

تأثیر متغیرهای مختلف تف جوشی بر ریزساختار و خواص دی الکتریکی تیتانات بیسموت

نوع مقاله: علمی پژوهشی

هاجر احمدی مقدم^۱، محمد مالکی شهرکی^۲^۱ استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهرکرد^۲ استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه مراغه* hajar.ahmadi@sku.ac.ir

چکیده:

در تحقیق حاضر، تأثیر پارامترهای مختلف تف جوشی شامل دما، زمان نگهداری و سرعت حرارت دهی بر چگالش، ریزساختار و خواص دی الکتریک سرامیک تیتانات بیسموت ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) مورد بررسی قرار گرفت. تیتانات بیسموت با استفاده از روش حالت جامد و مواد اولیه اکسید تیتانیوم و اکسید بیسموت سنتز گردید. نتایج حاصل از پراش اشعه ایکس (XRD) نمونه‌های تف جوشی در دماهای مختلف نشان می‌دهد که در دماهای تف جوشی بیشتر از 1075°C به دلیل اتلاف بیسموت از تیتانات بیسموت، فاز ثانویه‌ای پیروکلر ($\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$) ایجاد می‌شود. بیشترین چگالی با مقدار $97^{\circ}\text{C}/\text{min}$ درصد دانسته نسبی با ریزساختاری با مورفوژوئی دانه‌های بشقابی، در شرایط بهینه تف جوشی دمای 1075°C ، زمان یک ساعت و سرعت حرارت دهی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ حاصل می‌شود. نتایج مربوط به اندازه‌گیری خواص دی الکتریکی تشان داد که ثابت دی الکتریک و اتلاف دی الکتریک تیتانات بیسموت و استگی زیادی به چگالی آن دارد. با افزایش چگالی نمونه‌ها، ثابت دی الکتریک به صورت خطی افزایش و اتلاف دی الکتریک به صورت تابع نمایی کاهش یافت. بهترین خواص دی الکتریکی با ثابت دی الکتریکی 29° و فاکتور اتلاف دی الکتریک 13° در نمونه تف جوشی شده در شرایط بهینه بدست آمد.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۱ اسفند ۱۳۹۸

پذیرش: ۷ اردیبهشت ۱۳۹۹

کلید واژه:

تیتانات بیسموت؛ دمای تف جوشی؛ زمان تف جوشی؛ سرعت حرارت دهی؛ خواص دی الکتریک.

۱- مقدمه

همسایگی B ، یون فلزی A ، m عدد همسایگی و n عدد اکتاہدرال BO_6 در وقتی n عدد زوج است، پلاریزاسیون خود به خود در امتداد محور a گسترش می‌یابد اما هیچ گونه پلاریزاسیون عمود بر صفحات پروسکایت ایجاد نمی‌شود، چون تقارن از ایجاد

فروالکتریک‌های ساختار لایه‌ای بیسموت (BLSF) یکی از مهمترین ترکیبات فروالکتریک غیر سربی با فرمول کلی $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}(\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+1})^{2-}$ هستند که لایه پروسکایت شکل $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}(\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+1})^{2-}$ بین دو لایه $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ قرار می‌گیرد و A یون فلزی تک، دو یا سه ظرفیتی با عدد



خصوص سرامیک‌های فروالکتریک بدون سرب نظریه تیتانات بیسموت و نیوبویات سدیم پتاسیم با کاربردهای ویژه اهمیت زیادی دارد چون بسیاری از خواص سرامیک‌ها مانند خواص مکانیکی و الکتریکی به شدت وابسته به چگالی و درصد تخلخل آنها می‌باشد [۱۴، ۳]. بادج و دشپاند در سال ۲۰۱۹ برای اولین بار به بررسی تاثیر دمای تف جوشی بر خواص دی الکتریک و فروالکتریک سرامیک BTO سنتز شده با دو روش حالت جامد و سل ژل پرداختند. در این پژوهش دماهای تف جوشی 800°C و 900°C و 1000°C مطالعه شد و نتایج به دست آمده نشان داد با افزایش دمای تف جوشی، چگالی سرامیک BTO افزایش یافته و منجر به افزایش در پلاریزاسیون باقی مانده و ثابت دی الکتریک می‌گردد [۱۴]. در تحقیقی دیگر اثر فشار در حین شکل‌دهی قرص خام بر چگالش و خواص دی الکتریک تیتانیوم بیسموت بررسی شده است و چگالی بالا و خواص دی الکتریک مناسب در فشارهای بسیار بالا بدست آمده است [۱۱].

در تحقیق حاضر، پارامترهای تف جوشی یعنی دما، زمان تف جوشی و سرعت حرارت دهی بر رفتار چگالش و خواص دی الکتریک سرامیک BTO سنتز شده به روش حالت جامد مورد بررسی قرار گرفت و محدوده دمای تف جوشی $1000^{\circ}\text{C}-1150^{\circ}\text{C}$ انتخاب گردید.

۲- فعالیت‌های تجربی

تیتانات بیسموت ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) با روش حالت جامد سنتز گردید، به این منظور از اکسید بیسموت (شرکت مرک) با درجه خلوص 99.9% و اکسید تیتانیوم (شرکت مرک) با درجه خلوص 99.9% به عنوان مواد اولیه استفاده شد. بر

پلاریزاسیون جلوگیری می‌کند. در مقابل هنگای که n عدد فرد است، مقدار محدودی پلاریزاسیون عمود بر صفحات پروسکایت می‌تواند به وجود آید، البته قسمت عمدۀ پلاریزاسیون در صفحه و در امتداد محور a گسترش می‌یابد. ناهمسانگردی شدید پلاریزاسیون منجر به ناهمسانگردی ضریب پیزوالکتریک در تک کربیتال‌های این گروه از مواد می‌شود [۳]. مواد الکترونیک BLSF به دلیل ویژگی‌های ثابت دی الکتریک پایین، استحکام شکست دی الکتریک بالا، دمای کوری بالا و ضریب دمای فرکانس رزونانس پایین مورد توجه واقع شده‌اند [۴، ۵].

تیتانات بیسموت ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, BTO, $m=3$) یکی از مواد شناخته شده BLSF با دمای کوری 675°C و پلاریزاسیون ذاتی ناهمسانگرد قوی می‌باشد و در قطعات پیزوالکتریک دما بالا و فرکانس‌های بالا، دستگاه‌های ذخیره حافظه، سنسورها، خازن‌ها و مبدل‌ها کاربرد دارد [۱۶]. هم چنین در سال‌های اخیر، هدایت یونی مناسب ترکیبات تیتانات بیسموت منجر به معرفی این ترکیبات برای استفاده به عنوان الکتروولیت در پیلهای سوختی مطرح شده است [۷]. روش متداول برای سنتز تیتانات بیسموت روش حالت جامد TiO_2 و Bi_2O_3 و KLiSiN کردن $6-9$ مانند سل-ژل، رسوب‌گیری همزمان، هیدرولیز نمک‌های آلی فلزی و روش مکانیکی نیز بررسی شده است [۸-۱۱]. خواص سرامیک‌های BTO با جانشینی جزئی فلزات واسطه در مکان‌های A و B ساختار آنها مانند وانادیوم به جای تیتانیوم می‌تواند بهبود یابد [۱۲، ۱۳، ۲۵]. دستیابی به چگالی بالا در طی فرآیند تولید سرامیک‌ها به



حرارت دهی در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد انجام شد. خواص دی الکتریکی شامل ثابت دی الکتریک و اتلاف دی الکتریک با استفاده از دستگاه LCR-meter مدل OCT1010 در فرکانس ۱kHz اندازه گیری شد.

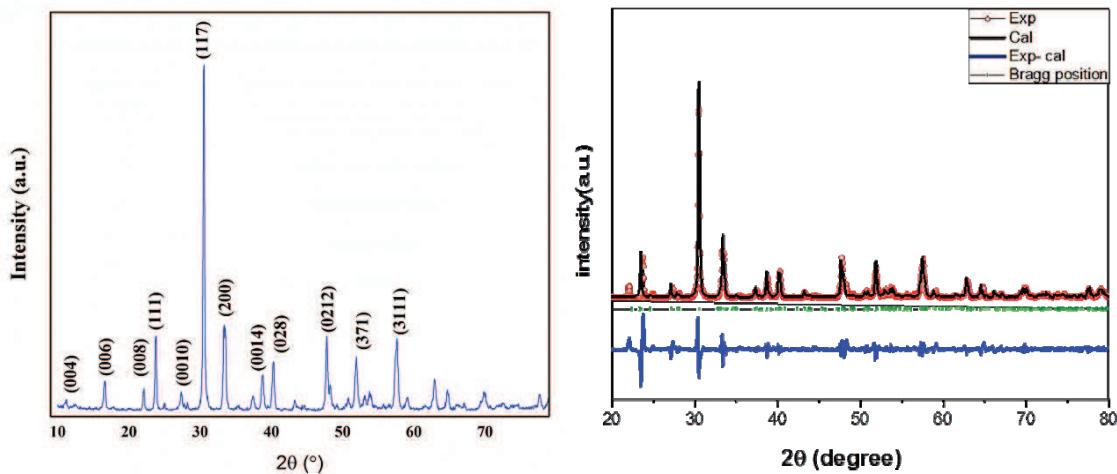
۳- نتایج و بحث

شکل ۱، الگوی XRD مربوط به پودر BTO سنتز شده را نشان می دهد. مقایسه XRD پودر سنتز شده با الگوهای مرجع با کد ۳۵-۰۷۹۵ JCPDS No، بیان گر تشکیل فاز تیتانات بیسموت خالص می باشد. شدت بالای پیک مشاهده شده در (۱۱۷) بیان گر این است که تیتانات بیسموت دارای ساختار لایه ای می باشد و هم چنین نشان دهنده تک فاز اورتورومبیک با درصد کریستالی بالا است [۹]. نتایج آنالیز Rietveld در شکل ۱ بیان گر تقارن اورتورومبیک با پارامترهای شبکه $a=5.4432 \text{ \AA}$, $b=5.3990 \text{ \AA}$, $c=31.7076 \text{ \AA}$, $V=931.81 \text{ \AA}^3$ می باشد. این مقادیر پارامترهای شبکه که مشابه نتایج گزارش شده دیگر محققان می باشد، بیان گر ساختار اورتورومبیک تیتانات بیسموت می باشد [۶, ۹]. در شکل ۲ الگوهای XRD مربوط به نمونه های تف جوشی شده در دماهای متفاوت نشان داده شده است. طبق نتایج شکل ۲، نمونه های تف جوشی شده در دماهای کمتر از 1075°C حاوی فاز خالص تیتانات بیسموت اورتورومبیک می باشد [۱۲]. با افزایش دمای تف جوشی از 1000°C به 1075°C پیک متعلق به صفحه کریستالی (۱۱۷) رشد کرده که می تواند ناشی از رشد ترجیحی در راستای این صفحات باشد. به طور کلی شدت بالای پیک (۱۱۷) در سرامیک های تیتانات بیسموت بیان گر ساختار لایه ای این فرو الکتریک ها می باشد [۹].

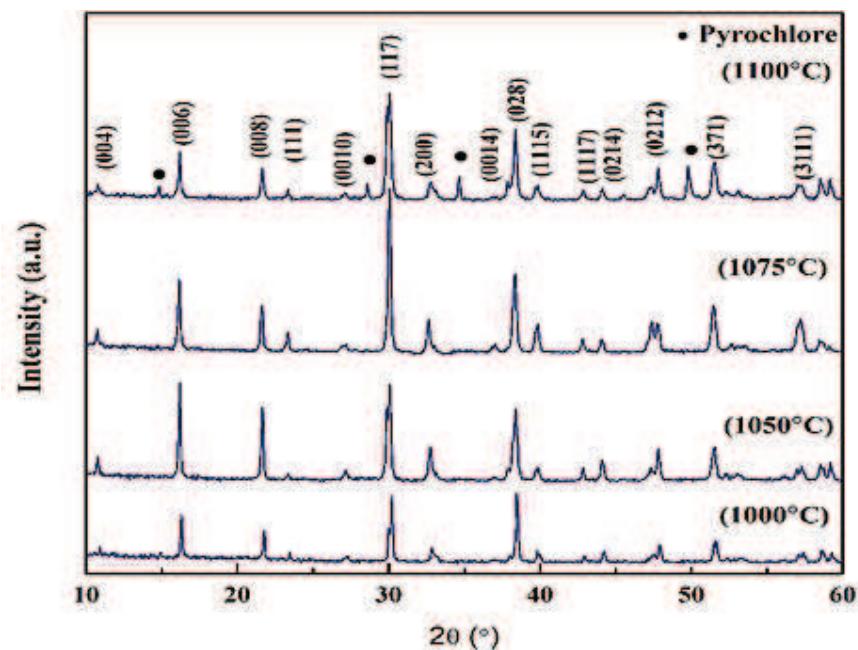
اساس ترکیب شیمیایی تیتانات بیسموت، مواد اولیه در محیط اتانول با آسیاب سایشی و گلوله های زیر کونیایی مخلوط و بعد از خشک کردن دوغاب در خشک کن، در دمای 85°C به مدت ۳ ساعت کلسینه شدند. پس از سنتز پودر، به منظور کاهش اندازه ذرات، پودر حاصل به مدت ۲ ساعت تحت عملیات آسیاب سایشی با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه با استفاده از گلوله های زیر کونیایی به قطر ۵ میلی متر و با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰ به ۱، در محیط اتانول قرار گرفت. بعد از عبور پودر آسیاب شده از الک با مش ۶۰ و گرانوله کردن آن، دیسک هایی با قطر 10 mm و ضخامت 1 mm با روش پرس تک محوره با اعمال فشار 300 MPa تهیه شد. نمونه ها در دماهای 1000°C , 1050°C , 1075°C و 1100°C به مدت ۲ ساعت تف جوشی گردید و با مشخص شدن دمای بهینه تف جوشی، بر اساس چگالی، نمونه ها در این دما برای زمان های مختلف (۲۰ دقیقه، ۱، ۲ و ۴ ساعت) تف جوشی شد و بعد از مشخص شدن زمان بهینه، نمونه ها در دما و زمان بهینه با سرعت های متفاوت حرارت

دهی ($3, 5, 10^\circ\text{C}/\text{min}$) تف جوشی گردید.

آنالیز فازی پودر سنتز شده با استفاده از دستگاه پراش اشعه Asenware AW-XDM 300 x (XRD) مدل $\text{Cu}-\text{ka}$ با طول موج $1/542 \text{ \AA}$ صورت گرفت. با استفاده از روش ارشمیدس بر اساس استاندارد ASTMC-373 چگالی نهایی نمونه ها اندازه گیری شد. ریز ساختار نمونه ها با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (FE-SEM, model 450 FEG, FEI QUANTA) بررسی گردید. برای اندازه گیری خواص دی الکتریک در ابتداء الکترود گذاری از طریق پوشش، سطح نمونه ها با چسب نقره و



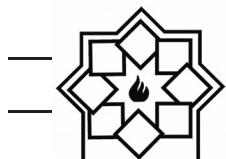
شکل ۱ - الگوی XRD مربوط به پودر BTO سنتز شده و نتایج آنالیز Rietveld الگوی XRD پودر سنتز شده BTO.



شکل ۲ - الگوهای XRD مربوط به نمونه های تف جوشی شده در دماهای متفاوت.

JCPDS: 32-32118 مطابق با الگوری مرچع کد 0118 شناسایی گردید. دلیل تشکیل این فاز ناشی از فراریت اکسید بیسموت و کاهش مقدار آن در فاز تیتانات بیسموت در دماهای تف جوشی بالا نسبت داده می شود [۱۲]. کاهش در شدت پیک (۱۱۷) نمونه تف جوشی شده

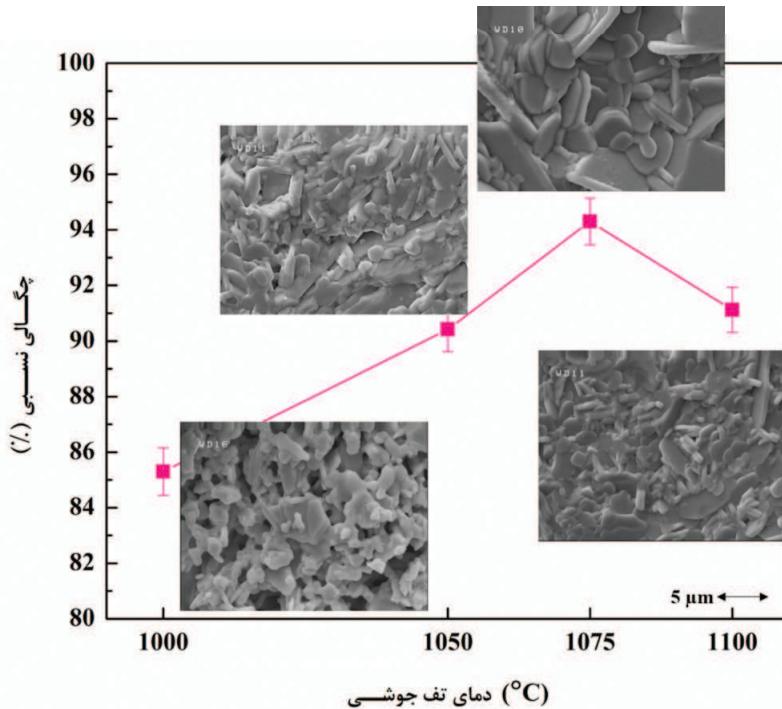
در شکل ۳ می توان مشاهده نمود که ریز ساختار لایه ای نمونه تف جوشی شده در دمای ۱۰۷۵°C نسبت به نمونه های دیگر واضح می باشد، بنابراین شدت پیک (۱۱۷) در این نمونه بیشتر می باشد. در نمونه تف جوشی شده در دمای ۱۱۰۰°C، پیک های مربوط به فاز مکعبی پیروکلر



افزایش بیشتر دمای تف جوشی، کاهش در چگالی نمونه‌ها مشاهده می‌گردد. بهبود در چگالی با افزایش دما به دلیل افزایش سرعت نفوذ از طریق دانه و در نتیجه غالب شدن مکانیزم چگالش در دماهای بالاتر تف جوشی می‌باشد [۱۴، ۱۵]. کاهش در چگالی در دماهای تف جوشی بالاتر از 1075°C را می‌توان به تبخیر و اتلاف اکسید بیسموت در دماهای بالا و فرآیند رشد دانه بیش از حد نسبت داد [۲، ۱۵]. در تصاویر FE-SEM در درون شکل ۳ تغییرات جالب مورفولوژیکی در شکل دانه‌های تیتانات بیسموت در دماهای مختلف تف جوشی دیده می‌شود. ریزساختار متخلخل با دانه‌های کروی در دمای تف جوشی 1000°C و ساختاری متراکم با مورفولوژی بشقابی دانه‌ها در دمای تف جوشی 1075°C قابل مشاهده است. این تغییرات مورفولوژی دانه‌ها و رشد جهت دار آنها با نتایج XRD مطابقت دارد.

در دمای 1100°C می‌تواند ناشی از تشکیل فاز ناخالصی ساختار مکعبی و غیر لایه‌ای پیروکلر باشد که الگوی پراش اشعه ایکس این نمونه، این موضوع را تایید می‌کند [۱۳]. لازم به ذکر است که در ابتدا سه دمای 1000°C ، 1050°C و 1100°C درجه سانتیگراد به عنوان دماهای تف جوشی انتخاب شدند و سپس با توجه به تشکیل فاز ثانویه در دمای 1100°C ، دمای 1075°C نیز بررسی گردید.

شکل ۳ تغییرات چگالی و ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده در دماهای مختلف به مدت ۲ ساعت با سرعت حرارت دهی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ را نشان می‌دهد. طبق نتایج، با افزایش دمای تف جوشی، چگالی نمونه‌ها افزایش یافته و بیشترین مقدار چگالی برای نمونه تف جوشی شده در دمای 1075°C حاصل شد. بنابراین این دما به عنوان دمای بهینه تف جوشی برای سرامیک تیتانات بیسموت در نظر گرفته می‌شود. با



شکل ۳- تغییرات چگالی و ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده در دماهای مختلف به مدت ۲ ساعت.



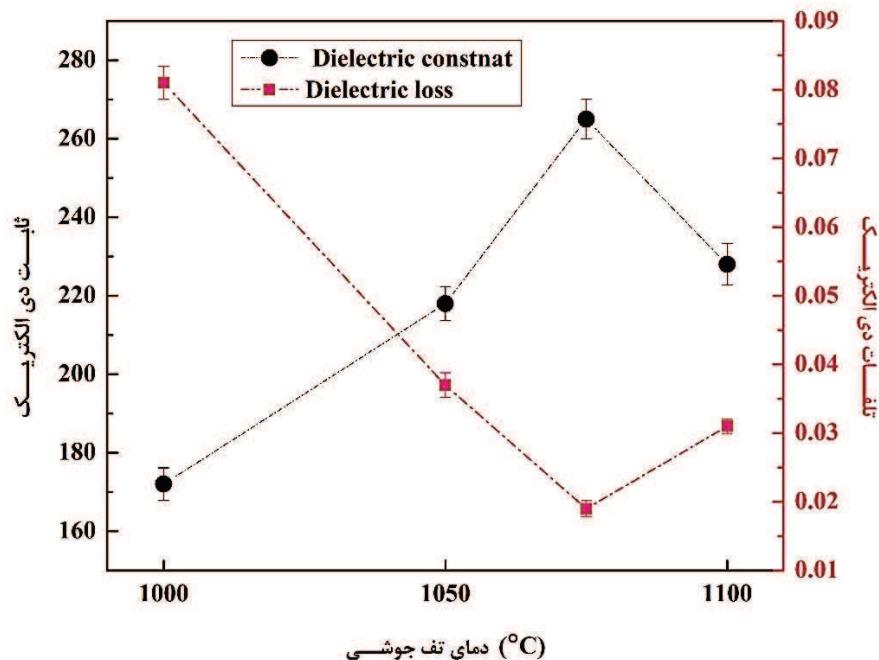
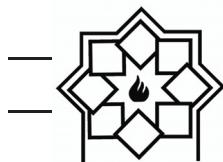
شکل ۵ ساختار متخخلل و ریز دانه که بیان گر عدم چگالش در زمان کوتاه ۲۰ دقیقه تف جوشی و ساختار درشت دانه و متخخلل که بیان گر رشد دانه همراه با ایجاد تخلخل در زمان تف جوشی طولانی ۴ ساعت می‌باشد، قابل مشاهده است [۱۴، ۱۵]. فرآیند تف جوشی از طریق انتقال جرم و نفوذ اتم‌ها صورت می‌گیرد، بنابراین برای دست یابی به چگالی مناسب بایستی زمان کافی برای نفوذ اتم‌ها فراهم شود. در زمان کوتاه به دلیل انتقال جرم کم، امکان حذف شدن تخلخل‌ها در ریزساختار فراهم نمی‌شود. از طرف دیگر در زمان‌های طولانی به دلیل رشد دانه که اغلب به صورت رشد دانه‌های بزرگ به همراه حذف دانه‌های با اندازه کوچکتر می‌باشد و هم چنین افزایش فراریت عناصر فرار مانند بیسموت، می‌تواند همراه با ایجاد تخلخل در ریزساختار شود [۱۵]. در نمونه تف جوشی شده در مدت زمان ۱ ساعت در ریزساختار تعدادی دانه‌ی میله‌ای شکل بلند مشاهده می‌شود که به مکانیزم نفوذ سطحی نسبت داده می‌شود. با افزایش زمان به ۲ ساعت مکانیزم نفوذ تبخیر به ویژه برای سیستم‌های با فشار بخار بالا و حاوی جزء فرار نیز فعال می‌گردد که می‌تواند شکل دانه‌ها را از حالت میله‌ای تغییر دهد [۱۵].

در شکل ۶ که تغییرات خواص دی الکتریکی بر حسب زمان تف جوشی ارائه شده است، دیده می‌شود که بیشترین مقدار ثابت دی الکتریک به مقدار ۲۹۰ و کمترین مقدار تلفات دی الکتریک به مقدار ۱۳٪ برای نمونه با بیشترین چگالی اندازه‌گیری گردید.

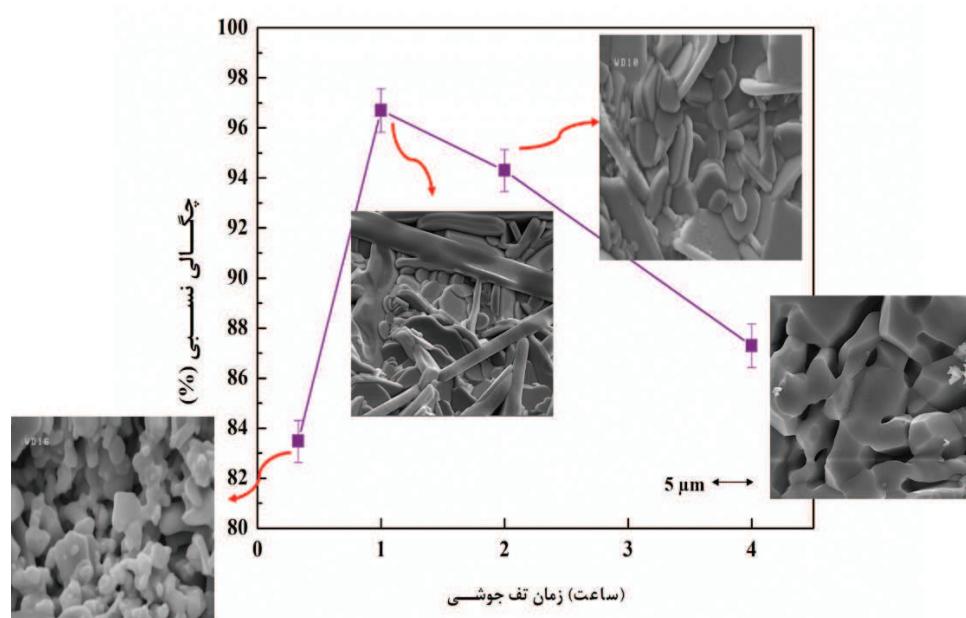
رونده تغییرات ثابت دی الکتریک و تلفات دی الکتریک در فرکانس ۱kHz بر حسب دمای تف جوشی در شکل ۴ ارائه شده است و دیده می‌شود که بیشترین مقدار ثابت دی الکتریک با مقدار ۲۶۰ و کمترین مقدار فاکتور اتلاف دی الکتریک با مقدار ۰/۰۲ در نمونه تف جوشی شده در دمای ۱۰۷۵°C بدبست می‌آید. افزایش چگالی و کاهش مقدار تخلخل پیزوسرامیک منجر به افزایش پلاریزاسیون بارفضایی آن می‌گردد و افزایش در پلاریزاسیون بارفضایی باعث افزایش ثابت دی الکتریک پیزوسرامیک می‌شود [۶]. هم چنین اندازه دانه‌های بشقابی شکل در نمونه تف جوشی شده در دمای ۱۰۷۵°C بزرگتر از نمونه تف جوشی شده در دمای ۱۰۰۰°C می‌باشد. با افزایش اندازه دانه تعداد و اندازه دومین‌ها داخل دانه می‌تواند افزایش یابد و منجر به افزایش ثابت دی الکتریک می‌گردد [۱۷].

تغییرات چگالی و ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده در دمای ۱۰۷۵°C برای مدت زمان‌های مختلف با سرعت حرارت دهی ۵ °C/min در شکل ۵ آورده شده است. طبق شکل ۵، بیشترین چگالی حدود ۹۷ درصد چگالی تئوری برای نمونه تف جوشی شده در دمای ۱۰۷۵°C به مدت ۱ ساعت حاصل گردید. کاهش در چگالی سرامیک‌ها با افزایش زمان تف جوشی را ناشی از پدیده بادکردن^۱ می‌دانند [۱۴، ۱۵]. در این پدیده، در حین رشد دانه در زمان‌های تف جوشی زیاد دو حفره به یکدیگر متصل می‌شوند و یک حفره با حجمی بزرگتر از حجم دو حفره قبلی ایجاد می‌گردد که منجر به کاهش چگالی می‌گردد [۱۵]. در تصاویر

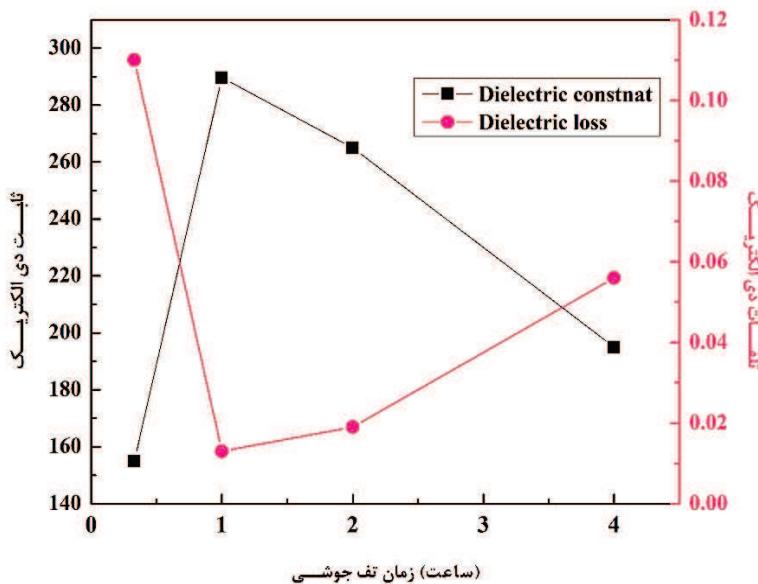
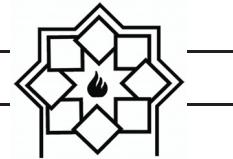
^۱ Swelling



شکل ۴- تغییرات ثابت دی الکتردیک و اتلاف دی الکتردیک نمونه‌های تف جوشی شده در دمای مختلف به مدت ۲ ساعت.



شکل ۵- تغییرات چگالی و ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده در دمای ۱۰۷۵ °C برای مدت زمان‌های مختلف.

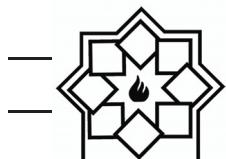


شکل ۶- تغییرات ثابت دی الکتریک و فاکتور اتلاف نمونه‌های تف جوشی شده در دمای 1075°C برای مدت زمان‌های مختلف

در تصاویر FE-SEM سطح شکست سرامیک تیتانات بیسموت با سرعت حرارتی دهی متفاوت شکل ۷، ریزساختار متخلخل نمونه تف جوشی شده با سرعت حرارت دهی $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ کاملاً مشخص می‌باشد. با افزایش سرعت حرارت دهی تا $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ریزساختاری متراکم با دانه‌های بشقابی و میله‌ای شکل حاصل می‌شود. مورفولوژی بشقابی شکل دانه‌ها به دلیل ناهمسانگرد بودن رشد کریستال‌های ساختار BLSF نسبت داده می‌شود [۱۱]. در نمونه تف جوشی شده با سرعت حرارت دهی $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، مورفولوژی میله‌ای شکل دانه‌ها قابل مشاهده می‌باشد. کاهش در چگالی در سرعت‌های حرارت دهی بالا ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) را می‌توان به تنش‌های داخلی ناشی از تفاوت زیاد سرعت رشد در جهت عمود بر صفحه و موازی صفحه ساختارهای لایه‌ای BLSF نسبت داد که این اختلاف سرعت زیاد در سرعت‌های حرارت دهی بالا می‌تواند منجر به ایجاد تنش‌های داخلی زیاد و در نتیجه میکروترک‌ها و در نتیجه کاهش چگالی گردد [۱۱].

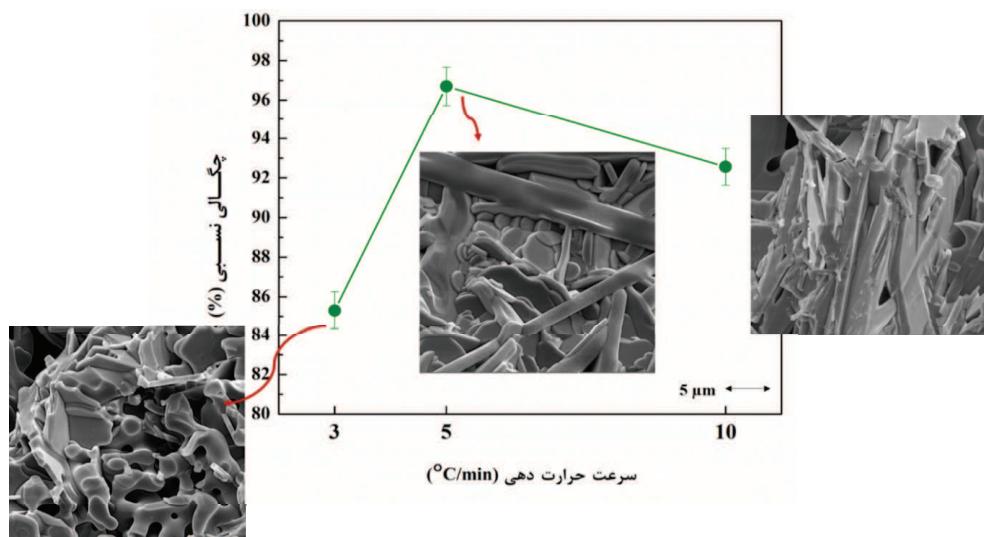
در شکل ۷ تغییرات چگالی نسبی و ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده در دمای 1075°C به مدت ۱ ساعت با سرعت‌های حرارت دهی متفاوت مشخص شده است. طبق نتایج، چگالی سرامیک تیتانات بیسموت به شدت وابسته به سرعت حرارت دهی می‌باشد. به طوری که در سرعت‌های حرارت دهی کم ($3^{\circ}\text{C}/\text{min}$)، چگالی نسبی نمونه به شدت تا ۸۵ درصد کاهش می‌یابد. در سرعت حرارت دهی بالا ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) نیز چگالی نسبی تا ۹۲ درصد افت می‌نماید. در سرعت‌های حرارت دهی پایین، مکانیزم رشد دانه افراطی^۲ در طی تف جوشی غالب خواهد بود و در این حالت متخلخل موجود در بدنه خام نه تنها در طی تف جوشی حذف نمی‌شود بلکه اندازه متخلخل نیز افزایش می‌یابد و منجر به کاهش چگالی می‌گردد [۱۴، ۱۵].

² Coarsening

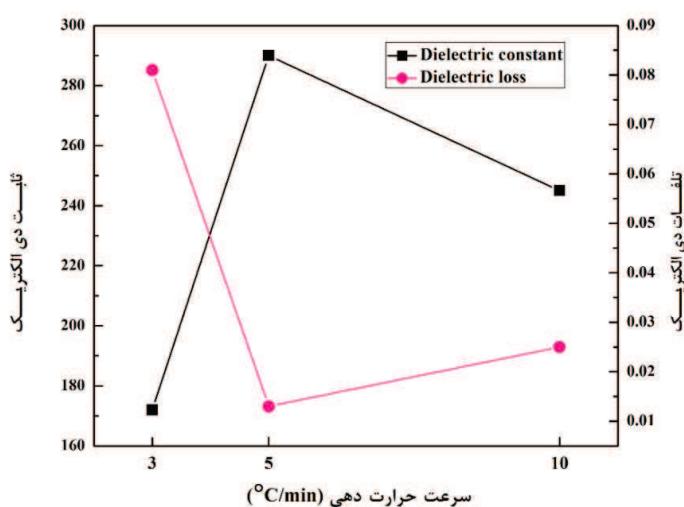


در شکل ۶ تغییرات دی الکتریک و تلفات دی الکتریک اندازه‌گیری شده نمونه‌ها در فرکانس 1kHz بر حسب چگالی آنها نشان داده شده است. طبق شکل ۶، تلفات دی الکتریک نمونه‌ها به صورت تابعی نمایی با مقدار تطابق بالا و بسته به چگالی می‌باشد و افزایش در چگالی منجر به کاهش در فاکتور اتلاف دی الکتریک می‌گردد.

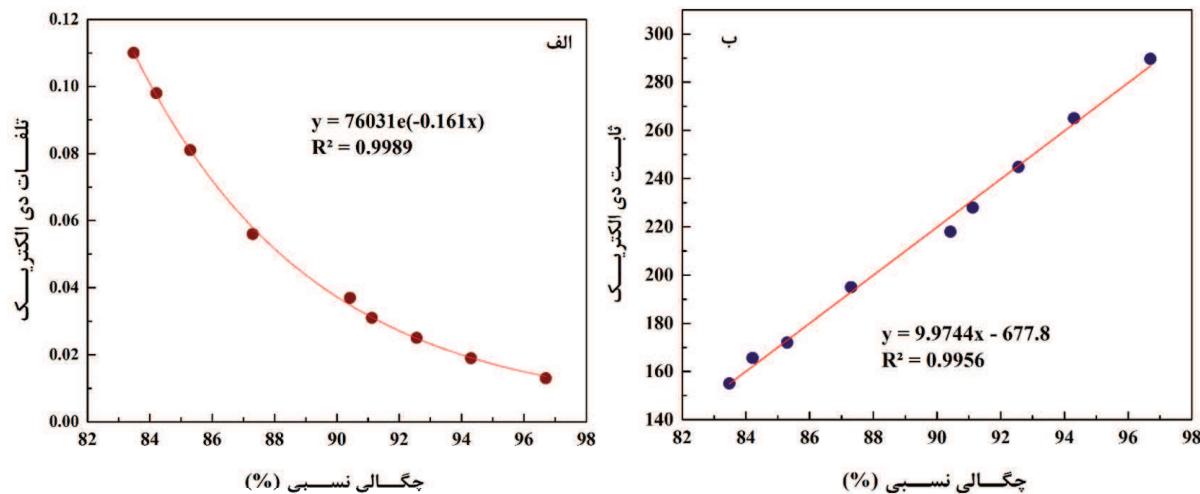
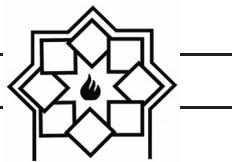
در شکل ۸ تغییرات ثابت دی الکتریک و فاکتور اتلاف دی الکتریک نمونه‌های تف جوشی شده در دمای 1075°C به مدت زمان ۱ ساعت با سرعت حرارت دهنی متفاوت ارائه شده است. همانطور که دیده می‌شود بیشترین ثابت دی الکتریک با کمترین مقدار فاکتور اتلاف در سرعت حرارت دهنی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ بدست می‌آید.



شکل ۷- تغییرات چگالی نمونه‌های تف جوشی شده در دمای 1075°C به مدت ۱ ساعت با سرعت‌های حرارت دهنی متفاوت.



شکل ۸- تغییرات ثابت دی الکتریک و اتلاف دی الکتریک نمونه‌های تف جوشی شده در دمای 1075°C به مدت زمان ۱ ساعت با سرعت حرارت دهنی متفاوت.



شکل ۹- الف) تغییرات اتلاف دی الکتریک و ب) ثابت دی الکتریک اندازه‌گیری شده نمونه‌ها در فرکانس ۱ kHz بر حسب چگالی.

افزایش ضخامت دیواره دومین منجر به افزایش اتلاف دی الکتریک خواهد شد [۱۷].

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق تف جوشی سرامیک تیتانات بیسموت در دما، زمان و با سرعت‌های حرارت‌دهی متفاوت برای دست یابی به شرایط بهینه مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از این تحقیق نشان داد که رفتار چگالش این سرامیک به شده وابسته به پارامترهای فرآیند تف جوشی آن می‌باشد. چگالی سرامیک تیتانات بیسموت در دماهای بالاتر از ۱۰۷۵ °C زمان بیش از یک ساعت و سرعت حرارت دهی پایین (۳ °C/min) و بالا (۱۰ °C/min) کاهش می‌یابد. بیشترین چگالی در شرایط بهینه با دمای تف جوشی ۱۰۷۵ °C به مدت ۱ ساعت با سرعت حرارت دهی ۵ °C/min بدست آمد. هم چنین نتایج مربوط به خواص دی الکتریک نشان داد که ثابت دی الکتریک و تلفات دی الکتریک این

همان‌گونه که مشاهده می‌شود طبق شکل ۹ ب، ارتباط خطی با تطابق بالا ($R^2=0.996$) بین ثابت دی الکتریک و چگالی سرامیک تیتانات بیسموت وجود دارد که این نتایج می‌تواند بیان گر واپسگی قابل توجه خواص دی الکتریک به چگالی باشد. وجود تخلخل در پیزوسرامیک‌ها تأثیر زیادی بر خواص دی الکتریک آنها خواهد داشت و منجر به کاهش ثابت دی الکتریک و افزایش اتلاف دی الکتریک می‌گردد. تخلخل به عنوان فاز دوم (هوا) در نظر گرفته می‌شود که به دلیل ثابت دی الکتریک پایین هوا منجر به افت در ثابت دی الکتریک پیزوسرامیک می‌گردد [۱۶-۱۹]. بنابراین با افزایش چگالی و کاهش تخلخل، خواص دی الکتریک بهبود قابل توجهی خواهد یافت. هم چنین گزارش شده است با افزایش تخلخل در پیزوسرامیک‌ها، چگالی دومین‌ها کاهش و ضخامت عرض دیواره دومین‌ها افزایش می‌یابد که عامل کاهش چگالی دومین‌ها منجر به کاهش پلاریزاسیون و در نتیجه کاهش ثابت دی الکتریک و

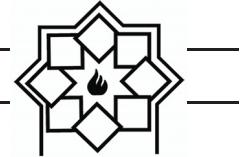


- Vol. 334, pp.21-28, 2019.
- [7] F. Yang, P. Wu, and D.C. Sinclair, "Enhanced bulk conductivity of A-site divalent acceptor-doped non-stoichiometric sodium bismuth titanate", *Solid State Ionics*, Vol. 299, pp.38-45, 2017.
- [8] X.Q. Chen, F.J. Yang, W.Q. Cao, H. Wang, C.P. Yang, D.Y. Wang, and K. Chen, "Enhanced multiferroic characteristics in Fe-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ceramics", *Solid State Communications*, Vol. 150, pp.1221-1224, 2010.
- [9] S.K. Badge, and A.V. Deshpande, "Effect of vanadium doping on structural, dielectric and ferroelectric properties of bismuth titanate ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) ceramics", *Ceramics International*, Vol. 45, pp.15307-15313, 2019.
- [10] D. Thomazini, M.W. Gelfuso, and J.A. Eiras, "Microwave assisted hydrothermal synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanopowders from oxide as raw materials", *Powder technology*, Vol. 222, pp.139-142, 2012.
- [11] S.K. Badge, and A.V. Deshpande, "Effect of pressure of pelletization on dielectric properties of Bismuth Titanate prepared by sol-gel synthesis", *Advanced Powder Technology*, Vol. 29, pp.555-562, 2018.
- [12] Y. Chen, S. Xie, H. Wang, Q. Chen, Q. Wang, J. Zhu, and Z. Guan, "Dielectric abnormality and ferroelectric asymmetry in W/Cr co-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ceramics based on the effect of defect dipoles", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 696, pp.746-753, 2017.
- [13] C. Lavado, and M.G. Stachiotti, " $\text{Fe}^{3+}/\text{Nb}^{5+}$ co-doping effects on the properties of Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ceramics", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 731, pp.914-919, 2018.
- [14] M. Barsoum and M.W. Barsoum, *Fundamentals of Ceramics*, CRC press, 2002.
- [15] M. N. Rahaman, *Ceramic Processing and Sintering*, New York, Marcel Dekker, 1995.
- [16] R. Hayati and A. Barzegar, "Microstructure and electrical properties of lead free

فروالکتریک به شدت وابسته به چگالی و شرایط تف جوشی می باشد. بیشترین ثابت دی الکتریک با مقدار ۲۹۰ با کمترین اتلاف دی الکتریک با مقدار ۰/۱۳ در نمونه تف جوشی شده در شرایط بهینه بدست آمد.

مراجع

- [1] Z.P. Cao, C.M. Wang, T.L. Zhao, S.L. Yu, H.Z. Wu, Y.M. Wang, Q. Wang, Y. Liang, Y.N. Wei, Y. Zhang, and Y. Liu, "Piezoelectric properties and thermal stabilities of strontium bismuth titanate ($\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$)", *Ceramics International*, Vol. 41, pp.13974-13982, 2015.
- [2] L. Sheng, X. Du, Q. Chao, P. Zheng, W. Bai, L. Li, F. Wen, W. Wu, and L. Zheng, "Enhanced electrical properties in Nd and Ce co-doped $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ high temperature piezoceramics", *Ceramics International*, Vol. 44, pp.18316-18321, 2018.
- [3] A. Safari, and E. K. Akdogan, *Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications*, Springer Science, Business Media, 2008.
- [4] C. M. Wang, L. Zhao, Y. Liu, R. L. Withers, S. Zhang, and Q. Wang, "The temperature-dependent piezoelectric and electromechanical properties of cobalt-modified sodium bismuth titanate", *Ceramics International*, Vol. 42, pp.4268-4273, 2016.
- [5] Q. Wang, C. M. Wang, J. F. Wang, and S. Zhang, "High performance Aurivillius-type bismuth titanate niobate ($\text{Bi}_3\text{TiNbO}_9$) piezoelectric ceramics for high temperature applications", *Ceramics International*, Vol. 42, pp.6993-7000, 2016.
- [6] S.K. Badge, and A.V. Deshpande, "Study of dielectric and ferroelectric properties of Bismuth Titanate ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) ceramic prepared by sol-gel synthesis and solid state reaction method with varying sintering temperature", *Solid State Ionics*,



potassium sodium niobate piezoceramics with nano ZnO additive", Materials Science and Engineering: B, vol. 172, pp. 121–126, 2010.

- [17] H. Search, C. Journals, A. Contact, M. Iopscience, and I. P. Address, "Effects of porosity on dielectric properties of BaTiO₃ ceramics", Japanese Journal of Applied Physics, vol. 34, pp. 1922(1-3), 1995.
- [18] A. Yang, C. Wang, R. Guo, and Y. Huang, "Effects of porosity on dielectric and piezoelectric properties of porous lead zirconate titanate ceramics", Applied Physics Letters, Vol. 98, pp. 152904 (1-3), 2011.
- [19] Z. Hou, F. Ye, and L. Liub, "Effects of pore shape and porosity on the dielectric constant of porous β-SiAlON ceramics", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 35, pp. 4115-4120, 2015.