

\*# เตรียมเซรามิกเลดแบเรียมเซอร์โคเนต ((Pb<sub>1-x</sub>Ba<sub>x</sub>)ZrO<sub>3</sub>, 0.025 ≤ x ≤ 0.100) ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เติมตะกั่วส่วนเกินปริมาณร้อยละ 1, 3, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ลงในสารตั้งต้นก่อนการเผาแคลไซน์เพื่อชดเชยตะกั่วที่ระเหยไประหว่างการอบวนการเผา แเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วิเคราะห์โครงสร้างเฟสโดยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) พบเฟสแปลกปลอมของตะกั่วออกไซด์ในผงผลิตภัณฑ์ที่มีการเติมตะกั่วส่วนเกินปริมาณร้อยละ 3-10 โดยน้ำหนัก ในขณะที่พบเฟสบริสุทธิ์ของโครงสร้างเพอร์รอฟสไกต์ในทุกตัวอย่างของเซรามิก ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและความหนาแน่นมีค่าสูงสุดเมื่อเติมตะกั่วส่วนเกินปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสโดยใช้เครื่อง differential scanning calorimeter (DSC) พบว่าการเปลี่ยนแปลงเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริก (FE) ไปเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE) ของเซรามิกเลดแบเรียมเซอร์โคเนต ขณะที่ทำให้เย็นตัวลงขึ้นอยู่กับปริมาณของตะกั่วส่วนเกินที่เติมเข้าไปในสารตั้งต้น ในองค์ประกอบที่ x = 0.075 และ 0.100 ไม่พบการเปลี่ยนแปลงเฟสของ FE → AFE เมื่อไม่เติมตะกั่วส่วนเกิน แต่จะพบการเปลี่ยนแปลงเฟสของ FE → AFE เมื่อเติมตะกั่วส่วนเกินปริมาณร้อยละ 5-10 โดยน้ำหนัก ในองค์ประกอบที่ x = 0.025 และ 0.050 เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของ FE → AFE แม้ไม่เติมตะกั่วส่วนเกิน แต่อุณหภูมิในการเปลี่ยนแปลงเฟสจะเพิ่มขึ้นประมาณ 30-40 องศาเซลเซียส เมื่อเติมตะกั่วส่วนเกินมากกว่าร้อยละ 1 หรือ 3 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ปริมาณของตะกั่วส่วนเกินมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงเฟสของ FE → AFE โดยมีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่อองค์ประกอบ x เพิ่มขึ้น

207455

Polycrystalline samples of (Pb<sub>1-x</sub>Ba<sub>x</sub>)ZrO<sub>3</sub>, 0.025 ≤ x ≤ 0.100 were prepared by a mixed oxide, solid-state reaction method. Excess PbO (1, 3, 5 and 10 wt%) was introduced prior to powder calcination to compensate for any PbO that may have been lost from the samples due to volatilisation during heat treatments. The samples were kept at the calcination temperature 1000 °C for 1 h and at the sintering temperature 1300 °C for 3 h. The phase structure was analyzed by XRD. For calcined powders, The small amount of PbO was present in the 3-10 wt% excess PbO samples. On the other hand, pure perovskite (Pb<sub>1-x</sub>Ba<sub>x</sub>)ZrO<sub>3</sub> phase was observed in all of the ceramic samples. The density of the ceramics decreases with increasing amount of Ba<sup>2+</sup>, whilst the average grain size is in the range 0.6 – 1.6 μm. Dielectric constant-temperature plots showed a maximum peak for the 1 wt% sample which was also the densest sample. Phase transitions were also investigated using differential scanning calorimeter (DSC). The temperature and existence of ferroelectric (FE) to antiferroelectric (AFE) cooling phase transitions in (Pb<sub>1-x</sub>Ba<sub>x</sub>)ZrO<sub>3</sub> ceramics, were shown to depend on the level of excess PbO in the starting powders. Without excess PbO, no FE → AFE cooling transition is observed in ε<sub>r</sub>-T or DSC plots for x = 0.075 or 0.100 compositions, but additions of 5-10 wt% PbO generate the transition. For x = 0.025 and 0.050, the FE → AFE transitions occur without excess PbO but T<sub>FE-AFE</sub> are raised by ~30-40 °C on adding ≥1 wt% or ≥3 wt% PbO respectively. The amount of extra PbO required to affect the FE-AFE transition increases with increasing Ba<sup>2+</sup> substitution.