

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Тверской государственный университет»

на правах рукописи

Елисеев Антон Юрьевич

**ПРОЦЕССЫ ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ И ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ
ГИСТЕРЕЗИС КЕРАМИКИ ЦИРКОНАТА-ТИТАНАТА СВИНЦА И
МОНОКРИСТАЛЛОВ НИОБАТА БАРИЯ КАЛЬЦИЯ.**

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физ.-мат. наук,
профессор Малышкина О.В.

Тверь – 2016 г.

Оглавление

Введение	3
Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	8
1.1 Керамика цирконата-титаната свинца	8
1.2 Монокристаллы твердых растворов ниобата бария–кальция	12
1.3 Механизмы потерь в сегнетоактивных материалах	15
Постановка задачи	31
Глава 2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ	32
2.1 Экспериментальная установка	32
2.1.1 Общее описание	32
2.1.2 Тестирование оборудования	36
2.2 Компьютерная обработка	43
2.3 Характеристики исследуемых образцов	48
2.4 Оценка погрешности	50
Глава 3. ЭВОЛЮЦИЯ ПЕТЕЛЬ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ГИСТЕРЕЗИСА МОНОКРИСТАЛЛОВ НИОБАТА БАРИЯ КАЛЬЦИЯ (CBN)	52
3.1 Эксперимент	52
3.2 Анализ экспериментальных данных	62
ГЛАВА 4. ЭВОЛЮЦИЯ ПЕТЕЛЬ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ГИСТЕРЕЗИСА КЕРАМИКИ ЦИРКОНАТА ТИТАНАТА СВИНЦА	70
4.1 Процессы переключения в полях частотой 50 Гц	70
4.2 Процессы переключения в синусоидальных полях разных частот	83
4.3 Процессы переключения в импульсных полях в форме меандра	97
ГЛАВА 5 ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ	109
5.1 Анализ дисперсии процессов переключения	109
5.2 Анализ механизмов саморазогрева	116
5.2.1. Монокристаллы CBN32	118
5.2.2 Керамика ЦТС	119
5.3 Использование процесса саморазогрева для оценки теплоемкости материалов	123
Основные результаты и выводы	129
Список литературы	131

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность

Вопросы преобразования энергии, ее перехода из одного вида в другой достаточно хорошо разработаны на макроскопическом уровне, в частности, превращения электрической и механической энергии в тепловую. Обратные процессы – получение электрической энергии из тепловой и (или) механической – имеют очень низкий коэффициент полезного действия и широко развиты только в макромасштабах (электростанции различного типа). Проблемы диссипации энергии находятся в начальной стадии разработки, когда речь идет о микроскопических процессах, протекающих в твердых телах. Здесь на первый план выходит проблема потерь энергии, в частности зависимость выделения тепла (при электрических и механических воздействиях на атомарном уровне) от структурных особенностей вещества. Полного ответа на данный вопрос на настоящий момент не существует.

Причины, по которым появляется тот или иной вид потерь энергии в веществе много, но все электрические и механические потери можно разделить на трех основные группы [Uchino2006, Rajapurkar2008]: нормальные колебания решетки, взаимодействие между составляющими (зернами и др.) микроструктуры и проводимость. В сегнетоэлектрических материалах в значительной степени проявляется четвертая составляющая потеря, обусловленная движением доменных стенок в процессе переключения в электрических полях. Существенный вклад в диэлектрические потери могут вносить как структурные особенности (размер зерен керамических материалов), так и замещающие компоненты (атомы или оксидные группы в монокристаллах твердых растворов). Поскольку процессы переключения при использовании больших электрических полей могут приводить к энергетическим потерям, проявляющимся в виде значительной генерации тепла (саморазогрев образца) [Zhang1995, Senousy2009, Pritchard2004], рассмотрение связи особенностей процессов переключения с температурой саморазогрева для разных типов сегнетоэлектрических материалов является

актуальной задачей, как в научном, так и в прикладном отношении.

Целью работы являлось выявление связи саморазогрева образцов монокристаллов твердых растворов ниобата бария–кальция $\text{Ca}_{0.32}\text{Ba}_{0.68}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (CBN32) и пьезокерамики цирконата-титаната свинца $\text{Pb}_{0.95}\text{Sr}_{0.05}(\text{Zr}_{0.53}\text{Ti}_{0.47})\text{O}_3 + \text{Nb}_2\text{O}_5$ 1% (ЦТС-19) с процессами переключения в электрических полях.

В соответствии с целью были поставлены следующие **основные задачи**:

1. Разработка метода наблюдения петель диэлектрического гистерезиса с одновременным контролем температуры образца при выдержке в переменных электрических полях разных частот.
2. Разработка метода компьютерной обработки петель диэлектрического гистерезиса для дальнейшего анализа.
3. Получение широкого спектра петель диэлектрического гистерезиса для образцов CBN32 и пьезокерамики ЦТС-19.
4. Проведение аналитического анализа диэлектрических характеристик исследуемых материалов в условиях саморазогрева.

Научная новизна.

Выявлены физические закономерности саморазогрева монокристаллических твердых растворов ниобата бария кальция и пьезоэлектрической керамики цирконата-титаната свинца в переменных электрических полях.

Установлена связь процессов разогрева образцов сегнетоэлектрических материалов с переключением спонтанной поляризации и зависимость температуры саморазогрева как от амплитуды и частоты электрического поля, так и от формы (синусоидальный или меандр) сигнала.

Проведен анализ влияния характеристик переключающего электрического поля и формы сигнала на дисперсию переключаемой поляризации.

Предложен и апробирован способ оценки теплоемкости единицы объема

сегнетоэлектрических материалов по величине тепловой энергии, генерируемой образцами в процессе саморазогрева.

Экспериментально показано влияние размера зерен на процессы переключения, протекающие в пьезокерамических материалах на основе цирконата-титаната свинца.

Теоретическая и практическая значимость

Показано существование корреляции между частотными зависимостями переключаемой поляризацией и температуры саморазогрева.

Установлено, что макроскопический механизм процессов переключения, приводящее к саморазогреву образцов, не зависят от типа материал.

Продемонстрирована возможность оценки коэффициента теплоемкости единицы объема сегнетоэлектрических материалов по зависимостям тепловой энергии, выделяемой в процессе переключения спонтанной поляризации, от скорости саморазогрева образцов.

Разработанный в работе алгоритм цифровой обработки растрового изображения петель диэлектрического гистерезиса, может быть использован для проведения количественного анализа физических характеристик процессов переключения сегнетоэлектрических материалов.

Результаты, полученные в работе, дают новые представления об особенностях процессов переключения в структурно неупорядоченных сегнетоэлектрических материалах.

Методология и методы исследования

В работе использовалась методология комплементарного применения различных методов, включающая комплексные исследования процессов переключения спонтанной поляризации методом Сойера-Тауера с одновременным дистанционным контролем температуры с помощью тепловизора (Testo-875-1); цифровую обработку данных (оцифровка полученной в эксперименте информации с применением программ для работы с графическими (растровыми и векторными) массивами для дальнейшего

количественного анализа результатов). Для контроля структурных характеристик керамики использовали растровую электронную микроскопию.

Положения, выносимые на защиту

- Впервые экспериментально обнаруженную зависимость саморазогрева образцов монокристаллов CBN и керамики ЦТС в процессе формирования петли диэлектрического гистерезиса от параметров переключающего электрического поля.
- Существование критической частоты электрического поля, при которой происходит разогрев образцов сегнетоэлектрических материалов до температуры, достаточной для формовки петли диэлектрического гистерезиса.
- Возможность применения количественных характеристик процессов саморазогрева и петель диэлектрического гистерезиса для оценки величины переключаемого объема и значения коэффициента теплоемкости единицы объема образцов сегнетоэлектрических материалов.

Достоверность результатов диссертации обеспечивается корректной постановкой исследовательских задач; применением современных методов регистрации и обработки экспериментальных результатов; апробацией на международных и всероссийских конференциях; публикациях в рецензируемых изданиях.

Апробация результатов. Международная молодежная научная конференция «Актуальные проблемы пьезоэлектрического приборостроения» 2013 (Анапа); XXV Российская конференция по электронной микроскопии 2014 (Черноголовка); Conference on Application of Polar Dielectrics 2014 (Vilnius); International Conference “Piezoresponse Force Microscopy and Nanoscale Phenomena in Polar Materials” (PFM-2014) 2014 (Ekaterinburg); XX Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков 2014 (Красноярск); 12th Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity and 9th International Conference Functional Materials and Nanotechnologies 2014 (Riga); VI

Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» 2015 (Москва); Workshop on Phase Transition and Inhomogeneous State in Oxides 2015 (Kazan)

Основное содержание работы опубликовано в 3 статьях во всероссийских и зарубежных реферируемых печатных изданиях рекомендованных ВАК.

Личный вклад автора. Настоящая работа выполнялась на кафедрах «Технической физики и инновационных технологий» и «Прикладной физики» Тверского государственного университета. Диссертантом совместно с научным руководителем проводились выбор темы, планирование работы, постановка задач и обсуждение полученных результатов. Автором лично выполнены измерения петель диэлектрического гистерезиса, проведены расчеты, обработаны полученные результаты.

Работа по теме диссертации проводилась в соответствии с тематическими планами НИР в рамках проектной части государственного задания Министерства образования и науки РФ №11.1937-2014/К и №4.1325.2014/К

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Работа содержит 144 страницы основного текста, 102 рисунка, 14 таблиц, список литературы из 133 наименований.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

Согласно указу Президента РФ от 07.07.2011 №899 «Об утверждении приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в РФ и перечня критических технологий РФ» [kremlin.ru] индустрия наносистем и технологии наноустройств и микросистемной техники являются одними из наиважнейших курсов развития науки и техники. В настоящее время задача поиска функциональных материалов, способных использоваться для разработки подобных устройств, является наиболее серьезной. С одной стороны, создание микро-механических устройств открывает значительный потенциал в продвижении все более высоких уровней технологического процесса и миниатюризации элементов схмотехники, что способствует улучшению характеристик - размеров, энергопотребления, стоимости конечных устройств. [Головнин2013, Гориш1999, Джагупов1994, Sharapov2011, Gusev2010]. С другой стороны, расширяются практические применения монокристаллических материалов в различных оптических устройствах [Блистанов2000, Молчанов2015].

1.1 Керамика цирконата-титаната свинца

Широко используемым представителем функциональных материалов является пьезоэлектрическая керамика [Abraham2008, Панич1989, Jaffe1971]. На настоящий момент основным материалом для изготовления пьезокерамических элементов является цирконат-титаната свинца (ЦТС). Несмотря на принятый в 2003 году Европарламентом закон [Directiv 2002/95], ограничивающий использование соединений свинца, кадмия, ртути и ряда других веществ, он не затрагивает материалы, используемые в пьезотехнике. Это обусловлено тем, что активный поиск веществ, способных во всех применениях заменить систему цирконата–титаната свинца (ЦТС), пока не увенчался успехом. Чрезвычайно сильный и стабильный пьезоэлектрический эффект в твердых растворах на основе цирконата–титаната свинца нашел большое практическое применение и эти составы на

настоящий момент являются основными пьезоэлектрическими керамическими материалами [Яффе1974, Окадзаки1976, Фесенко1983, Смоленский1985, Панич1989, Резниченко2009, Свирская2009, Головнин2013, Uchino2010, Connolly1970].

Пьезоэлектрические материалы считаются "интеллектуальными" ("smart") материалами из-за пьезоэлектрического эффекта, т.е. способности создавать небольшой, но измеряемый электрический заряд при деформации [Choi2010, Schwartz2008]. "Интеллектуальные" материалы - это материалы, которые могут менять свои механические, термические и электрические свойства под воздействием изменений во внешней среде. Свойства, которые могут быть изменены, в свою очередь влияют на способы применения "интеллектуальных" материалов.

На сегодняшний день существует большое разнообразие областей применения пьезокерамики [Гавриляченко1999, Малов1999, Данов2003, Jordan2001]. Одними из важнейших примеров использования данных материалов являются компоненты устройств для стабилизации и фильтрации рабочей частоты электрических цепей (пьезокерамические преобразователи), датчики в глубоководной гидроакустике и акустические преобразователи [Vetelino2010, Александров2007], а также области техники, где требуются высокие точности (единицы нанометров) при малых перемещениях (пьезоэлектрические актюаторы), позволяющих производить высокую точность дискретной или непрерывной настройки [innoresearch.net, frost.com, Borboni2008, Silva2007].

Таким образом, пьезоэлектрическая керамика составов цирконата титаната свинца (ЦТС) за счет выгодных пьезоэлектрических свойств и коэффициента электромеханической связи является основным функциональным материалом при создании устройств в микро-электромеханических системах (MEMS) [Jha2008, Visvanathan2011-1, Visvanathan2011-2, Jalili2010]. Микросистемы, которые основаны на способности пьезокерамики преобразовывать электрическую энергию в

механические колебания, и наоборот используются в сканирующих зеркальных устройствах [Asai2003], микро-оптических устройствах [Valette1995, Lin1994, Motamedi1994], микро-смесителях [Yang2000], акселерометрах [Yu2001], микрохирургическом оборудовании [Виноградов2011, Мунина2012, Umehara2006, Ezhilvalavan2006, Togawa1997], сканирующей зондовой микроскопии [Visvanathan2011-1, Васин2013, Cunningham1994].

Тонкие пьезоэлектрические слои, используемые для создания многослойных пьезоэлектрических актюаторов (МПА), позволяют осуществлять большие деформации при относительно низких рабочих напряжениях [Pritchard2004, Ballas2007, King1990]. Активно развивается также применение МПА для фотолитографии, в устройствах волоконной оптики, в зеркалах адаптивной оптики, для впрыска топлива и в других устройствах [Головнин2013, frost.com]. Низкие напряжения управляющего сигнала, большие значения деформации (смещения) МПА позволяют использовать их в различных областях, таких как производство полупроводников, системах топливных инжекторов, головках струйных принтеров, автофокусировках камер и устройствах затвора. [Pritchard2004]. В пьезокерамических системах микро-позиционирования сведены к минимуму такие нежелательные факторы, как гистерезис, дрейф и зависимости от давления [Головнин2013; Васин2013]. Кроме того, пьезокерамические актюаторы успешно применяются в автомобильной промышленности в качестве элементов управления инжекторными клапанами впрыска топлива благодаря быстрой их отклику, высокой эффективности, точности, низкому энергопотреблению и отличной воспроизводимости [Senousy2009]. Также применяются датчики детонации [Баженов2001] на основе пьезокерамики, что позволяет контролировать своевременный впрыск топлива и поджиг топливной смеси.

Исследуемая в настоящей работе пьезокерамика цирконата титаната свинца $Pb_{0.95}Sr_{0.05}(Zr_{0.53}Ti_{0.47})O_3 + Nb_2O_5$ 1% (ЦТС-19) относится к

сегнетомягким материалам. Основная фаза поликристаллического твердого тела на основе цирконата-титана свинца состоит из кристаллитов твердых растворов со структурой типа перовскита [Панич1989, Резниченко2009, Свирская2009, Головнин2013]. Температура фазового перехода лежит в интервале 290 – 320 °С [Отраслевой стандарт].

Температурные зависимости диэлектрической проницаемости (рис.1.1) и петель диэлектрического гистерезиса керамики ЦТС-19 были исследованы авторами [Малышкина2016]. Исследование петель диэлектрического гистерезиса, описанное в работе, было проведено на деполяризованных образцах. Деполяризация осуществлялась с помощью нагрева образцов до температуры перехода в параэлектрическую фазу в процессе измерения температурных зависимостей диэлектрической проницаемости [Малышкина2016]. По полученным фотографиям петель авторами был произведен расчет переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (рис. 1.2).

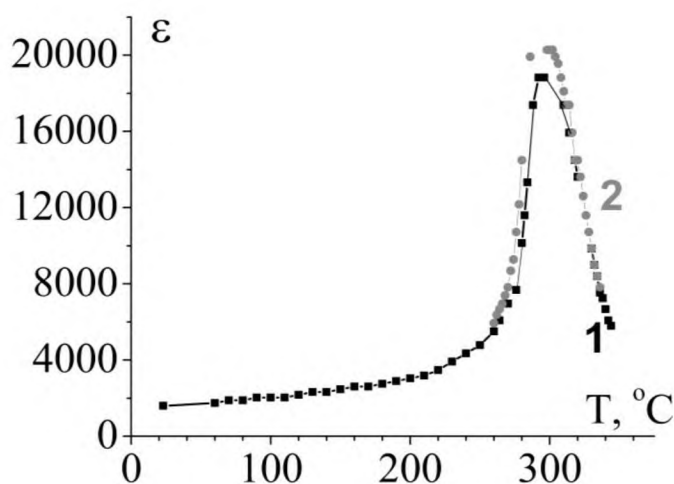


Рис. 1.1 Температурная зависимость диэлектрической проницаемости пьезокерамики ЦТС-19 [Малышкина2016]

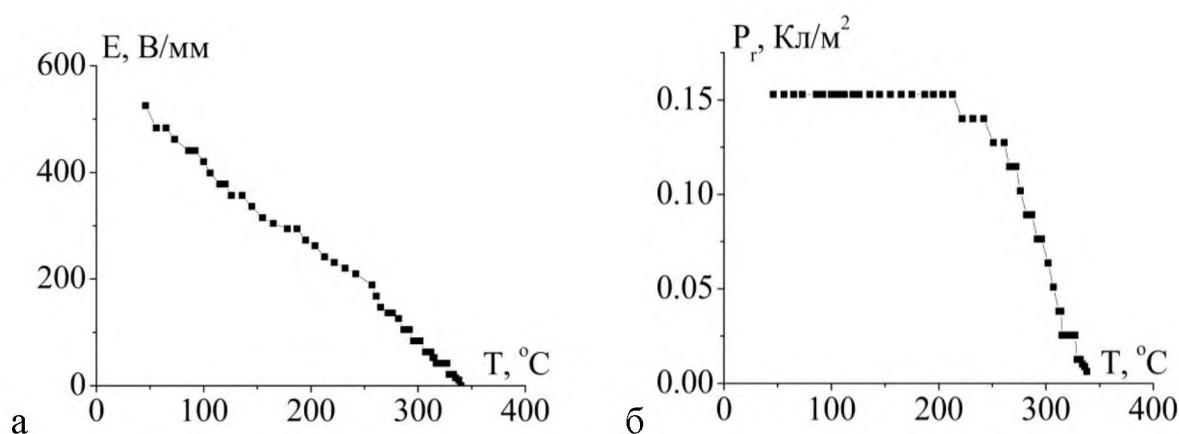


Рис. 2.2 Температурные зависимости коэрцитивного поля (а) и остаточной поляризации (б) для образца ЦТС-19 [Малышкина2016]

Как видно из представленных графиков, коэрцитивное поле резко уменьшается с ростом температуры. Переключаемая поляризация до температуры порядка 200°С имеет стабильное значение, затем уменьшается до нуля.

1.2 Монокристаллы твердых растворов ниобата бария–кальция.

Сегнетоэлектрические кристаллы со структурой типа вольфрамовой бронзы (tungsten bronze (ТВ)), к которым относятся монокристаллы ниобата бария–стронция (СВН), длительное время внимание исследователей привлекают благодаря наличию электрооптических, фоторефрактивных, пьезоэлектрических и пирозлектрических свойств, имеющих большие перспективы для практического использования [Кузьминов1982, Смоленский1985, Isupov1985, Neurgaonkar1983, Gao2009, Ke2008, Song2005]. Наиболее широко исследуемыми являются кристаллы ниобата бария–стронция ($Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$, SBN) [Кузьминов1982, Isupov1985, Neurgaonkar1983] со структурой тетрагональной ТВ. В то же время, сравнительно низкая температура фазового перехода и неоднородность поляризованного состояния по объему образца [Кузьминов1982, Cross1994, Malyshkina2012] кристаллов SBN, делает актуальным поиск новых материалов со структурой типа тетрагональных ТВ на основе ниобата бария.

Одним из новых материалов, синтезированным в последнее десятилетие, является кристалл ниобата бария–кальция $\text{Ca}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (CBN). Потенциальная возможность их практического применения обусловлена высокой температурой фазового перехода (более 200°C) [Волк2000].

В отличие от монокристаллов SBN, выращиваемых в широком диапазоне x [Кузьминов1982, Lukasiwicz2008], материал CBN существует в кристаллической фазе только в достаточно узком интервале $0.2 < x < 0.4$ [Esser2002]. В настоящей работе исследовались монокристаллы CBN выращенные из расплава с номинальной концентрацией кальция 32% (CBN32). Согласно исследованиям температурных зависимостей диэлектрической проницаемости, проведенных на разных частотах измеряемого электрического поля (рис.1.3), эти материалы не обладают релаксорными свойствами [Малышкина2014].

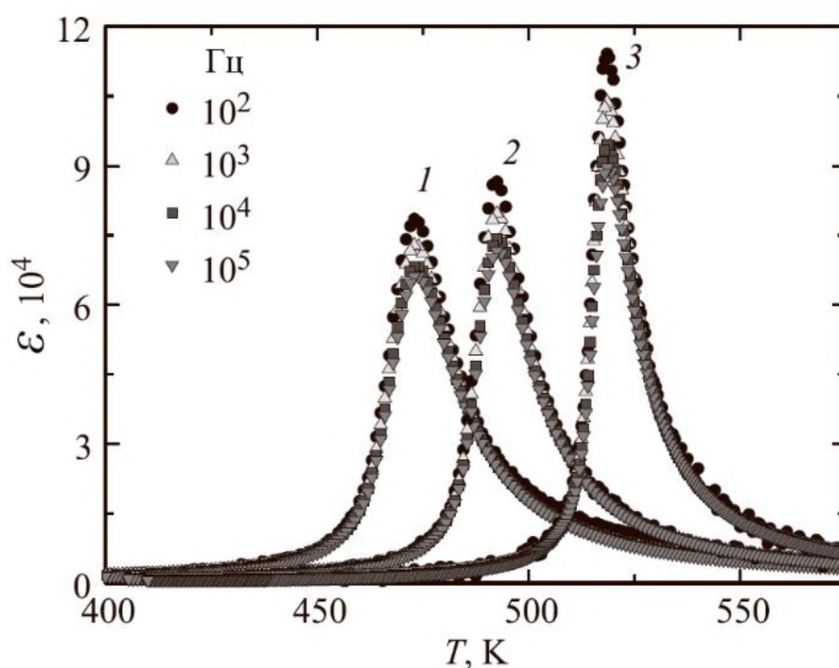
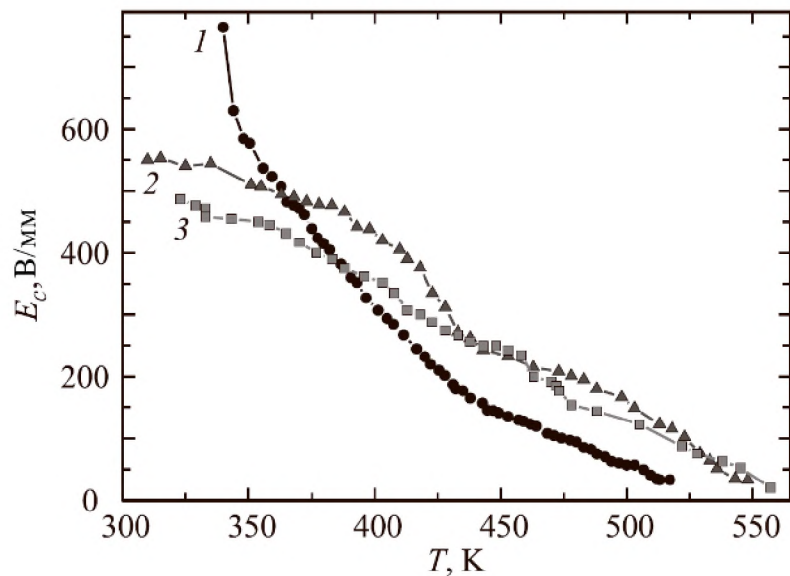


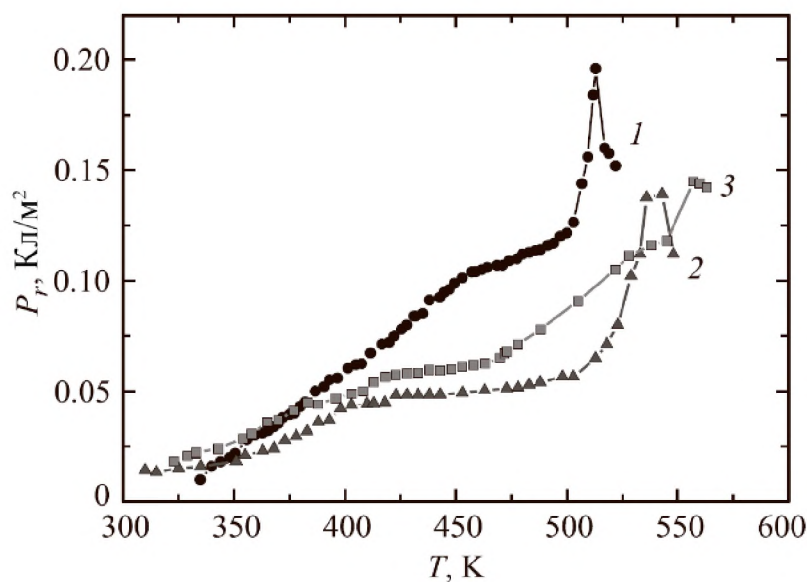
Рис. 1.3 Температурные зависимости диэлектрической проницаемости ε монокристаллов CBN. 1 – CBN32, 2 – CBN30, 3 – CBN28 [Малышкина2014]

Авторами [Малышкина2014] также были исследованы температурные зависимости петель диэлектрического гистерезиса при нагреве в термостатируемой камере. Результаты показали, что увеличение

температуры сопровождается уменьшением коэрцитивного поля (E_c) и ростом значения переключаемой поляризации (P_{rev}) (рис 1.4). Также был отмечен рост проводимости образца в процессе его нагрева. Об этом свидетельствует резкий переход петель диэлектрического гистерезиса в эллипс диэлектрических потерь при температурах выше температуры максимума диэлектрической проницаемости.



а



б

Рис. 1.4. Температурные зависимости переключаемой поляризации P_{rev} (а) и коэрцитивного поля E_c (б) монокристаллов CBN. 1 – CBN32, 2 – CBN30, 3 – CBN28 [Малышкина2014]

В работе [Малышкина2015] показано, что у монокристаллов SBN с примесью Eu в процессе формирования петли диэлектрического гистерезиса во внешнем электрическом поле происходит разогрев образцов. Для монокристаллов SBN такие данные на настоящий момент в литературе отсутствуют.

1.3. Механизмы потерь в сегнетоактивных материалах

Несмотря на широкое практическое применение сегнетоактивных материалов, существует ряд недостатков, которые проявляются в условиях работы при больших мощностях (высоких напряженностях электрических полей). Данный вопрос актуален как для материалов нелинейной оптики, к которым, в первую очередь, относятся монокристаллы группы ниобатов, так и для пьезокерамических элементов.

В частности, в последние годы, одновременно с увеличением промышленного спроса на пьезоэлектрические актюаторы, большое внимание уделяется фундаментальным исследованиям вопросов, связанных с надежностью пьезокерамических элементов [Uchino2003, Tong2002]. Основные недостатки, которые прямым образом могут повлиять на надежность конечных устройств, заключаются в существовании различных потерь.

Механизмы потерь в сегнетоэлектрических материалах бывают трех основных типов: диэлектрические, механические и электромеханические. [Uchino2003, Liu2015]. Диэлектрические потери актуальны для любых сегнетоэлектрических материалов, они связаны с наличием гистерезиса при переключении спонтанной поляризации в переменных электрических полях (петли диэлектрического гистерезиса). Механические потери характерны в первую очередь для таких применений пьезоэлектрической керамики, как ультразвуковые моторы [Ueha1993, Shigematsu2003, Hu2003, Hu1997, Koyama2005, Spanner2006, Бансявичюс1981, Лавриненко1980, Senousy2009]. Механические потери тем больше, чем ниже механическая добротность Q_m .

При работе в резонансном режиме, сопровождающемся увеличением вибраций [Harlow2004, Tooley2006, James1989, Jackson2004, Crowell2006, Бидерман1980, Uchino2003], такие потери приводят к избыточному тепловыделению устройств и связаны с механическими напряжениями, индуцированными полями. Электромеханические потери, согласно [Uchino2003, Ikeda1984], возникают при преобразовании электрической энергии (электрическое смещение D , поляризация P) в механические деформации (напряжения) за счет пьезоэффекта. Описание потерь в пьезоэлектрических материалах возможно в терминах электрических и механических коэффициентов рассеяния (факторов диссипации) [Rajapurkar2008]. Эти коэффициенты рассеяния были включены в пьезоэлектрические константы материала как мнимые члены в комплексных константах [Holland1967]. Это эквивалентно введению комплексных параметров ε (диэлектрическая проницаемость), S (упругая деформация) и d (пьезоэлектрический модуль), описанных в работе [Holland1967] для рассмотрения связи потерь гистерезиса с диэлектрической, упругой и пьезоэлектрической энергией. Аналитический и экспериментальный методы расчета этих потерь были разработаны авторами [Uchino2001, Uchino2006], расширение интенсивных и экстенсивных моделей потерь предложено в работе [Ikeda1984]. При резонансе в пьезоэлектрических материалах механические потери являются наиболее значимыми из трех типов потерь.

Авторы [Uchino2003] выделяют четыре основные причины диэлектрических и электромеханических потерь: (1) связанные с движением доменных стенок, (2) вызванные наличием точечных дефектов в кристаллической решетке, (3) микроструктурные потери на границах зерен, возникающие вследствие поликристаллической природы материала, и (4) омические потери (которые наблюдаются, главным образом, для высокоэлектропроводных материалов). В сегнетоэлектриках потери первой категории доминируют над остальными. Они связаны с движением доменных стенок и состоят из диэлектрических, упругих и

электромеханических гистерезисных потерь (hysteresis losses). [Visvanathan2011, Rajapurkar2008, Visvanathan2009]. Следствием потерь, которые имеют место в пьезоэлектрических материалах, является значительное тепловыделение (или иными словами саморазогрев образцов), оказывающее негативное воздействие на свойства материалов [Senousy2009, Senousy2009, Zhang1995, Sakai1992, Sakai1998].

Поскольку материалы, используемые для создания слоев МПА, имеют высокие коэффициенты пьезоэлектрической деформации (пьезомодули) (такие как d_{33} и d_{31}), то, как следствие, они имеют высокие потери, которые могут привести к значительному самонагреванию актюатора в условиях эксплуатации [Pritchard2004]. Это может отрицательно сказаться на сроке службы, долговечности (прочности) и точности позиционирования актюаторов, и, кроме того, непрерывная работа при высоких температурах (близких к температуре Кюри) может привести к деградации пьезоэлектрических свойств [Visvanathan2011]. Поэтому саморазогрев в многослойных пьезоэлектрических актюаторах представляет собой серьезную проблему для использования их в системах с динамической нагрузкой, таких как топливные инжекторы. [Senousy2009, Pritchard2004, Rajapurkar2008]. Хотя экспериментальные исследования статического и динамического поведения многослойных пьезоэлектрических актюаторов рассматриваются в ряде работ [Senousy2009, Andersen2000, Heinzmann2002, Li2008, Sakai1992, Sakai1998], только ограниченное число исследований посвящено проблеме саморазогрева [Uchino2003, Pritchard2004, Ronkanen2004, Weiland2003, Yao2000].

Результаты ряда исследований [Senousy2009] показывают, что многослойные пьезоэлектрические актюаторы на основе сегнетомягкой керамики титаната цирконата свинца генерируют значительное количество теплоты, когда они приводятся в движение под действием сильных электрических полей и/или высокой частоты, что имеет место, например, в топливных инжекторах. Энергетические потери, в виде значительной

генерации тепла (саморазогрев), имеющие место в актюаторах, могут серьезно повлиять на их надежность и пьезоэлектрические свойства [Senousy2009], что ограничивает практическое применение многослойных пьезоэлектрических устройств в условиях эксплуатации [Cochran2010, Visvanathan2011-1, Visvanathan2011-2, Pritchard2004] и отрицательно сказывается на сроке службы, долговечности (прочности) и точности позиционирования актюаторов [Senousy2009, Rajapurkar2008].

В частности, в работе [Zhang1995] рассматриваются процессы тепловыделения в многослойных пьезоэлектрических актюаторах с разными размерами и характеристиками. Авторами показано, что основная причина саморазогрева есть потери на диэлектрический гистерезис в механически свободном–незакрепленном состоянии. Эксперимент по наблюдению роста температуры актюаторов был проведен при продолжительном нахождении образцов в переключающем поле. Образцы находились в свободном и не закрепленном состоянии поскольку данное условие сводило к минимуму теплопроводность через контакты держателя. Переключающие импульсы имели треугольную униполярную форму. Для эксперимента использовался усилитель NF 4010 High Speed Power Amplifier (напряжение находилось в диапазоне 300 В, ток в диапазоне 1.2 А). Температура замерялась с помощью очень тонкой (диаметром 0.001 дюйма) хром-алюминиевой термопары.

На рисунке 1.5 [Zhang1995] приведены результаты саморазогрева для актюаторов разного размера в переключающем поле 3 кВ/мм на частоте 300 Гц. Видно, что температура в начальные моменты времени растет экспоненциально, после чего достигает насыщения. Аналогичные результаты также были получены в работе [Senousy2009]. На рисунке 1.6 [Senousy2009] представлены графики роста температуры актюаторов под продолжительным воздействием синусоидального поля разной частоты и амплитуды. В статье [Senousy2009] также показано, что имеется зависимость между ростом температуры саморазогрева и частотой/амплитудой переменного электрического поля. Кроме того, авторы делают вывод, что для слабых

электрических полей слабое тепловыделение обусловлено молекулярным трением [Lu2004]. При этом увеличение амплитуды электрического поля приводит к росту активности не 180° доменных стенок в результате чего происходит увеличение петли гистерезиса и как следствие саморазогрев в актюаторах [Senousy2009]. В статье [Pritchard2004] представлены похожие исследования многослойных актюаторов. На рисунке 1.7, а представлены температурные профили, наблюдаемые при выдержке образцов в переменном электрическом поле разной амплитуды (100 В – 1.1 кВ/мм, 150 В – 1.7 кВ/мм, 200 В – 2.2 кВ/мм и 250 В – 2.8 кВ/мм) на частоте 50 Гц.

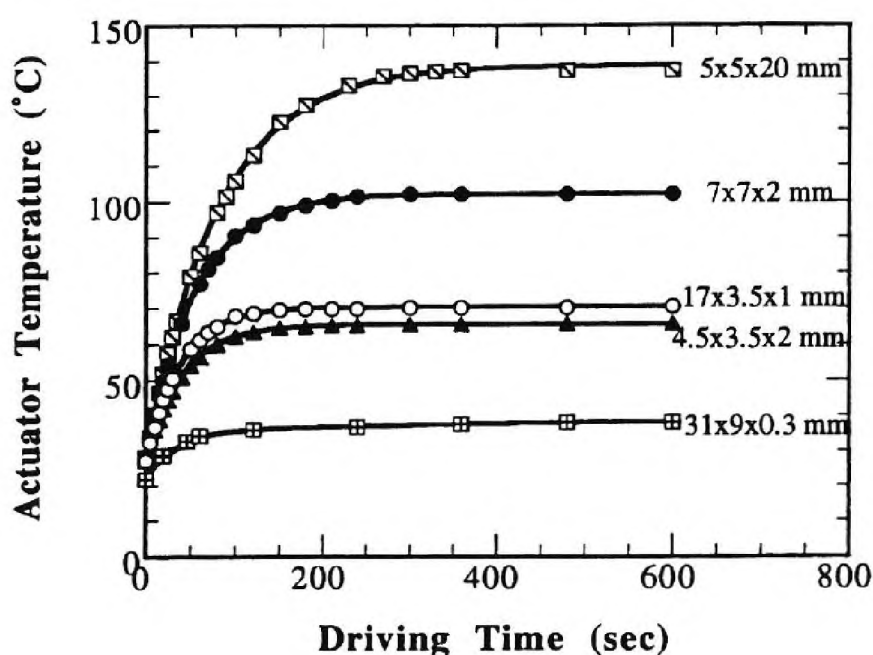


Рис. 1.5 Зависимость температуры от времени выдержки для актюаторов разных размеров ($E = 3$ кВ/мм, $f = 300$ Гц) [Zhang1995]

Сходные результаты были получены и для диапазона частот 50 – 1000 Гц. На рисунке 1.7, б показаны зависимости, полученные авторами [Pritchard2004] для температуры саморазогрева от времени при выдержке образца в поле разных частот, амплитуда которого сохранялась равной 1.1 кВ/мм. Зависимости максимального значения температуры саморазогрева от частоты (рис. 1.7, а) и величины (рис. 1.7, б) поля имеют линейный вид. Увеличение температуры, согласно статье [Pritchard2004], в первую очередь

связано с ростом потерь на диэлектрический гистерезис за один цикл переключения [Härdtl1982, Hagemann1978, Uchino2001].

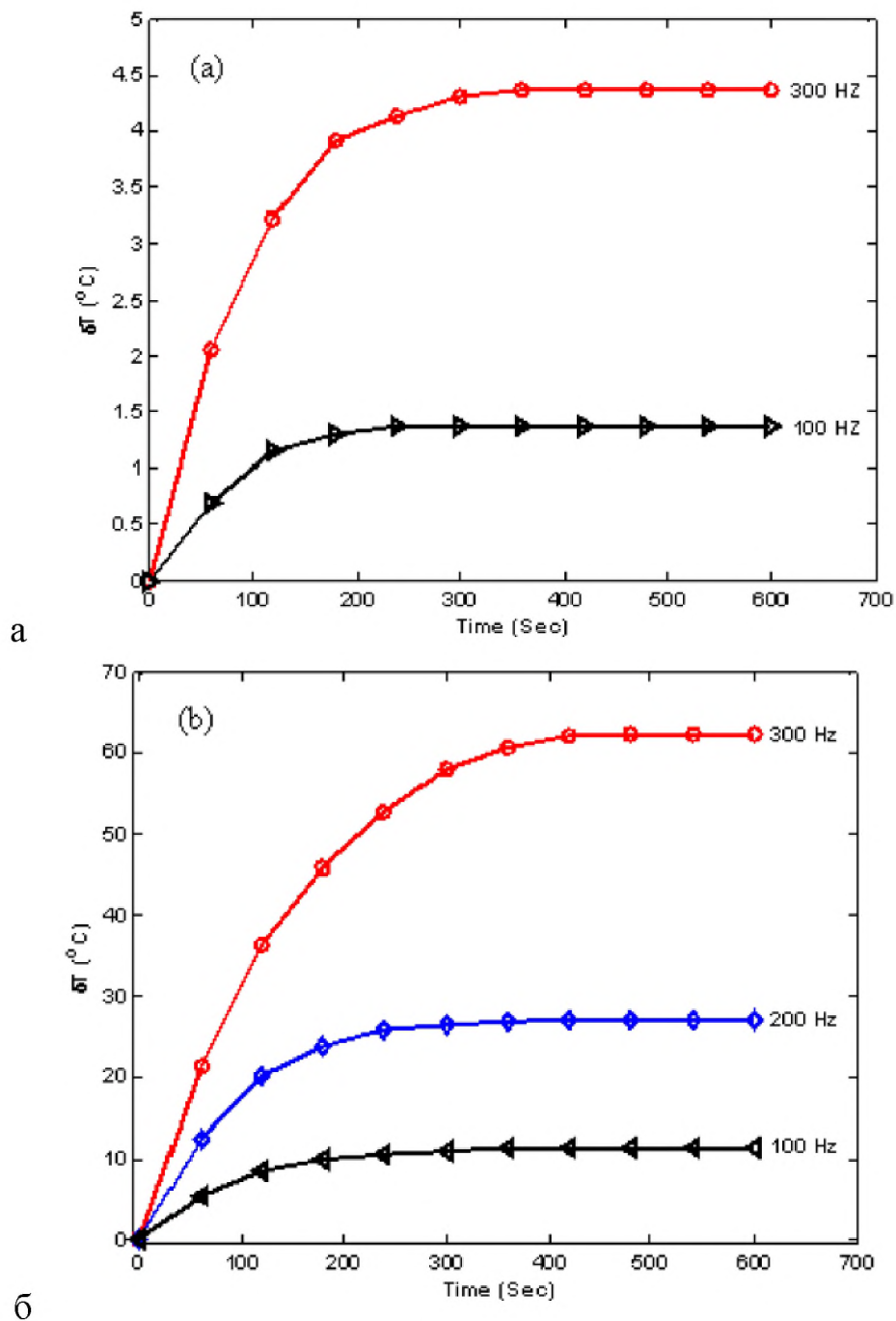


Рис. 1.6 Изменение температуры образцов со временем под воздействием синусоидального электрического поля (а – 0.6 кВ/мм, б – 1.4 кВ/мм) разной частоты [Senousy2009]

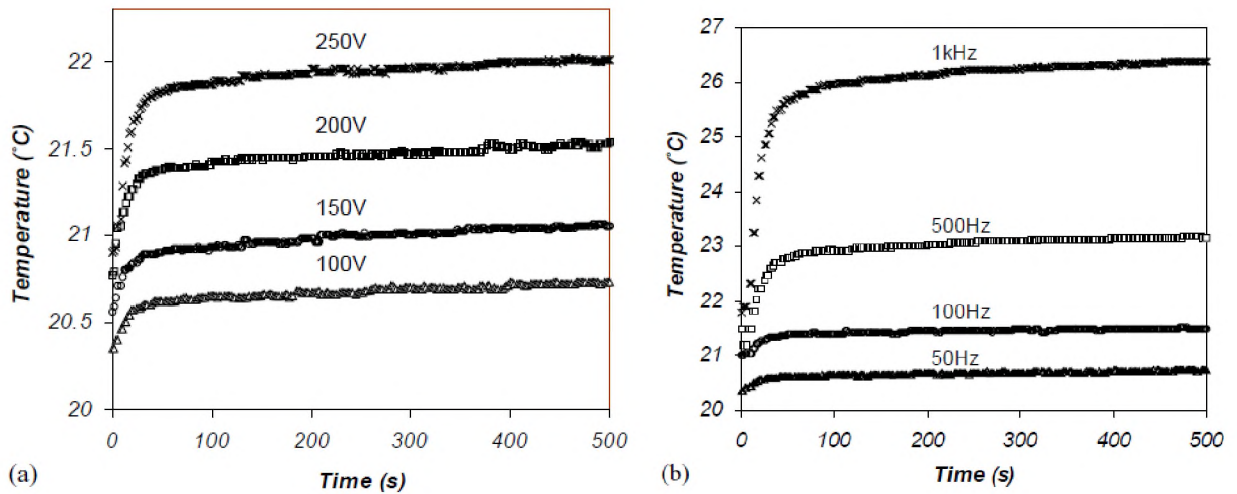


Рис. 1.7 Зависимость температуры многослойных актюаторов от времени нахождения в электрическом поле частотой 50 Гц при различных значениях амплитуды напряжения (a) и при подаче пикового значения напряжения 100 В для различных частот (b) [Pritchard2004]

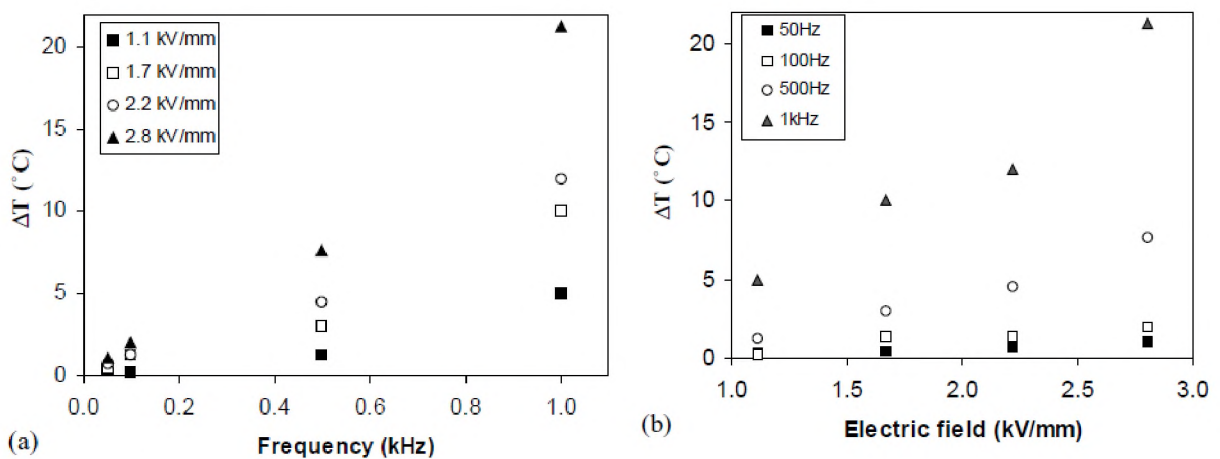


Рис. 1.8 Зависимость максимальной температуры саморазогрева от частоты (a) и напряженности (b) электрического поля [Pritchard2004]

Дженгом и другими [Zhang1995] была установлена зависимость между температурой на которую разогревались исследуемые образцы (ΔT) и v_e/A , где $\Delta T = T - T_0$, v_e – эффективный объем образца и A – общая площадь поверхности образца (рис. 1.9). Пропорциональность между ΔT и v_e/A объясняется авторами тем, что тепловыделение, как предполагается, пропорционально v_e , а диссипация тепла пропорциональна площади

поверхности. При этом авторами [Zhang1995] было установлено, что тепловыделение зависит, как от частоты (рис. 1.10), так и от напряженности внешнего электрического поля (рис. 1.11, 1.12). В статье [Zhang1995] показано, что для слабых полей ΔT растет практически линейно с увеличением частоты (рис. 1.10), в то время как для более сильных полей (больше 1 кВ/мм) зависимость ΔT от частоты постепенно уходит от линейной. На рисунке 1.11 [Zhang1995] приведена температура образца с размерами $7 \times 7 \times 2$ мм, как функция от времени выдержки для разных величин переменных полей. Рисунок 1.12 [Zhang1995] иллюстрирует максимальную температуру саморазогрева ΔT , как функцию приложенного электрического поля на разных частотах. Дженгом и другими [Zhang1995] отмечено, что ΔT пропорциональна E^2 для слабых полей, но при увеличении напряженности постепенно отходит от квадратичной зависимости.

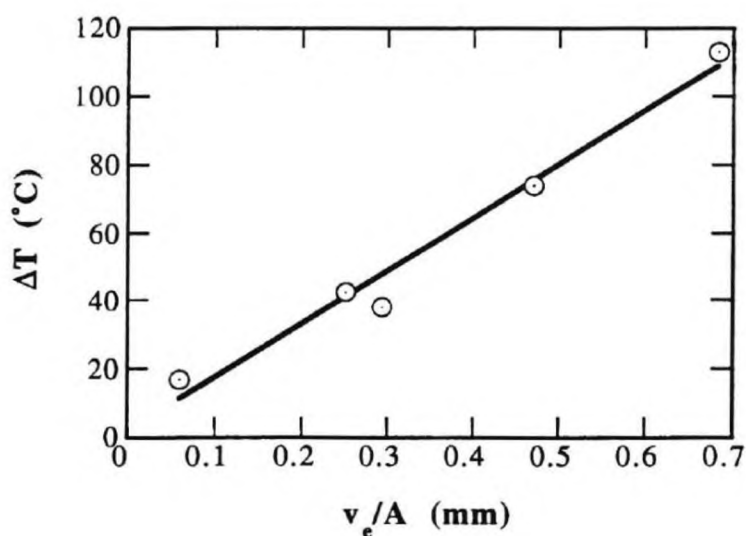


Рис. 1.9 Зависимость температуры саморазогрева от отношения v_e/A (3 кВ/мм, 300 Гц) [Zhang1995]

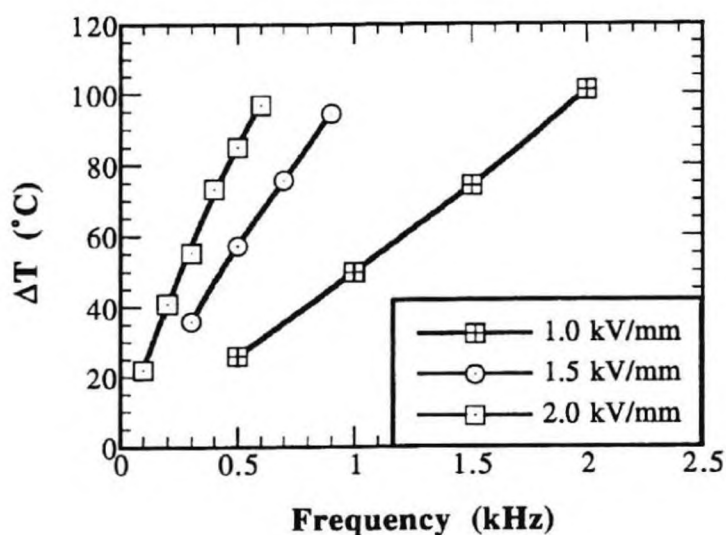


Рис. 1.10 Зависимость максимальной температура саморазогрева от частоты при выдержке актюатора размером $7 \times 7 \times 7$ мм в электрическом поле разной напряженности [Zhang1995]

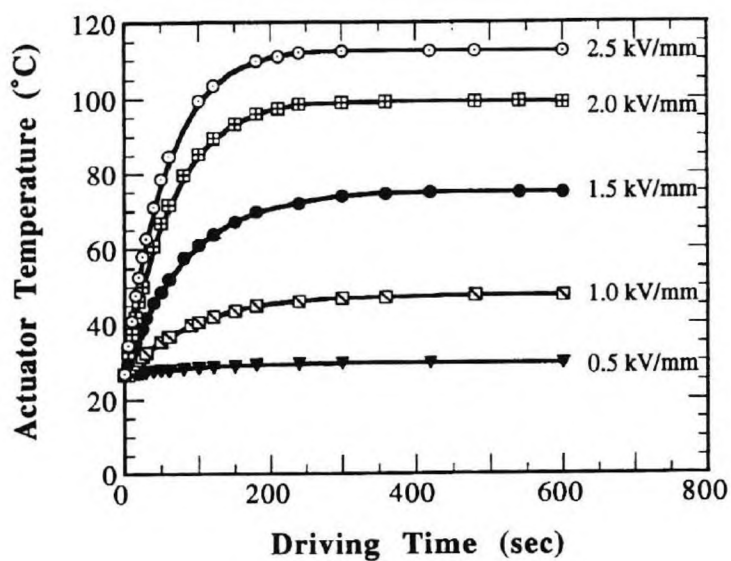


Рис. 1.11 Зависимость тепловыделения от времени нахождения актюатора размером $7 \times 7 \times 7$ мм в электрическом поле различной напряженности $f = 400$ Гц [Zhang1995]

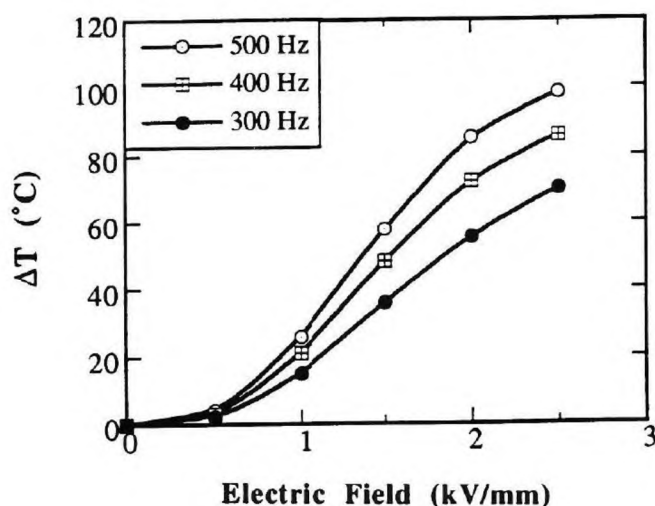


Рис. 1.12 Зависимость максимальной температуры саморазогрева от амплитуды приложенного электрического поля для актюатора размером $7 \times 7 \times 7$ мм [Zhang1995]

Тепловыделение (саморазогрев), как постулируется в статье [Zhang1995], вызвано механическими и диэлектрическими потерями и для достаточно сильных полей (напряженность которых выше, чем величина порогового поля) основной вклад в общие потери дают потери на диэлектрический гистерезис. В статье [Zhang1995] сказано, что полученные петли диэлектрического гистерезиса не зависят от размеров актюаторов, но в то же время зависят от температуры, частоты и величины электрического поля. Как отмечено авторами [Zhang1995], форма петель диэлектрического гистерезиса различна для разных температур образца (рис. 1.13). Дженгом и другими [Zhang1995] была получена зависимость сегнетоэлектрических потерь за цикл переключения в переменном электрическом поле (u) от температуры образцов (рис. 1.14). Показано, что u монотонно убывает с ростом температуры образца. Из аналогичной зависимости u от частоты переменного поля также видно, что u убывает с увеличением частоты (рис. 1.15). При этом для зависимости u от величины переключающего поля авторы наблюдали значительный рост величины потерь (рис. 1.16), пропорциональный квадрату напряженности (рис. 1.17).

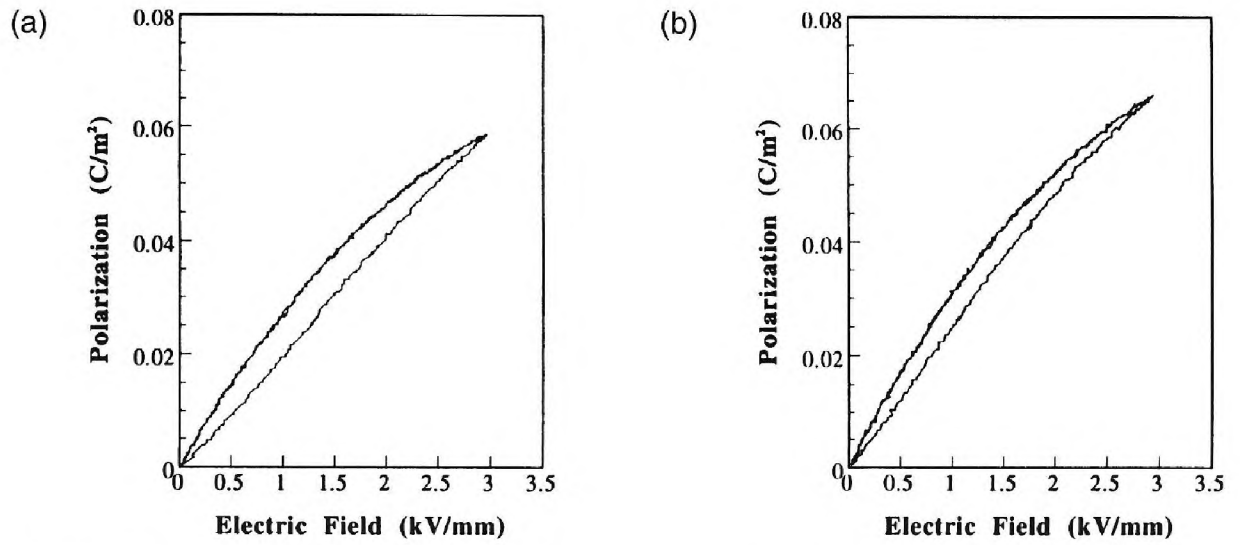


Рис. 1.13 Петли диэлектрического гистерезиса при температуре (а) 25 °С, (б) 98 °С, полученные в электрическом поле 3 кВ/мм, 300 Гц [Zhang1995]

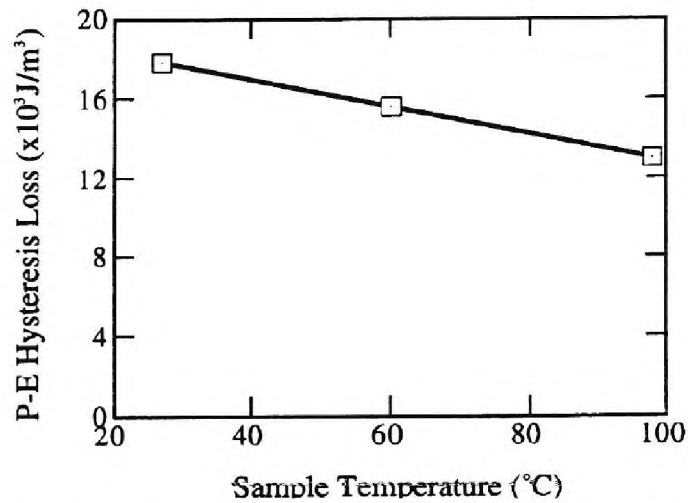


Рис. 1.14 Диэлектрические потери как функция температуры образца при выдержке в переменном электрическом поле (3 кВ/мм, 300 Гц) [Zhang1995]

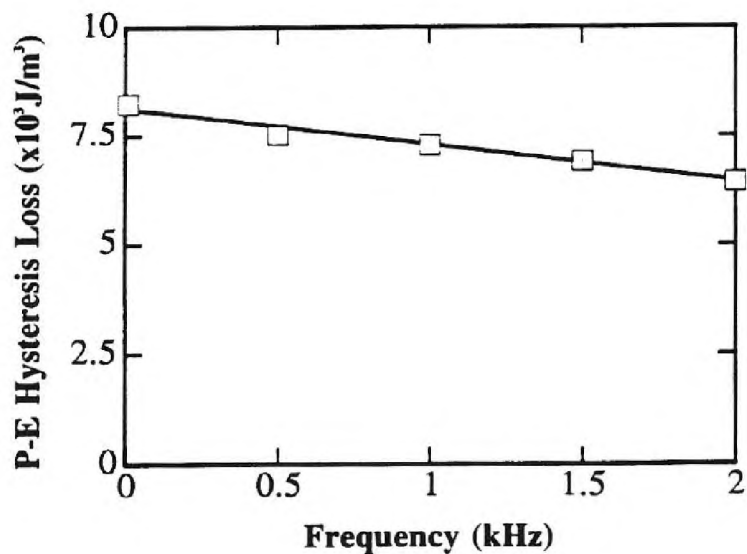


Рис. 1.15 Диэлектрические потери, рассчитанные по петлям гистерезиса, как функция частоты ($E = 2 \text{ кВ/мм}$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$) [Zhang1995]

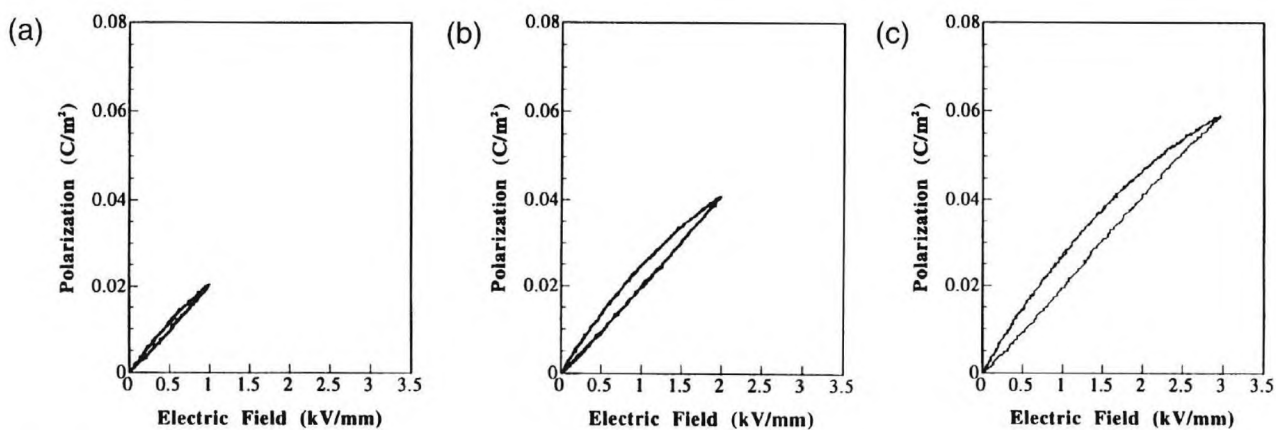


Рис. 1.16 Петли диэлектрического гистерезиса, наблюдаемые при выдержке образца в поле амплитуды 1 кВ/мм (а), 2 кВ/мм (b) и 3 кВ/мм (с) на частоте 300 Гц, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ [Zhang1995]

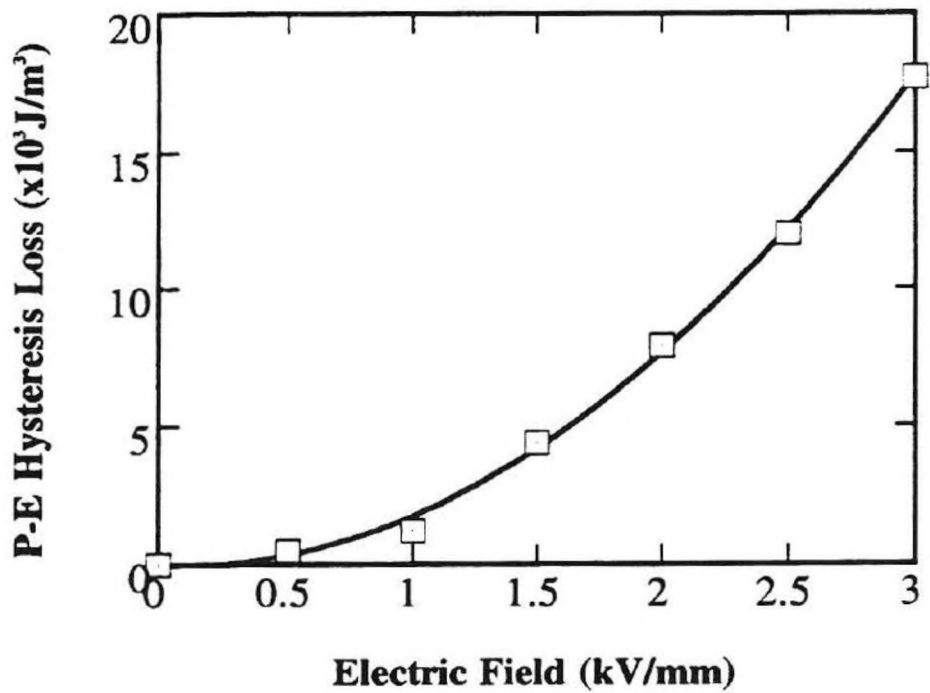


Рис. 1.17 Диэлектрические потери, рассчитанные по петлям гистерезиса, как функция напряженности переменного электрического поля ($f = 300$ Гц, $T = 25$ °C) [Zhang1995]

Теоретический анализ полученных результатов авторы [Zhang1995] построили на основании закона сохранения энергии.

$$\dot{q}_G - \dot{q}_{out} = v\rho c \left(\frac{dT}{dt} \right), \quad (1.1)$$

где v , ρ , c – общий объем образца, плотность и удельная теплоемкость. $\dot{q}_G = ufv_e$ – скорость тепловыделения, где u есть потери образца за цикл переключения на единицу объема, f – частота переменного поля, v_e – эффективный объем образца, который фактически выделяет тепло.

Скорость диссипации тепла от актюатора представлена в следующем виде:

$$\dot{q}_{out} = \dot{q}_r + \dot{q}_c = \sigma\varepsilon A(T^4 - T_0^4) + \bar{h}_c A(T - T_0), \quad (1.2)$$

где σ – постоянная Стефана-Больцмана, ε – излучательная способность и \bar{h}_c – средний конвективный коэффициент теплопередачи. На основе данных выражений, Дженгом и другими [Zhang1995] была получена формула температуры образцов ΔT , как функции от времени:

$$T - T_0 = \frac{ufv_e}{k(T)A} \left(1 - e^{-\left(\frac{k(T)A}{v\rho c}\right)t}\right), \quad (1.3)$$

где $k(T)$ – общий коэффициент теплопередачи (Вт/м²·К), который, как показывают авторы [Zhang1995], является относительно независимым от изменения температуры. Из выражения (1.3) можно записать для предельных случаев:

при условии $t \rightarrow \infty$ (что соответствует максимальной температуре саморазогрева образца)

$$\Delta T = \frac{ufv_e}{k(T)A}, \quad (1.4)$$

при условии $t \rightarrow 0$ (отсутствует явление диссипации тепла) начальная скорость роста температура, согласно статье [Zhang1995], определяется как:

$$\left(\frac{dT}{dt}\right)_{t \rightarrow 0} = \frac{ufv_e}{\rho cv} = \frac{\Delta T}{\tau}, \quad (1.5)$$

где $\tau = \frac{v\rho c}{k(T)A}$ является постоянной времени.

Экстраполяция экспериментальных данных с использованием уравнения

$$T = T_0 + \Delta T(1 - e^{-t/\tau}) \quad (1.6)$$

дает результат, представленный на рисунке 1.18 [Zhang1995]. Таким образом, Дженгу и другим [Zhang1995] удалось достаточно хорошо аналитически описать экспериментальные результаты явления тепловыделения. Также авторами [Zhang1995] были посчитаны полные потери образца с помощью выражения (1.5) и сделано заключение о том, что потери на сегнетоэлектрический гистерезис практически равны полным. Авторами [Zhang1995] было подчеркнuto, что согласно выражению (1.4) рост температуры практически линейно зависит от частоты для слабых электрических поле, в то время как для сильных полей (больше 1 кВ/мм) отношение между ΔT и f отклоняется от линейной (рис. 1.10).

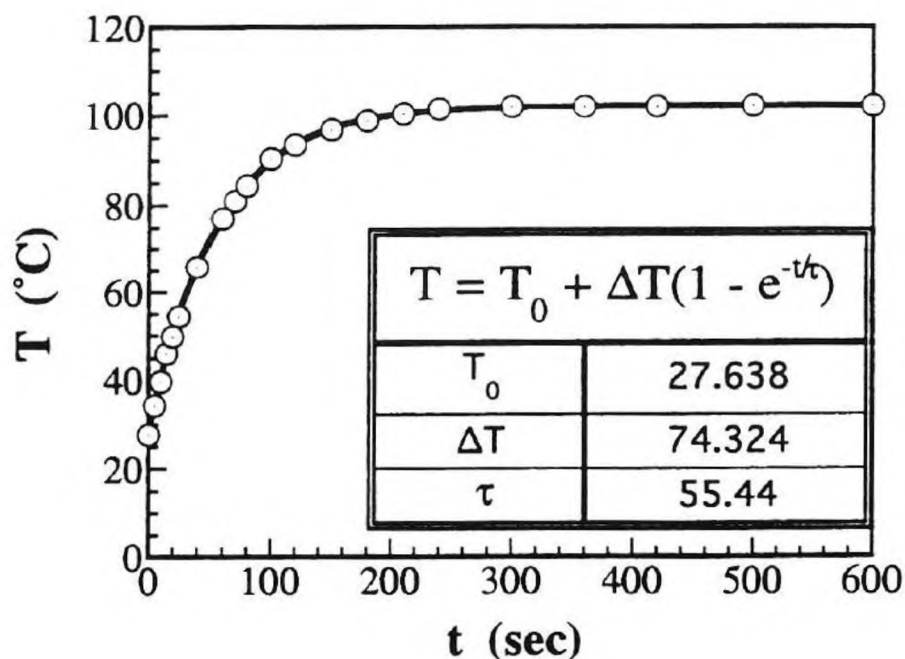


Рис. 1.18 Аппроксимация кривой, заданной уравнением (1.6), для актюатора размером $7 \times 7 \times 7$ мм. $E = 3$ кВ/мм, $f = 300$ Гц [Zhang1995]

Потери, обусловленные процессами переключения в сегнетоэлектриках (диэлектрический гистерезис), могут быть как вредными, так и полезными. Примером прямого использования потерь в результате переключения поляризации, могут служить микронагреватели, имеющие широкое применение в разных областях микросистемной техники [Visvanathan2011-2] и в медицине (например, как устройства точечного прижигания тканей) [Visvanathan2011-1]. Данные устройства имеют преимущество благодаря прецизионной точности нагрева при умеренных температурах.

Таким образом, несмотря на то, что на настоящий момент саморазогрев актюаторов на основе керамики ЦТС рассматривается как ограничение, благодаря ряду преимуществ (высокое время отклика, более дешевое производство по сравнению с аналогами) они могут занять прочную позицию в области микро-электромеханических систем(MEMS) [Visvanathan2009].

Традиционно микронагреватели использовали Джоулев нагрев в тонкопленочных резисторах, изготовленных из металлов или легированных полупроводников [Chung2004, Arata2006, Kimura1992]. Много усилий было

направлено на развитие нагреватели с высокой эффективностью и низким временем отклика. Это привело к исследованию различных материалов для нагревательных элементов [Visvanathan2009]. Одним из таких материалов стала пьезокерамика состава ЦТС. Температура микронагревателя на основе ЦТС зависит от электрического поля [Zhou1995]. При заданном напряжении, более высокая температура может быть достигнута за счет снижения толщины PZT элемента. Таким образом, микронагреватели из пьезокерамики могут найти большое практическое применение [Visvanathan2009].

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Как видно из приведенного литературного обзора, для ряда практических применений сегнетоэлектрических материалов имеет большое значение изучение тепловых потерь, проявляющихся при воздействии на образец электрического поля. В то же время, систематические исследования механизмов потерь и саморазогрева в пьезокерамических материалах, при воздействии на образец высоких электрических напряжений и в условиях высокой мощности на сегодняшний день мало отражено в литературе, а для монокристаллов, используемых в качестве электрооптических преобразователей имеются только отдельные упоминания.

Исследование явления саморазогрева сегнетоэлектриков в результате переключения в переменных электрических полях является необходимым для понимания механизма тепловых потерь в устройствах, используемых в качестве рабочих элементов пьезокерамические материалы или нелинейные кристаллы. Диэлектрические потери, и соответственно процесс саморазогрева очень сильно зависят дефектов структуры. При этом особое значение приобретает вопрос о возможности уменьшения диэлектрических потерь для оптимизации устройств, в которых данный эффект может отрицательно сказаться на их работе.

Таким образом, исследование условий саморазогрева монокристаллов твердых растворов ниобата бария–кальция (СВN32) и пьезокерамики цирконата-титаната свинца (ЦТС-19) в процессе переключения является актуальной научной и практической задачей. Для решения поставленной задачи необходимо разработать метод наблюдения петель диэлектрического гистерезиса с одновременным контролем температуры образцов при выдержке в переменных электрических полях разных частот, получить широкий спектр петель диэлектрического гистерезиса при выдержке образцов в переключающем поле постоянной амплитуды разной частоты, провести аналитический анализ диэлектрических характеристик исследуемых материалов в условиях саморазогрева.

ГЛАВА 2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ

В работе осуществлялось комплексное исследование процессов переключения поляризации в электрических полях при разных частотах, состоящее из двух частей: непосредственного наблюдения петель диэлектрического гистерезиса и цифровой обработки полученных экспериментальных данных. На рисунке 2.1 представлена общая блок-схема исследования и получения конечных данных. Первая стадия исследования заключалась в проведении экспериментов. На рисунке 2.1.а приведено используемое оборудование и его взаимосвязь. На второй стадии исследования (рис. 2.1.б) проводилась цифровая обработка данных – оцифровка полученной в первой части информации с применением программ для работы с графическими (растровыми и векторными) данными для дальнейшего анализа.

2.1 Экспериментальная установка

2.1.1 Общее описание

Исследование процессов переключения осуществлялось осциллографическим методом изучения петель диэлектрического гистерезиса. Для наблюдения петель диэлектрического гистерезиса была использована стандартная схема Сойера-Тауэра (рис. 2.2), модифицированная под специфику поставленных задач. В качестве источника сигналов применялся генератор сигналов специальной формы Гб-28, позволяющий генерировать импульсы синусоидальной и прямоугольной формы (меандр) с амплитудой напряжения до 10 В и частотой от 0.001 Гц до 1 МГц. Диапазон исследуемых в работе частот находился от 50 до 1500 Гц. Генератор сигналов был соединен с высоковольтным неинвертирующим усилителем мощности TREK 677В, способным усиливать подаваемое на него напряжение с фиксированным коэффициентом усиления 200 В/В с диапазоном выходных напряжений от 0 до ± 2 кВ по пикам переменного тока

и выходных токов от 0 до ± 5 мА. Данная модель представляет собой твердотельную схему для работы с высокой скоростью нарастания выходного напряжения, широкой полосой и малым уровнем шумов. Четырехквadrантный активный выходной каскад рассчитан на работу с реактивной и резистивной нагрузками во всем диапазоне выходных напряжений, что важно для получения точного выходного отклика и высокой скорости нарастания выходного напряжения, которую требуют реактивные нагрузки.

Исследования проводились в синусоидальных полях и полях прямоугольных импульсов с амплитудой напряженности от 200 В/мм до 2 кВ/мм. Контроль подаваемого на образец напряжения осуществлялся с помощью универсального мультиметра Uni-T UTM 1803 (UT803).

Высоковольтный усилитель был подключен напрямую к схеме Сойра-Тауэра, таким образом, это позволило получить петли диэлектрического гистерезиса в широком диапазоне частот при выдержке в различных полях. Одновременно с наблюдением петель производились измерения температуры образцов. При этом необходимо отметить, что поскольку в работе использовались достаточно сильные поля до 2 кВ/мм, то применение каких-либо контактных методов измерения температуры (термопара и проч.) представлялось технически затруднительным, в связи с чем в работе применялся метод дистанционного контроля температуры с помощью инфракрасной тепловизионной камеры (тепловизор) Testo-875-1, который позволил получить данные по изменению температуры образцов в процессе выдержке под полем. В процессе воздействия электрического поля контакт образца с держателем осуществлялся только в двух точках (рис. 2.3.а). Применяемая в эксперименте схема подключения позволила свести к минимум теплопроводность непосредственно через сами контакты держателя, что дало возможность получить объективные результаты по саморазогреву.

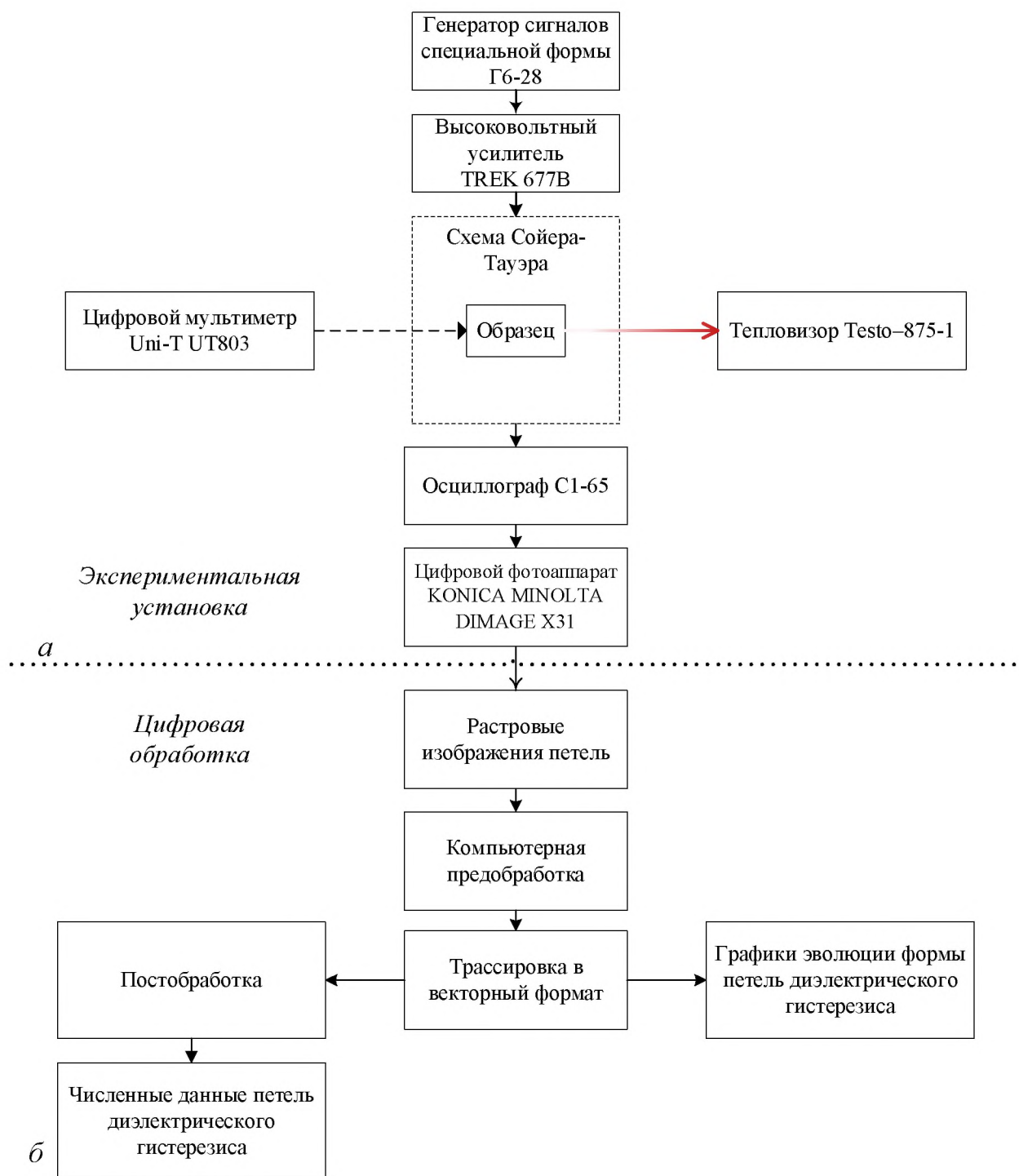


Рис.2.1. Блок-схема исследовательской работы: а – используемое оборудование и его взаимосвязь; б – цифровая обработка данных

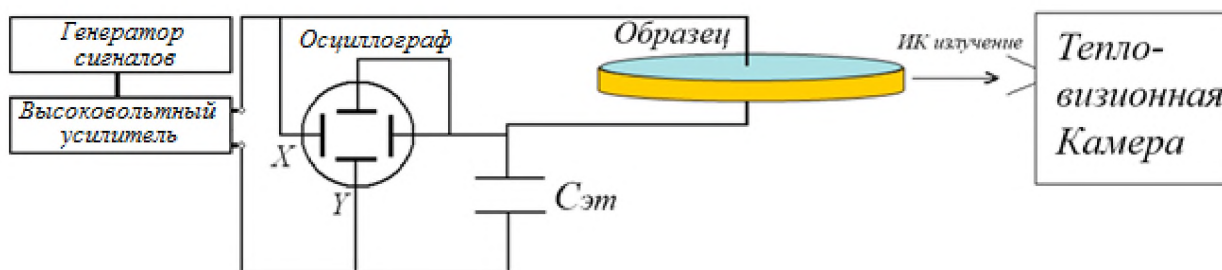


Рис. 2.2 Модифицированная схема Сойера-Тауэра

Контрольные эксперименты с использованием медного держателя, полностью контактирующего с одной из поверхности образца (рис. 2.3.б), показали отсутствие саморазогрева образца, что связано с увеличением теплоотдачи через поверхность контакта образца с держателем.

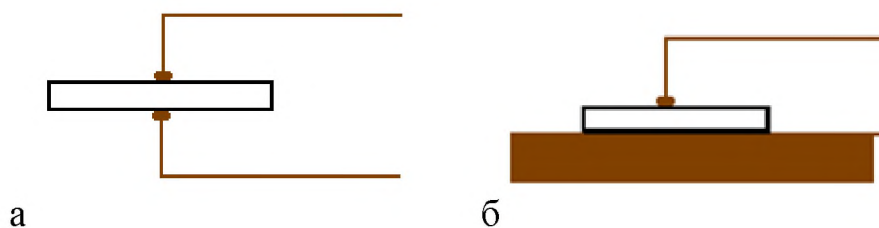


Рис. 2.3 Схематичное изображение подключения образца: а – свободное зажатие «на воздухе»; б – использование массивной подложки

На x -вход, подключенному к схеме Сойера-Тауэра осциллографу, подавалось напряжение с образца (рис.2.1,а и рис.2.2), пропорциональное величине электрического поля в котором осуществлялась выдержка. Напряжение U_0 с эталонного конденсатора $C_{эт}$, пропорциональное заряду q , подавалось на вход Y . Таким образом на экране осциллографа была получена развертка петли диэлектрического гистерезиса.

Для дальнейшей фиксации эволюции петли во времени использовался цифровой фотоаппарат KONICA MINOLTA DIMAGE X31. С помощью данной методики были получены растровые изображения петель, соответствующие разным моментам времени выдержки образца в переключающем поле.

2.1.2 Тестирование оборудования

Перед проведением серии экспериментальных исследований установка была протестирована на возможность использования выбранного оборудования в заданных режимах работы. На стадии планирования эксперимента была поставлена задача наблюдения петель диэлектрического гистерезиса при выдержке образцов в полях с разным по форме сигналом (синусоидальным и прямоугольным). В данном случае возникает важный вопрос о возможности сопоставления и дальнейшего сравнения данных, полученных для разных полей. Для решения данного вопроса была проведена соответствующая настройка оборудования.

В процессе эксперимента варьировалась форма и амплитуда подаваемого с генератора сигнала. Основными формами сигнала, применяемыми на практике, являются синусоидальная и прямоугольная (меандр). При этом основной проблемой настройки приборов для объективного сравнения выходных данных, полученных в разных полях, является правильное задание соответствующих условий, которые позволили бы обосновано сравнивать параметры петель гистерезиса, наблюдаемых при выдержке образца в синусоидальном поле и поле прямоугольных импульсов.

Необходимо отметить, что процессы переключения зависят от максимального (пикового) мгновенного значения напряжения $U(t)$, иными словами, от амплитудного значения напряжения ($U_m = \sqrt{2}U_{ef}$). В этом можно убедиться, если рассмотреть методику, предложенную Мерцем, из которой видно, что максимальный ток переключения i_m , характеризующий процесс переполяризации зависит от амплитуды приложенного полевого импульса (в слабых полях: $i_m \sim e^{-\alpha/E}$, где α – константа, называемая «полем активации» и сильных: $i_m \sim E$) [Барфут1981, Иона1961]. Таким образом, результаты, полученные в разных полях необходимо сравнивать по амплитудному значению напряжения.

Высоковольтный усилитель TREK 677B

Амплитуда выходного сигнала с генератора усиливалась до значений величины коэрцитивного поля исследуемых материалов с помощью высоковольтного усилителя фирмы Trek. Модель 677B усилителя Trek спроектирована с использованием режима (класса) АВ выходных каскадов и, таким образом, имеет возможность работать как источник тока, так и в качестве усилителя с входными токами, проходящими к/от емкости, связанной с нагрузкой.

Необходимо отметить, что в случаях, когда усилитель используется с чисто емкостной нагрузкой и/или с нагрузкой, которая включает элементы, содержащие RC-цепочки, необходимо учитывать выходные конфигурации усилителя и нагрузочную способность по длительному току для того, чтобы достичь требуемого неискаженного выходного сигнала. Искажение выходного сигнала усилителя может проявляться в случаях, требующих высоких пиковых перепадов выходного напряжения. В том случае, если соответствующая нагрузочная способность по длительному току недостаточна высока, чтобы обеспечить нагрузку, как по емкостному току, так и по резистивному, происходит самоограничение усилителя по полосе пропускания. Таким образом, при подключении усилителя к емкостной нагрузке, рабочая полоса частот усилителя ограничена скорее пиковой нагрузочной способностью усилителя по току, чем характеристиками полосы пропускания самого усилителя.

Выходные каскады усилителя обладают определенной емкостью (C_{INT}) по отношению к земле, которая появляется параллельно с выходом высокого напряжения и, таким образом, параллельно с емкостью нагрузки (C_{load}). Кроме того, емкость C_w , связанная с проводами между выходом усилителя и нагрузкой также появляется параллельно с емкостью нагрузки. Общая емкостная нагрузка на усилитель оказывается равной: $C_T = C_{INT} + C_w + C_{load}$.

Поскольку в данной работе электрическая цепь в схемах имела достаточно большую емкостную нагрузку, связанную в первую очередь с

емкостью самого образца, необходимо было рассчитать максимальную возможность усилителя для работы с конкретными образцами, а также протестировать его с этой же целью. По предложенному производителем алгоритму был произведен соответствующий расчет.

Данная модель TREK 677B обладает внутренней емкостью $C_{INT} = 330$ пФ. В качестве тестового образца был выбран пьезокерамический образец ЦТС19 в виде диска с диаметром 2.5 см и толщиной 0.1 см, а также образец в форме параллелепипеда с линейными размерами 5x5 мм и толщиной 1 мм. Характеристики тестируемых материалов представлены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 Характеристики исследуемых образцов

Пьезокерамика состава ЦТС-19			
Параметр		Диск	Параллелепипед
Размеры	D (см)	2.5	0.5x0.5
	d (см)	0.1	0.1
Площадь	S (см ²)	4.9	0.25
Относительная диэл. проницаемость	ϵ	1500	
Электрическая емкость	C (пФ)	6510	332

Параметры усилителя при работе с синусоидальными сигналами

Инженеры Trek предлагают следующие формулы для расчета пикового тока: при работе на емкостную нагрузку для синусоидального сигнала $I_{peak} = [C_{load} + C_{int}] \cdot \pi \cdot f \cdot U_{p-p}$, где I_{peak} – пиковый ток усилителя, C_{load} – емкостная нагрузка, C_{int} – внутренняя выходная емкость усилителя, f – максимальная выходная частота, U_{p-p} – размах напряжения на выходе (рис. 2.4). С использованием данных уравнений и характеристик исследуемых образцов были получены зависимости пикового значения тока от амплитуды и частоты подаваемого на усилитель сигнала для образцов разных площадей: 4.9 см² (рис. 2.5) и 0.25 см² (рис. 2.6).

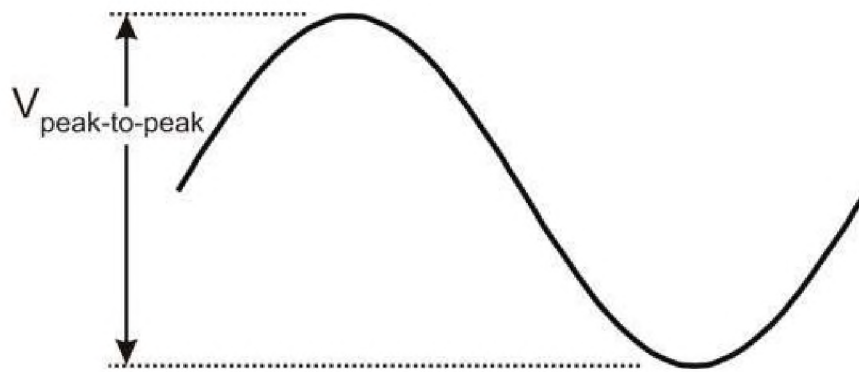


Рис. 2.4 Определение параметра пикового напряжения для синусоидальных волн

Из представленного графика видно, что для образца площадью 4.9 см^2 пиковый ток не превышает токовый диапазон усилителя для выходного напряжения в интервале исследуемых полей только для частоты 50 Hz и 100 Hz (рис. 2.5.a). При дальнейшем увеличении частоты наблюдается ограничение по току (5 мА).

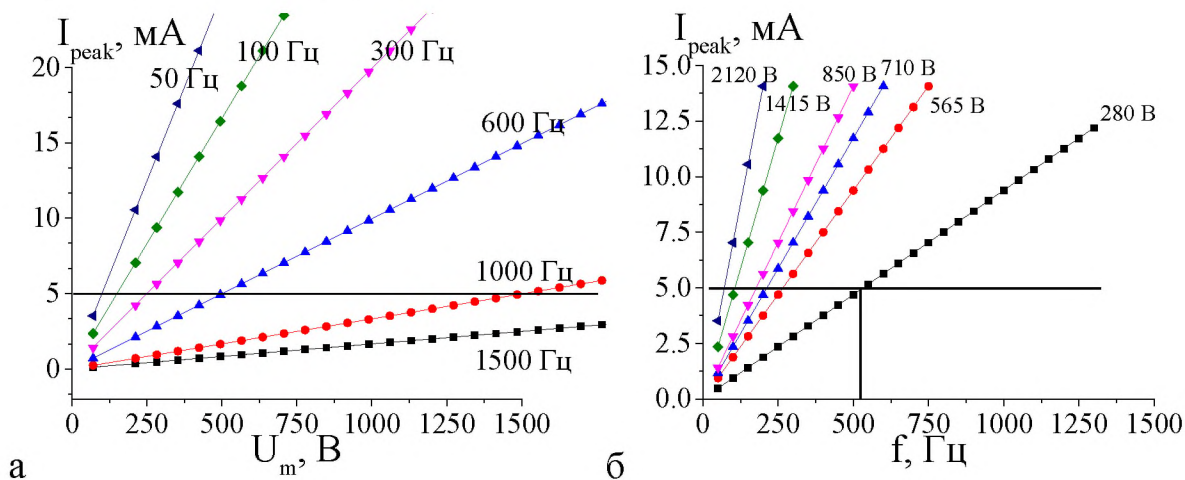


Рис. 2.5 Зависимость пикового тока усилителя при нагрузке от амплитуды подаваемого напряжения (а) и частоты (б) в случае синусоидальных сигналов для $S=4.9 \text{ см}^2$ образца пьезокерамики состава ЦТС-19

Уменьшение площади образца (что соответствует уменьшению емкости) приводит к увеличению рабочего диапазона частот усилителя, при которых не происходит ограничения выходного напряжения (рис.2.6). Таким образом для образца с площадью 0.25 см^2 исследуемый интервал частот

входит в ширину пропускания усилителя при которой не происходит включение режима ограничения по току в диапазоне амплитуд напряжений до ~900В.

Представленные выше данные можно представить в виде графиков максимальной рабочей полосы пропускания частот усилителя в зависимости от выходного напряжения (рис. 2.7) при которых не происходит ограничение усилителя по току (5 мА). Из рисунка видно, что частоты лежащие ниже соответствующих точек кривой входят в рабочую полосу частот усилителя, которая ограничена характеристикой полосы пропускания, а не пиковой нагрузочной способностью усилителя по току. Таким образом, кривые, представленные на рис.2.7 характеризуют ширину полосы пропускания частот усилителя в зависимости от выходного напряжения.

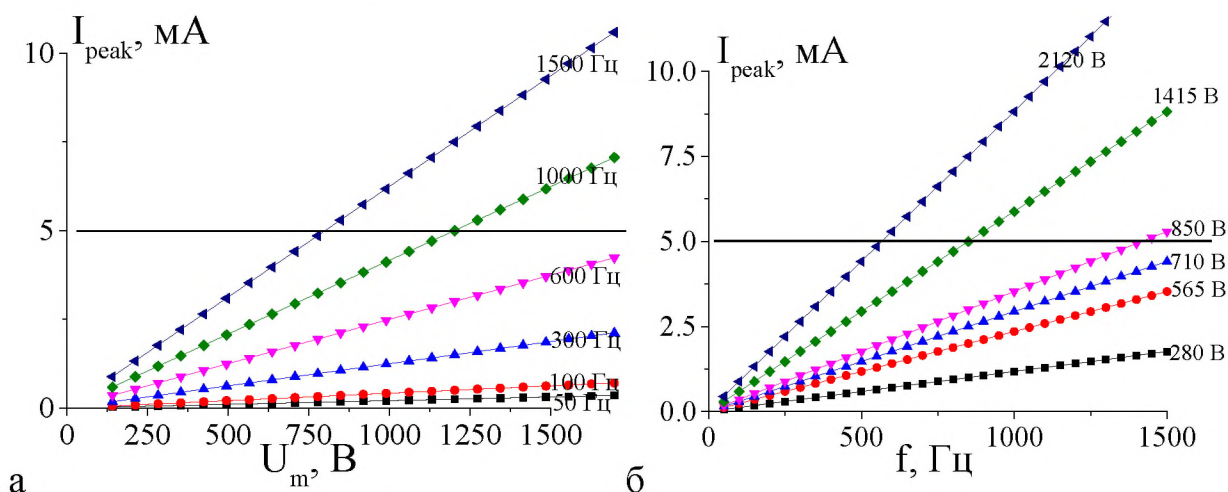


Рис. 2.6 Зависимость пикового тока усилителя при нагрузке от амплитуды подаваемого напряжения (а) и частоты (б) в случае синусоидальных сигналов для $s=0.25$ см² образца пьезокерамики состава ЦТС-19

Параметры и совместимость усилителя TREK 677В с другим оборудованием

При работе с прямоугольными импульсами имелись особенности, требующие настройки совместимости работы усилителя с генератором сигналов специальной формы (Г6-28).

Г6-28 генерируют прямоугольные импульсы (меандр) с временем нарастания и спада фронта порядка 600 нс, при этом наблюдаемые на выходе усилителя импульсы имеют форму, представленную на рисунке 2.8, где τ_f – время нарастания фронта, τ_c – время спада и t – время длительности рабочего напряжения для одного импульса.

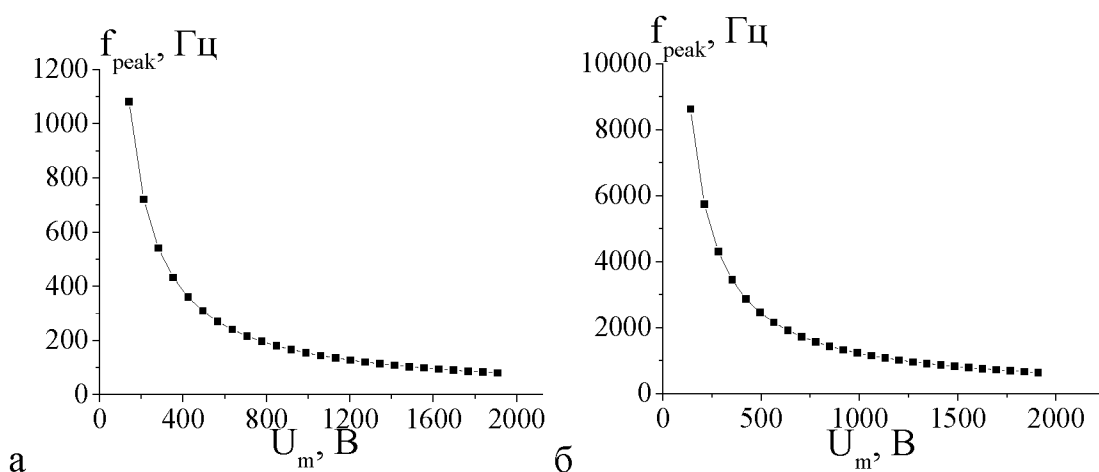


Рис. 2.7 Зависимость максимальной частоты ширины пропускания усилителя от амплитуды напряжения в случае синусоидальных сигналов для: а) $S=4.9 \text{ cm}^2$ и б) $S=0.25 \text{ cm}^2$ образца пьезокерамики состава ЦТС-19

Поскольку усилитель может искажать форму выходного сигнала, необходимо было также проверить реальные значения времени фронта нарастания на выходе усилителя. В эксперименте было установлено, что τ_f в незначительной степени зависит от амплитудного значения напряжения. На выходе из усилителя получены следующие значения для τ_f : до 700 В – 60 мкс, до 1000 В – 70 мкс и до 1200 В – 80 мкс. При этом значительной зависимости τ_f от частоты импульсов обнаружено не было (изменения были в пределах ± 3 мкс).

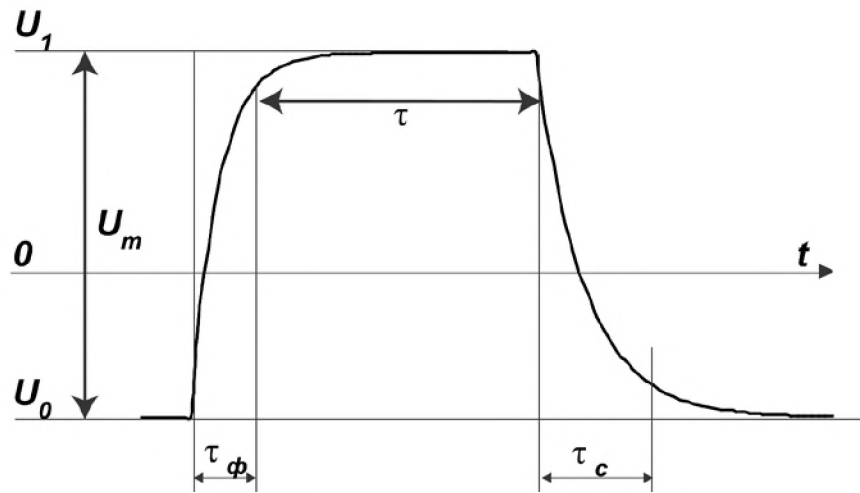


Рис. 2.8 Схематичное представление реального прямоугольного импульса

Для исследования процессов переключения имеет смысл учитывать время длительности импульса τ . Для идеального меандра время длительности (ширина импульса) (рис. 2.9) $\tau = T/2$, где T – период. В случае реального меандра время длительности одного импульса меньше чем $T/2$ в силу не мгновенности нарастания фронта (рис. 2.8). Таким образом, время длительности рабочего напряжения $\tau = T/2 - \tau_\phi = \frac{1}{2f} - \tau_\phi$, где f – частота.

Учитывая максимально зафиксированное время нарастания фронта прямоугольного импульса $\tau_\phi = 80$ мкс был построен график зависимости $\tau(f)$ (рис. 2.10.а). Кривая имеет вид убывающей функции, которая достигает своего насыщения на больших частотах.

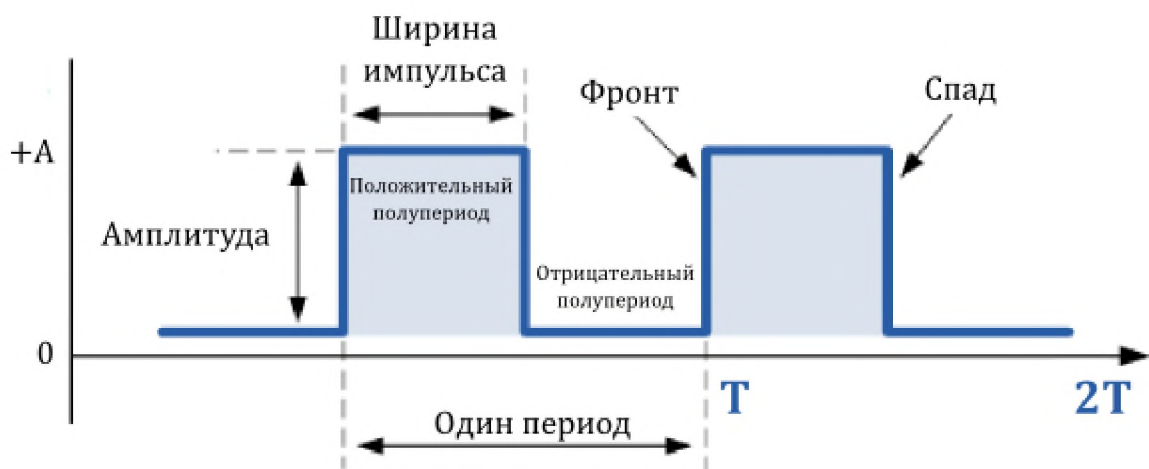


Рис. 2.9 Схематичное изображение идеального прямоугольного импульса

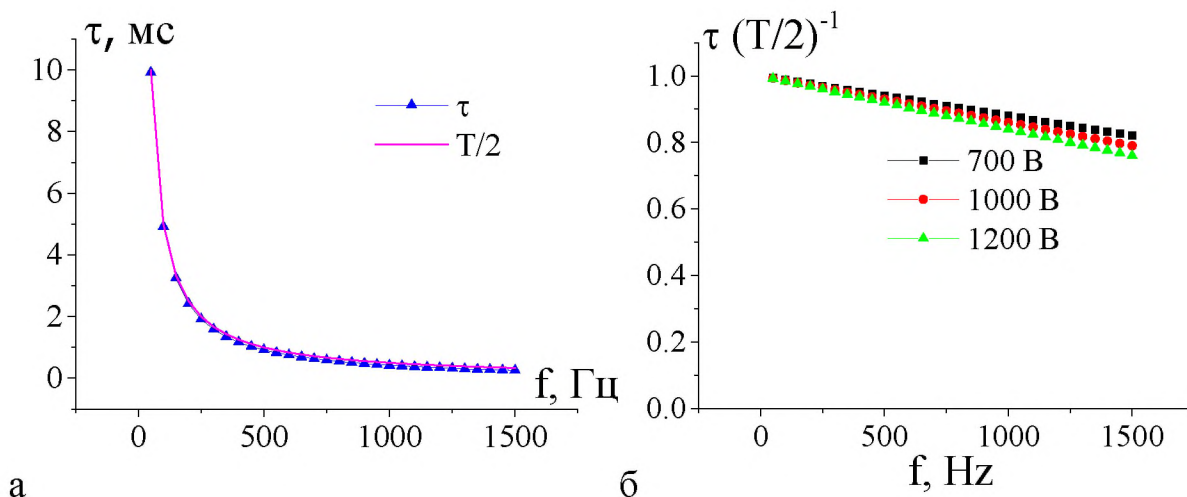


Рис. 2.10 (а) Время длительности реального (τ) прямоугольного импульса и идеального прямоугольного импульса ($T/2$) в зависимости от частоты и амплитуды поля выдержки; (б) Отношение времени τ к полупериоду идеального прямоугольного импульса.

Также важной характеристикой, позволяющей оценить расхождение реального и идеального импульсов, может служить отношение $\frac{\tau}{T/2}$ (рис. 2.10.б). Из графика видно, что для минимальной частоты в 50 Гц длительность реального импульса практически полностью соответствует ширине идеального. При этом максимально зафиксированное расхождение на частоте 1500 Гц составляет 24% (≥ 1200 В), 21% (1000 В) и 18% (700 В). Таким образом, можно сделать вывод о том, что выбранное оборудование подходит для проведения исследования в заданных условиях работы.

2.2 Компьютерная обработка

Метод компьютерной обработки, разработанный в процессе исследовательской работы, позволил сократить время, необходимое для анализа петель диэлектрического гистерезиса и повысить точность выходных данных. Разработанный метод включает в себя комплексное использование различного программного обеспечения, представленного в таблице 2.2, позволяющего унифицировать и систематизировать работу с данными.

Таблица. 2. 2 Список используемого ПО в методике компьютерной обработки

1	Adobe Photoshop Lightroom	Органайзер цифровых фотографий. ПО для систематизации и обработки большого числа фотографий.
2	Microsoft Excel	ПО для работы с электронными таблицами с возможностями импорта текстовых представлений табличных данных в формате CSV (<i>Comma-Separated Values</i>)
3	Visual Basic for Applications (VBA)	Язык программирования Visual Basic и связанная с ним интегрированная среда разработки (IDE)
4	Adobe Photoshop	Графический редактор для работы с растровыми изображениями.
5	Adobe Illustrator	Векторный графический редактор
6	Adobe ExtendScript Toolkit	Туллит для создания и отладки скриптов на языке JavaScript /JSX
7	OriginPro	ПО для численного анализа данных и научной графики

Экспериментальные данные, полученные с помощью цифровой фотокамеры, представляют собой большое количество фотографий – порядка от 5 до 30 фотографий на один этап измерений при одном поле и одной частоте. Таким образом, общая база насчитывает около 2 тысяч единиц данных – фотографий, каждая из которых отвечает определенной временной точке в процессе выдержки образца под полем и характеризуется рядом внешних параметров (таблица 2.3). Изображения, полученные с фотокамеры, имеют расширение растрового графического файла JPEG (Joint Photographic Experts Group) и обладают уникальным четырехзначным номером, позволяющим идентифицировать файл с соответствующими внешними параметрами (параметры, которые определены до обработки изображения на этапе эксперимента или в процессе его проведения).

Таблица 2. 3 Список параметров и их нотации, описанные в данной работе

	Обозначение	Единица измерения	Описание
Внешние параметры	Sin/sqr		Форма сигнала
	U	В	Подаваемое напряжение
	f	Гц	Частота
	t	мин	Время
	T	°С	Температура образца
Внутренние параметры	P_{rev}	Кл/м ²	Переключаемая поляризация
	E_c	В/мм	Коэрцитивное поле
	E	В/мм	Поле на образце
	S	Дел ²	Площадь петли

Недостатком способа оцифровки данных полученных при использовании аналогового осциллографа является наличие дефектов и артефактов, связанных с проблемой фиксации фотоизображений с экрана осциллографа с помощью фотокамеры. В специализированной программе была проведена операция коррекции объектива, настройка тоновой кривой, экспозиции, контраста, параметров резкости, подавления шума, а также удаление аберраций с целью уменьшения искажений, связанных с недостатком фототехники (фотоаппарата) и другие операции с целью подготовки изображений для дальнейшего этапа обработки. Затем готовые изображения экспортируются в растровый формат TIFF (Tagged Image File Format), поддерживающий сжатие без потерь по алгоритму Лемпеля — Зива — Велча (Lempel-Ziv-Welch, LZW).

Для систематизации и быстрого доступа к выгруженным данным была проведена операция переименования. С данной целью был написан специальный скрипт на языке программирования Visual Basic, реализующий формулу преобразования имен файлов, описанный в таблице 2.4. Для примера структуры имен в таблице представлены для полученной петли при выдержке в синусоидальном поле на частоте 220 Гц и рабочем напряжении 600 В.

Таблица 2.4 Нотация для именования полученных данных.

Частота (Гц)	Форма сигнала	Значение напряжения (В)	Порядковый номер	Номер кадра	Время (мин)	Температура (°С)
220-	sin_	600	[10]	(9273)_	t7_	T76-5
220-sin_600[10](9273)_t7_T76-5						
<i>Общая формула</i>			<i>$f - form_U[N](Nframe)_{tt}TT$</i>			

После описанных выше процедур изображения объединялись в единый файл, соответствующий конкретному эксперименту и связывающий все петли, полученные при выдержке в определенных условиях, с помощью программы редактирования растровых фотографий. Поскольку экран осциллографа является искаженным в силу выпуклости ЭЛТ, фотографии имеют ряд недостатков, которые необходимо устранять для получения более точных результатов. С данной целью этап предобработки включает в себя такие операции, как масштабирование изображений в соответствии с сеткой оцифровки и корректировка участков петли, которые не обладают достаточными параметрами для дальнейших процедур.

После окончания этапа предобработки, полученные изображения загружались в векторный редактор. Так как растровые изображения состоят из объектов – пикселей, для преобразования в векторное представление необходимо произвести операцию трассировки (векторизации). Трассировка производилась по предварительно созданному стилю, который содержал оптимально выбранные параметры изогелии, углов и шумов, специально подобранные для обработки растровых изображений петель гистерезиса. С целью упрощения данной процедуры и ряда других были созданы скрипты на языке JavaScript(JSX), функции которых представлены на рисунке 2.11.



Рис. 2.11 Список функций скриптов

После преобразования пикселей в математические объекты векторного представления петля диэлектрического гистерезиса представляет собой составной замкнутый контур состоящий из множество точек, имеющих координаты по осям X (физический смысл – напряжение или напряженность поля на образце) и Y (значение поляризации). Данный контур (рисунок 2.12) обладает рядом внутренних параметров (параметры, которые определяются непосредственно после обработки соответствующего векторного контура), представленных в таблице 2.3 и таблице 2.4.

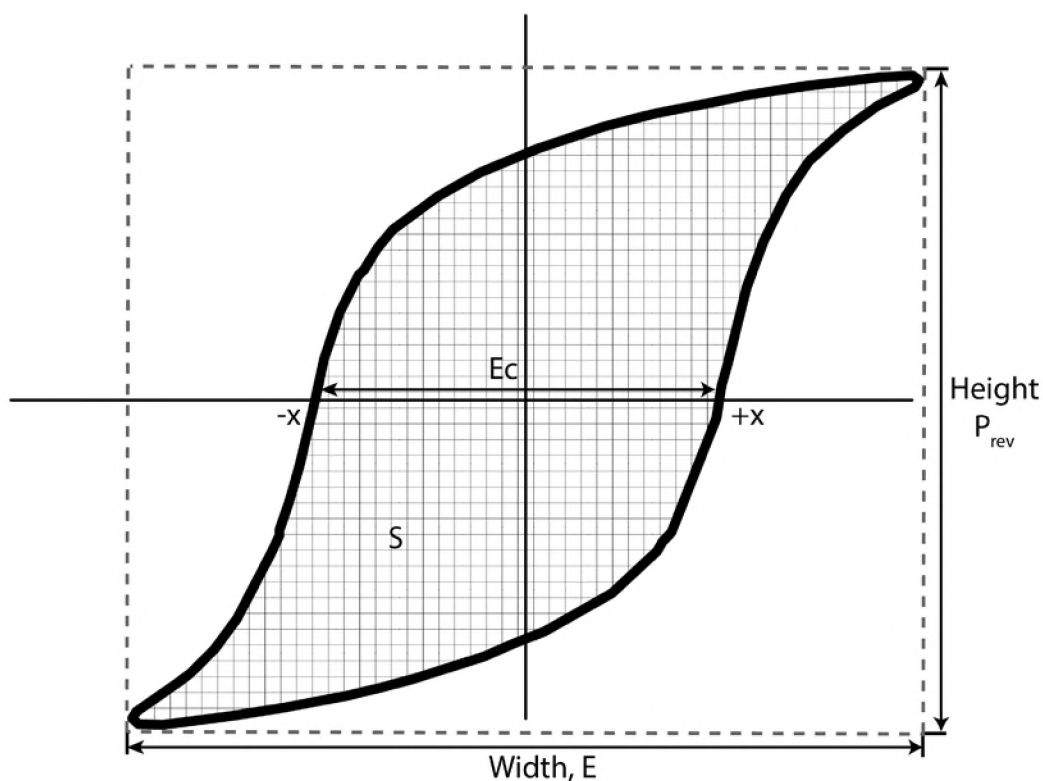


Рис. 2.12 Описание петли после соответствующей обработки

Таблица 2.4 Параметры к рис. 2.12

Обозначение	Описание	Физический смысл
Height	Высота петли	Значение переключаемой поляризации
Width	Ширина петли	Напряжение на образце
+x, -x	Координаты точек пересечения петли с осью абсцисс	Коэрцитивное поле
S	Площадь петли	Энергия, выделяемая единицей объема образца

Перед выгрузкой данных контуры петель центрировались относительно центральной точки по их линейным размерам (Width и Height), что позволило исключить возможность смещения петли на экране осциллографа в процессе выдержке под полем по техническим причинам особенности работы осциллографа. Кроме того, это позволяет более качественно наложить ряд петель на общий график формовки петли.

Выгрузка данных соответствующих внутренним параметрам производилась с помощью описанных выше скриптов, позволяющих систематизировать и упростить экспорт данных в файл формата CSV. Экспортированные данные представляют собой числа, соответствующие координатам и размерам контуров петель. Поэтому для оперирования физическими величинами они были пересчитаны с использованием стандартного подхода для анализа петель диэлектрического гистерезиса.

Полученные данные были сгруппированы и загружены в предварительно созданный шаблон в программе Origin, который позволил проанализировать результаты и построить графики зависимости интересующих величин. Последовательность этапов формирования данных представлена на рисунке 2.13.

2.3 Характеристики исследуемых образцов

Как было показано в пункте 2.1.2, при исследовании петель диэлектрического гистерезиса важное место занимает вопрос о возможности проведения экспериментов в выбранных условиях работы. Основным фактором, в данном случае, является размер образцов, который непосредственно связан с электрической емкостью. В связи с чем были исследованы образцы ЦТС-19 разных размеров: в форме диска диаметром 25 мм и в форме параллелепипеда с линейными размерами 5 x 5 мм толщиной 1 мм с воженными серебряными электродами. Для сравнения также проводились исследования ЦТССт-3, отличающегося от ЦТС-19 введением

2% (Bi_{2/3}Mn_{1/2}Zn)O₃. Характеристики исследуемых образцов представлены в таблице 2.5.

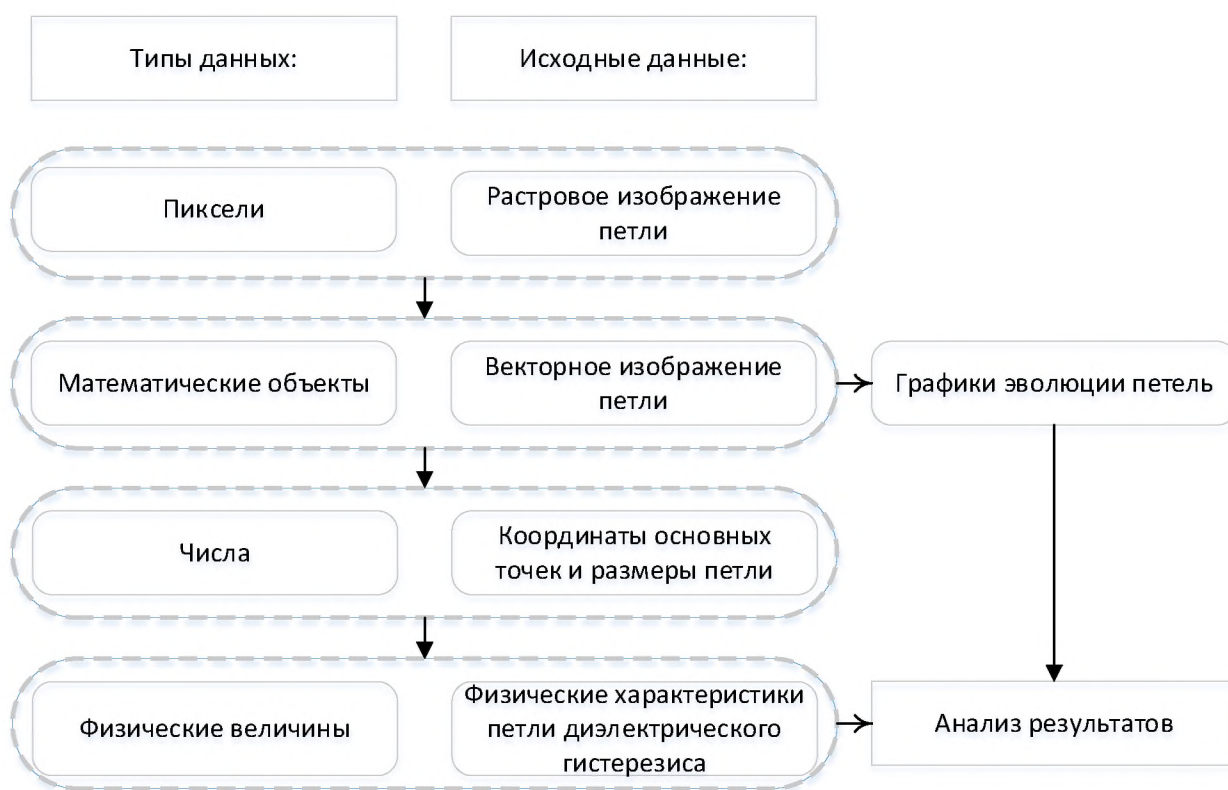


Рис. 2.13 Последовательность преобразования типов данных после этапов обработки

Таблица 2.5 Объекты исследования

Материал	CBN32		ЦТС	
Форма	Параллелепипед		Параллелепипед	Диск
Линейные размеры / Диаметр	0.5 x 0.5 см		2.5 см	
Толщина	0.1 см			
Площадь электродов	0.25 см ²		4.9 см ²	
Объем	0.025 см ³		0.49 см ³	
Относительная диэлектрическая проницаемость ε	200		1500	

2.4 Оценка погрешности

В работе для анализа переключаемой поляризации был использован пакет системы алгебраической логики Mathcad14, позволяющий оперировать символьными вычислениями. Для оценки погрешности полученных данных был рассчитан коэффициент корреляции.

$$\text{corr}(A, B) = \frac{\text{cvar}(A, B)}{(\text{stdev}(A) \cdot \text{stdev}(B))'}$$

где A, B – массивы действительных или комплексных чисел, $\text{corr}(A, B)$ – функция, возвращающая коэффициент корреляции Пирсона.

$$\text{cvar}(A, B) = \frac{1}{mn} \sum_{i=0}^{m-1} \sum_{j=0}^{n-1} [(A_{i,j} - \text{mean}(A)) \cdot \overline{(B_{i,j} - \text{mean}(B))}]$$

Здесь $\text{cvar}(A, B)$ возвращает ковариацию данных элементов A и B , $\text{mean}(A)$ – среднеарифметическое значение в массиве данных, Функция $\text{stdev}(A)$ – возвращает квадратный корень из дисперсии (среднеквадратическое отклонение).

При оценке значений теплоемкости, на основе измерения мощности потерь, применялся научный пакет для анализа числовых данных и построения графиков OriginPro. С помощью данного программного обеспечения был получен коэффициент наклона прямой методом линейной регрессии, а также соответствующая стандартная ошибка.

Погрешность при проведении эксперимента учитывалась исходя из имеющихся технических характеристик измерительной и другой аппаратуры. Согласно технической спецификации, основная погрешность для генератора сигналов специальной формы Г6-28 составляет $\pm 2\%$ от максимальной частоты поддиапазона в интервале частот от 100 Гц – 1 кГц. Дополнительная погрешность частоты при изменении окружающей среды на 10°C не превышает $\pm 0.5\%$ от максимальной частоты поддиапазона в интервале частот 0.1 Гц – 100 кГц. Неравномерность амплитуды выходного синусоидального сигнала не превышает $\pm 2.5\%$ в диапазоне частот 0.001 Гц – 100 кГц. Коэффициент гармоник синусоидального сигнала не превышает 1% в диапазоне частот 20 Гц – 10 кГц. Длительность фронта и среза (каждого в

отдельности) прямоугольного сигнала не превышает 60 нс, а также выбросы на вершинах прямоугольного сигнала не превышают 5%.

Осциллограф С1-65 имеет основную погрешность измерения амплитуды синусоидальных сигналов в диапазоне частот до 7 МГц и амплитуды импульсных сигналов от 15 мВ до 60 В (диапазон входных напряжений без выносного делителя), не превышающую $\pm 5\%$ в нормальных условиях и погрешность измерения $\pm 6\%$ в рабочих условиях. Толщина линии луча, определяемая размытостью и расфокусировкой, не превышает 0.8 мм. Смещение луча из-за дрейфа усилителя: не превышает 5 мВ (1 деление) в течение 30 минут работы; при изменении напряжения питания на $\pm 10\%$ от номинального значения – не более 2.5 мВ (0.5 деления); за 1 минуту не более 1.0 мВ (0.2 деления).

Согласно технической документации высоковольтного усилителя TREK 677В дрейф с течением времени не превышает 1 %/час. Температурный дрейф не превышает 3.5 %/°С. Выходной шум не превышает 100 мВ от среднеквадратического (действующего) значения напряжения.

Точность цифрового мультиметра Uni-T UT803 в режиме измерения переменного напряжения составляет $\pm 0.6\%$ в диапазонах работы 600mV/6V/60V/600V/1000V при частотах измеряемого напряжения от 40 Гц до 1 кГц. Для частот свыше 1 кГц погрешность составляет $\pm 3\%$ для диапазона 60В, $\pm 3.5\%$ для диапазона 600В и $\pm 3\%$ для 1000В. Разрешение составляет 0.01 В для 60 В, 0.1 В для 600 В и 1 В для 1000 В соответственно.

ГЛАВА 3. ЭВОЛЮЦИЯ ПЕТЕЛЬ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ГИСТЕРЕЗИСА МОНОКРИСТАЛЛОВ НИОБАТА БАРИЯ КАЛЬЦИЯ (CBN)

Многочисленными были проведены исследования петель диэлектрического гистерезиса в процессе выдержки образцов монокристалла CBN32 в синусоидальных полях постоянной амплитуды разной частоты. При нахождении образцов в электрическом поле имеет место эволюция (формовка) петли диэлектрического гистерезиса. Под понятием формовка подразумевается трансформация формы петли с течением времени из частной в полную.

3.1 Эксперимент

В момент подачи на кристалл CBN32 электрического поля частотой 50 Гц наблюдались частные петли гистерезиса (рис. 3.1.а). Процесс переключения (рис. 3.1.б) сопровождался незначительным ростом температуры, т.е. происходил саморазогрев образца (рис. 3.1.в). Разница между начальной и конечной температурой образца составила 3 градуса. Наблюдалась корреляция между увеличением температуры образца и ростом величины переключаемой поляризации.

При выдержке образца в электрическом поле его температура выходит на насыщение. Значение коэрцитивного поля превышало величину подаваемого на образец электрического поля. Это означает, что, в данном случае, имеют место частные петли диэлектрического гистерезиса (рис. 3.1.а). Выход температуры на насыщение происходил на 4 минуте выдержки в поле, при этом эволюция петли отсутствовала. Величина поля на образце при этом не изменялась, оставаясь равной подаваемому значению (1270 В/мм). Здесь и далее приводятся амплитудные значения поля (E_m).

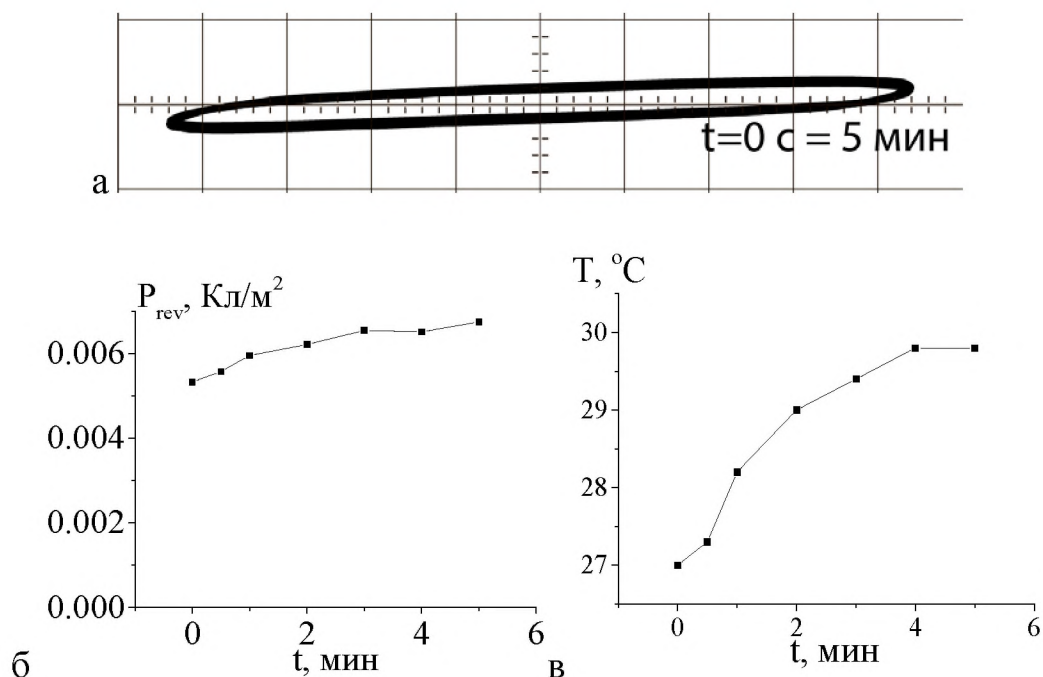


Рис. 3.1 а – Петля диэлектрического гистерезиса; зависимость переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки в синусоидальном поле амплитудой $E_m = 1270$ В/мм $f = 50$ Гц для образца CBN32. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 0.5 В/дел

При увеличении частоты внешнего электрического поля до 100 Гц, по-прежнему наблюдались частные петли гистерезиса (рис. 3.2.а). При этом наблюдался рост температуры до 60 °С, в результате которого происходило уменьшение коэрцитивного поля (5.5 мин.) и увеличение значения переключаемой поляризации. Ход кривой переключаемой поляризации аналогичен ходу кривой роста температуры. Наблюдалась незначительная эволюция петли диэлектрического гистерезиса. Время достижения температуры насыщения составляла 14 минут, после чего эволюция петли прекращалась. Изменение температуры составило 35.6 градуса (в 12 раз больше, по сравнению с 50 Гц). На кривой изменения температуры можно выделить два участка. Первый участок соответствует плавному росту температуры (разогрев до 37 °С). Второй – резкому росту температуры (до 60 °С) и выходу на насыщение.

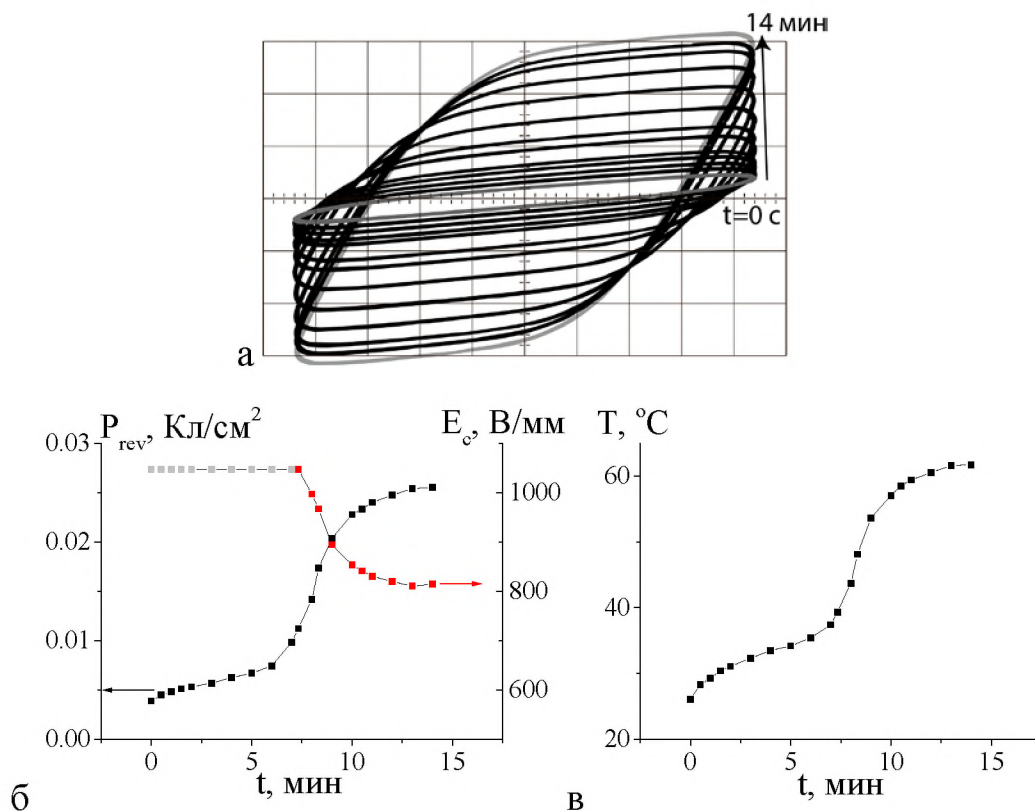


Рис. 3.2 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимость переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца CBN32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 100$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 0.2 В/дел

При выдержке в поле частотой 110 Гц зависимости оказывались аналогичными для поля частотой 50–100 Гц (рис. 3.1–3.2). Разница между максимальными температурами для 100 и 110 Гц составила 4 градуса. Образец достиг температуры 65.5 °С. Перехода к полной петле также не наблюдалось.

При дальнейшем увеличении частоты поля на 10 Гц (120 Гц, рис. 3.3) в начальный момент подачи электрического поля на монокристалл CBN32 наблюдались только частные петли гистерезиса. Затем, при достижении образцом температуры 80 °С (в течение 6 мин), происходило резкое уменьшение коэрцитивного поля с одновременным увеличением величины переключаемой поляризации и падением напряжения на образце. В результате дальнейшей выдержки во времени петля трансформировалась в

полную (8 мин, рис 3.3.а) и к 8.5 минутам петля эволюционировала в насыщенную. Резкое увеличение переключаемой поляризации сопровождалась значительным ростом температуры образца. Максимальная температура образца составила 149 °С. Таким образом, образец разогрелся на 123 градуса. Поле на образце в процессе эволюции не изменялось. Обращает на себя внимание изгибы петли диэлектрического гистерезиса по краям соответствующие значению поляризации при $+E_m$ и $-E_m$, которые могут объясняться неравномерным протеканием процессов переключения. Возможно, имеет место резкое включение под влиянием внешнего электрического поля в процессе переключения дополнительных областей образца, которые ранее не давали своего вклада в переключаемую поляризацию.

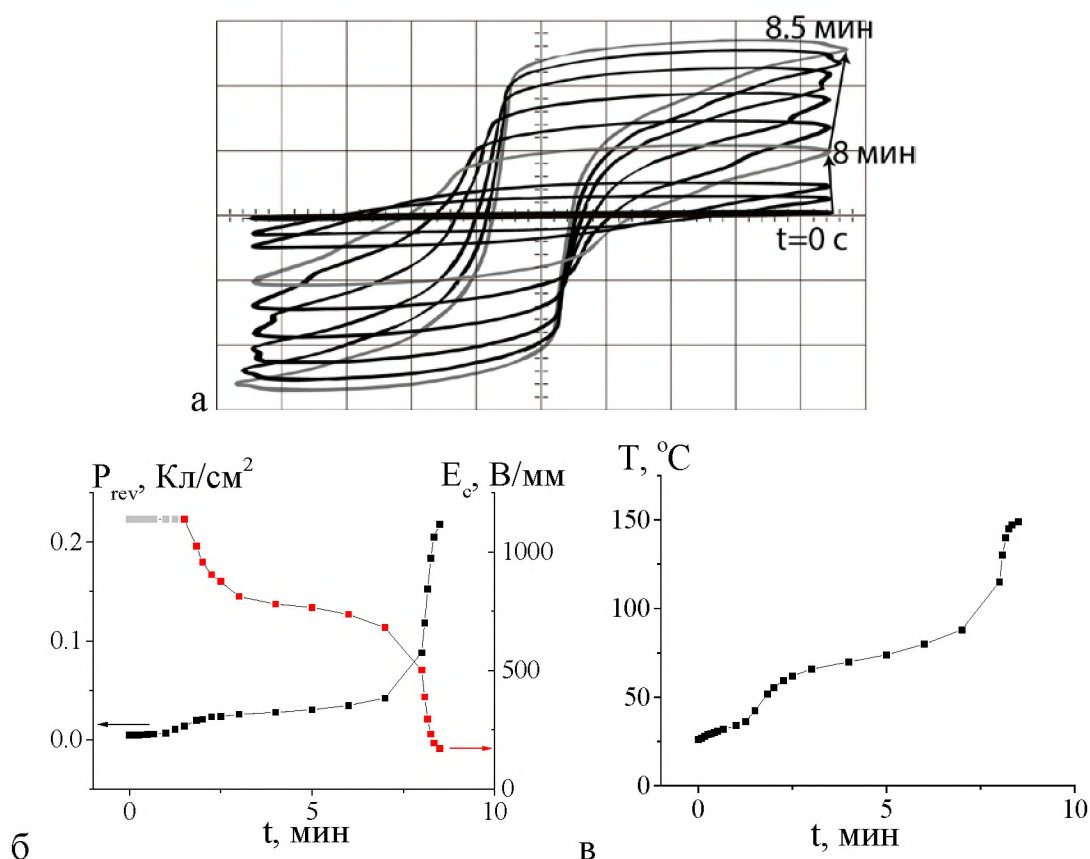


Рис. 3.3 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца CBN32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 120$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

Необходимо отметить, что, так как эволюция петель сопровождается саморазогревом образца, трансформация петель в насыщенные происходила только при тех частотах (120 Гц и более, рис. 3.3–3.9), при которых образец разогревался до температуры выше 80°C. Этой температуре, при обычном нагреве (в термостатируемой камере) образца CBN32, соответствует резкое уменьшение коэрцитивного поля [Малышкина2014].

При дальнейшем увеличении частоты поля наблюдалось сокращение времени формовки полной петли с 8 мин (120 Гц) до 2 мин (140 Гц, рис 3.4). Выход температуры на насыщение происходил на 5 минуте выдержки в электрическом поле (при частоте 120 Гц температура переставала изменяться через 8.5 минуты), что означает увеличение скорости изменения температуры с ростом частоты переключающего поля. В начальный момент, как и в случае более низких частот, имели место только частные петли диэлектрического гистерезиса. Максимальная температура, до которой разогревался образец, была той же, что и при частоте 120 Гц. При выдержке в поле с частотой 150 Гц поведение образца и значения максимальной температуры сохранялись аналогичным 140 Гц.

Увеличение частоты поля до 200 Гц (рис. 3.5) не изменило время появления полной петли (2 мин), но сократило (до 3 мин) время выхода температуры на насыщение. Дальнейшая эволюция петли была аналогична изменению формы петли, наблюдаемому при нагреве образца в термостатируемой камере [Малышкина2014]. Интересно отметить, что если в начальный момент подачи напряжения, поле на образце равнялось подаваемому с усилителя, то в конечный момент выдержки имело место уменьшение поля с 1270 до 1070 В/мм, что можно объяснить процессами проводимости.

Максимальная температура саморазогрева с увеличением частоты продолжала увеличиваться и составила 162 °С. Таким образом, образец нагрелся на 135.3 градуса, что на 10 градусов больше по сравнению со

значением температуры саморазогрева при выдержке в полях частотой 120–150 Гц.

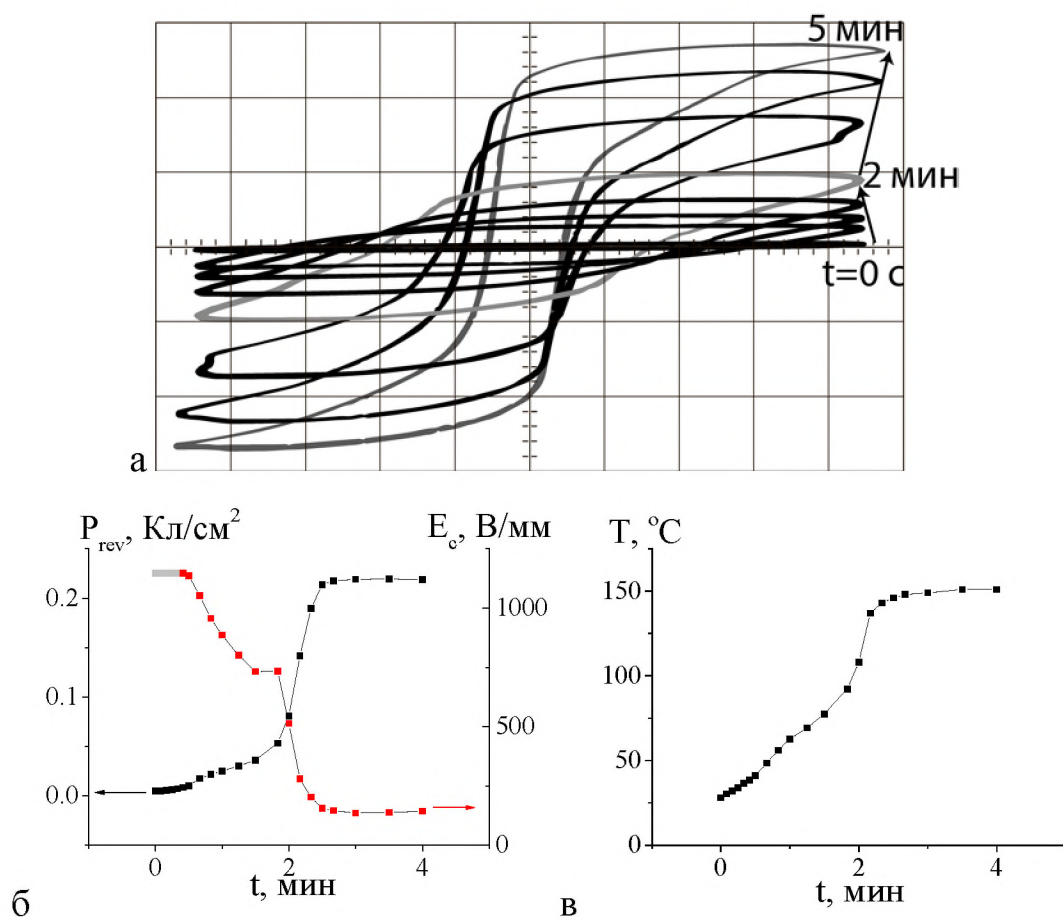


Рис. 3.4 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца СВН32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 140$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

С дальнейшим увеличением частоты время формовки петли продолжает сокращаться. При частоте 300 Гц (рис. 3.6) оно составило 30 секунд. При этом выход температуры саморазогрева образца на насыщение происходит на 2 минуте. Значение максимальной температуры саморазогрева уменьшается, по сравнению с полем выдержки 200 Гц, и составляет 155 °С, что соответствует разогреву образца на 127 градусов. В поле данной частоты фиксируется значительное падение напряжения на образце с 1270 до 620 В, что на 450 В меньше по сравнению с 200 Гц.

При подаче на образец поля частотой 400 Гц (рис. 3.7) зависимости оказываются аналогичными, при этом время формовки полной и частной петель сохраняется.

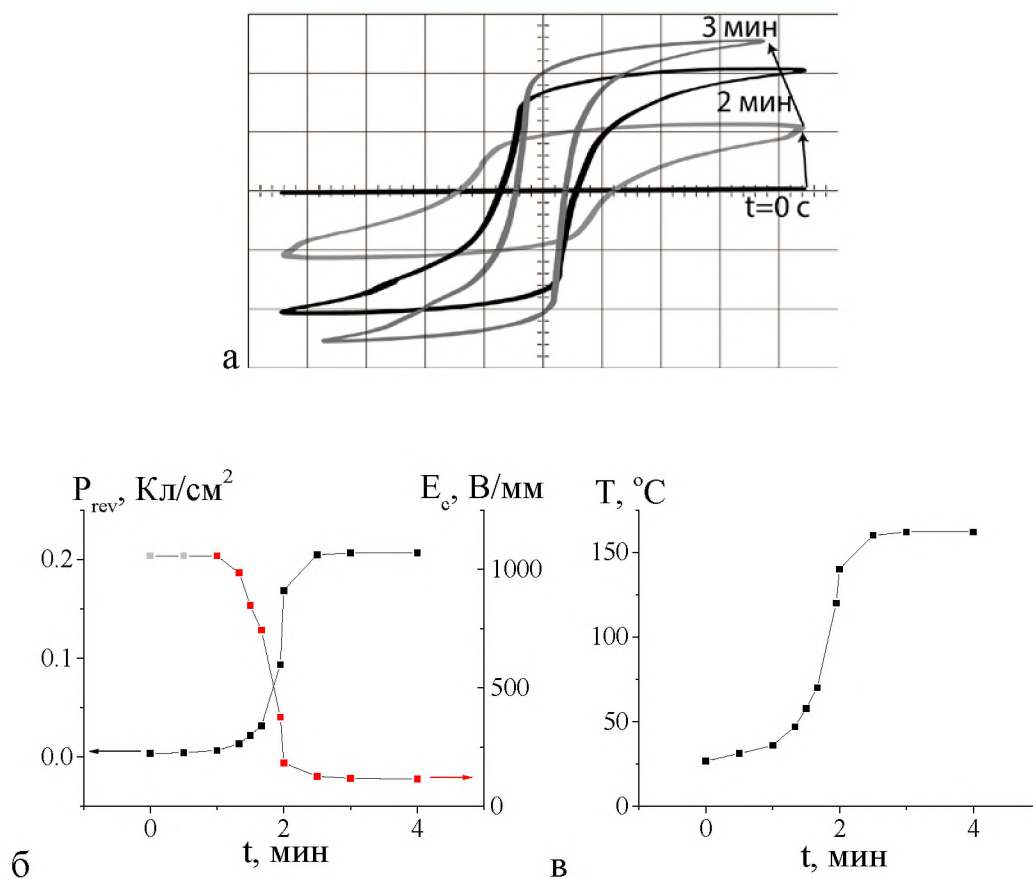


Рис. 3.5 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца CBN32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 200$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

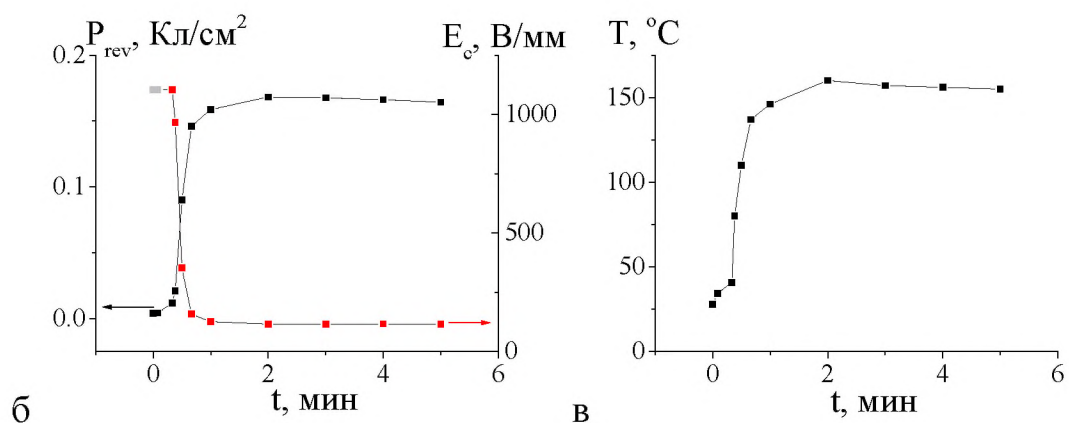
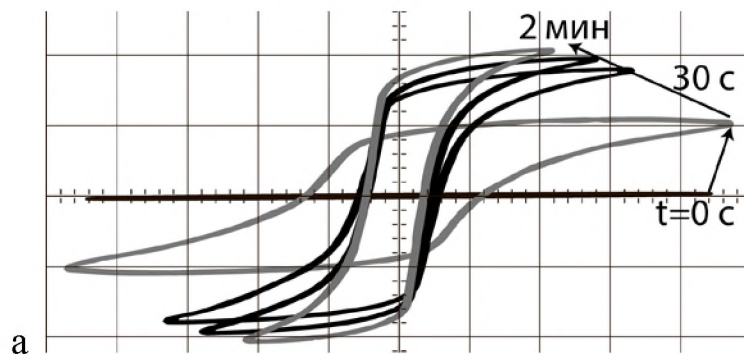


Рис. 3.6 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца СВН32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 300$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

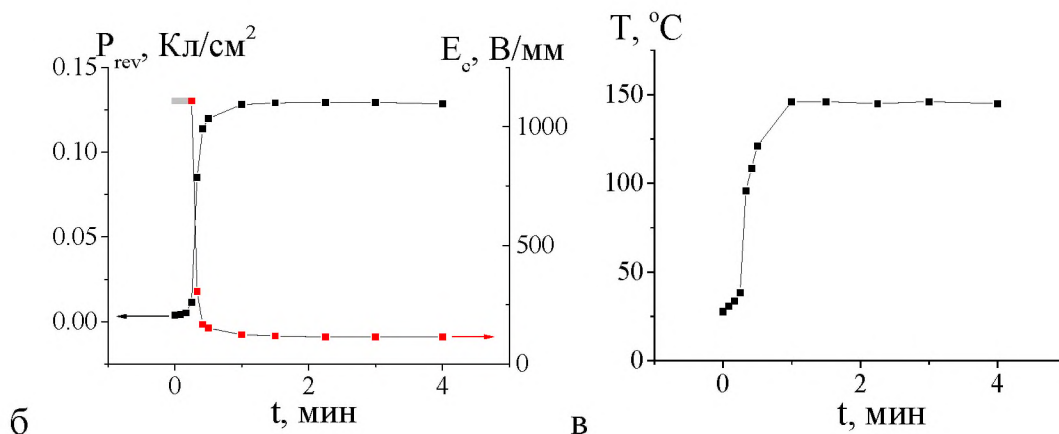
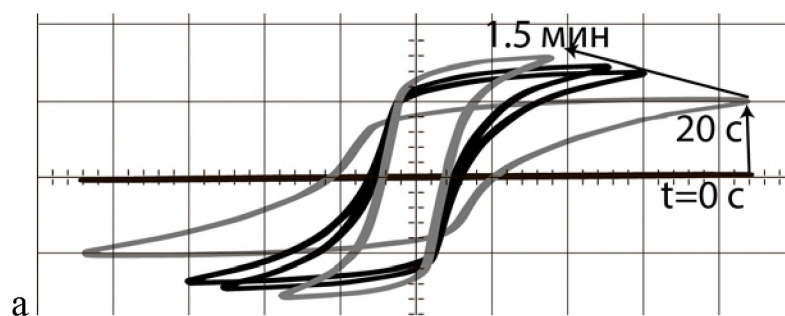


Рис. 3.7 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца CBN32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 400$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

При увеличении частоты электрического поля до 600 Гц (рис. 3.8) падение напряжения на образце продолжает увеличиваться. Напряжение для сформированной петли составляет 340 В (при подаче на образец поля 1270 В). Время появления полной петли сокращается и для данной частоты составляет 15 секунд, что связано с увеличением скорости саморазогрева. Рост температуры полностью прекращается на 1.5 минуте выдержки в поле и достигает значения в 132 °С. Т.е. максимальная температура падает по сравнению с 300 Гц, а образец нагревается только на 100 градусов.

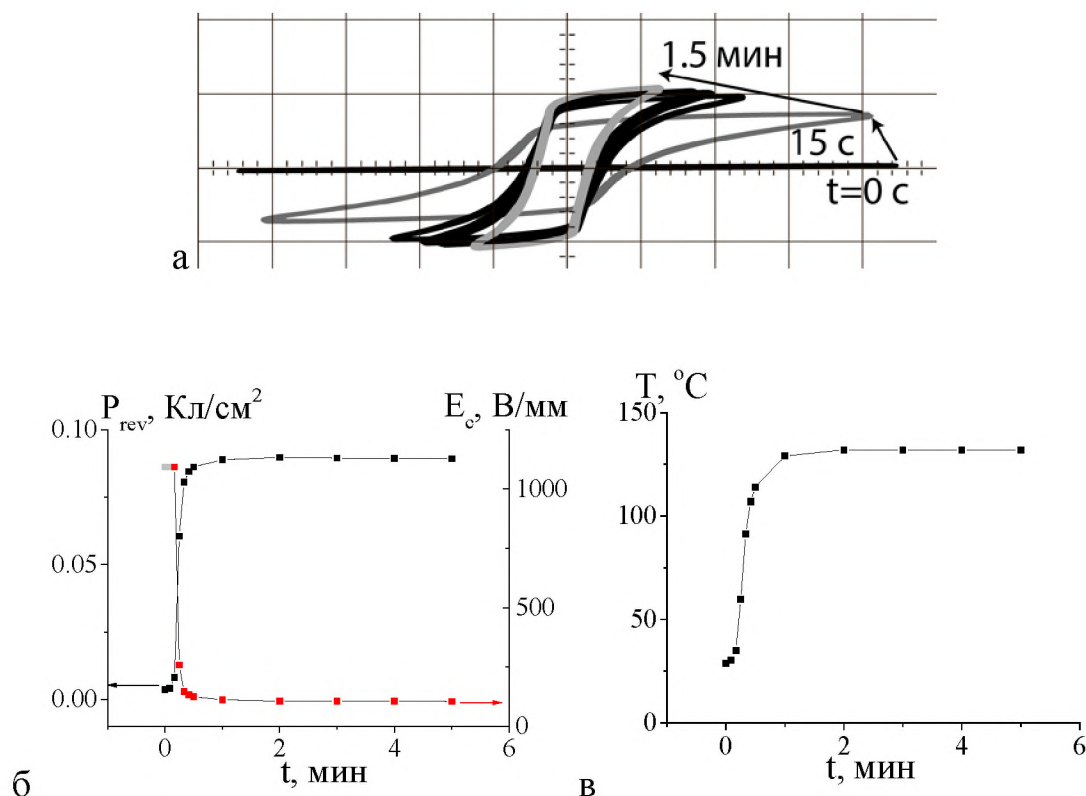


Рис. 3.8 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца СВN32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 600$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел (по образцу остальные)

При подаче на образец поля частотой 1500 Гц (рис. 3.9) в начальный момент времени, как и для всех остальных частот, наблюдаются только частные петли диэлектрического гистерезиса. Значение напряжения на образце в начальный момент выдержки равно подаваемому (1270 В). При этом практически сразу после включения поля фиксировался резкий рост температуры саморазогрева образца с резким уменьшением коэрцитивного поля и ростом значения переключаемой поляризации. Полная петля гистерезиса формируется на 20 секунде выдержки под полем. Температура выходит на насыщение на 2 минуте. Значение P_{rev} меньше, чем при переключении образца в электрических полях более низких частот. Напряжение на образце для конечного момента выдержки под полем составляет 225 В.

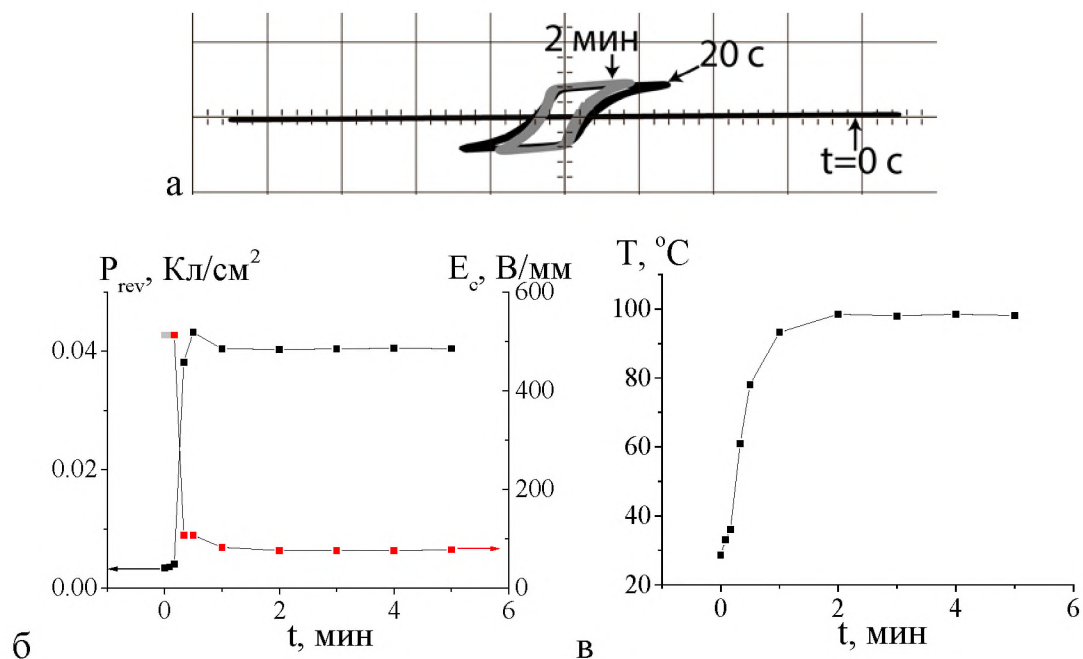


Рис. 3.9 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца CBN32 в синусоидальном поле $E_m = 1270$ В/мм, $f = 1500$ Гц. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

3.2 Анализ экспериментальных данных

Как следует из приведенных выше экспериментов, температура саморазогрева, до которой разогревается образец при воздействии на него переменным электрическим полем, имеет максимальное значение в диапазоне частот электрического поля 120 – 300 Гц. С дальнейшим увеличением частоты переключающего поля она снижается (рис. 3.10.а). Данный частотный диапазон соответствует тем частотам, при которых наблюдались максимальные по площади петли диэлектрического гистерезиса (рис. 3.3–3.6).

На рисунке 3.10.б показана зависимость температуры саморазогрева от времени выдержки в электрическом поле. Каждой кривой на графике соответствует определенная частота поля. Видно, что на кривых можно выделить два участка. Для первого участка имеет место плавный рост температуры, для второго – резкий рост и выход на насыщение, при котором

прекращается эволюция петли диэлектрического гистерезиса. Необходимо отметить, что при частотах ≤ 100 Гц присутствует только первый участок. В этом случае, петля не трансформируется в полную. Затем, при увеличении частоты прослеживаются оба участка, но с дальнейшим увеличением частоты первый участок постепенно уменьшается, и, начиная с 300 Гц, исчезает. Т.е. резкий рост температуры разогрева начинается сразу же после включения поля.

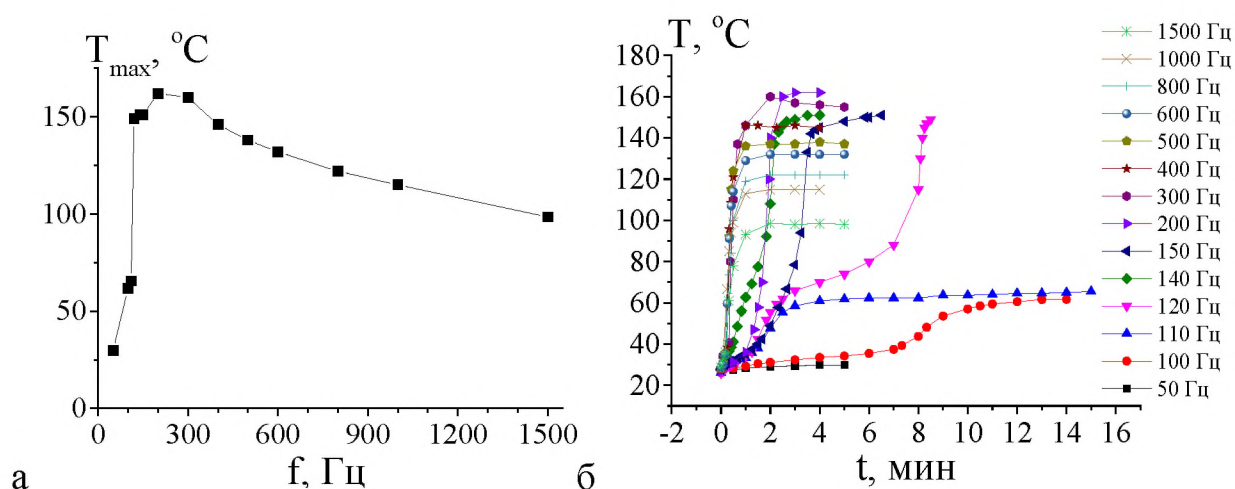


Рис. 3.10 Зависимость максимальной температуры саморазогрева образца от частоты переключающего поля (а) и временная зависимость температуры саморазогрева на разных частотах (б) для образца CBN32

Таким образом, скорость нагрева не является постоянной величиной, а зависит от частоты внешнего электрического поля (рис. 3.11). Как показано на рисунке 3.11 она увеличивается с ростом частоты переключающего поля. Поскольку формовка петли диэлектрического гистерезиса сопровождается ростом температуры, то можно предположить, что именно увеличение скорости разогрева приводит к сокращению времени формовки. Как видно из графика (рис. 3.11), кривая скорости выходит на насыщение при некотором значении частоты и дальнейшего изменения скорости не наблюдается. Тем не менее, важно отметить, что время появления полной петли и время окончания эволюции (рис. 3.7–3.9), в некоторой степени зависело от температуры окружающей среды.

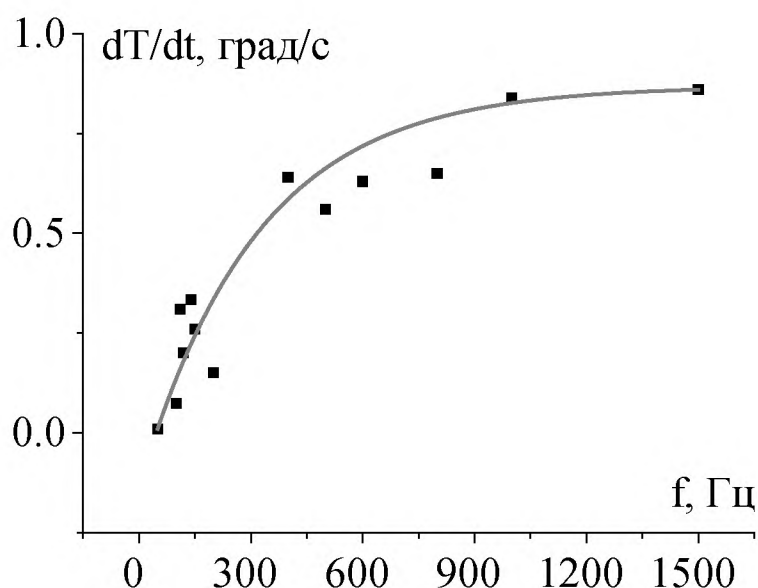


Рис. 3.11 Зависимость скорости изменения температуры саморазогрева образца CBN32 в начальный момент включения от частоты поля

По петлям диэлектрического гистерезиса были рассчитаны значения переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (рис.3.12–3.14). Как можно видеть, при увеличении частоты электрического поля, в котором осуществлялась выдержка образцов, уменьшение переключаемой поляризации (P_{rev}) имеет место не только для частных петель (наблюдаемых в начальный момент подачи на образец электрического поля рис. 3.12.а, в), но и для сформированных петель гистерезиса (рис. 3.12.б, в).

Зависимость P_{rev} коррелирует с частотной зависимостью температуры саморазогрева (рис. 3.10 и рис. 3.12). Наблюдаемое в эксперименте уменьшение максимальной температуры саморазогрева (рис. 3.10) при увеличении частоты электрического поля выше определенного значения, может являться следствием уменьшения значения переключаемой поляризации (рис. 3.12.в), которое связано с выключением из процесса реполяризации части областей образца, т.е. уменьшением переключаемого объема.

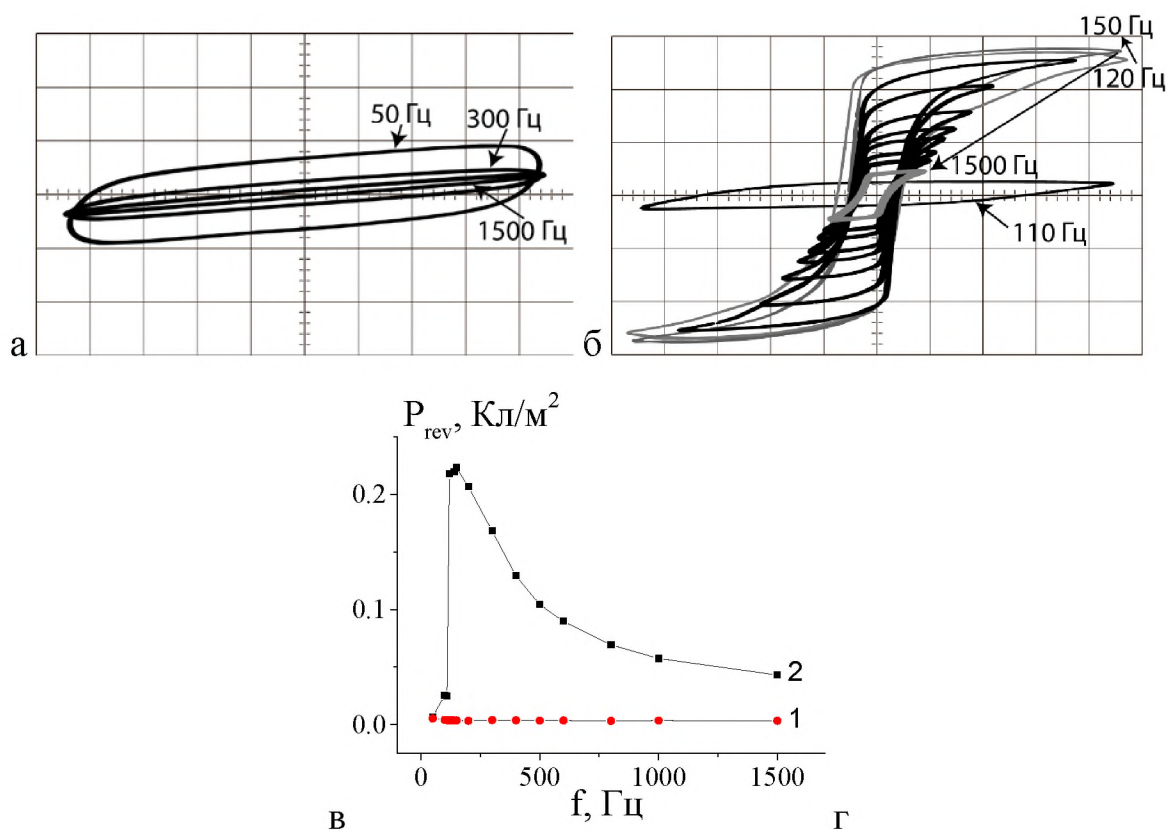


Рис. 3.12 Петли диэлектрического гистерезиса (а, б) и зависимость переключаемой поляризации от частоты (в) для образца CBN32 в поле напряженностью 1270 В/мм. а, в (кривая 1) – в момент подачи поля разной частоты; б, в (кривая 2) – максимальное значение

На временных зависимостях переключаемой поляризации (рис. 3.13.а), полученных для образца CBN32 при выдержке в электрическом поле на разных частотах так же, как и для временных зависимостей температуры саморазогрева, можно выделить два участка. Частоты, при которых наблюдаются либо только один участок, либо оба участка совпадают с частотами для временных зависимостей температуры. Аналогичное поведение характерно и для временных зависимостей коэрцитивного поля (рис. 3.13.б)

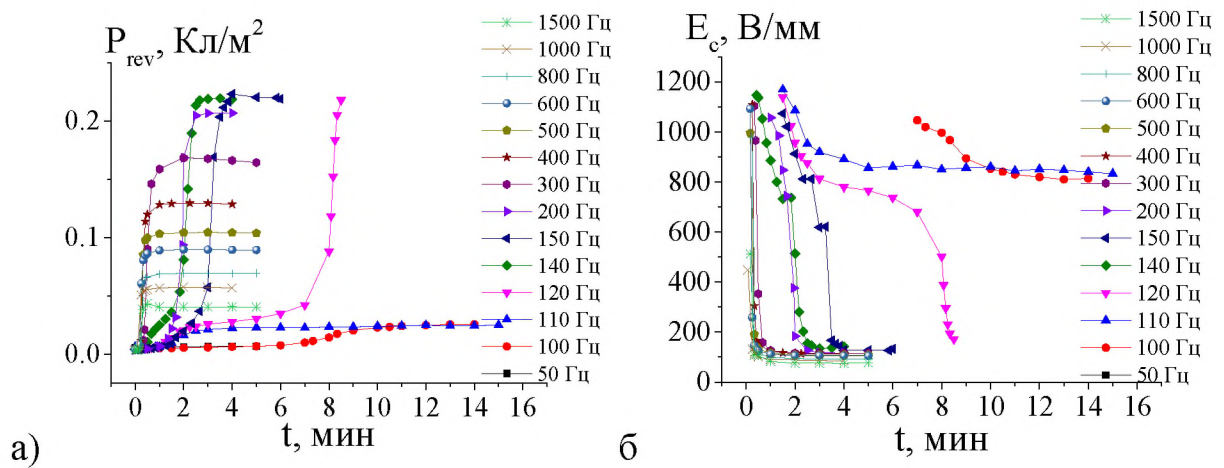


Рис. 3.13 Зависимость переключаемой поляризации (а) и коэрцитивного поля (б) от времени при выдержке образца SBN32 в электрическом поле напряженностью 1270 В/мм, частотой от 50 до 1500 Гц.

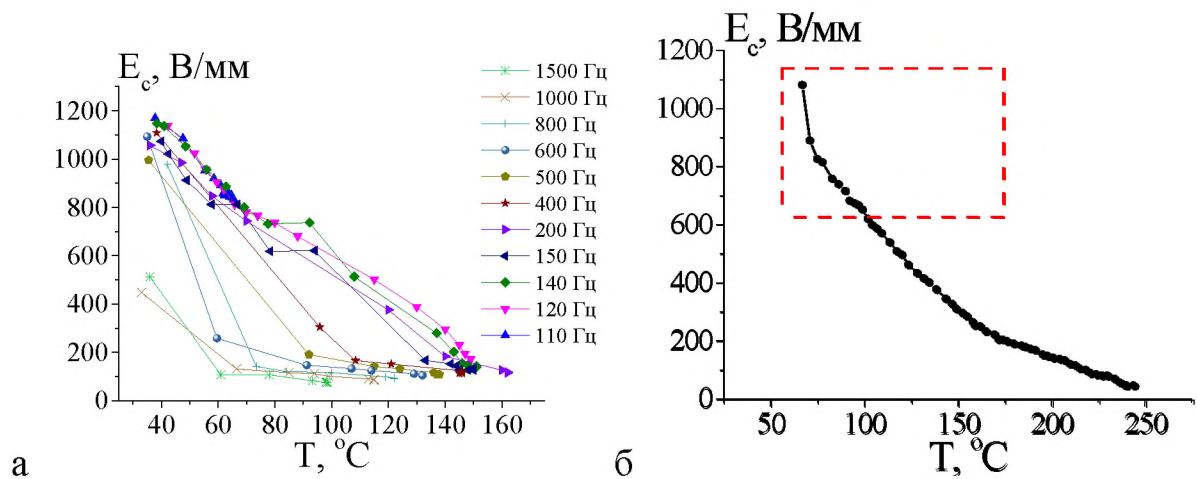


Рис. 3.14 Температурные зависимости коэрцитивного поля для образца SBN32 при саморазогреве в электрическом поле напряженностью 1270 В/мм, частотой от 50 до 1500 Гц (а); в условии обычного нагрева в термостатируемой камере (б) [Малышкина2014]

Интересно отметить, что коэрцитивное поле падает с течением роста температуры (рис. 3.14.а), при этом выход кривых на насыщение зависит от частоты поля выдержки, что может объясняться неоднородностью коэрцитивного поля по всему объему образца. Так как некоторые области выключаются из процесса переключения с ростом частоты. При этом ход зависимостей совпадает с полученными ранее для образца SBN32 в условиях обычного нагрева в термостатируемой камере (рис.3.14.б) [Малышкина2014]

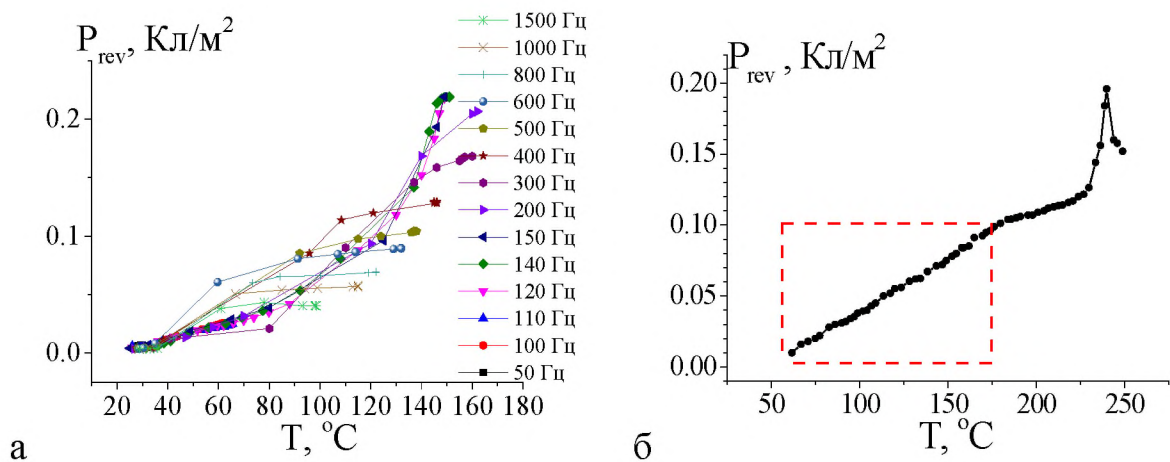


Рис. 3.15 Температурные зависимости переключаемой поляризации для образца SBN32 при саморазогреве в электрическом поле напряженностью 1270 В/мм, частотой от 50 до 1500 Гц (а); в условии обычного нагрева в термостатируемой камере (б) [Малышкина2014]

Переключаемая поляризация (рис. 3.15.а) экспоненциально растет до некоторой величины и выходит на насыщение, причем выход на насыщение тем быстрее, чем выше частота переключающего электрического поля. При этом максимальное значение переключаемой поляризации, которое достигается в данном поле, как было показано выше, уменьшается с увеличением частоты. Интересно добавить, что ход кривых, полученных в результате саморазогрева образцов, совпадает с ходом кривых, наблюдаемых в результате их нагрева в термостатируемой камере (рис. 3.15.б) [Малышкина2014]. Поскольку условия получения результатов различны (в первом случае саморазогрев, во втором случае принудительный нагрев), но общий ход зависимостей совпадает можно говорить об общих механизмах, оказывающих влияние на рост переключаемой поляризации.

В процессе выдержки образца в электрическом поле имело место изменение напряжения на образце относительно подаваемого на образец с усилителя. В связи с этим представляет интерес рассмотрение временной и температурной зависимостей относительного изменения напряжения (δ), рассчитываемого по петлям диэлектрического гистерезиса для разных частот (рис. 3.16). С усилителя подавалось напряжение 1270 В.

Для зависимости переключаемой поляризации и напряжения на образце от времени выдержки в переключающем поле (рис. 3.17), время при котором происходит рост переключаемой поляризации и напряжения совпадают. Видно, что в диапазоне частот от 50 до 200 Гц наблюдается увеличение напряжения в момент роста переключаемой поляризации. При дальнейшем увеличении частоты, напряжение на образце не увеличивается, при этом практически сразу после включения поля наблюдается его резкое уменьшение. Значение напряжения, относительно подаваемого тем меньше, чем выше частота внешнего электрического поля. При этом уменьшение напряжения на образце происходит только на частотах, больших 200 Гц. Для электрических полей меньших частот обнаруживается незначительный рост напряжения на образце, который может быть связан с протеканием тока переключения (рис. 3.17).

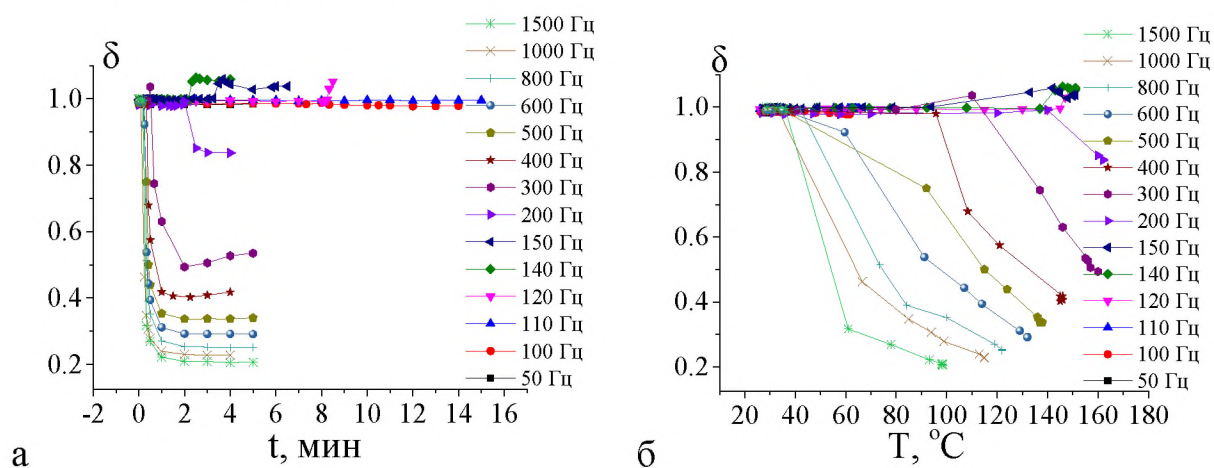


Рис. 3.16 Отношение значения напряжения на образце CBN32 к подаваемому с усилителя (1270 В) в зависимости от времени (а) от температуры (б)

Падение напряжения на образцах, разогретых до температуры более 80°C (рис. 3.12.б и рис. 3.16), по всей видимости, обусловлено ростом проводимости образца с увеличением температуры. Изменение формы петли, имеющее место в процессе ее трансформации из частной в насыщенную, аналогично наблюдаемому ранее в процессе обычного нагрева кристаллов CBN [Малышкина2014].

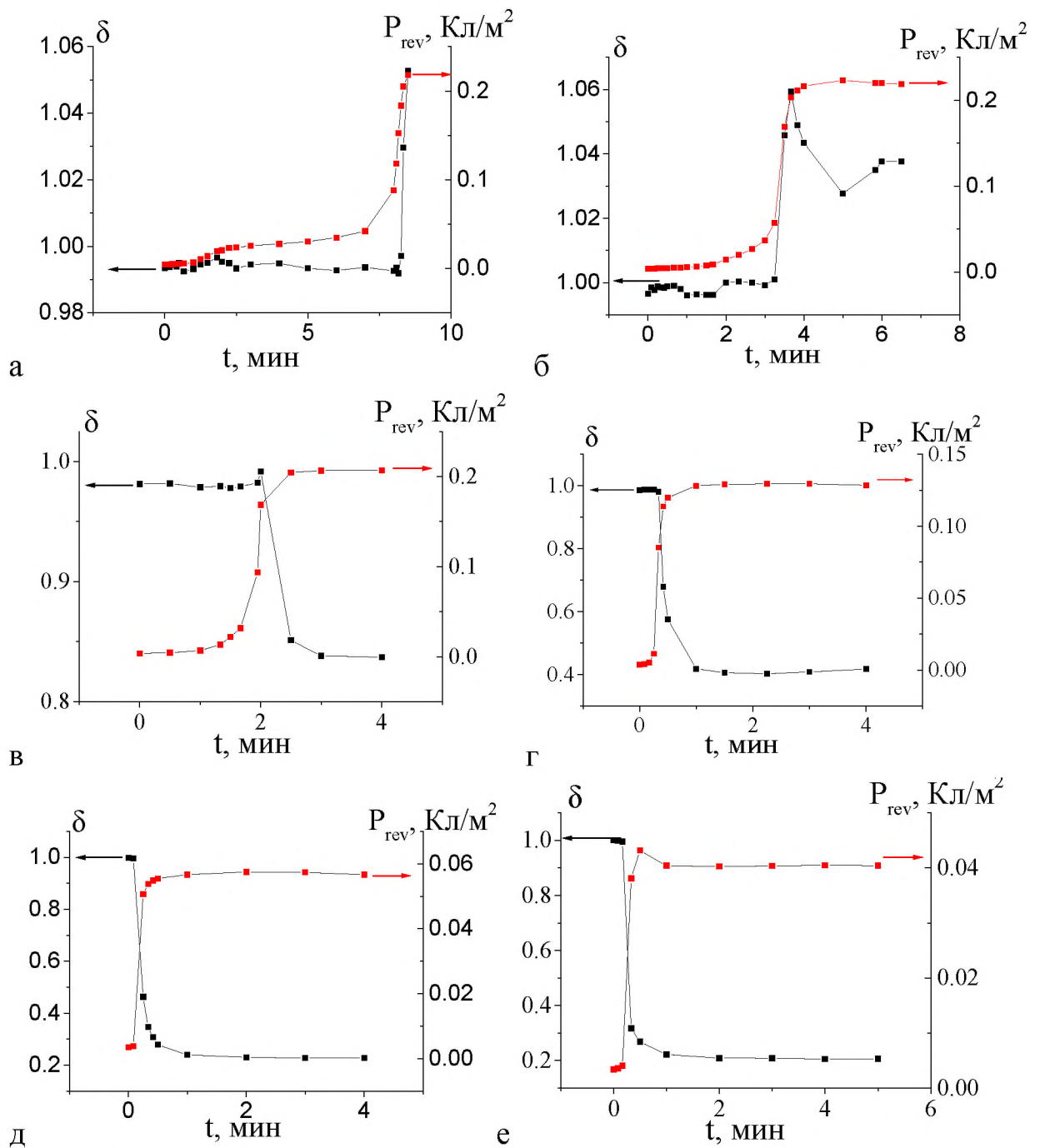


Рис. 3.17 Графики зависимости переключаемой поляризации и падения/роста напряжения для образца SBN32 при выдержке в поле амплитудой 1270 В/мм на частотах: а – 120 Гц; б – 150 Гц; в – 200 Гц; г – 400 Гц; д – 1000 Гц; е – 1500 Гц

ГЛАВА 4. ЭВОЛЮЦИЯ ПЕТЕЛЬ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ГИСТЕРЕЗИСА КЕРАМИКИ ЦИРКОНАТА ТИТАНАТА СВИНЦА

4.1 Процессы переключения в полях частотой 50 Гц

Классическая методика наблюдения петель диэлектрического гистерезиса, описанная в работе Сойера-Тауэра, позволяет получать осциллограммы петель при выдержке образцов в электрических полях различных амплитуд промышленной частоты (рис. 4.1). Существующее до настоящего времени экспериментальное оборудование ориентировалось на исследование петель диэлектрического гистерезиса в полях промышленной частоты (50 Гц), поскольку в данном случае удобно использовать усиление сетевого напряжения до необходимого в эксперименте значения. В нашей установке для этой цели применялся повышающий трансформатор с разведенными обмотками.

В проведенном цикле исследований на частоте электрического поля 50 Гц, амплитудное значение подаваемого напряжения изменялось в интервале от 560 В до 2100 В.

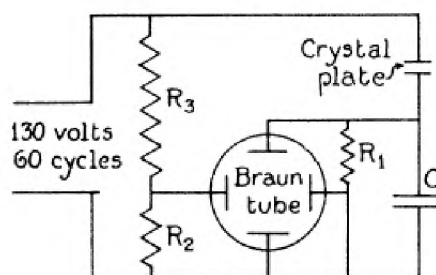


Рис. 4.1 Схема наблюдения петель диэлектрического гистерезиса, предложенная Сойером-Тауэром [Sawyer1930].

Были рассмотрены процессы формирования петли диэлектрического гистерезиса, происходящие в образце пьезоэлектрической керамики составов ЦТС-19 площадью $S = 4.9 \text{ см}^2$.

Для образцов керамики ЦТС-19, также, как и для монокристаллов CBN32, при выдержке образца во времени в поле постоянной амплитуды происходит изменение формы петли с одновременным саморазогревом образца (рис. 4.2 – 4.7). Вид петли гистерезиса и температура саморазогрева (таблица 4.1) зависели от величины подаваемого на образец электрического поля. В полях ниже 500 В/мм не наблюдались даже частные петли диэлектрического гистерезиса, т.е. имела место линейная зависимость поляризации от поля. При подаче на образец электрического поля амплитудой до 2000 В/мм на всем интервале времени выдержки наблюдались только частные петли диэлектрического гистерезиса (рис. 4.2 – 4.6, а). Насыщенную петлю удалось получить только в поле 2100 В/мм (рис. 4.7, а) при котором образец разогревался до максимальной температуры. В больших полях петли не исследовались, так как дальнейшее увеличение напряженности поля могло привести к электрическому пробоя по периметру образца (напряжение пробоя для сухого воздуха составляет 2 кВ/мм). Необходимо отметить, что в начальный момент времени (при включении поля 2100 В/мм) по-прежнему наблюдалась только частная петля, но в процессе саморазогрева постепенно трансформировалась в полную. Для частных петель, наблюдаемых в начальный момент времени, увеличение напряженности электрического поля приводило к увеличению площади петли (рис. 4.9).

В момент включения электрического поля амплитудой от 560 – 1130 В/мм напряжение на образце превышало подаваемое с трансформатора (таблица 4.1). Ранее подобный эффект увеличения напряжения наблюдался на кристаллах беспримесного SBN и описан в работах [Малышкина2004, Malyshkina2005]. Увеличение напряженности поля приводило к меньшему, по сравнению с подаваемым, значению напряжения в момент включения поля.

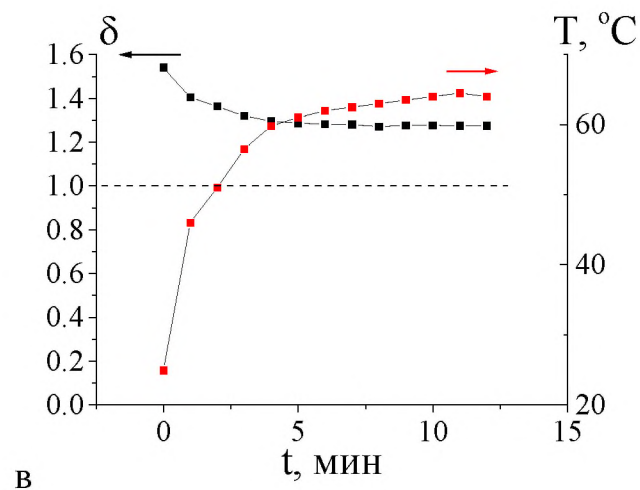
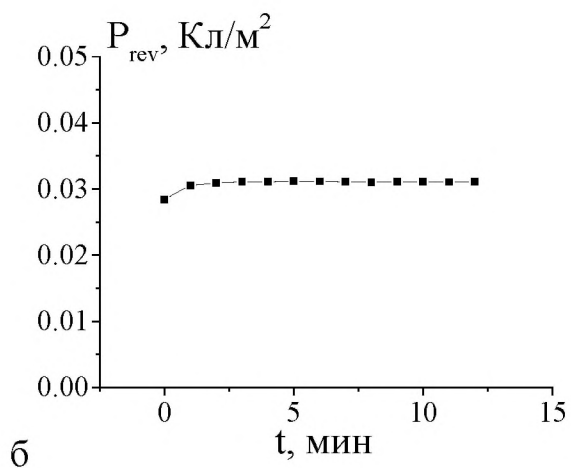
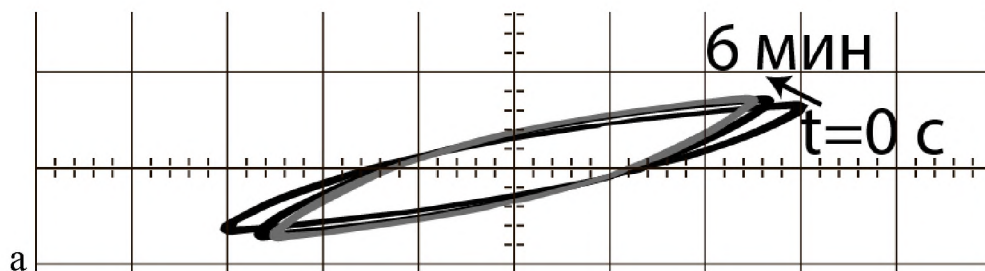


Рис. 4.2 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б), температуры саморазогрева и отношения напряжения на образце к подаваемому с трансформатора (в) от времени выдержки образца ЦТС-19 в синусоидальном поле $E_m = 560$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел

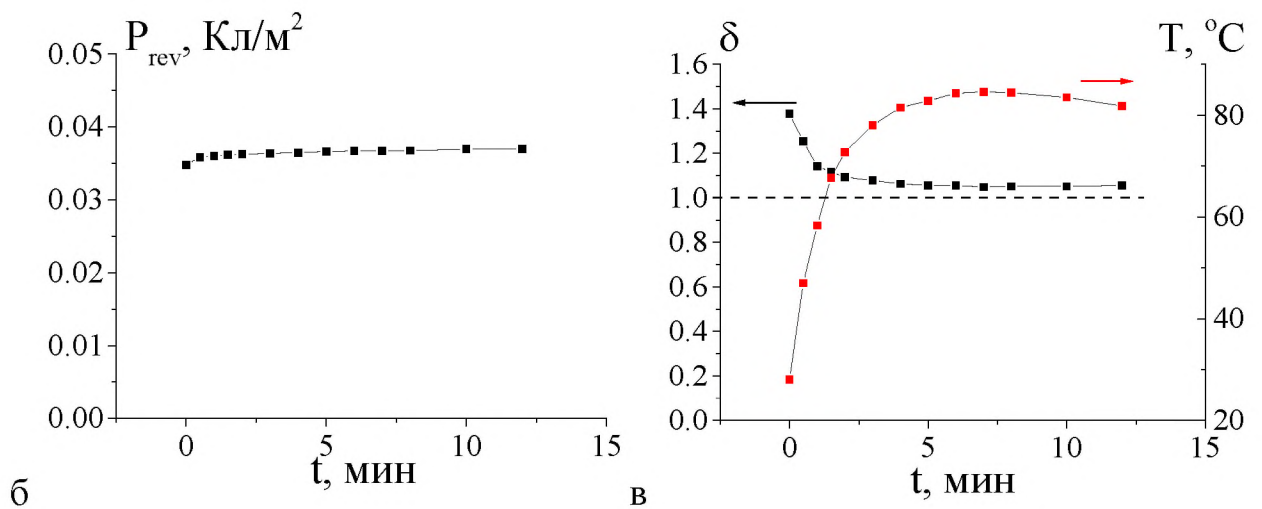
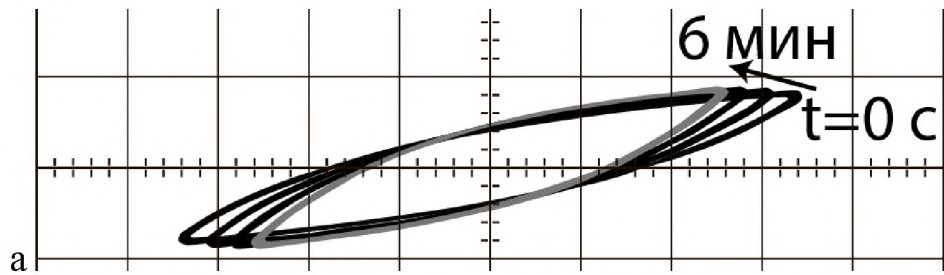


Рис. 4.3 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б), температуры саморазогрева и отношения напряжения на образце к подаваемому с трансформатора (в) от времени выдержки образца ЦТС-19 в синусоидальном поле $E_m = 710$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел

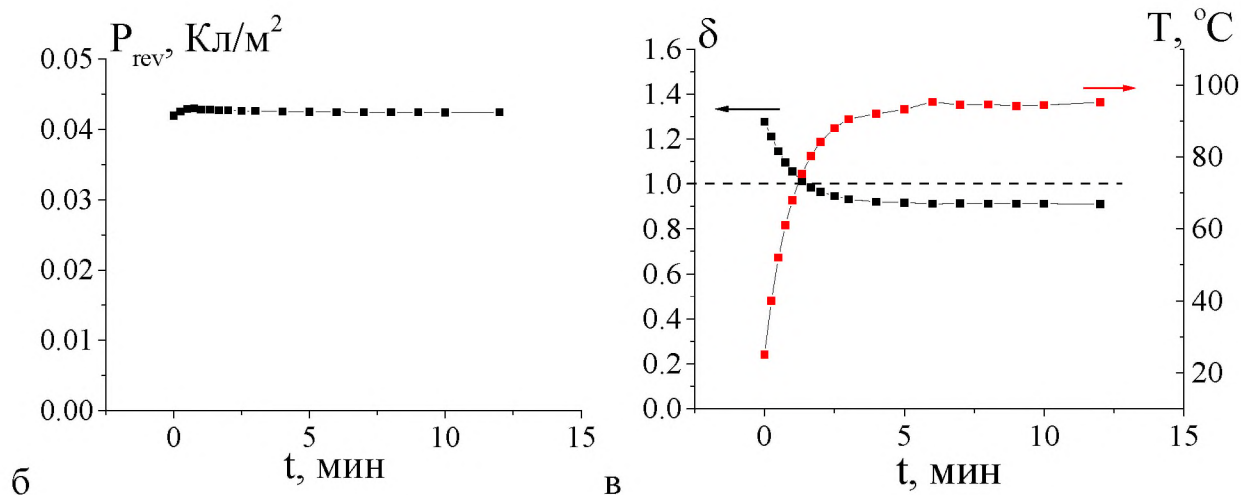
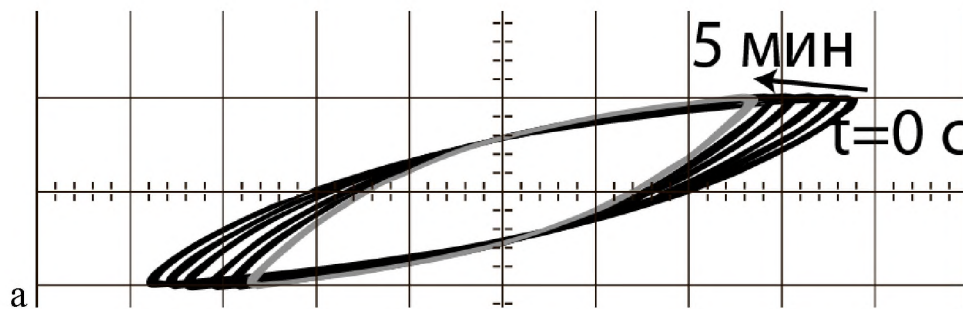


Рис. 4.4 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б), температуры саморазогрева и отношения напряжения на образце к подаваемому с трансформатора (в) от времени выдержки образца ЦТС-19 в синусоидальном поле $E_m = 850$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел

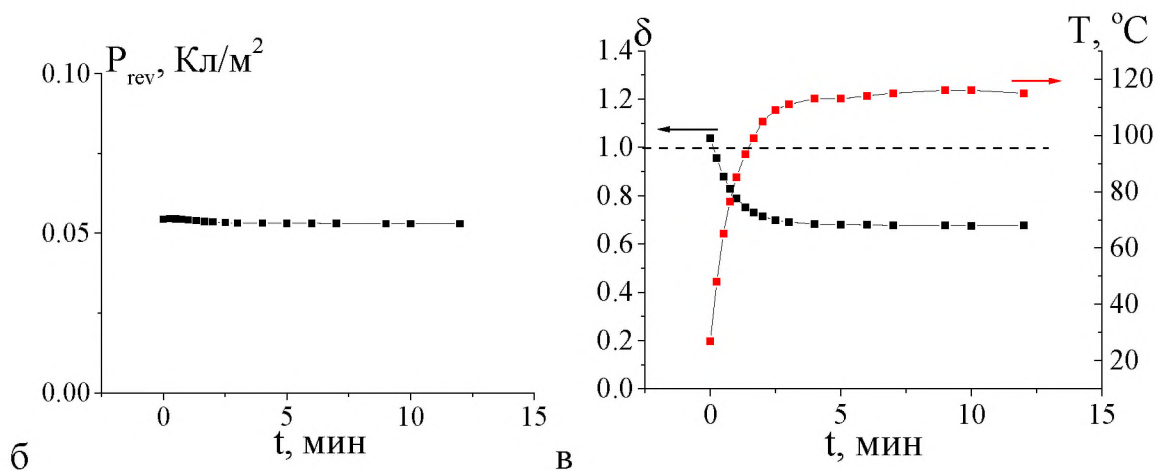
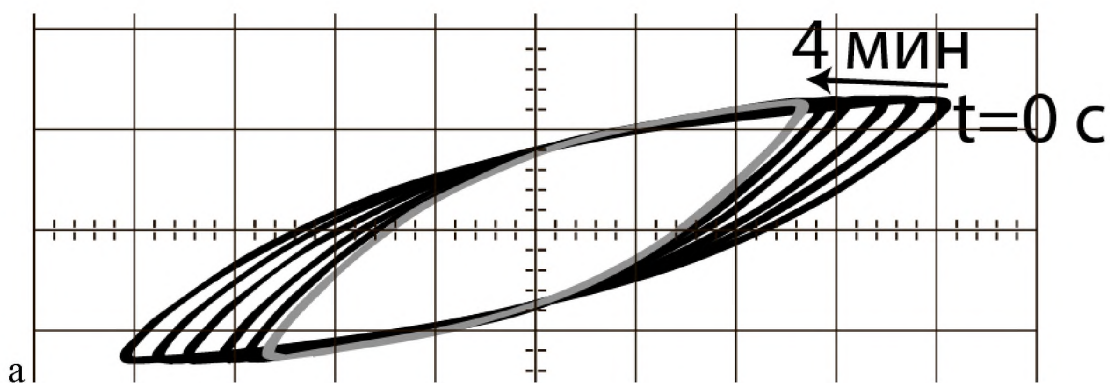


Рис. 4.5 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б), температуры саморазогрева и отношения напряжения на образце к подаваемому с трансформатора (в) от времени выдержки образца ЦТС-19 в синусоидальном поле $E_m = 1130$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел

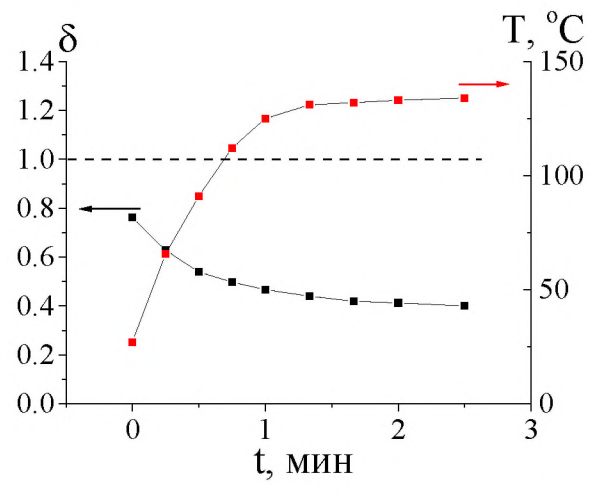
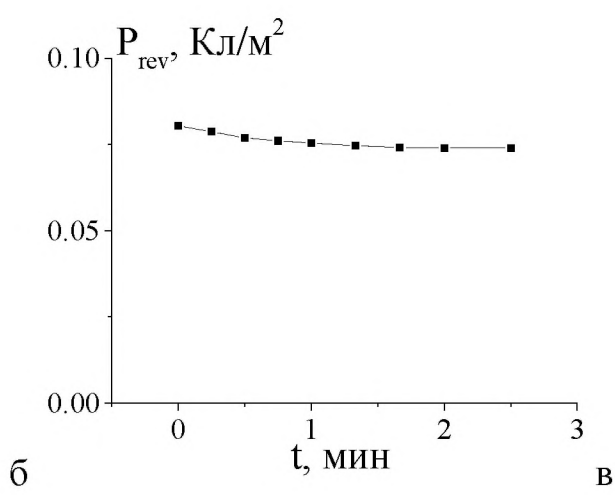
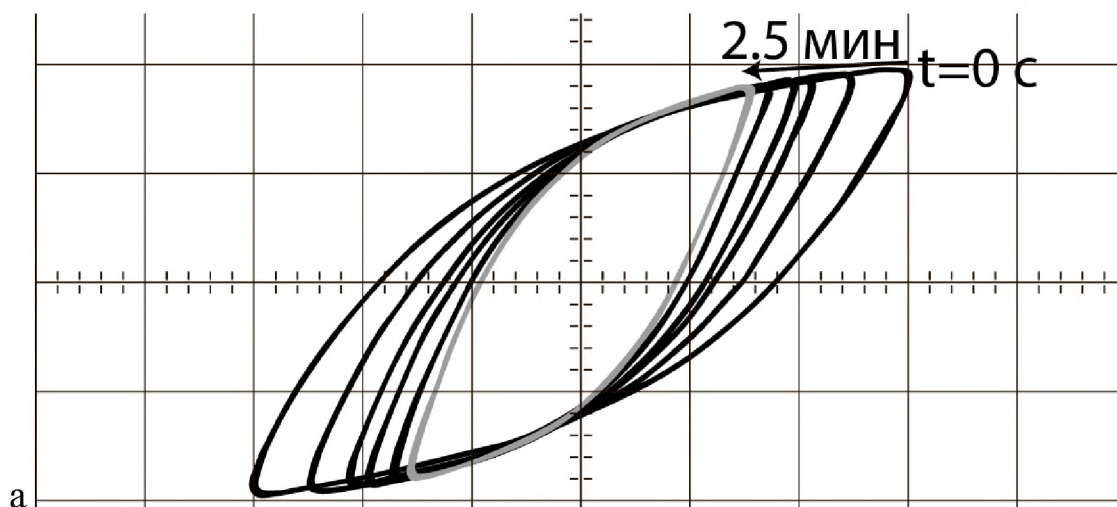


Рис. 4.6 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б), температуры саморазогрева и отношения напряжения на образце к подаваемому с трансформатора (в) от времени выдержки образца ЦТС-19 в синусоидальном поле $E_m = 1700$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел

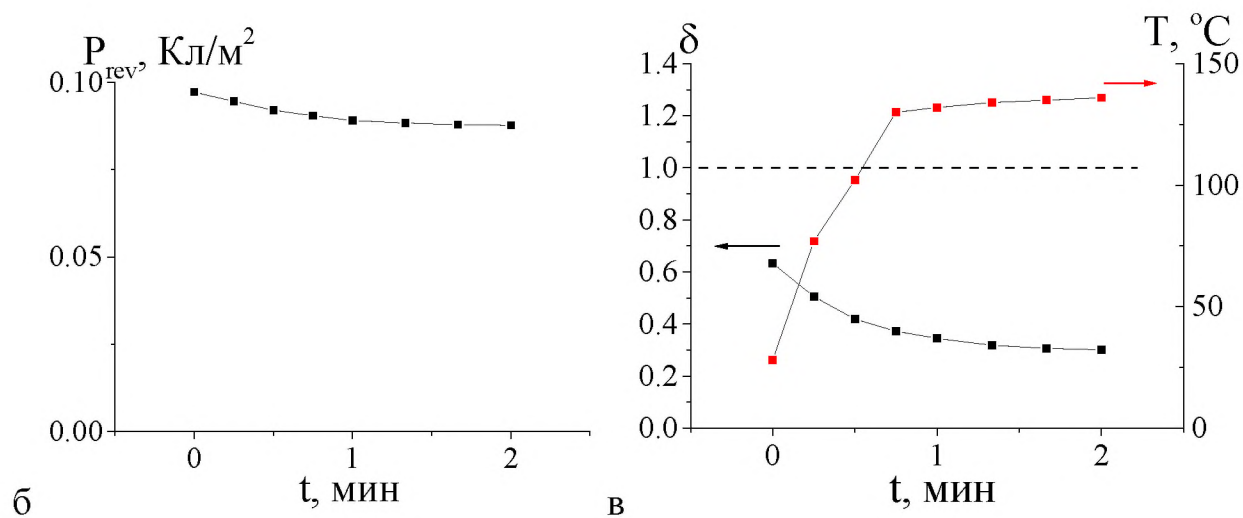
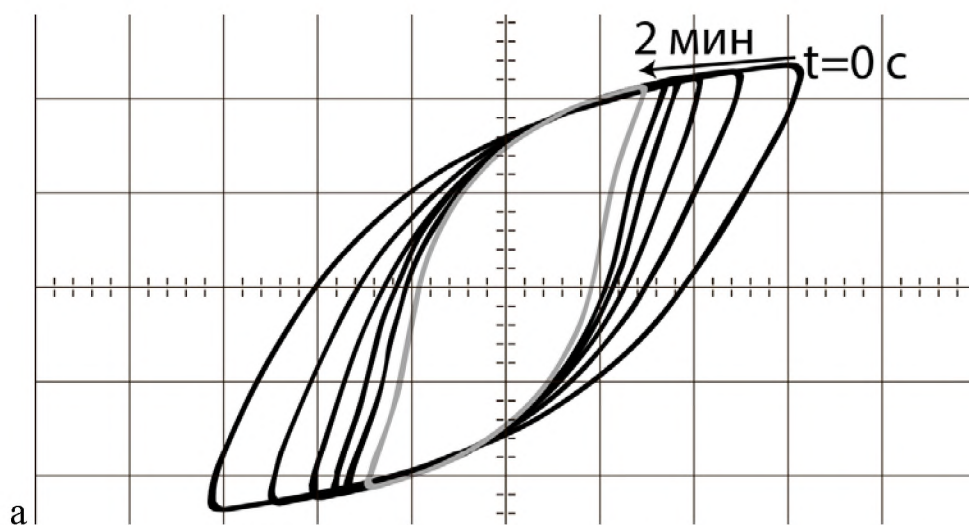


Рис. 4.7 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б), температуры саморазогрева и отношения напряжения на образце к подаваемому с трансформатора (в) от времени выдержки образца ЦТС-19 в синусоидальном поле $E_m = 2100$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел

Таблица 4.1 Максимальная температура саморазогрева и напряжение на образце для разных электрических полей

Подаваемое поле	Максимальная температура саморазогрева	Напряжение на образце	
		В момент включения поля	При выходе температуры на насыщение
E_m , В/мм	T_{max} , °C	В	В
560	64	870	720
710	85	975	745
850	95	1080	770
990	107	1130	770
1130	115	1170	765
1270	122	1210	760
1410	132	1215	750
1530	133	1285	690
1700	134	1290	680
2100	135	1345	640

Обращает на себя внимание тот факт, что при выдержке в поле от 560 до 710 В/мм, на момент выхода температуры саморазогрева на насыщение, напряжение на образце падало, но по-прежнему оставаясь выше подаваемого с трансформатора (рис. 4.2, 4.3, в). При подаче на образец напряжения до 1200 В напряжение, фиксируемое по осциллографу, превосходит подаваемое (рис. 4.8). При превышении этого значения напряжение на образце оказывается меньше подаваемого (рис. 4.9, рис. 4.10). Уменьшение напряжения на образце относительно подаваемого (рис. 4.4 – 4.7, в) может быть связано с началом проводимости при повышенных температурах образца.

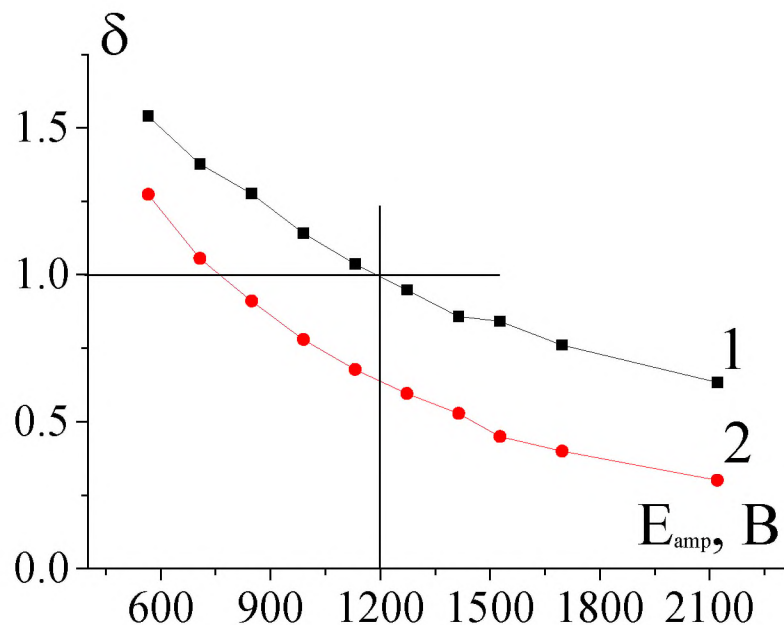


Рис. 4.8 Изменение напряжения на образце относительно подаваемого значения в начальный момент включения поля (кривая 1) и после выхода температуры саморазогрева на насыщение (кривая 2) для образца ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$

В электрическом поле 2100 В/мм в начальный момент времени, как и для всех меньших значений амплитуд напряженности, наблюдалась частная петля диэлектрического гистерезиса. При этом в момент выхода температуры саморазогрева на насыщение (136 °С) петля эволюционировала в полную. Время формовки петли составило 2 минуты. Напряжение на образце составило 1345 В, а коэрцитивное поле упало на 430 В/мм (от начального в 820 В/мм) и для сформированной петли составило 390 В/мм. Дальнейшая выдержка не приводила к трансформации петли. Значение напряжения для сформированной петли составило 30% от подаваемого.

Падение напряжения сопровождалось снижением значения переключаемой поляризации (рис. 4.13, б). При этом, в первые минуты выдержки образца в полях до 1130 В/мм, имел место незначительный рост переключаемой поляризации (рис. 4.2 – 4.4, б).

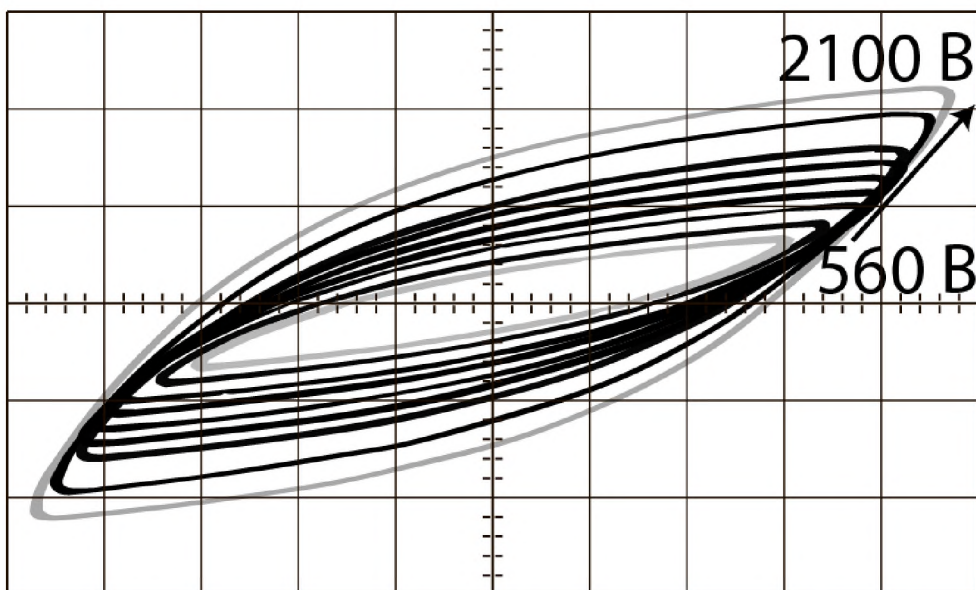


Рис. 4.9 Петли диэлектрического гистерезиса, наблюдаемые в момент подачи поля разной амплитуды для образца ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел. $f = 50 \text{ Гц}$. Цифрами отмечено подаваемое на образец напряжение

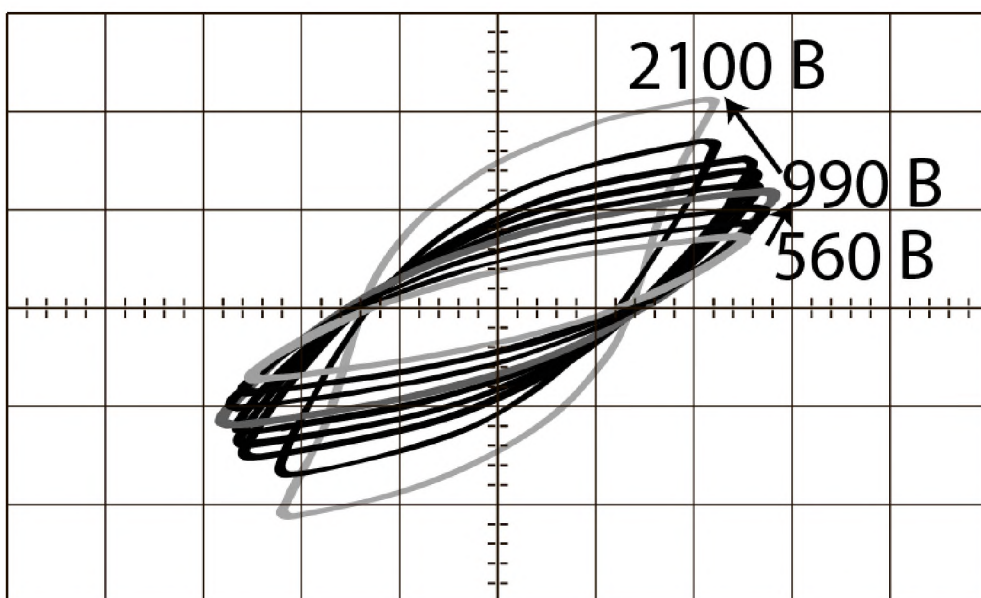


Рис. 4.10 Петли диэлектрического гистерезиса, наблюдаемые по окончании формовки в поле разной амплитуды для образца ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 20 В/дел. $f = 50 \text{ Гц}$. Цифрами отмечено подаваемое на образец напряжение

При выдержке образца в переменном поле температура саморазогрева выходит на насыщение (рис. 4.11). Можно видеть, что в зависимости от величины прикладываемого поля, образец разогревался до разной температуры (рис. 4.11 – 4.12). Время, в течение которого температура образца выходит на насыщение, уменьшается при увеличении амплитуды подаваемого поля (на рисунке отмечено пунктиром). В переменных полях, при которых частные петли не раскрывались, также как и в постоянных полях до 2100 В/мм, саморазогрев образцов отсутствовал.

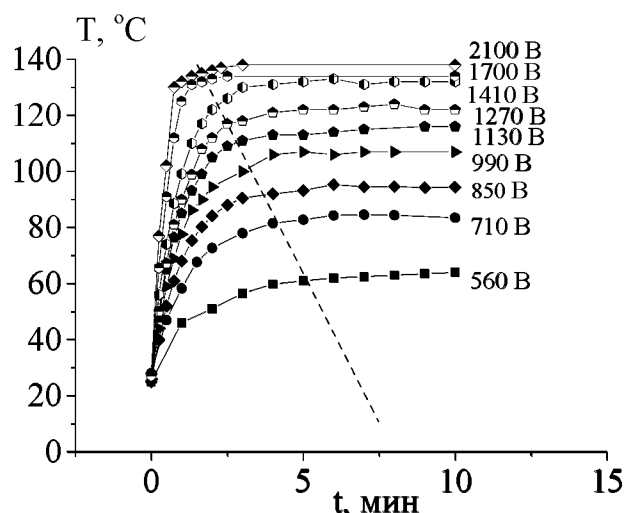


Рис. 4.11 Зависимость температуры саморазогрева от времени выдержки при различных значениях подаваемого напряжения частоты 50 Гц для образца ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$

Максимальные значения температуры, до которой разогревается образец, в зависимости от подаваемого с генератора напряжения представлены на рис. 4.12. Температура саморазогрева начинает выходить на насыщение в поле 1410 В/мм. Дальнейшее увеличение амплитуды, прикладываемого к образцу поля, не приводит к существенному росту максимальной температуры.

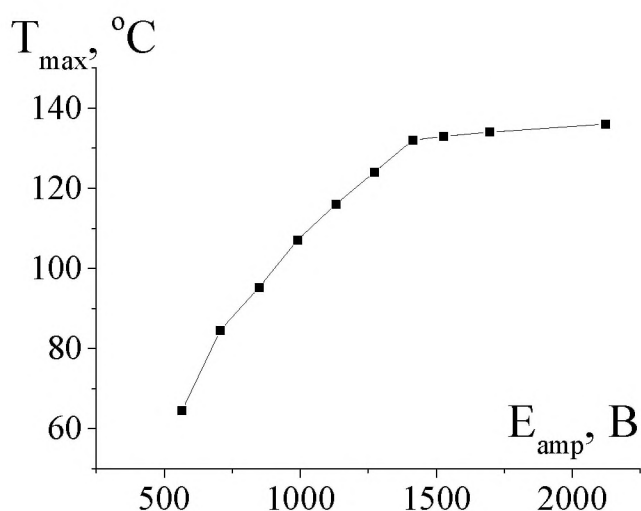


Рис. 4.12 Зависимость максимальной температуры саморазогрева от подаваемого напряжения для образца ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$

Переключаемая поляризация монотонно возрастает с ростом величины переключающего поля на всем исследуемом интервале амплитуд (до 2100 В/мм) (рис. 4.13, а), что может свидетельствовать о постоянном включении в процесс реполяризации новых областей образца. При этом переключаемая поляризация P_{rev} в каждом поле зависит от времени только в первые 1 – 2 минуты выдержки в поле (рис. 4.13, б).

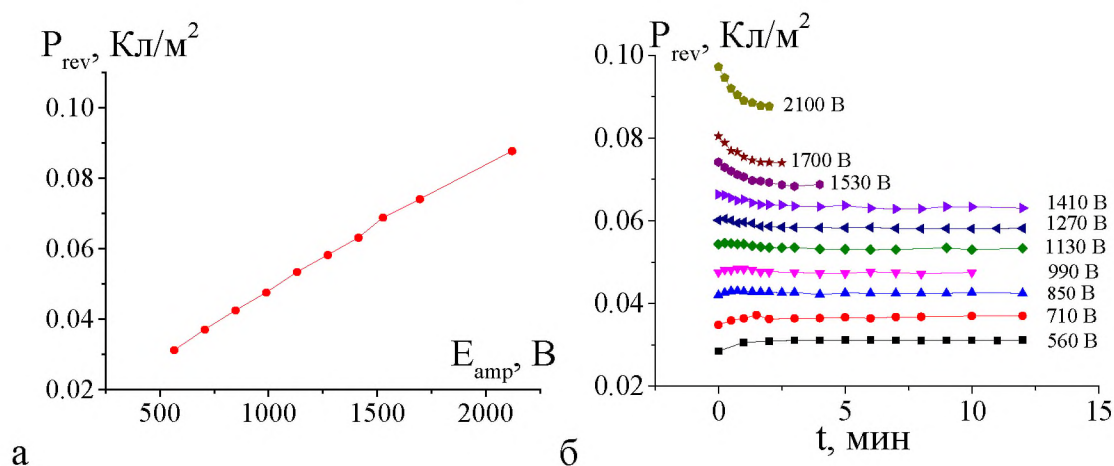


Рис. 4.13 Зависимость максимального значения переключаемой поляризации (P_{rev}) от амплитуды подаваемого на образец поля (а) и временная зависимость P_{rev} для разных амплитуд напряжений (б) для образца ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$

Согласно общей теории процессов переключения коэрцитивное поле является характеристикой материала и не зависит от геометрических параметров исследуемых образцов. В то же время исследование образцов разных размеров в переключающих электрических полях на одинаковой частоте показало, что раскрытие петель диэлектрического гистерезиса при одинаковом значении поля имело место для образца большего размера (4.9 см^2), тогда как для образца с меньшей площадью (0.25 см^2) петли не наблюдались. При этом наблюдалось различие в максимальных температурах саморазогрева. Так для образца площадью 4.9 см^2 (рис. 4.14, кривая 1) максимальная температура саморазогрева составила $95 \text{ }^\circ\text{C}$, а для образца площадью 0.25 см^2 – $34.5 \text{ }^\circ\text{C}$ (рис. 4.14, кривая 2). Отсюда следует, что формовка петли определяется не столько величиной прикладываемого к образцу электрического поля, сколько температурой, до которой разогревается образец.

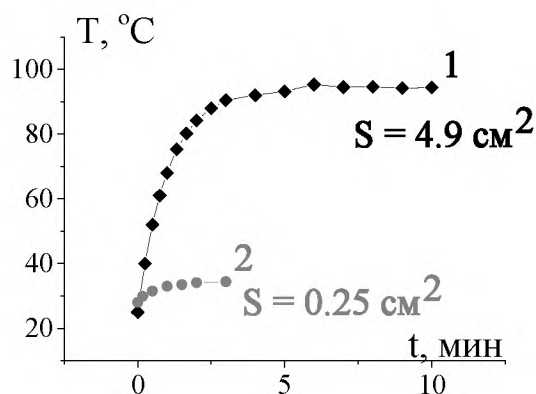


Рис. 4.14 Зависимость температуры саморазогрева для образцов: ЦТС-19, $S = 4.9 \text{ см}^2$, ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ при выдержке в поле амплитудой 850 В/мм на частоте 50 Гц .

4.2 Процессы переключения в синусоидальных полях разных частот

Представляет интерес сравнение процессов переключения, происходящих в керамике ЦТС при выдержке образца в полях различных частот. Поскольку, как было показано выше, у образцов большей площади, при прочих равных условиях, можно получить насыщенную петлю, логично

проводить исследования именно на таких образцах. С другой стороны, как было показано в пункте 2.1.2, имеется техническое ограничение подачи полей высоких частот на образцы больших емкостей. В связи с этим процессы формирования петли диэлектрического гистерезиса в диапазоне частот от 50 до 1500 Гц рассмотрены для образца площадью $S = 0.25 \text{ см}^2$. Напряжение изменялось по синусоидальному закону. Амплитудное значение составляло 850 В.

При выдержке образцов керамики ЦТС в электрическом поле постоянной амплитуды максимальная температура разогрева образца зависела от частоты подаваемого поля (таблица 4.2). При этом на частотах, когда температура саморазогрева не достигала $100 \text{ }^\circ\text{C}$, наблюдались только частные петли диэлектрического гистерезиса (рис. 4.15 – 4.16, а, в), форма которых не изменялась во времени. Для данного частотного диапазона напряжение на образце сохранялось равным подаваемому с усилителя (таблица 4.2). Начиная с частоты 220 Гц, образец разогревался до температуры $100 \text{ }^\circ\text{C}$, после чего происходило падение коэрцитивного поля и рост переключаемой поляризации, сопровождающийся резким ростом температуры образца. В результате выдержки образца в поле петля трансформировалась в полную (рис. 4.17, а). Интересно отметить, что оптимальный режим поляризации керамики ЦТС в промышленном производстве составляет $100 \text{ }^\circ\text{C}$ [Отраслевой стандарт 1988]. Таким образом, эта температура является некой критической температурой, при которой активизируются процессы переключения керамики ЦТС.

После окончания формирования петли диэлектрического гистерезиса температура саморазогрева выходила на насыщение (рис. 4.17, в). Дальнейшее увеличение частоты переключающего поля приводило к сокращению времени формовки петли и времени выхода температуры саморазогрева на насыщение (рис. 4.17 – 4.18, а, в, таблица 4.2). С прекращением роста температуры образца петля переставала изменяться. На частотах выше 300 Гц наблюдалось уменьшение максимальной температуры

саморазогрева (таблица 4.2) с увеличением частоты. Интересно отметить, что зависимость P_{rev} , так же, как и для CBN32 (пункт 3.1) коррелирует с зависимостью температуры саморазогрева от частоты внешнего электрического поля (рис. 4.16 – 4.21, б). При этом на частоте выше 600 Гц наблюдается значительное снижение значения переключаемой поляризации, и уменьшение площади петли (рис. 4.20 – 4.21, а, б). Максимальная по площади петля диэлектрического гистерезиса фиксировалась на частоте 220 Гц в момент резкого роста температуры (рис. 4.17, а, б, в). Интересно добавить, что зависимость температуры саморазогрева от времени выдержки в поле частотой 220 – 300 Гц (рис. 4.17 – 4.19, рис. 4.22, б), так же, как и для образца монокристалла CBN имеет два участка (пункт 3.1, рис. 3.2 – 3.5). Для более высоких частот первый участок на кривой температуры саморазогрева отсутствовал. Практически сразу после включения поля наблюдался резкий рост температуры (рис. 4.20 – 4.21).

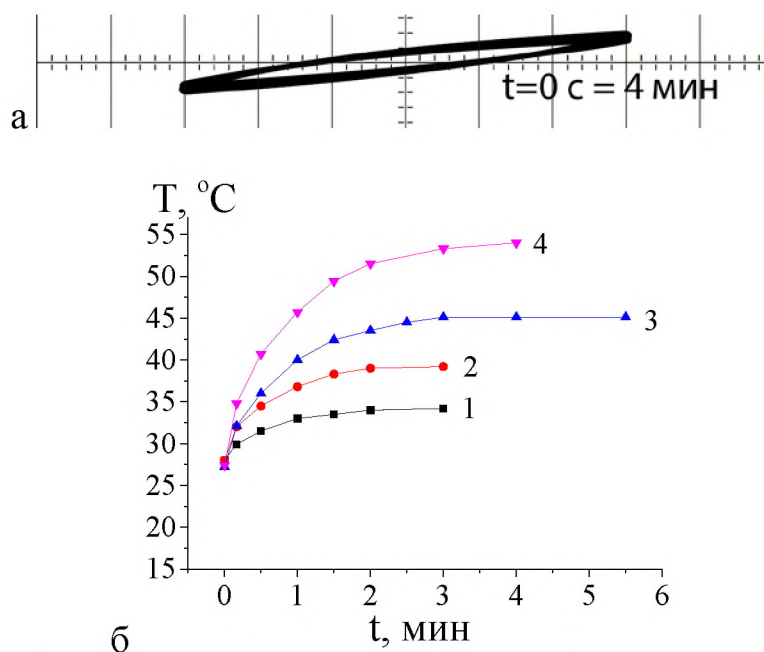


Рис. 4.15 Петли диэлектрического гистерезиса (а), зависимости температуры саморазогрева (б) от времени выдержки в синусоидальном поле $E_m = 850$ В/мм $f =$ (кривая 1 – 50 Гц, кривая 2 – 100 Гц, кривая 3 – 150 Гц, кривая 4 – 200 Гц) для образца ЦТС-19, $S = 0.25$ см². Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

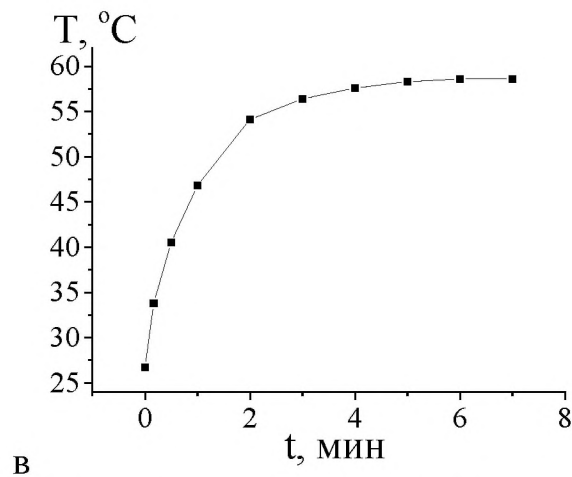
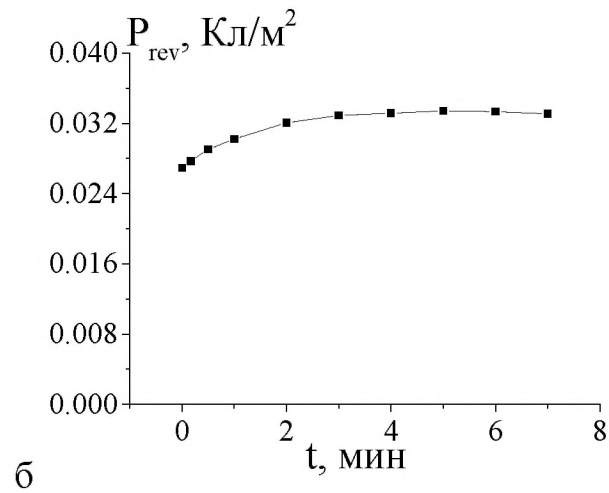
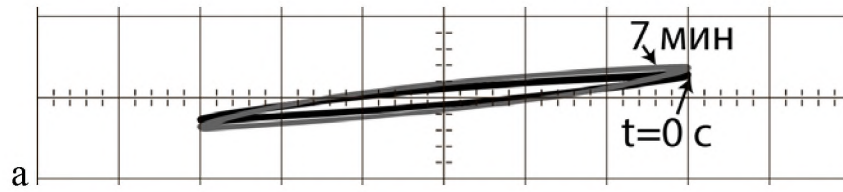


Рис. 4.16 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в синусоидальном поле $E_m = 850 \text{ В/мм}$, $f = 210 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

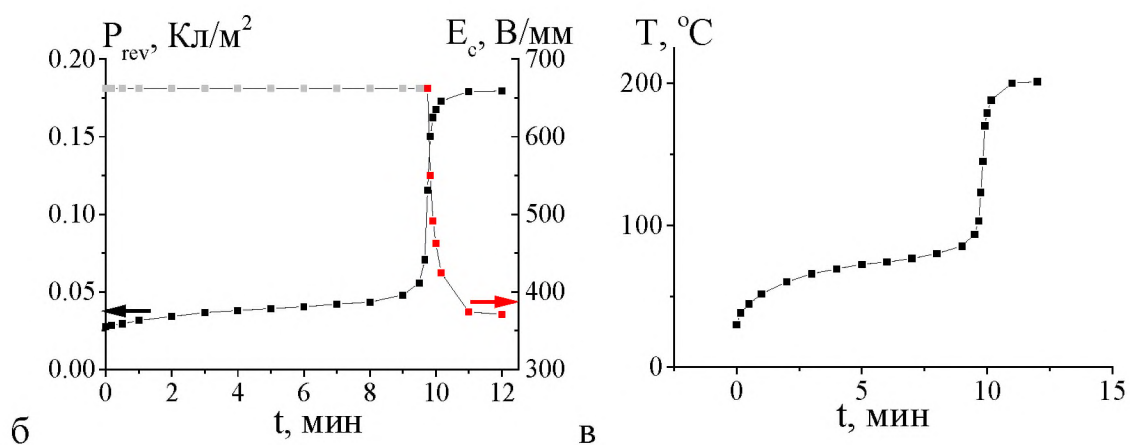
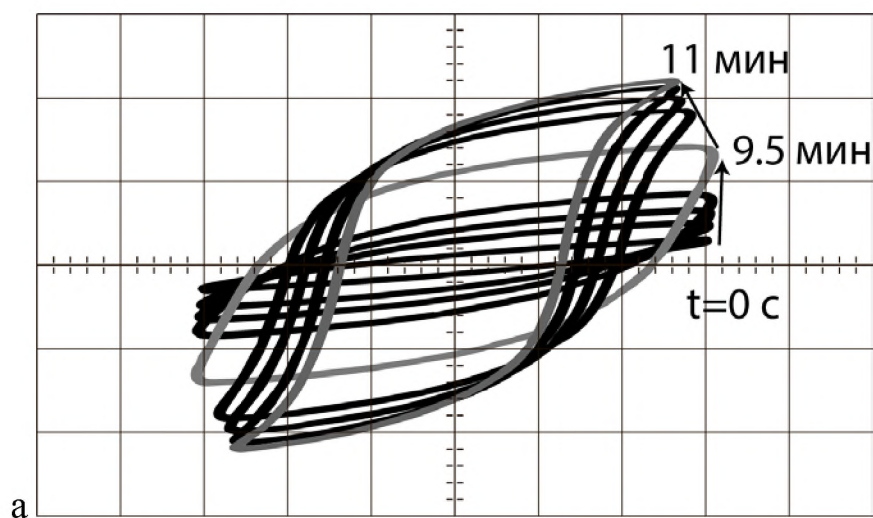


Рис. 4.17 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в синусоидальном поле $E_m = 850 \text{ В/мм}$, $f = 220 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

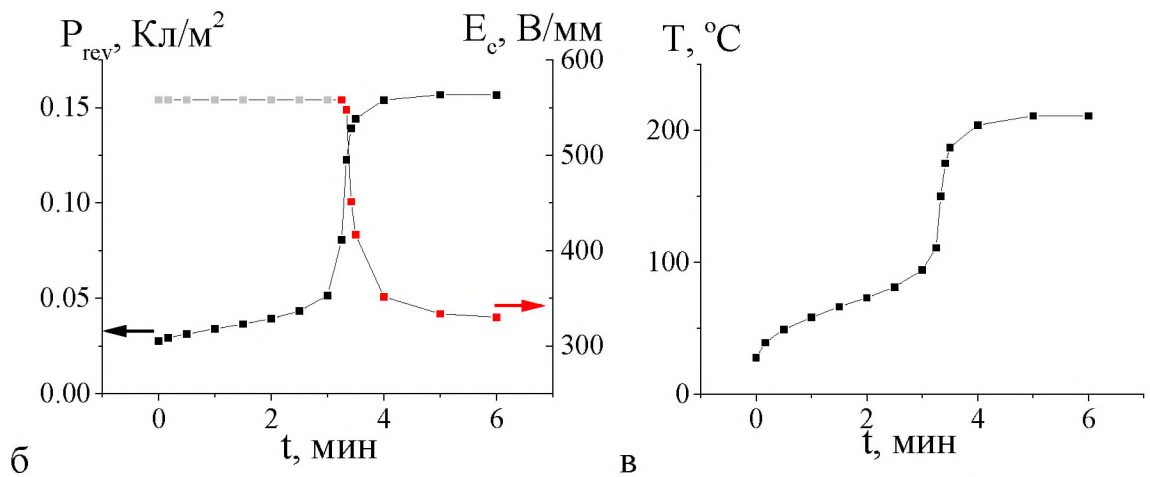
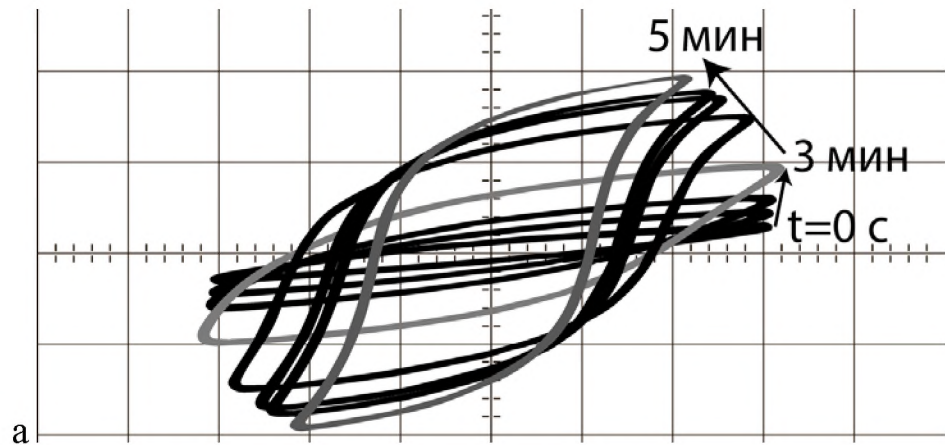


Рис. 4.18 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в синусоидальном поле $E_m = 850 \text{ В/мм}$, $f = 300 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

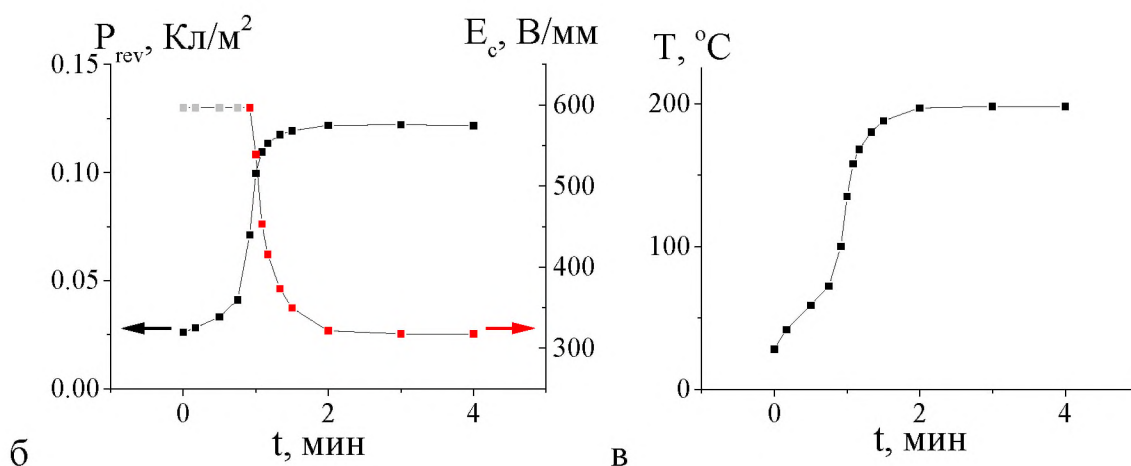
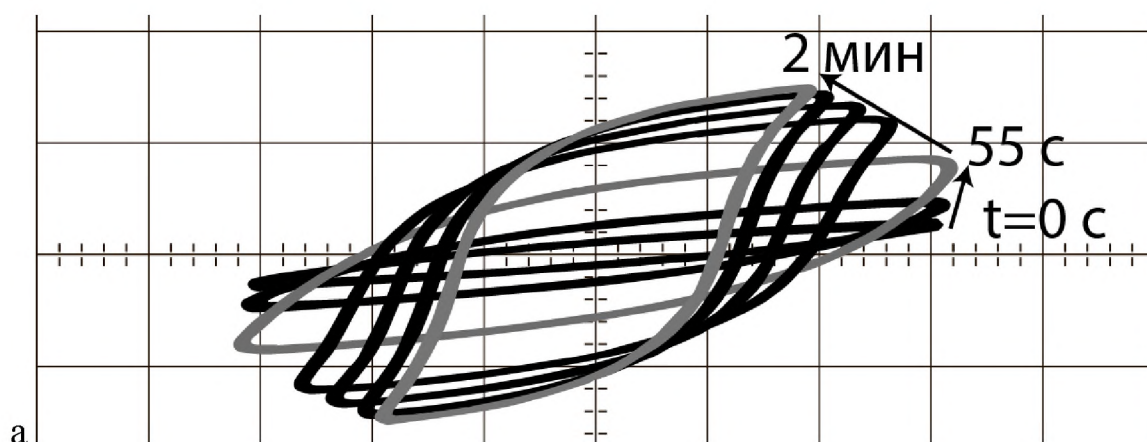


Рис. 4.19 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в синусоидальном поле $E_m = 850 \text{ В/мм}$, $f = 400 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

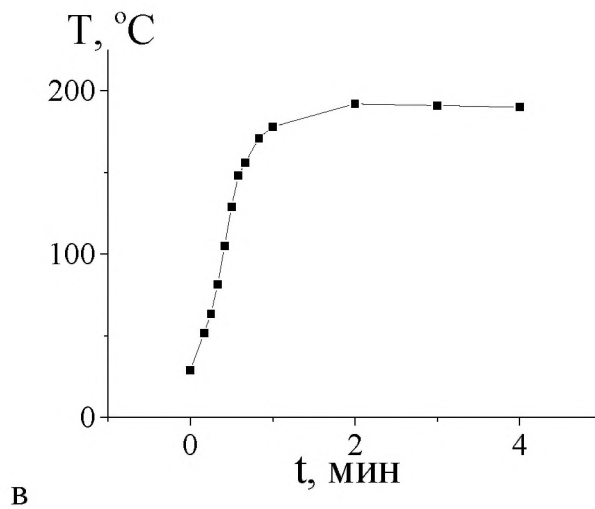
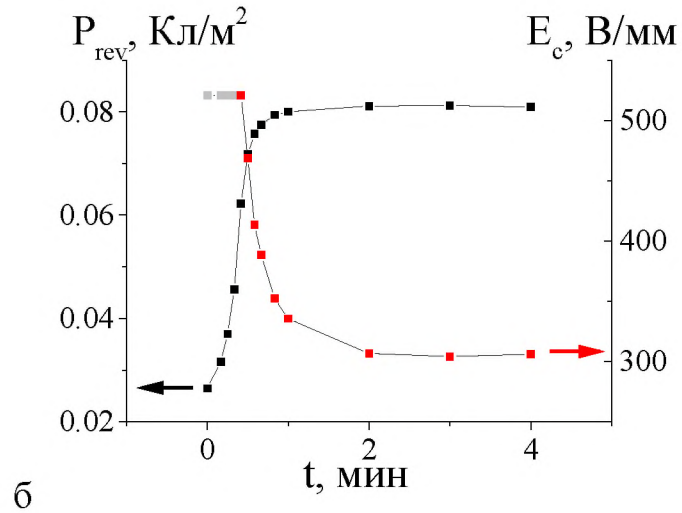
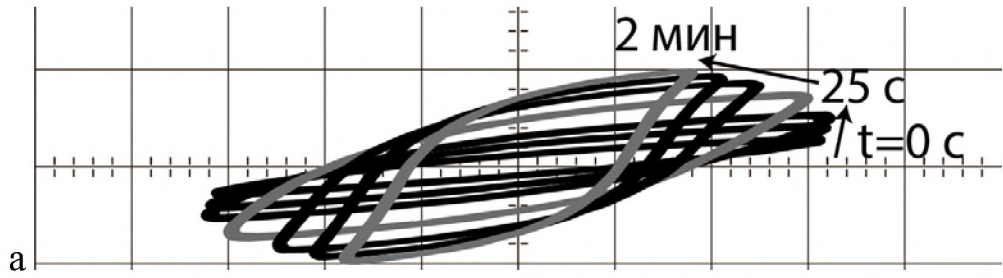


Рис. 4.20 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в синусоидальном поле $E_m = 850 \text{ В/мм}$, $f = 600 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

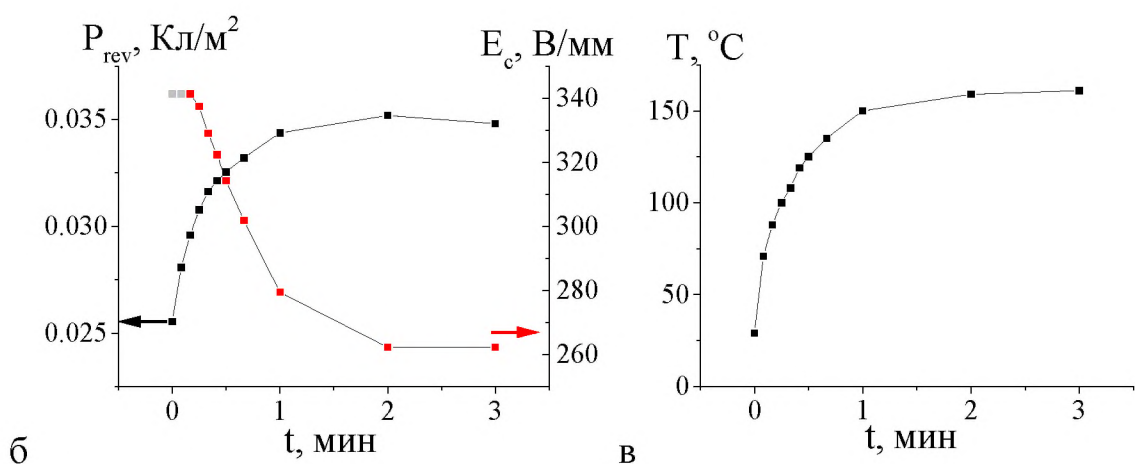
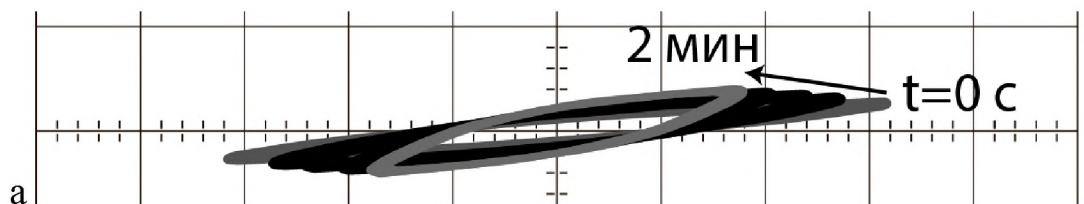


Рис. 4.21 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в синусоидальном поле $E_m = 850 \text{ В/мм}$, $f = 1500 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

Как следует из приведенных выше результатов, температура, до которой разогревался образец в процессе выдержки в электрическом поле, имеет максимальное значение в диапазоне частот 220 – 300 Гц. Для выдержки в полях этого частотного диапазона имели место максимальные по площади петли диэлектрического гистерезиса. Дальнейшее увеличение частоты электрического поля приводило к снижению максимальной температуры саморазогрева (рис. 4.22, а).

Таблица 4.2 Максимальная температура саморазогрева, время выхода температуры на насыщение, время появления полной петли и напряжение на образце в синусоидальных электрических полях

Частота поля	Максимальная температура саморазогрева	Время появления полной петли	Время выхода температуры саморазогрева на насыщение	Напряжение на образце	
				В момент включения поля	При выходе температуры на насыщение
f , Гц	T_{max} , °C	$t_{полн}$, МИН	$t_{нас}$, МИН	В	В
50	34	—	3	Равно подаваемому (850 В)	
100	39	—			
150	45	—			
200	54	—			
210	59	—	6		
220	200	9.5	11	855	760
230	200	5.5	11	860	740
240	202	5.2		860	725
250	204	5		860	720
300	210	3.3	5	865	625
400	198	1	3	870	560
500	196	0.75	2	880	540
600	190	0.6	2	890	530
800	185	0.5	2	910	510
1000	175	0.5	2	930	510
1500	160	0.5	2	900	510

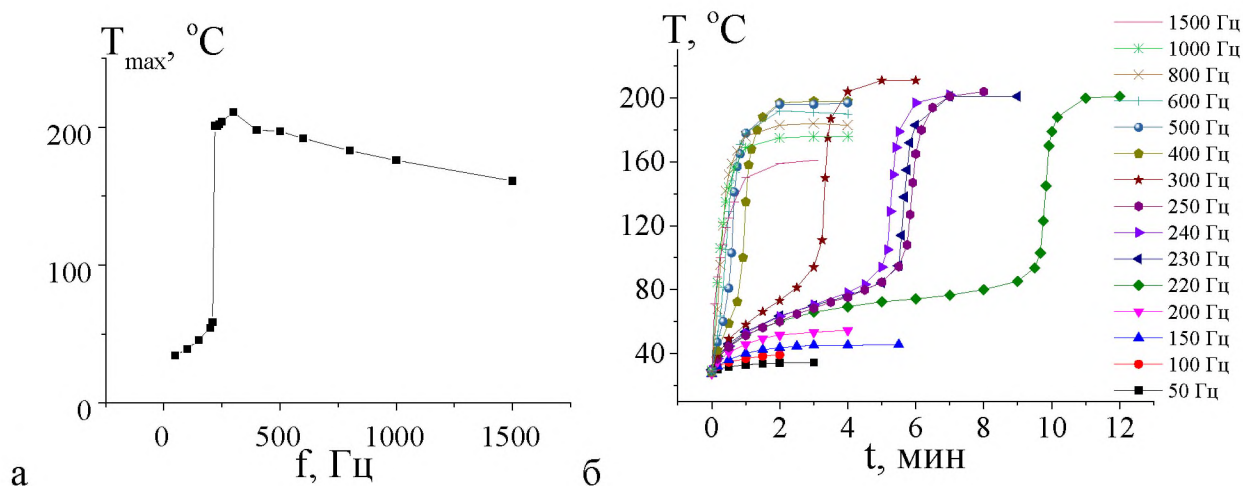


Рис. 4.22 Зависимость максимальной температуры саморазогрева образца от частоты переключающего поля (а) и временная зависимость температуры саморазогрева на разных частотах (б) при выдержке в синусоидальном поле $E_m = 850$ В/мм для образца ЦТС-19, $S = 0.25$ см²

Рисунок 4.22, б показывает зависимость температуры саморазогрева от времени для разных частот электрического поля, в котором осуществлялась выдержка образца. Видно, что при частоте менее 200 Гц присутствует только первый участок. Для диапазона частот от 220 до 300 Гц имеет место оба участка. Для частот свыше 300 Гц первый участок исчезает.

Таким образом, скорость разогрева зависит от частоты поля, в котором осуществлялась выдержка образца (рис. 4.23). Поскольку, как было показано выше, увеличение частоты поля ведет к сокращению времени формовки петель, можно предположить, что это связано с увеличением скорости саморазогрева образца. Как видно из графика скорость разогрева является линейной во всем диапазоне частот от 50 до 1500 Гц.

При увеличении частоты электрического поля, изменение переключаемой поляризации для частных петель (наблюдаемые в начальный момент подачи на образец поля) практически отсутствует, тогда как максимальные значения переключаемой поляризации (для сформированных петель гистерезиса) уменьшаются с ростом частоты (рис. 4.24). Зависимость P_{rev} (рис.4.24 в, кривая 2) коррелирует с частотной зависимостью

максимальной температуры саморазогрева (рис. 4.22, а). В начальный момент времени фиксируются только частные петли в независимости от частоты внешнего поля (рис. 4.24, а).

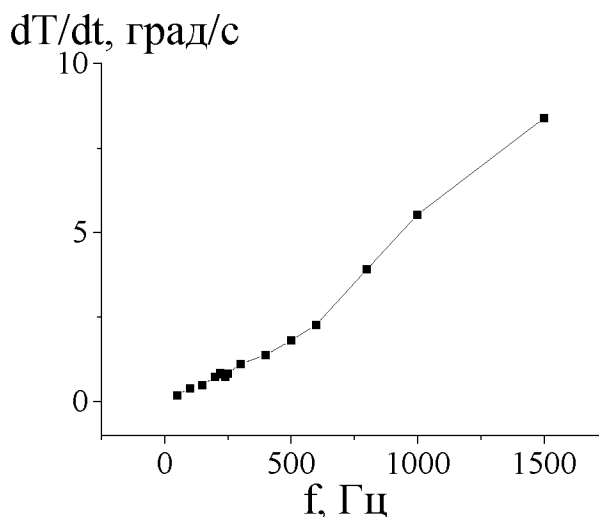


Рис. 4.23 Зависимость скорости изменения температуры саморазогрева образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в начальный момент включения от частоты поля

На временных зависимостях переключаемой поляризации (рис. 4.25, а), полученных для образца ЦТС при выдержке в электрическом поле на разных частотах так же, как и для временных зависимостей температуры саморазогрева, можно выделить два участка. Частоты, при которых наблюдаются либо только один участок, либо оба участка совпадают с частотами для временных зависимостей температуры. При этом в отличие от аналогичного графика временных зависимостей коэрцитивного поля (рис. 4.25, б) для образца монокристалла CBN (пункт 3.2, рис. 3.13.б) для керамики ЦТС имеет место только один участок. Что может быть обусловлено более резким падением коэрцитивного поля после достижения образцом критической температуры.

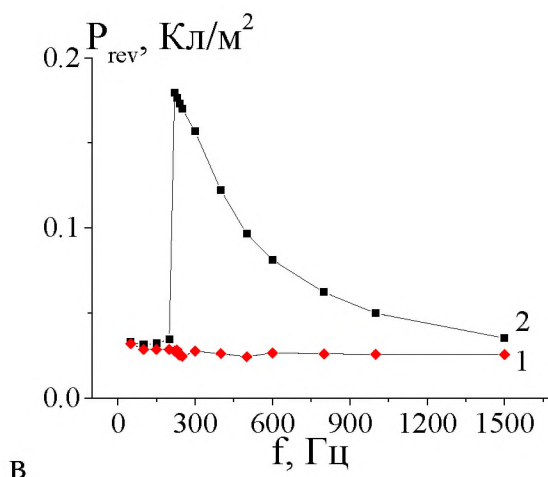
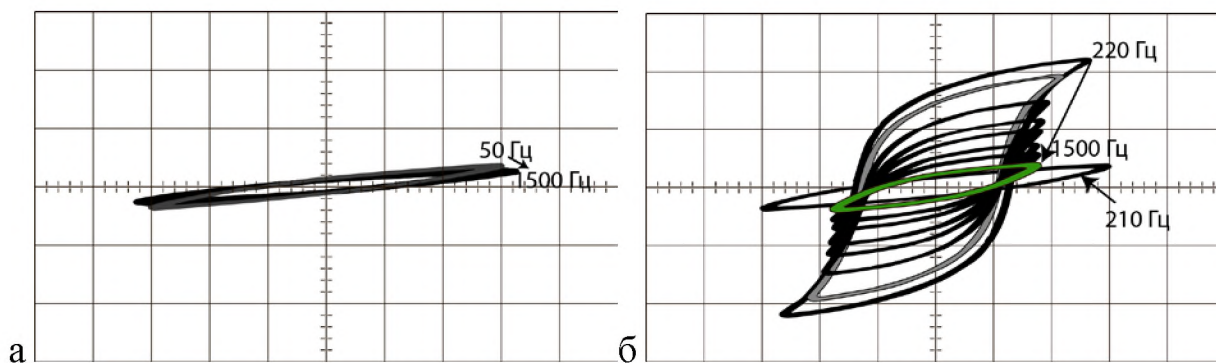


Рис. 4.24 Петли диэлектрического гистерезиса (а, б) и зависимость переключаемой поляризации от частоты (в) для образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в поле напряженностью 850 В/мм . а, в (кривая 1) – в момент подачи поля разной частоты; б, в (кривая 2) – максимальное значение

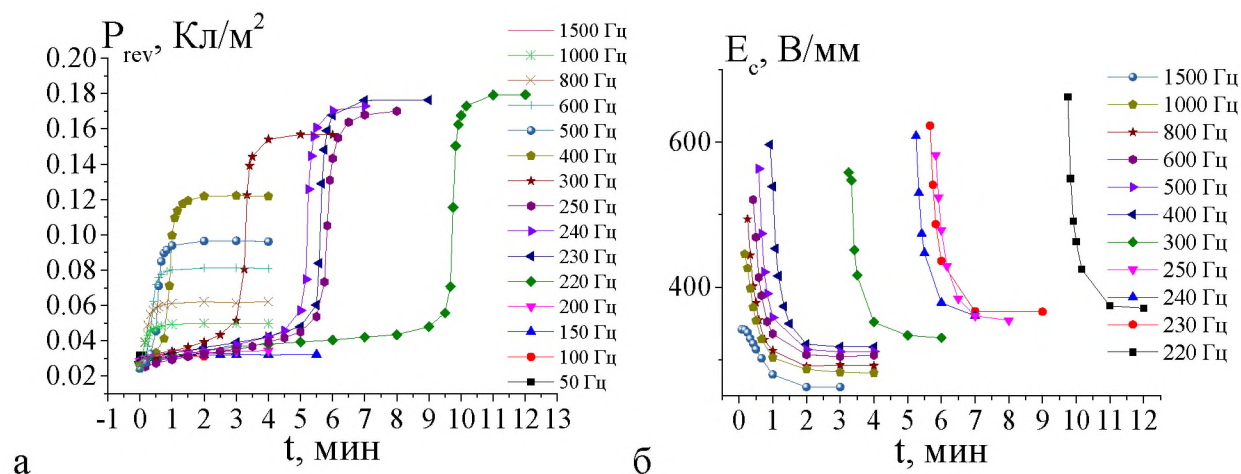


Рис. 4.25 Зависимости переключаемой поляризации (а) и коэрцитивного поля (б) от времени при выдержке образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в электрическом поле напряженностью 850 В/мм , частотой от 50 до 1500 Гц

Интересно добавить, что коэрцитивное поле падает с ростом температуры разогрева (рис. 3.14.а). При этом ход зависимостей совпадает с полученными ранее для образца ЦТС-19 в условиях обычного нагрева в термостатируемой камере (рис.4.26, б) [Малышкина2016].

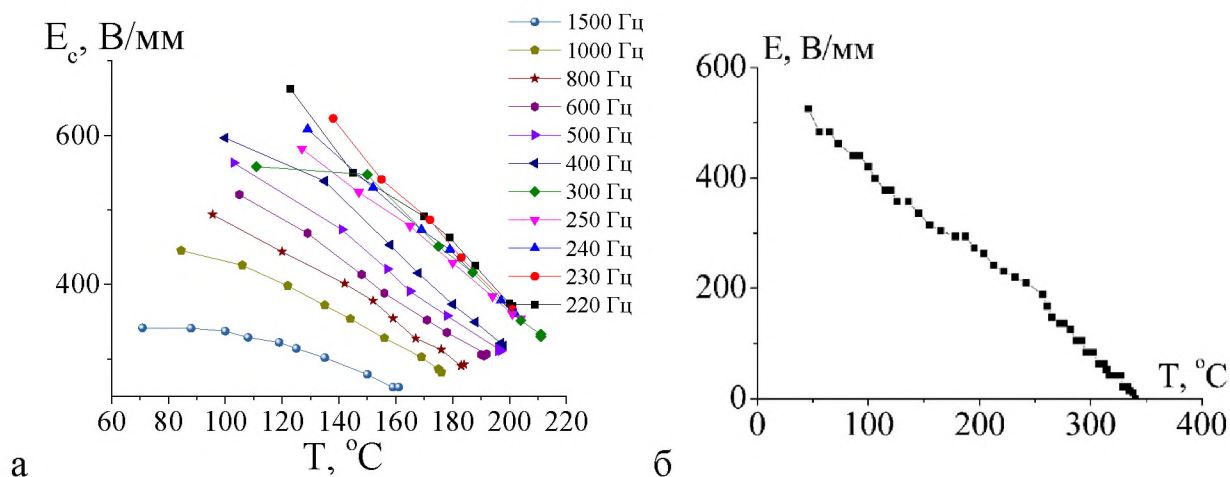


Рис. 4.26 Температурные зависимости коэрцитивного поля для образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ при саморазогреве в электрическом поле напряженностью 850 В/мм, частотой от 50 до 1500 Гц (а); в условии обычного нагрева в термостатируемой камере (б) [Малышкина2016];

Падение напряжения на образцах, разогретых до температуры более 100°C (рис. 16), обусловлено ростом проводимости образца с увеличением температуры. Изменение формы петли, имеющее место в процессе ее трансформации из частной в насыщенную аналогично наблюдаемому ранее в процессе обычного нагрева керамики ЦТС [Малышкина2016].

4.3 Процессы переключения в импульсных полях в форме меандра

Как было показано в пункте 2.1.2, при выдержке образца во внешнем электрическом поле на процессы переключения поляризации влияет амплитудное значения напряжения. Таким образом, представляло интерес проведение исследований процессов переключения в импульсных полях. В работе использовались импульсы в форме меандра. Процессы формирования петли диэлектрического гистерезиса были рассмотрены в диапазоне частот от 50 до 1500 Гц для образца площадью $S = 0.25 \text{ см}^2$. Исследования были проведены с помощью переключающих импульсов с разным значением амплитуды напряжения 850, 700 и 600 В. Соответствующие петли диэлектрического гистерезиса, а также зависимости температуры саморазогрева и переключаемой поляризации от времени выдержки представлены на рисунках 4.27 – 4.35.

Интересно отметить, что при равных амплитудах подаваемого на образец напряжения, в импульсных полях минимальная частота, на которой температура достигала критического значения достаточного для трансформации петли в полную (таблица 4.3), оказывалась меньше чем при выдержке образцов в синусоидальном поле (таблица 4.2). При воздействии на образец прямоугольных импульсов, напряжение в процессе всего времени воздействия остается постоянным и равно максимальному значению, тогда как в синусоидальном поле максимальное напряжение воздействующего на образец поля достигается только в короткий интервал времени (рис. 4.36). Таким образом, уменьшение минимальной (критической) частоты электрического поля, достаточного для трансформации петли в насыщенную, по всей видимости, связано с тем, что время воздействия на образец максимального напряжения τ оказывает значительное влияние на процессы переключения при прочих равных условиях. В импульсных полях, также, как и в синусоидальном поле, наблюдалось уменьшение переключаемой поляризации с ростом частоты поля при частотах выше критической частоты

(рис. 4.28 – 4.33, рис. 4.34, б – ж, рис. 4.35, б – д). Вид зависимостей температуры саморазогрева от времени (рис. 4.28 – 4.33, в) в данном случае также аналогичен соответствующим зависимостям, имеющим место для синусоидального поля (рис. 4.17 – 4.21, в).

Таблица 4.3 Максимальная температура саморазогрева, время выхода температуры на насыщение и время появления полной петли при выдержке в поле прямоугольных импульсов. $E = 850$ В/мм

Частота подаваемого поля	Максимальная температура саморазогрева	Время появления полной петли	Время выхода температуры саморазогрева на насыщение
f , Гц	T_{max} , °С	$t_{полн}$, МИН	$t_{нас}$, МИН
50	40	–	5
100	60	–	5
140	70	–	5
150	200	3	5
160	208	6.5	8
180	212	3.75	5
200	218	2.5	3.5
300	222	0.8	2
400	215	0.5	2
500	210	0.3	2
600	217	0.3	2
800	208	0.3	2
1000	194	0.3	2
1500	175	0.3	2

Уменьшение амплитуды импульсов переключающего поля приводит к увеличению критической частоты (таблица 4.4 – 4.5) необходимой для трансформации петли в насыщенную. Если для поля с напряженностью 850 В/мм критическая частота составляла 150 Гц (таблица 4.3, рис. 4.28, а), то для полей 700 В/мм – 360 Гц (таблица 4.4, рис. 4.34, б) и 600 В/мм – 630 Гц (таблица 4.5, рис. 4.35, б).

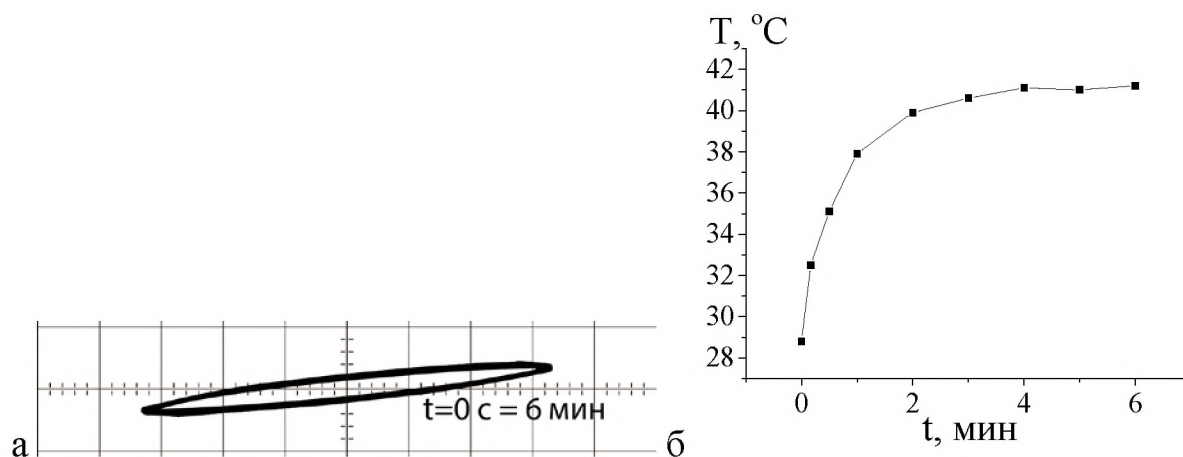


Рис. 4.27 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимость температуры саморазогрева (б) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 50 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

Таблица 4.4 Максимальная температура саморазогрева, время выхода температуры на насыщение и время появления полной петли при выдержке в поле прямоугольных импульсов. $E = 700 \text{ В/мм}$

Частота подаваемого поля	Максимальная температура саморазогрева	Время появления полной петли	Время выхода температуры саморазогрева на насыщение
$f, \text{ Гц}$	$T_{max}, \text{ }^\circ\text{C}$	$t_{полн}, \text{ МИН}$	$t_{нас}, \text{ МИН}$
50	32	–	5
200	54	–	5
300	68	–	5
350	84	–	9
360	210	4.3	7
380	210	3.4	6.25
400	210	4.3	6
500	210	1.5	4
600	210	1.2	3
800	202	1	3
1000	196	1	2
1500	185	1	2

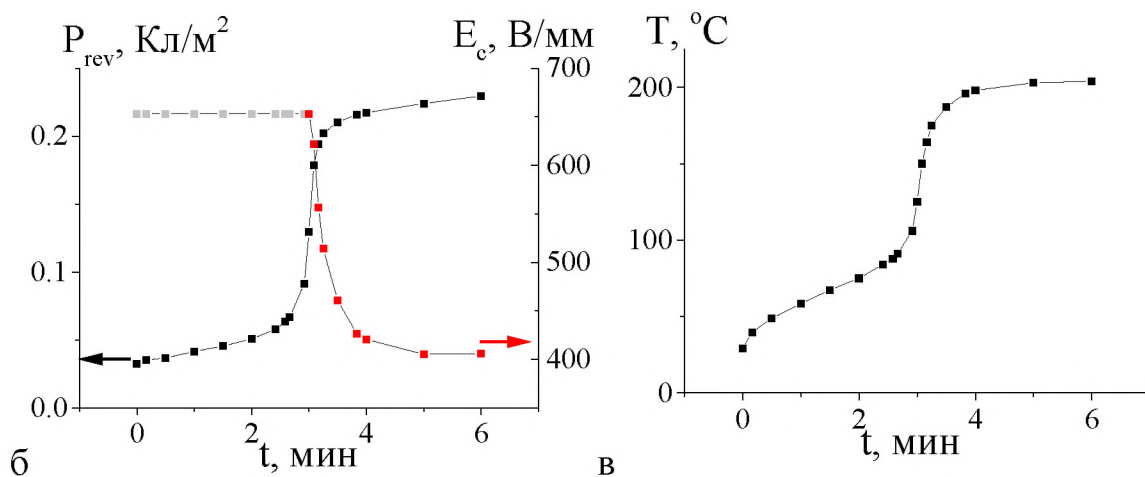
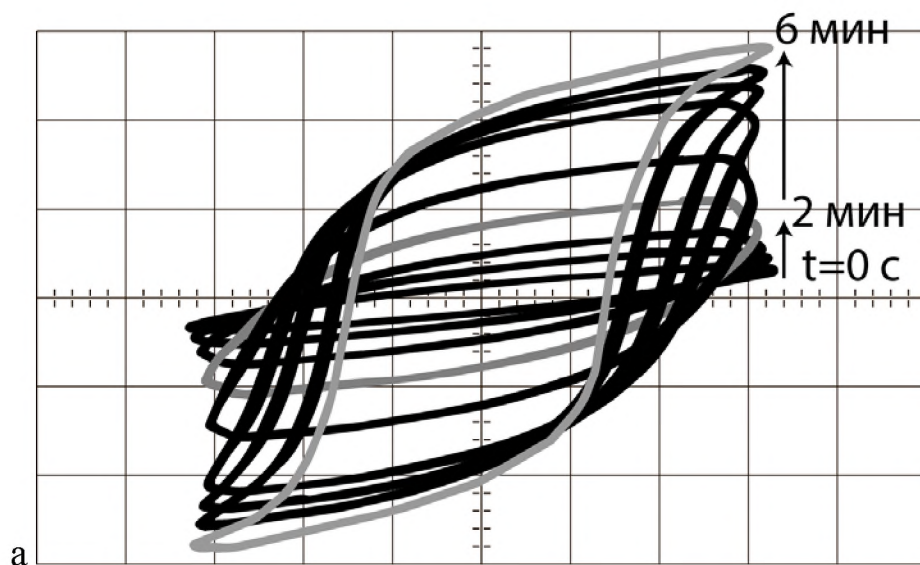


Рис. 4.28 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 150 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

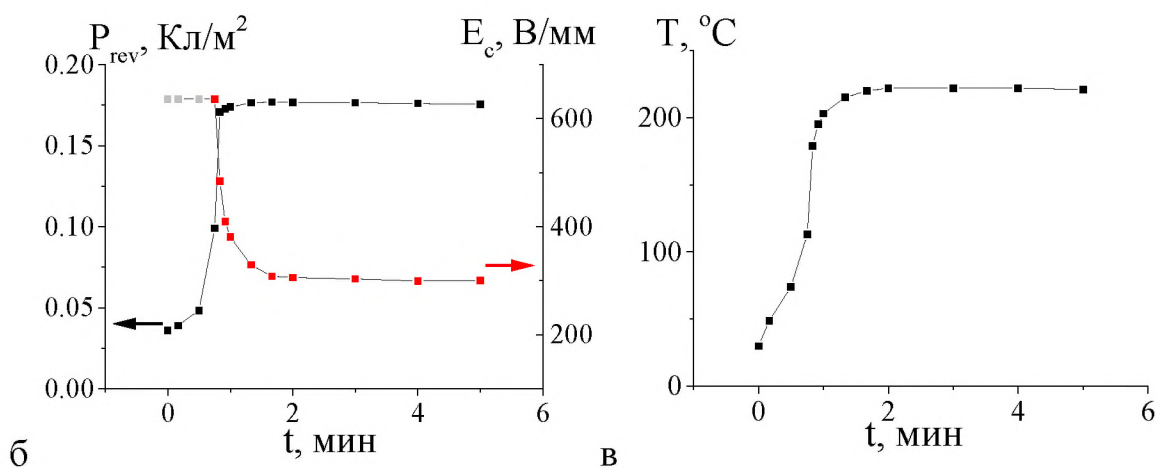
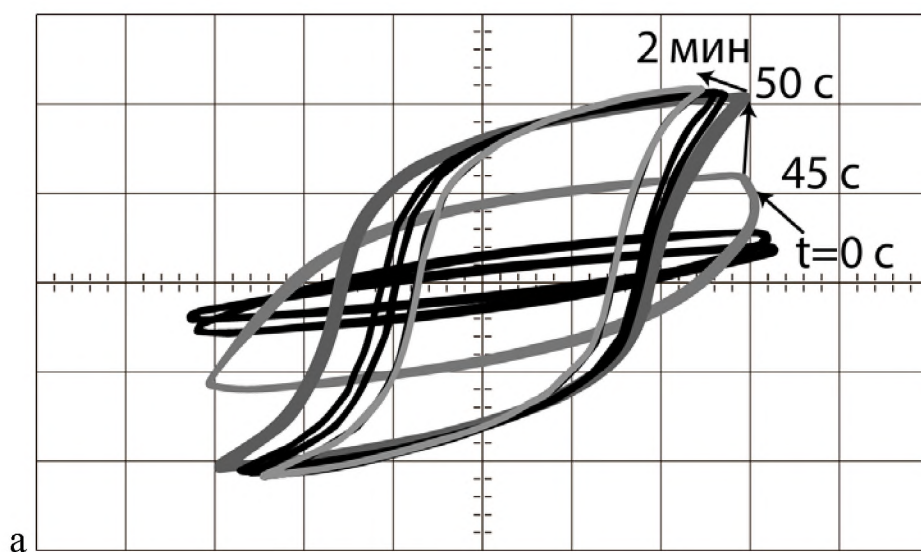


Рис. 4.29 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 300 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

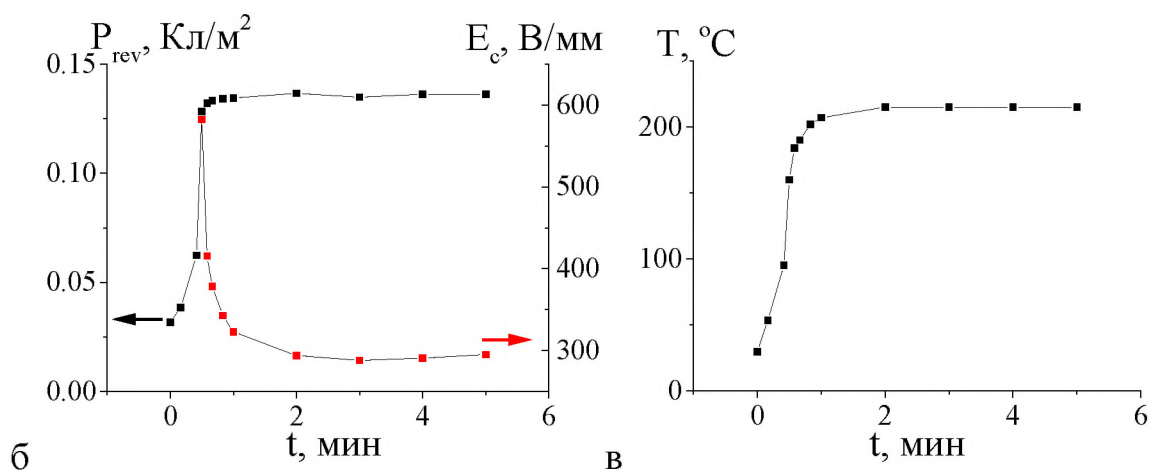
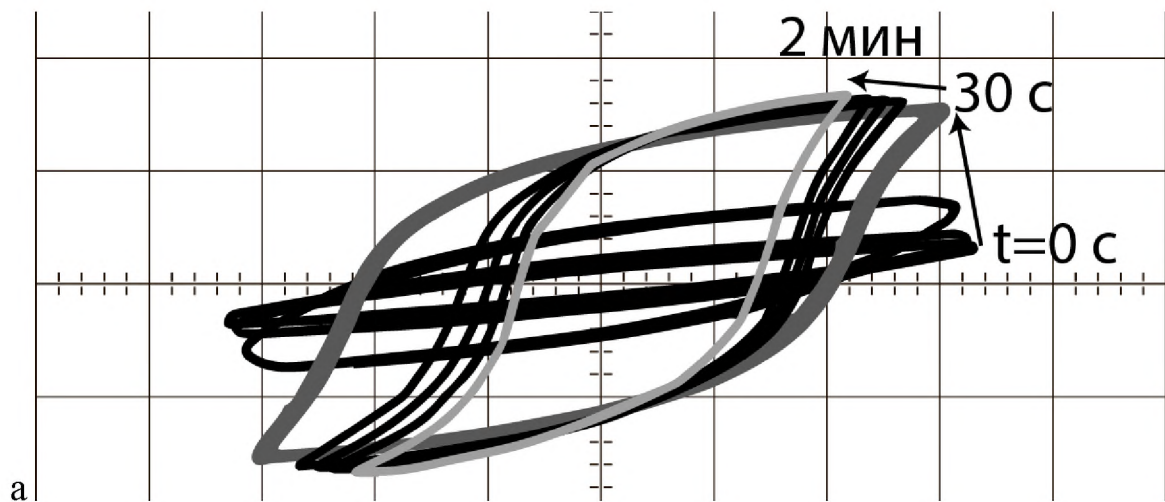


Рис. 4.30 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 400 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

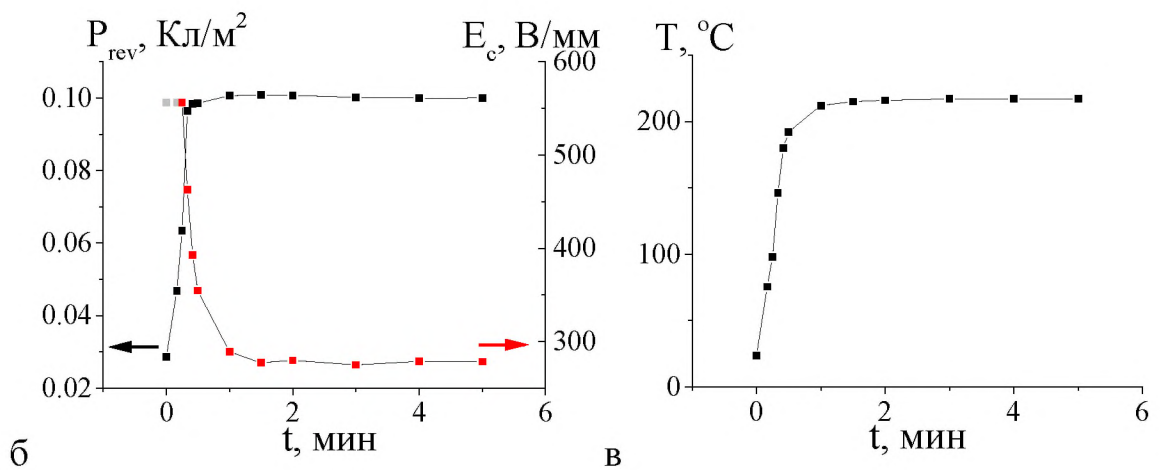
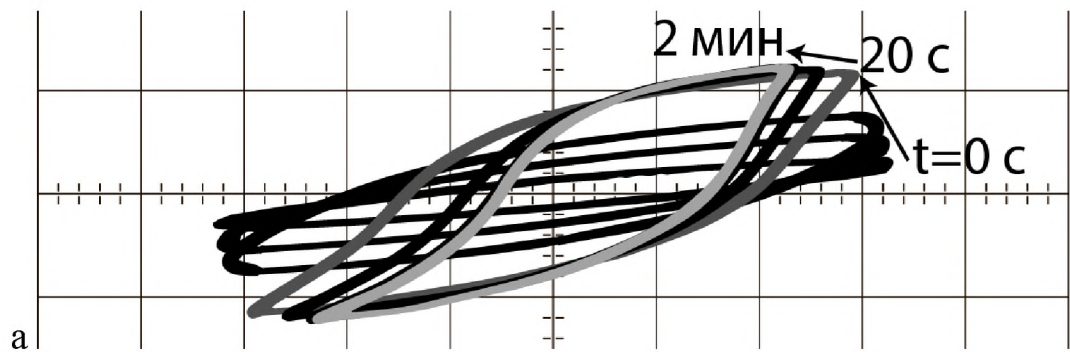


Рис. 4.31 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 600 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

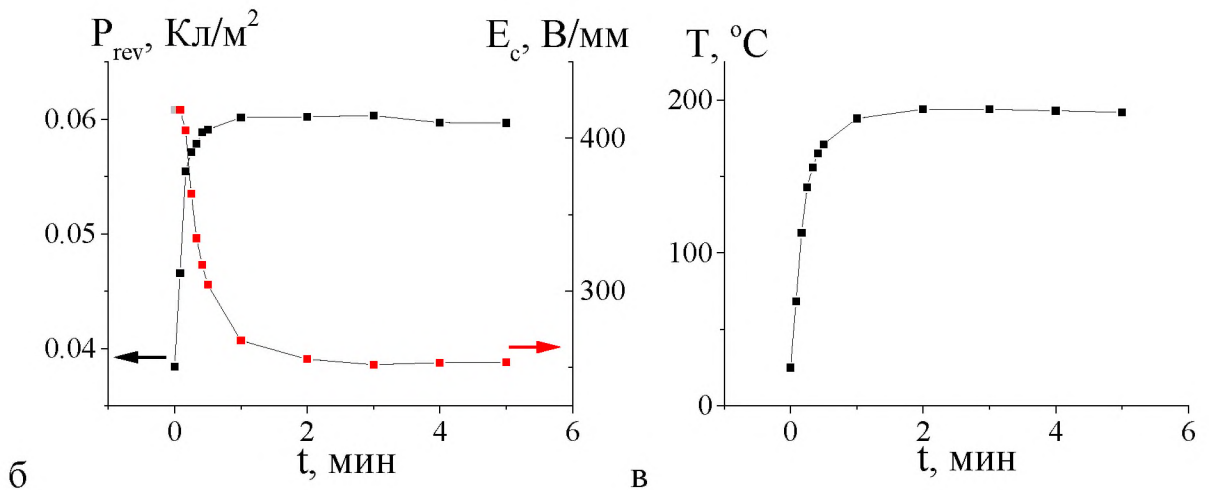
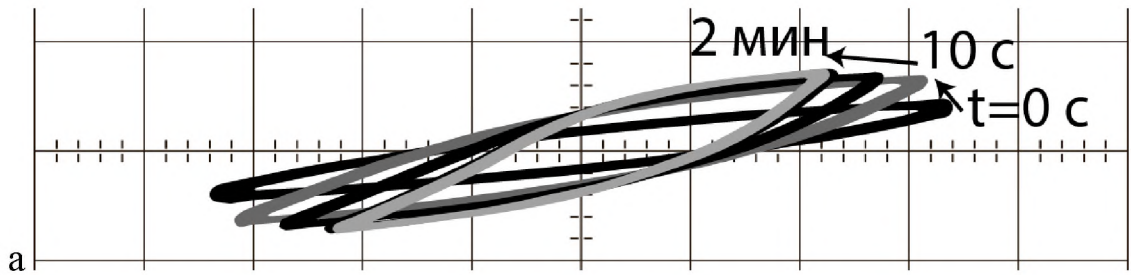


Рис. 4.32 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 1000 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

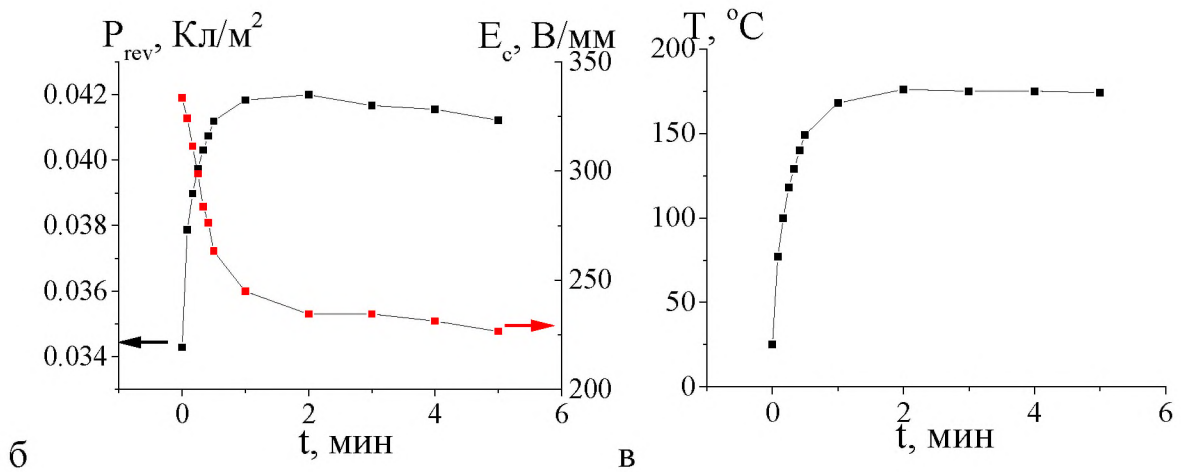
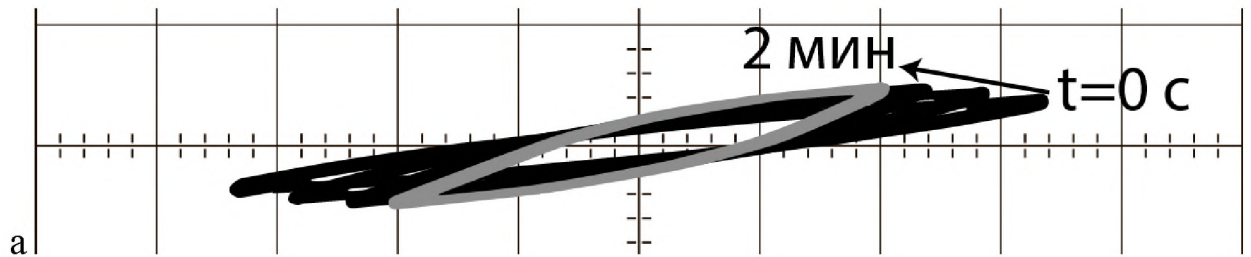


Рис. 4.33 Петля диэлектрического гистерезиса (а); зависимости переключаемой поляризации и коэрцитивного поля (б) и температуры саморазогрева (в) от времени выдержки образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в импульсных полях в форме меандра $E = 850 \text{ В/мм}$, $f = 1500 \text{ Гц}$. Масштаб по оси ОХ: 280 В/дел, ОУ: 2 В/дел

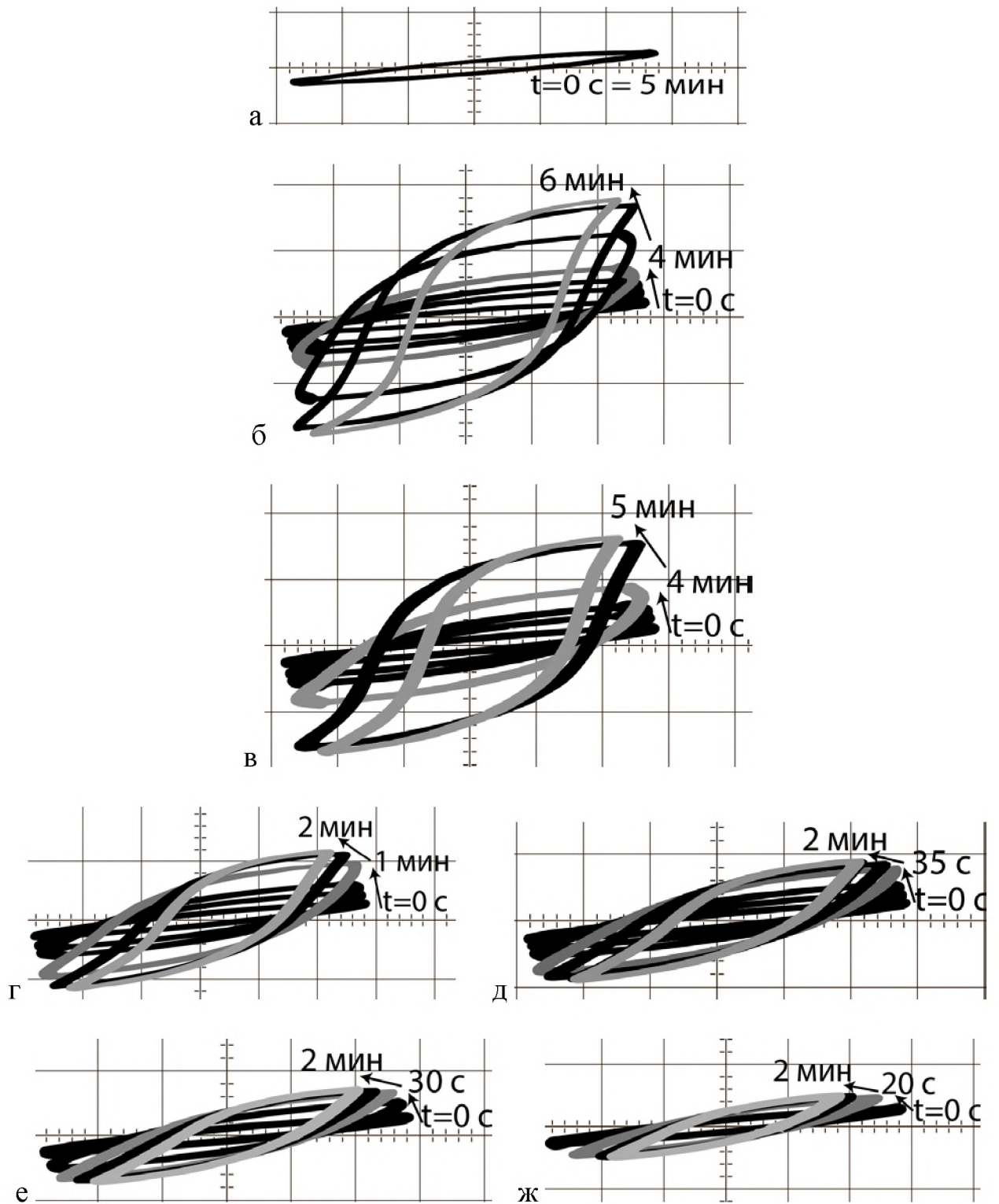


Рис. 4.34 Петли диэлектрического гистерезиса, полученные при выдержке в поле прямоугольных импульсов $E = 700$ В/мм $f =$ (а – 50 Гц, б – 360 Гц, в – 400 Гц, г – 600 Гц, д – 800 Гц, е – 1000 Гц, ж – 1500 Гц) для образца ЦТС-19, $S = 0.25$ см². Масштаб по оси ОХ: 300 В/дел, ОУ: 2 В/дел

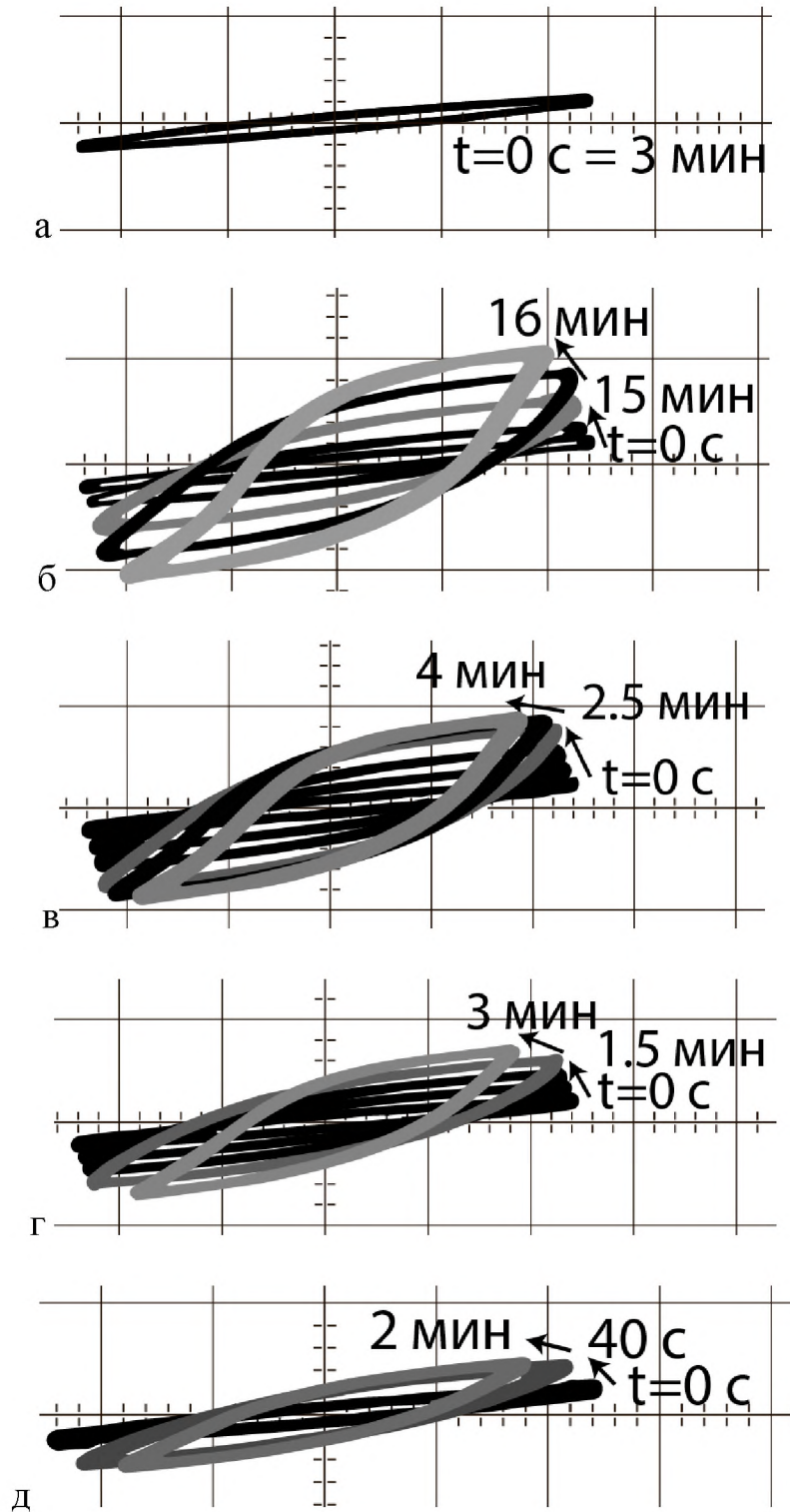


Рис. 4.35 Петли диэлектрического гистерезиса, полученные при выдержке в поле прямоугольных импульсов $E = 600$ В/мм $f =$ (а – 50 Гц, б – 630 Гц, в – 800 Гц, г – 1000 Гц, д – 1500 Гц) для образца ЦТС-19, $S = 0.25$ см². Масштаб по оси ОХ: 300 В/дел, ОУ: 2 В/дел

Таблица 4.5 Максимальная температура саморазогрева, время выхода температуры на насыщение и время появления полной петли при выдержке в поле прямоугольных импульсов. $E = 600$ В/мм

Частота подаваемого поля	Максимальная температура саморазогрева	Время появления полной петли	Время выхода температуры саморазогрева на насыщение
f , Гц	T_{max} , °C	$t_{полн}$, МИН	$t_{нас}$, МИН
50	27	–	3
100	30	–	3
200	37	–	3
300	44	–	4
400	53	–	5
550	72	–	6
570	74	–	7
590	78	–	7
600	80	–	8
620	90	–	14
630	204	–	18
650	217	7.8	9
700	214	4.5	6
800	209	2.5	4
1000	200	1.5	3
1500	180	1	2

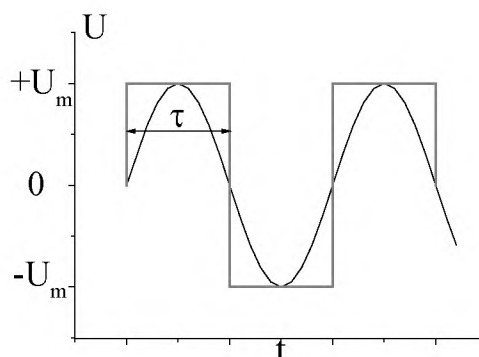


Рис. 4.36 Сравнение времени воздействия синусоидального напряжения, и импульсов в форме меандра

ГЛАВА 5 ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1 Анализ дисперсии процессов переключения

В результате проведенного цикла экспериментов по исследованию процессов переключения монокристаллов CBN и пьезокерамики ЦТС было установлено, что для всех исследуемых материалов имеет место одинаковое поведение петель диэлектрического гистерезиса в зависимости от частоты электрического поля, в котором осуществлялась выдержка образцов (CBN – рис. 3.12, б; ЦТС – 4.24, б, рис. 5.1). Так, во всех случаях, имеется критическая частота, ниже которой наблюдаются только частные петли диэлектрического гистерезиса. При выдержке образцов в электрическом поле на критической частоте образец разогревался до температуры, достаточной для формовки петли. Дальнейшее увеличение частоты электрического поля приводило к уменьшению площади петли и значения переключаемой поляризации. При этом значение критической частоты в общем случае зависит от материала, его геометрических размеров, амплитуды и формы переключающего импульса. Соответствующие значения критической частоты приведены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 Значения критической частоты

Образец	Параметры переключающего электрического поля		
	Форма	Амплитуда, В	Критическая частота, Гц
CBN32	Синусоидальная	1270	120
ЦТС-19	Синусоидальная	850	220
	Меандр	850	150
		700	360
		600	630

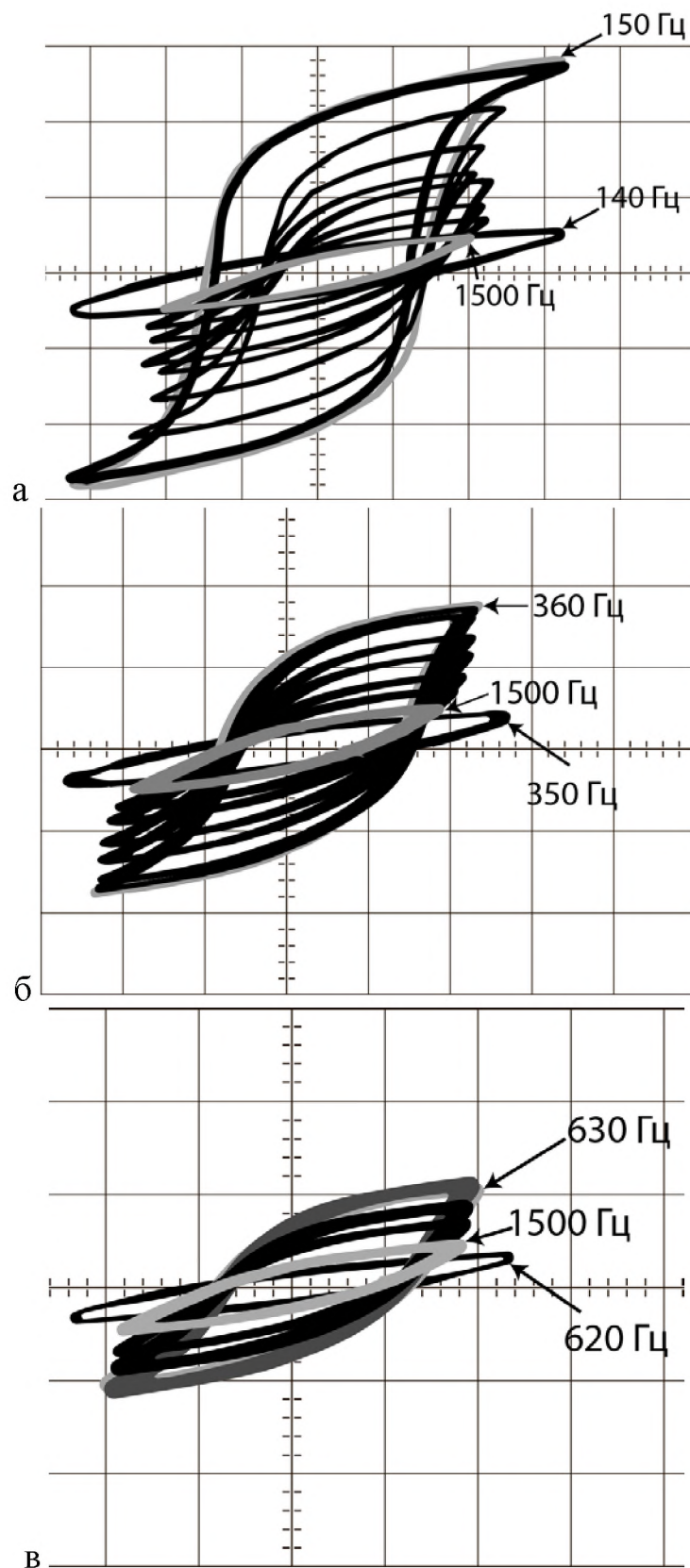


Рис. 5.1 Насыщенные петли диэлектрического гистерезиса для образца ЦТС-19 в импульсных полях в форме меандра. $E = (а - 850 \text{ В/мм}, б - 700 \text{ В/мм}, в - 600 \text{ В/мм})$. $S = 0.25 \text{ см}^2$

В общем случае величина переключаемой поляризации в переменных электрических полях зависит не только от величины поля, но и от его частоты (рис. 3.12, б, рис. 4.24, б, рис. 5.1 – 5.4). Ход частотной зависимости переключаемой поляризации аналогичен зависимости температуры, до которой разогревался образец, от частоты поля (рис. 5.2 – 5.4). При этом характерной особенностью поведения переключаемой поляризации при выдержке образцов в переменных полях разных частот является наличие трех областей. Данная особенность проявляется как для разных материалов (рис. 5.2 и рис 5.3), так и для разных форм переключающего импульса (рис. 5.3 – синусоидальное напряжение; рис. 5.4 – меандр).

Первой области на зависимости переключаемой поляризации от частоты электрического поля соответствует линейный рост переключаемой поляризации за счет саморазогрева образца с увеличением частоты поля. В этом интервале частот наблюдаются только частные петли диэлектрического гистерезиса.

Вторая область соответствует наибольшим температурам саморазогрева. В этом случае имеет место уменьшение коэрцитивного поля за счет увеличения температуры образца, что приводит к трансформации петли в полную. Переключаемая поляризация имеет максимальное значение для данной величины электрического поля.

Третья область характеризуется экспоненциальным спадом переключаемой поляризации с увеличением частоты. Подобное поведение можно объяснить следующим образом. При увеличении частоты электрического поля время его воздействия на образец в течении одного полупериода уменьшается. Поскольку согласно теории Мерца [Merz1954] для переключения образца необходимо определенное время, то уменьшение времени воздействия и есть та причина, которая приводит к уменьшению значения переключаемой поляризации. Одновременно происходит снижение температуры саморазогрева.

Уменьшение переключаемой поляризации с ростом частоты электрического поля, согласно общей принятой теории процессов переключения сегнетоэлектриков [Рудяк1986, Иона1965, Барфут1980], обусловлено выключением из процессов переключения отдельных областей образца. Тот факт, что уменьшение переключаемого объема образца приводит к уменьшению температуры разогрева, свидетельствует о том, что основной причиной саморазогрева образца во внешнем переменном электрическом поле являются колебания диполей под действием переменного электрического поля в процессе переключения поляризации. Это подтверждают полученные ранее [Мальшикина2015] результаты для кристаллов SBN, согласно которым разогрев образца имеет место только в переменных полях, при которых наблюдаются частные петли гистерезиса (т.е. при наличии процессов переключения).

Интересно отметить, что при прочих равных условиях, как видно из рисунков 5.3 – 5.4 и таблицы 5.1, критическая частота для синусоидального поля оказывается выше, чем для меандра (рис. 5.5, кривые 1, 2). При переключении образца в электрическом поле с импульсами в форме меандра (рис. 5.5, кривая 2) значение переключаемой поляризации при прочих равных условиях было больше, чем в синусоидальных полях (рис. 5.5, кривая 1).

Уменьшение амплитудного значения напряжения меандра приводит к раскрытию петель при более высоких частотах (рис. 5.5, кривые 2, 3, 4). При этом важно отметить, что на частотах, при которых имеют место насыщенные петли гистерезиса, максимальное значение переключаемой поляризации не зависит от амплитуды прикладываемого к образцам напряжения. Уменьшение амплитуды переключающего поля ведет к смещению средней области, соответствующей максимальным значениям переключаемой поляризации (и соответственно максимальным температурам саморазогрева), в сторону более высоких частот (рис. 5.4). Таким образом, после формовки петли ход частотной зависимости переключаемой

поляризации не зависит от величины переключающего поля (рис. 5.5, кривые 2 – 4).

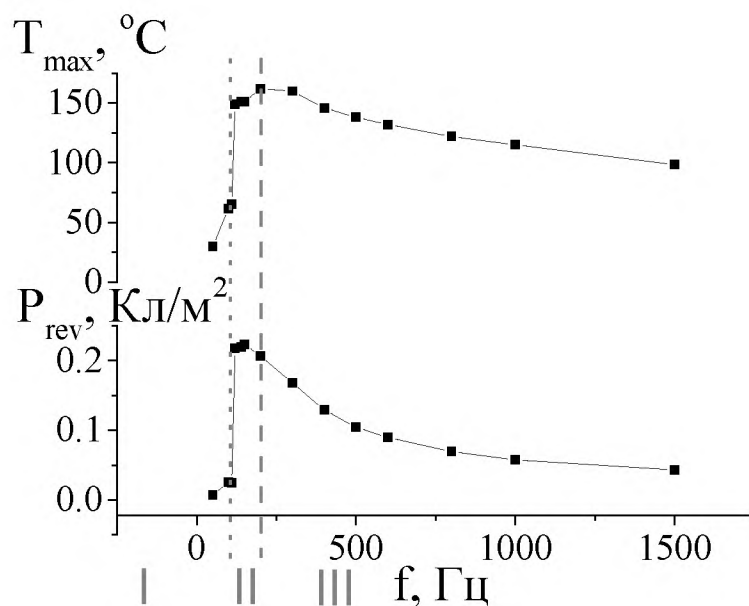


Рис. 5.2 Наличие областей на частотной зависимости переключаемой поляризации, коррелирующей с максимальной температурой при выдержке в синусоидальном поле с амплитудой 1270 В/мм в диапазоне частот от 50 до 1500 Гц для образца CBN32

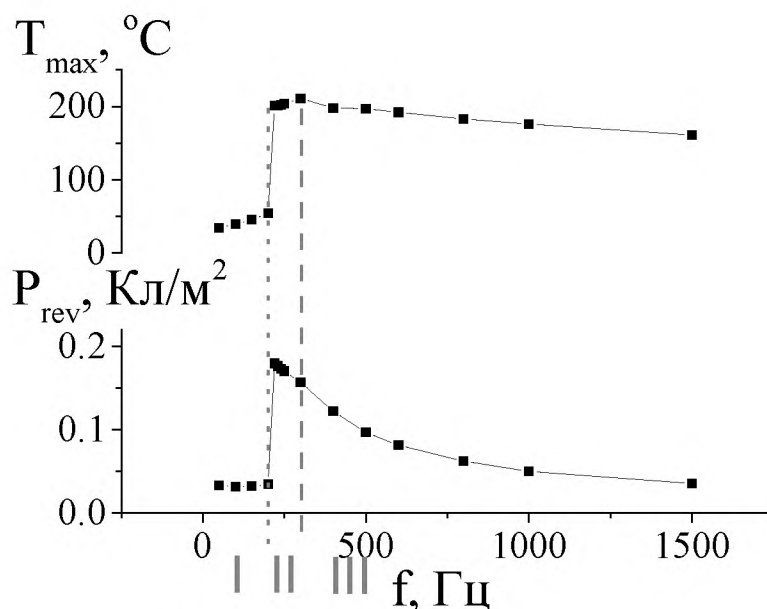
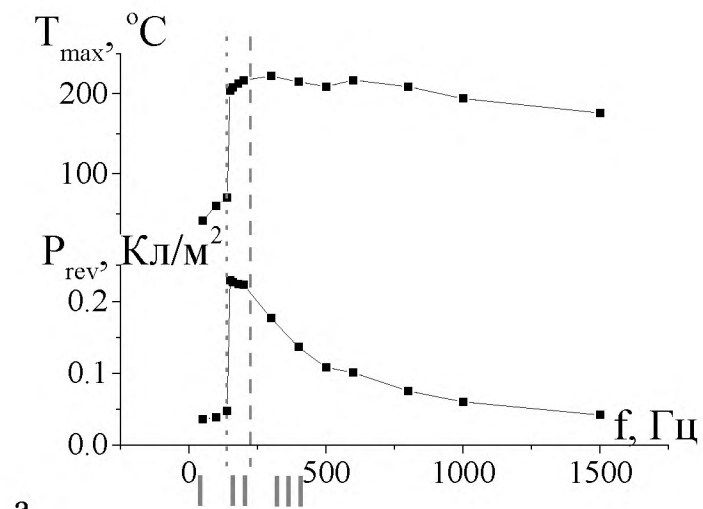
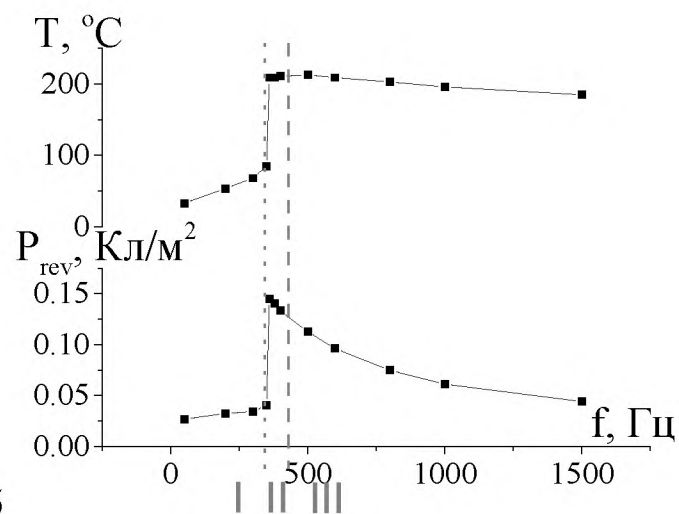


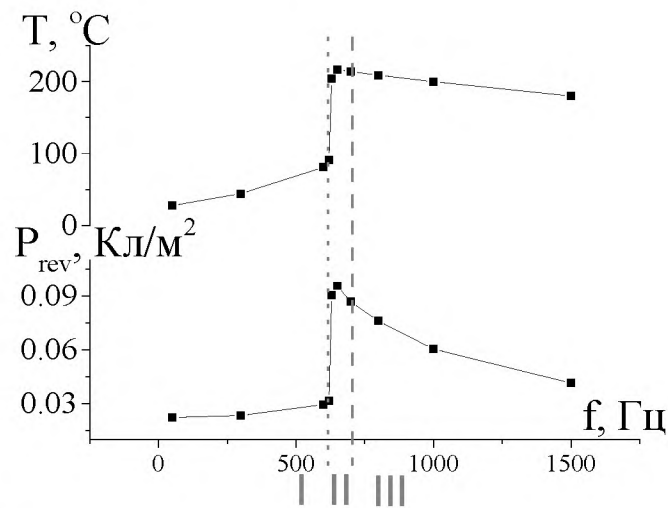
Рис. 5.3 Наличие областей на частотной зависимости переключаемой поляризации, коррелирующей с максимальной температурой при выдержке в синусоидальном поле с амплитудой 850 В/мм в диапазоне частот от 50 до 1500 Гц для образца ЦТС-19, S = 0.25 см².



а



б



в

Рис. 5.4 Наличие областей на частотной зависимости переключаемой поляризации, коррелирующей с максимальной температурой при выдержке в импульсных полях в форме меандра амплитудой 850 В/мм (а), 700 В/мм (б) и 600 В/мм (в) в диапазоне частот от 50 до 1500 Гц для образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$.

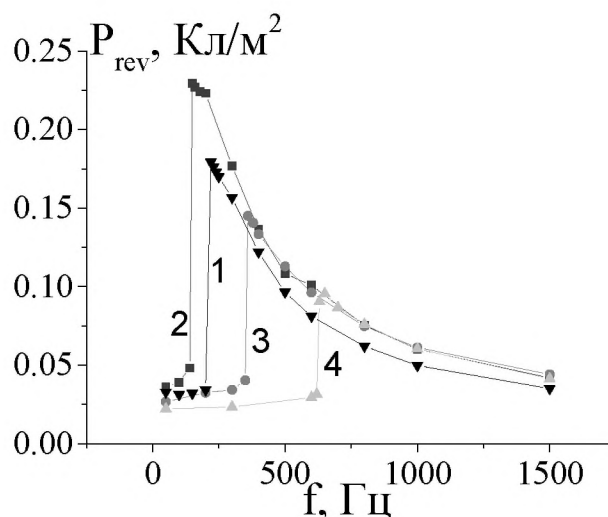


Рис. 5.5 Частотные зависимости переключаемой поляризации для всех представленных в работе образцов и условий выдержки

Интересно отметить, что при исследовании образца ЦТС-19 в синусоидальном поле разной амплитуды на одной частоте (50 Гц) наблюдался линейный рост переключаемой поляризации. Температура саморазогрева выходит на насыщение и начиная с поля 1300 В/мм практически не зависит от напряженности внешнего электрического поля (рис. 5.6).

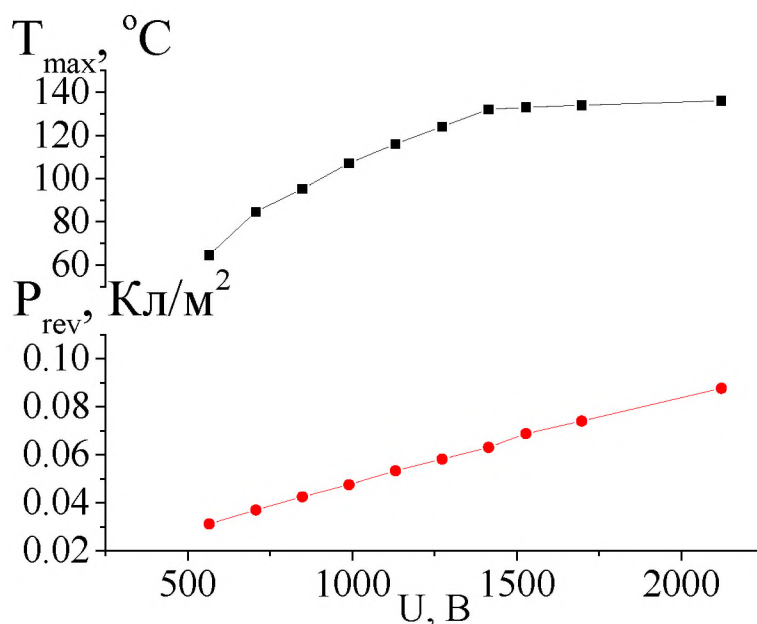


Рис. 5.6 Полевые зависимости максимальной температуры и переключаемой поляризации для образца ЦТС-19, $S=4.9 \text{ см}^2$.

5.2 Анализ механизмов саморазогрева

Рассмотрение возможных причин саморазогрева сводится к изучению механизмов диэлектрических потерь, которые определяются площадью петли диэлектрического гистерезиса. Исходя из общих физических принципов, они могут быть описаны следующим образом [Иона1965, Барфут1980, Лайнс1981, Струков1995, Смоленский1985, Рез1989]:

$$EP = \frac{UQ}{dS} = \frac{UIt}{V} = \frac{Wt}{V} = \frac{W}{Vf} = \frac{Q_v}{f}, \quad (5.1)$$

где E – напряженность подаваемого на образец электрического поля; P – поляризация, рассчитанная по петле диэлектрического гистерезиса; U – напряжение, подаваемое на образец; d – толщина образца; Q – заряд; S – площадь образца; f – частота переменного поля, в котором проводились измерения петли диэлектрического гистерезиса; I – ток переключения, протекающий за время одного цикла ($t=1/f$); V – объём образца. Величина $Q_v = EPf$ есть мощность, рассеиваемая единицей объема образца [Вт/м³]. По сути это та энергия, которая приводит к увеличению температуры образца.

Таким образом, температура, с одной стороны, должна увеличиваться с ростом частоты, что, как видно имеет место до определенных частот, и, в частности, отмечалось авторами [Zhang1995]. Но, с другой стороны, согласно представленным в главе 3 и 4 экспериментальным результатам, температура саморазогрева начинает уменьшаться в электрических полях, частота которых выше критической. Данный факт обусловлен уменьшением переключаемой поляризации в полях высоких частот, поскольку отдельные области образца выключаются из процессов переключения [Барфут1980, Рез1989]. Данный факт в работе [Zhang1995] не учитывался.

Поскольку в ряде работ показано, что релаксация поляризации осуществляется по экспоненциальному закону $\Delta P \sim \exp(-t/\tau)$, где τ – время релаксации [Барфут1980, Иона1965, Рудяк1986], то логично предположить, что наблюдаемый в эксперименте спад поляризации с ростом частоты (рис. 5.7 – 5.9) тоже должен происходить по экспоненте. При этом, как отмечено в

литературе [Барфут1980], приложение синусоидального поля приводит к прекращению процессов переключения поляризации на частотах выше некоторой области характеристических частот.

Аппроксимация экспериментальных результатов в программе Mathcad14 показала, что уменьшение переключаемой поляризации с ростом частоты (3 область, рис.5.2 – 5.4) происходит по экспоненциальному закону. На основе экспериментальных данных была проведена количественная оценка параметров процессов переключения поляризации с использованием экспоненциальной регрессии в пакете Mathcad14 в основе, которой положено следующее аналитическое выражение [Дьяконов2004]

$$f(x) = a \exp(-bx) + c. \quad (5.2)$$

Применительно к нашему случаю выражение (5.2) можно интерпретировать как

$$P(f) = P_s \cdot \exp(-f \cdot \tau) + P_{irr}, \quad (5.3)$$

где f – частота электрического поля; P_s – максимально возможное значение переключаемой поляризации, которое может быть получено при выдержке образца в данном поле; P_{irr} – непереключаемая составляющая поляризации [Smith2001]; τ – постоянная времени, характеризующая экспоненциальный спад величины переключаемой поляризации.

Согласно работам Мерца [Merz1954] полное переключение сегнетоэлектрического кристалла происходит, только если воздействие электрического поля длится дольше определенного времени t_{cr} . В связи с этим постоянную времени можно интерпретировать как $\tau = t_{cr} = T/2 = 1/2f_{cr}$, где f_{cr} – максимальная частота, при которой в данном поле возможно полное переключение образца. Применительно к полученным нами экспериментальным результатам (глава 3, 4 пункт 3.1 – 3.2, пункт 4.1 – 4.2) это есть критическая частота, при которой поляризация достигает максимального значения.

5.2.1. Монокристаллы CBN32

Как было показано в главе 3 (рис. 3, б, в) для монокристаллов CBN32 при переключении в электрических полях на частотах выше критических, величина переключаемой поляризации (P_{rev}) уменьшается с ростом частоты поля. Сравнение экспериментальных результатов (кривая 1) с расчетной зависимостью (кривая 2), полученной с использованием выражения (5.2), представлено на рисунке 5.7. Видно, что уменьшение величины переключаемой поляризации с ростом частоты поля действительно происходит по экспоненциальному закону.

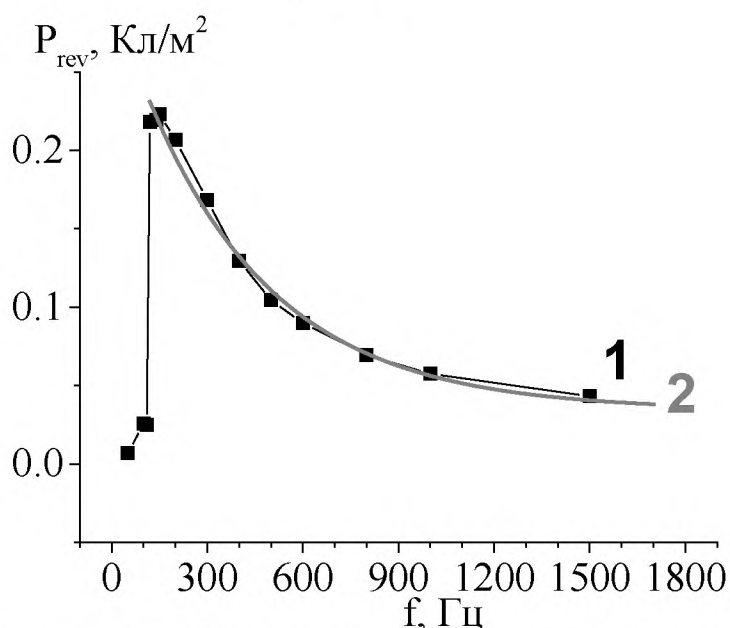


Рис. 5.7 Зависимость переключаемой поляризации сформированной петли диэлектрического гистерезиса монокристалла CBN32 от частоты поля переключения. Кривая 1 – эксперимент, 2 – расчет. $E_m = 1270$ В/мм.

Программа Mathcad позволяет определить численные значения параметров, содержащихся в уравнении 5.3. Соответствующие численные значения для CBN32 полученные с коэффициентом корреляции 0.995 представлены в таблице 5.2.

По значению τ , полученному в результате аппроксимации, была рассчитана критическая частота для CBN32, которая для синусоидального электрического поля 1270 В/мм должна составлять 200 Гц. При этом, согласно экспериментам (глава 3 пункт 3.1 – 3.2) данная величина составила

120 Гц. Разница между рассчитанной и полученной экспериментально частотой может быть связана с тем, что теоретическое значение получено для образца, разогретого до температур выше 70°C, при которых величина коэрцитивного поля CBN32 значительно уменьшается.

Таблица 5.2 Коэффициенты уравнения (5.3) для монокристалла CBN32

Коэффициент	Значение
P_s , Кл/м ²	0.26±0.01
$P_{ит}$, Кл/м ²	0.03±0.005
τ , 10 ⁻³ с	2.5±0.01

Максимальное значение P_{rev} , наблюдаемое в эксперименте, составляет 0.84· P_s . Естественно предположить, что у кристалла CBN32, как и родственного ему материала SBN, в объеме образца существуют отдельные непереключаемые области [Гладких2002].

5.2.2 Керамика ЦТС

Ход зависимости переключаемой поляризации от частоты внешнего электрического поля для образца пьезокерамики ЦТС-19 (рис. 5.8, кривая 1) не отличается от наблюдаемой для образца монокристалла CBN32 (рис. 5.7). Аппроксимация экспериментальных данных по формуле 5.2 дает хорошее согласие с экспериментом как для случая синусоидальных электрических полей (рис. 5.8, кривая 2), так и для импульсных полей в форме меандра (рис. 5.9, кривая 4). Численные значения для образца ЦТС-19 полученные для синусоидального поля амплитудой 850 В/мм и импульсных полей в форме меандра представлены в таблицах 5.3 и 5.4 соответственно.

Таблица 5.3 Коэффициенты уравнения (5.3) для пьезокерамики ЦТС-19

Поле	P_s , Кл/м ²	$P_{ит}$, Кл/м ²	τ , 10 ⁻³ с
Синусоидальное	0.28±0.01	0.03±0.005	2.83±0.01
Меандр	0.29±0.01	0.04±0.005	2.62±0.01

Отношение максимального теоретического значения переключаемой поляризации для керамики ЦТС-19 в синусоидальном поле амплитудой 850 В/мм к максимальному значению P_{rev} , наблюдаемому в эксперименте, составляет $0.64 \cdot P_s$.

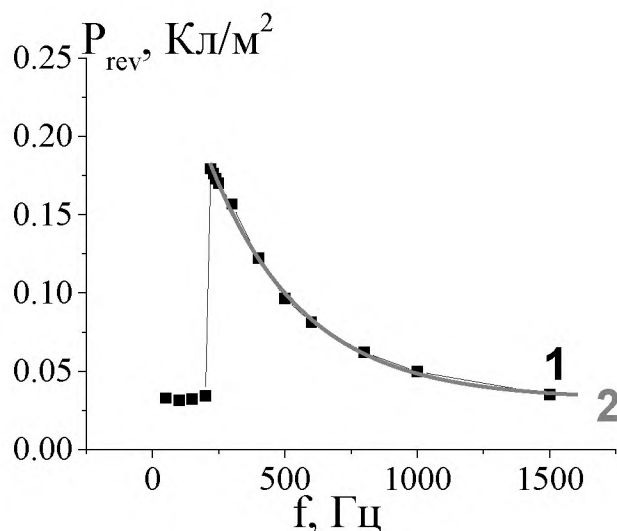


Рис. 5.8 Зависимость переключаемой поляризации сформированной петли диэлектрического гистерезиса керамики ЦТС-19 от частоты поля переключения. Кривая 1 – эксперимент, 2 – расчет. $S=0.25 \text{ см}^2$ при выдержке в синусоидальном поле амплитудой 850 В/мм.

Из графика для переключаемой поляризации при выдержке образца в прямоугольном поле видно, что кривая, полученная аналитическим методом, полностью согласуется с полученными экспериментальными данными для всех исследуемых амплитуд электрического поля. Таким образом, несмотря на то, что критическая частота определяется амплитудой электрического поля, значение переключаемой поляризации при частотах поля выше критической не зависят от амплитуды переключающего электрического поля. Результаты, полученные для образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ представлены в таблице 5.3.

Как следует из представленных результатов, значение P_{rev} для частот выше критических не зависит от амплитуды внешнего электрического поля, но при этом максимальное значение P_{rev} , наблюдаемое в эксперименте, для

разных амплитуд полей различно. Так для поля 850 В/мм переключаемая поляризация составляет $0.77 \cdot P_s$, 700 В/мм – $0.49 \cdot P_s$ и 600 В/мм – $0.32 \cdot P_s$. Таким образом, значение максимально возможной и экспериментально наблюдаемой переключаемой поляризации для синусоидального поля (рис. 5.8, таблица 5.3) оказывается ниже, чем аналогичное значение для импульсных полей в форме меандра при прочих равных условиях.

Сравнение процессов переключения для керамик ЦТС-19 (рис.4.5) и ЦТССт-3 (рис. 5.10), имеющих близкий состав, но разный размер зерен [Пугачев2014] (рис. 5.11) показало, что в одинаковых по величине полях керамика ЦТССт-3 имеет более высокую температуру саморозогрева (рис. 5.12), по сравнению с образцом ЦТС-19 (рис.4.11). Если для материала ЦТС-19 рост максимальной температуры саморозогрева сохраняется вплоть до поля с напряженностью 2100 В/мм (рис. 4.11), то для керамики ЦТССт-3 разница в разогреве образца отсутствует уже в полях 1130 и 1400 В/мм (рис. 5.12).

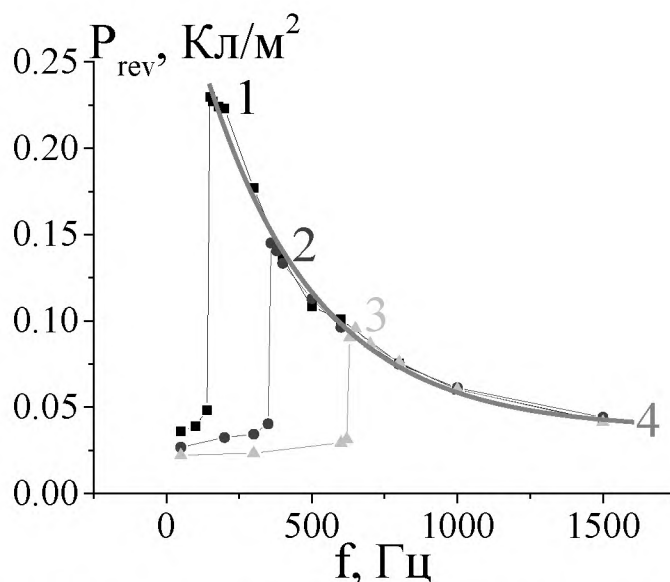


Рис. 5.9 Зависимость переключаемой поляризации сформированной петли от частоты поля переключения (кривые 1-3 – эксперимент, 4 – расчет) для образца ЦТС-19, $S=0.25 \text{ см}^2$ при выдержке в импульсных полях в форме меандра амплитудой 850 В/мм (кривая 1), 700 В/мм (кривая 2), 600 В/мм (кривая 3).

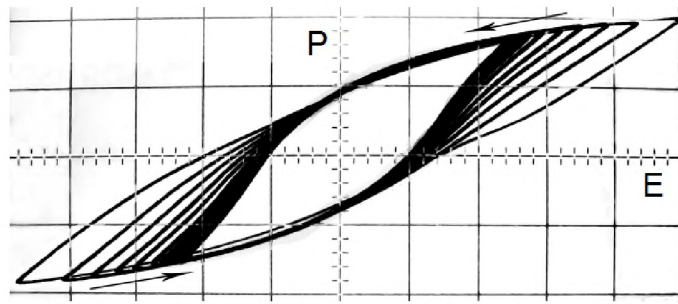


Рис. 5.10. Петли диэлектрического гистерезиса, полученные для образца ЦТССт-3. Стрелками указано направление изменения во времени. в синусоидальном поле $E_m = 1130$ В/мм. $f = 50$ Гц. $S = 4.9$ см². Масштаб по оси ОХ: 420 В/дел, ОУ: 20 В/дел

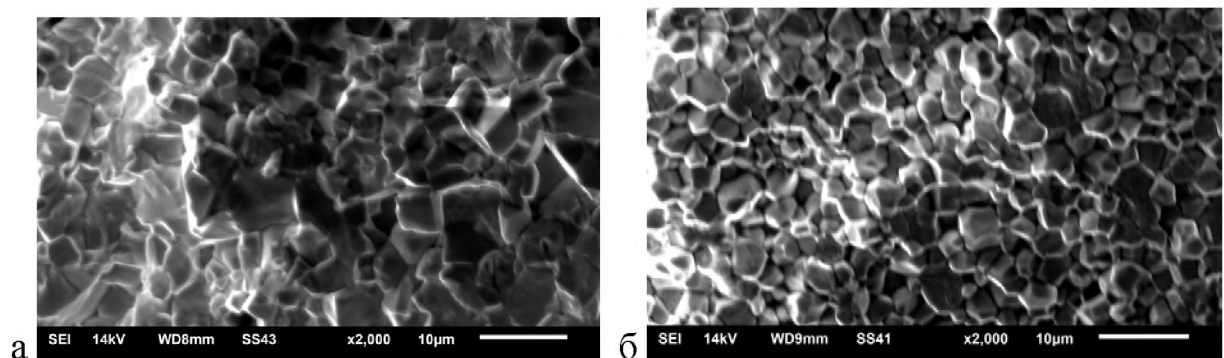


Рис. 5.11 РЭМ изображения керамики ЦТС-19 (а) и ЦТССт-3 (б). Масштаб – x2000 [Пугачев2014].

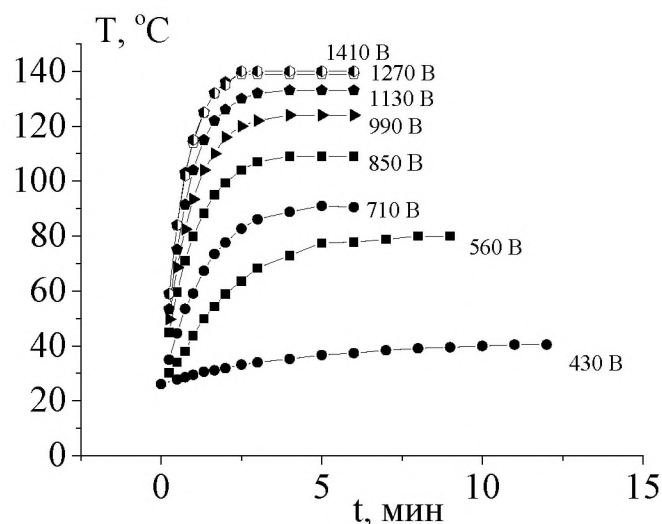


Рис. 5.12 Зависимость температуры саморазогрева керамики ЦТССт-3 от времени выдержки при различных значениях подаваемого напряжения частоты 50 Гц. $S = 4.9$ см²

Несмотря на то, что материал ЦТССТ-3 является сегнетожестким, а ЦТС-19 – сегнетомягким, насыщенные петли у ЦТССТ-3 наблюдаются при меньших полях (от 1130 В/мм) по сравнению с ЦТС-19 (> 2100 В/мм). В качестве объяснения данного факта можно предложить следующий механизм. Поскольку, как показано авторами [Пугачев2014], размер зерен керамики ЦТССТ-3 почти в два раза меньше, чем у ЦТС-19, то разница в размере зерна и является основной причиной того, что в образцах из керамики ЦТССТ-3 рост переключаемой поляризации прекращается в меньших полях. Полученные результаты позволяют сделать вывод, что у керамики ЦТССТ-3 в полях амплитудой 1130 В/мм в процесс реполяризации перестают включаться новые области образца, т.е. объем зерна полностью переключается в данном поле. У керамики ЦТС-19, за счет большего размера зерен, включение в процесс реполяризации новых областей образца происходит и в больших полях. Таким образом, различие в величине поля, при котором наблюдаются насыщенные петли, обусловлено не сегнетомягкостью (сегнетожесткостью) материала, а размером его зерен.

5.3 Использование процесса саморазогрева для оценки теплоемкости материалов

В настоящей работе предложен способ оценки теплоемкости единицы объема сегнетоэлектрических материалов по величине тепловой энергии, генерируемой образцами в процессе саморазогрева. В основе предложенного подхода лежит формула, полученная в работе [Zhang1995]

$$\frac{dT}{dt} = \frac{1}{\rho c} \cdot \frac{v}{V} \cdot Q_v, \quad (5.4)$$

Данная формула связывает мощность, рассеиваемую единицей объема вещества (Q_v), со скоростью нагрева (dT/dt) в начальный момент времени. Здесь $c_v = \rho c$ – теплоемкость единицы объема, ρ – плотность, c – удельная теплоемкость. Величина v/V есть отношение переключаемого объема образца к общему объему. Ее можно выразить через отношение переключаемой

поляризации (P_{rev}) к максимально возможной (P_s), полученной выше с помощью аналитического метода:

$$\frac{v}{V} = \frac{P_r}{P_s} \quad (5.5)$$

Коэффициент наклона прямой $K = \frac{1}{c_v} \cdot \frac{v}{V}$ может быть получен из графика функции $dT/dt(Q_v)$, поскольку согласно уравнению (5.4), эта функция является линейной. Тогда соответствующие значения для теплоемкости единицы объема исследуемых образцов могут быть найдены следующим образом:

$$c_v = \rho c = \frac{v}{V} \frac{1}{K} \quad (5.6)$$

В работе нахождение коэффициента K осуществлялось с помощью линейной регрессии программы Origin.

5.3.1. Монокристаллы CBN32

Расчет v/V проведен по данным, представленным в пункте 5.2.1. В результате имеем:

$$\frac{v}{V} = \frac{P_r}{P_s} = 0,84$$

Из графика $dT/dt(Q_v)$ (рис. 5.13) был получен коэффициент наклона прямой

$$\frac{1}{c_v} \cdot \frac{v}{V} = (0.286(27)) \cdot 10^{-6},$$

откуда для теплоемкости единицы объема кристалла CBN32 имеем

$$c_v = (2.94 \pm 0.08) \cdot 10^6 \text{ Дж/м}^3\text{К}.$$

По имеющимся литературным данным [8] значение c_v для CBN28 составляет $3.47 \cdot 10^6$ Дж/м³К, SBN61 – $2.36 \cdot 10^6$ Дж/м³К. Данные для CBN32 в литературе отсутствуют.

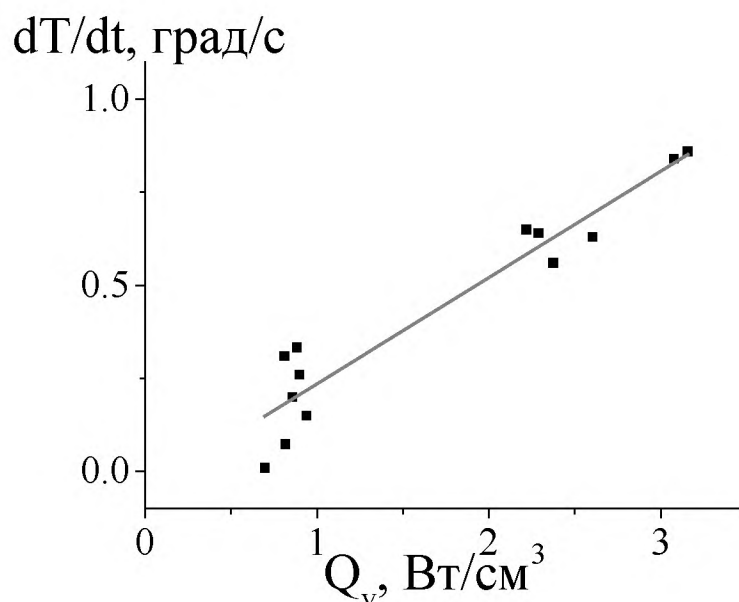


Рис. 5.13 Зависимость скорости нагрева образца CBN32 в начальный момент подачи синусоидального поля амплитуды 1270 В/мм от мощности, рассеиваемой единицей объема образца.

5.3.2 Керамика ЦТС

Для керамики ЦТС мощность, рассеиваемая единицей объема Q_v , была рассчитана как для разных частот и разных амплитуд электрического поля, так и для разных форм переключающего напряжения (синусоидальный, меандр). Соответствующие графики $dT/dt(Q_v)$ представлены на рисунках 5.14 – 5.18.

Как показано в пункте 5.2.2 отношение P_{rev}/P_s зависит от амплитуды и формы переключающего напряжения. Значения ν/V , рассчитанные по данным, представленным в пункте 5.2.2, показаны в таблице 5.4.

Теплоемкость единицы объема в общем случае зависит от температуры, и, по имеющимся литературным данным [Каллаев2009], значение c_v для ЦТС составляет $2,25 \cdot 10^6$ ($T = 27$ °С) и $2,45 \cdot 10^6$ ($T = 127$ °С) Дж/м³К. Поскольку температура образца в процессе формовки петли поднималась до температуры порядка 200 °С (рис. 5.2–5.4) и достаточно сильно зависела от частоты, то, очевидно, что разброс значений может быть связан именно с колебаниями температуры образца. Так, для случая меньшей амплитуды

электрического поля, соответствующей меньшей температуре разогрева образца, значения теплоемкости меньше (таблица 5.4).

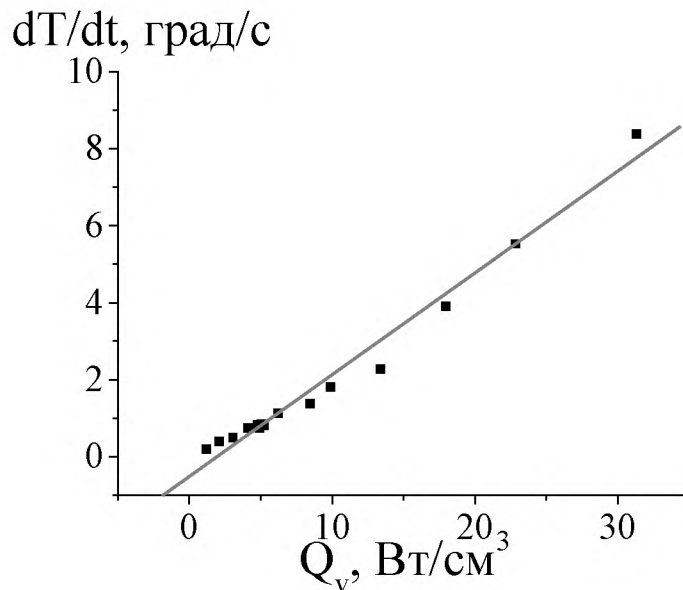


Рис. 5.14 Зависимость скорости нагрева образца ЦТС19, $S = 0.25$ см² в начальный момент подачи синусоидального поля амплитуды 850 В/мм частоты в диапазоне 50-1500 Гц от мощности, рассеиваемой единицей объема образца.

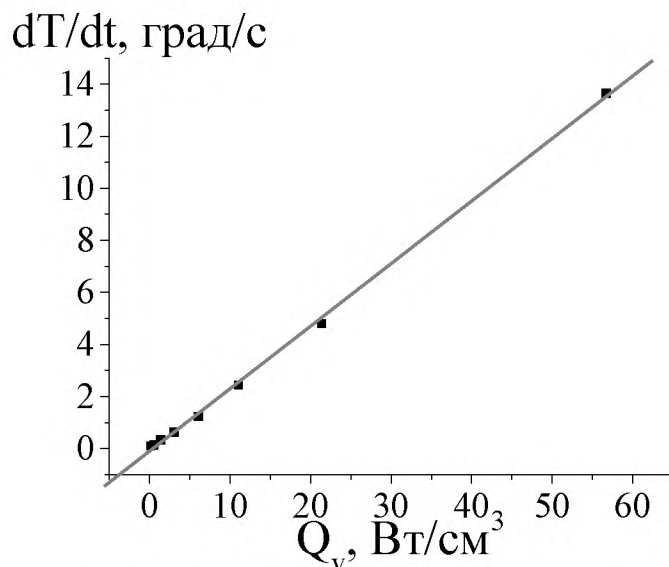


Рис. 5.15 Зависимость скорости нагрева образца ЦТС19, $S = 0.25$ см² в начальный момент подачи синусоидального поля амплитуды в диапазоне от 280 до 1270 В/мм на частоте 300 Гц от мощности, рассеиваемой единицей объема образца.

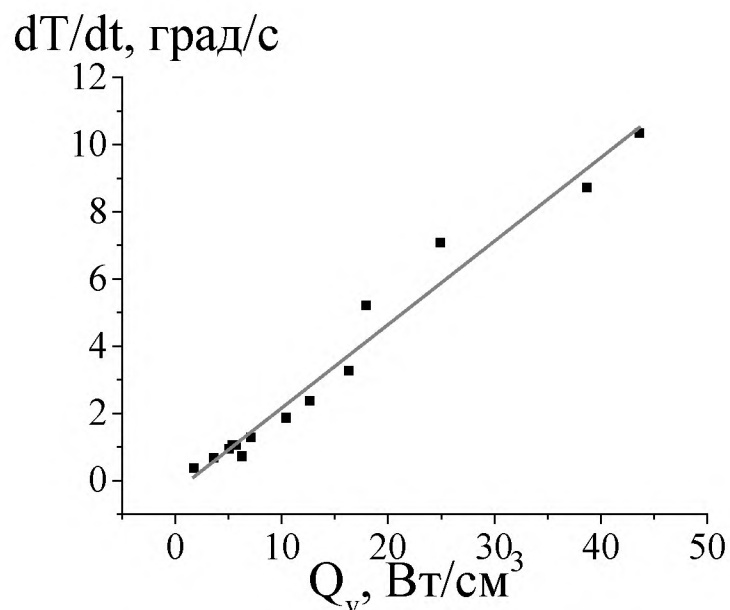


Рис. 5.16 Зависимость скорости нагрева образца ЦТС19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в начальный момент подачи импульсного поля в форме меандра от мощности, рассеиваемой единицей объема образца в импульсных полях в форме меандра. $E_m = 850 \text{ В/мм}$. $f = 50\text{--}1500 \text{ Гц}$

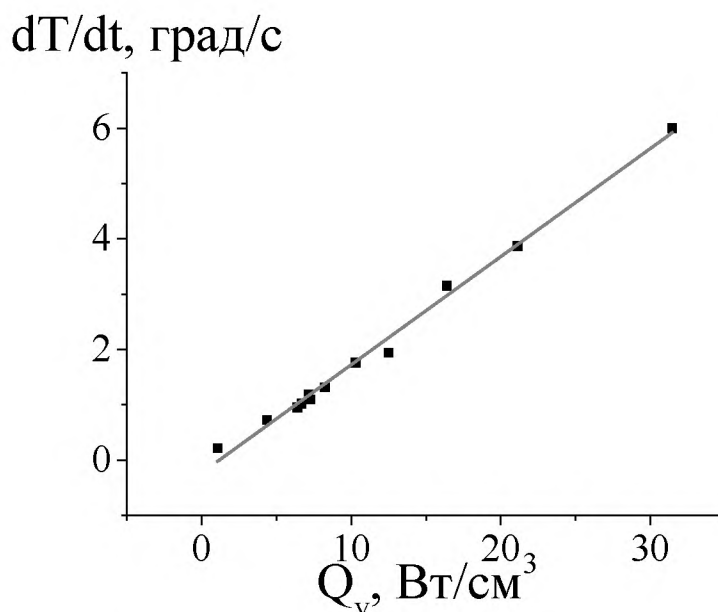


Рис. 5.17 Зависимость скорости нагрева образца ЦТС19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в начальный момент подачи импульсного поля в форме меандра от мощности, рассеиваемой единицей объема образца в импульсных полях в форме меандра. $E_m = 700 \text{ В/мм}$. $f = 50\text{--}1500 \text{ Гц}$

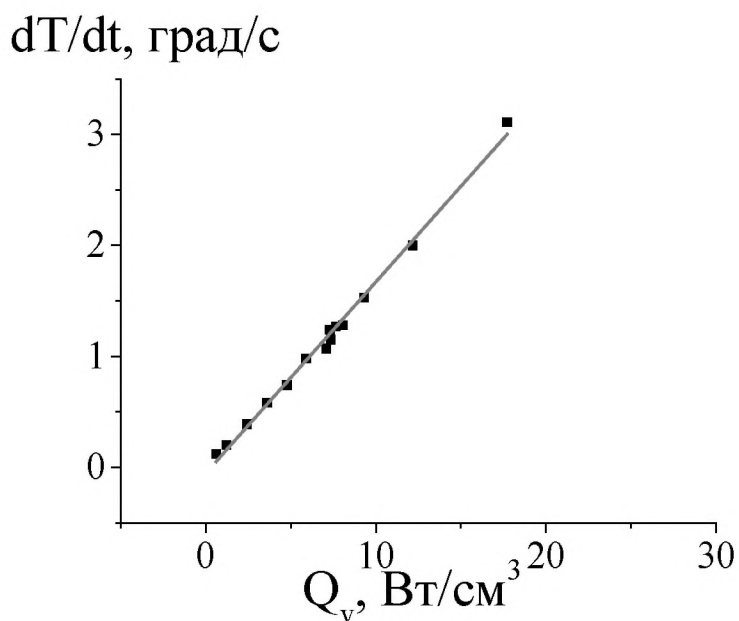


Рис. 5.18 Зависимость скорости нагрева образца ЦТС-19, $S = 0.25 \text{ см}^2$ в начальный момент подачи импульсного поля в форме меандра от мощности, рассеиваемой единицей объема образца в импульсных полях в форме меандра. $E_m = 600 \text{ В/мм}$. $f = 50\text{--}1500 \text{ Гц}$

Таблица 5.4 Расчет теплоемкости образца

поле		Отношение объемов (v/V)	Коэффициент наклона ($\frac{1}{c_v} \frac{v}{V}$), 10^{-6}	Теплоемкость c_v , $10^6 \text{ Дж/м}^3\text{К}$
синусоидальное	300 Гц	0.64	0.26 ± 0.005	2.4 ± 0.2
	850 В		0.24 ± 0.005	2.6 ± 0.2
меандр	850 В	0.77	0.25 ± 0.005	3.1 ± 0.2
	700 В	0.49	0.19 ± 0.005	2.5 ± 0.2
	600 В	0.32	0.17 ± 0.005	1.8 ± 0.2

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Впервые проведен комплекс экспериментов по исследованию взаимосвязи процессов переключения и саморазогрева образцов керамики на основе цирконата-титаната свинца и монокристаллов твердых растворов ниобата бария-кальция.
2. Показана независимость макроскопического механизма процессов переключения от типа материала. Установлено существование корреляции между частотными зависимостями переключаемой поляризации и температуры саморазогрева. Для всех исследуемых материалов на частотных зависимостях присутствуют три области. Первая область соответствует частным петлям диэлектрического гистерезиса и линейному росту температуры с увеличением частоты; вторая – максимальным температурам саморазогрева и максимальным значениям переключаемой поляризации; третья характеризуется экспоненциальным спадом переключаемой поляризации с ростом частоты и одновременным снижением температуры саморазогрева.
3. Установлено, что разогрев образцов происходит только в процессе формирования петли диэлектрического гистерезиса. Выявлено наличие критической частоты электрического поля, при которой разогрев материалов происходит до температуры, достаточной для эволюции петли диэлектрического гистерезиса из частной в полную. Значения критической частоты в общем случае различны и зависят от типа материала, его геометрических размеров, амплитудного значения напряженности электрического поля и формы сигнала.
4. На основе аппроксимации экспериментальных данных получено аналитическое выражение для описания уменьшения переключаемой поляризации с ростом частоты электрического поля, соответствующее экспоненциальному закону. Определено максимально возможное значение переключаемой поляризации монокристаллов CBN32 и

керамики ЦТС-19 для заданных значений напряженности поля и формы сигнала. Отношение переключаемой поляризации к максимально возможной зависит как от типа материала, так и от амплитудного значения напряженности электрического поля и формы сигнала. Для CBN32 он составляет 0.84; для ЦТС-19 в синусоидальном поле амплитудой 850 В/мм – 0.64, в импульсных полях в форме меандра – 0.77 (при $E_m = 850$ В/мм), 0.49 ($E_m = 700$ В/мм) и 0.32 ($E_m = 600$ В/мм).

5. Выявлено влияние внутренней структуры (размера зерен) керамики ЦТС на макроскопические характеристики процессов переключения и саморазогрева в переменном электрическом поле.
6. Предложен способ оценки теплоемкости единицы объема сегнетоэлектрических материалов по величине тепловой энергии, генерируемой образцами в процессе саморазогрева. Полученные данные имеют хорошее согласие с литературными данными как для монокристалла CBN32, так и для керамики ЦТС-19.

Основные результаты диссертации опубликованы в журналах из списка ВАК:

1. Malyshkina O.V., Eliseev A.Yu. Power dissipation during dielectric loop evolution in PZT ceramics // *Ferroelectrics*. 2015. V.480. P.10-15.
2. Малышкина О.В., Елисеев А.Ю., Головнин В.А., Дайнеко А.В., Иванова А.И., Барабанова Е.В. Формирование микроструктуры керамики многослойных актюаторов. // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2015. №9. С.40-44.
3. Пугачев С.И., Эмбиль И.А., Малышкина О.В., Барабанова Е.В., Елисеев А.Ю. Влияние состава на эволюцию петель диэлектрического гистерезиса пьезокерамики на основе цирконата титаната свинца // *Морские интеллектуальные технологии*. 2014. №4(26). Т.2. С.66-72.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Abraham T., Gupta B.L. Piezoelectric ceramic, polymer and ceramic / polymer composite devices – types, materials, applications, new developments, industry structure and global markets // Report ET -107, iRAP Innovative Research and Products Inc. 2008

Andersen B, Ringgaard E, Bove T, Albareda A., P'erez R. Performance of piezoelectric ceramic multilayer components based on hard and soft PZT // 7th Int. Conf. on New Actuators (Bremen). 2000. P. 419–22

Arata H.F., Noji H., Fujita H. Motion control of single F1-ATPase rotary biomolecular motor using microfabricated local heating devices // Appl. Phys. Lett. 2006. V.88. P. 083903

Asai N., Matsuda R., Watanabe M., Takayama H., Yamada S., Mase A., Shikida M., Sato K., Lebedev M., Akedo J., Novel high resolution optical scanner actuated by aerosol deposited PZT films // 16th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems Kyoto. 2003. P. 247-250

Ballas R.G Piezoelectric Multilayer Beam Bending Actuators // Springer. 2007. 358 p.

Bert C.W., Birman V. Effects of stress and electric field on the coefficients of piezoelectric materials: one-dimensional formulation // Mech. Res. Commun. 1998. V.25. P.165–9

Borboni. A., Baco R. Meso- to Micro- Actuators. A Theoretical and Practical Approach // CRC Press. 2008. 416 p.

Choi S.B., Choi B., Han Y.M. Piezoelectric Actuators. Control Applications of Smart Materials // CRC Press. 2010. 280 p.

Chung G.S. Fabrication and characterization of micro-heaters with low power consumption using SOI membrane and trench structures // Sensors Actuators 2004. V.112. P.55–60

Connolly T.F., Turner E., Ferroelectric Materials and Ferroelectricity // Springer Science + Business Media. 1970. New York.: IFI/Plenum Data Corporation. 685 p.

Creemer J.F., Van der Vlist W., de Boer C.R., Zandbergen H.W., Sarro P.M., Briand D., de Rooij N.F. MEMS hotplates with TiN as a heater material // IEEE Sensors Conf. 2005. P. 330–3

Cross L.E. Relaxor ferroelectrics: an overview // Ferroelectrics. 1994. V.151. P.305–320.

Crowell B. Vibrations and Waves // Light and Matter online text series. 2006 V.2. 92 p.

Cunningham M.J., Cheng S.T., Clegg W.W A differential interferometer for scanning force microscopy // Measurement Science and Technology. 1994. V.5, P.1350–1354

D619: Piezoelectric Materials - Global Technology Developments. www.frost.com

Directiv 2002/95/EC of the European parliament and of the council of 27 January 2003 on the restriction of the use of certain hazardous substances in electronic equipment. 2003. Official J. EU, № 3, P.19–23

Esser M., Burianek M., Klimm D., Muhlberg M. Single crystal growth of the tetragonal tungsten bronze $\text{Ca}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ ($x = 0.28$; CBN-28) // J. of Crystal Growth. 2002. V. 240. P. 1 – 5.

ET-102 Piezoelectric Operated Actuators and Motors – A Global Industry and Market Analysis // Web: www.innoresearch.net

Ezhilvalavan S., Zhang Z., Loh J., Ying J.Y. Microfabrication of PZT force sensors for minimally invasive surgical tools // *International MEMS Conference* Singapore. 2006. P. 979–984

Gao W.L., Zhang H.J., Liu D., Xu M., Wang J.Y., Yu Y.G., Jiang M.H., Sun S. Q., Xia H.R., Boughton R.I. Growth and characterization of Nd-doped $\text{Ca}_{0.28}\text{Ba}_{0.72}\text{Nb}_2\text{O}_6$ crystal // *J. Appl. Phys.* 2009. V.105. P. 023507

Gusev E., Garfunkel E., Dideikin A. *Advanced Materials and Technologies for Micro/Nano-Devices // Sensors and Actuators. Series: NATO Science for Peace and Security Series B: Physics and Biophysics.* 2010. Germany: Springer Verlag. 313 p.

Hagemann H.J. Loss mechanisms and domain stabilisation in BaTiO_3 // *J. Phys. C: Solid State Phys.* 1978. V.11. P. 3333–3344.

Härdtl K.H. Electrical and mechanical losses in ferroelectric ceramics // *Ceram. Int.* 1982. V.8. P. 121–128.

Harlow, James H. *Electric power transformer engineering* // CRC Press. 2004. 216 p.

Heinzmann A., Hennig E., Kolle B., Kopsch D., Richter S., Schwotzer H., Wehrsdorfer E. Properties of PZT multilayer actuators // *8th Int. Conf. on New Actuators.* 2002

Holland R. Representation of Dielectric, Elastic, and Piezoelectric Losses by Complex Coefficients // *IEEE Trans. Sonics and Ultrasonics.* 1967. V.14. P. 18-20.

<http://www.kremlin.ru/acts/bank/33514> Указ Президента Российской Федерации от 07.07.2011 г. № 899

Hu J., Li G., Lai W., Chan H., Loong C. A standing wave-type noncontact linear ultrasonic motor // *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control.* 2003. V.48. P. 699–708

- Hu J., Nakamura K., Ueha S. An analysis of a noncontact ultrasonic motor with an ultrasonically levitated rotor // *Ultrasonics*. Elsevier. 1997. V.35. P. 459–467
- Ikeda T. *Fundamentals of Piezoelectric Materials Science* // Tokyo.: Ohm Publication Company. 1984. 83 p.
- Isupov V.A. Crystal chemistry of phases related to hexagonal tungsten bronzes: Probable new ferroelectrics // *Ferroelectrics*. 1985. V. 65. P. 181–199.
- Jackson R. *Novel Sensors and Sensing* // Bristol: Institute of Physics Pub. 2004. 28 p.
- Jaffe B., Cook W.R., Jaffe H. *Piezoelectric ceramics* // London: Academic Press. 1971. 326 p.
- Jalili N., Afshari M. *Piezoelectric-Based Vibration Control: From Macro to Micro / Nano Scale Systems* // New York.: Springer. 2010. 517 p.
- James W.N. *Electric Circuits* // Pearson Education. 2015. 816 p.
- Jha A.R. *MEMS and Nanotechnology-Based Sensors and Devices for Communications, Medical and Aerospace Applications* // Boca Raton.: CRC Press. 2008. 432 p.
- Jordan T.L., Ounaies Z. *Piezoelectric Ceramics Characterization* // Hanover.: NASA Center for AeroSpace Information. 2001. 25 p.
- Ke S., Fan H., Huang H. , Chan H.L.W., Yu S. Dielectric, ferroelectric properties, and grain growth of $\text{Ca}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ ceramics with tungsten-bronzes structure // *J. Appl. Phys.* 2008, V.104, P. 024101
- Kimura M., Komatsuzaki K. Microheater made of heavily boron doped single crystal silicon beam // *Technical Digest of the 11th Sensor Symp.* 1992. P. 169–72

- King T.G., Preston M.E., Murphy B.J.M., Cannell D.S. Piezoelectric ceramic actuators: A review of machinery applications // *Precision Engineering*. 1990 V. 12. P. 131–136
- Kleemann W. The relaxor enigma - charge disorder and random field in ferroelectrics // *J. Materials Science*. 2006. V.41. P. 129–136.
- Koyama, D., Takeshi I., Friend, J.R., Nakamura K., Ueha S. An ultrasonically levitated non-contact sliding table with the traveling vibrations on fine-ceramic beams // *IEEE Ultrasonics Symposium* 3. 2005. P. 1538–1541
- Li F.X., Rajapakse R.K.N.D., Mumford D., Gadala M. Quasi-static thermo-electro-mechanical behaviour of piezoelectric stack actuators // *Smart Mater. Struct.* 2008. V.17. P. 015049
- Lin L.Y., Lee S.S., Pister K.S.J., Wu M.C. Micro-machined three-dimensional micro-optics for integrated free-space optical system // *IEEE Photonics Technology Letter*. 1994. V.6. P. 1445–1447
- Liu G., Zhang S., Jiang W., Cao W. Losses in Ferroelectric Materials // *Mater Sci Eng R Rep*. 2015. V.89. P. 1-48.
- Lukasiewicz T., Swirkowicz M.A., Dec J., Hofman W., Szyrski W. Strontium-barium niobate single crystals, growth and ferroelectric properties. // *J. of Crystal Growth*. 2008. V. 310. P. 1464–1469.
- Malyshkina O., Lisitsin V., Movchikova A., Dec J., Lukasiewicz T. The Pyroelectric Properties of SBN Crystals with Different Composition // *Ferroelectrics*. 2012. V. 426. P. 230–235
- Malyshkina O.V., Ped'ko B.B., Movchikova A.A. Effect of external forces on the dielectric and pyroelectric properties of strontium-barium niobate crystals // *Crystallography Reports*. 2005. V.50. P. 28.

- Merz W.Y. Domain formation and domain wall motions in ferroelectric BaTiO₃ single crystals // *Phys. Rev.* 1954. V. 95. P. 690–705
- Motamedi M.E. Micro-opto-electromechanical systems // *Optical Engineering*. 1994. V.33. P. 3505-3517
- Neurgaonkar R.R., Cory W.K., Oliver J.R. Growth and applications of ferroelectric tungsten bronze family crystals // *Ferroelectrics*. 1983. V. 51. P. 3 – 8.
- Pritchard J, Ramesh R and Bowen C.R Time–temperature profiles of multi-layer actuators // *Sens. Actuators*. 2004. V.115. P. 140–145
- Qi Y.J., Lu C.J., Zhu J., Chen X.B., Song H.L., Zhang H.J., Xu X.G. Ferroelectric and dielectric properties of Ca_{0.28}Ba_{0.72}Nb₂O₆ single crystals of tungsten bronzes structure // *Appl. Phys. Lett.* 2005. V.87. P. 082904
- Rajapurkar A.M loss mechanisms in piezoelectric pzt ceramics and single crystals // *A Thesis in Electrical Engineering*. The Pennsylvania State University. 2008.
- Ronkanen P., Kallio P., Vilkkko M., Koivo H.N. Selfheating of piezoelectric actuators: measurement and compensation // *Int. Symp. on Micro-NanoMechatronics and Human Sci.* 2004. Nagoya: Institute of Electrical and Electronics Engineers. P. 313
- Sakai T., Kawamoto H. Durability properties of piezoelectric stack actuator // *Japan. J. Appl. Phys.* 1998. V.137. P. 5338–41
- Sakai T., Ishikiriyama M., Shimazaki R. Durability of piezoelectric ceramics for an actuator // *Japan. J. Appl. Phys.* 1992. V.131. P. 3051–4
- Sawyer C.B., Tower C.H. Rochelle salt as dielectric // *Phys. Rev.* 1930. V.35. P. 269
- Schwartz M. *Smart Materials* // Boca Raton: CRC Press. 2008. 554 p.

- Senousy M.S., Li F.X., Mumford D., Gadala M., Rajapakse R.K.N.D. Thermo-electro-mechanical performance of piezoelectric stack actuators for fuel injector applications // *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 2009. V.20. P. 045008
- Senousy M.S., Rajapakse R.K.N.D., Mumford D., Gadala M.S. Self-heat generation in piezoelectric stack actuators used in fuel injectors // *Smart Mater. Struct.* 2009. V.18. P. 045008
- Sharapov V. *Piezoceramic Sensors. Series: Microtechnology and MEMS* // Berlin: Springer-Verlag. 2011. 570 p.
- Shigematsu, T., Kurosawa M.K., Asai K. Nanometer stepping drives of surface acoustic wave motor // *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control.* 2003. V.50. P. 376–385
- Silva C.W. *Sensors and Actuators. Control System Instrumentation* // Boca Raton: CRC Press. 2007. 698 p.
- Smith R.C., Ounaies Z., Wieman R. A Model for Rate-dependent Hysteresis in Piezoceramic Materials Operating at Low Frequencies // NASA/CR-2001-211062 ICASE Report No. 2001-26
- Song H., Zhang H., Xu X., Cheng X., Wang J., Jiang M. Growth and properties of $\text{Ca}_{0.28}\text{Ba}_{0.72}\text{Nb}_2\text{O}_6$ single crystals // *Mater. Res. Bull.* 2005. V.40. P. 643–649
- Spanner K. Survey of the various operating principles of ultrasonic piezomotors // *Proceeding of the 10th International Conference on New Actuators.* 2006
- Togawa T., Tamura T., Ake P. *Biomedical Transducers and Instruments* // Boca Raton: CRC Press. 1997. 384 p.
- Tong-Yi Z., Minghao Z., Pin T. Fracture of piezoelectric ceramics // *Advances in Applied Mechanics.* 2002. V. 38. P. 147–289
- Tooley M. *Electronic circuits: fundamentals and applications* // Elsevier. 2006. 430 p.

- Uchino K, Giniewicz J.R. *Micromechatronics* // New York.: Marcel Dekker. 2003. 508 p.
- Uchino K. *Advanced Piezoelectric Materials. Science and Technology* // Boca Raton.: CRC Press. 2010. 688 p.
- Uchino K., Hirose S.. Loss mechanisms in piezoelectrics: how to measure different losses separately // *IEEE Trans. UFFC*. 2001. V.48 P. 307–321.
- Uchino K., Zheng J.H., Chen Y.H., Du X.H., Ryu J., Gao Y., Ural S., Priya S., Hirose S. Loss mechanisms and high power piezoelectrics // *journal of materials science*. 2006. V.41. P. 217–228
- Ueha S., Tomikawa Y., Kurosawa M., Nakamura N. *Ultrasonic Motors: Theory and Applications* // Applications. Oxford U.K.: Clarendon. 1993
- Umehara Y., Kurosawa M.K. A micro ultrasonic scalpel using hydrothermal PZT thin film // *15th IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics*. 2006. P. 340–343
- Valette S. Micro-optics, a key technology in the race to Microsystems // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 1994. V.5, P. 74–76
- Vetelino J., Reghu A. *Introduction to Sensors* // Boca Raton.: CRC Press. 2010. 208 p.
- Visvanathan K. Bulk micromachined piezoelectric transducers for ultrasonic heating of biological tissues. The University of Michigan. 2011
- Visvanathan K., Gianchandani Y.B. Microheaters based on ultrasonic actuation of piezoceramic elements *Micromech // Microeng*. 2011. V.21. P. 085030
- Visvanathan K., Yogesh B.G. Ultrasonic microheaters using piezo-ceramics for cauterization and other applications // *TRANSDUCERS 2009 International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*. 2009. P. 2421 – 2424

- Weiland L.M., Lynch C.S. Thermo-electro-mechanical behavior of ferroelectric materials part II: introduction of rate and self-heating effects // *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 2003. V.14. P. 605–21
- Wu Z., Cochran S., Wu B. Investigation of elevated temperature effects on multiple layer piezoelectric ultrasonic transducers with adhesive bondlines by self-heating // *Piezoelectric Ceramics*. Intech. 2010. P. 23–40
- Yang Z., Goto H., Matsumoto M., Maeda R. Active micromixer for microfluidic systems using lead-zirconate titanate (PZT)-generated ultrasonic vibration // *Electrophoresis*. 2000. V.21. P. 116-119
- Yao K., Uchino K., Xu Y., Dong S., Lim L.C. Compact piezoelectric stacked actuators for high power applications // *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*. 2000. V.47. P. 819–25
- Yu H.G., Wolf R., Deng K., Zhou L., Tadigadapas S., McKinstry S.T. Fabrication and performance of d33-mode lead-zirconate titanate (PZT) MEMS accelerometers // *MEMS Components and Applications for Industry, Automobiles, Aerospace, and Communication*. Conference, San Francisco CA. 2001. P. 130–137
- Zhang Q.M., Wang H., Zhao J. Effect of driving field and temperature on the response behavior of ferroelectric actuator and sensor materials // *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 1995. V.6. P. 84–93
- Zheng J., Takahashi S., Yoshikawa Sh., Uchino K. // *Journal of the American Ceramic Society*. 1996. V. 79. P. 3193–3198
- Zhou S.W., Rogers C.A. Heat generation, temperature, and thermal stress of structurally integrated piezo-actuators // *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 1995. V.6. P. 372–379

Александров К.С., Сорокин Б.П., Бурков С.И. Эффективные пьезоэлектрические кристаллы для акустоэлектроники, пьезотехники и сенсоров. Т. 1, Т. 2. // Новосибирск.: СО РАН. 2007. 428 с.

Баженов А.А., Яровиков В.И. Проектирование датчиков детонации для систем управления автомобильным двигателем // Саров.: РФЭЦ-ВНИИЭФ 2001. 273 с.

Бансявичюс Р. Ю., Рагульскис К.М. Вибродвигатели // Вильнюс.: Моксласю. 1981. 192 с.

Барфут Дж. Введение в физику сегнетоэлектрических явлений // Пер. с англ. – М.: Мир. 1970. 343 с.

Барфут Дж., Тейлор Дж. Полярные диэлектрики и их применение // Пер. с англ. – М.: Мир. 1981. 526 с.

Бидерман В.Л. Теория механических колебаний // М.: Высшая школа. 1980. 408 с.

Блистанов А.А. Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. М.: МИССиС. 2000. 432 с.

Васин В.А., Ивашов Е.Н., Степанчиков С.В. Надёжность пьезосканеров в зондовой микроскопии // Надёжность. 2013. Т.1. С. 92–103

Виноградов А.Н., Духовенский Г.Е. Исследование пьезоэлектрических микронасосов для медицинской и космической техники // В кн.: Концентрированные потоки энергии в космической технике, электронике, экологии и медицине. Труды XII межвузовской научной школы молодых специалистов М.: Издательство МГУ. 2011. С. 82– 87.

Волк Т.Р., Салобутин В.Ю., Ивлева Л.И., Полозков Н.М., Панкрат Р., Велеке М. Сегнетоэлектрические свойства кристаллов ниобата бария-стронция с примесями некоторых редкоземельных металлов // ФТТ. 2000. том 42.

С. 2066 – 2073.

Гавриляченко С.В., Резниченко Л.А., Рыбьянец А.Н., Гавриляченко В.Г. Пьезокерамика для частотно-селективных фильтров // Ростов-на-Д. 1999. 233 с.

Гладких В.В., Кириков В.А., Волк Т.Р. Процессы медленной поляризации в релаксорных сегнетоэлектриках // ФТТ. 2002. Т.44. С. 351 – 358

Головнин В.А., Каплунов И.А., Педько Б.Б., Малышкина О.В., Мовчикова А.А. Физические основы, методы исследования и практическое применение пьезоматериалов // монография. М.: ТЕХНОСФЕРА. 2013. 272 с.

Гориш А.В., Дудкевич В.П., Куприянов М.Ф., Панич А.Е., Турик А.В., Пьезоэлектрическое приборостроение. Т. I Физика сегнетоэлектрической керамики. // М.: ИПЖРТ. 1999. 368 с.

Данов Г.А. Пьезоэлектрические трансформаторы // М. 2003. 319 с.

Джагунов Р.Г., Ерофеев А.А. Пьезоэлектронные устройства вычислительной техники, систем контроля и управления: справочник // С.-П.: Политехника. 1994. 608 с.

Дьяконов В.П. Энциклопедия Mathcad // М.: СОЛОН-Пресс. 2004. 831 с.

Желудев И.С. Основы сегнетоэлектричества. – М.: Атом, 1973. – 472 с.

Иона Ф., Ширане Д. Сегнетоэлектрические кристаллы // пер. с англ. М.: Мир. 1965. 555 с.

Каллаев С.Н., Омаров З.М., Билалов А.Р., Рабаданов М.Х., Садыков С.А., Борманис К. Особенности теплофизических свойств релаксорной керамики на основе цирконата-титаната свинца // фтт. 2009. Т.51 С.1436

Кузьминов Ю.С. Сегнетоэлектрические кристаллы для управления лазерным излучением // М. : Наука. 1982. 400 с.

Лавриненко В. В., Карташев И. А., Вишневский В. С. Пьезоэлектрические двигатели // М.: Энергия. 1980. 106 с.

Лайнс М., Гласс А. Сегнетоэлектрики и родственные им материалы // М.: Мир. 1981. 736 с.

Малов В.В. Пьезорезонансные датчики // М.: Энергоатомиздат. 1989. 272 с.

Малышкина О.В., Кислова И.Л., Педько Б.Б. Влияние внешнего электрического поля на диэлектрические свойства кристалла SBN конгруэнтного состава // Известия ВУЗов. Материалы электронной техники. 2004. Т.4. С. 40.

Малышкина О.В., Лисицын В.С., Dec J., Lukasiwicz T. Пироэлектрические и диэлектрические свойства монокристаллов ниобата кальция-бария // ФТТ. 2014. Т. 56. С. 1763–1766.

Малышкина О.В., Педько Б.Б., Лисицын В.С. Влияние примеси на диэлектрические свойства кристаллов $Sr_xBa_{1-x}NbO_6$ // Кристаллография. 2015. Т.60. С. 289.

Малышкина О.В., Пугачев С.И. Температурные зависимости диэлектрической проницаемости пьезоэлементов системы цтс // Труды XIII Всероссийской конференции Прикладные технологии гидроакустики и гидрофизики. Санкт-Петербург. 2016. С. 427–428

Малышкина О.В., Пугачев С.И. Температурные зависимости петель диэлектрического гистерезиса пьезоэлементов системы цтс // Труды XIII Всероссийской конференции Прикладные технологии гидроакустики и гидрофизики. Санкт-Петербург. 2016. С. 428–430

Молчанов В.Я., Китаев Ю.И., Колесников А.И., Нарвер В.Н., Розенштейн А.З., Солодовников Н.П., Шаповаленко К.Г. Теория и практика современной акустооптики // М.: МИССиС. 2015. 458 с.

Мунина И.В., Тургалиев В.М., Вендик И.Б. Перестраиваемые терагерцовые метаматериалы с использованием электрически управляемых пьезоэлектрических актюаторов // Письма в ЖТФ. 2012. Т.38

Окадзаки К. Технология керамических диэлектриков // М.: Энергия. 1976. 336 с.

Отраслевой стандарт материалы пьезокерамические технические условия ОКСТУ 2664 ОСТ II 0444-87 1988

Панич А.Е., Куприянов М.Ф. Физика и технология сегнетокерамики // Ростов-на-Д. 1989

Пугачев С.И., Эмбиль И.А., Малышкина О.В., Топчиёв А.А. Экспериментальное исследование СВЧ-металлизации пьезокерамики // Морские интеллектуальные технологии. 2014. Т.2. С. 60 – 64

Рез И.С., Поплавко Ю.М. Диэлектрики. Основные свойства и применения в электронике // М.: Радио и связь. 1989. 284 с.

Резниченко Л.А., Шилкина Л.А., Разумовская О.Н., Ярославцева Е.А., Дудкина С.И., Демченко О.А., Юрасов Ю.И., Есис А.А., Андрюшина И.Н. Фазообразование в приморфотропной области системы ЦТС, дефектность структуры и электромеханические свойства твёрдых растворов. // ФТТ. – 2009. Т.51. С. 95

Рудяк В.М. Процессы переключения в нелинейных кристаллах // М.: Наука. 1986. 244 с.

Свирская С.Н. Пьезокерамическое материаловедение // Ростов-на-Дону. 2009

Смоленский Г.А., Боков В.А., Исупов В.А., Крайник Н.Н., Пасынков Р.Е., Соколов А.И., Юшин Н.К. Физика сегнетоэлектрических явлений // Л.: Наука. 1985. 396 с

Сонин А.С., Струков Б.А. Введение в сегнетоэлектричество // М.: Высшая школа. 1970. 271 с.

Струков Б.А., Леванюк А.П. Физические основы сегнетоэлектрических явлений в кристаллах // М.: Наука. Физматлит. 1995. 302 с.

Фесенко Е.Г., Данцигер А.Я., Разумовская О.Н. Пьезокерамические материалы // Ростов-на-Д. 1983

Яффе Б., Кук У., Яффе Г. Пьезоэлектрическая керамика // М.: Мир. 1974. 288 с.