

สัญญาเลขที่ R2562B050 วันที่ ๒๕๖๒

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การประดิษฐ์เซรามิก BNKLT-CZFM ด้วยวิธีการเผาใหม่
Fabrication of BNKLT-CZFM ceramics via combustion method



ดร.ศศิพร ประเสริฐปาลีฉัตร
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

วันที่ ๒๕๖๒ ๗ กุมภาพันธ์ ๒๕๖๒
เวลา ๑๐.๐๐ น.
ผู้เข้าร่วม ๓๐ คน
จำนวน ๑๐๔๐๖๓%
ผู้เข้าร่วม ๗ คน
ผู้เข้าร่วม ๕๑๖ คน
วันที่ ๒๕๖๒

สนับสนุนโดยงบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร

ปีงบประมาณ ๒๕๖๒

กิจกรรมประจำ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนงบประมาณจากบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร
ปีงบประมาณ 2562 ผู้วิจัยและคณะขอขอบพระคุณ ณ โอกาสนี้

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ทุกท่านที่
อำนวยความสะดวกเกี่ยวกับอุปกรณ์เครื่องมือต่างๆ

ขอขอบคุณ Science Lab Center คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่สนับสนุน
เครื่องมือและอุปกรณ์ในการทำวิจัย

ดร.ศศิพงษ์ ประเสริฐปาลิตัตร และคณะ



หัวข้อวิจัย
นักวิจัย

การประดิษฐ์เซรามิก BNKLT-CZFM ด้วยวิธีการเผาใหม่
ดร.ศศิพร ประเสริฐปาลิยัต

บทคัดย่อ

เซรามิกรอบบหวิภาค 0.8BNKLT-0.2CZFM เตรียมด้วยวิธีการเผาใหม่แบบปฏิกริยาสถานะของแข็ง ซึ่งใช้อุณหภูมิแคลไนน์ระหว่าง 600-800 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิชินเตอร์ระหว่าง 850-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผงผลึกแสดงโครงสร้างแบบผสมระหว่างเพอร์ฟไกท์ (ABO_3) และสปีเนล (AB_2O_4) ในทุกตัวอย่าง สำหรับโครงสร้างจุลภาคผงผลึกแสดงให้เห็นว่าขนาดของอนุภาคมีลักษณะค่อนข้างกลม ซึ่งดูได้จากภาพถ่าย SEM ขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไนน์สูงขึ้น สำหรับเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM แสดงโครงสร้างแบบผสมระหว่างเพอร์ฟไกท์ (โครงสร้างเฟสแบบบอร์มาบีครัลและเทหาระโภนัล) และสปีเนล (โครงสร้างเฟสแบบคิวบิก) ขนาดเกรนเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์สูงขึ้น เซรามิกที่เตรียมภายใต้เงื่อนไขของอุณหภูมิชินเตอร์ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าความหนาแน่นสูง (5.85 g/cm^3), ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ($\varepsilon_r \cong 8007.02$) สมบัติทางเฟร์โรอิเล็กทริกที่ดี ($P_r \cong 35.07 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $E_c \cong 42.37 \text{kV}/\text{cm}$) และใช้สนมเป็นบังคับสำหรับการแสดงสมบัติทางแม่เหล็กที่ต่ำที่สุด ($H_c=18.60$ ที่ 300 เคลวิน และ 580.20 ที่ 50 เคลวิน)

Research Topic: Fabrication of BNKLT-CZFM ceramics via combustion method

Researcher: Dr. Sasiphon Prasertpalichat

Abstract

The binary system of 0.8BNKLT-0.2CZFM were fabrication via solid-state combustion method using calcination temperature in the range of 600 to 800°C and sintering temperature in the range of 850 to 1000°C for 2 h. The powders showed a composite structure between perovskite (ABO_3) and spinel (AB_2O_4) in all samples. For the microstructure of the powders, the particles presented a rather spherical which observed by SEM. The average particles size were increased with increasing the calcination temperature. For 0.8BNKLT-0.2CZFM ceramics, the phase formation exhibited the mixed phase of cubic spinel and coexistent phase between rhombohedral and tetragonal perovskite phase. The average grain size tended to increase when sintering temperature increased. The high density of 5.85 g/cm³, maximum dielectric constant of 8007.02, good ferroelectric property ($P_r = 35.07 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ and $E_c = 42.37 \text{kV}/\text{cm}$) and magnetic properties ($H_c=18.60$ at 300 K and 580.20 at 50 K) were observed in the sample with sintering temperature of 1000° C.

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ปัจจุบันบิสมัทโซเดียมไททาเนต $[(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3; \text{BNT}]$ เป็นวัสดุไร้สารตะกั่วที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากหลังจากมีการค้นพบว่ามีเซรามิกชนิดนี้ค่าความเครียดสูง (large strain) [1] ซึ่งมีความเกี่ยวข้องกับการผลกระทบของเฟสระหว่างรีแลคเซอร์เฟร์โรอิเล็กทริกและเฟร์โรอิเล็กทริกแบบธรรมชาติ [2] นอกจากนี้ยังพบว่าเซรามิก BNT เป็นเซรามิกที่มีอุณหภูมิคิวเรสูง ($T_c = 320^\circ\text{C}$) และมีสภาพขั้วคงค้างที่ดี ($P_r = 320 \mu\text{C}/\text{cm}^2$) แต่อย่างไรก็ตามเซรามิก BNT มีค่าสนามลบล้างที่สูงมาก ($E_c = 73 \text{kV}/\text{cm}$) จึงเป็นเหตุทำให้ค่าสัมประสิทธิ์ไฟอิเล็กทริก (d_{33}) ค่อนข้างต่ำ หลังจากนั้นจึงเกิดการพัฒนาสมบัติของเซรามิก BNT ขึ้น โดยการนำไอออนบางชนิดเข้าไป K^+ และ Li^+ แทนที่ในบริเวณ A ของเซรามิก เนื่องจากสามารถลดค่าสนามลบล้างลงและส่งผลให้สัมประสิทธิ์ไฟอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้น [3-10]

เมื่อไม่นานมานี้ Yang et al. [11] ได้เตรียมเซรามิก $[(0.68\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-0.22\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3-0.1\text{Bi}_{0.5}\text{Li}_{0.5}\text{TiO}_3); \text{BNT-BKT-BLT]}$ หรือ (BNKLT) ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง พบร่วมกับ BNKLT แสดงสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีโดยแสดงสมบัติไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องเป็น ($\epsilon_r = 1118$) และ ($\tan \delta = 0.041$) สมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก ($P_r = 31.92 \mu\text{C}/\text{cm}^2$) และ ($E_c = 32.40 \text{kV}/\text{cm}$) และสมบัติไฟอิเล็กทริกเป็น ($d_{33} = 203 \text{ pC/N}$) และ ($k_p = 0.31$) อย่างไรก็ตามการเตรียมเซรามิกด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งนั้นใช้อุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกสูงและใช้เวลาในการเผาเช่นนาน อีกทั้งยังพบว่าเซรามิกที่ได้มีความหนาแน่นต่ำส่งผลให้ค่าทางไฟฟ้าที่ได้รับไม่ดีเท่าที่ควร เนื่องจากอนุภาคมีขนาดใหญ่และการกระจายตัวที่สูง

เมื่อเร็วๆนี้ Ratthiphorn Sumang [12] และคณะได้เตรียมเซรามิก $[(0.68\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-0.22\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3-0.1\text{Bi}_{0.5}\text{Li}_{0.5}\text{TiO}_3); \text{BNKLT}]$ ด้วยเทคนิคการเผาใหม่ โดยใช้อุณหภูมิแคลไชน์เป็น 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และใช้อุณหภูมิชินเตอร์ 1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบร่วมกับ BNKLT แสดงเฟสร่วมแพรอฟส์ไกเตอร์ระหว่างรอมโนบิคัลและเททระโภนัล โดยมีค่าความหนาแน่นเป็น 5.79 g/cm^3 ค่าการหดตัวเป็น 18.4% และค่าไดอิเล็กทริกสูงสุดเป็น 4344 มากกว่านี้ ยังพบว่าการประดิษฐ์เซรามิกสองระบบ (Binary system) ที่เป็นวัสดุแบบผสม (Composite materials) สามารถปรับปรุงสมบัติต่างๆให้ดีขึ้นได้ อีกทั้งยังเป็นการช่วยเพิ่มสมบัติเฉพาะบางประการให้กับเซรามิกได้

เมื่อไม่นานมานี้ Megha Thakur และคณะได้ทำการเตรียมเซรามิกสองระบบ $[1-x(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3)-x(\text{Co}_{0.6}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_{1.4}\text{Mn}_{0.3}\text{O}_4); 1-\text{xBNT}-\text{xCZFM}]$ ด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้อุณหภูมิแคลไชน์ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง [13] และใช้อุณหภูมิชินเตอร์ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบร่วมกับปริมาณ $x=0.2$ เซรามิกแสดงค่าสภาพขั้วคงค้าง ($P_r = 14.9 \mu\text{C}/\text{cm}^2$), ($M_s = 16 \text{ emu/g}$) และ ($ME = 58 \text{ mV}/\text{cmOe}$) ซึ่งสังเกตได้ว่าเซรามิกที่ได้แสดงทั้งสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กจึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างหลากหลาย [14]

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งที่จะเตรียมเซรามิก (0.8BNKLT-0.2CZFM) ด้วยวิธีการเผาใหม่ และศึกษาผลของอุณหภูมิแคลไชน์และชินเตอร์ที่มีผลต่อโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิกนี้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

วัตถุประสงค์หลักของงานวิจัยนี้คือศึกษาผลของอุณหภูมิแคลไชน์ และอุณหภูมิชินเตอร์ ที่เหมาะสมต่อการเตรียมผงผลึก และเซรามิก BNKLT-CZFM ด้วยวิธีการเผาใหม่ จากนั้นวิเคราะห์ โครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิก

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. เตรียมผงผลึก BNKLT-CZFM ด้วยวิธีการเผาใหม่โดยใช้อุณหภูมิในการแคลไชน์ระหว่าง 600-800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พัฒนาทั้งตรวจสอบโครงสร้างเฟส และโครงสร้างจุลภาค ของผงผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตามลำดับ

2. สังเคราะห์เซรามิก BNKLT-CZFM โดยใช้อุณหภูมิชินเตอร์ในช่วงระหว่าง 800-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รวมทั้งตรวจสอบโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิก

1.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าเอกสาร หนังสืออ้างอิง และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พัฒนาทั้งเก็บรวบรวมข้อมูล
2. เตรียมผงผลึก BNKLT-CZFM ด้วยวิธีการเผาใหม่
3. วิเคราะห์โครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยที่เตรียมได้
4. เตรียมเซรามิก BNKLT-CZFM จากนั้นวิเคราะห์โครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิก
5. สรุปผลการทำโครงการ จัดทำรูปเล่ม และเตรียมการนำเสนอผลงาน

บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 เฟอร์โรแมกเนติก (Ferromagnetic)

โดยทั่วไปเราอาจจะใช้สภาพรับได้ทางแม่เหล็ก สำหรับการแบ่งประเภทวัสดุในเทอมของสมบัติความเป็นแม่เหล็ก วัสดุใดที่มีค่า ($\chi_m = 0$) วัสดุนั้นจะเป็นแม่เหล็กไม่ได้ (nonmagnetic) สุญญาภาพและวัสดุที่มีค่า ($\chi_m = 0$) ถือว่าเป็นแม่เหล็กไม่ได้ วัสดุที่นอกเหนือจากนี้เป็นแม่เหล็กได้

วัสดุแม่เหล็กถูกแบ่งออกเป็น 3 ประเภทใหญ่ๆ คือ ไดอาแมกเนติก (diamagnetic) พาราแมกเนติก (paramagnetic) และเฟอร์โรแมกเนติก (ferromagnetic) พารา

$$\oint \vec{H} \cdot d\vec{l} = I_{f_{enc}} \quad (1)$$

$$H l = N I l \quad (2)$$

$$\vec{H} = N I \hat{k} \quad (3)$$

เมื่อ \hat{k} คือ เวกเตอร์หนึ่งห่วงตามแนวแกนของทรงกระบอก

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0(1 + \chi_m)\vec{H} \quad (4)$$

จากสมการที่ 4 ดังนั้น

$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi_m) N I \hat{k} \quad (5)$$

ถ้าตัวกลางเป็นพาราแมกเนติก สนามจะมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และถ้าตัวกลางเป็นไดอาแมกเนติก สนามจะมีค่าลดลงบ้างเล็กน้อย เป็นผลอันเนื่องมาจากการพิวกระสีที่มีขอบเขต

$$\vec{K}_b = \vec{M} \times \hat{n} = \chi_m(\vec{H} \times \hat{n}) = \chi_m N I \hat{\phi} \quad (6)$$

ถ้า χ_m เป็นบวก \vec{K}_b จะมีทิศทางเดียวกับกระแส I คือทิศ $\hat{\phi}$

ถ้า χ_m เป็นลบ \vec{K}_b จะมีทิศทางตรงข้ามกับกระแส I คือทิศ $-\hat{\phi}$

วัสดุใดที่มีค่า χ_m เป็นบวกน้อยมาก วัสดุนั้นจะเป็นไดอาแมกเนติก วัสดุใดที่มีค่า χ_m เป็นบวกน้อยมาก วัสดุนั้นจะเป็นพาราแมกเนติก และวัสดุใดที่มีค่า χ_m เป็นบวกมากๆ วัสดุนั้นจะเป็นเฟอร์โรแมกเนติก

ภาวะไดอาแมกเนติกเกิดขึ้นในวัสดุเมื่อสนามแม่เหล็กเกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนรอบวงโคจรและสปินที่หักล้างกันอย่างสมบูรณ์ ดังนั้นโมเมนต์แม่เหล็กภารหรือโมเมนต์แม่เหล็กภายใน (intrinsic magnetic moment) ที่เกิดจากอิเล็กตรอนหมุนรอบตัวเองของแต่ละatom เป็นศูนย์ สนามแม่เหล็กจะมีผลกระทบต่อวัสดุประเทหนอย่างอ่อนๆ ตัวอย่างวัสดุไดอาแมกเนติกได้แก่ บิมัส ตะกั่ว ทองแดง ชิติกอน เพชร และโซเดียมคลอไรด์ เป็นต้น χ_m อุปในช่วง -10^{-5}

ภาวะพาราแมกเนติกเกิดขึ้นในวัสดุเมื่อสนามแม่เหล็กเกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนรอบวงโคจรและสปินที่หักล้างกันอย่างไม่สมบูรณ์ ภาวะพาราแมกเนติกขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ตัวอย่างวัสดุพาราแมกเนติกได้แก่ อากาศ แพลทินัม ทังสเตน และโปแทสเซียม เป็นต้น χ_m อุปในช่วง $+10^{-5}$

ภาวะเฟอร์โรแมกเนติกเกิดขึ้นในวัสดุเมื่อต่อมมีโมเมนต์แม่เหล็กภารจำนวนมาก ตัวอย่างวัสดุเฟอร์โรแมกเนติกที่รู้จักกันดีที่สุดคือเหล็ก นอกจากนี้ก็ได้แก่ โคนอล์ต นิกเกิล และโลหะเจือ

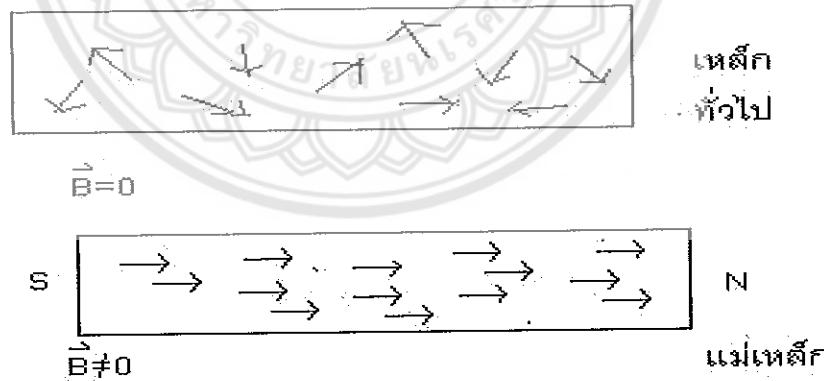
(alloy) ของโลหะเหล่านี้ วัสดุเพอร์โรมากเนติกมีความแตกต่างอย่างชัดเจนมากเมื่อเทียบกับวัสดุได้อาแมกเนติกและวัสดุพาราแมกเนติก สมบัติของวัสดุเพอร์โรมากเนติกมีดังต่อไปนี้

1. สามารถทำให้เกิดอำนาจ衡แม่เหล็กที่มีความเข้มมากได้โดยใช้สนามแม่เหล็ก
2. เมื่อเคลื่อนที่สนามแม่เหล็กจะหายไปแต่วัสดุเพอร์โรมากเนติกยังคงมีอำนาจ衡แม่เหล็กอยู่อย่างมาก

3. วัสดุประภานี้จะสูญเสียสมบัติเพอร์โรมากเนติกและกลับเป็นวัสดุพาราแมกเนติกเชิงเส้น เมื่ออุณหภูมิของวัสดุสูงกว่าอุณหภูมิคิรี (curie temperature) ดังนั้นถ้าให้ความร้อนแก่แม่เหล็กการสูงกว่าอุณหภูมิคิรี วัสดุนี้จะสูญเสียอำนาจ衡แม่เหล็กหาย

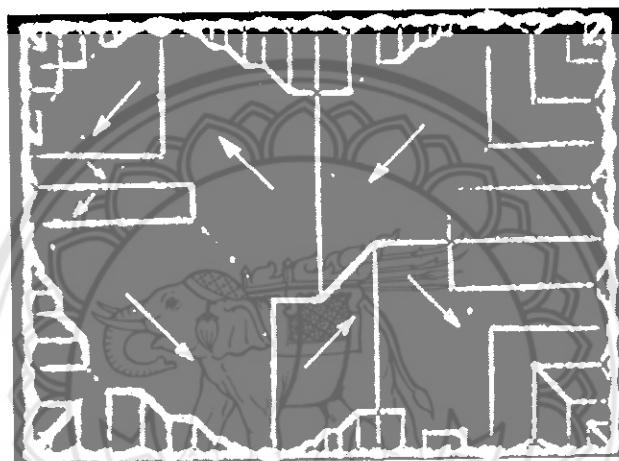
4. วัสดุเพอร์โรมากเนติกไม่เป็นเชิงเส้น (nonlinear) สมการ $\vec{B} = \mu \vec{H}$ ใช้ไม่ได้ เพราะ χ_m ขึ้นกับ \vec{B} และไม่เป็นค่าเดียว

ในตัวกลางที่เป็นเชิงเส้น (linear) การเรียงตัวของขั้วคู่แม่เหล็กเกิดขึ้นโดยสนามแม่เหล็กภายในออกที่กระทำต่อตัวกลางนั้น จากสมบัติข้อ 4 ที่ว่าวัสดุเพอร์โรมากเนติกไม่เป็นเชิงเส้นหมายความว่าขั้วคู่แม่เหล็กยังคงเกิดขึ้นได้โดยไม่จำเป็นต้องมีสนามแม่เหล็กภายในกระทำ ภาวะเพอร์โรมากเนติกคล้ายกับภาวะพาราแมกเนติกตรงที่ขั้วคู่แม่เหล็กสัมพันธ์กับสpinของอิเล็กตรอนที่ไม่มีคู่ แต่แตกต่างกันในเรื่องของอันตรกิริยาระหว่างขั้วคู่อิเล็กตรอนที่อยู่ใกล้เคียง ในแม่เหล็กเพอร์โรม แต่ละขั้วคู่แม่เหล็กจะวางตัวและซึ่งเป็นทิศทางเดียวกัน ถ้าสามารถขยายภาพชั้นงานแม่เหล็กเพอร์โรมได้ จะเห็นขั้วคู่แม่เหล็กเป็นลูกศรขนาดเล็กดังรูปที่ 1 และเนื่องจากสpinมีทิศทางตรงข้ามกับขั้วคู่แม่เหล็กเสมอ ดังนั้นสpinของอิเล็กตรอนทุกตัวจะซึ่งเป็นทิศทางเดียวกันด้วย



รูปที่ 1 ขั้วคู่แม่เหล็กที่ว้าไปและขั้วคู่แม่เหล็กภายในชั้นงานแม่เหล็กเพอร์โรมซึ่งเป็นทิศทางเดียวกัน

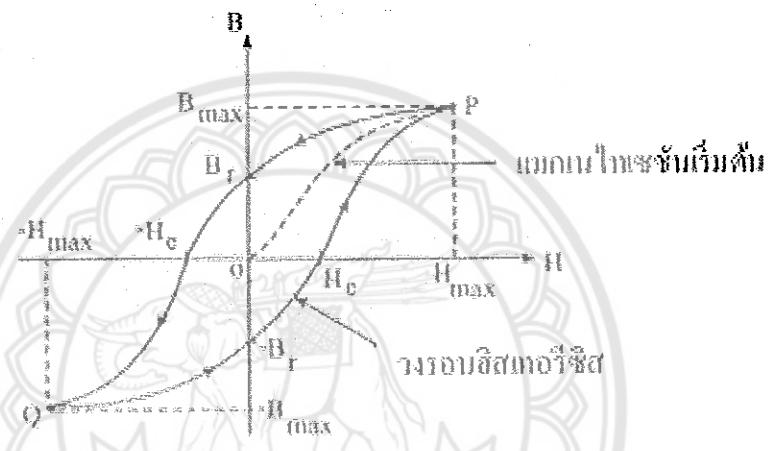
ขอบเขต (domain) ประกอบด้วยขั้วคู่แม่เหล็กจำนวนถึงพันล้าน ขั้วคู่แม่เหล็กเหล่านี้ล้วนเรียงแ雷ากันหมวด สามารถมองเห็นเขตเหล่านี้ได้ภายในโคโรสโคป ดังรูปที่ 2 การจัดทิศทางของขอบเขตทั้งหลายนั้นไม่ได้จะจัดกระจายและแตกต่างกันอย่างสิ้นเชิง ตัวอย่างเช่นภายในผลึกก้อนหนึ่ง การจัดเรียงตัวของอะตอมมีแนวโน้มไปในทิศทางของแกนแม่เหล็ก แต่กรณีขอบเขตทั้งหลายนี้มีเขตจำนวนมากที่พยายามซึ้งในทิศทางหนึ่งซึ่งมีจำนวนมากพอๆ กับที่อยากซึ้งในทิศทางอื่น ดังนั้น อำนาจแม่เหล็กที่เกิดขึ้นจึงไม่มากนัก ยิ่งกว่านั้นผลึกทั้งหลายยังจัดกระชับไปในทิศทางที่แตกต่างกันภายในขั้นงาน



รูปที่ 2 ขอบเขตเฟอร์โรแมกเนติก (ภาพของ R.W. DeBlois)

การผลิตแม่เหล็กถาวรทำได้โดยการนำเอาแท่งแม่เหล็กไปวางในสนามแม่เหล็กความเข้มสูง ทอร์ก $\vec{N} = \vec{m} \times \vec{B}$ จะพยายามหมุนขั้วคู่แม่เหล็กทั้งหลายให้ขนานกับสนามแม่เหล็ก เนื่องจากขั้วคู่แม่เหล็กจะชอบวางตัวขนานกับขั้วคู่แม่เหล็ก อย่างไรก็ตามที่แนวแบ่งเขต (boundary) ระหว่างสองเขต ทอร์กจะมีแนวโน้มหมุนไปทางด้านของเขตที่ส่วนใหญ่มีทิศ指南กับสนาม เขตนี้จะอาชนะเขตอื่นๆ ที่มีทิศตรงข้าม ดังนั้นผลลัพธ์ของสนามแม่เหล็กความสามารถในการเคลื่อนแนวแบ่งเขต เขตทั้งหลายที่ขนานกับสนามก็จะขยายเต็มไปหมด เขตอื่นๆ นอกเหนือจากนั้นย่อมกดหายไป ถ้าสนามแม่เหล็กมีความเข้มสูงมากพอจะมีขอบเขตหนึ่งชนะขอบเขตอื่นๆ ทั้งหมดหากแท่งเหล็กอยู่ในสภาพนี้เราเรียกว่า อิ่มตัว (saturated) ขบวนการนี้ไม่ใช่ขบวนการย้อนกลับ เพราะเมื่อปิดสนามแม่เหล็กแล้วจะมีเขตบางจำนวนที่กลับไปสู่สภาวะกระชับในทิศทางแตกต่างกันแต่ก็ไม่แตกต่างกันทั้งหมด ยังคงมีเขตบางจำนวนซึ่งมีอำนาจเหนือกว่าอยู่ในทิศทางเดิม จึงทำให้เกิดเป็นแม่เหล็กถาวร

ปกติแล้ว วงรอบมีสัมภาระริชีสมักจะถูกเขียนระหว่าง B กับ H มากกว่า M กับ I ถ้าสมมติว่า วัสดุเปอร์โตรแมกнетิกมีเส้นโค้งแมกเนไทเซนที่ถูกเขียนขึ้นระหว่าง B กับ H ดังแสดงในรูปที่ 3 เริ่มต้นวัสดุยังไม่มีอำนาจแม่เหล็ก ขณะที่ H ดพิมขึ้น (เนื่องจากกระแสเพิ่ม) จาก O ถึง H_{max} จะได้เส้นโค้ง OP เรียกเส้นโค้งนี้ว่าเส้นโค้งแมกเนไทเซนเริ่มต้น (initial magnetization curve) เมื่อมาถึงจุดอิมตัวที่ P และ ถ้า H ถูกลดลง B จะไม่ลดลงตามเส้นโค้งแมกเนไทเซนเริ่มต้นแต่จะตามหลัง (lag) ซึ่งกว่า H เราเรียกปรากฏการณ์ของ B ตามหลัง H นี้ว่า ฮิสเตอเรซิส (hysteresis) ซึ่งมีความหมายตามภาษากรีกกว่า ตามหลัง



รูปที่ 3 วงรอบมีสัมภาระริชีที่ถูกเขียนระหว่าง B กับ H

ถ้า H ลดลงจนกระทั่งถึงศูนย์ B จะไม่ลดลงถึงศูนย์ แต่จะลดลงถึง B_r ซึ่งหมายความถึงความหนาแน่นของฟลักซ์ถาวร (permanent flux density) ค่า B_r ขึ้นกับ H_{max} ซึ่งเป็นความเข้มของสนามแม่เหล็กสูงสุดที่ให้เข้าไป ค่า B_r ที่ยังคงอยู่ได้นานคือสาเหตุของการเกิดแม่เหล็กถาวร [9]

2.2 สารประกอบเฟอร์ไรต์

สารประกอบเฟอร์ไรต์เป็นสารที่มีสมบัติทางแม่เหล็กแบบเฟอร์ริแมกเนติก (ferrimagnetic) ซึ่งเกิดสภาพรวมแม่เหล็กได้เอง (spontaneous magnetization) ที่อุณหภูมิห้องเหมือนกับสารแม่เหล็กที่มีสมบัติแบบเฟอร์ริแมกเนติก [10] โดยแสดงพฤติกรรมของแม่เหล็กอิมตัว (magnetic saturation) และวงฮิสเตอเรซิส (hysteresis) และไม่เกิดสภาพของแม่เหล็กเมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิครีวี (T_c) ซึ่งจะกลายเป็นสารที่มีสมบัติพารามากเนติก (paramagnetic) สารเฟอร์ริแมกเนติกมีความสำคัญมากโดยประกอบด้วยออกไซเดต์สองชนิดของเหล็กและโลหะอื่น เรียกสารแม่เหล็กนี้ว่า “เฟอร์ไรต์ (ferrite)” โดยสารเฟอร์ไรต์ไม่จำเป็นต้องเป็นสารที่มีสมบัติเฟอร์ริแมกเนติกทั้งหมด สารเฟอร์ไรต์ได้มีการพัฒนาเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมของวัสดุแม่เหล็ก ในระหว่างปี ค.ศ.1933-1945 โดย Snoek ใน

Philips research Laboratories ประเทศเนเธอร์แลนด์ [11] ตั้งแต่นั้นเป็นต้นมา มีการค้นคว้าวิจัย เป็นอย่างมาก ซึ่งนำไปสู่การพัฒนาทั้งด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีของวัสดุเฟริร์โรต์ โดยวัสดุเฟริร์โรต์มีสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กที่แตกต่างกัน สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างกว้างขวาง เช่น อุปกรณ์ความถี่สูง (high-frequency device) สำหรับกักในอุปกรณ์ไมโครเวฟ แม่เหล็กเหลว (magnetic fluids) [12] และตัวเก็บข้อมูลแม่เหล็ก (magnetic data storage) [13] และยังสามารถใช้ประโยชน์ในการแพทย์ได้อีกด้วย เช่น ตัวส่งผ่านยา (drug delivery) [14] เป็นต้น ในส่วนของโครงสร้างผลึกเฟริร์โรต์สามารถ分ได้ 3 กลุ่ม คือ สpinel การ์เนต (garnet) และแมกนีโต พลัมไบท์ (magnetoplumbite) ซึ่งรายละเอียดของสามชนิดนี้แสดงในตาราง 1

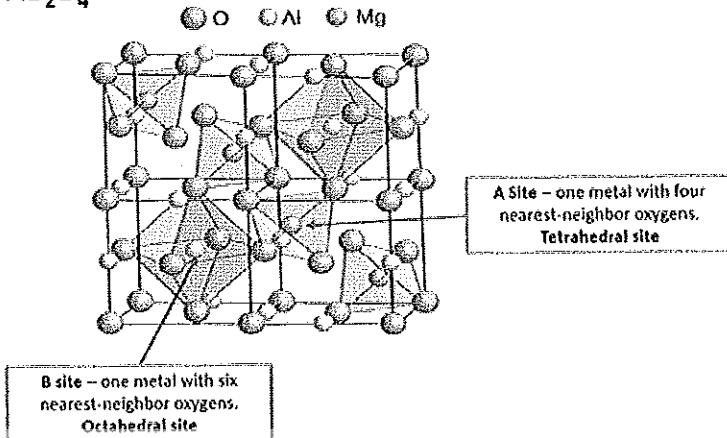
ตาราง 1 โครงสร้างผลึกและสูตรทั่วไปของเฟริร์โรต์ในกลุ่มต่าง ๆ

ชนิด	โครงสร้าง	สูตร	ตัวอย่าง
Spinel	Cubic	$M''Fe_2O_4$	$M'' = Fe, Cd, Co, Mg, Ni$ และ Zn
Garnet	Cubic	$M'''_3Fe_5O_{12}$	$M''' = Y, Sm, Eu, Gd, Tb,$ และ Lu
Magnetoplumbite	Hexagonal	$M''Fe_{12}O_{19}$	$M'' = Ba$ และ Sr

สารเฟริร์โรต์เหล่านี้มีโครงสร้างแบบสปินเนลบางครั้ง เรียกว่าเฟริร์โรสปินเนล (ferrospinel) เพราะว่า โครงสร้างเหล่านี้มีลักษณะเหมือนกับแร่สปินเนล ($Mg_2Al_2O_4$) ซึ่งโครงสร้างนี้เป็นโครงสร้างเชิงช้อน ประกอบด้วย 8 หน่วยเซลล์ หรือรวมทั้งหมด 56 ไอออนต่อหนึ่งหน่วยเซลล์ มีไอออนของออกซิเจน (รัศมีประมาณ 1.30 Å) และมีไอออนของโลหะซึ่งเล็กกว่าไอออนของออกซิเจนมาก (รัศมีไอออนประมาณจาก 0.70-0.801 Å) อยู่ในช่องระหว่างไอออนของออกซิเจน [15]

โครงสร้าง Spinel สารประกอบออกไซด์จำพวกนี้ ซึ่งมีรูปร่าง สูตรทั่วไปแบบ AB_2O_4 เช่น $MgAl_2O_4$ มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ ซึ่งอาจมองได้ว่าเป็นการผสมผสานกัน ระหว่างโครงสร้าง Rock Salt กับ Zinc Blend O^{2-} จะอยู่ตรง กลางหน้าของรูปลูกบาศก์ หน่วยเซลล์พื้นฐานจะมี 4 O^{2-} 4 ช่อง ออกอะไฮเดรต และ 8 ช่องเตตราซีดรอยด์ จะเห็นว่าโครงสร้างนี้มี 12 ช่องว่าง ซึ่งจะเป็นที่อยู่ของ 1 อนุมูลบวกสอง กับ 2 อนุมูลบวกสามในโครงสร้าง พื้นฐานของออกอะไฮเดรต 2 ช่องกับ เตตราซีดรอยด์ 1 ช่อง จะมีอนุมูลบวกแทรกอยู่ โครงสร้างพื้นฐานนี้จำนวน 8 เซลล์ จะจัดเรียงตัวกันเป็นหน่วยเซลล์ใหม่ซึ่งมี 32 O^{2-} 16 อนุมูลบวก ในช่องออกอะไฮเดรตและ 8 อนุมูลบวกในเตตราซีดรอยด์ แสดงในรูปที่ 4

Spinel AB_2O_4



รูปที่ 4 โครงสร้างสปินেล

สปินेलเกิดขึ้น 2 แบบ คือ สปินेलทั่วไปในช่องเตตราหีดรอยจะมี A^{+2} และในช่องออกตะหី ดรอลมี B^{+3} อยู่ สารประกอบบกกลุ่มนี้ได้แก่ $ZnFe_2O_4$, $CdFe_2O_4$, $MgAl_2O_4$, $CoAl_2O_4$, $NiAl_2O_4$, $MnAl_2O_4$ และ $ZnAl_2O_4$ สปินेल อีกชนิดหนึ่งได้แก่ อนุมูล A^{+2} แทรกอยู่ในช่องออกตะหី ดรอล และอีกครึ่งหนึ่งของอนุมูล B^{+3} แทรกอยู่ในช่องออกตะหី ดรอล $B(AB)O_4$ โครงสร้างแบบนี้พบมาก และพบในสารประกอบ $FeMgFeO_4$, $FeTiFeO_4$, Fe_3O_4 , $ZnSnZnO_4$, $FeNiFeO_4$ และสารที่มีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็กชนิดเฟอร์ไรต์ (Ferrite)

2.3 เฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric)

สารเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ จึงทำให้สามารถสร้างได้โดยไม่ต้องได้รับแรงกล ซึ่งสามารถแยกสารเฟอร์โรอิเล็กทริกออกจากวัสดุ ได้อิเล็กทริก ด้วยการตกค้างหรือรีมาเนนท์ พลาเรเชชัน (remanent polarization: P_R) เมื่อ spanning ไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปมีค่าเป็นศูนย์ [16] โดยปกตินั้นพลาเรเชชัน (P) เป็นผลมาจากการ spanning ไฟฟ้าซึ่งจัดเรียงข้าวคู่อะตอม (atomic dipole) หรือข้าวโมเลกุล (molecular dipole) อย่างเป็นระเบียบ ในสารหล่ายชนิดพลาเรเชชันเป็นสัดส่วนโดยตรงกับ spanning ไฟฟ้า เมื่อ spanning ไฟฟ้า \vec{E} มีความเข้มน้อย

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi_e \vec{E} \quad (7)$$

เมื่อ χ_e เป็นค่าคงที่เรียกว่า สารพรับได้ทางไฟฟ้า (electric susceptibility) ของตัวกลาง ค่าของ χ_e ขึ้นกับโครงสร้างทางจุลภาค (microscopic structure) ของสารที่พิจารณาและ ϵ_0 เป็นสภาวะ ยอมของสุญญากาศ (permittivity of a vacuum) มีค่าคงที่ประมาณ $8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ โปรดสังเกตว่า spanning ไฟฟ้า E ในสมการ (7) นี้เป็น spanning ไฟฟ้าทั้งหมด ซึ่งอาจเกิดจากส่วนของประจุ อิสระและส่วนของพลาเรเชชันที่ spanning \vec{E} ผลิตขึ้นเอง

χ_e ไม่มีทิศทาง และการขัดไฟฟ้า (electric displacement: D) มาจากการกระจายประจุ อิสระเท่านั้น ซึ่งมีความสัมพันธ์ตามสมการ (8)

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (8)$$

จากสมการ (7) และ (8) จะได้ความสัมพันธ์เป็น

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + \epsilon_0 \chi_e \bar{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \bar{E} \quad (9)$$

ดังนั้นไม่เพียงแต่ P เท่ากับที่ขึ้นกับ \bar{E} แต่ \bar{D} ก็ขึ้นกับ \bar{E} ด้วยเช่นกัน

$$\bar{D} = \epsilon \bar{E} \quad (10)$$

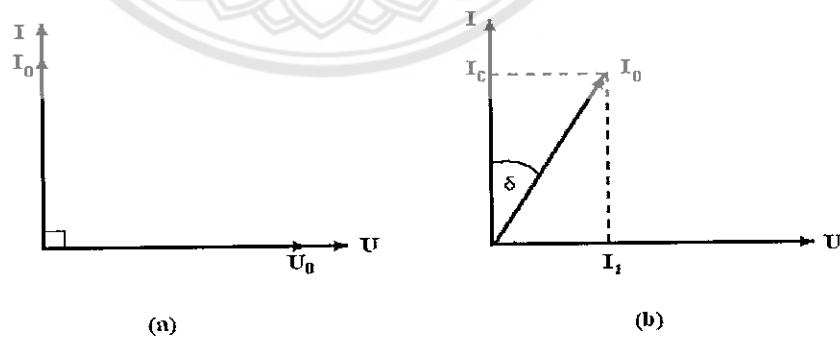
$$\epsilon = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \quad (11)$$

เรียก ϵ ว่าสภาพย้อม (Permittivity) ของวัสดุในสัญญาณ ไม่มีสารใดก่อให้เกิดโพลาไรซ์ ดังนั้น สภาพรับไว้ได้ทางไฟฟ้าจะเป็นศูนย์และสภาพย้อม (ϵ) จะมีค่าเท่ากับ ϵ_0 และจากสมการ (11) จะได้

$$\epsilon_r = 1 + \chi_e = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (12)$$

เมื่อ ϵ_r คือสภาพย้อมสัมพัทธ์ (relative permittivity) หรือ ค่าคงที่โดยอิเล็กทริกในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก ส่วนใหญ่ค่าคงที่โดยอิเล็กทริก ϵ_r จะมีค่าสูง ดังนั้น $\bar{P} > \epsilon_0 \bar{E}$ และ $D \approx P$ เมื่อป้อนไฟฟ้ากระแสสลับให้กับวัสดุโดยอิเล็กทริก สนามไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดเป็นเหตุให้เกิดไฟฟ้าภายในวัสดุ โดยอิเล็กทริกในกรณีอุดมคติ ไฟฟ้าภายในวัสดุโดยอิเล็กทริกสามารถสัมารรถลับทิศทางได้ตามความถี่ของแหล่งกำเนิด กรณีกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) มีความต่างไฟฟ้ากันอยู่ 90 องศา ดังรูปที่ 4(a) ทำให้ผลคูณสเกลาร์ (scalar product) ของ I และ V เท่ากับศูนย์ ดังนั้นจึงไม่มีการสูญเสียพลังงานของวัสดุโดยอิเล็กทริก (dielectric loss: $\tan \delta$) เกิดขึ้น แต่ในความเป็นจริงการสัมารรถลับทิศทางของไฟฟ้าจะก่อให้เกิดความต้านทานภายในเนื้อวัสดุเอง ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานขึ้น ซึ่งกรณีกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้ามีความต่างไฟฟ้ากันน้อยกว่า 90 องศา ดังรูปที่ 4(b) โดยการสูญเสียพลังงานที่เกิดขึ้นนั้นสามารถตรวจน้ำจากการทดลองและเป็นอัตราส่วนโดยตรงกับสภาพย้อม

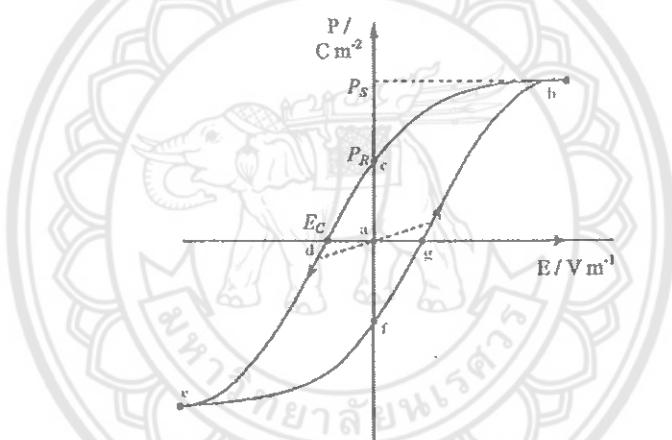
$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (13)$$



รูปที่ 5 ความต่างไฟฟ้าระหว่างกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) ของวัสดุโดยอิเล็กทริก (a) กรณีไม่มีสูญเสียพลังงาน (b) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน

ในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกการสัมารรถลับทิศทางของไฟฟ้าตามความถี่ของแหล่งกำเนิด ได้ความสัมพันธ์ระหว่างการโพลาไรซ์ชั้นและสนามไฟฟ้า (Polarization versus field) ซึ่งความสัมพันธ์จะพบในรูปของวงรอบไฮสเตอรีซิส (hysteresis loop) ดังรูปที่ 5

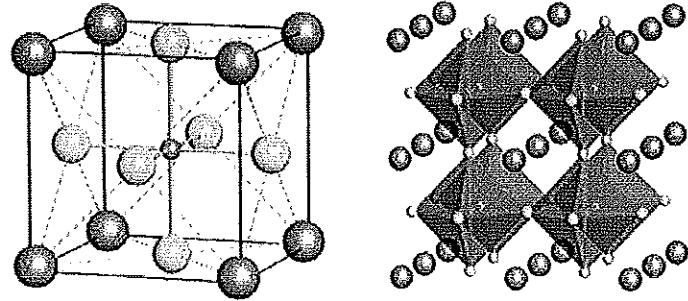
เมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไปครั้งแรกการเกิดโพลาไรเซชันเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งถึงจุดอิ่มตัว (saturation polarization) คือจุด b ซึ่งการเกิดโพลาไรเซชันมีค่ามากที่สุด ได้โพลทั้งหมดจะเรียงตัวขนานกัน และหากเพิ่มสนามไฟฟ้าไปมากกว่านั้น ก็ไม่มีผลต่อการเกิดโพลาไรเซชัน เมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าลดลงแทนที่การโพลาไรเซชันจะถอยกลับไปตามเส้นทางเดิมเหมือนตอนเริ่มต้น ($P = 0$) แต่กลับไปสู่ทิศทางที่แตกต่างกัน แม้ว่าไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ($E = 0$) แก้วัสดุเฟริโอเล็กทริกก็ตาม แต่ยังคงมีโพลาไรซ์หลงเหลืออยู่ หรือรีมาเนนท์ โพลาไรเซชัน (remanent value: P_R) ที่จุด C ถ้าเราต้องการกำจัดโพลาไรเซชันที่ยังหลงเหลืออยู่ เราต้องให้สนามไฟฟ้าย้อนกลับทิศทางเดิม (นั่นคือ $-E$) โพลาไรเซชันจะลดลงสู่ศูนย์ที่จุด d ซึ่งเรียกจุดนี้ว่าสนามโคเครอซีฟ (coercive field: E_C) ถ้าเราพยายามให้สนามไฟฟ้าในทิศทางลบนี้สูงขึ้นอีก ในที่สุดก็จะถึงจุดอิ่มตัว ที่จุด C ข้ามไปเพลทั้งหมดซึ่งเป็นทางขวา เมื่อถึงจุดอนันนี้ ถ้าไม่ป้อนกระแสไฟฟ้าให้กับวัสดุเฟริโอเล็กทริก แล้วปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาไรเซชันเพิ่มขึ้นไปทางขวา ยังจุด f เพื่อให้กระบวนการ ต้องป้อนกระแสไฟฟ้าอีกครั้งในทิศทางบวก โพลาไรเซชันจะกลับสู่ศูนย์ที่จุด g และในที่สุดก็จะมุ่งไปสู่จุดอิ่มตัวที่จุด b [16, 17]



รูปที่ 6 วงรอบฮิสเทอเรซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าในสารเฟริโอเล็กทริก

2.4 โครงสร้างเพอร์โฟไกต์ (perovskite structure)

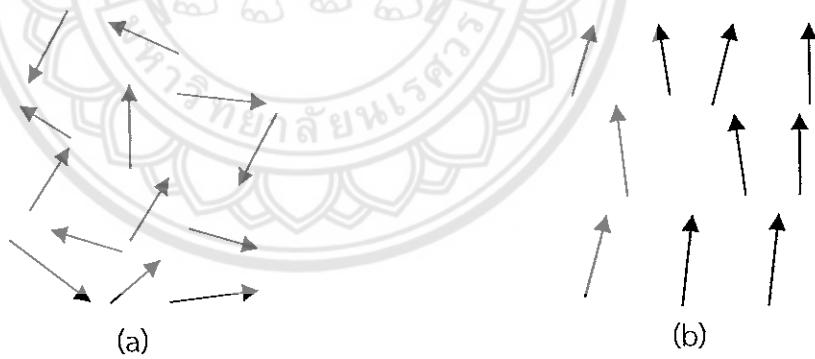
โครงสร้างเพอร์โฟไกต์มีสูตรทางเคมี คือ ABO_3 ประกอบด้วยอะตอมของไอออนบากที่มีรัศมีอะตอมขนาดใหญ่กว่าตัวอูญที่ตำแหน่ง A (A-site) ซึ่งอยู่ที่มุ่งทุกมุมของหน่วยเซลล์ (unit cell) และมีค่าความเป็นประจุไฟฟ้าต่ำกว่า อาทิ เช่น K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} และ Pb^{2+} ส่วนที่ตำแหน่ง B (B-site) ซึ่งอยู่ตรงกลางของหน่วยเซลล์จะมีอะตอมของไอออนบากที่มีรัศมีอะตอมขนาดเล็กและมีค่าความเป็นประจุไฟฟ้าสูงกว่าตัวอูญ อาทิ เช่น Ta^{5+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} และ Sn^{4+} โดยไอออนบากนี้จะถูกล้อมรอบด้วยไอออนลบของออกซิเจน 6 ตัวจับตัวกันเป็นรูปหกเหลี่ยม(octahedral) ดังแสดงในรูปที่ 6



รูปที่ 7 แสดงโครงสร้างแบบเพอร์อฟส์ไกท์ (ABO_3)

2.5 โพราไรเซชัน (Polarization)

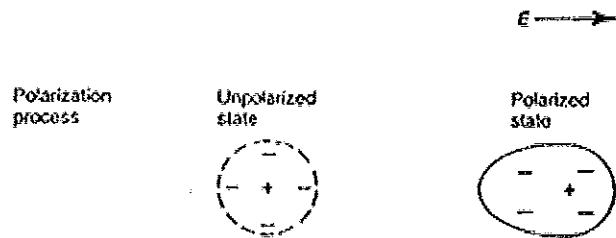
เมื่อเราพิจารณาสารเซรามิก ที่ประกอบด้วยผลึกก้อนเล็กๆ ที่มีทิศทางของไดโอดต่างกัน การที่ไดโอดไม่เรียงตัวเป็นระเบียบนี้ ทำให้เซรามิกไม่สามารถวัดค่าไฟโซ่อิเล็กทริกได้แต่เมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปในสารตัวอย่าง หรือการสร้างขึ้นให้แก่สาร (poling) นี้จะทำให้เกิดโพราไรเซชัน หรือไดโอดภายนในเนื้อสารอยู่ในทิศทางใกล้เคียงกัน หรือทิศทางเดียวกันกับทิศทางของสนามไฟฟ้าที่เข้าไป ดังรูปที่ 8 เพื่อเพิ่มสมบัติการเป็นไฟโซ่อิเล็กทริก และสมบัติทางไฟฟ้าด้วย [18]



รูปที่ 8 ไดโอดภายนในเนื้อสาร (a) ก่อนทำการ poling และ (b) หลังทำการ poling [18]

2.6 สมบัติไฟโซ่อิเล็กทริก (Dielectric properties)

สมบัติไฟโซ่อิเล็กทริก คือ สมบัติของการเป็นอนุนวัตไฟฟ้า ในวัสดุที่เมื่อยูในสภาพะปกติจะประกอบไปด้วยโมเลกุลที่มีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกับระหว่างโปรตอน และกลุ่มไฟโซ่อิเล็กตรอน ที่อยู่ภายใต้แรงยึดของโมเลกุล และแรงยึดของอะตอม ภายในเนื้อสารจะไม่มีประจุไฟฟ้าอิสระ แต่เมื่อมีสนามไฟฟ้าผ่านเข้าไปในสารตั้งกล่าวจะทำให้โมเลกุลเกิดแรงทางไฟฟ้า เนื่องจากสนามไฟฟ้ากระทำกับโมเลกุลจะทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักไปในทิศทางของสนาม และกลุ่มประจุลบจะเคลื่อนที่ไปในทิศทางตรงกันข้าม ทำให้โมเลกุลของสารเกิดเป็นโมเมนต์ชั่วครู่ (dipole moment) ขึ้นมา ดังแสดงในรูปที่ 8



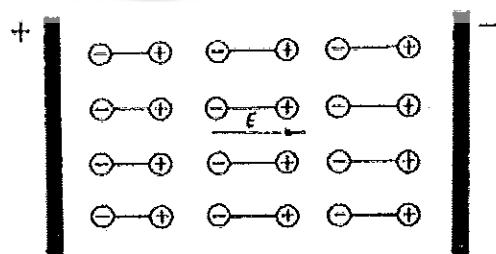
รูปที่ 9 แสดงการเกิดโพลาไรซ์ของatom [19]

นอกจากนี้ยังมีกรณีของสารไดอิเล็กทริกที่ไม่เลกตุล มีความเป็นขั้วคู่อยู่ก่อนแล้ว เพียงแต่ทิศทางของขั้วคู่มีความไม่เป็นระเบียบดังแสดงในรูปที่ 9



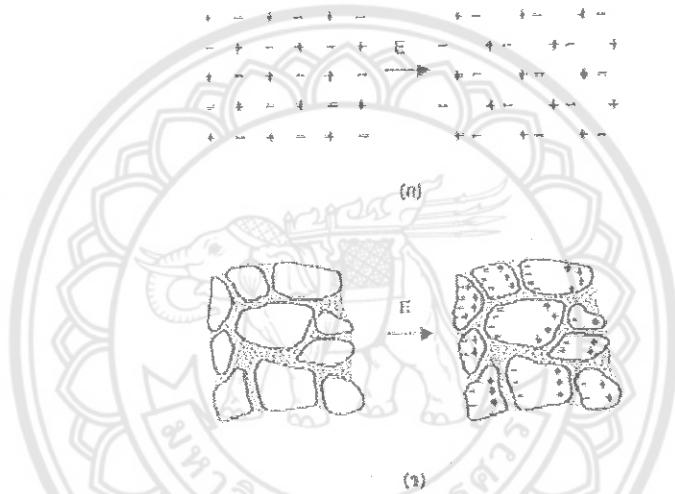
รูปที่ 10 ลักษณะของขั้วคู่ที่ว่างทิศทางอย่างไม่เป็นระเบียบ [20]

เมื่อมีสนามไฟฟ้าภายนอกมากระทำ จะทำให้ขั้วคู่เล็กๆ เหล่านี้เกิดการเรียงตัวในทิศทางเดียวกันอย่างเป็นระเบียบ เมื่อพิจารณามวลสารทั้งหมดของสารไดอิเล็กทริก จะเห็นว่าประจุบวกทั้งหมดย้ายห่างออกจากประจุลบ ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า สารไดอิเล็กทริกนั้นถูกโพลาไรซ์ (polarized) ดังแสดงในรูปที่ 11



รูปที่ 11 แสดงการเกิดโพลาไรซ์ของสารไดอิเล็กทริก [21]

นอกจากกระบวนการ atomic และ dipole polarizations ที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น ยังมีกระบวนการ ionic และ space charge polarizations ที่สามารถทำให้เกิดโมเมนต์ขั่วคู่ได้เช่นกัน โดยกระบวนการ ionic polarization จะเกิดขึ้นกับวัสดุที่มีพันธะไอออนิกที่เกิดการเลื่อนตำแหน่งของไอออนบวกและไอออนลบไปจากสมดุลของผลติพิษพารามิเตอร์ในโครงสร้างผลึก เนื่องจากมีสนามไฟฟ้าภายนอกเข้ามาเหนี่ยวแน่นทำให้มีขั่วคู่ สำหรับกรณีกระบวนการ space charge polarization นั้น จะเกิดขึ้นกับวัสดุที่มีขوبเกรน เนื่องจากสนามไฟฟ้าภายนอกมานะนี้ยวนำทำให้ประจุที่อยู่ในสภาวะสมดุล เกิดการเคลื่อนที่จากตำแหน่งเดิมไปอยู่ที่บริเวณขอบเกรน ทำให้เกิดขั่วคู่ขึ้น [22] แสดงดังรูปที่ 12

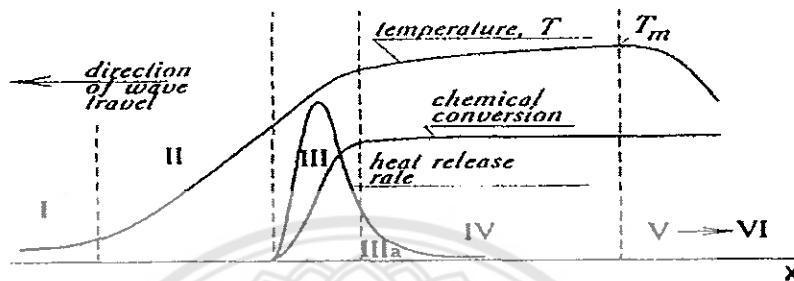


รูปที่ 12 แสดงกระบวนการเกิดโพลาไรซ์ขั้นแบบ (g) ionic (h) space charge [19]

2.7 เทคนิคการเผาไหม้

การเตรียม pengstik ด้วยวิธีการเผาไหม้ เป็นการใช้ประโยชน์จากการปลดปล่อยพลังงานความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีในขั้นตอนการผลิต มีการใช้กันมานานแล้วตั้งแต่ศตวรรษที่ผ่านมา เมื่อ Beketov และ Goldshmidt ได้ค้นพบ self-sustaining thermite reaction ซึ่งต่อมาได้ใช้หลักการจุดระเบิดของปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการผลิตอย่างมากmany เช่น ในกระบวนการผลิตเทาหโลมเหล็ก การผลิตเหล็กโรลล้อย ฯลฯ อย่างไรก็ตามการพัฒนาทฤษฎีการเผาไหม้ (combustion) ยุคใหม่ไม่ได้มีรูปแบบอย่างที่เคยปฏิบัติมา (ในปี ค.ศ. 1930-1940 สำหรับแก๊ส และปี ค.ศ. 1950-1960 สำหรับของเหลว) ในปี ค.ศ. 1967 ได้มีการค้นพบปรากฏการณ์จุดระเบิดของของแข็ง ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะได้ผลผลิตในสถานะของแข็ง และการพัฒนาวิธีการเผาไหม้บนพื้นฐานของ self-propagation high-temperature (SHS) ได้กระตุ้นให้เกิดการทดลองและการศึกษาทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเผาไหม้ของสารประกอบอนินทรีย์และวัสดุอย่างกว้างขวาง ซึ่งผลของข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้ถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมกระบวนการเผาไหม้มีการใช้งานกันอย่างกว้างขวาง สำหรับวัสดุที่มีสูงและกระบวนการผลิตเพื่อการประหยัดพลังงาน ใน

ปัจจุบันการควบคุมความเร็วของการจุดระเบิด อุณหภูมิ สัดส่วน และโครงสร้างของผลผลิตทำได้โดย การประยุกต์แนวคิดแผนใหม่ของทฤษฎีการเผาไหม้และโครงสร้างจนพลศาสตร์มหันภาค ของ ปฏิกิริยาเคมี ซึ่งสามารถอธิบายกระบวนการทั่วไปของการเผาไหม้ ได้ดังรูปที่ 13



รูปที่ 13 แสดงการเปลี่ยนแปลงของกระบวนการการเผาไหม้

ช่วงที่หนึ่ง เป็นช่วงเริ่มต้นของปฏิกิริยา ช่วงที่สอง เป็นช่วงก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยา ซึ่งช่วงนี้จะยังไม่มีปฏิกิริยาเกิดขึ้น แต่จะมีการถ่ายเทความร้อนเพิ่มมากขึ้น ช่วงที่สาม เป็นช่วงที่มีความสำคัญต่อ โครงสร้างของวัสดุ โดยจะมีการปลดปล่อยพลังงานความร้อนของกามาเมื่อเกิดการจุดระเบิด และความร้อนที่ปลดปล่อยออกมานี้จะแพร่ไปสู่ช่วงต้นของช่วงที่สี่ คือ ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี (chemical conversion) ส่วนที่กว้างที่สุดของช่วงนี้ คือ ส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงไฟสีและโครงสร้างของวัสดุ ซึ่งขั้นตอนนี้จะเป็นตัวกำหนดโครงสร้างสุดท้ายและมีบทบาทสำคัญต่อสมบัติของวัสดุ ในช่วงที่ห้าของ กระบวนการ เป็นช่วงที่วัสดุเกิดการเย็นตัว และในช่วงนี้อาจมีผลกระทบต่อโครงสร้างของวัสดุ ถ้าการเย็นตัวเกิดขึ้นอย่างช้าๆจะทำให้ได้โครงสร้างของวัสดุที่สมดุล ดังนั้นในกระบวนการการเผาไหม้ อัตราการให้ความร้อนจะเป็นตัวกำหนดรูปแบบของการปลดปล่อยความร้อนและถ่ายเทความร้อนไปสู่ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ส่วนคุณลักษณะของวัสดุที่ได้จะขึ้นอยู่กับไฟสี โครงสร้าง เงื่อนไข และอัตราการเย็นตัวของวัสดุ

2.8 การซินเตอร์

การซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง

การซินเตอร์ (sintering) คือ กระบวนการทางความร้อนที่ทำให้อุณหภูมิกัดการสร้างพื้นที่ กันอย่างสมดุล โดยมีโครงสร้างหลักเป็นของแข็ง ที่พัฒนามาจากการเคลื่อนย้ายมวลลักษณะ ต่าง ๆ ที่มักจะเกิดขึ้นในระดับของอะtom การเกิดพื้นที่เชื่อมตอกันดังกล่าวทำให้ระบบมีความแข็งแรง สูงขึ้นและมีพลังงานลดลง นอกจากนี้ยังอาจจะกล่าวได้ว่าการซินเตอร์นั้น หมายถึงการกำจัดรูพรุนที่อยู่ระหว่างอุณหภูมิผิวที่น้ำ โดยอาศัยการหล่อเหลวขององค์ประกอบที่เข้มอยู่ติดกันแล้วกิดการเติบโต ไปด้วยกัน โดยมีการสร้างพื้นที่ที่แข็งแรงระหว่างอุณหภูมิที่อยู่ติดกันขึ้นมาทุกขั้นตอนที่อยู่ระหว่าง การเปลี่ยนสภาพซึ่งงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูป ไปเป็นโครงสร้างจุลภาคที่ประกอบด้วยการยึดเกาะกัน

ของเกรนต่าง ๆ ล้วนแต่เป็นส่วนหนึ่งของขั้นตอนการซินเตอร์ทั้งสิ้น แรงขับดันสำหรับการซินเตอร์นั้นได้มาจากการลดพื้นที่ผิวและพลังงานของพื้นผิวด้วยการใช้ของแข็งที่เชื่อมยึดกันโดยมีพลังงานของเกรนแบบของแข็ง-ของแข็ง (γ_{gb}) ที่ค่อนข้างต่ำเข้าไปแทนที่กลุ่มนูภาคผงที่ยึดกันอยู่อย่างหลวง ๆ ซึ่งจะมีพลังงานพื้นผิวแบบของแข็ง-ไอ (γ_{sv}) ที่สูงมาก ด้วยเหตุนี้ของการผลิตเซรามิกส่วนใหญ่จึงนิยมเลือกใช้ชอนูภาคผงตั้งต้นที่มีขนาดอนูภาคเล็ก เนื่องจากอนูภาคผงที่มีขนาดยิ่งเล็กเท่าไรก็จะยิ่งมีพื้นที่ผิวมากขึ้นเท่านั้น จึงทำให้ระบบมีแรงขับดันสำหรับการซินเตอร์ที่สูงขึ้นตามไปด้วย ทำให้ขั้นงานสามารถเกิดการแปรตัวได้ดี จึงมีความหนาแน่นสูง หรือทำให้สามารถใช้อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำลงได้ [23]

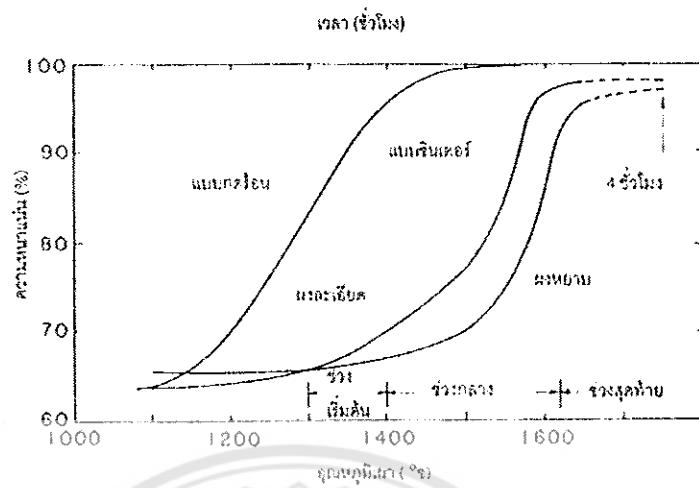
การทดสอบด้วยของขั้นงานเซรามิกขณะที่ทำการซินเตอร์สามารถตรวจสอบได้จากการวัดขนาดหรือหาค่าความหนาแน่นของขั้นงานขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ และเวลาในการเผาตั้ง เช่น ตัวอย่างของพฤติกรรมการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง (solid - state sintering) ทั้ง ๆ ไปที่แสดงดังรูปที่ 15 ซึ่งประกอบไปด้วย ขั้นตอนหลักที่มีความคิดเห็นว่าต่อเนื่องกันอยู่คือ

1. การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial sintering) จะเกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัวกันใหม่อีกครั้ง หนึ่งของอนูภาคผงภายในขั้นงานและการเกิดพันธะที่แข็งแรง หรือคอ (neck) ขึ้นมาที่บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนูภาคผง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของขั้นงานในช่วงนี้อาจเพิ่มขึ้นจาก 0.5 ไปถึง 0.6 ได้ส่วนใหญ่ก็เนื่องมาจากการที่อนูภาคผงมีการแพคตัวกันมากยิ่งขึ้นนั่นเอง รูปที่ 15(b) การซินเตอร์ช่วงกลาง (intermediate sintering) เป็นช่วงที่ขนาดของคอเริ่มโตขึ้นและปริมาณของความพรุนในขั้นงานจะเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอนูภาคเริ่มเข้ามาใกล้ชิดติดกันมากยิ่งขึ้น ทำให้ขั้นงานเกิดมีการทดสอบอย่างชัดเจน เริ่มมีเกรนและขอบเกรนเกิดขึ้นพร้อมกับมีการเคลื่อนที่ของสิ่งเหล่านี้ ทำให้เกิดมีการเติบโตของเกรนบางเกรนขึ้นขั้นตอนนี้จะดำเนินไปเรื่อย ๆ อย่างต่อเนื่องในขณะที่ของว่างของรูพรุนจะเริ่มเกิดการเชื่อมต่อกัน (พักรูพรุนเปิด) และจะสิ้นสุดพฤติกรรมนี้ในทันทีเมื่อรูพรุนเกิดมีการแยกตัวหลุดออกไปอยู่ต่างหาก (พักรูพรุนปิด) การทดสอบของขั้นงานจะเกิดขึ้นมากที่สุดในการซินเตอร์ช่วงกลางนี้ และอาจจะทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของขั้นงานมีค่าสูง (รูปที่ 15(c))

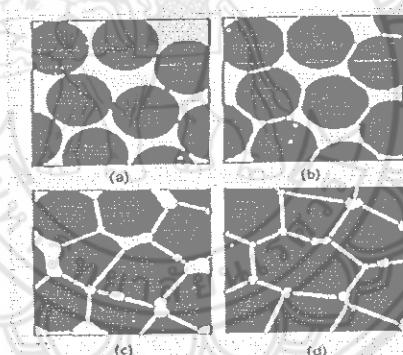
2. การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย (final stage sintering) เป็นช่วงที่รูพรุนในขั้นงานเริ่มปิดตัวเองลงและค่อย ๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากขั้นงานอย่างช้า ๆ โดยอาศัยกลไกการแพร์ของอากาศจากรูพรุนออกตามแนวของขอบเกรน แล้วหลุดออกไปจากผิวของขั้นงาน ซึ่งจะทำให้ขั้นงานเกิดการแปรตัวเพิ่มขึ้นจากเดิมอีกเล็กน้อย ขนาดของเกรนจะเพิ่มขึ้นในการซินเตอร์ช่วงสุดท้ายนี้ รูปที่ 15(d)

1040639

๓๐.๑.๒๕๖๔



รูปที่ 14 พฤติกรรมการซินเตอร์แบบสถานะของแข็งทั่วๆ ไปในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา



รูปที่ 15 พัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง
 (a) อนุภาคผงยึดกันอยู่แบบหลวมๆ หลังการอัดขึ้นรูป
 (b) การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น
 (c) การซินเตอร์ช่วงกลาง และ (d) การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย

การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว

การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว (liquid phase sintering) เป็นกระบวนการเผาซินเตอร์ที่มีองค์ประกอบหนึ่งของวัสดุกิดการหลอมเหลวขึ้นจนกลายสภาพไปเป็นของเหลวในระหว่างที่มีการซินเตอร์ ซึ่งเป็นกระบวนการอันหนึ่งที่นิยมใช้ในการผลิตเซรามิก ด้วยการใช้อุณหภูมิมาซินเตอร์ที่ต่ำลงเนื่องจากโดยปกติแล้ววัสดุพากเซรามิกส่วนใหญ่จะมีจุดหลอมเหลวที่สูงมากบางชนิดอาจสูงถึงประมาณ 1300 องศาเซลเซียส ทำให้ต้องมีการใช้พลังงานที่สูงมากในการเผาซินเตอร์ผลิตภัณฑ์เหล่านี้และมีความสามารถที่สามารถใช้งานภายใต้เงื่อนไขนี้ได้ นอกจากนี้ยังเป็นการเสียงต่อ

การเกิดปัญหาเรื่องปฏิกริยาระหว่างสารในภาชนะที่หломตัว กับภาชนะเองได้ง่ายอีกด้วย ดังนั้นจึง มีการพัฒนาเทคนิคการผลิตเซรามิกเหล่านี้ที่อุณหภูมิต่ำลงด้วยการใช้สารช่วยหломหรือฟลักซ์ (fluxes) ซึ่งเป็นอนุภาคผงที่เติมลงไปเพื่อทำหน้าที่ช่วยให้ชั้นงานเกิดการหломเหลวที่ต่ำกว่าสาร องค์ประกอบหลักของผลิตภัณฑ์มาก จึงเกิดเป็นเฟสที่เป็นของเหลวให้เคลื่อนย้ายที่ในระหว่างการซิน เทอร์ริได้รอดเร็วขึ้นกระบวนการซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลวมีอยู่สองระบบคือ

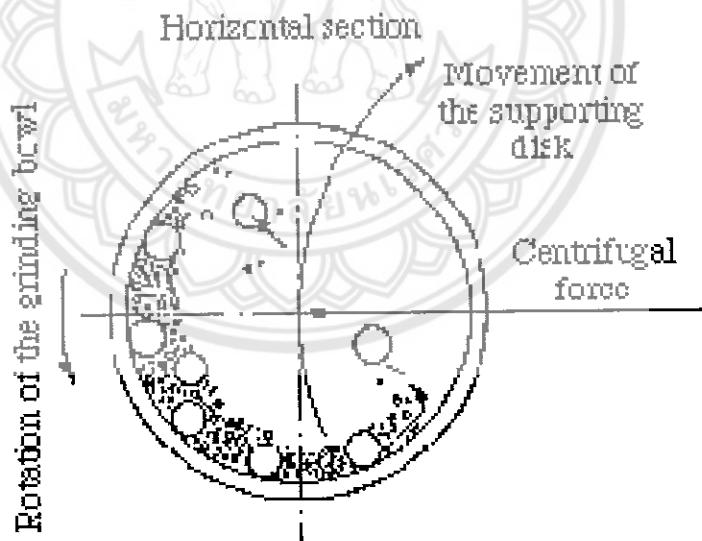
- ระบบที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อชั้นงานได้รับความร้อนจนกระหั่งถึงอุณหภูมิของการ ซินเตอร์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นและคงสภาพอยู่ตลอดช่วงของการซินเตอร์และ เมื่อชั้นงานเริ่ม เย็นตัวลงเฟสที่เป็นของเหลวนี้จะเกิดการแข็ง ตัวแยกเฟสอยู่ในชั้นงาน
- ระบบที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันเมื่อชั้นงานได้รับความร้อนจนกระหั่งถึงอุณหภูมิของการ ซินเตอร์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นแล้วค่อย ๆ หายไปช้า ๆ ด้วยการละลายลงไปอยู่ ในเมทริกซ์ของชั้นงาน

กระบวนการซินเตอร์ที่มีเฟสของเหลวประกอบด้วย 4 ระยะหลักดังนี้

- ระยะที่อนุภาคมีการจัดเรียงตัวกันใหม่ (particle rearrangement stage) หลังจากที่ มีการหломเหลวเกิดขึ้นอนุภาคของแข็งจะถูกแรงดันรูเล็กจากของเหลวตึงเข้าการกัน ทำให้ชั้นงานเกิดมีการหดตัวอย่างรวดเร็ว และมีการกำจัดรูพรุนออกไปจากชั้นงาน
- ระยะที่อนุภาคมีการแยกออกจากกันแล้วเกิดการแตกตะกอนช้ำ (dissolution reprecipitation stage) มีหลักการณ์ที่อนุภาคของแข็งสามารถละลายในเฟสที่เป็น ของเหลวได้ในระดับหนึ่ง ซึ่งความโถงของอนุภาคของแข็งและความต้านทาน จุดสัมผัส ระหว่างอนุภาคของแข็งจะช่วยทำให้เกิดมีการแยกออกจากกันของอนุภาคได้ เมื่อเกิดมี การละลายขึ้น ตัวถูกละลายจะแพร่เข้าสู่จุดที่มีความโถงตรงกันข้ามภายในโครงสร้าง จุลภาค และเกิดการแตกตะกอนจนทำให้เกรนบริเวณดังกล่าวมีขนาดโตขึ้นซึ่งตัวที่ แตกตะกอนอาจจะไม่ได้เป็นตัวเดียวกันกับอนุภาคของแข็งเริ่มต้นก็ได้แต่อาจจะเป็นตัวใหม่ ที่มีองค์ประกอบของทั้งที่ได้จากเฟสที่เป็นของแข็งและที่เป็นของเหลวอยู่ร่วมกัน ซึ่งการ แตกตะกอนในลักษณะดังกล่าวนี้จะทำให้ปริมาณเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นในระบบลดลง ขณะที่มีการแตกตะกอน
- ระยะที่ของเหลวมีการสมานลักษณ์ (liquid assimilation) ในบางกรณีของเหลวจะเข้าไป ปะปนอยู่ร่วมกับเฟสที่เป็นของแข็งได้โดยตรงด้วยการเกิดปฏิกริยาทางเคมีหรืออาจจะเข้า ไปแทรกอยู่ด้วยแรงกล จนทำให้เกิดการเป็นของแข็งที่อยู่ในรูปของสารละลายของแข็งที่ เกิดจากการดูดซับของเหลวหรือเกิดเฟสใหม่ที่ตอกคลีมจากสารที่เกิดการหлом
- ระยะที่มีการเติบโตของเกรนในสถานะของแข็ง (solid state grain growth stage) เมื่อ ของเหลวถูกรีดออกมากจากอนุภาคที่อัดกันแน่น หรือมีการแพร่ซึมเข้าไปอยู่ภายใน ของแข็งจะทำให้เกิดมีขอบเกรนปรากฏขึ้นมา ซึ่งถ้าหากระบบยังมีการซินเตอร์อยู่ก็จะมี พฤติกรรมการเติบโตของเกรนเป็นขั้นตอนหลักที่ค่อยควบคุมพุ่ติกรรมของการซินเตอร์ ต่อไป

2.9 การบดย่อยด้วยลูกบอล (Ball milling)

เป็นกระบวนการบดย่อยอนุภาคของวัตถุดิบที่อาศัยการหมุนหม้อบด ซึ่งเป็นแท่งกลวงทรงกระบอกที่มีฝาปิด-เปิดได้อยู่ที่ปลายด้านหนึ่ง ในแนวนอน หม้อบดส่วนใหญ่ที่นิยมใช้งานกันในระดับห้องปฏิบัติการ มักจะทำด้วยกระปองพลาสติกแบบง่าย ๆ ที่สามารถกำจัดเศษพลาสติกที่ปนเปื้อนมากับการบดย่อยได้ด้วยการเผาที่อุณหภูมิต่ำ หรือในบางกรณีอาจจะใช้หม้อบดเซรามิกที่ทำด้วยพอร์ซเลน ก่อนที่จะทำการหมุนหม้อบดจะต้องมีการใส่วัตถุดิบที่ต้องการจะลดขนาด หรือที่เรียกว่า ประจุ (charge) พร้อมกับลูกบอล (ball) หรือลูกบด (grinding media) และสารเติมแต่งอื่น ๆ เช่น สารเจือ หรือสารช่วยหล่อลื่น เป็นต้น ลงไปในปริมาณที่เหมาะสมกับขนาดของหม้อบดโดยจะต้องพยายามปรับอัตราส่วนขององค์ประกอบเหล่านี้ในหม้อบด ให้ระบบทั้งชุดสามารถเกิดพฤติกรรมการบดย่อย กล่าวคือ ลูกบดจะต้องมีการเคลื่อนที่คล้าย ๆ กับตัวอักษร D โดยมีการเคลื่อนที่เลื่อนไถไปมาตามวงแหวนที่ติดต่อกัน ซึ่งจะส่งผลให้ลูกบดกระแทกกับวัสดุด้านล่าง (รูปที่ 16) จากนั้นเมื่อการหมุนเบี้ยดเสียดกัน และมีการเลื่อนไถเป็นวัฏจักรเช่นนี้เรื่อยไป ทำให้อนุภาคของวัตถุดิบมีขนาดลดลง เนื่องจากลูกกระแทกด้วยลูกบด ถูกขัดสีระหว่างลูกบด และระหว่างลูกบดกับผนังของหม้อบด ในขณะที่พุติกรรมต่าง ๆ เหล่านี้สามารถช่วยทำให้ขนาดของอนุภาคลดลง การเกิดสิ่งเจือปนก็อาจจะมีขึ้นในขั้นตอนเหล่านี้เช่นกันไม่ว่าจะเป็นชิ้นส่วนของลูกบด หรือผนังของหม้อบดที่สึกกร่อนหลุดไปเข้ามาด้วย [24,25]



รูปที่ 16 ภาพตัดขวางแสดงองค์ประกอบหลักของการบดย่อยด้วยลูกบอล (ball-milling)
และแสดงลักษณะพุติกรรมการบดย่อยแบบเลื่อนหล่นกันไป (cascading)

2.10 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุที่นิยมแบบไม่ทำลาย (non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบ

โครงสร้างผลึก รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจการทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1 – 100 อังสตروم การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสารนั้น ก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิด ซึ่งหลักการดังกล่าวเหล่านี้เรายังสามารถนำมาใช้เคราะห์สารได้ดังนี้ [26]

- 1.ใช้เคราะห์ห้องค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ
- 2.ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
- 3.ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยงเบนรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสรاثาตุกัมมันตังสีและที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กทรอนที่มีพลังงานสูงช่วงอะตอม ทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กทรอนชั้นวางโครงต่าง ๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้นเกิดภาวะเข้าสู่ปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลงปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นกระบวนการการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกิน ในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือไฟฟ่อนอกมาในลักษณะพัลส์ (Pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์” ซึ่งแบ่งได้ 2 ชนิด ตามกระบวนการของการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินจากอะตอมบริเวณชั้นโครงอิเล็กทรอน คือ

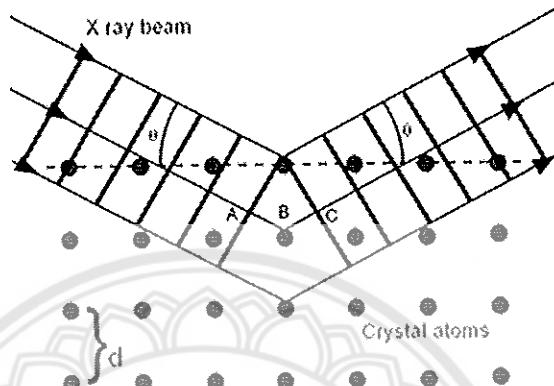
(1) รังสีเอกซ์เฉพาะตัว มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเดียว (monochromatic X-ray) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอน ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กทรอนหรือนูกาคที่มีประจุบวกอีกหนึ่ง หรือไฟฟ่อนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กทรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม แล้วถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กทรอน อิเล็กทรอนชั้นในวงโคจรได้รับพลังงานเพิ่มสูงขึ้นกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นวางโครง ทำให้หลุดจากวงโคจรเกิดที่ว่างของอิเล็กทรอนในชั้นวงโคจรชั้น ทำให้อะตอมอยู่ในภาวะที่ถูกกระตุ้นและจะลดระดับพลังงานลงสู่ภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กทรอนของวงโคจรในชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นในด้วยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมารูปรังสีเอกซ์ แล้วเข้ามาแทนที่ซึ่งของวงโคจรชั้นใน พลังงานส่วนเกินนี้จะมีค่าเท่ากับความต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะวงโคจรของอิเล็กทรอน และชนิดของธาตุนั้น ๆ จึงมีพลังงานเฉพาะค่า

(2) รังสีแบบต่อเนื่อง มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุด ถึงสูงสุด ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องเกิดจากอิเล็กทรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่สนามคูลombs (Coulomb field) บริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตย์บริเวณดังกล่าวทำให้อิเล็กทรอนสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปล่อยรังสีเอกซ์ออกมานะ

ก่อนที่อิเล็กทรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับสนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียสที่เกิดจากประจุของอะตอม อิเล็กทรอนจะสูญเสียพลังงานบางส่วน อันเนื่องจากการกระเจิงของอิเล็กทรอนดังนั้นพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น จึงมีค่ากระจายต่อเนื่องจากพลังงานต่ำสุดถึงสูงสุดของอิเล็กทรอนปฐมภูมิ ถ้าอิเล็กทรอนปฐมภูมิมีพลังงานสูงพอที่จะกระตุ้นให้อิเล็กทรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมหลุดออกจากได้ก็จะเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะค่าปะปนช้อนอยู่กับสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องด้วยเสมอ การปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมานี้ความยาวคลื่นได ๆ ขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่คายออกมานะ

ซึ่งความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดเกิดจากการที่อิเล็กตรอนภายในพลังงานที่ได้รับมากทั้งหมดจากแหล่งกำเนิดโดยไม่เข้ากับชนิดของเป้าหมายที่ใช้

เมื่อรังสีเอกซ์ตกรอบผิวน้ำของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวน้ำ อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนจะกระเจิงและส่วนที่เหลือที่จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอมดังรูปที่ 17



รูปที่ 17 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกค์

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กัน ลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำধานานกัน สิ่งสำคัญใน การเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวน้ำจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เมื่อปี ค.ศ. 1912 แบรกค์ได้ยิงลำรังสีเอกซ์แบบ ๆ กระทบผิวน้ำผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิด การเลี้ยวเบนและการกระเจิงเมื่อเกิดอันตรกิริยา กับอะตอม O , P และ R ถ้า

$$SQ + QT = n\lambda \quad (14)$$

เมื่อ n คือ จำนวนเต็มรังสีที่กระเจิงจะอยู่ในไฟฟ์ที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

$$SQ = QT = d \sin \theta \quad (15)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก เขียนสนการใหม่ได้ว่า

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (16)$$

เรียกสมการนี้ว่า สมการของแบรกค์ (Bragg's equation) ซึ่งมีประโยชน์มาก สำหรับ การศึกษาที่มีโครงสร้างเป็นระเบียบ เช่น สารที่มีโครงสร้างเป็นผลึกเดี่ยว (single crystal) และผลึกเชิงซ้อน (polycrystalline) เพราะในสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเรียงตัวของอะตอมเป็น ลักษณะเฉพาะ เมื่อเราทราบถึงค่า λ ที่เกิดการเลี้ยวเบนไปของรังสีเอกซ์เมื่อชนกับอะตอมของสาร เราจะทราบถึงระยะห่างระหว่างแต่ละอะตอมของสารนั้น ๆ จึงเป็นประโยชน์อย่างมากในการ วิเคราะห์หาชนิดของสาร (qualitative analysis) รวมไปถึงสมบัติทางกายภาพของสารนั้น ๆ อีกด้วย

การคำนวณหาค่าคงที่แอลติช c , a และค่าอัตราส่วน c/a สามารถทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร์กัชน์ และจากสมการที่ (11)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (17)$$

ในระบบเทหะระgon ดังนั้น ค่าแอลติช a มีค่าเท่ากับแอลติช b แต่ไม่เท่ากับแอลติช c ($a = b \neq c$) ดังนั้น จากสมการที่ (11) เศียนใหม่ได้เป็น

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (18)$$

หรือ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = (h^2 + k^2) + \frac{l^2}{(c/a)^2} \quad (19)$$

สำหรับเดาท่าเนตสามารถคำนวณหาค่าอัตราส่วน c/a ได้โดยนำค่า d-spacing d_{002} และ d_{200} มาคำนวณตามสมการ (14)

$$c/a = \frac{d_{002}}{d_{200}} \quad (20)$$

2.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์เลนส์ปรงกอบห้างแบบใช้แสงธรรมด้าและใช้รังสีแบบอื่น ๆ มีข้อจำกัดในการขยายภาพ เพราะกำลังขยายและกำลังแยกของกอบจะขึ้นกับลักษณะของเลนส์แล้ว ยังขึ้นอยู่กับความยาวคลื่นของแสงที่ใช้อีกด้วย กล้องจุลทรรศน์เลนส์ปรงกอบสามารถมีกำลังแยกขนาดของส่วนต่างๆ ได้เพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น ส่วนกำลังขยายรวมก็ไม่เกิน 2,000 เท่า จึงยังมองเห็นวัตถุภายใต้ชีวภาพในเซลล์ที่มีขนาดเล็กเป็นจุด ไม่สามารถแยกรายละเอียดได้ว่าส่วนนั้นเป็นอะไร ต่อมาได้มีการนำเอาอิเล็กตรอนซึ่งมีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นของแสงมาก เข้ามาใช้ในกล้องจุลทรรศน์แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์แม่เหล็กแทนเลนส์ปรง ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพที่สำคัญ คือการเปลี่ยนรูปแบบของภาพที่ได้ ให้เป็นรูปแบบที่มีรายละเอียดที่ชัดเจนขึ้น ทำให้สามารถขยายภาพได้มากกว่า 1,000 เท่า แต่ก็ต้องใช้เวลาในการตั้งค่าและติดต่ออย่างเช่นเดียวกับกล้องจุลทรรศน์แบบปรงกอบ

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องที่ใช้ศึกษาโครงสร้างหรือองค์ประกอบพื้นผิวของเซลล์เนื้อเยื่อและวัตถุต่างๆ โดยทำให้องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซลล์หรือวัตถุให้มีความเข้มข้นของเจ้าแตกต่างกัน [27]

หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

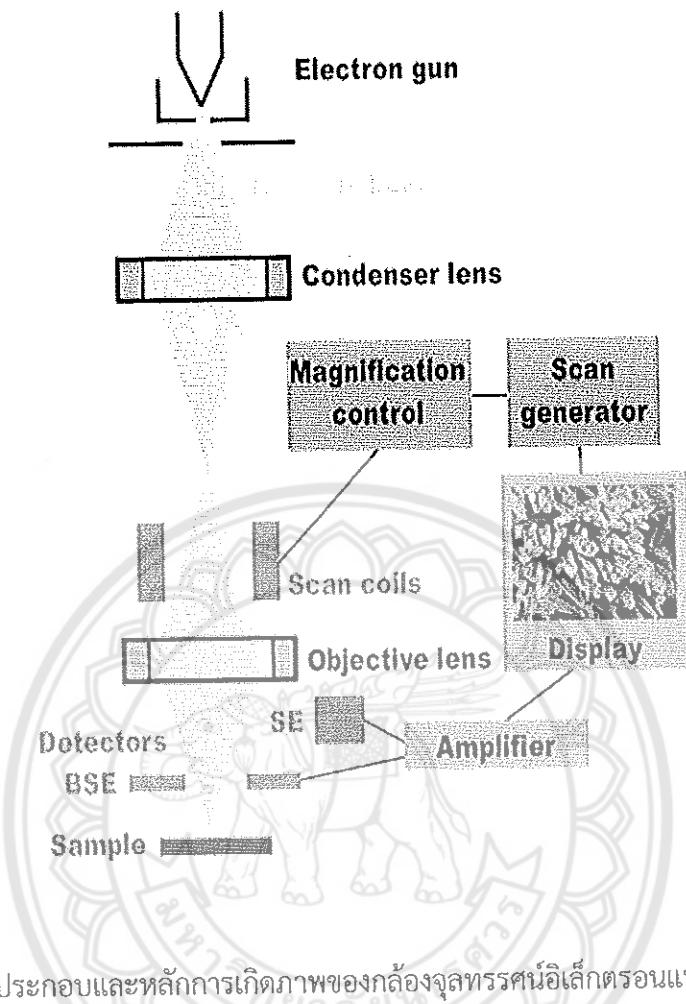
อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลท์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นอาโนด (anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสูญญากาศ $10^{-5} - 10^{-7}$ ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิงลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิwtawoyang พอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตก

กรอบผิวตัด หรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดคลื่นความคุณการส่องกราด (scan coil) ของลำอิเล็กตรอน ทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิwtawoyang ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกรอบผิwtawoyang จะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปัจมภูมิกับอะตอมธาตุในวัสดุ หรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal) ชนิด ต่าง ๆ օอกมา ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น คือ

(1) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image, SEI) หรือเป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอนโวลท์ เกิดที่พื้นผิวด้วยลึก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่าง

(2) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image, BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สัญญาณพลังงานให้กับอะตอมในชั้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับօอกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวด้วยลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้กับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

(3) สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M, \dots) ถูกกระตุ้น (excited) หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรของตัวเอง ทำให้อะตอมต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นวงโคจรดังไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานส่วนเกินออกมานในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ



รูปที่ 18 องค์ประกอบและหลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพ平坦บนจอรับภาพ ได้โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กตรอน ทุกตัวจะต้องตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (Plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจาก อิเล็กตรอนจะต้องตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดรอยต่อฟีเอ็น (PN junction detector) หรือตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และในสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ จะใช้หัวรับรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเทกซิลิคอนลิตيوم (lithium drifted silicon, Si(Li)) ทำงาน ร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์ผลลัพธ์ของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งอุปกรณ์วิเคราะห์นั้นมีทั้งแบบช่อง เดียว (Single Channel Analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multi Channel Analyzer, MCA)

2.12 การหาความหนาแน่น (Density)

ความหนาแน่น หมายถึง ค่ามวลต่อปริมาตรของวัสดุ ณ อุณหภูมิหนึ่งๆ หน่วยของค่าความหนาแน่นสามารถเป็นกรัมต่อมิลลิลิตร ,กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ,ปอนด์ต่อลูกบาศก์ฟุต , กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร เป็นต้น สำหรับส่วนที่จะได้กล่าวถึงต่อไปนี้จะใช้ในหน่วยของกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีความสำคัญทางด้านเชรามิกอย่างยิ่งคือ การอาศัยค่าความหนาแน่นเป็นตัวชี้วัดถึงประสิทธิภาพในการอัดแน่นตัวของวัสดุในระหว่างขั้นตอนการขึ้นรูป ซึ่งสูตรที่ใช้ในการคำนวณนั้นยังสามารถนำไปสู่การหาค่าความพุ่นของวัสดุได้อีกด้วย

การหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานนั้นอาศัยหลักการของอร์คิมีเดสทิกล่าวไว้ว่า “เมื่อจุ่มแข็งลงในของเหลวจะมีแรงพยุงเกิดขึ้นบนของแข็งนั้น โดยแรงพยุงที่เกิดขึ้นจะมีค่าเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ด้วยปริมาตรของแข็ง” วิธีการนี้ทำได้โดยการหาค่ามวลของวัตถุในอากาศและขณะที่จุ่มอยู่ในของเหลว

$$\text{ความหนาแน่น } \rho = \frac{W_a}{W_a + W_f} \cdot \rho_f \quad (21)$$

เมื่อ	ρ	ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
	ρ_f	ค่าความหนาแน่นของของเหลว มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
	W_a	น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัม
	W_f	น้ำหนักแห้งของชิ้นงานในของเหลว มีหน่วยเป็นกรัม

ส่วนการหาความหนาแน่นของของเหลวในกรณีที่ทราบปริมาตรที่แน่นอนของแข็งลงไป สามารถหาได้จาก

$$\rho_f = G/V \quad (22)$$

โดยที่ G คือ แรงพยุงที่เกิดขึ้นกับของแข็ง (หน่วยเป็นกรัม) หาได้จากน้ำหนักของชิ้นงานในอากาศลบด้วยน้ำหนักชิ้นงานในของเหลว

V คือ ปริมาตรของของแข็งที่จุ่มลงในของเหลว มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับการหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density): ρ_r] นั้น สามารถคำนวณหาได้ตามสมการที่ (23)

$$\rho_r (\%) = \left(\frac{\rho_r}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad (23)$$

เมื่อ	ρ_r	ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ มีหน่วยเป็นเปอร์เซ็นต์
	ρ_{th}	ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
	ρ_{th}	ค่าความหนาแน่นในทฤษฎีของสาร มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- บิสมัทไนเตรต ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98.50 %
- โซเดียมไนเตรต (NaNO_3) ความบริสุทธิ์ 99.00 %
- โพแทสเซียมไนเตรต (KNO_3) ความบริสุทธิ์ 99.00 %
- ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99.00 %
- ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.00 %
- ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ความบริสุทธิ์ 99.00 %
- แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) ความบริสุทธิ์ 98.00 %
- โคบล็อกต์ไนเตรตเชกชาไยเดรต [$\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] ความบริสุทธิ์ 98.00 %
- เหล็กไนเตรตนาโนไยเดรต [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] ความบริสุทธิ์ 101 %
- ไกลชีน ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$) ความบริสุทธิ์ 98.50 %
- เอทานอล (Ethanol) ความบริสุทธิ์ 99.00 %

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องซั่งแบบละเอียด satorius AG GOTTINGEN type Fabr-Nr (ควบคุมการทำงานด้วย วงจร อิเล็กทรอนิกส์) ใช้ชั่งมวลได้มากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียด 0.001 กรัม
- กระป๋องพลาสติกที่ใช้ในการผสมสารทำด้วยโพลิเมอร์และมีฝาปิดสนิท
- ตู้อบสารของยีห้อ Memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิในการอบสูงสุด 200 องศา

器械及设备

- เม็ดบดย่อยทรงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิเมตร (ใช้จำนวน 250 เม็ด)
- เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบด (Ball mill)
- Hot plate ใช้สำหรับทำให้สารระเหยออก
- Magnetic stirrer ใช้สำหรับคนสารให้เข้ากัน
- ช้อนตักสาร
- บีกเกอร์ขนาด 250 ซีซี
- บีกเกอร์ขนาด 1000 ซีซี
- กระดาษฟอยล์ (Foil)
- แม่พิมพ์ (Punch and die) ใช้ในการขีดรูปเซรามิก
- เครื่องอัดไฮดรอลิกสำหรับขีดรูปเซรามิก อัดแรงดันได้สูงสุด 1000 Kg/cm^3
- เตาเผาสาร
- เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer)
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
- เครื่อง LCR สำหรับวัดสมบัติโดยอิเล็กทริก

3.3 วิธีทำการทดลอง

ขั้นตอนการเตรียมผงพลีกและเซรามิก BNKLT-CZFM มีรายละเอียดดังนี้

ตอนที่ 1 การเตรียมผงพลีก BNKLT-CZFM

1. เตรียมสารตั้งต้น บิสมัทไนเตรต โซเดียมไนเตรต โพแทสเซียมไนเตรต ลิเทียมคาร์บอเนต ไททาเนียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ แมงกานีสไดออกไซด์ โคบล็อกตินิเตรตເຊັກຈະໄອເດຣຕ ແລະ ໄອຮອນໃນເຕຣຕນໂນໄອເດຣຕ ຕາມອົທຣາສ່ວນໂດຍໂມລີທີ່ໄດ້ຈາກການຄໍານວນ

2. นำสารທີ່ໄດ້ຈາກຂຶ້ນທີ່ 1 ຜສມລົງໃນກະປ່ອງພລາສຕິກທີ່ມີເມືດບອລຸຍູ້ຂ້າງໃນ ໂດຍເຕີມເອຫານອລີໃນປຣິມາລຸນ 250 ມິລິລິຕິຕຣ ຜຶ່ງຈະຊ່ວຍໃນການຜສມສາຮັກຕັ້ງຕັ້ນໃຫ້ຜສມເຂົ້າກັນໄດ້ຍິ່ງຂຶ້ນ ຈາກນັ້ນນຳໄປບດຍໝ່ອຍແບບເປີຍເປັນເວລາ 24 ຊົ່ວໂມງ

3. ເມື່ອຄຣບ 24 ຊົ່ວໂມງແລ້ວ ນຳສາຮັກຕັ້ງຕັ້ນທີ່ອູ້ໃນກະປ່ອງພລາສຕິກເທິງບນທະແກຮງລວດທີ່ວາງອູ້ບັນບຶກເກອຮ່ເພື່ອແຍກຂອງຜສມອອກຈາກເມືດບອລ ແລ້ວຈຶ່ງທຳການແຍກເອຫານອລອອກໂດຍໃຫ້ຄວາມຮ້ອນບນແຜ່ນຄວາມຮ້ອນ

4. ເມື່ອທຳການແຍກເອຫານອລອອກແລ້ວຈຶ່ງທຳການອບສາຮັກໃນເຕອບສາຮັກໂດຍໃຫ້ອຸນຫຼວມໃນກາຮອບ 100 ອົງສາເຊລເຊີຍສ ເປັນເວລາ 6 ຊົ່ວໂມງ

5. ນຳສາຮັກຕັ້ງຕັ້ນທີ່ຜ່ານການອັກແໜ້ງແລ້ວມາທຳການບດຍໝ່າງໜຍາບໂດຍໃຫ້ຄຣກຫຍກ (Agate) ເພື່ອໄຫ້ຜົງພລີກທີ່ມີຂາດສົມໍາເສນອ

6. ນຳຜົງພລີກທີ່ຜ່ານການບດຍໝ່າງໜຍາມາດຜສມໄກລ໌ຊື່ນ ໂດຍໃຫ້ອົທຣາສ່ວນໂດຍໂມລະຫວ່າງ ສາຮຕັ້ງຕັ້ນ : ເຊື້ອເພີ້ງ (ໄກລ໌ຊື່ນ) ເປັນ 1:1.56 ກຣັມ ທີ່ໄດ້ຈາກການຄໍານວນ Propellant ຈາກນັ້ນ ນຳສາຮັກທີ່ບດຜສມໄກລ໌ຊື່ນໃສ່ດ້ວຍອຸົມົນາ ແລ້ວນຳໄປເພາແຄລໄຊນີໃຕ້ເພາໂດຍໃຫ້ອຸນຫຼວມຕັ້ງແຕ່ 600-900 ອົງສາເຊລເຊີຍສ ເປັນເວລາ 2 ຊົ່ວໂມງ ໂດຍໃຫ້ອົທຣາກາຮັກຕັ້ງຕັ້ນຂັ້ນລົງຂອງອຸນຫຼວມ 2 ອົງສາເຊລເຊີຍສຕ່ອນທີ່

7. ນຳຜົງພລີກ BNKLT-CZFM ທີ່ຜ່ານການແຄລໄຊນີ ໄປຕຽບສອບໂຄຮສ້າງພລີກແລະໂຄຮສ້າງຈຸກກາກ ດ້ວຍເທົນນິກາກເລີ່ມວບນຂອງຮັງສີເອັກຊີແລກລົ້ງຈຸລທຣຄນົວເລັກຕຣອນແບບສ່ອງກຣາດຕາມລຳດັບ

ตอนที่ 2 เตรียมเซรามิก BNKLT-CZFM

1. ເຕີມເອຫານອລີໃນປຣິມາລຸນ 250 ມິລິລິຕິຕຣ ເປັນເວລາ 2 ຊົ່ວໂມງ ນຳໄປໃນກະປ່ອງພລາສຕິກທີ່ມີເມືດບອລຸຍູ້ຂ້າງໃນ ໂດຍເຕີມເອຫານອລີໃນປຣິມາລຸນ 250 ມິລິລິຕິຕຣ ແລະ ເຕີມ PVA ລົງໄປໃນປຣິມາລຸນຮ້ອຍລະ 5 ໂດຍນ້ຳໜັກ ຈາກນັ້ນປິດຝາໄຫ້ສົນທັບແລ້ວນຳໄປບດຍໝ່ອຍແບບເປີຍດ້ວຍເຄື່ອງບດຍໝ່ອຍແບບບອລີເປັນເວລາ 12 ຊົ່ວໂມງ

2. ເມື່ອຄຣບ 12 ຊົ່ວໂມງແລ້ວ ນຳສາຮັກທີ່ອູ້ໃນກະປ່ອງພລາສຕິກເທິງບນທະແກຮງລວດທີ່ວາງອູ້ບັນບຶກເກອຮ່ເພື່ອແຍກຂອງຜສມອອກຈາກເມືດບອລ ແຍກເອຫານອລີໂດຍໃຫ້ຄວາມຮ້ອນບນແຜ່ນຄວາມຮ້ອນ ແລ້ວນຳໄປອົບທີ່ອຸນຫຼວມ 100 ອົງສາເຊລເຊີຍສ ເປັນເວລາ 6 ຊົ່ວໂມງ

3. ນຳສາຮັກທີ່ອົບມາບດຍໝ່ອຍຍ່າງໜຍາບດ້ວຍຄຣກຫຍກ (Agate) ເພື່ອໄຫ້ຜົງພລີກທີ່ມີຂາດສົມໍາເສນອ

4. จากนั้นนำผงผลึก BNKLT-CZFM ที่ผสม PVA มาอัดขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึกในปริมาณ 1.2 กรัม ใช้ความดันในการอัดขึ้นรูปเป็น 80 MPa

5. นำชิ้นงานแต่ละชิ้นที่ผ่านการอัดขึ้นรูปมาวางไว้ในถ้วยอลูминิ婩ที่มีฝาปิด โดยใส่ผงอลูминิ婩ไว้ด้านล่าง และจึงนำชิ้นงานมาวางจากนั้นนำผงอลูминิ婩กลบทับอีกรึ่ง แล้วชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 800-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

6. นำเซรามิก BNKLT-CZFM ที่ผ่านการซินเตอร์ไปศึกษาสมบัติโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแม่เหล็ก



บิสมัทไนเตรต ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) + โซเดียมไนเตรต (NaNO_3) + โพแทสเซียมไนเตรต (KNO_3) + ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) + ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) + ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) + แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) + โคบล็อกในไนเตรตเยกซั่ยเดรต [$\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] + เหล็กไนเตรตนาโนไซเดรต [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$



บดย่อยแบบลูกบลอกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง



ทำให้แห้ง



ผสมผงผลึกกับไกลซีน ในอัตราส่วน 1:1.56 โดยไม่ล



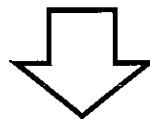
เผาเคลื่อนที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



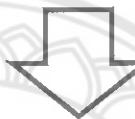
นำไปวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

รูปที่ 19 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงผลึก BNKLT-CZFM

นำผงผลึก BNKLT-CZFM ที่ได้จากการแคลไนน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงผสม PVA และน้ำไปบดย่อยด้วยเครื่องบด



ทำให้แห้ง



ทำการขึ้นรูปโดยใช้ความดัน 80 MPa



เผาเซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 800-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



นำไปวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางไฟฟ้า

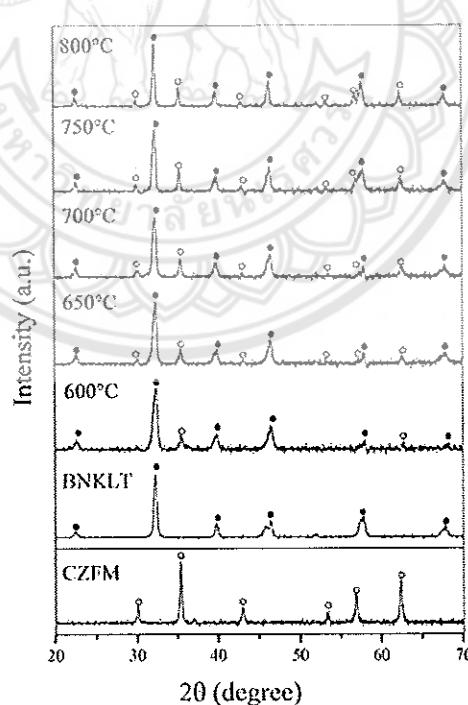
รูปที่ 20 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเซรามิก BNKLT-CZFM

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

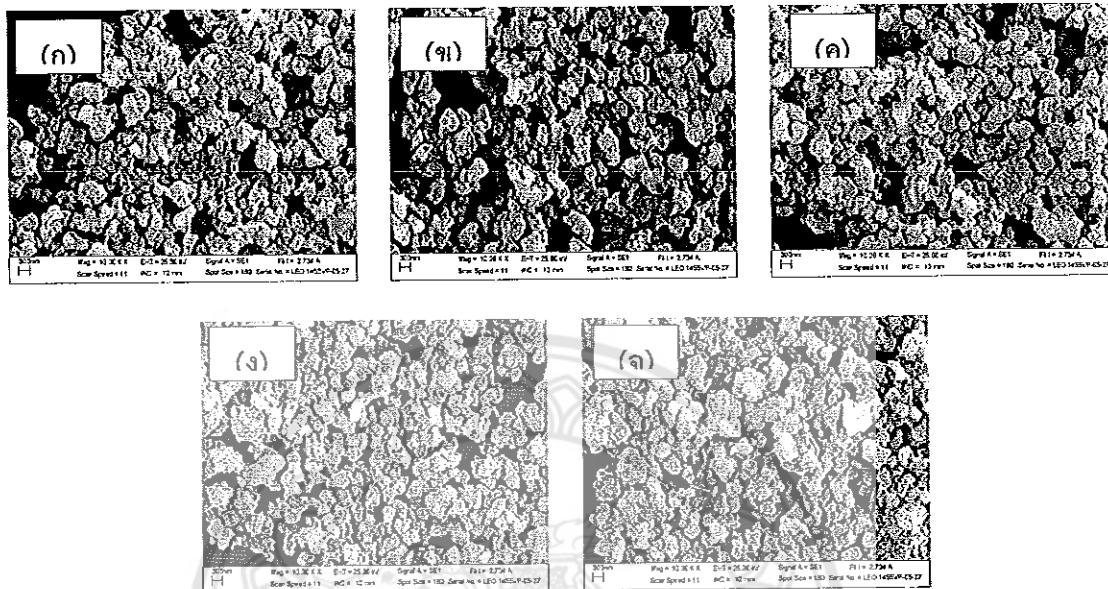
4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD) ของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึก (0.8BNKLT-0.2CZFM) ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้โดยใช้ไกลเซ็นเป็นเชื้อเพลิง ในอัตราส่วนของสารตั้งต้น: เชื้อเพลิง เป็น 1:0.56 และใช้อุณหภูมิแคลเซนระหว่าง 600-800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที แสดงดังรูปที่ 21 พบว่าผงผลึก BNKLT-CZFM แสดงโครงสร้างแบบผสม (composite structure) ระหว่างเฟอร์อฟสไกต์ (ABO_3) และสปีเนล (AB_2O_4) ในทุกตัวอย่าง (• แทนพีคของโครงสร้างเฟอร์อฟสไกต์และ ○ แทนพีคของโครงสร้างสปีเนล) โดยมีพีคการเลี้ยวเบนคล้ายกับงานวิจัยก่อนหน้านี้ ($(1-x)\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-x\text{Co}_{0.6}\text{Zn}_{0.4}\text{Fe}_{1.7}\text{Mn}_{0.3}\text{O}_3$) [7] โดย • คือ พีคการเลี้ยวเบนของโครงสร้างเฟอร์อฟสไกต์ (BNKLT) ○ คือ พีคการเลี้ยวเบนของโครงสร้างสปีเนล (CZFM)



รูปที่ 21 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM ที่มุ่ง (2θ) ระหว่าง 10-70 องศา

4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)



รูปที่ 22 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM แคลไชน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600, (ข) 650, (ค) 700, (ง) 750 และ (ຈ) 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM ที่แคลไชน์ระหว่าง 600-800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงดังรูปที่ 22 พบว่าผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM มีลักษณะค่อนข้างกลม และเกาะกันอย่างหนาแน่น ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไชน์สูงขึ้น จาก 77 ถึง 105 นาโนเมตร เมื่ออุณหภูมิแคลไชน์เพิ่มขึ้นจาก 600 ถึง 800 องศาเซลเซียส โดยมีระยะเวลาในการเผา夷่เป็น 2 ชั่วโมง ดังแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM แคลไชน์ที่อุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

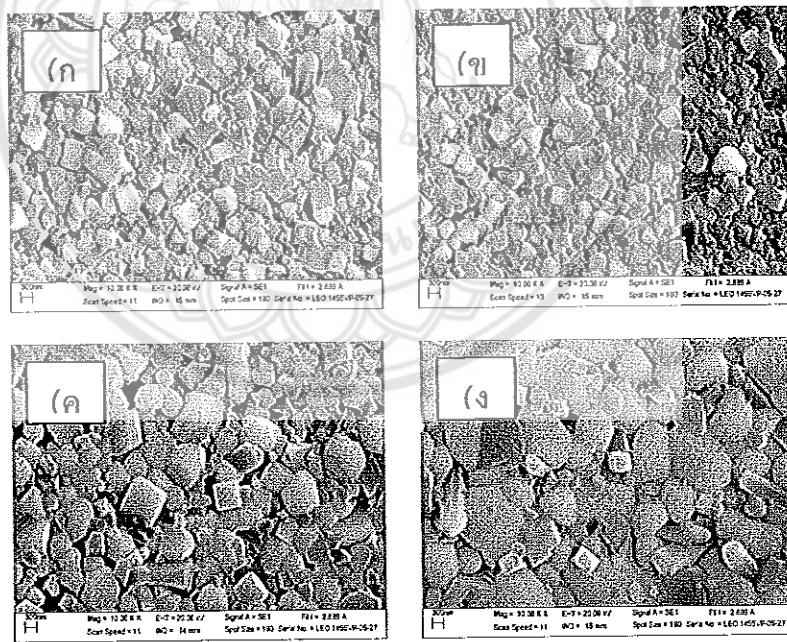
อุณหภูมิแคลไชน์ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm)
600	77
650	80
700	81
750	85
800	105

4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer: XRD) ของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM

นำผงผลึก 0.8BNKLT-0.2CZFM แคลไชน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ใช้เวลาการเผาเชื่อม 2 ชั่วโมง มาอัดขึ้นรูป และชินเทอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 850-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำเซรามิกที่ผ่านการซินเทอร์มาตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM แสดงโครงสร้างแบบผสม (composite structure) ระหว่างเพอรอฟสไกต์และสปีเนลในทุกตัวอย่าง ซึ่งจากรายงานการวิจัย ก่อนหน้านี้พบว่าเซรามิก BNT แสดงโครงสร้างเฟสแบบบอร์มาติกซึ่งสอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS) 36-0340 และเซรามิก BKT แสดงโครงสร้างเฟสแบบเททธะgonネットซึ่งสอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน 36-0339 ซึ่งอาจเป็นสาเหตุทำให้เซรามิก BNKLT แสดงโครงสร้างเฟสร่วม เพอรอฟสไกต์ระหว่างรอมบอีดรัลและเททธะgonネット [6] โดยสังเกตได้จากมุมการเลี้ยวเบนที่ประมาณ 47° ซึ่งโดยทั่วไปแล้วโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ที่มีเฟสแบบเททธะgonネットจะแสดงลักษณะการแยกออกเป็นพีคคู่ โดยมีรูปแบบการเลี้ยวเบนเป็น (202)/(200) และโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ที่มีเฟสแบบรอมบอีดรัลจะแสดงลักษณะของพีคเดียว โดยมีรูปแบบเป็น (002) และจากรายงานการวิจัยก่อนหน้านี้สำหรับเซรามิก CZFM พบว่าเซรามิก CZFM แสดงโครงสร้างสปีเนลที่มีเฟสแบบคิวบิก ซึ่งสอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน 21-0917 โดยโครงสร้างเฟสแบบคิวบิกแสดงความสมมาตรของพีคในทุกพีคการเลี้ยวเบน จากการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของเซรามิกที่มุมการเลี้ยวเบนประมาณ 47° พบว่า เมื่อชินเทอร์อุณหภูมิสูงขึ้นโครงสร้างเฟสแบบเพอรอฟสไกต์ของเซรามิกแสดงความเป็นเททธะgonネットที่สูงขึ้นเนื่องจากเกิดการบวมและเกิดการแยกของพีค โดยอาจมีสาเหตุมาจาก การยึดหรือหดของแอลทิชอันเนื่องมาจากการร้อนและพลังงานที่สูงขึ้น

4.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope)

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 850-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบร้าเกรนเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM มีลักษณะค่อนข้างเหลี่ยมในทุกด้านอย่าง ที่อุณหภูมิชิ้นเตอร์ต่ำ (850 องศาเซลเซียส) พบร้าเกิดรูพรุนขึ้นในเซรามิกค่อนข้างมาก การผนึกตัวของเกรนเกิดขึ้นอย่างไม่สมบูรณ์มากนัก อาจเนื่องมาจากการพังงานหรือความร้อนในระบบค่อนข้างต่ำ (รูปที่ 24 (ก)) เมื่ออุณหภูมิชิ้นเตอร์สูงขึ้นจนถึง 900 องศาเซลเซียส ขนาดและปริมาณรูพรุนลดลงอย่างเห็นได้ชัด เกรนมีการผนึกตัวมากขึ้น โดยที่เกรนของเซรามิกมีขนาดเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (รูปที่ 24 (ข)) รูปที่ 24 (ค) แสดงลักษณะเกรนของเซรามิกที่อุณหภูมิสูงกว่า 900 องศาเซลเซียส โดยพบว่า เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นอย่างเห็นได้ชัด และสามารถเดินขอบเกรนเห็นได้อย่างชัดเจน แต่ยังพบปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้นภายในเซรามิก เมื่อชิ้นเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิสูงเป็น 1000 องศาเซลเซียส (รูปที่ 24 (ง)) พบร้าเกรนของเซรามิกมีขนาดใหญ่ขึ้น รูพรุนมีปริมาณลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งจากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาค พบว่าเกรนของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM มีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิชิ้นเตอร์สูงขึ้นโดยขนาดเกรนเฉลี่ยแสดงดังตารางที่ 3



รูปที่ 24 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 850, (ข) 900, (ค) 950, (ง) 1000

ตารางที่ 3 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 850-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิชิ้นเตอร์ (องศาเซลเซียส)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)
850	0.38
900	0.43
950	0.52
1000	0.89

4.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM

เมื่อทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ค่าความหนาแน่น และร้อยละการหดตัวเชิงเส้น ของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิชิ้นเตอร์เพิ่มขึ้น และค่าความหนาแน่นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิชิ้นเตอร์เพิ่มขึ้น โดยเซรามิกแสดงค่าความหนาแน่นสูงสุดเป็น 5.85 g/cm^3 เมื่อชิ้นเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งอาจมีสาเหตุเนื่องมาจากการเจริญเติบโตของเกรน และพลังงานที่ขอบเกรน ทำให้เกรนซิดติดกันมากขึ้น รูปทรงมีปริมาณลดลง เมื่ออุณหภูมิชิ้นเตอร์เพิ่มสูงขึ้น ซึ่งจาก การทดลองพบว่า ร้อยละการหดตัว และค่าความหนาแน่นลดคล้อย跟กับผลที่ได้จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM

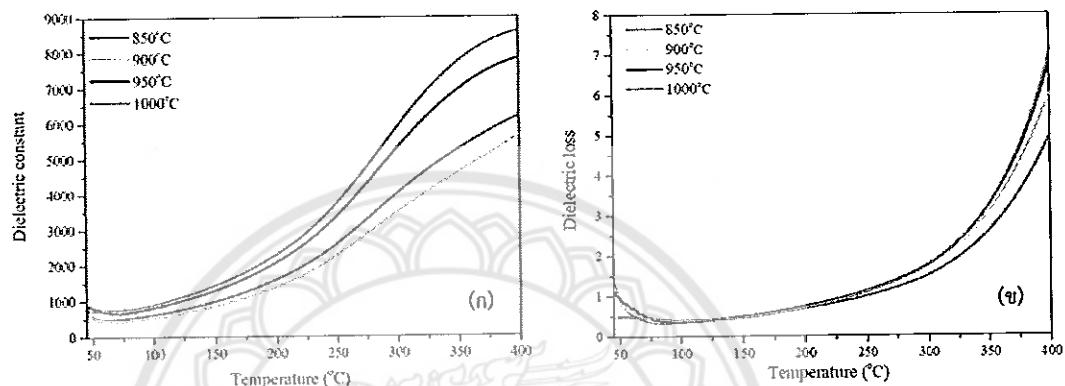
ตารางที่ 4 ค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชิ้นเตอร์ที่ อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	ค่าความหนาแน่น (g/cm ³)	ร้อยละการหดตัว (%)
850	5.60	17.46
900	5.70	18.80
950	5.68	19.80
1000	5.85	20.67

4.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติโดยอิเล็กทริกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM

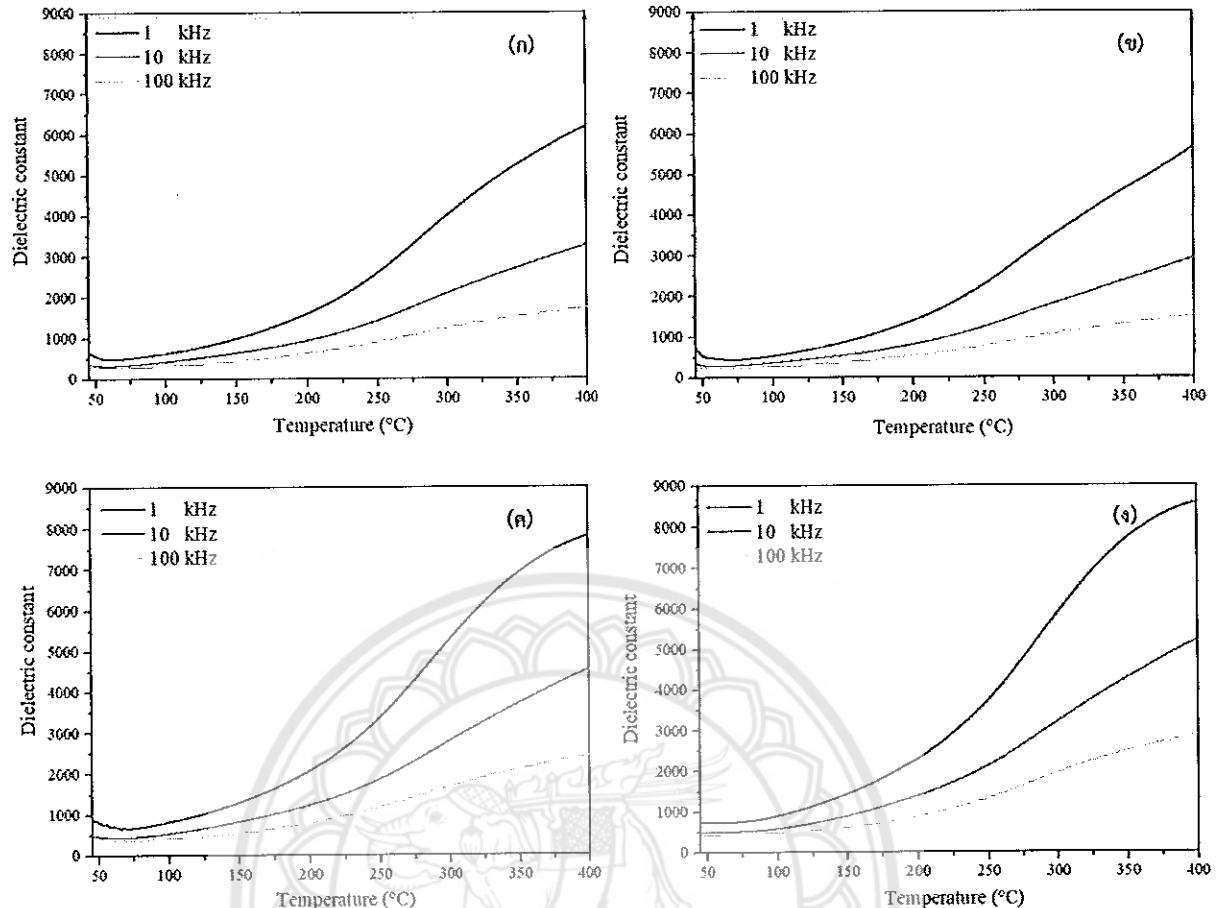
ผลจากการวิเคราะห์สมบัติโดยอิเล็กทริกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชิ้นเตอร์ที่ อุณหภูมิ 850-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้ความถี่ 1 kHz ในการวัด แสดงในรูปที่ 25 สำหรับพุติกรรมค่อนข้างซับซ้อน โดยสังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิสูง (ประมาณ 300 องศาเซลเซียส) การเปลี่ยนแปลงทางโดยอิเล็กทริกถูกควบคุมโดยผลจากการนำไฟฟ้า ซึ่งสังเกตได้จากการเพิ่มขึ้นอย่าง

รวดเร็วของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (รูปที่ 25 (ก) และ (ข)) ซึ่งโดยทั่วไปแล้วพุติกรรมการนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงจะเกิดเนื่องจากผลของวัสดุเพร์เมกาเนติกที่มีโครงสร้างสปีเนล [28] นอกจากนี้ Bidault และคณะ [29] รายงานว่าสำหรับพุติกรรมไดอิเล็กทริกที่เข็นอยู่กับความถี่ โดยสังเกตได้ว่าเมื่อวัสดุได้รับความถี่ที่มากขึ้นจะเกิดความเรียบของスペกตรัมไดอิเล็กทริกเนื่องจากปรากฏการณ์การผ่อนคลายทางไดอิเล็กทริก (รูปที่ 26)



รูปที่ 25 (ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างกัน
(ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างกัน

สำหรับการวัดสมบัติไดอิเล็กทริกที่ความถี่ต่างกันจะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการชินเตอร์เซรามิกจาก 850 เป็น 900 องศาเซลเซียส อุณหภูมิที่จุดเปลี่ยนความโค้ง (T_m) ลดลงจาก 352 เป็น 319 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_m) และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่ T_m ลดลง จาก 5332 เป็น 3965 และ 2.66 เป็น 2.11 ตามลำดับ หลังจากนั้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิชินเตอร์ อุณหภูมิ T_m และค่า ϵ_m เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องจนมีค่ามากที่สุดเมื่อชินเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 5



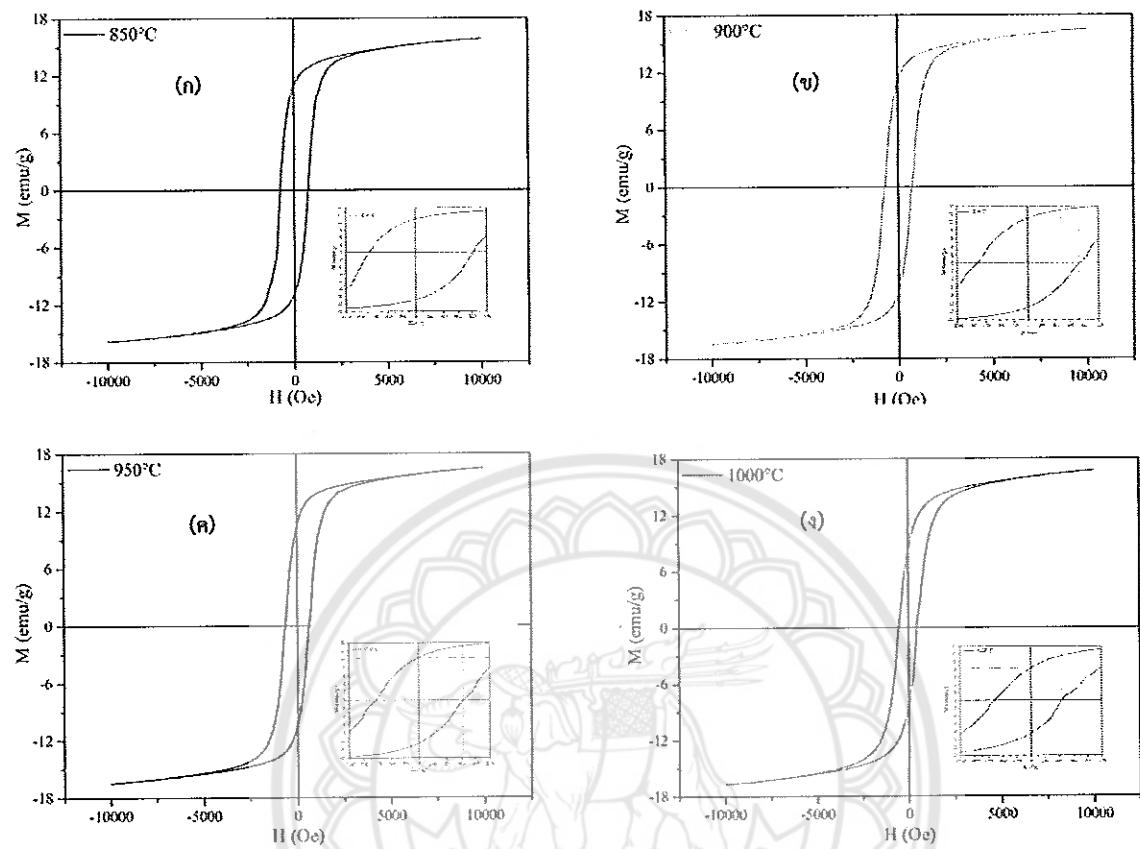
รูปที่ 26 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM วัดที่ความถี่ต่างๆ ใช้อุณหภูมิชินเตอร์
(g) 850°C, (v) 900°C, (g) 950°C, และ (s) 1000°C

ตารางที่ 5 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM
ชินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างกัน

อุณหภูมิชินเตอร์ (องศาเซลเซียส)	T _m (องศาเซลเซียส)	ε _m	Tan δ [*] ที่ T _m
850	352	5332.02	2.66
900	319	3964.61	2.11
950	359	7182.61	3.73
1000	362	8007.02	3.87

4.8 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างๆ

สมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 800-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในรูปแบบของวงวนฮีสเทอเรอิซึส (M-H loops) โดยใช้อุณหภูมิในการวัดเป็น 300 และ 50 เคลวิน แสดงในภาพที่ 28(ก) และ 29(ก) ตามลำดับ เซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกнетิกในทุกตัวอย่าง เมื่อพิจารณาสมบัติทางแม่เหล็กเมื่อวัดที่อุณหภูมิห้อง (300 เคลวิน) พบว่าค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กอิมตัว (M_s) อยู่ในช่วง 5-7 emu/g และค่าแม่เหล็กคงค้าง (M_r) อยู่ในช่วง 1-2 emu/g โดยค่าความเป็นแม่เหล็กที่จุด M_s และ M_r มีค่าที่ต่างกันอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งบ่งชี้ถึงการหมดสภาพทางแม่เหล็กได้อย่าง นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าค่าสนามแม่เหล็กบีบบังคับ (H_c) มีค่าค่อนข้างต่ำ ซึ่งสังเกตได้ว่าเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์สูงขึ้นค่า H_c เพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส และลดลงเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เป็น 1000 องศาเซลเซียส โดยลักษณะของวงวนฮีสเทอเรอิซึส ที่เกิดขึ้นแสดงลักษณะความเป็นแม่เหล็กแบบอ่อน (Soft magnetic materials) สำหรับการวัดสมบัติทางแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 50 เคลวิน สังเกตได้ว่าค่า M_s มีค่าเพิ่มขึ้น และค่า H_c มีค่าลดลง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการชินเตอร์เซรามิก สำหรับค่า M_r ที่ได้ มีค่าใกล้เคียงกันประมาณ 10 emu/g เมื่อชินเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิ 850-950 องศาเซลเซียส จากนั้นค่า M_r ลดลง (~8 emu/g) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิชินเตอร์เป็น 1000 องศาเซลเซียส จากพฤติกรรมสภาพความเป็นแม่เหล็กที่เกิดขึ้นบ่งชี้ว่า เซรามิกแสดงลักษณะความเป็นแม่เหล็กแบบแข็ง (Hard magnetic materials) โดยเกิดความเป็นแม่เหล็กถาวร (permanent magnets) ขึ้นในเซรามิก เนื่องจากการจัดเรียงตัวของไดโพลไมemannต์ขึ้น เมื่อเซรามิกอยู่ที่อุณหภูมิต่ำดังแสดงในตารางที่ 7



รูปที่ 29 (ก) M-H loop ของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM วัดที่ 50 เคลวิน หลังการซินเตอร์,
 (ข) M-H loop 850°C , (ค) M-H loop 900°C , (ง) M-H loop 950°C และ (จ) M-H loop
 1000°C

ตารางที่ 7 สมบัติแม่เหล็กของเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ซึ่งน้ำหนักต่อเม็ดหกมิลลิกรัม

อุณหภูมิซึ่นแปลร (องศาเซลเซียส)	M _r ที่ 300 (emu/g)	M _s ที่ 300 (emu/g)	H _c ที่ 300 (Oe)	M _r ที่ 50 (emu/g)	M _s ที่ 50 (emu/g)	H _c ที่ 50 (Oe)
850	0.55	6.77	22.07	10.86	15.85	731.61
900	0.57	7.38	31.56	10.96	16.50	706.45
950	0.62	7.53	34.18	10.63	16.48	600.38
1000	0.47	7.35	18.60	8.38	16.71	580.20

บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย

เตรียมเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM ด้วยวิธีการเผาใหม่ โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิง แคลไซน์ฟองผล็อกที่อุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราขึ้นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าผงผล็อก 0.8BNKLT-0.2CZFM แสดงโครงสร้างเฟสสมรรถห่วงเพอร์อฟส์ไกท์ (ABO_3) และสปีเนล (AB_2O_4) ในทุกตัวอย่าง ผงผล็อกบริสุทธิ์สามารถเตรียมได้โดยเงื่อนไขของอุณหภูมิแคลไซน์เป็น 650 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลาการเผาเช่นเดียวกันเป็น 2 ชั่วโมง และพบว่าอนุภาคของผงผล็อก 0.8BNKLT-0.2CZFM มีลักษณะค่อนข้างกลม โดยขนาดอนุภาคของผงผล็อกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้น สำหรับเซรามิก 0.8BNKLT-0.2CZFM แสดงโครงสร้างแบบเฟสสมรรถห่วงเพอร์อฟส์ไกท์ (โครงสร้างเฟสแบบรวม โบไฮด์รัลและเทหาร์โගนัล) และสปีเนล (โครงสร้างเฟสแบบคิวบิก) เซรามิกที่เตรียมภายใต้เงื่อนไขของ อุณหภูมิชินเตอร์ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าความหนาแน่นสูง (5.85 g/cm^3), ค่าคงที่ ไดอิเล็กทริกสูงสุด ($\epsilon_r \cong 8007.02$) สมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดี ($P_r \cong 35.07 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $E_c \cong 42.37 \text{ kV/cm}$) และใช้สนามบีบบังคับสำหรับการแสดงสมบัติทางแม่เหล็กที่ต่ำที่สุด ($H_c=18.60$ ที่ 300 เคลวิน และ 580.20 ที่ 50 เคลวิน)

บรรณานุกรม

- [1] A. Sasaki, T. Chiba, Y. Mamiya, E. Otsuki, Dielectric and piezoelectric properties of $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{TiO}_3$ systems, *Jpn. J. Appl. Phys.* 38 (1999) 5564.
- [2] W. Zhao, H. P. Zhou, Y. K. Yan, D. Liu, Morphotropic phase boundary study of the BNT-BKT lead-free piezoelectric ceramics, *Key Eng Mater.* 368 (2008) 1908–1910.
- [3] Y. Li, W. Chen, J. Zhou, Q. Xu, H. Sun and M. Liao, Dielectric and ferroelectric properties of lead-free $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3-\text{K}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ ferroelectric ceramics. *Ceram. Int.* 31 (2005) 139-142.
- [4] H. Pan, Y. Hou, X. Chao, L. Wei and Z. Yang, Microstructure and electrical properties of La_2O_3 -doped $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.68}\text{K}_{0.22}\text{Li}_{0.1})_{0.5}\text{TiO}_3$ lead-free piezoelectric ceramics. *Curr. App. Phy.* 11 (2011) 888-892.
- [5] Z. Yang, Y. Hou, H. Pan, and Y. Chang, Structure, Microstructure and electrical properties of $(1-x-y)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})_{1-x}(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5})_x\text{TiO}_3-y\text{Bi}_{0.5}\text{Li}_{0.5}\text{TiO}_3$ lead-free piezoelectric ceramics. *J Alloy Compd.* 480 (2009) 246-253.
- [6] R. Sumang, D. P. Cann, K. Nitish and T. Bongkarn, The Influence of Firing Temperature on the Crystal Structure, Microstructure and Dielectric properties of $0.68\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-0.22\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3-0.10\text{Bi}_{0.5}\text{Li}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics prepared via the combustion technique. *Ferroelectric.* 490, (2016) 51-59.
- [7] M. Tyagi, M. Kumari, R. Chatterjee, P. Sharma, Large magnetoelectric response in Modified BNT based ternary piezoelectric [$72.5(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3)-22.5(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3)-5(\text{BiMg}_{0.5}\text{Ti}_{0.5}\text{O}_3)$]-magnetostriictive (NiFe_2O_4) particulate (0-3) composite. *Appl. Phys. Lett.* 106 (2015) 202904.
- [8] M. Thakur, P. Sharma, M. Kumari, A. P. Singh and M. Tyagi, Magnetoelectric effect in lead Free piezoelectric $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ -modified CFO based magnetostriictive ($\text{Co}_{0.6}\text{Zn}_{0.4}\text{Mn}_{1.7}\text{O}_4$) particulate nanocomposite prepared by sol-gel method. *Journal of magnetism and magnetic materials.* (in press)
- [9] พิเชษฐ์ ลีมสุวรรณ, สุปราณี ลีมสุวรรณ, ไฟฟ้าและแม่เหล็ก, พิมพ์ครั้งที่ 1, กรุงเทพฯ, โรงพิมพ์เลียง เชียง, 2543.
- [10] T. Bongkarn, W Tangkawsakul. *Ferroelectrics.* 383, 50 (2009).
- [11] A.G. Merzhanov, and I.P. Borovinskaya. *Combustion science and technology.* 43, (1985) 165.
- [12] A.G. Merzhanov. New York: VCH Publication; (1990).
- [13] สุกานดา เจียรสมบูรณ์. ใน: เอกสารประกอบการสอนรายวิชา ว.ศ. 210443. เชียงใหม่: ภาควิชา พลังก์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 1992.

- [14] กฤษณ์ ศิวเลิศกมล. ใน: เครื่องมือวิจัยทางวัสดุ: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; (2545). 289-305.
- [15] เอฟ สมิท วิลเลียม, วัสดุวิศวกรรม. กรุงเทพฯ: แมกกรอ-ชิล. (2008).
- [16] G. A. Smolenskii and A. I. Agranovskaya, Dielectric polarization of a number of complex Compounds. Sov. Phys. Solid state. 1, (1959) 14297.
- [17] L. E. Cross, Relaxor ferroelectric. Ferroelectrics. 76 (1987) 241.
- [18] B.W.R.H., Jaffe, Cook and Jaffe, Piezoelectric ceramics. London: Academic Press (1971).
- [19] A. J. Moulson and J. M. Herbert, Electroceramics: Materials, Properties and Application. 1st ed, Chapman and Hall (1990).
- [20] H. David and R. Robert, Physics, part 2. 1st ed, John Wiley & sons (1962).
- [21] B. Tareev, Physics of dielectric materials. 2nd ed, Mir Publishers (1979).
- [22] อนิชา หนึ่งกัตตี, โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไดอิเล็กทริกของเดดแมกนีเซียมในโอบตที่เตรียมจากสารตั้งต้นเดดในโอบตและเดดแมกนีเซียมออกไซด์ (2544).
- [23] T. R. Shroud, Z. P. Chang, N. Kim and S. Markgraf, Dielectric behavior of single crystals Near the (1-x)Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-x PbTiO₃ morphotropic phase boundary. Ferroelectrics lett. 12(63) (1990).
- [24] J. S. Reed, Introduction to the principles of ceramics processing, New York: Wiley (1996).
- [25] L.D. Hart, L.K. Hudson, American ceramics society bulletin, 43:13 (1994).
- [26] สุรินทร์ ถิ่นปนาท และครีเอ็น ขุนทด. เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรากซ์, เครื่องมือวิจัยทางวัสดุ: ทฤษฎี และการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (2543) (หน้า 309-322).
- [27] กฤษณ์ ศิวเลิศกมล. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกระดาษและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุรังสีเอกซ์, เครื่องมือวิจัยทางวัสดุ: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (2545) (หน้า 289-305).
- [28] R. Grigalaitis, M.M. Vijatovic Petrovic, J.D. Bobic, A. Dzunuzovic, R. Sobiestianskas, A. Brilingas, B.D. Stojanovic and J. Banys, Dielectric and magnetic properties of BaTiO₃-NiFe₂O₄ multiferroic composites, Ceramics International. 40 (2014) 6165-6170.
- [29] O. Bidault, P. Goux, M. Kchikech, M. Belkaoumi and M. Maglione, Space-charge relaxation in perovskites, Laboratoire de Physique du Solide, Universite de Bourgogne, Boite Postale 138, 21004 Dijon, France