

**ÇOK KATLI PİEZOELEKTRİK EYLEYİCİ
SERAMİKLERİN ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU**

Ayşe Gül AKYÜREKLİ

Yüksek Lisans Tezi

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Temmuz, 2014

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Ayşe Gül Akyürekli'in "Çok Katlı Piezoelektrik Eyleyici Seramiklerin Üretimi ve Karakterizasyonu" başlıklı **Malzeme Bilimi** Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans Tezi 11.07.2014 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

Adı-Soyadı

İmza

Üye (Tez Danışmanı): Prof. Dr. AYDIN DOĞAN

Üye : Yard. Doç. Erhan AYAS

Üye : Yard. Doç. Hande ÇELEBİ

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
.....tarih ve sayılı kararınca onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ÇOK KATLI PİEZOELEKTRİK EYLEYİCİ SERAMİKLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Ayşe GÜL AKYÜREKLİ

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Aydın DOĞAN

2014, 85 sayfa

Bu çalışmada adaptif uygulamalar da kullanılan aynaların hareketini yüksek hassasiyette gerçekleştirebilen çok katlı piezoseramik malzemeler üretilmeye çalışılmıştır ve karakterizasyonu yapılmıştır. Öncelikle bu uygulamalarda kullanılan malzemelerden beklenen özellikler incelenmiştir ve bu özellikler doğrultusunda katı hal yöntemiyle toz sentezlenmiştir. Sr-PZT yapısına farklı miktarlarda La ilavesi yapılarak La miktarının elektriksel özelliklere etkisi incelenmiştir. Sentezlenen tozlar 5 farklı sıcaklıkta sinterlenmiş olup her bir sıcaklıktaki özellikleri analiz edilmiştir. Sonrasında sentezlenen toz kompozisyonları arasında istenilen özellikler doğrultusunda bir tanesine karar verilmiştir. Seçilen kompozisyondan 8 farklı çok katlı seramikler yapılmıştır. Aktüatörün yarattığı deplasmanı etkileyen parametreler ayrıntılı olarak incelenmiştir. Bunun için çapı, alanı, kalınlığı ve katman sayısı farklı çok katmanlı seramikler üretilmiştir ve karakterizasyonu yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Piezoseramik, çok katlı piezoseramik, deplasman, adaptif optik

ABSTRACT

Master's Thesis

CHARACTERIZATION AND PRODUCTION OF MULTI STACK PIEZOELECTRIC ACTUATOR CERAMICS

Ayşe GÜL AKYÜREKLİ

Anadolu University

Institute of Science

Department of Material Science and Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Aydın DOĞAN

2014, 85 pages

In this study, multi-stack piezoceramic materials which can realize mirrors' movement in adaptive applications with high precision are endeavored to be produced and characterized. Expected properties of materials being used in these applications are analyzed and powders are synthesized with solid state method through these properties primarily. The effect of La to electrical properties is examined through addition of La to Sr-PZT structure in different amounts. Synthesized powders are sintered at 5 different temperatures and their properties are analyzed at each and every temperature. Then one of the synthesized powder compositions is chosen in accordance with expected properties. 8 different multi-stack ceramics are produced from the chosen composition. The parameters that are effecting the displacement originated from the actuator are elaborated on. Therefore multi-stack ceramics with different stack amounts, diameters, areas and thickness are produced and characterized.

Keywords: Piezoceramic, multi-stack piezoceramic, displacement, adaptive optics.

TEŞEKKÜRLER

Öncelikle, lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca her türlü desteğini esirgemeyen, sonsuz sabrıyla birçok faydalı bilgi öğreten, çalışmaktan hiçbir şekilde pişmanlık duymadığım, çok saygı ve sevgi duyduğum danışmanım Sayın Prof. Dr. Aydın DOĞAN'a sonsuz teşekkür ederim.

Her türlü desteğiyle yardımcı olan, çok fazla bilgi öğrendiğim, bana hem abilik hem de hocalık yapan çok sevdiğim Sayın Yard. Doç. Dr. Mevlüt GÜRBÜZ'e sonsuz teşekkür ederim.

Bütün laboratuvar ve ofis çalışmalarında beni yalnız bırakmayan, yardımlarını hiç esirgemeyen, deneysel süreçte kendimden daha çok çalışan çalışma arkadaşlarım başta Mert Gül olmak üzere Görkem HATİPOĞLU'na, Nebahat BIYIKLI'ya, Ali BIYIKLI'ya ve Hakan GÜLEÇ'e sonsuz teşekkür ederim.

Bana sürekli destek gösteren, tecrübelerinden faydalandığım Dr. Burçak ATAY'a, Dr. Emre TÜFEKÇİOĞLU'na ve Duygu YILMAZ'a çok teşekkür ederim.

Çok yakın arkadaşlarım olan Ayşegül TUNA'ya ve Yiğitalp OKUMUŞ'a her zaman her türlü yanımda oldukları için sonsuz teşekkür ederim.

Her zaman desteğini hissettiğim, uzun süredir bana sabır gösteren çok sevdiğim arkadaşım Elif Selin ARABALI'ya çok teşekkür ederim

Hiçbir zaman yardımını, desteğini, sevgisini esirgemeyen, zor günlerimde hep yanımda olan bunların dışında tezimin deneysel sürecinde de yardımcı olan Tayfun TOKTAŞ'a sonsuz teşekkür ederim.

Bugüne kadar maddi, manevi ve her türlü destekleriyle her zaman yanımda olan çok ama çok sevdiğim canım babama, canım anneme ve canım abime çok teşekkür ederim.

Ayşe Gül AKYÜREKLİ

Temmuz 2014

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiv
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİSİ	2
2.1. Ferroelektrik Etki.....	2
2.2. Piezoelektrik Etki.....	6
2.3. Faz Dönüşümü ve Curie Sıcaklığının Etkisi.....	7
2.4. Piezoelektrik Seramiklerin Kristal Yapısı ve Denge Faz Diagramı.....	9
2.5. PZT Sistemlerin Sınıflandırılması.....	12
2.6. Piezoelektrik ve Dielektrik Özellikler.....	14
2.6.1. Dielektrik sabiti ve Dielektrik Kayıp Faktörü.....	15
2.6.2. Piezoelektrik Yük Katsayısı.....	16
2.6.3. Piezoelektrik Voltaj Katsayısı.....	17
2.6.4. Elastik Esneklik.....	18
2.6.5. Elektromekanik bağlaşma faktörü (k_{eff}).....	19
2.6.6. Düzlemsel elektromekanik bağlaşma katsayısı (k_p).....	19
2.6.7. Mekanik kalite faktörü.....	21
2.7. Piezoelektrik Malzemelerin Uygulama Alanları.....	22
2.7.1. Sensörler.....	22
2.7.2. Üreteçler.....	23
2.7.3. Aktüatörler.....	23
2.7.4. Transdüserler.....	23

3. PİEZOSERAMİK UYARICILAR (AKTUAÖRLER) VE ADAPTİF OPTİK UYGULAMALAR	25
4. ÇALIŞMANIN AMACI	29
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	30
5.1. Toz Kompozisyonu Sentezi.....	30
5.1.1. Toz Kompozisyonunun Hazırlanması.....	30
5.1.2. Sentezlenen Kompozisyonlar.....	31
5.1.3. Kalsinasyon.....	32
5.1.4. Presleme ve Sinterleme.....	32
5.1.5. Yüzey İşlemleri, Elektrotlama ve Polarizasyon.....	33
5.2. Çok Katlı Seramiklerin Üretimi.....	35
6. SONUÇLAR VE İRDELEME	39
6.1. Yoğunluk Ölçümleri.....	39
6.2. XRD Destekli Yapısal Analiz Sonuçları.....	40
6.3. SEM Mikro-yapı Analizleri.....	44
6.4. Toz Kompozisyonunun Elektriksel Özelliklerin Ölçülmesi.....	65
6.5. Çok Katlı Seramiklerin Elektriksel Karakterizasyonu.....	70
6.5.1. 13 mm Çapındaki Farklı Katman Sayısı Ve Kalınlığına Sahip Çok Katmanlı Seramiklerin Karşılaştırılması.....	70
6.5.2. 9 mm Çapındaki Farklı Katman Sayısı Ve Kalınlığına Sahip Çok Katmanlı Seramiklerin Karşılaştırılması.....	72
6.6. Çok Katlı Seramiklerin Deplasman (Yerdeğiştirme) Ölçümleri.....	73
6.6.1. Katman Sayısındaki Değişimin Deplasmana Etkisi.....	75
6.6.2. Katman Kalınlığındaki Değişimin Deplasman Etkisi.....	77
6.6.3. Katman Çapının Deplasman Etkisi.....	79
7. GENEL SONUÇ VE DEĞERLENDİRME	83
KAYNAKLAR.....	84

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

2.1. Ferroelektrik domainler ve elektrik alan altındaki davranışları.....	3
2.2. Ferroelektrik hysteresis döngüsü.....	4
2.3. Simetri nokta gruplarının elektriksel özelliklere etkisi.....	6
2.4. Doğru piezoelektrik etkinin gösterim.....	7
2.5. Ters piezoelektrik etkinin gösterimi.....	7
2.6. (a) BaTiO ₃ birim hücresi (b) kübik-tetragonal geçişi sebebiyle meydana gelen iyon yer değişimleri (c) birim hücre yapısının sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	8
2.7. BaTiO ₃ 'ün sıcaklığa bağlı olarak dielektrik sabitinin değişimi.....	9
2.8. İdeal bir perovskit kristal yapısı.....	10
2.9. PZT faz diagramı.....	11
2.10. PZT kristal yapısında katyon ve oksijen boşluğu oluşumu.....	13
2.11. Kutuplanmış piezoelektrik malzemelerin anizotropik davranışlarını ifade etmek için kullanılan alt indis sembolleri.....	15
2.12. Piezoelektrik diskin radyal salınımları.....	20
2.13. Rezonans-anti rezonans eğrisi.....	21
2.14. a) Eksenel sönsör b) Fleksör sensör.....	22
2.15. Piezoelektrik eleman kullanılarak oluşturulan elektrik enerjisi a) Ark üretimi b) Şarj üretimi.....	23
3.1. Aktüatörlerin sınıflandırılması.....	25
3.2. Temel piezoelektrik uyarıcı çeşitleri.....	26
3.3. Katı hal piezoelektrik uyarıcı tasarımlarının yaklaşık olarak karşılaştırılması.....	27
3.4. Adaptif optik sistemin kameralarda kullanımı.....	28
5.1. Deneysel çalışmaların akış şeması.....	30
5.2. Toz kompozisyonu üretim akış şeması.....	31
5.3. Kalsine olmuş toz kompozisyonu.....	32
5.4. Granülize olmuş toz ve disk numunelerin örneği.....	33
5.5. Zımparalama işlemi.....	33
5.6. Elektrotlama düzeneği.....	34
5.7. Polarizasyon ünitesi.....	34



5.8. Üretilen çok katlı piezoseramik yapıların fiziksel özellikleri.....	35
5.9. Çap:13mm ve 9mm olan çelik kalıplar.....	36
5.10. Carver Pres.....	36
5.11. Soğuk izostatik pres.....	37
5.12. Çok katlı seramik tasarımı.....	37
5.13. a) Çap: 13 mm b) Çap: 9 mm çok katlı seramikler.....	38
6.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı yoğunluklardaki değişim.....	40
6.2. Kalsine olmuş toz kompozisyonlarının XRD grafiği.....	40
6.3. T-1-1 kompozisyonuna ait XRD grafiği.....	41
6.4. T-1-2 kompozisyonuna ait XRD grafiği.....	42
6.5. T-1-3 kompozisyonuna ait XRD grafiği.....	43
6.6. T-1-4 kompozisyonuna ait XRD grafiği.....	43
6.7. T-1-5 kompozisyonuna ait XRD grafiği.....	44
6.8. 1150 °C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	46
6.9. 1175 °C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 c)20000 büyütmedeki görüntüleri.....	48
6.10. 1225°C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	49
6.11. 1250°C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	50
6.12. 1275°C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	51
6.13. 1125°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	53
6.14. 1150°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	54
6.15. 1175°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	55
6.16. 1250°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri.....	56
6.17. T-1-3 kompozisyonunun a) 1150°C b) 1175°C c) 1225°C d)1250°C e)1275°C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.....	59

6.18. T-1-4 kompozisyonunun a) 1150°C b) 1175°C c) 1225°C d)1250°C e)1275°C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.....	62
6.19. T-1-5 kompozisyonunun a) 1150°C b) 1175°C c) 1225°C d)1250°C e)1275°C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.....	65
6.20. d ₃₃ ölçüm düzeneği.....	65
6.21. Rezonans ve antirezonans değerlerinin ölçümü.....	66
6.22. La miktarının sinterleme sıcaklığına bağlı piezoelektrik yük sabitine etkisi.....	69
6.23. Farklı La miktarlarına sahip kompozisyonların voltaja bağlı deplasman grafiği.	70
6.24. Tek katlı ve çok katlı seramiklerin rezonans-antirezonans grafiklerinin karşılaştırılması.....	71
6.25. AIXACT Ferroelektrik ölçüm düzeneği.....	74
6.26. Çok katlı seramiklere uygulanan zamana bağlı voltaj sinyali.....	72
6.27. Pre-stresin oluşturulan deplasmana etkisi.....	75
6.28. Katman sayısındaki değişimin oluşturulan deplasmana etkisi.....	76
6.29. Katman sayısındaki değişimin oluşturulan deplasmana oranına etkisi.....	77
6.30. Katman kalınlığındaki değişimin oluşturulan deplasmana etkisi.....	78
6.31. Katman kalınlığındaki değişimin deplasman oranına etkisi.....	78
6.32. Katman çapındaki değişimin oluşturulan deplasmana etkisi.....	80
6.33. Çap 9mm olan 5 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman.....	80
6.34. Çapı 9mm olan 10 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman.....	81
6.35. Çapı 13mm olan 5 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman.....	81
6.36. Çapı 13mm olan 10 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman.....	82

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

2.1. PZT kompozisyonlarında kullanılan katkıları.....	14
2.2. Piezoelektrik voltaj sabiti indislerinin ifadesi	17
2.3. Elektromekanik bağlaşma katsayı indisleri ve açıklamaları.....	20
5.1. Sentezlenen kompozisyonlar.....	31
6.1. Faklı sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri.....	39
6.2. T-1-1 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları.....	66
6.3. T-1-2 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları.....	67
6.4. T-1-3 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları.....	67
6.5. T-1-4 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları.....	67
6.6. T-1-5 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları.....	68
6.7. Kalınlığı 1mm-çapı 13mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması.....	72
6.8. Kalınlığı 0.5mm- çapı 13mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması.....	72
6.9. Kalınlığı 1mm- çapı 9mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması.....	73
6.10. Kalınlığı 1mm- çapı 9mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması.....	73

1. GİRİŞ

Malzeme biliminin tarihsel gelişimi incelendiğinde, yapısal sonrasında fonksiyonel son olarak da akıllı malzemelere doğru gelişme göstermektedir. Yapısal malzemelere örnek olarak çimento, tahta, demir gibi malzemeler örnek gösterilebilir. Fonksiyonel malzemeler ise sahip olduğu özelliklerinden dolayı teknolojiye ayak uydurabilirler. Akıllı malzemeler, çevresindeki değişikliklere tepki verebilen ve kendisinden beklenen davranışları belli sürede gerçekleştirebilen malzeme olarak tanımlanırlar. Piezoelektrik malzemeler akıllı malzemeler sınıfına girmektedir. Piezoelektrik kelimesi Latince “bastırmak-press” anlamına gelen “piezo” ön ekinden türetilen “piezoelektrik” kavramından gelir ve basitçe, üzerine mekanik bir basınç uygulanan bazı kristal ve seramik malzemelerde bir elektriksel gerilimin oluşması olarak tanımlanabilir. Bu özelliğin tersi de mümkündür [1]. Piezoelektrik malzemelerin mekanik enerjiyi elektrik enerjisine dönüştürmesine doğru etki, elektriksel enerjiyi mekanik enerjisine dönüştürmesine ters etki denilmektedir. İnsanların ihtiyaçları doğrultusunda teknoloji sürekli gelişmekte ve akıllı malzemelerin yeri günümüzde sürekli artmaktadır. Piezoelektrik malzemelerin iki özelliği de endüstride çeşitli kullanım alanlarına sahiptir. Doğru piezoelektrik etki gösteren malzemeler basınç ve kuvvetteki değişimlerin, şok ve titreşimlerin algılanmasında kullanılırken, ters piezoelektrik özellik gösteren malzemeler ultrasonik temizleme cihazında kullanılan suyun titreşimini sağlayan ya da yüksek hassasiyette deplasman gerektiren yerlerde kullanılmaktadır.

Bu tez çalışmasında piezoelektrik seramikler hakkında teorik bilgi verilmiştir ve en yaygın olarak kullanılan PZT sistemi modifiye edilerek yüksek hassasiyette deplasman istenilen uygulamalar için toz kompozisyonu sentezlenmiştir. Sentezlenen toz kompozisyonu ile beraber piezostack (çok katlı) aktüatör tasarlanmıştır.

2. LİTERATÜR BİLGİSİ

2.1. Ferroelektrik Etki

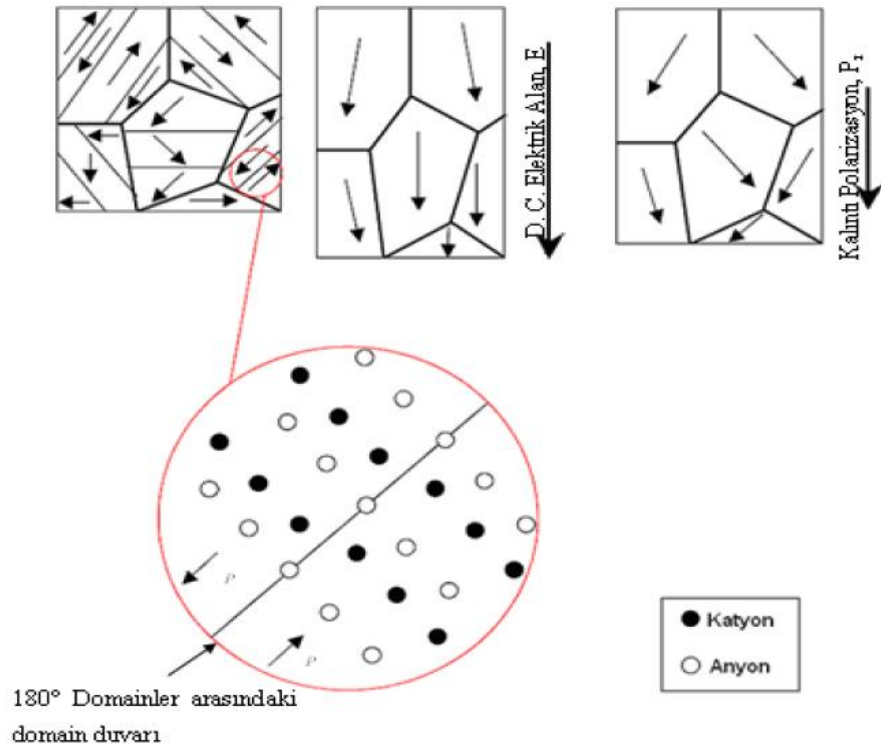
Ferroelektrik özellik gösteren malzemeler, elektrik alan altında yeniden yönlenebilen ve kendiliğinden polarizasyona sahip malzemelerdir [2]. Cruie sıcaklığı olarak adlandırılan faz geçiş sıcaklığı altında, ferromagnetik malzemelerde kendiliğinden magnetizasyon olduğu gibi ferroelektrik malzemelerde de kendiliğinden polarizasyon meydana gelir. Depolarizasyon akımını minimuma indirmek için, ferromagnetik domainlerin benzeri olan ferroelektrik domainler her bir birim hücrede farklı bölgelerde bulunurlar ve farklı yönlerde yönlenecek polarize edilirler. Ferromagnetik özelliğe sahip olan malzemelerin gösterdiği karakteristik özellik olan hysteresis eğrisini ferroelektrik malzemelerde elektrik alan şiddeti üzerindeki dielektrik yerdeğiştirme davranışı olarak gösterirler [3].

Ferroelektrik malzemeler kendiliğinden polarizasyona ve domain yapılarına sahip yalıtkan malzemelerdir. Bu tür malzemelerde bulunan her domain, moleküler domain olup birbiri ile aynı yönlenebilir fakat bu yönlenebilir her domain için farklılık göstermekte ve dışarıdan uygulanan elektrik alandan etkilenmektedir [4].

Ferroelektrik kristaller ferroelektrik domain adı verilen polarizasyon bölgelerine sahiptir. Bir domain içerisinde, bütün elektrik dipoller aynı yönde yönlendirilmiştir. Bir kristal içinde domainler 180° ya da 90° 'lik domain duvarı adı verilen ara yüzlerle ayrılmıştır [5]. Bir ferroelektrik tek kristal, büyüdüğünde çok sayıda domain duvarı içerir. Tek bir domain kutuplama olarak bilinen, yeterli yüksek elektrik alan uygulanmasıyla sağlanan domain duvarı hareketiyle bulunabilir. Domainleri belli bir yönde yönlendirmek için sisteme elektrik alan uygulama işlemine kutuplama (Poling) denir [6].

Ferroelektrik seramikler, ferroelektrik domainlerin düzensiz yönlendirmelerinden ötürü piezoelektrik özellik göstermezler. Kutuplama, domainlerin daha kolay yönlenebilmesi için, Curie sıcaklığının biraz altında [7] ve

havanın dielektrik sabitinin düşük olmasından ötürü yağ banyosu içinde yapılmalıdır [8]. Kutuplama süresince, domainleri yönlendirebilmek için DC elektrik alan ferroelektrik seramik malzemeye uygulanır [9]. Kutuplama sonrasında, elektrik alan ortadan kaldırıldığında ise bazı domainler eski durumlarına geri döner. Eski hallerine dönmeyen domainlerin oluşturduğu polarizasyona ise kalıntı (remanent) polarizasyon (P_r) denir [4]. Kutuplama süresince meydana gelen değişim aşağıda Şekil 2.1’de gösterilmiştir. Yüksek bir elektrik alan, domain switching adı verilen, domainlerde ters yönlü bir polarizasyona sebep olabilir [9].

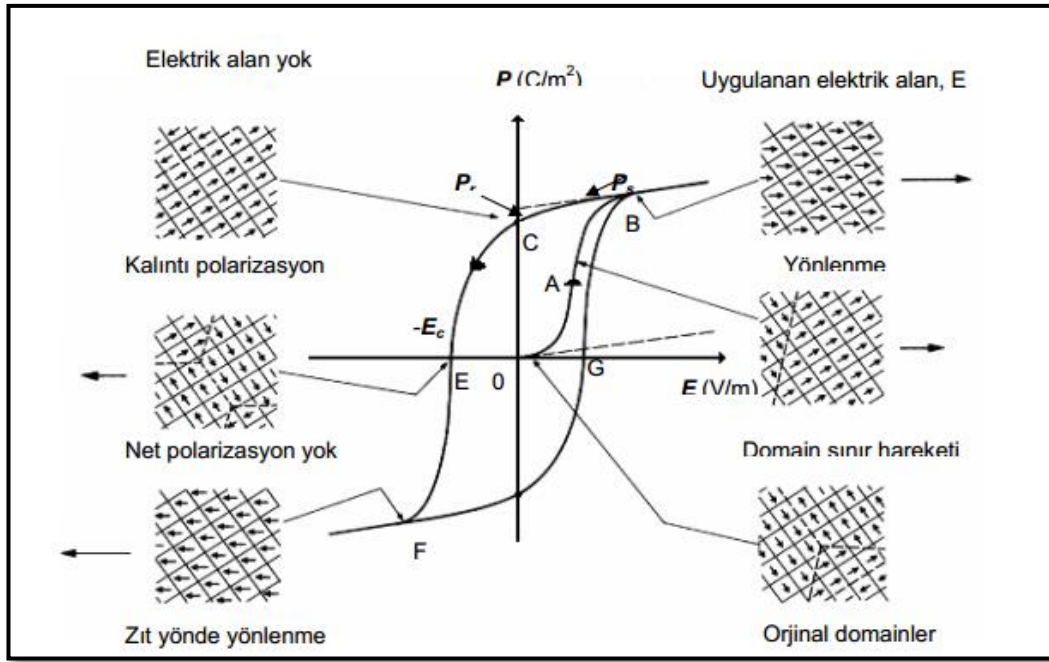


Şekil 2.1. Ferroelektrik domainler ve elektrik alan altındaki davranışları [6].

Ferroelektrik malzemeler belli sıcaklık aralığında kendiliğinden polarizasyona sahiptirler. Pek çok durumda ferroelektrik kristaller yapılarına göre değişiklik gösterebilirler yani polarizasyonlarını kaybedebilirler. Bu kristallerdeki yapı değişikliğine faz geçişi ve bu faz değişikliğinin olduğu sıcaklığa Cruie sıcaklığı denir. Bu sıcaklık geçişinde malzemelerin elektriksel, optik, mekanik ve termal özellikleri de değişiklik gösterir [4].

Domain yapıları bu tür malzemelerde lineer olmayan yani dışardan uygulanan elektrik alanın $P = P(E)$ elektriksel polarizasyonunu etkiler [4].

Şekil 2.2' de ferroelektrik malzemelerin hysteresis döngüsü verilmiştir. Bu hysteresis döngüsü domainlerin elektrik alan altında yeniden düzenlenmesini gösterir.



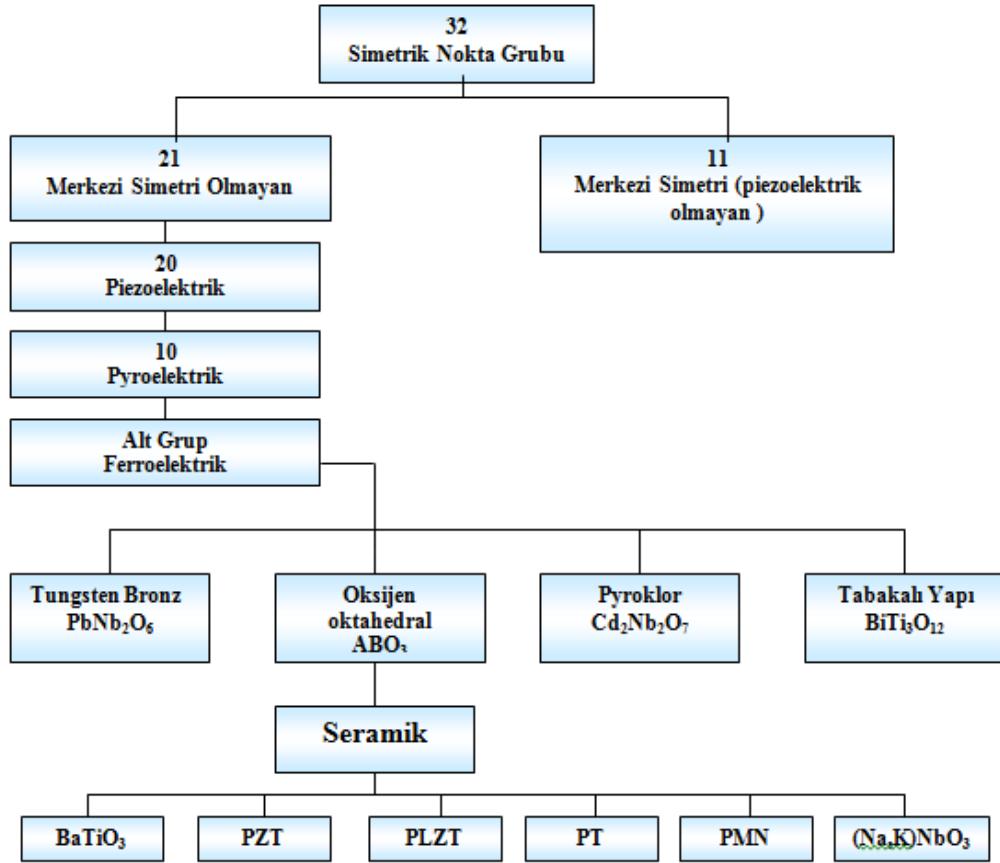
Şekil 2.2. Ferroelektrik hysteresis döngüsü

Şekil 2.2' de verilen hysteresis döngüsü ferroelektrik malzemelerin elektriksel davranışını karakterize etmede kullanılan karakterizasyon metodudur. Düşük elektrik alanlarında, polarizasyon ile elektrik alan arasındaki ilişki doğrusaldır. Elektrik alan şiddetinin artırılması ile elektrik alanın yönünden farklı yönlerde sahip domainler elektrik alanının yönüne paralel olmaya çalışırlar. Bu olay sonucunda polarizasyon artar. Polarizasyondaki bu artış tüm domainlerin yönlenmesine kadar sürer. B noktasına isabet eden elektrik alan şiddetinde kristaldeki domainlerin çoğu yönlendirilmiştir. Kristal burada doyuma ulaşmıştır. Doyumdan sonra elektrik alan şiddetinin azalmasına bağlı olarak kristalin polarizasyonu da azalmaya başlar (BC eğrisi). Elektrik alan kaldırıldığında kristalde bazı domainler eski haline dönerken bazı domainler yönlenmelerini

korurlar. Bu yüzden C ile ifade edilen polarizasyonun büyüklüğü Kalıntı (remanent) Polarizasyon (P_r) olarak tanımlanır. Elektrik alanın yönü aksi yönde değiştirildiğinde polarizasyon azalacak, işaret değiştirecek ve yine belli bir elektrik alan değerinde doyuma ulaşacaktır (CEF eğrisi). E veya G büyüklüğü ile tanımlanan elektrik alan değerine Zorlayıcı (coercive) Alan (E_c) denir. E_c polarizasyon değerini sıfıra getirmek için gerekli elektrik alanın büyüklüğüdür. BCEFGB eğrisine ise Histerisis Döngüsü denir [8].

Neuman prensibine göre, bir kristalin herhangi bir fiziksel özelliğin simetrisi o kristalin nokta grubunun simetrisini de içermek durumundadır. Eğer bir fiziksel özellik malzemenin simetri elemanına bağlıysa, bu özelliğin hacme göre değişmesi de mümkün değildir. Bu sebeple, dielektrik geçirgenlik gibi özellikler tüm malzemelerde görülürken piezoelektriklik ya da ferroelektriklik gibi özellikler yalnızca belirli simetrilere sahip malzemelerde görülür [2].

Kristaller 32 nokta grubu simetrisi içinde olup, simetri merkezine sahip olan kristaller ve simetri merkezine sahip olmayan kristaller olarak ikiye ayrılırlar. (Şekil 2.2) Bunlardan 21 tanesi merkezi simetriye sahip değil (piezoelektrik özellik etki koşulunu sağlayanlar) iken 11 tanesi merkezi simetriye sahiptir. Simetri merkezine sahip olmayan 21 nokta grubuna ait 20 nokta grubu piezoelektrik etki gösterir. Bu 20 nokta grubunun da 10 tanesinde mekanik gerilim altında polarizasyon meydana getirilirken geri kalan 10 tanesi ise kendiliğinden polarizasyona sahiptir. Bu kristaller kalıcı polarizasyon bulundurduğundan kristal, hem piezoelektrik hem de piroelektrik davranış gösterirler. Bu 10 grubun altında da kendiliğinden ve yeniden tersinir polarizasyon gösteren malzemelerin oluşturduğu bir alt grup bulunur. Bu alt grup ferroelektrik, piezoelektrik ve piroelektrik davranışlarının hepsini gösterir [10].



Şekil 2.3. Simetri nokta gruplarının elektriksel özelliklere etkisi

2.2. Piezoelektrik Etki

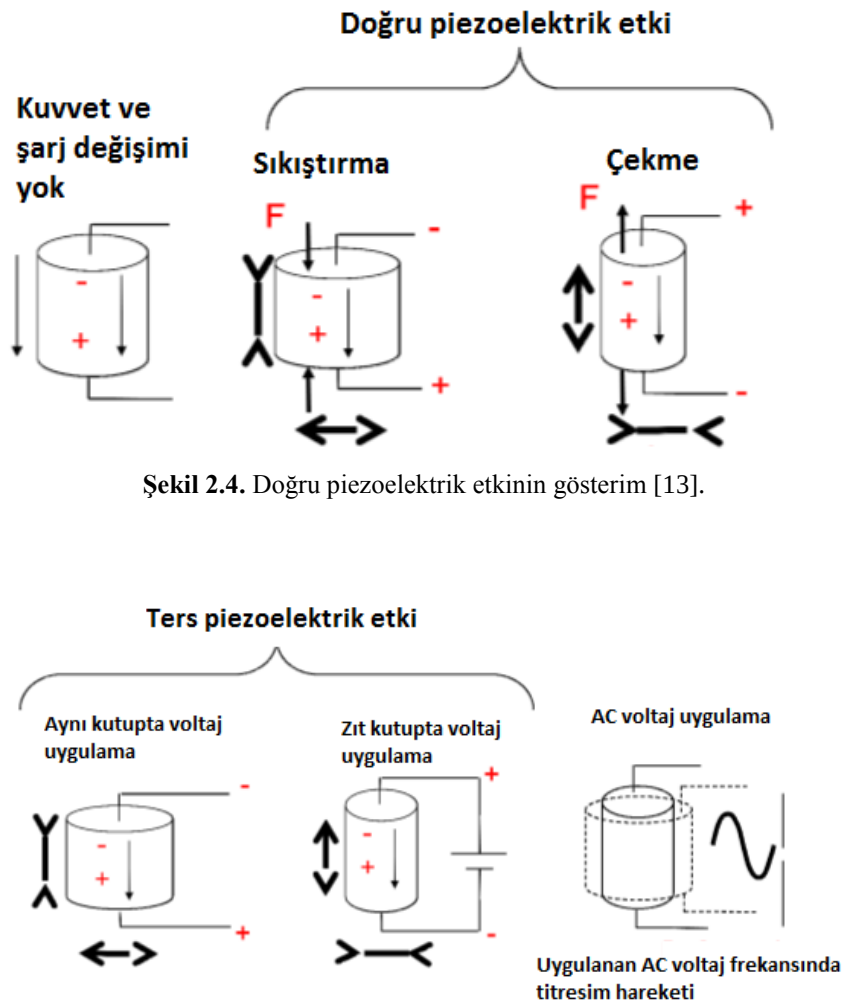
Piezoelektrik etki, kristal malzemelerin mekanik gerilim uygulandığında elektrik alanı yaratması veya elektrik alana tabi tutulduğunda mekanik deformasyona uğramasıdır. Malzemenin mekanik gerilim uygulandığında polarizasyon göstermesi düz piezoelektrik etki; bunun tam tersi olan elektrik alana tabi uygulandığında ise mekanik deformasyona uğraması ters piezoelektrik etkidir [11]. Piezoelektrik etki ters simetrisi olmayan kristal malzemelerdeki mekaniksel ve elektriksel durumlar arasında lineer bir etkileşim demektir. D_i dielektrik yerdeğiştirme ve T_{jk} doğru piezoelektrik olarak ifade edilir ve Denklem (2.1)'de yer alırlar:

$$D_i = d_{ijk} T_{jk} \quad (\text{Doğru piezoelektrik etki}) \quad (2.1)$$

Ters piezoelektrik etki ise strain (gerinim) S_{ij} ve elektrik alan olan E_k arasındaki etkileşim sonucu ortaya çıkmaktadır ve Denklem (2.2)'de ifade edilir:

$$S_{ij}=d_{kij}E_k \text{ (Ters piezoelektrik etki)} \quad (2.2)$$

Yukarıdaki iki denklemde de yer alan ve d ile gösterilen sabit piezoelektrik sabitidir ve piezoelektrik yük sabiti olarak adlandırılır [12].

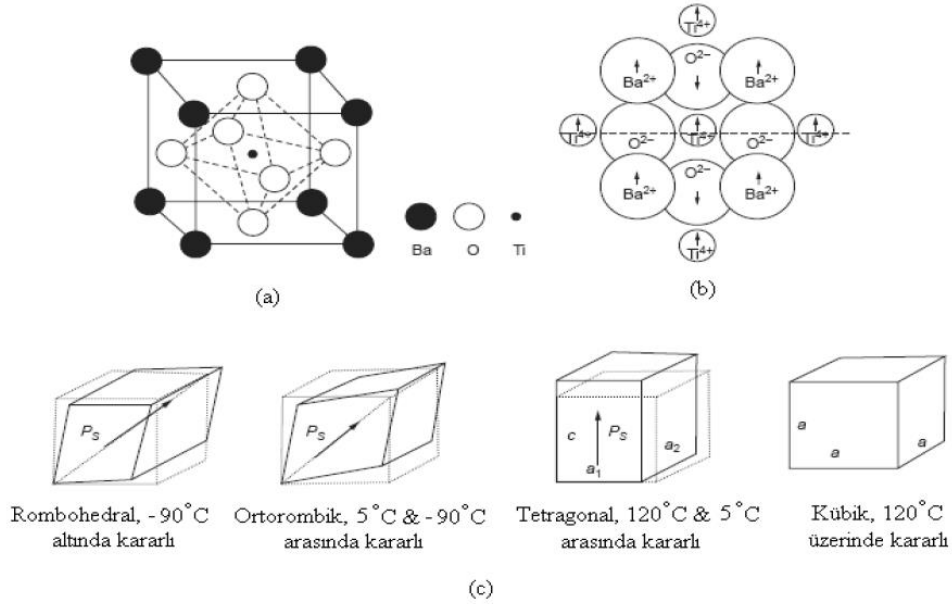


Şekil 2.5. Ters piezoelektrik etkinin gösterimi [13].

2.3. Faz Dönüşümü ve Curie Sıcaklığının Etkisi

Feroelektrik malzemelerde curie sıcaklığında (T_c) faz dönüşümleri gerçekleşmektedir. Farklı ferroelektrik malzemeler farklı T_c 'lere sahiptirler. Ferroelektrik malzemelerin çoğu, yüksek sıcaklık paraelektrik fazdan, düşük

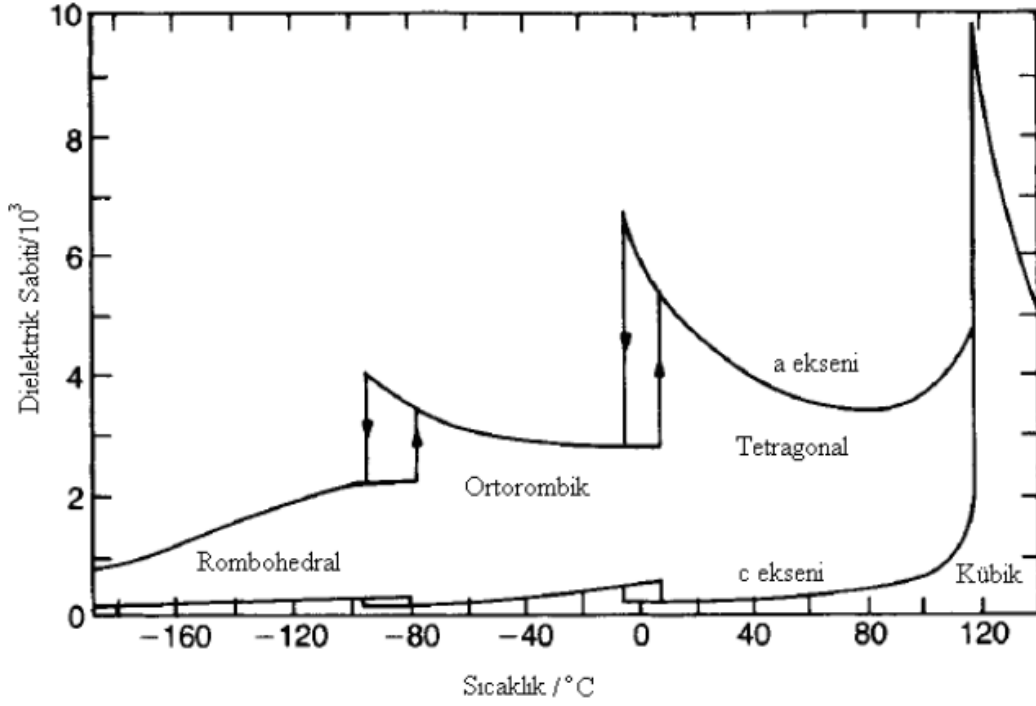
sıcaklık ferroelektrik faza doğru yapısal faz dönüşümü geçirirler. Paraelektrik faz, her zaman ferroelektrik fazdan daha yüksek simetriye sahiptir [14]. Ferroelektrik malzeme olan BaTiO_3 'a ait sıcaklığa bağlı faz dönüşümleri Şekil 2.6' da verilmiştir.



Şekil 2.6. (a) BaTiO_3 birim hücresi (b) kübik-tetragonal geçişi sebebiyle meydana gelen iyon yer değişimleri (c) birim hücre yapısının sıcaklığa bağlı olarak değişimi [15]

BaTiO_3 kristali için Curie sıcaklığı 120°C' dir ve bu sıcaklığın üzerinde kristal kübik yapıdadır (Şekil 2.6-a). Belirli bir sıcaklıktan sonra mevcut yapı kararsız hale gelir ve sistem kendini karalı hale getirmek için katyonlar c eksenı yönünde hareket ederken tetragonal yapıyı oluşturur. 120°C ve 5°C arasında yapı tetragonal olup kutup yönü (kendiliğinden polarizasyon yönü) $c > a$ olduğu c yönü boyuncadır. Yaklaşık 5°C' de, tetragonal birim hücresi yapının kararlı olabilmesi için kutup yönleri ile hücrenin yüzey köşegenleri doğrultusunda uzamasıyla ortorombik yapıya dönüşür. Bu yapı 5°C ve -90°C arasında kararlı olarak kalır. Benzer olarak, yaklaşık -90°C'de, tetragonal olan yapı birim hücrenin hacim köşegenleri doğrultusunda uzamasıyla rombohedral yapıya dönüşür (Şekil 2.6-c).

BaTiO_3 kristalinde sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşen bu faz dönüşümünde dielektrik sabitinde değişiklikler meydana gelir ve Şekil 2.7' de dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi verilmiştir.

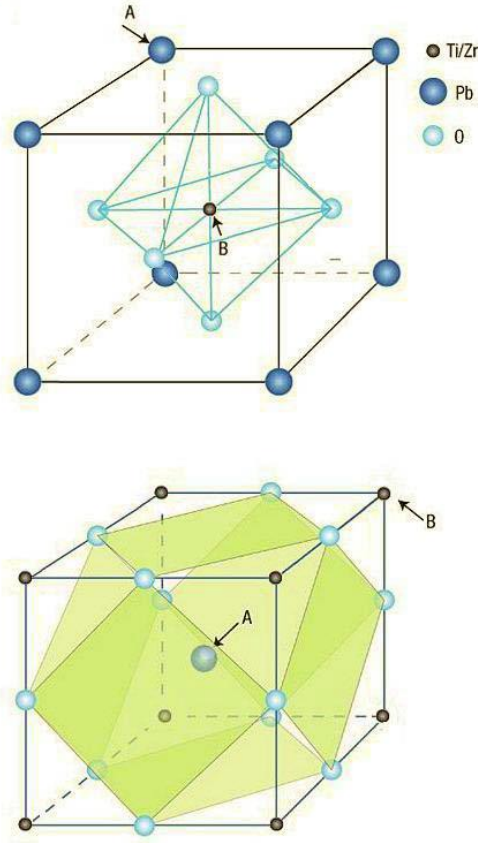


Şekil 2.7. BaTiO₃'ün sıcaklığa bağlı olarak dielektrik sabitinin değişimi [16]

Amerikan, Japon ve Rus bilim adamları birbirinden bağımsız olarak 1943 yılındaki çalışmalarında, baryum titanatın (BaTiO₃) çok yüksek dielektrik katsayısına sahip olduğunu bulmuşlardır. 1946'da Von Hippel BaTiO₃ seramiğinin ferroelektrik özelliğe sahip olduğunu keşfetmiştir. Robert yaptığı çalışmalarında ferroelektrik malzemelerin yüksek DC elektrik alanı altında piezoelektrik özelliğe sahip olduklarını bulmuştur [6]. Jaffe 1954 yılında, kurşun titanat (PbTiO₃) ve kurşun zirkonatin (PbZrO₃) oluşturduğu katı çözeltinin morfortropik faz sınırında (MPB) yüksek piezoelektrik özelliğe sahip olduğunu keşfetmiştir. Böylece PZT (PbZrTiO₃) seramikleri bu faz sınırında BaTiO₃'a oranla yaklaşık olarak iki kat daha fazla piezoelektrik katsayısına sahip olduğu ve -50°C' den 200°C ye kadar hiç faz dönüşümüne uğramadıkları için BaTiO₃'ın yerini almışlardır [8].

2.4. Piezoelektrik Seramiklerin Kristal Yapısı ve Denge Faz Diagramı

PZT sistemleri ABO₃ kimyasal formülü ile gösterilen perovskit kristal yapısına sahiptir. Burada O oksijen olup A ve B katyonları temsil eder. İdeal bir perovskit yapısı Şekil 2.8' de verilmiştir.



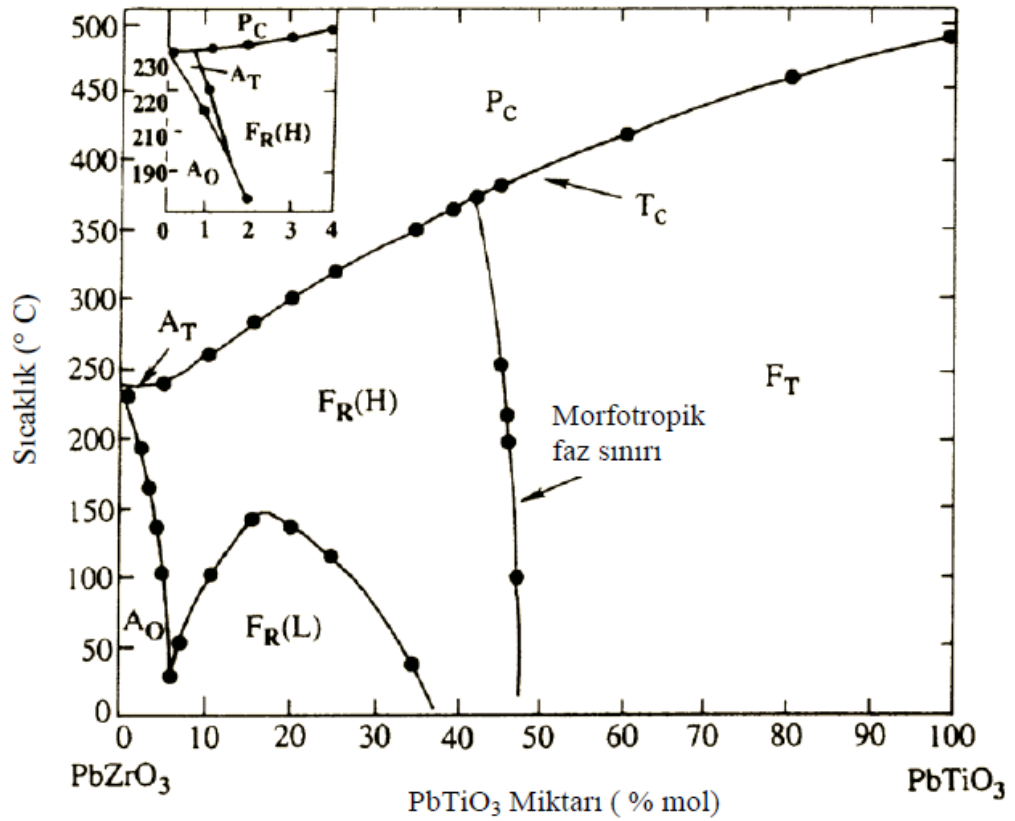
Şekil 2.8. İdeal bir perovskit kristal yapısı

Burada her büyük Pb atomu 12 komşu oksijen atomuna sahiptir. Bununla beraber her titanyum-zirkonyum atomu oktahedral koordinasyonda 6 oksijen atomuna sahiptir. Yüzey merkezli kübik yapıyı kurşun ve oksijen atomları birlikte oluştururlarken titanyum ve zirkonyum atomları oktahedral arayerlere yerleşirler [8].

$\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ kübik, tetragonal ve rombohedral kristal yapılarında bulunmaktadır. Bu kristal yapılar sıcaklık ve Zr/Ti oranlarına bağlı olarak değişmektedir. Şekil 2.9'da kurşun titanatın (PbTiO_3) ve kurşun zirkonatın (PbZrO_3) denge faz diagramı verilmiştir. Burada T_c çizgisi yüksek sıcaklık paraelektrik kübik kristal yapı ile düşük sıcaklık ferroelektrik kristal yapıyı birbirinden ayırır. Morfotropik faz sınırı ise ferroelektrik alanı iki bölgeye ayırır: $\langle 111 \rangle$ boyunca 8 adet yönelmiş alan düzeyine sahip rombohedral PbZrO_3 ile $\langle 100 \rangle$ boyunca 6 adet yönelmiş alan düzeyine sahip tetragonal PbTiO_3 . Bu sınır (MPB) oda sıcaklığında $\text{Zr/Ti} = 52/48$ değerindeyken elde edilmektedir [8]. Bu

faz diyagramından da görüldüğü üzere PZT katı çözeltisi değişik avantajlara sahiptir [28]:

- i. Simetri kübik ve Curie sıcaklığının üstünde yapı perovskittir.
- ii. Bağlı olarak yüksek Curie sıcaklığına sahip olması, ferroelektrik yapının sürdürüldüğü kullanım sıcaklık aralığını artırmaktadır.
- iii. MPB birinci derecedendir ve bu yüzden bu sınır yakınında iki faz içeren bölge bulunmaktadır.
- iv. MPB etrafındaki 2 faz içeren bölgede toplam 14 olası polarizasyon durumu bulunmaktadır ve bu PZT'nin kolay kutuplanmasına sebep olmaktadır.
- v. MPB hemen hemen düşey olduğundan dolayı bu sınır etrafında elde edilen özellikler geniş sıcaklık aralığında sürdürülebilmektedir.



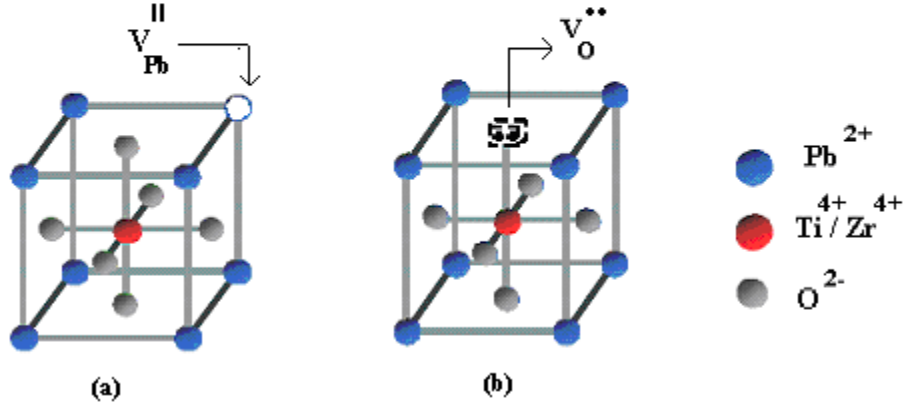
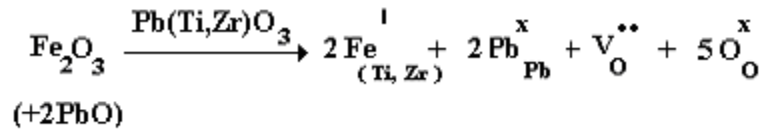
Şekil 2.9. PZT faz diagramı

2.5. PZT Sistemlerin Sınıflandırılması

Genellikle PZT sistemler belirli uygulamalar için katkılarla modifiye edilirler. Bu katkılar dört gruba ayrılabilirler: donör, akseptör, izovalans ve multivalans [17, 18].

Pb^{+2} yerine La^{+3} , Zr^{+4} yerine Nb^{+5} gibi donör ilavelerinde katyon (metal) boşlukları oluşur. Metal iyon boşluklarının oluşması, yönlenmiş alan duvarlarının daha kolay hareket etmesine yol açar ve bu yüzden yüksek piezoelektrik katsayılarına sahiptirler. Yüksek elektrik alanı altında kare histerisis döngüsüne sahiptirler ve yüksek dielektrik kayıpları vardır. Kutuplama operasyonunda oluşan iç gerilmeler, kutuplama sonrasında hızlı olarak yok olurlar bu da yaşlanmayı azaltır. Bu PZT katı çözeltilerine yumuşak PZT denir ve içlerindeki metal boşluklar elastik dalgayı zayıflatırlar; böylece hem mekaniksel kalite faktörü Q_M hem de elektriksel kalite faktörü Q_E azalır.

Akseptör katkılarda, katkı katyonunun yükü yerdeğiştirdiği iyonun yükünden daha düşüktür. Örneğin Fe^{+3} , Zr^{+4} veya Ti^{+4} ile yer değiştirir. Yük dengesizliği genel olarak oksijen boşlukları ile kompanse edilir. Bu oksijen boşlukları akseptör-boşluk dipollerinin oluşmasına ve bu dipollerin domainlerin tekrar oryantasyonlarının engellemesine yol açarlar. Katkı iyonu negatif, oksijen boşluğu da pozitif iyon gibi davranıp bir hata çifti oluştururlar. Bu hata çiftleri hareket ederek domain duvarlarına taşınırlar ve kutuplama esnasında domain duvarlarının hareketini zorlaştırırlar. Bu tür PZT lere “sert PZT” denir. Sert PZT lerin piezoelektrik katsayıları düşüktür, zor kutuplanırlar ancak zor depoling olurlar ve yüksek derecede asimetrik histerisis döngüsü, yüksek Q_M ve düşük kayıplarla karakterize edilirler. Kristal yapı içerisinde oksijen ile oksijen boşluğunun yer değiştirebilmesi, bu hata çiftinin hareket etmesine neden olur. Oksijen boşluğunun kristal yapı içerisindeki oluşumu, Şekil 2.10’ da gösterilmiştir. Fe^{3+} iyonu kristal yapı içerisindeki Ti^{4+}/Zr^{4+} iyonunun yerine geçer ve yapıda elektron fazlalığı meydana gelir. Yük dengesini korumak amacıyla her bir Fe için yapıda $\frac{1}{2} V''_O$ (oksijen boşluğu) oluşturulur. Bu reaksiyon Şekil 2.10’daki gibi gerçekleşir:



Şekil 2.10. PZT kristal yapısında katyon ve oksijen boşluğu oluşumu

İzovalans katkı grubunu ise Pb^{+2} ile yerdeğiştiren Ba^{+2} veya Sr^{+2} yada B pozisyonundaki katyonları ile yer değiştiren Sn^{+2} gibi katyonlar oluşturur. Bu katkılar Curie sıcaklığını düşürürler ve dielektrik kayıpları azaltırlar. Multivalans katkılar ise Ti^{+4} veya Zr^{+4} yer değiştirirler ve yaşlanma etkisini azaltırlar. PZT kompozisyonlarında kullanılan katkılar Tablo 2.1' de verilmiştir:

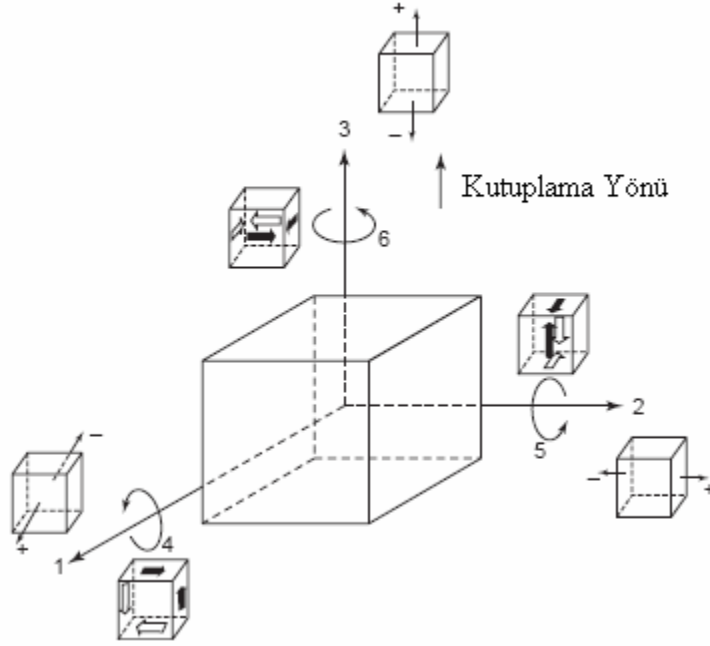
2.6. Piezoelektrik ve Dielektrik Özellikler

Piezoelektrik özellik bir kristalde yöne bağlı olarak değişkenlik gösterdiği için tensörlerle ifade edilirler. Yöne bağlı olarak değişen bu özellikleri ifade edebilmek için yön ve oryantasyonu tanımlayan alt indisler kullanılır ve Şekil 2.11'de alt indislerin yönleri verilmiştir.

“3” alt indisi kutuplama yönünü gösterirken “1”ve “2” alt indisler de “3” yönüne dik eksenleri ifade eder. “4”, “5” ve “6” alt indisleri “1”, “2” ve “3” yönlerine dik gerilme ve gerinmenin olduğu kayma düzlemlerini belirtir. Piezoelektrik katsayılar 3 üncü dereceden bir tensördür ancak matematiksel olarak kolaylık sağlaması için iki alt indise indirgenir [2]. Birinci alt indis elektrik alan yönünü gösterirken, ikinci alt indis ise mekanik gerilimin yönünü gösterir.

Tablo 2.1. PZT kompozisyonlarında kullanılan katkılar

Pb yerine donörler	$\text{La}^{+3}, \text{Bi}^{+3}, \text{Nd}^{+3}, \text{Sb}^{+3}, \text{Th}^{+4}$	- Fazla oksijen boşluğu konsantrasyonu - Yüksek mekanik kalite faktörü (Q_m)	SERT PZT
Ti-Zr yerine donörler	$\text{Nb}^{+5}, \text{Ta}^{+5}, \text{Sb}^{+5}, \text{W}^{+6}$	- Yüksek zorlayıcı alan - Düşük dielektrik sabiti - Düşük dielektrik kayıp - Düşük domain duvar hareketliliği - Düşük piezoelektrik sabitleri	
Pb yerine akseptörler	$\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{Rb}^+$	- Düşük oksijen boşluğu konsantrasyonu - Düşük mekanik kalite faktörü	YUMUŞAK PZT
Ti-Zr yerine akseptörler	$\text{Fe}^{+3}, \text{Al}^{+3}, \text{Sc}^{+3}, \text{In}^{+3}, \text{Cr}^{+3}, \text{Co}^{+3}, \text{Ga}^{+3}, \text{Mg}^{+2}$	- Düşük zorlayıcı alan - Kolay kutuplanma - Yüksek dielektrik sabiti - Yüksek dielektrik kayıp - Yüksek domain duvar hareketliliği - Anormal düşük yaşlanma etkileri - Yüksek piezoelektrik sabitleri	
İzovalans katkıları	$\text{Sr}^{+2}, \text{Ca}^{+2}, \text{Ba}^{+2}$ (Pb^{+2} için) Sn^{+4} (Ti^{+4} veya Zr^{+4} için)	Curie sıcaklığını düşürürler ve dielektrik kayıpları azaltırlar.	
Multivalans katkıları	Cr, U, Mn	Yaşlanma etkisini azaltırlar.	



Şekil 2.11. Kutuplanmış piezoelektrik malzemelerin anizotropik davranışlarını ifade etmek için kullanılan alt indis sembolleri [15].

2.6.1. Dielektrik sabiti ve dielektrik kayıp faktörü

Dielektrik sabiti ya da relatif geçirgenlik malzemelerin geçirgenliğinin boşluğun geçirgenliğe oranı olarak tanımlanır ve malzemenin yük depolayabilme ya da polarize olabilme kabiliyetidir. İdealde akım ve voltaj arasındaki faz açısının 90° olması gerekirken gerçek malzemelerde bu açı hiçbir zaman 90° değildir. Bu durum bize gerçekte malzemelerde sonlu bir direnç olduğunu ve bunun neden olduğu kayıpların varlığını göstermektedir. Bu kayıplar sızıntı akım veya açığa ısıнын çıkması şeklinde görülebilir. Kayıp açısı δ olarak tanımlanırken, dielektrik kayıp $\tan\delta$ olarak tanımlanır. Dielektrik sabitinin matematiksel karşılığı Denklem (2.3)'de gösterilmiştir.

$$K = \frac{\epsilon_r}{\epsilon_0} = \frac{Cxt}{\epsilon_0 x A} \quad (2.3)$$

K= Bağlı dielektrik katsayısı

ϵ_0 =Vakumun geçirgenliği (8.85×10^{-12} F/m)

ϵ_r = Malzeme geçirgenliği (F/m)

C= Kapasitans (F)

t= Elektrotlar arasındaki mesafe (m)

A= Elektrotların yüzey alanı (m^2)

2.6.2. Piezoelektrik yük katsayısı (d)

Malzemeye uygulanan mekanik gerilimin elektriksel polarizasyon veya uygulanan elektrik alanın gerinim meydana getirmesi piezoelektrik özelliktir. Bu özellik 3. dereceden tensördür ve “ d_{ijk} ” olarak tanımlanır. Düz piezoelektrik etkinin birimi Columb/Newton (C/N), ters piezoelektrik etkinin birimi ise metre/Volt (m/V) dur. Denklem (2.4) ve (2.5)’de genel formülleri verilmiştir.

$$P_i = d_{ijk} X_{jk} \text{ Düz Etki} \quad (2.4)$$

$$X_{jk} = d_{kij} E_k \text{ Ters Etki} \quad (2.5)$$

d_{33} , 3 yönünde uygulanan birim gerilimin, 3 yönünde oluşturduğu kutuplanmayı ifade eder. Ya da 3 yönünde uygulanan birim elektrik alanının 3 yönünde oluşturduğu gerilimi gösterir. Malzemenin mekanik, dielektrik ve elektromekanik özelliklerinden yararlanılarak d_{33} hesaplanabilir ve Denklem (2.6)’da gösterilmiştir.

d_{31} , 1 yönünde uygulanan birim gerilimin, 3 yönünde oluşturduğu kutuplanmayı gösterir. Ya da 3 yönünde uygulanan birim elektrik alanının, 1 yönünde oluşturduğu gerinimi ifade eder. Kutuplanma yönü 3 doğrultusundadır. Denklem (2.7)’de d_{31} katsayısının formülü verilmiştir.

$$d_{33} = k_{33} \sqrt{\epsilon_0 K_3^T} S_{33}^E \text{ C/N} \quad (2.6)$$

$$d_{31} = k_{31} \sqrt{\epsilon_0 K_3^T} S_{11}^E \text{ C/N} \quad (2.7)$$

K_{ij} = Elektromekanik bağlaşma katsayısı

S_{ij}^E = Elastik katsayısı, m^2/N

K_3^T = Bağıl dielektrik sabiti

2.6.3. Piezoelektrik voltaj katsayısı (g)

Piezoelektrik voltaj sabiti g, uygulanan birim mekanik gerilme sonucu piezoelektrik malzeme tarafından oluşturulan elektrik alan veya uygulanan birim elektrik alan sonucu piezoelektrik malzeme tarafından oluşturulan mekanik gerinimdir. Alt indislerin ilki, malzeme içinde oluşturulan elektrik alanın yönünü ikincisi ise, uygulanan gerilmenin yönünü belirtir. Piezoelektrik bir malzemenin uygulanan bir fiziksel gerilmeye tepki olarak oluşturduğu elektrik alanının gücü uygulanan gerilme ve piezoelektrik voltaj sabitinden etkilendiğinden, sensör uygulamaları için kullanılan malzemenin doğru olup olmadığının belirlenmesinde piezoelektrik voltaj sabitinin rolü büyüktür. g'nin alt indislerine göre ifade ettiği anlamlar Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2. Piezoelektrik voltaj sabiti indislerinin ifadesi [19]

G	Açıklama
g_{33}	3* yönünde uygulanan birim gerilme sonucu 3 doğrultusunda oluşan elektrik alanı veya 3 yönünde uygulanan birim elektrik ötelenme sonucu 3 yönünde oluşan gerinim
g_{31}	1** yönünde uygulanan birim gerilme sonucu 3 doğrultusunda oluşan elektrik alanı veya 3 yönünde uygulanan birim elektrik ötelenme sonucu 1 yönünde oluşan gerinim.
g_{15}	2** yönünde uygulanan birim kayma gerilmesi sonucu 1 doğrultusunda oluşan elektrik alanı veya 1 yönünde uygulanan birim elektrik ötelenme sonucu 2 yönünde oluşan kayma gerinim.
*seramik elemanın polarize edildiği doğrultu ile aynı **seramik elemanın polarize edildiği doğrultuya dik	

Piezoelektrik voltaj sabitesi, d (piezoelektrik yük sabiti) ile ilişkilidir ve Denklem (2.8)'de gösterilmiştir.

$$g_{33} = d_{33} / \epsilon_0 K_3 \text{ (Volt.metre/Newton)} \quad (2.8)$$

2.6.4. Elastik esneklik (s)

Piezoelektrik malzemeye 11 ve 33 doğrultularında uygulanan birim gerilme sonucu oluşan gerinimdir. Aynı zamanda elastik modülü (Young Modülü)' nün tersidir. S^D sabit elektrik yer değişimi olduğunda, S^E ise sabit elektrik altında ölçülmüş olan esnekliği ifade eder. İlk indis gerinimin, ikinci indis ise gerilimin doğrultusunu gösterir.

S_{11}^E ; Sabit elektrik alan altında (kapalı devre koşulları), 1 doğrultusundaki (kutuplama doğrultusuna dik) gerilim ve 1 doğrultusunda oluşan gerinime sahip elastik esnekliği ifade eder.

S_{33}^D ; Sabit elektrik yer değişimi altında (açık devre koşulları), 3 doğrultusundaki (kutuplama doğrultusuna paralel) gerilim ve 3 doğrultusunda oluşan gerinime sahip elastik esnekliği ifade eder.

S_{11}^E ve S_{33}^D katsayıları malzemenin yoğunluk değerleri, fiziksel boyutları ve rezonans-antirezonans frekanslarından yararlanılarak hesaplanabilir ve Denklem (2.9) ve (2.10)'da gösterilmiştir. Malzemenin mekanik ve elektromekanik özelliklerinden yararlanılarak hesaplanması ise Denklem (2.11) ve (2.12)'de gösterilmiştir.

$$S_{11}^E = \frac{1}{4 \rho f_r^2 l^2} \quad (\text{m}^2/\text{N}) \quad (2.9)$$

$$S_{33}^D = \frac{1}{4 \rho f_a^2 l^2} \quad (\text{m}^2/\text{N}) \quad (2.10)$$

$$S_{11}^D = (1 - k_{31}^2) S_{11}^E \quad (\text{m}^2/\text{N}) \quad (2.11)$$

$$S_{33}^E = \frac{S_{33}^D}{(1 - k_{31}^2)} \quad (\text{m}^2/\text{N}) \quad (2.12)$$

ρ : yoğunluk, kg/m³

l : numunenin uzunluğu, m

f_r : Rezonans frekansı, Hz

f_a : Antirezonans frekansı, Hz

2.6.5. Elektromekanik bağlaşma faktörü (k_{eff})

Piezoelektrik malzemenin elektrik enerjisini mekanik enerjiye veya mekanik enerjisinin elektrik enerjisine ne kadar verimli çevirdiğinin bir ölçüsüdür. Elektriksel çıkış (output) enerjisinin, toplam mekanik giriş (input) enerjisinin oranının karakökü olarak (doğru etki) veya mevcut mekanik enerjinin, toplam elektriksel giriş enerjisine oranının karakökü olarak (ters etki) tanımlanır [14]. Aşağıdaki Denklem (2.13), (2.14) ve (2.15)'de elektromekanik bağlaşma faktörünün formülleri verilmiştir.

$$k_{eff}^2 = \frac{\text{depolanan elektrik enerjisi miktarı}}{\text{uygulanan mekanik enerji}} \quad (2.13)$$

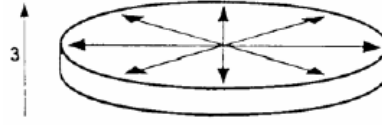
$$k_{eff}^2 = \frac{\text{depolanan mekanik enerjisi miktarı}}{\text{uygulanan elektrik enerjisi}} \quad (2.14)$$

$$\frac{k_{eff}^2}{1-k_{eff}^2} = \frac{f_a^2 - f_r^2}{f_r^2} \quad (2.15)$$

Elektromekanik dönüşüm hiçbir zaman %100 değildir bu yüzden k_{eff} her zaman 1 den küçüktür. Genellikle piezoelektrik malzemelerin değer katsayısı olarak kullanılan k_{eff} yüksek değerlerde istenir [15].

2.6.6. Düzlemsel elektromekanik bağlaşma katsayısı (k_p)

Piezoseramik elemanın boyut ve şekillerine göre elektromekanik bağlaşma faktörü özel ifadeler almaktadır. Bunlardan bir tanesi düzlemsel elektromekanik bağlaşma katsayısıdır ve k_p ile gösterilir. İnce bir disk için bu değer radyal titreşimlere sebep olan, 3 yönündeki elektrik alan ile çap düzlemindeki mekanik etkiyi temsil eder ve Şekil 2.12' de gösterilmiştir. Bu duruma radyal bağlaşma denmektedir [14]. Tablo 2.3' de elektromekanik bağlaşma katsayısı ve indislerinin açıklamaları verilmiştir.



Şekil 2.12. Piezoelektrik diskin radyal salınımları

Tablo 2.3. Elektromekanik bağlaşma katsayı indisleri ve açıklamaları

K	Açıklama
k_{33}	3 yönündeki elektrik alanı ve yine 3 yönündeki boyuna titreşimler için elektromekanik bağlaşma faktörü (seramik tel, uzunluk>10x çap)
k_t	3 yönündeki elektrik alanı ve yine 3 yönündeki boyuna titreşimler için elektromekanik bağlaşma katsayısı (ince disk, yüzey boyutları kalınlığa nispeten daha büyük; $k_t < k_{33}$)
k_{31}	3 yönündeki elektrik alanı ve 1 yönündeki boyuna titreşimler için elektromekanik bağlaşma katsayısı (seramik tel)
k_p	3 yönündeki elektrik alanı ve 1 ve 2 yönündeki radyal titreşimler için elektromekanik bağlaşma katsayısı (ince disk)

Denklem (2.16), (2.17), (2.18) ve (2.19)'da rezonans-antirezonans metoduyla k_{33} , k_{31} 'in matematiksel olarak hesaplanması gösterilmiştir.

$$k_p = \sqrt{2.51 \frac{f_a - f_r}{f_a} - \left(\frac{f_a - f_r}{f_a}\right)^2} \quad (2.16)$$

$$\frac{k_{31}^2}{1 - k_{31}^2} = \frac{\pi}{2} \left(1 + \frac{\Delta f}{f_r}\right) \tan\left(\frac{\pi \Delta f}{2 f_r}\right) \quad (2.17)$$

$$k_{33}^2 = \frac{\frac{\pi}{2}}{1 + \frac{\Delta f}{f_r}} \tan \frac{\frac{\pi \Delta f}{2 f_r}}{1 + \frac{\Delta f}{f_r}} \quad (2.18)$$

$$\Delta f = f_a - f_r \quad (2.19)$$

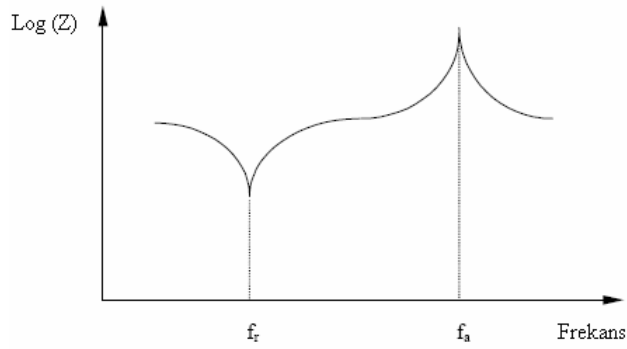
k_{ij} =Elektromekanik düzlemsel bağlaşma katsayısı

f_r = Rezonans frekansı (Hz)

f_a = Anti-rezonans frekansı (Hz)

2.6.7. Mekanik kalite faktörü

Piezoelektrik malzemelerin mekanik kalite faktör değeri rezonans ve antirezonans metoduyla yani frekansa bağlı impedansın ölçülmesiyle bulunur. Piezoelektrik malzeme rezonans frekansında (f_r) minimum, anti-rezonans frekansında (f_a) maksimum impedansa sahiptir ve Şekil 2.13’de rezonans anti-rezonans eğrisi verilmiştir. Rezonans frekansı altında ve antirezonans frekansı üzerinde piezoelektrik malzeme bir kapasitör gibi davranır fakat bu frekanslar arasında malzeme indükleyici gibi davranır. Mekanik kalite faktörü (Q_m) piezoelektrik malzemenin titreşim elemanı olarak kalitesini belirler ve rezonans pikinin keskinliği büyüklüğü hakkında bilgi verir. Pik ne kadar dar ve keskin ise yüksek, ne kadar geniş ve yuvarlaksa düşük mekanik kalite faktörüne sahiptir [20].



Şekil 2.13. Rezonans-anti rezonans eğrisi

Mekanik kalite faktörünün matematiksel ifadesi Denklem (2.20)’de gösterilmiştir.

$$Q_m = \frac{1}{2\pi f_r Z_m C_0} \left(\frac{f_a^2}{f_a^2 - f_r^2} \right) \quad (2.20)$$

f_r = Rezonans frekansı (Hz)

f_a = Anti rezonans frekansı (Hz)

Z_m = Rezonanstaki impedansı (Ω)

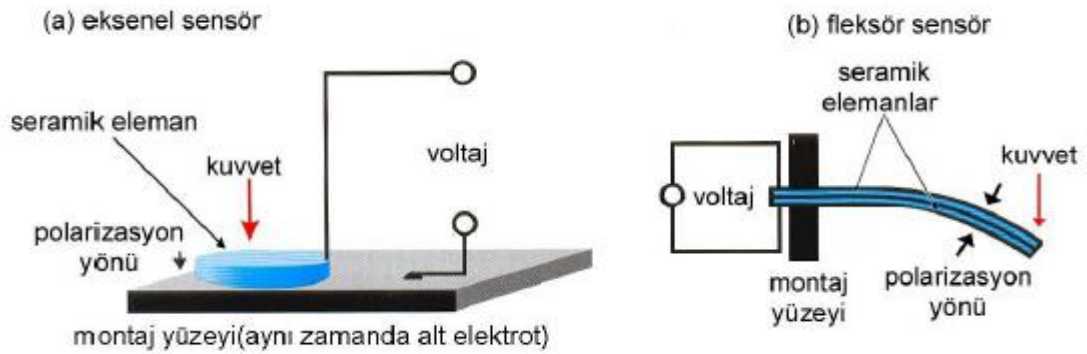
C_0 = 1 kHz’de ölçülen kapasitans (F)

2.7. Piezoelektrik Malzemelerin Uygulama Alanları

Piezoelektrik malzemelerin gösterdiği doğru ve ters etki özelliklerinden ötürü 4 farklı ana uygulama alanı bulunmaktadır. Bunlar sensörler, üreteçler, actuatorlar (eyleyici) ve transdüserlerdir (dönüştürücüler).

2.7.1. Sensörler

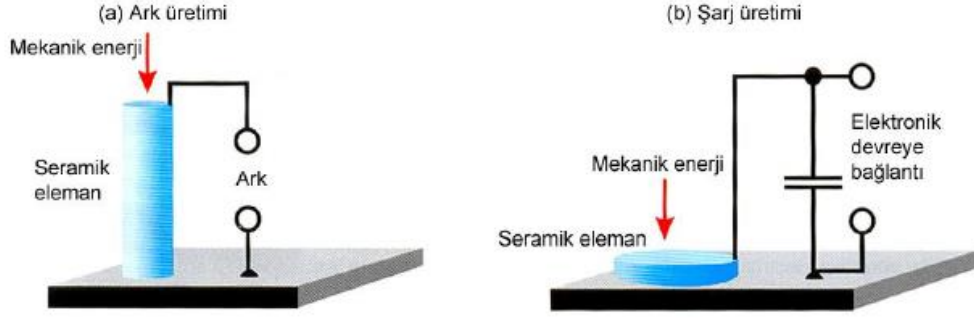
Sensörler, piezoelektrik etkinin doğru etkisinden yararlanarak uygulanan basınç gibi mekanik etkiyi elektrik sinyaline çevirirler. Bazı sensör uygulamalarında mekanik etki doğrudan piezoelektrik malzemenin üzerine etki ederken, bazı uygulamalarda piezoelektrik malzemeye akustik sinyal etki eder ve oluşan titreşim elektrik sinyaline dönüştürülür. Genellikle sensörler gelen sinyali duyulabilir, görülebilir ve hissedilebilir cevaplara dönüştürürler [35]. Eksenel ve fleksör olmak üzere iki temel çeşit sensör mevcuttur ve Şekil 2.14’ de gösterilmiştir.



Şekil 2.14. a) Eksenel sensör b) Fleksör sensör

2.7.2. Üreteçler

Piezoelektrik malzemelerden dizayn edilen üreteçler voltaj üretirler. Üreteçler herhangi bir elektrot aralığında ark oluşturabilirler ve bu özelliklerinden dolayı yakıt ateşleyicilerinde, kombi gibi cihazlarda, kaynak ekipmanlarında ve daha birçok cihazda piezo-çakmak (ateşleme aparatı) olarak kullanılırlar ve Şekil 2.15’de gösterilmiştir [19].



Şekil 2.15. Piezoelektrik eleman kullanılarak oluşturulan elektrik enerjisi **a)** Ark üretimi **b)** Şarj üretimi

2.7.3. Aktuatörler (Eyleyiciler)

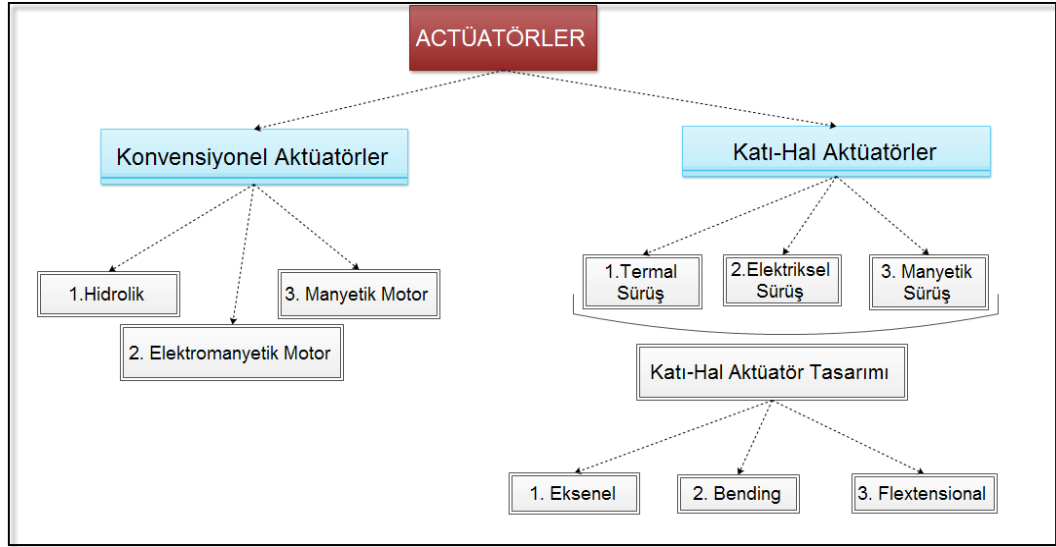
Aktuatörler (eyleyiciler) elektrik sinyallerini yüksek çözünürlükte yer değiştirmeye çevirirler. Yani piezoelektrik etkinin ters etkisinden yararlanarak gelen elektrik enerjisini mekanik enerjiye çevirirler. İyi bir eyleyici düşük sürüş voltajında hızlı cevap yeteneğine sahiptir. Aktuatörlerin gösterdiği yüksek hassasiyetteki hareketten ötürü geniş kullanım alanları bulunmaktadır. Makinalarda kullanılan takımların hassas şekilde kalibrasyonunda, optik sistemlerde kullanılan optik lens veya aynaların hassas bir şekilde hareketini sağlayan malzemeler aktuatörlerdir. Ayrıca piezoelektrik aktuatörler, uygulamasına göre hidrolik valfleri, küçük hacimdeki motorları veya özel amaçlı motorları kontrol etmede de kullanılabilirler [19].

2.7.4. Transdüserler (Dönüştürücüler)

Sinyal gönderip alan üniteler transdüser olarak adlandırılır. Piezoelektrik transdüserler, elektrik enerjisini ses veya ses üstü titreşen mekanik enerjiye dönüştürebilirler. Piezoelektrik etki iki yönlü olduğundan transdüserler, elektrik enerjisinden ultrasonik sinyaller üretebildiği gibi ses dalgasını da elektrik sinyaline dönüştürebilirler. Bu özelliğinden dolayı transdüserler kullanılarak mesafe, akış, sıvı seviyesi ölçen cihazlar geliştirilmiştir. Bu cihazlarda sinyal gönderme ve alma işlemleri tek bir piezoelektrik transdüserle yapılabildiği gibi her iki işlem için ayrı ayrı piezoelektrik transdüser kullanan cihazlar da mevcuttur [19].

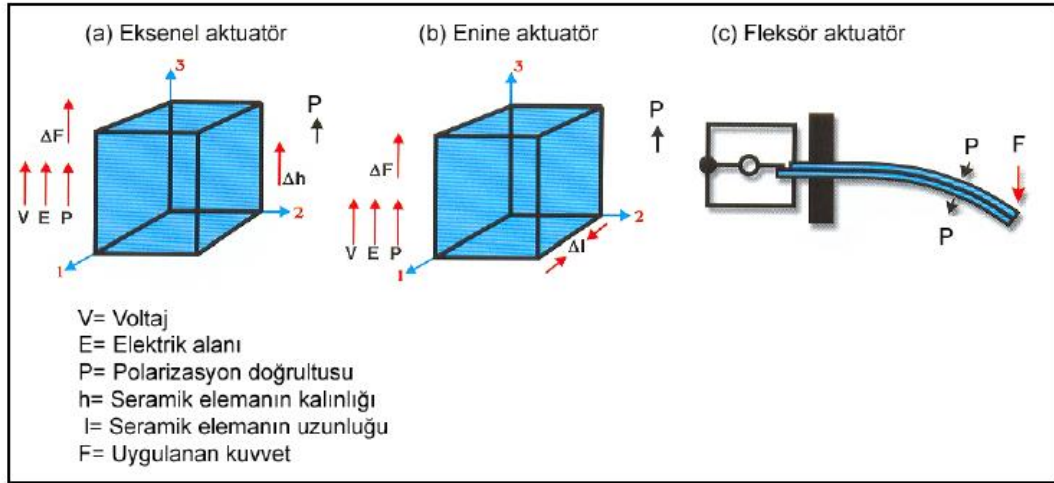
3. PİEZOSERAMİK UYARICILAR (AKTUATÖRLER) VE ADAPTİF OPTİK UYGULAMALAR

Piezoseramik aktüatörler elektrik alan uygulandığında mekanik deformasyona uğrayarak yer değiştirirler. Uyarıcıları (aktüatör), “geleneksel uyarıcılar” ve “katı hal uyarıcılar” olmak üzere iki ana başlıkta toplamak mümkündür. Konvansiyonel uyarıcılar ise kendi içinde, hidrolik pnomatik, elektro-manyetik motor ve selenoid sistemler olarak üç ana başlıkta toplanabilir ve Şekil 3.1’ de aktüatörlerin sınıflandırılması gösterilmiştir. Geleneksel uyarıcıların ortak noktası yüksek güç ve yüksek hareket (deplasman) yeteneğine sahip olmalarıdır. Katı hal uyarıcıları ise fiziksel itki temeline dayanarak ısı, elektrik ve manyetik esaslı olmak üzere üç grupta sınıflandırılabilir. Bu üç grupta yer alan malzemelerden, ısı itki kuvvetine sahip olanlara şekil hafızalı malzemeler, elektrik itki kuvvetini kullananlara elektrostriktif (piezoelektrik) malzemeler ve manyetik itki kuvvetini kullananlara ise magnetostriktif malzemeler denilmektedir. Bu malzemelerin ortak özellikleri ise düşük kuvvetlerde hassas deplasman yetenekleridir. Kullanım alanına göre her üç malzemenin de farklı uygulamalarda kullanıldığı bilinmektedir. Bu malzemeler arasında piezoelektrik olanlar; hassas deplasman, hızlı tepki ve yüksek tekrarlanabilirlik özelliklerinden dolayı optik sistemler başta olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadırlar. Piezoelektrik esaslı uyarıcı sistemlerde istenen temel özellikler olan deplasman, hız ve kuvvet göz önüne alınarak şekillendirilmiş farklı bir çok ürün tasarlanmıştır. Bu ürünler de kendi arasında sınıflandırıldığında; çoğunlukla bimorf, çok katmanlı ve kompozit esnek yapılar kullanılmaktadır.



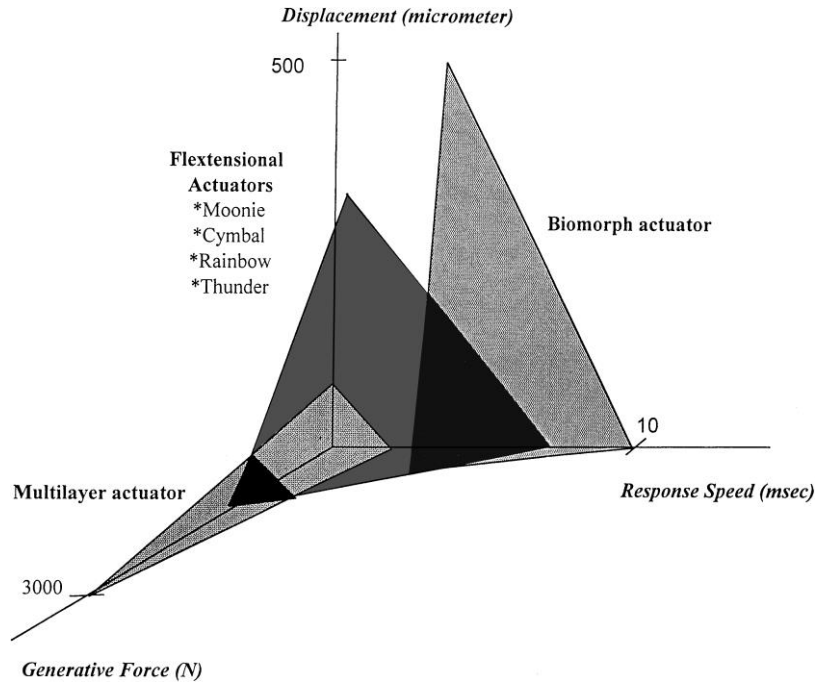
Şekil 3.1. Aktüatörlerin sınıflandırılması

Piezoelektrik uyarıcılar, elektrik sinyalinin yüksek hassasiyetle (nm seviyesinde) deplasmana çevirirler. Uyarıcılar, temel olarak eksenel, enine ve fleksör uyarıcılar olarak gruplandırılırlar, Şekil 3.2’de uyarıcı çeşitleri gösterilmiştir. Piezoelektrik uyarıcılar, sağladıkları yüksek hassasiyetten ötürü, nanometre-mikrometre hassasiyet ve tekrarlanabilirlik istenen; optik, biyomedikal, havacılık ve kalibrasyon sistemlerinin vazgeçilmez elemanlarıdır. Ayrıca piezoelektrik uyarıcılar, hidrolik valfleri, küçük hacimdeki motorlar veya özel amaçlı motorları kontrol etmede de kullanılmaktadırlar. Piezoelektrik uyarıcılar, piezoelektrik motor olarak da tariflenmektedirler. Piezoelektrik uyarıcıların en büyük avantajı elektromanyetik gürültü oluşturmamalarıdır [21].



Şekil 3.2. Temel piezoelektrik uyarıcı çeşitleri

Piezo deplasman transdüserleri, yani piezoelektrik uyarıcılar sisteme enerji girişi gerçekleştiğinde poison etkisi ile temelde deformasyon, tasarıma bağlı olarak da bir yönde uzama (buna deplasman da denilmektedir) sergilerler. Başka bir deyişle enerjiyi mekanik deplasman veya gerinime çevirirler. Piezoelektrik uyarıcılar deplasman, hız ve kuvvet performanslarına bakılarak bimorf, çok katmanlı ve kompozit yapılar olarak üç ana gruba ayrılırlar. Şekil 3.3’de piezoelektrik uyarıcı tasarımlarının yaklaşık olarak karşılaştırılması şematik olarak verilmektedir. Piezoelektrik uyarıcılardan istenen çıktının alınması için belirli dalga bir formunda belirli bir gerilimin uygulanması gereklidir.



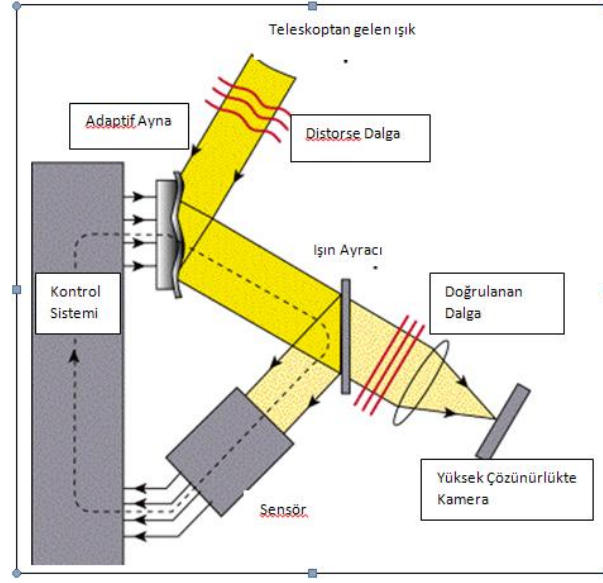
Şekil 3.3. Katı hal piezoelektrik uyarıcı tasarımlarının yaklaşık olarak karşılaştırılması [21]

Piezoelektrik doğrusal uyarıcılar tek tabakalı olduklarında ancak yüksek gerilimlerde küçük deplasman hareketlenmeleri gösterebilmektedirler. Bu yüzden çok katmanlı doğrusal uyarıcılar geliştirilmektedir. Çok katmanlı doğrusal piezoelektrik uyarıcılar poison etkisi sebebiyle yanal daralmayla dikey deplasman sergilemektedirler. Diğer yandan bimorf tipi uyarıcılar eğilme deplasmanı sergilemekte ve uyarıcının bir ucu sabitken serbest ucunda bu değer en yüksek seviyesine ulaşmaktadır. Çok katmanlı piezoelektrik uyarıcılar, aralarında iç elektrotlar olan seramik tabakalardan oluşmaktadırlar. İç elektrotlar, dışarıdan paralel olarak eklenen iki dış elektrotla temas ederek elektriksel olarak bağlanır.

Sisteme elektriksel alan uygulandığında, piezoelektrik etki sonucu dikey doğrultuda genişlerler. Çok katmanlı seramik uyarıcıların önemli özellikleri düşük sürüş gerilimi (100 V), hızlı cevap yeteneği (10 μ s), yüksek jeneratif güç (3.0 kN) ve yüksek elektro-mekanik bağlaşma şeklinde verilebilir.

Adaptif optik ve elektro-optik uygulamalarında gerek bimorf gerekse çok katlı-katmanlı yapılar kullanılabilmektedir. Ancak yüksek hassasiyet, tekrarlanabilirlik, hızlı tepki ve kuvvet istenen yerlerde öne çıkan uyarıcı sistemler çok katmanlı veya katlı piezoelektrik uyarıcı yapılardır. Genellikle adaptif optik sistemlerde kullanılan piezoelektrik uyarıcı elemanların özelliklerine bakıldığında, genel olarak; dielektrik sabitinin (ϵ_r) 1700-2300 aralığında, piezoelektrik yük sabitinin (d_{33}) 425-500 aralığında, bağlaşma faktörünün (k_p) 0.51-0.61 aralığında olduğu gözlemlenmiştir [22].

Normalde, kaynaktan çıkan ışın demeti, düz bir şekilde ilerlerken türbülans, sıcaklık değişimleri, nem gibi atmosferik ve diğer çevresel koşullar nedeniyle bozunuma uğrar. Bu durum gözlem noktasında tümsekli-bulanık bir görüntü elde edilmesine neden olur. Bunu önlemek için adaptif optik sistemlerde, uyarlanabilir aynalar kullanılmaktadır. Bu tür sistemlerde ayna yüzeylerinin yükseklikleri nanometreler seviyesinde değiştirilebilmektedir. Böylece atmosferde deforme olan ışık yeniden işlenerek optik bilginin düzeltilmesi sağlanmaktadır. Bu işlem sırasında nanometrik yüzey hareketlenmesini sağlayan sistemler, çok katmanlı piezoelektrik uyarıcılardır. Şekil 3.4’de adaptif optik sistemlere bir örnek verilmiştir.



Şekil 3.4. Adaptif optik sistemin kameralarda kullanımı

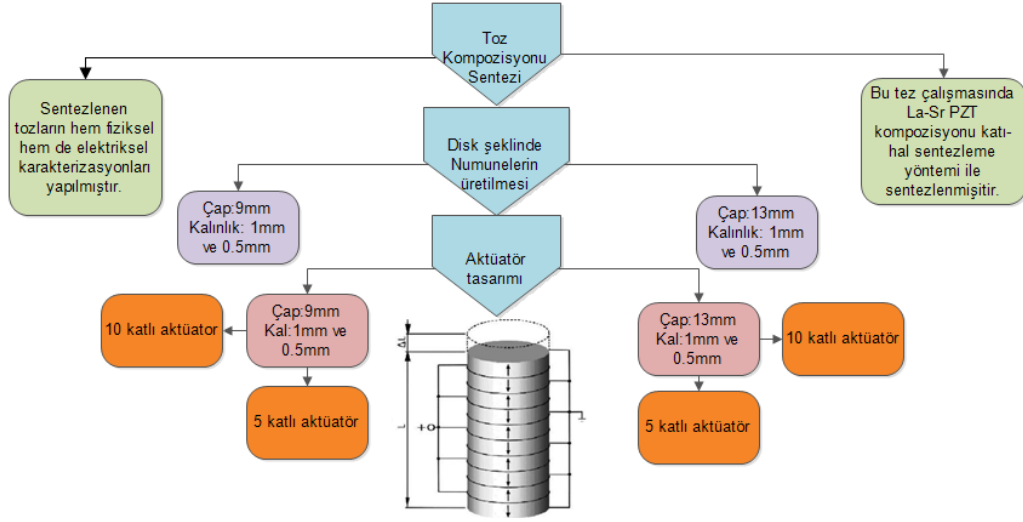
Piezoelektrik uyarıcılar adaptif optik uygulamalarında optik çözünürlüğün geliştirilmesi ve ayna yüzeylerinin aktif kontrolünün sağlanması amacıyla, wavefront lazer doğrulama uygulamalarında yansıtıcı yüzeyin aktif olarak kontrol edilebildiği aynaları etkinleştirmek için optik distorsiyondaki hızlı değişim etkisini azaltması sebebiyle sıkça kullanılmaktadır.

4. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu tez çalışmasında adaptif optik sistemlerde kullanılabilecek nitelikte nm hassasiyetinde deplasman yaratan çok katlı piezouyarıcı sistemlerin üretilmesi ve karakterizasyonu amaçlanmıştır. Genellikle adaptif optik uygulamalarda yaklaşık olarak 500 pC/N d_{33} , 75-80 Q_m , 1500-2300 dielektrik sabiti ve yüksek k_p istenmektedir. k_p yüksek olursa uygulanan voltajın mekanik enerjiye dönüşümü de yüksek olacaktır. Bu isterler göz önünde bulundurularak literatür araştırması sonucu La ve Sr katkılı PZT kompozisyonları sentezlenmiştir ve elektriksel özellikleri incelenmiştir. Sentezlenen kompozisyonlar arasından elektriksel özellikleri uygun olandan piezouyarıcı sistemler geliştirilmeye çalışılmıştır ve üretilen piezo-uyarıcılarının adaptif optik uygulamaları için elektriksel karakterizasyonları incelenmesi amaçlanmıştır.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu tez çalışmasında gerçekleştirilen deneysel işlemlerin özeti Şekil 5.1’de verilmiştir ve her bir basamak ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

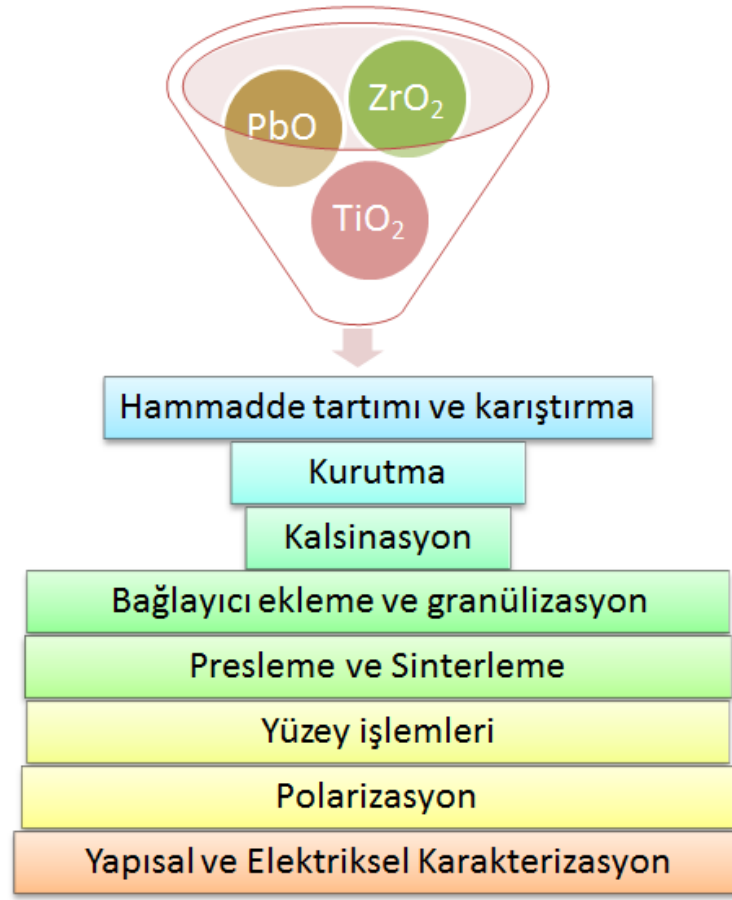


Şekil 5.1. Deneysel çalışmaların akış şeması

5.1. Toz Kompozisyonu Sentezi

5.1.1. Toz Kompozisyonunun Hazırlanması

Adaptif optik uygulamalar için kullanılacak olan piezouyarıcı sistemlerinden beklenen özellikler göz önünde bulundurularak literatür araştırması yapılmış ve La-Sr PZT toz kompozisyonu geleneksel katı-hal sentezleme metoduyla üretilmiştir. Bu çalışmada, La katkısının Sr-PZT sistemine etkisi incelenmiştir. Farklı oranlarda La katkısı sisteme ilave edilerek oluşan toz kompozisyonun elektriksel özellikleri incelenmiştir. Deneysel çalışmalarda PbO (Merck), TiO₂ (Fopol Chems.), ZrO₂ (Merck), SrCO₃ (Alfa-Aesar), La₂O₃ (Merck), tozları kullanılmıştır. Hazırlanan kompozisyonlar Şekil 5.2’ de verilen üretim akış şemasındaki sıralamayla üretim sürecine tabii tutulmuşlardır.



Şekil 5.2. Toz kompozisyonu üretim akış şeması

5.1.2. Sentezlenen Kompozisyonlar

Bu tez çalışmasında farklı La miktarlarına sahip Sr katkılı PZT sistemi üretilmiştir ve Tablo 5.1’de sentezlenen kompozisyonların stokiometrik hesaplamaları verilmiştir.

Tablo 5.1. Sentezlenen kompozisyonlar

Kompozisyon Kodu	Kompozisyon Bileşimi
T-1-1	$Pb_{0.93} Sr_{0.05} La_{0.01} (Zr_{0.54} Ti_{0.46})O_3$
T-1-2	$Pb_{0.93} Sr_{0.05} La_{0.02} (Zr_{0.54} Ti_{0.46})O_3$
T-1-3	$Pb_{0.93} Sr_{0.05} La_{0.03} (Zr_{0.54} Ti_{0.46})O_3$
T-1-4	$Pb_{0.93} Sr_{0.05} La_{0.04} (Zr_{0.54} Ti_{0.46})O_3$
T-1-5	$Pb_{0.93} Sr_{0.05} La_{0.05} (Zr_{0.54} Ti_{0.46})O_3$

Stokiyometrik hesaplamaları yapılan oksit kimyasallar hassas terazide tartıldıktan sonra polietilen şişeye konulmuş ve genel seramik üretim sürecine uygun şekilde hacimce 1/3 oranlarında öğütme ortamı (etanol) ve zirkonyum bilyalar eklenerek karıştırma-öğütme ortamı hazırlanmıştır. Uygun şekilde homojen olarak karıştırılan toz kompozisyonu Buchi marka rotary-evaporatör yardımıyla kurutulmuştur.

5.1.3. Kalsinasyon

Kurutulan kompozisyon, ön reaksiyonların gerçekleşmesi ayrıca içerisinde bulunan nemin, karbonat ve hidratların uzaklaştırılması amacıyla 850°C’de 2 saat kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. Kompozisyonlar kirlilik gelmemesi amacıyla yüksek saflıkta Al_2O_3 krozelere konularak kalsine edilmiş.

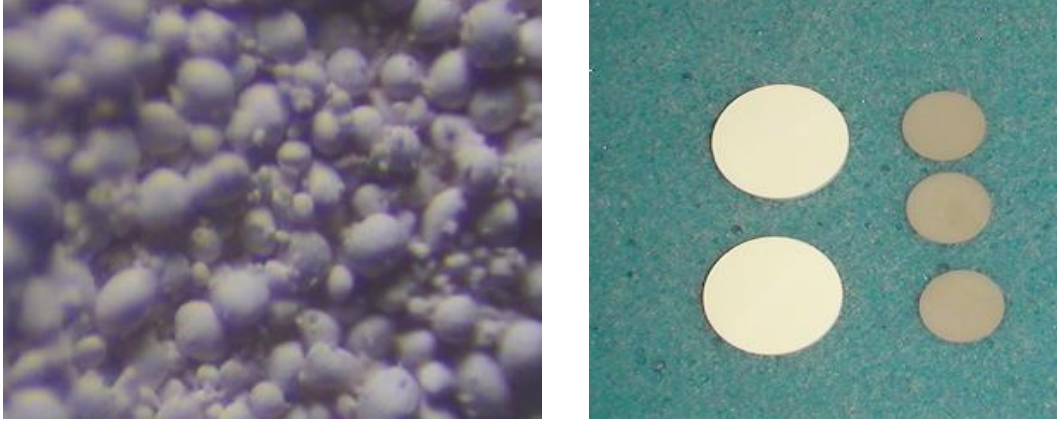


Şekil 5.3. Kalsine olmuş toz kompozisyonu

5.1.4. Presleme ve Sinterleme

Kalsine olmuş tozlarda meydana gelen aglomerasyonları açmak ve homojen bir dağılım sağlamak amacıyla tozlar bilyalı değirmende 30 saat boyunca öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Sentezlenen her bir toz kompozisyonunun elektriksel ölçümlerini incelemek için disk şeklinde numuneler üretilmiş ve 5 farklı sıcaklıkta sinterlenmişlerdir. Sinterleme sürecinde tanelerin daha iyi bir şekilde yoğunlaşması için öğütülen toza yaklaşık olarak %1 oranında PVA

(Polivinil alkol) ilavesi yapılarak granülizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.4’de granülize olmuş tozun, sinterlenmiş ve sinterlenmemiş disk numunelerin görüntüsü verilmiştir.



Şekil 5.4. Granülize olmuş toz ve disk numunelerin örneği

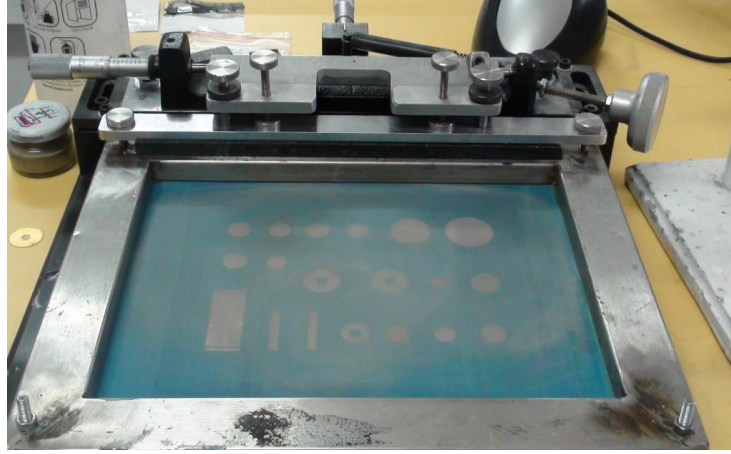
5.1.5. Yüzey İşlemleri, Elektrotlama ve Polarizasyon

Sinterlenen numunelerden elektriksel ölçüm alabilmek için numunelerin yüzeyleri birbirine paralel olacak şekilde Şekil 5.5’de görüldüğü gibi zımparalanmıştır. Paralel olmayan yüzeyler arasında kalınlık farkı olacağından polarizasyon aşamasında voltaj atlaması meydana gelmektedir ve numuneler kırılabilmektedirler.



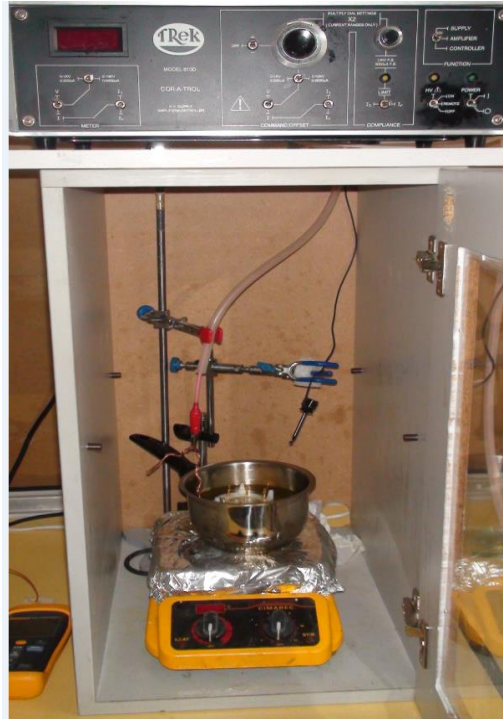
Şekil 5.5. Zımparalama işlemi

Zımpara işlemiyle beraber istenilen kalınlık elde edildikten sonra numuneler etanol ortamında ultrasonik banyo ile yaklaşık 2-3 dakika boyunca temizlenmişlerdir. Seramiklerde zımpara tozu temizlendikten sonra Şekil 5.6'da görülen elek baskı ünitesinde iki yüzey Ag elektrot pasta ile elektrotlanmıştır ve 600°C'de ısıtılma işlemine maruz kalmışlardır.



Şekil 5.6. Elektrotlama düzeneği

Elektrotlama işlemi tamamlandıktan sonra seramikler Şekil 5.7'de görülen polarizasyon düzeneğinde polarize edilmişlerdir.

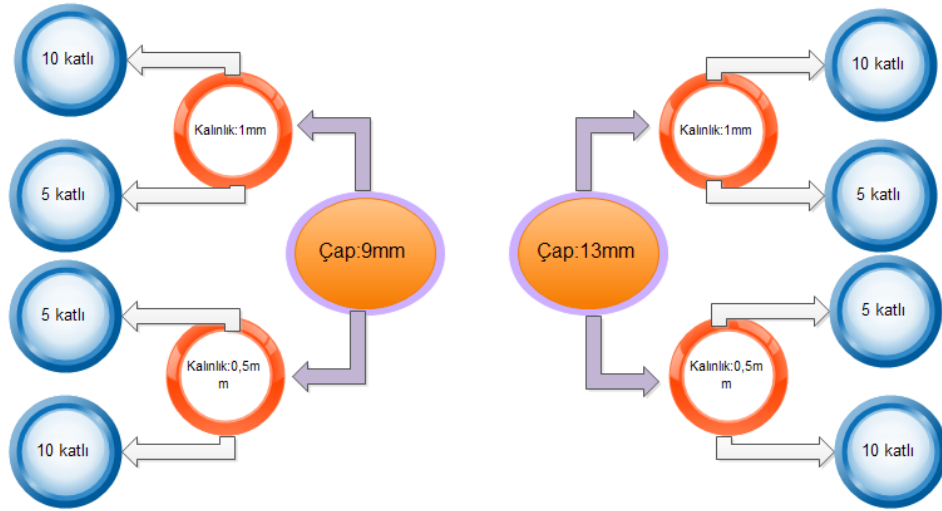


Şekil 5.7. Polarizasyon ünitesi

Polarizasyon işlemi silikon yağ banyosu içerisinde 120°C’de 2.4 kV/mm da 15 dakika boyunca yapılmıştır.

5.2. Çok Katlı Seramiklerin Üretimi

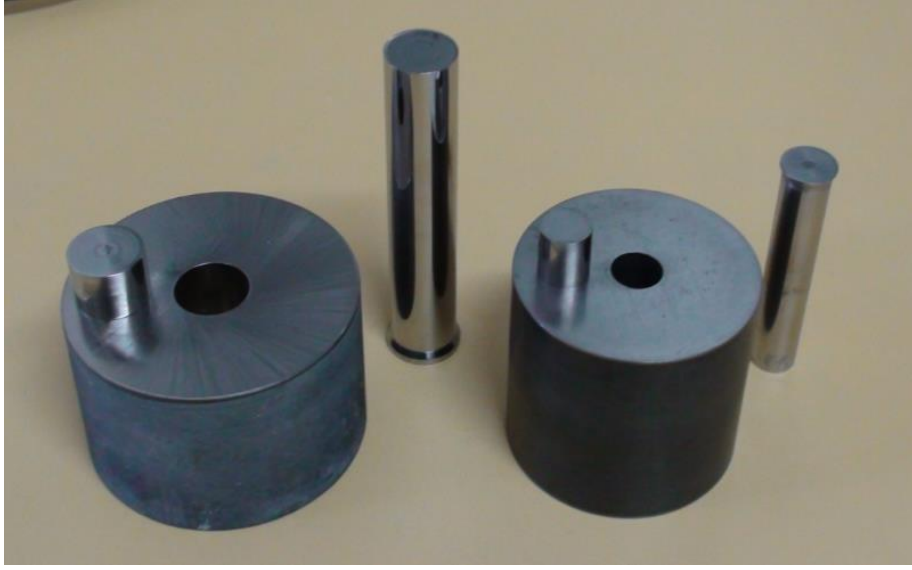
Çok katlı seramikler (actuator) tek katlı (single) seramiklere göre yüksek deplasman ve hızlı cevap verme yeteneğine sahiptirler. Adaptif optik uygulamalarında hassas bir şekilde deplasman yaratabilen malzemeler istenmektedir. Bu tez çalışmasında deplasmanın bağlı olduğu parametreler araştırılmıştır. Şekil 5.8’de verilen diagramda üretilen çok katlı yapıların özeti verilmiştir.



Şekil 5.8. Üretilen çok katlı piezoseramik yapıların fiziksel özellikleri

Çok katmanlı seramiğe sabit bir voltaj uygulandığında piezoseramiğin verdiği deplasmanın her bir katmanın alanına, kalınlığına ve toplam katman sayısına göre nasıl değiştiği araştırılmıştır.

Disk şekilli numuneler Şekil 5.9’da gösterilen çapı 13 mm ve 9 mm olan kalıplarla ve Şekil 5.10’da verilen Carver marka pres kullanılarak 3 ton/cm² basınç uygulanarak preslenmişlerdir.

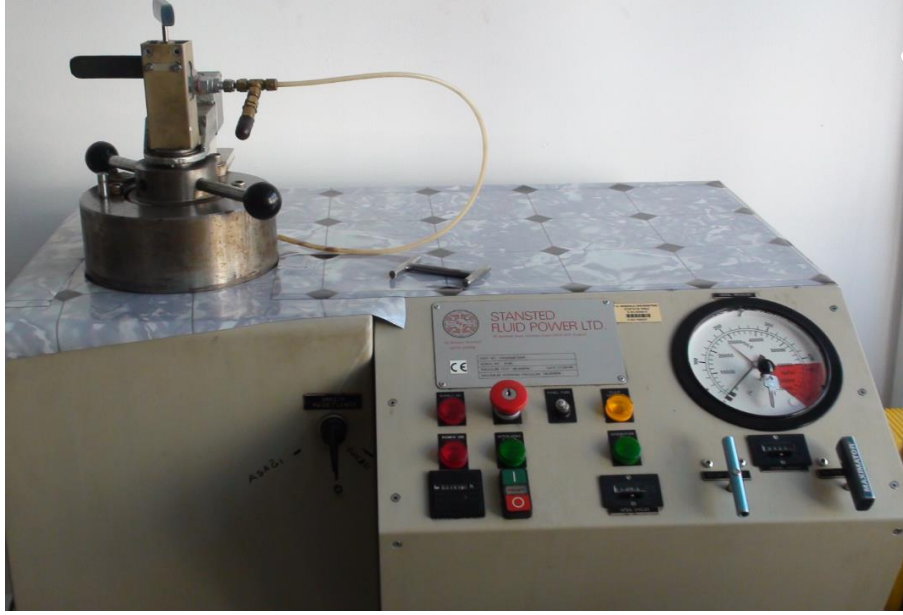


Şekil 5.9. Çap:13mm ve 9mm olan çelik kalıplar



Şekil 5.10. Carver Pres

Preslenen numunelere daha sonra Şekil 5.11’de gösterilen CIP (soğuk izostatik pres) ile 150 MPa hidrolik basınç uygulanmıştır. CIP’lenen numuneler 1175°C’de 2 saat boyunca sinterlemeye konulmuştur. Sinterlenen numunelere yüzey işlemleri uygulanmış ve daha sonra etanol ortamında temizlenip elektrotlanmışlardır. Elektrotlanan numuneler uygun koşullarda polarize edilip çok katmanlı seramikler üretilmiştir.



Şekil 5.11. Soğuk izostatik pres

Polarize edilip hazırlanan seramikler Şekil 5.12’de gösterilen şekilde epoksi yardımıyla elektriksel olarak paralel, fiziksel olarak seri biçimde birbirlerine yapıştırılmıştır. Şekil 5.12’de gösterilen bakır, seramiklerin birbiriyle elektriksel bağlantılarını birleştirilmek için konulmuştur. Şekil 5.13’de yapıştırılan farklı çap ve kalınlıklara sahip 5 ve 10 katlı numunelerin görüntüsü verilmiştir.



Şekil 5.12. Çok katlı seramik tasarımı



(a)



(b)

Şekil 5.13. a) Çap:13 mm b) Çap: 9 mm çok katlı seramikler

6. SONUÇLAR VE İRDELEME

6.1. Yoğunluk Ölçümleri

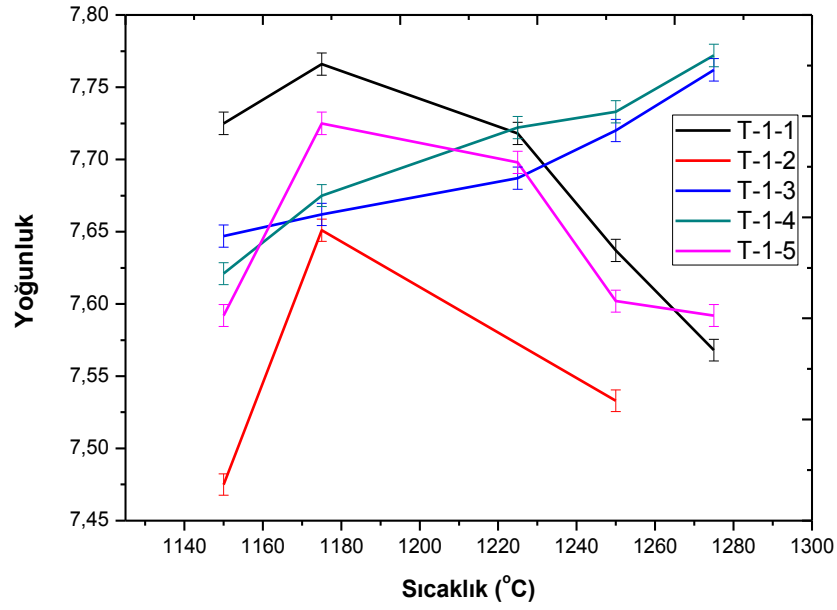
5 farklı sıcaklıkta sinterlenen farklı La miktarına sahip Sr-PZT seramiklerin her bir sıcaklıktaki yoğunluk değerleri Arşimet prensibiyle Denklem (6.1)'de verilen formül ile hesaplanmıştır ve Tablo 6.1'de sıcaklığa bağlı yoğunluk değerleri verilmiştir.

$$\frac{\text{Kuru Ağırlık}}{\text{YAş Ağırlık} - \text{Asılı Ağırlık}} \times 100 \quad (6.1)$$

Tablo 6.1. Farklı sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri

Numune İsmi	1150°C	1175 °C	1225 °C	1250 °C	1275 °C
T-1-1	7,725	7,766	7,718	7,637	7,568
T-1-2	7,475	7,651	-	7,533	-
T-1-3	7,647	7,662	7,687	7,72	7,762
T-1-4	7,621	7,675	7,722	7,733	7,772
T-1-5	7,592	7,725	7,698	7,602	7,592

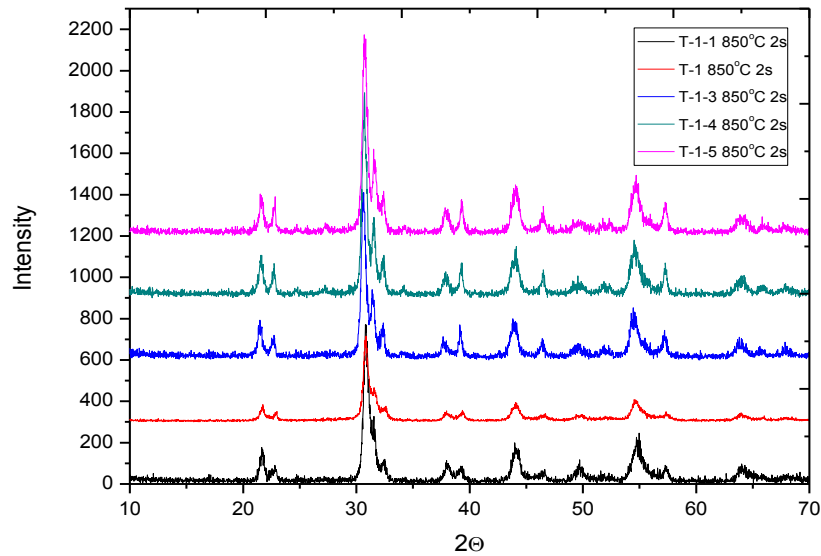
Tablo 6.1 incelendiğinde La miktarının yoğunlukları etkilediği görülmüştür. 0.01 La miktarına sahip T-1-1 kompozisyonunun sıcaklıkla beraber yoğunluğunda düşüş meydana gelmiştir. T-1-2 kompozisyonunda ise yoğunluklara göre değerlendirildiğinde optimum sinterleme sıcaklığının 1175°C olduğu görülmüştür. 0.03 ve 0.04 La miktarına sahip T-1-3 ve T-1-4 kompozisyonlarının yoğunluk değerleri sinterleme sıcaklığı ile beraber artış göstermiştir. T-1-5 kompozisyonunun ise en büyük yoğunluk değeri 1175°C sinterleme sıcaklığında elde edilmiştir. Şekil 6.1'de farklı La miktarlarına sahip kompozisyonların sıcaklıkla beraber yoğunluklarının nasıl değiştiği gösterilmiştir.



Şekil 6.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı yoğunluklardaki değişim

6.2. XRD Destekli Yapısal Analiz Sonuçları

Kalsine olmuş toz kompozisyonlarının faz oluşumlarını incelemek amacıyla her bir kompozisyona Rigaku marka XRD (X-Ray diffraction) cihaz ile faz analizleri yapılmış ve elektriksel özelliklerin düşmesine sebep olan pyrochlore fazının oluşup oluşmadığı incelenmiştir. Şekil 6.2’de farklı La miktarlarına sahip kompozisyonların XRD analiz sonuçları verilmiştir.

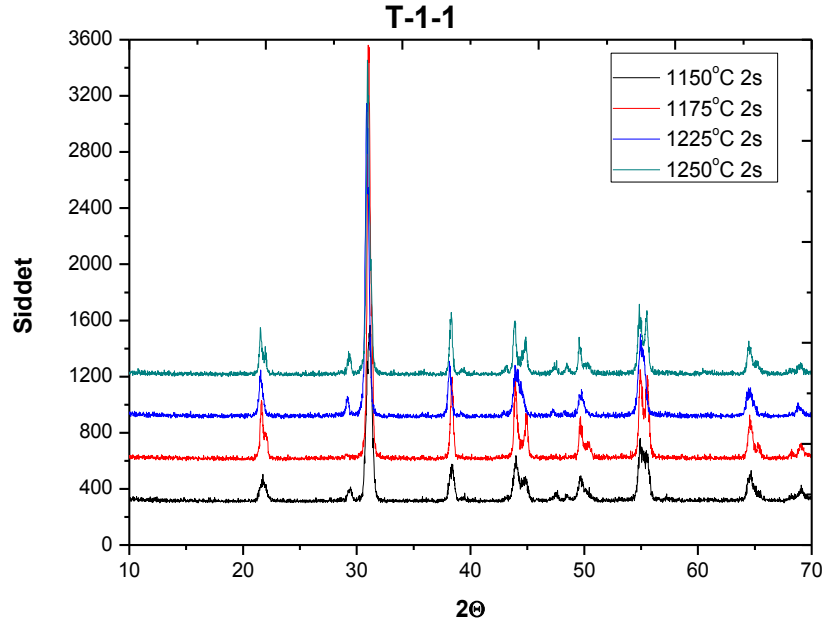


Şekil 6.2. Kalsine olmuş toz kompozisyonlarının XRD grafiği

XRD ölçüm koşulları adım aralığı 0.02° , tarama hızı 4 derece/dakika olup $2\theta = 10-70$ arasındadır. Her bir kompozisyon aynı şartlarda 850°C 'de 2 saat boyunca kalsine edilmiş ve her birinin faz oluşumu Şekil 6.2'de verilmiştir. XRD analiz sonucuna göre 850°C 'de 2 saat kalsine edilen toz kompozisyonlarında sıcaklığa ve süreye bağlı olarak pyrochlore fazının oluşmadığı görülmüştür.

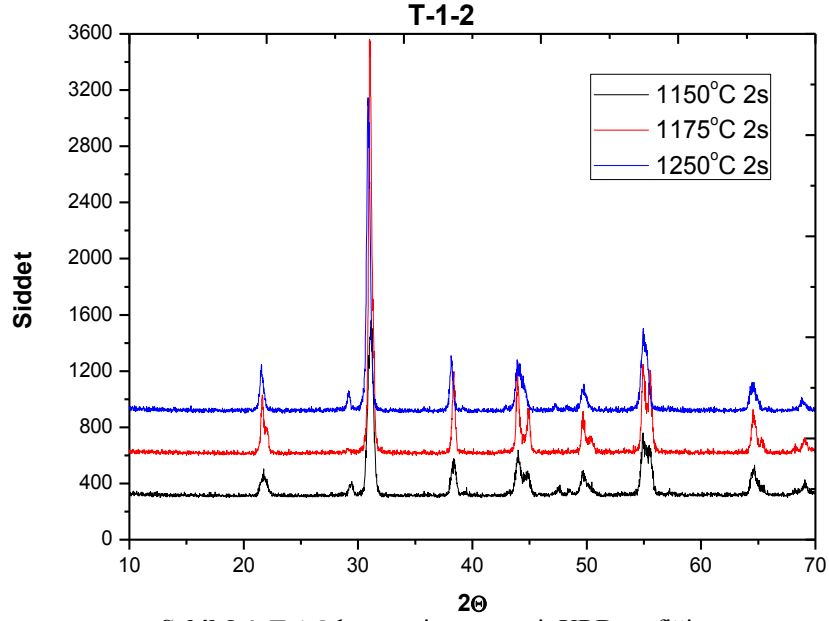
Farklı sıcaklıkta sinterlenen her bir numunenin XRD faz analizleri yapılmıştır ve Şekil 6.3, 4, 5, 6 ve 7'de XRD örgü desenleri verilmiştir. XRD ölçüm koşulları adım aralığı 0.02° , tarama hızı 4 derece/dakika olup $2\theta = 10-70$ arasındadır.

T-1-1 kompozisyonundan üretilen numuneler $5^\circ\text{C}/\text{dk}$ ısıtma soğutma hızıyla farklı sıcaklıklarda 2 saat boyunca sinterlenmiştir. Şekil 6.3'de görüldüğü gibi T-1-1 kompozisyonunun tümüyle perovskit fazdan oluştuğu ve 44-46 derecelerde görülen pik ayrışmasında dolayı seramiklerin tetragonal/rombohedral yapıda olduğu anlaşılmıştır. 1175°C hariç diğer sinterleme sıcaklıklarında 29 derecede görülen pyroclor fazının oluştuğu gözlemlenmiştir.



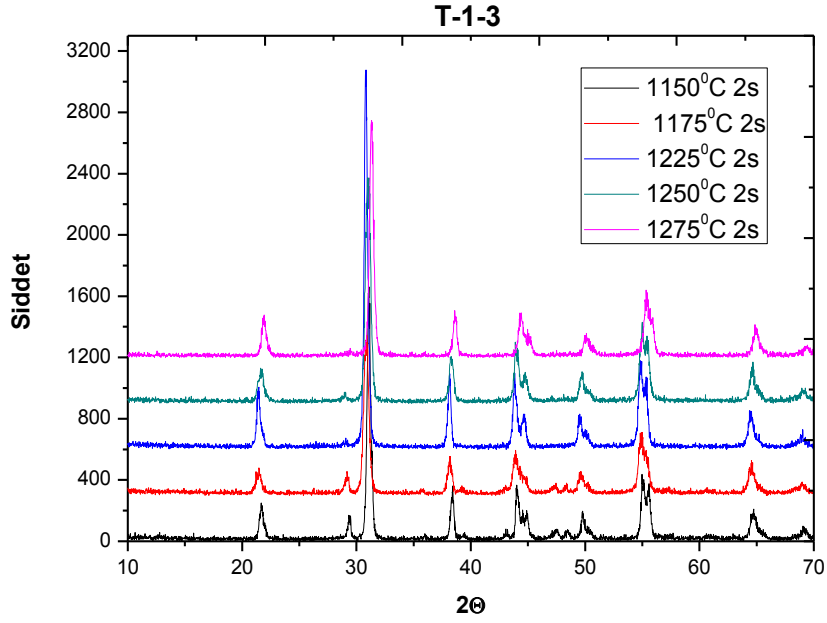
Şekil 6.3. T-1-1 kompozisyonuna ait XRD grafiği

Şekil 6.4’de verilen XRD örgü deseninde T-1-2 kompozisyonundan üretilen seramiklerin 1175°C’de XRD sonucuna göre pyrochlore fazının oluşmadığı gözlemlenmiştir ve perovskit yapıdadır. T-1-1’de olduğu gibi 44-46 derecelerde görülen pik ayrışmasının sebebi yapının tetragonal ve rombohedral yapıda olduğunu göstermektedir.



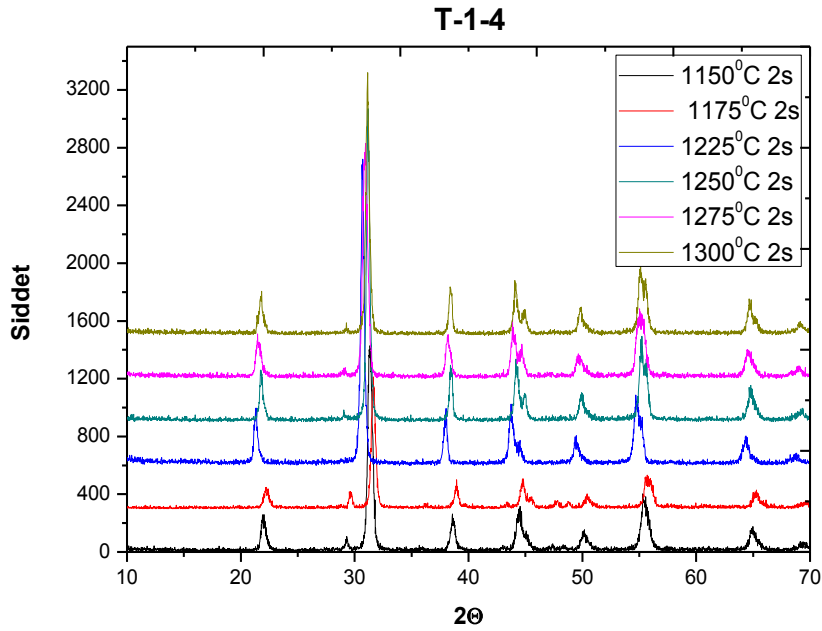
Şekil 6.4. T-1-2 kompozisyonuna ait XRD grafiği

Şekil 6.5’de T-1-3 kompozisyonuna ait farklı sıcaklıkta sinterlenmiş seramiklerin XRD örgü deseni verilmiştir. Grafiğe bakıldığında sıcaklığın artışı ile beraber yapıda istenmeyen pyrochlore fazının düştüğü görülmüştür ve buda elektriksel özellikleri pozitif yönde etkilemektedir. 44-46 pikler incelendiğinde yapıda tetragonal ve rombohedral yapının bir arada olduğu görülmektedir.



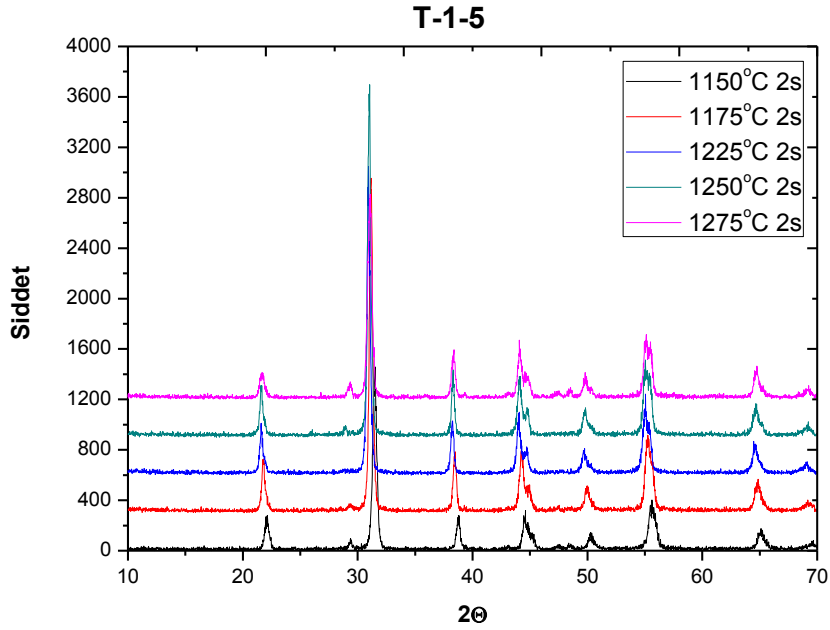
Şekil 6.5. T-1-3 kompozisyonuna ait XRD grafiği

Şekil 6.6'da verilen XRD örgü deseninde T-1-4 kompozisyonundan üretilen seramiklerin düşük sıcaklıkta sinterlenmesi sonucunda pyroclor fazlarının oluştuğu gözlemlenmiştir. 1225°C'de sinterlenen seramiklerde tek faz halinde oluşan perovskit fazı dışında başka bir fazın oluşmadığı görülmüştür. Grafiğe bakıldığında piklerin kaydığı gözlemlenmiştir. Numuneler toz formunda değil bulk halinde analiz edilmişlerdir ve bu yüzden karakteristikleri aynı olmasına rağmen grafik üzerinde kaydığı görülmüştür.



Şekil 6.6. T-1-4 kompozisyonuna ait XRD grafiği

Şekil 6.7’de farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş T-1-5 kompozisyonundan üretilmiş numunelerin XRD faz analiz sonuçları gösterilmiştir. Grafiğe bakıldığında 1225°C’de sinterlenen numunede pyroclor fazının oluşmadığı yapının %100 pekovskit fazından oluştuğu gözlemlenmiştir



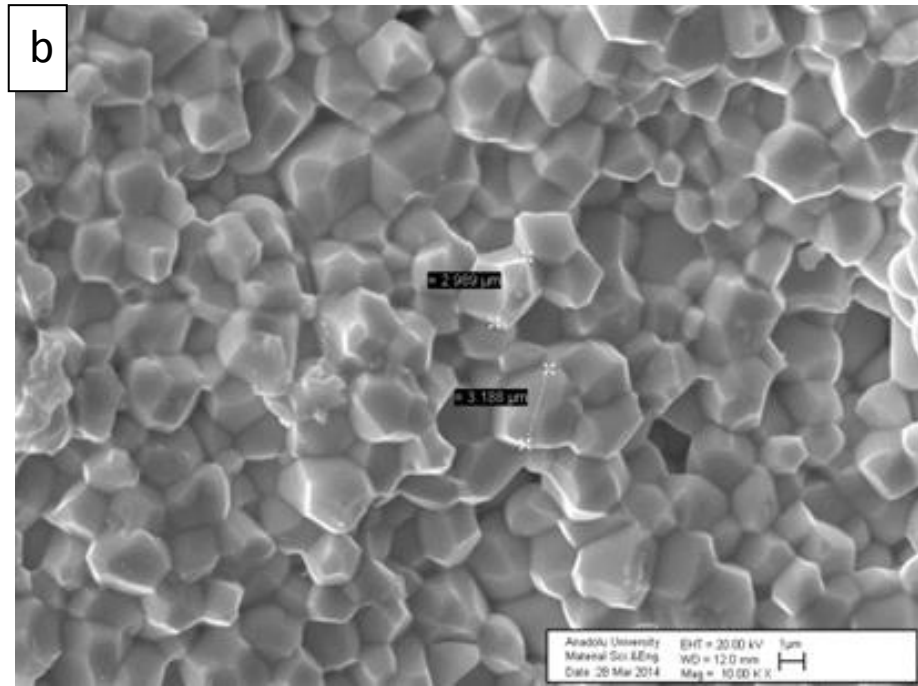
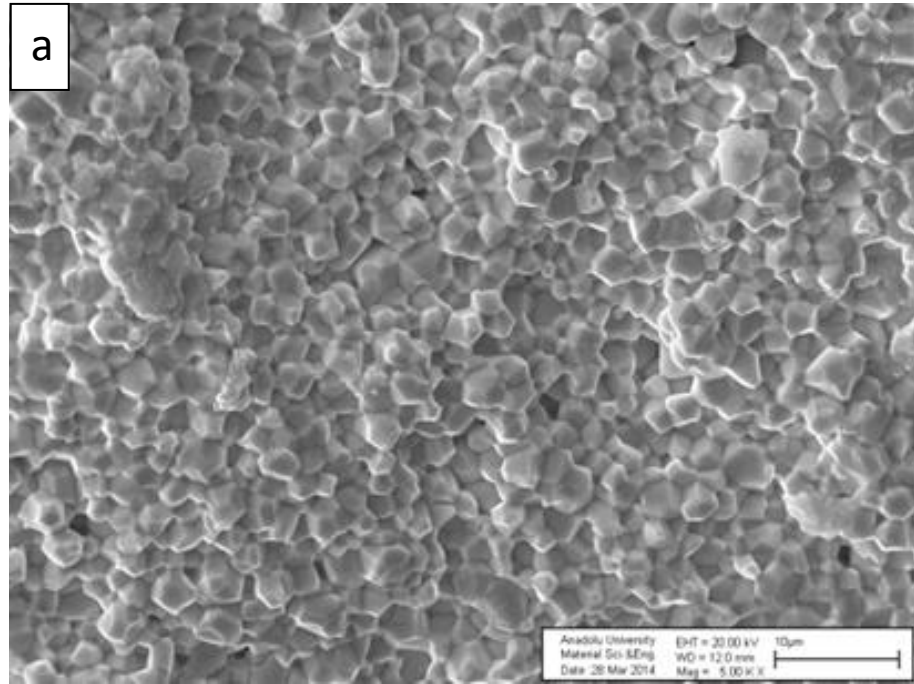
Şekil 6.7. T-1-5 kompozisyonuna ait XRD grafiği

6.3. SEM Mikro-yapı Analizleri

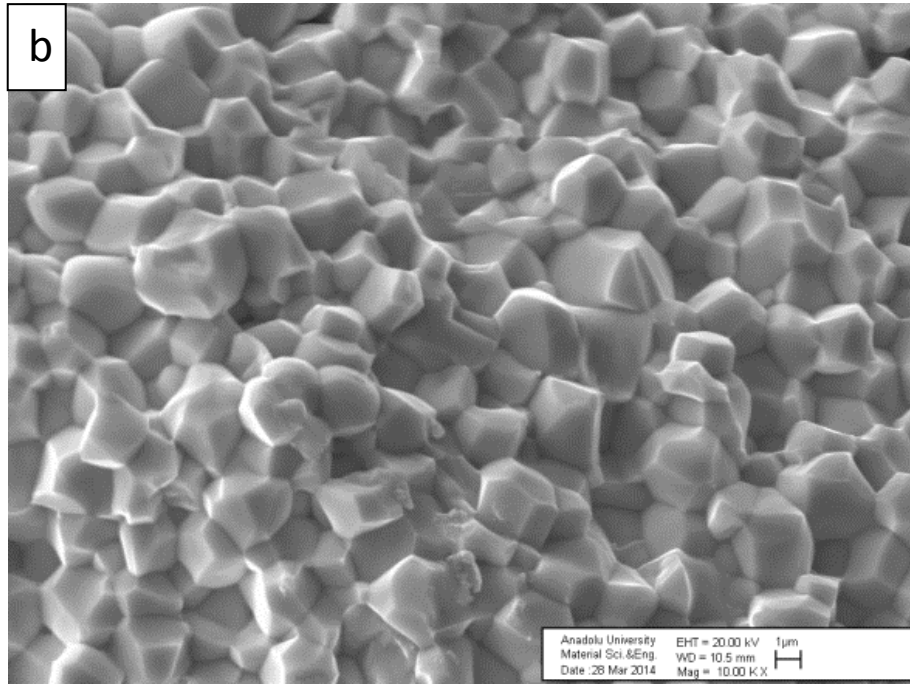
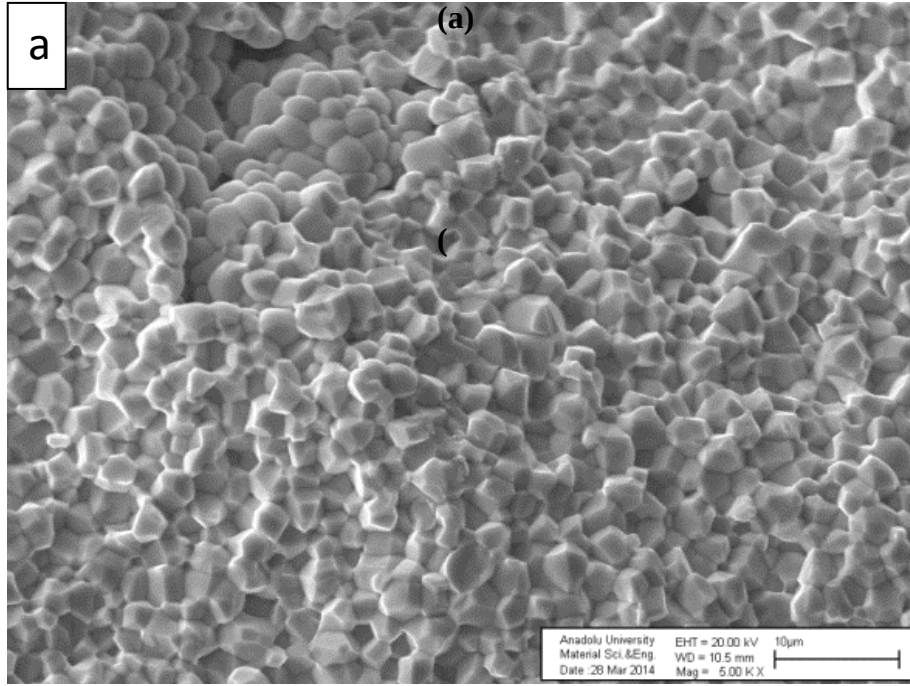
Sentezlenen 5 farklı kompozisyonunun mikro yapılarını incelemek için her bir sıcaklıkta sinterlenen numunelere Zeiss EVO 50 marka SEM (taramalı elektron mikroskopu) ile mikro-yapı analizi yapılmıştır. Sinterleme sıcaklığının tanelerin büyümesine etkisi numunelerin kırık yüzeyine bakılarak incelenmiştir. Tanelerin yapısı, boyutu ve porozitenin varlığı SEM tekniği kullanılarak analiz edilmiştir. 0.01 La miktarına sahip kompozisyonun sinterleme sıcaklığına bağlı olarak mikro yapısı Şekil 6.8, 9, 10, 11, 12’de gösterilmiştir.

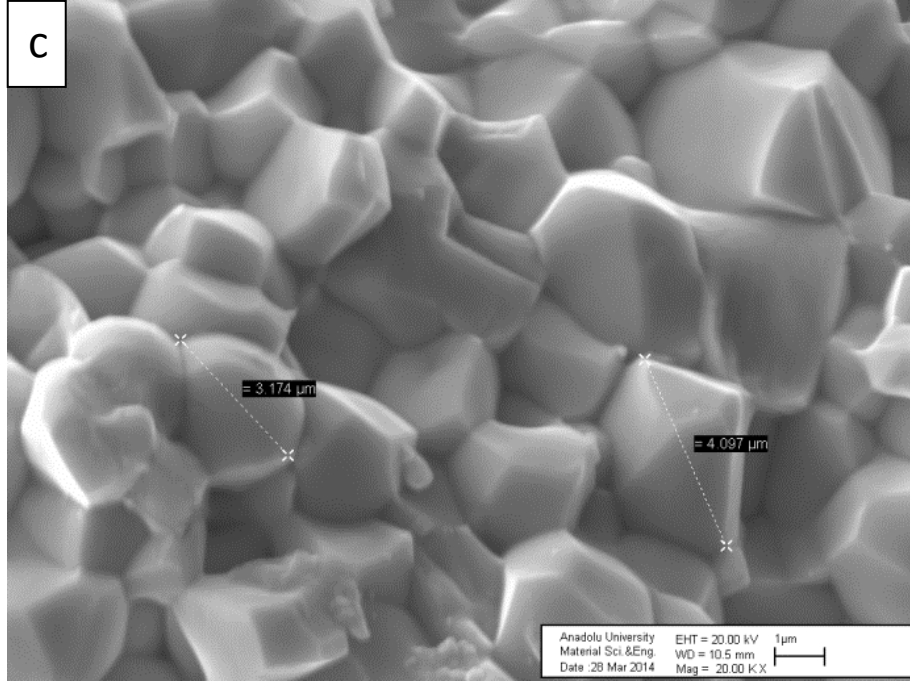
T-1-1 kompozisyonundan üretilen seramiklerin farklı sıcaklıktaki kırık yüzey SEM görüntüleri Şekil 6.8, 9, 10, 11 ve 12’de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde sinterleme sıcaklığı ile beraber oluşan tanelerin boyutları artış

göstermiştir. Piezoelektrik malzemedan sinterleme sonrası beklenen tane boyutu yaklaşık olarak 3-4 μ m'dir. Bu tane boyutuna ulaşan seramiklerin elektriksel özellikleri daha küçük ya da daha büyük tane boyutuna sahip seramiklere göre daha yüksektir. Genel olarak SEM görüntüleri, sinterleme sonrasında elde edilen T-1-1 kompozisyonunun yoğun bir yapıda olduğunu göstermiştir. Tablo 6.1' bakıldığında T-1-1 kompozisyonu için en iyi yoğunluk değeri 1175°C'de olduğu görülmüştür. 1175°C'deki SEM görüntüsü bu kompozisyonun PZT sistemleri için uygun mikro yapıda olduğunu göstermektedir.

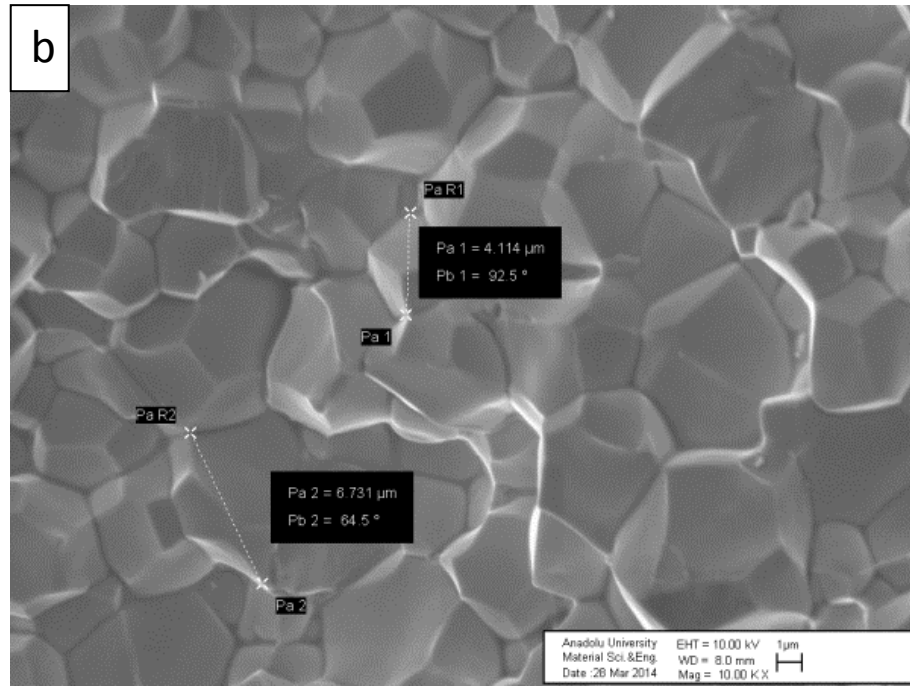
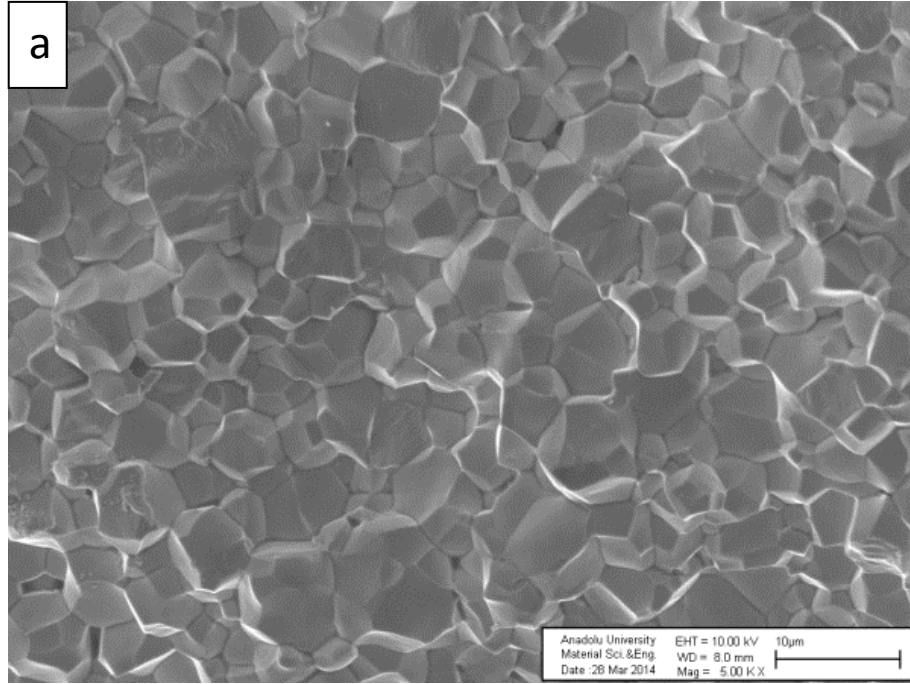


Şekil 6.8. 1150 °C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun **a)**5000 **b)**10000 büyütmedeki görüntüleri

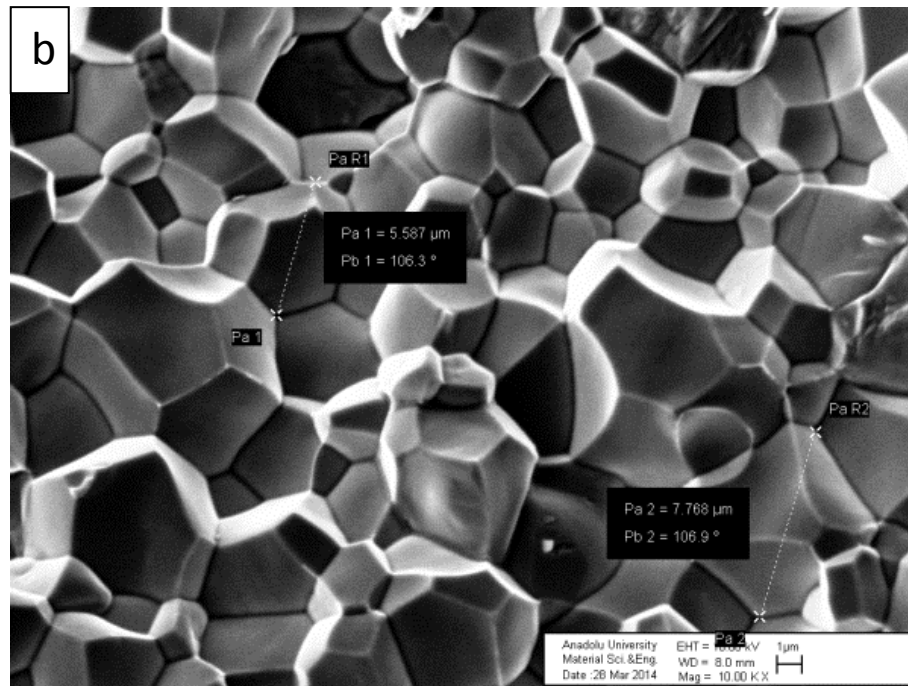
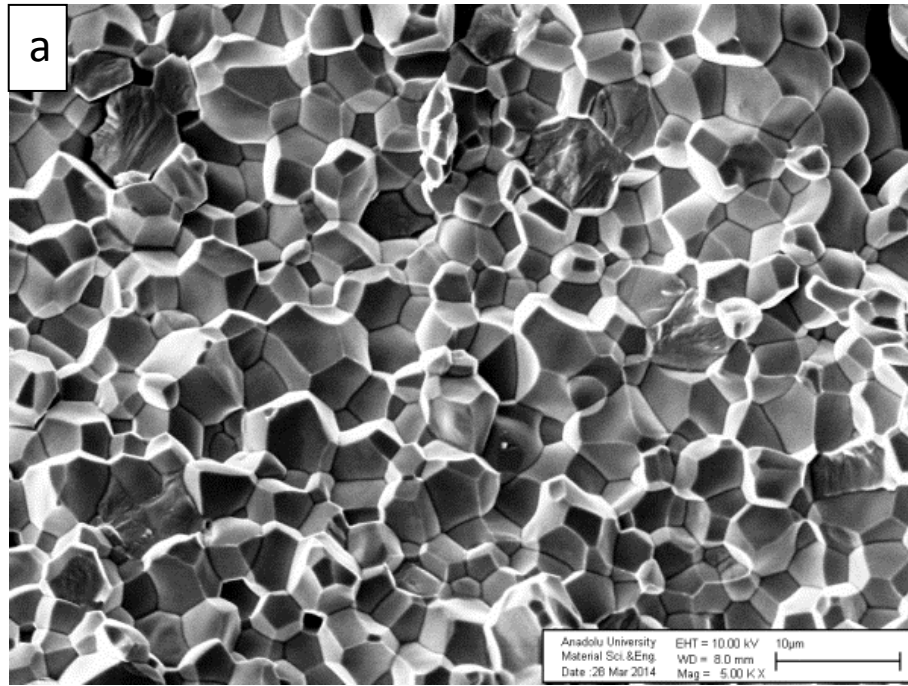




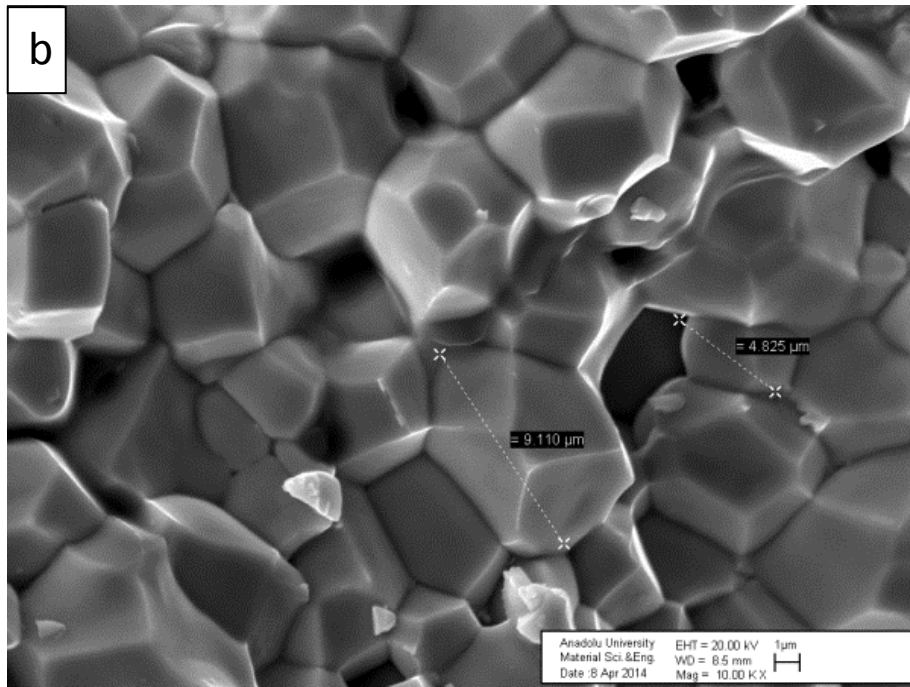
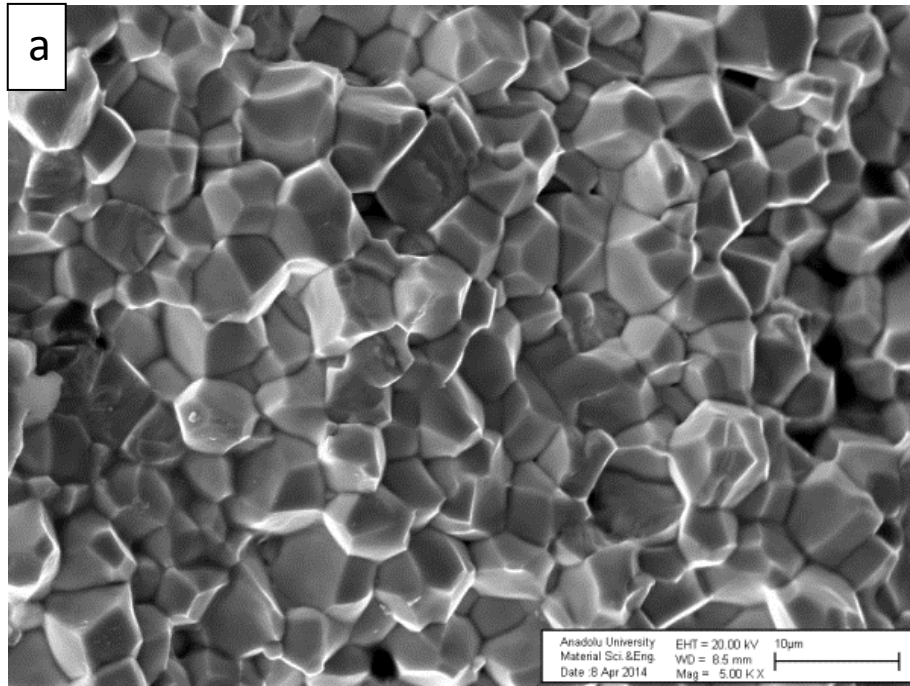
Şekil 6.9. 1175 °C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun **a)**5000 **b)**10000 **c)**20000 büyütmedeki görüntüleri



Şekil 6.10. 1225°C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun **a)**5000 **b)**10000 büyütmedeki görüntüleri

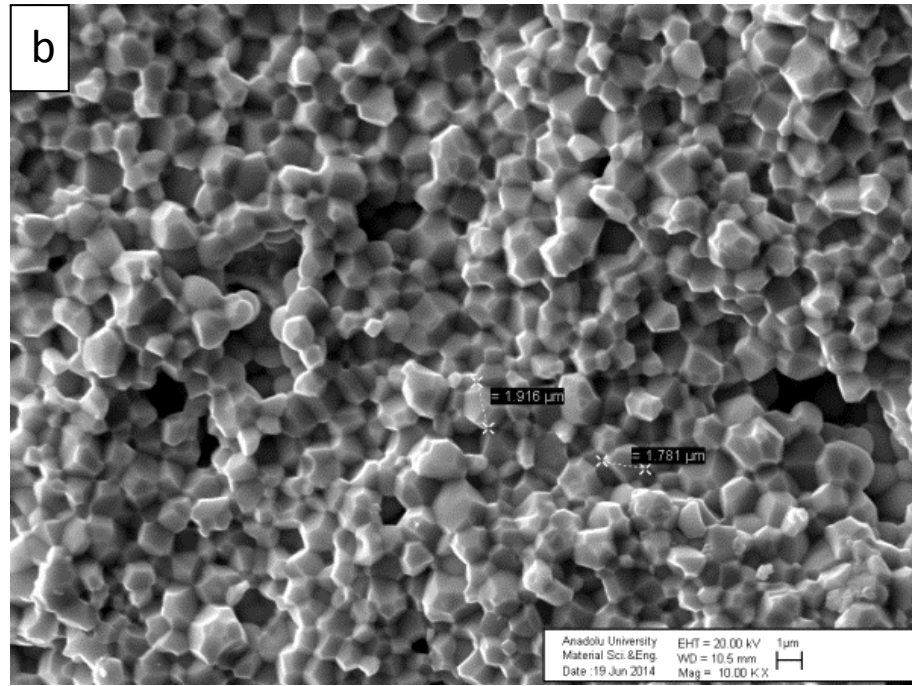
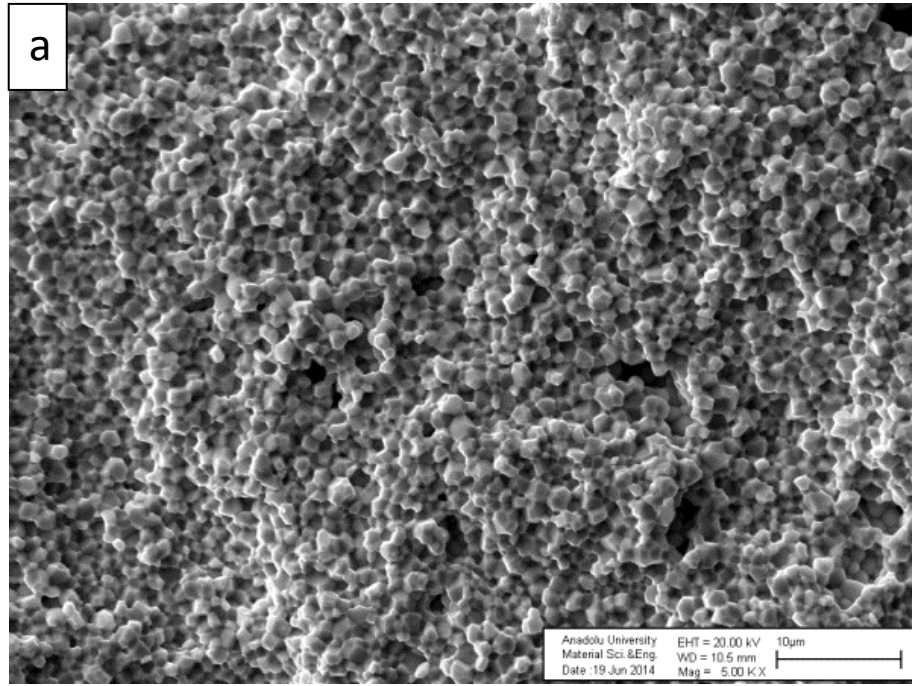


Şekil 6.11. 1250°C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri

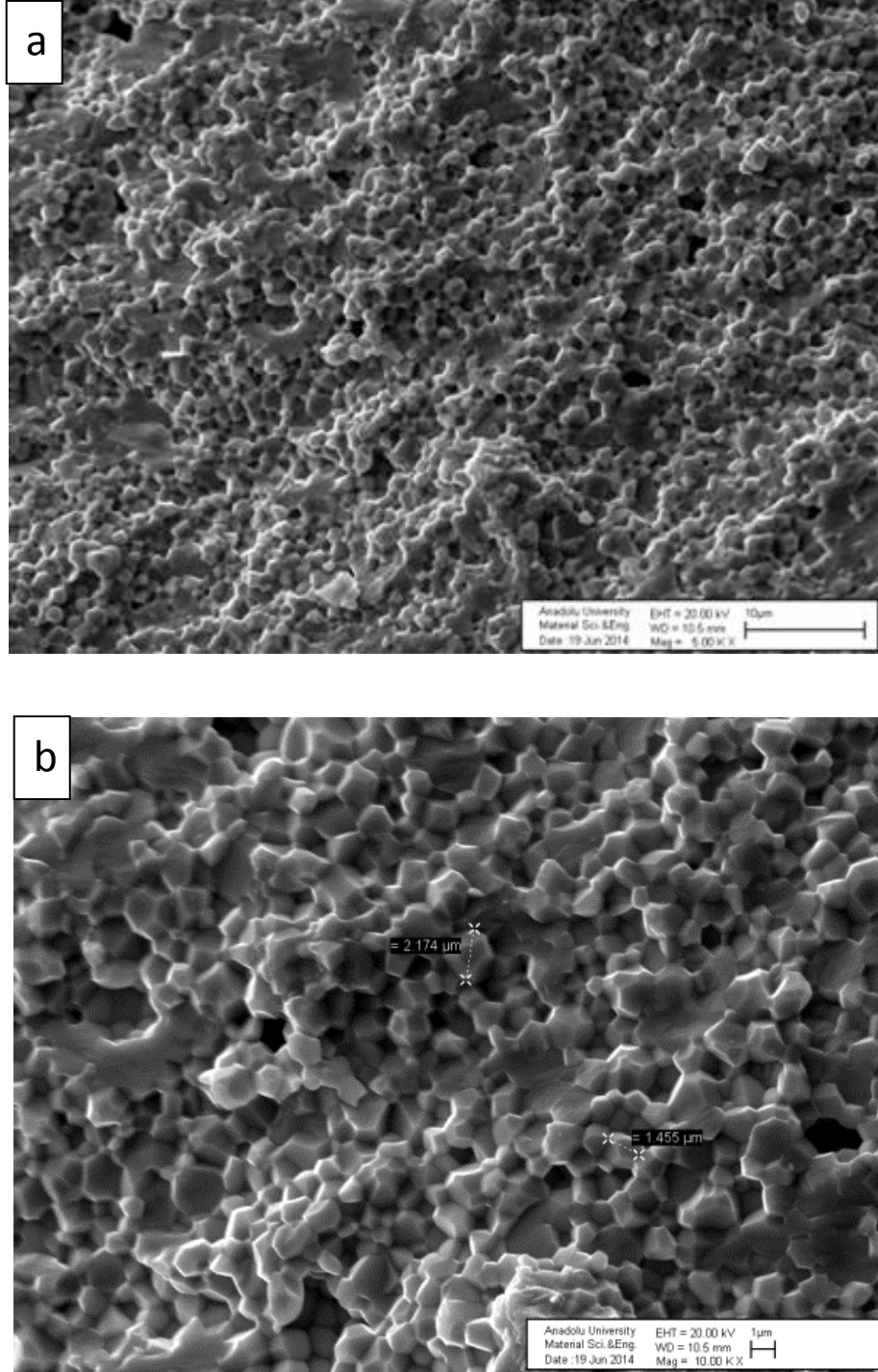


Şekil 6.12. 1275°C de sinterlenen T-1-1 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri

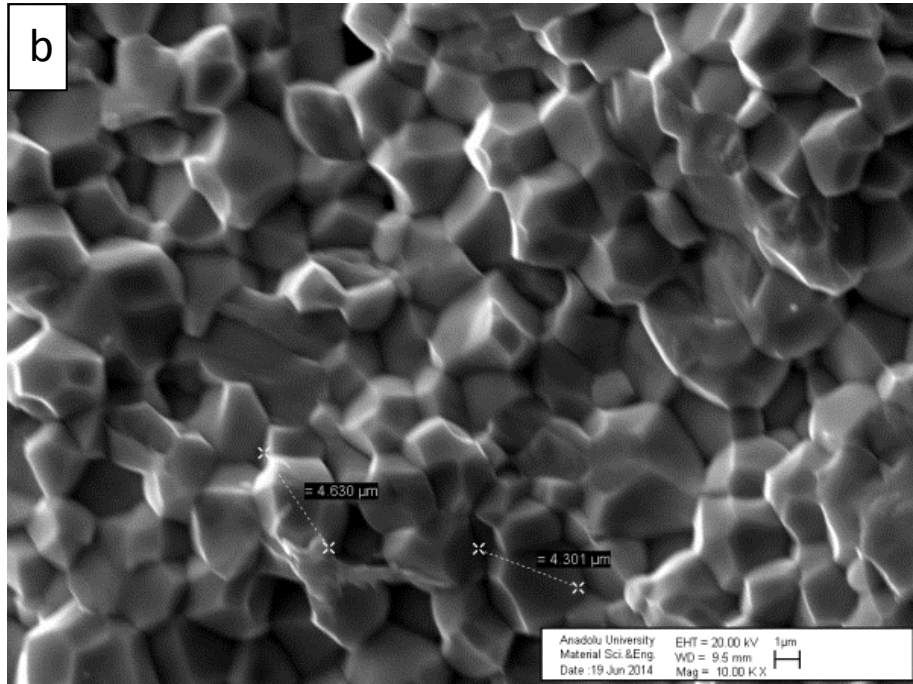
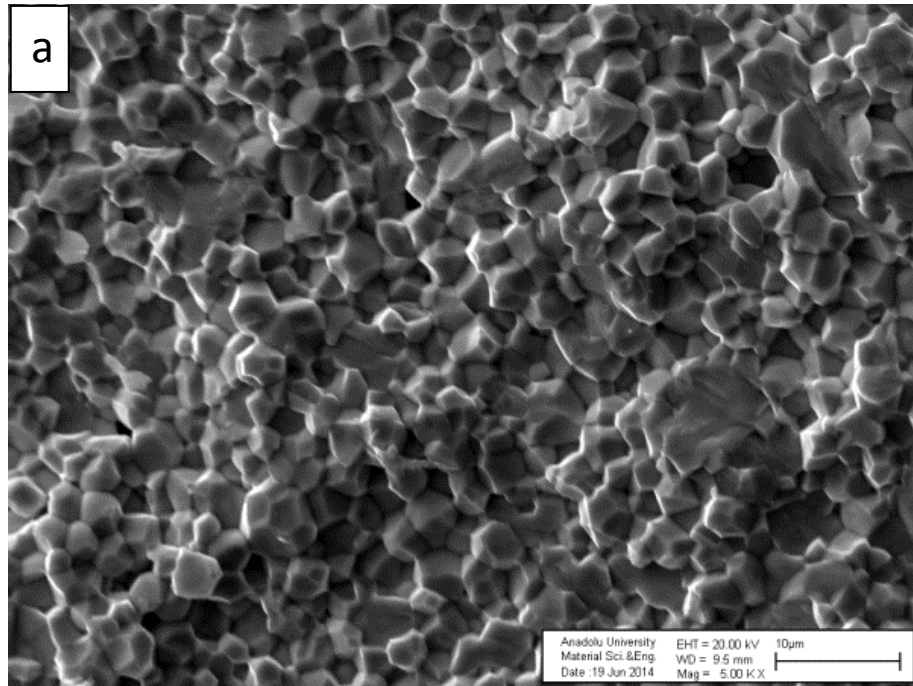
Şekil 6.13, 14, 15 ve 16' da gösterilen SEM analiz sonucu incelenen mikro-yapılar T-1-2 kompozisyonundan üretilen seramiklerin kırık yüzey görüntülerine aittir. 1125°C' de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun tane boyutu piezoelektrik malzememe için yeterli boyuta gelememiştir. Taneler homojen büyüklükte yaklaşık olarak 1-2µm arasında değişmektedir. Sıcaklık artırıldığında tanelerin boyutu 3-4µm büyüklüğüne gelmiştir ve daha yoğun bir mikro-yapı elde edilmiştir. 1175°C'deki SEM görüntüsünde yer alan tanelerin boyutu yaklaşık olarak 4µm civarındadır ve bu tane boyutuna ve yoğunluğa sahip seramiklerin piezoelektrik özellikleri diğer sıcaklıktakilere göre daha büyüktür.



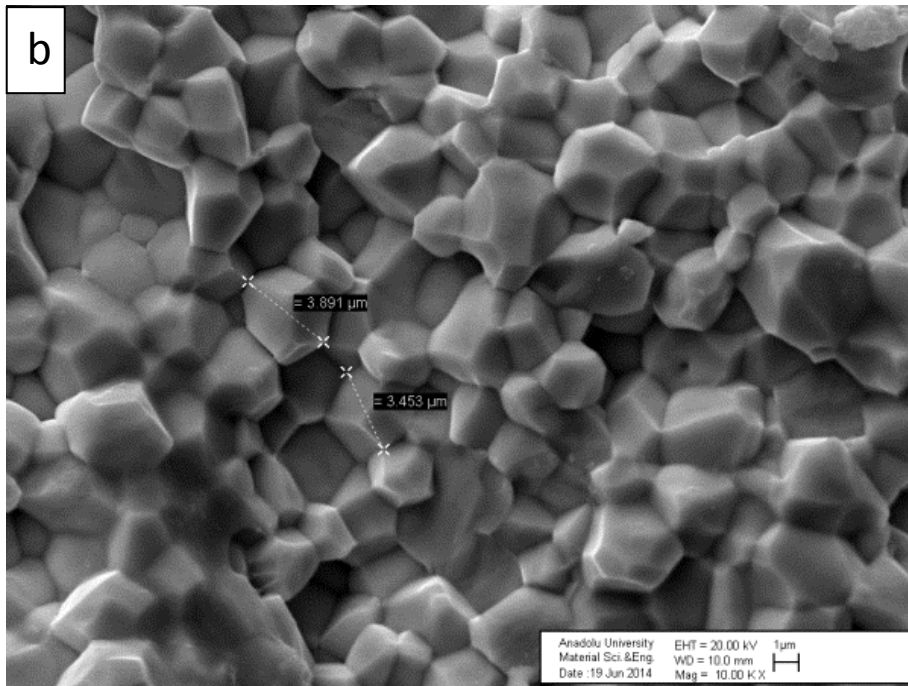
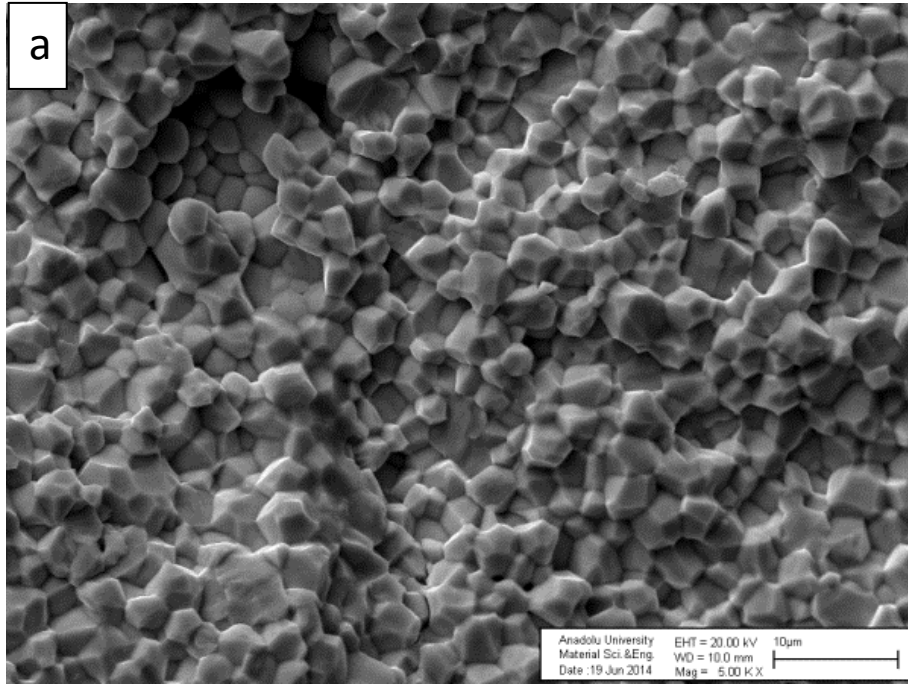
Şekil 6.13. 1125°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun **a)**5000 **b)**10000 büyütmedeki görüntüleri



Şekil 6.14. 1150°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri

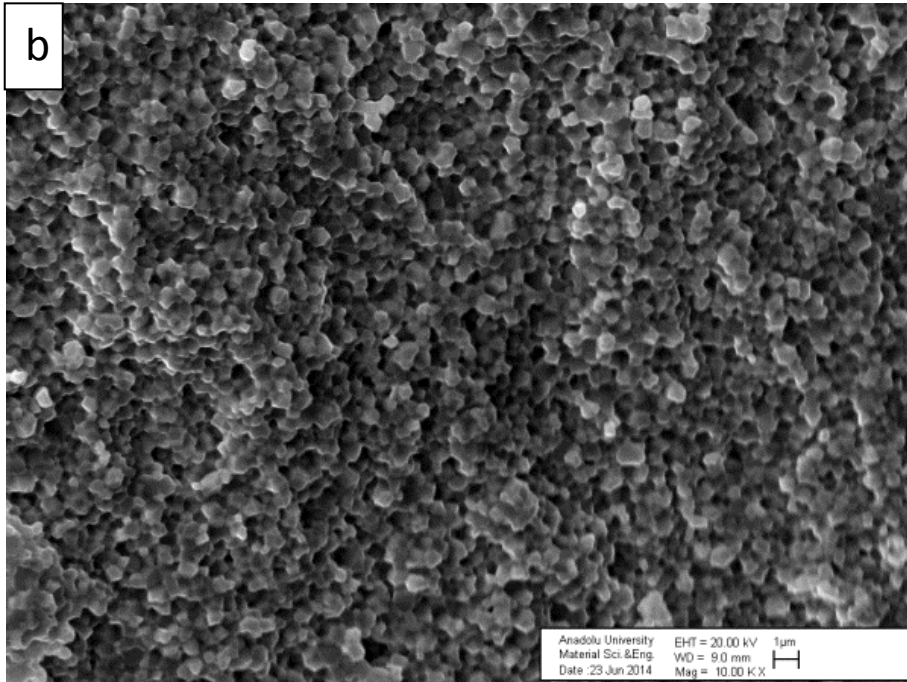
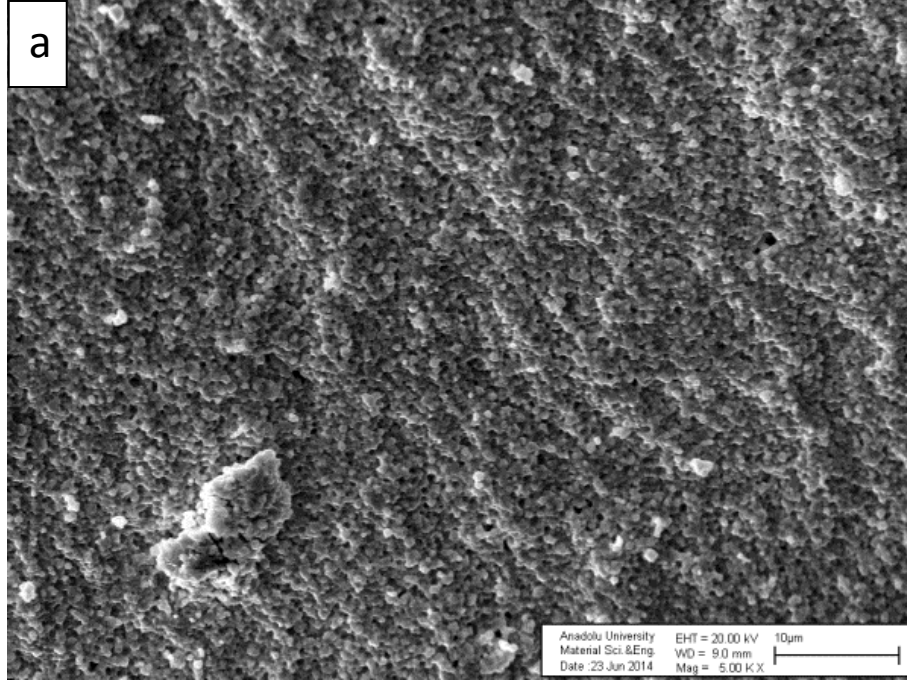


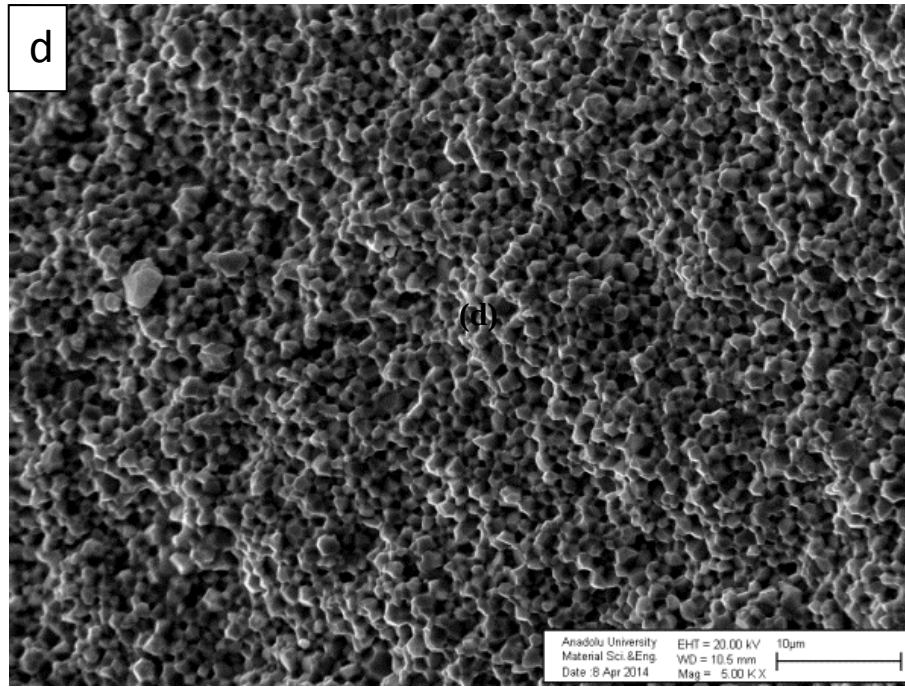
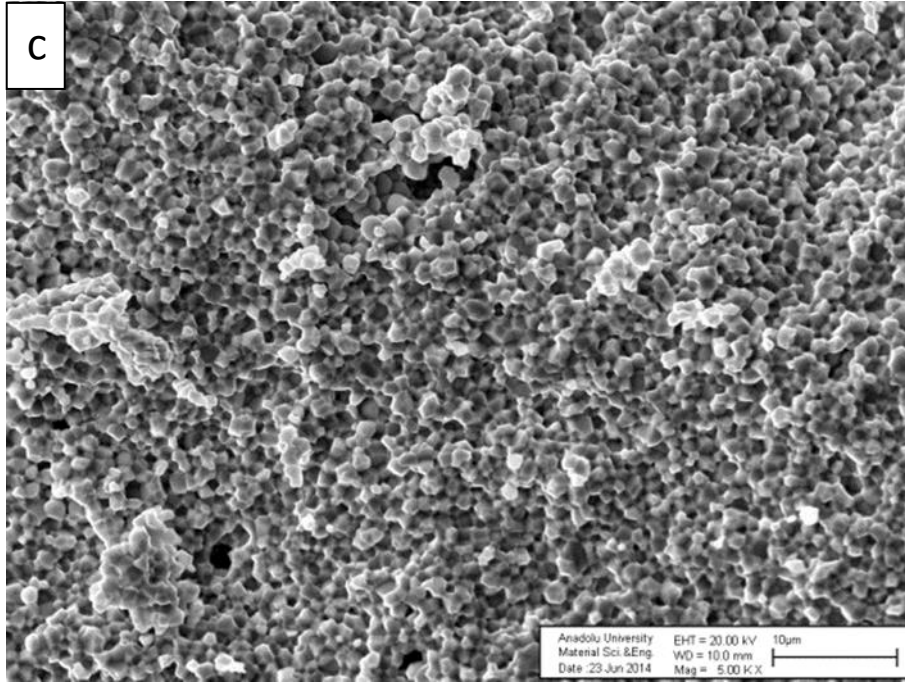
Şekil 6.15. 1175°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri

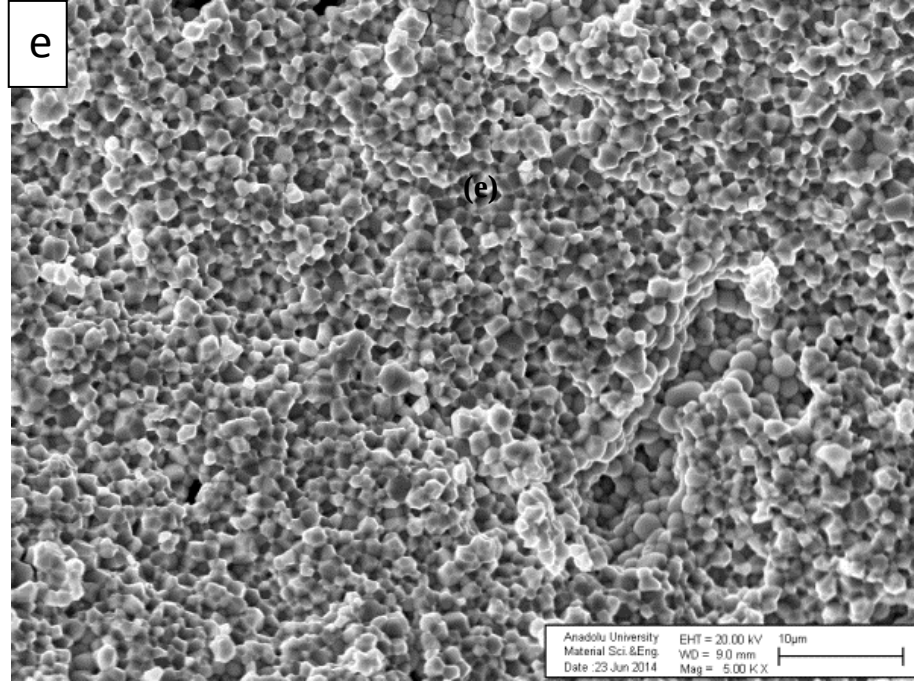


Şekil 6.16. 1250°C de sinterlenen T-1-2 kompozisyonunun a)5000 b)10000 büyütmedeki görüntüleri

T-1-3 kompozisyonunun farklı sıcaklıklardaki sinterleme sonrası kırık yüzey mikro-yapıları Şekil 6.17’de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde yapının içerisinde porositelerin olduğu yani yapının tam olarak yoğunlaşmadığı ve tanelerin yeterince büyümediği görülmüştür.

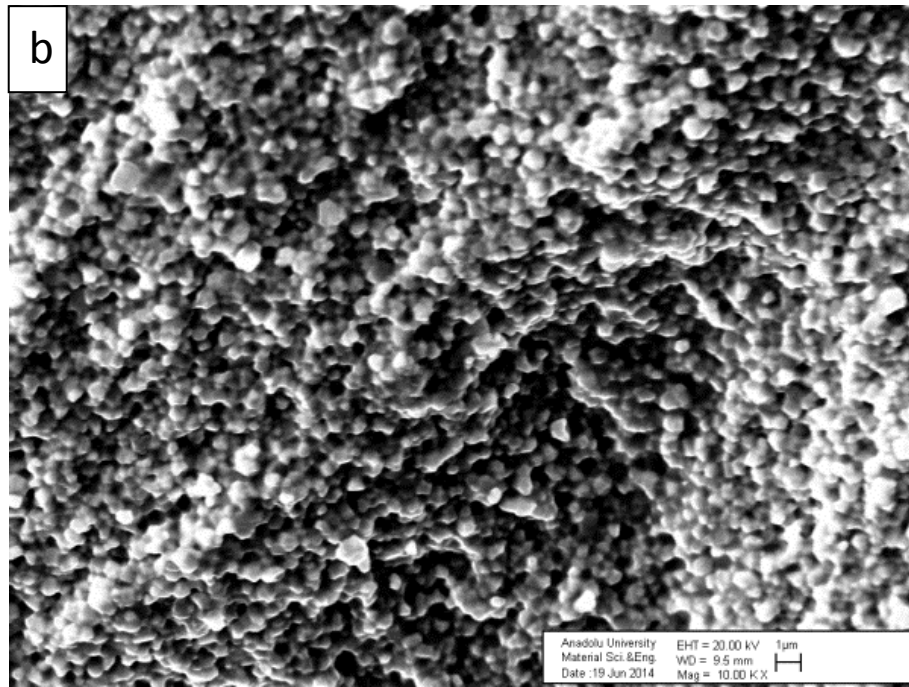
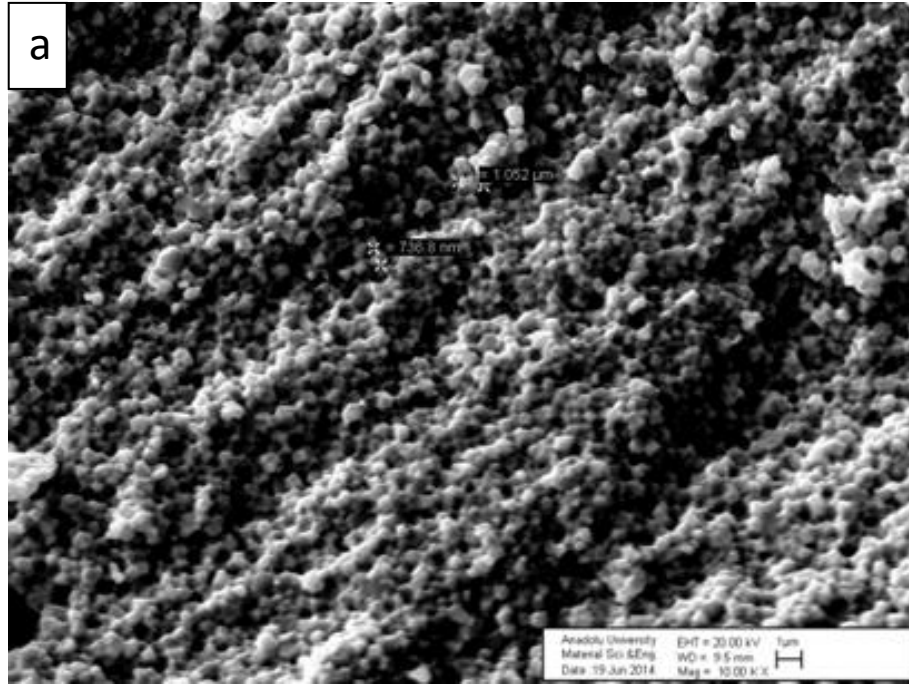


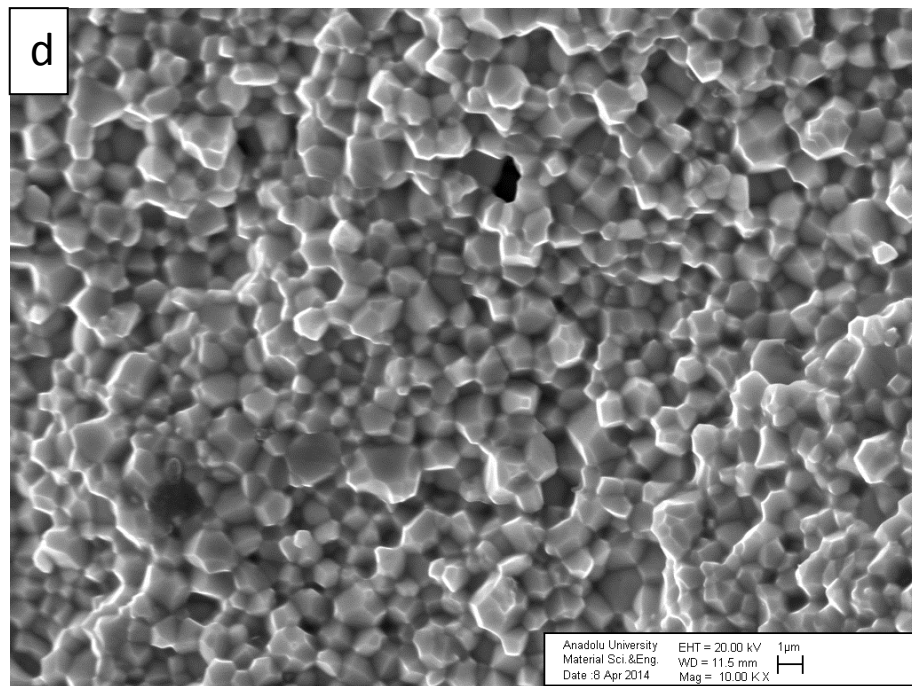
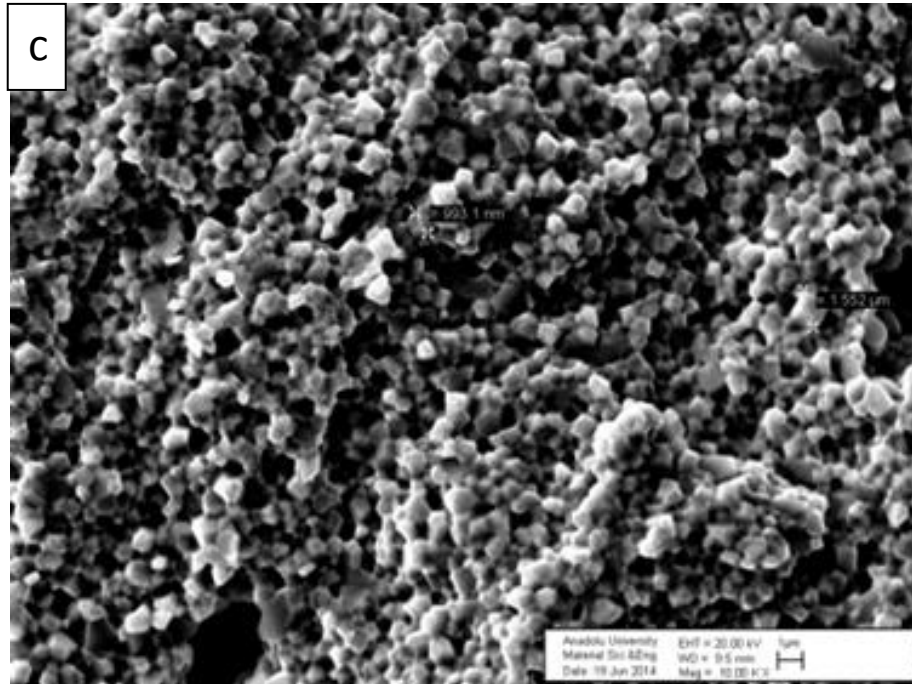


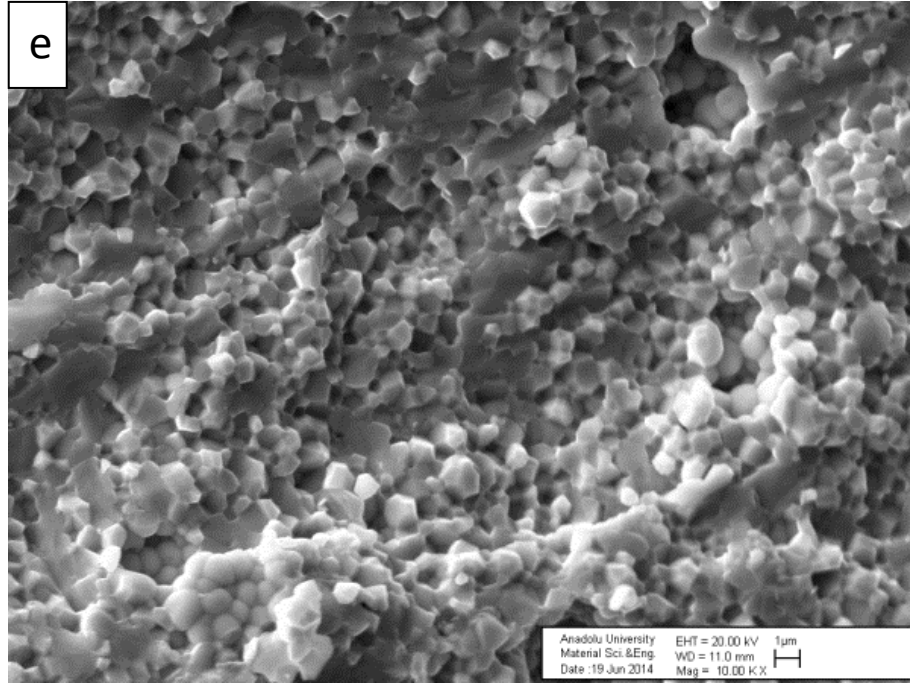


Şekil 6.17. T-1-3 kompozisyonunun a) 1150°C b) 1175°C c) 1225°C d)1250°C e)1275°C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri

Şekil 6.18’ de T-1-4 kompozisyonuna ait farklı sıcaklıklarda sinterlenen kırık yüzey mikro-yapı analizleri verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde tanelerin piezoseramik malzeme için çok küçük (yaklaşık 900nm) olduğu ve yapıda bulunan porozitelerden dolayı yapının tam olarak yoğunlaşmadı gözlemlenmiştir. Tablo 6.1 ve SEM görüntüleri incelendiğinde sıcaklığın artması ile beraber yapının nispeten daha yoğun olduğu gözlemlenmiştir.

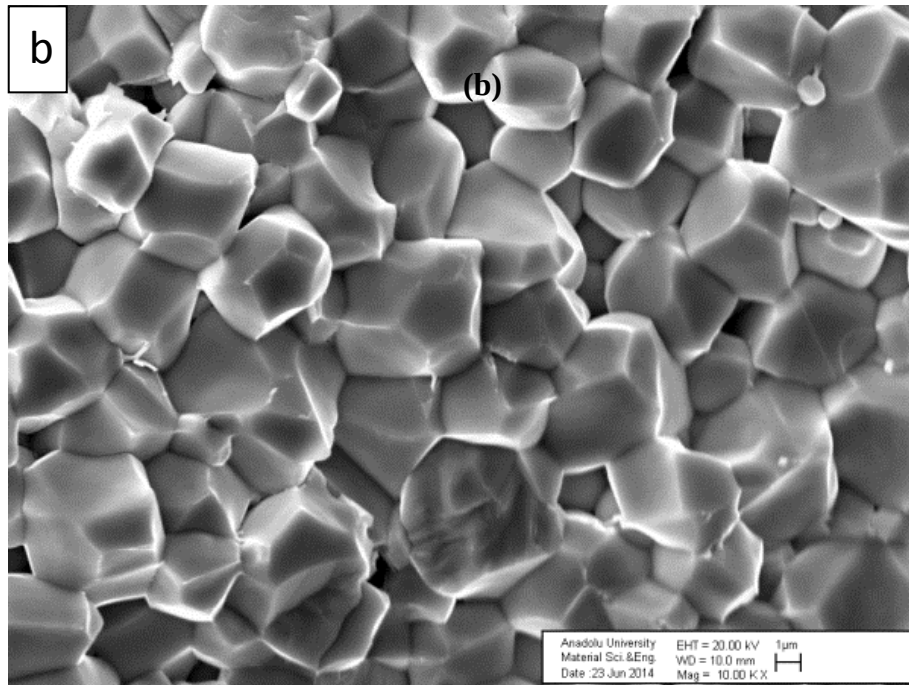
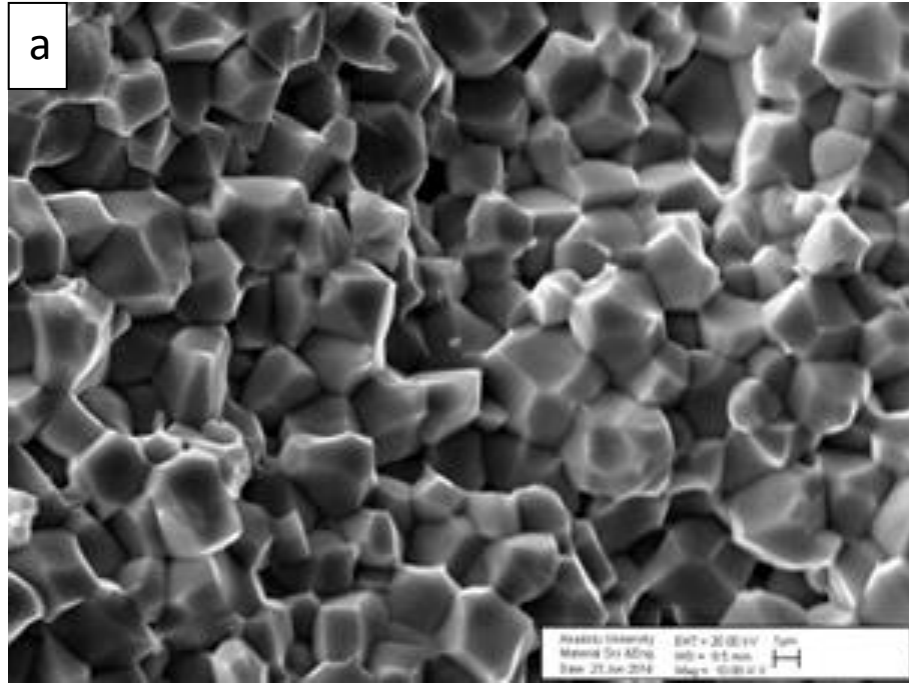


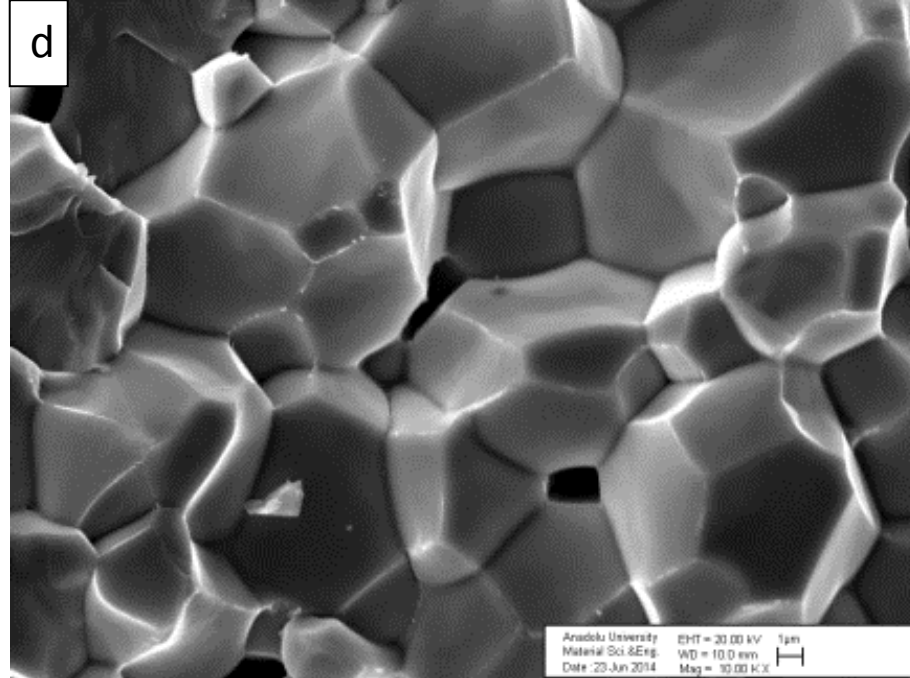
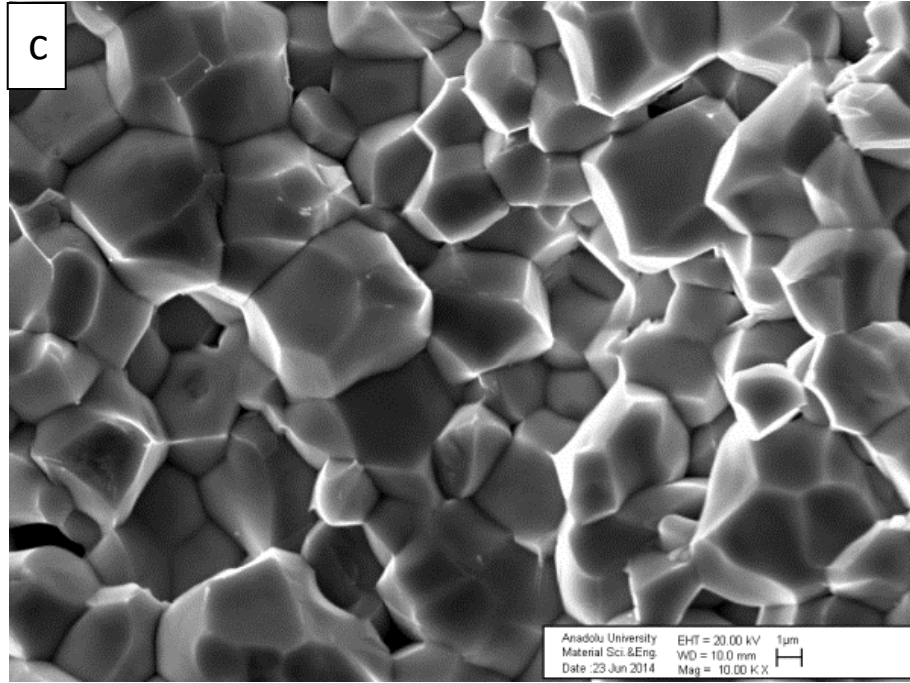


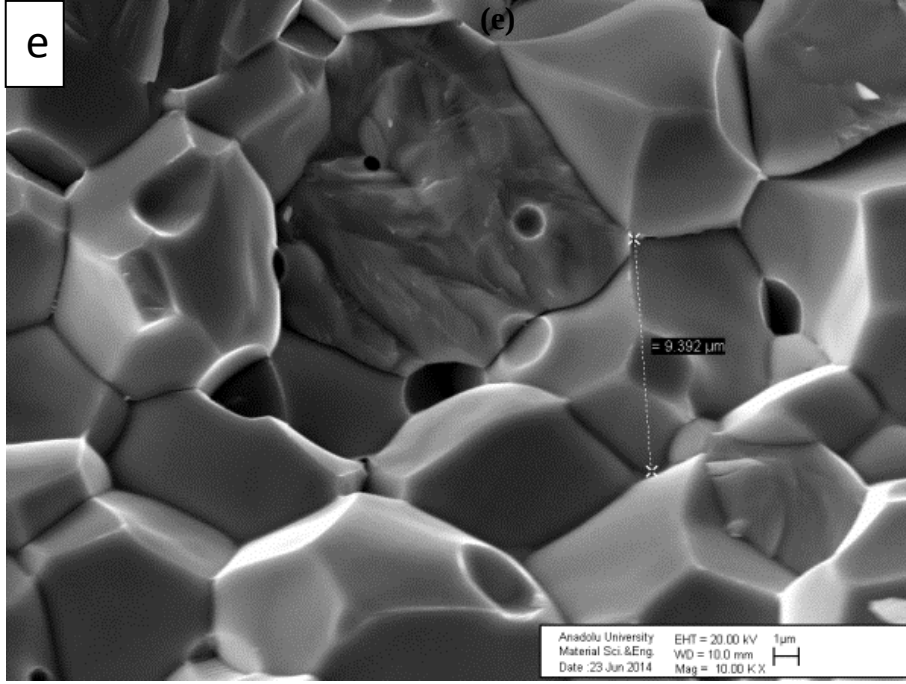


Şekil 6.18. T-1-4 kompozisyonunun a) 1150°C b) 1175°C c) 1225°C d)1250°C e)1275°C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri

T-1-5 kompozisyonunun farklı sıcaklıklardaki sinterleme sonrası kırık yüzey SEM mikro-yapı analizleri Şekil 6.19’da verilmiştir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça tane boyutunda artış gözlemlenmiştir fakat sıcaklığın artışı ile beraber tane sınırlarında, intergranül noktalarında ve tanelerin yüzeylerinde poroziteler oluşmaya başlamıştır. Genel olarak SEM görüntüleri değerlendirildiğinde yapıda La miktarının artması porozitelerin artışına sebep olmaktadır.







Şekil 6.19. T-1-5 kompozisyonunun a) 1150°C b) 1175°C c) 1225°C d)1250°C e)1275°C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri

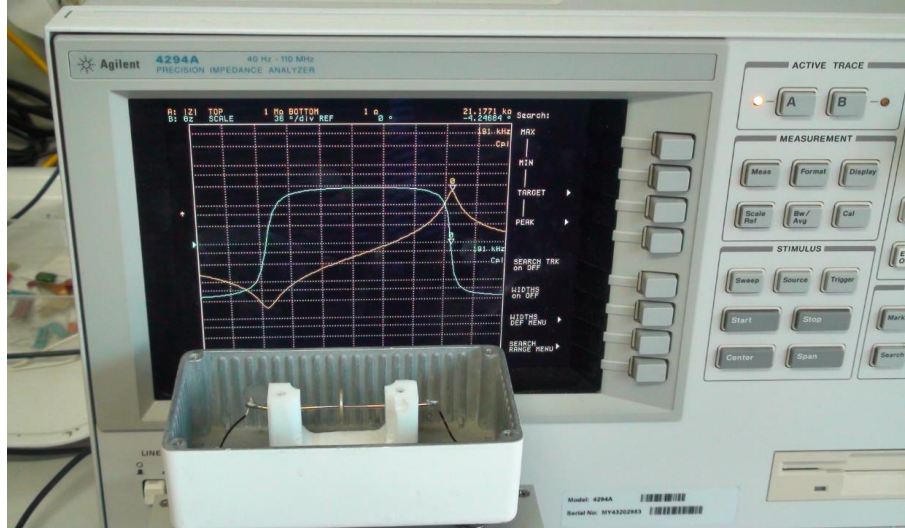
6.4. Toz Kompozisyonlarının Elektriksel Özelliklerin Ölçülmesi

Polarize edilen numunelerin piezoelektrik ve elektriksel özellikleri ölçülmüştür. Numunelerin ölçümleri polarizasyondan 24 saat sonra yapılmıştır. Piezoelektrik yük sabitesi Şekil 6.20’de görülen Sinocera marka d_{33} metre yardımıyla ölçülmüştür.



Şekil 6.20. d_{33} ölçüm düzeneği

Şekil 6.21’de verilen Agilent 4294 A Empedans Kazanç Faz Analizörü yardımıyla polarize edilen numunelerin 1kHz’deki kapasitansı, elektriksel kaybı, rezonans ve antirezonans değerleri ölçülerek dielektrik sabiti ve Q_m (mekanik kalite faktörü) hesaplanmıştır. Ölçümler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.21. Rezonans ve antirezonans değerlerinin ölçümü

Tablo 6.2, 6.3, 6.4, 6.5 ve 6.6’da farklı sıcaklıkta sinterlenen ve farklı La katkısı miktarlarına sahip numunelerin elektriksel karakterizasyon sonuçları verilmiştir. Ölçümler çapı 13mm, kalınlığı 1mm olan disk numuneler ile gerçekleştirilmiştir. Her sinterleme sıcaklığına üçer adet numune konulmuştur ve sonuçlar 3 numunenin aritmetik ortalaması alınarak verilmiştir.

Tablo 6.2. T-1-1 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları

Kompozisyon	d_{33} (pC/N)	Q_E	Dissipation Factor	f_a (Hz)	f_r (Hz)	k_p	R_r (ohm)	C (nanoF)	Q_m	K^T
1150 2s	578	61	0,016	186500	152750	0,71	22,40	2,46	61	2127
1175 2s	588	61	0,016	185500	152250	0,70	21,00	2,60	59	2290
1225 2s	564	66	0,015	185500	154500	0,66	20,30	2,77	60	2260
1250 2s	540	66	0,015	186400	153800	0,68	20,60	2,61	62	2330
1275 2s	525	65	0,015	184200	156075	0,63	22,90	2,51	63	2180

Tablo 6.3. T-1-2 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları

Kompozisyon	d_{33} (pC/N)	Q_E	Dissipation Factor	f_a (Hz)	f_r (Hz)	k_p	R_r (ohm)	C (nanoF)	Q_m	K^T
1125 2s	492	66	0,015	200100	166825	0,59	28,60	2,32	50	2210
1150 2s	503	79	0,013	199800	170200	0,60	30,16	2,25	50	2125
1175 2s	530	78	0,013	199375	170800	0,66	25,70	2,22	61	2100
1250 2s	518	79	0,013	198250	170125	0,61	29,49	2,19	56	2030

Tablo 6.4. T-1-3 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları

Kompozisyon	d_{33} (pC/N)	Q_E	Dissipation Factor	f_a (Hz)	f_r (Hz)	k_p	R_r (ohm)	C (nanoF)	Q_m	K^T
1150 2s	335	43	0,023	198650	179450	0,47	30,05	2,29	70	2175
1175 2s	349	49	0,020	196625	176500	0,49	30,60	1,99	76	1870
1225 2s	430	58	0,002	198400	172000	0,56	25,20	2,26	65	2170
1250 2s	430	58	0,017	197600	170000	0,57	24,40	2,33	67	2150
1275 2s	465	60	0,017	195400	170400	0,57	27,06	2,34	67	2140

Tablo 6.5. T-1-4 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları

Kompozisyon	d_{33} (pC/N)	Q_E	Dissipation Factor	f_a (Hz)	f_r (Hz)	k_p	R_r (ohm)	C (nanoF)	Q_m	K^T
1150 2s	325	44	0,023	197300	176750	0,47	28,90	2,05	77	1870
1175 2s	333	45	0,022	199300	180100	0,47	30,70	2,19	71	2070
1225 2s	375	53	0,018	200400	178400	0,51	27,80	2,37	65	2190
1250 2s	407	51	0,019	202375	178400	0,53	27,80	2,32	62	2210
1275 2s	426	55	0,018	202550	180150	0,55	29,09	2,35	70	2230

Tablo 6.6. T-1-5 kompozisyonunun farklı sinterleme sıcaklıklarındaki elektriksel karakterizasyon sonuçları

Kompozisyon	d_{33} (pC/N)	Q_E	Dissipation Factor	f_a (Hz)	f_r (Hz)	k_p	R_r (ohm)	C (nF)	Q_m	K^T
1150 2s	314	43	0,023	199900	183400	0,43	32,90	2,42	69	2210
1175 2s	391	47	0,021	201700	183700	0,52	33,20	2,36	65	2260
1225 2s	379	56	0,017	203550	182400	0,51	31,80	2,40	58	2270
1250 2s	355	53	0,018	204100	182650	0,50	33,40	2,40	55	2281
1275 2s	334	58	0,017	205200	183900	0,50	34,40	2,46	52	2300

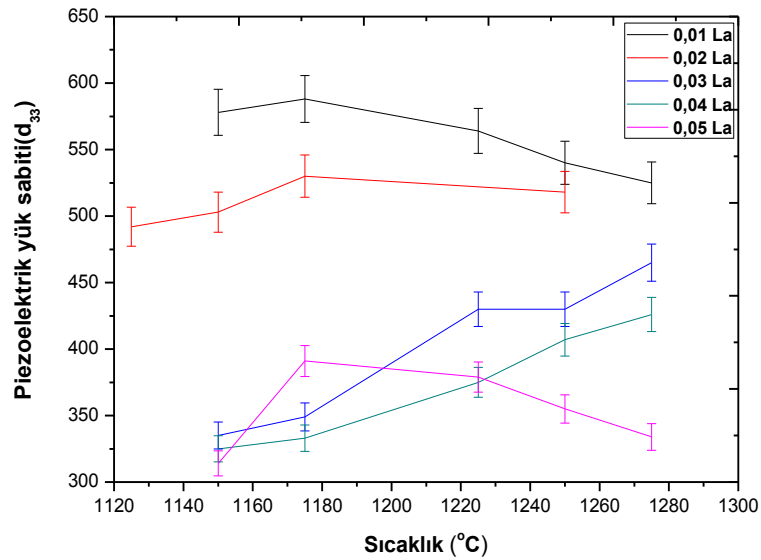
Tablo 6.2 incelendiğinde T-1-1 kompozisyonunun optimum sinterleme sıcaklığının 1175°C olduğu görülmektedir. Şekil 6.5'e bakıldığında 1175°C sinterlenen numune pyrochlore fazının oluşmadığı böylelikle piezoelektrik özelliklerin bu sıcaklık değerinde diğer sıcaklıklara göre daha yüksek değerlerde olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca bu sıcaklıkta sinterlenen numunelerin SEM görüntüleri yapının daha yoğun olduğunu göstermektedir. Tablo 6.1'e göre sıcaklıkla beraber yoğunluğun düştüğü bu da piezoseramikler malzemelerde enerji verimliliğini gösteren k_p 'nin de düştüğünü Tablo 6.2' ye bakarak anlamak mümkündür.

Tablo 6.3'de de görüldüğü üzere T-1-2 kompozisyonunun piezoelektrik yük sabitesi ve enerji verimliliği açısından optimum sinterleme sıcaklığı 1175°C'dir. Piezoelektrik yük sabitesi 1175°C'ye kadar artış göstermiştir fakat 1250°C'de azalmıştır.

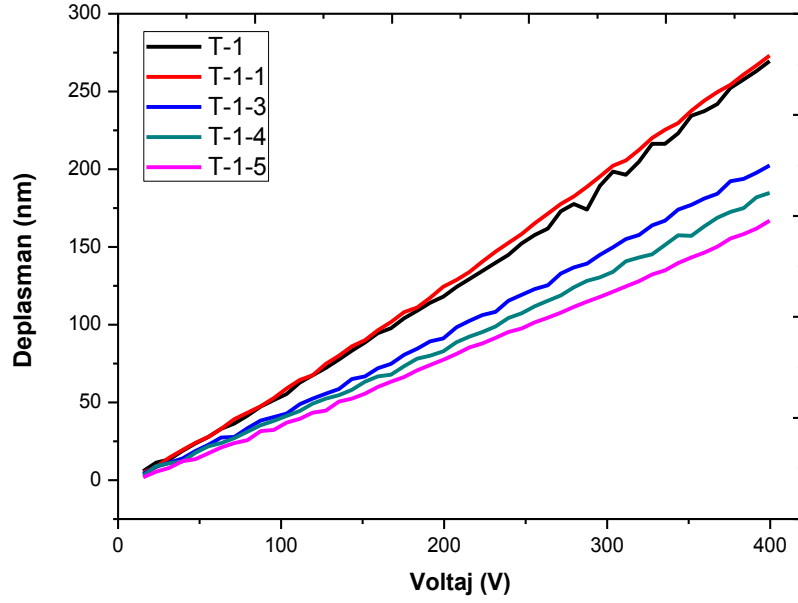
T-1-3 ve T-1-4 kompozisyonlarında sıcaklık ile beraber elektriksel özelliklerin iyileştiği Tablo 6.4 ve 6.5'e bakılarak anlaşılmaktadır. Elektriksel özelliklerdeki bu artışın sebebi Şekil 6.7'de verilen XRD faz analiz sonucunda yer alan pyrochlore fazının sıcaklıkla beraber azalması ve yapının daha yoğun hale gelmesidir.

Tablo 6.6'da yer alan farklı sıcaklıklardaki sinterleme sonrası karakterizasyon sonuçları incelendiğinde T-1-5 kompozisyonu için optimum sinterleme sıcaklığının 1175°C olduğu görülmektedir. Tablo 6.1'e bakıldığında bu sıcaklıktaki yoğunluk değerinin diğerlerine göre daha yüksek olduğu ve sıcaklığın artışı ile beraber yapıda porositelerin meydana geldiğini bu da elektriksel özellikleri negatif yönde etkilediği gözlemlenmiştir.

Farklı La miktarlarına sahip PZT kompozisyonları arasında T-1-1 kompozisyonunun piezoelektrik yük sabitesi olan d_{33} değeri diğerlerine kıyasla daha büyüktür. La miktarı PZT yapıda arttıkça d_{33} değerinin azaldığı görülmüştür (Şekil 6.22). Aktüatör uygulamasında yüksek piezoelektrik yük sabiti Şekil 6.23’de görüldüğü gibi yüksek deplasman vermektedir bu yüzden bu tez çalışmasında tasarlanan çok katlı piezoseramik yapılar T-1-1 kompozisyonundan yani 0,01 La miktarına sahip $\text{Pb}_{0.93}\text{Sr}_{0.05}\text{La}_{0.01}(\text{Zr}_{0.54}\text{Ti}_{0.46})\text{O}_3$ kompozisyonundan yapılmışlardır. 1175°C de 2 saat süreyle sinterlenen T-1-1 numunesinin piezoelektrik yük sabiti diğer sıcaklıklara göre daha fazladır. Çok katlı seramik üretiminde kullanılan T-1-1 kompozisyonu 1175 °C 2 saat süreyle sinterlenmiştir.



Şekil 6.22. La miktarının, sinterleme sıcaklığına bağlı piezoelektrik yük sabitine etkisi



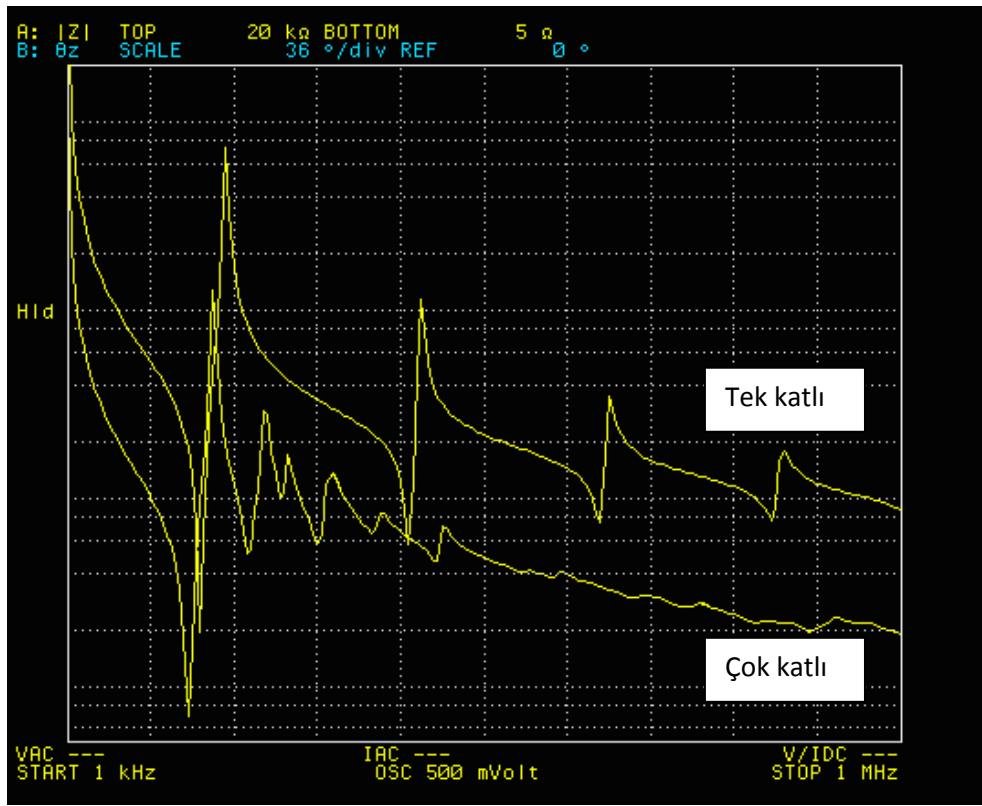
Şekil 6.23. Farklı La miktarlarına sahip kompozisyonların voltaja bağlı deplasman grafiği

6.5. Çok Katlı Seramiklerin Elektriksel Karakterizasyonu

6.5.1. 13 mm Çapındaki Farklı Katman Sayısı Ve Kalınlığına Sahip Çok Katmanlı Seramiklerin Karşılaştırılması

Çok katmanlı seramiklerin rezonans-antirezonans ölçümleri Empedans analizöründe analiz edilmiştir ve Şekil 6.24’de çapı 13mm kalınlığı 1mm tek katlı ile 5 katlı seramiklerin rezonans-antirezonans ölçüm örneği verilmiştir. Tek katlı seramiğin kapasitansı 2,46 iken 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin kapasitansları sırasıyla 12,48 ve 22,7 olarak artış göstermiştir. Kapasitanlardaki bu artış seramiklerin paralel olarak bağlandığının bir göstergesidir. Tek katlı seramiğin rezonans frekansı yaklaşık olarak 187 kHz iken 5 katlı seramiğin rezonans frekansı yaklaşık olarak 175 kHz değerine düşmüştür. Piezoelektrik yük sabitesi olan d_{33} değerlerini karşılaştırmak gerekirse, tek katlı seramiğin d_{33} ’ü 588 pC/N iken 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin sırasıyla 2230 ve 4960 pC/N’dir. Piezoelektrik sabitelerin normalde 5 ve 10 katı kadar artması beklenirken daha az şekilde artış göstermiştir. Bunun sebebi katların arasında yer alan epoksiden ve bütün seramiklerin aynı sırada yapışamamasından kaynaklanmaktadır. Dielektrik sabiti

olan K^T malzemeye özgü bir özellik olduğu için çok katmanlı yapılarda aynı şekilde değerlendirilmektedir [23]. Aynı şekilde elektriksel kayıp olarak adlandırılan Q_E 'nin katman sayısı ile çok fazla değişmediği, kompozisyonun aynı olmasından kaynaklanmaktadır. Tablo 6.7' de tek katlı 13 mm çapına ve 1 mm kalınlığına sahip seramiğin elektriksel karakterizasyon sonuçları ile 13 mm çapına ve 1 mm kalınlığına sahip 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin elektriksel karakterizasyon sonuçları karşılaştırılmıştır.



Şekil 6.24. Tek katlı ve çok katlı seramiklerin rezonans-antirezonans grafiklerinin karşılaştırılması

Tablo 6.7. Kalınlığı 1mm-çapı 13mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması

Kompozisyon	d_{33}	Q_E	Dissipation Factor	R_r (ohm)	C (nanoF)	K^T
Tek katlı	588	61	0,016	22,40	2,46	2127
5 katlı	2230	71	0,014	5,97	12,48	-
10 katlı	4960	71	0,014	4,99	22,70	-

Daha sonra kalınlıkları 0,5 mm olan seramikler üretilmiş olup 5 ve 10 katlı olarak çok katlı hale getirilmiştir. Bu seramiklerin elektriksel karşılaştırması Tablo 6.8’de verilmiştir.

Tablo 6.8. Kalınlığı 0.5mm-çapı 13mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması

Kompozisyon	d_{33}	Q_E	Dissipation Factor	R_r (ohm)	C (nanoF)	K^T
Tek katlı	520	70	0,014	11,90	4,68	2140
5 katlı	2190	72	0,013	3,59	22,70	-
10 katlı	4830	72	0,013	3,20	37,11	-

Tablo 6.8’de görüldüğü gibi katman sayısı ile beraber seramiklerin kapasitanslarında orantılı olarak artış gözlemlenmiştir. Tablo 6.7 ve 6.8’i karşılaştırmak gerekirse ince katman kalınlığına sahip seramiklerin kapasitansı 1mm kalınlığa sahip seramiklerin kapasitansından yaklaşık olarak 2 kat daha büyüktür.

6.5.2. 9 mm Çapındaki Farklı Katman Sayısı Ve Kalınlığına Sahip Çok Katmanlı Seramiklerin Karşılaştırılması

13 mm çapındaki numunelerden sonra radyal moddaki farklılıklarını da görebilmek amacıyla 9 mm çapındaki numuneler üretilmiştir. Bu numunelerin elektriksel ölçümleri Tablo 6.9’da verilmiştir.

Tablo 6.9. Kalınlığı 1mm- çapı 9mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması

Kompozisyon	d_{33}	Q_E	Dissipation Factor	R_r (ohm)	C (nanoF)	K^T
Tek katlı	556	75	0,013	25,80	1,36	2350
5 katlı	1530	68	0,014	13,60	3,88	-
10 katlı	4250	74	0,013	10,30	12,74	-

Katman kalınlıklarındaki farklılıkları görebilmek amacıyla 0,5 mm kalınlığındaki numunelerin elektriksel özellikleri ölçülmüş ve Tablo 6.10’da verilmiştir.

Tablo 6.10. Kalınlığı 0.5mm- çapı 9mm olan tek katlı, 5 katlı ve 10 katlı seramiklerin karşılaştırılması

Kompozisyon	d_{33}	Q_E	Dissipation Factor	R_r (ohm)	C (nanoF)	K^T
Tek katlı	600	68	0,014	16,40	2,40	2195
5 katlı	1730	63	0,015	7,17	11,67	-
10 katlı	3550	70	0,014	4,32	20,63	-

Tablo 6.8 ve 6.10’da verilen elektriksel karakterizasyon sonuçlarına göre çapı 9 mm olan seramiklerin kapasitansları çapı 13 mm olan seramiklerin kapasitanslarına göre orantılı olarak daha düşüktür. Kalınlıkları aynı olmasına rağmen alanı büyük seramiğin kapasitansı daha büyüktür.

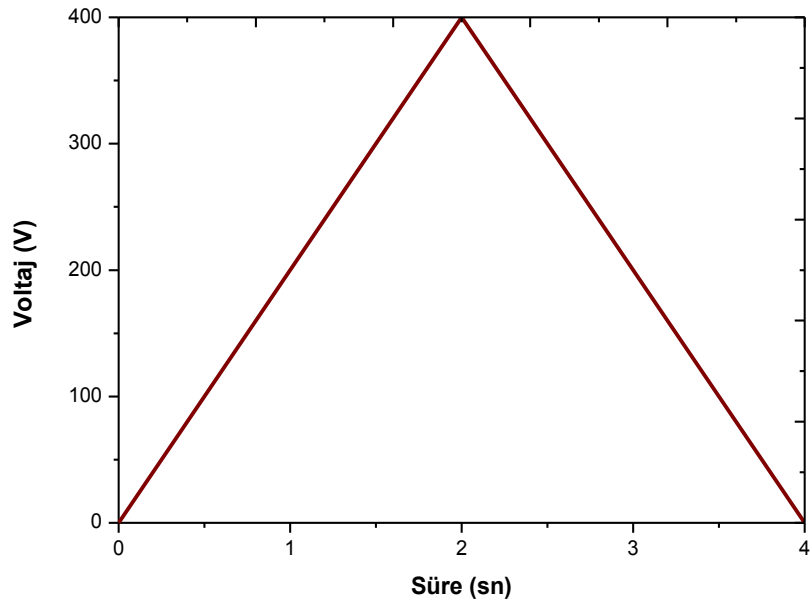
6.6. Çok Katlı Seramiklerin Deplasman (Yer değiştirme) Ölçümleri

Çok katlı seramiklerin deplasman ölçümleri Şekil 6.25’ de verilen Aixacct CMA Ferroelektrik ve Dielektrik ölçüm cihazı ile gerçekleştirilmiştir.



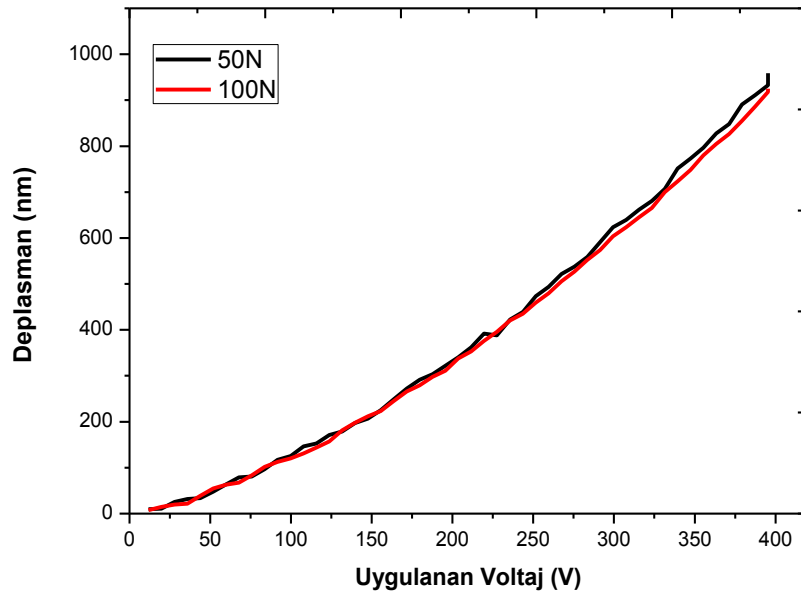
Şekil 6.25. AIXACT Ferroelektrik Ölçüm Düzenegi

Çok katmanlı yapıların voltaja bağlı verdiği yer değiştirme (deplasman) miktarını ölçmek için seramiklere Şekil 6.26’da gösterildiği gibi pozitif yönde 4 saniye boyunca 400V değerinde voltaj uygulanmıştır. Ayrıca, voltaja bağlı deplasman miktarları, seramiklerin kendi uzunluklarına oranlanarak deplasman oranları hesaplanmış ve bu deplasman oranları karşılaştırılmıştır.



Şekil 6.26. Çok katlı seramiklere uygulanan zamana bağlı voltaj sinyali

Çok katmanlı seramikler Ferroelektrik ölçüm cihazının aixCMA kısmında analiz edilmiştir. Cihazın bu kısmında bulunan çok katlı piezoseramik malzemeye voltaj verilerek aktüatörün deplasman yaratması sağlanır ve numune üzerine kuvvet uygulanır. Uygulanan bu kuvvet pre-stress (ön-stres) olarak adlandırılır. Uygulanan pres-stresin deplasmana etkisini incelemek için önce numune üzerine 50N sonrasında 100N kuvvet uygulanarak voltaja bağlı deplasman değerleri incelenmiştir ve Şekil 6.27’de gösterilmiştir.



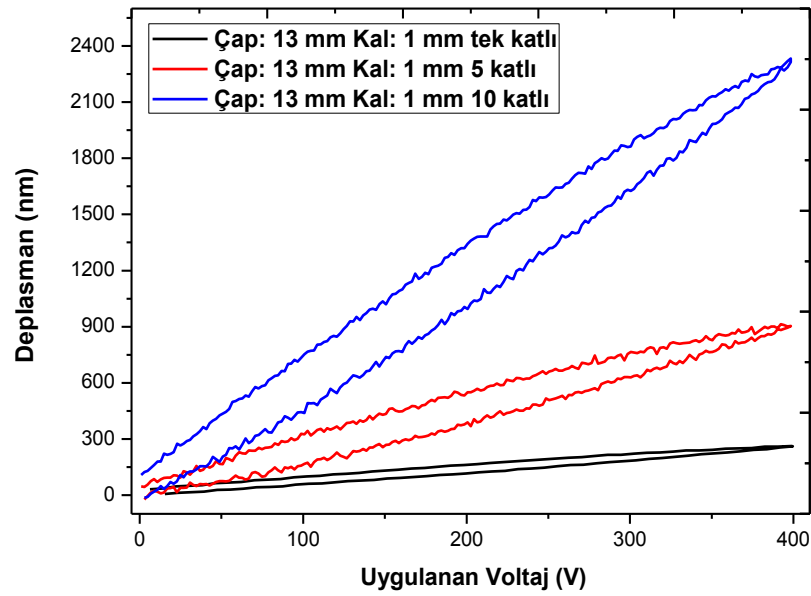
Şekil 6.27. Pre-stresin oluşturulan deplasmana etkisi

Şekil 6.27’ de görüldüğü gibi malzeme üzerine uygulanan pre-stresin voltaja bağlı deplasmanında çok fazla etkisinin olmadığı ölçümler sonucu anlaşılmıştır. Daha sonraki alınan voltaja bağlı deplasman ölçümleri numune üzerine 50N kuvvet uygulanarak gerçekleştirilmiştir.

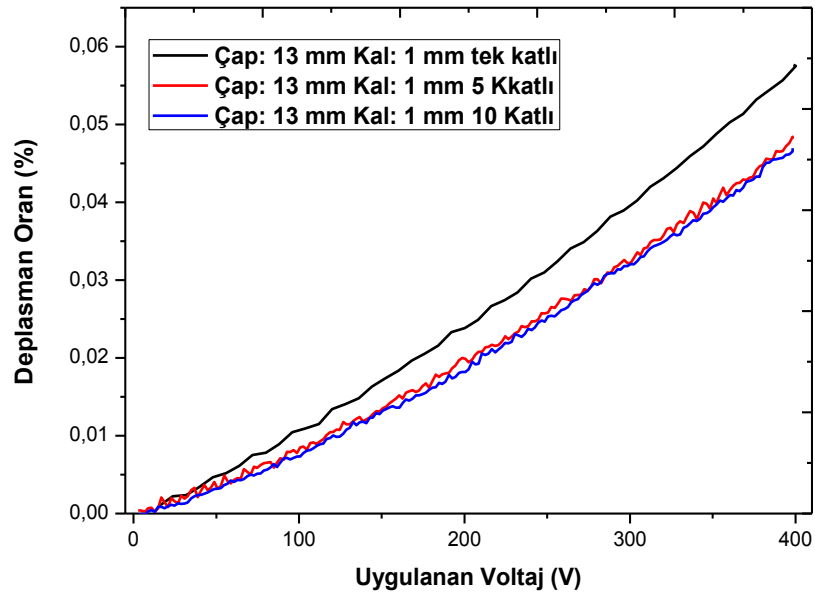
6.6.1. Katman Sayısında ki Değişimin Deplasman Etkisi

Çok katlı seramiklerin voltaja bağlı deplasmanında katman sayısının etkisine bakmak için numunelere 50N değerinde pre-stres uygulanarak Şekil 6.26’da verilen sinyal 4 saniye boyunca uygulanmıştır ve bu voltaja karşı verdikleri deplasman Şekil 6.28’de, voltaja bağlı deplasman oranları Şekil 6.29’da verilmiştir.

13 mm çapa sahip 1 mm kalınlığında olan tek katlı ve çok katmanlı seramiklerin voltaj deplasman grafiği incelendiğinde 10 katlı olan seramiğin 400 V'daki deplasman miktarı yaklaşık olarak 2400 nm, 5 katlı seramiğin aynı voltajdaki deplasman miktarı yaklaşık olarak 1/3'ü kadar yani 800 nm civarında olduğu gözlemlenmiştir. Aynı boyut ve kalınlıktaki tek katlı seramiğin ise yaklaşık olarak 200 nm deplasman verdiği görülmüştür. Aynı çapa, aynı katman kalınlığına fakat farklı katman sayısına sahip seramiklerin deplasman oranları Şekil 6.29'da görüldüğü gibi yaklaşık olarak aynı gözlemlenmiştir. Bunun sebebi, aynı katman kalınlığına sahip numunelerin yüzde olarak aynı oranda büyüme göstermeleridir.



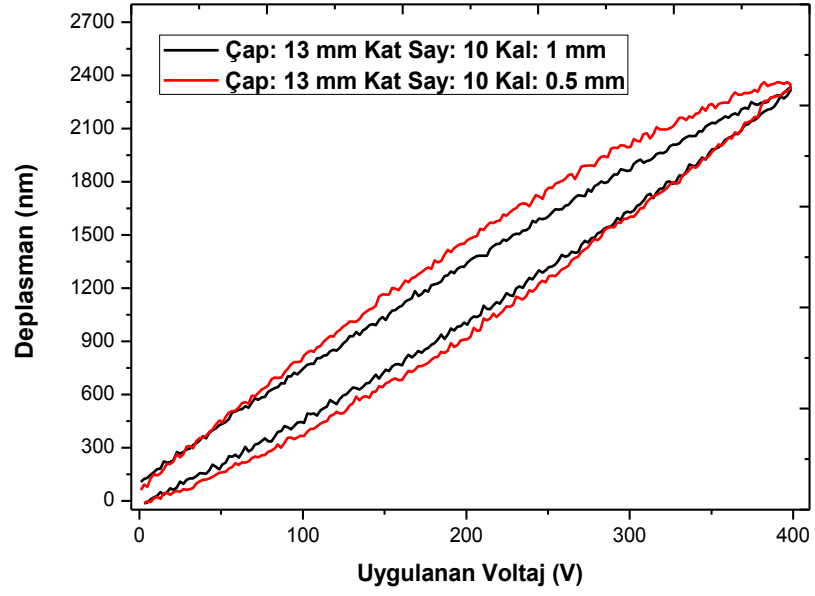
Şekil 6.28. Katman sayısındaki değişimin oluşturulan deplasmana etkisi



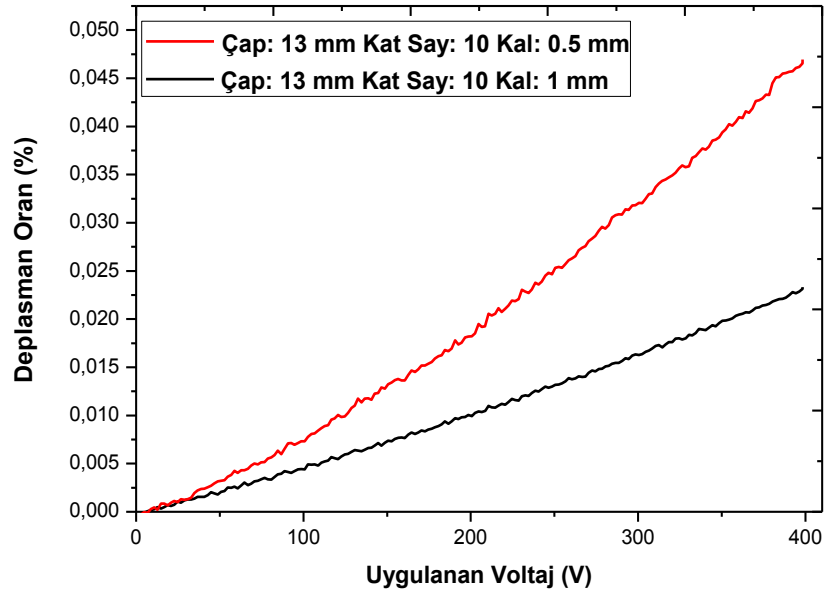
Şekil 6.29. Katman sayısındaki değişimin deplasman oranına etkisi

6.6.2. Katman Kalınlığındaki Değişimin Deplasmana Etkisi

Şekil 6.30'da verilen aynı çapa ve aynı katman sayısına sahip fakat farklı katman kalınlığındaki numunelerin voltaja bağlı deplasman eğrisi verilmiştir. Ölçüm alınan seramikler 13 mm çap, 10 katlı, 0.5 mm ve 1 mm kalınlığa sahip numunelerdir. Voltaja bağlı deplasman eğrisi diğer ölçümlerle aynı koşullarda yani 400V voltaj uygulanarak gerçekleştirilmiştir. 1 mm katman kalınlığına sahip numunenin aynı voltajdaki verdiği deplasman ile 0.5 mm katman kalınlığına sahip numunenin verdiği deplasman miktarları birbirine çok yakın olduğu ölçümler sonucu anlaşılmıştır. Fakat seramiklerin deplasman oranları karşılaştırıldığında 0.5 mm kalınlığa sahip numunenin 1 mm kalınlığa sahip numuneye göre daha fazla oranda büyüme gösterdiği Şekil 6.31'de görülmektedir.



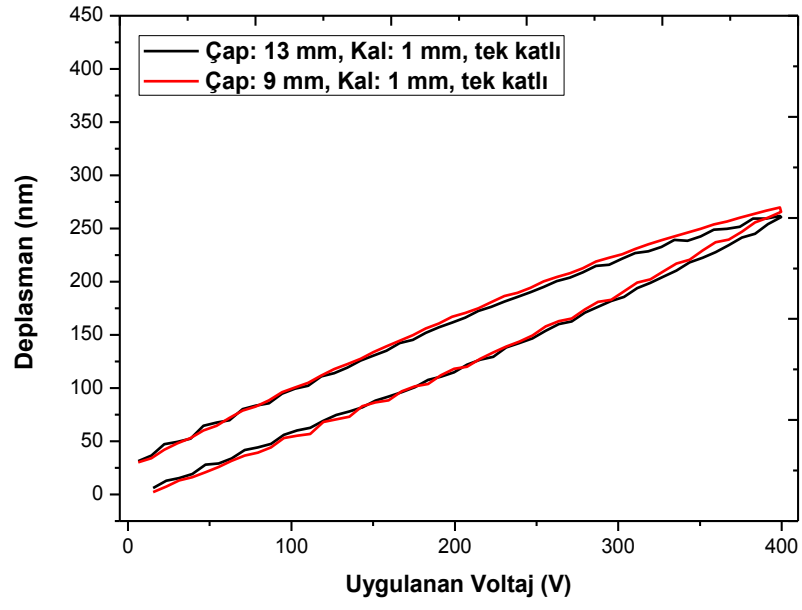
Şekil 6.30. Katman kalınlığındaki değişimin oluşturulan deplasmana etkisi



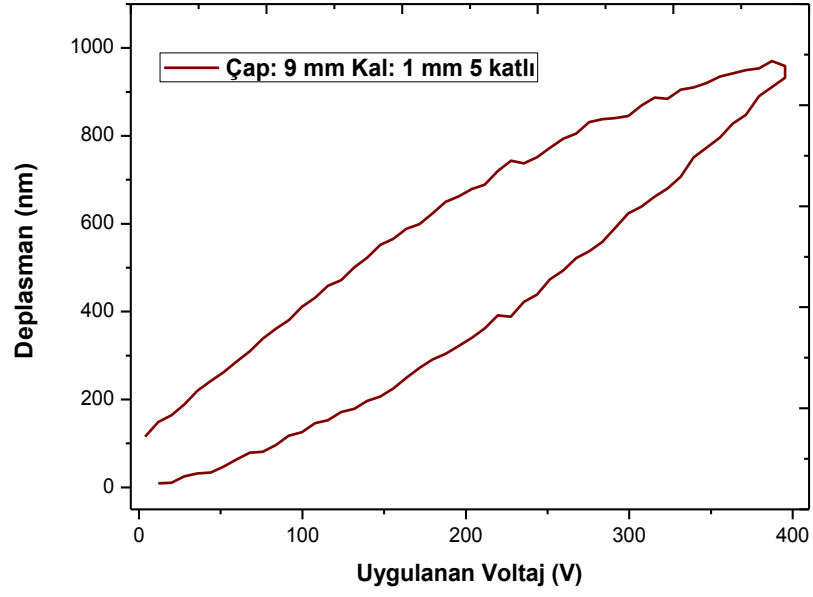
Şekil 6.31. Katman kalınlığındaki değişimin deplasman oranına etkisi

6.6.3. Katman Çapının Deplasmana Etkisi

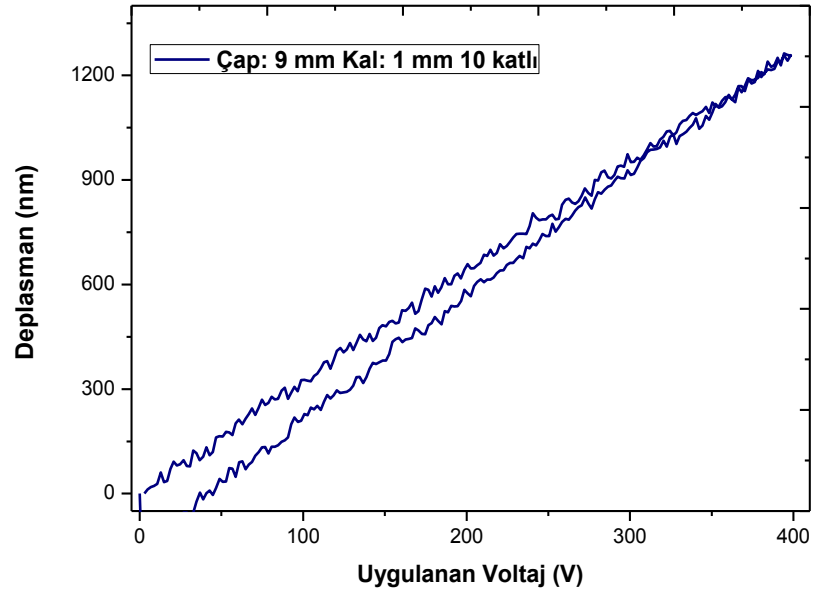
Şekil 6.32, 33, 34, 35 ve 36’da katman çapının voltaja bağlı deplasman üzerindeki etkisi incelenmiştir. Numunelerin katman kalınlıkları ve sayısı eşit sadece çapları farklı boyutlardadır. Voltaja bağlı deplasman ölçümü diğer numunelerde olduğu gibi 400V değerinde 50N pre-stres altında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.32 incelendiğinde katman çapının deplasmana etkisinin olmadığı anlaşılmıştır. Ölçüm alınan bu numunelerin katman kalınlıkları 1 mm ve tek katlılardır. 400V’daki verdikleri deplasman yaklaşık olarak 260 nm’dir. Şekil 6.33, 34, 35 ve 36’da sırasıyla çapı 9 mm kalınlığı 1 mm 5 katlı, çapı 9 mm kalınlığı 1 mm 10 katlı, çapı 13 mm kalınlığı 1 mm 5 katlı ve çapı 13 mm kalınlığı 1 mm 10 katlı seramiklerin voltaja bağlı yer değiştirme eğrileri verilmiştir. Şekil 6.33’de 9 mm 5 katlı seramiğin verdiği deplasman miktarı yaklaşık olarak 900 nm iken Şekil 6.34’de 9 mm 10 katlı seramiğin verdiği deplasman miktarı yaklaşık olarak 1300 nm’dir. Seramiklerin verdikleri deplasman miktarları beklenen değerden biraz düşük çıkmasının sebebi olarak iletkenlik sağlaması için araya konulan bakırların yüzey pürüzlülüğü ve yapıştırmak için kullanılan epoksi katmanının homojensizliği gösterilebilir. Şekil 6.35 ve 36 incelendiğinde ise 13 mm çapa sahip çok katlı seramiklerin verdikleri deplasman sırasıyla yaklaşık olarak 900 ve 2400 nm’dir. 5 katlı seramikte deplasman miktarı beklenen değerden daha az çıkmıştır. Bunun sebebi olarak aynı şekilde seramiklerin aralarına yerleştirilen bakır alaşımlarının yüzey pürüzlülüğünden ve katmanların hepsinin aynı hızda yapışmamasından kaynaklanmaktadır. Fakat 13 mm 10 katlı seramikte 400V’a karşı yer alan deplasman miktarı beklenildiği gibi yani tek katlı seramiklerin yaklaşık 10 katı kadar deplasman vermiştir.



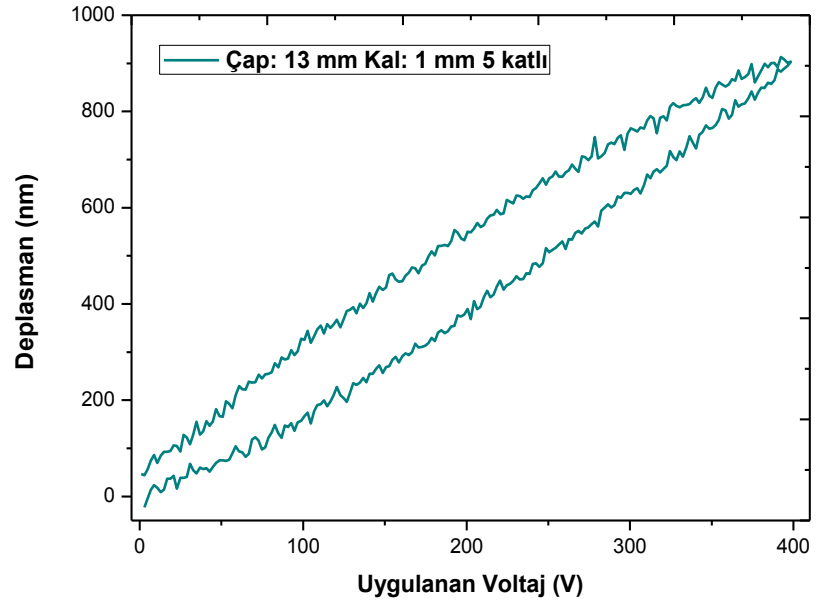
Şekil 6.32. Katman çapındaki değişimin oluşturulan deplasmana etkisi



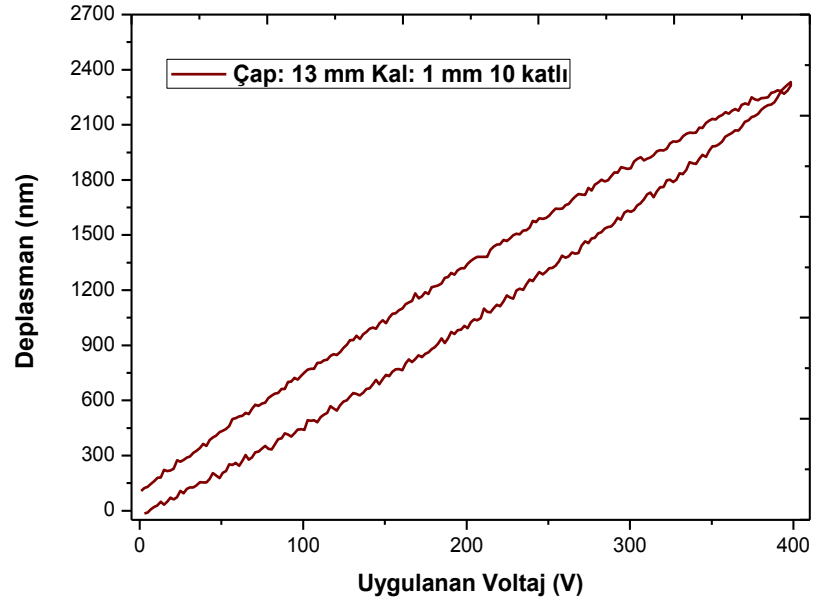
Şekil 6.33. Çap 9 mm olan 5 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman



Şekil 6.34. Çapı 9 mm olan 10 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman



Şekil 6.35. Çapı 13 mm olan 5 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman



Şekil 6.36. Çapı 13 mm olan 10 katlı seramiğin voltaja bağlı verdiği deplasman

7. GENEL SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

Bu yüksek lisans tez çalışmasında adaptif optik uygulamalar için çok katlı piezoseramik eyleyicilerin (actuator) geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun için öncelikle bu uygulamalarda kullanılan piezoelektrik malzemeden istenilen elektriksel özellikler belirlenmiştir. Belirlenen elektriksel özellikler doğrultusunda Sr-La katkılı PZT sistemlerin belirlenen özellikleri karşılayabileceği düşünülmüştür. Sonrasında yapıya ilave edilen La elementinin elektriksel özellikleri nasıl etkilediği yapılan çalışmalarla incelenmiştir. Öncelikle La miktarı farklı 5 adet Sr-PZT toz kompozisyonları katı hal sentezleme metoduyla sentezlenmiştir. La miktarları %0.01, 0.02, 0.03, 0.04 ve 0.05 olacak şekilde yapıya ilave edilmiştir. Sonrasında sentezlenen kompozisyonların her biri 5 farklı sıcaklıkta sinterlenmiştir ve her birinin yapısal analizleri XRD ve SEM teknikleri kullanılarak yapılmıştır. La miktarı sinterlenmiş seramiklerin yoğunluklarını etkilemiştir. 0,01La miktarına sahip T-1-1 toz kompozisyonunun optimum sinterleme sıcaklığı yoğunluk değerleri ve SEM analizleri bir arada incelendiğinde 1175°C olarak gözlemlenmiştir. Elektriksel özellikler incelendiğinde artan sıcaklıkla beraber yoğunluğu düştüğü için piezoelektrik özelliklerde de düşüş gözlemlenmiştir. Aynı şekilde düşük yoğunluğa sahip seramiklerde düşük enerji verimliliği olduğu da anlaşılmıştır. 5 farklı La miktarlı kompozisyonlar incelendiğinde La miktarı yapıda arttıkça piezoelektrik özelliklerin düştüğü gözlemlenmiştir. Bu çalışmada gerçekleştirilen sonuçlar bir arada değerlendirildiğinde en iyi piezoelektrik özellikleri veren T-1-1 kompozisyonundan çok katlı yapılar tasarlanmıştır. Çünkü piezoelektrik sabitesi yüksek olan seramiklerin voltaja bağlı deplasman değerlerinin de yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Tasarlanan çok katlı piezoseramik yapılarda her bir katmanın kalınlığının ve alanının etkisi ayrıca tasarlanan eylecilerde katman sayısının etkisi voltaja bağlı deplasman grafikleri üzerinde incelenmiştir. Yapılan testler sonucu katman sayısı ile beraber seramiklerin yer değiştirme miktarının artması, katman kalınlığı ile beraber deplasman veriminin azalması son olarak ise alan ile beraber yer değiştirme miktarının değişmediği anlaşılmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] Tressler, J. F., Alkoy, S., Newham, R. E., “Piezoelectric sensors and sensor materials”, *Journal of Electroceramics*, 2:4, 277-272, 1998.
- [2] Newnham R. E., *Properties of Materials : Anisotropy, Symmetry, Structure*, Oxford University Press, USA, 1997.
- [3] Wersing, W., Heywang, W., Beige, H. and Thomann H., “ The Role of Ferroelectricity for Piezoelectric Materials”, *Piezoelectricity*, Springer Series in Materials Science Volume 114, 37-87, 2008.
- [4] Rabe M.K., Ahn C.H., Triscone J-M (Eds) *Physics of Ferroelectrics A Modern Perspective* (TAP0105, Springer, 2007
- [5] Batthais, B. T., Hippel A. V., “Domain structure and phase transition of barium titanate single crystal” , *Phys. Rev.*, 73, 1378, 1948
- [6] Buchanan R. C., *Ceramic Materials for Electronics; Processing, Properties, and Applications*, Marcel Dekker Inc., New York 1991
- [7] Pan M. J., Yoshikawa S., “Design Factors in Multilayer Actuators”, *Mechanical Engineering*. Vol. 118, no. 4, pp. 74–76, 1996
- [8] Jaffe B., Cook W. R., Jaffe H., “Piezoelectric Ceramics”, Academic Press, 1971
- [9] Xu Y., “Ferroelectric Materials and Their Applications” pp. 101–210, 1991
- [10] Haertling, G.H., “ Ferroelectric Ceramics: History and Technology”, *Journal of the American Ceramic Society*, 82-4, 797-818,1999.
- [11] Nye J. F., *Physical Properties of Crystals*, Clarendon Press, 1990
- [12] Newnham R.E., "Electroceramics", *Rep. Prog. Phys.* 52, 123-156, 1989.
- [13] Özen G.O. *ME 493 Introduction to Smart Structures and Materials*, METU, Ankara, 2011

- [14]Kong L.B, Zhang T.S, Ma J, Boey F, „“ Progress in synthesis of ferroelectric ceramic materials via high-energy mechanochemical technique”” Materials Science vol.53, pp.207–322 (2008)
- [15]Kao K. C., “Dielectric Phenomena in Solids: With Emphasis on Physical Concepts of Electronic Processes” Elsevier, Inc., 2004
- [16]Richerson D. W., *Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design 3rd edition*, Taylor & Francis, (2006)
- [17]Cross, L.E., “Ferroelectric materials for electromechanical transducer applications, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 34, 2525-2532, 1995
- [18]Haertling, G.H., “Ferroelectric ceramics: history and technology,” *J. Am. Ceram. Soc.*, 82, 797-818, 1999.
- [19]APC International Ltd. Product Manual, 2006. Piezoelectric Ceramic: Principles And Applications, Pennsylvania, USA
- [20]Jordan T.L. and Quanies Z., “Piezoelectric Ceramics Characterization”, NASA/CR-2001-211225, ICASE Report No. 2001-28
- [21]Safari A. and Akdogan E.K., "Springer Series in Materials Science Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications", Part IV: Piezoelectric Transducer Fabrication Methods", "Chapter: 17, Piezoelectrci Actuator Designs" by Dogan A.and Uzgur E., Springer, 2008.
- [22]Chang-Bun Yoon, Seung-Ho Lee, Sung-Mi Lee, and Hyoun-Ee Kim , Co-firing of PZN-PZT Flextensional actuators, *J. Am. Ceram. Soc.*, 87 [9] 1663–1668 (2004).
- [23]Stewart Sherrit, Chrithopher M.Jones, Jack B. Aldrich, Chad Blodget, Xioaqi Bao, Mircea Badescu, Yoseph Bar-Cohen, Jet Propulsion Laboratory, Caltech, Pasadena,CA ‘Multilayer piezoelectric stack actuator characterization’