ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ ผลของพารามิเตอร์ในขั้นตอนการเตรียมต่อการผลิตสารเซรามิกเลดไทเทเนต

ผู้เขียน นางสาวเรวดี วงศ์มณีรุ่ง

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ. ดร. สุพล อนันตา

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาผลของพารามิเตอร์ในกระบวนการเตรียมสารเซรามิกเลดไทเทเนต โดยแบ่งออกเป็น 2 ส่วนด้วยกัน สำหรับในส่วนแรกนั้นจะเป็นการศึกษาผลของพารามิเตอร์ในกระบวนการเตรียมผงเลดไทเทเนตที่มีต่อการเกิดเฟส พฤติกรรมการแจกแจงขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานของผงที่เตรียมได้จากเทคนิค ball-milling และ vibro-milling โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD), เทคนิคการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์ และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ โดยมีเทคนิคและระยะเวลาที่ใช้ในการบดย่อยเป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญ จากผลการทดลองพบว่าสามารถเตรียมผงเลดไทเทเนตที่มีความบริสุทธิ์สูงได้จากเทคนิคการบดย่อยทั้ง 2 แบบ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °ซ นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที แต่เทคนิค vibro-milling จะใช้ระยะเวลาในการบดย่อยน้อยกว่า นอกจากนี้ ถ้าใช้ระยะเวลาในการบดย่อยที่เหมาะสม ก็จะได้กราฟการแจกแจงขนาดอนุภาคที่มีลักษณะเป็นพีคเดี่ยวฐานแคบ และจากการศึกษาภาพถ่าย SEM พบว่าผงเลดไทเทเนตมีขนาดอนุภาคอยู่ในเรือนนาโนเมตร (~ 17 - 109 นาโนเมตร) ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าผงที่เตรียมจากเทคนิค ball-milling ประมาณ 20 เท่า

ในส่วนที่สองนั้น จะเป็นการศึกษาผลของพารามิเตอร์ในกระบวนการประดิษฐ์สารเซรามิกเลดไทเทเนตที่มีต่อการเกิดเฟส พฤติกรรมการแน่นตัว และโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้จากเทคนิคการเผาซินเตอร์แบบขั้นตอนเดียวและแบบสองขั้นตอน โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รังสีเอกซ์ (XRD), วิธีอาร์คีมีดีส (Archimedes) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ โดยมีเทคนิคและเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญ จากผลการทดลองพบว่าการใช้เทคนิคและเงื่อนไขในการซินเตอร์ที่เหมาะสมมีผลต่อการเตรียมสารเซรามิกเลดไทเทเนตอย่างมาก โดยการเผาซินเตอร์แบบขั้นตอนเดียวนั้น เซรามิกเลดไทเทเนตที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูงและมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด (~ 97%) เมื่อผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1225 °ซ เมื่อเปรียบเทียบกับการซินเตอร์แบบสองขั้นตอนพบว่า ค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้จะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เมื่ออุณหภูมิการซินเตอร์ในครั้งที่สองสูงขึ้น ในขณะเดียวกัน เมื่ออุณหภูมิการซินเตอร์ในครั้งแรกสูงขึ้น ค่าความหนาแน่นก็มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นด้วย นอกจากนี้เกรนที่ได้จะมีขนาดเล็กกว่าการเผาซินเตอร์แบบขั้นตอนเดียว โดยเซรามิกจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด (~ 98%) และเกรนมีขนาดประมาณ 1-2 ไมโครเมตร เมื่อใช้อุณหภูมิซินเตอร์ครั้งแรกที่ 900 °ซ และครั้งที่สองที่ 1200 °ซ นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 1 °ซ/นาที อย่างไรก็ตาม ในงานวิจัยนี้ไม่สามารถทำการประดิษฐ์สารเซรามิกเลดไทเทเนตจากการใช้ผงที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในเรือนนาโนเมตรได้ ด้วยการใช้เทคนิคการเผาซินเตอร์ทั้ง 2 แบบ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title Effects of Processing Parameters on Fabrication of Lead Titanate Ceramics

Author Miss Rewadee Wongmaneerung

Degree Master of Science (Materials Science)

Thesis Advisor Asst. Prof. Dr. Supon Ananta

ABSTRACT

In this study, effects of processing parameters on fabrication of lead titanate ceramics were investigated. First, lead titanate powders were prepared by two different techniques: (1) ball-milling and (2) rapid vibro-milling. Effects of powder processing parameters; i.e. techniques and times of milling on phase formation, particle size distribution and morphologies of lead titanate powders were characterized by X-ray diffraction (XRD), laser diffraction and scanning electron microscopy (SEM), respectively. It was found that single phase of perovskite $PbTiO_3$ powders can be obtained via both milling techniques. However, the rapid vibro-milling technique led to a lower formation duration for single phase lead titanate under calcination condition at 600 °C for 2 h with heating/cooling rates of 5 °C/min. In addition, by employing an appropriate choice of the milling time, narrow and homogeneously disperse of particle size distribution curve was observed. Moreover, SEM studies also displayed that the lead titanate powders had a range of nanometer (~ 17 – 109 nm) in size with ~ 20 times smaller than that of ball-milling technique.

In the second part, lead titanate ceramics were fabricated via two different techniques, namely, normal sintering and two-stage sintering. Effects of ceramic processing parameters i.e. techniques and conditions of sintering on phase formation, densification and microstructure of all ceramics were characterized via X-ray diffraction (XRD), Archimedes method and scanning

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

electron microscopy (SEM), respectively. The results indicated that optimized technique and condition of sintering fairly affected the formation of lead titanate ceramics. For normal sintering, the optimum sintering temperature for the formation of high purity lead titanate ceramics with maximum relative density of ~ 97% was found at 1225 °C. For the two-stage sintering, it can be seen that the density of ceramics increased only slightly with increasing the second sintering temperature. Higher pre-sintering temperature tended to give a higher density value. Furthermore, a denser microstructure with smaller grains was observed with the two-stage sintering. For two-stage sintering itself, the effect of re-sintering temperature on the density value was pronounced especially at higher pre-sintering temperature. It was demonstrated that ceramics sintered at 900/1200 °C, for 2 h with heating/cooling rates of 1 °C/min exhibited maximum density value of ~ 98% and grain sizes of around 1-2 μm. However, in this study, lead titanate ceramics can not be simply fabricated from nano-sized powders via both sintering techniques.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved