

ฉบับที่ ๑๖๖



สำนักหอสมุด

สัญญาเลขที่ R2561B090

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ ผลของการเตรียมเซรามิกแบบเรียบแคลเซียมไททานेट-โซเดียม
บิส്മัทไททานेट โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเทียบกับวิธีมิชซ์ออกไซด์



มหาวิทยาลัยศิลปากร
วันที่ 15 ธ.ค. 2564
เลขที่ 10 39 433
เล่มที่ ๑๖๖

ผู้วิจัย

๖ ๓๒
๘๑๓
๕๑๗๒๘
๒๕๖๒

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช วรวงคณากุล

สังกัดภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร จังหวัดพิษณุโลก

สนับสนุนโดยงบประมาณแผ่นดิน

มหาวิทยาลัยศิลปากร

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนงบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร ประจำปีงบประมาณ 2561 ทำให้การทำงานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี ผู้ทำวิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างสูงยิ่ง

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.กอบวุฒิ รุจิจนากุล ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ให้คำปรึกษาแนะนำทักษะในการทำงานวิจัย และขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร.ทวี ตันขศิริ ที่เอื้ออำนวยความสะดวกในด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัย ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์โทรเซรามิก คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ พร้อมให้การสนับสนุนในทุกด้าน จึงทำให้โครงการวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ทุกท่าน ทั้งบุคคลที่มีส่วนเกี่ยวข้องกับโครงการวิจัยนี้ในห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์โทรเซรามิก มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาฟิสิกส์ ในสำนักงานเลขานุการคณะของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆ

หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยขออภัย และขอรับคำแนะนำ เพื่อนำไปปรับปรุงการทำงานวิจัยต่อไป

ชมพูนุช วรวงคณากุล

มีนาคม 2562

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : R2561B090

ชื่อโครงการ : ผลของการเตรียมเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททานต-โซเดียมบิสมัทไททานต
โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชมพูนุช วรวงคณากุล

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก

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

ระยะเวลาโครงการ : 1 ปี (1 ตุลาคม 2560 – 30 กันยายน 2561)

ในงานวิจัยเรื่องผลของการเตรียมเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททานต-โซเดียมบิสมัทไททานต โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์ โดยเตรียมผงผลึก BCT-NBT ในสูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เปรียบเทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว พบว่า ความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซต์ที่ $900^{\circ}C$ ขึ้นไป ขณะที่ผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซต์เป็น $700^{\circ}C$ ขึ้นไป สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 และ 36-0340 และเมื่อเผาแคลไซต์ผงผลึก BCT-NBT ที่อุณหภูมิตั้งแต่ $1000^{\circ}C$ ขึ้นไป พบว่าผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธี มีเฟสเตตระโกนอลเกิดขึ้น ดังนั้นจึงเลือกเงื่อนไขและวิธีเตรียมผงผลึก BCT-NBT ที่เหมาะสม คือ เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ $1000^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยวิธีเกลือหลอมเหลว เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Yun และคณะ พบว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์เป็น $1100^{\circ}C$ เป็นเวลา 4-5 ชั่วโมง ซึ่งจะเห็นว่าเราสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ผงผลึก BCT-NBT ได้ถึง $100^{\circ}C$ และถ้าไม่คำนึงถึงความเป็นเฟสเตตระโกนอล จะสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ได้ถึง $400^{\circ}C$ เมื่อนำผงผลึก BCT-NBT ขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1200-1400^{\circ}C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิกใหญ่ขึ้น เซรามิกที่เผาซินเตอร์สูงกว่าอุณหภูมิ $1200^{\circ}C$ พบว่ารอยหักของเซรามิกมีการเปลี่ยนจากหักตามเกรนเป็นหักผ่านเกรน เซรามิก BCT-NBT ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1350^{\circ}C$ มีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดเป็น 5.4 g/cm^3 เมื่อวัดที่ความถี่ 1 kHz พบว่าเซรามิกมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเป็น 3682 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกน้อยที่สุดเป็น 0.01

คำหลัก : เซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.5}Bi_{0.5})_{0.10}TiO_3$, ความหนาแน่น, สมบัติไดอิเล็กทริก

Abstract

Project Code: R256158B090

Project Title: Effect of preparation the $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ ceramics by molten salt method compared with mixed oxide 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 2017 – 30 September 2018)

In this research, effect of preparation the barium calcium titanate – sodium bismuth titanate ceramics by molten salt method compared with mixed oxide method were investigated. The powders BCT–NBT in formula $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ prepared by mixed oxide method compared with molten salt method. It was found that a pure phase of BCT–NBT was detected at the calcination temperatures with mixed oxide method starting from 900°C , while the calcination temperatures the same powders with molten salt method starting from 700°C . The phase analysis was carried out based on the Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) file number 81–0042 and 36–0340. The tetragonal phase (with both methods) appeared at higher calcination temperature. The optimum calcination temperature in this research was selected at 1000°C for 4 h with molten salt method compared with report of Yun *et al.*, which calcined the powder at 1100°C for 4–5 h. In this study, the calcination temperature was reduced by up to 100°C and, regardless of the tetragonal phase structure; we can decrease the calcination temperature by up to 400°C . These powders were pressed and sintered at $1200\text{--}1400^\circ\text{C}$ for 3 h. The results showed that, the average grain sizes were increased with increasing sintering temperatures, in the sintering temperature higher than 1200°C the fracture mode change from partial intra–granular to mainly intra–granular. The sintering temperature at which the density and dielectric properties are maximum is 1350°C . The highest density was about 5.4 g/cm^3 . The dielectric constant at Curie temperature was 3682 and dielectric loss was 0.01 at 1 kHz frequency.

Keywords : $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ ceramics, density, dielectric properties.

Executive Summary

ในงานวิจัยเรื่องผลของการเตรียมเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททานต-โซเดียมบิสมาทไททานต โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์ โดยเตรียมผงผลึก BCT-NBT ในสูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เปรียบเทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว พบว่า ความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซต์ที่ 900°C ขึ้นไป ขณะที่ผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซต์เป็น 700°C ขึ้นไป สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 และ 36-0340 และเมื่อเผาแคลไซต์ผงผลึก BCT-NBT ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1000°C ขึ้นไป พบว่าผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธี มีเฟสเตตระโกนอลเกิดขึ้น ดังนั้นจึงเลือกเงื่อนไขและวิธีเตรียมผงผลึก BCT-NBT ที่เหมาะสม คือ เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยวิธีเกลือหลอมเหลว เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Yun และคณะ พบว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์เป็น 1100°C เป็นเวลา 4-5 ชั่วโมง ซึ่งจะเห็นว่าเราสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ผงผลึก BCT-NBT ได้ถึง 100°C และถ้าไม่คำนึงถึงความเป็นเฟสเตตระโกนอล จะสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ได้ถึง 400°C เมื่อนำผงผลึก BCT-NBT ขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1200-1400^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิกใหญ่ขึ้น เซรามิกที่เผาซินเตอร์สูงกว่าอุณหภูมิ 1200°C พบว่ารอยหักของเซรามิกมีการเปลี่ยนจากหักตามเกรนเป็นหักผ่านเกรน เซรามิก BCT-NBT ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดเป็น 5.4 g/cm^3 เมื่อวัดที่ความถี่ 1 kHz พบว่าเซรามิกมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดเป็น 3682 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกน้อยที่สุดเป็น 0.01 และเป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้ในทุกความถี่ที่วัด

สารบัญเรื่อง

บทที่		หน้า
	กิตติกรรมประกาศ	ก
	บทคัดย่อภาษาไทย	ข
	บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
	Executive Summary	ง
	สารบัญเรื่อง	จ
	สารบัญตาราง	ช
	สารบัญรูป	ฉ
	คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย	ณ
1	บทนำ	1
	วัตถุประสงค์ของโครงการโครงการวิจัย	2
	ขอบเขตโครงการวิจัย	2
	ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
2	ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
	2.1 อิเล็กโทรเซรามิก	3
	2.2 พิโซอิเล็กทริก	5
	2.3 สมบัติไดอิเล็กทริก	6
	2.4 การบดย่อยแบบลูกบอล	8
	2.5 แบเรียมแคลเซียมไททาเนต	10
	2.6 บิสมัทโซเดียมไททาเนต	11
	2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	12
3	วิธีการวิจัย	15
	3.1 สารเคมี	15
	3.2 อุปกรณ์	15
	3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมัทไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว	17

สารบัญเรื่อง (ต่อ)

บทที่		หน้า
	3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาท์ ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	23
	3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	27
	3.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต- โซเดียมบิสมาท์ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	29
	3.7 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น	30
	3.8 การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทาง ไดอิเล็กทริก ของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาท์ ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	31
4	ผลการวิจัย และอภิปรายผลการวิจัย	33
	4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต- โซเดียมบิสมาท์ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ โดย วิธีมิคซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว	33
	4.2 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต- โซเดียมบิสมาท์ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ โดย วิธีมิคซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว	37
	4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต- โซเดียมบิสมาท์ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	43
	4.4 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต- โซเดียมบิสมาท์ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	44
	4.5 ความหนาแน่นของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาท์ ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	47
	4.6 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาท์ ไททาเนต สูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$	48

สารบัญเรื่อง (ต่อ)

บทที่		หน้า
5	สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ	89
	5.1 สรุปผลการทดลอง	89
	5.2 ข้อเสนอแนะ	90
	เอกสารอ้างอิง	91
	Output ที่ได้จากโครงการ	94
	ภาคผนวก	95



สารบัญตาราง

ตาราง		หน้า
4.1	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว เพาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	36
4.2	ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและความไม่แน่นอนของการวัดของผงผลึกในระบบ BCT-NBT เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบวิธีเกลือหลอมเหลว เพาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	41
4.3	ขนาดเกรนเฉลี่ย และความไม่แน่นอนของการวัดของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	46
4.4	ความหนาแน่นของเซรามิก และความไม่แน่นอนของการวัด $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	47
4.5	อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz	80
4.6	อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz	82
4.7	อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz	84
4.8	อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 500 kHz	86
4.9	อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz	88

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	การแบ่งกลุ่มของวัสดุใน 32 กลุ่ม	4
2.2	ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง (ข) แบบผันกลับ	5
2.3	ขนาดอนุภาคที่ได้ต่อเวลาในการบด	9
2.4	ลักษณะการหมุนของหม้อบด และการเคลื่อนที่ของลูกบด	10
2.5	โครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์	11
2.6	ลักษณะของค่า permittivity ของผลึก $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ในการวัดที่ความถี่ 500 กิโลเฮิรตซ์	12
3.1	เตาอบไฟฟ้า	18
3.2	เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม	18
3.3	แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋อง เพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling	19
3.4	เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก	19
3.5	เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาแคลไซต์	19
3.6	แผนภาพการเผาแคลไซต์	20
3.7	แผนผังการเตรียมผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซต์	21
3.8	แผนผังการเตรียมผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซต์	22
3.9	แม่พิมพ์โลหะ	23
3.10	เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก	23
3.11	การจัดเรียงชิ้นงาน $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ บนถาดอะลูมินา	23
3.12	แผนผังการเผาเพื่อกำจัด PVA (T_r คืออุณหภูมิห้อง)	24
3.13	การจัดเรียงชิ้นงาน $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ในถ้วยอะลูมินา สำหรับการเผาซินเตอร์	24
3.14	เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง สำหรับเผาซินเตอร์	25
3.15	แผนภาพการเผาซินเตอร์ (โดย T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และ T_r คืออุณหภูมิห้อง)	25
3.16	เครื่องอัลตราโซนิก	25

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.17	แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก (Ba _{0.90} Ca _{0.10}) _{0.90} (Na _{0.50} Bi _{0.50}) _{0.10} TiO ₃	26
3.18	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	27
3.19	หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์	28
3.20	เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips	28
3.21	เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620	29
3.22	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP	30
3.23	จานหมุนสำหรับขีดสารตัวอย่าง	32
3.24	ดิจิตอลเวอร์เนียร์คาลิเปอร์	32
3.25	เครื่อง LCZ meter ต่อพ่วงกับเตาเผา และมัลติมิเตอร์เพื่อวัดค่าความจุไฟฟ้า โดยการแปรค่าอุณหภูมิ	32
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก (Ba _{0.90} Ca _{0.10}) _{0.90} (Na _{0.50} Bi _{0.50}) _{0.10} TiO ₃ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700– 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียม โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์	33
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก (Ba _{0.90} Ca _{0.10}) _{0.90} (Na _{0.50} Bi _{0.50}) _{0.10} TiO ₃ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500– 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียม โดยวิธีเกลือหลอมเหลว	35
4.3	กราฟร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก (Ba _{0.90} Ca _{0.10}) _{0.90} (Na _{0.50} Bi _{0.50}) _{0.10} TiO ₃ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธี เกลือหลอมเหลว	36
4.4	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก (Ba _{0.90} Ca _{0.10}) _{0.90} (Na _{0.50} Bi _{0.50}) _{0.10} TiO ₃ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เเผาแคล ไซน์ ณ อุณหภูมิ 700–1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง: (ก) 700°C, (ข) 800°C, (ค) 900°C, (ง) 1000°C, (จ) 1100°C และ (ฉ) 1200°C	38

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.5	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500–1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง: (ก) 500°C, (ข) 600°C, (ค) 700°C, (ง) 800°C, (จ) 900°C, (ฉ) 1000°C และ (ช) 1100°C	39
4.6	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว	41
4.7	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	43
4.8	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง: (ก-ข) 1200°C, (ค-ง) 1250°C, (จ-ฉ) 1300°C, (ช-ซ) 1350°C และ (ณ-ญ) 1400°C	44
4.9	ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	46
4.10	ความหนาแน่นของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	47
4.11	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C	49
4.12	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C	50
4.13	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C	51

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.40	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50– 400°C	87



คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย

BCT-NBT หรือ $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ คือ สารประกอบแบเรียมแคลเซียมไททานต-โซเดียมบิสมัทไททานต

XRD คือ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

SEM คือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ϵ_r คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ หรือค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

$\tan\delta$ คือ ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก



บทที่ 1

บทนำ

ในปัจจุบันเทคโนโลยีส่วนใหญ่ที่มีอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์เป็นส่วนประกอบในเทคโนโลยีมากมาย ซึ่งวัสดุที่เป็นองค์ประกอบในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์นั้นส่วนใหญ่ก็คือ เซรามิกบริสุทธิ์ที่เป็นสารพีโซอิเล็กทริกที่แสดงสมบัติเพโรอิเล็กทริก ในวัสดุเพโรอิเล็กทริกนั้น มีตะกั่วเป็นสารประกอบหลัก ทั้งในการผลิต การนำไปใช้งาน การกำจัด ที่เกิดออกไซด์ของตะกั่วขึ้น ทำให้เกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากปัญหาดังกล่าวทำให้มีการวิจัย และพัฒนาวัสดุเพโรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักให้ลดลง หรือไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก และพยายามให้มีสมบัติใกล้เคียงหรือดีกว่าวัสดุเพโรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก

เซรามิกในระบบโซเดียมบิสมาทไททาเนต (NBT) ถูกค้นพบโดย Smolenskii และคณะ ตั้งแต่ ปี ค.ศ. 1960 ซึ่ง NBT เป็นเซรามิกที่ไม่มีสารตะกั่ว และแสดงสมบัติพีโซอิเล็กทริกที่ดี สามารถนำมาใช้แทนเซรามิกที่มีส่วนผสมของตะกั่วเป็นหลักได้ มีอุณหภูมิคูรีประมาณ 320°C เป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างสูงพอที่จะสามารถใช้สารนี้ที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิต่ำกว่า T_c ได้ ระบบผลึกของ NBT เป็นรอมโบอิคอล ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเพโรอิเล็กทริก แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอลและผลึกลูกบาศก์ ซึ่งจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้า เช่นกัน โดยที่จะมีการเปลี่ยนไปเป็นแอนติเพโรอิเล็กทริก และพาราอิเล็กทริก [1-3] อีกเหตุผลสำหรับวัสดุเซรามิก NBT บริสุทธิ์มีค่าสนามไฟฟ้าลบข้างที่สูงถึง 7.3 kV/mm และมีสภาพนำไฟฟ้าสูงเป็นสาเหตุของปัญหาในการจัดทำขั้ว เพื่อแก้ไขปัญหานี้จึงมุ่งเน้นการวิจัยไปที่ การเตรียมเซรามิก 2 ระบบที่มี NBT เป็นองค์ประกอบฐาน เช่น NBT-BaTiO_3 [4-8] NBT-SrTiO_3 [9] NBT-PbTiO_3 [10] เป็นต้น

สำหรับแบเรียมแคลเซียมไททาเนต (BCT) ก็เป็นวัสดุเพโรอิเล็กทริกอีกตัวหนึ่งที่มีแบเรียมไททาเนตเป็นวัสดุฐานที่ไม่มีสารตะกั่วมีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ มีสมบัติพีโซอิเล็กทริก และสมบัติเพโรอิเล็กทริกที่ดี เนื่องจากองค์ประกอบทางเคมีของ BaTiO_3 มีความเสถียรสูง ทำให้ง่ายต่อการเผาแคลไซน์ โดยมีความแน่นอนทางองค์ประกอบเคมีที่ดี โดยทั่วไปนั้นจะเติมสารแคลเซียมคาร์บอเนต เพื่อช่วยในการเพิ่มช่วงอุณหภูมิเสถียรของเฟสเตตระโกนอล [11-12]

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาการเตรียมเซรามิกใน 2 ระบบ ของแบเรียมแคลเซียมไททาเนตกับโซเดียมบิสมาทไททาเนต ในสูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ หรือเขียนย่อๆ ว่า

BCT-NBT โดยใช้วิธีเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลวเทียบกับแบบมิกซ์ออกไซด์ เพื่อศึกษาโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ และสมบัติ ไดอิเล็กทริกของเซรามิก

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผงผลึก BCT-NBT ด้วยวิธีเกลือหลอมเหลว เทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์ เพื่อเป็นเงื่อนไขในการเตรียมเซรามิก BCT-NBT
2. เพื่อตรวจสอบหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ และการเผาซินเตอร์เซรามิก BCT-NBT
3. เพื่อศึกษาโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก และสมบัติทางกายภาพ สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT
4. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ หรือนานาชาติ รวมทั้งการเสนอผลงานแก่นักวิชาการทั้งในและต่างประเทศ

ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. เตรียมผงผลึก BCT-NBT ในสูตร $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.5}Bi_{0.5})_{0.10}TiO_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และวิธีมิกซ์ออกไซด์ เผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ แล้วเลือกวิธีการเตรียมผงผลึกและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์เพื่อใช้เตรียมเซรามิกต่อไป
2. เตรียมเซรามิก BCT-NBT เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วงประมาณ 1200–1400°C
3. ศึกษาโครงสร้างเฟสของผงผลึกและเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)
4. ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกเซรามิกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
5. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิก BCT-NBT
6. ศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถพัฒนาองค์ความรู้ในการเตรียมเซรามิกในระบบ $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.5}Bi_{0.5})_{0.10}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว
2. มีความร่วมมือในการทำวิจัย ทั้งในประเทศและต่างประเทศ

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

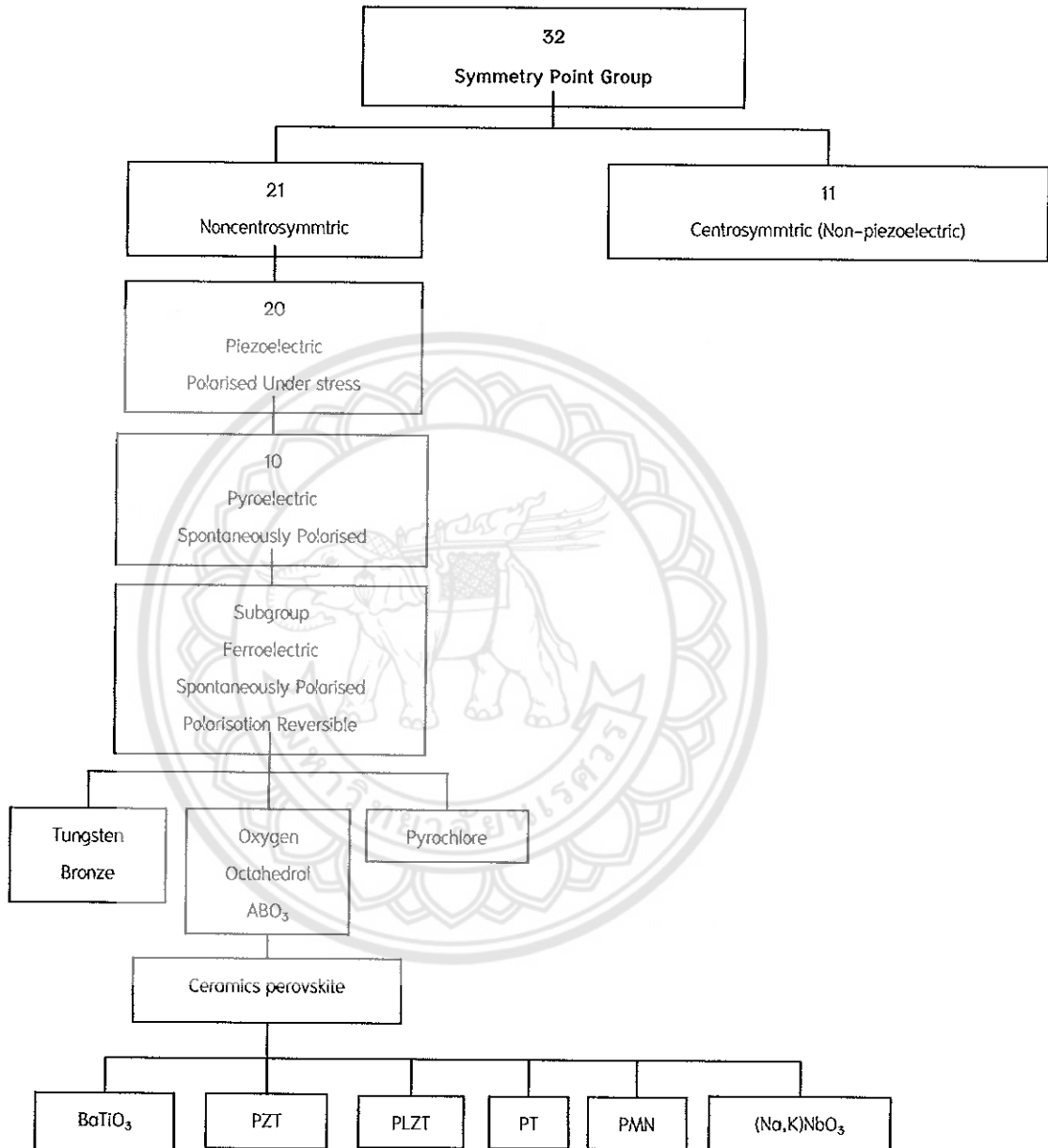
ในบทนี้จะกล่าวถึงอิเล็กโทรเซรามิก พิโซอิเล็คทริก เฟอร์โรอิเล็คทริก การบดย่อยแบบ ลูกบอล แบริยมแคลเซียมไททาเนต บิสมัทโซเดียมไททาเนต และงานวิจัยบางส่วนที่เกี่ยวข้อง กับ BCT-BNT ดังรายละเอียดต่อไปนี้

2.1 อิเล็กโทรเซรามิก (Electroceramics)

อิเล็กโทรเซรามิก เป็นวัสดุที่อยู่ในกลุ่มเซรามิกขั้นสูง (advanced ceramics) ที่มุ่งเน้น เรื่องสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กเป็นหลัก ตัวอย่างเซรามิกในกลุ่มนี้คือเซรามิกพิโซอิเล็คทริก เช่น เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (lead zirconatetitanate, $Pb(Zr,Ti)O_3$) สำหรับใช้ทำ อุปกรณ์โซนาร์ใต้ผิวน้ำ ทำหน้าเป็นทั้งตัวให้กำเนิดและตรวจจับสัญญาณ เซรามิกไดอิเล็กทริก เช่นแบเรียมไทเทเนต (barium titanate, $BaTiO_3$) สำหรับใช้ทำตัวเก็บประจุไฟฟ้า และเซรามิก แม่เหล็ก (magnetic ceramics) เช่นเฟอร์ไรต์ (ferrite, Fe_3O_4) ซึ่งใช้เป็นวัสดุบันทึกข้อมูลเป็นต้น

ระบบผลึกของวัสดุเป็นปัจจัยกำหนดสมบัติของอิเล็กโทรเซรามิกนักฟิสิกส์ศาสตร์จึงแบ่ง ผลึกเป็น 32 กลุ่มแยกออกเป็น 2 ประเภทคือพวกที่มีศูนย์กลางของลักษณะสมมาตร (centrosymmetric) มี 11 กลุ่มและพวกที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง (non centro-symmetric) มี 21 กลุ่ม โดยพบว่ามี 20 กลุ่มเป็นพวกพิโซอิเล็คทริก และมี 10 กลุ่มจาก 20 กลุ่มนี้เป็นพวกไพโรอิเล็คทริก (pyroelectric) ซึ่งวัสดุจะเกิดโพลาไรเซชันแบบถาวรในช่วงอุณหภูมิหนึ่งๆ โดย พบว่าวัสดุเฟอร์โรอิเล็คทริกนั้นเป็นกลุ่มย่อยของสารไพโรอิเล็คทริกดังรูป 2.1 เนื่องจากการไม่มี สมมาตรของศูนย์กลางเป็นสภาวะสำคัญทำให้เกิดพิโซอิเล็คทริกเนื่องจากแรงกลที่ให้กับวัสดุ เป็นแบบไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง และไม่สามารถทำให้เกิดการโพลาไรเซชัน เช่นการเกิด โพลาไรเซชันแบบเวกเตอร์ (vector-quality-like-polarization) นอกจากว่าวัสดุนั้นจะไม่มี สมมาตรของศูนย์กลางอยู่เอง ซึ่งทำให้ผลรวมของการเคลื่อนที่ของประจุบวกและลบสามารถ สร้างไดโพลไฟฟ้า (electric dipole) หรือที่เรียกว่าเกิดโพลาไรเซชัน (polarization) ในวัสดุไพโรอิ เล็คทริกพัฒนาการเกิดโพลาไรเซชันด้วยตัวเอง และทำให้เกิดสภาพมีขั้วถาวรในโครงสร้างการ เกิดโพลาไรเซชันนี้มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ ดังนั้นจึงเรียกว่าสภาพไพโรอิเล็คทริกซึ่ง หมายถึงสภาพที่มีแกนขั้วแบบเฉพาะภายในระบบผลึกค่าไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) ทั้งหมดแปรผันกับอุณหภูมิ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเครื่องหมายของกระแสที่ได้จากผลึกส่วน วัสดุนิตเพอร์โรอิเล็คทริกนั้นจะคล้ายกับวัสดุไพโรอิเล็คทริกในด้านสามารถเกิดขั้วได้เอง ดังนั้น

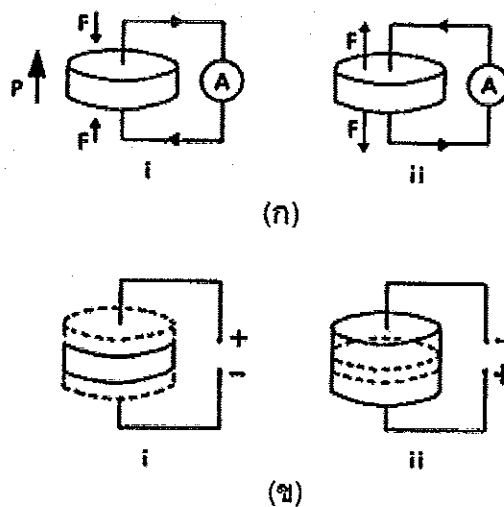
จึงแยกวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกออกจากสารอื่นคือสามารถเกิดโพลาริเซชันเองได้ และโพลาริเซชันสามารถสลับทิศทางได้



รูป 2.1 การแบ่งกลุ่มของวัสดุใน 32 กลุ่ม [13]

2.2 พิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric)

ในปี ค.ศ. 1880 ซองส์ และปีแอร์ คิวรี (Jacques and Pierre Curie) ได้ค้นพบปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectric effect) ในผลึกของสารเชิงเดี่ยว (single crystal compound) เช่นควอตซ์ (quartz), ซิงค์เบลน (zincblende) และทัวร์มาลีน (tourmaline) คำว่า “พิโซอิเล็กทริก” มาจากภาษากรีกซึ่งแปลว่ากด ดังนั้นปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกจึงเป็นปรากฏการณ์ที่แสดงถึงการสร้างประจุไฟฟ้าให้เกิดขึ้นอันเป็นผลมาจากแรงกดอัดเชิงกล (mechanical force) หรืออีกนัยหนึ่งคือ เป็นปรากฏการณ์ที่ใช้เรียกการเกิดกระบวนการแยกขั้วไฟฟ้า (electric polarization) ขึ้นในวัสดุเมื่อได้รับความเครียดเชิงกล (mechanical strain) ซึ่งการแยกขั้วไฟฟ้าที่เกิดขึ้นนี้ จะเป็นสัดส่วนกับความเครียดที่วัสดุนั้นได้รับไม่สามารถเกิดการไหลไรเซชันได้ด้วยตัวเองเหมือนกับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก และไพโรอิเล็กทริก สภาพพิโซอิเล็กทริกเกิดได้ 2 แบบ คือ ถูกแรงกลมากระทำให้เกิดความเค้น (stress) ขึ้น เช่นแรงกดหรือแรงอัด จะส่งผลให้เกิดการแยกขั้วไฟฟ้า และเกิดการสะสมของประจุบวก และลบบนผิวของวัสดุโดยเรียกปรากฏการณ์แบบนี้ว่า ปรากฏการณ์ตรง (direct effect) ส่วนผิวด้านไหนของวัสดุจะมีประจุบวก หรือลบขึ้นกับแรงเค้นที่ให้เข้าไปกับวัสดุว่าเป็นแบบแรงดึง (tensile stress) หรือแรงกด (compressive stress) ในทำนองกลับกัน เมื่อสารได้รับสนามไฟฟ้าทำให้เกิดการยืดหดตัวคือ ปรากฏการณ์ย้อนกลับ (converse effect) หรือปรากฏการณ์มอเตอร์ (motor effect) ดังรูป 2.2 จากปรากฏการณ์ข้างต้นนี้ พบว่าปริมาณของโพลาริเซชันจะขึ้นกับขนาดของความเค้นที่ให้กับสารและประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะมีค่าขึ้นอยู่กับชนิดของแรงที่กระทำเช่นเป็นแรงกดหรือแรงดึงเป็นต้น [14-15]



รูป 2.2 ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง (ข) แบบผกผัน

สมบัติดังกล่าวอาจจะพบในสารไพโซอิเล็กทริกเซรามิก ซึ่งก็คือเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ผ่านการทำขั้ว (Poling) คือการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงให้ขั้วไฟฟ้าที่เรียงตัวกันในทิศทางต่างๆ ในหลายๆ เกรนนั้น ให้หันไปในทิศทางเดียวกัน ซึ่งความสมบูรณ์ของการทำขั้วขึ้นอยู่กับโครงสร้างของวัสดุได้ด้วย เช่นเฟสเตตระโกนอลทำได้ถึงร้อยละ 83 เฟสรวมไบอิตรอลร้อยละ 86 และสำหรับเฟสออร์โธโรมบิกนั้นมากกว่าร้อยละ 91 ซึ่งเป็นค่าที่สูงเมื่อเทียบกับค่าที่ได้จากผลึกเดี่ยวหรือโดเมนเดี่ยว (single domain) ซึ่งถือว่าเป็นวัสดุให้ค่าทางไพโซอิเล็กทริก และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ดีที่สุด กล่าวคือเซรามิกทุกชนิดที่ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วจะมีสภาพโดยรวมมีสมบัติเหมือนกันทุกทิศทาง (isotropic) เมื่อผ่านการทำขั้วทำให้วัสดุนั้นเป็นทั้งสารเฟอร์โรอิเล็กทริกและเป็นสารไพโซอิเล็กทริกด้วยเช่นกัน

2.3 สมบัติไดอิเล็กทริก [16]

สารทุกชนิดประกอบด้วยส่วนย่อย คือ โมเลกุล ซึ่งโมเลกุลโดยปกติประกอบด้วยกลุ่มโปรตอนและอิเล็กตรอนมีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกัน และอยู่ภายใต้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุล และแรงยึดเหนี่ยวของอะตอม เมื่อมีแรงจากสนามไฟฟ้ามากระทำกับโมเลกุลจะทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักไปในทิศทางของสนาม และกลุ่มประจุลบจะเคลื่อนที่ไปในทิศทางตรงกันข้าม ดังนั้นโมเลกุลทุกโมเลกุลของสารต่างก็ก่อตัวเป็นโมเลกุลขั้วคู่ (dipole moment) โดยมีขั้วเล็กๆ เรียงต่อกันในทิศทางเดียวกันตามทิศสนามไฟฟ้า อย่างไรก็ตามสารไดอิเล็กทริกประเภทนี้เป็นสารประเภทโมเลกุลไม่มีขั้ว (non-polar molecule) สารไดอิเล็กทริกบางชนิดที่โมเลกุลก่อตัวเป็นขั้วคู่ไฟฟ้า (dielectric dipole) ซึ่งในทิศทางไม่เป็นระเบียบ และเมื่อมีแรงจากสนามไฟฟ้าภายนอกมากระทำต่อมันจะทำให้ขั้วคู่เล็กๆ เหล่านี้เรียงตัวในทิศทางเดียวกันอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งเรียกโมเลกุลประเภทนี้ว่าขั้วคู่ถาวร (permanent dipole) มีสารบางอย่างที่มีโมเลกุลเรียงตัวกันได้เองโดยไม่ต้องใช้สนามไฟฟ้าจากภายนอก เรียกสารชนิดนี้ว่าสารเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric materials) เช่น เลดเซอร์โคเนตโทเทเนต (PZT) เป็นต้น

ลักษณะของการที่โมเลกุลขั้วคู่ของสารไดอิเล็กทริกก่อตัวเป็นขั้วเล็กๆ แล้วจัดเรียงตัวกันในสนามไฟฟ้า เรียกว่าโพลาไรเซชัน (polarization) โดยกำหนดให้โพลาไรเซชันเป็นจำนวนโมเมนต์ขั้วคู่ (dipole moment) ต่อหน่วยปริมาตร ถ้า N เป็นโมเลกุลต่อหน่วยปริมาตรและทุกๆ โมเลกุลมีขั้วโมเลกุลคู่เป็น P ดังนั้นจะได้โพลาไรเซชันเป็นดังสมการ (2.1)

$$P = Np \quad (2.1)$$

และเมื่อสารไดอิเล็กทริกถูกโพลารไรซ์ สมบัติทางแม่เหล็กไฟฟ้าจะเปลี่ยนไปโดยพิจารณาจากสมการ (2.2)

$$D = \epsilon_0 E + P \quad (2.2)$$

โดยที่ D คือ Electric displacement vector

E คือ สนามไฟฟ้าในตัวกลาง

และ ϵ_0 คือ สภาพยอมสัมพัทธ์ของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} F/m

สมบัติอีกอย่างหนึ่งของสารไดอิเล็กทริก คือมีสภาพอ่อนไหวทางไฟฟ้าหรือความซึมซาบทางไฟฟ้า χ (electric susceptibility) ซึ่งกำหนดได้ด้วยสมการ (2.3)

$$P = \epsilon_0 \chi E \quad (2.3)$$

ในสุญญากาศไม่เกิดโพลารไรเซชัน ($P = 0$) ดังนั้น χ เป็นศูนย์ด้วย เพราะฉะนั้น D จะขึ้นอยู่กับสนามไฟฟ้าภายนอกเท่านั้น ถ้าสนามไฟฟ้าภายนอกเป็น E_0 ดังนั้นสนามไดอิเล็กทริกจะเป็น

$$D = \epsilon_0 E_0 \quad (2.4)$$

จากสมการ (2.2) และสมการ (2.3) จะได้สมการดังนี้

$$\begin{aligned} D &= \epsilon_0 E + \epsilon_0 \chi E \\ D &= \epsilon_0 (1 + \chi) E \\ D &= \epsilon_0 \epsilon_r E \end{aligned} \quad (2.5)$$

โดยจะเรียกเทอม $(1 + \chi)$ หรือ ϵ_r ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสัมพัทธ์ (relative dielectric constant) อาจเขียนสมการ (2.5) ได้ดังนี้

$$D = \epsilon E = \epsilon_0 \epsilon_r E \quad (2.6)$$

เรียก ϵ ว่า สภาพยอมสัมพัทธ์ของสารไดอิเล็กทริก

สารไดอิเล็กทริกมักจะใช้เป็นฉนวนที่ทำหน้าที่คั่นระหว่างตัวนำของตัวเก็บประจุเพื่อ กันหรือให้แรงดันสูงขึ้นกว่าแก๊สรวมทั้งอากาศด้วย โดยมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเป็นตัวเลขที่บอกให้ทราบว่าค่าความจุของตัวเก็บประจุที่สารไดอิเล็กทริกจะเพิ่มขึ้นเป็นกี่เท่าของตัวเก็บประจุอากาศ ดังสมการ

$$C = \epsilon_0 C_0 \quad (2.7)$$

เมื่อ C_0 คือ ค่าความจุของตัวเก็บประจุเมื่อใช้สุญญากาศเป็นตัวกั้นระหว่างขั้ว
 C คือ ค่าความจุของตัวเก็บประจุที่มีสารไดอิเล็กทริกซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเป็น ϵ_r
 ซึ่งโดยปกติค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะแสดงเป็นค่าสัมพัทธ์ (ϵ_r) เทียบกับค่าคงที่ไดอิเล็ก
 ทริกของสุญญากาศ ϵ_0 คือ

$$\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r \quad (2.8)$$

และจากความสัมพันธ์ $C = \frac{Q}{V}$ สำหรับกรณีที่ไม่มีสารไดอิเล็กทริกจะได้ว่า

$$C = \frac{\epsilon_0 A}{d} \quad (2.9)$$

เมื่อ A คือ พื้นที่หน้าตัดของแผ่นไดอิเล็กทริก
 และ d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กทริกสำหรับตัวเก็บประจุที่มีสารไดอิเล็กทริกที่มี
 ค่าที่ไดอิเล็กทริกเท่ากับ ϵ_r จะได้ว่า

$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 A}{d} \quad (2.10)$$

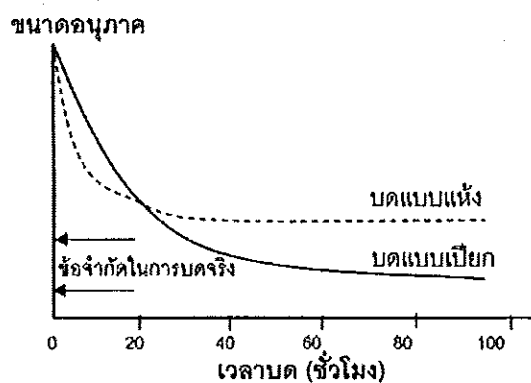
ถ้าบ่อนสัญญาณไฟฟ้ากระแสสลับให้กับตัวเก็บประจุ กระแสที่ไหลผ่านตัวเก็บประจุจะ
 มีเฟสนำหน้าความต่างศักย์เป็นมุม 90° แต่ในทางปฏิบัติจะมีการสูญเสียเนื่องจากการที่ไดอิ
 เล็กทริกมีความต้านทานไม่ถึงอนันต์ ทำให้เกิดเฟสของกระแสไฟฟ้านำหน้าความต่างศักย์น้อย
 กว่า 90° เรียกว่าแฟกเตอร์การสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (dielectric loss tangent; $\tan\delta$)

2.4 การบดย่อยแบบลูกบอล

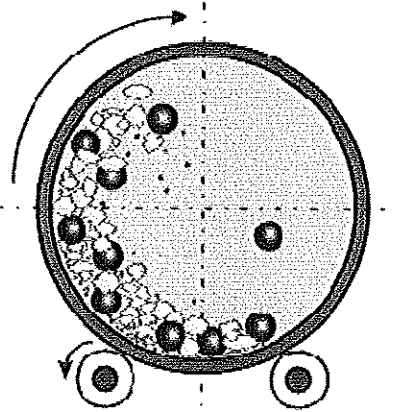
เม็ดบอลลสามารถบดอนุภาคผงได้ละเอียดน้อยกว่า 10 ไมครอน เทคนิคการบดย่อยแบบ
 นี้ยังไม่เหมาะสมที่จะใช้บดทั้งในสภาวะเปียกและแห้ง กระบวนการบดย่อยด้วยลูกบอลนี้
 ค่อนข้างจะซับซ้อนที่จะหาทฤษฎีมาอธิบาย อัตราการบดจะขึ้นกับหลายปัจจัย รวมทั้งตัวแปรใน
 การบด เช่น ขนาด ความเร็ว และจำนวนของเม็ดบด ขึ้นกับสมบัติของเม็ดบด เช่น ขนาด ความ
 แข็ง และรูปร่าง และสุดท้ายจะขึ้นกับสมบัติของอนุภาคที่บดด้วย โดยทั่วไปการบดด้วยเม็ดบด
 ที่ใช้ความเร็วต่ำ เนื่องมาจากการใช้เม็ดบดขนาดใหญ่ ทั้งนี้เพราะพลังงานกลที่ให้กับอนุภาคจะ

อยู่ในรูปของพลังงานศักย์ (potential energy) ในขณะที่การบดที่กระทำที่ความเร็วสูงมาก เนื่องจากเม็ดบดขนาดเล็ก พลังงานที่ให้กับอนุภาคของการบดแบบนี้จะอยู่ในรูปของพลังงานจลน์ (kinetic energy) สำหรับขนาดของเม็ดบดเฉพาะขนาดหนึ่งที่มีมวลเป็นสัดส่วนกับความหนาแน่น เม็ดบดที่ใช้ควรจะทำมาจากวัสดุที่มีความหนาแน่นสูงมากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ แต่ในทางปฏิบัติการเลือกใช้เม็ดบดนั้นมักจะถูกจำกัดด้วยราคาที่ย่อมเยา

นอกจากนี้ขนาดของเม็ดบดก็มีความสำคัญที่จะต้องพิจารณาด้วย โดยปกติแล้วเม็ดบดที่มีขนาดเล็กจะดีกว่าเม็ดบดขนาดใหญ่ เนื่องจากที่ปริมาตรเดียวกันจะได้จำนวนเม็ดบดมากกว่าถ้าเม็ดบดยังมีขนาดเล็กลง ถ้าสมมติให้อัตราการบดขึ้นกับจำนวนจุดสัมผัสระหว่างเม็ดบดกับอนุภาคผง และในขณะที่จำนวนจุดสัมผัสมีขึ้นกับพื้นที่ผิวของเม็ดบด ดังนั้นอัตราการบดจะเพิ่มขึ้นเมื่อพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น นั่นก็คือ ขนาดของเม็ดบดเล็กลงนั่นเอง แต่อย่างไรก็ตามเม็ดบดก็ไม่ควรจะมีขนาดเล็กจนเกินไป ทั้งนี้อาจทำให้เม็ดบดไม่มีแรงมากพอที่จะทำให้อนุภาคผงแตกได้ ยิ่งไปกว่านี้อัตราการบดยังขึ้นกับขนาดของอนุภาคผงด้วย อัตราการบดนี้จะลดลงถ้าอนุภาคมีขนาดเล็กลง ยิ่งถ้าทำการบดไปเรื่อยๆ และอนุภาคยิ่งละเอียดมาก จนมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน จะทำให้การบดเป็นไปได้ยากยิ่งขึ้น ได้มีการวิจัยถึงขีดจำกัดในการบดแสดงดังรูปที่ 2.3 พบว่าขีดจำกัดนี้จะขึ้นกับหลายปัจจัย โดยปัจจัยที่สำคัญ คือ แนวโน้มของการเกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่สัมพันธ์กับขนาดอนุภาค การบดจะลดลงเมื่อขนาดของอนุภาคลดลง และดำเนินในอนุภาคมีขนาดเล็กลงและปริมาณลดลงเมื่ออนุภาคเล็กลง ซึ่งจะทำให้อนุภาคมีความแข็งแรงมากขึ้น เพื่อลดข้อจำกัดของขนาดอนุภาคต่อการบด ควรใช้การบดแบบเปียกแทนการบดแบบแห้ง โดยการใช้สารช่วยกระจาย (dispersing agent) ในระหว่างการบด และเมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงระดับหนึ่ง อาจจะทำให้การเปลี่ยนเทคนิคการบดย่อย เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคเล็กลงถึงขนาดที่ต้องการได้



รูปที่ 2.3 ขนาดอนุภาคที่ได้ต่อเวลาในการบด



รูปที่ 2.4 ลักษณะการหมุนของหม้ออบ และการเคลื่อนที่ของลูกอบ [17]

รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะการหมุนของหม้ออบ ซึ่งหม้ออบจะบรรจุเม็ดอบ วัสดุที่ต้องการจะลดขนาด และช่องเหลวที่ช่วยในการกระจายอนุภาคจะถูกปิดอย่างแน่นหนาและหมุนในแนวอนบนสายพานที่ขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ ภายในหม้ออบจะถูกบดด้วยยางเพื่อป้องกันการสึกหรอเนื่องจากการกระทบของเม็ดบดกับผนัง คือเม็ดบดจะมีการเคลื่อนที่คล้ายอักษรรูปตัว D โดยจะเคลื่อนที่เส้นใต้ไปจากตำแหน่ง B ไปตำแหน่ง A แล้วตกลงมากระทบกับวัสดุด้านล่างและหมุนเวียนด้วยลักษณะเช่นนี้ไปเรื่อยๆ จนขนาดอนุภาคเล็กลงจนไม่สามารถบดให้ละเอียดลงไปได้อีก จะเห็นได้ว่าอัตราเร็วการหมุนหม้ออบนี้จะส่งผลต่อแนวการเคลื่อนที่ของเม็ดบด และพลังงานกลที่ให้กับอนุภาคผง โดยต้องการทำให้เม็ดบดเคลื่อนไปยังตำแหน่งบนสุดของเส้นทางการเคลื่อนที่ ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบการบดแบบเปียก กับการบดแบบแห้ง พบว่าการบดแบบเปียกจะมีข้อดีเหนือกว่าตรงที่พลังงานที่ใช้ในการบดจะมากกว่าประมาณร้อยละ 10-20 แต่ก็มีข้อเสียตรงที่การบดแบบเปียกนี้จะทำให้เกิดการสึกหรอของเม็ดบดได้มากกว่า แต่การบดทั้งสองนี้จะมีข้อเสียหลัก คือการเจ็บปนของเศษเม็ดบดที่เกิดการสึกหรอหรือแตกในระหว่างการบด ดังนั้นจึงจำเป็นต้องแก้ไข โดยอาจจะเลือกใช้เม็ดบดเซอร์โคเนียที่เชื่อมต่อบุ๊กิริยาเคมีที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ หรือใช้เม็ดบดเหล็กที่สามารถทำการล้างหรือใช้สนามแม่เหล็กดูดออกจากผงได้ รวมถึงหลีกเลี่ยงการใช้เม็ดบดที่มีความหนาแน่นต่ำ เช่น พอร์ซเลน และอะลูมินา

2.5 แบเรียมแคลเซียมไททาเนต (BCT) [18]

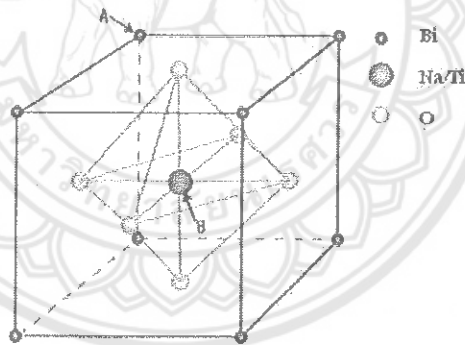
แบเรียมแคลเซียมไททาเนต $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}TiO_3$ หรือ BCT เป็นวัสดุเฟอร์ไรต์เล็กทริก อีกตัวหนึ่งที่มีแบเรียมไททาเนตเป็นวัสดุฐานที่ไม่มีสารตะกั่วมีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ มีสมบัติพีโซอิเล็กทริก และสมบัติเฟอร์ไรต์เล็กทริกที่ดี เนื่องจากองค์ประกอบทางเคมีของ

BaTiO_3 มีความเสถียรสูง ทำให้ง่ายต่อการเผาเคลือบ โดยมีความแน่นอนทางองค์ประกอบเคมีที่ดี โดยทั่วไปนั้นจะเติมสารแคลเซียมคาร์บอเนต ช่วยในการเพิ่มช่วงอุณหภูมิเสถียรของเฟสเตตระโกนอล

2.6 บิสมัทโซเดียมไททาเนต (BNT) [19]

บิสมัทโซเดียมไททาเนต (bismuth sodium titanate, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$) หรือ BNT เป็นสารประกอบพีโซอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ ที่มีความซับซ้อน โดยทั่วไปสารประกอบที่มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์จะมีสูตรโครงสร้างเป็น ABO_3 ดังรูปที่ 2.5

จากการศึกษาลักษณะผลึกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงพบว่า สารที่มีค่าความสามารถในการโพลาไรซ์เชิงไฟฟ้า (electronic polarizability) สูงมีสาเหตุมาจาก oxygen octahedron ของไอออนประจุบวกซึ่งอยู่ที่ B-site และที่ A-site ในกรณีของไอออนของตะกั่ว (Pb^{2+}) เนื่องจากมีอิเล็กตรอนที่ไม่ได้ถูกใช้ร่วมอยู่ในชั้น 6s จึงทำให้มีค่าความสามารถในการโพลาไรซ์เชิงไฟฟ้าที่สูงซึ่งมีผลต่อสารประกอบของไอออนชนิดนี้



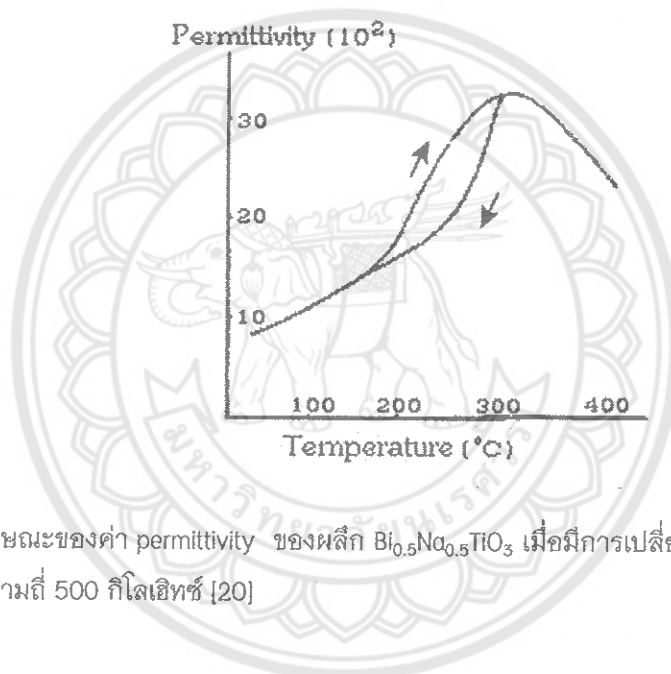
รูปที่ 2.5 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite)

จากข้อสมมติฐานที่ว่า ความสามารถในการโพลาไรซ์เอง (spontaneous polarizability) ของสารประกอบที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ที่ไอออนของ A-site ซึ่งอาจจะเป็นได้ทั้งแคลเซียม หรือบิสมัทก่อให้เกิดสารประกอบหลายชนิด สำหรับสารประกอบที่น่าสนใจ คือสารบิสมัทโซเดียมไททาเนตเฟอร์โรอิเล็กทริก (bismuth sodium titanate ferroelectric) เนื่องจากสารประกอบระบบนี้ มีความเป็นไปได้ที่จะมีสมบัติที่สามารถนำมาทดแทนการใช้สารประกอบที่มีออกไซด์ของตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

โครงสร้าง BNT มีลักษณะเป็นเพอโรฟสไกต์ ซึ่งพบว่า มีการเปลี่ยนแปลงระบบผลึกตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ณ อุณหภูมิห้อง (27°C) ระบบผลึกของ BNT เป็นรอมโบฮีดรอล

ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอล และผลึกลูกบาศก์ ตามลำดับ ซึ่งจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้าเช่นกันโดยที่จะเปลี่ยนไปเป็นแอนไทเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) และพาราเฟอร์โรอิเล็กทริก (paraferrroelectric) ตามลำดับระบบผลึกของ BNT ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

ผลกระทบที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าจะแตกต่างกัน เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงระบบผลึก หลังจากการให้ความร้อนหรือลดอุณหภูมิ พบว่าจะมีผลต่อสมบัติเป็นแอนไทเฟอร์โรอิเล็กทริกดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 ลักษณะของค่า permittivity ของผลึก $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ในการวัดที่ ความถี่ 500 กิโลเฮิรตซ์ [20]

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เริ่มจากปี ค.ศ. 2005 Chune Peng และคณะ [21] ได้ทำการศึกษาการเตรียม และสมบัติของเซรามิกพีโซอิเล็กทริกไร้สารตะกั่ว ($\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3\text{-Ba}(\text{Ti,Zr})\text{O}_3$) โดยวิธีการเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์ ใช้ขั้นตอนการเตรียมเป็นสองขั้นตอน คือ เริ่มต้นจากการเตรียมสาร BNT แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และขั้นตอนที่สอง ทำการเตรียมสาร $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.942}\text{Zr}_{0.058})\text{O}_3$ ซึ่งเป็นสูตรที่ใกล้เคียงกับบริเวณรอยต่อสัญญาณ (MPB) ของ BZT นำมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เหตุผลของการเตรียมเซรามิก BNT-BZT แบบสองขั้นตอนเนื่องจาก หลีกเลี่ยงการทำปฏิกิริยาระหว่างสารเซอร์โคเนีย (ZrO_2) และสารโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ซึ่งจะทำให้เกิดสารประกอบที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ จากนั้นจึงทำการเตรียมเซรามิก $(1-x)\text{BNT-xBZT}$ เมื่อ x เท่ากับ 0, 3, 6, 9 และ 12 ร้อยละโดยโมล ผ่านการเผาซิน

เตอร์ที่อุณหภูมิ 1180 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วิเคราะห์โครงสร้างเฟสจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ BZT เพิ่มมากขึ้นมีการเปลี่ยนเฟสจากอโรมโบฮีดรอลเป็นเตตระโกนอล และเซรามิก BNT-BZT เกิดการแน่นตัว มีค่าความหนาแน่นประมาณ 97% ของความหนาแน่นทางทฤษฎี มีค่า d_{33} สูงถึง 147 pC/N ที่ 9% ของ BZT ซึ่งเป็นเฟสเตตระโกนอล ใกล้เคียงบริเวณ MPB

ต่อมาในปี ค.ศ. 2009 Sining Yun และคณะ [3] ได้ทำการศึกษาโครงสร้าง สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของสาร BCT-NBT โดยใช้เทคนิคปฏิกิริยาของแข็ง ในการตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ที่อุณหภูมิห้องบิสมาทเกิดการระเหย ทำให้เกิดโทเทเนียมส่วนเกินเกิดทำให้โครงสร้างไม่เป็นแบบเพอรอฟสไกต์ เมื่อนำไปเผาซินเตอร์จะเกิดการไม่เสถียรเกิดขึ้น จึงมีการเติมบิสมาทออกไซด์ในระหว่างการเผาทำให้เกิดโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ และการเติมบิสมาทออกไซด์จะเป็นมีส่วนช่วยให้เกิดความหนาแน่นของเซรามิก และมีความพรุนน้อย ในเซรามิกที่มีบิสมาทและโททาเนียมส่วนเกิน ส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลง ดังนั้นจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงทางเคมีนี้เป็นสิ่งจำเป็นในการสังเคราะห์เซรามิก BCT-NBT กับสมบัติไฟฟ้าที่ดี

ในปี ค.ศ. 2013 Shamuga Sundari และคณะ [11] ได้ทำการศึกษาเซรามิก NBT-BT ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยการฉายรังสีที่มี Fluences ที่แตกต่างกัน โดยทำการศึกษาโครงสร้าง สมบัติไดอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริก ทั้งก่อนและหลังการฉายรังสี ตรวจสอบลักษณะการรวมตัวกันและการเพิ่มขึ้นของขนาดเม็ดหลังจากการฉายรังสีด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สมบัติพิโซอิเล็กทริกจะลดลงเนื่องจากโดเมนเฟอร์โรอิเล็กทริกหลังจากการฉายรังสี ในปี ค.ศ. 2015 Chompoonuch Warangkanagool [12] ได้ทำการศึกษาการลดอุณหภูมิการเตรียมผงผลึก 0.7BT-0.3BNT โดยวิธีการเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์และวิธีเตรียมแบบเกลือหลอมเหลว ทำการตรวจสอบโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาค พบว่า ผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวจะใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ต่ำกว่าที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ลักษณะของผงผลึกที่ได้ทั้ง 2 วิธี มีรูปร่างค่อนข้างกลม แต่ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกเดียวกันที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

ซึ่งจะเห็นว่าการกำลังมีการเตรียมเซรามิกที่มี BNT เป็นองค์ประกอบฐาน หรือเป็นองค์ประกอบหลักอย่างหลากหลายองค์ประกอบ เพื่อพยายามหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึก และเซรามิก ที่มีสมบัติที่เหมาะสมนำมาประยุกต์ในการใช้งาน สำหรับงานวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงมีแนวคิดในการเตรียมผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธี

เกลือหลอมเหลว เทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์ เพื่อหาเงื่อนไขและวิธีเตรียมผงผลึกที่เหมาะสมในการเตรียมเซรามิก และศึกษาสมบัติของเซรามิก เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้



บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 3.1.2 แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ความบริสุทธิ์ 98.0% ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.3 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99.5% ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.4 บิสมัทไตรออกไซด์ (Bi_2O_3) ความบริสุทธิ์ 98% ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 3.1.5 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.6 โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 บริษัท Merck
- 3.1.7 โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท RCI Labscan
- 3.1.8 สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3)
- 3.1.9 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 บริษัท Liquor Distillery Organization Excise Department
- 3.1.10 น้ำกลั่น
- 3.1.11 น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
- 3.1.12 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA) บริษัท Fluka
- 3.1.13 กาวเงิน บริษัท SPI Supplies Division of STRUCTURE PROBE
- 3.1.14 อะซีโตน
- 3.1.15 น้ำยาล้างจาน

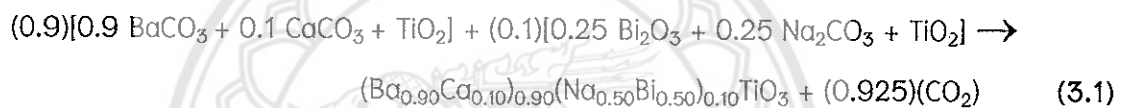
3.2 อุปกรณ์

- 3.2.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม บริษัท OHAUS รุ่น PA-214 สหรัฐอเมริกา
- 3.2.2 กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด
- 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

- 3.2.4 กระดาษฟอยล์ (foil)
- 3.2.5 กระดาษรองชั่งสาร (weighing paper) บริษัท Whiteman
- 3.2.6 ตะแกรงร่อนสาร
- 3.2.7 ครกบดสาร (agate)
- 3.2.8 ช้อนตักสาร
- 3.2.9 คีมจับชิ้นงาน
- 3.2.10 ไตรเป่าลม สำหรับเป่าอุปกรณ์หรือชิ้นงานหลังทำความสะอาด
- 3.2.11 แปรงล้างขวด
- 3.2.12 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.13 เทปกาวยคาร์บอน
- 3.2.14 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
- 3.2.15 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ยี่ห้อ Carvert รุ่น C #3912
- 3.2.16 เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (hot plate & magnetic stir) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7 ประเทศเยอรมัน
- 3.2.17 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ HOUSE WORTH รุ่น HW-8085
- 3.2.18 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาสาร ผลิตโดยบริษัท ชวโชติ จำกัด อุณหภูมิสูงสุด 1200 °C รุ่น L9/12P ประเทศไทย
- 3.2.19 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาสาร ผลิตโดยบริษัท สมศักดิ์ซีฟฟลาย อุณหภูมิสูงสุด 1700 °C
- 3.2.20 ดิจิตอลเวอร์เนียร์คาลิเปอร์ ยี่ห้อ ZIMM – ZEEM
- 3.2.21 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ ยี่ห้อ YUGO รุ่น M920
- 3.2.22 ดิจิตอลเทอร์โมมิเตอร์ ยี่ห้อ OAKTON
- 3.2.23 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น X'Pert บริษัท Philips
- 3.2.24 เครื่อง Sputter Coater บริษัท The Polaron รุ่น SC7620
- 3.2.25 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) บริษัท LEO รุ่น 1455VP
- 3.2.26 จานหมุนสำหรับชั่งสาร ยี่ห้อ Struers รุ่น LaboPol -1
- 3.2.27 กระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800 และ 1000 ตราพานงาแอนด์
- 3.2.28 เครื่อง 4276 LCZ meter บริษัท Hewlett Packard

3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมัทไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว

เตรียมผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมัทไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ หรือเรียกสั้นๆ ว่า BCT-NBT ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว โดยนำสารตั้งต้น BaCO_3 , CaCO_3 , Na_2CO_3 , Bi_2O_3 และ TiO_2 ที่จะใช้ไปทำการอบด้วยเตาอบตามรูป 3.1 ทำการชั่งสารตั้งต้น BaCO_3 , CaCO_3 , Na_2CO_3 , Bi_2O_3 และ TiO_2 ที่อบแล้วตามสมการที่ดุลสมการเคมีตามสมการ (3.1) จากนั้นชั่งสารตามปริมาณที่คำนวณโดยใช้เครื่องชั่งสารที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม ดังรูป 3.2 การดุลสมการเคมีเป็นดังสมการข้างล่างนี้

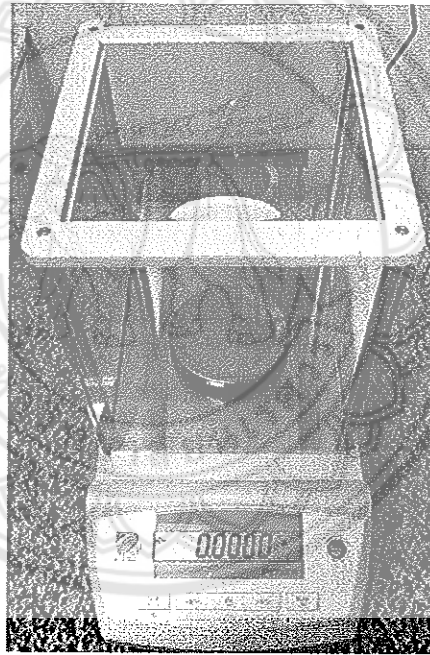


นำสารตั้งต้นมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดอียะ-เซอร์โคเนียแล้วเติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนแท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling ตามรูป 3.3 ทำการบดย่อยผสมสารเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วกรองเอาของเหลวที่ผสมแล้วใส่บีกเกอร์ นำไปทำให้แห้งโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็กดังรูป 3.4 ให้ความร้อนประมาณ 120–130 °C เมื่อของเหลวแห้งแล้ว นำไปอบอีกครั้งเพื่อให้แห้งสนิทเป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง ทำการร่อนผงผสมด้วยตะแกรงร่อน แบ่งผงผสมออกเป็น 2 ส่วน โดยส่วนที่ 1 จะนำผงผสมไปใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้ว นำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้าตามรูป 3.5 ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700, 800, 900, 1000, 1100 และ 1200 °C เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที่ แผนภาพการเผาแคลไซน์แสดงดังรูป 3.6 เรียกกระบวนการเตรียมดังกล่าวนี้ว่า การเตรียมผงผลึกด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์

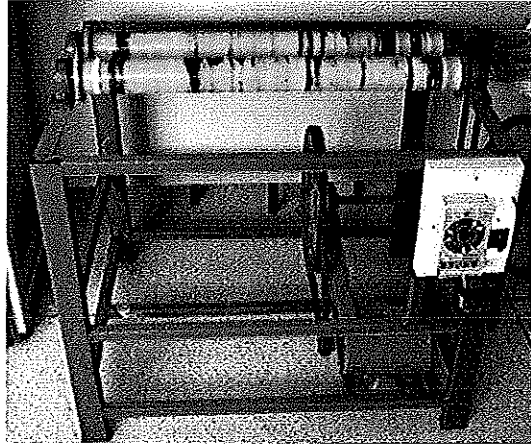
สำหรับส่วนที่ 2 จะพักไว้เพื่อผสมกับเกลือผสม ซึ่งเป็นการเตรียมผงผลึกด้วยวิธีเกลือหลอมเหลว โดยจะเตรียมเกลือผสมดังนี้



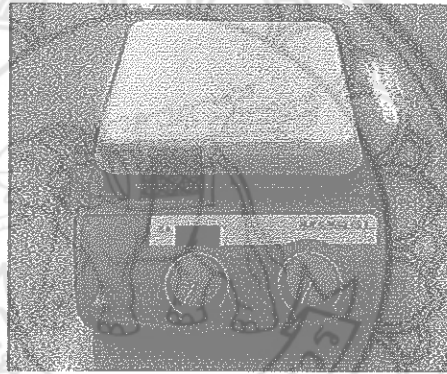
รูป 3.1 เตาอบสาร



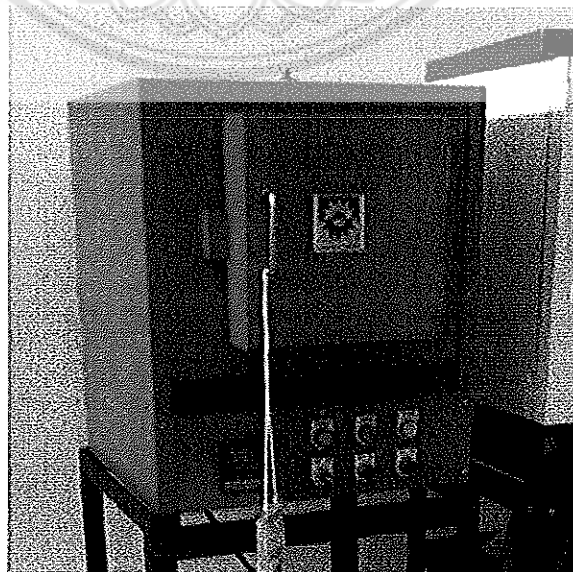
รูป 3.2 เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม



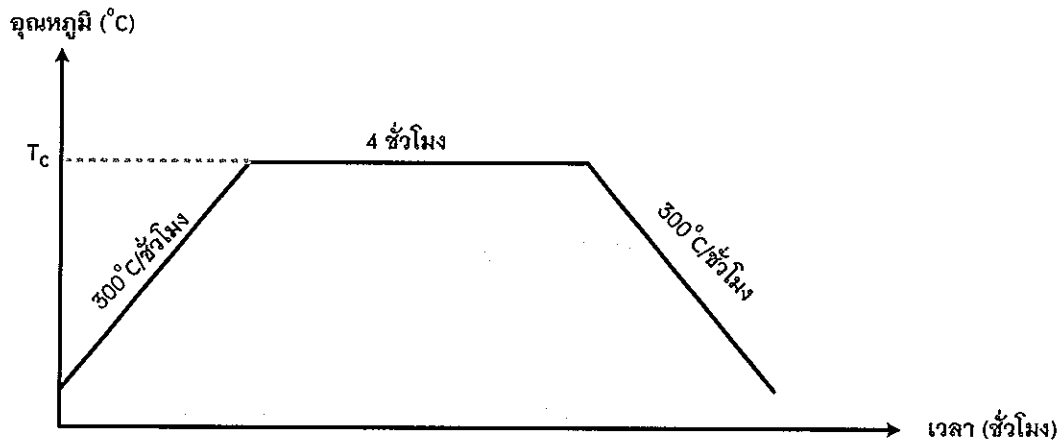
รูป 3.3 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling



รูป 3.4 เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก



รูป 3.5 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง สำหรับเผาแคลไซต์

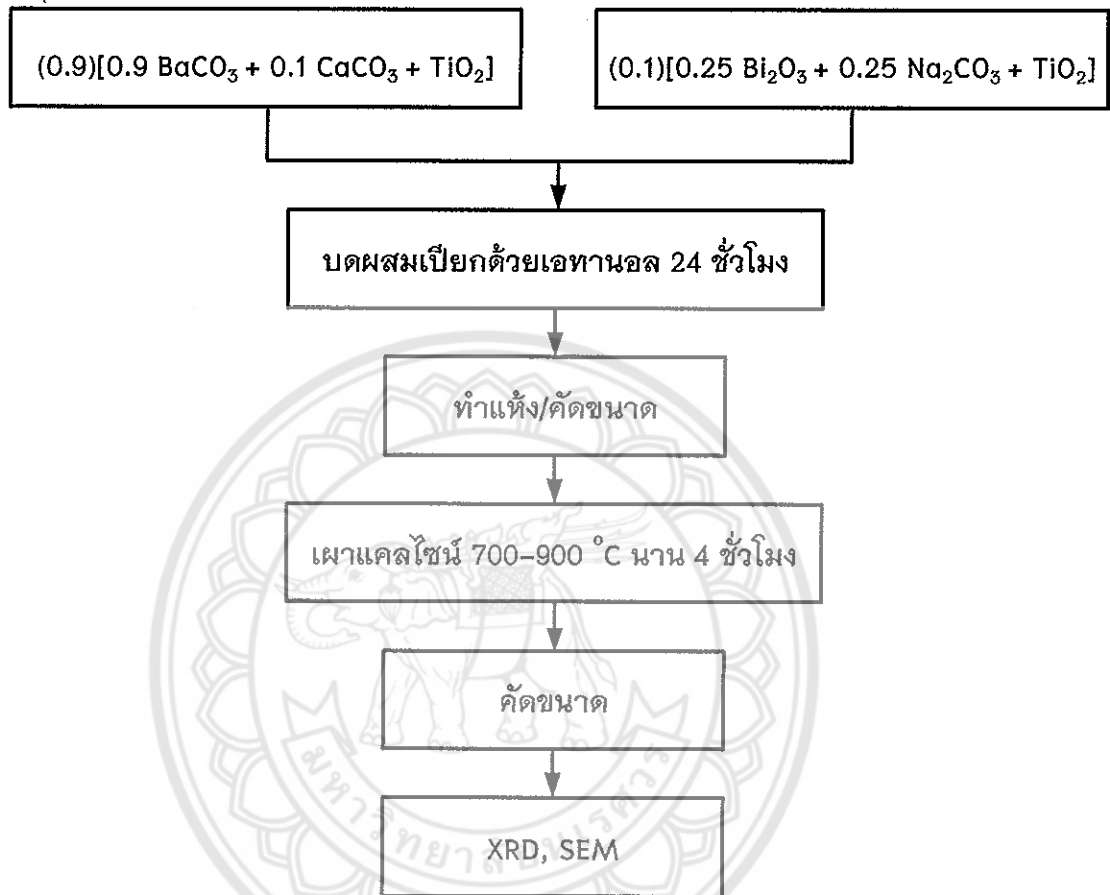


รูป 3.6 แผนภาพการเผาแคลไซน์ (โดย T_c คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์)

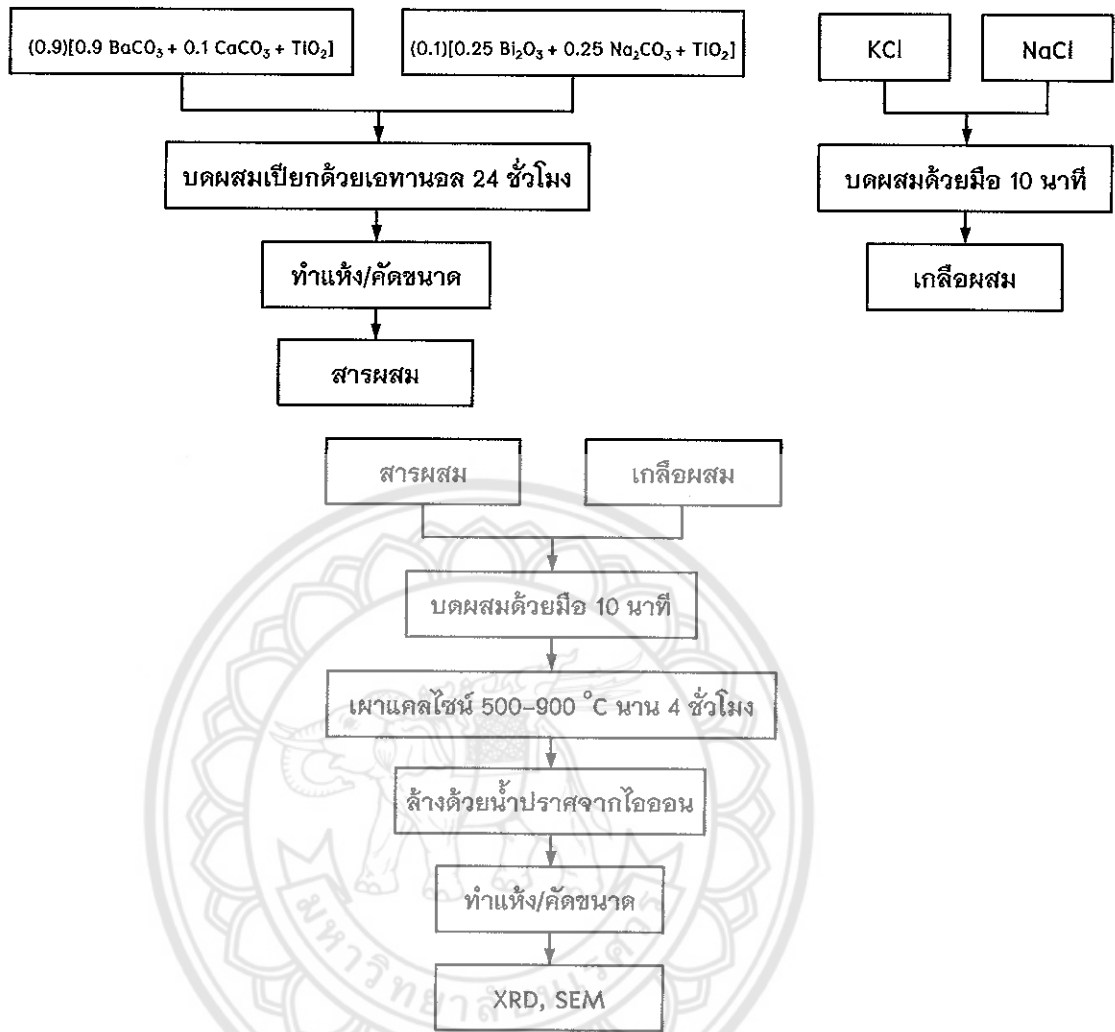
ทำการเตรียมผงเกลือโดยนำเกลือ 2 ชนิด ได้แก่ NaCl และ KCl อบด้วยเตาอบตามรูป 3.1 เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำการชั่งสารตั้งต้น NaCl และ KCl ที่อบแล้วตามสัดส่วนจำนวนโมล NaCl:KCl เป็น 1:1 บดเกลือทั้งสองผสมกันในครกหยกเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำเกลือที่ผสมได้นี้ไปบดผสมกับสารผสมที่ปักไว้ ในสัดส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก [22–24] นำผงผสมที่ผสมกับเกลือผสมแล้วที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.5) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800, 900, 1000 และ 1100 °C เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที แผนภาพการเผาแคลไซน์แสดงดังรูป 3.6

นำผงผลึกที่ได้จากการเผาแคลไซน์แล้ว ณ อุณหภูมิต่างๆ ไปแยกเกลือออก โดยการล้างด้วยน้ำที่ปราศจากไอออนที่ต้มจนร้อน จนกระทั่งคลอไรด์ไอออนอิสระหมดไป โดยทดสอบว่ายังมีคลอไรด์ไอออนเหลืออยู่หรือไม่ด้วยการหยดสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดลงในน้ำที่ล้างเกลือออกจากผงผลึก (ซึ่งควรทำการล้างเกลือออกก่อนทดสอบประมาณ 3–4 รอบก่อน จึงทดสอบน้ำทิ้งในรอบท้ายๆ) ถ้ายังมีตะกอนขาวขุ่น ซึ่งเป็นตะกอนของ AgCl แสดงว่ายังมีล้างเกลือออกจากผงผลึกไม่หมด ทำการล้างจนกระทั่งไม่มีเกลือเหลืออยู่แล้ว จึงทำแห้งได้ผงผลึก BCT-NBT นำผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมได้จากวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลวทุกอุณหภูมิแคลไซน์ ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบผงผลึก BCT-NBT ทั้ง 2 วิธี แสดงดังแผนผังในรูป 3.7 และ 3.8

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก BCT-NBT โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว โดยการแปรค่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูป 3.7 แผนผังการเตรียมผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูป 3.8 แผนผังการเตรียมผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

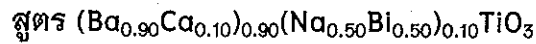
ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว ที่เผาแคลไซน์ทุกอุณหภูมิด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และคำนวณหาความบริสุทธิ์จากสมการที่ (3.2) [25]

$$\text{ร้อยละความบริสุทธิ์ (\%)} = \frac{I_p}{(I_p + I_i)} \times 100 \quad (3.2)$$

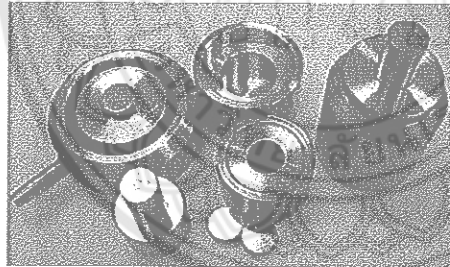
โดยที่ I_p แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก

I_i แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสแปลกปลอม

3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมัทไททาเนต



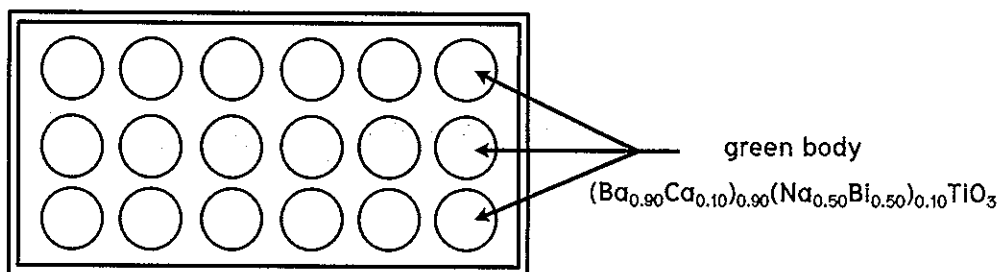
เลือกผงผลึก BCT-NBT ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิที่เหมาะสม ที่เตรียมจากวิธีมิกซ์ ออกไซด์ หรือวิธีเกลือหลอมเหลว วิธีใดวิธีหนึ่ง (เลือกจากการแปรค่าอุณหภูมิเผาแคลไซน์ ในหัวข้อ 3.3) มาอัดขึ้นรูปครั้งละ 1 กรัม ซึ่งขึ้นงานที่ได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นกลม (Disk) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร โดยทำการอัดในแม่พิมพ์โลหะ ดังรูป 3.9 ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (รูป 3.10) ด้วยความดัน 0.6 ตัน เป็นเวลานาน 25-30 วินาที เมื่อได้ชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูป (green body) แล้วจึงนำมาจัดเรียงในถาดอะลูมินา ดังรูป 3.11 นำไปเผา กำจัดตัวประสานออกที่อุณหภูมิ 550 °C โดยให้อัตราความร้อนอย่างช้าๆ 1 °C/นาที ดังแผนภาพในรูป 3.12



รูป 3.9 แม่พิมพ์โลหะ

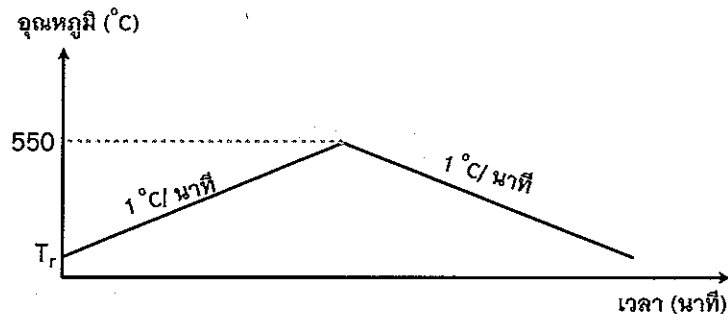


รูป 3.10 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก



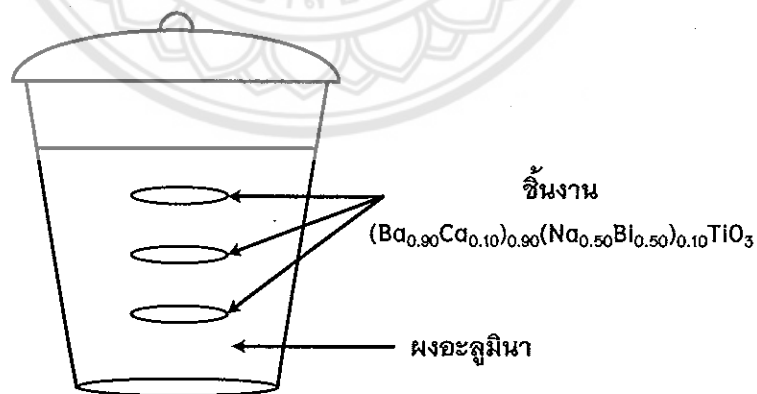
ถาดอะลูมินา

รูป 3.11 การจัดเรียงชิ้นงาน $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ บนถาดอะลูมินา



รูป 3.12 แผนผังการเผาเพื่อกำจัด PVA (T_r คืออุณหภูมิห้อง)

หลังจากทำการกำจัด PVA แล้ว นำเม็ดชิ้นงานมาเรียงลงในถ้วยอะลูมินาที่รองกันและกลบด้วยผงอะลูมินา ดังรูป 3.13 เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการหลอมตัวของผิวหน้าของชิ้นงานระหว่างการซินเตอร์ดีดิกานะ และเป็นการป้องกันความร้อนออกจากชิ้นงานในระหว่างที่ทำการเผาซินเตอร์ จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปเผาซินเตอร์โดยใช้เตาไฟฟ้า (รูป 3.14) ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง โดยมีอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที แผนภาพการเผาซินเตอร์เป็นดังรูป 3.15 เมื่อเผาซินเตอร์แล้วนำเซรามิกที่ได้ไปล้างและทำความสะอาดชิ้นงานอีกครั้งด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ดังรูป 3.16 นำเซรามิกที่ล้างทำความสะอาดแล้วอบด้วยเตาอบไฟฟ้าดังรูป 3.1 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก BCT-NBT แสดงดังแผนผังในรูป 3.17



รูป 3.13 การจัดเรียงชิ้นงาน $(Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO_3$ ในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์

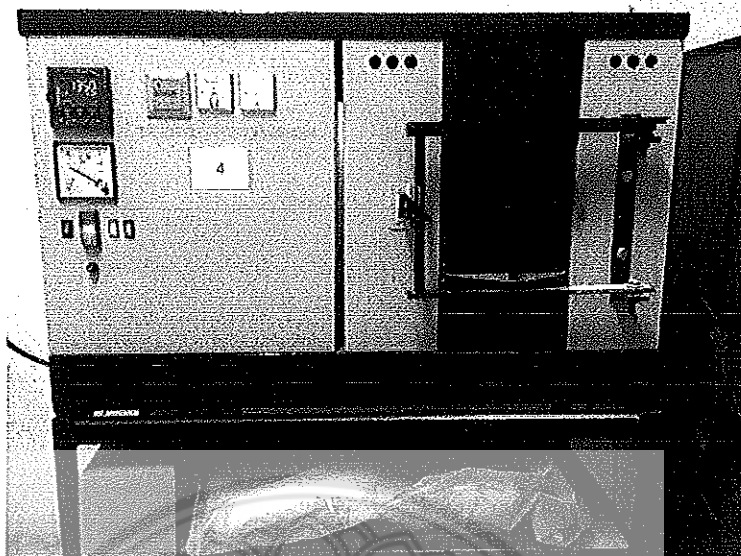
1039433



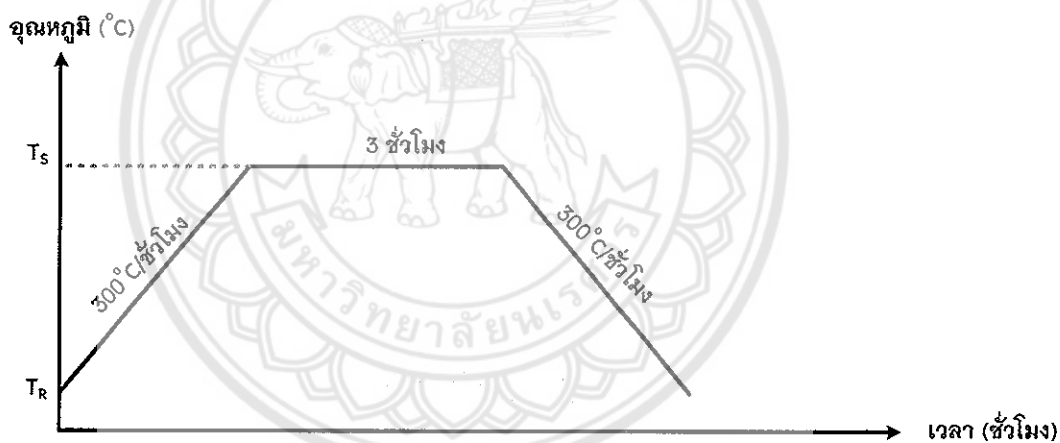
สำนักวิชา

15 2554

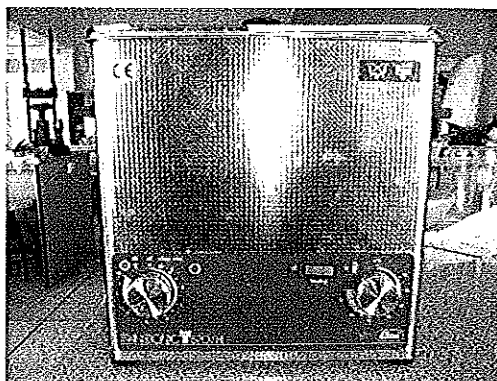
๖ ๗๗
๗๓
๙๑๖๖
๙๕๖๒



รูป 3.14 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง สำหรับเผาซินเตอร์

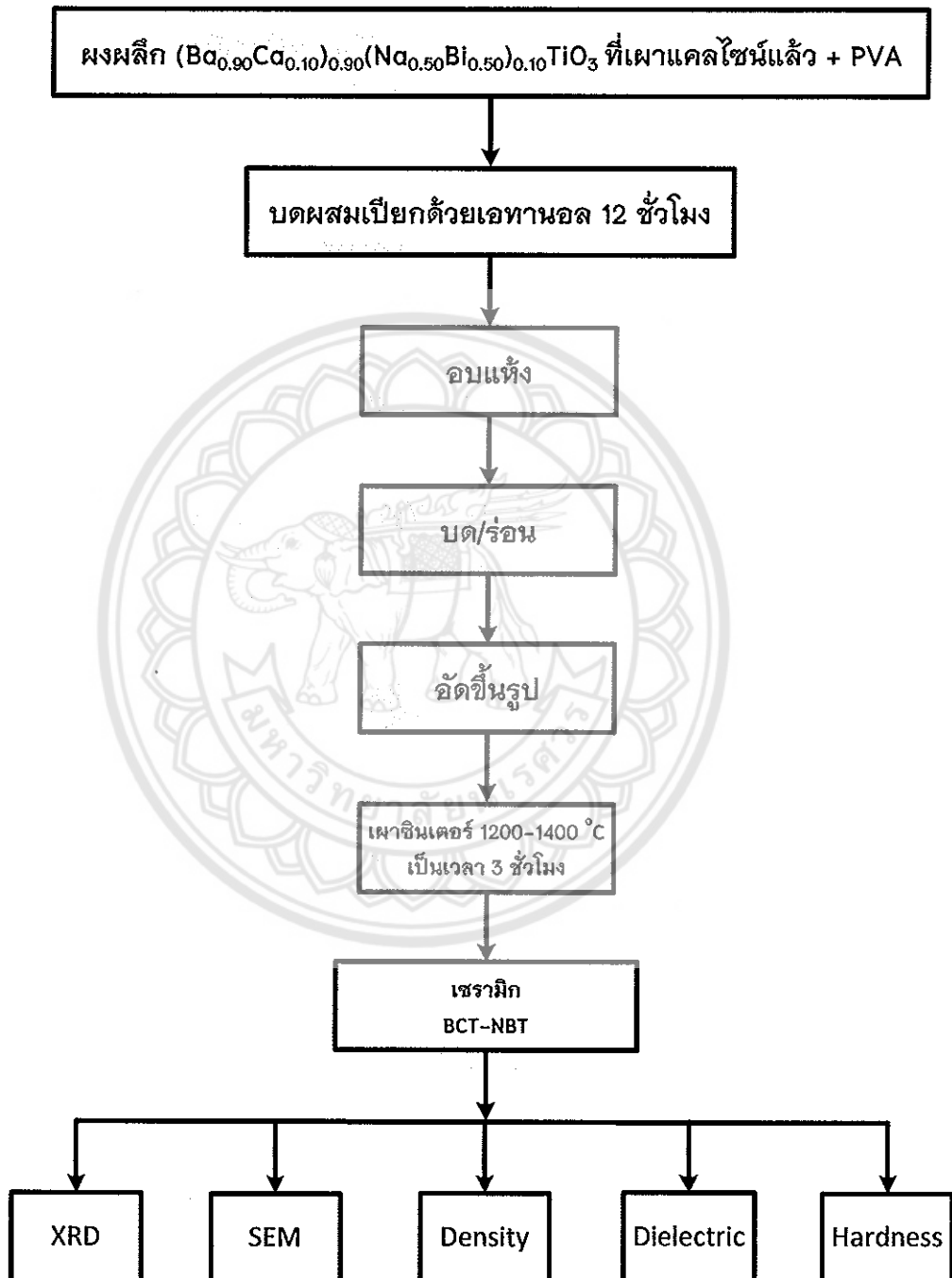


รูป 3.15 แผนภาพการเผาซินเตอร์ (โดย T_S คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และ T_R คืออุณหภูมิห้อง)



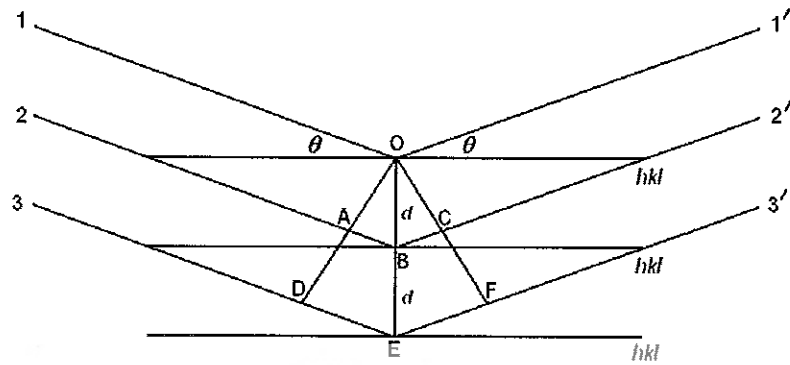
รูป 3.16 เครื่องอัลตราโซนิก

ขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาทไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$



รูป 3.17 แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$

3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.18 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม [26]

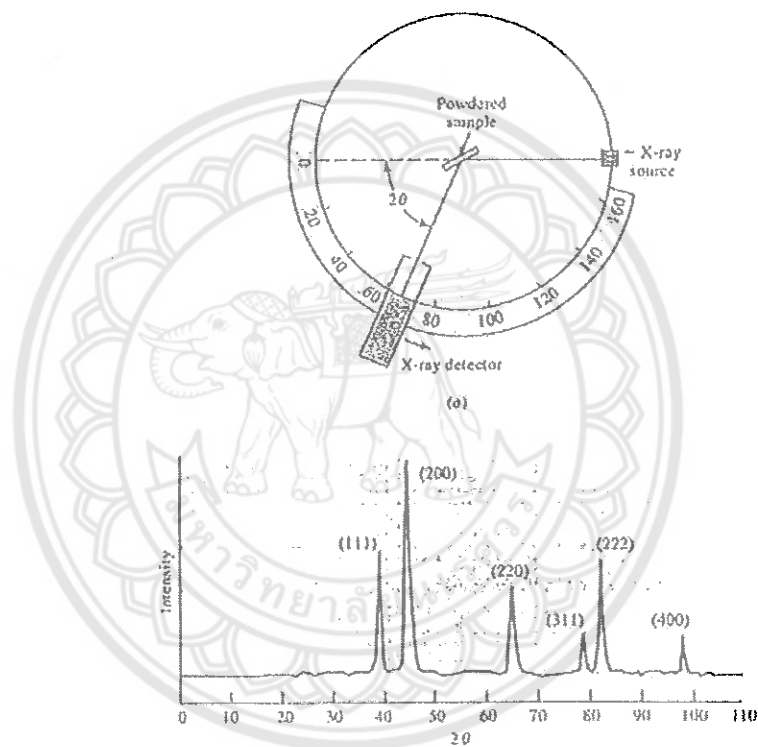
ผลึกที่มีการวางเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบเป็นชั้นๆ บนชุดระนาบ (hkl) ดังรูป 3.18 เมื่อเกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชั้นอะตอมเหล่านี้ ณ มุม θ ถ้าคลื่นที่เลี้ยวเบนออกมามีเฟสเดียวกัน จะเกิดการรวมกันแบบเสริมกันได้ นั่นจะต้องมีระยะทางเดินของคลื่นต่างกันอยู่เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ (3.3) โดยเรียกสมการนี้ว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.3)$$

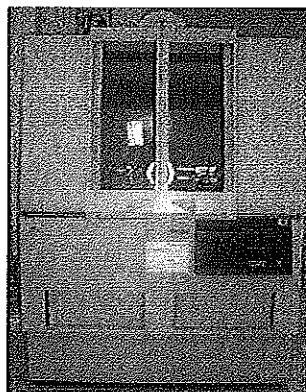
- เมื่อ
- d เป็นระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (h k l)
 - θ เป็นมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก
 - n เป็นเลขจำนวนเต็มใดๆ = 1, 2, 3, ...
 - λ เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

ผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาตรวจสอบด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะได้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีครังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูป 3.19) ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบ

ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแปดใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (รูป 3.20) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.540562 \AA ออกมาด้วย step ประมาณ 0.01 องศาต่อวินาที จากค่ามุม 2θ ที่ 20 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 2θ ที่ 80 องศา



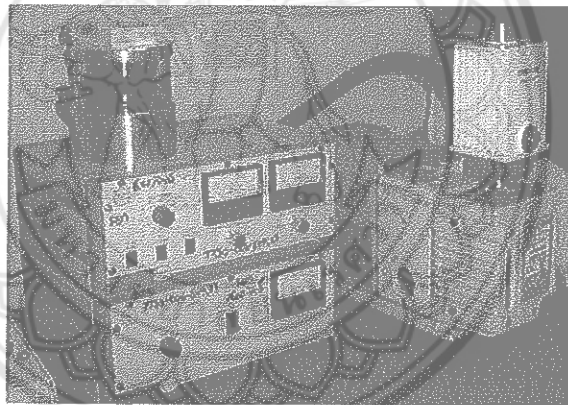
รูป 3.19 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



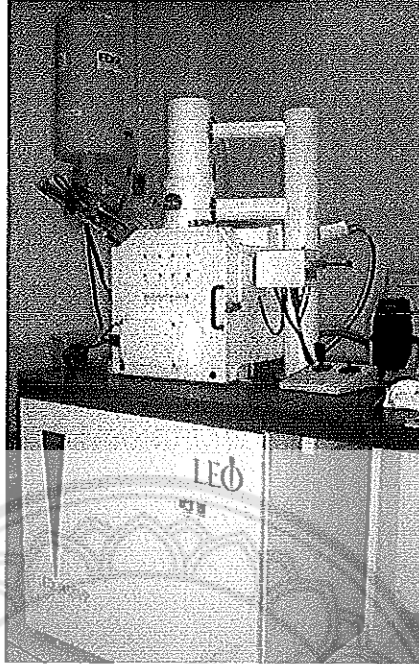
รูป 3.20 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips

3.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียม บิสมีไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$

นำเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200, 1250, 1300, 1350 และ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาค ผิวหน้าและรอยหักของเซรามิก โดยนำชิ้นงานเซรามิก BCT-NBT ทุกอุณหภูมิซินเตอร์ มาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลานาน 15-30 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออกไปจากผิวหน้าชิ้นงาน จากนั้นนำไปอบให้แห้ง แล้วจึงหักชิ้นงานออกเป็นชิ้นเล็กๆ นำแต่ละชิ้นไปติดบนฐานวางสารตัวอย่าง ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอนเช่นกัน โดยจัดให้ผิวหน้า (surface) วางตัวอย่างอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการสำรวจด้วยเทคนิค SEM แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering ด้วยเครื่อง Sputter Coater ดังรูป 3.21 จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังรูป 3.22



รูป 3.21 เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620



รูป 3.22 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP

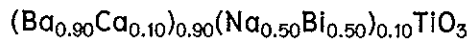
3.7 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น (Density)

การหาค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) [27] เริ่มจากนำเซรามิก BCT-NBT ทุกอุณหภูมิซินเตอร์ มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทั้งไว้ให้เย็นในอากาศ และทิ้งให้อิ่มตัวด้วยน้ำเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ชั่งขณะเปียก (W_2) และนำไปอบในเตาอบไฟฟ้าเป็นเวลา 1 คืน เพื่อนำมาชั่งมวลขณะแห้ง (W_1) โดยใช้เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.2) แล้วจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่น ดังสมการ (3.4)

$$\rho_c = \left(\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3.4)$$

- 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 ของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมโททานต์-โซเดียมบิสมัทโททานต์ สูตร



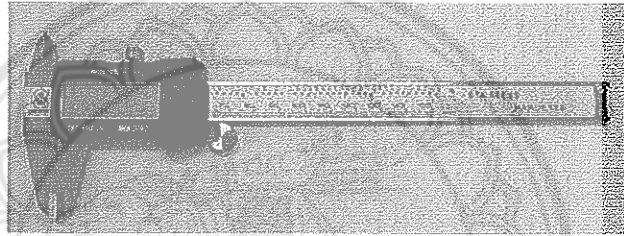
ทำการเตรียมชิ้นงานเซรามิก BCT-NBT ทุกอุณหภูมิซินเตอร์ เพื่อทำการทดสอบวัดหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก โดยการขัดผิวหน้าของชิ้นงานเซรามิกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร (รูป 3.23) เพื่อให้ผิวทั้งสองด้านของเซรามิกอยู่ในแนวระนาบและเรียบสม่ำเสมอ นำชิ้นงานไปล้างทำความสะอาดผิวด้วยน้ำที่มีส่วนผสมน้ำยาล้างจานเพียงเล็กน้อย เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่หลุดออกมาในขณะที่ทำการขัดผิวหน้าของเซรามิก จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 120°C โดยใช้เตาอบ นำมาวัดขนาดความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนการทำขั้วด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์แบบดิจิตอล (รูป 3.24) ทำการทากาวเงินเพื่อทำขั้วโดยทากาวเงินที่ละด้านของชิ้นงานแล้วนำชิ้นงานไปอบเพื่อให้กาวเงินแห้งจนครบทั้งสองด้าน เมื่อชิ้นงานแห้งนำไปทำความสะอาดขอบข้างของชิ้นงานด้วยอะซิโตนเพื่อป้องกันการชื้อตถึงกันของผิวหน้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปเผาให้กาวเงินที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 15 นาที ใช้อัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิเป็น $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ ตรวจสอบขั้วที่ทำได้ว่าติดกันตลอดทั้งหน้าของชิ้นงานหรือไม่ด้วยโอห์มมิเตอร์ ระวังอย่าให้ทั้งสองด้านของผิวหน้าชื้อตถึงกัน นำชิ้นงานที่ได้มาทำการวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) โดยใช้เครื่อง LCZ meter ต่อพ่วงกับเตาเผาและมัลติมิเตอร์ ดังรูป 3.25 วัดที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz วัดในช่วงอุณหภูมิ $50-400^{\circ}\text{C}$ ซึ่งค่าความจุที่วัดได้นั้นสามารถนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์) ได้จากสมการ (3.5)

$$\epsilon_r = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (3.5)$$

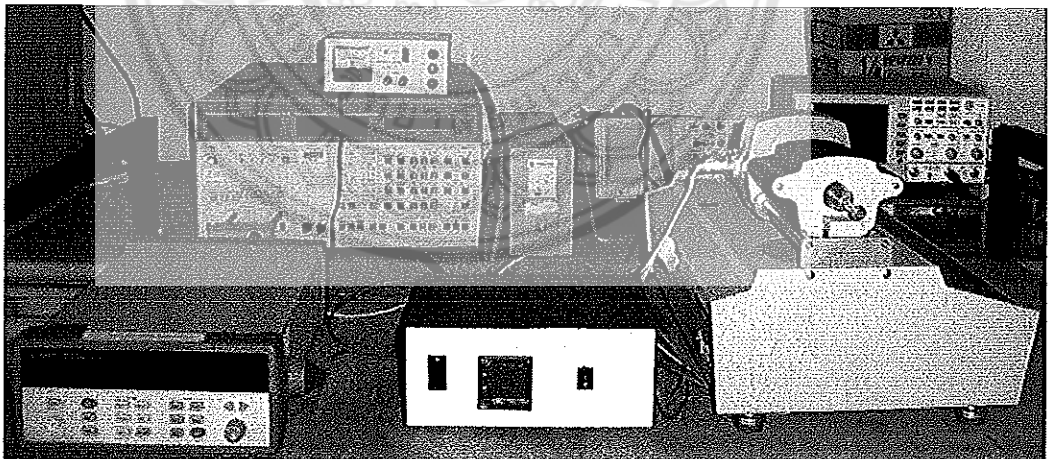
- เมื่อ ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก หรือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของชิ้นงาน
 ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศมีค่าประมาณ 8.854×10^{-15} F/mm
 C คือ ค่าความจุไฟฟ้า
 t คือ ความหนาของชิ้นงาน
 A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน



รูป 3.23 จานหมุนสำหรับขัดสารตัวอย่าง



รูป 3.24 ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์



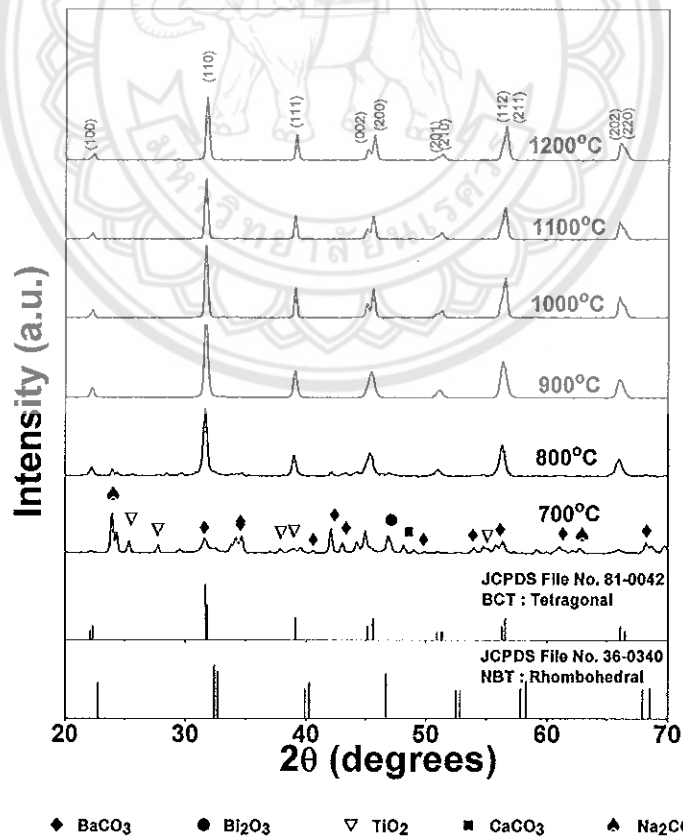
รูป 3.25 เครื่อง LCZ meter ต่อพ่วงกับเตาเผาและมัลติมิเตอร์เพื่อวัดค่าความจุไฟฟ้าโดยการแปรค่าอุณหภูมิ

บทที่ 4

ผลการวิจัย และการอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมัทไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว

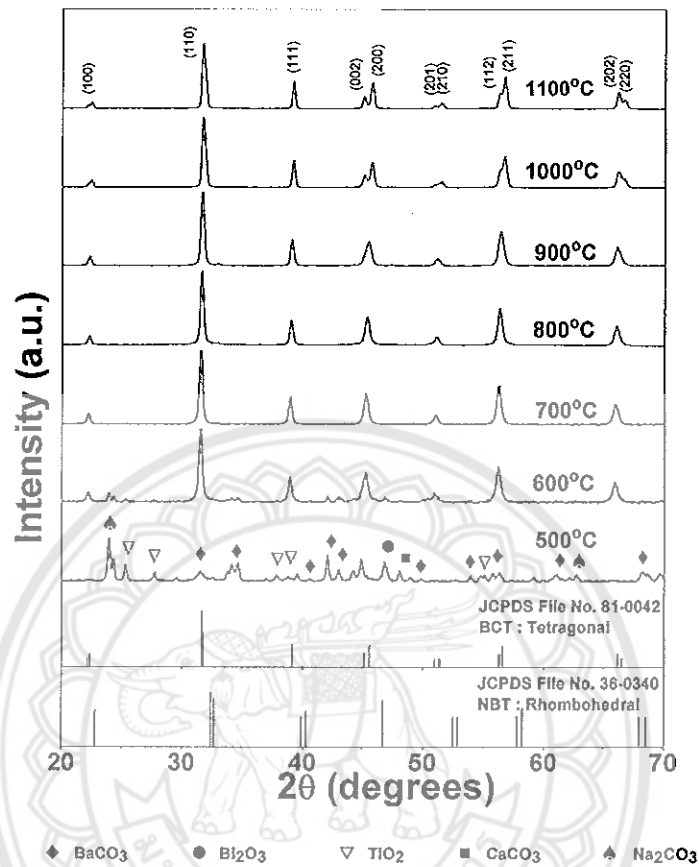
จากการเตรียมผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ หรือ BCT-NBT โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 700, 800, 900, 1000, 1100 และ 1200°C เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ แสดงได้ดังรูป 4.1



รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700–1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

จากรูป 4.1 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700 °C นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก BCT ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 [28] และข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก NBT ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 36-0340 [29] และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 800°C พบว่ามีการพอร์มตัวเป็นเฟสของผงผลึก BCT-NBT มากขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 900°C พบว่าผงผลึก BCT-NBT มีเฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด เทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึกในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 และ 36-0340 [28-29] และเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 1000, 1100 และ 1200°C จะเห็นว่าโครงสร้างเฟสของผงผลึก BCT-NBT มีความเป็นเตตระโกนอลชัดเจน ทั้งนี้เนื่องจากความร้อนในการเผาแคลไซน์ที่สูงขึ้นทำให้เฟสที่เกิดขึ้นมีการเปลี่ยนไป โดยสังเกตได้จากมุมเลี้ยวเบน $2\theta \sim 45.1^\circ, 45.6^\circ, 50.8^\circ, 51.4^\circ$ และ $66.1^\circ, 66.5^\circ$

จากการเตรียมผงผลึก BCT-NBT โดยวิธีเกลือหลอมเหลว ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 500, 600, 700, 800, 900, 1000 และ 1100°C เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$ นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว แสดงได้ดังรูป 4.2



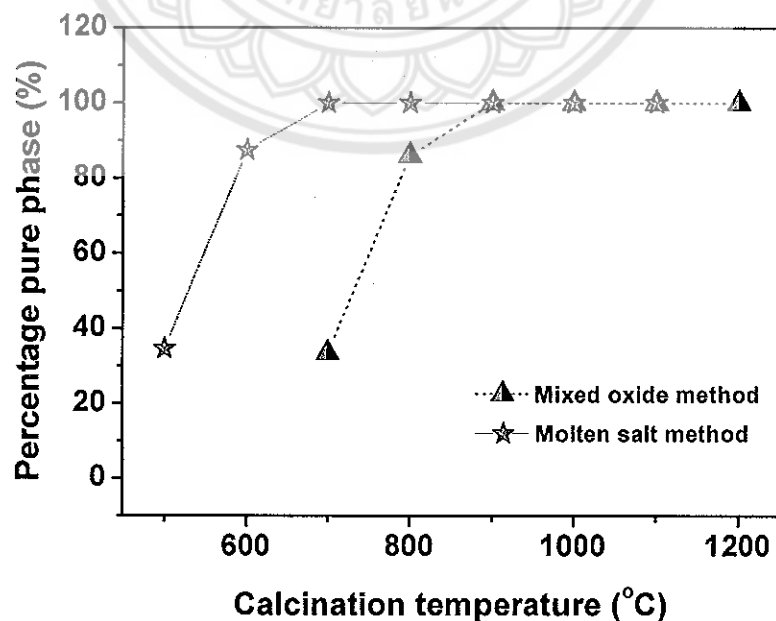
รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Nb}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500–1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที ที่เตรียมโดยวิธี แกลสิอหลอมเหลว

จากรูป 4.2 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500°C นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์ และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 600°C พบว่ามีการก่อตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT มากขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 700°C พบว่าผงผลึก BCT-NBT มีเฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด เทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึกในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 และ 36-0340 [28–29] และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 1000°C ขึ้นไป จะเห็นว่าโครงสร้างเฟสของผงผลึก BCT-NBT มีความเป็นเตตระโกนอล และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มเป็น 1100°C ความเป็นเตตระโกนอลยิ่งชัดเจนมากที่สุด ทั้งนี้เนื่องจากความร้อนในการเผาแคลไซน์ที่สูงขึ้นทำให้เฟสที่เกิดขึ้นมีการเปลี่ยนไป โดยสังเกตได้จากมุมเลี้ยวเบน $2\theta \sim 45.1^\circ, 45.8^\circ; 51.0^\circ, 51.4^\circ; 56.2^\circ, 56.7^\circ$ และ $66.1^\circ, 66.7^\circ$

เมื่อคำนวณหาความบริสุทธิ์ของผงผลึกเซรามิก BCT-NBT ตามสมการที่ (3.2) โดยวิธีของ Swart และ ShROUT [25] จากการเตรียมทั้งสองวิธี จะได้ร้อยละความบริสุทธิ์ ดังตารางที่ 4.1 และตั้งกราฟในรูป 4.3

ตารางที่ 4.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว เพาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT (%)	
	วิธีมิกซ์ออกไซด์	วิธีเกลือหลอมเหลว
500	-	34.7
600	-	87.5
700	33.5	100
800	86	100
900	100	100
1000	100	100
1100	100	100
1200	100	-

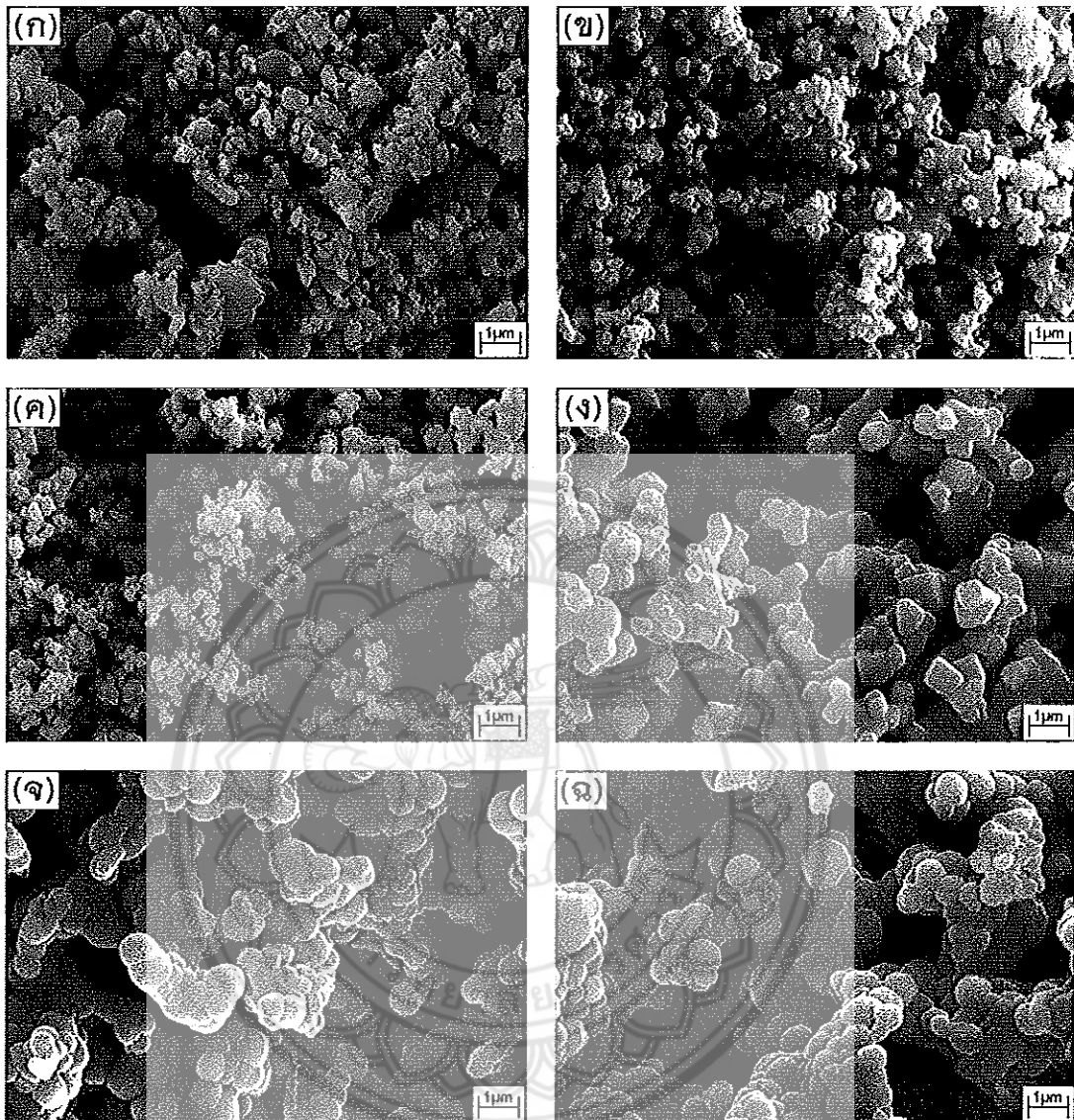


รูป 4.3 กราฟร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว

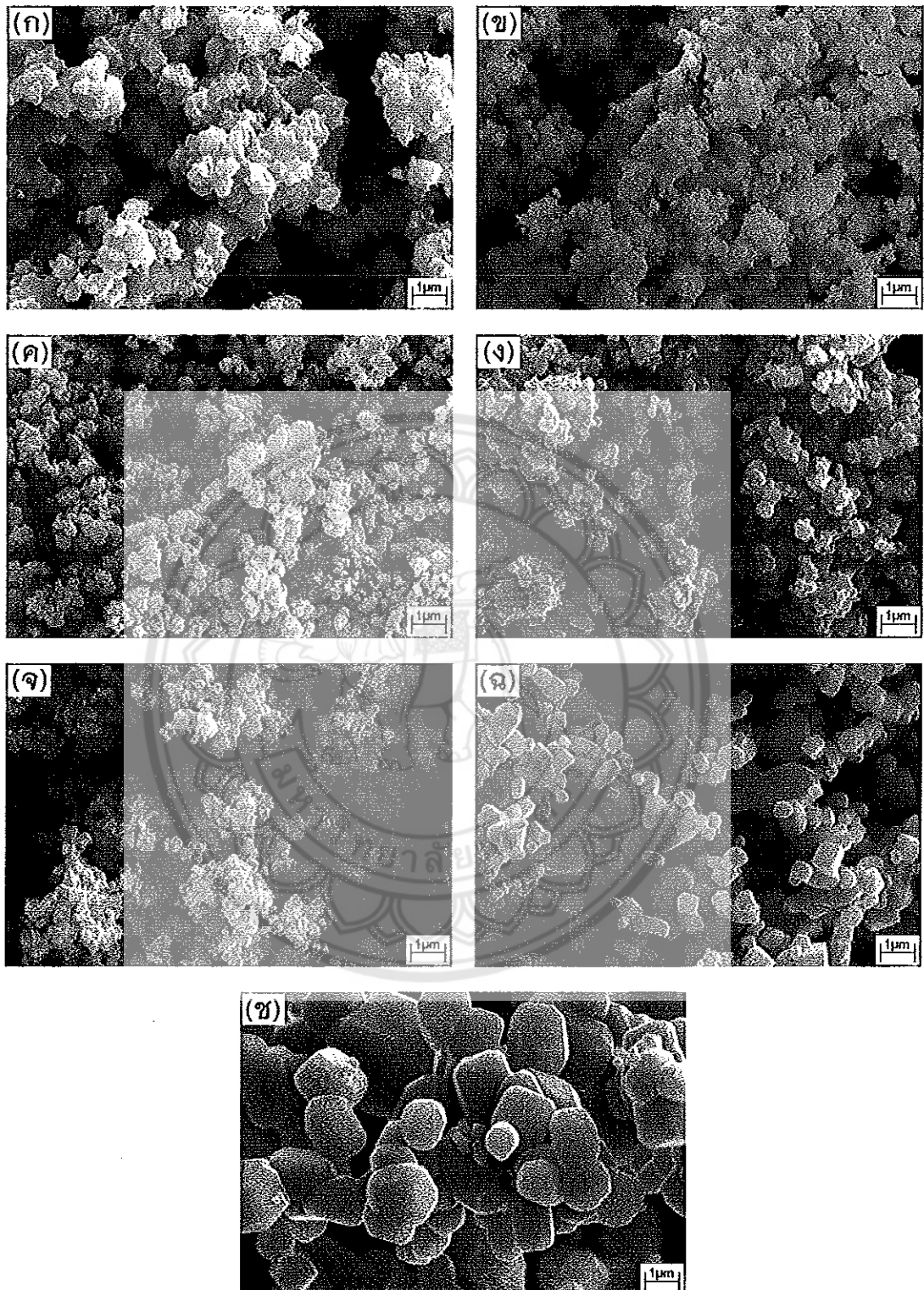
จากตาราง 4.1 และจากกราฟในรูป 4.3 พบว่าความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 900°C ขึ้นไป ขณะที่ผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700°C ขึ้นไป โดยใช้เวลาในการเผาแชนาน 4 ชั่วโมงเท่ากัน ซึ่งเมื่อเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียวพบว่า สามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ได้ถึง 200 °C แต่เงื่อนไขที่เหมาะสมนี้ จะพิจารณาลักษณะของผงผลึกจากภาพถ่าย SEM ร่วมด้วย

4.2 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแบเรียมแคลเซียมไททานต-โซเดียมบิสมาทไททานต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว

นำผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800, 900, 1000, 1100 และ 1200°C นาน 4 ชั่วโมง และที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800, 900, 1000 และ 1100°C นาน 4 ชั่วโมง ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก BCT-NBT นี้ เป็นดังรูป 4.4 และ 4.5 ตามลำดับ



รูป 4.4 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผลึก (Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.50}Bi_{0.50})_{0.10}TiO₃ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700–1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง: (ก) 700°C, (ข) 800°C, (ค) 900°C, (ง) 1000°C, (จ) 1100°C และ (ฉ) 1200°C



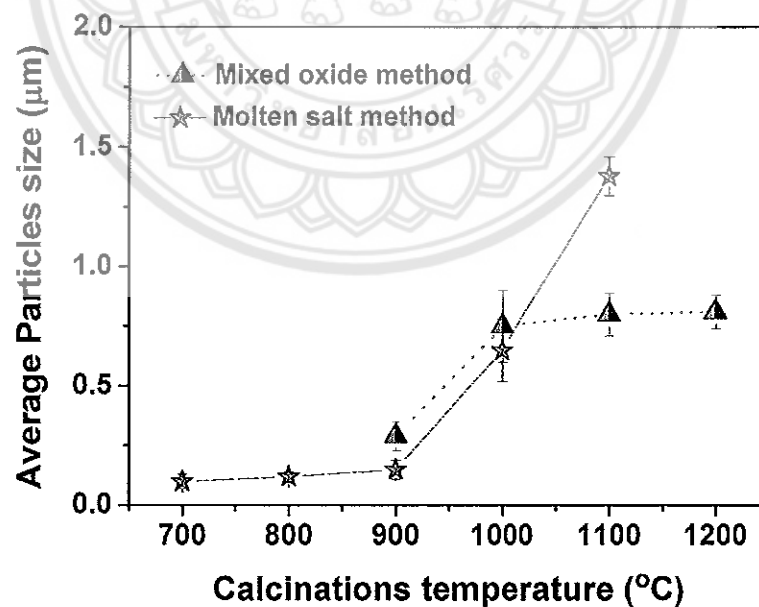
รูป 4.5 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวเพาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500–1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง: (ก) 500°C, (ข) 600°C, (ค) 700°C, (ง) 800°C, (จ) 900°C, (ฉ) 1000°C และ (ช) 1100°C

จากรูป 4.4 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800, 900, 1000, 1100 และ 1200 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 และ 800 °C ลักษณะของผงผลึกยังคงไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนเล็กผสมก้อนใหญ่ซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผสมกันอยู่อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 900 °C ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม ขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นตั้งแต่ 1000-1200 °C ขนาดอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT มีแนวโน้มใหญ่ขึ้นอย่างเห็นได้ชัด

จากรูป 4.5 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800, 900, 1000 และ 1100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 500 และ 600 °C ลักษณะของผงผลึกยังคงไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนเล็กผสมก้อนใหญ่ซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผสมกันอยู่อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 700 °C ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม ขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นเป็น 1000 °C ขนาดอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT ใหญ่ขึ้นอย่างเห็นได้ชัดและมีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยม เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มเป็น 1100 °C ขนาดของอนุภาคของผงผลึกนี้มีขนาดใหญ่กว่าเมื่อเผาแคลไซน์ที่ 1000 °C และมีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยมอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงกว่า 1000 °C ผงผลึก BCT-NBT มีความเป็นเตตระโกนอลมากขึ้น ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีทั้ง 2 แสดงดังตาราง 4.2 และดังกราฟ 4.6

ตาราง 4.2 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและความไม่แน่นอนของการวัดของผงผลึกในระบบ BCT-NBT เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว เคาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT (μm)	
	วิธีมิกซ์ออกไซด์	วิธีเกลือหลอมเหลว
500	-	-
600	-	-
700	-	0.10 ± 0.03
800	-	0.12 ± 0.02
900	0.29 ± 0.06	0.15 ± 0.04
1000	0.75 ± 0.15	0.65 ± 0.13
1100	0.80 ± 0.09	1.38 ± 0.08
1200	0.81 ± 0.07	-



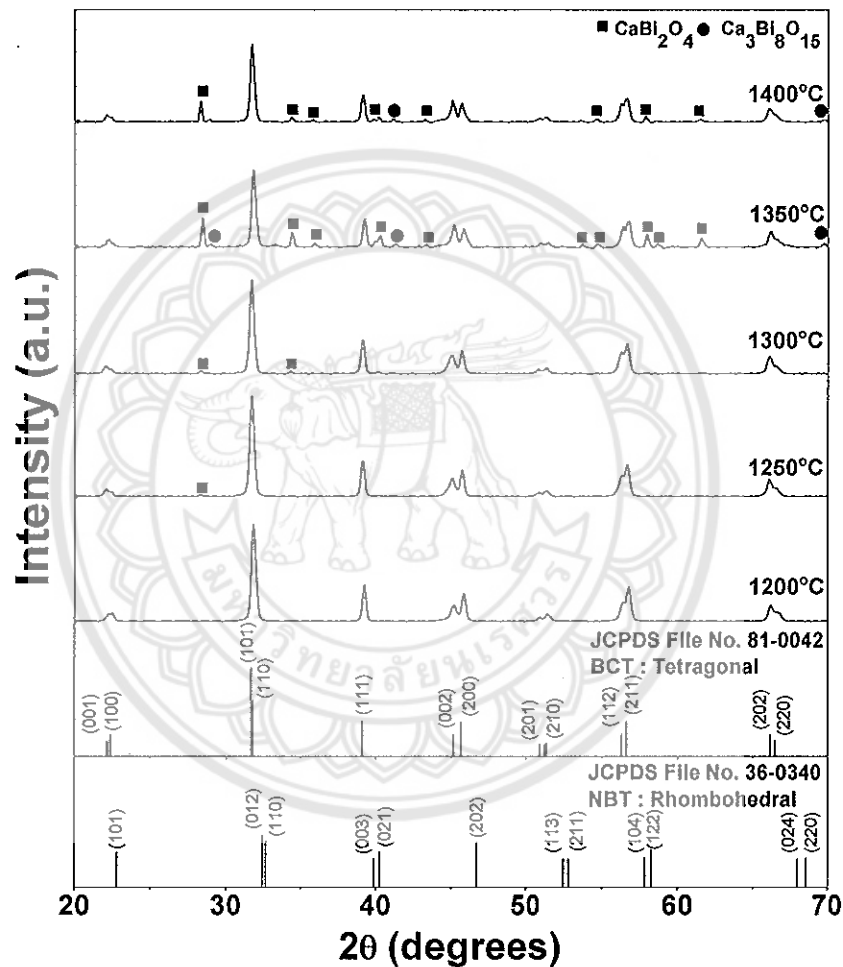
รูป 4.6 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เคาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว

จากตาราง 4.2 และกราฟในรูป 4.6 จะเห็นว่า ณ อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เดียวกัน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวมีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ยกเว้นที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 1000°C ผงผลึก BCT-NBT จะมีขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้นมาก ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก ณ อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวนั้นมีอุณหภูมิต่ำ นั่นคือมีความบริสุทธิ์ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700°C เมื่อเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิสูงขึ้นความเป็นผลึกที่สมบูรณ์แล้ว จึงเกิดการเติบโตของเกรนอันเนื่องมาจากความร้อน

จากข้อมูล XRD ในรูป 4.1 และ 4.2 รวมกับข้อมูล SEM ในรูป 4.3 และ 4.4 พบว่า ผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว พอร์มตัวเป็นเนื้อเดียวกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700°C และเมื่อให้ความร้อนมากขึ้นผงผลึกมีความเป็นเตตระโกนอลมากขึ้น ลักษณะของผงผลึกมีรูปร่างเป็นทรงเหลี่ยมมากขึ้น ซึ่งเมื่อเทียบกับการเตรียมผงผลึกเดียวกันโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์แล้ว อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้ได้ผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์ 100% นั้นต่ำ อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของผงผลึกที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงขึ้นลักษณะของผงผลึกที่เตรียมได้โดยวิธีเกลือหลอมเหลวมีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยมที่เด่นชัดกว่า จึงเลือกผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมจากวิธีเกลือหลอมเหลวขึ้นรูป และศึกษาสมบัติของเซรามิกต่อไป โดยใช้เงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก BCT-NBT คือ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Yun และคณะ [3] พบว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ของ Yun เป็น 1100°C เป็นเวลา 4-5 ชั่วโมง ซึ่งจะเห็นว่าเราสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ผงผลึก BCT-NBT ได้ถึง 100°C และถ้าไม่คำนึงถึงความ เป็นเฟสเตตระโกนอล จะสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ได้ถึง 400°C

4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียม บิสมัทไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$

นำเซรามิก BCT-NBT เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200, 1250, 1300, 1350 และ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เป็นดังรูป 4.7

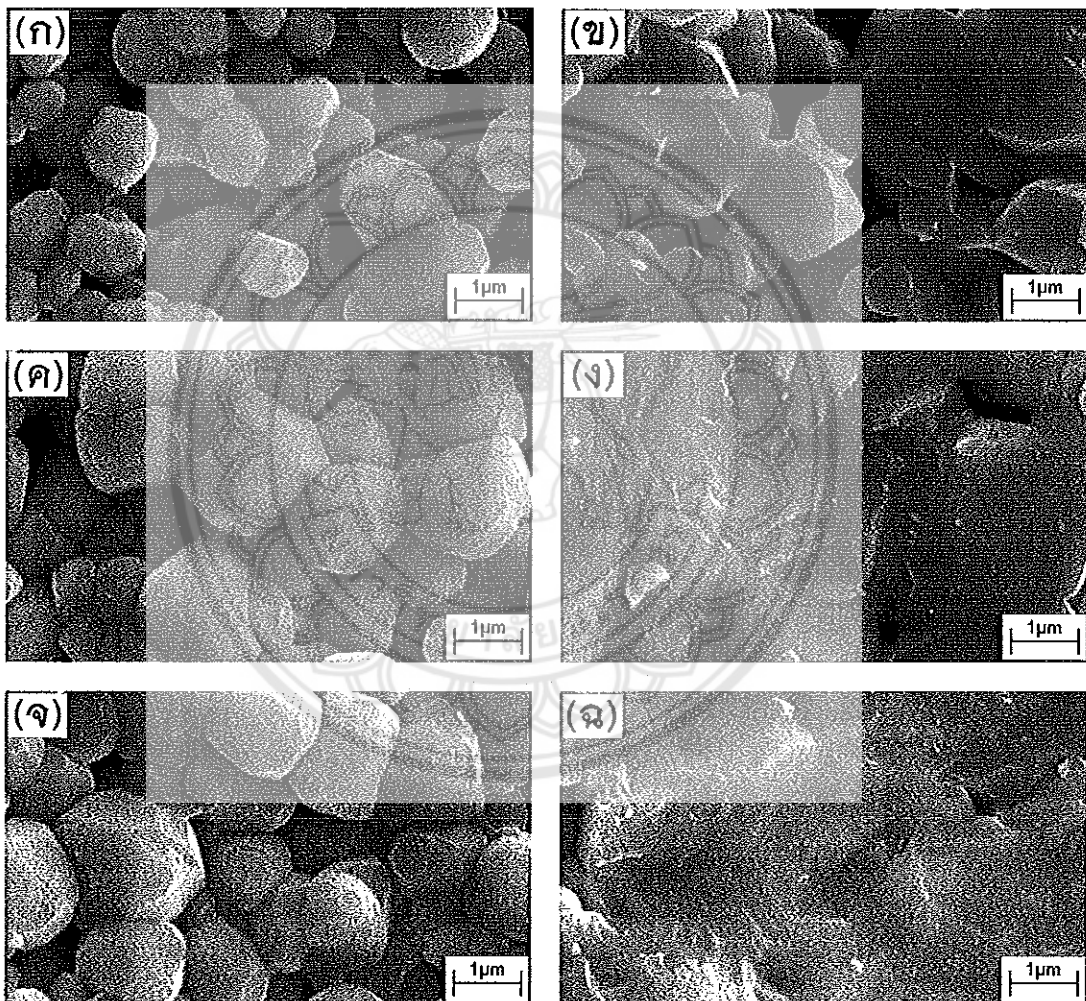


รูป 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

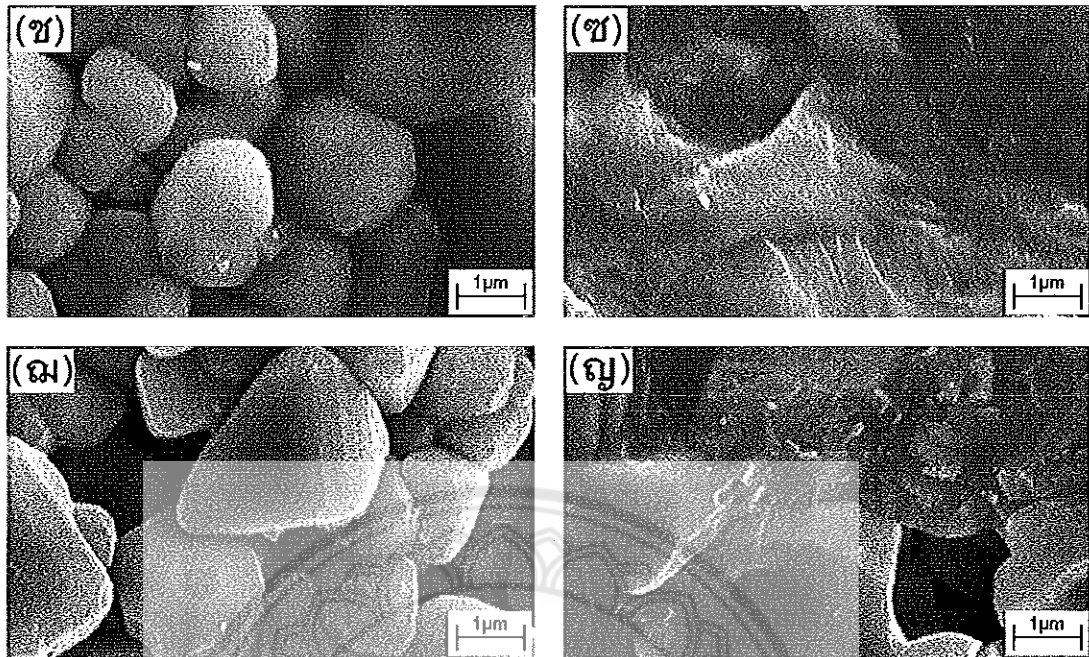
จากกราฟรูป 4.7 จะเห็นว่าเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C มีเฟสเป็นเตตระโกนอลทั้งหมด สอดคล้องกับเฟสข้อมูลมาตรฐานของ BCT ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 [28] และยังพบว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1350 และ 1400°C มีเฟสแปลกปลอมของ CaBi_2O_4 และ $\text{Ca}_3\text{Bi}_8\text{O}_{15}$ เกิดขึ้น ซึ่งจะตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอีกครั้งหนึ่ง

4.4 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิส്മัทไททาเนต สูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$

นำเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มาศึกษาลักษณะของผิวหน้าและรอยหักของเซรามิก ด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูป 4.8 โดยรูป (ก), (ค), (จ) และ (ฉ) เป็นรูปถ่ายที่ผิวหน้าของเซรามิก และรูป (ข), (ง), (ฉ) และ (ญ) เป็นรูปถ่ายรอยหักของเซรามิก



รูป 4.8 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง: (ก-ข) 1200°C, (ค-ง) 1250°C, (จ-ฉ) 1300°C, (ฉ-ญ) 1350°C และ (ฉ-ญ) 1400°C

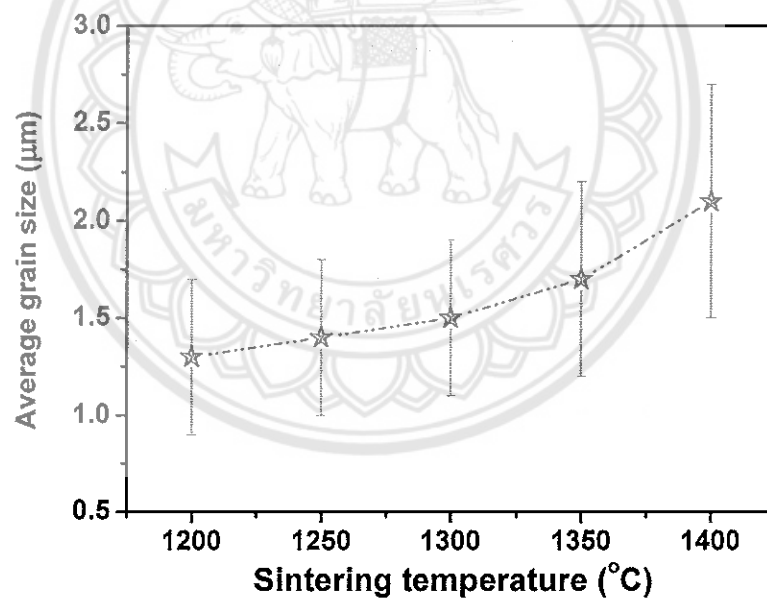


รูป 4.8 (ต่อ)

จากรูป 4.8 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผิวหน้าและรอยหักเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากภาพถ่ายพบว่าลักษณะเกรนเซรามิก BCT-NBT ที่ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1300 °C มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน และเป็นทรงเหลี่ยม เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นขนาดเกรนของเซรามิกมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1300 °C เกรนมีการผสมของเกรนขนาดใหญ่ ดังรูป 4.8 (ข, ค) ผิวหน้าของเซรามิก BCT-NBT ที่ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C ค่อนข้างมีรูพรุนมาก และรอยหักเป็นแบบหักตามเกรน ดังรูป 4.8 (ก) และ (ข) เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นจนถึง 1350 °C ดังรูป 4.8 (ค), (จ), (ช) รูพรุนจะลดลง และจากนั้นจะปรากฏรูพรุนอีกครั้งเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เป็น 1400 °C ดังรูป 4.8 (ณ) และรอยหักจะเปลี่ยนจากหักตามเกรนเป็นหักผ่านเกรนทั้งหมดเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มเป็น 1350 °C ซึ่งให้เห็นว่าเฟสแปลกปลอมช่วยให้ขอบเกรนของเซรามิก BCT-NBT มีความแข็งแรงขึ้น [30] อย่างไรก็ตามรอยหักจะเริ่มเปลี่ยนจากหักผ่านเกรนปนกับหักตามเกรนเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เป็น 1400 °C ซึ่งน่าจะสัมพันธ์กับความหนาแน่นของเซรามิกซึ่งจะกล่าวถึงในหัวข้อต่อไป ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังตาราง 4.3 และกราฟในรูป 4.9

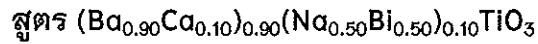
ตาราง 4.3 ขนาดเกรนเฉลี่ย และความไม่แน่นอนของการวัดของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$	
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)
1200	1.3 ± 0.4
1250	1.4 ± 0.4
1300	1.5 ± 0.4
1350	1.7 ± 0.5
1400	2.1 ± 0.6



รูป 4.9 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

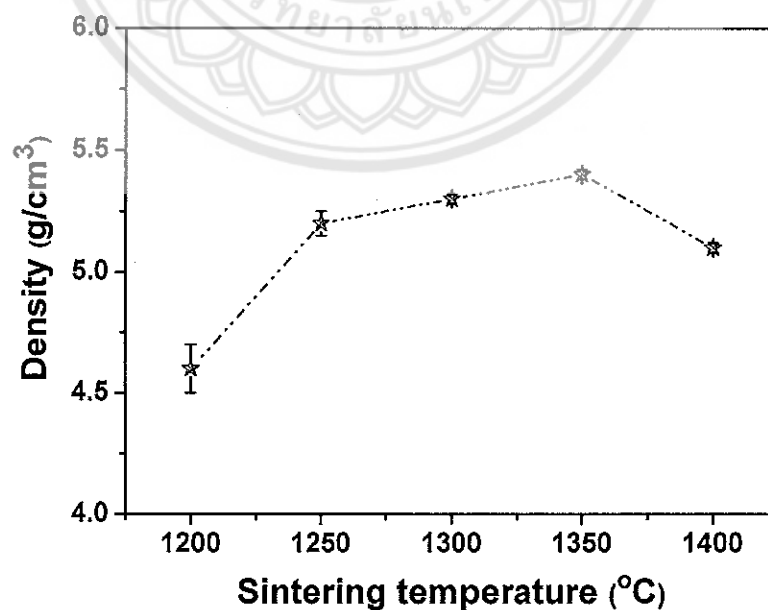
4.5 ความหนาแน่นของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาทไททาเนต



นำเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มาทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่นด้วยวิธีอาร์คิมิดีส และนำมาคำนวณหาค่าความหนาแน่นตามสมการที่ (3.4) ได้ผลดังตาราง 4.4 และดังรูป 4.10

ตาราง 4.4 ความหนาแน่นของเซรามิก และความไม่แน่นอนของการวัด $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$	
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ความหนาแน่น (g/cm ³)
1200	4.6 ± 0.10
1250	5.2 ± 0.05
1300	5.3 ± 0.02
1350	5.4 ± 0.02
1400	5.1 ± 0.02



รูป 4.10 ความหนาแน่นของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

จากข้อมูลความหนาแน่นของเซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1200°C ความหนาแน่นของเซรามิก BCT-NBT มีค่าต่ำสุด ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคที่พบในรูป 4.8 (ก) และ (ข) ที่เห็นผิวหน้าและภายในรอยหักของเซรามิกนี้เริ่มพรุน เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงเป็น 1250–1350°C พบว่าความหนาแน่นของเซรามิกมีค่ามากขึ้นตามอุณหภูมิซินเตอร์ และสอดคล้องกับโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าและรอยหักของเซรามิกที่พบในรูป 4.8 (ค) ถึง (ช) และเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เป็น 1400°C จะเห็นว่าความหนาแน่นของเซรามิกเริ่มลดลง ซึ่งในโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกเดียวกันในรูป 4.8 (ฉ) และ (ญ) จะเห็นว่าที่ผิวหน้า และรอยหักของเซรามิกเริ่มมีรูพรุนเกิดขึ้นอีกครั้งซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากอุณหภูมิในการซินเตอร์เซรามิกนี้สูงเกินอุณหภูมิที่เหมาะสม จากข้อมูลความหนาแน่นของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C พบว่าเซรามิกมีความหนาแน่นมากที่สุด ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1350°C มีค่า 5.4 g/cm³

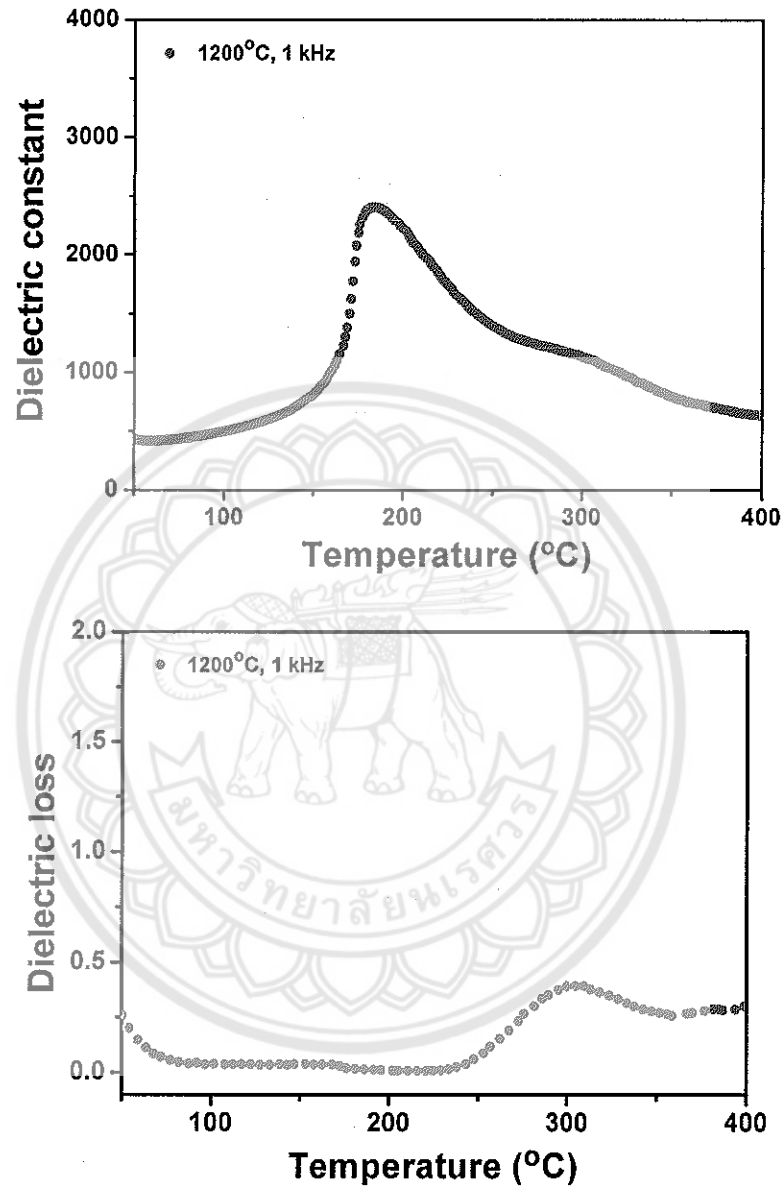
4.6 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมาทไททาเนต สูตร



นำเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มาขัดผิวหน้าของเซรามิกทั้งสองข้างให้ได้ระนาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ ล้างและอบให้แห้ง วัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของเซรามิกที่ขัดแล้ว จากนั้นทำขั้วด้วยกาวเงิน นำไปวัดค่าความจุไฟฟ้า และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก (Dielectric loss) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการวัด ตั้งแต่อุณหภูมิ 50–400°C วัดที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz แล้วทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ตามสมการ (3.5)

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อแปรค่าอุณหภูมิในการวัดตั้งแต่ 50–400°C เป็นดังกราฟในรูป 4.11–4.15

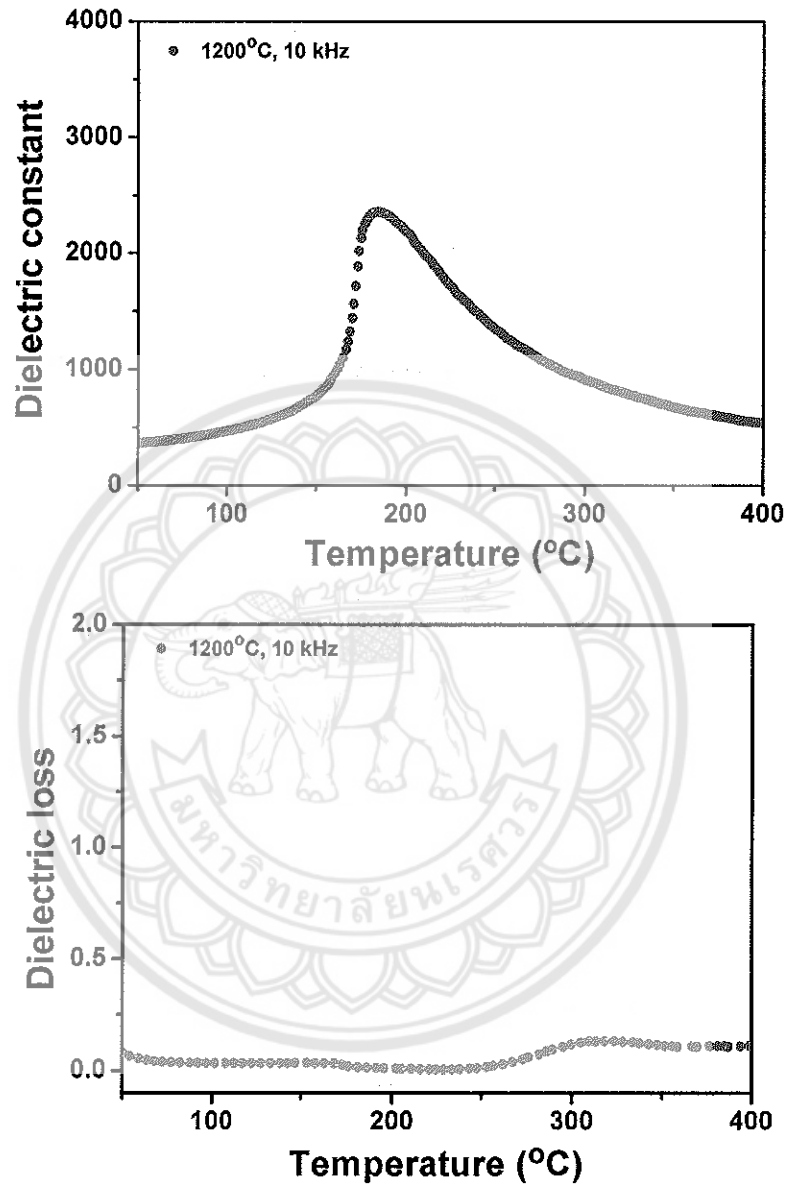
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.11



รูป 4.11 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

จากกราฟในรูป 4.11 พบว่า ณ ความถี่ของการวัดเป็น 1 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C มี อุณหภูมิคูรี 184°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 2404 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

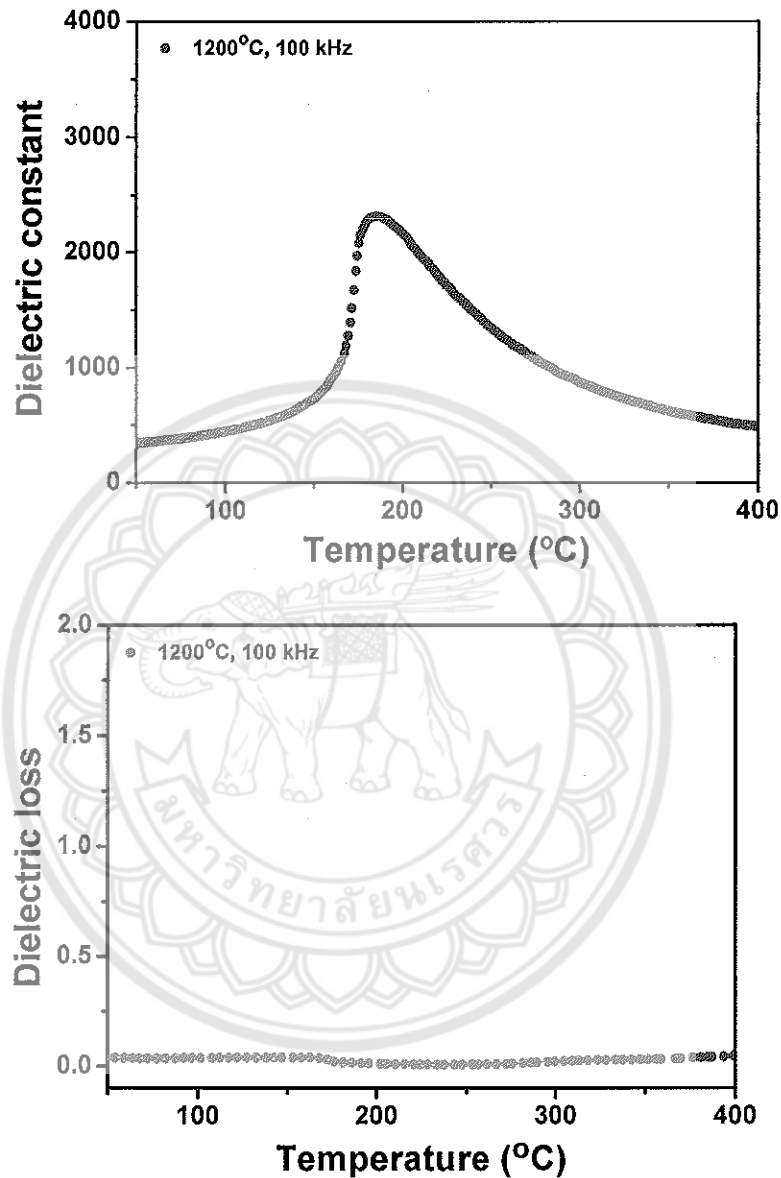
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 10 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.12



รูป 4.12 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C มีอุณหภูมิคูรี 185°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 2352 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

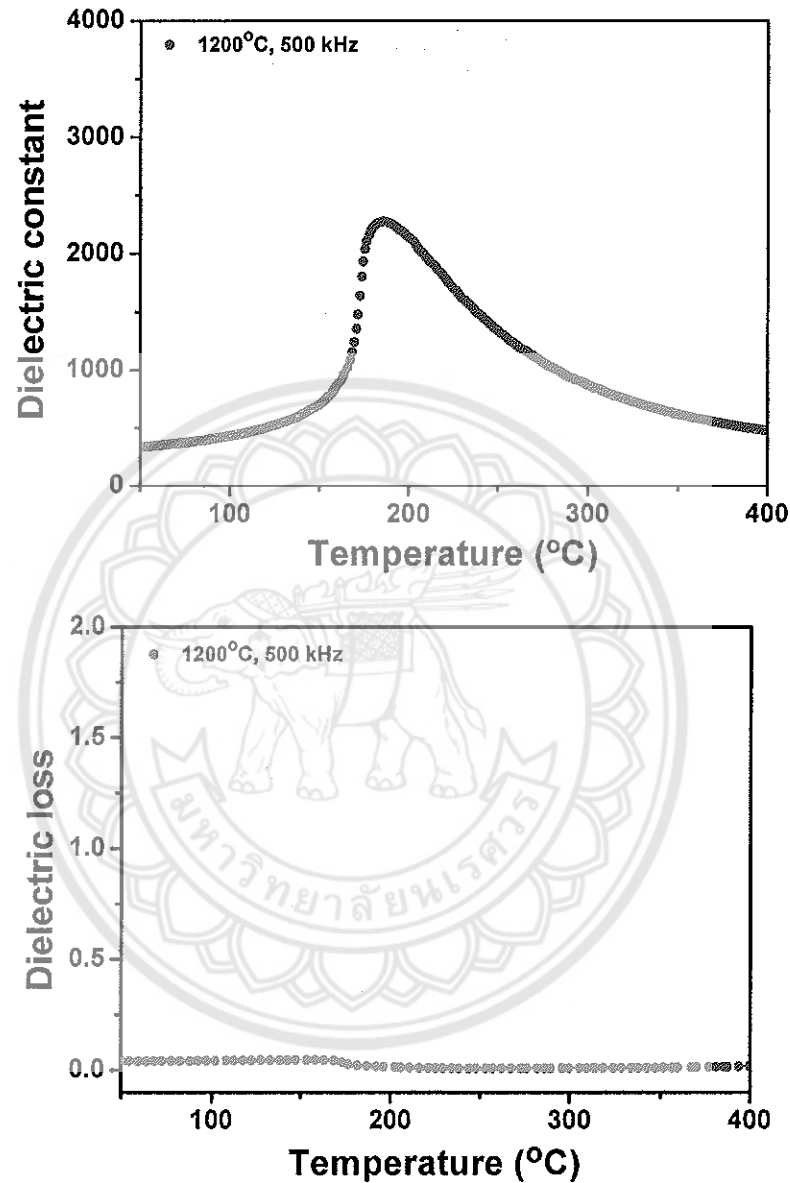
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 100 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.13



รูป 4.13 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 100 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C มีอุณหภูมิคูรี 185°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 2309 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

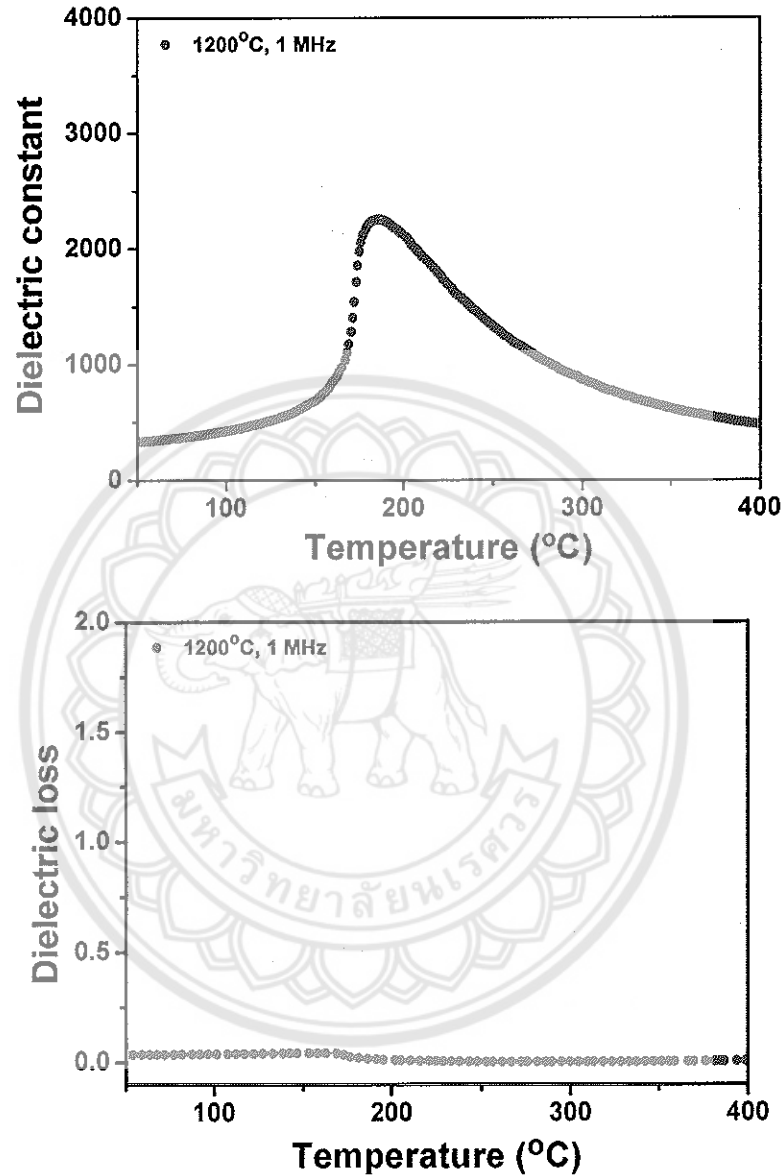
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 500 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.14



รูป 4.14 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 500 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT–NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C มีอุณหภูมิคูรี 186°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 2273ค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 MHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.15



รูป 4.15 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

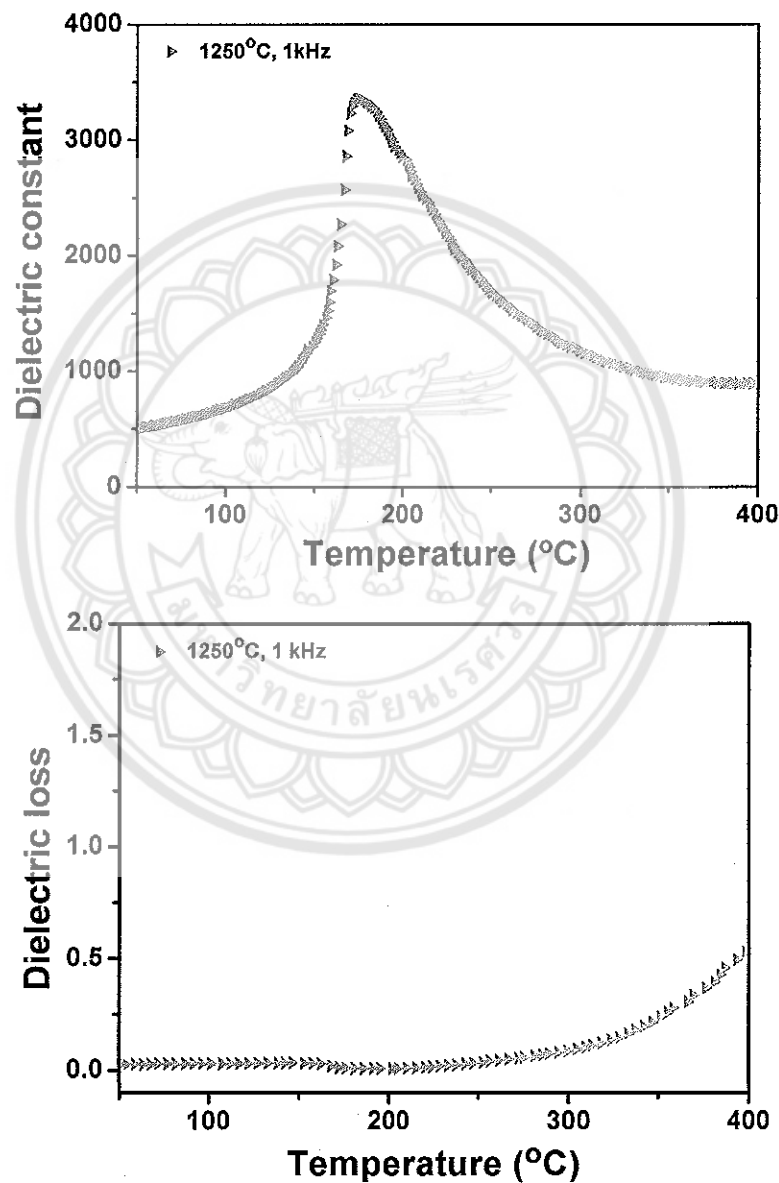
เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 1 MHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เคาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C มีอุณหภูมิคูรี 186°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 2250 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

จะเห็นได้ว่าเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้น อุณหภูมิคูรีของเซรามิก BCT-NBT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C จะมีการเลื่อนขึ้นเล็กน้อยในช่วง 184-186°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้มีค่าลดลงจากที่วัดที่ความถี่ 1 kHz เป็น 2404 เมื่อความถี่ที่ใช้วัดเป็น 1 MHz ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ลดลงเหลือ 2250 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 0.01-0.02 ซึ่งค่าที่ได้ทั้งหมดนี้ยังไม่สูงเท่าใดนักเนื่องมาจากเซรามิก BCT-NBT เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C ยังมีรูพรุนและมีความหนาแน่นน้อยกว่าเซรามิกเดียวกันที่เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิสูงขึ้น



ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อแปรค่าอุณหภูมิในการวัดตั้งแต่ 50-400°C เป็นดังกราฟในรูป 4.16-4.20

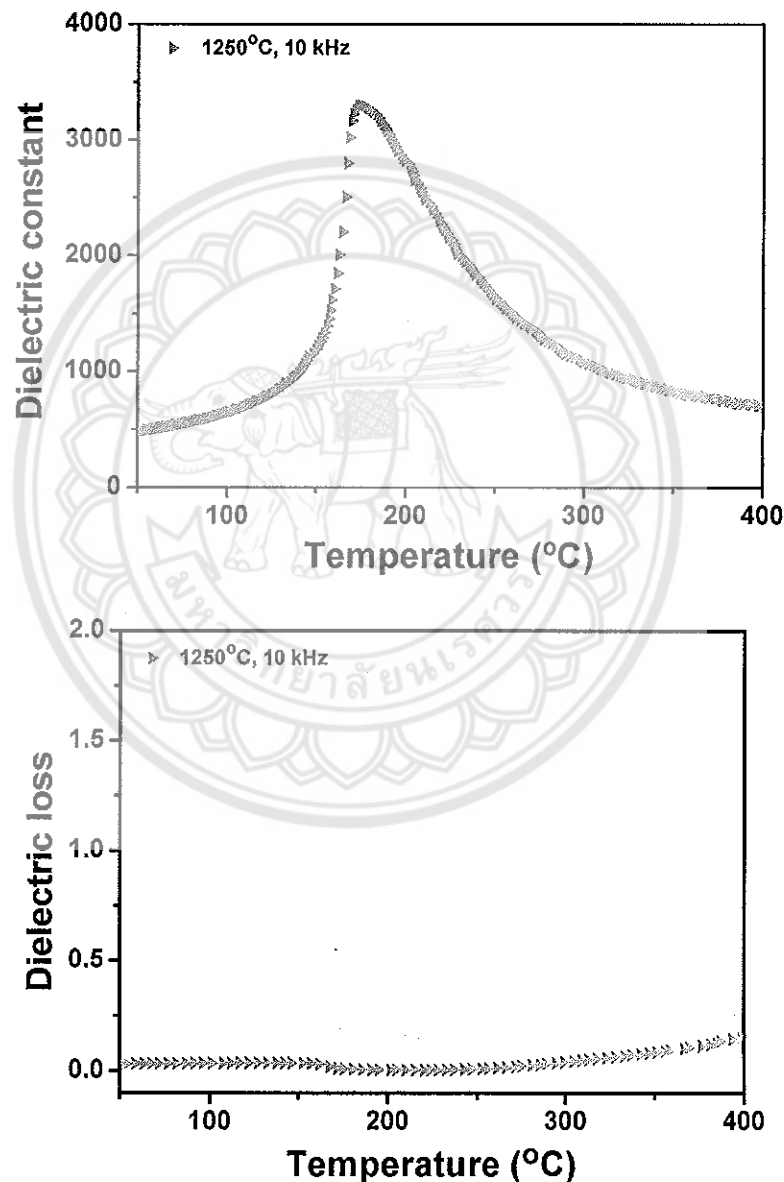
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.16



รูป 4.16 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50-400°C

จากกราฟในรูป 4.16 พบว่า ณ ความถี่ของการวัดเป็น 1 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C มีอุณหภูมิคูรี 175°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3358 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

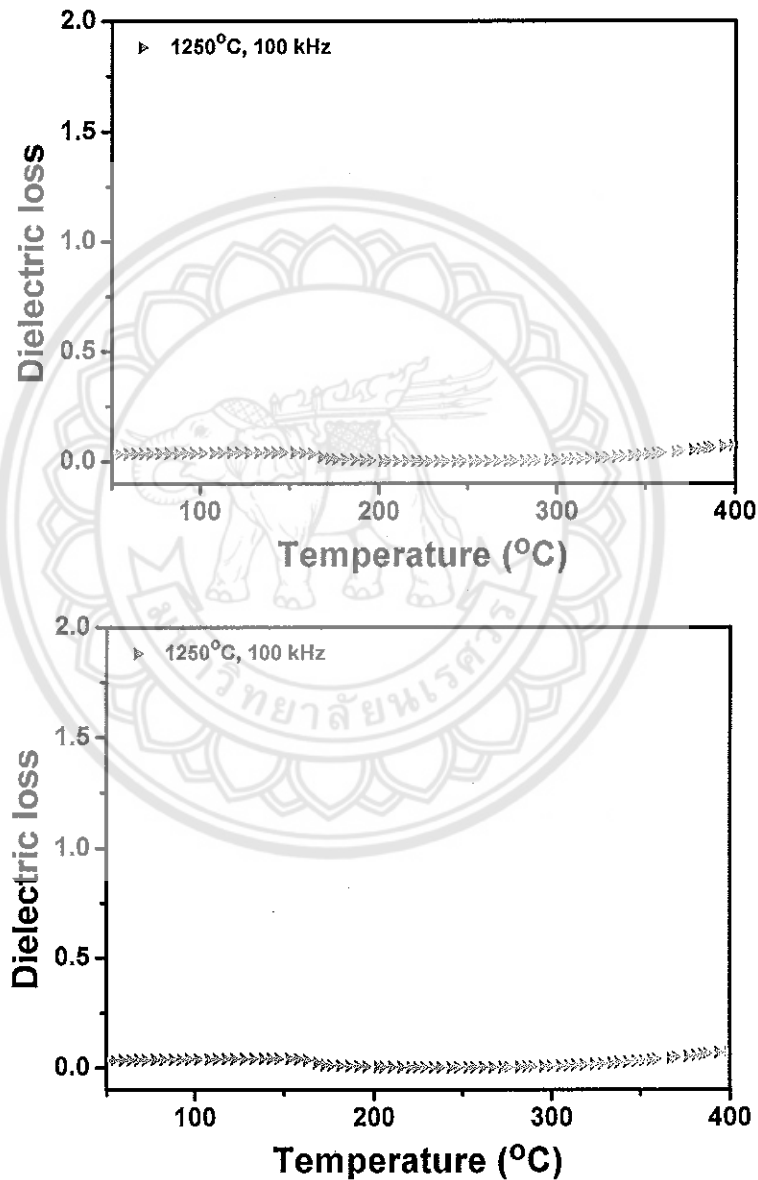
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 10 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.17



รูป 4.17 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C มีอุณหภูมิคูรี 175°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3297 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

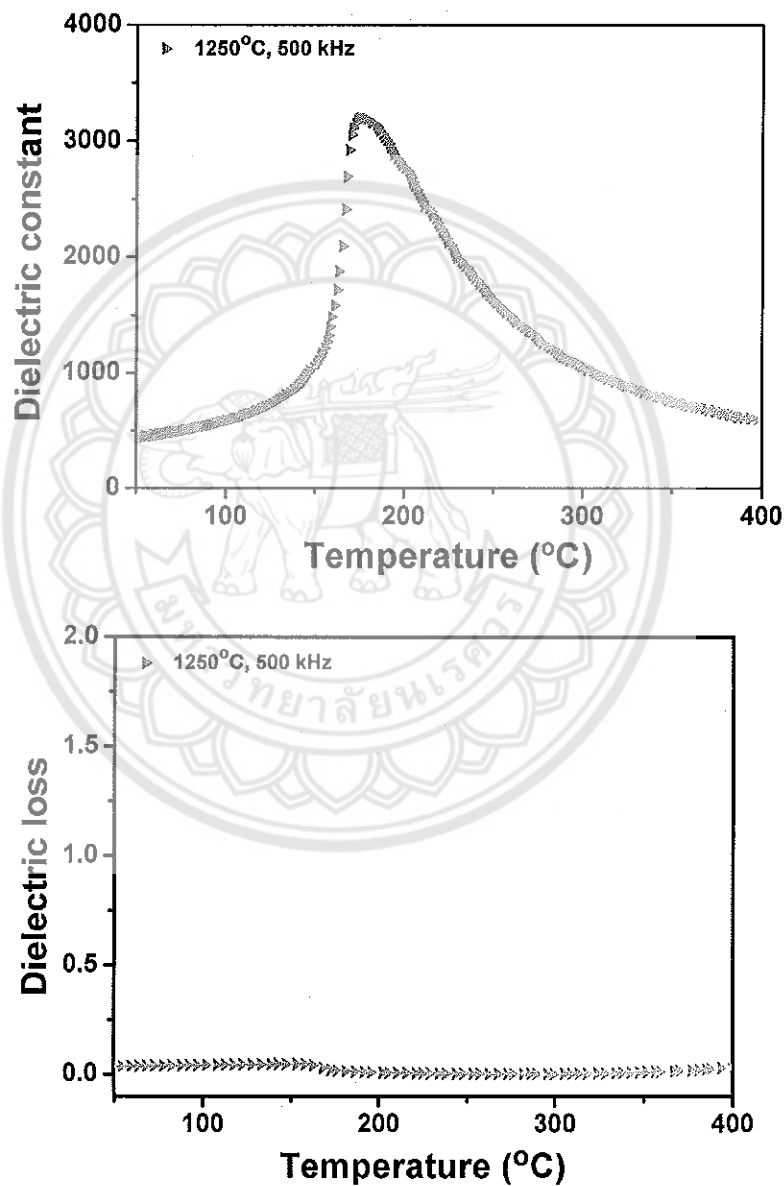
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 100 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.18



รูป 4.18 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TlO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 100 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT–NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C มีอุณหภูมิคูรี 175°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3243 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.01

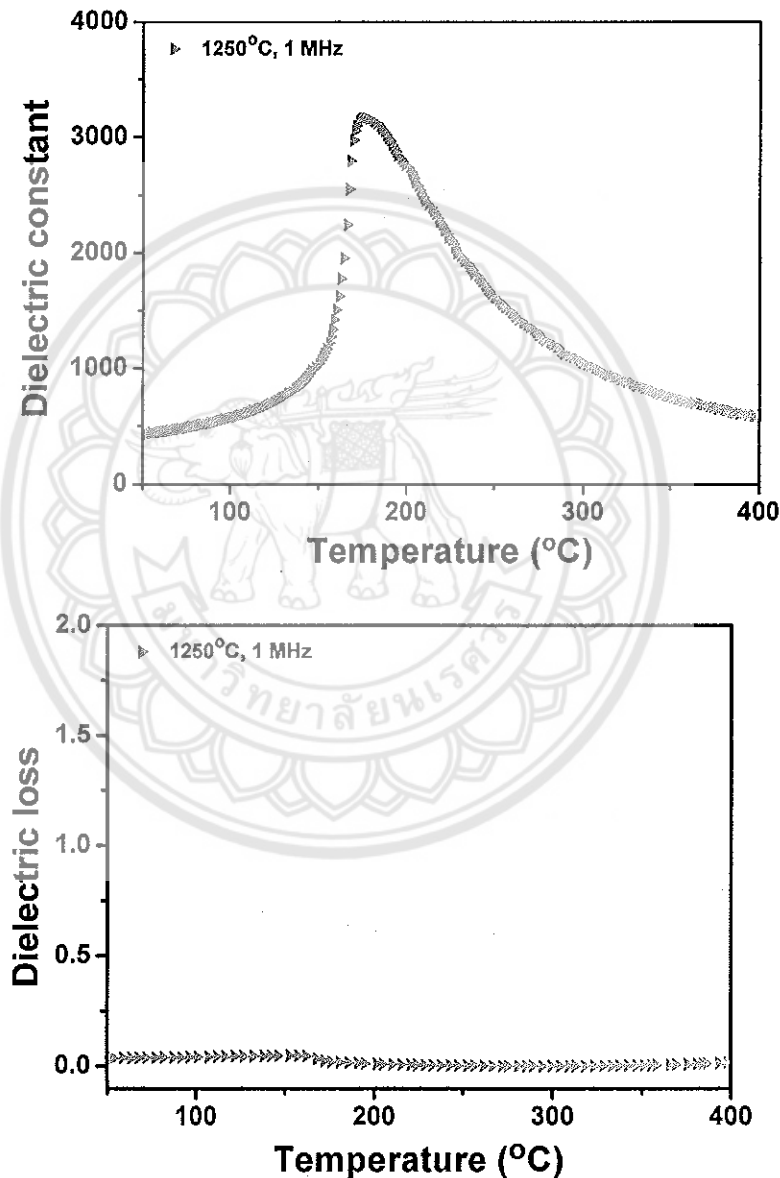
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 500 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.19



รูป 4.19 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 500 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C มีอุณหภูมิคูรี 176°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3196 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.02

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 MHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.20



รูป 4.20 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TlO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

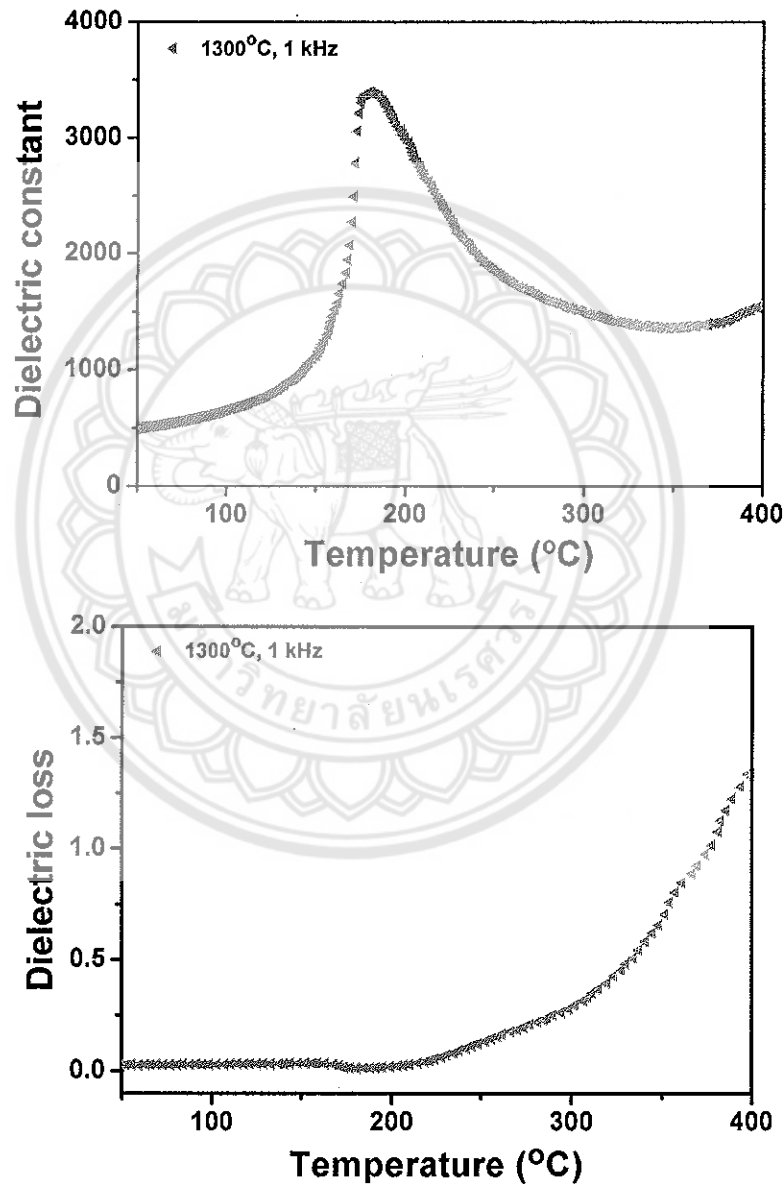
เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 1 MHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C มีอุณหภูมิคูรี 176°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3166 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

จะเห็นได้ว่าเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้น อุณหภูมิคูรีของเซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C จะมีการเลื่อนขึ้นเล็กน้อยในช่วง 175–176°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้มีค่าลดลงจากความถี่ 1 kHz เป็น 1 MHz ค่าที่วัดได้ลดลงจาก 3358 เป็น 3166 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 0.01–0.02 ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้ของเซรามิก BCT-NBT ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1250°C นี้มีค่าสูงกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้จากเซรามิกเดียวกัน ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1200°C ทั้งนี้เนื่องจากเซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1250°C มีความหนาแน่นสูงกว่า และมีรูพรุนน้อยกว่า เซรามิกเดียวกันที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200°C



ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อแปรค่าอุณหภูมิในการวัดตั้งแต่ 50-400°C เป็นดังกราฟในรูป 4.21-4.25

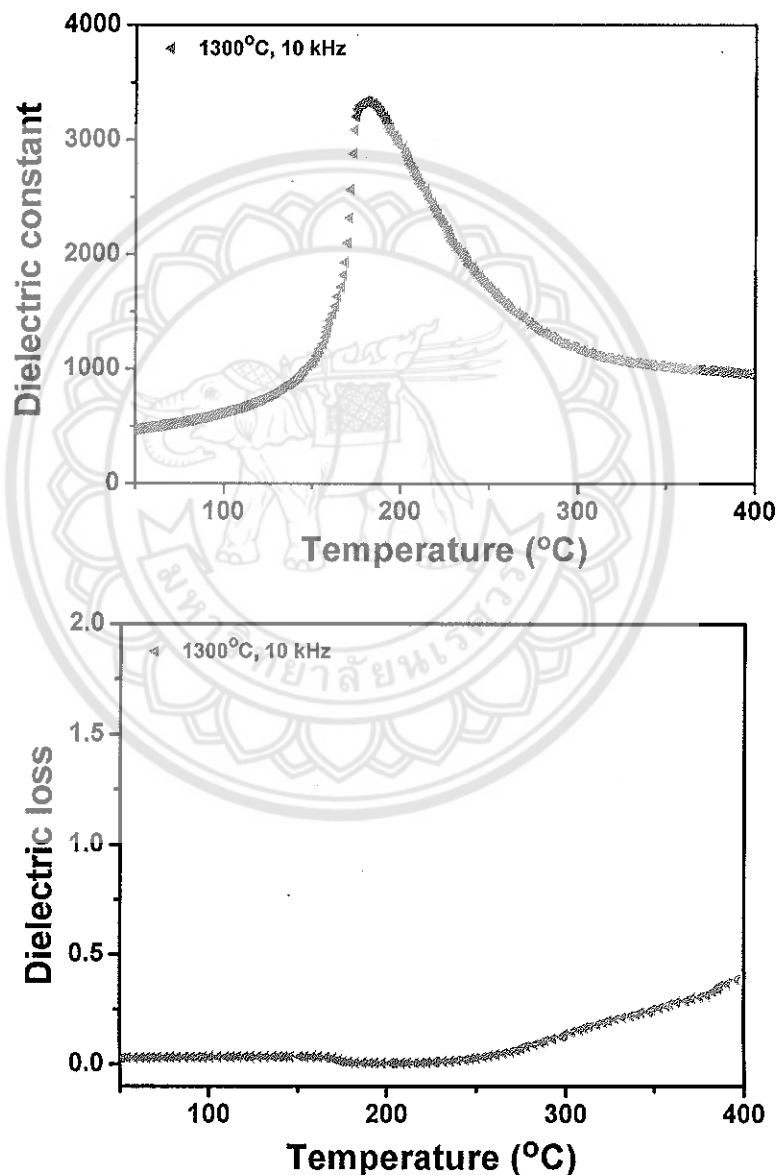
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.21



รูป 4.21 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50-400°C

จากกราฟในรูป 4.21 พบว่า ๓ ความถี่ของการวัดเป็น 1 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3388 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

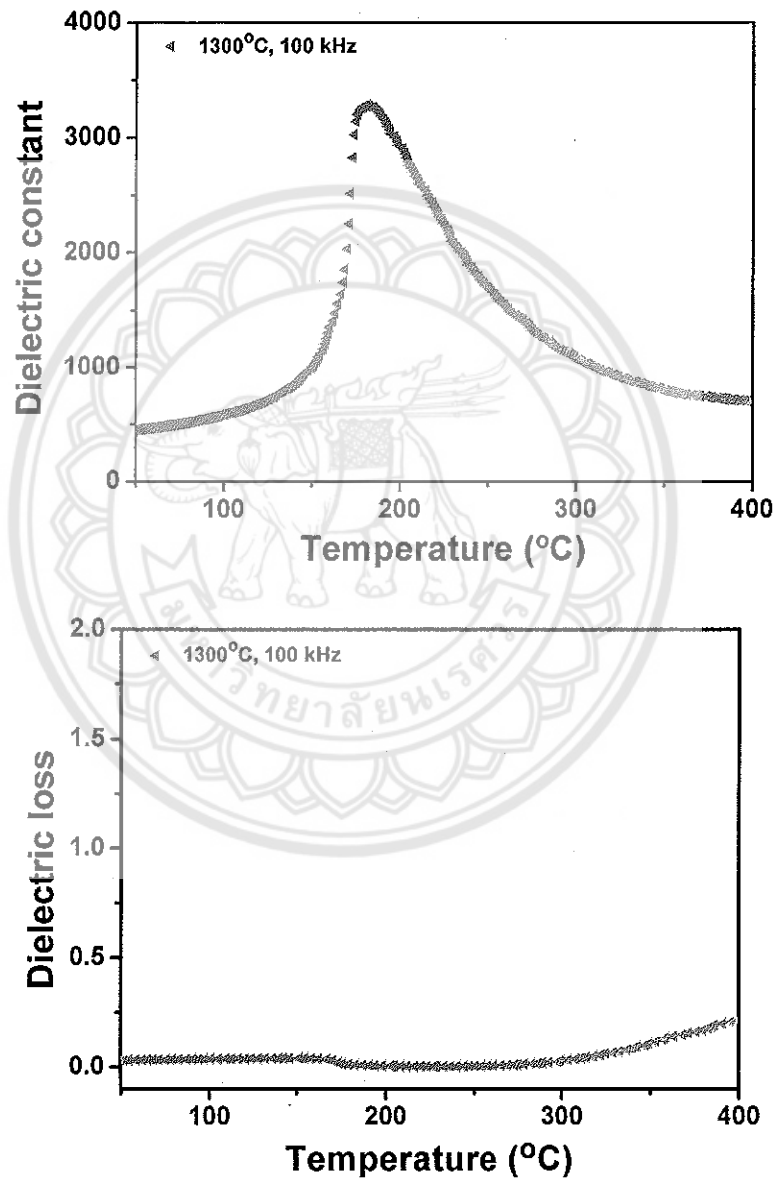
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 10 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.22



รูป 4.22 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT–NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3330 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

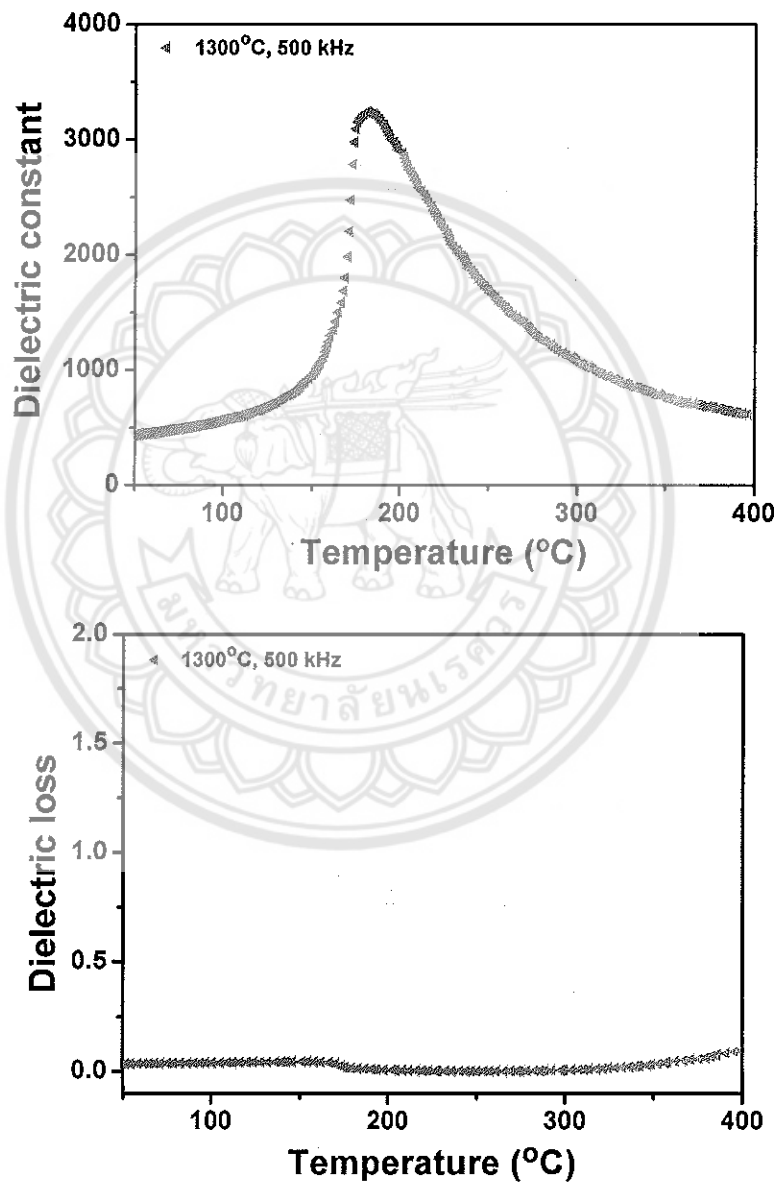
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 100 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.23



รูป 4.23 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 100 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3279 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.01

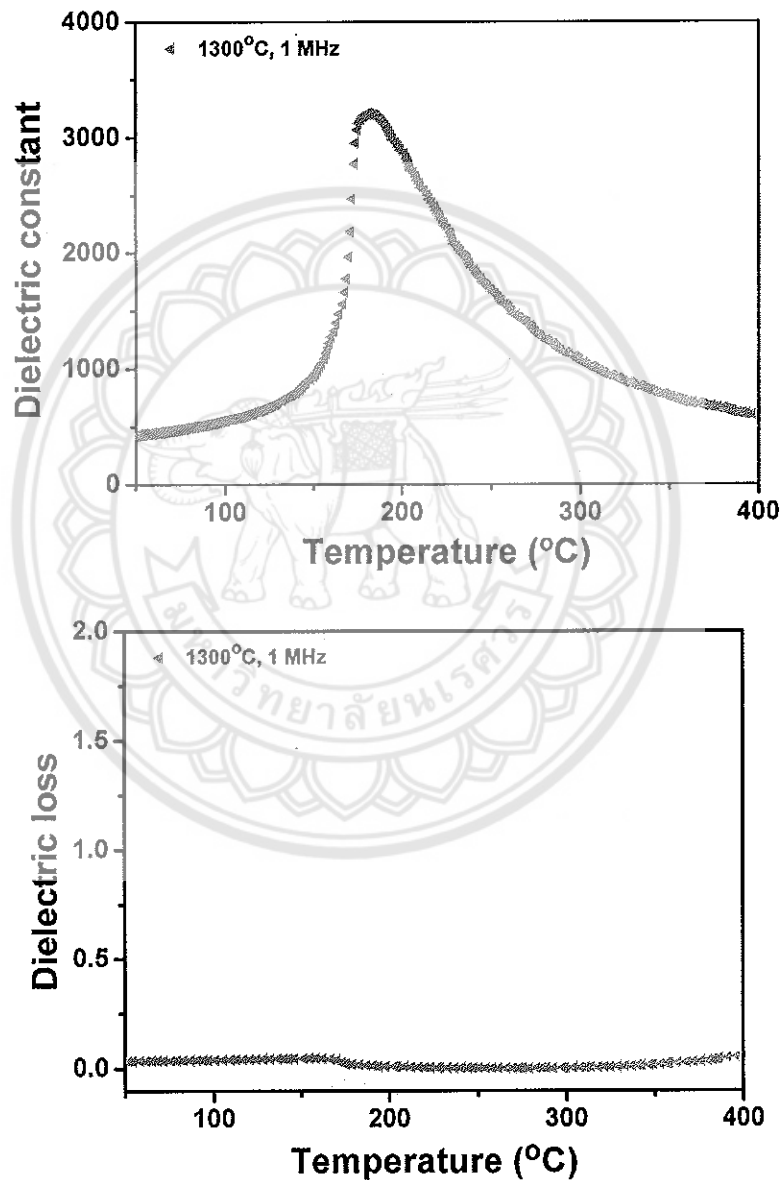
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 500 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.24



รูป 4.24 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 500 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT–NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3234 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.02

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 MHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.25



รูป 4.25 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

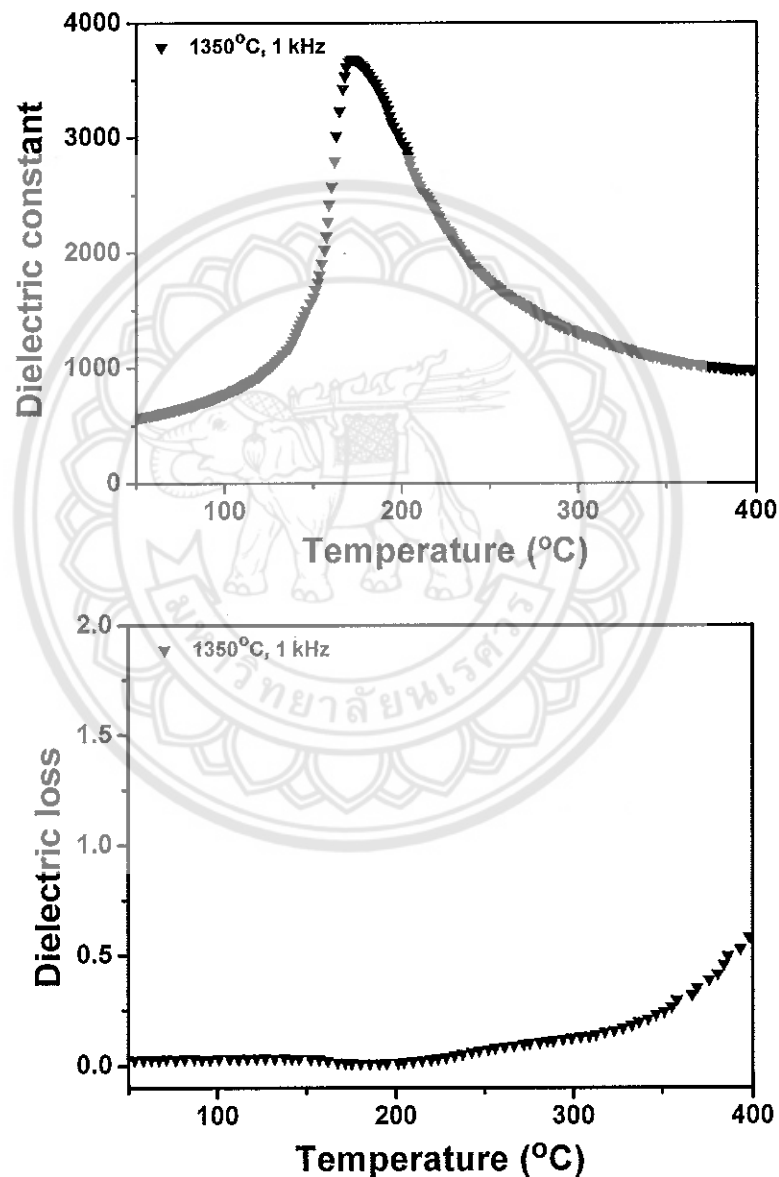
เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 1 MHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT–NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3205 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

จะเห็นได้ว่าเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้น อุณหภูมิคูรีของเซรามิก BCT–NBT เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C จะอยู่ที่ 181°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้มีค่าลดลงจากความถี่ 1 kHz เป็น 1 MHz ค่าที่วัดได้ลดลงจาก 3388 เป็น 3205 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 0.01–0.02 ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้ของเซรามิก BCT–NBT ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1300°C นี้มีค่าสูงกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้จากเซรามิกเดียวกัน ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1200 และ 1250°C ทั้งนี้เนื่องจากเซรามิก BCT–NBT เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1300°C มีความหนาแน่นสูงกว่า เซรามิกเดียวกันที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 และ 1250°C



ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อแปรค่าอุณหภูมิในการวัดตั้งแต่ 50–400°C เป็นดังกราฟในรูป 4.26–4.30

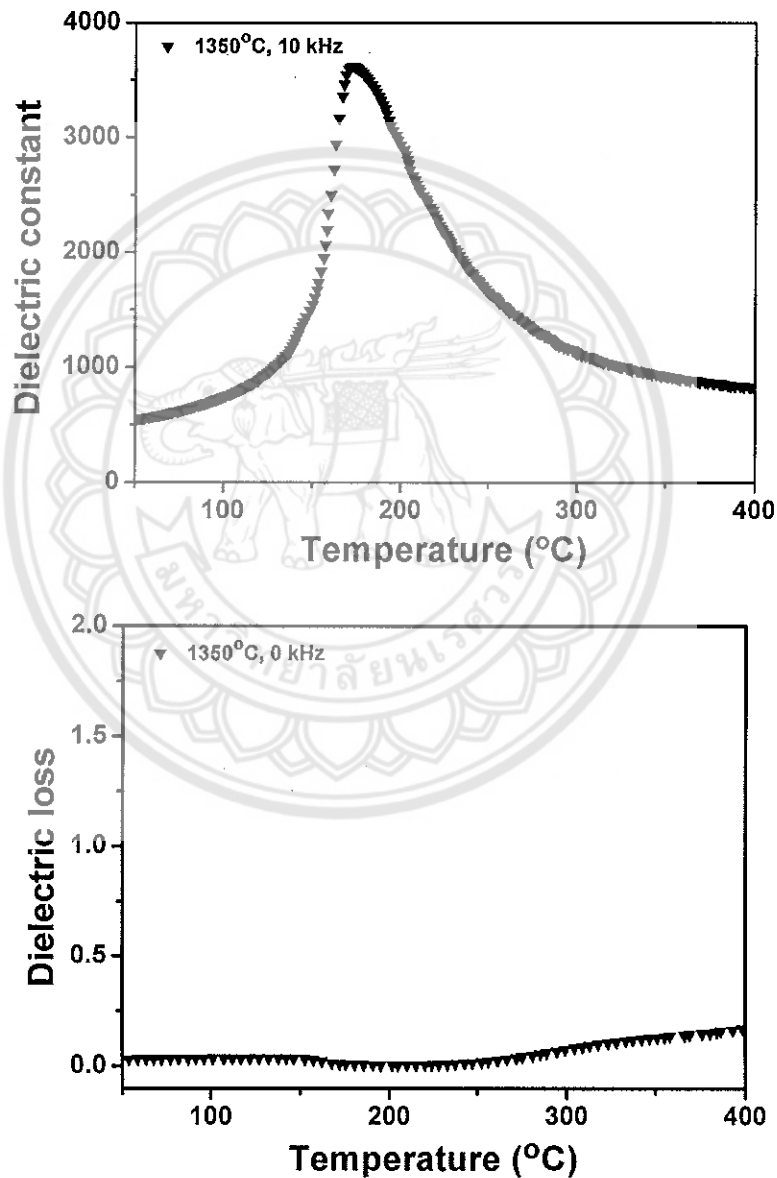
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.26



รูป 4.26 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

จากกราฟในรูป 4.26 พบว่า ณ ความถี่ของการวัดเป็น 1 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีอุณหภูมิคูรี 172°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3682 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

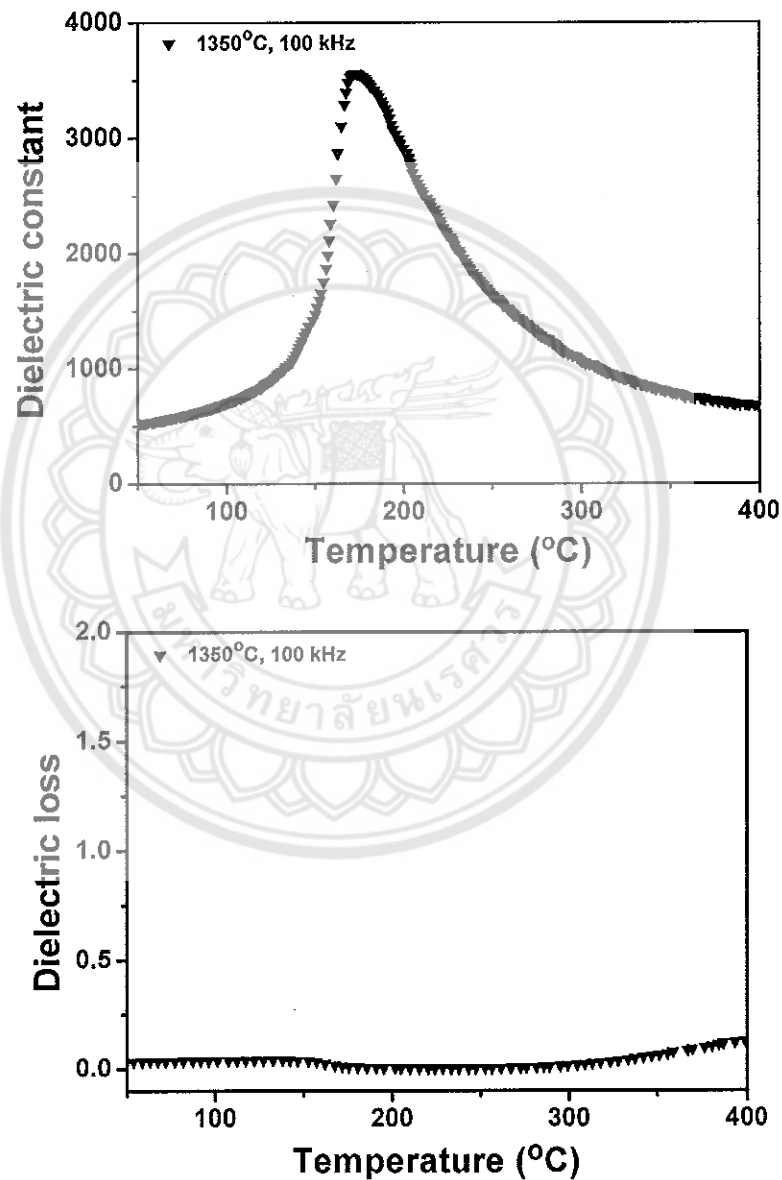
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 10 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.27



รูป 4.27 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีอุณหภูมิคูรี 173°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3618 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.01

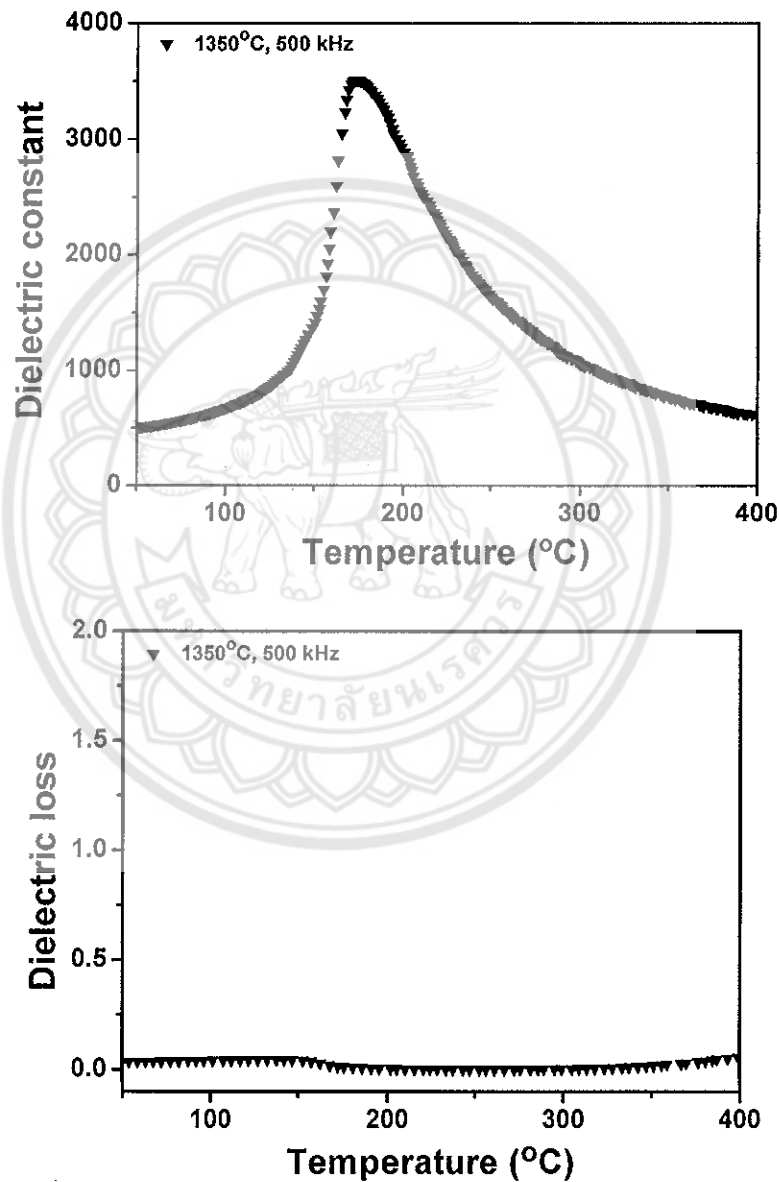
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 100 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.28



รูป 4.28 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TlO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 100 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีอุณหภูมิคูรี 173°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3560 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.01

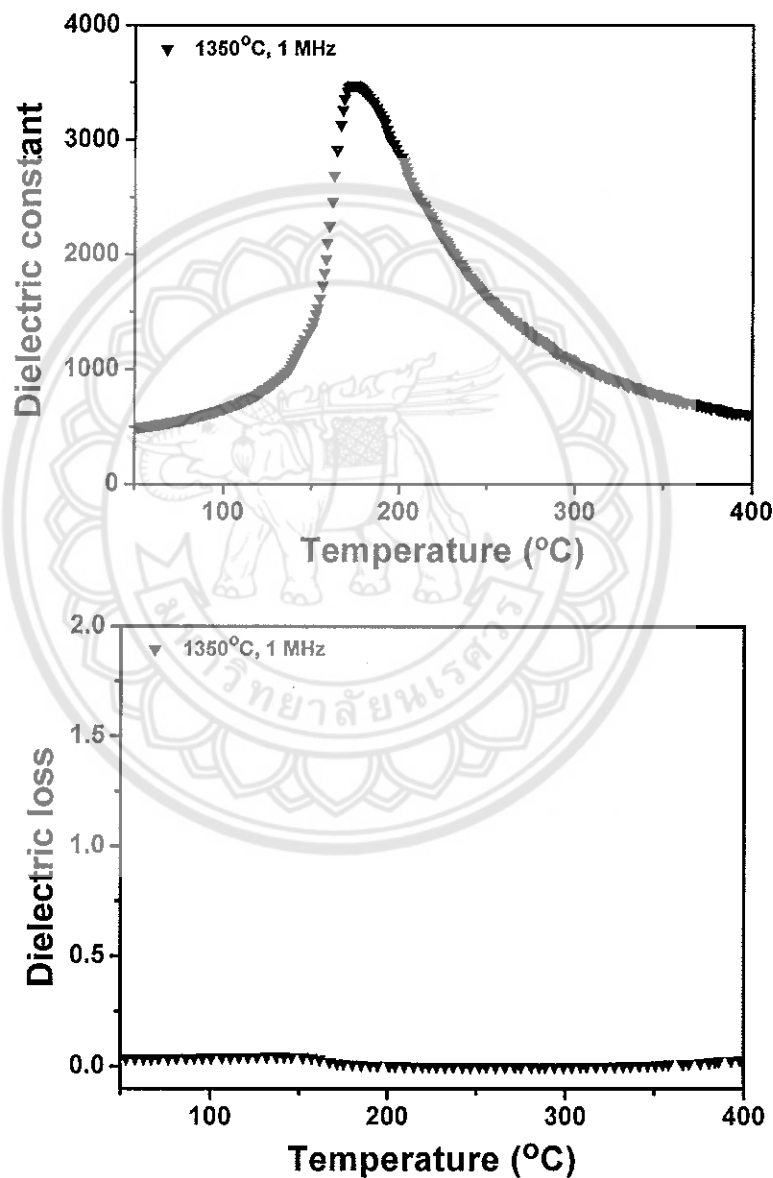
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 500 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.29



รูป 4.29 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 500 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีอุณหภูมิคูรี 174°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3511 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 001

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 MHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.30



รูป 4.30 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

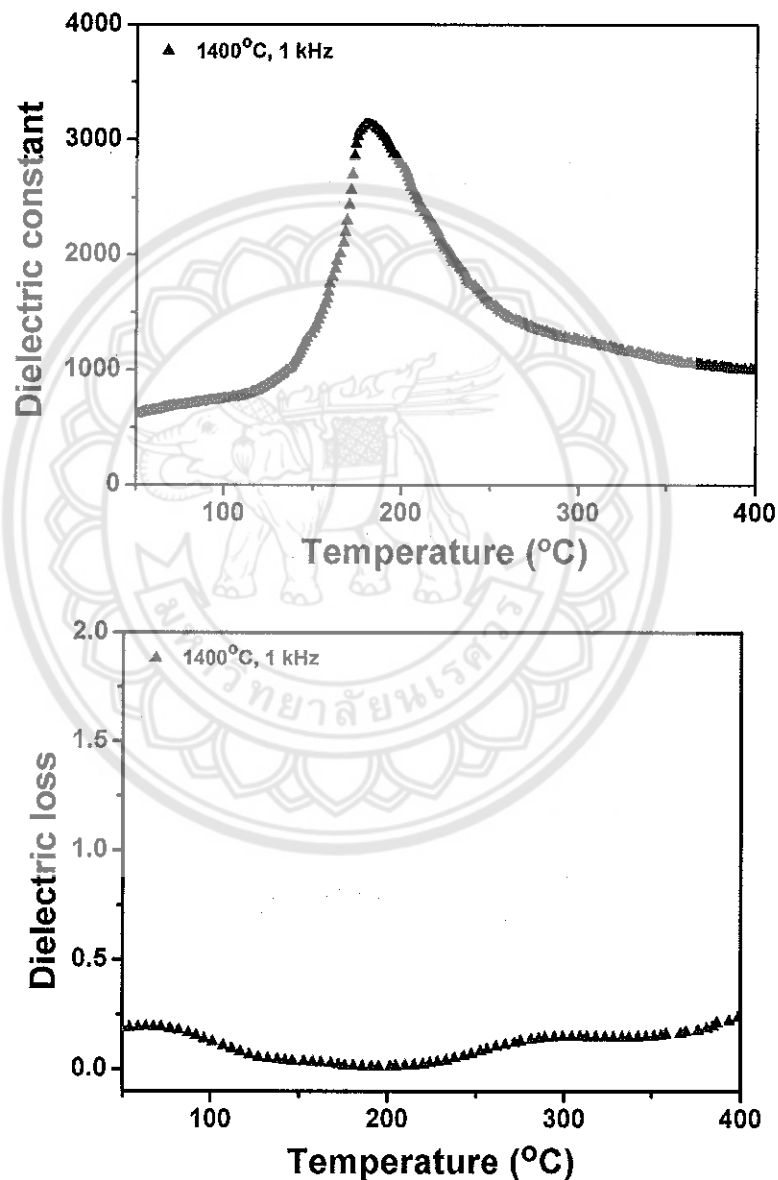
เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 1 MHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT–NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีอุณหภูมิคูรี 174°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3479 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

จะเห็นได้ว่าเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้น อุณหภูมิคูรีของเซรามิก BCT–NBT เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C จะเลื่อนเล็กน้อยในช่วง 172–174°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้มีค่าลดลงจากความถี่ 1 kHz เป็น 1 MHz ค่าที่วัดได้ลดลงจาก 3682 เป็น 3479 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกมีค่า 0.01 ในทุกความถี่ของการวัด ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้ของเซรามิก BCT–NBT ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1350°C นี้มีค่าสูงกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้จากเซรามิกเดียวกัน ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1200, 1250 และ 1300°C ทั้งนี้เนื่องมาจากเซรามิก BCT–NBT เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีความหนาแน่นสูงกว่าเซรามิกเดียวกันที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1300°C



ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อแปรค่าอุณหภูมิในการวัดตั้งแต่ 50–400°C เป็นดังกราฟในรูป 4.31–4.35

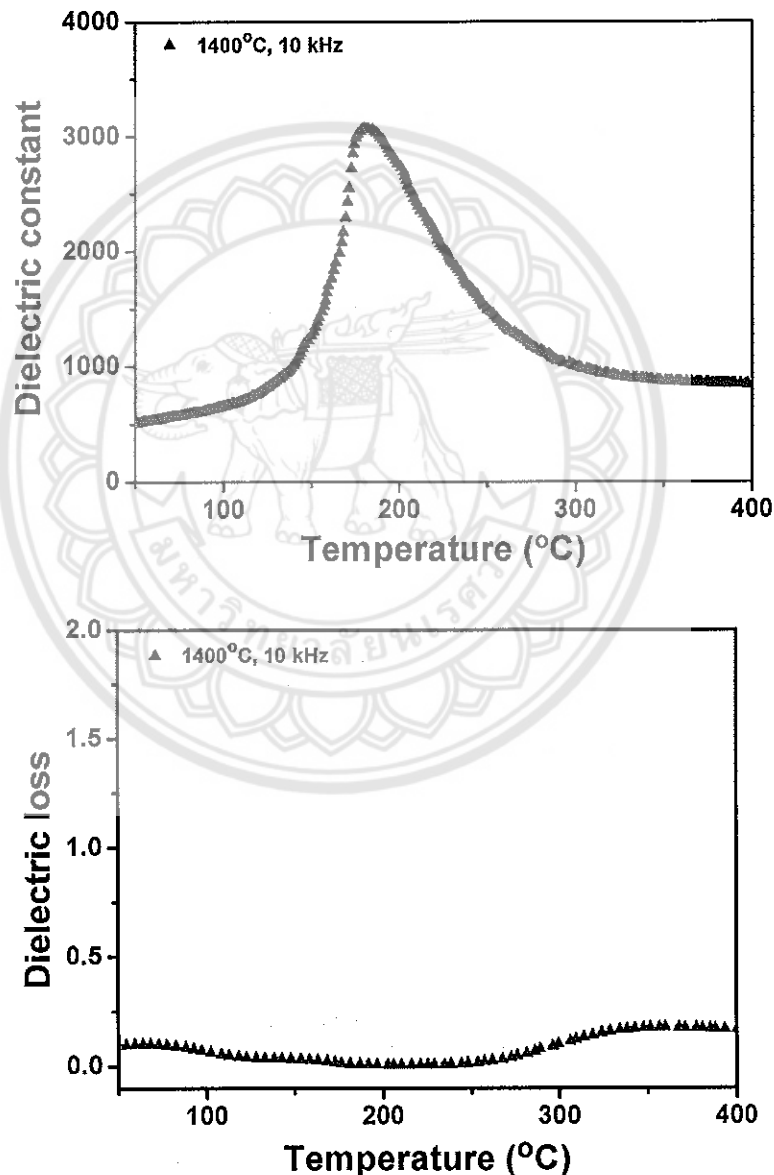
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.31



รูป 4.31 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

จากกราฟในรูป 4.31 พบว่า ณ ความถี่ของการวัดเป็น 1 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 3124 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.01

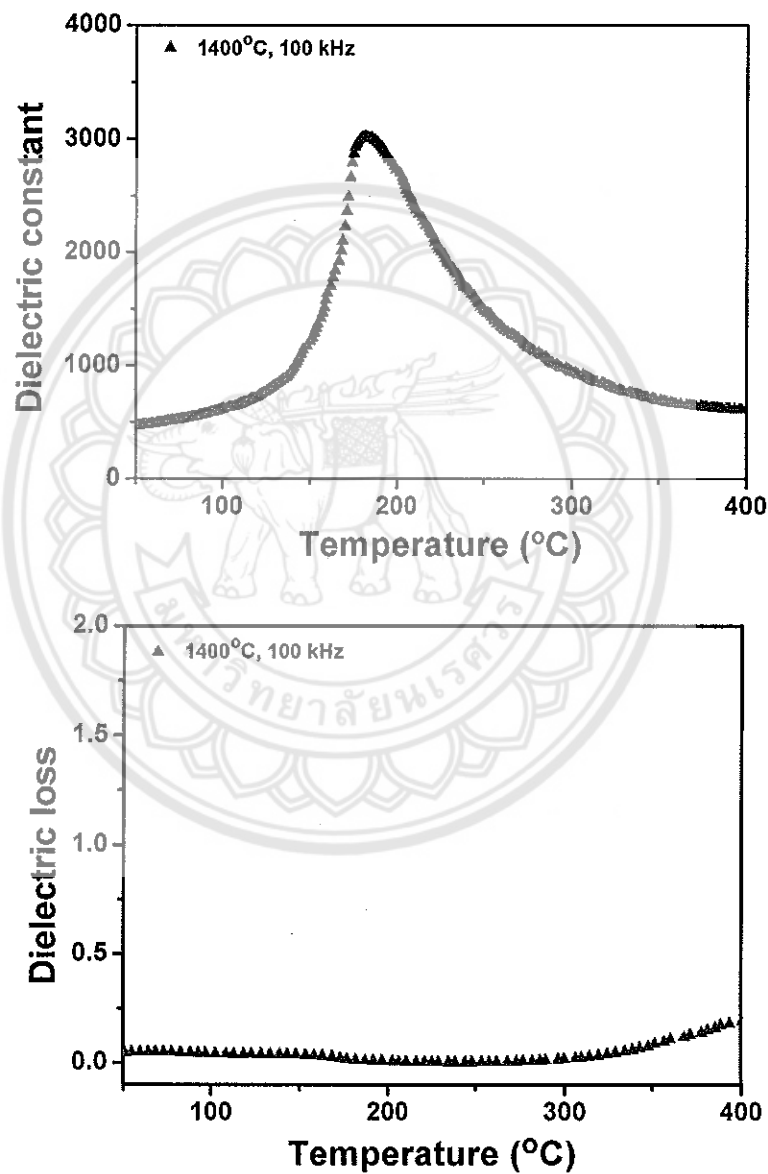
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 10 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.32



รูป 4.32 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3067 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.01

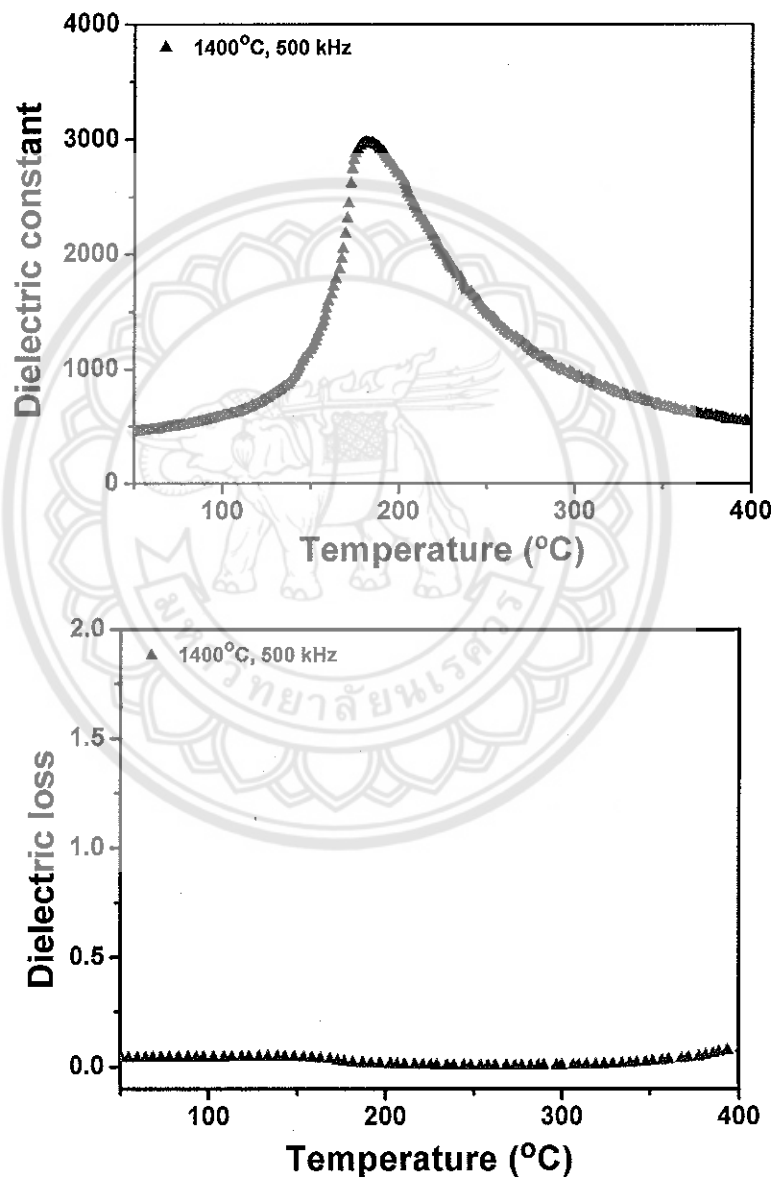
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 100 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.33



รูป 4.33 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 100 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C มีอุณหภูมิคูรี 181°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 3016 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.01

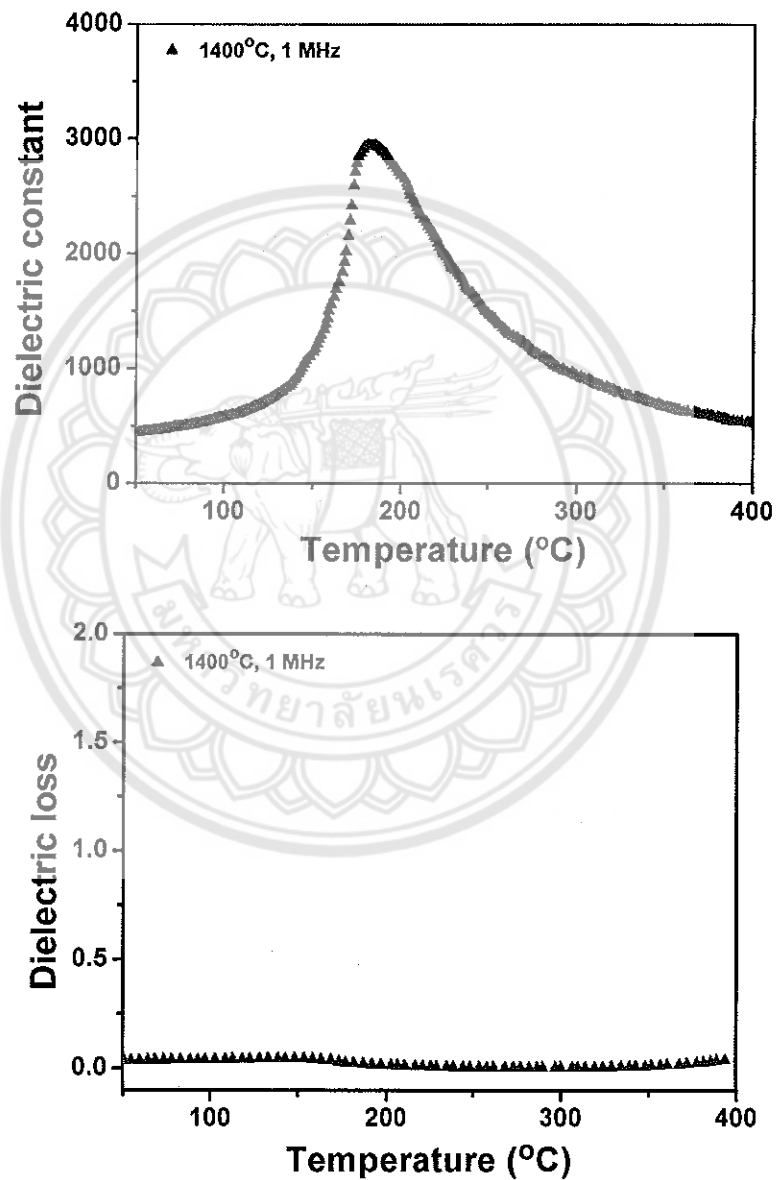
เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 500 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.34



รูป 4.34 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 500 kHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C มีอุณหภูมิคูรี 182°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด 2972 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กตริก 0.02

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 MHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.35



รูป 4.35 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Nd}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TlO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

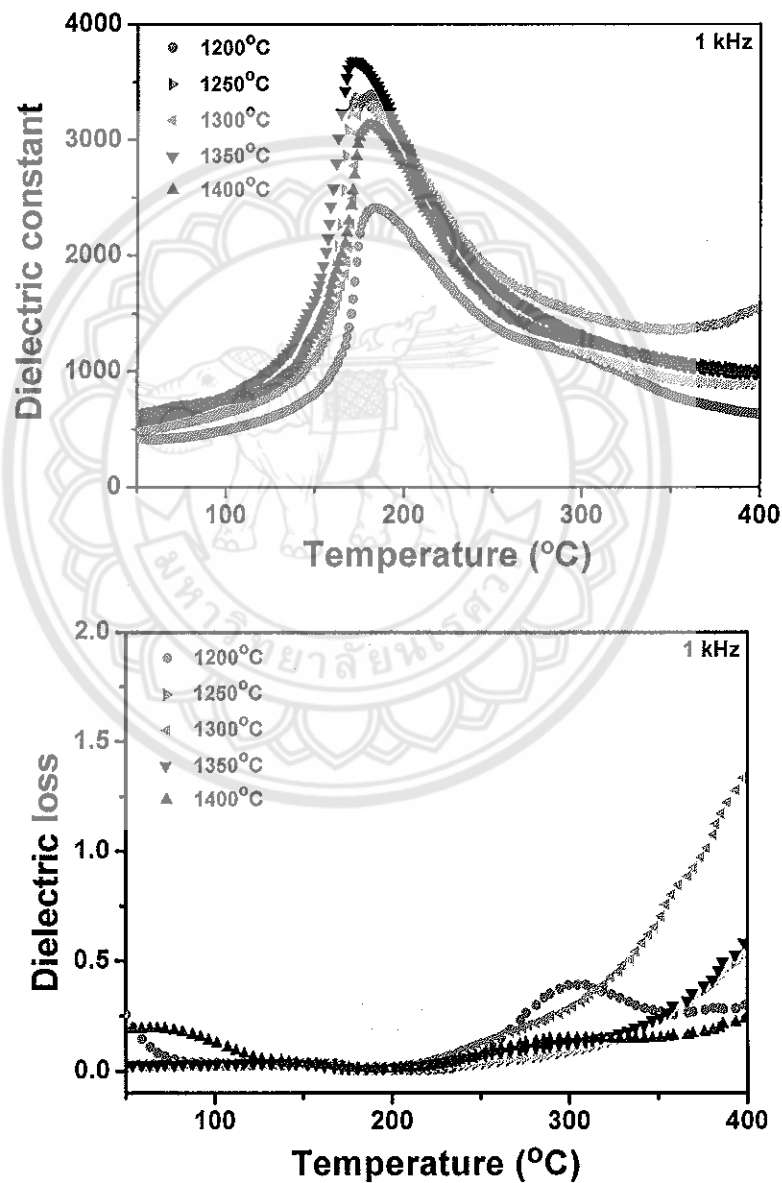
เมื่อใช้ความถี่ของการวัดเป็น 1 MHz แปรอุณหภูมิตั้งแต่ 50–400°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C มีอุณหภูมิคูรี 182°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 2944 มีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริก 0.02

จะเห็นได้ว่าเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้น อุณหภูมิคูรีของเซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C จะเลื่อนเล็กน้อยในช่วง 181–182°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้มีค่าลดลงจากความถี่ 1 kHz เป็น 1 MHz ค่าที่วัดได้ลดลงจาก 3124 เป็น 2944 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกมีค่าในช่วง 0.01–0.02 ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้ของเซรามิก BCT-NBT ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1400°C นี้มีค่าน้อยกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดได้จากเซรามิกเดียวกัน ณ อุณหภูมิซินเตอร์ 1350°C ทั้งนี้เนื่องจากเซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1400°C มีความหนาแน่นสูงลดลง และเริ่มมีรูพรุนเกิดขึ้น



เมื่อนำค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อแปรค่าอุณหภูมิในการวัดตั้งแต่ 50–400°C มาเขียนกราฟเปรียบเทียบกัน ณ ความถี่เดียวกัน จะได้ผลเป็นดังกราฟในรูป 4.36–4.40

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.36



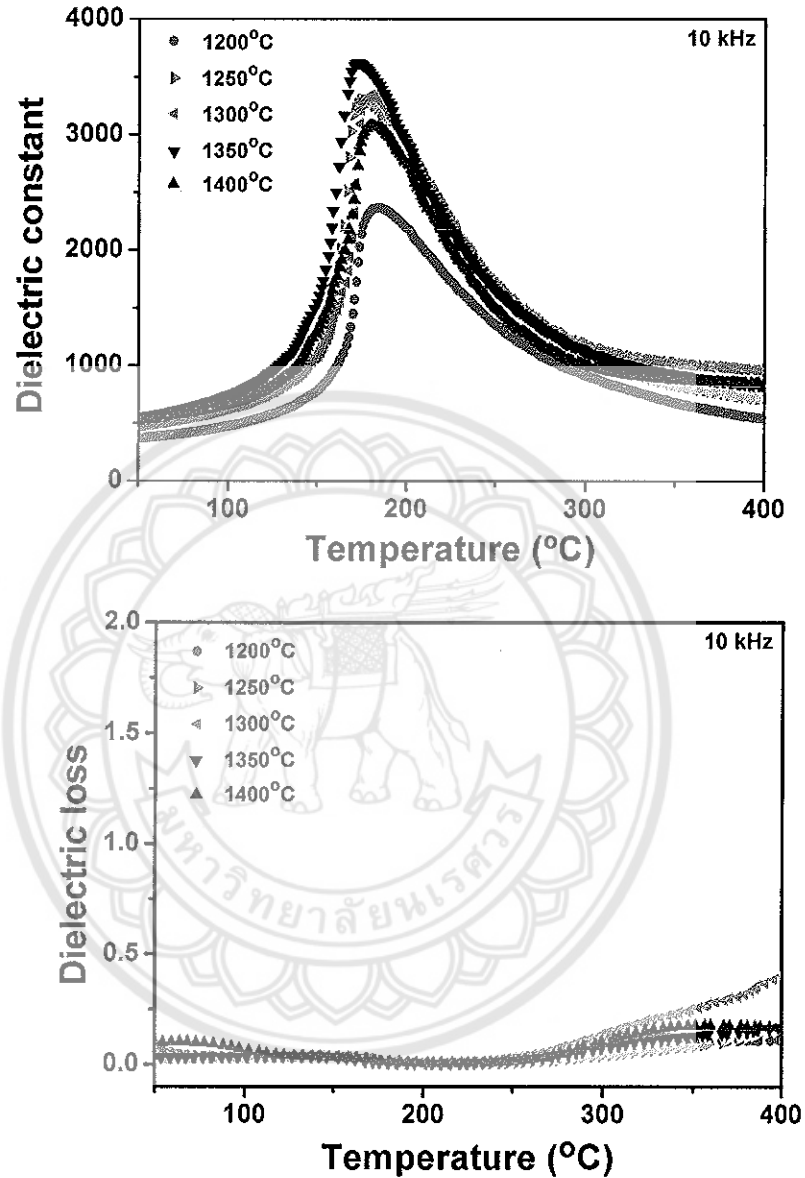
รูป 4.36 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

จากรูป 4.36 พบว่าที่ความถี่ 1 kHz นี้ เซรามิก BCT-NBT ที่เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดมากที่สุดเป็น 3682 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกมีค่า 0.01 ซึ่งเป็นค่าที่น้อยมากสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้ อุณหภูมิคูรี (T_c) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของ เซรามิก BCT-NBT เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz แสดงดังตาราง 4.5

ตาราง 4.5 อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฟาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 kHz

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ วัดที่ความถี่ 1 kHz			
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	T_c (°C)	ϵ_r	$\tan\delta$
1200	184	2404	0.01
1250	175	3358	0.01
1300	181	3388	0.02
1350	172	3682	0.01
1400	181	3124	0.01

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 10 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.37



รูป 4.37 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

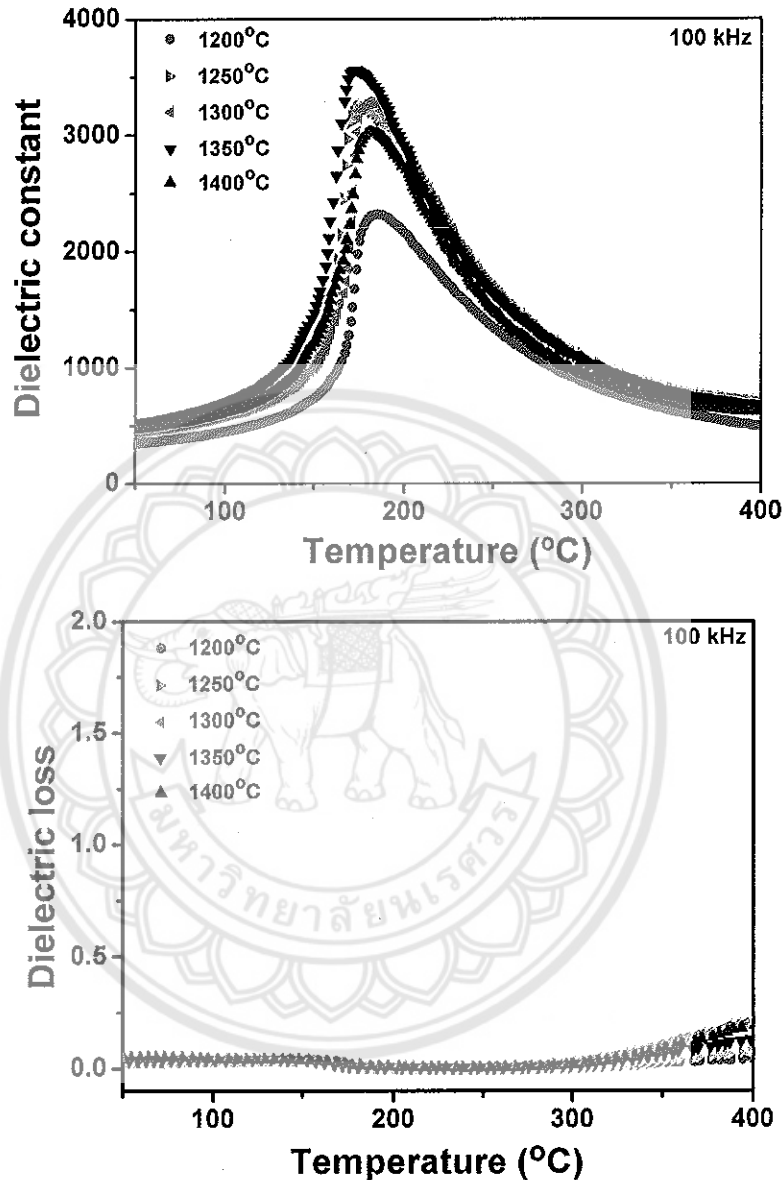
จากรูป 4.37 พบว่าที่ความถี่ 10 kHz นี้ เซรามิก BCT-NBT ที่เฝ้าซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดมากที่สุดเป็น 3618 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกมีค่า 0.01 ซึ่งเป็นค่าที่น้อยมากสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้ อุณหภูมิคูรี (T_c) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของ

เซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz แสดงดังตาราง 4.6

ตาราง 4.6 อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 10 kHz

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ วัดที่ความถี่ 10 kHz			
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	T_c (°C)	ϵ_r	$\tan\delta$
1200	185	2352	0.01
1250	175	3297	0.01
1300	181	3330	0.01
1350	173	3618	0.01
1400	181	3067	0.01

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 100 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.38



รูป 4.38 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

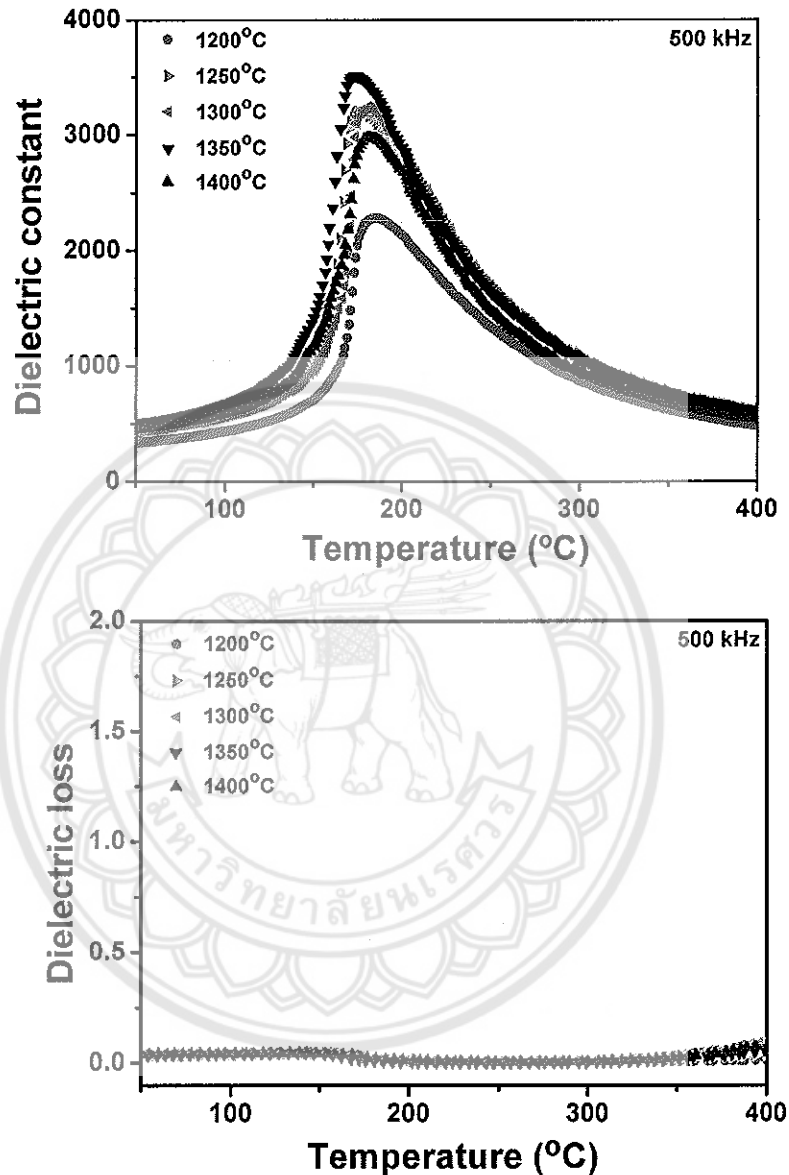
จากรูป 4.38 พบว่าที่ความถี่ 100 kHz นี้ เซรามิก BCT-NBT ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงที่สุดมากที่สุดเป็น 3560 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกมีค่า 0.01 ซึ่งเป็นค่าน้อยมากสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้ อุณหภูมิคูรี (T_c) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของ

เซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz แสดงดังตาราง 4.7

ตาราง 4.7 อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 100 kHz

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ วัดที่ความถี่ 100 kHz			
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	T_c (°C)	ϵ_r	$\tan\delta$
1200	185	2309	0.01
1250	175	3243	0.01
1300	181	3279	0.01
1350	173	3560	0.01
1400	181	3016	0.01

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 500 kHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.39



รูป 4.39 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

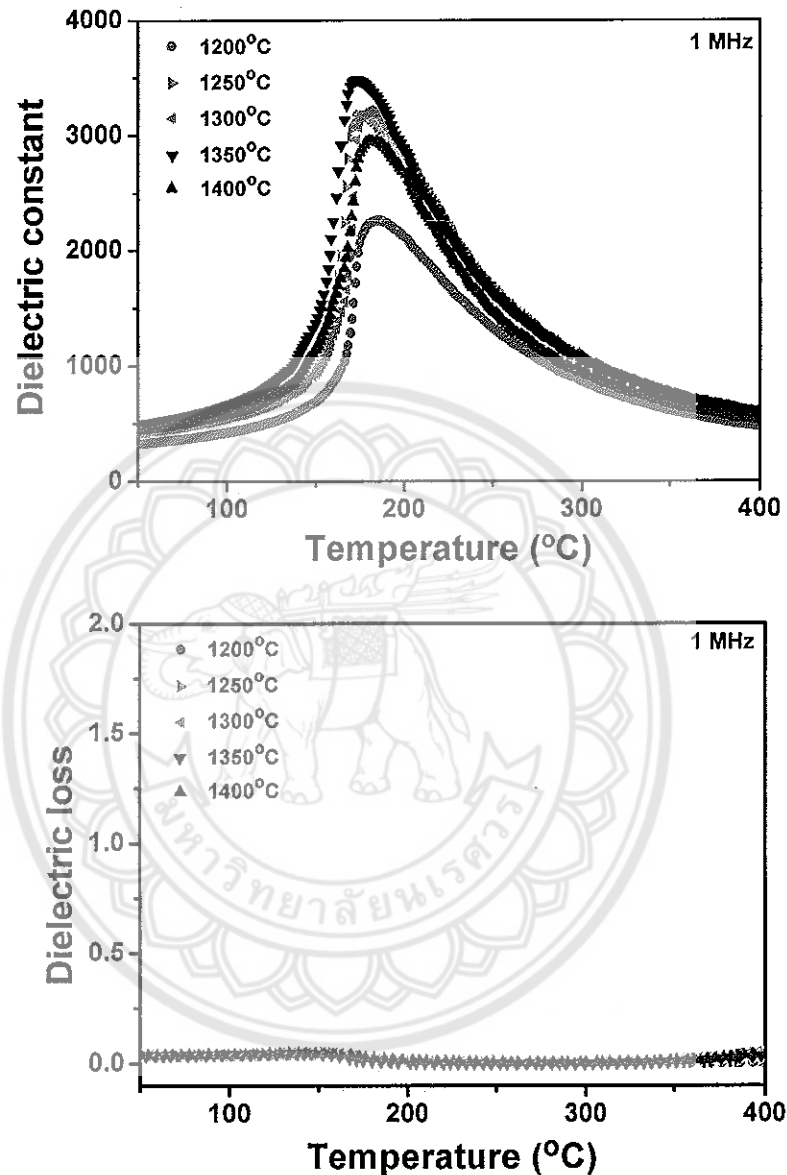
จากรูป 4.39 พบว่าที่ความถี่ 500 kHz นี้ เซรามิก BCT-NBT ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดมากที่สุดเป็น 3511 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกมีค่า 0.01 ซึ่งเป็นค่าน้อยมากสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้ อุณหภูมิคูรี (T_c) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของ

เซรามิก BCT-NBT เพลซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 500 kHz แสดงดังตาราง 4.8

ตาราง 4.8 อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพลซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 500 kHz

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ วัดที่ความถี่ 500 kHz			
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	T_c (°C)	ϵ_r	$\tan\delta$
1200	186	2273	0.02
1250	176	3196	0.02
1300	181	3234	0.02
1350	174	3511	0.01
1400	182	2972	0.02

เมื่อใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 MHz จะให้ผลดังกราฟในรูป 4.40



รูป 4.40 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิ 50–400°C

จากรูป 4.40 พบว่าที่ความถี่ 1 MHz นี้ เซรามิก BCT-NBT ที่เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดมากที่สุดเป็น 3479 และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกมีค่า 0.01 ซึ่งเป็นค่าน้อยมากสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้ อุณหภูมิคูรี (T_c) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ของ

เซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz แสดงดังตาราง 4.9

ตาราง 4.9 อุณหภูมิคูรี ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200–1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดที่ความถี่ 1 MHz

เซรามิก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ วัดที่ความถี่ 1 MHz			
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	T_c (°C)	ϵ_r	$\tan\delta$
1200	186	2250	0.02
1250	176	3166	0.02
1300	181	3205	0.02
1350	174	3479	0.01
1400	182	2944	0.02

จะเห็นได้ว่าเซรามิก BCT-NBT เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดในทุกความถี่ของการวัด ดังรูป 4.36–4.40 และมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกน้อยที่สุดเพียง 0.01 ในทุกความถี่ของการวัด ซึ่งเงื่อนไขนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยเรื่องผลของการเตรียมเซรามิกแบเรียมแคลเซียมไททาเนต-โซเดียมบิสมัทไททาเนต โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์ ได้ทำการเตรียมผงผลึก BCT-NBT ในสูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เปรียบเทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว พบว่าความบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซต์ที่ 900°C ขึ้นไป ขณะที่ผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซต์เป็น 700°C ขึ้นไป โดยใช้เวลาในการเผาเช่นกัน 4 ชั่วโมงเท่ากัน ซึ่งเมื่อเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียวพบว่า สามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ได้ถึง 200°C และเมื่อเผาแคลไซต์ผงผลึก BCT-NBT ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1000°C ขึ้นไป พบว่าผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธี มีเฟสเดตระโกนอลเกิดขึ้น ซึ่งเมื่อนำโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก BCT-NBT ที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมาพิจารณาร่วม พบว่าเงื่อนไขและวิธีเตรียมผงผลึก BCT-NBT ที่เหมาะสม คือ เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยวิธีเกลือหลอมเหลว เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Yun และคณะ [3] พบว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ของ Yun เป็น 1100°C เป็นเวลา 4-5 ชั่วโมง ซึ่งจะเห็นว่าเราสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ผงผลึก BCT-NBT ได้ถึง 100°C และถ้าไม่คำนึงถึงความเป็นเฟสเดตระโกนอล จะสามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ได้ถึง 400°C เมื่อนำผงผลึก BCT-NBT ขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ $1200-1400^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง สามารถสรุปสมบัติต่างๆ ของเซรามิกได้ดังนี้

- เซรามิก BCT-NBT ในสูตร $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ทุกอุณหภูมิซินเตอร์มีเฟสสอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานของ มีเฟสเป็นเดตระโกนอลทั้งหมด สอดคล้องกับเฟสข้อมูลมาตรฐานของ BCT ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 [28]
- เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์สูงขึ้น ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก BCT-NBT มีขนาดใหญ่ขึ้น รอยหักจะเปลี่ยนจากหักตามเกรนเป็นหักผ่านเกรน

- เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์สูงขึ้น ความหนาแน่นของเซรามิกมากขึ้น โดยเซรามิกที่ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350 °C มีความหนาแน่นมากที่สุด
- ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BCT-NBT ที่ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1350 °C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ทุกความถี่ของการวัด และมีค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกน้อยที่สุดในทุกความถี่ของการวัด

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากงานวิจัยนี้ได้พบว่าวิธีการเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลวสามารถลดอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ให้ได้ผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์ได้แล้วยังสามารถลดขนาดของอนุภาคของผงผลึกได้ นักวิจัยสามารถใช้เทคนิคการเตรียมผงผลึกโดยวิธีเกลือหลอมเหลวนี้อในการเตรียมผงผลึกอื่นๆ ได้อีก และวิธีนี้สามารถนำไปใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมได้ ไม่ยุ่งยาก และมีต้นทุนในกระบวนการเตรียมไม่สูงนัก เมื่อเทียบกับวิธีเตรียมผงผลึกโดยวิธีทางเคมีแบบต่างๆ

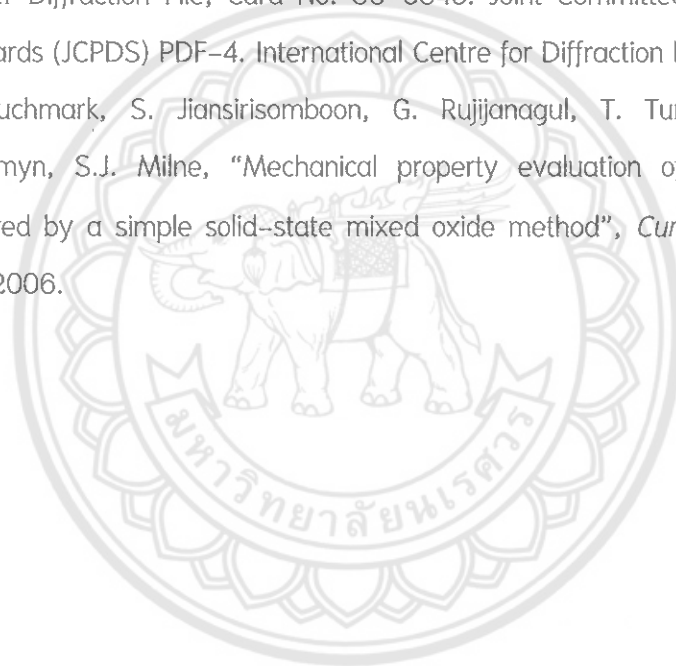


เอกสารอ้างอิง

- [1] Y. Saito, H. Takao, I. Tani, T. Nonoyama, K. Takatori, T. Homma, T. Nagaya and M. Nakamura, "Lead-free piezoceramics", *NATURE*, **432**, 84–87, 2004.
- [2] ปราบกฏการณพีไซอิเล็กทริก. Retrieved January 30, 2019: from <http://archive.lib.cmu.ac.th/>
- [3] S. Yun, X. Wang, J. Shi and D. Xu. "Effects of chemical modification on the structural and electrical properties of $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ ceramics", *Journal of Alloys and Compound*, **485**, 610–615, 2009.
- [4] T. Takenaka, K. Maruyama and K. Sakata. "(Bi,Na)TiO₃–BaTiO₃ system for lead free piezoelectric ceramics", *Jpn. J. Appl. Phys.*, **30**(9B), 2236–2239, 1991.
- [5] B.J. Chu, D.R. Chen, G.R. Li and Q.R. Yin. "Electrical properties of $\text{Na}_{1/2}\text{Bi}_{1/2}\text{TiO}_3$ –BaTiO₃ ceramics", *J. Eur. Ceram. Soc.*, **22**, 2115–2121, 2002.
- [6] Y. Q. Huang, L. F. Gao, Y. Hu, and H. Y. Du., "Compositional effects on the properties of $(1-x)\text{BaTiO}_3$ – $x\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics", *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, **18**(6), 605–609, 2007.
- [7] Y.F. Qu, D. Shan and J.J. Song. "Effect of A-Site substitution on crystal component and dielectric properties in $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics", *Mater. Sci. Eng., B* **121**(1–2), 148–151, 2005.
- [8] J. Suchanicz, J. Kusz, H. Bohm, H. Duda, J.P. Mercurio and K. Konieczny. "Structural and dielectric properties of $(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{TiO}_3$ ceramics", *J. Eur. Ceram. Soc.*, **23**, 1559–1564, 2003.
- [9] J.R. Gomah–Pettry, A.N. Salak, P. Marchet, V.M. Ferreira and J.P. Mercurio. "Ferroelectric relaxor behavior of $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ – SrTiO_3 ceramics", *Phys. Stat. Sol. (b)*, **241**, 1949–1956, 2004.
- [10] K. Sakata, T. Takenaka and Y. Naitou. "Synthesis and properties of $[\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{Ag}_x)_{0.5}]_{1-y}\text{Ba}_y\text{TiO}_3$ ", *Ferroelectrics*, **131**(1), 219–226, 1992.
- [11] S. Shanmuga Sundari, Binay Kumar, K. Asokan, R. Dhanasekaran "Effect of SHI irradiation on NBT–BT ceramics: Transformation of relaxor ferroelectric nature", *Applied Surface Science*, **265**, 296–301, 2013.

- [12] C. Warangkanagool. "Reducing Temperature for Preparation 0.7BT–0.3BNT Ceramic Powders", *Naresuan University Journal: Science and Technology*, **23**(2), 79–85, 2015.
- [13] D.L. Hankey and J.V. Biggers, "Solid–State Reaction in the System PbO–TiO₂–ZrO₂", *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**: c172–c173, 1981.
- [14] A.J. Moulson and J.M. Herrbert. *Electroceramics: Material, Properties and Applications*, 2003; (2nd ed.), John Wiley and Sons Ltd, West Sussex, England.
- [15] รัตติกร ยี่มนิรันดร, เอกสารประกอบการสอนวิชาคุณลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุ, 2545, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่: เชียงใหม่.
- [16] J.F. Dorrian, R.E. Newnham, D.K. Smith, M.I. Kay, "Crystal structure of Bi₄Ti₃O₁₂", *Ferroelectric*, **3**, 17–27, 1971.
- [17] S.H. Cho and J.B. Biggers, "Characterization and Sintering of Lead Zirconate Titanate Powders", *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**, 743–746, 1983.
- [18] J. Zhu, X. B. Chen, J.H. He and J.C. Shen, "Raman scattering investigations on lanthanum–doped Bi₄Ti₃O₁₂–SrBi₄Ti₄O₁₅ intergrowth ferroelectrics", *J. Solid State Chem.*, **178**, 2832–2837, 2005.
- [19] รัชฎาภรณ์ เตชะอ้าย, "การศึกษาสสมบัติ และโครงสร้างจุลภาคของบิสมัทโซเดียมทิตาเนต", *การค้นคว้าอิสระวิทยาศาสตร์บัณฑิต (วัสดุศาสตร์)*, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2546.
- [20] I. P. Pronin, P. P. Syrnikov, V. A. Egorov, N. V. Zaitseva and A. F. Jaffe, "Peculiarities of phase transitions in sodium–bismuth titanate", *Ferroelectrics*, **25**, 395–397, 1980.
- [21] C. Peng, J.F. Li and W. Gong. "Preparation and properties of (Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO₃–Ba(Ti,Zr)O₃ lead–free piezoelectric ceramics", *Materials Letters*, **59**(12), (2005), 1576–1580.
- [22] F. Bortolani and R.A. Dorey, "Molten salt synthesis of PZT powder for direct write inks", *Journal of the European Ceramic Society*, **30**(10), 2073–2079, 2010.
- [23] Z. Cai, X. Xing, L. Li and Y. Xu, "Molten salt synthesis of lead lanthanum zirconate titanate ceramic powders". *Journal of Alloys and Compounds*, **454**(1–2), 466–470, 2008.
- [24] S. Zhao, Q. Li, L. Wang and Y. Zhang, "Molten salt synthesis of lead lanthanum zirconate titanate stannate powders and ceramics", *Materials Letters*, **60**(3), 425–430, 2006.

- [25] S.L. Swart and T.R. Shrout, "Fabrication of Perovskite Lead Magnesium Niobate", *Materials Research Bulletin*, **17**, 1245–1250, 1982.
- [26] E.J. Kramer, P. Haasen and R. Cahn, *Materials Science and Technology*. New York: VCH, 1992.
- [27] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการ ทำงานเบื้องต้น*, กรุงเทพฯ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
- [28] Powder Diffraction File, Card No. 81-0042. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.
- [29] Powder Diffraction File, Card No. 36-0340. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.
- [30] C. Puchmark, S. Jiansirisomboon, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, N. Vittayakorn, T. Comyn, S.J. Milne, "Mechanical property evaluation of PZT/Al₂O₃ composites prepared by a simple solid-state mixed oxide method", *Curr. Appl. Phys.*, **6**, 323–326, 2006.



Output ที่ได้จากโครงการ

1. ตีพิมพ์ใน Proceedings การประชุมวิชาการระดับชาติ พะเยาวิจัยครั้งที่ 7

Chompoonuch Warangkanagool. Synthesis BCT-NBT powders by molten salt method compared with conventional mixed oxide method. Proceedings the 7th Phayao Research Conference, 25–26 January 2018, University of Phayao, 647–654.

2. ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

Chompoonuch Warangkanagool. Physical, dielectric properties and micro-hardness of the $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ceramics prepared by molten salt method. Solid State Phenomena 2018; vol. 238, 132–139.







PROCEEDINGS

7th PHAYAO RESEARCH
CONFERENCE

รายงานสืบเนื่องจากการ
ประชุมทางวิชาการระดับชาติ

พะเยาวิจัยครั้งที่ 7

25-26 มกราคม 2561

ณ หอประชุมพญางำเมือง
มหาวิทยาลัยพะเยา

ISBN : 978-616-7820-58-3



การสังเคราะห์ผงผลึก BCT-NBT โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเปรียบเทียบกับวิธีมิถอกซ์ ออกไซด์แบบดั้งเดิม

Synthesis BCT-NBT powders by molten salt method compared with conventional mixed oxide method

ชมพูนุช วรวงคณากุล^{1,2*}

Chompoonuch Warangkanagool^{1,2*}

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ศึกษาโครงสร้างเฟส และโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Nb}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ หรือ BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลวเปรียบเทียบกับวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม โดยการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ผงผลึก BCT-NBT ตั้งแต่ 500 ถึง 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว) และตั้งแต่ 700 ถึง 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ที่สังเคราะห์โดยวิธีมิถอกซ์ออกไซด์) ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ที่ทำให้ผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม คือ ณ อุณหภูมิ 700 และ 850 องศาเซลเซียสตามลำดับ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) นำไปหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยจากภาพถ่าย SEM พบว่าอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมทั้งสองวิธีนั้น มีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว ณ อุณหภูมิแคลไซน์ 700-900 องศาเซลเซียส อยู่ในช่วง 0.10-0.15 ไมโครเมตร ขณะที่ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีมิถอกซ์ออกไซด์ ณ อุณหภูมิแคลไซน์ 800-900 องศาเซลเซียส อยู่ในช่วง 0.24-0.29 ไมโครเมตร การเตรียมผงผลึกด้วยวิธีเกลือหลอมเหลวจะได้อนุภาคของผงผลึกมีขนาดเล็กกว่า การเตรียมผงผลึกด้วยวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิมเพียงอย่างเดียว

คำสำคัญ: การสังเคราะห์, ผงผลึก BCT-NBT, วิธีเกลือหลอมเหลว, วิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม

¹ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ จังหวัด พิษณุโลก 65000

² สถาบันวิจัยเพื่อความเป็นเลิศทางวิชาการด้านฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ จังหวัด พิษณุโลก 65000

¹ Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok Province, 65000

² Research Center for Academic Excellent In Applied Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok Province.

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



Abstract

In this research, the phase structure and microstructure of $(\text{Ba}_{0.99}\text{Ca}_{0.10})_{0.99}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ or BCT-NBT powders synthesis by molten salt methods compared with conventional mixed oxide method were investigated. These powders were various calcination temperatures from 500 to 900 °C for 4h (molten salt method) and from 700–900 °C for 4h (mixed oxide method). The phase structure was examined by x-ray diffraction (XRD). It was found that, the optimum calcination temperature of BCT-NBT powders synthesis by molten salt and conventional mixed oxide method were found at 700 and 850 °C, respectively. The microstructure was examined by scanning electron microscopy (SEM) and measurement the average particle sizes from SEM micrographs. The results showed that the particles of BCT-NBT powders with both methods are rounded and agglomerated. The average particle sizes of BCT-NBT powders synthesis by molten salt method at 700–900 °C were between 0.10 to 0.15 μm while the average particle sizes of BCT-NBT powders synthesis by molten salt method at 800–900 °C were between 0.24 to 0.29 μm . The average particle sizes of BCT-NBT powders synthesis by molten salt method are smaller than sizes of BCT-NBT powders by conventional mixed oxide method.

Keywords: synthesis, BCT-NBT powders, molten salt method, conventional mixed oxide

บทนำ

เซรามิกในระบบโซเดียมบิสมาทไททาเนต (NBT) เป็นเซรามิกที่ไม่มีสารตะกั่ว และแสดงสมบัติไดอิเล็กทริกที่ดี สามารถนำมาใช้แทนเซรามิกที่มีส่วนผสมของตะกั่วเป็นหลักได้ มีอุณหภูมิคูรี (T_c) ประมาณ 320 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างสูงพอที่จะสามารถใช้สารนี้ที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิต่ำกว่า T_c ได้ ระบบผลึกของ NBT เป็นแบบรอมโบฮีดรอล ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก แต่เมื่ออุณหภูมิสูงซึ่งระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นแบบเตตระโกนอลและผลึกแบบลูกบาศก์ ซึ่งจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้า เช่นกัน โดยที่จะมีการเปลี่ยนไปเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก และพาราอิเล็กทริก [1,7,13] วัสดุเซรามิก NBT บริสุทธิ์มีค่าสนามไฟฟ้าลบล้างที่สูงถึง 7.3 กิโลโวลต์/มิลลิเมตร และมีสภาพนำไฟฟ้าสูงเป็นสาเหตุของปัญหาในการจัดทำขั้ว เพื่อแก้ไขปัญหานี้จึงมุ่งเน้นการวิจัยไปที่การเตรียมเซรามิก 2 ระบบที่มี NBT เป็นองค์ประกอบ เช่น NBT-BaTiO₃ [2,4,6,9,11] NBT-SrTiO₃ [3] เป็นต้น

สำหรับแบเรียมแคลเซียมไททาเนต (BCT) ก็เป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกอีกตัวหนึ่งที่มีแบเรียมไททาเนตเป็นวัสดุฐานที่ไม่มีสารตะกั่วมีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ (ABO₃) มีสมบัติไดอิเล็กทริกและสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดี เนื่องจากองค์ประกอบทางเคมีของ BaTiO₃ มีความเสถียรสูง ทำให้ง่ายต่อการเผาแคลไซน์ โดยมีความแม่นยำทางองค์ประกอบเคมีที่ดี โดยทั่วไปนั้นจะเติมสารแคลเซียมคาร์บอเนต เพื่อช่วยในการเพิ่มช่วงอุณหภูมิเสถียรของเฟสเตตระโกนอล [8,12]

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาการสังเคราะห์ผลึกใน 2 ระบบ ของแบเรียมแคลเซียมไททาเนตกับโซเดียมบิสมาทไททาเนต ในสูตร $(\text{Ba}_{0.99}\text{Ca}_{0.10})_{0.99}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ หรือเขียนย่อๆ ว่า BCT-NBT โดยใช้วิธีเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลวเทียบกับแบบฉีดออกไซด์ เพื่อศึกษาโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึก BCT-NBT ทั้งสองวิธี



วัสดุอุปกรณ์และวิธีการศึกษา

นำสารตั้งต้นแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) และบิสมีทออกไซด์ (Bi_2O_3) โดยคำนวณ และไปซึ่งตามปริมาณสารสัมพันธ์ ทำการบดผสมเปียกโดยใช้ลูกบดอียเทีย-เซอร์โคเนียเป็นตัวบด และใช้เอทิลแอลกอฮอล์เป็นตัวช่วยกระจายตัวของอนุภาคเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นห่าแห้งและคัดขนาด เรียกผงที่ได้นี้ว่าเป็นผงผสม BCT-NBT นำผงผสม BCT-NBT ที่ได้แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกนำผงผสม BCT-NBT ที่ห่าแห้งและคัดขนาดแล้วไปผสมกับผงเกลือผสม (ผงเกลือผสมเตรียมโดยการบดผสมเกลือ NaCl และ เกลือ KCl ในสัดส่วน 1:1 โดยโมล) จากนั้นบดผสมผงเกลือผสมและผงผสม BCT-NBT ในสัดส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที หลังการเผาแคลไซน์ทำการแยกเกลือออกจากผงผลึก BCT-NBT ด้วยการล้างด้วยน้ำร้อนที่ปราศจากไอออน เทน้ำที่ล้างเกลือออก แล้วล้างซ้ำด้วยน้ำร้อนที่ปราศจากไอออน อีกจนคลอไรด์ไอออนหมด (ทดสอบว่าไม่มีคลอไรด์ไอออนเหลืออยู่ โดยการหยดสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดลงในน้ำที่ล้างเกลือที่เททิ้ง จนกระทั่งสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำล้างเกลือที่เททิ้งแล้ว จึงแน่ใจว่าไม่มีคลอไรด์ไอออนเหลืออยู่) แล้วทำให้แห้ง เรียกวิธีการนี้ว่าการเตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว ส่วนที่ 2 นำผงผสม BCT-NBT ที่ห่าแห้งแล้วไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 750, 800, 850 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที เรียกการเตรียมส่วนนี้ว่าการเตรียมด้วยวิธีฝึกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม นำผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมได้ทั้งสองวิธี ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณหาค่าความบริสุทธิ์ของผงผลึกที่ได้โดยใช้สมการที่ (1) [10]

$$\text{ร้อยละความบริสุทธิ์ (\%)} = \frac{I_p}{(I_p + I_s)} \times 100 \quad (1)$$

โดยที่

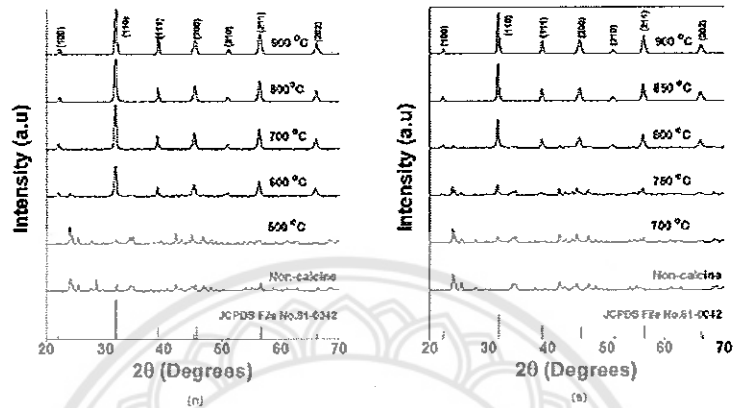
I_p แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก

I_s แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสแปลกปลอม

นำผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์ได้จากทั้งสองวิธี ตรวจสอบลักษณะรูปร่าง หรือโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) นำข้อมูลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมาคำนวณหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยด้วยโปรแกรมอิมเมจ



ผลการศึกษา



ภาพที่ 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT เเผาแคลไซน์นาน 4 ชั่วโมง (ก) วิธีเตรียมแบบเกลือหลอมเหลว ณ อุณหภูมิ 500–900 องศาเซลเซียส (ข) วิธีเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม ณ อุณหภูมิ 700–900 องศาเซลเซียส

นำผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว เเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม เเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 750, 800, 850 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ได้ผลดังภาพที่ 1 (ก) และ 1 (ข) ตามลำดับ

จากภาพที่ 1 (ก) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับผงผสม BCT-NBT ที่ยังไม่ได้เผาแคลไซน์ และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 600 องศาเซลเซียส พบว่ามีการก่อตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT มากขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 700 องศาเซลเซียส พบว่าผงผลึก BCT-NBT มีเฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด เทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึกในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 [5] และจากภาพ 1(ข) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก BCT-NBT ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700 และ 750 องศาเซลเซียส นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับผงผสม BCT-NBT ที่ยังไม่ได้เผาแคลไซน์ และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 800 องศาเซลเซียส พบว่ามีการก่อตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก BCT-NBT มากขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 850 องศาเซลเซียส พบว่าผงผลึก BCT-NBT มีเฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด เทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึกในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 81-0042 [5]

จะเห็นได้ชัดว่า การสังเคราะห์ผงผลึก BCT-NBT ด้วยวิธีเกลือหลอมเหลวมีอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่ำกว่าการสังเคราะห์ผงผลึกชนิดเดียวกันด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม เนื่องจากเกลือผสมที่ใส่ลงไปในช่วงอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ หรือเรียกว่าฟลักซ์ (flux) โดยเกลือผสมที่ใส่ลงไปนั้นจะไปช่วยลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ ทำให้ผงผลึกดังกล่าวได้รับความร้อนมากกว่าความร้อนที่ได้จากการเผาแคลไซน์ จึงทำให้ผงผสม BCT-NBT มีความ

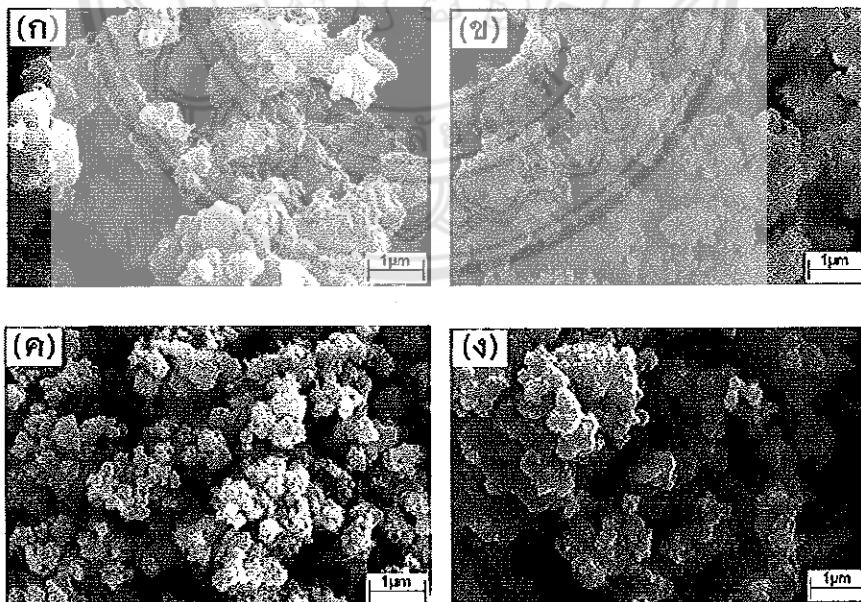


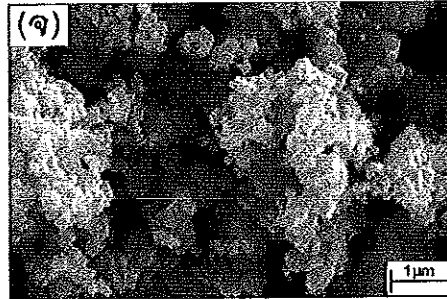
บริสุทธิ์โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่าวิธีที่มิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม เมื่อคำนวณหาความบริสุทธิ์ของผงเหล็กเซรามิก BCT-NBT ตามสมการที่ (1) โดยวิธีของ Swart และ Shroot [12] จากการเตรียมทั้งสองวิธี จะได้ร้อยละความบริสุทธิ์ ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงเหล็ก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว เทียบกับวิธีที่มิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม

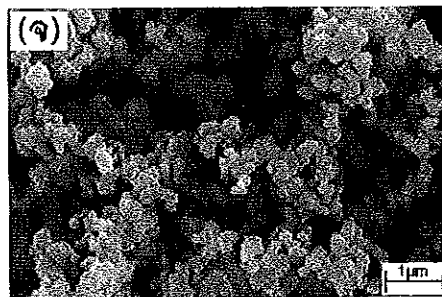
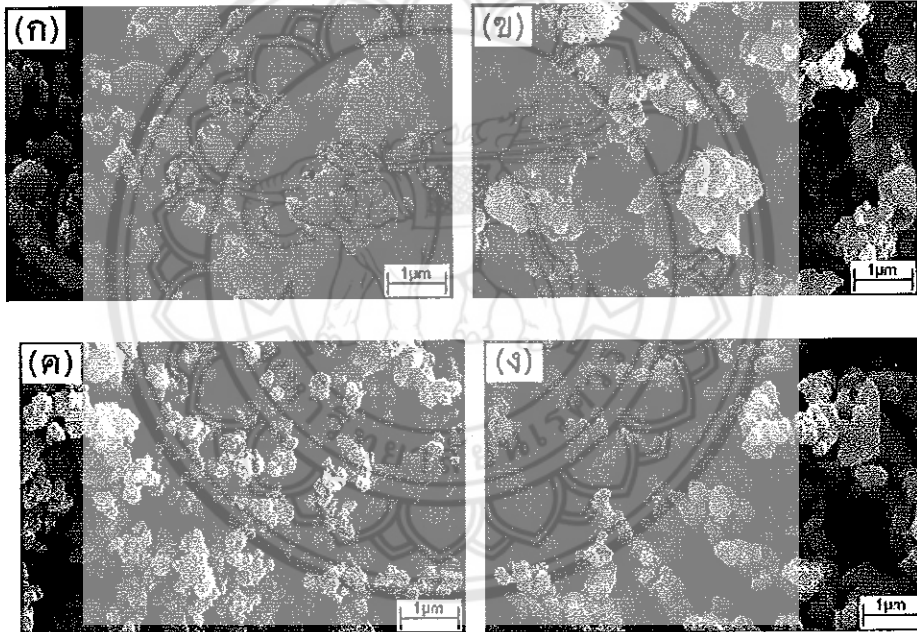
อุณหภูมิแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงเหล็ก BCT-NBT (%)	
	วิธีเกลือหลอมเหลว	วิธีที่มิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม
500	34.7	-
600	87.5	-
700	100	33.5
750	-	35
800	100	86
850	-	100
900	100	100

นำผงเหล็ก BCT-NBT ที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธี มาศึกษาลักษณะรูปร่าง หรือโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ได้ผลดังภาพที่ 2 และภาพที่ 3 เมื่อหาขนาดเฉลี่ยของอนุภาคของผงเหล็กทั้งสองวิธี จะได้ดังตารางที่ 2





ภาพที่ 2 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมเหลว เคาแคลไชน์ ณ อุณหภูมิ 500-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



ภาพที่ 3 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ แบบดั้งเดิม เคาแคลไชน์ ณ อุณหภูมิ 700-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



จากภาพที่ 3(ก) - 3(จ) ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก BCT-NBT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 750, 800, 850 และ 900 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก BCT-NBT เมื่อทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700-750 องศาเซลเซียส ลักษณะของผงผลึกไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนเล็กผสมก้อนใหญ่ซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผลกันอยู่อย่างชัดเจน เนื่องจากความร้อนที่ใช้ในการเผาแคลไซน์นั้นยังสูงไม่เพียงพอที่จะทำให้ผงผสมนั้นเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 800 องศาเซลเซียส ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์แล้ว มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม และขนาดของอนุภาคมีขนาดเสถียรสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นขนาดอนุภาคของผงผลึกมีแนวโน้มใหญ่ขึ้นแต่ก็ใกล้เคียงกัน ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว เทียบกับวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม

อุณหภูมิแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BCT-NBT (ไมโครเมตร)	
	วิธีเกลือหลอมเหลว	วิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม
700	0.10 ± 0.03	-
800	0.12 ± 0.02	0.24 ± 0.05
850	-	0.28 ± 0.06
900	0.15 ± 0.04	0.29 ± 0.06

จากข้อมูล XRD ในภาพที่ 1 และข้อมูล SEM ในภาพที่ 2 และ 3 พบว่าผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม สามารถหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลวคือที่อุณหภูมิแคลไซน์ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ผงผลึก BCT-NBT โดยวิธีมิถอกซ์ออกไซด์คือ ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์นี้ต่ำกว่าผลการทดลองของ Yun และคณะ [13] ที่ได้ทำการเตรียมเซรามิกในระบบ BCT-NBT โดยวิธีมิถอกซ์ออกไซด์เช่นเดียวกัน

วิจารณ์และสรุปผล

การสังเคราะห์ผงผลึก BCT-NBT โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม ให้ความมีประสิทธิภาพที่ดีโดยเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ให้ได้ผงผลึก BCT-NBT ทั้งสองวิธีอยู่ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตามลำดับ ดังนั้นการเตรียมผงผลึก BCT-NBT โดยวิธีเกลือหลอมเหลวสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก BCT-NBT ได้ถึง 150 องศาเซลเซียส โดยผงผลึก BCT-NBT ที่สังเคราะห์โดยวิธีเกลือหลอมเหลวจะมีขนาดเล็กกว่าผงผลึก BCT-NBT ที่เตรียมโดยวิธีมิถอกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม



กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณมหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ได้อุดหนุนทุนวิจัย ปีงบประมาณแผ่นดิน 2561 ขอขอบคุณศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร. ทวี ตันตศิริ และศาสตราจารย์ ดร.กอบวุฒิ รุจิจนากุล ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่อำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการ และภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่อำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการเช่นกัน

เอกสารอ้างอิง

1. จันทร์ชัย หึงประยูร. (2560). พิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric). ได้จาก: <https://sites.google.com/site/550305161111pongatornhun/pheiy-so-xi-lek-thrikh-piezoelectric> April 30 2017. สืบค้นเมื่อ 30 เมษายน 2560.
2. Chu B.J., Chen D.R., Li G.R., Yin Q.R. (2002). Electrical properties of $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 22, 2115-2121.
3. Gomah-Pettry J.R., Salak A.N., Marchet P., Ferreira V.M., Mercurio J.P. (2004). Ferroelectric relaxor behavior of $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-SrTiO}_3$ ceramics. *Phys. Stat. Sol. (b)*, 241, 1949-1956.
4. Huang Y.Q., Gao L.F., Hu Y., Du H.Y. (2007). Compositional effects on the properties of $(1-x)\text{BaTiO}_3\text{-xBi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics. *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, 18(6), 605-609.
5. Powder Diffraction File. (2000). Card No. 81-0042. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD).
6. Qu Y.F., Shan D., Song J.J. (2005). Effect of A-Site substitution on crystal component and dielectric properties in $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics. *Mater. Sci. Eng., B* 121(1-2), 146-151.
7. Saito Y., Takao H., Tani I., Nonoyama T., Takatori K., Homma T., Nagaya T., Nakamura M. (2004). Lead-free piezoceramics. *NATURE*, 432, 84-87.
8. Shanmuga Sundari S., Binay K., Asokan K., Dhanasekaran R. (2013). Effect of SHI irradiation on NBT-BT ceramics: Transformation of relaxor ferroelectric nature. *Appl Surf Sci*, 265, 296-301.
9. Suchanicz J., Kusz J., Bohm H., Duda H., Mercurio J.P., Konieczny K. (2003). Structural and dielectric properties of $(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{TiO}_3$ ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23, 1559-1564.
10. Swart, S.L., Shroat T.R. (1982). Fabrication of perovskite lead magnesium niobate. *Water Res Bull.*, 17, 1245-50.
11. Takenaka T., Maruyama K., Sakata K. (1991). $(\text{Bi,Na})\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ system for lead free piezoelectric ceramics. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 30(9B), 2236-2239.
12. Warongkanagool C. (2015). Reducing temperature for preparation 0.7BT-0.3BNT ceramic powders. *NUJST*, 23(2), 79-85.
13. Yun S., Wang X., Shi J., Xu D. (2009). Effects of chemical modification on the structural and electrical properties of $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ ceramics. *J. Alloy Compd.*, 485, 610-615.

Physical, Dielectric Properties and Micro-Hardness of the $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ Ceramics Prepared by Molten Salt Method

Chompoonuch Warangkanagool^{1,2,*}

¹Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, Thailand.

²Research Center for Academic Excellent in Applied Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand.

*chompoonuchp@nu.ac.th

Keywords: $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ ceramics; molten salt method; micro-hardness; dielectric properties.

Abstract. In this study, the physical properties, dielectric properties, and micro-hardness of $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ or BCT-NBT ceramics prepared by molten salt method with various sintering temperatures were investigated. The powders were calcined at 500-1100°C for 4 h with heating rate of 5°C/min. It was found that the optimum calcination condition was 1000°C for 4 h. These powders were pressed and sintered at 1200-1400°C for 3 h with a heating rate of 5°C/min. The microstructure was examined by scanning electron microscope (SEM). The density of the sintered samples was measured by Archimedes method with distilled water as the fluid medium. Dielectric properties were examined by LCR meter. The micro-hardness of the BCT-NBT ceramics was determined using the Vickers and Knoop indentation techniques. The results showed that the average grain sizes increased with increasing sintering temperatures. At sintering temperatures higher than 1200°C, the fracture mode changed from partial intra-granular to mainly intra-granular. The sintering temperature at which the density, dielectric and hardness properties were maximal was 1350°C. The highest density was about 5.4 g/cm³, and the Vickers and Knoop micro-hardnesses were 6.6 and 6.4 GPa, respectively. The dielectric constant at the Curie temperature was 3682 and the dielectric loss was 0.01 at 1 kHz frequency.

Introduction

At present, barium calcium titanate $(\text{Ba,Ca})\text{TiO}_3$ or BCT [1-4] is widely used in electrical material applications. In addition, these materials are attractive as ceramic capacitors in which the temperature dependence and reliability of the dielectric properties of BT has been improved [3, 5]. Sodium bismuth titanate $(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3)$ or NBT with two structural phase transitions from ferroelectric rhombohedral phase to tetragonal (200-350°C) has been considered to be a good candidate for lead-free piezoelectric ceramic due to its relatively large polarization (38 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$) [6]. However, its high coercive field, $E_c = 7.3\text{ kV}/\text{mm}$, and high conductivity causes problems during the poling process [7]. To improve the properties of NBT, more researches have focused on NBT-based solid solutions such as BNT-BaTiO₃ [8-12], BNT-SrTiO₃ [13].

A recent study from Yun *et al.* exhibited a dramatic reduction of E_c to 25 kV/cm in $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})_{0.10}\text{TiO}_3$ by solid state reaction method. Although the solid state reaction is relatively easy to prepare, it requires high calcining temperature, which causes large particle size. The molten salt method, on the other hand, has various advantages including (1) increasing the reaction rate and lowering the reaction temperature, (2) improving the degree of homogeneity (the distribution of constituent elements in the solid solution). Therefore, by using the powder from the molten salt process which has grains of submicrometer size and a low degree of agglomeration, a good sintered compact ceramic could be obtained [14]. Thus, in this study, a new composition of BaTiO₃-based lead-free ceramics, $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ (BCT-NBT), was prepared by the molten salt method, and the crystal structure, dielectric and micro-hardness of the BCT-NBT ceramics were systematically investigated.

Experimental Procedure

$(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ or BCT-NBT ceramics were prepared by the molten salt method. The starting raw materials of BaCO_3 (~99.0%), CaCO_3 (~98.0%), Na_2CO_3 (99.5%), Bi_2O_3 (98.0%), and TiO_2 (~99.0%) were mixed in ethanol medium for 24 h. The slurry was dried and ground to powder for mixing with equal quantities of mixed molten salt [NaCl (~99.5%) and KCl (~99.0%) in a molar ratio of 1:1 mixed by hand-grinding for 20 min]. The mixture powders and mixture salts were mixed by hand-grinding at a 1:1 weight ratio and calcined at 500-1100°C for 4 h with heating rate 5°C/min. The product was washed with distilled water many times. The remaining salt was washed with hot de-ionized water until no free chloride ions were detected by silver nitrate solution. X-ray diffraction analysis of the powders was performed using a diffractometer with $\text{Cu K}\alpha$ for finding the optimum temperature for calcining powders in this research. The calcined powders of the BCT-NBT were ball milled with 1% PVA in ethanol for 12 h using the same method as mentioned earlier. The slurry was dried, sieved and pressed into a disc shape and sintered at 1200, 1250, 1300, 1350 and 1400°C for 3 h with heating rate of 5°C/min. The sintered pellets were checked for phase formation by X-ray diffraction. The microstructure was examined by scanning electron microscopy. The average grain size distribution was checked by linear intercept method from SEM micrograph. Bulk densities of the sintered ceramics were measured by the Archimedes method with distilled water as the fluid medium. The Vickers micro-hardness of these ceramics was investigated by Vickers micro-hardness tester. Indentations were applied on the polished surfaces of the BCT-NBT ceramics. The applied loads were in the range of 500 g with an indentation period of 15 s. Silver electrodes were fired on the top and bottom surfaces of the samples for subsequent measurement of dielectric properties. Dielectric properties at 1 kHz frequency were measured as a function of temperature by an LCR meter.

Results and Discussion

Fig. 1 shows the XRD patterns of the BCT-NBT powders calcined at 500-1100°C for 4 h. At the calcination temperatures starting from 700°C, a pure phase of BCT-NBT was detected. The phase analysis was carried out based on the Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) file number 81-0042 and 36-0340 [15,16]. The tetragonal phase appeared at higher calcination temperature (1000 and 1100°C). The optimum calcination temperature in this research was found to be 1000°C for 4 h compared with the report of Yun *et al.* [7], which calcined the powder at 1100°C for 4-5 h. In this study, the calcination temperature was reduced by up to 100°C and, regardless of the tetragonal phase structure, we can decrease the calcination temperature by up to 400°C.

Fig. 2 shows the XRD patterns of the BCT-NBT ceramics sintered at 1200-1400°C for 3 h. All XRD patterns display a tetragonal structure. These patterns could be matched with a JCPDS file number 81-0042 [15]. The XRD patterns of the $(\text{Ba}_{0.90}\text{Ca}_{0.10})_{0.90}(\text{Na}_{0.50}\text{Bi}_{0.50})_{0.10}\text{TiO}_3$ composition agreed with that of Yun *et al.* [7]. The impurity phases of CaBi_2O_4 and $\text{Ca}_3\text{Bi}_8\text{O}_{15}$ were found in samples sintered at 1350 and 1400°C. The impurity phases were re-examined in microstructure with SEM.

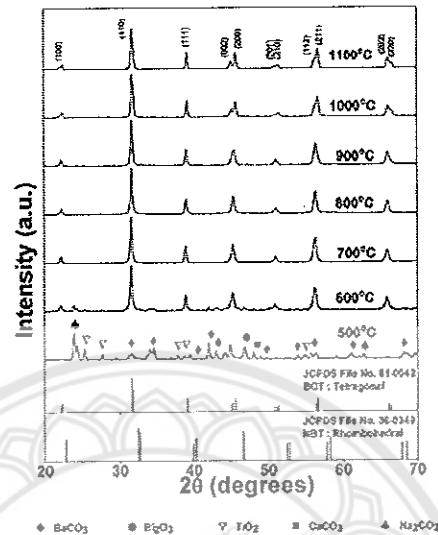


Fig. 1 XRD patterns of BCT-NBT powders calcined at 500-1100°C for 4 h.

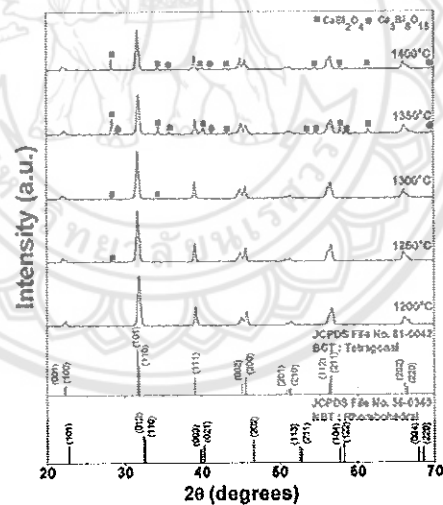


Fig. 2 XRD patterns of BCT-NBT ceramics sintered at 1200-1400°C for 3 h.

Fig. 3 shows the SEM micrographs of surface and fracture of the BCT-NBT ceramics sintered at 1200-1400°C for 3 h. It was found that the microstructures of the BCT-NBT ceramics sintered at 1200-1300°C had a monophasic constitution with uniformly packed parallelogram shaped grains. When the sintering temperature was higher than 1300°C the microstructures of the samples exhibited mixed large grains as shown in Fig. 3(g, i). The surface of the BCT-NBT ceramic sintered at 1200°C was very porous and this fracture surface exhibited a partial intra-granular fracture mode (Fig. 3(a, b)). The porosity decreased with increasing sintering temperature up to 1350°C (Fig. 3(c, e, g)) and then the porosity began to reappear when the sintering temperature was 1400°C (Fig. 3(i)). The fracture mode changed to mainly intra-granular for the sample sintered at 1350°C, indicating that the impurity phase particles reinforced the BCT-NBT grain boundaries [17]. However, the fracture mode became intra-granular with partial inter-granular cleavage for the

sample sintered at 1400°C. The reasons for this changeover may be linked to the decrease in density when the sintering temperature increased from 1350 to 1400°C.

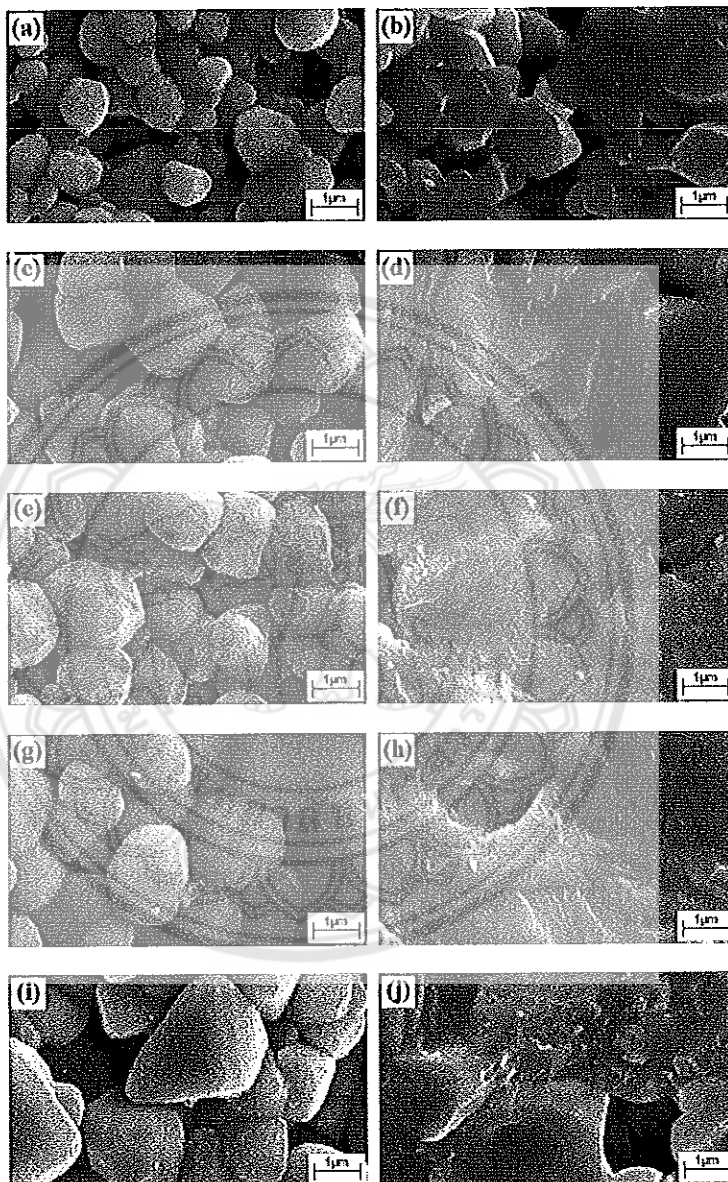


Fig. 3 SEM photographs of surface and fracture of BCT-NBT ceramics sintered at: (a, b) 1200, (c, d) 1250, (e, f) 1300, (g, h) 1350 and (i, j) 1400°C for 3 h.

The density and average grain size of the BCT-NBT ceramics were plotted as a function of sintering temperature as shown in Fig. 4. The density was in the range of 4.6-5.4 g/cm³. The highest density was found in the BCT-NBT ceramic sintered at 1350°C, which corresponds well to the SEM results [Fig. 3 (g, h)] in which a highly dense grain-packing was observed. The average grain size increased with increasing temperature as shown in Fig. 4. Impurity phases have little or no effect on the density. However, the observed decrease in density of the BCT-NBT ceramic sintered at

1400°C may be due to the sintering temperature that is higher than the optimum temperature, thus leading to a formation of open and closed porosity as shown in Fig. 4(i) and 4(j).

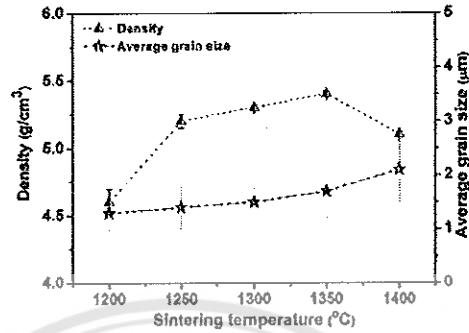


Fig. 4 The density and average grain size of BCT-NBT ceramics sintered at 1200-1400°C for 3 h.

The micro-hardness of the BCT-NBT ceramics was measured using a Vickers and Knoop micro-hardness tester. OM photographs of the Vickers and Knoop micro-hardness prints are shown in Fig. 5. The Vickers micro-hardness values of the BCT-NBT ceramics are shown in Table 1. The highest Vickers and Knoop micro-hardness values were found in the sample sintered at 1350°C. The OM photographs of the Vickers and Knoop micro-hardness prints of the lowest values of BCT-NBT ceramic sintered at 1200°C compared with Fig. 3(b) showed fracture surface of partial intra-granular fracture mode. And OM photographs of Vickers and Knoop micro-hardness prints of the highest values of BCT-NBT ceramic sintered at 1350°C compared with Fig. 3(h) showed fracture surface of intra-granular mode. This result confirmed that the improvement in the Vickers and Knoop micro-hardness could be related to the change in fracture mode from partial intra-granular to mainly intra-granular as shown in Fig. 3(b) and 3(h), respectively [17-19]. The result from our study is consistent with Yuan *et al.* [20], which reported the increase in hardness with increasing density.

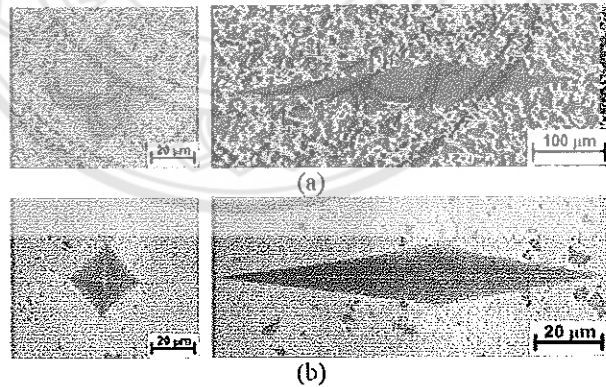


Fig. 5 Optical micrographs of Vickers and Knoop micro-hardness prints of BCT-NBT ceramics sintered at: (a) 1200°C (b) 1350°C.

Table 1 Vickers and Knoop micro-hardness of BCT-NBT ceramics.

Sintering temperature (°C)	Vickers hardness (GPa)	Knoop hardness (GPa)
1200	2.3 ± 0.15	2.0 ± 0.07
1250	5.0 ± 0.15	5.4 ± 0.17
1300	6.0 ± 0.25	6.0 ± 0.18
1350	6.6 ± 0.22	6.4 ± 0.23
1400	5.5 ± 0.24	5.7 ± 0.30

The temperature dependences of the dielectric constant and dielectric loss of the BCT-NBT ceramics at various sintering temperatures with 1 kHz frequency at Curie temperature and room temperature were studied as shown in Table 2 and plotted in Fig. 6. The dielectric loss at room temperature of the ceramics sintered at 1200°C (0.45) and 1400°C (0.18) are significantly higher than that of other sintering temperatures. This could be attributed to a lower density and higher porosity of ceramics sintered at those two sintering temperatures. The maximum dielectric constant at the phase transition temperature was 3682, while Yun *et al.* [7] reported the maximum values of the dielectric constant at the phase transition temperature to be approximately 3500. In the present work, the dielectric constant at the Curie temperature increased with increasing sintering temperature up to 1350°C and then decreased at sintering temperature of 1400°C. It can be noted that the dielectric results at the Curie temperature corresponded well with the density results. Generally, higher density samples give rise to improved dielectric properties [21-23].

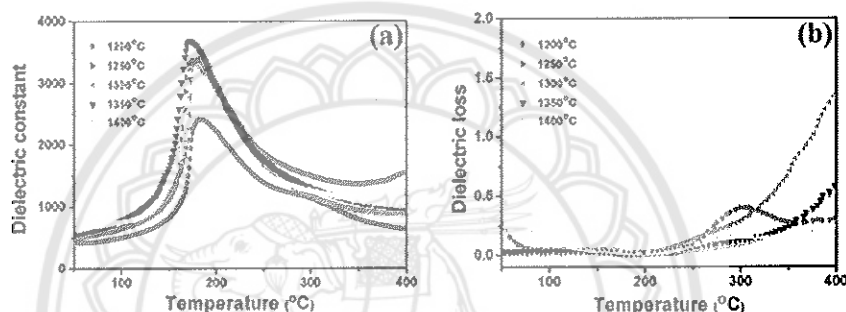


Fig. 6 Plot of dielectric constant and dielectric loss as a function of temperature of BCT-NBT ceramics measured at 1 kHz frequency: (a) dielectric constant and (b) dielectric loss.

Table 2 Dielectric properties of BCT-NBT ceramics measured at 1 kHz frequency.

Sintering temperature (°C)	Dielectric properties			Dielectric properties at room temperature	
	T_c (°C)	Dielectric constant	Dielectric loss	Dielectric constant	Dielectric loss
1200	184	2404	0.02	474	0.45
1250	175	3358	0.01	482	0.03
1300	174	3388	0.02	488	0.03
1350	170	3682	0.01	550	0.03
1400	175	3124	0.01	590	0.18

Summary

BCT-NBT ceramics prepared by the molten salt method at various sintering temperatures were investigated. The tetragonal phase for calcination temperature was found at 1000°C for 4 h. The sintering temperature at which the density, dielectric and hardness properties were maximal was 1350°C. The highest density was about 5.4 g/cm³, and the Vickers and Knoop micro-hardnesses were 6.6 and 6.4 GPa, respectively. The dielectric constant at the Curie temperature was 3682 and the dielectric loss was 0.01 at 1 kHz frequency.

Acknowledgments

This work was supported by National Research Council of Thailand (NRCT), Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University. The author would like to thank Prof. Dr. Taweek Tunkasiri for his help in many facilities [Materials Science Research Laboratory (MSRL), Department of Physics and Materials Science, Chiang Mai University].

References

- [1] Z. Yu, C. Ang, R. Guo, A.S. Bhalla, Piezoelectric and strain properties Ba(Ti_{1-x}Zr_x)O₃ ceramics, *J. Appl. Phys.* 92 (2002) 1489-1493.
- [2] Z. Yu, C. Ang, R. Guo, A.S. Bhalla, Dielectric properties of Ba(Ti_{1-x}Zr_x)O₃ solid solutions, *Mater. Lett.* 61 (2007) 326-329.
- [3] A. Dixit, S.B. Majumder, A. Savvinov, R.S. Katiyar, R. Guo, A.S. Bhalla, Investigations on the sol-gel-derived barium zirconium titanate thin films, *Mater. Lett.* 56 (2002) 933-940.
- [4] L.Y. Li, X.G. Tang, Effect of electric field on the dielectric properties and ferroelectric phase transition of sol-gel derived (Ba_{0.90}Ca_{0.10})TiO₃ ceramics, *Mater. Chem. Phys.* 115 (2009) 507-511.
- [5] L. Zhang, O.P. Thakur, A. Feteira, G.M. Keith, A.G. Mould, D.C. Sinclair, A.R. West, Comment on the use of calcium as a dopant in X8R BaTiO₃-based ceramics, *Appl. Phys. Lett.* 90 (2007) 142914.
- [6] G.A. Smolenski, V.A. Isupov, A.I. Agranovskaya, N.N. Krainik, New ferroelectrics of complex composition, *Sov. Phys. Solid State.* 2 (1961) 2651-2654.
- [7] S. Yun, X. Wang, J. Shi, D. Xu, Effects of chemical modification on the structural and electrical properties of (Ba_{0.90}Ca_{0.10})_{0.90}(Na_{0.5}Bi_{0.5})_{0.10}TiO₃ ceramics, *J. Alloy. Compd.* 485 (2009) 610-615.
- [8] T. Takenaka, K. Maruyama, K. Sakata, (Bi,Na)TiO₃-BaTiO₃ System for lead-free piezoelectric ceramics, *Jpn. J. Appl. Phys.* 30 (1991) 2236-2239.
- [9] B.J. Chu, D.R. Chen, G.R. Li, Q.R. Yin, Electrical properties of Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO₃-BaTiO₃ ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 (2002) 2115-2121.
- [10] L.F. Gao, Y.Q. Huang, Y. Hu, H.Y. Du, Dielectric and ferroelectric properties of (1-x)BaTiO₃-(x)Bi_{1/2}Na_{1/2}TiO₃ Ceramics, *Ceram. Int.* 33 (2007) 1041-1046.
- [11] Y.F. Qu, D. Shan, J.J. Song, Effect of A-site substitution on crystal component and dielectric properties in Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ ceramics, *Mater. Sci. Eng. B.* 121 (2005) 148-151.
- [12] J. Suchanicz, J. Kusz, H. Böhm, H. Duda, J.P. Mercurio, K. Konieczny, Structural and dielectric properties of (Na_{0.5}Bi_{0.5})_{0.70}Ba_{0.30}TiO₃ ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.* 23 (2003) 1559-1564.
- [13] J.R. Gomah-Petry, A.N. Salak, P. Marchet, V.M. Ferreira, J.P. Mercurio, Ferroelectric relaxor behaviour of Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃-SrTiO₃ ceramics, *Phys. Stat. Sol. B.* 241 (2004) 1949-1956.
- [14] M.N. Rahaman, 2003 *Ceramic Processing and Sintering* (2nd edition), Marcel Dekker, 0-82470-988-8 York, USA.
- [15] Powder Diffraction File, Card No. 81-0042, Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4, International Centre for Diffraction Data (ICDD) (2000).
- [16] Powder Diffraction File, Card No. 36-0340, Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4, International Centre for Diffraction Data (ICDD) (2000).

- [17] C. Puchmark, S. Jiansirisomboon, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, N. Vittayakorn, T. Conyn, S.J. Milne, Mechanical property evaluation of PZT/Al₂O₃ composites prepared by a simple solid-state mixed oxide method, *Curr. Appl. Phys.* 6 (2006) 323-326.
- [18] K. Tajima, H.J. Hwang, M. Sando, K. Niihara, Electric-field-induced crack growth behavior in PZT/Al₂O₃ composites, *J. Am. Ceram. Soc.* 83 (2000) 651-653.
- [19] C. Puchmark, G. Rujijanagul, S. Jiansirisomboon, T. Tunkasiri, Effect of sintering temperature on phase transition and mechanical properties of lead zirconate ceramics. *Ferroelectrics Lett*, 31 (2004) 1-13.
- [20] X. Yuan, X. Liu, L. Wang, X. Lu, Density and hardness of Nd-doped zircon ceramics as nuclear waste forms, *IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci.* 61 (2017) 012140.
- [21] H.I. Hsiang, C.S. Hsi, C.C. Huang, S.L. Fu, Sintering behavior and dielectric properties of BaTiO₃ ceramics with glass addition for internal capacitor of LTCC, *J. Alloy. Compd.* 459 (2008) 307-310.
- [22] V.A. Chaudhari, G.K. Bichile, Synthesis, structural, and electrical properties of pure PbTiO₃ ferroelectric ceramics, *Smart Materials Research Article ID 147524* (2013) 9 pages.
- [23] S. Pattipaka, P. Mahesh, D. Pamu, Structural and dielectric properties of lead free Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ ceramics, *AIP Conference Proceedings* 1728 (2016) 10.1063/1.4946403.

