

# 铁电测试系统的研制及应用

孟祥达, 田浩, 谭鹏, 王宇, 胡程鹏

(哈尔滨工业大学物理学院, 哈尔滨 150001)

**摘要:** 铁电材料在信息存储, 能量存储, 制冷制热、压电器件、传感器、换能器及声呐等领域具有广泛的应用。铁电材料的自发极化强度等基本性能决定了相应材料应用潜力。因此, 对铁电材料基本性能表征, 对衡量其应用潜力具有重要的意义。目前, 国内还未有国产化的测试系统, 受欧美的限制。从介绍铁电测试原理出发, 重点阐述铁电测试系统的组成、各部件之间的关系、系统的搭建调试以及应用实例分析。填补我国在高端材料和元器件领域性能表征仪器的缺失, 支持测试装备的快速发展。

**关键词:** 铁电测试系统; 铁电材料; 电极化; 压电材料

## Advancement and utilization of a ferroelectric testing system

Tian Hao, Meng Xiangda, Hu Chengpeng, Tan Peng, Wang Yu

(School of Physics, Harbin Institute of Technology, Harbin, 150001, China)

**Abstract:** Ferroelectric materials are extensively utilized in various domains, including information storage, energy storage, refrigeration and heating, piezoelectric devices, sensors, transducers, sonar, and more. The potential applications of ferroelectric materials rely on their fundamental properties, such as the magnitude of spontaneous polarization. Hence, it holds great significance to characterize the fundamental properties of ferroelectric materials for evaluating their application potential. Currently, China lacks a detection system due to restrictions imposed by Europe and America. This text focuses on introducing the principle of ferroelectric testing, the composition of a ferroelectric testing system, the interrelationships between each component, the construction and calibration of the system, as well as the analysis of application examples. By fulfilling the scarcity of performance characterization instruments in the field of high-end materials and components in China, the rapid advancement of testing equipment is being supported.

**Keywords:** Ferroelectric testing system; Ferroelectric materials; Polarization; Piezoelectric materials.

铁电材料指一类具有自发极化的功能材料。由于其性能主要体现为电滞回线，其最初应用于铁电存储器件。又因具有自发极化，因此其除了具有铁电效应外，还具有压电效应、热释电效应、介电效应、电卡效应以及光伏效应。这些效应往往伴随着能量转换，通过这些功能设计的功能器件在许多领域起到至关重要的作用<sup>[1]</sup>。例如：压电效应可以实现机械能与电能的相互转换，因此根据铁电材料的压电效应设计开发的换能器、驱动器、超声器件以及压电传感器等功能器件在医学（B-超等）、航空航天（振动传感器、加速度传感器等）、深海探测（声呐等）等领域具有广泛的应用，为人类的经济、军事和社会发展做出了巨大的贡献<sup>[2-5]</sup>。研究表明，铁电材料的极化是其上述多功能效应性能大小的基本功能单元<sup>[6,7]</sup>。因此，探究铁电材料的极化及其与外加电场的关系对阐明相应铁电材料体系高性能的起源及设计高性能的材料具有重要的科学及应用意义<sup>[8]</sup>。因此，为了表征铁电材料外加电场下的极化响应特性，铁电测试系统应运而生。

21 世纪以来，德国 aixACCT 公司<sup>[9,10]</sup>和美国 Radiant 公司<sup>[10,11]</sup>长期垄断压电测试系统市场。最具代表性的是德国 aixACCT 公司，压电、铁电、热释电等测试功能集成，开发了 TF Analyser 3000 压电材料综合测试分析仪，可以实现铁电电压电材料综合性能测试。而国内科研工作者在相关领域的研究过程中，除了购买上述两家公司的测试设备外，只能自己搭建符合自己特性测试要求的铁电测试系统，并难以实现自动化测试需求。这一现象导致国内相关科研仪器几乎全被 aixACCT 公司和 Radiant 公司垄断。随着欧美国家对我国高端仪器禁售越发严重，国产仪器的匮乏制约了我国压电材料与传感器件研究和发展。因此，亟需发展国产化成熟的铁电材料表征系统，助力国内科研单位科研成果，并填补我国在铁电材料领域表征手段、系统的缺失。

本文从介绍铁电测试原理出发，重点阐述铁电材料测试系统的组成、各部件之间的关系、系统的搭建调试以及应用实例分析。近几年，本文研制的铁电测试系统在国内四川大学、中山大学等 10 余所科研和生产单位应用，打破国外技术垄断，为国内科研事业提供技术支撑。

## 1 铁电测试系统测试原理

对于一般介电材料而言，电极化强度正比于外电场强度，这种现象被称为介电极化。但对于铁电材料，电极化强度  $P$  随着外加电场强度  $E$  是非线性变化的，且电极化与电场之间存在滞后关系。因此，电极化强度  $P$  与外电场强度  $E$  之间的非线性关系就是电滞回线，电滞回线可以表征出材料的铁电性。电滞回线中包含了铁电材料丰富的铁电性能信息，包括饱和极化强度  $P_{\max}$ ，剩余极化强度  $P_r$ ，自发极化强度  $P_s$ ，以及矫顽场  $E_c$ ，如图 1 所示。

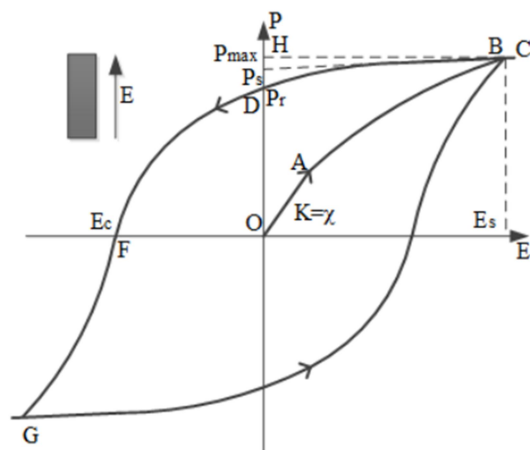


图 1 电滞回线

电滞回线的测量方法主要通过分别测量施加在材料两端的电压  $U$  以及随电压变化的电荷量  $Q$  的值，并结合制成平板电容器的样品的面积与厚度计算得到极化强度  $P$  和电场强度  $E$  的关系。本系统采用 Sawyer-Tower 回路法<sup>[12]</sup>计算样品两端的电荷量  $Q$ 。其包含两种测试方法，分别为电容-电容串联法以及电容-电阻串联法。

(1) 电容-电容串联法

首先，试样的两端镀有银极，此时试样每一端等电势，如图 2 所示，此时试样可以看作一个表面积为  $A_x$ ，极间距为  $d_x$  的电容  $C_x$ ，且其内部电场为匀强电场，场强为  $E$ ，已知电容  $C_0$  称为参考电容并与样品串联，并连接在高压电源上。

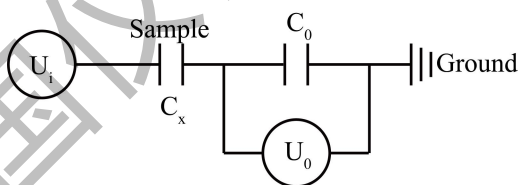


图 2 电容-电容串联法电路

由于串联的电容储存的电量相等，可知：

$$Q_{C_0} = C_0 \times U_o = C_x \times (U_i - U_o) = Q_{C_x} \quad (1)$$

由于参考电容  $C_0$  数值远远大于试样电容  $C_x$ ，且两者数值上大约相差 5 个数量级，根据公式可知：加在试样两端的电压约为  $U_i$ ，即：

$$U_o \ll U_i \text{ 且 } (U_i - U_o) \approx U_i \quad (2)$$

那么，加在试样上的场强  $E$  大小为：

$$E = \frac{U_i - U_o}{d_x} \approx \frac{U_i}{d_x} \quad (3)$$

在同一电介质内（其介电常数为 $\epsilon$ ），根据电场中的高斯定理可知：

$$\oint_S D dS = \sum_i Q_i \quad (4)$$

公式中， $D$  表示电位移，是一个用于简化计算的辅助物理量，无实际物理意义，且：

$$D = \epsilon E = (\chi + 1)\epsilon_0 E = P + \epsilon_0 E \quad (5)$$

公式说明了穿过一个闭合曲面  $S$  的电位移通量，数值上等于该曲面所包含的总电量  $Q$ ，可知：

$$D = \frac{Q}{A_x} = \frac{U_o C_0}{A_x} \quad (6)$$

由于一般铁电材料的电极化率 $\chi \gg 1$ ，根据公式可知：

$$P \approx D = \frac{U_o C_0}{A_x} \quad (7)$$

最终通过公式可以计算出场强  $E$  和电极化强度  $P$ ，从而可以绘制出电滞回线。此方法的主要优势在于巧妙地利用了串联电容电量相等这一原理，使测量及计算过程充分简化。

## (2) 电容-电阻串联法

电容-电容串联法的测量及计算过程十分简单，但是在实际测试过程中，对参考电容的精度要求较高，因此我们将电容-电容串联法进行改进，将参考电容更换为精度更高的电阻，对回路中样品的电位移进行表征，其原理如图 3 所示。

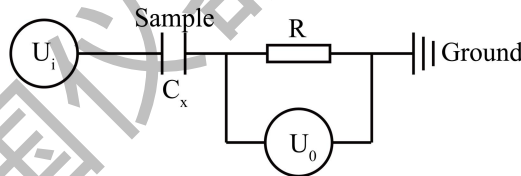


图 3 电容-电阻串联法电路

根据 RC 电路有：

$$I = \frac{U_0}{R} \quad (8)$$

$$Q = \int I(t) dt \quad (9)$$

又电位移  $D$  为：

$$D = \frac{Q}{A} \quad (10)$$

$$D = P + \epsilon_0 E \quad (11)$$

两式联立，得：

$$P = D - \varepsilon_0 E = \frac{Q}{A} - \varepsilon_0 E \quad (12)$$

最终通过公式可以计算出电极化强度  $P$ ，进而绘制出电滞回线，即样品两端的电场  $E$  与极化强度  $P$  的关系。

## 2 铁电测试系统技术路线

测试系统结构如图 4 所示，系统分别由上位机 PC 及软件、温度控制组件、系统主机、高压放大器以及高低温夹具 5 部分组成。其连接关系如图 4 所示，控制计算机通过串口线连接系统主机，实现输出信号的软件控制及采集信号的收集和处理；同时与温度控制装置连接，进行测试温度、升降温速率的设定和调控，实现高低温样品夹具装置中的样品在不同温度下的铁电性能的表征。其中，控制及数据采集软件安装在 PC 中，实现测试电压、频率、样品厚度、样品面积等参数的设定并控制 DSP 处理器进行信号发生及采集。由系统主机中的 DSP 主机的 DAC 模块产生测试系统的激励信号，并经过高压放大器进行放大后，传导至样品夹具，对被测样品进行激励，并通过测试夹具将受激电流、电压信号转导至系统主机，经系统主机中电流采样放大电路将受激信号放大后由模数转换模块转换为数字信号，通过通讯端口送入计算机中进行处理运算，最后得到电滞回线及极化、矫顽场等参数，并显示在控制及数据采集软件上，如图 4 所示。

温控装置运行原理图如图 4 所示，系统分为 3 个部分，分别为温度控制装置，安装在计算机上的控制及数据采集软件，夹具加热装置以及温度传感器。首先在安装于计算机中的数据采集软件界面设定测试温度及升降温速率，通过串口线对温度控制装置进行调控，最后使夹具加热装置升降温至目标温度，同时使样品夹具处于响应测试温度，通过铁电测试系统对样品在某一温度下进行铁电性能的表征。

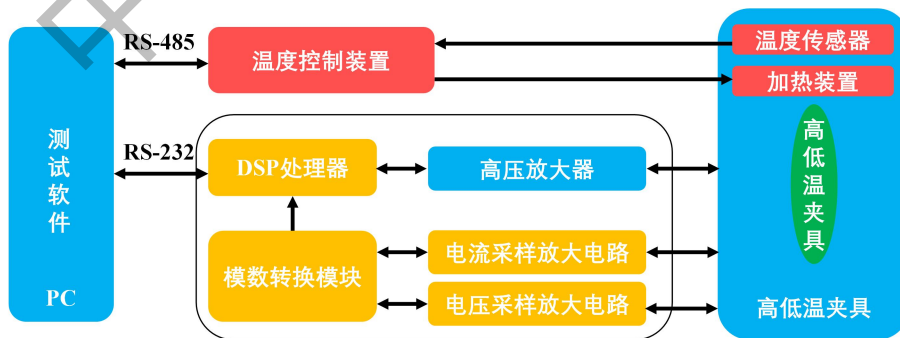


图 4 铁电测试系统结构框图

主控采用德州仪器 TMS320F28377D32 位浮点单、双核 DSP 处理器。主频 200MHz，拥有 2x 32Kx 16bit Boot-Rom/Secure-Rom 存储器。片内 1MB，外扩 512Kx16bit NOR FLASH

存储器，片内 204KB，外扩 256Kx16bit SRAM。有 3 个 12bit 缓冲数模转换器(DAC)。4 个模数转换器(ADC)。16 位模式下。每个模数转换器的吞吐量为 1.1MSPS。12 位模式下每个转换器的吞吐量为 3.5MSPS。通讯外设包含 1 路 USB2.0, 2 路 CAN 以及 4 路串行通讯接口。铁电测试系统的激励信号由主控 DSP 的 DAC 模块产生，经过放大处理后给高压放大器，对被测样品进行激励。激励电压和电流的测量则经过衰减、放大后由 ADC 模块转换为数字信号，通过通讯端口送入 PC，进行处理运算，最后得到电滞回线以及极化、矫顽场等参数。

激励信号由主控 DAC 模块将数字信号转换为模拟信号，经过差分放大、电压放大以及电压跟随缓冲后输出（如图 5 所示）。信号放大采用精密运算放大器 OPA277。OPA277 具有 10 $\mu$ V 超低偏移电压， $\pm 0.1\mu$ V/ $^{\circ}$ C 超低漂移，134dB 高开环增益，140dB 高共模抑制，130dB 高电源抑制。电压、电流采样放大采用精密整流放大形式，其原理图如图 6 与图 7 所示。其中电压采样放大电路由于主控 DSP 的 ADC 只能做正电压的模数转换，所以本系统将被测电压的正向信号直接放大，送入一路 ADC，而负向电压则进行整流翻转成正电压后送给另一路 ADC，最终实现电压放大及采样，精密整流和增益可达 1 倍。电流放大电路工作原理与电压放大电路基本相同，都是采用精密整流的形式，电流放大部分增益可达 3 倍。

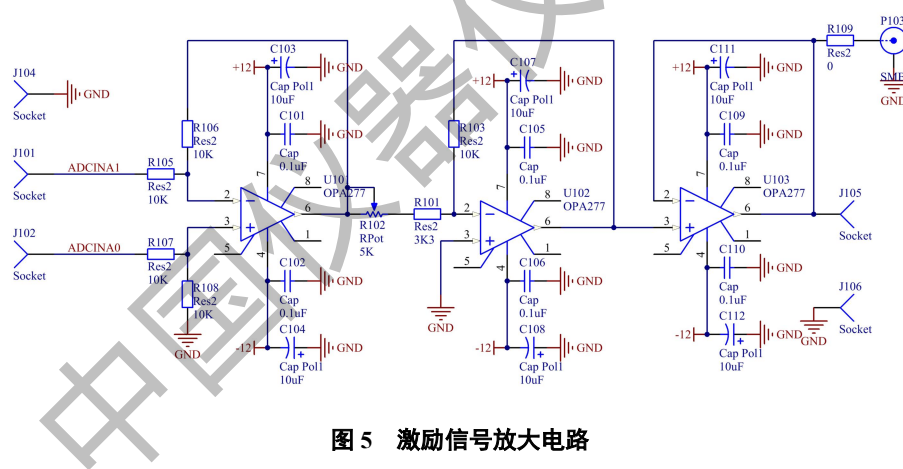


图 5 激励信号放大电路

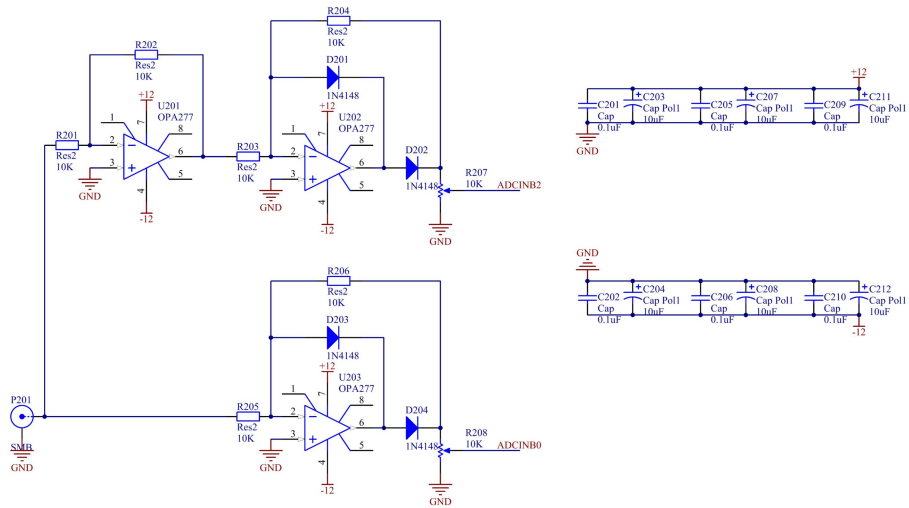


图 6 电压采样放大电路

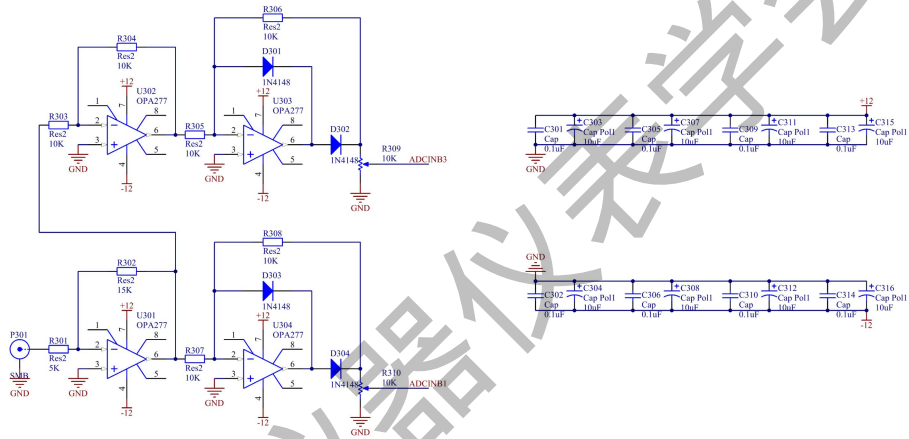


图 7 电流采样放大电路

### 3 铁电表征系统性能

至此，完成了铁电测试系统的搭建，表征系统实物图及测试软件界面截图分别如图 8 及图 9 所示。图 8 中从左至右、从上至下分别为样品夹具、高压放大器、系统主机以及 PC 和软件。测试软件中显示的四幅曲线图分别为样品两端电压与时间的关系、样品的极化强度与样品两端电场强度的关系曲线、回路中电流随时间的变化曲线以及回路中电流与样品两端电压的关系。



图 8 铁电测试系统实物图

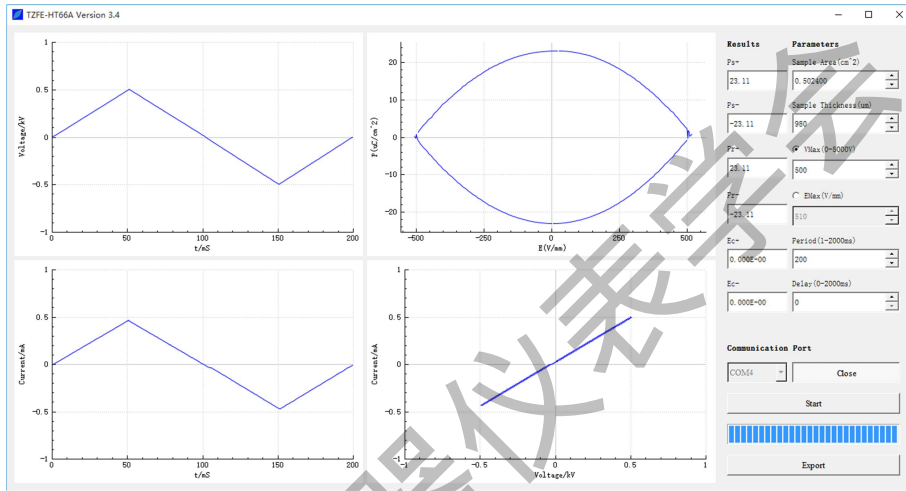


图 9 铁电测试系统软件界面图

为了解仪器性能，测试了阻值为  $1\text{ M}\Omega$  的电阻。当测试样品为电阻时，P-E 曲线测试结果如图 9 所示，为类似眼睛的曲线图样。而在测试过程中，表征系统可以得到回路中的电流及测试电阻两端的电压值，进而可以得到测试电阻的 I-U 曲线图，如图 10 所示。通过电阻的 U-I 曲线，即可求得样品的阻值为  $1.005\text{ M}\Omega$ ，与已知的测试电阻阻值接近。其中误差来源主要由参考电阻的分压以及测试电阻的误差导致。综上所述，开发的铁电测试系统的精确度可达 5% 左右，完全满足测试需求。



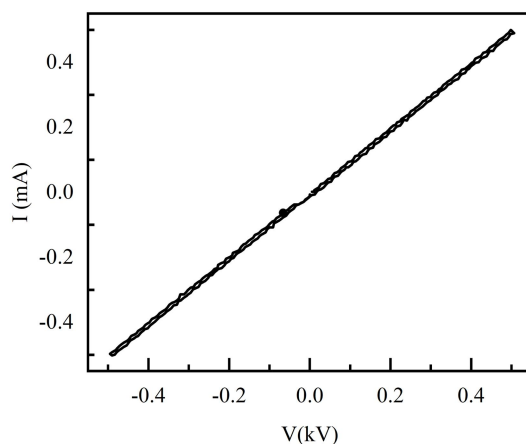


图 10 1 MΩ电阻 I-U 曲线图

综合考虑高压放大器以及系统主机的性能，本系统的指标如下：

- (1) 输出电压为三角波，其最大输出电压为 $\pm 5$  kV；
- (2) 测试频率范围：1~1000 Hz；
- (3) 电流范围：1~ $10^4$   $\mu$ A。

#### 4 应用实例

利用自建的铁电测试系统测量了锆钛酸铅陶瓷的电滞回线。被测样品为圆片状的陶瓷样品，如图 11 所示，其直径为 8.00 mm，厚度为 1.00 mm。将样品的尺寸与厚度输入测试软件后，测量了锆钛酸铅陶瓷样品的电滞回线，如图 12 所示。其中，测试电压为三角波，峰峰值为 5000 V，周期为 5000 ms，对应电场强度的峰峰值为 5000 V/mm。锆钛酸铅陶瓷样品具有饱和的、闭合的电滞回线，其正向电场下的饱和极化强度为 30.68  $\mu$ C/cm<sup>2</sup>，剩余极化强度为 29.42  $\mu$ C/cm<sup>2</sup>，矫顽场为 1073 V/mm；负向电场下的饱和极化强度为-30.68  $\mu$ C/cm<sup>2</sup>，剩余极化强度为-28.82  $\mu$ C/cm<sup>2</sup>，矫顽场为-1203 V/mm。结果表明该样品具有由组分等因素不均匀导致的内电场。

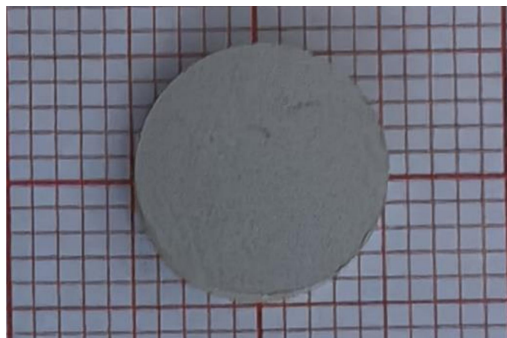


图 11 锆钛酸铅陶瓷样品图

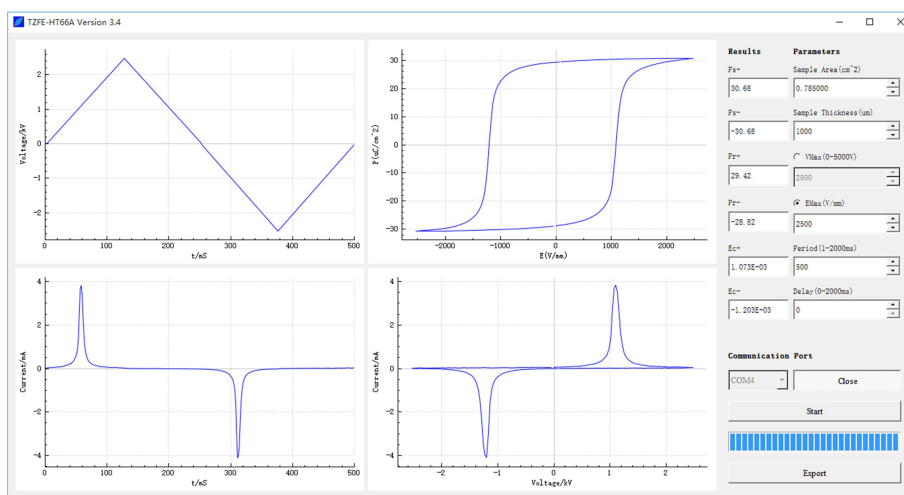


图 12 锆钛酸铅陶瓷样品电滞回线测试图

上述应用实例说明，利用铁电测试系统可以实现典型的铁电陶瓷材料的表征。此外，本测试系统已经开发完成，并实现应用推广，包括中山大学、四川大学等高校及研究所，打破了国外设备的垄断，为国内科研院所的科研事业提供了技术支撑。

## 5 结论

基于改进的 Sawyer-Tower 回路法，自主研发了一套铁电测试系统。与国外仪器相比，尽管目前还无法进行薄膜样品的表征，但是在块体样品测试方面，其性能已经可以满足大部分铁电样品的测试需求。有望建立相关测试标准及操作规范，服务相关研究项目，完成了国家级人才计划、国家重点研发计划以及国家自然科学基金项目等任务。此外，实现了铁电测试系统的应用推广，打破了欧美国家高精尖测试表征设备的垄断，助力国内 10 余所科研院所的科研工作。

### 参考文献:

- [1] Sun E, Cao W. Relaxor-based ferroelectric single crystals: Growth, domain engineering, characterization and applications[J]. Prog. Mater. Sci., 2014, 65: 124-210.
- [2] Narayan B, Malhotra J S, Pandey R, et al. Electrostrain in excess of 1% in polycrystalline piezoelectrics[J]. Nat. Mater., 2018, 17: 427-431.
- [3] Li F, Lin D B, Chen Z B, et al. Ultrahigh piezoelectricity in ferroelectric ceramics by design. Nat. Mater., 2018, 17: 349.
- [4] Zhang S, Li F, Jiang X, et al. Advantages and challenges of relaxor-PbTiO<sub>3</sub> ferroelectric crystals for electroacoustic transducers-A review[J]. Prog. Mater. Sci., 2015, 68: 1-66.

- [5] Guo R, Cross L E, Park S E, et al. Origin of the high piezoelectric response in  $\text{PbZr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ [J]. *Phys. Rev. Lett.*, 2000, 84(23): 5423.
- [6] Li F, Zhang S, Yang T, et al. The origin of ultrahigh piezoelectricity in relaxor-ferroelectric solid solution crystals[J]. *Nat. Commun.*, 2016, 7: 13807.
- [7] Zheng L M, Yang L Y, Li Y R, et al. Origin of Improvement in Mechanical Quality Factor in Acceptor-Doped Relaxor-Based Ferroelectric Single Crystals[J]. *Phys. Rev. Appl.*, 2018, 9: 064028.
- [8] Koruza J, Bell A J, Frömling T, et al. Requirements for the transfer of lead-free piezoceramics into application[J]. *J. Materiomics*, 2018, 4: 13-26.
- [9] Tai D, Zhao X, Zheng T, et al. Establishing a Relationship between the Piezoelectric Response and Oxygen Vacancies in Lead-Free Piezoelectrics[J]. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2023, 15(30): 36564-36575.
- [10] Hu C, Meng X, Zhang M, et al. Ultra-large electric field-induced strain in potassium sodium niobate crystals[J]. *Science Advances*, 2020, 6: eaay5979.
- [11] Yang L, Huang H, Xi Z, et al. Simultaneously achieving giant piezoelectricity and record coercive field enhancement in relaxor-based ferroelectric crystals[J]. 2022, 13: 2444.
- [12] 曾亦可,刘梅冬,王培英,等.铁电薄膜电滞回线测量研究[J]. *功能材料*, 1998, 29(6): 600-603.