



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 PARAMETERS OF PIEZOELECTRIC ACTIVE ELEMENTS FOR ACOUSTIC
EMISSION SENSORS

AUTOREFERÁT DOKTORSKÉ PRÁCE

PHD THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. JIŘÍ FIALKA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. PETR BENEŠ, Ph.D.

BRNO 2015

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

OBSAH

1 ÚVOD.....	5
2 CÍLE PRÁCE	6
3 DEFINICE ZÁKLADNÍCH VELIČIN.....	7
3.1 Materiálové koeficienty	8
4 VYUŽITÍ PZT KERAMIKY VE SNÍMAČÍCH AKUSTICKÉ EMISE	10
4.1 Širokopásmové snímače akustické emise	10
5 REALIZACE MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ.....	12
5.1 Technologie zpracování měřených piezoelektrických elementů	12
5.2 Praktické ověření metod pro měření materiálových koeficientů	13
5.2.1 Stanovení úplné matice koeficientů frekvenční metodou	13
5.2.2 Přímé měření nábojového koeficientu optickou metodou využívající laserového interferometru	16
5.2.3 Přímé měření nábojového koeficientu při skokové změně síly.....	18
5.2.4 Přímé měření nábojového koeficientu vibrometrickou metodou	19
5.3 Experimentální měření teplotních závislostí piezoelektrické keramiky	21
6 VÝSLEDKY MĚŘENÍ PARAMETRŮ PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY....	23
6.1 Metody měření PZT keramiky	23
6.1.1 Hodnoty koeficientů vypočítané frekvenční metodou měření	23
6.1.2 Porovnání metod měření materiálových koeficientů	24
6.2 Výsledné teplotní vlastnosti piezoelektrické keramiky	25
6.2.1 Měření fázových přechodů neboli Curieova bodu	25
6.2.2 Vliv doby ohřevu na ustálení materiálových koeficientů	27
6.2.3 Měření závislosti materiálových koeficientů při vysokých teplotách převyšujících Curieův bod PZT keramiky	30
6.3 Využití rentgenových difraktometrů pro stanovení fázových přechodů.....	33
6.4 Řízená tepelná depolarizace piezoelementů.....	35
6.4.1 Přímá vibrometrická metoda měření	37
6.4.2 Frekvenční metoda měření.....	38
6.4.3 Porovnání frekvenční a vibrometrické metody měření	40
7 ZÁVĚR.....	42
8 LITERATURA	45
9 STRUKTUROVANÝ ŽIVOTOPIS.....	48
10VLASTNÍ PUBLIKACE.....	49
11ABSTRAKT	50

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 popsána 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 pro snímače akustické emise a dále zkoumání vlivu teploty na změny elektromechanických parametrů piezoelektrického materiálu.

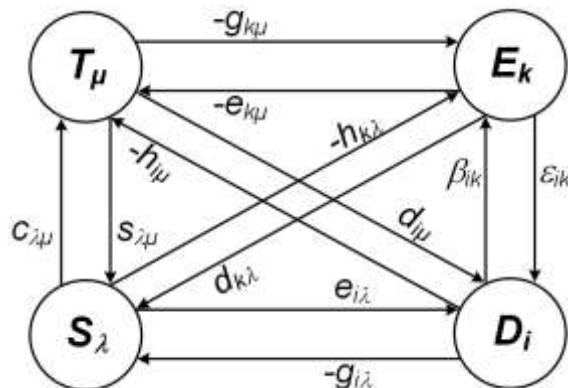
Bude řešena problematika aktivního prvku snímače AE ve formě částečně depolarizovaného piezoelementu. Využití částečně depolarizované keramiky pro konstrukci širokopásmových snímačů AE není příliš publikováno a stále zde zůstává mnoho nejasností. Mezi hlavní problémy patří stanovení stupně depolarizace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

Na PZT keramice tvořené směsí tuhých roztoků PbZrO_3 a 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 a ověření vlivu částečné depolarizace vysokou teplotou. 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, příčně podélné a tloušťkově střížné 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 DEFINICE ZÁKLADNÍCH VELIČIN

Celkový popis piezoelektriny 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. 3.1 Lineární elektromechanické stavové rovnice. Převzato a upraveno dle [12].

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 3.1 a popis je redukován na 8 lineárních piezoelektrických stavových rovnic (3.1) až (3.8) platných pro izotermické a adiabatické děje kde $\lambda, \mu = 1$ až 6 a $i, k = 1, 2, 3$ [12-15].

Stavové rovnice popisující nepřímý piezoelektrický jev:

$$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^E T_\mu + d_{k\lambda} E_k \quad (3.1)$$

$$S_\lambda = s_{\lambda\mu}^D T_\mu + g_{i\lambda} D_i \quad (3.2)$$

$$T_\mu = c_{\lambda\mu}^E S_\lambda - e_{k\mu} E_k \quad (3.3)$$

$$T_\mu = c_{\lambda\mu}^D S_\lambda - h_{i\mu} D_i \quad (3.4)$$

Stavové rovnice popisující přímý piezoelektrický jev:

$$D_i = d_{i\mu} T_\mu + \varepsilon_{ik}^T E_k \quad (3.5)$$

$$D_i = e_{i\lambda} T_\mu + \varepsilon_{ik}^S E_k \quad (3.6)$$

$$E_k = -g_{k\mu} T_\mu + \beta_{ik}^T D_i \quad (3.7)$$

$$E_k = -h_{k\lambda} T_\mu + \beta_{ik}^S D_i \quad (3.8)$$

3.1 MATERIÁLOVÉ KOEFICIENTY

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 [12, 16, 17].

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

$$s_{\lambda\mu} = \begin{bmatrix} s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \cdot (s_{11}^E - s_{12}^E) \end{bmatrix} \quad (3.9)$$

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

Matice pro tenzor ε_{ij} permitivity má tvar:

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^T & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^T & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \quad (3.10)$$

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:

$$d_{i\mu} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.11)$$

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.

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.

Matice pro tenzor $d_{i\mu}$ piezoelektrických koeficientů (3.11), je uváděna také jako transponovaná matice $d_{i\lambda}$ (3.12), která je použita v rovnici (3.1):

$$d_{i\lambda} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & d_{13} \\ 0 & 0 & d_{13} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{15} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.12)$$

Kompletní matice koeficientů piezoelektrické keramiky zahrnující rovnice (3.1 a 3.5), tedy elastické, piezoelektrické a dielektrické koeficienty elektromechanických vlastností, je zapsána jako (3.13 a 3.14):

$$\begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \cdot (s_{11}^E - s_{12}^E) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{15} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (3.13)$$

$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^T & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^T & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (3.14)$$

Často se uvádí i matice elastických, piezoelektrických a dielektrických modulů. Rovnice (3.3 a 3.6) je možné zapsat v maticovém tvaru:

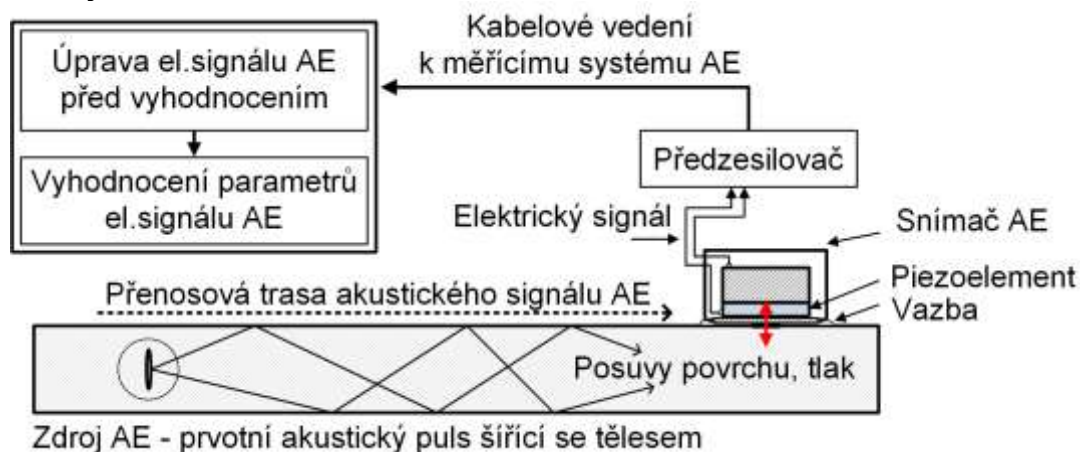
$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11}^E & c_{12}^E & c_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^E & c_{11}^E & c_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ c_{13}^E & c_{13}^E & c_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{55}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \cdot (c_{11}^E - c_{12}^E) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} 0 & 0 & e_{31} \\ 0 & 0 & e_{31} \\ 0 & 0 & e_{33} \\ 0 & e_{15} & 0 \\ e_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (3.15)$$

$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^S & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^S & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^S \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (3.16)$$

4 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 fyzikem J. Kaiserem [18].

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 [18].



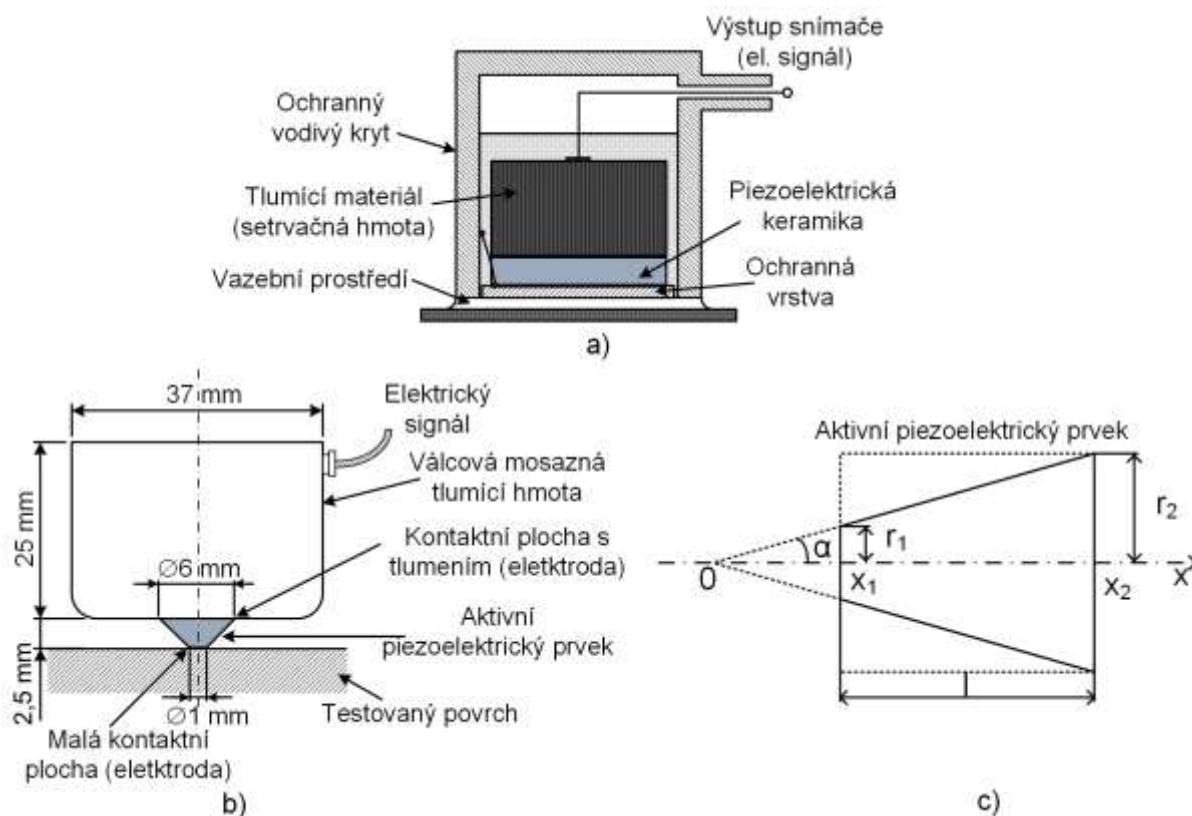
Obr. 4.1 Princip snímání akustické emise. Převzato a upraveno dle [1, 18].

Způsob měření akustické emise je vidět na obrázku 4.1. 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. Detekci 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, 18].

4.1 ŠIROKOPÁSMOVÉ SNÍMAČE AKUSTICKÉ EMISE

V praxi je při konstrukci širokopásmového snímače AE používáno mnoho variant. Základní uspořádání piezoelektrického snímače je možné popsat podle obrázku 4.2a [2, 19]. 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, 19].



Obr. 4.2 a) Konstrukční uspořádání piezoelektrického snímače AE [2, 19]; b,c) schématické znázornění kónického snímače dle NBS [2, 19-23].

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 4.2b. Základem snímače je aktivní piezoelektrický prvek vyrobený broušením nebo laserovým vypalováním z válečku polarizovaného ve směru podélné osy (obrázek 4.2c) [21].

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. 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 [18, 19].

5 REALIZACE MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ

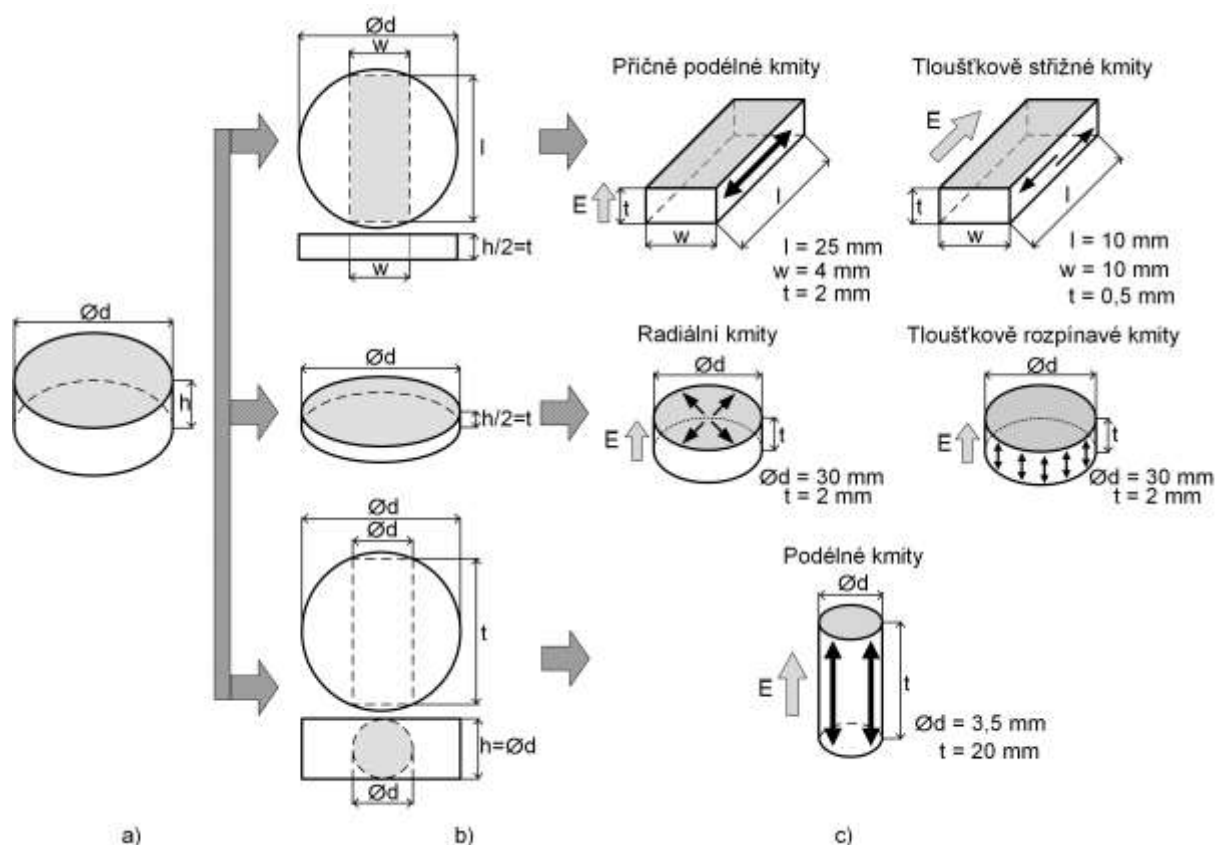
Cílem experimentální části práce je srovnání a praktické ověření hlavních metod využívaných pro měření materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky spolu s postupem přípravy měřených vzorků. Nejvíce je tato část zaměřena na určení matice piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů spolu s elektromechanickým vazebním koeficientem [7-11, 24-29] dále na přímé měření piezoelektrického nábojového koeficientu [31-35]. 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 [36-39]. 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 [40-42], elektrickým polem [43] a působením velkého tlaku [44-46]. 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.

5.1 TECHNOLOGIE ZPRACOVÁNÍ MĚŘENÝCH PIEZOELEKTRICKÝCH ELEMENTŮ

Obecně lze pro přípravu piezoelektrických polykrystalických materiálů použít stejné postupy a technologie používané v keramickém průmyslu [47].

V případě měření materiálových koeficientů pro různé typy kmitů není potřeba mnoho kusů od jednotlivých tvarově různých 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 5.1.



Obr. 5.1 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 příčné podélné a tloušťkově střížné kmity, tenkých disku pro radiální a tloušťkové kmity a válečku pro podélné kmity, dle norem [7-11]. Publikováno v [48-50].

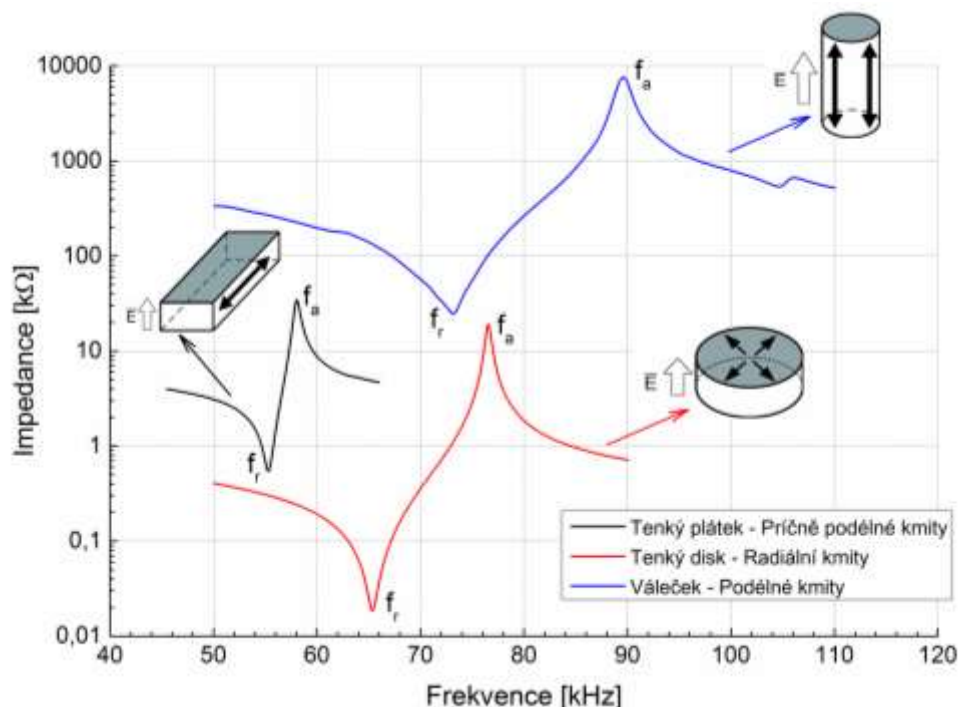
5.2 PRAKTICKÉ OVĚŘENÍ METOD PRO MĚŘENÍ MATERIÁLOVÝCH KOEFICIENTŮ

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, 24]. Mezi přímé metody patří např. optická metoda využívající laserového interferometru založená na nepřímém piezoelektrickém jevu [31,32] nebo metoda skokové změny síly a vibrometrická metoda využívaná u tzv. d_{33}/d_{31} -metrů založená na přímém piezoelektrickém jevu [33-35].

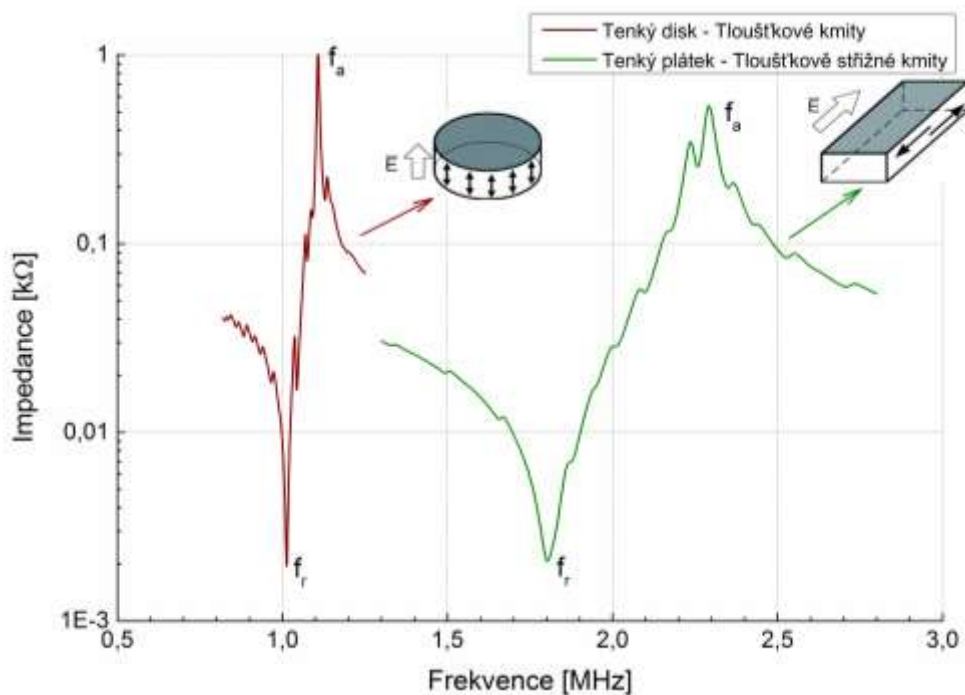
5.2.1 Stanovení úplné matice koeficientů frekvenční metodou

Frekvenční metoda byla realizována pomocí impedančního analyzátoru Agilent 4294A a měřicí pinzety „Tweezers Contact Test Fixture 16334A“. 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.



Obr. 5.2 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 [48-50].

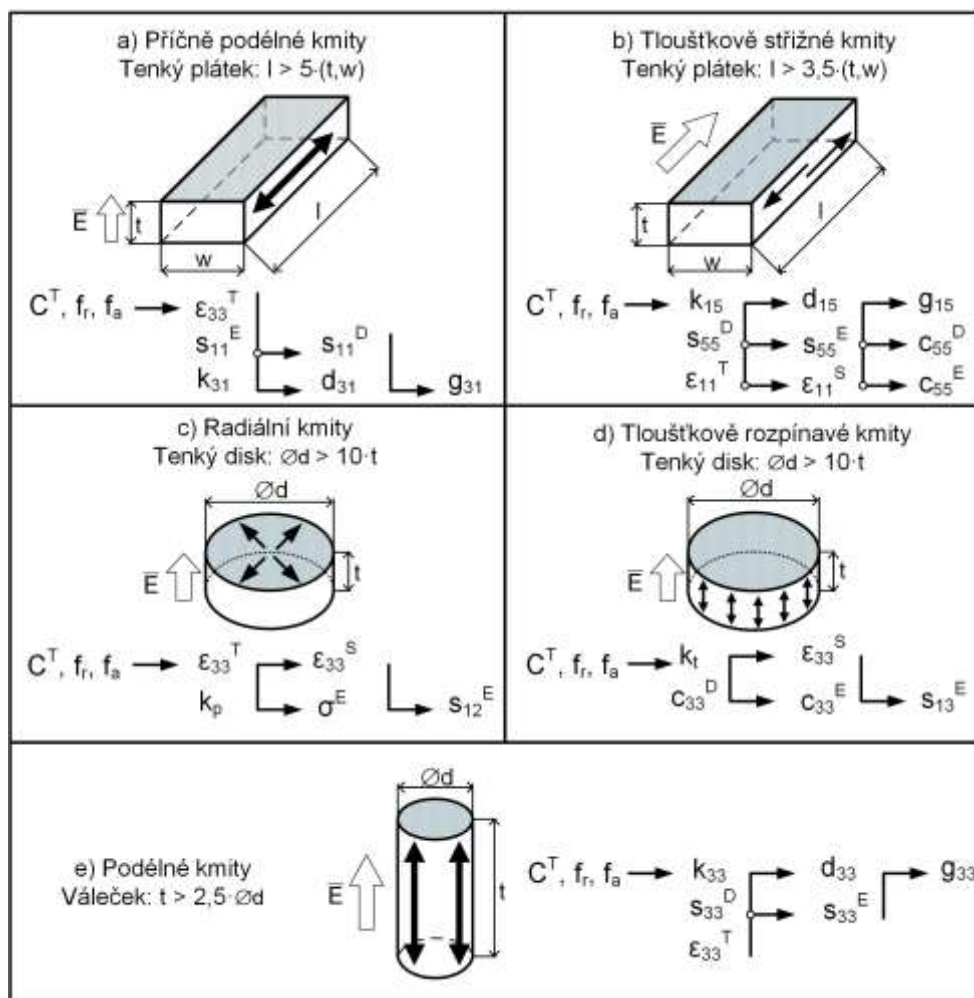


Obr. 5.3 Impedanční charakteristiky pro tloušťkové kmity tenkého disku $\varnothing 30 \times 2$ mm, tloušťkově střížné kmity tenkého plátku $10 \times 10 \times 0,5$ mm naměřené na impedančním analyzátoru Agilent 4294A. Publikováno v [48-50].

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 5.1, pomocí impedančního analyzátoru Agilent 4294A je zobrazený pro příčně podélné, radiální a podélné kmity na obrázku 5.2 a pro tloušťkové a tloušťkově střížné kmity na obrázku 5.3.

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.

Následný postup výpočtu elastických, piezoelektrických a dielektrických koeficientů piezoelektrické keramiky pro příčně podélné a tloušťkově střížné kmity u tenkého plátku, radiální a tloušťkové kmity u tenkého disku a podélné kmity u válečku podle evropské normy EN 50324-2:2002 [9] odpovídající světové normě CEI/IEC 60483:1976 [11] je zobrazený na obrázku 5.4.

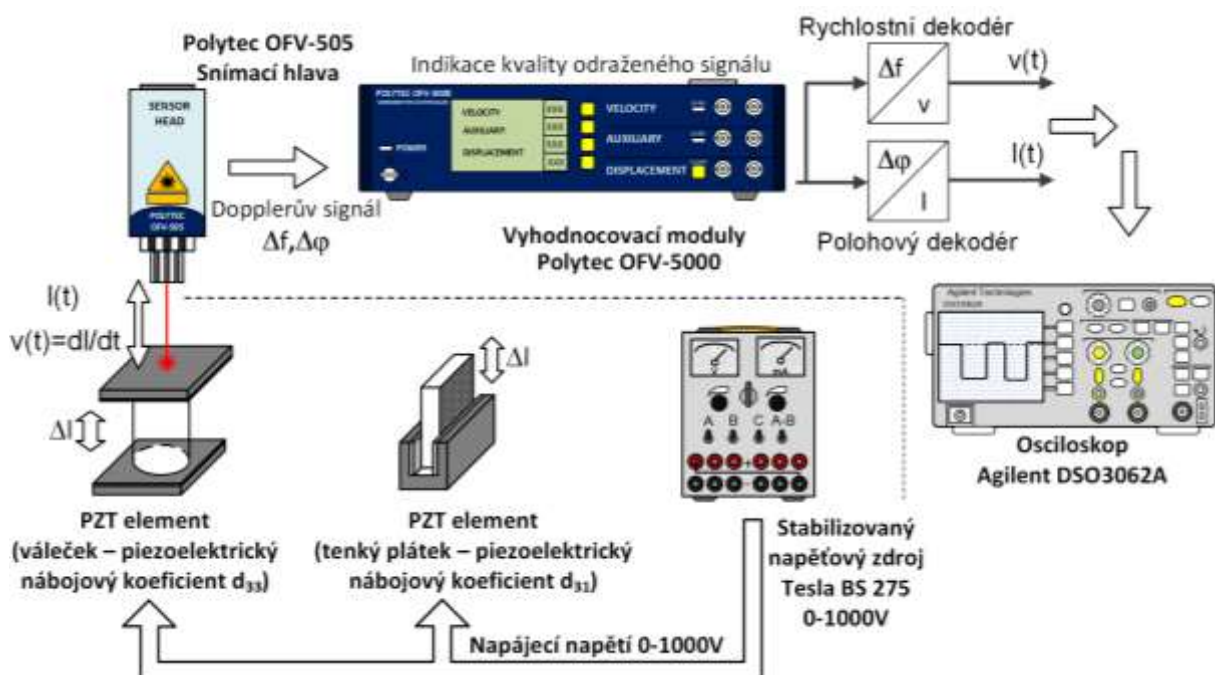


Obr. 5.4 Postup při stanovení kompletní matice materiálových koeficientů podle evropské normy EN 50324-2:2002 [9]. Publikováno v [48-50].

5.2.2 Přímé měření nábojového koeficientu optickou metodou využívající laserového interferometru

Pro měření byl použit laserový interferometr Polytec OFV-5000 založený na heterodynním 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 [51].

Blokové schéma pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí laserového interferometru je zobrazeno na obrázku 5.5. Měřicí systém je možné rozdělit na vyhodnocovací část složenou ze snímací hlavy OFV-505, 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.



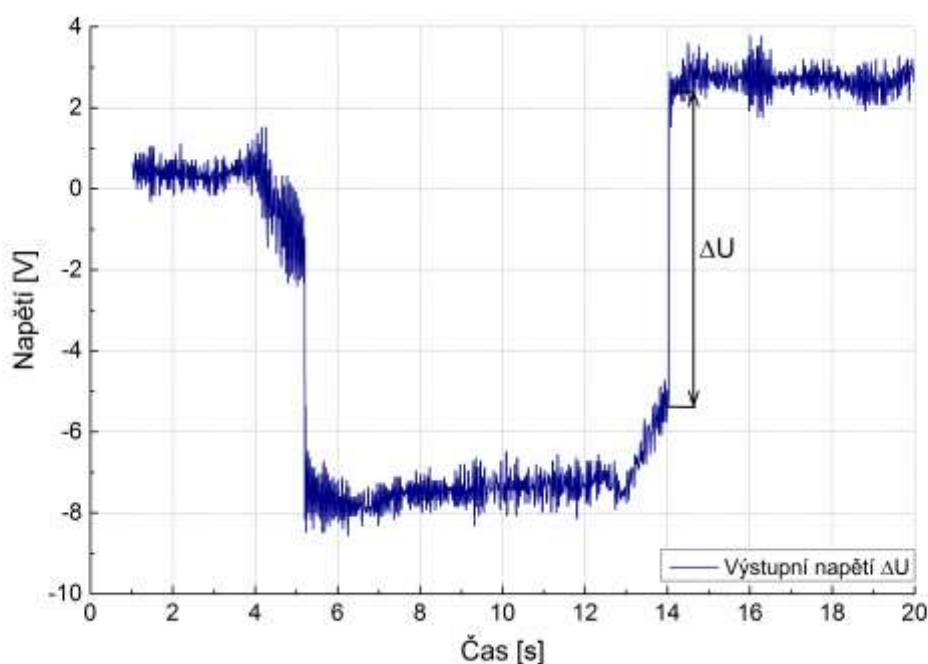
Obr. 5.5 Schéma zapojení laserového interferometru OFV-5000 (Polytec) pro měření nábojového koeficientu na válečku d_{33} a tenkém plátku d_{31} z piezoelektrické keramiky. Publikováno v [48, 50].

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 [52]. Tento děj se dá popsat vztahem,

$$\Delta l = d_{ij} \cdot U_{in} = d_{ij} = \frac{\Delta l}{U_{in}} \quad (5.1)$$

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. 5.6 Výstupní signál z interferometru odpovídá výchylce vzorku v závislosti na skokové změně napětí na elektrodách vzorku, v tomto případě válečku keramiky NCE51. Publikováno v [48, 50].

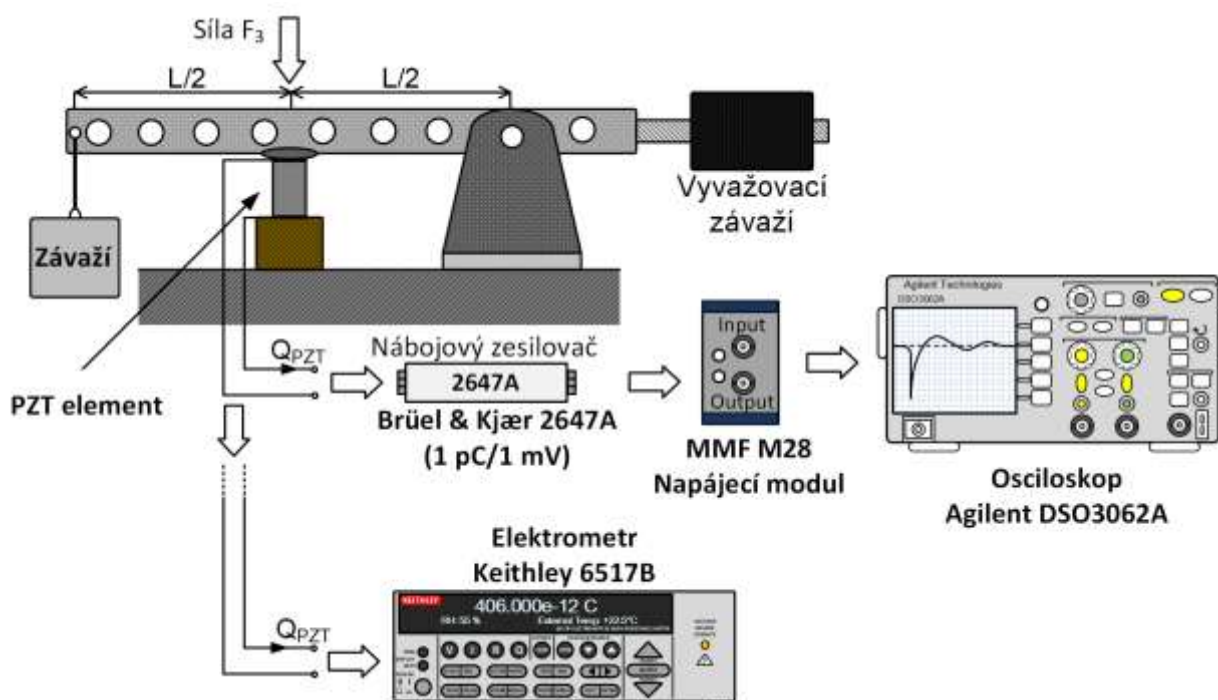
Příklad průběhu výstupního signálu z osciloskopu pro váleček při budícím napětí 1000 V a rozsahu interferometru $50 \text{ nm} \cdot \text{V}^{-1}$ je zobrazen na obrázku 5.6. Piezoelektrický nábojový koeficient pro podélné kmity byl vypočítán ze vztahu 5.2.

$$d_{33} = \frac{\Delta l}{U_{in}} = \frac{\text{rozsah int erferometru } (nm \cdot V^{-1}) \cdot \Delta U(V)}{\text{napájecí napětí } U(V)} \quad (5.2)$$

Nábojový koeficient pro podélné kmity d_{33} ($m \cdot V^{-1}$) 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 napětíového buzení vzorku a směru snímání generované výchylky odpovídající budícímu napětí.

5.2.3 Přímé měření nábojového koeficientu při skokové změně síly

Praktická realizace metody založené na měření generovaného náboje při odlehčení vzorku je zobrazena na obrázku 5.7. 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 napěťový pulz odpovídající působící síle byl měřen osciloskopem Agilent DSO3062A.



Obr. 5.7 Konstrukční schéma přípravku a zapojení přístrojů pro měření generovaného náboje při odlehčení piezoelektrického měniče. Publikováno v [48, 50].

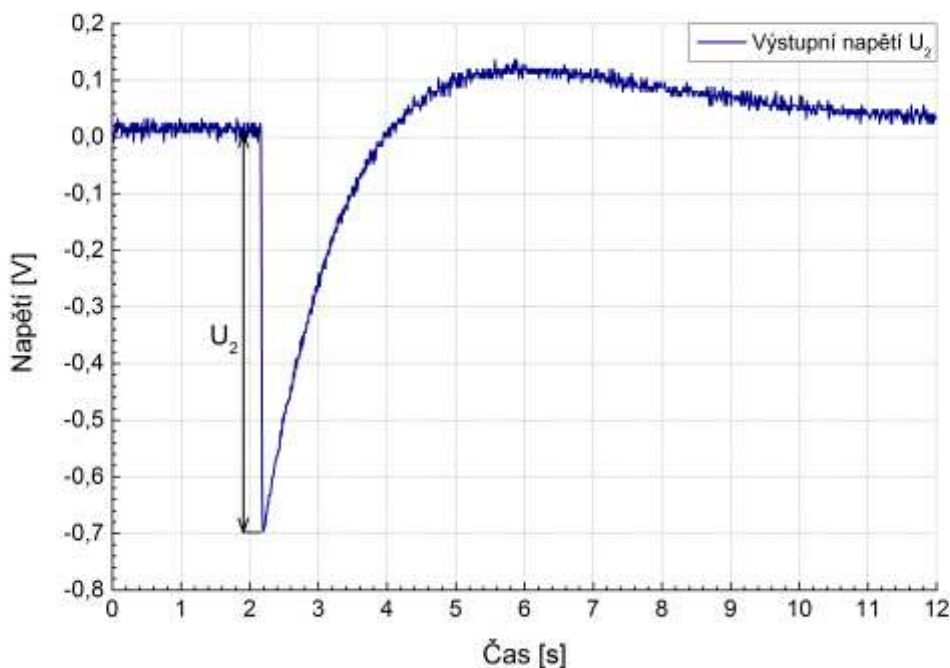
Hodnota piezoelektrického nábojového koeficientu d_{ij} je vypočítána ze skokové změny síly F_3 a odpovídajícímu napětí U_2 ,

$$d_{ij} = \frac{U_2}{F_3 \cdot k_q} = \frac{U_2}{m \cdot g \cdot k_q}, \quad (5.3)$$

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 napěťová 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 5.8.

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.



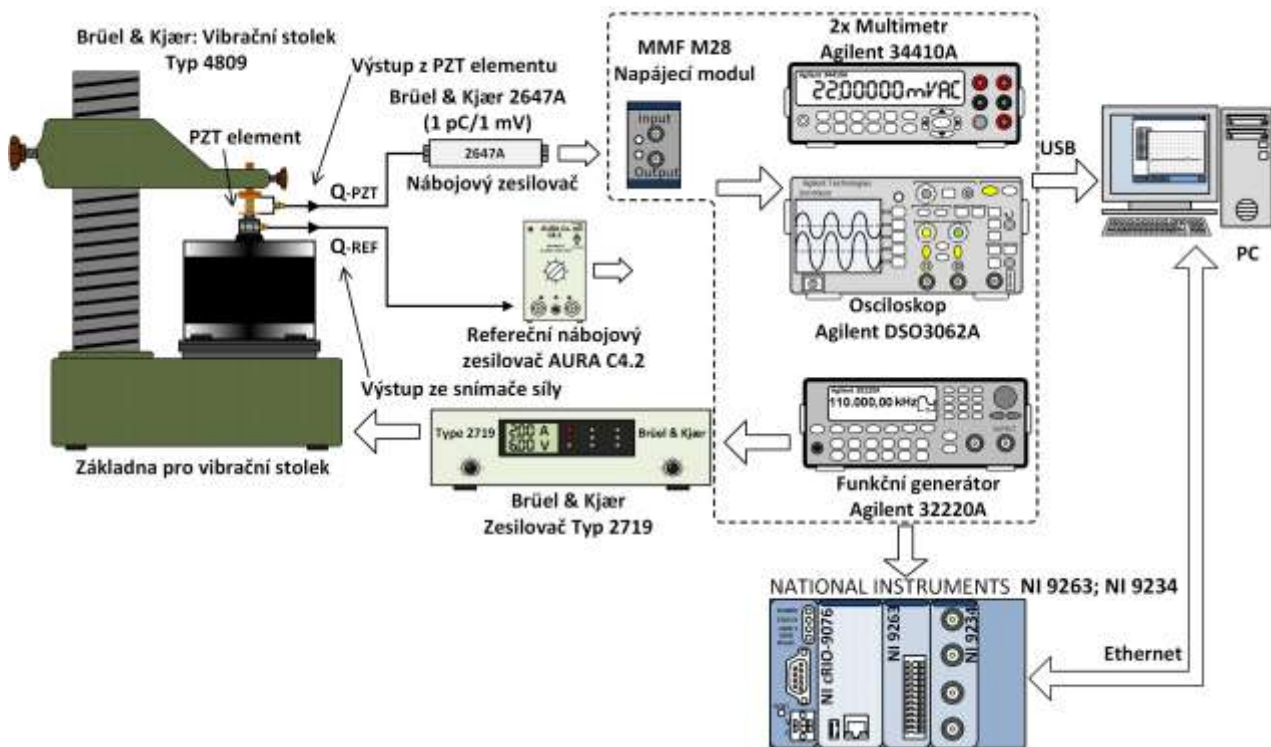
Obr. 5.8 Příklad průběhu výstupního napětí U_2 na čase odpovídající skokové změně síly F_3 naměřené na osciloskopu Agilent DSO3062A (pro váleček z keramiky NCE51, závaží = 100 g). Publikováno v [48, 50].

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. Zapojení na obrázku 5.7 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 (5.3).

5.2.4 Přímé měření nábojového koeficientu vibrometrickou metodou

Zapojení laboratorního přípravku pro přímé měření nábojového koeficientu pomocí laboratorního d_{33} -metru je zobrazeno na obrázku 5.9. 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 stolku slouží funkční generátor Agilent 32220A spolu s výkonovým zesilovačem B&K typ 2719.



Obr. 5.9 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,

$$d_{33} = \frac{U_{PZT}}{F_3 \cdot k_q} = \frac{U_{PZT}}{(U_{SENSOR} \cdot k_{SENSOR}) \cdot k_q} \quad (5.4)$$

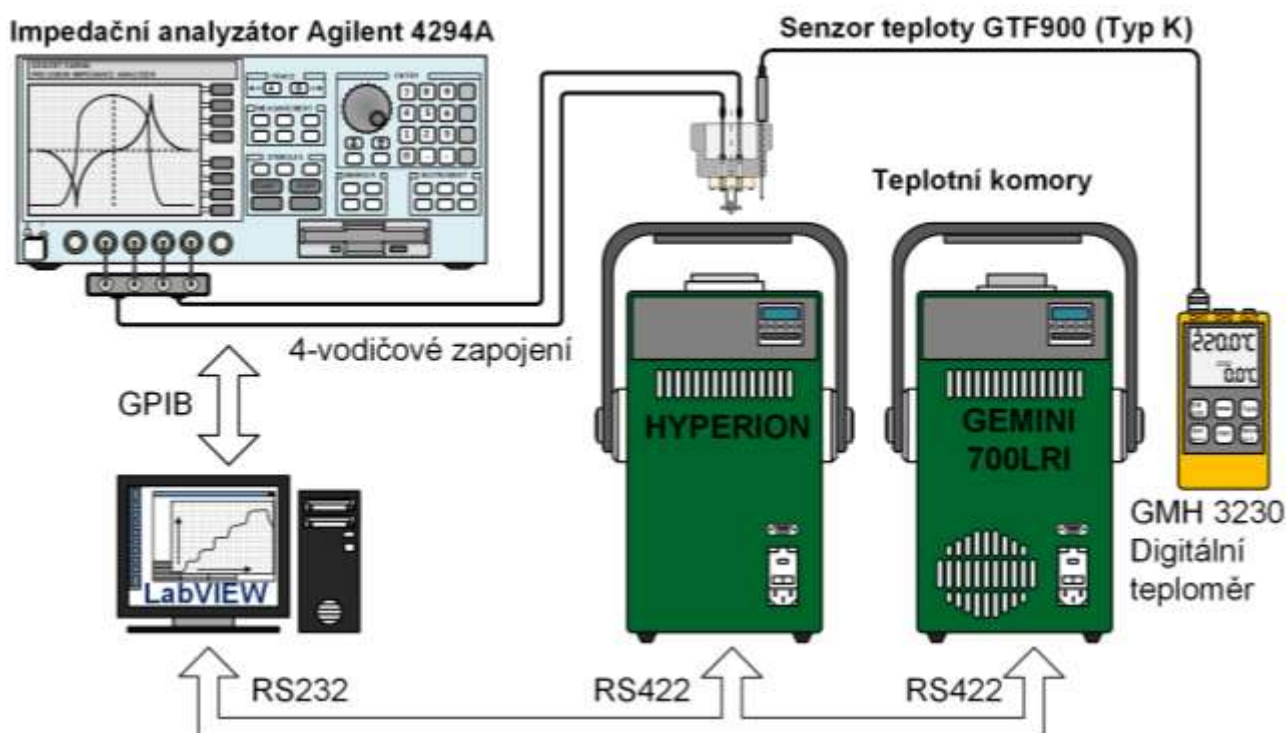
kde d_{33} je nábojový koeficient pro podélné typy kmitů ($C \cdot N^{-1}$), U_{PZT} je výstupní napětí z piezoelektrického měniče měřené multimetrem Agilent 34410A (V), U_{SENSOR} je výstupní napětí ze snímače síly měřené multimetrem Agilent 34410A (V), F_3 je síla působící na měnič ve směru 3 (N),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

5.3 EXPERIMENTÁLNÍ MĚŘENÍ TEPLOTNÍCH ZÁVISLOSTÍ PIEZOELEKTRICKÉ 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 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 [36, 37, 50, 53].

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.

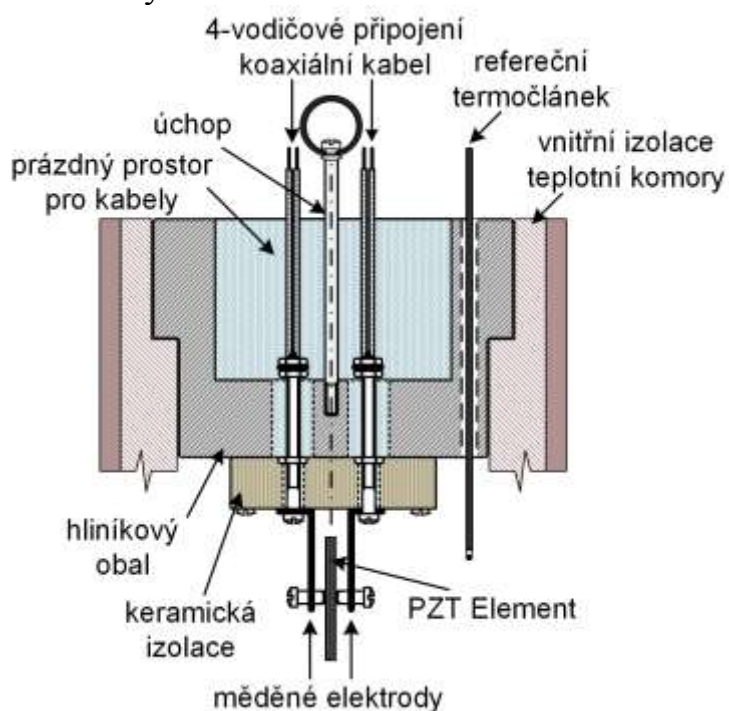
Sestava zobrazená na obrázku 5.10 byla navržena jednak pro měření teplotních závislostí a stanovení Curieovy teploty, ale současně i pro realizaci částečné depolarizace vysokou teplotou.



Obr. 5.10 Blokové schéma sestavy pro měření teplotních závislostí piezoelektrické keramiky pomocí kalibračních teplotních komor HYPERION a GEMINI. Publikováno v [53].

Vzhledem k požadavku na velký rozsah teplot a dostatečně velký vnitřní prostor pro umístění měřicích kleští s měřenými vzorky, byly zvoleny teplotní kalibrační komory Isotech HYPERION a GEMINI 700LRI. 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). Měřený vzorek piezokeramiky byl pomocí čtyřvodičového zapojení připojen k impedančnímu analyzátoru Agilent 4294A, který byl propojen sběrníci 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 dat byla využita aplikace v programu LabVIEW. Z naměřených vstupních parametrů a geometrických rozměrů měřeného vzorku keramiky bylo možné dopočítat celou matici materiálových koeficientů.

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 zobrazený na obrázku 5.11.



Obr. 5.11 Řez přípravkem pro měření teplotních závislostí piezoelektrické keramiky na vysokých teplotách určených pro kalibrační teplotní komory HYPERION a GEMINI 700LRI. Publikováno v [53].

6 VÝSLEDKY MĚŘENÍ PARAMETRŮ PIEZOELEKTRICKÉ KERAMIKY

6.1 METODY MĚŘENÍ PZT KERAMIKY

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.

6.1.1 Hodnoty koeficientů vypočítané frekvenční metodou měření

Výsledné vypočítané hodnoty koeficientů pomocí frekvenční metody byly porovnány s údaji od výrobce [54] a jsou zobrazeny v tabulce 6.1.

Tab. 6.1 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
Relativní dielektrická permitivita	$\epsilon_{33}^T / \epsilon_0$	[-]	1900	1880
	$\epsilon_{33}^S / \epsilon_0$	[-]	823	880
	$\epsilon_{11}^T / \epsilon_0$	[-]	1940	1900
	$\epsilon_{11}^S / \epsilon_0$	[-]	906	970
Permitivita	$\epsilon_{33}^{T \text{ TP-LLM}}$	$[\times 10^{-8}]$		1,47

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

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 $24 \pm 2^\circ\text{C}$.

6.1.2 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 6.2 obsahuje výsledné hodnoty d_{33} a $-d_{31}$ pro použité vzorky válečků s rozměry $\varnothing 3,5 \times 20 \text{ mm}$ a tenkých disků $25(l) \times 4(w) \times 2(t) \text{ mm}$.

Tab. 6.2 Výsledné hodnoty nábojových koeficientů d_{33} a $-d_{31}$ stanovených pomocí frekvenční metody a přímými metodami měření.

Měřicí metoda	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	195 ± 10
Vibrometrická metoda	390 ± 20	-

Při dodržení správného postupu měření u popsáných metod lze všechny metody považovat z hlediska přesnosti za srovnatelné. Mezi hlavní zdroje nejistot patří vliv uchycení měřeného 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.

6.2 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 a 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.

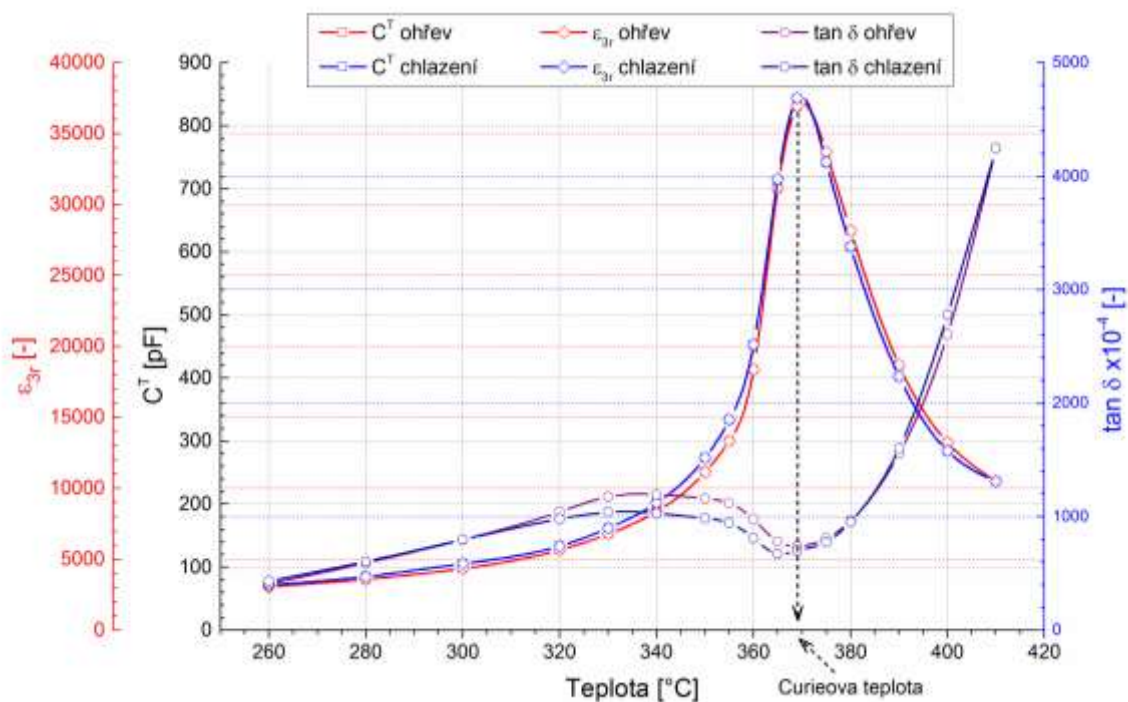
6.2.1 Měření fázových přechodů neboli Curieova bodu

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.

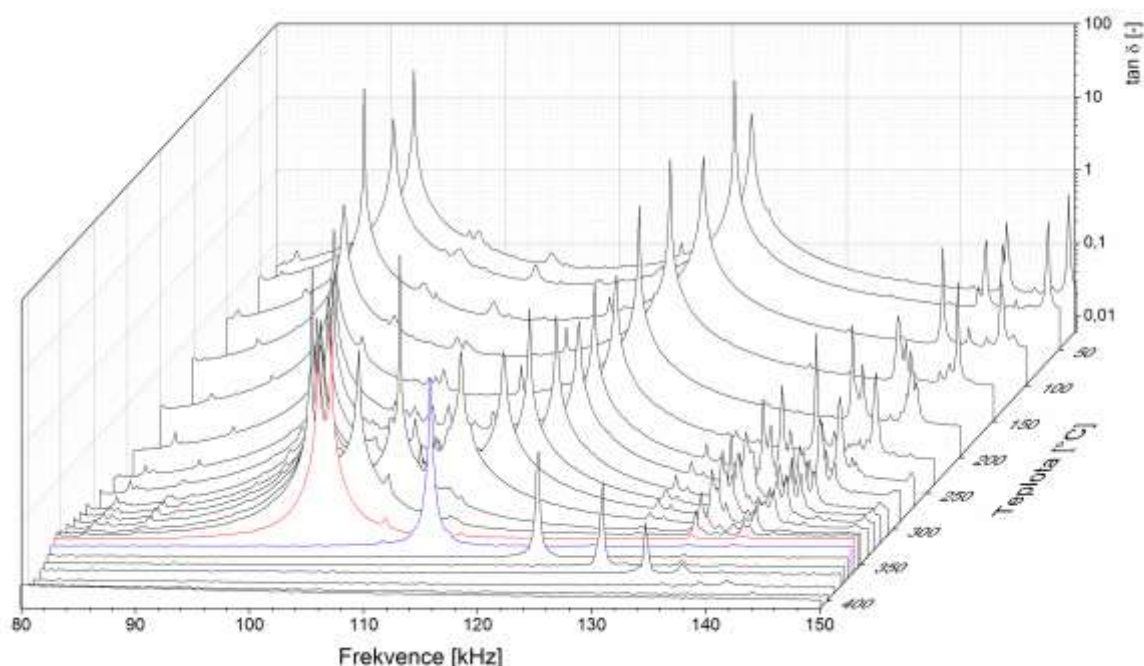
Veškerá měření Curieova bodu byla realizována v teplotní komoře GEMINI. Pro měření jsou použity měřicí kleště, zobrazené na obrázku 5.11. Měřený vzorek byl zahříván postupně krok po kroku a na každé hodnotě byl temperován minimálně 20 minut pro stabilizaci jeho parametrů. Materiál byl nejprve teplotně 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 6.1.



Obr. 6.1 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.

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 6.2 lze z průběhu frekvenční závislosti ztrátového činitele

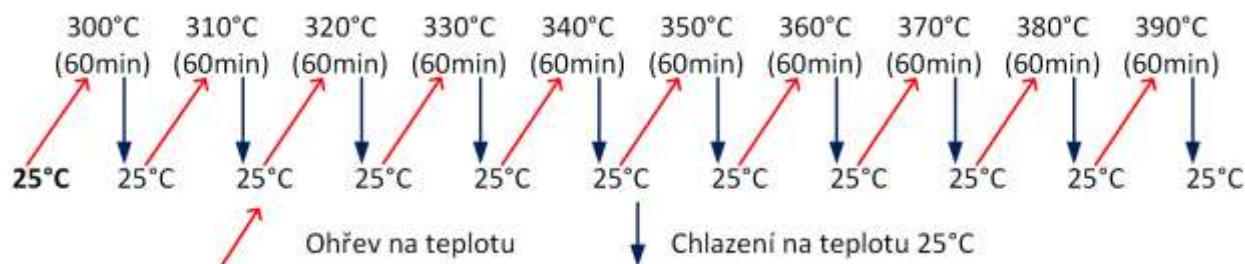
$\tan\delta$ na teplotě odvodit přechod do kubické fáze piezoelektrické keramiky. Překročení Curieova bodu na rozmezí 365 °C a 370 °C je vyznačeno přechodem z červené na modrou barvu.



Obr. 6.2 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.

6.2.2 Vliv doby ohřevu na ustálení materiálových koeficientů

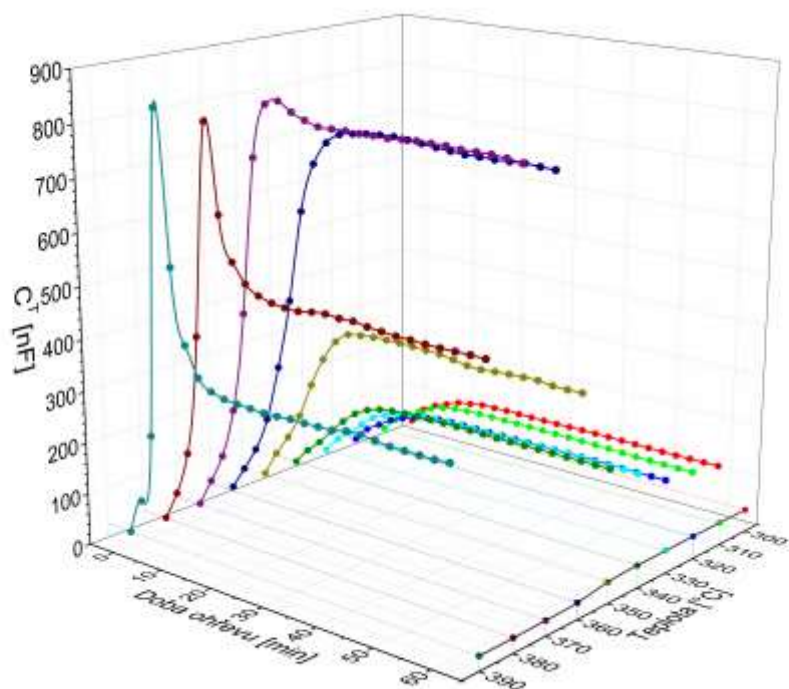
Po ustálení nastavené teploty v teplotní komoře bylo třeba přičíst čas pro ustálení materiálových koeficientů piezoelektrického elementu. Doba temperování měřených vzorků na jednotlivých teplotách v kalibrační peci byla zvolena dle velikosti daných elementů a aktuální nastavené teploty. Postup stanovení potřebné doby temperování vzorků je zobrazen na zkušebním válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm dle teplotního schéma zobrazeného na obrázku 6.3. Měřený vzorek byl v teplotní komoře umístěn ve vzduchové atmosféře. Pro stanovení skutečné teploty na elementu byl použit digitální teploměr GMH 3230.



Obr. 6.3 Proces stanovení potřebné doby ohřevu pro stabilizaci materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky na jednotlivých nastavených teplotách.

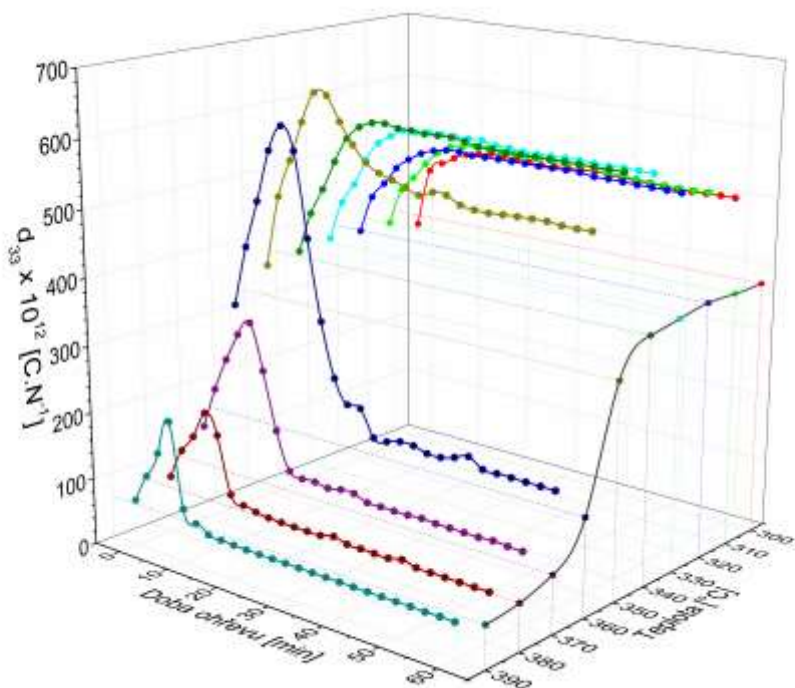
Vzorek byl vložen do teplotní komory GEMINI, kde byla přednastavena požadovaná teplota. Po vložení do komory byly v rozmezí 0 až 60 minut s krokem 2,5 minuty měřeny impedančním analyzátozem Agilent E4294A vstupní parametry pro výpočet materiálových koeficientů. Po uplynutí 60 minut byl vzorek z komory 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 hodnoty Curieova bodu vzorku PZT keramiky NCE51 respektive PCM51 a pohybuje 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 6.4 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.



Obr. 6.4 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.

Výrazněji je konečný vliv teploty patrný na výsledné hodnotě piezoelektrického nábojového koeficientu d_{33} zobrazeného na obrázku 6.5. 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. 6.5 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 morfotropní fázovou hranici 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.

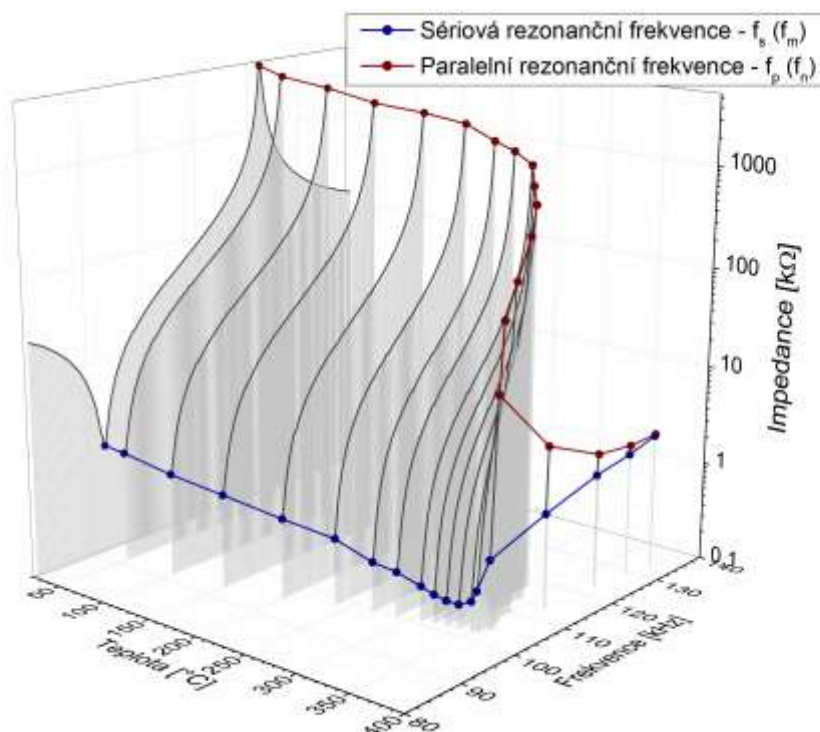
Na základě výsledků z měření doby potřebné pro ustálení piezoelementu na aktuální nastavené teplotě je možné stanovit dobu potřebnou pro ustálení měřeného elementu $\varnothing 7 \times 15$ mm i dalších geometrických tvarů. Doba potřebná pro ustálení na teplotě se pohybuje mezi 25 až 30 minutami. Po této době již nedochází k výrazným změnám v chování materiálových koeficientů.

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

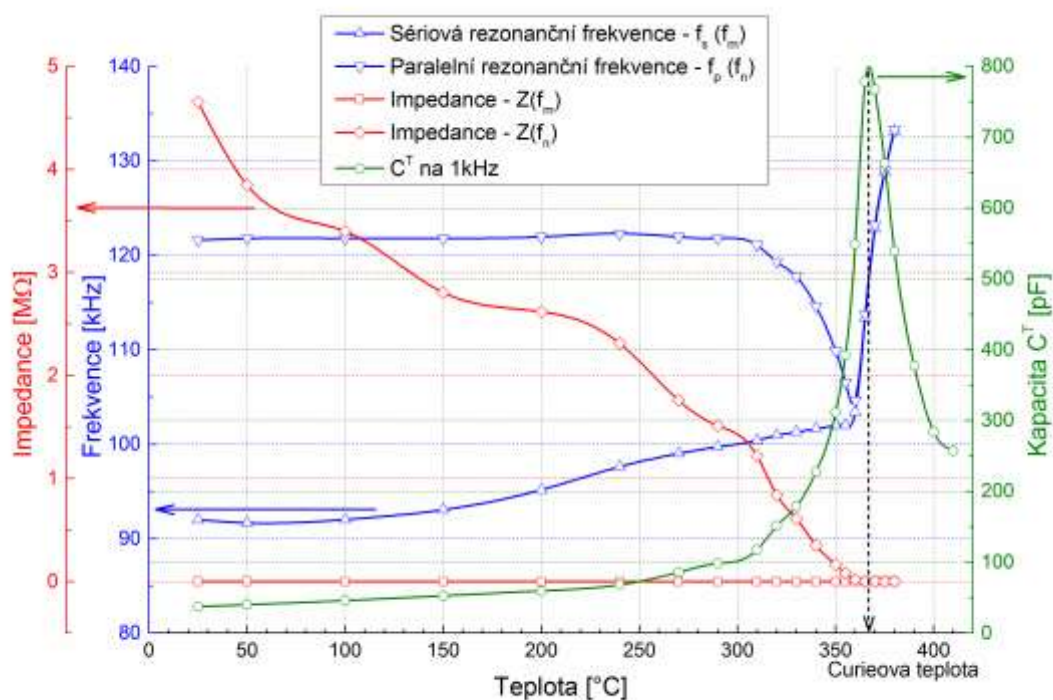
Výsledkem měření jsou teplotní závislosti piezoelektrických, elastických a dielektrických koeficientů při běžných pracovních podmínkách keramiky, ale současně i chování koeficientů při fázovém přechodu z oblasti morfotropní fázové hranice a tetragonální struktury do kubické fáze. Nejzřetelnější je právě 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.

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. Dle zobrazených průběhů na obrázcích 6.6 a 6.7 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 6.8). 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.

U následujících teplotních závislostí se pro hodnotu rezonanční frekvence používán zkrácený tvar $f_s(f_m)$ při minimální hodnotě impedance a tvar $f_p(f_n)$ pro antirezonanční frekvenci při maximální hodnotě impedance.



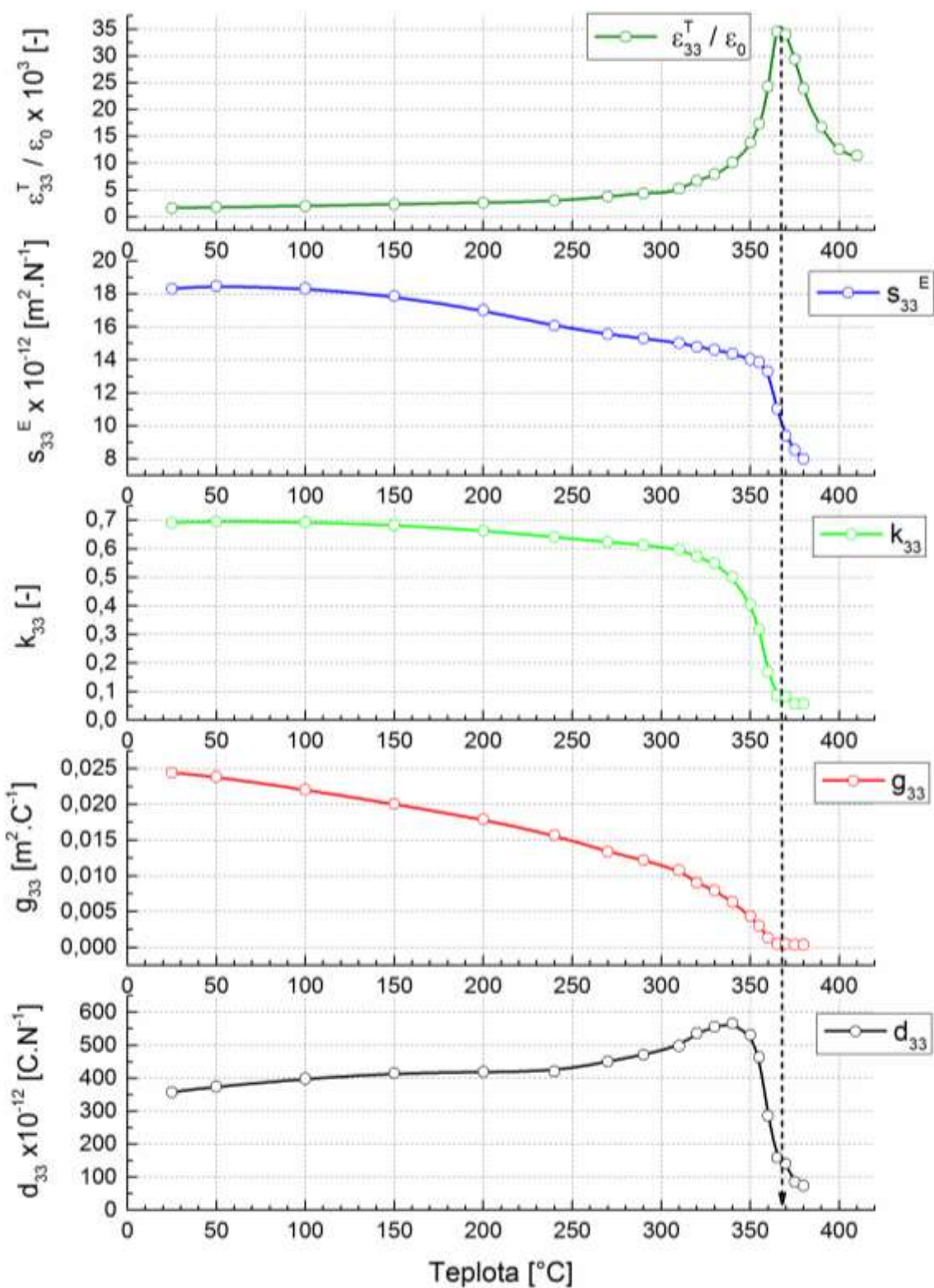
Obr. 6.6 Průběhy impedančních charakteristik v závislosti na rozmezí teplot od 30 do 410 °C pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z PZT keramiky NCE51.



Obr. 6.7 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 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.

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. Přejít 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 6.7.

Keramiky NCE51 je stabilní do teploty přibližně 300 °C. Nad touto hodnotou začne docházet k výrazným změnám na kapacitě C^T a rezonanční a antirezonanční frekvenci, což se projeví na podélném elektromechanickém, elastickém, nábojovém a napětovém koeficientu. Na teplotních průbězích materiálových koeficientů na obrázku 6.8 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 blízký 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 ± 8 °C. Z pohledu řízené depolarizace je teplota 340 °C důležitá, jelikož po překročení této hodnoty se již materiálové koeficienty nevracejí na své původní hodnoty.

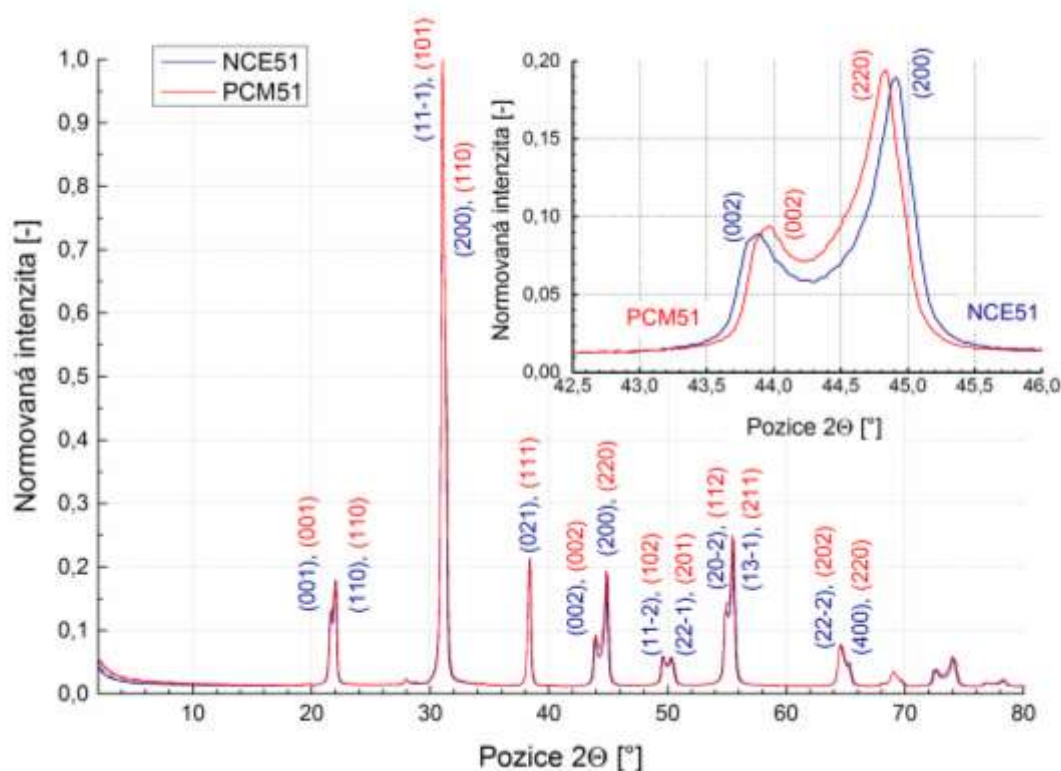


Obr. 6.8 Teplotní závislost základních materiálových koeficientů (relativní dielektrické permitivity ϵ_{33} , elastického koeficientu s_{33}^E , podélného elektromechanického faktoru k_{33} , napětového g_{33} a nábojového d_{33} koeficientu). Měření pro váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm z keramiky NCE51 v rozmezí teplot od 25 do 410 °C.

6.3 VYUŽITÍ RENTGENOVÝCH DIFRAKTOMETRŮ PRO STANOVENÍ FÁZOVÝCH PŘECHODŮ

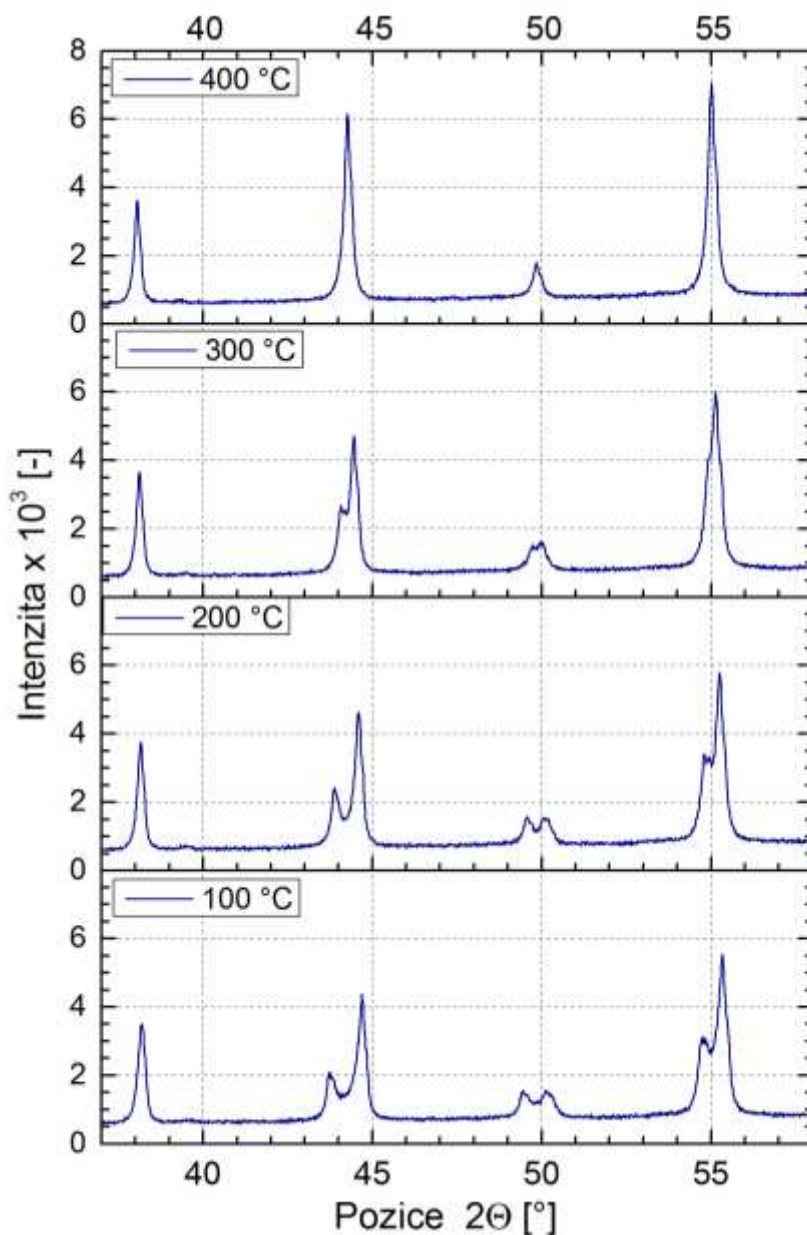
Rentgenová difrakce je vzhledem k hloubce průniku materiálem využívána především k měření tenkých vrstev práškových vzorků. Úhel neboli pozice 2Θ je postupně nastavován dle požadavků na měřený vzorek, který je ve formě velmi jemného prášku nanesen na podložku z polymethylmethakrylátu, hliníku nebo ve 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 [55].

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). Pro měření keramiky byl nastaven úhlový rozsah 2Θ od 2 do 80° s krokem $0,02^\circ$. Optimální rychlost skenování byla dle manuálu nastavena na $10^\circ \cdot \text{min}^{-1}$.



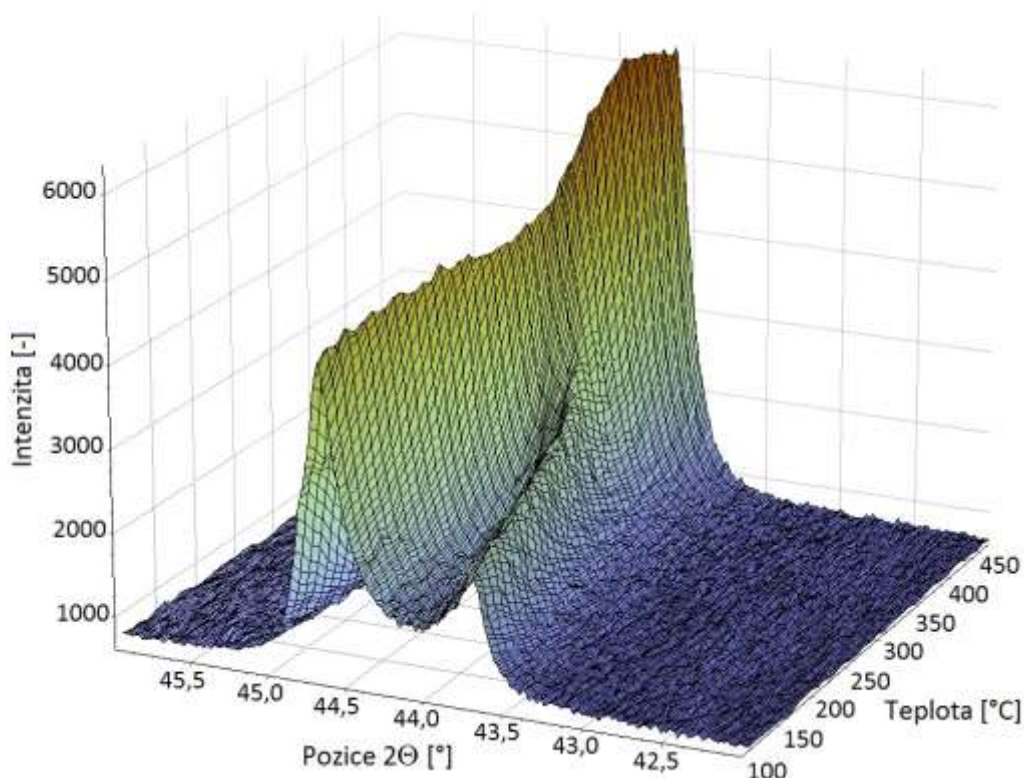
Obr. 6.9 Difraktogram práškového vzorku $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ s dvěma poměry Zr/Ti 53/47 a 52/48. Měřeno na stolním rentgenovém difraktometru MiniFlex 600 v rozmezí 2Θ od 2 do 80° při laboratorní teplotě 25°C .

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 6.9. 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 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.



Obr. 6.10 Detail difraktogramu práškového vzorku $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ s poměrem Zr/Ti = 52/48 v závislosti na teplotě, měřeno na rentgenovém difraktometru Empyrean, rozmezí 2Θ od 37° do 58° .

Pro porovnání fázového přechodu stanoveného pomocí rentgenové difrakční analýzy a měření elektrických parametrů na základě frekvenční metody byl vybrán materiál NCE51 se stanovenou Curieovou teplotou při $368 \pm 8 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Výsledný detail průběhu difraktogramu pro teploty 100, 200, 300 a 400 $^{\circ}\text{C}$ v rozmezí 2Θ od 37 do 58 $^{\circ}$ je zobrazen na obrázku 6.10. Na teplotě 100 až 300 $^{\circ}\text{C}$ je ještě dobře znatelný průběh odpovídající tetragonální struktuře materiálu. Při postupném přiblížení k Curieově teplotě 368 $^{\circ}\text{C}$ dochází ke vzájemnému splnutí 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 $^{\circ}$ od teploty 100 až po 470 $^{\circ}\text{C}$ je zobrazen na obrázku 6.11. K úplnému přechodu dochází na rozhraní 355 až 370 $^{\circ}\text{C}$, kde je již ustálena hodnota intenzity jednoduchého píku definujícího kubickou strukturu.



Obr. 6.11 3D detail difraktogramu práškového vzorku $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ s poměrem $\text{Zr/Ti} = 52/48$ v závislosti na teplotě od 100 do 470 $^{\circ}\text{C}$, měřeno na rentgenovém difraktogramu Empyrean, rozmezí 2Θ od 42 do 46 $^{\circ}$.

6.4 ŘÍZENÁ TEPELNÁ DEPOLARIZACE PIEZOELEMENTŮ

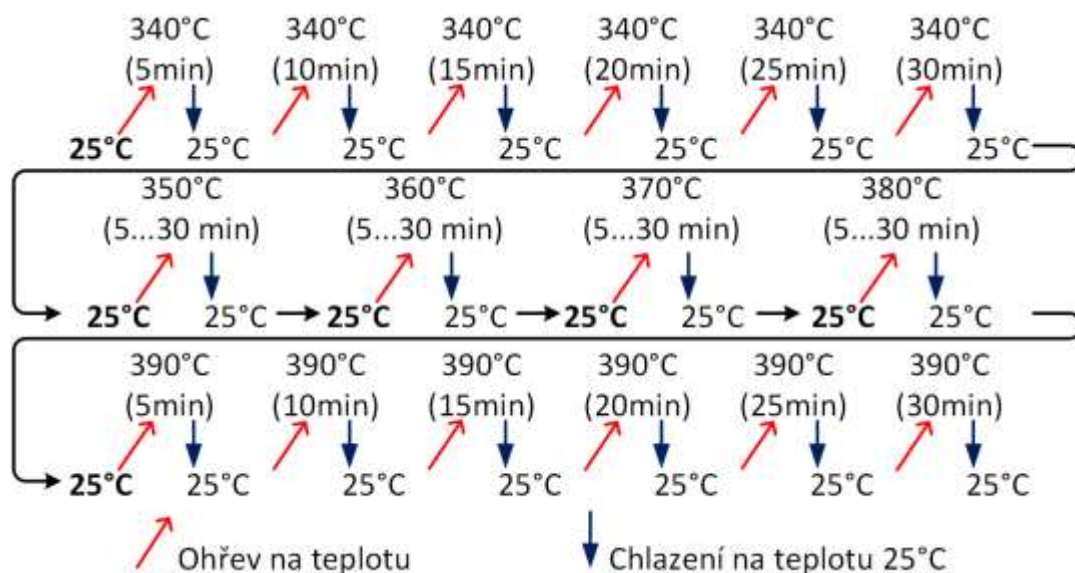
Po proměření všech základních tepelných charakteristik piezoelektrické keramiky, lze definovat její chování v závislosti na teplotě blízké Curieovu bodu. Definovanou změnu materiálových koeficientů pouze v některých částech piezoelementu pomocí teploty je možné realizovat na základě výsledných měření doby ohřevu elementu. Ze kterých je patrné, že keramika je ohřívána postupně a je tedy možné využít principu částečné depolarizace. Před depolarizací je potřeba stanovit Curieův bod použité keramiky.

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 $d_{33-01} \gg d_{33-02}$.

Pro částečnou depolarizaci PZT keramiky vysokou teplotou byla využita sestava zobrazená na obrázku 5.10 respektive 5.11. Postup depolarizace byl realizován dle schématu na obrázku 6.12. Piezoelement byl vložen do teplotní komory GEMINI, kde byl temperován po definované dobu. 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.

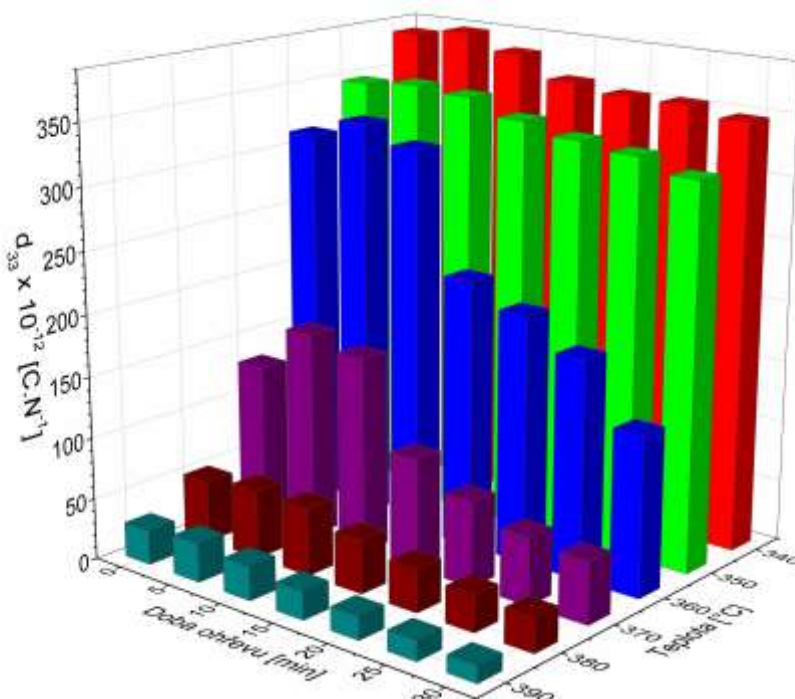
Po každém teplotním cyklu, tedy ohřátí keramiky a ochlazení na teplotu okolí, byl vzorek proměřen frekvenční metodou a pro potvrzení výsledku také přímou vibrometrickou metodou využívající laboratorně sestavený d_{33} -metr.



Obr. 6.12 Proces stanovení postupné depolarizace materiálových koeficientů piezoelektrické keramiky na jednotlivých nastavených teplotách při ohřevu a následném ochlazení na 25 °C.

6.4.1 Přímá vibrometrická metoda měření

Hodnoty piezoelektrického nábojového koeficientu byly měřeny přímou vibrometrickou metodou využívající laboratorně sestaveného d_{33} -metru zobrazeného na obrázku 5.9 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. 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 6.13.

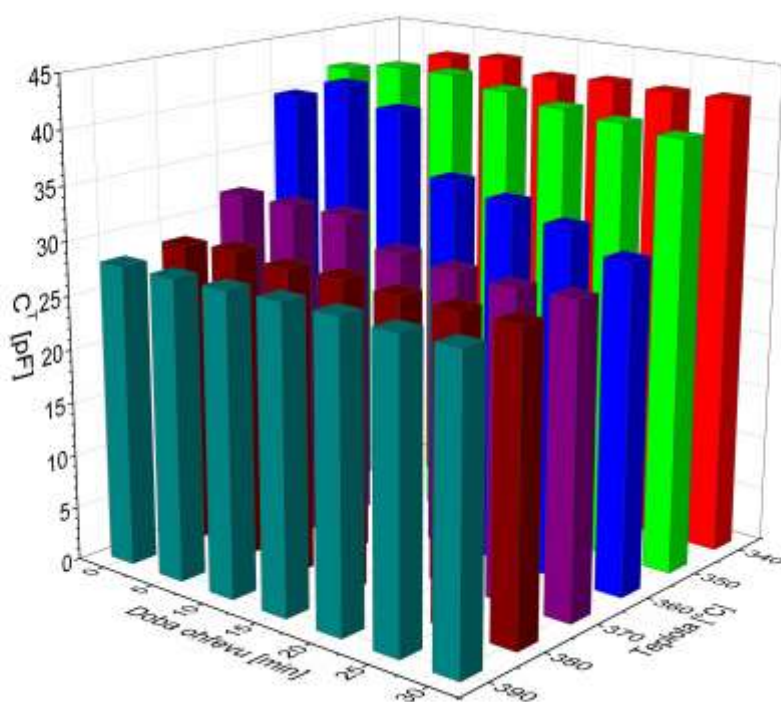


Obr. 6.13 Výsledný vliv tepelné depolarizace na piezoelektrický nábojový koeficient d_{33} pro piezoelektrický váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, naměřeno d_{33} -metrem při $F_3 = 0,25$ N.

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} .

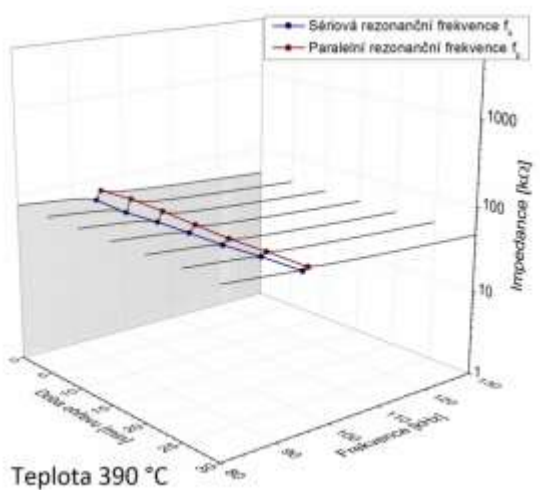
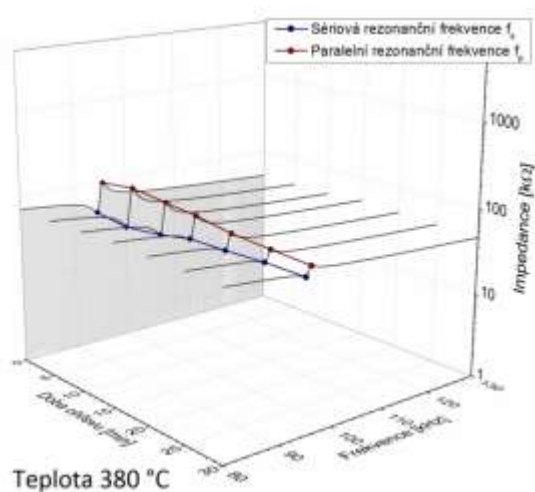
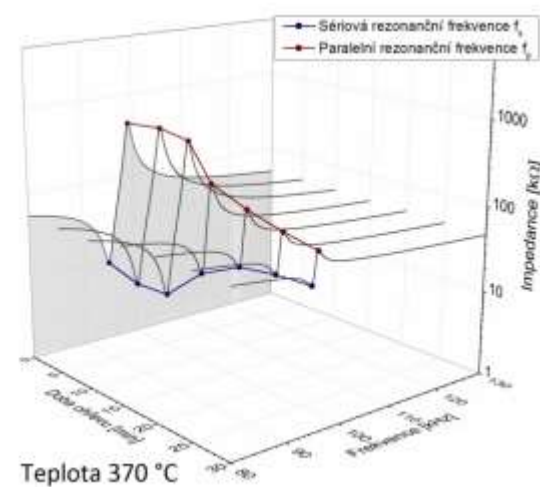
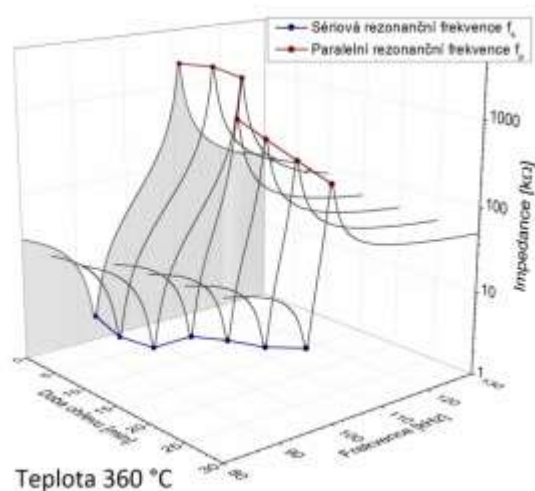
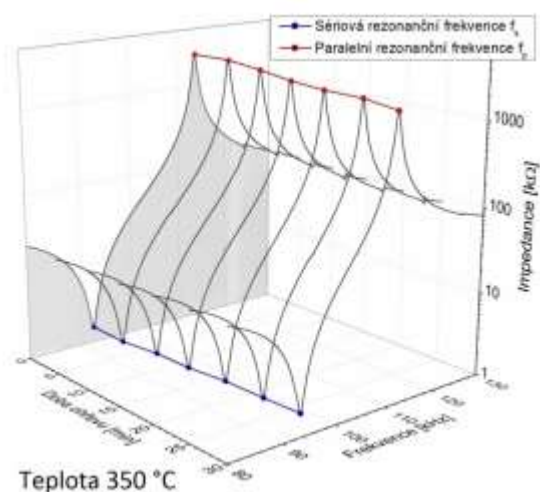
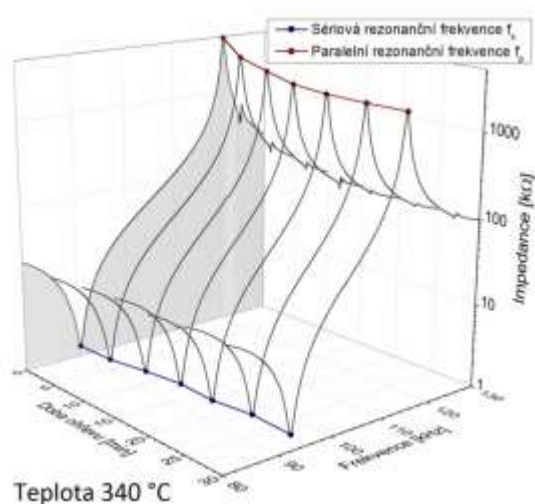
6.4.2 Frekvenční metoda měření

Měření bylo zapojeno podle schéma na obrázku 5.10 a vzorek byl upnut do vysokoteplotních kleští zobrazených na obrázku 5.11. Nábojový koeficient není frekvenční metodou měřen přímo a bylo tedy nutné měřit vliv teploty na vstupní parametry měřené impedančním analyzátozem Agilent 4294A. Vstupní hodnoty rezonančních frekvencí a kapacity C^T byly měřeny současně v teplotní komoře HYPERION na 25 °C po ochlazení z aktuálně nastavené teploty v komoře GEMINI, podle teplotního schématu na obrázku 6.12. Na základě závislosti vstupních parametrů na teplotě bylo možné sledovat, která z veličin má převládající vliv na výslednou hodnotu nábojového koeficientu. Impedanční charakteristiky pro podélné typy kmitů keramického válečku $\varnothing 7 \times 15$ mm v rozsahu teplotní depolarizace od 340 do 390 °C jsou zobrazeny na obrázku 6.15 a závislost C^T na obrázku 6.14.



Obr. 6.14 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.

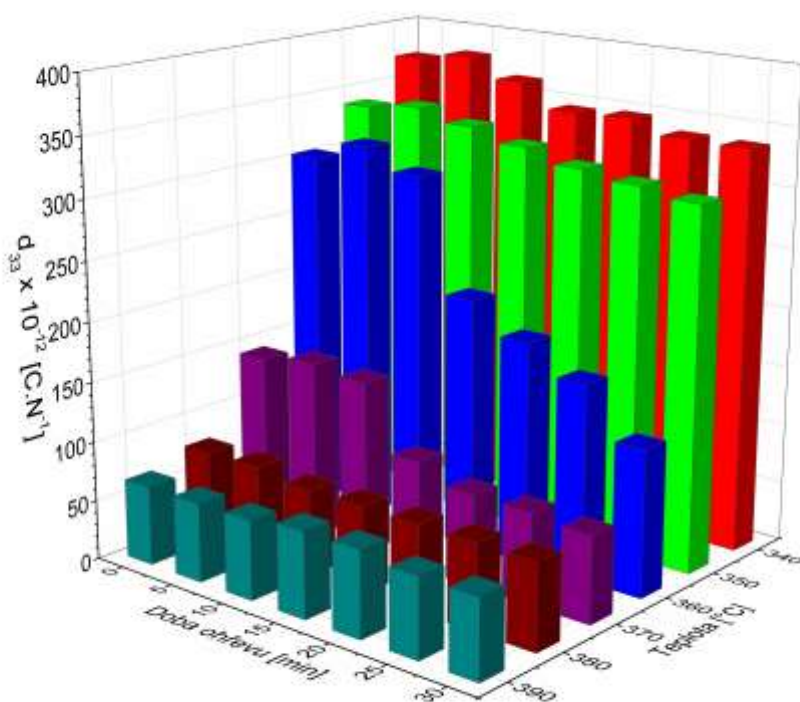
Po dokončení procesu depolarizace došlo u kapacity ke snížení hodnoty C^T o 7 % oproti hodnotě po polarizaci elementu. K výrazné změně dochází především na zúžení frekvenčního pásma mezi rezonanční a antirezonanční frekvencí měniče. V oblastech kde se teplota zvýšila nad Curieův bod, se materiál při tomto stupni ohřevu pohybuje na rozhraní tetragonální a kubické fáze, kde postupně ztrácí své piezoelektrické vlastnosti.



Obr. 6.15 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.

Z jednotlivých naměřených průběhů impedančních závislostí je vidět, že depolarizace piezoelementu se projevuje především na jeho rezonanční frekvenci. 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 je zobrazen na obrázku 6.16. 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.

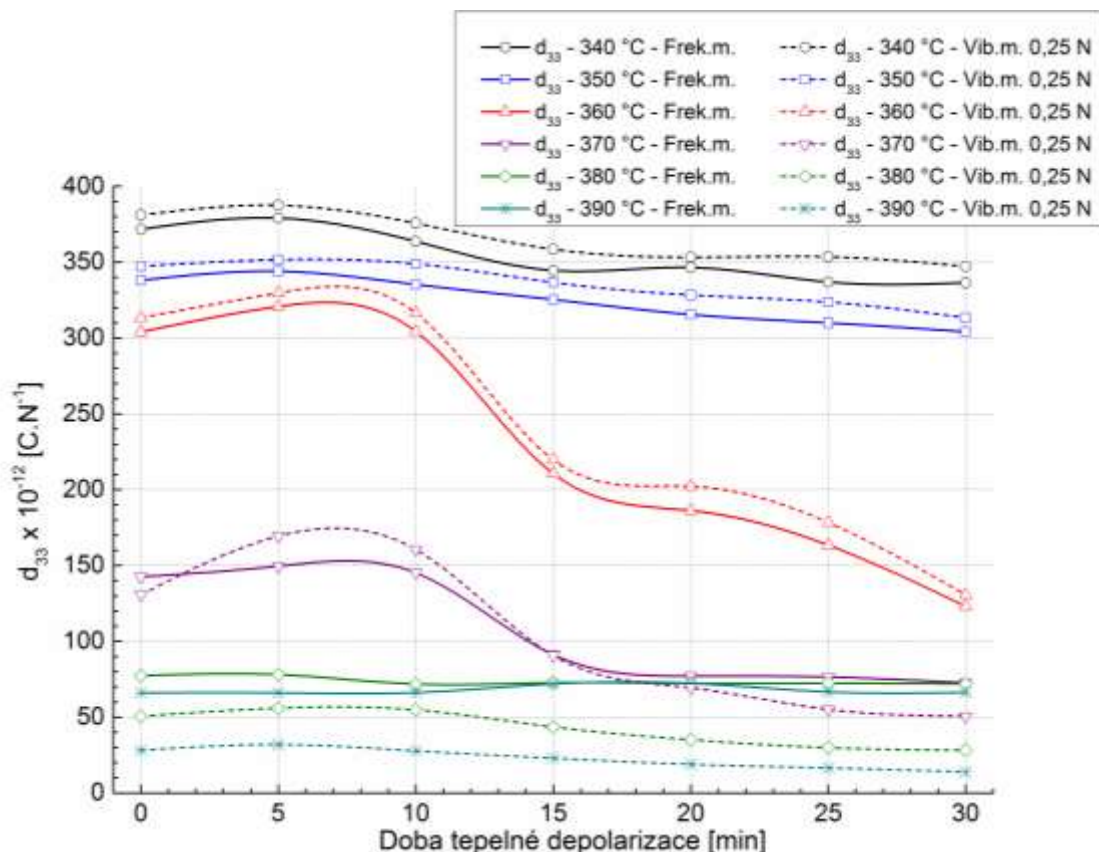


Obr. 6.16 Výsledný vliv tepelné depolarizace na piezoelektrický nábojový koeficient d_{33} pro piezoelektrický váleček $\varnothing 7 \times 15$ mm typ NCE51, naměřeno frekvenční metodou.

6.4.3 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} -metr při 0,25 N a 110 Hz v celém rozsahu depolarizace je zobrazené na obrázku 6.17.



Obr. 6.17 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.

7 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 napětový 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. 6.2) 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 prohřátí 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 $\vartheta_C \pm 5\%$ 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 známe 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 keramiky. 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 keramiky 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 $365 \pm 8 \text{ }^{\circ}\text{C}$ pro keramiku NCE51 a $335 \pm 7 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 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.

8 LITERATURA

- [1] PRIBÁŇ, M., *Úvod do teorie akustické emise: základní pojmy, zdroje AE, metodika měření*, Akusticko-emisní a vibrodiagnostické metody v technické bezdemonťážní 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] KOPOLĚV, 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] 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.
- [13] PETRŽILKA, 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.
- [14] ZELENKA, J. *Piezoelektrické rezonátory a jejich použití*, ACADEMIA Praha 1983, 1. vydání, 257 s.
- [15] 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.
- [16] HIRŠL, J., ČERNOHLÁVEK, D., ŠTEFAN, O., ČERMÁK F., *Keramická piezoelektrika – Vlastnosti a technické použití*, Tesla Praha, 1970, 94 s.
- [17] 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.
- [18] KOPEC, B., A KOL., *Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí*, Akademické nakladatelství CERM, Brno, 2008, 572 s., ISBN 978-80-7204-591-4.
- [19] 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.
- [20] GREENSPAN, M., *The NBS conical transducers: Analysis*, Journal of the Acoustical Society of America, 1987, vol.81, no. 1, pp. 173-183.

- [21] 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.
- [22] HORA, P., KOBERNA, M., *Snímač s kuželovým aktivním prvkem a jeho kalibrace*, Aplikace akustické emise v diagnostice jaderných elektráren, ČSVTS Modřanské strojírný, Praha, 1990.
- [23] PROCTOR, T.M., Jr., *Some details on the NBS conical transducers*, Journal of Acoustic Emission, 1982, vol.1, no. 3, pp. 173-178.
- [24] 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.
- [25] 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.
- [26] 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.
- [27] 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.
- [28] 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.
- [29] 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.
- [30] 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.
- [31] 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.
- [32] HUANG, Z., ZHANG, Q., CORKOVIC, S., DOREY, R., WHATMORE, R.W., *Comparative measurements of piezoelectric coefficient of PZT films by berlincourt, 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.
- [33] 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.
- [34] 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.
- [35] 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.
- [36] MICLEA, C., A KOL., *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.
- [37] 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.

- [38] 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 and Ferroelectricity, 2007, vol. 101, iss. 6, pp. 064111:1-7, DOI: 10.1063/1.2560441.
- [39] 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.
- [40] KOROLĚV, M.V., *Sposob depolârizacii p'ezoëlementov*, 1987, 3 s., Patent SU 1631756 A1.
- [41] KOROLĚV, M.V., *Eho-impul'snye tolšinomery*, Moskva, 1980, 111 s., Mašinstroenie, BBK 34.9, UDK 531.717.
- [42] ŠNYREV, P.D., *Tehnologiâ častičnoj depolârizacii p'ezoëlementov*, Defektoskopiâ, 1978, no. 4, s. 95-97, UDK 620.179.16.
- [43] 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.
- [44] 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.
- [45] 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.
- [46] 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.
- [47] TUREK, M., A KOL., *Elektrotechnická keramika*, SNTL Praha, 1964, 420 s., ISBN 04-557-64.
- [48] 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.
- [49] 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.
- [50] 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.
- [51] 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.
- [22] WAANDERS, J.W., *Piezoelectric Ceramics: Properties and Applications*, 1st edition (4-91), Philips Components, Eindhoven – The Netherlands, ISBN 9398-651-80011.
- [53] 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.
- [54] NOLIAC CERAMICS S.R.O., *Piezo ceramics specification*. Material datasheet Ver. 1404 [online]. Dostupné z: <http://www.noliac.com>.
- [55] VALVODA, V., POLCAROVÁ, M., LUKÁČ, P., *Základy strukturní analýzy*, Univerzita Karlova - Karolinum, Praha 1992, 1. vydání, 492 s., ISBN 80-200-0280-4.

9 STRUKTUROVANÝ ŽIVOTOPIS

Osobní data:

Jméno	Fialka Jiří
Národnost	česká
Datum narození	07. 07. 1983
Kontakt	jiri.fialka@centrum.cz

Vzdělání:

Období	2003-2007
Dosažená kvalifikace	Bakalářské studium (Bc.), Automatizační a měřicí technika
Název organizace	Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav automatizace a měřicí techniky Bakalářská práce: „Měření parametrů piezoelektrických materiálů“

Období	2007-2009
Dosažená kvalifikace	Magisterské studium (Ing.), Kybernetika, automatizace a měření
Název organizace	Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav automatizace a měřicí techniky Diplomová práce: „Měření parametrů piezoelektrických materiálů“

Období	2009 – současnost
Dosažená kvalifikace	Ph.D. student 6. ročníku, Kybernetika, automatizace a měření
Název organizace	Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav automatizace a měřicí techniky Dizertační práce: „Měření parametrů piezoelektrických aktivních prvků snímačů akustické emise“

Výuka:

Období	2009 – současnost
	Vedení laboratorního cvičení předmětu „Měření fyzikálních veličin (BMFV)“ Vedení laboratorního cvičení předmětu „Senzory neelektrických veličin (MSNV)“

Projekty:

2011	Řešitel projektu FRVŠ: Měření náklonu a úhlové rychlosti ve dvou osách.
2012	Řešitel projektu FRVŠ: Laboratorní úloha měření magnetického pole.

10 VLASTNÍ PUBLIKACE

- [1] 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.
- [2] 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.
- [3] 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.
- [4] 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.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] BENEŠ, P., FIALKA, J., PIKULA, S., *Design, description and calibration of the wideband acoustic emission sensors*, Proceedings of the 11th European Conference on Non- Destructive Testing, Prague, 2014, pp. 1-7, ISBN: 978-80-214-5018- 9.
- [8] BENEŠ, P., FIALKA, J., *Comparison of methods for absolute calibration of broadband AE sensors*, Proceedings of the 30th European Conference on Acoustic Emission Testing and 7th International Conference on Acoustic Emission, Granada-Spain, 2012, pp. 113-1 - 113-9, ISBN: 978-84-615-9941- 7.
- [9] KLUSÁČEK, S.; FIALKA, J.; BENEŠ, P.; HAVRÁNEK, Z., *An Experimental Study of Temperature Effect on Material Parameters of PZT Ceramic Ring Used in Knock Sensors*, Proceedings of the 2013 7th International Conference on Sensing Technology, Wellington, New Zealand, 2013, pp. 874-879, ISBN: 978-1-4673-5221- 5.
- [10] KLUSÁČEK, S.; FIALKA, J.; HAVRÁNEK, Z.; BENEŠ, P., *Experimental methods for testing active element of piezoelectric knock sensor by using temperature dependences*, Proceedings of the 20th International Congress on Sound and Vibration, US: International Institute of Acoustic and Vibration, 2013, pp. 1-7, ISBN: 978-616-551-682- 2, ISSN: 2329- 3675.
- [11] KLUSÁČEK, S.; FIALKA, J.; BENEŠ, P.; HAVRÁNEK, Z.; PIKULA, S., *Measurement of Temperature Dependence in the Piezoelectric Active Element of a Knock Sensor*, Proceedings of 43rd International Congress on Noise Control Engineering, Melbourne, The Australian Acoustical Society, 2014, pp. 1-7, ISBN: 978-616-551-682- 2, ISSN: 2329- 3675.
- [12] FIALKA, J.; SKULA, D., *Using of the Laser Interferometer for the Measurement of Piezoelectric Charge Constant d_{31} and d_{33}* , Proceedings of the 17th Conference STUDENT EEICT 2011, vol. 3, NOV PRESS s.r.o., 2011, pp. 164-168, ISBN: 978-80-214-4273- 3.
- [13] FIALKA, J.; UHER, M., *Effect of temperature increasing to Curie point on the material coefficients of PZT ceramics*, Annals & Proceeding of 22nd DAAAM World Symposiums, vol. 1, Vienna, Austria., 2011, pp. 803-804, ISBN: 978-3-901509-83- 4.
- [14] FIALKA, J., *Determination of the piezoelectric charge constant d_{33} measured by the laser interferometer and frequency method*, Annals of DAAAM for 2010 & proceedings of the 21st international DAAAM symposium, vol. 20, Zadar, Croatia, 2010, pp. 1253-1254, ISBN: 978-3-901509-73- 5.

11 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 využívající laserového interferometru, vibrometrickou 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.

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.