

## PLZT陶瓷的晶界现象

祝炳和, 赵梅瑜, 姚尧, 郑鑫森, 敖海宽, 殷之文

(中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050)

**摘要:** 利用显微技术, 研究了 PLZT陶瓷的显微结构及它在外电场作用下的行为。制备粗晶粒及单个晶粒厚的抛光薄片, 利用十字形电极, 观察在电场作用下, 电畴运动的动态过程。讨论所观察到的一些晶界有关现象, 如: 晶界平滑区, 晶界区的电光性, “壳-芯”结构, 析出物在晶界区的沉积, 电畴在该区的成核和生长, 空间电荷在该区的积累等等。认为存在高应变能的晶界区, 对上述现象起重要作用。

**关键词:** 功能陶瓷; 晶界; 电畴; PLZT

**中图分类号:** TM28 TM22 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-2028 (1999) 05-0013-04

电子陶瓷有多种应用, 它的机械力学、电学、光学等性质, 均与材料的显微结构密切相关。显微结构中晶界又起重要作用, 它对功能陶瓷的性质及陶瓷中所发生的一些过程 (功能过程) 有很大影响<sup>[1]</sup>。陶瓷多数为不透明且含有多相, 并有杂质及气孔, 在外场 (电场或应力) 作用下, 其内部的变化, 很难观察到; 然而 PLZT陶瓷 (一种透明铁电瓷) 为单相<sup>[2]</sup>, 无气孔杂质, 对外场 (电或力场) 十分敏感 (例如小手指在它上面一划, 就在陶瓷内留下印迹)<sup>[3]</sup>, 在外场作用下所引起性质的变化 (光性变化), 极易为人们所观察到。因此把 PLZT瓷作为代表, 来研究功能瓷在外场作用下所产生的内部变化, 是非常有利的。

文献<sup>[4]</sup>曾报道了作者所进行的有关晶界的研究论文, 本工作将补充 PLZT陶瓷的晶界有关现象, 包括显微结构及电光性质, 并开展进一步的讨论。

为了以后讨论的方便, 先介绍 PLZT陶瓷的有关性质<sup>[5]</sup>。PLZT陶瓷有两个相: T及U相, 它们的性质如表1所示。

表1 PLZT陶瓷的有关性质

相的名称	T	U
晶型	假立方	四方或菱形
是否为铁电体	非铁电性, 不形成电畴	铁电体, 有电畴
光学性质	光学各向同性 双折射 $\Delta n \approx 0$ 正交偏光下呈关态 (黑暗)	光学各向异性 双折射 $\Delta n > 0$ 正交偏光下呈开态 (明亮)

PLZT陶瓷有一个相变温度  $T_i$ , 在高于  $T_i$  时, 施加电场或移除电场, 它可以可逆相变, 即

施加电场  
T相  $\xrightarrow{\quad}$  U相  
移去电场

在低于  $T_i$  时, 施加电场后移除电场, 它不能可逆相变, 即

施加电场  
T相  $\xrightarrow{\quad}$  U相  
移去电场

收稿日期: 1999-06-07 修回日期: 1999-07-23

作者简介: 祝炳和 (1925-), 男, 江苏靖江人, 研究员, 曾从事功能陶瓷研究近 50年。

## 1 实验方法

所用 PLZT陶瓷的化学组成式为:  $Pb_{0.92}La_{0.08}Zr_{0.65}Ti_{0.35}O_3$ , 采用通常氧化物陶瓷工艺及通氧热压制备瓷块<sup>[6]</sup>, 经内圆切割抛光得薄片试样, 晶粒尺寸达 20~35 $\mu$ m, 薄片试样厚度接近单个晶粒尺寸, 蒸发 Cr-Au电极如图1 (本文插图见第15页和彩X) 有 0.4 mm狭缝 (可通光的间隙), 用偏光显微镜 (具有可施加电场及温度可调的载物台) 以观测狭缝区光性变化, 观察视域为  $\phi 0.4$  mm, 利用光度计将进入目镜的光强转变为电讯号, 再用数字电压表及 X-Y记录仪记录。薄片样品有时经腐蚀以暴露晶界, 热腐蚀条件: 115 $^{\circ}$ C /10 min, PbO气氛中; 或化学腐蚀, 条件: 试片经溶液 (盐酸加几滴 HF) 处理。

## 2 实验结果和讨论

图2为 PLZT陶瓷抛光热腐蚀后的电镜 (TEM, 复膜) 照片。晶界附近出现平滑区 (smooth region), 晶粒内有热腐蚀坑 (etching pit), 这些条状或圆坑状蚀坑, 其形态和晶粒的取向有关系。图3表示晶粒的不同光轴取向, 引起表面腐蚀坑的不同形貌的示意图。图4及图5是两种铁电陶瓷 (PZT及钨酸盐压电瓷) 的电镜照片, 可以看出晶粒生长台阶 (growth steps) 生长台阶的中心常和该晶粒的光轴重叠。图4、5也表明晶粒的光轴是随机取向的。比较图2~图5, 使人们对图2的热腐蚀坑形貌不难得到理解。

从图2可看到晶界两侧 (宽度为 0.4~1.0 $\mu$ m, 此时晶粒大小为 7~20 $\mu$ m) 区域内很少有腐蚀坑存在。这种晶界区和晶粒内部所显示的不同形貌, 可能与晶界区存在的应变场 (strained field) 有关。人们已知, 晶界区属无序区, 有高的应变梯度及应力浓度, 其能量不同于晶粒内部。热腐蚀所根据的原理是: 在热搅动下, 高能量区内的物质将向低能区迁移, 因此不同的热蚀形貌, 对应于不同的能量状态。通常晶界宽仅为几个 nm, 而晶界影响范围可延伸至晶界两侧达 0.5~1.0 $\mu$ m (垂直于晶界面)。图2中还可看出, 一个晶粒的不同晶界, 其平滑区的宽度不尽相同, 这可能对应于相邻晶粒间的不同晶界

角, 由于晶界能取决于相邻晶粒的错位角 (misorientation angle) 而 Coble指出: 有效晶界宽度 = 晶粒间的失配区 (area of missfit) + 晶界两侧的空间电荷区 (金属材料则无空间电荷区)。一个晶粒的不同晶界, 有不同的有效晶界宽度, 因此, 图 2 中一个晶粒的各个晶界有不同宽度的平滑区, 就可以理解了。

G. I. Wood等测定 PTC BaTiO<sub>3</sub>陶瓷晶粒中不同晶界的性质, 也说明个别晶界性能有差别<sup>[7]</sup>。

具有 (如图 1) 狭缝间隙的 PLZT 薄膜 (膜厚约 10<sup>μ</sup>m, 晶粒尺寸 15~40<sup>μ</sup>m), 置于偏光显微镜物镜下, 施加电场, 随着电场强度 *E* 的增加, 将产生电场诱导相变, 使原来的假立方晶相 (光学各向同性) 转变为四方相或菱面相。从而在正交偏光下, 呈开态, 也即通过狭缝的光强 *I* 将增强, 移去电场, 则光强又回复至关态。但倘使环境温度低于 *T<sub>i</sub>*, 则光强的下降, 并不能复原, 即移除电场后仍有电诱 U 相的存在, 特别在晶界区, 还有许多剩余电畴存在, 如图 6, 7

PLZT 陶瓷施加电场后, 其光性及显微结构变化示于图 8 (本文彩图见彩 X) A 点为原始样品或热去极化态, 为 T 相, Δ*n* ≈ 0, 为光学上各向同性, 在显微镜正交偏光下, 呈黑暗 (关态) 不透光。若插入石膏板, 将呈一级红色, 这时若施加电场, 将产生电诱相变, 原有的 T 相转变为 U 相, Δ*n* ≠ 0 图 8 中光强曲线上 A 点移向 C 点, 即进入部分极化态, 颜色从红 (光学各向同性) 变蓝 (光学各向异性)。当电场增加为 1 000 V/mm, 则光强从 C 移向 B 点, 晶粒颜色从蓝变成绿或黄, 狭缝变亮, 在视域中晶粒内出现大量条形电畴, 畴壁和电场成 75°~83° 夹角。条状电畴宽度为 0.5~9.0<sup>μ</sup>m 条状畴可跨越几个晶粒 (图 9) 当环境温度低于相变温度施加电场, 则形成的畴及 U 相, 不会消失 (当移去电场时), 即畴可以冻结保持, 再经化学腐蚀, 则电畴形貌可通过显微方法观察。图 10 为干涉显微照片, 而图 8 则为用电镜复膜所得形貌。移去电场或温度升高, 使光强从 B 经 C 到 D 点, 即呈去极化态。

采用十字形电极 (图 11), 改变四块电极的正负, 可使十字交叉地区的电场方向转向 90°, 从而观察电畴随电场变动而相应变动的情况。图 12a 为未加电场, 材料处于未极化态, 为 T 相, 光学各向同性, 类似玻璃, 加石膏板时, 在显微镜下呈一级红色。图 12b 加电场, 产生电诱铁电相, T 相转变为 U 相, 是铁电体, 有电畴, 畴壁方向大致垂直于电场的方向。图 12c 电场的方向转动 90°, 畴壁也跟随变动。图 12a, b, c, 均为同一视域。

图 13 所示电畴的成核和生长, 当电场 *E* 为 670 V/mm 时, 畴从晶界产生, 形成劈形畴。当 *E* 从 670 V/mm 增加至 1 000 V/mm, 则电畴长大并扩展至整个晶粒 (图 9<sub>1</sub>, 9<sub>2</sub>) 因为晶界为高应变能区, 对畴的成核有利, 畴贯通晶粒, 是先从高能晶界区萌发, 然后再长大, 贯通至整个晶粒。图 14 说明晶界区有不同于晶粒的电光性, 该区宽为 0.7~1.0<sup>μ</sup>m (TEM, 透光) 图 15 所示为在晶界区应力诱导的 U 相<sup>[8]</sup>。图 16b 为 PLZT 瓷在高于相变温度 *T<sub>i</sub>* 施加电场, 然后移去电场, 化学腐蚀后 TEM (复膜) 观察。在晶界的右侧可以看到平滑区及个别残留的电畴 (三晶界交会处, 箭头处), 这些平滑区是和空间电荷在晶界附近的积累有关, 如果改变电极的正负极性, 该区将移至晶界的左侧。图 16a 为低于相变温度施加电场, 其他同图 16b 可以看出, 除了与空间电荷有关的平滑区外, 还出现被冻结的电畴图案。

有时我们还看到靠近晶界的一些狭长的平滑区或扭曲区。图 17a 为 PLZT 陶瓷近晶界的扭曲区 (TEM 复膜), 图 17b 为 PLZT 瓷晶界区电畴的弯曲, 图 17c 为 PTC BaTiO<sub>3</sub> 瓷晶界附近畴壁的弯曲 (TEM, 透射) 上述外形应都是晶界区和晶粒内

部结构差异的外部反映, 应和晶界区的高应变能有关系。

在 PLZT 陶瓷进行热腐蚀时, 曾发现一些沉积物常沉积于晶界区或三晶界交会处, 如图 18 高晶界能常有助于新相或畴在该地区的成核。金属材料中已常常观察到新相在晶界区成核。图 19 所示为 T 或 V 相在晶界成核的图像<sup>[9]</sup>。

在一些介电材料中曾发现“壳-芯” (core-shell) 结构<sup>[10]</sup>。这种材料其化学组成为多相, 室温下晶粒内含有两个相, 性质不同, 从而为调节材料的电容温度特性找到途径。在 PLZT 研究中, 我们也观察到这类“壳-芯”结构如图 20, 晶粒内核为铁电相, 呈明显畴图案, 而外壳靠近晶界, 为顺电相, 无畴, 为光学各向同性。

为了了解晶界层对性能的影响, 进行晶粒尺寸及试片厚薄 (即受夹状态) 对电诱相变影响的试验, 表 2 列出一些相对比较结果。由于试样厚薄不同会引起对光散射的差别, 因而表中数据仅供相对参考。

表 2 晶粒尺寸及试片厚薄对电诱相变的影响

编号	晶粒尺寸 <i>μ</i> m	薄片厚度 <i>μ</i> m	开关电场强度 <i>E<sub>i</sub></i> / V° mm <sup>-1</sup>
1	15~40	10	450~625
2	15~40	500	500~1 125
3	5~10	200	1 400~1 940
4	15~40	10	>> 2 000

注: 4号片用粘胶剂粘在载玻片上。

试片 (如图 1) 在相同温度 (34°C), 加上足够大的电场, 使发生相变, 并在显微镜下观察狭缝区, 当从黑暗 (关态, T 相) 变成明亮 (开态, U 相), 所需电场称开关电场。结果表明, 晶粒大小 (晶界层多少) 及受夹状态 (是单晶粒厚还是多晶粒厚) 均影响开关电场。当晶粒尺寸变小, 晶界数量增大, *E<sub>i</sub>* 将上升, 如果片子粘牢在载玻片上, 则相变受阻或 *E<sub>i</sub>* 将很高。

以上讨论了 PLZT 陶瓷的晶界有关现象: a) 热腐蚀后晶界平滑区或扭曲区; b) 晶界亮区及它不同的电光性质; c) “壳-芯”结构; d) 沉积物在晶界的沉积; e) 畴从晶界萌生及长大等等。这些现象均或多或少与晶界的本质有关。

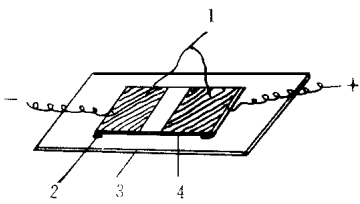
晶界厚度为 5~10nm 而晶界区 (影响区域) 达到 400~1 500 nm, 陶瓷中晶界区所占的体积有时达到陶瓷总体积的 25%。晶界区的能量及缺陷状态不同于晶粒, 这种差异在热腐蚀或化学腐蚀后将变得可以看到, 这种差异会造成相变温度的差别如图 16b 及图 20 晶界区的高能量性质是导致某些过程容易从该区源发的主要原因, 晶界的高应变能使一些过程容易发生。当电场施加时电畴和新相常从晶界区开始, 当电场移去时, 晶粒内电畴及新相会消失, 但在晶界区的畴或新相, 仍部分保留, 换言之晶界区最先受到外场作用, 而移去外场后, 该区仍保留剩余影响。

晶粒具有弹性, 而晶界区则具有粘弹性 (visco-elastic), 陶瓷的介电性 (例如电阻) 在晶界区发生突变, 空间电荷易在晶界区积累。晶界区常常是俘获中心集中的地区。烧结过程中常将晶界看作为空位的源 (source) 及阱 (sink) 从我们的实验结果, 可把晶界区看成应变和应力的“收容所” (reservoir) 在电场或应力作用下, 它是一些不可逆过程 (弛豫过程) 的“源”。陶瓷材料中一些老化过程也常和晶界区相关。

### 3 结论

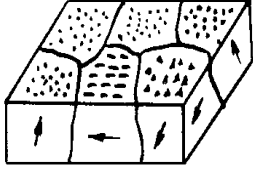
利用透明铁电陶瓷 PLZT 观察到下列与晶界有关现象:

(1) 观察到晶界附近无腐蚀坑的“平滑区”, 认为它的存在



1— Cr-Au 电极；2— 环氧粘胶剂；  
3— 载玻片；4— PLZT 薄膜

图 1 PLZT 样品和电极图案



S— 平滑区；EP— 热腐蚀坑  
图 2 经热腐蚀后 PLZT 瓷片

图 3 不同腐蚀坑形貌 (相应于不同晶粒取向, 箭头为晶粒光轴方向)

表面形貌 (TEM 复膜)



图 4 PZT 压电瓷 (TEM)



图 5 铌酸盐压电瓷 (TEM)

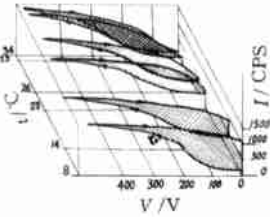


图 6 PLZT 陶瓷透过光强  $I$ , 施加电场和温度  $t$  的关系

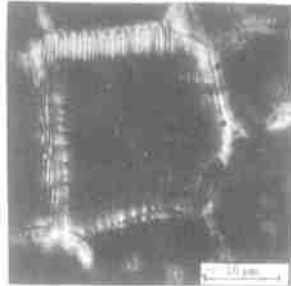


图 7 当移去电场后, 晶界区仍有残留的电畴, 原来施加电场的方向:  $\rightarrow$  (正交偏光)

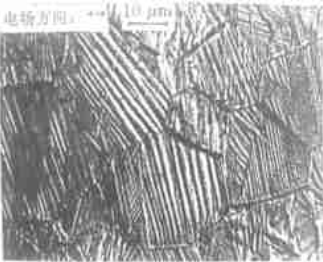


图 10 PLZT 陶瓷电畴图案 (经化学腐蚀, 相衬显微照片)  
电场方向  $\rightarrow$

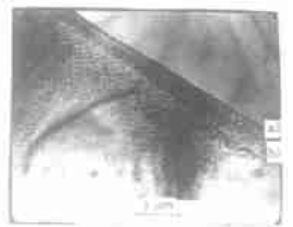


图 11 电极图形 a) 热去极化 b) 电场方向  $\rightarrow$  c) 电场方向  $\uparrow$



a) 晶界; b) 晶界区

图 14 晶界区具有不同光性



a) 晶界; b) U 相

图 15 晶界区应力诱导 U 相 (band contour 的不连续, 箭头处 TEM)



a) 温度  $< T_c$  畴及空间电荷区



b) 温度  $> T_c$  空间电荷区及残留电畴 (箭头处)

图 16 PLZT (8/67/33) 陶瓷晶界, 经极化后, 电场方向示于图



图 17 a) PLZT 陶瓷晶界附近的平滑区或扭曲区 (TEM 复膜);

b) PLZT 陶瓷晶界附近畴的弯曲 (TEM);

c) BaTiO<sub>3</sub> 系 PTC 陶瓷晶界附近畴的弯曲 (TEM)

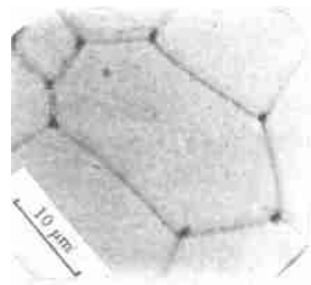


图 18 PLZT 陶瓷热腐蚀后, 三晶界交点处的沉积物 (反光) [4]

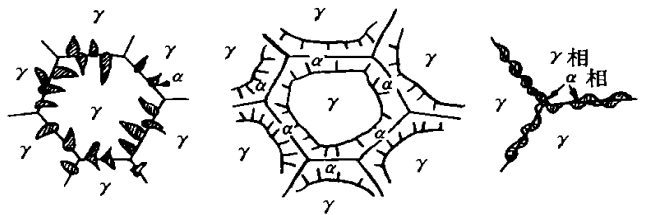


图 19 T 相从  $\alpha$  基相中, 沿晶界析出 [9]

和大小反映晶界作用区的大小；(2) 热腐蚀坑的形态和晶粒的晶轴方向（相对于观察面）有关；(3) 移去电场后，晶粒内电畴全部消失，而晶界区仍残留电畴，表明晶界区和晶粒内有不同性质；(4) 施加电场时，晶粒内出现大量条形 90°电畴，它可以跨越几个晶界，电畴畴壁方向大致垂直于电场方向，改变电场的大小及方向，可观察到电畴从晶界萌生、长大、转向等动态过程；(5) 利用透射电镜，观察到晶界区不同于晶粒的电光性质及 U 相在晶界区的偏析；(6) 通过化学腐蚀，可看到晶界附近空间电荷区，有时还可以观察到晶界附近的扭曲区或平滑区，以及畴壁在该区内的弯曲。该区的宽度为 500~ 1 500 nm，远大于晶界厚度（5~ 10 nm），这些均说明晶界影响区的存在；(7) 观察到晶粒外壳为非铁电相，而晶粒芯部为铁电相，有畴；(8) 沉积物在晶界附近沉积。

我们认为晶界区的缺陷及能量状态不同于晶粒内部，这些差别导致上述系列现象的出现。晶界厚度仅几 nm，而其作用区或影响区达到 500~ 1 500 nm，已可以直接或间接观察到这类作用区的存在，如：晶界平滑区或扭曲区、壳-芯结构、晶界区的不同电光性质等等。晶界区和晶粒内部缺陷及能量状况的差异，导致系列晶界现象的出现，也使功能陶瓷内所发生的与能量有关的功能过程受到晶界能的作用或影响，如畴或新相从该区萌发，及它们不易从该区消失，空间电荷在该区的积累，沉积物在该区的沉积，及某些弛豫过程或老化过程的产生。

总之，晶界区对功能陶瓷中发生的与能量有关的过程，起很大影响和作用。它们相互间的关系，值得进行更深入的研究和探讨。

#### 参考文献:

[1] 祝炳和, 敖海宽, 姚尧. 电子陶瓷中的晶界 [J]. 上海硅酸盐, 1990, (1): 1~ 13; (3): 129~ 140; (4): 193~ 200.

[2] Haertling G H, Land C E. Hot pressed PLZT ferroelectric ceramic for electro-optic application [J]. J Am Ceram Soc, 1971, 54 (1): 1~ 11.

[3] Bryan H M O, Meitzler A H. Enhanced ordering of ferroelectric domains in PLZT ceramics [J]. Am Ceram Soc Bull, 1972, 51 (5): 479~ 481.

[4] Zhu B H, Ao H K, Zheng X S, et al. Grain boundary phenomena in PLZT transparent ferroelectric ceramic materials [A]. Yen T S, Pask J A, et al. Proc 1st China-US Seminar, Microstructure & Prop of Ceramics Materials [C]. Beijing China Science Press, 1984. 193~ 201.

[5] Keve E T, Bye K L. Phase identification & domain structure in PLZT ceramics [J]. J Appl Phys, 1975, 46 (2): 810~ 818.

[6] 祝炳和, 敖海宽, 姚尧. 制备工艺条件对透明铁电陶瓷透明度影响 [J]. 新型无机材料, 1975, (2): 17~ 36.

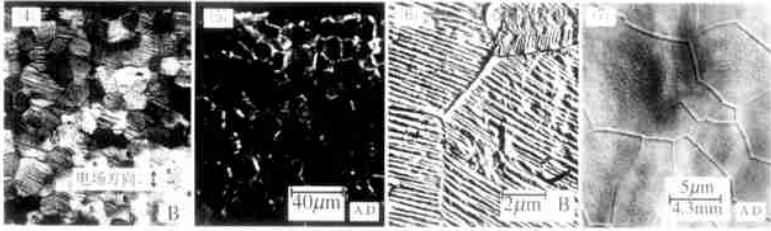
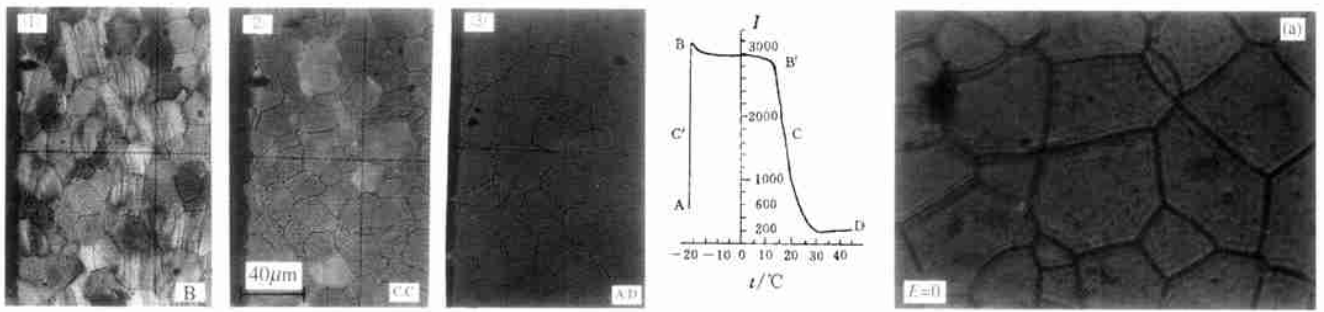
[7] Wood G I, Russell J D, Leach C. Analysis of grain boundary electrical properties in PTCR BaTiO<sub>3</sub> using resistance contrast imaging [A]. Feer Red. Advance in the Characterisation of Ceramics [C], 1996. 46~ 53.

[8] Chang Yu-jin. An electron microscopic investigation of grain boundary phenomena in 8/65/35 PLZT ceramics [J]. Ferroelectr Lett, 1982, 44 (6): 173~ 178.

[9] Chadwick G A. Metallography of Phase Transformation [M]. London: Butterworth, 1972. 160~ 262.

[10] Rawal B S, Kahn M, Buessem W R. Grain core-grain shell structure in barium titanate based dielectrics [J]. Adv Ceram, 1981, 1~ 172.

(编辑: 傅成君)



A,D—热去极化态；B—极化态；C,C'—部分极化或去极化态；

1,2,3—光学显微照片，正交偏光，加石膏板；

4,5—光学显微照片，正交偏光；

6,7—电镜被膜照片，经化学腐蚀后

图8 透过狭缝的光强( $J$ )和温度关系及相应的显微结构

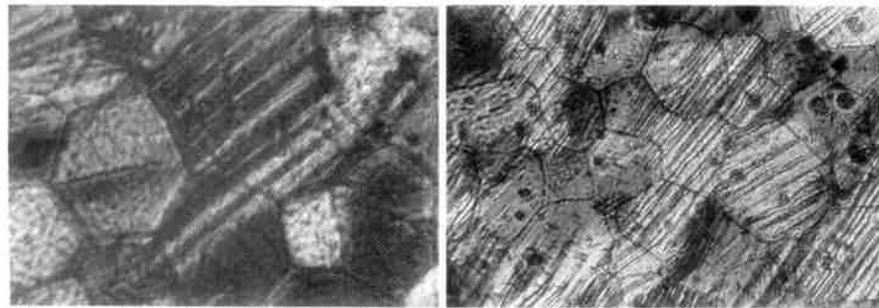
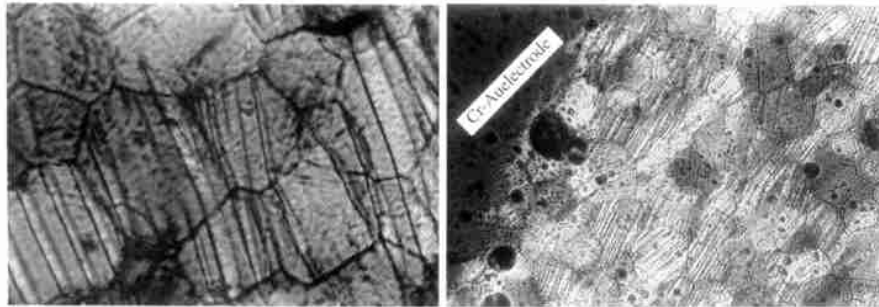


图9, PLZT陶瓷电畴，条形畴越过晶界(正交偏光，加石膏板)

图9, 介于两电极狭缝区内，PLZT陶瓷电畴的取向，条形畴越过晶界(正交偏光，加石膏板)

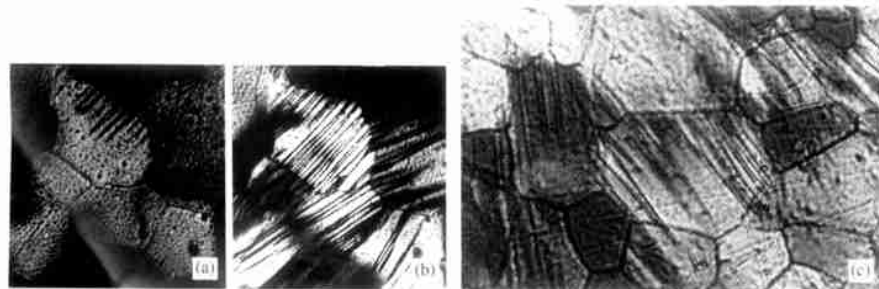


图13 从晶界萌发的劈形畴 (a —  $E = 670\text{V/mm}$ ; b —  $E = 1000\text{V/mm}$  正交偏光，光学照片; C — 同a, 但加石膏板)

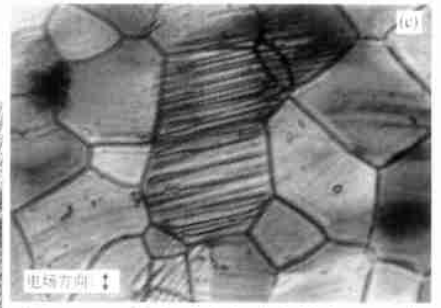
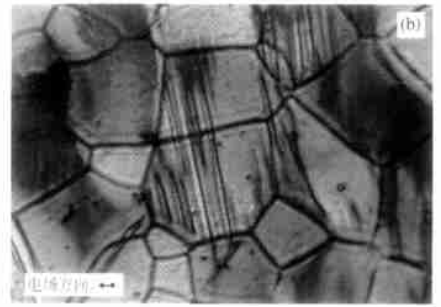
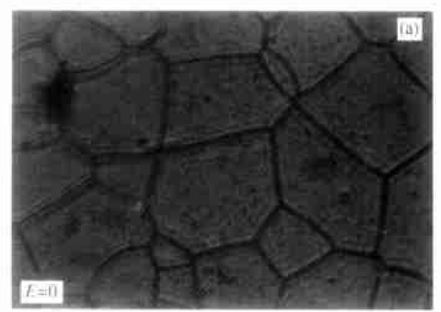


图12 PLZT陶瓷畴取向电场转向 $90^\circ$ 时 (同一视域)

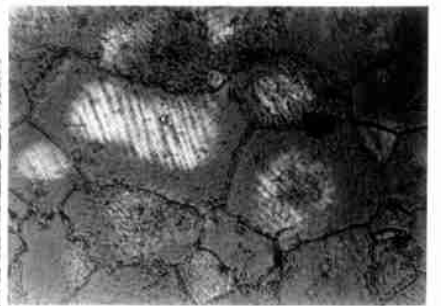


图20 PLZT陶瓷中的“壳-芯”结构，铁电畴只在晶粒的内核处出现，说明一个晶粒内含有两个相

# ABSTRACTS

**Fabrication and application of nanometer silicon thin film material.** ZENG Xiang-bin, XU Zhong-yang, WANG Chang-an, QIANG Wei, ZHOU Xue-mei, ZHAO Bo-fang, DAI Yong-bin (Department of Electronics Science & Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan Hubei 430077).

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 1-2 (Oct. 1999). In Chinese.

The nc-Si thin film material is deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD). The effects of depositing technique parameters, such as substrate temperature, substrate DC bias voltage, RF power, depositing time, flow rate ratio of reactive gases on the characteristics of nc-Si thin film are investigated. A new application of nc-Si thin film is introduced. (4 refs.)

**Key words** nc-Si thin film; PECVD; substrate bias voltage; gas flow rate

**Thick-film direct writing process.** HE Zhong-wei, ZHOU, Dong-lian (East China Photoelectronic IC Research Institute, Bengbu Anhui 233042)

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 3-6 (Oct. 1999). In Chinese.

Direct writing process is a new thick-film technology. The performances are compared with those of the traditional screen printing process. The fundamental working mechanism, main operation procedures and common trouble-shooting are discussed. (no refs.)

**Key words** direct writing; pen tip ink pumping; dynamic control, pattern filling; bubble removing

**Modification of organic PTC material by radiation** PU Ming-hui, WANG Yun-fei, ZHANG Yong-min, WANG Ling (Northwest Institute of Nuclear Technology, Xi'an Shanxi 710024).

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 7-8 (Oct. 1999). In Chinese.

Introduced is a technology for preparing PTC material with a raw material based on high-density polyethylene and filled with carbon black and  $TiO_2$ . The material is modified by  $\gamma$ - $^{60}Co$  radiation source and electron accelerator respectively. The two methods are investigated and compared. (5 refs.)

**Key words** organic PTC material; radiation cross-link; radiation source

**Preparation of Ba ( $Mg_{1/3}Ta_{2/3}$ )  $O_3$  ceramic by coprecipitation.** GU Feng, SHEN Yue, WANG Shu-tang, RUAN Shu-xiang (Department of Inorg Mater, Shanghai University, Shanghai 201800)

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 9-10 (Oct. 1999). In Chinese.

Ba ( $Mg_{1/3}Ta_{2/3}$ )  $O_3$  ceramic prepared by co-deposition and its sintering characteristics are studied. The sintering temperature reduced by 180-250°C as compared with the conventional method. Of the compact ceramics acquired at 1400°C,  $Q \times f = 65000$  GHz,  $X = 23-25$ ;  $f_T = (0-3) \times 10^{-6}$ °, when  $f = 10$  GHz and  $t = -20 + 60$ °. (3 refs.)

**Key words** coprecipitation; sintering characteristics; Ba ( $Mg_{1/3}Ta_{2/3}$ )  $O_3$  ceramic

**PTC thermistors of low resistance used as protectors in telecommunication equipment.** MA Xin-qian, WANG Hong-ling (Gaoli Electronic Appliance Co., Huazhong University Science & Technology, Wuhan Hubei 430074).

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 11-12 (Oct. 1999). In Chinese.

The low resistance PTC thermistor for over-current protection in communication equipment is studied. The results show that the electrical properties are influenced by  $TiO_2$  particle size, technological parameters, metal electrodes, package type, etc. The contradiction between fine crystalline structure and low resistance is resolved by correctly choosing the above parameters. (3 refs.)

**Key words** low resistance PTC resistors; over-current protection; fine crystalline structure; withstanding voltage

**Grain boundary region of PLZT ceramics.** ZHU Bing-he, ZHAO Meiyu, YAO Yao, ZHENG Xin-sen, AO Hai-kuan, YIN Zhi-wen (Shanghai Institute of Ceramics, Academia Sinica, Shanghai 200050)

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 13-16 (Oct. 1999). In Chinese.

The microstructure of PLZT ceramics and its behavior under electric field are investigated by microscopy technique. Large grain sized specimens, polished monograin-thick slices and cross electrodes are prepared for observing the dynamic processes of domain movement. The observed phenomena are discussed such as smooth grain boundary region, different electrooptic properties of grain boundary region, core-shell structure, precipitation in grain boundary region, domain nucleation from grain boundary. Presence of high strain grain boundary region plays a fundamental role in producing above phenomena. (10 refs.)

**Key words** functional ceramics; grain boundary; electric domain; PLZT

**The effects of  $CaCO_3$  on the electrical properties of BaTiO<sub>3</sub> based PTC thermistors.** ZHU Ying-quan (Hongming Electronics Industry Co., Chengdu Sichuan 610058), SHI Gang, (Yida Fine Chemical Industry Co., Ltd., Shengli Oilfield, Dongyin Shandong 257064), HE Hai-qing (Steel Town Enterprise Co., Panzhihua Sichuan 617064), ZHU Bing-he (Shanghai Institute of Ceramics, Academia Sinica, Shanghai 200050).

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 17-19 (Oct. 1999). In Chinese.

The effects of  $CaCO_3$  on the electrical properties of BaTiO<sub>3</sub> based PTC thermistors are studied. The results show that with the increase of the added Ca, the transformation temperature of BaTiO<sub>3</sub> goes down. Therefore, sintered disks are more compact, the crystal grains and grain boundary reduces,  $d_{25}$  and  $V_b$  increase but  $T_c$ ,  $R_{max}/R_{min}$  remains almost the same. Furthermore, the physical and chemical properties of  $CaCO_3$  also have an effect on the electric properties of PTC thermistors; there-upon, the technical specifications related are recommended. (7 refs.)

**Key words** PTC thermistors; electrical properties;  $CaCO_3$ ; physical & chemical properties

**The effect of aging conditions on the quality of Al electrolytic capacitors.** CHEN G Ping-wen (Sunny Electronic Manufacturer Co., Ltd., Zhanjiang Guangdong 5240022)

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 20-21, 23 (Oct. 1999). In Chinese.

Aging conditions directly affect the capacitance, leakage current of Al electrolytic capacitors; therefore their quality. Higher quality and yield can be acquired by aging the capacitors under rated voltage, at 90°C, for 5 h; Using pulse current may reduce aging time but leakage current rises rapidly. (1 ref.)

**Key words** Aging; Al electrolytic capacitors; capacitance; leakage current

**Matalization of AlN substrates** GAO Neng-wu, LU Yin-quan, QIN Yue-li, WU Yun-hai (Southeast Institute of Electronic Equipment, Chengdu Sichuan 610036).

*ELECTRONIC COMPONENTS & MATERIALS (China)*, Vol. 18, No. 5, P. 22-23 (Oct. 1999). In Chinese.

The matalization on AlN substrate is discussed. The effective clean method and optimized sputtering parameters are determined through experiment. The experiment results show that TiW-Au is suitable for the matalization of AlN substrates; the conductive matters produced by laser cutting can be removed with thin HCl solution. (4 refs.)