

学校编码: 10384
学号: 20720101150083

分类号 _____ 密级 _____
UDC _____

厦 门 大 学

硕 士 学 位 论 文

应力场下铁电陶瓷的原位拉曼光谱观测

In-Situ Raman Observations of Ferroelectric Ceramics
under a Stress Field

庄清洋

指导教师姓名: 张颖教授
专业名称: 材料物理与化学
论文提交日期: 2013年5月
论文答辩时间: 2013年5月
学位授予日期: 2013年 月

答辩委员会主席: _____

评 阅 人: _____

2013年5月

厦门大学博硕士学位论文摘要库

In-Situ Raman Observation of Ferroelectric Ceramics under a Stress Field



A Thesis Presented for the Degree of
Master of Engineering at Xiamen University

Submitted by

Qing-Yang ZHUANG

Supervised by

Ying ZHANG

Department of Materials Science and Engineering

College of Materials

Xiamen University, Xiamen, 361005

May 2013

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学学位论文原创性声明

本人呈交的学位论文是本人在导师指导下,独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考其他个人或集体已经发表的研究成果,均在文中以适当方式明确标明,并符合法律规范和《厦门大学研究生学术活动规范(试行)》。

另外,该学位论文为()课题(组)的研究成果,获得()课题(组)经费或实验室的资助,在()实验室完成。(请在以上括号内填写课题或课题组负责人或实验室名称,未有此项声明内容的,可以不作特别声明。)

声明人(签名):

年 月 日

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学学位论文著作权使用声明

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文（包括纸质版和电子版），允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其它方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

1. 经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，
于 年 月 日解密，解密后适用上述授权。

2. 不保密，适用上述授权。

（请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。）

声明人（签名）：

年 月 日

厦门大学博硕士学位论文摘要库

摘要

铁电陶瓷材料在外场作用下电畴的反复翻转即畴变是引起材料结构变化，导致铁电材料性能衰退甚至破坏的主要原因。建立铁电陶瓷材料在外场作用下畴变的原位观测方法，对了解和掌握这类材料在外场作用下的失效机理、提高材料的使用寿命有重要的指导意义。本论文采用传统固相法，制备了晶粒分布均匀，平均晶粒尺寸 $2\sim 3\mu\text{m}$ 、四方相结构的 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ 和 $\text{Pb}_{0.93}\text{La}_{0.07}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})_{0.9825}\text{O}_3$ 多晶陶瓷；设计和改造了适用于Raman散射光谱原位观测的四点弯曲应力加载装置并成功实现了与Raman散射仪的联用；运用Raman散射光谱技术，建立了对PZT/PLZT铁电陶瓷在外力场下畴变进行原位观测的方法并实现了外力场下PZT/PLZT两种试样单个晶粒畴变的原位Raman观测；对PZT/PLZT两种试样在外加力场下、及PZT缺口试样引入后的畴变行为进行了观测，获得了Raman光学模相对峰强比与力场强度、应力加载时间的变化规律；尝试对PZT的Raman谱峰进行了初步的分峰拟合。

实验结果表明，在外加拉/压应力场下两种试样单个晶粒的 Raman 光学模相对峰强比 $I_{\text{E}(1\text{LO})}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ 和 $I_{\text{E}+\text{B}_1}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ 随着应力的增大呈现线性减小趋势，随着应力加载时间的延长呈现线性增大趋势，因为位置不同应力状态和大小不同，多个位置不同晶粒的 Raman 光学模相对峰强比 $I_{\text{E}(1\text{LO})}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ 和 $I_{\text{E}+\text{B}_1}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ 呈现“中间大两边小”的变化趋势，但是 PZT 试样的变化幅度更大。试样在引入缺口后强度下降，多个位置不同晶粒的 Raman 光学模相对峰强比 $I_{\text{E}(1\text{LO})}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ 和 $I_{\text{E}+\text{B}_1}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ 也呈现“中间大两边小”的变化趋势。但是，力场作用下两种试样各 Raman 光学模的峰位没有发生变化。

关键词：铁电陶瓷；四点弯；原位拉曼

厦门大学博硕士学位论文摘要库

ABSTRACT

Domain switching under an applied external field has been recognized as a fundamental origin causing deterioration and failure of the properties for ferroelectric ceramics. It is both theoretically and practically important to investigate the fatigue mechanism of ferroelectric materials by in-situ observation and measurement of domain switching behaviors under different loading conditions. In this work, an in-situ method and experimental setup for Raman observations of domain switching of PZT/PLZT under the applied stress field were established. Both PZT ($\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$) and PLZT ($\text{Pb}_{0.93}\text{La}_{0.07}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})_{0.9825}\text{O}_3$) ceramic specimens with tetragonal phase and average sizes of uniformly distributed grains being 2~3 μm were prepared through a conventional solid state route. Through redesign and modification of four-bending device, combined with a Raman spectroscopic instrument, the in-situ Raman observations of single grain domain switching under the action of external force field were performed. A series of in-situ observations of the domain switching in PZT/PLZT specimens and notched PZT specimens under the applied stress fields were carried out. Accordingly, the variations in relative intensities ratios of optical modes against the strength of stress field and the stress loading time were obtained. A preliminary peak fitting of PZT spectra was performed.

It was shown that the values of $I_{\text{E}(1\text{LO})}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ and $I_{\text{E}+\text{B}1}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ decreased linearly with the increases in the applied tensile or compressive stresses, while increased linearly with the extension of applying time in single grain of PZT/PLZT. The values of $I_{\text{E}(1\text{LO})}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ and $I_{\text{E}+\text{B}1}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ with the PZT showed “bigger in the middle and smaller on the sides” in multiple grains of different positions. The strength of PZT specimens decreased as introduction of a notch, and the values of $I_{\text{E}(1\text{LO})}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ and $I_{\text{E}+\text{B}1}/I_{\text{E}(2\text{TO})}$ also exhibited “bigger in the middle and smaller on the sides”. However, the peak positions of Raman spectra remained unchanged under variation of applied stress fields.

Key words: ferroelectrics; Four-point bending; In-situ Raman

厦门大学博硕士学位论文摘要库

目录

中文摘要	I
英文摘要	II
第一章 引言	1
1.1 铁电陶瓷概述	1
1.1.1 组成与结构	1
1.1.2 宏观性能	4
1.1.2.1 铁电性能	4
1.1.2.2 压电性能	5
1.1.2.3 介电性能	6
1.1.2.4 居里温度	7
1.1.2.5 力学性能	7
1.2 铁电畴变的原位观测	8
1.2.1 电畴	8
1.2.2 内应力	11
1.2.3 畴变的原位观测方法及研究进展	12
1.3 外场作用下铁电畴变的原位观测研究进展	13
1.3.1 TEM 技术	13
1.3.2 XRD 技术	14
1.3.3 Raman 技术	15
1.3.3.1 Raman 散射的基本原理	15
1.3.3.2 外场作用下畴变的原位 Raman 观测	16
1.4 存在问题	21
1.5 本论文的研究目标和研究内容	22
第二章 实验材料、仪器与方法	23
2.1 实验材料	23

2.1.1	原料及试剂	23
2.1.2	设备仪器	23
2.1.3	制备工艺	23
2.2	试样的预处理	25
2.3	材料的结构形貌与性能测试	25
2.3.1	表面形貌	25
2.3.2	结构参数	25
2.3.3	化学组成	26
2.3.4	电滞回线和压电系数	26
2.3.5	介电频谱和居里温度	26
2.3.6	平均密度	26
2.3.7	杨氏模量	26
2.4	原位 Raman 观测	27
2.4.1	不同激光光源的比较	27
2.4.2	不同光栅模式的比较	28
2.4.3	力场下的原位 Raman 观测	28
2.4.4	力场下缺口引入的原位 Raman 光谱观测	28
第三章	实验结果与讨论	29
3.1	固相法合成 PZT/PLZT 铁电陶瓷的结构与性能	29
3.1.1	晶胞参数及相结构	29
3.1.2	表面形貌及化学组成	31
3.1.3	平均密度	33
3.1.4	杨氏模量	34
3.1.5	铁电性能	35
3.1.6	压电及介电系数	37
3.1.7	居里温度	38
3.2	应力场作用下铁电陶瓷的原位 Raman 实验设计	38
3.2.1	四点弯曲应力场下原位 Raman 观测装置	39
3.2.2	多晶陶瓷单个晶粒的原位 Raman 观测	41

3.2.2.1 单个晶粒选择与控制	42
3.2.2.2 晶界的影响	44
3.2.2.3 Raman 仪器操作参数的影响	45
3.3 应力场作用下 PZT/PLZT 铁电陶瓷的原位 Raman 观测.....	47
3.3.1 四点弯曲应力加载	48
3.3.2 拉应力作用	48
3.3.3 压应力作用	49
3.3.4 应力作用位置	51
3.3.5 应力作用时间	52
3.3.6 试样缺口引入	53
3.4 Raman 光谱分峰拟合	55
3.5 本章小结.....	59
第四章 结论	60
第五章 对未来研究的展望.....	61
参考文献.....	62
致谢.....	66

厦门大学博硕士学位论文摘要库

Degree papers are in the "[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)". Full texts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to etd@xmu.edu.cn for delivery details.

厦门大学博硕士学位论文摘要库