

# 扭转应变谱及其在相变研究中的应用\*

吴筱毅<sup>†</sup> 熊小敏 张进修

(光电材料与技术国家重点实验室, 中山大学物理科学与工程技术学院物理系, 广州 510275)

(2010年9月26日收到; 2011年4月17日收到修改稿)

试样的扭转应变随外场(温度场、电场、磁场)的变化谱即扭转应变谱可以有效地反映试样对外场的动力学响应行为. 研究表明, 利用传统倒扭摆可以高精度测量扭变谱, 证实了含铅量为32%的弛豫铁电体铌镁酸铅(PMN-32%PT)的四方-立方转变是一种爆发型马氏体相变.

**关键词:** 扭转应变谱, 内耗, 铁电体, 马氏体相变

**PACS:** 46.80.+j, 62.40.+i

## 1 前言

相变是自然界普遍存在的现象, 它不仅具有重要的学术意义, 而且在工业界得到了广泛应用, 因此相变现象是人们特别是材料科学研究者重要的研究课题. 在相变过程中材料的物理性质会发生变化, 人们可以通过测量这些物理性质的变化来研究相变过程, 进而发展出各种相变理论和促进材料性能的改造甚至发现新的材料性能<sup>[1]</sup>. 在研究相变的过程中人们发展出了各种各样的技术和仪器, 但它们都具有各自的优点和缺点. 例如: 当材料发生晶相转变时, 晶格常数和结构会发生变化, 因此可以通过应用 X 光衍射技术测量材料晶格常数的变化来研究这一类型的相变<sup>[2]</sup>. 但 X 射线衍射本身就是一种复杂的仪器, 研究相变时往往需要施加外场(温度场、电场、磁场), 这使仪器变得更加复杂而难以操作. 同时, X 射线衍射图谱的测量需要一定的时间, 往往难以满足相变动力学的研究. 利用相变过程中材料的体积发生变化的特点, 人们可以应用膨胀仪测量试样在相变过程中几何尺度的变化来研究材料的相变. 但膨胀仪往往需要探针和试样的直接接触, 而且随着测量精度的提高会变得相当昂贵和操作不方便, 同时, 它也存在外场(电场、磁场)施加方面的困难<sup>[3]</sup>. 此外, 还有差示扫描量热仪(DSC)等其他实验装置, 但都存在类似的缺点, 因此发展出适合研究材料在外场作用下的相变动

力学的仪器仍是相变研究中的重要方面.

力学谱仪是相变研究的重要工具, 特别是基于扭摆(例如: 倒扭摆)的多功能内耗谱仪可以测量材料在相变过程中的内耗模量变化(内耗峰和模量亏损或极值)<sup>[4,5]</sup>; 王业宁等<sup>[6]</sup>, Zhang 等<sup>[7]</sup>和王海燕<sup>[8]</sup>根据相变过程中内耗峰随相变速率的变化研究了相变过程的界面动力学, 得到了一些重要成果. 但内耗测量往往需要一些时间, 如果在测量过程中试样发生较大几何尺寸(如: 体积或扭转)的变化, 内耗值会由于零点漂移而出现相当大的误差, 甚至不能测量. 本文在扭摆的基础上发展出的扭转应变谱仪既能测量内耗, 也能在同样条件下测量扭转应变在相同相变过程中的变化, 即扭转应变谱. 扭转应变谱具有很高的测量精度( $10^{-6}$ ), 而且容易实现外场(温度场、电场、磁场)的施加, 同时也能实时快速地测量相变过程中试样的扭转应变, 适于研究相变过程中的动力学过程. 我们应用扭转应变谱研究了一种重要的弛豫铁电材料铌镁酸铅( $68\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}32\text{PbTiO}_3$ , 简称 PMN 32%PT)的相变过程, 证实它的四方-立方转变是一种爆发型马氏体相变.

## 2 扭转应变谱仪及其工作原理

扭转应变谱仪是在倒扭摆的基础上发展出来的, 具有和通常的倒扭摆类似的结构<sup>[9,10]</sup>,

\* 国家自然科学基金(批准号: 10974259)、中央高校基本科研业务费(批准号: 091gpy20)和国家基础学科人才培养基地基金(物理学)(批准号: J0630320, J0730313)资助的课题.

<sup>†</sup> E-mail: karsuga@hotmail.com

如图 1 所示.

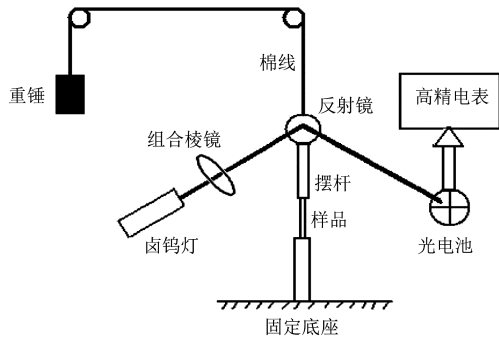


图 1 扭转应变谱测量仪器结构示意图

试样(条状、片状)下端固定在底座上,上端和可以自由转动的摆杆相连接.当试样扭转时带动安装在摆杆上的反射镜转动,利用光杠杆原理即可测量试样的扭转角进而算出扭转应变,具体测量原理如图 2 所示.

将光强分布均匀的平行入射光光斑(它由 12 V/50 W 卤钨灯和组合棱镜产生)照射在扭摆摆杆上的反射镜上,反射光光斑投射到由两个平行光电池片组成的一维位置探测器(差分光电池)上.一维位置探测器是通过测量两块光电池所产生的电压差  $\Delta U$  来反映反射光斑在光电池上的相对位移  $S$ .在实验中,我们可以使光斑尽量均匀,使光斑在光电池上的相对位移  $S$  与电压差  $\Delta U$  成正比,即  $S = \alpha \Delta U$ .

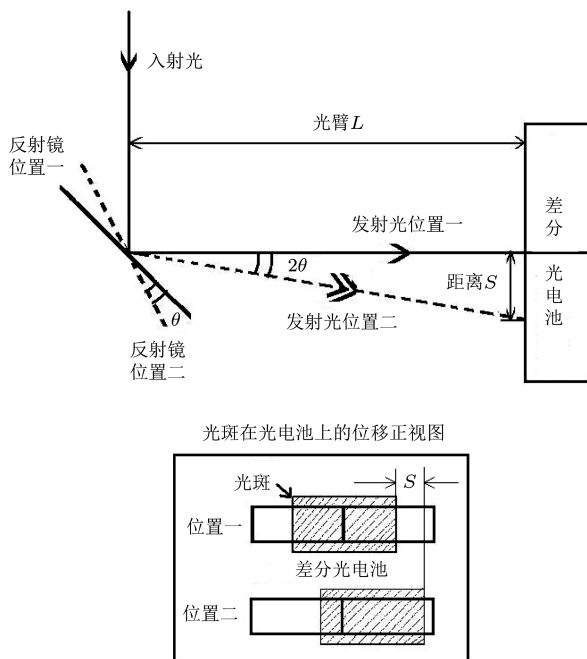


图 2 扭转应变谱测量原理示意图

图 3 所示的是光斑在一维探测器上的相对

位置与电压差的关系,可以通过改变一维探测器的相对位置并测量电压差得到.从图中可见,只要光斑不超出探测器的探测面积,光斑在光电池上的相对位移  $S$  与电压差  $\Delta U$  成正比,斜率的倒数  $dS/d(\Delta U)$  即为比例系数  $\alpha$ .

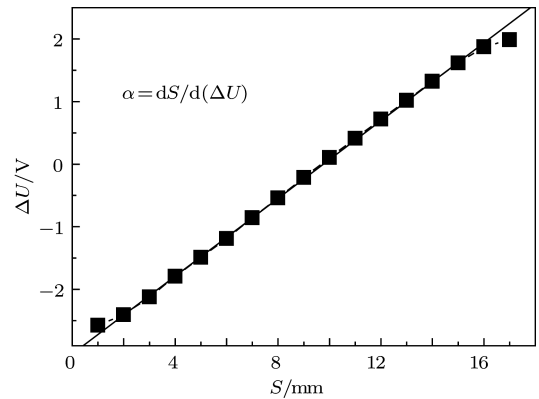


图 3 光斑位移与一维探测器测量得到的电压差关系

从图 2 中可以看到,当试样产生扭转角  $\theta$  时,反射镜也跟着从位置一转动到位置二,反射光路转过  $2\theta$  变成光路二(虚线),光斑产生位移  $S$ ,处于位置二.因此扭转角度  $\theta = S/2L = \alpha \Delta U/(2L)$ .如果试样为长方柱状,此时扭转应变(torsion strain)  $T_S$  为

$$T_S = \frac{1}{2} \frac{\alpha \Delta U}{L} \frac{t}{2l}, \quad (1)$$

式中,  $\Delta U$  表示实际测量得到的试样扭转产生的电压差值,  $\alpha$  为电压差与位移的比例系数,  $L$  为光路长度或摆杆与一维探测器的距离,  $t$  为试样的厚度,  $l$  为试样的有效长度.我们可以利用高速模拟数字转换(AD)卡记录的一维位置探测器测量得到的电压差  $\Delta U$  随外场的变化谱,再利用(1)式将之转换成试样的扭转应变谱.

由于扭转角的测量精度与摆杆和一维位置探测器的距离  $L$  成正比,同时与平行光斑光强也成正比关系,因此,扭转角的测量精度可以相当高,通常能高达  $2 \times 10^{-6}$  弧度;扭转角的测量量程由摆杆和一维位置探测器的距离以及一维位置探测器的测量范围决定,可以根据具体实验要求进行调整,同时由于角度测量是非接触测量,在试样上可以方便地施加各种外场(温度场、电场、磁场)来研究外场下试样的响应行为;还有,扭转应变的测量过程非常迅速,可达微秒级,具有实时测量性.因此扭转应变谱适用于研究动力学过程,结合内耗测量能很好地应用于相变动力学的研究.

### 3 扭转应变谱在弛豫铁电体 PMN-32%PT 的相变研究中的应用

PMN-32%PT 是一种具有良好机电耦合性的弛豫铁电体材料<sup>[11]</sup>, 受到人们的广泛重视. 它的相结构处于准同型相界内<sup>[12,13]</sup>, 从室温到 250 °C 范围内可以观察到两个相变过程, 已有相关文献报道<sup>[14,15]</sup>, 但由于这两个相变过程对 PMN-32%PT 的性能和使用有很大影响, 因此, 对这两个相变的研究仍然是 PMN-32%PT 研究中的重要方面. 本文使用的试样是上海硅酸盐研究所用 Bridge 方法生产的 PMN-32%PT 单晶试样<sup>[16,17]</sup>, 试样尺寸为 18 mm × 3 mm × 1 mm, 侧面为 (100) 面.

我们测量了 PMN-32%PT 在升降温过程中的扭转应变谱和内耗 - 模量谱, 升降温速率均为 1 °C/min, 内耗测量频率为 0.1, 0.2, 0.5, 2 Hz. 测量结果如图 4 所示.

图 4 显示了在升降温过程中, 内耗、模量以及扭转应变随温度变化的谱线. 图中最下面的曲线是内耗谱 ( $\text{tg } \delta$ ), 中间的曲线是扭转应变谱 ( $T_s$ ), 上面的曲线是模量谱  $M$ .

从内耗 - 模量谱上可以很清楚地发现: 从室温到 250 °C 范围内, 在升温 and 降温过程中内耗曲线都存在两个峰, 对应的模量曲线也有相应的转变, 这标志着 PMN-32%PT 在这段温度区域内发生两个

转变过程. 其中, 低温区域的内耗峰对应于菱方 - 四方相变, 高温区域的内耗峰对应于四方 - 立方相变. 但进一步分析我们发现: 对应于四方 - 立方相变的内耗峰形状不稳定, 虽然从整体上可看出这是一个高度约为 0.04 的内耗峰 (插图 4(c), (f)), 但内耗的数据有很大跳动, 这使得对这一内耗峰的分析变得困难. 但是, 我们联系对应的扭转应变谱可以发现: 在 130 °C—150 °C 温区, 扭转应变曲线除了一个极小值和一段不断抖动的快速上升外, 还存在一些较大的抖动 (升温时在峰的高温侧出现 (图 4 (b)), 降温时在峰的低温侧出现 (图 4 (e)), 即在相变过程后期发生). 这一现象很好地解释了内耗数据不稳定的原因; 同时, 我们认为扭转应变谱中扭应变的跳动性特征与声发射仪探测的声发射相类似, 它表征了 PMN-32%PT 四方相 - 立方相的相变是一种爆发型马氏体相变, 因而不断产生突发性的切变<sup>[18]</sup>和相应的扭摆零点漂移. 这样对内耗测量结果应可以得到很好的定性解释: PMN-32%PT 发生爆发型马氏体相变时, 试样不断产生突发性的切变导致了扭摆零点的跳动, 而在测量内耗时每个数据点都需要采样大约 0.5—1 min 的时间, 在这个时间段内零点的漂移影响了内耗的测量精度. 值得注意的是, 这些现象是介电温度谱或 DSC 测试都没有观察到的<sup>[19]</sup>, 说明扭转应变谱测量方法对相变的响应更为灵敏, 数据的规律性比内耗谱更良好.

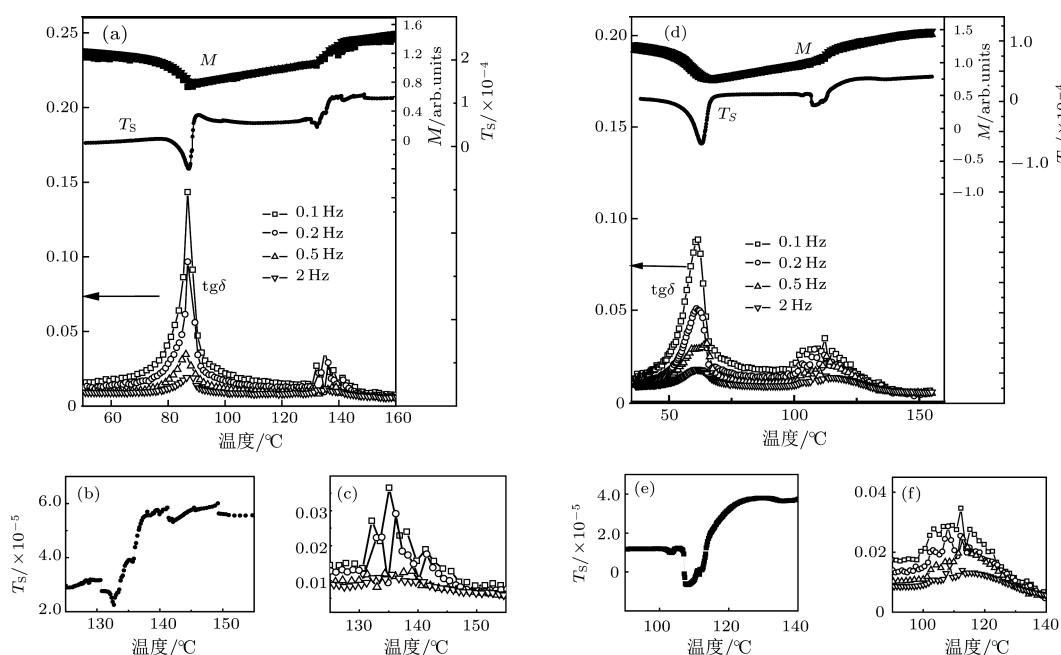


图 4 PMN 32%PT 在变温过程中的内耗 - 模量和扭转应变谱 (a) 和 (d) 分别对应升温过程和降温过程; (b) 和 (e) 为 (a) 与 (d) 中扭转应变谱局部放大图; (c) 和 (f) 为 (a) 与 (d) 中内耗 - 模量谱局部放大图

## 4 结论

在倒扭摆的基础上发展了扭转应变谱仪, 它可以具有很高的测量精度和较大的测量范围, 可以有

效地测量试样对外场 (温度场、电场、磁场) 的动力学响应行为, 与内耗测量相配合可以更好地研究相变动力学过程, 使力学谱方法得到更好的应用。

- [1] Feng D, Liu Z G, Jin G J, Yang Z J 1999 *Metal Physics: Phase Transformation* (Vol. 2) (Beijing: Science Press) p1 (in Chinese) [冯端, 刘治国, 金国钧, 杨正举 1999 金属物理学 (第二卷): 相变 (北京: 科学出版社) 第 1 页]
- [2] Liu Y H, Liu P A 2003 *The Theory and Application of XRD* (Beijing: Chemical Industry Press) p204 (in Chinese) [刘粤惠, 刘平安 2003 X 射线衍射分析原理与应用 (北京: 化学工业出版社) 第 204 页]
- [3] Wang D R 1988 *Sichuan Univ. Sci. Technol.* **3** 65 (in Chinese) [王登荣 1988 四川工业学院学报 **3** 65]
- [4] Ge T S 2000 *The Basic Theory of Solid Internal Friction* (Beijing: Science Press) p40 (in Chinese) [葛庭燧 2000 固体内耗理论基础 (北京: 科学出版社) 第 40 页]
- [5] Wang Y N, Sheng H M, Feng D, Wu X J, Kong Q P 1999 *Metal Physics: Metal Mechanical Property* (Vol. 3) (Beijing: Science Press) p180 (in Chinese) [王业宁, 沈慧敏, 冯端, 吴希俊, 孔庆平 1999 金属物理学 (第三卷): 金属力学性质 (北京: 科学出版社) 第 180 页]
- [6] Wang Y N, Zhou Y F, Zhang Z F 1980 *Acta Phys. Sin.* **12** 1535 (in Chinese) [王业宁, 邹一峰, 张志方 1980 物理学报 **12** 1535]
- [7] Zhang J X, Fung P C W, Zeng W G 1995 *Phys. Rev. B* **52** 268
- [8] Wang H Y 2009 *Ph. D. Dissertation* (Guangzhou: Sun Yet-sen University) (in Chinese) [王海燕 2009 博士学位论文 (广州: 中山大学)]
- [9] Gong K 2003 *Ph. D. Dissertation* (Guangzhou: Sun Yet-sen University) (in Chinese) [龚康 2003 博士学位论文 (广州: 中山大学)]
- [10] Wu W J 2006 *M. S. Dissertation* (Guangzhou: Sun Yet-sen University) (in Chinese) [吴文杰 2006 硕士学位论文 (广州: 中山大学)]
- [11] Smolensky G A, Isupov V A, Agranovskaya A I, Popov S N 1962 *Sov. Phys. Solid State* **2** 2584
- [12] Singh A K, Pandey D 2001 *J. Phys.: Condens Matter* **12** L931
- [13] Noheda B, Cox D E, Shirane G, Gao J, Ye Z G 2002 *Phys. Rev. B* **66** 054104
- [14] Feng Z Y, Zhao X Y, Luo H S 2006 *Mater. Res. Bull.* **41** 1133
- [15] Zhao X Y 2004 *Ph. D. Dissertation* (Shanghai: Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences) (in Chinese) [赵祥永 2004 博士学位论文 (上海: 中国科学院上海硅酸盐研究所)]
- [16] Yin Z, Luo H, Wang P, Xu G 1999 *Ferroelectrics* **229** 207
- [17] Luo H, Xu G, Wang P, Yin Z 2000 *Jpn. J. Appl. Phys.* **39** 5581
- [18] Xu Z Y 1999 *The Martensitic Phase Transformation and Martensite* (Beijing: Science Press) p1 (in Chinese) [徐祖耀 1999 马氏体相变与马氏体 (北京: 科学出版社) 第 1 页]
- [19] Hui Z Z, Li Z R, X Z, Zhang L Y, Yao X 2003 *Chin. Sci. Bull.* **13** 1421 (in Chinese) [惠增哲, 李振荣, 徐卓, 张良莹, 姚熹 2003 科学通报 **13** 1421]

# Torsion strain spectrum and its application to in phase transformation\*

Wu Xiao-Yi<sup>†</sup> Xiong Xiao-Min Zhang Jin-Xiu

(State Key Laboratory of Optoelectronic Materials and Technologies, Department of Physics, School of Physics and Engineering, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510275, China)

(Received 26 September 2010; revised manuscript received 17 April 2011)

## Abstract

Torsion strain spectrum refers to the variation of the torsion strain of a specimen with external field, such as temperature, electric and magnetic fields, which facilitates the research of its dynamic behavior. We demonstrate that a torsion strain spectrum can be achieved in a high accuracy by making use of the conventional inverted torsion pendulum. By measuring its torsion strain spectrum of ferroelectric relaxor PMN-32%PT, we verify that its tetragonal-cubic transformation belongs to a burst-type martensite transformation.

**Keywords:** torsion strain spectrum, internal friction, felectric, martensite transformation

**PACS:** 46.80.+j, 62.40.+i

---

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No.10974259), the Fundamental Research Funds for the Central Universities, China (Grant Nos. J0630320, J0730313), and the National Basic Discipline for Talent Training Program of China (Grant No. 091gpy29).

<sup>†</sup> E-mail: karsuga@hmail.com