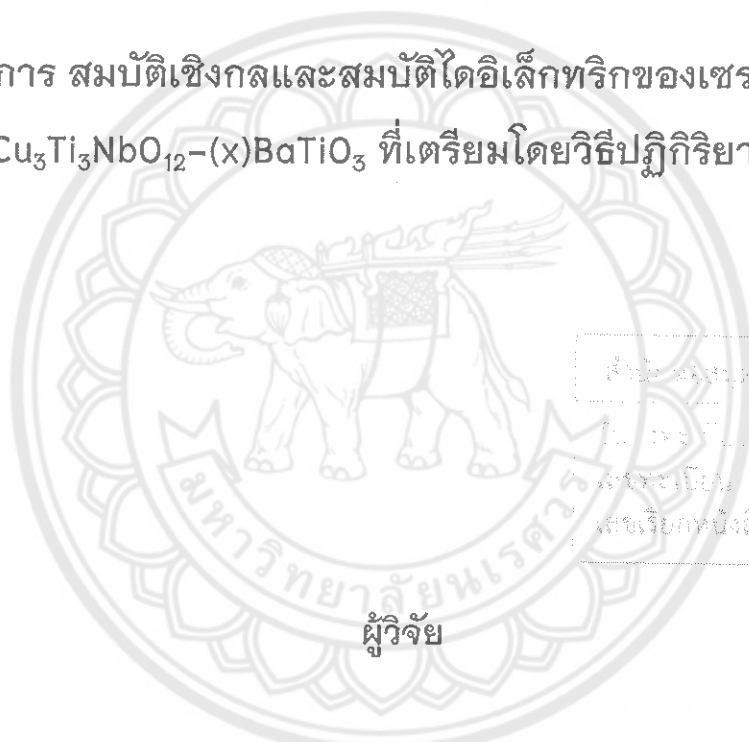


สัญญาเลขที่ R2560B097
 รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ สมบัติเชิงกลและสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ
 $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม



ชื่อเรื่อง: ...
 เลขเรียกหนังสือ: 1023764
 เลขเรียกหนังสือ: ๕๘๔
 ๗๗๖
 ๒๕๖๑

ผู้วิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช วรางคณากุล
 สังกัดภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก

สนับสนุนโดยงบประมาณแผ่นดิน
 มหาวิทยาลัยนเรศวร

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนงบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร ประจำปีงบประมาณ 2560 ทำให้การทำงานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี ผู้ทำวิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างสูงยิ่ง

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.กอบวุฒิ รุจิจนากุล ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ให้คำปรึกษาแนะนำทักษะในการทำงานวิจัย และขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร.ทวี ต้นขศิริ ที่เอื้ออำนวยความสะดวกในด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัย ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์-คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ พร้อมให้การสนับสนุนในทุกด้าน จึงทำให้โครงการวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ทุกท่าน ทั้งบุคคลที่มีส่วนเกี่ยวข้องกับโครงการวิจัยนี้ในห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์-โทรคมนาคม มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาฟิสิกส์ ในสำนักงานเลขานุการคณะของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆ

หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยขออภัย และขอรับคำแนะนำ เพื่อนำไปปรับปรุงการทำงานวิจัยต่อไป

ชมพูนุช วรางคณากุล

สิงหาคม 2561

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : R2560B097

ชื่อโครงการ : สมบัติเชิงกลและสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ

$(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชมพูนุช วรวงคณากุล

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ จังหวัดพิษณุโลก

E-mail Address : chompoonuchp@nu.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 1 ปี (1 ตุลาคม 2559 – 30 กันยายน 2560)

สำหรับงานวิจัยเรื่องสมบัติเชิงกลและสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ หรือ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม พบเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ หรือเรียกว่าผงผลึก NCTNO มีอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 950°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำผงผลึก NCTNO ผสมกับผงผลึก BaTiO_3 หรือเรียกว่าผงผลึก BT โดยมีสัดส่วนจำนวนโมลเป็น $(1-x)\text{NCTNO}$ กับ $(x)\text{BT}$ แปรค่าจำนวนโมลของ BT หรือ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ได้ทำการตรวจสอบสมบัติของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ พบว่าเซรามิกทุกเงื่อนไขมีเฟสของ NCTNO และของ BT พบเซรามิกที่มีสมบัติเหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้งานมี 2 เงื่อนไข คือเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C มีความหนาแน่นมากที่สุด 4.96 g/cm^3 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเป็น 94590 ค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก 0.2 มีค่าความแข็งแรงระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ 6.57 GPa รองลงมาคือเซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิเดียวกัน มีความหนาแน่น 4.87 g/cm^3 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก 80500 และค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก 0.1 มีค่าความแข็งแรงระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ 4.25 GPa ซึ่งเซรามิกทั้งสองเงื่อนไขเหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้านวัสดุไดอิเล็กทริก

คำหลัก : เซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$, ความหนาแน่น, สมบัติไดอิเล็กทริก, ความแข็งแรงระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์

Abstract

Project Code: R2560B097

Project Title: Mechanical properties and dielectric properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics prepared by conventional solid-state reaction method

Researcher: Assistant Professor Dr. Chompoonuch Warangkanagool

Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok

E-mail Address: chompoonuchp@nu.ac.th

Project Period: 1 Year (1 October 2016 – 30 September 2017)

In this research, mechanical properties and dielectric properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ or $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics prepared by conventional solid-state reaction method. The optimum calcination of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ or NCTNO powders was found at 950°C for 24 h. The NCTNO and BT powders were mixed with various molecular weight of BT or x between 0.1–0.5 and sintered at 975, 1000, 1025 and 1050°C for 10 h. The properties of $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics were investigated. It was found that, all of ceramics were found the second phase of BaTiO_3 presents in phase structure of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics. The 1st optimum condition of ceramics for application present in $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ ceramic sintered at 1025°C . It has the highest density and dielectric constant (4.96 g/cm^3 and 94590, respectively), the dielectric loss is 0.2 and the Vickers micro-hardness is 6.57 GPa. The 2nd optimum conditional present in $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ ceramic sintered at the same temperature. It has 4.87 g/cm^3 in density and dielectric constant is 80500, the lowest dielectric loss is 0.1, the Vickers micro-hardness is 4.25 GPa.

Keywords : $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics, density, dielectric properties, Vickers micro-hardness.

Executive Summary

สำหรับงานวิจัยเรื่องสมบัติเชิงกลและสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ หรือ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม พบเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ หรือเรียกว่าผงผลึก NCTNO มีอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 950°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำผงผลึก NCTNO ผสมกับผงผลึก BaTiO_3 หรือเรียกย่อว่าผงผลึก BT โดยมีสัดส่วนจำนวนโมลเป็น $(1-x)\text{NCTNO}$ กับ $(x)\text{BT}$ แปรค่าจำนวนโมลของ BT หรือ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $975, 1000, 1025$ และ 1050°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ได้ทำการตรวจสอบสมบัติของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ พบว่าเซรามิกทุกเงื่อนไขมีเฟสของ NCTNO และของ BT โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไขของการแปรค่าจำนวนโมลของ BT และทุกอุณหภูมิซินเตอร์ มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1025°C พบว่าลักษณะของเกรนมีการแน่นตัวมากกว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์อื่น พบเซรามิกที่มีสมบัติเหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้งานมี 2 เงื่อนไขคือเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C มีความหนาแน่นมากที่สุด 4.96 g/cm^3 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเป็น 94590 ค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก 0.2 มีค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ 6.57 GPa รองลงมาคือเซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิเดียวกัน มีความหนาแน่น 4.87 g/cm^3 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก 80500 และค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก 0.1 มีค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ 4.25 GPa ซึ่งเซรามิกทั้งสองเงื่อนไขเหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้านวัสดุไดอิเล็กทริก

สารบัญเรื่อง

บทที่		หน้า
	กิตติกรรมประกาศ	ก
	บทคัดย่อภาษาไทย	ข
	บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
	Executive Summary	ง
	สารบัญเรื่อง	จ
	สารบัญตาราง	ช
	สารบัญรูป	ฅ
	คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย	ฉ
1	บทนำ	1
	วัตถุประสงค์ของโครงการโครงการวิจัย	2
	ขอบเขตโครงการวิจัย	2
	ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
2	ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
	2.1 อิเล็กโทรเซรามิก	3
	2.2 พิโซอิเล็กทริก	5
	2.3 เฟอร์โรอิเล็กทริก	7
	2.4 การบดย่อยแบบลูกบอล	8
	2.5 แบเรียมไททาเนต	10
	2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	11
3	วิธีการวิจัย	13
	3.1 สารเคมี	13
	3.2 อุปกรณ์	13
	3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม	15
	3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	20
	3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	25
	3.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	27

สารบัญเรื่อง (ต่อ)

บทที่		หน้า
	3.7 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น	28
	3.8 การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	29
	3.9 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	31
4	ผลการวิจัย และอภิปรายผลการวิจัย	33
	4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรอุณหภูมิแคลไซน์	33
	4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์	34
	4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรเวลาเผาใช้ในการเผาแคลไซน์	36
	4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรเวลาในการเผาแคลไซน์	37
	4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	39
	4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	42
	4.7 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	46
	4.8 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	51
	4.9 ผลการศึกษาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$	57
5	สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ	68
	5.1 สรุปผลการทดลอง	68
	5.2 ข้อเสนอแนะ	69
	เอกสารอ้างอิง	70
	Output ที่ได้จากโครงการ	73
	ภาคผนวก	74

สารบัญตาราง

ตาราง		หน้า
4.1	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	46
4.2	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	47
4.3	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	48
4.4	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	49
4.5	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	50
4.6	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	51
4.7	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	52
4.8	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	53
4.9	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	55

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง		หน้า
4.10	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	56
4.11	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	57
4.12	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	60
4.13	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	62
4.14	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	64
4.15	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	66

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	การแบ่งกลุ่มของวัสดุใน 32 กลุ่ม	5
2.2	ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง (ข) แบบผกผันกลับ	6
2.3	ความสัมพันธ์ระหว่างโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้าของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก	8
2.4	ขนาดอนุภาคที่ได้ต่อเวลาในการบด	9
2.5	ลักษณะการหมุนของหม้อบด และการเคลื่อนที่ของลูกบด	9
2.6	โครงสร้างของสาร BaTiO ₃	11
3.1	เตาอบไฟฟ้า	16
3.2	เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม	16
3.3	แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋อง เพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling	17
3.4	เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก	17
3.5	เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาแคลไซน์	18
3.6	แผนภาพการเผาแคลไซน์	18
3.7	แผนผังการเตรียมผงผลึก NaCu ₃ Ti ₃ NbO ₁₂ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบตั้งเดิม และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	19
3.8	แผนผังการเตรียมผงผลึก NaCu ₃ Ti ₃ NbO ₁₂ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบตั้งเดิม เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950 °C และแปรเวลาในการเผาแช่	20
3.9	แม่พิมพ์โลหะ	21
3.10	เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก	21
3.11	การจัดเรียงชิ้นงาน (1-x)NCTNO-(x)BT บนถาดอะลูมินา	21
3.12	แผนผังการเผาเพื่อกำจัด PVA (T _r คืออุณหภูมิห้อง)	21
3.13	การจัดเรียงชิ้นงาน (1-x)NCTNO-(x)BT ในถาดอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์	22
3.14	แผนภาพการเผาซินเตอร์ (โดย T _s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และ T _r คืออุณหภูมิห้อง)	22
3.15	เครื่องอัลตราโซนิก	23
3.16	แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT	24
3.17	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	25

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.18	หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	26
3.19	เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips	26
3.20	เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620	27
3.21	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP	28
3.22	จานหมุนสำหรับขีดสารตัวอย่าง	30
3.23	ดีจิตอลเวอร์เนียร์คาลิเปอร์	30
3.24	เครื่อง Precision LCR meter รุ่น E 4980 A	30
3.25	เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester)	31
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700 – 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที	33
4.2	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700 – 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที (ก) ยังไม่เผาแคลไซน์ (ข) 700 °C (ค) 800 °C (ง) 900 °C (จ) 950 °C และ (ฉ) 1000 °C	35
4.3	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 2, 4, 8, 12 และ 24 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที	36
4.4	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลาต่างๆ กัน ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที โดยที่ (ก) 2 ชั่วโมง (ข) 4 ชั่วโมง (ค) 8 ชั่วโมง (ง) 12 ชั่วโมง และ (จ) 24 ชั่วโมง	38
4.5	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที	39

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.6	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$	40
4.7	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$	40
4.8	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$	41
4.9	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $975\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$	42
4.10	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$	43
4.11	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$	44
4.12	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาท}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$	45
4.13	ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $975\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	46

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.14	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	47
4.15	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	48
4.16	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	49
4.17	ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	50
4.18	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	52
4.19	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	53
4.20	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	54
4.21	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	55
4.22	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	56
4.23	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	58

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.24	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกุดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) x = 0.1 (ข) x = 0.2 (ค) x = 0.3 (ง) x = 0.4 และ (จ) x = 0.5	59
4.25	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	60
4.26	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกุดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) x = 0.1 (ข) x = 0.2 (ค) x = 0.3 (ง) x = 0.4 และ (จ) x = 0.5	61
4.27	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	62
4.28	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกุดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) x = 0.1 (ข) x = 0.2 (ค) x = 0.3 (ง) x = 0.4 และ (จ) x = 0.5	63
4.29	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	64
4.30	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกุดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) x = 0.1 (ข) x = 0.2 (ค) x = 0.3 (ง) x = 0.4 และ (จ) x = 0.5	65
4.31	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง	66

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย

(1-x)NCTNO-(x)BT หรือ (1-x)NaCu₃Ti₃NbO₁₂-(x)BaTiO₃ คือ สารประกอบโซเดียมคอปเปอร์ไททาเนียมไนโอเบต-แบเรียมไททาเนต ที่มีการแปรค่าจำนวนโมลของ BaTiO₃ หรือ x เป็น 0.1 ถึง 0.5

XRD คือ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

SEM คือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

$\tan\delta$ คือ ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก



บทที่ 1

บทนำ

สารไดอิเล็กทริกจำพวกพีโซอิเล็กทริก เช่น เลดเซอร์โคเนตโทเทเนต (PZT) เลดแลนทาเนียมเซอร์โคเนตโทเทเนต (PLZT) เลดโทเทเนต (PT) เลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) และเลดซิงค์ไนโอเบต (PZN) เป็นสารประกอบที่นิยมนำมาใช้ในวงการอุตสาหกรรมทางด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากเซรามิกเหล่านี้มีสมบัติที่สามารถเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้าและเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าไปเป็นพลังงานกลได้ดี มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง [1,2] แต่สารประกอบที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงนั้นส่วนใหญ่จะมีตะกั่ว (Pb) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งจะทำให้เกิดมลพิษกับสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเกิดตะกั่วออกไซด์ (PbO) เกิดขึ้น และมีการระเหยของตะกั่วออกไซด์ได้ง่าย ในกระบวนการเตรียมสาร ในปัจจุบันยังมีสารเซรามิกอีกระบบหนึ่งที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง นั่นคือแคลเซียมคอปเปอร์ โททาเนียมออกไซด์ (CCTO) ซึ่งเหมาะสมที่นำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุ เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงประมาณ 10,000 ที่ความถี่ 1 kHz จากอุณหภูมิห้องถึง 300 °C [3] ซึ่งเป็นวัสดุที่เป็นแนวหน้าในการนำมาประยุกต์ทางเทคโนโลยี [2] สำหรับงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาสมบัติเชิงกล และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ หรือ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ซึ่ง NCTNO มีโครงสร้างคล้ายกับ CCTO มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง [4, 5] และทำการเติม BaTiO_3 หรือ BT ลงไป ให้เป็นเซรามิกในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-\text{BaTiO}_3$ เพื่อเพิ่มความแข็งแรงหรือสมบัติเชิงกลแก่เซรามิก โดยที่พยายามรักษาให้เซรามิกมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงอยู่ เนื่องจาก BT เป็นเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกตัวแรกที่ถูกค้นพบแล้ว BT ยังเป็นสารที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง ($\epsilon_r > 1100$) [6] ซึ่งเมื่อเทียบกับ NCTNO แล้ว พบว่า BT มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ไม่สูงนัก แต่ BT ก็เป็นเซรามิกที่มีความแข็งแรงสูง [7] โดยทำการศึกษาหาเงื่อนไขในการเตรียมผลึกของ NCTNO โดยวิธีปฏิบัติการของแข็งก่อน และใช้เงื่อนไขการเตรียมผลึก BT จากการศึกษาที่มีมาก่อน นำผลึกทั้งสองระบบมาผสมกัน จากนั้นศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาซินเตอร์เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพื่อให้ได้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าความแข็งแรงที่พอเหมาะกับการนำไปประยุกต์ใช้งานได้จริง

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผลึกในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$
2. เพื่อหาอุณหภูมิซินเตอร์ที่เหมาะสมในการเตรียมเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$
3. เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ของโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ และอธิบายถึงกลไกการทำงานของสมบัติต่างๆ
4. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ หรือนานาชาติ รวมทั้งการเสนอผลงานแก่นักวิชาการทั้งในและต่างประเทศ

ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเตรียมเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ โดยการเตรียมผงผลึกด้วยในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$
2. แปรค่าอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาซินเตอร์ให้ได้เซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$
3. ศึกษาโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถพัฒนาองค์ความรู้ในการเตรียมเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบมิกซ์ออกไซด์
2. มีความร่วมมือในการทำวิจัย ทั้งในประเทศและต่างประเทศ

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

สำหรับสมบัติเชิงกล และสมบัติทางไดอิเล็กทริกซึ่งเป็นสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก สมบัติทั้งสองส่วนนี้มีความสำคัญต่อเซรามิกที่จะนำมาใช้ประยุกต์ใช้งานจริงเป็นอย่างมาก และยังพบว่าสมบัติทั้งสองนั้นจะแปรผกผันกัน โดยเมื่อเซรามิกมีค่าสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีจะมีสมบัติเชิงกลที่ไม่ดี และในทางกลับกัน เมื่อสมบัติเชิงกลดีก็จะมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ด้อยลงไป แต่การผลิตเซรามิกเพื่อใช้งานนั้น จะมีสมบัติทางเชิงกลเป็นตัวชี้อายุการใช้งานร่วมด้วย แต่เนื่องจากเซรามิกมีข้อด้อย คือเปราะ และแตกหักง่าย ดังนั้นเพื่อเป็นการเพิ่มอายุการใช้ จึงมีแนวทางใช้เซรามิก 2 ระบบ ที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าความแข็งที่สูง มารวมกัน เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ที่มีสมบัติทั้งสองอย่างที่เหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้ในงานจริงได้

ในบทนี้จะกล่าวถึงอิเล็กโทรเซรามิก พิโซอิเล็กทริก เฟอร์โรอิเล็กทริก การบดย่อยแบบลูกบอล และงานวิจัยบางส่วนที่เกี่ยวข้อง ดังรายละเอียดต่อไปนี้

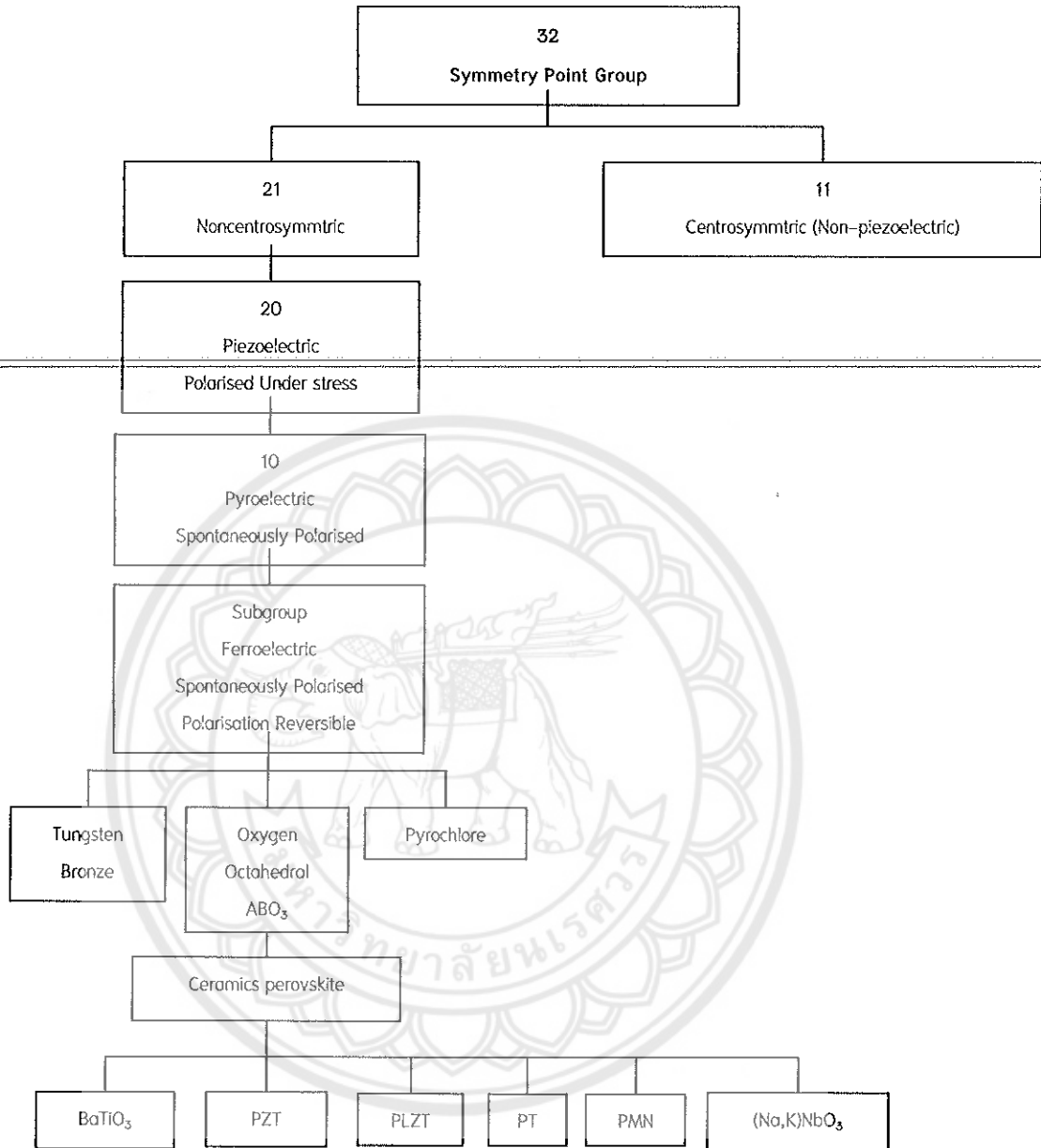
2.1 อิเล็กโทรเซรามิก (Electroceramics)

อิเล็กโทรเซรามิก เป็นวัสดุที่อยู่ในกลุ่มเซรามิกขั้นสูง (advanced ceramics) ที่มุ่งเน้นเรื่องสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กเป็นหลัก ตัวอย่างเซรามิกในกลุ่มนี้คือเซรามิกพิโซอิเล็กทริก เช่น เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (lead zirconatetitanate, $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$) สำหรับใช้ทำอุปกรณ์โซนาร์ใต้ผิวน้ำ ทำหน้าเป็นทั้งตัวให้กำเนิดและตรวจจับสัญญาณ เซรามิกไดอิเล็กทริก เช่น แบเรียมไทเทเนต (barium titanate, BaTiO_3) สำหรับใช้ทำตัวเก็บประจุไฟฟ้า และเซรามิกแม่เหล็ก (magnetic ceramics) เช่น เฟอร์ไรต์ (ferrite, Fe_3O_4) ซึ่งใช้เป็นวัสดุบันทึกข้อมูล เป็นต้น

ระบบผลึกของวัสดุเป็นปัจจัยกำหนดสมบัติของอิเล็กโทรเซรามิกนักผลึกศาสตร์จึงแบ่งผลึกเป็น 32 กลุ่มแยกออกเป็น 2 ประเภทคือพวกที่มีศูนย์กลางของลักษณะสมมาตร (centrosymmetric) มี 11 กลุ่มและพวกที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง (non centro-symmetric) มี 21 กลุ่ม โดยพบว่ามี 20 กลุ่มเป็นพวกพิโซอิเล็กทริก และมี 10 กลุ่มจาก 20 กลุ่มนี้เป็นพวกไพโรอิเล็กทริก (pyroelectric) ซึ่งวัสดุจะเกิดโพลาไรเซชันแบบถาวรในช่วงอุณหภูมิหนึ่งๆ โดยพบว่าวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นเป็นกลุ่มย่อยของสารไพโรอิเล็กทริกดังรูป 2.1 เนื่องจากการไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางเป็นสภาวะสำคัญทำให้เกิดพิโซอิเล็กทริกเนื่องจากแรงกลที่ให้กับวัสดุเป็นแบบไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง และไม่สามารถทำให้เกิดการโพลาไรเซชัน เช่นการเกิด

โพลาไรเซชันแบบเวกเตอร์ (vector-quality-like-polarization) นอกจากว่าวัสดุนั้นจะไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางอยู่เอง ซึ่งทำให้ผลรวมของการเคลื่อนที่ของประจุบวกและลบสามารถสร้างไดโพลไฟฟ้า (electric dipole) หรือที่เรียกว่าเกิดโพลาไรเซชัน (polarization) ในวัสดุไพโรอิเล็กทริกพัฒนาการเกิดโพลาไรเซชันด้วยตัวเอง และทำให้เกิดสภาพมีขั้วถาวรในโครงสร้างการเกิดโพลาไรเซชันนี้มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ ดังนั้นจึงเรียกว่าสภาพไพโรอิเล็กทริกซึ่งหมายถึงสภาพที่มีแกนขั้วแบบเฉพาะภายในระบบผลึกค่าไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) ทั้งหมดแปรผันกับอุณหภูมิ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเครื่องหมายของกระแสที่ได้จากผลึกส่วนวัสดุชนิดเพโรอิเล็กทริกนั้นจะคล้ายกับวัสดุไพโรอิเล็กทริกในด้านสามารถเกิดขั้วได้เอง ดังนั้นจึงแยกวัสดุเพโรอิเล็กทริกออกจากสารอื่นคือสามารถเกิดโพลาไรเซชันเองได้ และโพลาไรเซชันสามารถสลับทิศทางได้



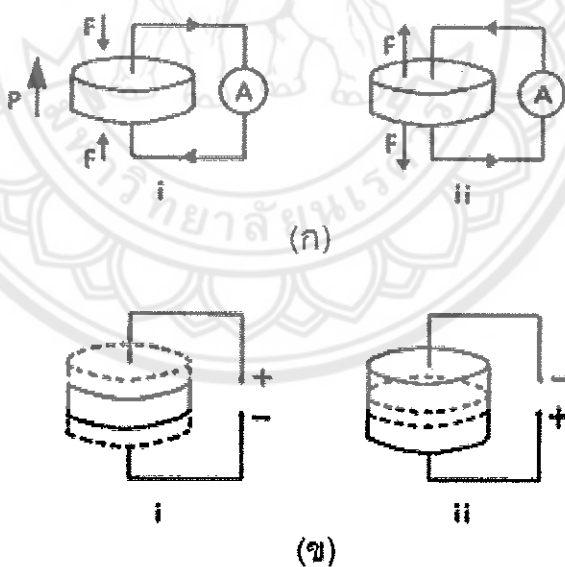


รูป 2.1 การแบ่งกลุ่มของวัสดุใน 32 กลุ่ม [8]

2.2 พิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric)

ในปี ค.ศ. 1880 ชองส์ และปีแอร์ คูรี (Jacques and Pierre Curie) ได้ค้นพบปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectric effect) ในผลึกของสารเชิงเดี่ยว (single crystal compound) เช่นควอตซ์ (quartz), ซิงค์เบลน (zincblende) และทัวร์มาลีน (tourmaline) คำว่า “พิโซอิเล็กทริก” มาจากภาษากรีกซึ่งแปลว่ากด ดังนั้นปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกจึงเป็นปรากฏการณ์ที่แสดงถึงการสร้างประจุไฟฟ้าให้เกิดขึ้นอันเป็นผลมาจากแรงกดอัดเชิงกล

(mechanical force) หรืออีกนัยหนึ่งคือ เป็นปรากฏการณ์ที่ใช้เรียกการเกิดกระบวนการแยก
 ขั้วไฟฟ้า (electric polarization) ขึ้นในวัสดุเมื่อได้รับความเครียดเชิงกล (mechanical strain) ซึ่ง
 การแยกขั้วไฟฟ้าที่เกิดขึ้นนี้ จะเป็นสัดส่วนกับความเครียดที่วัสดุนั้นได้รับไม่สามารถเกิดการ
 โพลาริเซชันได้ด้วยตัวเองเหมือนกับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก และไพโรอิเล็กทริก สภาพพิโซอิเล็ก
 ทริกเกิดได้ 2 แบบ คือ ถูกแรงกลมากระทำให้เกิดความเค้น (stress) ขึ้น เช่นแรงกดหรือแรงอัด
 จะส่งผลให้เกิดการแยกขั้วไฟฟ้า และเกิดการสะสมของประจุบวก และลบบนผิวของวัสดุโดย
 เรียกปรากฏการณ์แบบนี้ว่า ปรากฏการณ์ตรง (direct effect) ส่วนผิวด้านไหนของวัสดุจะมี
 ประจุบวก หรือลบขึ้นกับแรงเค้นที่ให้เข้าไปกับวัสดุว่าเป็นแบบแรงดึง (tensile stress) หรือแรง
 กด (compressive stress) ในทำนองกลับกัน เมื่อสารได้รับสนามไฟฟ้าทำให้เกิดการยืดหดตัวคือ
 ปรากฏการณ์ย้อนกลับ (converse effect) หรือปรากฏการณ์มอเตอร์ (motor effect) ดังรูป 2.2
 จากปรากฏการณ์ข้างต้นนี้ พบว่าปริมาณของโพลาริเซชันจะขึ้นกับขนาดของความเค้นที่ให้กับ
 สารและประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะมีค่าขึ้นอยู่กับชนิดของแรงที่กระทำเช่นเป็นแรงกดหรือแรงดึงเป็น
 ต้น [9, 10]



รูป 2.2 ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง (ข) แบบผกผัน

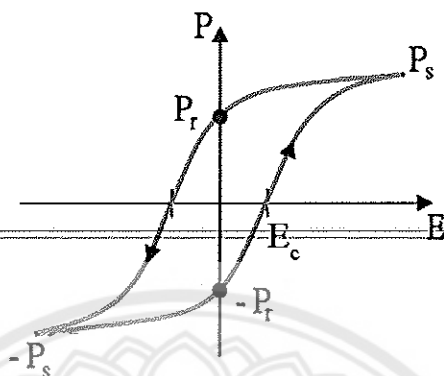
สมบัติดังกล่าวอาจจะพบในสารพิโซอิเล็กทริกเซรามิก ซึ่งก็คือเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ผ่าน
 การทำขั้ว (Poling) คือการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงให้ขั้วไฟฟ้าที่เรียงตัวกันในทิศทางต่างๆ ใน
 หลายๆ เกรนนั้น ให้หันไปในทิศทางเดียวกัน ซึ่งความสำเร็จของการทำขั้วขึ้นอยู่กับโครงสร้าง
 ของวัสดุได้ด้วย เช่นเฟสเตตระโกนอลทำได้ถึงร้อยละ 83 เฟสรวมไบอิตรอลร้อยละ 86 และ

สำหรับเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นมีมากกว่าร้อยละ 91 ซึ่งเป็นค่าที่สูงเมื่อเทียบกับค่าที่ได้จากผลึกเดี่ยวหรือโดเมนเดี่ยว (single domain) ซึ่งถือว่าเป็นวัสดุให้ค่าทางพีโซอิเล็กทริก และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ดีที่สุด กล่าวคือเซรามิกทุกชนิดที่ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วจะมีสภาพโดยรวมมีสมบัติเหมือนกันทุกทิศทาง (isotropic) เมื่อผ่านการทำซ้ำทำให้วัสดุนั้นเป็นทั้งสารเฟอร์โรอิเล็กทริกและเป็นสารพีโซอิเล็กทริกด้วยเช่นกัน

2.3 เฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectrics) [9]

สารเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectrics) จัดอยู่ในผลึกประเภทพวกที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง (non centro-symmetric) โดยมี 21 กลุ่ม พบว่ามี 20 กลุ่ม เป็นพวกพีโซอิเล็กทริก ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกจะเป็นสารพีโซอิเล็กทริก แต่วัสดุพีโซอิเล็กทริกไม่จำเป็นต้องเป็นสารเฟอร์โรอิเล็กทริก สามารถเกิดโพลาริเซชันเกิดขึ้นได้เอง (spontaneous polarization) ในวัสดุนั้นคือข้อไฟฟ้ามีการจัดเรียงไปในทิศทางเดียวกัน ถึงแม้จะไม่มีสนามมากระทำก็ตาม ทั้งนี้เนื่องจากข้อไฟฟ้าที่เกิดขึ้นภายในวัสดุสามารถส่งแรงที่มีขนาดสูงมากพอที่จะทำให้ข้อไฟฟ้าที่อยู่ใกล้เคียงจัดเรียงในทิศทางเดียวกัน และวัสดุสามารถกลับทิศ (reverse) โดยการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปได้โดยที่สนามไฟฟ้านั้นจะต้องไม่มีค่าสูงไปกว่าค่า dielectric breakdown ซึ่งเป็นค่าสนามไฟฟ้าสูงสุดก่อนที่วัสดุนั้นจะกลายเป็นตัวนำไฟฟ้า (electrical conductor) วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกมีการเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของสนามไฟฟ้า และอุณหภูมิอีกด้วย ถือว่าเป็นวัสดุไดอิเล็กทริกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมากกว่า 1000 เป็นวัสดุที่มีสมบัติพิเศษที่ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง ในที่นี้จะกล่าวถึงการนำวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกมาใช้ประโยชน์เฉพาะในมุมมองของการเป็นวัสดุไดอิเล็กทริก เช่นแบเรียมไทเทเนต (BaTiO_3) ซึ่งเป็นเซรามิกชนิดแรกที่มีการค้นพบพฤติกรรมเฟอร์โรอิเล็กทริกนำมาใช้งานเป็นตัวเก็บประจุ และถือว่าเป็นแบบจำลองในอุดมคติที่สามารถอธิบายถึงปรากฏการณ์ทางไฟฟ้าจากโครงสร้างผลึกและโครงสร้างทางจุลภาค เมื่อมีการนำสารไดอิเล็กทริกมาวางในสนามไฟฟ้าจะเกิดการโพลาริเซชันขึ้นภายในสารนั้น และเมื่อลดสนามไฟฟ้าที่ให้จนกลายเป็นศูนย์ โพลาริเซชันในสารไดอิเล็กทริกก็จะกลายเป็นศูนย์ทันที แต่มีสารบางอย่างเมื่อเราให้สนามไฟฟ้าภายนอกเข้าไปทำให้เกิดมีการโพลาริเซชัน และเมื่อลดสนามไฟฟ้าลงจนเป็นศูนย์ โพลาริเซชันจะไม่เป็นศูนย์ในสารไดอิเล็กทริก แต่มักจะเป็นศูนย์เมื่อ $E = -E_c$ (เมื่อ $-E_c =$ ค่าสนามลบข้างโพลาริเซชัน) ทำให้เกิดวงของฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ซึ่งเป็นลักษณะของสารเฟอร์โรอิเล็กทริกดังรูป 2.3 แสดงว่าในสารนั้นมีโมเมนต์คู่ขั้วถาวรอยู่แม้ไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ทำให้มีการลดอุณหภูมิแทน โดยปกติสถานะเฟอร์โรอิเล็กทริกไม่ปรากฏที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิที่แน่นอนค่าหนึ่ง ที่เรียกว่าอุณหภูมิ

วิกฤต (T_c) ณ อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิวิกฤตนั้น ผลึกจะอยู่ในสถานะพาราอิเล็กทริก (paraelectric)



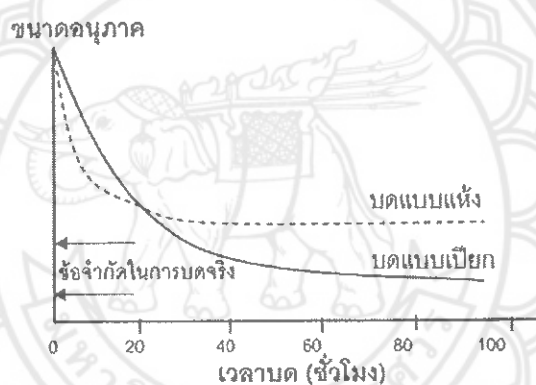
รูป 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่างโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้าของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก [11]

2.4 การบดย่อยแบบลูกบอล

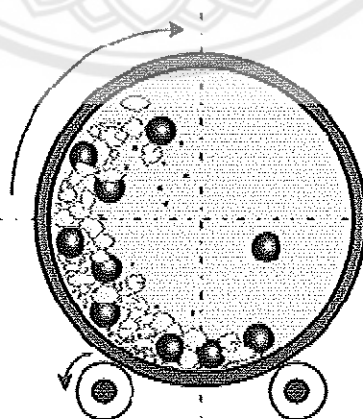
เม็ดบดสามารถบดอนุภาคผงได้ละเอียดน้อยกว่า 10 ไมครอน เทคนิคการบดย่อยแบบนี้ยังไม่เหมาะสมที่จะใช้บดทั้งในสภาวะเปียกและแห้ง กระบวนการบดย่อยด้วยลูกบอลนี้ค่อนข้างจะซับซ้อนที่จะหาทฤษฎีมาอธิบาย อัตราการบดจะขึ้นกับหลายปัจจัย รวมทั้งตัวแปรในการบด เช่น ขนาด ความเร็ว และจำนวนของเม็ดบด ขึ้นกับสมบัติของเม็ดบด เช่น ขนาด ความแข็ง และรูปร่าง และสุดท้ายจะขึ้นกับสมบัติของอนุภาคที่บดด้วย โดยทั่วไปการบดด้วยเม็ดบดที่ใช้ความเร็วต่ำ เนื่องมาจากการใช้เม็ดบดขนาดใหญ่ ทั้งนี้เพราะพลังงานกลที่ให้กับอนุภาคจะอยู่ในรูปของพลังงานศักย์ (potential energy) ในขณะที่การบดที่กระทำที่ความเร็วสูงมาก เนื่องจากเม็ดบดขนาดเล็ก พลังงานที่ให้กับอนุภาคของการบดแบบนี้จะอยู่ในรูปของพลังงานจลน์ (kinetic energy) สำหรับขนาดของเม็ดบดเฉพาะขนาดหนึ่งที่มีมวลเป็นสัดส่วนกับความหนาแน่น เม็ดบดที่ใช้ควรจะทำมาจากวัสดุที่มีความหนาแน่นสูงมากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ แต่ในทางปฏิบัติการเลือกใช้เม็ดบดนั้นมักจะถูกกำหนดด้วยราคาที่ค่อนข้างสูง

นอกจากนี้ขนาดของเม็ดบดก็มีความสำคัญที่จะต้องพิจารณาด้วย โดยปกติแล้วเม็ดบดที่มีขนาดเล็กจะดีกว่าเม็ดบดขนาดใหญ่ เนื่องจากที่ปริมาตรเดียวกันจะได้จำนวนเม็ดบดมากกว่าถ้าเม็ดบดยังมีขนาดเล็กลง ถ้าสมมติให้อัตราการบดขึ้นกับจำนวนจุดสัมผัสระหว่างเม็ดบดกับอนุภาคผง และในขณะที่จำนวนจุดสัมผัสนี้ขึ้นกับพื้นที่ผิวของเม็ดบด ดังนั้นอัตราการบดจะเพิ่มขึ้นเมื่อพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น นั่นก็คือ ขนาดของเม็ดบดเล็กลงนั่นเอง แต่อย่างไรก็ตามเม็ดบดก็ไม่ควรจะมีขนาดเล็กเกินไป ทั้งนี้อาจทำให้เม็ดบดไม่มีแรงมากพอที่จะทำให้อนุภาคผง

แตกได้ ยิ่งไปกว่านี้ อัตราการบดยังขึ้นกับขนาดของอนุภาคผงด้วย อัตราการบดนี้จะลดลงถ้าอนุภาคมีขนาดเล็กลง ยิ่งถ้าทำการบดไปเรื่อยๆ และอนุภาคยิ่งละเอียดมาก จนมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน จะทำให้การบดเป็นไปได้อย่างยิ่งยวด ได้มีการวิจัยถึงขีดจำกัดในการบดแสดงดังรูปที่ 2.4 พบว่าขีดจำกัดนี้จะขึ้นกับหลายปัจจัย โดยปัจจัยที่สำคัญ คือ แนวโน้มของการเกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่สัมพันธ์กับขนาดอนุภาค การบดจะลดลงเมื่อขนาดของอนุภาคลดลง และตำหนิในอนุภาคมีขนาดเล็กลงและปริมาณลดลงเมื่ออนุภาคเล็กลง ซึ่งจะทำให้อนุภาคมีความแข็งแรงมากขึ้น เพื่อลดข้อจำกัดของขนาดอนุภาคต่อการบด ควรใช้การบดแบบเปียกแทนการบดแบบแห้ง โดยการใช้สารช่วยกระจาย (dispersing agent) ในระหว่างการบด และเมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงระดับหนึ่ง อาจจะทำให้การเปลี่ยนเทคนิคการบดย่อย เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคเล็กลงถึงขนาดที่ต้องการได้



รูปที่ 2.4 ขนาดอนุภาคที่ได้ต่อเวลาในการบด

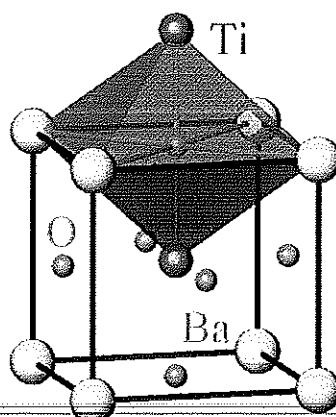


รูปที่ 2.5 ลักษณะการหมุนของหม้อบด และการเคลื่อนที่ของลูกบด [12]

รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะการหมุนของหม้อบด ซึ่งหม้อบดจะบรรจุเม็ดบด วัสดุที่ต้องการจะลดขนาด และของเหลวที่ช่วยในการกระจายอนุภาคจะถูกปิดอย่างแน่นหนาและหมุนในแนวขนานบนสายพานที่ขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ ภายในหม้อบดจะถูกบดด้วยยางเพื่อป้องกันการสึกหรอเนื่องจากการกระแทกของเม็ดบดกับผนัง คือเม็ดบดจะมีการเคลื่อนที่คล้ายอักษรรูปตัว D โดยจะเคลื่อนที่เลื่อนไล้ไปจากตำแหน่ง B ไปตำแหน่ง A แล้วตกลงมากระแทกกับวัสดุด้านล่างและหมุนเวียนด้วยลักษณะเช่นนี้ไปเรื่อยๆจนขนาดอนุภาคเล็กลงจนไม่สามารถบดให้ละเอียดลงไปได้อีก จะเห็นได้ว่าอัตราเร็วการหมุนหม้อบดนี้จะส่งผลต่อแนวการเคลื่อนที่ของเม็ดบด และพลังงานกลที่ให้กับอนุภาคผง โดยต้องการทำให้เม็ดบดเคลื่อนไปยังตำแหน่งบนสุดของเส้นทางการเคลื่อนที่ ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบการบดแบบเปียก กับการบดแบบแห้ง พบว่าการบดแบบเปียกจะมีข้อดีเหนือกว่าตรงที่พลังงานที่ใช้ในการบดจะมากกว่าประมาณร้อยละ 10-20 แต่ก็มีข้อเสียตรงที่การบดแบบเปียกนี้จะทำให้เกิดการสึกหรอของเม็ดบดได้มากกว่า แต่การบดทั้งสองนี้จะมีข้อเสียหลัก คือการเจือปนของเศษเม็ดบดที่เกิดการสึกหรอหรือแตกในระหว่างการบด ดังนั้นจึงจำเป็นต้องแก้ไข โดยอาจจะเลือกใช้เม็ดบดเซรามิกโพลีเอทิลีนที่เหนียวทนทานหรือใช้เม็ดบดเหล็กที่สามารถทำการล้างหรือใช้สนามแม่เหล็กดูดออกจากผงได้ รวมถึงหลีกเลี่ยงการใช้เม็ดบดที่มีความหนาแน่นต่ำ เช่น พอร์ซเลน และอะลูมินา

2.5 แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$)

แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) ดังรูปที่ 2.6 เป็นสารในกลุ่มที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ที่มีการค้นพบพฤติกรรมเฟอร์โรอิเล็กทริกและมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกเกิดขึ้นทำให้สมบัติไดอิเล็กทริกและโครงสร้างทางจุลภาคมีการเปลี่ยนแปลง $BaTiO_3$ มีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ที่เหนืออุณหภูมิคูรี (ประมาณ $130^\circ C$) unit cell ของ $BaTiO_3$ จะเป็นแบบลูกบาศก์ (cubic) ที่มีการจัดเรียงไอออน ดังรูปที่ 2.6 ที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดคูรีลงมานั้น โครงสร้างของ $BaTiO_3$ จะเกิดการบิดเบี้ยวขึ้นเล็กน้อย เข้าสู่รูปแบบของเตตระโกนอล (tetragonal) และจะมีโมเมนต์ขั้วคู่เกิดขึ้นมาทิศทางตามแนวแกน c



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของสาร BaTiO₃ [13]

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เริ่มจากปี ค.ศ. 2005 Bender และ Pan [14] ได้ทำการเตรียมเซรามิก CCTO โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม (conventional ceramic solid state reaction) แล้วทำการเผาซินเตอร์ที่เงื่อนไขต่างๆ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 990–1040 °C ในขณะที่ขนาดของเกรน และความหนาแน่นมีค่าคล้ายกัน และเมื่อเวลาในการเผาแตกต่างกันทำให้เกิดจุดบกพร่องในโครงสร้างที่ต่างกันขึ้นที่เกรน เมื่อทำการอบอ่อน (anneal) ในบรรยากาศของอาร์กอน ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้น

ในปี ค.ศ. 2006 Prakash และ Varma [15] ทำการศึกษาผลการเผาซินเตอร์ที่มีต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริก โดยการเปรียบเทียบ CCTO และ LCTO ที่มีการเตรียมผงผลึกโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 – 1025 °C และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 10, 20 และ 40 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างจุลภาคของ CCTO มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเป็น 10 เท่า เมื่อระยะเวลาในการเผาแซ่เพิ่มขึ้นจาก 2.5 – 10 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1100 °C ส่วนขนาดของเกรน LCTO มีขนาด 4 – 5 μm และมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้นเมื่อเวลาในการเผาแซ่นานขึ้น วัดที่ความถี่ 100 kHz และในปีเดียวกันนี้ Prakash และ Varma [16] ได้ทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาค และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก CCTO โดยการแทนที่ La³⁺ ใน Ca²⁺ พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ “a” มีค่ามากขึ้น จาก 7.37 Å เป็น 7.397 Å เมื่อปริมาณ La เพิ่มขึ้น และมีขนาดของเกรนลดลง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิ 300 K วัดที่ 100 kHz สำหรับ CCTO มีค่าสูงกว่า LCTO และในปี ค.ศ. 2008 Prakash และ Varma [17] ได้ทำการศึกษาผลของการเผาซินเตอร์ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาค ไดอิเล็กทริก เฟอร์โรอิเล็กทริก และสมบัติวาริสเตอร์ของ CCTO และ LCTO ที่เป็นสมาชิกของตระกูลออกไซด์ของ ACu₃M₄O₁₂

ซึ่งเตรียมผงผลึก CCTO และ LCTO โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์ LCTO ที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 10, 20 และ 40 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์ CCTO ที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 2.5, 5, 7.5, 10 และ 15 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาในการเผาแซ่นานขึ้นทำให้ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก CCTO ใหญ่ขึ้น และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้น ส่วนเซรามิก LCTO นั้น เวลาในการเผาแซ่ไม่มีผลต่อขนาดของเกรนเฉลี่ย แต่ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้น จากนั้นได้มีกลุ่มนักวิจัยทำการเตรียมและพัฒนาเซรามิกที่มีโครงสร้างคล้าย CCTO ได้แก่ $\text{SrCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{2/3}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_{2x/3}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, $\text{Ca}_{1-3x/2}\text{Gd}_x\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ และ $\text{Na}_{1/2}\text{Y}_{1/2}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ [18-22] กันอย่างมากมาย และได้มีรายงานเกี่ยวกับวัสดุเซรามิกจำพวก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{BO}_{12}$ (เมื่อ B คือ Sb, Ta, และ Nb) พบว่าทั้ง $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{SbO}_{12}$ และ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{TaO}_{12}$ มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง [4, 5]

ต่อมาในปี ค.ศ. 2013 Liu และคณะ [23] ได้ทำการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงมาก โดยการเตรียมเซรามิกด้วยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1060, 1070 และ 1080 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่าเซรามิกที่เผาซินเตอร์ทั้ง 3 อุณหภูมิ มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเดียวกันคือเป็น body-centered cubic perovskite-related โดยมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกแปรกับความถี่ที่ใช้ในการวัด ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีค่ามากขึ้น เมื่อวัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1060, 1070 และ 1080 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเป็น 4332, 4566 และ 4655 ตามลำดับ

ซึ่งจะเห็นว่ากำลังมีการเตรียมเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ เพื่อให้ได้เงื่อนไขที่เหมาะสมในการได้มาซึ่งเซรามิกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงนั้น ยังคงใช้เวลาในการเผาแซ่นาน และยังไม่มีการศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกในระบบนี้ ดังนั้นถ้ามีการนำเซรามิกในระบบ BaTiO_3 มาผสม และศึกษาสมบัติทั้ง 2 อย่าง เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมเซรามิก ให้ได้สมบัติทางไดอิเล็กทริก และสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม ก็จะได้เซรามิกที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99.5% ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.2 คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ความบริสุทธิ์มากกว่าเท่ากับร้อยละ 99 ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 3.1.3 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.4 ไนโอเบียมเพนตะออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ผลิตโดยบริษัท Sigma Aldrich
- 3.1.5 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 3.1.6 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 บริษัท Liquor Distillery Organization Excise Department
- 3.1.7 น้ำกลั่น
- 3.1.8 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 3.1.9 กาวเงิน ผลิตโดยบริษัท SPI Supplies Division of STRUCTURE PROBE
- 3.1.10 อะซีโตน
- 3.1.11 น้ำยาล้างจาน
- 3.1.12 ผงขัดเพชร ขนาด 6, 3 และ 1 ไมโครเมตร (สำหรับขัดเม็ดเซรามิก)

3.2 อุปกรณ์

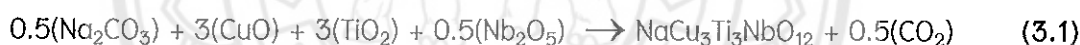
- 3.2.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม บริษัท OHAUS รุ่น PA-214 สหรัฐอเมริกา
- 3.2.2 กระจกป้องกันพร้อมฝาปิด
- 3.2.3 ลูกบดอิตีเยียม-เซอร์โคเนีย (Y-ZrO_2)
- 3.2.4 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 3.2.5 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling
- 3.2.6 ปีกเกอร์ขนาด 250, 600 และ 1000 มิลลิลิตร
- 3.2.7 กระดาษฟอยล์ (foil)

- 3.2.8 กระดาษรองชั่งสาร (weighing paper) บริษัท Whiteman
- 3.2.9 ตะแกรงร่อนสาร
- 3.2.10 ครกบดสาร (agate)
- 3.2.11 ซ้อนตักสาร
- 3.2.12 คีมจับชิ้นงาน
- 3.2.13 ไตรเป่าผม สำหรับเป่าอุปกรณ์หรือชิ้นงานหลังทำความสะอาด
- 3.2.14 แปรงล้างขวด
-
- 3.2.15 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.16 เทปกาวคาร์บอน
- 3.2.17 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
- 3.2.18 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ยี่ห้อ Carvert รุ่น C #3912
- 3.2.19 เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (hot plate & magnetic stir) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7 ประเทศเยอรมัน
- 3.2.20 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ HOUSE WORTH รุ่น HW-8085
- 3.2.21 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาสาร ผลิตโดยบริษัท ชวโชติ จำกัด อุณหภูมิสูงสุด 1200 °C รุ่น L9/12P ประเทศไทย
- 3.2.22 ดิจิตอลเวอร์เนียร์คาลิเปอร์ ยี่ห้อ ZIMM – ZEEM
- 3.2.23 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ ยี่ห้อ YUGO รุ่น M920
- 3.2.24 ดิจิตอลเทอร์โมมิเตอร์ ยี่ห้อ OAKTON
- 3.2.25 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น X'Pert บริษัท Philips
- 3.2.26 เครื่อง Sputter Coater บริษัท The Polaron รุ่น SC7620
- 3.2.27 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) บริษัท LEO รุ่น 1455VP
- 3.2.28 งานหมุนสำหรับขัดสาร ยี่ห้อ Struers รุ่น LaboPol –1
- 3.2.29 เครื่องวัดความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester) ยี่ห้อ Jinan Testin Equipment IE Corporation รุ่น HV – 1000 หัวกดแบบวิกเกอร์ (Vickers) และหัวกดแบบนูป (Knoop) ประเทศจีน
- 3.2.30 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง ยี่ห้อ OPTO-EDU รุ่น A13.0205

- 3.2.31 กล้องดิจิตอลต่อกับเลนส์ตา (Digital camera for Eyepiece) รุ่น DCM – PW1 บริษัท Pro.way optits&Electronics ประเทศเยอรมัน ต่อพ่วงกับคอมพิวเตอร์ USB PC Camera 301P ใช้โปรแกรม T.DN – 2 Microscopy Image Processing System
- 3.2.32 กระดาษทรายเบอร์ 150, 240, 360, 400, 600, 800 และ 1000 ตราพานางแฉ่น
- 3.2.33 เครื่อง Precision LCR meter รุ่น E 4980 A, 20 Hz – 2 MHz บริษัท Agilent
- 3.2.34 กระดาษขัด Microcloth บริษัท Buehler ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.35 ผงขัดเพชร ขนาด 6, 3 และ 1 ไมโครเมตร

3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม

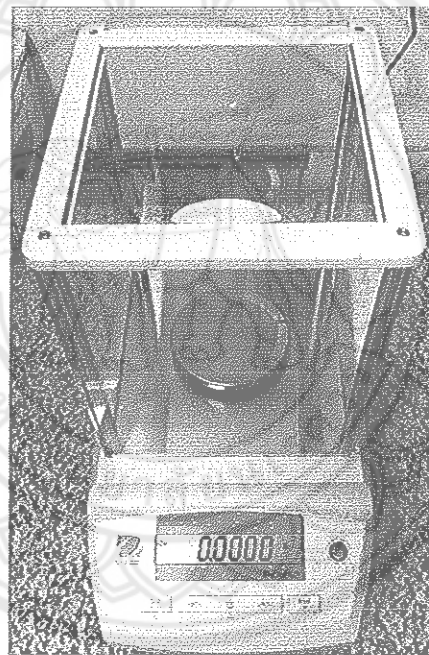
เตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ หรือ NCTNO ด้วยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม โดยนำสารตั้งต้น Na_2CO_3 , CuO , TiO_2 และ Nb_2O_5 ที่จะใช้ไปทำการอบด้วยเตาอบตามรูป 3.1 ทำการชั่งสารตั้งต้น Na_2CO_3 , CuO , TiO_2 และ Nb_2O_5 ที่อบแล้วตามสมการที่ดุลสมการเคมีตามสมการ (3.1) จากนั้นชั่งสารตามปริมาณที่คำนวณโดยใช้เครื่องชั่งสารที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม ดังรูป 3.2 การดุลสมการเคมีเป็นดังสมการข้างล่างนี้



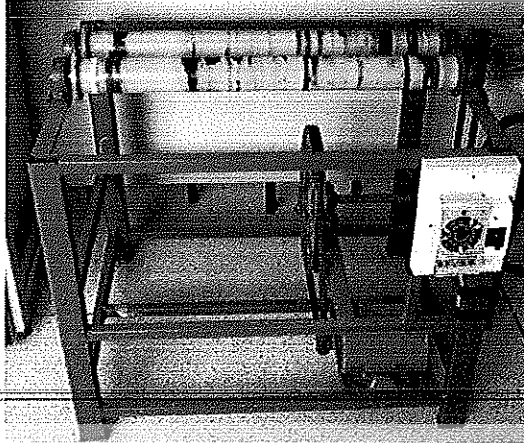
นำสารตั้งต้นมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดอียี-เซอร์โคเนียแล้วเติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนแท่นหมุนหรือมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling ตามรูป 3.3 ทำการบดย่อยผสมกันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (เรียกขั้นตอนนี้ว่าการบดผสมเปียก) แล้วกรองเอาของเหลวที่ผสมแล้วใส่ปิกเกอร์ นำไปทำให้แห้งโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็กดังรูป 3.4 ใช้ความร้อนประมาณ 120–130 °C เมื่อของเหลวแห้งแล้ว นำไปอบอีกครั้งเพื่อให้แห้งสนิทเป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง ทำการร่อนผงผสมด้วยตะแกรงร่อน นำผงผสมที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.5) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800, 900, 950 และ 1000 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที แผนภาพการเผาแคลไซน์แสดงดังรูป 3.6



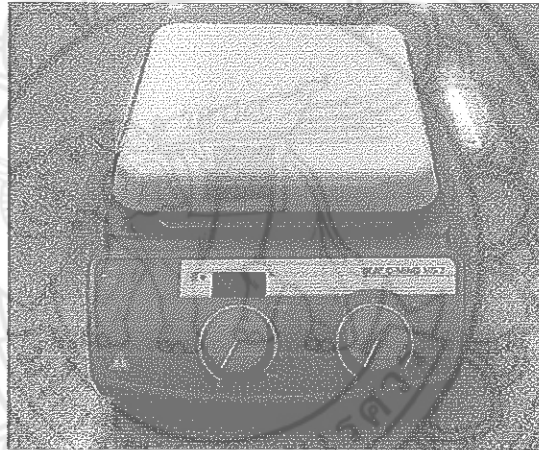
รูป 3.1 เตาอบสาร



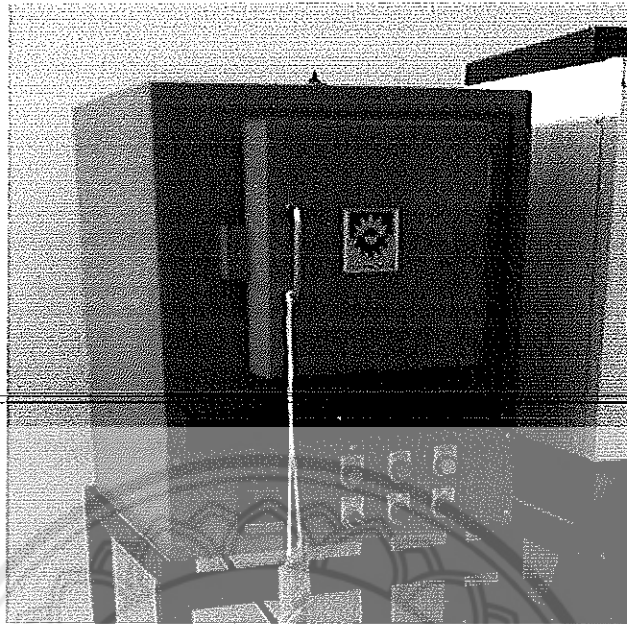
รูป 3.2 เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม



รูป 3.3 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling



รูป 3.4 เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก



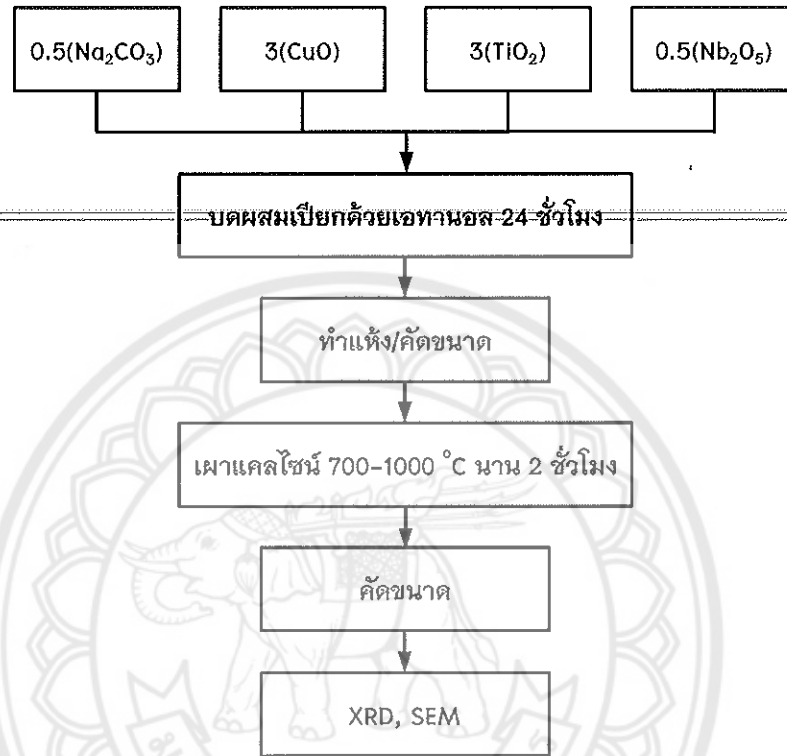
รูป 3.5 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง สำหรับเผาแคลไซต์



รูป 3.6 แผนภาพการเผาแคลไซต์ (โดย T_c คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซต์)

นำผงผลึกที่ได้จากการเผาแคลไซต์แล้ว ณ อุณหภูมิต่างๆ ไปทำการบดและคัดขนาดอีกครั้ง แล้วนำไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบผงผลึก NCTNO แสดงดังแผนผังในรูป 3.7

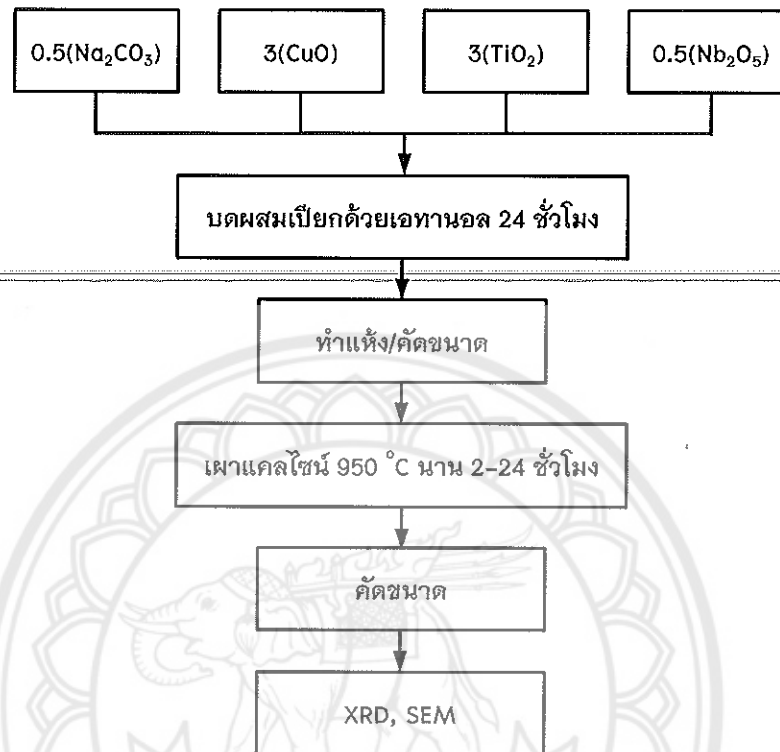
ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม และแปรค่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูป 3.7 แผนผังการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

เมื่อทำการตรวจสอบผงผลึก NCTNO ด้วยวิธีการทั้งสอง จึงทำการเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียม ถ้ามีข้อมูลคล้ายคลึงกัน จะทำการเลือกอุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำกว่าแล้วนำไปแปรค่าเวลาในการเผาแซ่ โดยในการทดลองนี้ เลือกอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ แล้วแปรเวลาในการเผาแซ่ เป็นเวลา 2, 4, 8, 12 และ 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอีกครั้งเพื่อเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเผาแคลไซน์ แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบผงผลึก NCTNO แสดงดังแผนผังในรูป 3.8

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม และแปรเวลาในการเผาแห้ง

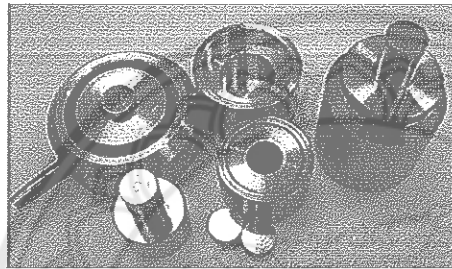


รูป 3.8 แผนผังการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ และแปรเวลาในการเผาแห้ง

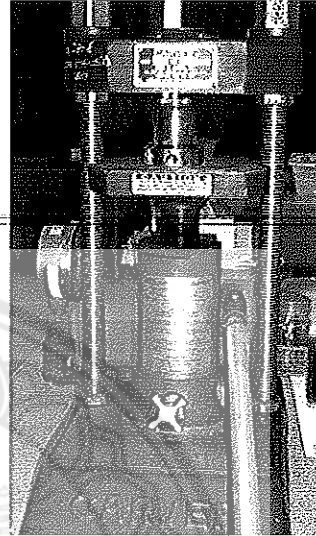
3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ หรือ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$

นำผงผลึก NCTNO ที่เตรียมได้จากเงื่อนไขที่เลือกได้ในหัวข้อ 3.3 ผสมกับผงผลึก BT ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งเช่นกัน โดยใช้เงื่อนไขที่มีมาก่อนในงานวิจัยก่อนหน้านี้ (ทำการเผาแคลไซน์ผงผสม BT ที่อุณหภูมิ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) โดยใช้สัดส่วนจำนวนโมลของผงผลึกทั้งสองเป็น $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ โดย x คือจำนวนโมลของผงผลึก BT แปรค่าตั้งแต่ 0.1-0.5 โมล โดยเติม PVA ที่มีความเข้มข้น 3% (ตัวช่วยในการประสาน) ในอัตราส่วน 1 หยดต่อผงผลึก 1 กรัม นำมาบดผสมเปียกตามขั้นตอนเดิมเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทำแห้งและคัดขนาด จากนั้นนำผงผลึกผสมระหว่าง NCTNO กับ BT ตามสัดส่วนต่างๆ มาอัดขึ้นรูปครั้งละ 1 กรัม ซึ่งชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นกลม (Disk) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร โดยทำการอัดในแม่พิมพ์โลหะ ดังรูป 3.9 ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ดังรูป 3.10 ด้วยความดัน 0.6 ตัน เป็นเวลานาน 25-30 วินาที เมื่อได้ชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูป (green body) แล้วจึงนำมา

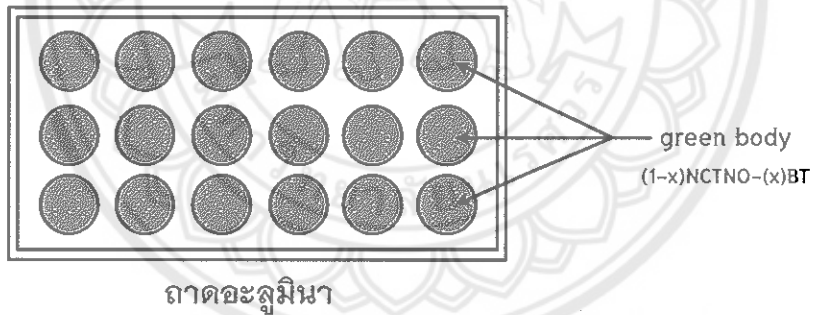
จัดเรียงในถาดอะลูมินา ดังรูป 3.11 นำไปเผาทำจัดตัวประสานออกที่อุณหภูมิ 550 °C โดยให้อัตราความร้อนอย่างช้าๆ 1 °C/นาที ดังแผนภาพในรูป 3.12



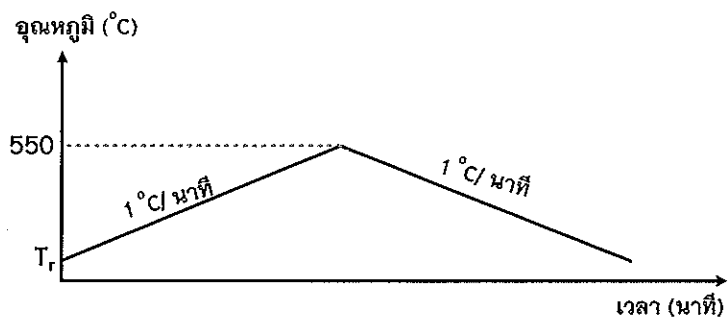
รูป 3.9 แม่พิมพ์โลหะ



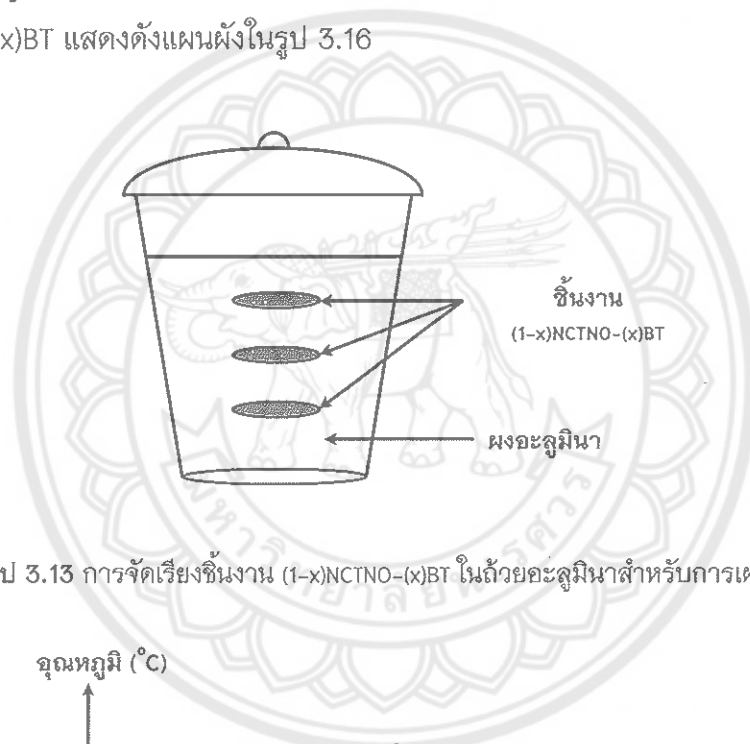
รูป 3.10 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก



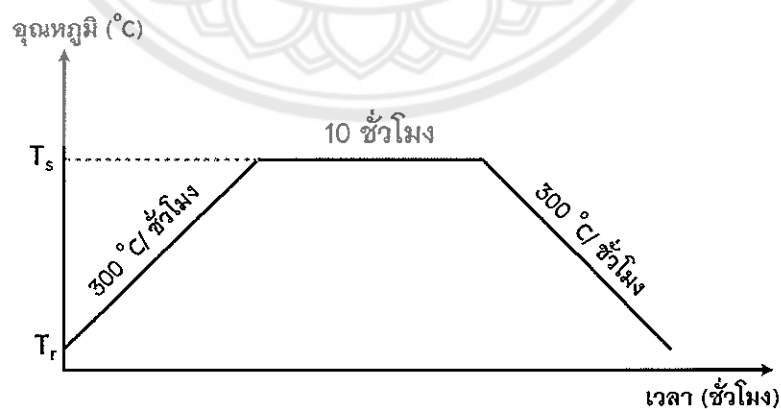
รูป 3.11 การจัดเรียงชิ้นงาน (1-x)NCTNO-(x)BT บนถาดอะลูมินา

รูป 3.12 แผนผังการเผาเพื่อทำจัด PVA (T_r คืออุณหภูมิห้อง)

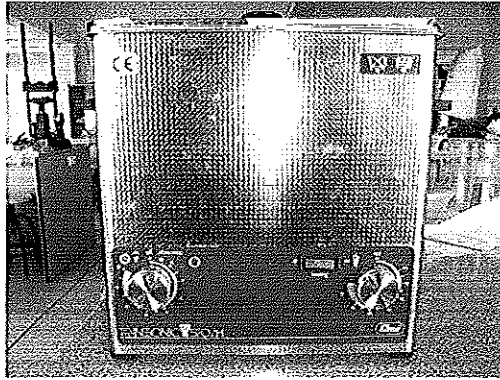
หลังจากทำการกำจัด PVA แล้ว นำเม็ดชิ้นงานมาเรียงลงในถ้วยอะลูมินาที่รองกันและกบด้วยผงอะลูมินา ดังรูป 3.13 เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการหลอมตัวของผิวหน้าของชิ้นงานระหว่างการซินเตอร์ดีดกาชนะ และเป็นการป้องกันความร้อนออกจากชิ้นงานในระหว่างที่ทำการเผาซินเตอร์ จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปเผาซินเตอร์โดยใช้เตาไฟฟ้า (รูป 3.4) ณ อุณหภูมิ 975–1050 °C เป็นเวลานาน 10 ชั่วโมง โดยมีอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที แผนภาพการเผาซินเตอร์เป็นดังรูป 3.14 เมื่อเผาซินเตอร์แล้วนำเซรามิกที่ได้ไปล้างและทำความสะอาดชิ้นงานอีกครั้งด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ดังรูป 3.15 นำเซรามิกที่ล้างทำความสะอาดแล้วอบด้วยเตาอบไฟฟ้าดังรูป 3.1 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT แสดงดังแผนผังในรูป 3.16



รูป 3.13 การจัดเรียงชิ้นงาน (1-x)NCTNO-(x)BT ในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์



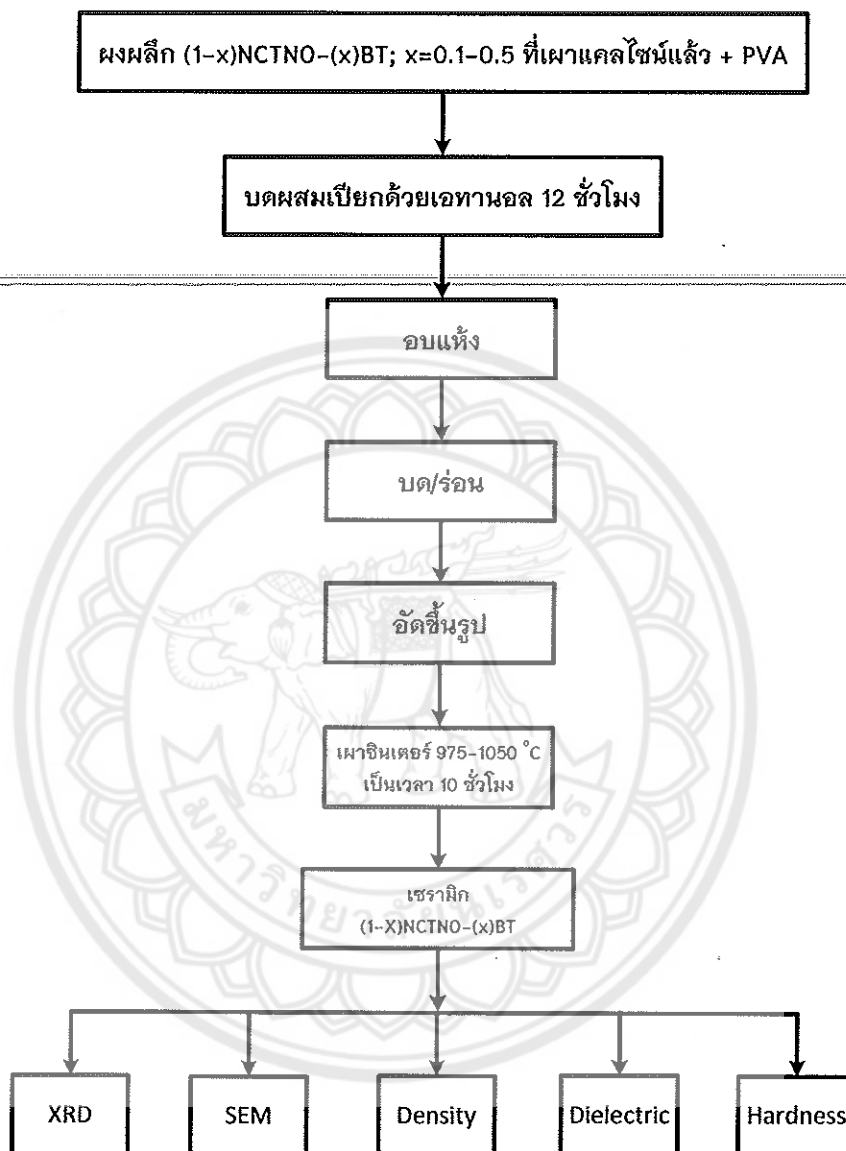
รูป 3.14 แผนภาพการเผาซินเตอร์ (โดย T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และ T_r คืออุณหภูมิห้อง)



รูป 3.15 เครื่องอัลตราโซนิก



ขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$



รูป 3.16 แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$

1023764

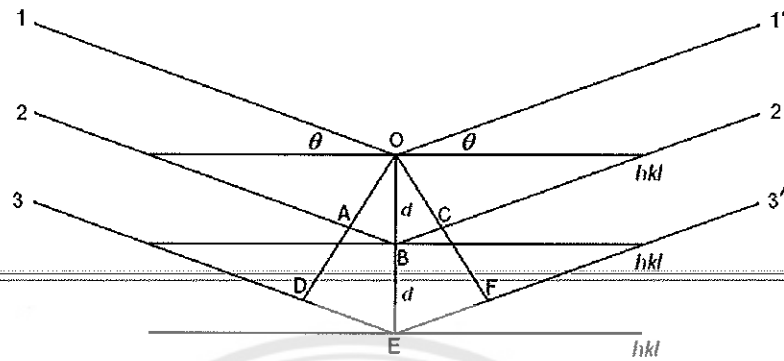


มหาวิทยาลัยจุฬาลงกรณ์

3 2563

จ. อ.ค.
ร.ร.อ.
ว.ว.ร.
ร.ร.อ.

3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.17 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม [24]

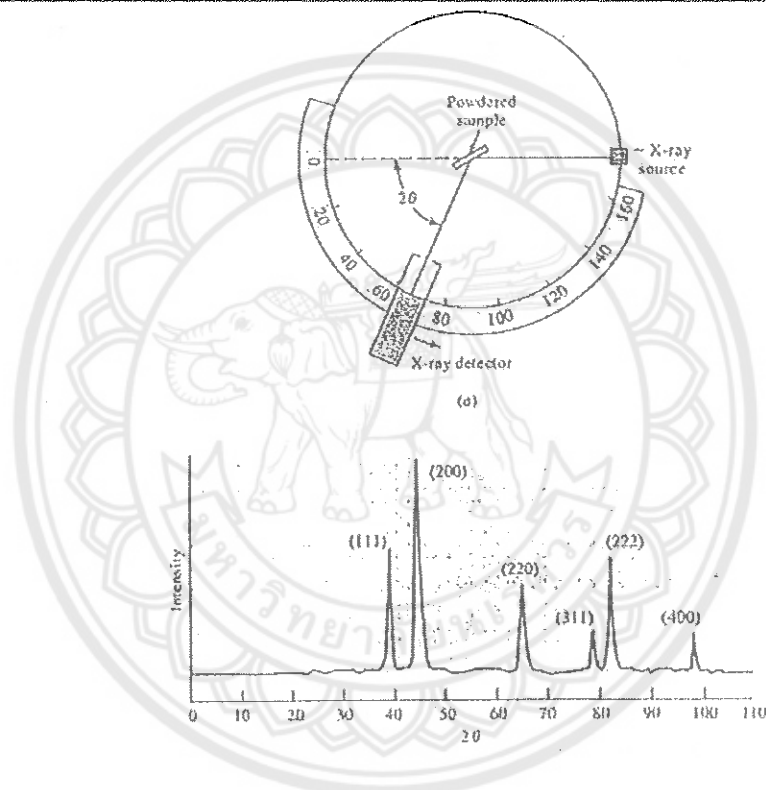
ผลึกที่มีการวางเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบเป็นชั้นๆ บนชุดระนาบ (hkl) ดังรูป 3.17 เมื่อเกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชั้นอะตอมเหล่านี้ ณ มุม θ ถ้าคลื่นที่เลี้ยวเบนออกมามีเฟสเดียวกัน จะเกิดการรวมกันแบบเสริมกันได้ นั่นจะต้องมีระยะทางเดินของคลื่นต่างกันอยู่เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ (3.2) โดยเรียกสมการนี้ว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d \sin \theta = n\lambda \tag{3.2}$$

- เมื่อ d เป็นระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (h k l)
- θ เป็นมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก
- n เป็นเลขจำนวนเต็มใดๆ = 1,2,3,...
- λ เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

ผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาตรวจสอบด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะได้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีครังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูป 3.18) ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบ

ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแปดใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (รูป 3.19) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.540562 \AA ออกมาด้วย step ประมาณ 0.01 องศาต่อวินาที จากค่ามุม 2θ ที่ 20 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 2θ ที่ 80 องศา



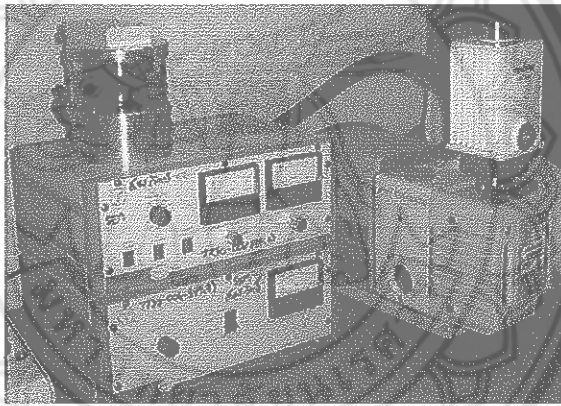
รูป 3.18 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



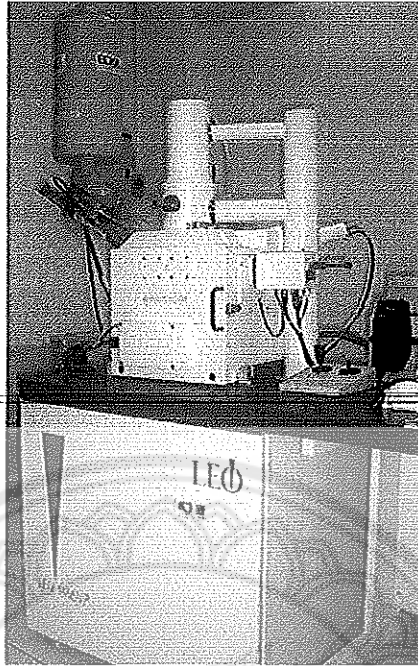
รูป 3.19 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips

3.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$

นำเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาค ผิวหน้าและรอยหักของเซรามิก โดยนำชิ้นงานเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไขมาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลานาน 15-30 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออกไปจากผิวหน้าชิ้นงาน จากนั้นนำไปอบให้แห้ง แล้วจึงหักชิ้นงานออกเป็นชิ้นเล็กๆ นำแต่ละชิ้นไปติดบนฐานวางสารตัวอย่าง ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอนเช่นกัน โดยจัดให้ผิวหน้า (surface) วางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการสำรวจด้วยเทคนิค SEM แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำ โดยใช้เทคนิค sputtering ด้วยเครื่อง Sputter Coater ดังรูป 3.20 จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังรูป 3.21



รูป 3.20 เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620



รูป 3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP

3.7 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น (Density)

การหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไขของการซินเตอร์ ที่เตรียมได้โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) [25] เริ่มจากนำเซรามิกที่ต้องการทราบค่ามาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ และทิ้งให้อิ่มตัวด้วยน้ำเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ชั่งขณะเปียก (W_2) และนำไปอบในเตาอบไฟฟ้าเป็นเวลา 1 คืน เพื่อนำมาชั่งมวลขณะแห้ง (W_1) โดยใช้เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.2) แล้วจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่น ดังสมการ (3.3)

$$\rho_c = \left(\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3.3)$$

- เมื่อ ρ_c คือ ความหนาแน่นของเซรามิก
 ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง
 W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง (มวลแห้ง)
 W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะเปียก (มวลหมาด)
 W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะอยู่ในน้ำ (มวลเปียก)

3.8 การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก

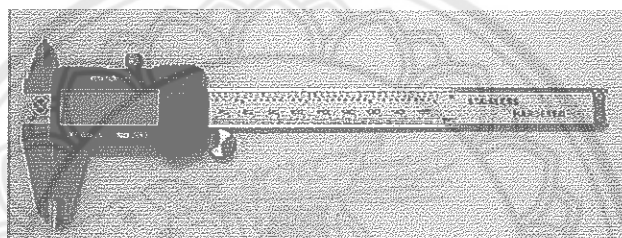
ทำการเตรียมชิ้นงานเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไขของการซินเตอร์ สำหรับ การทดสอบวัดหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก โดยการขัดผิวหน้าของชิ้นงานเซรามิกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร (รูป 3.22) เพื่อให้ผิวทั้งสองด้านของเซรามิกอยู่ใน แนวระนาบและเรียบสม่ำเสมอ นำชิ้นงานไปล้างทำความสะอาดผิวด้วยน้ำที่มีส่วนผสมน้ำยา ล้างจานเพียงเล็กน้อยเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่หลุดออกมาในขณะที่ทำการขัดผิวหน้าของเซรามิก จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เตาอบ นำมาวัดขนาดความหนาและ เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนการทำขั้วด้วยเวอร์เนียแคลิเปอร์แบบดิจิตอล (รูป 3.23) ทำ การทากาวเงินเพื่อทำขั้วโดยทากาวเงินที่ละด้านของชิ้นงานแล้วนำชิ้นงานไปอบเพื่อให้กาวเงิน แห้งจนครบทั้งสองด้าน เมื่อชิ้นงานแห้งนำไปทำความสะอาดขอบข้างของชิ้นงานด้วยอะซิโตน เพื่อป้องกันการซ้อตถึงกันของผิวหน้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปเผาให้กาวเงินที่อุณหภูมิ $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 15 นาที ใช้อัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิเป็น $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ ตรวจสอบขั้วที่ทำได้ว่าติดกัน ตลอดทั้งหน้าของชิ้นงานหรือไม่ด้วยโหม้มมิเตอร์ ระวังอย่าให้ทั้งสองด้านของผิวหน้าซ้อตถึงกัน นำชิ้นงานที่ได้มาทำการวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิ เล็กทริก ($\tan\delta$) โดยใช้เครื่อง LCZ meter ต่อพ่วงกับเตาเผาและมัลติมิเตอร์ ดังรูป 3.24 วัดที่ ความถี่ 1 kHz ที่อุณหภูมิห้อง ค่าความจุที่วัดได้นั้นสามารถนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์) ได้จากสมการ (3.4)

$$\epsilon_r = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (3.4)$$

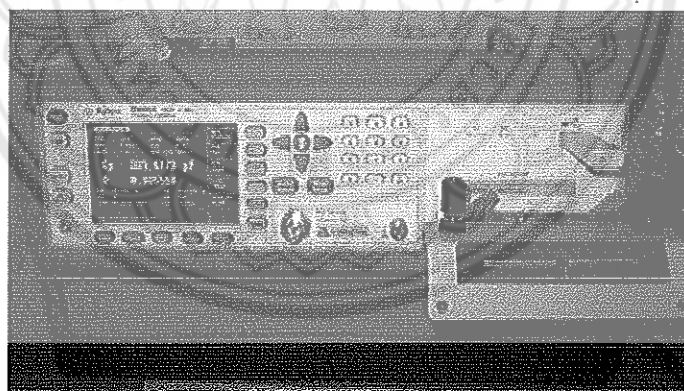
- เมื่อ ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก หรือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของชิ้นงาน
 ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศมีค่าประมาณ $8.854 \times 10^{-15}\text{ F/mm}$
 C คือ ค่าความจุไฟฟ้า
 t คือ ความหนาของชิ้นงาน
 A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน



รูป 3.22 งานหมูนสำหรับขีดสารตัวอย่าง



รูป 3.23 ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์

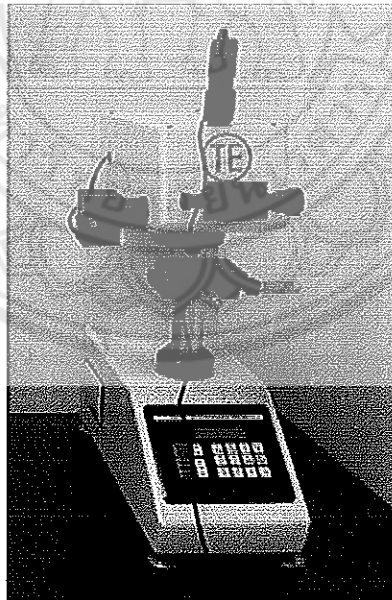


รูป 3.24 เครื่อง Precision LCR meter รุ่น E 4980 A

3.9 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$

การศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่แปรค่า BT และแปรค่าอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์นี้ จะใช้วิธีตรวจสอบหาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ (Vickers micro-hardness)

ทำการเตรียมชิ้นงานโดยนำเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไข มาทำการขัดเพื่อให้ได้ระนาบ และทำการขัดให้เงาเป็นกระจก โดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 150, 240, 360, 600, 800, 1000 และใช้สเปรย์ผงขัดเพชรขนาดอนุภาค 6 μm , 3 μm และ 1 μm ฟันบนกระดาษขัด DP-Dac, DP-Pan, Microcloth เพื่อขัดเงาเม็ดเซรามิก โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร ดังรูป 3.22 ช่วยในการขัดผิวหน้าของชิ้นงาน เมื่อผิวหน้าเงาเป็นกระจกแล้ว นำชิ้นงานมาล้างทำความสะอาด อบให้แห้ง แล้วนำไปทดสอบค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งระดับจุลภาค ที่ใช้ทำการทดสอบด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ ดังรูป 3.25 โดยการกดด้วยโหลดขนาด 300 กรัม แฉ่หัวกดเป็นเวลา 15 วินาที ตัวอย่างละ 10 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย



รูป 3.25 เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester)

การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.5) [26]

$$H_v = 1854.4 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (3.5)$$

- เมื่อ H_v คือค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (GPa)
 P คือโหลดที่ให้แก่หัวกด (N)
 d คือค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (μm)

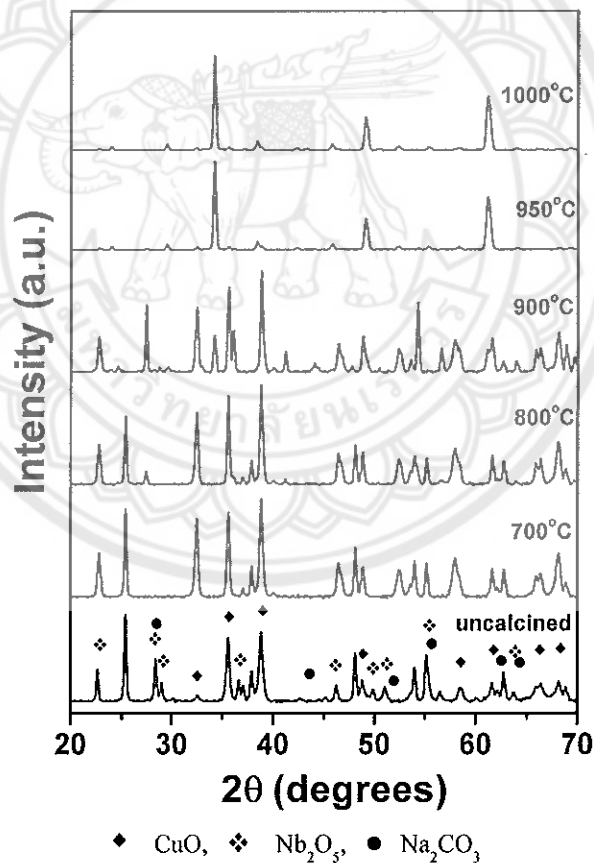


บทที่ 4

ผลการวิจัย และการอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรอุณหภูมิแคลไซน์

จากการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 700, 800, 900, 950 และ 1000 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงได้ดังรูป 4.1

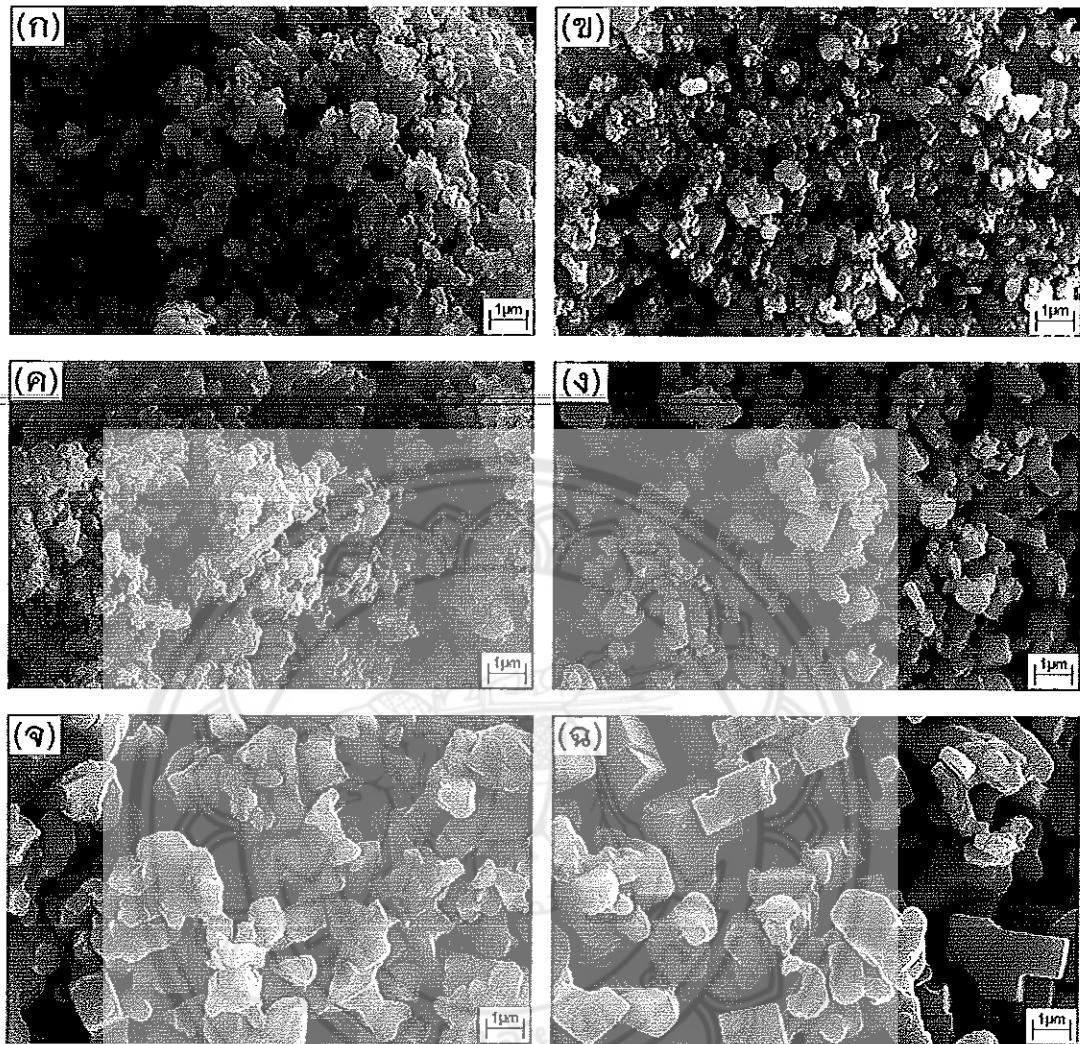


รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700 – 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที

จากรูป 4.1 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700, 800, 900 °C นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์และยังมีเฟสของสารตั้งต้นเหลืออยู่โดยการเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 950–1000 °C พบว่ามีการฟอร์มตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ แล้ว ตามรายงานของ Liu และคณะ [23] จากนี้จะตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ได้เพื่อประกอบการเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ของผงผลึกนี้

4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์

จากการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีมีกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 700, 800, 900, 950 และ 1000 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงได้ดังรูป 4.2



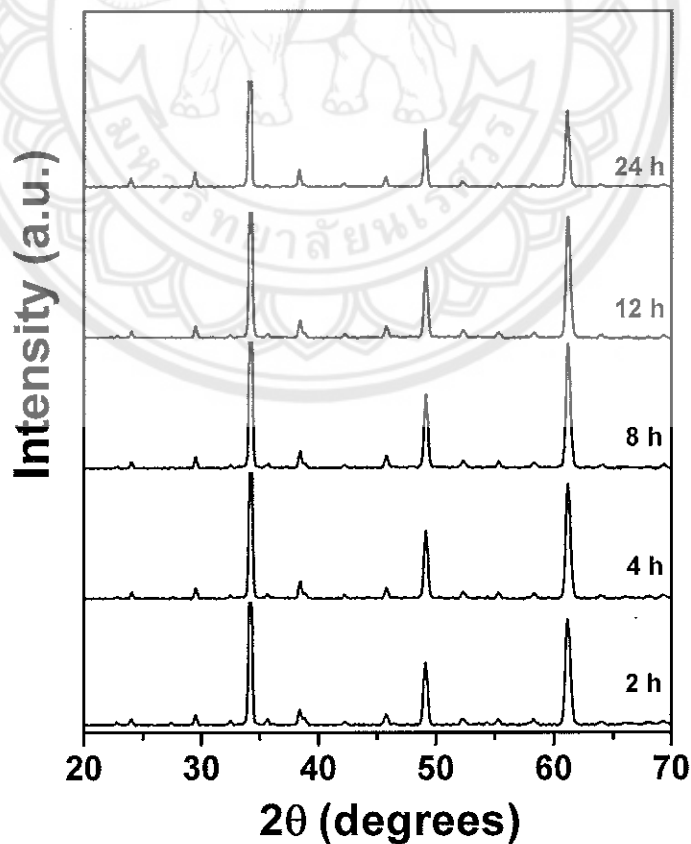
รูป 4.2 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700 – 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที (ก) ยังไม่เผาแคลไซน์ (ข) 700 °C (ค) 800 °C (ง) 900 °C (จ) 950 °C และ (ฉ) 1000 °C

จากรูป 4.2 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700, 800, 900, 950 และ 1000 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะเป็นสารหลายชนิดมาผสมกัน ดังรูป 4.2 (ก) เมื่อเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700-900 °C ผงผลึกที่ได้ยังมีลักษณะไม่สม่ำเสมอ ดังรูป 4.2 (ข)-(ง) สอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่จะเห็นว่าพีคที่ได้ยังมีสารตั้งต้นเหลืออยู่มาก แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 950 และ 1000 °C พบว่าผงผลึกที่ได้มีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน ดังรูป 4.2 (จ) และ (ฉ) เมื่อพิจารณาประกอบกันกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของ

รังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ได้ ณ อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 950°C กับ 1000°C ไม่ค่อยแตกต่างกัน จึงทำการแปรเวลาในการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950°C ต่อไป

4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรเวลาเผาแซ้ในการเผาแคลไซน์

จากการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีมีกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 700 , 800 , 900 , 950 และ 1000°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิแคลไซน์ 950 และ 1000°C มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และมีลักษณะรูปร่างของผงผลึกคล้ายคลึงกัน จึงทำการแปรค่าเวลาในการเผาแซ้โดยเลือกเผาแซ้ที่อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลา 2 , 4 , 8 , 12 และ 24 ชั่วโมง นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลานานต่างๆ กัน แสดงได้ดังรูป 4.3

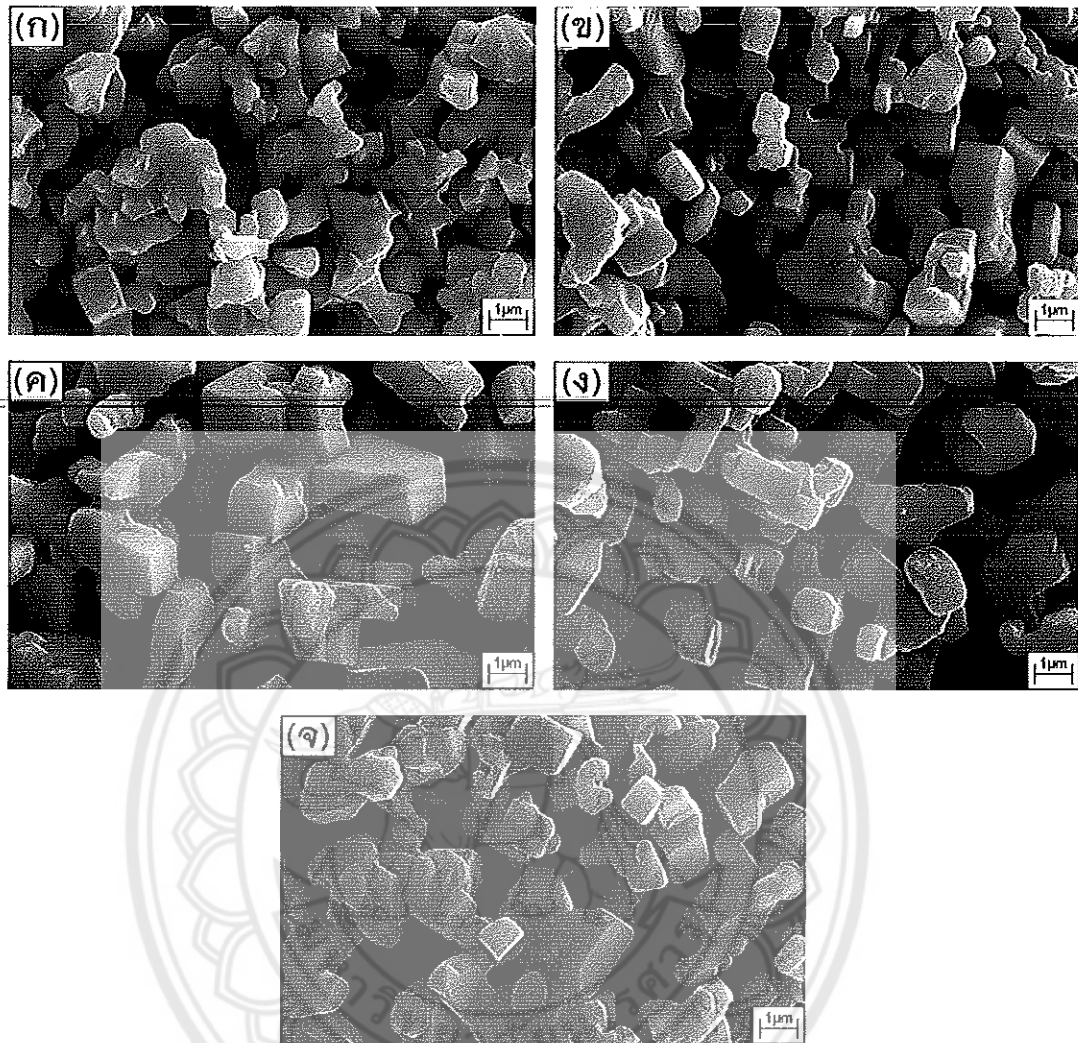


รูป 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลา 2 , 4 , 8 , 12 และ 24 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$

จากรูป 4.3 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลานานต่างๆ กันนั้น ลักษณะของพีคเด่นยังคงพบ ณ ตำแหน่งมุมเลี้ยวเบนเดิม มีการพอร์มตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ แล้ว ตามรายงานของ Liu และคณะ [23] เมื่อเผาเช่นกันขึ้น รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกนี้มีลักษณะเรียบขึ้น จากนี้จะตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ได้เพื่อประกอบการเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ของผงผลึกนี้

4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่แปรเวลาในการเผาแคลไซน์

จากการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 700, 800, 900, 950 และ 1000 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิแคลไซน์ 950 และ 1000 °C มีลักษณะรูปร่างของผงผลึกคล้ายคลึงกัน จึงทำการแปรค่าเวลาในการเผาแซ่โดยเลือกเผาแซ่ที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 2, 4, 8, 12 และ 24 ชั่วโมง นำไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงได้ดังรูป 4.4



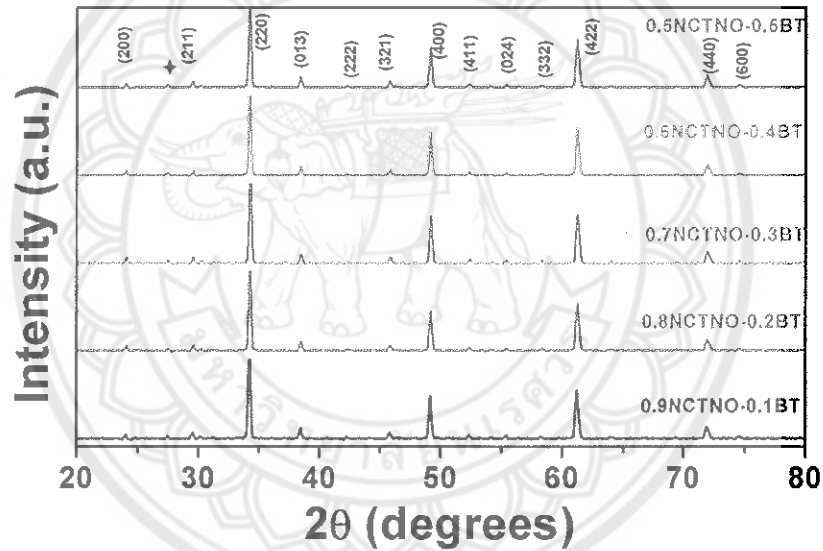
รูป 4.4 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลาต่างๆ กัน ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$ โดยที่ (ก) 2 ชั่วโมง (ข) 4 ชั่วโมง (ค) 8 ชั่วโมง (ง) 12 ชั่วโมง และ (จ) 24 ชั่วโมง

จากรูป 4.4 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลาต่างๆ กัน ตามลำดับ จะเห็นว่าลักษณะของอนุภาคของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ที่ได้มีความสม่ำเสมอดีทุกเวลาในการเผาแช่ เมื่อพิจารณาประกอบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ จึงเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมเป็น เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อใช้ในการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ เพื่อใช้ในงานวิจัยต่อไป

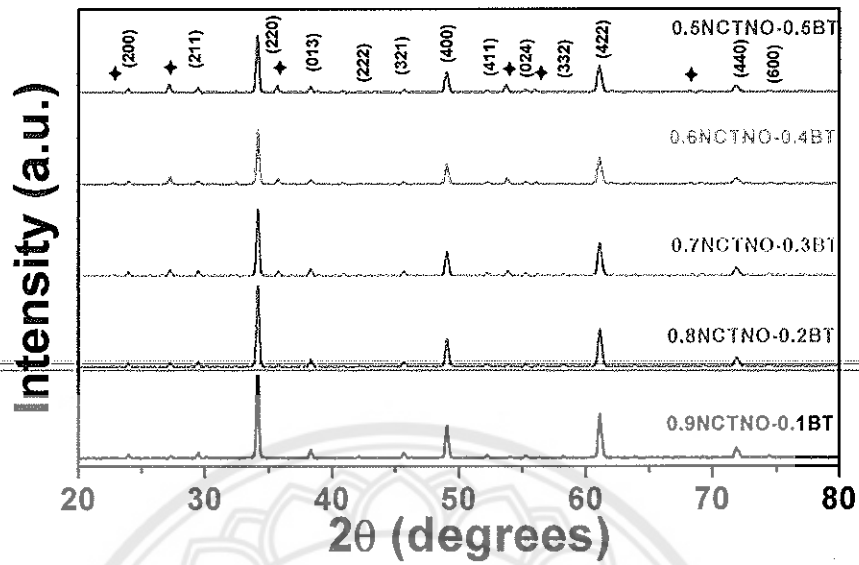
โดยการนำผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ผสมกับผงผลึก BaTiO_3 ในสัดส่วนจำนวนโมล $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ โดยที่ $x = 0.1, 0.2, 0.3, 0.4$ และ 0.5 แล้วนำไปอัดขึ้นรูปเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตามลำดับ

4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$

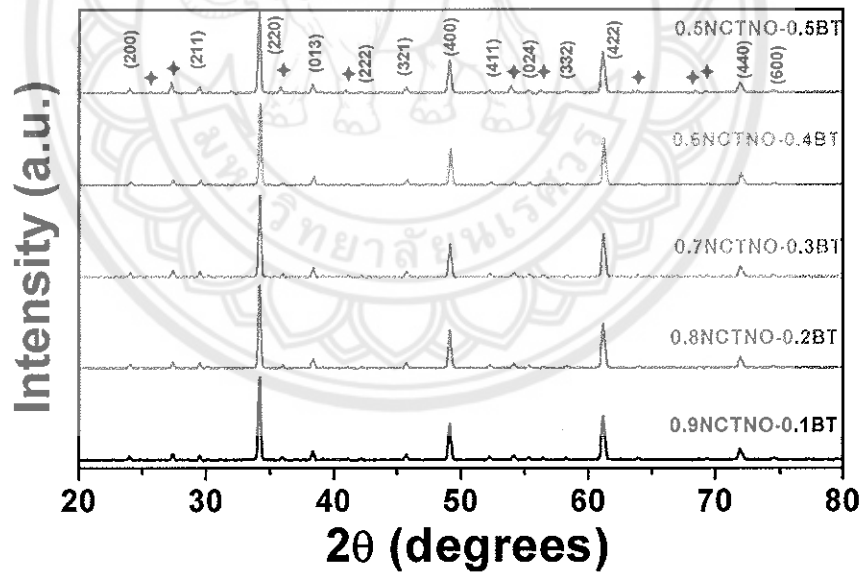
นำเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ หรือต่อไปนี้จะเรียกย่อๆ ว่า เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 975–1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นดังรูป 4.5–4.8



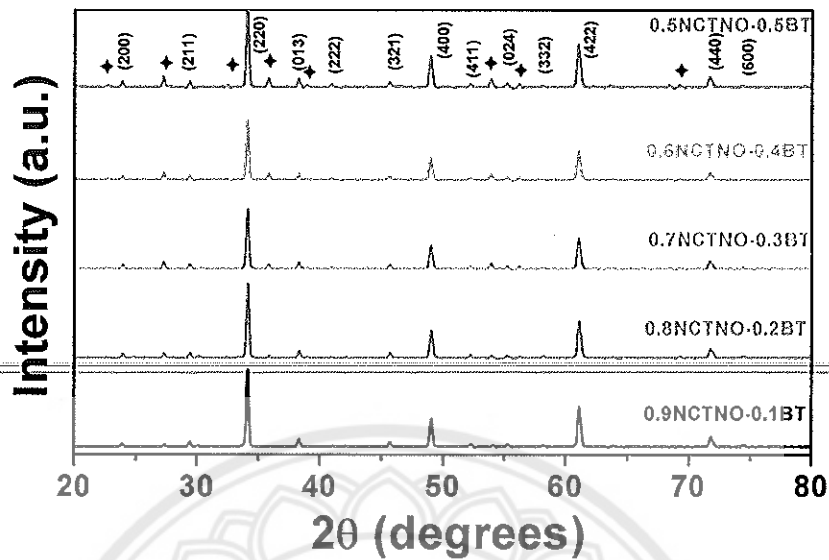
รูป 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที



รูป 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$



รูป 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$



รูป 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$

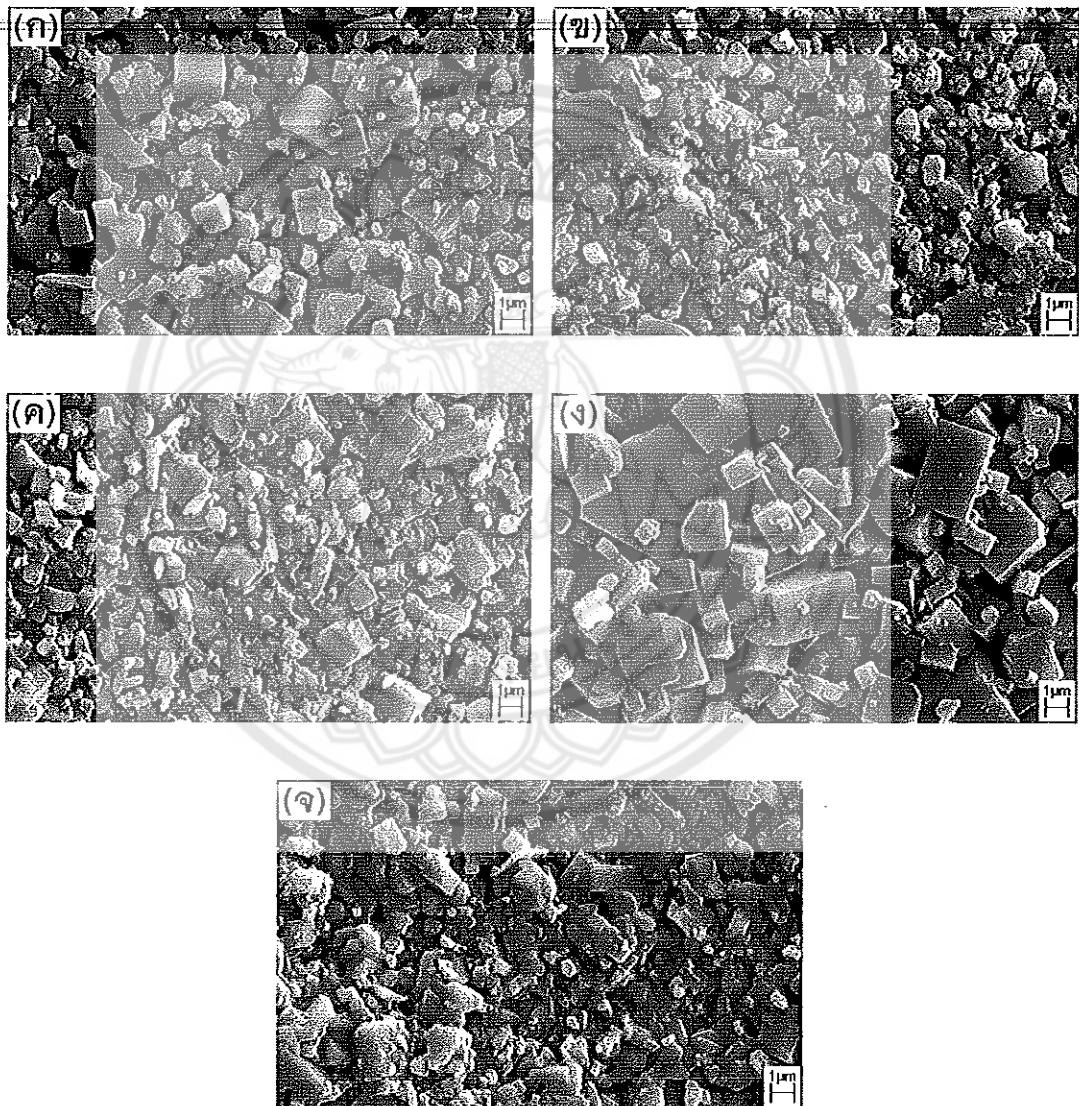
จากรูป 4.5-4.8 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $925-1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่าเซรามิกทั้งหมดมีโครงสร้างเป็นเพอร์รอฟสไกต์ body center cubic ที่มีสเปกตรัม $Im\bar{3}$ [23] และพบเฟสที่สองของ BaTiO_3 หรือ BT แทนด้วยสัญลักษณ์ \blacklozenge ซึ่งตรงกับข้อมูลมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 85-1791 [27] โดยพบว่าเมื่อปริมาณ x เพิ่มขึ้น การตรวจพบปริมาณของ BT ก็เพิ่มมากขึ้น และตรวจพบในทุกอุณหภูมิซินเตอร์

จากนี้จะตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $925-1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่ได้เพื่อประกอบการศึกษาสมบัติของเซรามิกนี้ต่อไป

4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$

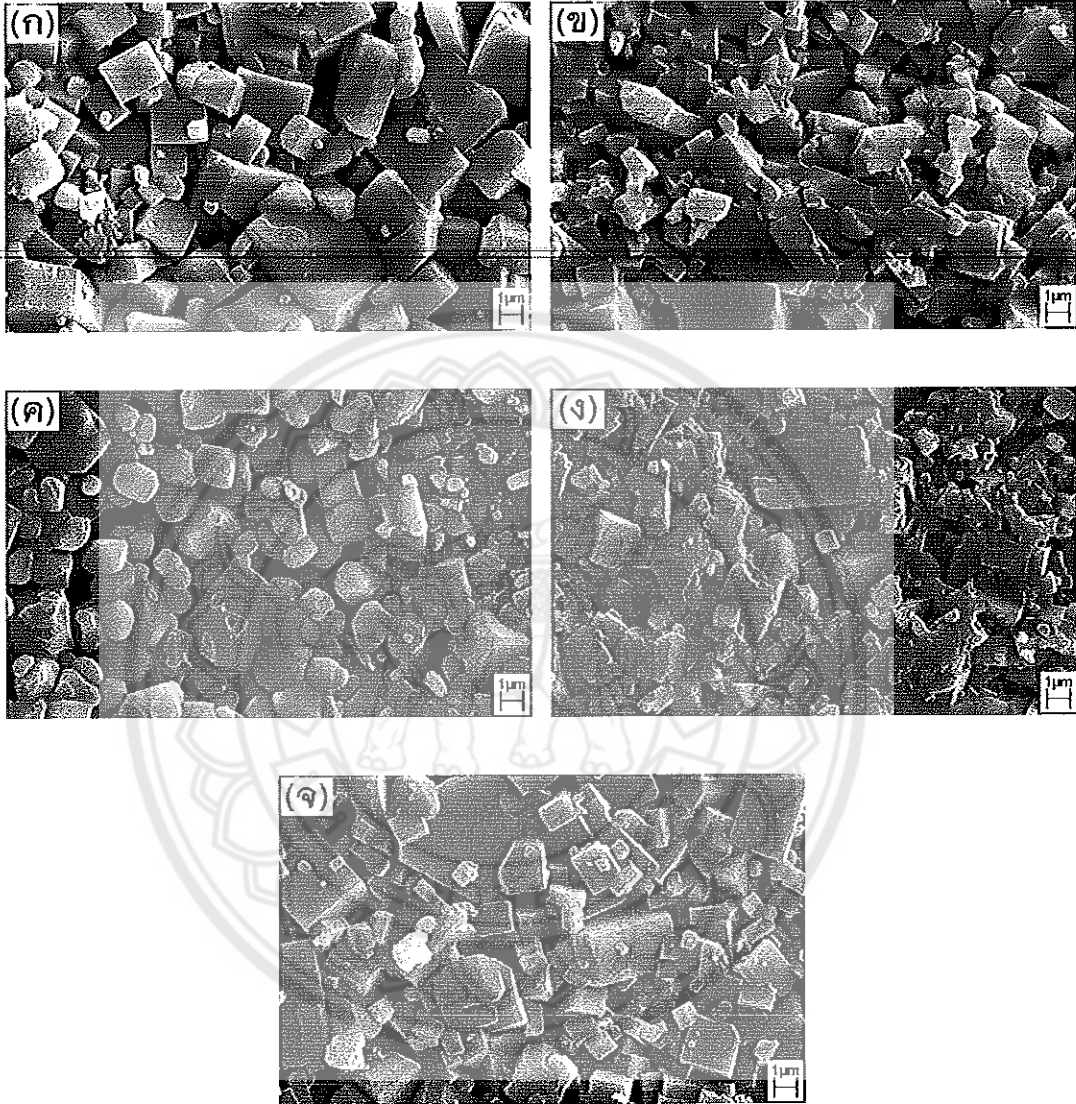
นำเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $975-1025\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก พบลักษณะรูปร่างของเซรามิกเป็นดังรูป 4.9-4.12

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $975\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง



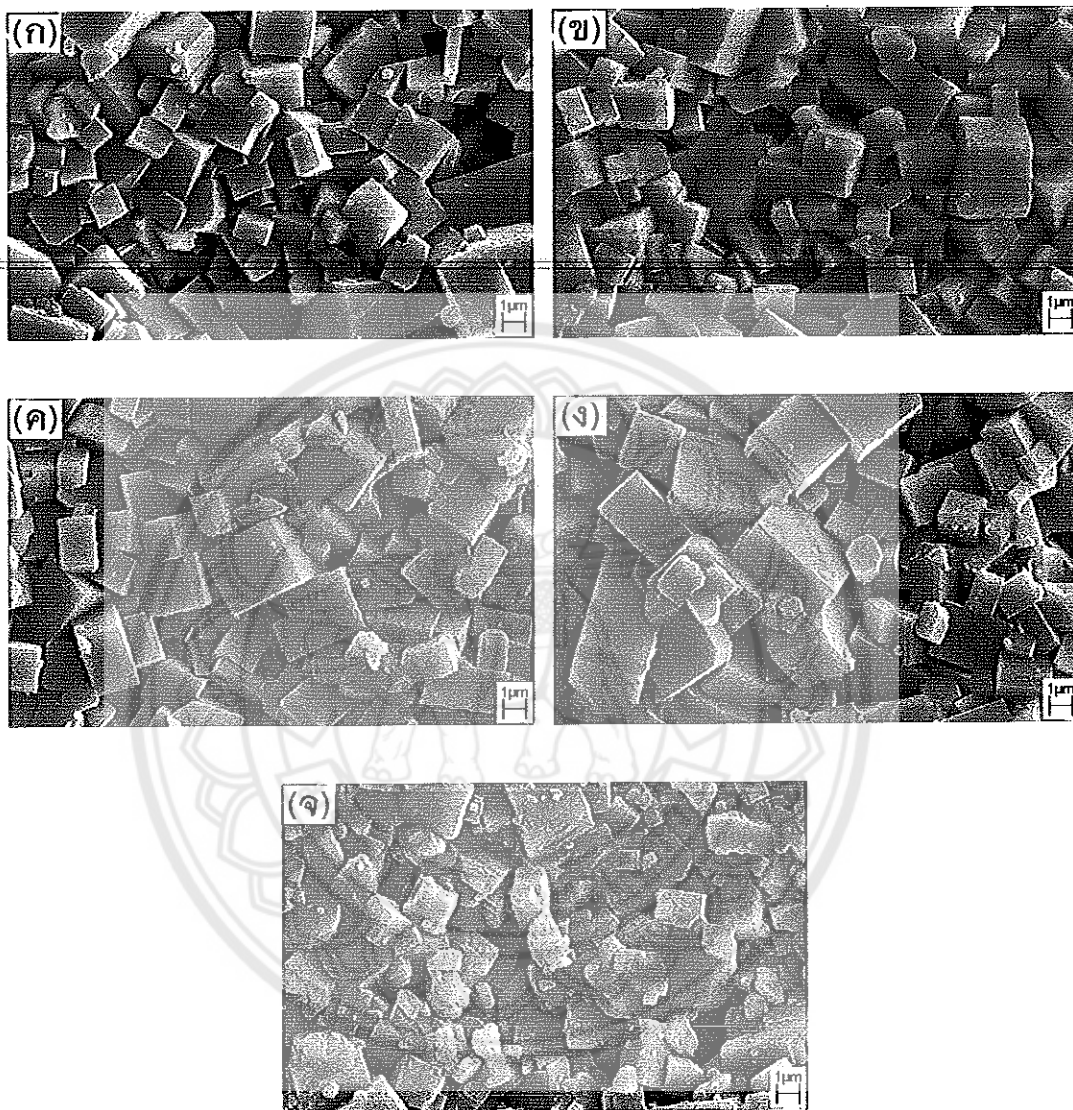
รูป 4.9 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $975\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{นาที}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง



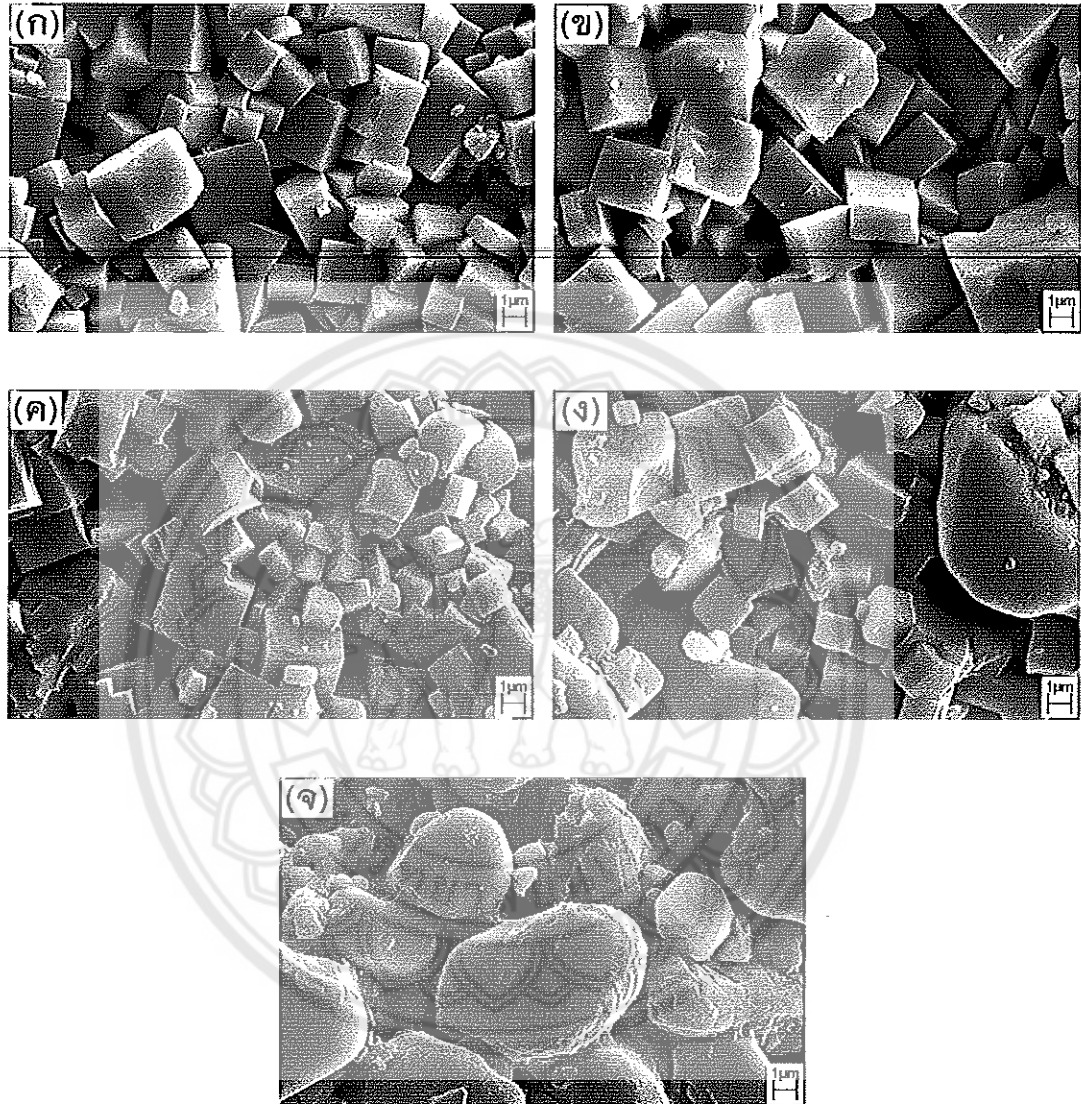
รูป 4.10 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง



รูป 4.11 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง



รูป 4.12 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

จากรูป 4.9-4.12 พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้นทำให้ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ มีขนาดใหญ่ขึ้น และเมื่อปริมาณ BT เพิ่มขึ้นยังไม่ค่อยเห็นการเปลี่ยนแปลงขนาดของเกรนมากนักเมื่อเทียบกับอุณหภูมิซินเตอร์ จึงทำการศึกษาสสมบัติต่างๆของเซรามิกนี้ต่อไป

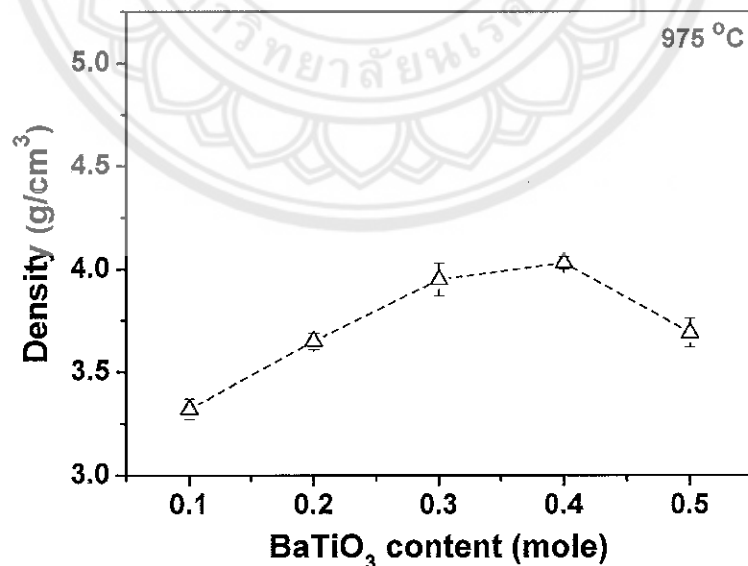
4.7 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$

นำเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มาทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส และนำมาคำนวณหาค่าความหนาแน่นตามสมการที่ (3.3)

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C มีค่าความหนาแน่นตามดังตาราง 4.1 และดังรูป 4.13

ตาราง 4.1 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ความหนาแน่น (g/cm^3)
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	3.32 ± 0.05
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	3.65 ± 0.04
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	3.95 ± 0.08
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	4.03 ± 0.03
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	3.69 ± 0.07

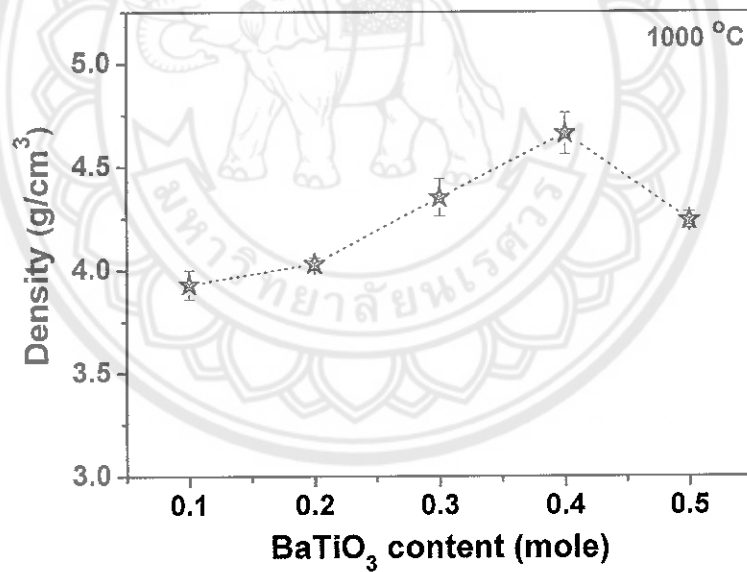


รูป 4.13 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าชินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีค่าความหนาแน่นตามดังตาราง 4.2 และดังรูป 4.14

ตาราง 4.2 ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าชินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT	ความหนาแน่น (g/cm^3)
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	3.93 ± 0.07
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	4.03 ± 0.03
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	4.35 ± 0.09
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	4.66 ± 0.10
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	4.24 ± 0.04

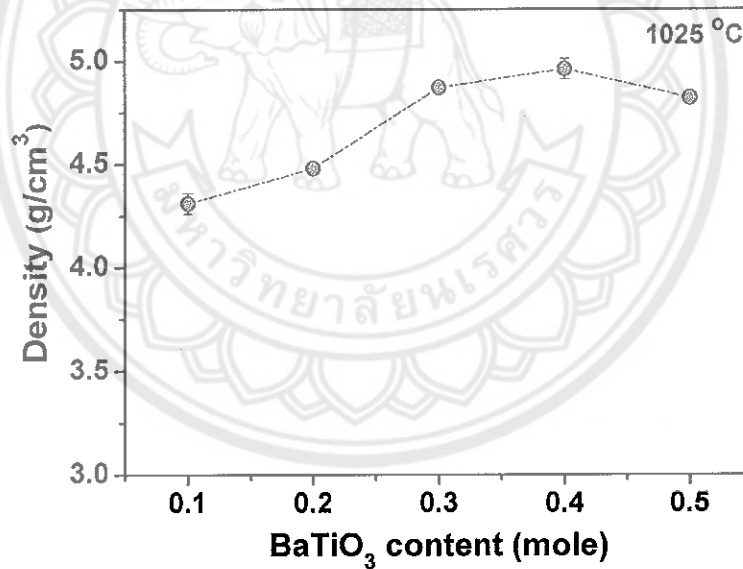


รูป 4.14 ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เฝ้าชินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีค่าความหนาแน่นตามดังตาราง 4.3 และดังรูป 4.15

ตาราง 4.3 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ความหนาแน่น (g/cm^3)
$(0.9)\text{NCTNO}-(0.1)\text{BT}$	4.31 ± 0.05
$(0.8)\text{NCTNO}-(0.2)\text{BT}$	4.48 ± 0.03
$(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$	4.87 ± 0.02
$(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$	4.96 ± 0.05
$(0.5)\text{NCTNO}-(0.5)\text{BT}$	4.82 ± 0.03

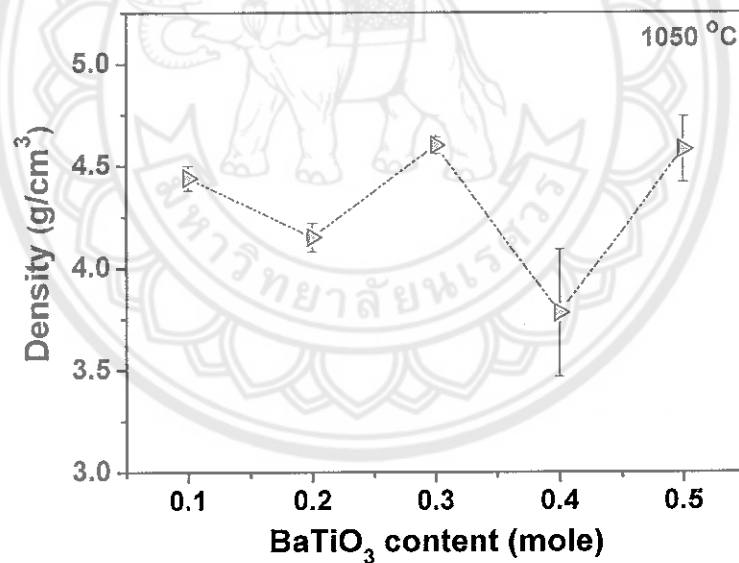


รูป 4.15 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก (1-x) NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีค่าความหนาแน่นตามดังตาราง 4.4 และดังรูป 4.16

ตาราง 4.4 ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT	ความหนาแน่น (g/cm^3)
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	4.44 ± 0.06
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	4.15 ± 0.07
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	4.60 ± 0.04
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	3.78 ± 0.31
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	4.58 ± 0.16

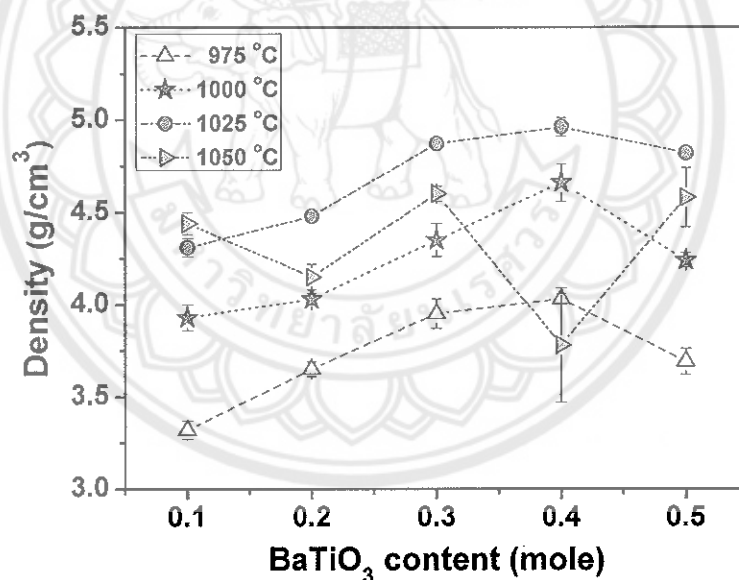


รูป 4.16 ความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เมื่อนำความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C มาเขียนรวมจะมีค่าตามตาราง 4.5 และดังรูป 4.17

ตาราง 4.5 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT (g/cm^3)				
	$x = 0.1$	$x = 0.2$	$x = 0.3$	$x = 0.4$	$x = 0.5$
975	3.32 ± 0.05	3.65 ± 0.04	3.95 ± 0.08	4.03 ± 0.03	3.69 ± 0.07
1000	3.93 ± 0.07	4.03 ± 0.03	4.35 ± 0.09	4.66 ± 0.10	4.24 ± 0.04
1025	4.31 ± 0.05	4.48 ± 0.03	4.87 ± 0.02	4.96 ± 0.05	4.82 ± 0.03
1050	4.44 ± 0.06	4.15 ± 0.07	4.60 ± 0.04	3.78 ± 0.31	4.58 ± 0.16



รูป 4.17 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

จากข้อมูลความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เมื่อแปรค่า $x = 0.1-0.5$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่าเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT ที่ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C มีค่าความหนาแน่นสูงสุดเกือบทุกการแปรค่าของ BT และ พบว่าเซรามิก (0.6) NCTNO- (0.4) BT เฝ้าซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1025 °C มีความหนาแน่นสูงสุด

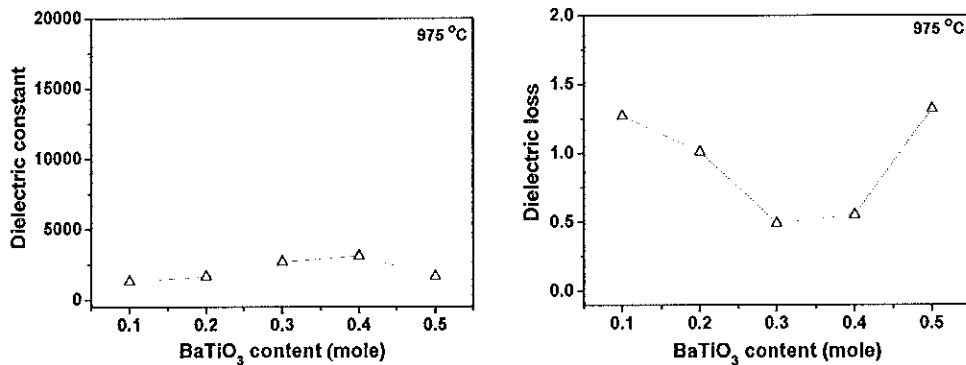
4.8 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$

นำเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มาขัดผิวหน้าของเซรามิกทั้งสองข้างให้ได้ระนาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ ล้างและอบให้แห้ง วัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของเซรามิกที่ขัดแล้ว จากนั้นทำขั้วด้วยกาวเงิน นำไปวัดค่าความจุไฟฟ้า และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก (Dielectric loss) โดยใช้ความถี่ในการวัด 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แล้วทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกตามสมการ (3.4)

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.6 และดังกราฟในรูป 4.18

ตาราง 4.6 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ϵ_r	$\tan\delta$
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	1300	1.27
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	1640	1.01
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	2690	0.49
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	3100	0.55
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	1660	1.32



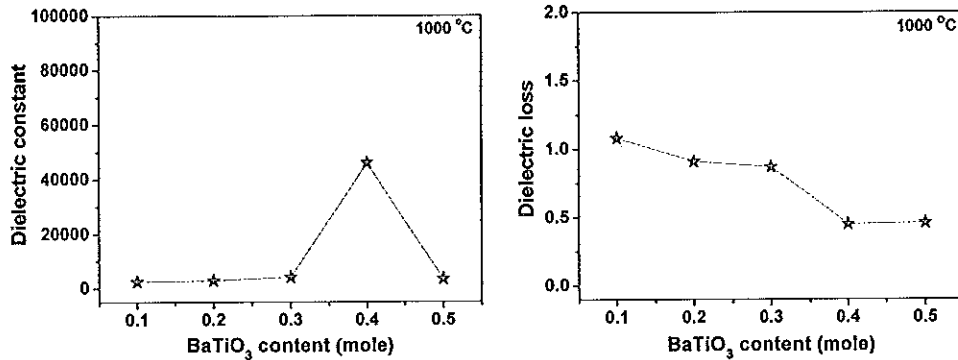
รูป 4.18 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

จากตาราง 4.6 และกราฟในรูป 4.18 พบว่าเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C นั้น ยังให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่น้อย และมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกมาก ไม่เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน ทั้งนี้สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เงื่อนไขเดียวกันนี้มีค่าไม่มากนัก

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.7 และดังกราฟในรูป 4.19

ตาราง 4.7 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ϵ_r	$\tan\delta$
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	2480	1.08
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	2860	0.91
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	4100	0.87
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	46010	0.45
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	3420	0.46



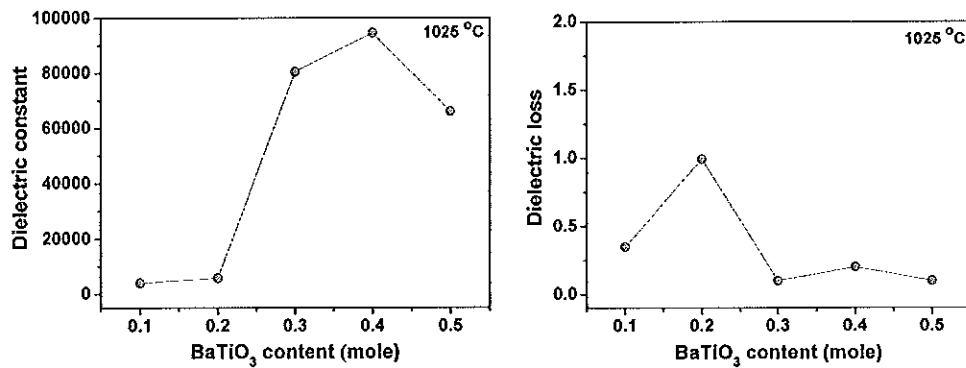
รูป 4.19 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

จากตาราง 4.7 และกราฟในรูป 4.19 พบว่าเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1000 °C นั้น ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงกว่าเซรามิกเดียวกันที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C และยังมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกค่อนข้างสูงอยู่ จึงยังไม่เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน ทั้งนี้สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เสื่อมไต่เดียวกันนี้

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.8 และดังกราฟในรูป 4.20

ตาราง 4.8 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT	ϵ_r	$\tan\delta$
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	3990	0.35
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	5850	0.99
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	80500	0.10
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	94590	0.20
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	66100	0.10



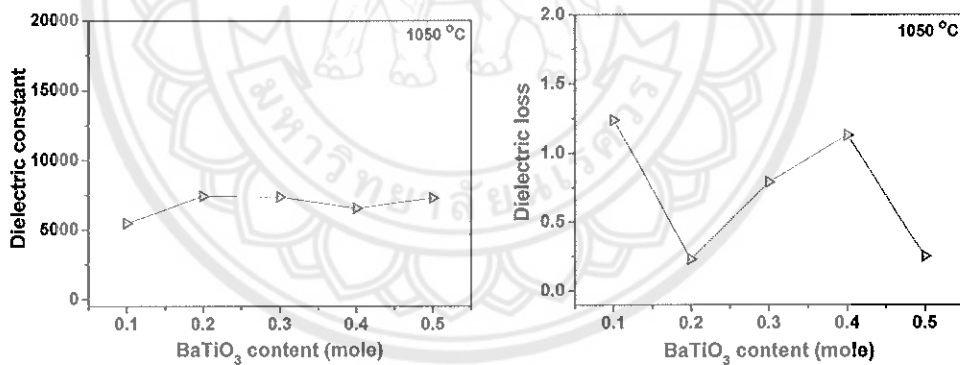
รูป 4.20 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

จากตาราง 4.8 และกราฟในรูป 4.20 พบว่าเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ นั้น ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าเซรามิกเดียวกันที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $975\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ และมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกต่ำ เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน ทั้งนี้สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เงื่อนไขเดียวกันนี้ที่มีความหนาแน่นสูงที่สุดในเกือบทุกการแปรค่า BT โดยเฉพาะเซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ และเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ ซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด เป็น 80500 และ 94590 ตามลำดับ และมีค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกต่ำสุด เป็น 0.1 และ 0.2 ตามลำดับ

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.9 และดังกราฟในรูป 4.21

ตาราง 4.9 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT	ϵ_r	$\tan\delta$
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	5470	1.24
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	7420	1.23
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	7370	0.79
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	6540	1.13
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	7280	0.25



รูป 4.21 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

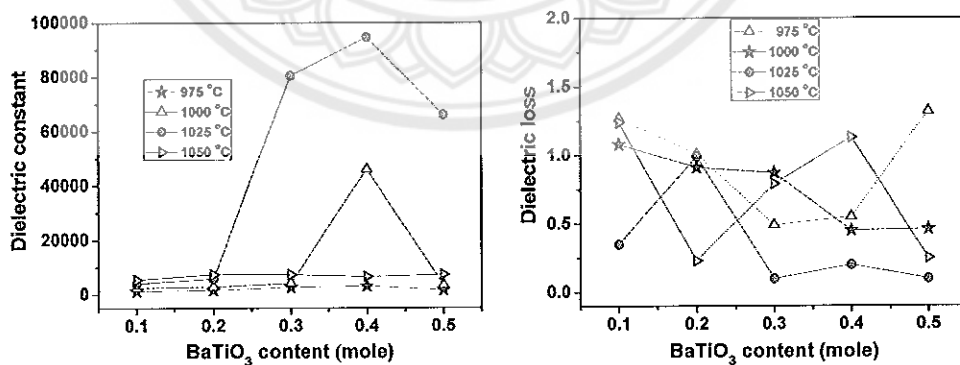
จากตาราง 4.9 และกราฟในรูป 4.21 พบว่าเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ นั้น ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ำกว่าเซรามิกเดียวกันที่เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ และมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกค่อนข้างสูง ไม่เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน ทั้งนี้สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เงื่อนไขเดียวกันนี้ที่มีความหนาแน่นไม่ค่อยแน่นอน ทั้งนี้เนื่องมาจากอุณหภูมิใน

การเผาซินเตอร์เซรามิกสูงเกินไป ทำให้เซรามิกเริ่มมีรูพรุนบ้าง หรือเริ่มมีการหลอมรวมกันบ้าง ดังรูปถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เมื่อนำค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของ เซรามิก (1-x) NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C มา เขียนรวมจะมีค่าตามตาราง 4.10 และดังรูป 4.22

ตาราง 4.10 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

อุณหภูมิ ซินเตอร์ (°C)	สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT									
	x = 0.1		x = 0.2		x = 0.3		x = 0.4		x = 0.5	
	ϵ_r	$\tan\delta$	ϵ_r	$\tan\delta$	ϵ_r	$\tan\delta$	ϵ_r	$\tan\delta$	ϵ_r	$\tan\delta$
975	1300	1.27	1640	1.01	2690	0.49	3100	0.55	1660	1.32
1000	2480	1.08	2860	0.91	4100	0.87	46010	0.45	3420	0.46
1025	3990	0.35	5850	0.99	80500	0.10	94590	0.20	66100	0.10
1050	5470	1.24	7420	1.23	7370	0.79	6540	1.13	7280	0.25



รูป 4.22 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของ เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

จากตาราง 4.10 และกราฟในรูป 4.22 พบว่าเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975–1050 °C นั้น ทำให้เห็นภาพรวมของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก ซึ่งพบว่าเซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ และเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่โดดเด่นมาก และมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกต่ำมาก เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน ทั้งนี้สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เงื่อนไขเดียวกันนี้ที่มีความหนาแน่นสูงทั้ง 2 เงื่อนไข สอดคล้องกับงานวิจัยก่อนหน้านี้ที่เมื่อความหนาแน่นของเซรามิกสูงขึ้นจะทำให้สมบัติทางไดอิเล็กทริกดีขึ้น [28–30]

4.9 ผลการศึกษาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก

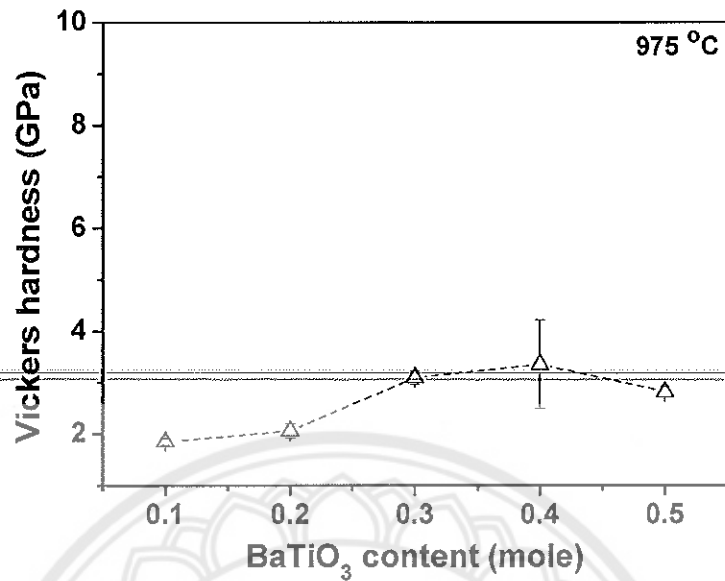


นำเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 – 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มาทำการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 150, 240, 360, 600, 800 และ 1000 เพื่อให้มีผิวหน้าเรียบได้ระนาบ และขัดเงาด้วยสเปรย์ผงขัดเพชรที่มีอนุภาค 6 μm , 3 μm และ 1 μm จนผิวหน้าของชิ้นงานมีความเงาเป็นกระจก จึงนำชิ้นงานนี้ล้าง อบ และทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ ด้วยเครื่องทดสอบค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ นำรอยกดที่ได้ไปวัดค่ารอยกดและคำนวณค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ตามสมการ (3.5)

ผลที่ได้จากการวัดค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.11 และดังกราฟในรูป 4.23

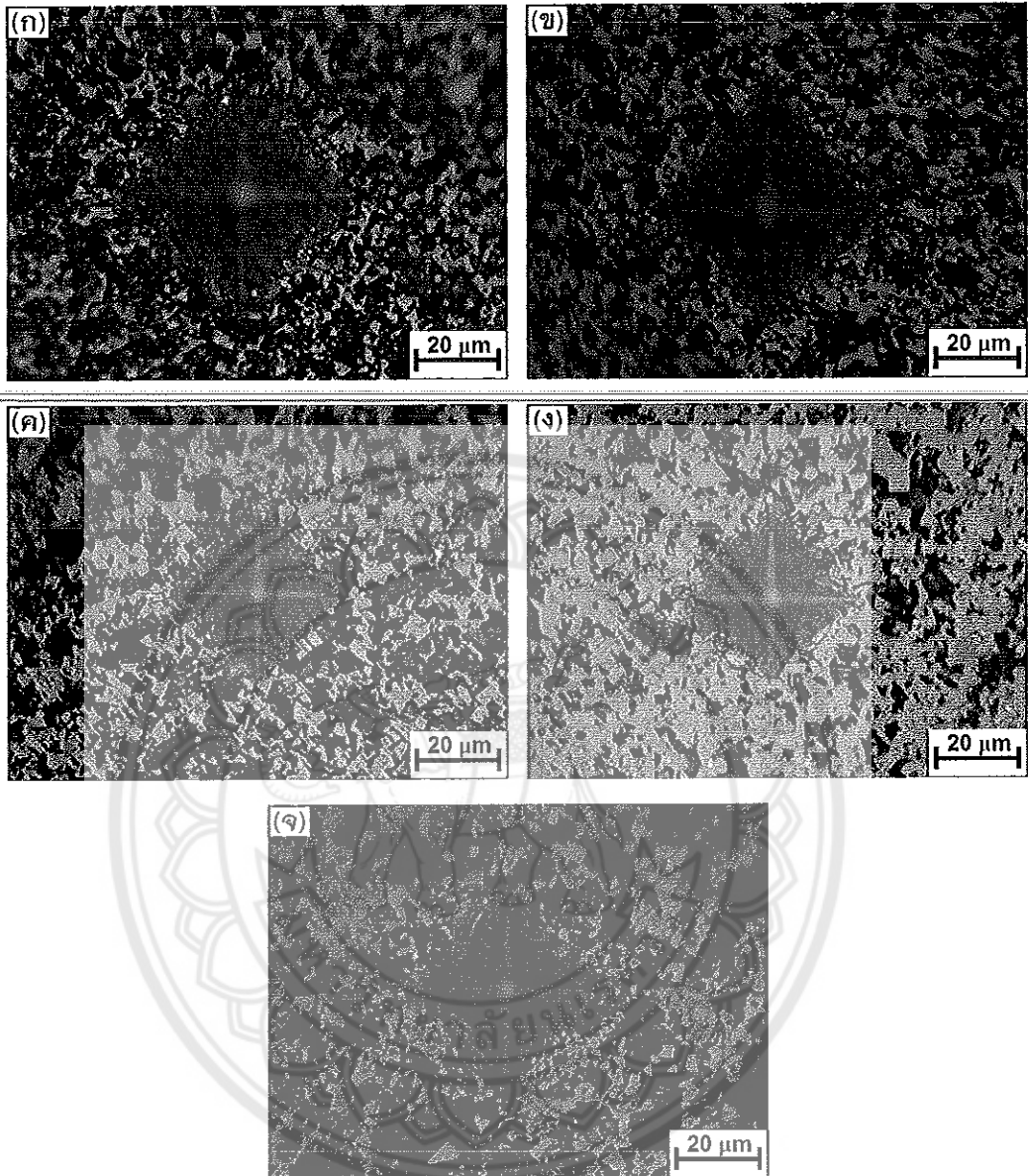
ตาราง 4.11 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (GPa)
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	1.85±0.07
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	2.06±0.14
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	3.10±0.13
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	3.36±0.86
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	2.82±0.10



รูป 4.23 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

จากกราฟในรูป 4.23 และจากตาราง 4.11 จะเห็นว่าค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มีค่าค่อนข้างต่ำ นั่นคือเซรามิกยังมีความพรุนสูง และมีความหนาแน่นต่ำ รูปถ่ายด้วยกล้องแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ แสดงดังรูป 4.24 ซึ่งจะเห็นรอยกดแบบวิกเกอร์ค่อนข้างใหญ่

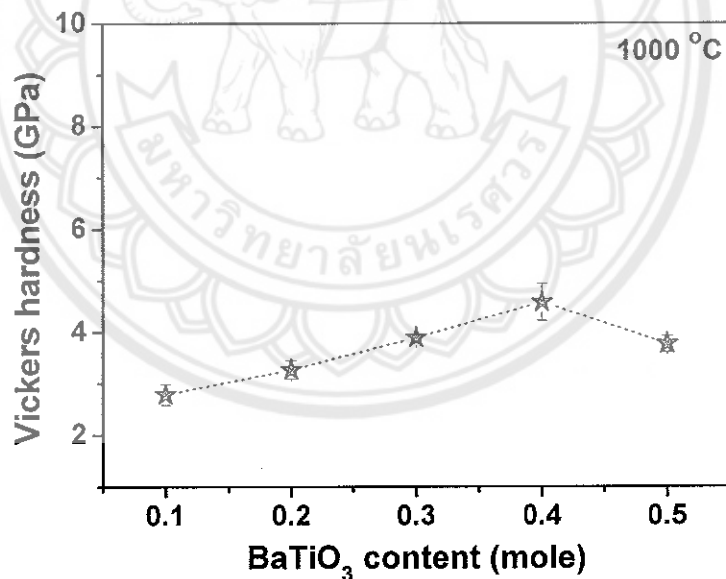


รูป 4.24 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $975\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

ผลที่ได้จากการวัดค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.12 และดังกราฟในรูป 4.25

ตาราง 4.12 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

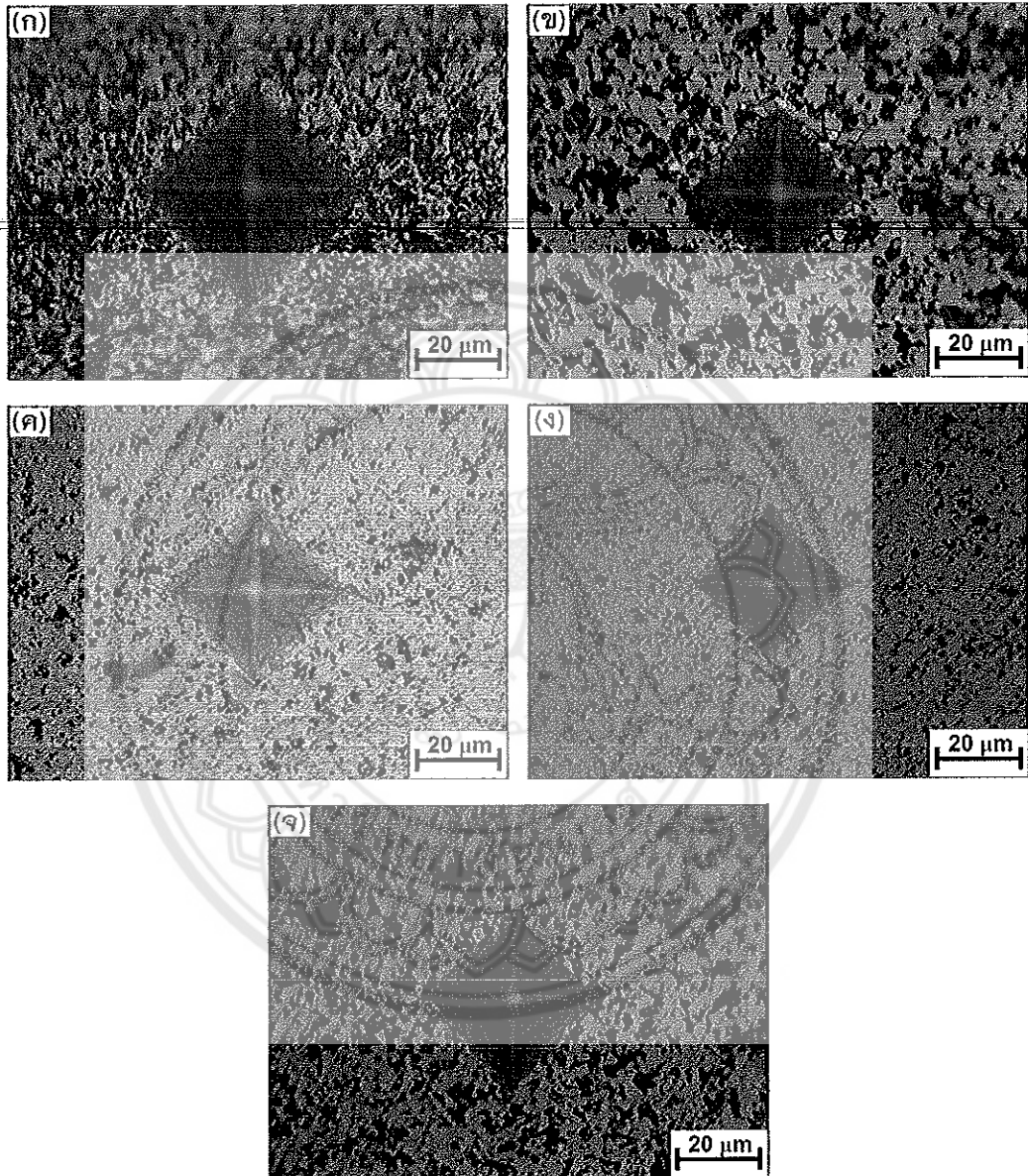
เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (GPa)
$(0.9)\text{NCTNO}-(0.1)\text{BT}$	2.79 ± 0.20
$(0.8)\text{NCTNO}-(0.2)\text{BT}$	3.27 ± 0.18
$(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$	3.89 ± 0.06
$(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$	4.58 ± 0.36
$(0.5)\text{NCTNO}-(0.5)\text{BT}$	3.77 ± 0.15



รูป 4.25 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

จากกราฟในรูป 4.25 และจากตาราง 4.12 จะเห็นว่าค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มีค่าความแข็งสูงกว่าของเซรามิกเดียวกันเมื่อเพาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $925\text{ }^{\circ}\text{C}$ ใน

ทุกเงื่อนไขของการเติม BT แต่ค่าความแข็งที่ได้ก็ยังไม่สูงมาก รูปถ่ายด้วยกล้องแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ แสดงดังรูป 4.26

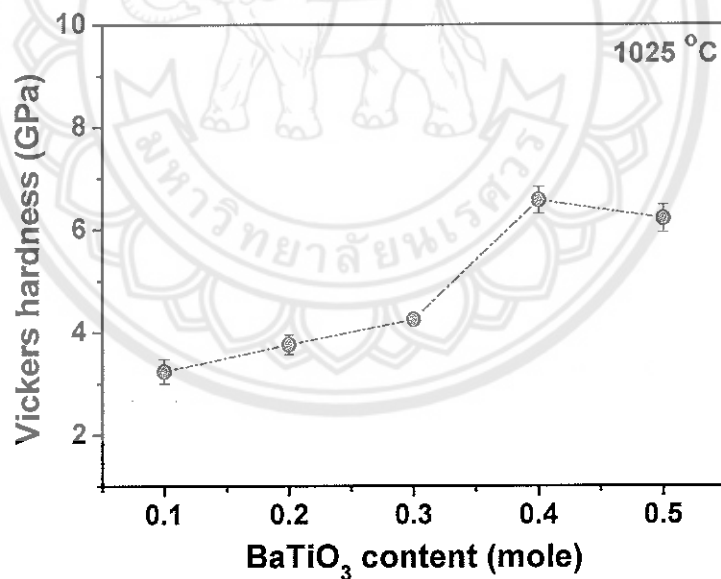


รูป 4.26 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

ผลที่ได้จากการวัดค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.13 และดังกราฟในรูป 4.27

ตาราง 4.13 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

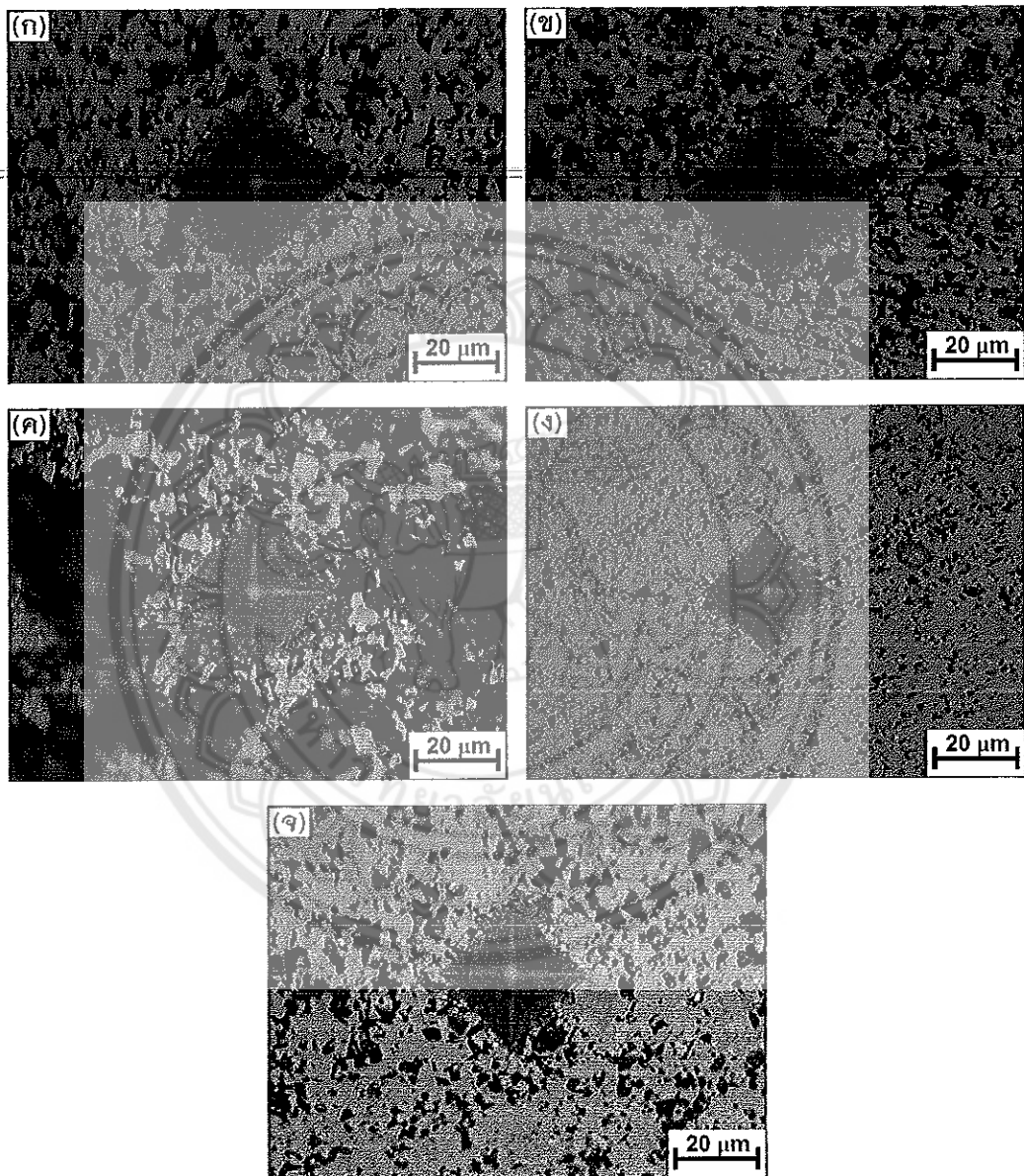
เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (GPa)
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	3.24 ± 0.24
(0.8)NCTNO-(0.2)BT	3.76 ± 0.19
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	4.25 ± 0.09
(0.6)NCTNO-(0.4)BT	6.57 ± 0.26
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	6.21 ± 0.27



รูป 4.27 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

จากกราฟในรูป 4.27 และจากตาราง 4.13 จะเห็นว่าค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มีค่าความแข็งสูงกว่าของเซรามิกเดียวกันเมื่อเพาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 925°C

และ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในทุกเงื่อนไขของการเติม BT ค่าความแข็งที่ได้ก็ยังไม่สูงและไม่ต่ำมาก รูปถ่ายด้วยกล้องแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ แสดงดังรูป 4.28

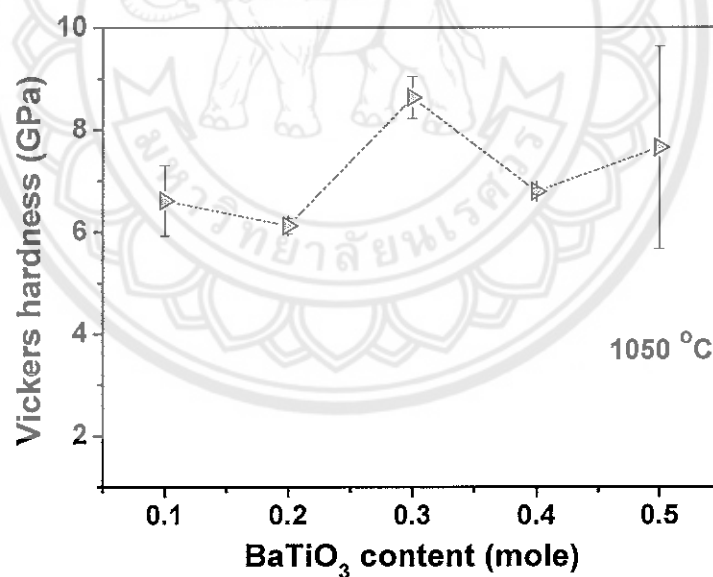


รูป 4.28 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

ผลที่ได้จากการวัดค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เป็นดังตาราง 4.14 และดังกราฟในรูป 4.29

ตาราง 4.14 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

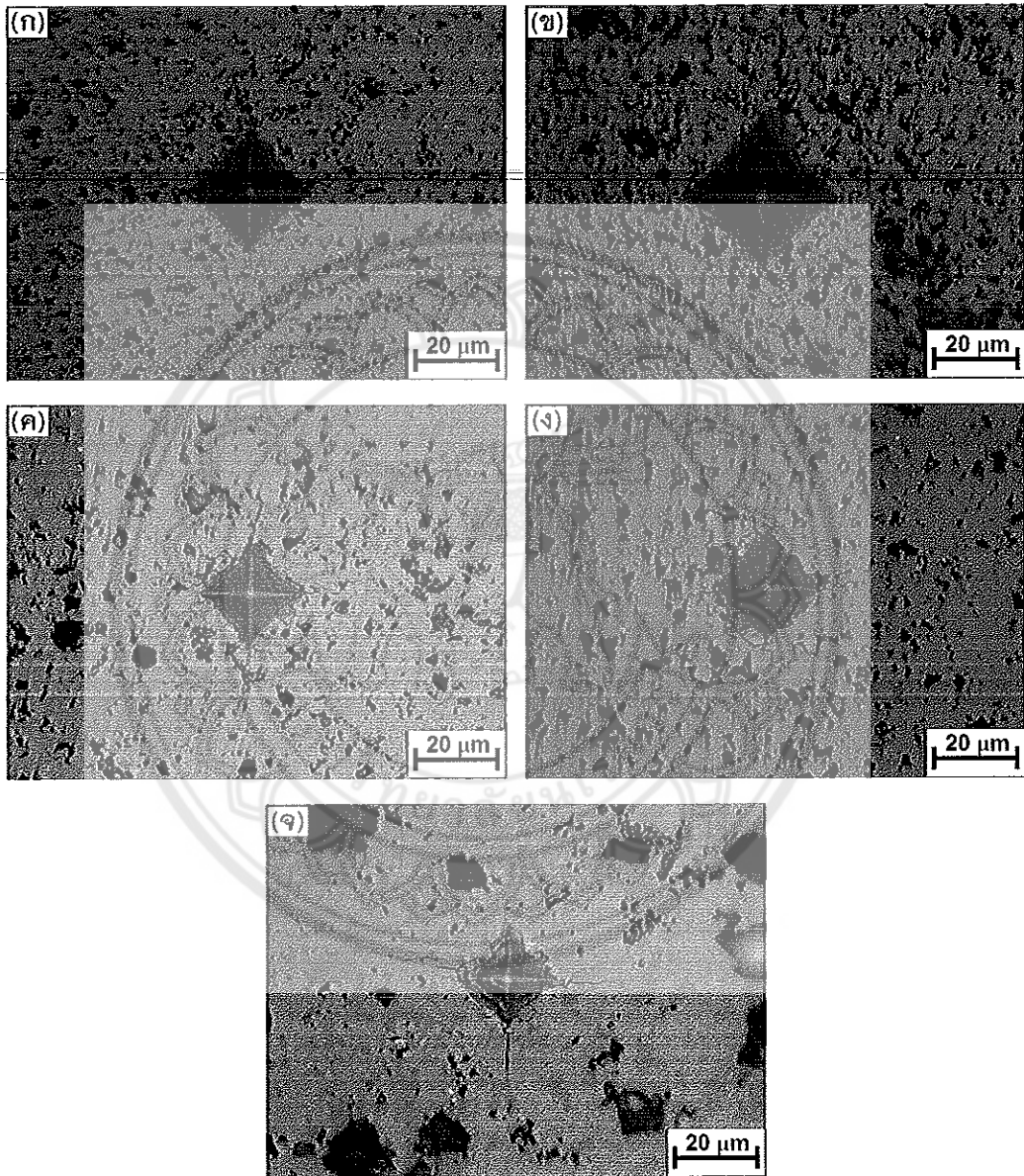
เซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (GPa)
$(0.9)\text{NCTNO}-(0.1)\text{BT}$	6.61 ± 0.69
$(0.8)\text{NCTNO}-(0.2)\text{BT}$	6.12 ± 0.15
$(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$	8.63 ± 0.41
$(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$	6.79 ± 0.06
$(0.5)\text{NCTNO}-(0.5)\text{BT}$	7.65 ± 1.98



รูป 4.29 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

จากกราฟในรูป 4.29 และจากตาราง 4.13 จะเห็นว่าค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มีค่าความแข็งสูงกว่าของเซรามิกเดียวกันเมื่อเพาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $975\text{ }^{\circ}\text{C}$ -

1025 °C ในทุกเงื่อนไขของการเติม BT ค่าความแข็งที่ได้มีค่าสูงมาก แต่ไม่ค่อยสม่ำเสมอเท่าใดนัก รูปถ่ายด้วยกล้องแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C แสดงดังรูป 4.30

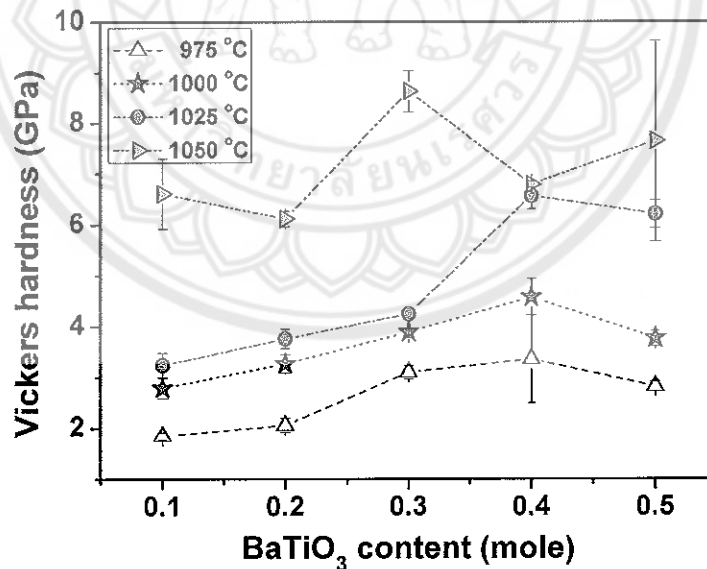


รูป 4.30 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยที่ (ก) $x = 0.1$ (ข) $x = 0.2$ (ค) $x = 0.3$ (ง) $x = 0.4$ และ (จ) $x = 0.5$

เมื่อนำค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C มาเขียนรวมจะมีค่าตามตาราง 4.15 และดังรูป 4.31

ตาราง 4.15 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 - 1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT (GPa)				
	$x = 0.1$	$x = 0.2$	$x = 0.3$	$x = 0.4$	$x = 0.5$
975	1.85±0.07	2.06±0.14	3.10±0.13	3.36±0.86	2.82±0.10
1000	2.79±0.20	3.27±0.18	3.89±0.06	4.58±0.36	3.77±0.15
1025	3.24±0.24	3.76±0.19	4.25±0.09	6.57±0.26	6.21±0.27
1050	6.61±0.69	6.12±0.15	8.63±0.41	6.79±0.06	7.65±1.98



รูป 4.31 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

จากกราฟในรูป 4.31 และจากตาราง 4.13 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก $(1-x)$ NCTNO- (x) BT เมื่อ $x = 0.1-0.5$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975-1050 °C เป็น

เวลา 10 ชั่วโมง พบว่าเซรามิก (0.9)NCTNO-(0.1)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975 °C มีค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์น้อยที่สุดโดยมีค่าความแข็ง 1.85 ± 0.07 GPa และเซรามิก (0.7)NCTNO-(0.3)BT เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C มีค่าความแข็งระดับจุลภาคสูงสุด โดยมีค่าเป็น 8.63 ± 0.41 GPa แต่เซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C มีค่าความแข็งสูงนั้นเนื่องมาจากขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิกนี้ค่อนข้างใหญ่ รอยกุดที่ได้จึงค่อนข้างเล็ก และค่าความแข็งของเซรามิกที่สูงมากจะมีข้อเสียที่เปราะ และหักง่าย ดังนั้นเซรามิก (1-x)NCTNO-(x)BT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1050 °C นี้จึงไม่เหมาะที่จะนำไปประยุกต์ใช้

งาน



บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

สำหรับงานวิจัยเรื่องสมบัติเชิงกลและสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาของแข็งแบบดั้งเดิม เงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ หรือเรียกว่าผงผลึก NCTNO โดยใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 950°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เมื่อนำผงผลึก NCTNO ผสมกับผงผลึก BaTiO_3 หรือเรียกย่อว่าผงผลึก BT โดยมีสัดส่วนจำนวนโมลเป็นดังนี้ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ แปรค่าจำนวนโมลของ BT หรือ $x = 0.1-0.5$ ขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง สามารถสรุปได้ดังนี้

1. เซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไขของการแปรค่าจำนวนโมลของ BT และทุกอุณหภูมิซินเตอร์ พบเฟสของ NCTNO และ BT
2. พบว่าโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทุกเงื่อนไขของการแปรค่าจำนวนโมลของ BT และทุกอุณหภูมิซินเตอร์ มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1025°C พบว่าลักษณะของเกรนมีการแน่นตัวมากกว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์อื่น
3. ความหนาแน่นของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ที่มีความหนาแน่นมากที่สุดได้แก่เซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C รองลงมาคือเซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิเดียวกัน
4. สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ทั้งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก วัดที่ความถี่ 1 kHz และวัดที่อุณหภูมิห้อง พบว่าเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดคือ 94590 และมีค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก 0.2 ในขณะที่เซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิเดียวกัน มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงรองลงมาคือ 80500 และมีค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก 0.1 ซึ่งเซรามิกทั้งสองเงื่อนไขเหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้านวัสดุไดอิเล็กทริก

- สมบัติเชิงกลของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ในงานวิจัยใช้ค่าความแข็งในระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ ซึ่งพบว่าเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีค่าความแข็ง 6.57 GPa ขณะที่เซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิเดียวกัน มีค่าความแข็ง 4.25 GPa ซึ่งเป็นค่าความแข็งที่สูงหรือต่ำจนเกินไป

โดยภาพรวมสามารถเลือกเงื่อนไขในการเตรียมเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานได้เป็นเซรามิก $(0.6)\text{NCTNO}-(0.4)\text{BT}$ และเซรามิก $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1025\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสม

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากงานวิจัยนี้ได้พบว่ายังมีวิธีการเตรียมผงผลึกและเซรามิกอีกหลายแบบ สามารถนำมาเปรียบเทียบกันเพื่อให้ได้วิธีการเตรียมผงผลึกและเซรามิกที่ง่ายและลดต้นทุนในการผลิต และได้ผลผลิตที่มีประสิทธิภาพดี ซึ่งอยู่ที่ความละเอียดในกระบวนการเตรียม และยังสามารถศึกษาวิจัยได้อีกหลายวิธี



เอกสารอ้างอิง

- [1] C.C. Homes, T. Vogt, S.M. Shapiro, S. Wakimoto, M.A. Subramanian and A.P. Ramirez, "Charge transfer in the high dielectric constant materials $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ and $\text{CdCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ " *Phys Rev B.*, **67**: 092106 1–4, 2003.
- [2] M.A. Subramanian, D. Li, N. Duran, B.A. Reisner and A.W. Sleight, "RAPID COMMUNICATION High-Dielectric Constant in $\text{ACu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ - and $\text{ACu}_3\text{Ti}_3\text{FeO}_{12}$ -Phases", *J. Sol. State Chem.*, **151**: 323–325, 2000.
- [3] A.F.L. Almeida, P.B.A. Fechine, J.C. Goes, M.A. Valente, M.A.R. Miranda and A.S.B. Sombra, "Dielectric properties of BaTiO_3 (BTO)– $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (CCTO) composite screen-printed thick films for high dielectric constant devices in the medium frequency (MF) range", *Mat. Sci. Eng. B*, **111**: 113–123, 2004.
- [4] W.T. Hao, J.L. Zhang, Y.Q. Tan, M.L. Zhao and C.L. Wang, "Giant dielectric permittivity properties and relevant mechanism of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{SbO}_{12}$ ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, **94**: 1067–1072, 2011.
- [5] N. Sangwong, W. Somphan, P. Thongbai, T. Yamwong and S. Meansiri, "Electrical responses and dielectric relaxations in giant permittivity $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{TaO}_{12}$ ceramics", *Applied Physics A*, **108**: 385–392, 2012.
- [6] H.J. Hwang and K. Niihara, "Subcritical Crack Growth Phenomenon and Fractography of Barium Titanate and Barium Titanate-Based Composite", *Scripta Mater.*, **36**: 183–187, 1996.
- [7] วรณวิสัย ไชยสาร, "ความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบและสมบัติเชิงกลในเซรามิกแบบเรียบไทเทเนต-เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต" วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ 2546.
- [8] D.L. Hankey and J.V. Biggers, "Solid-State Reaction in the System PbO – TiO_2 – ZrO_2 ", *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**: c172–c173, 1981.
- [9] A.J. Moulson and J.M. Herrbert. *Electroceramics: Material, Properties and Applications*, 2003; (2nd ed.), John Wiley and Sons Ltd, West Sussex, England.
- [10] รัตติกง อิมนิรัญ, เอกสารประกอบการสอนวิชาคุณลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุ, 2545, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่: เชียงใหม่.

- [11] Ferroelectric-materials, สืบค้นเมื่อ 8 ธันวาคม 2560 สืบค้นจาก
<https://www.electrical4u.com/ferroelectric-materials/>
- [12] การบดละเอียด, สืบค้นเมื่อ 8 ธันวาคม 2560 สืบค้นจาก
http://www.thaiceramicsociety.com/pc_pre_grindmore.php
- [13] BaTiO₃ structure, สืบค้นเมื่อ 8 ธันวาคม 2560 สืบค้นจาก
https://commons.wikimedia.org/wiki/File:BaTiO3_oxygen_coordination.png
- [14] B.A. Bender and M.-J. Pan, "The effect of processing on the giant dielectric properties of CaCu₃Ti₄O₁₂", *Mat. Sci. Eng. B*, **117**: (2005) 339–347.
- [15] B. Shri Prakash and K.B.R. Varma, "Effect of sintering conditions on the dielectric properties of CaCu₃Ti₄O₁₂ and La_{2/3}Cu₃Ti₄O₁₂ ceramics: A comparative study", *Physica B*, **328**: 312–319, 2006.
- [16] B. Shri Prakash and K.B.R. Varma, "Microstructural and dielectric properties of donor doped (La³⁺) CaCu₃Ti₄O₁₂ ceramics", *J. Mater Sci: Mater Electron*, **17**: 899–907, 2006.
- [17] B. Shri Prakash and K.B.R. Varma, "Effect of sintering conditions on the microstructural, dielectric, ferroelectric and varistor properties of CaCu₃Ti₄O₁₂ and La_{2/3}Cu₃Ti₄O₁₂ ceramics belonging to the high and low dielectric constant members of ACu₃M₄O₁₂ (A = alkali, alkaline-earth metal, rare-earth metal or vacancy, M = transition metal) family of oxides", *Physica B*, **403**: 2246–2254, 2008.
- [18] M.A. Subramanian and A.W. Sleight, "ACu₃Ti₄O₁₂ and ACu₃Ru₄O₁₂ perovskites: high dielectric constants and valence degeneracy", *Solid State Sciences*, **4**: 347–351, 2002.
- [19] W.T. Hao, J.L. Zhang, Y.Q. Tan and W.B. Su, "Giant dielectric-permittivity phenomena of compositionally and structurally CaCu₃Ti₄O₁₂-like oxide ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, **92**: 2937–2943, 2009.
- [20] S.H. Jin, H.P. Xia and Y.P. Zhang, "Effect of La-doping on the properties of CaCu₃Ti₄O₁₂ dielectric ceramics", *Ceramics International*, **35**: 309–313, 2009.
- [21] O.P. Raman Kashyap and R.P. Thakur, Tandon, "study of structural, dielectric and electrical conduction behavior of Gd substituted CaCu₃Ti₄O₁₂ ceramics, *Ceramics International*, **38**: 3029–3037, 2012.

- [22] W. Somphan, N. Sangwong, T. Yamwong and P. Thongbai, "Giant dielectric and electrical properties of sodium yttrium copper titanate: $\text{Na}_{1/2}\text{Y}_{1/2}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **23**: 1229–1234, 2012.
- [23] Y. Liu, W. Wang, J. Huang, F. Tang, C. Zhu and Y. Cao, "Dielectric properties of giant permittivity $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics", *Ceramics International*, **39**: 9201–9206, 2013.
- [24] E.J. Kramer, P. Haasen and R. Cahn, *Materials Science and Technology*. New York: VCH, 1992.
- [25] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการ ทำงานเบื้องต้น, กรุงเทพฯ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
- [26] Instructure Manual, Microhardness Tester MXT- α 3, MXT- α 7, MXT- α 3e, MXT- α 7e, Matsuzawa Seiki Co.,LTD.
- [27] Powder Diffraction File, Card No. 85-1791. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.
- [28] H-I. Hsiang, C-S. Hsi, C-C. Huang and S-L. Fu, "Sintering behavior and dielectric properties of BaTiO_3 ceramics with glass addition for internal capacitor of LTCC", *J Alloy Compd.*, **459**, 307–310, 2008.
- [29] V.A. Chaudhari and G.K. Bichile, "Synthesis, structural, and electrical properties of pure PbTiO_3 ferroelectric ceramics", *Smart Materials Research*; Article ID 147524, 9 pages, 2013.
- [30] S. Pattipaka, P. Mahesh and D. Pamu, "Structural and dielectric properties of lead free $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics", *AIP Conference Proceedings*; **1728**(1), 10.1063/1.4946403, 2016.

Output ที่ได้จากโครงการ

1. ตีพิมพ์ใน Proceedings การประชุมวิชาการระดับชาติ วิทยาศาสตร์วิจัยครั้งที่ 9

ชมพูนุช วรังกานากูล. ผลของแบเรียมไททาเนตต่อโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก โซเดียมคอปเปอร์ไททาเนียมไนโอเบต. Proceedings the 9th Science Research Conference, 25-26 พฤษภาคม 2560, มหาวิทยาลัยบูรพา จ.ชลบุรี, PY97-103.

2. ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

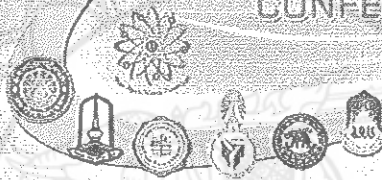
Chompoonuch Warangkanagool. Properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics with various sintering temperatures prepared by conventional solid-state reaction method. Integrated Ferroelectrics 2018; vol. 187, 173-180. Impact factor 0.203 (SJR Quartile 3)





การประชุมวิชาการระดับชาติ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 9
THE 9th SCIENCE RESEARCH CONFERENCE
"วิจัยแบบองค์รวมเพื่อมวลมนุษยชาติ"

SCIENCE
RESEARCH 9
CONFERENCE



รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ



25-26 พฤษภาคม 2560
มหาวิทยาลัยบูรพา ชลบุรี

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ ๑

ผลของแบเรียมไททาเนตต่อโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก
โซเดียมคอปเปอร์ไททาเนมในโอเบต

Effects of BaTiO_3 on phase structure and microstructure of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics

ชอมพูนุช วารังคณากุล^{1,2*}

Chompoonuch Warangkanaagul^{1,2*}

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น จ.ขอนแก่น ๔๕๐๐๐

²สถานวิจัยเพื่อความเป็นเลิศทางวิชาการด้านฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น จ.ขอนแก่น ๔๕๐๐๐

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของแบเรียมไททาเนตต่อโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาค ของเซรามิกโซเดียมคอปเปอร์ไททาเนมในโอเบต หรือเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ โดยการแปรค่า x เป็น 0, 0.2 และ 0.4 โมล เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 องศาเซลเซียส เมาธนานาน 10 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างเฟส และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตามลำดับ หนาความหนาแน่นโดยวิธีอาร์คิมิดีส พบเฟสรองของ BaTiO_3 ในโครงสร้างเฟสของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ และยังพบว่า BaTiO_3 ไปยับยั้งการเติบโตของเกรน ทำให้เกรนของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ มีขนาดเล็กลง เนื่องจากการเตรียมเซรามิกนี้ให้ได้ความหนาแน่นสูงสุดคือ เมาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1025 องศาเซลเซียส และเติม BaTiO_3 เป็นปริมาณ 0.4 โมล

คำสำคัญ : เซรามิกโซเดียมคอปเปอร์ไททาเนมในโอเบต เซรามิกแบเรียมไททาเนต โครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค

Abstract

In this research, the effect of BaTiO_3 on phase structure and microstructure of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics or $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics with various molecular weight of BT or $x = 0, 0.2$ and 0.4 were investigated. These ceramics were sintered at 975, 1000, 1025 and 1050°C for 10h. The phase structure and microstructure of these ceramics were examined by x-ray diffraction technique (XRD) and scanning electron microscopy (SEM), respectively. Density of sintered samples was measured by Archimedes method with distilled water as the fluid medium. It was found that the second phase of BaTiO_3 presents in phase structure of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics. The BaTiO_3 second phase would inhibit grain growth of the $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics. The optimum condition for the highest density of this ceramics was sinter at 1025°C and $x = 0.4$ mol.

Keywords : $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics, BaTiO_3 ceramics, Phase structure, Microstructure

*Corresponding author. E-mail : chompoonuchp@nu.ac.th

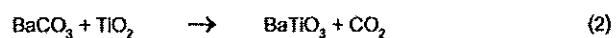
รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 9

1. บทนำ

สารไดอิเล็กทริกจำพวกพีโซอิเล็กทริก เช่น เลดเซอร์โคเนตโทแทนต (PZT) เลดแลนทาเนียมเซอร์โคเนตโทแทนต (PLZT) เลดโทแทนต (PT) เลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) และเลดซิงค์ไนโอเบต (PZN) เป็นสารประกอบที่นิยมนำมาใช้ในวงการอุตสาหกรรมทางด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากเรอามีกลเหล่านี้มีสมบัติที่สามารถเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้า และเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าไปเป็นพลังงานกลได้ดี มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง (Homes *et al.*, 2003; Subramanian *et al.*, 2000) แต่สารประกอบที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงนั้นส่วนใหญ่จะมีตะกั่ว (Pb) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งจะก่อให้เกิดมลพิษกับสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเกิดตะกั่วออกไซด์ (PbO) เกิดขึ้น และมีการระเหยของตะกั่วออกไซด์ได้ง่าย ในกระบวนการเตรียมสาร ในปัจจุบันยังมีสารเรอามีกลอีกระบบหนึ่งที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง นั่นคือแคลเซียมคอปเปอร์ โททานเนียมออกไซด์ (CCTO) ซึ่งเหมาะสมที่นำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุ เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงประมาณ 10,000 ที่ความถี่ 1 kHz จากอุณหภูมิห้องถึง 300 องศาเซลเซียส (Almeida *et al.*, 2004) ซึ่งเป็นวัสดุที่เป็นแนวหน้าในการนำมาประยุกต์ทางเทคโนโลยี (Subramanian *et al.*, 2000) ทำให้งานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาเรอามีกลในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ - $(x)\text{BaTiO}_3$ หรือ $(1-x)\text{NCTNO}$ - $(x)\text{BT}$ ซึ่ง NCTNO มีโครงสร้างคล้ายกับ CCTO มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง (Hao *et al.*, 2011; Sangwong *et al.*, 2012) และทำการเติม BaTiO_3 หรือ BT ลงไป ให้เป็นเรอามีกลในระบบ $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ - BaTiO_3 โดยศึกษาผลของ BT ที่มีต่อโครงสร้างเฟส และโครงสร้างจุลภาคของเรอามีกล NCTNO

2. วิธีการ

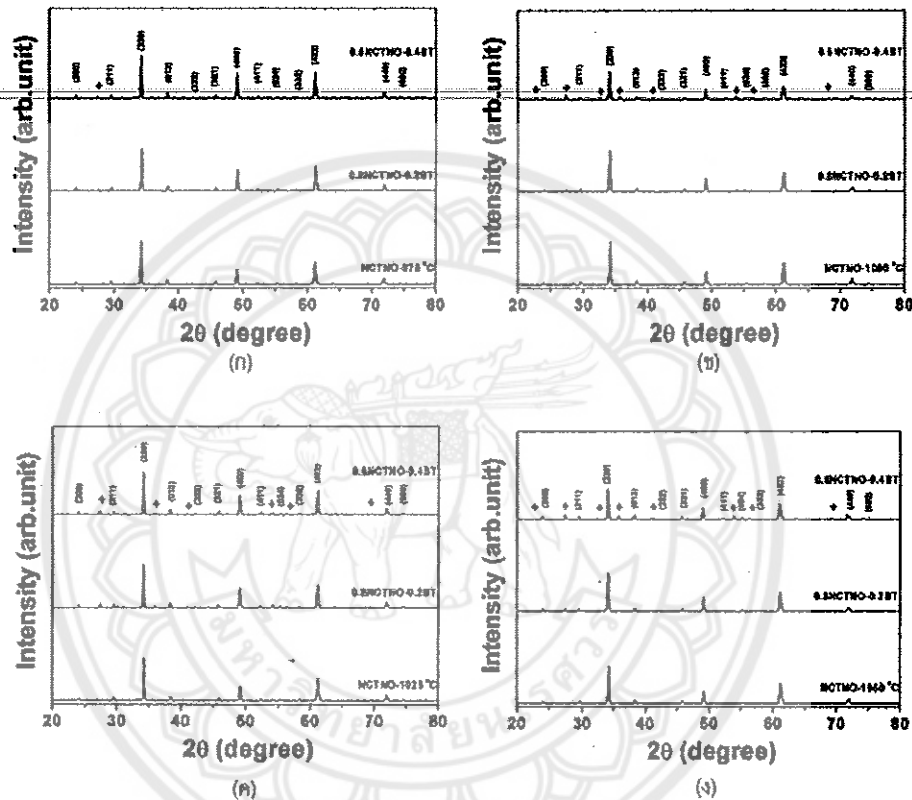
ทำการเตรียมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ จากสารตั้งต้น Na_2CO_3 , CuO , TiO_2 และ Nb_2O_5 ในปริมาณตามที่คำนวณจากปริมาณสารสัมพันธ์ตามสมการ (1) นำไปบดผสมเปียกโดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง นาน 24 ชั่วโมง ทำแห้งและคัดขนาด จะได้เป็นผงผสม นำไปเผาแคลไรท์ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที และทำการเตรียมผงผลึก BaTiO_3 จากสารตั้งต้น BaCO_3 และ TiO_2 ในปริมาณตามที่คำนวณจากปริมาณสารสัมพันธ์ตามสมการ (2) ไปบดผสมเปียกโดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง นาน 24 ชั่วโมง จากนั้นทำแห้งและคัดขนาด จะได้เป็นผงผสม นำไปเผาแคลไรท์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที แล้วทำให้แห้ง ทำการผสมผงผลึก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ และผงผลึก BaTiO_3 เพื่อให้เป็นผงผลึกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ - $(x)\text{BaTiO}_3$ โดยการแปรค่า $x = 0, 0.2$ และ 0.4 ทำการบดผสมเปียกอีกครั้งโดยผสมกับโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในสัดส่วน 1 กรัมต่อ PVA 1 มล เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทำแห้งอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นกลม ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร และหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ด้วยความดันขนาด 60 เมกะปาสกาล เป็นเวลานาน 30 วินาที จากนั้นนำผงผลึก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ - $(x)\text{BaTiO}_3$ ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วไปเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที ศึกษาโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคของเรอามีกลในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ - $(x)\text{BaTiO}_3$ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ หาค่าความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส (Archimedes method)



รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 9

3. ผลและอภิปราย

นำเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ที่แปรค่า x ในปริมาณ 0, 0.2 และ 0.4 มาตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ได้ผลดังรูปที่ 1

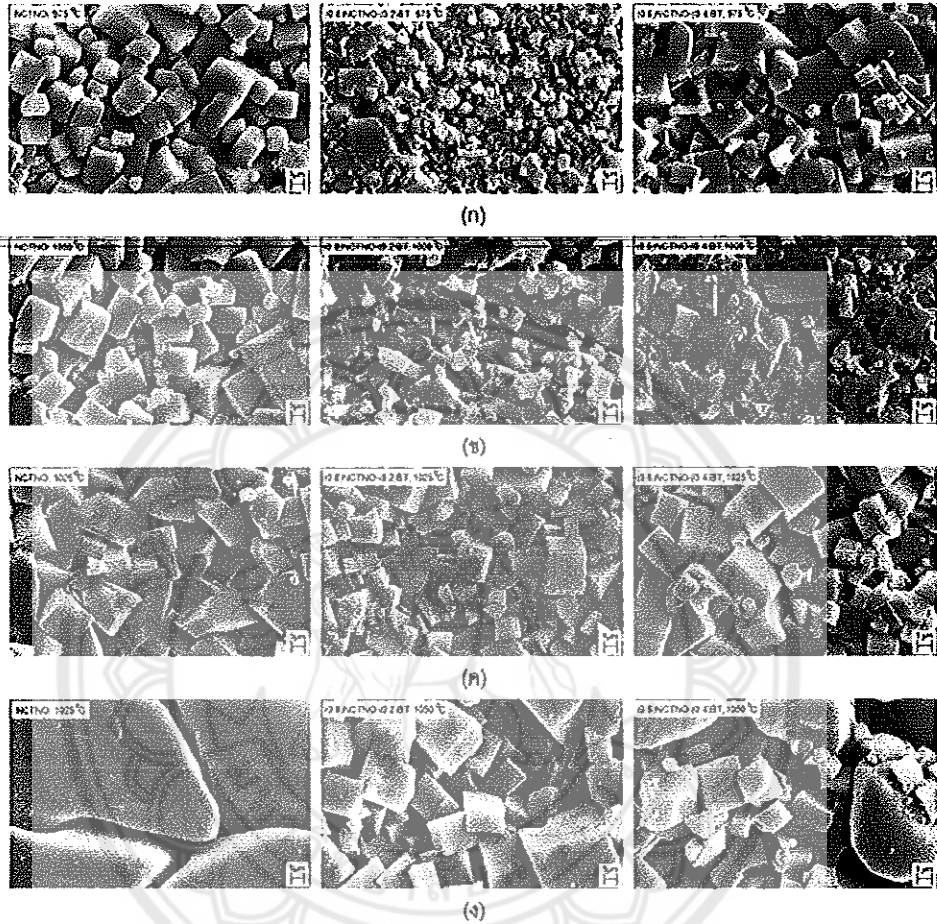


รูปที่ 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ (ก) 975 องศาเซลเซียส (ข) 1000 องศาเซลเซียส (ค) 1025 องศาเซลเซียส และ (ง) 1050 องศาเซลเซียส

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ในรูป 1 เป็นการเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 องศาเซลเซียส นานเป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ทั้งหมดยังคงเฟสหลักของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ไว้ (Liu *et al.*, 2013) แต่จะมีเฟสรองของเซรามิก BaTiO_3 เกิดขึ้นดังที่เห็นในรูปเป็นสัญลักษณ์สี่เหลี่ยมข้าวหลามตัด (◆) สอดคล้องกับข้อมูล BT ในฐานข้อมูลหมายเลข 85-1791 (Powder Diffraction File, 2000, JCPDS file no. 85-1791) ซึ่งจะพบว่ามีเฟสรองเกิดมากขึ้นเมื่อมีการเติมปริมาณของ BaTiO_3 เพิ่มขึ้น และเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ตั้งแต่ 1000 องศาเซลเซียสขึ้นไป จะพบเฟสรองมากขึ้น

เมื่อนำเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ที่แปรค่า x ในปริมาณ 0, 0.2 และ 0.4 มาตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังรูปที่ 2

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ ๑



รูปที่ 2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่บริเวณผิวหน้าของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เนาจีนเตอร์ ณ อุณหภูมิ (ก) 975 องศาเซลเซียส (ข) 1000 องศาเซลเซียส (ค) 1025 องศาเซลเซียส และ (ง) 1050 องศาเซลเซียส โดยภาพแถวซ้ายมือ $x = 0$ ภาพแถวกลาง $x = 0.2$ และภาพแถวขวามือ $x = 0.4$ ตามลำดับ

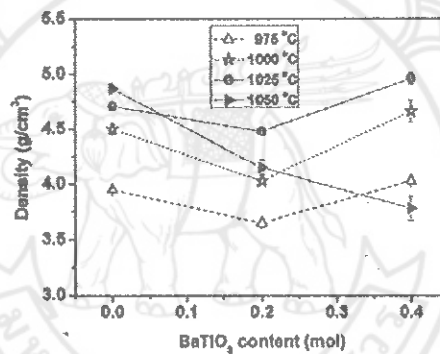
ในรูปที่ 2 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่บริเวณผิวหน้าของเซรามิก ในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ จะพบว่าเมื่อเนาจีนเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้น เซรามิกมีการแน่นตัวมากขึ้น ดังรูปใน แถวซ้ายทั้งหมดของรูปที่ 2 (ก) ถึง (ง) และเมื่อมีการเติม BaTiO_3 เป็นปริมาณ 0.2 และ 0.4 โมล จะทำให้ขนาดของเกรน ของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ มีขนาดลดลง ดังรูปแถวกลางและแถวขวาตามลำดับ แสดงว่า BaTiO_3 ได้ไปยับยั้งการ เติบโตของเกรน ทำให้ขนาดเกรนของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เล็กกว่าขนาดเกรนของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ อย่างเดียว สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chaisan และคณะ ซึ่งได้ศึกษาสมบัติของเซรามิกในระบบ PZT-BT พบว่าเมื่อเติม BT เข้าไปในระบบของเซรามิก PZT จะทำให้ขนาดเกรนของเซรามิกลดลง (Chaisan *et al.*, 2009)

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ ๑

เมื่อนำเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ที่แปรปริมาณ x และแปรอุณหภูมิซินเตอร์มาหาค่าความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส (วิธีศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, 2543) จะให้ผลดังตารางที่ 1 และดังรูปที่ 3

ตารางที่ 1 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เมื่อ $x = 0, 0.2$ และ 0.4 เมาสินเตอร์ที่อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 องศาเซลเซียส

ปริมาณ BaTiO_3 หรือ x (mol)	ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ (g/cm^3) ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ			
	975°C	1000°C	1025°C	1050°C
0	3.95 ± 0.02	4.50 ± 0.04	4.71 ± 0.02	4.87 ± 0.03
0.2	3.65 ± 0.04	4.03 ± 0.03	4.48 ± 0.03	4.16 ± 0.07
0.4	4.03 ± 0.03	4.66 ± 0.10	4.98 ± 0.05	3.78 ± 0.31



รูปที่ 3 ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เมื่อ $x = 0, 0.2$ และ 0.4 เมาสินเตอร์ที่อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 องศาเซลเซียส

จากตารางที่ 1 และกราฟความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เมื่อ $x = 0, 0.2$ และ 0.4 เมาสินเตอร์ที่อุณหภูมิ 975, 1000, 1025 และ 1050 องศาเซลเซียส ในรูปที่ 3 พบว่า เซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ที่เมาสินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 975, 1000 และ 1025 องศาเซลเซียส นั้น เมื่อเติม BaTiO_3 หรือ x เป็นปริมาณ 0.2 โมล ทำให้ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ลดลง แต่เมื่อเติมปริมาณ x เป็น 0.4 โมล จะทำให้ความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เพิ่มขึ้นมากกว่าที่ไม่เติม BaTiO_3 สอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ดังรูปที่ 2(ก)-(ค) ซึ่งจะเห็นว่าเมื่อเติม BaTiO_3 เป็นปริมาณ 0.2 โมล จะทำให้เกรนของเซรามิกที่ได้มีขนาดเล็กลง และมีเกรนขนาดเล็กผสมกับเกรนขนาดใหญ่ และเมื่อเติม BaTiO_3 เป็นปริมาณ 0.4 โมล ขนาดของเกรนของเซรามิกที่ได้ค่อนข้างใกล้เคียงกับที่เติม BaTiO_3 ในปริมาณ 0.2 โมล แต่มีการแน่นตัวมากขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เป็น 1050 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ มีความหนาแน่นลดลงเมื่อเติมปริมาณ BaTiO_3 หรือ x มากขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Chomchai และ Warangkagool ซึ่งได้เติมอนุภาคขนาดนาโนของ MgO ลงใน NCTNO แล้วทำให้เซรามิก NCTNO มีการแน่นตัวมากขึ้น ณ อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ 1000 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้นเป็น 1025 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกที่ได้มีความแน่นตัวลดลง (Chomchai and Warangkagool, 2016) และสอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคของ

รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 9

เซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ ดังรูปที่ 2(ง) เมื่อยังไม่เติม BaTiO_3 จะได้เซรามิกที่มีขนาดของเกรนใหญ่มาก และเมื่อเติม BaTiO_3 ในปริมาณ 0.2 โมล เกรนของเซรามิกก็มีขนาดเล็กลง แต่มีรูพรุนเกิดขึ้น และเมื่อเติม BaTiO_3 เพิ่มขึ้นเป็น 0.4 โมล ผิวหน้าของเซรามิกเริ่มเกิดการหลอมติดรูปร่างไป ทำให้ความหนาแน่นของเซรามิกลดลง

4. บทสรุป

ปริมาณ BaTiO_3 ที่มีผลต่อโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค และความหนาแน่นของเซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ โดยที่เมื่อเติม BaTiO_3 หรือ x เพิ่มขึ้น จะพบเฟสรองเกิดขึ้นในโครงสร้างเฟสของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ และ BaTiO_3 ไปยับยั้งการเติบโตของเกรนทำให้ขนาดเกรนของเซรามิก $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12} - (x)\text{BaTiO}_3$ เล็กลง เส้นใยที่เหมาะสมในการเผาซินเตอร์ และปริมาณ BaTiO_3 ที่เหมาะสมในการทำให้เซรามิก $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ มีความหนาแน่นสูงคือ อุณหภูมิซินเตอร์ที่ 1025 องศาเซลเซียส และเติม BaTiO_3 เป็นปริมาณ 0.4 โมล

5. กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณมหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ได้ให้ทุนสนับสนุนวิจัย ปีงบประมาณ 2560 ขอขอบคุณศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร. หวี ต้นหศิริ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่อำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการ และภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่อำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการเช่นกัน

6. เอกสารอ้างอิง

- วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ. (2543). เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการดำเนินงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 129-142.
- Almeida, A.F.L., Fechine, P.B.A., Goes, J.C., Valente, M.A., Miranda, M.A.R. and Sombra, A.S.B. (2004). Dielectric properties of $\text{BaTiO}_3(\text{BTO})-\text{CaCu}_3\text{Ti}_3\text{O}_{12}(\text{CCTO})$ composite screen-printed thick films for high dielectric constant devices in the medium frequency (MF) range. *Materials Science and Engineering B*, 111, 113-123.
- Chaisan, W. Yimnirun, R. and Ananta, S. (2009). Preparation and characterization of ceramic nanocomposites in the PZT-BT system. *Ceramics International*, 35, 121-124.
- Chomchai, W. and Warangkanagool, C. (2016). Dielectric property of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics doped with small amount MgO nanopowder. *Key Engineering Materials*, 675-676, 93-96.
- Hao, W.T., Zhang, J.L., Tan, Y.Q., Zhao, M.L. and Wang, C.L. (2011). Giant dielectric permittivity properties and relevant mechanism of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{SbO}_{12}$ ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 94, 1067-1072.
- Homes, C.C., Vogt, T., Shaprio, S.M., Wakimoto, S., Subramanian, M.A. and Ramirez, A.P. (2003). Charge transfer in the high dielectric constant materials $\text{CaCu}_3\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ and $\text{CdCu}_3\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Physical Review B*, 67, 092106, 1-4.
- Liu, Y., Wang, W., Huang, J, Tang, F., Zhu, C. and Cao, Y. (2013). Dielectric properties of giant permittivity $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics. *Ceramics International*, 39, 9201-9206.

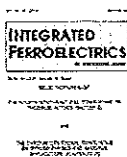
รายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ ๑

Powder Diffraction File. (2000). Card No. 85-1791. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD).

Sangwong, N., Somphan, W., Thongbai, P., Yamwong, T. and Meanshi, S. (2012). Electrical responses and dielectric relaxations in giant permittivity $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{TaO}_{12}$ ceramics. *Applied Physics A*, 108, 385–392.

Subramanian, M.A., Li, D., Duran, N., Reisman, B.A. and Sleight, A.W. (2000). RAPID COMMUNICATION High Dielectric Constant in $\text{ACu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ and $\text{ACu}_3\text{Ti}_3\text{FeO}_{12}$ Phases. *Journal of Solid State Chemistry*, 151, 323-325.






Properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics with various sintering temperatures prepared by conventional solid-state reaction method

C. Warangkanagool

To cite this article: C. Warangkanagool (2018) Properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics with various sintering temperatures prepared by conventional solid-state reaction method, *Integrated Ferroelectrics*, 187:1, 173-180, DOI: [10.1080/10584587.2018.1445346](https://doi.org/10.1080/10584587.2018.1445346)

To link to this article: <https://doi.org/10.1080/10584587.2018.1445346>

 Published online: 05 Apr 2018.

 [Submit your article to this journal](#) 

 [View related articles](#) 

 [View Crossmark data](#) 

Properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics with various sintering temperatures prepared by conventional solid-state reaction method

C. Warangkanagool^{a,b}

^aDepartment of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, Thailand; ^bResearch Center for Academic Excellent in Applied Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, Thailand

ABSTRACT

In the research, the properties of sodium copper titanate niobate – barium titanate $[(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3]$: $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics prepared by conventional solid-state reaction method with various molecular weight of BT or x between 0.1, 0.3 and 0.5 were investigated. These ceramics were sintered at 975, 1000, 1025 and 1050 °C for 10 h in ambient atmosphere. The phase structure, microstructure, density, micro-hardness and dielectric properties were examined by x-ray diffraction technique (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Archimedes method, Vickers micro-hardness tester and impedance analyzer, respectively. It was found that, the addition of BaTiO_3 resulted in the formation of second phase which increased upon increasing the BaTiO_3 content. Compared to the base composition, the grain sizes of all the $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ were significantly reduced. The densities of $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics and dielectric properties were improved with the addition of BaTiO_3 . For the effect of sintering temperatures, no substantial change in the crystal structure and grain growth was found whereas an increase in densities and hardness with increasing temperatures were observed. The $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$ ceramics sintered at 1025 °C showed the highest density and dielectric constant (~ 80500) at room temperature with 1 kHz measurement.

ARTICLE HISTORY

Received 31 May 2017
Accepted 31 July 2017

KEYWORDS

$(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ ceramics; solid-state reaction method; dielectric constant; sintering temperature

1. Introduction

Lead-based complex perovskites have been manufactured and accepted by materials scientists as being critical to the success of ferroelectric ceramics which are in service throughout the world [1–5]. Especially, $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ or PZT ceramic (the prototype of piezoelectrics) has attracted the attention with its dominant piezoelectric properties which are suitable for the applications in area of transducers, electromechanical sensors and actuators, etc [6]. However, PZT has many harmful materials especially, Pb which cause environmental pollution in the manufacturing process. To resolve this problem, many studies about the lead-free ferroelectric

ceramic have been done. Recently, synthesized giant dielectric constant material $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ or CCTO has attracted much attention because of its potential technological applications. It shows extremely high dielectric constant ($>10^4$) at room temperature [7, 9]. Therefore, other CCTO-like materials that have both compositional and structural similarities as well as outstanding dielectric properties to that of CCTO have been extensively developed e.g. $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_{2x/3}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, $\text{Ca}_{1-3x/2}\text{Gd}_x\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ and $\text{Na}_{1/2}\text{Y}_{1/2}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ [10–14]. However, the properties of $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ (NCTNO) ceramics have not been widely studied. Barium titanate (BaTiO_3 or BT) is the first piezoelectric transducer ceramic ever developed [2]. It has good piezoelectric and ferroelectric properties, but relatively low Curie temperature ($T_c = 120^\circ\text{C}$) [15, 16], which would lead to lower temperature stability.

Given that BT showed the excellent ferroelectric and piezoelectric properties, in this paper, we, therefore, interested in studying the properties of $(1-x)\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}-(x)\text{BaTiO}_3$ or $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics with various sintering temperatures prepared by conventional solid-state reaction were discussed.

2. Experimental details

$\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ and BaTiO_3 powders were prepared by conventional solid-state reaction method. $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ precursors include Na_2CO_3 , CuO , TiO_2 and Nb_2O_5 were ball milling for 24 h with ethanol intermediate and calcined at 950°C for 24 h as showed in Figure 1(a). The BaTiO_3 powder from BaCO_3 and TiO_2 were ball milling for 24 h and calcined at 900°C for 2 h (Figure 1(b)). The $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics with various molecular weight of BT or x between 0.1, 0.3 and 0.5 were sintered at 975, 1000, 1025 and 1050°C for 10 h in ambient atmosphere (Figure 1(c)). The phase structure and microstructure of these ceramics were examined by x-ray diffraction technique (XRD, X'Pert, Philips, Netherlands) and scanning electron microscopy (SEM, LEO 1455VP, JOEL, England), respectively. Bulk densities of the sintered ceramics were measured by the Archimedes method with distilled water as the fluid medium. Vickers micro-hardness of these ceramics

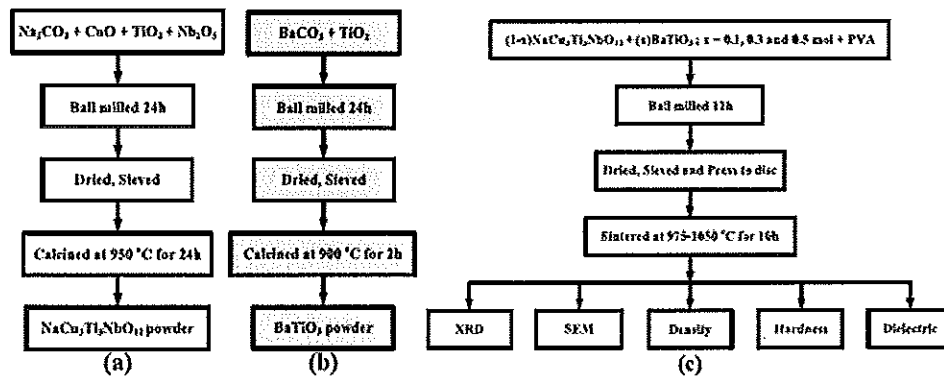


Figure 1. Illustrated synthesized process of $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics.

was investigated by Vickers micro-hardness tester. Indentations were applied on the polished surfaces of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics. Applied loads were in the range of 300 g with an indentation period of 15 s. Dielectric measurements were carried out using an impedance analyzer in conjunction with a non-inductively wound tube furnace. Fired-on silver electrodes were applied to pellets which had been ground to a thickness of 1.0 mm. The permittivity was measured at a frequency of 1 kHz of room temperature.

3. Results and discussion

Figure 2(a)–(d) shows the XRD patterns of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics when molecular weight of $x = 0.1, 0.3, 0.5$ and sintered at 975, 1000, 1025, 1050 °C for 10 h. The same crystal structure, i.e., a body-centered cubic perovskite-related structure of space group $Im\bar{3}$ [17], was observed in all ceramics. The second phase of $BaTiO_3$ (indicated by \blacklozenge) according to JCPDS file no.85-1791 [18] presents in phase structure of $NaCu_3Ti_3NbO_{12}$ ceramics.

Figure 3 shows the SEM micrographs of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics when molecular weight of BT = 0, 0.1, 0.3 and 0.5 with different temperatures. Their

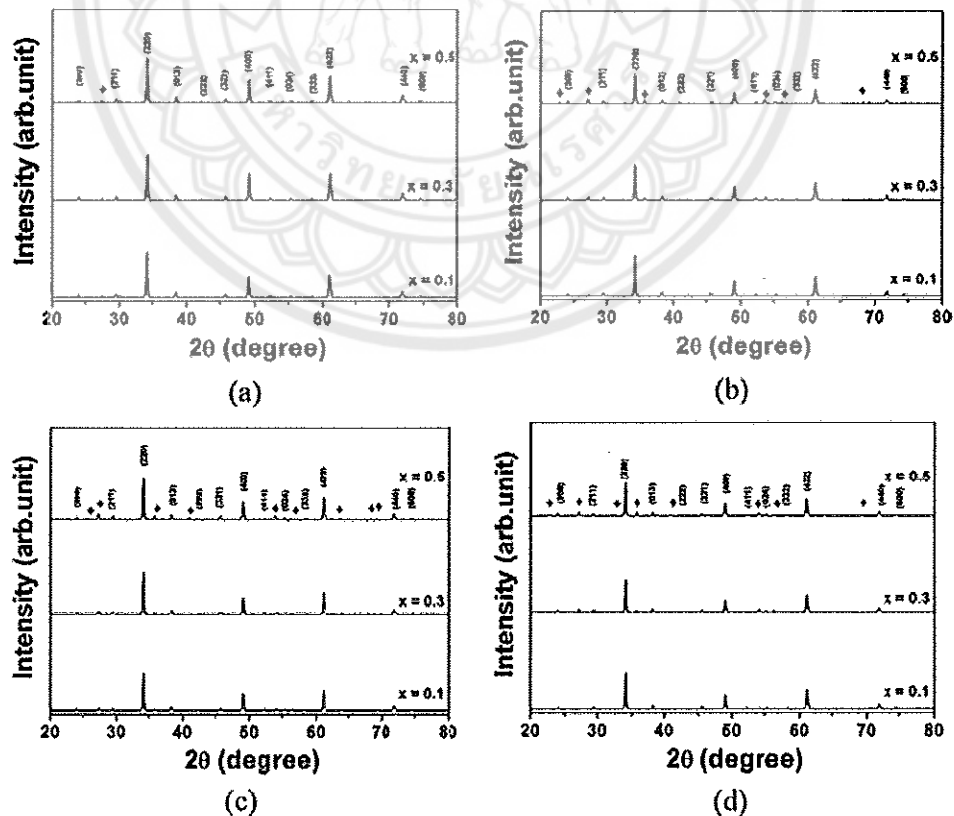


Figure 2. XRD patterns of (1-x)NCTNO-(x)BT when molecular weight of $x = 0.1, 0.3, 0.5$ and sintered at (a) 975, (b) 1000, (c) 1025 and (d) 1050 °C for 10 h.

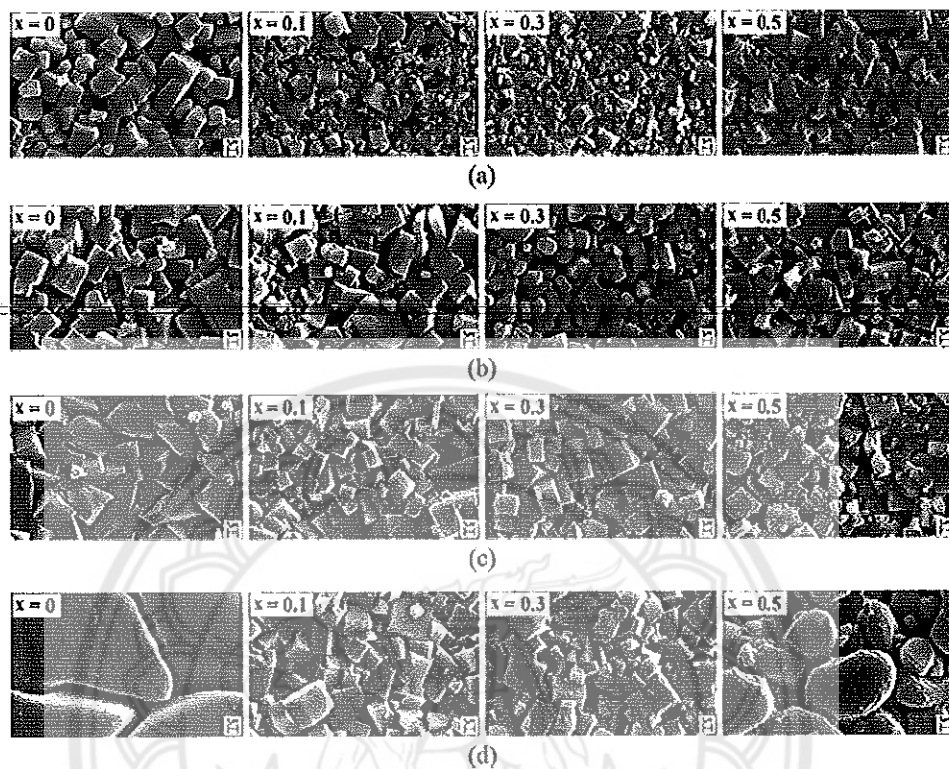


Figure 3. SEM photographs of $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ when molecular weight of $x = 0, 0.1, 0.3, 0.5$ and sintered at: (a) 975, (b) 1000, (c) 1025 and (d) 1050 °C for 10 h.

microstructures reveal a monophase constitution with uniformly packed parallelogram shape in grain. Compared to NCTNO ceramics (the left side of all Figure 3), it can be seen that the addition of BT resulted in a reduction of grain sizes in all $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics. This result agree well with the studies of PZT-BT, $\text{Li}_{0.12}\text{Na}_{0.88}\text{NbO}_3\text{-BaTiO}_3$, NBT-BT where the grain size was also found to reduce when BT content increase [19–21]. The densification of $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics was improved significantly by increasing the sintering temperature in the range of 975–1025 °C as shown in Figure 4 and Table 1. The $(0.7)\text{NCTNO}-(0.3)\text{BT}$

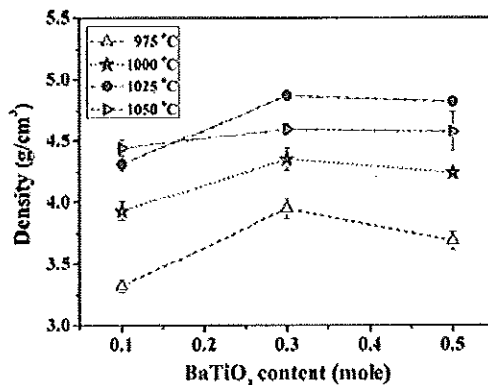


Figure 4. The density of $(1-x)\text{NCTNO}-(x)\text{BT}$ ceramics (for $x = 0.1, 0.3$ and 0.5).

Table 1. Densities of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics.

Compositions	Densities of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics (g/cm ³) Sintering temperature (°C)			
	975	1000	1025	1050
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	3.32 ± 0.05	3.93 ± 0.07	4.31 ± 0.05	4.44 ± 0.06
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	3.95 ± 0.08	4.35 ± 0.09	4.87 ± 0.02	4.60 ± 0.04
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	3.69 ± 0.07	4.24 ± 0.04	4.82 ± 0.03	4.58 ± 0.16

ceramic sintered at 1025 °C showed the highest density (4.87 g/cm³) corresponding to SEM result (Figure 3(c)) in which a highly dense grain-packing was observed.

The micro-hardness of the (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics by measuring the Vickers micro-hardness tester. SEM photographs of fracture inter-granular mode and OM photographs of Vickers micro-hardness print show in Figure 5. The values of Vickers micro-hardness of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics as shown in Table 2.

The Vickers micro-hardness values of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics when $x = 0.1, 0.3$ and 0.5 mole were increased with increasing sintering temperature. Figure 5(a) shows SEM photographs of fracture inter-granular mode and OM photographs of Vickers micro-hardness print of the lowest Vickers micro-hardness value of (0.9)NCTNO-(0.1)BT ceramic sintered at 975 °C. Figure 5(b) shows intra-granular fracture mode and Vickers micro-hardness of (0.7)NCTNO-(0.3)BT ceramic sintered at 1050 °C (the highest value of Vickers micro-hardness).

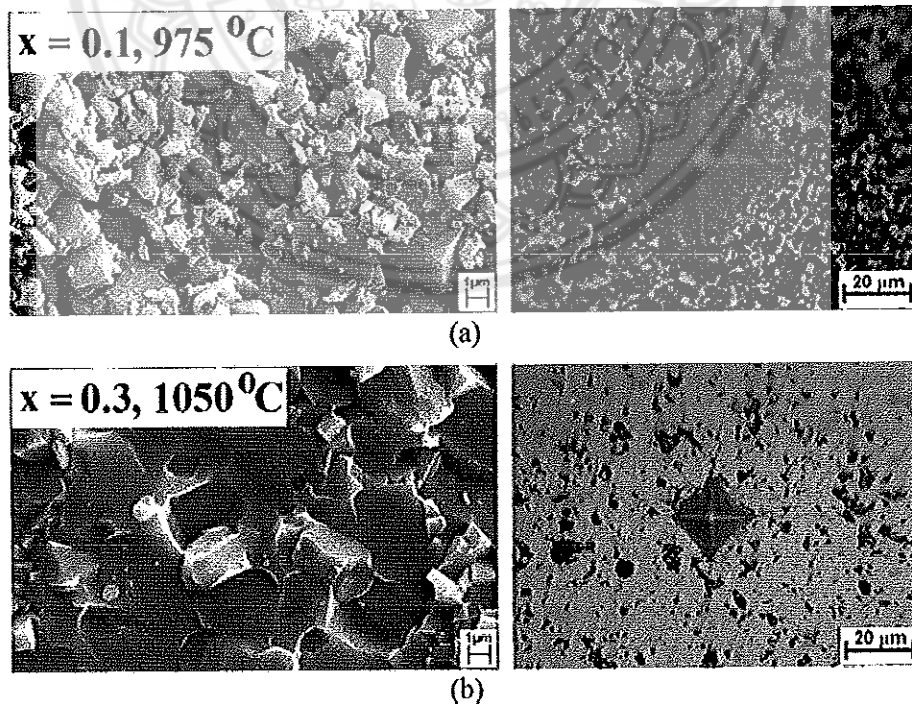


Figure 5. The SEM photographs of fracture and OM photographs of Vickers micro-hardness print of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics: (a) inter-granular fracture mode and Vickers micro-hardness of (0.9)NCTNO-(0.1)BT ceramic sintered at 975 °C; (b) intra-granular fracture mode and Vickers micro-hardness of (0.7)NCTNO-(0.3)BT ceramic sintered at 1050 °C.

Table 2. Vickers micro-hardness of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics.

Compositions	Vickers micro-hardness of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics (GPa)			
	Sintering temperature (°C)			
	975	1000	1025	1050
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	1.85 ± 0.07	2.79 ± 0.20	3.24 ± 0.24	6.61 ± 0.69
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	3.10 ± 0.13	3.89 ± 0.06	4.25 ± 0.09	8.63 ± 0.41
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	2.82 ± 0.10	3.77 ± 0.15	6.21 ± 0.27	7.65 ± 1.98

Table 3. Dielectric properties of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics.

Compositions	Dielectric properties of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics Sintering temperature (°C)							
	975		1000		1025		1050	
	ϵ_r	$\tan \delta$	ϵ_r	$\tan \delta$	ϵ_r	$\tan \delta$	ϵ_r	$\tan \delta$
(0.9)NCTNO-(0.1)BT	1300	1.27	2480	1.08	3990	0.35	5470	1.24
(0.7)NCTNO-(0.3)BT	2690	0.49	4100	0.87	80500	0.10	7370	0.79
(0.5)NCTNO-(0.5)BT	1660	1.32	3420	0.46	66100	0.10	7280	0.25

For all x, the Vickers micro-hardness increases as sintering temperature increase and the maximum value Vickers micro-hardness of 8.63 GPa was found for the (0.7)NCTNO-(0.3)BT samples sintered at 1050°C. This result confirmed the improvement of Vickers micro-hardness could be related to an increased fracture strength in the sintering temperature higher than 1000°C which is correspond to change the fracture mode from inter-granular to intra-granular as shown in Fig 5(b) [22–24].

The study of the dielectric properties of the (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics by measuring the dielectric constant (ϵ_r) and dielectric loss ($\tan \delta$) at room temperature with 1 kHz frequency. Plots of dielectric constant and dielectric loss of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics at room temperature and frequency 1 kHz are shown in Figure 6 and Table 3.

Figure 6 and Table 3 show the dielectric properties of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics with various molecular weight of BT and different temperatures. The highest

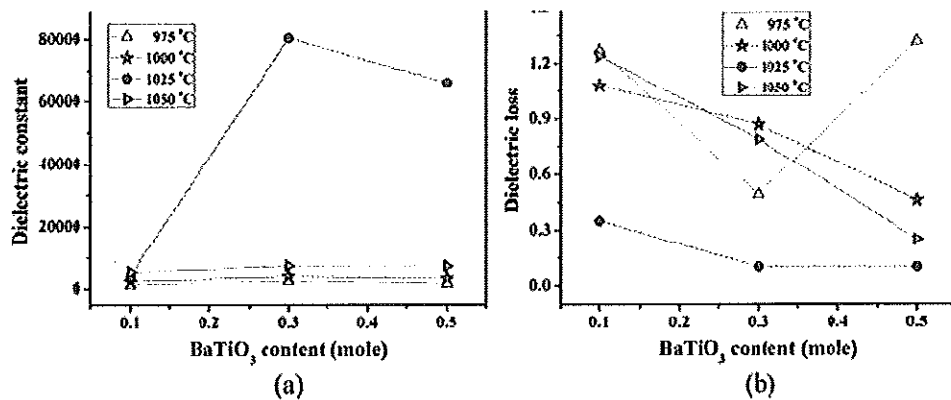


Figure 6. The dielectric properties at room temperature and frequency 1 kHz of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics: (a) dielectric constant and (b) dielectric loss.

dielectric constant and the lowest dielectric loss present in (0.7)NCTNO-(0.3)BT ceramic sintered at 1025 °C. This result is corresponding to the SEM micrographs and densification results in the previous section where the highest grain packing and density was observed in the composition (0.7)NCTNO-(0.3)BT. Generally, higher density sample give rise to the improvement of dielectric properties [25–27].

4. Conclusion

(1-x)NCTNO-(x)BT ceramics at $x = 0.1, 0.3$ and 0.5 mole prepared by solid-state reaction method at various sintering temperatures were investigated. The XRD results showed that the addition of BaTiO₃ resulted in a formation of second phase. The microstructures revealed a similar morphology with the grain sizes of all the (1-x)NCTNO-xBT that significantly reduced when compared to the base composition. The densities of (1-x)NCTNO-(x)BT ceramics and dielectric properties were improved with the addition of BaTiO₃. With increasing sintering temperatures, no substantial change in the crystal structure and grain growth were found but a significantly increase in densities and hardness were observed. The (0.7)NCTNO-(0.3)BT ceramics sintered at 1025°C showed the highest density and dielectric constant (~80500) at room temperature with 1 kHz measurement.

Acknowledgment

The author would like to thank Prof. Dr. Tawee Tunkasiri for his help in many facilities (Materials Science Research Laboratory (MSRL), Department of Physics and Materials Science, Chiang Mai University).

Funding

This work was supported by National Research Council of Thailand (NRCT), Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University.

References

1. B. Jaffe, W. R. Cook, and H. Jaffe, *Piezoelectric Ceramics* (Academic Press, London, 1971).
2. G. H. Haertling, Ferroelectric ceramics: History and technology, *J Am Ceram Soc.* 82 (4) 797–818 (1999).
3. N. Setter and R. Waser, Electroceramic materials, *Acta Mater.* 48 (1), 151–78 (2000).
4. S. L. Swartz, Topics in Electronic ceramics, *IEEE T Dielect El In.* 25 (5), 935–87 (1990).
5. V. Y. Topolov and A. V. Turik, A new monoclinic phase and features of stress relief in Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O₃ solid solutions, *J Phys Condens Mat.* 13 (33), L771–5 (2001).
6. L. B. Kong, W. Zhu, and O. K. Tan, Preparation and characterization of Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ceramics from high-energy ball milling powders, *Mater Lett.* 42 (4), 232–9 (2000).
7. M. A. Subramanian, D. Li, N. Duran, B. A. Reisner, and A. W. Sleight, High dielectric constant in ACu₃Ti₄O₁₂ and ACu₃Ti₃FeO₁₂ phases, *J Sol State Chem.* 151 (2), 323–5 (2000).

8. A. P. Ramirez, M. A. Subramanian, M. Gardel, G. Blumberg, D. Li, T. Vogt, and S. M. Shapiro, Giant dielectric constant response in a copper-titanate, *Solid-State Commun.* 115 (5), 217–20 (2000).
9. C. C. Homes, T. Vogt, S. M. Shapiro, S. Wakimoto, and A. P. Ramirez, Optical response of high-dielectric-constant perovskite-related oxide, *Science*. 293, 673–6 (2001).
10. M. A. Subramanian, A. W. Sleight, $\text{ACu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ and $\text{ACu}_3\text{Ru}_4\text{O}_{12}$ perovskites: high dielectric constants and valence degeneracy, *Solid-State Sci.* 4 (3), 347–51 (2002).
11. W. T. Hao, J. L. Zhang, Y. Q. Tan, and W. B. Su, Giant dielectric-permittivity phenomena of compositionally and structurally $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ -like oxide ceramics, *J Am Ceram Soc.* 92 (12), 2937–43 (2009).
12. S. H. Jin, H. P. Xia, and Y. P. Zhang, Effect of La-doping on the properties of $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ dielectric ceramics, *Ceram Int.* 35 (1), 309–13 (2009).
13. K. Raman, O. P. Thakur, R. P. Tandon, Study of structural, dielectric and electrical conduction behaviour of Gd substituted $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ceramics, *Ceram Int.* 38 (4), 3029–37 (2012).
14. W. Somphan, N. Sangwong, T. Yamwong, and P. Thongbai, Giant dielectric and electrical properties of sodium yttrium copper titanate: $\text{Na}_{1/2}\text{Y}_{1/2}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, *J Mater Sci: Materials in Electronics*. 23, 1229–34 (2012).
15. S. Miyake and R. Ueda, On transitional region in phase change of barium titanate, *J Phys Soc Jpn.* 6, 709 (1948).
16. W. J. Merz, The electric and optical behavior of BaTiO_3 single-domain crystals, *Phys Rev.* 76 (8), 1221–25 (1949).
17. Y. Liu, W. Wang, J. Huang, F. Tang, C. Zhu, and Y. Cao, Dielectric properties of giant permittivity $\text{NaCu}_3\text{Ti}_3\text{NbO}_{12}$ ceramics, *Ceram Inter.* 39, 9201–6 (2013).
18. Powder Diffraction File. Card No. 85-1791, Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD). (2000).
19. W. Chaisan, R. Yimnirun, and S. Ananta, Preparation and characterization of ceramic nanocomposites in the PZT–BT system, *Ceram Inter.* 35 (1), 121–4 (2009).
20. S. Mitra and D. Rathore, properties of BaTiO_3 -doped lead-free $\text{Li}_{0.12}\text{Na}_{0.88}\text{NbO}_3$ ceramics, *AIP Conference Proceedings*. 1728 (1), (2016). 10.1063/1.4946655.
21. S. Swain, S. K. Kar, and P. Kumar, Dielectric, optical, piezoelectric and ferroelectric studies of NBT–BT ceramics near MPB, *Ceram Inter.* 41 (9), 10710–7 (2015).
22. K. Tajima, H. J. Hwang, M. Sando, and K. Niihara, Electric-field-induced crack growth behavior in PZT/ Al_2O_3 composites, *J Am Ceram Soc.* 83 (3), 651–3 (2000).
23. C. Puchmark, G. Rujijanagul, S. Jiansirisomboon, and T. Tunkasiri, Effect of sintering temperature on phase transition and mechanical properties of lead zirconate ceramics, *Ferroelectrics Lett.* 31, 1–13 (2004).
24. C. Puchmark, S. Jiansirisomboon, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, N. Vittayakorn, T. Comyn, and S. J. Milne, Mechanical property evaluation of PZT/ Al_2O_3 composites prepared by a simple solid-state mixed oxide method, *Curr Appl Phys.* 6 (3), 323–6 (2006).
25. H.-I. Hsiang, C.-S. Hsi, C.-C. Huang, and S.-L. Fu, Sintering behavior and dielectric properties of BaTiO_3 ceramics with glass addition for internal capacitor of LTCC, *J Alloy Compd.* 459, 307–10 (2008).
26. V. A. Chaudhari and G. K. Bichile, Synthesis, structural, and electrical properties of pure PbTiO_3 ferroelectric ceramics, *Smart Materials Research* Article ID 147524, 9 pages. (2013).
27. S. Pattipaka, P. Mahesh, and D. Pamu, Structural and dielectric properties of lead free $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics, *AIP Conference Proceedings*. 1728 (1), (2016). 10.1063/1.4946403.