

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА ФАЗООБРАЗОВАНИЯ И ДИЭЛЕКТРИЧЕСКУЮ ПРОНИЦАЕМОСТЬ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНАТА-ТИТАНАТА СВИНЦА

Chompoonuch Puchmark

Кафедра физики, факультет естественных наук, университет Наресуана, Пхитсанулук, 65000.

Адрес для переписки: kungmic2002@yahoo.com, тел: (6655) 261000–4 # 3539

РЕФЕРАТ

В настоящей работе, $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$: керамика ЦТС была получена способом обычного смешения оксидов. Оптимальная температура обжига для формирования фазы чистого перовскита, был найдена около $800\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2 часов со скоростью нагрева $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$. Фазообразование было рассмотрено с помощью метода дифракции рентгеновских лучей. Процедуры спекания проводили при 1100, 1150, 1200, 1250 и $1300\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 6 часов со скоростью нагрева $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$. Результаты показали, что фаза перовскита ЦТС была найдена для всех температур спекания у спеченной керамики. Анализ проводился на основе стандарта объединенного комитета по порошковой дифракции (JCPDS 33–0784). Рентгенограмма спеченной ЦТС при $1300\text{ }^\circ\text{C}$ показывает сильный пик расщепления, который свидетельствует о тетрагональной фазе ЦТС, однако, расщепление было немного менее четко определено в образцах низкой температуры спекания. Керамика, спеченные при $1200\text{ }^\circ\text{C}$ показала самую высокую плотность, процент усадки и диэлектрической проницаемости. Средние размеры зерен были увеличены с ростом температуры спекания.

КЛЮЧЕВОЕ СЛОВО: Фазообразование, температура спекания, диэлектрическая постоянная, керамика ЦТС

1. ВВЕДЕНИЕ

Известно, что цирконат-титанат свинца ($\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$: ЦТС) является хорошо известным керамическим материалом для различных датчиков и исполнительных механизмов из-за их превосходной диэлектрических свойств [1]. Высокие электрические свойства керамики ЦТС были найдены у состава, близкого к морфотропной области перехода (МОП). Эта МОП находится возле $\text{PbZrO}_3\text{:PbTiO}_3\sim 0.52\text{:}0.48$ который отделяет Ti-богатый четырехугольной из Zr-богатый ромбоэдрической фазой [1–2]. Таким образом, ЦТС и модифицированный ЦТС для электрических систем находятся в непосредственной близости от МОП. Свойства свинцово-базовой керамики находятся под сильным влиянием метода обработки и параметров подготовки [3–5]. В случае ЦТС, было установлено, что условия обработки, такие как температура спекания, время выдержки и скорость нагрева, значительно влияют на свойства [6–7]. В данной работе были исследованы физические свойства и диэлектрические постоянные керамики ЦТС, полученной при различных температурах спекания.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Керамика ЦТС была получена методом смешения оксидов. Исходные материалы PbO , ZrO_2 and TiO_2 смешивали в шаровой мельнице в течение 24 часов с этиловым спиртом и циркониевыми шарами и прокаливают при $800\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2 часов со скоростью нагрева $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$. Кальцинированные ЦТС порошки просеивают и прессуют в форме диска и спекают при 1100, 1150, 1200, 1250 и $1300\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 6 часов со скоростью нагрева $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$. Плотность спеченных образцов измеряли методом Архимеда используя в качестве жидкой среды дистиллированную воду. Формирование фазы спеченных гранул определяли с помощью порошковой рентгеновской дифракции (ПРД). Микроструктуру спеченных образцов исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). Для электрических измерений, гранулы были отполированы с помощью электродов по серебряной пластине. Диэлектрическая проницаемость (ϵ_r) спеченных образцов была измерена при 10 кГц, образцы нагревали в диапазоне $30\text{--}425\text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ с использованием измерителя LCR соединенного с климатической камерой.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

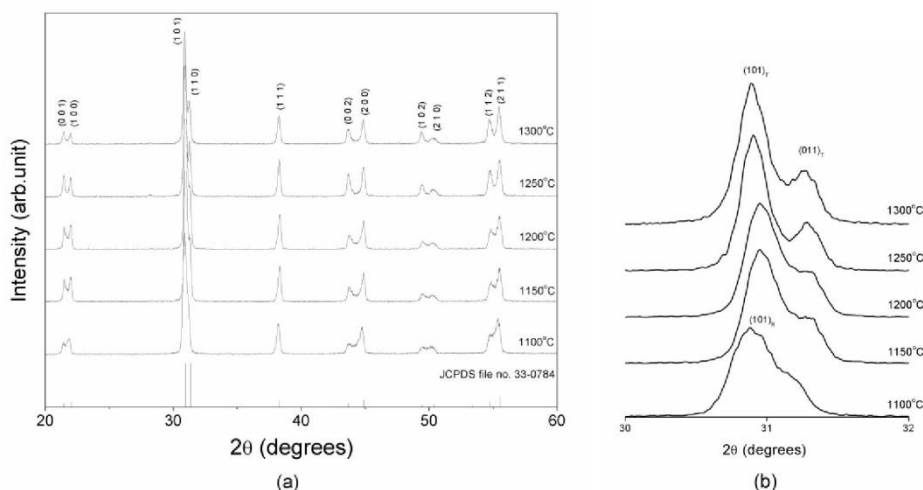


Рисунок 1 — Дифрактограммы керамики ЦТС при различных температуре спекания (а) и под углом 30–32 градусов (б).

Рисунок 1 показывает дифрактограммы керамики ЦТС, спеченной при 1100 до 1200 °С в течение 6 часов со скоростью нагрева 5 °С/мин. Перовскит, как фаза ЦТС, был найден у всех образцов. Анализ проводился на основе стандарта объединенного комитета по порошковой дифракции (JCPDS 33–0784) [8]. Никаких следов других фаз не обнаружено. Рентгенограмма ЦТС спекающегося при 1300 °С показывает сильный пик расщепления, который свидетельствует о тетрагональной фазе ЦТС, однако, расщепление было немного менее четко определено в образцах с низкой температурой спекания. Это может быть из-за изменений содержания ромбоэдрической / тетрагональной фаз [9]. Это указывает на ту же кристаллическую структуру в образце, что и при высокой температуре спекания.

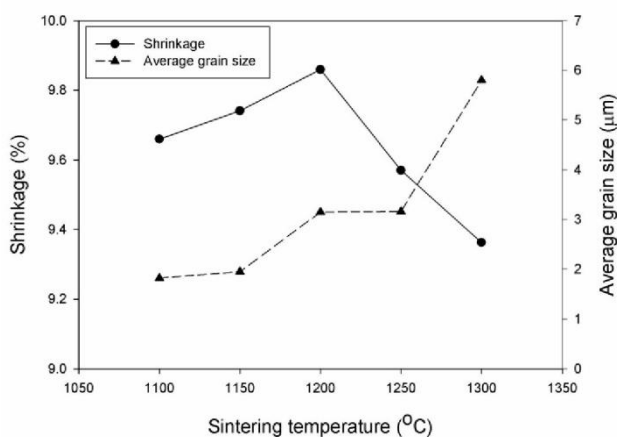


Рисунок 2 — Усадка и средний размер зерна керамики ЦТС в зависимости от температуры спекания.

Усадка и средний размер зерна керамики ЦТС в зависимости от температуры спекания приведены на рисунке 2. При повышении температуры спекания от 1100 до 1300 °С, усадка и усредненный размер зерна образца ЦТС увеличивается линейно с увеличением температуры спекания. После чего, усадка уменьшается, а темпы роста зерна снижаются и вновь увеличиваются при температуре спекания равной 1300 °С.

Микроструктура керамики ЦТС наблюдалась с помощью сканирующей электронной микроскопии. Рисунок 3 иллюстрирует типичные СЕМ фотографии керамики ЦТС, спеченной при различных температурах. С увеличением температуры спекания, средний размер зерна имеет тенденцию к увеличению. Рисунок 3 (а) показывает керамику ЦТС, спеченную при 1100 °С у которой обнаружено самые мелкие зерна со средним размером 1,8 нм и рисунок 3 (е) показывает керамику ЦТС спеченную при 1300 °С, имеющую крупные зерна со средним размером зерна 5,8 нм.

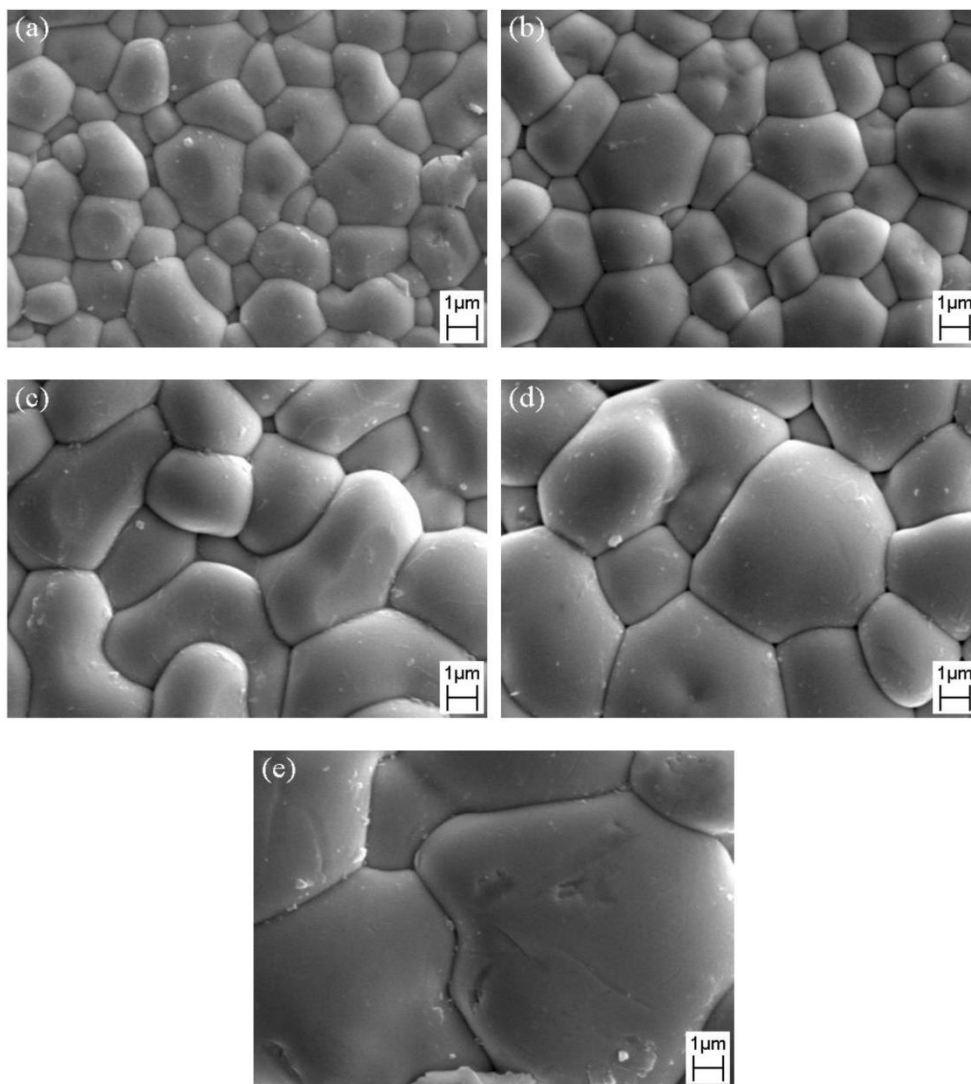


Рисунок 3 — Фотоснимки поверхности керамики ЦТС спекаемой при: (а) 1100, (б) 1150, (с) 1200, (д) 1250 и (е) 1300 °С.

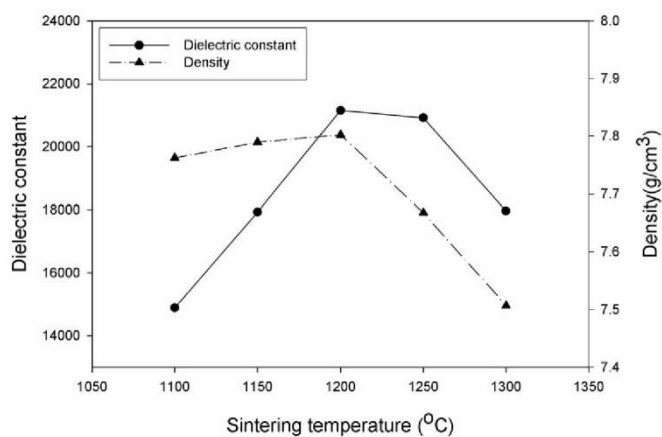


Рисунок 4 — Максимальная диэлектрическая проницаемость и плотность керамики ЦТС, спеченной при 1100–1300 °С.

Рисунок 4 показывает максимальную диэлектрическую проницаемость и плотность керамики ЦТС в зависимости от температуры спекания. Было обнаружено, что, керамика ЦТС спеченная при 1200 °С обладает самой высокой диэлектрической проницаемостью и плотностью, которые равны 21150 и 7,80 г/см³ (97,46 % от теоретической плотности ЦТС). Диэлектрическая проницаемость связана с уплотнением. Снижение диэлектрической постоянной и уплотнения образцов, спеченных выше, чем 1200 °С может быть вызвано испарением PbO во время спекания при высокой температуре [10].

4. ВЫВОД

Были изучены влияние температуры спекания на формирование фаз и диэлектрическую проницаемость керамики ЦТС. Рентгенограммы ЦТС спекаемого от 1100 до 1300 °С показали изменение содержания от ромбоэдрической фазы до тетрагональной. Рентгенограмма ЦТС спекаемого при 1300 °С показывает сильное расщепление пиков, которые являются показателем тетрагональной фазы ЦТС. Самая высокая плотность и максимальная диэлектрическая проницаемость керамики ЦТС образуются при температуре спекания 1200 °С. Диэлектрическая проницаемость связана с уплотнением. Оптимальное состояние пьезокерамики образуется при спекании при температуре 1200 °С в течение 6 часов со скоростью нагрева 5 °С/мин. Средние размеры зерен увеличивались с ростом температуры спекания.

5. БЛАГОДАРНОСТЬ

Эта работа была поддержана фондом исследований Таиланда (The Thailand Research Fund), комиссией по высшему образованию (Commission on Higher Education) и факультетом наук университета Наресуана. Авторы хотели бы поблагодарить профессора Tawee Tunkasiri и профессора Gobwute Rujijanagul за помощь во многих моментах.

6. ССЫЛКИ

1. Moulson, A.J., Herbert, J.M. 2003 *Electroceramics: Materials, Properties, Applications*. 2nd Edition, John Wiley & Sons Ltd, West Sussex.
2. Jaffe, B., Cook, W.R. Jaffe, H. 1971 *Piezoelectric ceramics*. R.A.N. Publishers.
3. Vittayakorn, N., Rujijanagul, G., Tunkasiri, T., Tan, X. and Cann, D.P. 2004 Influence of Processing Conditions on the Phase Transition and Ferroelectric Properties of Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃–Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃ Ceramics. *Materials Science and Engineering B*, 108 (3), 258–265.
4. Liou, Y. 2004 Effect of Heating Rate on Properties of Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O₃ Ceramics Produced by Simplified Wolframite Route. *Ceramics International*, 30 (4), 567–569.
5. Puchmark, C., Sirisomboon, S., Rujijanagul, G. and Tunkasiri, T. 2004 Effect of Sintering Temperature on Phase Transition and Mechanical Properties of Lead Zirconate Ceramics. *Ferroelectrics Letters*, 31, 1–13.
6. Kinsgon, A. and Clark, J. 1983 Sintering of PZT Ceramics: I, Atmosphere Control. *J. Am. Ceram. Soc.*, 66 (4), 253–256.
7. Ryu, J., Choi, J. and Kim, H. 2001 Effect of Heating Rate on the Sintering Behavior and the Piezoelectric Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 84 (4), 902–904.
8. Powder Diffraction File, Card No.33–0784. 2000 Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF–4, International Centre for Diffraction Data (ICDD).
9. Fernandes, J.C., Hall, D.A., Cockburn, M.R. and Greaves, G.N. 1995 Phase Coexistence in PZT Ceramic Powders. *Nucl. Instrum. Meth. B*, 97, 137–141.
10. Kong, L.B., Ma, J., Zhu, W. and Tan, O.K. 2001 Preparation and Characterization of Lead Zirconate Ceramics from High-energy Ball Milled Powder. *Materials Letters*, 49, 96–101.