



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104098328 A

(43) 申请公布日 2014. 10. 15

(21) 申请号 201410304663. 2

(22) 申请日 2014. 06. 30

(71) 申请人 同济大学

地址 200092 上海市杨浦区四平路 1239 号

(72) 发明人 翟继卫 白王峰 沈波 李玲玉

张扬

(74) 专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限

公司 31225

代理人 蒋亮珠

(51) Int. Cl.

C04B 35/462 (2006. 01)

C04B 35/66 (2006. 01)

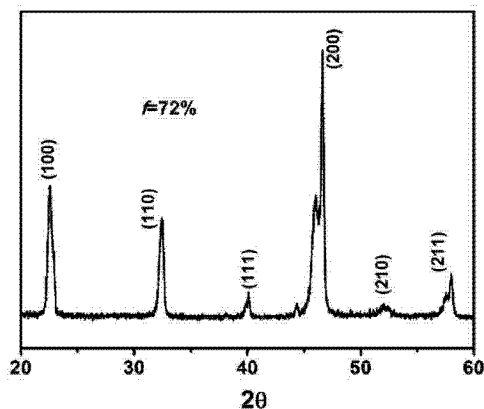
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料及制法和应用

(57) 摘要

本发明属于无铅压电材料领域, 涉及一种低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料及制法和应用, 该无铅压电陶瓷材料, 其化学成份符合化学通式  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$ ;  $0.16 \leq a \leq 0.22, 0 \leq x \leq 0.10$ ; 其制备包括以下步骤: 1) 制备相应的基料与模板; 2) 将模板与基料按一定比例配料置于球磨罐中, 加入溶剂后辊磨制得浆料; 将浆料流延后获得膜片; 将膜片切割后叠片热压成型; 取出压好的样品热处理, 得到取向良好的无铅压电织构陶瓷材料。与现有技术相比, 该制备方法得到的无铅压电织构陶瓷材料取向度高, 致密度高, 低电场下具有大的应变响应, 应变性能优越, 可广泛用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制器等方面。



1. 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料,其特征在于,该材料的化学成份符合化学通式  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$ ;其中  $0.16 \leq a \leq 0.22, 0 \leq x \leq 0.10$ 。

2. 如权利要求 1 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 制备基料:制备  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料,其中  $0.16 \leq a \leq 0.22$ ;

(2) 制备模板:运用双重熔盐法制备  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板;

(3) 将获得的模板与基料按一定的比例配料并置于球磨罐中,加入溶剂,辊磨 10-24 小时,再加入粘结剂继续辊磨 3-6 小时,制得浆料;

(4) 取出制得的浆料,使用流延刮刀在玻璃板上进行流延;流延后平放静置,用刀片将膜片从玻璃板上刮下;将膜片切割后叠片热压成型,取出压好的样品依次进行排粘、等静压、热处理,得到取向良好的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  无铅压电织构陶瓷材料,即为所述低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料。

3. 如权利要求 2 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,步骤 (1) 所述的  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料采用固相反应法制得,即采用  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  为原料,先按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Na、Bi 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;再按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Bi、K 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;最后按照  $(1-a)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3 - a(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的配比将基料  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料进行混合后烘干即可;其中,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $850^\circ\text{C}$ ,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $900^\circ\text{C}$ 。

4. 如权利要求 2 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,步骤 (2) 所述  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板通过双重熔盐法制得具体为:第一步,采用  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  为原料,通过熔盐法制得  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板;第二步以第一步获得的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  为原料,通过熔盐法制得  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板。

5. 如权利要求 4 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,所述的第一步的  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  的配比如下:按照  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板的化学计量比,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  的质量过量 12%,  $\text{NaCl}$  质量是  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  总质量的 1.1 倍;第二步的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  的配比如下:  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  的物质的量的比例为 1 : 7.5,  $\text{NaCl}$  的质量是  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  总质量的 1.1 倍。

6. 如权利要求 2 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,步骤 (3) 所述模板物质量占模板与基料总物质量的 1% -10%。

7. 如权利要求 6 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,步骤 (3) 所述模板物质量占模板与基料总物质量的 1%。

8. 如权利要求 2 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,步骤 (3) 所述溶剂为无水乙醇与甲苯的混合溶液;所述溶剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 4-6g 无水乙醇和 5-9g 甲苯;

步骤 (3) 所述粘结剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 4-7g 粘结剂;

步骤 (3) 加入溶剂进行辊磨采用每分钟 60 转,辊磨时间为 12-15 小时;加入粘结剂进

行辊磨采用每分钟 40 转, 辊磨时间为 4 小时。

9. 如权利要求 2 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法, 其特征在于, 步骤 (4) 所述的流延的速度是 3cm/s-10cm/s ;

所述热压成型的温度为 60-100℃ ; 热压成型的压力为 40MPa-80MPa ;

所述的样品进行排粘后, 进行等静压, 等静压的时间是 10min-30min, 压力大小为 100MPa-300MPa ;

所述的热处理是采用的是两步烧结方式, 第一步温度是 900-1150℃, 时间是 2-10h ; 第二步温度是 1150-1250℃ ; 热处理的保温时间为是 10-50h ; 热处理在硅碳棒炉中进行。

10. 如权利要求 1 所述的低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的应用, 其特征在于, 所述的无铅压电织构陶瓷材料应用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制中。

## 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料及制法和应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于无铅压电材料领域,尤其涉及一种无铅压电  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  织构陶瓷材料及该无铅压电织构陶瓷材料织构化的方法。

### 背景技术

[0002] 压电材料是一种无机材料,是一种实现机械能和电能相互转换的电子信息材料,在电、磁、力、热等功能器件中有着举足轻重的作用。随着现代社会的快速发展,材料的制备技术、研究方法和测试手段得到了大幅度发展,使得压电材料的性能得到了极大的提高,进一步促进了以压电材料为基础的功能器件在高技术领域的发展和应用价值。目前铅基的压电材料,例如锆钛酸铅  $(\text{Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3, \text{PZT})$ ,由于其优异的电性能特别是压电性能,成为应用最为广泛的材料,但是铅基的压电材料在制备加工过程中造成环境的严重污染,给人类的身体健康带来灾害。因此基于保护生态环境的需要和人类的健康迫切需求,研究开发环境友好型的无铅压电材料取代铅基材料已经是一项紧迫而有重要现实意义的任务。

[0003] 目前,在改善无铅压电材料的性能方面已经取得了一定的发展,但是总的来说,现在还没有一种无铅压电材料能完全取代铅基材料,因此还需要做深入的研究和探索,进一步促进无铅压电材料的实用化发展。目前陶瓷的制备方法主要集中在传统的固相反应上面,材料的性能已经达到瓶颈,很难有大的提高,因此,许多学者通过控制材料的结构来改变性能,其中最多的就是压电材料的织构化。钛酸铋钠由于具有丰富的相变过程,导致材料呈现出优越的电致应变,最近几年来受到各国学者的广泛关注,其基本出发点集中在引入具有把相变温度调控到室温的第二元和第三元,以此来提高材料的应变特性。Shan-Tao Zhang 在 BNT 的基础上引入了 BT 和 KNN,构筑了  $(1-x-y)\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3-y\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$  三元体系,通过组分的优化,电致应变在  $x = 0.06, y = 0.02$  处取得最大值 0.45%,相应的动态压电系数为 560pm/V。([Shan-Tao Zhang, Alain Brice Kounga, and Emil Aulbach. Giant strain in lead-free piezoceramics  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-\text{BaTiO}_3-\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$  System. APPLIED PHYSICS LETTERS 91, 112906 (2007))。然而目前通过传统的固相烧结技术制备的 BNT 基陶瓷材料存在两个明显的缺点,一方面性能提升幅度不大,基本上都在 600pm/V 以下,另一方面,大的应变响应需要较高的电场,一般都在 60kV/cm 以上,这就严重影响了材料的实用化。

[0004] 通过微观结构调控后,材料的性能得到了大幅度的提升,学者 Maurya et al 采用 BNT 模板制备了 BNT-BT 织构材料,其压电系数达到了 322pC/N,几乎是随机取向材料的 2 倍 (Deepam Maurya\*, Yuan Zhou, Yongke Yan and Shashank Priya\*,  $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3-\text{BaTiO}_3$  ceramics with giant piezoelectric response, J. Mater. Chem. C, 2013, 1, 2102-2111),进一步揭示微观结构调控是材料的提升性能的有效方式。最近,学者 Teranishi et al 制备了 BNT-BKT-BT 单晶材料,在低电场下 (40kV/cm) 获得了惊人的电致应变,其值达到了 0.87%,几乎是 PZT 材料的六倍 (Shunsuke Teranishi, Muneyasu Suzuki, Yuji Noguchi, Masaru Miyayama, Chikako Moriyoshi, Yoshihiro Kuroiwa,

Katsunori Tawa, and Shigeo Mori, Giant strain in lead-free,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$ -based single crystals, APPLIED PHYSICS LETTERS 92, 182905, 2008), 这就揭示了 BNT 基材料经过取向后在某一个方向上性能会有大幅度的提升, 然而单晶具有其组分控制难、生产成本昂贵以及周期长等显著的缺点, 限制了其实用化的发展。织构化陶瓷材料同时具有了单晶的优势和陶瓷材料成本低的特点, 因而受到学者的广泛关注。本发明运用 BT 模板结合流延成型模板晶粒生长技术制备了 BNT-BKT-BT 织构材料, 期望实现类似于单晶材料在低电场下获得大的应变响应。

## 发明内容

[0005] 本发明的目的就是为了克服上述现有技术存在的缺陷而提供一种低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料及制法和应用。

[0006] 本发明的目的可以通过以下技术方案来实现: 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料, 其特征在于, 该材料的化学成份符合化学通式  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$ ; 其中  $0.16 \leq a \leq 0.22, 0 \leq x \leq 0.10$ 。

[0007] 优选的, 所述化学通式中  $a = 0.17, x = 0.01$ 。

[0008] 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

[0009] (1) 制备基料: 制备  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料, 其中  $0.16 \leq a \leq 0.22$ ;

[0010] (2) 制备模板: 运用双重熔盐法制备  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板;

[0011] (3) 将获得的模板与基料按一定的比例配料并置于球磨罐中, 加入溶剂, 辊磨 10-24 小时, 再加入粘结剂继续辊磨 3-6 小时, 制得浆料;

[0012] (4) 取出制得的浆料, 使用流延刮刀在玻璃板上进行流延; 流延后平放静置, 用刀片将膜片从玻璃板上刮下; 将膜片切割后叠片热压成型, 取出压好的样品依次进行排粘、等静压、热处理, 得到取向良好的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  无铅压电织构陶瓷材料, 即为所述低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料。

[0013] 步骤 (1) 所述的  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料采用固相反应法制得, 即采用  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  为原料, 先按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Na、Bi 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ , 依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料; 再按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Bi、K 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ , 依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料; 最后按照  $(1-a)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3 - a(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的配比将基料  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料进行混合后烘干即可; 其中,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $850^\circ\text{C}$ ,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $900^\circ\text{C}$ 。

[0014] 步骤 (2) 所述  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板通过双重熔盐法制得具体为: 第一步, 采用  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  为原料, 通过熔盐法制得  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板; 第二步以第一步获得的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  为原料, 通过熔盐法制得  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板。

[0015] 所述的第一步的  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  的配比如下: 按照  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板的化学计量比,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  的质量过量 12%,  $\text{NaCl}$  质量是  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  总质量的 1.1 倍; 第二步的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  的配比如下:  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  的物质的量的比例为

1 : 7.5, NaCl 的质量是  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  总质量的 1.1 倍。

[0016] 步骤 (3) 所述模板物质量占模板与基料总物质量的 1% -10%。

[0017] 步骤 (3) 所述模板物质量占模板与基料总物质量的 1%。

[0018] 步骤 (3) 所述溶剂为无水乙醇与甲苯的混合溶液;所述溶剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 4-6g 无水乙醇和 5-9g 甲苯;最佳选择无水乙醇为 5g, 甲苯为 6.5g。

[0019] 步骤 (3) 所述粘结剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 4-7g 粘结剂;最佳选择为 5.5g。

[0020] 步骤 (3) 加入溶剂进行辊磨采用每分钟 60 转, 辊磨时间为 12-15 小时;加入粘结剂进行辊磨采用每分钟 40 转, 辊磨时间为 4 小时。

[0021] 步骤 (4) 所述的流延的速度是 3cm/s-10cm/s, 最佳选择是 6cm/s;

[0022] 所述的流延刮刀与玻璃板的高度是 100-300  $\mu\text{m}$ , 最佳选择是 200  $\mu\text{m}$ ;流延后平放静置 2-4 小时, 最佳选择是 3 小时;

[0023] 所述热压成型的温度为 60-100 $^{\circ}\text{C}$ , 优选为 70 $^{\circ}\text{C}$ ;热压成型的压力为 40MPa-80MPa, 优选为 70MPa;

[0024] 所述的样品进行排粘后, 进行等静压, 等静压的时间是 10min-30min, 优选是 10min;压力大小为 100MPa-300MPa, 优选是 200MPa;

[0025] 所述的热处理是采用的是两步烧结方式, 第一步温度是 900-1150 $^{\circ}\text{C}$ , 时间是 2-10h, 优选为 1100 $^{\circ}\text{C}$ 和 4h;第二步温度是 1150-1250 $^{\circ}\text{C}$ ;热处理保温时间为 10-50h, 优选为 1175 $^{\circ}\text{C}$ 和 50h;热处理在硅碳棒炉中进行。

[0026] 步骤 4) 中, 上述所述叠片热压成型是指将流延静置后的膜切成 1.15cm $\times$ 1.15cm 的片, 将一定数量的这些片叠加到一定的高度, 然后放入模具中, 并且在模具外套上一个可以调控温度的加热装置, 然后将这个加有加热装置的模具至于单轴压片机下, 加热到 60-100 $^{\circ}\text{C}$ , 压力大小是 40MPa-80MPa, 反复进行 4 次, 保温保压时间为 1 小时, 使叠的片能够均匀致密的粘结在一起成为一个致密的片状生坯。此处制备块状样品需要一个与沿片状方向相垂直的力, 使片与片之间的产生良好的面结合。

[0027] 所述的无铅压电织构陶瓷材料应用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制中。

[0028] 本发明采用同质钛酸钡模板和  $(1-a)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-a(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{TiO}_3$  的粉体基料, 通过流延工艺制备了复合钙钛矿结构织构化的无铅压电陶瓷材料。

[0029] 与现有技术相比, 本发明采用片状的钛酸钡做模板, 运用流延结合两步烧结来实现  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  陶瓷的织构化, 简单可行, 能够制备出一种低电场下具有大的应变响应的无铅压电织构陶瓷材料, 从而克服了传统材料随机生长, 性能受限的科学难题, 具有以下优点:

[0030] 1 流延技术为陶瓷工业中成熟广泛应用的技术, 制备成本低、工艺简单、适合大批量的工业化生产。

[0031] 2 与现有的普通技术相比,  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  陶瓷织构化的无铅压电陶瓷材料表现出良好的取向度, 织构度可以达到 87%, 克服了传统工艺的随机取向和类似技术中取向度低的难题。

[0032] 3 与类似的技术相比,  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  陶瓷织构化的无铅压电陶瓷材料表现出优越的致密性, 达到理论密度的 96%, 克服了类似织构技术中致密性低的难题。

[0033] 4 等静压, 流延, 两步烧结工艺结合,  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  织构化的无铅压电陶瓷材料表现出良好的取向度, 优越的致密性, 和高的压电性能, 应变可高达 0.36%。

[0034] 5 与目前的 BNT 基材料相比较,  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  织构化的无铅压电陶瓷材料在低的电场下具有大的应变响应, 所施加的电场降低到了 45kV/cm, 应变响应达到 0.36%, 动态压电系数达到了 800pm/V。

[0035] 6 本发明的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  织构化的无铅压电织构陶瓷材料, 在压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制等方面的应用打下基础。

[0036] 7 本发明的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  织构化的无铅压电织构陶瓷材料可广泛应用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制中。

### 附图说明

[0037] 图 1 实施例 1 中模板含量为 1mol% 织构化 0.8217BNT-0.1683BKT-0.01BT 的 XRD 图谱;

[0038] 图 2 实施例 1 中模板含量为 1mol% 织构化 0.8217BNT-0.1683BKT-0.01BT 的应变曲线;

[0039] 图 3 实施例 2 中模板含量为 5mol% 织构化 0.7885BNT-0.1615BKT-0.05BT 的 XRD 图谱;

[0040] 图 4 实施例 3 中模板含量为 10mol% 织构化 0.747BNT-0.153BKT-0.1BT 的 XRD 图谱。

### 具体实施方式

[0041] 以下通过特定的具体实例说明本发明的实施方式, 本领域技术人员可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点与功效。本发明还可以通过另外不同的具体实施方式加以实施或应用, 本说明书中的各项细节也可以基于不同观点与应用, 在没有背离本发明的精神下进行各种修饰或改变。

[0042] 实施例 1:

[0043] 0.83(Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub>-0.17(Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 基料的制备: 采用 NaCO<sub>3</sub>、KCO<sub>3</sub>、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 TiO<sub>2</sub> 为原料, 先按照 (Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>Ti)O<sub>3</sub> 中 Na、Bi 和 Ti 元素的化学计量比称取 NaCO<sub>3</sub>、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 TiO<sub>2</sub>, 依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得 (Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 基料; 再按照 (Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 中 Bi、K 和 Ti 元素的化学计量比称取 KCO<sub>3</sub>、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 TiO<sub>2</sub>, 依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得 (Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 基料; (Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 的热处理温度为 850°C 保温时间为 4h, (Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 的热处理温度为 900°C, 保温时间为 4h。按照 0.83(Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub>-0.17(Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 化学计量比称量合成的 (Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>Ti)O<sub>3</sub> 和 (Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub>。

[0044] 称取 9.8907g 上述制备的 0.83(Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub>-0.17(Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 基料, 然后称取 0.1093g 钛酸钡模板, 加入 6.5g 甲苯和 5g 无水乙醇辊磨 12 小时后, 加入 5.5g 粘结剂继续辊磨 4 小时, 制得浆料; 取出制好的浆料, 使用流延刮刀在玻璃板上进行流延, 流延速度为 6cm/s, 刮刀高度为 200 μm; 流延后平放静置 3 小时后, 将膜片从玻璃板上刮下; 将膜片切割

成 11.5mm×11.5mm 的方片后叠片在 70℃热压成型,热压压力为 70Mpa,保温保压 1 小时;将成型后的坯体在 550℃排粘,然后再进行等静压,压力大小为 200Mpa 保压 10 分钟,最后在硅碳棒炉中进行热处理,热处理是采用的是两步烧结方式,第一步温度时间为 1100℃和 4h;第二步温度为 1175℃和 50h,制备出取向度良好的织构化的 0.8217BNT-0.1683BKT-0.01BT 无铅压电织构陶瓷材料。

[0045] 图 1 是模板含量为 1mol% 时 0.8217BNT-0.1683BKT-0.01BT 织构化无铅压电材料的 XRD 图谱。从图上可以看出,<001> 衍射峰的相对强度较随机取向材料有明显的增强,表明材料引入 BT 模板后产生了取向。经过对材料 XRD 图谱的计算,其 Lotgering's factor  $f = 72\%$ 。

[0046] 图 2 是模板含量为 1mol% 时 0.8217BNT-0.1683BKT-0.01BT 织构化无铅压电材料的双向应变曲线。可以观察到两个明显的特点,一个是材料获得了大的应变响应,其  $S = 0.36\%$ ,另一个是材料施加的电场降低到 45kV/cm,动态压电系数  $S_{\max}/E_{\max}$  达到了 800pm/V,这是本发明最大的优势,即织构材料低电场下实现了大的应变响应。

[0047] 实施例 2:

[0048] 称取 9.4557g 上述制备的 0.83(Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub>-0.17(Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 基料,然后称取 0.5443g 钛酸钡模板,加入 6.5g 甲苯和 5g 无水乙醇辊磨 12 小时后,加入 5.5g 粘结剂继续辊磨 4 小时,制得浆料;取出制好的浆料,使用流延刮刀在玻璃板上进行流延,流延速度为 6cm/s,刮刀高度为 200 μm;流延后平放静置 3 小时后,将膜片从玻璃板上刮下;将膜片切割成 11.5mm\*11.5mm 的方片后叠片在 70℃热压成型,热压压力为 70Mpa,保温保压 1 小时;将成型后的坯体在 550℃排粘,然后再进行等静压,压力大小为 200Mpa 保压 10 分钟,最后在硅碳棒炉中进行热处理,热处理是采用的是两步烧结方式,第一步温度时间为 1100℃和 4h;第二步温度为 1175℃和 50h,制备出取向度良好的织构化的 0.7885BNT-0.1615BKT-0.05BT 无铅压电织构陶瓷材料。

[0049] 图 3 是模板含量为 5mol% 时 0.7885BNT-0.1615BKT-0.05BT 无铅压电织构陶瓷材料的 XRD 图谱。可以看出,获得了单一的钙钛矿相,没有产生明显的第二相。<001> 衍射峰的强度相对随机取向材料有了明显的增强,而其他衍射峰则明显降低,揭示材料产生了明显的取向,形成了织构化材料。经过对材料 XRD 图谱的计算,其 Lotgering's factor  $f = 87\%$ 。

[0050] 实施例 3:

[0051] 称取 8.9165g 上述制备的 0.83(Bi<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub>-0.17(Bi<sub>0.5</sub>K<sub>0.5</sub>)TiO<sub>3</sub> 基料,然后称取 1.0835g 钛酸钡模板,加入 6.5g 甲苯和 5g 无水乙醇辊磨 12 小时后,加入 5.5g 粘结剂继续辊磨 4 小时,制得浆料;取出制好的浆料,使用流延刮刀在玻璃板上进行流延,流延速度为 6cm/s,刮刀高度为 200 μm;流延后平放静置 3 小时后,将膜片从玻璃板上刮下;将膜片切割成 11.5mm\*11.5mm 的方片后叠片在 70℃热压成型,热压压力为 70Mpa,保温保压 1 小时;将成型后的坯体在 550℃排粘,然后再进行等静压,压力大小为 200Mpa 保压 10 分钟,最后在硅碳棒炉中进行热处理,热处理是采用的是两步烧结方式,第一步温度时间为 1100℃和 4h;第二步温度为 1175℃和 50h,制备出取向度良好的织构化的无铅压电 0.747BNT-0.153BKT-0.1BT 织构陶瓷材料。

[0052] 图 4 是模板含量为 10mol% 时 0.747BNT-0.153BKT-0.1BT 无铅压电织构陶瓷材料



的 XRD 图谱。〈001〉衍射峰的相对强度较随机取向材料有一定程度的增强,说明材料产生了一定的取向。经过对材料 XRD 图谱的计算,其 Lotgering's factor  $f = 53\%$ 。

[0053] 实施例 4

[0054] 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0055] (1) 制备基料:制备  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料,其中  $a = 0.16$ ;采用固相反应法制得,即采用  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  为原料,先按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Na、Bi 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;再按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Bi、K 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;最后按照  $(1-a)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3-a(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的配比将基料  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料进行混合后烘干即可;其中,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $850^\circ\text{C}$ ,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $900^\circ\text{C}$ 。

[0056] (2) 制备模板:运用双重熔盐法制备  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板;具体为:第一步,采用  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  为原料,按照  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板的化学计量比,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  的质量过量  $12\%$ ,  $\text{NaCl}$  质量是  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  总质量的  $1.1$  倍;通过熔盐法制得  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板;第二步以第一步获得的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  为原料,  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  的物质的量的比例为  $1:7.5$ ,  $\text{NaCl}$  的质量是  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  总质量的  $1.1$  倍,通过熔盐法制得  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板。

[0057] (3) 将获得的模板与基料按模板物质量占模板与基料总物质量的  $1\%$  的比例配料并置于球磨罐中,加入无水乙醇与甲苯的混合溶液作为溶剂,溶剂的加入量为每  $10\text{g}$  模板和基料的总重量对应加入  $4\text{g}$  无水乙醇和  $9\text{g}$  甲苯;每分钟  $60$  转辊磨  $10$  小时,再加入粘结剂每分钟  $40$  转继续辊磨  $6$  小时,制得浆料;所述粘结剂的加入量为每  $10\text{g}$  模板和基料的总重量对应加入  $4\text{g}$  粘结剂。

[0058] (4) 取出制得的浆料,使用流延刮刀在玻璃板上进行流延,流延的速度是  $3\text{cm/s}$ ,流延刮刀与玻璃板的高度是  $100\ \mu\text{m}$ ;流延后平放静置  $2$  小时,用刀片将膜片从玻璃板上刮下;将膜片切割后叠片热压成型,热压成型的温度为  $60^\circ\text{C}$ ,热压成型的压力为  $40\text{MPa}$ ,取出压好的样品依次进行排粘、等静压、热处理,得到取向良好的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  无铅压电织构陶瓷材料,即为所述低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料。等静压的时间是  $10\text{min}$ ,压力大小为  $100\text{MPa}$ ;所述的热处理是采用的是两步烧结方式,第一步温度是  $900^\circ\text{C}$ ,时间是  $10\text{h}$ ,第二步温度是  $1150^\circ\text{C}$ ;热处理保温时间为  $50\text{h}$ ,热处理在硅碳棒炉中进行。

[0059] 步骤 4) 中,上述所述叠片热压成型是指将流延静置后的膜切成  $1.15\text{cm}\times 1.15\text{cm}$  的片,将一定数量的这些片叠加到一定的高度,然后放入模具中,并且在模具外套上一个可以调控温度的加热装置,然后将这个加有加热装置的模具至于单轴压片机下,加热到  $60^\circ\text{C}$ ,压力大小是  $40\text{MPa}$ ,反复进行  $4$  次,保温保压时间为  $1$  小时,使叠的片能够均匀致密的粘结在一起成为一个致密的片状生坯。此处制备块状样品需要一个与沿片状方向相垂直的力,使片与片之间的产生良好的面结合。

[0060] 所述的无铅压电织构陶瓷材料应用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控

制中。

[0061] 实施例 5

[0062] 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0063] (1) 制备基料:制备  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料,其中  $a = 0.2$ ;采用固相反应法制备,即采用  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  为原料,先按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Na、Bi 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;再按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Bi、K 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;最后按照  $(1-a)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3-a(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的配比将基料  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料进行混合后烘干即可;其中,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $850^\circ\text{C}$ ,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $900^\circ\text{C}$ 。

[0064] (2) 制备模板:运用双重熔盐法制备  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板;具体为:第一步,采用  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  为原料,按照  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板的化学计量比,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  的质量过量 12%,  $\text{NaCl}$  质量是  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  总质量的 1.1 倍;通过熔盐法制得  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板;第二步以第一步获得的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  为原料,  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  的物质的量的比例为 1 : 7.5,  $\text{NaCl}$  的质量是  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  总质量的 1.1 倍,通过熔盐法制得  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板。

[0065] (3) 将获得的模板与基料按模板物质质量占模板与基料总物质量的 5% 的比例配料并置于球磨罐中,加入无水乙醇与甲苯的混合溶液作为溶剂,溶剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 5g 无水乙醇和 7g 甲苯;每分钟 60 转辊磨 15 小时,再加入粘结剂每分钟 40 转继续辊磨 4 小时,制得浆料;所述粘结剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 6g 粘结剂;

[0066] (4) 取出制得的浆料,使用流延刮刀在玻璃板上进行流延,流延的速度是  $6\text{cm/s}$ ;流延刮刀与玻璃板的高度是  $200\ \mu\text{m}$ ;流延后平放静置 3 小时;用刀片将膜片从玻璃板上刮下;将膜片切割后叠片热压成型,热压成型的温度为  $70^\circ\text{C}$ ;热压成型的压力为  $70\text{MPa}$ ;取出压好的样品依次进行排粘、等静压、热处理,得到取向良好的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  无铅压电织构陶瓷材料,即为所述低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料。等静压的时间是 10min;压力大小为  $200\text{MPa}$ ;所述的热处理是采用的是两步烧结方式,第一步温度是  $1100^\circ\text{C}$ , 4h;第二步温度是  $1175^\circ\text{C}$  和 50h;热处理在硅碳棒炉中进行。

[0067] 步骤 4) 中,上述所述叠片热压成型是指将流延静置后的膜切成  $1.15\text{cm}\times 1.15\text{cm}$  的片,将一定数量的这些片叠加到一定的高度,然后放入模具中,并且在模具外套上一个可以调控温度的加热装置,然后将这个加有加热装置的模具至于单轴压片机下,加热到  $80^\circ\text{C}$ ,压力大小是  $60\text{MPa}$ ,反复进行 4 次,保温保压时间为 1 小时,使叠的片能够均匀致密的粘结在一起成为一个致密的片状生坯。此处制备块状样品需要一个与沿片状方向相垂直的力,使片与片之间的产生良好的面结合。

[0068] 所述的无铅压电织构陶瓷材料应用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制中。

[0069] 实施例 6

[0070] 低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0071] (1) 制备基料:制备  $(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}$  粉体基料,其中  $a = 0.22$ ;采用固相反应法制备,即采用  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  为原料,先按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Na、Bi 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{NaCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;再按照  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中 Bi、K 和 Ti 元素的化学计量比称取  $\text{KCO}_3$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$ ,依次经配料、混料、预压和热处理步骤制备获得  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料;最后按照  $(1-a)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3-a(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  中  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的配比将基料  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  和  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  基料进行混合后烘干即可;其中,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $850^\circ\text{C}$ ,  $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{Ti})\text{O}_3$  的热处理温度为  $900^\circ\text{C}$ 。

[0072] (2) 制备模板:运用双重熔盐法制备  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板;具体为:第一步,采用  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  和  $\text{NaCl}$  为原料,按照  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板的化学计量比,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  的质量过量 12%,  $\text{NaCl}$  质量是  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  和  $\text{TiO}_2$  总质量的 1.1 倍;通过熔盐法制得  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板;第二步以第一步获得的  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  片状粉体模板、 $\text{BaCO}_3$  和  $\text{NaCl}$  为原料,  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  的物质的量的比例为 1 : 7.5,  $\text{NaCl}$  的质量是  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  和  $\text{BaCO}_3$  总质量的 1.1 倍,通过熔盐法制得  $\text{BaTiO}_3$  片状粉体模板。

[0073] (3) 将获得的模板与基料按模板物质质量占模板与基料总物质量的 10% 的比例配料并置于球磨罐中,加入无水乙醇与甲苯的混合溶液作为溶剂,溶剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 6g 无水乙醇和 9g 甲苯;辊磨 24 小时,再加入粘结剂继续辊磨 6 小时,制得浆料;所述粘结剂的加入量为每 10g 模板和基料的总重量对应加入 7g 粘结剂;

[0074] (4) 取出制得的浆料,使用流延刮刀在玻璃板上进行流延,流延的速度是 10cm/s,流延刮刀与玻璃板的高度是  $300\ \mu\text{m}$ ,流延后平放静置 4 小时,用刀片将膜片从玻璃板上刮下;将膜片切割后叠片热压成型,热压成型的温度为  $100^\circ\text{C}$ ,优选为  $70^\circ\text{C}$ ;热压成型的压力为 80MPa,取出压好的样品依次进行排粘、等静压、热处理,得到取向良好的  $(1-x)[(1-a)\text{BNT}-a\text{BKT}]-x\text{BT}$  无铅压电织构陶瓷材料,即为所述低电场下大应变响应无铅压电织构陶瓷材料。等静压的时间是 30min,压力大小为 300MPa,所述的热处理是采用的是两步烧结方式,第一步温度是  $1150^\circ\text{C}$ ,时间是 2h,第二步温度是  $1250^\circ\text{C}$ ;热处理保温时间为 10h,热处理在硅碳棒炉中进行。

[0075] 步骤 4) 中,上述所述叠片热压成型是指将流延静置后的膜切成  $1.15\text{cm}\times 1.15\text{cm}$  的片,将一定数量的这些片叠加到一定的高度,然后放入模具中,并且在模具外套上一个可以调控温度的加热装置,然后将这个加有加热装置的模具至于单轴压片机下,加热到  $100^\circ\text{C}$ ,压力大小是 80MPa,反复进行 4 次,保温保压时间为 1 小时,使叠的片能够均匀致密的粘结在一起成为一个致密的片状生坯。此处制备块状样品需要一个与沿片状方向相垂直的力,使片与片之间的产生良好的面结合。

[0076] 所述的无铅压电织构陶瓷材料应用于压电传感器、压电电动机以及高精度位移控制中。

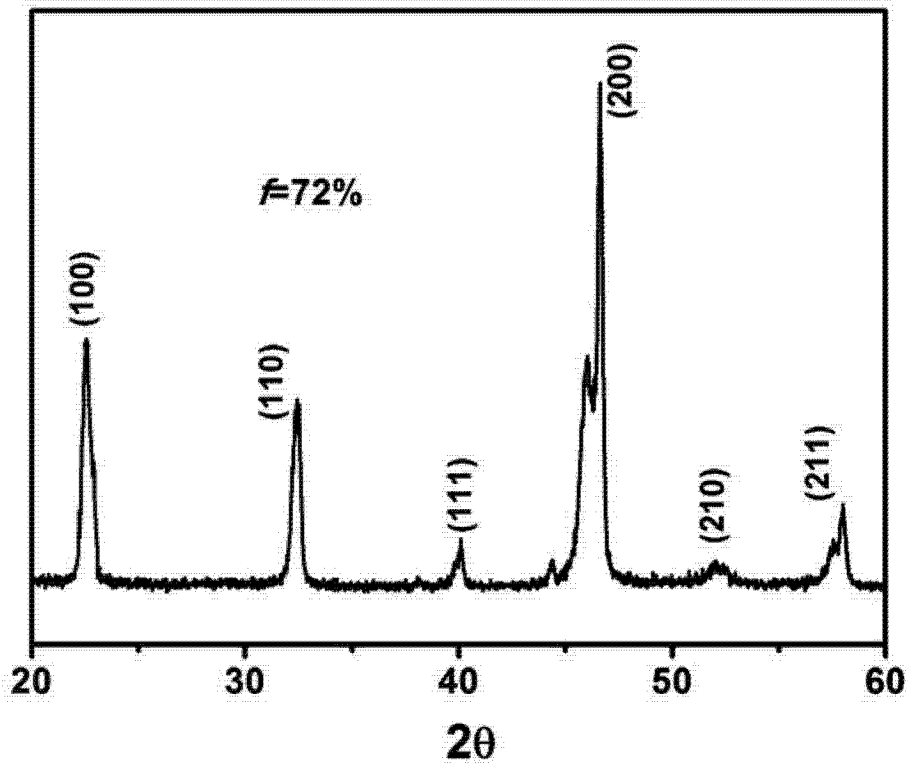


图 1

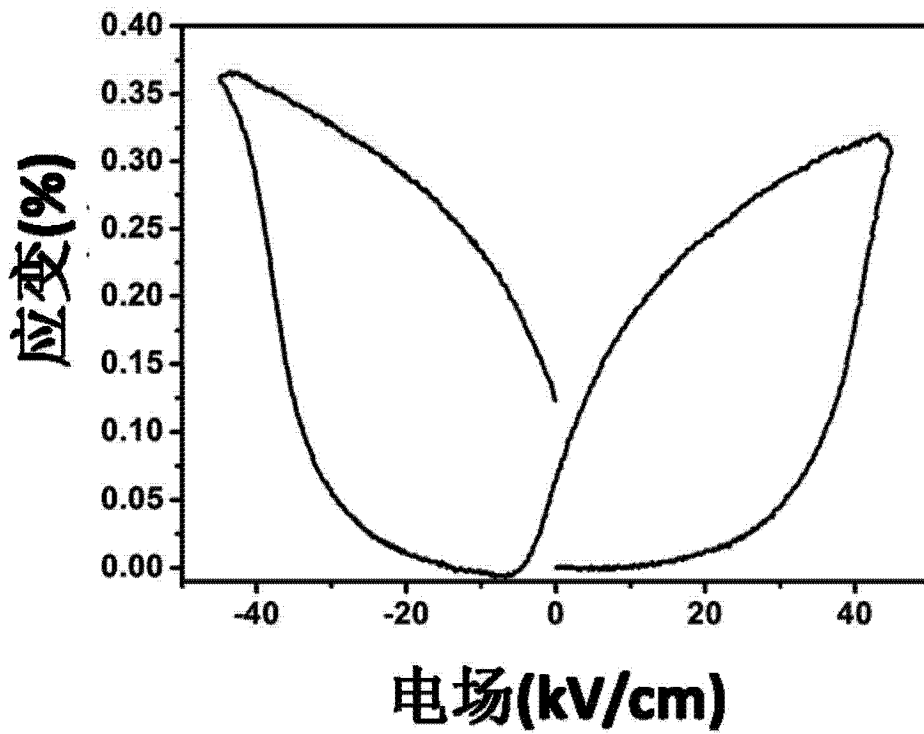


图 2

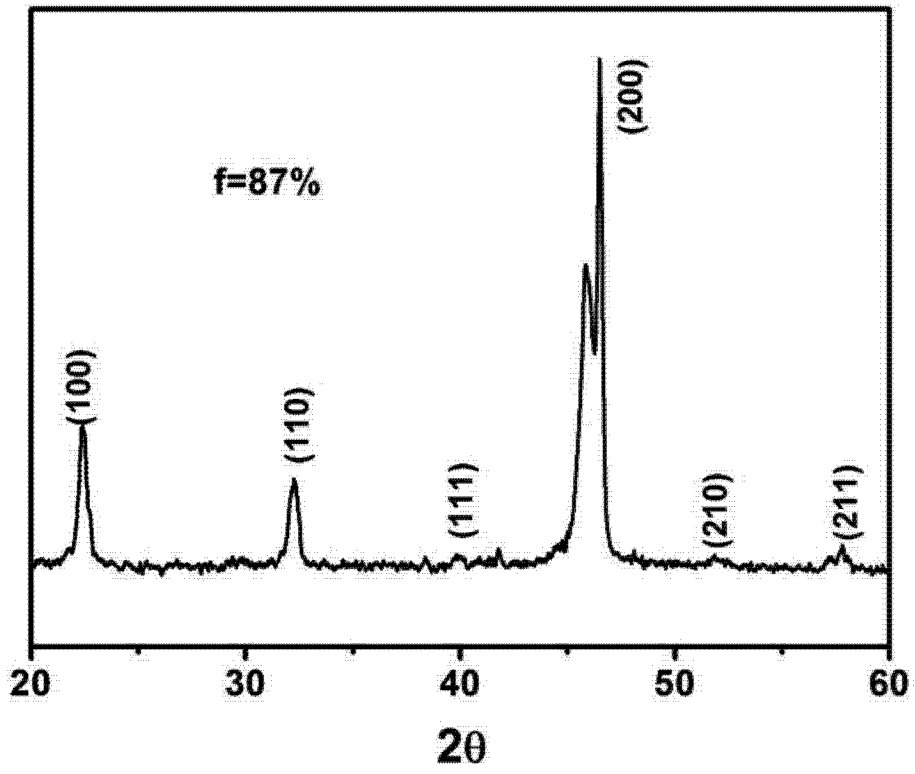


图 3

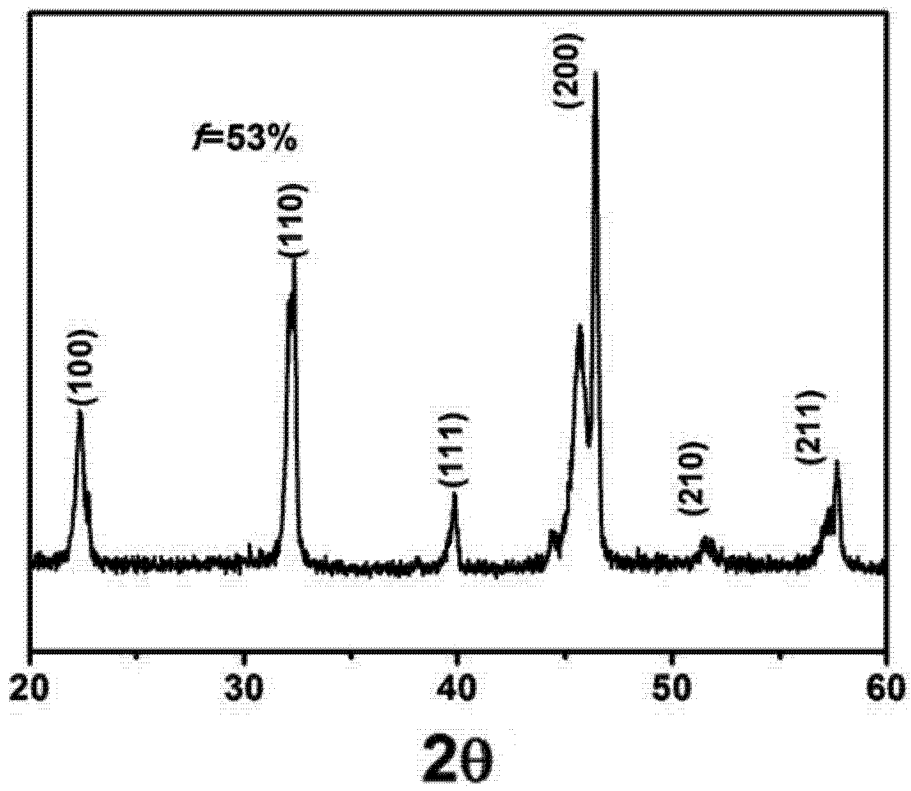


图 4