

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	ผลของการเติมบิสมัท โซเดียมไทเทเนตและบิสมัท โซเดียมไทเทเนตที่ถูกเจือต่อโครงสร้างและสมบัติของเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต
ผู้เขียน	นางสาวภารাত্রี ใจตา
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร. สุกานดา เจียรศิริสมบูรณ์

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ ศึกษากระบวนการเตรียมและผลของการเติมบิสมัท โซเดียมไทเทเนตและบิสมัท โซเดียมไทเทเนตที่ถูกเจือต่อ โครงสร้างและสมบัติของเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต โดยเริ่มจากการเตรียมผงสารตั้งต้น PZT, BNT และ BNLT ด้วยวิธีผสมมิกซ์ออกไซด์ แล้วเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที่ หลังจากนั้นเตรียมผงผสม PZT/xBNT และ PZT/xBNLT เมื่อ  $x$  มีค่าเท่ากับ 0, 0.1, 0.5, 1.0 และ 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ด้วยวิธีผสมมิกซ์ออกไซด์ ทำให้แห้งด้วยวิธีแช่เยือกแข็ง แล้วนำไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากนั้นนำผงผสมที่ได้ไปอัดขึ้นรูปแล้วเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1050–1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาที่ ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมี สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT/BNT และ PZT/BNLT ที่เตรียมได้

จากผลการตรวจสอบเฟสของเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า เซรามิก PZT ที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูง มีโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอลผสมกับเฟสที่มีโครงสร้างแบบรอมโบอีดรอล เมื่อเติมสาร BNT และ BNLT มากขึ้นส่งผลให้ค่าความเป็นเตตระโกนอล ( $c/a$ ) มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยอุณหภูมิซินเทอร์ที่เพิ่มขึ้นไม่ส่งผลให้ค่า  $c/a$  เปลี่ยนแปลงมากนัก ความหนาแน่นของเซรามิกมีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มขึ้นของปริมาณสาร BNT และ BNLT และเมื่ออุณหภูมิซินเทอร์สูงขึ้นค่าความหนาแน่นของเซรามิกทั้งสองระบบมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น และจากผลการทดลอง พบว่าเซรามิก PZT/BNT และ PZT/BNLT ที่เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1200

องศาเซลเซียส มีความหนาแน่นที่สุดมากกว่าร้อยละ 96 เมื่อเทียบกับความหนาแน่นทางทฤษฎี และจากการศึกษาโครงสร้างจุลภาค พบว่า ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยจะมีแนวโน้มลดลงเมื่อมีการเติมสาร BNT และ BNLT ส่วนการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิซินเทอร์ทำให้ขนาดเกรนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น

สำหรับการศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกที่เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส พบว่าการเติมสาร BNT และ BNLT ลงใน PZT ส่งผลให้เซรามิกมีค่าความแข็ง ค่ามอดูลัสของยัง และค่าความต้านทานต่อการแตกเพิ่มมากขึ้นและมีค่าสูงสุดที่ปริมาณการเติมเท่ากับร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของสาร BNT และ BNLT มากกว่าร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก เซรามิก PZT/BNT และ PZT/BNLT มีค่าความแข็ง ค่ามอดูลัสของยัง และค่าความต้านทานต่อการแตกลดลง ซึ่งจากผลของสมบัติเชิงกลที่กล่าวมานั้นทำให้สรุปได้ว่าการเติมสาร BNT และ BNLT ลงไปใน PZT ในปริมาณที่เหมาะสมนั้นจะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเซรามิกได้

เมื่อตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก พบว่า การเติมสาร BNT และ BNLT มากกว่าร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง เมื่อวัดที่ความถี่ 1 kHz มีค่าสูงขึ้น ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกก็มีค่ามากขึ้นด้วย เมื่อพิจารณาสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก พบว่าการเติมสาร BNT และ BNLT ทำให้ค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ค่าคงเหลือของโพลาริเซชัน และค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสลดลงเล็กน้อย ส่วนผลการตรวจสอบสมบัติเพียโซอิเล็กทริกพบว่า เซรามิก PZT บริสุทธิ์มีค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกมากที่สุด และเมื่อเติมสาร BNT และ BNLT ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกมีค่าลดลง โดยค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่วัดได้จะเพิ่มขึ้นตามการลดลงของค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง

จากงานวิจัยนี้จะเห็นได้ว่า สามารถผลิตเซรามิก PZT/BNT และ PZT/BNLT ที่มีสมบัติโดดเด่นทางด้านไฟฟ้าและเชิงกลได้ โดยปัจจัยสำคัญที่กำหนดสมบัติดังกล่าว คือ อัตราส่วนของสาร BNT และ BNLT ที่เติมลงไปใน PZT โดยการเติมในปริมาณเล็กน้อย (0.1-0.5 ร้อยละโดยน้ำหนัก) สามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้มีค่าที่ดีกว่าเซรามิก PZT บริสุทธิ์ และยังคงรักษาสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกให้ใกล้เคียงกับของเซรามิก PZT บริสุทธิ์ไว้ได้ ในขณะที่การเติมสาร BNT และ BNLT มากกว่าร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก สามารถช่วยปรับปรุงสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ได้

<b>Thesis Title</b>	Effects of Bismuth Sodium Titanate and Doped Bismuth Sodium Titanate Additions on Structure and Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics
<b>Author</b>	Miss Pharatree Jaita
<b>Degree</b>	Master of Science (Materials Science)
<b>Thesis Advisor</b>	Asst. Prof. Dr. Sukanda Jiansirisomboon

### ABSTRACT

This research studies fabrication process and effect of bismuth sodium titanate and doped bismuth sodium titanate additions on structure and properties of lead zirconate titanate ceramics. PZT, BNT and BNLT starting powders were prepared by a mixed oxide method and were calcined at 800°C for 2 h with a heating/cooling rate of 5°C/min. After that, PZT/*x*BNT and PZT/*x*BNLT (*x* = 0, 0.1, 0.5, 1.0 and 3.0 wt%) powders were prepared by a mixed oxide method. The mixtures were freeze-dried before being characterized using X-ray diffraction method. The mixture powders were then pressed and sintered at temperatures in between 1050-1200°C for 2 h with a heating/cooling rate of 5°C/min. As-sintered PZT/BNT and PZT/BNLT ceramics were characterized in terms of phase identification, physical, microstructure, mechanical and electrical properties.

Phase identification was examined using an X-ray diffraction technique. It was found that pure PZT powder was consisted of tetragonal and rhombohedral phases. Tetragonality (*c/a*) of ceramics increased with increasing BNT and BNLT content while increasing of sintering temperature did not cause any significant change in *c/a*. Density tended to decrease with increasing of BNT and BNLT content while increasing of sintering temperature resulted to increase the density of both ceramic systems. Therefore in this study, the optimum sintering temperature of PZT/BNT and PZT/BNLT ceramics were found to be 1200°C at which the

densities of all samples were at least 96% of their theoretical values. Grain size tended to decrease when added BNT and BNLT while increasing of sintering temperature resulted to increase of grain size.

Mechanical properties evaluation was carried out with the ceramics sintered at 1200°C. An addition 0.5 wt% of BNT and BNLT into PZT increased hardness, Young's modulus and fracture toughness to a maximum values. However dropped the values when further added BNT and BNLT more over 0.5 wt%. It can be seen that suitable content of added BNT and BNLT into PZT ceramics could significantly improve mechanical properties.

Electrical properties characterization of the ceramics showed that room temperature dielectric constant at a measured frequency of 1 kHz was found to be improved with addition BNT and BNLT of > 0.1 wt%. However, dielectric loss values also increased. Ferroelectric properties of the ceramics showed that an addition of BNT and BNLT into PZT led to a decreasing trend in coercive field, remanent polarization and loop squareness. For piezoelectric characterization, the highest piezoelectric coefficient was observed in pure PZT ceramic. Addition BNT and BNLT into PZT ceramic decreased piezoelectric coefficient values. Small values of coercive field directly resulted to higher piezoelectric activities.

It can be concluded from this research that PZT/BNT and PZT/BNLT ceramics with good electrical and mechanical properties could be successfully fabricated. The most important factor controlling these properties was the concentration of BNT and BNLT added into PZT ceramic. A small amount of BNT and BNLT content (0.1-0.5 wt%) could improve mechanical properties and maintained ferroelectric properties whose values comparable to those of monolithic PZT ceramic.

While addition BNT and BNLT of > 0.1 wt% could significantly improve dielectric properties of PZT ceramic.