

<b>ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์</b>	ผลของการเติมทั้งสแตนออกไซด์ขนาดนาโนต่อสมบัติของเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนตที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไดร้อลซอล-เจล
<b>ผู้เขียน</b>	นางสาวธราทิพย์ ศรีสัตตบุตร
<b>ปริญญา</b>	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)
<b>อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์</b>	ผศ.ดร. สุกานดา เจียรศิริสมบุญ

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมและสมบัติของเซรามิก PZT/xWO<sub>3</sub> เมื่อ x = 0, 0.1, 0.5, 1 และ 3 ร้อยละโดยน้ำหนัก ที่เตรียมโดยกระบวนการไดร้อลซอล-เจล จากนั้นทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400-700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที ก่อนนำไปตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผง แล้วนำผงที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูป และทำการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นจะนำเซรามิกที่ได้ไปทำการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โครงสร้างทางจุลภาค สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางไฟฟ้า

จากการตรวจสอบเฟสของผงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในเบื้องต้น พบว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์เท่ากับ 600 องศาเซลเซียส จะพบว่า มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นแบบเดียวกับเฟสของ PZT ที่มีโครงสร้างแบบรอมโบอีดรอลในทุกอัตราส่วนการเติมอนุภาค WO<sub>3</sub> โดยไม่พบเฟสของ WO<sub>3</sub> ที่เติมลงไป แม้แต่ที่อัตราการเติม WO<sub>3</sub> เท่ากับ 3 ร้อยละโดยน้ำหนัก การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT บริสุทธิ์ พบว่า มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลอย่างชัดเจน แต่เมื่อเติมอนุภาคนาโน WO<sub>3</sub> ลงไป พบว่า จะแสดงเฟสของเตตระโกนอลร่วมกับรอมโบอีดรอล และเมื่อปริมาณการเติม WO<sub>3</sub> เพิ่มขึ้น พบว่า จะมีค่าความเป็น

เตตระโกนอลลดลงเรื่อยๆ จนเกือบจะเป็นโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรอลโดยสมบูรณ์เมื่อปริมาณการเติม  $WO_3$  เท่ากับ 3 ร้อยละโดยน้ำหนัก

ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผิวเซรามิก PZT/ $WO_3$  พบว่า ที่ปริมาณการเติม  $WO_3$  เท่ากับ 0.1 ร้อยละโดยน้ำหนักขนาดจะให้เซรามิกที่มีเกรนจะมีขนาดใหญ่กว่าขนาดเกรนของเซรามิก PZT บริสุทธิ์ แต่เมื่อปริมาณการเติม  $WO_3$  มากขึ้นเป็น 0.5, 1 และ 3 ร้อยละโดยน้ำหนัก ขนาดเกรนจะมีแนวโน้มลดลงตามลำดับ จากการศึกษาสมบัติทางกายภาพ พบว่า ค่าความหนาแน่นสูงสุดจะอยู่ที่ปริมาณการเติม  $WO_3$  ในปริมาณ 3 ร้อยละโดยน้ำหนัก และมีค่าความหนาแน่นต่ำที่สุดที่ปริมาณการเติม  $WO_3$  เท่ากับ 0.1 ร้อยละโดยน้ำหนัก

เมื่อตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่อุณหภูมิซินเทอร์ 1100 องศาเซลเซียส พบว่า ค่าคงที่ได้ิเล็กทริกที่อุณหภูมิสูงจะลดลงเมื่อปริมาณ  $WO_3$  มากขึ้น แต่ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกจะมีแนวโน้มต่ำลงเมื่อปริมาณ  $WO_3$  เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่า การเติมอนุภาคนาโน  $WO_3$  ลงไปจะช่วยลดอุณหภูมิคูรีของสาร PZT ได้ และเมื่อตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกจากลักษณะของวงวนฮีสเทอรีซิส พบว่า เซรามิก PZT/5wt% $WO_3$  จะมีค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันสูงที่สุด และมีค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮีสเทอรีซิสสูงที่สุดเช่นกัน จากการศึกษาอิทธิพลของความเค้นอัดแกนเดี่ยวที่มีต่อสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก พบว่า การเติมอนุภาคนาโน  $WO_3$  ลงในเซรามิก PZT จะส่งผลให้สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกภายใต้ความเค้นเปลี่ยนแปลงไป เมื่อเปรียบเทียบกับสมบัติของเซรามิก PZT บริสุทธิ์

Thesis Title	Effect of Nano-sized Tungsten Oxide Addition on Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics Synthesized by a Triol Sol-gel Process
Author	Miss Tharathip Sreesattabud
Degree	Master of Science (Materials Science)
Thesis Advisor	Asst. Prof. Dr. Sukanda Jiansirisomboon

### Abstract

This research studied fabrication and properties of PZT/ $x$ WO<sub>3</sub> (when  $x = 0, 0.1, 0.5, 1$  and  $3$  weight fraction. Powders were synthesized by a Triol sol-gel process and were calcined at 400-800 °C for 4 h with a heating/cooling rate of 5 °C/min before being characterized using X-ray diffraction method. The powders were then pressed and sintered at 1100°C for 6 h with a heating/cooling rate of 5 °C/min. Chemical composition, microstructures, physical and electrical properties were also investigated.

Preliminary study of X-ray diffraction result suggested that at the calcination temperature of 600°C provided polycrystalline PZT powders with rhombohedral phase. No trace of added WO<sub>3</sub> phase was detected even though as high as 3 wt% of WO<sub>3</sub> was incorporated into the PZT. Chemical composition analysis of the ceramics found that monolithic PZT ceramic showed tetragonal structure. An Increase in WO<sub>3</sub> concentration induced more tetragonal-to-rhombohedral phase transition. The tetragonality was found to be gradually decreased with increasing content of WO<sub>3</sub>. Transformation from tetragonal to rhombohedral phase seemed to be nearly completed at 3 wt% of WO<sub>3</sub> addition.

Investigation of ceramic surfaces using a scanning electron microscopy showed that grain size of PZT/0.1wt%WO<sub>3</sub> was larger than PZT, however, increase in WO<sub>3</sub> content to 0.5, 1 and 3 wt% the grain sized were decreased. Physical property investigation of the ceramics showed that the PZT/3wt%WO<sub>3</sub> ceramic had the highest density, while the PZT/0.1wt%WO<sub>3</sub> ceramic showed the minimum density.

Electrical property measurements showed that dielectric constant and dielectric loss measured at high temperature decreased with increasing WO<sub>3</sub> content. Moreover, an addition of nano-sized WO<sub>3</sub> particles could also reduce Curie temperature of PZT ceramics. Ferroelectric measurement of Hysteresis loop found that PZT/0.5wt%WO<sub>3</sub> ceramic had the maximum remanent polarization and the loop squareness values. This suggested that the ceramic at this composition showed the best ferroelectric properties. An addition of nano-sized WO<sub>3</sub> particles into PZT ceramic could effectively change the ferroelectric properties under uniaxial compressive stress compared to those of the monolithic PZT ceramic.