

Thesis Title Formation, Structure and Properties of Ceramics
Based on the Barium Oxide – Titanium Dioxide
System

Author Mr. Singhadej Tangjuank

Degree Doctor of Philosophy (Materials Science)

Thesis Advisory Committee	Prof.Dr. Tawee Tunkasiri	Chairperson
	Assoc.Prof.Dr. Narin Sirikulrat	Member
	Assoc.Prof.Dr. Jerapong Tontrakoon	Member
	Assoc.Prof.Dr. Gobwute Rujijanagul	Member
	Asst.Prof.Dr. Supon Ananta	Member

ABSTRACT

Three different methods, namely sol gel, solid state reaction and co – precipitation, were studied for the preparation of BaTi₂O₅, BaTi₄O₉ and BaTi₅O₁₁, respectively. The properties of powders, prepared via these methods, and their sintering behavior were studied using differential thermal analysis (DTA), differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetic analysis (TGA), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffractometry (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and dielectric measurements.

Single – phase BaTi_2O_5 powder could be prepared by calcination of the sol gel precursor at temperatures from 800 to 1200°C for 4 h. The particle size was estimated to be in the range of 0.1 – 2 μm , and increased with calcination temperature. The XRD results of the sintered pellets showed that the BaTi_2O_5 phase was obtained at temperatures up to 1200°C. The SEM results showed that the ceramic grain size had an average value of 1 - 3 μm for the pellets sintered at 1100 to 1200°C for 4 h. Whereas the grain size decreased from 3 to 1 μm when heating rates increased from 1 to 30°C/min (at 1200°C for 4 h). The highest density was 90% theoretical density after 6 h at 1200°C.

For the BaTi_4O_9 compounds, prepared by solid state reaction, DTA and XRD confirmed that the formation of BaTi_4O_9 started around 1000°C. SEM revealed the size of the large particles formed due to agglomeration to be about 0.5 – 2 μm for the powders calcined at 1000 to 1250°C for 2 h. The XRD showed that every sample was a single orthorhombic phase and well crystallized at the sintering temperatures, in the range of 1250 to 1400°C (for 2 h). At higher sintering temperatures, the average grain size increased from around 4 to 12 μm as the sintering temperature increased from 1250 to 1400°C. The bulk density increased with sintering temperature, and it reached a maximum of 98% theoretical density at 1350°C and 1400°C.

The co – precipitated $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ precursor was converted to XRD - single phase $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ at calcination temperatures ranging from 700 to 1150°C (for 4 h). The average particle size was estimated to be 0.1 μm at a calcination temperature of 800°C, and 0.8 μm at 1150°C. $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ pellet as a single phase was obtained upon

sintering up to 1150°C. The average grain size of sintered samples increased from 0.4 to 1 μm for samples sintered at 1050 to 1150°C for 4 h, respectively. The maximum density was 75% theoretical density (sintered at 1150°C for 4 h).

The results of the dielectric constant and dielectric loss of BaTi_2O_5 , BaTi_4O_9 and $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ showed that the dielectric constant and $\tan \delta$ decreased with increasing frequency up to 10^5 Hz but were nearly constant over the measured frequency range of $10^5 - 10^7$ Hz.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การก่อเกิด โครงสร้าง และสมบัติของเซรามิกในระบบแบเรียมออกไซด์ – ไทเทเนียมไดออกไซด์

ผู้เขียน

นายสิงหนเดช แต่งจวง

ปริญญา

วิทยาศาสตร์ดุสิตบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ต้นขศิริ	ประธานกรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. นรินทร์ สิริกุลรัตน์	กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. จีระพงษ์ ต้นตระกูล	กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. กอบวุฒิ รุจิจนากุล	กรรมการ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุพล อนันตา	กรรมการ

บทคัดย่อ

วิธีการเตรียม 3 แบบ ได้แก่ ไฮโดรเจล ใช้สำหรับศึกษาการเตรียม BaTi_2O_5 การทำปฏิกิริยาแบบของแข็ง ใช้สำหรับศึกษาการเตรียม BaTi_4O_9 และ การตกตะกอนร่วมใช้ศึกษาการเตรียม $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ คุณสมบัติของผงละเอียด ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีเหล่านี้ถูกศึกษาโดยใช้เทคนิคต่างๆ ดังนี้ differential thermal analysis (DTA), differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetric analysis (TGA), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการวัดไดอิเล็กตริก

สำหรับเฟสเดี่ยวของผงละเอียด BaTi_2O_5 สามารถเตรียมได้โดยการแคลไซน์เจลที่อุณหภูมิประมาณ 800 – 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และขนาดของอนุภาคจะโตขึ้นเมื่ออุณหภูมิการแคลไซน์สูงขึ้น โดยมีขนาดประมาณ 0.1 ไมครอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และ 2 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับเม็ดที่ซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมินี้ก็ยัง

เป็นเฟสเดียวของ BaTi_2O_5 อยู่ และพบว่าขนาดของเกรนโตขึ้นจาก 1 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ไปเป็น 3 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส แต่เมื่อเปลี่ยนอัตราการจ่ายความร้อนจาก 1 ถึง 30 องศาเซลเซียสต่อนาที สำหรับการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าขนาดของเกรนลดลงจาก 3 ไมครอน ที่อัตราการจ่ายความร้อน 1 องศาเซลเซียสต่อนาที ไปเป็น 1 ไมครอน ที่อัตราการจ่ายความร้อน 30 องศาเซลเซียสต่อนาที ค่าความหนาแน่นสูงสุดประมาณ 90% เตรียมได้จากการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

สำหรับสารประกอบ BaTi_4O_9 เตรียมโดยวิธี การทำปฏิกิริยาแบบของแข็ง สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิเริ่มต้น ประมาณ 1000 องศาเซลเซียส ตรวจสอบโดย DTA และการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ขนาดอนุภาคของผงละเอียดแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1000 ถึง 1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตรวจสอบโดย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มีขนาดประมาณ 0.5 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส และมีขนาดใหญ่ขึ้นเป็น 2 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส การซินเตอร์สารตัวอย่างในช่วง 1250 ถึง 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้เฟสเดียวของ BaTi_4O_9 และมีโครงสร้างของเซลล์หน่วยเป็นแบบอโรโรมบิก ตรวจสอบโดย การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ขนาดของเกรนของสารตัวอย่างที่ซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมินี้มีขนาดประมาณ 4 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส และ 12 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส สำหรับการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส จะได้ความหนาแน่นสูงสุดประมาณ 98% เทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎี และพบว่าค่าความหนาแน่นจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการซินเตอร์สูงขึ้นเช่นกัน

สำหรับเฟสเดียวของผงละเอียด $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ สามารถเตรียมได้โดยเทคนิคการตกตะกอนร่วมในช่วงอุณหภูมิการแคลไซต์จาก 700 ถึง 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และอนุภาคมีขนาดประมาณ 0.1 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และ 0.8 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกันกับเม็ดที่ซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมินี้ยังคงแสดงเฟสเดียวของ $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ อยู่ การซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมิ 1050 ถึง 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะพบว่าขนาดของเกรนจะโตขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น มีขนาดของเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.4 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส และ 1 ไมครอน ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส ค่าความหนาแน่นสูงสุดวัดได้ 75% ที่อุณหภูมิการซินเตอร์ที่ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ผลของการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกของ BaTi_2O_5 , BaTi_4O_9 และ $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$ มีลักษณะที่เหมือนกัน กล่าวคือค่าดังกล่าวจะลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้นจนถึง 10^5 เฮิร์ตซ์ และเกือบจะคงที่ตลอดความถี่ในช่วง $10^5 - 10^7$ เฮิร์ตซ์



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved