

**T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DÜŞÜK SİNERLEME SICAKLIĞINA SAHİP
PIEZOELEKTRİK SERAMİK KOMPOZİSYONLARININ
GELİŞTİRİLMESİ YAPISAL VE ELEKTRİKSEL
KARAKTERİZASYONU**

**DUYGU AVDAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**GEBZE
2017**

**T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DÜŞÜK SİNERLEME SICAKLIĞINA SAHİP
PIEZOELEKTRİK SERAMİK KOMPOZİSYONLARININ
GELİŞTİRİLMESİ
YAPISAL VE ELEKTRİKSEL KARAKTERİZASYONU**

**DUYGU AVDAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**DANIŞMANI
DOÇ. DR. EBRU MENŞUR ALKOY**

**GEBZE
2017**

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

**SYNTHESIS, STRUCTURAL AND
ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF
PIEZOELECTRIC CERAMICS COMPOZITION
WITH LOW SINTERING TEMPERATURE**

DUYGU AVDAN
**A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE**
DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
ASSOC. PROF.DR. EBRU MENŞUR ALKOY

GEBZE
2017



GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 22/06/2017 tarih ve 2017/34 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 06/07/2017 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Duygu AVDAN'nın tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Doç. Dr. Ebru MENŞUR ALKOY

ÜYE

: Prof. Dr. Hüseyin YILMAZ

ÜYE

: Doç. Dr. Burç MISIRLIOĞLU

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

Doç. Dr. Arif Çağdaş AYDINOĞLU
Gebze Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

Kurşun Zirkonyum Niyobat $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ -(PZN) düşük sinterleme sıcaklığına sahip piezoelektrik malzemedir, fakat polikristal yapısında genellikle elektriksel ölçümleri olumsuz etkileyen payroklor faz içerir. Dolayısıyla PZN, belirli miktarda perovksit yapısındaki PZT alaşımlandırılmıştır. Kurşun Zirkonyum Titanyum $Pb(Zr_yTi_{1-y})O_3$ -(PZT) 'de oluşu gibi, katı eriyik oluşturmak için ağırlıkça %1 PbO ekleyerek $Pb[(Zn_{1/3}Nb_{2/3})_x(Zr_y Ti_{1-y})_{1-x}]O_3$ payroklor içermeyen perovksit fazı elde edilmesi için formüle edilmiştir. Bu çalışmada PZN yapısı x değerinin 0.1-0.6 değerleri arasında olduğu $[xPbZn_{1/3}Nb_{2/3}-(1-x)PbZr_{0.48}Ti_{0.52}O_3]$ kompozisyonundaki PZT ile stabilize edilmiştir. PZN-PZT tozları katı hal kalsinasyon metodu ile sentezlenmiştir. Kalsinasyon sıcaklığı , kapalı alumina potalarında 4 saat boyunca 825°C ile 855°C arasında değişmektedir. X-ışını kırınım (XRD) sonuçları, x=0,4 olan seramik tozlarının 4 saat boyunca 850°C'de kalsine edilmesinin saf PZN-PZT'nin saf peroskit fazında elde edilmesi için yeterli olduğunu göstermiştir. Kalsinasyon işleminden sonra kuru pres ile seramik diskler hazırlanarak ikili alumina potalar içinde 860-950°C arasında 4 saat boyunca sinterlenen seramiklerin yoğunlaşma davranışı incelenmiştir. Seramikler 950°C'de 4 saatte sinterlenmiştir ve göreceli yoğunlukları >95% 'dir. Bu çalışmalarda seramiklerin Curie sıcaklığı 287°C ve piezoelektrik katsayısı 465 pC/N olarak ölçülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Düşük Sinterleme sıcaklığı, PZT-PZN, Curie sıcaklığı.

SUMMARY

Lead Zinc Niobate $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ -(PZN) is a piezoelectric material with low sintering temperature, however, in polycrystalline form it usually contains pyrochlore phase which negatively affects the electrical properties. Therefore PZN has been alloyed with certain amount of perovskite stabilizers; such as Lead Zirconium Titanate $\text{Pb}(\text{Zr}_y\text{Ti}_{1-y})\text{O}_3$ -(PZT) to form solid solution to be formulated as wt.1%PbO added $\text{Pb}[(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_x(\text{Zr}_y\text{Ti}_{1-y})_{1-x}]\text{O}_3$ in order to obtain a pyrochlore-free perovskite phase. In this study PZN was stabilized with PZT in the $[\text{xPbZn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}-(1-x)\text{PbZr}_{0.48}\text{Ti}_{0.52}\text{O}_3]$ composition where $x=0.1-0.6$. PZN-PZT powders were synthesized by the solid state calcination method. Calcination temperature ranged from 825°C to 855°C for 4 hours in close alumina crucibles. X-ray diffraction (XRD) results were pointed out that $x=0.4$ ceramic powder calcined at 850°C - 4 hours was sufficient to obtain PZN-PZT at pure perovskite phase. After calcination process, ceramic pellets were prepared with die press and densification behavior is observed during sintering at 860-950°C for 4 hours in double alumina crucibles. Ceramics that were sintered at 950°C - 4 hours, have the relative density of >95%, Curie temperature (T_c) of these specimens was 287°C and piezoelectric constant (d_{33}) was measured as 465 pC/N.

Keywords: Low sintering temperature, PZT-PZN, Curie temperatre.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen, görüşlerini paylaşan ve danışman hocam Doç. Dr. Ebru MENŞUR ALKOY ve Prof. Dr. Sedat ALKOY' a yardımlarından ve desteğinden dolayı teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmaları sırasında ve analizlerin uygulanmasında yardımcı olan laboratuvar teknikeri Ahmet NAZIM, laboratuvar teknikeri Adem ŞEN, laboratuvar arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca olduğu gibi yüksek lisans eğitimim sırasında da maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme destekleri ve fedakârlıkları için teşekkür ederim.

TÜBİTAK'a 112M791 no'lu "Düşük Sıcaklıkta Sinterlenen Piezoelektrik Seramiklerden İçi Boş Fiberlerin Üretimi, Aygıtların Tasarlanması Ve Uygulamaları" projesinde bursiyer olarak çalışma imkânı sağladığı için teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
TABLolar DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR TARAMASI	2
2.1. Dielektrik	2
2.2. Piezoelektrik Özellik	3
2.2.1. Piezoelektrik Parametreler	6
2.2.2. Piezoelektrik Malzemelerin Kullanım Alanları	9
2.3. Ferroelektrik	10
2.3.1. Curie Sıcaklığı	10
2.3.2. Perovskit Yapı	12
2.3.3. Histeresis Döngüsü	14
2.3.4. Domain ve Domain Duvarı Hareketi	15
2.4. Kurşun Zirkonat Titanat (PZT)	16
2.5. Kurşun Çinko Niyobat (PZN) – Kurşun Zirkonat Titanat (PZT)	21
3. TEZİN AMACI	27
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	28
4.1. PZN-PZT Tozların ve Seramiklerin Hazırlanması	28
4.2. Sinterleme ve Sinterleme Sonrası Yüzey İşlemleri ve Elektrotlama İşlemi	29
4.3. Yapısal Karakterizasyon	29
4.4. Elektriksel Karakterizasyon	31
5. SONUÇLAR	32

5.1. PZN-PZT Seramik Tozlarının ve Disklerinin X-ışını Kırınımı ile Faz Analizleri Sonuçları	32
5.2. Seramikleri Yoğunluk Hesabı ve Mikro Yapı Görüntüsü	35
5.3. Elektriksel Ölçümler	38
6. GENEL SONUÇLAR	48
KAYNAKLAR	50
ÖZGEÇMİŞ	53
EKLER	54

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler ve Açıklamalar

Kısaltmalar

$^{\circ}\text{C}$:	Derece Santigrat
pC/N	:	Piko Coulomb/Newton
d_{33}	:	Piezoelektrik Yük Katsayısı
Hz	:	Hertz
kHz	:	Kilohertz
MHz	:	Megahertz
K	:	Dielektrik Sabiti
P	:	Polarizasyon
d	:	Piezoelektrik Kat Sayısı
X	:	Gerilim
k_{eff}	:	Elektromekaniksel Bağlaşma Faktörü
k_p	:	Elektromekanik Düzlemsel Bağlaşma Katsayısı
$\tan\delta$:	Dielektrik Enerji Kayıp Faktörü
Q_m	:	Mekanik Kalite Faktörü
f_r	:	Rezonans Frekansı
f_a	:	Anti-Rezonans Frekans
C	:	Kapasitans
R_1	:	Rezonans Empdansı
ϵ_r	:	Dielektrik Sabiti
g/cm^3	:	gram/santimetre küp
$\text{dk/}^{\circ}\text{C}$:	Dakika/ Derece Santigrat
T_c	:	Curie Sıcaklığı
P_s	:	Kendiliğinden Polarizasyon
P_r	:	Kalıntı Polarizasyon
E_c	:	Zorlayıcı Elektrik Alan
PZN	:	Kurşun Zirkonyum Niyobat
PZT	:	Kurşun Zirkonyum Titanyum

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Polarize malzeme yalın prizma.	2
2.2: Piezoelektrik malzeme üzerine etkiyen kuvvet yönleri ve polarizasyon yönü.	4
2.3: Ferroelektrik seramiklerin piezoelektrik etkileri a) jeneratör, b) motor.	5
2.4: Temel simetri üzerinde piezoelektrik ve alt grubunun ilişkisi.	6
2.5: Piezoelektrik seramik için eksen notasyonu.	7
2.6: Empedansın frekans döngüsünün fonksiyonu olarak gösterimi.	9
2.7: Sonar, hızlandırıcılar (accelerometers), eyleyiciler (actuators), ve sensörler gibi piezoelektrik ve elektrostriktif uygulamalarda kullanılan çeşitli ferroelektrik seramikler.	10
2.8: BaTiO ₃ kristalinin sıcaklık ile kristal yapı değişimi BaTiO ₃ 'deki simetri değişimi ve kendiliğinden polarizasyon için oryantasyon yönü a) rombohedral (3m) $T < -90^{\circ}\text{C}$, b) ortorombik (mm ²) $-90^{\circ}\text{C} < T < 5^{\circ}\text{C}$, c) tetragonal $5^{\circ}\text{C} < T < 132^{\circ}\text{C}$, d) kübik (m ³ m), $>132^{\circ}\text{C}$.	2
2.9: BaTiO ₃ 'da kübik- tetragonal bozunmaya göre iyonların yer değiştirmesi.	3
2.10: Perovskit kristalin temel yapısına ait a) ve b) eş gösterimi.	13
2.11: Perovskit kristal yapısının a) Curie sıcaklığının üzerinde, b) oda sıcaklığında birim hücre ve c) oda sıcaklığında kristal kesit görüntüsü.	14
2.12: Tipik bir ferroelektrik malzemenin elektrik alan karşılığında polarizasyon grafiği.	15
2.13: Elektrik alan altında domain duvar hareketleri.	16
2.14: PZT katı çözeltisi faz diyagramı.	17
2.15: [Pb(Ti _{1-x} Zr _x)O ₃] kristal yapının sıcaklık-kompozisyon doğrultusunda değişimi a) kübik perovskit, b) rombohedral c) tetragonal.	20

2.16:	[xPZN-(1-x)PZT] MFS'de faz diyagramı.	25
2.17:	Perovskit [(1-x) PZN- xPZT]seramikleri için elektrik alana bağılı S_{33} , ve P grafikleri a) x=0.4, b) x=0.5, c) x= 0.6 ve d) x=0.7	26
4.1:	Toz sentezi süreci.	28
4.2:	Numune Üretimi ve Karakterizasyon Aşamaları.	30
5.1:	Molce %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT tozunun farklı sıcaklıklarda 4 saat kalsinasyon edilen tozların XRD desenleri.	32
5.2:	Farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] seramik tozlarının 850°C'de 4 saat kalsine edilen tozların XRD desenleri.	33
5.3:	Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin XRD desenleri.	34
5.4:	[xPZN-(1-x)PZT] seramiklerini 950°C'de 4 saat sinterlemesi sonucunda XRD desenleridir.	35
5.5:	a) 860°C, b)870°C, c)880°C, d)890°C, e)900°C ve f)950°C da 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT ağırlıkça %1 PbO'lu seramiklerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre kıyaslamalı kırık yüzeyden alınan mikroyapı analizleri.	36
5.6:	Farklı PbO oranlarına sahip 950°C'de 4 saat sinterlenen 0.4PZN- 0.6PZT seramiklerinin kırık yüzey SEM görüntüleri; a) %0, b) %0.5, c) %1 ve d) %2.	37
5.7:	950°C'da 4 saat sinterlenen [xPZN-(1-x)PZT] ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip seramiklerin kıyaslamalı yüzeyden alınan mikroyapı analizleri: a)x=0.4 b)x=0.5 ve c) x=0.6'dir.	38
5.8:	880°C'de 4saat sinterlenen farklı oranlarda ağırlıkça % PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin elektrik alana bağılı % gerinim eğrileri.	39
5.9:	880 °C'de 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0. 6PZT seramiklerinin ağırlıkça farklı miktarlarda ilave edilen PbO oranlarına göre polarizasyon- elektrik Alan (P-E) ölçümleri.	40
5.10:	Ağırlıkça %1 PbO içeren 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin farklı sıcaklıklarda-4saat sinterlenen % gerinim-elektrik alan (S-E) karşılaştırılması.	41

5.11:	Farklı sıcaklıklarda 4saat sinterlenen ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin elektrik alana bağlı polarizasyon eğrileri.	42
5.12:	950°C’de 4saat sinterlenen [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinin polarizasyon-elektrik alan eğrileri.	42
5.13:	950°C’de 4saat sinterlenen farklı miktarlarda [xPZN-(1-x)PZT] % 1 PbO fazlasına sahip seramiklerinin elektrik alana bağlı % gerinim eğrileri.	43
5.14:	950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin 1kHz-1MHz arasında alınan bağıl dielektrik katsayısı.	45
5.15:	950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin 1kHz-1MHz arasında alınan dielektrik kayıpları.	46
5.16:	Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama yapıldıktan sonra 1kHz-1MHz arasında alınan dielektrik kayıpları.	46
5.17:	Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama yapıldıktan sonra 1kHz-1MHz arasında alınan bağıl dielektrik katsayısı.	47

TABLolar DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: PZT sistemi için en yaygın katkı alıcı ve verici iyon listesi.	21
5.1: Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin %1 PbO ve %2 PbO fazlasına sahip piezoelektrik katsayısı ölçümleri.	44
5.2: 950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % PbO fazlasına sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin piezoelektrik katsayısı ölçümleri.	44
5.3: Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama öncesi ve sonra 1kHz alınan bağıl dielektrik katsayısı ve dielektrik kayıpları.	47

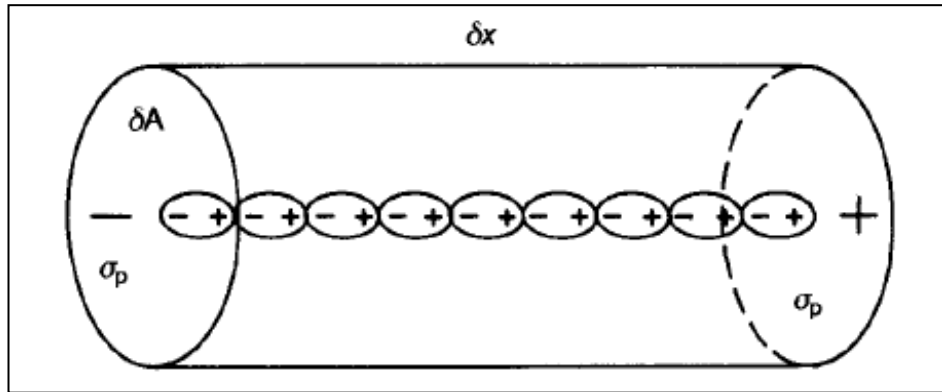
1. GİRİŞ

Seramik malzemeler, metal ve ametal (metal olmayan) elementlerin birbirine birinci derece iyonik ve/veya kovalent bağıyla bağlandığı inorganik malzemelerdir. Seramik malzemelerin kimyasal bileşimi, basit bileşiklerden karmaşık fazlara kadar geniş bir aralıkta değişir. Seramik malzemelerin özellikleri atomlar arası bağlarına göre değişir. Genel olarak düşük tokluk ve süneklikte olup sert ve kırılganlardır. Seramikler, iletim elektronları olmadığından, elektrik ve ısıyı iyi yalıtır. Güçlü atom bağları nedeniyle çok ağır ortamlarda bile kimyasal olarak kararlıdır ve yüksek erime sıcaklığına sahiptir. Bu özellikleri seramik malzemeleri birçok mühendislik tasarımı için vazgeçilmez kılar. Mühendislik uygulamalarında kullanılan seramik malzemeler genellikle iki grupta toplanır: geleneksel seramikler ve mühendislik (teknik) seramikler. Geleneksel seramikler üç temel bileşenden oluşur: kil, silika ve feldispat. Geleneksel seramiklere örnek olarak, yapı endüstrisinde kullanılan tuğla, fayans ve elektriksel endüstrisinde kullanılan elektro porselenleri gösterebiliriz. Mühendislik seramikleri saf veya safı çok yakın olan, oksitli, karbürü ve nitrürlü bileşiklerden oluşur [1]. Bu seramikler, üstün mekaniksel özellikler, korozyon/oksidasyon direnci veya elektriksel, optik ve/veya manyetik özellikler gösterir. Bu özelliklerinden dolayı ileri seramikler elektronik seramik malzeme olarak yüksek teknoloji uygulamalarında yaygın olarak kullanılırlar [2].

2. LİTERATÜR TARAMASI

2.1. Dielektrik

Genel olarak dielektrik malzemeler elektrik alanın veya elektrik akısının geçirirken elektrik akımının geçişine izin vermezler. Bu nedenle dielektrik malzemeler genel olarak yüksek dirence sahip malzemeler olarak adlandırılırlar [3]. İyi bir dielektrik malzeme iyi bir yalıtkan olmalıdır, fakat yalıtkanlar iyi bir dielektrik değildir. Seramikler iyi birer dielektrik malzemelerdir [4]. Dielektrik malzemeler genel olarak bir elektrik alanın veya elektrik akısının geçişine izin verirler fakat elektrik akımının geçişine izin vermezler. Genel olarak dielektrik malzemeler yüksek dielektrik sabitine (ϵ_r) sahip malzemeler olarak adlandırılabilirler [3]. Birbirlerine belirli bir mesafe bulunan birbirine eşit fakat zıt işaretli iki nokta yükünden oluşan sisteme dipol denir. Dipoller elektrik alana maruz kaldığı zaman elektrik alana paralel olarak yönelirler bu olaya da kutuplanma denir. Dielektrik malzemeler bu şekilde elektrik alan altında kutuplanabilen malzemelerdir. Belirli bir hacme sahip dielektrik bir malzemenin elektrik alana maruz bırakıldığında malzemede yükler birikecektir. Ancak bu yüklerin sadece yüzeylerinde oluşan yükleri ölçülebilir (Şekil 2.1) [3].



Şekil 2.1: Polarize malzeme yalın prizma.

Birbirine paralel konumlandırılmış iki iletken plaka üzerine bir elektrik potansiyel uygulandığında plakalar (+) ve (-) yükler ile yüklenir ve aralarında bir elektrik alan meydana gelir. Voltaj kaldırıldıktan sonrada plakalar yüklü kalacaktır. Plakaların sahip olduğu bu yük saklama kapasitesine kapasitans adı verilir [4].

Uygulanan voltaj ile doğru orantılı değişim sergilemektedir. Kapasitans malzemenin geometrisi ve dielektrik sabitiyle değişen bir büyüklüktür. Eşitlik 2.1 ve Eşitlik 2.2’de ifade edilir.

$$C = \frac{Q}{V} \quad (2.1)$$

ve plakalar cinsinde

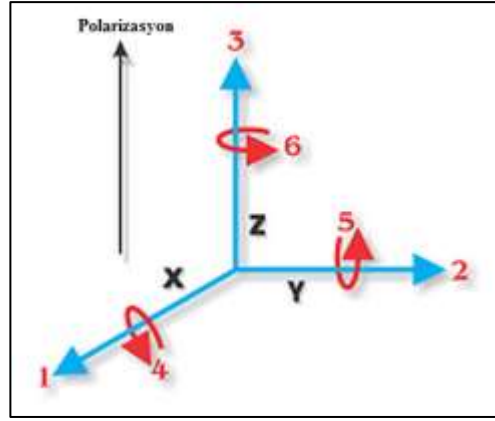
$$C = \epsilon_0 K A / d \quad (2.2)$$

Malzemenin kutuplanma derecesini veya yük depolama kapasitesini dielektrik sabiti belirler. Malzemenin geçirgenliğinin boşluğun geçirgenliğine oranı ile elde edilir. Kapasitörler için önemli bir parametredir [4].

2.2. Piezoelektrik Özellik

Yunanca bir kelime olan “piezo” ön eki basınç veya mekanik kuvvet anlamına gelmektedir [5] - [6].

Merkezi simetriye sahip olmayan kristaller, mekanik stres etkisiyle, potansiyel fark veya akım oluşturarak verdikleri tepkiye piezoelektrik etki (düz piezoelektrik etki) adı verilir. Başka bir tanım ise piezoelektrik etki (ters piezoelektrik etki) katı malzemelerde elektrik etki ile mekanik stres arasında oluşan ilişkidir. Bu sebepten piezoelektrik tersinir bir etkidir yani elektrik alan altında, kristalde mekanik deformasyon oluşturur ve bu etki de ters piezoelektrik etki olarak bilinir. Şekil 2.2’de gösterilmektedir [7]. Düz piezoelektrik etkide temel piezoelektrik sabiti, d , polarizasyon, P ve gerilim, X ile ilişkilidir ($P = dX$), ters piezoelektrik etki ise d katsayısı gerilim, x ve elektrik alan, E ile ilişkilidir ($x = dE$). Piezoelektrik (d) katsayısının birimleri; $[C/N]$ veya $[m/V]$ olup birbirine eşittir. Kullanılan piezoelektrik malzemelerin katsayıları ise quartz için 1 pC/N ’dan kurşun zirkonat titanat seramikleri (PZT) için 1000 pC/N ’a kadar değişim göstermektedir [5].



Şekil 2.2: Piezoelektrik malzeme üzerine etkiyen kuvvet yönleri ve polarizasyon yönü.

Piezoelektriklik mekanik stres ile elektriksel polarizasyon ya da uygulanan elektrik alan altında meydana gelen deformasyon arasındaki lineer bağlantıyı tanımlar.

Kısaca, düz piezoelektrik etki;

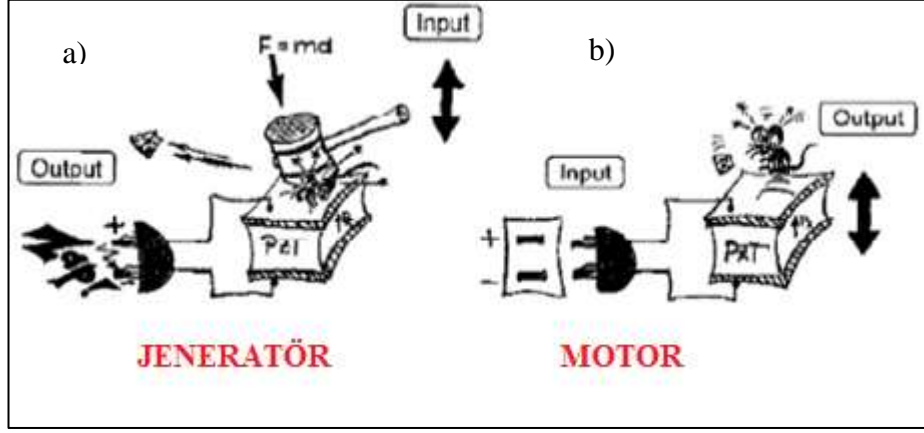
$$P_j = d_{jkl} * \sigma_{kl} \quad (2.3)$$

Ters piezoelektrik etki ise;

$$X_i = d_{ijk} * \varepsilon_{jk} \quad (2.4)$$

Eşitlik 2.3 ve Eşitlik 2.4 bu iki denklemin, kristalin farklı doğrultularındaki piezoelektrik özellikleri ile ilişkili olan matris formu da bulunur çünkü elektriksel yer değiştirme (electric displacement) ve gerinim kristalin yönlerine bağlıdır. Bundan dolayı yöne bağlı piezoelektrik özelliklerin belirlenebilmesi için ölçüm göstergeleri ölçülen özelliğin alt indisi olarak yazılır. Örnek olarak d_{31} piezoelektrik yük katsayısı 1 yönünde (kutuplanma yönüne dik) uygulanan gerilmenin, 3 yönünde (malzemenin kutuplu yönüne paralel) oluşturduğu kutuplanmayı ya da 3 yönünde uygulanan elektrik alanının, 1 yönünde oluşturduğu gerinimi gösterir. d_{33} ise 3 yönünde uygulanan birim gerilme, 3 yönünde (malzemenin kutuplu yönüne paralel) oluşturduğu kutuplanmayı ifade eder ya da 3 yönünde uygulanan elektrik alanının, yine 3 yönünde oluşturduğu gerinimi gösterir [8], [9]. Piezoelektrik malzeme üzerine etkiyen kuvvet ve polarizasyon yönleri Şekil 2.3'de gösterilmiştir [10]. Piezoelektrik yük katsayısı

düz etki için genellikle 10^{-12} C/N olarak, ters etki için 10^{-12} m/V olarak ifade edilir. Sonar ve siren gibi titreşimsel cihazlar için yüksek d katsayısı istenen bir özelliktir[10].



Şekil 2.3: Ferroelektrik seramiklerin piezoelektrik etkileri a) jeneratör, b) motor.

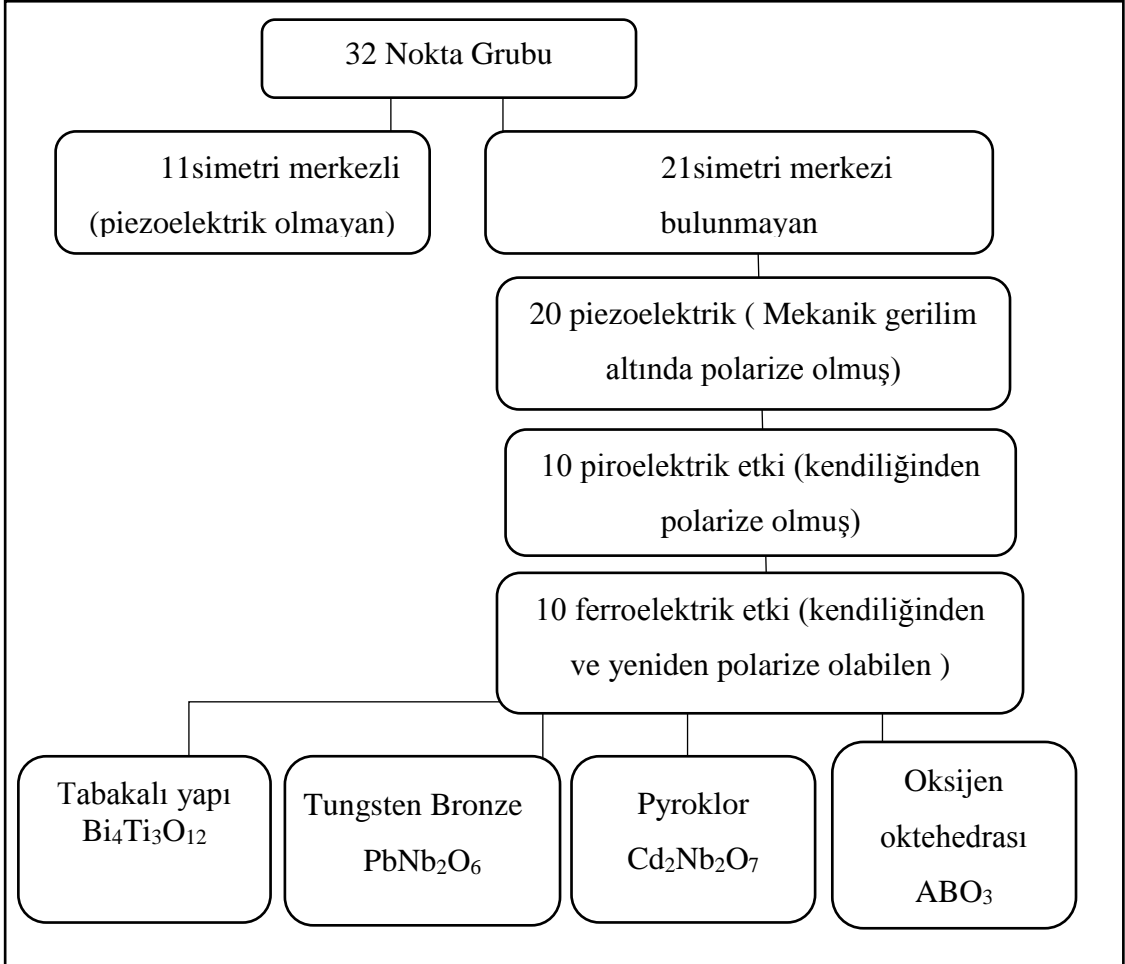
32 kristal sınıfının, 21 tanesi merkezi simetriye sahip değildir ve bunların 20 tanesi (1, 2, m, 222, mm2, 4, 4, 422, 4 mm, 42m, 3, 32, 3m, 6, 6, 622, 6mm, 62m, 23, 43m) düz piezoelektrik etki gösterir. Şekil 2.4'te gösterilmektedir [12]. Kısaca mekanik bir kuvvet uygulandığında kristalde elektrik potansiyel oluşurlar [5]. Bu 20 nokta grubundan 10 tanesi mekanik gerilme altında polarizasyon oluşturur geri kalan 10 tanesi ise kendiliğinden polarizasyona sahiptir. Bu kristallerde kalıcı polarizasyon bulunmasından dolayı kristal, hem piezoelektrik hem de piroelektrik davranış gösterilmektedir. Bu 10 nokta grubun altında kendiliğinden ve yeniden yönlendirilebilir polarizasyonları gösteren malzemelerin oluşturduğu bir alt grup bulunur. Bu alt grup ferroelektrik, piezoelektrik ve piroelektrik davranışlarının hepsini göstermektedir [10].

Formüldeki piezoelektrik sabiti (d_{jkl}) birim uygulanan kuvvet sonucunda kristalde meydana gelecek net polarizasyon olarak tanımlanabilir. Farklı kristal sistemlerinde bu etkinin nasıl gerçekleşeceğini belirlemek amacı ile uygulanacak olan dönüşüm sonucunda; piezoelektrik etki

$$\begin{pmatrix} P_1 \\ P_2 \\ P_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} & d_{14} & d_{15} & d_{16} \\ d_{21} & d_{22} & d_{23} & d_{24} & d_{25} & d_{26} \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & d_{34} & d_{35} & d_{36} \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} \quad (2.5)$$

Eşitlik 2.5’de ki şeklini alır. Bu dönüşüm sayesinde kristalin simetri operasyonu uygulandığında, kristalin birim kuvvet altında göstereceği polarizasyon (yer değiştirme) yöne bağlı olarak piezoelektrik sabiti belirlenebilecektir [5].

Yukarıdaki eşitlik malzemelere uygulandığında en yüksek piezoelektrik sabitine sahip olan sistemler kurşun içerikli olanlardır [5].

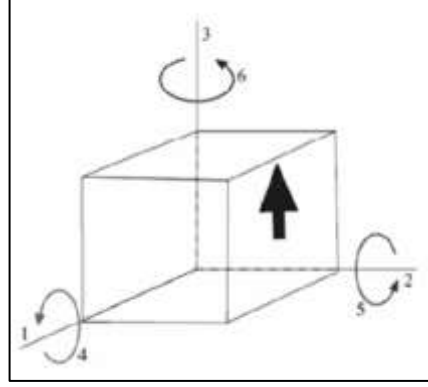


Şekil 2.4: Temel simetri üzerinde piezoelektrik ve alt grubunun ilişkisi.

2.2.1. Piezoelektrik Parametreler

Piezoelektrik özellikler D , E , X ve x parametrelerine dayanarak tanımlanır [3]. Genel olarak, piezoelektrik özellikler yönelimsel doğrultuya bağlıdır ve bu nedenle tensör terimleri aracılığıyla tanımlanmaları gerekir. Yönelimsel özellikleri belirtmek için yön ve oryantasyonu tanımlayan Şekil 2.5’de gösterilen alt indisler kullanılır [2]. Alt indis 3 kutup eksenini (veya kutuplama) ait ise, 1 ve 2 isteğe bağlı olarak seçilen 3’e dik ortogonal eksenlerdir. 4, 5 ve 6 alt indisleri sırasıyla 1, 2 ve 3 yönlerine dik mekanik

gerilme ve gerinim kayma düzlemlerini belirtir. Örneğin, 4 alt indisi normal eksenine paralel 1 düzleminde iki başlangıç ortogonal eksenleri 2 ve 3 arasında gerilme veya gerinimin açı değişimine işaret eder. Benzer anlam 5 ve 6 alt indisleri için de geçerlidir [6].



Şekil 2.5: Piezoelektrik seramik için eksen notasyonu.

Piezoelektrik yük katsayısı (d_{ij}): Piezoelektrik malzemede, birim mekanik gerilmeye karşılık gelen polarizasyon veya piezoelektrik malzemeye uygulanan birim elektrik alana karşılık oluşan gerinim şeklinde tanımlanır. Birinci alt indis elektrik alan sıfırken malzemede meydana gelen kutuplanma doğrultusunu veya uygulanan alan kuvvetinin doğrultusunu gösterir. İkinci alt indis ise, uygulanan gerilim veya uyarılmış gerinimin doğrultusunu gösterir. "d" gerinime bağlı (eyleyici) uygulamalarda malzemenin uygunluğu için önemli bir göstergedir. Örneğin;

- d_{33} : 3 doğrultusunda uygulanan birim gerilimin, 3 doğrultusunda (seramiğin kutuplama yönüne paralel) meydana getirdiği kutuplanmayı ifade eder veya 3 doğrultusunda uygulanan birim elektrik alanın, 3 doğrultusunda oluşturduğu uyarılmış gerinimi ifade eder[11].
- Elektromekaniksel bağlaşma faktörü (k_{eff}), piezoelektrik malzemedeki mekanik enerjiyi elektriksel enerjiye veya elektriksel enerjisini mekanik enerjiye dönüştüren etkinin verimlilik ölçüsü olduğu kabul edilir [11] - [12].

Böylece, k^2 Eşitlik 2.6 veya 2.7 ile ifade edilebilir.

$$k_{eff}^2 = \frac{\text{elektriksel enerjiye dönüşen mekanik enerji}}{\text{sisteme giren elektriksel enerji}} \quad (2.6)$$

veya

$$k_{\text{eff}}^2 = \frac{\text{mekanik enerjiye dönüşen elektriksel enerji}}{\text{sisteme giren mekanik enerji}} \quad (2.7)$$

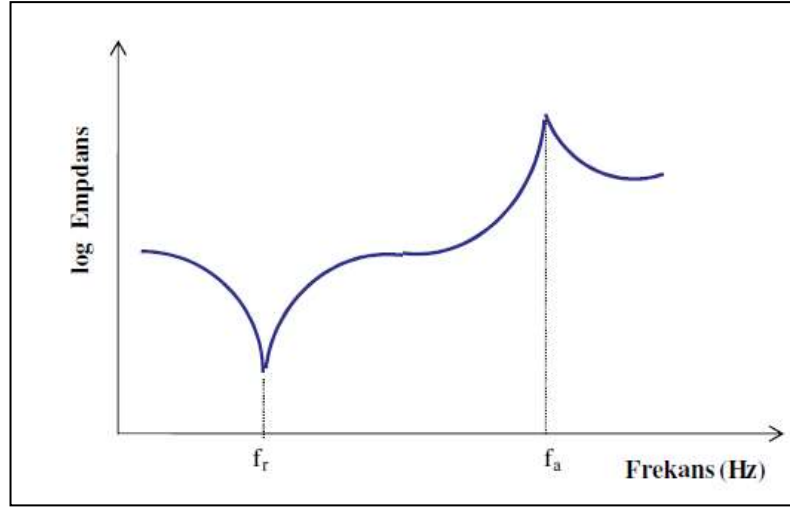
Enerji dönüşümü tamamlanmadığı için k^2 (ve böylece k) her zaman < 1 'dir [12].

- Elektromekanik düzlemsel bağlaşma katsayısı (k_p), ince bir disk piezoelektrik seramiğin radyal titreşimlere sebep olan, 3 yönündeki elektrik alan ile 1 ve 2 yönündeki eş zamanlı mekanik etkiyi temsil eder [11]

$$\frac{1}{k_p^2} = 0.395 * \frac{f_r}{f_a - f_r} + 0.574 \quad (2.8)$$

f_r : Rezonans frekansı (Hz), f_a : Anti-rezonans frekansı (Hz) ve k_p : Elektromekanik düzlemsel bağlaşma katsayısı, [13].

- Dielektrik enerji kayıp faktörü veya dielektrik kayıp faktörü ($\text{Tan}\delta$); Seramik malzeme için dielektrik kayıp açısının tanjantıdır. Tanjant devreye paralel olarak bağlanan veya empedans (impedans) köprüsü kullanılarak iletkenliğin uygunluğa oranından hesaplanır (Şekil 2.6) [11].
- Mekanik Kalite Faktörü (Q_m); Mekanik kalite faktörü parametresi, elektromekaniksel rezonans spektrumun keskinliği olarak ifade edilir [14]. Mekanik kalite faktörü ne kadar büyükse rezonans ve anti rezonans pikleri de, o kadar keskindir.



Şekil 2.6: Empedansın frekans dögüsünün fonksiyonu olarak gösterimi.

$$Q_m = \frac{1}{2\pi R_1 \{1 - (f_r/f_a)^2\}} \quad (2.9)$$

f_r : Rezonans frekansı (Hz), f_a : Anti-rezonans frekansı (Hz), C_f : 1kHz'deki kapasitans ve R_1 : Rezonans empedans [13].

2.2.2. Piezoelektrik Malzemelerin Kullanım Alanları

Piezoelektrik seramiklerin kullanım alanı oldukça yaygındır. Bazı uygulamalarda kullanılan ticari piezoseramik malzemelerin resmi Şekil 2.7'de görülmektedir [10]. Piezoseramik malzemeler askeri, tıbbi, ticari alanlarda ve bilimsel alanda yürütülen çalışmalarda kullanılmaktadır. Kullanım alanlarının bazıları;

- Frekans kontrol ve sinyal işlemlerinde; hassas zaman kontrolü, yüzey akustik dalga (SAW) cihazları,
- Ses ve ultrason işlemlerinde; buzzer, mikrofonlar ve hoparlörler, ultrasonik görüntüleme cihazları, hidroforlar, yüksek güç dönüştürücüleri ve şok dalgası üreticileri,
- Atomizerler, eyleyiciler ve motor uygulamalarında; yazıcılar, motorlar ve dönüştürücüler, bimorph eyleyiciler, çok katmanlı eyleyiciler, püskürtme sistemleri, hızlandırıcı sensörlerdir [2], [13].



Şekil 2.7: Sonar, hızlandırıcılar (accelerometers), eyleyiciler (actuators), ve sensörler gibi piezoelektrik ve elektrostriktif uygulamalarda kullanılan çeşitli ferroelektrik seramikler.

2.3. Ferroelektrik

Ferroelektrik malzemeler piezoelektrik malzemelerin bir alt sınıfıdır ve dielektrik malzemelerin en ilginç özelliklerinden biri de ferroelektrik malzemelerdir. Ferroelektrik malzemeler kendiliğinden polarizasyona sahip ve yeniden yönlendirilebilen malzemelerdir. Normal bir dielektrik malzemelerde dışarıdan uygulanan bir elektrik alanla oluşan polarizasyon çok küçüktür, dielektrik sabiti genellikle 10^2 'den azdır fakat ferroelektrik malzemelerde dielektrik sabiti 10^4 mertebesine çıkmaktadır. Ferroelektrik malzemeler elektrik alan sıfır olduğunda da kendiliğinden bir polarizasyona sahiptir. Elektrik alan uygulanmasıyla sahip oldukları bu kendiliğinden polarizasyon yeniden yönlendirilebilmektedir [6].

Ferroelektrik malzemeler, özellikle polikristalin seramikler, yüksek elektriksel geçirgenliğe sahip dielektrikler, ferroelektrik hafızalar, piroelektrik sensörler, piezoelektrik/elektrostriktif dönüştürücüler (transducer), elektro optik aletler ve PTC (positive temperature coefficient of resistivity) bileşenleri gibi çeşitli aletlerde kullanılmaktadır [14].

2.3.1. Curie Sıcaklığı

Piezoelektrik seramik malzemeler belirli bir sıcaklık üzerinde çıktığında özelliklerini kaybederek paraelektrik faza dönüşürler ve bu sıcaklığa da Curie sıcaklığı

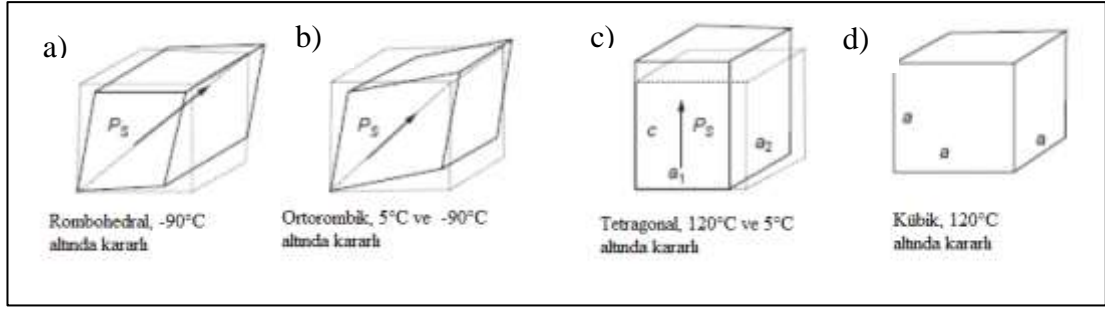
olarak adlandırılmaktadır [15]. Curie sıcaklığının (T_c) üzerine çıktığında ferroelektrik malzemelerin kendiliğinden polarizasyon yok olur ve paraelektrik (normal dielektrik) davranış gözlemlenir. Çoğu ferroelektrik malzemeler yüksek dielektrik geçirgenliğini uygulanan elektrik alan kuvveti ve curie sıcaklığının altında göstermektedir. Yüksek dielektrik geçirgenliği curie sıcaklığında bir maksimum noktaya ulaşır. Curie sıcaklığının üzerine çıktıkça geçirgenlik Eşitlik 2.10'da verilen "Curie-Weiss" yasasına göre azalma gösterir. Eğer birden fazla ferroelektrik faz içerirse, kristalin ferroelektrik bir fazdan diğerine dönüştüğü sıcaklık geçiş sıcaklığıdır [16]. Curie-Weiss yasasına göre:

$$\epsilon_r = \frac{A}{T - \theta_c} \quad (2.10)$$

olarak ifade edilir. Burada:

A: Malzemeye bağlı katsayı, θ_c :Curie sıcaklığına yakın bir sıcaklığı ve ϵ_r :Dielektrik sabiti'dir

Baryum titanat ($BaTiO_3$) ferroelektrik ve hemde dolaylı olarak, piroelektrik ve piezoelektriktir, $BaTiO_3$ kristali yüksek simetriye sahiptir, polar olmayan kübik fazın sıcaklığının azalmasıyla düşük simetriye sahip ferroelektrik faza dönüşmektedir. $BaTiO_3$ 'nin Curie sıcaklığı $120^\circ C$ olup bu sıcaklığın üzerinde kristal kübik yapıdadır. $120^\circ C$ 'nin altında ise kristal yapının deforme olmasıyla O^{2-} iyonlarına göre Ba^{2+} ve Ti^{4+} iyonları yer değiştirmiştir. $120^\circ C$ ve $5^\circ C$ arasında yapı tetragonaldir ve Ba^{2+} iyonları kübik yapıdaki orijinal konumlarından $0,05 \text{ \AA}$ daha yukarıya, Ti^{4+} iyonları $0,1 \text{ \AA}$ yukarıya ve O^{2-} iyonları $0,04 \text{ \AA}$ aşağıya hareketinin meydana gelmesiyle kendiliğinden polarizasyon yönü tetragonal yapının c eksenine boyundadır. Yaklaşık 5° de ise tetragonal birim hücrelidir. Bu yapı $5^\circ C$ ve $-90^\circ C$ arasında kararlı olarak kalır. Benzer olarak, yaklaşık $-90^\circ C$ 'de, tetragonal olan yapı birim hücrenin hacim köşegenleri doğrultusunda uzamasıyla rombohedral yapıya dönüşür (Şekil 2.8) [6]. İyonların değişimi neticesinde pozitif yüklerin ağırlık merkezi negatif yüklerin ağırlık merkezi ile çakışmaktadır. Bu nedenle, kalıcı dipoller kendiliğinden polarizasyona yol açarken birim hücreler ise sürekli olarak polarize olmaya başlar. Yer değiştirme yönü, zıt polarite etkin yüksek elektrik alan tarafından geri çevrilir. Bu mümkün dipol çevrimi ferroelektrik olmayan malzemeler ile ferroelektrik malzemeleri ayırt eder [6].



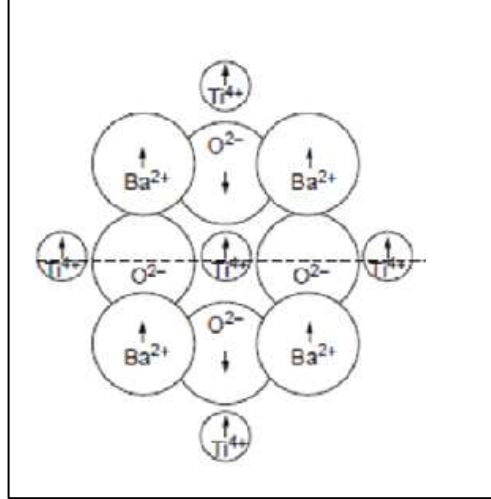
Şekil 2.8: BaTiO₃ kristalinin sıcaklık ile kristal yapı değişimi BaTiO₃'deki simetri değişimi ve kendiliğinden polarizasyon için oryantasyon yönü a) rombohedral (3m) T < -90°C, b) ortorombik (mm²) -90°C < T < 5°C, c) tetragonal (4mm) 5°C < T < 132°C, d) kübik (m3m), >132°C.

BaTiO₃'de her bir Ba²⁺ atomu, 12 yakın komşu oksijen iyonları tarafından çevrelenmiştir; her bir Ti⁴⁺ altı tane komşu oksijen iyonuna bulunmaktadır. Ba²⁺ ve O²⁻ iyonları yüzey merkezli kübik (FCC) düzenleme ile Ti⁴⁺ oktahedral boşlukların yerine geçer [2]. Oktahedral konum büyük Ba²⁺ iyonları nedeniyle ($r_{Ba^{2+}} = 0,135 \text{ \AA}$) hakikaten genişler. Ti⁴⁺ iyonu ($r_{Ti^{4+}} = 0,68 \text{ \AA}$) oksijen yarıçapı oranı ile $r_{Ti^{4+}}/r_{O^{2-}} = 0,44$ ile oldukça küçüktür [2], [17]. Bu değer, 6 koordinasyon sayısı için sınırlı değere ($\geq 0,414$) yakındır. Bu olayın sonucunda, Ti⁴⁺ sıklıkla oktahedron koordinasyonun içerisinde merkezi olarak bulunmaktadır. T_c sıcaklığından (yaklaşık olarak 130°C) daha yüksek sıcaklıklarda Ti⁴⁺ sabit olmayan simetrik olmayan konuma sahiptir. Yüksek sıcaklıktaki paraelektrik fazda kendiliğinden polarizasyonu yoktur (m3m simetrisi) [14]. Bunlara elektrik alan uygulandığında kutuplanabilmektedirler. T_c sıcaklığının altında BaTiO₃, c eksenine doğrultusunda dipol moment ile bozulur ve Ti⁴⁺ katyonu merkezden ötelenerek daha düşük simetrikli tetragonal (4mm nokta grubu) şekline dönüşmesi sonucu bir kenar boyunca birim hücrenin genişlemesi Şekil 2.9'da gösterilmiştir [2], [6], [7], [17].

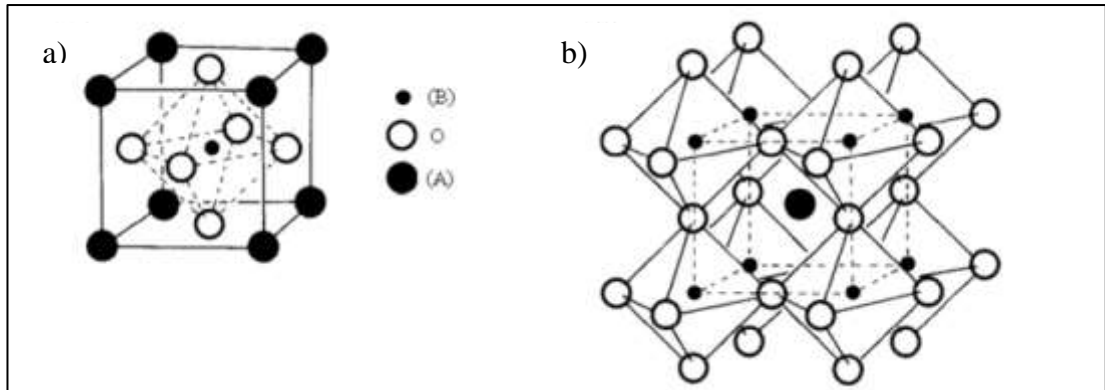
2.3.2. Perovskit Yapı

ABO₃ kimyasal formülü ile gösterilen perovskit kristal yapısına sahip birçok önemli piezoelektrik malzeme bulunmaktadır. Burada O oksijen olup, A ve B ise katyonları simgelemektedir [18]. A atomları birim hücrenin köşelerine, oksijen atomları ise birim hücrenin yüzeylerine yerleşmiş şekilde bulunur (Şekil 2.10a) [14]. B atomları ise oksijen atomlarının oluşturduğu boşluğa, birim hücrenin merkezinde yerleşir. Bazen, kübik model polihedral olanın yerine geçebilir. Her B katyonunu

çevreleyen O anyonları oktahedron noktalarını oluşturması için birbirlerine yakın olacak şekilde bağlanmıştır. Böyle bir model temel yapı birimi, bir A katyonu etrafında sekiz köşesi paylaşılmış oktahedron grubunu oluşturur (Şekil 2.10b) [14].



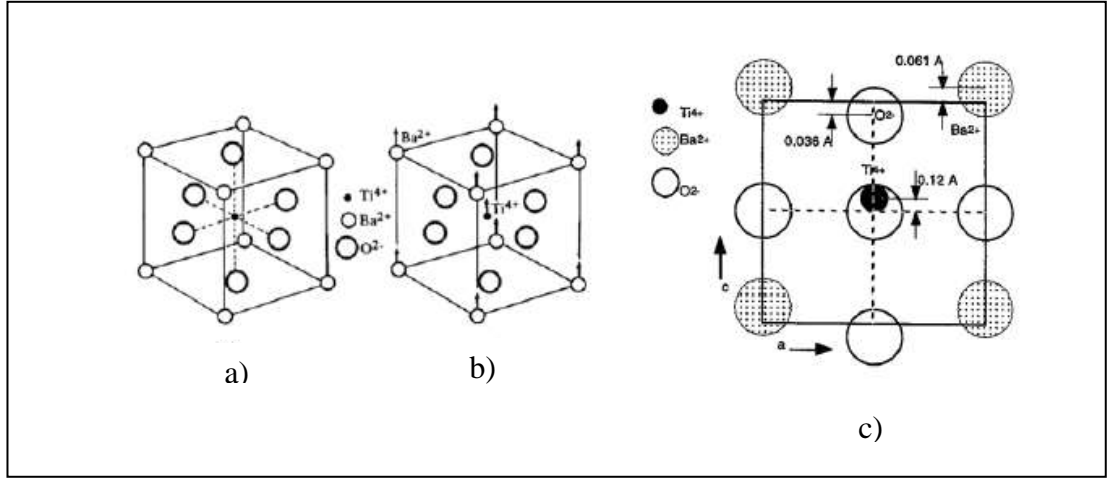
Şekil 2.9: BaTiO₃'da kübik- tetragonal bozunmaya göre iyonların yer değiştirmesi.



Şekil 2.10: Perovskit kristalin temel yapısına ait a) ve b) eş gösterimi.

İlk keşfedilen ferroelektrik perovskit yapı, BaTiO₃ olmuştur. Diğer önemli perovskite yapılar ise KNbO₃, NaNbO₃, SrTiO₃, PbTiO₃ gibi ferroelektrik seramikleridir [19]. İdeal perovskit yapı olarak, sıkı paket kübik yapıyı göz önüne alınabilir. Oksijen ve Sr atomları, kübik sıkı paket yapının [111] düzlemi boyunca kümelenmişlerdir. Oluşan oktahedral boşlukların bazıları, Ti atomları yerleşir [20]. Perovskit yapının önemli olmasının nedeniyse birçok perovskit yapının ferroelektrik, piezoelektrik özelliğine ve yüksek dielektrik sabitine sahip olmasından kaynaklıdır [2]. Perovskit yapıda kristalleşen ferroelektriklerden baryum titanat (BaTiO₃) örnek olarak incelendiğinde baryum atomları kristal kafesin köşelerine yerleşmişlerdir.

Oksijen atomları kristal yapıda yüzey merkezlerinde yerleşmişlerdir. (Şekil 2.11) [14]. Hacim merkezinde Ti^{4+} iyonları ile birim hücre simetrik kübik yapıdadır.



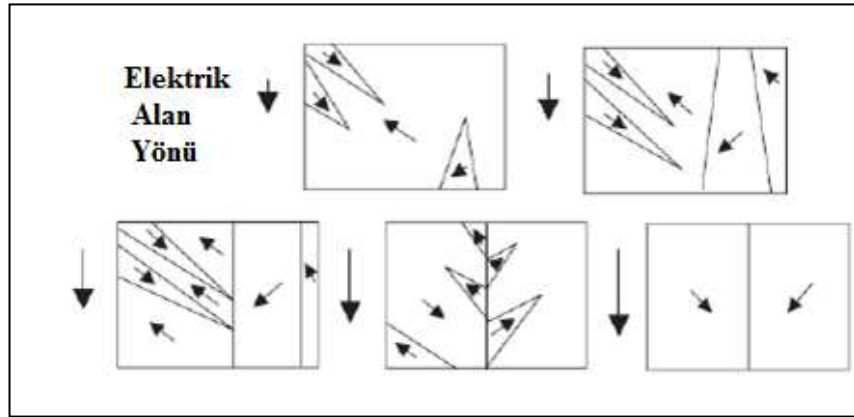
Şekil 2.11: Perovskit kristal yapısının a) Curie sıcaklığının üzerinde, b) oda sıcaklığında birim hücre ve c) oda sıcaklığında kristal kesit görüntüsü.

2.3.3. Histeresis Döngüsü

Ferroelektrik malzemenin elektrik alan karşılığında meydana gelen polarizasyon-elektrik alan histeresis grafiğidir[6]. Sawyer Tower devresi kullanılarak histeresis eğrisi deneysel olarak gözlemlenebilir [21]. Düşük elektrik alanlar uygulandığında polarizasyon lineer bir şekilde artar, OA arasında uygulanan elektrik alan domain yapısında bir polarizasyona neden olacak kadar büyük değildir (Şekil 2.13). OA arasına göre daha yüksek elektrik alan olan AB arasında, polarizasyon artan elektrik alan ile birlikte lineer olmayan bir şekilde artış gösterir ve domainler elektrik alan etkisiyle yönlenmeye başlar. Yüksek elektrik alan uygulanmasıyla polarizasyon BC arasında bir doyuma ulaşır. Doyuma ulaştığı noktada domainlerin çoğu elektrik alanla aynı yönde yönlenmişlerdir. Elektrik alanın azaltılmasıyla polarizasyon CBD ile gösterilen yolu izler. O-E noktasında kendiliğinden polarizasyonu (P_s) vermektedir, bu bölge histeresis grafiğinin doğrusal kısmından lineer yaklaşımla sıfır olduğu anda eğrinin polarizasyon eksenini kestiği noktadır. Histeresis eğrisinin polarizasyon grafiğini kestiği nokta “D” elektrik alanın sıfır olduğu noktadır ve bu noktaya kalıcı polarizasyon (P_r) olarak adlandırılır. Normal indüklenmiş dielektrik polarizasyondan dolayı polarizasyonun P_s , den P_p , ye olan lineer artışı olmaktadır. Uygulanan elektrik

ayrıldığı sınır olarak tanımlanmaktadır. Dış bir kuvvetin yokluğunda meydana gelen bir faz geçişi olduktan sonra, kristal domain adı verilen çeşitli bölgelere ayrılmaktadır. Bu bölgelerdeki, polarizasyon yönlenmeleri farklı olmasına rağmen polarizasyon miktarı eşit olmaktadır. Domain oluşumu kristalin serbest enerjisinde bir artmasına neden olur. Bu domainleri birbirinden ayıran sınırlara domain duvarı adı verilir. Şekil 2.12’de 90°’lik ve 180°’lik iki farklı domain sınırı bu sınırlar içindeki birim hücrelere ait [001] ve [00 $\bar{1}$] doğrultuları gösterilmiştir. Böyle durumlarda domain duvarları ferroelastik davranış göstermezken, ferroelektrik davranış gösterirler. Burada 180°’lik duvarlarda bir gerinim değişimi olmayacağından dolayı, duvar hareketleri gerinimdeki uyumsuzluklarla kontrol edilmektedir. Şekil 2.13 görüldüğü gibi 180°’lik tane sınırlarında önemli oranda bir polarizasyon meydana gelir [5].

Bir ferroelektrik malzemeye elektrik alan uygulandığında, rastgele yönlenmiş dolayısıyla net bir polarizasyona sahip olmayan domainler Şekil 2.13’de belirtilen şekilde elektrik alan doğrultusunda hareket etmeye başlar [5].

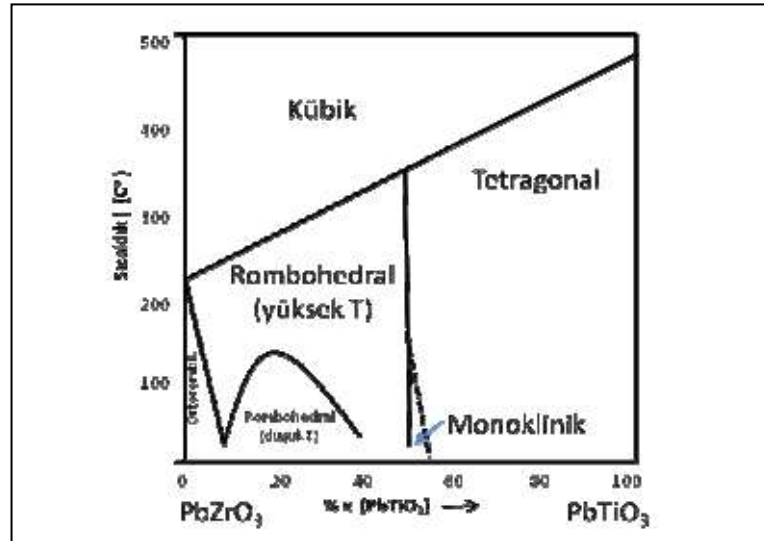


Şekil 2.13: Elektrik alan altında domain duvar hareketleri.

2.4. Kurşun Zirkonat Titanat (PZT)

Kurşun zirkonat titanat $PbZr_{1-x}Ti_xO_3$ (PZT), $PbTiO_3$ ile $PbZrO_3$ bileşiklerinin katı çözeltisi birçok ferroelektrik malzemede olduğu gibi, ABO_3 tipi perovskit yapıya sahiptir. A konumunda (kübün merkezi) Pb^{2+} iyonları, B konumunda (kübün hacim merkezi) Zr^{4+} veya Ti^{4+} iyonları yerleşmiş iken kübün yüzey merkezlerine ise O^{2-} iyonları bulunmaktadır [23]. Kristal yapısı incelendiğinde, kurşun oksidin birim hücrenin köşelerine kurşun atomları, yüzey merkezlerine ise oksijen atomları yerleşmiştir. Kurşunun ve oksijenin atom yarıçapları yaklaşık 1,4 Å (angstrom)

kadardır. Kurşun ve oksijen örgü parametresi yaklaşık 4 olan bir yüzey merkezi kübik yapı oluşturur. Titanyum veya zirkonyum atomları oktahedral bir şekilde yerleşerek birim kafesin tam ortasında bulunur. PZT, yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa geçerken kristal yapısı atomların yaklaşık 0,1 Å (angstrom) yer değiştirdiği bir faz dönüşümü oluşur. Titanyumca zengin kompozisyonların, Curie sıcaklığında nokta simetrisi kübik $m3m$ yapısından tetragonal $4mm$ 'e dönüşür [24]. Kurşun zirkonat, $PbZrO_3$, oda sıcaklığında ortorombik yapıya sahip olup, kafes parametreleri; $a=0,588$ nm, $b=1,176$ nm ve $c=0,820$ nm'dir. Curie sıcaklığı, $231^\circ C$ olup antiferroelektrik özelliğe sahiptir. Zr^{4+} iyonlarının oktahedral konumun merkezinden yer değiştirmesiyle dipollar, komşu birim hücreler ile zıt yönde olmasından dolayı net polarizasyon sıfır olur. Kurşun titanat, $PbTiO_3$, $BaTiO_3$ ile izomorftur ve kafes parametreleri; $a=0,390$ nm ve $c=0,415$ nm'dir. Oda sıcaklığında ise ferroelektrik özelliğe sahiptir. Perovskit ferroelektrikler arasında bilinen en yüksek Curie sıcaklığına, $495^\circ C$, sahiptir [2]. Tipik PZT denge faz diyagramı, Şekil 2.14'de gösterilmektedir [17].



Şekil 2.14: PZT katı çözeltilisi faz diyagramı.

PZT'nin tetragonal ve rombohedral fazların birlikte bulunduğu morfofotrofik faz sınırında (MFS) yaklaşık olarak $x=0,5$ olduğunda ferroelektrik ve piezoelektrik özelliklerin en iyi sonuçları vermektedir, morfofotrofik faz sınırını düşük sıcaklıklarda monoklinik faza dönüşür. PZT seramikleri, MFS civarında yüksek k_p ve yüksek ϵ_r değerlerine sahiptir. Genellikle, ticari uygulamalardaki PZT kompozisyonları bu sınırdaki kullanılır [2].

Perovskit PZT esaslı malzemeler piroelektrik, piezoelektrik, ferroelektrik, elastooptik, kimyasal kompozisyona bağı olarak lineer ve kuadratik elektrooptik özellikler gibi çeşitli özellikler göstermektedir. Bundan dolayı PZT oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptir [25].

PZT fazı 1000°C'nin üzerinde ayrılmaya başladığı sıcaklıklardır ve bu sıcaklıklarda kurşun oksit buharlaşmaya başlar. Bu olay başlangıç kompozisyonunda bir değişmesine neden olmaktadır ve ZrO₂ veya ZrTiO₄ gibi ikincil fazlar oluşmaktadır ve bu ikincil fazlar yapı içerisine çökmesine neden olabilir. PbTiO₃'ce zenginleşmiş bir faz ortaya çıkar. Kurşun kaybı hem elektriksel özellikleri değişmesine hem de yoğunlaşma mekanizmasına etki etmektedir. Bunu engellenme ki için kurşunca zengin bir atmosferde ısıl işlem yapılması gerekmektedir. En uygun malzeme PbZrO₃ ve ZrO₂ karışımı uygun kurşun atmosferini sağlamaktadır [26].

PZT alaşımları seramikler ailesine ait olup, kurşun titanat ve kurşun zirkonat fazlarının birbiri içerisinde çözünmesi ile oluşmaktadır (Şekil 2.15.). BaTiO₃'la aynı kristal yapıya sahiptir yani perovskit yapıda kristalleşmektedir. Bunun nedeni eşit sayıda çiftli valansa sahip (Pb²⁺) ve dördü valansa sahip (Ti⁴⁺ ve Zr⁴⁺) katyonlar içerir. Bu yüzden PZT'nin ferroelektrik özellikleri yakındır. Genel formülü ise PbZr_{1-x}Ti_xO₃'dür. (0<x<1). Şekil 2.14.'deki faz diyagramına göz önüne alındığında zaman kompozisyon değişimine göre Curie sıcaklığı değişmektedir.

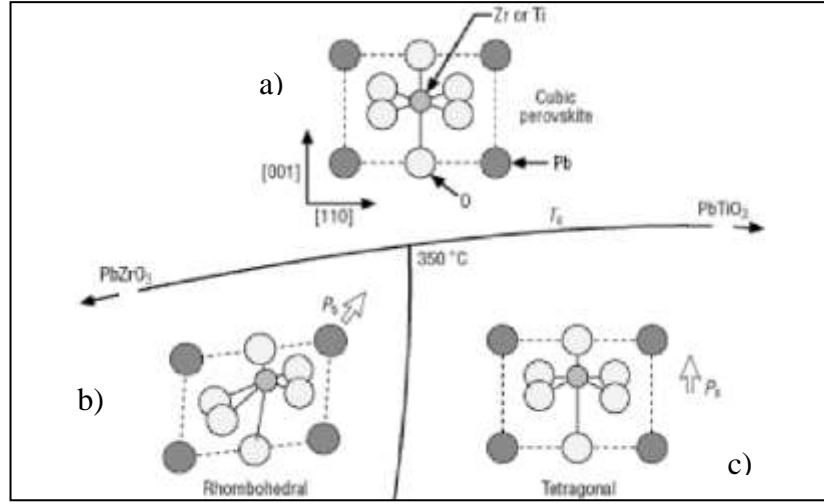
Faz diyagramında 6 tane temel faz sınırı vardır. Bunlar:

- Kübik paraelektrik faz - tetragonal ferroelektrik faza faz sınırı
- Kübik paraelektrik faz - rombohedral ferroelektrik faz sınırı
- Tetragonal ferroelektrik faz – rombohedral ferroelektrik faz sınırı
- Rombohedral ferroelektrik – rombohedral ferroelektrik faz sınırı
- Rombohedral ferroelektrik – ortorombik antiferroelektrik faz sınırı
- Rombohedral ferroelektrik – ortorombik anti ferroelektrik faz sınırı

Kübik paraelektrik fazda polarize olmayan yapı, elektrik alan uygulanmasıyla ile polarize olabilir fakat bu alanın kaldırılırsa yapı bünyesinde bulunan yükü dışarı verir ve polarizasyon sıfırlanır bu da tekrar polarize olmayan yapıyı oluşturur. PZT'nin baryum titanata göre daha yüksek T_c'ye sahiptir bunun nedeni ise Pb²⁺ iyonundaki son iki yörüngede bulunan iki elektronun baryum titanat bulunmamasından kaynaklıdır.

Yapıda fazlardan bulunan iyonlar oksijen ile kovalent bağ yapmaktadır. Fazla bağ içermesinden dolayı polarize olmuş durumda daha fazla enerji bulunmaktadır bu yüzden polarize olamamış duruma geçmek için ekstradan bir enerji gerekmektedir. Rombohedral ve tetragonal fazlar arasındaki morfortropik faz sınırı x 'in yaklaşık 0,5 değerinde bulunmaktadır. MFS'da kristal yapıdaki avantajlardan dolayı PZT malzemeleri genellikle bu faz sınırlarında üretilirler. Genellikle kristal yapı, elektriksel ve mekanik enerjilerin dönüşümündeki verimlilik ile yakından ilişkilidir. Piezoelektrik bağdaşma katsayısı x 'in 0,5 olduğu faz bölgesinde en yüksek değerine ulaşır. Genel olarak bakıldığında zaman rombohedral bir fazın 8 tetragonal bir fazın ise 6 kutuplanma yöne sahiptir. MFS'de ise malzeme tüm bu yönleri aynı anda kullanabilir. Bu olay daha kolay kutuplanmasını sağlamaktadır. Kurşun zirkonatca zengin olduğu bölgede ilginç özellikler göstermesinden dolayı kullanılmaktadır [3]. MFS'de bulunan kompozisyonların rombohedral ve tetragonal fazlar için toplam 14 adet eş kutuplama yönü bulunmaktadır ve -50 ila +200°C gibi geniş bir sıcaklık aralığında oluşmaktadır. Bu durumda seramiğin piezoelektrik sabitinin neden MFS civarında maksimum değere ulaştığını açıklamaktadır. Rombohedral ve tetragonal faz değişimleri aynı kutuplama işlemi uygulanırken de görülebilmektedir [24]. Bu noktadaki dönüşümler tamamen sıcaklıktan bağımsızdır. MFS yakın bölgelerde piezoelektrik özellik maksimum olmaktadır ve yüksek polarizasyona sahiptir. PZT kristal yapısı MFS'de perovskite yapının rombohedral ve tetragonal olarak dönüşmüştür bir halinden oluşmaktadır (Şekil 2.15) [27]. Bu noktada en belirgin özelliği domainlerin birbirlerine 180° konumlandıkları antiferroelektrik fazdır. PZT üretiminde geleneksel toz seramik üretim yöntemi kullanılmaktadır. Malzemenin stokiometrik olduğu ve safsızlığın en az olduğunda en yüksek elektriksel özellikler elde edilmektedir. Yüksek yoğunluğa sahip olması istenir. Üretim genellikle kurşun kaybını engellemek için kurşunca zengin olan atmosferde yapılır [3].

Kutuplama işlemi esnasında uygulanan yüksek elektrik alan termodinamik olarak eş bölgelerde yüksek dereceli ferroelektrik dipole dizilimi meydana getirir. Bu yüksek mertebedeki dizilim ve MFS civarındaki polarizasyon artışı şekil 2.15'te görüldüğü gibi PZT'nin dielektrik ve piezoelektrik özelliklerini kritik miktarda artırır [24], [27].



Şekil 2.15: $[Pb(Ti_{1-x}Zr_x)O_3]$ kristal yapının sıcaklı-kompozisyon doğrultusunda değişimi a) kubik perovskit, b) rombohedral c) tetragonal.

PZT modifikasyonunda kullanılan birinci katkı tipi eşdeğerlikli (izovalent) katkı ilavesidir. Bu katkı tipinde, Pb^{2+} , Ti^{4+} ve Zr^{4+} iyonlarının yerine aynı kimyasal değerlikte ve benzer iyonik yarıçapında katyonlar geçer. Örneğin Sr^{2+} eklenmesiyle A-kenarının %5'inin Sr^{2+} iyonu ile yer değiştirmesiyle $Pb_{0.95}Sr_{0.05}Zr_{0.52}Ti_{0.48}O_3$ kompozisyonu oluşturulur. Bu eşdeğerlikli katkıların temel nedeni Curie sıcaklığını düşürerek dielektrik sabitinin artmasının sağlanmasıdır. İkinci katkı tipi yumuşak katkılar olarak bilinen yüksek valansa sahip katkılardır (donor). Bu tip katkılar, kendilerinden daha düşük valanslı iyonların yerine geçtiklerinde PZT yapısında kurşun (Pb) boşlukları meydana gelir. Örneğin, Nb^{5+} iyonunun Ti^{4+} iyonu yerine geçmesi ile yapıda kusur meydana gelir. Bu kusurun giderilebilmesi yani net elektrik yükünün sıfır olabilmesi için de yapıdan bir kurşun atomunun uçması ile yapıda hata çifti meydana gelir. Bir kurşun atomunun hareket edebilmesi için atlaması gereken enerji bariyeri çok yüksek olduğundan bu hata çifti hareket edemez, kurşun boşlukları kafes içinde atomları hareketlerini kolaylaştırdıklarından kutuplama sırasında az bir elektrik alanla domain hareketi sağlanır. Yumuşak PZT'de domain duvarı hareketi yüksek piezoelektrik katsayısı, yüksek geçirgenlik, yüksek elektriksel kayıp, büyük elektromekanik çiftleme faktörü, yüksek elektriksel direnç, düşük mekanik kalite faktörüne ve düşük yaşlanma (aging) alana sahiptirler bu sebeple de yumuşak PZT güç çeviricileri (transducer). Yüksek hassasiyet gerektiren hidrofona, ses yükseltici gibi uygulamalarda kullanılırlar [2].

Üçüncü katkı tipi sert katkılar olarak bilinen düşük valansa sahip katkılardır (acceptor). Bu tip katkılar, kendilerinden daha yüksek valanslı iyonların yerine

geçtiklerinde PZT yapısında oksijen (O) boşlukları meydana gelir. Örneğin, 2 Fe³⁺ atomunun 2 Ti⁴⁺ atomu yerine geçmesi ile yapıda kusur meydana gelir. Bu kusurun giderilebilmesi için net elektrik yükünün sıfır olabilmesi yapıdan bir oksijen atomunun çıkarılması ile yapıda hata çifti meydana gelir. Kristal yapıda ki en hareketli boşluklar oksijen boşlukları olduğundan, kusur çifti bir yerden başka yere rahatlıkla geçebilir. Kutuplama sırasında elektrik alan etkisiyle, oksijen boşlukları hareket ederek domain duvarlarında birikir ve domain hareketi böylelikle engellenmiş olur. Gerekli elektrik alanın yani E_c' nin artmasıyla domainler dönebilir(domain switching). Buna da “domain pinning” etkisi denir. Ti izovalent katkı atomları Curie sıcaklığını Sert PZT malzemeleri titreşimler sonucu kolay ısınıp da dipol olmama özelliğinden ve E_c değerinin yüksek olmasından ötürü ultrasonik uygulamalarında kullanılır [24], [28]. Domain yeniden oryantasyonu daha zordur ve daha zayıf histerisis eğrileri vardır. Bu yüzden sert PZT olarak adlandırılan bu malzemeler, düşük dielektrik sabitine (ε_r), düşük dielektrik kaybına (tan δ), düşük elastik esnekliğe, yüksek mekanik kalite faktöre ve yüksek yaşlanmaya oranına (aging) sahiptirler. Sonar ve ultrasonik dönüştürücü gibi yüksek güç cihazlarında kullanılırlar [2].

Tablo 2.1: PZT sistemi için en yaygın katkı alıcı ve verici iyon listesi.

Pb Yeri katkıları	La ³⁺ , Bi ³⁺ , N ³⁺ , Sb ³⁺ , Th ⁴⁺
(Ti-Zr) Yeri vericiler	Nb ⁵⁺ , Ta ⁵⁺ , Sb ⁵⁺ , W ⁶⁺
Pb Yeri alıcıları	K ⁺ , Na ⁺ , Rb ⁺
(Ti-Zr) Yeri alıcıları	Fe ³⁺ , Al ³⁺ , Se ³⁺ , In ³⁺ , Cr ³⁺ , Co ³⁺ , Ga ³⁺ , Mn ³⁺ , Mn ²⁺ , Mg ²⁺ , Cu ²⁺
İzovalent arayer katkıları	Sr ²⁺ , Ca ²⁺ , Ba ²⁺ (Pb ²⁺ için) Sn ⁴⁺ (Ti ⁴⁺ veya Zr ⁴⁺)
Multivalent iyonlar	Cr, U

2.5. Kurşun Çinko Niyobat (PZN) – Kurşun Zirkonat Titanat (PZT)

Kurşun Çinko Niyobat (Pb(Zn_{1/3}- Nb_{2/3})O₃-PZN), Smolenskii ve arkadaşı tarafından 1960'lı yıllarda ilk defa sinterlenmiştir [29]. Saf PZN 1200°C'nin üzerinde sinterlenmektedir 1100°C'nin altına sinterleme yapıldığında sinterleme etkili olmadığını ve yoğunlaşmadığını raporlaştırır. PZN önemli relaksor ferroelektrik

malzemelerdir. Oda sıcaklığında rombohedral faza sahiptir. Ferroelektrik fazdan paraelektrik faza geçiş sıcaklığı 140°C'dir. Çeşitli karmaşık ferroelektrik oksit malzemeler arasında, bazı niyobatlı bileşenlerin $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$, $Pb(Mn_{1/2}Nb_{1/2})O_3$, $Pb(Sc_{1/2}Nb_{1/2})O_3$, $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$, ve $Pb(Cd_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ oda sıcaklığında daha fazla sıcaklıkta geçiş sıcaklık noktaları bulunmaktadır. Smolenskii PZN' nin curie sıcaklığının 140°C olduğunu raporlamıştır. Tek kristal PZN' nin mükemmel elektro sınırlayıcı, dielektrik, optik özelliklerle birlikte fluks (flux) yöntemi kullanarak sinterlenmektedir fakat saf PZN seramikleri saf perovskitler geleneksel yöntemlerle hazırlanışı oldukça zordur [29].

Birçok girişimci kurşun esaslı perovskit seramiklerini düşük sıcaklıkta sinterlenmesi hakkında girişimde bulunmuşlardır. Lejeune ve Boilot fazladan PbO eklenmesiyle 900°C-1000°C PMN ve PT'nin düşük sıcaklıkta sinterlenmesini raporlamışlardır. Kurşun esaslı perovskit seramikleri sinterleme sıcaklıkları bazı düşük ergime oksitleri CdO, SiO₂, MnO₂, SrO ve PbO-Bi₂O₃ gibi katkılandırılmayla düşürülür. Fakat ikincil fazlar oluşmaktadır bunlarda piezoelektrik özellikleri olumsuz etkilemektedir[30].

PZT'den daha düşük sinterleme sıcaklığına sahiptir ve PZN relaksor tipidir. Fakat PZN payroklor fazın yaygın olması nedeniyle perovskit yapıda sinterlenebilmesi geleneksel yöntemlerle kullanılarak oldukça zordur. PT, BaTiO₃ ve PZT gibi diğer perovskit malzemelerin eklenmesiyle PZN' nin perovskite yapıda olan dengelileşmenin etkisi bulundu. Yüksek sıcaklıkta(1300°C –1350°C) sinterleme sürecinde yine de bazı problemlere sahiptir. $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})$ yüksek dielektrik katsayısı ve göreceli düşük sinterleme sıcaklığıyla birlikte tipik relaksor ferroelektriktir. Üç bileşenli piezoelektrik seramik PZN–PZT benzer perovskit kafes yapılarına sahiptir. $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.5}(Zr_{0.47}Ti_{0.53})_{0.5}O_3$ seramikleri MFS yakın kompozisyonun büyük elektromekanik bağlanma faktörüne sahip olduğunu Fan ve Kim tarafından araştırıldı ve açıklık getirildi. Fakat mekanik kalite faktörünün yüksek güç piezoelektrik cihazlarına kadar kullanılması oldukça düşüktür [31].

0.1PZN-0.9PZT tozuna molce %2 PbO fazlası eklenmesiyle 700°C -850°C arasında 4 saat kalsine edilmesiyle 800°C'de payroklor fazın azalmaya başladığı ve 850°C'de payroklor fazın tamamen yok olduğu gözlenmiştir. Perovskit ve payroklor fazların göreceli miktarları Eşitlik 2.11 kullanılarak hesaplanabilmektedir. Bu hesaplama yapılırken perovskit ve payroklor fazların XRD pik kuvveti etkindir.

$$\% \text{perovskit yoğunluğu} = \left(\frac{I_{\text{perov}}}{I_{\text{perov}} + I_{\text{piro}} + I_{\text{PbO}}} \right) \quad (2.11)$$

I_{perov} , I_{piro} , ve I_{PbO} en yüksek pik kuvveti PbO'a, payroklor piki (222) ve perovskit piki (110) kuvvetlerini ifade etmektedir [29].

PZN-PZT saf perovskit fazı %10 ile %40 arasında PZN bileşeni 800 °C 'de sinterlenmeye başlamaktadır. Bu nedenle 800°C' nin üzerinde ki sıcaklığın artırılmasıyla beraber [(1-x)PZN-xPZT] tozunun kısmen sinterleme oluşacaktır. Bu olay sinterleme sürecinde zarar verecektir. Budan olayı kalsinasyon sıcaklığını deneysel olarak 800 °C'de sabit tutmaktadır [30].

[(1-x)PZN-xPZT] seramik tozu farklı sıcaklıklarda (950-1200°C) 2 saat sinterlendi. 1100°C'de sinterlenen seramiklerin az miktarda PZT (x=0.2) kullanıldığında payroklor fazının meydana geldi. Fakat PZT (x=0.3) miktarının artırılmasıyla payroklor fazında azalmaktadır. PZT miktarı x=0.4 olduğunda payroklor fazı gözlemlenmedi. [32]. 0.6PZN-0.4PZT numunelerin XRD deseni sonuçlarına bakıldığında 950°C'de sinterlenen numunenin çok miktarda kübik payroklor fazı bulunmaktadır. PZN miktarını değiştirmeden sıcaklığın artmasıyla birlikte payroklor fazın azaldığını, 1100°C'de payroklor fazın tamamen yok olduğunu gözlemlenmiştir. Fakat sıcaklığın tekrardan artırılmasıyla (1200°C) payroklor fazın tekrardan numunelerde oluştuğu gözlenmiştir. Bu fazın kurşun buharından kaynakladığı raporlamıştır [32].

[(1-x)PZN-xPZT]'nin kalsinasyon davranışında ki sinterlemeyi toz kompozisyonunda fazlasıyla etkilenmektedir. Seramiklerde ki x miktarındaki değişime göre 880°C'de 4 saat hava ortamında sinterlendi. PbO fazlası eklenmeyen seramiklere 880°C'de 4 saat sinterlendi. Saf PZN' nin saf PZT'ye göre daha yüksek yoğunluğa sahiptir ve yoğunlukları sırasıyla 7.5 g/cm³ ve 6.0 g/cm³'dir. Seramik kompozisyonlarda bulunan x miktarında oluşan azalma ile beraber yoğunlukta artışı gözlemlenmiştir. x=0.6 olduğu seramiklerde en yüksek yoğunluk değerine ulaşmış ve bu yoğunluk değeri 8.15 g/cm³'dir. PZT'nin yoğunluğunun düşük olması sürpriz bir olay değildir çünkü PZT' nin tamamen yoğunlaşabilmesi için yaklaşık olarak 1200°C'de sinterlenebilmesi gerekmektedir. 880°C'de saf PZN ve saf PZT birlikte daha iyi sinterlendi. Fakat sinterleme esnasında payroklor oluşması sonucunda bazı gözenekler giderilemedi.

Birlikte sinterleme (co-firing) yöntemi kullanılarak [(1-x)PZN-xPZT] hem tozu hemde seramiği olarak hazırlanan 900°C'de 4 saat sinterlendi. Sinterlenen [(1-x)PZN-xPZT] XRD'de faz analizi incelendiğinde payroklor ve diğer ikincil fazlar bulunmadan saf perovskit faz elde edilmiştir. MFS'de sinterlenen numuneler rombohedral ve tetragonal fazların birlikte bulunmaktadır. Sinterleme sıcaklığı 700-900°C ararsında yoğunlaşma göstermiştir. Numunelerin yoğunluğu 750°C'den artmıştır ve 900°C'de 7.99 g/cm³'dur [33].

Sinterleme sıcaklığının artmasıyla birlikte numunelerin yoğunluğu hızlı şekilde artış göstermektedir. 1000°C'de 2 saat sinterlenen numunelerin yoğunluğu 7.78 g/cm³'dur [34].

İlk olarak, seramiklere PbO fazlası eklenmesiyle yapıda sıvı faz oluşumunu artırmaktadır, bu sayede sinterlemenin ilk ve orta durumu boyunca yoğunlaşmasını sağlamıştır. Sinterleme boyunca ağırlıkta oluşan değişimi önemsizdir. Bu yüzden, PZT perovskit yapının kararlılığı ve PZN'nin yüksek sinterlenebilmesi yoğunluk davranışında artışın gözlenebilmesini arttırmıştır. PZT perovskitin B kenarında ki iyonun (Zr⁴⁺, Ti⁴⁺) relaksor tipli PZN(Zn²⁺,Nb⁵⁺) yapısının B kenarındaki iyonu için kısmen yerine geçebilir. Kurşun esaslı relaksor seramiklerinin yüksek sinterlenebilmeleri ve [(1-x)PZN-xPZT] katı çözeltili sistemlerinde tespit edilen perovskit yapının yerine geçmesidir.

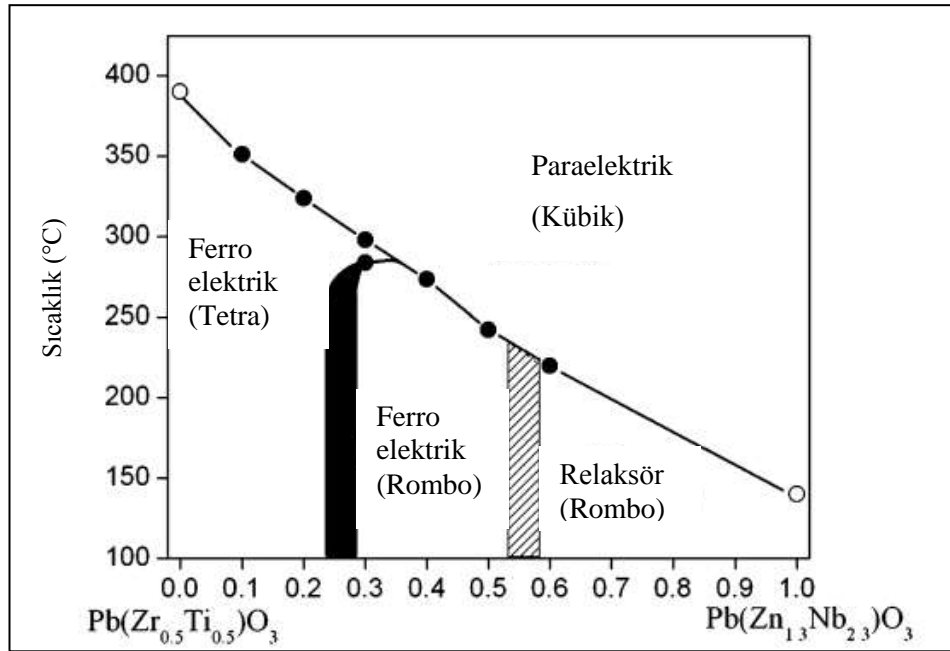
Saf PZT 2θ=44.6° tetragonal faza sahiptir. PZN rombohedral faza sahiptir ve seramik bünyeye PZN eklenmesiyle birlikte yapı rombohedral faza dönüşmektedir. PZN miktarının artmasıyla yapıda oluşan rombohedral faza yapısı artmaktadır. Seramik bünyede oluşan PZN miktarın %50 olduğu zaman payroklor faz oluşmaya başlamıştır, bu oluşum yoğunluğun azalmasına neden olmaktadır.

Üstelik payroklor fazın şekli numunenin kırık yüzeyinde gözlemlendi. 880°C'de sinterlenen [(1-x)PZN-xPZT] seramikleri x=0.6 içeren seramiklerde ikincil fazların iznine rastlanmadı. Diğer yandan aynı koşullarda altında sinterlenen %50 PZN eklendiğinde küçük gözeneklerin yanı sıra, önemli miktarda ikincil fazlar bulundu.

SeunpBeom Seo ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada 860°C -880°C sinterleme sıcaklığında ki artış ile beraber seramiklerin yoğunluklarında da hızlı bir şekilde artış olduğunu raporladılar. En yüksek yoğunluk değerine 880°C'de sinterlenen seramikler ulaşmıştır bu sebepten dolayı daha fazla sıcaklığın yükseltilmesine ihtiyaç duyulmamıştır.

Seramik kompozisyonun deęiřimi elektriksel ölçümlerin deęişiminde önemli derece etkiledi. Numunenin kompozisyonu elektromekanik bağlanma faktörünü (k_p) ve piezoelektrik katsayısı (d_{33}) fazlasıyla etkilendi. 0.5PZN-0.5PZT'nin katı çözeltili kompozisyonunda en yüksek $d_{33}=430\text{pC/N}$ ve $k_p=0.67$ olarak gözlemlendi. MSF'de karşılık bu kompozisyon düşünöldüğünde, bu polikristalin kompozisyonun en yüksek piezoelektrik özelliklerinin mantıklı olduęu gözlemlenmiştir

0.3PZN-0.7PZT ferroelektrik seramiklerinde 283.6°C 'de tetragonal fazdan rombohedral faza ve 298.8°C 'de ise paraelektrik kübik faza dönüşmüştür. $x=0.5$ ve $x=0.6$ arasında relaksör ferroelektrikten normal ferroelektrięe dönüşmüştür. Şekil 2.16'de $\text{Zr/Ti}=1$ olduğunda en iyi piezoelektrik özelliğini 0.3PZN-0.7PZT seramięi göstermektedir. Yüksek sinterleme sıcaklığı kullanılarak 0.3PZN-0.7PZT seramięinin ($1225\text{-}1250^\circ\text{C}$ 'de 2 saat) d_{33} ve k_p deęerinde en yüksek deęerlere sahip olmuştur ve bu seramikte hızlı bir atıř olmuştur(Şekil 2.16) [29].

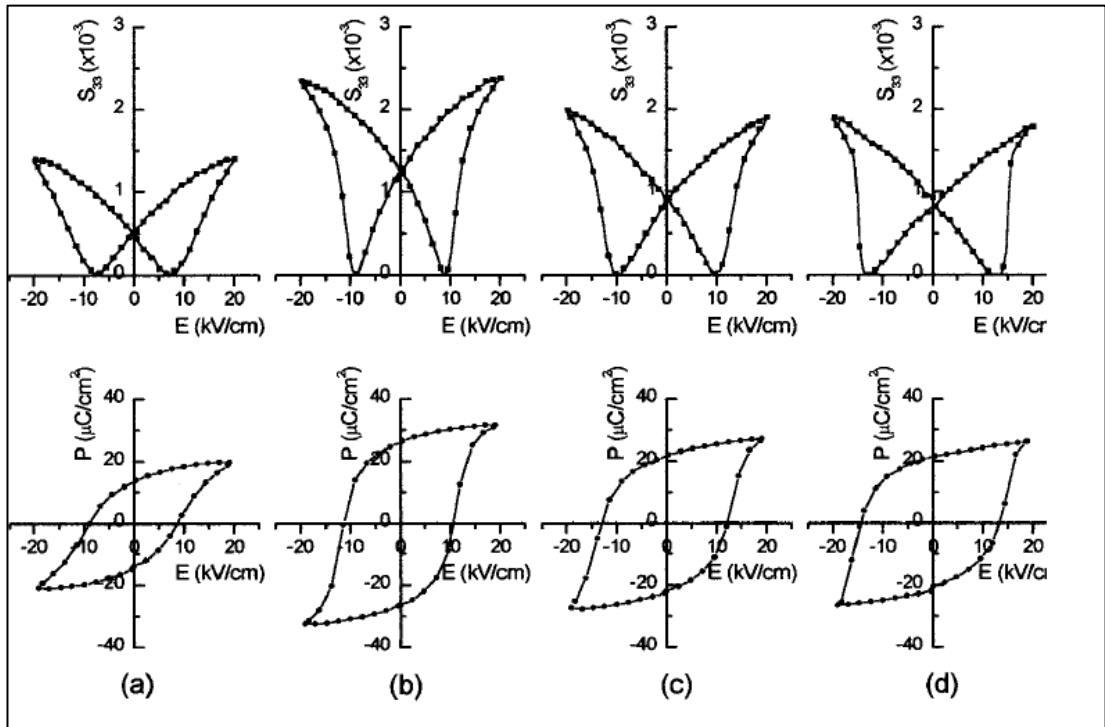


Şekil 2.16: $[x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}]$ MFS'de faz diyagramı.

Perovskit $[(1-x)\text{PZN}-x\text{PZT}]$ seramięinin elektrik alanın boyuna deformasyon fonksiyonu (S_{33}) Şekil 2.17'de gösterilmiştir. Çoęunlukla rombohedral faza sahip olan 0.6PZN-0.4PZT'nin gerilimi (strain) düşüktür. Eřit olan rombohedral ve tetragonal faza sahip olan 0.5PZN-0.5PZT'nin strain (% 0.24 ve 2 kV/mm) önemli derecede artıř gösterir. Tetragonal fazın daha fazla artmasıyla az miktarda strainde azalma meydana gelir. Düşük alan rezonans metodu tarafından, elektrik alan eğrisine karşı strain

eđimiyle d_{33} hesaplandı, daha nceden belirlenen piezoelektrik katsayısı desteklendi. Farklı oranda PZT' nin polarizasyon histerisis eđrileri Őekil2.17'de gstermektedir [32]. 0.6PZN-0.4PZT'nin lineer olmayan "ince" polarizasyon eđrisi rombohedral domainin deđiŐen zelliđidir. Tipik tetragonal deđiŐimi 0.3PZN-0.7PZT numunesinde "kare" polarizasyon histerisis eđrileri gsterir. Zorlayıcı alan PZT miktarının artmasıyla kademeli olarak artar. Kalıntı polarizasyon, P_r ($27 \mu\text{C}/\text{cm}^2$) ve uyarılmış alan polarizasyonu, ($32 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, $2 \text{ kV}/\text{mm}$) 0.5PZN-0.5PZT'de en yksek deđerlere ulaŐır. Kuvvetli dıŐ elektrik alan tarafından uyarılmış makroskobik polarizasyonun varoluŐuyla ferroelektrik seramiđinin elektrosınırlayıcı zelliđi uygun bir duruma getirildi. Yksek elektrik alan boyunca hem faz geiŐi hemde domain dizilimi piezoelektrik davranıŐla iliŐklendirildi [32].

MFS'da yakında ki PZN-PZT bileŐiđine La^+ katkısı yapılmaktadır. Kompozisyonda ki La^+ katkısının miktarının artmasıyla yapıda oluŐan rombohedral fazdan tetragonal faza dnŐmeye baŐlamıŐtır ve yapıda oluŐan tetragonal fazın miktarı artmaktadır. Bu olayda ferroelektrik zelliđin azalmasına sebep olmuŐtur [35]



Őekil 2.17: Perovskit [(1-x)PZN-xPZT]seramikleri iin elektrik alana bađlı S_{33} , ve P grafikleri a) $x=0.4$, b) $x=0.5$, c) $x=0.6$ ve d) $x=0.7$.

3. TEZİN AMACI

Günümüzde, perovskit yapıdaki kurşun oksit esaslı seramiklerin, yüksek dielektrik ve piezoelektrik özelliklere sahiptir ve sinterleme sıcaklığı yüksektir. Fakat proses esnasında kurşun oksidin buharlaşması, yapı da kusurların oluşmasına bu olayda elektriksel özelliklerde azalmaya neden olmaktadır.

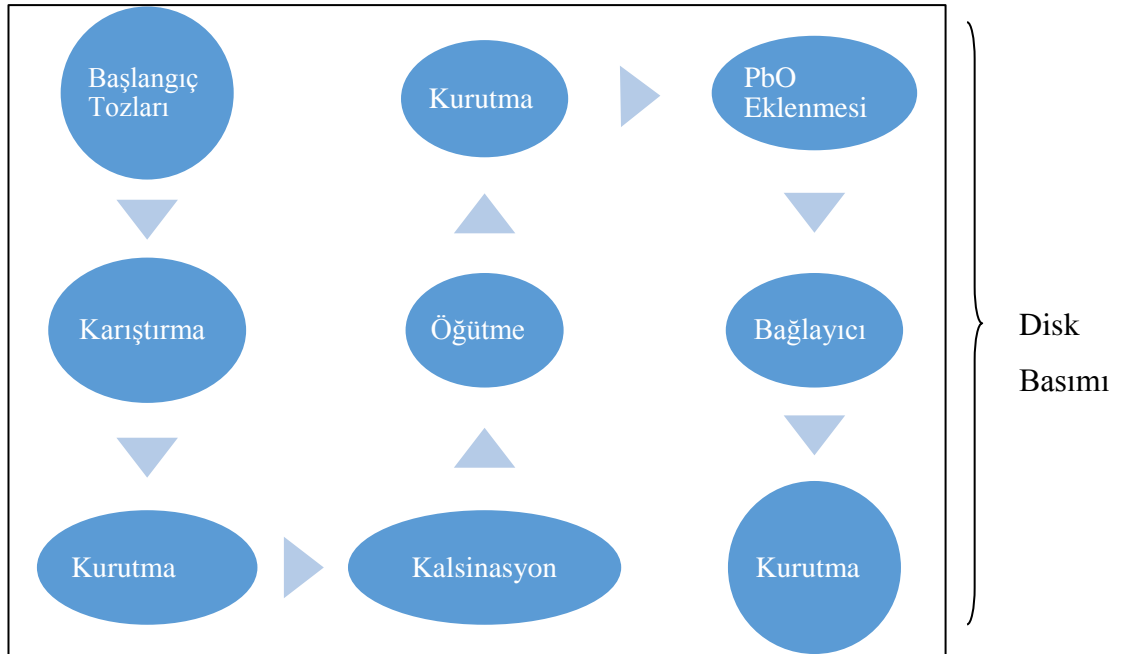
Bu çalışmada, molce farklı oranlarda hazırlanan PZN-PZT kompozisyonun düşük sıcaklıkta sinterlemesi, yapısal ve elektriksel karakterizasyon araştırılmıştır. Sinterleme esnasında yapıya fazladan eklenen ağırlıkça % PbO'nun değişik oranlarda eklenmesiyle ve PZN miktarında oluşan değişimle elektriksel özelliklerini nasıl etkilediğini gözlenmiştir.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. PZN-PZT Tozların ve Seramiklerin Hazırlanması

Kurşun çinko niyobat-kurşun zirkonat titanat (PZN-PZT) seramik tozunu elde edebilmek için saf kurşun oksit(PbO), zirkonyum dioksit(ZrO₂), çinko oksit (ZnO), niyobyum pentaoksit(Nb₂O₅), ve titanyum dioksit (TiO₂) tozları kullanılmıştır. PZN-PZT katı hal kalsinasyon metodu ile elde edilmiştir.

Tozların karıştırılması ve tozların öğütülmesi için bilyeli değirmen kullanılmıştır. Bütün tozlar, 3 ve 5 mm çapındaki stabilize ZrO₂ bilyeler kullanılarak karıştırılmış ve tozlara ortam sağlaması amacı ile ethanol kullanılmıştır. Asıltı Nalgane™ kap içerisinde 24 saat boyunca bilyeli değirmende karıştırılmıştır. Sonrasında, kurutma işlemi uygulanan tozlara 50°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcı ve 65°C sıcaklıktaki etüvde bekletildikten sonra kalsinasyon işlemi yapılmıştır. Kalsinasyon işlemi, 825°C -855°C'de 4 saat süre ile Protherm marka fırın kullanılarak yapılmıştır. Kalsinasyon işleminde topaklanmalar meydana gelmektedir. Bu olayı gidermek için tozlara kırma işlemi uygulanmıştır. Kalsinasyon işlemi uygulandıktan sonra [(1-x)PZN-xPZT] seramik tozlarına molce %1 ve %2 PbO eklenmiştir. Toz sentezi sırasında uygulanan işlemler sırasıyla Şekil 4.1. deki akış şemasında gösterilmiştir.



Şekil 4.1: Toz sentezi süreci.

Kalsinasyon işlemi uygulanan tozlar Nalgane TM kap içerisine koyup ZrO₂ bilyeler ve %5 oranında polimerik esaslı bağlayıcı kullanılarak karıştırılmıştır ve bu tozlara ortam oluşturması amacı ile ethly methyl keton (MEK) kullanılmıştır. Asıltı Nalgane TM kap içerisinde 24 saat boyunca bilyeli değirmende karıştırılmıştır. Sonrasında, kurutma işlemi uygulanan tozlara 50°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcı ve 65°C sıcaklıktaki etüvde bekletildikten sonra havan kullanarak homojen olacak şekilde kurutularak 90µm'lik elek kullanılarak tozlar granül haline getirilmiştir. Bu tozlar, disk şeklindeki kalıba konularak 150 MPa basınç uygulanarak disk haline getirilmiştir.

4.2. Sinterleme ve Sinterleme Sonrası Yüzey İşlemleri ve Elektrotlama İşlemi

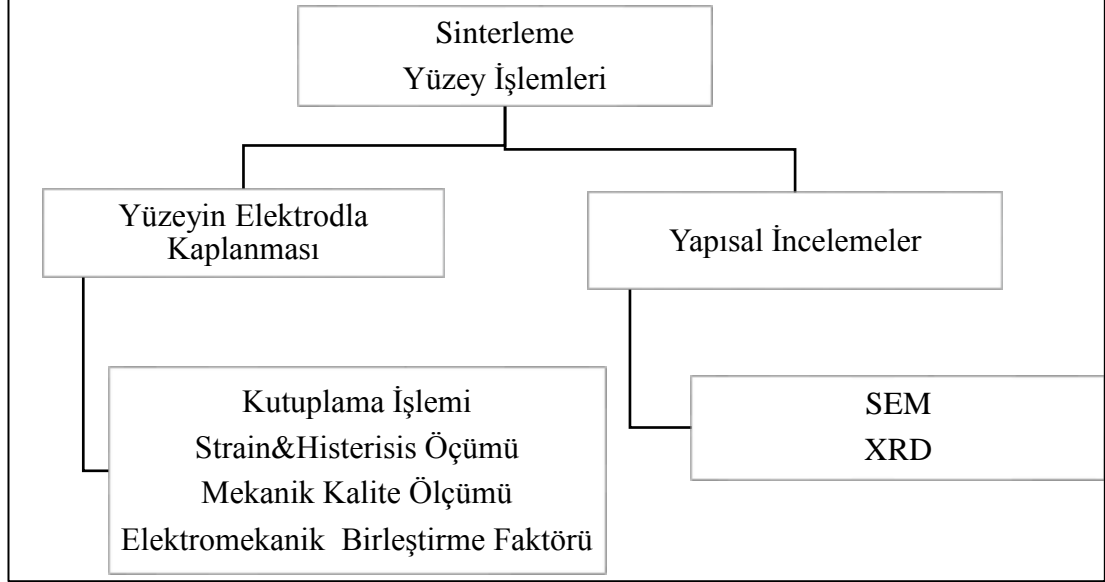
En uygun sinterleme koşulları, farklı katkı oranları ile hazırlanan numunelere farklı sıcaklık, süre ve ısıtma hızları uygulanarak belirlenmiştir. Sinterleme sırasında meydana gelecek kursun (Pb) kaybını önlemek amacıyla PbO-ZrO₂ atmosfer tozu numunelerin etrafına konulmuş ve iç içe geçen çift alümina pota sistemi ile kapatılarak sinterlenme işlemi gerçekleştirilmiştir. %5 oranında polimerik esaslı bağlayıcı kullanılarak tozların hazırlanmasından dolayı, bu bağlayıcı yapıdan uzaklaştırmak için 600°C'de 30 dakika ve sonrasında kompozisyonlar için belirlenen sinterleme sıcaklığı ve süresi uygulanarak kademeli olarak sinterleme işlemi yapılmıştır. PZN-PZT seramikler 860°C – 900°C arasında ve 950°C sıcaklık 4 saat süre ile 5°C /dak ısıtma hızında sinterlenmiştir.

Elektriksel ölçüm için numune yüzeylerinin paralel olması gerekmektedir. Bundan dolayı sinterleme sonrası bütün numunelere silisyum karbür (SiC) zımpara kullanılarak yüzey paralelliği sağlanmıştır Numunelere elektrik alan uygulanabilmesi için numuneleri iletken hale getirmek gerekmektedir. Elektrik ölçümleri için gümüş paladyum (Ag-Pd) pasta kullanarak numunelerin yüzeyine elektrotlama işlemi yapılmıştır. Elektrot sürüldükten sonra 600°C'de 30 dakika bekletilmek suretiyle uygulanan elektrotların numunelerin yüzeylerine yapışması sağlanmıştır.

4.3. Yapısal Karakterizasyon

Yüzey işlemi uygulanan numunelerin karakterizasyonu yüzeyin elektrotlama işlemi yapılan ve elektrotlama işlemi yapılmayan olarak iki aşama incelenmektedir. Elektrotlama işlemi yapılan numuneler kutuplama, strain&histerisis ölçümü, mekanik

kalite faktörü ve elektromekanik birleştirme faktörüdür. Yüzeyi elektrotla kaplanmayan numuneler ise XRD ve SEM yapılmıştır. Bu işlemler ile ilgili akış şeması Şekil 4.2’de gösterilmektedir.



Şekil 4.2: Numune üretimi ve karakterizasyon aşamaları.

Sinterleme sonrası uygun sinterleme koşulları belirlenmesi ve yapılan katkıların mikroyapıda meydana gelen değişimlerin incelenmesi nedeniyle mikroyapı analizleri yapılmıştır. Bunu için Philips XL30 SEM (FEI, Amerika) markalı taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Mikroyapı incelemesi için uygun sinterleme koşullarında numuneler farklı SiC zımparalar ile zımparaladıktan sonra parlatma işlemi yapılmıştır. Parlatma işlemi bittikten sonra yüzeyler aseton yardımı ile temizlenmiş ve numunelerin sinterleme sıcaklıklarının 50°C altında termal dağılama işlemine tabi tutularak numunelerin tane sınırlarını belirgin olmasını sağlamıştır.

Kalsinasyon işlemi uygulandıktan sonra seramik tozların ve sinterleme sonrası elde edilen seramik numunelere CuK_{α} ($\lambda=1,5405$) radyasyonu uygulanarak D/max-2200, (Rigaku-Japan) X-ışını cihazını kullanılarak faz oluşumu incelenmiştir. X-ışını kırınımı (XRD), $0,02^{\circ}$ ve tarama hızı $1^{\circ}/dk$ olacak şekilde uygulanarak $2\theta=20^{\circ}-60^{\circ}$ arasında alınmıştır.

4.4. Elektriksel Karakterizasyon

Elektrotlama işlemi yapılan numunelere dielektrik sabiti, polarizasyon-elektrik alan (P-E) döngüsü, gerinim-elektrik alan (x-E), kutuplama, piezoelektrik yük katsayısı (d_{33}) ve mekanik kalite faktörü (Q_m) ölçümleri yapılmıştır.

Dielektrik sabiti ölçümlerinde Hioki marka (Japan) indüktans-kapasitans-rezistans (LCR) metre kullanarak farklı frekans değerinde alınan ölçümlerde, numunelerin kutuplama öncesi ve kutuplama sonrasında 24 sonrasında kapasitans (C) ve dielektrik kaybı (D) değerleri ölçülerek, dielektrik sabiti (K) hesaplanmıştır.

Elektrotlama işlemi sonrası seramiklerin polarizasyon-elektrik alan (P-E) döngüleri ile kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alan (E_c) değerlerinin belirlenmesi amacıyla Radiant–Precision marka ferroelektrik test sistemi kullanılmıştır. P-E ölçümleri 10-30 kV/cm arasında değişen elektrik alan ile 1000 ms histerisiz periyotlarında yapılmıştır.

Gerinim-Elektrik Alan (x-E) Ölçümleri Uygulanan elektrik alan ile % gerinimin belirlenmesi amacıyla MTI2000 fotonik sensör (MTI Inc., Amerika) cihaz kullanılmıştır. Elektrik alan ise Radiant– Precision marka cihaz ile uygulanmıştır. Unipolar x-E ölçümleri 30 kV/cm elektrik alanlar altında ve 1000 ms histerisiz periyotlarında alınmıştır.

Kutuplama işlemi tüm numuneler için Julabo Innovative Technology marka yağ banyosu içerisinde 120°C sıcaklıkta, 30 dakika süresince 20 kV/cm elektrik alan altında yapılmıştır. Elektrik alan, Trek Marka (Model 610 D COR-A-TROL) yüksek voltaj kaynağı Amplifier/Kontroller cihazı ile uygulanmıştır.

Kutuplama işleminin 24 saat sonrası tüm numunelerin Pennebaker Model 8000 Piezo Test cihazı ile piezoelektrik katsayıları (d_{33}) ölçülmüştür.

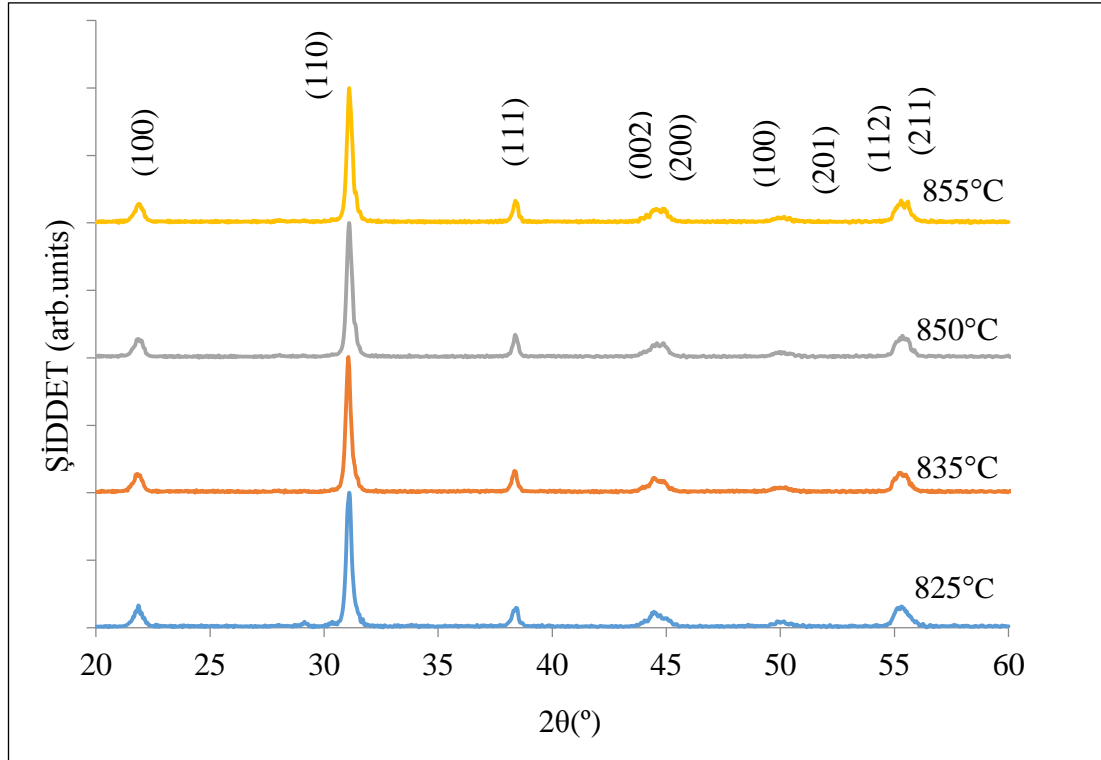
Kutuplama işleminin 24 saat sonrası tüm numunelerin admittans-frekans ölçümleri için HP 4194A Impedance/Gain-Phase Analyzer (Agilent Teknolojileri, Amerika) marka cihaz kullanılmıştır. Ölçülen rezonans (f_r) ve anti-rezonans (f_a) frekansları kullanılarak Esitlik 1.6 ile Q_m mekanik kalite faktörü ve Eşitlik 1.7 bağıntısı ile bağlaşma faktörü (k_p) hesaplanmıştır.

5. SONUÇLAR

Yukarıda bahsedilmiş olan yapının farklı sıcaklıklarda, farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] ve farklı miktarlarda PbO fazlasına sahip seramiklerin faz analizi, mikroyapı ve elektriksel ölçümleri üzerinde oluşan etkisi incelemektedir.

5.1. PZN-PZT Seramik Tozlarının ve Disklerinin X-ışını Kırınımı ile Faz Analizleri Sonuçları

5dk⁰C ısıtma hızıyla 825-855°C'de 4 saat süre ile kalsinasyon işlemi uygulanan molce %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT e tozlara ait X-ışını kırınım (XRD) deseni Şekil 5.1'de verilmiştir.

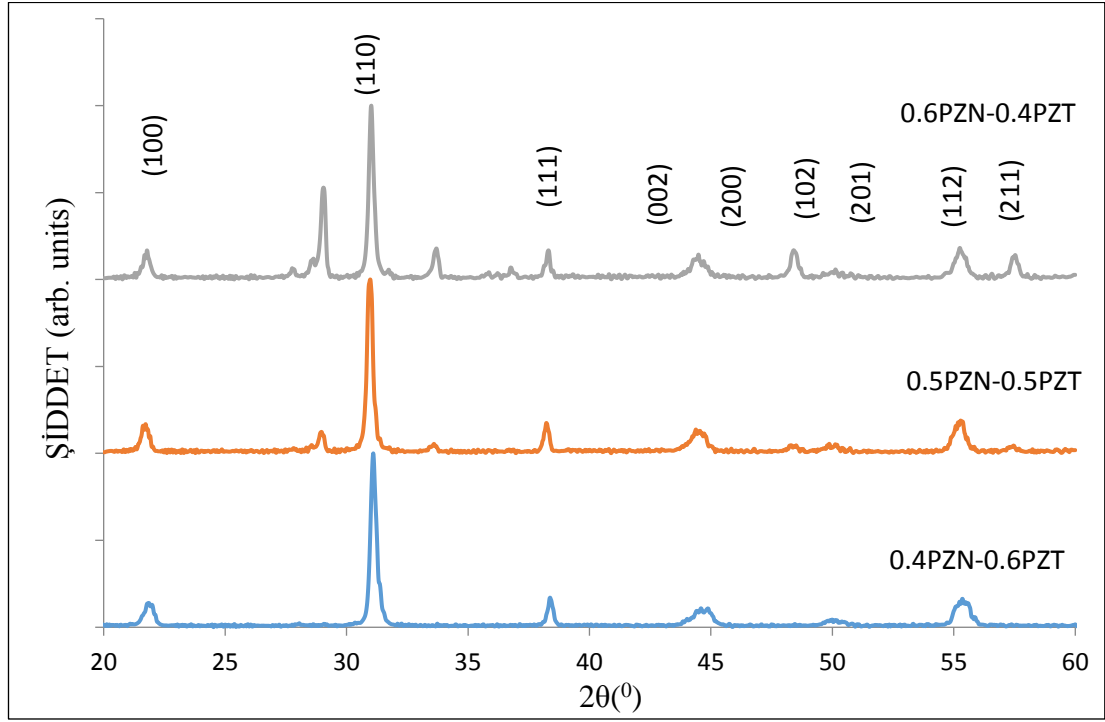


Şekil 5.1: Molce %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT tozunun farklı sıcaklıklarda 4 saat kalsinasyon edilen tozların XRD desenleri.

Molce % 1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT tozu X-ışını kırınım desenindeki pikler incelendiğinde perovskit yapıda kristalleştiği ve ikincil bir faz içermediği gözlemlenmiştir. Faz yapısı detaylı olarak incelendiğinde, payroklor fazın bulunmamaktadır. Sıcaklığın artmasıyla birlikte tetragonal fazın rombohedral faza dönüşmektedir. Fakat 850°C'de kalsine edilen 0.4PZN-0.6PZT rombohedral yapıya

sahip olmaktadır tekrar sıcaklığın artmasıyla rombohedral fazın yapısı değişmeye başlamaktadır.

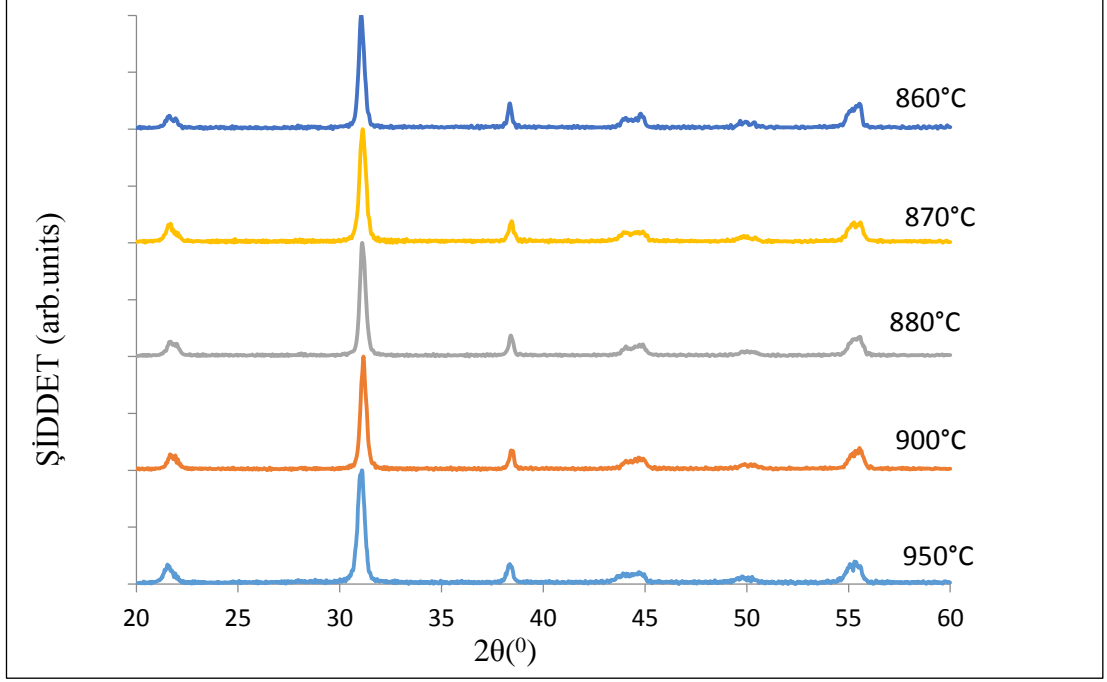
Molce %1 PbO fazlasına sahip $[x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}]$ seramik tozlarının eklenmesiyle 850°C sıcaklıkta 4 saat kalsine edilen tozun X-ışınımı kırınım sonuçları Şekil 5.2’de verilmektedir.



Şekil 5.2: Farklı oranlarda $[x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}]$ seramik tozlarının 850°C ’de 4 saat kalsine edilen tozların XRD desenleri.

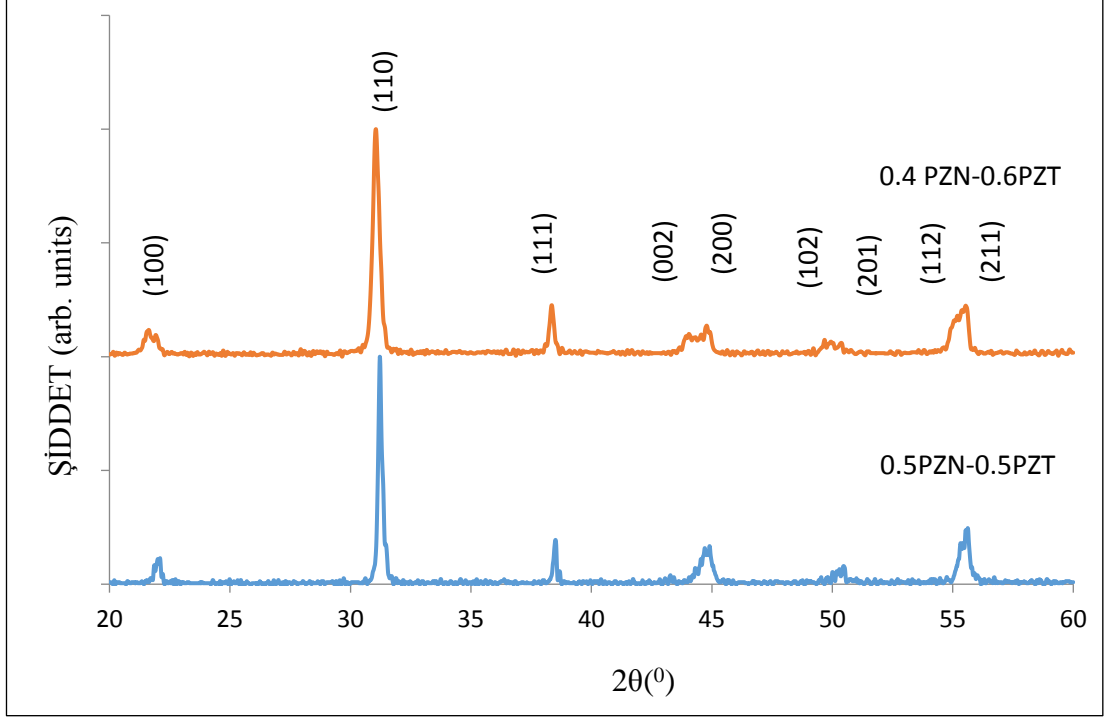
$[x\text{PZN}-(1-x)\text{PZT}]$ seramik tozlarının XRD sonuçları incelendiğinde yaklaşık olarak $2\theta=44-45^\circ$ arasında tetragonal fazdan rombohedral faza dönüş gözlemlenmektedir. Sinterleme işlemi düşük sıcaklıkta yapılacağından dolayı kalsinasyon sıcaklığının daha fazla artırılmasıyla birlikte seramik tozların sinterlenmeye başlayacaktır. Bu sebepten dolayı kalsinasyon sıcaklığını 850°C ’de sabit tutulmuştur. 0.4PZN- 0.6PZT tozu saf perovskit yapıya sahiptir ve payroklor ya da diğer ikincil fazlar oluşmazken 0.5PZN-0.5PZT ve 0.6PZN-0.4PZT tozlarında ise perovskit yapı ve ikincil fazlar oluşmaktadır. Aynı koşullarda PZN miktarının artmasıyla birlikte payroklor fazın miktarına artış gözlenmektedir

860°C - 950°C arasında 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin XRD desenleri Şekil 5.3’de verilmektedir.



Şekil 5.3: Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin XRD desenleri.

Sıcaklığın artmasıyla birlikte yapıda oluşan ikincil fazların azalmaktadır ve yapıda oluşan tetragonal fazın rombohedral ve tetragonal faz olarak ikiye ayrılmaktadır. (002) tetragonal ve (200) rombohedral piklerini ifade eder.

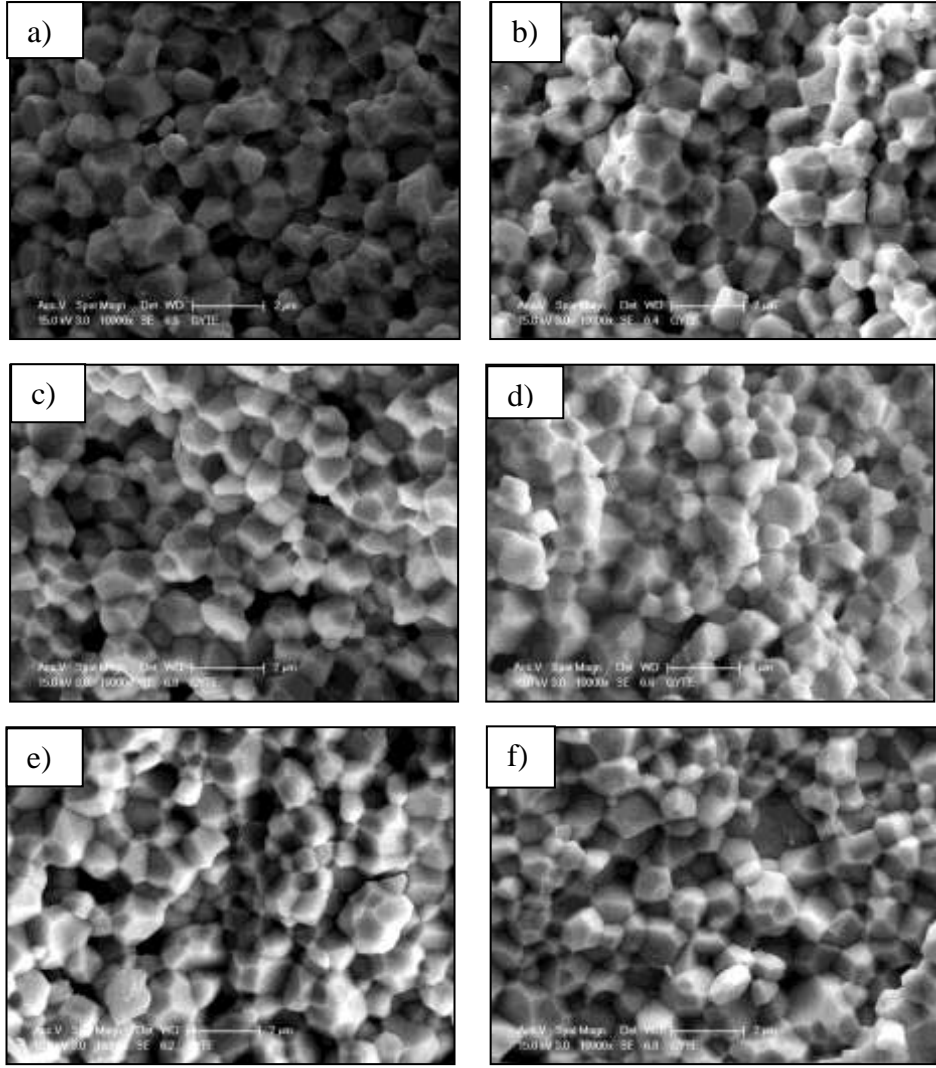


Şekil 5.4: [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerini 950°C’de 4 saat sinterlemesi sonucunda XRD desenleridir.

[x PZN- (1-x)PZT] seramiklerini 950°C’de 4 saat sinterlemesi sonucunda XRD desenleri Şekil 5.4’de incelenmektedir. Sinterlenmiş seramiklerde x miktarında ki artış ile birlikte tetragonal fazdan rombohedral faza dönüşmektedir. Bu olay da PZN bileşenin yapısı rombohedral faz yapısına sahip olduğunu göstermektedir.

5.2. Seramikleri Yoğunluk Hesabı ve Mikro Yapı Görüntüsü

Yapılan tüm yoğunluk hesaplarında teorik yoğunluk değeri 8.15 g/cm³ olarak alınmıştır ve seramiklerin göreceli yoğunlukları %98’in üzerinde olduğu görülmüştür.



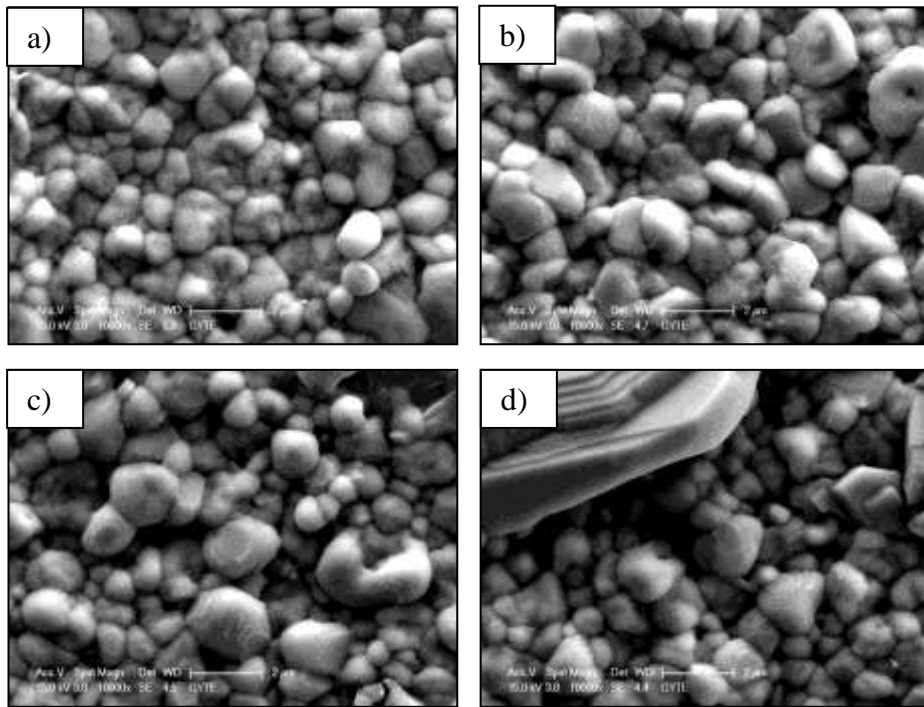
Şekil 5.5: a) 860°C, b)870°C, c)880°C, d)890°C, e)900°C ve f)950°C da 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT ağırlıkça %1 PbO'lu seramiklerin farklı sinterleme sıcaklıklarına göre kıyaslamalı kırık yüzeyden alınan mikroyapı analizleri.

[x PZN- (1-x)PZT] kompozisyonlarının farklı sıcaklıkta ki göreceli yoğunluk ölçümleri %98'in üzerinde olduğu gözlemlendi. Seramiklerde artan PbO oranıyla birlikte yoğunluklarında azalma meydana gelmektedir. Bir başka deyişle eklenen ağırlıkça PbO miktarıyla birlikte yapıda payroklor fazı oluşmuş ve yoğunlukta azalma meydana gelmektedir. En iyi yoğunluk 0.4PZN-0.6PZT seramiğinde elde edilmiştir. PZN miktarı artmasıyla yoğunlukta azalma meydana geldiği gözlenmektedir. XRD'de sinterleme sürecinde oluşan ikincil fazların olması ile açıklana bilmektedir [30].

[xPZN-(1-x)PZT] seramiğinin farklı sıcaklıklarda, PbO ve x değerlerine göre taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile çekilmiş mikro grafikleri Şekil 5.5 ile Şekil 5.7 arasında verilmiştir.

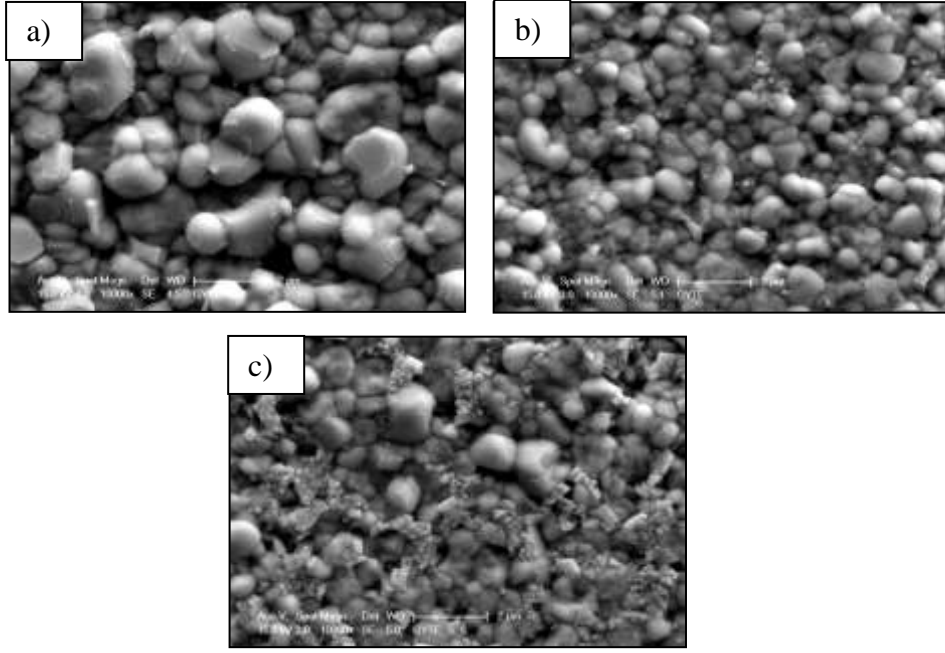
Şekil 5.5’de 0.4PZN-0.6PZT farklı sıcaklıkta sinterlenen seramiklerin kırık yüzeyden alınan mikro yapıların görüntülenmektedir. Sıcaklığın artmasıyla birlikte yapının yoğunlaşma Şekil 5.5d’de en iyi oluşunu göstermektedir. Bunun nedeni olarak PbO’nun 890°C’de ergime sıcaklığına sahip olmasıdır [36]. Sıcaklığın artmasıyla birlikte yapıda oluşan ikincil fazların kaybolmuştur.

Şekil 5.6’da 950°C’de 4 saat sinterlenen farklı oranlarda % PbO’ya sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin mikroyapı analizleri incelendiğinde, yapıda artan PbO fazlası miktarının artmasıyla birlikte yapıda oluşan ikincil fazların miktarının arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 5.6: Farklı PbO oranlarına sahip 950°C’de 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin kırık yüzey SEM görüntüleri; a) %0, b) %0.5, c) %1 ve d) %2.

950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip göre [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinin mikroyapı analizleri Şekil 5.7’de verilmiştir. PZN-PZT seramiğinde $x=0.4$ olduğunda yapıda ikincil fazlar gözlenmezken x miktarının artmasıyla beraber yapıda ikincil fazların arttığı açık olarak gözlenmektedir[30].



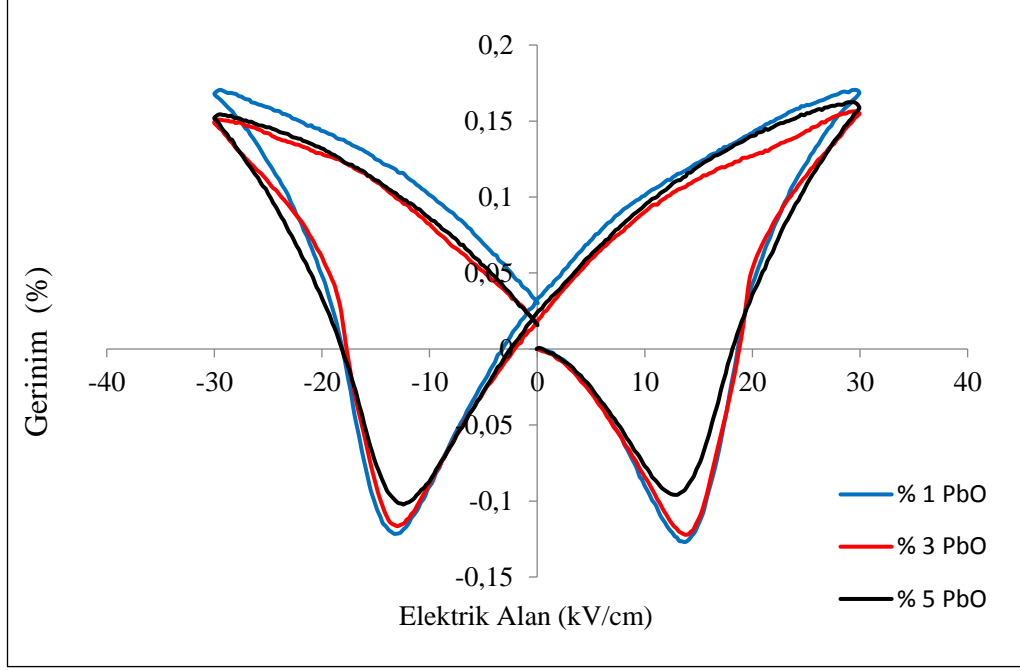
Şekil 5.7: 950°C’da 4 saat sinterlenen [xPZN-(1-x)PZT] ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip seramiklerin kıyaslamalı yüzeyden alınan mikroyapı analizleri: a)x=0.4 b)x=0.5 ve c) x=0.6’dır.

5.3. Elektriksel Ölçümler

Yukarıda bahsedilen seramiklere elektrik alan altında elektriksel ölçümleri; gerinim, polarizasyon, piezoelektrik katsayısı, bağıl dielektrik katsayısı ve dielektrik kayıplarından bahsedilmektedir.

880°C’de 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT seramiğe değişen PbO katkısına göre ölçülen elektrik alana bağlı bipolar % gerinim (strain) (S-E) Şekil 5.8 ile elektrik alana bağlı polarizasyon (P-E) eğrileri Şekil 5.9 verilmektedir.

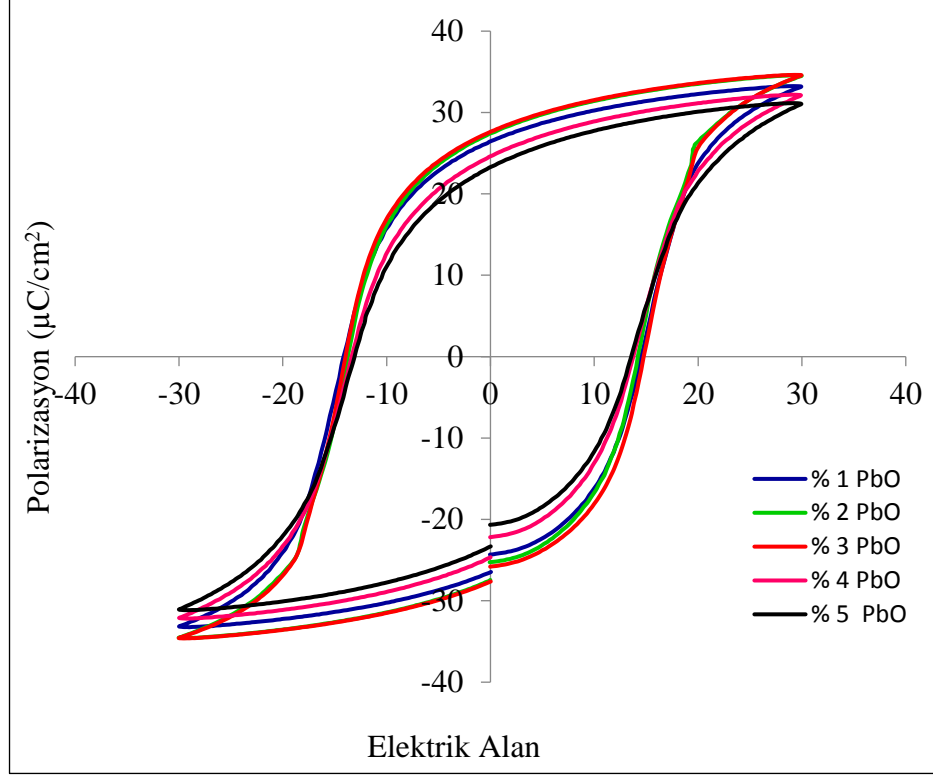
Şekil 5.8’de 880°C’de 4 saat sinterlenen farklı oranlarda ağırlıkça % PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin elektrik alana bağlı olarak % gerinim eğrisi grafiğidir. % gerinim eğrisi artan % PbO fazlasıyla birlikte eğrilerde azalma meydana gelmiştir. Ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip olan seramiğin ortalama % gerinim değeri %S₃₃=%31 değerine sahipken artan PbO miktarıyla birlikte bu değer yaklaşık olarak %S₃₃=%22 değerine kadar azalma göstermektedir.



Şekil 5.8: 880°C’de 4saat sinterlenen farklı oranlarda ağırlıkça % PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin elektrik alana bağlı % gerinim eğrileri.

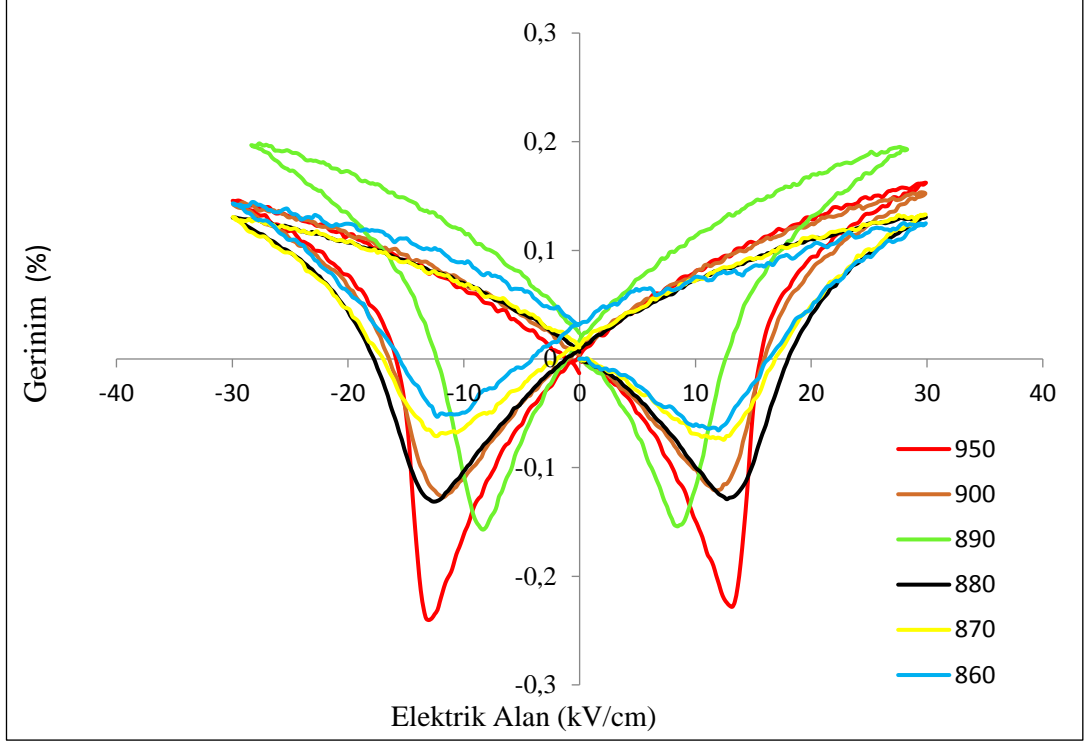
Şekil 5.9’da 880°C’de 4 saat sinterlenen farklı oranlarda ağırlıkça %PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin oda sıcaklığında elektrik alana bağlı polarizasyon eğrisi (histerisiz döngüsü) değişen PbO miktarının bir fonksiyonu olarak karşılaştırılmalı bir biçimde verilmiştir.

Şekil 5.9’de seramiklerde ağırlıkça % PbO fazlasında ki artış ile domain çeviriminde azalmaya gözlemlenmektedir. Ağırlıkça % PbO fazlasına sahip seramiklerde PbO artışı ile ortalama olarak $P_r=26.45 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ’dan $P_r=23.25 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ kadar azalmaktadır. Histerisiz döngüsünde olan azalmayı mikro grafiklerde görüldüğü gibi PbO buharının yapıya çökmesiyle açıklanabilir.



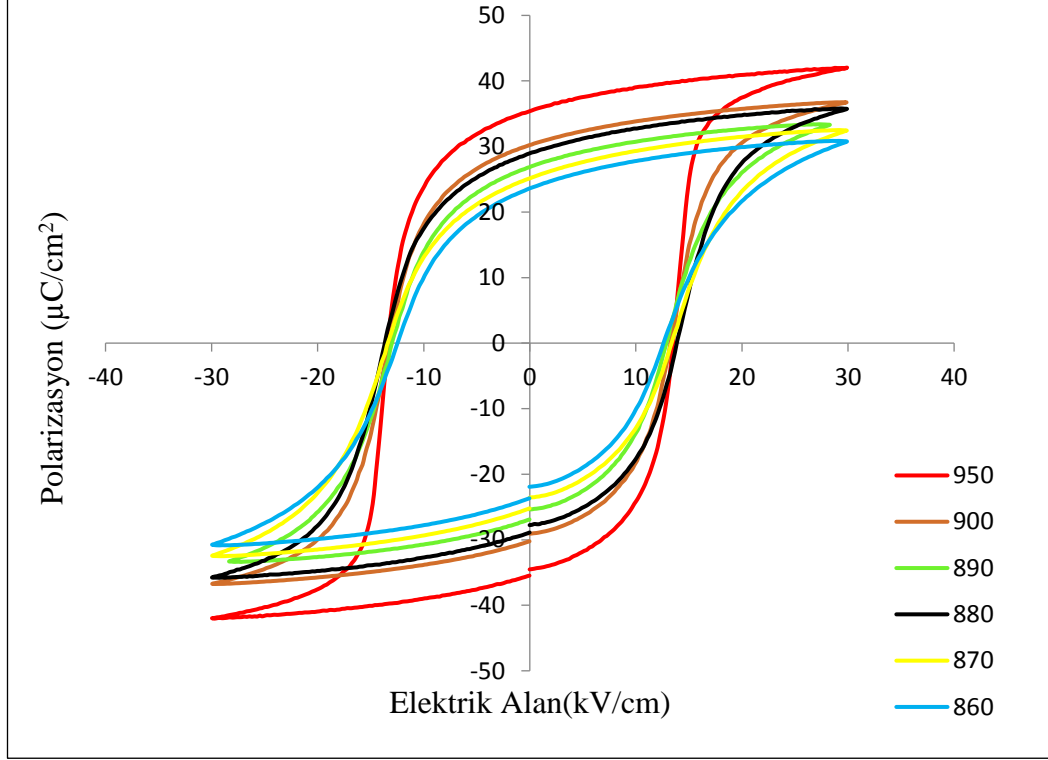
Şekil 5.9: 880 °C’de 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin ağırlıkça farklı miktarlarda ilave edilen PbO oranlarına göre polarizasyon-elektrik Alan (P-E) ölçümleri.

Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin artan elektrik alana bağlı olarak % gerinim eğrisi Şekil 5.10 ve histerisiz döngüsü Şekil 5.11 grafiklerinde verilmektedir. Sinterleme sıcaklığında oluşan artış ile birlikte kalıntı polarizasyon $P_r = 23 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ’den $P_r = 35 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ’den artış göstermektedir ve % gerinim-elektrik Alan (S-E)’de düzgün kelebek eğrisinin olduğunu gözlemlenmiştir.



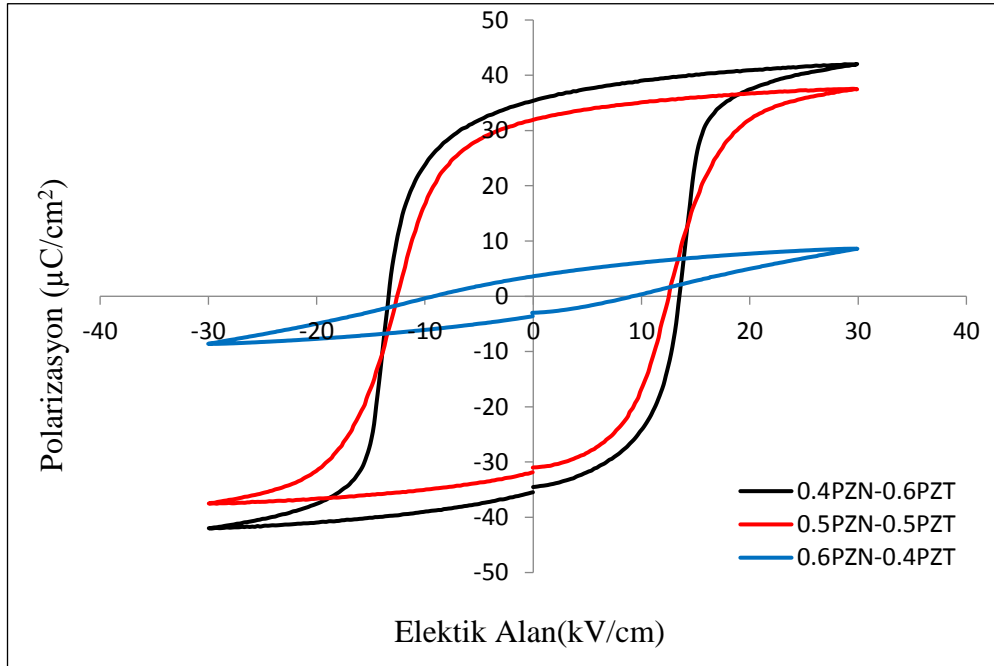
Şekil 5.10: Ağırlıkça %1 PbO içeren 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin farklı sıcaklıklarda-4saat sinterlenen % gerinim-elektrik alan (S-E) karşılaştırılması.

Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin artan elektrik alana bağlı olarak histerisiz döngüsü Şekil 5.11 grafiklerinde verilmektedir.



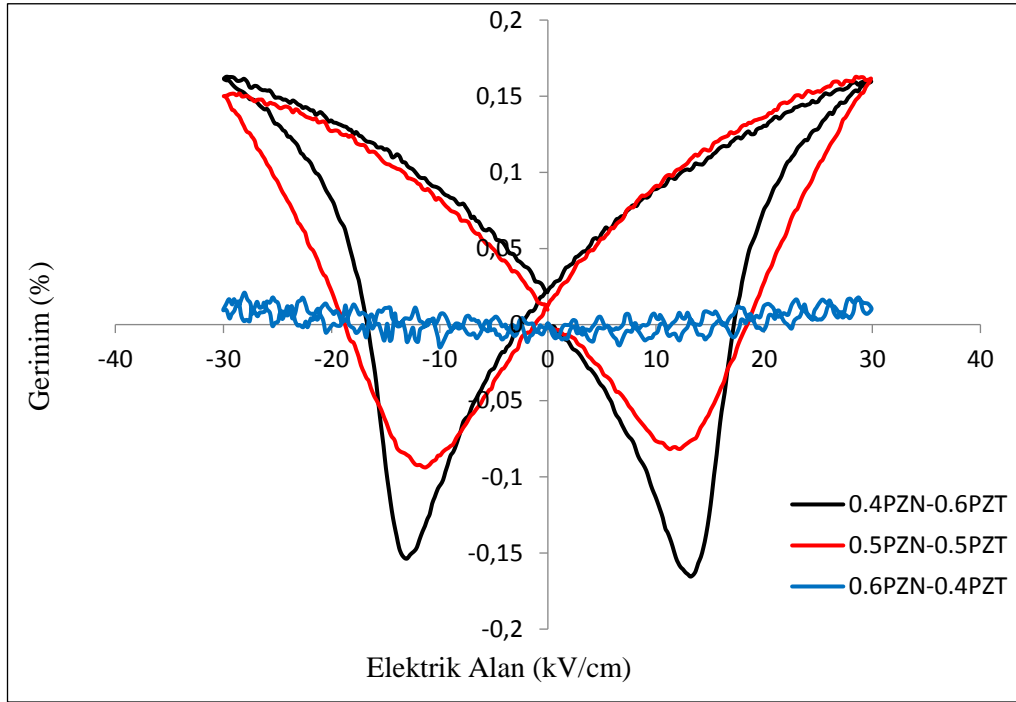
Şekil 5.11: Farklı sıcaklıklarda 4saat sinterlenen ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerinin elektrik alana bağlı polarizasyon eğrileri.

Şekil 5.12 polarizasyon gerinim ölçümleri yapılan farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinin grafikleri verilmektedir.



Şekil 5.12: 950°C'de 4saat sinterlenen [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinin polarizasyon-elektrik alan eğrileri.

Şekil 5.13 de gerinim ölçümleri yapılan farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinin grafikleri verilmektedir.



Şekil 5.13: 950°C'de 4 saat sinterlenen farklı miktarlarda [xPZN-(1-x)PZT] % 1 PbO fazlasına sahip seramiklerinin elektrik alana bağlı % gerinim eğrileri.

950°C'de 4 saat sinterlenen [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin elektrik alana bağlı ve histerisiz döngüleri Şekil 5.12'de ve bipolar gerinim (kelebek eğrileri) Şekil 5.13'de kompozisyonun bir fonksiyonu olarak karşılaştırılmalı bir biçimde verilmektedir. Şekil 5.12'de açıkça görüldüğü üzere x=0.4'de ki döngü yüksek PZN miktarına göre daha iyi doymuş görünmektedir ve $P_r = 35 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ değeri ulaşmaktadır PZN miktarında ki artış domain çevirimini azaltmıştır. İyi doygun histerisiz döngüsünü kare şeklinde olurken PZN miktarında oluşan artış ile birlikte kare şeklinde ki döngü bozulması açıkça gözlenmiştir. Bu olayda istenmeyen ikincil payroklor fazının artmasıyla birlikte döngülerin doygunluklarında azalma gözlenmiştir. Şekil 5.13'de açıkça görüldüğü üzere x=0.4'de ki kelebek eğrileri düzgün olarak gözlenirken PZN miktarında oluşan artış ile göre kelebek eğrinin bozulmaya meydana gelmiştir. Artan PZN miktarıyla birlikte elektriksel değerler azalmaktadır bunu nedeni ise yapıda oluşan ikincil fazlar nedeniyle ölçümlerde azalma meydana gelmiştir.

Piezoelektrik malzemelerin özellikleri yüksek mekanik kalite faktörüyle birlikte yüksek elektromekanik birleştirme faktörü ve düşük dielektrik katsayısı

birleştirilmeleridir. Farklı sıcaklıklarda, farklı oranlarda % PbO ve PZN miktara sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiğinin piezoelektrik ve dielektrik katsayıları Tablo 5.1 ve 5.2 ile Şekil 5.14 ve Şekil 5.17 arasında verilmiştir.

Farklı sıcaklıklarda, farklı oranlarda % PbO ve PZN miktara sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiğine elektrik alan uygulanmasıyla piezoelektrik katsayısını (d_{33}) ölçümlerinin kıyaslamalı grafikleri Tablo 5.1 ve Tablo 5.2’de verilmektedir.

Tablo 5.1: Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin %1 PbO ve %2 PbO fazlasına sahip piezoelektrik katsayısı ölçümleri.

%1 PbO		%2 PbO	
Sıcaklık (°C)	d_{33} (pC/N)	Sıcaklık (°C)	d_{33} (pC/N)
870	354	870	338
880	378	880	364
900	429	900	414
950	464	950	452

Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen ağırlıkça % PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin d_{33} ölçümleri Tablo 5.1’de verilmektedir. Artan sıcaklıkla birlikte d_{33} değeri $d_{33}=326$ pC/N’den $d_{33}=465$ pC/N’ a yükselmektedir fakat artan % PbO oranlarına göre d_{33} değeri azalmaktadır. Literatürde 880°C’de 4 saat sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin $d_{33}=430$ pC/N olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.2: 950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % PbO fazlasına sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin piezoelektrik katsayısı ölçümleri.

%1 PbO		%2 PbO	
x	d_{33} (pC/N)	x	d_{33} (pC/N)
0.4	465	0.4	441
0.5	423	0.5	285
0.6	50	0.6	48

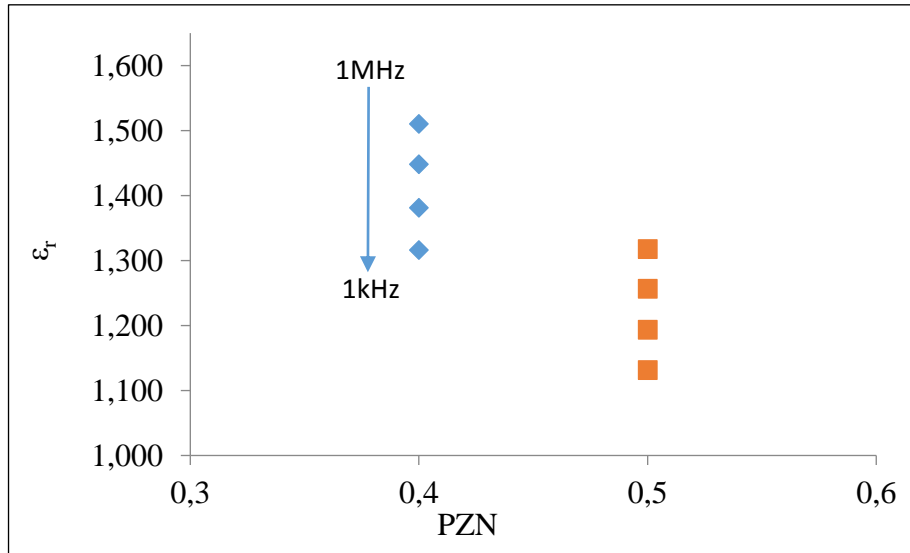
950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % Pb fazlasına sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin piezoelektrik katsayısı ölçümlerinin 30 dakika ve 20kV/cm elektrik alana maruz bırakılarak kutuplanmasıyla oluşan piezoelektrik katsayısı (d_{33}) ölçümleri

ölçümlerinin kıyaslamalı grafiği Tablo 5.2’de gösterilmektedir. Artan PZN ve PbO oranlarıyla birlikte d_{33} ’de azalma meydana gelmiştir. PZN-PZT’nin $x=0.4$ ve ağırlıkça % 1 PbO olduğunda en yüksek değeri $d_{33}=465\text{pC/N}$ ulaşmaktadır.

[xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinde 20kV/mm’de 30 dakika kutuplanmış seramiklerin farklı sıcaklık, PZN ve ağırlıkça % PbO fazlasına sahip karşılaştırmalı d_{33} grafiklerinin genel sonucuna incelenmiştir. d_{33} değerlerinde oluşan farklılıkların yoğunlukta değerlerinde ve mikroyapıda oluşan farklılıklarla açıklanabilmektedir.

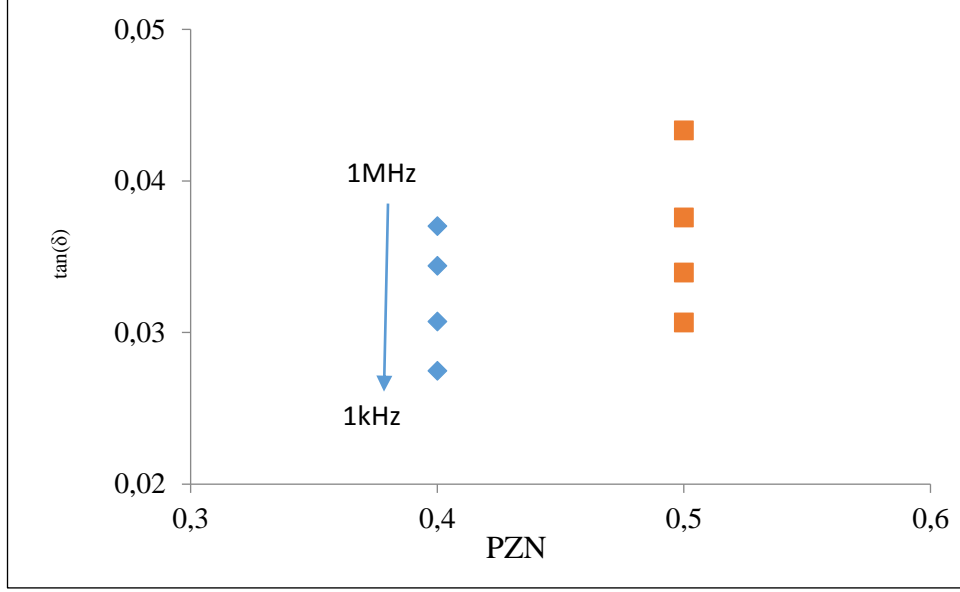
950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin k_p ve Q_m değerleri Eşitlik 1.6 ve 1.7 kullanılarak hesaplanmıştır. Literatürde [xPZN-(1-x)PZT] seramiği k_p ve Q_m değerlerine bakıldığında $k_p=0.4-0.68$ ve $Q_m=750-1000$ arasında raporlanmıştır [33], [37], [38]. Fakat % 1 artık PbO içeren 0.4PZN-0.6PZT seramiğinin $k_p=0.15$ ve $Q_m=1148$ 0.5PZN-0.5PZT seramiğinin $k_p=0.13$ ve $Q_m=2292$ olarak hesaplanmıştır.

Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin 1kHz-1MHz (ok yönünde 1MHz’den 1kHz’ e gitmektedir) arasında alınan bağıl dielektrik katsayısı Şekil 5.14ve dielektrik kayıpları Şekil 5.15’de gösterilmektedir.



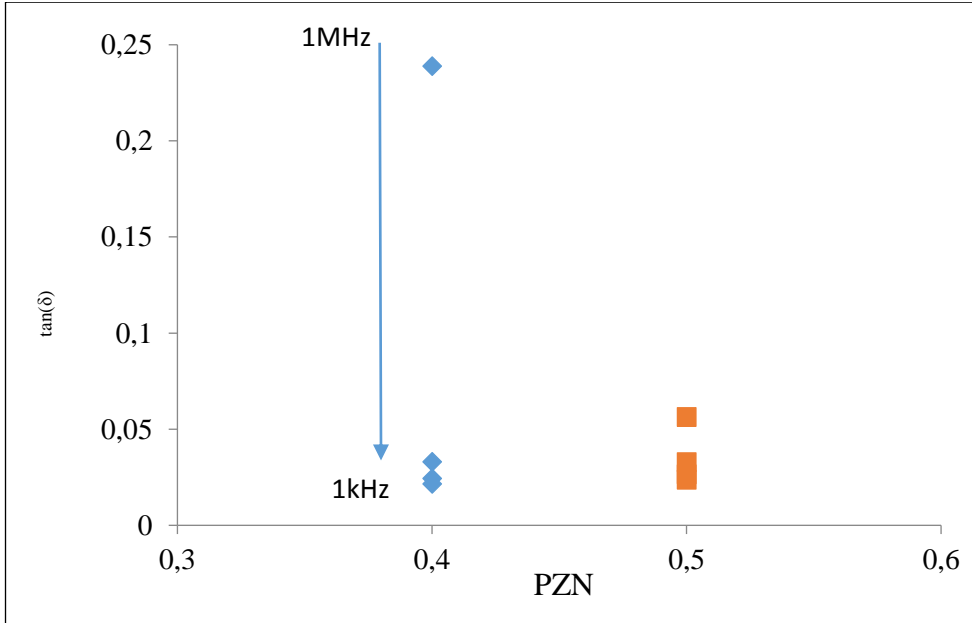
Şekil 5.14: 950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin 1kHz-1MHz arasında alınan bağıl dielektrik katsayısı.

PZN’de oluşan artış ile yapıda oluşan tetragonal fazın azalmasına bağlı olarak bağıl dielektrik katsayısında azalma meydana gelirken dielektrik kayıpları artmaktadır [31].

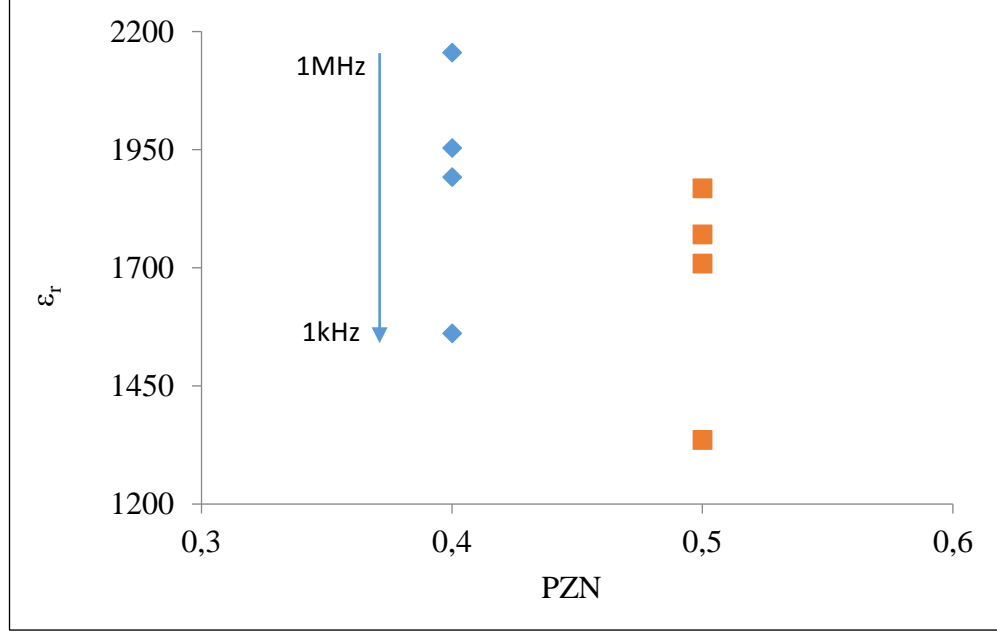


Şekil 5.15: 950°C’de 4 saat sinterlenen ağırlıkça % 1 PbO fazlasına sahip [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin 1kHz-1MHz arasında alınan dielektrik kayıpları.

Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama yapıldıktan sonra 1kHz-1MHz (ok yönünde 1MHz’den 1kHz’ e gitmektedir) arasında alınan bağıl dielektrik katsayısı Şekil 5.16ve dielektrik kayıpları Şekil 5.17’de gösterilmektedir.



Şekil 5.16: Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama yapıldıktan sonra 1kHz-1MHz arasında alınan dielektrik kayıpları.



Şekil 5.17: Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama yapıldıktan sonra 1kHz-1MHz arasında alınan bağıl dielektrik katsayısı.

Kutuplaa sonrası PZN’de oluşan artış ile yapıda oluşan tetragonal fazın azalmasına bağlı olarak bağıl dielektrik katsayısında azalma meydana gelirken dielektrik kayıpları artmaktadır [31].

Tablo 5.3: Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama öncesi ve sonra 1kHz alınan bağıl dielektrik katsayısı ve dielektrik kayıpları.

PZN	Kutuplama Öncesi		Kutuplama Sonrası	
	ε _r	tan(δ)	ε _r	tan(δ)
0.4	1510	2.74	1973	2.15
0.5	1317	3.06	1770	2.36

Ağırlıkça % 1 PbO [xPZN-(1-x)PZT] 950°C’de 4 saat sinterlenen seramiklerin kutuplama öncesi ve sonra 1kHz alınan bağıl dielektrik katsayısı ve dielektrik kayıplarının verileri kıyaslamalı olarak Tablo 5.3’de verilmektedir. Kutuplanan seramiklerin bağıl dielektrik katsayısı ve dielektrik kayıpları artış göstermiştir. Bunun nedeni tek yön boyunca yeniden domainlerin yönelmesinden kaynaklanmaktadır [39]. PZN miktarında artış ile birlikte domain duvarı hareketliliği azalmasından dolayı ε_r’de oluşan azalma tetragonal fazın azalmasıyla birlikte oluşmaktadır [31], [39].

6. GENEL SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında farklı sıcaklık ve farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] ve farklı miktarlarda PbO fazlasına sahip seramiklerin faz analizi, mikroyapı ve elektriksel ölçümleri üzerinde oluşan etkisi araştırılmıştır.

Molce %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramik tozunun farklı sıcaklıklarda 4 saat kalsine edilmesi ile 850°C'de ikincil fazların görünmediği ve perovskit yapıda kristal yapıya sahip olmaktadır. Farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] seramik tozlarının 850°C'de 4 saat kalsine edilmesi ile $2\theta=44-45^\circ$ arasında tetragonal fazdan rombohedral faza geçiş yaptığı gözlemlenmektedir. $x=0.4$ seramik tozu saf perovskit yapıya sahiptir ve yapıda ikincil faz ve payroklor gözlenmemektedir. Kalsinasyon sıcaklığının 850°C'de sabit tutulmuştur, bunun sebebi ise sıcaklığın artmasıyla birlikte tozların sinterlenmeye başlayacaktır çünkü sinterleme işleminin düşük sıcaklıkta yapılacaktır.

Farklı sıcaklıklarda 4 saat sinterlenen ağırlıkça %1 PbO fazlasına sahip 0.4PZN-0.6PZT seramiklerin 950°C'de tetragonal fazın tetragonal ve rombohedral faza ayrılmaktadır.

Farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] seramiklerin 950°C'de 4 saat sinterlenmesi sonucunda yapıda ki x miktarının artışı ile rombohedral faz yapısına sahip olduğu göstermektedir.

[xPZN-(1-x)PZT] seramiklerinin göreceli yoğunlukları incelendiğinde %98 üzerinde olduğu gözlemlendi.

Farklı sıcaklıkta sinterlenen 0.4PZN-0.6PZT ağırlıkça % 1 PbO içeren seramiklerin mikroyapıları analizleri incelendiğinde seramiklerin sıcaklığın artması ile birlikte yoğunlaşma gözlemlenmiş ve ikincil fazların kaybolmuştur. İkincil fazların ortadan kaybolması ile birlikte % Gerinim, Polarizasyon ve d_{33} değerlerinde artış göstermiştir.

950°C'de 4 saat sinterlenen farklı oranlarda [xPZN-(1-x)PZT] ağırlıkça %1 PbO içeren seramiklerin mikroyapı analizinde PZN miktarının artması ile ikincil fazların artması gözlemlenmiştir, bu ikincil fazların oluşumu seramiklerin polarizasyon ve % Gerinimlerinde azalmasına neden olmuştur. Dielektrik kayıpları artış gösterirken dielektrik katsayısı azalmaktadır.

950°C'de 4 saat sinterlenen farklı oranlarda 0.4PZN-0.6PZT ağırlıkça % PbO içeren seramiklerin artan PbO miktarı ile birlikte yapıda ki ikincil fazlar artış gözlemlendi. Bunun nedeni PbO buharının yapıya çökmesi olarak açıklanabilir

KAYNAKLAR

- [1] Smith W. F, (1996), “Malzeme Bilimi ve Mühendisliği”, 3 Baskı, Literatür Yayıncılık.
- [2] Norton M. G, Carter C. B, (2007), “Ceramic Materials- Science and Engineering” 2nd Edition, Springer.
- [3] Moulson A. J., Herbert J. M., (2003), “Electroceramics : Materials Properties Applications” , 2nd Edition, Wiley & Sons Inc.
- [4] Richerson W. D., (2006), “Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design” 3th Edition, Taylor & Francis.
- [5] Newnham R. E., (2005), “Properties of Materials-Anisotropy, Symmetry and Structure”, 6th Edition, Oxford University Press.
- [6] Kao K. C., (2004), “Dielectric Phenomena in Solids: With Emphasis on Physical Concepts of Electronic Processes”, 1st Edition, Elsevier, Inc.
- [7] Web 1, (2015), “<http://www.piezo.com/tech4history.html>”, (Erişim Tarihi: 01/03/2015).
- [8] Akça E., (2010), “Kurşun Esaslı Elektrosamik Tozların Sentezlenmesi, Samiklerin Üretilmesi ve Karakterizasyonları”, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü.
- [8] Web 2, (2015), “<https://www.americanpiezo.com/knowledge-center/piezo-theory/piezoelectric-constants.html>”, (Erişim Tarihi: 20/03/2015).
- [10] Haertling G. H., (1999) “Ferroelectric Ceramics: History and Technology”,*Journal of the American Ceramic Society*, 82(4), 797–818.
- [11] International Ltd. Apc., (2011), “Piezoelectric Ceramics: Principles and Applications”, 2nd Edition, APC International, Ltd.
- [12] Heywang W., Lubitz K., Wersing W., (2008), “Piezoelectricity: Evolution and Future of a Technology”, 1st Edition, Springer.
- [13] Alkoy E. M., Papila M., (2010), “Microstructural features and electrical properties of copper oxide added potassium sodium niobate ceramics”, *Ceramics International* 36(6), 1921-1927.
- [14] Uchino K., (2000) , “Ferroelectric Devices”, 2nd Edition, Taylor & Francis.
- [15] Kaya M. Y., (2010), “Piezoelektrik Samiklerde Elektrik ve Manyetik Alan Etkisiyle Tane Yönlenmesi ve Doku Oluşumunun İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü.

- [16] Tekdaş A. S., (2011), “Kurşun Esaslı ve Kurşunsuz Piezoelektrik Seramik Fiberlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü.
- [17] Izyumskaya N., Alivov Y., Morkoç H., (2009), “Oxides, oxides, and more oxides: high- κ oxides, ferroelectrics, ferromagnetics, and multiferroics”, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 34(3-4), 89-179.
- [18] Smolenskii G. A., Isupov V. A., Krainik N. N., Pasynkov R. E., Sokolov A. I., (1984) “Ferroelectrics and Related Materials”, Gordon and Breach Science.
- [19] Lines M. E., Glass A. M., (1977), “Principles and Applications of Ferroelectrics and Related Materials”, 1st Edition, Oxford.
- [20] Bhalla S.A., Guo R., Roy R., “The perovskite structure – A review of its role in ceramic science and technology”, *Material Research Innovations*, 4(1), 3,26.
- [21] Dragan D., (1998), “Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics”, *Reports on Progress in Physics*, 61(9), 1267.
- [22] Callister W. D., Rethwisch D. G., (2007), “Materials Science and Engineering: An Introduction”, 7th Edition, John Wiley & Sons, Inc
- [23] Izyumskaya N., Alivov Y. I., Cho J. S., Morkoç H., Lee H., Kang S. Y., (2007), “Processing, structure, properties, and applications of PZT thin films”, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 32 (3-4), 111-202.
- [24] Tressler J. F., Alkoy S., Newnham R. E., (1998), “Piezoelectric Sensors and Sensor Materials”, *Journal of Electroceramics*, 2(4), 257-272.
- [25] Dharmaraj N., Kim C. H., Kim H. Y., (2005), “Pb(Zr_{0.5}, Ti_{0.5})O₃ nanofibres by electrospinning”, *Materials Letters*, 59(24–25), 3085-3089.
- [26] Heiber J., Clemens F., Helbig U., Meuron A.de, Soltmann C., Graule T., Hülsenberg D. (2007), “Properties of Pb(Zr,-Ti)O₃ fibres with a radial gradient structure”, *Acta Materialia*, 55(19), 6499-6506.
- [27] Brahmaroutu B., Messing G. L., Trolrier-McKinstry S., Selvaraj U., (2004) “Templated grain growth of textured piezoelectric ceramics”, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 29(2), 45-96.
- [28] Rai R., Sharma S., Choudhary R. N. P., (2005), “Dielectric and piezoelectric studies of Fe doped PLZT ceramics”, *Materials Letters*, 59(29–30), 3921-3925.
- [29] 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.

- [30] Seo S. B., Lee S. H., Yoon, C. B., Park G. T., Kim H. E., (2004), “Low-Temperature sintering and piezoelectric properties of $0.6\text{Pb}(\text{Zr}_{0.47}\text{Ti}_{0.53})\text{O}_3$ - $0.4\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, 87(7), 1238-1243.
- [31] Gao F., Chun-juan W., Xiang-chun L., Chang-sheng T., (2007), “Effect of tungsten on the structure and piezoelectric properties of PZN–PZT ceramics”, *Ceramics International*, 33(6), 1019-1023.
- [32] 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.
- [33] Choi, J. J., Lee J. H., Hahn B. D., Yoon W. H, Park D. S, (2008), “Co-firing of PZN-PZT/Ag multilayer actuator prepared by tape-casting method”, *Materials Research Bulletin*, 43(2), 483-490.
- [34] Lee S. M., Lee S. H., Yoon C. B., Kim H. E., (2007), “Low-temperature sintering of MnO₂-doped PZT–PZN piezoelectric ceramics”, *Journal of Electroceramics*, 18(3), 311-315.
- [35] Zhu W. Z., Kholkin A., Mantas P. Q., Baptista J. L., (2002), “Dielectric response of PZN-based MPB composition doped with lanthanum”, *Materials Chemistry and Physics*, 73(1), 62-69.
- [36] Hou Y. D., Zhu M. K., Wang H., Wang B., Yan H. Tian C. S., (2004), “Piezoelectric properties of new MnO₂-added 0.2 PZN–0.8 PZT ceramic”, *Materials Letters*, 58(9), 1508-1512.
- [37] Ahn C. W, Song H. C, Nahm S., Priya S., Park S. H., Uchino K., Lee H. G., Lee H. J., (2006), “Effect of ZnO and CuO on the sintering temperature and piezoelectric properties of a hard piezoelectric ceramic”, *Journal of the American Ceramic Society*, 89(3), 921-925.
- [38] 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.
- [39] Wang N., Sun Q., Ma W., Zhang Y., Liu H., (2012), “Investigation of La-doped $0.25\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $0.75\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ ceramics near morphotropic phase boundary”, *Journal of Electroceramics*, 28(1), 15-19.

ÖZGEÇMİŞ

Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Lisans bölümünden 2012 yılında mezun oldum. TÜBİTAK'a 112M791 nolu Düşük Sıcaklıkta Sinterlenen Piezoelektrik Seramiklerden İçi Boş Fiberlerin Üretimi, Aygıtların Tasarlanması ve Uygulamaları projesinde çalıştım ve “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” bir bilimsel yayın çıkmıştır. Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimi Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalından 2017 yılında mezun oldum. Özel bir firmada Kalite Mühendisi olarak devam etmekteyim.

EKLER

Ek A: Tez Çalışması Kapsamında Yapılan Çalışmalar

Avdan D., Alkoy M. E., Kaya M. Y., Ünver M. U., Alkoy S., (2014), "Synthesis, Structural and Electrical Characterization of $Pb[(Zn_{1/3}Nb_{2/3})_x(Zr_{0.48}Ti_{0.52})_{1-x}]O_3$ Piezoelectric Ceramics with Low Sintering Temperature", SERES 14 - III. International Ceramic, Glass, Porcelain Enamel, Glaze and Pigment Congress, Eskişehir, 14-17 October.

Avdan D., Alkoy M. E., Kaya M. Y., Ünver M. U., Alkoy S., (2014), "Fabrication of Piezoelectric Ceramic Hollow Fibers with Low Sintering Temperature and Their Characterization", Joint IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectric, International Workshop on Acoustic Transduction Materials and Devices & Workshop on Piezoresponse Force Microscopy (ISAF/IWATMD/PFM), State College, PA, USA, May 12-16 63(6), (907-914),

Avdan D., Alkoy M. E., Kaya M. Y., Ünver M. U., Alkoy S., (2016), "Properties of PZN-PZT Ceramics with Low Sintering Temperature and Their 1-3 Piezocomposites" IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, 63 (6), 907-914. [DOI: 10.1109/ISAF.2014.6922995]