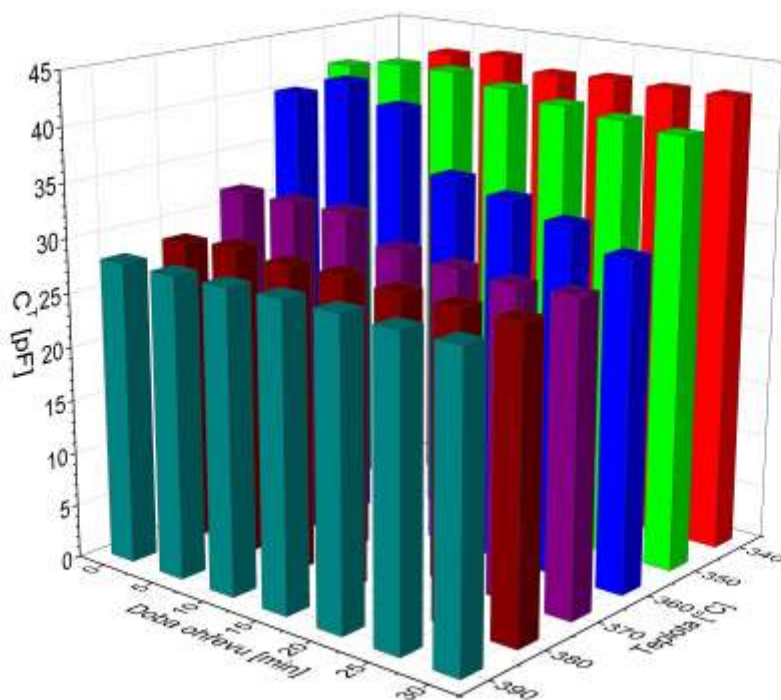


Teplota 380 °C



Teplota 390 °C

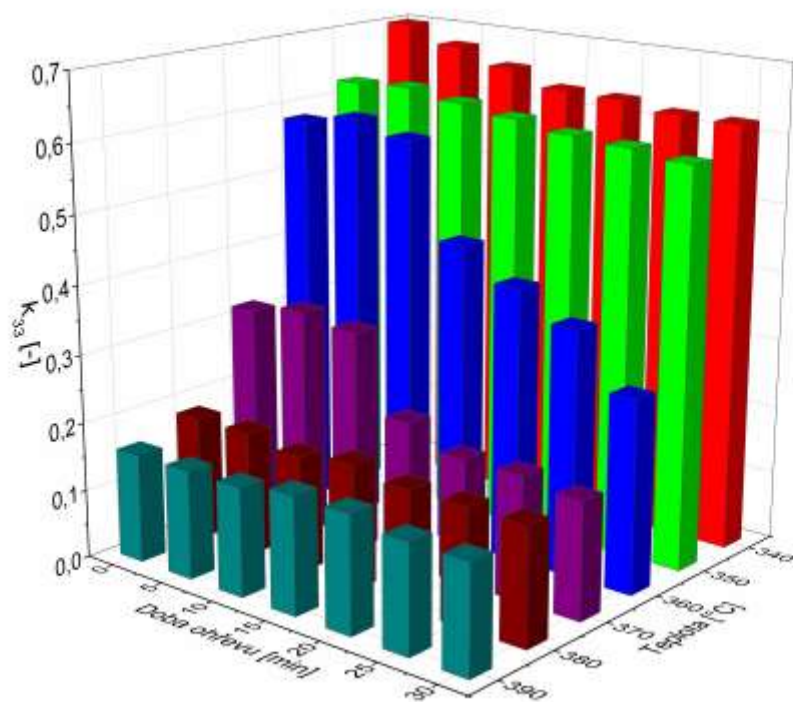
Obr. 12.38 Průběhy rezonanční a antirezonanční frekvence naměřené na impedančním analyzátoru Agilent 4294A během částečné depolarizace pomocí teploty na piezoelektrickém válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, hodnoty jsou měřeny po ochlazení z aktuální nastavené teploty na 25 °C.



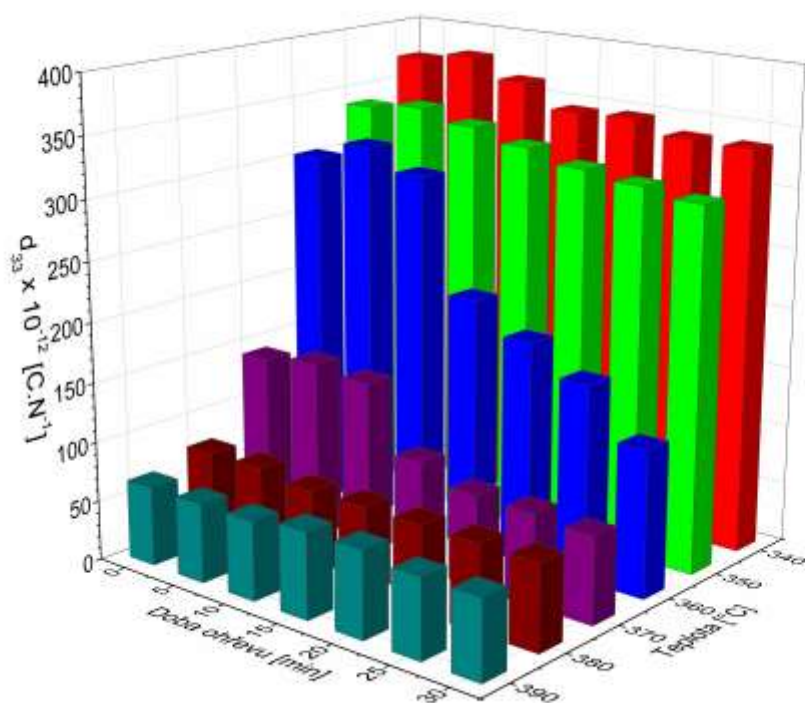
Obr. 12.39 Výsledný vliv tepelné depolarizace na kapacitu C^T měřenou na 1 kHz pro piezoelektrický váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, naměřeno frekvenční metodou.

Z jednotlivých naměřených průběhů impedančních závislostí je vidět, že depolarizace piezoelementu se projevuje především na jeho rezonanční frekvenci. Přímou změnu rezonančních frekvencí lze vyjádřit podélným elektromechanickým faktorem k_{33} , který je vypočítán přímo z rezonanční a antirezonanční frekvence. Zobrazení průběhu depolarizace pomocí elektromechanického koeficientu na obrázku 12.40, tedy přímo koresponduje s impedančními průběhy na obrázku 12.38. Vliv změny kapacity C^T v závislosti na stupni depolarizace je oproti výrazné změně elektromechanického koeficientu k_{33} minimální. Posun rezonanční a antirezonanční frekvence ve frekvenčním spektru je hlavním faktorem, který má vliv na výsledné snižování piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} .

Výsledný průběh depolarizace nábojového koeficientu d_{33} získaného frekvenční metodou dle vztahu (9.13) je zobrazen na obrázku 12.41. Hlavní podíl na výrazném snížení hodnoty nábojového koeficientu v okolí Curieova bodu má právě výrazný průběh depolarizace v objemu elementu, jehož následkem dochází k zúžení pásma mezi rezonanční a antirezonanční frekvencí a změně kapacity C^T . Minimální změny v impedančních charakteristikách respektive rezonanční frekvenci, ke kterým docházelo po překročení teploty 380 °C, byly již měřeny na hranici rozlišitelnosti metody. U většiny průběhů naměřených po překročení Curieova bodu se již výrazně projevily velmi malý odstup hodnoty rezonanční a antirezonanční frekvence. V průběhu depolarizace však nedošlo k výrazné skokové změně vstupních parametrů ani po přechodu do kubické fáze. Frekvenční metodou lze tedy sledovat celý průběh ztráty piezoelektrických vlastností.



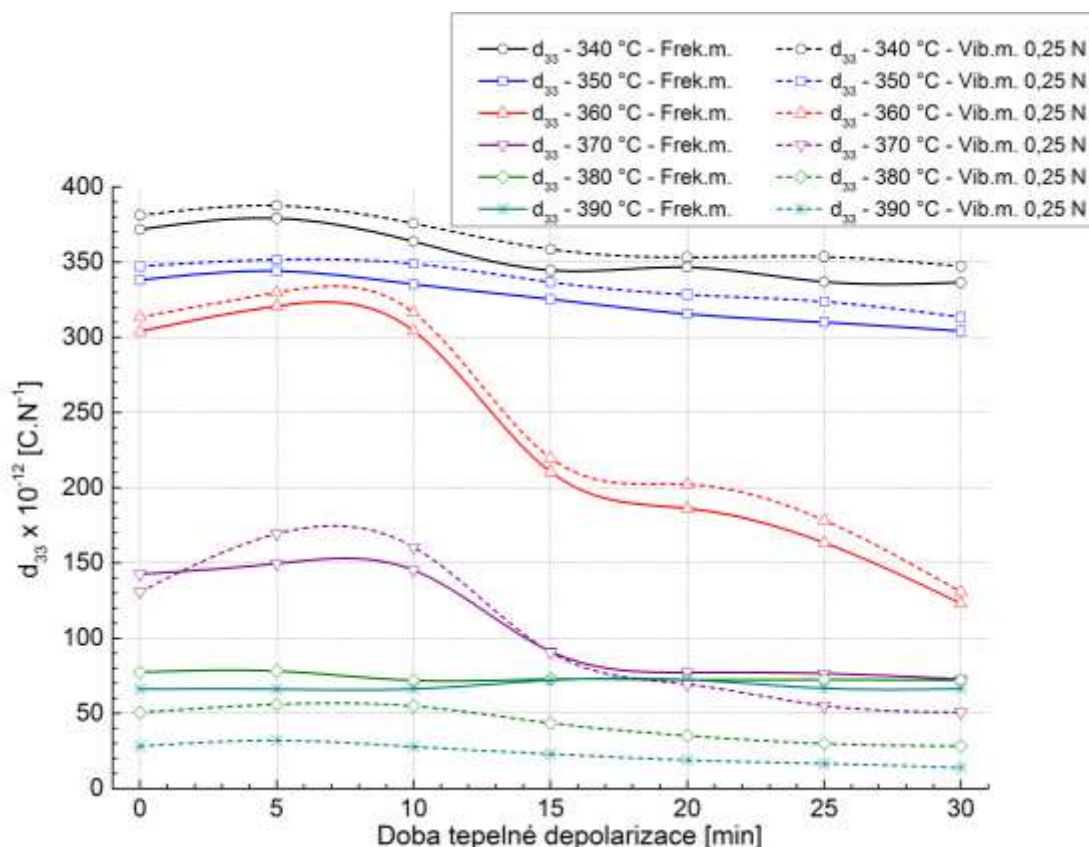
Obr. 12.40 Výsledný vliv tepelné depolarizace na podélný elektromechanický koeficient k_{33} pro piezoelektrický váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, naměřeno frekvenční metodou.



Obr. 12.41 Výsledný vliv tepelné depolarizace na piezoelektrický nábojový koeficient d_{33} pro piezoelektrický váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, naměřeno frekvenční metodou.

12.7.3 Porovnání frekvenční a vibrometrické metody měření

Na přímém porovnání obou metod použitých pro získání piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} je patrná výrazná shoda do teploty 370 °C, tedy mírně nad hodnotu Curieova bodu. Po přechodu do kubické krystalové struktury je již hodnota nábojového koeficientu d_{33} natolik snížena, že lze u obou metod nalézt nedostatky, které mohou mít vliv na výslednou hodnotu koeficientu. Při přímém měření vibrometrickou metodou je signál generovaný piezoelementem velmi slabý, a tedy i odstup reálného signálu od šumu není dostatečný. U frekvenční metody se projevují chyby při odečtu rezonanční a antirezonanční frekvence z impedanční charakteristiky elementu. Výsledné porovnání frekvenční metody a přímé vibrometrické metody využívající d_{33} -metru při 0,25 N a 110 Hz v celém rozsahu depolarizace je zobrazené na obrázku 12.42.



Obr. 12.42 Porovnání přímé metody využívající laboratorního d_{33} -metru a frekvenční metody při měření piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, během řízené částečné depolarizace vysokou teplotou.

13 ZÁVĚR

Dizertační práce je orientována na problematiku měření elektrických vlastností piezoelektrické keramiky. Pro stanovení materiálových koeficientů byla vyrobena sada vzorků s geometrickými rozměry splňujícími doporučení norem. Úspěšně byla vyzkoušena nová metoda výroby sady vzorků pro jednotlivé požadované typy kmitů z jednoho velkého disku. Díky tomu je celá výroba sady vzorků mnohem levnější a současně je dodržena podmínka použití keramiky z jedné výrobní šarže. Na vyrobených vzorcích bylo možné s vysokou přesností porovnat různé metody měření materiálových koeficientů. Mezi porovnávané metody patřila nepřímá frekvenční metoda a přímá metoda optická, vibrometrická a metoda založená na skokovém odlehčení. Z výsledných hodnot získaných pomocí všech vyzkoušených metod lze usoudit, že frekvenční metodu je výhodné použít v případech, kdy potřebujeme získat jednotlivé koeficienty nebo kompletní matici materiálových koeficientů. Naproti tomu měření pomocí přímé optické nebo vibrometrické metody, případně metody skokovým odlehčením lze využít v případech, kdy je třeba získat pouze nábojový, případně napěťový koeficient. Výhodou přímých metod oproti frekvenční metodě je možnost použít i vzorky z keramiky, které nesplňují podmínku minimálního poměru rozměrů stran doporučených v normě. Nevýhodou optické metody jsou zvýšené nároky na přípravu zařízení pro měření a vyšší pořizovací cena měřicích přístrojů. Tato metoda je z velké části využívána hlavně v laboratorních podmínkách. Metoda skokového odlehčení respektive vibrometrická je v praxi využívána hlavně u tzv. d_{33} -metrů. Obě metody lze využít pro samostatné měření, popřípadě pro kontrolu výsledků získaných frekvenční metodou. Po porovnání výsledných hodnot nábojových koeficientů (Tab. 11.4) lze říci, že ani jedna metoda se výrazně neodlišuje od katalogových hodnot piezokeramiky NCE51 respektive PCM51. Katalogová hodnota výrobce je uváděna z důvodu částečné závislosti nábojového koeficientu na geometrických rozměrech s chybou do 5 %. Z hlediska přesnosti měření jsou všechny realizované metody srovnatelné.

V další části práce byl zkoumán vliv teploty na piezokeramiku. Protože většina komerčně dostupných přípravků pro měření elektrických parametrů keramiky není uzpůsobena na měření přesahující 80 až 100 °C, byl pro měření teplotních závislostí vyroben speciální měřicí přípravek umožňující jak měření na vysokých frekvencích, vhodných především pro tloušťkové módy tenkých disků, tak pro měření až do teploty 500 °C. Před měřením teplotních závislostí materiálových koeficientů byla stanovena Curieova teplota pro keramiku typu NCE51. Curieova teplota byla získána metodou měření maximální hodnoty kapacity C^T , respektive relativní dielektrické permitivity ϵ_r v závislosti na zvyšující se teplotě. Takto získaná hodnota byla porovnána s měřením fázového přechodu do kubické krystalografické struktury pomocí rentgenového difraktogramu. Obě měření se shodují na Curieově teplotě v rozsahu 368 ± 8 °C, což odpovídá katalogovému listu výrobce, udávající pro tento typ keramiky hodnotu 360 ± 18 °C.

Teplotní měření byla realizována metodou postupného temperování na nastavené hodnotě, před odečtením vstupních dat pro výpočet byl vzorek ponechán v teplotní komoře dostatečně dlouhou dobu na ustálení parametrů. Doba potřebná k prohrátí jednotlivých piezoelementů je definována měřením závislosti při vložení jednotlivých vzorků do komory nastavené na různé teploty. K největším změnám dochází mezi 15 až 25 minutou ohřevu, poté již nedochází k tak výrazným odchylkám výsledných koeficientů.

Mezi základní teplotní zkoušky patřilo měření teplotní hysterezní křivky, cyklování teploty na keramickém vzorku a celková teplotní závislost celé matice materiálových koeficientů.

Na základě těchto výsledků bylo možné definovat vliv teploty na koeficienty v pracovním rozsahu snímačů využívajících piezokeramiku a současně definovat chování jednotlivých koeficientů při přechodu Curieova bodu.

Obecně je teplotní závislost lineární až do výrazného exponenciálního nárůstu kapacity začínajícího po překročení 270 °C pro typ PCM51 a 300 °C pro NCE51. Do Curieovy teploty $\Theta_C \pm 5\%$ je možné při správné době ohřevu piezoelementu pozměnit jeho parametry dle požadavků na vytvoření gradientu jednotlivých koeficientů v délce případně tloušťce vzorku. Tento postup lze nazvat jako řízenou depolarizaci PZT keramiky pomocí vysoké teploty. Nevýhodou tohoto postupu ovlivnění koeficientů je pouze možnost jejich postupného snižování nikoliv zvyšování. Výsledný experiment využívající jak frekvenční, tak vibrometrické metody, tento předpoklad potvrdil. Celý proces je znázorněn na postupně se snižující hodnotě nábojového koeficientu, který byl po definované dobu ohříván na teplotách blízkých Curieovu bodu. Po ochlazení z nastavených maximálních teplot na referenční hodnotu 25 °C již nedocházelo k ustálení nábojového koeficientu na jeho původní hodnotu. U postupně depolarizované keramiky dochází k maximálnímu ovlivnění koeficientů právě v okolí Curieova bodu. Teplotou vyvolané změny jsou pro dané koeficienty nevratné, a dochází k částečné depolarizaci.

Hlavním parametrem ovlivňujícím Curieovu teplotu je složení PZT keramiky, respektive vzájemný poměr zirkoničitanu a titaničitanu olovnatého a přidané příměsi. Curieovu teplotu je možné stanovit předem s pomocí fázového diagramu vztaženému k danému materiálovému složení $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$. Pro použitý typ keramiky byl využit fázový diagram stanovený Jaffem pomocí rentgenového difraktometru a korigovaným Nohedou. Současně je ze známého fázového diagramu a naměřeného složení možné stanovit pro daný typ keramiky jeho krystalografickou strukturu. U měřených vzorků se jedná o zakoupenou keramiku, přesný poměr Zr a Ti tedy není znám. Pro zpětné stanovení složení materiálu, kde nejsou známy vstupní složky nebo jejich vzájemný poměr je často využívána metoda EDS. U obou použitých typů keramik PCM51 a NCE51 nebyl však jejich vzájemný minimální rozdíl v hmotnostních poměrech zirkonu a titanu metodou EDS jednoznačně prokázán, z výsledných hodnot nelze jednoznačně zdůvodnit různé hodnoty Curieovy teploty pro oba typy keramik. Po srovnání jednotlivých hmotnostních poměrů s fázovými diagramy leží oba typy keramik na rozhraní monoklinické a tetragonální struktury. Na základě těchto výsledků byl typ krystalografické struktury upřesněn rentgenovým difraktometrem. V tomto případě byly difraktogramy obou typů keramik porovnány s již naměřenými průběhy z databáze. U keramiky PCM51 se dle dané databáze jedná o monoklinickou a tetragonální strukturu a u keramiky NCE51 o tetragonální strukturu. Rentgenovým difraktometrem byla stanovena hodnota fázového přechodu do kubické krystalografické struktury (Curieův bod) v okolí 365 ± 8 °C pro keramiku NCE51 a 335 ± 7 °C pro PCM51, což odpovídá hodnotám získaným dříve frekvenční metodou.

Stanovené cíle disertační práce považuji za splněné, byly realizovány a ověřeny různé metody stanovení koeficientů piezoelektrických materiálů, zpracována metodika měření vlivu teploty na piezoelektrický materiál v širokém rozsahu teplot a bylo provedeno velké množství ověřovacích experimentů s cílem metodiku verifikovat. Rovněž byla experimentálně prokázána možnost řízené depolarizace piezokeramiky, což umožňuje budoucí vývoj piezoelementů s definovanými vlastnostmi pro širokopásmové snímače AE.

SEZNAM POUŽÍVANÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

Seznam používaných symbolů

Symbol	Význam	Jednotka SI
a, b, c	délky stran krystalu (základní buňky)	m
A_0	zesílení nábojového zesilovače	dB
C	kapacita, kapacitance	F
c_{ij}	elastický modul	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$
C^T	volná kapacitance	F
d	průměr	mm
D	složka elektrické indukce	-
d_{ij}	piezoelektrický koeficient (nábojový)	$\text{C} \cdot \text{N}^{-1}$ i $\text{m} \cdot \text{V}^{-1}$
E	vektor polarizace	-
E_i	složka elektrického pole, elektrické pole	$\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$
e_{ij}	piezoelektrický modul	$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$ i $\text{N} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$
f	kmitočet, frekvence	Hz
f_a	antirezonanční kmitočet (nulová reaktance)	Hz
f_m	kmitočet při minimální impedanci	Hz
f_n	kmitočet při maximální impedanci	Hz
f_p	paralelní rezonanční kmitočet (maximální rezistence)	Hz
f_r	rezonanční kmitočet	Hz
f_s	sériový rezonanční kmitočet (maximální vodivost)	Hz
$F_{x,y}$	síla působící na vzorek ve směru x nebo y	N
g_{ij}	piezoelektrický napěťový koeficient	$\text{m}^2 \cdot \text{C}^{-1}$ i $\text{V} \cdot \text{m} \cdot \text{N}^{-1}$
h	tloušťka vzorku	mm
h_{ij}	piezoelektrický modul (hydrostatický koeficient)	$\text{V} \cdot \text{m} \cdot \text{N}^{-1}$
i	hodnota proudu	A
k_{15}	střížný koeficient vazby	-
k_{31}	příčný koeficient vazby	-
k_{33}	podélný koeficient vazby	-
k_{eff}	efektivní koeficient elektromechanické vazby	-
k_p	planární koeficient vazby	-
k_t	tloušťkový koeficient vazby	-
k_x	elektromechanický vazební faktor	-

Symbol	Význam	Jednotka SI
l	délka vzorku	mm
L	induktance	H
m	hmotnost	kg
N_{ij}	frekvenční konstanta	kHz·mm
p	tlak (deformující síla působící na jednotku plochy)	Pa
P	polarizace	$C \cdot m^{-2}$
P_m	maximální hodnota útlumu	dB
Q	náboj vyvolaný tlakem na vzorek	C
Q_m	činitel mechanické jakosti	-
R	rezistance	Ω
S_λ	složky tenzorů mechanické deformace	-
s_{ij}	elastický koeficient	$m^2 \cdot N^{-1}$
t	tloušťka vzorků	m
t	čas	s
T	teplota	$^{\circ}C$
$T_{\lambda,\mu}$	složky tenzorů mechanického napětí	-
$\tan\delta$	dielektrický ztrátový činitel	-
u	okamžitá hodnota střídavého napětí	V
U_x	elektrické napětí	V
w	šířka vzorků	-
Y	admitance	S
Z	impedance	Ω
α, β, γ	úhly, které svírají hrany základní buňky	$^{\circ}$
β	impemeabilita	-
ϵ_{ij}	dielektrický koeficient (permitivita)	$F \cdot m^{-1}$
ϵ_{xr}	relativní permitivita	
ϵ_0	permitivita vakua ($8,854 \times 10^{-12} F \cdot m^{-1}$)	$F \cdot m^{-1}$
ϑ_C	Curierova teplota	$^{\circ}C$
Θ	absolutní teplota	-
λ	vlnová délka	m (nm)
τ	časová konstanta	-
φ	fázový úhel	$^{\circ}$
ρ	hustota materiálu	$kg \cdot m^{-3}$
π	konstanta 3,1415...	-

Symbol	Význam	Jednotka SI
σ	Entropie	-
σ^E	plošné Poissonovo číslo (Poissonův poměr)	-
Δx	změna veličiny x	-
Å	angstrom ($1 \text{ Å} = 1,0 \times 10^{-10} \text{ m}$)	-

Seznam používaných zkratk

Zkratka	Význam
AE	akustická emise
A_O	antiferoelektrická oblast s orthorombickou krystalovou strukturou
A_T	antiferoelektrická oblast s tetragonální krystalovou strukturou
B_2O_3	oxid boritý
C	bazálně centrovaná mřížka
EDS	energie disperzní spektroskopie
$F_{R(HT)}$	feroelektrická oblast s romboedrickou vysokoteplotní strukturou
$F_{R(LT)}$	feroelektrická oblast s romboedrickou nízkoteplotní strukturou
F_T	feroelektrická oblast s tetragonální krystalovou strukturou
GPIO	General Purpose Interface Bus
I	prostorově centrovaná mřížka
M	monoklinická krystalová struktura
MPB	morfotropní fázová hranice
Nb	Niob
NCE51	typové označení piezoelektrické keramiky
P	prostá mřížka
Pb	Olovo
$Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O_3$	pevný roztok zirkoničitanu a titaničitanu olovnatého
$PbHfO_3$	hafničitan olovnatý
PbO	oxid olovnatý
$PbTiO_3$	titaničitan olovnatý
$PbZrO_3$	zirkoničitan olovnatý
P_C	paraelektrická oblast s kubickou krystalovou strukturou
P_N	saturační polarizace
P_r	remanentní polarizace
P_s	spontánní polarizace
PT	zkrácené označení pro titaničitan olovnatý

Zkratka	Význam
PTFE	polytetrafluorethylen (teflon)
PZ	zkrácené označení pro zirkoničitan olovnatý
PZT	piezoelektrická keramika
R	prostá mřížka u romboedrické soustavy
SEM	Skenovací elektronový mikroskop
S_m	deformace při saturaci
Sn	Cín
SnO_2	oxid cíničitý
Sr	remanentní deformace
Ti	Titan
TiO_2	oxid titaničitý
WDS	vlnově disperzní spektrometr
XYZ	pravoúhlý souřadný systém XYZ
Zr	Zirkon
ZrO_2	oxid zirkoničitý

LITERATURA

- [1] PRIBÁŇ, M., *Úvod do teorie akustické emise: základní pojmy, zdroje AE, metodika měření*, Akusticko-emisní a vibrodiagnostické metody v technické bezdemontážní diagnostice. Dům techniky ČSVTS: Ústí nad Labem – UTAM ČSAV oddělení Plzeň, 1987, s. 1-16.
- [2] PROCTOR, T.M., Jr., *An improved piezoelectric acoustic emission transducer*, Journal of the Acoustical Society of America, 1982, vol.71, no. 5, pp.1163-1168.
- [3] LEE, Y.-CH., LIN, Z., *Miniature piezoelectric conical transducer: Fabrication, evaluation and application*, Ultrasonics, 2006, vol. 44, no. 1, pp. e693-e697. DOI: 10.1016/j.ultras.2006.05.197.
- [4] LEE, Y.-CH., KUO, S. H., *Miniature piezoelectric conical transducer realized by excimer laser micro-machining technique*, Sensors and Actuators A: Physical, 2001, vol. 93, no. 1, pp. 57-62. DOI: 10.1016/S0924-4247(01)00519-2.
- [5] KOROLĚV, M.V., *Aperiodičeskij p'ezodatčik dlâ ul'trazvukovyh defektoskopov*, Defektoskopiâ, 1973, no. 4, s. 12-18, UDK 620.179.16 (2).
- [6] MOFFETT, M.B., MAPES, T. J., GRODOTZKE, A.T., *A broadband acoustic emission transducer*. Journal of Acoustic Emission, 1982, vol.1, no. 1, pp. 29-34.
- [7] IEEE STANDARD, *IEEE Standard on Piezoelectricity*176, Institute of Electrical and Electronic Engineers Inc., New York, 1978, 55 p., NY 10017.
- [8] EUROPEAN STANDARD, EN 50324-1: 2002, *Piezoelectric properties of ceramic materials and components, Part 1: Terms and definitions*, CENELEC European Committee for Electrotechnical Standardization, 2002.
- [9] EUROPEAN STANDARD, EN 50324-2: 2002, *Piezoelectric properties of ceramic materials and components, Part 2: Methods of measurement – Low power*, CENELEC European Committee for Electrotechnical Standardization, 2002.
- [10] EUROPEAN STANDARD, EN 50324-3: 2002, *Piezoelectric properties of ceramic materials and components, Part 3: Methods of measurement – High power*, CENELEC European Committee for Electrotechnical Standardization, 2002.
- [11] INTERNATIONAL STANDARD, CEI/IEC 60483: 1976, *Guide to dynamic measurements of piezoelectric ceramics with high electromechanical coupling*, IEE Central Office Geneva Switzerland, Geneva, 1997, s. 40, ICS 31.140.
- [12] PETRŽÍLKA, V., SLAVÍK, J.B., ŠOLC, I., TABARA, O. TICHÝ, J., ZELENKA, J., *Piezoelektrina a její technické použití*, Československá akademie věd, Praha 1960, 1. vydání, 536 s., DT-537.228.1.
- [13] PETRŽÍLKA, V., *Piezoelektrina I*, Přírodovědecké vydavatelství – Cesta k vědě, Praha, 1951, 144 s.
- [14] CHLOUBA, V., *Piezoelektrina – Vybrané stati z piezoelektriny*, volně zpracovaný výtah z přednášek p. prof. J. B. Slavíka (Fyzika II. běhu), Praha, 1949, 1. vydání.
- [15] ZELENKA, J., *Piezoelektrické rezonátory a jejich použití*, ACADEMIA Praha, 1983, 1. vydání, 257 s.
- [16] KAZELLE, J., *Fyzika a technologie elektrotechnických materiálů - Piezoelektrina*, Editační středisko VUT, Brno 1978, 1. vydání, 56 s.
- [17] HIRŠL, J., ČERNOHLÁVEK, D., ŠTEFAN, O., ČERMÁK F., *Keramická piezoelektrika – Vlastnosti a technické použití*, Tesla Praha, 1970, 94 s.
- [18] SBORNÍK PŘEDNÁŠEK, *Piezoelektrická keramika, její vlastnosti a technické využití*, ČV silikátové společnosti ČSVTS, Hradec Králové, 1985, 160 s., e.č. 60/768/85.
- [19] ERHART, J., *Piezoelektrické „chytré“ materiály pro elektrotechniku – PZT keramika*, Elektro, č. 11, 2002, s. 5-7, [online]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz>.
- [20] TICHY, J., ERHART, E., KITTINGER, E., PRIVRATSKA, J., *Fundamentals of piezoelectric sensorics: Mechanical, dielectric, and Thermodynamical properties of piezoelectric materials*, Springer, 2010, 207 p., ISBN 978-3-540-43966-0.

- [21] ARNAU, A., *Piezoelectric Transducers and Applications*, Second edition, Springer - Verlag, Germany, 2008, 481 p., ISBN: 978-3-540-77507-2, DOI: 10.1007/978-3-540-77508-9.
- [22] WAANDERS, J.W., *Piezoelectric Ceramics: Properties and Applications*, 1st edition (4-91), Philips Components, Eindhoven – The Netherlands, ISBN 9398-651-80011.
- [23] APC INTERNATIONAL, *Piezoelectric Theory and Applications, Piezoelectric Ceramics: Principles and Applications*, American Piezo Ceramics Inc., 2002, 112 p., ISBN 0-9718744-0-9.
- [24] GAUTSHI, G., *Piezoelectric Sensoric: force, strain, pressure, acceleration and acoustic emission sensors, materials and amplifiers*, Springer – Berlin, Germany, 2002, 269 p., ISBN 3-540-42259-5.
- [25] LINSMEIER, K.D., *Technical Ceramics – The material of choice for the most demanding application*, CeramTec GmbH, Germany, 2011, 83 p., vol. 2.
- [26] KLOUDA, P., *Fyzikální chemie*, Pavel Klouda, 2002, 140 s., 2. vydání, ISBN 80-86369-06-4.
- [27] HIPPEL, A.R., *Molekulová fyzika hmoty*, překlad z 1.vydání John Wiley & Sons, SNTL Praha, 1963, 674 s., ISBN:04-008-63.
- [28] RIBEIRO, R.A.P., LÁZARO, S.R., *Theoretical Investigations of the Bulk Modulus in the Tetra-Cubic Transition of PbTiO₃ Material*, Química Nova, 2014, vol. 37, no. 7, pp. 1165-1170, DOI: 10.5935/0100-4042.20140190.
- [29] GLAZER, A.M., ROLEDER, K., DEC, J., *Structure and disorder in single-crystal lead zirconate, PbZrO₃*, Acta Crystallographica Section B49, Structural Science 1993, vol. 49, no. 5, pp. 846-852, DOI: 10.1107/S0108768193005129.
- [30] SAFARI, A., AKDOĞAN, E.K., *Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications*, Springer Science + Business Media LLC, USA 2010, 481 p., ISBN: 978-1-4419-4564-8.
- [31] JAFFE, B., COOK JR, W.R. & JAFFE, H., *Piezoelectric Ceramics*, Academic Press - London and New York, 1971, 315 p., ISBN 0-12-379550-8.
- [32] JAFFE, B., ROTH, R.S., MARZULLO, S. *Properties of Piezoelectric Ceramics in the Solid-Solution Series Lead Titanate-Lead Zirconate-Lead Oxide: Tin Oxide and Lead Titanate-Lead Hafnate*, Journal of research of the National Bureau of Standards, vol. 55, no. 5, 1955, pp. 239-254, DOI: 10.6028/jres.055.028.
- [33] NOHEDA, B., GONZALO, J.A., CROSS, L.E., GUO, R., PARK, S.-E, COX, D.E., SHIRANE, G., *Tetragonal- to-monoclinic phase transition in a ferroelectric perovskite: The structure of PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O₃*, Physical Review B, vol. 61, iss. 13, 2000, pp. 8687-8695, DOI: 10.1103/PhysRevB.71.134110.
- [34] COX, D.E., NOHEDA, B., SHIRANE, G., *Low-temperature phases in PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O₃: A neutron powder diffraction study*, Physical Review B, vol. 71, iss.13, 2005, pp. 134110–134119, DOI: 10.1103/PhysRevB. 71.134110.
- [35] CORDERO, F., TREQUATTRINI, F., CRACIUN, F., GALASSI, C., *Effects of coupling between octahedral tilting and polar modes on the phase diagram of PbZr_{1-x}Ti_xO₃*, Physical Review B, vol. 87, iss.9, 2013, pp. 094108–094122, DOI: 10.1103/PhysRevB.71.134110.
- [36] FUSHIMI, S., IKEDA, T., *Phase Equilibrium in the System PbO-TiO₂-ZrO₂*. Journal of the American Ceramic Society, 1967, vol. 50, iss. 3, pp. 129–132, DOI: 10.1111/j.1151-2916.1967.tb15061.x
- [37] SETTER, N., *Piezoelectric Materials in Devices*, Ceramics Laboratory EPFL-LC, Switzerland 2002, 518 p., ISBN: 2-9700346-0-3.
- [38] FERROPERM PIEZOCERAMICS A/S, *High Quality Components and Materials for the Electronics Industry*, Piezo ceramics specification, Denmark, 2005, 22 p., [online]. Dostupné z: <http://www.ferroperm-piezo.com> [cit. v r. 2005].
- [39] HEYWANG, W., LUBITZ, K., WERSING, W., *Piezoelectricity: Evolution and Future of a Technology*, Materials Science Series 114, Springer, 2008, 570 p., ISBN 978-3-540-68680-4.

- [40] BÁLEK, R., KOŠEK, M., TABARA, O., ZELENKA, J., *Povrchové akustické vlny*, Československá akademie věd, AKADEMIA, Praha, 1986, 1. vydání, 260 s., ISBN 21-084-86.
- [41] SHERRIT, S., MASYS, T.J., WIEDERICK, H.D., MUKHERJEE, B.K., *Determination of the reduced matrix of the piezoelectric, dielectric, and elastic material constants*, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, 2011, vol.58, iss.9, pp. 1714-1720, DOI:10.1109/TUFFC.2011.2008.
- [42] SHERRIT, S., WIEDERICK, H.D., MUKHERJEE, B.K., *A complete characterization of the piezoelectric, dielectric, and elastic properties of Motorola PZT 3203 HD including losses and dispersion*, Proceedings of the SPIE 3037 Medical Imaging Conference Newport Beach, CA., 1997, Ultrasonic Transducer Engineering, no. 158, 14 p., DOI: 10.1117/12.271326.
- [43] FIALKA, J., BENEŠ, P., *Measurement of piezoelectric ceramic parameters - A characterization of the elastic, dielectric and piezoelectric properties of NCE51 PZT*, 13th International Carpathian Control Conference (ICCC), 2012, pp. 147–152, ISBN: 978-1-4577-1867-0, DOI: 10.1109/CarpathianCC.2012.6228632.
- [44] FIALKA, J., BENEŠ, P., *Comparison of Methods of Piezoelectric Coefficient Measurement*, IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC 2012), Austria, 2012, pp. 37-42, ISBN: 978-1-4577-1771-0, DOI: 10.1109/I2MTC.2012.6229293.
- [45] FIALKA, J., BENEŠ, P., *Comparison of methods for the measurement of piezoelectric coefficients*, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, 2013, vol. 62, iss. 5, pp. 1047-1057, DOI: 10.1109/TIM.2012.2234576.
- [46] BURIANOVÁ, L., ŠULC, M., PROKOPOVÁ, M., *Determination of the piezoelectric coefficients d_{ij} of PZT ceramics and composites by laser interferometry*, Journal of the European Ceramics, 2001, vol. 21, iss. 10-11, pp. 1387-1390, DOI: 10.1016/S0955-2219(01)00024-3.
- [47] ZHANG, Q.M., PAN, W.Y., CROSS, L.E., *Laser interferometer for study of piezoelectric and electrostrictive strains*, Journal of Applied Physics, 1988, abstract, vol. 63, iss. 8, pp. 2492-2496, DOI: 10.1063/1.341027.
- [48] HUANG, Z., ZHANG, Q., CORKOVIC, S., DOREY, R., WHATMORE, R.W., *Comparative measurements of piezoelectric coefficient of PZT films by berlin court, interferometer, and vibrometer methods*, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control 2006, vol. 53, iss. 12, pp. 2287-2293, DOI: 10.1109/TUFFC.2006.175.
- [49] WANG, Z., ZHU, W., MIAO, J., CHAO CH., TAN, O.K., *Measurement of longitudinal piezoelectric coefficient of film with scanning-modulated interferometer*, Sensors and Actuators A: Physical, 2006, vol. 128, iss. 2, pp. 327-332, DOI: 10.1016/j.sna.2006.01.039.
- [50] SAAD, A., JIANG, Y., LIU, Y., WANG, Z., *The measurement of the diameter change of a piezoelectric transducer cylinder with the white-light interferometry*, Optics and Lasers in Engineering, 2014, vol. 56, pp. 169-172, DOI: 10.1016/j.optlaseng.2014.01.005.
- [51] RUPITSCH, S.J., LERCH, R., *Method to estimate material parameters for piezoceramic disc actuators*, Applied Physics A, Materials Science & Processing, 2009, vol. 97, iss. 4, pp. 735-740, DOI: 10.1007/s00339-009-5438-1.
- [52] RUPITSCH, S.J., SUTOR, A., ILG, J., LERCH, R., *Identification Procedure for Real and Imaginary Material Parameters of Piezoceramic Materials*, Applied Physics A, Materials Science & Processing, 2009, vol. 97, iss. 4, pp. 735-740, DOI: 10.1109/ULTSYM.2010.5935504.
- [53] WANG, Z., ZHU, W., MIAO, J., CHAO CH., TAN, O.K., *Measurement of longitudinal piezoelectric coefficient of film with scanning-modulated interferometer*, Sensors and Actuators A: Physical, 2006, vol. 128, iss. 2, pp. 327-332, DOI: 10.1016/j.sna.2006.01.039.

- [54] ERHART, J., BURIANOVÁ, L., *What is really measured on a d_{33} -meter?*, Journal of the European Ceramic Society, 2001, vol. 21, iss. 10 - 11, pp. 1413-1415, DOI: 10.1016/S0955-2219(01)00030-9.
- [55] VITAMVÁS, Z., *Měřič piezoelektrické konstanty d_{33} NUS 050*, Tesla Hradec Králové: návod k obsluze a popis zařízení, Katedra fyziky VŠST Liberec, 1977, 15 s.
- [56] STEWART, M., BATTRICK, W., CAIN, M.G., *Measuring piezoelectric d_{33} coefficients using the direct method*, Measurement Good Practise Guide, NPL United Kingdom, 2001, 30 p., ISSN: 1368-650.
- [57] GERMANO, P.C., *On the Meaning of “g” and “d” Constant as Applied to Simple Piezoelectric Modes of Vibration*, Technical Publication TP-222, Engineering Memorandum No.61-15, Morgan Electro Ceramics [online]. Dostupné z: www.morganelectroceramics.com.
- [58] SENSOR TECHNOLOGY LIMITED, *The Measurement of d_{31} and d_{33}* , Technical information 0643 Piezo-d Meter, Canada, 8 p., [online]. Dostupné z: www.sensor.com.
- [59] GUO, Q., CAO, G.Z., SHEN, I.Y., *Measurements of Piezoelectric Coefficient d_{33} of Lead Zirconate Titanate Thin Films Using a Mini Force Hammer*, Journal of Vibration and Acoustics, 2013, vol. 135, iss. VIB-11-1084, pp. 011003-1–011003-9, DOI: 10.1115/1.4006881.
- [60] IRE STANDARDS ON PIEZOELECTRIC CRYSTALS, *Determination of the Elastic, Piezoelectric, and Dielectric Constants-The Electromechanical Coupling Factor*, Proceedings of the IRE, 1958, vol. 46, iss. 4, pp. 764-778, DOI: 10.1109/JRPROC.1958.286778.
- [61] MASON, W.P., JAFFE, H. Proceedings of the IRE, *Methods for Measuring Piezoelectric, Elastic, and Dielectric Coefficients of Crystals and Ceramics*, 1954, vol. 42, no. 6, pp. 1731-1737, ISSN 0096-8390, DOI: 10.1109/JRPROC.1954.274752.
- [62] GERBER, E.A., *A Review of Methods for Measuring the Constants of Piezoelectric Vibrators*, Proceedings of the IRE, 1953, vol. 49, no. 7, pp. 1103-1112, ISSN 0096-8390, DOI: 10.1109/JRPROC.1953.274443.
- [63] GERBER, E.A., KOERNER, L.F., *Methods of Measurement of the Parameters of Piezoelectric Vibrators*, Proceedings of the IRE, 1958, vol. 46, no. 10, pp. 1731-1737, ISSN 0096-8390, DOI: 10.1109/JRPROC.1958.286752.
- [64] IRE STANDARDS ON PIEZOELECTRIC CRYSTALS, *The Piezoelectric Vibrator: Definitions and Methods of Measurement*, Proceedings of the IRE, 1957, vol. 45, iss. 43, pp. 353-358, DOI: 10.1109/JRPROC.1957.278371.
- [65] IRE STANDARDS ON PIEZOELECTRIC CRYSTALS, *Measurements of Piezoelectric Ceramics*, Proceedings of the IRE, 1961, vol. 41, iss. 9, pp. 1161-1169, DOI: 10.1109/JRPROC.1961.287860.
- [66] AGILENT, *E4294A Precision Impedance Analyzer and Tweezers Contact Test Fixture 16334A*. User's guide. Dostupné z: <http://www.home.agilent.com>.
- [67] WAYNE KERR, *Precision Impedance Analyser 62120B*. User's guide [online]. Dostupné z: <http://www.waynekerrtest.com>.
- [68] HIOKI, *Component Measuring Instrument LCR HiTester 3532-50*. User's guide [online]. Dostupné z: <http://www.hioki.com/product/353250>.
- [69] AGILENT, *E4980A Precision LCR Meter*. User's guide [online]. Dostupné z: www.home.agilent.com
- [70] POLYTEC, *Vibrometer Controller OFV-5000 and Sensor Head OFV-505*. User's guide [online]. Dostupné z: <http://www.polytecpi.com> nebo http://www.lb-acoustics.at/lb-acoustics_cz.
- [71] KEITHLEY, *Low Level Measurements Handbook, Precision DC Current, Voltage and Resistance Measurement*, 6th edition, Keithley Instruments Inc. U.S.A, 2004, No. 1559 80440KSL.
- [72] MICLEA, C., TANASOIU, C., AMARANDE, L., CIOANGHER, M., TRUPINA, L., MICLEA, C.T., DAVID, C., *Temperature Dependence of the Main Piezoelectric Parameters of a Nb-Li Doped PZT Ceramic*, International Semiconductor Conference 2006. Bucharest-Magurele: National Inst. for Mater. Phys., vol. 2, pp. 279-282, ISBN 1-4244-0109-7, DOI: 10.1109/SMICND.2006.283997.

- [73] MICLEA, C., A KOL., *Behaviour of the Main Properties of Hard and Soft Type Piezoceramics with Temperature from 2 to 600K*, International Semiconductor Conference (CAS), 2010, vol. 2, pp. 301-304, ISBN: 978-1-4244-5783-0, DOI: 10.1109/SMICND.2010.5650718.
- [74] SABAT, R.G., MUKHERJEE, B.K., REN, W., YANG, G., *Temperature dependence of the complete material coefficients matrix of soft and hard doped piezoelectric lead zirconate titanate ceramics*, Journal of applied Physics: Dielectric end Ferroelectricity, 2007, vol. 101, iss. 6, pp. 064111:1-7, DOI: 10.1063/1.2560441.
- [75] BURIANOVÁ, L.; KOPAL, A., NOSEK, J., *Characterization of advanced piezoelectric materials in the wide temperature range*, Materials Science and Engineering B, 2003, vol. 99, no. 1-3, pp. 187-191, DOI: 10.1016/S0921-5107(02)00490-7.
- [76] CHEN, J., SHI, H., LIU, G., CHENG, S., DONG, S., *Temperature dependence of dielectric, piezoelectric and elastic properties of BiScO₃-PbTiO₃ high temperature ceramics with morphotropic phase boundary (MPB) composition*, Journal of Alloys and Compounds, 2012, vol. 537, pp. 280-285, DOI: 10.1016/j.jallcom.2012.05.041.
- [77] FIALKA, J., *Temperature dependence of the main piezoelectric parameters*, In Proceedings of 8th International PhD Student' s Workshop on Control and Information Technology, Brno, 2009, vol. 1, s. 107-112, ISBN 978-80-214-3949-8.
- [78] FIALKA, J., BENEŠ, P., PIKULA, S., KLUSÁČEK, S., *Measurement of Temperature Dependence in Material Coefficients of PZT Ceramics for Acoustic Emission Sensors*, IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, Frequency Control Society and European Frequency and Time, IUS Proceedings, 2013, pp. 1109-1112, ISBN: 978-1-4673-5686-2, DOI: 10.1109/ULTSYM.2013.0284.
- [79] ILG, J., RUPITSCH, S.J., ILG, J., LERCH, R., *Temperature measurements by means of the electrical impedance of piezoceramics*, 2012 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), 2012, pp. 1851-1855, DOI: 10.1109/I2MTC.2012.6229130.
- [80] ERHART, J., RUSIN, L., SEIFERT, L., *Resonant frequency temperature coefficients for the piezoelectric resonators working in various vibration modes*, Journal of the Electroceramics, 2007, vol. 19, iss. 4, pp. 401-403, DOI: 10.1007/s10832-007-9062-1.
- [81] RIVERA-RUEDAS, G., RAMÍREZ-LÓPEZ, L.M., SÁNCHEZ DE JESÚS, F., BOLARÍN-MIRÓ, A., MUÑOZ-SALDAÑA, J., YÁÑEZ-LIMON, M., *Thermal Characterization of PZT Ceramics Obtained by Mechanically Activated Mixed Oxides Using Different Pb Sources*, International Journal of Thermophysics, 2012, vol. 33, iss. 12, pp. 2366-2376, DOI: 10.1007/s10765-012-1333-7.
- [82] LI, F., XU, Z., WEI, X., YAO, X., *Determination of temperature dependence of piezoelectric coefficients matrix of lead zirconate titanate ceramics by quasi-static and resonance method*, Journal of Physics D: Applied Physics, 2009, vol. 42, iss. 9, 7 p., DOI: 10.1088/0022-3727/42/9/095417.
- [83] MASON, W.P., *Piezoelectric crystals and their applications to ultrasonics*, D.Van Nostrand Co., New York, 1950.
- [84] BURIANOVÁ, L., HANA, P., PUSTKA, M., PROKOPOVA, M., NOSEK, J., *Non-linear properties of PZT ceramics in the wide temperature range*, Journal of the European Ceramic Society, Electroceramics IX, 2005, vol. 25, iss. 12, pp. 2405-2409. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2005.03.071.
- [85] SHERRIT, S., WIEDERICK, H.D., MUKHERJEE, B.K., HAERTLING, G.H., *The dielectric, piezoelectric and hydrostatic properties of PLZT based rainbow ceramics*, Proceedings of the Ninth IEEE International Symposium Applications of Ferroelectrics, ISAF '94, 1994, pp. 390-393, DOI: 10.1109/ISAF.1994.522384.
- [86] FURMAN, E., LI, G., HAERTLING, G.H., *Electromechanical properties of Rainbow devices*, Proceedings of the Ninth IEEE International Symposium Applications of Ferroelectrics, ISAF '94, 1994, pp. 146-149, DOI: 10.1109/ISAF.1994.522321.

- [87] KAMEL, T.M., KOOLS, F.X.N.M, DE WITH, G., *Poling of soft piezoceramic PZT*, Journal of the European Ceramic Society, 2007, vol. 27, iss. 6, pp. 2471-2479, DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2006.08.014.
- [88] KAMEL, T.M., DE WITH, G., *Grain size effect on the poling of soft Pb(Zr,Ti)O₃ ferroelectric ceramics*, Journal of the European Ceramic Society, 2007, vol. 28, iss. 4, pp. 851-861, DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.08.010.
- [89] KAMEL, T.M., DE WITH, G., *Poling of hard ferroelectric PZT ceramics*, Journal of the European Ceramic Society, 2008, vol. 28, iss. 9, pp. 1827-1838, DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.11.023.
- [90] ZHONG, W.L., WANG, Y.G., YUE. S.B., ZHANG, P.L., *Domain reorientation by poling of PZT ceramics in the morphotropic phase boundary region*, Solid State Communications, 1994, vol. 90, iss. 6, pp. 383-385, DOI: 10.1016/0038-1098(94)90804-4.
- [91] WANG, H.W., CHENG, S.Y., WANG, CH.M., *Optimization of poling process for piezoelectric PZT ceramics*, Electronic Manufacturing Technology Symposium, Japan Electronic Manufacturing Technology Symposium (IEMT), IEEE/CHMT International, 1989, pp. 263-266, DOI: 10.1109/IEMTS.1989.76153.
- [92] ERHART, J., *Seminář Základy piezoelektriny pro aplikace*, 2011, Učební texty k semináři [Online]. Dostupné z: www.crr.vutbr.cz.
- [93] YANG, G., REN, W., LIU, S.-F., MASYS, A.J., MUKHERJEE, B.K., *Effects of uniaxial stress and DC bias field on the piezoelectric, dielectric, and elastic properties of piezoelectric ceramics*, IEEE Ultrasonics Symposium, 2000, vol. 2, pp. 1005-1008, DOI: 10.1109/ULTSYM.2000.921494.
- [94] ZHAO, J., ZHANG, Q.M., *Effect of mechanical stress on the electromechanical performance of PZT and PMN-PT ceramics*, ISAF '96 Proceedings of the Tenth IEEE International Symposium on Applications Of Ferroelectrics, 1996, vol. 2, pp. 971-974, DOI: 10.1109/ISAF.1996.598190.
- [95] SHERRIT, S., VAN NICE, D.B., GRAHAM, J.T., MUKHERJEE, B.K., WIEDERICK, H.D., *Domain wall motion in piezoelectric materials under high stress*, Proceedings of the Applications of Ferroelectrics, 1992, vol. 2, pp. 167-170, DOI: 10.1109/ISAF.1992.300653.
- [96] ZHANG, Q.M, ZHAO, J., *Electromechanical properties of lead zirconate titanate piezoceramics under the influence of mechanical stresses*, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 1999, vol. 46, iss. 6, pp. 1518-1526, DOI: 10.1109/58.808876.
- [97] KOROLĚV, M.V., *Sposob depolârizacii p'ezoëlementov*, 1987, 3 s., Patent SU 1631756 A1.
- [98] KOROLĚV, M.V., *Eho-impul'snye tolšinomery*, Moskva 1980, 111 s., Mašinostroenie, BBK 34.9, UDK 531.717.
- [99] ŠNYREV, P.D., *Tehnologiâ častičnoj depolârizacii p'ezoëlementov*, Defektoskopiâ. 1978, no. 4, s. 95-97, UDK 620.179.16.
- [100] VÁVRA, V., LOSS, Z., *Multimediální studijní texty z mineralogie pro bakalářské studium*, Ústav geologických věd, Přírodovědecká fakulta Masarykova Univerzita, Brno [online]. [cit. 2015-02-14]. Dostupné z: http://mineralogie.sci.muni.cz/obsah_uceb.htm.
- [101] FULTZ, B., HOWE, M.J., *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*, Springer, New York, 2013, 4th edition , 761 p., Graduate texts in physics, ISBN 978-364-2297-618.
- [102] VALVODA, V., POLCAROVÁ, M., LUKÁČ, P., *Základy strukturní analýzy*, Univerzita Karlova - Karolinum, Praha 1992, 1. vydání, 492 s., ISBN 80-200-0280-4.
- [103] KOPEC, B., A KOL., *Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí*, Akademické nakladatelství CERM, Brno, 2008, 572 s., ISBN 978-80-7204-591-4.
- [104] MILLER, R. K., HILL, E.V.K., *Nondestructive Testing Handbook, Third Edition: Volume 6, Acoustic Emission Testing*, ASNT – American Society for Nondestructive Testing, 2005, 446 p., 3rd edition, ISBN 1-57117-106-1.

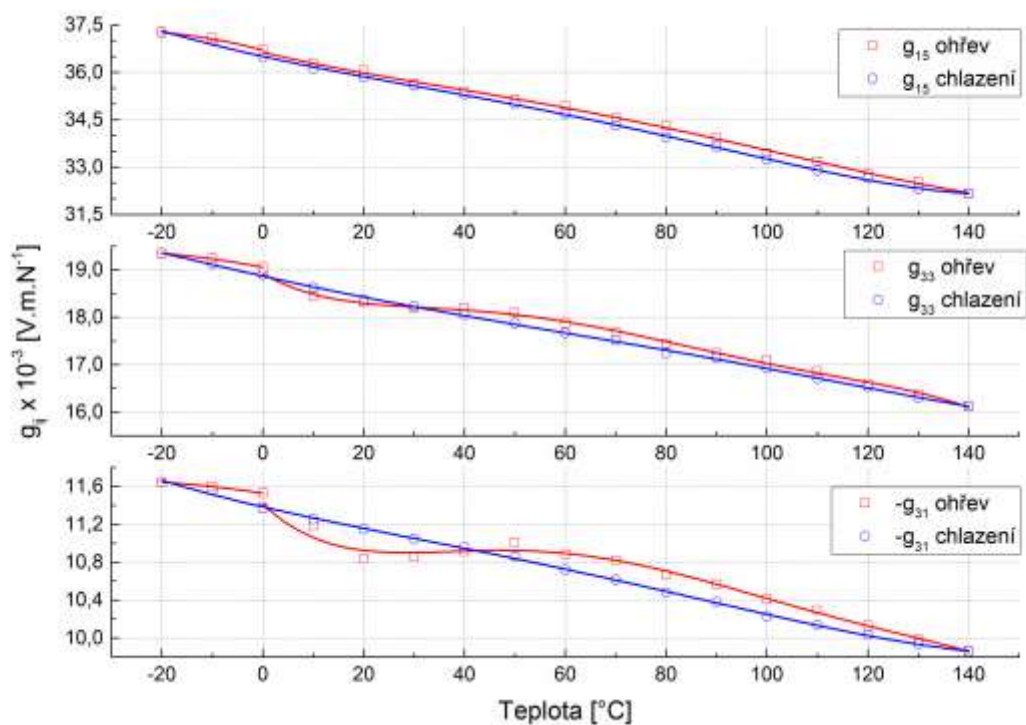
- [105] LEE, Y.-CH., KUO, S. H., *Miniature piezoelectric conical transducer realized by excimer laser micro-machining technique*, Sensors and Actuators A: Physical. 2001, vol. 93, no. 1, pp. 57-62., DOI: 10.1016/S0924-4247(01)00519-2.
- [106] GREENSPAN, M., *The NBS conical transducers: Analysis*, Journal of the Acoustical Society of America, 1987, vol.81, no. 1, pp. 173-183.
- [107] HORA, P., KOBERNA, M., *Snímač s kuželovým aktivním prvkem a jeho kalibrace*, Aplikace akustické emise v diagnostice jaderných elektráren, ČSVTS Modřanské strojírný, Praha, 1990.
- [108] PROCTOR, T.M., Jr., *Some details on the NBS conical transducers*, Journal of Acoustic Emission, 1982, vol.1, no. 3, pp. 173-178.
- [109] THEOBALD, P., *Towards traceable calibration of acoustic emission measurement systems: development of a reference source at the UK's National Physical Laboratory*, Proceedings of the 26th European Conference on Acoustic Emission Testing EWGAE 2004, Berlin, DGZfP-Proceedings BB 90-CD, lecture 72, pp. 683-690.
- [110] LEE, Y.-CH., LIN, Z., *Miniature piezoelectric conical transducer: Fabrication, evaluation and application*, Ultrasonics, 2006, vol. 44, no. 1, pp. e693-e697, DOI 10.1016/j.ultras.2006.05.197.
- [111] YAN, T., THEOBALD, P., JONES, B.E., *A conical piezoelectric transducer with integral sensor as self-calibrating acoustic emission energy source*, Ultrasonics, 2004, vol. 42, no. 1-9, pp. 431-438. DOI: 10.1016/j.ultras.2003.12.039.
- [112] SCRUBY, C.B., WADLEY, H. N. G. A., *Calibrated Capacitance Transducers for the Detection of Acoustic Emission*, Journal Physics D, 1978, vol.11, no. 11, 1487 p., DOI: 10.1088/0022-3727/11/11/007.
- [113] BENEŠ, P., FIALKA, J., *Main problems with AE sensors calibration*, NDT for Safety, Defektoskopie 2010 – 40th International Conference and NDT Exhibition, Pilsen, Czech Republic, pp. 17-24, ISBN 978-80-214-4182-8.
- [114] MOFFETT, M.B., MAPES, T. J., GRODOTZKE, A.T., *A broadband acoustic emission transducer*, Journal of Acoustic Emission, 1982, vol.1, no. 1, pp. 29-34.
- [115] KEPRT, J., *Primární kalibrace snímačů akustické emise*, Disertační práce, Brno, Vysoké učení technické v Brně, 2008, 171 s.
- [116] WENWU, Z., SHINING, J., BEI, J., *Analysis of shear modes in a piezoelectric vibrator*, Journal of Applied Physics, 1998, vol. 83, iss. 8, pp. 4415 - 4420, DOI: 10.1063/1.367233.
- [117] KALTENBACHER, M., SIMKOVICS, R., KALTENBACHER, B. LERCH, R., *Determination of piezoelectric material parameters using a combined measurement and simulation technique*, 2001 IEEE Ultrasonics Symposium, 2001, vol.2 , pp. 1023-1026, DOI: 10.1109/ULTSYM.2001.991893.
- [118] TUREK, M., A KOL., *Elektrotechnická keramika*, SNTL Praha, 1964, 420 s., ISBN 04-557-64.
- [119] NOLIAC CERAMICS S.R.O., *Piezo ceramics specification*, Material datasheet Ver. 1404 [online]. Dostupné z: <http://www.noliac.com>.
- [120] HAMMER, M., HOFFMANN, M.J., *Sintering Model for Mixed-Oxide-Derived Lead Zirconate Titanate Ceramics*, Journal of the American Ceramic Society, 1998, vol. 81, iss. 12, pp. 3277-3284, DOI: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02768.x.
- [121] HOFFMANN, M.J., HAMMER, M., ENDRIS, A., LUPASCU, D.C., *Correlation Between Microstructure, Strain Behaviour, and Acoustic Emission of Soft PZT Ceramics*, Acta Materialia, 2001, vol. 49, iss. 7, pp. 1301-1310, DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00025-8.
- [122] WHATMORE, R.W., MOLTER, O., SHAW, C.P., *Electrical properties of Sb and Cr-doped PbZrO₃-PbTiO₃-PbMg_{1/3}Nb_{2/3}O₃ ceramics*, Journal of the European Ceramic Society, 2003, vol. 23, iss. 5, pp. 721-728, DOI: 10.1016/S0955-2219(02)00162-0.

PŘÍLOHY

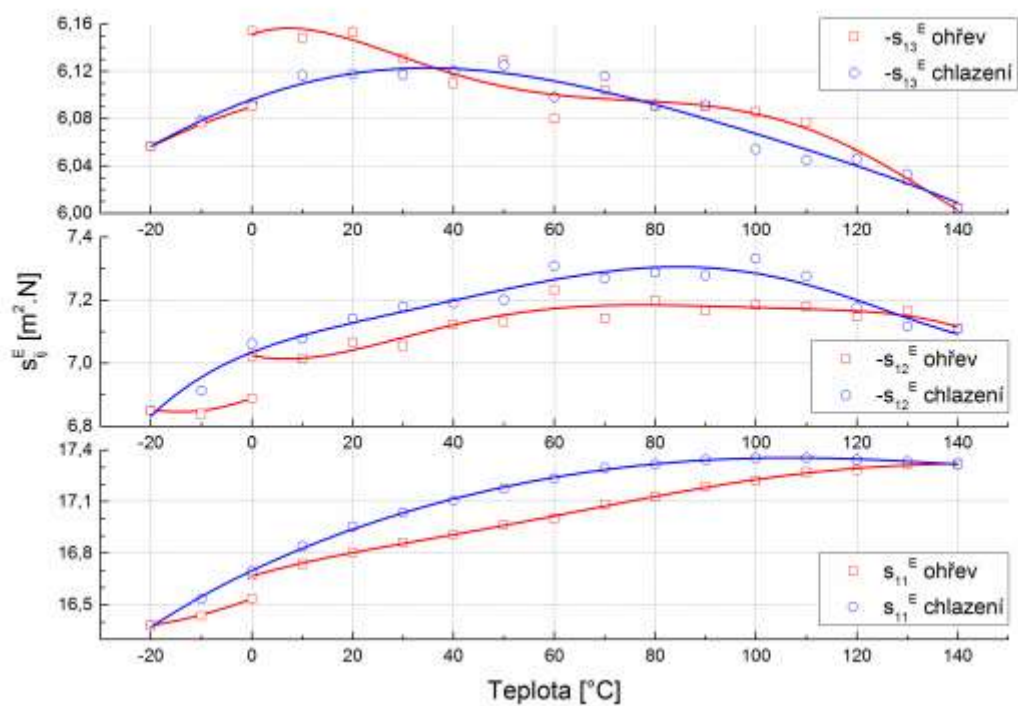
Seznam příloh

Měření teplotní hysterezní křivky PZT keramiky (rozsah -20 °C až 140 °C)	142
Měření teplotní hysterezní křivky PZT keramiky (rozsah 30 °C až 320 °C)	145
Měření vlivu cyklování teploty na materiálové koeficienty PZT keramiky	147
Měření teplotních závislostí materiálových koeficientů PZT keramiky	150

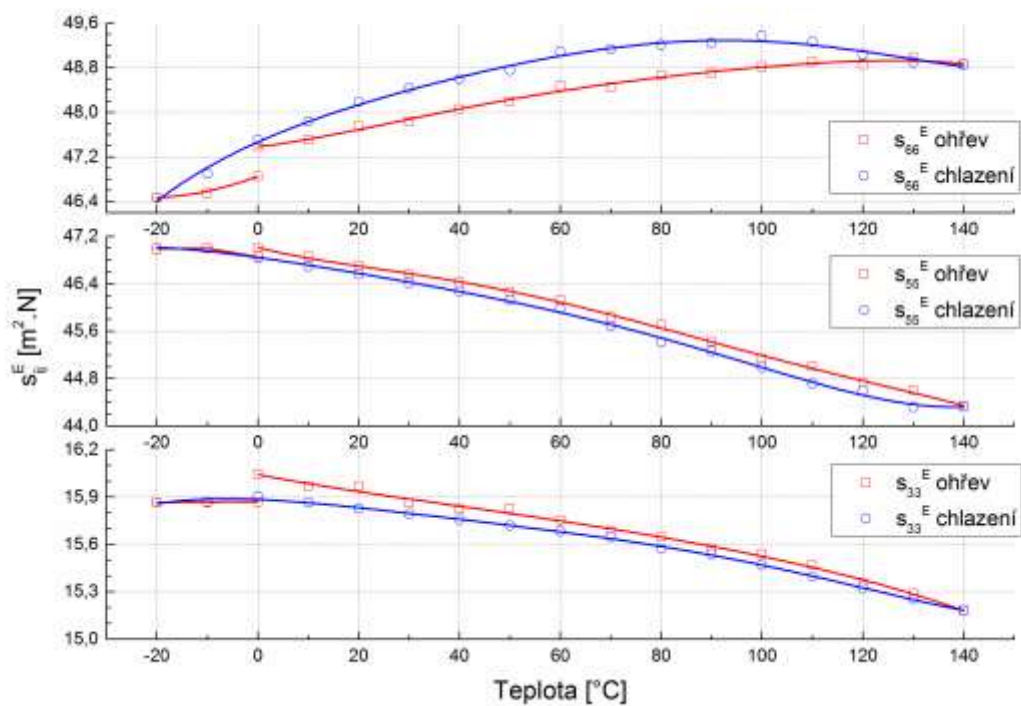
Měření teplotní hysterezní křivky PZT keramiky (rozsah -20 °C až 140 °C)



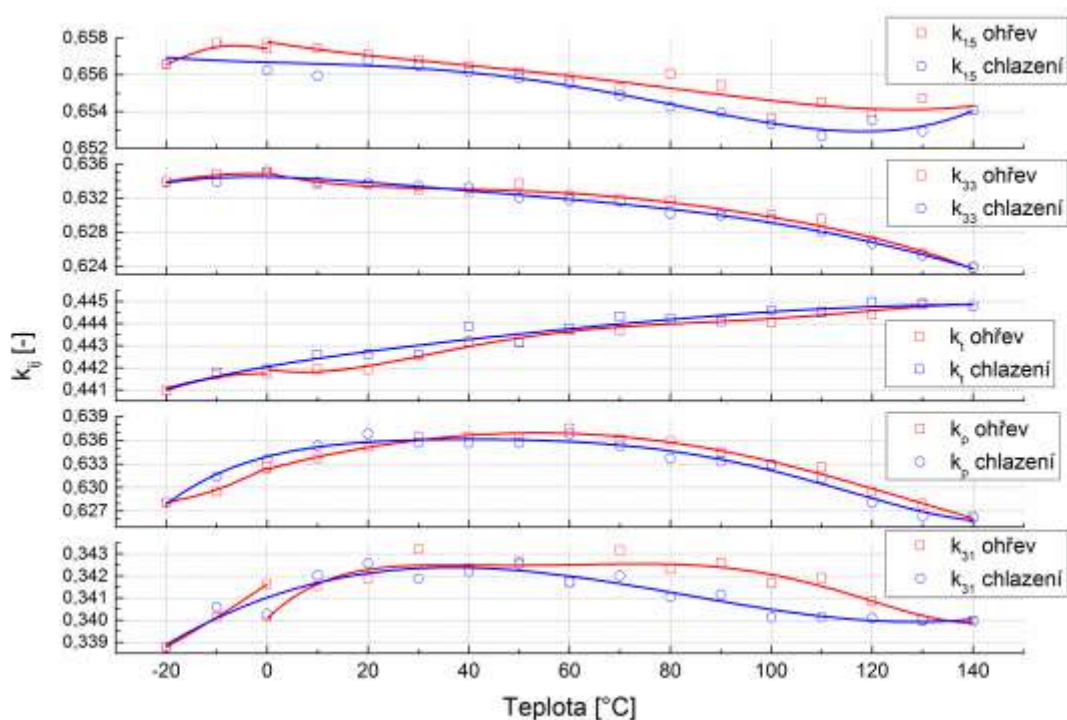
Příloha 1 Závislost piezoelektrických napět'ových koeficientů $-g_{31}$, g_{33} a g_{15} na ohřevu z 0 °C do 140 °C, následném ochlazení na -20 °C a ustálení na 0 °C.



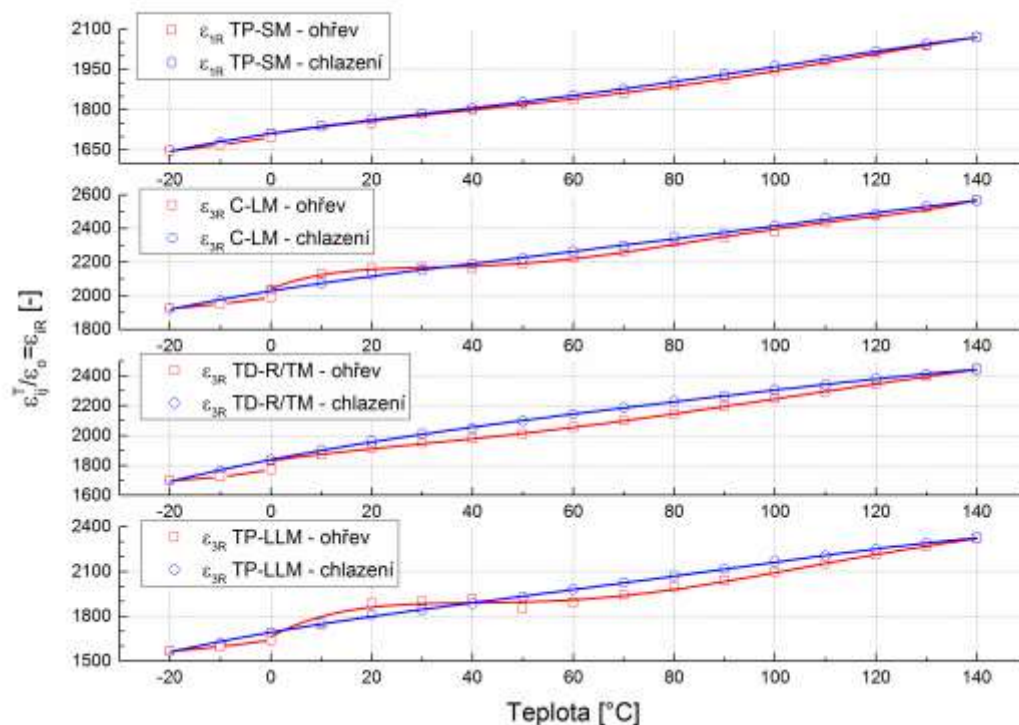
Příloha 2 Závislost elastických koeficientů s_{11}^E , $-s_{12}^E$ a $-s_{13}^E$ na ohřevu z 0 °C do 140 °C, následném ochlazení na -20 °C a ustálení na 0 °C.



Příloha 3 Závislost elastických koeficientů s_{33}^E , s_{55}^E a s_{66}^E na ohřevu z 0 °C do 140 °C, následném ochlazení na -20 °C a ustálení na 0 °C.

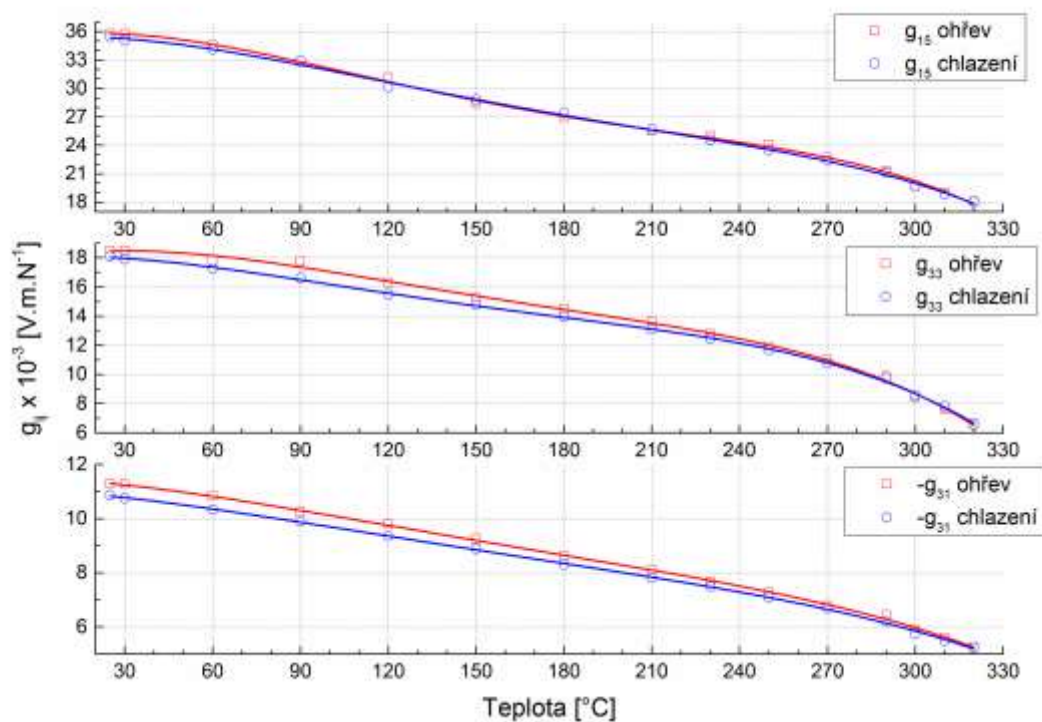


Příloha 4 Závislost elektromechanických vazebních koeficientů k_{31} , k_p , k_1 , k_{33} a k_{15} na ohřevu z 0 °C do 140 °C, následném ochlazení na -20 °C a ustálení na 0 °C.

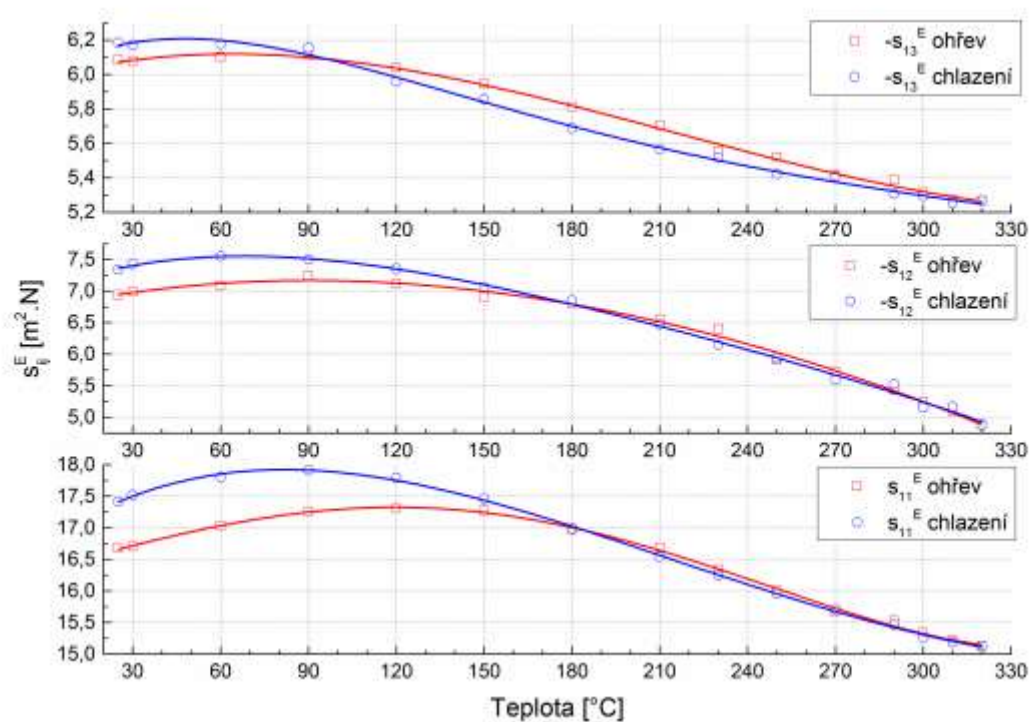


Příloha 5 Závislost relativní dielektrické permitivity $\varepsilon_{ij}^T/\varepsilon_0 = \varepsilon_{IR}$ pro příčně podélné kmity tenkého plátku (TP-LLM), radiální a tloušťkové kmity tenkého disku (TD-R/TM), podélné kmity u válečku (C-LM) a tloušťkově střížné kmity u tenkého plátku (TP-SM) na ohřevu z 0 °C do 140 °C, následném ochlazení na -20 °C a ustálení na 0 °C.

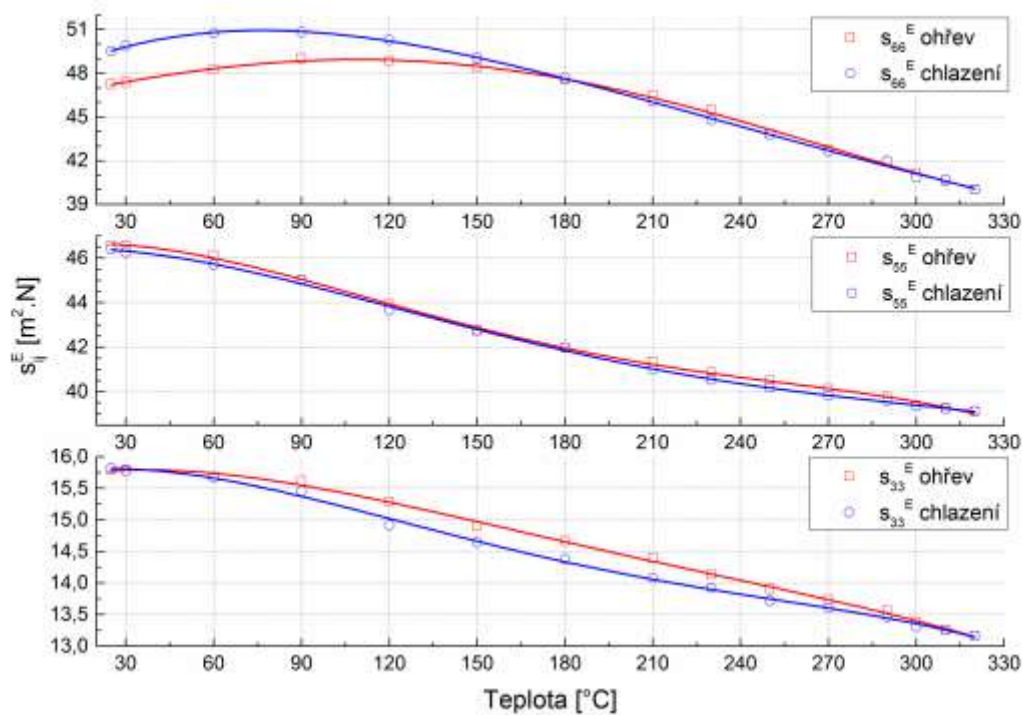
Měření teplotní hysterezní křivky PZT keramiky (rozsah 30 °C až 320 °C)



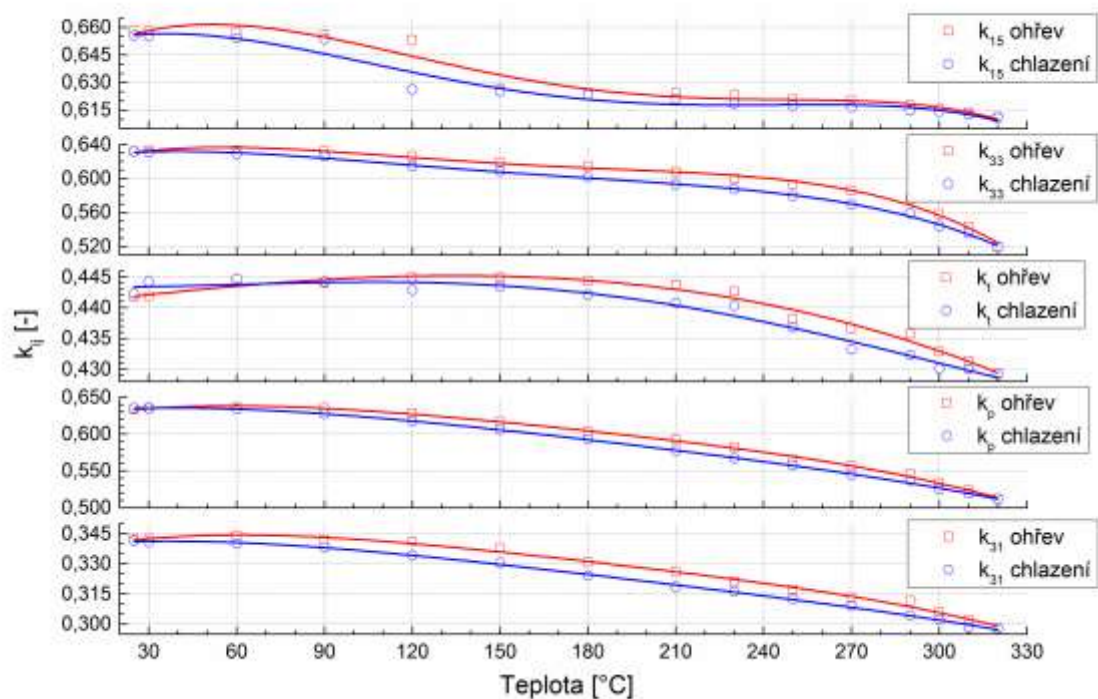
Příloha 6 Závislost piezoelektrických napětových koeficientů $-g_{31}$, g_{33} a g_{15} na ohřevu z 25 °C do 320 °C a následném ochlazení na 25 °C.



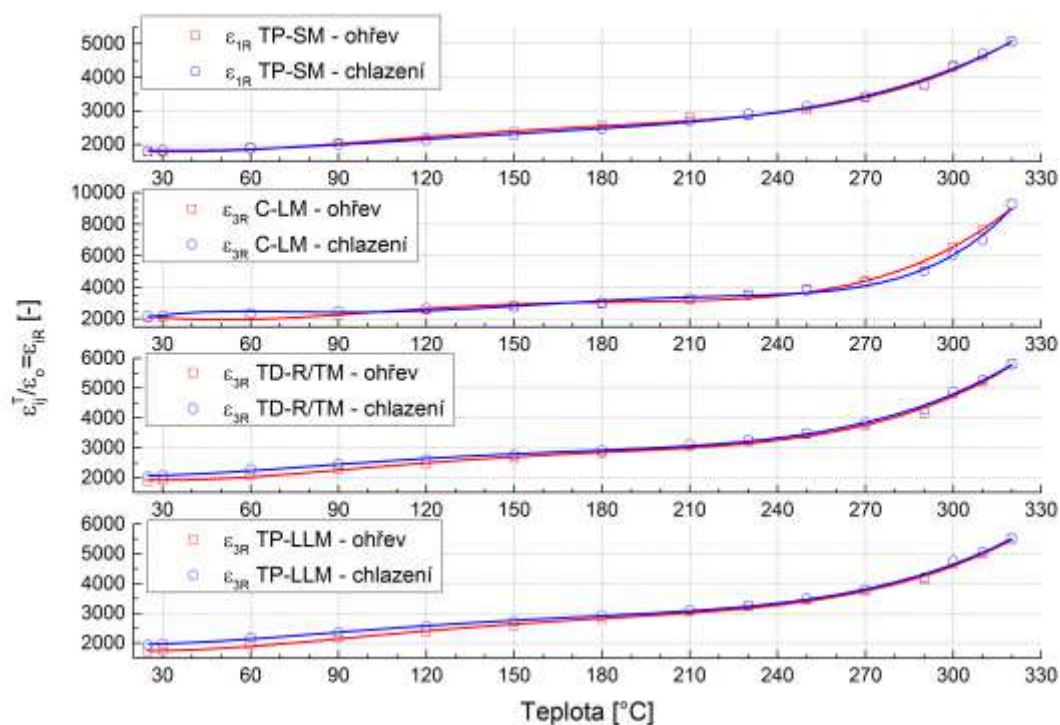
Příloha 7 Závislost elastických koeficientů s_{11}^E , $-s_{12}^E$ a $-s_{13}^E$ na ohřevu z 25 °C do 320 °C a následném ochlazení na 25 °C.



Příloha 8 Závislost elastických koeficientů s_{33}^E , s_{55}^E a s_{66}^E na ohřevu z 25 °C do 320 °C a následném ochlazení na 25 °C.

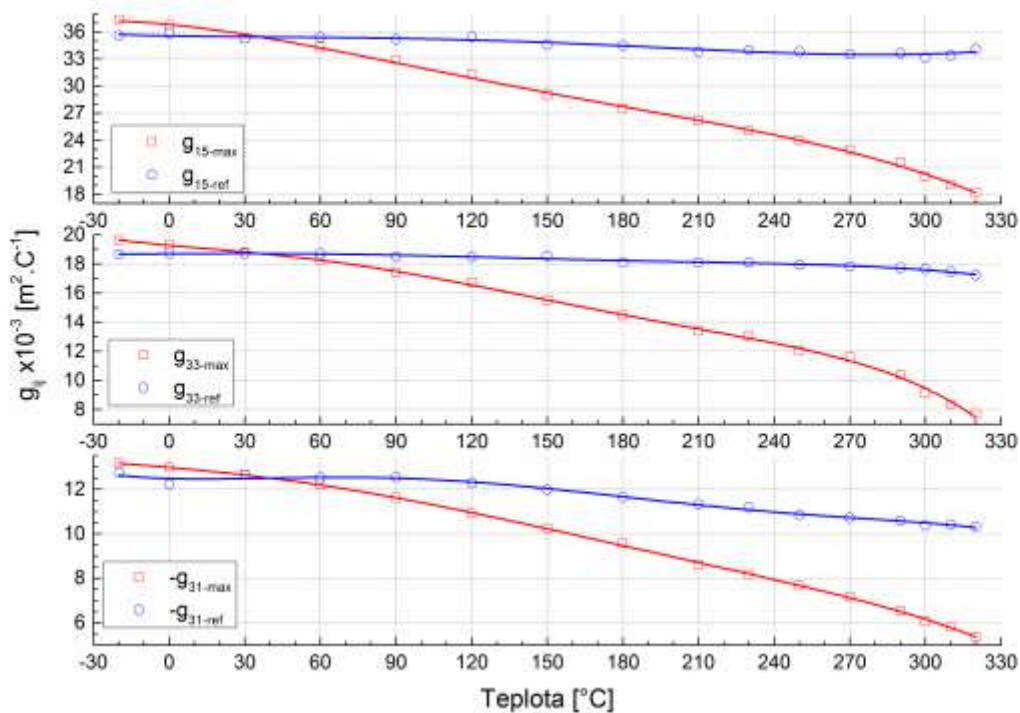


Příloha 9 Závislost elektromechanických vazebních koeficientů k_{31} , k_p , k_l , k_{33} a k_{15} na ohřevu z 25 °C do 320 °C a následném ochlazení na 25 °C.

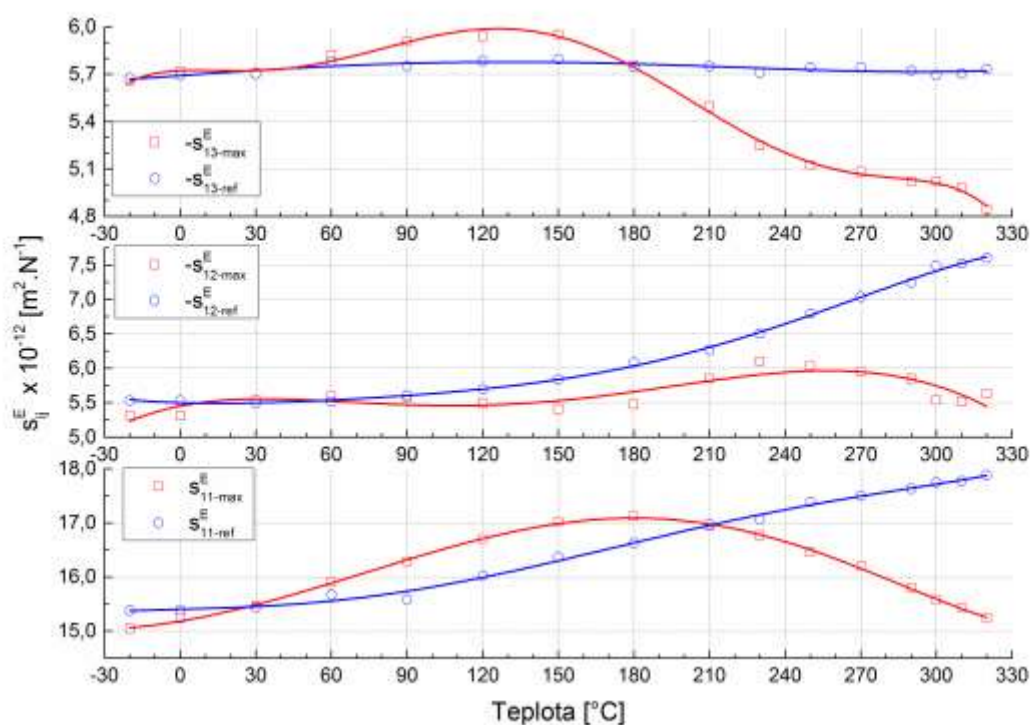


Příloha 10 Závislost relativní dielektrické permitivity $\varepsilon_{ij}^T/\varepsilon_0 = \varepsilon_{iR}$, pro příčné podélné kmity tenkého plátku (TP-LLM), radiální a tloušťkové kmity tenkého disku (TD-R/TM), podélné kmity u válečku (C-LM) a tloušťkově střizné kmity u tenkého plátku (TP-SM) na ohřevu z 25 °C do 320 °C a následném ochlazení na 25 °C.

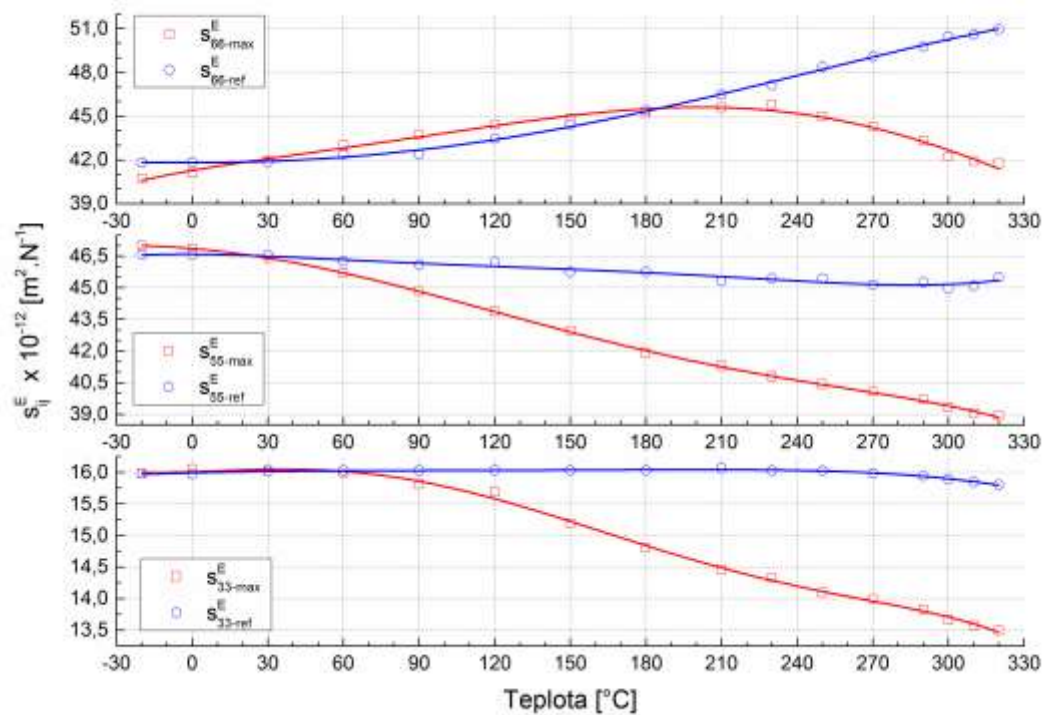
Měření vlivu cyklování teploty na materiálové koeficienty PZT keramiky



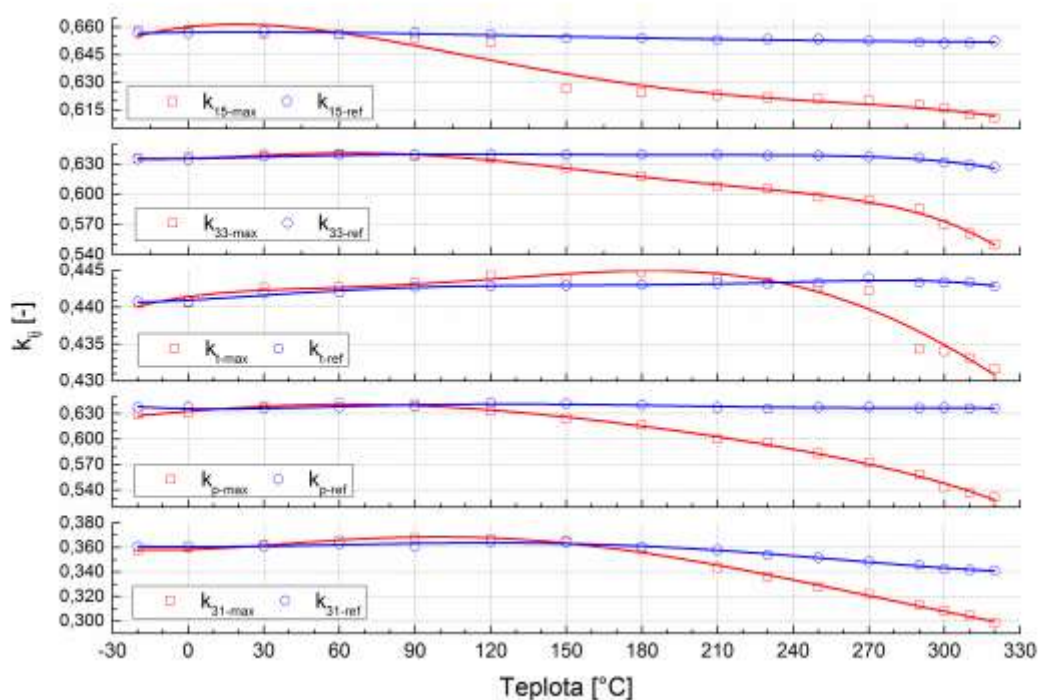
Příloha 11 Závislost piezoelektrických napět'ových koeficientů $-g_{31}$, g_{33} a g_{15} na cyklování teploty mezi aktuálně nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 °C až 320 °C a referenční hodnotou 25 °C.



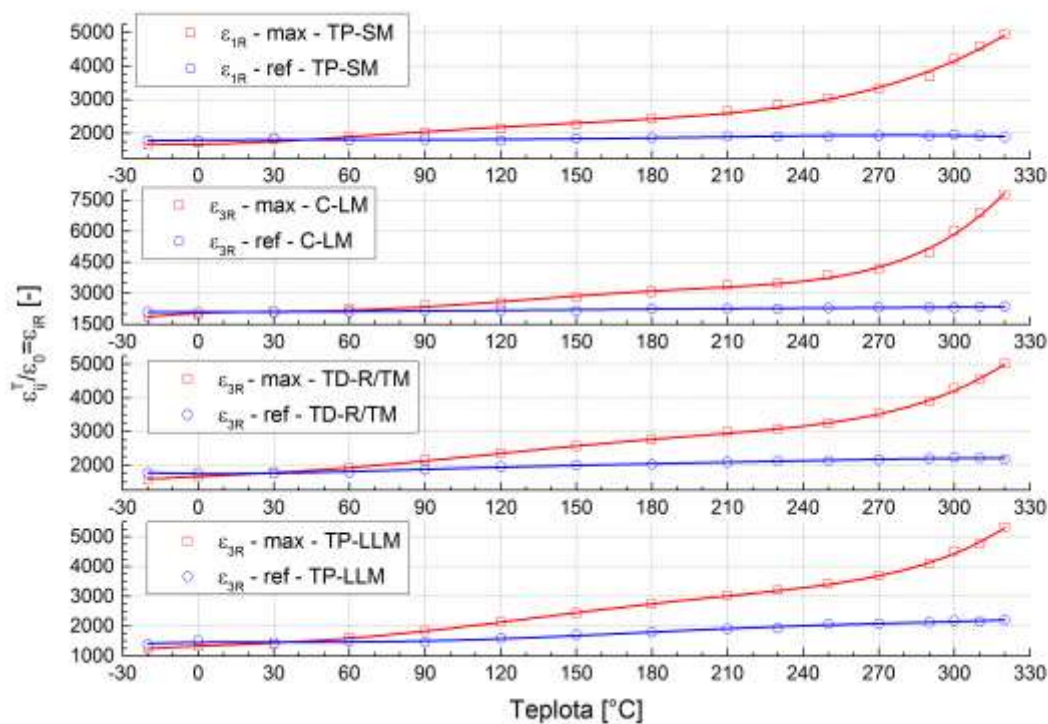
Příloha 12 Závislost elastických koeficientů s_{11}^E , $-s_{12}^E$ a $-s_{13}^E$ na cyklování teploty mezi aktuálně nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 °C až 320 °C a referenční hodnotou 25 °C.



Příloha 13 Závislost elastických koeficientů s_{33}^E , s_{55}^E a s_{66}^E na cyklování teploty mezi aktuálně nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 °C až 320 °C a referenční hodnotou 25 °C.



Příloha 14 Závislost elektromechanických vazebních koeficientů k_{31} , k_p , k_v , k_{33} a k_{15} na cyklování teploty mezi aktuálně nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 °C až 320 °C a referenční hodnotou 25 °C.

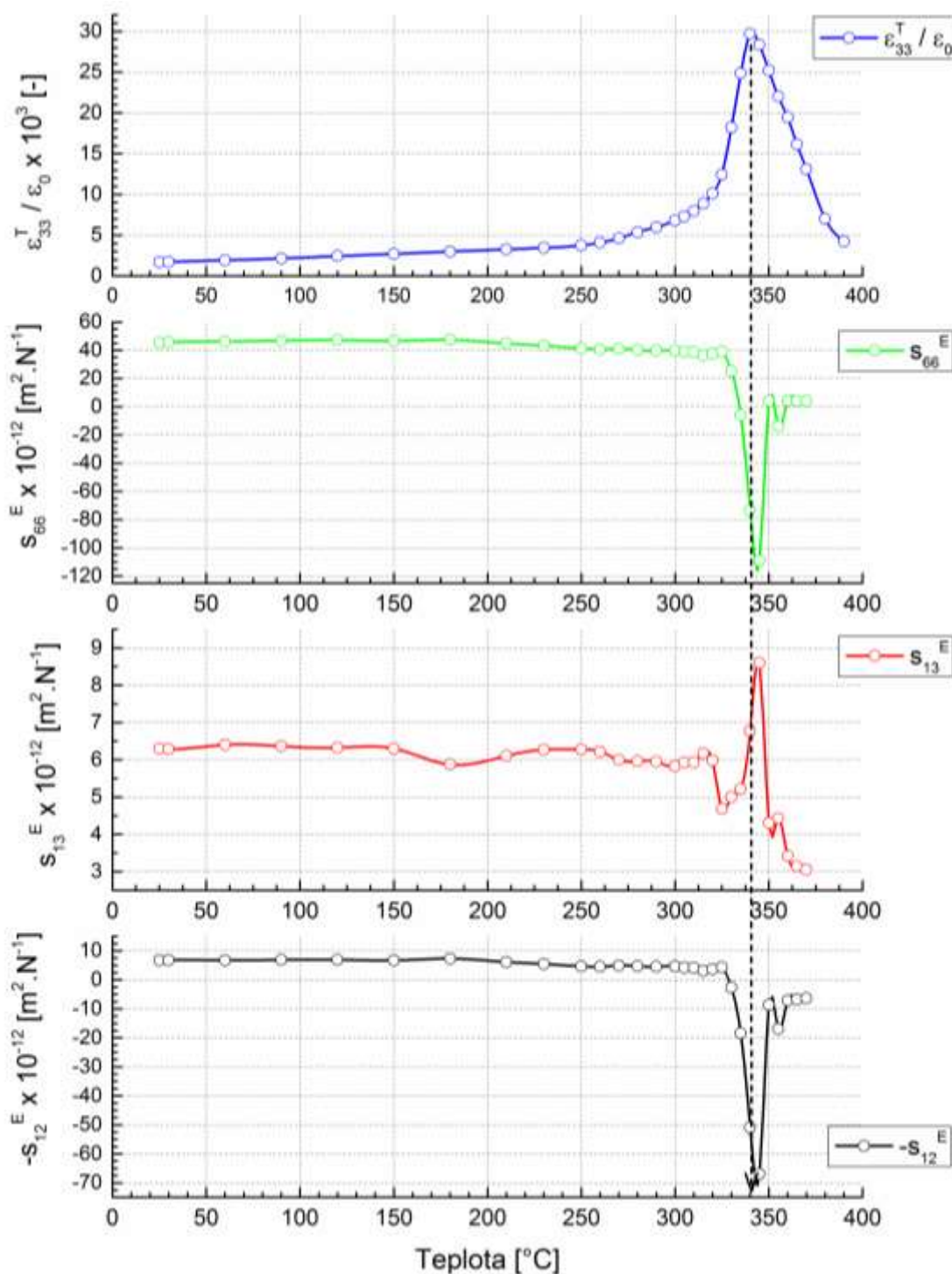


Příloha 15 Závislost relativní dielektrické permitivity $\epsilon_{ij}^T/\epsilon_0 = \epsilon_{iR}$, pro příčné podélné kmity tenkého plátku (TP-LLM), radiální a tloušťkové kmity tenkého disku (TD-R/TM), podélné kmity u válečku (C-LM) a tloušťkově střížné kmity u tenkého plátku (TP-SM) na cyklování teploty mezi aktuálně nastavenou hodnotou v rozsahu od -20 °C až 320 °C a referenční hodnotou 25 °C.

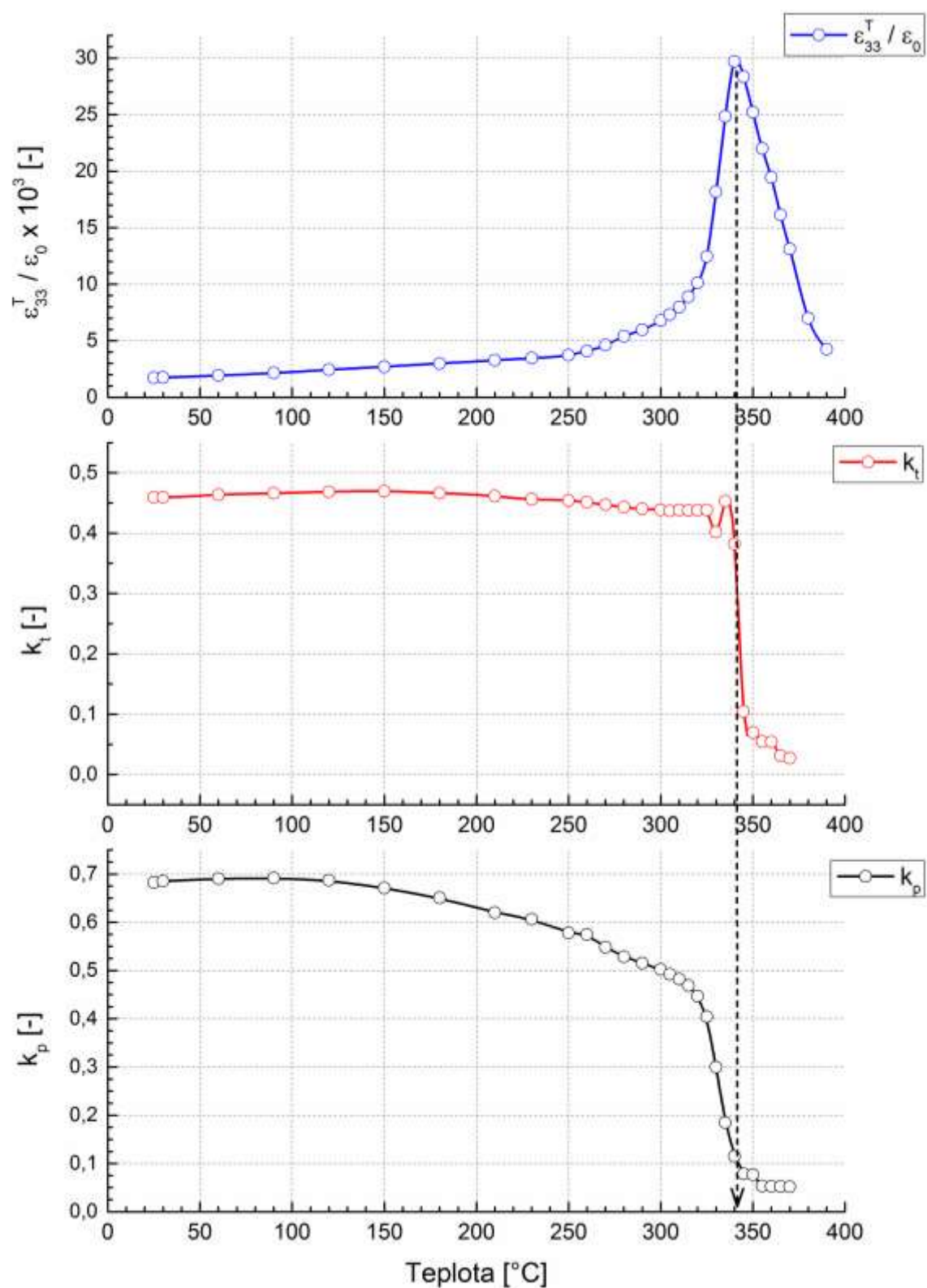
Měření teplotních závislostí materiálových koeficientů PZT keramiky

Radiální a tloušťkové kmity tenkého disku

Teplotní závislosti relativní dielektrické permitivity, elastických koeficientů a elektromechanických koeficientů navazují na průběhy impedančních charakteristik uváděných v kapitole 12.4.

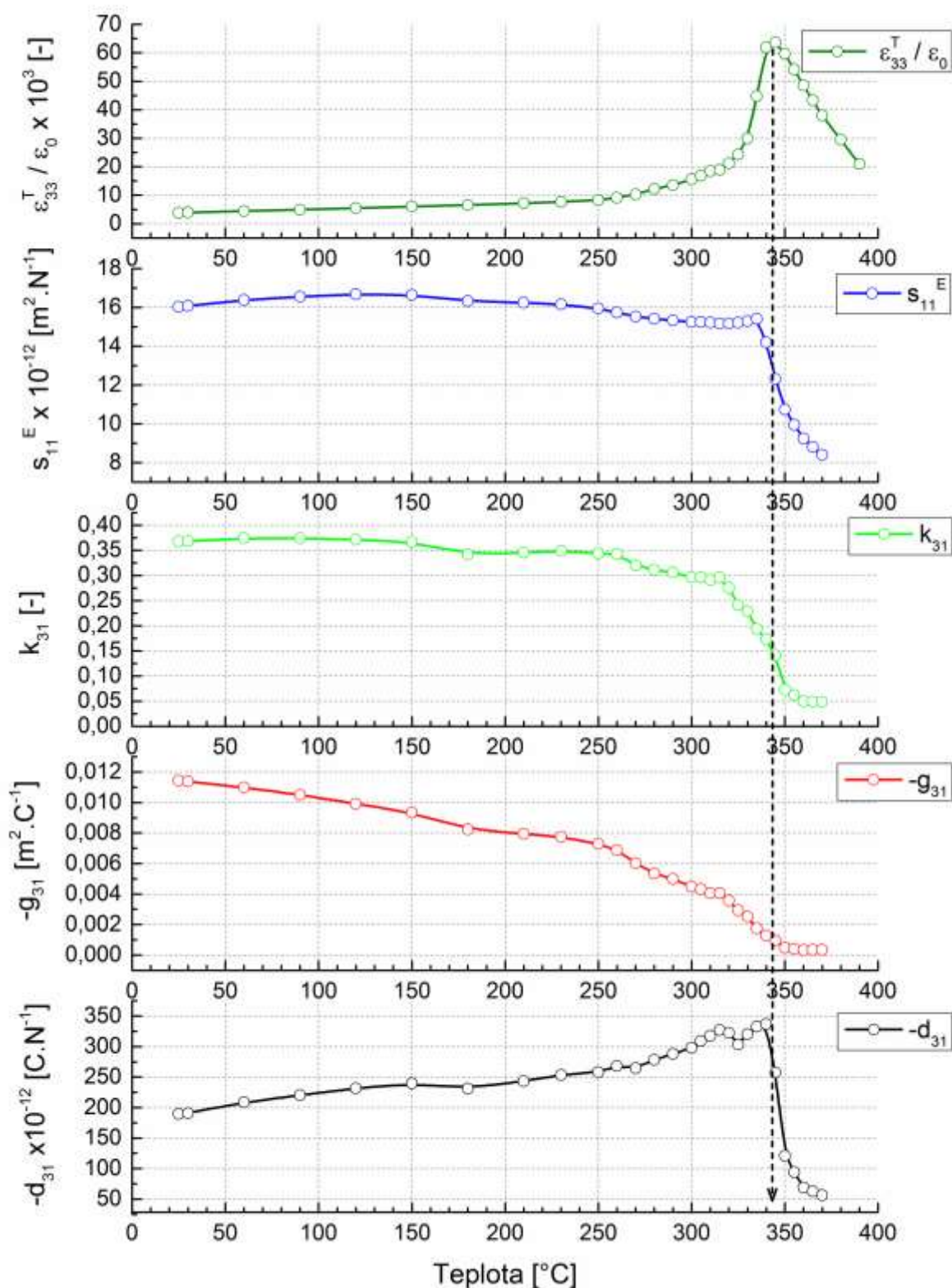


Příloha 16 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ϵ_{3r} , elastických koeficientů $-s_{12}^E$, $-s_{13}^E$ a s_{66}^E). Měřeno na tenkém disku $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 25 do 390 °C.

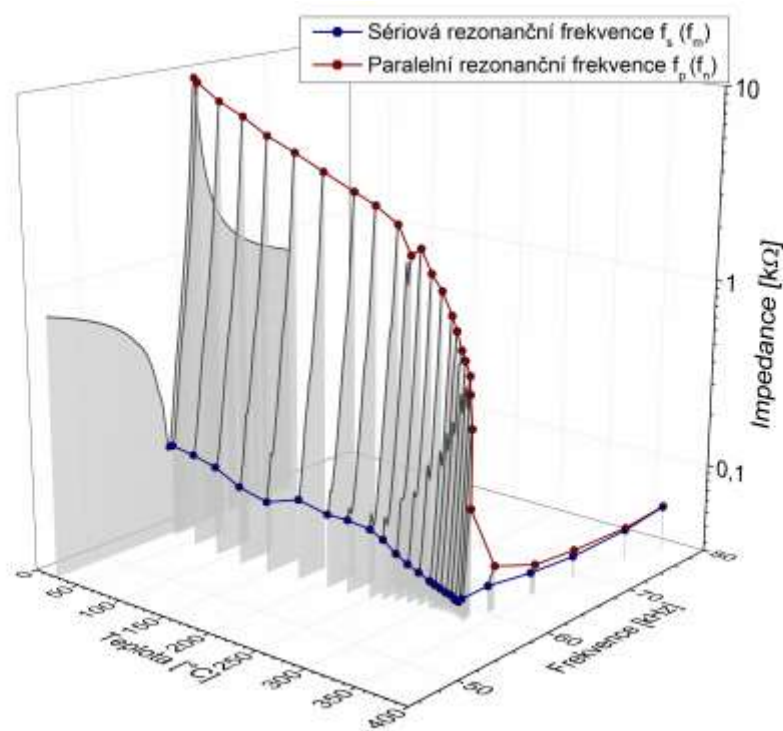


Příloha 17 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ε_{3r} , planární koeficient vazby k_p a tloušťkového koeficientu vazby k_t). Měřeno na válečku $\varnothing 20 \times 2$ mm z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 25 do 390 °C.

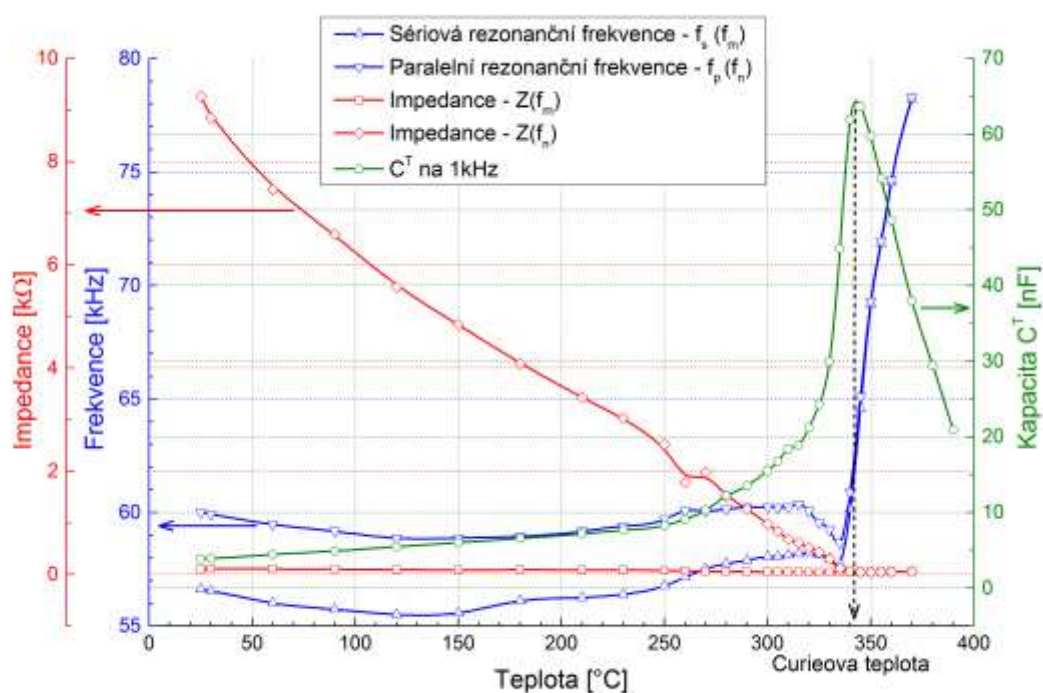
Příčně podélné kmity tenkého plátku



Příloha 18 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ϵ_{3r} , elastického koeficientu s_{11}^E , příčného koeficientu vazby k_{31} , napětového $-g_{31}$ a nábojového $-d_{31}$ koeficientu). Měřeno na tenkém disku $25 \times 5 \times 0,5$ mm ($l \times w \times t$) z keramiky PCM51 v rozmezí teplot od 25 do 390 °C.

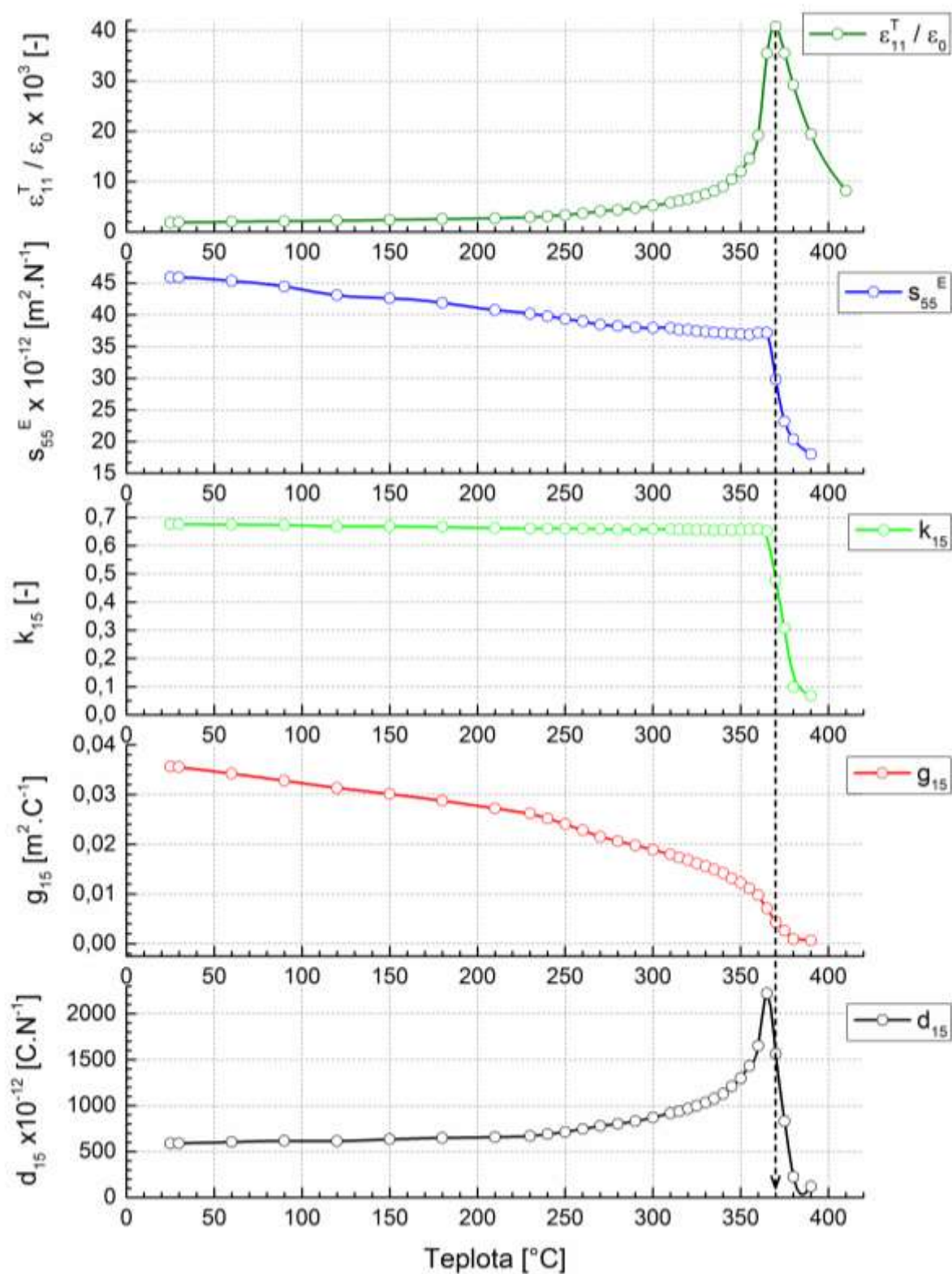


Příloha 19 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 390 °C pro tenký disk $25 \times 5 \times 0,5$ mm ($l \times w \times t$) z keramiky PCM51.

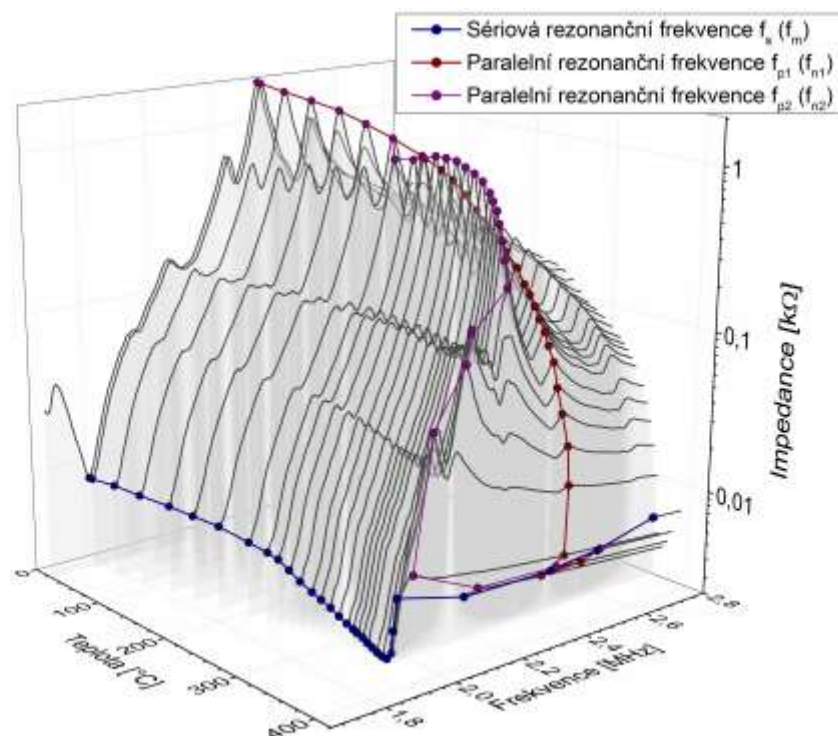


Příloha 20 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_p rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_n)$ a průběhem kapacity C^T na 1kHz. Měření pro tenký plátek $25 \times 5 \times 0,5$ mm ($l \times w \times t$) z PZT keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 30 do 390 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.

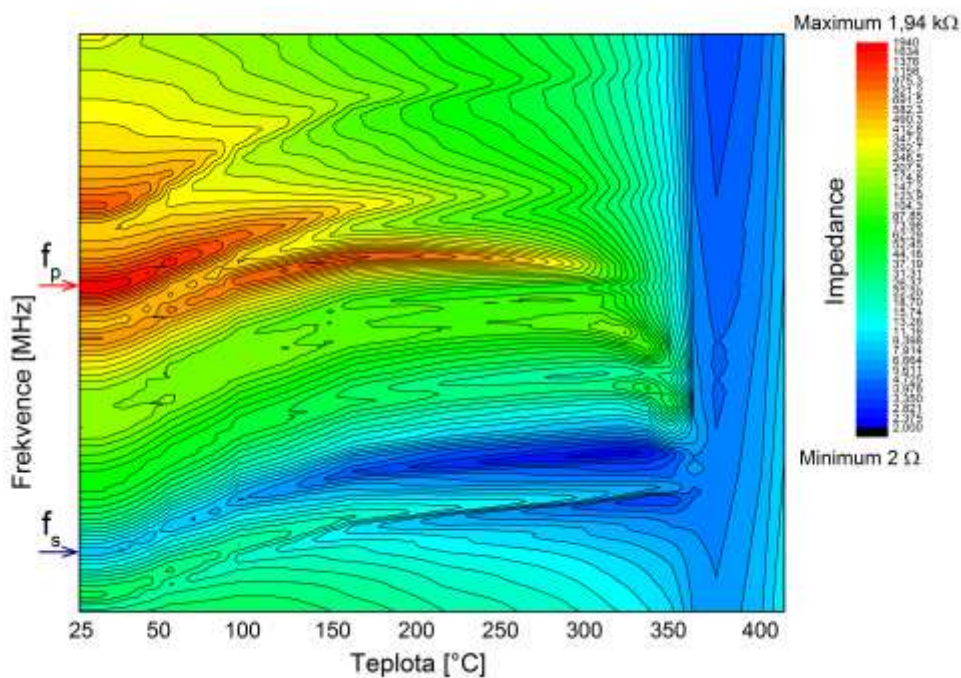
Tloušťkové střížné kmity tenkého plátku



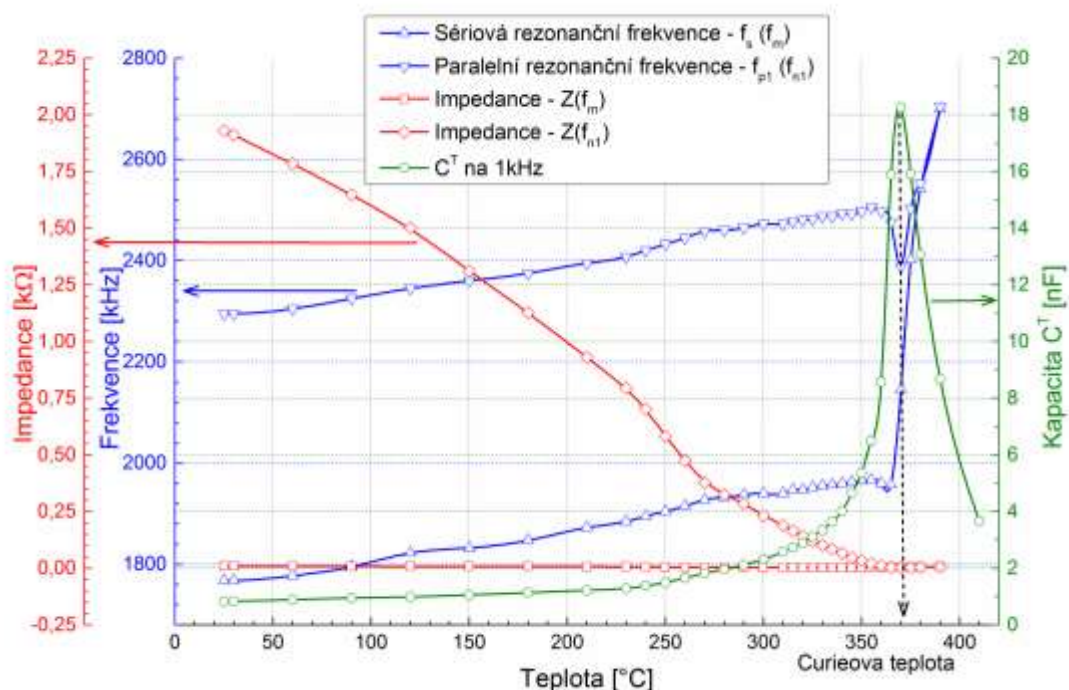
Příloha 21 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ϵ_{1r} , elastického koeficientu s_{55}^E , příčného koeficientu vazby k_{15} , napětového g_{15} a nábojového d_{15} koeficientu). Měřeno na tenkém disku $5 \times 5 \times 0,5$ mm ($l \times w \times t$) z keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 25 do 410 °C.



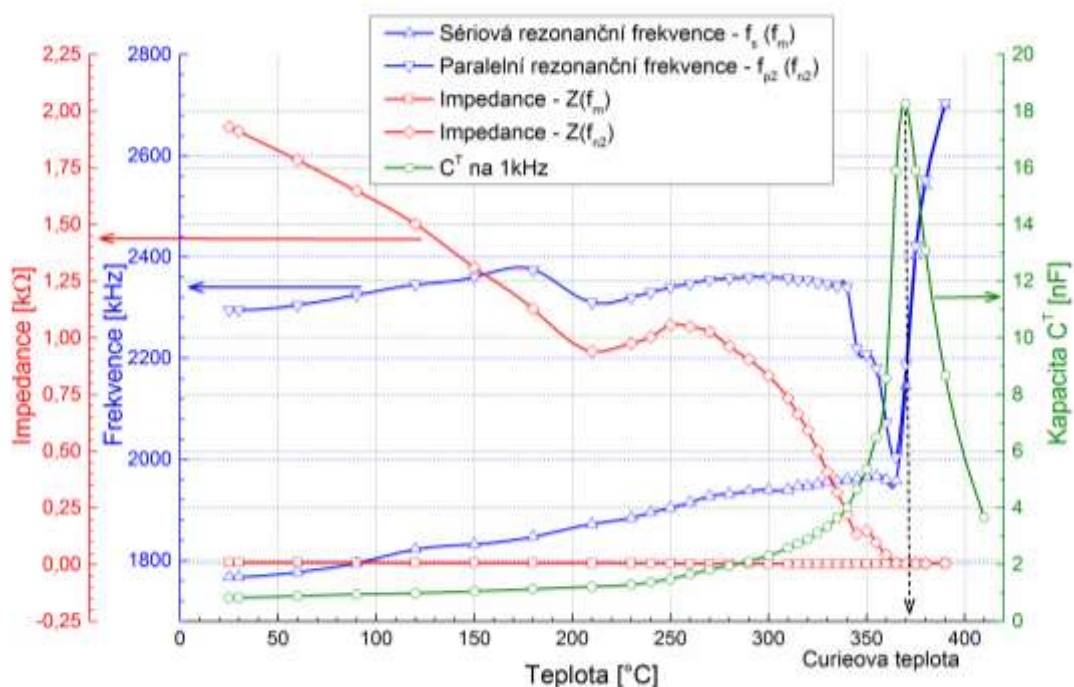
Příloha 22 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 410 °C pro tenký plátek 5 × 5 × 0,5 mm (l × w × t) z keramiky NCE51.



Příloha 23 Schématické zobrazení průběhů maximálních a minimálních hodnot z impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 410 °C pro tloušťkové střížné kmity tenkého plátku 5 × 5 × 0,5 mm (l × w × t) z keramiky NCE51. Jedná se o horní pohled na průběhy impedančních charakteristik.



Příloha 24 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_{p1} rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_{n1})$ a průběhem kapacity C^T na 1kHz. Měření pro tenký plátek $5 \times 5 \times 0,5$ mm ($l \times w \times t$) z PZT keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 30 do 410 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.



Příloha 25 Teplotní závislost sériové f_s a paralelní f_{p2} rezonanční frekvence souběžně s impedancí $Z(f_m)$ a $Z(f_{n2})$ a průběhem kapacity C^T na 1kHz. Měření pro tenký plátek $5 \times 5 \times 0,5$ mm ($l \times w \times t$) z PZT keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 30 do 410 °C. Obrázek zobrazuje promítnuté průběhy impedančních charakteristik do frekvenční a impedanční osy.