ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การผลิตและสมบัติของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไทเทเนตเซอร์โคเนต

ผู้เขียน นางสาวอัมพิกา ราชคม

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร. อนุชา วัชระภาสร

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาการผลิตและสมบัติของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไทเทเนตเซอร์โคเนต ($Bi_{0.5}Na_{0.5}Ti_{1-x}Zr_xO_3$) เมื่อ x เท่ากับ 0.20, 0.35, 0.40, 0.45, 0.60 และ 0.80 เศษส่วนโดยโมล โดยวิธีการเตรียมแบบผสมออกไซด์ จากนั้นทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แต่เมื่อเพิ่มปริมาณการเติมเซอร์โคเนียมสูงถึง 0.60 และ 0.80 เศษส่วนโดยโมล ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูป และทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 900-1000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ศึกษาสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบวิกเกอร์ส และนูป ส่วนการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าใช้เครื่องมือ Sawyer-Tower circuit

จากการศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า พีคเกิดการเลื่อนตำแหน่งอย่างเป็นระบบ และความเข้มของบางพีคมีขนาดลดลง ซึ่งบ่งบอกถึงการขยายตัวของเซลล์หน่วย ในเบื้องต้นสันนิษฐานว่ายังมีโครงสร้างเป็นแบบรอมโบฮีดรอล สำหรับในชิ้นงานเซรามิก BNTZ พบว่าลักษณะของพีคเป็นเช่นเดียวกันกับในกรณีของผง แต่ที่ปริมาณการเติม Zr สูงขึ้น จะสังเกตว่ามีเฟสรองของ Bi_2O_3 และ ZrO_2 ปรากฏอยู่เล็กน้อย ในส่วนของภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน พบว่า การกระจายตัวของขนาดเกรนอยู่ในช่วง 0.78-5.37 μm และที่ปริมาณการเติมเซอร์โคเนียมสูงขึ้น พบว่ามีเกรนขนาดเล็กแทรกอยู่ตามขอบเกรนขนาดใหญ่ และเมื่อวิเคราะห์ด้วยสเปกตรัมที่วัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ พบว่าเกรนขนาดเล็กที่เกิดขึ้นมีองค์ประกอบของธาตุเซอร์โคเนียมอยู่ปริมาณมาก ส่วนความหนาแน่นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามปริมาณการ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เติมเซอร์โคเนียม ซึ่งชิ้นงานส่วนใหญ่มีค่าความหนาแน่นอยู่ในช่วง 5.9-6.1 g/cm^3 เป็นผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์มีค่าประมาณ 95% ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ส่วนการศึกษาสมบัติเชิงกล พบว่า ค่าความแข็งแบบนูป มีค่าในช่วง 2.78-4.76 และ 3.24-5.44 GPa ตามลำดับ และมีค่าความต้านทานต่อการแตกหักอยู่ในช่วง 1.06-2.86 MPa.m$^{1/2}$ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับเซรามิก PZT และ PLZT อย่างไรก็ตามแนวโน้มของสมบัติเชิงกลกับปริมาณเซอร์โคเนียมยังไม่มีความสัมพันธ์ที่ชัดเจน ส่วนการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก BNTZ มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยที่ปริมาณเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.40 เศษส่วนโดยโมล หลังจากนั้นมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว ในส่วนของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก พบว่า ไม่ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของ BNTZ และค่าไดอิเล็กทริกที่วัด ณ ความถี่ 10 kHz มีค่าอยู่ในช่วง 280 ในเซรามิก $Bi_{0.5}Na_{0.5}Ti_{0.55}Zr_{0.45}O_3$ และมีค่า 745 ในเซรามิก $Bi_{0.5}Na_{0.5}Ti_{0.40}Zr_{0.60}O_3$. ส่วนสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกในแง่ความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮีสเทอรีซีสของเซรามิก BNTZ พบว่าวงวนฮีสเทอรีซีสไม่เกิดการอิ่มตัว แต่ในชิ้นงานที่เติมเซอร์โคเนียมเท่ากับ 0.60 และ 0.80 เศษส่วนโดยโมล พบว่ามีความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮีสเทอรีซีสที่ดี และมีค่าคงเหลือโพลาไรเซชั่นที่สูง จากผลการทดลองนี้พบว่า แนวโน้มความสามารถของการโพลาไรเซชั่นของวัสดุมีค่าลดลง ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การนำไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้น

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title Fabrication and Properties of Bismuth Sodium Titanate Zirconate Ceramics

Author Miss Ampika Rachakom

Degree Master of Science (Materials Science)

Thesis Advisor Asst. Prof. Dr. Anucha Watcharapasorn

Abstract

This research studied fabrication and properties of bismuth sodium titanate zirconate ceramics ($Bi_{0.5}Na_{0.5}Ti_{1-x}Zr_xO_3$) when x= 0.20, 0.35, 0.40, 0.45, 0.60 and 0.80. Powder was synthesized by mixed-oxide method and the calcination was carried out at 800 ºC/2 h for composition x = 0.20, 0.35, 0.40 and 0.45 mol %, and at 700 ºC/2 h for composition x = 0.60 and 0.80. The calcined powders were uniaxially pressed into the pellets before being sintered at 900 ºC for 2 hours and checked for phase purity using X-ray diffraction technique. The microstructure was measure by scanning electron microscope. The mechanical properties were tested using Knoop and Vicker microhardness indentation and the electrical properties were investigated by Sawyer-Tower circuit.

The preliminary studies of X-ray diffraction pattern found that the peaks of BNTZ systematically shifted to the left and intensity of some peaks decreased. This indicated that the unit cell size increased while maintaining the rhombohedral structure. Furthermore XRD patterns of BNTZ ceramics were similar to those of BNTZ powder but at the high zirconium contentration, small amount of seconday phase possibility Bi_2O_3 and ZrO_2 were present. The SEM micrographs showed grain size distribution in a range of 0.78-5.37 μm and a presence of small grains embedded between large grains especially in high Zr containing samples. The small grain seem to be Zr-rich phase as

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

analyzed by EDS spectrum. The density value tended to slightly increase with Zr concentration and most sample showed density in a range 5.9-6.1 g/cm^3. This corresponded to the relative density of at least 95% of their theoretical value. In terms of mechanical properties, Knoop and Vicker hardness were found to range from 2.78-4.76 and 3.24-5.44 GPa. Respectively, and fracture toughness were found to about 1.06-2.86 MPa.m$^{1/2}$. These values were comparable to those of the widely investigated PZT and PLZT ceramics. Nevertheless, the tend of mechanical properties on Zr content was not obvious. Finally, measurement of electric properties of BNTZ ceramics showed the electrical conductivity slightly increase with Zr content up to 0.40 mol fraction and then rapidly drop to very low value. The dielectric constant did not show any specific relationship with BNTZ composition and the values at 10 kHz ranged from about 280 in $Bi_{0.5}Na_{0.5}Ti_{0.55}Zr_{0.45}O_3$ to about 745 in $Bi_{0.5}Na_{0.5}Ti_{0.40}Zr_{0.60}O_3$ ceramic. The ferroelectric hysteresis loop of BNTZ ceramics showed non-saturated behavior but in sample 0.60, 0.80 Zr, The loops showed better squreness and higher remanent polarization. This result seems to follow the trend of electrical conductivity suggesting the reduction in polarizability of material due to higher electrical conductivity.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved