

# Untersuchung piezoelektrischer Materialeigenschaften unter hydrostatischer Last

Olga Friesen<sup>1</sup>, Muhammad Ahsan Pasha<sup>1</sup>, Max Schwengelbeck<sup>1</sup>,  
Leander Claes<sup>1</sup>, Elmar Baumhögger<sup>2</sup> und Bernd Henning<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universität Paderborn, Elektrische Messtechnik, 33098 Paderborn, Deutschland, E-Mail: [friesen@emt.uni-paderborn.de](mailto:friesen@emt.uni-paderborn.de)

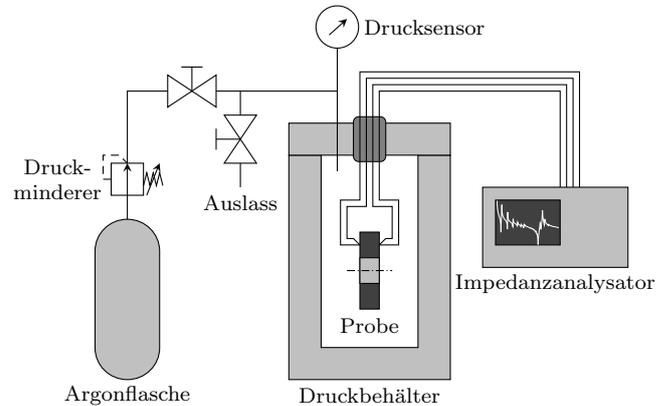
<sup>2</sup> Universität Paderborn, Technische Thermodynamik, 33098 Paderborn, Deutschland

## Motivation

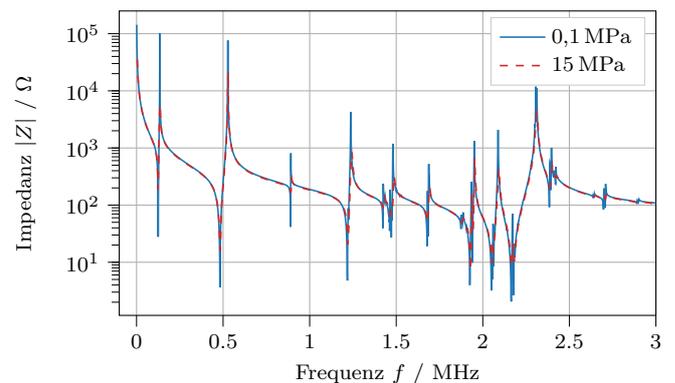
Piezoelektrische Keramiken werden sowohl in Sensoren als auch in Aktoren eingesetzt. In Hochleistungs-Ultraschallanwendungen sind diese Komponenten erheblichen elektrischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt, was zu nichtlinearen Effekten führt. Um das nichtlineare Materialverhalten von piezoelektrischen Keramiken zu charakterisieren, kann eine statische mechanische Last aufgebracht werden, welche den mechanischen Arbeitspunkt verschiebt. Durch Variation der statischen mechanischen Belastung ist eine Charakterisierung des linearen Verhaltens in jedem Arbeitspunkt möglich. Auf dieser Grundlage können die nichtlinearen Eigenschaften des Materials angenähert werden. Die Realisierung einer homogenen mechanischen Belastung gestaltet sich jedoch anspruchsvoll [1]. Eine Alternative stellt eine hydrostatische Belastung dar, die durch ein unter hohem Druck stehendes Fluid hervorgerufen wird. Dadurch wird eine gleichmäßige Lastverteilung über die Oberfläche der Probe erreicht. Ein derartiger Aufbau wird verwendet, elektrische Impedanzen harter piezokeramischer Ringe unter variierender hydrostatischer Last zu messen. Basierend auf diesen Messungen können im nächsten Schritt die Materialparameter in jedem Arbeitspunkt geschätzt werden. Historisch gesehen wurden die Materialparameter mithilfe des IEEE-Standards für Piezoelektrizität [2] bestimmt. Die hier beschriebene Methode liefert einen alternativen Ansatz zur Bestimmung aller Parameter in einem inversen Verfahren basierend auf Messungen der elektrischen Impedanz an einer einzelnen piezokeramischen Probe [3, 4].

## Experimentalaufbau

Der experimentelle Aufbau zur Messung der elektrischen Impedanz piezokeramischer Proben unter veränderlicher hydrostatischer Belastung ist schematisch in Abbildung 1 dargestellt. Der Prüfling befindet sich in einem speziellen Druckbehälter, welcher ursprünglich für präzise Schallgeschwindigkeitsmessungen entwickelt wurde [5], und wird über eine Leitungsdurchführung kontaktiert. Dadurch ist es möglich, eine Impedanzmessung mit einem Impedanzanalysator (E4990A, Keysight Technologies, USA) nach dem Vierleitermessprinzip durchzuführen. Mithilfe eines Druckminderungsventils wird Argon in den Druckbehälter gelassen, bis der gewünschte Druck innerhalb des Behälters erreicht ist. Während einer laufenden Impedanzmessung wird diese hydrostatische Belastung aufrechterhalten. Der Druck sowie die Temperatur im Behälter wird dabei mithilfe entsprechender Sensoren erfasst. Auf diese Weise können Impedanzmessungen im Belastungsbereich von 0,1 MPa bis 15 MPa in 1 MPa-



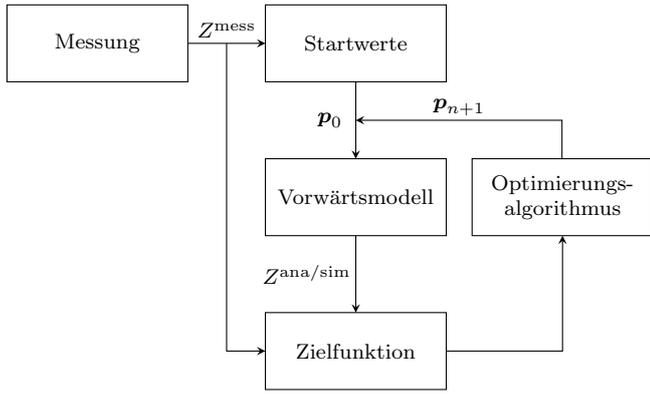
**Abbildung 1:** Schematische Darstellung des Experimental-aufbaus zur Impedanzmessung unter hydrostatischer Belastung.



**Abbildung 2:** Gemessene elektrische Impedanz bei 0,1 MPa und bei 15 MPa.

Schritten bei ca. 20 °C durchgeführt werden. Im Rahmen dieser Untersuchung wurde ein harter piezokeramischer Ring (PIC181, PI Ceramic) mit einem Außenradius von 6,35 mm, einem Innenradius von 2,6 mm und einer Dicke von 1 mm untersucht.

Abbildung 2 zeigt beispielhaft zwei Messungen der elektrischen Impedanz der Probe bei 0,1 MPa und bei 15 MPa im Vergleich. Deutlich zu erkennen sind Resonanzstellen, die sich im Betrag der elektrischen Impedanz als ein lokales Minimum (Resonanzfrequenz) gefolgt von einem lokalen Maximum (Antiresonanzfrequenz) zeigen. Eine erste Analyse zeigt, dass der hydrostatische Druck primär die Ausprägung dieser Resonanzstellen beeinflusst, nicht aber deren Position.



**Abbildung 3:** Schematische Darstellung des inversen Verfahrens zur Schätzung der Parameter von piezokeramischen Materialien.

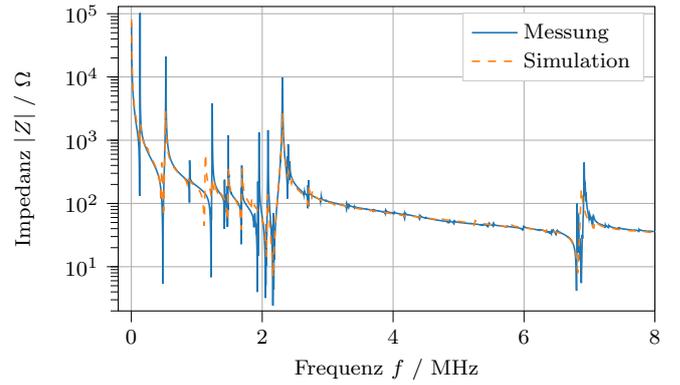
### Schätzung der Materialparameter

Zur Bestimmung der piezoelektrischen Materialparameter wird die in [3, 4] für scheibenförmige Piezokeramiken beschriebene Methode auf ringförmige Proben angepasst [6] und angewendet. Dabei wird der gesamte Prozess der Parameterschätzung in drei Schritte unterteilt: Eine Schätzung der initialen Startwerte, gefolgt von zwei getrennten Optimierungsstufen, in denen jeweils inverse Probleme gelöst werden.

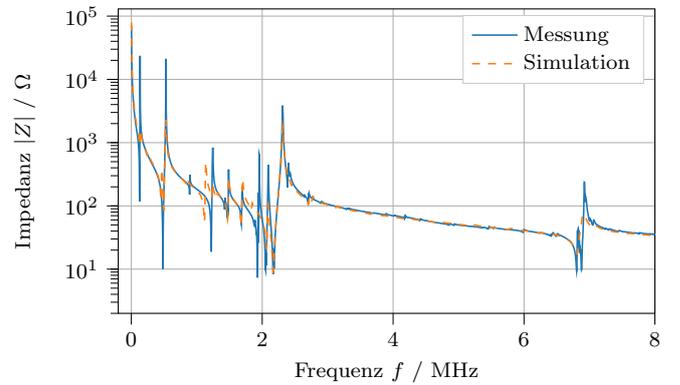
Im Allgemeinen kann mithilfe des inversen Verfahrens aus einer gegebenen Wirkung die Ursache bestimmt werden, wie es schematisch in Abbildung 3 dargestellt ist. Mathematisch wird die entsprechende Lösung als ein Optimierungsproblem beschrieben, bei dem eine Ursache gesucht wird, die die gemessene Wirkung in Bezug auf das Vorwärtsmodell bestmöglich abbildet [7].

Ausgangspunkt ist hier eine gemessene elektrische Impedanz  $Z^{\text{mess}}$  einer transversal-isotropen, piezokeramischen Probe, die in einem ersten Schritt zur Schätzung eines Startwertevektors  $\mathbf{p}_0 = \{c_{11}, c_{12}, c_{13}, c_{33}, c_{44}, e_{15}, e_{33}, e_{31}, \varepsilon_{11}, \varepsilon_{33}, \alpha_M, \alpha_K\}$  verwendet wird [8]. Dieser beinhaltet fünf Steifigkeitsparameter ( $c$ ), drei piezoelektrische Koeffizienten ( $e$ ), zwei Permittivitätsparameter ( $\varepsilon$ ) und zwei Dämpfungsparameter von dem hier angenommenen Rayleigh-Dämpfungsmodell. Unter Verwendung dieses Vektors wird im nächsten Schritt die elektrische Impedanz mit analytischen Ausdrücken angenähert [9, 6]. In der ersten Optimierungsstufe werden diese analytischen Ausdrücke, deren Auswertung  $Z^{\text{ana}}$  liefert, als Vorwärtsmodell verwendet. Mit einer geeigneten Zielfunktion [6] und einem Optimierungsalgorithmus wird dann der Materialparametervektor so lange angepasst, bis die gemessene und die analytisch angenäherte elektrische Impedanz eine möglichst gute Übereinstimmung aufweisen.

Die Ergebnisse der ersten Optimierungsstufe werden dann als Startwerte für die zweite Optimierungsstufe verwendet, welche ebenfalls nach dem inversen Verfahren abläuft. Der Unterschied besteht darin, dass als Vorwärtsmodell in dieser Optimierungsstufe ei-



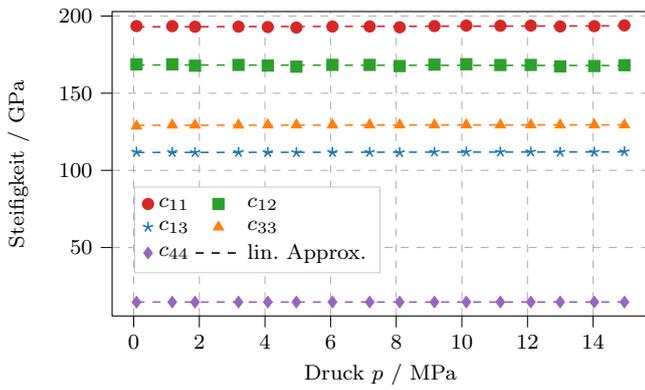
**Abbildung 4:** Vergleich zwischen gemessener und simulierter elektrischer Impedanz eines harten piezokeramischen Rings bei 0,1 MPa.



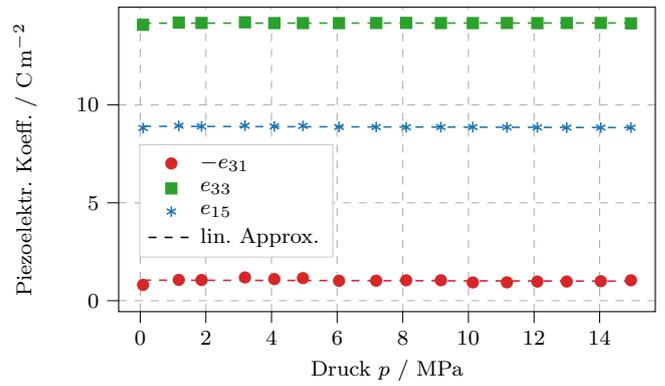
**Abbildung 5:** Vergleich zwischen gemessener und simulierter elektrischer Impedanz eines harten piezokeramischen Rings bei 15 MPa.

ne numerisch mithilfe der Finite-Elemente-Methode (FEM) simulierte elektrische Impedanz  $Z^{\text{sim}}$  verwendet wird. Zusätzlich werden die Ergebnisse einer Sensitivitätsstudie genutzt, um die Materialparameter in den Frequenzbereichen zu optimieren, in denen die Impedanz am sensitivsten auf den Parameter ist, ähnlich dem Ansatz von Feldmann et al. [10, 4].

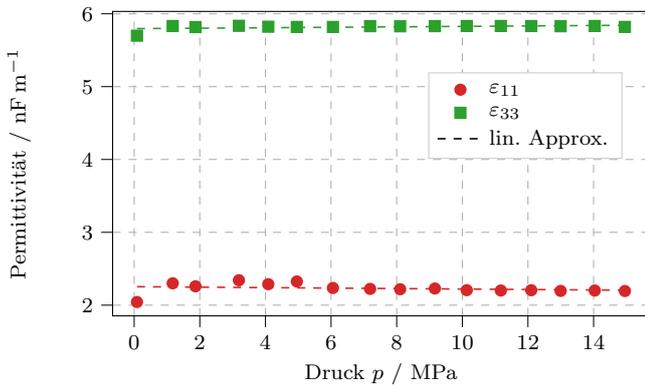
Das Ergebnis des gesamten Verfahrens ist ein vollständiger Satz von Materialparametern für jeden gemessenen Arbeitspunkt. Die geschätzten Materialparameter können für Simulationen der Impedanz mittels FEM verwendet werden [11, 12]. Beispielhaft sind die Ergebnisse für die Messungen bei 0,1 MPa in Abbildung 4 und bei 15 MPa in Abbildung 5 dargestellt, um die Gültigkeit über den gesamten untersuchten Belastungsbereich zu zeigen. Ein Vergleich der simulierten und der gemessenen Impedanzen zeigt eine gute Übereinstimmung, insbesondere bei den Resonanzfrequenzen. Das deutet darauf hin, dass die gefundenen Materialparametersätze das untersuchte Material hinreichend gut in jedem betrachteten Arbeitspunkt charakterisieren. Dennoch sind Abweichungen bei der Ausprägung der Resonanzstellen zu beobachten. Hier kann die Wahl eines anderen Dämpfungsmodells, wie z.B. das Kelvin-Voigt- oder das Zener-Modell, das



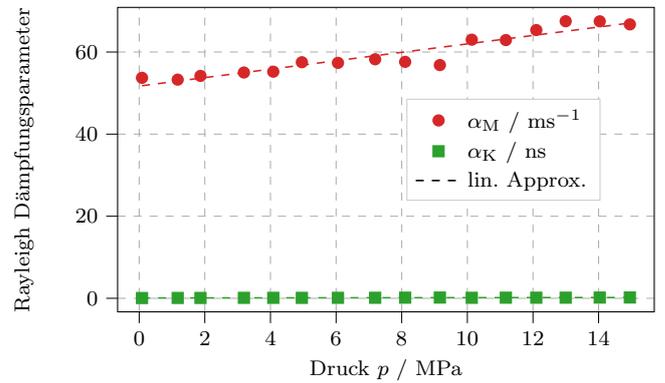
**Abbildung 6:** Ergebnis für die Druckabhängigkeit der Steifigkeitsparameter eines harten piezokeramischen Rings (PIC181, PI Ceramic).



**Abbildung 8:** Ergebnis für die Druckabhängigkeit der piezoelektrischen Koeffizienten eines harten piezokeramischen Rings (PIC181, PI Ceramic).



**Abbildung 7:** Ergebnis für die Druckabhängigkeit der Permittivitätsparameter eines harten piezokeramischen Rings (PIC181, PI Ceramic).



**Abbildung 9:** Ergebnis für die Druckabhängigkeit der Dämpfungsparameter eines harten piezokeramischen Rings (PIC181, PI Ceramic).

physikalische Verhalten besser abbilden [13, 14].

## Ergebnisse

Die folgenden Abbildungen zeigen die Ergebnisse der im vorherigen Kapitel beschriebenen Methode zur Schätzung von Materialparametern. Dabei sind die einzelnen resultierenden Materialparameter in Abhängigkeit der eingestellten hydrostatischen Last zusammen mit einer linearen Approximation dargestellt. Die Steifigkeitsparameter  $c_{11}$ ,  $c_{12}$ ,  $c_{13}$ ,  $c_{33}$  und  $c_{44}$  (Abbildung 6), sowie die Permittivitätsparameter  $\epsilon_{11}$  und  $\epsilon_{33}$  (Abbildung 7) und auch die piezoelektrischen Koeffizienten  $e_{15}$ ,  $e_{31}$  und  $e_{33}$  (Abbildung 8) bleiben im betrachteten Druckbereich nahezu konstant. Diese Beobachtung war zu erwarten, da die hydrostatische Belastung keine Verschiebungen der elektrischen Impedanz entlang der Frequenzachse zufolge hatte (vgl. Abbildung 2). Lediglich der Dämpfungsparameter  $\alpha_M$  von dem hier angenommenen Rayleigh-Dämpfungsmodell nimmt mit steigendem Druck zu (Abbildung 9). Ähnliche Beobachtungen wurden bereits beispielsweise bei dem Permittivitätsparameter  $\epsilon_{33}^T$  [15] und den Nachgiebigkeitsparametern  $s_{33}$  und  $s_{13}$  [16] bei uniaxialer Belastung und harten piezokeramischen Proben in diesem vergleichsweise niedrigen Belastungsbereich gemacht.

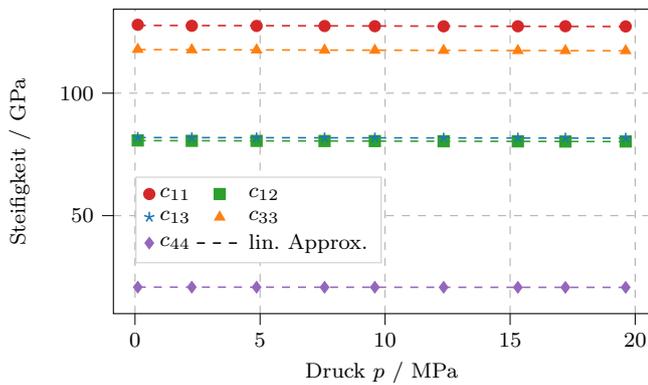
Schließlich zeigen auch die Ergebnisse einer weichen pie-

zokeramischen Scheibe (PIC255, PI Ceramic) exemplarisch für die Steifigkeitsparameter in Abbildung 10 ein ähnliches Verhalten.

## Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der hier vorgestellten Untersuchung von piezoelektrischen Materialeigenschaften unter hydrostatischer Last wurde ein entsprechender Versuchsaufbau entwickelt und aufgebaut. Es wurden Messungen der elektrischen Impedanz bei variierenden Belastungspunkten durchgeführt. Die Messdaten wurden im inversen Verfahren zur Schätzung der Materialparameter verwendet, wobei ein zweistufiger Optimierungsprozess zum Einsatz kam. Ein vollständiger Materialparametersatz für einen piezokeramischen Ring wurde auf diese Weise für jeden Arbeitspunkt identifiziert und die Abhängigkeit in dem untersuchten Belastungsintervall von 0,1 MPa bis 15 MPa gezeigt. Die Druckabhängigkeit der ermittelten Materialparameter zeigt sich in dem untersuchten Bereich eher gering. Die ermittelten Ergebnisse entsprechen damit den Resultaten vorangegangenen Untersuchungen, in denen jedoch auf andere Materialien und andere Realisierungen der mechanischen Belastung zurückgegriffen wird.

Zukünftige Untersuchungen werden die Erweiterung des Belastungsbereichs zum Ziel haben, um den Einfluss der tatsächlichen mechanischen Belastung, welche in einem



**Abbildung 10:** Ergebnis für die Druckabhängigkeit der Steifigkeitsparameter einer weichen piezokeramischen Scheibe (PIC255, PI Ceramic) [17].

Schallwandler zustande kommt, zu charakterisieren. Außerdem umfassen weitere Forschungsarbeiten die Untersuchung anderer äußerer Einflüsse auf die Materialparameter piezoelektrischer Keramiken, wie beispielsweise ein überlagertes konstantes elektrisches Feld. Des Weiteren können weitere Untersuchungen die Erforschung alternativer, kausaler Dämpfungsmodelle umfassen, die darauf abzielen, das physikalische Verhalten des piezoelektrischen Materials realistischer abzubilden.

## Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung des Projekts 444955436 (NEPTUN: Modellbasierte Bestimmung nichtlinearer Eigenschaften von Piezokeramiken für Leistungsschallanwendungen).

## Literatur

- [1] C. Scheidemann, T. Hemsel, O. Friesen, L. Claes und W. Sextro. „Influence of Temperature and Pre-Stress on the Piezoelectric Material Behavior of Ring-Shaped Ceramics“. In: *7th International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2023) and International Conference on Functional Materials & Devices 2023 (ICFMD 2023)*. 2023.
- [2] American National Standards Institute. *IEEE Standard on Piezoelectricity*. 1988. DOI: 10.1109/IEEESTD.1988.79638.
- [3] N. Feldmann, V. Schulze u. a. „Inverse piezoelectric material parameter characterization using a single disc-shaped specimen“. In: *tm-Technisches Messen* 87.s1 (2020), S. 50–55. DOI: 10.1515/teme-2020-0012.
- [4] N. Feldmann. „Ein modellbasiertes Messverfahren zur Charakterisierung von Piezokeramiken unter Verwendung eines einzelnen scheibenförmigen Probekörper“. Diss. Universität Paderborn, 2021. DOI: 10.17619/UNIPB/1-1264.
- [5] F. H. Dubberke, D. B. Rasche, E. Baumhögger und J. Vrabec. „Apparatus for the measurement of the speed of sound of ammonia up to high temperatures and pressures“. In: *Review of Scientific Instruments* 85.8 (2014). DOI: 10.1063/1.4891795.

- [6] O. Friesen. „Schätzung piezoelektrischer Materialparameter an ringförmigen Probekörpern“. Masterarbeit. Universität Paderborn, Sep. 2022.
- [7] N. Feldmann, F. Bause und B. Henning. „Uncertainty estimation for linearised inverse problems comparing Bayesian inference and a pseudoinverse approach for acoustic transmission measurements“. In: *tm-Technisches Messen* 84.4 (2017), S. 217–224. DOI: 10.1515/teme-2016-0022.
- [8] C. Unverzagt. „Sensitivitätssteigerung durch Elektrodenmodifikation für die Materialparameterbestimmung von Piezokeramiken“. Diss. Universität Paderborn, 2018. DOI: 10.17619/UNIPB/1-311.
- [9] A. Iula, N. Lamberti und M. Pappalardo. „A model for the theoretical characterization of thin piezoceramic rings“. In: *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control* 43.3 (1996), S. 370–375. DOI: 10.1109/58.489393.
- [10] N. Feldmann, B. Jurgelucks, L. Claes und B. Henning. „A sensitivity-based optimisation procedure for the characterisation of piezoelectric discs“. In: *Proceedings of Meetings on Acoustics* 38.1 (Sep. 2019), S. 030004. DOI: 10.1121/2.0001070.
- [11] M. Kaltenbacher. *Numerical simulation of mechatronic sensors and actuators*. Bd. 2. Springer, 2007.
- [12] N. Feldmann und B. Henning. „Efficient optimisation of initial values for characterising piezoelectric material parameters“. In: *Fortschritte der Akustik* (2018), S. 1275–1278.
- [13] J. F. Hall. „Problems encountered from the use (or misuse) of Rayleigh damping“. In: *Earthquake engineering & structural dynamics* 35.5 (2006), S. 525–545. DOI: 10.1002/eqe.541.
- [14] N. Feldmann, V. Schulze u. a. „Modelling damping in piezoceramics: A comparative study“. In: *tm-Technisches Messen* 88.5 (2021), S. 294–302. DOI: 10.1515/teme-2020-0096.
- [15] G. Yang, W. Ren, S.-F. Liu, A. Masys und B. Mukherjee. „Effects of uniaxial stress and DC bias field on the piezoelectric, dielectric, and elastic properties of piezoelectric ceramics“. In: *2000 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium (Cat. No. 00CH37121)*. Bd. 2. IEEE. 2000, S. 1005–1008. DOI: 10.1109/ULTSYM.2000.921494.
- [16] Q. Zhang, J. Zhao, K. Uchino und J. Zheng. „Change of the weak-field properties of Pb (ZrTi) O<sub>3</sub> piezoceramics with compressive uniaxial stresses and its links to the effect of dopants on the stability of the polarizations in the materials“. In: *Journal of materials research* 12.1 (1997), S. 226–234. DOI: 10.1557/JMR.1997.0030.
- [17] M. A. Pasha. „Characterisation of the material behaviour of piezoelectric ceramics under hydrostatic load“. Masterarbeit. Universität Paderborn, Okt. 2022.