

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของผงผลึกแบเรียมเซอร์โคเนตไททานเตต ($\text{Ba}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$, BZT โดย $x = 0.1$ และ 0.3) ที่เตรียมโดยกระบวนการเผาไหม้ (Autocombustion synthesis) โดยใช้สารตั้งต้น คือ แบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), เซอร์โคเนียมออกไซด์คลอไรด์ออกตะไฮเดรต ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) และไททานเนียมเตตระคลอไรด์ (TiCl_4) โดยใช้กรดไนตริก (HNO_3) เป็นสารออกซิแดนท์และไกลซีน ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$) เป็นสารเชื้อเพลิง โดยได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดไนตริกกับไกลซีนที่ใช้ในการสังเคราะห์และอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่มีต่อโครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคของสารที่สังเคราะห์ได้ จากการศึกษาพบว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดไนตริกต่อไกลซีนที่เหมาะสมที่สุดคือ ที่อัตราส่วน 4:2.20 และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อนำสารที่ได้ไปทำการตรวจพิสูจน์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FT-IR) เทคนิครามานสเปกโทรสโคปี (Raman spectroscopy) และเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ คือ BZT ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์เพอโรฟสไกต์ (Cubic perovskite) ที่มีความบริสุทธิ์สูง และจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าอนุภาคของ BZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงมีลักษณะรูปร่างที่ไม่แน่นอนที่เกิดจากการหลอมรวมกันของผลึกขนาดเล็ก โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 300 nm สำหรับ $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.1}\text{Ti}_{0.9})\text{O}_3$ และ $1.159\text{ }\mu\text{m}$ สำหรับ $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ จากศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกพบว่าการเติมสารเจือ MgO หรือ Al_2O_3 (ร้อยละ 5 หรือ 10 โดยโมล) ลงใน BZT จะส่งผลทำให้วัสดุผสมมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_{max}) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) ที่ลดลง

คำสำคัญ: กระบวนการเผาไหม้อัตโนมัติ, ไนเตรท-ไกลซีน, แบเรียมเซอร์โคเนตไททานเตต, สมบัติไดอิเล็กตริก

Abstract

This project investigated the synthesis and characterization of barium zirconate titanate ($\text{Ba}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$, BZT (when $x = 0.1$ and 0.3)) by autocombustion method. Barium chloride dihydrate ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), zirconium oxychloride octahydrate ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) and titanium tetrachloride (TiCl_4) were used as starting materials. Nitric acid (HNO_3) and glycine ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$) were used as oxidizer and fuel, respectively. The effects of synthesis condition and calcination temperature on phase formation and microstructure of the BZT were investigated using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction technique (XRD), Raman spectroscopy and scanning electron microscopy (SEM). XRD FT-IR and Raman study indicated that single phase BZT with cubic perovskite-type structure can be obtained from the synthesis condition using nitrate to glycine molar ratio of 4:2.20 and calcined in air at 1200°C for 4 h. The microstructure examined by SEM showed that BZT had irregular shape with the average particles sizes of 300 nm for $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.1}\text{Ti}_{0.9})\text{O}_3$ and $1.159\text{ }\mu\text{m}$ for $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$. The dielectric measurements showed that doping BZT with 5 or 10 mol% of MgO or Al_2O_3 decreased the relative permittivity (ϵ_{max}) and the dielectric loss ($\tan\delta$) of BZT.

Keywords: Autocombustion, glycine-nitrate, barium zirconate titanate, dielectric property