

Strukturelle Untersuchungen an Nb-dotierten piezoelektrischen PZT-Keramiken

A. Rechtenbach¹, J. Töpfer¹, A. Kynast², E. Hennig²

1- Fachhochschule Jena, FB SciTec, Carl-Zeiss-Promenade 2, 07745 Jena

2- PI Ceramic GmbH, Lindenstrasse, 07589 Lederhose

Keramische Werkstoffe aus dem System PbZrO_3 - PbTiO_3 (PZT) bilden die Grundlage der weitverbreiteten piezoelektrischen Komponenten, wie z.B. Ultraschallwandler, Sensoren, Aktoren usw. Die PZT-Werkstoffe werden durch geeignete Dotierungen in ihrem ferro- und piezoelektrischen Verhalten beeinflusst. Die daraus resultierenden „weichen“ und „harten“ PZT Keramiken unterscheiden sich in der Dipol- bzw. Domänenbeweglichkeit und damit auch im Polarisations- und Depolarisationsverhalten. Nb-dotierte PZT-Materialien gehören zur Gruppe der „weichen“ Piezokeramiken, welche durch eine vergleichsweise hohe Domänenbeweglichkeit und kleine Koerzitivfeldstärke charakterisiert sind. Im Gegensatz dazu können „Hart“-PZT Materialien hohen elektrischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt werden, die sie speziell für Leistungsanwendungen prädestinieren.

PZT-Materialien kristallisieren in der Perowskitstruktur und treten in Abhängigkeit vom Zr/Ti-Verhältnis in einer tetragonalen und/oder rhomboedrischen Modifikation auf. Das Übergangsgebiet zwischen diesen beiden Phasen wird als morphotrope Phasengrenze (MPG) bezeichnet und ist aufgrund der hier optimalen piezoelektrischen Eigenschaften von besonderem Interesse.

Es wurden Proben der Zusammensetzungen $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})_{1-y}\text{Nb}_y\text{O}_3$ mit $x = 0.48$ bis 0.58 und $y_{\text{Nb}} = 0.5; 1.0; 1.5$ und 2.5 mol % untersucht. Die Probenherstellung erfolgte nach dem klassischen keramischen Verfahren ausgehend von den Oxiden. An den gesinterten Proben wurden detaillierte röntgenographische Phasenanalysen durchgeführt. Dabei wurden als Funktion der Zr/Ti-Verhältnisses und des Nb-Gehaltes der Phasenbestand analysiert, präzise Gitterkonstantenbestimmungen durchgeführt, sowie die Anteile der tetragonalen und rhomboedrischen Phase in Zusammensetzungen nahe der MPG bestimmt. Unterschiede im Phasenbestand aufgrund unterschiedlicher Polarisationszustände wurden durch Untersuchung von polarisierten und depolarisierten Tabletten sowie von getemperten Pulvern erfasst.

Die Auswertung der gemessenen Diffraktogramme erfolgte mittels Modellierung der Intensitätsverteilung des gesamten Diffraktogramms (Rietveld-Methode). Zur Bestimmung der Phasenanteile wurde alternativ Single-Peak Fitting durchgeführt. Dafür ist insbesondere der Winkelbereich von $42 - 46^\circ 2\theta$ mit deutlicher Aufspaltung der Reflexe $(002)_t$ und $(200)_t$ des tetragonalen Phasenanteils und den mit zunehmenden Zr-Gehalt entstehenden rhomboedrischen Phasenanteil (Reflex $(200)_r$) geeignet.

Im Ergebnis der Untersuchungen wurde die morphotrope Phasengrenze im Bereich $0.53 \leq x \leq 0.54$ lokalisiert. In diesem Bereich koexistieren tetragonales und rhomboedrisches PZT, der tetragonale Phasenanteil nimmt mit x kontinuierlich ab. Nb-Dotierung im Bereich $0 \leq y \leq 0.025$ führt zu einer geringfügigen Verschiebung der MPG. Die erhaltenen strukturellen Informationen erlauben im Zusammenhang mit elektromechanischen Untersuchungen eine umfassende Charakterisierung des PZT-Materials und tragen somit zur Optimierung dieser piezokeramischen Werkstoffe und deren technischer Verwertbarkeit bei.