

文章编号: 1000-324X(2005)05-1099-07

铌酸铅 - 锆钛酸铅 (PZN-PZT) 压电陶瓷和陶瓷纤维的制备

李 坤¹, 曹大呼¹, 李金华², 陈王丽华³

(1. 江苏工业学院材料系; 2. 信息科学系, 常州 213016; 3. 香港理工大学应用物理系, 九龙)

摘 要: 以乙酸铅、丙酸锌、五乙氧基铌、四丙氧基锆和四正丁氧基钛为原料, 用溶胶 - 凝胶法制备了铌酸铅 - 锆钛酸铅 (PZN-PZT) 凝胶纤维。该纤维经热解、烧结后成为直径约 $25\mu\text{m}$ 的陶瓷纤维。陶瓷纤维的表面和断面形貌的电子扫描图像显示: 该陶瓷纤维均匀致密, 呈圆柱形。X 射线分析表明: 烧结温度影响陶瓷的晶相纯度。当烧结温度高于 1250°C 时, 该陶瓷及陶瓷纤维呈现纯净的钙钛矿晶相。阿基米德法测得陶瓷和陶瓷纤维的密度分别为 $7.70\times 10^3\text{kg/m}^3$ 和 $7.80\times 10^3\text{kg/m}^3$ 。对陶瓷含量为 63% 的 PZN-PZT 陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料压电片, 测得其机电转换常数 k_t 、压电常数 d_{33} 和相对介电常数 ε 分别为: 0.65、 403pC/N 和 1300。以溶胶 - 凝胶法制备的超细粉体为原料烧结成的 PZN-PZT 陶瓷, 其 k_t 、 d_{33} 和 ε 分别为 0.48、 600pC/N 和 2627。

关键词: 陶瓷纤维; 1-3 复合材料; 溶胶 - 凝胶法; 铌酸铅

中图分类号: TB 332 **文献标识码:** A

1 引言

20 世纪 80 年代 R.E. Newnham 教授对两相复合材料进行归纳, 提出了十二种复合方式模型, 指出了复合材料在压电学方面的应用前景^[1]。此后, 陶瓷 / 聚合物复合材料, 尤其是 1-3 复合压电材料以其优良的压电各向异性、大的机电耦合系数和接近体陶瓷的压电常数引起了人们的广泛关注^[2~8]。研究中发现, 陶瓷 / 聚合物 1-3 复合压电材料中, 压电陶瓷填充相的长 / 径比对复合压电材料沿陶瓷填充物伸展方向的振动模态有较大的影响。长 / 径比越大, 这种影响越小。在诸多制备陶瓷 / 聚合物 1-3 复合材料的方法中, 1-3 陶瓷纤维具有较小的单元尺寸, 以它为陶瓷相制备的复合材料均匀性好, 尤其适合波长较短的高频超声器件的制作。溶胶 - 凝胶法是以均匀的溶胶直接拉丝, 可以制备连续、均匀和直径较小的凝胶纤维。凝胶纤维经热解、烧结后成为陶瓷纤维。此法制备的陶瓷纤维致密性和均匀性好, 组分易控制, 性能稳定, 且纤维间互相粘连少, 特别适合复合材料的制备^[8,9]。

一般而言, 陶瓷 / 高分子 1-3 复合材料的压电、介电性能主要来源于压电陶瓷相, 选择高压电常数和机电转换常数的陶瓷有利于提高复合材料的压电性能。本研究以乙酸铅、丙酸锌、五乙氧基铌、丙氧基锆和四正丁氧基钛为原料, 用溶胶 - 凝胶法制备铌酸铅 - 锆钛酸

收稿日期: 2004-09-02, 收到修改稿日期: 2004-10-15

基金项目: 留学回国人员研究基金 ([2003]406); 江苏工业学院研究基金; 香港理工大学资助

作者简介: 李 坤 (1962-), 男, 博士, 副教授。E-mail: lizunchang@yahoo.com

铅 $[0.3\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0.7(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3]$ PZN-PZT 陶瓷纤维。因为陶瓷纤维非常脆, 测量单根陶瓷纤维的压电性能比较困难; 本文将陶瓷纤维与环氧树脂复合, 制备了 PZN-PZT 陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料, 对其电学性能进行了测定。为了评估该组分陶瓷的电学性能, 本研究以溶胶-凝胶法制备了铋酸铅-锆钛酸铅超细粉体, 用超细粉体经常规烧结工艺制备了 PZN-PZT 陶瓷。根据美国陶瓷协会关于压电陶瓷的测量标准对其进行了测定。

2 实验

2.1 溶胶纤维的制备

将水合乙酸铅(过量 2%)、乙酸铋于 135°C 干燥 8h, 然后与乙醇铋、钛酸丁酯和丙醇铋一起溶解于乙二醇单甲醚中。溶液回流 0.5h 后, 蒸出少量因交换反应生成的低沸点物质, 趁热过滤; 以 H_2O : PZN-PZT 摩尔比 = 1:2 加入少量乙酸(或丙酸)稀释的水, 进行水解。最后将溶液进行减压蒸发浓缩。当溶液浓度大约为 $3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时, 形成像蜂蜜一样的粘稠溶胶。将溶胶转移到挤丝桶中, 加温到 $70\sim 80^\circ\text{C}$, 通过直径为 $100\mu\text{m}$ 的微孔挤出成丝, 以 $0.1\sim 1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ 的线速度拉伸并绕于纺丝锤上, 形成直径约 $35\sim 40\mu\text{m}$ 的透明凝胶纤维。如图 1。因为纤维的表面积很大, 并且在烧结过程中不能包埋, 高温烧结时铅的挥发损失比较严重。因此, 配制溶胶时加入过量 2% 的铅原料以补偿挥发损失的铅。

2.2 纤维的热解和烧结

在一块刚玉陶瓷板上铺一层与纤维组分相同的陶瓷粉, 将凝胶纤维束放置在陶瓷粉层之上, 于潮湿的空气中进行水解 24h 以上; 再将纤维放在烘箱中, 于约 80°C 烘烤 12h 以上。在纤维的周围撒一些碳黑粉, 减少热解气氛中氧的含量, 降低热解速度, 使生成的二氧化碳、水蒸气等气体物质缓慢逸出, 避免纤维被气体胀裂。再用一个大的刚玉坩埚将碳黑和干胶纤维一起扣住, 然后将整个装置放进马弗炉。根据差热分析(DSC)和热失重(TGA)分析结果, 热解程序设为: 以 $3.5^\circ\text{C}/\text{min}$ 分段升温至 180、450 和 550°C 。并在各温度点保温 1h。

热解后, 将未烧完的碳黑清除掉, 再扣回刚玉坩埚。以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温到 $850\sim 900^\circ\text{C}$, 保温 2h。使纤维充分结晶, 减少了氧化铅等低熔点物质的残留量。避免了因剩余氧化铅(熔点为 850°C)在高温时形成液相物质而封闭了晶粒间的微孔, 阻滞气体的排出。然后再以同样的速度升温到所需温度进行烧结。所得淡黄色陶瓷纤维的直径约为 $25\sim 30\mu\text{m}$ 。

采用阿基米德法对一束纤维进行测量, 求算其平均密度。取一只 25mL 的容量瓶, 加水至刻度线, 准确称量瓶加水的质量 M_1 。用毛细管抽掉部分水, 再将已经准确称重的纤维束(M_f)放入容量瓶中, 超声脱气 30min。取出容量瓶, 用去离子水清洗外壁后吹干, 凉至室温, 加水至刻度线。然后, 再次准确称量瓶 + 水 + 纤维的重量 M_2 。根据 $M = M_1 - (M_2 - M_f)$ 求出纤维束排开水的重量, 并根据水的密度换算成体积。最后求出陶瓷纤维的平均密度。实验测得陶瓷纤维的平均密度为 $7.80\times 10^3\text{kg}/\text{m}^3$ 。

2.3 PZN-PZT 陶瓷的制备

用前面所述的方法配制浓度约为 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 PZN-PZT 溶液。将该溶液盛于矮型烧杯或培养皿中, 在室温下于潮湿空气中水解 24h 以上形成玻璃状凝胶。凝胶经 120°C 干燥 12h 以上, 再于 550°C 热解 1h 成为黄色粉体。以去离子水为介质用玛瑙罐和高光洁度二氧化锆球将粉体球磨 4h 成为米白色糊状物。Horiba Capa-700 粒径分析仪测试结果显示, 该粉体粒径分布范围主要在 $0.2\sim 0.6\mu\text{m}$ 之间。由于粉体的比表面积很大, 表面的束缚电荷较多, 干

燥后的粉体颗粒团聚非常严重; 在压片时, 不需要添加粘结剂, 在 400MPa 的压力下直接压片即可. 将样品置于刚玉坩埚中, 并用相同组分的陶瓷粉包埋. 陶瓷的烧结工艺与陶瓷纤维的烧结基本相同. 用扫描电镜和 X 射线衍射仪对样品的形貌和晶体结构进行观察分析. 用阿基米德法测得陶瓷的密度为: $7.70 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$.

根据美国陶瓷协会的压电材料测试标准, 烧成的陶瓷样品经切割、打磨和涂烧银电极后制成五种不同形状和极化方向的测试样品. 将样品在 3.5kV/mm 的电场下于 120°C 极化 15min. 极化后的样品包裹于铝箔中老化 2 天以上. 然后, 用 HP4294A 阻抗分析仪、 d_{33} 测量仪对样品的电学性能进行分析. 陶瓷的压电及介电性能参数列于表 1 中.

2.4 PZN-PZT 陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料的制备

选取一根直径为 2.4mm 的聚丙烯塑料管, 用热熔法将其中一端封闭, 再把 PZN-PZT 陶瓷纤维束插入该塑料管中. 用双酚 A 类环氧树脂 (由环氧树脂 618、酸酐固化剂和邻苯二甲酸二辛酯配成) 灌注, 经抽真空脱气泡和 120°C 固化后, 形成陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料棒. 用钻石锯将复合材料棒沿横向切成薄片, 并将其进行打磨、抛光、蒸镀铬 / 金电极, 然后在 3.5kV/mm 电场下进行极化. 将极化好的复合材料压电片包于铝箔中老化 2 天. 待其性能稳定后, 用阻抗分析仪、 d_{33} 测定仪等对样品进行分析.

3 结果和讨论

图 1 为一束 PZN-PZT 凝胶纤维照片. 纤维的粗细均匀性好. 虽然可以制备长达数十米的连续凝胶纤维, 但由于干燥后的凝胶纤维非常脆. 热解后的纤维更脆, 很难制备同样长度的陶瓷纤维.

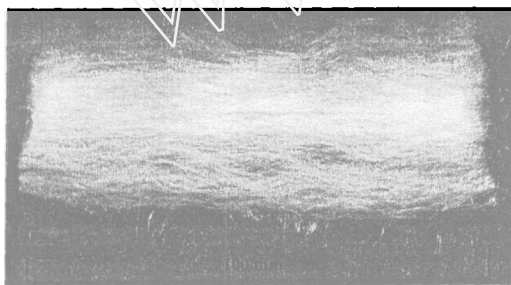


图 1 PZN-PZT 凝胶纤维照片

Fig. 1 Photograph of PZN-PZT gel fibers

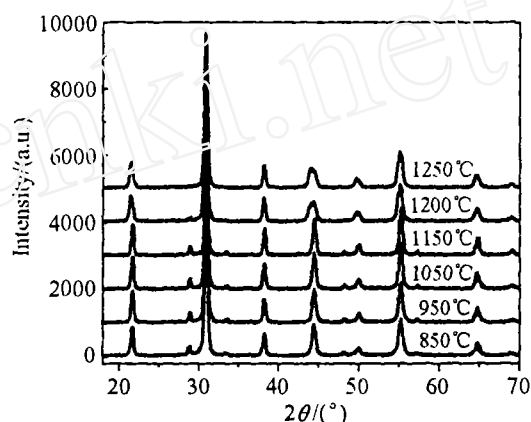


图 2 不同温度下烧结的 PZN-PZT 陶瓷纤维的 X 射线衍射图谱

Fig. 2 X-ray diffraction patterns of PZN-PZT ceramic fibers sintered at different temperatures

图 2 为不同温度下烧结的 PZN-PZT 陶瓷纤维的 X 射线衍射照片. 实验发现, 当烧结温度低于 1200°C 时, 在衍射谱 29、33.6、48、57.3° 等衍射角附近均出现了焦绿石相的衍射峰. 烧结温度高于 1250°C 时, 陶瓷纤维呈现纯净的钙钛矿晶相结构. 陶瓷样品的晶相和烧结温度的关系与前文所述的纤维烧结情况完全相同. 故以下实验所用的陶瓷和陶瓷纤维均为 1250°C 烧结.

表 1 为实验测得的 PZN-PZT 陶瓷性能参数. 该陶瓷具有较大的压电常数、介电常数和较小的机械品质因子, 是一种典型的软性 PZT 系列压电材料. 对陶瓷样品的 X 射线衍射曲线进行平滑处理后, 根据几个主要的 X 射线衍射峰的 2θ 角度数据, 计算所得的陶瓷理论密

度为 $8.04 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$. 通过阿基米德法测得的实际密度为 $7.70 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$. 因而, 陶瓷密度达到理论密度的 95.8%.

表 1 PZN-PZT 陶瓷的性能参数

Table 1 Parameters of the PZN-PZT bulk ceramics

Property	PZN-PZT	Property	PZN-PZT
Sintering temperature/ $^{\circ}\text{C}$	1250	ϵ_{33}^T	2627
$c = a(\text{\AA})$	4.083	ϵ_{33}^S	902
c/a	1.00	ϵ_{11}^T	2284
$\alpha = \beta = \gamma$	89.12°	ϵ_{11}^S	784
$V/\text{\AA}^3$	68.05	$S_{11}^E/\text{pm}^2 \cdot \text{N}^{-1}$	16.21
Formula weight	329.62	$S_{33}^D/\text{pm}^2 \cdot \text{N}^{-1}$	9.9
Theoretical density/ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	8.04×10^3	$S_{33}^E/\text{pm}^2 \cdot \text{N}^{-1}$	17.14
Density/ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	7.70×10^3	$S_{33}^D/\text{pm}^2 \cdot \text{N}^{-1}$	23.57
k_t	0.48	c_{33}^D/GPa	161.6
k_p	0.61	$N_p/\text{m} \cdot \text{Hz}$	1970
k_{31}	-0.32	$N_t/\text{m} \cdot \text{Hz}$	2015
k_{33}	0.65	$\tan \delta$	0.035
$d_{33}/\text{pC} \cdot \text{N}^{-1}$	600	ν	0.326
$g_{33}/\text{mV} \cdot \text{m} \cdot \text{N}^{-1}$	25.8	Q_m	65

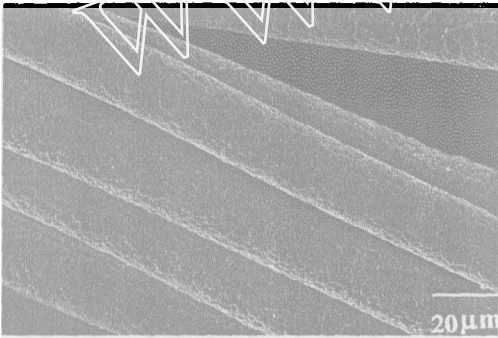


图 3 PZN-PZT 陶瓷纤维表面的扫描电镜照片
Fig. 3 SEM micrograph of PZN-PZT ceramic fiber surfaces



图 4 PZN-PZT 陶瓷纤维断面的扫描电镜照片
Fig. 4 SEM micrograph of PZN-PZT ceramic fiber surfaces

图 3、4 为 PZN-PZT 陶瓷纤维的表面和横断面的扫描电镜照片. 纤维的烧结温度为 1250°C , 高温区保温 90min. 可以看出, 陶瓷呈圆柱型形貌, 粗细均匀, 直径为 $25 \sim 35 \mu\text{m}$. 自然解理的横断面显示, 纤维比较致密, 结晶微粒均匀, 晶粒直径约 $2 \mu\text{m}$.

图 5 为 PZN-PZT 陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料的扫描电镜照片. 可以看出: 陶瓷纤维的直径大小以及在基体中的分布都比较均匀. 由于本研究制备的样品厚度较薄, 陶瓷纤维在厚度方向贯穿样品, 通过测量样品面上纤维面积, 再将纤维所占面积与样品总面积比较求出陶瓷纤维在复合材料中所占的体积分数. 图 5 所示的纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料

中纤维含量约 63%.

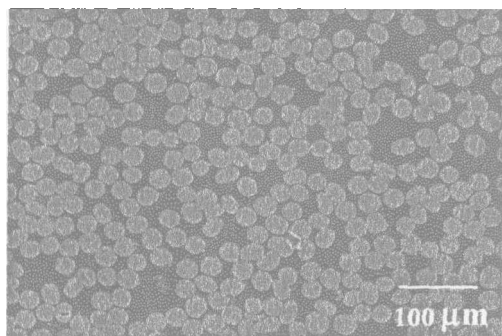


图 5 PZN-PZT 陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料的扫描电镜照片

Fig. 5 SEM micrograph of PZN-PZT fiber/epoxy 1-3 composites

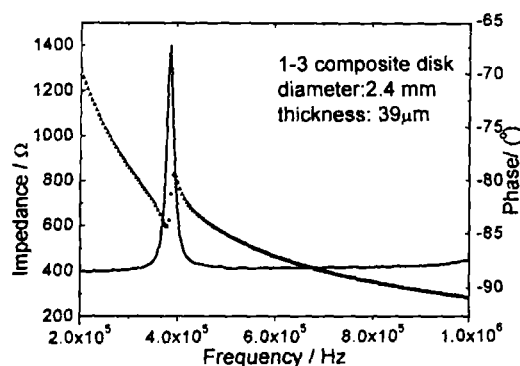


图 6 纤维 / 环氧树脂 1-3 复合压电小圆片的阻抗 - 频率谱 (面向振动)

Fig. 6 Impedance spectrum of a composite disk showing the lateral resonance peaks

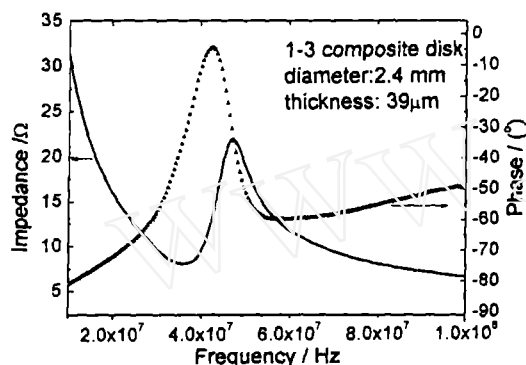


图 7 纤维 / 环氧树脂 1-3 复合压电小圆片的阻抗 - 频率谱 (厚度振动)

Fig. 7 Impedance spectrum of a composite disk showing the thickness resonance peaks

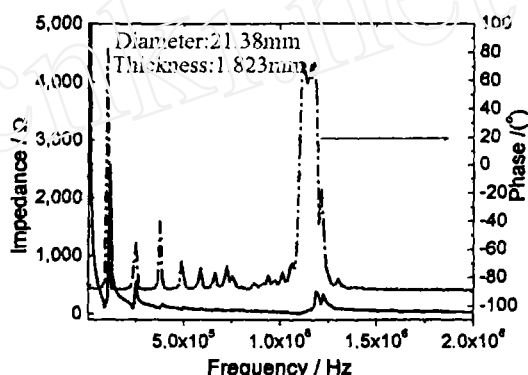


图 8 压电圆片振子的阻抗 - 频率谱

Fig. 8 Impedance spectrum of a ceramic disk

图 6、7 为 HP4294A 阻抗分析仪测得的纤维 / 环氧树脂 1-3 复合压电小圆片的阻抗 - 频率谱. 纤维含量约 63% 的复合材料样品的厚度为 $39\mu\text{m}$, 直径为 2.4mm . 图 6 所示的频率范围为 $20\text{kHz}\sim 1\text{MHz}$ 之间, 根据样品的尺寸, 图中所示的振动模式为圆片样品的面向 (横向) 振动. 图 7 所覆盖的频率范围从 $10\text{MHz}\sim 100\text{MHz}$. 显示的振动模式为圆片样品的厚度方向 (纵向) 振动. 可以看出, 样品的振动模式之间无明显的耦合现象, 两个模式的振动都比较纯净. 这对于制作高频超声传感器非常重要, 可以提高传感器的信 / 噪比. 而陶瓷圆片振子, 即使其直径 / 厚度比超过 10 倍, 两种振动模式的耦合依然存在, 如图 8 所示. 另外, 与圆片陶瓷样品相比, 陶瓷纤维 / 环氧树脂 1-3 复合振子的面向振动变得很弱, 该现象随纤维含量降低变得更明显. 根据 IEEE 压电测量标准, 对任意形状、厚度均匀的振子, 其厚

度振动的机电转换因子 k_t 可由下列公式求算^[12]:

$$k_t = \sqrt{\frac{\pi f_s}{2 f_p} \tan\left(\frac{\pi f_p - f_s}{2 f_p}\right)}$$

其中 f_s 、 f_p 分别为厚度振动的谐振和反谐振频率. 实验求得 1-3 复合样品的机电转换因子为 0.65. 此值明显高于体陶瓷的 $k_t=0.48$. 在 1-3 复合材料中, 陶瓷为长棒状. 样品的厚度谐振实际上是每个陶瓷长棒的长度伸缩谐振的耦合. 1-3 复合材料厚度谐振的机电转换因子 k_t 为每个陶瓷棒的长度伸缩谐振机电转换因子 k_{33} 的综合. 所以 1-3 复合样品的机电转换因子应接近体陶瓷的 k_{33} . 同时, 由于每个陶瓷棒的径向谐振频率远大于长度伸缩谐振, 两种谐振耦合的机会也大大降低. 所以, 1-3 复合样品厚度谐振相对比较干净.

由于动态法测量压电常数时仪器本身施加于样品上的振动力很大, 会损坏小的样品. 本研究选用陶瓷纤维含量基本相同, 直径较大 (6~7mm) 的样品进行 d_{33} 的测试. 测试中采用平板测试电极头. 制备 1-3 复合材料时所用的塑料管在切割出的复合压电圆片周围留下一个塑料环. 由于平板测试电极头的面积较大, 此环可能影响 d_{33} 的测试. 因此, 测量前需将塑料环取掉. 实验对 15 个陶瓷纤维含量约为 63% 的 PZN-PZT 纤维 / 环氧树脂 1-3 复合压电片进行测量, 其压电常数 d_{33} 的平均结果为 403pC/N. 此值低于根据陈王丽华教授等人提出的修正平行电容模型的计算结果^[10,11].

环氧树脂的介电常数 ($\epsilon=5.2$) 比 PZN-PZT 陶瓷的介电常数 (>2627) 小很多; 对于极化后的样品, 测量信号电压引起的压电效应、压电纤维与环氧树脂之间的界面效应不可忽视, 因而介电性能的评估也根据修正平行电容模型计算^[10,11].

$$\overline{\epsilon}_{33}^T = \phi \epsilon_{33}^T (1 - \phi) \overline{\epsilon}_{11}^T - \frac{\phi(1 - \phi)d_{33}^2}{S(\phi)}$$

而 $S(\phi) = \phi \overline{S}_{11}^T + (1 - \phi) S_{33}^E$, 其中 $\overline{\epsilon}_{33}^T$ 、 ϵ_{33}^T 和 $\overline{\epsilon}_{11}^T$ 分别为 1-3 复合材料、陶瓷纤维和环氧树脂的介电常数. ϕ 为陶瓷纤维的体积分数. d_{33} 为陶瓷的压电常数. \overline{S}_{11}^T 和 S_{33}^E 分别为环氧树脂和陶瓷纤维的塑性常数分量. 可以看出: 对于压电常数较大的陶瓷纤维与环氧树脂所组成的 1-3 复合材料, 界面效应对介电的贡献相当可观. 因为陶瓷纤维的烧结温度和时间等条件与陶瓷片相同; 因此, 假定陶瓷纤维与体陶瓷性能相同, 根据体陶瓷的 $d_{33}=600\text{pC/N}$, $S_{33}^E=17.14 \times 10^{-12}\text{m}^2/\text{N}$ 、 $\epsilon_{33}^T=2627$ 和环氧树脂的 $\overline{S}_{11}^T=255.8 \times 10^{-12}\text{m}^2/\text{N}$, 计算所得: 纤维 / 环氧树脂 1-3 复合材料的介电常数 $\overline{\epsilon}_{33}^T$ 为 1600. 实验测得陶瓷纤维的体积分数为 0.63 的 1-3 复合样品的介电常数为 1400. 此实验值小于计算结果. 实验发现, 理论计算结果与实验值的偏差随复合材料中纤维含量的增加而增大. 其主要原因是模型计算时, 假定陶瓷纤维是绝对完美、且垂直于样品表面. 而 1-3 复合材料的制备过程中, 需要施加一定的力使纤维定向排列, 而纤维本身比较脆, 部分纤维可能断裂, 有部分纤维的长度小于样品厚度. 也有部分纤维已经破碎. 这些现象已经在部分样品的扫描电镜照片中观察到.

4 结论

用溶胶 - 凝胶法制备了锌铌酸铅 - 锆钛酸铅 (PZN-PZT) 连续凝胶纤维和直径约 $25\mu\text{m}$ 的陶瓷纤维. 该陶瓷纤维呈均匀、致密的圆柱形. X 射线分析表明: 当烧结温度高于 1250°C 时, 该陶瓷及陶瓷纤维呈现纯净的钙钛矿晶相. 对陶瓷含量为 63% 的 PZN-PZT 陶瓷纤维 /

环氧树脂 1-3 复合材料压电片, 测得其压电常数 d_{33} 和机电转换常数 k_t 分别为: 403 pC/N 和 0.65. 以溶胶 - 凝胶法制备的超细粉体为原料烧结成的 PZN-PZT 陶瓷, 其压电常数 d_{33} 和机电转换常数 k_t 分别为 600 pC/N 和 0.48.

参考文献

- [1] Newnham R E, Skinner D P, Cross L E. *Materials Res. Bull.*, 1978, **13**: 525-536.
- [2] Sliwa J W, Ayter Jr S, Mohr J P, Method for Making Piezoelectric Composites, Canada, Can. Pat. Appl., CA 2,085,760, 1994.
- [3] Bast U, Kaarrmann H, Lubitz K, *et al.* Composite Ultrasonic Transducer and Method for Manufacturing a Structured Composite Therefore of Piezoelectric Ceramic, U.S.A., U.S.Pat., No. 5 164 920, 1992.
- [4] Jadidian B, Janas V, Safari A. *Proceedings of the Tenth IEEE International Symposium On Application of Ferroelectrics*, 1996, **1**: 31-34.
- [5] French J D, *et al.* *Proceedings of the Tenth IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics*, 1996, **2**: 867-870.
- [6] Snook K A, Zhao J Z, Alves C H F, *et al.* *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 2002, **49** (2): 169-176.
- [7] Steinhausen R, Hauke T, Seifert W, *et al.* *Journal of European Ceramic Society*, 2001, **21**: 1459-1462.
- [8] Meyer R J, Shrout T, Yoshikawa S. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, **81** (4): 861-868.
- [9] Schonecker A, Keitel U, Kreher W, *et al.* *Ferroelectrics*, 1999, **224**: 7-12.
- [10] Chan H L W, Unsworth J. *IEEE Transaction on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, 1999, **36** (4): 434-441.
- [11] Smith W A. *IEEE Transaction on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, 1993, **40** (1): 41-49.
- [12] An American National Standard IEEE Standard on Piezoelectricity, ANSI/IEEE Std 176-1987. 1987. 227-273.

Fabrication of PZN-PZT Piezoceramics and Ceramic Fibers

LI Kun¹, CAO Da-Hu¹, LI Jin-Hua², CHAN Helen-Lai-Wah³

(1. Department of Materials Science and Engineering; 2. Department of Information Science of Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213016, China; 3. Hong Kong Polytechnic University, Kowloon, Hong Kong, China)

Abstract: By using lead acetate, zinc propionate, niobium ethoxide, zirconium propoxide and titanium butoxide as precursors, zinc and niobium modified lead zirconate titanate (PZN-PZT) gel fibers were fabricated by the sol-gel method. Prolyzed and sintered, The PZN-PZT ceramic fibers with a diameter of about 25 μm were obtained. The SEM micrographs show that these ceramic fibers are dense and uniform. The X-ray diffraction patterns show that sintering temperatures will affect the crystal structure of PZN-PZT ceramics. When the sintering temperature higher than 1250°C, the sintered ceramics and ceramic fibers have a pure perovskite structure. The densities of the bulk ceramic and ceramic fiber are $7.70 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ and $7.80 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, which were measured by Archimedes method. The electromechanical coupling coefficient k_t , piezoelectric coefficient d_{33} and relative permittivity ϵ of the PZN-PZT fiber/epoxy 1-3 composite disk with 63% fibers loaded are 0.65, 403 pC/N and 1300, respectively. The k_t , d_{33} and ϵ of the PZN-PZT ceramics made from the sol-gel powder are 0.48, 600 pC/N and 2627, respectively.

Key words ceramic fiber; 1-3 composites; sol-gel; PZT