

Thesis Title	Characterization of Lead Zirconate Titanate Powders	
Author	Miss Suwimon Nualpralaksana	
Ph.D.	Chemistry	
Examining Committee	Assoc.Prof.Dr. Sukon Phanichphant	Chairperson
	Assoc.Prof.Dr. Prasak Thavornnyutikarn	Member
	Prof.Dr. Tawee Tunkasiri	Member
	Prof.Dr. Suthat Yoksan	Member
	Assoc.Prof.Dr. Udom Sriyotha	Member

ABSTRACT

PZT and PLZT fine powders have been synthesized by nitrate solutions and hydrothermal processes. Lead nitrate, zirconium n-propoxide and titanium isopropoxide were used as starting precursors for nitrate solutions process. Ammonia solution, nitric acid and hydrogen peroxide were used to optimize the conditions for the preparation of PZT-nitrate complex. This complex was separated into two parts, for freeze drying and coprecipitation processes. After these processes, the powders were dried, the thermal decomposition was studied using thermogravimetric analysis (TGA) and differential thermal analysis (DTA). After calcination for 2 hours at temperatures between 550 °C to 800 °C, phase and particle size analyses have been

examined by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM). It has been found that, the freeze drying process produced rhombohedral phase PZT at a calcination temperature of 600 °C for 2 hours and the particle size increased with increasing calcination temperature. For coprecipitation process, rhombohedral phase of PZT powders occurred at temperature above 650 °C and the particle size increased with increasing calcination temperature.

For hydrothermal process, lead acetate, zirconium n-propoxide and titanium isopropoxide were used as starting materials. KOH and NaOH at concentrations of 1.0 M to 5.0 M were used as mineralizers and added to adjust the pH value of the mixed precursor solution. The synthesis temperatures were varied from 50 °C to 200 °C and from 2 to 48 hours for synthesis times. The solid portion after hydrothermal process was separated out. Further calcination steps were not necessary. PZT powders in rhombohedral phase pure or in tetragonal phase pure could be produced by hydrothermal process by carefully controlled the hydrothermal conditions.

Trace impurities in PZT powders have been examined by atomic absorption spectrophotometry (AAS) and found to be 0.034 ppm. The Pb:Zr:Ti ratio in PZT powders has been determined by gravimetric method and found to be closely 1:0.52:0.48.

The PZT powders from both nitrate solutions and hydrothermal process were pressed and sintered to obtain the highest density. Using XRD and SEM, the effect of calcination temperature on phase and microstructure of PZT have been investigated. The dielectric constant at room temperature of PZT ceramics was measured at frequencies from 100 Hz to 1 MHz.

The influence of La doped PZT on the crystal structure, microstructure and dielectric properties have been studied using XRD, SEM and dielectric measurement. PLZT powders from both nitrate solutions and hydrothermal processes were in cubic phase. PLZT ceramics after hot pressing process have been investigated using SEM technique. The dielectric constant of PLZT ceramics was observed, at frequencies between 1 Hz to 1 MHz and found that its dielectric constant was higher than that of PZT ceramics.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาลักษณะเฉพาะของผงเลคเซอร์โคเนตติตานเนต	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวสุวิมล นवलพระลักษณะ	
วิทยาศาสตร์คุณวุฒิปริญญาตรี	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	รศ.ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์	ประธานกรรมการ
	รศ.ดร. ประศักดิ์ ฉาวรยุติการต์	กรรมการ
	ศ.ดร. พีวี ดันขศิริ	กรรมการ
	ศ.ดร. สุทัศน์ ยกส้าน	กรรมการ
	รศ.ดร. อุดม ศรีโยธา	กรรมการ

บทคัดย่อ

ผงละเอียดของเลคเซอร์โคเนตติตานเนตและเลคแลนทานัมเซอร์โคเนตติตานเนตสามารถเตรียมโดยวิธีสารละลายในเทรตและวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารประกอบเชิงซ้อนของเลคเซอร์โคเนตติตานเนตในสารละลายในเทรตเตรียมขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่างเลคไนเทรต เซอร์โคเนียมโพรพอกไซด์และติตานิยมไอโซโพรพอกไซด์ มีการใช้สารละลายแอมโมเนีย กรดไนตริก และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของพีแซดที-ไนเทรต สารประกอบที่ได้นี้ถูกแบ่งเป็นสองส่วนสำหรับการทำฟรีซดรายและตกตะกอนร่วม หลังจากทำให้แห้งได้ทำการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของสารประกอบที่ได้โดยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาลิซิส (TGA) และดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอะนาลิซิส (DTA) ทำการวิเคราะห์หาโครงร่างผลึกและโครงสร้างจุลภาคของผงเลคเซอร์โคเนตติตานเนตที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 °ซ ถึง 800 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จากการทดลองพบว่าผงเลคเซอร์โคเนตติตานเนตที่ได้จากกระบวนการฟรีซดรายและทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงมีโครงร่างผลึกเป็นแบบรอมโบฮีดรอลและพบว่าขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้สูงขึ้น

สำหรับผงเลดเซอร์โคเนตติดตามเนตที่ได้จากกระบวนการฟริชทรายพบว่ามีการสร้างผลึกแบบรอมโบฮีดรอลหลังจากเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ส่วนผงเลดเซอร์โคเนตติดตามเนตที่ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วมหลังทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบรูปแบบของรอมโบฮีดรอล และขนาดของอนุภาคจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิแคลไซน์ที่เพิ่มขึ้น

ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างเลดอะซิเตด เซอร์โคเนียมโพรพอกไซด์ และติตาเนียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 1.0 ถึง 5.0 โมลาร์ เพื่อปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย อุณหภูมิที่ใช้มีค่าตั้งแต่ 50 °ซ ถึง 200 °ซ และเวลาที่ใช้ในการทดลองคือ 2 ถึง 48 ชั่วโมง ตะกอนที่ได้หลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลจะถูกอบโดยไม่ต้องผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ ผงเลดเซอร์โคเนตติดตามเนตที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลสามารถทำให้เกิดเป็นโครงสร้างผลึกแบบรอมโบฮีดรอลหรือเตตระโกนอลได้โดยการควบคุมสภาวะที่เหมาะสมของการทดลอง

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณสิ่งเจือปนในผงเลดเซอร์โคเนตติดตามเนตที่เตรียมขึ้นได้ ใช้เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี(AAS) พบว่ามีปริมาณสารมลทินรวม 0.034 พีพีเอ็ม อัตราส่วนระหว่างเลดต่อเซอร์โคเนียมต่อติตาเนียมในผงเลดเซอร์โคเนตติดตามเนต ได้ทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคกราวิเมตริกอะนาลิซิส พบว่ามีอัตราส่วนใกล้เคียงกับ 1 ต่อ 0.52 ต่อ 0.48

นำผงเลดเซอร์โคเนตติดตามเนตที่ได้จากทั้งวิธีสารละลายในเทรตและวิธีไฮโดรเทอร์มอลมาทำการขึ้นรูปโดยการอัดเม็ดและเผาซินเทอร์ให้มีความหนาแน่นสูงสุด ผลของอุณหภูมิซินเทอร์ที่มีต่อโครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคทำการศึกษาโดยใช้เทคนิค XRD และ SEM ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกทำการศึกษาที่อุณหภูมิห้องที่ความถี่ตั้งแต่ 100 เฮิรซ์ถึง 1 เมกะเฮิรซ์

ผลของการเจือปนทานัมลงในเลดเซอร์โคเนตติดตามเนตที่มีต่อลักษณะโครงสร้างผลึกทำการตรวจสอบโดยใช้เทคนิค XRD พบว่าเลดแทนทานัมเซอร์โคเนตติดตามเนตมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก และทำการตรวจสอบเซรามิคเลดแทนทานัมเซอร์โคเนตติดตามเนตหลังจากผ่านกระบวนการฮอทเพรสซิง ด้วยเทคนิค SEM ทำการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิคเลดแทนทานัมเซอร์โคเนตติดตามเนตที่ความถี่ 100 เฮิรซ์ถึง 1 เมกะเฮิรซ์ พบว่ามีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่าเซรามิคเลดเซอร์โคเนตติดตามเนต