

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การเตรียมผงเซอร์โคเนียและอิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์

โคเนียด้วยกระบวนการเคมีเชิงกล

ผู้เขียน

นายคณาธิป คำเพราะ

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผศ.ดร. อภินันท์ นันทิยา

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อการเตรียมผงเซอร์โคเนียและอิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียที่มีปริมาณอิตเทรีย 3, 8 และ 15 เปอร์เซ็นต์จาก  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ,  $YCl_3 \cdot 6H_2O$  และ  $Li_2CO_3$  ด้วยกระบวนการเคมีเชิงกล โดยนำของผสมสารตั้งต้นไปบดที่ความเร็ว 700 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเครื่องบดแบบแพลนเนทารี (Planetary ball mill) จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำการกำจัดผลิตภัณฑ์พลอยได้โดยการล้างด้วยน้ำกลั่น และเอทานอล นำไปวิเคราะห์ความเป็นผลึกและชนิดของเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) วิเคราะห์ขนาดเฉลี่ยการเกาะกลุ่มของอนุภาคด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) และวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) พบว่าหลังการบดของผสมสารตั้งต้นมีลักษณะเป็นอสัณฐาน แต่เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆแล้วมีเซอร์โคเนียโครงสร้างโมโนคลินิก อิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียโครงสร้างเตตระโกนอล อิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียโครงสร้างคิวบิก ลิเทียมคลอไรด์และลิเทียมเซอร์โคเนตเกิดขึ้น ซึ่งปริมาณอิตเทรียในผลิตภัณฑ์เพิ่มมากขึ้น เซอร์โคเนียโครงสร้างโมโนคลินิกจะเปลี่ยนแปลงเฟสไปเป็นอิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียโครงสร้างเตตระโกนอล และการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C อิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียโครงสร้างเตตระโกนอลจะเปลี่ยนแปลงเฟสไปเป็นโครงสร้างคิวบิก นอกจากนี้ลิเทียมคลอไรด์ถูกกำจัดออกโดยการล้างด้วยสารละลายทั้ง 2 ชนิด แต่ลิเทียมเซอร์โคเนตไม่สามารถกำจัดออกได้ เนื่องจากความสามารถในการละลายของลิเทียมเซอร์โคเนตในน้ำมีค่าต่ำ และศึกษาผลของสารละลายที่ใช้ในการกำจัดผลิตภัณฑ์พลอยได้ต่อขนาดเฉลี่ยการเกาะกลุ่มของอนุภาค พบว่าการล้างด้วยเอทานอลมีขนาดเฉลี่ยการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคเล็กกว่าการล้างด้วยน้ำกลั่น ต่อมาได้ทำการศึกษาผลของการเติมไดลูเอนต์ (ลิเทียมคลอไรด์) ในปริมาณ 2 และ 6 โมล ลงไปในของผสมสารตั้งต้นต่อขนาดเฉลี่ยการเกาะกลุ่มของอนุภาค พบว่าเมื่อมีการเติมไดลูเอนต์ลงไป 6 โมล จะมีขนาดเฉลี่ยการเกาะ

กลุ่มของอนุภาคเล็กที่สุด ประมาณ 9 ไมโครเมตร แต่ความเป็นผลึกของผลิตภัณฑ์จะต่ำที่สุด นอกจากนี้ทำการศึกษาผลของการนำผงเซอร์โคเนียและอิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียไปผ่านเครื่องนาโนไมเซอร์ที่ความดันต่างๆ ต่อขนาดเฉลี่ยการเกาะกลุ่มของอนุภาค พบว่าผงเซอร์โคเนียและอิตเทรียสเทบิลไลซ์เซอร์โคเนียหลังผ่านเครื่องนาโนไมเซอร์จะมีขนาดเฉลี่ยการเกาะกลุ่มของอนุภาคประมาณ 1 ไมโครเมตร เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) พบว่ามีลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคที่ดี



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved

**Thesis Title** Preparation of Zirconia and Yttria Stabilized Zirconia Powders  
by Mechanochemical Process

**Author** Mr. Kanatip Kumproa

**Degree** Master of Science (Industrial Chemistry)

**Thesis Advisor** Asst. Prof. Dr. Apinon Nuntiya

### ABSTRACT

Zirconia and yttria-stabilized zirconia have attracted the ongoing interest of researchers because the combination of electrical, mechanical and thermal properties of this material has led to its use in a wide range of applications, such as electronic materials, oxygen sensors, humidity sensors, solid oxide fuel cells, catalyst support, thermal barrier coating, [tooth crowns](#) and refractory. Mechanochemistry is a branch of chemistry which is concerned with chemical and physico-chemical changes of substances of all states due to the influence of mechanical energy. Mechanochemical process can induce structural and chemical changes in solid-state, and it enables us to synthesize ultrafine powders. The objectives of this study were to prepared zirconia and yttria-stabilized zirconia powders with 3, 8 and 15 %mol yttria by mechanochemical process from zirconium oxychloride and yttrium chloride precursors with lithium carbonate, to study the effect of LiCl (2 and 6 mol) as an diluent on average agglomerated size of powders and to study the effect of nanomizer on average agglomerated size of powders. The reactant mixtures were

milled at speed of 700 rpm for 1 hour by using planetary ball mill and heat treatment at 400, 500 and 600 °C. The powders were then recovered by removing the salt through a washing procedure with distilled water and ethanol. Subsequently, powders were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), and particle size analyser. The results indicated that chemical reaction between reactant mixtures do not occur in milling process, but occur during heat treatment at low temperature to form powders such as monoclinic zirconia, tetragonal yttria-stabilized zirconia, lithium chloride and lithium zirconate. The addition of yttria and heat treatment at 400 °C and 500 °C generate more tetragonal structure. On the other hand, yttria-stabilized zirconia shows the cubic structure at 600 °C. Furthermore, the lithium chloride matrix phases can be removed by using distillation water and ethanol. However, lithium zirconate still contains in products phase indicating that lithium zirconate matrix phase cannot be removed by washing with water due to the solubility constant of lithium zirconate is less than that of lithium chloride. The average agglomerated size of powders by using distilled water is larger than ethanol washing. The addition of 6 mol lithium chloride gave smaller average agglomerated size than that of 2 mol lithium chloride and no addition of lithium chloride. However, the addition of 6 mol lithium chloride shows the lowest crystallinity. The average agglomerated sizes of powders after pass through the nanomizer are about 1 µm.