

文章编号: 1000-324X(2007)03-479-04

周期铁电畴压电陶瓷的制备和频谱特性研究

薛金林¹, 屈绍波^{1,2}, 魏晓勇², 徐卓², 王斌科¹

(1. 空军工程大学 理学院, 西安 710051; 2. 西安交通大学 电子陶瓷与器件教育部重点实验室, 西安 710049)

摘要: 研究了复合结构的周期铁电畴压电陶瓷以及通过外加电场反向极化法制备的周期铁电畴压电陶瓷的厚度切变模式. 分析了两种方法制备的周期铁电畴压电陶瓷的频谱特性, 得出了铁电畴周期结构可以很好地抑制来源于纵向或径向振动的高次泛音的不良影响和通过外加电场反向极化法制备小周期铁电畴提高厚度切变模式谐振频率的方法, 从而可以通过调整周期大小制备出在一定频率范围内呈现出具有感性的压电陶瓷.

关键词: 周期畴反转; 厚度剪切振动; 周期铁电畴结构; 周期极化

关键词: TM282 文献标识码: A

Fabrication of Piezoelectric Ceramics with Periodical Ferroelectric Domains and Its Frequency Response

XUE Jin-Lin¹, QU Shao-Bo^{1,2}, WEI Xiao-Yong², XU Zhuo², WANG Bin-Ke¹

(1. The College of Science, Air Force Engineering University, Xi'an 710051, China; 2. Electronic Materials Research Laboratory, Key Laboratory of Ministry of Education, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: The composite piezoelectric ceramics with periodical ferroelectric domains were prepared by traditional composite technology, and the bulk ceramics with periodical ferroelectric domains were produced by a periodically poling method. The thickness-shear resonance and frequency properties of those two kinds of periodical ferroelectric domain ceramics were investigated. It is concluded that periodical ferroelectric domain structure can effectively restrain the bad effect from longitudinal or radical high order harmonious oscillation, and thickness shear resonance frequency can be increased by the periodically poling method, therefore the piezoelectric ceramics with inductance characteristics could be produced by the method of resonance and anti-resonance at some frequency region through adjusting the size of periodical ferroelectric domain.

Key words ferroelectric domain inversion; thickness-shear vibration; periodical ferroelectric domain; periodic poling

1 引言

目前, 国际、国内制作的周期铁电畴大都是基于单晶铁电体展开的^[1], 对多晶压电陶瓷周期铁电畴的研究还很少见, 有限的文献主要集中在块体铁电陶瓷的极化及压电性能的探索研究, 或者制造 0-3、1-3、2-2 等结构的压电复合材料^[2], 没有涉

及到如何在多晶压电陶瓷中制作周期电畴, 对多晶压电陶瓷中的周期电畴对陶瓷频谱特性的影响更没有研究. 多晶压电陶瓷在许多领域具有广泛的应用, 多数是块体材料和复合材料, 进行多晶周期铁电畴压电陶瓷的频谱特性的研究, 对设计新的物理器件具有重要的应用前景.

收稿日期: 2006-07-04, 收到修改稿日期: 2006-09-20

基金项目: 国家自然科学基金 (10474077); 陕西省基础研究计划 (2005E115); 国家重点基础研究发展计划 (2002CB613304)

作者简介: 薛金林 (1978-), 男, 硕士研究生. 通讯联系人: 屈绍波. E-mail: qushaobo@mail.xjtu.edu.cn

多晶压电陶瓷铁电畴在外电场下的生长机理以及对畴生长的控制都要比单晶铁电体复杂得多,这给多晶压电陶瓷周期铁电畴的制作带来了困难.本文首先通过制作复合结构的周期铁电畴压电陶瓷得到这种结构的厚度切变频谱特性,并对其频谱特性做出了分析.之后通过外加电场反向极化法制备了周期铁电畴压电陶瓷,通过频谱特性的分析得出了利用这种方法制备在一定频率范围内呈现出具有感性压电陶瓷的可行性.

2 实验

2.1 周期铁电畴压电陶瓷的厚度切变振动模式分析

高频压电陶瓷谐振器大多采用厚度切变振动模式.在该模式下,器件频率主要由陶瓷片厚度决定.厚度切变振动模式的特点是电极面与极化方向平行,频率常数为厚度伸缩振动模式的一半^[3].单个陶瓷片的厚度切变振动如图 1 所示,振子沿 X 方向极化,沿 Z 方向施加激励电场,则在 XY 面上产生剪切力(图 1(b)),使 XZ 面产生反方向切变(图 1(c)).在交变电场激励下,振子产生质点位移沿 X 方向的切变振动,波的传播方向则沿 Z 方向,故切变波为横波^[4].通过单个陶瓷片的厚度切变振动模

式的分析,可得铁电畴周期结构压电陶瓷(图 2(a))的厚度切变振动模式如图 2(b) 所示.

2.2 周期铁电畴压电陶瓷的制作

实验中所用压电陶瓷是中国科学院声学研究所提供的 PZT-5 压电陶瓷,采用 TF Analyzer 2000 电滞回线测量仪测得其电滞回线(图 3),从图中可得矫顽场 $E_c=1000\text{V}/\text{mm}$.

复合结构的周期铁电畴压电陶瓷(A)是把厚度为 0.5mm 的 PZT-5 陶瓷片按照图 2(a) 中的方式通过有机特种胶粘剂(导电胶)粘合在一起并在 140°C 下固化 3h 制作而成的.

外加电场反向极化法^[5,6]制备的周期铁电畴压电陶瓷(B)是在 PZT-5 压电陶瓷上制作周期电极,然后在电极加上与陶瓷极化方向相反超过 PZT-5 矫顽场 $E_c=1000\text{V}/\text{mm}$ 的脉冲高电压实现电畴反转形成如图 2(a) 所示的周期铁电畴结构,其实验示意图如图 4 所示.由于不同极性铁电畴被腐蚀的速率不同,利用腐蚀剂可在周期极化的压电陶瓷表面形成凹凸不平的区域从而可观察到明暗交替的周期畴结构.本文使用了硝酸和氢氟酸之比为 2:1 的混合溶液,在 100°C 下水浴腐蚀 20min^[7],其腐蚀后观察到的图形如图 5 所示,是具有周期铁电畴的压电陶瓷,其半周期为 0.34mm.

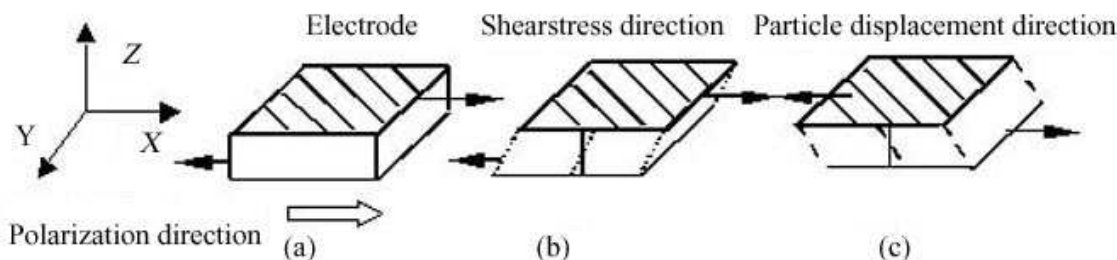


图 1 单个陶瓷片的厚度切变振动

Fig. 1 Thickness-shear resonance of single piezoelectric ceramic plate

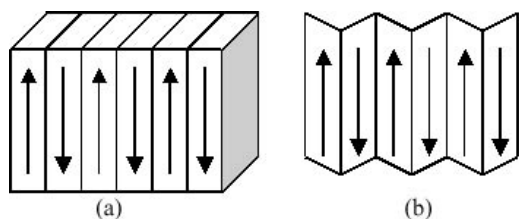


图 2 周期结构铁电畴陶瓷及其厚度切变振动模式
Fig. 2 Ceramics with periodical ferroelectric domains and its thickness-shear vibration mode

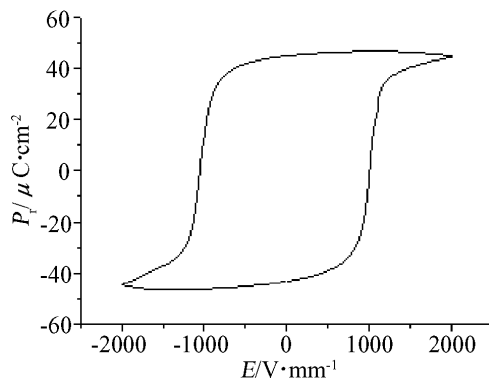


图 3 PZT-5 的电滞回线

Fig. 3 Electric hysteresis loop of the PZT-5 ceramics

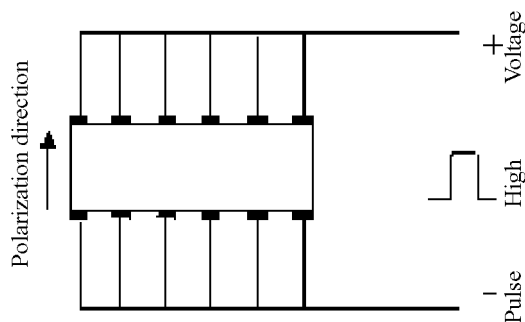


图 4 外加电场反向极化法制备的周期铁电畴压电陶瓷示意图

Fig. 4 Schematic illustration of the ceramics with periodical ferroelectric domains prepared by the periodically poling method

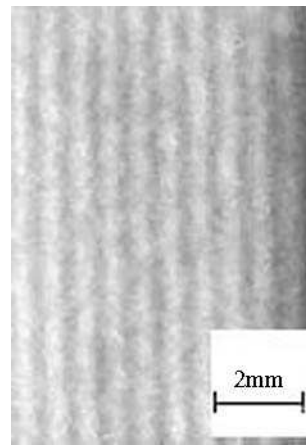


图 5 腐蚀后的畴结构图像
Fig. 5 Photo of periodical ferroelectric domains

3 结果和讨论

采用 Agilent 4294A 频谱分析仪进行频谱测量, 测得厚度为 0.7mm 的 PZT-5 压电陶瓷片的厚度切变振动模式阻抗频谱如图 6 所示.

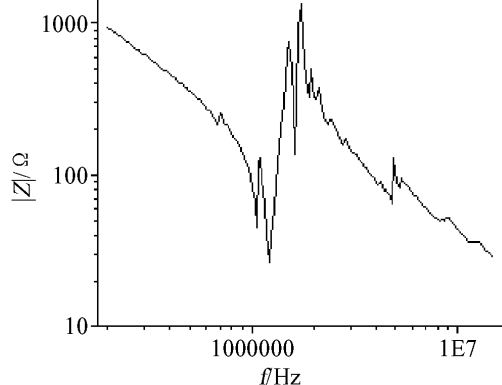


图 6 0.7mm 厚 PZT-5 的切变振动阻抗频谱
Fig. 6 Frequency dependence of impedance $|Z|$ for thickness-shear resonance of 0.7mm-thick PZT-5 ceramics

从图中分析并根据式 $N_5=f_a l$ (f_a 为反谐振频率, l 为陶瓷片的厚度) 可得出其厚度切变振动模式的频率常数 $N_5=1075\text{mHz}$, 从图中也可以看出由于受纵向或径向振动的高次泛音的影响, 杂波干扰较大.

测得通过 (A) 制得的复合结构周期铁电畴压电陶瓷厚度切变振动模式的阻抗频谱 (图 7(a)) 和 C_s 频谱 (图 7(b)). 从图 7 可以得到其厚度切变振动

的反谐振频率 $f_a=2167\text{kHz}$, 这与厚度为 0.5mm 的 PZT-5 压电陶瓷片的厚度切变振动反谐振频率是一致的. 从图 6 和图 7(a) 的对比中可知, 图 6 中由于受纵向或径向振动高次泛音影响造成的杂波干扰, 在图 7(a) 中由于采用周期铁电畴结构抑制了这种高次泛音的不利影响, 这和采用“能陷”(或能量封闭)型振动模式来抑制杂波干扰的效果是一样的 [8]. 并且从图 7(b) 中可以得到其 C_s 值在 $f_a=2167\text{kHz}$ 达到了负值, 也就是说陶瓷在 $f_a=2167\text{kHz}$ 附近呈现出感性.

测得通过 (b) 制得的周期铁电畴压电陶瓷厚度切变振动模式的阻抗频谱 (图 8 (a)) 和 C_s 频谱 (图 8(b)).

从图 8(a) 可以得到其厚度切变振动的反谐振频率 $f_a=3232\text{kHz}$, 这与厚度为 0.34mm 的 PZT-5 压电陶瓷片的厚度切变振动反谐振频率是一致的. 从图 7(a) 和图 8(a) 中可以看到两种方法制作出来的周期铁电畴压电陶瓷厚度切变振动反谐振频率, 都与其半周期厚度压电陶瓷片的切变振动反谐振频率是一致的, 并且都可以有效地抑制杂波的干扰. 从图 8(b) 可以看到其 C_s 值在 $f_a=3232\text{kHz}$ 附近也能达到负值, 只是绝对值相对较小, 这和多晶压电陶瓷的复杂畴结构和反向极化时对畴的生长控制比较困难有关 [9]. 但可以确定的是通过对工艺条件的改进完全可以采用外加电场反向极化法通过调整周期大小制备出一定频率范围内呈现出具有感性的压电陶瓷.

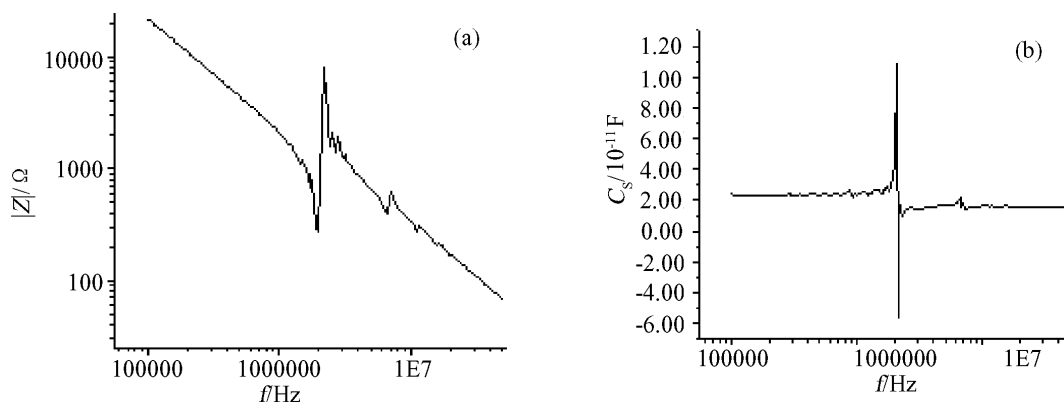


图 7 复合结构周期铁电畴压电陶瓷的厚度切变振动阻抗和 C_s 频谱

Fig. 7 Frequency dependence of impedance $|Z|$ and serial capacitance C_s for thickness-shear resonance of the composite piezoelectric ceramics with periodical ferroelectric domains

(a) Impedance $|Z|$ curve; (b) Serial capacitance C_s curve

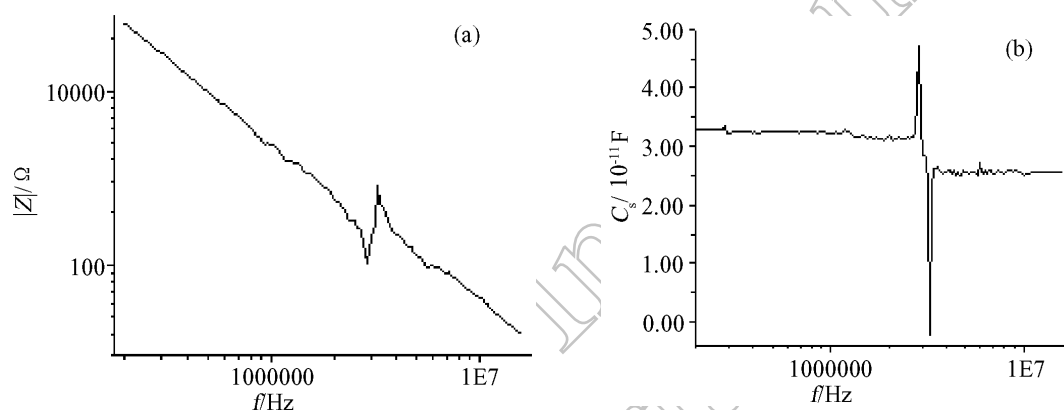


图 8 外加电场反向极化法制备的周期铁电畴压电陶瓷阻抗和 C_s 频谱

Fig. 8 Frequency dependence of impedance $|Z|$ and serial capacitance C_s for thickness-shear resonance of piezoelectric ceramics with periodical ferroelectric domains made by the periodically poling method

(a) Impedance $|Z|$ curve; (b) Serial capacitance C_s curve

4 结论

1. 多晶压电陶瓷周期畴结构可以通过外加电场反向极化法来制备, 通过这种方法制备出了这种周期结构.

2. 压电陶瓷铁电畴周期结构可以很好的抑制来源于纵向或径向振动的高次泛音的不良影响.

3. 采用外加电场反向极化法通过调整周期大小可以制备出一定频率范围内呈现出具有感性的压电陶瓷.

参考文献

- [1] 陈云琳, 许京军, 宋峰, 等. 光学学报, 2001, **21** (5): 889-892.
- [2] 李坤, 李金华, 李锦春, 等 (LI Kun, et al). 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 2004, **19** (2): 361-366.
- [3] 肖洪地, 王建成, 马洪磊. 电子元件与材料, 2002, **21** (6): 4-13.
- [4] Du J L, Hu J H, et al. *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, 2006, **53** (3): 579-585.
- [5] 于建, 倪文俊, 赵玉强, 等. 人工晶体学报, 2000, **29** (2): 122-125.
- [6] Hu X P, Wang X, He J L, et al. *Appl. Phys.*, 2004, **85** (2): 188-190.
- [7] 张飒, 程璇, 张颖. 功能材料, 2005, **36** (1): 15-22.
- [8] 黄显核. 压电与声光, 2004, **26** (1): 39-41.
- [9] Sheng Y, Wang T, Ma B Q, et al. *Appl. Phys.*, 2006, **88** (2): 121-123.