

Thesis Title	Influences of Lead Precursors and Different Charged Surfactants on Lead Titanate Powders Prepared by Conventional and Sonocatalyzed Hydrothermal Methods
Author	Mr. Chaiyos Chankaew
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Associate Professor Dr. Apinpus Rujiwatra

ABSTRACT

In order to solve the major drawback of the hydrothermal process which is the formation of hard aggregate in the synthesized lead titanate fine powders, two different approaches have been attempted; including the alteration of lead halides reagents and the addition of surfactants with different degree of electric charges. Two different processes, namely the conventional and the sonocatalyzed hydrothermal, have been studied. The following conditions have been attempted; 150°C and 6-48 h for the conventional hydrothermal, and 130°C and 6 h for the sonocatalyzed hydrothermal process, and various synthesis parameters, including KOH initial concentration, reaction time and order of the addition surfactant in sonocatalyzed hydrothermal process, have been varied in order to obtain the phase pure lead titanate. The results on the attempt to alter type of lead reagents from the previously reported lead(II) nitrate to lead(II) acetate, lead(II) fluoride, lead(II) chloride and lead(II) iodide are described and discussed. Three different surfactants including the neutral

PVA, the cationic CTAB and the anionic SDS have also been essayed and the significant improvement in particle dispersion has been achieved. The results of the variation in type and concentration of these surfactants and also the order of the addition in case of the sonocatalyzed hydrothermal process are present, and a discussion on the differences these variations have led to is included.

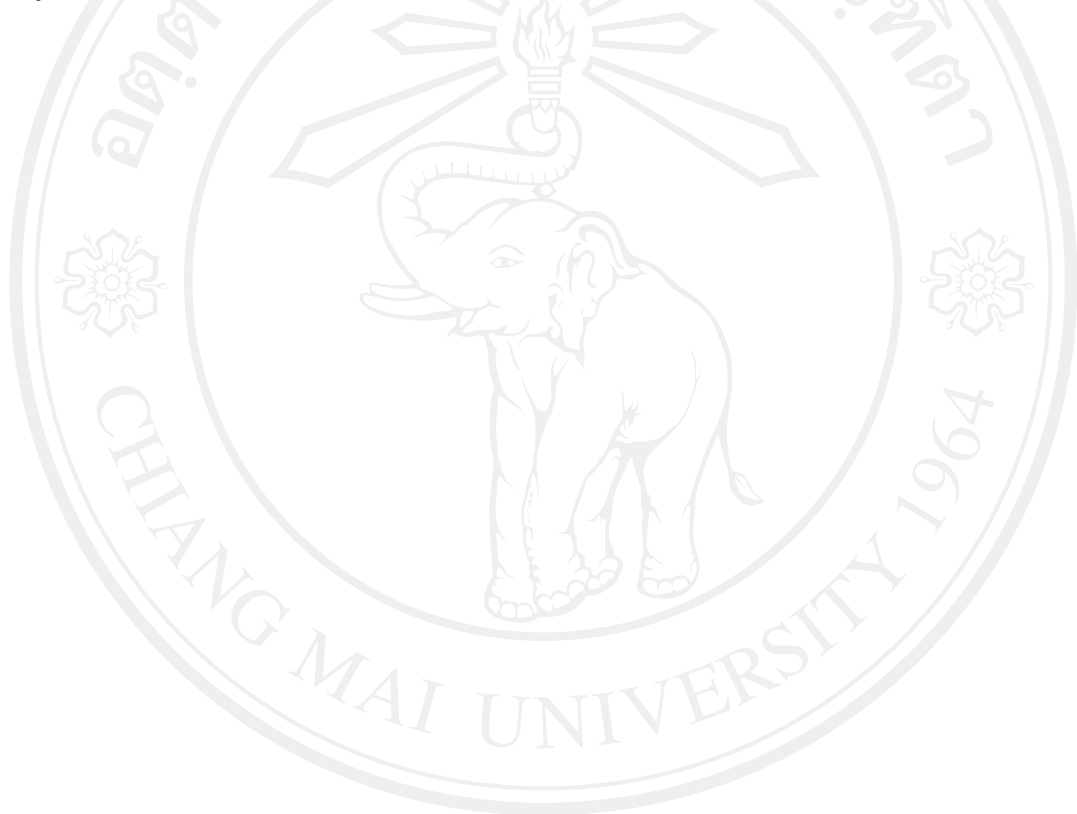
In the study, numbers of different techniques have been employed. Powder X-ray diffractometer was used to investigate phase formation, whereas field-emission scanning electrons microscope equipped with energy dispersive X-ray microanalyzer was used to study particles size and particles morphologies, and elemental compositions. Laser particle size analyzer was also used to study the aggregation of particles. The tetragonal structures and the local structural environment of Ti in the synthesized lead titanates powders were studied by the X-ray absorption spectroscopy of fine structures and near-edge structures in compliment with the X-ray diffraction.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	อิทธิพลของสารตั้งต้นตะกั่ว และสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุ แตกต่างกันต่อผงเคลือบไทเทเนตที่เตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล แบบดั้งเดิมและแบบที่กระตุ้นด้วยคลื่นเหนือเสียง
ผู้เขียน	นายชัยยศ จันทร์แก้ว
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร.อภิรักษ์ รุจิวัตร์

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาวิธีการแก้ไขปัญหาการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคในผงละเอียดเคลือบไทเทเนตที่สังเคราะห์ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งศึกษาโดยการแปรชนิดของสารประกอบเฮไลด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นได้แก่ เลดไนเตรต เลดอะซิเตต เลดฟลูออไรด์ เลดคลอไรด์ และเลดไอโอไดด์ และการเติม สารลดแรงตึงผิวที่มีประจุแตกต่างกัน ได้แก่ โพลีไวนิลคลอไรด์ ซิติลไตรเมทิล แอมโมเนียมโบรไมด์ และโซเดียมโคเดซิลซัลเฟต โดยได้ศึกษาทั้งในกระบวนการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลดั้งเดิม และ กระบวนการ โซโนคะตะไลซ์ไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งได้ศึกษาการทำปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6-48 ชั่วโมง และ ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง ตามลำดับ ทั้งนี้ได้ศึกษาถึงผลของ ความเข้มข้น โพลีเอทิลีนไฮดรอกไซด์ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา และลำดับการเติมสารลดแรงตึงผิวในกระบวนการ โซโนคะตะไลซ์ไฮโดรเทอร์มอล ที่มีต่อความบริสุทธิ์ของ เฟส ขนาดและลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคเคลือบไทเทเนต ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งพบว่าชนิดของสารตั้งต้นตะกั่วมีผลต่อความบริสุทธิ์ของเฟส และขนาดของอนุภาคอย่างมีนัยสำคัญ อย่างไรก็ตามปัญหาการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคยังคงปรากฏอยู่ ส่วนในกรณีการศึกษาผลของการเติมสารลดแรงตึงผิว พบว่าสารลดแรงตึงผิวไม่มีผลทำให้ความบริสุทธิ์ของเฟสของเคลือบไทเทเนตลดลง แต่มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ นอกจากนี้แล้วลำดับในการเติมสารลดแรงตึงผิวยังมีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอีกด้วย

ในการทดลองครั้งนี้ ได้ใช้เทคนิคต่างๆ ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง ได้แก่ มาตรการ
เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แบบผงใช้สำหรับการศึกษาเฟส และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่
ต่ออยู่กับหน่วยวิเคราะห์ชนิดธาตุองค์ประกอบด้วยรังสีเอกซ์ใช้เพื่อศึกษาขนาด ลักษณะ สัณฐาน
และชนิดของธาตุองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ นอกจากนี้ แล้วยังได้ใช้เทคนิคการ
วิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยแสงเลเซอร์ เพื่อศึกษาลักษณะการเกาะกลุ่มของอนุภาค และเทคนิคการ
ดูคลื่นของรังสีเอกซ์ศึกษา โครงสร้างระดับอะตอมรอบๆ ไทเทเนียมอะตอมของเลดไทเทเนต



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved