

06 Индукцированная электрическим полем динамика структурного упорядочения в тройных системах $\text{PbIn}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - \text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3 - x\text{PbTiO}_3$

© Л.С. Камзина, Л.А. Кулакова

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: kamzin@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 12 июля 2016 г.)

Исследована индуцированная электрическим полем динамика фазового перехода в сегнетоэлектрическую фазу в кристаллах $\text{PbIn}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - \text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3 - x\text{PbTiO}_3$ ($x = 25$ и 32%) в различных геометриях приложения внешнего электрического поля $E \parallel [001]$, $E \parallel [011]$. При комнатной температуре проведены одновременные измерения оптического пропускания, скорости и затухания звука. Обнаружено, что изменение упругих свойств наступает позже, чем изменение оптического пропускания, что связано с разными размерами полярных областей и времен релаксации, на которые реагируют свет и звук. Установлено, что в интервале полей $0 - 2 \text{ kV/cm}$ при $E \parallel [001]$ в обоих кристаллах в результате фазового перехода происходит только частичная поляризация образца, в то время как в кристалле РТ32 при $E \parallel [011]$ в том же интервале полей фазовый переход завершается практически полной поляризацией образца.

DOI: 10.21883/FTT.2017.02.44050.293

1. Введение

Релаксорные сегнетоэлектрики — это большой класс соединений, которые вызывают повышенный интерес исследователей благодаря своим необычным диэлектрическим и электромеханическим свойствам. Основной чертой релаксоров является сильная частотная дисперсия диэлектрической проницаемости, отсутствие макроскопической спонтанной поляризации при охлаждении в нулевом поле и возникновение сегнетоэлектрического поведения только после охлаждения в электрическом поле. Классический релаксор магнониобат свинца $\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3$ (PMN) обнаруживает в среднем кубическую симметрию ниже максимума диэлектрической проницаемости вплоть до очень низких температур. Необычные свойства этих материалов связаны с появлением локальных пространственно ориентированных сегнетоэлектрических наноразмерных областей (полярные нанообласти PNR) [1,2]. Эти динамические области, внедренные в разупорядоченную кубическую матрицу, характеризуются локальной ромбоэдрической симметрией. Они возникают при температуре Бернса ($T_B \sim 620 - 650 \text{ K}$) и имеют размеры $2 - 3 \text{ nm}$. С понижением температуры размеры их возрастают и достигают $\sim 10 - 30 \text{ nm}$ ниже температуры замерзания T_f . При этой температуре возникает стеклоподобное состояние с замороженной локальной поляризацией. Кроме того, в релаксорах наблюдаются статические нано- и микродоменные структуры [3-5]. Таким образом, релаксорные сегнетоэлектрики демонстрируют структурную иерархию и обнаруживают высокоупорядоченную структуру только на мезоскопическом масштабе.

Общей чертой всех релаксоров, таких как PMN, $\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3 - x\text{PbTiO}_3$, (PMN-xPT), $\text{PbIn}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3 - \text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3 - x\text{PbTiO}_3$ (PIN-xPT) и ряда других, является случайное расположение ионов в кристаллографически эквивалентных положениях. Случайно ориентированные локальные электрические и упругие поля служат причиной возникновения PNR, которые являются предшественниками сегнетоэлектрического фазового перехода. Эволюция полярных нанообластей связана в релаксорах с четырьмя характерными температурами: 1 — температура Бернса $T_B \sim 650 \text{ K}$, при которой появляются динамические PNR, 2 — промежуточная температура T_m , ниже которой динамические PNR трансформируются в статические с быстрым ростом размеров, 3 — частотно-зависимая температура максимума диэлектрической проницаемости T_m и 4 — температура сегнетоэлектрического фазового перехода T_C (или температура замерзания T_f в случае, когда этот переход отсутствует, как в PMN). Различные исследования релаксоров сегнетоэлектриков были предприняты, чтобы понять их необыкновенные свойства. Так, например, появление динамических PNR послужило причиной отклонения показателя преломления и скорости звука от обычной линейной температурной зависимости [6,7]. Статические PNR меняют поведение теплового расширения [8]. В замороженном релаксорном состоянии PNR приобретают слабую кинетику, но не образуют дальнего порядка. PNR ведут себя как большие дипольные моменты, совершающие тепловые флуктуации между эквивалентными потенциальными ямами, и наблюдаемые свойства релаксоров связаны с переориентацией этих диполей. Широкий спектр времен релаксации спонтанной поля-

ризации связан как с распределением величин потенциальных барьеров, разделяющих состояния с различной ориентацией, так и с разными размерами полярных областей. Это является основной чертой неравновесного состояния стекольной системы. Свойства кристалла в таком неравновесном состоянии должны зависеть от времени. Это было подтверждено рядом авторов при изучении диэлектрических свойств [9–11] и нашими работами по оптическим и акустическим исследованиям [12,13]. В нашей работе [13] мы изучали кинетику прохождения сегнетоэлектрического фазового перехода в составах PIN-PMN-xPT , расположенных на разном расстоянии от морфотропной фазовой границы (МФГ), используя оптические и акустические измерения.

Мы показали, что во всех исследованных кристаллах PIN-PMN-xPT ($x = 23, 25, 32\%$) индуцированный фазовый переход в сегнетоэлектрическую фазу при приложении электрического поля, превосходящего пороговое поле, при температурах ниже T_C зависит от времени и проходит в два этапа: первый этап — инкубационный период, связанный с незначительным изменением поляризации в части образца, которая находится в стеклоподобной фазе. В течение этого периода наблюдается практически логарифмическая зависимость оптических и акустических характеристик. Второй этап происходит спустя время t_d (время задержки) и связан с увеличением размера полярных областей, быстрым ростом поляризации и образованием дальнего порядка.

Мы обнаружили, что время задержки t_d сильно зависит не только от величины приложенного поля, но и от времени, прошедшего между отжигом образца и временем начала измерения. При этом было замечено, что времена задержки t_d , полученные из оптических и акустических измерений при одних и тех же условиях измерения, отличаются друг от друга. Возникает вопрос, в чем причина таких различий. Мы предположили, что причина этого различия связана с разными размерами полярных областей и соответственно времен релаксаций, определяющих рассеяние света и изменение упругих свойств решетки. Однако эти наблюдения носили только качественный характер, так как измерения проводились на разных установках, что существенно затрудняло точное воспроизведение условий измерений на оптической и акустической установках.

В данной работе будет исследована индуцированная электрическим полем динамика фазового перехода в сегнетоэлектрическую фазу в кристаллах PIN-PMN-xPT ($x = 25$ и 32%) и ее связь с различным содержанием PT. Будут проведены одновременные измерения изменений оптического пропускания и упругих свойств, как в разных электрических полях, так и при разных временах между отжигом образцов и началом измерений. Состав с малой концентрацией PT ($x = 25\%$) расположен значительно ниже МФГ и является, практически, релаксором. В кристаллах с большей концентрацией PT ($x = 32\%$), которые находятся вблизи МФГ ($T_{r1} \sim 385$ К), доля релаксорной фазы невелика.

2. Методика эксперимента

Кристаллы выращивались прямо из расплава модифицированным методом Бриджмена [14]. Были получены высококачественные монокристаллы $20\text{PIN}-55\text{PMN}-25\text{PT}$ (PT25) и $33\text{PIN}-35\text{PMN}-32\text{PT}$ (PT32). Кристаллы ориентировались и затем разрезались вдоль плоскостей (001) и (011). Образцы с размерами $3 \times 3 \times 4$ мм разной ориентации вырезались из одного куска кристалла, чтобы минимизировать изменения состава, возникающего из-за сегрегации во время роста. Грани образцов подвергались оптической полировке. Перед каждым измерением образцы отжигались в течение часа при температуре ~ 500 К. После отжига образцы охлаждались без поля до комнатной температуры, при которой к ним прикладывалось постоянное электрическое поле с напряженностью, достаточной для индуцирования фазового перехода в сегнетоэлектрическое состояние. Чтобы избежать пробоя кристалла при приложении больших электрических полей, в данной работе использовались небольшие электрические поля, которые приводят к частичной поляризации образца. Поскольку результаты, полученные при одном и том же поле, были вполне воспроизводимы, то можно было получать различную степень поляризации путем изменения величины поля.

Измерения проводились при комнатной температуре. Электрическое поле прикладывалось в направлении [001] для кристалла PT25, и в направлениях [001] и [011] для кристалла PT32. После приложения поля регистрировались изменения оптического пропускания, затухания и скорости звука со временем.

Пропускание света измерялось в перпендикулярном [100] направлении. Для оптических измерений использовался He-Ne-лазер ($\lambda = 632.8$ nm). Оптический сигнал регистрировался быстродействующим фотоприемником (ФЭУ28). Импульс света формировался дисковым прерывателем. Им же вырабатывался импульс синхронизации запуска ВЧ генератора, вырабатывающего акустический импульс. Для измерения акустических свойств кристаллов использовалась эхо-импульсная методика. Ультразвуковые импульсы частотой 20 MHz и длительностью до $0.5 \mu\text{s}$ возбуждались (с помощью генератора сигналов AFG фирмы INSTEK) резонансными пластинками из пьезоэлектрической керамики, приклеиваемыми к образцу. Широкополосный (полоса 200 MHz) осциллограф (фирмы Tectronix) и камера Sony Cyber-shot использовались для фиксированной и непрерывной записи поведения эхо-импульсов. Точность измерения изменения скорости звука не хуже 10^{-3} . При акустических измерениях электрическое поле совпадало по направлению с распространением звуковой волны.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1. Электрическое поле в направлении [001]. На рис. 1, *a, b* в качестве примера приведены

изменения оптического пропускания и скорости звука со временем в электрическом поле для кристаллов РТ25 и РТ32, полученные при одновременном измерении оптических и акустических характеристик. Как следует из рентгеновских и нейтронных исследований, симметрия образцов РТ25 при комнатной температуре в отсутствие электрического поля в целом кубическая с внедрением неупорядоченных хаотически расположенных областей ромбоэдрической фазы ($T_f \sim 376$ К), а образцов РТ32 — ромбоэдрическая с отдельными областями моноклинной фазы и небольшой долей релаксорной стеклоподобной фазы (температура морфотропного фазового перехода $T_{rt} \sim 385$ К) [15].

Как мы уже сообщали ранее в работах [13,14] и как видно из рис. 1, фазовый переход в сегнетоэлектрическое состояние проходит в два этапа. Во время первого этапа кинетика в основном определяется приблизительно логарифмическим ростом поляризации в стекольной фазе, при этом в кристалле РТ25 формируются малые области ромбоэдрической фазы. Наличие такой логарифмической зависимости для кристаллов РТ32 служит подтверждением частичного присутствия стекольной фазы и в этом кристалле. В кристалле РТ25 после перехода индуцируется ромбоэдрическая фаза, а в кристалле РТ32 — моноклинная [15].

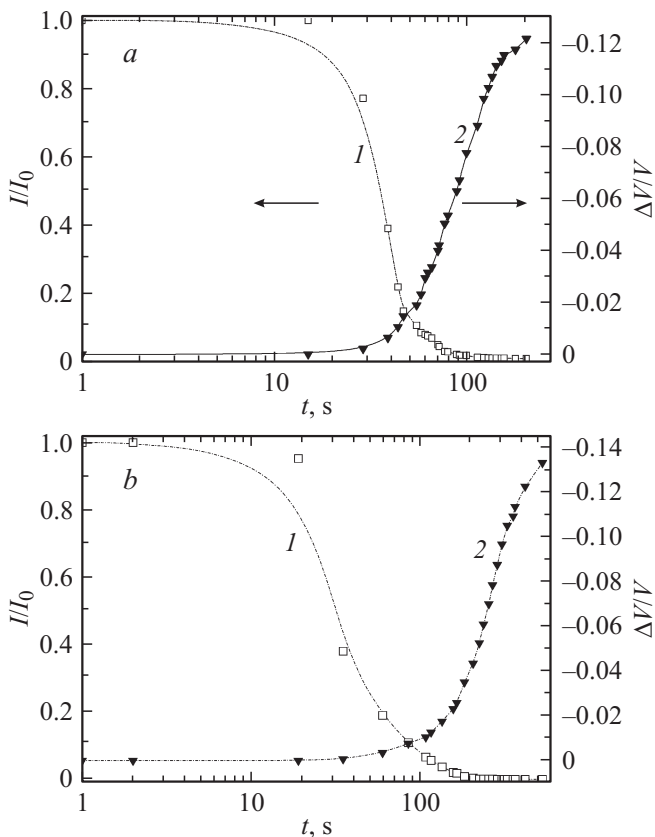


Рис. 1. Изменения оптического пропускания I/I_0 (1) и скорости звука ($\Delta V/V$) (2) со временем в электрическом поле ($E, \text{kV/cm}$) в кристаллах РТ25 (а) и РТ32 (б): а — $E = 1.5$, б — $E = 1.97$.

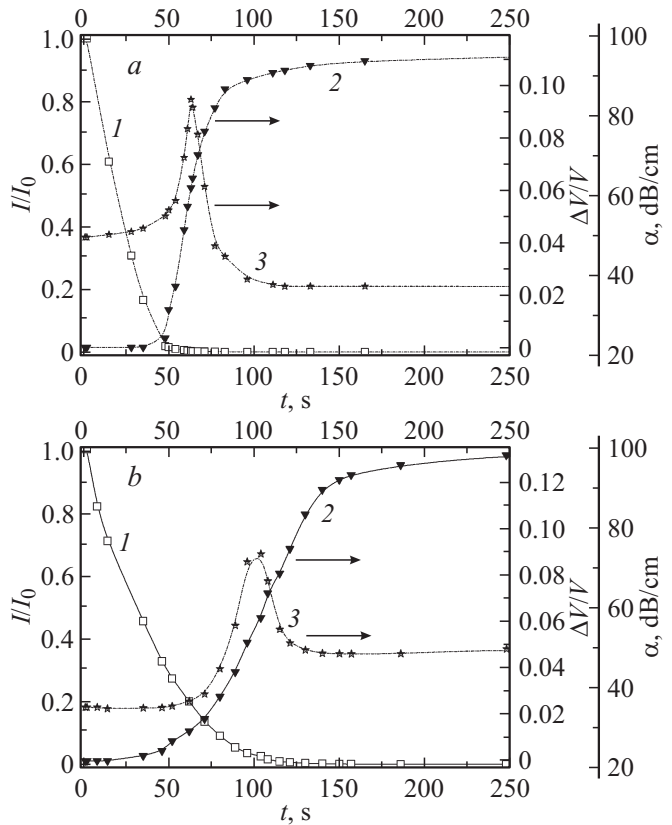


Рис. 2. Динамика изменений оптического пропускания (1), скорости звука (2) и поглощения звука α (3), происходящих при фазовом переходе в электрическом поле $E = 1.6 \text{ kV/cm}$ в кристалле РТ25, при различных временах t_r , прошедших между отжигом кристаллов и началом измерений: а — 1 h 45 s, б — 4 h.

На рис. 2, а, б представлена динамика изменения оптического пропускания и акустических свойств (скорость звука и затухание) для кристаллов РТ25 в электрическом поле при разных временах, прошедших между отжигом образца и началом измерений (t_r). В нашей работе [13] было показано, что измеряемые параметры сильно зависят от времени между отжигом кристалла и началом измерений. Из рис. 2 видно, что с увеличением t_r увеличивается время прохождения фазового перехода: кривые изменения пропускания света и скорости звука становятся более пологими. Это, с одной стороны, связано с более широким спектром времен релаксации, который возникает при больших временах, прошедших между отжигом образцов и началом измерений. С течением времени увеличиваются размеры полярных областей, что приводит к увеличению времени релаксации. С другой стороны, с течением времени формируются связанные со старением релаксора внутренние поля, которые приводят к экранировке и уменьшению внешнего приложенного поля. В меньшем поле переход в фазу с дальним порядком проходит значительно медленнее.

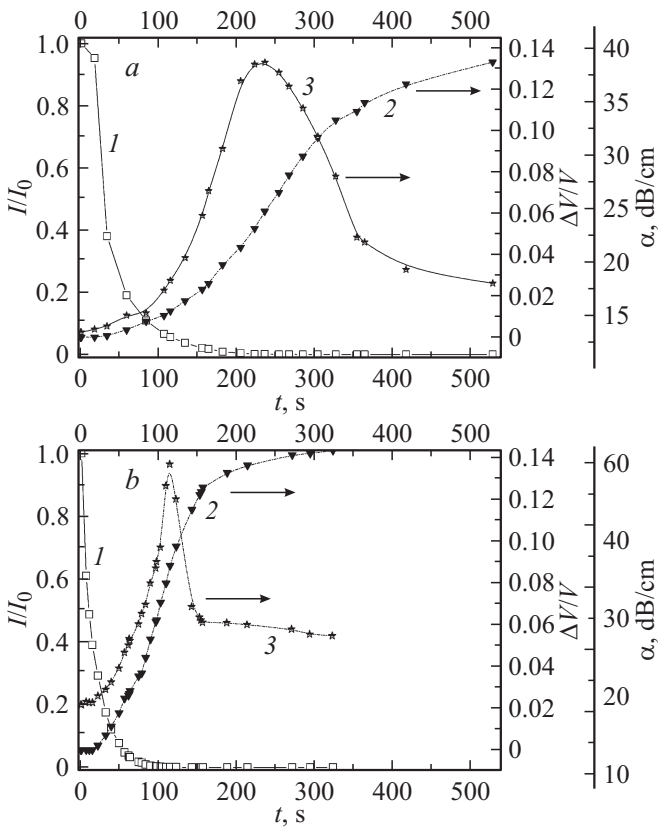


Рис. 3. Кинетика изменений оптического пропускания (1), скорости звука (2) и поглощения звука (3) в кристалле РТ32, происходящих при фазовом переходе, в разных электрических полях E , kV/cm, приложенных в направлении [001]: *a* — 1.97, *b* — 2.1.

На рис. 3, *a, b* показаны изменения оптического пропускания и акустических свойств в кристаллах РТ32 в разных электрических полях, приложенных в направлении [001]. Как видно из рис. 2 и 3, фазовый переход растянут во времени: изменение упругих свойств наступает позже, чем изменение оптического пропускания. Чем же определяется изменение оптического пропускания и упругих свойств? Изменение оптических свойств, главным образом, связано с изменением размеров неоднородностей. С течением времени при приложении электрического поля число областей с локальной поляризацией возрастает. Увеличиваются и их размеры. Как только размеры становятся одного порядка или больше длины волны света (~ 630 nm), происходит уменьшение оптического пропускания вследствие рассеяния света.

Соответственно изменениям размеров полярных областей изменяются и их времена релаксации. Как видно из рис. 2 и 3 (кривые 2, 3), в процессе фазового перехода наблюдается резкое изменение затухания и скорости звука. Именно такое поведение может быть обусловлено релаксационными процессами. Релаксационный вклад в изменение поглощения и скорости звука связан с изменением характерных времен релаксации:

$\alpha \sim \omega^2 \tau / (1 + \omega^2 \tau^2)$, $\Delta v/v \sim \omega^2 \tau^2 / (1 + \omega^2 \tau^2)$, где α — коэффициент поглощения, $\Delta v/v$ — относительное изменение скорости звука, τ — время релаксации спонтанной поляризации. Максимум затухания и резкое изменение скорости звука достигается при $\omega \tau \sim 1$, т.е. когда τ становится одного порядка с периодом звуковой волны (в нашем случае ~ 50 ns). Таким образом, изменение акустических свойств является информативной характеристикой, позволяющей делать выводы об изменении времен релаксации, а значит и размеров полярных областей в процессе фазового перехода.

Скорость и время прохождения фазового перехода для кристалла РТ32, также как и для кристалла РТ25, зависят от величины приложенного поля. Ширина пика затухания также зависит от величины приложенного поля. В меньшем поле (рис. 3, *a*) фазовый переход проходит медленнее. Из рис. 3 видно, что величина затухания в исходной фазе до перехода в кристалле РТ32 ниже, чем после перехода. Кристалл РТ32 при комнатной температуре находится в основном в ромбоэдрической фазе. При фазовом переходе в электрическом поле возникает менее симметричная моноклинная фаза, в которой затухание больше.

Поскольку акустические аномалии наблюдаются позже оптических, естественно предположить, что появляются они при возникновении более крупномасштабных полярных областей. Следует особо отметить, что изменение упругих свойств (для обоих кристаллов) в случае приложения электрического поля вдоль [001] происходит быстрее с увеличением величины внешнего поля. Однако скачкообразного изменения, как это должно было бы быть при полной поляризации образца, не наблюдалось. Это говорит о том, что при приложении небольшого электрического поля в направлении [001] в результате фазового перехода происходит только частичная поляризация образца, и дальнейший порядок возникает не во всем кристалле. Именно с неполной поляризацией образца мы связываем отсутствие увеличения оптического пропускания при изменении акустических свойств.

3.2. Электрическое поле в направлении [011]. Экспериментальные результаты [16] показали, что направление [011], также как и направление [001], является еще одним направлением поляризации, в котором наблюдается большой пьезоэффект. В образцах, поляризованных в направлении [011], было обнаружено присутствие сегнетоэлектрической орторомбической фазы (*O*), в то время как в образцах, поляризованных в направлении [001], возникала моноклинная фаза [16].

На рис. 4, *a–c* представлены изменения оптического пропускания и акустических свойств в кристалле РТ32 в разных электрических полях, приложенных вдоль направления [011]. В отсутствие поля кристалл находится в ромбоэдрической фазе с небольшой долей областей релаксорной стеклоподобной фазы. Приложение электрического поля вдоль направления [011], согласно данным работ [17,18] и нашим исследованиям [12],

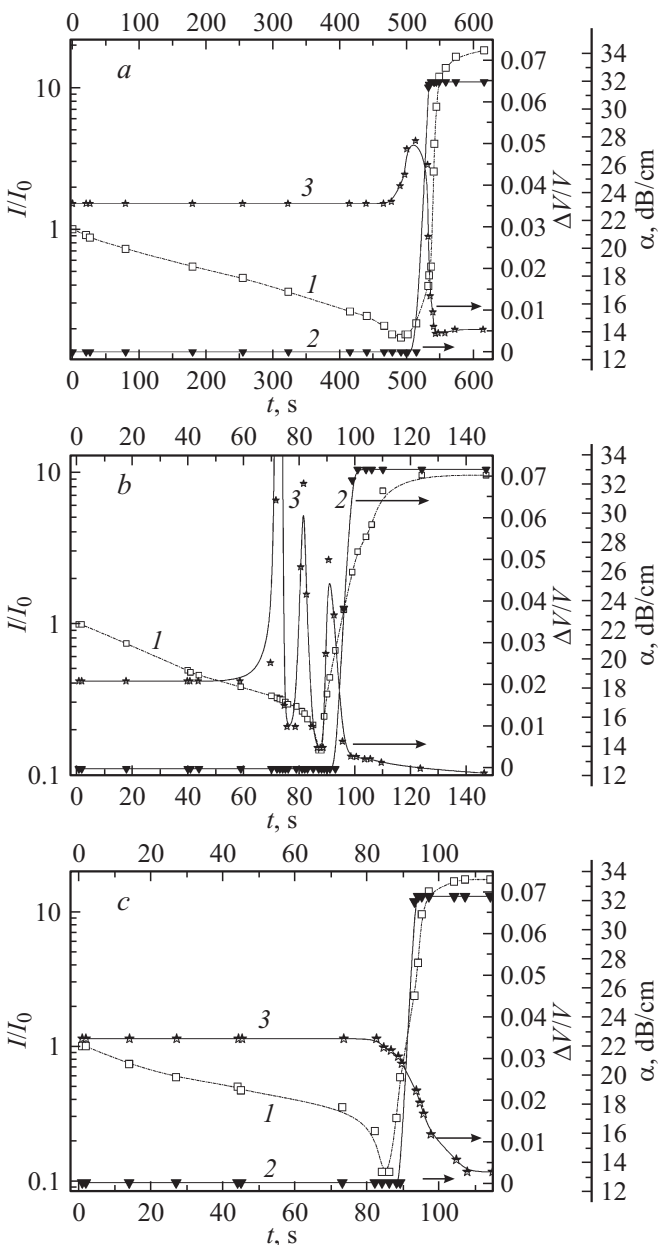


Рис. 4. Изменения оптического пропускания (I), скорости звука (2) и затухания звука (3) со временем в электрическом поле E , kV/cm, приложенном в направлении $[011]$ в кристалле РТ32: a — $E = 1.59$, b — $E = 1.69$, c — $E = 1.87$.

индуцирует переход из ромбоэдрической в орторомбическую фазу. Этот фазовый переход происходит с временной задержкой, так как в образце имеются доли областей как релаксорной стеклоподобной, так и ромбоэдрической фазы, которые начинают поворачиваться в направлении приложения поля. В этом временном интервале происходит укрупнение этих областей и возникновение областей орторомбической симметрии с локальной спонтанной поляризацией, направленной вдоль направления приложения поля. Это приводит к уменьшению оптического пропускания, что и видно на

рисунке. Чем больше напряженность электрического поля (рис. 4, $a-c$), тем быстрее увеличиваются размеры рассеивателей. Скорость звука при этом не меняется, следовательно, никакой структурной перестройки и возникновения дальнего порядка на этом этапе не происходит. В нашем эксперименте мы использовали маленькие электрические поля, поэтому процесс возникновения новых областей орторомбической фазы и увеличение размеров рассеивателей был растянут по времени. С дальнейшим увеличением времени продолжается вращение плоскости поляризации от направления $\langle 111 \rangle$ полярной оси к направлению $\langle 011 \rangle$, и в итоге происходит резкий скачок в оптическом пропускании и скорости звука, связанный с изменением параметров решетки и возникновением индуцированного перехода из ромбоэдрической в орторомбическую фазу (R–O). Возникшая при комнатной температуре орторомбическая фаза оставалась стабильной в течение длительного времени и после снятия электрического поля, т.е. в достаточно низком поле ~ 2 kV/cm в кристалле возникла необратимая орторомбическая фаза. При этом переходе одновременно меняются и оптическое пропускание, и скорость звука. Увеличение оптического пропускания в орторомбической фазе, скорее всего, связано с возникновением однодоменного состояния. Эти данные согласуются с результатами работы [19] по исследованию деформации в кристаллах PMN–32PT, в которых однодоменная орторомбическая фаза в поле $[011]$ возникла в полях, меньших 2.2 kV/cm. Как видно из рис. 4, этот переход происходит резко, без задержек по времени. Никаких промежуточных фаз между ромбоэдрической и орторомбической фазами не возникает. Это согласуется с работами [16,17] по исследованию доменной структуры в кристаллах PMN–30PT и PIN–PMN–32PT для случая приложения поля вдоль $[011]$. В этих работах показано, что в небольших полях до ~ 5 kV/cm наблюдались только области с ромбической симметрией и только в больших полях $\sim 10-12$ kV/cm наблюдалось два сорта доменной структуры, указывающей на сосуществование областей моноклинной и ромбической симметрии.

Интересные результаты получены для затухания звука в области фазового перехода (рис. 4, $a-c$). Видно, что с изменением величины приложенного поля меняется поведение затухания. В небольшом поле (рис. 4, a) наблюдается один пик затухания, связанный, по-видимому, с переориентацией областей ромбоэдрической фазы. С увеличением напряженности приложенного поля (рис. 4, c) фазовый переход проходит так быстро, что нам не удалось зафиксировать момент максимального значения акустического затухания и на рисунке видно только резкое уменьшение затухания. Наиболее сложная картина затухания наблюдается в промежуточном поле (рис. 4, b). В небольшом временном интервале видно несколько пиков затухания. Одной из вероятных причин такого поведения может быть не только переориентация областей ромбоэдрической фазы в направлении $\langle 011 \rangle$, но и возникновение, и рост областей ромбической фазы

различного размера, обуславливающих соответствующие пики затухания. Следует обратить внимание на величину затухания в ромбоэдрической и ромбической фазах. После перехода индуцируется более симметричная ромбическая фаза, поэтому затухание в ней меньше.

4. Заключение

Таким образом, в данной работе впервые проведены одновременные измерения оптических и акустических свойств в тройных системах $\text{PIN-PMN-}x\text{PT}$ с $x = 25$, 32%.

Исследована динамика структурного упорядочения в исследованных кристаллах в различных геометриях приложения внешнего электрического поля ($E \parallel [001]$, $E \parallel [011]$) при комнатной температуре.

1. Фазовый переход в сегнетоэлектрическое состояние в исследованных кристаллах проходит в два этапа: после времени задержки, в течение которого изменение оптического пропускания и скорости звука подчиняются \log зависимости, происходит резкое изменение изучаемых свойств, и кристалл переходит в фазу с дальним порядком.

2. Изменение упругих свойств наступает позже, чем изменение оптического пропускания, что связано с разными размерами полярных областей и времен релаксации, на которые реагируют свет и звук.

3. Установлено, что в интервале полей $0-2 \text{ kV/cm}$ при $E \parallel [001]$ в обоих кристаллах в результате фазового перехода происходит только частичная поляризация образца.

4. В кристалле PT32 при $E \parallel [011]$ в том же интервале полей ($0-2 \text{ kV/cm}$) выявлена более сложная динамика развития сегнетоэлектрического фазового перехода из ромбоэдрической в орторомбическую фазу, завершающегося практически полной поляризацией образца.

Таким образом, совместное наблюдение изменения во времени оптических и акустических свойств позволяет проследить особенности динамики формирования полярных областей в процессе фазового перехода из стеклоподобной фазы в сегнетоэлектрическую.

Список литературы

- [1] A. A. Bokov, Z.-G. Ye. *J. Mater. Sci.* **41**, 31 (2006).
- [2] G. Burns, B.A. Scott. *Solid State Commun.* **13**, 423 (1973).
- [3] V.V. Shvartsman, A.L. Kholkin. *Phys. Rev. B* **69**, 014 102 (2004).
- [4] Z.-G. Ye. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **6**, 35 (2002).
- [5] M. Iwata, K. Katsuraya, I. Suzuki, M. Maeda, N. Yasuda, Y. Ishibashi. *Jpn. J. Appl. Phys.* **42**, 6201 (2003).
- [6] S. Tsukada, S. Kojima. *Phys. Rev. B* **78**, 144 106 (2008).
- [7] S. Tsukada, Y. Ike, J. Kano, T. Sekiya, Y. Shimojo, R. Wang, S. Kojima. *J. Phys. Soc. Jpn.* **77**, 033 707 (2008).
- [8] B. Dkhil, P. Gemeiner, A.Al-Barakaty, L. Bellaiche, E. Dul'kin, E. Mojaev, M. Roth. *Phys. Rev. B* **80**, 064 103 (2009).
- [9] E.V. Colla, M.B.Weissman. *Phys. Rev. B* **72**, 104 106 (2005).
- [10] E.V. Colla, D. Vigil, J. Timmerwilke, M.B. Weissman. *Phys. Rev. B* **75**, 214 201 (2007).
- [11] E.V. Colla, N. Jurik, Y. Liu, M.E.X. Delgado, M.B. Weissman, D.D. Viehland, Z.-G. Ye. *J. Appl. Phys.* **113**, 184 104 (2013).
- [12] Л.С. Камзина, Л.А. Кулакова, Н. Luo. *ФТТ* **56**, 9, 1809 (2014).
- [13] Л.С. Камзина, Л.А. Кулакова. *ФТТ* **58**, 1, 177 (2016).
- [14] H. Luo, G. Xu, H. Xu, P. Wagn. *Jpn. J. Appl. Phys.* **39**, 5581 (2000).
- [15] S.J. Zhang, L. Lebrun, S. Rhee, C.A. Randall, T.R. Shrout. *Appl. Phys. Lett.* **81**, 892 (2002).
- [16] Z. Li, Z. Xu, X. Yao, Z.-Y. Cheng. *J. Appl. Phys.* **104**, 024 112 (2008).
- [17] D. Lin, Z. Li, S. Zhang, Z. Xu, Xi Yao. *J. Appl. Phys.* **108**, 034 112 (2010).
- [18] S. Zhang, Fei Li, Jun Luo, Ru Xia, W. Hackenberger, Thomas R. Shrout. *Appl. Phys. Lett.* **97**, 132 903 (2010).
- [19] M. Shanthi, L.C. Lim. *J. Appl. Phys.* **106**, 114 116 (2009).