

Thesis Title Preparation and Characterization of Ceramic
Nanocomposites in the PZT–PNN System

Author Miss Orawan Khamman

Degree Doctor of Philosophy (Materials Science)

Thesis Advisory Committee Assoc. Prof. Dr. Supon Ananta Chairperson
Asst. Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun Member
Asst. Prof. Dr. Yongyut Laosiritaworn Member

ABSTRACT

In this work the relationships between processing conditions, phase formations, microstructures and dielectric properties of PNN/PZT ceramic–nanocomposites have been established and compared with those obtained from the solid–solution approach. A single phase of perovskite PNN powders and ceramics were first synthesized by using both columbite– NiNb_2O_6 and corundum– $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ as *B*–site precursors. It has been found that optimization of sintering condition can successfully lead to highly dense and pure PNN ceramics in both routes. Between the two *B*–site precursor routes, pure perovskite PNN ceramics with slightly better densification and dielectric properties can be produced by using the columbite–route. Then, single–phase PNN nanopowders were produced by

vibro-milling columbite route-PNN powders for 25 h. On the other hand, pure perovskite PZT powders and ceramics were prepared by employing PbZrO_3 precursor via a rapid vibro-milling and pressureless sintering techniques. The maximum density (~ 97%) of the PZT ceramics was obtained at the sintering temperature of 1200 °C for 2 hours without any sintering additives. Finally, ceramic-nanocomposites of the $(1-x)\text{PNN}/x\text{PZT}$ system (micron-sized PZT matrix reinforced with PNN nanoparticles) with $x = 0.5, 0.6, 0.7, 0.8$ and 0.9 were fabricated via the bimodal particle concept. It has been found that the microstructures and the dielectric properties of PNN/PZT ceramic-nanocomposites are totally different from those of ceramic-solid solutions. Higher dielectric constant maximum with broader peak is observed for the nanocomposites. The former could be attributed to their better densification whilst the latter may be attributed to their microstructural arrangement effect.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของเซรามิกนาโน
คอมโพสิตในระบบพีแซดที-พีเอ็นเอ็น

ผู้เขียน

นางสาวอรรณณ คำมัน

ปริญญา

วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต(วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ. ดร. สุพล อนันดา

ประธานกรรมการ

ผศ. ดร. รัตติกอ ยี่มนิรัญ

กรรมการ

ผศ. ดร. ยงยุทธ เหล่าศิริถาวร

กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างเงื่อนไขในกระบวนการเตรียม การเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาค และสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิกนาโนคอมโพสิตในระบบ PNN/PZT แล้วเปรียบเทียบกับกรณีที่เตรียมในรูปแบบของสารละลายของแข็ง การเตรียมผงและเซรามิกเพอโรฟไกต์เฟสเดี่ยวของ PNN ได้ลองใช้ได้ทั้ง สารนิกเกิลไนโอเบต (โคลัมไบท์) และ สาร

นิกเกิลไดไนโอเบต (โครันดัม) เป็นสารตั้งต้น พบว่าสามารถทำการเตรียมเซรามิก PNN ที่มีความหนาแน่นและความบริสุทธิ์สูงได้ทั้งสองวิธี และระหว่างวิธีการเตรียมทั้งสองนั้น พบว่า วิธีโคลัมไบท์จะให้สมบัติการแน่นตัวและสมบัติทางไดอิเล็กตริกที่สูงกว่าเล็กน้อย ในส่วนของผงละเอียดระดับนาโน PNN นั้น สามารถเตรียมได้โดยอาศัยเทคนิคการบดย่อยแบบสั้นกระทัดกับผง PNN

ที่เตรียมจากวิธีโคลัมไบท์ เป็นเวลา 25 ชั่วโมง ส่วนของผงและเซรามิกเพอโรฟไกต์ PZT ที่มีความบริสุทธิ์สูงนั้น สามารถเตรียมได้จากการใช้สารตั้งต้น PbZrO_3 โดยอาศัยการบดย่อยแบบสั้น

กระแทกด้วยความเร็วสูงและเทคนิคการเผาซินเตอร์แบบไม่ใช้ความดัน พบว่าเซรามิก PZT ที่เตรียมได้จะมีค่าความหนาแน่นสูง (ประมาณ 97%) หลังจากผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยปราศจากการใส่ตัวช่วยเผาซินเตอร์ สุดท้ายนี้ สามารถทำการเตรียมเซรามิกนาโนคอมโพสิตของระบบ $(1-x)\text{PNN}/x\text{PZT}$ (เมตริกซ์ PZT ซึ่งมีขนาดไมครอนแล้วถูกทำการเสริมด้วยอนุภาคนาโนของ PNN) ที่อัตราส่วน $x = 0.5, 0.6, 0.7, 0.8$ และ 0.9 ได้โดยอาศัยแนวคิดอนุภาคแบบ Bimodal พบว่า โครงสร้างทางจุลภาคและสมบัติทางไดอิเล็กตริกของเซรามิกนาโนคอมโพสิต PNN/PZT มีความแตกต่างอย่างสิ้นเชิง เมื่อเทียบกับเซรามิกสารละลายของแข็ง และจากการสังเกตเซรามิกนาโนคอมโพสิตพบว่า มีค่าคงที่ทางไดอิเล็กตริกที่สูงและลักษณะของพีคที่ได้จะกว้างกว่า ส่วนการที่มีค่าการแน่นตัวที่มากกว่านี้ก็เป็นสาเหตุหนึ่งในขณะที่บางทีอาจเป็นผลเนื่องมาจากการจัดเรียงของโครงสร้างจุลภาค