



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115403375 B

(45) 授权公告日 2023.07.14

(21) 申请号 202211057533.4

C04B 35/622 (2006.01)

(22) 申请日 2022.08.31

C04B 35/638 (2006.01)

C04B 41/88 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115403375 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2022.11.29

CN 107117965 A, 2017.09.01

WO 2010108988 A1, 2010.09.30

(73) 专利权人 山东国瓷功能材料股份有限公司

WO 2017182263 A1, 2017.10.26

地址 257091 山东省东营市经济技术开发区辽河路24号

郑阳; . 钐掺杂PZT基压电陶瓷的低温烧结. 现代盐化工. 2018, (第01期), 全文.

(72) 发明人 董鹏飞 付清波 张锋 杨彬

审查员 唐道梅

吴海涛 应红 骆光恒 朱彬彬

(74) 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限公司

11002

专利代理师 张璐

(51) Int. Cl.

C04B 35/491 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种锆钛酸铅压电陶瓷材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及压电陶瓷技术领域,具体涉及一种锆钛酸铅压电陶瓷材料及其制备方法。锆钛酸铅压电陶瓷材料以下列化学通式表示: $Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})_{-mA-nB}$; 其中, m和n分别为A和B占锆钛酸铅压电陶瓷材料 $Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})_{-mA-nB}$ 的摩尔比; $m=0.01\sim 0.02$; $n=0.005\sim 0.012$; A为La、Sm、Nd中的至少一种; B为Mn、Fe、Cr中的至少一种。本发明提供的多种元素掺杂的锆钛酸铅压电陶瓷材料,其压电性能 $d_{33}>300PC/N$,且其介电损耗 $<0.80\%$,完全可以在高频超声马达等场景中进行使用,比市面上的三元硬压电材料有着更高的居里温度。

1. 一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其特征在于,以下列化学通式表示: $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})-\text{mA}-\text{nB}$;

其中,m和n分别为A和B占锆钛酸铅压电陶瓷材料 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})-\text{mA}-\text{nB}$ 的摩尔比;

$m=0.01\sim 0.02$; $n=0.005\sim 0.012$;

A为La、Sm、Nd中的一种;B为Mn、Fe、Cr中的一种。

2. 根据权利要求1所述的锆钛酸铅压电陶瓷材料,其特征在于, $m=0.01\sim 0.015$,和/或, $n=0.005\sim 0.01$ 。

3. 根据权利要求1或2所述的锆钛酸铅压电陶瓷材料,其特征在于,以下列化学通式表示: $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})-0.0125\text{A}-0.007\text{B}$;

其中,A为La、Sm、Nd中的一种;B为Mn、Fe、Cr中的一种。

4. 权利要求1~3中任一项所述的锆钛酸铅压电陶瓷材料的制备方法,其特征在于,包括:将原料经过球磨、预烧、压片、排胶、烧结、烧银和极化,制得所述锆钛酸铅压电陶瓷材料;

所述原料包括: PbO 、 ZrO_2 和 TiO_2 ,以及选自 La_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Nd_2O_3 中的一种;以及 Fe_2O_3 、 Cr_2O_3 、 MnO_2 中的一种;

所述预烧以每分钟3~5摄氏度的速度升温到830~870摄氏度,然后保温;

所述排胶以每分钟0.5~1.5摄氏度的速度升温到580~620摄氏度,然后保温;

所述烧结以每分钟3~5摄氏度的速度升温到1220~1250摄氏度,然后保温。

5. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,所述球磨以氧化锆球作为球磨介质;

和/或,所述原料、氧化锆球和水的质量比为1:3~3.5:1;

和/或,所述球磨后,原料粉体的比面积为 $4.0\sim 5.0\text{g}/\text{m}^3$ 。

6. 根据权利要求4或5所述的制备方法,其特征在于,所述烧银是将烧结后的陶瓷片涂覆银浆,而后以每分钟5~10摄氏度的速度升温到630~670摄氏度,并且保温20~40min,制得背银的陶瓷片。

7. 根据权利要求4或5所述的制备方法,其特征在于,所述极化是将背银的陶瓷片放在硅油中,升温到100~130摄氏度,然后加电压3~4KV/mm,保持20-40分钟,制得锆钛酸铅压电陶瓷材料。

8. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,所述极化是将背银的陶瓷片放在硅油中,升温到100~130摄氏度,然后加电压3~4KV/mm,保持20-40分钟,制得锆钛酸铅压电陶瓷材料。

9. 根据权利要求4或5或8中任一项所述的制备方法,其特征在于,还包括:将球磨后的球磨料在80~100摄氏度下烘干,再将烘干后的粉体过20~40目筛网后进行所述预烧。

10. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,还包括:将球磨后的球磨料在80~100摄氏度下烘干,再将烘干后的粉体过20~40目筛网后进行所述预烧。

11. 根据权利要求7所述的制备方法,其特征在于,还包括:将球磨后的球磨料在80~100摄氏度下烘干,再将烘干后的粉体过20~40目筛网后进行所述预烧。

12. 根据权利要求4、5、8、10、11中任一项所述的制备方法,其特征在于,所述压片为将预烧后的粉料二次球磨后烘干,然后将烘干后的粉料与质量浓度为8%~9%的聚乙烯醇溶液混合后研磨,再过80~120目筛网后压成片状胚体。

13. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,所述压片为将预烧后的粉料二次球磨后烘干,然后将烘干后的粉料与质量浓度为8%~9%的聚乙烯醇溶液混合后研磨,再过80~120目筛网后压成片状胚体。

14. 根据权利要求7所述的制备方法,其特征在于,所述压片为将预烧后的粉料二次球磨后烘干,然后将烘干后的粉料与质量浓度为8%~9%的聚乙烯醇溶液混合后研磨,再过80~120目筛网后压成片状胚体。

15. 根据权利要求9所述的制备方法,其特征在于,所述压片为将预烧后的粉料二次球磨后烘干,然后将烘干后的粉料与质量浓度为8%~9%的聚乙烯醇溶液混合后研磨,再过80~120目筛网后压成片状胚体。

16. 根据权利要求12所述的制备方法,其特征在于,所述压片的压力为100~120MPa。

一种锆钛酸铅压电陶瓷材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及压电陶瓷技术领域,具体涉及一种锆钛酸铅压电陶瓷材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 锆钛酸铅(PZT)是应用最广泛的一种钙钛矿结构的压电陶瓷材料,因其优异的压电特性,高的压电常数,较高的使用温度,可以制备成如超声波换能器、扬声器、传感器、制动器等器件。单纯的锆钛酸铅(PZT)压电性能比较低,压电常数 d_{33} 在250PC/N,介电损耗1.05%,其性能单一很难满足各种器件的使用需要。因此各国学者对其进行了不同的改性研究。

[0003] 其中,通过铅基弛豫铁电体 $Pb(B'BB'')$ 与PZT复合,构建三元压电材料,能够获得不同的性能,极大的扩展了压电材料的应用。所增加的铅基弛豫铁电体有两个共同特点:第一,他们进入锆钛酸铅固溶体后,不改变钙钛矿结构;第二,在原来钙钛矿型结构中B位置,由两种不是四价的金属离子占据,但这两种金属离子的含量与其价数乘积之和,应该与钛离子(或锆离子)的化学价相同。这样类型的弛豫铁电体有很多种类型,例如 $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ 、 $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ 、 $Pb(Mn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ 、 $Pb(Mn_{1/3}Sb_{2/3})O_3$ 、 $Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ 、 $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ 等。通过弛豫铁电体与PZT复合,构建的三元压电材料使其性能发生了一系列变化,可以分为软瓷和硬瓷体系。软瓷是指具有高压电常数,高机电耦合系数,高损耗的材料,这样的弛豫铁电体比较多,例如PMN,PNN,PZN等。硬瓷是指具有较低的损耗,高的机械品质因素的材料,这类材料的使用频率较高,因此可以制成高频超声马达,其利用压电陶瓷的逆压电效应产生超声振动,然而由于长时间工作的需要,要求其拥有较低的损耗($<0.8\%$),以延长其工作寿命,这种弛豫铁电体比较少,一般只有PMS和PMN。

[0004] 除上述方法外,还可以通过离子掺杂来实现对PZT的改性。例如施主掺杂是用半径相近的高价正离子取代PZT基体中A位或B位的低价正离子,如 La^{3+} , Sm^{3+} , Nd^{3+} 取代A位的 Pb^{2+} ; Nb^{5+} , Ta^{5+} , Sb^{5+} ,或 W^{6+} 取代B位的 Zr^{4+} 或 Ti^{4+} 。这种掺杂会形成铅空位,导致形成电荷补偿效应和缓冲效应,畴壁运动更容易进行,性能变软,矫顽场降低,机电耦合系数增加,介电损耗增加。另一种受主掺杂是通过低价正离子取代PZT基体中A位或B位的高价正离子,如 K^+ 或 Na^+ 取代A位 Pb^{2+} ; Fe^{3+} 、 Co^{2+} , Mn^{2+} 或 Al^{3+} 取代B位的 Zr^{4+} 或 Ti^{4+} 。这种掺杂会形成氧空位,导致氧八面体畸变,晶胞产生收缩,从而抑制畴壁运动,性能变硬,介电损耗下降,压电性能降低,机械品质因素升高。例如CN111747740A公开了一种钐离子掺杂锆钛酸铅基高性能压电陶瓷,化学通式: $Pb_{0.98}Ba_{0.015}Sr_{0.005}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3+xwt\%Sm_2O_3$,其中 $0.1 \leq x \leq 0.5$,wt%为质量百分比。其所制得的压电陶瓷片,居里温度 T_c 为 $350 \sim 420^\circ C$,压电常数 d_{33} 为 $480 \sim 550 pC/N$ 。CN110078508A公开了一种锰掺杂铋镉锌酸铅-钛酸铅压电陶瓷及其制备方法,其机械品质因素 Q_m 为 $1300 \sim 2100$, d_{33} 为 $300 \sim 420 pC/N$ 。

[0005] 现市场上应用的高频超声压电硬瓷材料一般采用三元PZT压电材料,具有压电性能高($300 \sim 360 PC/N$)以及介电损耗低($<0.8\%$)的特点。而用元素掺杂的材料比较少,因为低

价正离子的掺杂虽然可以降低介电损耗,但同时使得压电性能 d_{33} 更加降低,不能满足产品的使用需求。

[0006] 如何提供一种多种元素掺杂的锆钛酸铅压电陶瓷材料,使其压电性能 d_{33} 高而且介电损耗低,成为本领域亟待解决的技术难题。

发明内容

[0007] 鉴于此,本发明首先提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,以下列化学通式表示: $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})_{-m}\text{A}_{-n}\text{B}$;

[0008] 其中,m和n分别为A和B占锆钛酸铅压电陶瓷材料 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})_{-m}\text{A}_{-n}\text{B}$ 的摩尔比;

[0009] $m=0.01\sim 0.02$; $n=0.005\sim 0.012$;

[0010] A为La、Sm、Nd中的至少一种;B为Mn、Fe、Cr中的至少一种。

[0011] 本发明另辟蹊径采用多种元素掺杂锆钛酸铅,既能够使得压电性能 $d_{33}>300\text{PC/N}$,而且使得介电损耗 $<0.8\%$ 。

[0012] 本发明发现,通过施主掺杂,用 La^{3+} , Sm^{3+} , Nd^{3+} 半径相近的高价正离子取代A位的 Pb^{2+} ,能够快速提高压电性能,但介电损耗也随之增高;而通过微量的受主掺杂,使得钙钛矿结构的晶胞产生收缩,从而抑制畴壁运动,能够大幅度降低介电损耗,同时又对压电性能不产生较大影响。其中,很重要的是,本发明发现控制 $m=0.01\sim 0.02$ 且 $n=0.005\sim 0.012$,同时选择A为La、Sm、Nd中的至少一种,B为Mn、Fe、Cr中的至少一种时,才能够同时保证高压电性能和低介电损耗;本发明通过大量试验研究验证,其中的任一元素替换为其它元素,均无法实现本发明的优异效果。

[0013] 作为本发明的一种优选的实施方案, $m=0.01\sim 0.015$,和/或, $n=0.005\sim 0.01$ 。

[0014] 作为本发明的一种优选的实施方案,以下列化学通式表示: $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45})_{-0.0125}\text{A}_{-0.007}\text{B}$;

[0015] 其中,A为La、Sm、Nd中的至少一种;B为Mn、Fe、Cr中的至少一种。

[0016] 在上述化学通式时,锆钛酸铅压电陶瓷材料的性能达到较优。

[0017] 进一步,本发明还提供了上述任一实施方案中锆钛酸铅压电陶瓷材料的制备方法,包括:将原料经过球磨、预烧、压片、排胶、烧结、烧银和极化,制得所述锆钛酸铅压电陶瓷材料;

[0018] 所述原料包括: PbO 、 ZrO_2 和 TiO_2 ,以及选自 La_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Nd_2O_3 中的至少一种;以及 Fe_2O_3 、 Cr_2O_3 、 MnO_2 中的至少一种;

[0019] 所述预烧以每分钟3~5摄氏度的速度升温到830~870摄氏度,然后保温;

[0020] 所述排胶以每分钟0.5~1.5摄氏度的速度升温到580~620摄氏度,然后保温;

[0021] 所述烧结以每分钟3~5摄氏度的速度升温到1220~1250摄氏度,然后保温。

[0022] 对于本发明的锆钛酸铅压电陶瓷材料的制备而言,本发明发现,预烧温度太低不利于主晶相的合成,太高则会使得粉体过烧变硬,难以粉碎,影响后续处理工艺。

[0023] 对于排胶,升温速率不能过快,当升温速率高于每分钟1.5摄氏度时容易导致胚体开裂。

[0024] 对于烧结,需要控制烧结温度在1220~1250摄氏度,温度低于1220摄氏度会导致瓷体不能烧熟。

- [0025] 作为本发明的一种优选的实施方案,预烧后保温2~3h;
- [0026] 和/或,排胶后保温2~3h;
- [0027] 和/或,烧结后保温1.5~2h。
- [0028] 作为本发明的一种优选的实施方案,所述球磨以氧化锆球作为球磨介质;
- [0029] 和/或,所述原料、氧化锆球和水的质量比为1:3~3.5:1;
- [0030] 和/或,所述球磨后,原料粉体的比面积为4.0~5.0g/m³;
- [0031] 和/或,所述球磨的时间为1~3h。
- [0032] 本发明还发现,当球磨时间低于1h,容易使得原料不能充分混合均匀;球磨时间高于3h,会使得粉体的比表面积增大,影响预烧温度。
- [0033] 作为本发明的一种优选的实施方案,所述烧银是将烧结后的陶瓷片涂覆银浆,而后以每分钟5~10摄氏度的速度升温到630~670摄氏度,并且保温20~40min,制得背银的陶瓷片。
- [0034] 作为本发明的一种优选的实施方案,所述极化是将背银的陶瓷片放在硅油中,升温到100~130摄氏度,然后加电压3~4KV/mm,保持20-40分钟,制得锆钛酸铅压电陶瓷材料。
- [0035] 作为本发明的一种优选的实施方案,制备方法还包括:将球磨后的球磨料在80~100摄氏度下烘干,再将烘干后的粉体过20~40目筛网后进行所述预烧。
- [0036] 作为本发明的一种优选的实施方案,所述压片为将预烧后的粉料二次球磨后烘干,然后将烘干后的粉料与质量浓度为8%~9%的聚乙烯醇溶液混合后研磨,再过80~120目筛网后压成片状胚体。
- [0037] 作为本发明的一种优选的实施方案,所述压片的压力为100~120MPa。
- [0038] 作为本发明的一种较优选的实施方案,制备方法包括如下步骤:
- [0039] (1)以PbO、ZrO₂和TiO₂,以及选自La₂O₃、Sm₂O₃、Nd₂O₃中的至少一种;以及Fe₂O₃、Cr₂O₃、MnO₂中的至少一种作为原料,按照化学通式中的化学比进行配料,然后进行球磨;所述球磨以氧化锆球作为球磨介质;优选1.5mm氧化锆球;控制原料、氧化锆球和水的质量比为1:3~3.5:1,控制球磨后粉体的比面积为4.0~5.0g/m³,制得球磨料;
- [0040] (2)将球磨料在80~100摄氏度下烘干;
- [0041] (3)将烘干后的粉体过20~40目筛网后,以每分钟3~5摄氏度的速度升温到830~870摄氏度,然后保温2~3h;
- [0042] (4)将预烧后的粉料二次球磨1~3h后烘干,然后将烘干后的粉料与质量浓度为8%~9%的聚乙烯醇溶液混合后研磨,再过80~120目筛网,在100~120MPa下压成片状胚体;优选地,在100~120MPa下压成直径为10~14mm,厚度为0.8~1.2mm的圆片状胚体;
- [0043] (5)将片状胚体以每分钟0.5~1.5摄氏度的速度升温到580~620摄氏度,然后保温2-3h进行排胶;
- [0044] (6)以原粉覆盖排胶后的胚件,以每分钟3~5摄氏度的速度升温到1220~1250摄氏度,然后保温1.5~2h,得到陶瓷片;
- [0045] (7)将烧结后的陶瓷片均匀涂覆银浆,而后以每分钟5~10摄氏度的速度升温到630~670摄氏度,并且保温20~40min,经冷却后制得背银的陶瓷片;
- [0046] (8)将背银的陶瓷片放在硅油中,升温到100~130摄氏度,然后加电压3~4KV/mm,

保持20-40分钟,制得锆钛酸铅压电陶瓷材料。

[0047] 在具体实施过程中,包括但不限于在马弗炉中进行上述升温过程。

[0048] 在具体实施过程中,包括但不限于采用烘箱进行所述烘干。

[0049] 在具体实施过程中,包括但不限于将粉体材料置于氧化铝坩埚中进行升温过程。

[0050] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

[0051] 本发明提供了一种多种元素掺杂的锆钛酸铅压电陶瓷材料,其压电性能 $d_{33} > 300\text{PC/N}$,且其介电损耗 $< 0.80\%$,完全可以在高频超声马达等场景中进行使用,比市面上的三元硬压电材料有着更高的居里温度。

附图说明

[0052] 图1为本发明实施例1所制备的压电陶瓷片的截面图。

具体实施方式

[0053] 以下实施例用于说明本发明,但不用来限制本发明的范围。

[0054] 实施例中未注明具体技术或条件者,均为常规方法或者按照本领域的文献所描述的技术或条件进行,或者按照产品说明书进行。所用试剂和仪器等未注明生产厂商者,均为可通过正规渠道商购买得到的常规产品。

[0055] 实施例1

[0056] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{La} - 0.007\text{Mn}$,具体制备方法如下:

[0057] 步骤一:配料:以 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 La_2O_3 、 MnO_2 作为原材料,按照上述化学式中的化学计量比称取原料,将称量好的原料放在聚四氟乙烯行星磨罐里,以去离子水作为分散剂,以1.5mm氧化锆球作为球磨介质,料:球:水=1:3.2:1,球磨2h,得到混合均匀的球磨料。

[0058] 步骤二:烘干:将得到的均匀的球磨料放在烘箱里进行烘干,烘干温度为100摄氏度。

[0059] 步骤三:预烧:将烘干后的粉体过20目筛网后,置于氧化铝坩埚中,然后放在马弗炉中,以3摄氏度每分钟的速度升温到850摄氏度,然后保温3h。

[0060] 步骤四:压片:将得到的粉料二次球磨1.5h,然后继续烘干,将烘干后的粉料加9%的聚乙烯醇溶液,均匀研磨,再过80目筛网,于120MPa下压制直径12mm,厚1mm的圆片状胚体。

[0061] 步骤五:排胶:将上述圆片状胚体放在马弗炉中,以每分钟1.5摄氏度的速度升温到600摄氏度,保温2h进行排胶,得到排胶后的胚件。

[0062] 步骤六:烧结:将排胶后的胚件放在马弗炉中,以原粉覆盖胚件,以每分钟4摄氏度的速度升温到1250摄氏度,然后保温2h,得到陶瓷片。

[0063] 步骤七:烧银:将烧结好的陶瓷片进行打磨,然后将陶瓷片上下均匀涂抹银浆,然后置于马弗炉中,以每分钟5摄氏度的速度均匀升温到650摄氏度,并在该温度下保温30min,然后自然冷却,得到背银的陶瓷片。

[0064] 步骤七:极化:将背银的陶瓷片放在硅油中,升温到120摄氏度,然后加直流电压3KV/mm,保持30分钟,得到低温烧结的锆钛酸铅压电陶瓷片。

[0065] 实施例2

[0066] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{La} - 0.007\text{Fe}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 La_2O_3 和 Fe_2O_3 。

[0067] 实施例3

[0068] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{La} - 0.007\text{Cr}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 La_2O_3 和 Cr_2O_3 。

[0069] 实施例4

[0070] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{Sm} - 0.007\text{Mn}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Sm_2O_3 和 MnO_2 。

[0071] 实施例5

[0072] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{Sm} - 0.007\text{Fe}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Sm_2O_3 和 Fe_2O_3 。

[0073] 实施例6

[0074] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{Sm} - 0.007\text{Cr}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Sm_2O_3 和 Cr_2O_3 。

[0075] 实施例7

[0076] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{Nd} - 0.007\text{Mn}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Nd_2O_3 和 MnO_2 。

[0077] 实施例8

[0078] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{Nd} - 0.007\text{Fe}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Nd_2O_3 和 Fe_2O_3 。

[0079] 实施例9

[0080] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.0125\text{Nd} - 0.007\text{Cr}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Nd_2O_3 和 Cr_2O_3 。

[0081] 实施例10

[0082] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.01\text{La} - 0.005\text{Mn}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:按照本实施例化学式中的化学计量比称取原料。

[0083] 实施例11

[0084] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.55}\text{Ti}_{0.45}) - 0.01\text{La} - 0.012\text{Mn}$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:按照本实施例化学式中的化学计量

比称取原料。

[0085] 实施例12

[0086] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})-0.02La-0.005Mn$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:按照本实施例化学式中的化学计量比称取原料。

[0087] 实施例13

[0088] 本实施例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})-0.02La-0.012Mn$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:按照本实施例化学式中的化学计量比称取原料。

[0089] 对比例1

[0090] 本对比例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})-0.0125Sm-0.007Cu$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Sm_2O_3 和 CuO 。

[0091] 对比例2

[0092] 本对比例提供了一种锆钛酸铅压电陶瓷材料,其化学式为 $Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})-0.0125Nd-0.007Co$,具体制备方法仅与实施例1不同的是:原材料采用 PbO 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Nd_2O_3 和 CoO 。

[0093] 试验例

[0094] 将上述实施例和对比例制备的压电陶瓷片在室温下静置24h,然后测试其电学性能,结果如表1所示。

[0095] 表1压电陶瓷片性能

[0096]

| 项目 | d33 | Kp | Qm | 介电损耗 | K |
|-------|-----|--------|------|-------|------|
| 实施例1 | 302 | 0.6023 | 1025 | 0.38% | 1089 |
| 实施例2 | 353 | 0.6527 | 925 | 0.57% | 1207 |
| 实施例3 | 405 | 0.6899 | 734 | 0.78% | 1345 |
| 实施例4 | 323 | 0.6968 | 923 | 0.55% | 1288 |
| 实施例5 | 452 | 0.7523 | 753 | 0.65% | 1764 |
| 实施例6 | 520 | 0.7899 | 583 | 0.71% | 2090 |
| 实施例7 | 355 | 0.6761 | 890 | 0.65% | 1435 |
| 实施例8 | 483 | 0.7134 | 712 | 0.69% | 1869 |
| 实施例9 | 540 | 0.7761 | 526 | 0.78% | 2297 |
| 实施例10 | 310 | 0.6238 | 987 | 0.42% | 1121 |
| 实施例11 | 301 | 0.5983 | 1085 | 0.35% | 991 |
| 实施例12 | 392 | 0.6789 | 859 | 0.72% | 1257 |
| 实施例13 | 315 | 0.6378 | 998 | 0.45% | 1145 |
| 对比例1 | 400 | 0.6890 | 823 | 1.28% | 1378 |
| 对比例2 | 283 | 0.6018 | 912 | 0.78% | 1325 |

[0097] 此外,对实施例1所制备的压电陶瓷片采用SEM进行表征,图1为压电陶瓷片的截面图,晶粒清晰可见,无异常长大。断裂模式为沿晶断裂。

[0098] 虽然,上文中已经用一般性说明及具体实施方案对本发明作了详尽的描述,但在本发明基础上,可以对之作一些修改或改进,这对本领域技术人员而言是显而易见的。因此,在不偏离本发明精神的基础上所做的这些修改或改进,均属于本发明要求保护的范围。

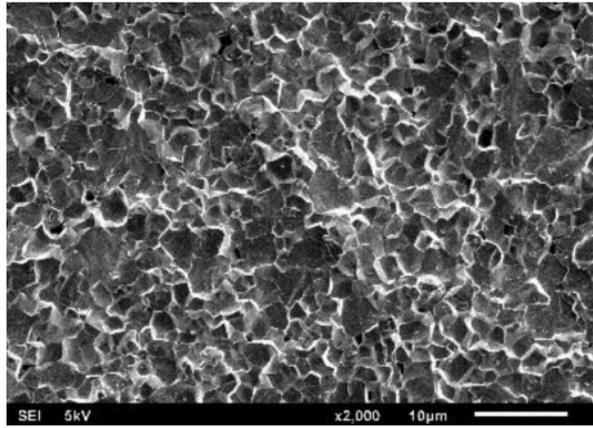


图1