

纳米 PZT 粉体制备及 PZT/水泥基复合材料压电性能

魏 雪, 罗健林, 李秋义, 张 帅, 王彬彬, 李 璐

(青岛理工大学 土木工程学院, 山东 青岛 266033)

摘 要:采用溶胶-凝胶法, 结合正交试验设计, 研究了不同反应条件($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ 浓度、pH 值、反应时间和煅烧温度)对 PZT 粉体结晶程度和晶粒大小的影响。用压制成型法制备出 PZT 压电陶瓷和 PZT/硫酸铝水泥基复合材料。用正交极差与方差分析法分析了反应条件对 PZT 粉体物相与粒度及陶瓷片和复合材料的压电与介电性能的影响, 得出粉体最佳制备工艺。结果显示: 最佳反应条件为 $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ 浓度为 15%, pH=5.0, 反应时间 2 h, 煅烧温度 600 °C; 煅烧温度对陶瓷片及复合材料的压电与介电性能影响最显著; 相应陶瓷片压电常数 d_{33} 、相对介电常数 ϵ_r 分别为 38.5 pC/N、1.3; 而复合材料的 d_{33} 、 ϵ_r 分别为 4.4 pC/N、29.4, 数值偏低可能是水泥水化不充分, 结构不致密所致。

关键词: 纳米级 PZT 粉体; 溶胶-凝胶法; PZT 压电陶瓷; 水泥基压电复合材料; 正交试验; 压电性能

中图分类号: TN384; TU523; TB332 **文献标识码:** A

Preparation of Nanosize PZT Powders and Piezoelectric Properties of PZT/Sulphoaluminate Cement Composites

WEI Xue, LUO Jianlin, LI Qiuyi, ZHANG Shuai, WANG Binbin, LI Lu

(School of Civil Engineering, Qingdao Technological University, Qingdao 266033, China)

Abstract: The influence of different reaction conditions (concentration of $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$, precursor solution, pH, reaction time and calcination temperature) on crystalline degree and grain size of PZT powders were investigated with the orthogonal experimental method. PZT piezoelectric ceramics and PZT/sulphoaluminate cement based piezoelectric composites were prepared by pressing method. Range analysis and variance analysis methods were employed to characterize influences of reaction condition on crystalline phase and granularity of PZT powders, piezoelectric and dielectric properties of PZT ceramics and composites, and the best preparation process were obtained. Results show that, the optimal reaction conditions were $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ concentration of 15%, the pH value of 5.0, the reaction time of 2 h, the calcination temperature of 600 °C. The calcination temperature has the principle effect on piezoelectric and dielectric properties of ceramics and composites. The piezoelectric constant d_{33} and relative dielectric constant ϵ_r of PZT ceramics were 38.5 pC/N and 1.3, respectively. However, d_{33} and ϵ_r of composites were 4.4 pC/N and 29.4 respectively, accordingly, which mainly attributes to insufficiency of cement hydration and uncompacted structure of composites.

Key words: Nano-size PZT powders; Sol-Gel method; PZT piezoelectric ceramics; cement-based piezoelectric composites; orthogonal experimental method; piezoelectric properties

0 引言

钙钛矿结构的锆钛酸铅(PZT)二元系压电陶瓷是一种重要的功能陶瓷, 由于 PZT 具有 Curie 温度高、压电性强、易掺杂改性、稳定性好、在相界点附近(x 为 0.52~0.55)介电常数高的特点, 因而在压电陶瓷领域中一直占主要地位^[1]。目前, 国内外学者对 PZT 系列压电陶瓷的研究主要集中在用不同高

能球磨法^[2]、水热法^[3]、共沉淀法^[4]、溶胶-凝胶法^[5-6]制备 PZT 超细粉体和 PZT 陶瓷压电性能上。溶胶-凝胶法具有原料混合均匀、化学组成易控、焙烧温度低、团聚程度小、设备简单等特点。研究表明, 采用溶胶-凝胶法制备的纳米 PZT 粉体做压电活性相, 相比球磨微米颗粒, 前者更易填充在水泥基体的微孔中, 使水泥基压电复合材料具有较高的致

收稿日期: 2014-01-07

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51208272); 教育部高等学校博士点基金资助项目(新教师类)(20123721120004); 国家大学生创新项目计划基金资助项目(201210429032); 山东省高校优秀科研创新团队计划基金资助项目

作者简介: 魏雪(1989-), 女, 山东肥城人, 硕士生, 主要从事结构工程的研究。E-mail: qdlgwxx@163.com。罗健林(1979-), 男, 江西九江人, 副教授, 博士, 主要从事复合材料与结构的研究。E-mail: lawjanelim@qtech.edu.cn。

密度,从而降低了复合材料的介电损耗^[7-9]。然而,用溶胶-凝胶法制备 PZT 粉体时,影响最终颗粒尺寸与压电性能的反应参数较多,如何能在少制备、低成本的同时,准确寻找出有较优晶相、颗粒尺寸和压电性能的最佳原料配比,是必须考虑的。正交试验法是一种能够大幅度减少试验次数且不会降低试验可行性的试验方案。

在 PZT/水泥基压电复合材料压电性能研究方面,2002 年香港科技大学李宗津^[1]等首次报道了 PZT/水泥压电复合材料。之后程新、黄世峰^[10-11]等、Chaipanich^[12]等分别采用硫酸盐水泥、普通硅酸盐水泥为基体,制备研究了以 PZT、铌镁锆钛酸铅(PMN)或铌锆钛酸铅(PLN)为压电功能相的水泥压电复合材料。水泥基压电复合材料不仅具有良好的压电性能,而且与混凝土结构之间具有良好的相容性,因此非常适于制备压电传感器用于混凝土结构的诊断与监测^[13]。然而,纳米 PZT 粉体复合到水泥材料中相应复合材料的压电及介电性能如何还有待研究。

因此,本文通过溶胶-凝胶法,结合正交设计制备纳米 PZT 粉体,通过晶型及粒度对比得出最优配比,并将其复合到快硬硫酸盐水泥中,制备 PZT/水泥基压电复合材料,进一步研究其压电及介电性能,评价其用作传感器的可行性。

1 实验

1.1 纳米 PZT 粉体制备及粉体性能测试

1.1.1 纳米 PZT 粉体制备

本实验以乙酸铅、硝酸氧锆、钛酸丁酯为主原料,乙二醇为溶剂,乙酸和氨水为辅助原料,溶胶-凝胶法制备纳米 PZT 粉体。本实验选用乙酸铅浓度、pH 值、反应时间和煅烧温度 4 个试验参数,正交方案选用 $L_9(3^4)$ 正交表,具体参数水平如表 1 所示。

表 1 纳米 PZT 粉体制备配比正交设计表

实验序号	$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ 浓度/%	pH 值	反应时间/h	煅烧温度/℃
A ₁	10(1)	4(1)	2(1)	600(1)
A ₂	10(1)	5(2)	3(2)	700(2)
A ₃	10(1)	6(3)	4(3)	800(3)
A ₄	15(2)	4(1)	3(2)	800(3)
A ₅	15(2)	5(2)	4(3)	600(1)
A ₆	15(2)	6(3)	2(1)	700(2)
A ₇	20(3)	4(1)	4(3)	700(2)
A ₈	20(3)	5(2)	2(1)	800(3)
A ₉	20(3)	6(3)	3(2)	600(1)

按 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ 化学组成,考虑 Pb 组分在烧结中 10% 的挥发损耗,选取原料的摩尔比为 $\text{Pb}:\text{Zr}:\text{Ti}=1.1:0.52:0.48$ ^[14]。前驱物反应温度定为 60 ℃,最后粉体煅烧时间定为 2 h。表中,A 表示 $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ 浓度;B 表示 pH 值;C 表示反应时间;D 表示煅烧温度。

PZT 粉体制备的实验流程:首先,将硝酸氧锆水溶液和钛酸丁酯乙二醇溶液在恒温磁力搅拌器中加热搅拌至混合均匀,在 60 ℃ 反应 0.5 h 后,缓慢滴加乙酸铅乙二醇溶液,然后加入适量 pH 调节液(乙酸 pH=2.4、氨水 pH=9)将溶液 pH 调到指定值,继续在 60 ℃ 分别反应 2 h、3 h、4 h 制备出溶胶;将溶胶于 100 ℃ 恒温干燥箱内干燥,至干凝胶形成,于电阻丝炉预烧除去有机杂质,得到的试样研磨成粉;最后将粉体置于高温炉中分别在 600 ℃、700 ℃、800 ℃ 下热处理 2 h,即可得到纳米 PZT 粉体。

1.1.2 PZT 粉体性能测试

用德国 D8 advance 型 X 线衍射仪(XRD)对 PZT 粉体进行表征分析,用 PZT 粉体在(110)晶面($2\theta=31.361^\circ$)衍射峰的峰值作为测试结果;用 Rise-2202 型全自动激光粒度分析仪测定粉体的粒度,用 PZT 粉体的平均粒度(D_{50})来表征其颗粒大小。

1.1.3 结果分析

1) X 线衍射分析。物相分析测试结果如图 1 和表 2 所示,并对 9 组试样实验结果进行正交极差与方差分析。

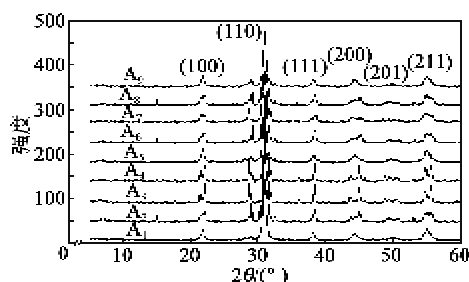


图 1 PZT 纳米晶 XRD 谱

表 2 PZT 粉体(110)晶面 XRD 峰值极差分析结果

极差分析	参数			
	A	B	C	D
K ₁	133.3	114.7	107.3	126.0
K ₂	123.7	127.3	129.7	103.0
K ₃	100.3	115.3	120.3	128.3
溶液最优浓度	10%	5	3 h	800 ℃
极差	33.0	12.6	22.4	25.3
排序	A> D> C> B			

图 1 为 $Zr:Ti=0.52:0.48$ 时,不同反应条件下制备的 PZT 粉体的 XRD 图谱。由图可知,各样品均形成了 PZT 固溶体,在(100)、(110)、(111)、(200)、(201)、(211)晶面均存在衍射强度较高的 XRD 特征峰,说明晶体结构以钙钛矿型为主,只是不同程度出现了第二相杂质焦绿石结构。对实验结果进行分析,计算出各影响因素对 PZT 物相含量的平均影响效果,分析结果如表 2、3 所示。

表 3 PZT 粉体(110)晶面 XRD 峰值方差分析结果

参数	自由度	平方和	均方	方差比	p
A	2	1 727	864	5.65	
B	2	305	153	1.00	
C	2	755	378	2.47	
D	2	1 176	588	3.84	
误差	2	305	153		

注: $F_{0.05}(2, 2)=19$

由表 2 知,溶液浓度比为 10%, $pH=5$,反应时间 3 h,煅烧温度 800 $^{\circ}C$,是制备细颗粒 PZT 粉体的最佳配比。但结合图 1 可知,煅烧温度为 600 $^{\circ}C$ 时,无明显的杂质相出现,而在 800 $^{\circ}C$ 时,均出现较强的焦绿石结构衍射峰,且出现了峰值分裂,衍射峰的分裂与四方相晶格畸变有关,晶格畸变造成极化下降,从而使压电性能降低^[15]。综合以上因素,制备细颗粒 PZT 粉体的最佳配比为:溶液浓度 10%,煅烧温度 600 $^{\circ}C$,反应时间 3 h, $pH=5$ 。

理论上,一定范围内随着乙酸铅浓度的升高,同等条件下所制 PZT 钙钛矿晶型含量越高,但是反应物浓度过高,可能发生副反应而生成沉淀,导致实际生成的 PZT 溶胶减少,最终得到的钙钛矿晶型也相应减少; pH 值上升或下降会使反应发生团聚现象, $pH=5$ 时,能保持弱酸性,有利于 PZT 保持分散状态,使反应充分进行,制备出的样品钙钛矿晶型含量最高;当反应时间为 3 h 时,所制备的 PZT 粉体钙钛矿晶型含量最大,反应时间过短,则各反应物水解不完全,甚至不能直接生成 PZT,而是发生一些副反应,导致生成的钙钛矿型 PZT 减少,反应时间过长,容易使 PZT 粉体团聚,分散度低,不利于 PZT 粉体的结晶,因而不能生成理想的钙钛矿型 PZT 粉体;在不造成大量铅挥发的前提下,升高煅烧温度有利于钙钛矿型 PZT 的形成,但温度升高有可能导致

晶格分裂,使压电性能降低。

表 3 显示各因素对 PZT 晶体结构的影响作用均不显著。由于此处仅以衍射峰最大值作为半定量测试结果,所以其正交方差分析结果不太准确,不能以此作为重要结论的依据。

2) 粒度测试结果分析。根据测试所得数据,通过极差计算,得出样品相应于平均粒度的最佳配比,研究各反应参数对 PZT 粉体平均粒度的影响;并进行因素显著性方差分析。各反应参数对粉体颗粒大小的平均影响效果如表 4 所示。因素显著性分析结果如表 5 所示。

表 4 PZT 粉体平均粒度极差分析结果

极差分析	参数			
	A	B	C	D
K_1	105.0	93.0	87.3	63.3
K_2	94.3	91.7	102.0	97.0
K_3	86.3	101.0	96.3	125.3
溶液最优浓度	20%	5	2 h	600 $^{\circ}C$
极差	18.7	9.3	14.7	62.0
排序	$D>A>C>B$			

表 5 PZT 粉体平均粒度方差分析结果

参数	自由度	平方和	均方	方差比	p
A	2	527	264	3.4	
B	2	153	77	1.0	
C	2	329	165	2.1	
D	2	5 781	2 890	37.5	*
误差	2	153	77		

注: $F_{0.05}(2, 2)=19$, * 为显著性因素。

由表 4 可知,影响最显著的因素是煅烧温度。煅烧温度 600 $^{\circ}C$,溶液浓度 20%,反应时间 2 h, $pH=5$ 是制备纳米 PZT 粉体的最佳配比。随着乙酸铅浓度的增加,PZT 粉体的平均粒度减小;当 pH 值上升或下降时会逐渐发生团聚现象, $pH=5$ 时才能保持弱酸性,有利于 PZT 保持分散状态不团聚;当反应时间为 2 h 时,所制备的 PZT 粉体的平均粒度最小;煅烧温度的升高会导致粉体的粒度增大。由表 5 可知,煅烧温度对粉体颗粒大小的影响作用最为显著。煅烧温度过高,导致晶界的移动速度过快,使得一些晶粒在这个温度迅速长大^[16]。

对粉体 XRD 与平均粒度结果进行综合分析,折中取最优值,保证最终粉体钙钛矿晶型 PZT 含量

尽可能多,以及得到的 PZT 晶型尽可能纯的原则,选乙酸铅浓度 15%、反应时间 3 h、煅烧温度 600 ℃、pH=5 为最佳方案。

1.2 PZT 压电陶瓷、PZT/水泥基复合材料制备及其压电性能研究

1.2.1 PZT 压电陶瓷制备工艺流程

采用压制成型法,其工艺流程如图 2 所示^[17]。将用溶胶-凝胶法在不同反应条件下制备的 PZT 粉体烧制成压电陶瓷,测试其压电及介电性能^[17]。以硫酸铝水泥为基体,自制 PZT 粉体为功能体,制备出 PZT/水泥基压电复合材料,其工艺流程如图 3 所示^[18],测试其压电及介电性能。

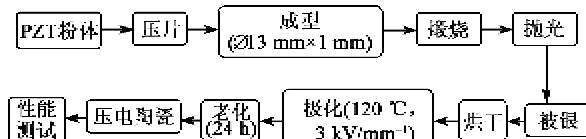


图 2 PZT 陶瓷制备流程图

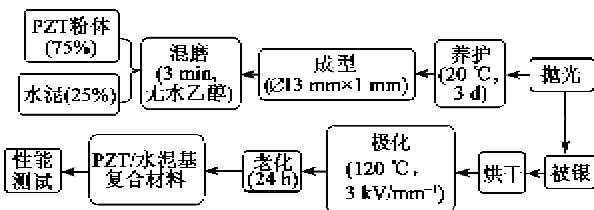


图 3 PZT/水泥基压电复合材料制备流程图

1.2.2 压电性能测试及结果分析

本实验通过测试 PZT 陶瓷试样和 PZT/水泥基复合材料试样的压电常数 d_{33} 和介电常数 ϵ_r 来表征所制备材料的压电及介电性能。采用 ZJ-6A 型准静态测量仪测量 d_{33} , 每个试样选不同的部位测 8 次, 然后取其平均值。先用 TH2817B 型 LCR 电桥测量样品的电容量, 然后依据 $\epsilon_r = Ct/(\epsilon_0 A)$ 计算求得 ϵ_r 。各组压电试样的 d_{33} 和 ϵ_r 结果如表 6 所示。

表 6 d_{33} 和 ϵ_r 测试结果

实验 序号	$d_{33}/(\text{pC/N})$		电容/pF		ϵ_r	
	PZT	复合材料	PZT	复合材料	PZT	复合材料
A ₁	33.9	4.0	54.6	44.6	46.5	38.0
A ₂	20.5	3.6	61.0	23.5	51.9	20.0
A ₃	0*	0	0	0	0	0
A ₄	0	0	0	0	0	0
A ₅	38.5	4.4	1.5	34.5	1.3	29.4
A ₆	27.8	4.7	71.5	73.5	60.9	63.8
A ₇	20.6	3.3	114.0	43.5	97.0	37.0
A ₈	16.0	4.2	71.6	61.8	61.0	52.6
A ₉	26.5	8.5	66.5	53.0	56.6	45.1

注:由于受到粉体本身成分和粒度的影响,第三、四组压制出的圆片极易溃散,几乎无强度,故在以后的性能测试中,其数据以 0 计。

对表 6 实验结果进行分析,计算出各反应参数对压电性能的平均影响效果。极差与方差分析结果分别如表 7、8 所示。

表 7 d_{33} 极差分析结果

极差分析	参数							
	A		B		C		D	
	PZT	复合材料	PZT	复合材料	PZT	复合材料	PZT	复合材料
K_1	18.1	2.5	18.2	2.4	25.9	4.3	33	5.6
K_2	22.1	3	25	4.1	15.7	4	23	3.9
K_3	21	5.3	18.1	4.4	19.7	2.6	5.3	1.4
溶液最优浓度	15%	20%	5	6	2 h	2 h	600 ℃	600 ℃
极差	4	2.8	6.9	2	10.2	1.7	27.7	4.2
排序	PZT: D>C>B>A; 复合材料: D>A>B>C							

表 8 PZT 压电陶瓷压电常数方差分析结果

参数	自由度	平方和	均方	方差比	p
A	2	25.29	12.60	1.00	
B	2	94.31	47.16	3.74	
C	2	159.43	79.72	6.33	
D	2	1 174.54	587.27	46.61	*
误差	2	25.29	12.60		

注: $F_{0.05}(2, 2)=19$ 。

由表 7 可知,随着乙酸铅浓度的增加,PZT 压

电陶瓷试样的压电常数先增大后减小,当浓度为 15% 时,由于所得粉体钙钛矿晶型 PZT 含量相对较多,粒度最小,因此在同等条件下,试样的压电性能最好^[19]。当 pH=5 时,压电常数最大,试样压电性能最好。随着反应时间的增加,压电常数先减小后增大,当反应时间为 3 h 时,压电性能最差。虽然第三、四组的钙钛矿晶型含量较多,但是这两组不仅产生杂质相焦绿石结构,而且出现峰值分裂,这会造成

最后试样压电性能下降,前面的分析中只对煅烧温度作了调整,而没有考虑反应时间的影响,因此,将最佳反应时间调整为2 h。随着煅烧温度的升高,PZT压电陶瓷试样的压电常数不断减小,压电性能变差,当煅烧温度为600℃时,压电性能最好,此结论与前面的分析完全相符。由表8也可知,煅烧温度对PZT压电陶瓷的 d_{33} 的影响作用最为显著,与

表7分析结果一致。

由表9可得,当配比为乙酸铅浓度20%,pH=4,反应时间2 h,煅烧温度700℃时,所得粉体制备的PZT压电陶瓷的介电性能最佳,最容易极化。表10显示影响PZT压电陶瓷介电性能的最主要因素为乙酸铅浓度,其次为煅烧温度。

表9 ϵ_r 极差分析结果

极差分析	参数							
	A		B		C		D	
	PZT	复合材料	PZT	复合材料	PZT	复合材料	PZT	复合材料
K_1	32.8	19.3	47.8	25.0	56.1	51.5	34.8	37.5
K_2	20.7	31.1	30.1	28.8	36.2	21.7	69.9	40.3
K_3	71.5	44.9	39.2	36.3	32.8	22.1	20.3	17.5
溶液最优浓度	20%	20%	4	6	2 h	2 h	700℃	700℃
极差	50.8	25.6	17.7	11.3	23.3	29.8	49.6	22.8
排序	PZT: A>D>C>B; 复合材料: C>A>D>B							

表10 PZT压电陶瓷相对介电常数方差分析结果

参数	自由度	平方和	均方	方差比	p
A	2	4 226.60	2 113.30	24.60	**
B	2	171.78	85.89	1.00	
C	2	956.30	478.15	5.60	
D	2	3 903.87	1 951.90	22.73	*
误差	2	171.78	85.89		

注: $F_{0.05}(2, 2)=19$, **为高度显著性因素。

由表6可知,所测PZT/水泥基复合材料试样的 d_{33} 普遍偏小,与要求值相差较大, ϵ_r 也相对偏小,故不再对其进行方差分析。PZT/水泥基复合材料压电性能参数均偏小,一方面,由于水泥本身是多孔材料,复合后存在一些缺陷,且水泥水化不完全导致材料粉化,从而影响压电性能;另一方面,极化时复合材料气孔率大且气孔分布不均匀,因而试样不能很好地被极化,甚至被击穿。

2 结论

1) 综合分析PZT粉体的物相与粒度、PZT陶瓷片及PZT/硫酸盐水泥复合材料的压电与介电性能结果,得出:最佳配比为乙酸铅浓度15%,pH=5,反应时间2 h,煅烧温度600℃,且煅烧温度对压电及介电性能的影响较为显著。

2) 在第1)点的述配比下,所得粉体粒径均为纳米级,且其制备的PZT陶瓷片压电性能最好,最优压电常数 $d_{33}=38.5$ pC/N,相对介电常数 ϵ_r 为1.3。

3) PZT/水泥基压电复合材料 $d_{33}=4.4$ pC/N,

相对介电常数 $\epsilon_r=29.4$,这可能是由于水泥水化不充分,结构不致密所致。

参考文献:

- [1] LI Zongjin, ZHANG Dong, WU Keru. Cement-based 0-3 piezoelectric composites[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2002, 85(2): 305-313.
- [2] KONG L B, ZHU W, TAN O K. Preparation and characterization of $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ceramics from high-energy ball Milling powders [J]. Materials Letters, 2000, 4(42): 232-239.
- [3] 刘海涛, 曹茂盛, 周永强, 等. PZT纳米晶粉体的水热合成及表征[J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(22): 730-733.
- LIU Haitao, CAO Maosheng, ZHOU Yongqiang, et al. Hydrothermal synthesis and characterization of nano crystalline PZT powders[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2008, 37(22): 730-733.
- [4] 李建华, 孙清池, 杨会平. 共沉淀法制备PZT粉体及性能研究[J]. 压电与声光, 2006, 28(6): 704-706.
- LI Jianhua, SUN Qingchi, YANG Huiping. Study on the properties of PZT ceramics synthesis by hydroxide coprecipitation method [J]. Piezoelectrics & Acoustooptics, 2006, 28(6): 704-706.
- [5] 牟国洪, 杨世源, 王军霞, 等. 溶胶-凝胶法制备PZT纳米粉体[J]. 压电与声光, 2005, 27(5): 547-550.
- MOU Guohong, YANG Shiyuan, WANG Junxia, et al. Preparation of PZT nano-powder by Sol-Gel process [J]. Piezoelectrics & Acoustooptics, 2005(5): 547-550.

- [6] 刘红梅,张德庆,林海波,等.溶胶-凝胶法制备纳米 PZT 粉体及结构表征[J].材料工程,2006,(3):52-59.
LIU Hongmei,ZHANG Deqing,LIN Haibo,et al. Synthesis of PZT nano-crystalline powder by Sol-Gel method and structure characterization[J]. Journal of Materials Engineering,2006(3):52-54.
- [7] 龚红宇,张玉军,车松蔚,等.粒度对水泥基压电复合材料的压电性能和力学性能的影响[J].人工晶体学报,2011,40(1):213-217.
GONG Hongyu,ZHANG Yujun,CHE Songwei,et al. Influence of particle size on the piezoelectric and mechanical properties of cement based piezo-composites [J]. Journal of Synthetic Crystals, 2011, 40(1): 213-217.
- [8] 龚红宇,全静,张玉军,等.纳微米 PZT/水泥基压电复合材料的研究[J].人工晶体学报,2010,39(3):687-695.
GONG Hongyu,QUAN Jing,ZHANG Yujun,et al. Study on the nano/micro-PZT/cement piezoelectric composites[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2010, 39(3):687-695.
- [9] 杨柳,汪炜.纳米级 PZT 颗粒制备及压电性能检测[J].压电与声光,2012,34(5):772-775.
YANG Liu,WANG Wei. Preparation of PZT nanoparticles and measurement of piezoelectric properties[J]. Piezoelectrics & Acoustooptics,2012,34(5):687-695.
- [10] 黄世峰,常钧,芦令超,等.0-3 型压电陶瓷-硫铝酸盐水泥复合材料的介电性及压电性[J].复合材料学报,2005,22(2):87-90.
HUANG Shifeng,CHANG Jun,LU Lingchao. Dielectric and piezoelectric behaviors of 0-3 piezoelectric ceramic/sulphoaluminate cement composites [J]. Acta Materiae Compositae Sinica,2005,22(2):87-90.
- [11] HUANG Shifeng,YE Zhengmao,CHENG Xin,et al. Effect of forming pressures on electric properties of piezoelectric ceramic/sulphoaluminate cement composites[J]. Composites Science Technology,2007,67(1): 135-139.
- [12] CHAIPANICH A. Effect of PZT Particle size on dielectric and piezoelectric properties of PZT-cement composites[J]. Current Applied Physics,2007,7(5): 574-577.
- [13] 徐东宇.水泥基压电传感器的制备、性能及其在土木工程领域的应用研究[D].济南:山东大学,2010.
- [14] 郭宏霞,刘雅言,王岚,等.溶胶-凝胶法制备纳米 $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ [J].应用化学学报,2002,19(12): 1166-1169.
GUO Hongxia,LIU Yayan,WANG Lan,et al. Preparation of nanocrystalline $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ by Sol-Gel process[J]. Journal of Applied Chemistry, 2002, 19(12):1166-1169.
- [15] 张端明,严文生,钟志成,等. PZT 四方相区介电常数 ϵ_r 与晶格畸变关系的研究[J].物理学报,2004,53(5):1316-1320.
ZHANG Duanming,YAN Wensheng,ZHONG Zhicheng,et al. Study on the relation between the dielectric properties and lattice distortions in PZT ferroelectric tetragonal phase region [J]. Acta Physica Sinica, 2004,53(5):1316-1320.
- [16] 马战红,孙乐民,任凤章.烧结温度对钛酸钡陶瓷性能的影响[J].河南科技大学学报:自然科学版,2008,29(2):5-7.
MA Zhanhong,SUN Lemin,REN Fengzhang. Effect of sintering temperature on properties of BaTiO_3 ceramic [J]. Journal of Henan University of Science & Technology:Natural Science,2008,29(2):5-7.
- [17] 黄世峰,常钧,徐荣华,等.0-3 型压电陶瓷-硫铝酸盐水泥复合材料的压电性能[J].复合材料学报,2004,21(3):73-78.
HUANG Shifeng,CHANG Jun,XU Ronghua,et al. Piezoelectric properties of 0-3 sulphoaluminate cement-based piezoelectric composite[J]. Acta Materiae Compositae Sinica,2004,21(3):73-78.
- [18] HUANG Shifeng,CHANG Jun,LU Lingchao,et al. Preparation and polarization of 0-3 cement-based piezoelectric composites[J]. Materials Research Bulletin, 2006,41:291-297.
- [19] JAITANONG N,CHAIPANICH A,TUNKASIRI T. Properties 0-3 PZT-portland cement composites [J]. Ceramics International,2008,34(4):793-795.