

# **Forschungszentrum Karlsruhe**

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6465

## Experimente zum Zeitverhalten von Piezokeramiken

M.-A. Weber, M. Kamlah, D. Munz

Institut für Materialforschung

## **Zusammenfassung**

Im Rahmen dieser Arbeit wurde am Institut für Materialforschung das zeitliche Verhalten von Weich-PZT-Keramiken in Abhängigkeit von einem hohen elektrischen Feld (bis zu 2,0kV/mm) untersucht. Während der Versuche, die im Hinblick auf das elektrische Feld mit unterschiedlichen Belastungsverläufen, in deren Verlauf Haltezeiten eingebettet waren, gefahren wurden, wurden Dehnungs- und Polarisationshysteresen aufgenommen. Ein erster wichtiger Aspekt dieser Arbeit ist die Realisation eines Versuchsaufbaus, mit dem diese Versuche aufgenommen werden konnten. Dabei auftretende Probleme, wie z.B. das Problem der Durchschläge, das vor allem bei der Messung mit Dehnungsmeßstreifen auftrat, werden beschrieben und Lösungen aufgezeigt. Von besonderem Interesse war dabei das Verhalten der Dehnung und der Polarisation während der Haltezeiten. Hierzu werden in dieser Arbeit neben den experimentell aufgenommenen Hysteresen auch die Verläufe der Dehnung bzw. der Polarisation über der Zeit während der Haltezeiten dargestellt und diskutiert. Während dieser Versuche erfolgte die Aufnahme der Dehnung mit einem induktiven Wegaufnehmer. Ein weiterer Punkt dieser Arbeit ist eine Gegenüberstellung von Methoden für die Dehnungsmessung. Neben der Dehnungsaufnahme mit dem induktiven Wegaufnehmer wurden erste Versuche mit einem Dehnungsmeßstreifen unternommen. Dabei wurde die Dehnung gleichzeitig mit beiden Versuchsmethoden aufgenommen und die Ergebnisse miteinander verglichen.

### **Experiments about time effects in piezoceramics**

The examination of time effects on soft PZT ceramics caused by an electric field (up to 2,0kV/mm) is one of the topics at the Institute for Material Research (IMF) of the Karlsruhe Research Center. This work describes several experiments dealing with this field. During the experiments done with different electric load histories in which several hold times were being embed, strain and polarisation hystereses have been measured. An important point of this work is the realisation of the experimental set-up for running these experiments. Problems like arcing especially appeared during the experiments with strain gauges. The presentation of the technical solutions for the problems is a main part of this work. A special point of discussion within this work is the behaviour of the strain and the polarisation during the holding time. Therefore, besides the experimental strain and polarisation hystereses you can also find curves which show the course of the strain and polarisation over the time during the hold times.

During the experiments relating to experimental strain and polarisation hystereses the strain was taken by an inductive displacement transducer. Another point of discussion of this work is a confrontation of different methods for measuring the strain. Besides the method with an inductive displacement transducer there exists the method of strain gauges. For the reason of comparison the strain was taken with both inductive displacement transducer and one strain gauge. It seems that the readings of strain gauges might be affected by the presence of high electric fields.

# Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Zielsetzung .....	1
2. Grundlagen und Begriffserläuterungen .....	3
2.1. Der polykristalline Aufbau einer PZT-Keramik .....	3
2.2. Piezoelektrizität .....	5
2.3. Ferroelektrizität.....	7
2.4. Polungsvorgang und Umklappprozesse der Domänen.....	7
2.5. Auswirkungen eines elektrischen Wechselfeldes .....	11
3. Versuchsbeschreibung.....	17
3.1. Material und Probengeometrie.....	17
3.2. Versuchsaufbau .....	19
3.2.1. Variation des Versuchsaufbaus auf Grund der Verwendung von Dehnungsmeßstreifen (DMS).....	23
3.3. Probleme und Lösungsansätze.....	25
4. Versuche .....	31
4.1. Darstellung und Diskussion der Versuche .....	31
4.1.1. Versuche ohne Haltezeiten.....	31
4.1.2. Versuche mit Haltezeiten.....	36
4.2. Dehnungsmessung mit einem Dehnungsmeßstreifen (DMS) .....	60
5. Zusammenfassung.....	75
Literaturverzeichnis.....	77

## 1. Einleitung und Zielsetzung

Das Institut für Materialforschung II (IMF II) am Forschungszentrum in Karlsruhe beschäftigt sich unter anderem mit der Erforschung keramischer Werkstoffe. Dabei versucht man eine möglichst genaue Vorstellung über das Verhalten dieser Stoffe bei verschiedenen Belastungsarten und -fällen anhand von experimentell ermittelten Daten sowie theoretischen Berechnungen zu erhalten.

Diese Diplomarbeit befaßt sich mit der experimentellen Untersuchung piezokeramischer Werkstoffe. Dabei handelte es sich um Blei-Zirkonat-Titanat-Keramiken (PZT-Keramik), die mittels eines elektrischen Feldes belastet werden. Die Folge einer solchen Belastung ist eine veränderte Form der Probe. Dieses Phänomen wird als „inverser piezoelektrischer Effekt“ bezeichnet. Das Gegenstück zu diesem Phänomen ist der „direkte piezoelektrischer Effekt“. Hierzu muß die Probe mit einer mechanischen Last beansprucht werden. Der dabei erzeugte Druck bewirkt ein Auftreten von positiven und negativen Ladungen an den Oberflächen der Probe und somit eine elektrische Spannung [3]. Beide Effekte werden unter dem Oberbegriff „Piezoelektrizität“ zusammengefaßt, auf den noch im weiteren Verlauf dieser Arbeit genauer eingegangen wird.

Piezokeramiken lassen sich wirtschaftlich vielseitig nutzen. Vor allem ihre enorme Schnelligkeit bei der Umwandlung der elektrischen Energie in mechanische (inverser piezoelektrischer Effekt) und umgekehrt (direkter piezoelektrischer Effekt) ist hier von Vorteil. Der inverse piezoelektrische Effekt findet seine Anwendung in der Aktorik und der direkte in der Sensorik. Aktoren werden heute in elektromechanischen Wandlern für hydraulische und pneumatische Ventile oder für verschiedene Dosiersysteme verwendet [7]. Dagegen reicht das Einsatzgebiet für Sensoren von einfachen Gaszündern und Mikrofonen bis hin zu komplizierten Beschleunigungssystemen für Airbags oder Piezomotoren [3].

Ein weiterer Vorteil von Piezokeramiken ist ihr Herstellungsprozeß, der es erlaubt, Piezokeramiken mit unterschiedlichsten geometrischen Formen zu fertigen. Abbildung 1 zeigt eine typische Prozeßfolge zur Herstellung von PZT-Keramiken. Eine PZT-Keramik setzt sich aus vierwertigen Ionen  $Ti^{4+}$  oder  $Zr^{4+}$  sowie aus zweiwertigen Oxid-Ionen  $Pb^{2+}$  zusammen. Zunächst werden die Stoffe miteinander vermischt und bei ca. 800 bis 900°C entkalkt (kalziniert) sowie vorgesintert. Dabei erreicht das Gemisch einen sehr hohen Homogenisierungsgrad, der jedoch in der nächsten Stufe des Herstellungsprozesses, dem

Mahlen, noch erhöht wird. Zu diesem Zeitpunkt liegt das Gemisch in Pulverform vor. Die nächsten Stufen - Plastifizieren, Sprühtrocknen und Formgeben – haben die gewünschte Form sowie eine möglichst hohe Verdichtung zum Ziel. Das darauffolgende Sintern bei 1000 bis 1300°C hat die Aufgabe, den Verdichtungsprozeß der entstehenden PZT-Keramik unter Erreichung eines möglichst hohen Verdichtungsgrades zu vervollständigen. Dabei kommt es zum stärkeren Kornwachstum begleitet von einem stärkeren Kontakt zwischen den Körnern, was wiederum eine Erhöhung der Dichte bis hin zur vollständigen Verdichtung zur Folge hat [1]. Nach dem Sintern liegt eine polykristalline Keramik vor, die jedoch noch nicht alle gewünschten Eigenschaften einer fertigen PZT-Keramik besitzt. Im letzten Bearbeitungsschritt - dem Hartbearbeiten - werden der Keramik die endgültigen geometrischen Abmessungen gegeben. Die genauen Abmessungen sind von sehr großer Bedeutung, da sie einen Einfluß auf die Kapazität und Resonanzfrequenz der PZT-Keramik haben [7].

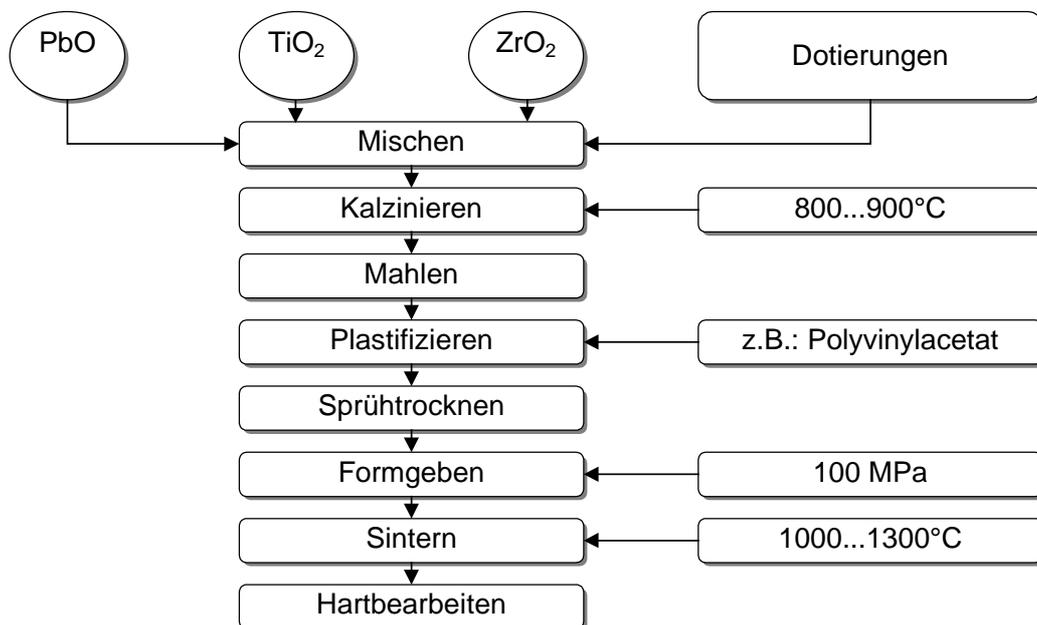


Abbildung 1: typische Prozeßfolge zur Herstellung von PZT-Keramiken [7]

## 2. Grundlagen und Begriffserläuterungen

In der Einleitung wurden bereits der Herstellungsprozeß und die Vorteile von PZT-Keramiken beschrieben. Um sich jedoch einen genaueren Überblick über die Wirkungsweise einer Belastungsart auf eine PZT-Keramik zu verschaffen, in unserem Fall ist es das elektrische Feld, sollten zunächst einige, grundlegende Begriffe erläutert werden. Aus diesem Grund findet man in diesem Kapitel die wichtigsten, für diese Belastungsart relevanten Grundlagen und Begriffserläuterungen. Dieses Kapitel sollte zudem als Voraussetzung für die später folgenden Ausführungen zu den Experimenten angesehen werden.

### 2.1. Der polykristalline Aufbau einer PZT-Keramik

Der polykristalline Aufbau ist eine unregelmäßige Anhäufung von Kristalliten, die sich gegenseitig am Wachstum hindern und somit einen hohen Verdichtungsgrad des gesamten Materials bewirken. In diesem Zusammenhang existieren zwei Betrachtungsweisen, die makroskopische und die mikroskopische [5]. Die makroskopische Betrachtungsweise befaßt sich mit dem Aufbau einer PZT-Keramik als ganzes, während die mikroskopische die atomaren Zusammenhänge im Gefüge beschreibt. Beide Betrachtungsweisen gehören eindeutig zusammen.

Die polykristalline Struktur einer PZT-Keramik ist der Form nach wie ein dreidimensionales Kristallgitter aufgebaut. Dieses Kristallgitter setzt sich aus Elementarzellen [5] zusammen, die als die kleinsten Einheiten einer PZT-Keramik bezeichnet werden können. Die Elementarzelle ist oberhalb einer bestimmten Temperatur, der sogenannten Curie-Temperatur  $T_C$ , der Gitterstruktur nach wie ein Perowskit-Kristallit aufgebaut. Perowskit-Kristallite zeichnen sich dadurch aus, daß die Seitenlängen aller Elementarzellen gleich lang sind ( $a \cdot a \cdot a$ ) und die Elementarzelle somit vollkommen symmetrisch aufgebaut ist (Abbildung 2). Solche Elementarzellen werden als kubisch-raumzentriert bezeichnet. Eine andere Bezeichnung der Struktur bezieht sich auf die Anzahl der im Gitter vorkommenden Ionen. Sie lautet  $ABO_3$ -Struktur. Im Fall der PZT-Keramik besetzen die zweiwertigen Bleiionen (A-Ion) die Ecken des Würfels, die vierwertigen Titan- oder Zirkonionen (B-Ion) liegen dagegen raumzentriert in der Mitte des Würfels und die Oxidionen ( $O_3$ -Ion) sind an den Seiten des Würfels flächenzentriert angebracht [4]. In diesem Zustand fallen jedoch der positive und der

negative Ladungsschwerpunkt in der Mitte der Elementarzelle zusammen. Man spricht von der paraelektrischen Phase, die keinen Piezoeffekt zuläßt [5] (vergl. Abschnitt 2.2.). Die wichtigste Voraussetzung für einen Piezoeffekt ist die Entstehung von sogenannten Dipolen. Ein Dipol liegt jedoch nur dann vor, wenn zwei ungleichnamige elektrische Ladungsschwerpunkte nicht an einer Stelle zusammenfallen. Dieser Zustand liegt jedoch in der kubisch-raumzentrierten Elementarzelle nicht vor. Unterhalb der Curie-Temperatur findet eine Veränderung der Elementarzellenstruktur statt. Die Elementarzelle ist nicht mehr kubisch sondern tetragonal ( $a \cdot a \cdot c$ ). Der Grund hierfür ist eine Verschiebung des Titanions (B-Ion) in Richtung eines Oxidions ( $O_3$ -Ion) [2]. Als Folge dieser Verschiebung liegen der positive und der negative Ladungsschwerpunkt nicht mehr am gleichen Ort in der Elementarzelle, sondern in einem bestimmten Abstand zueinander. Die Ladungsschwerpunkte einer Elementarzelle bilden somit einen Dipol längst der sogenannten Polachse. Dieser Zustand wird als spontane Polarisation bezeichnet. Die Elementarzelle befindet sich jetzt in der ferroelektrischen Phase, in der sie piezoelektrische Eigenschaften aufweist. Abbildung 2 zeigt beide Zustände.

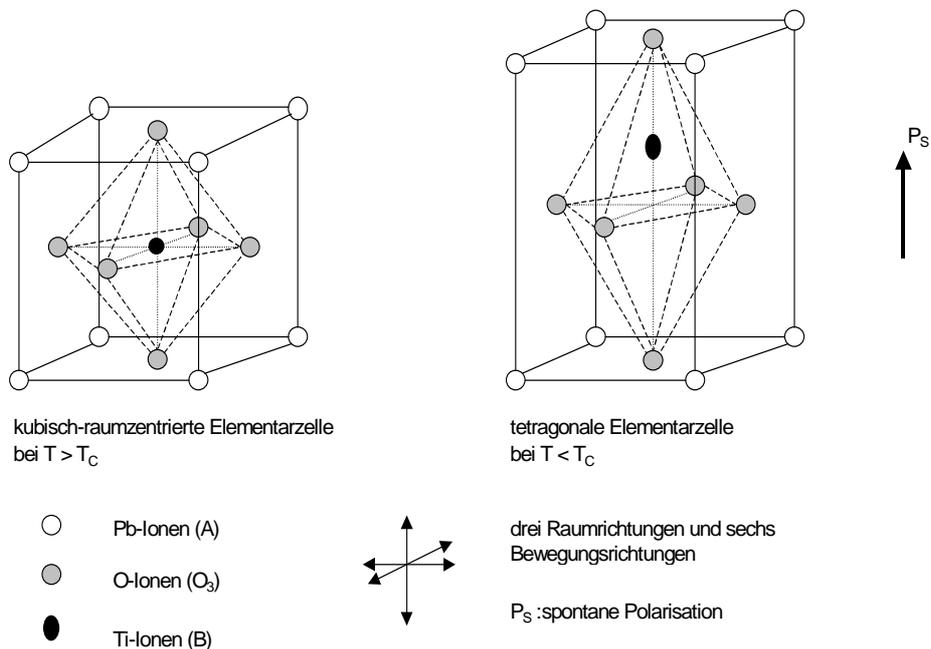


Abbildung 2: Gegenüberstellung der kubisch-raumzentrierten und der tetragonalen Elementarzelle

Eine PZT-Keramik besteht aus Körnern. Körner sind Bereiche in der Keramik, die bezüglich ihrer physikalischen Eigenschaften gleich sind. Das bedeutet, daß sie in physikalischer Hinsicht wie Einkristalle betrachtet werden dürfen. Ein Korn setzt sich aus den sogenannten Domänen zusammen. Unter einer Domäne versteht man den Bereich eines Kornes, in dem alle Elementarzellen dieselbe spontane Polarisationsausrichtung haben.

Die spontane Polarisation in einer Elementarzelle bewirkt allerdings noch keine Polarisation in der makroskopischen PZT-Keramik. Bei der Betrachtung der kubisch-raumzentrierten sowie der tetragonalen Elementarzelle stellt man fest, daß jede Zelle insgesamt drei Raumrichtungen und damit sechs mögliche Bewegungsrichtungen bzw. Orientierungsmöglichkeiten für die Verschiebung des Titanions besitzt. Da jedoch die Auswahl der Bewegungsrichtung sowie der Orientierung durch das Titanion eher zufällig geschieht, bewirkt sie makroskopisch keine spontane Polarisation. Auf Grund der gegenseitigen Beeinflussung und ihrer statischen Orientierung [1], heben sich die Dipole in ihrer Wirkung auf. Die mikroskopischen Elementarzellen bewirken somit keine spontane Polarisation in der makroskopischen PZT-Keramik.

## **2.2. Piezoelektrizität**

Piezoelektrizität stellt eine Kopplung zwischen mechanischen und elektrischen Größen dar. Aus diesem Grund wird sie häufig auch als elektromechanisches Koppelphänomen bezeichnet. [2], [5]

Piezoelektrizität ist eine Materialeigenschaft von dielektrischen Festkörpern. Sie ist mikroskopisch eine Folge der gitterartigen Struktur dieser Stoffe, die keine freien Ladungsträger besitzen und somit nichtleitend sind. Man unterscheidet zwei piezoelektrische Effekte: direkter piezoelektrischer Effekt und inverser piezoelektrischer Effekt.

Der direkte piezoelektrische Effekt tritt auf, wenn auf einen dielektrischen Festkörper, z.B. auf eine PZT-Keramik, eine mechanische Druck- oder Zugbelastung wirkt. Diese Belastung verursacht eine Verschiebung der Ladungsschwerpunkte in den Elementarzellen und somit eine veränderte Lage der Dipole. Dabei läßt sich eine Polarisation messen. Der lineare Zusammenhang zwischen der mechanisch induzierten Druck- oder Zugbelastung  $T$  und der auftretenden

Polarisation  $P$  [3], beschrieben durch eine sogenannte Piezokonstante  $d$ , lautet folgendermaßen:

$$P = d * T \quad (1)$$

Bei der Umkehrung des direkten piezoelektrischen Effektes spricht man vom inversen piezoelektrischen Effekt. Dieser Effekt beschreibt den Zusammenhang zwischen einer elektrisch induzierten Belastung, einem elektrischen Feld, und einer geometrischen Deformation der Elementarzelle und somit der gesamten PZT-Keramik als Antwort auf die elektrische Belastung. Dabei werden die Dipole der Elementarzellen in Richtung des elektrischen Feldes ausgerichtet und gleichzeitig ihre Ladungsschwerpunkte gegeneinander verschoben. Der lineare Zusammenhang zwischen dem elektrischen Feld  $E$  und der Dehnung  $S$  wird wie im Fall des direkten piezoelektrischen Effektes durch dieselbe Piezokonstante  $d$  beschrieben [1]:

$$S = d * E \quad (2)$$

Die Beschreibung der beiden piezoelektrischen Effekte läßt die Schlußfolgerung zu, daß Piezoelektrizität in solchen kristallinen Materialien auftreten kann, deren Elementarzellen polare Eigenschaften wie z.B.: Achsen und Dipole besitzen und somit kein Symmetriezentrum haben [5]. Außerdem befinden sich sowohl die gemessene Polarisation als auch die Dehnung ausschließlich in einem linearen Bereich.

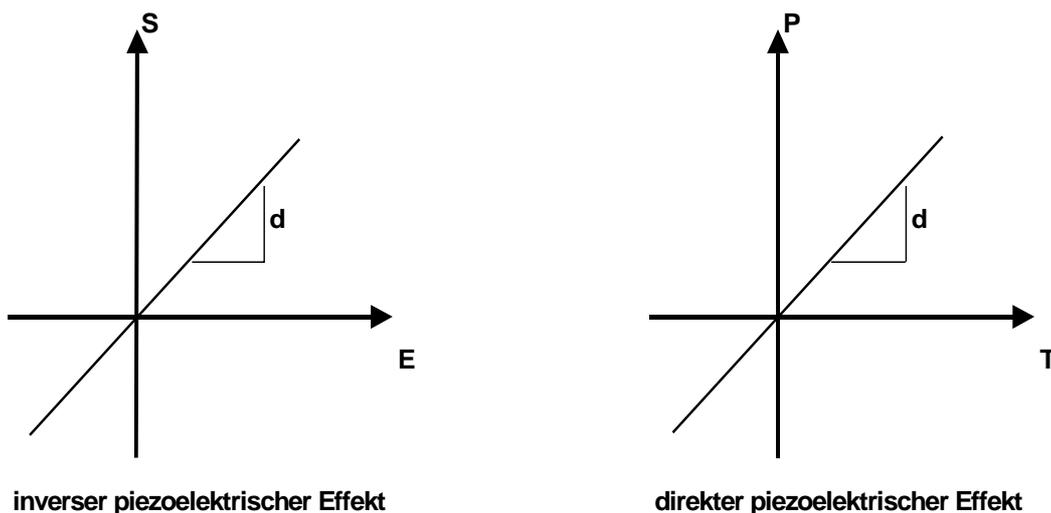


Abbildung 3: linearer inverser und direkter piezoelektrischer Effekt

Das Verständnis der Piezoelektrizität der Elementarzelle reicht jedoch nicht aus, um polykristalline PZT-Keramiken eindeutig zu beschreiben und zu klassifizieren. Aus diesem Grund müssen noch weitere Eigenschaften dieser Materialien erwähnt werden. Dabei handelt es sich um die Ferroelektrizität.

### **2.3. Ferroelektrizität**

Läßt sich die spontane Polarisierung durch ein äußeres, hinreichend starkes elektrisches Feld verändern, dann bezeichnet man solche Materialien als ferroelektrisch. Der Vorteil solcher Materialien besteht darin, daß eine mögliche Beeinflussung der Ausrichtung und Lage von Domänen mittels einer äußeren elektrischen Belastung realisiert werden kann.

Die tetragonale Elementarzelle besitzt einen Dipol, der seine Lage und Ausrichtung in der Elementarzelle bezüglich der drei Raumrichtungen eher zufällig wählt. Bei einer hinreichend großen Belastung mit einem elektrischen Feld lassen sich jedoch eine annähernd gleiche Ausrichtung und Lage aller Dipole im Gittergefüge einer PZT-Keramik erreichen. Dieser Zustand bewirkt mikroskopisch eine mechanische Antwort der Elementarzelle und somit makroskopisch der gesamten PZT-Keramik.

Die sich hieraus ergebende makroskopische Polarisierung der gesamten PZT-Keramik nach einer Belastung mit einem elektrischen Feld ist das Resultat von sogenannten Umklappprozessen der Domänen, die im nächsten Abschnitt beschrieben werden.

### **2.4. Polungsvorgang und Umklappprozesse der Domänen**

Die PZT-Keramik verhält sich nach dem Sintern makroskopisch isotrop. Das bedeutet, daß sie in alle Raumrichtungen die gleichen physikalischen Eigenschaften besitzt. Dieser Zustand führt jedoch dazu, daß die PZT-Keramik makroskopisch keine piezoelektrischen Eigenschaften hat [9]. Diese Eigenschaften müssen dem Material mittels eines Vorgangs, den man das Polen nennt, induziert werden. Das Polen bewirkt eine Umorientierung bzw. ein Umklappen aller Domänen in eine bestimmte Richtung [2].

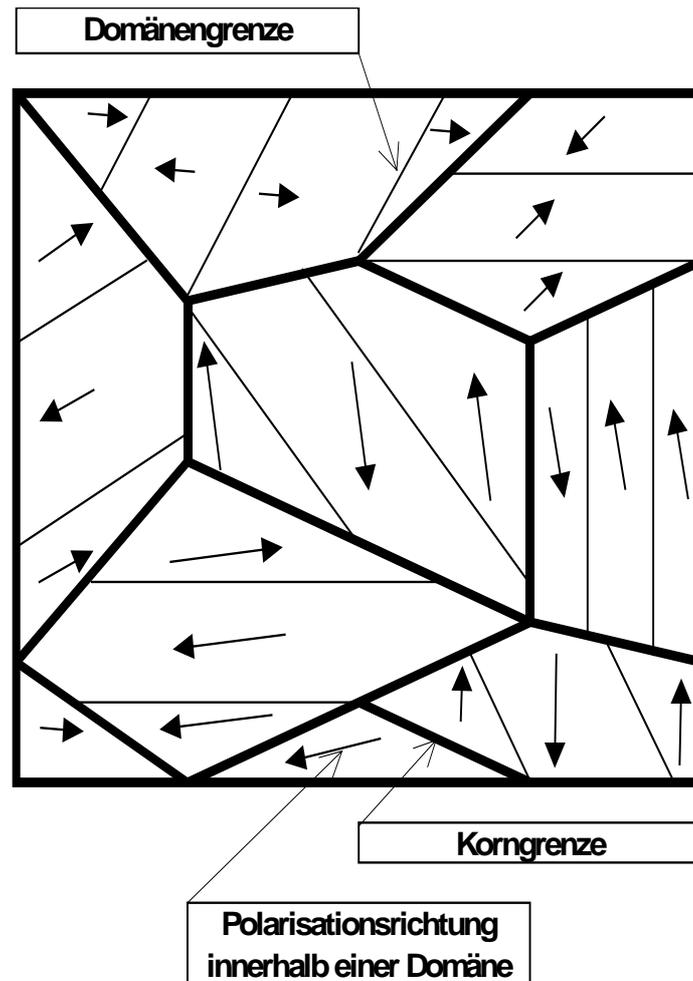
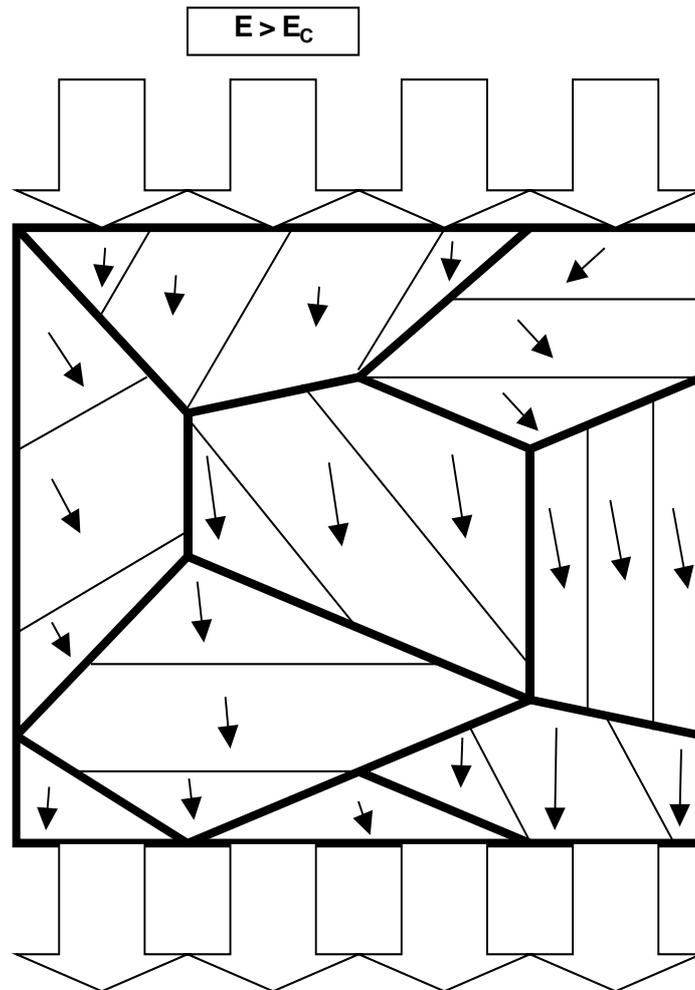


Abbildung 4: Polarisationszustand innerhalb der PZT-Keramik vor dem Polieren

Hinsichtlich der Ausrichtung und Lage der Domänen kann man den Ausgangszustand vor dem Umklappen (Abbildung 4) innerhalb einer PZT-Keramik als zufällig verteilt bezeichnen.

Wird nun ein hinreichend starkes, elektrisches Feld angelegt, dann kommt es in der gesamten PZT-Keramik zum Umklappen der Elementarzellen, die sich in Richtung des elektrischen Feldes auszurichten versuchen. Um den Umklappprozess einzuleiten, muß das elektrische Feld oberhalb einer bestimmten Feldstärke, der sogenannten Koerzitivfeldstärke  $E_C$ , liegen  $\Rightarrow E > E_C$  (Abbildung 5) [5]. Da jedoch das elektrische Feld auf die gesamte PZT-Keramik wirkt, richten sich alle Elementarzellen und somit alle Domänen aus. Die PZT-Keramik wird als gepolt bezeichnet werden. (Abbildung 5)



*Abbildung 5: Umorientierung der Polarisation in Richtung des induzierten elektrischen Feldes [9]*

Je nach Lage und Ausrichtung der Elementarzelle unterscheidet man zwischen 90°- und 180°-Umklappprozessen. Man spricht von einem 90°-Umklappprozeß, wenn das elektrische Feld senkrecht zum Dipol der Elementarzelle verläuft. Die Elementarzelle hat auf Grund ihrer Lage zum elektrischen Feld das Bestreben sich um 90° in Richtung des elektrischen Feldes zu drehen. Verlaufen die Wirkungslinien des elektrischen Feldes parallel zu den Dipolen jedoch in entgegengesetzte Richtung zur Polarisation, dann kommt es zu 180°-Umklappprozessen (Abbildung 6). Auch in diesem Fall ist der Grund für die Umorientierung der Elementarzelle um 180° ihr Bestreben, sich in Richtung des elektrischen Feldes auszurichten.

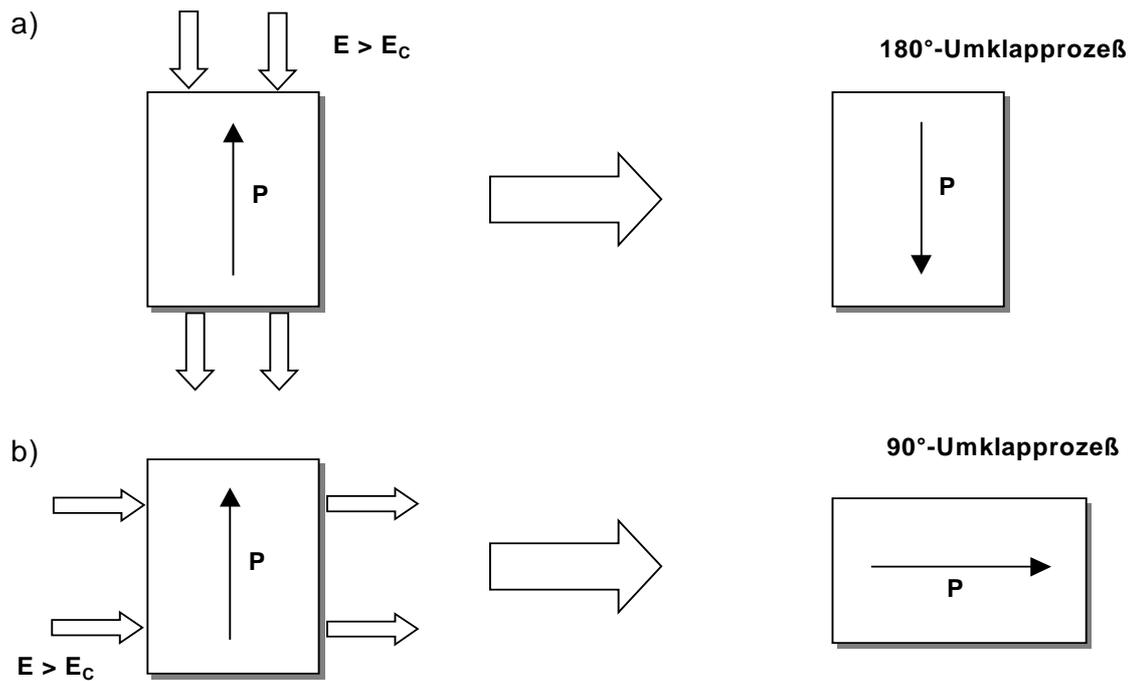


Abbildung 6: Darstellung der Umklapprozesse als Folge eines induzierten elektrischen Feldes [2]

Nach dem Polen ist eine Veränderung im Gefüge der PZT-Keramik zu beobachten. Diese Veränderung äußert sich sowohl in einer permanenten Polarisation als auch in einer permanenten Dehnung der PZT-Keramik. Beide Größen stellen makroskopische Mittelwerte dar. Unterstellte man, daß der Prozeß des Polens ideal ablief, dann würden beide Größen dem Betrag nach ihren während der Polung angenommenen Maximalwerten (Sättigungspolarisation  $P_{\text{sat}}$  und –dehnung  $S_{\text{sat}}$ ) entsprechen. In der Realität kommt es aber während des Entfernen des elektrischen Feldes noch vereinzelt zu reversiblen Umklappvorgängen, so daß die permanenten Größen und die Sättigungsgrößen nicht identisch sind [9].

In diesem Abschnitt wurden der Polungsvorgang und die daraus resultierenden Umklappmechanismen charakterisiert. Betrachtet man jedoch die in der Einleitung beschriebene Zielsetzung der Arbeit, so stellt sich eine wichtige Frage. Wie verhalten sich die Domänen bei einem hinreichen großen und seiner Richtung wechselnden Feld? Der nächste Abschnitt versucht nun diese Frage zu beantworten.

## 2.5. Auswirkungen eines elektrischen Wechselfeldes

Die Wirkung eines hinreichend großen elektrischen Wechselfeldes auf eine PZT-Keramik wird nun anhand von dielektrischen Hysteresekurven veranschaulicht. Dabei werden zwei relevante Größen, die Polarisation  $P$  und die Dehnung  $S$ , über einem hinreichend großen elektrischen Feld aufgetragen.

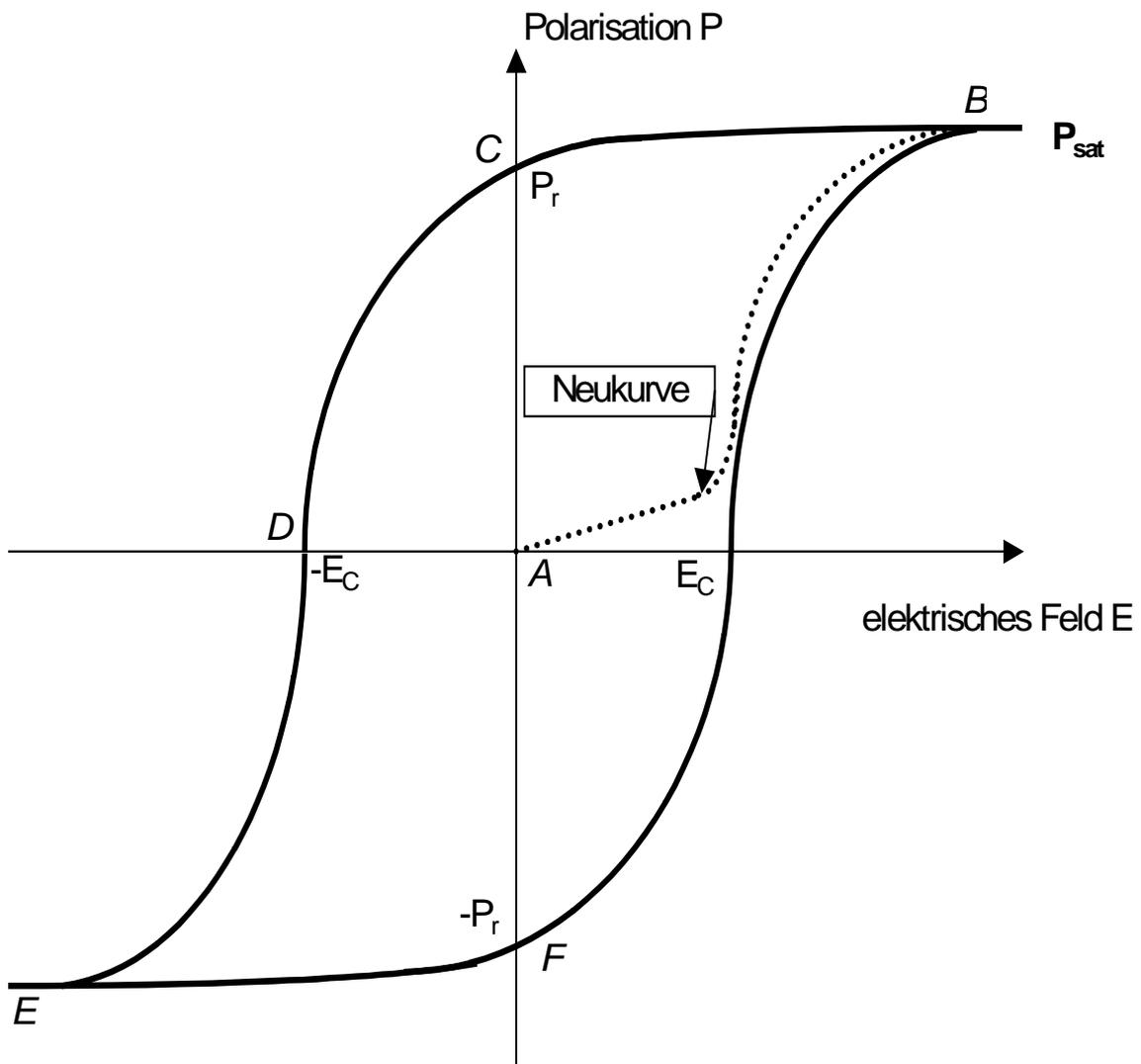


Abbildung 7: schematischer Verlauf einer Polarisationshysterese für eine anfangs ungepolte PZT-Probe

Abbildung 7 zeigt die schematische Darstellung der Polarisierung als Funktion des elektrischen Feldes. Die Hysteresekurve startet im Koordinatenursprung (A), das ein eindeutiges Zeichen für eine ungepolte und somit makroskopisch unpolarisierte PZT-Probe ist. Zunächst bewegt sich die Hysteresekurve linear bei einer geringen Steigung bis zur Koerzitivfeldstärke  $E_C$ . Das lineare Verhalten der Hysteresekurve in diesem Bereich läßt die Vermutung zu, daß es hier nicht zu Umklappprozessen von Domänen kommt, da diese Prozesse einen ausgesprochen nichtlinearen Charakter haben. Dennoch ist eine schwache Polarisierung meßbar, die ihre Ursache im Auseinanderziehen der Dipole in Richtung des elektrischen Feldes hat. Nach dem Verlassen des linearen Bereiches und dem Erreichen der Koerzitivfeldstärke nimmt die Polarisierung stark zu. Dabei kommt es zum Umklappen der Domänen in Richtung des elektrischen Feldes. Wenn alle Domänen umgeklappt und somit in Richtung des elektrischen Feldes ausgerichtet sind, spricht man vom sogenannten Sättigungsbereich (B). Die im letzten Abschnitt erwähnte Sättigungspolarisation  $P_{\text{sat}}$  bildet dabei den maximal erreichbaren Polarisationswert. Dieser Teil der Hysterese (A)→(B) wird Neukurve genannt, da sie nur beim ersten Anlegen eines elektrischen Feldes und somit beim Polungsvorgang zu beobachten ist. Beim Reduzieren des elektrischen Feldes ist im Sättigungsbereich wieder ein lineares Verhalten der Kurve mit einer negativen Steigung zu erkennen. Im sogenannten Remanenzpunkt ( $E=0$ ) (C) behält die Polarisierung einen endlichen Wert. Dieser Wert entspricht der bereits erwähnten remanenten Polarisierung  $P_r$  [7]. Die Reduktion von  $P_{\text{sat}}$  zu  $P_r$  ist jedoch nicht nur das Resultat der sich bei einer Entlastung wieder zusammenziehenden Dipole, sondern auch von Umklappprozessen der Domänen auf Grund von mechanischen Spannungen in der PZT-Probe [3]. Diese Aussage läßt sich infolge des Kurvenverlaufs kurz vor ihrem Erreichen des Remanenzpunktes machen, da die Hysterese hier keinen linearen Charakter mehr besitzt. Wird nun der Remanenzpunkt überschritten und das elektrische Feld in entgegengesetzte Richtung aufgebracht, dann finden wieder Umklappprozesse von Domänen in Feldrichtung statt. Dabei ist wiederum die „negative“ Koerzitivfeldstärke von großer Bedeutung. Diese Koerzitivfeldstärke kennzeichnet den Punkt (D) in der Hysteresekurve, in dem mehr oder weniger keine makroskopische Polarisierung mehr auftritt. Diese Tatsache läßt die Schlußfolgerung zu, daß in diesem Punkt die Domänen bezüglich ihrer Orientierungsrichtung die größte Unordnung aufweisen [5]. Eine weitere Belastung mit dem elektrischen Feld führt wiederum zur vollständigen Umorientierung der Domänen und zum Erreichen eines negativen Sättigungsbereiches (E). Die folgende Entlastung bis zum negativen Remanenzpunkt ( $E=0$ ) definiert

eine zur positiven remanenten Polarisation analoge negative remanente Polarisation (F). Durchfährt man mehrmals die Hystereseurve mit einem zyklischen Wechselfeld, so stellt man fest, daß die Hysterese Schleifen bezüglich des Koordinatenursprungs punktsymmetrisch verlaufen.

Wird eine PZT-Keramik mit einem elektrischen Feld belastet, so ruft das nicht nur eine Polarisation im Material hervor, sondern auch eine Dehnung. Der Verlauf der Dehnung, aufgetragen über dem elektrischen Feld, weist wie der Polarisationsverlauf einen hystereseartigen Charakter auf. Auf Grund seiner Ähnlichkeit mit einem Schmetterling wird dieser Verlauf als Schmetterlingshysterese bezeichnet. Abbildung 8 zeigt einen schematischen Verlauf einer Schmetterlingshysterese für eine anfangs ungepolte PZT-Probe. Die Schmetterlingshysterese einer ungepolten PZT-Keramik zeichnet sich ebenso wie die Polarisationshysterese dadurch aus, daß sie in ihrem Anfangsstadium eine Neukurve (A)→(B) besitzt. In den Ausführungen zur Polarisationshysterese wurde bereits gesagt, daß Feldstärken unterhalb der Koerzitivfeldstärke  $E_c$  keine Umklappprozesse der Domänen hervorrufen. Die schwachen Feldstärken führen jedoch zu einem Auseinanderziehen der Dipole, wenn diese in Richtung des elektrischen Feldes orientiert sind, oder zu einem Zusammenziehen bei entgegengesetzter Orientierungsrichtung.

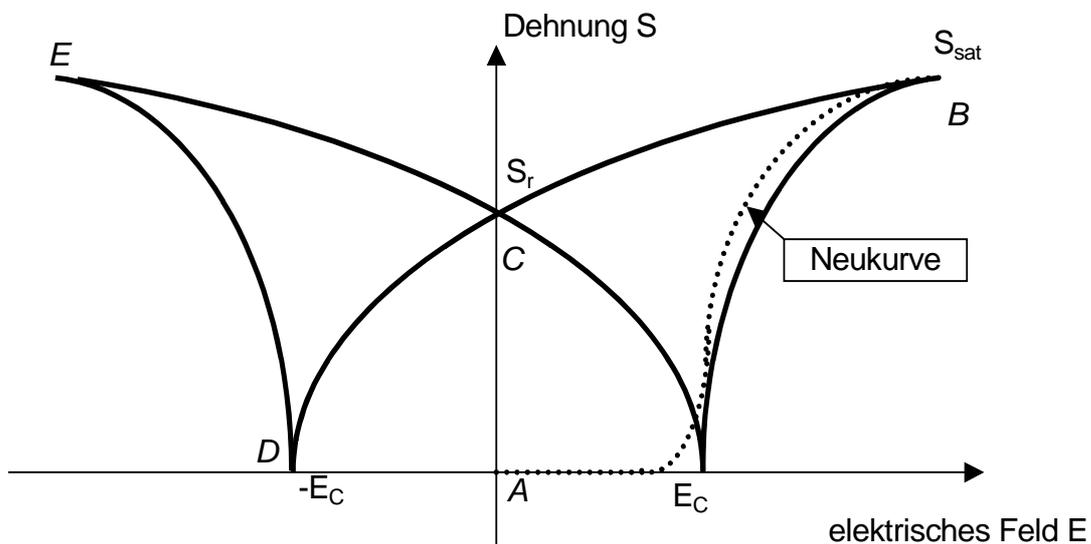


Abbildung 8: schematischer Verlauf einer Schmetterlingshysterese für eine ungepolte PZT-Probe

Mikroskopisch findet somit in manchen Domänen Dehnungen statt, die jedoch makroskopisch ohne Folgen bleiben. Der Grund hierfür ist ein gleichzeitiges Stauchen der zum elektrischen Feld in entgegengesetzter Richtung liegenden Domänen. Die Werte der Dehnung und der Stauchung im makroskopischen Mittel heben sich somit wieder auf [2]. Es ist keine Dehnung meßbar und die Schmetterlingshysterese verläuft, beginnend im Koordinatenursprung, horizontal. Überschreitet das elektrische Feld die Koerzitivfeldstärke, dann kommt es zu Umklappprozessen, die neben einer Polarisierung auch eine Dehnung der PZT-Probe in Richtung des elektrischen Feldes hervorrufen. Ähnlich wie die Polarisationshysterese besitzt die Schmetterlingshysterese einen Sättigungsbereich und eine Sättigungsdehnung  $S_{\text{sat}}$  (B). Die Sättigungsdehnung setzt sich dabei aus einem remanenten und einem piezoelektrischen Anteil zusammen. Der piezoelektrische Anteil läßt sich auf die veränderten Lagen der Ladungsschwerpunkte zueinander innerhalb der Domänen zurückführen. Wenn das elektrische Feld zurückgefahren wird, geht der lineare piezoelektrische Anteil stetig zurück. Der bleibende Anteil der Dehnung in einer elektrisch unbelasteten PZT-Keramik (C) stellt die remanente Dehnung  $S_r$  dar. Dennoch sollte an dieser Stelle der Einfluß einiger Domänen, die hervorgerufen durch mechanische Spannungen zurückklappen, erwähnt werden. Dieses Domänenverhalten führt kurz vor dem Erreichen des Remanenzpunktes (C) zu einem nichtlinearen Verlauf der Schmetterlingshysterese.

Die Umkehrung des elektrischen Feldes führt wieder zu Umklappprozessen der Domänen in entgegengesetzter Richtung und somit in Richtung des elektrischen Feldes. Die Umklappprozesse verursachen bis zur negativen Koerzitivfeldstärke (D) eine verstärkte Unordnung der Domänen bezüglich ihrer Orientierungsrichtungen, die ihren Gipfel im Koerzitivpunkt (D) besitzt. Die starke Unordnung der Domänen in diesem Punkt geht einher mit dem vollkommenen Verschwinden der Dehnung. Nach dem Koerzitivpunkt beginnen immer mehr Domänen in Richtung des elektrischen Feldes umzuklappen und somit wieder eine Zunahme der Dehnung herbeizuführen. Wenn alle Domänen umgeklappt sind, beginnt der Bereich der Sättigung und der piezoelektrische Einfluß auf die Dehnung, erkennbar am linearen Verlauf der Schmetterlingshysterese, beginnt bis zum Sättigungspunkt (E) auf die PZT-Probe zu wirken. Das Zurückfahren des elektrischen Feldes bis  $E=0$  führt abermals zur remanenten Dehnung  $S_r$ . [2]

Betrachtet man die gesamte Schmetterlingshysterese, so stellt man fest, daß sie bezüglich  $E=0$  vollkommen spiegelsymmetrisch ist. Aus dieser Tatsache läßt sich eine wesentliche Eigenschaft der PZT-Keramik herleiten: die Richtung

der Polarisierung spielt für die Dehnung keine Rolle, so daß sowohl die Ausrichtung der Domänen in positive als auch in negative Feldrichtung makroskopisch immer eine „positive“ Dehnung hervorruft. Eine Stauchung bezüglich des ursprünglichen Zustandes ist somit nicht zu beobachten.

Dieses Kapitel behandelte die grundlegenden Begriffe und Zusammenhänge bezüglich der Belastung einer PZT-Probe mit einem elektrischen Feld. Das nun folgende Kapitel beschreibt den Aufbau des Versuchsstandes für eine Belastung einer PZT-Keramik mit einem starken elektrischen Wechselfeld, wie er für die Messung der Polarisations- und Schmetterlingshysterese zusammengesetzt wurde, sowie die damit verbundenen Probleme und deren Lösungen.

### 3. Versuchsbeschreibung

Dieses Kapitel stellt zunächst die Proben sowie ihre spezifischen Eigenschaften vor, die für die verschiedenen Messungen verwendet wurden. Anschließend werden der prinzipielle Versuchsaufbau und die dabei eingesetzten Meßgeräte vorgestellt. Im Verlauf der Konzeption des Versuchsaufbaus traten verschiedene Probleme auf, die am Ende dieses Kapitels beschrieben werden.

#### 3.1. Material und Probengeometrie

Das untersuchte, kommerziellen PZT-Material wurde von der Firma PI Ceramic geliefert. Dabei handelt es sich um eine sogenannte Weich-PZT-Keramik mit der Firmenbezeichnung PIC 151. Bei Weich-PZT-Keramiken werden positive Ionen der eigentlichen Zusammensetzung während des Herstellungsprozesses durch „positivere“ im Gitter ersetzt werden [3]. In diesem Zusammenhang werden Weich-PZT-Keramiken auch als donatordotierte Keramiken bezeichnet. Sie besitzen die folgenden Eigenschaften [4]:

- Erhöhte dielektrische Konstante und hoher dielektrischer Verlust
- Erhöhte elastische Nachgiebigkeit und hoher piezoelektrischer Kopplungsfaktor
- Geringe Koerzitivfeldstärke  $E_C$  und stark erhöhter elektrischer Volumenwiderstand
- Ungewöhnlich kleine Alterungseffekte
- Gelbe Farbe
- Niedrige kritische mechanische Spannung für das Auftreten ferroelastischer Deformation und mechanischer Depolarisation

Auf die letzte Eigenschaft bezieht sich der Begriff Weich-PZT-Keramik.

Die Donatordotierung führt zu dem Umstand, daß einige positiv zu besetzende Ionen-Plätze im Gittergefüge frei bleiben, um einen im makroskopischen Mittel elektrisch neutralen Zustand der PZT-Keramik zu erreichen. Die bei der Herstellung der PZT-Keramik auf Grund der Donatordotierung entstandenen freien

Gitterplätze ermöglichen die oben erwähnten Eigenschaften, die letztendlich zu einem schnelleren Umklappen der Domänenwände bei niedrigeren Feldstärken führen [4]. Weich-PZT-Keramiken sind somit besonders für die Elektroakustik, Meßtechnik oder Aktorik geeignet [6].

Abbildung 8 zeigt eine Zusammenstellung der wichtigsten technischen Kenndaten, die von der Firma PI Ceramic über die vertriebenen Weich-PZT-Keramiken angegeben werden.

<b>Kenndaten der Weich-PZT-Keramik PIC 151</b>		
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]		7,80
Curie-Temperatur [°C]		250
DK	$\epsilon_{33}^T / \epsilon_0$	2400
	$\epsilon_{11}^T / \epsilon_0$	1980
Dielektrischer Verlustfaktor $\tan \delta$ [x/10 <sup>3</sup> ]		15
Spezifischer elektrischer Widerstand [ $\Omega\text{m}$ ]		$10^{11}$
Kopplungsfaktoren	$K_p$	0,62
	$K_{33}$	0,69
	$K_{31}$	0,34
Piezoelektrischen Ladungskonstanten [x 10 <sup>-12</sup> mV <sup>-1</sup> ]	$D_{31}$	-210
	$D_{33}$	450
	$D_{15}$	580
Piezoelektrischen Ladungskonstanten [x 10 <sup>-3</sup> VmN <sup>-1</sup> ]	$G_{31}$	-11,5
	$G_{33}$	22,8
Elastizitätskonstanten [x 10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> N <sup>-1</sup> ]	$S_{11}^E$	15,0
	$S_{33}^E$	19,0

*Abbildung 8: Herstellerangaben der Weich-PZT-Keramik PIC 151 [13]*

Der Vollständigkeit halber sollten an dieser Stelle die Hart-PZT-Keramiken erwähnt werden, die hier jedoch experimentell nicht untersucht wurden. Die Ei-

genschaften der Hart-PZT-Keramiken werden in der Literaturquelle [4] Seite 158 ausführlich beschrieben.

Die verwendeten Weich-PZT-Proben hatten alle dieselben geometrischen Abmessungen. Sie waren 15mm lang und besaßen einen quadratischen Querschnitt von 25mm<sup>2</sup>. Das Verhältnis 3:1:1 wurde bewußt so ausgewählt, um genügend große Flächen für das gleichzeitige Messen mit Dehnungsmeßstreifen und induktiven Wegaufnehmer zu gewährleisten. Die eingesetzten Proben waren alle vom Werk aus ungepolt und mit einer Silber-Legierung an den Kontaktflächen beschichtet [6], [3].

### 3.2. Versuchsaufbau

In der nun folgenden Beschreibung des Versuchsaufbaus findet man alle Meßgeräte, die für die Messung der Schmetterlings- und Polarisationshysterese bei einer Belastung einer ursprünglich ungepolteten Weich-PZT-Keramik mit einem hohen elektrischen Feld verwendet wurden. Die schematische Darstellung (Abbildung 9) des Versuchsaufbaus bezieht sich auf die Dehnungsmessung mit einem induktiven Wegaufnehmer. Die notwendigen Variationen des Versuchsaufbaus für die Dehnungsmessung mit Dehnungsmeßstreifen und einem gleichzeitig aufgenommenen Schmetterlingshysteresenverlauf mit dem induktiven Wegaufnehmer findet man im Abschnitt 3.2.1..

Die hohe elektrische Wechselspannung wird von einer Hochspannungsquelle (HCB 15-30000) der Firma FUG erzeugt. Die ausgegebene Spannung bewegt sich dabei zwischen den beiden Maximalwerten  $\pm 30\text{kV}$ , was bei einer verwendeten Probenlänge von 15mm einen maximalen längenbezogenen Wert von  $\pm 2\text{kV/mm}$  entspricht. Die maximal mögliche Frequenz der Hochspannungsquelle beträgt laut Herstellerangaben 1Hz. Das bedeutet, daß Rampen von 60kV-Differenz innerhalb einer Sekunde möglich sind.

Die gesamte Spannung wird an der Probe abgebaut. Ein induktiver Wegaufnehmer (W1T3) der Firma HBM mißt dabei die relative Längenänderung  $S$ , die wiederum als relative Größe angegeben wird. Sie wird folgendermaßen definiert:

$$S = \frac{\Delta L}{L_0} \quad [0/100] \quad (3)$$

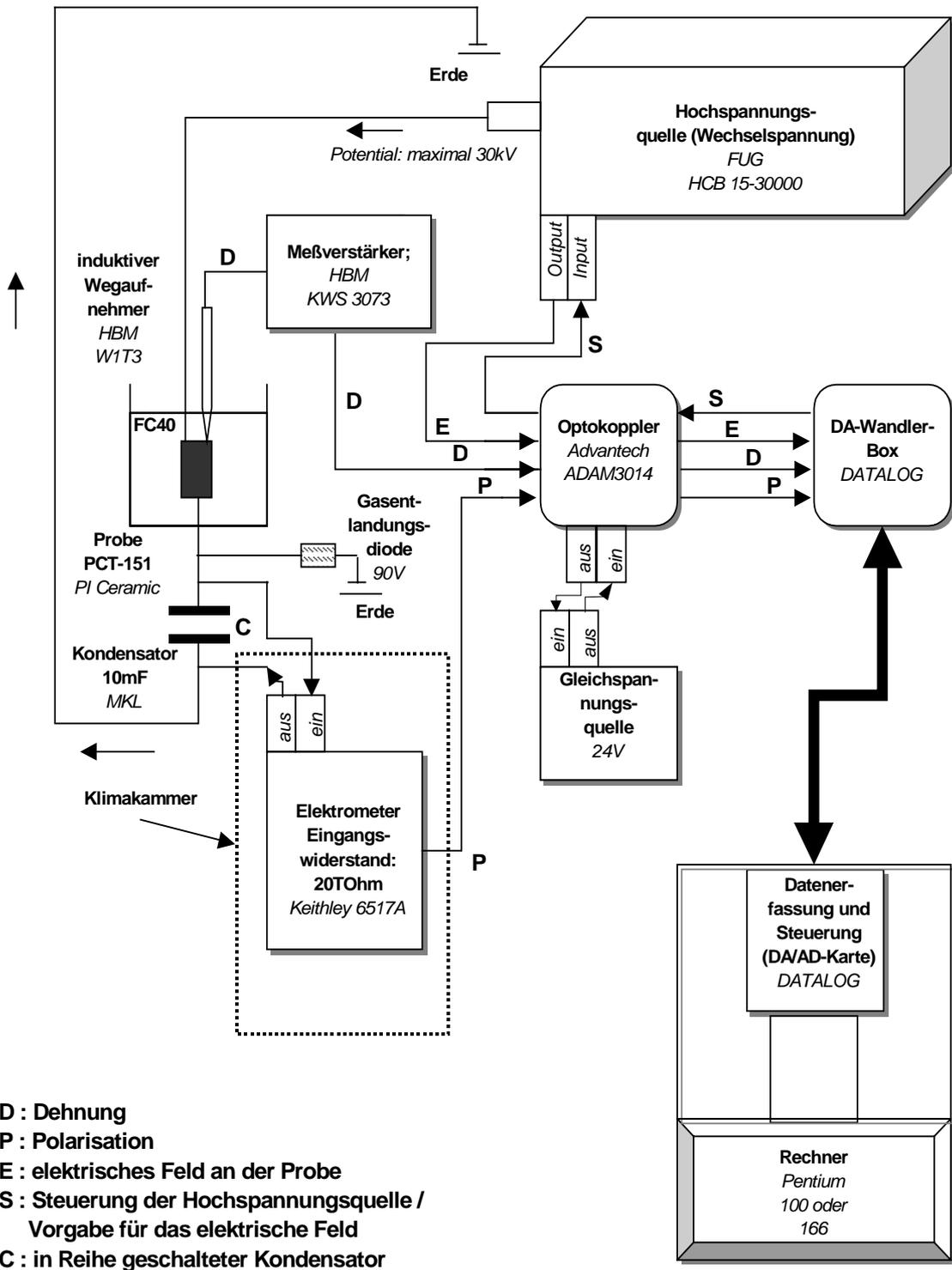


Abbildung 9: schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für die Dehnungs- und Polarisationsmessung

Das Meßsignal, das der induktive Wegaufnehmer als Längenänderung ausgibt, bewegt sich im Millivolt-Bereich, so daß es zunächst in einem Meßverstärker (KWS 3073) der Firma HBM in Volt verstärkt werden muß, bevor es an die Datenerfassung weitergeleitet werden kann.

Die Polarisationsmessung geschieht nach dem Prinzip der Sawyer-Tower Schaltung.

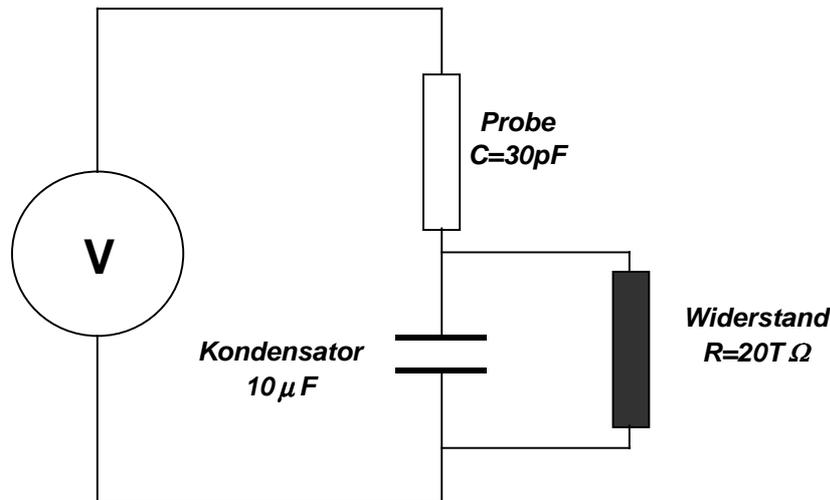


Abbildung 10: Sawyer-Tower-Schaltung [3]

Die Probe wird als ein Kondensator  $C_P$  betrachtet, an dessen Stirnseiten  $A_P$  elektrische Ladungen  $Q_P$  bei einer Belastung mit einem elektrischen Feld auftreten. Die Menge der auftretenden elektrischen Ladungen ist ein Maß für die Polarisation  $P$  in der PZT-Keramik:

$$P = \frac{Q_P}{A_P} = \frac{U_P * C_P}{A_P} \quad (4)$$

Zur Messung der Polarisation wird ein Kondensator  $C_C$  mit der Probe in Reihe geschaltet. Das Auftreten von Ladungen  $Q_P$  an der Probe bewirkt Ladungen  $Q_C$  am Kondensator. Dabei fällt eine Spannung  $U_C$  am Kondensator ab, die folgendermaßen definiert ist:

$$U_C = \frac{Q_C}{C_C} \quad (5)$$

Dabei gilt:

$$C_C \gg C_P \Rightarrow U_C \ll U_P \Rightarrow U_P + U_C \approx U_P \quad (6)$$

Ein hoher Eingangswiderstand verhindert ein Abfließen der Ladungen  $Q_P$  über den Kondensator oder das Voltmeter, so daß die folgende Bedingung erfüllt wird:

$$Q_P = Q_C \quad (7)$$

Auf Grund der Formeln (4) und (5) sowie der Bedingungen (6) und (7) läßt sich somit die Polarisierung mit Hilfe der Sawyer-Tower-Schaltung folgendermaßen bestimmen:

$$P = \frac{Q_P}{A_P} = \frac{U_C * C_C}{A_P} \quad (8)$$

Die Berechnung der Probenkapazität anhand der Angaben des Probenherstellers für Weich-PZT-Keramiken PIC 151 (siehe Abbildung 8) und auf Grund der vorliegenden Probengeometrie (15x5x5) hat den Wert  $C_P = 30\text{pF}$  ergeben. Daher wurde ein Vergleichskondensator (04.95) der Firma MKL mit einer Kapazität von  $10\mu\text{F}$  als Vergleichskondensator gewählt. Der zum Vergleichskondensator parallel geschaltete Widerstand ( $20\text{T}\Omega$ ) stellt den Eingangswiderstand des Elektrometers (Keithley 6517A) dar. Hier muß beachtet werden, daß der Eingangswiderstand des Elektrometers gemäß Bedingung (6) hoch sein muß, um ein mögliches Abfließen der Ladungen über den Elektrometer zu verhindern. [3], [6]

Die Datenerfassung der Polarisations- und Dehnungswerte geschieht über ein System der Firma DATALOG. Dieses System besteht zunächst aus einer AD/DA-Wandler-Box, die alle analogen Signale aufnimmt, und einer AD/DA-Karte. Die AD/DA-Karte hat die Aufgabe, analoge Signale in digitale umzuwandeln und umgekehrt. Beide Komponenten des Datenerfassungssystems stellen die Hardware des Systems dar. Die AD/DA-Karte sitzt auf dem Mainboard eines Pentium-166Mhz-Rechners. Das Programm DASYLab ist die Software der Datenerfassung. Dieses Programm ermöglicht die digitale Erfassung und Speicherung der Polarisations- und Dehnungswerte als DASYLab- oder ASCII-Format. Neben der Erfassung und Speicherung der Daten erlaubt das Programm DASYLab auch eine genaue Steuerung der Hochspannungsquelle. Da-

bei wird die Ausgangshochspannung der Hochspannungsquelle mit einer analogen Spannung von -10V bis 10V geregelt. Diese Regelung gestattet sowohl die Ansteuerung eines beliebigen Hochspannungssollwertes als auch das Halten des Sollwertes über einen benutzerdefinierten Zeitraum (Haltezeit). [10]

Im Verlauf dieser Diplomarbeit wurden nicht nur Versuche bezüglich der Aufnahme einer Schmetterlingshysterese mit einem induktiven Wegaufnehmer durchgeführt, sondern es wurden auch erste Versuche zur Bestimmung der Dehnung mit Dehnungsmeßstreifen in hohen elektrischen Feldern gemacht, wie sie bei der Messung der ferroelektrischen Hysteresen auftreten. Diese Versuche erforderten einige Veränderungen des Versuchsaufbaus, die im folgenden Abschnitt beschrieben werden.

### **3.2.1. Variation des Versuchsaufbaus auf Grund der Verwendung von Dehnungsmeßstreifen (DMS)**

Die Messung der Dehnung mit Dehnungsmeßstreifen erfolgte bei gleichzeitiger Dehnungsmessung mit dem induktiven Wegaufnehmer. Dabei standen sowohl die Möglichkeit, eine Aussage über die Einsatzfähigkeit der DMS-Meßmethode in hohen elektrischen Feldern zu machen, als auch ein Vergleich beider Meßmethoden im Vordergrund.

Für eine weitere Betrachtung ist die Kenntnis einiger physikalischer Beziehungen hilfreich. Die Messung der Dehnung mit DMS macht sich die Dehnungsabhängigkeit des Widerstandes von Leiterstreifen zu nutze, der sich nach Formel (9) folgendermaßen verhält:

$$R = \frac{\rho * L}{A} \quad (9)$$

*R: Leiterwiderstand*

*$\rho$ : spezifischer Widerstand*

*A: Querschnittsfläche*

*L: Länge des Drahtes*

Es werden vier Widerstände in einer bestimmten Anordnung zur sogenannten Wheatstonschen Brücke miteinander verschaltet werden. Die Wheatstonsche

Brücke basiert auf dem Vergleich von zwei Spannungsteilern, die jeweils aus zwei Widerständen bestehen und mit der gleichen Eingangsspannung  $U_E$  gespeist werden. Beide Teilspannungen werden dann voneinander subtrahiert. Aus der Kenntnis der Eingangsspannung  $U_E$  und der gemessenen Ausgangsspannung  $U_A$  kann einer der vier Widerstände bestimmt werden, wenn die anderen drei und die Eingangsspannung bekannt sind [11]

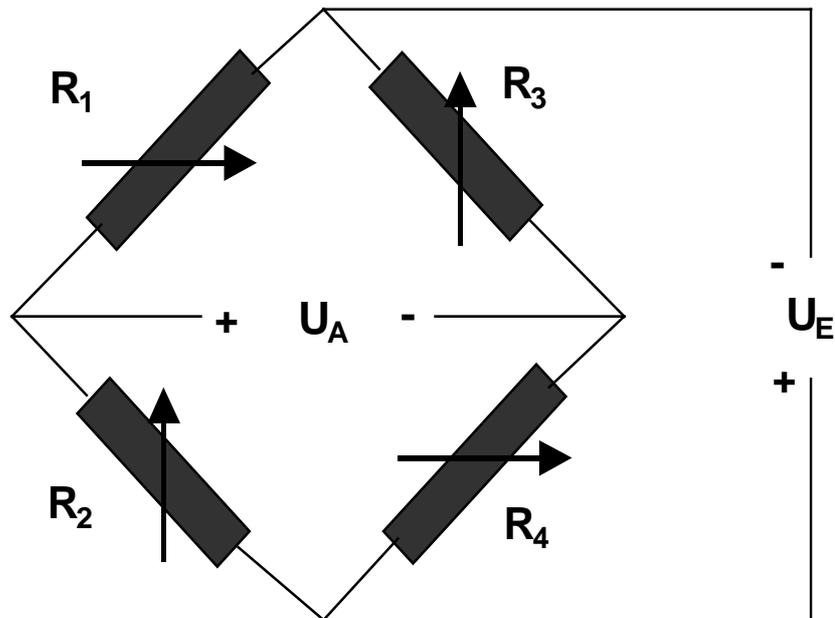


Abbildung 11: Wheatstonsche Brücke

Der Zusammenhang zwischen der Eingangsspannung  $U_E$ , Ausgangsspannung  $U_A$  und den Widerständen  $R_1$  bis  $R_4$  wird folgendermaßen beschrieben:

$$\frac{U_A}{U_E} = \frac{R_1}{R_1 + R_2} + \frac{R_4}{R_4 + R_3} \quad (10)$$

Bei den hier gemachten Versuchen wurde jeweils nur ein DMS auf die PZT-Probe geklebt. Dabei handelte es sich um Dehnungsmeßstreifen der Firma HBM mit der Bezeichnung TYP3/120LY11. Innerhalb der Wheatstonschen Brücke nimmt der DMS den Platz des Widerstandes  $R_1$  ein. Die Widerstandsänderung dieses Widerstandes ist das Maß für die unter Belastung erreichte Dehnung.

Es ergibt sich der folgende, proportionale Zusammenhang zwischen Dehnung und Widerstandsänderung:

$$S = \frac{4}{k} * \frac{U_A}{U_B} \quad (11)$$

Der sogenannte k-Faktor stellt den anderen Teil der Teilbrücke dar. Er ist in der Formel (8) mit dem Widerstand  $R_2$  gleichzusetzen. Der k-Faktor ist eine Eigenschaft der Legierung, aus der ein Dehnungsmeßstreifen besteht. Er beschreibt die Dehnungsempfindlichkeit der Legierung. Den k-Faktor kann man den Herstellerangaben entnehmen. Die Zahl 120 in der Bezeichnung TYP3/120LY11 gibt an, wie groß der Gesamtwiderstand der anderen Teilbrücke sein muß. Es mußte ein Widerstand von  $120\Omega$  zur Vervollständigung der Brücke geschaltet werden. Die Eingangsspannung  $U_E$  betrug bei allen Versuchen 2,5V. Die Ausgangsspannung  $U_A$  wurde mit einem Meßverstärker der Firma HBM aufgenommen und im Datenerfassungssystem mit der Formel (11) in die Dehnung umgerechnet. Alle Dehnungsmeßstreifen wurden mit dem Kleber M-Bond 200 der Firma MM auf die Probe aufgeklebt. Nach Herstellerangaben handelt es sich dabei um einen Universalkleber, der bei Raumtemperatur schnell aushärten soll.

### 3.3. Probleme und Lösungsansätze

Das gravierendste Problem, das während der Versuche aufgetreten ist, stellten elektrische Durchschläge dar. Sie sind sowohl für die Person, welche die Messungen durchführt, als auch für die Meßgeräte gefährlich. Aus diesem Grund wurden verschiedene Schutzmechanismen in den Versuchsaufbau eingearbeitet. In diesem Zusammenhang unterscheidet man zwischen solchen Schutzmechanismen, die Durchschläge vorbeugen, und solchen, die einen durchschlagsbedingten Schaden im Rahmen halten.

Die Durchschlagsfestigkeit der Luft beträgt  $3kV/mm$ . Sie hängt stark von Luftbedingungen wie Feuchtigkeit und Temperatur ab [6]. Aus diesem Grund muß darauf geachtet werden, daß alle Hochspannungskabel gut isoliert sind. Risse im Hochspannungskabel oder schlecht verlötete Kabelverbindungen können zum Durchschlag führen.

Ein weiterer Punkt ist die Handhabung der PZT-Proben. Die Proben sollten nicht mit Händen angefaßt werden, da die zurückbleibende Feuchtigkeit die Probe kurzschließen kann. Eine Untersuchung einer auf diese Weise behandelten PZT-Probe unter einem Mikroskop nach einem Durchschlag hat ergeben, daß sich die meisten Risse auf der Probenoberfläche befanden.

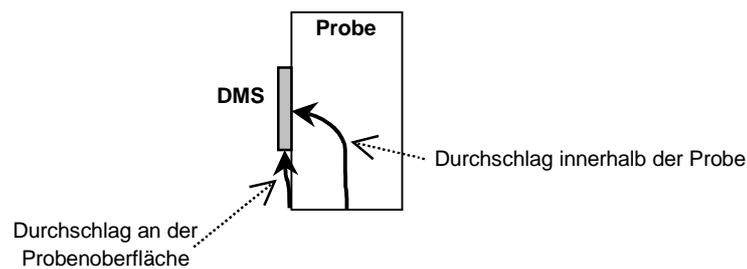
Der Bereich des Versuchsaufbaus, in dem die PZT-Probe positioniert ist, ist ebenso stark für Durchschläge anfällig, da hier die gesamte Spannung abfällt. Um Durchschläge an der Probe zu vermeiden, wurde diese in einen Teflonbehälter mit einer durchschlagsfesten Flüssigkeit gestellt. Dabei handelte es sich um die Substanz FC40 der Firma 3M mit einer Durchschlagsfestigkeit von 18,1kV/mm bei Raumtemperatur. Sie ist extrem unpolar, hat praktisch keine Lösungsmittleigenschaften, ist geruchlos, farblos, nicht brennbar, nicht explosiv und nicht hygroscopisch. Der Teflonbehälter wurde auf zwei Schlitten festgeschraubt, die mittels zwei Mikrometerschrauben in der Ebene bewegt werden konnten. Zusätzlich wurde eine Halterung mit einer dritten Mikroschraube gefertigt, an der der induktive Wegaufnehmer horizontal bewegt werden konnte.

Bei der Messung der Dehnung mit Dehnungsmeßstreifen kann es häufiger zu Durchschlägen kommen als bei der Messung mit einem induktiven Wegaufnehmer. Ein auf der Probe angebrachter Dehnungsmeßstreifen führt zur deutlich verkürzten Abständen, entlang derer die volle Potentialdifferenz auftritt (Abbildung 12/a). Eine optische Untersuchung der Probe hat ergeben, daß alle Durchschläge im Inneren der Probe stattfanden. Aus diesem Grund wurde eine Kaptonfolie (Dicke: 25,4µm) der Firma MM auf die Probe mit dem Universalkleber M-Bond 200 geklebt. Als die Verbindung trocken war, wurde der Dehnungsmeßstreifen auf die Kaptonfolie geklebt (Abbildung 12/b).

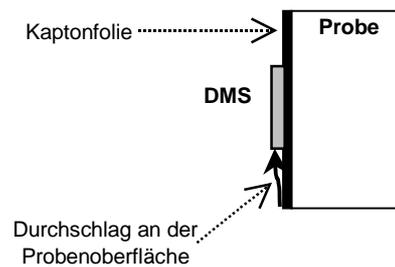
Es wurden Durchschläge an den Oberflächen einer mit Kaptonfilm beklebten Probe beobachtet (Abbildung 12/a). Auch in diesem Fall wurde vermutet, daß der Dehnungsmeßstreifen diese Durchschläge begünstigt. Aus diesem Grund wurde neben der Kaptonfolie der Lack M-Coat A der Firma MM als Schutzmaßnahme auf die Probe sowie der DMS aufgetragen (Abbildung 12/c). Dieser Lack gibt laut Herstellerangaben genügend Schutz gegen negative Einflüsse wie z.B. Feuchtigkeit, die Durchschläge begünstigen. Der überstehende Lack an den Kanten der Probe wurde mit einem Messer weggeschnitten, um der Probe eine stabile Auflage zu geben und somit Fehler in der Dehnungsmessung zu vermeiden.

Es wurde festgestellt, daß die vom Hersteller angegebene Trocknungszeiten sowohl für den Kleber als auch für den Lack nicht ausreichen. Diese Schlußfolgerung konnte man ziehen, nachdem Durchschläge an Proben, beklebt mit der Kaptonfolie und einem Dehnungsmeßstreifen und bestrichen mit dem Lack, nicht mehr auftraten, nachdem die Trocknungszeit länger als 24 Stunden betrug.

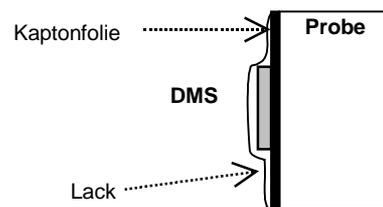
**(a) Durchschläge an einer Probe ohne Kaptonfolie und Lack**



**(b) Durchschläge an einer Probe mit Kaptonfolie und ohne Lack**



**(c) Probe mit Kaptonfolie und Lack**



*Abbildung 12: Durchschläge an einer Probe und Schutzmaßnahmen dagegen*

Bisher wurden nur Schutzmaßnahmen beschrieben, die sich alle auf die Vermeidung von Durchschlägen beziehen. Nun werden die Schutzmaßnahmen erklärt, die zum Schutz der Meßgeräte eingebaut worden sind.

Gasentladungsdioden mit der Bezeichnung Siemens90 98 PM (90V) wurden sowohl vor dem Kondensator als auch nach dem Dehnungsmeßstreifen angebracht. Sie funktionieren wie Blitzableiter, die Spannungen, die höher als 90V sind, in die Erde leiten, so daß es für einen Durchschlag unmöglich ist, Meßgeräte zu schädigen.

Eine Schädigung der AD/DA-Karte durch einen Durchschlag sollte unbedingt vermieden werden. Aus diesem Grund wurde ein zusätzlicher Schutz eingebaut. Sowohl die Steuerungssignale für die Hochspannungsquelle als auch die Meßwerte - Polarisation, Dehnung mit induktiven Wegaufnehmer, Dehnung mit Dehnungsmeßstreifen und elektrisches Feld - müssen sogenannte Optokoppler ADAM3014 passieren. Es handelt sich dabei um eine galvanische Optoisolierung, die die AD/DA-Karte vom restlichen elektrischen Kreis trennt, in dem sie elektrische Signale linear in optische umwandelt und wieder zurück. Ein Durchschlag kann an diesem Schutzmechanismus nicht vorbei, da nur elektrische Signale bis 10V von den Optokopplern umgewandelt werden. Die Optokoppler werden von der Firma DATALOG vertrieben.

Im weiteren werden Probleme, die während der Versuche auftraten und die sich auf vermeintliche Anomalitäten im Verlauf der Polarisations- und Schmetterlingshysterese beziehen.

Abbildung 13 zeigt eine Polarisationshysterese mit einer auffälligen Anomalie. Die Polarisation nimmt noch beim Zurückfahren des elektrischen Feldes zu.

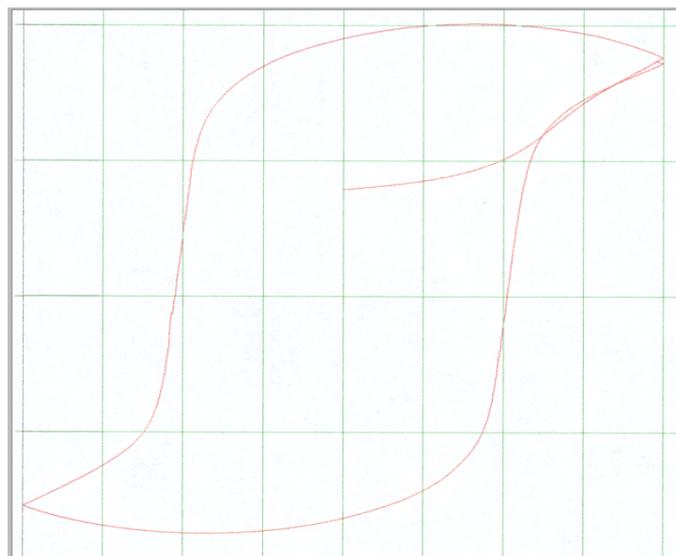
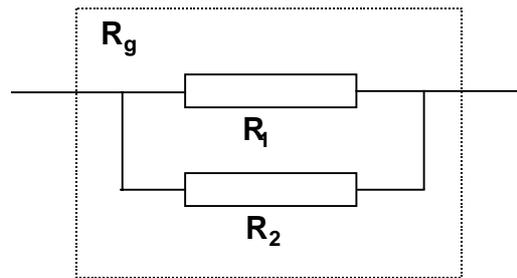


Abbildung 13: bauchiges Verhalten einer Polarisationshysterese

Diese Anomalie hat ihre Ursache nicht im Werkstoffverhalten der PZT-Probensonde sondern in Umgebungsbedingungen. Der erforderliche hohe Eingangswiderstand des Meßverstärkers Keithley von  $20T\Omega$  wird durch zu hohe Luftfeuchtigkeits- und Temperaturwerte herabgesetzt. Laut den Spezifikationen des Meßverstärkers Keithley arbeitet dieser bei einer Luftfeuchtigkeit zwischen 25% bis 30% und einer Temperatur von  $20^{\circ}\text{C}$  fehlerfrei.



**$R_g$  : Gesamtwiderstand**  
 **$R_1$  : Eingangswiderstand des Keithley**  
 **$R_2$  : Widerstand der Luftfeuchtigkeit**

*Abbildung 14: Parallelschaltung des Luftfeuchtigkeitwiderstandes und des Eingangswiderstandes des Elektrometers Keithley*

Abbildung 14 zeigt die Auswirkungen des Luftfeuchtigkeitwiderstandes auf Gesamtwiderstand. In einer trockenen Umgebung ist der Gesamtwiderstand  $R_g$  gleich dem Eingangswiderstand  $R_1$  des Elektrometers. Die Forderung nach einem hohen Gesamtwiderstand wird somit erfüllt. In einer feuchten Umgebung führt die Luftfeuchtigkeit zu einem Widerstand  $R_2$  parallel zum Eingangswiderstand des Elektrometers. Der Gesamtwiderstand  $R_g$  ist nicht mehr gleich dem Eingangswiderstand des Elektrometers, sondern auf Grund des sehr kleinen Widerstandes der Luftfeuchtigkeit geringer:

$$\frac{1}{R_g} = \frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_1} \quad (11)$$

Aus diesem Grund wurde eine Box aus Plexi-Glas gebaut, die die Funktion einer Klimakammer übernahm. Neben dem Elektrometer Keithley wurden auch ein Hygrometer und mehrere Schalen mit Kieselgel hineingegeben. Kieselgel

ist ein Entfeuchter, der innerhalb von 24 Stunden die Luftfeuchtigkeit in der Klimakammer auf unter 30% herabsetzte.

Nach der Beschreibung des Versuchsaufbaus sowie der aufgetretenen Probleme und deren Lösungen folgt die Diskussion der erreichten Meßergebnisse.

## 4. Versuche

Die folgenden Abschnitte befassen sich mit der Versuchsdarstellung und –diskussion. Im Abschnitt 4.1. werden Versuche vorgestellt, in deren Verlauf die Dehnung mit einem induktiven Wegaufnehmer aufgenommen worden ist. Der bereits angesprochene Vergleich zwischen den Meßmethoden bezüglich der Dehnungsmessung mit einem induktiven Wegaufnehmer oder einem Dehnungsmeßstreifen erfolgt im Abschnitt 4.2..

### 4.1. Darstellung und Diskussion der Versuche

#### 4.1.1. Versuche ohne Haltezeiten

In diesem Abschnitt werden zunächst die theoretischen Ausführungen aus Abschnitt 2.5. bezüglich der Auswirkungen eines hohen elektrischen Feldes auf eine PZT-Probe einem Versuch (Versuch 1) gegenübergestellt. Anschließend wird die Abhängigkeit des Hysteresenverlaufs vom zeitlichen Verlauf des vorgegebenen elektrischen Feldes dargelegt (Versuch 2).

- Versuch 1:

Abbildung 15 zeigt den Verlauf des elektrischen Feldes über der Zeit. Die ungepolte Weich-PZT-Probe wurde mit dreieckförmigen Rampen belastet. Die Feldgeschwindigkeit betrug  $\dot{E} = 0,033\text{kV/mmms}$ , was einer Frequenz von 0,004Hz entspricht. Diese kleine Frequenz wurde bewußt gewählt, um zeitabhängigen Domäneneffekten möglichst viel Zeit zum Abklingen zu geben. Insgesamt wurden zwei Zyklen gefahren.

Sowohl die Dehnungshysterese (Abbildung 16) als auch die Polarisationshysterese (Abbildung 17) bestätigen die Ausführungen aus Abschnitt 2.5.. Beide Hysteresenverläufe zeigen typische Eigenschaften für eine ungepolte Weich-PZT-Probe wie Symmetrieverhalten und Neukurververlauf.

Die Dehnungshysterese erreicht eine Sättigungsdehnung  $S_{\text{sät}}$  von 3,5‰ und eine remanente Dehnung  $S_r$  von 2,25‰ nach dem zweiten Zyklus. Beide Zyk-

len der Dehnung zeichnen sich zudem dadurch aus, daß sie zumindest beim abnehmenden Feld aufeinander liegen.

Im Gegensatz dazu zeigt die Polarisationshysterese leicht unterschiedliche remanente Polarisierungen  $P_r$  im negativen und im positiven Feld. Im positiven Feld läßt sich in der Polarisationshysterese eine remanente Polarisation von  $0,32\text{C/m}^2$  ablesen. Dagegen nimmt die remanente Polarisation im negativen Feld den Polarisationswert  $-0,3\text{C/m}^2$  ein. Die gleiche betragsmäßige Differenz von  $0,02\text{C/m}^2$  erkennt man auch bei den Sättigungswerten der Polarisation. Hier erreicht man im positiven Feld eine Sättigungspolarisation  $P_{\text{sät}}$  von  $0,352\text{C/m}^2$  nach dem zweiten Zyklus, während die Sättigungspolarisation nur einen Wert von  $0,35\text{C/m}^2$  im negativen Feld annimmt. Sowohl bei den Sättigungswerten der Polarisation als auch bei ihren remanenten Werten bleibt eine Differenz von  $0,02\text{C/m}^2$ .

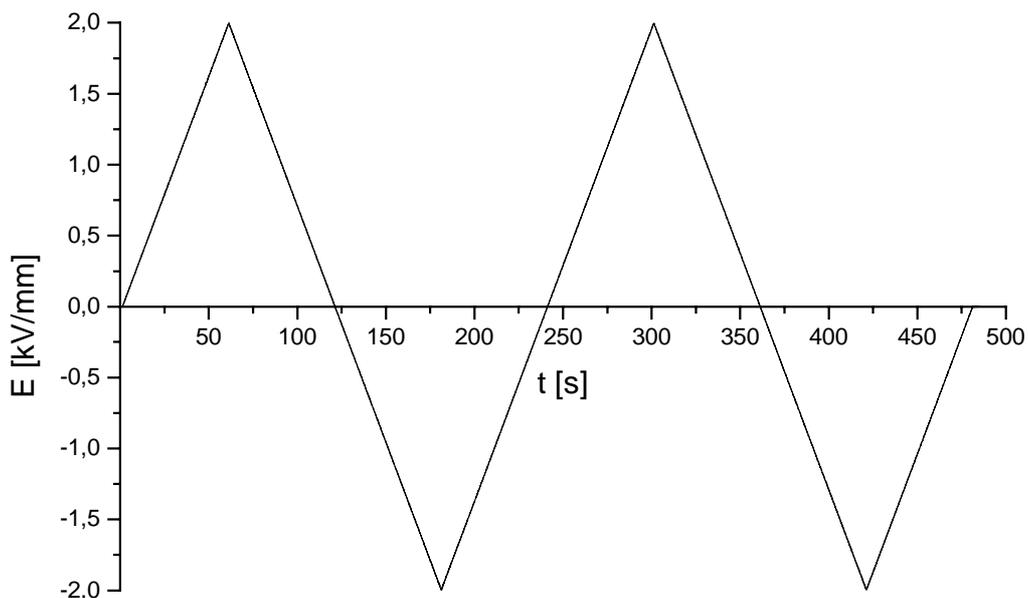


Abbildung 15: Versuch 1; elektrisches Feld über der Zeit

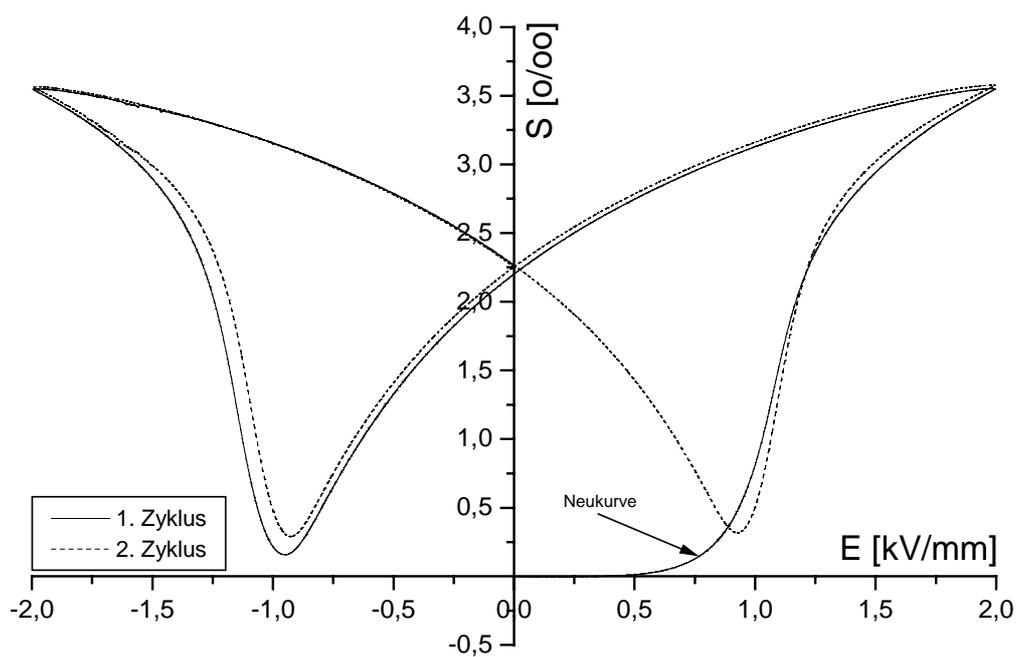


Abbildung 16: Versuch 1; Dehnungshysterese

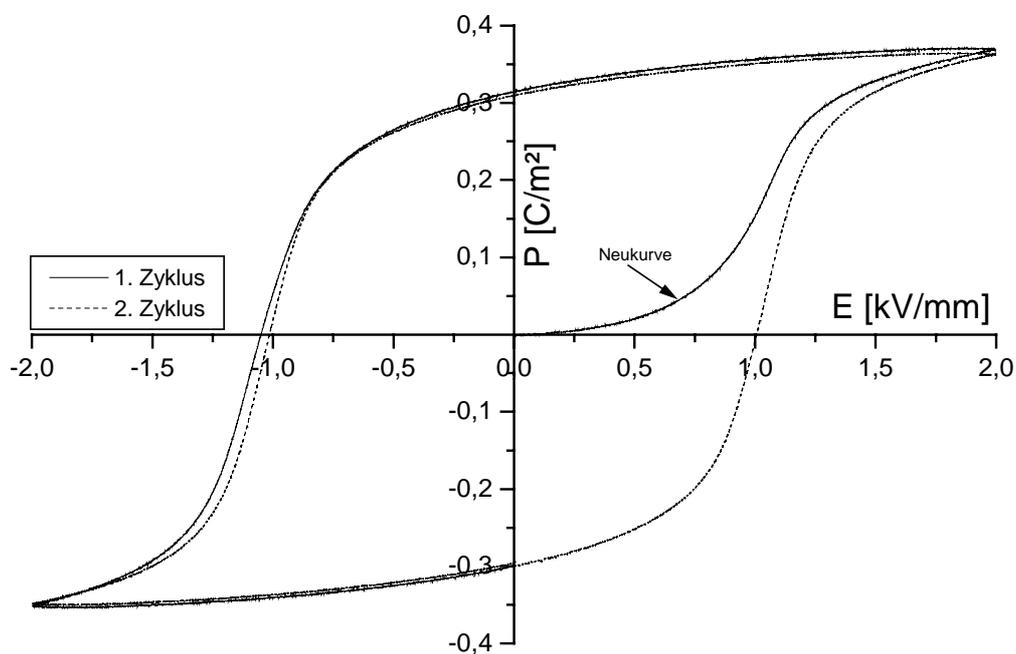


Abbildung 17: Versuch 1; Polarisationshysterese

- Versuch 2:

Der zweite Versuch beschäftigt sich mit dem Einfluß der Art des elektrischen Feldes auf die Weich-PZT-Probe und auf ihre Hysteresenverläufe.

Dazu wurde eine anfangs ungepolte Probe zunächst mit einem dreieckförmigen und dann mit einem sinusförmigen Feld belastet (Abbildung 18). Für beide Feldarten galt eine Frequenz von 0,025Hz, was im Fall der Dreieckslast einer Feldgeschwindigkeit von  $\dot{E} = 0,2\text{kV/mms}$  entspricht. Insgesamt wurden drei Zyklen der dreieckförmigen und drei Zyklen der sinusförmigen Belastung gefahren.

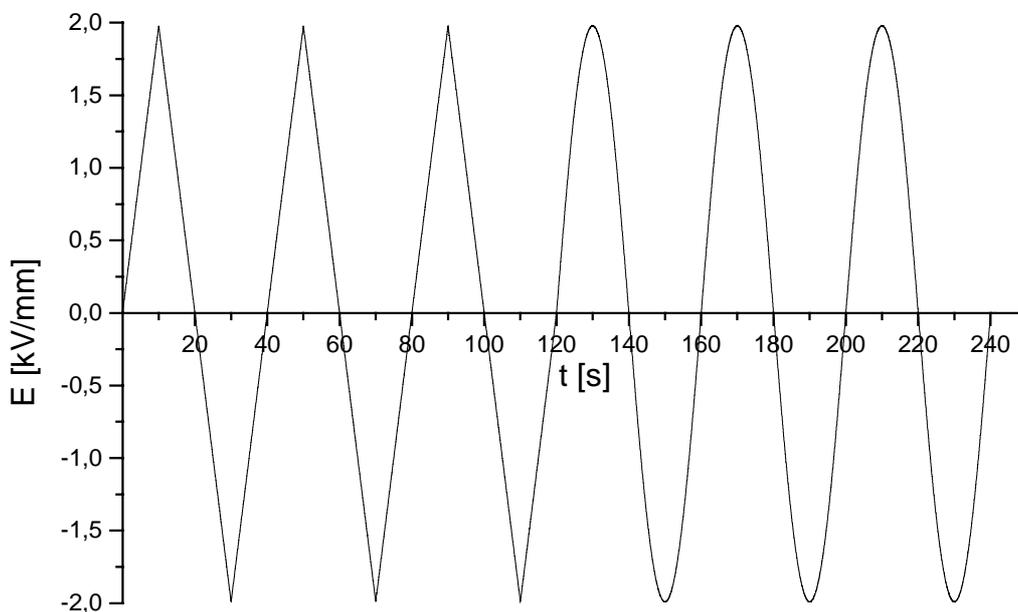


Abbildung 18: Versuch 2; elektrisches Feld über der Zeit

Es wurde somit eine größere Frequenz als beim Versuch 1 gewählt. Der Vergleich der Dehnungshysteresen bei einer dreieckförmigen Belastung aus beiden Versuchen zeigt auf, daß die Frequenz von 0,025Hz kleinere Werte der remanenten Dehnung zu Folge hat. Bei dieser Frequenz beträgt die remanente Dehnung  $S_r$  2,25‰, während sie bei einer Frequenz von 0,004Hz einen Wert von 2,5‰ erreicht. Einen weiteren Unterschied bilden die Nulldurchgänge der Polarisationshysteresen. Abbildung 20 zeigt auf, daß die Polarisationshysterese bereits bei einem Feldstärkenwert von  $E = \pm 1,1\text{kV/mm}$  ihren Nulldurchgang besitzt. Dieser Wert wird von der Polarisationshysterese des ersten Versuchs (Abbildung 17) unterschritten. Der Nulldurchgang dieser Polarisationshysterese

befindet sich bei  $E = \pm 1,0 \text{ kV/mm}$ . Diese Tatsache läßt die Schlußfolgerung zu, daß kleinere Frequenzen des elektrischen Feldes schmalere Polarisationshysteresen bewirken als höhere Frequenzen.

Im folgenden werden die Dehnungshysterese (Abbildung 19) und die Polarisationshysterese (Abbildung 20) diskutiert.

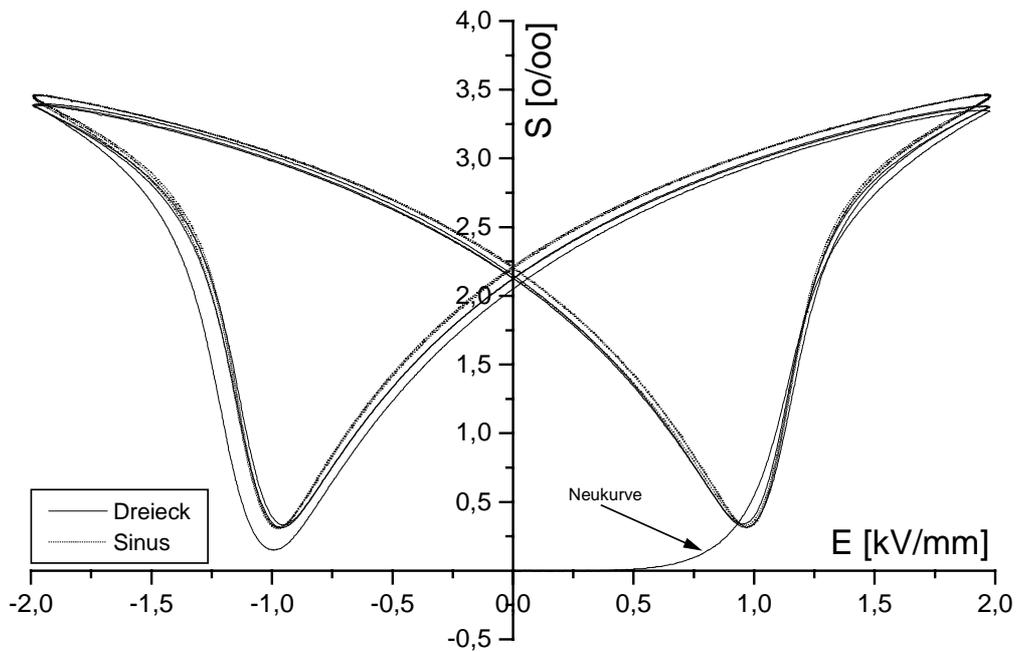


Abbildung 19: Versuch 2; Dehnungshysterese

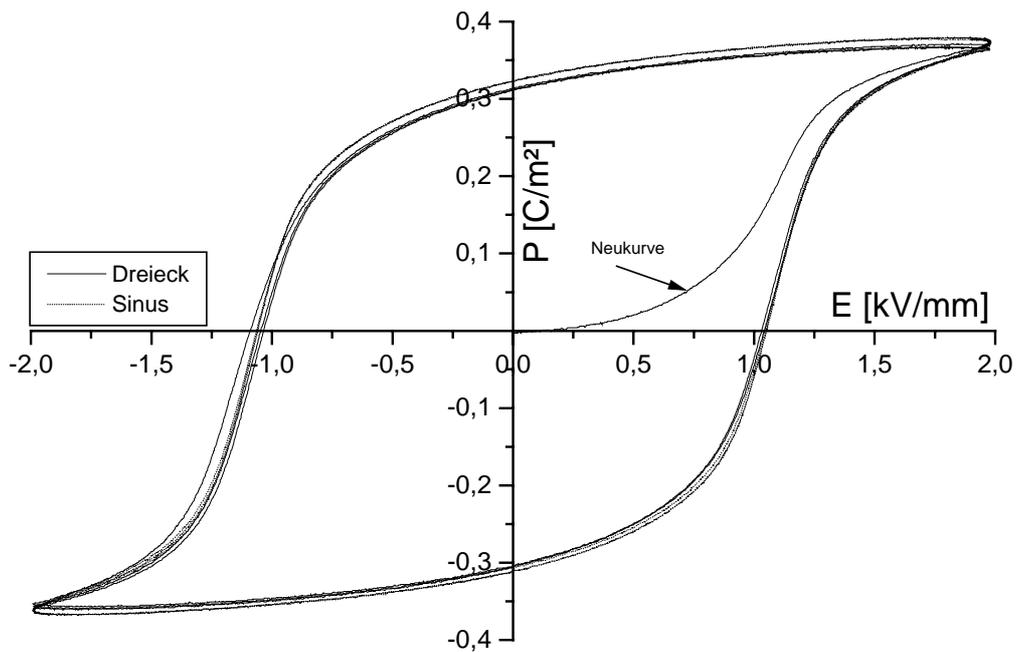


Abbildung 20: Versuch 2; Polarisationshysterese

Der Einfluß der Art des elektrischen Feldes läßt sich sowohl in der Dehnungs- als auch in der Polarisationshysterese erkennen. Die Dehnungshysterese, hervorgerufen durch ein sinusförmiges Feld, weisen erkennbar eine größere Sättigungsdehnung der PZT-Probe auf als die Dehnungshysterese, die in Folge eines dreieckförmigen Feldes entstanden sind. Analog hierzu liegt die Sättigungspolarisation der PZT-Probe, die mittels eines dreieckförmigen Feldes belastet wurde, unterhalb der Sättigungspolarisation, die auf Grund eines sinusförmigen Feldes erreicht wird.

Betrachtet man den gesamten Dehnungs- und Polarisationshystereseverlauf, so stellt man fest, daß die Hysterese, die auf Grund des sinusförmigen Feldes zustande gekommen sind, alle um einen bestimmten Dehnungs- bzw. Polarisationsbetrag oberhalb bzw. im Falle der Polarisationshysterese beim negativen Feld unterhalb der Hysterese verlaufen, die durch ein dreieckförmiges Feld hervorgerufen wurden. Dieser Betrag ist im Maximalpunkt der Dehnung bzw. der Polarisation bei einer Feldstärke von  $\pm 2,0 \text{ kV/mm}$  am größten, während er im Nulldurchgang bei  $\pm 1,0 \text{ kV/mm}$  verschwindet. Hier treffen sich beide Hysteresearten wieder. Die Abweichungen lassen sich aus den unterschiedlichen zeitlichen Verläufen der Feldstärke und aus den Auswirkungen auf Zeiteffekt beim Domänen-Umklappen erklären. Während die Steigung einer Sinuskurve zunächst größer ist als die beim Dreieckverlauf, nimmt sie bis zum Maximum bei  $\pm 2,0 \text{ kV/mm}$  allmählich ab. Die Steigung des Dreieckverlaufs bleibt aber bis zum Wendepunkt konstant. Die Folge ist, daß das Sinusfeld längere Zeit bei höheren Werten verharrt und somit verstärkt zu Domäneneffekten führt, die sich in einer größeren Sättigungsdehnung äußern. Die Differenz bleibt beim Abnehmen des Feldes auf  $0,0 \text{ kV/mm}$  erhalten.

#### **4.1.2. Versuche mit Haltezeiten**

Es werden Versuche vorgestellt, während derer das dreieckförmige elektrische Feld für einen bestimmten Zeitraum, die sogenannte Haltezeit, konstant gehalten worden ist. Dabei wurde das Ziel verfolgt, möglichst lange Haltezeiten bei unterschiedlichen Feldstärken zu erreichen. Während dieser Versuche trat vermehrt das Problem der Durchschläge auf. Hier hat sich gezeigt, daß die Wahrscheinlichkeit für einen Durchschlag mit der Dauer einer Haltezeit ansteigt. Dieses Problem konnte mit den in Abschnitt 3.2.2. erwähnten Maßnahmen beseitigt werden.

Anhand des 3. Versuchs wird dargestellt, welche Auswirkungen ein elektrisches Feld, das bei bestimmten Feldstärken für einen langen Zeitraum konstant gehalten wird, auf die Umklappprozesse in der PZT-Probe hat.

- Versuch 3:

Die ungepolte PZT-Probe wurde zunächst bis zu einer Feldstärke von 0,67kV/mm in einem Zeitraum von 3,3 Sekunden belastet. Das entspricht einer Feldgeschwindigkeit von  $\dot{E} = 0,2\text{kV/mm}$ , die auch während aller folgenden Rampen des Versuchs eingehalten wurde. Bei dieser Feldstärke wurde das elektrische Feld angehalten und für 120 Sekunden konstant gehalten. Nach der ersten Haltezeit stieg das elektrische Feld innerhalb von 1,7 Sekunden auf 1,0kV/mm, wo eine zweite Haltezeit von 120 Sekunden stattfand. Danach wurde das elektrische Feld innerhalb von 1,7 Sekunden auf eine Feldstärke von 1,34kV/mm erhöht, wo die dritte Haltezeit von ebenfalls 120 Sekunden begann. Nach dem Verstreichen der dritten Haltezeit wurde die PZT-Probe bis zu einer Maximalfeldstärke von 2,0kV/mm innerhalb von 3,3 Sekunden belastet und anschließend auf 0,0kV/mm innerhalb von 10 Sekunden entlastet. Der gleiche Belastungsprozeß wurde für negative Feldstärken wiederholt. Insgesamt wurden vier Zyklen gefahren. Abbildung 21 zeigt exemplarisch einen Zyklus. Abbildungen 22 und 23 zeigen die Dehnungs- bzw. die Polarisationshysterese, die bei diesem Versuch aufgenommen worden sind.

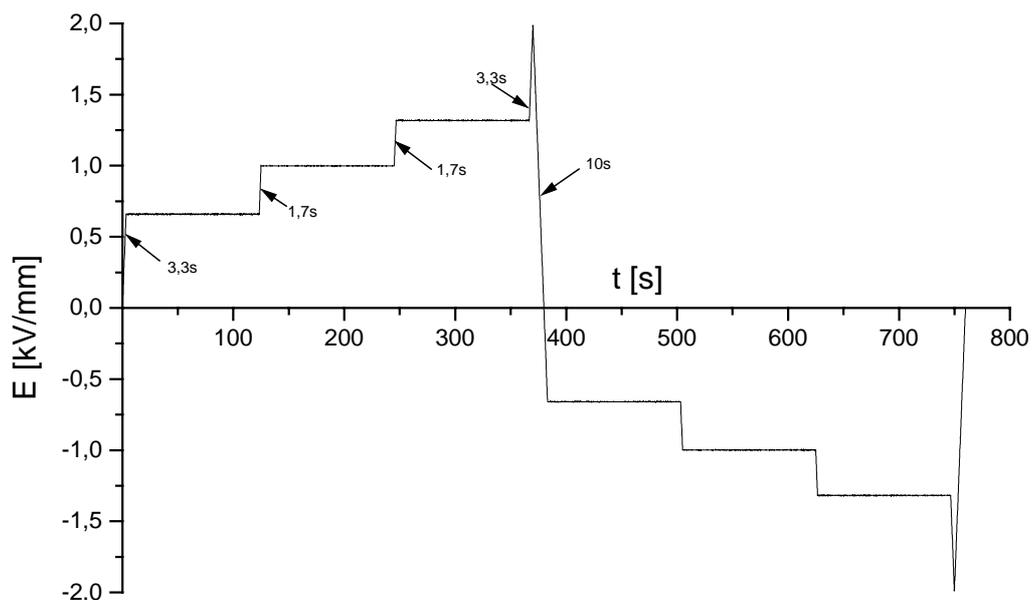


Abbildung 21: Versuch 3; elektrisches Feld über der Zeit

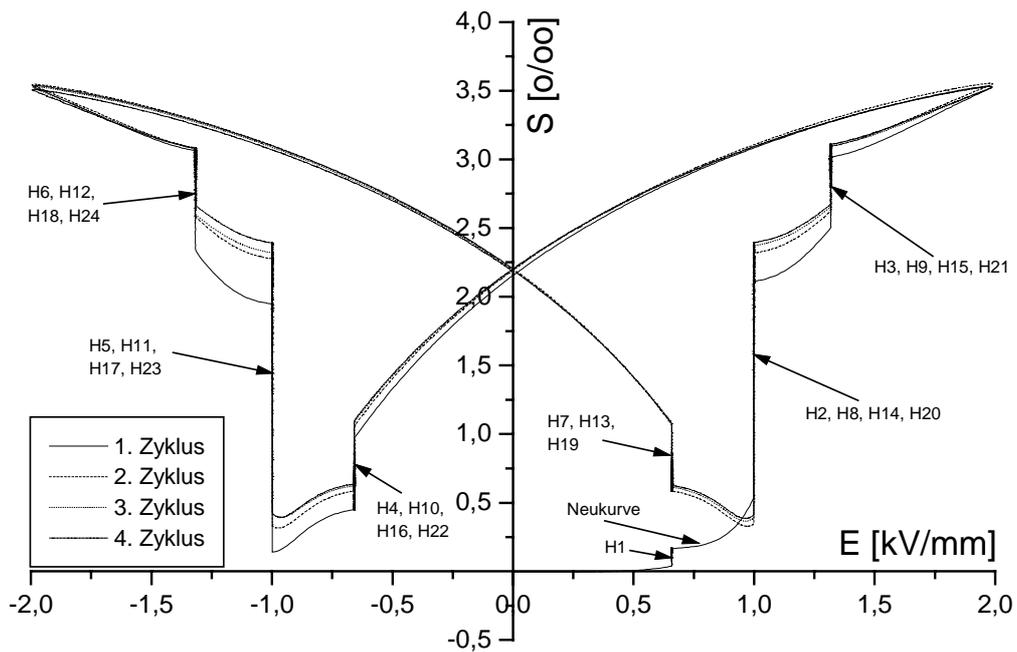


Abbildung 22: Versuch 3; Dehnungshysterese

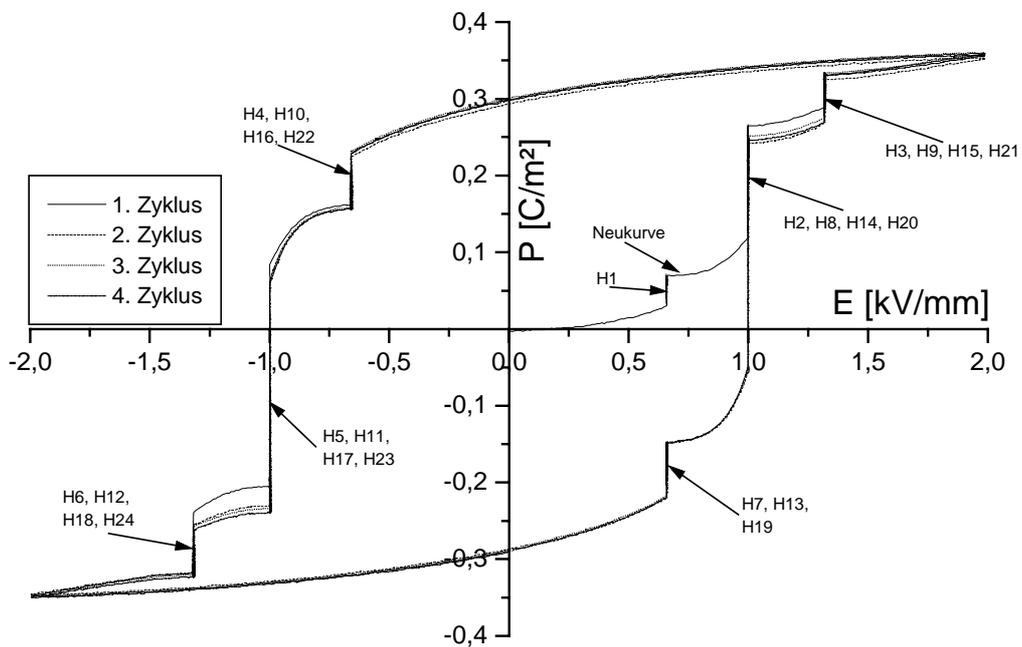


Abbildung 23: Versuch 3; Polarisationshysterese

Im folgenden wird das Verhalten der Dehnung und der Polarisation während der Haltezeiten dargestellt (Abbildungen 24 bis 37). Die zeitlichen Verläufe der beiden Größen für eine Feldstärke werden in Gruppen zusammengefaßt.

Es wurde festgestellt, daß sich der Dehnungs- bzw. der Polarisationsverlauf während der Haltezeit bei 0,67kV/mm im ersten Zyklus bei einer ungepolten PZT-Probe anders verhält als bei den folgenden Zyklen. Aus diesem Grund wird der Dehnungs- bzw. der Polarisationsverlauf während der Haltezeit bei 0,67kV/mm im ersten Zyklus in einem gesonderten Schaubild aufgeführt.

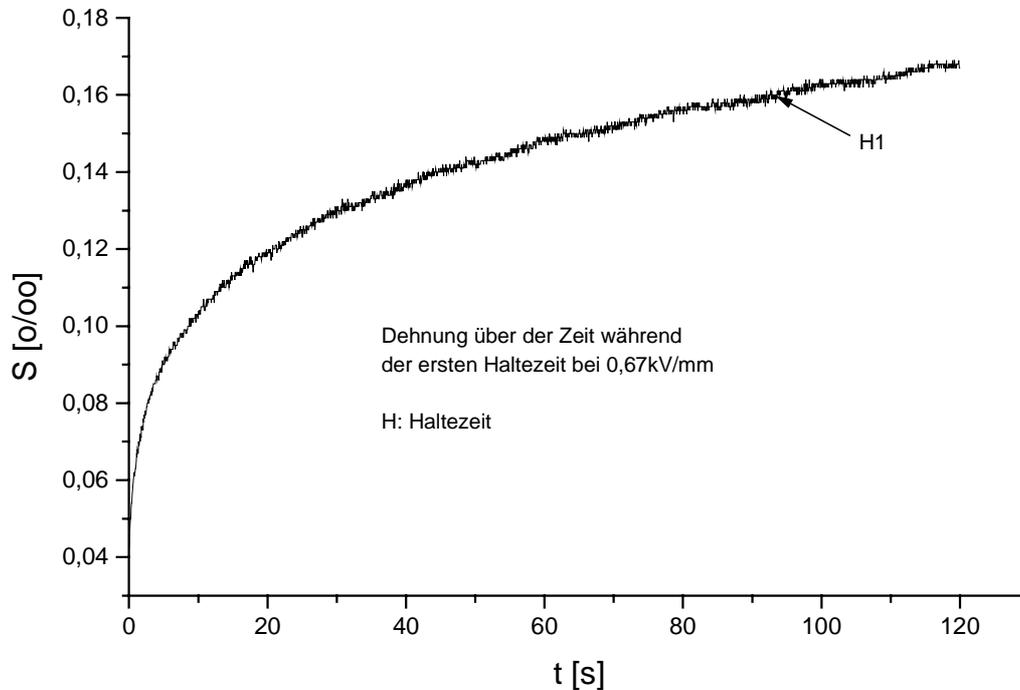


Abbildung 24: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der ersten Haltezeit

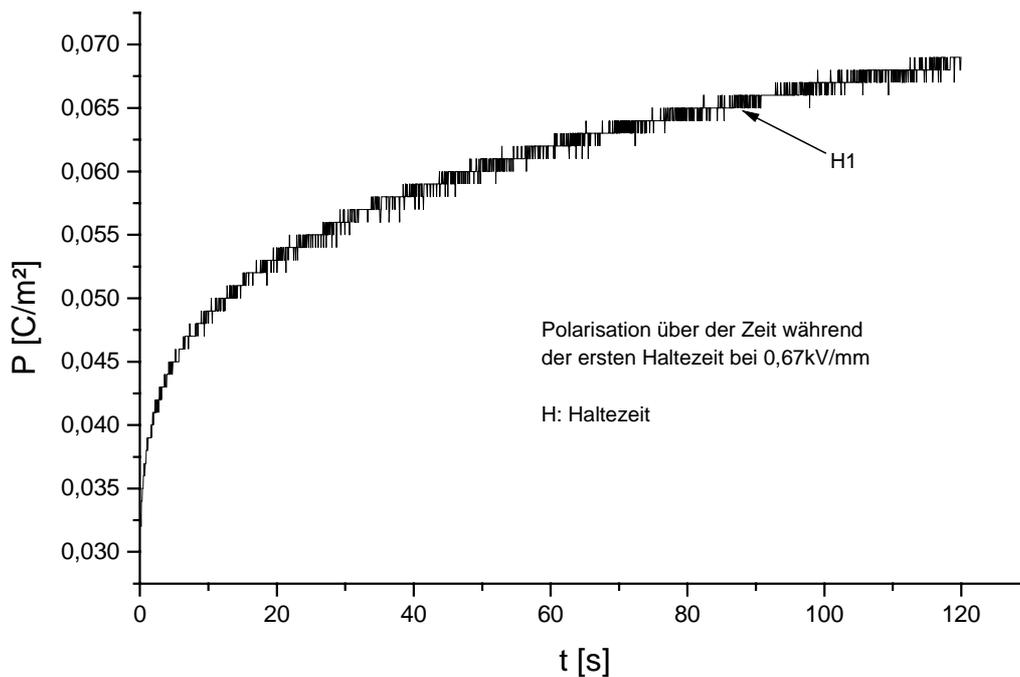


Abbildung 25: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der ersten Haltezeit

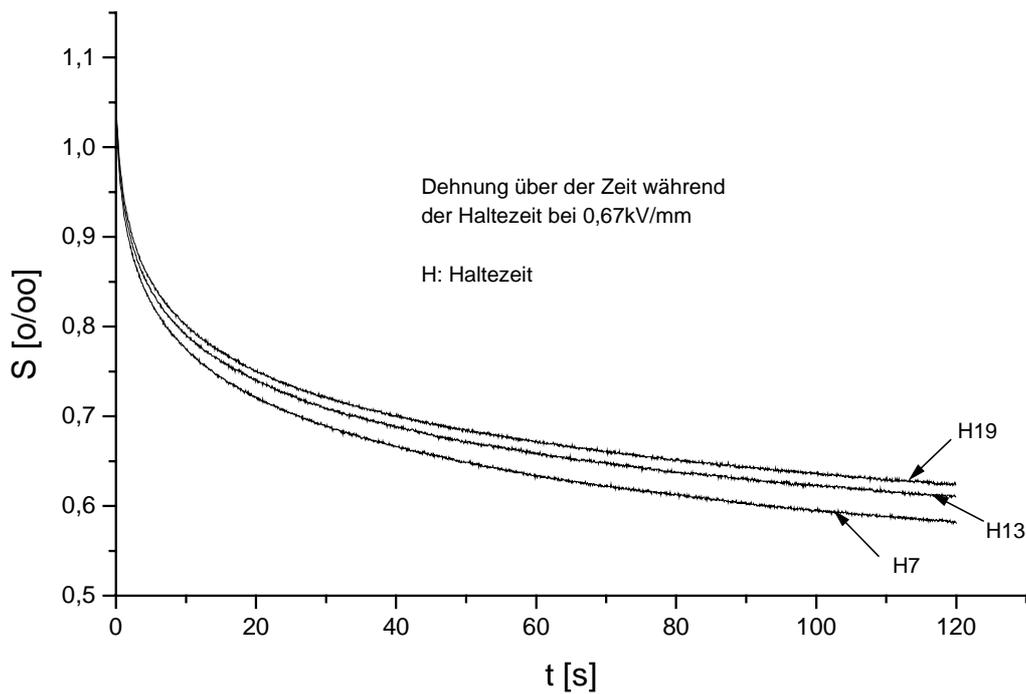


Abbildung 26: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der 0,67kV/mm-Haltezeit

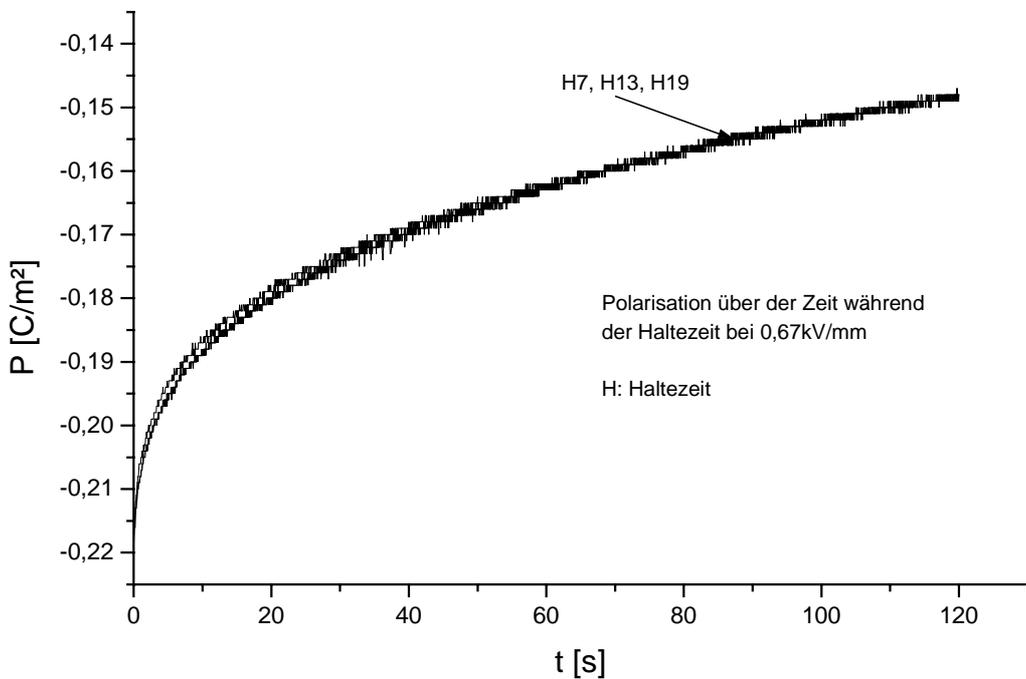


Abbildung 27: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der 0,67kV/mm-Haltezeit

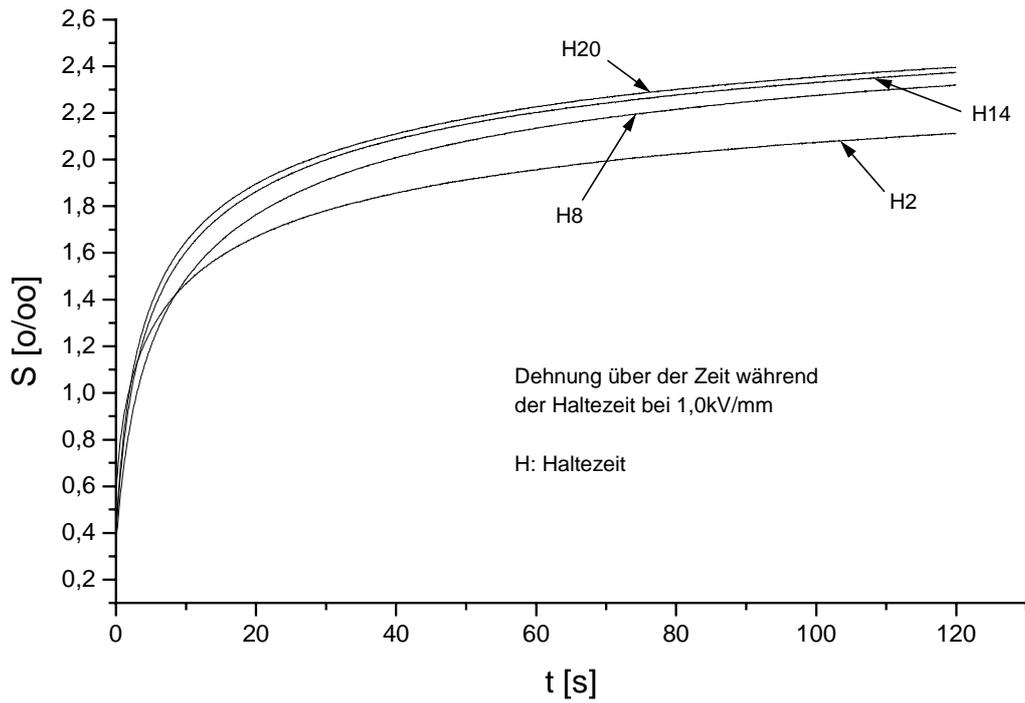


Abbildung 28: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der 1,0kV/mm-Haltezeit

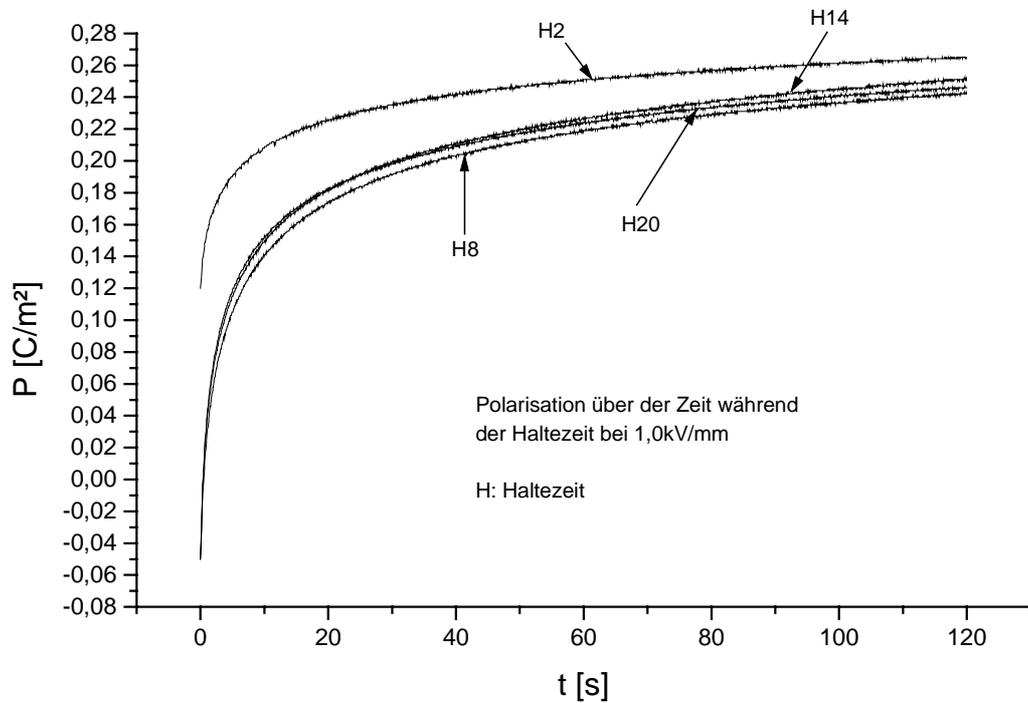


Abbildung 29: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der 1,0kV/mm-Haltezeit

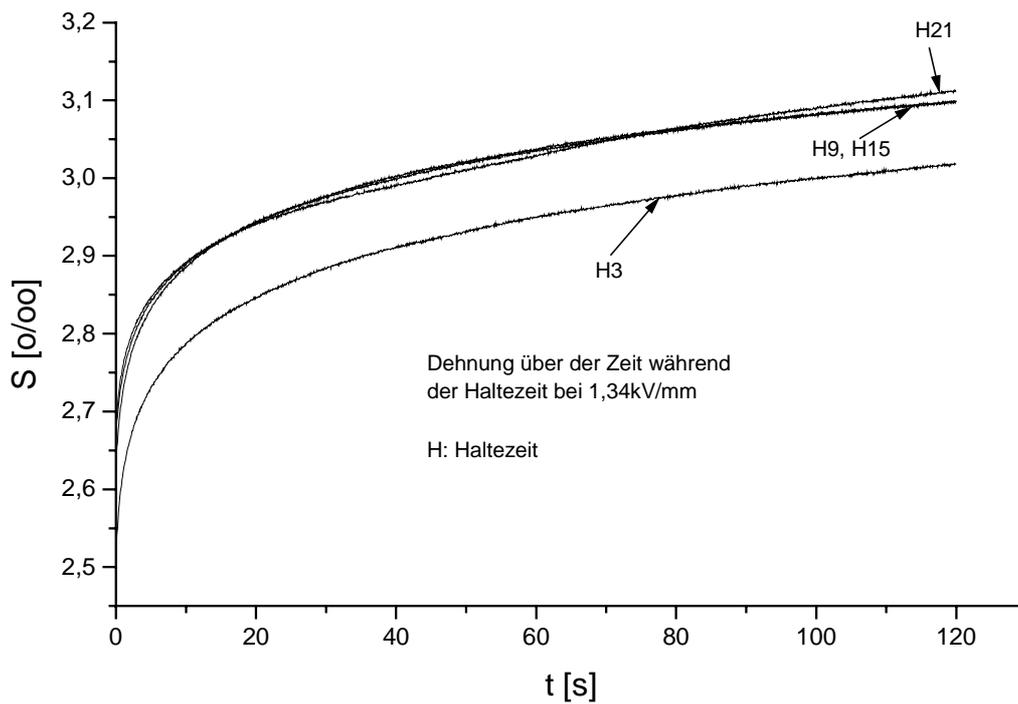


Abbildung 30: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der 1,34kV/mm-Haltezeit

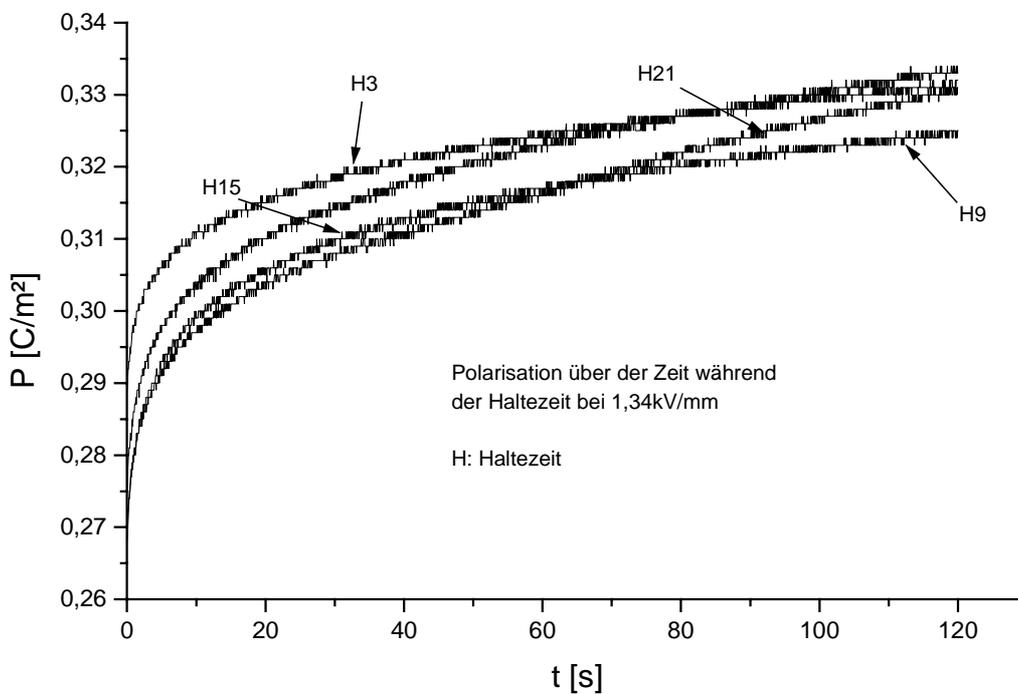


Abbildung 31: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der 1,34kV/mm-Haltezeit

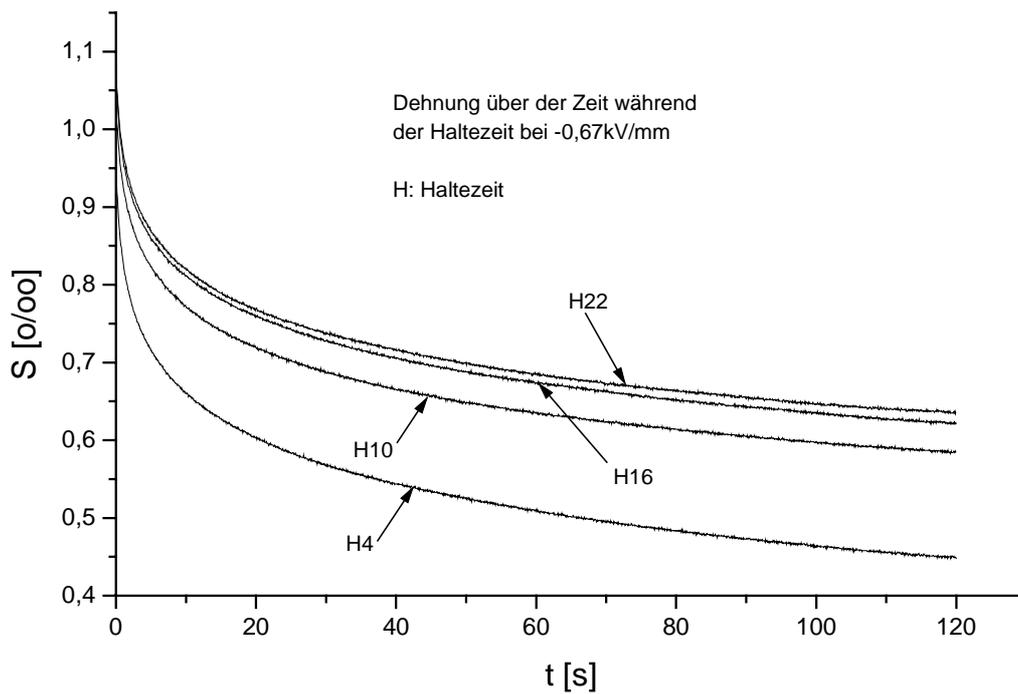


Abbildung 32: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der  $-0,67\text{kV/mm}$ -Haltezeit

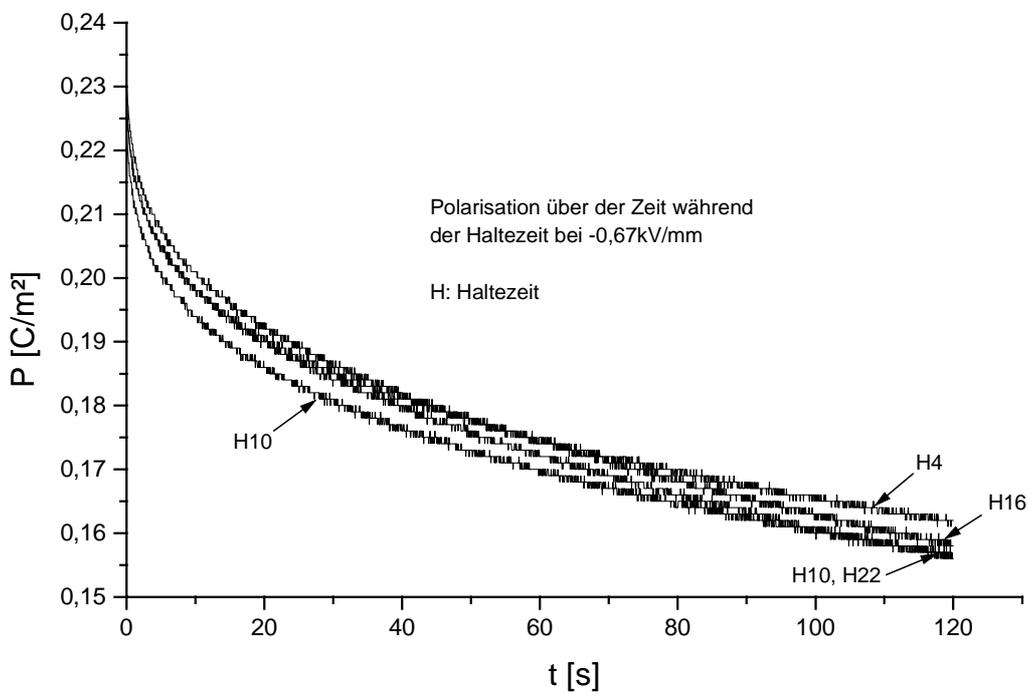


Abbildung 33: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der  $-0,67\text{kV/mm}$ -Haltezeit

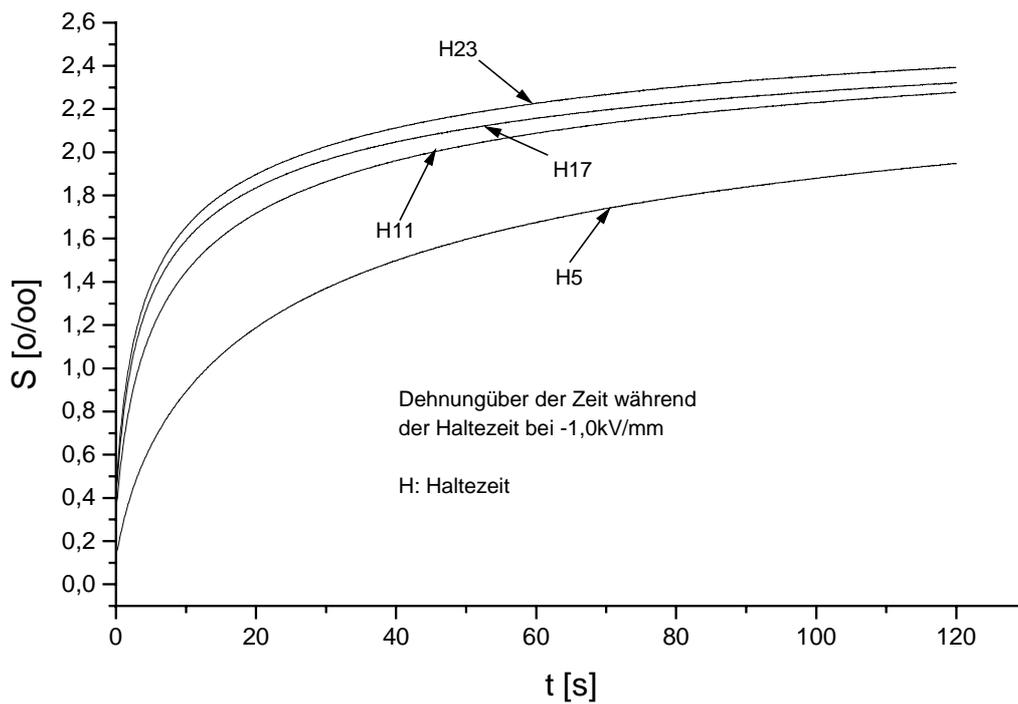


Abbildung 34: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der -1,0kV/mm-Haltezeit

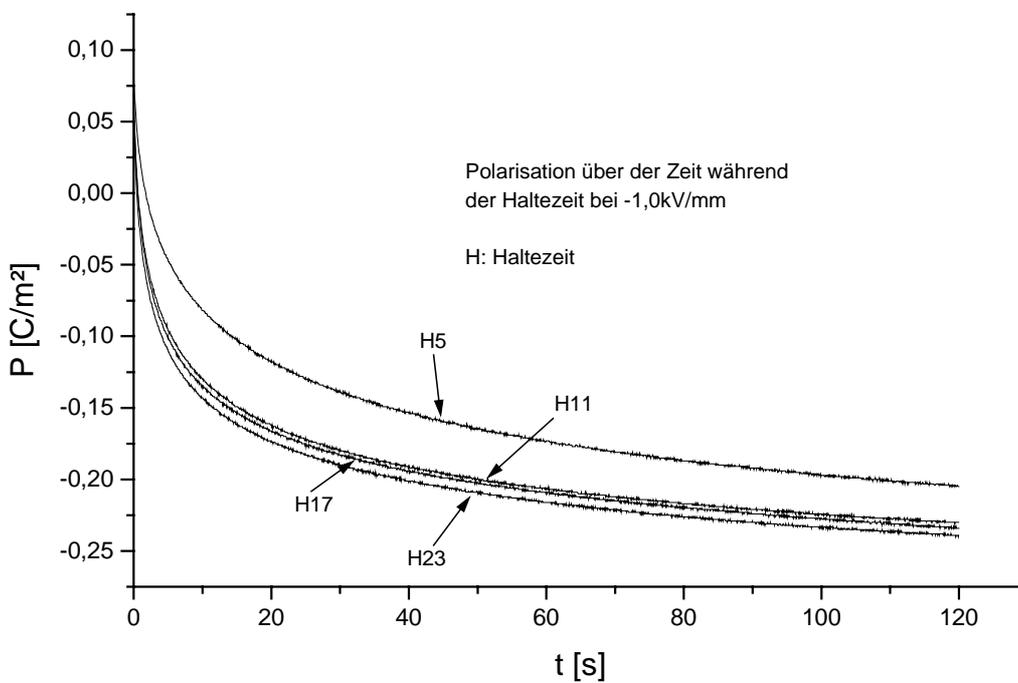


Abbildung 35: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der -1,0kV/mm-Haltezeit

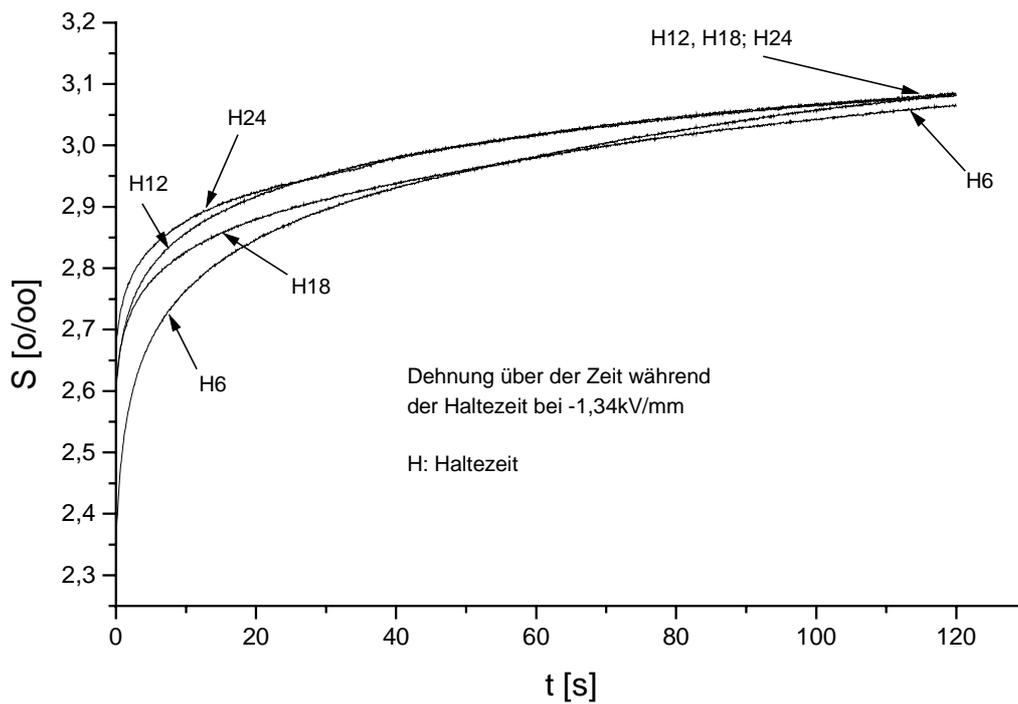


Abbildung 36: Versuch 3; Verlauf der Dehnung während der  $-1,34\text{kV/mm}$ -Haltezeit

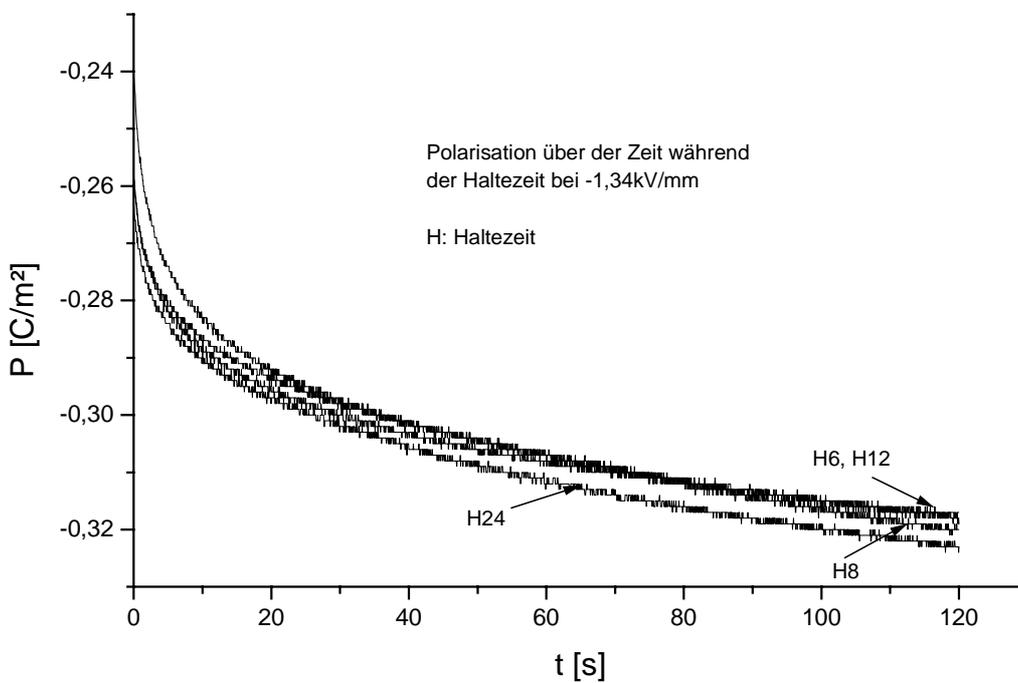


Abbildung 37: Versuch 3; Verlauf der Polarisation während der  $-1,34\text{kV/mm}$ -Haltezeit

Neben der Haltezeit bei 0,67kV/mm im ersten Zyklus (H1) weichen auch die Haltezeiten (H2 bis H6) im erst Zyklus von den entsprechenden Haltezeiten der folgenden Zyklen ab, da hier die PZT-Probe noch nicht „eingefahren“ ist.

Aus den Abbildungen des Dehnungs- bzw. Polarisationsverlaufs, aufgetragen über der Zeit, und der Dehnungs- bzw. Polarisationshysterese lassen sich folgende Schlußfolgerungen ziehen. Auf Grund der Symmetrie der Hysteresen ist es möglich, die Schlußfolgerungen zunächst für positive Feldstärken zu ziehen und sie auf die negativen zu übertragen.

In der Dehnungs- bzw. Polarisationshysterese kann man erkennen, daß die Umklappprozesse der Domänen ihren Höhepunkt bei der Feldstärke von 1,0kV/mm haben (Abbildungen 22 und 23). Hier klappen die meisten Domänen um. Unterhalb und oberhalb dieser Feldstärke kommt es zu weitaus weniger Umklappprozessen. Diese Annahme wird durch die kleineren Betragsänderungen der Dehnung und der Polarisation während der Haltezeiten bei 0,67kV/mm und 1,34kV/mm bestätigt. Während der Haltezeit bei 0,67kV/mm ist die Feldstärke noch nicht ausreichend, um ein Umklappen von vielen Domänen zu bewerkstelligen. Dagegen sind während der Haltezeit bei 1,67kV/mm die meisten Domänen bereits umgeklappt.

Betrachtet man dagegen den Dehnungs- und Polarisationsverlauf über der Zeit (Abbildungen 24 bis 37), so stellt man fest, daß die Kurven nach ihrem ersten Steilanstieg nie einen horizontalen Verlauf annehmen, sondern stets weiter ansteigen. Ein horizontaler Verlauf würde aber bedeuten, daß die Umklappprozesse bei einer bestimmten Feldstärke ihre Sättigung erreichen. Aus den Abbildungen der Haltezeiten entnimmt man aber, daß dies zumindest für die Dauer von 120 Sekunden noch nicht eingetreten ist.

Alle Haltezeiten fanden während des Ansteigens des elektrischen Feldes statt. Es stellt sich jedoch die Frage, welches Verhalten der Dehnungs- und Polarisationsverlauf beim Zurückfahren des elektrischen Feldes aufweist.

- Versuch 4:

Der vierte Versuch ist dem dritten Versuch sehr ähnlich. Hier wurden beim Zurückfahren des elektrischen Feldes zusätzliche Haltezeiten von 120 Sekunden eingebaut. Um einen Vergleich zwischen dem Zeitverhalten der Dehnung und der Polarisation zu erreichen, finden die zusätzlichen Haltezeiten bei denselben

Feldstärken ( $\pm 0,67\text{kV/mm}$ ,  $\pm 1,0\text{kV/mm}$  und  $\pm 1,34\text{kV/mm}$ ) statt, wobei der Zeitraum zwischen den zusätzlichen Haltezeiten derselbe wie bei den Haltezeiten des anfahrenen Feldes ist ( $\dot{E} = 0,2\text{kV/mmms}$ ). Es wurden insgesamt vier Zyklen durchgeführt, wobei Abbildung 38 einen exemplarischen Zyklus aufzeigt. Abbildung 39 zeigt die Dehnungshysterese und Abbildung 40 die Polarisationshysterese. Das Zeitverhalten der Dehnung und der Polarisation wird für den vierten Zyklus und positive Feldstärken in den Abbildungen 41 bis 46 dargestellt. Sie sollen exemplarisch für alle zeitlichen Verläufe beim Zurückfahren des elektrischen Feldes stehen.

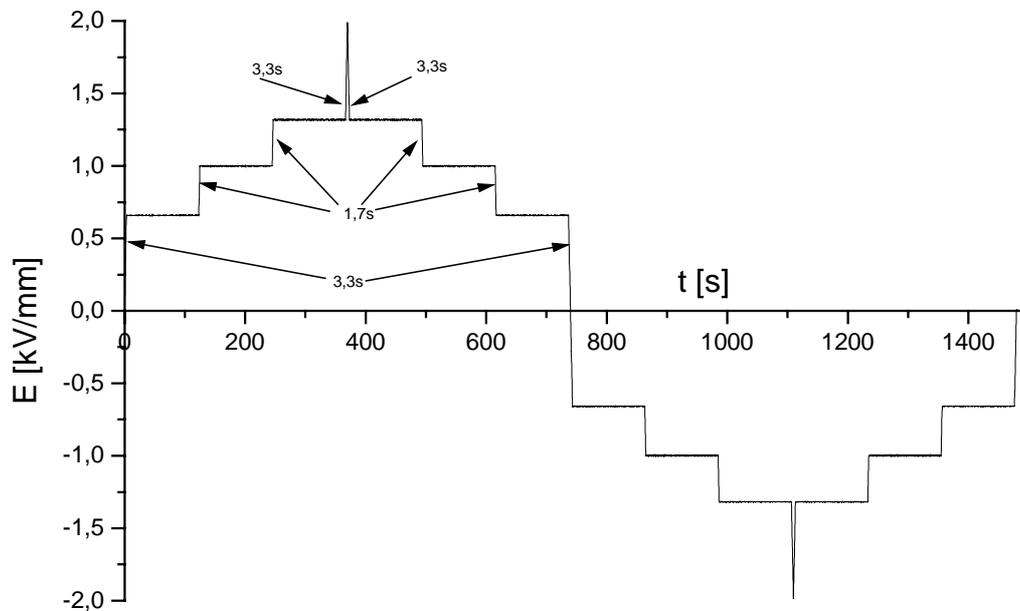


Abbildung 38: Versuch 4; elektrisches Feld über der Zeit

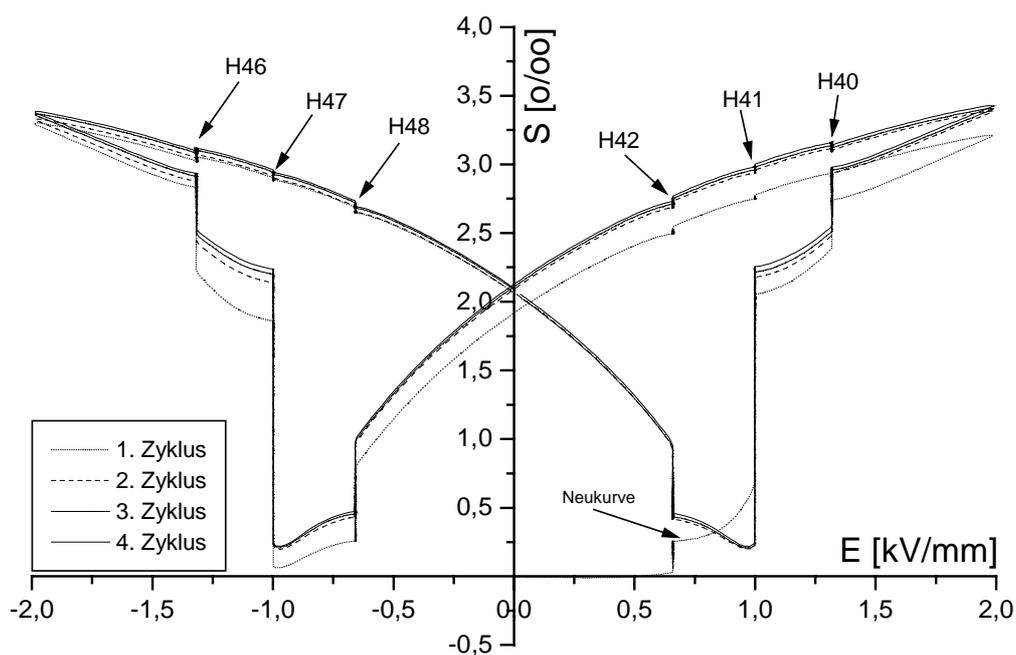


Abbildung 39: Versuch 4; Dehnungshysterese

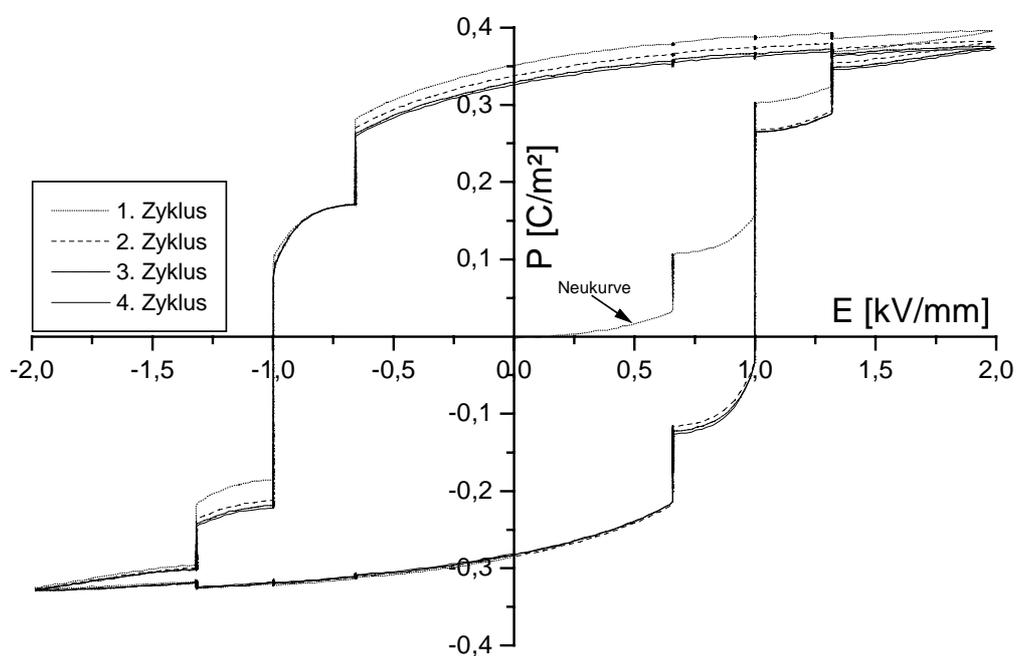


Abbildung 40: Versuch 4; Polarisationshysterese

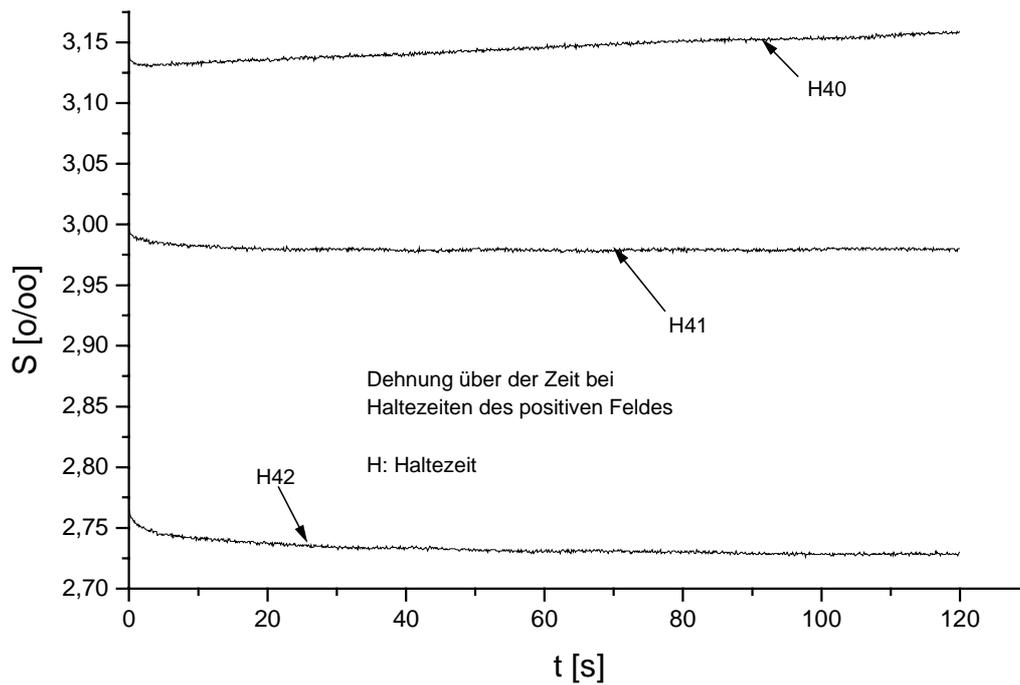


Abbildung 41: Versuch 4; Dehnung über der Zeit bei Haltezeiten des positiven Feldes während des 4. Zyklus

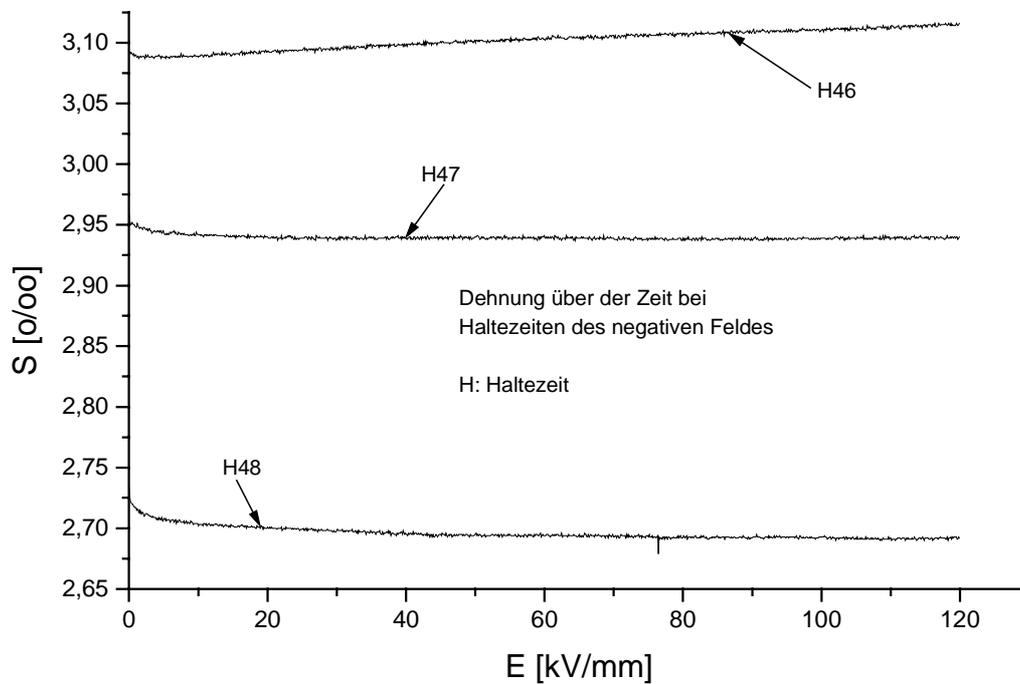


Abbildung 42: Versuch 4; Dehnung über der Zeit bei Haltezeiten des negativen Feldes während des 4. Zyklus

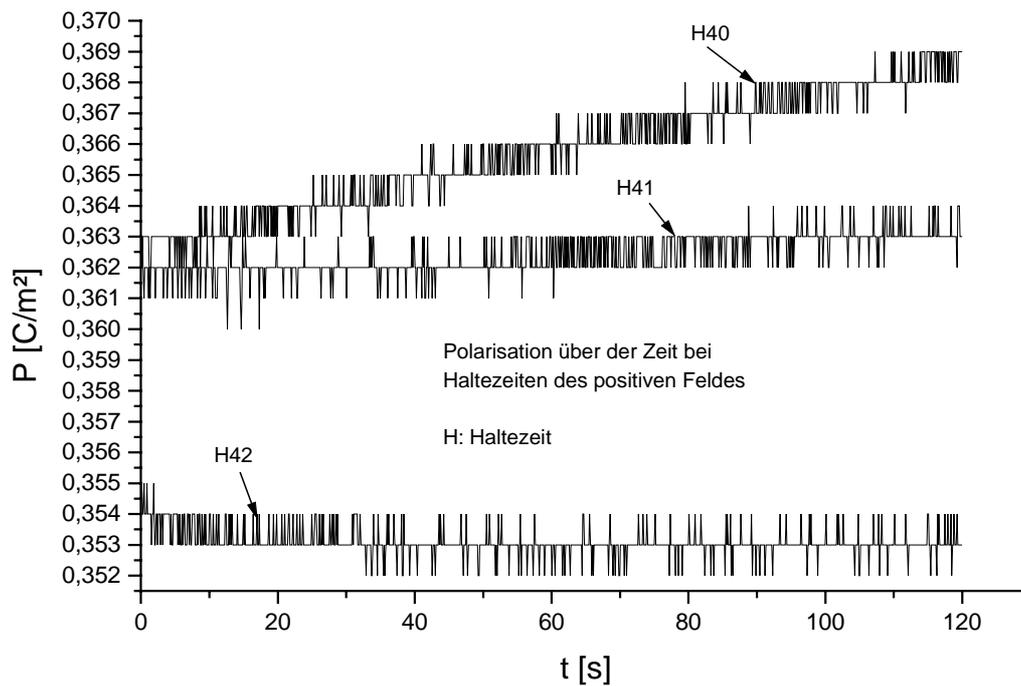


Abbildung 43: Versuch 4; Polarisation über der Zeit bei Haltezeiten des positiven Feldes während des 4. Zyklus

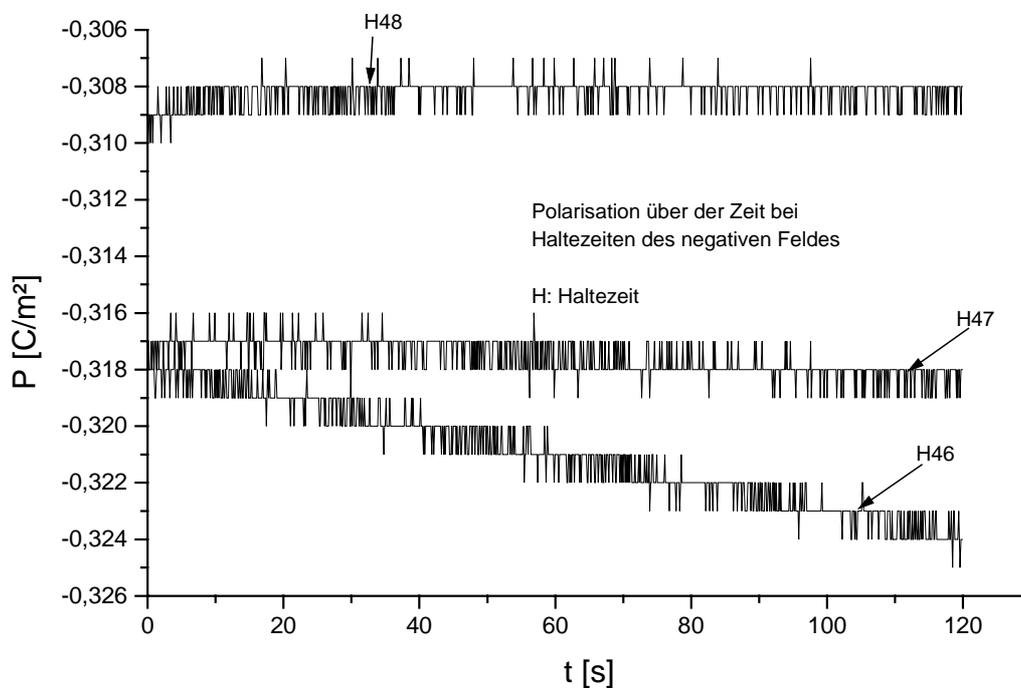


Abbildung 44: Versuch 4; Polarisation über der Zeit bei Haltezeiten des negativen Feldes während des 4. Zyklus

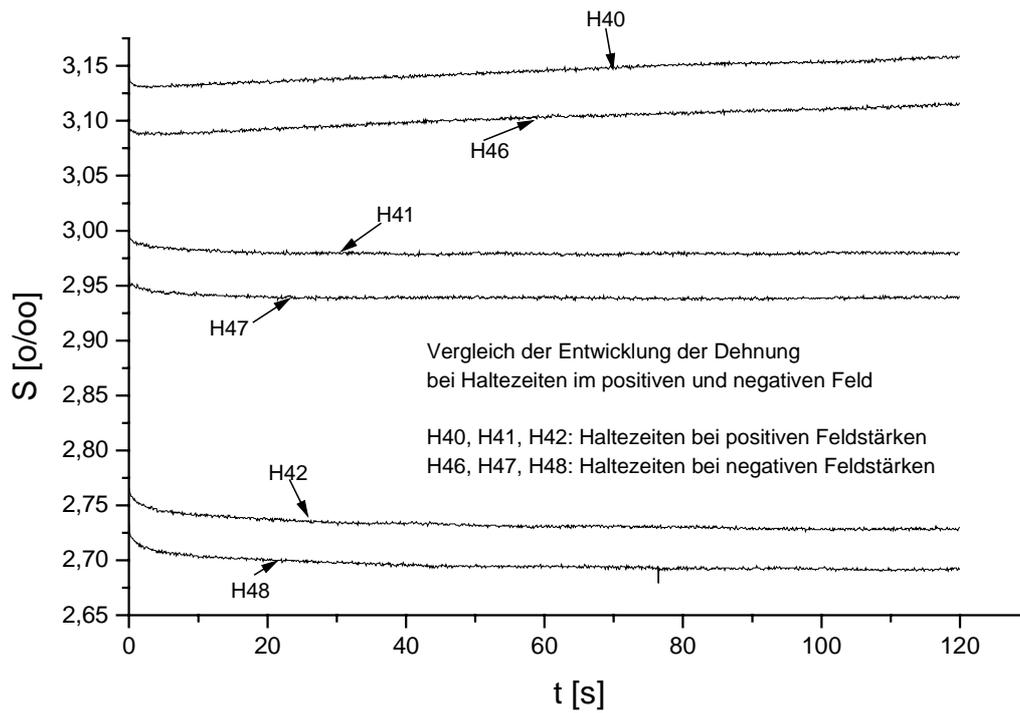


Abbildung 45: Versuch 4; Vergleich der Dehnungshaltezeiten

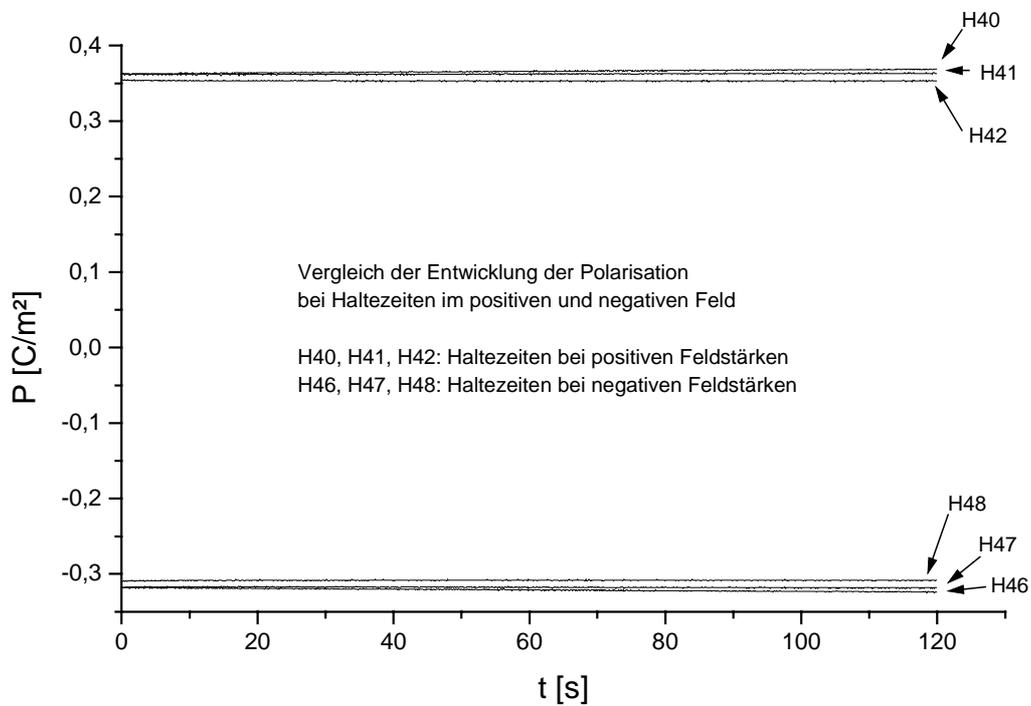


Abbildung 46: Versuch 4; Vergleich der Polarisationshaltezeiten

Vergleicht man die Haltezeiten der Dehnung und der Polarisierung beim Zurückfahren des elektrischen Feldes mit den Haltezeiten beim Hochfahren des Feldes, so stellt man fest, daß die Haltezeiten des Rückweges einen sehr geringen Einfluß auf die Dehnung bzw. Polarisierung besitzen. Auffällig ist dabei, daß sowohl die Dehnung als auch die Polarisierung bei einer Feldstärke von  $\pm 1,34\text{kV/mm}$  in allen Zyklen wieder ansteigen. Dieses Phänomen ist aber bei Haltezeiten der Feldstärken  $\pm 1,0\text{kV/mm}$  und  $\pm 0,67\text{kV/mm}$  nicht zu beobachten. Hier nehmen sowohl die Dehnung als auch die Polarisierung ab. Der Grund hierfür ist, daß beim Zurückfahren des elektrischen Feldes auf den Feldstärkenwert  $1,34\text{kV/mm}$  ein Rückgang des reinen piezoelektrischen Effektes zu beobachten ist. Die Dehnung und die Polarisierung nehmen ab. Eine Feldstärke von  $1,34\text{kV/mm}$  ist aber noch genügend hoch, um weiteres Umklappen der Domänen während der Haltezeit zu bewirken, so daß hier die Dehnung und die Polarisierung wieder ansteigen. Bei Haltezeiten der Feldstärken  $1,0\text{kV/mm}$  und  $0,67\text{kV/mm}$  kommt es aber bereits zur Entlastung der Probe und somit zum Rückklappen von Domänen. Die geringen Feldstärken erlauben Mikrospannungen in der Probe, Rückklappprozesse zu veranlassen. Diese inneren Spannungen haben sich beim Aufbringen im Kristall- und Domänengefüge der Probe aufgebaut.

Ein weiteres Phänomen läßt sich aus den Abbildungen 45 und 46 erkennen. Vergleicht man die Dehnungsverläufe über der Zeit im positiven und im negativen Feld miteinander, so stellt man fest, daß die Dehnungsverläufe der positiven Seite (H40, H41, H42) oberhalb der vergleichbaren Dehnungsverläufe der negativen Seite (H46, H47, H48) liegen. Das Phänomen spiegelt sich auch beim Vergleich der Polarisierungsverläufe wieder. Hier sind die Beträge der Polarisierung der negativen Seite kleiner als die Beträge der positiven. Diese Aussage bestätigt sich nach einer Überprüfung auch im zweiten und dritten Zyklus.

- Versuch 5:

Die Besonderheit des fünften Versuchs besteht darin, daß hier Haltezeiten von 300 Sekunden bei einer Feldstärke von  $2\text{kV/mm}$  zu sehen sind.

Die ungepolte Weich-PZT-Probe wurde mit einem rampenförmigen Feld belastet. Dabei wurde das elektrische Feld zunächst innerhalb von 15 Sekunden auf  $2,0\text{kV/mm}$  erhöht ( $\dot{E} = 0,133\text{kV/mmms}$ ). Bei diesem Feldstärkenwert begann die erste Haltezeit. Diese wurde 300 Sekunden lang konstant gehalten. Danach

wurde das elektrische Feld umgekehrt und binnen 30 Sekunden auf  $-2,0\text{kV/mm}$  gebracht, wo es wiederum für 300 Sekunden konstant gehalten wurde. Nach der zweiten Haltezeit wurde das elektrische Feld innerhalb von 15 Sekunden auf  $0,0\text{kV/mm}$  gefahren. Die Belastung bestand aus insgesamt zwei Zyklen. Abbildung 47 zeigt exemplarisch einen Zyklus des elektrischen Feldes.

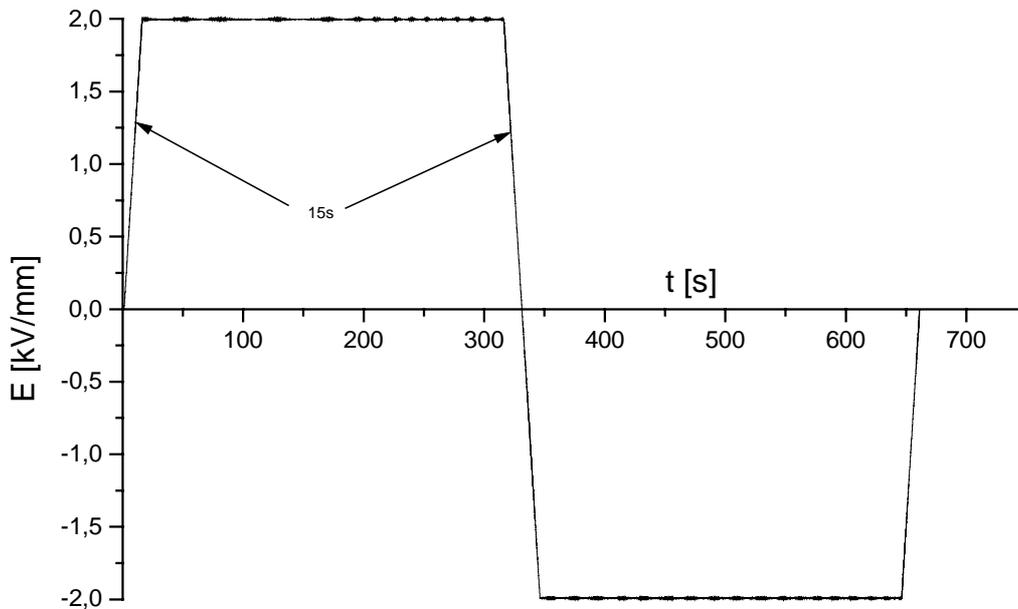


Abbildung 47: Versuch 5; elektrisches Feld über der Zeit

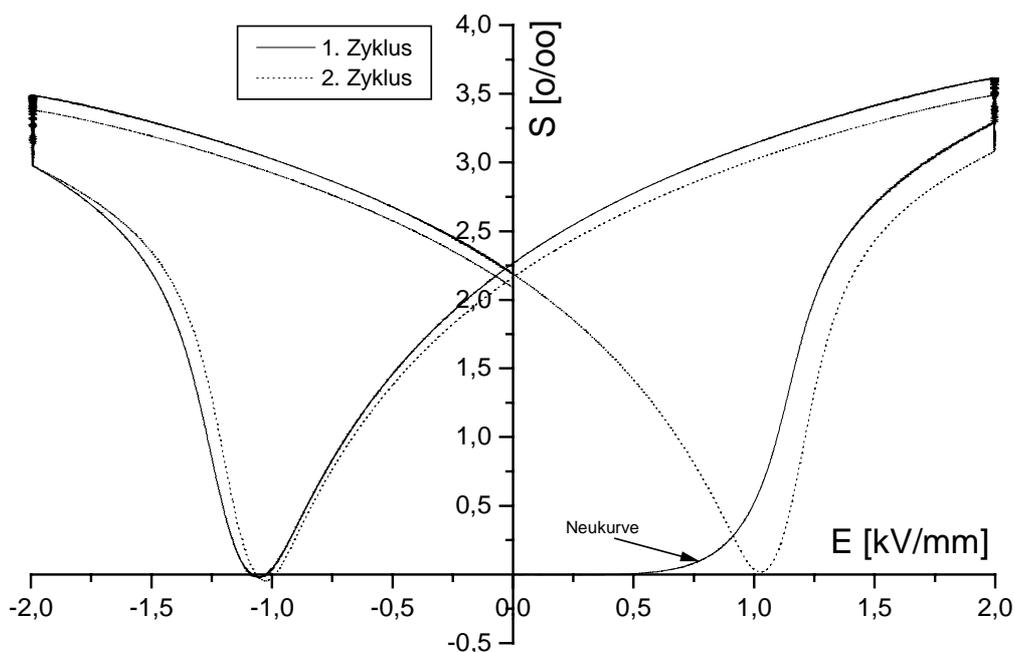


Abbildung 48: Versuch 5; Dehnungshysterese

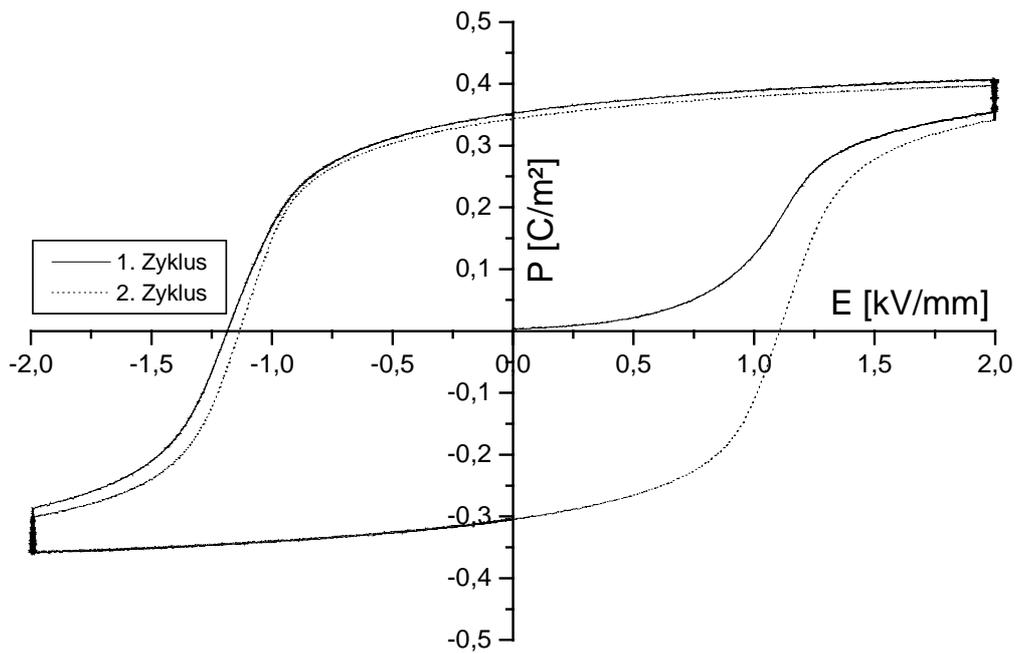


Abbildung 49: Versuch 5; Polarisationshysterese

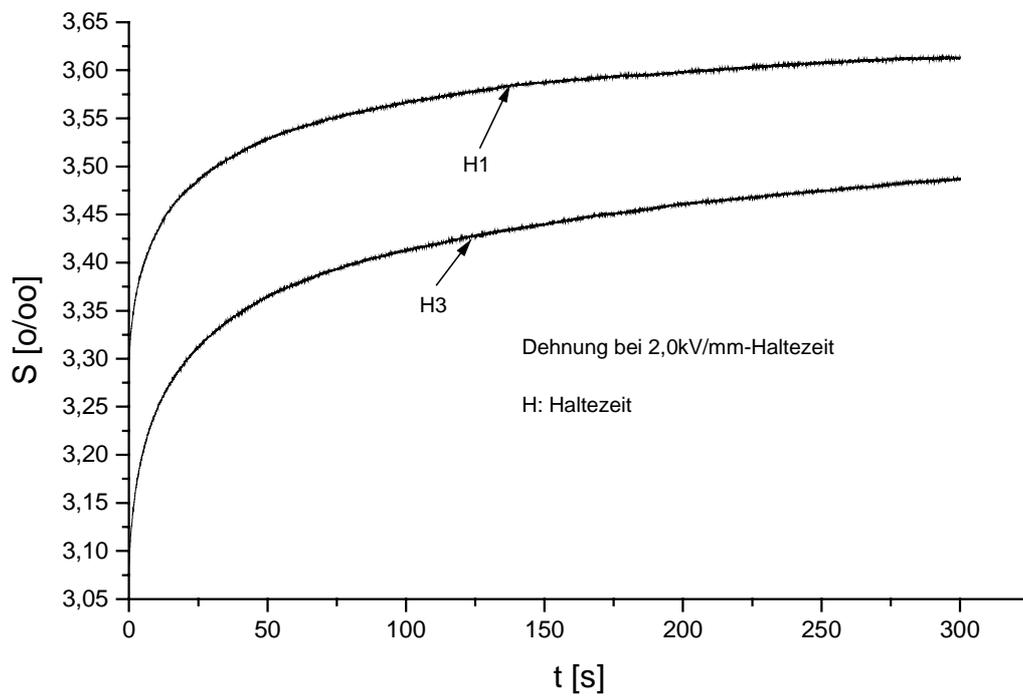


Abbildung 50: Versuch 5; Verlauf der Dehnung während der 2,0kV/mm-Haltezeit

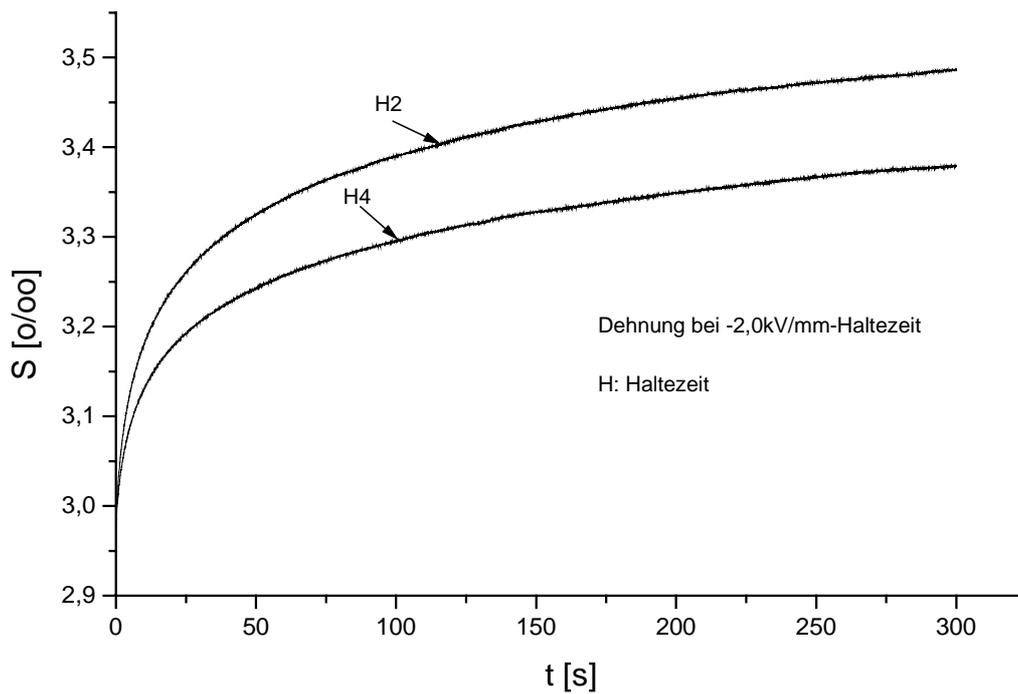


Abbildung 51: Versuch 5; Verlauf der Dehnung während der -2,0kV/mm-Haltezeit

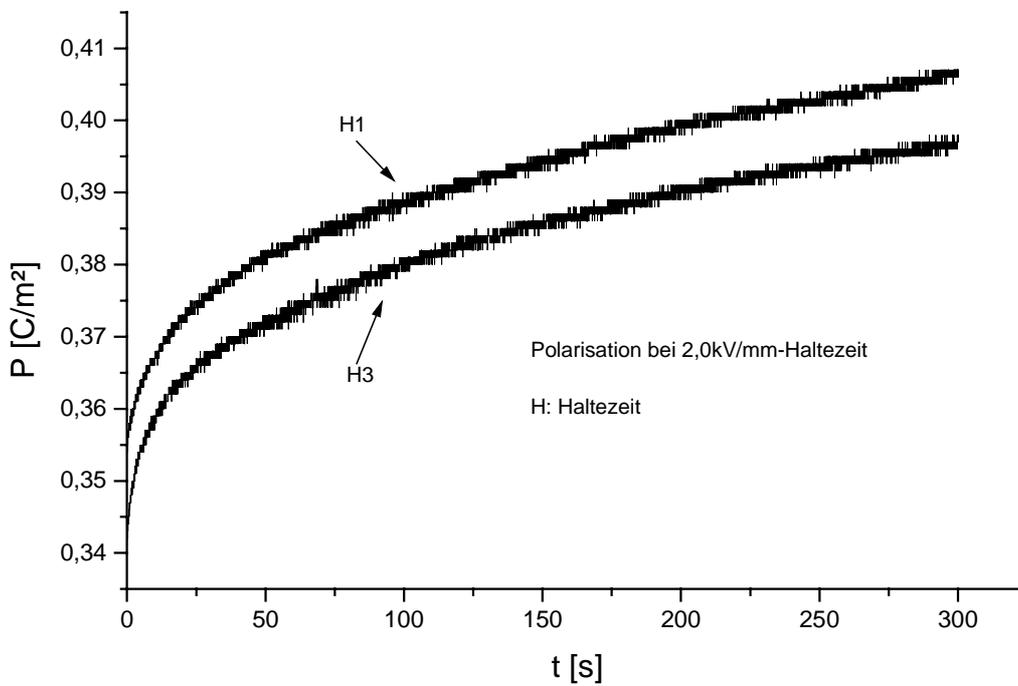


Abbildung 52: Versuch 5; Verlauf der Polarisation während der 2,0kV/mm-Haltezeit

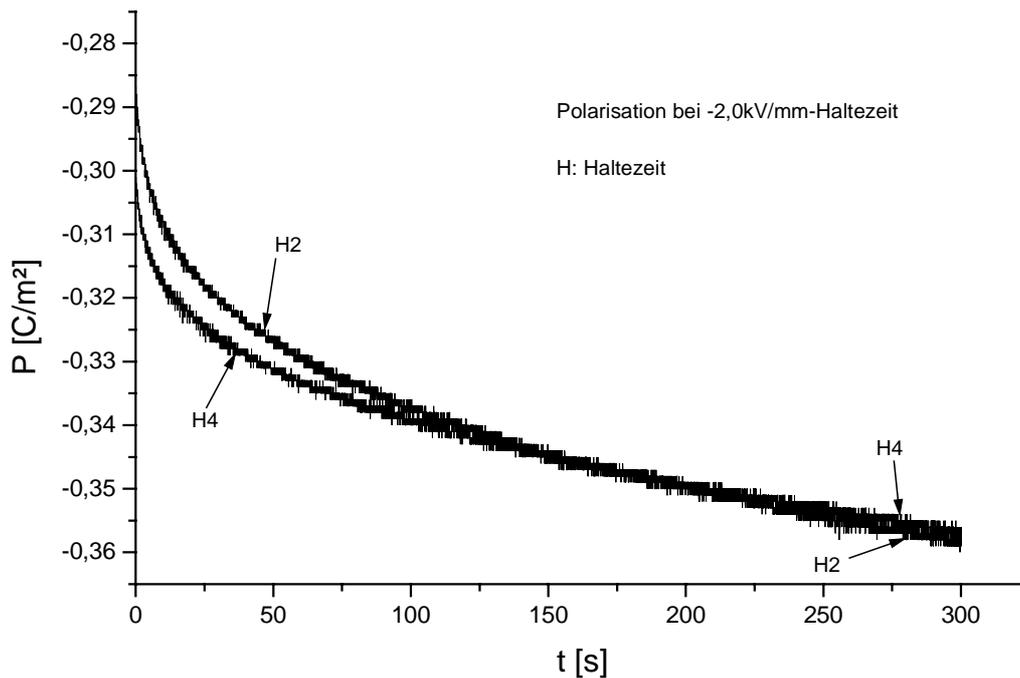


Abbildung 53: Versuch 5; Verlauf der Polarisation während der  $-2,0\text{kV/mm}$ -Haltezeit

Betrachtet man sowohl den Verlauf der Dehnung als auch der Polarisation über der Zeit, so stellt man fest, daß trotz Haltezeiten von 300 Sekunden kein Sättigungsbereich zu erkennen ist. Die Sättigung zeichnet sich dadurch aus, daß beim Auftragen der Dehnung bzw. Polarisation über der Zeit beide Größen nach einem genügend langen Zeitraum einen horizontalen Verlauf annehmen. Auf Grund des vorliegenden Verhaltens der Dehnung und der Polarisation während der Haltezeiten kann man somit sagen, daß die Dauer der eingelegten Haltezeiten trotz der hohen Feldstärken zu kurz war, als daß bereits eine Sättigung eintreten konnte.

Der Verlauf der Polarisationshysterese zeigt hinsichtlich der remanenten Polarisationen unterschiedliche Werte auf. Verfolgt man den Verlauf der Polarisationshysterese entlang des abnehmenden positiven Feldes, so stellt man fest, daß eine remanente Polarisation von  $0,35\text{C/m}^2$  erreicht wird. Diese remanente Polarisation stellt sich aber beim abnehmenden negativen Feld nicht ein. Hier nimmt die remanente Polarisation einen Wert von  $-0,3\text{C/m}^2$  ein. Diese Diskrepanz der remanenten Polarisationswerte läßt somit die Schlußfolgerung zu, daß die Polarisationshysterese nicht vollkommen symmetrisch ist.

- Versuch 6:

Der sechste Versuch zielt auf den Vergleich von Versuchen mit und ohne Haltezeiten. Dazu wurden zwei Versuche aufgenommen. Beim ersten Versuch wurden zwei Haltezeiten bei  $\pm 0,5 \text{ kV/mm}$  und  $\pm 1,5 \text{ kV/mm}$  eingebaut. Die Feldgeschwindigkeit betrug  $0,1 \text{ kV/mms}$  bzw.  $0,2 \text{ kV/mms}$  bei Zwischenzeiten von 5 Sekunden. Die Haltezeiten dauerten 300 Sekunden. Die ungepolte PZT-Probe wurde bis  $\pm 2,0 \text{ kV/mm}$  belastet. Es wurden insgesamt drei Zyklen gefahren. Abbildung 54 zeigt exemplarisch einen Zyklus.

Beim zweiten Versuch (Abbildung 55) wurde die ungepolte PZT-Probe ebenfalls bis  $\pm 2,0 \text{ kV/mm}$  belastet. Hier wurden jedoch die Haltezeiten weggelassen, so daß die Belastung bis zu den Maximalwerten  $\pm 2,0 \text{ kV/mm}$  15 Sekunden andauerte, was einer Feldgeschwindigkeit von  $0,133 \text{ kV/mms}$  entspricht. Um einen Vergleich durchführen zu können, wurden auch bei diesem Versuch drei Zyklen gefahren.

In den Abbildungen 56 und 57 werden Hysteresen der Dehnung und der Polarisation mit und ohne Haltezeiten gleichzeitig aufgezeigt.

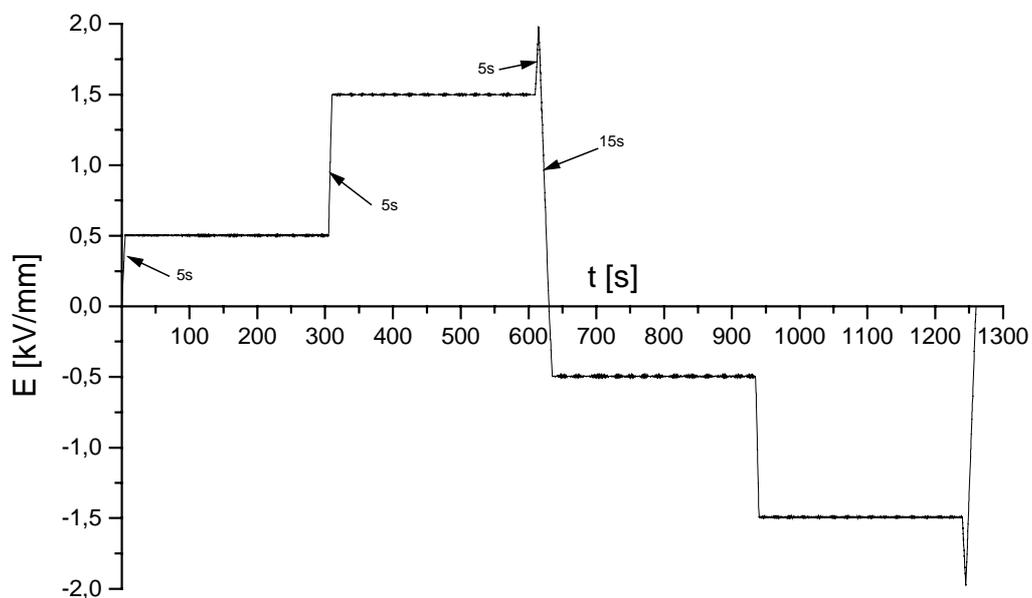


Abbildung 54: Versuch 6; elektrisches Feld über der Zeit / exemplarischer Zyklus (Versuch mit Haltezeiten)

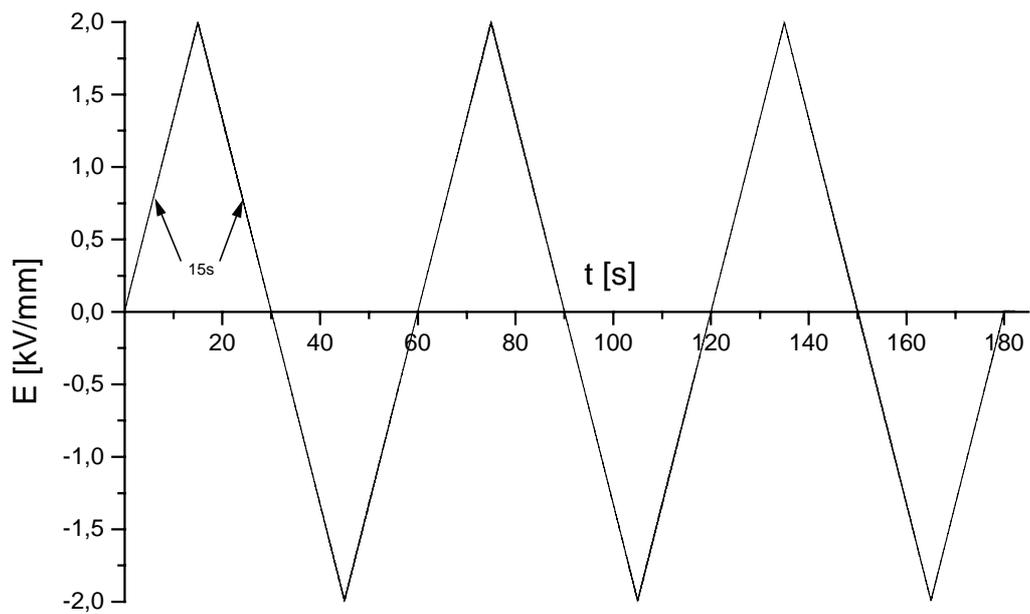


Abbildung 55: Versuch 6; elektrisches Feld über der Zeit (Versuch ohne Haltezeiten)

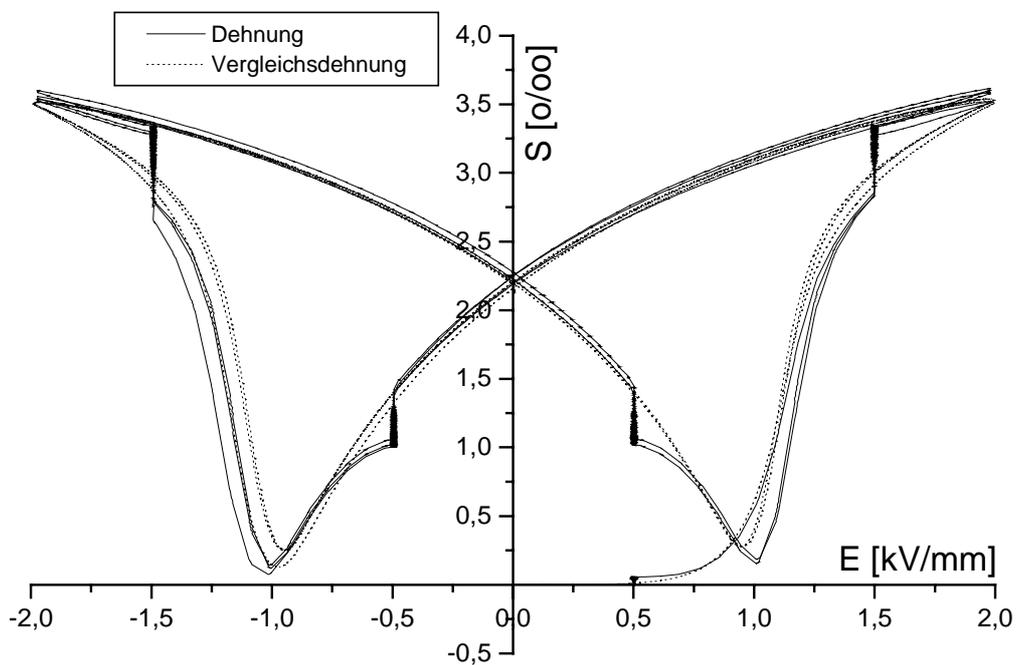


Abbildung 56: Versuch 6; Dehnungshysterese und ihre Vergleichsdehnungshysterese

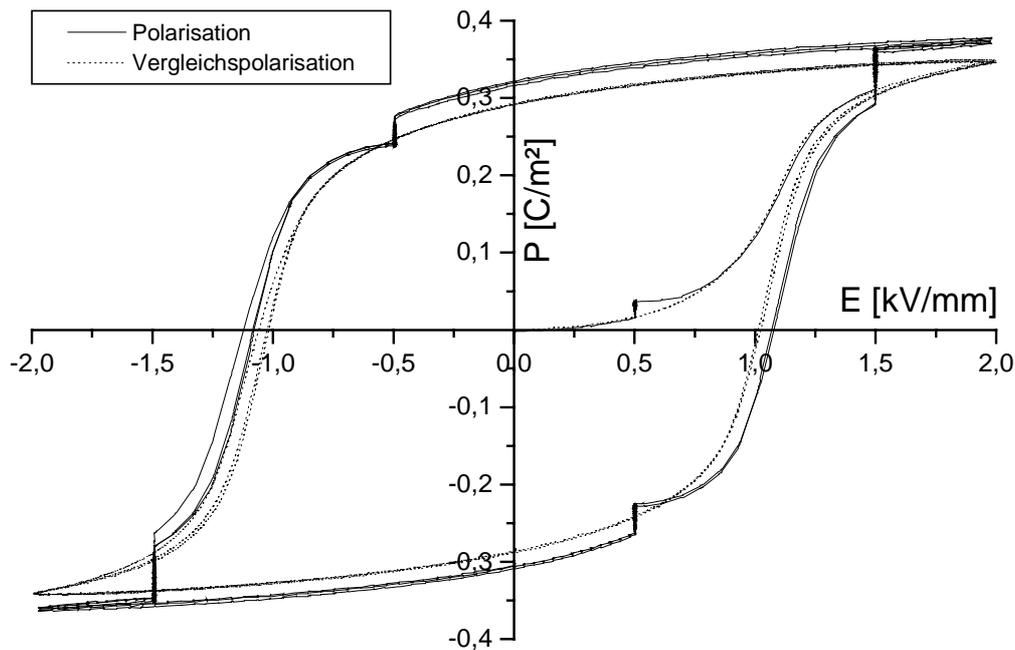


Abbildung 57: Versuch 6; Polarisationshysterese und ihre Vergleichspolarisationshysterese

Da die Feldgeschwindigkeiten nicht gleich waren, lassen sich die Kurven vor allem hinsichtlich der Auswirkung der Haltezeiten vergleichen.

Bei der Betrachtung der Dehnungshysterese und ihrer Vergleichshysterese erkennt man, daß unterschiedliche Sättigungsdehnungen und remanente Dehnungen für beide Hysterese erreicht werden. Die Dehnungshysterese mit Haltezeiten erreicht eine Sättigungsdehnung von  $3,6\text{‰}$ , während der Sättigungswert für ihre Vergleichshysterese  $3,5\text{‰}$  beträgt. Dieselbe Differenz ergibt sich bei der Betrachtung der remanenten Dehnungen. Auch hier ergibt sich für die Dehnungshysterese mit Haltezeiten ein um  $0,1\text{‰}$  höherer Wert ( $S_{r,\text{mit}} = 2,5\text{‰}$ ;  $S_{r,\text{ohne}} = 2,4\text{‰}$ ). Die Vergleichshysterese wird somit von der Dehnungshysterese mit Haltezeiten eingeschlossen. Man beobachtet denselben Effekt auch bei der Polarisation. Beim Vergleich der Polarisationswerte stellt man fest, daß die Polarisationshysterese mit Haltezeiten höhere Sättigungswerte ( $P_{\text{sät,mit}} = 0,37\text{C/m}^2$ ,  $P_{\text{sät,ohne}} = 0,34\text{C/m}^2$ ) und eine höhere remanente Polarisation ( $P_{r,\text{mit}} = 0,33\text{C/m}^2$ ,  $P_{r,\text{ohne}} = 0,28\text{C/m}^2$ ) erreicht als ihre Vergleichspolarisationshysterese. Auch bei der Polarisation wird die Vergleichshysterese von der Polarisationshysterese eingeschlossen.

Die Tatsache, daß Hysteresen mit Haltezeiten Hysteresen ohne Haltezeiten sowohl bei der Dehnungs- als auch bei der Polarisationsmessung einschließen, erklärt sich daraus, daß Belastungsfälle mit Haltezeiten eine vollständigere Ausrichtung der Domänen in Feldrichtung bewirken, da das elektrische Feld länger anliegt, als Belastungsfälle ohne Haltezeiten.

## 4.2. Dehnungsmessung mit einem Dehnungsmeßstreifen (DMS)

In diesem Abschnitt werden zwei Methoden zur Dehnungsmessung miteinander verglichen. Er beschreibt vor allem die unterschiedlichen Resultate der Dehnungsmessung abhängig von der Meßmethode. In den vorangegangenen Versuchen wurde die Dehnung der Probe stets mit einem induktiven Wegaufnehmer gemessen. Nichtsdestoweniger erweist sich der induktive Wegaufnehmer bei einer gleichzeitigen mechanischen und elektrischen Belastung aus versuchsaufbautechnischen Gründen als unpraktisch. Auf der anderen Seite ist die Messung der Dehnung mit einem DMS sowohl in ihrer Vorbereitung als auch in ihrer Durchführung weitaus schwieriger und komplizierter, da es hier aus bereits erwähnten Gründen verstärkt zu Durchschlägen kommen kann. An dieser Stelle soll erinnert werden, daß Dehnungsmessung mit einem DMS bereits 1996 in der Arbeit von C.S. Lynch erwähnt wird [12].

- Versuch 7:

Abbildung 58 zeigt den zeitlichen Verlauf des elektrischen Feldes mit Haltezeiten für diesen Versuch. Die anfangs ungepolte PZT-Probe wurde in einem Zeitraum von 30 Sekunden bis auf eine Feldstärke von 1,0kV/mm belastet, was einer Feldgeschwindigkeit von 0,03kV/mms entspricht. Bei dieser Feldstärke fand die erste Haltezeit von 300 Sekunden statt. Nach der ersten Haltezeit wurde das Feld innerhalb von 30 Sekunden auf die Maximalfeldstärke von 2,0kV/mm erhöht. Danach wurde die Feldstärke binnen 90 Sekunden auf einen Wert von -1,0kV/mm reduziert. Hier fand im Belastungsverlauf des elektrischen Feldes die zweite Haltezeit von ebenfalls 300 Sekunden statt. Nach dem Verstreichen der zweiten Haltezeit stieg das elektrische Feld innerhalb von 30 Sekunden auf -2,0kV/mm an und wurde anschließend auf 0,0kV/mm zurückgefahren. Insgesamt wurden vier Zyklen gefahren.

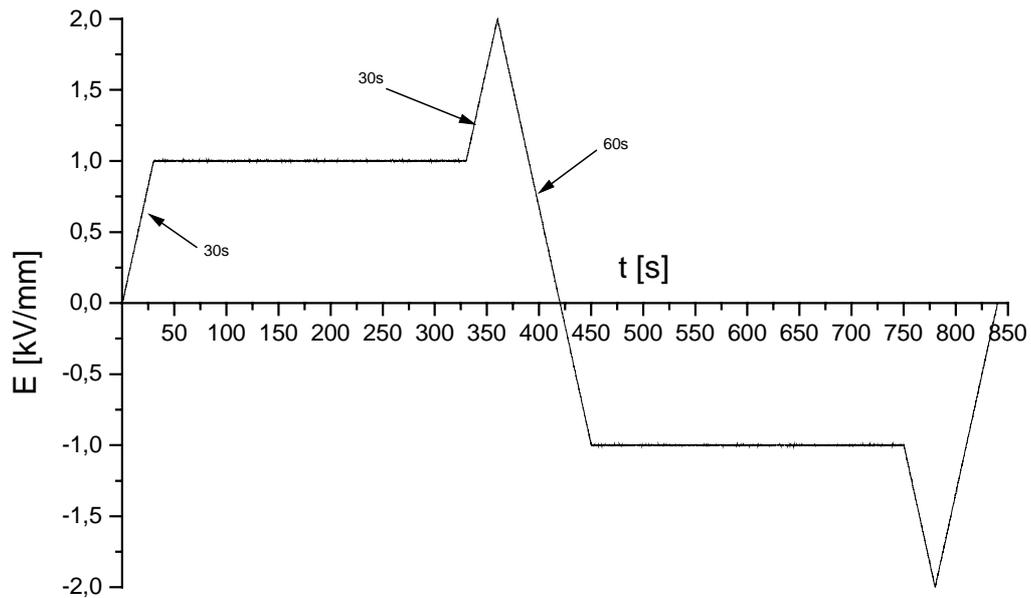


Abbildung 58: Versuch 7; elektrisches Feld über der Zeit / exemplarischer Zyklus

Abbildungen 59 zeigt den Vergleich der Dehnungshysteresen, die gleichzeitig mittels einem induktiven Wegaufnehmer und einem Dehnungsmeßstreifen (DMS) aufgenommen worden sind.

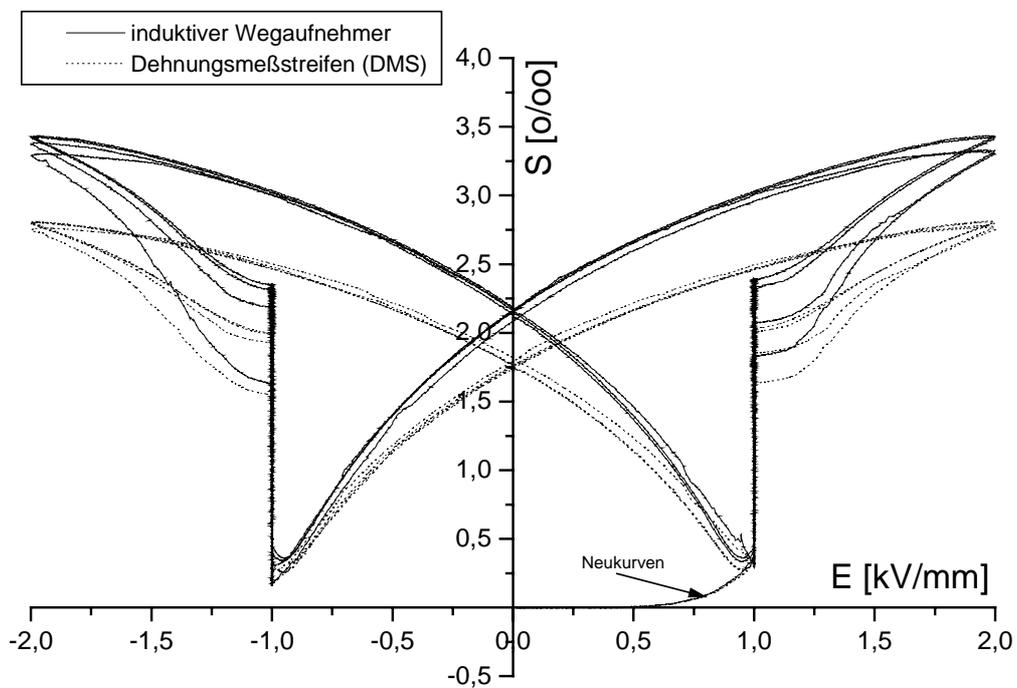


Abbildung 59: Versuch 7; Dehnungshysteresen, die mit einem induktiven Wegaufnehmer bzw. einem Dehnungsmeßstreifen aufgenommen worden sind

An Abbildung 59 läßt sich erkennen, daß die Wegaufnehmerhysterese deutlich oberhalb der DMS-Hysterese liegt.

Zunächst verlaufen beide Hysteresen im Neukurvenbereich bis zur ersten Haltezeit deckungsgleich. Ein Unterschied zwischen den Hysteresen ist nicht erkennbar. Doch bereits die erste Haltezeit zeigt einen prägnanten Unterschied zwischen beiden Hysteresen. Die Wegaufnehmerhysterese erreicht höhere Werte der Dehnung nach der ersten Haltezeit als die DMS-Hysterese. Von hier an steigen die Werte der Dehnung, die mit dem induktiven Wegaufnehmer aufgenommen worden sind, stärker an als die DMS-Dehnungen. Somit werden verschiedene Sättigungswerte der Dehnung erreicht. Der Sättigungswert der Wegaufnehmerhysterese beträgt  $3,44\text{‰}$ , wogegen mit einem Dehnungsmeßstreifen ein Sättigungswert von  $2,81\text{‰}$  erreicht wird. Ebenso wie die Sättigungsdehnungen weichen auch die remanenten Werte der Dehnung stark voneinander ab. Hier beträgt die mit dem induktiven Wegaufnehmer gemessene, remanente Dehnung  $2,2\text{‰}$ , wogegen die remanente Dehnung, die mit dem DMS gemessen worden ist, einen Wert von  $1,75\text{‰}$  annimmt. Im Bereich der Koerzitivfeldstärke  $E = 1,0\text{kV/mm}$  verläuft die DMS-Hysterese ebenfalls unterhalb der Wegaufnehmerhysterese. Dies gilt besonders für den dritten und vierten Zyklus, wenn die PZT-Probe bereits „eingefahren“ ist.

Einen weiteren, interessanten Punkt liefert die Betrachtung der Veränderung Zyklen der Wegaufnehmerhysterese und der DMS-Hysterese. Hier liegt der erste Zyklus deutlich unterhalb des zweiten Zyklus, wobei sich wiederum der zweite Zyklus unterhalb des dritten und vierten Zyklus befindet. Dies gilt besonders für den Anstiegsbereich des elektrischen Feldes nach einer Haltezeit und ist sowohl bei der Wegaufnehmer- als auch bei der DMS-Hysterese zu beobachten.

Die vorangegangenen Aussagen bezüglich des Vergleichs der beiden Hysteresen lassen die Schlußfolgerung zu, daß die DMS-Hysterese in Wahrheit eine gestauchte Wegaufnehmerhysterese ist. Insgesamt zeigt sich, daß die Wegaufnehmerwerte um den Faktor 1,2 größer sind als die DMS-Werte. Dies bestätigt sich bei der Betrachtung der nun folgenden Darstellung der Dehnungen über der Zeit (Abbildung 60 und 61). Auch bei dieser Darstellungsart der Dehnung liegen die Werte der Dehnung, die mit einem induktiven Wegaufnehmer gemessen worden sind, jeweils für eine bestimmte Haltezeit oberhalb der gleichzeitig aufgenommenen DMS-Werte für diese Haltezeit. Dabei fällt jedoch

die zweite Haltezeit für die Dehnung und für die Polarisation aus dem Rahmen. Sie wird hier dennoch aus Gründen der Vollständigkeit aufgeführt, soll aber in die vorangegangenen Ausführungen nicht einbezogen werden.

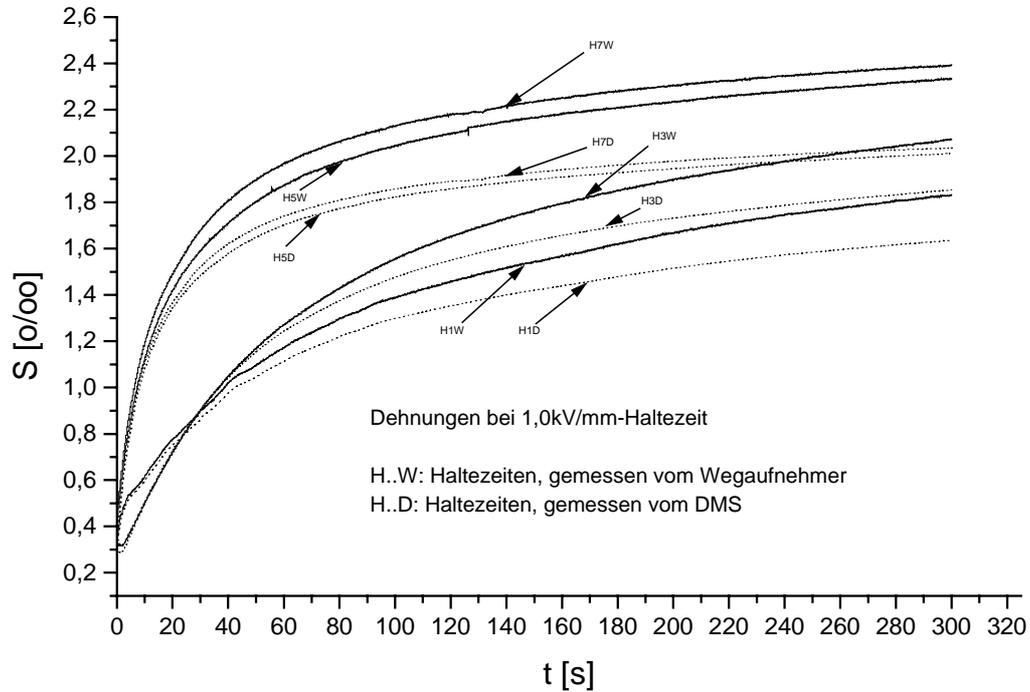


Abbildung 60: Versuch 7; Verlauf der Dehnungen während der 1,0kV/mm-Haltezeit

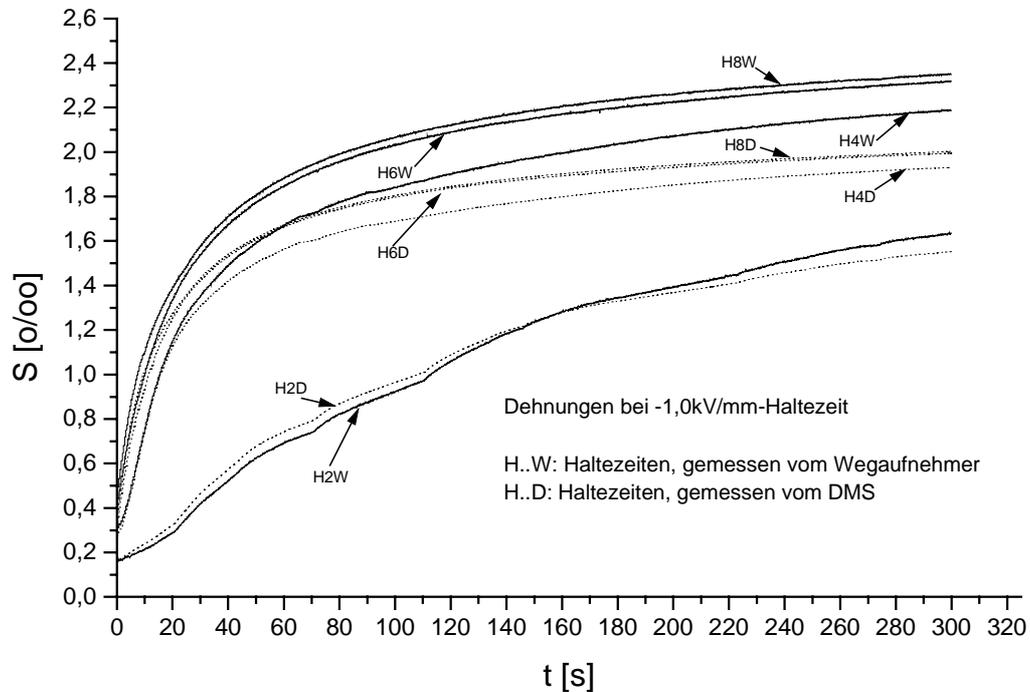


Abbildung 61: Versuch 7; Verlauf der Dehnungen während der -1,0kV/mm-Haltezeit

Abschließend wird der Vollständigkeit halber die Polarisationshysterese und die Verläufe der Polarisation über der Zeit aufgezeigt.

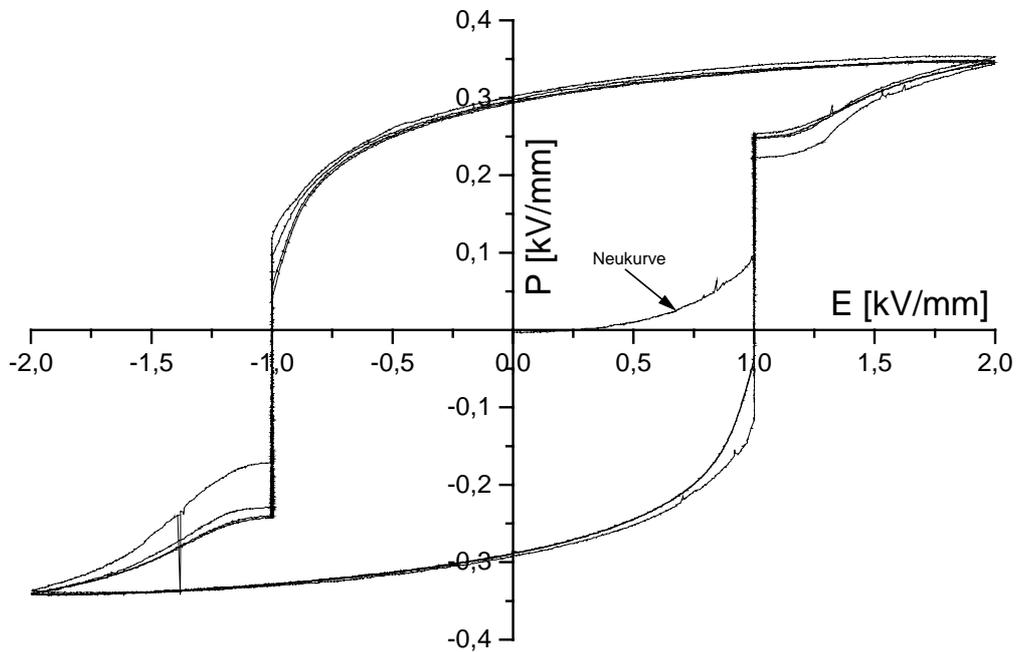


Abbildung 62: Versuch 7; Polarisationshysterese

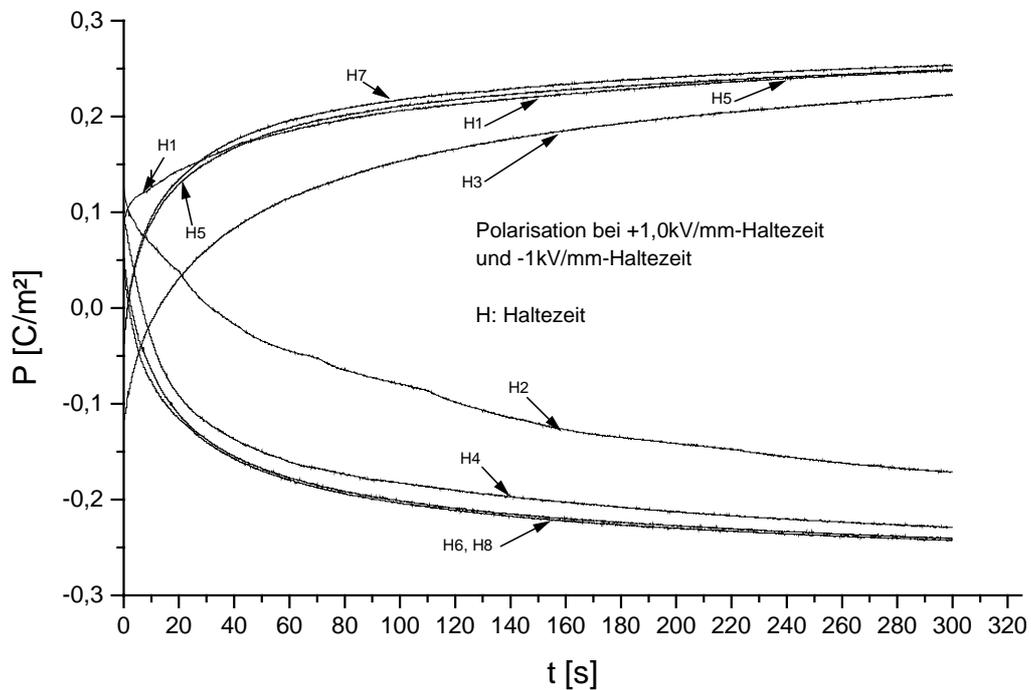


Abbildung 63: Versuch 7; Verlauf der Polarisation während der  $\pm 1,0\text{kV/mm}$ -Haltezeit

Die Polarisationshysterese zeigt, abgesehen vom Verhalten der Dehnung während zweiten Haltezeit keine gravierenden Anomalien, die mit dem Einsatz des DMS begründet werden könnten. Es werden eine Sättigungspolarisation von  $0,35\text{C/m}^2$  und eine remanente Polarisation von  $0,29\text{C/m}^2$  erreicht. Zudem zeichnet sich die Polarisationshysterese durch ein symmetrisches Verhalten aus. Der DMS scheint somit auf das Verhalten der Polarisation keinen spürbaren Einfluß gehabt zu haben.

Aus Gründen der Vervollständigung von Daten bezüglich des Vergleiches der Meßmethoden wird abschließend der Versuch 8. aufgezeigt.

- Versuch 8:

Abbildung 64 zeigt das elektrische Feldes über der Zeit. Die Feldgeschwindigkeit der zunehmenden Feldstärke betrug  $0,0167\text{kV/mm}$ , die der abnehmenden  $0,033\text{kV/mm}$ . Es fanden drei Haltezeiten von jeweils 60 Sekunden statt. Insgesamt fanden fünf Zyklen statt. Die folgenden Abbildungen zeigen die Dehnungshysteresen (Abbildung 65), die Polarisationshysterese (Abbildung 66) sowie die Dehnungs- (Abbildungen 67 bis 73) sowie die Polarisationshaltezeiten (Abbildungen 74 und 80).

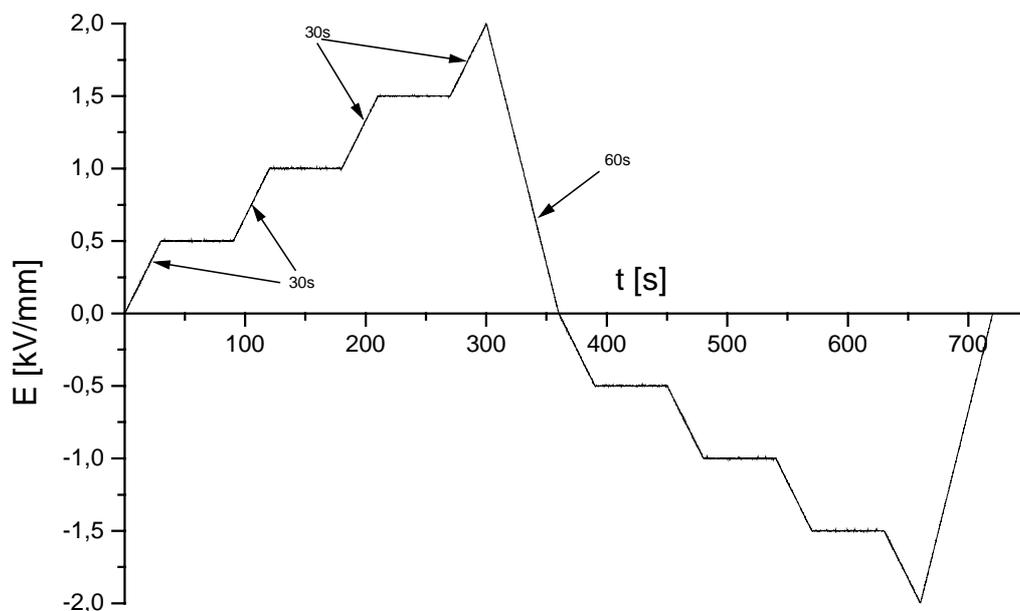


Abbildung 64: Versuch 8; elektrisches Feld über der Zeit / exemplarischer Zyklus

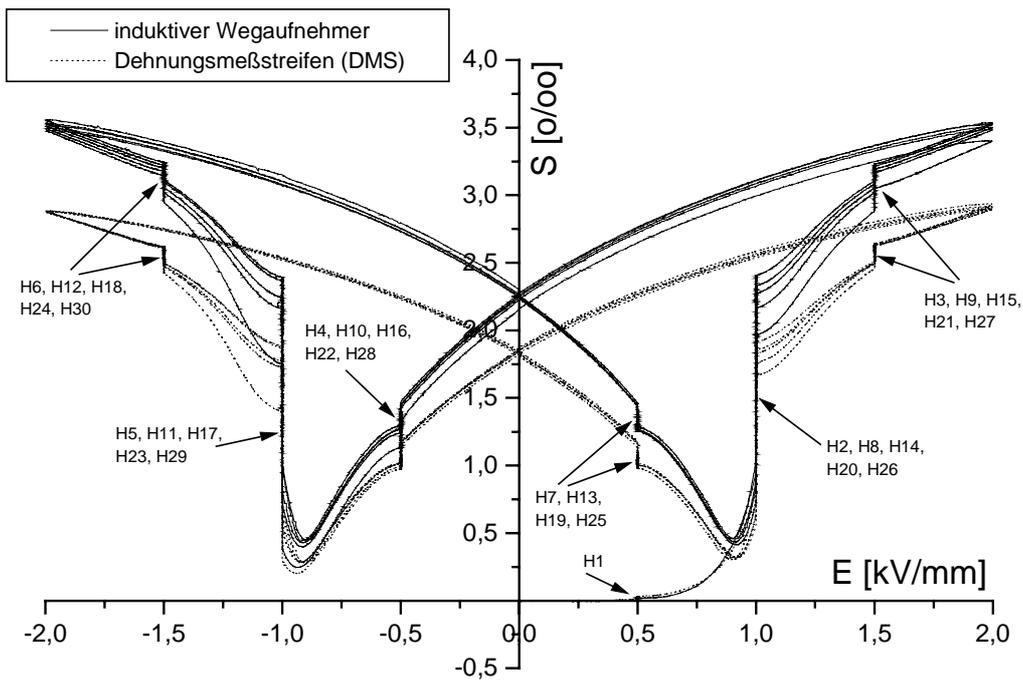


Abbildung 65: Versuch 8; Dehnungshysteresen, die mit einem induktiven Wegaufnehmer bzw. einem Dehnungsmeßstreifen aufgenommen worden sind

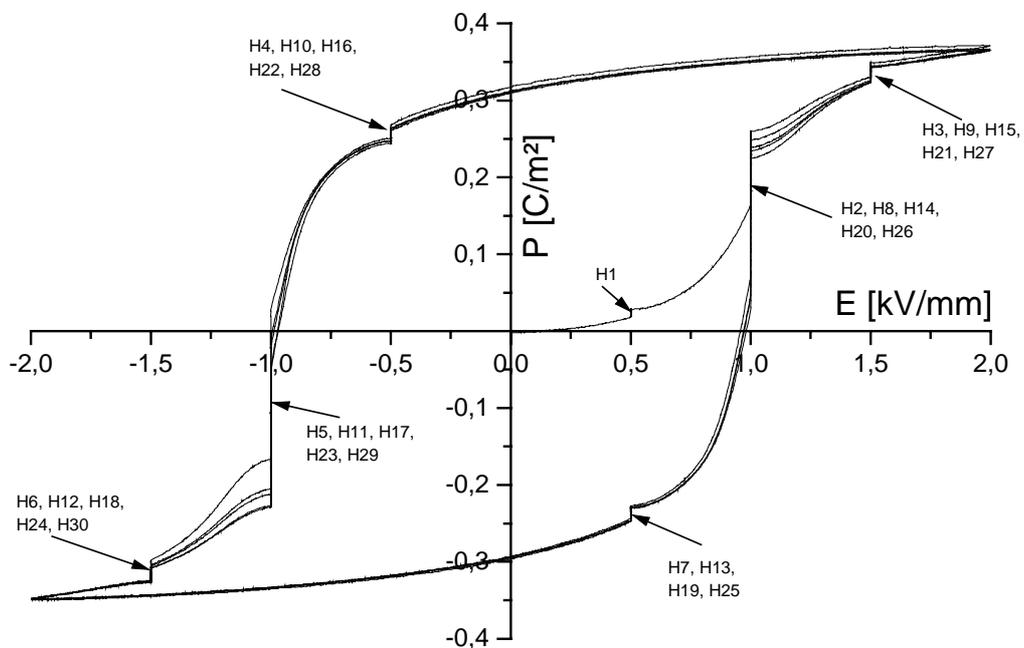


Abbildung 66: Versuch 8; Polarisationshysterese

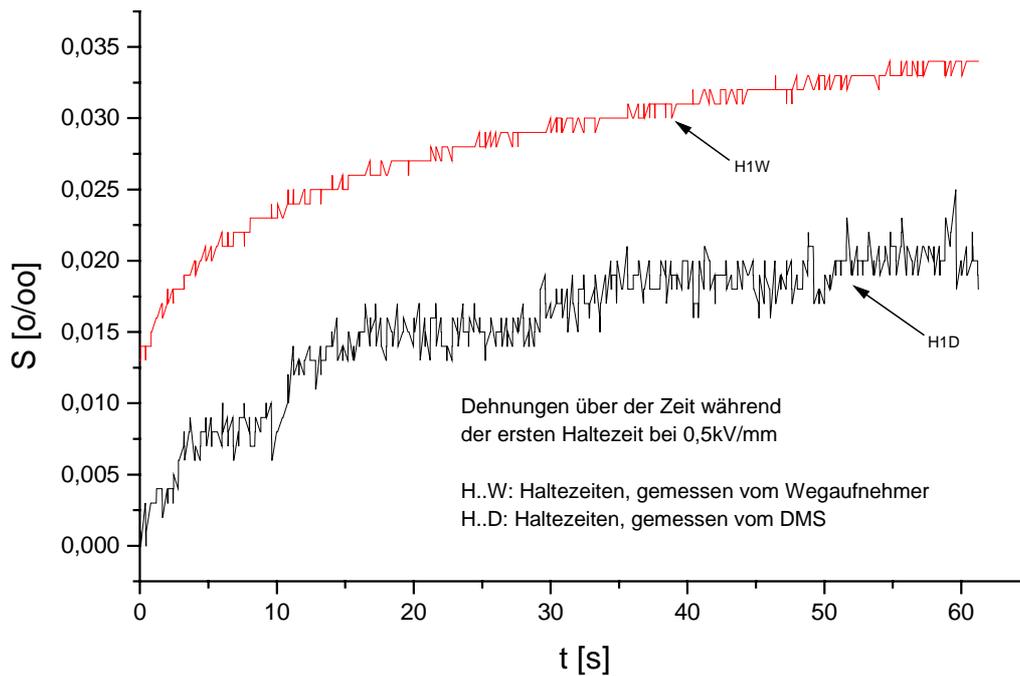


Abbildung 67: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der ersten Haltezeit bei 0,5kV/mm

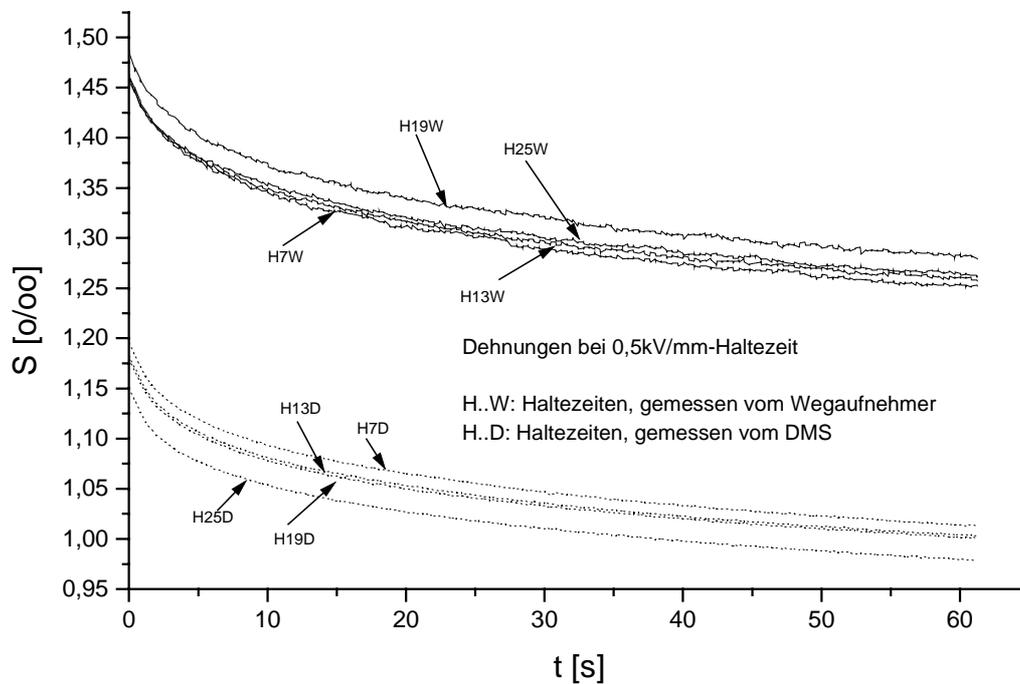


Abbildung 68: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der 0,5kV/mm-Haltezeit

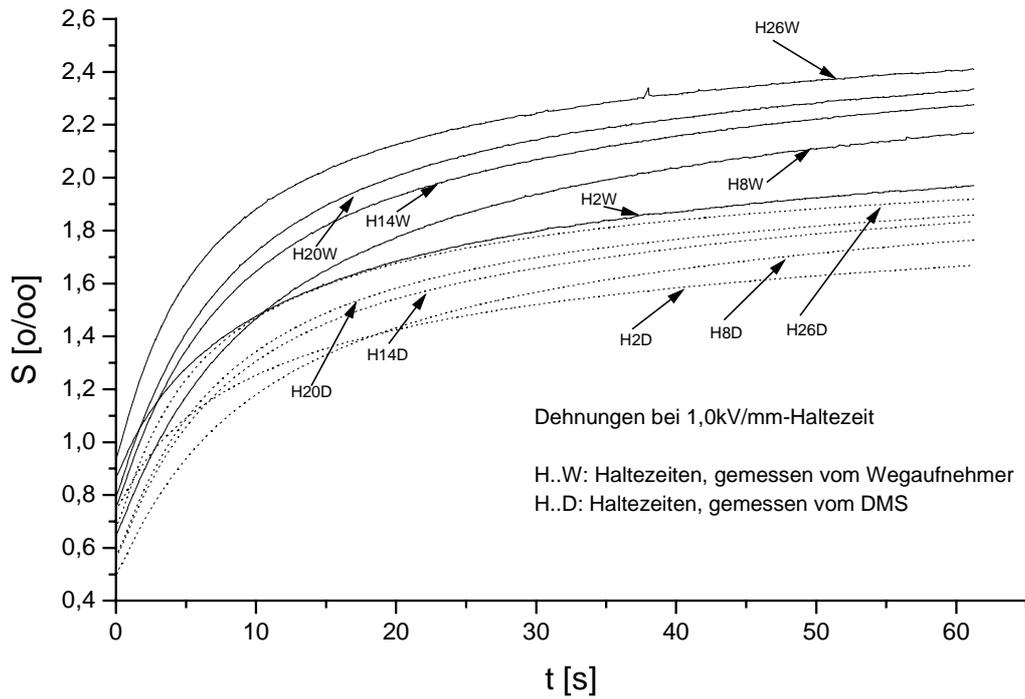


Abbildung 69: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der 1,0kV/mm-Haltezeit

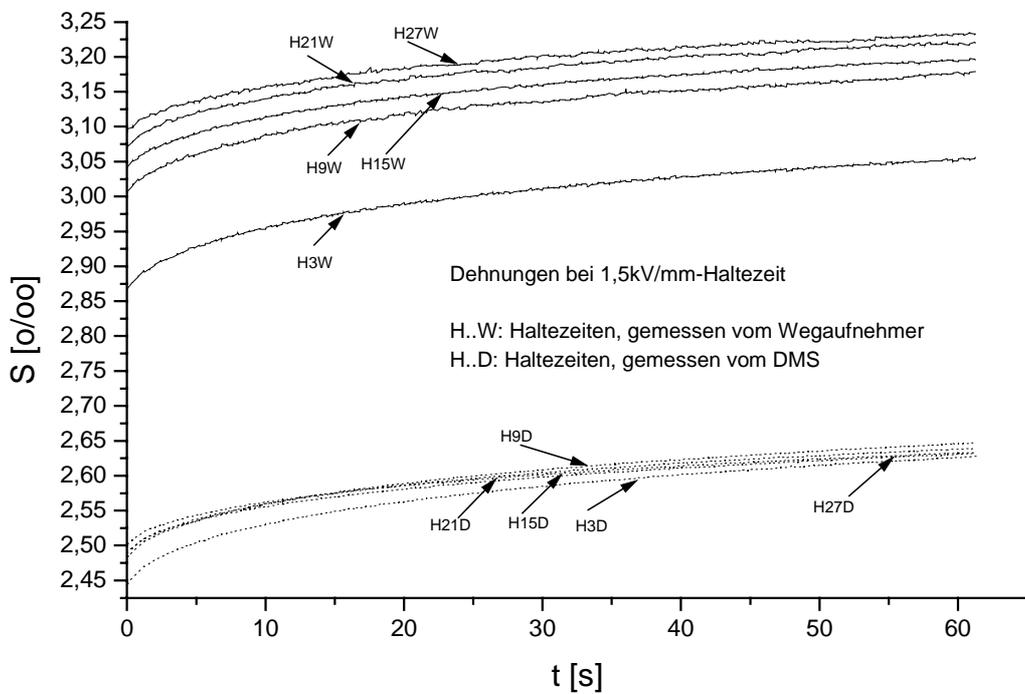


Abbildung 70: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der 1,5kV/mm-Haltezeit

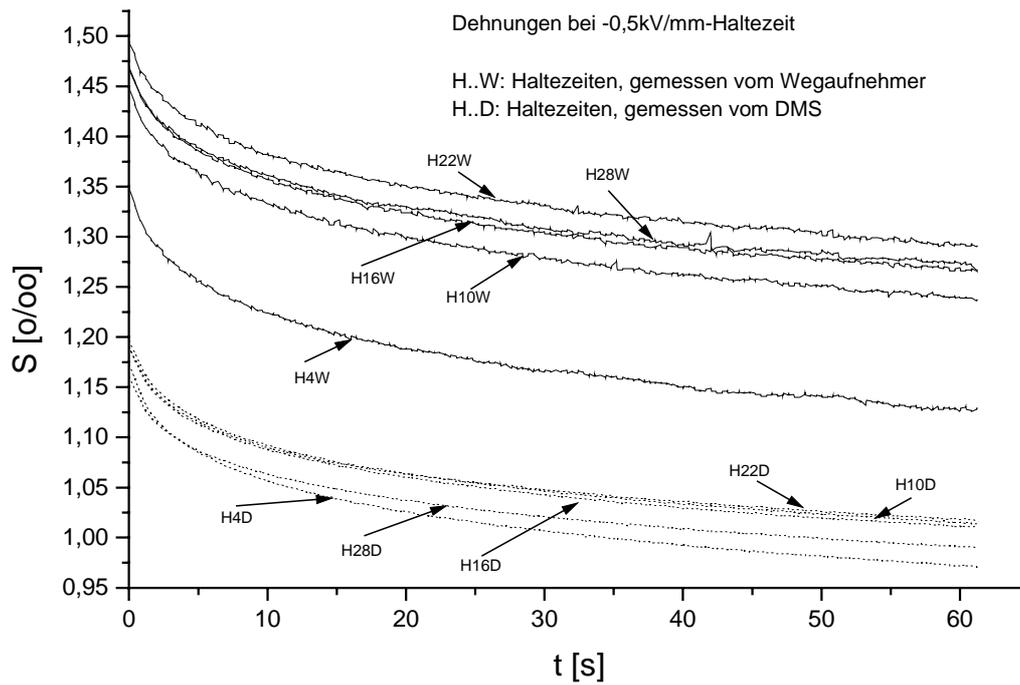


Abbildung 71: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der  $-0,5\text{kV/mm}$ -Haltezeit

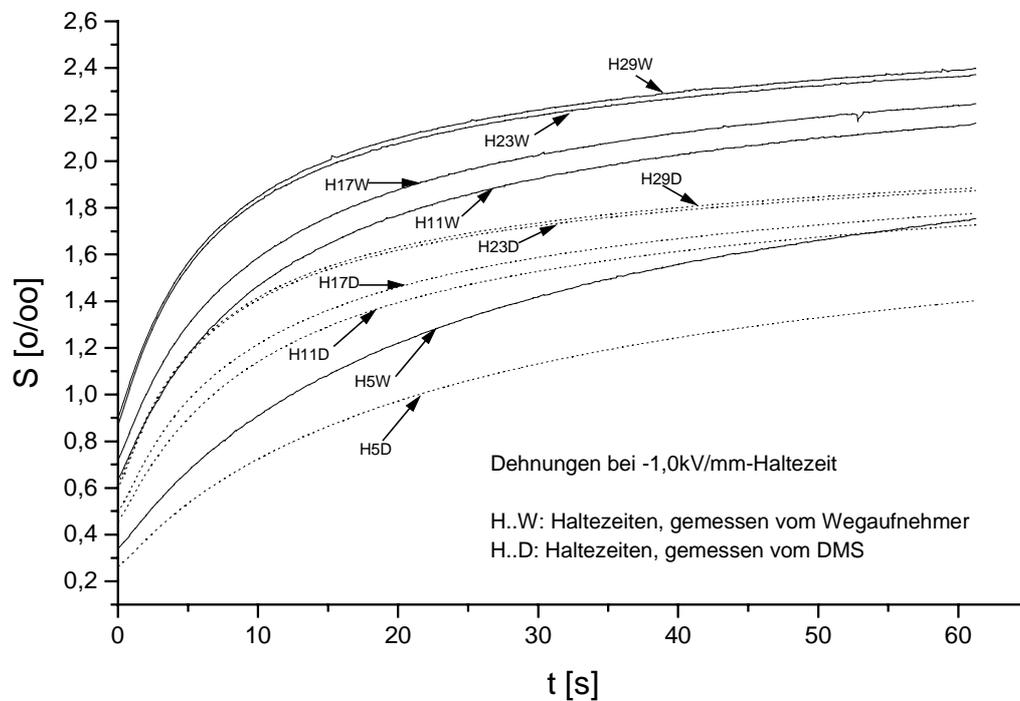


Abbildung 72: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der  $-1,0\text{kV/mm}$ -Haltezeit

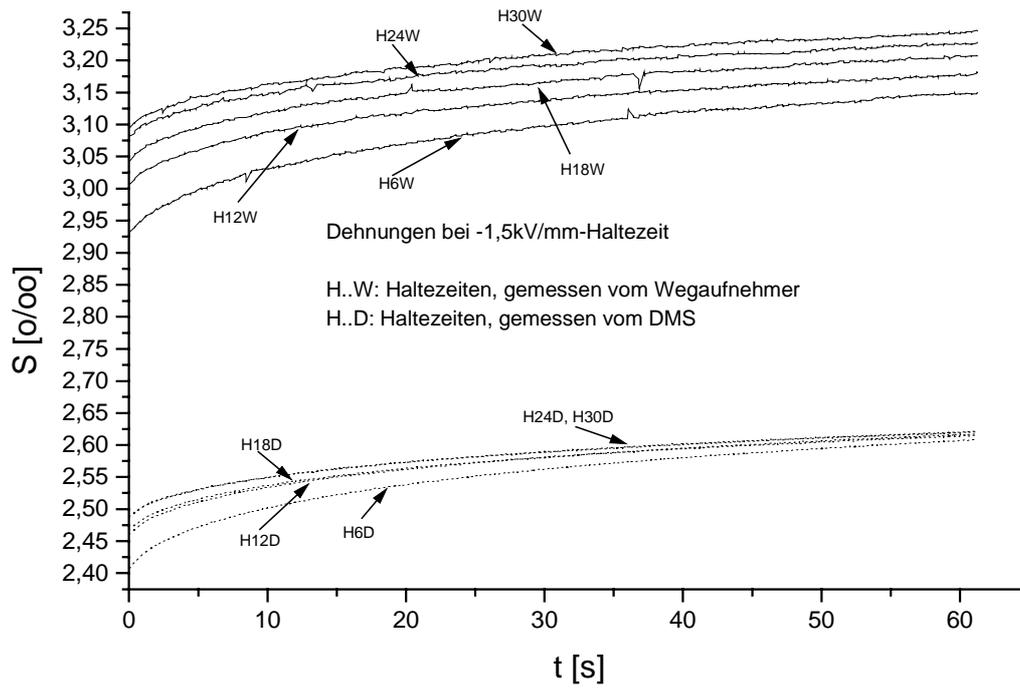


Abbildung 73: Versuch 8; Verlauf der Dehnungen während der  $-1,5\text{kV/mm}$ -Haltezeit

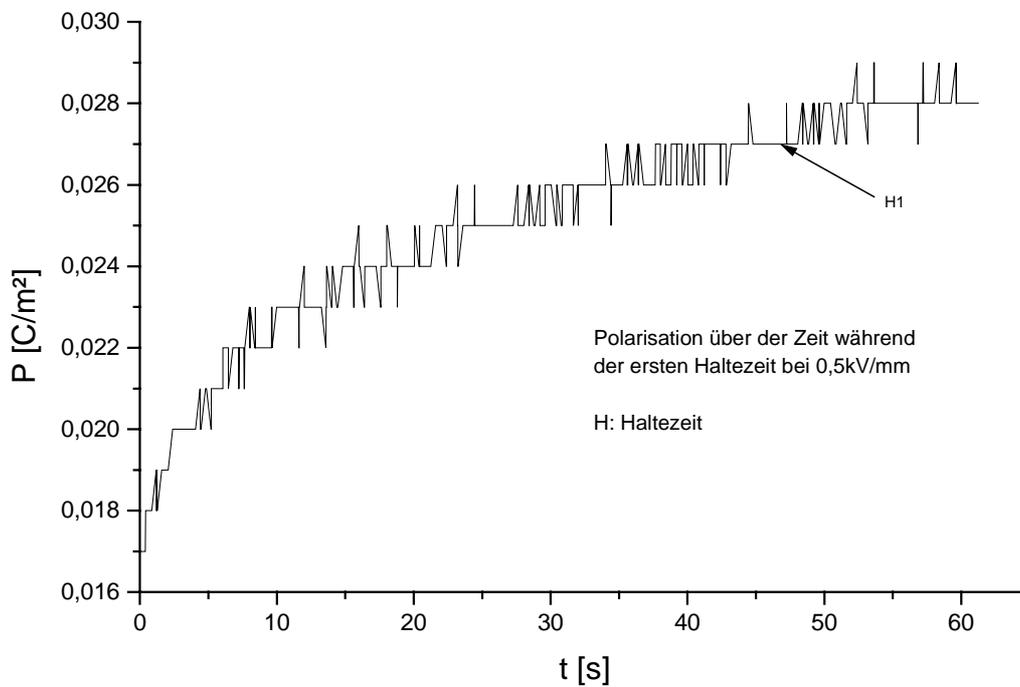


Abbildung 74: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der ersten Haltezeit bei  $0,5\text{kV/mm}$

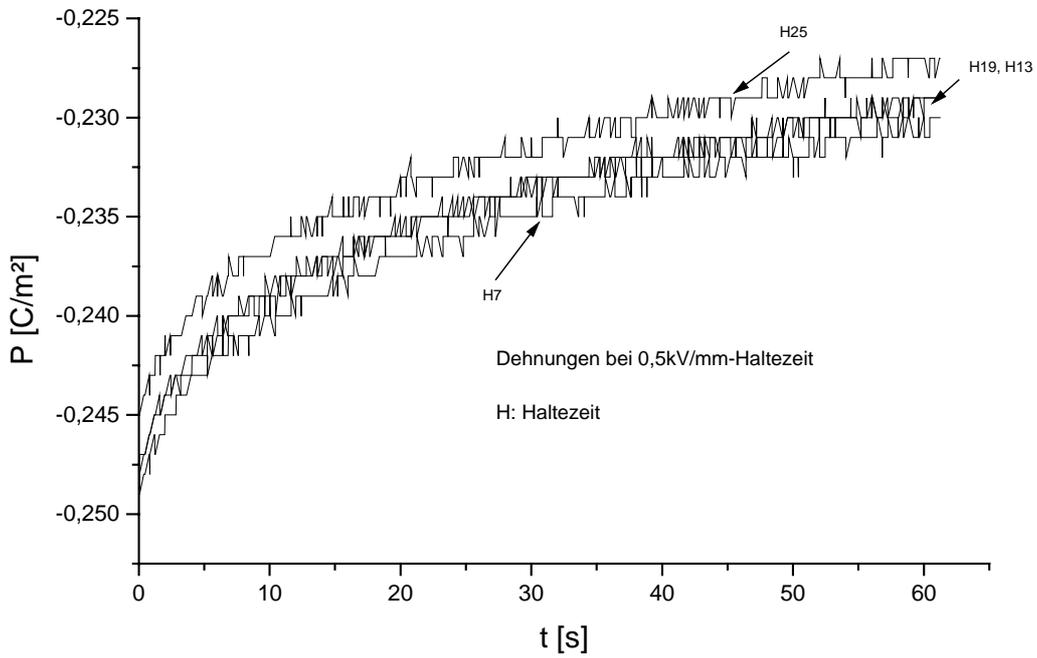


Abbildung 75: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der 0,5kV/mm-Haltezeit

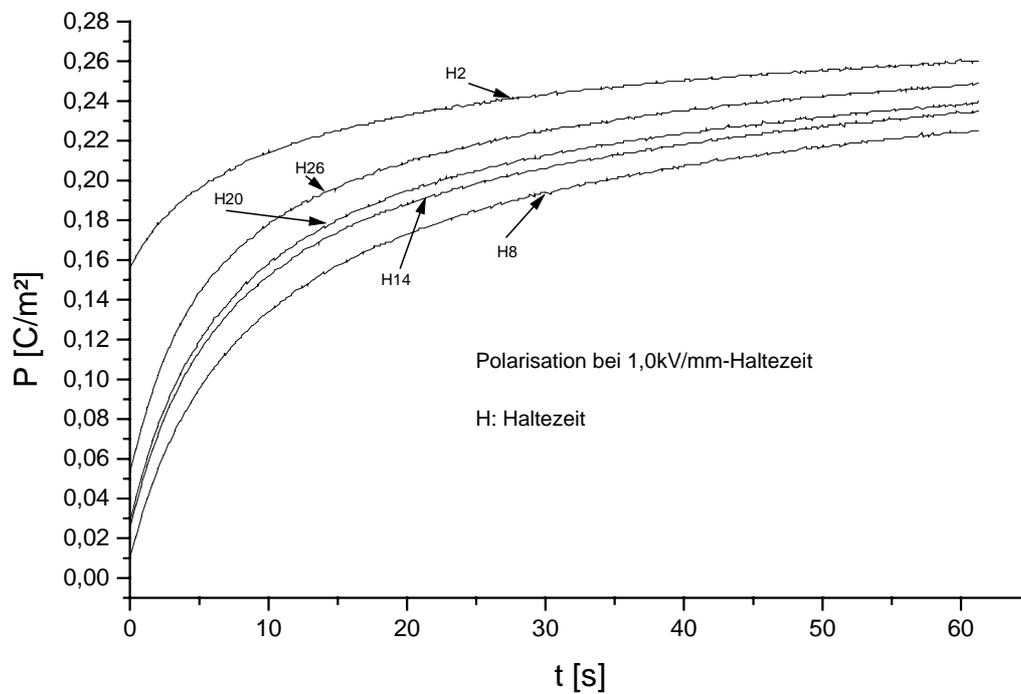


Abbildung 76: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der 1,0kV/mm-Haltezeit

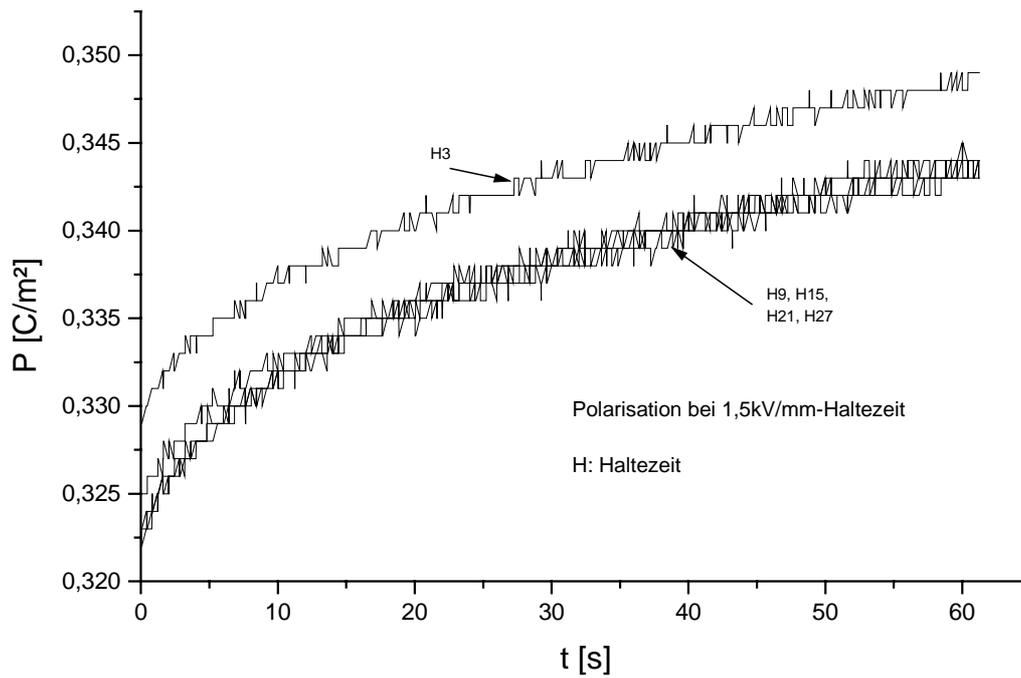


Abbildung 77: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der 1,5kV/mm-Haltezeit

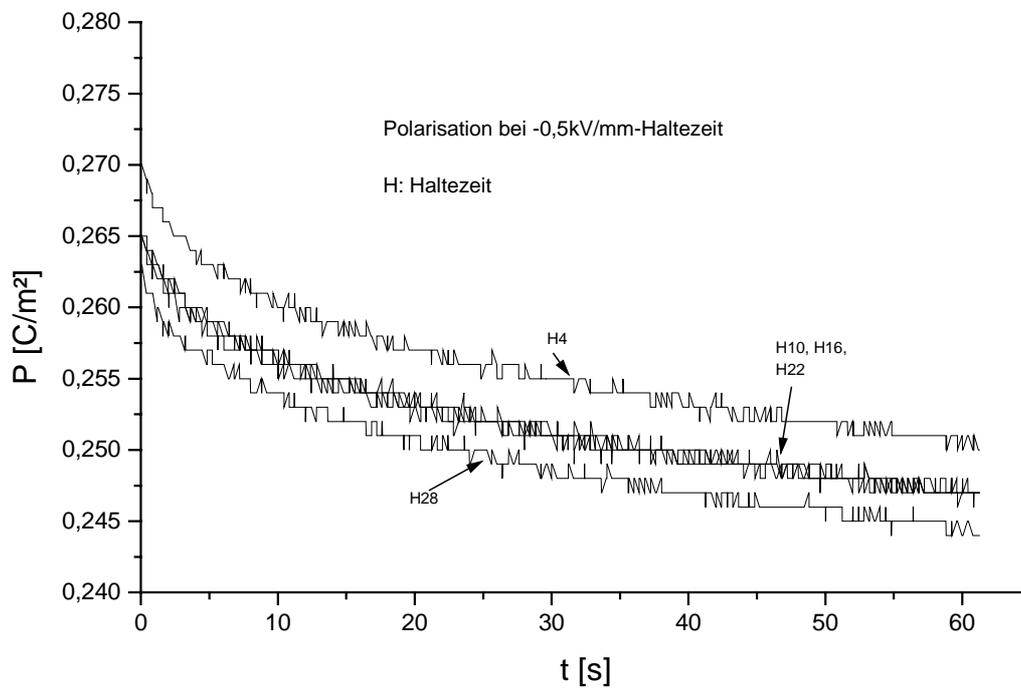


Abbildung 78: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der -0,5kV/mm-Haltezeit

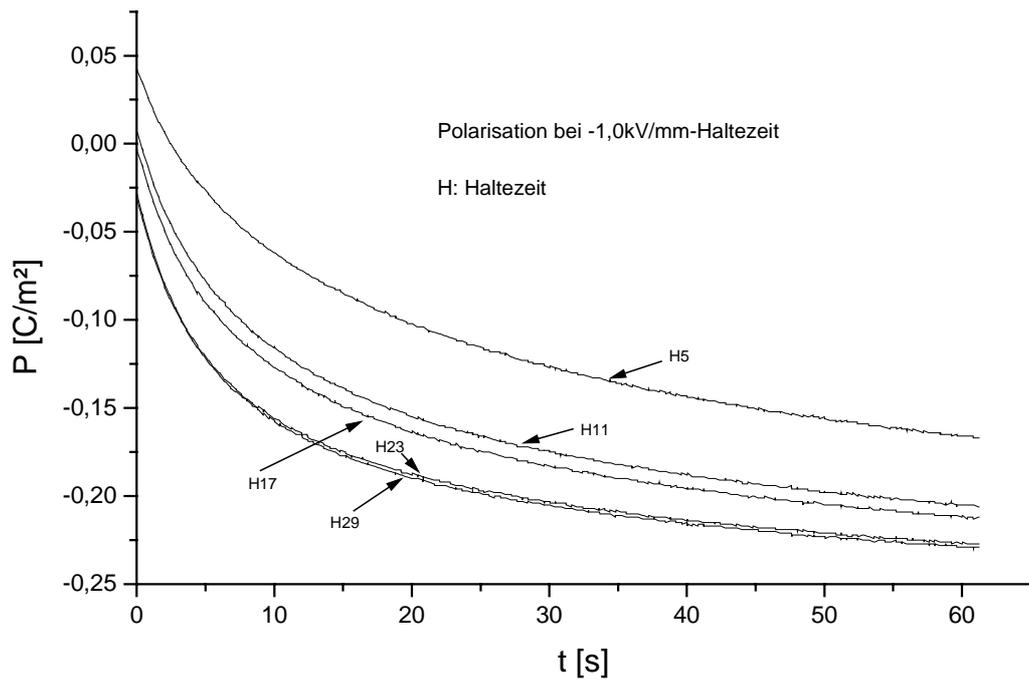


Abbildung 79: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der -1,0kV/mm-Haltezeit

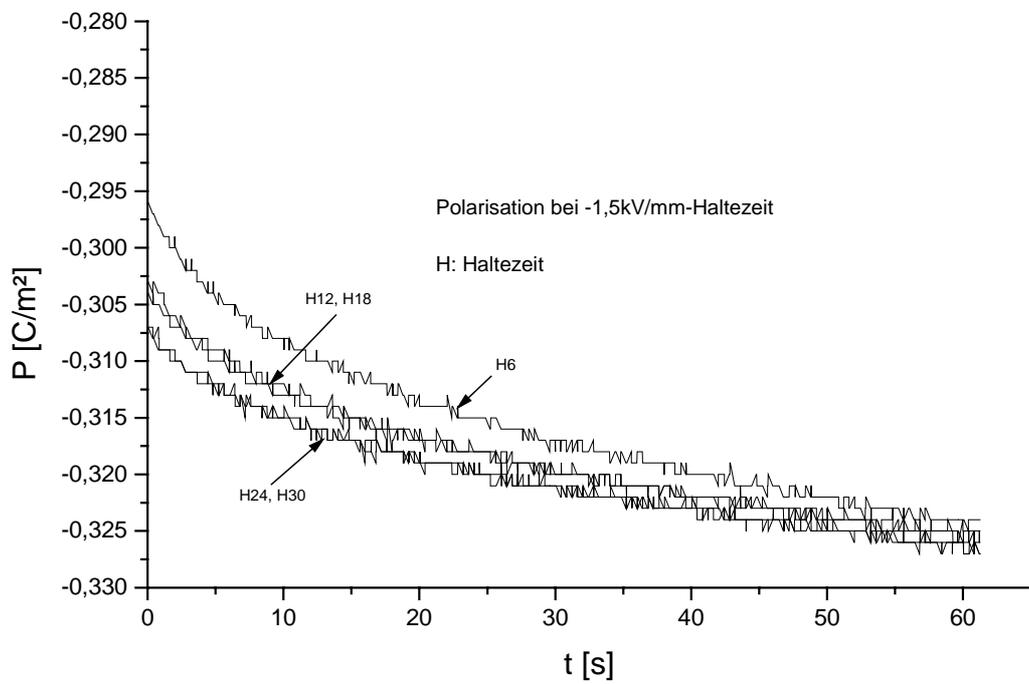


Abbildung 80: Versuch 8; Verlauf der Polarisation während der -1,5kV/mm-Haltezeit

## 5. Zusammenfassung

Diese Diplomarbeit untersucht das Verhalten von Weich-PZT-Keramiken in Abhängigkeit von einem hohen elektrischen Feld. Ein besonderes Augenmerk richtet sich dabei auf Zeiteffekte in der Probe, die bei konstanten Feldstärken, den sogenannten Haltezeiten des elektrischen Feldes, entstehen. Hierzu wurden Dehnungs- und Polarisationshysteresen bei unterschiedlichen Belastungsverläufen des elektrischen Feldes experimentell aufgenommen. Neben den Hysteresen wird das Verhalten der Dehnung sowie der Polarisation während der Haltezeiten anhand von Kurven, welche die beiden Größen über der Zeit aufgetragen zeigen, dargestellt und diskutiert. Bei diesen Versuchen wurde die Dehnung der Probe mit einem induktiven Wegaufnehmer gemessen.

Ein weiterer Aspekt ist ein Vergleich von Methoden zur Dehnungsmessung. Hierzu wurden erste Versuche aufgenommen, während derer die Dehnung sowohl mit einem induktiven Wegaufnehmer als auch mit einem Dehnungsmeßstreifen (DMS) gleichzeitig gemessen worden ist. Dabei hat sich ein entscheidender Unterschied zwischen den Meßmethoden herausgestellt. Die Wegaufnehmerhysteresen lagen deutlich oberhalb der DMS-Hysteresen. Dieser Unterschied wird in den betreffenden Abbildungen gezeigt.

Neben der Darstellung sowie der Diskussion der Ergebnisse wird ein Versuchsaufbau beschrieben, mit dem gleichzeitig die Messung der Dehnung mit einem induktiven Wegaufnehmer und mit einem Dehnungsmeßstreifen (DMS) sowie die Polarisationsmessung möglich sind. Das Problem der Durchschläge, die vor allem bei der Messung der Dehnung mit einem Dehnungsmeßstreifen auftraten und zur Schädigung der Meßgeräte führten, wurde mit diesem Versuchsaufbau gelöst, so daß Feldstärken von bis zu 2,0kV/mm an die Proben angelegt werden konnten.

## Literaturverzeichnis

- [1] Ruschmeyer, K.: *Piezokeramik – Grundlagen, Werkstoffe, Applikationen*. Expert Verlag, Renningen-Malsheim, (1995).
- [2] Böhle, U.: *Phänomenologische Modellierung und Finite-Elemente-Simulationen von nichtlinearen Vorgängen in ferroelektrischen Materialien*. Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte, FZKA 6347, (1999).
- [3] Schäufele, A.: *Ferroelastische Eigenschaften von Blei-Zirkonat-Titanat Keramiken*. Dissertation, Universität Karlsruhe, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 445, Düsseldorf, (1996).
- [4] Jaffe, B.; Cook, W.R.; Jaffe, H.: *Piezoelectric Ceramics*. Academic Press, London and New York, (1971).
- [5] Kamlah, M.: *Zur Modellierung von nichtlinearen elektromechanischen Koppelphänomenen in Piezokeramiken*. Institut für Mechanik, Universität Gesamthochschule Kassel, (2000).
- [6] Alatsathianos, S.: *Experimentelle Untersuchungen zu nichtlinearen Koppelphänomenen in Piezokeramiken*. Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung II, (2000).
- [7] CeramTec AG Lauf: *Piezoelektrische Bauteile*. Geschäftsbereich Piezotechnik, Prospekt für Piezokeramiken.
- [8] Piezosystem Jena: *Piezofibel – Theorie, Anleitung, Anwendung*. Allgemeine Ausführungen zu Piezokeramiken, Jena, (1995).
- [9] Endriss, A.: *Reorientierungsverhalten von Domänen und mikroskopische Gitterdeformation in piezoelektrischen PZT-Keramiken*. Dissertation, Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen, UFO Atelier für Gestaltung und Verlag GbR, Stuttgart, (1996).
- [10] DATALOG, Systeme zur Datenerfassung GmbH: *Unterlagen zum System DasyLAB*. Mönchengladbach, (1999).

- [11] Beitz, W.; Küttner, K.-H.: *Dubbel – Taschenbuch für den Maschinenbau*. Springer-Verlag; Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, (1990).
- [12] Lynch, C.S.: *The Effect of Uniaxial Stress on the Electro-Mechanical Response of 8/65/35 PLZT*. Acta Mater. 44[1996]4137-4148
- [13] Internetadresse des Unternehmens PI Ceramic: [www.piceramic.de](http://www.piceramic.de). (Stand: Oktober, 1999). Das Unternehmen lieferte die Weich-PZT-Proben