

静水压下锆锡钛酸铅铁电陶瓷相变和介电性能研究*

蒋冬冬¹⁾²⁾ 谷岩^{1)†} 冯玉军²⁾ 杜金梅¹⁾

1) (中国工程物理研究院流体物理研究所冲击波物理与爆轰物理实验室, 绵阳 621900)

2) (西安交通大学电子材料与器件研究所, 西安 710049)

(2010年2月4日收到; 2011年1月22日收到修改稿)

研究了铌掺杂锆锡钛酸铅铁电陶瓷 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ (PZST 90/10-4-2Nb) 在静水压 (0—300 MPa) 下的电荷释放量和介电性能. 对压力诱导的低温铁电三方 ($F_{\text{R(LT)}}$) \rightarrow 反铁电正交 (A_0) 相变进行了研究. PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷分为未极化、极化和压力去极化三种. 极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷 $F_{\text{R(LT)}} \rightarrow A_0$ 相变过程中, 电荷释放量为 $29.3 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 相变压力为 140 MPa. 介电性能表明: 极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷相变压力为 136 MPa, 而未极化陶瓷相变压力为 104 MPa, 压力去极化陶瓷未表现出明显的相变特征.

关键词: 静水压, 铁电陶瓷, 相变, 介电

PACS: 77.84.Cg

1. 引言

锆钛酸铅 ($\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$) 铁电陶瓷自问世以来, 以其优越的压电性能在水声换能、红外线探测等领域获得了广泛的应用^[1,2]. 在 $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ 陶瓷温度—组分相图的高 Zr 区, 高温顺电相 (paraelectric, PE) 随着温度的降低可以转变为正交反铁电相 (orthorhombic antiferroelectric, A_0) 或者三方铁电相 (rhombohedral ferroelectric, F_{R}). 三方铁电相还分为高温 (high temperature, $F_{\text{R(HT)}}$) 和低温 (low temperature, $F_{\text{R(LT)}}$) 相. 组分位于 $F_{\text{R(LT)}}/A_0$ 相界附近的铁电陶瓷, 由于 $F_{\text{R(LT)}}$ 相和 A_0 相自由能接近, 可以发生电场诱导的 $A_0 \rightarrow F_{\text{R(LT)}}$ 相变和压力诱导的 $F_{\text{R(LT)}} \rightarrow A_0$ 相变. 其中在冲击波压力作用下, 伴随着 $F_{\text{R(LT)}} \rightarrow A_0$ 相变, 陶瓷剩余极化强度所束缚的电荷被瞬间释放出来, 形成高压电脉冲, 在脉冲功率技术中有着重要的用途^[3]. 从 20 世纪 60 年代开始, 美、俄等国对冲击波加载铁电陶瓷 $F_{\text{R(LT)}} \rightarrow A_0$ 相变进行了大量的实验研究, 建立了各种数学模型来描述电能量的释放^[4-8].

在模拟电能量释放时, 陶瓷的介电性能是一个

重要的物理量. 这是因为, 陶瓷在释放电能量的过程中, 自身还相当于一个电容器, 在电场下必然还要在电极面上束缚部分电荷. 而束缚电荷量则取决于陶瓷在冲击波加载下的介电性能. 在冲击波加载下, 陶瓷受冲击压缩部分是 A_0 相, 未受冲击压缩部分仍然是 $F_{\text{R(LT)}}$ 相, 因此 $F_{\text{R(LT)}}$ 相和 A_0 相的介电性能共同决定了陶瓷整体的介电性能. 目前, 还不能直接测试陶瓷在冲击波加载下的介电性能, 模型中介电系数的选取多采用常压下的数值^[9]. 而静水压下, 恰恰可以适时跟踪陶瓷电学性能 (释放电荷量, 介电系数)^[10-13]、力学性能 (应变)^[14]、晶格参数等物理量的变化^[15]. 因此通过静水压下铁电陶瓷 $F_{\text{R(LT)}} \rightarrow A_0$ 相变性能研究, 可以获取高压下 $F_{\text{R(LT)}}$ 相和 A_0 相的介电性能, 为模型中介电系数的选取提供实验依据.

本文研究对象为铌掺杂的锆锡钛酸铅铁电陶瓷 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$, 研究了 0—300 MPa 压力范围内的电荷释放量和介电性能. 介电性能测试考察了未极化、极化和压力去极化三种陶瓷. 研究结果揭示了高压下, $F_{\text{R(LT)}}$ 相和 A_0 相的介电性能随压力的变化规律.

* 中国工程物理研究院“双百人才工程”人选自选课题 (批准号: 2008R0107)、国家自然科学基金 (批准号: 10875095) 和国家重点基础研究发展计划 (批准号: 2009CB623306) 资助的课题.

† 通讯联系人. E-mail: guyan@caep.ac.cn

2. 实验样品和静水压实验

2.1. 实验样品

铌掺杂锆锡钛酸铅铁电陶瓷所选组分为 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$, 简称为 PZST 90/10-4-2Nb, 位于图 1 相图中 A 点. 在常温下, PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷组分位于 $F_{R(\text{LT})}$ 相, 在 A_0 相和 $F_{R(\text{LT})}$ 相相界附近. PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷制备采用传统电子陶瓷工艺, 首先将 PbO , ZrO_2 , TiO_2 , SnO_2 和 Nb_2O_5 粉末按比例配制, 加酒精、球磨混匀后烘干, 预烧到 $900\text{ }^\circ\text{C}$, 保温两个小时, 然后二次球磨, 压块后用双坩埚法在 $1250\text{ }^\circ\text{C}$ 烧结. 最后将烧结成的陶瓷切割、涂电极, 陶瓷尺寸为: 电极面面积 $7\text{ mm} \times 7\text{ mm}$, 电极面间距 1 mm . 最后在 3 kV/mm 的直流电场下, $100\text{ }^\circ\text{C}$ 硅油中极化, 待硅油冷却至室温取出陶瓷.

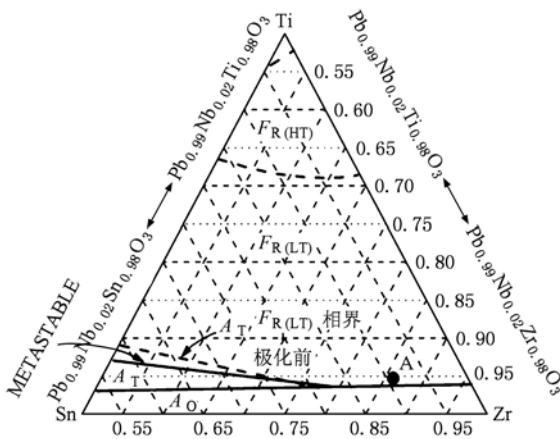


图 1 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}(\text{Zr}, \text{Sn}, \text{Ti})\text{O}_3$ 陶瓷 $25\text{ }^\circ\text{C}$ 三元组分相图^[16]

极化过后, 放置一段时间, 待性能稳定后测试其基本参数为: 密度 $\rho = 7.80\text{ g/cm}^3$, 居里温度 $T_c = 175\text{ }^\circ\text{C}$, 压电系数 $d_{33} = 68\text{ pC/N}$. 根据图 2 中 PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷电滞回线, 可以得到: 剩余极化强度 $P_r = 28.2\text{ } \mu\text{C/cm}^2$, 矫顽电场 $E_c = 1.0\text{ kV/mm}$.

2.2. 静水压实验

静水压加载装置采用液压机, 传压介质为变压器油. 螺旋状锰铜丝作为压力测量元件, 通过 Keithley 2000 型数字万用表测量锰铜丝电阻. 根据锰铜丝电阻与压力的关系

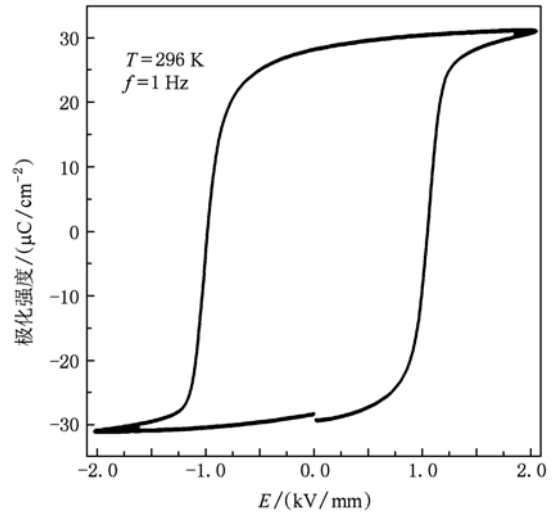


图 2 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ 铁电陶瓷在 $T = 296\text{ K}$, $f = 1\text{ Hz}$ 条件下的电滞回线

$$p = k(R - R_0)/R_0 \quad (1)$$

来计算液压机腔中的压力. 其中 p 是锰铜丝承受压力, R_0 是锰铜丝在一个大气压力状态的电阻值, R 是锰铜丝承受压力 p 时的电阻值, k 是锰铜丝电阻与压力之间的比例系数.

极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷, 在 $F_{R(\text{LT})} \rightarrow A_0$ 相变中电荷释放量 Q , 由 $10\text{ } \mu\text{F}$ 的大电容 C_0 收集. 通过测试大电容 C_0 两端电压 V , 根据 $Q = C_0 V$, 即可得出陶瓷释放电荷量. HP 4274A 多频率 LCR 测试仪可在 $20\text{--}100\text{ kHz}$ 的频率范围内测试陶瓷电容和损耗. 实验时控制好液压机截止阀, 每次升压约 10 MPa , 然后停顿 1 min 再采集压力、各频率下陶瓷电容、损耗数据, 之后再升压, 循环往复. 每次升压后停顿 1 min 再继续加压, 是为了使压腔内的液体压力有足够的时间达到压力平衡状态, 保证陶瓷受力状态为静水压.

3. 结果和讨论

3.1. 静水压下 PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷电荷释放量

静水压下, 极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷单位面积电荷释放量与压力的关系如图 3 所示 (温度 $T = 304\text{ K}$). 电荷释放量与压力关系曲线可以分四个区: 1) 当压力从一个大气压逐渐升高到 100 MPa 时, 由于陶瓷的压电效应, 释放电荷量 Q/A 与压力 p

成线性关系, $Q/A = d_h \times p$, d_h 为静水压压电系数. 该过程中, 当压力 $p = 100$ MPa 时, 释放电荷量 $Q/A = 0.2 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 静水压压电系数 $d_h = 20 \text{ pC}/\text{N}$. 2) 压力从 100 MPa 继续升高到 140 MPa, 陶瓷释放电荷量与压力呈现非线性关系, 且斜率随压力升高而变大. 当压力达到 140 MPa 时, 释放电荷量为 $3.3 \mu\text{C}/\text{cm}^2$. 3) 压力从 140 MPa 继续增加, 释放电荷量急剧升高, 达到 $29.3 \mu\text{C}/\text{cm}^2$. 此过程中陶瓷发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变, 相变压力 $p_c = 140$ MPa. 4) 继续升高压力, 陶瓷已经处于 A_0 相, 不再具有压电效应, 不再释放电荷. 卸载后, 将陶瓷取出, 测试压电系数 $d_{33} = 0$, 说明陶瓷已完全退极化. 上述四个过程的电荷总释放量为 $29.3 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 和电滞回线测量的剩余极化强度 $28.2 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ 接近.

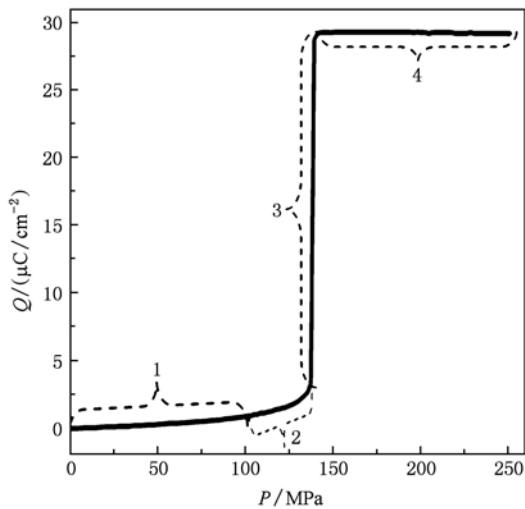


图3 静水压下, 温度 $T = 304$ K, 极化 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ 铁电陶瓷单位面积电荷释放量与压力的关系 1, 2, 3 和 4 是电荷量随压力变化的四个过程

3.2. 静水压下 PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷介电性能

介电性能随静水压变化的实验中, 详细考察了未极化、极化和压力去极化三种状态下, PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷介电性能随压力的变化. 未极化陶瓷即陶瓷烧结出来以后, 刷上电极不做直流电压极化处理; 压力去极化陶瓷采用经过静水压加载——卸载后的陶瓷. 静水压下未极化和极化陶瓷, 可以获得 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变过程中的介电性能; 而压力去极化陶瓷已经处于 A_0 相, 可以获得 A_0 相介电性能随压力的变化.

实验中, HP 4274 多频率 LCR 测试仪测试的物理量是 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷电容 C , 然后通过

$$\epsilon_r = Cd/(\epsilon_0 A) \quad (2)$$

来计算相对介电系数 ϵ_r , 其中 ϵ_0 真空介电系数, A 是陶瓷电极面面积, d 陶瓷电极面间距.

当 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷受作用于静水压压缩时, 由于陶瓷自身弹性性质, 会产生部分形变; 尤其发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变时, 还会有 0.8% 体积“塌缩”^[17]. 因此, 在加压过程中, 陶瓷尺寸 A 和 d 也在随压力变化而不断变化, 应该把 A 和 d 随压力的变化也考虑进去来计算 ϵ_r . 对于陶瓷尺寸变化对计算 ϵ_r 的影响, Zeuch 研究认为: 尺寸变化对陶瓷 ϵ_r 计算影响不大, 可以认为计算 ϵ_r 过程中陶瓷尺寸不变^[18]. 因此, 本文计算 ϵ_r 过程中, 陶瓷尺寸 A 和 d 均采用初始值.

未极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷介电性能随静水压变化关系如图 4 所示, 给出了温度 $T = 300$ K、频率 $f = 1$ kHz 相对介电系数 ϵ_r 和介电损耗 $\tan\delta$ 在加载—卸载过程中的变化. ϵ_r 和 $\tan\delta$ 在加载过程中用实心符号表示, 卸载过程中用空心符号表示. ϵ_r 随压力变化的关系, 在加载—卸载过程中, 有四个变化过程. 1) 从一个大气压开始加压, 在发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变之前, $F_{R(LT)}$ 相 ϵ_r 随压力升高而升高. ϵ_r 从 357 (0.1 MPa) 增加到 384 (91 MPa), 达到峰值 (ϵ_r)_{max} = 384. 2) 继续加压, ϵ_r 出现突然下降, PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变, ϵ_r 从 384 (91 MPa) 迅速下降到 275 (104 MPa), 相变压力取为 $p_c = 104$ MPa. 3) 在 A_0 相, ϵ_r 随压力升高而缓慢降低, ϵ_r 从 275 (104 MPa) 降低到 223 (280 MPa). 4) 卸载过程中, ϵ_r 基本不变, 从 223 (280 MPa) 变化到 229 (0.1 MPa). 加载前和卸载后, ϵ_r 变化量 $\Delta\epsilon_r = 357 - 229 = 128$. 介电损耗 $\tan\delta$ 也呈现出和 ϵ_r 类似的特征, 在 $F_{R(LT)}$ 相随着压力升高而增大; $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变过程中, 突然下降, 相变压力为 $p_c = 104$ MPa, 和 ϵ_r 反映的相变压力一致; 在 A_0 相, $\tan\delta$ 随压力增加缓慢下降; 卸载过程中基本保持不变; 加载前和卸载后, 变化量 $\Delta\tan\delta = 2.69\% - 0.86\% = 1.83\%$. 卸载后 ϵ_r 和 $\tan\delta$ 均不能恢复到加载前的状态, 说明未极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变是不可逆的.

温度 $T = 300$ K, 频率 $f = 1$ kHz 下, 极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷介电性能随静水压压力变化如图 5 所示. ϵ_r 和 $\tan\delta$ 在加载过程中用实心符号表示,

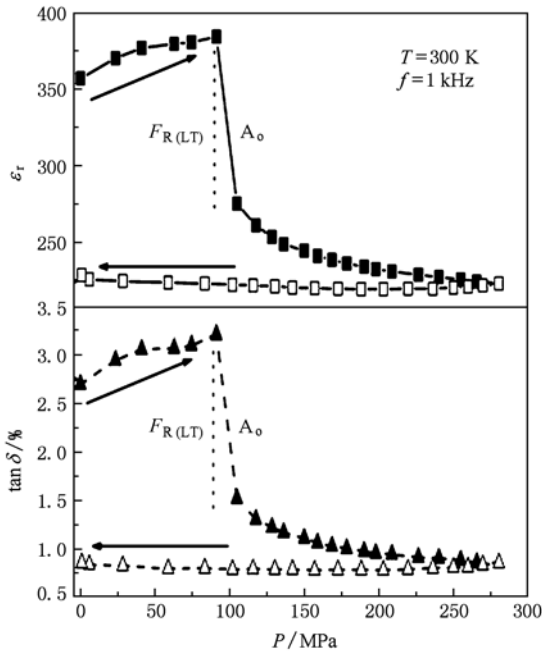


图4 静水压下,温度 $T = 300\text{ K}$, 频率 $f = 1\text{ kHz}$, 未极化 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ 陶瓷介电系数 ϵ_r 和介电损耗 $\tan\delta\%$ 随压力的变化. 压力加载—卸载方向为顺时针方向, 实心符号代表加载过程, 空心符号代表卸载过程

卸载过程中用空心符号表示. 静水压下, 极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷介电性能呈现出与未极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷类似的特征. 加载—卸载过程中, 介电性能也经历了四个过程. 1) 从一个大气压开始加压, 在发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变之前, $F_{R(LT)}$ 相 ϵ_r 随压力升高而升高. ϵ_r 从 311 (0.1 MPa) 增加到 343 (129 MPa), 达到峰值 $(\epsilon_r)_{\max} = 343$. 2) 继续加压, ϵ_r 出现突然下降, PZST 90/10-4-2Nb 发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变, ϵ_r 从 343 (129 MPa) 迅速下降到 287 (136 MPa), 相变压力 $p_c = 136\text{ MPa}$. 3) 在 A_0 相, ϵ_r 随压力升高而缓慢降低, ϵ_r 从 287 (136 MPa) 降低到 244 (284 MPa). 4) 卸载过程中, ϵ_r 基本不变, 从 244 (284 MPa) 变化到 245 (0.1 MPa). 加载前和卸载后, ϵ_r 变化量 $\Delta\epsilon_r = 311 - 245 = 66$. 介电损耗 $\tan\delta$ 在 $F_{R(LT)}$ 相随着压力升高而变大; $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变过程中, 突然下降, 相变压力为 $p_c = 136\text{ MPa}$, 和 ϵ_r 反映的相变压力一致; 在 A_0 相, $\tan\delta$ 随压力增加缓慢下降; 卸载过程中基本保持不变; 加载前和卸载后, 变化量 $\Delta\tan\delta = 2.55\% - 1.61\% = 0.94\%$. 卸载后 ϵ_r 和 $\tan\delta$ 均不能恢复到加载前的状态, 说明极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变是不可逆的.

PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷经过静水压加载—

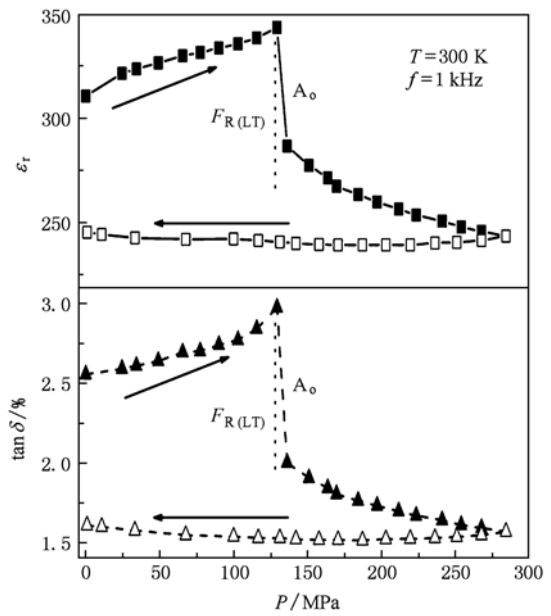


图5 静水压下,温度 $T = 300\text{ K}$, 频率 $f = 1\text{ kHz}$, 极化 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ 陶瓷介电系数 ϵ_r 和介电损耗 $\tan\delta\%$ 随压力的变化. 压力加载—卸载方向为顺时针方向, 实心符号代表加载过程, 空心符号代表卸载过程

卸载发生 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变后, 处于 A_0 相状态, 如果再继续对其进行加载—卸载, 则 $T = 300\text{ K}, f = 1\text{ kHz}$ 下介电性能随压力变化见图 6. ϵ_r 和 $\tan\delta$ 在加载过程中用实心符号表示, 卸载过程中用空心符号表示. 首先 ϵ_r 从 248 (0.1 MPa) 开始先有一个缓慢上升, 达到 $(\epsilon_r)_{\max} = 250$ (35 MPa); 然后 ϵ_r 随压力增加而下降, 压力 285 MPa 时 $\epsilon_r = 230$; 卸载过程中, ϵ_r 呈现出先下降后上升趋势, 卸载到一个大气压后 $\epsilon_r = 230$ (0.1 MPa), 加载前和卸载后, 变化量 $\Delta\epsilon_r = 248 - 230 = 18$. 介电损耗 $\tan\delta$ 呈现规律与 ϵ_r 类似, 加载前和卸载后, 变化量 $\Delta\tan\delta = 1.61\% - 1.49\% = 0.12\%$. 在加载过程中, ϵ_r 和 $\tan\delta$ 没有呈现出明显的相变特征.

通过测试电荷释放量和介电性能, 研究了静水压下 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变. $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变的特点如下: 1) $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变过程中, 电荷释放量、介电系数和介电损耗均不连续变化, 呈现出一阶相变特征. 2) 未极化和极化 PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷, 加载—卸载前后 ϵ_r 和 $\tan\delta$ 均不能恢复到初始值, 说明 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变是不可逆的. 压力去极化 PZST 90/10-4-2Nb 铁电陶瓷, 加载—卸载前后 ϵ_r 和 $\tan\delta$ 也不能恢复到初始值.

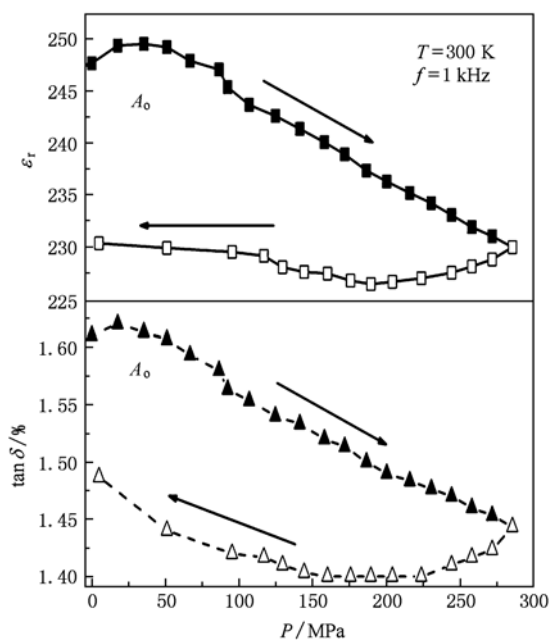


图6 静水压下,温度 $T = 300\text{ K}$, 频率 $f = 1\text{ kHz}$, 压力去极化后 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ 陶瓷介电系数 ϵ_r 和介电损耗 $\tan\delta\%$ 随压力的变化. 压力加载—卸载方向为顺时针方向, 实心符号代表加载过程, 虚心符号代表卸载过程

3) 从介电系数随压力变化关系看, 极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变压力 $p_c = 136\text{ MPa}$, 未极化 PZST 90/10-4-2Nb 陶瓷相变压力 $p_c = 104\text{ MPa}$, 极化陶瓷比未极化陶瓷相变压力高 32 MPa . 静水压下, 类似的结果也存在于其他组分的铁电陶

瓷. 对于 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.73}\text{Sn}_{0.27})_{0.93}\text{Ti}_{0.07}]_{0.98}\text{O}_3$ 陶瓷, 极化比未极化高 55 MPa ^[19]; 对于 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{O}_3$ 陶瓷, 极化比未极化高 34 MPa ^[14]. 从陶瓷自由能角度来看, 如果 $F_{R(LT)}$ 和 A_0 相自由能越接近, 则 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变越容易, 静水压下相变压力越低. 在陶瓷极化过程中, 单位体积存储的电能 $\int E dD$ 使 $F_{R(LT)}$ 与 A_0 自由能差变大, 因此需要更多机械能 $\int p dV/V$ 来诱导 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变, 从而导致极化陶瓷比未极化陶瓷的相变压力更高^[19].

4. 结 论

研究了静水压下 $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ 铁电陶瓷相变性能和介电性能. 在 $0\text{—}300\text{ MPa}$ 压力范围内, 测试了电荷释放量和介电系数、损耗. 电荷释放量显示: 极化陶瓷释放 $29.3\ \mu\text{C}/\text{cm}^2$ 电荷, 相变压力为 140 MPa . 介电性能表明: 极化陶瓷相变压力为 136 MPa , 未极化陶瓷相变压力为 104 MPa , 压力去极化陶瓷没有明显的相变特征; $F_{R(LT)}$ 相介电系数、损耗随压力升高而变大, A_0 相介电系数、损耗随压力升高而降低. 高压下介电性能的测量, 为模拟冲击波加载下, 铁电陶瓷 $F_{R(LT)} \rightarrow A_0$ 相变中介电性能的选取提供了实验依据.

感谢贺红亮研究员在实验和讨论过程中提供的帮助.

[1] Jaffe B, Cook W R, Jaffe H 1971 *Piezoelectric Ceramics* (New York: Academic Press) p135

[2] Feng Y J, Yao X, Xu Z 2000 *Acta Phys. Sin.* **49** 1606 (in Chinese) [冯玉军、姚 熹、徐 卓 2000 物理学报 **49** 1606]

[3] Neilson F W 1957 *Bull American Physics Soc.* **2** 302

[4] Reynolds C E, Seay G E 1962 *J. Appl. Phys.* **33** 2234

[5] Halpin W J 1966 *J. Appl. Phys.* **37** 153

[6] Lysne P C, Percival C M 1975 *J. Appl. Phys.* **46** 1519

[7] Dick J J, Vorthman J E 1978 *J. Appl. Phys.* **49** 2494

[8] Setchell R E 2003 *J. Appl. Phys.* **94** 573

[9] Setchell R E 2005 *J. Appl. Phys.* **97** 013507

[10] Yang P, Tuttle B A, Moore R H, Voigt J A, Scofield T W 2003 *Sandia Report* 2003-3866

[11] Samara G A 1966 *Physical Review* **151** 378

[12] Xu Z, Feng Y J, Zhen S G, Jin A, Wang F L, Yao X 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 1787 (in Chinese) [徐 卓、冯玉军、郑曙光、金 安、王方林、姚 熹 2001 物理学报 **50** 1787]

[13] Zhang C H, Xu Z, Gao J J, Wang B K 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 6500 (in Chinese) [张崇辉、徐 卓、高俊杰、王斌科 2009 物理学报 **58** 6500]

[14] Lee M Y, Montgomery S T, Hofer J H 2004 *Sandia Report* 2004-4954

[15] Avdeev M, Jorgensen J D, Short S, Samara G A, Venturini E L 2006 *Physical Review B* **73** 064105

[16] Berlincourt D 1966 *IEEE transactions on sonics and ultrasonics* **su-13** 116

[17] Fritz I J 1978 *J. Appl. Phys.* **49** 4922

[18] Zeuch D H, Montgomery S T, Holcomb D J 2000 *J. Mater. Res.* **15** 689

[19] Berlincourt D, Krueger H H A, Jaffe B 1964 *J. Phys. Chem. Solids.* **25** 659

Phase transformation and dielectric properties of lead zirconate stannate titanate ferroelectric ceramic under hydraulic compression*

Jiang Dong-Dong¹⁾²⁾ Gu Yan^{1)†} Feng Yu-Jun²⁾ Du Jin-Mei¹⁾

1) (Laboratory for Shock Wave and Detonation Physics Research, Institute of Fluid Physics, China Academic of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

2) (Electronic Materials Research Laboratory, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(Received 4 February 2010; revised manuscript received 22 January 2011)

Abstract

Nb-doped lead zirconate stannate titanate ferroelectric ceramic with composition $\text{Pb}_{0.99}\text{Nb}_{0.02}[(\text{Zr}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})_{0.96}\text{Ti}_{0.04}]_{0.98}\text{O}_3$ (PZST 90/10-4-2Nb) is studied in a hydraulic pressure range of 0—300 MPa by released charge and dielectric measurements. Pressure-induced low temperature phase transition from ferroelectric rhombohedral ($F_{\text{R(LT)}}$) structure to antiferroelectric orthorhombic (A_0) structure is investigated. Unpoled, poled and pressure-depolarized PZST 90/10-4-2Nb ferroelectric ceramics are used. The released charge quantity is $29.3 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ and the threshold pressure is 140 MPa during the phase transformation from $F_{\text{R(LT)}}$ structure to A_0 structure. Dielectric properties show that the threshold pressure of the phase transformation from $F_{\text{R(LT)}}$ structure to A_0 structure is 136 MPa for poled ceramic and 104 MPa for unpoled ceramic. Obvious characteristic of phase transformation is not observed in pressure-depolarized ceramic.

Keywords: hydraulic, ferroelectric ceramic, phase transformation, dielectric

PACS: 77.84.Cg

* Project supported by the “Double Hundred Intellectual Program” of China Academy of Engineer Physics (Grant No. 2008R0107), the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 10875095), and the National Basic Research Program of China (Grant No. 2009CB623306).

† Corresponding author. E-mail: guyan@caep.ac.cn