บทคัดย่อ

176306

รหัสโครงการ: RSA4680017

ชื่อโครงการ: อิทธิพลของปัจจัยในกระบวนการเตรียมต่อการเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาคและสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PBZT-PMNT

ชื่อนักวิจัย: รองศาสตราจารย์ ดร. สุพล อนันตา

E-mail Address: suponananta@yahoo.com

ระยะเวลาโครงการ: 15 สิงหาคม 2546 ถึง 14 สิงหาคม 2549

วัตถุประสงค์:

ทำการวิจัยในสองประเด็นหลัก (กระบวนการเตรียมผงและเซรามิก) เพื่อศึกษาถึงอิทธิพลของปัจจัยในกระบวนการเตรียมต่อการเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาคและสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PBZT-PMNT

วิธีทดลอง ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

(I) ทำการสังเคราะห์ผงสารในระบบ PBZT-PMNT ด้วยวิธี solid-state reaction โดยอาศัยเทคนิคการบดย่อยแบบสั่นกระแทกอย่างรวดเร็ว นอกจากนี้ยังได้เลือกทำการสังเคราะห์สารบางสูตรโดยใช้เทคนิคการบดย่อยด้วยลูกบดแบบดั้งเดิมหรือไม่ก็ใช้เทคนิคการเตรียมทางเคมีแบบเปียก ทำการตรวจสอบการก่อเกิดเฟส สัณฐานและการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาคของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า มักจะมีสารตั้งต้นและสารแปลกปลอมปะปนอยู่กับเฟสที่ต้องการทั้งนี้ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ สารตั้งต้น อุณหภูมิที่ใช้เผาและระยะเวลาเผาแซ่ล้วนแต่เป็นปัจจัยสำคัญที่มีอิทธิพลต่อการเกิดเฟสและสัณฐานของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ สำหรับระยะเวลาในการบดย่อยสารนั้น นอกจากจะมีผลต่อกระบวนการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งของเฟสที่ต้องการแล้วก็ยังมีผลต่อขนาดอนุภาคและสัณฐานของผงที่เตรียมได้อีกด้วย ยิ่งไปกว่านั้น ยังได้ค้นพบอีกว่าวิธีการเหล่านี้สามารถใช้ในการเตรียมอนุภาคผงนาโนที่มีความบริสุทธิ์ได้ด้วย ถ้าหากว่ามีการเลือกใช้ระยะเวลาในการบดย่อยและเงื่อนไขในการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสม

(II) ทำการประดิษฐ์สารเซรามิกในระบบ PBZT-PMNT ด้วยวิธีการเผาซินเทอร์ครั้งเดียวแบบดั้งเดิม นอกจากนี้ยังได้เลือกทำการประดิษฐ์สารเซรามิกบางสูตรโดยใช้เทคนิคการเผาซินเทอร์แบบสองขั้นตอน แล้วศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบทางเคมี เงื่อนไขในการเผาซินเทอร์ การก่อเกิดเฟส การแน่นตัว โครงสร้างจุลภาค และสมบัติไดอิเล็กตริกของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผา ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า สามารถทำการประดิษฐ์สารเซรามิกกลุ่มเพอรอฟสไกต์ที่มีความหนาแน่นสูงได้สำเร็จ ถ้าหากว่ามีการควบคุมเงื่อนไขในการเผาซินเทอร์เป็นอย่างดี โดยเฉพาะอย่างยิ่ง อุณหภูมิซินเทอร์ ระยะเวลาเผาแช่ และอัตราการขึ้นลงอุณหภูมิ เป็นที่

ชัดเจนว่าการสูญเสียออกไซด์ของตะกั่วในสารเซรามิกกลุ่มที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักเหล่านี้สามารถส่งผลทำให้มีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นมาในระบบอย่างเด่นชัดซึ่งสิ่งเหล่านี้จะไปบั่นทอนพฤติกรรมการแน่นตัวและสมบัติไดอิเล็กตริกของผลิตภัณฑ์ให้แย่ลง

สรุปผล

โครงการวิจัยนี้ได้พัฒนากระบวนการเตรียมผงเฟสบริสุทธิ์ของสารสูตรต่างๆในระบบ PBZT-PMNT ขึ้นมาโดยอาศัยวิธีผสมผสานกระบวนการเตรียมสารแบบ mixed oxide อย่างง่ายๆเข้ากับเทคนิคการบดย่อยแบบสั่นกระแทกอย่างรวดเร็ว การเตรียมผงบริสุทธิ์ของสารที่มีองค์ประกอบและช่วงขนาดอนุภาคตามต้องการนั้นสามารถกระทำได้โดยอาศัยวิธีการควบคุมปัจจัยในกระบวนการเตรียมให้มีความเหมาะสม โดยเฉพาะอย่างยิ่ง เงื่อนไขในการเผาแคลไซน์และระยะเวลาในการบดย่อย ซึ่งโครงการนี้ได้แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของปัจจัยในกระบวนการเตรียมที่มีต่อลักษณะเฉพาะของการก่อเกิดเฟส พัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคและสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกในระบบ PBZT-PMNT อย่างชัดเจน นอกจากนี้ยังได้ค้นพบวิธีการประดิษฐ์สารเซรามิกกลุ่มเพอรอพสไกต์ที่มีความหนาแน่นสูงและมีสมบัติไดอิเล็กตริกดีกว่าเดิมโดยอาศัยเทคนิคการเผาซินเทอร์แบบสองขั้นตอนภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม

ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

(I) การศึกษาวิจัยเพื่อหาวิธีการควบคุมพฤติกรรมในการก่อเกิดเฟสของสารเหล่านี้ที่เหมาะสมเป็นสิ่งที่น่าสนใจมากสำหรับการวิจัยในอนาคต การศึกษาถึงอิทธิพลของปัจจัยในกระบวนการบดย่อยและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่มีต่อจลนศาสตร์ของการก่อเกิดเฟสน่าจะมีประโยชน์ต่อการควบคุมขนาดอนุภาคของสารให้เป็นไปตามที่ต้องการได้ ซึ่งในกรณีของเทคนิคการบดย่อยแบบสั่นกระแทกนั้น ควรจะพิจารณาถึงปัจจัยอื่นๆเพิ่มเติมด้วย อาทิเช่น ความเร็วในการบดย่อย ขนาดของชุดบดย่อย และชนิดของลูกบดที่ใช้ เป็นต้น

(II) การปรับปรุงคุณภาพของชิ้นงานอาจกระทำได้โดยการเลือกใช้เทคโนโลยีที่สูงขึ้นในการเพิ่มความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์ อย่างเช่น การเผาชิ้นงานภายใต้บรรยากาศของออกซิเจน หรือการใช้เทคนิคการกดร้อนแบบความดันเท่ากันทุกทิศทาง แต่ก็ควรจะต้องพิจารณาถึงความเหมาะสมของค่าใช้จ่ายในกระบวนการผลิตด้วยวิธีการเหล่านี้ด้วย

(III) งานวิจัยในอนาคตที่มุ่งเน้นเรื่องการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุเหล่านี้ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง สมบัติทางพิโซอิเล็กตริกและสมบัติทางไฟฟ้าเชิงกล น่าจะช่วยเสริมสร้างความรู้ความเข้าใจในเรื่องของสารเฟร์โรอิเล็กตริกกลุ่มเพอรอพสไกต์ให้มีความลึกซึ้งมากยิ่งขึ้น

คำหลัก: อิเล็กโทรเซรามิก, การบดย่อยแบบสั่นกระแทก, การเผาแคลไซน์, การเผาซินเทอร์, สมบัติไดอิเล็กตริก

176306

Abstract

Project Code: RSA4680017

Project Title: Effect of Processing Parameter on the Phase Formation, Microstructure and Dielectric Property of PBZT-PMNT Ceramics

Investigator: Assoc. Prof. Dr. Supon Ananta

E-mail Address: suponananta@yahoo.com

Project Period: 15 August 2003 to 14 August 2006

Objectives:

Two major aspects (powder and ceramic processing) have been carried out in order to investigate the effect of processing parameter on the phase formation, microstructure and dielectric property of PBZT-PMNT ceramics.

Experimental procedures, Results and Discussion:

(I) Powders in the PBZT-PMNT system have been synthesized by a solid-state reaction via a rapid vibro-milling technique. Selected compositions were prepared by using either conventional ball-milling or wet-chemical processing routes. Phase formation, morphology and particle size evolution of the calcined powders have been investigated as a function of calcination conditions. It has been found that the unreacted precursors and secondary phases tend to form together with the desired phase, depending on calcination conditions. The starting precursor, firing temperature and dwell time have been found to have a pronounced effect on the phase formation and morphology of the calcined powders. The milling time influences not only on the development of the solid-state reaction of the desired phase but also the particle size and morphology. Moreover, production of a single-phase nanopowder can be successfully achieved by employing a combination of appropriated milling time and calcination conditions.

(II) Ceramics in the PBZT-PMNT system have been fabricated by using conventional single-stage sintering method. Selected compositions were fabricated by employing a two-stage sintering method. Attention has been focused on relationships between chemical compositions, sintering conditions, phase formation, densification, microstructure and dielectric properties of the sintered products. It has been observed that conformable perovskite ceramics with high density were successfully fabricated by means of carefully controlled processing parameters that include sintering temperature,

dwell time and heating/cooling rates. It is clear that PbO deficiency of these Pb-based ceramics can result in an excessive amount of secondary phases which cause poor densification and dielectric properties for the final product.

Conclusions:

A combination of simple mixed oxide synthetic route and a rapid vibro-milling technique has been developed for the production of single-phase powders in the PBZT-PMNT system. Optimisation of processing parameters especially the calcination conditions and the milling time can lead to single-phase powders of the desired compositions and particle size range. This study clearly shows the influences of the processing parameters on the variation of the phase formation characteristic, the microstructural evolution and the dielectric properties of PBZT-PMNT ceramics. Under suitable two-stage sintering conditions, the dense perovskite ceramics can be successfully achieved with better dielectric properties than those of ceramics from a single-stage sintering technique.

Suggestion for further work:

(I) Further investigation is required for the control and optimization of the desired phase formation. Studies on the effect of milling parameters and particle size distribution on phase formation kinetics would be useful for the particle size control. In case of the vibro-milling technique, other factors such as the milling speed, milling scale and type of milling media also need be taken into account.

(II) Some improvement may be achieved by increasing the density of the samples in this study by using higher technology such as sintering in oxygen atmosphere or hot isostatic pressing. However, the costs of sophisticated processing and manufacturing would need to be considered.

(III) Further work on the electrical characterization especially the piezoelectric and electromechanical measurements of these materials would facilitate a deeper understanding of perovskite ferroelectrics in general.

Keywords: Electroceramics, Vibro-milling, Calcination, Sintering, Dielectric properties