Thesis Title Piezoelectric and Mechanical Properties of Lead Zirconate-Titanate and Polymer Composites

Author Miss Wandee Thamjaree

Degree Doctor of Philosophy (Materials Science)

Thesis Advisory Committee

Prof. Dr. Tawee Tunkasiri	Chairperson
Assoc. Prof. Dr. Jerapong Tontrakoon	Member
Assoc. Prof. Dr. Narin Sirikulrat	Member

ABSTRACT

This research comprised of major parts, those being sample powder preparation and fabrication of composite material between lead zirconate-titanate (PZT) and polymer.

For powder preparation, the PZT [$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$] powder was prepared by a modified chemical method in which considerably low purity and low-price chemicals were employed to produce fine and homogeneous PZT powders by spray drying and calcining techniques. Further, conventional mixed oxide method was used for comparing with the spray drying technique. Phase evolution, thermal properties and microstructure of the spray dried granules were studied by X–ray diffractometry (XRD), Differential thermal analysis (DTA) & Thermogravimetric analysis (TG) and

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

Scanning electron microscopy (SEM) respectively. The results showed that the high purity PZT phase started to appear at 500 ^{o}C and become increasingly pronounced as temperature rose. No impurity was detected as can be confirmed by transmission electron diffraction (TED) analysis and energy dispersive spectroscopy (EDS). The sample ceramics were sintered between 900 ^{o}C and 1250 ^{o}C. The piezoelectric properties (k_p and d_{33}), dielectric properties (ε_r and tanδ) and density as well as grain size of the ceramics were measured. The highly densed ceramics with the relative density of 97 % of the theoretical value could be obtained at the sintering temperature of 1000 ^{o}C. The specifications of the synthesized ceramics were among those of the ceramics produced from high-purity chemicals.

For composite fabrication, the combination of 0-3 and 1-3 piezoelectric ceramic/polymer composites were prepared by using spray dried and mixed oxide powders or ceramic fillers of PZT as the dispersed phase and epoxy resin was used as the matrix material. The piezoceramic/polymer composite materials were fabricated based on suction and dice-and-fill method. The 0-3 composites were primarily prepared by suction technique and then made 1-3 by dice-and-fill technique. The dielectric and piezoelectric properties of the composites such as dielectric constant (ε_r), loss angle (tanδ), piezoelectric coefficient (d_{33}) were measured and the electromechanical coupling factor (k_p) determined. The acoustic impedance was accessed by the echo-shift method. Moreover, the morphology of composite samples was examined by scanning electron microscopy. The spray dried ceramic powder with smaller particle seemed to form denser samples. The acoustic impedance of composite samples was found to be about 4.12 and 4.84 Mrayls for mixed-oxide

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ceramic powder and spray-dried ceramic powder, respectively. These values are lower than those of the other previous works.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ สมบัติทางเพียโซอิเล็กทริกและสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมระหว่างเลดเซอร์โคเนต-ไทเทเนตและพอลิเมอร์

ผู้เขียน นางสาววันดี ธรรมจารี

ปริญญา วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ตันฑศิริ	ประธานกรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. จีระพงษ์ ตันตระกูล	กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. นรินทร์ สิริกุลรัตน์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยประกอบด้วยสองส่วนสำคัญ คือ การเตรียมผงของสารตัวอย่างและการเตรียมวัสดุผสมระหว่างเลดเซอร์โคเนต-ไทเทเนต (lead zirconate-titanate:PZT) กับพอลิเมอร์ (polymer)

สำหรับการเตรียมผงสารตัวอย่างนั้น ได้ทำการเตรียมผง PZT [$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$] จากวิธีการทางเคมีแบบดัดแปลงโดยใช้สารเคมีที่มีความบริสุทธิ์ต่ำและมีราคาต่ำ ด้วยวิธีสเปรย์ดรายและวิธีแคลไซน์ เพื่อให้ได้ผงสาร PZT ที่มีขนาดอนุภาคเล็กและมีความสม่ำเสมอสูง นอกจากนี้ยังทำการเตรียมผงสารตัวอย่างด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิมเพื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคการสเปรย์ โดยทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟส, สมบัติทางความร้อน และโครงสร้างจุลภาคของอนุภาคสเปรย์ด้วย วิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD), การวิเคราะห์ทางความร้อนแบบผลต่างอุณหภูมิ (DTA), การวิเคราะห์แบบเทอร์โมการ์วิเมทริกซ์ (TG) และ จุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ จากผลการทดลองพบว่า เฟสของ PZT ที่มีความบริสุทธิ์สูงเริ่มปรากฏที่อุณหภูมิ 500 ^{o}ซ และปรากฏเด่นชัดขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งไม่พบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้น โดยยืนยันได้จากผลของ transmission electron diffraction (TED) analysis และ energy dispersive spectroscopy (EDS) และได้นำผงสารมาเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 900 ^{o}ซ ถึง 1250 ^{o}ซ แล้วตรวจสอบสมบัติเพียโซอิเล็กทริก (k_p and d_{33}) , สมบัติไดอิเล็กทริก (ε_r and tanδ)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

และความหนาแน่น รวมถึงขนาดเกรนของสารตัวอย่าง พบว่าเซรามิกที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 ^{o}ซ เป็นเซรามิกมีความหนาแน่นสูงสุดที่ 97% เมื่อเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี ซึ่งสมบัติเฉพาะของเซรามิกที่เตรียมได้นั้นค่าใกล้เคียงกับเซรามิกที่เตรียมจากสารเคมีที่มีความบริสุทธิ์สูง

จากนั้นจึงทำการเตรียมวัสดุผสมที่มีการเรียงติดกันแบบ 0-3 และ 1-3 ของสารเพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric)/พอลิเมอร์ (polymer) เตรียมโดยใช้ผงที่เตรียมจากเทคนิคสเปรย์ และวิธีผสมออกไซด์ของ PZT เป็นดิสเพอสเฟส (dispersed phase) หรือตัวเติมเซรามิก (ceramic fillers) และใช้อีพอกซี เรซิน (epoxy resin) เป็นเมทริกซ์เฟส (matrix phase) วัสดุผสมระหว่างผงของเพียโซเซรามิกและพอลิเมอร์นั้นสามารถเตรียมได้จากเทคนิคการซัคชัน (suction) และการตัดแล้วเติม (dice-and-fill) ซึ่งวัสดุผสมแบบ 0-3 นั้นจะเตรียมโดยวิธีซัคชัน จากนั้นจึงนำมาทำเป็นแบบ 1-3 โดยวิธีตัดแล้วเติม ตามลำดับ จากนั้นจึงนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปหาคุณสมบัติทางไฟฟ้า เช่น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ε_r), ค่าความสูญเสียทางไฟฟ้า (tanδ) และค่าสัมประสิทธิ์ทางเพียโซอิเล็กทริก (d_{33}) สำหรับคุณสมบัติทางกลของชิ้นงานนั้น ได้ทำการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์ควบคู่ไฟฟ้าเชิงกล (k_p) และหาค่าอะคูสติกอิมพิแดนซ์ (acoustic impedance: Z) จากวิธี echo-shift นอกจากนี้ยังทำการตรวจสอบสัณฐานของชิ้นงานที่เตรียมได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าผงเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีสเปรย์ดรายจะมีขนาดเล็กและมีการฟอร์มตัวที่แน่นกว่า และวัสดุผสมนี้มีค่า Z ประมาณ 4.12 และ 4.84 Mrayls สำหรับผงเซรามิกที่เตรียมจากวิธีผสมออกไซด์และสเปรย์ดราย ตามลำดับ ซึ่งนับว่าเป็นค่าที่ค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่น

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved