

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ESNEK GERİLMELİ DÖNÜŞTÜRÜCÜ TASARIMI, ÜRETİMİ,
KARAKTERİZASYONU VE UYGULAMALARI

MUSTAFA YUNUS KAYA
DOKTORA TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2018

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ESNEK GERİLMELİ DÖNÜŞTÜRÜCÜ
TASARIMI, ÜRETİMİ,
KARAKTERİZASYONU VE
UYGULAMALARI

MUSTAFA YUNUS KAYA
DOKTORA TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. SEDAT ALKOY

GEBZE
2018

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**DESIGN, FABRICATION,
CHARACTERIZATION AND APPLICATIONS
OF FLEXTENSIONAL TRANSDUCER**

MUSTAFA YUNUS KAYA
A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
DOCTOR OF PHILOSOPHY
DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. SEDAT ALKOY

GEBZE
2018

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 07/11/2018 tarih ve 2018/55 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 07/12/2018 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Mustafa Yunus KAYA'nın tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında DOKTORA tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI)

: Prof. Dr. Sedat ALKOY



ÜYE

: Prof. Dr. Hüseyin YILMAZ



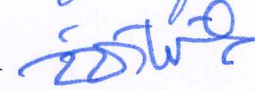
ÜYE

: Prof. Dr. Aydın DOĞAN



ÜYE

: Prof Dr. Zafer Ziya ÖZTÜRK



ÜYE

: Prof. Dr. Cengiz KAYA



ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

ÖZET

Dönüştürücüler bir enerji formunu başka bir enerji formuna çeviren aygıtlardır. Sualtı akustik uygulamalarında elektro akustik dönüştürücüler kullanılmaktadır ve en yaygın olarak kullanılan türü piezoelektrik dönüştürücülerdir. 100 kHz'ten daha düşük frekans değerlerinde bir piezoelektrik dönüştürücünün çalışması gerektiğinde, dönüştürücünün arzu edilen ölçüde akustik bir çıkış gücü açığa çıkarması ancak çok yüksek şekil değişimi sergilemesiyle mümkün olmaktadır. Bir piezoseramiğin tek başına sergileyebileceği maksimum şekil değişimi ise %0.1-0.2 aralığında olduğundan bu şekil değişimini yükseltici bir takım akılcı tasarımların meydana getirilmesi gerekmektedir. Bu tasarımlardan biri olan esnek gerilmeli dönüştürücüler, piezoelektrik seramik ana dönüştürücü bileşeninin; metal bir kabuk ile birleştirilmesinden oluşmaktadır ve kendi içinde 7 sınıfa ayrılmaktadır. Bu tez çalışmasında sınıf V türünde esnek gerilmeli dönüştürücü, mevcut tasarımlardan farklı ve özgün bir esnek gerilmeli dönüştürücü ATILA sonlu elemanlar analiz (SEA) yazılımı kullanarak geliştirmiştir. Tasarım safhasında, seramik kalınlığı, metal kabuk türü, metal kabuk kalınlığı gibi parametreler denenmiş ve sonuçları tartışılmıştır. Seramik bileşen yüksek performans sergileyen piezoseramik kompozisyonları (PZN-PZT, PNN-PZT gibi) kullanılarak konveks bir şekle sahip olacak şekilde üretilmiştir. Dönüştürücünün metal bileşeni ise, seramik kabuğun simetriği olacak biçimde tek eksenli pres kullanılarak şekillendirilmiştir. Ayrıca piezoseramik bileşenlerin elektriksel karakterizasyonları yapılmış ve özellikler matrisi, IEEE piezoelektrik standardına göre rezonans tekniği kullanılarak alınan ölçüm sonuçlarına göre hesaplanmıştır. Elde edilen matrisler ATILA (SEA) programına girilmiştir. Daha sonra deneysel bulgular ve hesaplama sonuçları kıyaslanmış ve doğrulanmıştır. Bu veriler dönüştürücü tasarım sürecinde kullanılmıştır. Üretilmiş olan esnek gerilmeli dönüştürücülerin hava ortamı karakterizasyonu 1-300 kHz frekans aralığında ve sualtı karakterizasyonları ise 1-120 kHz frekans aralığında yapılmıştır. Elde edilen bulgular tez içerisinde sunulmuş ve detaylı olarak tartışılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Elektriksel karakterizasyon, Elektromekanik özellikler, Esnek gerilmeli dönüştürücü, Kurşun çinko niyobat, Kurşun nikel niyobat, Sonlu elemanlar analizi.

SUMMARY

Transducers are devices that convert an energy form into another form of energy. Electroacoustic transducers are used in underwater acoustic applications and the most commonly used type is piezoelectric transducers. When a piezoelectric transducer needs to be operated at frequencies less than 100 kHz, it is possible that the transducer will produce a desired acoustic output power only with very high deformation. Since the maximum displacement in the piezoceramic materials is in the range of 0.1-0.2%, it is necessary to create rational designs that amplifies displacement level. Flextensional transducers is one of these designs and it consists of a piezoelectric ceramic as main drive element with a metal shell and is divided into 7 sub classes. In this thesis, novel and unique class V type flextensional transducer was developed using ATILA finite element analysis (FEA) software. In the design stage, parameters such as ceramic thickness, metal shell type, metal shell thickness were studied, and the results were discussed. Ceramic component of the transducer was fabricated to have a convex shape using high performance piezoceramic compositions (PZN-PZT, PNN-PZT etc.). The metal component of the transducer was shaped using the uniaxial press to be the symmetrical with the ceramic shell. In addition, electrical characterizations of the piezoceramic components were done and the properties matrix' were calculated from the measurement results that obtained using the resonance technique according to the IEEE standard of piezoelectricity. The property matrix' were used to as input for ATILA (SEA) software. Then, experimental results and calculation results were compared and were verified. Later, these data were used in the transducer design process. In air characterization of the fabricated transducers is in the frequency range of 1-300 kHz and the underwater characterization were made in the frequency range of 1-120 kHz. The results of the work were presented in the thesis and discussed in detail.

Key words: Electrical characterization, Electromechanical properties, Flextensional transducer, Finite element analysis, Lead zinc niobate, Lead nickel niobate.

TEŞEKKÜR

Doktora eğitimim boyunca, bilgi ve tecrübelerini benden hiçbir surette esirgemeyen değerli tez danışmanım Prof. Dr. Sedat Alkoy'a, yapıcı yorumları, bilgi ve tecrübe paylaşımları için Prof. Dr. Ebru Menşur Alkoy'a, gerek tez izleme gerekse de tez savunması aşamasında sağlamış oldukları katkılardan dolayı değerli tez izleme jürilerimden Prof. Dr. Hüseyin Yılmaz ve Prof. Dr. Aydın Doğan'a, doktora tez savunma jürilerimden Prof. Dr. Zafer Ziya Öztürk'e ve Prof. Dr. Cengiz Kaya'ya teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmasının gerçekleştirilebilmesi için gerekli finansal desteği TÜBİTAK 1001 "Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Projelerini Destekleme Programı" çerçevesinde 112M791 ve 116M216 numaralı projeler ile sağlayan TÜBİTAK'a vermiş olduğu finansal desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Doktora çalışmam boyunca bana yoldaşlık eden bilgi ve tecrübelerini paylaşmaktan çekinmeyen değerli mesai arkadaşlarım Dr. Ayşe Berksoy Yavuz'a ve Dr. Ali Sabri Berkem'e, lisansüstü eğitimimin en başından beri karşılıklı bilgi ve tecrübe paylaşımında bulunduğum Dr. Erdem Akça, Dr. Sinan Dursun ve Dr. Mehmet Konyar'a, teşekkür ederim. İyi ki varsınız arkadaşlar.

Laboratuvar çalışmaları sürecinde yardımlarını esirgemeyen, çalışma ortamını canlı ve neşeli kılan lisansüstü öğrencileri Hüseyin Alptekin Sarı, Mehmet Gürkan Özyazıcı, Mustafa Ünsal Ünver, Kadir Koçak, Arş. Gör. Murat Murutoğlu, Mehmet Aksoy ve Merve Teber'e teşekkür ederim.

X-ışını kırınım testlerini gerçekleştiren Uzman Adem Şen'e, taramalı elektron mikroskopu ile mikroyapı görüntülemelerini beraber gerçekleştirdiğim ve en sıkışık dönemlerinde dahi işlerimizi yapmaktan çekinmeyen Uzman Ahmet Nazım'a teşekkürlerimi sunarım.

Kah üzülüp kah sevindiğim anları paylaştığım ablam Ayşe Ferah Kaya'ya ve abilerim Mehmet Fatih, Ahmet Yavuz ve Hakan Kaya'ya teşekkür ederim. Neşe kaynağım, türlü oyun ve şaklabanlıklarıyla en stresli olduğum anlarda dahi beni gülümsetmeyi başaran yeğenlerime ayrıca teşekkür ederim. Son olarak maddi ve manevi olarak beni her koşulda destekleyen, bugünlere gelmemi sağlayan, ne kadar çabalasam da haklarını asla ödeyemeyeceğim baş tacım annem Gülsefa Kaya'ya ve merhum babam Mümtaz Kaya'ya en içten şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xv
TABLolar DİZİNİ	xxiii
1. GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı, Literatüre Katkısı ve İçeriği	2
2. LİTERATÜR ÖZETİ	5
2.1. Elektro Akustik Dönüştürücüler	5
2.1.1. Sualtı Akustiğine Giriş ve Önemli Parametreler	6
2.1.2. Piezoelektrik Özellik	9
2.1.3. Piezoelektrik Dönüştürücüler	15
2.1.3.1. Bar, Disk, Silindir, Küre, Bükümlü Bar ve Diskler, Rainbow	15
2.1.3.2. Seramik-Polimer Kompozitler	19
2.1.3.3. Tonpils Dönüştürücüler	20
2.1.3.4. Esnek Gerilmeli Dönüştürücüler	22
2.2. Elektroseramikler	26
2.2.1. Dönüştürücülerde Malzeme Seçimine Etkiyen Parametreler	27
2.2.2. Ferroelektrik ve Relaksör Ferroelektrik Özellikler	28
2.2.2.1. Ferroelektrik Özellik	28
2.2.2.2. Relaksör Ferroelektrik Özellik	33
2.2.2.3. Kurşun Zirkonat Titanat Katı Eriyiği	38
2.2.2.4. Kurşun Çinko Niyobat-Kurşun Zirkonat Titanat Katı Eriyiği	42
2.2.2.4. Kurşun Nikel Niyobat-Kurşun Zirkonat Titanat Katı Eriyiği	45

2.3. Sonlu Elemanlar Analiz Yöntemi, Teorik Model ve ATILA SEA	47
2.3.1. Teorik Model	48
2.3.2. ATILA SEA İle Aygıt Tasarımı	52
3. DENEYSEL SÜREÇLER	54
3.1. Seramik Kompozisyonlarının Toz Sentezi ve Faz Analizleri	55
3.1.1. PZN-PZT Seramik Kompozisyonunun Sentezlenmesi	55
3.1.2. PNN-PZT Seramik Kompozisyonunun Sentezlenmesi	56
3.2. Numunelerin Üretilmesi ve Isıl İşlemleri	58
3.2.1. Kuru Kalıp Presleme	59
3.2.2. Asıltı Döküm Hazırlanması ve Uygulaması	60
3.3. Faz Oluşum ve Mikroyapı İncelemeleri	62
3.4. Elektriksel Karakterizasyon	63
3.4.1. Dielektrik ve Ferroelektrik Özelliklerin Tespiti	63
3.4.2. Elektriksel ve Elektromekanik Malzeme Özelliklerinin, Katsayılarının Belirlenmesi	64
3.5. ATILA SEA Yazılımı ile Model Tasarımları	69
3.5.1. Disk Geometrisinde Standart Numune Modellemesi	70
3.5.2. İçi Boş Küre Formunda (Hidrofon) Dönüştürücü Modellemesi	70
3.5.3. Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Model Tasarımları	71
3.6. Hidrofon ve Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Prototip Cihaz Üretimi ve Karakterizasyonları	71
4. SONUÇLAR VE İRDELEME	76
4.1. Isıl İşlem Sonrası Faz ve Mikroyapı Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi	76
4.1.1. PZN-PZT ve PNN-PZT Seramik Kompozisyonlarının Sentez Aşaması Faz Oluşum Sonuçlarının Değerlendirilmesi	76
4.1.2. PZN-PZT ve PNN-PZT Seramik Kompozisyonlarının Sinterleme Aşaması Faz ve Mikroyapı Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi	83
4.2. Elektriksel Özelliklerin Karakterizasyon Sonuçları	100
4.2.1. PZN-PZT Seramik Kompozisyonlarının Elektriksel Özellikleri	100
4.2.2. PNN-PZT Seramik Kompozisyonunun Elektriksel Özellikleri	113

4.3. Elektromekanik Özelliklerin Hesap Sonuçları ve ATILA SEA IEEE Standart Disk Modeli ile Karşılaştırılması	120
4.4. ATILA-SEA Programı İle Dönüştürücü Tasarımı Sonuçları	123
4.4.1. PZN-PZT ve PNN-PZT Kompozisyonlarında İçi Boş Küre Tasarım Modeli ve Deneysel Bulgulara Ait Sonuçlar	123
4.4.2. Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Tasarımları	128
4.4.2.1. Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Tasarım Bulgularının Değerlendirilmesi	128
4.4.3. Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Prototip Sonuçları	146
4.4.3.1. Hava Ortamı Ölçüm Sonuçları	146
4.4.3.2. Su Ortamı Ölçüm Sonuçları	151
5. GENEL SONUÇLAR	159
6. ÖNERİLER	165
KAYNAKLAR	167
ÖZGEÇMİŞ	180
EKLER	181

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u> <u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklamalar</u>
$^{\circ}$	: Derece
$^{\circ}\text{C}$	: Santigrat derece
$^{\circ}\text{K}$	: Kelvin derece
%	: Yüzde
2θ	: X-ışını kırınımı yatay eksen açısı
Ω	: Ohm
γ	: Yayınma sabiti
η	: Elektro akustik etkinlik
v	: Ortamdaki ses hızı
dB	: Desibel
dk	: Dakika
sn	: Saniye
ρ_f	: Sıvının yoğunluğu
ρ	: Yoğunluk
$\emptyset$	: Numune çapı
A	: Yüzey alanı
l	: Numune boyu
t	: Numune kalınlığı
w	: Numune genişliği
r	: Yarıçap
W	: Ağırlık
2D	: 2 boyutlu
3D	: 3 boyutlu
$V_{\text{ö}}$	: Oksijen boşluğu
% S	: Yüzde gerinim
Z	: Empedans
Z_m	: Rezonans frekansındaki empedans değeri
Z_{ML}	: Empedans eşleşme değeri
Y	: Admitans

G	: Kondüktans
B	: İndüktans
d_{ij}	: Piezoelektrik yük katsayısı
k_{eff}	: Efektif elektromekanik bağlaşma katsayısı
k_{ij}	: Elektromekanik bağlaşma katsayısı tensör notasyonu
k_p	: Düzlemsel elektromekanik bağlaşma katsayısı
k_t	: Kalınlık elektromekanik bağlaşma katsayısı
S_{ijkl}	: Elastik uyum tensör notasyonu
C_{ijkl}	: Elastik sıkılık tensör notasyonu
f_a	: Anti-rezonans frekansı
f_r	: Rezonans frekansı
Q_m	: Mekanik kalite faktörü
T_B	: Burns sıcaklığı
T_c	: Curie sıcaklığı
T_m	: Maksimum dielektrik geçirgenlik sıcaklığı
C_w	: Curie sabiti
C	: Kapasitans
ϵ	: Dielektrik geçirgenlik
ϵ_0	: Vakumun geçirgenliği
ϵ_r	: Dielektrik sabiti
F	: Farad
D	: Dielektrik yer değiştirme
$\tan \delta$	: Dielektrik kayıp
$\tan \mu$	: Mekanik kayıp
X	: Mekanik gerilme
x	: Mekanik gerinim
Q	: Elektrostrikatif katsayı
E	: Elektrik Alan
E_c	: Zorlayıcı elektrik alan
pC/N	: Piko Coulomb/Newton
P	: Polarizasyon
P_m	: Maksimum polarizasyon
P_r	: Kalıntı polarizasyon

P_s	: Kendinden polarizasyon
N	: Newton
μPa	: Mikro paskal
Pa	: Paskal
kPa	: Kilo paskal
MPa	: Mega paskal
Hz	: Hertz
kHz	: Kilohertz
MHz	: Megahertz
GHz	: Gigahertz
Å	: Angström
pm	: Pikometre
nm	: Nanometre
μm	: Mikrometre
mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
m	: Metre
mV	: Milivolt
V	: Volt
kV	: Kilovolt
AC	: Alternatif akım
ANRL	: Anacostia Donanma Araştırma Laboratuvarı
ATILA	: Laplas denklemlerinin integrasyonu ile dönüştürücülerin analizi
bkz.	: Bakınız
D_a	: Hava ortamı admitans çemberi çapı
D_w	: Su ortamı admitans çemberi çapı
DC	: Doğru akım
DI	: Yönlenim indeksi
DP	: Yönlenim deseni
DOF	: Serbestlik derecesi
FFVS	: Serbest alan voltaj hassasiyeti
FOM	: Başarım ölçütü
FP	: Ferroelektrik-Paraelektrik geçişi

FR	: Ferroelektrik-Relaksör geiři
IEEE	: Elektrik ve elektronik mhendisleri enstitüsü
JPDS	: Difraksiyon data kartı
log	: Logaritma
M	: Ktle
MEK	: Metil etil keton
MFS	: Morfotropik faz sınırı
NSD	: Nano boyutlu domain
PMN	: Kurřun Magnezyum Niyobat- $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$
PNN	: Kurřun Nikel Niyobat- $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$
PNRs	: Kutuplu nano blgeler
PVB	: Polivinilbtral
PT	: Kurřun Titanat- PbTiO_3
PZ	: Kurřun Zirkonat- PbZrO_3
PZN	: Kurřun inko Niyobat- $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$
PZT	: Kurřun Zirkonat Titanat- $\text{Pb}(\text{Zr}_y\text{Ti}_{1-y})\text{O}_3$
P_w	: Mekanik g yoğunluęu
rpm	: Dakikada dnř hızı
SEA	: Sonlu elemanlar analizi
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
SL	: Kaynak seviyesi
SXAS	: Sinkrotron X-ıřını absorbsiyon spektroskopisi
TEM	: Geirimli elektron mikroskobu
TGS	: Trigliserin slfat
TVR	: Voltaj iletim cevabı
YSZ	: Ytria stabilize zirkonya
XRD	: X-ıřını kırınımı
W	: Mekanik olarak yayınan g

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Su ortamında akustik dalga boyu ve frekans arasındaki ilişkiye göre dönüştürücü kullanım alanları.	6
2.2: Uygulama sahalarının frekansa göre değişimi.	6
2.3: Nokta simetri gruplarına göre elektroseramiklerin sınıflandırılması.	10
2.4: Piezoelektrik bir malzemede mekanik ve elektriksel etkileşimler arasındaki ilişkiyi ifade eden Heckman diyagramı.	11
2.5: Ters ve düz piezoelektrik etkinin şematik gösterimi.	12
2.6: Kutuplama yönleri.	13
2.7: 6mm simetrisine sahip bir piezoelektrik seramiğe ait özellik matrisinin gösterimi.	15
2.8: Halka tipi istiflenmiş seramik dönüştürücü.	16
2.9: Küresel geometriye sahip dönüştürücü kesit görünümü.	17
2.10: Bükümlü bar tasarımları.	17
2.11: Bilaminar bükümlü disk tasarımına ait kesit görünümü	18
2.12: RAINBOW tasarımına ait kesit görüntüsü.	18
2.13: Seramik ve polimer fazların bağlanabilirlik notasyonuna göre piezoelektrik seramik-polimer kompozitler.	20
2.14: Tonpizl dönüştürücünün 2 boyutta çizilmiş kesit görüntüsü.	21
2.15: Esnek gerilmeli dönüştürücü konfigürasyonlarına ait 3 boyutlu kesit görünümü.	23
2.16: Moonie Dönüştürücünün 2 boyutta kesit görüntüsü.	25
2.17: Cymbal dönüştürücünün 2 boyutta kesit görünümü.	25
2.18: Perovskit birim hücresi ve bu birim hücrenin polimorfları.	29
2.19: Ferroelektrik bir malzemeye ait dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim grafiği	30
2.20: Ferroelektrik bir malzemede gözlemlenen, a) 180° domain duvarları, b) 180° ve 90° domain duvarları gösterimi.	31
2.21: Tipik ferroelektrik histeris döngüsü.	32
2.22: $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ tek kristaline ait polarizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi.	34

2.23:	Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ seramik kompozisyonunda ferroelektrik ve relaksör ferroelektrik davranışın sıcaklığa bağlı dielektrik geçirgenlik ve histeris döngüleri üzerine etkileri.	35
2.24:	Relaksör PMN seramik kompozisyonuna ait dielektrik geçirgenliğin frekans ve sıcaklığa bağlı değişimi.	36
2.25:	Kompleks perovskitlerde gözlemlenen B konumu iyon dizilimleri.	36
2.26:	İyon salınım modelleri, a) düzenli dizilim, b) düzensiz dizilim.	37
2.27:	Pb(Zr _{1-x} Ti _x)O ₃ faz diyagramı.	39
2.28:	Pb(Zr _{1-x} Ti _x)O ₃ seramiğinde k _p ve ε _r değerlerinin PZ:PT oranına göre değişimi.	40
2.29:	Alıcı ve verici katkılama durumunda, a) histeris eğrileri, b) elektrik alan etkili gerinim eğrileri.	41
2.30:	PZN-PT tek kristaline ait faz diyagramları, a) faz dönüşüm sıcaklığına, b) d ₃₃ miktarına göre.	43
2.31:	PZN-PZT sistemine ait üçlü faz diyagramı.	44
2.32:	PZN-PZT perovskit birim hücre gösterimi.	45
2.33:	PNN-PZ-PT sitemine ait üçlü faz diyagramı.	47
2.34:	Su ortamı tasarımına ait model özet gösterimi.	50
2.35:	ATILA-SEA programıyla su altı ortamı için 2 boyutta çeyrek daire dilimi şeklinde modellenmiş içi boş küre tasarımı.	53
3.1:	DeneySEL süreçlere ait genel akım şeması.	54
3.2:	PZN-PZT Kompozisyonu için sentez akış şeması.	56
3.3:	PNN-PZT Kompozisyonu için sentez akış şeması.	57
3.4:	PZT-5A, PZN-PZT ve PNN-PZT seramik kompozisyonlarına ait, a) viskozite-kesme hızı, b) kesme gerinimi-kesme hızı grafikleri.	60
3.5:	Farklı pH oranlarına göre, a) PZN-PZT kompozisyonu, b) PNN-PZT kompozisyonuna ait zeta potansiyel grafikleri.	61
3.6:	Temel rezonans modu için frekansa bağlı empedans grafiği.	64
3.7:	Yeni nesil ‘Deniz Kabuğu’ formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün 2 boyutta şematik gösterimi.	71
3.8:	Asıltı döküm yöntemiyle üretilmiş gümüş elektrot kaplı farklı çaplarda içi boş yarı küreler.	72
3.9:	Su altı akustik ölçümü için hazırlanmış poliüretan kaplı hidrofon.	72

3.10:	Metal kabuk üretiminde kullanılan pres kalıbı.	73
3.11:	Seramik kabuk üretiminde kullanılan toz pres kalıbı.	73
3.12:	Pres ile şekillendirilmiş seramik kabuklar, a) ve b) yaş haldeki seramik kabuğun iç ve dış görünümü, c) sinterleme sonrası PZT-5A seramik kabuk, d) sinterleme işlemi sonrası PZN-PZT seramik kabuk, e) sinterleme işlemi sonrası PNN-PZT seramik kabuk.	74
3.13:	Esnek gerilmeli dönüştürücü prototipin, a) üstten görünümü, b) alttan görünümü, c) poliüretan kaplaması sonrası görünümü.	75
4.1:	Farklı sıcaklıklarda kalsinasyon işlemine tabi tutulmuş olan 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonuna ait X-ışını kırınım desenleri.	77
4.2:	xPZN-(1-x)PZT Zr:Ti 48:52 kompozisyonlarının, a) 850°C 4 saat süreyle ısıtılmasına ait, b) x=0.6 kompozisyonunun farklı sıcaklıklardaki sentez işlem sonucuna ait X-ışını kırınım desenleri.	79
4.3:	xPZN-(1-x)PZT x=0.4 kompozisyonu için farklı Zr:Ti oranlarına göre 850°C 4 saat süre ile gerçekleştirilen sentez işlemine ait kırınım desenleri sonuçları.	80
4.4:	NiNb ₂ O ₆ (Columbite) fazının farklı sıcaklıklarda sentez sonuçlarına ait X-ışını kırınım desenleri.	81
4.5:	1000°C 4 saat süreyle kalsinasyon işlemi sonrası 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonuna ait, a) genel X-ışını kırınım deseni, b) (111) ve (200) piklerinin detaylı gösterimi.	83
4.6:	Farklı sinterleme sıcaklıklarında ısıtılma işlemi görmüş olan 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonundaki numunelere ait X-ışını kırınım desenleri.	84
4.7:	Farklı sinterleme sıcaklıklarında ısıtılma işlemi görmüş olan 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonuna ait pelet numunelerin farklı büyütmelerde kırık yüzey kesit görüntüleri, a) ve b) 1050°C 2 saat, c) ve d) 1100°C 2 saat, e) ve f) 1150°C 2 saat.	85
4.8:	1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş olan xPZN-(1-x)PZT kompozisyonlarına ait pelet numunelerden alınmış X-ışını kırınım desenleri.	87
4.9:	Farklı xPZN miktarına göre (002)/(200) piklerine ait kırınım analiz sonuçları.	88

4.10:	Rombohedral ve tetragonal fazların % molce PZN oranına göre değişimi.	89
4.11:	Farklı PZN oranlarına sahip $x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ Zr:Ti 48:52 kompozisyonlarına ait 1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş olan numunelerin kırık yüzey kesit görüntüleri a) $x=0.1$, b) $x=0.2$, c) $x=0.3$, d) $x=0.4$, e) $x=0.5$ ve f) $x=0.6$ kompozisyonu.	90
4.12:	1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş 0.4PZN-0.6PZT farklı Zr:Ti oranlarındaki kompozisyonların X-ışını kırınım desenleri.	91
4.13:	Farklı Zr:Ti oranlarına göre (002)/(200) piklerine ait kırınım analiz sonuçları.	92
4.14:	Rombohedral ve tetragonal fazların Zr:Ti oranına göre değişimi.	93
4.15:	Farklı Zr:Ti oranlarına sahip 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonlarına ait 1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş olan numunelerin kırık yüzey kesit görüntüleri, a) ve b) 48:52, c) ve d) 50:50, e) ve f) 52:48.	94
4.16:	Farklı Sinterleme sıcaklıklarına göre 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) seramiklerine ait kırınım desenleri.	95
4.17:	1200°C 4 saat süreyle sinterlenmiş 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonuna ait kırınım desenleri.	97
4.18:	Farklı ısıtma işlem sıcaklıklarına göre 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonundaki seramiklere ait, a) ve b) 1100°C 4saat, c) ve d) 1150°C 4saat, e) ve f) 1200°C 4saat, g) ve h) 1250°C 4saat kırık kesit yüzey görüntüleri.	99
4.19:	$x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ (Zr:Ti 48:52) seramiklerinin, a) $x=0.1$, b) $x=0.2$, c) $x=0.3$, d) $x=0.4$, e) $x=0.5$, f) $x=0.6$ kompozisyonlarında dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı.	102
4.20:	$x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ (Zr:Ti 48:52) kompozisyonları için, a) 100 kHz frekans değerinde dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı, b) dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa bağlı değişimi, c) Modifiye edilmiş Curie-Weiss denkleminde $\ln(1/\epsilon - 1/\epsilon_m)$ 'nin $\ln(T-T_m)$ 'ye göre değişimi.	104
4.21:	$x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ $x=0.4$ seramiklerinin farklı Zr:Ti oranları için, a) $y=0.46$, b) $y=0.48$, c) $y=0.50$, d) $y=0.52$ dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı.	105

4.22:	xPZN-(1-x) PZT x=0.4 için farklı Zr:Ti oranlarında, a) 10 kHz frekans değerinde dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı, b) ve c) dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa bağlı değişimi, d) Modifiye edilmiş Curie-Weiss denkleminde $\ln(1/\epsilon - 1/\epsilon_m)$ 'nin $\ln(T - T_m)$ 'ye göre değişimi.	106
4.23:	xPZN-(1-x)PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonları için ölçüm sonucunda elde edilen, a) ferroelektrik histeris grafiği, b) elektrik alan etkili gerinim eğrileri.	107
4.24:	0.4Pb(Zn _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ -0.6Pb(Zr _y Ti _{1-y})O ₃ kompozisyonları için ölçüm sonucunda elde edilen, a) ferroelektrik histeris grafiği, b) elektrik alan etkili gerinim eğrileri.	108
4.25:	Tek kutuplu elektrik alan etkili gerinim eğrileri, a) farklı PZN:PZT oranları, b) farklı Zr:Ti oranları için.	110
4.26:	0.4Pb(Zn _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ -0.6Pb(Zr _{0.48} Ti _{0.52})O ₃ kompozisyonu için, a) sıcaklığa bağlı histeris eğrisinin değişimi, b) $\ln(P_{bc})$ 'nin $1000/T$ 'ye göre değişim grafiği.	111
4.27:	0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonu için, a) 1-100 kHz frekans değerinde dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı, b) dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa bağlı değişimi, c) Modifiye edilmiş Curie-Weiss denkleminde $\ln(1/\epsilon - 1/\epsilon_m)$ 'nin $\ln(T - T_m)$ 'ye göre değişimi.	115
4.28:	0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonuna ait, a)ferroelektrik histerisis eğrisi, b) elektrik alan etkili gerinim grafiği.	116
4.29:	0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu için tek kutuplu elektrik alan etkili gerinim eğrileri.	117
4.30:	0.5Pb(Ni _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ -0.5Pb(Zr _{0.30} Ti _{0.70})O ₃ kompozisyonu için sıcaklığa bağlı histeris eğrisinin değişimi.	118
4.31:	PZT5-A standart numunesine ait deneysel ve ATILA-SEA analiz sonuçlarının empedans-frekans spektrası üzerinde kıyaslanması.	122
4.32:	0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonundaki standart numunesine ait deneysel ve ATILA-SEA analiz sonuçlarının empedans-frekans spektrası üzerinde kıyaslanması.	122

4.33:	0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonundaki standart numunesine ait deneysel ve ATILA-SEA analiz sonuçlarının empedans-frekans spektrası üzerinde kıyaslanması.	123
4.34:	İçi boş küre modeline ait çeyrek dilim çizim modeli sınır koşulları gösterimi.	124
4.35:	Farklı seramik kompozisyonlardan üretilen yarı kürelerin SEA program modelleri ile kıyaslanması, a) PZN-PZT, b) PNN-PZT	124
4.36:	PZN-PZT hidrofon admitans-frekans spektrumu sualtı ölçüm sonucunun SEA ile kıyaslanması.	125
4.37:	Poliüretan kaplı PNN-PZT hidrofonun admitans-frekans spektrumu hava ortamı ölçüm sonucunun SEA ile kıyaslanması.	126
4.38:	PZN-PZT hidrofona ait sualtı ölçüm sonuçlarının SEA ile kıyaslanması, a) TVR-frekans, b) FFVS-frekans.	127
4.39:	ATILA SEA ile modellenmiş seramik kabuğun 1-250 kHz frekans aralığında admitans spektrumu.	128
4.40:	Seramik kabukta meydana gelen şekil değişimi hareketine ait ağ örgüler, a) 1. rezonans, b) radyal mod.	129
4.41:	Farklı kompozisyonlara ait seramik kabukların admitans spektrumları.	129
4.42:	Referans modellerin kıyaslamalı sonuçları.	130
4.43:	Esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarında meydana gelen şekil değişimleri.	131
4.44:	Seramik Kalınlığının değişimine göre deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-100 kHz.	132
4.45:	Metal kabuk kalınlığına göre deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-125 kHz.	133
4.46:	Esnek gerilmeli dönüştürücü 3 boyutta kesit görünümü.	133
4.47:	Kabuk boşluk değerlerinin deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-110 kHz.	134

4.48:	Cihaz iç ve dış çap değerlerinin deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-100 kHz.	134
4.49:	Metal türünün deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-100 kHz.	135
4.50:	Tasarım parametrelerinin rezonans frekans değerleri üzerine etkisi, a) seramik kabuk kalınlığı, b) metal kabuk kalınlığı, c) kabuklar arası boşluk, d) aygıt iç çapı, e) metal kabuk türü.	136
4.51:	Tasarım parametrelerinin rezonans frekans değerleri üzerine etkisi, a) seramik kabuk kalınlığı-kabuklar arası boşluk, b) metal kabuk kalınlığı-seramik kalınlığı, c) kabuklar arası boşluk-metal kabuk kalınlığı, d) kabuklar arası boşluk- metal kabuk türü.	137
4.52:	Esnek eğrilmeli dönüştürücünün 2 boyutta hazırlanmış su altı tasarım görüntüsü.	138
4.53:	Seramik kalınlığının değişim parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.	139
4.54:	Metal kabuk kalınlığının değişim parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.	141
4.55:	Cihaz iç ve dış çapının değişim parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.	143
4.56:	Kabuklar arası boşluğun değişimi parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.	145

4.57:	Su ortamında yapılan tasarımlar için rezonans frekanslarının parametrelere göre değişimi, a) seramik kalınlığı, b) metal kalınlığı, c) kabuklar arası boşluk, d) iç çap.	146
4.58:	Asimetrisinin admitans-frekans spektrumu üzerine etkisi, a) 1-225 kHz frekans aralığı, b) 1-100 kHz frekans aralığı.	147
4.59:	Farklı yapıştırıcı türlerine göre, a) tek bileşenli yapıştırıcı, b) iki bileşenli yapıştırıcı, c) gümüş iletken yapıştırıcı kullanımına göre admitans-frekans spektrumlarının değişimi.	148
4.60:	Üretilen cihazların görünümü, a) ve b) birleştirme işlemi sonrasında, c) poliüretan kaplaması sonrası.	149
4.61:	Montaj işlemi sonrasında alınmış olan admitans-frekans spektrumları, a) 1-225 kHz, b) 1-100 kHz.	150
4.62:	Poliüretan kaplama işlemi sonrasında alınmış olan admitans-frekans spektrumları, a) 1-225 kHz, b) 1-100 kHz.	151
4.63:	Su ortamı admitans-frekans spektrum ölçüm sonuçları.	152
4.64:	1-120 kHz frekans aralığı için kompozisyona bağlı olarak elde edilmiş TVR sonuçları.	152
4.65:	1-120 kHz frekans aralığı için kompozisyona bağlı olarak elde edilmiş FFVS sonuçları, a) PZT-4, b) PZT-5A, c) PZT-5H, d) PZT-8, e) PZN-PZT.	153
4.66:	Tasarım modelinde özellik matrisinin kullanılması sonu elde edilen admitans spektrumları, a) PZT-5A, b) 0.4PZN-0.6PZT, c) 0.5PNN-0.5PZT.	154
4.67:	Tasarım modelinde özellik matrisinin kullanılması sonu elde edilen TVR ve FFVS sonuçlarının deneysel bulgular ile kıyaslanması, a) ve b) PZT-5A kompozisyonu için, c) ve d) 0.4PZN-0.6PZT, e) ve f) 0.5PNN-0.5PZT.	156
4.68:	Dönüştürücülerin yönelim desenleri, a), d) ve g) PZT-5A, b), e) ve h) 0.4PZN-0.6PZT, c), f) ve ı) 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu.	157

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: PZT seramiğine yapılan başlıca katkılamalar.	40
3.1: Malzeme özelliklerinin belirlenebilesi için kullanılan titreşim modları ve gerekli geometrik boyutlar.	65
4.1: Tez Kapsamında üretilmiş olan seramik kompozisyonların genel elektriksel ve elektromekanik özellikleri.	119
4.2: PZT5-A seramiğine ait özellik matrisleri.	120
4.3: 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) seramiğine ait özellik matrisleri.	121
4.4: 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) seramiğine ait özellik matrisleri.	121
4.5: Referans Model boyutları.	130
4.6: Seramik kalınlığına göre yapılan analiz için veri girdileri.	138
4.7: Metal kalınlığına göre yapılan analiz için veri girdileri.	140
4.8: Cihaz çapının değişim parametresine göre su altı tasarımı girdileri.	142
4.9: Kabuklar arası boşluk parametresine göre su altı tasarımı girdileri.	144

1. GİRİŞ

Uzun yıllardan bu yana kurşun içerikli seramik kompozisyonlar, kurşunsuz sistemlere göre sergiledikleri üstün piezoelektrik ve dielektrik özellikleri nedeniyle araştırmacılar tarafından oldukça detaylı bir biçimde incelenmektedir. Bu sistemlerden biri olan kurşun zirkonat titanat (PZT) katı eriyiği keşfedildiği 1950'li yıllardan günümüze dönüştürücü (transducer), algılayıcı (sensor), eyleyici (actuator) gibi cihaz uygulamalarında oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır [1]. Bu uygulama türleri içerisinde yer alan elektro akustik dönüştürücüler kullanım sahaları bakımından önem arz etmektedir.

Elektro akustik dönüştürücüler, akustik enerjiyi (ses) elektrik enerjisine (potansiyel veya akım) veya tersi biçimde elektriksel enerjiyi akustik sinyale dönüştürürler [2], [3]. Sesin su içerisinde yaratımı ve alımı için mutlaka dönüştürücüler kullanılır ve bunlar elektro akustiktir. 1 kHz-1 MHz frekans aralığının tamamında tek bir dönüştürücü verimli olarak çalışamaz. Bu nedenle çeşitli dönüştürücü modelleri, belirli frekans aralıkları için tasarlanmış ve optimize edilmiştir. Bu tasarımlardan biri olan esnek gerilmeli dönüştürücüler (Flextensional Transducers-FT) piezoelektrik seramik ana dönüştürücü bileşeninin; metal bir kabuk ile birleştirilmesinden oluşmaktadır. Literatürde yedi farklı sınıfta esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımı bulunmakta olup [2-7] bu tasarımlar düşük frekans değerlerinde görüntülemeyi mümkün kılmaktadır. Günümüzde de bu konu üzerinde artan bilgi sonucu; malzeme, makine, elektrik, katı hal fiziği ve akustik gibi farklı bilim sahalarının iş birliğiyle yeni nesil tasarımlar ortaya konmaya devam edilmektedir [8]. Bu çalışmada seramik ve metal kabukların birleştirilmesini temel alan yeni ve özgün bir sınıf (V) esnek gerilmeli dönüştürücünün tasarlanması gerçekleştirilmiştir. Tasarım safhası için kullanılan seramik kompozisyonların elektromekanik ve elektriksel özellikleri karakterize edilerek hesaplanmış ve bu veriler kullanılarak tasarım gerçekleştirilmiştir. Tasarım çıktı sonuçlarına göre ticari PZT (Sunnytec-Taiwan) ve tez kapsamında sentezlenmiş piezoseramik kompozisyonlarından esnek gerilmeli dönüştürücü prototipleri ve içi boş küresel formda dönüştürücüler üretilerek karakterize edilmiştir.

1.1. Tezin Amacı, Literatüre Katkısı ve İçeriği

Bu doktora tez çalışmasının temel amacı, sığ sularda kullanıma yönelik, hali hazırda var olan su altı dönüştürücü tasarımlarından farklı, özgün bir dönüştürücünün tasarlanması, geliştirilmesi ve karakterizasyonlarının yapılarak performansının ortaya konulmasıyla, SONAR (Sound Navigation and Ranging) uygulamalarında kullanılmak üzere yeni bir sınıf (V) esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımı literatüre kazandırmaktır.

Sualtı akustik uygulamaları için tasarlanmış dönüştürücülerde ses dalgalarını oluşturmak veya hali hazırda mevcut olan akustik sinyalleri algılamak için çoğunlukla piezoelektrik özellik sergileyen malzemeler kullanılmaktadır. Genel itibari ile su altı akustik uygulamalarında, piezoelektrik etki sergileyen malzemeler polikristal formda, nadiren tek kristal veya polimer esaslı olarak kullanılmaktadır. 100 kHz ve üzeri frekans bandında, monolitik seramikler uygun geometrilerde (disk, dikdörtgenler prizması, silindirik veya küresel) ve boyutlarda doğrudan kullanılabilir. Fakat daha düşük frekans değerlerinde bir dönüştürücünün çalışması gerektiğinde, dönüştürücünün arzu edilen ölçüde akustik bir çıkış gücü açığa çıkarması ancak çok yüksek şekil değişimi sergilemesiyle mümkün olacaktır. Piezoelektrik seramik malzemelerde şekil değişim miktarı %0.1-0.2 aralığında değişmekte olup, düşük frekansta çalışmanın gerektirdiği yüksek gerinim miktarını monolitik bir seramik ile elde etmek mümkün değildir. Bu nedenle zaman içerisinde bu ihtiyaca yönelik olarak metal ve seramik malzemelerin bir arada kullanıldığı tasarımlar ortaya çıkmıştır. Bu tasarımlardan yaygın kullanıma sahip olanlardan bir türü de Esnek Gerilmeli Dönüştürücüler (Flexensional Transducers) olarak adlandırılmaktadır.

Esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımları kendi içinde de 7 ayrı sınıfa ayrılmakla beraber; sınıf V olarak bilinen ve ince bir disk veya silindirik geometride seramik malzemenin her iki paralel yüzeyine yapıştırılan dışbükey metal kabukları içeren tasarımıdır. Bu tasarımda esnek metal kabuklar mekanik empedans çeviricisi rolünü oynar. Başka bir deyişle daha katı forma sahip piezoelektrik seramiğin ürettiği radyal titreşimleri büyütür ve eksenel gerilmelere dönüştürmektedir. Neticede bu tip tasarımda deplasmanı veya sinyali güçlendiren temel etmen metal kabuktur.

Fakat bu tasarımda önceden bahsi geçtiği üzere radyal gerinim miktarı oldukça düşüktür. Bu da metal kabuğunun yükselteceği başlangıç geriniminin düşük mertebelerde kalması sonucunu doğurmakta ve cihazın genel performansını olumsuz

etkilemektedir. Bu temel problemi çözmeye yönelik olarak bu tez çalışmasında 2 temel yaklaşım kullanılmıştır.

- Sınıf V türü esnek gerilmeli dönüştürücüde kullanılan seramiğin disk veya silindirik bir geometride olması yerine, seramiğin kendisi de metal kabukla aynı geometriye yani deplasmanı ve sinyali arttıracak bir şekle sahiptir. Seramiğin ince dışbükey bir kabuk formunda kullanılması ve bu kabuğun da dışbükey metal kabuk ile birleştirilerek, dönüştürücü geliştirilmiş olması tasarım açısından özgündür.
- Seramik kabuğun üretiminde yaygın olarak kullanılan ticari PZT seramik kompozisyonları ile sınırlı kalınmamıştır. PZT ile katı eriyik oluşturdıklarında çok daha yüksek piezoelektrik ve elektriksel özellikler gösterdiği literatürde ifade edilen kurşun çinko niyobat (PZN) ve kurşun nikel niyobat (PNN) esaslı bileşimlerin incelenmesi ve kabuk üretiminde bu kompozisyonların kullanımıyla ek bir performans artışı sağlanabilmesi mümkün olmuştur.

Bu doktora tez çalışmasının sonucunda ulaşılması planlanan temel hedefler şunlardır:

- Hali hazırda düşük frekanslarda sıg su altı uygulamalarında kullanılmakta olan Sınıf V türü esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımlarına ek olarak yeni nesil, özgün bir Sınıf V dönüştürücünün, dışbükey seramik ve metal kabukları temel alarak ve sonlu elemanlar analiz (SEA) yazılımı kullanarak tasarlanması,
- Ticari olarak tedarik edilebilen PZT seramik bileşenleri ile bu özgün aygıtın üretilmesi yoluyla tasarımın doğrulanması ve referans verilerin oluşturulması,
- Literatürden de yararlanılarak, yüksek performans piezoseramik bileşimlerinin geliştirilmesi ve standartlara uygun hazırlanan numuneler ile fiziksel özelliklerinin belirlenmesi ve bu verilerin SEA yazılımının veri tabanına eklenmesi,
- Tasarım sürecinin yeni piezoelektrik bileşimleri için de tekrarlanması,
- Ticari PZT seramikler ile doğrulanan tasarımın, yeni geliştirilen piezoseramik bileşimleri kullanarak üretimi ve PZT esaslı referans prototiplerle ile kıyaslanması,
- Geliştirilen yeni nesil Sınıf V esnek gerilimli dönüştürücünün sualtı testleri yoluyla SONAR karakteristiklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

Pasif dinleme uygulamalarında esnek gerilmeli dönüştürücüler literatürden de bildiğimiz üzere kullanılmaktadır ve benzer boyutlardaki içi boş küresel formdaki emsallerine göre daha iyi performans sergilemektedir. Küresel formdaki bir hidrofonun çalışma frekansının 100 kHz'ten daha düşük frekans değerlerinde olabilmesi için çapının 15 mm'den daha büyük olması gereklidir. Ancak yine de çok düşük frekanslarda sergileyeceği performans esnek gerilmeli dönüştürücülere göre düşük olmaktadır. Buna rağmen içi boş küresel formdaki kürelerin sergileyeceği performans monolitik bir diske göre daha iyi bir düzeydedir. Ayrıca içi boş küresel formdaki dönüştürücülerin geometrisi oldukça yalındır ve üretimi nispeten basit olmaktadır. Gerek esnek gerilmeli dönüştürücüler gerekse de küresel formdaki dönüştürücüler aynı boyutlarda olmaları halinde birbirine yakın frekans değerinde temel radyal titreşim moduna sahiptir. Ancak esnek gerilmeli dönüştürücüler kompozit yapıları nedeniyle temel rezonans modundan çok daha düşük frekans değerlerinde kuvvetli titreşim modlarına sahip olmaktadır. Her iki dönüştürücü türünde seramik parçalarını asıltı döküm tekniği ile istenilen çapta ve et kalınlığında üretmek mümkündür. Tez çalışması sürecinde de hem sentezlenen seramik kompozisyonlar hem de ticari PZT-5A piezoseramik tozu kullanılarak içi boş küresel formda seramik üretimi yapılmıştır. Böylelikle deneysel ve sonlu elemanlar analiz program sonuçlarının farklı formlardaki dönüştürücülerle kıyasının sağlanması ayrıca amaçlanmıştır.

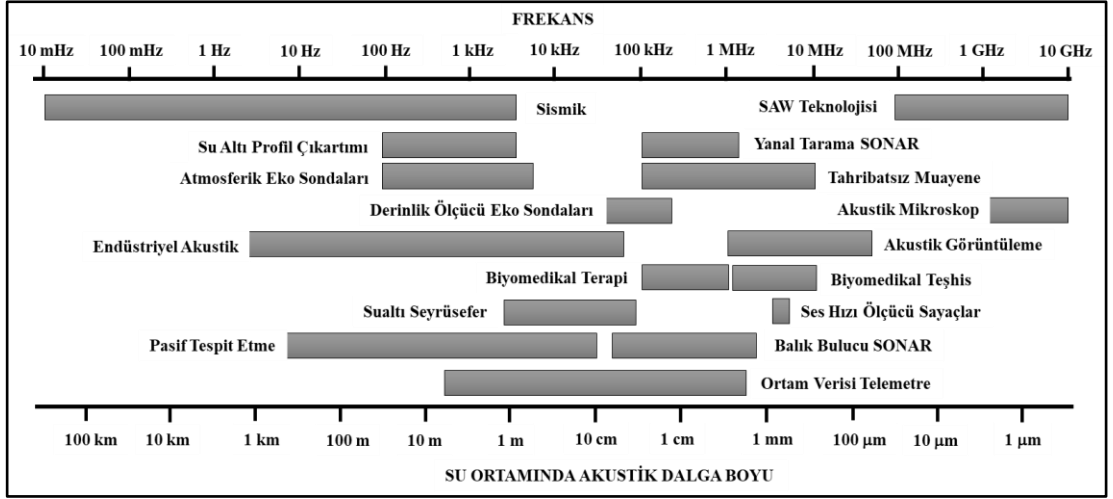
Tezin nihai sonucu olarak; sığ sularda kullanıma yönelik, hali hazırda var olan su altı dönüştürücü tasarımlarından farklı, özgün bir dönüştürücünün geliştirilmesi ve bu geliştirilen aygıtın uygulamaya sokulması hedeflenmektedir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1. Elektro Akustik Dönüştürücüler

Akustik bilimi, katı ve sıvı ortamlarda ses iletiminin incelenmesini ve pratik olarak uygulamalarını içerir. Ses iletimi, deniz suyundaki uzun mesafelerde enerji transferini yönlendirmenin en etkili yoludur. Ne radyo dalgası ne de optik yayılımı bu amaç için etkili değildir. Şekil 2.1 su içerisinde akustik ses dalgasının frekans ve dalga boyuna göre kullanım sahalarını göstermektedir [9]. Genel tanımı ile dönüştürücüler (transducers), bir enerji formunu başka bir enerji formuna dönüştüren aygıt veya bileşen olarak tanımlanabilir. Elektromekanik dönüştürücüler olarak tabir edilen cihazlar mekanik enerjiyi elektriksel sinyale, enerjiye veya elektrik enerjisini mekanik enerjiye (gerinim, şekil değişimi) çevirirler [10]. Elektro akustik dönüştürücüler ise, akustik enerjiyi (ses) elektrik enerjisine (potansiyel veya akım) veya tersi biçimde elektriksel enerjiyi akustik sinyale dönüştürürler [2], [3], [10], [11]. Yukarıda bahsi geçen dönüştürücü türleri hemen hemen aynı temel prensipleri, malzemeleri ve uygulama tasarımlarını kullanmakta olmalarına rağmen, elektromekanik dönüştürücüler eyleyici, ultrasonik motor ve algılayıcı uygulamalarında kullanılmaktadır. Öte yandan elektro akustik dönüştürücüler ise genel manada; duyulabilir veya ultrasonik frekans aralığında yaratılan veyahut algılanabilen, su altı, hava ve biyomedikal uygulama sahalarında kullanılmakta olan aygıtlardır [10]. Su altı elektro akustik dönüştürücülerin geliştirilme süreci 19. yüzyıla kadar dayanmakta olup bu süreç 20. yüzyıl başlarında ivmelenerek hızlanmıştır. Günümüzde de bu konu üzerinde artan bilgi sonucu; makine, elektrik, katı hal fiziği ve akustik gibi farklı bilim sahalarının iş birliğiyle yeni nesil tasarımlar ortaya konmaya devam edilmektedir [2], [8]. Şekil 2.2 geniş bir frekans aralığında kullanılmakta olan dönüştürücüleri özetlemektedir [12].

Elektro akustik dönüşüm için kullanılan 6 tip dönüştürücü vardır. Bunlar hareketli bobin (moving coil), manyetostriktif, piezoelektrik, elektrostatik, elektrostriktif ve değişken relüktanstır (variable reluctance). Yukarıda bahsi geçen dönüştürler içinde manyetostriktif ve piezoelektrik dönüştürücüler sualtı uygulamalarında daha üstün performans göstermektedir [13].



Şekil 2.1: Su ortamında akustik dalga boyu ve frekans arasındaki ilişkiye göre dönüştürücü kullanım alanları.



Şekil 2.2: Uygulama sahalarının frekansa göre değişimi.

Gerek tez kapsamında kullanılan malzemelerin piezoelektrik özellik sergilemeleri gerekse de tasarımın yer aldığı dönüştürücü türünde kullanılan materyallerin piezoelektrik etkiyi çalışma prensibi olarak kullanması nedeniyle, literatürün geriye kalan kısmında piezoelektrik dönüştürücüler ve kullanılan malzemeler hakkında bilgiler verilmiştir.

2.1.1. Sualtı Akustiğine Giriş ve Önemli Parametreler

İnsan kulağının ayırt edebileceği akustik ses gücü aralığı oldukça geniştir. Örneğin bir jetin kalkış anında çıkartmış olduğu ses gücü ile bir toplu iğnenin çıkarmış olduğu ses güç şiddeti arasında 10^{12} mertebesinde bir fark mevcuttur. Oldukça büyük olan bu aralığı daha yorumlanabilir ve kullanılabilir kılmak adına logaritmik ölçekteki güç yani “desibel” (dB) kullanılmaktadır. Desibel birimsiz bir büyüklüktür ve 10 tabanında logaritma ile gösterime sahip olup, Eşitlik 2.1’de verilmiştir [9]. I_m , ölçülen ses şiddetini, I_{ref} ise referansı ifade etmektedir.

$$dB = \log_{10} \left(\frac{I_m}{I_{ref}} \right) \quad (2.1)$$

Akustik ses şiddeti, akustik basıncın karesi ile doğru orantılı olduğundan dolayı Eşitlik 2.1 yeniden yazılarak akustik basınç şiddeti Eşitlik 2.2’de verilmiştir.

$$dB = 20 \log_{10} \left(\frac{p}{p_{ref}} \right) \quad (2.2)$$

Su altı uygulamalarında p_{ref} referans basınç değeri 1 μ Pa ile ifade edilmektedir. Böylelikle su altındaki akustik basınç birim olarak dB ref 1 μ Pa şeklinde ifade edilmektedir. Bir kaynak, su içinde ses yaratarak, statik ortam su basıncına ilave olarak bir ses basıncı meydana getirir ve böylelikle elektriksel sinyali ya da mekanik etkiyi akustik enerjiye dönüştürmüş olmaktadır. Akustik güç P ile ifade edilmekle birlikte Eşitlik 2.3’te matematiksel gösterimi yer almaktadır.

$$P = \frac{p^2 A}{\rho c} \quad (2.3)$$

p, ortalama basıncı (Newton/m²), ρ suyun yoğunluğunu (kg/m³), c ses hızını (m/s), A ise akustik enerjinin geçtiği yüzey alanını (m²) ifade etmektedir. Eşitlik 2.3 kullanılarak akustik şiddeti Eşitlik 2.4’te görüldüğü gibi ifade etmek mümkündür [9], [14].

$$I = \frac{P}{A} = \frac{p^2}{\rho c} \quad (2.4)$$

Bir sualtı projektörün performansı, iletim voltajı cevabı (Transmission Voltage Response- TVR) ile ölçülür. Dönüştürücünün elektrik terminalleri boyunca uygulanan 1 V’luk bir potansiyel farkına karşılık 1 m bir mesafede yaratılan serbest alan basıncına karşılık gelmektedir ve Eşitlik 2.5 ile gösterilmektedir. TVR birim olarak ifadesi ise dB ref μ Pa/V @1m’dir.

$$TVR = 20\log_{10}\left(\frac{p}{p_{ref}}\right) \quad (2.5)$$

Bir projektörün kaynak seviyesi (Source Level-SL) ise, elektrik terminallerine uygulanan 1 V üzerindeki potansiyel farklarında, uygulanan voltaja karşılık üretilen ve 1 metrelik bir mesafeye iletilen serbest alan basıncı olup Eşitlik 2.6 ile ifade edilmektedir. Eşitlikten de görüldüğü üzere bir projektörün gücü uygulanan çalışma voltajı ile ilintilidir.

$$SL = TVR + 20\log_{10}(V) \quad (2.6)$$

Elektro akustik dönüştürücülerde, serbest alan voltaj hassasiyeti (Free Field Voltage Sensivity-FFVS) ise birim ses basıncına karşılık gelen (1 μ Pa) açık devredeki elektriksel voltaj eldesi olup, denklem olarak ifadesi Eşitlik 2.7’de verilmiştir. Birimi dB ref V/ μ Pa @1m’dir. Ölçüm, bilinmeyen bir hidrofonla aynı akustik alan içinde yer alan standart bir hidrofonun kıyaslanmasıyla gerçekleştirilir.

$$FFVS = 20\log_{10}\left(\frac{V}{p}\right) \quad (2.7)$$

Elektro akustik dönüştürücünün yarattığı ses seviyesi bazı etmenler neticesinde değişebilir. Bu durumuna sebep olan faktörler sırasıyla; voltaj bozunumu, elektriksel/mekanik gerilmeler, ısı etki, kavitasyon, projektörler arası akustik etkileşim olabilir [15]. Akustik eksenin açısal bir fonksiyonu olarak, TVR veya FFVS seviyelerinin oluşturduğu grafiğe, dönüştürücünün o düzlemdeki yönlenme deseni (directivity Beam Pattern) denir. Bir projektörün veya alıcının yönlenme deseni karşıt bir dönüştürücü ile eş değer olmaktadır ve yönlenme desenleri, doğrultulara bağlı olarak bağıl akustik ses basınç şiddetini gösterirler. Bir dönüştürücü tüm doğrultularda eş değer olarak ses yayıyor veya algılıyorsa, bu tip dönüştürücüler yönsüzdürler (omnidirectional). Ancak, bir hedefi tespit etmek veya alınan ortam gürültüsünü azaltmak için, dönüştürücünün tek bir yöndeki ses şiddeti ve hassasiyetin yüksek olması yani yönlü olması istenmektedir. Bu yöne dönüştürücünün akustik eksenini (ana lobu) denir. Akustik eksenindeki değerden 3dB düşüşün gözlemlendiği açı "yarım güç" veya "-3 dB" demet genişliği olarak tanımlanır. Ana akustik eksenin çevresinde ise daha

düşük şiddette yan loblar bulunabilmektedir. Ana akustik eksenin keskinliği yönlenme faktörü ($R\theta$) ile ifade edilir. Referans yönündeki şiddetin bir oranı olup, başka bir ifadeyle genellikle akustik eksenin şiddet değerinin, tüm yönlerin ortalamasına oranıdır. Yönlenme indeksi (DI) $10 \log(R\theta)$ ile hesaplanır [14], [15].

Mekanik kalite faktörü (Q_m) bir dönüştürücünün rezonans keskinliğini ifade etmektedir. Frekansa bağlı kondüktans grafiğinden hesaplanabilir olup Eşitlik 2.8’de verilmiştir. Eşitlikte yer alan f_r rezonans frekansını, f_h ve f_l ise yarı güçteki frekansları, f_h-f_l ise bant genişliğini ifade etmektedir [3].

$$Q_m = \frac{f_r}{f_h - f_l} \quad (2.8)$$

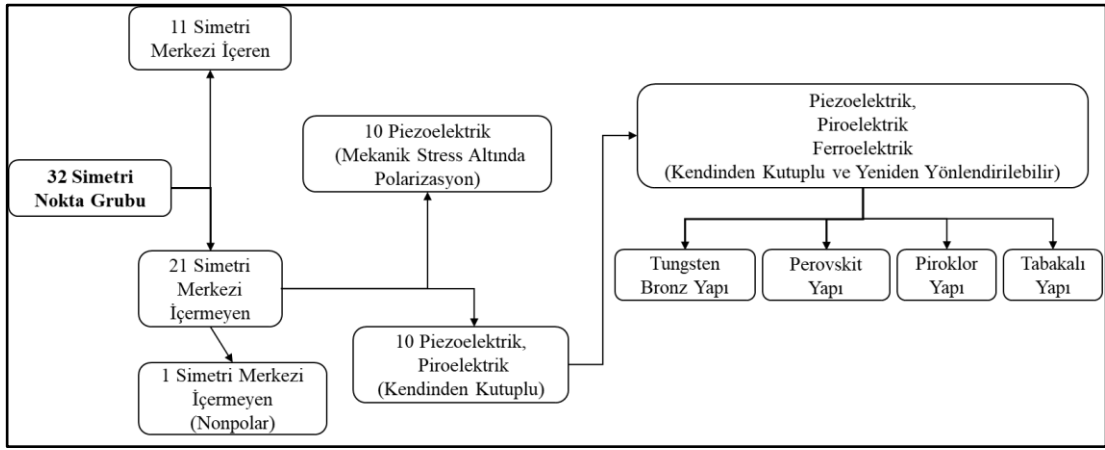
Elektro akustik etkinlik (η) dönüştürücünün dışarı yayımladığı gücün, dönüştürücüye verilen toplam elektriksel güce oranı olarak ifade edilmektedir ve su altı ölçüm sonuçlarından (TVR) elde edilmektedir. Ancak hava ve su ortamındaki admitans çemberlerinden hesaplamak da mümkündür ve Eşitlik 2.9’da verilmiştir. D_w ve D_a sırasıyla su ortamı ile hava ortamı admitans çember çapları, G_{max} hava ortamında ölçülen maksimum kondüktanstır [3].

$$\eta = \frac{D_w(D_a - D_w)}{G_{max}D_a} \quad (2.9)$$

2.1.2. Piezoelektrik Özellik

Katı malzemelerde piezoelektrikliğin tam olarak çözümlenmesi, tek kristal malzemelerin iç yani hücre yapılarının idrak edilmesiyle gerçekleşmiştir. Bu kristaller, belirli bir kompozisyona sahiptirler. Kristal birim hücrede belirli pozisyonları işgal eden ve birbiriyle etkileşimdeki pozitif ve negatif iyonlar tekrarlı bir düzen ile yapı veya kristal örgüsünü oluştururlar. Bu örgülerin en küçük birimine, birim hücre adı verilmektedir ve spesifik simetriler, malzemenin piezoelektrik özelliği sergileyip sergilemeyeceğini belirler [16]. Başka bir deyişle; bir kristalin herhangi bir fiziksel özelliğinin simetrisi, bu kristalin nokta grubunun simetrisini de içermektedir [17]. Temel olarak 7 adet kristal sistem olup bunlar sırasıyla; triklinik, monoklinik, ortorombik, tetragonal, rombohedral, hegzagonal ve kübik yapılardır. Simetri

elementlerine göre ise tüm kristaller 32 nokta grubuna ayrılmaktadır. Şekil 2.3'te kristal simetri gruplarına göre gözlemlenen elektriksel özelliklere ait diyagram bulunmaktadır [16], [18]. Piezoelektrik ifadesindeki ön ek olan piezo, Yunanca basınç anlamına gelen “piezin” kelimesinden türetilmiştir. Piezoelektrik malzemelerde; mekanik bir etkiye karşı bir elektriksel potansiyel (düz etki) veya tersi olarak uygulanan bir elektrik alanına karşı mekanik gerinim (ters etki) yani şekil değişimi gözlemlenir. Bu ikili ilişki ilk defa 1880 yılında Pierre ve Jacques Curie tarafından kuartz, çinko sülfür, tourmaline ve Rochelle tuzunda gözlemlenmiştir [16], [18], [19]. Piezoelektrik özellik hem ferroelektrik hem de ferroelektrik olmayan durumlarda (bkz. Şekil 2.3) gözlemlenebilmektedir.



Şekil 2.3: Nokta simetri gruplarına göre elektroseramiklerin sınıflandırılması.

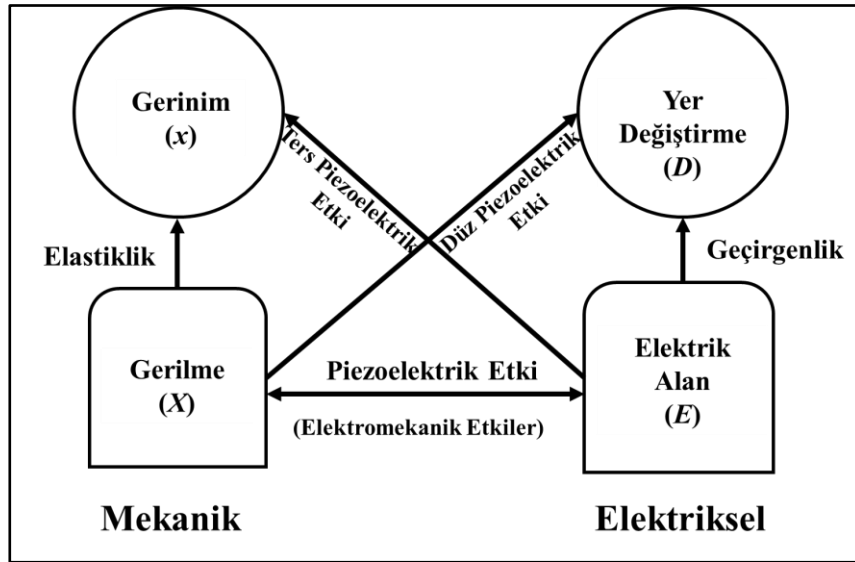
Elektrik alan uygulanan bütün malzemelerde çok cüzi miktarlarda da olsa şekil değişimi ortaya çıkmaktadır. Eğer meydana gelen gerinim miktarı, uygulanan elektrik alanın karesi ile orantılı ise bu tür etkiye elektrostriktif etki denmektedir ve Eşitlik 2.10 ile ifade edilmektedir.

$$x = Q\varepsilon^2 E^2 \quad (2.10)$$

Burada Q, elektrostriktif katsayısı, x gerinim miktarını, E elektrik alanı, ε ise dielektrik geçirgenliği ifade etmektedir. Simetri merkezine sahip olmayan bir malzemeye dışarıdan bir kuvvet uygulandığında, uygulama doğrultusunun zıt istikametinde polarizasyon oluşarak malzeme yüzeyinde biriken yük neticesinde, her iki (alt ve üst) yüzey arasında elektriksel potansiyel farkı meydana gelir. Piezoelektrik

malzemelerde bu durum tersinir olarak meydana gelmektedir. [19]. Kutuplanmanın büyüklüğü, gerilimin büyüklüğü ile orantılıdır ve orantı sabiti piezoelektrik katsayısı (d_{ij}) ile ifade edilir. Açığa çıkan yükün işareti ise uygulanan gerilimin türüne (basma veya çekme) bağlı olarak değişmektedir [10]. Ek olarak bazı ferroelektrik seramikler tarafından gösterilen yüksek piezoelektrik katsayı değeri; büyük elektrostriktif katsayısı ve yüksek kendiliğinden polarizasyon ve yüksek dielektrik geçirgenlik değerlerinin birleşiminden kaynaklanmaktadır [19].

Malzemelerin elektriksel, mekanik ve ısı özelliklerinin termodinamik olarak tersinir ilişkileri Heckman diyagramı ile gösterilmektedir. Şekil 2.4'te piezoelektrik bir malzemenin gerilme ile elektrik alan, gerinim ve elektrik alan ve son olarak gerilme ve yer değiştirme arasındaki ilişkiyi gösteren özelleştirilmiş bir Heckman diyagramı yer almaktadır [20].



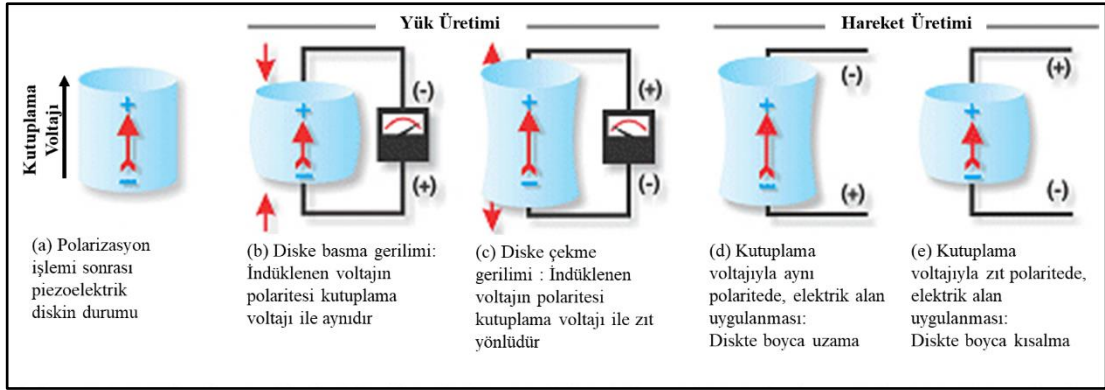
Şekil 2.4: Piezoelektrik bir malzemede mekanik ve elektriksel etkileşimler arasındaki ilişkiyi ifade eden Heckman diyagramı.

Bu bağlamda, Şekil 2.4'e göre düz piezoelektrik etkiyi ifade eden eşitlik IEEE formatında Eşitlik 2.11'de, ters piezoelektrik etkiyi ifade eden denklem ise, Eşitlik 2.12'te verilmiştir. Eşitliklerde, D dielektrik yer değiştirmeyi, E elektrik alanı, ϵ^T dielektrik geçirgenlik matrisini, x gerinimi, s^E elastik uyum matrisini, d piezoelektrik yük katsayısını ifade etmektedir [16], [18]. Üst indis T sıcaklığın, üst indis E ise elektrik alanın sabit tutulduğu anlamına gelmektedir.

$$D_i = d_{ijk}X_{jk} + \varepsilon_{ij}^T E_j \quad (2.11)$$

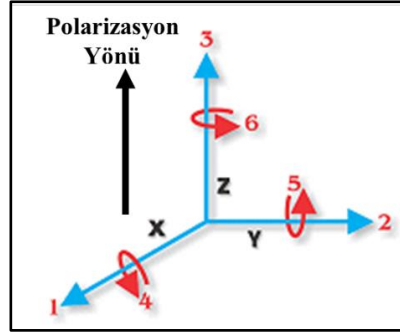
$$x_{ij} = d_{ijk}E_k + s_{ijkl}^E X_{kl} \quad (2.12)$$

Kutuplanmış olan piezoelektrik bir disk üzerinde şematize edilmiş olan ters ve düz etkiye ait gösterim Şekil 2.5’te verilmiştir [21]. Şekil 2.5b ve 2.5c’de kutuplanmış piezoelektrik disk üzerinde uygulanan basma veya çekme kuvvetleri malzeme yüzeyinde yük açığa çıkartmaktadır ve bu düz etki olarak ifade edilmektedir. Şekil 2.5d ve Şekil 2.5e ise malzemeye bir elektrik alan uygulanması ve bu elektrik alanın yönünün değişimine göre açığa çıkan şekil değiştirme türünü göstermektedir. Hem kutuplama voltajı hem de uygulanan voltaj aynı yönlü ise, malzemede boyca uzama; birbiriyle ters yönlü iseler malzeme de oluşacak şekil değişimi boyca kısalma olacaktır ve bu şekil değişimi hareketleri ters etki olarak tanımlanmaktadır.



Şekil 2.5: Ters ve düz piezoelektrik etkinin şematik gösterimi.

Piezoelektrik katsayılar kutuplanma eksenlerine göre belirtilirler. Alt indislerden 3 yönü yaygın olarak kutuplama eksen, 1 ve 2 eksenleri ise 3’e dik olan ortogonal eksenler olarak tanımlanmaktadır. Alt indis 4, 5 ve 6 ise sırasıyla 1, 2 ve 3’e dik olan mekanik gerilme ve gerininin kayma düzlemlerini ifade etmekte olup Şekil 2.6’da bu kuvvet yönlerinin gösterimi yer almaktadır [21].



Şekil 2.6: Piezoelektrik Malzeme üzerine etkiyen kuvvet yönleri ve polarizasyon yönü.

Piezoelektrik malzemelerde, piezoelektrik etkinin gücünü ifade etmenin en iyi yolu ve en sık kullanılan ölçütü olarak elektromekanik bağlaşma faktörü (k) kullanılmaktadır. Elektromekanik bağlaşma faktörü, piezoelektrik malzemede bir enerji türünün diğerine çevriminin bir ölçütüdür. Mekanik-elektrik enerji girdisine karşılık malzemede depolanan elektriksel-mekanik enerjiyle yakından ilişkili olan bu faktörün matematiksel olarak en genel ifadesi Eşitlik 2.13 ve 2.14’te verilmiştir.

$$k^2 = \frac{\text{Mekanik Enerjiye Dönüştürülen Elektrik Enerjisi}}{\text{Elektrik Enerji Girdisi}} \quad (2.13)$$

$$k^2 = \frac{\text{Elektrik Enerjisine Dönüştürülen Mekanik Enerji}}{\text{Mekanik Enerji Girdisi}} \quad (2.14)$$

Enerji dönüşümü hiçbir zaman %100 oranında olamadığından $k^2 < 1$ ve dolayısı ile $k < 1$ olacaktır. Tek kristallerde bu değer 1’e çok daha yakinken polikristallerde 0.5-0.8 aralığında yer almaktadır [1], [18], [19]. Sualtı akustik uygulamalarında piezoelektrik element için önemli olan diğer bir katsayı ise hidrostatik piezoelektrik yük (d_h) katsayısıdır. Bu katsayının ifadesi Eşitlik 2.15’te verilmiştir. d_{31} katsayısı negatif işaretlidir ve PZT türevi seramikler için yaklaşık olarak d_{33} ’ün yarısına yakındır. Bu nedenle d_h küçük bir değer olarak (d_{33} ile mukayese edildiğinde) ortaya çıkmaktadır. Diğer bir parametre olan hidrostatik voltaj katsayısı (g_h) ise Eşitlik 2.16’da verilmektedir. PZT ve benzeri seramikler yüksek dielektrik geçirgenliğe sahiptir. Bunun neticesinde de g_h değeri Eşitlik 2.16’ya göre hesap edildiğinde çok küçük bir değere sahip olacaktır. Su altı uygulamaları için başarımlı ölçütü (Figure of

Merit-FOM) olan Eşitlik 2.17 göz önüne alındığında, FOM değeri düşük çıkmaktadır. Ancak FOM değerini akılcı tasarımla arttırmak mümkün olmaktadır [19].

$$d_h = d_{33} + 2d_{31} \quad (2.15)$$

$$g_h = \frac{d_h}{\varepsilon} \quad (2.16)$$

$$FOM = d_h \cdot g_h \quad (2.17)$$

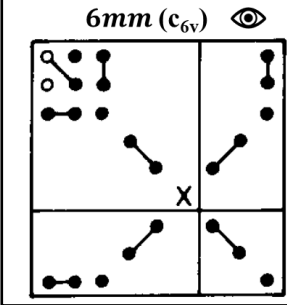
Diğer önemli husus, ultrasonik sesin (ve diğer enerji biçimlerinin) bir ortamdan diğerine aktarılması ve akustik empedans eşleşmesinin (impedance matching) sağlanmasıdır. Dalga enerjisi bir ortamdan başka bir ortama aktarıldığında, bir kısmı iletilirken, geri kalanı kısım da yansımaktadır. Aktarılan enerjilere yansıyan oran ise iki medyanın karakteristik empedanslarına bağlıdır ve bunlar uyumlu olduğunda aktarım verimle tamamlanmaktadır. Akustik dalgalar söz konusu olduğunda, bir ortamın spesifik empedansı (Z), Eşitlik 2.18 ile ifade edilmektedir. ρ , ortam yoğunluğunu, v ise ortamdaki ses hızını temsil eder ve birimi Rayl cinsindendir. Suyun empedans değeri 1.5 Mrayl iken PZT türevi seramiklerde bu değer 35 Mrayl civarındadır. Bunun sonucu olarak empedans eşleşme sorunları çıkmaktadır [19]. Ses enerjisini verimli bir şekilde aktarabilmek için de bu empedans eşleşme sorununu gidermek gerekmektedir. Bu amaçla tasarımlarda akustik empedans eşleyici bir ara tabaka kullanılmaktadır. Suyun empedansı için Z_1 , seramik için ise Z_2 kabul edilir ise, bu ara tabaka için empedans eşleşme değeri Z_{ML} Eşitlik 2.19 ile hesaplanabilmektedir [22].

$$Z = \rho \cdot v \quad (2.18)$$

$$Z_{ML} = \sqrt{Z_1 Z_2} \quad (2.19)$$

Rasgele yönelime sahip seramik malzemeler $\infty\infty m$ (küresel) Cruie grup simetrisine sahiptirler. Diğer bir ifade ile izotropiktirler. Ferroelektrik özellik sergileyen bu seramik malzeme kutuplandığında, küresel simetriden ∞m (konik) simetriye geçiş yapar. Yani anizotropi kazanır. Piezoseramiklerin başlangıçtaki izotropik durumlarına göre oluşan bu anizotropi, kutuplama doğrultusuna dik yönde

ise enine (transversely) izotropiktir. ∞m Curie grubu bu durumda 6mm hegzagonal polar kristal sınıfına denk gelmektedir [23]. Bu kristal sınıf için piezoelektrik özellik matrisi ise Şekil 2.7 gibi olmaktadır [24], [25].



The diagram shows a 6mm piezoelectric ceramic unit cell with piezoelectric coefficients d_{31} , d_{33} , and d_{15} . The matrix representation is as follows:

$$\begin{pmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{12} & s_{11} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{13} & s_{13} & s_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{15} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

Şekil 2.7: 6mm simetrisine sahip bir piezoelektrik seramiğe ait özellik matrisinin gösterimi.

2.1.3. Piezoelektrik Dönüştürücüler

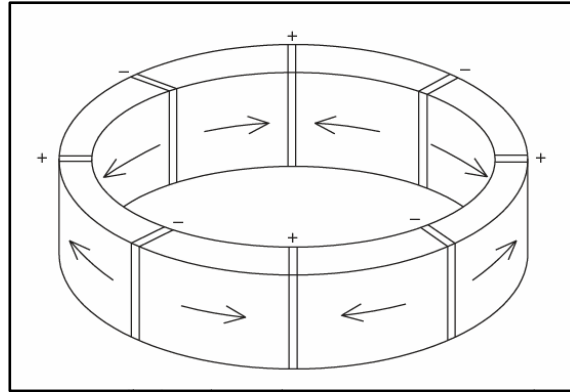
Piezoelektrik bir malzemenin aldığı etkiye cevabı oldukça hızlı olup bu tepki değeri 10^9 frekans mertebelerinde olabilir. Düz ve ters etki termodinamik açıdan bakıldığında eşdeğer katsayılara sahiptirler. Bu nedenle su altı akustik uygulamalarında, işitilebilecek bir frekans aralığından ultrasonik frekansa doğru geniş bir frekansta aralığında hem alıcı (receivers) hem de kaynak (source) olarak kullanılabilmektedir. Su altı uygulamaları için piezoelektrik cihazların geliştirilmeleri Birinci Dünya Savaşı esnasında başlamıştır. Elektromanyetik dalgaların su içerisinde çok hızlı sönmüşmesi neticesinde, su altında seyrüsefer eden bir denizaltının tespiti için akustik dalgaların daha verimli olduğunun keşfedilmesi, piezoelektriklere olan ilgiyi daha da arttırmıştır. İlk olarak Paul Langevin tarafından kuartz kristali kullanılarak geliştirilen piezoelektrik dönüştürücüler, 1920'li yıllardan günümüze değin her ölçekte detaylıca araştırılmaya devam etmektedir.

2.1.3.1. Bar, Disk, Silindir, Küre, Bükümlü Bar ve Diskler, Rainbow

Bar, disk ve silindirler pratik uygulamaları hali hazırda mevcut olan en basit elektro akustik dönüştürücülerdendir. Yekpare veya birden fazla birimin birleştirilmesi suretiyle (fıçı tipi silindir dönüştürücüler) üretilebilmektedirler. Bu türdeki dönüştürücülerin temel rezonans frekansı direk olarak boyutlarıyla alakalıdır.

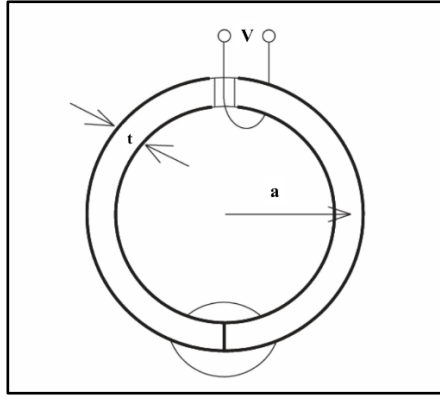
İşitilebilir frekanslarda veya çok daha düşük frekans değerlerinde rezonans elde edebilmek için metrelerce uzunlukta veya çapta seramik üretmek gereklidir ve bunun sonucu olarak dönüştürücü ağırlığı yüzlerce veya binlerce kilo mertebelerine çıkabilmektedir. Her ne kadar akustik çıkış güçleri gayet yüksek olsa da bu derece büyük boyut gereksinimi birçok su altı akustik uygulaması için bu tarzdaki dönüştürücüleri pratik olmaktan çıkarmaktadır.

Halka şeklindeki projektör tek parçalı seramikten üretilmektedir. İç ve dış yüzeyleri elektrot kaplı olup radyal olarak kutuplanmaktadır. Daha öncede bahsi geçtiği üzere bu dönüştürücülerin 10 kHz altında çalışması için çok büyük olması gerekmektedir. Bu büyüklükteki bir halkada, köşeli parçaların bir araya getirilmesi ile oluşturulur. Elektrot birleşme yüzeylerinde yer alır, mekanik olarak seri fakat elektriksel olarak paralel bir bağlanma söz konusudur. Bu türdeki bir dönüştürücü k_{33} modunda efektif çalışmaktadır [3], [11] ve Şekil 2.8’de şematize edilmiştir [22].



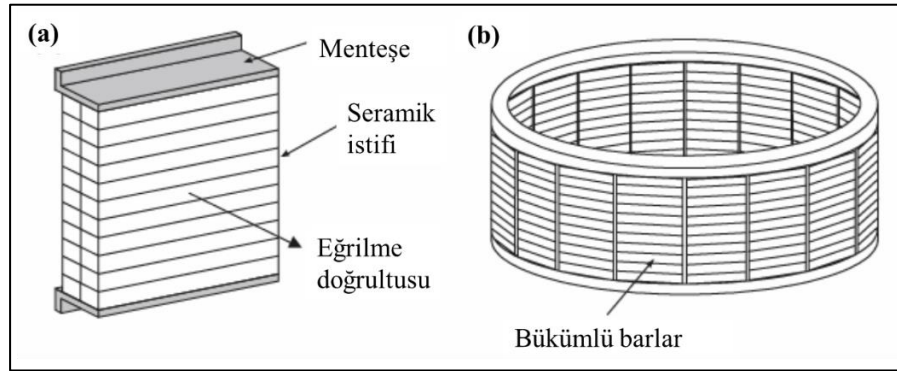
Şekil 2.8: Halka tipi istiflenmiş seramik dönüştürücü.

Küresel tasarımlar çoğunlukla eş yönlü (omnidirectional) bir yönlenim deseninin gerekli olduğu durumlarda kullanılmaktadır. Radyal veya kalınlık boyunca kutuplanmış olan iki yarım kürenin, ekvator bölgelerinden yapıştırma suretiyle bir araya getirilmesi ile oluşturulurlar. Şekil 2.9’da birleştirilmiş ve kablo bağlantıları yapılmış bir küresel dönüştürücünün kesit görüntüsü yer almakatadır [22]. Günümüzde ticari olarak çeşitli ebatlarda (10-200 mm) bu tür dönüştürücüleri bulmak mümkündür. Makro boyuttaki kürelere ek olarak, minyatür ebatlarda başka bir ifade ile milimetrik çap ve çok ince et kalınlığına sahip içi boş kürelerden meydana getirilen tasarımlar da mevcut olup bunlar BBs olarak adlandırılmaktadır [10], [26], [27].



Şekil 2.9: Küresel geometriye sahip dönüştürücü kesit görünümü.

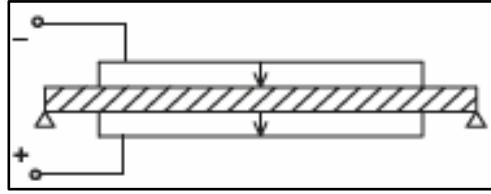
Bükümlü bar ve diskler düşük frekanslarda yüksek hacimsel hız elde etmek amacı ile geliştirilmiştir. Kutuplama yönleri birbirine zıt iki piezoseramik plakanın metal plaka ve halkalar arasında istiflenmesiyle oluşturulan tasarım bükümlü barlar olup Şekil 2.10’da tasarım görülmektedir. Voltaj uygulandığında bir bar genişleme yaparken diğer bar ters içinde kutuplu olduğundan büzüşme sergileyecektir. Bunun neticesi olarak ortaya çıkan bükülme veya salınım akustik dalga oluşmasını sağlayacaktır [3].



Şekil 2.10: Bükümlü bar tasarımları.

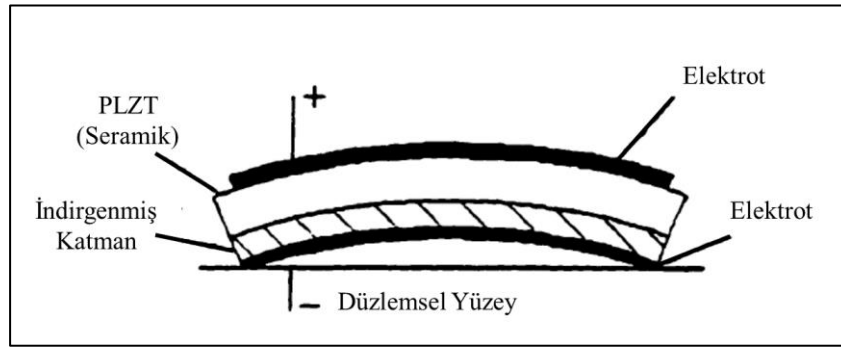
Esnek bükümlü disk konfigürasyonları ise çeşitlilik sergilemektedir. En basit formu bilaminar disk olup, iki piezoseramik diskin Şekil 2.11’de görüldüğü gibi metal bir disk altlık üzerine yapıştırılmasıyla vücut bulmaktadır [22]. Seramiklerin kutuplama yönleri birbirine ters veya aynı yönde olacak şekilde metal altlığın merkezinden itibaren birleştirme işlemi yapılabilir. Burada istenilen kapasitans miktarı seramiklerin yapıştırma şeklini tayin etmektedir [3]. Voltaj uygulaması neticesinde seramik disklerin radyal mod hareketi, yapıştırma neticesinde bükülme

hareketine dönüşecek ve diskler aynı fazda titreşecektir. Bunun sonucu olarak hem ön hem de arka yüzeyde ses oluşumu meydana gelecektir.



Şekil 2.11: Bilaminar bükümlü disk tasarımına ait kesit görünümü.

Bükümlü disklere diğer örnek ise ‘Rainbow’ tipi dönüştürücülerdir. Çok düşük basınç değerinde (<100 kPa) algılayıcı veya akustik yayınım kaynağı olarak kullanılabilmesi mümkündür. Rainbow asıl itibari ile bir kısaltma olup üretim yöntemini ifade eden bu kısaltmanın açılımı indirgenmiş iç bükümlü oksit tabakadır (Reduced and Internally Biased Oxide Wafer). Elektromekanik aktif bir tabakadan (PZT, PMN, PLZT) ve bu tabaka ile hemen temasta olan kurşunca zengin iç gerinim tabakasından oluşmaktadır. Rainbow tasarımına ait kesit görüntüsü Şekil 2.12’de verilmiştir [11].



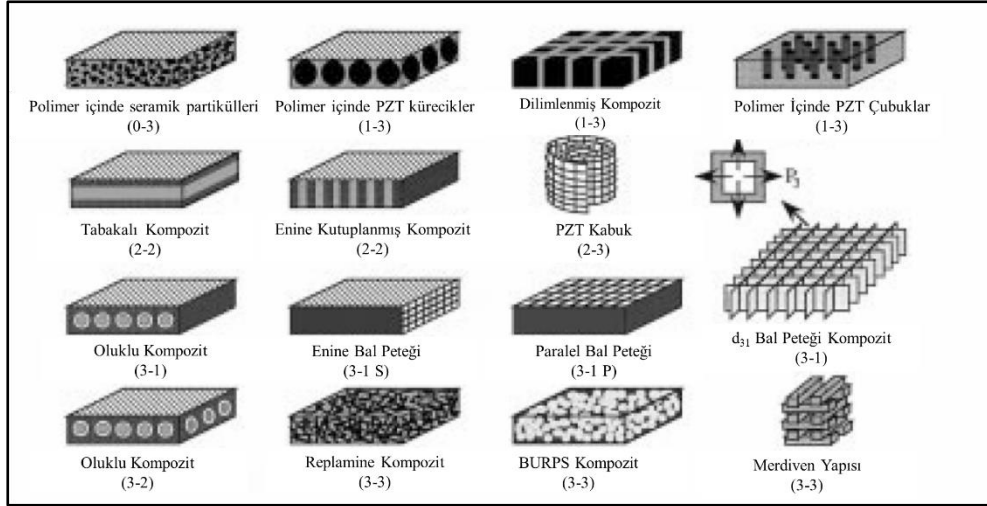
Şekil 2.12: Rainbow tasarımına ait kesit görüntüsü.

İç yüzeydeki bükümlü gerinim tabakası kurşun içerikli seramiğin bir yüzünün yüksek sıcaklıkta karbon plakaya temas ettirilerek indirgeyici atmosferde ısıtılmasıyla üretilmektedir. Aktif tabakadaki indirgenmenin bir sonucu olarak karbon blok oksidasyona uğrayacak ve gaz formunda karbon monoksit ile karbondioksit salınımı gerçekleşecektir. İndirgenmiş yüzey piezoelektrik özellik sergilememektedir. Ancak metalce zengin bir yüzey olduğundan iyi bir elektriksel iletken olacaktır. Termal genişleme katsayılarının farklılığından dolayı, iç kısım bükülerek kubbe şeklini

almaktadır. Bu tasarımda kubbenin bükülmesi ve seramiğin sıkışması birlikte voltaj cevabının iyi ve daha yüksek olmasını sağlamaktadır [11].

2.1.3.2. Seramik-Polimer Kompozitler

Yüksek basınç toleransı, yüksek hidrostatik duyarlılık, su ile akustik empedans uyuşmasının iyi olması gibi nedenlerle, su altı dönüştürücü ve algılayıcı uygulamalarında seramik-polimer kompozitler, başka bir ifade ile piezokompozitler (piezocomposites) uzun yıllardan bu yana araştırmacılar tarafından çalışılmaktadır [3]. Makro ölçekte polimer ve seramik gibi iki ya da daha fazla katının bir araya gelmesiyle oluşan çok fazlı katılar için fiziksel özellikler, iki fazın birbirleriyle olan etkileşimleri neticesinde yüksek mertebede farklılıklar sergileyebilir [28]. Bu nedenle Newnham ve arkadaşları her fazın boyutsal anlamda fiziksel olarak kendileriyle ilişkide olan kısımlarını tanımlamak için bağlanabilirlik (connectivity) olarak ifade edilen notasyon sistemini oluşturmuştur [28], [29]. Buna göre seramik ve polimer fazların biraya getirilmesiyle bir kompozit malzeme 10 farklı yolla oluşturulabilmektedir ve bu kompozit yapılarına ait bağlanabilirlik notasyonları 0-0, 1-0, 2-0, 1-1, 2-1, 3-1, 2-2, 3-2, veya 3-3 şeklinde olmaktadır. Günümüze değin 8 farklı bağlanabilirlik notasyonunda (0-3, 1-3, 2-2, 2-3, 3-0, 3-1, 3-2 ve 3-3) iki fazlı piezokompozitler yaygın bir şekilde çalışılmıştır. Piezokompozitlerde bu gösterim şeklinde, ilk rakam aktif fazın fiziksel olarak boyutsal sürekliliğini, ikinci rakam ise pasif fazın fiziksel anlamda boyutsal sürekliliğini ifade etmektedir [28-30]. Şekil 2.13'te bu notasyonların şematik gösterimine yer verilmiştir [29]. İki fazlı Kompozitler içinde benzer bir gösterim mevcut olmakla birlikte daha fazla çeşitlilik mevcuttur. İki fazlı Kompozitler için 10 adet notasyon mevcut iken, 3 fazlılar için bu notasyon sayısı 20, 4 fazlılar için ise 35 olmaktadır [28].



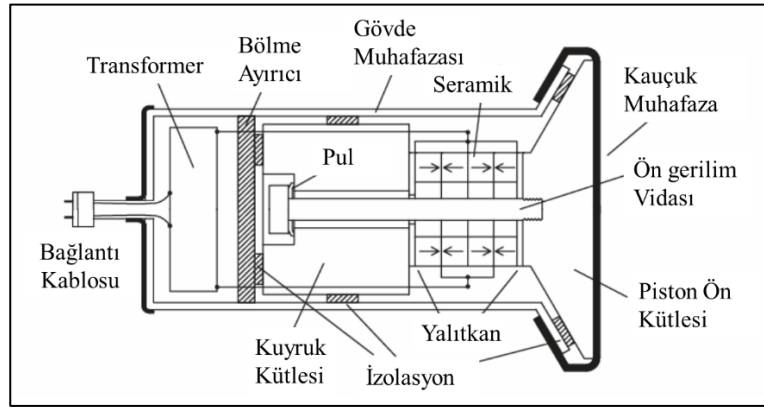
Şekil 2.13: Fazların bağlanabilirlik notasyonuna göre piezoelektrik seramik-polimer kompozitler.

Birçok polimer-seramik kompozit hidrofon olarak kullanılmaktadır. Polimerik fazın amacı boyuna ve enine doğrultulardaki hidrostatik basıncı sönümlemektir. Böylelikle kutuplanmış seramikte, hidrostatik ortamdaki piezoelektrik voltaj katsayısına (g_h) etki eden g_{33} ve g_{31} voltaj katsayılarının katkısı düşürülmüş olur. Bu nedenle çeşitli piezokompozit konfigürasyonları araştırmacılar tarafından incelenmiştir. Bu konfigürasyonlar içerisinde (bkz. Şekil 2.13) en çok irdelenen 1-3 bağlanabilirlik notasyonuna sahip olan kompozitler olmaktadır. Bu kompozit türünde birbirinden bağımsız PZT çubuklar veya fiberler kutuplama yönüne paralel şekilde dizilmekte olup, çevreleri polimer matris tarafından kaplanmıştır. Bu tip tasarımdaki amaç, tamamıyla kalınlık modu ile çalışması olmaktadır. 1-3 piezokompozitler Hz-MHz aralığındaki frekanslarda algılayıcı olarak oldukça verimli çalışmaktadır. Hidrofon olarak kullanılması durumunda, kompozitin içerdiği piezoelektrik bileşenin hacimsel oranı %15-25 arasında değişmektedir. Eğer hem yayılım kaynağı hem de alıcı olarak kullanılması söz konusu ise piezoelektrik bileşenin hacimsel kesrinin %30-50 arasında olması, sadece yayılım kaynağı olarak çalışması isteniyorsa ise %80 hacimsel orana sahip olması gerekmektedir [3].

2.1.3.3. Tonpiz Dönüştürücüler

Küresel ve halka tipi dönüştürücüler en az bir düzlem içerisinde eş yönlüdürler. Buna karşın piston tipindeki dönüştürücülerde genellikle tek bir doğrultuda yönlülüğe

sahip olup, dalga boyuna göre dönüştürücünün boyutu değişmektedir. Bu tipteki dönüştürücülerden oluşturulan diziler ise (arrays) oldukça yönlü ve yüksek yoğunluklu ses demetlerini belirli bir alana iletmek için kullanılır. Çok büyük miktarlarda dönüştürücü dizilerinin sıkı paket olarak istiflenme imkânına sahip olması nedeniyle piston tipi dönüştürücüler su altı akustik uygulamalarında diğer dönüştürücü tasarımlarına göre daha fazla kullanıma sahip olmasını sağlamaktadır. Bu dönüştürücü türü içinde orta frekans (mid-frequency) yani 1 kHz-100 kHz çalışma frekans aralığına sahip Tonpiliz dönüştürücülerdir. Tonpiliz dönüştürücüler mantarı andıran görünümüne neticesinde oldukça kolay ayırt edilebilmektedir. Esasen de “Tonpiliz” ifadesi kelime kökeni olarak Almancadan gelmektedir ve “ses mantarı” anlamında olup, Şekil 2.14’te bu dönüştürücüye ait 2 boyutta çizilmiş kesit görüntüsü yer almaktadır [22].



Şekil 2.14: Tonpiliz dönüştürücünün 2 boyutta çizilmiş kesit görüntüsü.

Kesik konik şekle sahip ön kütle, sadece aktif dönüştürücü malzemesi ve su arasındaki empedans eşleşmesini sağlamakla kalmayıp aynı zamanda seramikte oluşan gerininin yükseltgenerek yüksek ses çıkışı elde edilmesine imkân tanımaktadır. Ancak kaynağın ön kütleinde oluşabilecek yalancı rezonans noktalarından kaçınmak için, ön kütleinin yansıma alanı sınırlandırılmaktadır. Bu tasarımda, boyuna kutuplanmış olan piezoseramik halkalar ön ve kuyruk kütleleri arasında gerilme vidası ile sıkıştırılmaktadır (bkz. Şekil 2.14). Seramik diskler ise polarizasyon yönleri birbirlerine anti paralel olacak şekilde istiflenmektedir. Burada seramik bileşenler elektriksel olarak paralel ama mekaniksel olarak seri bağlı konumda olmaktadır. Gerilme vidasının ön ve arka kütleler arasında seramik halkalarının sıkıştırma nedeni ise, öncül bir sıkışma yükü uygulayarak yüksek güç çalışma koşullarında seramik bileşenlerin çekme gerilmesine maruz kalmasını engellemektir. Seramik istifinin

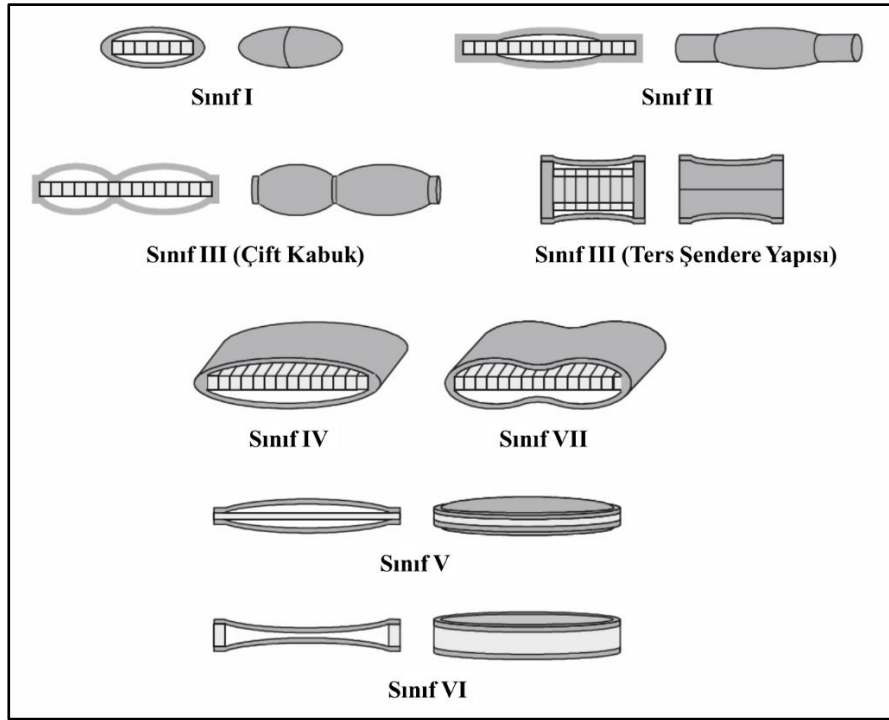
sıklığının %20'sini geçmeyecek şekilde vida sıkıştırılması ise metal kütlenin hareketini engellemektedir. Ön kütle alüminyum veya magnezyum gibi hafif metallerden yapılmaktadır. Bu ön kütlenin kalınlığı ise, ön kütlenin büküm rezonans değerinin dönüştürücü temel rezonans frekansının yaklaşık 2 katı kadar değerine ayarlanmasıyla tespit edilebilmektedir. Kuyruk kütlesi olarak, yayımlayıcı ön kütleden 3 ile 5 kat arası daha yoğunlukta metal malzeme kullanılmaktadır. Buradaki amaç, dönüştürücünün arkasında oluşan akustik yayılım etkisini en aza düşürmektir. Tungsten, pirinç ve paslanmaz çelik kuyruk kütlesi olarak kullanıma oldukça uygundur. Bu şekilde oluşturulan Tonpitz dönüştürücü, küresel, silindirik veya düzlemsel diziler oluşturacak biçimde istiflenerek ve sualtı uygulamalarında kullanılmaktadır [3].

2.1.3.4. Esnek Gerilmeli Dönüştürücüler

Sualtı uygulamalarında yaygın olarak kullanılan kompozit dönüştürücü türlerinden biri de esnek gerilmeli (flextensional) dönüştürücülerdir. Esnek gerilmeli dönüştürücüler oldukça küçük boyutlarda üretilmektedir. Bu dönüştürücüler yüksek hacimsel hıza ve düşük çalışma frekans değerine sahiptir. Esnek gerilmeli dönüştürücüler, piezoelektrik, elektrostrikatif veya magnetostrikatif ana bileşene ve bu bileşenlerle mekanik olarak eşleştirilmiş metal kabuktan oluşmaktadır. Esnek gerilmeli tanımlaması aygıtın çalışma prensibinden türetilmiştir [3].

Literatür ve endüstride genel kabul olarak ilk elektro akustik esnek gerilmeli dönüştürücünün William J. Toulis tarafından icat edildiği, 1966 yılında yayımlanmış olduğu patent kaynak alınarak kabul görülmektedir. Ancak bilinen ilk esnek gerilmeli dönüştürücünün üretimi ve testlerinin tarihi 1929 yılında Anacostia Donanma Araştırma Laboratuvarlarında (ANRL) Washington D.C., Harvey C. Hayes'in tasarımı baz alınarak yapılmıştır. Bu dönüştürücü Toulis'in üretmiş olduğu dönüştürücü tasarımı 25 sene öncesine tarihlenmektedir. Harvey C. Hayes 1936 yılında yayımlanmış olduğu patentte bu cihazı 'Ses Oluşturucu ve Yönlendirici Aparat' (Sound Generating and Directing Apparatus) olarak isimlendirmiş ve esnek gerilmeli dönüştürücü teorisini ve tasarımı oluşturmuştur. Hayes'in tasarımında 540 Hz frekans değerinde çalışan manyetostrikatif bir çubuk ana element olarak yer almaktadır. Bu tasarım esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımları içerisinde 6 feet uzunluk ve 1 foot genişliğe sahiptir ve bilinen en büyük tasarımıdır. 1950'li yıllara gelindiğinde ise W. J.

Toulis ve F. R. Abbott tekrardan esnek gerilmeli dönüştürücü üzerinde yüksek güç ve düşük frekans su altı akustik verici (transmitter) olacak şekilde çalıştırmak üzere ele almışlardır. Bu iki bilim insanı Hayes'in tasarımından farklı olarak ana sürüm elementini piezoelektrik malzeme ile değiştirmişlerdir [8]. Bu süreci takiben günümüze değin birçok esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımı geliştirilmiş ve literatüre eklenmiştir. Geliştirilmiş olan bu esnek gerilmeli dönüştürücüleri 7 temel sınıfta gruplamak mümkündür ve Şekil 2.15te bu tasarım konfigürasyonlarına ait gösterim bulunmaktadır [2], [3].



Şekil 2.15: Esnek gerilmeli dönüştürücü konfigürasyonlarına ait 3 boyutlu kesit görünümü.

Sınıf I olarak ifade edilen dönüştürücü silindirik bir seramik istifinin ana eksen üzerinden metal bir kabuk ile çevrelenmesinden oluşmaktadır. Tasarım şekli itibariyle Amerikan futbol topuna benzemektedir ve seramik istifinin miktarının sınırlı olması sebebiyle elde edilen güç değeri, çok yüksek verime sahip olmamaktadır. Sınıf II olarak gösterilen konfigürasyon ise sınıf I tasarımının modifikasyona uğratılmış halidir. Bu konfigürasyonda birinci nesil tasarıma göre, dönüştürücünün uç kenarları uzatılmış ve böylelikle sığdırılabilecek seramik istif oranı arttırılmıştır. Rezonans

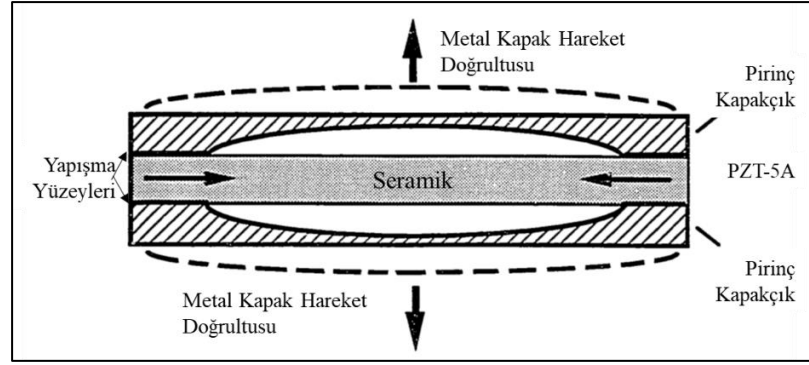
karakteristiğini değiştirmeksizin, elde edilen güç çıkışında artış böylelikle sağlanmıştır [3].

Sınıf III konfigürasyonu ise 2 adettir. Bunlardan birincisi, bir miktar farklı boyutlara sahip iki adet sınıf I dönüştürücünün bir araya getirilmesi ile oluşturulmaktadır. Bu tasarımdaki uç uca ekleme ile iki rezonans modunun üst üste çakıştırılması suretiyle geniş bant aralığı elde edilmiştir. İkinci tip sınıf III tasarımı ise ters şendere (inverted barrel stave) yapısıdır. Bu tasarımda seramik halkalardan oluşan istif kullanılmaktadır ve bu istif bir fıçı şablonunda olup konkav metal plakaların bu istifi çevrelemesiyle oluşturulmuştur [3].

Sınıf IV tasarımı ise en iyi bilinen, anlaşılan ve genellikle kullanılan dönüştürücü konfigürasyonlarından biridir. Hayes'in tasarımı temel alınarak, kalınca eliptik konveks bir metal kabuk içinde istiflenmiş piezoseramik çubuklardan meydana getirilmiştir. Eliptik kabuk mekanik empedans dönüştürücü görevi görmektedir. Diğer üç tasarım silindirik bir simetriye sahipken, bu tasarım tüp benzeri bir görünümündedir. Bu tasarımda, dönüştürücünün kenar uçlarında elde edilen küçük deplasmanlar, eliptik kabuğun ana yüzeylerinde büyüyerek, daha yüksek değerlerde oluşmaktadır [3].

Sınıf V “halka-kabuk” (ring-shell) tasarımı, iki adet sıg küresel konkav metal kabuğun ince bir piezoseramik disk veya halka üzerine sandviç formunda bir oluşum sergileyecek biçimde yapıştırılması ile meydana getirilmiştir. Piezoelektrik diskin meydana getirdiği radyal esneme veya sıkışma, eğimli metal kabukların eksenel bir hareket oluşturmalarını sağlamaktadır. Sınıf VI ve sınıf VII konfigürasyonları, sınıf V ve sınıf IV dönüştürücülerin birer modifikasyonudur ve konkav yayılım yüzeyleri kabuk hareketinin aynı faz içinde olmasını sağlamaktadır [3].

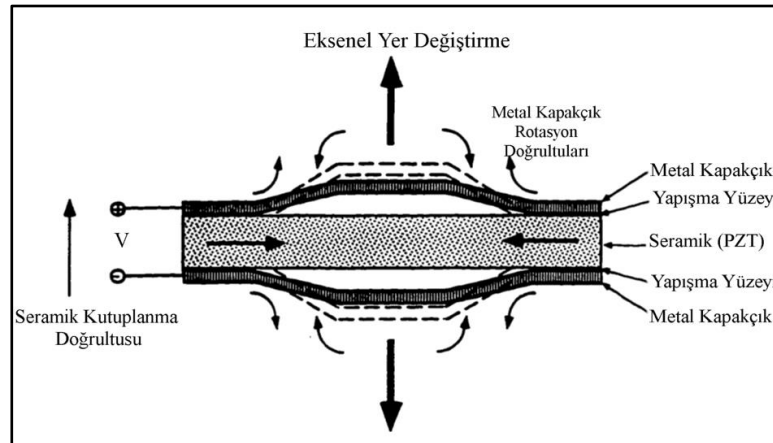
‘Moonie’ olarak adlandırılan dönüştürücü de farklı esnek gerilmeli dönüştürücü konfigürasyonlarındanr. Moonie dönüştürücü hidrofon uygulamaları için 1980’li yılların sonuna doğru geliştirilmiştir. Kalınlık doğrultusunda kutuplanmış seramik bir disk, içi yarım ay şeklinde oyuklanmış kalın iki metal levha arasında sandviç yapısını oluşturacak biçimde bir araya getirilerek üretilmektedir. Bu metal kabuklar mekanik transformatör olarak çalışmaktadır. Seramikte meydana gelen yanal deplasmanları dönüştürüp yükselterek metal kabukların normaline göre eksenel hareketi oluşturmaktadır. Şekil 2.16’da moonie dönüştürücünün kesit görünümü yer almaktadır [4].



Şekil 2.16: Moonie dönüştürücünün 2 boyutta kesit görüntüsü.

Moonie dönüştürücüler dış kabuk yüzeyinde yüksek bir konum bağımlılığına sahip olarak nitelendirilmektedir. Metal kabuğun merkez tepe noktası üzerinde deplasman maksimum düzeydedir ve uç noktalara doğru hareket edildikçe bu şekil değişim miktarı düşmektedir. Bu deplasmanı oluşturan kuvvet ise tam tersi biçimde kenarlarda en yüksek, metal kabuk merkez tepe noktasında ise en düşüktür [4], [11].

Moonie konfigürasyon üzerine gerçekleştirilen sonlu elemanlar analiz sonuçlarına göre, yapışma yüzeylerinde oldukça yüksek oranda stres birikimi oluşmakta olduğu saptanmıştır. Bu sorunu çözmek adına yeni bir metal kabuk tasarımı oluşturulmuştur [4]. Bu tasarım ‘Cymbal’ (zil tipi) olarak adlandırılmaktadır ve Şekil 2.17’de kesit görünümü yer almaktadır [11].



Şekil 2.17: Cymbal dönüştürücünün 2 boyutta kesit görünümü.

Bu dönüştürücü tasarımında metal kabuklar, moniee dönüştürücülere kıyasla oldukça incedir ve metal plakaların kesilip pres altında şekillendirilmesi ile üretildiklerinden dolayı seri üretime uygunluk sergilemektedir. Moonie ile aynı

prensipte çalışmasına rağmen, bu tasarımı özgün kılan bir farklılık da bulunmaktadır. Moonie dönüştürücülerde deplasman eldesi metal kabukların bükülme hareketinden kaynaklı iken, Cymbal dönüştürücüde dönme hareketi de (rotational) bulunmaktadır. Ayrıca bu dönüştürücü konfigürasyonu metal kabuk tepe bölgesinde daha homojen bir deplasmana ve güç üretimine sahiptir. 0.2 mm metal kabuk kalınlığı, 200 µm kabuk derinliğine sahip bir zil tipi dönüştürücünün efektif d_{33} değeri 15000 pC/N, şekil değişimi 40 µm olmaktadır, benzer boyutlardaki moonie dönüştürücüde bu değerler sırasıyla 9000 ve 18 µm olmaktadır [4].

2.2. Elektrosramikler

Seramikler, bilinen tarih boyunca asırlardır, çeşitli amaçlar için insanoğlunun kullandığı malzemelerden olmuşlardır. Değişen gereksinimler ve gelişen teknoloji neticesinde özellikle yirminci yüzyılın ortalarından itibaren, seramik bilgi ve teknolojisinde adeta sıçrama yaşanmıştır. Bunun neticesinde geleneksel ve teknik seramik olmak üzere kullanım amaç ve alanına uygun olarak seramikler kendi içinde ayrıma uğramıştır. Teknik seramik malzemeler sahip oldukları üstün ısı, mekanik, elektriksel, optik ve yahut kimyasal özelliklerinden dolayı endüstriyel anlamda ciddi bir oranda kullanılmaktadırlar. Elektrosramik malzemelerin evrimi ise 1940'lı yıllarda yüksek dielektrik geçirgenliğe sahip sentetik olarak üretilen baryum titanatın keşfi ile başlamıştır. Elektrosramiklerin sahip oldukları yüksek katma değer; her ne kadar teknik seramiklerin genelinin kullanım oranına göre düşük bir oranda kalıyorsa da seramik pazarında büyük bir yere ve öneme sahip olmaktadır. Elektrosramik malzemelerin bir alt grubu olan piezoelektrik ve ferroelektrik malzemeler ise kullanıldıkları kritik alanlar (askeri, tıbbi, ulaşım, navigasyon, bilgi saklama) neticesinde ayrı bir öneme sahiptirler. Piezoelektrik malzemeler, çoğunlukla eyleyici, dönüştürücü ve algılayıcı cihazlarda ana bileşen olarak kullanılmaktadır. Özellikle dönüştürücü uygulamaları içinde sualtı akustik dönüştürücüler ayrı bir öneme sahip olmaktadır. Bu dönüştürücüler, su altı görüntüleme, dinleme, haberleşme ve tespit yani SONAR uygulamaları için kritiktirler.

2.2.1. Dönüştürücülerde Malzeme Seçimine Etkiyen Parametreler

SONAR uygulamalarında kullanılan dönüştürücülerde başlıca piezoelektrik seramik malzemelerden olan kurşun zirkonat titanat (PZT) ve baryum titanat (BaTiO_3) bileşen ailelerinin farklı kompozisyonları kullanılmaktadır. Ticari üreticiler tarafından Amerikan Askeri standartlarına (1995) göre farklılaştırılmış kompozisyonları geliştirmiştir. Yüksek elektrik alan varlığında, özellikle akustik kaynak olarak kullanılan seramiğin karakteri önemli ölçüde değişebilir. Normal bir akustik kaynak için uygulanan elektrik alan varlığı 2 kV/mm civarındadır. Bu seviyede iyi bir akustik kaynak malzemenin aşırı ısınmasını engellemek için $\tan \delta < 0.02$ olmalıdır. Burada altın kural seramik malzemenin depolarize olmaması ve piezoelektrik özelliğin kaybolmaması için sıcaklığının gerek üretim gerekse de kullanım esnasında %75 Curie sıcaklık (T_c) değerini aşmamasıdır [3]. Ayrıca, hedeflenen frekans değerinde en küçük hacim veya ağırlıkta ve düşük Q_m değerine sahip dönüştürücüler, akustik kaynak uygulamasında en yüksek malzeme mükemmellik ölçütüne sahiptir. Buna ek olarak düşük voltaj uygulamalarında çalışacak piezoseramikler için yüksek piezoelektrik güç katsayısı ve eşlenebilirlik faktörü tercih edilebilmektedir [22].

İki farklı malzeme değerlik ölçütü (Figure of Merit) sualtı akustik uygulamalarında kullanılmaktadır. Bunlar; toplam dönüştürücü hacmi (FOM_v) ve toplam dönüştürücü kütlesi (FOM_m) ölçütleridir. Piezoelektrik bir seramik için rezonans frekansında mekanik güç yoğunluğu; Q mekanik kalite faktörü ve ω_r açısıl mekanik rezonans frekansı olmak üzere Eşitlik 2.20 ile hesaplanır.

$$P_W = \omega_r Q_m k_e^2 \epsilon^T E^2 / 2 \quad (2.20)$$

Eğer hacimsel olarak aktif malzeme A ve L çarpımından oluşuyor ise, A alan ve L kalınlık olmak üzere toplam olarak yayınan mekanik güç Eşitlik 2.21 ile ifade edilir.

$$W = \eta_{ea} \omega_r Q_m k_e^2 C_f V^2 / 2 \quad (2.21)$$

V uygulama voltajı, $C_f = \epsilon t A / L$ serbest kapasitans ve η_{ea} elektro akustik etkinliktir. Toplam dönüştürücü hacmine bağlı hacimsel bazda malzeme değerlik ölçüsü (FOM_v) hesaplanırken $V_0 > AL$ durumunda Eşitlik 2.22 geçerli olup birimi Watts/Hz m^3 'tür.

$$FOM_V = W / (V_0 f_r Q_m) \quad (2.22)$$

Eğer ağırlık hacimden daha önemliyse kütleye bağlı olarak malzeme değerlik ölçüsü benzer şekilde hesaplanır ve Eşitlik 2.23 ile ifade edilir. Birim olarak Watts/kHz kg kullanılmaktadır.

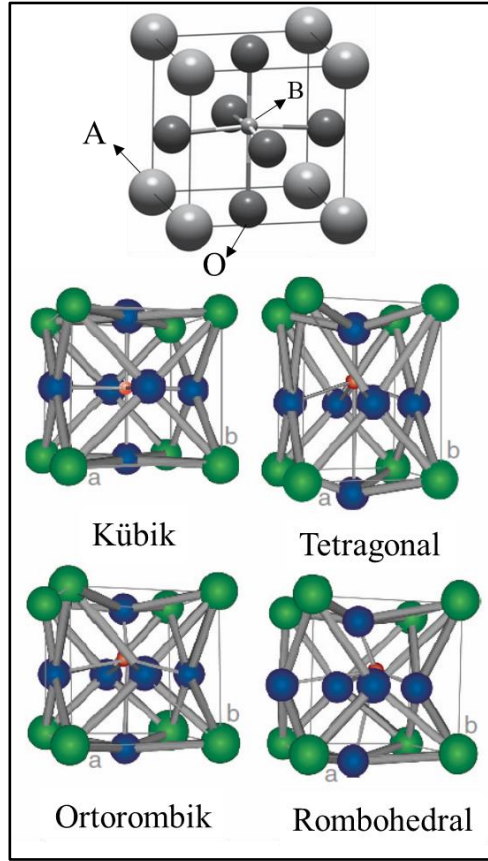
$$FOM_m = W / (M f_r Q_m) \quad (2.23)$$

2.2.2. Ferroelektrik ve Relaksör Ferroelektrik Özellikler

2.2.2.1. Ferroelektrik Özellik

Ferroelektrik özellik, Şekil 2.3'te de görüldüğü üzere 32 nokta simetri grubu içinde merkezi simetriye sahip olmayan dielektrik malzemelerde görülmektedir. Ferroelektrik malzemelerde kalıntı polarizasyon mevcuttur ve bu polarizasyonu elektrik alan etkisiyle tekrar yönlendirmek mümkündür. Normal dielektrik malzemeler ile kıyaslandığında, ferroelektrik malzemelerde dielektrik sabiti (10^4 mertebelerinde) oldukça yüksektir. Bu nedenle endüstriyel uygulamalarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar [18]. Genellikle perovskit kristal yapısında olan (ABO_3) ferroelektrik malzemelerde gözlemlenen kalıntı polarizasyonun orijini kristal yapıdan kaynaklanan dipol momentidir. Bu dipol momentinin yönü de dışarıdan uygulanan bir elektrik alan etkisiyle değiştirilebilmektedir. Ferroelektrik özellik; seramik malzemeler haricinde, polimerik polivinilidenflorid (PVDF) ve PVDF ile trifloroethilenin oluşturduğu kopolimer malzemelerde de gözlemlenmektedir [31].

Kristal yapı açısından bakarsak $m\bar{3}m$ simetrisine sahip perovskit birim hücrede bulunan katyon ve anyonlarının birbirlerine göre denge konum pozisyonlarının değişmesi dipol momentini açığa çıkarmaktadır. Şekil 2.18'de $BaTiO_3$ seramiği için kübik perovskit gösterimi ve ferroelektrik çarpıklaşma sonucu meydana gelen perovskit yapı polimorfları görülmektedir [31], [32]. Şekilde görülen kübik yapının A konumunda büyük iyonik çapa sahip Pb^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Bi^{3+} , Na^+ gibi katyonlar yerleşirken, B konumuna daha küçük iyonik çapa sahip Ti^{4+} , Nb^{5+} , Zr^{4+} gibi katyonlar, küp yüzey merkezlerinde ise O^{2-} anyonu yerleşmektedir. A konumundaki katyonların oksijen ile koordinasyonu 12'dir. B konumu katyonları ise oktahedral koordinasyona sahip olup, oktahedral köşe paylaşımıdır [32].

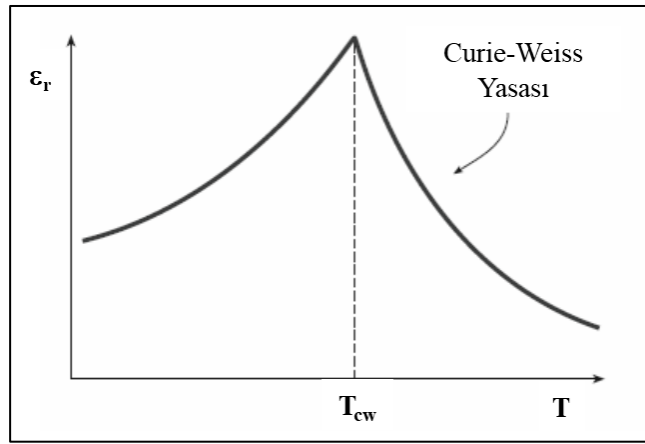


Şekil 2.18: Perovskit birim hücresi ve bu birim hücrenin polimorfları.

Ferroelektrik malzemelerde gözlemlenen kendinden kutupluluk ve elektrik alan etkili histeris eğrisi belirli bir sıcaklık aralığında mevcut bulunmaktadır. Bu özelliğin gözlemlenebildiği en yüksek limit sıcaklık noktası, Curie Sıcaklığı (T_c) olarak adlandırılmaktadır. Bu sıcaklık üzerinde ferroelektrik özellik kaybolurken malzeme normal bir dielektrik malzeme gibi davranış sergiler. Bu sıcaklık değerine yakın bölgelerde dielektrik geçirgenlik çok yüksek değer almaktadır ve genellikle bu sıcaklık değeri üzerinde ferroelektrik malzeme kutupsuzdur. Curie sıcaklığı yakınında dielektrik geçirgenliğin veya sabitinin sıcaklık ile ilintili şekilde yüksek değere sahip oluşu “anomali değeri” ile ifade edilir. Şekil 2.19’da sıcaklığa bağlı dielektrik geçirgenliğin değişim grafiği şematize edilmiştir [31]. Şekilde görülen $T > T_c$ bölgesindeki anormal davranış Curie-Weiss bağıntısına uygunluk sergilemekle birlikte bağıntı ifadesi Eşitlik 2.24’te verilmektedir.

$$\epsilon_r = \frac{C}{T - T_c} \quad (2.24)$$

Eşitlikteki C , Curie sabitidir. Bu anomali davranışı sadece paraelektrik faz geçişinde değil, neredeyse $T < T_c$ durumundaki tüm faz geçişlerinde de gözlemlenmektedir. Geçiş sıcaklık değerinde kristal yapının değişiminden kaynaklanan bu anomali dielektrik sabiti ve polarizasyon davranışı haricinde; piezoelektrik özellik, elastik sabitler ve özgül ısıda da mevcut bulunmaktadır [18].

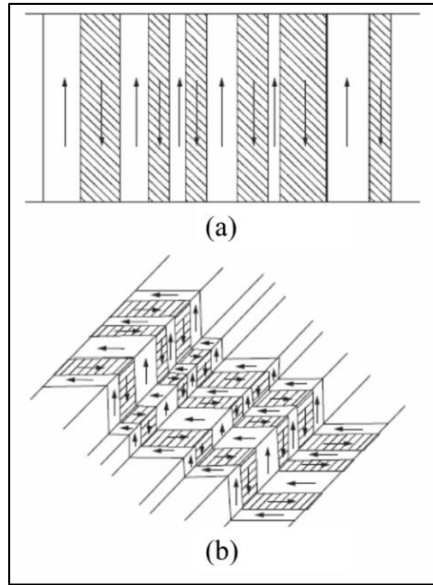


Şekil 2.19: Ferroelektrik bir malzemeye ait dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim grafiği.

Curie sıcaklığı altında ferroelektrik bir tek kristal veya sistem kendinden polarizasyon sergilemektedir. Tüm dipollerin aynı yönde olması halinde, sistemin elektrostatik enerjisi oldukça büyüktür ve sistem kararsız halde olmaktadır. Doğada tüm sistemler potansiyel enerjisini mümkün olan kararlı en düşük duruma getirmeye çalışmaktadır. Bundan dolayı, sistem enerjisi azaltmak için domain adı verilen ve her biri kendi içerisinde aynı yönde yönlenmiş dipolleri barındıran bölgeler oluşturmaktadır. Tüm domainler birbirlerinin etkisini dengeleyecek şekilde dizilmekte ve böylelikle kristalin tüm doğrultularında net dipol momenti sıfır olmaktadır. Birbirine komşu olan iki domain, yönlenme farklılığı neticesinde birbirinden domain duvarı adı verilen sınır ile ayrılmaktadır. Tek kristaller net polarizasyon değeri sıfır olan birden çok domaine sahip olmakla birlikte çok yüksek elektrik alan uygulaması ile bu domainler tek bir yönde hizalanarak, tek bir domain oluşturacak duruma getirilebilmektedir. Çok kristalli malzemelerde yani seramiklerde ise bu imkânsızdır.

Çünkü her bir tanenin kristalografik yönelimi farklıdır ve elektrik alan etkisinde bunun değiştirilmesi mümkün değildir [18].

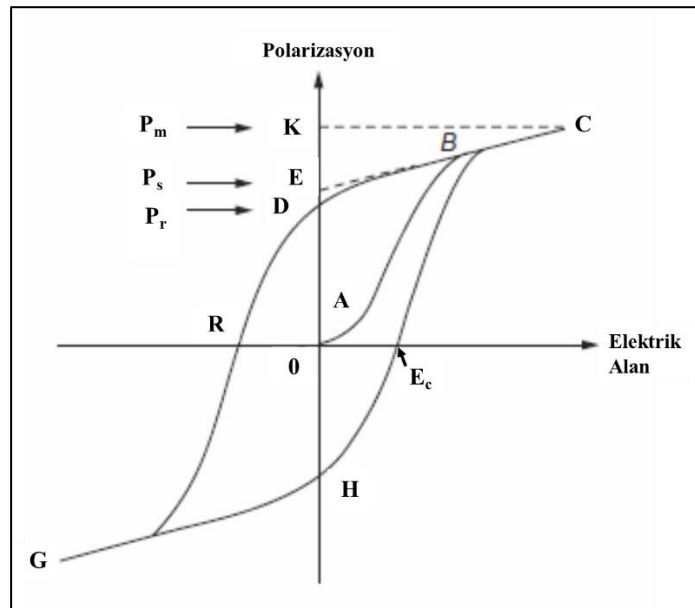
Faz dönüşümü başladığında, domainler kristal içerisinde birden çok bölgede çekirdeklenme başlamaktadır ve bu çekirdekler faz dönüşümü tamamlanıncaya kadar büyümeye devam etmektedir. Tek eksenli ferroelektrik olan trigliserin sülfat kristallerinde (TGS), domainler sadece 2 adet dipol yönelim doğrultusuna sahiptir ve bu doğrultular birbirlerinin tam zıttı olup aralarındaki açı değeri 180° olmaktadır. BaTiO_3 gibi çok eksenli ferroelektriklerde ise domainler ikiden fazla domain doğrultusuna sahiptirler. Tetragonal fazda polarizasyon 'c' eksenli doğrultusunda olup bu doğrultu kübik yapının uzatılmış eksenidir. Ancak ferroelektrik fazda kübik yapıdan türetilen 6 adet doğrultu olup bunlar $\pm x$, $\pm y$ ve $\pm z$ 'dir. Bu durum küp kenarlarında toplamda 3 çift anti paralel yön ve dolayısıyla 6 adet polarizasyon yönünü oluşturmaktadır. Nihayetinde sonuç olarak farklı domain duvar dizilimi meydana gelmektedir. Anti paralel dipoller 180° domain duvarlarıyla ayrılırken, diğerleri birbirine dik olacak şekilde 90° domain duvarlarıyla ayrılmaktadır. 180° ve 90° 'lik domain duvarlarına ait tipik gösterim Şekil 2.20'de verilmektedir [18].



Şekil 2.20: Ferroelektrik bir malzemede gözlemlenen, a) 180° domain duvarları, b) 180° ve 90° domain duvarları gösterimi.

Rombohedral ferroelektriklerde ise polarizasyon doğrultusu hacim köşegeni yönlerinde oluşmaktadır. Bu durumda birbirine komşu domain duvarları arasındaki sınır açısı 70.5° ve 110° olmaktadır.

Ferroelektrik özelliğin en belirgin ifadesi ise histeris oluşumu yani polarizasyon (P) ve uygulanan elektrik alan (E) arasındaki lineer olmayan ilişkidir. Kendinden polarizasyonu ölçmek için ise Sawyer-Tower devresi kullanılmaktadır. Her histeris eğrisi ferroelektrik malzeme için farklılık göstermektedir başka bir deyişle bir parmak izidir. Şekil 2.21’de ferroelektrik bir malzemeye ait olan tipik histeris döngüsü şematik olarak verilmiştir. Histeris eğrisi; kendinden polarizasyon (P_s), kalıntı polarizasyon (P_r), doyum polarizasyonu (P_m), zorlayıcı elektrik alan değeri (E_c) hakkında bilgiler vermektedir. Şekil incelendiğinde; elektrik alan değerinin küçük olduğu bölgede polarizasyon, uygulanan alan ile lineer ilişkilidir [18].



Şekil 2.21: Tipik ferroelektrik histeris döngüsü.

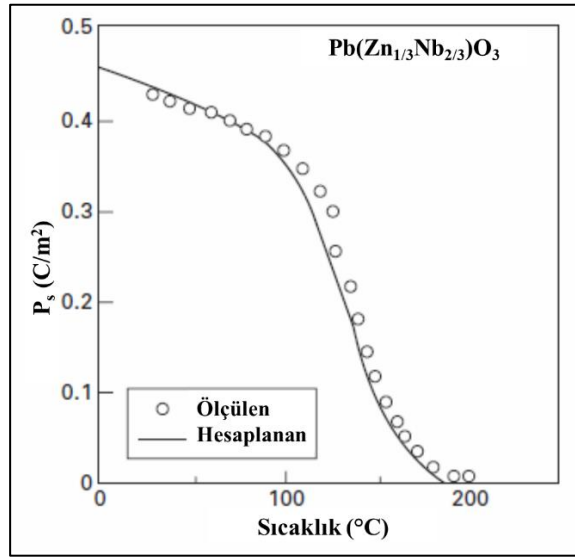
Bu durum elektrik alan etkili polarizasyondan kaynaklanmaktadır ve bu bölgede domainlerin yönlenmesi için alan yetersizdir (0-A çizgisi). Düşük elektrik alan değerinden çıkıldığında ise, artan elektrik alan değerine bağlı olarak lineer olmayan bir polarizasyon davranışı meydana gelir ve bu bölgede elektrik alan doğrultusunda domain hizalanması başlar (A-B çizgisi). B-C çizgisi boyunca polarizasyon yüksek elektrik alan etkisinde domainler hizalanarak doyuma ulaşmaktadır. Elektrik alan kademe kademe düşürülerek 0 konuma geldiği C-B-D hattında ise polarizasyon düşmeye başlamaktadır. C-B çizgisinden polarizasyon eksenini kesecek lineer bir doğru çekildiğinde E-0 çizgisinin yüksekliği kendinden polarizasyonu D-0 çizgisi ise kalıntı polarizasyonu vermektedir. P_r değeri P_s değerinden her zaman küçük

olmaktadır. Bunun nedeni ise uygulanan elektrik alan kalktığında, yönlenmiş olan domainlerin bir kesiminin orijinal konumlarına geri dönmesinden kaynaklanmaktadır. Polarizasyonu kaldırmak için uygulanması gerekli olan elektrik alan zorlayıcı elektrik alan değeri (E_c) olup 0-R hattını ifade etmektedir. E_c değeri sıcaklığa ve ek olarak uygulana elektrik alanın frekansına bağlı olmaktadır. Ters yönde uygulanan elektrik alan değeri sıfır olduğunda polarizasyon tersine döner. Başka bir ifadeyle domainlerin kutuplama öncesi durumlarına dönmesiyle, domain duvarlarındaki hareketlenme polarizasyon yönünü değiştirmektedir. Farklılaşan elektrik alan şiddeti ve uygulama yönüne bağlı olarak R-G-H-C çizgisi takip edildiğinde histeris döngüsü tamamlanmış olmaktadır. Histeris eğrisinin alanı ise, her bir döngüde örnek içinde ısıya dönüşen enerjiyi ifade etmektedir. Numunenin ısınmasını engellemek için alternatif akım (AC) alan altında 60 Hz. veya daha düşük frekanslarda ölçümler gerçekleştirilmektedir [18].

2.2.2.2. Relaksör Ferroelektrik Özellik

Normal ferroelektrik özellik sergileyen malzemeler haricinde, 1960'lı yıllardan günümüze değin relaksör ferroelektrik malzemeler üzerinde yapılan çalışmaların sayısı oldukça fazladır. $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ ve $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$, B konumunda iki farklı iyonun rastgele yerleşim sergilediği kompleks relaksör ferroelektrik seramiklerdendir ve kompakt kapasitör çip uygulamalarında bu kompozisyonlardan yararlanılmaktadır [33]. Bu kompleks perovskit malzemelerin araştırmacılar tarafından oldukça ilgi görmesinin temel olarak 3 nedeni mevcut bulunmaktadır. Bu özelliklerden ilki çok yüksek dielektrik geçirgenliğe sahip olmaları, bir diğeri sıcaklığa bağlı olarak dielektrik sabitinin yayınımsal davranış sergilemesi ve son olarak sahip oldukları yüksek piezoelektrik katsayılarıdır [34]. Ancak frekansa bağlı olarak dielektrik sabitlerindeki değişim yani dielektrik rahatlama önemli bir sorun olarak ortaya çıkmaktadır. $Ba(Ti,Sn)O_3$ sisteminde ferroelektrik faz geçişinin artan $BaSnO_3$ miktarına bağlı olarak yayınımsal hale gelmesi yani yayınımsal faz geçişi ilk olarak Smolenskii tarafından gözlemlenmiştir. Dielektrik geçirgenliğin pik yaptığı sıcaklıktan çok daha yüksek sıcaklık değerlerinde paraelektrik fazda olması beklenen seramik numunenin piezoelektrik rezonans sergilemesi sonucu bu davranış tespit edilmiştir. Şekil 2.22'de sıcaklığa bağlı $\langle 111 \rangle$ doğrultusundaki kendinden polarizasyonun (P_s) değişimi $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ tek kristali için verilmiştir [34]. En

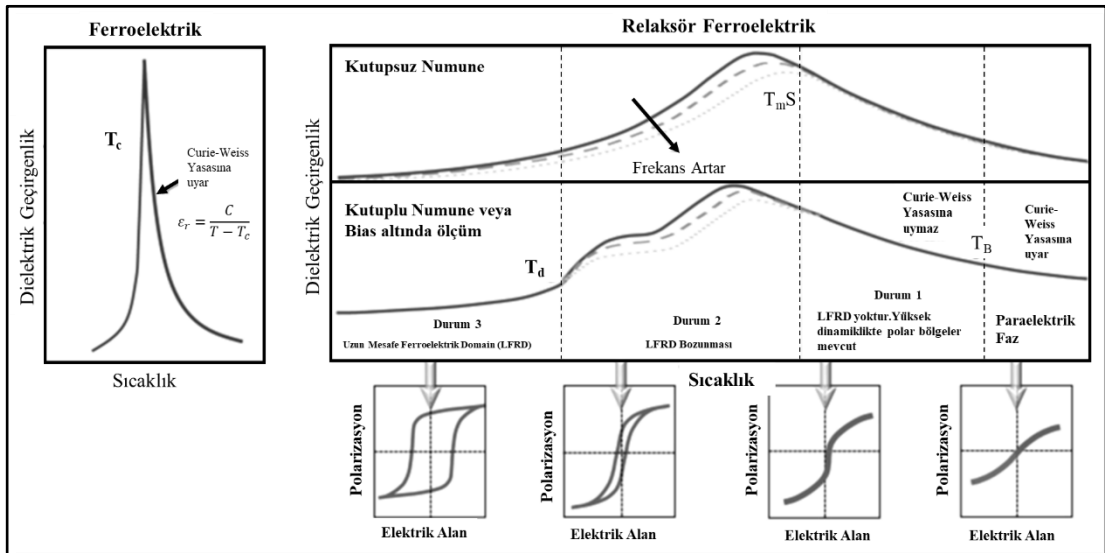
yüksek dielektrik geçirgenliğin gözlemlendiği 140°C sıcaklık değerinden sonra dahi polarizasyon içermeye devam etmektedir.



Şekil 2.22: $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ tek kristaline ait polarizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi.

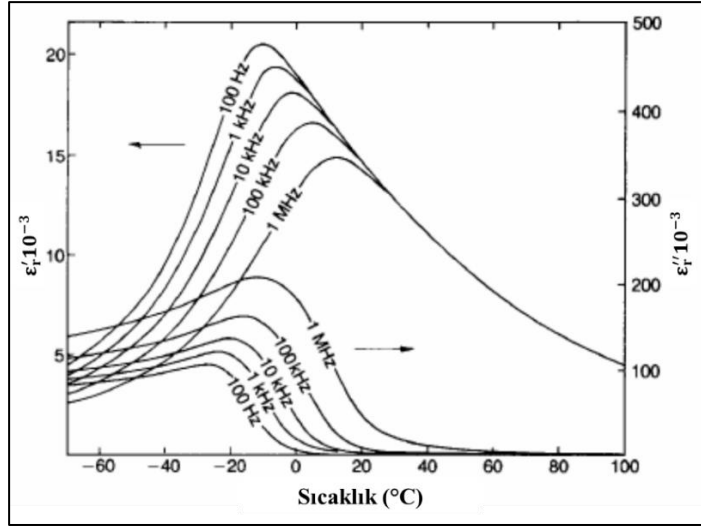
Uzun yıllardan bu yana çalışılmasına rağmen relaksör ferroelektriklik için kesin bir tanımlama yoktur. Şekil 2.23’de PMN üzerinden, relaksör ferroelektrik özellik şematize olarak ifade edilmektedir [33]. Şekle bakıldığında PMN’in dielektrik ve ferroelektrik özellikler açısından 4 farklı durum sergilediği görülmektedir. İlki ferroelektrik PMN’de paraelektrik faz geçişinin olduğu tek bir sıcaklık varken, relaksör davranışa sahip PMN’de tüm domainlerin polarizasyonunun sıfırlandığı bir sıcaklık kesin olarak belli değildir. İkinci olarak uygulanan elektrik alanın frekansı artırıldığında, en yüksek dielektrik geçirgenlik ile dielektrik kaybın gözlemlendiği sıcaklık değişmektedir. Maksimum dielektrik geçirgenliğin (T_m) görüldüğü bölge sıcaklığının alt ve üst değerlerinde frekansa bağlı olarak geçirgenlikte ayrışma söz konusudur. Dördüncü ve son olarak T_m değerinin oldukça altında PMN ferroelektrik histeris davranışı sergilemektedir. Bahsi geçen durumlardan 1. ve 3. Maddeler relaksör ferroelektrikliği normal ferroelektriklikten ayıran temel unsurlardan olup relaksör malzemenin yapısı ile yakından ilgilidir. Relaksör ferroelektrik malzemenin kutupluluk durumu ise 3 ana evreyi içermektedir. Burns sıcaklığı üzerinde (T_B) malzeme tamamı ile paraelektrik durumdadır. Ancak T_B sıcaklığının hemen altında nano boyutta kutupsal bölgeler oluşmaya başlar ve bu bölgeler oldukça dinamikdir,

yani polar vektörleri ısısal dalgalanma ile değişebilir veya ana matris ile olan ara yüzeyleri değişkenlik sergileyebilir olmaktadır. Bu sıcaklık değerine yakın sıcaklıkta nano-polar bölgelerin rahatlatma frekansları 10^7 Hz mertebesinde daha yüksek olmaktadır. Soğuma devam ettikçe bu bölgelerin hareketliliği azalmaya başlar ve dielektrik geçirgenlikteki ayrışma 10 MHz altındaki frekans bölgelerinde gözlemlenebilir hale gelmektedir. Dielektrik ayrışmanın görülmeye başlandığı sıcaklık ise depolarizasyon sıcaklığı (T_d) olarak adlandırılmaktadır. Bu sıcaklık altından itibaren olan sıcaklık değerlerinde (durum 3) relaksörler, dipolar cam durumu veya karmaşık ferroelektrik cam durumuna geçerler. Bu bölgede uygulanan elektrik alan altında uzun mesafeli ferroelektrik domain dizilimleri mevcut olup Yao ve arkadaşları tarafından saptanmıştır [33].



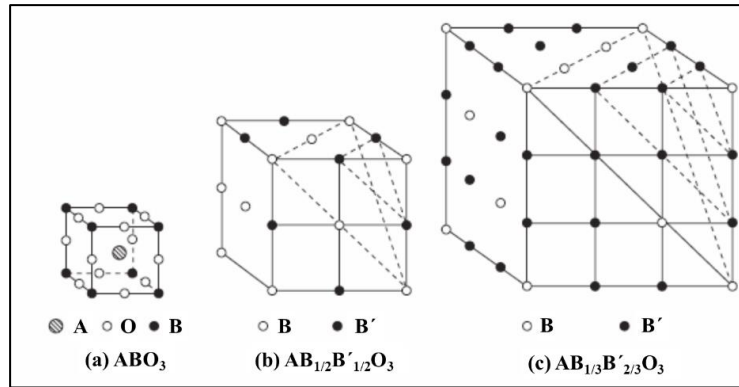
Şekil 2.23: $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ seramik kompozisyonunda ferroelektrik ve relaksör ferroelektrik davranışın sıcaklığa bağlı dielektrik geçirgenlik ve histeris döngüleri üzerine etkileri.

$\text{Pb}(\text{B}'\text{B}'')\text{O}_3$ tipindeki kompleks perovskit malzemelerden olan $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ (PMN), $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ (PZN) ve $\text{Pb}(\text{Sc}_{1/2}\text{Ta}_{1/2})\text{O}_3$ (PST) ile katkılama sonucu atomik kusura sahip $\text{Pb}_{1-3x/2}\text{La}_x(\text{Zr}_{1-y}\text{Ti}_y)\text{O}_3$ (PLZT) gibi perovskit katı çözeltiler ile $\text{Sr}_{5-x}\text{Ba}_x\text{Nb}_{10}\text{O}_{30}$ (SBN) gibi tungsten bronz yapısındaki kimi seramik malzemeler relaksör özellik sergilemektedir. PMN katı eriyiği tipik bir relaksör olmakla birlikte Şekil 2.24'te dielektrik geçirgenliğin reel ve sanal kısmının sıcaklığa bağlı davranış grafiği verilmektedir [19].



Şekil 2.24: Relaksör PMN seramik kompozisyonuna ait dielektrik geçirgenliğin frekans ve sıcaklığa bağlı değişimi.

Kompleks perovskitlerde, B konumu iyon dizilimleri ve bunların özellikler üzerine etkisini, PMN, $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$, $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ gibi örnekler ile açıklamak mümkündür. Bu 3 kompleks perovskit yapının B konumu katyon dizilimleri Şekil 2.25'te verilmektedir [34]. PMN ele alındığında, Mg^{2+} ve Nb^{5+} B konumu katyonlarının rasgele dağılım sergilediği bir durum oluşmaktadır (bkz. Şekil 2.25a).

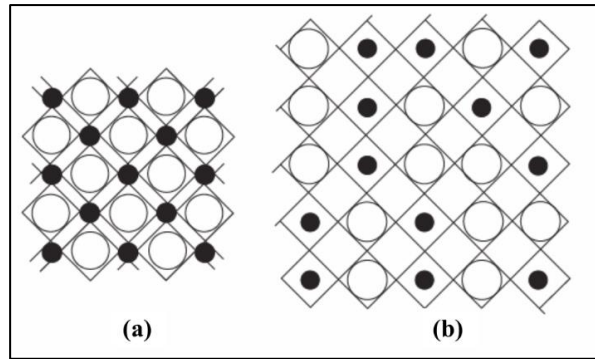


Şekil 2.25: Kompleks perovskitlerde gözlemlenen B konumu iyon dizilimleri.

PMW sisteminde ise Mg^{2+} ve W^{6+} iyonları B konumunda 1:1 oranda dizilimde NaCl yapısına benzer olmaktadır (bkz. Şekil 2.25b). Üçüncü örnekte ise Mg^{2+} ve Ta^{5+} iyonları $\langle 111 \rangle$ doğrultusunda Mg-Ta-Ta şeklinde bir dizilimde ve 1:2 oranında sahiptir (bkz. Şekil 2.25c). Kompleks perovskitlerde temel prensip olarak iyonik düzenin derecesi değerlik miktarına ve iyon çapına bağlı olmaktadır. İyonik düzeninin

oranı ferroelektrik özellik üzerinde birtakım etkilere sahiptir. Basit perovskit yapıdaki bileşimler ferroelektrik veya anti ferroelektrik karakter sergilerken, 1:1 oranındaki düzene sahip kompleks perovskitler antiferroelektrik davranış sergileme eğilimindedir. Düzensiz dizilime sahip perovskitler ise ferroelektrik özellik sergilemektedir ancak bu yapıdaki bileşiklerin faz geçişleri yayınımsal olup, düşük sıcaklıkta genelde rombohedral yapıda bulunmaktadır [34].

Düzensiz dizilimin söz konusu olduğu relaksör ferroelektriklerde gözlemlenen yüksek dielektrik geçirgenliği açıklamak için iyon salınım modeli (rattling ion model) kullanılmaktadır. $A(B'_{1/2}B''_{1/2})O_3$ perovskit kristali için bu modele ait gösterim Şekil 2.26'da verilmiştir [34]. Katı iyon modeline göre düzensiz dizilimin olduğu perovskitlerde, yüksek değerlikli küçük B konumu katyonları için salınım boşluğunun büyük olması beklenir. Bunun nedeni olarak daha yüksek iyon çapına sahip B konumu katyonunun açık bir ana yapı iskeletini desteklemesi gösterilmektedir (bkz. Şekil 2.26b). Düzenli dizilimde ise daha dar bir salınım boşluğu oluşmaktadır. Elektrik alan etkisinde düzensiz dizilime sahip yapıda genellikle yüksek değerlikli küçük B konumu iyonları, geniş salınım boşlukları neticesinde oksijen ana örgü iskeletinde bozunma yaratmaksızın hareket etmektedir. Bu yüzden uygulanan yüksek elektrik alana bağlı olarak yüksek polarizasyon, başka bir deyişle yüksek dielektrik sabiti elde edilmektedir [34].



Şekil 2.26: İyon salınım modelleri, a) düzenli dizilim, b) düzensiz dizilim.

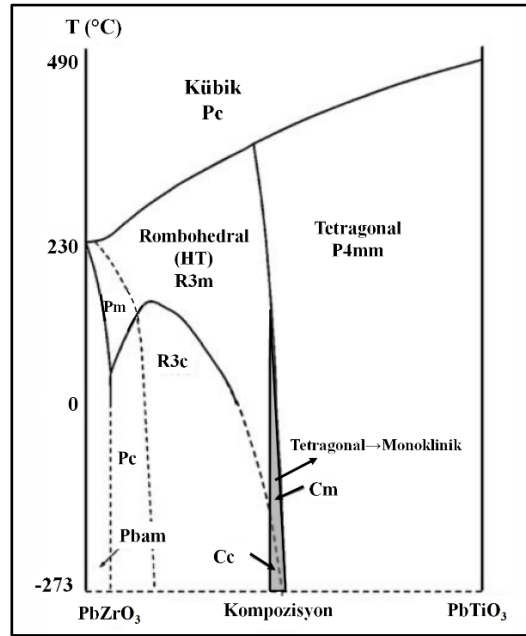
Relaksör ferroelektriklerde özellikle PMN'nin sergilemiş olduğu dielektrik davranış için polar nano bölgeler (PNRs)+nonpolar matris modeli kullanılmakta olup kısmi olarak TEM ve yayınımsal saçılım deneyleri ile ispatlanmıştır. Fakat relaksör katı çözeltilerin geneli için bu model kullanılamamaktadır. Bu nedenle alternatif bir

model olan nano boyutta domain ve yüksek yoğunluklu domain duvarları modeli önerilmiştir. Bu modelde dielektrik davranış yüksek yoğunluktaki domain duvarlarıyla ilişkilendirilmektedir. Ek olarak yine bu model relaksör ferroelektriklerde yayınımsal saçılmayı açıklayabilmektedir. Bu modele göre uzun mesafeli ferroelektrik domainler düzensiz alan veya bağlar nedeniyle bozulmaktadır ve bunun sonucunda nano boyutta domainler yüksek domain duvar yoğunluğunda ortaya çıkmaktadır. Esasen bahsi geçen iki model arasındaki ana argüman, polar olmayan matris için gerekli bir koşul olup olmadığıdır. Güncel olarak gerçekleştirilen atomik veya orta ölçekteki simülasyonlara göre relaksör ferroelektriklerde kutupluluk durumu bir modelle tek başına açıklanamamaktadır. Yüksek sıcaklıklarda PNRs+nonpolar matris modelinin gerçeğe daha yakın olduğu düşünülmektedir. Azalan sıcaklıklarda ise dipol uzunlukları artmaktadır ve kutuplu duruma geçilmektedir. Bu durumda da küçük domain ve yüksek yoğunluklu domain duvar modeli gerçeğe daha yakınsamaktadır. Ancak daha önce ifade edildiği üzere bu iki model relaksör PMN için geçerlidir. Diğer relaksör katı çözeltileri göz önüne alındığında çok daha farklı polar durumlar nano boyutta gözlemlenebilmektedir. Rombohedral PMN-PT ve PNZ-PT için lokal simetri TEM analizlerinde gözlemlenen sonuçlar oldukça farklı olup, rombohedral matris içerisinde nano boyutta ortorombik benzeri kutupsal bölgeler olduğu saptanmıştır. Sm^{3+} katkılı PMN-PT içinse nano boyutta ortorombik benzeri kutuplu bölgeler uzun mesafeli tetragonal domainler içerisinde saptanmıştır. Bu bulgular nedeniyle relaksör sistemlerin tamamını bu ikili model kullanarak açıklamak mümkün olmamaktadır. Mikroyapısal olarak bakıldığında ise relaksör ferroelektrik sistemler oldukça karmaşıktır ve sağlıklı bir şekilde tam manasıyla anlaşılamamaktadır. Relaksör ferroelektrikler konusunda genel kabuller de mevcuttur. Nano boyuttaki heterojen polar bölgelerin katyon dizilimi (düzenli veya düzensiz) ile alakadar olduğu ve bunu lokal alanlar ve bağları içerdiği genel kabulü bulunmaktadır. Kutupsal heterojenlik relaksör ferroelektriklerde birkaç nanometre seviyesinde olup, kompozisyonel düzensizlikten kaynaklandığı için kutuplama teknikleri ile yok edilememektedir [33].

2.2.2.3. Kurşun Zirkonat Titanat Katı Eriyiği

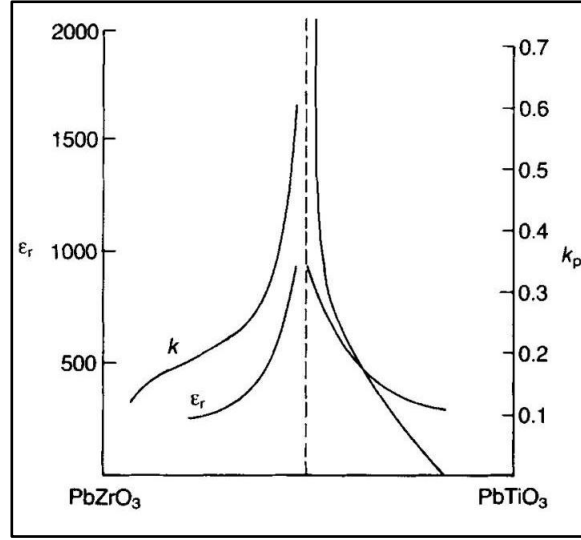
Piezoelektrik malzemelerin uygulamalarda kullanımı 1950'li yıllara dayanmaktadır. Bu malzemeler içerisinde kuşkusuz en yaygın kullanıma sahip olan kurşun zirkonat titanat (PZT) katı eriyiğidir. PZT ilk olarak 1952 yılında G. Shirane

ve arkadaşları tarafından çalışılmış ve 1953 yılında E. Savaguchi tarafından faz diyagramı oluşturularak rapor edilmiştir [35]. 1955 yılında Jaffe ve arkadaşlarının bu katı eriyik sisteminde piezoelektrik özelliği saptamasını takiben birçok araştırmacı bu sistem üzerinde günümüze değin araştırmalar yapmıştır. Oldukça yüksek piezoelektrik özelliğe sahip olan PZT, kurşun zirkonat-PbZrO₃ (PZ) ve kurşun titanatın-PbTiO₃ (PT) belirli oranlarda oluşturduğu perovskit yapıda (ABO₃) kristalleşen ve genel formülü Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O₃ olan bir katı eriyiktir. PZ oda sıcaklığında rombohedral yapıda iken PT aynı koşullarda tetragonal yapıdadır. PT kurşun içeren perovskit yapıları ferroelektrik malzemeler içerisinde en yüksek Curie sıcaklığına (495°C) sahiptir [31]. PZT katı eriyiğine ait faz diyagramı Şekil 2.27’de verilmiştir [36].



Şekil 2.27: Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O₃ faz diyagramı.

Bu faz diyagramında en dikkat çekici kısmı PZ:PT oranının yaklaşık 1:1 olduğu bölgede mevcut olan morfortropik faz sınırı (MFS) olmaktadır. Bu faz sınırında, sabit sıcaklıkta kompozisyona bağlı olarak kristal yapıda ani değişimler oluşmaktadır. Bu faz sınırında rombohedral ve tetragonal fazların haricinde dar bir aralıkta monoklinik yapının da mevcut olduğu Noheda ve arkadaşlarının gerçekleştirmiş olduğu çalışmada ortaya konmuştur [37], [38]. Şekil 2.28’de oda sıcaklığında PZ-PT oranına bağlı olarak özellikle MFS civarında gözlemlenen ani değişimler gösterilmiştir [19].



Şekil 2.28: $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ seramiğinde k_p ve ϵ_r değerlerinin PZ:PT oranına göre değişimi.

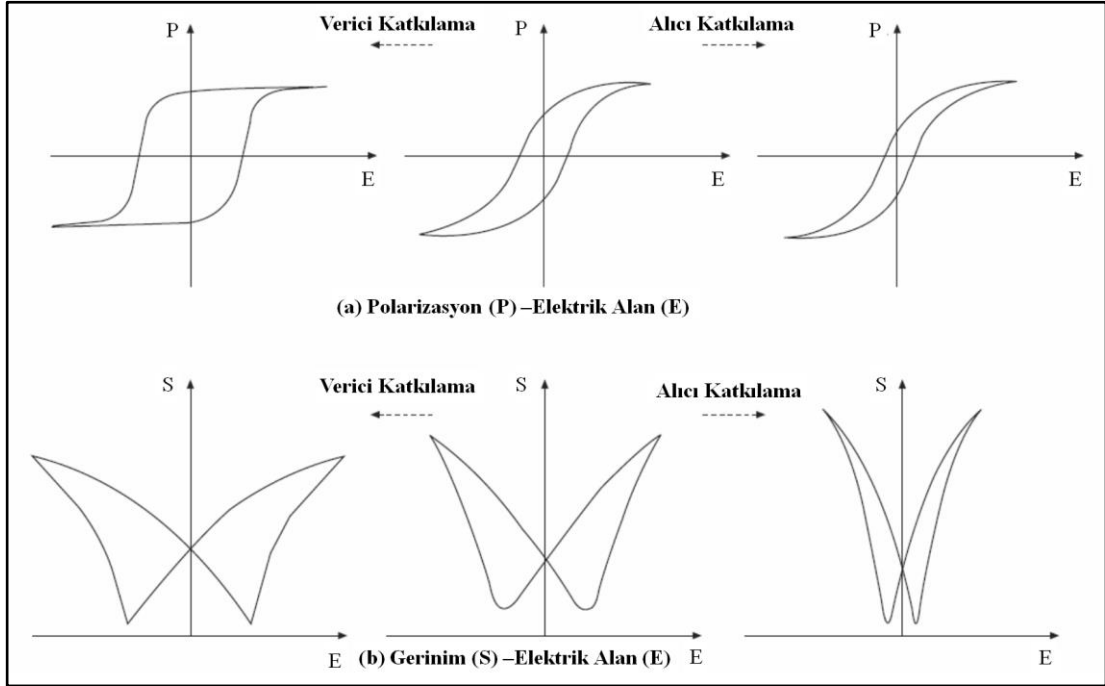
PZT katı eriyiğinin performansı, spesifik uygulamalara yönelik olarak genellikle bir takım katkı elementleri ile modifiye edilmektedir ve istenen özelliklere sahip olacak biçimde kompozisyonel ayarlama yapılabilmektedir. Katkılama oranları ise %0.05-5 aralığında değişiklik göstermektedir. PZT katı eriyiğine yapılan katkılamalar temel olarak 3 tiptedir ve bunlar alıcı (acceptor) katkılama, verici (donor) katkılama ve son olarak eş değerlikli (isovalent) katkılamalardır [31]. Tablo 2.1’de PZT katı eriyiğine katkılamada kullanılan elementler verilmektedir [29].

Tablo 2.1: PZT seramiğine yapılan başlıca katkılamalar.

A Konumu katkıları	$\text{La}^{3+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Nd}^{3+}, \text{Th}^{4+}$
B Konumu Vericileri	$\text{Nb}^{5+}, \text{Ta}^{5+}, \text{Sb}^{5+}, \text{W}^{6+}$
A Konumu Alıcıları	$\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{Rb}^+$
B Konumu Alıcıları	$\text{Fe}^{3+}, \text{Al}^{3+}, \text{In}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Co}^{3+}, \text{Gd}^{3+}, \text{Mn}^{3+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Mg}^{2+}, \text{Cu}^{2+}$
Eş Değerlikli Katkıları	$\text{Sr}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Ba}^{2+}$ A konumu Sn^{4+} B konumu

Alıcı katkılama yapılması durumunda, perovskit PZT yapısında oksijen boşluğu (V_O) oluşmaktadır. Oksijen boşluklarının bulunması domain duvar hareketlerini kısıtlamaktadır. Bu türdeki PZT seramiklerine sergilemiş oldukları elektriksel

özelliklerden dolayı sert PZT olarak adlandırılmaktadır [29]. Şekil 2.29’da alıcı katkılamanın ferroelektrik histeris ve elektrik alan etkili gerinim eğrileri üzerine etkisi görülmektedir [35]. Sert PZT kompozisyonları düşük dielektrik sabitine (K), düşük dielektrik kayba ($\tan \delta$), düşük piezoelektrik yük katsayısına ve yüksek mekanik kalite faktörüne (Q_m) sahiptir [29], [31]. Sahip oldukları yüksek Q_m değeri ve piezoelektrik kararlılıklarında dolayı rezonans frekansında çalışmaya uygundurlar [35].



Şekil 2.29: Alıcı ve verici katkılama durumunda, a) histeris döngüleri, b) elektrik alan etkili gerinim eğrileri.

Verici katkılama ise perovskit yapıda katyon boşlukları (A konumu ve genellikle Pb^{2+}) meydana getirmektedir. B konumu katkı elementi ile bu boşluklar hata çifti oluşturmaktadır ve (+) ve (-) yükler gibi davranarak dipoller meydana getirerek domain hareketini ve yeniden dizilimi kolaylaşmaktadır [29]. Bu tür PZT bileşimlerine ise sergiledikleri karakteristik özelliklerinden dolayı yumuşak PZT şeklinde isimlendirilmektedir. Bu seramik malzemeler yüksek piezoelektrik yük katsayısı, yüksek dielektrik sabiti (ϵ_r), yüksek dielektrik kayıp ($\tan \delta$), yüksek elektromekanik bağlaşma katsayısına (k_p), düşük mekanik kalite faktörüne (Q_m) sahiptir ve yaşlanma eğilimi düşük olmaktadır. Şekil 2.29’da görüldüğü gibi karesel bir histeris ve gerinim davranışı sergilemektedir. Bu piezoseramikler algılayıcı ve eyleyici uygulamalarında;

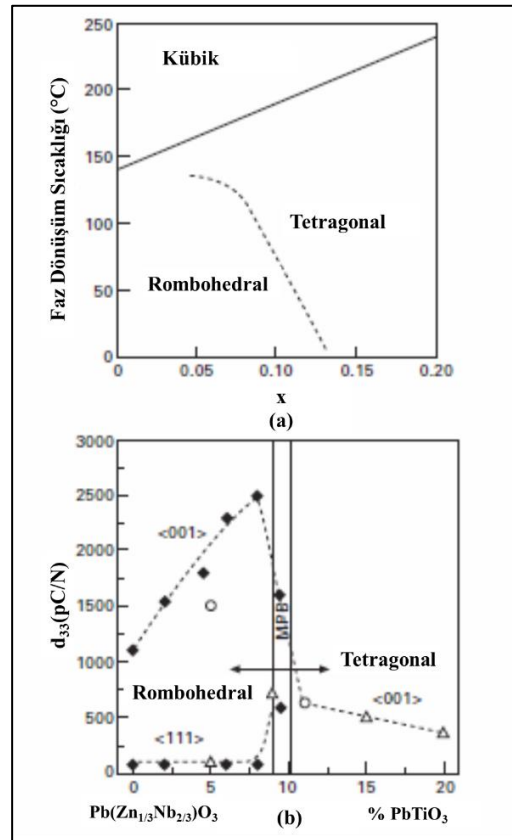
örneğin yüksek hassasiyet gerektiren hidrofona gibi cihazlarda kullanılırlar [19], [31], [35].

Öte yandan eş değerkli iyon katkılaması da mevcuttur. Bu katkılamada aynı değerkliğe ve benzer iyonik çapa sahip olan katyonların yer değıştirmesi söz konusu olmaktadır. A konumundaki Pb^{2+} ile Ba^{2+} veya Sr^{2+} ile B konumundaki Zr^{4+} veya Ti^{4+} , Sn^{4+} ile yer değıştirebilmektedir. Bu tür katkıları içeren katı katı çözeltileri oldukça fazladır ve bu tür katkılama paraelektrik faz geçiş sıcaklığını düşürebilmektedir. Katı çözeltiler genelde çok yüksek oranda bu tür ilavelerden içerir ve T_c değeri düşebilir. Herhangi bir ikincil katkı olmaksızın zayıf bir histeris eğrisi oluşumu meydana gelebilmektedir [31].

2.2.2.4. Kurşun Çinko Niyobat-Kurşun Zirkonat Titanat Katı Eriyiğı

Kurşun tabanlı piezoelektrik seramiklerin yarım asırdan daha uzun bir süredir endüstride çeşitli uygulama alanlarında kullanımı mevcuttur. Aynı zamanda ferroelektrik özellik de sergileyen bu malzemeler eyleyici, dönüştürücü ve algılayıcı uygulamalarında kullanılmaktadır. Genel itibariyle perovskit yapıda olan bu malzemeler ABO_3 formasyonuna sahiptirler ve normal ferroelektrik davranış sergilerler. $Pb(B'B'')O_3$ tipindeki perovskit bileşimlerde ise yayınımsal faz geçişi mevcut olup bu özellik ilk defa PMN tek kristalinde Smolenskii tarafından gözlemlenmiştir [39]. Yayınımsal faz geçişine sahip relaksör ferroelektrik malzemeler, yüksek piezoelektrik, dielektrik özellikler sergilemektedir. Aynı zamanda bu malzemeler gösterdikleri yüksek elektrostriktif etki nedeniyle elektromekanik özelliklerin ön planda olduğu uygulamalar için iyi bir adaydır [40-42]. Kurşun çinko niyobat ($Pb[Zn_{1/3}Nb_{2/3}]O_3$)-PZN bu seramik malzemeler grubunda olup 1960'lı yıllarda Bokov ve Myl'nikova tarafından ilk olarak üretilmiş ve ferroelektrik özelliğı gözlemlenmiştir [39], [43], [44]. PZN tek kristali oda sıcaklığında rombohedral kristal yapıdadır ve dielektrik- paraelektrik faz geçiş sıcaklığı ise $140^{\circ}C$ 'dir [43], [45-47]. Tek kristal formunda kurşun titanat ($PbTiO_3$ -PT) ile yaptığı katı çözeltiler oluşturulmaktadır. PZN-PT tek kristalinin üretimi PbO ergiyik içerisinde gerçekleştirilmektedir [44], [48], [49]. PZN-PT tek kristaline ait detaylı elektriksel ve yapısal karakterizasyonları ise makale serileri şeklinde Nomura ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir [44]. En bilinen ve morfotropik olduğu rapor edilen tek

kristal kompozisyonu ise 0.91PZN-0.09PT'dir [40]. Şekil 2.30'da PZN-PT sistemine ait faz diyagramları görülmektedir [39] Bu kompozisyonun yansıra 0.92PN-0.08PT tek kristali için elektrik alan etkili gerinim değeri [001] yönünde %1.7 olup, yine aynı kompozisyonun d_{33} değeri 2500 pm/V olarak rapor edilmiştir [50]. Tek bir domain içeren bir tek kristal PZN'nin sahip olduğu yüksek elektriksel ve elektromekanik özelliklerin kaynağı kutuplu nano bölgelerin (polar nano regions-PNRs) varlığı ile açıklanmaktadır [51], [52].

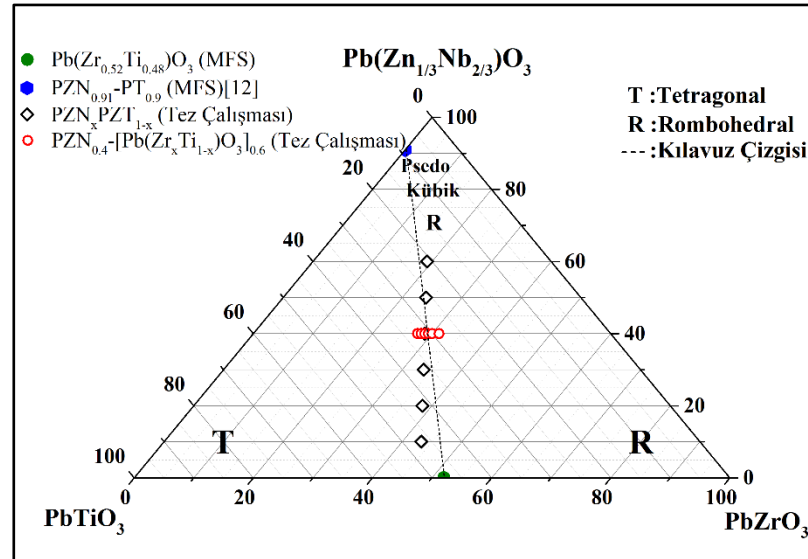


Şekil 2.30: PZN-PT tek kristaline ait faz diyagramları, a) faz dönüşüm sıcaklığına, b) d_{33} miktarına göre.

Polikristal formda ise PZN seramiğinin hem toz sentez aşamasında hem de yüksek sıcaklıklardaki yoğunlaştırma işlemi sonrasında tek fazlı perovskit yapı haricinde ikincil faz oluşumu (piroklor) genellikle meydana gelmektedir [43], [44], [48], [53], [54]. Sol-jel prosesi, ergiyik tuz sentezi, A veya B bölgesi kısmi katyon yer değişimi gibi teknikler piroklor faz oluşumunu engellemek için çeşitli çalışmalarda denenmiştir [54]. Piroklor faz oluşumunu tetikleyen ana nedenler; perovskit yapıya ait tolerans faktörünün (t) düşük ve katyonlar arası elektronegativite farkının çok az oluşu

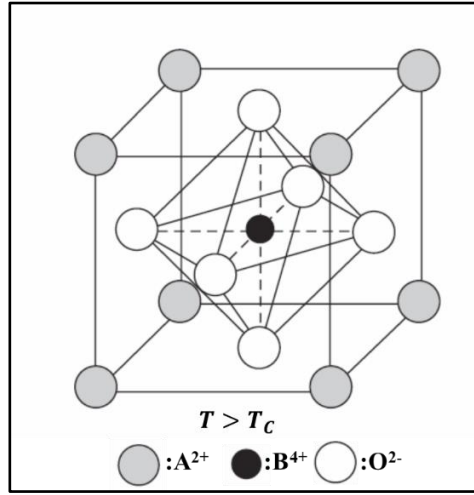
[55], Pb^{2+} iyonunun yüksek derecedeki kutupluluğu ve bu katyonun Zn^{+2} iyonu ile olan sterik ve elektrosterik etkileşimleri [41] olup; bu etmenler ikincil fazın oluşmasını termodinamik açıdan daha kararlı kılmaktadır. Piroklor oluşumu istenmeyen bir durumdur. Çünkü elektriksel özellikleri ferroelektrik ana matrise göre daha düşüktür. İkincil faz varlığı dolayısıyla elektriksel özelliklerin düşmesine sebep olmaktadır [41]. Bu sebeple polikristal formda PZN üretiminde, perovskit yapıyı kararlı hale getirmek için, yine perovskit yapıdaki kurşun titanat (PT), baryum titanat (BaTiO_3) BT, kurşun zirkonat titanat ($\text{Pb}[\text{Zr},\text{Ti}]_2\text{O}_7$) PZT gibi perovskit stabilizör seramik malzemeler ile alaşımlandırma yapılmaktadır [41], [44], [45], [48], [55-58]. Literatürde PZT ile alaşımlandırma üzerine çeşitli çalışmalar mevcut olup PZN'in, PZ ve PT etkileşimi neticesinde yüksek dielektrik ve elektromekanik özellikler sergileyen çeşitli morfolitik kompozisyonlar bulunmaktadır [41], [42], [59], [60]. Ek olarak CuO , MnO_2 , PbO , CdO , and Bi_2O_3 , ZnO gibi düşük sıcaklıklarda ergiyen sıvı faz yapıcı malzemelerin ilavesiyle, PZT seramiğine göre daha düşük sıcaklıklarda yüksek yoğunluk değerlerine ulaşmak mümkündür [60].

Literatürde çeşitli PZN-PZT sistemlerinde La_2O_3 [61], LiCO_3 [62], CoCO_3 [63], NiO [64], MnO_2 [65], WO_3 [66], Cr_2O_3 [67] Fe_2O_3 [68], Nd_2O_3 [69] gibi katkıları yapılmış ve etkileri incelenmiştir. Şekil 2.31'de bu tez çalışmasında kullanılan kompozisyonları da gösteren üçlü faz diyagramı mevcuttur [42].



Şekil 2.31: PZN-PZT sistemine ait üçlü faz diyagramı.

Şekil 2.32’de ise ABO_3 perovskit yapısında kristalleşen PZN-PZT seramiğine ait birim hücre gösterimi mevcuttur [35]. Pb^{2+} (A) katyonu birim hücre köşelerine, O^{2-} anyonları ise birim hücre yüzey merkezinde yer almaktadır. Yüzey merkezli O^{2-} anyonlarının oluşturduğu oktahedral merkezinde (B) ise Zn^{2+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} , Nb^{5+} katyonları rasgele yerleşim sergilemektedir.

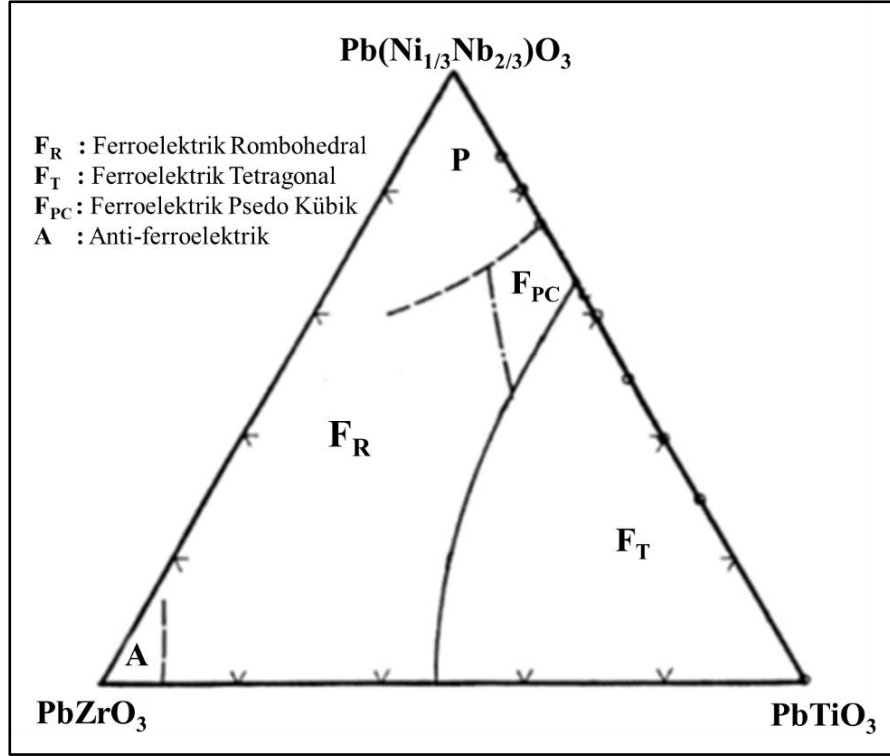


Şekil 2.32: PZN-PZT perovskit birim hücre gösterimi.

2.2.2.5. Kurşun Nikel Niyobat-Kurşun Zirkonat Titanat Katı Eriyiği

Kompleks perovskit yapılar üzerine ilk çalışmalar 1950’li yıllarda başlamıştır. $Pb(B'_{1/3}B''_{2/3})O_3$ perovskit yapısına sahip $Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ -PNN 1958 yılında Smolenskii ve Agranovskaya tek kristal formunda ilk defa üretilmiştir. Oda sıcaklığında $Pm3m$ kübik prototip simetride olup kafes parametresi $4.03\text{\AA}$ ’dur. Ni^{2+} ve Nb^{5+} iyonlarının nano ölçekte sergilediği kısa mesafeli dizilim düzeninden kaynaklanan kimyasal heterojenlik PNN seramiğinin yayınımsal faz geçişi sergilemesine neden olmaktadır. PNN en yüksek dielektrik geçirgenlik değeri -120°C civarında almaktadır ve maksimum geçirgenlik değeri 1 kHz frekansta 4000 olarak ölçülmüştür [70]. Dielektrik geçirgenlik ve Curie sıcaklığı ölçüm frekansı ile kuvvetli değişim mevcuttur. Agranovskaya, 1150°C kalsinasyon sıcaklıklarında dahi geleneksel oksitlerin karışımı yöntemi kullanılarak üretilen polikristalin formdaki PNN bileşiminde ikincil piroklor fazının oluştuğunu saptamıştır [71]. Bu durum niyobyumun kuvvetli bir piroklor yapıcı olması sebebiyle ortaya çıkmaktadır [72]. Swartz ve Shrout’un columbite öncül parçacık yöntemini kullanarak polikristal PMN’i

tek fazlı üretmesini takiben, aynı üretim tekniği PNN sistemi içinde uygulanmaya başlanmıştır. Bu yöntem kullanılarak piroklor oluşumu baypas edilmeye çalışılmaktadır. Nitekim Veitch ve Lu gerçekleştirdiği çalışmalarda NiNb_2O_6 columbite fazı kullanılarak, tek fazlı yapıda perovskit PNN üretimini gerçekleştirmişlerdir [71]. PNN'ın faz geçiş sıcaklığının çok düşük olması ve uygulama alanlarını sınırlandırması nedeniyle, Curie sıcaklığını arttıracak şekilde PbTiO_3 ile katı eriyik oluşturarak üretilmesi yoluna gidilmiştir. Pseudo kübik ve tetragonal fazların bir arada bulunduğu oldukça yüksek dielektrik sabiti ile piezoelektrik özelliklere sahip MFS kompozisyonlarının PMN-PT sistemine benzer şekilde $(1-x)\text{PNN}-x\text{PT}$ sisteminde de yer aldığı saptanmıştır. $x=0.3-0.4$ aralığında MFS'nin mevcut olduğu çeşitli araştırmacılar tarafından rapor edilmiştir [73]. PNN-PZ-PT sistemi ise literatürde ilk defa Buyanokava tarafından 1965 yılında, MFS PZT kompozisyonu ile PNN sisteminin bir araya getirilmesiyle oluşturulmuştur. Bu üçlü sistemin piezoelektrik özelliklerini Luff ve arkadaşları incelemiş ve $0.5\text{PNN}-0.15\text{PZ}-0.35\text{PT}$ sisteminin oldukça yüksek piezoelektrik özellik sergilediği saptanmıştır [73]. Banno ve arkadaşları ise PNN-PZ-PT sisteminde MFS faz sınırı kompozisyonlarının tespiti için çalışmalarda bulunmuştur. Takip eden süreçte $0.5/x/0.5-x$ kompozisyonları üzerine Kondo ve arkadaşları sistematik şekilde sinterleme sıcaklığına bağlı mikroyapı gelişimi ile dielektrik ve piezoelektrik özellikler üzerine çalışmalarda bulunarak MFS kompozisyonunda detaylı incelemeler yapmıştır [74-76]. Diğer bir çalışmada ise 0.32 mol PNN içeren PNN-PZT seramiklerinde sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen tane boyutu ve bu tane boyutu değişiminin elektriksel özellikler üzerine etkisi detaylı olarak ele alınmıştır [77]. PNN-PZT sisteminin MFS kompozisyonları yüksek k_p , düşük Q_m değerine sahiptir ve bu özellikleriyle eyleyici uygulamalarına yatkındır. Nitekim Sebald ve arkadaşları PNN-PZT seramikleri fiber formda üreterek fonksiyonel eyleyiciler yapmıştır [78]. Şekil 2.33'te ise PNN-PZ-PT üçlü sitemine ait faz diyagramı verilmiştir [79]. $0.55\text{PNN}-0.135\text{PZ}-0.315\text{PT}$ kompozisyonu ise sahip olduğu yüksek d_{33} ve k_p (1070 pC/N ve 0.69) değerleriyle ön plana çıkmaktadır [80]. Bu nedenlerle PNN-PZT üçlü sistemi piezoelektrik aygıt uygulamaları için iyi bir aday olmasına rağmen PNN-PZT sistemine ait özellikler matrisi hakkında bilgi sınırlıdır. Fakat güncel bir çalışmada enerji hasadı uygulamaları için PNN-PZT sisteminin PMN-PT, PZN-PT gibi relaksör tabanlı sistemlerle kıyaslamalı olarak verilen elektriksel özellikler matrisi rezonans metodu kullanılarak ortaya çıkarılmıştır [81].



 ekil 2.33: PNN-PZ-PT sistemine ait   l  faz diyagramı.

Relaks r tabanlı PNN-PZT sistemine CeO_2 , Sm_2O_3 [82], CuO [83], ZnO [84], MnO_2 [85], Fe_2O_3 [86] gibi katkılar sinterleme sıcaklığını d   rmek, dielektrik ve piezoelektrik  zellikleri iyile tirmek i in  alı malar yapılmı tır.

2.3. Sonlu Elemanlar Analiz Y ntemi, Teorik Model ve ATILA SEA

Sonlu elemanlar analiz y ntemi 1970'lerden g n m ze daha da  ok karma ıkla maya ba layan m hendislik problemlerinin   z m  konusunda kullanılan ve ger e e yakın sonu lar  reterek, problem do asını, davranı   zelliklerini   z mlerinde hususunda kullanılan bir n merik   z mler b t n d r. Bu analiz tekni inde probleme ait olan geometrik g vde sonlu eleman adı verilen  ok daha k   k ama basit geometrik par alara ayrılmaktadır. Malzeme  zellikleri ve ba langı  sınır ko ulları bu elementler  zerine tanımlanmaktadır. Bu ko ul ve  zellikler dikkate alınarak  retilen bir dizi denklemlerin   z mlenmesi ile ger e e  ok yakın ve s rekli lik arz eden davranı    z mlmeleri ortaya  ıkmaktadır [10].

Malzeme, geometri ve boyut optimizasyonlarının yapılabilmesi, ihtiya a g re de i en, geli tirilen d n  t r c lerin tasarım s re lerine olanak sa larken, geli en

teknolojik gerekliliklere de adaptasyonunu hızlı bir biçimde gerçekleştirmektedir Bu bağlamda kullanılmakta olan birkaç sonlu elemanlar analiz programı mevcuttur. Bunlar ANSYS [11], [87], [88], ATILA [10], [25], [42], [89-91], PZFLEX [92], [93], ve son yıllarda geliştirilen ve kullanımı yaygınlaşmaya başlayan COMSOL [94], [95] programlarıdır.

ATILA (Analysis of Transducers by Integrataion of Laplace Equations) SEA programı Kuzey Fransa Yüksek Elektronik Enstitüsü (www.isen.fr) Akustik Departmanı'na SONAR dönüştürücülerin tasarımları ve analizleri için geliştirilmiş kodlar bütününe içeren bir programdır. Gerilimler ve hidrostatik basınç altındaki davranışları çözmek için ATILA ile statik bir analiz gerçekleştirilebilir. Titreşim modlarını tanımlamak ve rezonans frekanslarını ve ilişkili bağlaşma faktörlerini belirlemek için de modal analiz yapılabilir. Hava veya su empedansı (Z) ve yer değiştirme alanı, iletim voltajı cevabı (TVR) ve yönelim desenleri (Directivity pattern-DP), harmonik modda analiz gerçekleştirilerek model sonuçları elde edilebilir olmakla birlikte bu sonuçlar gerçeğe çok yakındır [89], [96-98].

Bu doktora tezinde ATILA sonlu elemanlar analizi programı, çeşitli geometrilerde seramik parçaların (disk, içi boş küre yarı küre) ve yeni nesil esnek gerilmeli dönüştürücünün tasarım ve optimizasyon sürecinde kullanılmıştır. Hava ortamında simüle edilen harmonik analizler ile titreşim modlarının belirlenmesi, rezonans ve anti rezonans frekansları tespiti yapılmıştır. Su ortamı davranışları olan serbest alan voltaj duyarlılığı (FFVS), TVR hesaplanmış ve yönelim desenleri elde edilmiştir.

2.3.1. Teorik Model

SEA temelinde çok küçük ancak basit geometrilere ayrılmış sonlu sayıdaki elamanlardan oluşmakta olup, bu elemanlar birbirlerine bağlıdırlar ve kaba tabiriyle bir ağ örgüsü oluştururlar. Bu ağ örgüsü oluşturulurken temasta oldukları noktalar ise düğüm noktaları (nodal point) ya da düğüm (node) olarak ifade edilmektedir. Bu sonlu elemanların her birinde mekanik yer değiştirme vektörü ve elektrik potansiyeli, düğüm değerlerinin doğrusal kombinasyonları ile temsil edilir. Bu kombinasyonlara ait katsayılar, birim eleman içindeki göreceli koordinatın polinomal bir fonksiyonu olmaktadır. Bu fonksiyonun elektromekanik bir problem çözümünde kullanılması ise N tane elaman içeren ve N sayıdaki lineer fonksiyonların kullanımını gerektirmektedir.

Burada “N” toplam serbestlik derecesini (Degree of Freedom-DOF) ifade etmektedir. Elastik malzemelerde bir düğüm noktasına ait 3 serbestlik derecesi mevcuttur. Piezoelektrik malzemelerde ise düğüm noktasındaki 3 serbestlik derecesine ek olarak elektriksel serbestlik derecesi de var olmaktadır. Piezoelektrik malzemelerin sonlu elemanlar analizi ile çözümünde kullanılan temel matris formundaki denklem serisi Eşitlik 2.25’te verilmiştir [89].

$$\begin{bmatrix} [K_{uu}] - \omega^2[M] & [K_{u\phi}] \\ [K_{u\phi}]^T & [K_{\phi\phi}] \end{bmatrix} \begin{bmatrix} U \\ \Phi \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} F \\ -Q \end{bmatrix} \quad (2.25)$$

Burada; $[K_{uu}]$ sıklılık matrisini, $[M]$ kütle matrisini, $[K_{u\phi}]$ piezoelektrik matrisini, $[K_{\phi\phi}]$ ise dielektrik matrisini, ω açısal frekansı, U yer değiştirmenin nodal değerlerini temsil eden vektör, ϕ elektriksel potansiyelin nodal değerlerini temsil eden vektör, F uygulanan kuvvetlerin düğüm değerlerini temsil eden vektör, Q elektriksel yükün nodal değerlerini temsil eden vektör ve T ise matris transpozisini ifade etmektedir.

Elektrik yüklerinin sadece elektrotlar üzerinde olduğu gerçeğinden yola çıkarak ve “sıcak” elektrotların hepsinin aynı potansiyele bağlı olduğunu kabul ettiğimizde, yani ϕ_0 için, Eşitlik 2.26 yazılabilir.

$$\begin{bmatrix} [\bar{K}_{uu}] - \omega^2[M] & \bar{K}_{u\phi} \\ K_{u\phi}^T & \bar{K}_{\phi\phi} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} U \\ \phi_0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ -I/j\omega \end{bmatrix} \quad (2.26)$$

Burada uygulanan kuvvet $F=0$ olmakla birlikte, I yapıya giren akım yoğunluğudur ve harf simgeleri üzerindeki çizgi işaretleri sıcak elektrotlara ait olmayan düğümlerin elektriksel serbestlik derecelerinin statik yoğunlaşması nedeniyle modifiye edilmiş terimleri ifade eder. Rezonans noktasında, elektriksel potansiyelin $\phi_0 = 0$ olması, rezonans frekansının Eşitlik 2.27 ile hesaplanmasına imkân sağlar [89], [97]

$$[\bar{K}_{uu}] - \omega^2[M] U = 0 \quad (2.27)$$

Anti rezonans frekansında ise $I = 0$ kabul edilmesi eşitlik 2.26’de alt satırın kalkmasına sebep olur ve anti rezonans frekansı ise Eşitlik 2.28 ile hesaplanır hale gelir [10], [89], [97].

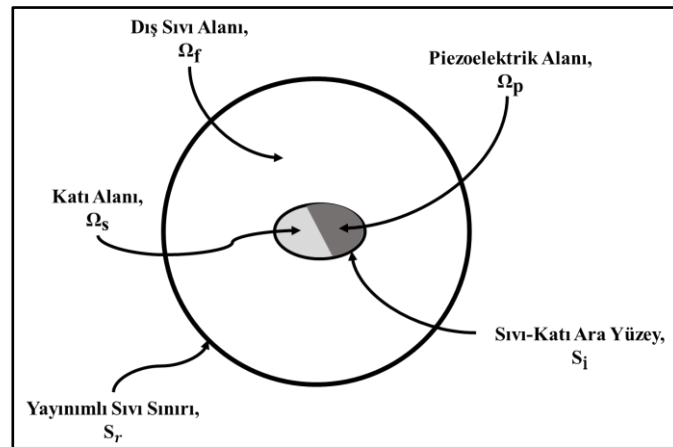
$$\left[[\bar{K}_{uu}] + K_{u\phi} K_{\phi\phi}^{-1} K_{u\phi}^T - \omega^2 [M] \right] U = 0 \quad (2.28)$$

Sıkılık matrisi $[K]$ kayıp içeren katı bir malzeme söz konusu olduğunda karmaşılaşır ve Eşitlik 2.29’da olduğu gibi ifade edilir.

$$[K] = [K_{uu}] + j\omega [C_{uu}] \quad (2.29)$$

Burada, $[K_{uu}]$ ve $[C_{uu}]$ frekanstan bağımsızdır. Benzer şekilde, piezoelektrik $[C_{u\phi}]$ ve dielektrik $[C_{\phi\phi}]$ katılık matrislerinin sanal bileşenlerinin birleşimiyle piezoelektrik malzemedeki sönümlenme hesaplanabilir [99].

Bir dönüştürücünün sualtı performansı, bir piezoelektrik katı malzeme ve piezoelektrik olmayan katı malzemeden (örneğin metalik veya polimerik kaplamalar, parçalar) oluşan tasarımın su ortamı içindeki modelinin yapılmasıyla hesaplanabilir olup; bu duruma ait notasyonlar Şekil 2.34’te [99] gösterilmektedir. Burada elektriksel ve mekanik alanlar, piezoelektrik alan Ω_p içerisinde bağdaşır. Katı yapı alanı, Ω_s , dış sıvı alanı, Ω_f ile yüzey alanı, S_i , boyunca temas halinde bulunmaktadır. Yansıtma sınır koşulunun tanımlandığı yayınlı sıvı hattı, S_r ile dış sıvı alanı kısıtlanmaktadır.



Şekil 2.34: Su ortamı tasarımına ait model özet gösterimi.

Bu durumda hesaplanması gerekli olan fiziksel parametreler, katı bölgesindeki yer değişimi (u) ve sıvı bölgesindeki sıvı basınç alanları (p) olmaktadır. Katıdaki deplasman ve sıvı içindeki basınç alanlarının düğüm değerleri bilinmemekle birlikte, U ve P olmak üzere vektörel gösterime sahiptirler. Böylelikle hesaplaması yapılan denklem Eşitlik 2.30'daki formunu almış olur [98], [100].

$$\begin{bmatrix} [K] - \omega^2[M] & -[L] \\ -\rho_f^2 c_f^2 \omega^2 [L]^T & [H] - \omega^2 [M_1] \end{bmatrix} \begin{bmatrix} U \\ P \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} F \\ -\rho_f c_f \varphi \end{bmatrix} \quad (2.30)$$

Denklemdaki; $[H]$, sıvı sıkıştırılabilirlik matrisini, $[M_1]$ eşvireli kütle matrisini, $[L]$ bağlantısallık matrisi olup yapı ve sıvı arası bağlaşmayı, ρ_f sıvı yoğunluğunu, c_f sıvı içindeki ses hızını, φ ise sıvı alanının sınırındaki basınç gradyan normalinin düğüm değerlerine ait vektörel gösterimi ifade etmektedir. S_r yüzeyine yansımazlık sınır koşulu uygulanması, kullanıcıya sıvı kısma ait sonlu eleman ağ örgüsüne (mesh) limit koyma imkânı tanır. Bu yüzeyin uzakça mesafede olduğu varsayılırsa, dış sıvı sınırındaki S_r , φ ile P_∞ arasındaki ilişki Eşitlik 2.31 ile açıklanır.

$$\vartheta = -[\alpha + jkR](D) \frac{P_\infty}{R} \quad (2.31)$$

Burada, R dış sıvı sınır çapını, k dalga sayısını, (D) monopolar yayılım matrisini ifade eder. A ; eğer yapı hem 3 boyutlu hem de eksenel simetriye sahipse '1', düzlemsel gerinim analizinde ise '1/2' değerini alır. Dış sıvı sınır alanı eğer uzak mesafe alanı içindeyse ($kr \gg 1$) yansımazlık koşulu geçerli olur. Önceden tanımlanmış, yer değiştirme, kuvvet gibi dış uyarımlar dikkate alındığında ve monopolar yayınma koşulu dahil edildiğinde Eşitlik 2.30, eşitlik 2.32'deki formunu alır [98].

$$\begin{bmatrix} [K_{uu}] + j\omega[C_{uu}] - \omega^2[M] & -[L] \\ -\rho_f^2 c_f^2 \omega^2 [L]^T & [H] - \omega^2 [M_1] + \frac{\rho c^2}{R} [\alpha + jkR](D) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} U \\ P \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} F \\ 0 \end{bmatrix} \quad (2.32)$$

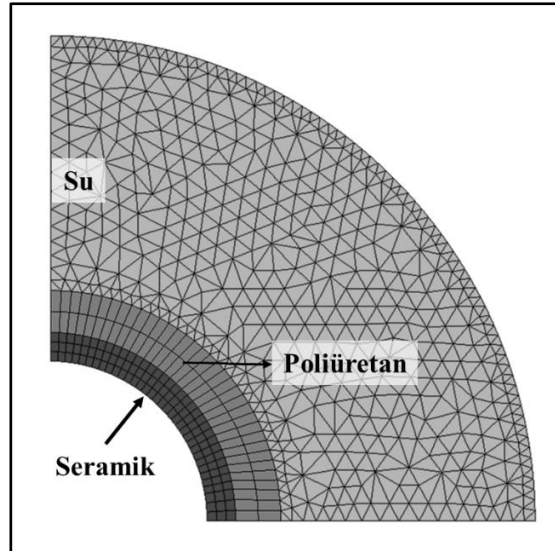
2.3.2. ATILA SEA İle Aygıt Tasarımı

ATILA programı ile modelleme süreci, problem koşulları belirlendikten sonra adım adım uygulama ile gerçekleştirilmektedir. İlk olarak çizilecek geometrik model eksenel simetri içeriyorsa (küre, disk, Tonpilz dönüştürücüler gibi) modelin 2 boyutlu (2D), ultrasonik motor, bimorf vb. gibi modeller ise 3 boyutlu olarak çizilmektedir. ATILA programının çizim aracı GID 10.0 ara yüzey programıdır. Çizim oluşturmaya başlamadan önce GID 10.0 üst menüsünden DATA/Problemtype/ATILA mutlaka seçilmelidir. Çizim işleminde seçenekler nokta, çizgi, ark, belirli geometrik şekiller (dörtgen, silindir, küre, çember), eğri oluşturma olup yine üst sekmede yer alan Geometry/Create/ menüsü üzerinden seçimler yapılmaktadır. 2D’de ana iskelet oluşturulduktan her materyale ait çizim bölgesine yüzey ataması yapılmalıdır. Yüzey ataması ise yine Geometry/Create/Surface menüsü içinde yer alan seçeneklerden çizime uygun olan opsiyonun işaretlenerek yapılmasıyla elde edilir. Yüzey atama işlemi yapılmaksızın model üzerinde malzeme ataması yapmak mümkün olmamaktadır. Yüzey ataması 2D şekil üzerine malzeme atamak için yeterli iken, 3D çizimlerde yüzeylerden hacme geçmek gerekmektedir. Malzeme ataması Data/Materials menüsü altında ilgili yüzey veya hacimlere gerçekleştirildikten sonra ise sınır koşulları mutlaka tanımlanmalıdır. Aksi halde program ya hata vermektedir ya da çıkan sonuç gerçeğe aykırı olmaktadır. Sınır koşulları ise Data/Conditions menüsü altında yer almaktadır. Bu menüde nokta, çizgi, yüzey ve hacim üzerinde koşul ataması yapmak mümkündür. Bu koşullar nokta için sırasıyla deplasman, kuvvet, elektrik potansiyel sıcaklık vb. tanımlanmaktadır. Çizgi için nokta kısmında olan seçimlere ek olarak; elektrik potansiyel, yansıma sınırı, elastik hücre, basınç, simetri, konveksiyon gibi koşul seçimleri eklenmektedir. Yüzey için çizgi üzerinde tanımlı olan koşullara ilave olarak polarizasyon yer almaktadır. Hacim ise sadece polarizasyon seçeneğini içermektedir. Çünkü sınır koşulları 3D çizimlerde diğer alt element gruplarında (nokta, çizgi, yüzey) tanımlanabilirken polarizasyon sadece hacimsel tanımlanmak zorundadır. Polarizasyon türü ise 3 adet olup Kartezyen, silindirik ve küreseldir. Tasarım süreçlerinde yapılan modellemelerde Kartezyen polarizasyon tercih edilmiştir.

Sınır koşullarının tanımlanmasını takip eden süreçte, sonlu elemanlar analizinin gerçekleştirilebilmesi için, modelin ağ örgüsünün (meshing) yapılması gerekmektedir. Başka bir ifadeyle sonlu elemanların oluşturulması elzemdir. Bu işlem Ctrl+G tuşuna

klavye üzerinden basılarak program tarafından otomatik gerçekleştirilebilir olduğu gibi Mesh/Structure, Mesh/Unstructured seçenekleri altından da elle giriş yapılabilmektedir. Her iki durumda da eleman boyutu, mesh yapılan yüzeyin kenarı üzerindeki düğüm noktalarının yoğunluğuna göre değişim sergileyecektir. Bu nokta sayısının az ya da çokluğu hesaplama işleminin süresine doğrudan etki etmektedir. Şekil 2.35'te ağ örgüsü oluşturulmuş 2D model görülmektedir.

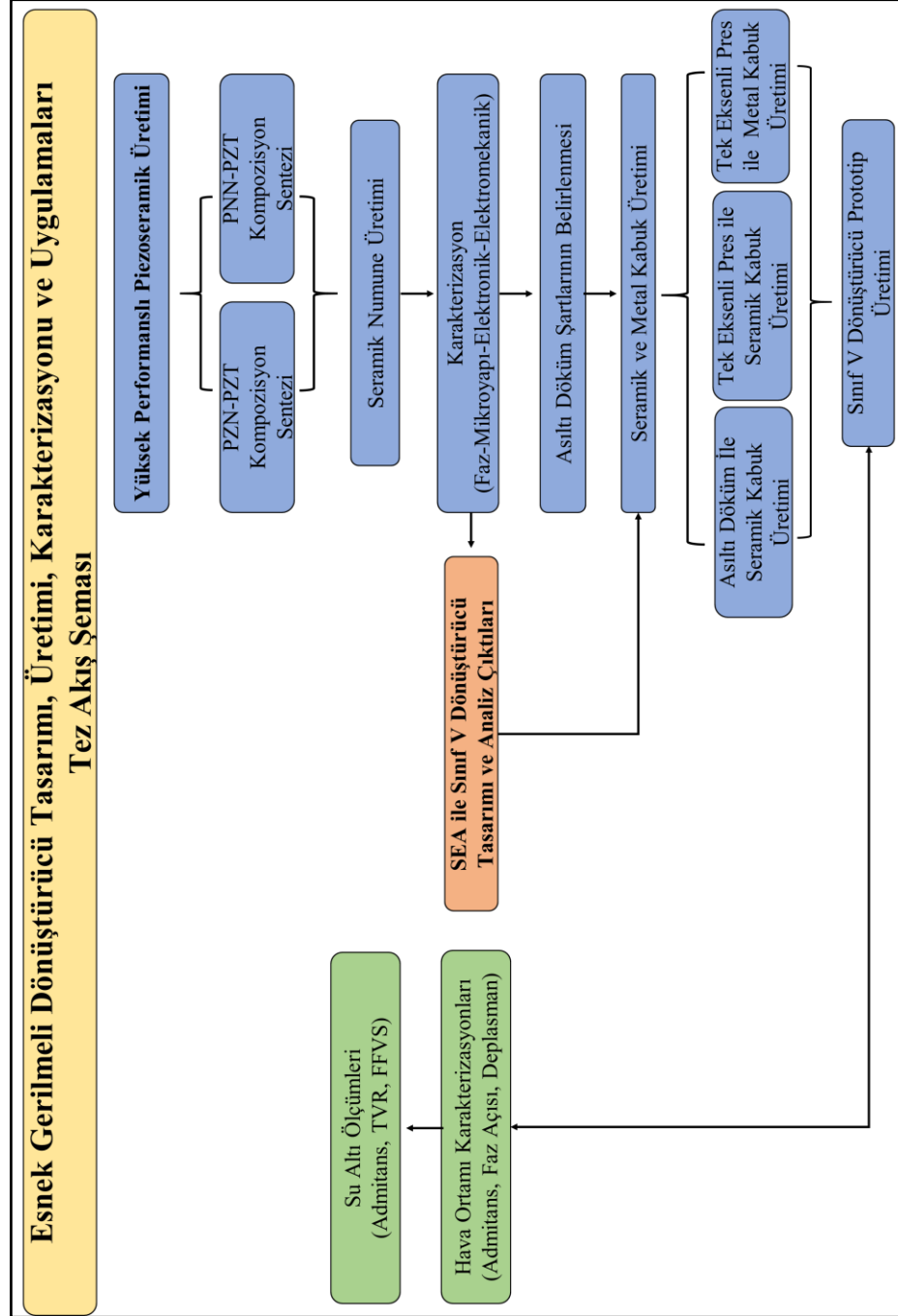
Sınır koşullarının girilmesi ve ağ örgüsünün tamamlanmasını takip eden süreçte, problem çözümü için sınır koşulları tanımlanmaktadır. Bu koşullar Data/IntervalData menüsü ve Data/ProblemData menüleri altından gerçekleştirilebilir. Intervals menüsünde problemin çözümleneceği frekans aralığı, alınacak data noktası sayısı ve frekans tarama türü (tekil, lineer veya logaritmik) seçimi yapılabilmektedir. Problem data menüsü ise analiz türü seçimi (statik, modal, harmonik), model türü (2D veya 3D), model sınıfları (axisymetry, plstress, plstrain), stres hesaplaması, kayıp hesabı gibi seçenekler içermektedir. Bu seçimler, çizilmiş olan model türünün belirlenmesini takiben Calculate/Calculate menüsü üzerinden sonlu elemanlar analiz işlemi başlatılmaktadır. Hesaplama işlemi sonrasında empedans-frekans verisi, deplasman miktarı, deplasman animasyonları, eğer işleme su ortamı dahil edilerek yapılmışsa TVR, FFVS grafikleri basınç isovaleri sonuç çıktısı olarak elde edilebilmektedir.



Şekil 2.35: ATILA-SEA programıyla su altı ortamı için 2 boyutta çeyrek daire dilimi şeklinde modellenmiş içi boş küre tasarımı.

3. DENEYSEL SÜREÇLER

Bu tez çalışması kapsamında gerçekleştirilen toz sentezi, numune hazırlama, karakterizasyon işlemleri (yapısal ve elektriksel), cihaz tasarımları ve prototip üretim süreçlerini içeren deneysel akım Şekil 3.1’de genel hatlarıyla yer almaktadır.



Şekil 3.1: Deneysel süreçlere ait genel akım şeması.

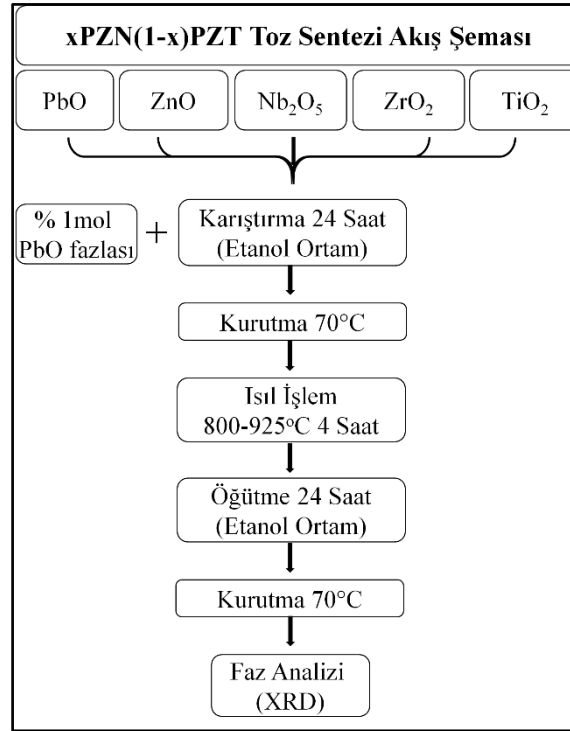
3.1. Seramik Kompozisyonlarının Toz Sentezi ve Faz Analizleri

Bu çalışmada kullanılmak üzere kurşun çinko niyobat-kurşun zirkonat titanat (PZN-PZT) ve kurşun nikel niyobat-kurşun zirkonat titanat (PNN-PZT) seramik kompozisyonlarına ait tozların sentezlenmesinde geleneksel katı hal kalsinasyon yöntemi kullanılmıştır. Ancak sadece PNN-PZT kompozisyonu için toz üretimi iki aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. Her iki piezoseramik kompozisyon için toz hazırlanmasına ait deneysel süreçler ayrı başlıklar altında detaylandırılarak anlatılmıştır. Seramik kompozisyonlara ait tozlardan alınan numunelerin faz analizleri X-ışını kırınımı (Xray Diffraction –XRD) yöntemiyle Rigaku D-MAX 2200-Japan cihazında $2\theta=20-60^\circ$ ve $1^\circ/\text{dk}$ tarama hızında gerçekleştirilmiş ve indekslenmiştir.

3.1.1. PZN-PZT Seramik Kompozisyonunun Sentezlenmesi

PZN-PZT seramik kompozisyonunun sentezlenmesinde, hammadde olarak yüksek saflıkta oksit tozları kullanılmıştır. Başlangıç tozları sırasıyla; kurşun oksit-PbO (%99.9 Alfa Aesar), çinko oksit-ZnO (%99.9 Alfa Aesar), niyobiyum penta oksit-Nb₂O₅ (%99.5 Alfa Aesar), zirkonyum oksit-ZrO₂ (%99.5 Alfa Aesar), titanyum dioksit-TiO₂ (%99.9 Alfa Aesar) olarak seçilmiştir. Oksit tozları; $x[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3.(1-x)[\text{Pb}(\text{Zr}_y\text{Ti}_{1-y})\text{O}_3]$ stokiyometrik denklemindeki katsayılara göre tartılmıştır. ‘x’ katsayısı PZN molce miktarını ifade etmektedir ve 0.1-0.6 mol değer aralığında değişmekte olup, değişim adım aralığı 0.1 mol olarak alınmıştır. ‘y’ ise 0.46-0.52 değerleri arasında yer almakla beraber seramik kompozisyonun zirkonyum (Zr) ve titanium (Ti) oranını ifade etmektedir ve değişim adım aralığı 0.01 mol olarak alınmıştır. Şekil 3.2’de PZN-PZT kompozisyonuna ait, sentez aşaması akış şeması yer almaktadır. Tüm tartım işlemlerinin sonlanmasını takiben, tozlar 3-5 mm çaplarındaki yttria stabilize zirkonya (YSZ) bilyeler kullanılarak etanol ortam içerisinde yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) karıştırma şişelerinde (Nalgene™) 24 saat süreyle 150 Rpm hız ayarında homojen şekilde karışması için bilyeli değirmene (MSE) bırakılmıştır. Bu süreç sonunda tozlar cam beher içine geri alınarak (IKA C-Mag HS7) ısıtıcılı manyetik karıştırıcı üzerinde 70°C sıcaklıkta ve 100-200 rpm dönüş hızlarında çeker ocak içerisinde kurutulmuştur. Kurutma işlemi bittikten sonra toz

beher içerisinde etüv fırınında (BINDER-120) 80°C sıcaklıkta bir gün süreyle bekletilmiştir.



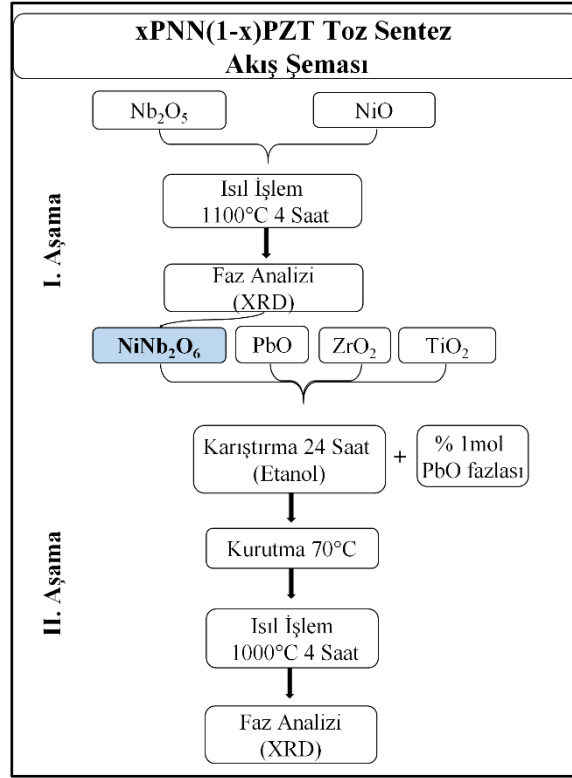
Şekil 3.2: PZN-PZT Kompozisyonu için toz sentezi akış şeması.

Son olarak kurumuş haldeki toz karışımı alümina (Al_2O_3) silindirik pota içerisine alınmış üzeri yine alümina kapak ile kapatılarak 800-925°C sıcaklıklar arasında 4 saat süreyle yüksek sıcaklık kamara fırınında (MSE) kalsinasyon işlemine tabi tutularak faz oluşum sıcaklığı tespit edilmiştir. Bu ön çalışma sonuçlarından yola çıkarak önceden bahsi geçtiği üzere toz tartımları gerçekleştirilmiş ancak tartım sonrasında, mevcut toz üzerine içeriğindeki PbO miktarına ek olarak molce %1 miktarı kadar artık PbO (%99.9 Alfa Aesar) ilave edilmiştir. Tartım sonrası süreçler aynı şekilde yapılmış olup, nihai toz sentezlenme sıcaklığı 850°C 4 saat, ısıtma/soğutma rejimi 5°C/dk ayarlanmış ve tüm çalışma sürecinde bu rejim kullanılmıştır.

3.1.2. PNN-PZT Seramik Kompozisyonunun Sentezlenmesi

PNN-PZT seramik kompozisyonunun sentezlenmesi iki aşamalı olarak gerçekleştirilmiş olup hammadde olarak oksit tozları kullanılmıştır. Başlangıç tozları sırasıyla; kurşun oksit-PbO (%99.9 Alfa Aesar), nikel oksit-NiO (%99 Alfa Aesar),

niyobiyum penta oksit- Nb_2O_5 (%99.5 Alfa Aesar), zirkonyum oksit- ZrO_2 (%99.9 Alfa Aesar), titanyum dioksit- TiO_2 (%99.9 Rutil, Alfa Aesar) olarak seçilmiştir. Şekil 3.3'te iki aşamalı toz sentez işlemine ait akış diyagramı yer almaktadır. Sentez işleminin ilk aşamasında NiO ve Nb_2O_5 oksit tozları; 1:1 stokiyometrik oranda tartılmıştır.



Şekil 3.3: PNN-PZT Kompozisyonu için toz sentezi akış şeması.

Sonrasında, toz karışımı 3-5 mm çaplarındaki YSZ bilyeler kullanılarak etanol ortam içerisinde HDPE karıştırma şişelerinde (Nalgene™) 24 saat süreyle 150 Rpm hız ayarında bilyeli değirmene bırakılmıştır. Bu süreç sonunda tozlar cam behere içine geri alınarak (IKA C-Mag HS7) ısıtıcılı manyetik karıştırıcı üzerinde 70°C sıcaklıkta ve 100-200Rpm dönüş hızlarında çeker ocak içerisinde kurutulmuştur. Kurutma işlemi bittikten sonra toz beher içerisinde etüv fırınında (BINDER-120) 80°C sıcaklıkta bir gün süreyle bekletilmiştir. Kurutma işlemini takiben NiO ve Nb_2O_5 toz karışımı alümina potaya konularak kamara tipi kutu fırınında (Nabertherm) 5°C/dk ısıtma rejimiyle 1100°C'de 4 saat bekletilmek suretiyle nikel niyobat (NiNb_2O_6) öncül fazı oluşturulması sağlanmıştır. Bu türdeki bileşiklerin ilk aşama olarak sentezlenmesi

işlemi literatürde Columbite ya da Woflramite metodu olarak adlandırılmaktadır [70], [101].

Öncül fazın oluşturulmasından sonra $0.5[\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 \cdot 0.5\text{Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3]$ stokiyometrik denklemine göre PNN-PZT kompozisyonu sentezi için; NiNb_2O_6 , PbO , ZrO_2 ve TiO_2 tozlarının tartım işlemi gerçekleştirilmiştir. Mevcut toz üzerine içeriğindeki PbO miktarına ek olarak molce %1 miktarı kadar artık PbO (%99.9 Alfa Aesar) ayrıca karışıma ilave edilmiştir. Tekrardan toz karışımı bilyeli değirmende 150 rpm'de 24 saat etanol ortamında 3-5 mm çapında YSZ bilye içeren HDPE şişelerde döndürülmüştür. 24 saat sonunda kurutma işlemi PZN-PZT sentezindeki aynı adımları takip edilerek yapılmıştır. Son olarak kurutulmuş tozlar alümina pota içerisine yayılarak konulmuş, üzeri yeniden bir pota ile kapatılmış ve kamara tipi kutu fırında(MSE), $5^\circ\text{C}/\text{dk}$ ısıtma rejimiyle 1000°C 'de 4 saat bekletilmek suretiyle ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Tez çalışması kapsamında hazırlanan tüm PNN-PZT şarjlarında 2 aşamalı kalsinasyon yöntemi tercih edilmiştir.

3.2. Numunelerin Üretilmesi ve Isıl İşlemleri

Tez kapsamında deneysel süreçler içerisinde kullanılmakta olan seramik numuneler iki farklı üretim tekniği kullanılarak yapılmıştır. Bunlardan biri bağlayıcı yardımıyla granüle edilmiş tozların tek eksenli pres kullanılarak şekillendirilmesidir. Bu yöntemle ait detaylar bir alt başlıkta anlatılmıştır. (Bkz. bölüm 3.2.1) Diğer bir yöntem ise su bazlı asıtların hazırlanarak alçı kalıp modellerine dökülme suretiyle şekillendirme işleminin gerçekleştirildiği asıltı döküm yöntemidir.

Tezin ilk aşamalarında elektriksel ve elektromekanik özelliklerin çıkartılması için üretilmiş seramik disklerin ısıtma işlemleri kompozisyona bağlı olarak değişmektedir. PZN-PZT kompozisyonu için yapılan öncül çalışmada sinterleme sıcaklığı $1050-1150^\circ\text{C}$ aralığında olup 2 saat süreyedir. Yapılan analizler neticesinde optimum sıcaklık değeri olarak 1100°C 'de ve 2 saat süreyle kurşunca zengin atmosfer koşulunda kapalı pota sistemi içinde ısıtma işlemi uygulanmasına karar kılınmıştır. Diğer bir seramik kompozisyon olan PNN-PZT için sinterleme işlemi 1200°C 'de 4 saat süreyle kurşunca zengin atmosfer koşulunda kapalı pota sistemi içinde ısıtma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ticari kompozisyon olan PZT ve türevleri ise 1260°C 4 saat süreyle kurşunca zengin atmosfer koşulunda kapalı pota sistemi içinde ısıtma işlemi tabi tutulmuştur. Sinterlenen tüm seramiklerin deneysel yoğunlukları Arşimet prensibine

göre sinterleme sonrası Eşitlik 3.1 ağırlığı (W_{kuru}), distile su içerisinde asılı ağırlıkları ($W_{asıklı}$) ve son olarak numunelerin ıslak ağırlıkları ($W_{ıslak}$) ölçülmüştür.

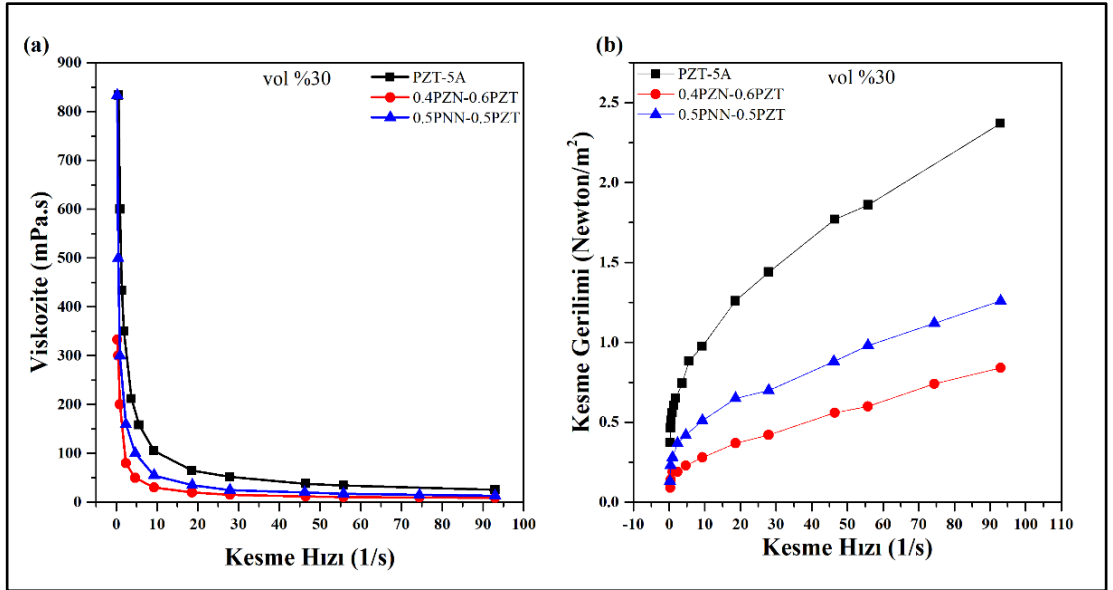
$$\rho_{deneysel} = \frac{W_{kuru}}{(W_{ıslak} - W_{asıklı})} x \rho_{su} \quad (3.1)$$

3.2.1. Kuru Kalıp Presleme

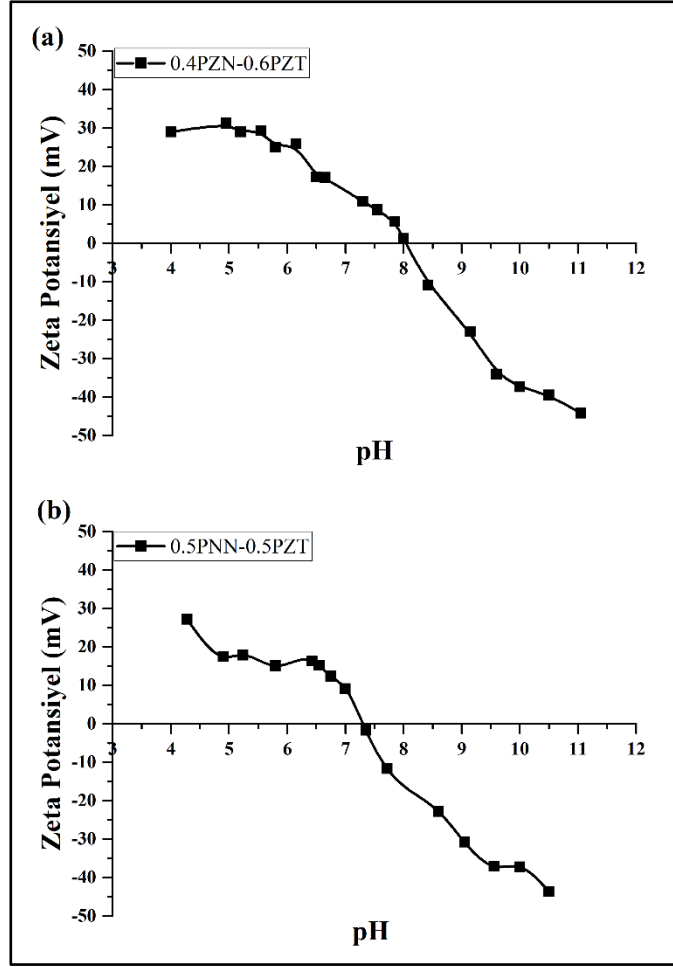
Ticari PZT ve sentezlenmiş olan seramik kompozisyonlara ait numunelerin yapısal ve elektriksel analizleri için Ø 12.5 mm ve Ø 32 mm çaplarındaki pres kalıpları kullanılarak pelet şeklinde numuneler üretilmiştir. Bu yöntem ile üretilen numunelerden ticari PZT tozları bağlayıcı içerdiğinden olduğu gibi basılmış, fakat diğer kompozisyonlar, polimerik bağlayıcı ilave edilerek granüle edildikten sonra şekillendirilmiştir. Granülasyon işlemi için hazırlanan şarjlardaki toz ağırlığının %1'i kadar PbO artık olarak eklenmiştir. Yüksek sıcaklarda (>867°C) PbO'in buharlaşması sonucu kurşunca fakir piroklor fazının oluşması muhtemeldir. Bu nedenle artık PbO eklenmesi hem kurşunca fakir piroklor fazının oluşmasına engel olma hem de sinterlemeye yardımcı sıvı faz oluşturucu özelliği nedeniyle uygun görülmüştür. Tozlar 125 ml'lik plastik karıştırma kalıplarına alınmış ve şişenin hacimce %40'ını dolduracak ölçüde YSZ bilye eklenmiştir. Toz ve bilye karıştırma kalıbına yerleştirildikten sonra bağlayıcı solüsyondan toz ağırlığının %10 miktarı kadar ilave edilmiş ve en son olarak analitik saflıkta metil etil keton (MEK-Merck) eklenerek 24 saat süreyle bilyeli değirmene konmuştur. Bağlayıcı solüsyonunun içeriğinde bağlayıcı olarak polivinilbütal-PVB B-92 (Sigma), Benzil bütıl fatalat-BBP (Alfa-Aesar), polietilen glikol 400-PEG400 (Alfa-Aesar), analitik saflıkta etanol (Merck) ve MEK (Merck) bulunmaktadır. Karıştırma süreci sonrasında bağlayıcı içeren asıtlılar cam behere alınmış ve 60°C'de 100-200 rpm dönüş hızında ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda çeker ocak içinde kurutmaya alınmıştır. Kurutma işlemi sonrasında tozlar havanda öğütülmüş ve ASTM 90 µm elek aralığına sahip elekten geçirilmiştir. Yine tez kapsamında dışbükey eğriliğe sahip kabuklar derinlik, iç-dış çap, eğrilik çapı gibi parametrelere bağlı olarak yaptırılmış olan kalıplarda deniz kabuğu formunda şekillendirilmiştir. Şekillendirme işlemi disk şeklindeki numuneler için tek eksenli pres (MSE) yardımıyla 100 MPa yük altında gerçekleştirilmiştir. Kabuk formundaki numuneler ise yaklaşık 100 MPa yük uygulanarak şekillendirilmiştir.

3.2.2. Asıltı Döküm Hazırlanması ve Uygulaması

Tez kapsamında kullanılan tüm seramik kompozisyonları için asıltı döküm yöntemiyle farklı çap ve kalınlıklarda, küresel, disk ve deniz kabuğu formunda olmak üzere seramik numunelerin üretimi asıltı döküm yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ticari PZT kompozisyonlarına ait tozlar kendiliğinden bağlayıcı içermektedir. Bağlayıcı döküm şartlarını olumsuz yönde etkilemektedir. Bu bağlamda, asıltı hazırlanırken öncelikle ticari kompozisyonlar için seramik tozları bağlayıcı yakma işlemine tabi tutulmuştur. Seramik tozlarının seyreltik bir çözelti içinde farklı pH değerlerindeki zeta potansiyel ölçümleri; hazırlanacak asıltıların kararlı olması beklenen pH'ı saptamak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.4a ve Şekil 3.4b tez kapsamında hazırlanmış olan PZT-5A, 0.5PNN-0.5PZT ve 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonlarına ait farklı kesme hızlarındaki viskozite davranışlarıdır. Şekil 3.5 ise 0.5PNN-0.5PZT ve 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonlarının Zeta potansiyel ölçüm değerlerini göstermektedir.



Şekil 3.4: PZT-5A, PZN-PZT ve PNN-PZT seramik kompozisyonlarına ait, a) viskozite-kesme hızı, b) kesme gerilimi-kesme hızı grafikleri



Şekil 3.5: Farklı pH oranlarına göre, a) PZN-PZT kompozisyonu, b) PNN-PZT kompozisyonuna ait zeta potansiyel grafikleri.

Bu grafiklerden yola çıkarak tüm kompozisyonlar için pH 10 değerinde asıtlılar hazırlanmıştır. Hazırlanan asıtlılar hacimce %30 Toz:Su oranına sahiptir. Su kaynağı olarak saf su kullanılmıştır. Toplam toz ağırlığının %2 'si oranında dağıtıcı-poliakrilik asit (DARVAN-921A), ağırlıkça %1,5 plastikleştirici-polieten glikol (Merck) ilave edilmiştir. Asıltı hazırlanırken, öncelikle sıvı fazlar tartılmıştır. Saf su, dağıtıcı ve plastikleştirici plastik 125 ml'lik şişeye alınmış ve şişenin 1/3 hacmi kadar YSZ bilye karışımı eklenmiştir. Bilyeli değirmende 15 dakika karışım sonrasında; toz şarjı eklenmiştir ve 1 saat süreyle karışmaya bırakılmıştır. Bir saatlik süreç sonunda asıltı değirmenden alınmış ve pH ölçümü alınmıştır. Stok asıltının pH değeri 8.12-8.42 aralığındadır. Zeta potansiyel (ζ) ölçümlerine, potansiyel değeri bazık bölgede pH 9-10.5 aralığında $\zeta > -30$ mV değerlerindedir. İzoelektrik noktalar ise PZN-PZT için yaklaşık pH 8, PNN-PZT için ise pH 7.4'tür. Bu bağlamda değirmenden alınmış asıltıya amonyak solüsyonu (Merck) pastör pipeti kullanılarak pH değeri 10 oluncaya

kadar eklenmiştir. pH değeri ayarlandıktan sonra asıltı tekrar bilyeli değirmene konulmuştur. Dökümler, asıltının 140 rpm dönme hızında 6-24 saat değirmende karışması sonrası yapılmıştır. Çeşitli çap ve boyutlarda küre dökümü tüm kompozisyonlardan gerçekleştirilmiştir. Deniz kabuğu formunda seramik parçaların üretimi için döküm sadece PZT5a seramik kompozisyonu ile yapılmıştır. Kuru presleme, asıltı döküme alternatif olarak seramik kabukların üretiminde, seramik tozları tek eksenli pres kullanılarak şekillendirilmesinde karar kılınmıştır. Asıltı döküm yöntemiyle kıyaslandığında daha seri bir üretim gerçekleştirmeye imkân tanımaktadır. Geometri karmaşık olmadığı için, asıltı döküme benzer şekilde nihai şekil istenen boyut aralığında elde edilebilir. Asıltı döküm yönteminde asıltının viskozitesi, yüzey yük kararlılığı, toz partikül boyutu, ortam sıcaklığı gibi parametrelere bağlı olarak; yaş ve sinterleme işlemi sonrasında yapısal bozukluk yoğunluk kaybı, çatlama gibi üretim sorunları yaşanabilmektedir. Sentezlenen ticari olmayan seramik tozlar için, üretim miktarını doğrudan etkilemektedir. Bahsi geçen hususlar toz presinde mevcut değildir. Bu nedenle alternatif üretim yöntemi olarak tercih edilmiştir.

3.3. Faz Oluşum ve Mikroyapı İncelemeleri

Sinterleme işlemi sonrasında her kompozisyonun numuneleri üzerinde faz ve mikro yapı analizleri gerçekleştirilmiştir. Seramik kompozisyonlara ait numunelerin faz analizleri X-ışını kırınımı (X-ray Diffraction –XRD) yöntemiyle Rigaku D-MAX 2200-Japan, mikro yapı analizleri ise taramalı elektron mikroskobu vasıtasıyla (Scanning Electron Microscopy-SEM) Philips Philips XL 30 SFEG cihazları kullanılarak yapılmıştır. Ticari PZT için 2θ değeri $20-90^\circ$ arasında, PZN-PZT kompozisyonları için $20-60^\circ$ ile $42-46^\circ$ aralıkları ve son olarak PNN-PZT kompozisyonu için yine $20-60^\circ$ aralığında gerçekleştirilmiştir. $20-60^\circ$ arası genel tarama için adım hızı $1^\circ/\text{dk}$, $42-46^\circ$ aralığı için $0.02^\circ/\text{dk}$, olarak uygulanmıştır. X-ışını kırınım desenleri her kompozisyon için ayrı ayrı indislenmiş olup; kompozisyona bağlı olarak kristal simetri değişimlerinin analizleri XRD sonuçlarına göre hesaplanarak saptanmıştır.

3.4. Elektriksel Karakterizasyon

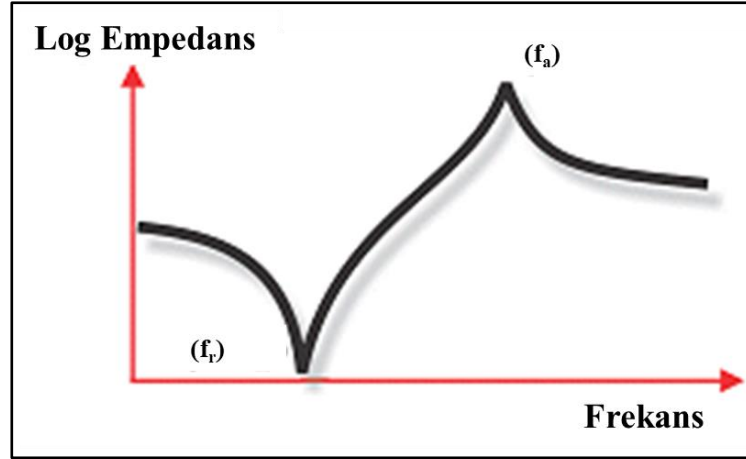
Elektriksel özelliklerin belirlenmesi bir seramik malzemenin (ferroelektrik veya piezoelektrik) performansı, kullanım amacına uygunluğu gibi hususları belirlemede yapılması gereken testler bütünüdür. Tez kapsamında üretilen seramik kompozisyonların elektriksel karakterizasyonları ve aşamaları bu başlık altında anlatılmaktadır. Elektriksel karakterizasyon öncesinde yüzeyleri birbirine paralel hale getirilen seramik disk ve plaka geometrisindeki numunelerin yüzeyleri gümüş elektrot (ESL 9910-C) ile ipek baskı kullanılarak kaplanmış olup gümüş elektrotun pişirme işlemi 600°C’de 30 dk süre ile gerçekleştirilerek ölçüme hazır hale getirilmiştir. Kabuk formundaki seramikler ve yarı kürelere elektrot uygulaması fırça yardımıyla yapılmış olmakla beraber; elektrotun pişirme işlemi diğer numuneler ile aynıdır.

3.4.1. Dielektrik ve Ferroelektrik Özelliklerin Tespiti

Bu ölçümleri gerçekleştirmek amacıyla pelet şeklinde seramik numuneler kullanılmıştır. Bu numunelere ait ferroelektrik polarizasyon (P-E) ve piezoelektrik gerinim ölçümleri (S-E) Precision LC (Radiant-ABD) cihazında 1 Hz periyotta 10-40 kV/cm elektrik alan uygulamasında, PZN-PZT ve PNN-PZT kompozisyonları için alınmıştır. Kutuplama koşullarına ışık tutması açısından ferroelektrik-paraelektrik faz dönüşüm sıcaklığını belirlemek için disk numunelerden her bir kompozisyonun sıcaklığa bağlı kapasitans ölçümleri LCR Metre (HIOKI 3522-50 LCR Meter-Japonya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Dielektrik ölçümler öncesinde ise tüm numuneler kutuplanmış ve kutuplama işleminden 24 saat sonra ölçümler alınmıştır. Kutuplama işlemi için yüksek voltaj güçlendirici (Trek HV 610D-ABD), güç kaynak ünitesi (GWInstek-2200 ABD) ve ısıtılmalı yağ banyosundan (Julabo GmbH Almanya) kutuplama sistemi kullanılmıştır. Kutuplama koşulları farklılık göstermektedir. PZN-PZT kompozisyonları için 20kV/cm elektrik alan altında 120°C yağ banyosu içinde 10 dakikadır. PNN-PZT numuneler için ise oda sıcaklığında (25°C) 25 kV/cm elektrik alan değerinde 10 dakikadır. Dielektrik ölçümler (kapasitans, dielektrik kayıp) 4 farklı frekans değerinde LCR metre cihazı ile (HIOKI-LCR Meter-Japonya) alınmıştır. Bu frekans değerleri sırasıyla 1kHz,10kHz,100kHz ve 1MHz’dir.

3.4.2. Elektriksel ve Elektromekanik Malzeme Özelliklerinin, Katsayılarının Belirlenmesi

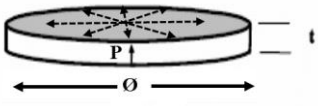
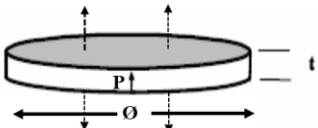
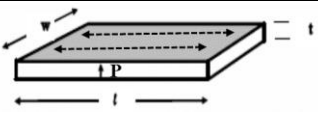
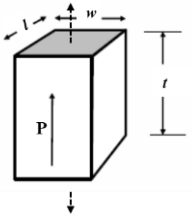
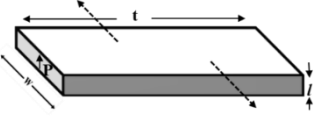
Tasarım ve sonlu elemanlar analizi tez kapsamında yapılmakta olan esnek gerilmeli dönüştürücünün geliştirilmesinde önemli yer kaplamaktadır. Bu cihazların gerçeğe yakın modellenmesi, analizi kullanılan materyallerin özelliklerinin bilinmesi ile mümkün olmaktadır. Böylelikle, deneysel bulgular ile ATILA-SEA program veri tabanına işlenmiş özellikler matrisi sayesinde; tasarım sonuçlarının gerçeğe uygun olacak ölçüde kıyaslanması mümkün olabilmektedir. Bu yüzden tez çalışmasının bu bölümünde elektromekanik özelliklerin nasıl elde edildiği detaylandırılmaktadır. Bahsi geçen özelliklerin hesabı için kullanılan yöntem literatürden bilinen rezonans metodudur. Şekil 3.6’da tipik bir empedans-frekans spektrumu verilmiştir [21].



Şekil 3.6: Temel rezonans modu için frekansa bağlı empedans grafiği.

Her bir katsayının hesabı için gerekli olan geometrik şekil ve boyut referansları Tablo 3.1’de [1], [19], [24], [102-107] verilmiştir. LCR metre yardımıyla gerçekleştirilen ölçümlerden yola çıkılarak mekanik kalite faktörü (Q_m), elastik sıkılık (C_{ijkl}), elastik uyum (S_{ijkl}), piezoelektrik yük katsayısı (d_{ij}), elektro mekanik bağlaşma katsayıları (k_p , k_t , k_{ij}), dielektrik sabiti (ϵ_{ij}), mekanik kayıp ($\tan \mu = 1/Q_m$) hesaplanmıştır. Tablo 3.1’de bahsi geçen elektromekaniksel özellikleri hesaplamak için ilgili boyut ve geometriye sahip seramik numuneler üretilerek, her birine has rezonans (f_r) ve anti rezonans (f_a) frekans değerleri belirlenmiştir. Takip eden süreçlerde aşağıda sırayla verilmekte olan formüller yardımıyla ilgili katsayılar hesaplanmıştır.

Tablo 3.1: Malzeme özelliklerinin belirlenebilmesi için kullanılan titreşim modları ve gerekli geometrik boyutlar.

Titreşim Türleri	Numune Geometrileri ve Boyutları L: Boy w: Genişlik/En t: Kalınlık Ø: Çap P: Polarizasyon Yönü	Hesapı Yapılabilen Elektromekanik Katsayılar
Radyal Mod		$\text{Ø} \geq 10t$ k_p, k_{eff} $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0, \epsilon_{33}^S/\epsilon_0$ $\tan \delta, Q_m$
Kalınlık Genleşme (Thickness Extensional)		$\text{Ø} \geq 10t$ k_t c_{33}^D, c_{33}^E
Yanal Uzama (Transverse Length Extension) (31 Modu)		$l \geq 5w$ $w \geq 4t$ k_{31}, d_{31} s_{11}^D, s_{11}^E c_{33}^D, c_{33}^E $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 \tan \delta$
Boyca Uzama (Length Extension) (33 Modu)		$t \geq 5w$ $l \geq 5t$ k_{33}, d_{33} s_{33}^D, s_{33}^E $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 \tan \delta$
Boyca Kayma (Length Shear Excitation) (15 Modu)		$t > 20l$ k_{15}, d_{15} s_{44}^D, s_{44}^E c_{33}^D, c_{33}^E $\epsilon_{11}^T/\epsilon_0, \epsilon_{11}^S/\epsilon_0$

Kalınlık modunda kutuplanmış bir disk numunesinin ($\text{Ø} \approx 27\text{mm}$ ve 1mm) rezonans ölçümünden ana radyal titreşim modunda f_r ve f_a değerlerinin tespiti ile k_p (Eşitlik 3.2) değeri; ana kalınlık titreşim modunda f_r ve f_a değerlerinin tespiti ile ise k_t (Eşitlik 3.3) değeri hesaplanabilir [107].

$$k_p = \sqrt{2.51 \frac{f_a - f_r}{f_r} - \left(\frac{f_a - f_r}{f_r} \right)^2} \quad (3.2)$$

$$k_t = \sqrt{\frac{\pi f_a}{2 f_r} \tan \left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_r} \right)} \quad (3.3)$$

Kalınlık doğrultusunda (3) kutuplanan ve boyutları ($l*w*t$) 20x4x1 mm olan plaka şeklindeki seramik numunelerinin rezonans ölçümlerinden alınan f_r ve f_a değerleri ile yanal uzama modu olan 31'e ait katsayılar Eşitlik 3.4 [106] ve 3.5 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\psi = \frac{\pi f_a}{2 f_r} \tan \left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_r} \right) \quad (3.4)$$

$$k_{31} = \sqrt{\left(\frac{\psi}{1+\psi} \right)} \quad (3.5)$$

Ancak 33 modunda k_{33} katsayısının hesabında, mevcut mod için hazırlanması gereken numunenin kutuplanmasının güç olması ve elektriksel bozulmaya uğramasından dolayı literatürden yararlanarak, Eşitlik 3.6'da görülen yaklaşım tercih edilmiştir [108-110].

$$k_{33} \approx (k_p)^2 + (k_t)^2 - (k_p)^2 (k_t)^2 \quad (3.6)$$

Diğer bir mod olan kayma (15) modunun hesabında ise literatürde yine ATILA yazılımı kullanılarak gerçekleştirilen bir tez çalışması baz alınmıştır. 18x3x1 mm ebatlarında hazırlanan bir seramik parça Tablo 3.1'de yer alan kutuplama doğrultusu ve elektrot uygulama yönü göz önünde tutularak üretilmiştir [110]. Daha sonra kalınlık yönünde kutuplanmış bu numunenin yüzeyindeki elektrotları kaldırılmış ve uzun kenar boyunca yanal alanları havada kuruyan gümüş (AGAR Electrodag 1415) ile elektrotlanmış ve rezonans ölçümleri yapılmıştır [105], [110]. Bu doktora tezinde de bahsi geçen çalışmalara aynı paralellikte kayma numunesi hazırlanmıştır. Yine aynı çalışmalarda olduğu üzere rezonans ölçümünde empedans-frekans spektrumunda ikinci pik en güçlü rezonans değerine sahip olmaktadır [105], [110]. Bu pike ait f_r ve f_a değerleri kullanılarak Eşitlik 3.7 aracılığı ile kayma modunda k_{15} hesaplanmıştır.

$$(k_{15})^{-1} = \sqrt{1 - \frac{\tan \left(\frac{\pi f_a}{2 f_r} \right)}{\frac{\pi f_a}{2 f_r}}} \quad (3.7)$$

Hazırlanan kompozisyonların dielektrik sabitleri ϵ_{ij} ise disk şeklindeki bir numune üzerinden alınan ölçümlerle hesaplanmıştır. $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ katsayısına ait hesap için Eşitlik 3.8, $\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$ için ise Eşitlik 3.9 kullanılmıştır [107]. Ayrıca diskin radyal mod rezonans ölçümleri kullanılarak 3, 6 ve 6mm simetri sınıfları içinde $\epsilon_{33}^S/\epsilon_0$ hesabı için Eşitlik 3.10 kullanılabilir [24]. $\epsilon_{11}^T/\epsilon_0$ için ise kayma numunesine ait ölçüm değerleri kullanılarak Eşitlik 3.11 ile hesaplanmıştır.

$$\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = \frac{C \cdot t}{\epsilon_0 \cdot A} \quad (3.8)$$

$$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0 = (1 - k_{33}^2)(\epsilon_{33}^T/\epsilon_0) \quad (3.9)$$

$$\epsilon_{33}^S/\epsilon_0 = (1 - k_{33}^2)(1 - k_p^2) \quad (3.10)$$

$$\epsilon_{11}^T/\epsilon_0 = \frac{C \cdot w}{\epsilon_0 \cdot t \cdot l} \quad (3.11)$$

Yanal uzama titreşim modunda (31) elastik uyum katsayısı s_{11}^E plakasal numunelerden ölçülen f_r ve f_a değerleri ile Eşitlik 3.12 vasıtasıyla, s_{33}^D ve s_{33}^E Eşitlik 3.13 ve 3.14 ile hesaplanabilmektedir [24], [106], [110]. Ayrıca Eşitlik 3.6'dan hesaplanmış olan k_{33} değerlerini kullanarak Eşitlik 3.15 ile s_{33}^E hesaplanabilmektedir. [107]. Boyca kayma numunesi aracılığı ile ise 15 titreşim türüne ait katsayıları s_{44}^D ve s_{44}^E ; bu titreşim türünde ölçüm için üretilen numuneden alınan rezonans spektrumundaki en güçlü pike (2. pik olmaktadır) ait f_r ve f_a değerleri kullanılarak Eşitlik 3.16 ve 3.17 ile hesaplanmaktadır. Eşitlik 3.16 da ifade edilen ' l ' değeri kayma numunesinin kalınlığı olmaktadır ve tablo 3.1 de bu durum ayrıca görülmektedir. s_{12}^E ve s_{13}^E katsayıları ise Eşitlik 3.18 ve 3.19'daki formüller ile hesaplanmaktadır [19], [110]. s_{66}^E Elastik uyum katsayısı ise Eşitlik 3.20 kullanılarak kolayca hesaplanabilmektedir [107], [111].

$$s_{11}^E = \frac{1}{4\rho(lf_r)^2} \quad (3.12)$$

$$s_{33}^D = \frac{1}{4\rho(tf_r)^2} \quad (3.13)$$

$$s_{33}^E = \frac{s_{33}^D}{(1 - k_{33}^2)} \quad (3.14)$$

$$s_{33}^E = \frac{d_{33}^2}{\varepsilon_{33}^T k_{33}^2} \quad (3.15)$$

$$s_{44}^D = \frac{1}{4\rho(lf_a)^2} \quad (3.16)$$

$$s_{44}^E = \frac{s_{44}^D}{(1 - k_{15}^2)} \quad (3.17)$$

$$s_{12}^E = \frac{2d_{31}^2}{\varepsilon_{33}^T \varepsilon_0 k_p^2} \quad (3.18)$$

$$(s_{13}^E)^2 = \frac{1}{2} \left[s_{33}^E (s_{11}^E + s_{12}^E) - \frac{(s_{11}^E + s_{12}^E)}{c_{33}^E} \right] \quad (3.19)$$

$$s_{66}^E = 2(s_{11}^E - s_{12}^E) \quad (3.20)$$

c_{33}^E elastik sıkılık katsayısını hesabı için ilk olarak c_{33}^D değeri hesaplanmak zorundadır. c_{33}^D ince bir disk veya 31 titreşim modundaki yanal uzama numunelerinin kalınlık modundaki f_a değeri kullanılarak hesaplanabilir. Bu hesaplamaya ait Eşitlik 3.21’de verilmiştir. [107], [112]. Bu hesaplamayı takip eden süreçte Eşitlik 3.22 ile c_{33}^E katsayısı elde edilmektedir [107], [109].

$$c_{33}^D = 4\rho(tf_a)^2 \quad (3.21)$$

$$c_{33}^E = c_{33}^d(1 - k_t^2) \quad (3.22)$$

Piezoelektrik yük sabitleri hesaplanırken yanal uzama (31) için Eşitlik 3.23, boyca uzama (33) için Eşitlik 3.24 ve kayma modu (15) için Eşitlik 3.25 kullanılmaktadır [24], [106], [107]. Ancak 33 boyca numunesinin kutuplama güçlüğü

ve boyutların tablo 3.1’deki sınırlamalara tam anlamıyla sadık kalınarak üretilmemesi nedeniyle d_{33} metre cihazından (Berlincourt) alınan ölçüm sonucu kullanılmıştır.

$$d_{31} = k_{31} \sqrt{\varepsilon_{33}^T S_{11}^E} \quad (3.23)$$

$$d_{33} = k_{33} \sqrt{\varepsilon_{33}^T S_{33}^E} \quad (3.24)$$

$$d_{15} = k_{15} \sqrt{\varepsilon_{11}^T S_{44}^E} \quad (3.25)$$

Mekanik kalite faktörü (Q_m) hesabının yapılması için; ince seramik bir diskin radyal moduna ait f_r ve f_a değerlerinin bilinmesine ek olarak, rezonans frekansındaki empedans değeri Z_m (Ω) ve 1 kHz frekans değerinde ölçülmüş olan kapasitans C (F) değerleri de bilinmelidir. Bu bilgiler kullanılarak Eşitlik 3.26 aracılığı ile hesaplama yapmak mümkündür [24], [106], [107]. Yalnız şu hususu belirtmekte fayda bulunmaktadır. IEEE standardına uyarak yapılan Q_m hesabında, empedans spektrumundaki f_a ve f_r pik genişlikleri aynı kabul edilmektedir [24]. Ancak gerçekte durum bundan farklıdır ve bu sebeple Q_m hesabı için farklı yaklaşımların da mevcut olduğu göz ardı edilmemelidir.

$$Q_m = \frac{1}{2\pi Z_m f_r C} \left(\frac{f_a^2}{f_a^2 - f_r^2} \right) \quad (3.26)$$

3.5. ATILA SEA Programı ile Model Tasarımları

ATILA, piezoelektrik dönüştürücü ve özellikle SONAR uygulamaları için geliştirilmiş sonlu elemanlar analiz programıdır. Bu program aracılığı ile çeşitli geometrilerde cihaz tasarımı yapmak mümkündür. Tez kapsamında geliştirilen cihazların modellenmesi bu program vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Böylelikle disk, yarı küre ve esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımları farklı parametrelere göre modellenmiş ve sonrasında ise analiz hesaplamaları yaptırılmıştır. Sırayla bu tasarımlar alt başlık içinde anlatılmaktadır.

3.5.1. Disk Geometrisinde Standart Numune Modellemesi

Disk şeklindeki bir örneğin modellenmesindeki amaç deneysel olarak elde edilen sonuçların, hesaplanmış olan elektromekanik özellikler matrisindeki katsayıları kullanarak yapılmış model sonuçları ile kıyaslanarak; mevcut hesaplamaların doğruluğunu kanıtlamaktır. Bu amaçla ATILA programının çizim aracı olan GID 10.0 ile deneysel olarak hazırlanmış disklerin 1mm kalınlık ve Ø 26.7 mm olacak biçimde benzer modeli çizilmiştir. Çizim 2 boyutlu (2D) yapılmıştır. Disk geometrisinin eksenel simetrik oluşundan dolayı yarı kesit çizilmiştir. Hesaplaması gerçekleştirilen özellikler matrisi veri girdi olarak programa işlenmiştir. Bu girdi sonrasında malzeme ataması çizim üzerinde yapılmıştır. Takip eden süreçte polarizasyon türü ve yönü, yüzey elektrotları atanarak 1 kHz ile 2.5 MHz frekans aralığında program çalıştırılmıştır. ATILA-SEA kullanım detayı literatür kısmında (bkz. 2.4.2) detaylandırılmıştır Program çıktılarına ait sonuçlar bölüm 4.3 içerisinde açıklanmaktadır.

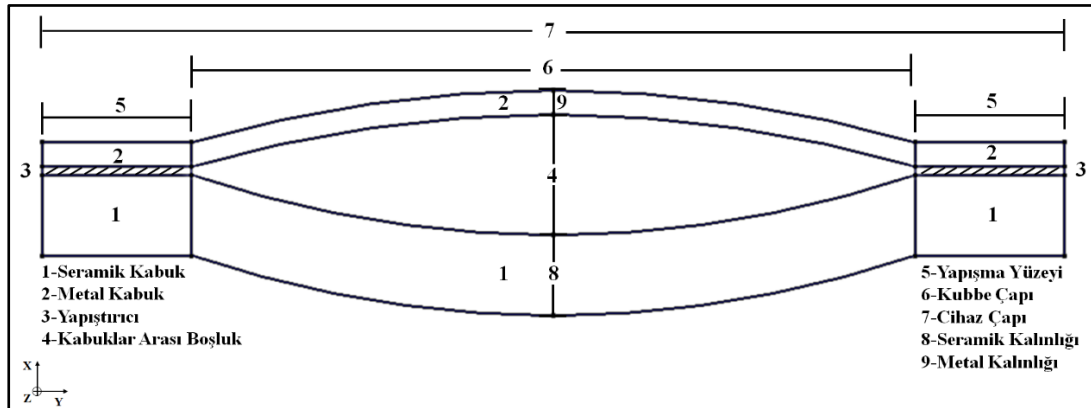
3.5.2. İçi Boş Küre Formunda (Hidrofon) Dönüştürücü Modellemesi

Tam küre formunda çizime geçmeden önce, yarı küreler GID 10.0 ara yüz programı ile 2D’de çeyrek daire biçiminde çizilmiştir. Hesaplaması gerçekleştirilen özellikler matris veri girdi olarak programa işlenmiştir. Bu girdi sonrasında malzeme ataması çizim üzerinde yapılmıştır. Takip eden süreçte polarizasyon türü ve yönü, yüzey elektrotları atanarak 1 kHz ile 300 kHz frekans aralığında program çalıştırılmıştır Daha sonra ATILA SEA programı bu modeller üzerinde çalıştırılmış ve çıkan sonuçlar ile deneysel bulgular kıyaslanmıştır. Takip eden süreçte eksenel simetriye sahip tam küre formunu oluşturmak için ise yine 2D’de çizilen çeyrek dairenin hem X hem de Y ekseninde kesiştiği bölgelerde deplasmana izin verilmeyen bölgeler eklenmiştir. Cihazın modelinin ilerleyen safhalarında ise, küre yüzeyine polimerik bir kaplayıcı malzemesi simülasyon ortamında eklenmiştir. Bir sonraki aşama olarak bu polimerik kaplama yüzeyinden itibaren yine çeyrek daire dilimi olacak şekilde su çalışma ortamı olarak uygulanmıştır. Yine gerekli temel sınır koşulları programa girildikten 1 kHz ile 300 kHz frekans aralığında program çalıştırılmıştır. ATILA-SEA kullanım detayı literatür kısmında (bkz. 2.4.2) detaylandırılmıştır. Hem su hem de hava ortamında elde edilen tasarım çıktıları ile

asıltı döküm ile üretilmiş olan küre formundaki numunelerin özellikleri saptanarak, bu bulgular bölüm 4.4'te tartışılmıştır.

3.5.3. Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Model Tasarımları

Tez kapsamında geliştirilen bu model tasarımı yine 2D'da cihazın kesit görüntüsünün XY düzleminde çizimiyle oluşturulmuştur. Bu tasarımda yine eksenel simetri söz konusu olduğundan X eksenini üzerindeki Y doğrultusunda hareketsiz hat oluşturularak, model simüle edilmiştir. Şekil 3.7'de tasarlanmış olan dönüştürücünün kesit görüntüsü yer almaktadır. 5 farklı parametreye bağlı olarak çeşitli tasarımlar hazırlanmış ve program ortamında sürümleri gerçekleştirilerek sonuçlar sistematik olarak kıyaslanmıştır. Bu tasarım süreçleri sonunda performans değerleri uygun olan modellerin üretimi için kalıp tasarımları yapılmıştır. ATILA-SEA kullanım detayı literatür kısmında (bkz. 2.4.2) detaylandırılmıştır Başlık 3.6 altında esnek gerilmeli dönüştürücülerin üretim aşamaları özet olarak ifade edilmektedir.



Şekil 3.7: Yeni nesil 'Deniz Kabuğu' formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün 2 boyutta şematik gösterimi

3.6. Hidrofon ve Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Prototip Cihaz Üretimi ve Karakterizasyonları

İçi boş küre formunda seramikler asıltı döküm yöntemiyle PZN-PZT ve PNN-PZT kompozisyonlarından üretilmişlerdir. Şekil 3.8'de asıltı döküm yöntemiyle üretilmiş farklı çaplarda içi boş yarı küreler yer almaktadır. Kürelerin boyutları Ø 14-25.5 mm çap aralığında olup duvar kalınlıkları $\approx 1.2-2$ mm'dir. Yarı kürelerin elektrotlarının (ESL 9910C) ısıtılma işleminden sonra kutuplama işlemi 10 dk. süreyle

kompozisyona bağı olarak 20-25 kV/cm DC elektrik alan altında yine kompozisyona bağı olarak oda sıcaklığı veya 120°C silikon yağ banyosu içinde gerçekleştirilmiştir. Kutuplama işleminden 24 saat süre sonra admitans, faz açısı, dielektrik kayıp değerleri LCR metre kullanılarak 1 kHz-300 kHz frekans aralığında yapılmıştır.



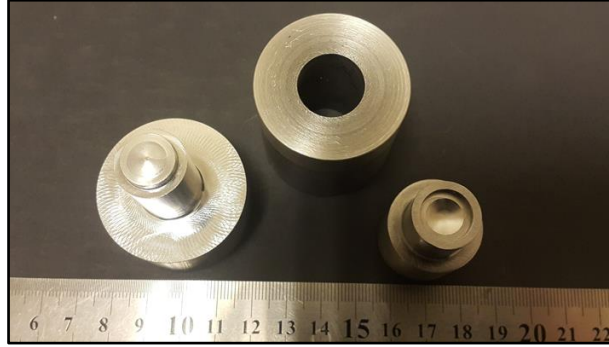
Şekil 3.8: Asıltı döküm yöntemiyle üretilmiş gümüş elektrot kaplı farklı çaplarda içi boş yarı küreler.

Yarı kürelerin hava ortamı karakterizasyonu gerçekleştirildikten sonra kablo bağlantılarını yapmak için yarı kürelerden bir tanesinin kubbe tepe merkez noktasından 2 mm çapında delik açılmıştır. Her iki yarı küre oda sıcaklığında kürlenmiş epoksi ile birleştirilerek tam küre formuna kavuşturulmuştur. Kürlenme işlemi sonrasında admitans ölçümleri alınmış ve takip eden süreçte Şekil 3.9’da görüldüğü üzere poliüretan (Biresin U1305, Sika Almanya GmbH) ile kaplanarak hava ortamında su altı ölçümleri alınmak üzere hazır hale getirilmiştir. Su altı ölçümleri Koç Bilgi Savunma su altı laboratuvarında yapılmış olup, ATILA SEA ve deneysel bulgular kıyaslanarak sonuçlar bölümünde tartışılmıştır.



Şekil 3.9: Su altı akustik ölçümü için hazırlanmış poliüretan kaplı hidrofon.

Tez kapsamında üretilecek olan esnek gerilmeli cihaz prototipi şekil 3.7’de görüldüğü gibi 2 parçalıdır. Birincil parçayı metal kabuk oluştururken, ikinci ana bileşen ise seramik kabuktur. Metal kabuk üretimi için tek eksenli pres kullanılmıştır. Pres işlemini gerçekleştirmek amacıyla Şekil 3.10’da görülen 1040 takım çeliğinden yapılmış olan kalıp kullanılmıştır. Kalıbın modellenmesi Solidworks programı vasıtasıyla yapılmış ve CNC de işlettirilmiştir.



Şekil 3.10: Metal kabuk üretiminde kullanılan pres kalıbı.

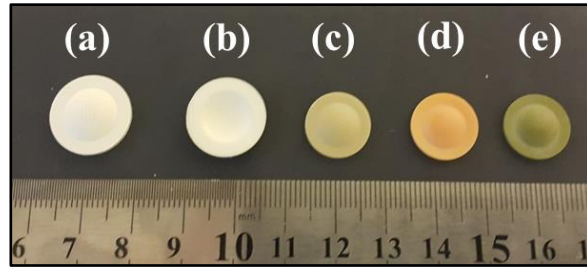
Metal kabuk için referans boyutları $\varnothing$ 13 mm genel $\varnothing$ 9mm kubbe $\varnothing$ 9mm çapıdır. Pres kalıbı için metal parçalar 0.3 mm kalınlığında pirinç plakalardan punç kullanılarak kesilmiş ve $\varnothing$ 9mm çapları temizlendikten sonra 20 MPa yük altında 30 sn süreyle tutularak kapaklar şekillendirilmiştir.



Şekil 3.11: Seramik kabuk üretiminde kullanılan toz pres kalıbı.

Seramik kapakların üretiminde ise Şekil 3.11’de görülen 1040 takım çeliğinden işlenmiş toz pres kalıbı kullanılmıştır. Seramiklerin sinterleme sonrası ortalama çekme miktarları göz önünde tutularak kalıp $\varnothing$ 16 mm genel $\varnothing$ 10.6 mm kubbe $\varnothing$ 10.6 mm kulakçık genişliği ve derinlik 1.25 mm olacak şekilde ayarlanmıştır. Bağlayıcı

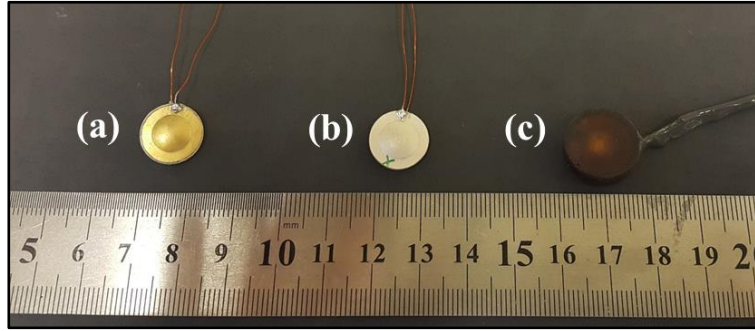
takviyesi yapılmış olan seramik tozları yaklaşık 100 MPa yük altında 2 dakika tutulmak suretiyle şekillendirilmiştir. Şekil 3.12’de şekillendirme ve ısıtma işlemi sonrası üretilmiş olan seramik kabukların görüntüsü yer almaktadır. Sinterleme işlemi sonrasında kabuklar gümüş elektrot (ESL 9910C) ile kaplanmış ve kutuplama işlemi 10 dk. süreyle kompozisyona bağlı olarak 20-25 kV/cm DC elektrik alan altında yine kompozisyona bağlı olarak oda sıcaklığı veya 120°C silikon yağ banyosu içinde gerçekleştirilmiştir. Her kabuktan kutuplamadan 24 saat sonra 1-300 kHz frekans aralığında admitans spektrumları ölçümleri alınmıştır.



Şekil 3.12: Pres ile şekillendirilmiş seramik kabuklar, a) ve b) yaş haldeki seramik kabuğun iç ve dış görünümü, c) sinterleme sonrası PZT-5A seramik kabuk, d) sinterleme işlemi sonrası PZN-PZT seramik kabuk, e) sinterleme işlemi sonrası PNN-PZT seramik kabuk.

Admitans ölçümleri alındıktan sonraki süreçte seramik ve metal kabukların birbirine yapıştırılarak birleştirilmesi suretiyle de cihaz oluşturulmuştur. Seramik ve metal kabukların yapıştırıcı ara yüzeyinden 3 farklı yapıştırıcı türü denenmiştir. Bunlar sırasıyla polimerik gümüş pasta (ESL 1120), tek bileşenli epoksi (2280E- Threebond) ve 2 bileşenli epoksidir. (JALALCON-S) 2 bileşenli epoksi oda sıcaklığında kürlenirken, polimerik gümüş ve tek bileşenli epoksi 150°C ve 120°C sıcaklıklarda kürlenmektedirler. Bu nedenle yapıştırıcı uygulaması sonrasında etüv fırında gerekli sıcaklıklarda 1-2 saat tutularak yapışma sağlanmaya çalışılmıştır. Kürleme işleminden sonra admitans ölçümleri alınarak birbiriyle kıyaslanmıştır. Bu mukayese sonrasında polimerik gümüş kullanılmasına karar verilmiştir. Zira yalıtkan türevdeki tek ve iki bileşenli yapıştırıcılarda metal kabuk ve seramik kabukların kenar kontağını sağlamak için ikincil bir iletken gümüş epoksi uygulaması gerekmektedir ve yapışma yüzeyinde birbirinden farklı 2 yapıştırıcı kullanılması, yapışma sorunlarına yol açmakta ve admitans spektrumlarına bu durum etki etmektedir. Ticari PZT ve PZN-PZT kompozisyonlarının paraelektrik faz geçiş sıcaklıklarının 200°C üzerinde olması

kürleme işleminde bir depolarizasyon durumu doğurmazken, PNN-PZT kompozisyonunun 160°C civarında faz geçişi mevcut olduğundan yapıştırma işlemi sonrasında tekrar 25 kV/cm elektrik alan altında oda sıcaklığında kutuplama işlemine tabi tutulmaktadır. Şekil 3.13a ve Şekil 3.13b’de birleştirme işlemi sonrasında cihazların görünümü yer almaktadır. Şekil 3.11c ise poliüretan (Biresin U1305, Sika Almanya GmbH) kaplaması gerçekleştirilmiş olan cihaza ait görünüm yer almaktadır.



Şekil 3.13: Esnek gerilmeli dönüştürücü prototipin, a) üstten görünümü, b) alttan görünümü, c) poliüretan kaplaması sonrası görünümü.

Kabuk formundaki seramik numuneler ile metal ile seramik kabukların birleştirilmesiyle oluşturulan cihazların kutuplama işleminden 24 saat süre sonra admitans, faz açısı, dielektrik kayıp değerleri LCR metre ve empedans analizör (Keysight E4990A) kullanılarak 1kHz-300kHz frekans aralığında yapılmıştır. Bu ölçümlere ait bulgular sonuçlar bölümünde irdelenmiştir. Su altı ölçümleri ise Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Aygıt Tasarım, Benzetim, Üretim & Karakterizasyon Laboratuvarı (No: 242) laboratuvarında gerçekleştirilmiş olup, deneysel bulgular ve ATILA program çıktıları sonuçlar bölümünde tartışılmıştır.

4. SONUÇLAR VE İRDELEME

4.1. Isıl İşlem Sonrası Faz ve Mikroyapı Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

X-ışını kırınımı analizi faz oluşumunun tespitinde kullanılan önemli bir yöntem olup bilimsel çalışmanın ileri safhalarına geçilmeden önce yapılması önem arz etmektedir. Bu bağlamda tez çalışması dâhilinde sentezlenmiş toz ve üretimi yapılmış olan seramik parçaların faz analiz sonuçları alt başlıklar içerisinde ayrı olarak irdelenmiştir. Ayrıca seramik parçaların sinterleme işlemi sonrası mikroyapı oluşumlarına ait bulgular 4.1.2. konu başlığı altında tartışılmıştır.

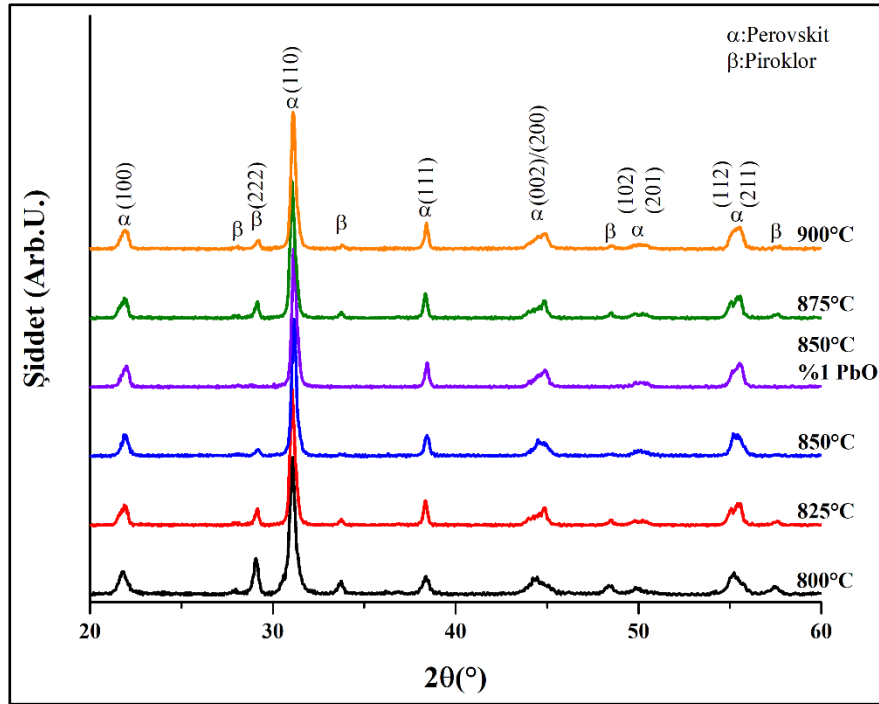
4.1.1. PZN-PZT ve PNN-PZT Seramik Kompozisyonlarının Sentez Aşaması Faz Oluşum Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Bu tez çalışmasında ticari PZT kompozisyonları (PZT4, PZT5A, PZT5H ve PZT8H) kullanımına ek olarak PZN-PZT ve PNN-PZT olmak üzere iki farklı seramik kompozisyonu sentezlenerek kullanılmıştır. Üretilmiş olan bu her iki kompozisyonun, ısıl işlem sonrası alınmış X-ışını kırınım desenleri ve bu desenlere ait sonuçlar bu başlık altında tartışılmaktadır.

Relaksör özellik sergileyen PZN katı eriyiğinin tek kristalin ve polikristal formları rombohedral simetriye sahip olup, PZN polikristalin formda ikincil ve istenmeyen bir faz olan piroklor oluşumu olmaksızın üretimi oldukça güçtür [41], [113]. Literatürde ikincil faz oluşumunu engellemek adına, kararlı perovskit bileşenlerden olan PZT, BT, PT ile alaşımlandırma söz konusudur [41], [45]. Bu bağlamda da hem perovskit yapıyı stabilize etmek hem de PZT'nin sahip olduğu yüksek elektrik ve elektromekanik özellikleri kullanmak amacıyla, tez çalışma kapsamında öncül çalışma olarak 0.4PZN-0.6PZT Zr:Ti 48:52 kompozisyonun sentezi literatürden faydalanılarak sentezlenmiştir [60]. 800-900°C sıcaklıklar arası 4 saat süre ile üretilmiş olan tozların kırınım desenleri Şekil 4.1'de yer almaktadır. Tüm sıcaklık değerlerinde $2\theta=29^\circ$ civarında ikincil faz pikine rastlanmıştır. Bu pik JPDS PDF#00-034-0394 veri tabanında piroklor fazıyla örtüşmektedir. Literatürden bilindiği üzere Pb^{2+} iyonunun kutuplanabilirliğinin yüksek oluşu ve Zn^{2+} iyonu ile olan etkileşimlerinin sonucu olarak meydana gelen sterik veya elektrosterik etkileşimler

piroklor fazını termodinamik olarak kararlı hale getirmektedir [41], [54]. Ek olarak başka bir çalışmada piroklor fazın bir ara yani öncül bir faz olduğu ve artan sentez sıcaklığında kaybolduğu rapor edilmiştir [58], [114]. Genel itibariyle perovskit faz oluşumunun birim hücre boyutu ile alakalı olduğu bilinmektedir ve Goldschmit, perovskit oluşumu için gerekli ortak iyon çapları arasındaki ilişkiyi tolerans faktörü (t) ile açıklamıştır [43]. Eşitlik 4.1 ile tolerans faktörü çözümlenmektedir. Rödel ve arkadaşları “ t ” değerinin perovskit yapı için $0.9 < t < 1.1$ aralığında olduğunu ifade etmektedir [115]. 0.4PZN-0.6PZT Zr:Ti 48:52 için $t \approx 0.98$ olmaktadır.

$$t = \frac{r_A + r_O}{\sqrt{2}(r_B + r_O)} \quad (4.1)$$



Şekil 4.1: Farklı sıcaklıklarda kalsinasyon işlemine tabi tutulmuş olan 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonuna ait X-ışını kırınım desenleri.

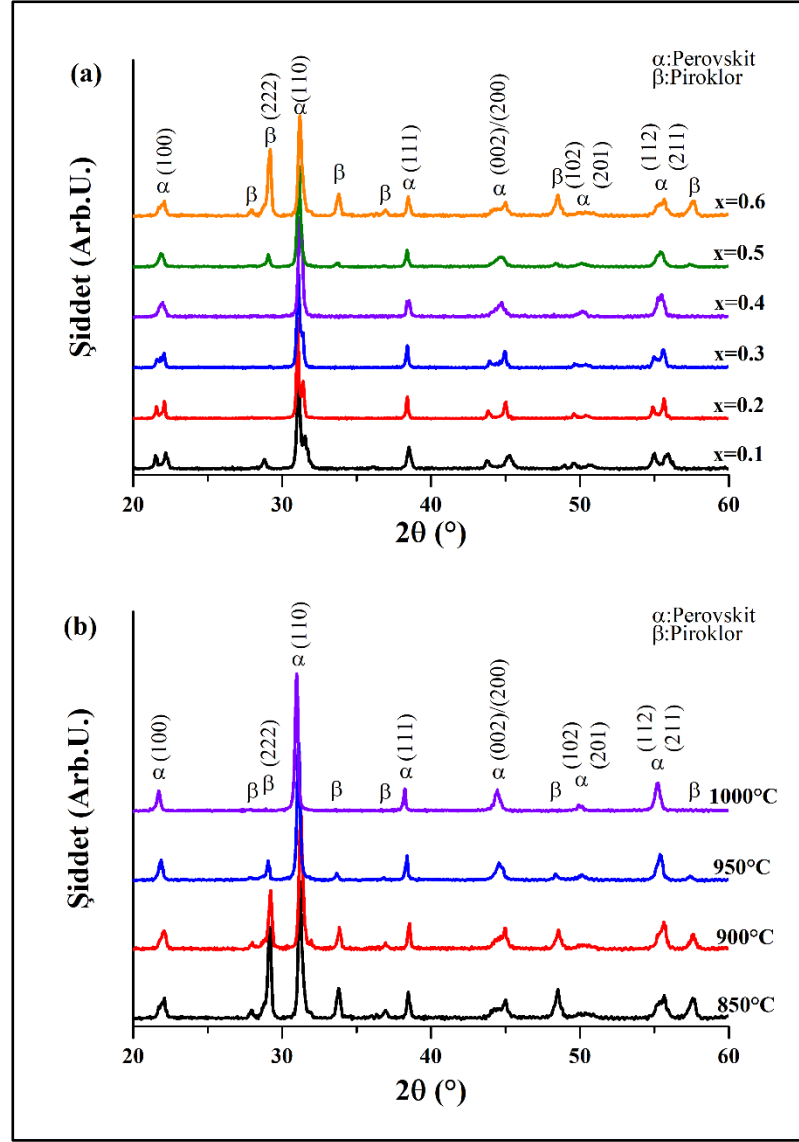
Ek olarak PbO'nun 867°C ve yukarısındaki sıcaklıklarda buharlaşarak yapıyı terk etmesi ikincil faz oluşumuna sebebiyet vermektedir. Fakat kalsinasyon çalışmasının bu buharlaşma sınır sıcaklığından daha düşük bir mertebeden başlatılması durumunda dahi ikincil faza rastlanması, bu ikincil fazın aslında daha düşük sıcaklıkta oluşmaya başlayan öncül fazın bir kalıntısı olduğu ihtimalini ortaya çıkarmaktadır. Yine Şekil 4.1'e bakıldığında bu ikincil fazın 850°C değerine kadar

azaldığı bu sıcaklıktan sonra ise artan buharlaşma neticesinde tekrardan kuvvetlendiği görülmektedir ve beklenen bir durumdur. Kompozisyonlara ait perovskit faz oluşum yüzdeleri eşitlik 4.2'ye göre hesaplanmıştır [116]. Eşitlikte yer alan I_{perov} , I_{piro} sırasıyla; perovskit faza ait (110) düzlemi ve piroklor fazına ait (222) düzlem piklerinin XRD deseninde yer alan şiddet değerlerini ifade etmektedir.

$$\% Perovskit = \frac{I_{perov}}{(I_{perov} + I_{piro})} \quad (4.2)$$

Eşitlik 4.2 kullanılarak perovskit faz oluşum miktarı hesaplandığında 850°C sıcaklıkta %95 civarında perovskit fazının elde edildiği saptanmıştır. Hem kurşun kaybını dengelemek hem de kalıntı olan ikincil fazın, perovskit faz dönüşümünü sağlamak amacıyla yine 850°C 4 saat süreyle gerçekleştirilen işlemde, toz harmanına molce %1 PbO ilavesi gerçekleştirilmiştir. Fazladan PbO ilavesinin sonucu olarak bahsi geçen kalsinasyon rejiminde >%99 perovskit faz oluşumunun elde edildiği saptanmıştır. Elde edilmiş olan tozun kırınım desenlerinin, JPDS PDF 00-022-0662 ve 0663 kartlarındaki karakteristik kırınım desenleriyle örtüştüğü gözlemlenmiştir.

Bu çalışmadan hareketle PZN'nin [xPZN-(1-x)PZT] formülünce farklı oranlarda PZT ile alaşımlandırılması ve sabit PZN (x=0.4) miktarında Zr:Ti oranlarının değiştirilmesinin perovskit fazın simetrisi üzerindeki etkileri incelenmiştir. Şekil 4.2 bu çalışmalara ait kırınım desenleri görülmektedir. Bu çalışmalarda hazırlanan tüm toz karışımlarına artık oranda molce %1 PbO ilavesi yapılmasına rağmen Şekil 4.2a göz önüne alındığında PZN miktarının artması neticesinde piroklor faz oluşumunun meydana geldiği saptanmıştır. Bu sonuç literatürde rapor edilen bulgularla örtüşmektedir [41], [45], [58]. Ayrıca PZN polikristalin formda üretilirken Şekil 4.2a'ya bakıldığında sabit Zr:Ti (48:52) oranı için x=0.1-0.6 aralığında perovskit fazının simetrisinin tetragonelden rombohedralle dönüştüğü 45° civarındaki (200) düzlemine ati piklerin ayrışmasından anlaşılmaktadır. Literatürde artan PZN miktarına bağlı olarak sentez sıcaklığının piroklor içermeyen saf bir perovskit faz eldesi için daha yüksek sıcaklıklar gerektirdiğini ifade etmektedir [58]. Nitekim bu çalışmada da artan PZN miktarıyla birlikte perovskit faz oluşumu 850°C'de kalsinasyon işlemi için

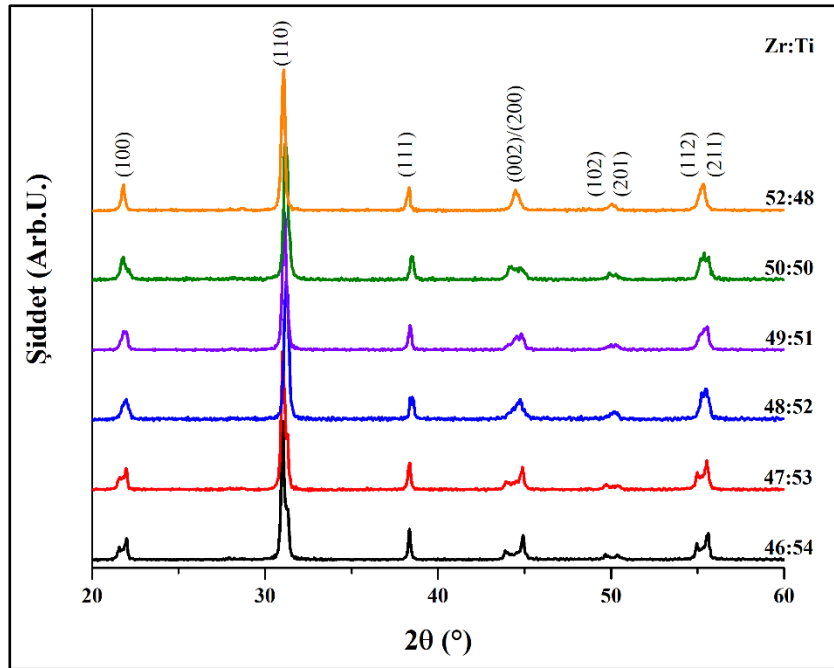


Şekil 4.2: xPZN-(1-x)PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonlarının, a) 850°C 4 saat süreyle ısıtılmasına ait, b) x=0.6 kompozisyonunun farklı sıcaklıklardaki sentez işlem sonucuna ait X-ışını kırınım desenleri.

düşmektedir. Eşitlik 4.2 kullanılarak yapılan faz oluşum hesabında; özellikle x=0.6 kompozisyonu için 850°C sıcaklıkta yapılmış olan sentez işlemi neticesinde perovskit faz oluşum miktarının %60 olduğu saptanmıştır. Aynı şekilde x=0.1 ve x=0.5 bileşimlerinde de yine ikincil fazlara rastlanmış olup perovskit faz oluşum oranları %94-95'dir. Fakat x=0.6 kompozisyonu için 850-1000°C arasında yeni bir kalsinasyon sıcaklığı araştırması yapılmış olup Şekil 4.2b'de görüldüğü üzere 1000°C 4 saat süreyle gerçekleştirilen ısıtılmanın perovskit fazın mevzu bahis kompozisyonda elde edilmesi için uygun olduğu görülmüştür. Faz oluşum miktarı >%99'dur. Bu sonuçlara ek olarak Şekil 4.2a incelendiğinde, perovskit faz oluşum miktarı haricinde;

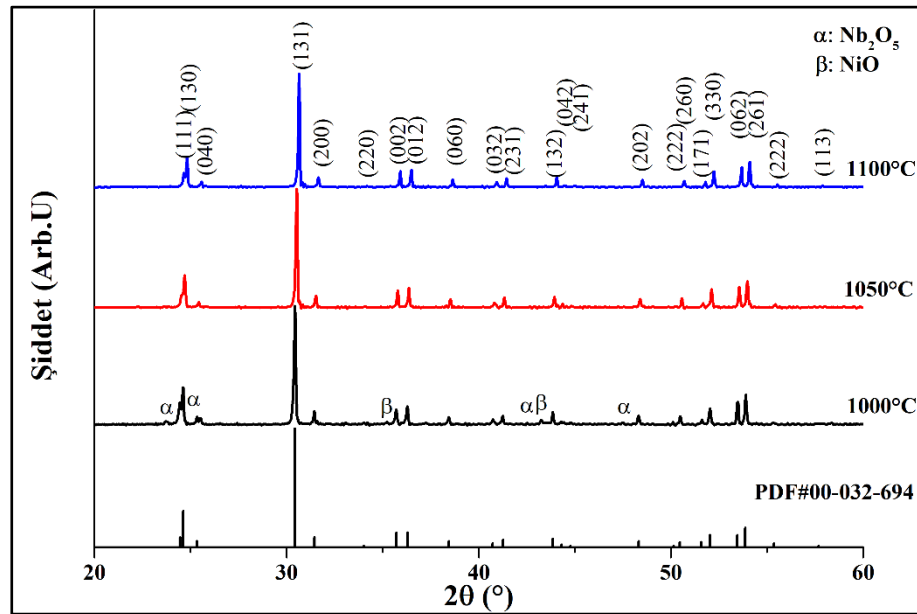
faza ait simetrisinin de tetragonalden rombohedral simetriye doğru deđiřtiđi sonucu çıkarılabilmektedir. Bu sonuç ise literatürde yapılmıř alıřmalar ile örtüřmektedir [41], [42], [45], [58].

PZN miktarı haricinde kristal simetriye etki eden diđer bir faktörün; PZT bileřimi ieriđindeki Zr:Ti oranının olduđu ayrıca eřitli arařtırmacılar tarafından rapor edilmiřtir [42], [117], [118]. Bu nedenle farklı Zr:Ti oranları ön alıřmada kullanılmıř olan $x=0.4$ kompozisyonu iin denenmiřtir. Zr:Ti oranındaki deđiřimin etkisi sadece simetri ile sınırlı olmayıp, yapı özellik iliřkisi de ortaya konmaktadır. Kompozisyonel olarak morfotropik faz sınırının belirlenmesi PZN oranı haricinde, Zr:Ti miktarları ile de ilintilidir. PZT seramiđi iin morfotropik faz sınırında yer alan kompozisyonların sahip oldukları oklu simetriden dolayı elektriksel özelliklerinin yüksek olduđu bilinmektedir [119], [120]. Benzer bir durum PZN seramiđi iinde geerlidir. Literatürde eřitli PZN-PZT oranları iin MFS kompozisyonları saptanmaya alıřılmıřtır [45], [55]. Bu alıřmada da morfotropik kompozisyonun tayin edilmesine alıřılmıřtır. řekil 4.3'te farklı Zr:Ti oranlarında 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonu iin toz sentez sonucuna ait kırınım deseni yer almaktadır. Görüldüđu üzere ikincil bir faz olmaksızın, perovskit yapının hâkim olduđu toz üretimi gereklemiřtir.



řekil 4.3: x PZN-(1- x)PZT $x=0.4$ kompozisyonu iin farklı Zr:Ti oranlarına göre 850°C 4 saat süre ile gerekleřtirilen sentez iřlemine ait kırınım desenleri sonuçları.

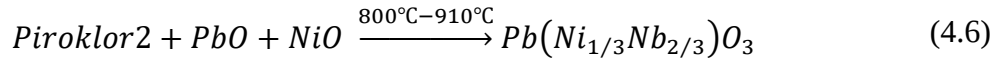
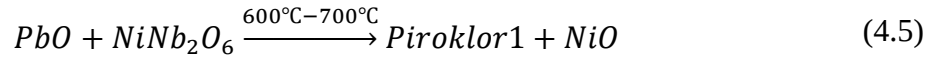
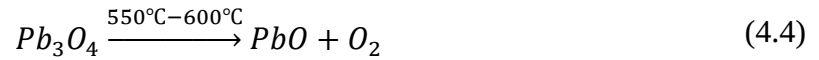
Zr:Ti oranının perovskit yapıda hâkim olan simetriye etki ettiği sonucuna varılabilmektedir. Zr:Ti oranının simetriye etkisi yoğunlaştırma işlem aşamasında detaylı olarak irdelenmektedir. Bu çalışmada kullanılan diğer bir piezoseramik kompozisyon olan PNN-PZT kompozisyonunun sentezlenmesi, deneysel başlık altında anlatıldığı üzere iki aşamada yapılmıştır. İlk aşamada üretilen bileşen NiNb_2O_6 fazına aittir ve Şekil 4.4'te 1100°C 4 saat süreyle kalsinasyon işlemine tabi tutulmuş tozun kırınım deseninde ortorombik kristal yapıya sahip JPDS veri tabanında PDF#00-032-0694 no'lu NiNb_2O_6 (columbite) fazıyla örtüştüğü açıkça görülmektedir. 1100°C 'den daha düşük sıcaklıklarda yapılan sentez işlemlerinde ikincil faz varlığı olarak NiO ve Nb_2O_5 tespit edilmiştir. Bu kalıntı fazların özellikle NiO varlığının düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde tespit edildiği Liou ve arkadaşlarının 2010 yılında gerçekleştirdiği çalışmada rapor edilmiştir. Columbite fazının, $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ formuna daha yüksek sıcaklık değerlerine çıkıldıkça dönüşmeye başladığı ifade edilmiştir [101], [121]. Fakat bu tarz bir dönüşümün bu çalışmada sıcaklığın daha yüksek mertebelere taşınmaması nedeniyle görülmemektedir.



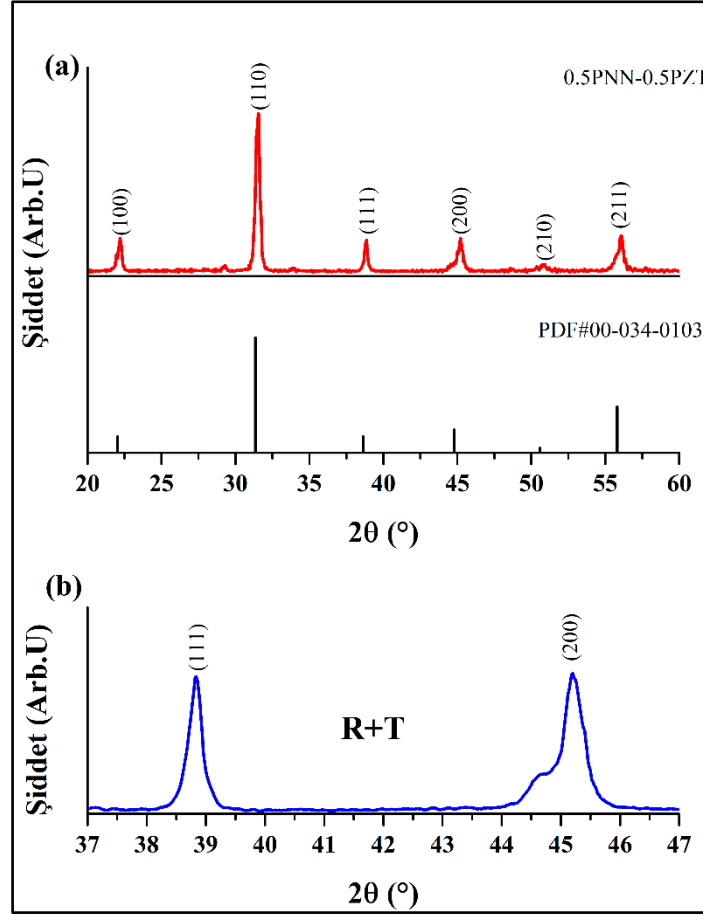
Şekil 4.4: NiNb_2O_6 (Columbite) fazının farklı sıcaklıklarda sentez sonuçlarına ait X-ışını kırınım desenleri.

Ek olarak, bu kalıntı fazları içeren tozların ikincil bir kalsinasyon işlemi sonrasında tek fazlı duruma geldiği tespit edilmiştir. Ancak ikincil bir kalsinasyon işlemi ise deneysel süreçleri uzatacağından dolayı, çalışmanın ilerleyen safhalarında

kalsinasyon sıcaklığı olarak 1100°C kullanılmıştır. Takip eden süreçte bu öncül toz, literatürde yüksek özellik sergilediği rapor edilmiş olan [70], [74], [76], [122]. 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonunun sentezi için kullanılmıştır. PNN seramiğinin oluşumuna ait aşamalar TGA/DTA analizleri ve faz ile mikroyapı analizleri sonucu 4 safhalı olarak tespit edilmiş [71] ve bu aşamalar sırasıyla aşağıdaki gibi verilmiştir.



Bu sonuca binaen 1000°C 4 saat süreyle gerçekleşen toz sentez işlemi sonrasında alınan kırınım desen sonucu Şekil 4.5a’da görülmektedir. JPDS veri tabanı ile yapılan eşleşmede ise kalsine edilmiş olan tozun JPDS PDF#00-034-0103 veri kartı ile örtüştüğü saptanmıştır. Kalsinasyon sürecinde perovskit fazı >%98 olarak elde edilmiştir. Şekil 4.5b’de ise 38° ve 45° civarındaki (111) ve (200) düzlem piklerinin daha yavaş bir taramaya ait desen gösterimidir. Sabit Zr:Ti (0.50:0.50) ve farklı PNN oranlarında, Vittayakorn ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada 0.8PNN içeren kompozisyonun MFS olduğu, ayrıca PNN miktarına bağlı olarak MFS sınır içerisinde faz simetrisinin rombohedralce zengin bölgeden tetragonalce zengin bölgeye kaydığını ifade etmişlerdir. Fakat Vittayakorn ve arkadaşlarının çalışmasında Zr:Ti oranı 50:50’dir [70]. Bu tez çalışmasında da benzer şekilde 45° civarındaki (200) düzlemine ait pikte ayrışma olduğu açıkça görülmektedir. Fakat 38° civarındaki (111) düzlem pik incelendiğinde ise belirgin bir ayrışma gözlenmemiştir. 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu üzerinde Zr:Ti oranlarının etkisi detaylı olarak çalışılmıştır ve bu kompozisyonlardan biri olan Zr:Ti 30:70 kompozisyonunun MFS’ye yakın olduğu fakat tetragonalce zengin olduğu ifade edilmiştir [74], [76].



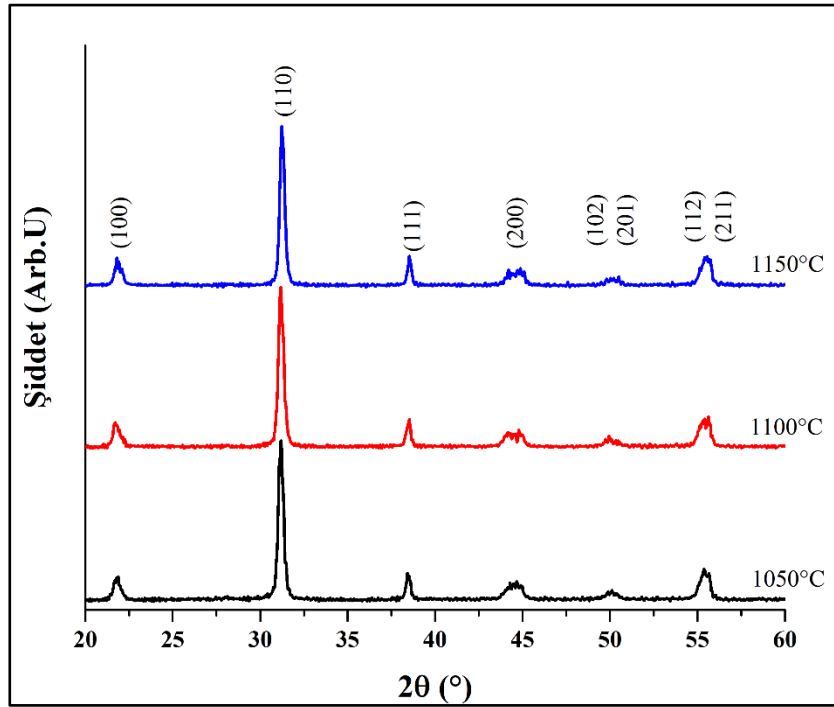
Şekil 4.5: 1000°C 4 saat süreyle kalsinasyon işlemi sonrası 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonuna ait, a) genel X-ışını kırınım deseni, b) (111) ve (200) piklerinin detaylı gösterimi

4.1.2. PZN-PZT ve PNN-PZT Seramik Kompozisyonlarının Sinterleme Aşaması Faz ve Mikroyapı Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

PZN-PZT seramik kompozisyonunun ısı işlem sıcaklığının tespitinde, 0.4PZN-0.6PZT Zr:Ti 48:52 kompozisyonu başlangıç için seçilmiş ve sırasıyla 1050, 1100 ve 1150°C sıcaklıklarında 2 saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Sinterleme sıcaklıklarının tümünde hâkim olan faz yapısı perovskittir. Farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen bu işleme ait olan kırınım desenleri Şekil 4.6’da görülmektedir.

Kırınım deseni göz önüne alındığında 45° civarındaki (200) düzlemine ait piklerin bir triplet oluşturduğu belli olmaktadır. Hem rombohedral (200) hem de tetragonal (200) ve (002) piklerinin varlığından bu koşulla söz etmek mümkündür. Sinterleme sıcaklığının faz dönüşümü üzerinde etkisi olduğu Chang ve arkadaşlarının

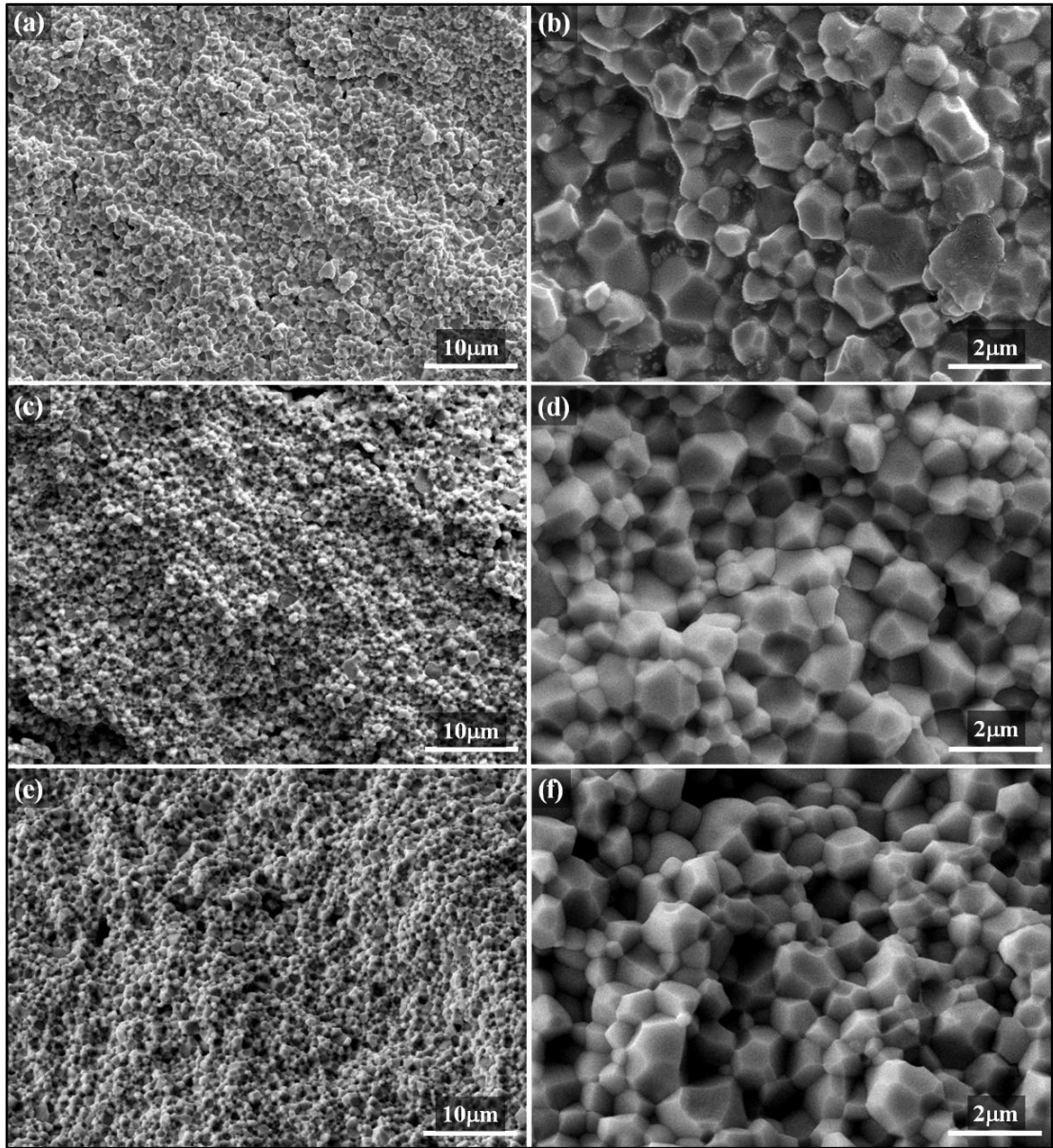
0.5PZN-0.5PZT kompozisyonu için Zr:Ti 47:53 kompozisyonu üzerine yaptığı çalışmada bahsedilmektedir [54]. Bahsi geçen çalışmada 1150°C ve üzeri sinterleme sıcaklıklarında hâkim yapının tetragonalce zenginleştiği 45°civarındaki (200) piklerinin analiz sonuçlarıyla tespit edilmiştir ve 1150°C sıcaklık değeri için kompozisyonun rombohedral ve tetragonal simetrisi eşit oranda içerdiği ortaya konmuştur [54]. Nitekim tez çalışmasının ilerleyen kısmında gerçekleştirilen detaylı analizlerde, MFS sınırındaki kompozisyonun $0.4 < x < 0.5$ PZN oran aralığında yer aldığı görülmektedir. Sonuç olarak da sinterleme çalışması için seçilmiş bu kompozisyonun morfortropik faz sınırında veya yakın olduğu kırım sonucuna göre söylenebilmektedir.



Şekil 4.6: Farklı sinterleme sıcaklıklarında ısıtılmış olan 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonundaki numunelere ait X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 4.7’de ise 1050, 1100, 1150°C’de ısıtılmış olan seramiklere ait kırık yüzeyden alınmış farklı büyütme ölçeklerindeki SEM görüntüleri yer almaktadır. SEM görüntüleri incelendiğinde, mikro yapının morfolojisinin tüm sinterleme sıcaklıkları için benzer olduğu görülmektedir. Genel itibarı ile kırılma yüzeyi taneler arası bir kırılmayı işaret etmekle birlikte Şekil 4.7b’de görüldüğü gibi yer yer tane içi kırılmalarda söz konusudur. 1050°C’de sinterlenmiş olan numuneye ait görüntülerde (Şekil 4.7a ve Şekil 4.7b) taneler diğer sinterleme sıcaklıklarına göre daha kaba

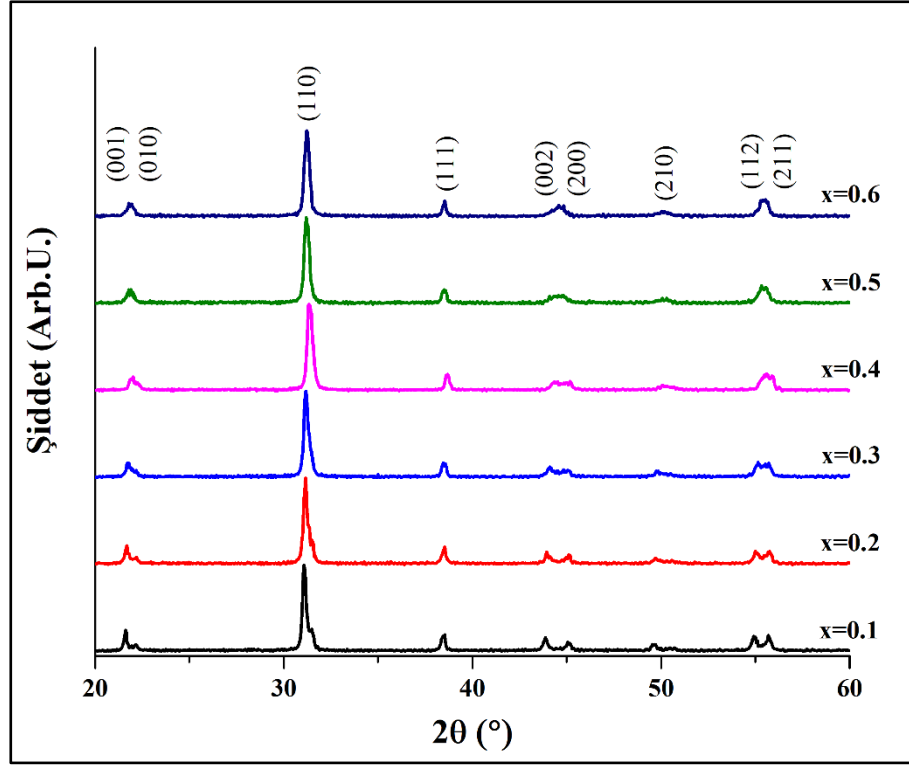
görünümüne sahiptirler. Chang ve arkadaşlarının çalışmasında sinterleme sıcaklığı ile birlikte tane boyutunun da arttığı ve tane büyümesinin faz kompozisyonu üzerinde etkili olduğunun göz önünde bulundurulması gerektiği belirtilmekle birlikte 1250°C’de sinterlenmiş seramik için 2.5 μm ortalama tane boyutu olduğu ifade edilmiştir.



Şekil 4.7: Farklı sinterleme sıcaklıklarında ısıtılmış olan 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonuna ait pelet numunelerin farklı büyütme ölçeklerinde kırık yüzey kesit görüntüleri, a) ve b) 1050°C 2 saat, c) ve d) 1100°C 2 saat, e) ve f) 1150°C 2 saat.

Bu çalışma ile benzer sıcaklıklarda gerçekleştirilen sinterleme işlemi için ise 1.2 μm ile 1.6 μm ortalama tane boyut aralığına sahip seramikler elde edildiği rapor edilmiştir [54]. SEM görüntüleri incelendiğinde gerçekten de üretilmiş olan numunelerin benzer bir tane boyut aralığına sahip olduğu görülebilmektedir. Tüm sıcaklıklar için gözeneklilik miktarı benzer iken artan ısıtma işlem sıcaklığına bağlı olarak gözenek boyutu büyümektedir. Benzer şekilde yoğunluk değerlerinde de düşüş gözlenmektedir. Yoğunluk, Arşimet metodu ile ölçülmüş olup 1100°C sıcaklık ve 2 saat süreyle ısıtma işlemi tabii tutulan seramiklerde yaklaşık olarak $\approx 8.1 \text{ gr/cm}^3$ olarak ölçülmüştür. Literatürden bilindiği üzere PZN-PZT seramik kompozisyonu düşük sıcaklıkta sinterlenme kabiliyetine sahiptir. Gerçekleştirmiş olduğumuz daha önceki bir çalışmada da ısıtma işlem sıcaklığını 900-950°C sıcaklık aralığında tutarak yüksek oranda yoğunlaşma sağlandığı rapor edilmiştir [60]. Ancak bu tür bir sinterleme rejiminin PZN-PZT'nin tüm PZN oranlarına uygulamanın mümkün olmadığı kalsinasyon çalışmasının sonuçlarına bakılarak söylenebilmektedir. Zira 0.6PZN-0.4PZT kompozisyonu için tekil faz oluşum sıcaklığı 1000°C olarak saptanmıştır.

Sinterleme sıcaklığının daha fazla yükseltilmesi ve/veya süresinin uzatılması ise kurşun kaybının artışı ve PZN-PZT'nin bozunmaya uğraması risklerini içermektedir. Kurşun kaybının artışı veya sitokiyometrik bozunmanın oluşması ise ikincil fazların ortaya çıkmasına sebep olacaktır. Ferroelektrik olmayan veya zayıf ferroelektrik özellik sergileyen ikincil fazların yapıda bulunması ise seramiğin hem elektriksel hem de yapısal özelliklerinde düşüşe neden olacaktır. İşte tüm bu sonuçların neticesinde sinterleme rejimi 1100°C sıcaklık ve 2 saat süre ile gerçekleştirilmektedir. Sinterleme sıcaklığının tespitini takiben, disk geometrisinde şekillendirilmiş olan seramik numuneler hem farklı PZN oranlarında hem de sabit PZN ($x=0.4$) miktarı için farklı Zr:Ti oranlarında olacak şekilde 1100°C sıcaklıkta 2 saat süreyle ısıtma işlemi tabii tutulmuştur. Genel formülü $x[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]-(1-x)\text{Pb}(\text{Zr}_{0.48}\text{Ti}_{0.52})\text{O}_3$ olan ve Şekil 4.8'de $0.1 \leq x \leq 0.6$ PZN oranlarına göre sinterleme sonrası alınmış olan kompozisyonların kırınım deseni yer almaktadır. X-ışını kırınım desenleri incelendiğinde 1100°C 2 saat süreyle gerçekleştirilen ısıtma işlem neticesinde; tüm kompozisyonların perovskit fazda herhangi bir ikincil faz içermeksizin sinterlendiği görülmektedir. $x=0.1, 0.2$ ve 0.3 PZN oranlarına sahip kompozisyonlarda tetragonal (002) ve (200) düzlem piklerinin ayrışması özellikle belli olmaktadır.



Şekil 4.8: 1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş xPZN-(1-x)PZT kompozisyonlarına ait pelet numunelerden alınmış X-ışını kırınım desenleri.

Bu durum PZT içeriğindeki Zr:Ti oranının 48:52 olmasından kaynaklanmaktadır. PZT kompozisyonlarının MFS sınırındaki kompozisyonlar için Zr:Ti oranı 52:48'dir. Bu çalışmada seçilmiş olan 48:52 oranı ise tetragonal PZT kompozisyonuna aittir. Bu nedenle düşük PZN oranlarında hâkim yapı tetragonal olmaktadır. PZN seramiğinin kristal yapısı ise rombohedral olması neticesinde, artan PZN miktarına bağlı olarak yapıda rombohedral simetriye ait (200) pikinin gözükmesi olağandır. Nitekim $x=0.4$ kompozisyonunda tetragonal piklerin yanı sıra rombohedral simetriye ait olan (200) pikinin de varlığı söz konusudur. $x \geq 0.5$ için ise yapı rombohedral yapıca zenginleşmekte ve tetragonal yapıya ait pikler belirginliğini yitirmeye başlamaktadır. MFS kompozisyonu söz konusu olduğunda literatürde $0.2 < x \leq 0.3$ aralığında yer aldığı rapor edilmiştir [55], [58], [119]. Ancak bu çalışmalarda Zr:Ti oranı 0.50:0.50 olarak alınmıştır. Bunun neticesinde MFS kompozisyon daha düşük PZN miktarlarında rastlanmaktadır. Bu çalışmada olduğu gibi tetragonal yapıca zengin veya tetragonal yapıdaki bir PZT kompozisyonunun kullanılmış olduğu PZN seramiklerinde ise MFS'nin, PZN oranına bağlı olarak, daha yüksek yani $x \geq 0.4$ PZN konsantrasyon değerlerinde görülmesi beklenecektir. H. Kim

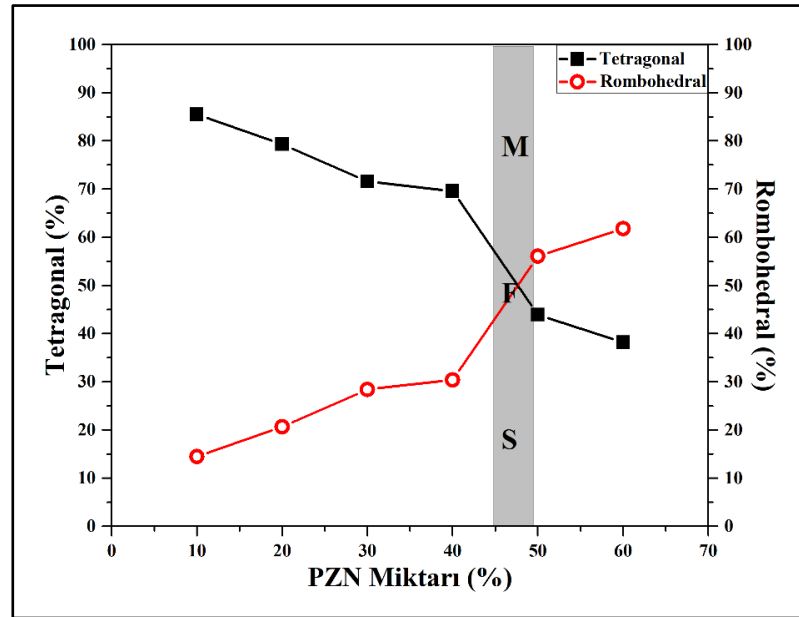
ve H. Fan'nın yapmış oldukları çalışmalarda da benzer bir sonuca ulaşmış ve MFS sınırını tetragonal yapıca zengin bir PZT kullanımı için $x=0.5$ PZN miktarında bulmuş [41], [123] olup, Şekil 4.8 göz önüne alındığında bu çalışmada elde edilen bulguyla benzeştiği söylenebilmektedir. Ayrıca PZT miktarına göre gerçekleştirilen bir çalışmada da benzer bir sonuca rastlanmakla birlikte, PZT miktarının azalması dolayısıyla artan PZN miktarlarında ($x>0.6$) sinterleme sonrası piroklor fazının oluştuğu rapor edilmiştir [123]. Fakat bu tez çalışmasında PZN miktarı bahsi geçen sınırı geçmemekle birlikte sadece kalsinasyon aşaması için artan PZN oranlarında yüksek oranda piroklor fazı tespit edilmiştir. Şekil 4.8 incelendiğinde $x=0.1-0.2$ kompozisyonlarında (110) pikeinde hafif bir ayrışma olduğu görülmektedir. Bu durum tetragonal yapıdaki (110) düzlem ailesine ait düzlemlerin difraksiyon farklılığından kaynaklanmaktadır. Bunun neticesinde de pikte ayrışma görülmektedir. Şekil 4.9 44-45° civarındaki (200) düzlem piklerinin Gaussian iterasyonu ile ayrıştırılmış pik desenleri görülmektedir.

Şekil 4.9: Farklı xPZN miktarına göre (002)/(200) piklerine ait kırınım analiz sonuçları.

Bu çalışma için $x=0.5$ kompozisyonunda yapının rombohedral yapıca zenginleştiği tetragonal (002) ve (200) piklerinden elde edilen şiddet değerlerinin düşmesinden anlaşılmaktadır. $x=0.5$ kompozisyonu itibari ile (200) rombohedral ve (200) tetragonal piklerinin üst üste çakışmasıyla süper pozisyon kırınım piki oluşturmaktadır [123]. Şekil 4.9'da yer alan pik ayrışmalarına ait iterasyon sonucu bulunan şiddet değerleri kullanılarak eşitlik 4.7 ve 4.8 aracılığı ile yüzdesel oranda kristal simetri miktarı hesaplanabilmektedir [41].

$$\%Rombohedral = \frac{I_{R(200)}}{I_{T(002)} + I_{T(200)} + I_{R(200)}} \quad (4.7)$$

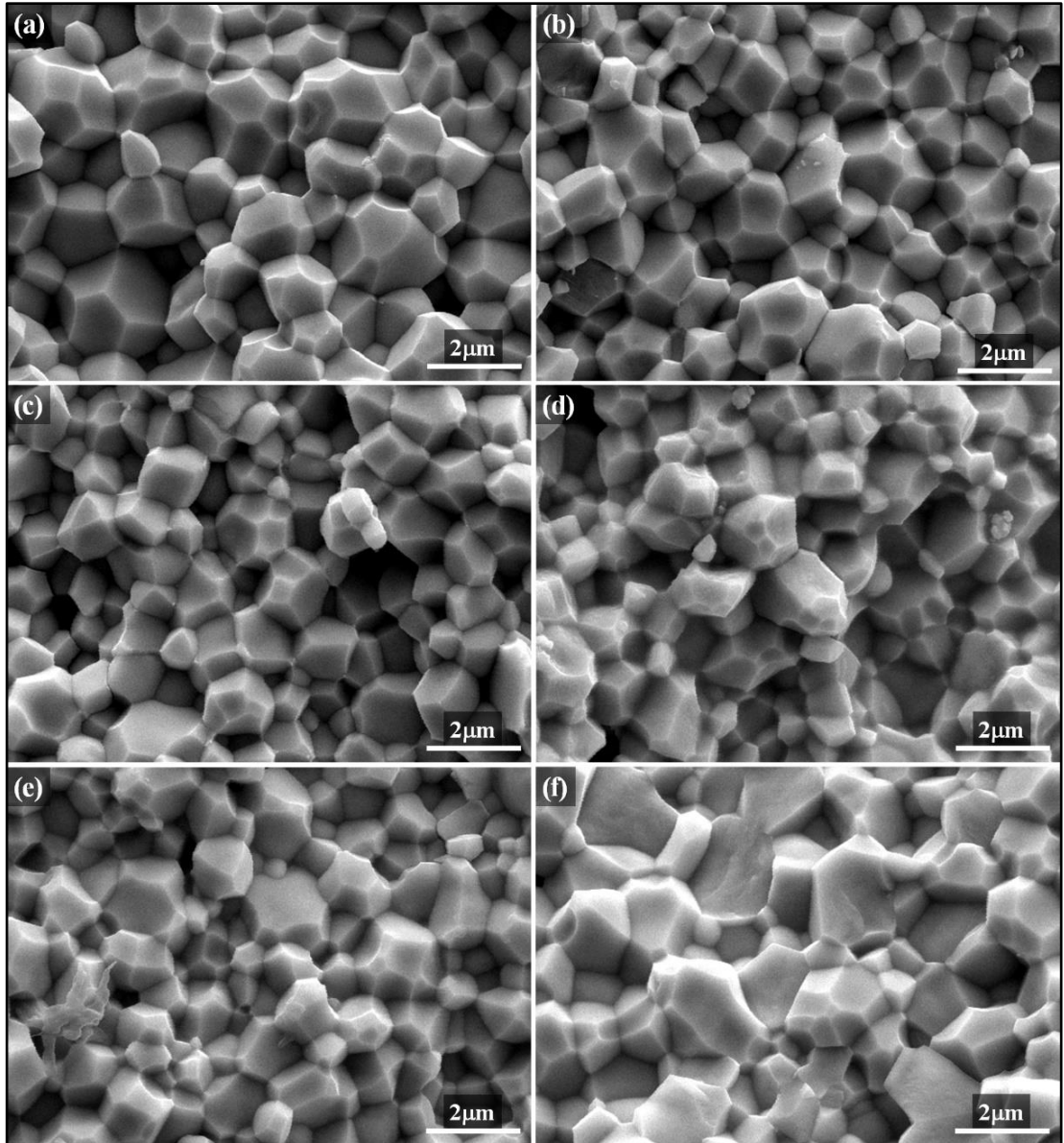
$$\%Tetragonal = 1 - \%Rombohedral \quad (4.8)$$



Şekil 4.10: Rombohedral ve tetragonal fazların % molce PZN oranına göre değişimi.

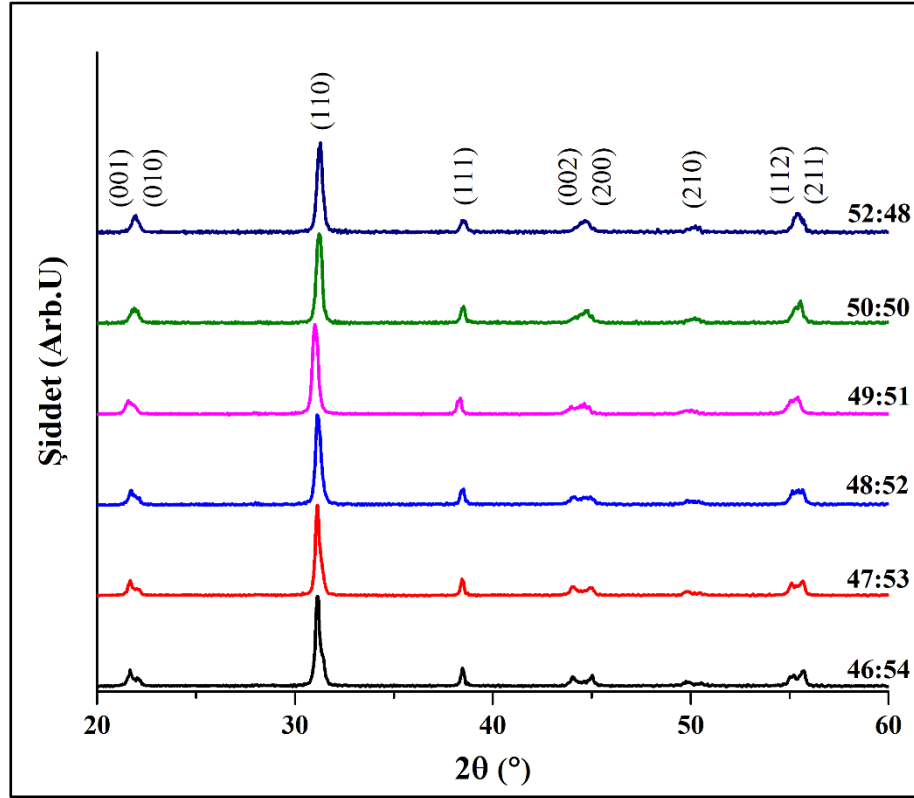
Eşitlik 4.7 ve 4.8 kullanılarak yapılan hesaplamaların sonucu olarak Şekil 4.10 ortaya çıkmaktadır. Buna göre PZN miktarına bağlı olarak sabit Zr:Ti (48:52) oranı için MFS kompozisyon 0.4 ile 0.5 PZN konsantrasyon aralığında yer almaktadır. $x=0.5$ ve 0.6 kompozisyonları ise rombohedral yapıca zengin olduğu anlaşılmaktadır. Literatürde pseudokübik rombohedral olarak da bahsi geçmektedir [70]. Ayrıca bu sonuca göre sinterleme sıcaklığının tespitinde kullanılan PZN-PZT kompozisyonun yapısal olarak MFS'na yakın olduğu sonucuna varılabilmektedir. Değişen PZN

miktarına göre, sinterlenmiş olan pelet numunelerin kırık yüzeylerinden SEM yardımıyla alınan kesit görüntüleri ise Şekil 4.11’de verilmiştir. Morfolojik açıdan bakıldığında tüm $0.1 \leq x \leq 0.6$ oranları için mikroyapı benzerdir. Taneler arası bir kırılma yüzey oluşumu mevcuttur. Tane boyutu $0.2 \leq x \leq 0.5$ kompozisyonları için $2 \mu\text{m}$ ’den ortalama olarak küçük olup homojen bir dağılım sergilemektedir. Ancak $x=0.1$ ve 0.6 kompozisyonları için tane boyutu açısından homojen bir dağılım söz konusu değildir. Özellikle $x=0.6$ kompozisyonu $2 \mu\text{m}$ ’den daha büyük tanelere sahiptir.



Şekil 4.11: Farklı PZN oranlarına sahip $x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ (Zr:Ti 48:52) kompozisyonlarına ait 1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş olan numunelerin kırık yüzey kesit görüntüleri, a) $x=0.1$, b) $x=0.2$, c) $x=0.3$, d) $x=0.4$, e) $x=0.5$ ve f) $x=0.6$

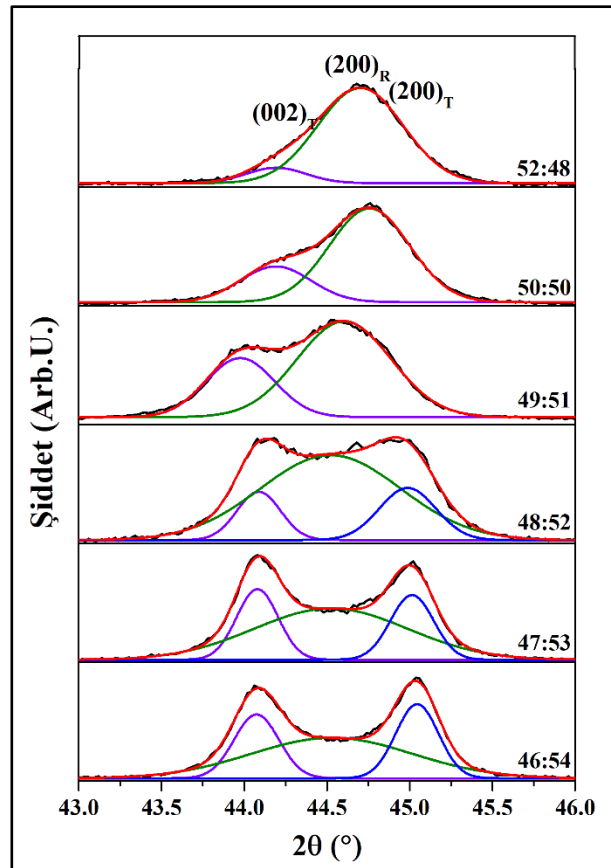
Gözeneklilik $x=0.6$ PZN oranının diğer kompozisyonlara nazaran daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Arşimet metodu ile ölçülerek hesaplanan yoğunluklar 8-8.2 gr/cm³ arasında değişmektedir. $x=0.4$ ve Zr:Ti 48:52 kompozisyonu için bu değer yaklaşık ≈ 8.1 gr/cm³ olarak bulunmuştur. 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonunda; Zr:Ti oranlarındaki değişime göre alınmış kırınım desenleri Şekil 4.12’de yer almaktadır.



Şekil 4.12: 1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş 0.4PZN-0.6PZT farklı Zr:Ti oranlarındaki kompozisyonların X-ışını kırınım desenleri.

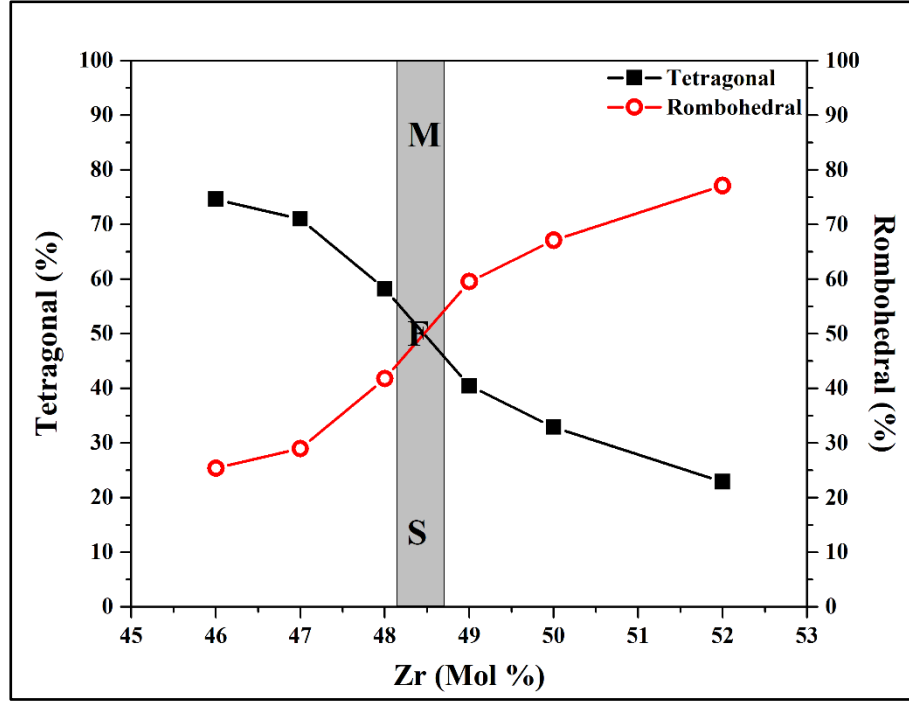
$x[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]-(1-x)\text{Pb}(\text{Zr}_{1-y}\text{Ti}_y)\text{O}_3$ kompozisyonu için PZT bileşeninin sahip olduğu Zr:Ti oranı da perovskit yapıdaki faz dönüşümlerine etki etmektedir [41], [45], [117], [118]. Zr:Ti oranı sadece perovskit yapıdaki baskın faz (tetragonal veya rombohedral) haricinde, MFS kompozisyonu üzerinde de etkili olmaktadır. Kırınım deseni incelendiğinde 46:54 oranında faz yapısının tetragonal olduğu (200) pik ayrışmasına dayanarak söylenebilmektedir. Bu durum PZT’nin tetragonal yapıda olmasından kaynaklanmaktadır. Literatürden bilindiği üzere PZN rombohedral yapıdadır. Fakat bileşimdeki PZT oranının daha fazla oluşu bu kompozisyonun tetragonal fazda oluşuna sebep vermektedir. Morfotropik kompozisyon olduğu bilinen PZT Zr:Ti 52:48 oranındaki kompozisyonun ise rombohedral yapıca zenin olduğu

kırınım deseninden görülmektedir. Ayrıca PZT 52:48 kompozisyonu için, Noheda ve arkadaşlarının rombohedral ile tetragonal fazlar haricinde oda sıcaklığında varlığını tespit ettiği monoklinik simetrinin [37], [38], $x=0.4$ ver Zr:Ti 52:48 kompozisyonunda bulunması muhtemeldir ve bu durumun daha çok elektriksel özellikler üzerinde etkili olacağı düşünülmektedir. Ancak X-ışını kırınım desenlerinde monoklinik yapı oluşumunu veya varlığını destekleyici bir veri gözlenmemiştir. Şekil 4.12’de 46:54 ve 47:53 (Zr:Ti) kompozisyonlarında, kalsinasyon sonrası alınan difraksiyon sonucuna göre (bkz. Şekil 4.3) perovskit fazın (110) pikinde hafif bir ayrışma olduğu görülmektedir. Farklı PZN oranlarında da gözlemlenen bu durum tetragonal yapıya ait (110) düzlem ailesinde yer alan düzelmelerin difraksiyon farklılığından kaynaklanmaktadır. Şekil 4.13’te ise 43-46° arası (002)/(200) kırınım piklerinin ayrıntılı analizi yer almaktadır. Pik ayrışmaları yine Gaussian iterasyonu ile yapılmıştır.



Şekil 4.13: Farklı Zr:Ti oranlarına göre (002)/(200) piklerine ait kırınım analiz sonuçları.

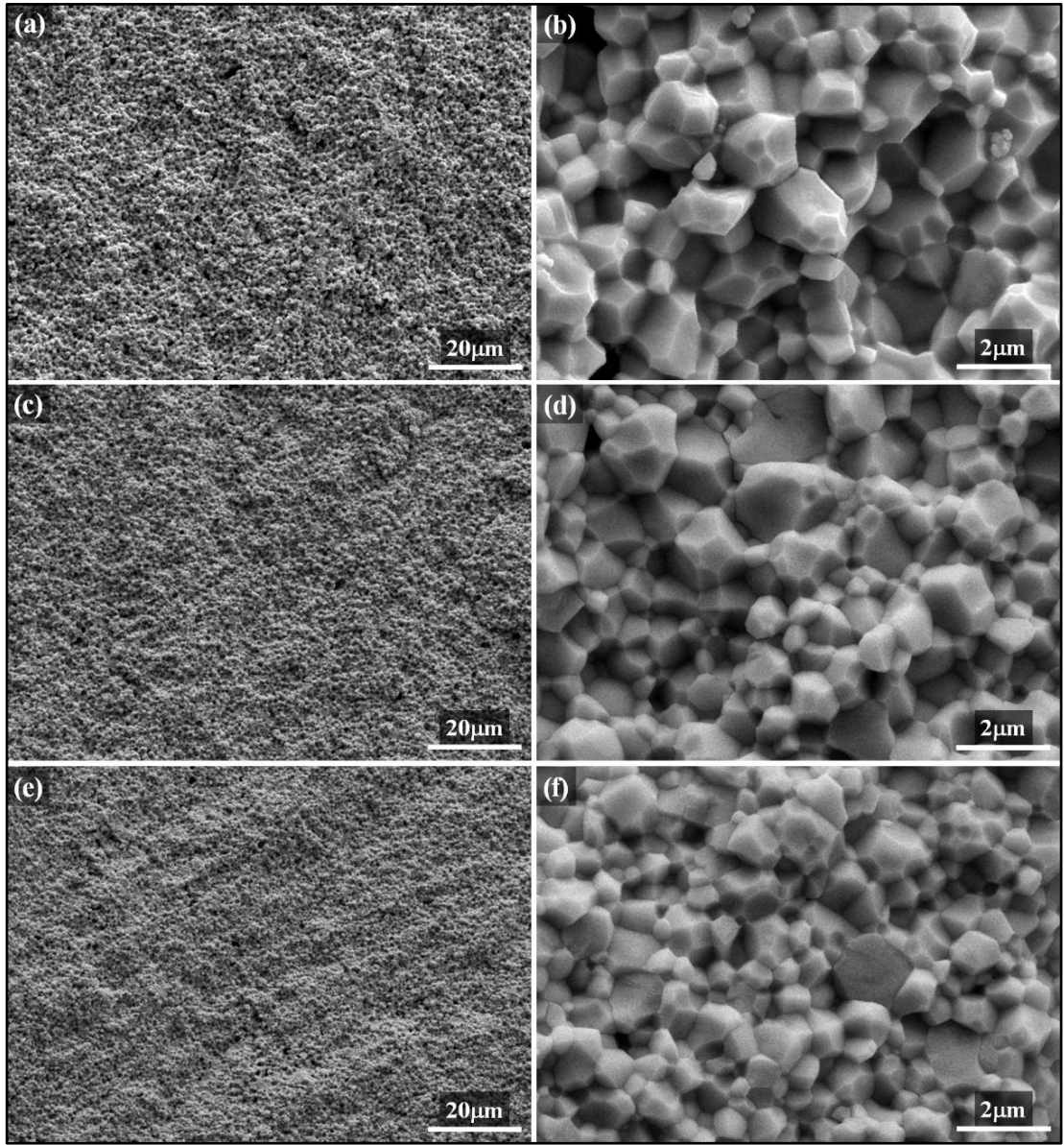
Şekil incelendiğinde genel XRD deseni için ifade ettiğimiz üzere Zr:Ti oranının 46:54 olduğu kompozisyonun rombohedral simetriyi de içeren tetragonalce zengin bir yapıda olduğu görülmektedir. 47:53 oranı içinde bu geçerlidir. Ancak 48:52 oranı itibari ile rombohedral yapının 46:54 oranına göre arttığı şekilden görülebilmektedir.



Şekil 4.14: Rombohedral ve tetragonal fazların Zr:Ti oranına göre değişimi.

Mevcut olan rombohedral (200) piki PZN'nin kristal yapısı kaynaklı olmaktadır. 49:51 ve 50:50 Zr:Ti oranları için rombohedral ve tetragonal (200) piklerinin süper pozisyonundan kaynaklanan (üst üste çakışmalarından) bir kırınım deseni mevcuttur ve 49:51 kompozisyonu için pik açıları bir miktar kaymıştır. Bu kaymanın Zn^{+2} ve Nb^{5+} iyonlarının perovskit hücrenin B pozisyonuna $(Zn_{1/3}Nb_{2/3})^{4+}$ olarak yer almasıyla açıklanabilir. Zira Zr^{4+} ve Ti^{4+} iyonlarının oluşturduğu $(Zr_{0.48}Ti_{0.52})^{4+}$ B pozisyonu yerleşiminin çapı $(Zn_{1/3}Nb_{2/3})^{4+}$ yerleşimine göre daha fazla olduğundan kaynaklanmaktadır [55]. 52:48 kompozisyonu ise rombohedral yapıca zengindir. Şekil 4.14 te görüldüğü üzere MFS kompozisyonunun $0.48 < Zr < 0.49$ arasında olduğu görülmektedir. Seramiklerin kırık yüzeylerinden alınan kesit SEM görüntüleri Şekil 4.15'te verilmiştir. Tüm Zr:Ti oranları için ikincil faza rastlanmamış olup, şekilde gibi polygonal benzeri tane yapısına sahip mikroyapı görüntüleri saptanmıştır. Tüm

koşullar için 1100°C 2 saat süreyle yapılan sinterleme işlemi neticesinde yoğun seramikler elde edilebildiği görülmektedir.

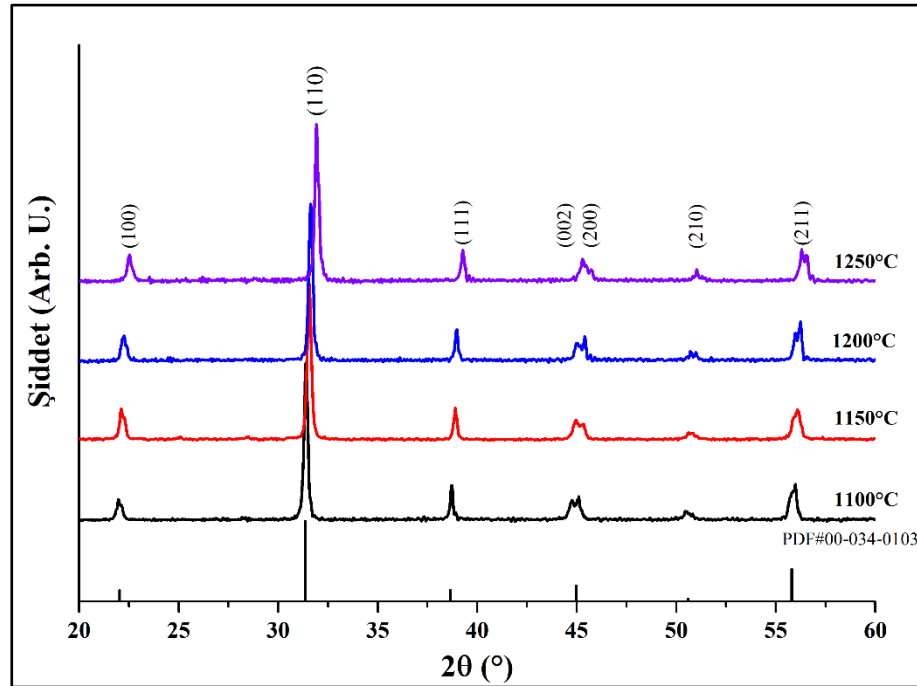


Şekil 4.15: Farklı Zr:Ti oranlarına sahip 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonlarına ait 1100°C 2 saat süreyle sinterlenmiş olan numunelerin kırık yüzey kesit görüntüleri, a) ve b) 48:52, c) ve d) 50:50, e) ve f) 52:48.

Gözeneklilik miktarı azdır ve genel olarak tane birleşim noktalarında yer almaktadır. Gerek PZN oranı gerekse de Zr oranının değiştirildiği her iki çalışmada, sinterleme işlemi öncesinde seramik tozuna ağırlıkça PbO ilavesinin yoğunlaşmaya pozitif yönde etki ettiği görülmektedir. Herhangi bir ikincil faz kalıntısına da rastlanmamıştır. Nitekim literatürde gerçekleştirilen benzer bir çalışmadan ilave edilen

PbO'nun hem perovskit fazının oluşması hem de sinterleme aşamasında yoğunlaşma üzerine etkidiği bilinmekle birlikte, stokiyometrik oranda molce %1 artk PbO ilavesinin yeterli olduđu rapor edilmiştir [53]. Ayrıca PbO katkısının sinterleme sıcaklığını azaltıcı yönde etkisi de mevcuttur. Bu durum hali hazırda düşük sıcaklıkta sinterlenebilme kabiliyetine sahip PZN-PZT kompozisyonlarının 880-950°C gibi sıcaklık aralığında sinterlenebilmesine olanak tanımaktadır [45], [60]. Zr oranı $y=0.48$ homojen bir tane boyut dağılımına sahipken, $y=0.50$ oranında tane boyut dağılımının irili ufaklı tanelerin birlikte yer aldığı bir dağılım göstermektedir. $y=0.52$ oranında da benzer bir mikroyapı gözlenmekle beraber tane boyut dağılımının küçölme eğilimine girdiği görölmüştür. Kırılma yüzeyleri temiz olup taneler arası kırılma tüm Zr oranları için gözlenmiştir. Sıvı faz veya ikincil faz kalıntısı ve yahut oluşumu saptanmamıştır.

Tez çalışması kapsamında sentezlenen diğeri bir kompozisyon olan PNN-PZT piezoseramiğine ait sinterleme çalışması, 4 farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiş olup, ısıt işlemin süresi tüm sıcaklıklarda 4 saat olmak üzere sabittir. Şekil 4.16'da sinterleme sıcaklıklarına göre kırınım desenleri yer almaktadır.

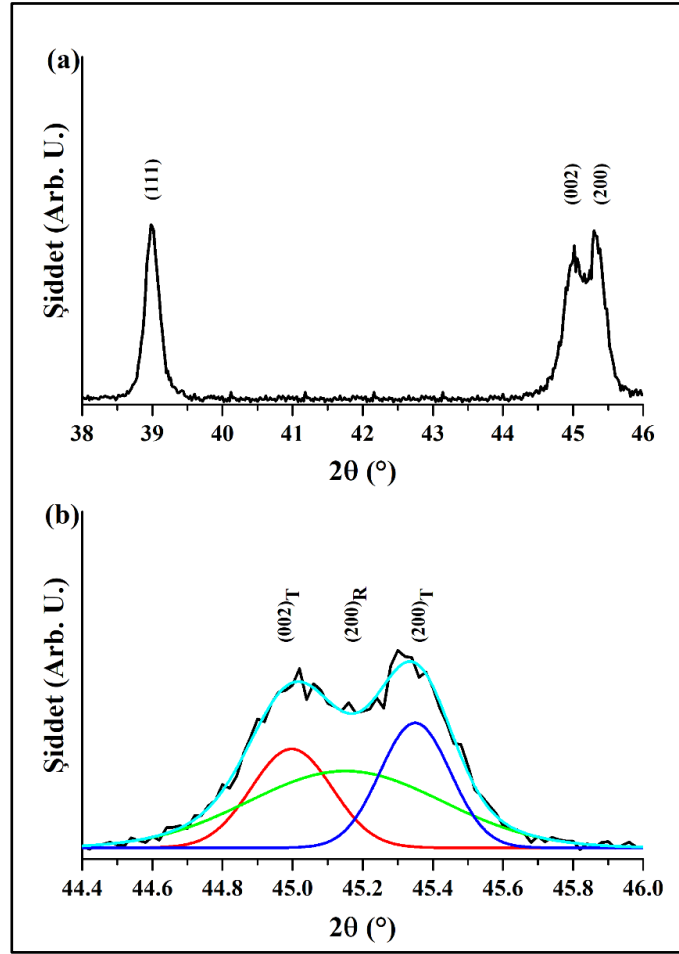


Şekil 4.16: Farklı Sinterleme sıcaklıklarına göre 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) seramiklerine ait kırınım desenleri.

Analiz sonuçları incelendiğinde 45° civarında yer alan (002)/(200) piklerinde ayrışma olduđu görölmektedir. Bu durum tetragonal faz ile birlikte rombohedral

yapının birlikte olduğuna işaret etmektedir. MFS kompozisyon olduğu bilinen 0.2PNN-0.8PZT kompozisyonunda da benzer bir yapının söz konusu olduğu literatürde rapor edilmiştir. Değişen PNN oranlarında seramik numunelerde yapılan sinkrotron x-ışını absorpsiyon spektroskopisi (SXAS) analizi sonuçlarına göre elde edilen XANES spektrumunda beyaz hattın (WL-White line), yani tetragonal/rombohedral geçişinin PZN-PZT sistemine göre daha zayıf olduğu ayrıca rapor edilmiştir [47]. Ancak sinterleme sıcaklığı yükseldikçe, özellikle 1250°C’de geniş ve tekilleşen bir pik oluşmaktadır. Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak tetragonelden rombohedral perovskit yapıya bir dönüşüm olması muhtemeldir. Çünkü hem sinterleme sıcaklığını hem de buharlaşmayı kontrol etmek için eklenen artık PbO kristal simetriye etki etmektedir [124]. Ayrıca 1100°C ve üzeri sıcaklıkta ısı işlem gören numunelerde, kalsinasyon sonrasında Şekil 4.5’te 29° yakınında gözlemlenen piroklor fazına ait pikin de yüksek sıcaklıklarda piroklor-perovskit dönüşümü gerçekleşmesiyle kaybolduğu görülmektedir. PNN oda sıcaklığında Pm3m simetrisinde kübik yapıda, PZT Zr:Ti 30/70 ise tetragonal yapıda olup , artan PNN miktarına göre kristal simetrisi de değişim sergileyecektir. Zr:Ti oranının 50:50 olduğu durum için 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonunda 65° civarındaki (220) pik ayrışmasının gözlemlenmesi rombohedral simetriye işaret etmektedir. Ayrıca MFS PZT ve PMN-PT seramiklerinde düşük simetriye sahip monoklinik yapının, PZN-PT yapısında görülen ortorombik simetrisinin ileri analiz teknikleriyle bulunmuş olması, benzer yapıdaki PNN-PZT’nin de MFS sınırındaki kompozisyonlarında bu fazları içermesi ihtimalini ortaya çıkarmaktadır [70]. Bu kırımın hatlarının değişimi PZT miktarının fonksiyonu olarak düşünüldüğünde, katı çözeltilerinde gerçek homojenliği sağlayamayan bu tür perovskit materyallerde meydana gelen mikroskobik ölçüde kompozisyonel dalgalanmalar ve ayrıca tetragonal-rombohedral (ve muhtemelen kübik) fazların birlikte varlığından kaynaklı olarak, fazlar arası ortaya çıkan farklı gerilmeler ile açıklanabilmektedir. Ayrıca (1-x) PNN – xPZT sisteminde kübikten (psödo) kübik faz transformasyonuna uğraması ve bunu sırasıyla (psödo) kübik ile tetragonal ve rombohedral geçiş izlediği başka bir çalışmada bahsedilmiştir [125]. Şekil 4.17’de 1200°C sıcaklıkta 4 saat süreyle sinterlenmiş olan 0.5PNN-0.5PZT seramiğine ait detaylı pik analizleri mevcuttur. Diğer sinterleme sıcaklıklarında olduğu gibi Şekil 4.17a’da (111) düzlemine ait pikte herhangi bir belirgin ayrışma bulunamamaktadır. Ancak pik genişliği tüm sıcaklıklar için benzerdir. Fakat 45°

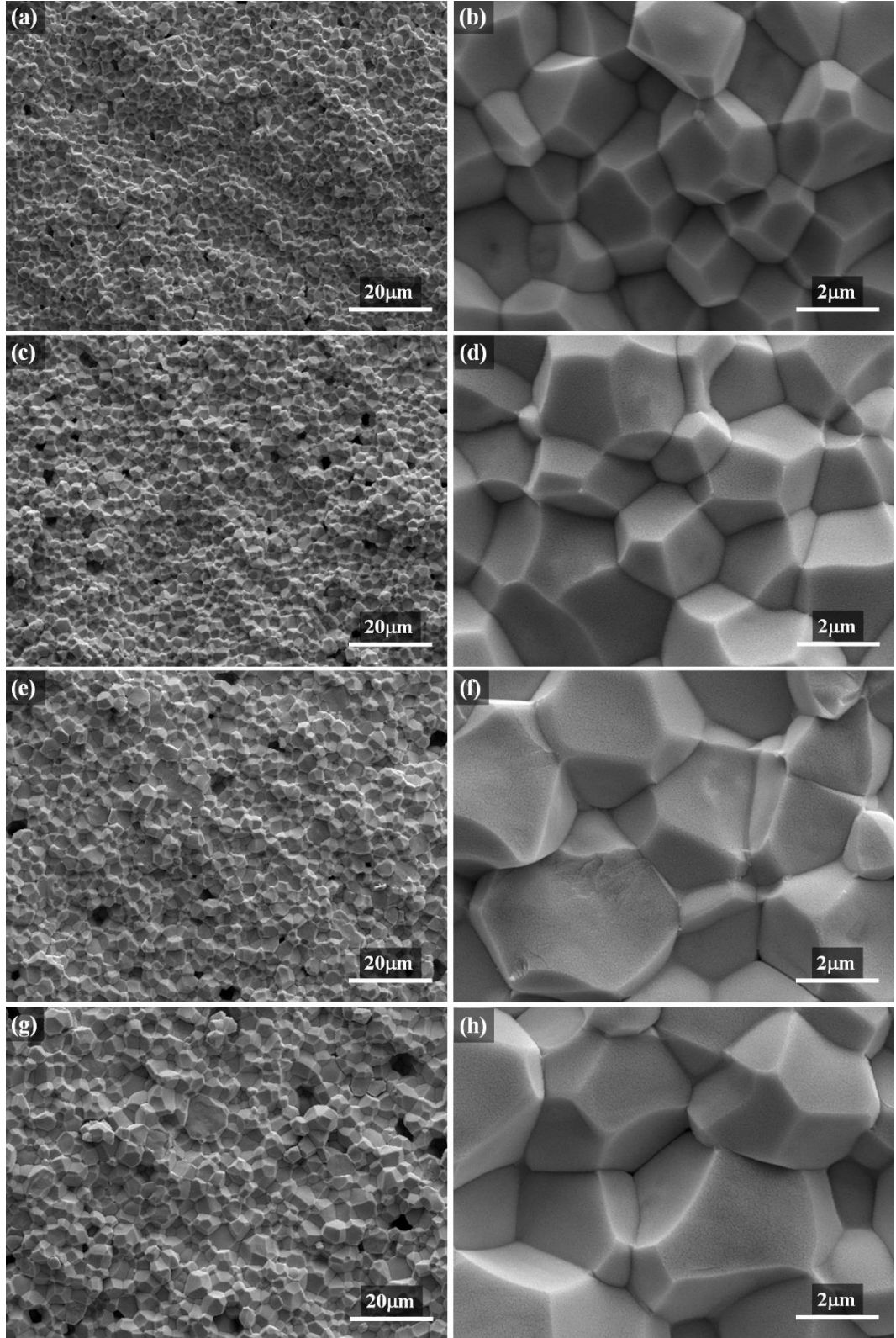
civarındaki (200) dönüşümün bir diğer kaynağı olarak da yüksek sıcaklıklarda artan kurşun kaybına bağlı olarak oluşan oksijen boşluklarının (V_O) neden olduğu latis çarpılması gösterilebilir. Bunun neticesi olarak kırınım deseninde, değişen c/a oranına bağlı olarak bir miktar kayma da görülmektedir. (200) pikleri incelendiğinde, sadece 1250°C’de gerçekleşen ısıtım işlem hariç hepsinde ayrışma belirgindir ve 1250°C’ye kadar iki maksimum noktasına sahiptirler.



Şekil 4.17: 1200°C 4 saat süreyle sinterlenmiş 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonuna ait kırınım desenleri.

Gaussian iterasyonu ile 1200°C için bu bölgedeki pikler analiz edildiğinde hem tetragonal hem de rombohedral yapıya ait (200) düzlem piklerinin olduğu saptanmıştır. Eşitlik 4.7 vasıtasıyla yapılan hesaplama sonucunda rombohedral faz yüzdesinin %28, tetragonal yapı ise %72 oranında bulunmuştur. Kondo ve arkadaşları da bu kompozisyonun tetragonal olduğunu ifade etmişlerdir [75], [76]. Isıtım sıcaklıklarının mikroyapı üzerine etkisi ise Şekil 4.18’de SEM görüntülerinde

verilmektedir. Sinterleme sıcaklığına göre tane boyutunda meydana gelen değişim SEM görüntülerinde açıkça belli olmaktadır. En yüksek tane boyutu 4.18f ve 4.18g’de görülen 1250°C 4 saat süreyle yapılan ısıtıl işleme aittir. Düşük sıcaklıklarda yapılan ısıtıl işlemlerde ise gerek tane gerekse de gözenek boyutları küçüktür. 1150°C sıcaklığından itibaren gözenek boyutunda bariz bir büyüme söz konusudur. 1200 ve 1250°C’de gerçekleştirilen ısıtıl işleme nazaran gözenek sayısı daha çoktur. Tane büyümesi ile birlikte 1200°C’de gerçekleştirilen sinterleme işleminde gözeneklilik miktarı azalma eğilimi gösterirken boyutlarının 1100 ve 1150°C’dekilere göre arttığı saptanmıştır ve beklenen bir sonuçtur. Artan sıcaklıklarda PbO’nun buharlaşarak yapıdan uzaklaşması, PNN-PZT seramiğinin bozunmaya başlaması; gözeneklilik miktarını, dağılımını, büyüklüğünü ve dolayısıyla seramiklerin yoğunluğunu etkilemektedir. Wagner ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada da artan sıcaklığa bağlı olarak tane kabalaşması ve gözenek boyutunda büyüme gözlemlendiği ve 1290 °C 3 saat süreyle yapılan sinterleme sonrası ortalama tane boyutunun 3.7 µm olduğu, tane boyutundaki artışa bağlı olarak tetragonal yapının baskınlaştığı 0.32PNN-0.68PZT 50:50 kompozisyonu için rapor edilmiştir [77]. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde taneler arası kırılmanın baskın olduğu görülmekle beraber tane sınırlarında sıvı faz varlığına işaret edecek bir kalıntı faz bulunmamaktadır ve kırılma yüzeyleri tüm sinterleme sıcaklıkları için benzeşmektedir. Arşimet metodu ile alınan yoğunluk ölçümleri neticesinde; yoğunluk 8.06-8.17 gr/cm³ aralığında değişim göstermektedir. 1150°C sonrasında yoğunluk değerleri literatürle benzer şekilde düşmeye başlamaktadır [74], [126]. Tüm bu sonuçlardan yola çıkarak ve yakın zaman içerisinde gerçekleştirilen bir tez çalışmasında [127]; elde edilen elektriksel özelliklerin 1200°C ve 4 saat süreyle yapılan ısıtıl işlemde daha iyi sonuç vermesi, ilerleyen safhalarda 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonuna ait seramik numunelerin üretimine 1200°C ve 4 saat süreyle ısıtıl işlem uygulanmasının uygun olduğunu göstermiştir.



Şekil 4.18: Farklı ısıtım sıcaklıklarına göre 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonundaki seramiklere ait, a) ve b) 1100°C 4saat, c) ve d) 1150°C 4saat, e) ve f) 1200°C 4saat, g) ve h) 1250°C 4saat kırık kesit yüzey görüntüleri

4.2. Elektriksel Özelliklerin Karakterizasyon Sonuçları

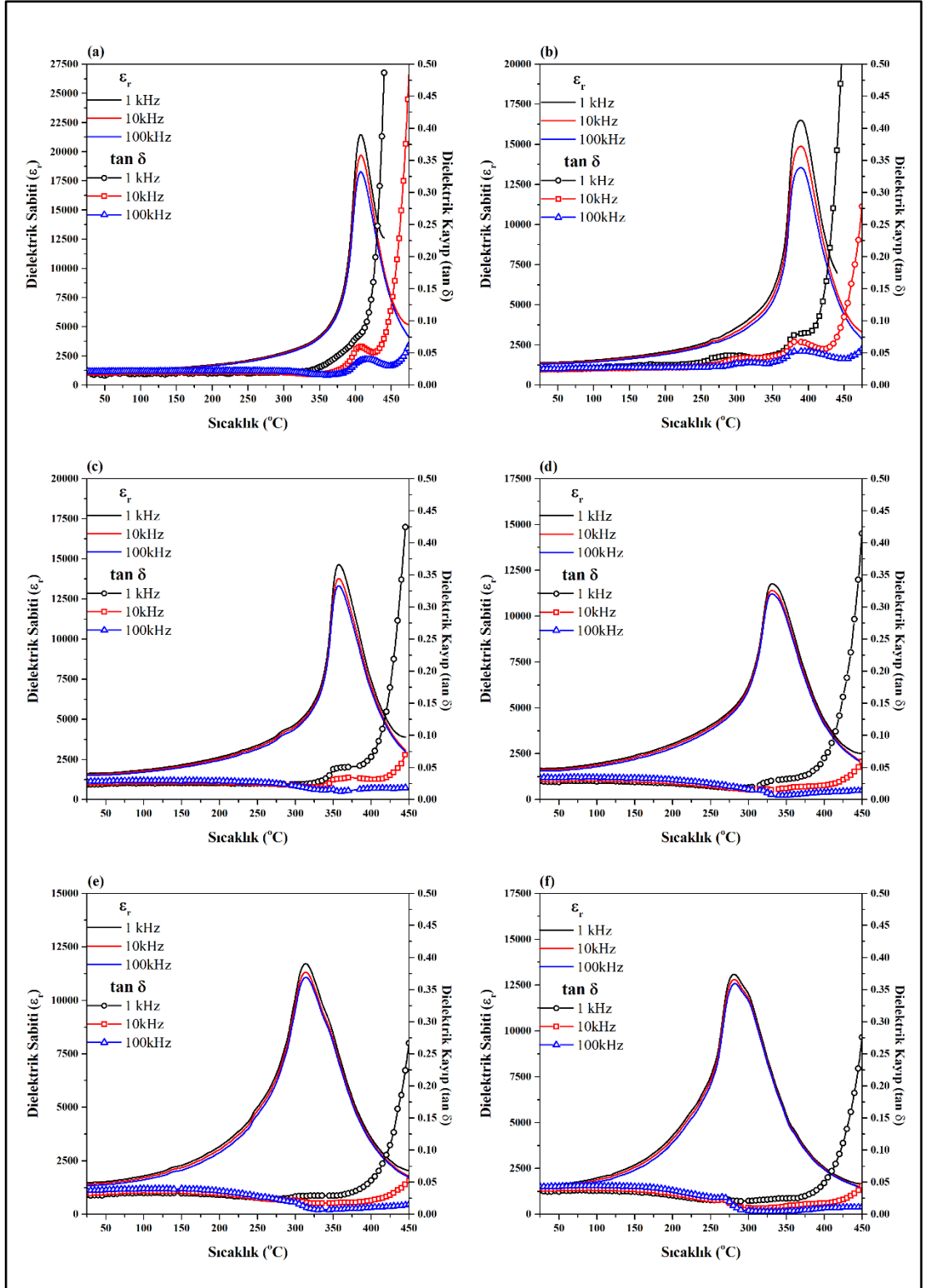
Bu başlık altında tez konusu kapsamında sentezlenmiş olan piezoseramik kompozisyonların, yapılan ölçüm ve testler neticesinde ortaya çıkan sonuçlar ele alınmaktadır. Öncelikle sıcaklığa bağlı olarak dielektrik sabitinin değişim sonuçları verilmektedir. Takip eden süreçte polarizasyon ve elektrik alan etkili gerinim testlerinin sonuçları verilmiştir. Sıcaklığa bağlı olarak ölçülen polarizasyon grafiklerinden yola çıkılarak domain duvarlarının hareketi için aktivasyon enerjisi yaklaşık olarak hesaplanmış ve grafiksel olarak gösterilmiş ve kompozisyonlara ait özellikler tablosu her alt başlık sonunda verilmiştir.

4.2.1. PZN-PZT Seramik Kompozisyonlarının Elektriksel Özellikleri

Sabit Zr:Ti oranı için (48:52) artan PZN miktarına bağlı olarak değişen kristal simetrisinin (tetragonal yapıdan rombohedral doğru) dielektrik sabitinin sıcaklığa göre davranışına etkisi Şekil 4.19'da verilmektedir. xPZN-1-xPZT kompozisyonları için, PZN miktarına göre Curie sıcaklığının (T_c) yani ferroelektrik fazdan paraelektrik faza geçiş sıcaklığının düştüğü Şekil 4.19a-4.19f'de görülmektedir. Şekil 4.19a'da $x=0.1$ kompozisyonu en yüksek faz geçiş sıcaklığına sahipken ($T_c > 400^\circ\text{C}$), Şekil 4.19f'de yer alan $x=0.6$ kompozisyonu ise yaklaşık 290°C 'de faz geçiş sıcaklığına sahiptir. $x=0.1$ kompozisyonu sıcaklığa bağlı olarak normal ferroelektrik bir malzemenin sergileyebileceği bir davranış yani 1. derece faz geçiş grafiğine sahiptir. Uygulanan voltajın frekans değeri arttırıldığında hem maksimum dielektrik kayıp, hem de maksimum dielektrik geçirgenliğin (ϵ_m) gözlemlendiği sıcaklık değeri bir miktar değişmektedir (1). Ferroelektrik-Paraelektrik (FP) faz geçişi keskin bir hatta sahip olmadığı $x \geq 0.2$ kompozisyonlarında saptanmıştır. FP geçiş sıcaklığındaki en yüksek dielektrik sabit değeri (ϵ_r) $x=0.1$ kompozisyonunda gözlenmiştir. Tetragonalce zengin yapının dielektrik geçirgenliğinin rombohedral yapıya göre daha yüksek olması bu sonucu oluşturmuştur [76]. Şekil 4.19d, 4.19e ve 4.19f'de yer alan $x=0.4$, $x=0.5$ ile $x=0.6$ kompozisyonlarında ise frekansa bağlı olarak dielektrik davranış değişim sergilemeye başlamakta ve grafiksel olarak yayvanlaşmaktadır. T_c veya T_m sonrasında FP faz geçişinin tamamen gerçekleştiği sıcaklık tek değil, yerine bir sıcaklık aralığındadır (2). T_m civarında yani bir miktar alt ve üst sıcaklık değerlerinde frekansa bağlı olarak ayrışma tüm kompozisyonlar için gözlemlenmektedir (3). T_c altındaki

sıcaklıklarda özellikle $x \leq 0.6$ kompozisyonları için oda sıcaklığı civarında frekansa bağlı olarak dielektrik sabitinde çok keskin bir ayrışma söz konusu değildir (4). Bahsi geçen bulgular göz önünde tutulduğunda, 1 ve 3 no'lu durumlar relaksör ferroelektriklerin normal ferroelektrik malzemelerden ayrıştığı noktaları ifade etmektedir [128], [129]. 2 ve 3 no'lu durumlar ise dielektrik rahatlama ile ilgili olmaktadır. 4 no'lu durum ferroelektrik histeris oluşumunu ifade etmektedir [33]. Tüm bu sonuçlar ise PZN bileşeninin relaksör özelliğinin etkisinden kaynaklanmaktadır. Zira relaksör ferroelektrik malzemeler yayınımsal faz geçişine sahiptirler. Başka bir deyişle faz dönüş davranışları 2. derecedir. Ayrıca rombohedral faz oranının PZN miktarına bağlı olarak yükselmesi dielektrik sabitinin, pik noktası civarında ayrışmaya başlamasına da sebep olmaktadır. Şekil 4.20a'da kompozisyonel olarak sıcaklığa bağlı dielektrik sabitinin değişimi $x=0.1-0.4-0.6$ kompozisyonları için verilmiştir. Bahsi geçen grafikte PZN miktarına göre FP sıcaklık değerinin düşüşü daha belirgin olarak gözükmemektedir. Bu durum saf PZN'nin faz geçiş sıcaklığının 140°C olmasından dolayı yükselen PZN konsantrasyonunda bu sonucu ortaya çıkarmaktadır [41], [54], [119]. Dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa göre davranış grafiği Şekil 4.20b'de verilmiştir. Buradaki grafikte 0.3 ve 0.4 kompozisyonları için kritik bir sıcaklık değeri (T_{nr}) itibari ile frekansa bağlı olarak dielektrik davranışta ayrışma gözlemlenmeye başlamaktadır. Bu sıcaklık değerinin ferroelektrik-relaksör ayrışma (FR) geçiş bölgesinin başlangıcı olabileceği üzerine bulgular PLZT, PZN-PZT ve PMN-PT sistemleri için benzer çalışmalarda rapor edilmiştir [33], [130], [131]. Kendinden meydana gelen bu dönüşüm, $x=0.3$ için 310°C civarında iken, $x=0.4$ kompozisyonu için 280°C civarındadır.

Kompleks yapıdaki tipik $\text{Pb}(\text{B}'_{1/3}\text{B}''_{2/3})\text{O}_3$ relaksör ferroelektriklerde B bölgesi katyon dizilim oranı 1:1 olduğu durumunda Smolenskii modeline [128], [129] göre nano metre mertebelerinde kısa mesafeli dizilimle bölgeler oluşmaktadır. Bu dizilim oranı neticesinde de çok küçük boyutlarda polar bölgeler meydana gelmektedir. Benzer biçimde PZN penceresinden duruma bakarsak B bölgesi katyon yerleşiminde Zn:Nb 1:1 oranındaki çok küçük bölgelerin oluşturduğu kutupsal bölgeler, Nb'ca zengin düzensiz yapının olduğu bölgelere göre daha yüksek negatif yüke sahip olacaktır. Bu durumda domain büyümesini engelleyerek, düzensiz domain bölgeleri içinde muntazam ancak nano boyutlarda domain bölgelerinin oluşturacaktır [131].



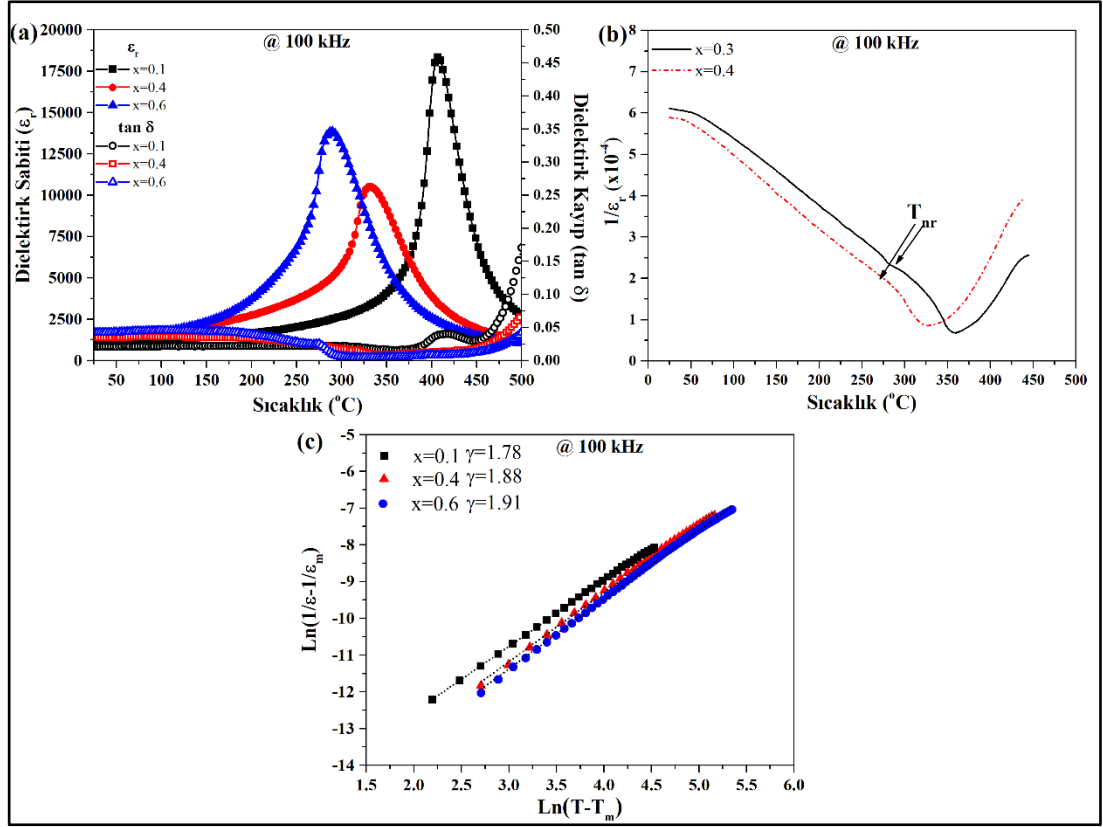
Şekil 4.19: xPZN-(1-x) PZT (Zr:Ti 48:52) seramiklerinin, a) x=0.1, b) x=0.2, c) x=0.3, d) x=0.4, e) x=0.5, f) x=0.6 kompozisyonlarında dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı.

Meydana gelen bu heterojenliğin de dielektrik faz geçişinin dağılım sergilemesine sebep oluşturmaktadır. Literatürde relaksör malzemelerde gözlemlenen bu davranışa

iki temel model öne sürülmüş olup bunlar; Yönlü Nano Bölgeler + Yönsüz ana matris (PNRs+Nonpolar Host Matrix) ve Nano Boyut Domain+ Yüksek Yoğunlukla Domain Duvar (NSD+High Density domain walls) olarak geçmektedir [33], [51], [52]. Her iki modelde relaksör kompozisyonlarda gözlemlenen dielektrik davranış ile yüksek piezoelektrik özellikleri tek başına açıklayamamakla birlikte, PNRs varlığı TEM incelmelerinde saptanmış ve çeşitli modellemeler ile relaksör davranışın elektriksel özellikler üzerine etkisi açıklanmaya çalışılmıştır [33]. Üretilmiş olan seramik numunelerin sergilemiş olduğu dielektrik davranışın bahsi geçen nano boyuttaki kutupsal bölgelerin varlığı ile alakadar olduğu düşünülmekle birlikte ileri analizlerin yapılması bu bölgelerin varlığını ispatlamak açısından önemlidir. Şekil 4.20’de ise 100 kHz frekans değerinde verilmiş grafikte ise kompozisyonun faz geçiş sıcaklığına etkisi daha açık olarak belli olmaktadır. Normal bir ferroelektrik seramik T_c üzerinde Curie-Weiss yasasına uygun davranış sergiler. Ancak relaksör ferroelektrik ve relaksör tabanlı ferroelektrik malzemelerde, dielektrik sabitinin tersi ile sıcaklık arasındaki ilişki Uchino ve Nomura fonksiyonuna [132], yani yeniden türetilmiş Curie-Weiss eşitliğine uygunluk sergiler. Eşitlik 4.9 modifiye edilmiş Curie-Weiss yasası verilmektedir.

$$\frac{1}{\epsilon_r} - \frac{1}{\epsilon_m} = \frac{(T-T_m)^\gamma}{C} \quad (4.9)$$

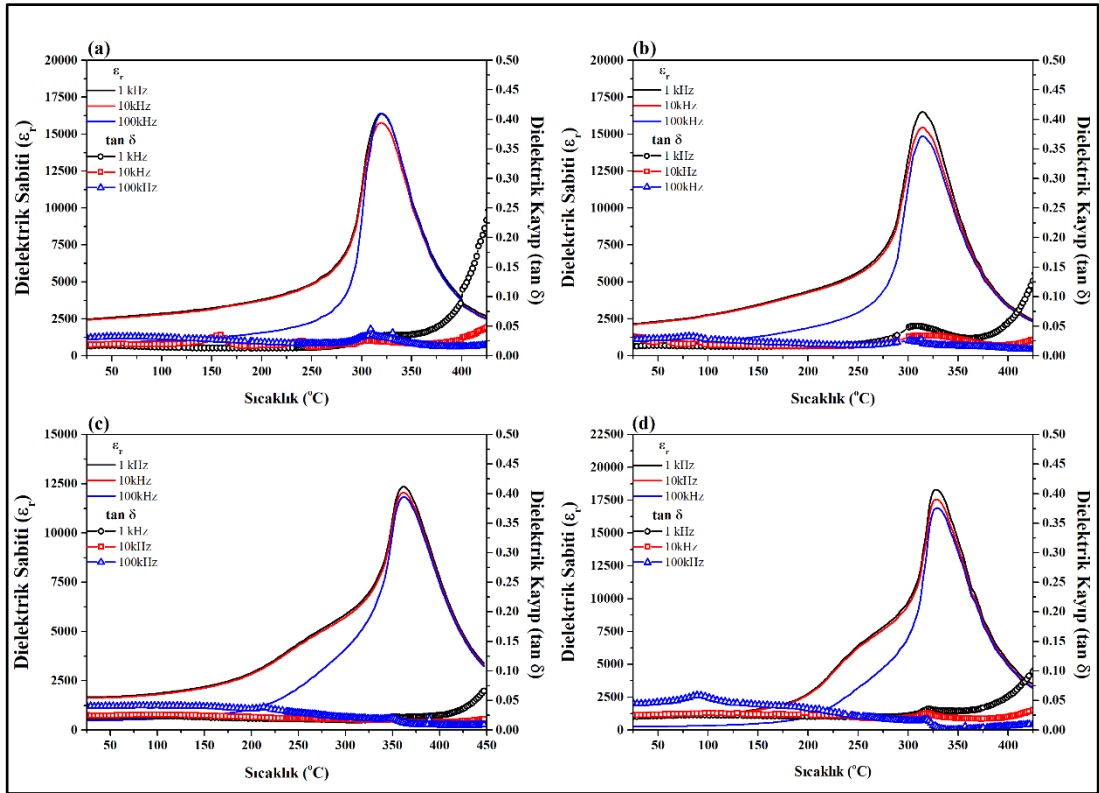
Eşitlikte yer alan ϵ_r , T sıcaklığındaki dielektrik sabiti, T_m en yüksek dielektrik sabitinin görüldüğü sıcaklığı, ϵ_m maksimum dielektrik sabitini, C Curie sabitini, γ ise yayılım sabitini ifade etmektedir. Normal ferroelektrik malzemeler için $\gamma=1$ olurken, yayınımsal faz geçişine sahip relaksör ferroelektriklerde bu değer 2’dir [55], [132]. Buna göre eşitlik 4.9’dan yararlanılarak $\ln (1/\epsilon_r - 1/\epsilon_m) - \ln(T-T_m)$ grafiği Şekil 4.20c’deki gibi elde edilmiştir. Lineer fit edilmiş grafiğin eğimi bize yayılım sabiti hakkında bilgi vermektedir. Grafiğe göre $x=0.6$ kompozisyonu en yüksek γ değerine sahiptir. Bu durum evvelce bahsettiğimiz üzere relaksör karakterdeki PZN bileşiminin bir sonucu olmaktadır.



Şekil 4.20: $x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ (Zr:Ti 48:52) kompozisyonları için, a) 100 kHz frekans değerinde dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı, b) dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa bağlı değişimi, c) Modifiye edilmiş Curie-Weiss denkleminde oluşturulmuş $\ln(1/\epsilon_r - 1/\epsilon_m)$ 'nin $\ln(T - T_m)$ 'ye göre değişimi.

Zr:Ti oranının faz oluşumu üzerinde etkili olduğu gerek literatürdeki çalışmalar gerekse de bu tez çalışması kapsamında gerçekleştirilen detaylı faz analizlerinin sonucunda açıkça belli olmaktadır. O halde bu sonucun elektriksel özellikler üzerine de yansıtacağını ifade etmek hatalı olmayacaktır. Nitekim sabit PZN miktarı $x=0.4$ için farklı Zr:Ti oranlarında ($0.46 \leq y \leq 0.52$) $[\text{Pb}(\text{Zr}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]_{0.4}[\text{Pb}(\text{Zr}_y\text{Ti}_{1-y})\text{O}_3]_{0.6}$ kompozisyonları için dielektrik geçirgenliğin sıcaklığa bağlı davranışının yer aldığı standart boyutlardaki kutuplu numunelerden elde edilen ölçüm sonuçları Şekil 4.21'de yer alan grafiklerde görülebilmektedir. Zr oranının artması özellikle Şekil 4.21c ve 4.21d'de maksimum dielektrik geçirgenliğin gözlemlendiği sıcaklıktan daha düşük bölgede; farklı PZN miktarlarında bahsettiğimiz FR faz dönüşüm noktasına işaret eden kritik noktalar yer almaktadır. Bu durumun kutuplu PMN-PT seramiğine ait davranışla benzerlik sergilediği literatürde bahsedilmiştir [33], [129]. Şekil 4.21a'da yer alan Tetragonal yapıca zengin $y=0.46$ ve Şekil 4.21b'de ki MFS civarındaki $y=0.48$ kompozisyonu içinde durum benzerdir ancak diğer iki kompozisyona göre nispeten

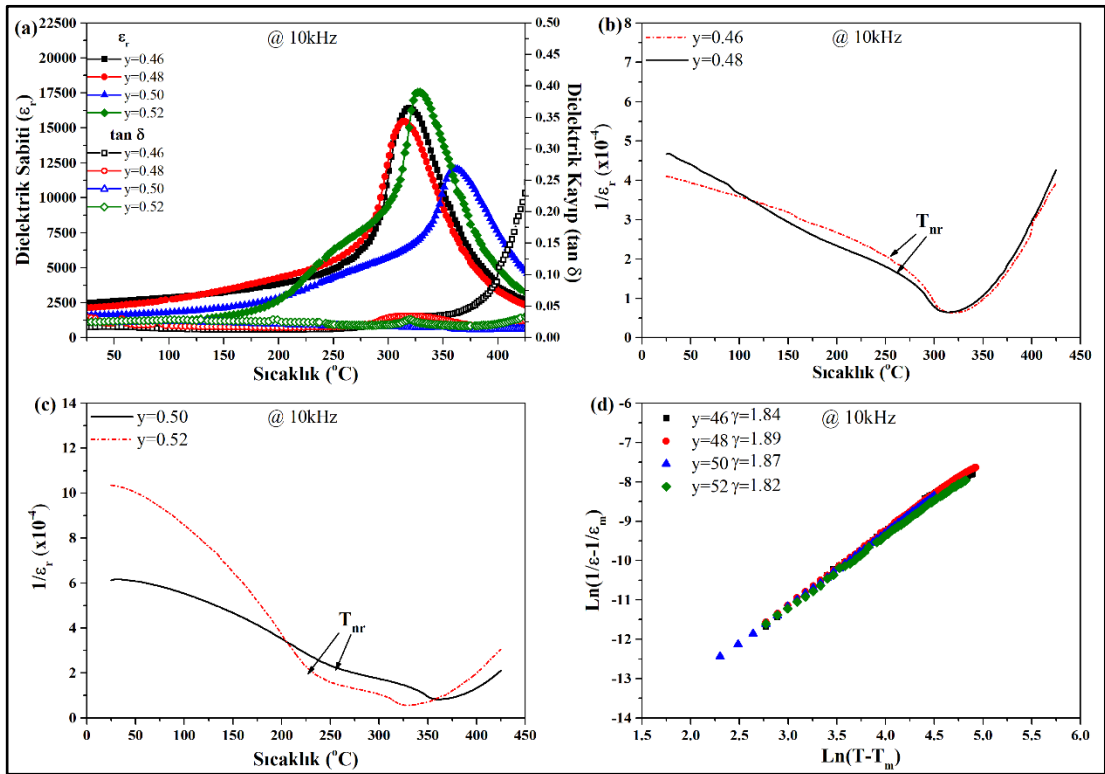
daha yüksek sıcaklıkta bu dönüşümün meydana geldiği düşünülmektedir. Şekil 4.21’de tüm kompozisyonlarda 100 kHz frekans değerinde dielektrik sabitin düşüşü ise, standart boyutlarda üretilen disk numunelerin 80-90 kHz aralığında ana radyal rezonans modunun mevcut olması sebebiyle (anti rezonans (f_a) değeri yakınında) rezonansa uğramış olmasından kaynaklıdır. Dielektrik geçirgenlik uygulanan elektrik alanın frekansına göre de değişim sergileyerek düşmektedir. Frekansa bağlı bir ayrışma belirgin biçimde T_m ’nin hemen alt ve üst sıcaklık sınırlarında tüm kompozisyonlar için görülmektedir.



Şekil 4.21: xPZN-(1-x) PZT x=0.4 seramiklerinin farklı Zr:Ti oranları için, a) y=0.46, b) y=0.48, c) y=0.50, d) y=0.52 dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı.

Şekil 4.22a’da 10 kHz frekans değeri için daha net görüldüğü üzere T_m sıcaklığında en yüksek dielektrik geçirgenlik rombohedral yapıca zengin y=0.52 kompozisyonunda görülmektedir. y=0.48 kompozisyonu ikincil olarak en yüksek değere sahiptir. Maksimum dielektrik geçirgenliğin gözlemlendiği sıcaklık kompozisyonel olarak Zr oranıyla lineer bir davranış sergilemediği grafikten anlaşılabilmektedir. Dielektrik geçirgenliğin en yüksek görüldüğü en düşük sıcaklık

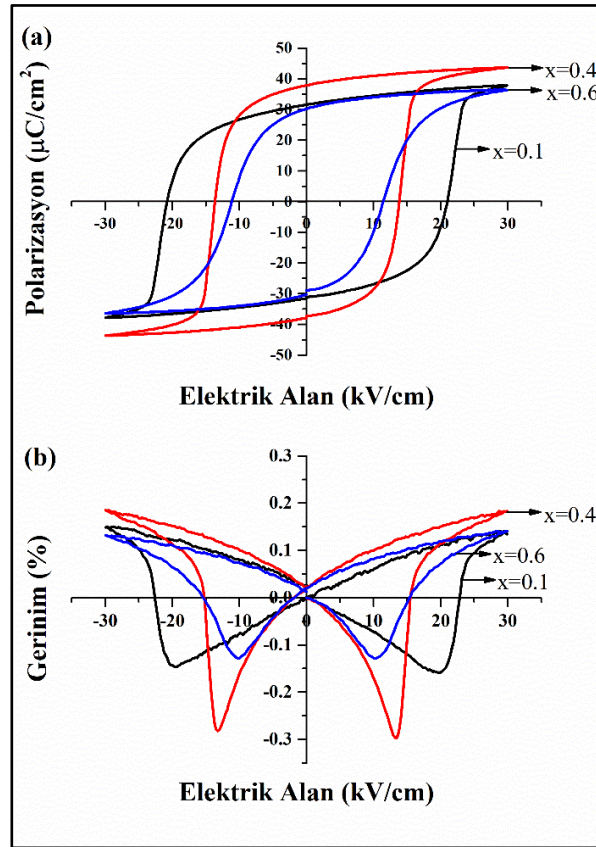
320°C ile $y=0.48$ kompozisyonuna aittir. En yüksek sıcaklık ise 359°C ile $y=0.50$ kompozisyonuna aittir. FP faz geçişinin ani olarak gerçekleşmemesi neticesinde, faz dönüşüm sıcaklığı bir aralığa sahiptir ve bunun sonucu olarak yayvanca bir pik genişliği mevcuttur. Yayınımsal faz geçişi farklı PZN oranlarında bahsettiğimiz gibi burada da söz konusudur. Şekil 4.22b ve 4.22c ise her kompozisyon için FR geçiş noktalarını göstermektedir. Özellikle rombohedral yapıca zengin olan kompozisyonlara ait Şekil 4.22c'de bu dönüşüm noktası daha belirgin olmaktadır. Yine eşitlik 4.9 vasıtasıyla $\ln(1/\epsilon_r - 1/\epsilon_m) - \ln(T - T_m)$ grafiği farklı Zr:Ti oranları için Şekil 4.22d'de görülmektedir. Lineer fit edilmiş olan verilerden elde edilen γ değeri birbirine çok yakın olup en yüksek değer $\gamma=1.89$ ile $y=0.48$ kompozisyonundadır. Bu sonuç Şekil 4.20c'de elde edilen bulgu ile aynıdır [42].



Şekil 4.22 : $x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ $x=0.4$ için farklı Zr:Ti oranlarında, a) 10 kHz frekans değerinde dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı, b) ve c) dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa bağlı değişimi, d) Modifiye edilmiş Curie-Weiss denkleminde göre oluşturulmuş $\ln(1/\epsilon_r - 1/\epsilon_m)$ 'nin $\ln(T - T_m)$ 'ye göre değişimi.

Farklı PZN oranlarına ait ferroelektrik test ölçüm sonuçları Şekil 4.23a'da verilmektedir. $x=0.1$ ve 0.4 oranlarında PZN içeren seramik numunelerde histeresis davranışı daha karesel olduğu görülmekle beraber 0.1 kompozisyonu 20 kV/cm

üzerinde zorlayıcı elektrik alan (E_c) değerine sahiptir. $x=0.6$ kompozisyonunun histeris eğrisi ise diğer iki kompozisyona kıyasla daha yatıktır. Bu yatıklık $x=0.5$ itibarıyla gözlemlenmektedir. PZN miktarına bağlı olarak E_c değerlerinde de düşüş söz konusu olmaktadır. Hem histeris eğrilerinin şekli hem de E_c değerlerindeki bu farklılaşmanın; yapılmış olan detaylı faz analizleri ışığında PZN miktarına bağlı olarak gerçekleşen tetragonelden rombohedrale doğru dönüşümün ve bu simetrilerin kendilerine has sahip oldukları domain duvar oluşumlarının etkisi neticesinde meydana gelmektedir.

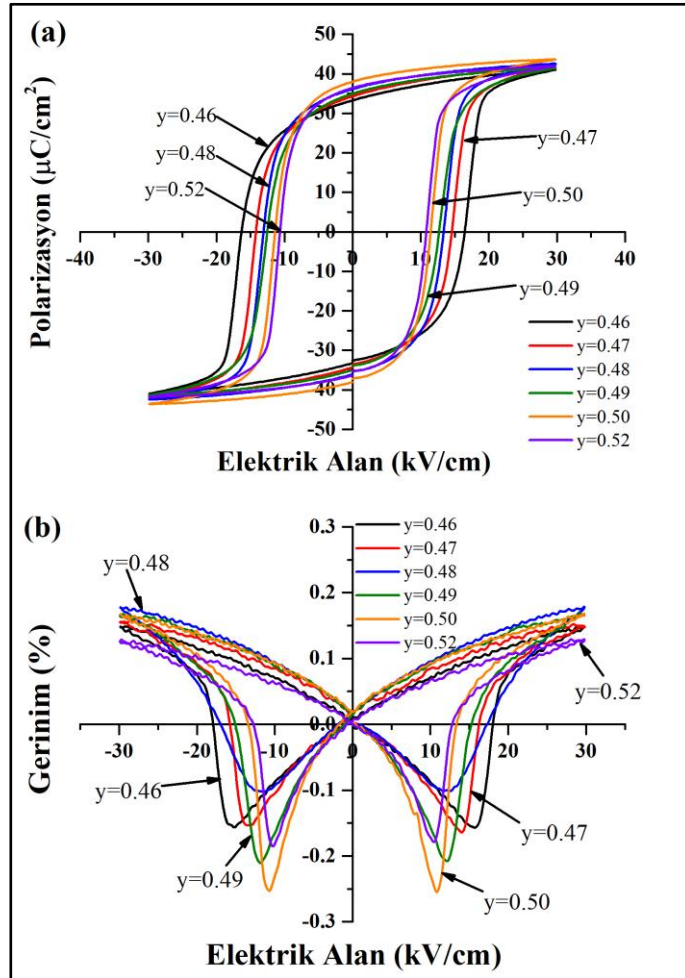


Şekil 4.23: x PZN-(1- x)PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonları için ölçüm sonucunda elde edilen, a) ferroelektrik histeris grafiği, b) elektrik alan etkili gerinim eğrileri.

Ferroelektrik bir malzemede polarizasyon değişim mekanizması domain hareketleriyle bağlantılıdır. Rombohedral yapı içerisinde 109° , 71° ve 180° domainler; tetragonal yapıda ise 90° ile 180° domainler mevcut bulunmaktadır. Domain hareketinin özellikle tetragonal 90° domain için diğer domain gruplarına göre daha yüksek elektrik alan değerleri gerektirmesi $x=0.1$ kompozisyonunda rastladığımız yüksek E_c değerine sebep olmaktadır [133], [134]. Nitekim daha yüksek zorlayıcı alan değerlerini teorik ve deneysel olarak hem Nb katkısı içeren farklı Zr:Ti oranlardaki

PZT hem de deęişen PZN miktarına baęlı olarak PZN-PZT kompozisyonlarında saptanmıřtır [135], [136]. Elektrik alan etkili gerinim davranıřı farklı PZN oranları iin řekil 4.23b’de verilmiřtir. Tm numunelerde ferroelektrik karakterdeki piezoelektrik kelebek eęrisi gzlemlenmiřtir. En yksek gerinim deęeri $x=0.4$ kompozisyonunda elde edilmiřtir. oęu uygulama iin ferroelektrik seramikler zorlayıcı elektrik alan deęerlerin daha ařaęısında bir elektrik alan varlıęında alıřırlar. Bu derece yksek elektrik alan uygulamasının domain hareketini (yn deęiřimi) tetikleyeceęi hatırd tutulmalıdır [136].

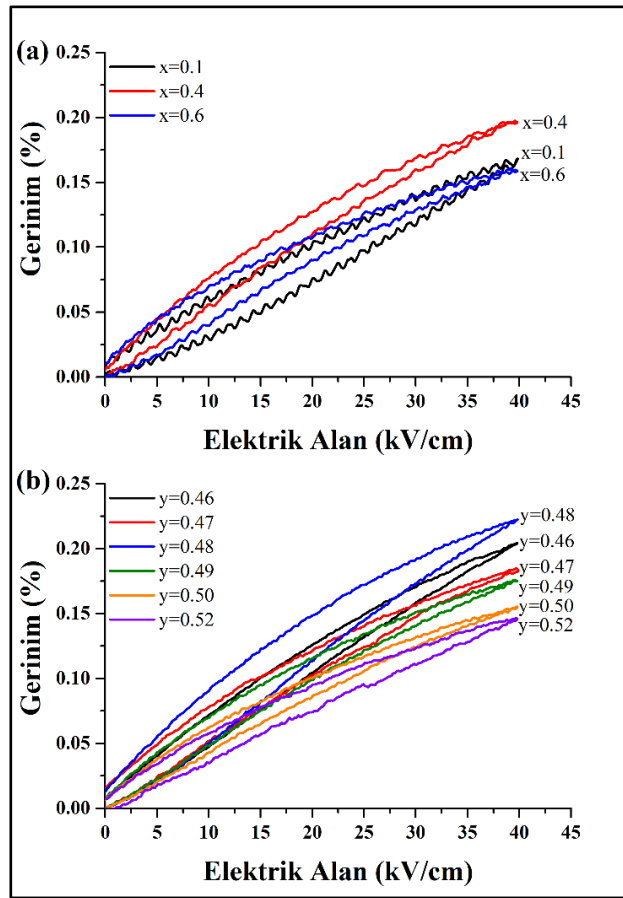
Dięer bir parametre olan sabit PZN miktarı iin ($x=0.4$) farklı Zr:Ti oranlarındaki seramik numunelerden alınmıř ferroelektrik test lm sonuları řekil 4.24’te yer almaktadır. Tetragonal yapıca zengin olan $y=0.46$ kompozisyonu karesel



řekil 4.24: 0.4Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.6Pb(Zr_yTi_{1-y})O₃ kompozisyonları iin lm sonucunda elde edilen, a) ferroelektrik histeris grafięi, b) elektrik alan etkili gerinim eęrileri.

bir histerisis davranışı sergilemektedir ve artan Zr oranına bağlı olarak bu şişkince karesel görünüm yerini gittikçe daralan bir eğriye bırakmaktadır. Zr miktarı artarken lineer orantılı şekilde E_c değeri düşmekte hem de maksimum (P_m) ve kalıntı polarizasyon (P_r) değerleri bir kademeye kadar lineer şekilde artış sergilemektedir. E_c değerindeki düşüş X-ışını kırınım analizlerinden de anlaşılabileceği üzere rombohedral fazın artışı ile açıklanabilir. Çünkü tetragonal domainlere göre rombohedral domainlerin yönelmesi daha kolay olmaktadır [137]. MFS civarındaki kompozisyonlarda polarizasyon mekanizmasına hem tetragonal hem de rombohedral domainlerin katkıda bulunması bu sonucu doğrultmaktadır. Yüksek Zr oranlarında $y=0.50$ ve 0.52 için histeris eğrisi yatıklaşmaya başlamaktadır. Tetragonal $x=0.46$ kompozisyonunda P_m-P_r farkının rombohedral zengin kompozisyonlara oranla daha fazla olduğu görülmektedir. Rombohedral yapıda 8 farklı ve aralarındaki açı 71° olan polarizasyon yönleri ve tetragonal yapı içinde 6 farklı ve aralarında 90° açı olan polar yön mevcut olduğunu düşündüğümüzde, dışarıdan uyguladığımız alan etkisi kalktığında; polarizasyon bahsi geçen açılar doğrultusunda rahatlatma sergileyecektir. Bu nedenle polarizasyondaki net değişim (ΔP) rombohedral yapıya nazaran daha düşük olacaktır [138]. Zn^{2+} , Nb^{5+} , Zr^{4+} , Ti^{4+} katyonları B bölgesi içerisinde birbirlerinin yerine geçebilirler. PZT içerisine PZN alaşımlandırılması yapıldığında ki $x=0.4$ kompozisyonu bu kapsamda değerlendirilebilir. İyon çapları açısından mukayese edildiğinde benzer olduğundan Zn^{2+} - Zr^{4+} ve Nb^{5+} - Ti^{4+} yer değiştirmeleri söz konusu olacaktır [131], [139]. Bu durumda oluşan yük dengesizliği latis kusuru oluşturur ve PZN miktarının artışı bu kusurun oranını yükseltir. Dolayısıyla bu kusurlar sinterleme esnasında daha kolay difüzyona sebebiyet vermektedir [139]. Difüzyonun artması da yoğunlaşmaya pozitif olarak katkıda bulunacaktır. Ayrıca tane boyutunun histerisis davranışı ve morfortropik faz sınır üzerinde etkili mekanizmalardan olduğu PZT, [140], PZN-PZT, [141] seramikleri için bilinmektedir. Her üç durum düşünüldüğünde, $y=0.50$ kompozisyonu için P_r değerinin, Şekil 4.14'te gördüğümüz MFS civarındaki $y=0.48$ kompozisyonuna yakın olmasının nedeninin yukarıda bahsi geçen hususlar olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.24b'de yine benzer şekilde ferroelektrik karakterdeki piezoelektrik gerinim eğrisi kelebek şeklinde yer almaktadır. Zr oranına bağlı olarak şekil değişim oranının değiştiği açıkça belli olmakla birlikte en yüksek şekil değişimi $y=0.48$ oranında elde edilmiştir. Farklı PZN:PZT ve Zr:Ti oranlarına ait dielektrik ölçüm sonuçları, elektro mekanik bağlaşma

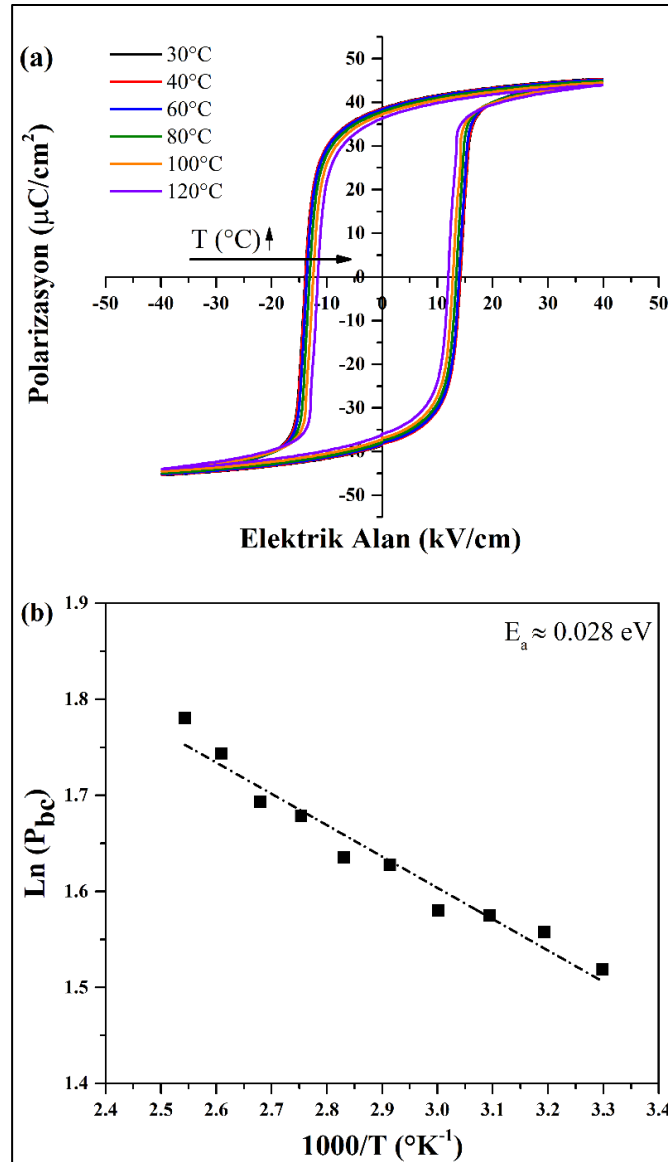
faktörü (k_p), mekanik kalite faktörü (Q_m) ve piezoelektrik güç katsayısı (d_{33}) değerleri Tablo 4.1’de toplu halde verilmiştir. Tek yönlü elektrik alan etkili gerinim davranışları hem farklı PZN:PZT hem de Zr:Ti oranları için Şekil 4.25’te verilmiştir. Şekil 4.25a’da PZN oranı içerisinde en yüksek gerinim miktarı $x=0.4$ kompozisyonunda gözlenmiştir. 0.1 ve 0.6 kompozisyonları ise benzer mertebelerde olduğu saptanmıştır. $x=0.1$ kompozisyonunun gerinim eğrisi incelendiğinde daha histeritik bir karakterde olduğu görülmektedir. Şekil 4.25b’de ise farklı Zr:Ti oranlarına göre gerinim eğrileri verilmiştir. MFS civarındaki $x=0.48$ kompozisyonu burada da en yüksek gerinim değerine sahip olduğu görülmüştür.



Şekil 4.25: Tek kutuplu elektrik alan etkili gerinim eğrileri, a) farklı PZN:PZT oranları, b) farklı Zr:Ti oranları için.

$Pb(B'_{1/3}B''_{2/3})O_3$ -PZT tipi MFS civarındaki kompozisyonlar, kutuplama esnasında termodinamik açıdan kararlı olarak rombohedral ve tetragonal fazları birlikte içermektedirler. Bunun sonucunda da yüksek oranda yönlenmiş domainler oluşmaktadır. Rosetti ve arkadaşları gerçekleştirdiği çalışmada, MFS civarındaki

$\text{Pb}(\text{B}'_{1/3}\text{B}''_{2/3})\text{O}_3\text{-PZT}$ tipi kompozisyonların kararlı termodinamik özelliklerinin, düşük enerjili domain duvarlarının ve yüksek oranda yönlenmeye sahip domainlerinin olmasının, polarizasyonu kolaylaştırdığını ve bunun sonucunda yüksek kalıntı polarizasyon, yüksek dielektrik sabiti ve yüksek piezoelektrik özellik sergilediğini tespit etmiş olması [142], üretilmiş olan PZN-PZT seramiklerimizin sergilemiş bulunduğu ferroelektrik davranışı açıklamaktadır. Şekil 4.26a'da polarizasyon elektrik alan grafikleri farklı sıcaklık değerleri için 0.4PZN-0.6PZT Zr:Ti 48:52 kompozisyonu için verilmiştir.



Şekil 4.26: 0.4Pb($\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}$) O_3 -0.6Pb($\text{Zr}_{0.48}\text{Ti}_{0.52}$) O_3 kompozisyonu için, a) sıcaklığa bağlı histeris eğrisinin değişimi, b) $\text{Ln}(P_{bc})$ 'nin $1000/T$ 'ye göre değişim grafiği.

Domain duvar hareketliliğinin artması ve domain geri dönüşleri kapasitansın sıcaklığa bağlı olarak artışını etkileyen dışsal nedenlerdendir. Ek olarak sıcaklıkla beraber “kutuplanma geri dönüşü” (Polarization Back switching) miktarı da yükselme eğilimindedir. Kutuplanma geri dönüşü olarak tabir edilen durum, yüksek oranda polarize olmuş alanların bir miktar ölçüsüne kadar kutupsuzlaşma eğilimini ifade etmektedir ve dışarıdan uygulanan elektrik alanın kaldırılmasına binaen kalıntı depolarizasyon alanı tarafından tahrik edilen daha düşük enerjili konfigürasyonlar üretmektedir [143]. Farklı bir ifade ile uygulanan elektrik alanın kalkmasıyla, polarizasyon daha kararlı bir düzey olan P_r seviyesine çekilirken, bu rahatlama sırasında polarizasyonun bir miktarı geri dönüşmesi durumu olarak tanımlanmaktadır [144]. Kutuplanma geri dönüşü özellikle veri depolama uygulamaları söz konusu olduğunda zamanla kaydedilen bilgiye ait kaybı arttıracak için oldukça kritiktir. Geri dönüşen bu polarizasyon miktarı Eşitlik 4.10 ile ifade edilmektedir [143], [144]. Termal aktivasyon açısından değerlendirmek için de Arrhenius tipindeki Eşitlik 4.11 kullanılmaktadır [124], [143], [144].

$$P_{bc} = P_s - P_r \quad (4.10)$$

$$P_{bc} = P_0 \exp(-E_a/k_B T) \quad (4.11)$$

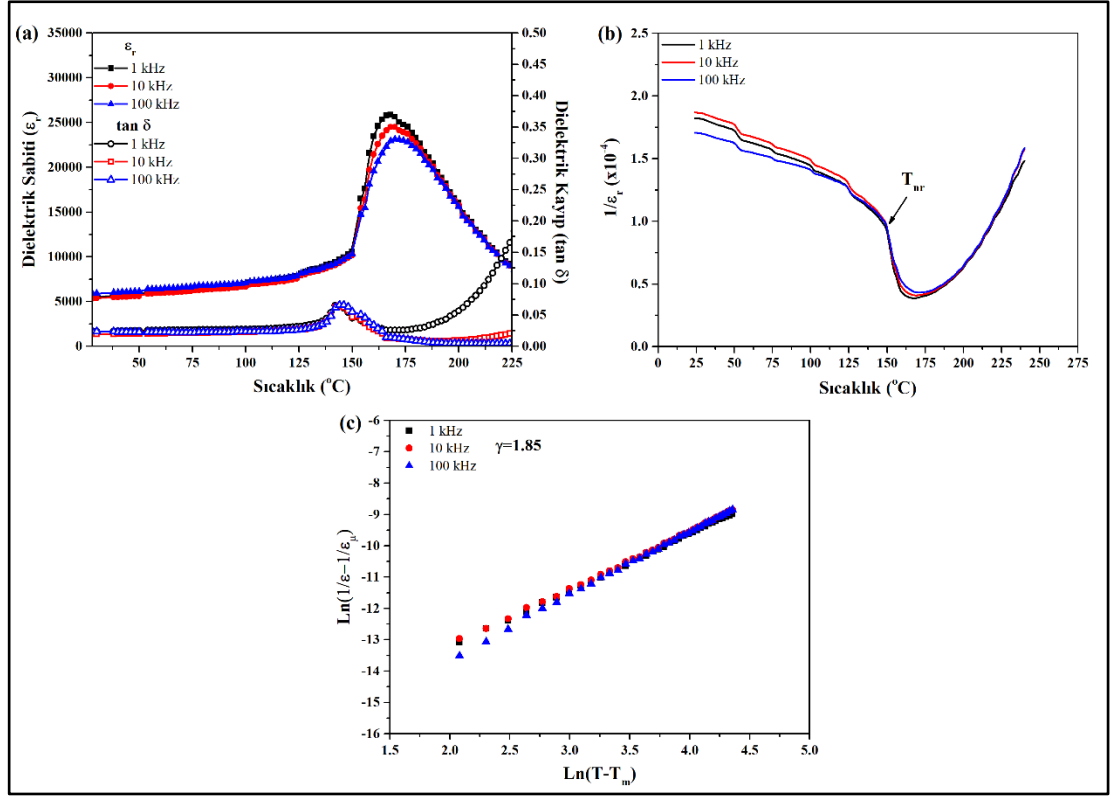
Eşitlik 4.10’da P_s kendinden (spontaneous) polarizasyonu, P_r kalıntı polarizasyonu, P_{bc} ise kutuplanma geri dönüşünü ifade etmektedir. Eşitlik 4.11’de P_0 ve k_B sırasıyla lineer fit sabitini ve Boltzman sabitini, E_a domain duvar hareketi için gerekli olan termal aktivasyon enerjisini, T ise mutlak sıcaklığı ifade etmektedir. Polarizasyon geri dönüş miktarı sıcaklıkla birlikte yükselirken, P_r ve E_c ise düşme eğilimi sergilemektedir [144]. Şekil 4.26b’de $\ln(P_{bc})-1000/T$ grafiği Eşitlik 4.11 kullanılarak oluşturulmuştur. Ayrıca grafiğe göre iyi bir doğrusal bağımlılık olduğu görülmektedir. Domain duvar hareketi için gerekli aktivasyon enerjisi $\ln(P_{bc})-1000/T$ grafiğinin eğiminden hesaplanabilmektedir [144]. E_a yaklaşık olarak 0.028 eV hesaplanmıştır. Polarizasyonun geri dönüşü, sıcaklık haricinde uygulanan elektrik alanın büyüklüğü ile orantılı olmaktadır. Nitekim Wen ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada, MFS PZT kompozisyonu için farklı elektrik alan uygulama miktarlarının, domain hareketi için gerekli aktivasyon enerjisi üzerine etkisini grafiksel olarak göstermiş ve 20 kV/cm elektrik alan uygulanmasında E_a ’nın 0.042 eV değerine düştüğünü ifade etmiştir.

Yapılan bu tez çalışmasında aktivasyon enerjisinin 0.028 eV olması hem MFS civarındaki bu kompozisyonun sahip olduğu rombohedral domain yapısının kolayca yönlenebilmesinden hem de uygulanan elektrik alan değerinin 40 kV/cm gibi yüksek bir değer olmasından kaynaklanmaktadır. Bu analiz seramiklerin kutuplama işleminin sıcaklığı, kutuplanma kararlılığı ve performans kaybı gözlenmeksizin çalışabilecek sıcaklık aralığına ışık tutmaktadır.

4.2.2. PNN-PZT Seramik Kompozisyonunun Elektriksel Özellikleri

PNN tek kristali -120°C 'de paraelektrik faza geçiş yapmaktadır ve oda sıcaklığında kübik yapıdadır. Çok yüksek dielektrik sabitine sahip olmasına rağmen bu derece düşük sıcaklıklar gerektirmesi kullanımını kısıtlamaktadır. Genel itibariyle bu tez çalışmasında olduğu gibi PZT ile katı eriyik oluşturarak kullanılır ve PZT ile katı eriyik oluşması esnasında PNN miktarına göre FP faz geçiş sıcaklığı değişim sergilemektedir. Tetragonalce zengin 0.5PNN-0.5PZT Zr:Ti 30:70 kompozisyonu için maksimum dielektrik geçirgenliğin görüldüğü sıcaklık değeri 162°C 'dir. Geçiş sıcaklığındaki yükseklik kompozisyonel anlamda PbTiO_3 (PT) oranının PbZrO_3 (PZ) bileşenine nazaran daha baskın olmasından kaynaklanmaktadır. Zira PT 490°C faz geçiş sıcaklığına sahipken PZ 230°C sıcaklığında FP faz geçiş sıcaklığına sahiptir [138]. PNN kristalinin -120°C sıcaklık değerinde faz geçişi göz önüne alındığında, PNN-PZT kompozisyonunun geçiş sıcaklığının 162°C olması olağandır. Şekil 4.27a'da görüldüğü gibi oda sıcaklığında da dielektrik sabiti ticari PZT türevlerine göre oldukça yüksektir. Herhangi bir ara faz geçişi gözlenmemektedir. Faz miktarı ve tane boyutu burada etkilidir. Nitekim farklı sinterleme sıcaklıklarında yapılan benzer bir çalışmada, sinterleme sıcaklığının baskın faz ve tane boyutu üzerinde etkisi olduğunu, ayrıca düşük T_c sıcaklık değerinin elektriksel özelliklerin sıcaklık değişimlerinden daha çok etkilenecek dalgalanmasına sebep olduğunu ve bunun sonucu olarak polarizasyonda kararlılığın düştüğü ifade edilmiştir [77]. O halde oda sıcaklığı üzerindeki kutuplama ($T > 50^{\circ}\text{C}$) işlemlerinden sonra ölçülen dielektrik geçirgenlik, dielektrik kayıp ve d_{33} değerlerindeki düşüş, artan sıcaklıklarda meydana gelen özelliklerin düşmesinin nedeni yukarıda bahsettiğimiz hususlar olmaktadır. Dielektrik davranışın sıcaklığa bağlı grafiğinde faz geçişinin keskin bir şekilde olmadığı ve maksimum geçirgenliğin gözlemlendiği sıcaklık bandında eğrinin yayvanlaştığı görülmektedir. FP geçiş sıcaklığı frekansa göre bir miktar daha yüksektir

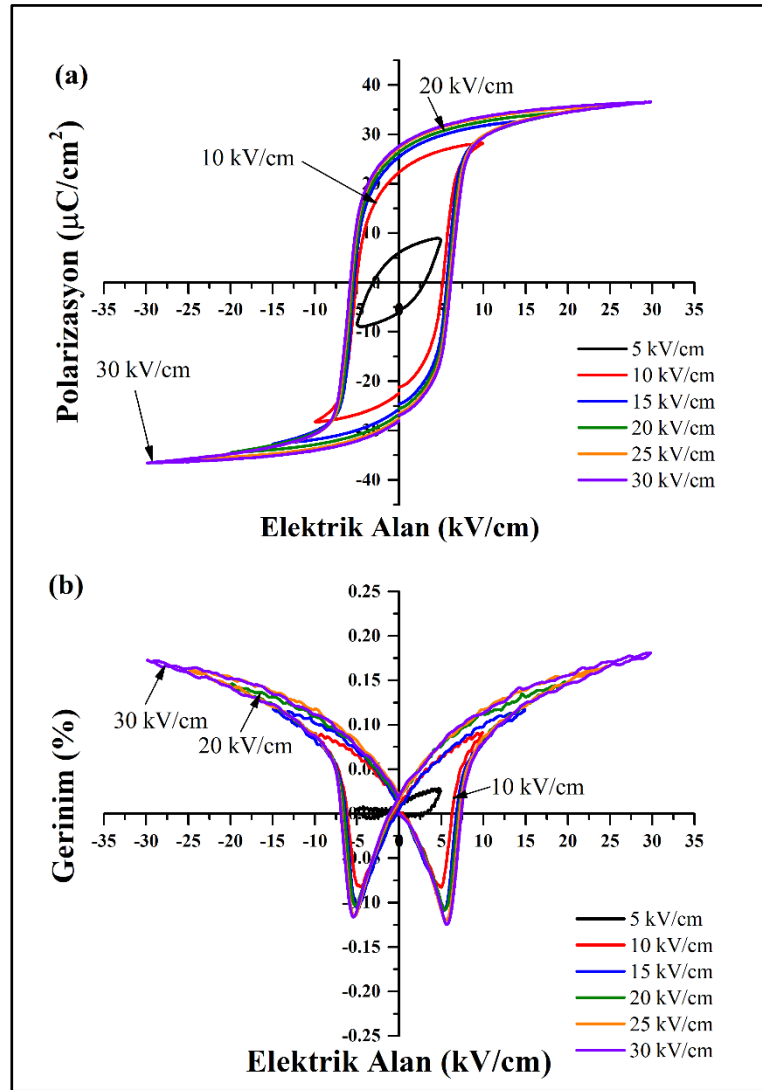
ve maksimum geçirgenlik değeri frekansa bağlı olarak düşüş sergilemektedir. Yukarıda ifade ettiğimiz ilk durumda relaksör ferroelektriklerin gösterdiği yayınımsal faz geçişinden kaynaklanmaktadır. Artan PZT miktarına göre yapılan bir çalışmada ise, PZT miktarının relaksör özelliği düşürdüğü ifade edilmektedir. Relaksör davranışın PMN-PT de olduğu gibi kompleks B bölgesi iyon diziliminden kaynaklı heterojenliğin ve bu vesileyle ortaya çıkan küçük bölgesel polar bölgelerin etkili mekanizma olduğu ifade edilmektedir [33], [70]. Ayrıca birim hücrenin B bölgesinde yüksek sinterleme sıcaklıkları neticesinde artan nanometre mertebelerindeki kompozisyonel dalgalanmanın oluşturduğu nano ölçekli kompozisyonel homojensizliğin $\text{Pb}(\text{B}'_{1/3}\text{B}''_{2/3})\text{O}_3$ tipi perovskitlerin yayınımsal faz geçişine sahip olmasına da neden olduğu bilinmektedir [54]. Yukarıda yazılanlar ışığında özetle, kompleks B bölgesi iyon diziliminde kısa mesafede 1:1 oranındaki dizilimin artması ve Pb boşluk konsantrasyonunun yükselmesinden oluşan dipol momentindeki dengesizlik FR geçişini tercihli kılmaktadır. Dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı olarak çizilen grafiğinde ise FR geçiş büküm noktası Şekil 4.27b'de görülmektedir. Bu geçiş noktasına kadar lineer artış sergileyen geçiş değeri 145°C hemen sonra keskin bir artış sergilemektedir. Nitekim eşitlik 4.9 kullanılarak çizilen ve Şekil 4.27c'de görülen grafikte yayınımsallık derecesini ifade eden γ değeri 1.85 olarak hesaplanmıştır. Literatürden bildiğimiz üzere $\gamma=1$ olması durumunda normal ferroelektrik, $\gamma=2$ olması koşulunda ise relaksör ferroelektrik davranış sergilenecektir. γ değerinin 2'ye yakın oluşunun yanında yukarıda bahsi geçen hususlar da göz önüne alındığında mevcut kompozisyonun relaksöre yakın davranış sergilediği ortaya çıkmaktadır. Ayrıca γ değeri 1200°C gibi yüksek sıcaklıklar için Pb^{2+} boşluk konsantrasyonu ile de ilişkilidir. Bu ilişki neticesinde B bölgesi iyonlarının merkezinde, Pb^{2+} boşluk oluşumu kaynaklı kayma meydana gelmektedir. Bunun sonucu ise her birim hücrede elektriksel dipol momentinin artması ile elektriksel özelliğin ferroelektriklikten, relaksör duruma geçişine zorlanması olmaktadır [54]. Elektriksel özelliklerin genel özeti ise Tablo 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.27: 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonu için, a) 1-100 kHz frekans değerinde dielektrik sabitinin sıcaklığa bağlı değişim davranışı, b) dielektrik sabitinin tersinin sıcaklığa bağlı değişimi, c) Modifiye edilmiş Curie-Weiss denkleminde göre oluşturulmuş $\ln(1/\epsilon_r - 1/\epsilon_m)$ 'nin $\ln(T - T_m)$ 'ye göre değişimi.

PNN-PZT kompozisyonu için ferroelektrik test ölçüm cihazından 1 Hz periyotta alınan sonuçlar incelendiğinde (Şekil 4.28a), 15 kV/cm değerinden itibaren neredeyse doyum polarizasyonuna ulaştığı anlaşılmaktadır. 5 kV/cm elektrik alan değerinden 10 kV/cm değerine çıkışta 2 kattan daha fazla bir polarizasyon artışı gözlenmiştir. $2E_c$ değerlerine bakıldığında ise (12.02 kV/cm) PZT ve PZN ile kıyaslandığında oldukça düşüktür. Yüksek gerinim değerleri düşünüldüğünde, latis çarpıklaşması ve domain hareket kabiliyetinin yüksekliği ön plandadır. Ancak yüksek tetragonal faz içeriğindeki gerinim davranışı, latis çarpıklaşması seviyelerinin daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Fakat relaksör bileşenin oranı arttıkça domain hareketliliği yükselirken latis çarpıklaşma oranı da azalacaktır [77]. Böylelikle Şekil 4.28a'da gördüğümüz gibi çok düşük E_c değerleri gözlemlenecektir. Tetragonal fazca zengin (%72) bir kompozisyon oluşunun sonucu olarak, yakın zamanda yapılan bir tez çalışmasında da saptandığı gibi [127] 1200°C sıcaklıkta sinterlenen numuneler daha yüksek P_r ve gerinim değerine ulaştığı söylenebilmektedir. Ayrıca hem Wagner ve arkadaşlarının hem de yapılmış olan tez çalışmasının çarpıcı olan diğer bir bulgusu da

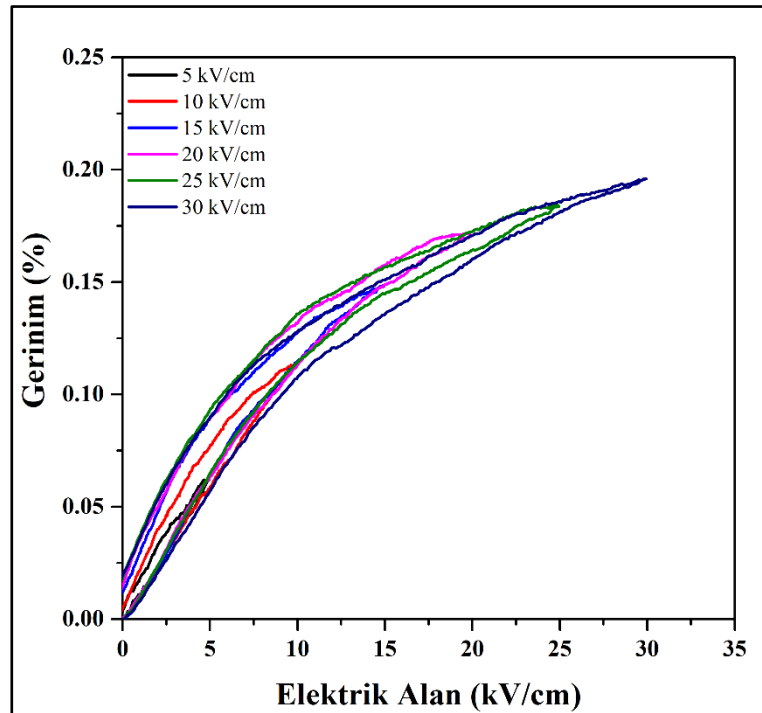
ferroelektrik ve piezoelektrik özelliklerin 1250°C sinterleme sıcaklığında düşmeye başlamasıdır [77], [127]. Bu durum sıcaklıkla birlikte artan kurşun kaybı ile oluşmaya başlayan yeni yapısal kusurlar ve kompozisyonun denkliğinin bozunmaya başlamasıyla açıklanmaktadır. Gerinim eğrileri incelendiğinde ise (Şekil 4.28b) kelebek şeklinde olduğu fark edilecektir. Normal ferroelektrik malzemelere benzer gerinim davranışı mevcuttur. 30 kV/cm değerinde maksimum gerinim yaklaşık %0.18 olmaktadır. Gerek histerisis eğrisinin karesel şekli gerekse de büyük ve geniş gerinim



Şekil 4.28: 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonuna ait, a)ferroelektrik histerisis eğrisi, b) elektrik alan etkili gerinim grafiği.

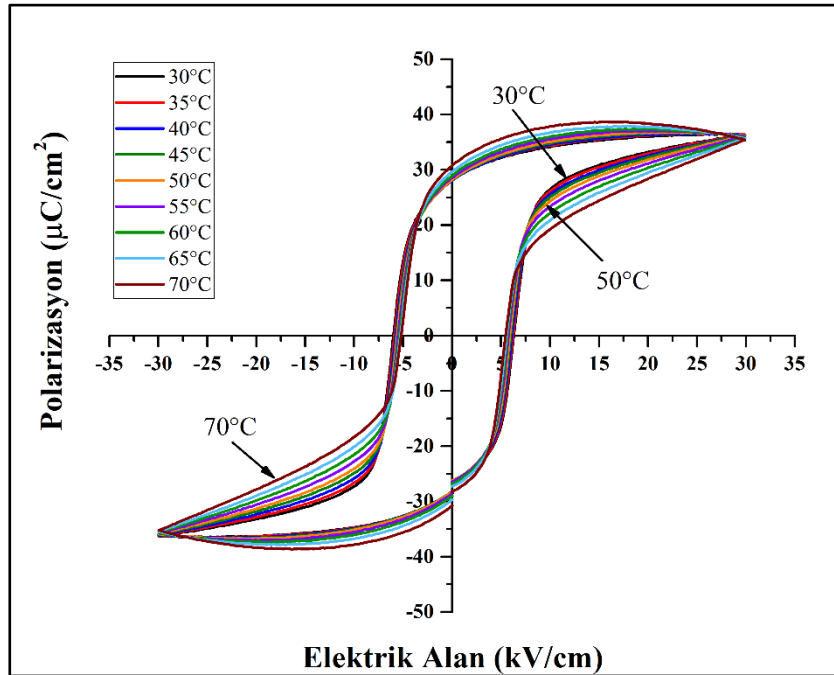
eğrisine sahip oluşu, verici katkı içeren yumuşak PZT seramikleri ile benzer karakterde olduğunu göstermektedir. SEM görüntülerine tekrardan dönecek olursak (bkz. Şekil 4.18) seramiklerin oldukça yüksek tane boyutuna sahip olmasının kuşku

götürmez suretle yapı özellik ilişkileri neticesinde, kompozisyonun sergilemiş olduğu performansa direk etkisi bulunmaktadır. Nitekim Nb katkılı PZT’de olduğu gibi tane boyutu, P_r değerini ve histerisis eğrisinin şeklini belirlemektedir. Belirli bir tane boyutuna kadar hem piezoelektrik hem de ferroelektrik özelliklerde artış gözlemlendiği tespit edilmiş ve bunun nedeni olarak domain yapısının değişimi gösterilmiştir. 1 μm ’den küçük tane boyutlarında ise domain çeşitliğinin azlığı ile beraber tane sınırları ve domain duvarları arasındaki kuvvetli etkileşimin, domain dönüşünü kısıtlayarak domain duvar hareketlerini baskılaması sonucunda düşük doyum polarizasyonuna ve piezoelektrik özelliklere neden olduğu ifade edilmiştir. [140]. Tane boyutunun 3 μm üzerinde olması daha yüksek gerinim değerlerine ulaşmasına engel teşkil edebilmektedir. Zira sinterleme sıcaklığına bağlı olarak gerçekleşen faz oluşumu ve tane büyümesi olaylarının, başka bir deyişle tetragonal faz oranının yükselmesiyle birlikte artan tane boyutunun, artan gözenekliliğin ve yoğunluktaki düşüşün makro düzeyde gerinim değerlerinde azalmaya neden olması beklenmektedir [77]. Tek kutuplu gerinim eğrileri incelendiğinde 30kV/cm değeri için %0.2 ye yakın gerinim elde edilmiştir.



Şekil 4.29: 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu için tek kutuplu elektrik alan etkili gerinim eğrileri.

PNN-PZT kompozisyonun sıcaklığa bağlı ferroelektrik test sisteminde alınan ölçüm sonuçları ise Şekil 4.30'da verilmiştir. 50°C sıcaklık değerinin üzerinde E_c üzerinde değişim gözlenmemesine karşın bu sıcaklık değeri dâhil olmak üzere P_m - P_r arası hat maksimum polarizasyon değerinden sonra bombeleşmeye başlamaktadır. Bu şişkinleşme neticesinde P_s değerinin tespiti için, P_m 'nin lineer olduğu bölgeden bir teğet çizildiğinde, bu çizgi P_m 'den daha yüksek bir noktada polarizasyon eksenini kestiği görülecektir. Başka bir ifadeyle P_s değeri P_m 'den daha yüksek olacaktır. Malzemede iletkenlik oluştuğunu artan sıcaklıklarda P_m değerinin giderek P_r değerine yaklaşması sebebiyle ifade edebiliriz. Kutuplama işleminin 50°C ve üzeri sıcaklıklarda yapılması bu nedenle uygun görülmemektedir. Histeris grafiğinin iletkenlik sergileyen bir ferroelektrik karaktere bürünmesi ve 50°C üzerinde P_s 'nin P_m 'den daha yüksek değer almaya başlaması nedeniyle domain duvar hareketi için gerekli aktivasyon enerjisi hesabı yapılmamıştır. Ek olarak Oda sıcaklığında gerçekleştirilen kutuplama işleminde hem özellikler daha yüksek hem de dielektrik bozunma gözlenme şansı daha düşük olmaktadır.



Şekil 4.30: 0.5Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.5Pb(Zr_{0.30}Ti_{0.70})O₃ kompozisyonu için sıcaklığa bağlı histeris eğrisinin değişimi.

Tablo 4.1 : Tez Kapsamında üretilmiş olan seramik kompozisyonların genel elektriksel ve elektromekanik özellikleri

ÖZELLİKLER	xPZN		0.1		0.2		0.3		0.4		0.5		0.6		0.5PNN-0.5PZT	
	Zr:Ti	48:52	48:52	48:52	48:52	48:52	48:52	46:54	47:53	48:52	49:51	50:50	52:48	48:52	48:52	30:70
Elektromekanik Bağlaşma Katsayısı																
k_p		0.55	0.55	0.67	0.60	0.63	0.68	0.64	0.55	0.59	0.56	0.53				0.64
k_t		-	-	-	0.48	0.48	0.54	0.54	0.47	0.58	-	-				0.53
k_{33}		-	-	-	0.71	0.73	0.77	0.76	0.67	0.74	-	-				0.76
Piezoelektrik Yük Sabiti (pC/N)																
d_{33}		340	354	454	434	453	490	445	385	288	379	336				770
Mekanik Kalite Faktörü																
Q_m		72	77	74	71	68	67	52	75	82	78	94				97
Dielektrik Sabiti @ 1kHz 25 °C																
ϵ_r		1339	1749	2025	2560	2479	2379	2060	1872	1088	1701	1437				5533
Dielektrik Kayıp @1 kHz 25 °C																
$\tan \delta$ (%)		2	1.4	1.5	1.6	2.0	1.7	2.3	2.5	2.6	1.9	2.1				2.1
Kalıntı Polarizasyon @30 kV/cm ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)																
$2P_r$		33.1	58.2	69.8	68.2	69.8	74.0	71.1	78.9	75.2	62.1	60.2				55.8
Zorlayıcı Elektrik Alan @30 kV/cm (kV/cm)																
$2E_c$		41.4	37.6	32.8	30.6	28.2	27.6	23.8	23.2	22.1	24.2	22.6				12.02

4.3. Elektromekanik Özelliklerin Hesap Sonuçları ve ATILA SEA IEEE Standart Disk Modeli İle Karşılaştırılması

Elektromekanik özelliklerin hesaplanması ile ilgili olarak gerekli denklemler ve numunelere ait bilgiler deneysel süreçler kapsamında (bkz bölüm 3.4.2) anlatılmıştır. Bahsi geçen formüller aracılığı ile hesaplanmış olan dielektrik sabiti (ϵ_{ij}), piezoelektrik yük sabitleri(d_{ij}), elektro mekanik bağlaşma katsayıları (k_{ij}) ve elastik uyum (s_{ijkl}^E) katsayıları matris formunda, ticari PZT5-A için Tablo 4.2, 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) için Tablo 4.3 ve son olarak 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonu için Tablo 4.4’te verilmiştir. Elde edilen bu özellik matrislerini kullanarak, standart boyuttaki (yaklaşık Ø 27 mm çap ve 1 mm kalınlıktaki disk) numuneleri ATILA SEA programında modellenerek, sonlu elemanlar analiz sonucunda elde edilen empedans frekans spektrumlarının, deneysel sonuçlar ile kıyaslanmasına ait grafikler PZT5A, PZN-PZT ve PNN-PZT kompozisyonları için sırasıyla Şekil 4.31, 4.32 ve 4.33’te verilmiştir.

Tablo 4.2: PZT5-A seramiğine ait özellik matrisleri

Dielektrik Sabiti (ϵ_{ij})	$\begin{pmatrix} 2222 & 0 & 0 \\ 0 & 2222 & 0 \\ 0 & 0 & 2203 \end{pmatrix}$
Piezoelektrik Yük Sabiti (d_{ij}) [pC/N]	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 405 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 405 & 0 & 0 \\ -147 & -147 & 430 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Elektromekanik Bağlaşma Katsayıları (k_{ij})	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0.58 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.58 & 0 & 0 \\ 0.35 & 0.35 & 0.73 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Elastik Uyum (s_{ijkl}^E)x10 ⁻¹² [m ² /N]	$\begin{pmatrix} 14.9 & -5.32 & -9.93 & 0 & 0 & 0 \\ -5.32 & 14.9 & -9.93 & 0 & 0 & 0 \\ -9.93 & -9.93 & 29.7 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 37.2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 37.2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 40.4 \end{pmatrix}$

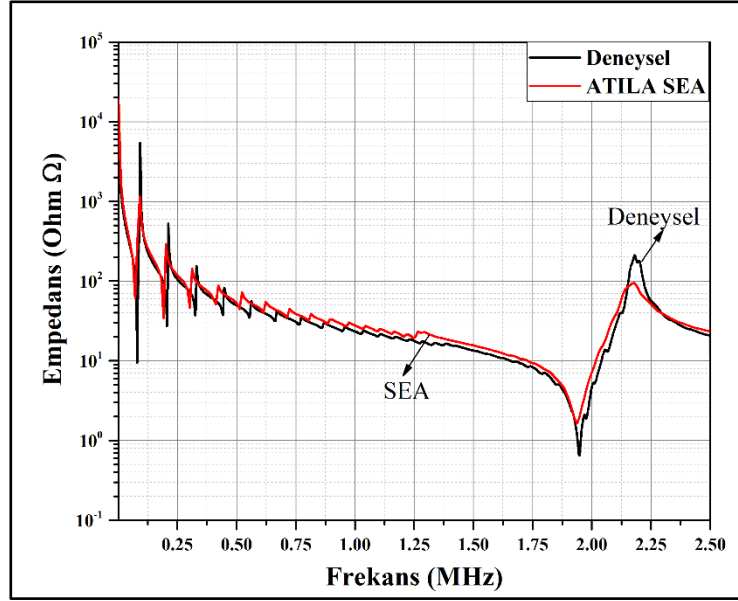
Tablo 4.3: 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) seramiğine ait özellik matrisleri

Dielektrik Sabiti (ϵ_{ij})	$\begin{pmatrix} 2038 & 0 & 0 \\ 0 & 2038 & 0 \\ 0 & 0 & 2379 \end{pmatrix}$
Piezoelektrik Yük Sabiti (d_{ij}) [pC/N]	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 383 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 383 & 0 & 0 \\ -183 & -183 & 490 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Elektromekanik Bağlaşma Katsayıları (k_{ij})	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0.54 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.54 & 0 & 0 \\ 0.37 & 0.37 & 0.77 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Elastik Uyum (s_{ijkl}^E) $\times 10^{-12}$ [m ² /N]	$\begin{pmatrix} 13.99 & -5.35 & -7.11 & 0 & 0 & 0 \\ -5.35 & 13.99 & -7.11 & 0 & 0 & 0 \\ -7.11 & -7.11 & 21.21 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 39.50 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 39.50 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 38.68 \end{pmatrix}$

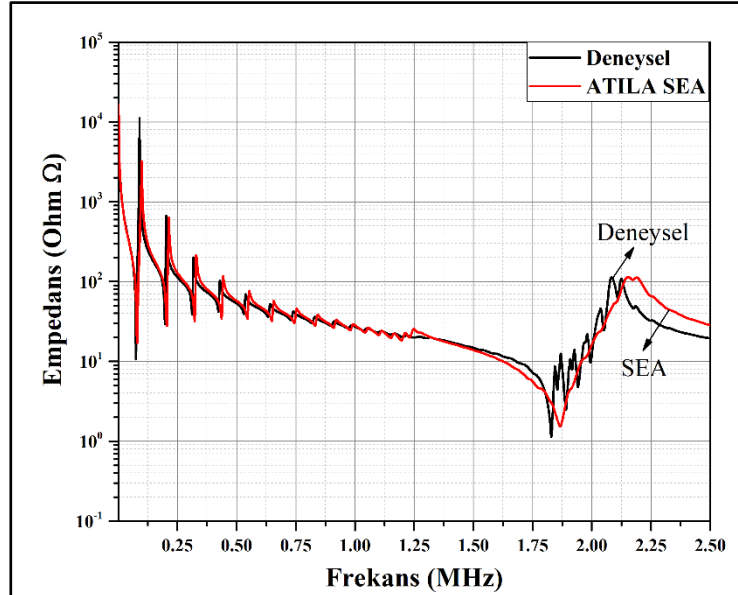
Tablo 4.4: 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) seramiğine ait özellik matrisleri

Dielektrik Sabiti (ϵ_{ij})	$\begin{pmatrix} 5015 & 0 & 0 \\ 0 & 5015 & 0 \\ 0 & 0 & 5533 \end{pmatrix}$
Piezoelektrik Yük Sabiti (d_{ij}) [pC/N]	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 617 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 617 & 0 & 0 \\ -300 & -300 & 770 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Elektromekanik Bağlaşma Katsayıları (k_{ij})	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0.58 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.58 & 0 & 0 \\ 0.36 & 0.36 & 0.76 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Elastik Uyum (s_{ijkl}^E) $\times 10^{-12}$ [m ² /N]	$\begin{pmatrix} 14.96 & -5.75 & -7.57 & 0 & 0 & 0 \\ -5.75 & 14.96 & -7.57 & 0 & 0 & 0 \\ -7.57 & -7.57 & 21.62 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 38.85 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 38.85 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 41.43 \end{pmatrix}$

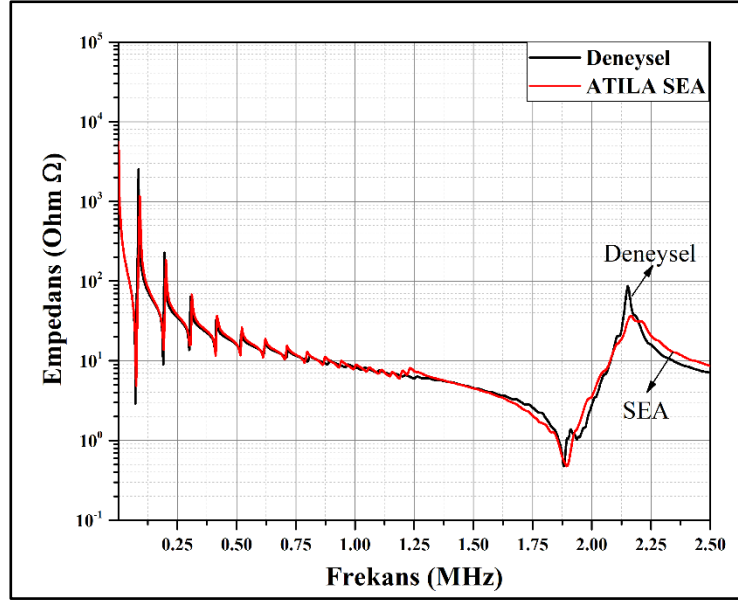
Tüm seramik kompozisyonları için 70-100 kHz frekans aralığındaki temel radyal rezonans modu ATILA-SEA ve deneysel ölçüm sonuçlarıyla uyuşmaktadır. 1.8 MHz sonrası gözlemlenen kalınlık moduna ait rezonans noktası ise yine hem tasarım program çıktısı hem de deneysel bulgular ile örtüşmektedir.



Şekil 4.31: PZT5-A standart numunesine ait deneysel ve ATILA-SEA analiz sonuçlarının empedans-frekans spektrası üzerinde kıyaslanması.



Şekil 4.32: 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) kompozisyonundaki standart numunesine ait deneysel ve ATILA-SEA analiz sonuçlarının empedans-frekans spektrası üzerinde kıyaslanması.



Şekil 4.33: 0.5PNN-0.5PZT (Zr:Ti 30:70) kompozisyonundaki standart numunesine ait deneysel ve ATILA-SEA analiz sonuçlarının empedans-frekans spektrası üzerinde kıyaslanması.

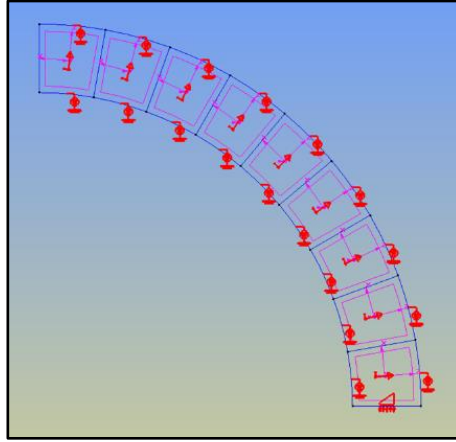
Yukarıdaki sonuçlardan yola çıkarak hesaplanmış olan katsayıların, gerçek malzeme özelliklerine çok yakınsadığı, benzeştiği ve tasarım safhasında kullanılması için uygun olduğu kanaati ortaya çıkmaktadır. Nitekim asıltı döküm yöntemiyle üretilmiş olan PZN-PZT ve PNN-PZT kompozisyonlarındaki kürelerin modellenmesi bu matrisler kullanılarak gerçekleştirilmiş ve sonuçların ince disk formunda elde edilen sonuçlar gibi tasarım ve deneysel ölçümlerin benzeştiği görülmüş ve bölüm 4.4 içerisinde tartışılmıştır.

4.4. ATILA-SEA Programı İle İçi Boş Küre ve Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Tasarım Sonuçları

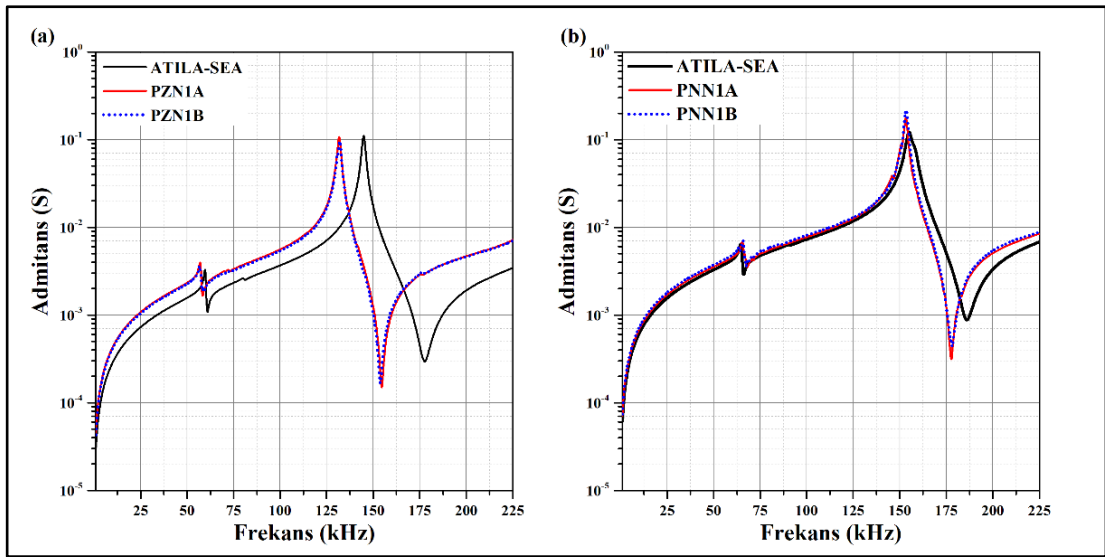
4.4.1. PZN-PZT ve PNN-PZT Kompozisyonlarında İçi Boş Küre Tasarım ve Deneysel Bulgulara Ait Sonuçlar

Elektromekanik matrislerinin hesaplanmasını takip eden süreçte, asıltı döküm vasıtasıyla hem PZN-PZT hem de PNN-PZT kompozisyonları için içi boş yarı küre formunda dökümler gerçekleştirilmiştir. Bu yarı kürelerin ısıtılmasını takip eden süreçte Tablo 4.3 ve Tablo 4.4'te yer alan matris verileri ATILA-SEA programına girdi olarak kullanılmış ve Şekil 4.34'te görülen biçimde yarı küreler çeyrek daire dilimi şeklinde GID 10.0 çizim ara yüzeyi kullanılarak yapılmıştır. Deneysel veri ve

SEA sonucu kıyaslanması Şekil 4.35'te her iki kompozisyon için karşılaştırmalı olarak verilmektedir.



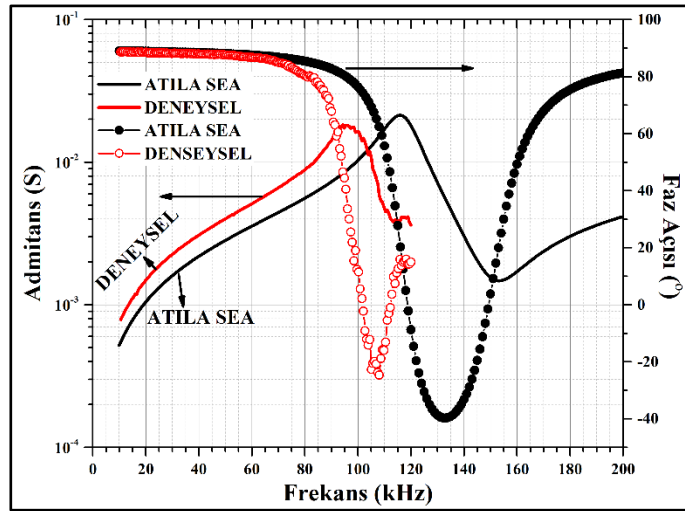
Şekil 4.34: İçi boş küre modeline ait çeyrek dilim çizim modeli sınır koşulları gösterimi.



Şekil 4.35: Farklı seramik kompozisyonlardan üretilen yarı kürelerin SEA program modelleri ile kıyaslanması, a) PZN-PZT, b) PNN-PZT

Hem PZN, hem de PNN seramikleri için admitans değerleri tasarım ve deneysel benzerdir. PZN-PZT yarı küre Ø 15.5 mm çap ve 1.2 mm kalınlığında olacak şekilde modellenmiş ancak Şekil 4.35a'da görüldüğü üzere f_r ve f_a değerlerinde 20 kHz civarında bir sapma söz konusudur. Ancak standart disk numunesinin SEA kıyaslamasının olduğu Şekil 4.32'de bu mertebede sapma görülmemektedir. Bu duruma; özellikle çap ölçüsünün her bir dereceye karşılık gelecek adımlarda aynı değerde olmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Zira d_{31} modu (breathing

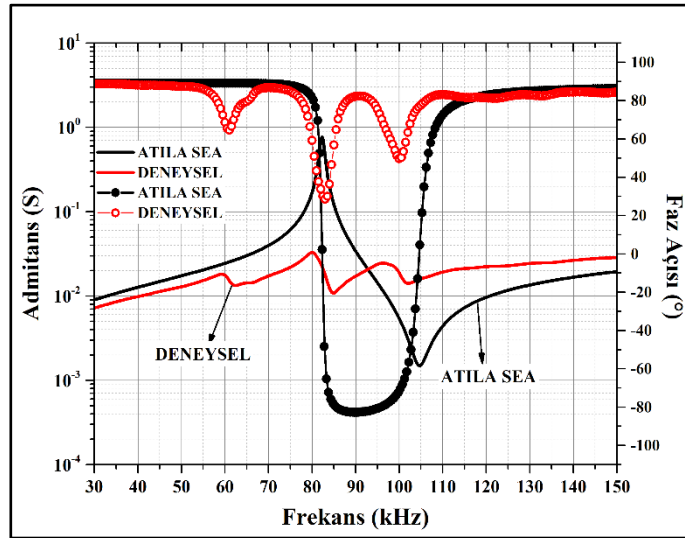
mod) malzemenin kalınlıđından daha ziyade apı ile ilintilidir [145]. Ek olarak SEA analiz programları girdi yapılan malzemeyi kusursuz olarak kabul eder ve iterasyonları bu minval zerinden gerekleřtirir. Her ne kadar bunun minr bir etkisi olacađı dřnlse de gz ardı edilmemesi gerekmektedir. Ancak eřdeđer krelerin lm sonularının yine birbiriyle rtřtđ ve kendi ilerinde tutarlı oldukları ařıkr biimde gzkmektedir. řekil 4.35b’de ise yaklaşık Ø 20 mm ap ve 1.4 mm kalınlıktaki PNN-PZT kompozisyonlarına ait yarı krelerde neredeyse mkemmek bir uyum oluřtuđu grlmektedir. Yarı kreler hem kendi ilerinde hem de SEA ıktısıyla rtřmektedir. İlerleyen srete PZN-PZT ve PNN-PZT yarı kreler birleřtirilerek tam kre formuna getirilmiř ve sualtı akustik performansına ait hem deneysel hem de SEA kıyaslamalarını ieren admitans-frekans ve frekans faz aısının yer aldıđı lm sonucu PZN-PZT iin řekil 4.36’da verilmiřtir. řekil 4.37’de ise yaklaşık Ø 20 mm ap ve 2 mm kalınlıktaki PNN-PZT kompozisyonuna ait tam kre formundaki cihazın modelleme ve deneysel bulgu kıyaslaması hava ortamı iin mevcuttur.



řekil 4.36: PZN-PZT hidrofon admitans-frekans spektrumu sualtı lm sonucunun SEA ile kıyaslaması.

řekil 4.36’da yaklaşık 94 kHz’de gzlemlenen ana rezonans (f_r) noktası, krenin nefes alma moduna, yani, krenin hacminin genleřme ve bzlmesine aittir. Daha nce ifade edildiđi gibi malzemenin piezoelektrik d_{31} kat sayısı ile alakadardır. Buna ek olarak mkemmek bir krenin daha yksek frekanslarda d_{33} katsayısı ile ilintili kalınlık modu titreřimi de bulunmaktadır [26]. Cihazın SEA sonucundan elde edilen admitans spektrumundaki f_r deđerı ise 114 kHz olarak saptanmıř ve tam olarak 20 kHz

fark olduğu gözlemlenmiştir. PNN-PZT yarı kürelerden yapılmış ve poliüretan kaplama sonrası ölçümü alınmış cihazda f_r 80.5 kHz’de SEA tasarımında ise 82.3 kHz’de mevcut bulunmaktadır. Şekil 4.37’de radyal modun sağ ve solunda yer alan ikincil piklerin yarı kürelerin yapışma yüzeyi ve montaj kusuru sonucu ayrıışan ve 31 moduyla bağlantısız modlar olduğu düşünülmektedir. Tasarım ve deneysel bulgu birbirine oldukça yakınsamaktadır. PZN-PZT aygıt için hem montaj öncesi yarı kürelerde hem de sualtı ölçümlerinde rastlanan farklılık ise, kürelerin su bazlı seramik çamurlarının basınç uygulaması olmaksızın asıltı dökümüyle elde edilmesi, SEA için özellik matrisinin çıkartılmasında kullanılan standart numunelerin ise, seramik tozlarının kuru preslenmesi yoluyla işlenmesiyle ilintili olduğu düşünülebilir. Çünkü asıltı döküm ile üretilen parçaların yoğunlukları ile elektriksel özellikleri, kuru pres yöntemiyle üretilen seramiklere nazaran daha düşük olmaktadır [27]. Ayrıca cihaz yapımında kullanılan epoksi yapıştırıcı ve poliüretan kaplamaların non-lineer davranış sergilemesi ve SEA programlarına tam olarak entegre edilmesi güç elastik özelliklere sahip olmasından kaynaklanabilmektedir [42].



Şekil 4.37: Poliüretan kaplı PNN-PZT hidrofonun admitans-frekans spektrumu hava ortamı ölçüm sonucunun SEA ile kıyaslaması.

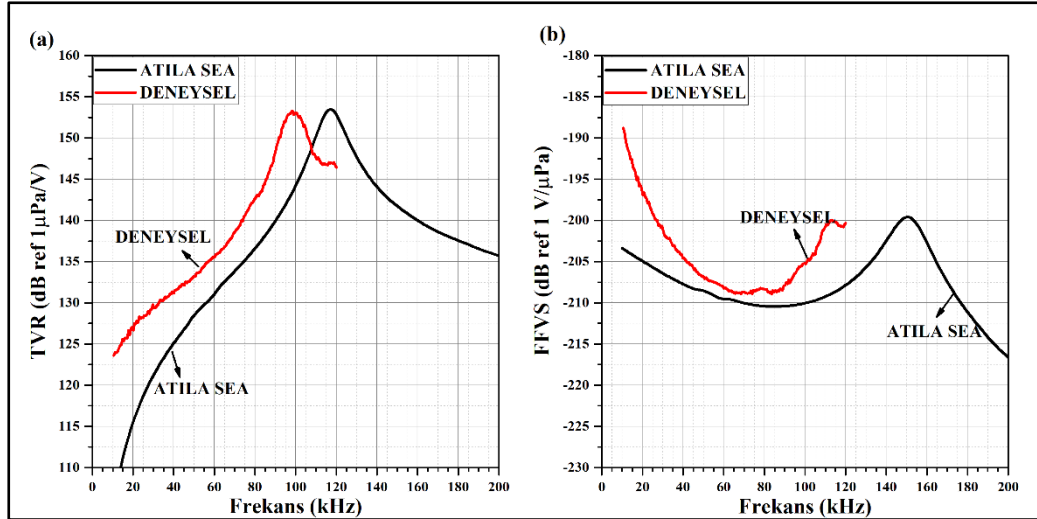
Cihazın TVR hesabını, sualtı admitans değerleri kullanılarak eşitlik 4.12 ile hesaplamak mümkündür [3].

$$TVR = 170.8 + 10 \log(Re\{Y\}) + DI + \eta \quad (4.12)$$

$\text{Re}\{Y\}$, ölçülen admitans değerinin gerçek kısmının, DI dönüştürücünün yönlülük indeksinin dB cinsi ifadesidir. Dönüştürücü küresel formda olduğu için yönlülük desenleri neredeyse yönsüz (omnidirectional) olacaktır. Bu sebeple $DI=0$ olarak kabul edilebilmektedir. η ise aygıtın verimi yani aksutik enerjinin elektriksel güce dönüşümünün bir ifadesi olup yine dB cinsindendir. Hesaplanmış olan TVR Şekil 4.38a’da verilmektedir. Deneysel olarak TVR pik noktası 96 kHz’de saptanmıştır olup bu frekanstaki değeri 152.9 dB re 1 $\mu\text{Pa/V}$ ’dır. ATILA ile yapılına hesaplamada ise bu değer 153.1 dB 1 $\mu\text{Pa/V}$ olup daha yüksek frekans değerinde çıkmaktadır. 0.4PZN-0.6PZT (Zr:Ti 48:52) seramik kompozisyonu ticari PZT 5A kompozisyonu ile mukayese edildiğinde 3dB gibi bir oranda daha yüksek performans sergilediği ortaya çıkmaktadır [42] . FFVS içinde yine sualtında ölçülmüş olan admitans değerleri kullanılarak eşitlik 4.13 ile hesabı mümkündür.

$$FFVS = TVR - 20 \log(|Y|) - 20 \log\left(\frac{f}{1000}\right) - 354 \quad (4.13)$$

FFVS birimi dB re $V / \mu\text{Pa}$ ’dır. $|Y|$ dönüştürücünün ölçülen admitans değeri, f ise Hz cinsinden frekansı ifade etmektedir. Hesaplanmış olan FFVS ve SEA sonucu çizilen FFVS eğrilerinin kıyaslanması Şekil 4.38b’de görülmektedir.



Şekil 4.38: PZN-PZT hidroфона ait sualtı ölçüm sonuçlarının SEA ile kıyaslanması, a) TVR-frekans, b) FFVS-frekans.

Deneysel sonuçların, ATILA -SEA sonuçlarına göre oldukça yüksek olduğu saptanmıştır. Sonuç olarak gerek elektriksel özelliklerin gerekse de düşük sıcaklıklarda

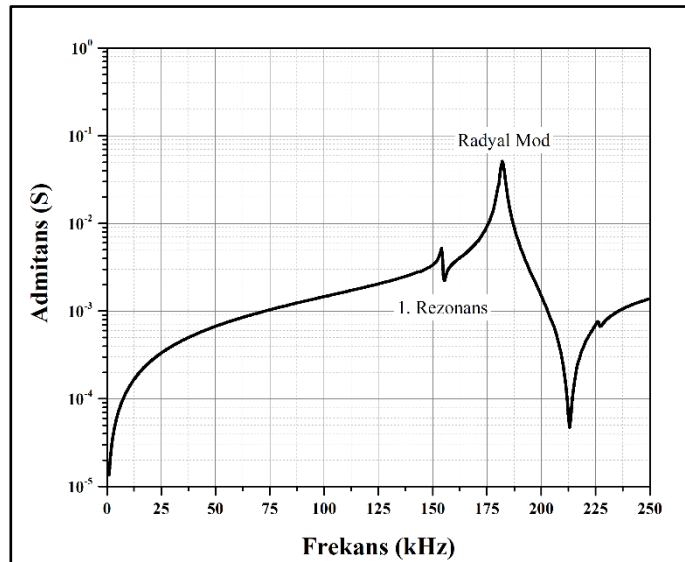
sinterlenebilir olması PZN-PZT'nin ticari PZT-5A kompozisyonuna bir alternatif olarak karřımıza çıkmasına olanak sağlamaktadır.

4.4.2. Esnek Gerilmeli Dönüřtürücü Tasarımları

Esnek gerilmeli dönüřtürücüler temelde 7 sınıfa ayrılmaktadırlar. Bu dönüřtürücü tasarımları içerisinde sınıf (V) olarak adlandırılan esnek gerilmeli dönüřtürücü ailesine tez kapsamında yeni bir dizaynda özgün ve milli bir tasarım ortaya çıkarılmaya çalışılmış ve sonuçlara bu başlık altında yer verilmiştir.

4.4.2.1. Esnek Gerilmeli Dönüřtürücü Tasarım Bulgularının Değerlendirilmesi

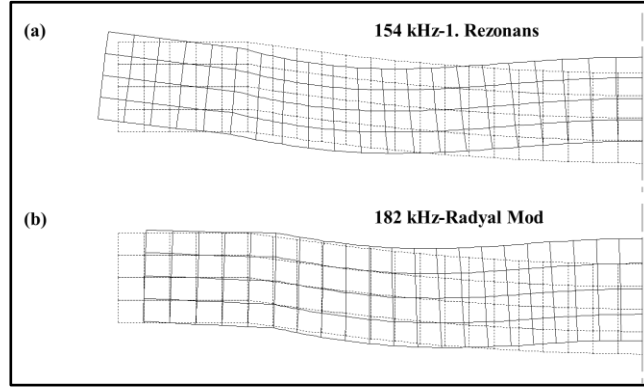
Tasarım sürecinde yine sınıf (V) esnek gerilmeli dönüřtürücü olan “Cymbal” referans model olarak kullanılmıştır. Referans boyutları tablo 4.5'te verilmektedir. Seramik kabuğa ait SEA tasarım çıktısı üzerinden çizilmiş admitans spektrumu Şekil 4.39'da hem radyal hem de 1. rezonans frekanslarında seramikte meydana gelen şekil deęişimi hareketine ait ağ örgüleri Şekil 4.40'da verilmektedir.



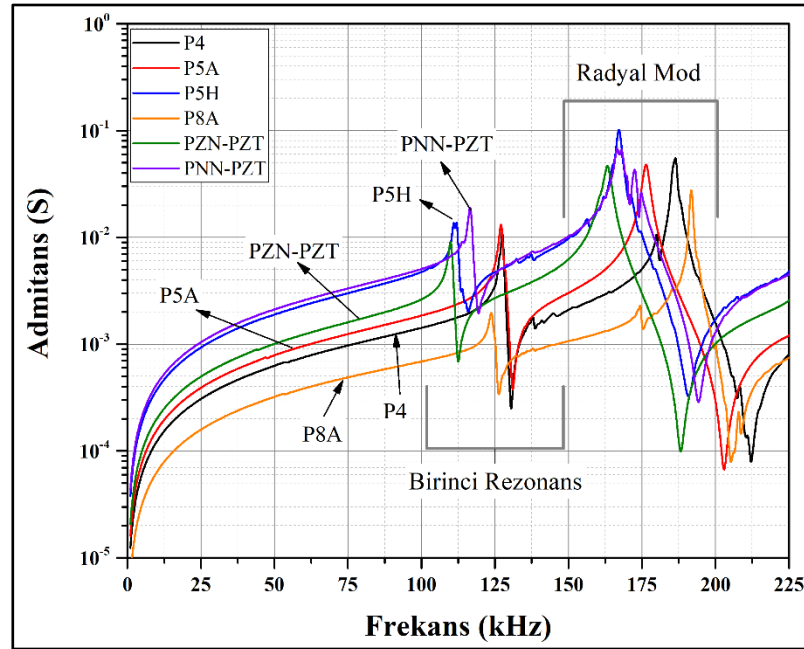
Şekil 4.39: ATILA SEA ile modellenmiş seramik kabuğun 1-250kHz frekans aralığında admitans spektrumu.

Şekil 4.40'da noktalı olarak çizilmiş model, seramiğin dinlenme halindeki durumu iken, çizgi kullanılarak oluşturulmuş örgü deseni voltaj uygulaması sonucu ilgili

rezonans frekansındaki deforme olmuş geometriye aittir. 12.7 mm çapındaki seramik kabuk için 182 kHz’de temel radyal moduna ait rezonans piki mevcuttur. 154 kHz’de ise ana radyal mod öncesinde ilk rezonans noktası mevcuttur. Şekil 4.41’de ise farklı seramik kompozisyonlarından üretilmiş olan Ø 13.2-13.5 mm ve 1 mm kalınlığındaki seramik kabuklardan kutuplama işlemi sonrası alınmış admitans-frekans spektrarı görülmektedir.



Şekil 4.40: Seramik kabukta meydana gelen şekil değişimi hareketine ait ağ örgüler, a) 1. rezonans, b) radyal mod.



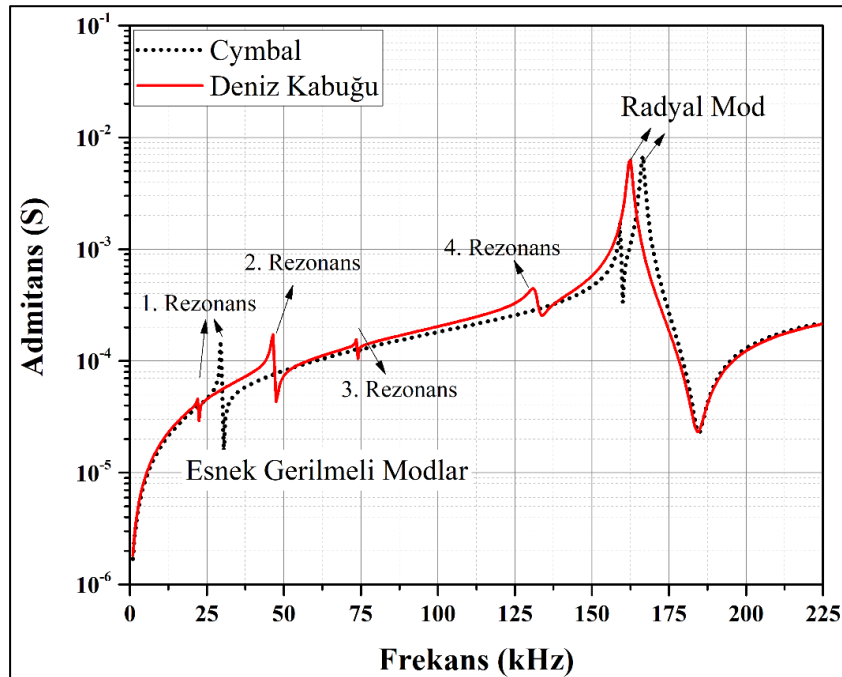
Şekil 4.41: Farklı kompozisyonlara ait seramik kabukların admitans spektrumları.

Tüm seramik kompozisyonları için tasarım modelinde de gözlemlenmiş olan birincil rezonans noktası yer almaktadır. Bu sebeple, mevcut olan bu pikin seramik

kabuğun geometrisinden kaynaklandığı belli olmaktadır. Yine aynı şekle dikkat edildiğinde piezoelektrik d_{33} katsayısının büyüklüğü ile orantılı olacak biçimde admitans değerlerinin büyükten küçüğe doğru sıralandığı görülmektedir.

Tablo 4.5: Referans Model boyutları

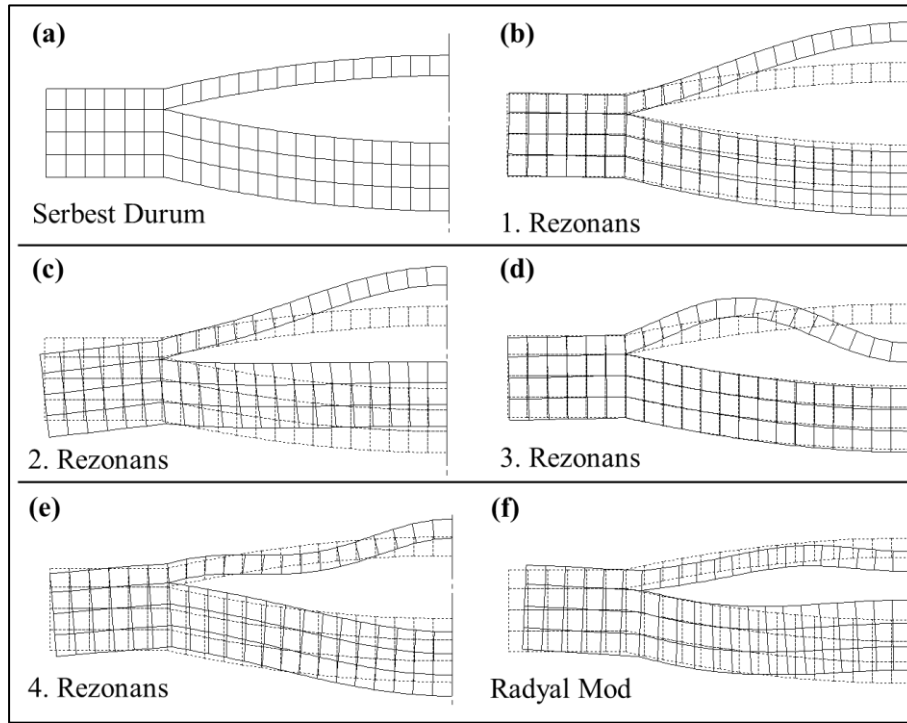
Boyutlar (mm)	Cymbal	Seashell
Cihaz Çapı (Ø)	12.7	12.7
Metak Kapak İç Çap (Ø)	9	9
Dim Çapı (Ø)	3	-
Seramik-Metal Arası Boşluk	0.32	0.32
Seramik Kalınlığı	1	1
Metal Kalınlığı	0.25	0.25
Metal Türü	Pirinç	Pirinç
Seramik Türü	PZT-5A	PZT-5A



Şekil 4.42: Referans modellerin kıyaslamalı sonuçları.

Referans modelin boyutları baz alınarak ilk etapta özgün geometriye sahip olan cihazın modellemesi gerçekleştirilmiş olup, Şekil 4.42’de hem cymbal hem de yeni

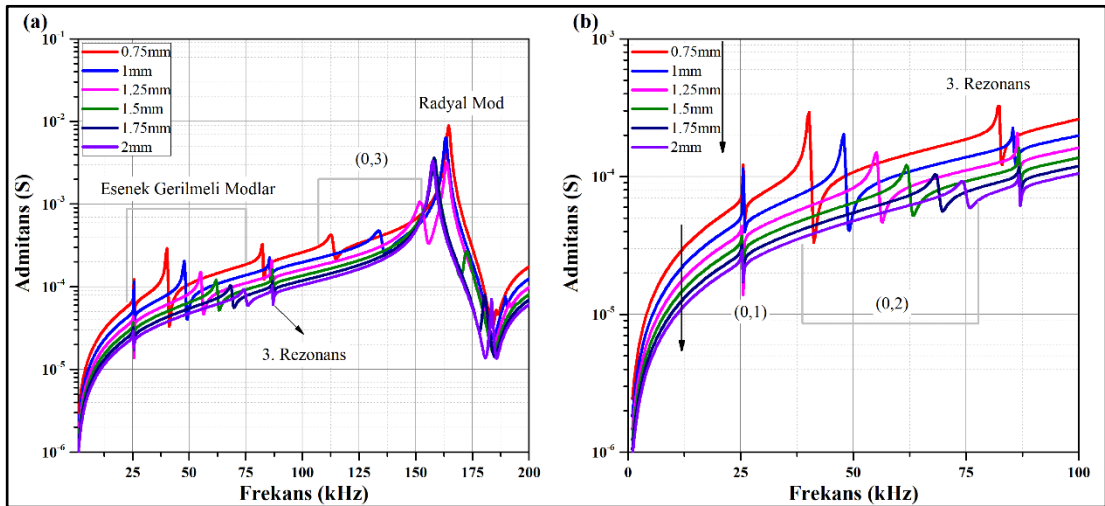
tasarımın hava ortamı admitans-frekans spektrası verilmiştir. Referans tasarımların sonuçlarına göre 1-200 kHz frekans aralığında Tablo 4.5'te verilen boyutlarda SEA ile modellenmiş olan aygıtlardan cymbal, 29 kHz'de (0,1) mod rezonans piki ve 166 kHz'de radyal mod rezonans noktalarına sahiptir. Deniz kabuğu (Seashell) dönüştürücü ise 1-200 kHz frekans aralığında 162 kHz ana radyal modu haricinde ve bu radyal rezonans frekansı öncesinde 4 adet rezonans noktasına sahiptir. Bunlardan ilki 22 kHz'de yer alan 1. rezonans-(0,1) mod, 46 kHz'de mevcut olan 2. rezonans-(0,2) mod, 131 kHz frekansında yer alan 4. Rezonans-(0,3) mod ve 73.5 kHz'de yer alan 3. rezonans noktaları mevcuttur. Bu titreşim modlarına ait deplasman hareketleri Şekil 4.43'te verilmiştir.



Şekil 4.43: Esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarında meydana gelen şekil değişimleri.

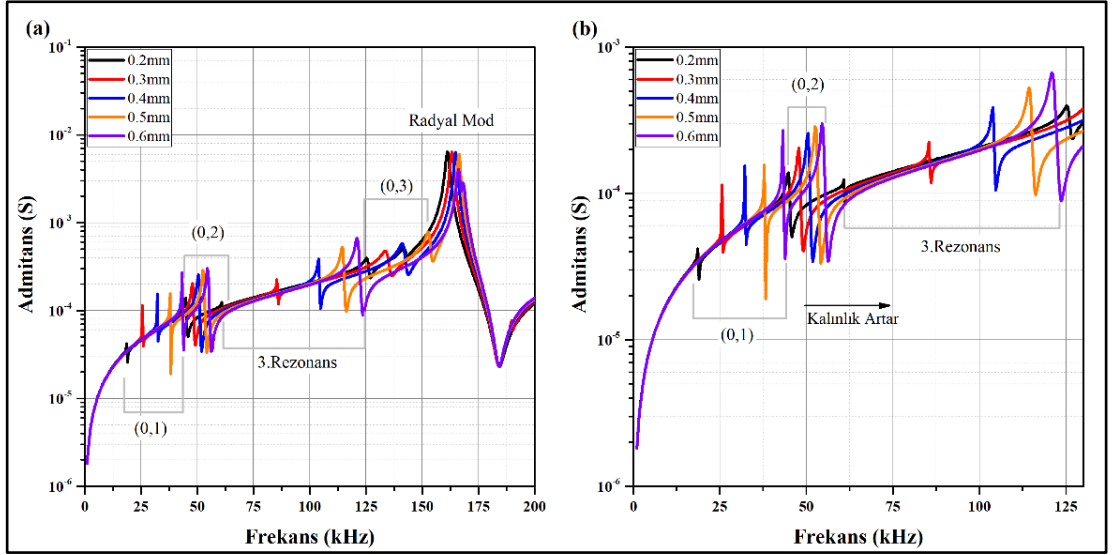
Birinci rezonans modu esnek gerilmeli titreşime aittir. Daha yüksek mertebedeki modlar ise seramik kompozisyonundansa daha çok geometrik şekil ve boyutlarla ilişkilidir. Bahsi geçen 2., 3. ve 4. rezonans modları farklı parametrelere göre değişmektedir. Bu nedenle, tasarım sürecinde, metal kabuk kalınlığı, seramik kabuk kalınlığı, seramik ve metal kabuk kubbe derinlikleri, metal kabuk türü, cihaz genel ve kubbe çapları birer parametre olarak değiştirilmiş ve yapılan değişikliklerin etkisi ayrı

ayrı incelenmiştir. Şekil 4.44'te seramik kalınlığına göre rezonans modlarının değişimine ait admitans spektrası yer almaktadır. Bu tasarım modelinde cihaz çapı $\varnothing$ 12.7 mm, kubbe çapı $\varnothing$ 9 mm, metal kabuk türü pirinç, metal kabuk kalınlığı 0.3 mm, metal ve seramik kabuklar arası boşluk 0.3 mm kabul edilerek gerçekleştirilmiştir. Seramik kalınlığının artması (0,3) rezonans modunun kaybolmasına sebep olmaktadır (bkz. Şekil 4.44a). (0,1) rezonans modu 25.5 kHz'te yer almaktadır. 3. Rezonans modunun frekansında büyük bir değişim gözlenmemekle birlikte, (0,2) rezonans modunun, 3. rezonans frekansına şiddetinin azalarak yaklaştığı görülmektedir. Aynı zamanda ince olan seramik kabukların, kalın olan türevlerine göre daha yüksek admitans değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Bu durum daha iyi bir elektromekanik dönüşüm sergilediğine de işaret etmektedir.



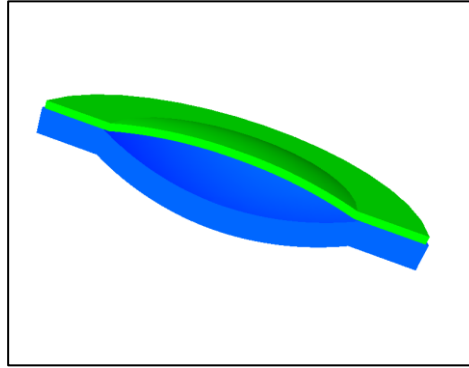
Şekil 4.44: Seramik Kalınlığının değişimine göre deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-100kHz.

Cihaz çapı $\varnothing$ 12.7 mm, kubbe çapı $\varnothing$ 9 mm, metal kabuk türü pirinç, metal kabuk kalınlığı 0.2-0.6 mm, metal ve seramik kabuklar arası boşluk 0.3 mm kabul edilerek gerçekleştirilen modelleme sonucu ise Şekil 4.45'te verilmektedir. Metal kabuk kalınlığının artması esnek gerilmeli modlarının tamamını daha yüksek frekans değerlerine ötelemektedir. 4. rezonans modu ise ana radyal moduna ait pike yaklaşmaktadır.



Şekil 4.45: Metal kabuk kalınlığına göre deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-125 kHz.

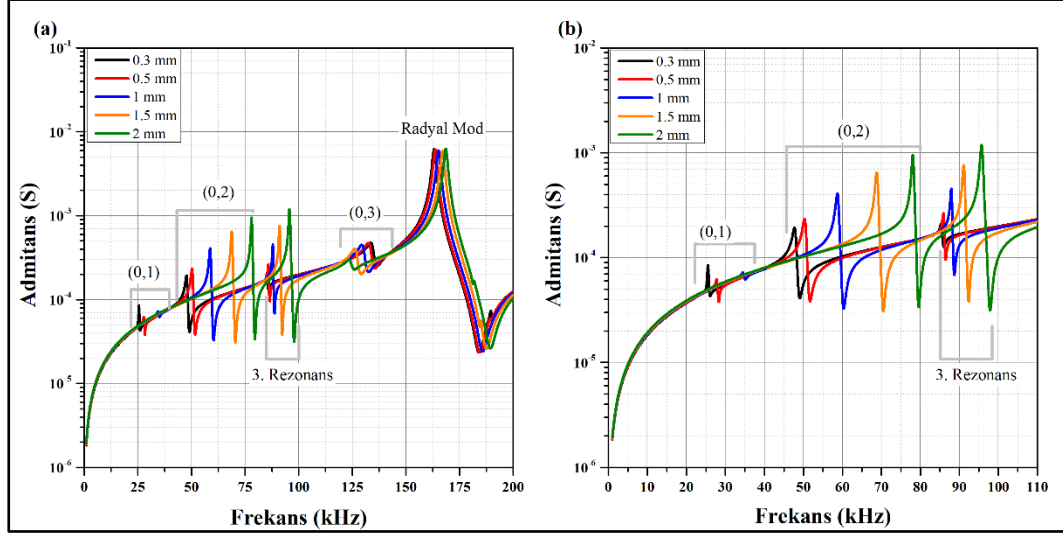
Diğer bir parametre ise metal ve seramik kabuklar arası boşluktur. Simetrik iki kabuk birleştirildiğinde ortaya çıkmaktadır. Cihaz çapı Ø 12.7 mm, kubbe çapı Ø 9 mm, metal kabuk türü pirinç, metal kabuk kalınlığı 0.3 mm, metal ve seramik kabuklar arası boşluk 0.3-2 mm olarak kabul edilmiştir. Seramik türü PZT-5A'dır. Dönüştürücüye ait 3D kesit model görüntüsü Şekil 4.46'da verilmiştir. Bu parametreye göre elde edilen ATILA-SEA tasarım çıktıları Şekil 4.47'de verilmiştir.



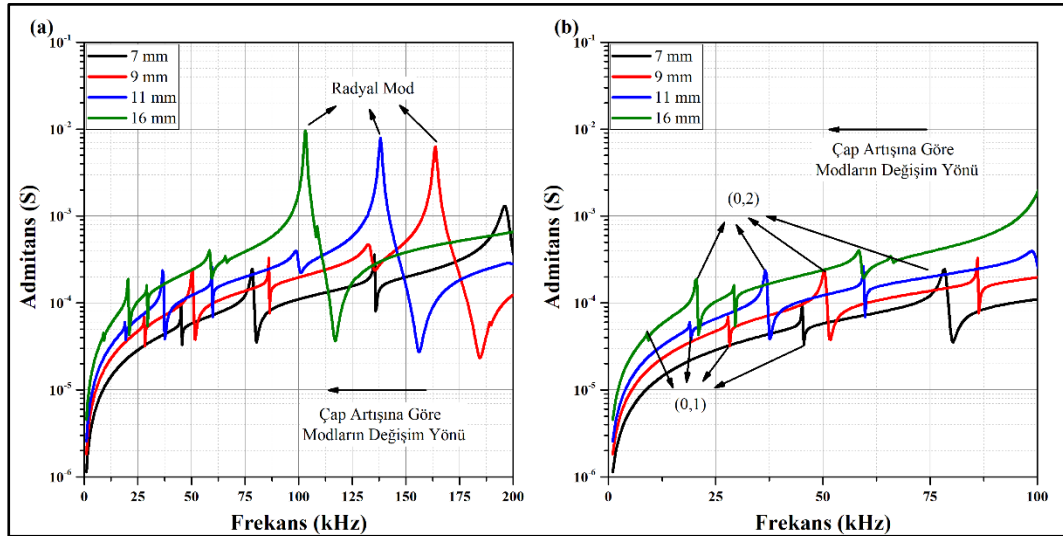
Şekil 4.46: Esnek gerilmeli dönüştürücü 3 boyutta kesit görünümü.

Şekil 4.47'ye göre kabuklar arası boşluk miktarı arttığında radyal mod dahil tüm rezonans modlarına (bkz. Şekil 4.47a) ait frekans değerleri (f_r) daha yüksek değerlere çıkarak ötelenmektedir. Esnek gerilmeli (0,1) rezonans modu ise kabuklar arası boşluğa bağlı olarak kaybolmaya başlamaktadır. Tasarım modelinde 1.5 mm kabuklar

arası boşlukta 1. rezonans modu görülememektedir. Diğer bir bulgu ise kabuklar arası boşluğun artması ile 2. rezonans-(0,2) modu ve 3. rezonans şiddetlerinin arttığı açıkça belli olmaktadır.



Şekil 4.47: Kabuk boşluk değerlerinin deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-110 kHz.

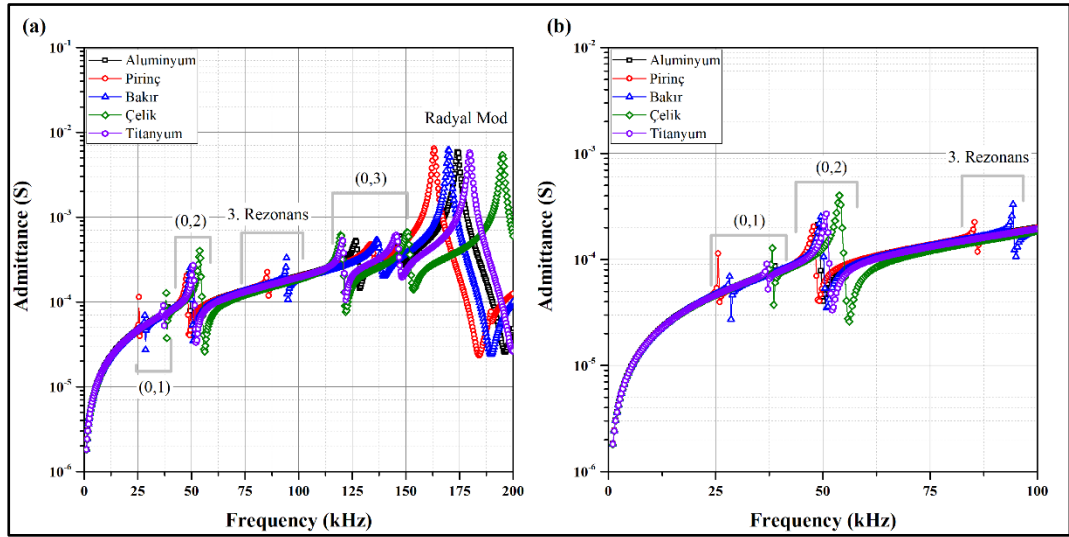


Şekil 4.48: Cihaz iç ve dış çap değerlerinin deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-100 kHz.

Diğer bir tasarım parametresi ise iç ve dış çap değerlerinin birlikte değiştirilmesidir. İç çap değişmesine bağlı olarak dönüştürücü cihazın dış çapında da artma olmaktadır. Metal kabuk türü pirinç, metal kabuk kalınlığı 0.3 mm, metal ve seramik kabuklar arası boşluk 0.5 mm, seramik kalınlığı ise 1 mm olarak kabul

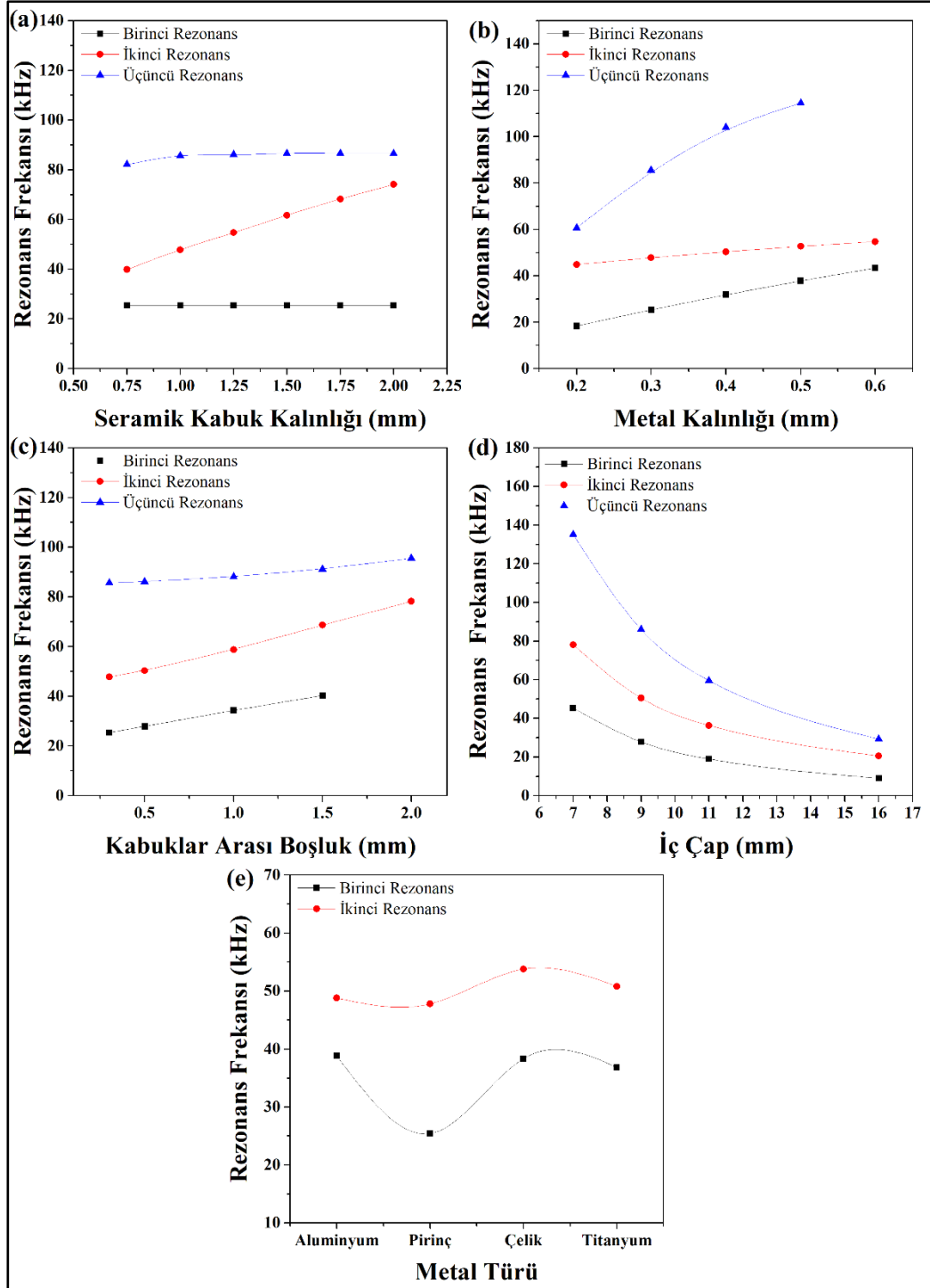
edilmiştir. Tasarım aşamasında denenen iç ve dış çap değerleri sırasıyla; 7-10, 9-12.7, 11-15, 16-20 mm'dir. Tasarım çıktılarına ait sonuçlar Şekil 4.48'de gösterilmektedir. Çap değerlerinin artması ile tüm rezonans modlarının frekans değerleri daha düşük frekans noktalarına kaymaktadır. Nitekim benzer durum içi boş yarı küre formundaki seramiklerde de geçerlidir. 7 mm iç çapa sahip aygıtın tasarım sonucunda ilk rezonans frekansı ((0,1) mod) 45kHz civarında iken, 16 mm iç çapa sahip aygıtta 8.9 kHz yaklaşık değerinde bulunmaktadır.

Tasarımın diğer bir safhasında ise sadece metal kabuk malzeme türü değiştirilmiştir. Diğer boyutsal parametreler sabit tutulmuştur. Sabit olan bu parametreler sırasıyla; seramik malzeme PZT-5A, kabuklar arası boşluk 0.3 mm, metal kalınlığı 0.3 mm seramik kalınlığı 1 mm, cihaz çapı 12.7 mm, cihaz iç çapı 9 mm'dir. Tasarım çıktısına ait sonuçlar Şekil 4.49'da yer almaktadır. Metal malzeme türüne göre rezonans modlarına ait frekans değerleri değişim sergilemektedir. Metalin elastik modülünün artışı (çelik>titanyum>bakır>pirinç>alüminyum) ana rezonans modunun kaymasına sebep olmaktadır. Benzer biçimde (0,2), (0,3) modlarında da rastlanmaktadır. Üçüncü rezonans noktası çelik ve titanyum kabuklar için (0,3) moduna yaklaşmaktadır.



Şekil 4.49: Metal türünün deniz kabuğu formundaki esnek gerilmeli dönüştürücünün rezonans modlarına etkisi, a) 1-200 kHz, b) 1-100 kHz.

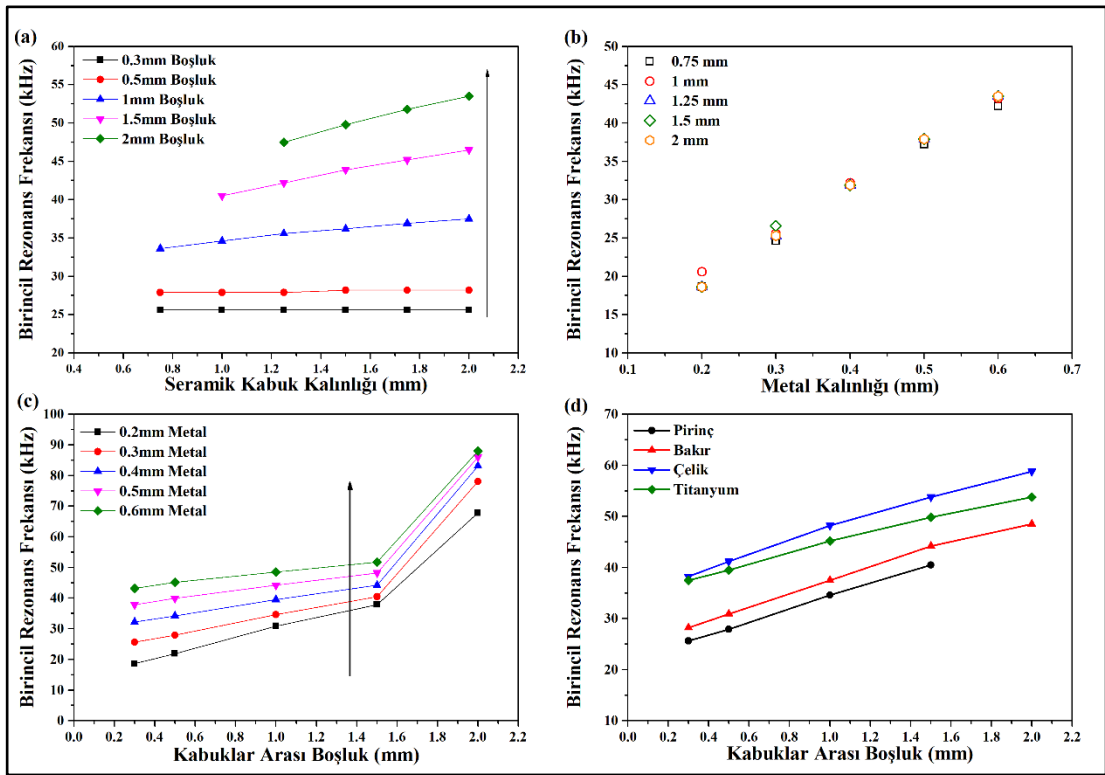
Yukarıda bahsedilmiş olan tasarım parametrelerinin esnek gerilmeli rezonans modları (flextensional mods) üzerine etkisini özet olarak ifade eden grafikler Şekil 4.50'da verilmiştir.



Şekil 4.50: Tasarım parametrelerinin rezonans frekans değerleri üzerine etkisi, a) seramik kabuk kalınlığı, b) metal kabuk kalınlığı, c) kabuklar arası boşluk, d) aygıt iç çapı, e) metal kabuk türü.

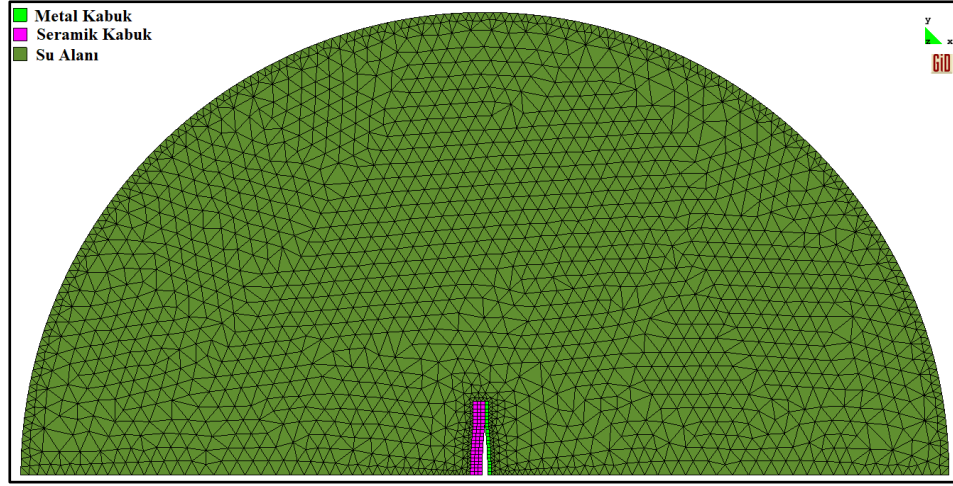
Farklı parametrelerin birlikte değiştirilmesine göre elde edilen SEA sonuçları ise Şekil 4.51’de görülmektedir. Seramik kalınlığı ile kabuklar arası boşluğun artması birincil rezonans frekans değerinin daha yüksek frekans noktalarına kaymasına (bkz.

Şekil 4.51a) sebep olmaktadır. Şekil 4.51b’de görüldüğü üzere metal ve seramik kabukların kalınlıklarının birlikte artırılması durumunda ise birincil rezonans frekansı sadece metal kabuk kalınlığının bir fonksiyonuna bağlı olarak değişmektedir. Başka bir ifade ile ana etken parametre metal kabuk kalınlığıdır. Kabuklar arası boşluk ve metal kabuk arası kalınlığının birlikte değişiminde bu her iki parametreye bağlı olarak rezonans frekansı (bkz. Şekil 4.51c) daha yüksek değerlere ötelenmektedir. Son olarak kabuklar arası boşluk ve metal türü arasındaki ilişki ise Şekil 4.51d’de yer almaktadır. Burada da metal türüne göre rezonans frekans değeri daha yüksek frekanslara ötelenirken, kabuklar arası boşluk bu ötelenmeyi daha da arttırmaktadır



Şekil 4.51: Tasarım parametrelerinin rezonans frekans değerleri üzerine etkisi, a) seramik kabuk kalınlığı-kabuklar arası boşluk, b) metal kabuk kalınlığı-seramik kalınlığı, c) kabuklar arası boşluk-metal kabuk kalınlığı, d) kabuklar arası boşluk-metal kabuk türü.

Esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımında ikinci aşama ise, hava ortamında modellemenin, su altı ortam şartlarına göre tekrardan çalıştırılmasıdır. Sualtı tasarımlarına ait örnek modelin 2D’de GİD 10.0 ara yüz programında çizilmiş hali Şekil 4.52’de verilmektedir.



Şekil 4.52: Esnek eğrilmeli dönüştürücünün 2 boyutta hazırlanmış su altı tasarım görüntüsü.

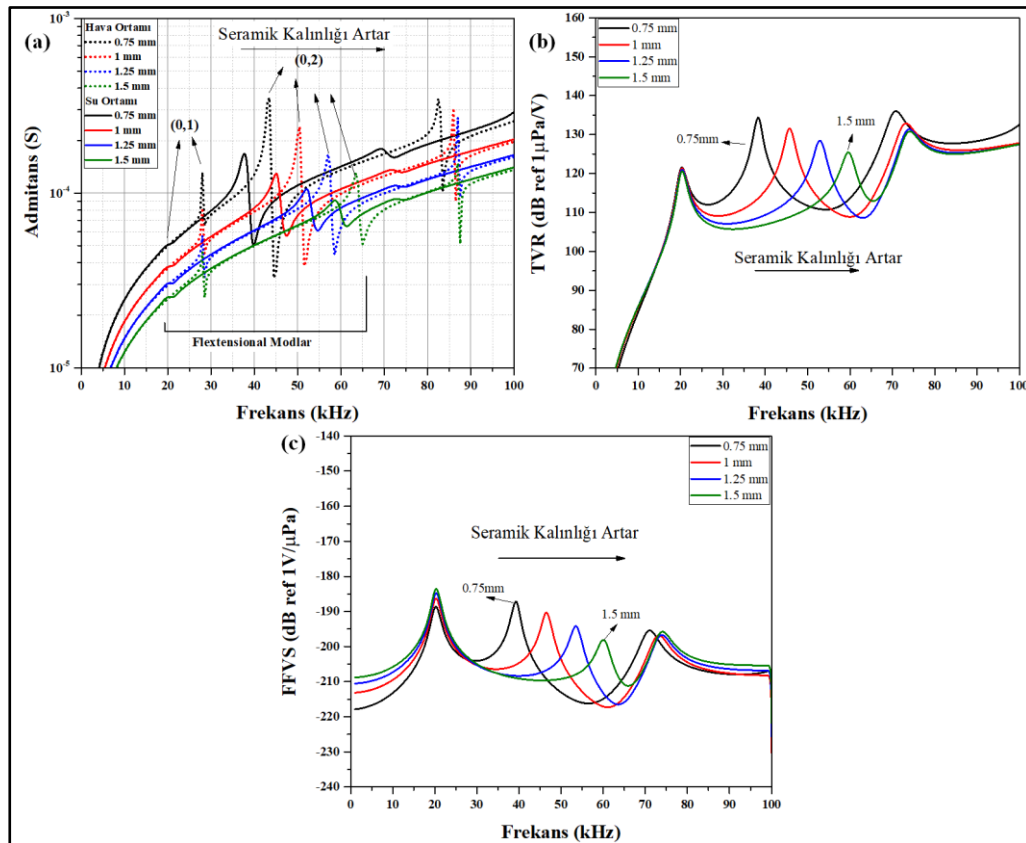
Bu safhada hava ortamındaki denenmiş parametrelere benzer şekilde tasarımlar gerçekleştirilmiştir. Ancak metal türü olarak pirinç performansı hem literatür hem de hava ortamında ki tasarım sonuçlarında optimal sonuç gösterdiği için su altı ortamı tasarım çalışmasında, metal kapakçık türü olarak pirinç metali tüm tasarım harmonik analizlerinde kullanılmıştır. Ek olarak üretim kolaylığı açısından kabuklar arası derinliğin 0.5 mm ve üzerindeki boyutlarda çalışılması gerçekleştirilmiştir. Seramik kalınlığının değişime göre sualtı tasarımına ait girdi parametreleri Tablo 4.6’da verilmiştir.

Tablo 4.6: Seramik kalınlığına göre yapılan analiz için veri girdileri

Değişken	Girdi
Seramik Türü	PZT-5A
Seramik Kalınlığı	0.75-1.5 mm aralığı
Metal Türü	Pirinç
Metal Kalınlığı	0.3mm
Kabuklar Arası Boşluk	0.5mm
Kabuk Dış Çapı	12.7mm
Kabuk İç Çapı	9mm

Bu analiz sonucunda elde edilen admitans–frekans spektrumu, hava ortamı verisiyle kıyaslanabilir olarak Şekil 4.53a’da verilmiştir. Deniz Kabuğu

dönüştürücünün temel olarak düşük frekanslarda yer alan esnek gerilmeli rezonans modlarının çalışma frekansları olarak kullanılması neticesinde, 100 kHz üst sınır olarak alınmıştır. Şekil 4.53 incelendiğinde seramik kalınlığının artması ile 1-100 kHz arasında, admitans değerinin hava ortamındaki sonuçlara göre değiştiği görülmektedir. Esnek gerilmeli modlar (Flextensional Mods) su altı ortamında, hava ortamına göre daha düşük frekans değerine kaymaktadır. Burada en belirgin değişim (0,1) mod olarak adlandırılan metal kabuğun eksenel ve radyal hareket gerçekleştirdiği moddur. Yaklaşık olarak 6-8 kHz aralığında tüm seramik kalınlıkları için kayma mevcuttur. Diğer bir değişim ise 3. rezonans modunda görülmektedir. Burada da 1. rezonans-(0,1) moduna benzer olarak hava ortamı sonuçlarına göre 12 kHz üzerinde bir düşüş görülmektedir. Tüm kalınlık değerleri için bu mod 20-21.5 kHz frekans aralığında yer almaktadır. Hava ortamı için bu değer 28kHz civarındadır.



Şekil 4.53: Seramik kalınlığının değişim parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.

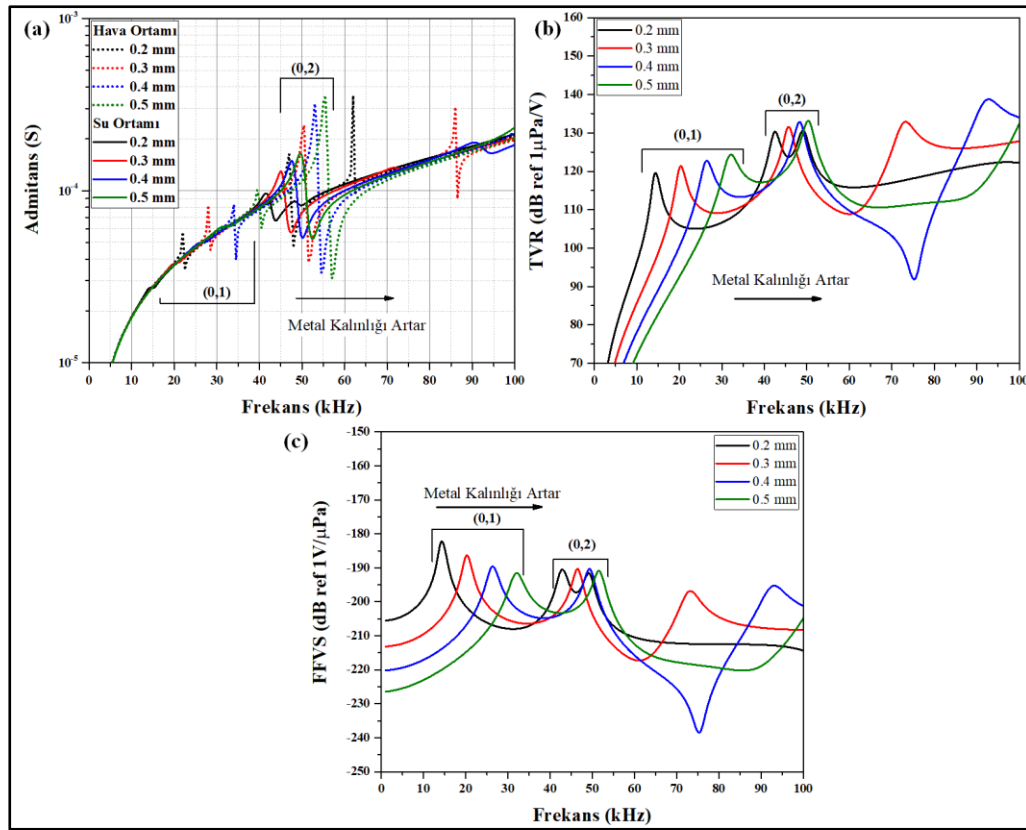
Şekil 4.53b’de yer alan TVR grafiği incelendiğinde seramik kalınlığının değişiminin en çok etki ettiği parametre ise 2. rezonans-(0,2) modu olduğu aşıkardır. Daha yüksek frekans değerlerine doğru seramik kalınlığının artışıyla birlikte kayma mevcuttur ve bu ötelenme seramik kalınlığına bağlı olarak hava ortamı için 40-62 kHz aralığında yer almaktadır. Ancak hava ortamına göre kıyaslandığında ise her bir seramik kalınlık değerinde rezonans frekansı yaklaşık 5 kHz farklılık sergilemektedir. 3. rezonans moduna ait pikler ise su ortamında (0,1) moduna bezer şekilde baskılanmış ve seramik kalınlığının artması ile neredeyse belginliğini yitirir konuma gelmiştir. Bu rezonans modundaki kayma hava ortamına göre 12 ile 16 kHz aralığındadır. Seramik kabuk kalınlıkları göz önünde tutulduğunda bu moda ait değişim ise 69.7-72.7 kHz aralığındadır. Yine Şekil 4.53b’de TVR grafiğine bakılırsa; (0,1) moduna ait pik değerleri 130 dB altında kaldığı görülmektedir. 0.75mm seramik kalınlığı için ikinci rezonans yani (0,2) moduna ait pik şiddeti ise yaklaşık 136 dB’dir. Seramiğin kalınlığının artmasıyla (0,2) modunun 3. rezonans noktasına doğru kayarak yaklaştığı görülmektedir. Şekil 4.53c ise FFVS davranışı ile ilgilidir. TVR grafiğinde görüldüğü gibi (0,2) modunun 3. Rezonans noktasına doğru kaydığı burada da görülmektedir. Tüm modlarının pik noktaları -183 ile -195 dB değer aralığında yer almaktadır.

İkinci değişim parametresi olarak metal kalınlığı seçilmiştir. ATILA-SEA programında gerçekleştirilen harmonik analizlerde metal kalınlığı parametresi için kullanılan veri girdileri ise Tablo 4.7’de yer almaktadır. Bu parametrede incelenen aralık 0.2 mm ile 0.5 mm arasında değişmektedir.

Tablo 4.7: Metal kalınlığına göre yapılan analiz için veri girdileri

Değişken	Girdi
Seramik Türü	PZT-5A
Seramik Kalınlığı	1 mm
Metal Türü	Pirinç
Metal Kalınlığı	0.2-0.5mm
Kabuklar Arası Boşluk	0.5mm
Kabuk Dış Çapı	12.7mm
Kabuk İç Çapı	9mm

Şekil 4.54a'da admitans-frekans spektralleri 100 kHz üst limitine kadar verilmiştir. Bu grafikten anlaşılabileceği gibi hava ortamındaki sonuca göre tüm rezonans mod değerleri daha düşük frekanslara doğru, rezonans şiddet miktarları azalarak kaymaktadır. Su altı ortamında rezonans şiddetlerinin bir miktar sönümlenmesi olağandır. Metal kalınlığının artması (0,1) moduna ait pikin daha yüksek frekans değerine çıkmasını sağlamaktadır. 0.2 mm için bu değer yaklaşık 14 kHz iken, 0.5mm metal kalınlık değerinde 30 kHz üzerine çıkmaktadır. Düşük metal kalınlık değerlerinde hava ortamı için 2. ve 3. modlara ait rezonans değerleri birbirine yakınsarken, su ortamı analizlerinde de görüldüğü gibi metal kabuk kalınlığı arttıkça 2. ve 3. mod rezonans değerleri birbirinden uzaklaşmaya başlamaktadır. Hava ortamı ile kıyaslamada 2 rezonans modlarında su ortamına göre kalınlığa bağlı olarak yaklaşık 4 ile 6 kHz aralığında daha düşük frekans değerlerine doğru kayma mevcuttur. Aynı zamanda 1 ve 2 rezonans modları su ortamı analizlerinde birbirine yakınlaşmaktadır.



Şekil 4.54: Metal kabuk kalınlığının değişim parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.

Su ortamı analizi için verilmiş olan Şekil 4.54b ve Şekil 4.54c’de yer alan TVR ve FFVS grafiklerinde bu durum daha net olarak görülmektedir. Metal kabuk kalınlığının artmasına bağlı olarak TVR grafiğinde en yüksek 2. rezonans modu pik değeri 0.5 mm metal kalınlığı için 134 dB olmaktadır ve Şekil 4.54b’de görülmektedir. Birinci ve ikinci rezonans modları için FFVS değerleri -180 ile -200 dB aralığında yer almaktadır. 0.2 mm metal kabuk kalınlığı için bu değer -180 dB, 0.5 mm metal kabuk kalınlığı için ise -191 dB olmaktadır.

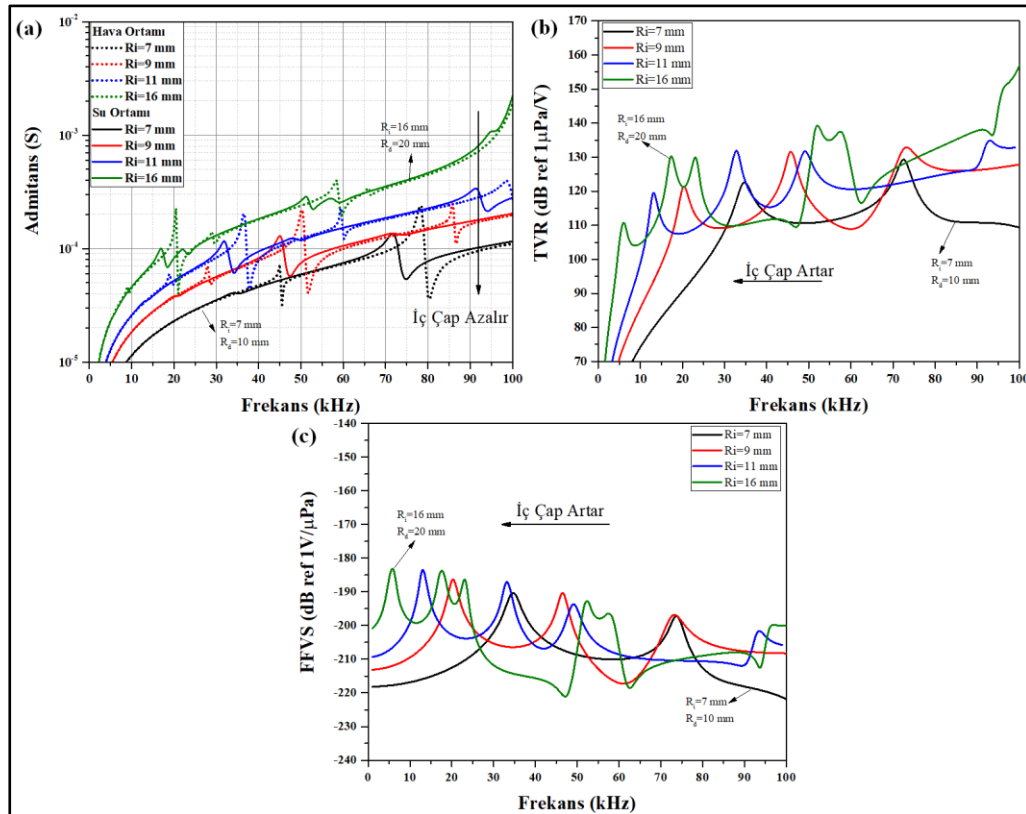
Üçüncü değişim parametresi olarak cihaz iç ve dış çap değerlerinin birlikte değişimi uygulanmıştır. ATILA-SEA programında gerçekleştirilen harmonik analizlerde bu parametreye ait kullanılan veri girdileri Tablo 4.8’de yer almaktadır.

Tablo 4.8: Cihaz çapının değişim parametresine göre sualtı tasarımı girdileri

Değişken	Girdi
Seramik Türü	PZT-5A
Seramik Kalınlığı	1 mm
Metal Türü	Pirinç
Metal Kalınlığı	0.3 mm
Kabuklar Arası Boşluk	0.5 mm
Kabuk Dış Çapı	10-20 mm
Kabuk İç Çapı	7-16 mm

Bu parametrede incelenen çap değerleri dış çap için 10-20 mm aralıkta, iç çap için ise 7-16 mm değer aralıklarındadır. İç ve dış çap değişiminde ki bu analizlerde yapılan modellerin iç ve dış çapları sırasıyla 7-10 mm, 9-12.7 mm, 11-15 mm ve 16-20 mm şeklindedir. Şekil 4.55a’da admitans – frekans spektralleri 100 kHz üst limitine kadar verilmiştir. Bu grafikten anlaşılabileceği gibi hava ortamındaki sonuca göre tüm rezonans mod değerleri daha düşük frekanslara doğru, rezonans şiddet miktarları azalarak kaymaktadır. 16 mm iç çap ve 20 mm dış çap değerine sahip bir cihaz için su altı analiz çıktısına göre 1. Rezonans modu 10kHz altında yer almaktadır. 2. ve 3. rezonans modları ise çakışmaya başlamıştır. En düşük iç ve dış çap değerinde 1. ve 2. rezonans modları arasında hem hava hem de su ortamı değerleri arasında yaklaşık 30 kHz fark mevcuttur ve su ortamında daha düşük frekans değerlerine çekilmektedir. 16 mm iç çap değerine sahip cihaz için en düşük rezonans frekansı su ortamı için 6 kHz

olup hava ortamına göre yaklaşık 3 kHz daha düşüktür. 9 mm iç çap değerindeki aygıt için bu değer 20.2 kHz olmaktadır. Şekil 4.55b ve Şekil 4.55c’de ise TVR ve FFVS grafikleri gösterilmiş olup admitans-frekans grafiğindeki rezonans frekans değerlerinde gözlemlenmiş olan bu davranış daha net olarak gözükmemektedir. Tüm rezonans modları çap değeri arttıkça birbirine yakınlaşmaya başlamaktadır. TVR sonuçlarına göre 1. rezonans modu için 16mm çap değeri en düşük ses seviyesi olan 113 dB değerini göstermektedir. Diğer çap değerleri için bu rezonans modundaki ses seviyesi 123 dB civarında olmaktadır. Ancak ikinci rezonans modunda en yüksek ses seviyesi 133.4 dB olarak 11 mm iç çap değerindeki aygıta aittir. Bu moddaki en düşük ses seviyesi ise 7mm iç çap değerindeki cihazda 130 dB olarak görülmektedir. Üçüncü rezonans modu için ise ses seviyeleri birbirine çok yakın olmakla birlikte 7 mm iç çapa sahip cihazın bu modu 100 kHz üzerinde olduğundan hesaplatılmamıştır. FFVS grafiği incelendiğinde ise tüm çap değerlerine ait rezonans modlarının duyarlılığının -180 ile -196 dB aralığında değiştiği görülmektedir.



Şekil 4.55: Cihaz iç ve dış çapının değişim parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.

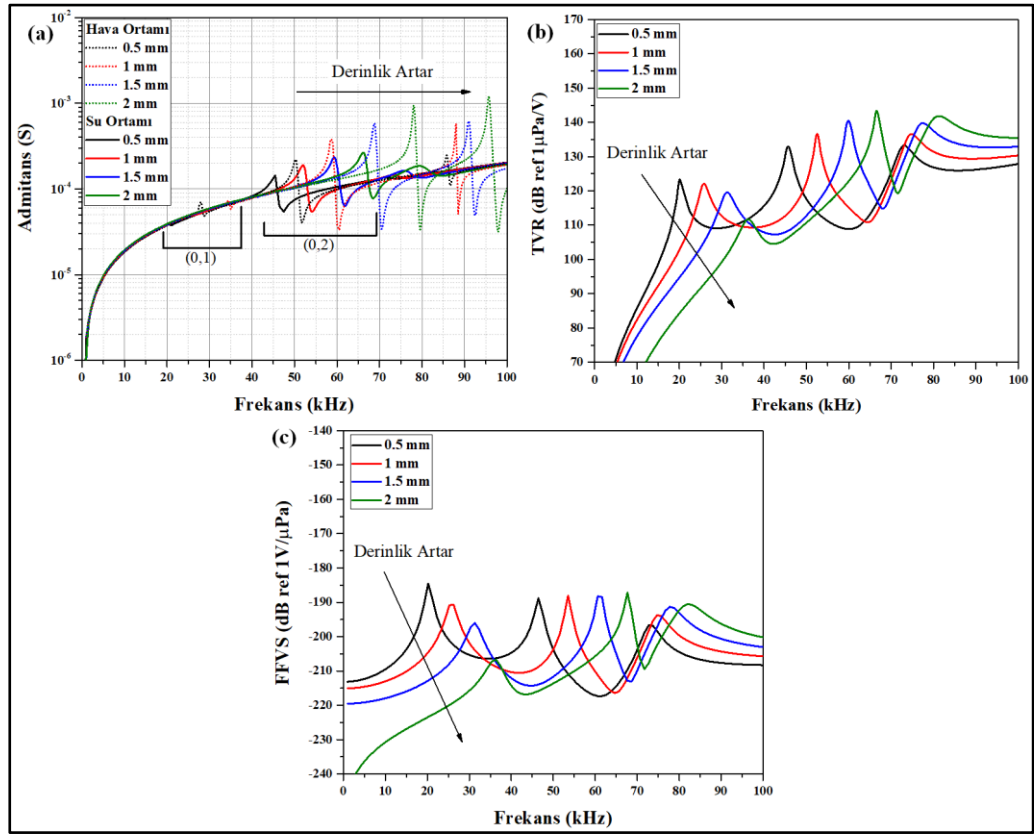
Sualtı ortamı tasarım safhasında değerlendirilen bir diğer parametre de metal ve seramik kabuklar arası boşluktur. Bu parametreye ait veri girdileri Tablo 4.9’da verilmiştir. Tasarıma ait sonuçları içeren tüm grafikler ise Şekil 4.56’da verilmiştir.

Tablo 4.9: Kabuklar arası boşluk parametresine göre sualtı tasarımı girdileri

Değişken	Girdi
Seramik Türü	PZT-5A
Seramik Kalınlığı	1 mm
Metal Türü	Pirinç
Metal Kalınlığı	0.3 mm
Kabuklar Arası Boşluk	0.5-2mm
Kabuk Dış Çapı	12.7 mm
Kabuk İç Çapı	9 mm

Şekil 4.56a’daki admitans-frekans spektrumuna göre, kabuklar arası boşluğun artmış olması, hava ortamı sonuçlarında olduğu gibi frekans değerlerini yükseltmektedir. Birinci ve ikinci rezonans frekansları ötelenirken, 3. Rezonans frekansı, 2. Rezonans frekans değerine şiddetini kaybederek yaklaşmaktadır. (0,1) moduna ait en düşük frekans değeri 20.2 kHz ile 0.5 mm kabuklar arası boşlukta, en yüksek değer ise 31.3 kHz ile 1.5 mm boşluk değerindedir. Bu rezonans modu 2 mm boşluk değerinde belirgin değildir. 3. rezonans modu 1.5 ve 2 mm kabuklar arası boşluk değerlerinde belirgin olmaktadır. Çalışma ortamının su olması nedeniyle tüm rezonans modlarına ait admitans değerlerinde düşüş gözlenmektedir ve bu beklenen bir sonuçtur. TVR-frekans grafiğinde (Şekil 4.56b) de benzer bir eğilim söz konusudur. 0.5 mm için (0,1) ve (0,2) rezonans modları arasında yaklaşık 25 kHz’lik bir fark mevcuttur. 1.5mm kabuklar arası boşluk için bu değer 30 kHz’e çıkmaktadır. Ancak 3. Rezonans modu için bu fark boşluk değeri artışına bağlı olacak şekilde azalarak 13 kHz değerine kadar düşmekte yani her iki mod birbirine yaklaşmaktadır. Bu durumda -3 dB yarı güçte daha geniş bir bant aralığının oluşmasını sağlamaktadır. Kabuklar arası boşluk parametresinde TVR grafiğinden de anlaşılabileceği gibi en yüksek ses değeri (0,2) rezonans modunda gözlenmektedir. Kabuklar arası boşluğun en yüksek olduğu durumda ikinci rezonans modundaki ses seviyesi 143 dB

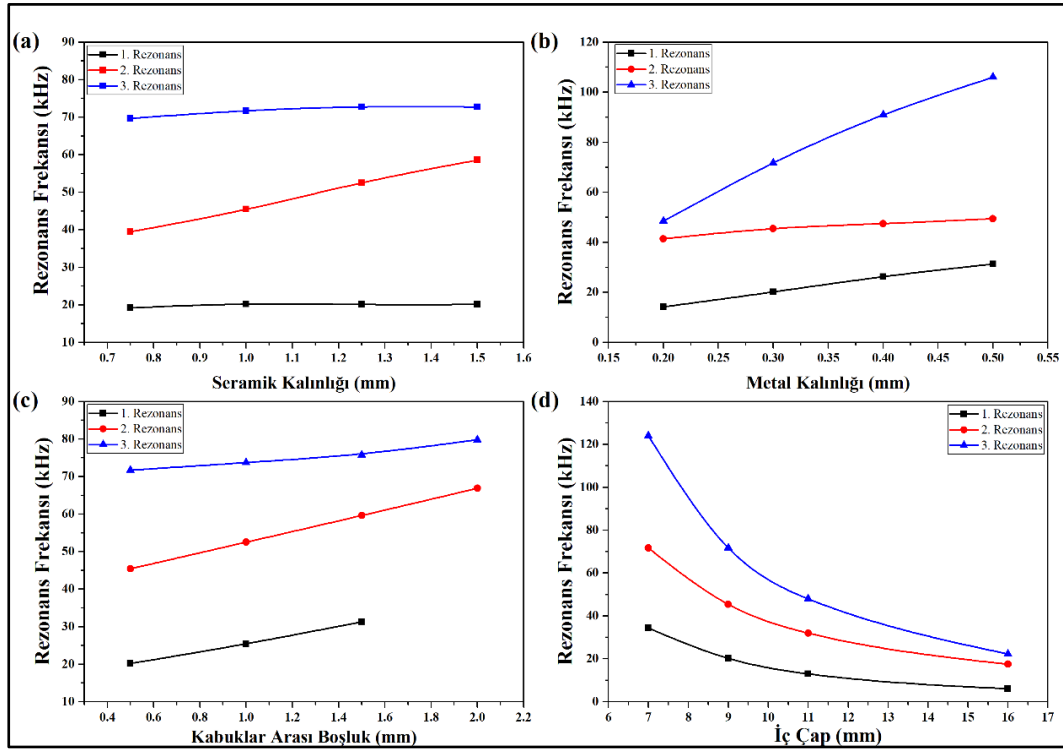
mertebesinde. Üçüncü rezonans modlarının mertebeleri de tüm boşluk değerleri için ikinci rezonans modunun ses seviyesi ile benzerdir. Ancak birinci rezonans modu göz önüne alındığında durum tersidir. Başka bir ifade ile en düşük ses seviyesi bu mod için 111 dB ile 2 mm kabuklar arası boşluk parametresine aittir. FFVS grafiği incelendiğinde (Şekil 4.56c) ise genel olarak duyarlılık -180 dB altındadır. (0,1) moduna ait değer hem frekans olarak daha yukarıya doğru kayarken hassasiyet -200 dB değerinin altına düşmektedir. 2 mm kabuklar arası boşluk değeri için (0,2) mod yaklaşık -187 dB olmaktadır. TVR grafiğinde de görüldüğü gibi 2. ve 3. Rezonans modlarının hassasiyet seviyeleri de birbirine yakındır. Ancak kabuklar arası boşluğa göre -196 ile -190 dB arasında değişim söz konusudur.



Şekil 4.56: Kabuklar arası boşluğun değişimi parametresine göre 1 ile 100 kHz arası su altı ortamı ATILA-SEA tasarım çıktıları, a) hava ve su ortamı admitans-frekans kıyaslaması, b) TVR-frekans grafiği, c) FFVS-frekans grafiği.

Sualtı tasarım parametrelerinin genel olarak rezonans modlarına etkisi ise Şekil 4.57’de verilmiştir. Buna göre 2. ve 3. rezonans modları seramik kalınlığı, kabuklar arası boşluk ve iç çap değerinin artmasıyla birbirine yakınlaşmaktadır. Metal kalınlığı ise ilk iki rezonans modunu birbirine yaklaştırmaktadır. Rezonans modlarının değişimi

Şekil 4.50’de hava ortamı için verilen grafikler ile benzeşmektedir. Ancak sualtı ortamında frekans değerleri daha düşüktür.



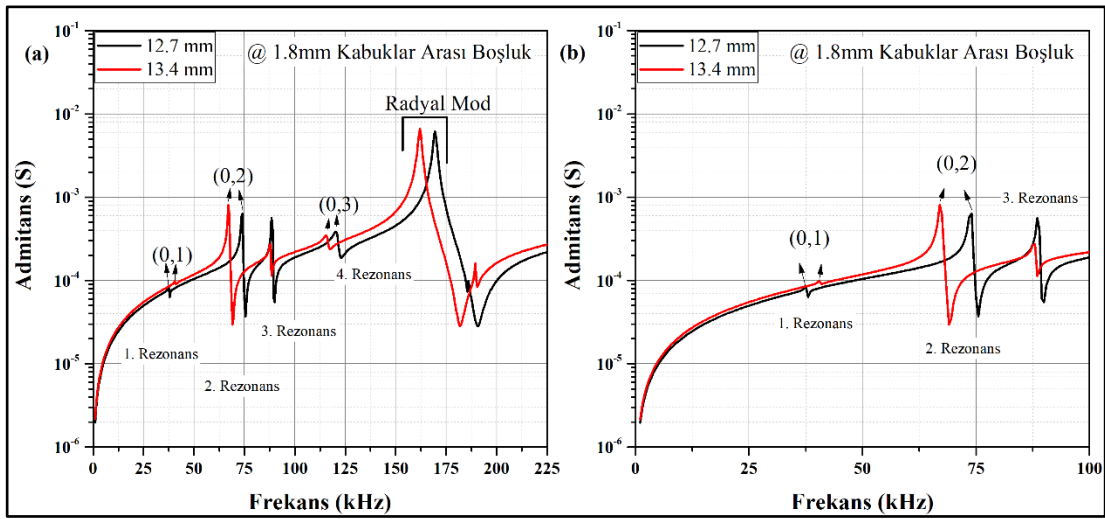
Şekil 4.57: Su ortamında yapılan tasarımlar için rezonans frekanslarının parametrelere göre değişimi, a) seramik kalınlığı, b) metal kalınlığı, c) kabuklar arası boşluk, d) iç çap.

4.4.3. Esnek Gerilmeli Dönüştürücü Prototip Sonuçları

4.4.3.1. Hava Ortamı Ölçüm Sonuçları

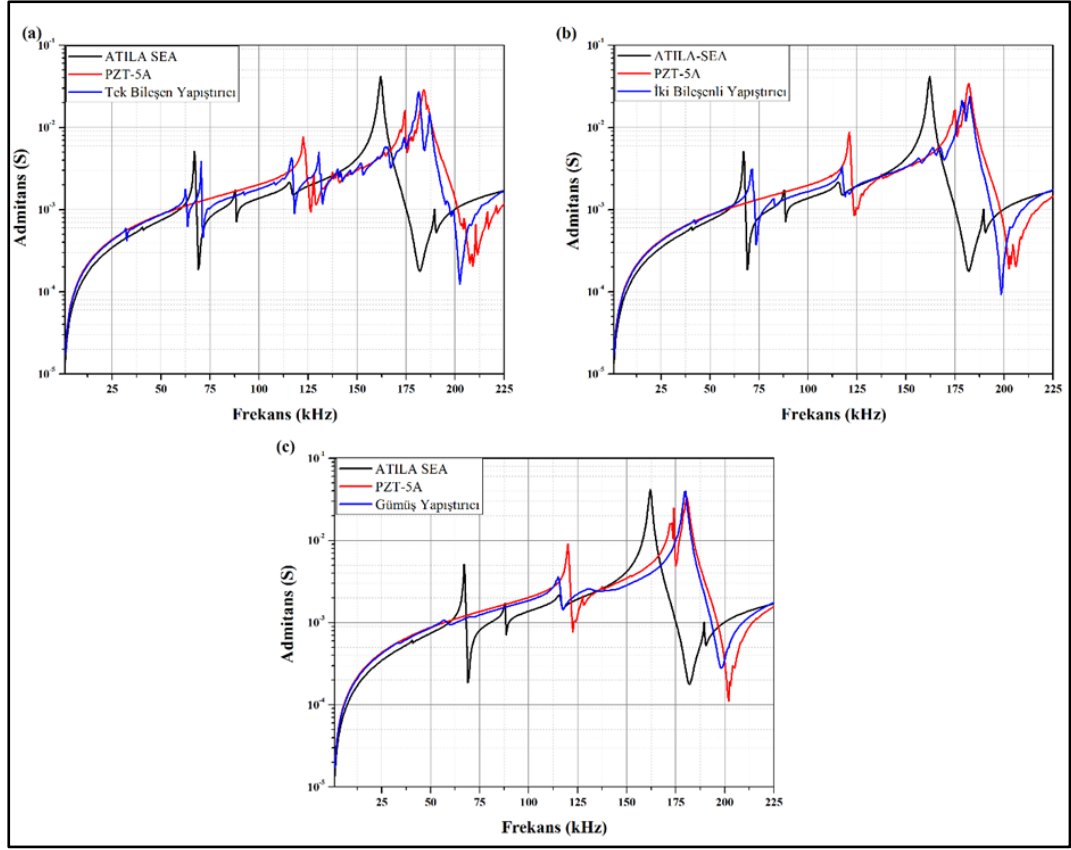
Prototip üretimi ilk olarak ticari PZT-5A kompozisyonu üzerinden gerçekleştirilmiştir. Takip eden süreçte diğer PZT türevleri ve PZN-PZT ile PNN-PZT kompozisyonlarından da aynı şekilde üretim yapılmıştır. Seramik kabuklar deneysel süreçlerde anlatıldığı üzere tek eksenli pres yardımıyla üretilmiştir. Yoğun seramik parçalar elde edilmiştir. Sinterleme sonrası cihazın genel çap değerleri $\varnothing$ 13.2-13.5 mm değerleri arasında kompozisyona bağlı olarak değişmektedir ve kompozisyonlarının içeriklerinin farklılığından kaynaklanan olağan bir sonuçtur. Seramik kalınlığı kulakçık kenarlarında 1 mm olarak ayarlanmıştır.

Tasarımın safhasındaki modellemeler ve üretilmiş olan cihazlar arasında fark olması yani üretilmiş olan aygıtların asimetrik olması nedeniyle, hava ortamı tasarımı bu asimetrik modeller için tekrar edilmiştir. Bu analiz sonucuna göre elde edilen bulgular Şekil 4.58’de verilmektedir. Bahsi geçen model için cihaz iç çap değeri her iki tasarım içinde 9 mm iken cihazın dış çapı 12.7 mm ve 13.4 mm olarak alınmıştır. Seramik kabuğun kubbe derinliği 1.2 mm alınmış, metal kabuğun ise 0.6 mm’dir. Seramik kalınlığı 1 mm olarak kabul edilmiştir. Çap artışına bağlı olarak ana radyal mod frekansı 8 kHz düşerek 162 kHz olmuştur. (0,2) rezonans modunda da 7 kHz’lik bir düşüş mevcuttur. (0,1) rezonans modu ise 2 kHz’lik artışla 40 kHz değerindedir.



Şekil 4.58: Asimetrinin admitans-frekans spektrumu üzerine etkisi, a) 1-225 kHz frekans aralığı, b) 1-100 kHz frekans aralığı.

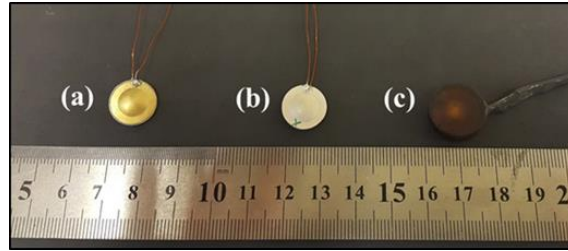
Montaj esnasında metal kapak ve seramiklerin yapışmasını sağlamak için 3 farklı yapıştırıcı türü denenmiş olup bu yapıştırıcılarla üretilmiş prototiplerin admitans spektrumları Şekil 4.59’da yer almaktadır. Cihaz montajında yapıştırıcı yüzeyi ve tutunma önemlidir. Çünkü iyi bir yapışmanın oluşmaması performansı direk etkilemektedir. Cihazın bir araya getirilmesi sürecinde metal kabuk ve seramik kabuklar, kulakçık bölgelerinden yapıştırıcı ile birleştirilmesi ile aygıt oluşturulmaktadır. Genellikle yalıtkan özelliğe sahip bir yapıştırıcı kullanılmaktadır. Yapıştırıcı uygulama yüzeyinde, seramik iç yüzey elektrotu ve metal kabuk arasında sadece yalıtkan bir tabaka olması, cihazın çalışmasına mâni olacaktır. Literatürde kontak sağlanması üzerine çeşitli çözümler bulunmaktadır.



Şekil 4.59: Farklı yapıştırıcı türlerine göre, a) tek bileşenli yapıştırıcı, b) iki bileşenli yapıştırıcı, c) gümüş iletken yapıştırıcı kullanımına göre admitans-frekans spektrumlarının değişimi.

Denenmiş olan yapıştırıcı türevleri tek bileşenli (Three Bond 2280E), iki bileşenli (JALALCON-S) ve gümüş iletken polimer (ESL-1120) olmaktadır. Bu yapıştırıcılardan tek bileşenli yapıştırıcı oldukça akışkandır. Diğer yapıştırıcı malzemeleri ise viskozdur. Tek bileşenli yapıştırıcı 120°C, gümüş iletken polimer 150°C ve iki bileşenli yapıştırıcı 25°C’de kürlenmektedir. Kürlenme süreleri ise belirtilen sıcaklıklarda sırayla 2 saat, 1 saat ve yaklaşık 5 dakikadır. Bu açıdan bakıldığında iki bileşenli yapıştırıcının çalışma süresi oldukça kısıtlı olup kullanımı pratik olmamaktadır. Ancak Şekil 4.59b’de görüldüğü üzere tüm flextensional modları göstermektedir. Tek bileşenli yapıştırıcı uygulaması sırasında, içte elektrot ve metal arası iletken kontakını sağlamak için 2 bileşenli Panacol-Elecolit 325 iletken yapıştırıcı kullanılmaktadır. Bu işlemde aynı anda 2 farklı tür yapıştırıcı kullanılması ve bu yapıştırıcıların tutunma kuvvetlerinin farklılığı göz önünde bulundurulmalıdır. Ek olarak yapıştırıcı yüzeyi iyi bir şekilde ıslatmamaktadır. Şekil 4.59a’da bu işleme ait sonuç yer almaktadır. İfade edilen sebeplerden dolayı seramik ve metal kabukların

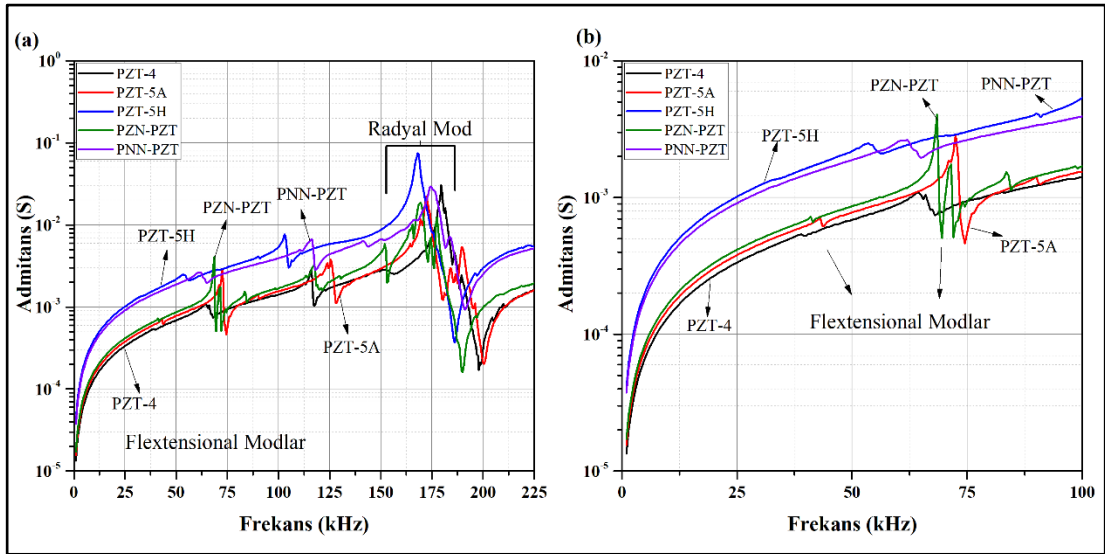
tutunmaları zayıfça gerçekleşmiştir. Şekle bakıldığında esnek gerilmeli (flextensional) rezonans modları haricinde farklı piklerde gözlenmektedir. Kapakçıklar birbirinden kolayca ayrılabilir. Şekil 4.59c ise gümüş iletken polimerin kullanıldığı durumda ele edilmiş admitans spektrumu yer almaktadır. Bu yapıştırıcının kullanılması, yapışma yüzeyinde 2 farklı tür yapışkan kullanımından kaynaklanan homojensizliğin, yapışma kuvvetindeki farklılığı ve iletkenlik sağlanmasını tek seferde çözümlenmektedir. Yapışma homojen ve kuvvetli olarak gerçekleşmiştir. Herhangi bir parazit rezonans piki oluşmamaktadır. Ayrıca yapışma esnasında birebir simetri sağlanmaması durumunda ana rezonans piklerinde ayrışma meydana gelebilmektedir. Herhangi bir otomasyon kullanılmadan, tek tek elle montajı yapılan cihazlarda başlangıçta bu tür farklılıkların gözlenmesi olağandır. Ek olarak zayıf ve asimetric bir birleştirme sonucu yalancı rezonans modları admitans spektrumlarında açığa çıkacaktır. Şekil 4.60'da PZT-5A seramik ve metal (pirinç) kabukların gümüş iletken yapıştırıcı kullanılarak üretilmiş cihazlar ve bu cihazın poliüretan kaplaması sonrası elde edilmiş prototip cihaza ait görsel yer almaktadır.



Şekil 4.60: Üretilen cihazların görünümü, a) ve b) birleştirme işlemi sonrasında, c) poliüretan kaplaması sonrası.

Montaj işlemi gerçekleştirilmiş olan farklı piezoseramik türevlerine ait cihazlardan alınmış olan admitans-frekans grafikleri Şekil 4.61'de verilmiştir. Tüm rezonans modlarının gösterilmesi açısından Şekil 4.61a'da 225 kHz üst limit frekansında admitans spektrumu yer almaktadır. Admitans değerleri göz önüne alındığından PZT-5H kompozisyonunun admitans değerinin PNN-PZT ve diğer kompozisyonlara nazaran yüksek olduğu görülmektedir. Admitans değerlerinin, kompozisyonların sahip olduğu d_{33} değerleriyle benzeşmektedir. Ancak PNN-PZT burada istisnai bir durum oluşturmaktadır. Bu sonuç üretim koşullarından kaynaklanmaktadır. Bildiğimiz üzere PNN-PZT Curie sıcaklığı 162°C'dir ve iletken gümüş yapıştırıcının kurlenme sıcaklığının 150°C olmasının depolarizasyona neden

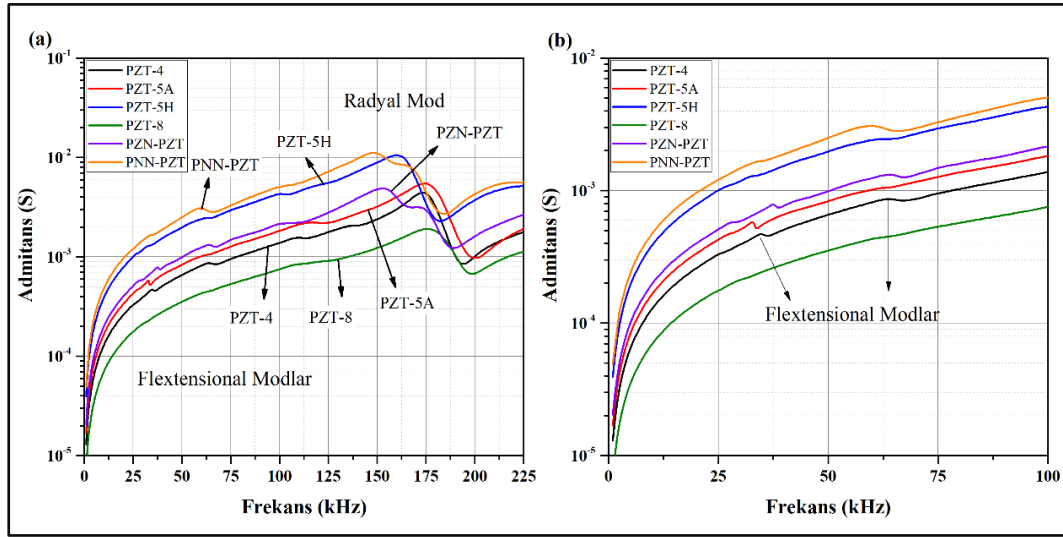
olmaktadır. Bunun neticesinde PNN-PZT kompozisyonun elektriksel özelliklerinde kutupluluk durumunun bozulmasından dolayı düşme meydana gelmiştir. Yukarıda ifade ettiğimiz nedenler ışığında PNN-PZT kompozisyonuna sahip cihazların poliüretan kaplama işlemi öncesinde yeniden kutuplanması gerektiği aşıkardır. Ana radyal modunda meydana gelen parçalı ayrışma ise yapışmanın simetrisini kaybetmesinden kaynaklanmaktadır. Şekil 4.61b’de ise 100 kHz üst limitte admitans-frekans grafiği yer almaktadır. PZT-5A ve PZN-PZT kompozisyonlarına ait 2. rezonans modu diğer kompozisyonlara göre daha kuvvetlidir. Genel itibari ile yapışma yüzeyi, tutunma kuvveti ve simetrisinin korunması rezonans modlarının keskinliğine etki etmektedir ve dikkat edilmesi gereken hususlar arasında yer almaktadır.



Şekil 4.61: Montaj işlemi sonrasında alınmış olan admitans-frekans spektrumları, a) 1-225 kHz, b) 1-100 kHz.

Montajı gerçekleştirilmiş ve ölçümleri alınmış olan prototip cihazlarının poliüretan (Biresin U1305, Sika) ile kaplama işlemi yapılmıştır. Poliüretan kaplamasının yapılmasındaki amaç hem cihazı su ortamında yalıtmak hem de empedans eşleme tabakasını oluşturmaktadır. Çünkü kütleli bir PZT seramiğin, su ile arasında akustik empedans uyumsuzluğu bulunmaktadır. Poliüretan kaplama işlemi sonrasında alınmış olan admitans ölçümleri Şekil 4.62’de verilmiştir. Poliüretan kaplama sonucu tüm rezonans pik şiddetlerinde sönümlenme oluşmuş olup esnek gerilmeli modlar fark edilebilmektedir. PNN-PZT piezoseramik kompozisyonu en

yüksek admitans değerine sahiptir. Burada yapıştırma işlemi sonrası yeniden kutuplanmanın etkisi olduğu düşünülmektedir.

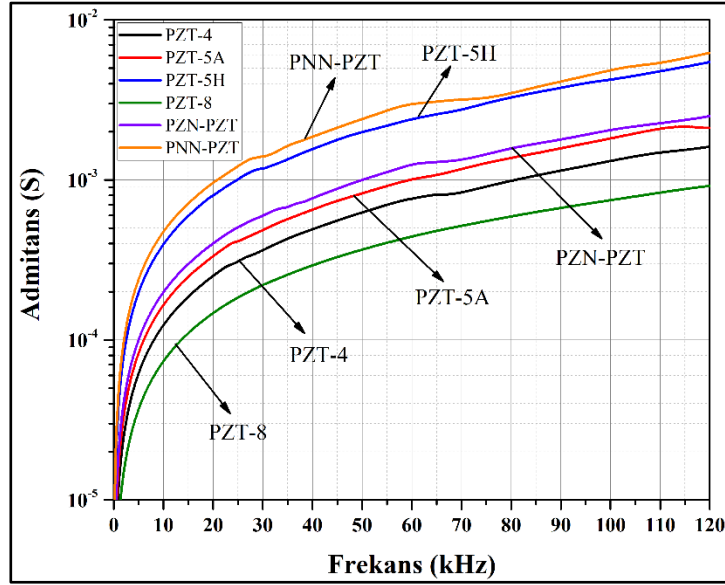


Şekil 4.62: Poliüretan kaplama işlemi sonrasında alınmış olan admitans-frekans spektrumları, a) 1-225 kHz, b) 1-100 kHz.

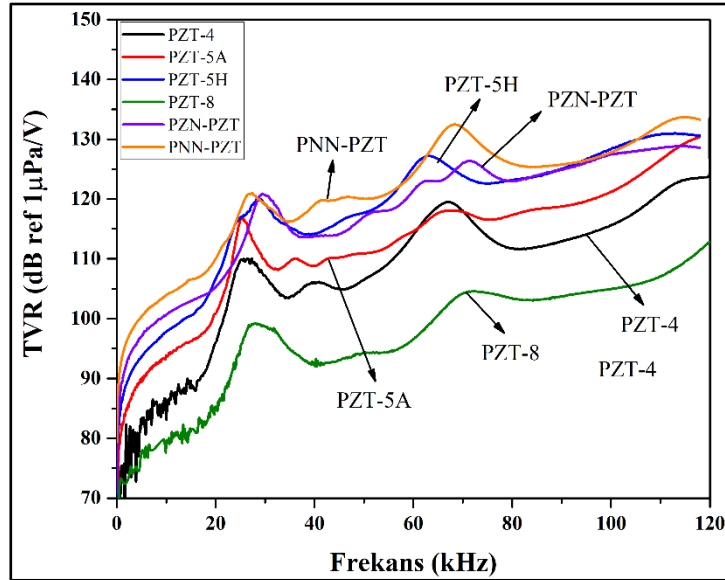
4.4.3.2. Su Ortamı Ölçüm Sonuçları

Poliüretan kaplanmış olan numunelerden 1 m³'lük hacme sahip su havuzu içerisinde empedans analizör ile sualtı admitans ölçümleri 20 Hz-120 kHz frekans aralığında alınmıştır ve Şekil 4.63'te bu ölçüme ait sonuçlar her bir kompozisyon için verilmiştir. Hava ortamında gerçekleştirilen ölçümlerde olduğu gibi admitans değeri sualtında da en yüksek PNN-PZT kompozisyonuna aittir. Hidrostatik basınç neticesinde admitans değerleri sönümlenmiş ve oldukça yatıklaşmıştır. Birinci rezonans modu 30 kHz altına düşmüştür. İkinci rezonans modu (0,2) tüm kompozisyonlar için 60-70 kHz frekans aralığında yer almaktadır. PZT-8 kompozisyonuna ait admitans değerleri diğer kompozisyonlara kıyasla çok düşüktür. PZT-8 yüksek güç gerektiren uygulamalarda (ultrasonik kaynak vb.) genellikle kullanılmaktadır ve algılayıcı uygulamaları için kullanım uygun olmamaktadır. Eşitlik 4.12 ve 4.13 kullanılarak hesaplanmış olan TVR ve FFVS verilerine ait ölçüm grafikleri Şekil 4.64 ve Şekil 4.65'te verilmiştir. TVR sonuçlarına bakıldığında admitans-frekans grafiklerindeki sonuç ile benzer olduğu görülmektedir. 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu için birinci rezonans moduna ait TVR değeri 121 dB'dir. İkinci rezonans modu için ise bu değer yaklaşık 133 dB olmaktadır. 0.4PZN-0.6PZT

kompozisyonu için birinci rezonans 120 dB civarındadır ve ikinci rezonans modu için 127 dB'dir. Birincil rezonans modu için TVR değerlerinin 120 dB'den düşük olması çoğu uygulama için yeterli olmamaktadır. İkinci rezonans modu için 0.5PNN-0.5PZT, PZT-5H ve 0.4PZN-0.6PZT gibi yumuşak karakterdeki kompozisyonların kullanılması, elde edilen açılarından daha uygun olmaktadır.

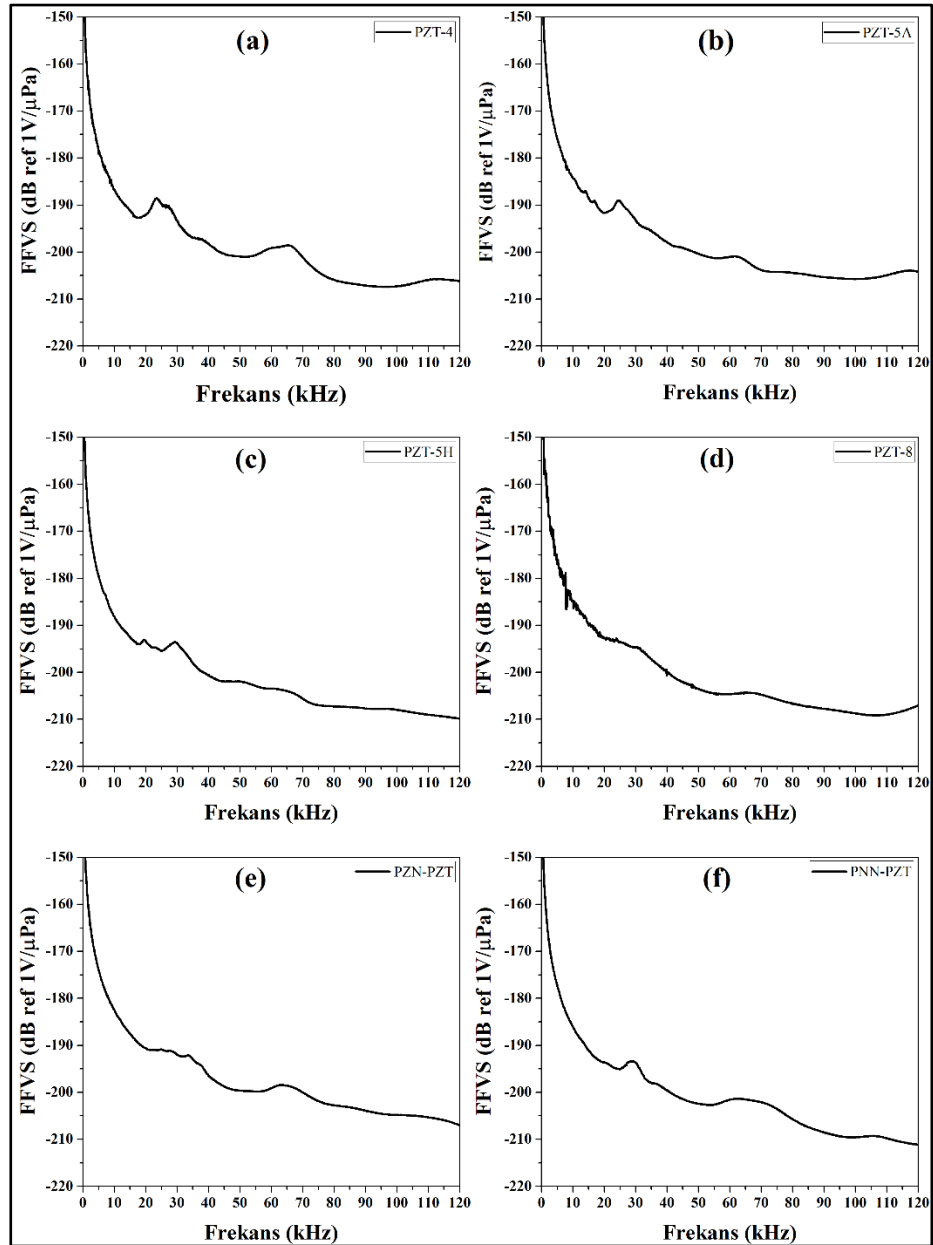


Şekil 4.63: Su ortamı admitans-frekans spektrum ölçüm sonuçları.



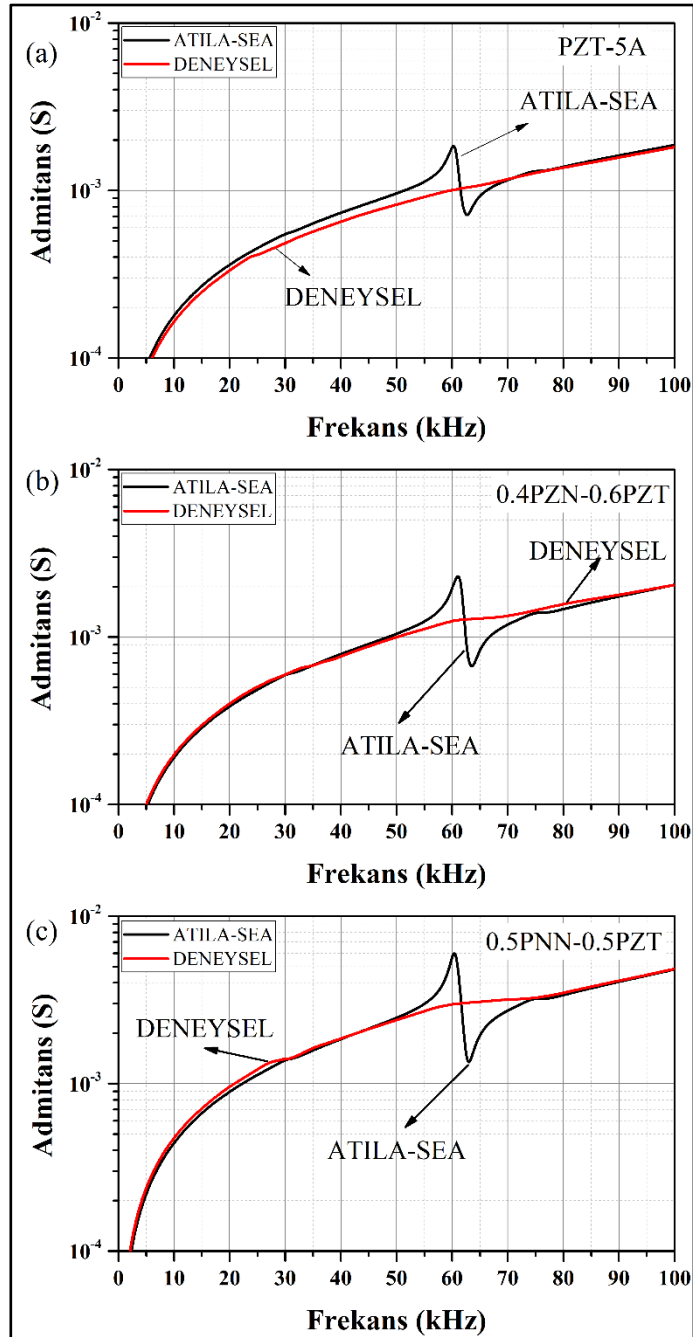
Şekil 4.64: 1-120 kHz frekans aralığı için kompozisyona bağlı olarak elde edilmiş TVR sonuçları.

Şekil 4.65'te görülen FFVS grafikleri incelendiğinde, tüm seramik kompozisyonları için elde edilmiş olan serbest alan voltaj hassasiyeti (FFVS) -195 ile -185 dB aralığında olduğu görülmektedir. Burada TVR sonucuyla zıt bir durum açığa çıkmaktadır. 2. rezonans moduna ait duyarlılık değeri -195 ile -210 dB aralığında kompozisyona bağlı olarak değişmektedir.



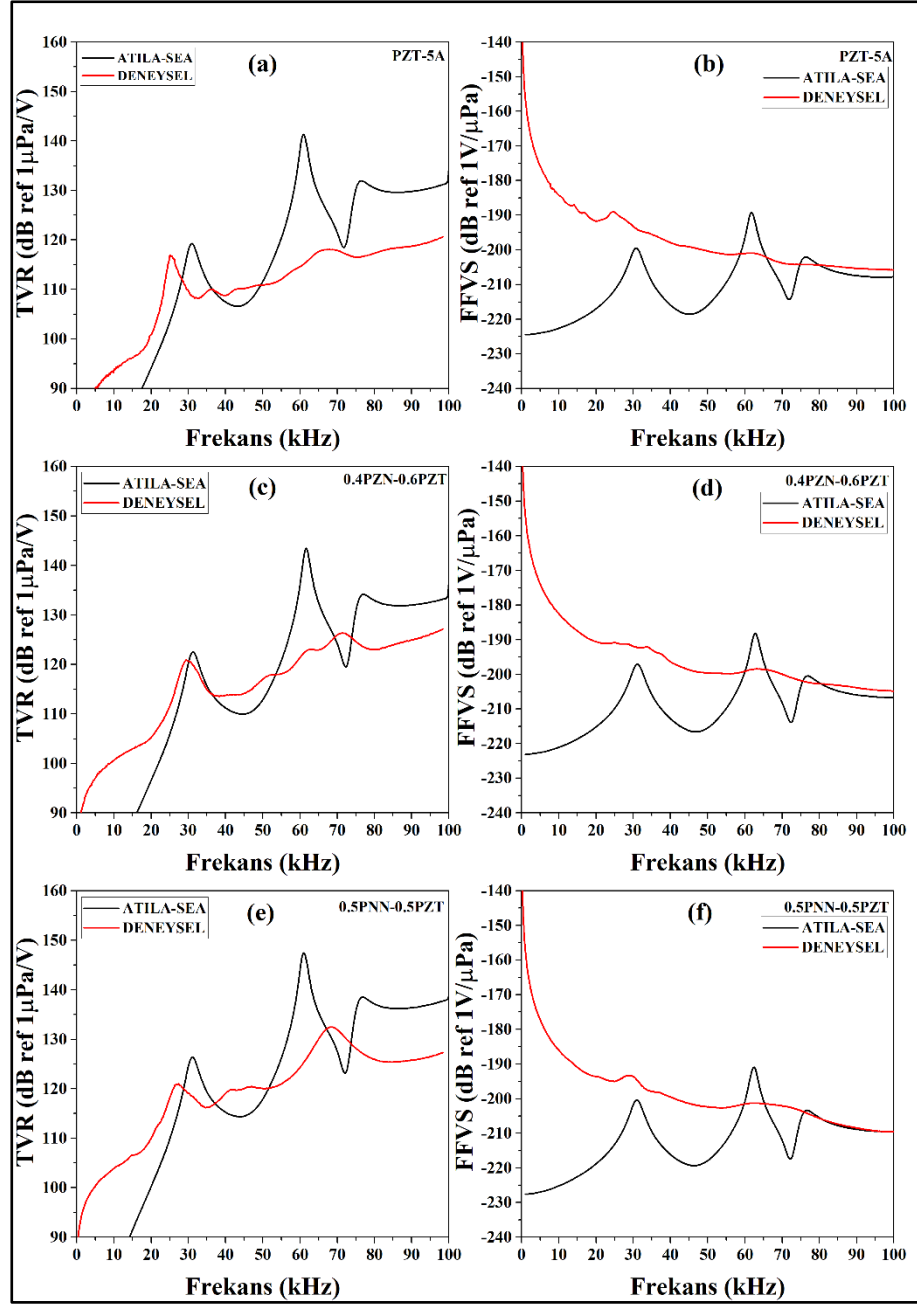
Şekil 4.65: 1-120 kHz frekans aralığı için kompozisyona bağlı olarak elde edilmiş FFVS sonuçları, a) PZT-4, b) PZT-5A, c) PZT-5H, d) PZT-8, e) PZN-PZT, f) PNN-PZT piezoseramik kompozisyonları.

Tez çalışması sürecinde elde edilen PZT-5A, 0.4PZN-0.6PZT ve 0.5PZN-0.5PZT seramik kompozisyonları özellik matrisleri ATILA-SEA programına, üretilmiş olan dönüştürücülere benzer boyutlarda modelleme yapılırken kullanılmış ve sualtı performansının tasarım ve deneysel olarak kıyaslaması yapılmıştır. Buradan elde edilen sonuçlara ait olan admitans-frekans spektralleri Şekil 4.66'da verilmiştir.



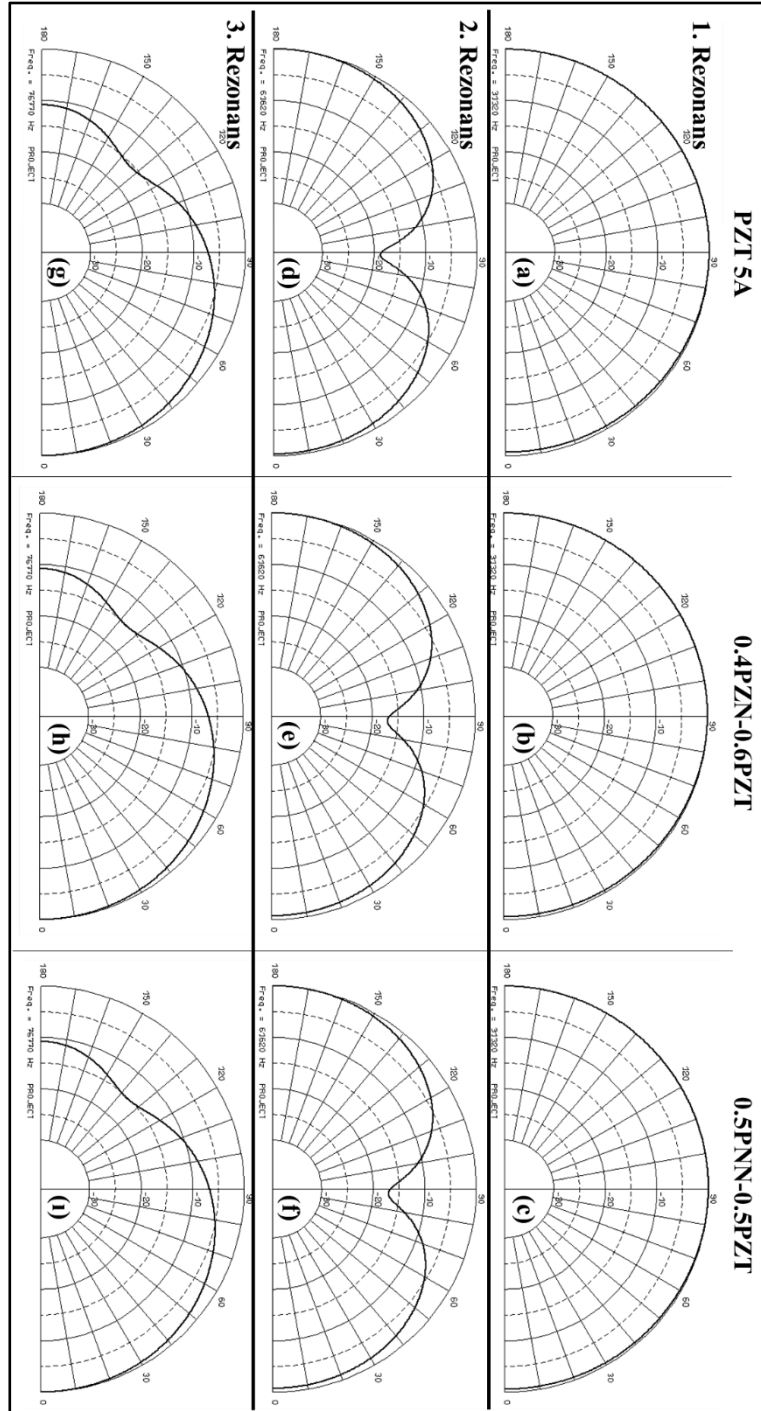
Şekil 4.66: Tasarım modelinde özellik matrisinin kullanılması sonu elde edilen admitans spektrumları, a) PZT-5A, b) 0.4PZN-0.6PZT, c) 0.5PNN-0.5PZT.

Burada 4.3 konu başlığında elde edilen bulgulara benzer bir sonuç karşımıza çıkmaktadır. 1-100 kHz frekans aralığındaki ölçüm sonuçları deneysel bulgularla benzerdir. Ancak admitans piklerinin tasarım modeline göre daha basık olduğu görülmektedir. Bu basıklığın poliüretan kaplaması ve metal ve seramik kabuklar arası tutunma yüzeyine uygulanmış olan yapıştırıcının kalınlığı ile ilgili olduğu düşünülmektedir Şekil 4.67’de ise yine aynı kompozisyonlar için TVR ve FFVS sonuçlarının tasarım bulguları ile kıyaslanmasına aittir. Deneysel olarak elde edilmiş bulguların TVR şiddet değerleri birinci rezonans modu için, tasarım modeline yakınsamaktadır. Ancak ikinci rezonans modu için TVR değeri; deneysel bulgu için her ne kadar birinci rezonans değerinden yüksek olsa da tasarım modellerine göre daha düşük değerdedir. TVR ve FFVS ölçümlerinde elde edilen sonuçların frekans değerleri ise birbirine yakın olduğu görülmektedir. Birincil TVR frekans pik değerlerinde, kompozisyona bağlı olarak alınmış deneysel ölçümler incelendiğinde; elde edilen ses seviyesinin 120-125 dB arasında değişim sergilediği görülmektedir. İkincil TVR pik noktası ise deneysel bulgulara göre 120-135 dB ses seviyesi aralığındadır. İkinci rezonans modu için yaklaşık 15 dB civarında bir fark mevcut bulunması, Eşitlik 4.12’de yer alan yönlülük indeksi (DI) ve elektro akustik etkinliğin (η) hesaplamaya dahil edilmemesinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca rezonans modlarında yönlülük olması durumunda, yönsüz bir dönüştürücünün hesabında olduğu gibi $DI=0$ olarak kabul etmek mümkün olmayacaktır. Bu sonuca ek olarak elektro akustik etkinliğin tespit edilerek hesaba eklenmesi de sonucu değiştirecektir. Genel itibariyle tasarım modelleri ve deneysel ölçümlerin TVR davranışı olarak ses çıkış düzeyleri haricinde örtüştüğü görülmektedir. PZT-5A seramik kompozisyonu kullanılan cihazın 2. rezonans modundaki TVR düşüklüğünün poliüretan kaplama kalınlığı veya montaj işlemine ait kusurlarından kaynaklanışı muhtemeldir. Benzer bir davranış FFVS sonuçları içinde geçerlidir. Genel itibari ile tasarım modelinde görülen ikinci ve üçüncü rezonans modlarının ayrışması; deneysel bulgularda bu rezonans modlarına ait pik noktalarının yatıklaşmış olması sebebiyle belirgin değildir. Fakat tasarım modeline göre bu iki rezonans modunun çakışmaya başladığı ifade edilebilir. Benzer bir durumun üretilmiş olan dönüştürücülerde meydana gelmesinin de buna neden olduğu düşünülmektedir ve bu durum daha geniş bir bant aralığı oluşturmaktadır.



Şekil 4.67: Tasarım modelinde özellik matrisinin kullanılması sonu elde edilen TVR ve FFVS sonuçlarının deneysel bulgular ile kıyaslanması, a) ve b) PZT-5A kompozisyonu için, c) ve d) 0.4PZN-0.6PZT, e) ve f) 0.5PNN-0.5PZT.

Yönlenim desenleri ATILA-SEA ortamında elde edilmiştir ve Şekil 4.68’de PZT-5A, 0.4PZN-0.6PZT ve 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonları için verilmektedir. Birinci rezonans modunda ise her üç kompozisyona ait dönüştürücülerin tasarım çıktısı olarak elde edilen yönlenim deseni incelendiğinde, birincil rezonans modunda yönlenim deseni incelendiğinde, yönsüz bir dönüştürücünün sergilediği bir desen görülmekle birlikte yönsüz olup içi boş küre formundaki hidrofonlarda benzerdir.



Şekil 4.68: Dönüştürücülerin yönlenim desenleri, a), d) ve g) PZT-5A, b), e) ve h) 0.4PZN-0.6PZT, c), f) ve i) 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu.

İkinci ve üçüncü rezonans modları için ise tüm seramik kompozisyonlarında iki ana lobdan meydana gelen yönlenim deseni bulunmaktadır ve bu frekans değerlerinde dönüştürücüler yönlüdürler (bkz. Şekil 4.68d-i). PZT-5A, 0.4PZN-0.6PZT ve 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonları TVR grafiklerine göre pik yaptığı birinci

rezonans birinci rezonans noktası 31320 Hz'tir ve yönsüz bir dönüştürücüye ait deseni oluşturmaktadır (bkz. Şekil 4.67a, 4.67b, 4.67c). Yine Şekil 4.66 üzerinde gösterilmiş olan TVR tasarım sonuçları göz önüne alındığında tüm kompozisyonlar için 61620 Hz frekans değerinde ikincil TVR piki mevcuttur. Bu ikincil pik noktası için yönlenim desenleri çizdirildiğinde ise sonuç tüm kompozisyonlar için benzer olup Şekil 4.68'de de bu durum açık şekilde görülmektedir. Ancak -3dB seviyesinde 0°-180° arası çizilen yönlenim deseninin sol ana lobu için yaklaşık 55°'lik (155°-180°), sağ ana lobu için ise 50° (0°-50°) bir yönlenme açısı mevcuttur. Benzer biçimde 0-360° arası bir yönlenim deseni çizilmesi durumunda ise sol lobda 110° sağ lobda da 100°'ye denk gelen bir yönlenim deseni PZT-5A kompozisyonu için oluşacaktır. Diğer iki seramik kompozisyonu için sol lobdaki yönlenim açısı hemen hemen aynı iken sağ lobda bu değer 90°'ye düşmektedir. TVR grafiğinde gözlemlenen 3. pik ise 76770 Hz frekans değerinde tüm kompozisyonlarda gözlenmektedir. Şiddeti sol loba göre daha yüksek bir sağ ana lobuna sahiptir (bkz. Şekil 4.68g-ı). Tüm kompozisyonlar için benzer yönlenim deseni oluşturmakla birlikte -3 dB seviyesinde 0-180° için yönlenim açısı yaklaşık 60° (0°-60°) olmaktadır. 0-360° arası bir yönlenim deseni içinse 120°'ye denk gelmektedir.

5. GENEL SONUÇLAR

Bu doktora tez çalışmasında literatürde mevcut olmayan yeni bir sınıf V esnek gerilmeli tasarımı yapılmış ve bu dönüştürücünün hem hava hem de su altı performansı ölçülerek sonuçları tartışılmıştır. Tez çalışması seramik kompozisyonlarının üretimi, bu kompozisyonların elektriksel ve elektromekanik karakterizasyonlarının gerçekleştirilmesi, ATILA (SEA) programı kullanılarak özgün cihaz tasarımının oluşturulması, cihaz testlerinin yapılmasıyla literatüre katkıda bulunmuştur.

Tez çalışmasının başlangıcında, $Pb(B'B'')O_3$ tipindeki relaksör perovskit tabanlı piezoseramik malzemelerin sentezi ve karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla literatürde ticari PZT türevleri ile kıyaslandığında daha üstün piezoelektrik ve elektromekanik özellikler sergileyen PZN-PZT ve PNN-PZT relaksör tabanlı seramikler ikincil faz olmaksızın üretilmiştir. PZN-PZT seramiğinin sentezi %1 mol fazladan PbO ilavesiyle 850°C'de ikincil faz içermeksizin yapılabilmektedir. 1100°C 2 saat süreyle uygulanan sinterleme işlemi sonrasında da herhangi bir ikinci faz bulgusuna rastlanılmamıştır. Yoğun ve gözenek miktarı oldukça düşük mikroyapı elde edilmiştir. Ayrıca farklı PZN oranları ve katı eriyiğin PZT bileşenindeki Zr:Ti oranının değişimine göre mevcut kristal yapıda tetragonal-rombohedral faz dönüşümü gözlemlenmiştir. Sabit Zr:Ti (48:52) oranı için yapılan çalışmada xPZN-(1-x)PZT katı eriyiği için x=0.1-0.6 oranlarında, PZN miktarının arttıkça rombohedral faz yüzdesinin yükseldiği XRD sonuçlarına göre saptanmıştır. 0.1PZN-0.9PZT seramik kompozisyonu tetragonalce zengindir. 45° civarındaki XRD piklerinde (002)/(200) tetragonal pik ayrışmaları açıkça görülmektedir. Öte yandan 0.6PZN-0.4PZT kompozisyonu için ise bu durum tam tersi olup 45° civarındaki pik (200) rombohedral yapıya ait olduğu herhangi bir ayrışmanın gözlemlenmediği, rombohedralce zengin bir kompozisyonudur. Detaylı pik analizleri neticesinde değişen PZN oranlarına göre faz yüzdeleri hesaplanarak grafiksel olarak ifade edilmiştir. 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonu için yine aynı açı değerindeki XRD deseni incelendiğinde bir triplet oluşumunun meydana geldiği görülmüştür. Burada (002)/(200) tetragonal pikleri ve (200) rombohedral yapıya ait pik birlikte yer almaktadır. Pik analizleri neticesinde de bu kompozisyonun MFS sınırına yakın olduğu tespit edilmiştir. Diğer bir parametre olan Zr:Ti oranı içinde benzer bir durum söz konusu olmuştur. 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonu baz alınarak farklı oranlardaki Zr ilavelerinde yapının tetragonelden

rombohedral doğru deęişim sergiledięi yine XRD desenlerinde açıkça görölmüştür. 0.4PZN-0.6Pb(Zr_yTi_{1-y})O₃ katı eriyięinde, $y=0.46$ kompozisyonunun tetragonal yapıda olduęu gözlemlenmiştir. $y=0.47$ kompozisyonunun tetragonal yapıca zengin olup rombohedral yapı düşük oranda tespit edilmiştir. $y=0.48$ kompozisyonu rombohedral ve tetragonal yapıların birlikte olduęunu işaret eden bir kırınım desenine sahiptir. Bu Zr deęerinden sonra yapı rombohedralce zenginleşmeye başlamış olduęu tespit edilmiştir. Yapılan pik analizleri de bu sonucu doğrulanmış ve $y=0.48$ Zr miktarında kompozisyonun MFS sınırına yakın olduęu görölmüştür. Bu kompozisyonların sadece faz analizleri deęil aynı zamanda elektriksel özellikleri de incelenmiş ve her bir kompozisyonunun elektriksel özellikleri incelenerek tablo halinde verilmiştir. Deęişen PZN miktarına göre, paraelektrik faz geçiş sıcaklıęı 290°C-410°C arasında deęişmekte olduęu saptanmıştır. En düşük T_c sıcaklıęı 0.6PZN-0.4PZT kompozisyonunda en yüksek geçiş sıcaklıęı ise 409°C ile 0.1PZN-0.6PZT kompozisyonundadır. PZN'ın relaksör bir ferroelektrik malzeme oluđu PZT ile yapmış olduęu katı eriyiklerde özellikle yüksek PZN oranlarında yayınımsal bir dielektrik davranış sergilemesini sağlamaktadır. Relaksör ferroelektrikler modifiye Cruie-Weiss kuralına yani Uchino-Nomura fonksiyonuna uygunluk sergilemektedir. Nitekim Eşitlik 4.9 kullanılarak yapılan hesaplamalarda γ sabiti 0.6 PZN-0.4PZT için 1.91 olarak bulunmuştur. 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonu ele alındıęında ise farklı Zr miktarlarına göre de faz geçiş sıcaklıęının deęişim gösterdięi tespit edilmiştir. Ancak Zr miktarının artmasıyla faz geçiş sıcaklıęı lineer olarak deęişmedięi görölmüştür. En düşük T_c sıcaklıęı 320°C ile $y=0.48$ kompozisyonuna aittir. Aynı şekilde Uchino-nomura fonksiyonu uygulandıęında γ deęeri birbirine çok yakın deęerler bulunmuştur. Buna göre Zr miktarında ise PZN oranının relaksör davranışa etki ettięi açıkça belli olmaktadır. PZN oranına göre ferroelektrik histeris eęrileri göz önüne alındıęında kristal yapıya baęlı olarak deęişim sergiledi görölmüştür. Tetragonal yapıdaki PZN-PZT kompozisyonunda karesel ve yüksek E_c deęerlerine sahip bir histeris eęrisi gözlemlenirken, rombohedral yapının hâkim olduęu 0.6PZN-0.4PZT kompozisyonunda daha düşük E_c deęerine sahip ve yatık daha düşük kalıntı polarizasyon (P_r) deęerine sahip olmuştur. Ancak E_c deęerleri simetriktr. En yüksek P_r deęeri 0.4PZN-0.6PZT Zr:Ti 48:52 kompozisyonunda elde edilmiştir. Elektrik alan etkili gerinim eęrilerinde de en yüksek gerinim miktarı bu kompozisyonda elde edilmiştir.

Farklı Zr oranları açısından 0.4PZN-0.6PZT piezoseramik kompozisyonu ele alındığında da bezer sonuçlar ortaya çıkmaktadır. Bu her iki durumda kristal yapının elektriksel özellikler üzerine etkisini açıkça göstermektedir. Hem faz analizleri hem de elektriksel ölçüm sonuçlarının 0.4PZN-0.6PZT kompozisyonunda optimum olması nedeniyle, bu kompozisyon için IEEE standartlarında numuneler hazırlanarak rezonans metoduna göre ölçümler gerçekleştirilmiş ve bu kompozisyona ait özellikler matrisi hazırlanarak ATILA SEA programı için bir veri girdisi oluşturulmuştur. Hem deneysel olarak elde edilen bulguların hem de tasarım çıktılarının birbirleriyle örtüştüğü, başka bir ifade ile sonuçların doğruluğu ispatlanmış ve dönüştürücü tasarımının prototip safhasında kullanılmıştır.

Tez kapsamında üretilen bir diğer seramik kompozisyon ise PNN-PZT katı eriyiğidir. Relaksör tabanlı bu kompozisyonun üretiminde ise iki aşamalı bir yol izlenmiştir. İlk aşamada NiNb_2O_6 (columbite) fazı öncül olarak sentezlenmiştir. 1100°C 4 saat süre ile yapılan ısıtıl işlemin columbite fazının oluşması için yeterli olduğu saptanmıştır. Takip eden süreçte bu öncül faz kullanılarak 0.5PNN-0.5PZT Zr:Ti 30:70 kompozisyonu sentezlenmiştir. Kalsinasyon aşamasında düşük şiddette piroklor fazı saptanmış olup $1150\text{--}1250^\circ\text{C}$ arası tüm sinterleme sıcaklıklarında bu ikincil fazın perovskit yapı dönüşümünün tamamlanması neticesinde kaybolduğu gözlenmiştir. X-ışını kırınım desenleri göz önüne alındığında yapının rombohedral fazı da içeren tetragonalce zengin bir kompozisyon olduğu görülmüştür. Elektriksel karakterizasyon aşamaları PZN-PZT kompozisyonuna benzer bir prosedürde gerçekleştirilmiştir. Paraelektrik faz geçiş sıcaklığı 162°C civarında bulunmuştur. γ değeri 1.85 olarak hesaplanmıştır. Ferroelektrik histeris eğrisi oldukça dar bir $2E_c=12.2\text{ kV/cm}$ değerine sahiptir. Kalıcı polarizasyon değeri $2P_r=55.8\text{ pC/cm}^2$ 'dir. Dielektrik sabiti ise PZN-PZT kompozisyonlarına kıyasla oldukça yüksektir. Takip eden süreçte IEEE standartlarında numuneler hazırlanarak rezonans metoduna göre ölçümler gerçekleştirilmiştir. Bu kompozisyona ait özellikler matrisi hazırlanarak ATILA SEA programı için bir veri girdisi oluşturulmuştur. Deneysel olarak ölçülmüş empedans-frekans spektralleri karşılaştırılmış ve tasarım çıktıları ile örtüştüğü gözlenmiştir.

Yukarıdaki sonuçlar ışığında, asıltı döküm yöntemiyle PZN-PZT ve PNN-PZT seramik kompozisyonlarında üretilmiş olan içi boş küresel formdaki dönüştürücüler ATILA-SEA ortamında modellenmiştir. Bu cihazlardan hava ortamı ve sualtında

alınan ölçümlere ait sonuçlar, ATILA-SEA program çıktıları mukayese edilmiştir. PZN-PZT kompozisyonu için tasarım ve deneysel ölçümler arasında 20 kHz civarında bir sapma olduğu gözlenmiştir. Bu sapmanın cihazın üretim esnasında uygulanan işlemler sonucu ortaya çıkan yeni sınır koşulları etkisinde olduğu düşünülmektedir. PNN-PZT yarı kürelerden yapılmış ve poliüretan kaplama sonrası ölçümü alınmış cihazda f_r 80.5 kHz'de ATILA-SEA tasarımında ise f_r 82.3 kHz'de mevcuttur. PZN-PZT kompozisyonuna ait sualtı performansı ise aynı ebattaki ticari PZT-5A kompozisyonundan üretilmiş cihazdan 3 dB daha yüksek bulunmuştur.

Esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımlarında referans boyutlar baz alınmış olup; seramik kalınlığı, metal kalınlığı, metal türü, aygıt iç ve dış çap değişimleri gibi parametrelere bağlı kalınarak ATILA-SEA programında hem hava ortamı hem de su ortamı içinde modellenmiştir. Hava ortamı ölçüm sonuçlarına göre dönüştürücü cihazın rezonans modlarında etkin olan parametreler seramik kalınlığı, seramik ve metal kabuklar arası boşluk ve cihazın çap boyutları olmaktadır. Tek başına seramik kabuğun ise 1-225kHz frekans aralığında ana radyal rezonans modu ve kabuk geometrisinden kaynaklanan ve temel rezonans modunun hemen öncesinde birincil rezonans noktası bulunmaktadır. Hem tasarım programı çıktısında hem de deneysel ölçümlerde bu iki rezonans noktası açıkça görülmektedir. Kompozisyona bağlı olarak radyal rezonans modu 160-200 kHz frekans aralığında yer almakta iken seramik kabukların birinci rezonans moduna ait frekansı 100-130 kHz frekans aralığında yer almaktadır. 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu en yüksek admitans değerine sahiptir ve PZT-5H ile 0.4PZN-0.6PZT seramik kompozisyonu admitans değeri yüksek olan diğer kompozisyonlardır. Esnek gerilmeli dönüştürücü tasarımlarında 1-200 kHz arasında 4 farklı rezonans noktası bulunmaktadır. Referans boyutlarda modellenen bir dönüştürücünün birinci rezonans frekansı 25.6 kHz'de ((0,1) mod), ikinci rezonans frekansı 47.8 kHz'de ((0,2) mod), üçüncü rezonans frekansı 85.5 kHz, dördüncü rezonans noktası 134 kHz'de ((0,3) mod) yer almaktadır. Ancak 100 kHz üzeri frekanslar esnek gerilmeli dönüştürücülerin çalışma frekans aralığı için yüksek olması nedeniyle 100 kHz altındaki frekans değerleri önemli olmaktadır. 100 kHz altındaki frekans bölgesinde esnek gerilmeli rezonans modları bulunmaktadır. Hava ortamında her bir seramik kompozisyonundan admitans frekans spektrumları alınarak tasarım ile kıyaslandığında, 1-100 kHz frekans aralığında tasarımda mevcut olan rezonans noktalarının mevcut olduğu saptanmıştır. En şiddetli admitans değeri ikincil rezonans

modunda gözlenmiştir. Tasarım modeli ve üretilmiş numune arasında rezonans frekans değerleri ve şiddetleri arasındaki fark ise fabrikasyon sürecinden kaynaklanmaktadır. Ek olarak tasarım programında yapıştırıcı yüzeyi, kablo bağlantıları hesaba katılmamıştır. Ayrıca yapıştırıcı malzemesinin polimerik esaslı bir iletken oluşu ve polimerlerin sergilediği non-lineer davranış sebebiyle hesaplanması güç olmaktadır. Dönüştürücü cihazların sualtı ölçümlerinin gerçekleştirilmesi için ortamdan yalıtılması gerekmektedir. Poliüretan kaplama yapılması ile bu gerçekleştirilmiş ve sonrasında alınan admitans ölçümlerinde rezonans şiddetlerinde düşme olduğu gözlenmiştir. Bu düşüşün oluşması normaldir ve takip eden süreçte sualtında ölçüm 1-120 kHz frekans aralığında admitans ölçümleri alınmış ve TVR ile FFVS grafikleri elde edilmiştir. Sert karakterdeki PZT-8 ve PZT-4 seramik kompozisyonun esnek gerilmeli dönüştürücülerinin TVR performansı oldukça düşük olduğu gözlenmiştir. 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonun en yüksek performans değerine sahip olmaktadır ve bu kompozisyonu PZT-5H ve 0.4PZN-0.6PZT piezoseramiğini içeren dönüştürücüler takip etmektedir.

Bu tez çalışmasının sonucunda ortaya çıkan bulguları ise genel hatlarıyla aşağıdaki gibi özetlemek mümkündür.

- Yumuşak karakterdeki ferroelektrik, PZN-PZT ve PNN-PZT seramik kompozisyonları ikincil faz içermeksizin sentezlenmiştir.
- $x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}$ seramik kompozisyonlarında, PZN miktarı ve Zr:Ti oranlarına göre perovskit fazındaki tetragonal-rombohedral simetri dönüşümleri ve bu dönüşümlerin elektriksel özellikler üzerine etkisi açıklanmıştır.
- PZN-PZT ve PNN-PZT kompozisyonlarının elektriksel karakterizasyonları gerçekleştirilmiş ve özellikler matrisleri özel boyutlarda hazırlanmış numunelerden rezonans metodu kullanılarak IEEE standartlarına göre elde edilmiştir.
- Özellik matrisi kullanılarak ince bir disk şeklinde seramik numune için SEA analizi yapılmış olup deneysel bulgular ile örtüştüğü saptanmıştır.
- Asıltı döküm yöntemi kullanılarak PZN-PZT ve PNN-PZT kompozisyonlarından içi boş küre formunda dönüştürücü üretilmiş ve karakterize edilerek, özellik matrisin veri girdisi olarak kullanıldığı SEA analizleriyle kıyaslanmış ve bulguların yakınsadığı saptanmıştır.

- Yeni ve özgün bir geometride sınıf V esnek gerilmeli dönüştürücü çeşitli parametrelere göre ATILA-SEA programı kullanılarak tasarlanmış ve her bir parametrenin analiz sonuçları kıyaslanarak bu parametrelerin dönüştürücün spesifik rezonans modları üzerine etkisi çözümlenmiştir.
- Esnek gerilmeli dönüştürücüye ait metal ve seramik kabukların üretimi tek eksenli pres ile şekillendirilerek yapılmış ve prototip cihaz üretimleri hem ticari PZT hem de tez kapsamında karakterize edilmiş seramik kompozisyonlarından elde edilmiştir.
- Üretilmiş olan prototip aygıtların admitans-frekans ölçümleri hava ve su ortamı alınarak; su altı ölçümlerinden TVR ve FFVS değerleri hesaplanmıştır. Deneysel olarak elde edilen su altı ölçüm sonuçları, SEA analiz bulgularıyla mukayese edilerek dönüştürücü performansı değerlendirilmiştir.

6. ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında açıklanan sonuçlar, geliştirilmiş olan sınıf V senek gerilmeli dönüştürücünün işlevsel olduğunu göstermektedir. Ancak seramik bileşenin performans geliştirilmeleri ve üretim şartlarının iyileştirilmesi (asimetrisinin giderilmesi, yapışma yüzey kalınlığının düşürülmesi gibi) mümkündür. Seramik kalınlığı gerek tasarım gerekse de üretilmiş olan dönüştürücülerde 1 mm'dir. 2 mm'den daha düşük olmak koşuluyla seramik kalınlığı değiştirilerek daha yüksek rezonans şiddet değerleri tasarım sonuçları göz önüne alındığında elde edilebilir görülmektedir. Dönüştürücülerin, çok daha düşük frekans değerlerinde çalışması durumunda ise örneğin 15 kHz altında birinci rezonans modunun bulunması için, dönüştürücü iç ve dış çap değerlerinin arttırılarak üretilmesi gereklidir. Tasarım çıktı sonuçları da bunu destekler niteliktedir. Ancak boyutun artması tek başına yeterli olmayabilir. Dönüştürücü boyutunun yanında seramik kalınlığı, metal kabuk kalınlığı ve kabuklar arası boşluk değerleri ayrıca kontrol edilmesi gereken parametreler olduğu göz önünde tutulmalıdır.

Geliştirilen tasarımın 1. rezonans modu, Cymbal tasarımının performansının gerisinde kalmaktadır. Ancak 1-100 kHz frekans aralığında Cymbal tasarımından farklı olarak iki farklı rezonans modu daha bulunmaktadır. Bu iki rezonans modu tasarım sürecinde seramik kalınlığı, kabuklar arası boşluk miktarı ve cihaz çap değerine bağlı olarak yaklaşmaktadır. Bu parametrelerin farklı kombinasyonları kullanılarak bu iki rezonans modunun çakıştırılması suretiyle daha geniş bir bant aralığı elde edilmesi mümkün olabilecektir.

Dönüştürücülerin döngüsel performansı yapılabilecek analizlerle ortaya çıkartılabilir. Gelecek çalışmalarda, cihazın döngüsel performansının incelemesi sürecinde yapıştırıcı dayanımı da ayrı olarak değerlendirilmelidir. Flexural modda çalışan seramikler için yorulma (fatigue) davranışını ortaya çıkarmak için ayrıca ölçümler yapılmalıdır. Bu analizler, cihazın ömrü ve çalışma performansı hakkında bilgiler sağlayacaktır.

Performansı etkileyen bir diğer hususun seramik kompozisyonları olduğu görülmektedir. Yapılan tez çalışmasına göre 0.4PN-0.6PZT seramik kompozisyonun ticari PZT-5A için bir alternatif olduğu görülmektedir. Aynı şekilde 0.5PNN-0.5PZT kompozisyonu da PZT-5H için iyi bir alternatiftir. PNN ve PZN tabanlı

kompozisyonlarında çeşitli katkı elementleri kullanılarak özellikleri geliştirilebilir. PZN-PZT sistemine La^{3+} katkılama gerçekleştirilebilir. Relaksör davranış üzerine etkisi incelenebilir. Ayrıca daha yüksek PZN oranları için faz oluşumu MFS optimizasyonu gerçekleştirilerek yüksek performans sergileyen kompozisyonlar oluşturulabilir. Benzer bir durum PNN-PZT sistemi içine geçerlidir. Mn^{4+} , Fe^{3+} gibi katkı elementleri tek tek veya birlikte kullanılarak seramik kompozisyonunda iyileştirmeler yapılabilir. Ek olarak isovalent katkılama ile PNN-PZT seramiğinin paraelektrik faz geçiş sıcaklığı yükseltilebilir.

Su altı dönüştürücü uygulamalarında tek kristal formda piezoseramik malzemeler kullanılabilir. Ancak tek kristal üretim süreçlerinin ve elde edilebilecek tek kristalin boyutlarının, polikristal formda üretilen seramiklere göre daha sınırlı ve maliyetli olması nedeniyle, tek kristale benzer yüksek performans sergileyen dokulu mikro yapıya sahip, kristalografik olarak yönlendirilmiş seramiklerin kullanılmasının dönüştürücü performansını arttıracak öngörüsüyle, dokusal seramiklerin kullanıldığı dönüştürücü üretimleri gerçekleştirilebilir ve performansları kıyaslanabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Jaffe B., Cook Jr W. R., Jaffe H., (1971), "Piezoelectric Ceramics", 2nd. Edition, Academic Press.
- [2] Sherman C. H., Butler J. L., (2007), "Introduction, in: Transducers and Arrays for Underwater Sound", Springer Publishing Company, Incorporated, Verlag New York, 1-30.
- [3] Tressler J. F., (2008), "Piezoelectric Transducer Designs for Sonar Applications", in: A. Safari, E.K. Akdoğan, Editors, "Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications", Springer, New York 2008, 223-238.
- [4] Doğan A., (1994), "Flextensional 'Moonie' and 'Cymbal' Actuators", Doctoral Thesis, Pennsylvania State University.
- [5] Chilibon I., (2002), "Underwater flextensional piezoceramic sandwich transducer", Sensors and Actuators A: Physical, 100 (2), 287-292.
- [6] Doğan A., Uzgur E., (2008), "Piezoelectric Actuator Designs", in: A. Safari, E.K. Akdoğan, Editors, "Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications", Springer US, Boston, MA, 2008, 341-371.
- [7] Moosad K. P. B., Chandrashekar G., Joseph M. J., John R., (2011), "Class IV flextensional transducer with a reflector", Applied Acoustics, 72 (2), 127-131.
- [8] Rolt K. D., (1990), "History of the flextensional electroacoustic transducer", The Journal of the Acoustical Society of America, 87 (3), 1340-1349.
- [9] Coates R. F., (1990), "Underwater Acoustic Systems", 1st. Edition Macmillan Education LTD, London.
- [10] Alkoy S., (1999), "Piezoelectric Hollow Sphere Transducers: The 'BBs'", Doctoral Thesis, Pennsylvania State University.
- [11] Tressler J. F., (1997), "Capped Ceramic Underwater Sound Projector the 'Cymbal' ", Doctoral Thesis, The Pennsylvania State University.
- [12] Hughes W. J., (2003), "Transducers, Underwater Acoustic", digital Encyclopedia of Applied Physics.
- [13] Sherman C. H., Butler J. L., (2007), "Electroacoustic Transduction", in: "Transducers and Arrays for Underwater Sound", Springer Publishing Company, Incorporated, Verlag New York, 2007, pp. 31-75.
- [14] Zhang J., (2000), "Miniaturized Flextensional Transducers and Arrays", Doctoral Thesis, The Pennsylvania State University.

- [15] Üzgür A. E., (2006), “Zil Tipi Piezokompozit Transdüser Tasarımları ve Akustik Uygulamaları”, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi.
- [16] Haertling G. H., (1999), “Ferroelectric ceramics: history and technology”, *Journal of the American Ceramic Society*, 82 (4), 797-818.
- [17] Newnham R. E., (2005), “Tensors and Physical Properties”, in: “Properties of Materials: Anisotropy, Symmetry, Structure”, Oxford University Press, New York, USA, 30-36.
- [18] Kao K. C., (2004), “Ferroelectrics, Piezoelectrics, and Pyroelectrics”, in: K.C. Kao, Editor, “Dielectric Phenomena in Solids”, Academic Press, San Diego, 213-282.
- [19] Moulson A. J., Herbert J. M., (2003), “Electroceramics: Materials, Properties, Applications”, 2nd Edition., John Wiley & Sons Ltd, England.
- [20] De Jong M., Chen W., Geerlings H., Asta M., Persson K. A., (2015), “A database to enable discovery and design of piezoelectric materials”, *Scientific Data*, 2 150053.
- [21] APC, (2011) “Introduction”, in: “Piezoelectric Ceramics: Principles and Applications”, 2nd. Edition, APC International Ltd, San Bernardino CA, 13-33.
- [22] Sherman C. H., Butler J. L., (2007), “Transducers As Projector”, in: “Transducers and Arrays for Underwater Sound”, Springer Publishing Company, Incorporated, Verlag New York, 76-151.
- [23] Newnham R. E., (2005), “Transformation Operators for Symmetry Elements”, in: “Properties of Materials: Anisotropy, Symmetry, Structure”, Oxford University Press, New York, USA, 23-26.
- [24] IEEE, (1998), “Standard on Piezoelectricity”, in: “ANSI/IEEE Std. 176-1987”.
- [25] Pardo L., Alguero M., Brebøl K., (2007), “A non-Standard shear resonator for the matrix characterization of piezoceramics and its validation study by finite element analysis”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40 (7), 2162.
- [26] Alkoy S., Dogan A., Hladky A. C., Langlet P., Cochran J. E., Newnham R. E., (1997), “Miniature piezoelectric hollow sphere transducers (BBs)”, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 44 (5), 1067-1076.
- [27] Alkoy S., (2007), “Fabrication and properties of thin-shell monolithic piezoelectric ceramic transducers”, *Journal of Materials Science*, 42 (16), 6742-6748.
- [28] Newnham R. E., Bowen L. J., Klicker K. A., Cross L. E., (1980), “Composite piezoelectric transducers”, *Materials & Design*, 2 (2), 93-106.

- [29] Tressler J. F., Alkoy S., Newnham R. E., (1998), "Piezoelectric Sensors and Sensor Materials", *Journal of Electroceramics*, 2 (4), 257-272.
- [30] Akdogan E. K., Allahverdi M., Safari A., (2005), "Piezoelectric composites for sensor and actuator applications", *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 52 (5), 746-775.
- [31] Carter C. B., Norton M. G., (2007), "Locally Redistributing Charge", in: "Ceramic Materials: Science and Engineering", Springer New York, New York, NY, 556-574.
- [32] Trolier-McKinstry S., (2008), "Crystal Chemistry of Piezoelectric Materials", in: A. Safari, E.K. Akdoğan, Editors, "Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications", Springer US, Boston, MA, 39-56.
- [33] Li F., Zhang S., Damjanovic D., Chen L.-Q., Shrout T. R., (2018), "Local structural heterogeneity and electromechanical responses of ferroelectrics: learning from relaxor ferroelectrics", *Advanced Functional Materials*, 28 (37), 1801504.
- [34] Uchino K., (2010), "Relaxor Ferroelectric-Based Ceramics", in: K. Uchino, Editor, "Advanced Piezoelectric Materials", Woodhead Publishing, 111-129.
- [35] Kimura M., Ando A., Sakabe Y., (2010), "Lead Zirconate Titanate-Based Piezo-Ceramics", in: K. Uchino, Editor, "Advanced Piezoelectric Materials", Woodhead Publishing, 89-110.
- [36] Izyumskaya N., Alivov Y. I., Cho S. J., Morkoç H., Lee H., Kang Y. S., (2007), "Processing, structure, properties, and applications of PZT thin films", *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 32 (3-4), 111-202.
- [37] Noheda B., Cox D. E., Shirane G., Gonzalo J. A., Cross L. E., Park S. E., (1999), "A monoclinic ferroelectric phase in the $\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ solid solution", *Applied Physics Letters*, 74 (14), 2059-2061.
- [38] Noheda B., Gonzalo J. A., Cross L. E., Guo R., Park S. E., Cox D. E., Shirane G., (2000), "Tetragonal-to-monoclinic phase transition in a ferroelectric perovskite: The structure of $\text{PbZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$ ", *Physical Review B*, 61 (13), 8687-8695.
- [39] Luo L., Zhao X., Luo H., (2010), "Single Crystal PZN-PT, PMN-PT, PSN-PT and PIN-PT-Based Piezoelectric Materials", in: K. Uchino, Editor, "Advanced Piezoelectric Materials", Woodhead Publishing, 2010, 239-286.
- [40] Jun K., Kenji U., Shoichiro N., (1982), "Dielectric and piezoelectric properties of $0.91\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - 0.09PbTiO_3 single crystals", *Japanese Journal of Applied Physics*, 21 (9R), 1298.

- [41] Fan H., Kim H.-E., (2002), “Perovskite stabilization and electromechanical properties of polycrystalline lead zinc niobate–lead zirconate titanate”, *Journal of Applied Physics*, 91 (1), 317-322.
- [42] Kaya M. Y., Menşur-Alkoy E., Gürbüz A., Öner M., Alkoy S., (2018), “Influence of compositional variation on the electrical properties of $[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]$ – $[\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3]$ ceramics and their transducer application”, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 65 (7), 1268-1277.
- [43] Osamu F., Youhachi Y., Mitsuo H., Takashi T., Katsumi I., (1985), “Dielectric properties of modified lead zinc niobate ceramic”, *Japanese Journal of Applied Physics*, 24 (S3), 96.
- [44] Halliyal A., Safari A., (1994), “Synthesis and properties of lead zinc niobate: $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ based relaxor ferroelectrics”, *Ferroelectrics*, 158 (1), 295-300.
- [45] Seo S.-B., Lee S.-H., Yoon C.-B., Park G.-T., Kim H.-E., (2004), “Low-temperature sintering and piezoelectric properties of $0.6\text{Pb}(\text{Zr}_{0.47}\text{Ti}_{0.53})\text{O}_3 \cdot 0.4\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, 87 (7), 1238-1243.
- [46] Li C.-L., Chou C.-C., Tsai D.-S., (2005), “Fabrication and electric properties of PZN-based ceramics using modified columbite method”, *Journal of the European Ceramic Society*, 25 (12), 2197-2200.
- [47] Chandarak S., Unruan M., Prasatkhetragarn A., Yimmirun R., (2013), “Structural investigation of PZT-PNN and PZT-PZN probed by synchrotron X-ray absorption spectroscopy”, *Ferroelectrics*, 455 (1), 117-122.
- [48] Halliyal A., Kumar U., Newnham R. E., Cross L. E., (1987), “Dielectric and ferroelectric properties of ceramics in the $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ – BaTiO_3 – PbTiO_3 system”, *Journal of the American Ceramic Society*, 70 (2), 119-124.
- [49] Rajan K. K., Shanthi M., Chang W. S., Jin J., Lim L. C., (2007), “Dielectric and piezoelectric properties of [001] and [011]-poled relaxor ferroelectric PZN–PT and PMN–PT single crystals”, *Sensors and Actuators A: Physical*, 133 (1), 110-116.
- [50] Park S.-E., Shrout T. R., (1997), “Ultrahigh strain and piezoelectric behavior in relaxor based ferroelectric single crystals”, *Journal of Applied Physics*, 82 (4), 1804-1811.
- [51] Li F., Zhang S., Yang T., Xu Z., Zhang N., Liu G., Wang J., Wang J., Cheng Z., Ye Z.-G., Luo J., Shrout T. R., Chen L.-Q., (2016), “The origin of ultrahigh piezoelectricity in relaxor-ferroelectric solid solution crystals”, *Nature Communications*, 7 13807.

- [52] Li F., Zhang S., Xu Z., Chen L.-Q., (2017), “The contributions of polar nanoregions to the dielectric and piezoelectric responses in domain-engineered relaxor-PbTiO₃ crystals”, *Advanced Functional Materials*, 27 (18), 1700310.
- [53] Fan H., Kim H.-E., (2001), “Effect of lead content on the structure and electrical properties of Pb((Zn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.5}(Zr_{0.47}Ti_{0.53})_{0.5})O₃ ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, 84 (3), 636-638.
- [54] Chang L.-M., Hou Y.-D., Zhu M.-K., Yan H., (2007), “Effect of sintering temperature on the phase transition and dielectrical response in the relaxor-ferroelectric-system 0.5PZN–0.5PZT”, *Journal of Applied Physics*, 101 (3), 034101.
- [55] Li H.-L., Zhang Y., Zhou J.-J., Zhang X.-W., Liu H., Fang J.-Z., (2015), “Phase structure and electrical properties of xPZN–(1–x)PZT piezoceramics near the tetragonal/rhombohedral phase boundary”, *Ceramics International*, 41 (3, Part B), 4822-4828.
- [56] Halliyal A., Kumar U., Newnham R. E., Cross L. E., (1987), “Stabilization of perovskite phase and dielectric properties of ceramics in the Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃–BaTiO₃ system”, *American Ceramic Society Bulletin*, 66 (4), 671-676.
- [57] Vittayakorn N., Rujijanagul G., Tunkasiri T., Tan X., Cann D. P., (2003), “Perovskite phase formation and ferroelectric properties of the lead nickel niobate–lead zinc niobate–lead zirconate titanate ternary system”, *Journal of Materials Research*, 18 (12), 2882-2889.
- [58] Vittayakorn N., Rujijanagul G., Tunkasiri T., Tan X., Cann D. P., (2004), “Influence of processing conditions on the phase transition and ferroelectric properties of Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃–Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃ ceramics”, *Materials Science and Engineering B*, 108 (3), 258-265.
- [59] Fan G. F., Shi M. B., Lu W. Z., Wang Y. Q., Liang F., (2014), “Effects of Li₂CO₃ and Sm₂O₃ additives on low-temperature sintering and piezoelectric properties of PZN-PZT ceramics”, *Journal of the European Ceramic Society*, 34 (1), 23-28.
- [60] Mensur-Alkoy E., Kaya M. Y., Avdan D., Alkoy S., (2016), “Properties of [Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃]_x[Pb(Zr_{0.48}Ti_{0.52})O₃]_(1-x) ceramics with low sintering temperature and their 1-3 piezocomposites”, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 63 (6), 907-914.
- [61] Zeng X., He X., Cheng W., Zheng X., Qiu P., (2009), “Dielectric and ferroelectric properties of PZN–PZT ceramics with lanthanum doping”, *Journal of Alloys and Compounds*, 485 (1), 843-847.
- [62] Hou Y.-D., Chang L.-M., Zhu M.-K., Song X.-M., Yan H., (2007), “Effect of Li₂CO₃ addition on the dielectric and piezoelectric responses in the low-temperature sintered 0.5PZN–0.5PZT systems”, *Journal of Applied Physics*, 102 (8), 084507.

- [63] Zheng M. P., Hou Y. D., Xie F. Y., Chen J., Zhu M. K., Yan H., (2013), “Effect of valence state and incorporation site of cobalt dopants on the microstructure and electrical properties of 0.2PZN–0.8PZT ceramics”, *Acta Materialia*, 61 (5), 1489-1498.
- [64] Zheng M.-P., Hou Y.-D., Ge H.-Y., Zhu M.-K., Yan H., (2013), “Effect of NiO additive on microstructure, mechanical behavior and electrical properties of 0.2PZN–0.8PZT ceramics”, *Journal of the European Ceramic Society*, 33 (8), 1447-1456.
- [65] Lee S.-M., Lee S.-H., Yoon C.-B., Kim H.-E., Lee K.-W., (2007), “Low-temperature sintering of MnO₂-doped PZT–PZN Piezoelectric ceramics”, *Journal of Electroceramics*, 18 (3), 311-315.
- [66] Gao F., Wang C.-J., Liu X.-C., Tian C.-S., (2007), “Effect of tungsten on the structure and piezoelectric properties of PZN–PZT ceramics”, *Ceramics International*, 33 (6), 1019-1023.
- [67] Hou Y. D., Lu P. X., Zhu M. K., Song X. M., Tang J. L., Wang B., Yan H., (2005), “Effect of Cr₂O₃ addition on the structure and electrical properties of Pb((Zn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.20}(Zr_{0.50}Ti_{0.50})_{0.80})O₃ ceramics”, *Materials Science and Engineering: B*, 116 (1), 104-108.
- [68] Zhu M.-K., Lu P.-X., Hou Y.-D., Wang H., Yan H., (2005), “Effects of Fe₂O₃ addition on microstructure and piezoelectric properties of 0.2PZN–0.8PZT ceramics”, *Journal of Materials Research*, 20 (10), 2670-2675.
- [69] Zeng X. I. A., Ding A., Liu T. A. O., Deng G., Zheng X., (2006), “Dielectric and piezoelectric properties of PZN-PZT ceramics with Neodymium doping”, *Integrated Ferroelectrics*, 80 (1), 265-272.
- [70] Vittayakorn N., Rujijanagul G., Tan X., Marquardt M. A., Cann D. P., (2004), “The morphotropic phase boundary and dielectric properties of the xPb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃-(1-x)Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃ perovskite solid solution”, *Journal of Applied Physics*, 96 (9), 5103-5109.
- [71] Lu C.-H., Hwang W.-J., (1996), “Phase and microstructural developments of Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃ prepared by the columbite precursor process”, *Ceramics International*, 22 (5), 373-379.
- [72] Robert G., Maeder M. D., Damjanovic D., Setter N., (2004), “Synthesis of lead nickel niobate–lead zirconate titanate solid solutions by a B-site precursor method”, *Journal of the American Ceramic Society*, 84 (12), 2869-2872.
- [73] Lei C., Chen K., Zhang X., Wang J., (2002), “Study of the structure and dielectric relaxation behavior of Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})–PbTiO₃ ferroelectric ceramics”, *Solid State Communications*, 123 (10), 445-450.

- [74] Kondo M., Hida M., Tsukada M., Kurihara K., Kamehara N., (1997), "Piezoelectric properties of $\text{PbNi}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3\text{--PbTiO}_3\text{--PbZrO}_3$ ceramics", Japanese Journal of Applied Physics, 36 (9S), 6043.
- [75] Kondo M., Hida M., Tsukada M., Kurihara K., Kamehara N., (1997), "Piezoelectric Properties of $\text{PbNi}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3\text{--PbTiO}_3\text{--PbZrO}_3$ Ceramics Near the MPB", Journal of the Ceramic Society of Japan, 105 (1224), 719-721.
- [76] Kondo M., Tsukada M., Kurihara K., (1999), "Temperature Dependence of Piezoelectric Constant of $0.5\text{PbNi}_{1/2}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3\text{--}0.5\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ Ceramics in the Vicinity of Morphotropic Phase Boundary", Japanese Journal of Applied Physics, 38 (9S), 5539.
- [77] Wagner S., Kahraman D., Kungl H., Hoffmann M. J., Schuh C., Lubitz K., Murmann-Biesenecker H., Schmid J. A., (2005), "Effect of temperature on grain size, phase composition, and electrical properties in the relaxor-ferroelectric-system $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ ", Journal of Applied Physics, 98 (2), 024102.
- [78] Sebald G., Benayad A., Qiu J., Guiffard B., Guyomar D., (2006), "Electromechanical characterization of $0.55\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--}0.45\text{Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ fibers with Pt core", Journal of Applied Physics, 100 (5), 054106.
- [79] Bove T., Wolny W., Ringgaard E., Pedersen A., (2001), "New piezoceramic PZT–PNN material for medical diagnostics applications", Journal of the European Ceramic Society, 21 (10), 1469-1472.
- [80] Du J., Qiu J., Zhu K., Ji H., (2014), "Enhanced piezoelectric properties of $0.55\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--}0.135\text{PbZrO}_3\text{--}0.315\text{PbTiO}_3$ ternary ceramics by optimizing sintering temperature", Journal of Electroceramics, 32 (2), 234-239.
- [81] Gao X., Wu J., Yu Y., Chu Z., Shi H., Dong S., (2018), "Giant piezoelectric coefficients in relaxor piezoelectric ceramic PNN-PZT for vibration energy harvesting", Advanced Functional Materials, 28 (30), 1706895.
- [82] Peng G.-g., Zheng D.-y., Cheng C., Zhang J., Zhang H., (2017), "Effect of rare-earth addition on morphotropic phase boundary and relaxation behavior of the PNN-PZT ceramics", Journal of Alloys and Compounds, 693 1250-1256.
- [83] Yi J., Jiang S., Liu S., Zhang L., He J., (2014), "Effects of LiBiO_2 addition on the microstructure and piezoelectric properties of CuO-doped PNN–PZT ceramics", Physica Status Solidi (A), 211 (11), 2552-2557.
- [84] Du J., Qiu J., Zhu K., Ji H., (2013), "Microstructure, temperature stability and electrical properties of ZnO-modified $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3\text{--Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ piezoelectric ceramics", Ceramics International, 39 (8), 9385-9390.

- [85] Liu H., Nie R., Yue Y., Zhang Q., Chen Q., Zhu J., Yu P., Xiao D., Wang C., Wang X., (2015), "Effect of MnO₂ doping on piezoelectric, dielectric and ferroelectric properties of PNN–PZT ceramics", *Ceramics International*, 41 (9, Part A), 11359-11364.
- [86] Du J., Qiu J., Zhu K., Ji H., Pang X., Luo J., (2012), "Effects of Fe₂O₃ doping on the microstructure and piezoelectric properties of 0.55Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.45Pb(Zr_{0.3}Ti_{0.7})O₃ ceramics", *Materials Letters*, 66 (1), 153-155.
- [87] Hossack J. A., Hayward G., (1991), "Finite-element analysis of 1-3 composite transducers", *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 38 (6), 618-629.
- [88] Bayram B., Kupnik M., Yaralioglu G. G., Oralkan O., Ergun A. S., Lin D., Wong S. H., Khuri-yakub B. T., (2007), "Finite element modeling and experimental characterization of crosstalk in 1-D CMUT arrays", *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 54 (2), 418-430.
- [89] Decarpigny J. N., Debus J. C., Tocquet B., Boucher D., (1985), "In-air analysis of piezoelectric Tonpilz transducers in a wide frequency band using a mixed finite element–plane wave method", *The Journal of the Acoustical Society of America*, 78 (5), 1499-1507.
- [90] Mestouri H., Loussert A., Keryer G., (2008), "Finite element modeling of 2-D transducer arrays", *The Journal of the Acoustical Society of America*, 123 (5), 3116-3116.
- [91] Zhang X., Liang B., (2018), "Piezoelectric ultrasonic transducer for longitudinal-flexural vibrational mode-conversion", *Applied Acoustics*, 129 284-290.
- [92] Abboud N. N., Wojcik G. L., Vaughan D. K., Mould J., Powell D. J., Nikodym L., (1998), "Finite element modeling for ultrasonic transducers", in: *Medical Imaging '98*, SPIE, 24.
- [93] Ries L. L., Smith S. W., (1999), "Finite element analysis of a deformable array transducer", *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 46 (6), 1352-1363.
- [94] Jonsson J., Edqvist E., Kratz H., Almqvist M., Thornell G., (2009), "Simulation and evaluation of small high-frequency side scans sonars using COMSOL", *COMSOL Conference Milan*.
- [95] Pham K. T. T., Nguyen N. L., (2017), "A study on acoustic characterization of medical ultrasound transducers using pulse-echo methods", *International Conference on Advanced Technologies for Communications (ATC)*, 204-209.
- [96] Hamonic B., Debus J. C., Decarpigny J. N., Boucher D., Tocquet B., (1989), "Analysis of a radiating thin-shell sonar transducer using the finite-element method", *The Journal of the Acoustical Society of America*, 86 (4), 1245-1253.

- [97] Challande P., (1990), "Optimizing ultrasonic transducers based on piezoelectric composites using a finite-element method", IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 37 (3), 135-140.
- [98] Hladky-Hennion A.-C., Bossut R., de Billy M., (1998), "Time analysis of immersed waveguides using the finite element method", The Journal of the Acoustical Society of America, 104 (1), 64-71.
- [99] Hladky-Hennion A. C., Bossut R., Alkoy S., Lopath P., Newnham R. E., (1998), "Finite element modeling of transduction materials with application to piezoelectric hollow sphere transducers", IEEE International Frequency Control Symposium (Cat. No.98CH36165), 709-714.
- [100] Bossut R., Decarpigny J. N., (1989), "Finite element modeling of radiating structures using dipolar damping elements", The Journal of the Acoustical Society of America, 86 (4), 1234-1244.
- [101] Liou Y.-C., Tsai Z.-S., Fung K.-Z., Liu C.-Y., (2010), "Ni₄Nb₂O₉ ceramics prepared by the reaction-sintering process", Ceramics International, 36 (6), 1887-1892.
- [102] IRE, (1957), "Standards on Piezoelectric Crystals-The Piezoelectric Vibrator: Definitions and Methods of Measurement", Proceedings of the IRE, 353-358.
- [103] IRE, (1958), "Standards on Piezoelectric Crystals: Determination of the Elastic, Piezoelectric, and Dielectric Constants-The Electromechanical Coupling Factor", Proceedings of the IRE, 764-778.
- [104] Berlincourt D. A., Curran D. R., Jaffe H., (1964), "Piezoelectric and Piezomagnetic Materials and Their Function in Transducers", in: W.P. Mason, Editor, "Physical Acoustics.; Principles and Methods", Academic Press, New York, Vol-1 Part-A, 169-256.
- [105] Cao W., Zhu S., Jiang B., (1998), "Analysis of shear modes in a piezoelectric vibrator", Journal of Applied Physics, 83 (8), 4415-4420.
- [106] Jordan T. L., Ounaies Z., (2001), "Piezoelectric Ceramics Characterization, in: Tecnical Report" NASA/CR-2001-211225, Langley Research Center Hampton, Virginia USA.
- [107] Sherit S., Mukherjee B. K., (2012), "Characterization of piezoelectric materials for transducers", in: S. S. N. Bharadwaja, R. A. Dorey, Editors, Dielectric and Ferroelectric Reviews, 175-244 .
- [108] Alberta E. F., Bhalla A. S., (2002), "Low-temperature properties of lead nickel-niobate ceramics", Materials Letters, 54 (1), 47-54.

- [109] Zhang S., Alberta E. F., Eitel R. E., Randall C. A., Shrout T. R., (2005), "Elastic, piezoelectric, and dielectric characterization of modified BiScO₃-PbTiO₃ ceramics", IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 52 (11), 2131-2139.
- [110] Akça E., (2016), "Çevre Dostu KNN Ferroelektrik Seramiklerin Yüksek Güç Ultrasonik Uygulamalar İçin Modifikasyonu ", Doktora Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi.
- [111] Algueró M., Alemany C., Pardo L., González A. M., (2004), "Method for obtaining the full set of linear electric, mechanical, and electromechanical coefficients and all related losses of a piezoelectric ceramic", Journal of the American Ceramic Society, 87 (2), 209-215.
- [112] Takeuchi H., Jyomura S., Yamamoto E., Ito Y., (1982), "Electromechanical properties of (Pb,Ln)(Ti,Mn)O₃ ceramics (Ln=rare earths)", The Journal of the Acoustical Society of America, 72 (4), 1114-1120.
- [113] Chae M.-C., Kim N.-K., Kim J.-J., Cho S.-H., (1998), "Preparation of Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃ ceramics by the B-site precursor method and dielectric characteristics", Journal of Materials Science, 33 (5), 1343-1348.
- [114] Menşur-Alkoy E., Alkoy S., Shiosaki T., (2005), "Microstructure and crystallographic orientation dependence of electrical properties in lead zirconate thin films prepared by sol-gel process", Japanese Journal of Applied Physics Part 1, 44 (12R), 8606.
- [115] Rödel J., Jo W., Seifert K. T. P., Anton E.-M., Granzow T., Damjanovic D., (2009), "Perspective on the development of lead-free piezoceramics", Journal of the American Ceramic Society, 92 (6), 1153-1177.
- [116] Swartz S. L., Shrout T. R., (1982), "Fabrication of perovskite lead magnesium niobate", Materials Research Bulletin, 17 (10), 1245-1250.
- [117] Lee S.-M., Yoon C.-B., Lee S.-H., Kim H.-E., (2004), "Effect of lead zinc niobate addition on sintering behavior and piezoelectric properties of lead zirconate titanate ceramic", Journal of Materials Research, 19 (9), 2553-2556.
- [118] Srivastava G., Umarji A. M., (2010), "The influence of Zr/Ti content on the morphotropic phase boundary in the PZT-PZN system", Materials Science and Engineering B, 167 (3), 171-176.
- [119] Vittayakorn N., Rujijanagul G., Tan X., He H., Marquardt M. A., Cann D. P., (2006), "Dielectric properties and morphotropic phase boundaries in the xPb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃-(1-x)Pb(Zr_{0.5}Ti_{0.5}O₃) pseudo-binary system", Journal of Electroceramics, 16 (2), 141-149.
- [120] Damjanovic D., (2010), "A morphotropic phase boundary system based on polarization rotation and polarization extension", Applied Physics Letters, 97 (6), 062906.

- [121] Khamman O., Yimnirun R., Ananta S., (2007), "Effect of calcination conditions on phase formation and particle size of lead nickel niobate powders synthesized by using $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ precursor", *Materials Letters*, 61 (23), 4466-4470.
- [122] Zhu X., Meng Z., (1996), "The influence of the morphotropic phase boundary on the dielectric and piezoelectric properties of the PNN-PZ-PT ternary system", *Journal of Materials Science*, 31 (8), 2171-2175.
- [123] Fan H., Park G.-T., Choi J.-J., Ryu J., Kim H.-E., (2002), "Preparation and improvement in the electrical properties of lead-zinc-niobate-based ceramics by thermal treatments", *Journal of Materials Research*, 17 (1), 180-185.
- [124] Nie R., Zhang Q., Yue Y., Liu H., Chen Y., Chen Q., Zhu J., Yu P., Xiao D., (2016), "Phase structure-electrical property relationships in $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ -based ceramics", *Journal of Applied Physics*, 119 (12), 124111.
- [125] Khamman O., Yimnirun R., Sirikulrat N., Ananta S., (2012), "Phase formation and transitions in the lead nickel niobate-lead zirconate titanate system", *Ceramics International*, 38 S17-S20.
- [126] Mahajan S., Thakur O. P., Prakash C., (2007), "Effect of Sintering Temperature on Structural and Piezoelectric Properties of PNN-PZT Ceramics", *Defence Science Journal*; Vol 57, No 1: Electroceramics,
- [127] Özyazıcı M. G., (2018), "Investigation of electrical properties of $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ (PNN-PZT) ceramics and their device applications", *Yüksek Lisans, Gebze Teknik Üniversitesi*.
- [128] Cross L. E., (1987), "Relaxor ferroelectrics", *Ferroelectrics*, 76 (1), 241-267.
- [129] Cross L. E., (1994), "Relaxor ferroelectrics: An overview", *Ferroelectrics*, 151 (1), 305-320.
- [130] Li J.-F., Dai X., Chow A., Viehland D., (1995), "Polarization switching mechanisms and electromechanical properties of La-modified lead zirconate titanate ceramics", *Journal of Materials Research*, 10 (4), 926-938.
- [131] Jiang X., Fang J., Zeng H., Li G., Chen D., Yin Q., (2002), "Dielectric properties of $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - PbZrO_3 - PbTiO_3 solid solution near morphotropic phase boundary", *Science In China*, 45 (1), 65-73.
- [132] Uchino K., Nomura S., (1982), "Critical exponents of the dielectric constants in diffused-phase-transition crystals", *Ferroelectrics*, 44 (1), 55-61.
- [133] Li F. X., Rajapakse R. K. N. D., (2007), "A constrained domain-switching model for polycrystalline ferroelectric ceramics. Part I: Model formulation and application to tetragonal materials", *Acta Materialia*, 55 (19), 6472-6480.

- [134] Li F. X., Rajapakse R. K. N. D., (2007), "A constrained domain-switching model for polycrystalline ferroelectric ceramics. Part II: Combined switching and application to rhombohedral materials", *Acta Materialia*, 55 (19), 6481-6488.
- [135] Yimnirun R., Wongdamnern N., Triamnak N., Unruan M., Ngamjarurojana A., Ananta S., Laosiritaworn Y., (2008), "Stress-dependent scaling behavior of subcoercive field dynamic ferroelectric hysteresis in $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ -modified $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ ceramic", *Journal of Applied Physics*, 103 (8), 086105.
- [136] Yimnirun R., Wongdamnern N., Triamnak N., Unruan M., Ngamjarurojana A., Ananta S., Laosiritaworn Y., (2008), "Stress dependence and scaling of subcoercive field dynamic hysteresis in $0.5\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ - $0.5\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramic", *Journal of Applied Physics*, 104 (10), 104103.
- [137] Hoffmann M. J., Kungl H., (2004), "High strain lead-based perovskite ferroelectrics", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8 (1), 51-57.
- [138] Lee T.-G., Lee H.-J., Kim D.-H., Xu H., Park S.-j., Park J.-S., Nahm S., Kang C.-Y., Yoon S.-J., (2016), "Relation between structure and piezoelectric properties of $(1-x-y)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{PbTiO}_3$ - $y\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics near triple point composition", *Journal of the European Ceramic Society*, 36 (16), 4049-4057.
- [139] Lee S.-H., Yoon C.-B., Lee S.-M., Kim H.-E., (2006), "Reaction sintering of lead zinc niobate–lead zirconate titanate ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 26 (1), 111-115.
- [140] Randall C. A., Kim N., Kucera J.-P., Cao W., Shrout T. R., (1998), "Intrinsic and extrinsic size effects in fine-grained morphotropic-phase-boundary lead zirconate titanate ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, 81 (3), 677-688.
- [141] Zheng M., Hou Y., Zhu M., Zhang M., Yan H., (2014), "Shift of morphotropic phase boundary in high-performance fine-grained PZN-PZT ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 34 (10), 2275-2283.
- [142] Rossetti G. A., Khachatryan A. G., Akcay G., Ni Y., (2008), "Ferroelectric solid solutions with morphotropic boundaries: Vanishing polarization anisotropy, adaptive, polar glass, and two-phase states", *Journal of Applied Physics*, 103 (11), 114113.
- [143] Ma B., Hu Z., Liu S., Narayanan M., Balachandran U., (2013), "Temperature dependent polarization switching properties of ferroelectric $\text{Pb}_{0.92}\text{La}_{0.08}\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$ films grown on nickel foils", *Applied Physics Letters*, 102 (7), 072901.

- [144] Wen B., Zhang Y., Liu X., Ma L., Wang X., (2012), “Temperature-dependent ferroelectric hysteresis properties of modified lead zirconate titanate ceramics”, *Journal of Materials Science*, 47 (10), 4299-4304.
- [145] Alkoy S., Meyer R. J. J., Hughes W. J., Cochran J. K. J., Newnham R. E., (2009), “Design, performance and modeling of piezoceramic hollow-sphere microprobe hydrophones”, *Measurement Science and Technology*, 20 (9), 095204.

ÖZGEÇMİŞ

Mustafa Yunus Kaya, 1983 yılında İstanbul ilinin Üsküdar ilçesinde doğmuştur. İlköğrenim ve lise eğitimini yine Üsküdar ilçesinde tamamlamıştır. 2001 yılında Halide Edip Adıvar Lisesi'nden (Yabancı Dil Ağırlıklı Program) mezun olmuştur. 2002 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümünü kazanmıştır. 2007 yılında lisans eğitimini başarıyla tamamlamış olup, aynı yıl güz dönemi içinde Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Fen ve Mühendislik Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği A.B.D'nda yüksek lisans eğitimine başlamıştır. Yüksek lisans eğitimi boyunca Prof. Dr. Sedat Alkoy danışmanlığında tez çalışmasını gerçekleştirirken, TÜBİTAK 107M092 araştırma projesinde proje asistanı olarak görev almıştır. 2010 yılı bahar döneminde yüksek lisans tezini tamamlayarak mezun olmuştur. Askerlik vazifesini 2011 yılında tamamlamıştır. 2012 bahar döneminde Prof. Dr. Sedat Alkoy danışmanlığında doktora eğitimine başlamış olup, doktora eğitimi sürecinde Prof. Dr. Ebru Menşur Alkoy yürütücülüğünde TÜBİTAK 112M791 ve Prof. Dr. Sedat Alkoy yürütücülüğünde TÜBİTAK 114M518 ve 116M216 araştırma projelerinde proje asistanı olarak görev almıştır. 2015-2018 yılları arasında Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde araştırma görevlisi olarak çalışmıştır. Doktora tez çalışmasını Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği A.B.D.'nda Aralık 2018'de tamamlayarak doktora derecesini almıştır. SCI kapsamında çeşitli dergilerde yayınları mevcuttur. Ulusal/Uluslararası çalıştay ve konferanslarda katkıda bulunduğu çeşitli akademik çalışmalarda bulunmuştur.

EKLER

Ek A: Tez Çalışması Kapsamında Yapılan Yayınlar

Kaya M. Y., Menşur-Alkoy E., Gürbüz A., Öner M., Alkoy S., (2018), “Influence of compositional variation on the electrical properties of $[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]$ - $[\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3]$ ceramics and their transducer application”, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 65 (7), 1268-1277.

Kaya M. Y., Gürbüz A., Menşur-Alkoy E., Alkoy S., (2017), “Electromechanical Properties of the $[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]_x[\text{Pb}(\text{Zr}_{0.48}\text{Ti}_{0.52})\text{O}_3]_{(1-x)}$ Piezoceramic Compositions”, International Materials Technologies and Metallurgy Conference, 180-183 Istanbul-TURKEY, October 26-27 2017 .

Mensur-Alkoy E., Kaya M. Y., Avdan D., Alkoy S., (2016), “Properties of $[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]_x[\text{Pb}(\text{Zr}_{0.48}\text{Ti}_{0.52})\text{O}_3]_{(1-x)}$ ceramics with low sintering temperature and their 1-3 piezocomposites”, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, 63 (6), 907-914.