

15

Емкостный dilatометр для измерения магнитострикции, пьезоэлектрического эффекта и коэффициента линейного температурного расширения

© А.Л. Фрейдман¹, С.И. Попков¹, С.В. Семенов¹, П.П. Турчин²

¹ Институт физики им. Л.В. Киренского, ФИЦ КНЦ СО РАН, Красноярск, Россия

² Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия
E-mail: fss4@yandex.ru

Поступило в Редакцию 1 июня 2017 г.

Разработан емкостный dilatометр для измерений магнитострикции, пьезоэлектрического эффекта и коэффициента линейного теплового расширения в диапазоне температур от 1.85 до 350 К, во внешнем магнитном поле вплоть до 90 кОе и внешнем электрическом поле с напряжением до 1 кВ, работающий на базе коммерческой установки по исследованию свойств твердых тел PPMS QD.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.03.45582.16898

Деформация вещества, вызванная изменением внешних условий, отражает многие процессы, происходящие на уровне элементарной ячейки и межатомных взаимодействий. По этой причине список публикаций по теме измерений малых деформаций пополняется по сей день [1], несмотря на то что такие методы существуют уже довольно давно. Актуальность построения новых экспериментальных установок также обусловлена появлением новых задач, которые ставятся перед измерительной техникой. Примером могут служить исследования мультиферроиков, которые проявляют значительные магнитострикционные и пьезоэлектрические свойства. Связь магнитной подсистемы с электрическими свойствами открывает широкие перспективы использования мультиферроиков [2].

Для исследования подобных образцов важно проводить измерения относительной деформации, вызванной влиянием как температуры,

так и магнитного и электрического полей. Кроме того, представляет интерес поведение относительной деформации мультиферроиков при приложении одновременно и магнитного, и электрического полей. Публикации по этому вопросу отсутствуют в литературе, что обуславливает актуальность построения таких измерительных установок.

Задача настоящей работы заключается в разработке емкостного дилатометра для работы на базе измерительной установки PPMS QD, позволяющего проводить измерения магнитострикции, коэффициента линейного температурного расширения и обратного пьезоэлектрического эффекта.

При реализации дилатометрических измерений емкостным методом используется измерительный конденсатор, одна из обкладок которого является подвижной и изменяет свое положение под действием деформации образца относительно неподвижной обкладки. При этом изменяется емкость конденсатора. Изменение емкости ΔC можно интерпретировать как изменение расстояния между обкладками Δh .

Нами была разработана дилатометрическая ячейка (рис. 1), адаптированная для использования в измерительной системе PPMS QD. Конструкция измерительной ячейки схожа с конструкциями, представленными в работах [3,4]. Однако имеются и отличия, главное из которых состоит в наличии дополнительных токоподводящих контактов для измерения деформации образца, вызванной приложением внешнего электрического поля, и другой организации гальванической развязки между подвижной обкладкой, ее подвесной пружиной и корпусом ячейки. Конструкция ячейки представлена на рис. 1, *b*.

Образец располагается на столике 1. Столик совмещен с корпусом измерительной ячейки 2 резьбовым соединением $M5 \times 0.5$. Оптимальная высота столика (зазор между столиком и подвижной обкладкой конденсатора 3 достигается путем его вращения. Для установки точного положения столика предусмотрена передача вращения через редуктор, который зацепляется с зубчатым колесом 4. Гайка 5 служит для фиксации зубчатого колеса. После выполнения настройки высоты столика достигнутое положение фиксируется контргайкой 6. Подвижная обкладка 3 подвешена на пружине мембранного типа 7, которая крепится с помощью гайки 8. Для исключения электрического контакта между подвижной обкладкой и корпусом измерительной ячейки предусмотрены полиимидные прокладки 9. Подвижная обкладка находится внутри кольца 10. Неподвижная обкладка 11 вклеена в

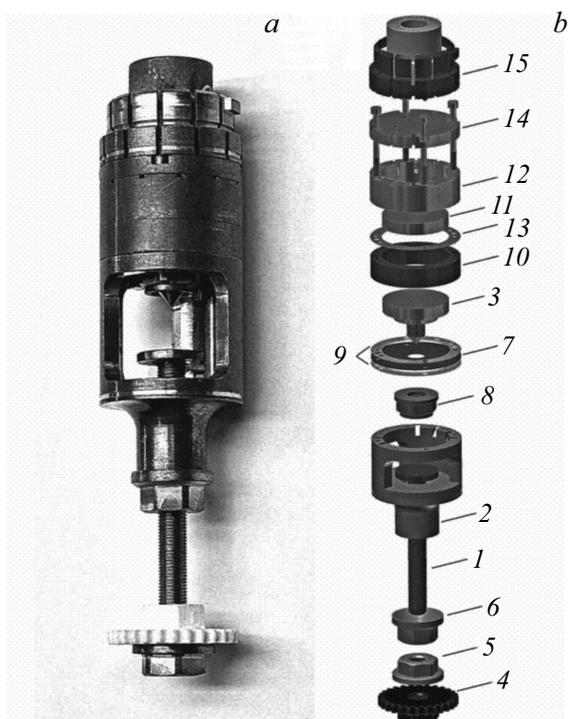


Рис. 1. Внешний вид измерительной dilatометрической ячейки (*a*) и ее состав (*b*). 1 — столик с образцом, 2 — корпус измерительной ячейки, 3 — подвижная обкладка, 4 — зубчатое колесо, 5 — гайка зубчатого колеса, 6 — контргайка столика с образцом, 7 — мембрана, 8 — гайка подвижной обкладки, 9 — прокладка полиимидная, 10 — кольцо подвижной обкладки, 11 — неподвижная обкладка, 12 — кольцо неподвижной обкладки, 13 — прокладка медная, 14 — переходная пластина, 15 — электрический разъем.

кольцо неподвижной обкладки 12. Для обеспечения изначального зазора между двумя обкладками измерительного конденсатора используется прокладка 13. Переходная пластина 14 служит для крепления электрического разъема 15, адаптированного под электрический разъем установки PPMS QD.

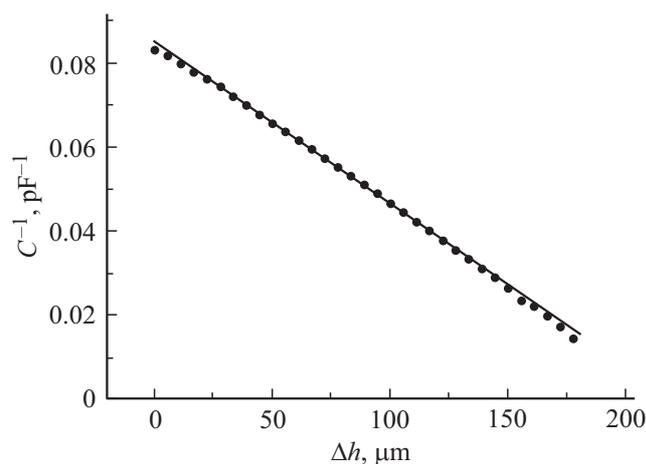


Рис. 2. Зависимость обратной емкости измерительного конденсатора от смещения подвижной обкладки. Точками обозначены экспериментальные данные, прямой — линейная аппроксимация.

Основным материалом измерительной ячейки является медь марки М1, из которой изготовлено большинство деталей. Пружина 7 изготовлена из бериллиевой бронзы БрБ2, неподвижная обкладка 11 вклеена в кольцо 10 при помощи криогенного теплопроводного клея Stycast 2850 FT. Зубчатое колесо 4 изготовлено из пластика.

При измерениях образец зажимается между столиком 1 и подвижной обкладкой 3 с некоторым натяжением мембраны 7 до того состояния, когда емкость измерительного конденсатора окажется в удобном для измерений диапазоне.

Ввиду возможности отклонения емкости измерительного конденсатора от закона плоского конденсатора целесообразно определить коэффициент связи между емкостью измерительного конденсатора и расстоянием между обкладками экспериментально. Результаты калибровочных измерений емкости в зависимости от смещения подвижной обкладки конденсатора представлены на рис. 2. Как видно из рисунка, зависимость обратной емкости измерительного конденсатора от смещения подвижной обкладки несколько отличается от линейного закона в верхнем и нижнем диапазонах, но хорошо согласуется с

ним в промежуточной области. Таким образом, рабочим диапазоном измерительной ячейки является диапазон изменения емкости от 13.5 до 32 pF, что соответствует деформации образца 110 μm . Чувствительность измерительной ячейки составляет 1.85 \AA .

При измерениях коэффициента линейного теплового расширения (КЛТР) деформации подвержен не только исследуемый образец, но и сама измерительная ячейка, так как материал ячейки также деформируется при изменении температуры, вследствие чего измеряемая емкость отражает сумму деформаций образца и ячейки. Для калибровки измерений КЛТР мы, как и авторы других работ [3,5], провели температурные измерения емкости измерительной ячейки с образцами чистых металлов (серебро 99.99%, алюминий 99.995%, медь 99.997%), КЛТР которых известен.

Обратный пьезоэлектрический эффект заключается в деформации образца при приложении внешнего электрического поля. Этот эффект, как правило, очень мал, поэтому мы не смогли найти работы, где были бы проведены такие измерения на емкостном dilatометре. Однако мы зафиксировали этот эффект с помощью разработанного прибора. В качестве образца мы использовали монокристалл алюмобората гольмия $\text{HoAl}_3(\text{BO}_3)_4$, который проявляет гигантский магнитоэлектрический эффект и привлекает большое внимание исследователей [6–8].

Электрическое поле к кристаллу прикладывалось вдоль кристаллографического направления a , деформация измерялась также вдоль этого направления при температуре $T = 4.2 \text{ K}$. Для обеспечения однородности электрического поля к образцу были приклеены обкладки из медной фольги с размером, превосходящим размер кристалла (вставка к рис. 3, a).

На рис. 3, a представлена временная зависимость емкости измерительного конденсатора. Каждая ступень на кривой соответствует изменению приложенного электрического поля на 100 V (кристалл имеет толщину 1 mm вдоль направления приложенного поля). На рис. 3, b приведены относительные и абсолютные значения деформации образца, которые рассчитывались исходя из калибровочных данных (рис. 2).

Как видно, зафиксированное значение абсолютной деформации составило всего $\sim 1.5 \text{ nm}$ при приложении электрического поля 6 kV/cm, что свидетельствует о высокой чувствительности собранного dilatометра.

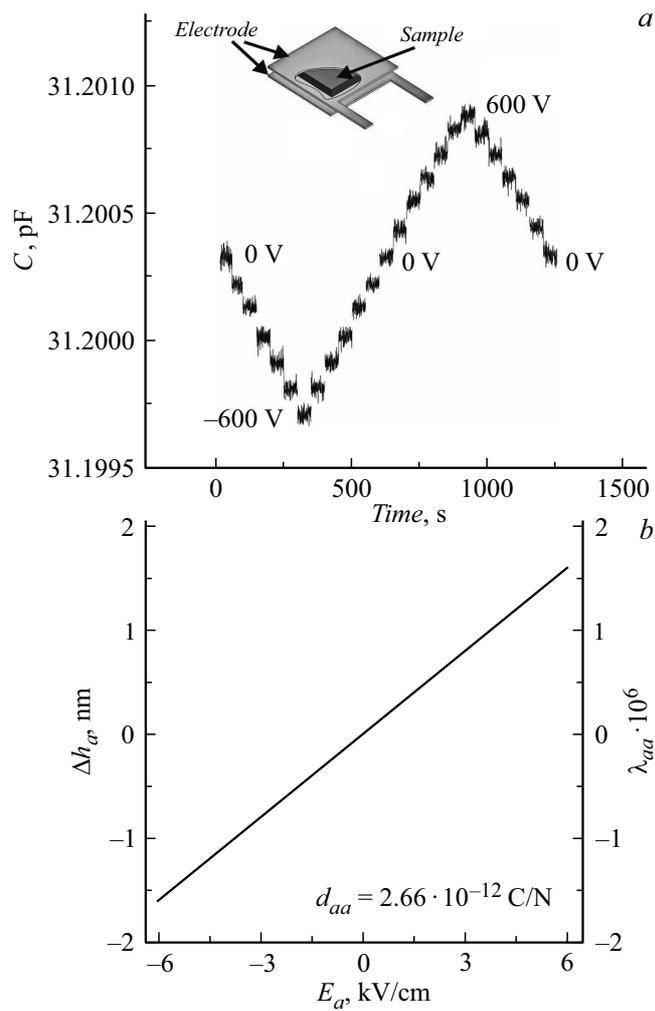


Рис. 3. Экспериментальные данные, полученные для пьезоэлектрического эффекта в $\text{HoAl}_3(\text{BO}_3)_4$ при температуре $T = 4.2 \text{ K}$. *a* — зависимость емкости измерительного конденсатора от времени при ступенчатом изменении приложенного к образцу электрического поля, *b* — абсолютная Δh_a и относительная λ_{aa} деформации монокристалла. На вставке показана схема подготовки образца.

Нами также были осуществлены измерения обратного пьезоэлектрического эффекта на монокристалле $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ при температуре 300 К. Экспериментальные значения пьезоэлектрического модуля d_{14} в этом монокристалле приведены в работе [9]. Авторами [10] исследовано изменение константы d_{14} при проявлении эффектов фотопроводимости, которое лежит в пределах от $1.5 \cdot 10^{-11}$ до $4.2 \cdot 10^{-11}$ С/Н. Значения относительных деформаций кристалла при продольном пьезоэффекте [11] в направлении оси третьего порядка для приведенных величин пьезомодулей d_{14} и при электрических полях 10 кВ/см лежат в пределах $(0.8-2.4) \cdot 10^{-5}$. Абсолютные деформации образца толщиной 1 мм составляют 8–24 нм. В эксперименте нами было получено значение 13 нм.

Таким образом, нами разработан и собран емкостный dilatометр для работы на базе измерительной установки PPMS QD, позволяющий проводить измерения магнитострикции, коэффициента линейного температурного расширения и обратного пьезоэлектрического эффекта, последнее было реализовано впервые на емкостном dilatометре. Dilatометр способен работать при температурах от 1.85 до 350 К, магнитных полях до 90 кОе и электрических напряжениях, приложенных к образцу, до 1 кВ.

Впервые измерен обратный пьезоэлектрический эффект в алюмоборате гольмия $\text{HoAl}_3(\text{BO}_3)_4$ при температуре 4.2 К. Значение пьезомодуля d_{11} составляет $2.66 \cdot 10^{-12}$ С/Н. Полученные данные позволяют провести оценочные расчеты магнитоэлектрического эффекта, вызванного взаимодействием упругих деформаций (магнитострикция и пьезоэлектрический эффект), что поможет объяснить природу магнитоэлектрического эффекта на макроскопическом уровне в семействе редкоземельных парамагнитных боратов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, Правительства Красноярского края, Красноярского краевого фонда поддержки научной и научно-технической деятельности в рамках научного проекта № 16-48-243040, а также при поддержке РФФИ (проект № 16-38-00245).

Список литературы

- [1] *Kuchler R., Stingl C., Gegenwart P.* // Rev. Sci. Instrum. 2016. V. 87. P. 073903.
- [2] *Ramesh R., Spaldin N.A.* // Nature Mater. 2007. V. 6. P. 21–29.

- [3] *Schmiedeshoff G.M., Lounsbury A.W., Luna D.J., Tracy S.J., Schramm A.J., Tozer S.W., Correa V.F., Hannahs S.T., Murphy T.P., Palm E.C., Lacerda A.H., Bud'ko S.L., Canfield P.C.C., Smith J.L., Lashley J.C., Cooley J.C.* // *Rev. Sci. Instrum.* 2006 V. 77. P. 123907.
- [4] *Утюж А.Н., Краснорусский В.Н.* // *ПТЭ.* 2011. № 6. С. 133–136.
- [5] *Kuchler R., Bauer T., Brando M., Steglich F.* // *Rev. Sci. Instrum.* 2012. V. 83. P. 095102.
- [6] *Liang K.-C., Chaudhury R.P., Lorenz B., Sun Y.Y., Bezmaternykh L.N., Temerov V.L., Chu C.W.* // *Phys. Rev. B.* 2011. V. 83. P. 180417(R).
- [7] *Freydman A.L., Balaev A.D., Dubrovskiy A.A., Eremin E.V., Temerov V.L., Gudim I.A.* // *J. Appl. Phys.* 2014. V. 115. P. 174103.
- [8] *Бегунов А.И., Демидов А.А., Гудим И.А., Еремин Е.В.* // *Письма в ЖЭТФ.* 2013. Т. 97. В. 9. С. 611–618.
- [9] *Александров К.С., Сорокин Б.П., Бурков С.И.* Эффективные пьезоэлектрические кристаллы для акустоэлектроники, пьезотехники и сенсоров. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2007. Т. 1. 501 с.
- [10] *Чмырев В.И., Скориков В.М., Ермагов Г.А.* // *ФТТ.* 1980. Т. 22. В. 10. С. 3164–3166.
- [11] *Сиротин Ю.И., Шаскольская М.П.* Основы кристаллофизики. М.: Наука, 1979. 640 с.