

05;08;12

Бесконечная анизотропия пьезоэффекта в сегнетокерамике на основе PbTiO_3

© Е.А. Дулькин, Л.И. Гребенкина, Д.И. Макарьев,
А.Н. Клевцов, В.Г. Гавриляченко

Научно-исследовательский институт механики и прикладной математики
Ростовского государственного университета

Поступило в Редакцию 7 июня 1999 г.

Методами акустической эмиссии, дилатометрии и оптической микроскопии исследован процесс поляризации образцов сегнетокерамики ПКР-70 на основе PbTiO_3 . Установлено, что в электрическом поле выше 2.5 kV/mm образцы приобретают бесконечную анизотропию пьезоэффекта, сопровождаемую акустоэмиссионной и дилатометрической аномалиями. Показано, что данная анизотропия пьезоэффекта является следствием микрорастрескивания образцов в направлении поляризующего поля.

Анизотропия пьезоэффекта сегнетокерамики является актуальной проблемой вследствие как своей научной значимости, так и очевидных технических приложений. Теоретический анализ показал [1–3], что основной причиной ее существования является малая анизотропия диэлектрической проницаемости кристаллов, которая реализуется в сегнетокерамике на основе PbTiO_3 [4].

В НИИ физики РГУ были изготовлены эффективные пьезоматериалы ПКР-67 и ПКР-70 на основе PbTiO_3 , в которых отношение пьезомодулей d_{33}/d_{31} достигало значений от 5 до ∞ [5,6]. Этот результат был получен при экстремальных режимах поляризации: поляризующее поле $4\text{--}6 \text{ kV/mm}$, температура 160°C , выдержка не менее 30 min, после чего было обнаружено резкое снижение механической добротности радиальных колебаний образцов. Исследования микроструктуры поляризованных образцов показали существенную перестройку доменной структуры кристаллитов, в результате которой 90-е доменные стенки ориентировались перпендикулярно направлению поляризующего поля (E_p). Подобный эффект наблюдался и авторами [7] в керамике на основе PbTiO_3 с добавками Са. В [5] была установлена корреляция между резким возрастанием анизотропии пьезомодуля d_{33}/d_{31} и уменьшением механи-

ческой прочности образцов. На травленных сколах этих образцов были обнаружены микротрещины вдоль границ и в объемах зерен, причем в последнем случае трещины ориентировались по направлению E_p . Было высказано предположение, что возникновение микротрещин является следствием 90-х переориентаций по мере возрастания E_p , причем при $E_p > 8 \text{ kV/mm}$ керамика саморазрушалась.

Из всего вышесказанного следует, что в процессе поляризации наряду с приобретением бесконечной анизотропии пьезосвойств керамика на основе PbTiO_3 растрескивается, что может привести к преждевременному разрушению изделий. Остается также невыясненным вопрос о связи обнаруженной анизотропии пьезосвойств с микрорастрескиванием образцов.

Известно, что микрорастрескивание эффективно исследуется методом акустической эмиссии (АЭ). Ранее метод АЭ применялся при исследовании зарождения и прорастания трещин в кристаллах PbTiO_3 [8]. Деформируемость пьезокерамики за счет перестройки ее доменной структуры обуславливает применение дилатометрического метода для исследования процесса поляризации образцов.

Цель настоящей работы — акустоэмиссионным и дилатометрическим методами исследовать образцы сегнетокерамики на основе PbTiO_3 в процессе поляризации, приводящей к бесконечной анизотропии пьезоэффекта.

Исследовались образцы пьезокерамики ПКР-70 в виде дисков диаметром 10 mm и высотой 1 mm по комплексной методике [9]. Одновременно измерялись активность \dot{N} АЭ и относительная дилатация $\Delta L/L$ при воздействии на образцы, помещенные в ячейку с маслом при $T = 120^\circ\text{C}$, постоянного электрического поля, нарастающего со средней скоростью 100 V/min.

Результаты измерений представлены на рис. 1. Как видно, при возрастании напряженности E_p образцы незначительно сжимаются и при $E_p = 2.5 \text{ kV/mm}$ наблюдается дилатационный минимум, сопровождаемый резким всплеском \dot{N} АЭ. При дальнейшем возрастании E_p образцы также незначительно расширяются и при $E_p > 3.5 \text{ kV/mm}$ происходит электрический пробой.

Контрольные образцы поляризуются в следующем режиме: возрастание E_p прекращается после регистрации сигналов АЭ, достигнутая величина E_p фиксируется в течение 30 min, после чего образцы охлаждаются под полем до комнатной температуры. Измерение электро-

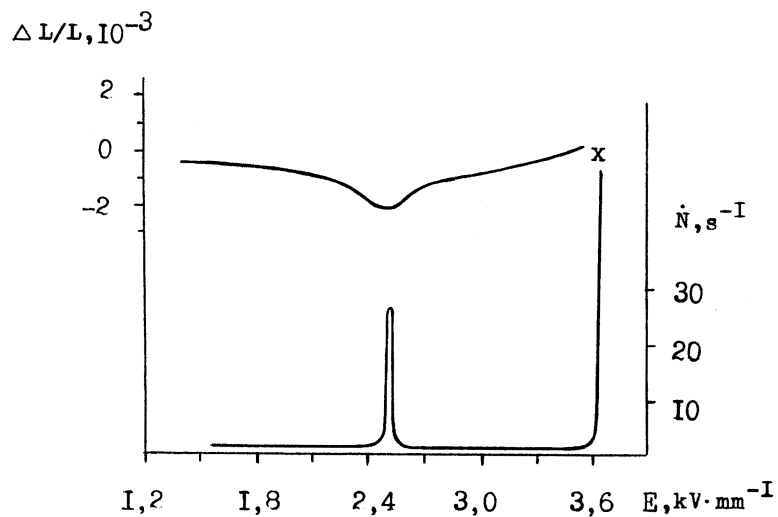


Рис. 1. Графики активности \dot{N} АЭ и относительной дилатации $\Delta L/L$ образцов сегнетокерамики ПКР-70 в зависимости от величины поляризующего поля E_p .

физических параметров поляризованных таким образом контрольных образцов показывает наличие бесконечной анизотропии их пьезосвойств. Необходимо отметить, что эта анизотропия сохраняется после прогрева этих образцов выше температуры Кюри и последующей их поляризации в полях, не превышающих 2.5 kV/mm .

На рис. 2 представлена микрофотография фрагмента скола одного из контрольных образцов. В узком приповерхностном слое наблюдается массовое трещинообразование по границам зерен, приводящее к выколу зерен, и, как следствие, к разрыхлению этого слоя. Кроме того, массовое разрыхление в приповерхностном слое способствует возникновению магистральных трещин, прорастающих в глубь образцов по границам зерен в направлении E_p .

Таким образом, на основании известных данных и полученных результатов можно представить процесс поляризации в образцах сегнетокерамики на основе PbTiO_3 следующим образом. По мере достижения определенной величины E_p в объемах зерен начинается интенсивное

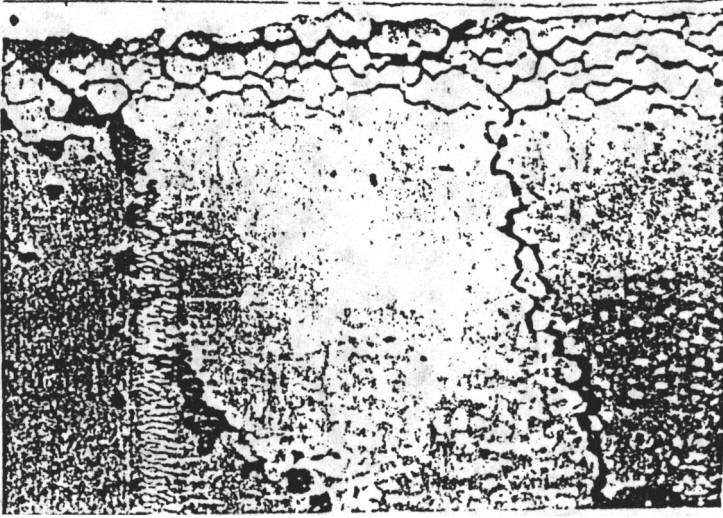


Рис. 2. Микрофотография приповерхностного слоя образца сегнетокерамики ПКР-70, иллюстрирующая прорастание магистральных трещин в направлении поляризующего поля E_p .

двойникование, вызывающее дилатационный минимум. Вследствие соответствующего изменения геометрических размеров зерен между ними возникают трещины, приводящие к разрыхлению керамики. Массовое трещинообразование порождает магистральные трещины, прорастающие в глубь образцов в направлении E_p и вызывающие АЭ. Именно образцы с трещинами обладают низкими механическими добротностью, прочностью и бесконечной анизотропией пьезосвойств. Следовательно, можно утверждать, что бесконечная анизотропия пьезосвойств сегнетокерамики на основе $PbTiO_3$, и, в частности, состава ПКР-70, обусловлена наличием в объеме материала трещин, вызванных поляризацией в сильных полях.

В заключение отметим, что полученные в настоящей работе результаты свидетельствуют, что АЭ может эффективно применяться как метод неразрушающего контроля качества в процессе поляризации пьезокерамик.

Список литературы

- [1] Турик А.В., Тополов В.Ю., Чернобабов А.И., Бондаренко Е.И. // Изв. РАН. Сер. физ. 1993. Т. 57. В. 6. С. 82.
- [2] Тополов В.Ю., Турик А.В., Чернобабов А.И. // Кристаллография. 1994. Т. 39. В. 5. С. 884.
- [3] Turik A.V., Topolov V.Yu., Chernobabov A.I. // Ferroelectrics. 1997. V. 190. P. 137.
- [4] Турик А.В., Фесенко Е.Г., Гавриляченко В.Г., Хасабова Г.И. // Кристаллография. 1974. Т. 19. В. 5. С. 1095.
- [5] Гринева Л.Д., Зацаринный В.П., Алешин В.А., Сервули В.А., Шилкина Л.В., Мирошниченко Е.С. // Проблемы прочности. 1993. В. 4. С. 34.
- [6] Гринева Л.Д., Алешин В.А., Разумовская О.Н. // Изв. АН СССР. Сер. физ. 1990. Т. 54. В. 4. С. 772.
- [7] Rastoropov S.B., Borodin V.Z., Yurkevich V.E., Eknadiosiants E.J., Panich A.E., Pinskaya A.N., Prikhod'kov A.V. // Ferroelectrics. 1994. V. 160. P. 107.
- [8] Дулькин Е.А. // Кристаллография. 1994. Т. 39. В. 4. С. 738.
- [9] Дулькин Е.А. // СФХТ. 1992. Т. 5. В. 1. С. 103.