

26 MAY 1999



CHEMICAL PREPARATION AND COMPOSITION
ANALYSIS OF STRONTIUM DOPED LEAD
ZIRCONATE TITANATE

CHUTIMON RATANAPEANCHAI

With compliments
of

วิจิตรศักดิ์ นานาดี

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE
REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY

1998

ISBN 974-661-909-8

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

315037 ๐.๒

3836490 SCAI/M : MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY ;

M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : PIEZOELECTRIC / MAJOR CONSTITUENT

CHUTIMON RATANAPEANCHAI : CHEMICAL PREPARATION
AND COMPOSITION ANALYSIS OF STRONTIUM DOPED LEAD ZIRCONATE
TITANATE. THESIS ADVISORS : LADDAWAN PDUNGSAP Ph.D., JUWADEE
SHIOWATANA Ph.D., WARET VEERASAI Dr.rer.nat., 95 p. ISBN 974-661-909-8

The effect of strontium modification on the properties of lead zirconate titanate (PZT 52:48) piezoelectric ceramics was studied. The materials were prepared by co-precipitation chemical method. The calcining condition of strontium-doped ceramics was 800-850 °C for 2 hours. The sintering condition was 500 °C for 2 hours following by 1200 °C for 1 hour. The prepared ceramics were characterized via density measurement, XRD, SEM and optical microscope. The structure of calcined powder and sintered bodies was tetragonal. Some piezoelectric properties were investigated. Dielectric and piezoelectric properties of the PZT were improved upon addition of 2 mol % strontium.

The properties of ceramics are seriously affected by the stoichiometric molar ratio of the major constituent. Therefore, a method for the analysis of ceramic composition was developed to confirm the major constituent of the ceramics prepared. Firstly, the ceramic sample was fused with lithium tetraborate flux followed by dissolution in dilute nitric acid. Secondly, the dissolved sample was tested for lead by flame atomic absorption spectrometry and for titanium and zirconium by visible absorption spectrometry. Polarographic method was also applied for simultaneous determination of the three elements, but this method suffered from matrix interferences. Further study is necessary to reduce the effect of concomitant ion before use with real sample solution.

The PZT's composition found differed from the expected, which was due to the vaporization of PbO during the sintering step and the inaccurate measurement of the titanium content of the starting material used. The Zr:Ti ratios found are quite far from the morphotropic phase boundary region of PZT causing the unsatisfactory electrical properties of the products.

3836490 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์ ;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

ชุตินมพันธ์ รัตนเพียรชัย การเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททาเนตเซรามิกเจือ

สตรอนเทียมโดยวิธีเคมีและการวิเคราะห์องค์ประกอบ (CHEMICAL PREPARATION AND COMPOSITION ANALYSIS OF STRONTIUM DOPED LEAD ZIRCONATE TITANATE)

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ ลัดดาวัลย์ ผดุงทรัพย์ Ph.D , ยวดี เชี่ยววัฒนา Ph.D ,

วเรศ วีระสัย Dr rer nat , 95 หน้า 974-661-909-8

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของการเติมสตรอนเทียมที่มีผลต่อสมบัติพีซีโอเล็กตริกของสารเลดเซอร์โคเนตไททาเนตเซรามิกซึ่งเตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี นำมาเผาแคลไซน์ที่ 800-850 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วเผาขึ้นรูปที่ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง สารที่ได้เมื่อนำมาตรวจสอบ พบว่ามีโครงสร้างเป็นเตตระโกนอลสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติพีซีโอเล็กตริก มีค่าดีเอ็นเล็กน้อยเมื่อเติมสตรอนเทียม 2 โมลเปอร์เซ็นต์

เนื่องจากอัตราส่วนโดยโมลของตะกั่ว, ไททาเนียม และเซอร์โคเนียม มีผลอย่างมากต่อสมบัติทางพีซีโอเล็กตริกของสารเซรามิก จึงได้ศึกษาองค์ประกอบหลักของเซรามิกที่เตรียมขึ้นมาได้ ในขั้นแรกได้ศึกษาวิธีย่อยเซรามิกที่เหมาะสมต่อการนำไปวิเคราะห์ พบว่าวิธีที่เหมาะสมคือการย่อยสารด้วยวิธีฟิวชันโดยใช้ลิเทียมเตตระโบเรต จากนั้นนำสารที่ย่อยได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณของตะกั่วโดยวิธีทางอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรเมตรีแบบเปลวไฟ และหาปริมาณไททาเนียมกับเซอร์โคเนียมโดยวิธีทางวิสเบิลสเปกโตรเมตรี ได้ศึกษาวิธีทางโพลาริกราฟีเพื่อนำมาใช้วิเคราะห์ธาตุทั้งสามไปพร้อมกัน แต่พบว่ามีผลกระทบจากเมทริกซ์ซึ่งจำเป็นต้องศึกษาเพิ่มเติมเพื่อลดการรบกวนของไอออนต่างๆก่อนหากจะนำมาใช้วิเคราะห์จริงกับสารตัวอย่าง

องค์ประกอบของสารที่สังเคราะห์ได้แตกต่างจากที่ต้องการ เนื่องจากการสูญเสียตะกั่วออกไซด์ในระหว่างขั้นตอนการเผาขึ้นรูปและจากปริมาณที่ไม่แน่นอนของไททาเนียมที่ใช้เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วนของเซอร์โคเนียมและไททาเนียมของสารที่เตรียมได้มีค่าห่างจากบริเวณมอร์ไฟโทรปิกเฟสของสารเลดเซอร์โคเนตไททาเนตมากพอสมควร ทำให้ค่าทางไฟฟ้าของสารที่เตรียมได้ต่ำกว่าที่คาดไว้