

ในงานวิจัยนี้มุ่งศึกษาเงื่อนไขในการเตรียมผงผลึกและเซรามิกแบบรีมเซอร์โคเนตไททานเตด ($\text{Ba}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$) ที่ $x = 0.20$ 0.25 และ 0.30 ด้วยการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และวิธีการเผาไหม้ ศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการแคลไซน์โดยการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักด้วยความร้อน (Thermogravimetric analysis; TGA) และวิเคราะห์ผลต่างทางความร้อน (Differential thermal analysis; DTA) ศึกษาโครงสร้างเฟสโดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) และศึกษาผลของปริมาณเซอร์โคเนียมที่มีต่อสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกโดยใช้ LCR meter

การเตรียมเซรามิกโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งใช้อุณหภูมิแคลไซน์ตั้งแต่ 800 ถึง 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 ถึง 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากการตรวจสอบสมบัติของผงผลึกพบว่าความบริสุทธิ์ของเพอร์อฟสไกต์เฟสเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 1300 องศาเซลเซียส โครงสร้างผลึกเป็นแบบลูกบาศก์ (cubic) โดยที่แลตทิซ พารามิเตอร์ a และขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิแคลไซน์เดียวกันขนาดอนุภาคเฉลี่ยลดลงเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น จากการตรวจสอบสมบัติของเซรามิกพบว่ามีโครงสร้างเป็นแบบลูกบาศก์ในทุกตัวอย่าง ที่อุณหภูมิซินเตอร์เดียวกัน ขนาดของเกรนเฉลี่ย ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกและอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมีค่าลดลงเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกมีค่าสูงที่สุดเป็น 10300 6000 และ 5700 เมื่อ $x=0.20$ 0.25 และ 0.30 ตามลำดับ

การเตรียมเซรามิกโดยวิธีการเผาไหม้ใช้อุณหภูมิแคลไซน์ตั้งแต่ 600 ถึง 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และซินเตอร์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1300 ถึง 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากผลการตรวจสอบสมบัติของผงผลึกพบว่ามีเฟสของสารตั้งต้นและเฟสที่สองเกิดขึ้นในทุกอุณหภูมิแคลไซน์ โดยมีความบริสุทธิ์สูงที่สุดที่อุณหภูมิแคลไซน์ 800 องศาเซลเซียส สำหรับผงผลึก BZT ที่ $x=0.20$ และ 0.25 และมีความบริสุทธิ์สูงที่สุดที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส สำหรับผงผลึก BZT ที่ $x=0.30$ ผลการตรวจสอบสมบัติของเซรามิกมีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ ในทุกตัวอย่าง ขนาดของเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกมีค่าสูงที่สุดเป็น 7500 8300 และ 7400 เมื่อ $x = 0.20$ 0.25 และ 0.30 ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบสมบัติของเซรามิกที่ได้จากเตรียมทั้งสองวิธี พบว่าการเตรียมเซรามิกโดยวิธีการเผาไหม้สามารถลดอุณหภูมิแคลไซน์และ ซินเตอร์ลงได้ประมาณ 500 และ 100 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิกที่ได้จากการเตรียมทั้งสองวิธีลดลง อย่างไรก็ตามที่ปริมาณเซอร์โคเนียมเท่ากันอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้สูงกว่าเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

In this study, the condition of preparation of barium zirconate titanate ($\text{Ba}(\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x)\text{O}_3$) powders and ceramics by solid state reaction and combustion methods were studied. The thermogravimetric analysis (TGA) and differential thermal analysis (DTA) were used to evaluate the optimum condition for calcinations. The phase formation was carried out by X-ray diffractometer (XRD). The microstructure was studied by using scanning electron microscope (SEM). The dielectric property was measured by LCR meter.

The calcination and sintering conditions of solid state reaction method were performed between 800 to 1350°C for 4 hrs. and 1400 to 1600°C for 2 hrs., respectively. The high purity of cubic perovskite phase of the powders was obtained with a calcination temperature at higher than 1300°C. The lattice parameter a and average particle size increased with the increasing of calcination temperatures. At the same calcination temperatures, the average particle size decreased with the increasing of zirconium contents. The crystal structure of barium zirconate titanate ceramics was cubic in all samples. At the same sintering temperatures, the average grain sizes, dielectric constants and phase transition temperatures were decreased with increasing of zirconium contents. Dielectric constant-temperature plots showed a maximum peak value of 10300, 6000 and 5700 for $x=0.20$, 0.25 and 0.30 , respectively.

The calcinations and sintering conditions of combustion method were performed between 600 to 900°C for 4 hrs. and 1300 to 1500°C for 2 hrs., respectively. The X-ray diffraction pattern indicated that secondary phase occurred for all powder samples. The highest percentage of cubic perovskite phase was found in 800°C calcined samples for $x=0.20$ and 0.25 and 850°C calcined powder sample for $x=0.30$. The pure cubic crystal structure was found in all ceramic samples. The average grain size increased with increasing sintering temperature. Dielectric constant-temperature plots showed a maximum peak value of 7500, 8300 and 7400 for $x=0.20$, 0.25 and 0.30 , respectively. For the comparison of two methods, the combustion method could be reduced the calcination and sintering temperatures around 500 and 100°C, respectively. The phase transition temperatures of the ceramics prepared via both methods decreased with increasing of zirconium contents. However, at the same amount of zirconium, the phase transition temperatures of ceramics prepared by combustion method were higher than solid state reaction method.