



# 工农兵学员科学研究总结报告选登

## 压电陶瓷的高温极化\*

迟培光 王淑芳<sup>1)</sup>

(山东大学物理系)

### 提 要

极化处理是制作压电陶瓷器件的关键工艺之一。本文报告了压电陶瓷在居里点以上开始加电场的高温极化工艺和极化后样品主要性能的测试结果。对高温极化工艺与普通极化工艺的结果进行了比较;讨论了两种不同的极化工艺的优缺点。

### 一、引 言

通常的极化工艺是把压电陶瓷样品在硅油中加热到120℃左右,在电极间施加3.0kV/mm~5.0kV/mm的直流电场,维持15~20分钟。对于大尺寸的样品(例如圆管形水声换能器的切向极化或陶瓷变压器的纵向极化等),按这样的工艺条件,往往需要高达十几万伏的电压,这在设备和操作方面都有不少困难。过去为此采用了所谓“分段极化法”,不但极化程度低,而且手续麻烦。为了克服上述困难,我们采用了“高温极化”工艺,取得了良好的极化效果。为了进一步了解高温极化的规律及其效果,本文对五种配方的压电陶瓷材料进行了高温极化实验。

### 二、高温极化的机理

压电陶瓷在降温到达居里点时,发生顺电→铁电相变,同时出现自发极化。高温极化方法就是在铁电相形成的萌芽状态前就加上电场,使顺电→铁电相变处在外加定向电场的作用下进行,电畴一出现就有较高的择优取向。另外,在高温时,铁电相的c/a轴比较小,电畴作90°转向不致受到很大的阻力,畴壁运动较易,故只要很低的电场,就可得到低温时高电场的极化效果。

### 三、实验方法

本实验所用的五种压电陶瓷均为目前生产中常用

的材料,配方如下:

- 1号料:  $\text{Pb}[(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.27}\text{Ti}_{0.32}\text{Zr}_{0.21}\text{Nb}_{0.056}] \cdot \text{O}_3 + 0.479\text{wt}\% \text{NiO} + 0.389\text{wt}\% \text{MnO}_2 + 0.019\text{wt}\% \text{Fe}_2\text{O}_3$ .
- 2号料:  $\text{Pb}[(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})_{0.23}\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.45}] \text{O}_3 + 1.2\text{wt}\% \text{MnCO}_3$ .
- 3号料:  $\text{Pb}_{0.95}\text{Sr}_{0.05}\text{Mg}_{0.03}(\text{Zr}_{0.32}\text{Ti}_{0.47}) \text{O}_3 + 0.3\text{wt}\% \text{CeO}_2 + 0.1\text{wt}\% \text{MnO}_2$ .
- 4号料:  $\text{Pb}_{0.88}\text{Sr}_{0.06}\text{La}_{0.06}(\text{Zr}_{0.1}\text{Ti}_{0.9}) \text{O}_3 + 0.7\text{wt}\% \text{MnO}_2 + 0.5\text{wt}\% \text{NiO} + 0.3\text{wt}\% \text{Cr}_2\text{O}_3$ .
- 5号料:  $\text{Pb}[(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})_{0.30}\text{Ti}_{0.35}\text{Zr}_{0.32}] \text{O}_3 + 1.0\text{wt}\% \text{MnO}_2$ .

(式中wt%为重量百分比)。

在进行高温极化之前,事先通过测量介电常数随温度变化的曲线,找出每种材料的居里点,如表1所列。

表1 居里点测量数据(±10℃)

料号	1	2	3	4	5
居里点(℃)	290	200	332	214	190

高温极化设备如图1所示。样品置于用电炉丝加热的炉内,通过调压变压器控制炉内温度。用铁-康铜热电偶和303型电位差计测量炉内温度,电偶热端应

\* 1974年3月25日收到。

1) 1973年毕业工农兵学员。

与样品尽量靠近。我们采用了压电陶瓷变压器所产生的高压,作为高压极化电源,如图2所示。加到样品上的极化电场大小是通过调节陶瓷变压器输入端电压来控制的。

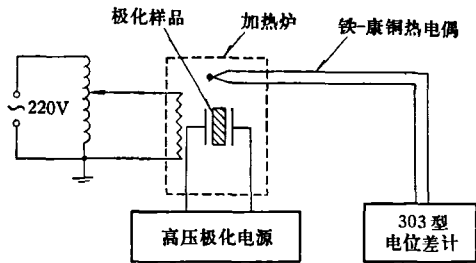


图1 高温极化装置示意

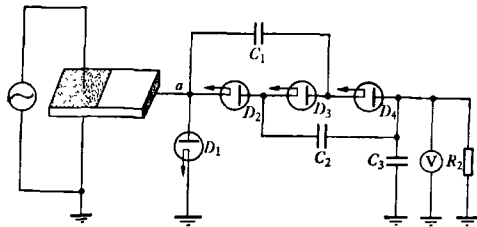


图2 高压极化电源

利用上述的极化设备,我们对用不同材料做成的直径8mm,厚0.5mm,两面被上银电极的小圆片样品进行高温极化。极化程序是:将样品放到电炉内极化电极之间,加热到居里温度以上10—20℃,施加较弱的直流电场(20—40V/mm)。然后使炉温缓慢下降,一般降温速率为5—10℃/分钟,同时逐渐增加极化电场。待炉温降至100℃时,将炉盖敞开,此时可采用吹入室温空气的办法使炉温尽快冷却到50℃左右,撤除外加电场,取出极化样品。

#### 四、实验内容和实验结果

我们使用1、3、4、5号料的标准片进行了高温极化和普通极化两种工艺的结果的对比。两种极化工艺的条件见表2。又使用1、2号料的标准片进行不同程序的高温极化,并将其极化效果进行对比,极化程序见表3、表4和图3、图4的电场随温度变化的曲线。

对极化好了的样品按IRE 1961年标准(见参考文献)测量了机电耦合因子 $k_p$ 、机械品质因数 $Q_m$ 、相对介电常数 $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0(1\text{kHz})$ 和弱场介质损耗 $\text{tg } \delta(1\text{kHz})$ 。测量数据列于表5、表6及表7中。

对样品也进行了温度稳定性的测量,以室温(25℃)为基点,测量了3号、4号和5号料的谐振频率 $f_r$ 。相对偏离值 $\frac{f_r(T) - f_r(25)}{f_r(25)}$ 随温度变化的情况,

表2 极化条件的对比

方式 条 料号	高温极化			普通极化		
	极化温度(℃)	极化电场(V/mm)	保温时间	极化温度(℃)	极化电场(V/mm)	极化时间
1	340	30	5分钟	120	4000	1小时
	300	80				
	280	100				
	250	200				
	200	400				
	100	600				
3	350	70	5分钟	120	2500	20分钟
	300	100				
	200	200				
	100	300				
4	250	60	5分钟	130	5300	15分钟
	200	150				
	180	600				
	60	600				
5	230	70	5分钟	120	4000	20分钟
	180	140				
	160	500				
	60	500				

表3 1号料高温极化16种程序

极化 程序号	温度(℃)	电场(V/mm)	保温时间
1	300	20	5分钟
	280	25	
	260	50	
	240	70	
	200	100	
	180	150	
	150	260	
	120	400	
2	100	500	5分钟
	50	500	
	300	25	
	250	30	
	240	40	
	200	45	
	170	60	
	150	80	
3	120	100	5分钟
	100	200	
	100	200	
	50	500	

续表 3

极化条件 程序号	温 度 (°C)	电 场 (V/mm)	保温时间
3	300	30	5 分钟
	280	50	
	250	80	
	230	100	
	200	200	
	180	300	
	150	450	
	130	600	
4	300	20	4 分钟
	280	80	
	250	130	
	200	250	
	150	450	
	100	750	
5	300	60	5 分钟
	280	80	
	240	250	
	200	450	
	150	700	
6	300	80	5 分钟
	280	100	
	250	350	
	200	500	
	150	800	
	100	1200	
7	300	80	5 分钟
	250	200	
	200	400	
	100	600	
8	300	40	5 分钟
	250	100	
	200	200	
	100	300	
9	250	200	5 分钟
	50	200	
10	250	100	5 分钟
	50	200	

续表 3

极化条件 程序号	温 度 (°C)	电 场 (V/mm)	保温时间
11	250	200	5 分钟
	200	400	
	100	600	
	50	600	
12	250	100	5 分钟
	200	200	
	100	300	
	50	300	
13	250	200	5 分钟
	200	400	
	50	400	
14	200	600	5 分钟
	50	600	
15	340	50	5 分钟
	280	100	
	200	250	
	100	350	
16	340	30	5 分钟
	300	80	
	280	100	
	250	200	
	200	400	
	100	600	
50	600		

表 4 2 号料高温极化 4 种程序

极化条件 程序号	极化温度 (°C)	极化电场 (V/mm)	保温时间
1	250	38	5 分钟
	190	63	
	180	200	
	100	300	
	60	300	
2	240	60	5 分钟
	200	150	
	180	1000	
	100	2000	
3	240	60	5 分钟
	50	60	
4	180	1000	5 分钟
	50	1000	

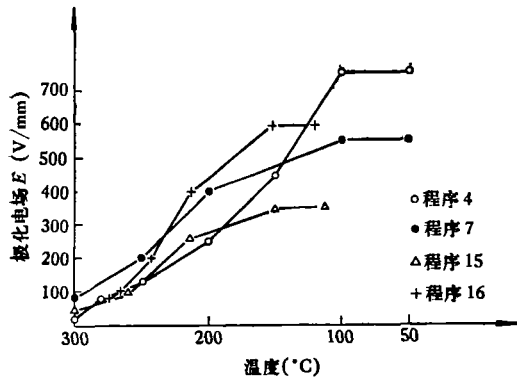


图3 1号料高温极化时E随T变化曲线

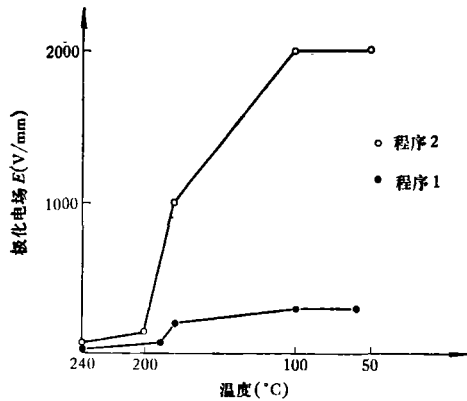


图4 2号料高温极化时E随T变化曲线

表5 两种极化效果的对比

极化工艺 参数 料号	普通极化				高温极化			
	$k_p$	$Q_m$	$\frac{\epsilon_{33}^T}{\epsilon_0}$	$\text{tg } \delta$	$k_p$	$Q_m$	$\frac{\epsilon_{33}^T}{\epsilon_0}$	$\text{tg } \delta$
1	0.591	897	1683	0.0070	0.584	900	2124	0.025
3	0.566	746	1179	0.0076	0.562	424	1287	0.010
4	0.140	1246	152	0.011	0.140	1890	189	0.015
5	0.396	208	1378	0.012	0.385	368	1654	0.016

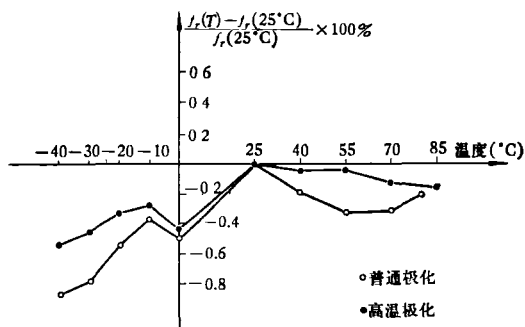


图5 3号料高温极化与普通极化的样品  $f_r$  随温度改变的相对偏离值

表6 1号料16种高温极化程序效果对比

数据 程序 号	参数 $k_p$	$Q_m$	$\frac{\epsilon_{33}^T}{\epsilon_0}$	$\text{tg } \delta$
1	0.516	306	2442	—
2	0.486	120	2686	—
3	0.548	224	2202	—
4	0.551	390	2574	—
5	0.561	365	2016	0.0068
6	0.557	739	2034	0.016
7	0.562	793	2295	0.0095
8	0.559	924	2983	—
9	0.547	333	1844	0.0064
10	0.505	266	2224	0.0078
11	0.538	357	1893	0.009
12	0.532	164	1924	0.0078
13	0.532	494	1771	0.0081
14	0.552	254	1834	0.0075
15	0.557	371	1821	0.040
16	0.584	900	2124	0.025

表7 2号料4种高温极化程序效果对比

数据 程序 号	参数 $k_p$	$Q_m$	$\frac{\epsilon_{33}^T}{\epsilon_0}$	$\text{tg } \delta$
1	0.289	5557	1023	0.012
2	0.337	3390	987	0.013
3	0.250	1577	992	0.012
4	0.330	1830	968	0.012

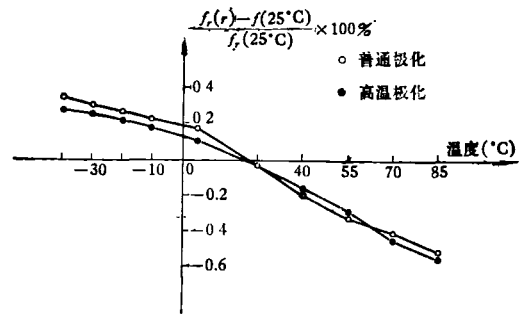


图6 4号料高温极化与普通极化的样品  $f_r$  随温度改变的相对偏离值

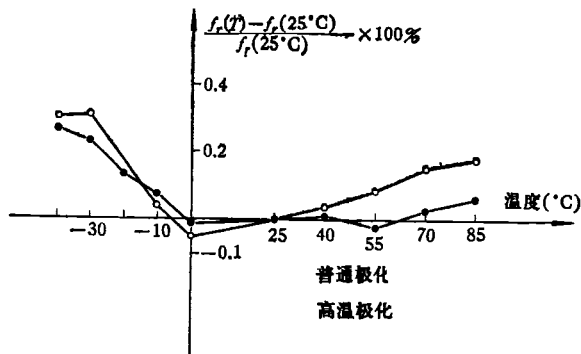


图7 5号料高温极化与普通极化的样品  $f_r$  随温度改变的相对偏离值

分别由图5、图6和图7表示。

## 五、结论与讨论

从表6和表7中可以看出：1号料的第16种极化程序和2号料的第2种极化程序较为理想，其共同的特点如图8所示。

这种极化程序的特点是在居里点以上就开始加上极化电场（30—60V/mm），随着温度的下降而逐渐增加极化电场，在通过居里点时保温5分钟左右，并在击穿电场范围以内尽量提高极化电场（1号料在280℃时的击穿场强为400V/mm左右）。

对于不同配方的压电陶瓷材料，高温极化程序的具体条件应略有不同，应该通过实验来确定。对于某些材料，体电阻率随温度上升而显著下降者，不宜采用高温极化工艺。

（上接260页）

然有表同情的一面，但仍然称李顺为“剧贼”。所以我们在吸收其提供的一切有益的精华时，要遵照毛主席的教导，注意批判和剔除那些糟粕。

我们生活在与沈括完全不同的时代里，优越的社会主义制度，为科学发展开辟了过去任何历史时代都无法比拟的广阔道路。但林彪一伙，尊儒反法，妄图

（上接278页）

与电容器  $C_{10}$  并联， $JG_3$  的集电极电流随输入讯号而相应变化，以改变电容器  $C_{10}$  的充电速率，从而移相控制单结晶体管 DJG 输出的尖脉冲。可控硅整流器  $SCR_1$  和  $SCR_2$  采用反并联接法，一个控制正半周，另外一个控制负半周，它们的起通角都受同一单结晶体管控制。

直流稳压器中采用稳压管  $WG_1$  产生标准电压，电阻  $R_4$ 、 $R_5$  作反馈分压器，晶体管  $JG_2$  作反馈放大器， $JG_1$  作调整管。

低温加热电路包括电阻  $R_6$ 、 $R_7$ 、晶体管  $JG_3$ 、二极

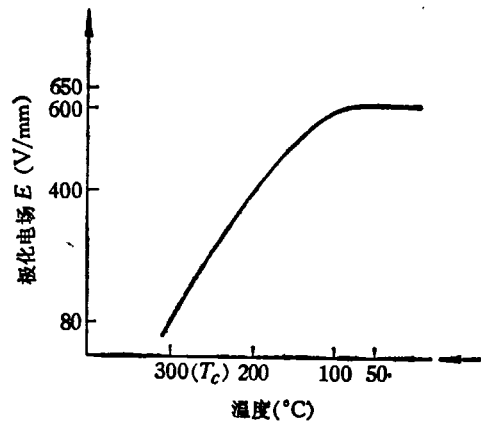


图8 高温极化的理想程序示意图

由表5所列出的四种不同配方的压电陶瓷数据可知，采用高温极化的样品，其  $k_p$ 、 $Q_m$  一般均不低于普通极化的样品。应该引起注意的是，用高温极化的样品，介电常数与介质损耗均比普通极化的样品高得多，原因尚未清楚。从图5—7所示的样品的频率温度稳定性来看，用高温极化的样品温度稳定性要好一些。

本工作是在北京798厂四车间工人师傅们的帮助下完成的。

## 参考文献

- IRE Standards on Piezoelectric Crystals: Measurements of Piezoelectric Ceramics 1961, Proc. IRE, 49 (1961), 1161.

复辟资本主义，严重地干扰了毛主席的革命科研路线。我们必须积极投身到批林批孔运动中去，总结经验，吸取教训，深入实际，深入群众，破除迷信，解放思想，自力更生，奋发图强。“数风流人物，还看今朝”。让我们沿着毛主席的革命路线，夺取社会主义科学技术事业的新胜利，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平！

管  $Z_6$ 、小继电器  $J_1$  和带接点的水银温度表  $T_1$ 。当温度过低时，温度表  $T_1$  接点断开， $JG_3$  导通，使继电器  $J_1$  吸合，它的常开接点再闭合中间继电器，把辅助电阻丝接通电源，从而加快温度上升时间。高温报警电路与低温加热电路一样，但继电器  $J_2$  的接点控制电铃，以产生音响信号。采用这样的控制电路可以完全满足工作要求。

由于采用了电气自动控制的孵化机，和天然孵化比较起来有很大优点，它的孵化量大，不受季节的限制，控制准确，管理方便，对于培植新品种及家禽繁殖的科学研究有很大帮助。