อภินันทนาการ

สำนักหอสมุด

สัญญาเลขที่ R2557B047

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริก

ผู้วิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช วรางคณากูล

สังกัดภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยนเรศวร
วันลงทะเบียน 17 ส.ค. 2559
เลขทะเบียน 1701509 4
เลขเรียกหนังสือ ว TP
872
ช172ร
2558

สนับสนุนโดยงบประมาณแผ่นดิน

มหาวิทยาลัยนเรศวร

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนันสนุนงบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร ประจำปีงบประมาณ 2557 ทำให้การทำงานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี ผู้ทำวิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างสูงยิ่ง

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

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ทุกท่าน ทั้งบุคคลที่มีส่วนเกี่ยวข้องกับโครงการวิจัยนี้ในห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กโทรเซรามิก มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาฟิสิกส์ ในสำนักงานเลขานุการคณะของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆ

หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยขออภัย และขอรับคำแนะนำ เพื่อนำไปปรับปรุงการทำงานวิจัยต่อไป

ชมพูนุช วรางคณากูล

สิงหาคม 2558

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : R2557B047

ชื่อโครงการ : การลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริก

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชมพูนุช วรางคณากูล

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก

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

ระยะเวลาโครงการ : 1 ปี (1 ตุลาคม 2557 – 30 กันยายน 2558)

ในงานวิจัยเรื่องการลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริก ได้ทำการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกที่มี และไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ใช้วิธีการเตรียมผงผลึกแบบมิกซ์ออกไซด์ เปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลว โดยผงผลึกที่ไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในงานวิจัยนี้ใช้ $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการตรวจความบริสุทธิ์ของผงผลึก พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีการเกลือหลอมเหลวให้มีความบริสุทธิ์ 100% อยู่ที่ อุณหภูมิ 600 °C ขณะที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้ได้ความบริสุทธิ์ 100% เช่นเดียวกัน อยู่ที่ 900 °C ดังนั้นจึงสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ได้ถึง 300 °C สำหรับผงผลึกที่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในงานวิจัยนี้ใช้ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการตรวจความบริสุทธิ์ของผงผลึก พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีการเกลือหลอมเหลวให้มีความบริสุทธิ์ 100% อยู่ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 700 °C ขณะที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้ได้ความบริสุทธิ์ 100% เช่นเดียวกัน อยู่ที่ 750 °C ดังนั้นจึงสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ได้ 50 °C

คำหลัก : ผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$, ผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$, วิธีมิกซ์ออกไซด์, เกลือหลอมเหลว

Abstract

Project Code: R2557B047

Project Title: Reducing temperature for preparation ferroelectric powders

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 2013 – 30 September 2014)

In this research, the reducing of temperature for preparation ferroelectric powders was investigated. Find the optimum condition for the powders of lead base and non-lead base. These powders were prepared by mixed oxide method compared with molten salt method. The powders of non-lead base in this research is $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ and calcined at 500, 600, 700, 800 and 900 $^{\circ}C$ for 2h and calculated the pure phase. It was found that, the optimum calcination temperature at 600 $^{\circ}C$ for $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ powders with molten salt method was 100% pure phase. The optimum calcination temperature at 900 $^{\circ}C$ for these powders with mixed oxide method. We can reduce 300 $^{\circ}C$ for perpaation $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ powders. For the powders of lead base in this research is $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ and calcined at 600, 650, 700, 750 and 800 $^{\circ}C$ for 2h and calculated the pure phase. It was found that, the optimum calcination temperature at 700 $^{\circ}C$ for $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ powders with molten salt method was 100% pure phase. The optimum calcination temperature at 750 $^{\circ}C$ for these powders with mixed oxide method. We can reduce 50 $^{\circ}C$ for perpaation $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ powders.

Keywords : $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ powders, $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ powders, Mixed oxide method, Molten salt method

Executive Summary

ในงานวิจัยเรื่องการลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริก ได้ทำการหาเงื่อนไขในการเตรียมผงผลึกที่มีและ ไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ใช้วิธีการเตรียมผงผลึกแบบมิกซ์ออกไซด์ เปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลว โดยผงผลึกที่ไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในงานวิจัยนี้ใช้ $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการตรวจความบริสุทธิ์ของผงผลึก พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีการเกลือหลอมเหลวให้มีความบริสุทธิ์ 100% อยู่ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 600 °C ขณะที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้ได้ความบริสุทธิ์ 100% เช่นเดียวกันอยู่ที่ 900 °C ดังนั้นจึงสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ได้ถึง 300 °C

สำหรับผงผลึกที่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในงานวิจัยนี้ใช้ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการตรวจความบริสุทธิ์ของผงผลึก พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีการเกลือหลอมเหลวให้มีความบริสุทธิ์ 100% อยู่ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 700 °C ขณะที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้ได้ความบริสุทธิ์ 100% เช่นเดียวกัน อยู่ที่ 750 °C ดังนั้นจึงสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ได้ 50 °C

การเตรียมผงผลึกด้วยวิธีเกลือหลอมเหลวจะได้อนุภาคของผงผลึกมีขนาดเล็กกว่าการเตรียมผงผลึกด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียว ทั้งสารที่มีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

สารบัญเรื่อง

บทที่		หน้า
	กิตติกรรมประกาศ	ก
	บทคัดย่อภาษาไทย	ข
	บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
	Executive Summary	ง
	สารบัญเรื่อง	จ
	สารบัญตาราง	ช
	สารบัญรูป	ซ
	คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย	ฌ
1	บทนำ	1
	วัตถุประสงค์ของโครงการโครงการวิจัย	1
	ขอบเขตโครงการวิจัย	2
	ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
2	ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
	2.1 อิเล็กโทรเซรามิก	3
	2.2 พิโซอิเล็กทริก	5
	2.3 เฟร์โรอิเล็กทริก	7
	2.4 การบดย่อยแบบลูกบอล	8
	2.5 แบเรียมไททาเนต	10
	2.6 บิสมัทโซเดียมไททาเนต	11
	2.7 เลดเซอร์โคเนตไททาเนต	12
	2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	13
3	วิธีการวิจัย	16
	3.1 สารเคมี	16
	3.2 อุปกรณ์	16
	3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึกผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริก โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว	17
	3.4 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	28

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	การแบ่งกลุ่มของวัสดุใน 32 กลุ่ม	5
2.2	ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง (ข) แบบผันกลับ	6
2.3	ความสัมพันธ์ระหว่างโพลาไรเซชันและสนามไฟฟ้าของสารเฟร์โรอิเล็กทริก	8
2.4	ขนาดอนุภาคที่ได้ต่อเวลาในการบด	9
2.5	ลักษณะการหมุนของหม้อบด และการเคลื่อนที่ของลูกบด	9
2.6	โครงสร้างของสาร $BaTiO_3$	11
2.7	โครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์	11
2.8	ลักษณะของค่า permittivity ของผลึก $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ในการวัดที่ความถี่ 500 กิโลเฮิทซ์	12
2.9	เฟสไดอะแกรมของสารในระบบ PZT	13
3.1	เตาอบไฟฟ้า	18
3.2	เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม	19
3.3	แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋อง เพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling	19
3.4	เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก	20
3.5	เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาแคลไซน์	20
3.6	แผนภาพการเผาแคลไซน์	21
3.7	แผนผังการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$--$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	22
3.8	แผนผังการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$--$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	23
3.9	แผนผังการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	25
3.10	แผนผังการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	26
3.11	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	28
3.12	หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	29

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.18	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	50
4.19	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	50
4.20	ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600–900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	52
4.21	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	53
4.22	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	54
4.23	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	54
4.24	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	55
4.25	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	55
4.26	ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	57

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย

0.7BT-0.3BNT หรือ (0.7)$BaTiO_3$-(0.3)$Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ คือ สารประกอบแบเรียมไททาเนต-บิทมัสโซเดียมไททาเนต ที่มีอัตราส่วนจำนวนโมลของ $BaTiO_3$: $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เป็น 7:3

PZT หรือ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ คือ สารประกอบเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่มีอัตราส่วนของ Pb:Zr:Ti เป็น 1:0.52:0.48

XRD คือ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

SEM คือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

มหาวิทยาลัยนเรศวร

บทที่ 1
บทนำ

สารพิโซอิเล็กทริกที่แสดงสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอพสไกต์ เช่น เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) เลดแลนทาเนียมเซอร์โคเนตไทเทเนต (PLZT) แบเรียมไทเทเนต (BT) เลดไทเทเนต (PT) เลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) และเลดซิงค์ไนโอเบต (PZN) เป็นสารประกอบที่นิยมนำมาใช้ในวงการอุตสาหกรรมทางด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากเซรามิกเหล่านี้มีสมบัติที่สามารถเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้าและเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าไปเป็นพลังงานกลได้ดี มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง [1-3] แต่สารประกอบที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงนั้นส่วนใหญ่จะมีตะกั่ว (Pb) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งจะทำให้เกิดมลพิษกับสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเกิดตะกั่วออกไซด์ (PbO) เกิดขึ้น และมีการระเหยของตะกั่วออกไซด์ได้ง่าย ในกระบวนการเตรียมสาร จากการตระหนักถึงมลพิษอันเกิดจากสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบดังกล่าว นักวิจัยจากทุกประเทศจึงเริ่มหันมาให้ความสนใจในการเตรียมสารประกอบเฟร์โรอิเล็กทริกที่ไม่ใช้สารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ เช่นสารประกอบในระบบแบเรียมไททาเนต (BT) [4] แต่สารประกอบนี้ยังให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงไม่มากนักเมื่อเทียบกับในระบบที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ และในกระบวนการเตรียมสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริกเหล่านี้ยังใช้อุณหภูมิสูงในการเตรียมผงผลึกอยู่ โดยสารประกอบเฟร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบจะมีอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ส่วนใหญ่สูงกว่า 700 °C ขึ้นไป [5-7] ส่วนสารประกอบเฟร์โรอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบนั้นจะมีอุณหภูมิในการเผาแคลไซด์สูงกว่า 800 °C บางชนิดมีอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ถึง 1000 °C ขึ้นไป เช่นสารเฟร์โรอิเล็กทริกในระบบแบเรียมไอรอนไนโอเบต มีการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C [8,9] และใช้เวลาเผาแช่นานถึง 4 ชั่วโมง สำหรับงานวิจัยนี้ผู้วิจัยสนใจที่จะศึกษาการเตรียมผงผลึกของสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริกทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ โดยใช้วิธีเตรียมแบบเกลือหลอมเหลว (ซึ่งเป็นวิธีการทางเคมีอย่างหนึ่ง แต่สามารถนำมาใช้กับการเตรียมที่มีปริมาณมากๆ ได้เช่นเดียวกันกับวิธีมิกซ์ออกไซด์อย่างเดียว) เพื่อลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ โดยหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ (ทั้งอุณหภูมิ เวลาเผาแช่ และอัตราการให้ความร้อน) ให้ได้ผงผลึกในระบบเฟร์โรอิเล็กทริกที่บริสุทธิ์ เปรียบเทียบกับวิธีมิกซ์ออกไซด์อย่างเดียว

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริกทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก ด้วยวิธีเกลือหลอมเหลว และวิธีมิกซ์ออกไซด์อย่างเดียว โดยผงผลึกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักที่ใช้ในการวิจัยคือ $PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O_3$ และผงผลึกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักที่ใช้ในการวิจัยคือ $(0.7)BaTiO_3–(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$
2. เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริกบางตัวทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก
3. เพื่อศึกษาโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริกบางตัวทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก
4. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ หรือนานาชาติ รวมทั้งการเสนอผลงานแก่นักวิชาการทั้งในและต่างประเทศ

ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเตรียมผงผลึกโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และทำการเตรียมผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริกบางตัวทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์อย่างเดียว โดยผงผลึกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักที่ใช้ในการวิจัยคือ $PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O_3$ และผงผลึกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักที่ใช้ในการวิจัยคือ $(0.7)BaTiO_3–(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$
2. แปรค่าอุณหภูมิ ในการเผาแคลไซน์
3. ศึกษาโครงสร้างเฟส และร้อยละเฟสบริสุทธิ์
4. หาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริกบางตัวทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์อย่างเดียว

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถพัฒนาองค์ความรู้ในการเตรียมผงผลึกสารประกอบเฟร์โรอิเล็กทริกให้มีอุณหภูมิลดลง
2. มีความร่วมมือในการทำวิจัย ทั้งในประเทศและต่างประเทศ

บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

กระบวนการผลิตเซรามิกเพื่อใช้งานทางด้านไฟฟ้านั้น เริ่มตั้งแต่การเตรียมผงผลึกให้มีความบริสุทธิ์ การขึ้นรูปให้เป็นเม็ดหรือชิ้นงานที่ต้องการ ไปจนถึงการเผาซินเตอร์เพื่อเป็นเซรามิก ขั้นตอนเหล่านี้จะมีปัจจัยต่างๆ เข้ามาเกี่ยวข้อง ตั้งแต่สารตั้งต้น วิธีการเตรียมผงผลึก อัตราการให้ความร้อน อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ และในการเผาซินเตอร์ ความดันในการอัดขึ้นรูป ตลอดจนตั้งต้นที่ใช้เพื่อให้เซรามิกในระบบที่ต้องการศึกษามีสมบัติที่เปลี่ยนแปลงไปตามความต้องการใช้งาน ซึ่งปัจจัยต่างๆ ที่กล่าวมานี้มีผลทำให้ได้เซรามิกที่มีคุณภาพแตกต่างกัน ดังนั้นขั้นตอนและเงื่อนไขต่างๆ ในกระบวนการผลิตเซรามิกจึงมีบทบาทสำคัญมากในการได้มาซึ่งเซรามิกที่ใช้งานทางไฟฟ้าที่มีคุณภาพดี เพื่อใช้งานตามความต้องการ สำหรับในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะเตรียมผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยเน้นการได้มาซึ่งการลดอุณหภูมิในกระบวนการเตรียมสารเฟร์โรอิเล็กทริกบางตัวทั้งแบบมีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกเหล่านี้

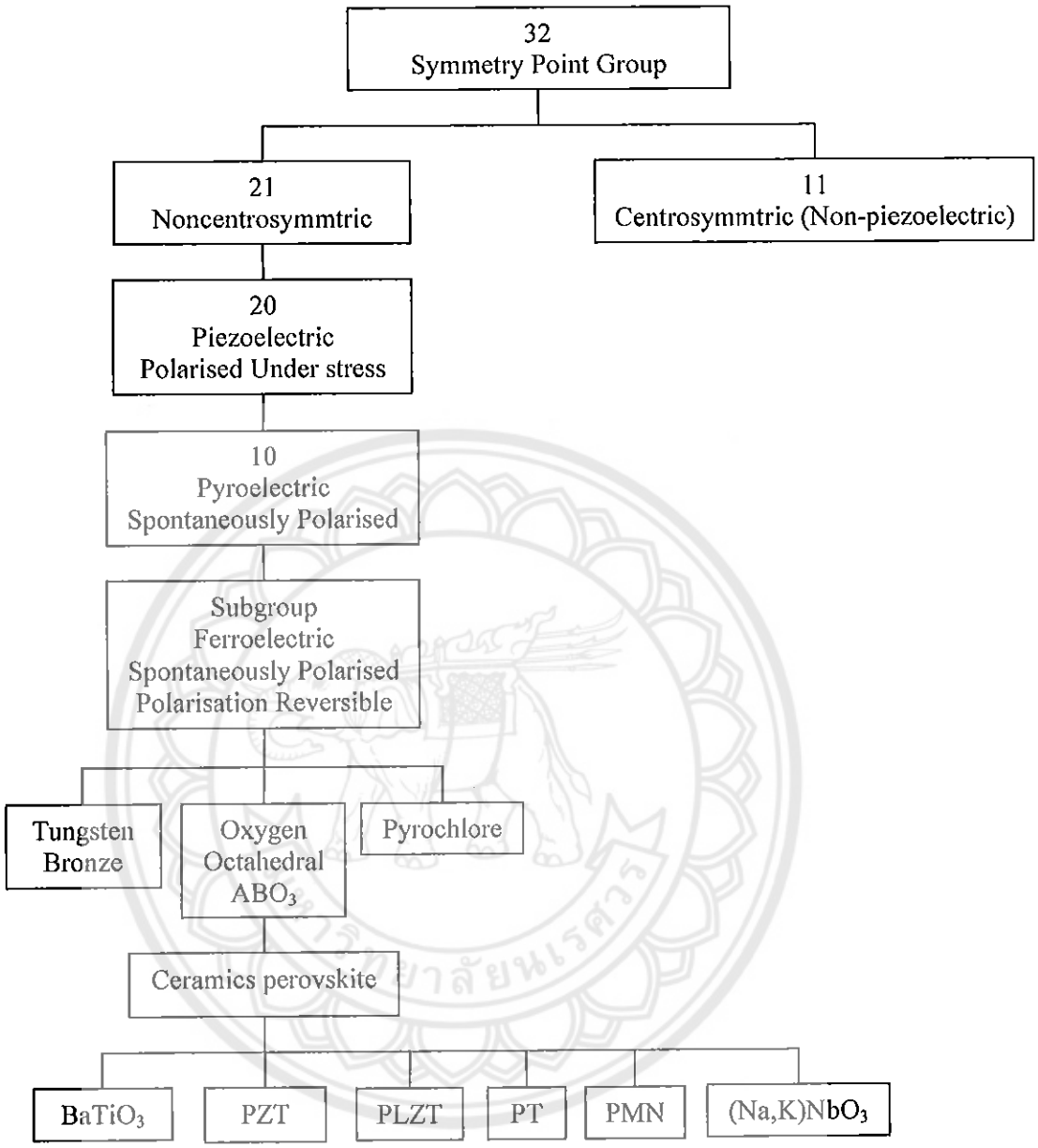
ในบทนี้จะกล่าวถึงอิเล็กโทรเซรามิก พิโซอิเล็กทริก เฟร์โรอิเล็กทริก การบดย่อยแบบลูกบอล แบเรียมไททาเนต บิสมัทโซเดียมไททาเนต เลดเซอร์โคเนตไททาเนต และงานวิจัยบางส่วนที่เกี่ยวข้องกับ BT-BNT และ PZT ดังรายละเอียดต่อไปนี้

2.1 อิเล็กโทรเซรามิก (Electroceramics)

อิเล็กโทรเซรามิก เป็นวัสดุที่อยู่ในกลุ่มเซรามิกชั้นสูง (advanced ceramics) ที่มุ่งเน้นเรื่องสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กเป็นหลัก ตัวอย่างเซรามิกในกลุ่มนี้คือเซรามิกพิโซอิเล็กทริก เช่น เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (lead zirconatetitanate, $Pb(Zr,Ti)O_3$) สำหรับใช้ทำอุปกรณ์โซนาร์ใต้ผิวน้ำ ทำหน้าเป็นทั้งตัวให้กำเนิดและตรวจจับสัญญาณ เซรามิกไดอิเล็กทริก เช่นแบเรียมไทเทเนต (barium titanate, $BaTiO_3$) สำหรับใช้ทำตัวเก็บประจุไฟฟ้า และเซรามิกแม่เหล็ก (magnetic ceramics) เช่นเฟอร์ไรต์ (ferrite, Fe_3O_4) ซึ่งใช้เป็นวัสดุบันทึกข้อมูลเป็นต้น

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

พบว่าวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกนั้นเป็นกลุ่มย่อยของสารไพโรอิเล็กทริกดังรูป 2.1 เนื่องจากการไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางเป็นสภาวะสำคัญทำให้เกิดพิโซอิเล็กทริกเนื่องจากแรงกลที่ให้กับวัสดุเป็นแบบไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง และไม่สามารถทำให้เกิดการโพลาไรเซชัน เช่นการเกิดโพลาไรเซชันแบบเวกเตอร์ (vector-quality-like-polarization) นอกจากว่าวัสดุนั้นจะไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางอยู่เอง ซึ่งทำให้ผลรวมของการเคลื่อนที่ของประจุบวกและลบสามารถสร้างไดโพลไฟฟ้า (electric dipole) หรือที่เรียกว่าเกิดโพลาไรเซชัน (polarization) ในวัสดุไพโรอิเล็กทริกพัฒนาการเกิดโพลาไรเซชันด้วยตัวเอง และทำให้เกิดสภาพมีขั้วถาวรในโครงสร้างการเกิดโพลาไรเซชันนี้มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ ดังนั้นจึงเรียกว่าสภาพไพโรอิเล็กทริกซึ่งหมายถึงสภาพที่มีแกนขั้วแบบเฉพาะภายในระบบผลึกค่าไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) ทั้งหมดแปรผันกับอุณหภูมิ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเครื่องหมายของกระแสที่ได้จากผลึกส่วนวัสดุชนิดเฟร์โรอิเล็กทริกนั้นจะคล้ายกับวัสดุไพโรอิเล็กทริกในด้านสามารถเกิดขั้วได้เอง ดังนั้นจึงแยกวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกออกจากสารอื่นคือสามารถเกิดโพลาไรเซชันเองได้ และโพลาไรเซชันสามารถสลับทิศทางได้

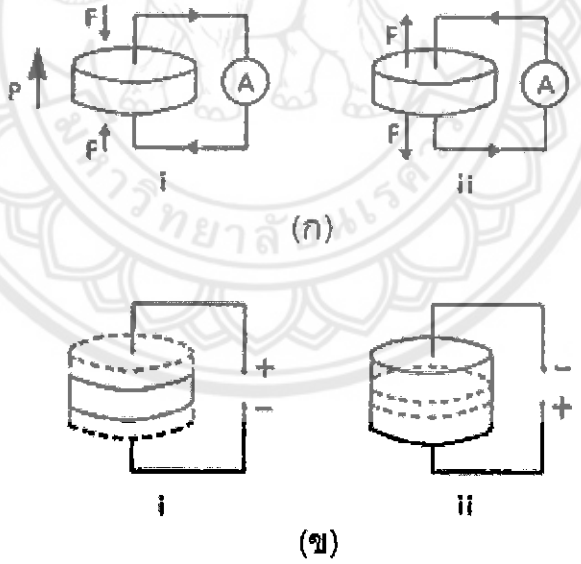


รูป 2.1 การแบ่งกลุ่มของวัสดุใน 32 กลุ่ม [10]

2.2 พิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric)

ในปี ค.ศ. 1880 ชองส์ และปิแอร์ คูรี (Jacques and Pierre Curie) ได้ค้นพบปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectric effect) ในผลึกของสารเชิงเดี่ยว (single crystal compound) เช่นควอทซ์ (quartz), ซิงค์เบลน (zincblende) และทัวมาลีน (tourmaline) คำว่า "พิโซอิเล็กทริก" มาจากภาษากรีกซึ่งแปลว่ากด ดังนั้นปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกจึงเป็นปรากฏการณ์ที่แสดงถึงการสร้างประจุไฟฟ้าให้เกิดขึ้นอันเป็นผลมาจากแรงกดอัดเชิงกล

(mechanical force) หรืออีกนัยหนึ่งคือ เป็นปรากฏการณ์ที่ใช้เรียกการเกิดกระบวนการแยกขั้วไฟฟ้า (electric polarization) ขึ้นในวัสดุเมื่อได้รับความเครียดเชิงกล (mechanical strain) ซึ่งการแยกขั้วไฟฟ้าที่เกิดขึ้นนี้ จะเป็นสัดส่วนกับความเครียดที่วัสดุนั้นได้รับไม่สามารถเกิดการโพลาไรเซชันได้ด้วยตัวเองเหมือนกับวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริก และไพโรอิเล็กทริก สภาพพิโซอิเล็กทริกเกิดได้ 2 แบบ คือ ถูกแรงกลมากระทำให้เกิดความเค้น (stress) ขึ้น เช่นแรงกดหรือแรงอัดจะส่งผลให้เกิดการแยกขั้วไฟฟ้า และเกิดการสะสมของประจุบวก และลบบนผิวของวัสดุโดยเรียกปรากฏการณ์แบบนี้ว่า ปรากฏการณ์ตรง (direct effect) ส่วนผิวด้านไหนของวัสดุจะมีประจุบวก หรือลบขึ้นกับแรงเค้นที่ให้เข้าไปกับวัสดุว่าเป็นแบบแรงดึง (tensile stress) หรือแรงกด (compressive stress) ในทำนองกลับกัน เมื่อสารได้รับสนามไฟฟ้าทำให้เกิดการยืดหดตัวคือปรากฏการณ์ย้อนกลับ (converse effect) หรือปรากฏการณ์มอเตอร์ (motor effect) ดังรูป 2.2 จากปรากฏการณ์ข้างต้นนี้ พบว่าปริมาณของโพลาไรเซชันจะขึ้นกับขนาดของความเค้นที่ให้กับสารและประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะมีค่าขึ้นอยู่กับชนิดของแรงที่กระทำเช่นเป็นแรงกดหรือแรงดึงเป็นต้น [4, 10]



รูป 2.2 ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง (ข) แบบผันกลับ

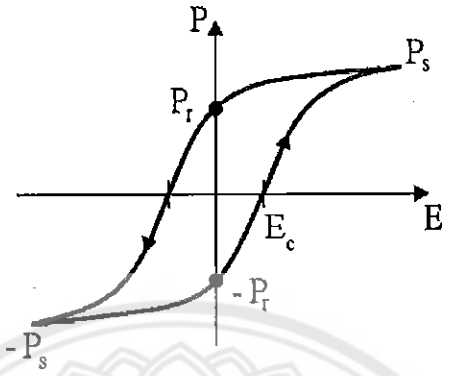
สมบัติดังกล่าวอาจจะพบในสารพิโซอิเล็กทริกเซรามิก ซึ่งก็คือเฟร์โรอิเล็กทริกที่ผ่านการทำขั้ว (Poling) คือการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงให้ขั้วไฟฟ้าที่เรียงตัวกันในทิศทางต่างๆ ในหลายๆ เกรนนั้น ให้หันไปในทิศทางเดียวกัน ซึ่งความสมบูรณ์ของการทำขั้วขึ้นอยู่กับโครงสร้างของวัสดุได้ด้วย เช่นเฟสเตตระโกนอลทำได้ถึงร้อยละ 83 เฟสรอมโบฮีดรอลร้อยละ 86 และ

สำหรับเฟสออร์โธรอมบิกนั้นมากกว่าร้อยละ 91 ซึ่งเป็นค่าที่สูงเมื่อเทียบกับค่าที่ได้จากผลึกเดี่ยวหรือโดเมนเดี่ยว (single domain) ซึ่งถือว่าเป็นวัสดุให้ค่าทางพิโซอิเล็กทริก และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ดีที่สุด กล่าวคือเซรามิกทุกชนิดที่ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วจะมีสภาพโดยรวมมีสมบัติเหมือนกันทุกทิศทุกทาง (isotropic) เมื่อผ่านการทำขั้วทำให้วัสดุนั้นเป็นทั้งสารเฟร์โรอิเล็กทริกและเป็นสารพิโซอิเล็กทริกด้วยเช่นกัน

2.3 เฟร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectrics)

สารเฟร์โรอิเล็กทริก (ferroelectrics) จัดอยู่ในผลึกประเภทพวกที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง (non centro-symmetric) โดยมี 21 กลุ่ม พบว่ามี 20 กลุ่ม เป็นพวกพิโซอิเล็กทริก ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกจะเป็นสารพิโซอิล็กทริก แต่วัสดุพิโซอิเล็กทริกไม่จำเป็นต้องเป็นสารเฟร์โรอิเล็กทริก สามารถเกิดโพลาไรเซชันเกิดขึ้นได้เอง (spontaneous polarization) ในวัสดุนั้นคือขั้วไฟฟ้ามีการจัดเรียงไปในทิศทางเดียวกัน ถึงแม้จะไม่มีสนามมากระทำก็ตาม ทั้งนี้เนื่องจากขั้วไฟฟ้าที่เกิดขึ้นภายในวัสดุสามารถส่งแรงที่มีขนาดสูงมากพอที่จะทำให้ขั้วไฟฟ้าที่อยู่ใกล้เคียงจัดเรียงในทิศทางเดียวกัน และวัสดุสามารถกลับทิศ (reverse) โดยการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปได้โดยที่สนามไฟฟ้านั้นจะต้องไม่มีค่าสูงไปกว่าค่า dielectric breakdown ซึ่งเป็นค่าสนามไฟฟ้าสูงสุดก่อนที่วัสดุนั้นจะกลายเป็นตัวนำไฟฟ้า (electrical conductor) วัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกมีการเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของสนามไฟฟ้า และอุณหภูมิอีกด้วย ถือว่าเป็นวัสดุไดอิเล็กทริกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมากกว่า 1000 เป็นวัสดุที่มีสมบัติพิเศษที่ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง ในที่นี้จะกล่าวถึงการนำวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกมาใช้ประโยชน์เฉพาะในมุมมองของการเป็นวัสดุไดอิเล็กทริก เช่นแบเรียมไทเทเนต ($BaTiO_3$) ซึ่งเป็นเซรามิกชนิดแรกที่มีการค้นพบพฤติกรรมเฟร์โรอิเล็กทริกนำมาใช้งานเป็นตัวเก็บประจุ และถือว่าเป็นแบบจำลองในอุดมคติที่สามารถอธิบายถึงปรากฏการณ์ทางไฟฟ้าจากโครงสร้างผลึกและโครงสร้างทางจุลภาค เมื่อมีการนำสารไดอิเล็กทริกมาวางในสนามไฟฟ้าจะเกิดการโพลาไรเซชันขึ้นภายในสารนั้น และเมื่อลดสนามไฟฟ้าที่ให้จนกลายเป็นศูนย์ โพลาไรเซชันในสารไดอิเล็กทริกก็จะกลายเป็นศูนย์ทันที แต่มีสารบางอย่างเมื่อเราให้สนามไฟฟ้าภายนอกเข้าไปทำให้เกิดมีการโพลาไรเซชัน และเมื่อลดสนามไฟฟ้าลงจนเป็นศูนย์ โพลาไรเซชันจะไม่เป็นศูนย์ในสารไดอิเล็กทริก แต่มักจะเป็นศูนย์เมื่อ $E = -E_c$ (เมื่อ $-E_c$ = ค่าสนามลบล้างโพลาไรเซชัน) ทำให้เกิดวงของฮิสเทอรีซีส (hysteresis loop) ซึ่งเป็นลักษณะของสารเฟร์โรอิเล็กดังรูป 2.3 แสดงว่าในสารนั้นมีโมเมนต์คู่ขั้วถาวรอยู่แม้ไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ทำให้มีการลดอุณหภูมิแทน โดยปกติสถานะเฟร์โรอิเล็กทริกไม่ปรากฏที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิที่แน่นอนค่าหนึ่ง ที่เรียกว่าอุณหภูมิ

วิกฤต (T_C) ณ อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิวิกฤตนั้น ผลึกจะอยู่ในสถานะพาราอิเล็กทริก (paraelectric)



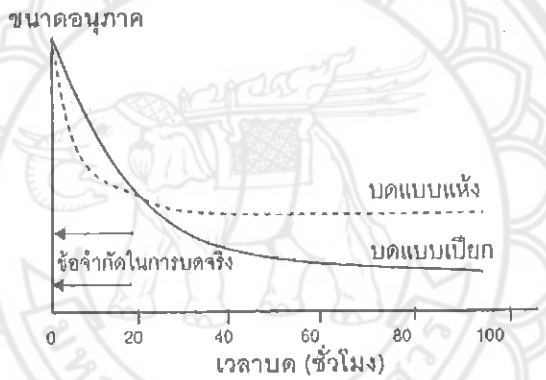
รูป 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างโพลาไรเซชันและสนามไฟฟ้าของสารเฟร์โรอิเล็กทริก [11]

2.4 การบดย่อยแบบลูกบอล

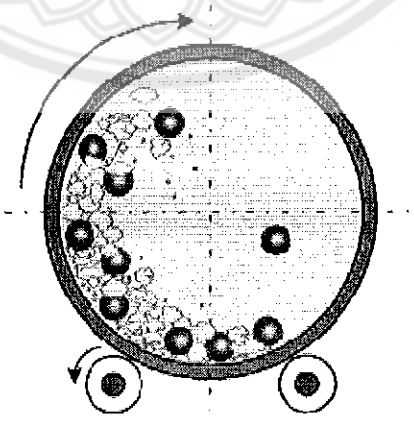
เม็ดบอลสามารถบดอนุภาคผงได้ละเอียดน้อยกว่า 10 ไมครอน เทคนิคการบดย่อยแบบนี้ยังไม่เหมาะสมที่จะใช้บดทั้งในสภาวะเปียกและแห้ง กระบวนการบดย่อยด้วยลูกบอลนี้ค่อนข้างจะซับซ้อนที่จะหาทฤษฎีมาอธิบาย อัตราการบดจะขึ้นกับหลายปัจจัย รวมทั้งตัวแปรในการบด เช่น ขนาด ความเร็ว และจำนวนของเม็ดบด ขึ้นกับสมบัติของเม็ดบด เช่น ขนาด ความแข็ง และรูปร่าง และสุดท้ายจะขึ้นกับสมบัติของอนุภาคที่บดด้วย โดยทั่วไปการบดด้วยเม็ดบอลที่ใช้ความเร็วต่ำ เนื่องมาจากการใช้เม็ดบดขนาดใหญ่ ทั้งนี้เพราะพลังงานกลที่ให้กับอนุภาคจะอยู่ในรูปของพลังงานศักย์ (potential energy) ในขณะที่การบดที่กระทำที่ความเร็วสูงมาก เนื่องจากเม็ดบอลขนาดเล็ก พลังงานที่ให้กับอนุภาคของการบดแบบนี้จะอยู่ในรูปของพลังงานจลน์ (kinetic energy) สำหรับขนาดของเม็ดบดเฉพาะขนาดหนึ่งที่มีมวลเป็นสัดส่วนกับความหนาแน่น เม็ดบดที่ใช้ควรจะทำมาจากวัสดุที่มีความหนาแน่นสูงมากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ แต่ในทางปฏิบัติการเลือกใช้เม็ดบดนั้นมักจะถูกกำจัดด้วยราคาที่ค่อนข้างสูง

นอกจากนี้ขนาดของเม็ดบดก็มีความสำคัญที่จะต้องพิจารณาด้วย โดยปกติแล้วเม็ดบดที่มีขนาดเล็กจะดีกว่าเม็ดบดขนาดใหญ่ เนื่องจากที่ปริมาตรเดียวกันจะได้จำนวนเม็ดบดมากกว่าถ้าเม็ดบดยิ่งมีขนาดเล็กลง ถ้าสมมติให้อัตราการบดขึ้นกับจำนวนจุดสัมผัสระหว่างเม็ดบอลกับอนุภาคผง และในขณะที่จำนวนจุดสัมผัสนี้ขึ้นกับพื้นที่ผิวของเม็ดบอล ดังนั้นอัตราการบดจะเพิ่มขึ้นเมื่อพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น นั่นก็คือ ขนาดของเม็ดบดเล็กลงนั่นเอง แต่อย่างไรก็ตามเม็ดบดก็ไม่ควรจะมีขนาดเล็กจนเกินไป ทั้งนี้อาจทำให้เม็ดบดไม่มีแรงมากพอที่จะทำให้อนุภาคผง

แตกได้ ยิ่งไปกว่านี้อัตราการบดยังขึ้นกับขนาดของอนุภาคผงด้วย อัตราการบดนี้จะลดลงถ้าอนุภาคมีขนาดเล็กลง ยิ่งถ้าทำการบดไปเรื่อยๆ และอนุภาคยิ่งละเอียดมาก จนมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน จะทำให้การบดเป็นไปได้ยากยิ่งขึ้น ได้มีการวิจัยถึงขีดจำกัดในการบด แสดงดังรูปที่ 2.4 พบว่าขีดจำกัดนี้จะขึ้นกับหลายปัจจัย โดยปัจจัยที่สำคัญ คือ แนวโน้มของการเกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่สัมพันธ์กับขนาดอนุภาค การบดจะลดลงเมื่อขนาดของอนุภาคลดลง และตำหนิในอนุภาคมีขนาดเล็กลงและปริมาณลดลงเมื่ออนุภาคเล็กลง ซึ่งจะทำให้อนุภาคมีความแข็งแรงมากขึ้น เพื่อลดข้อจำกัดของขนาดอนุภาคต่อการบด ควรใช้การบดแบบเปียกแทนการบดแบบแห้ง โดยการใช้สารช่วยกระจาย (dispersing agent) ในระหว่างการบด และเมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงระดับหนึ่ง อาจจะทำการเปลี่ยนเทคนิคการบดย่อย เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคเล็กลงถึงขนาดที่ต้องการได้



รูปที่ 2.4 ขนาดอนุภาคที่ได้ต่อเวลาในการบด

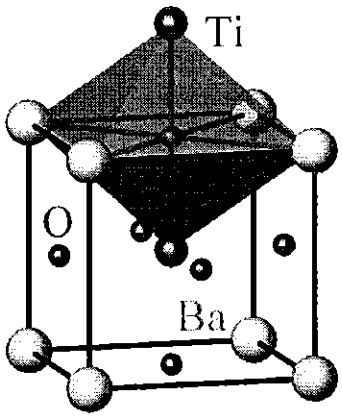


รูปที่ 2.5 ลักษณะการหมุนของหม้อบด และการเคลื่อนที่ของลูกบด [12]

รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะการหมุนของหม้อบด ซึ่งหม้อบดจะบรรจุเม็ดบด วัสดุที่ต้องการจะลดขนาด และของเหลวที่ช่วยในการกระจายอนุภาคจะถูกปิดอย่างแน่นหนาและหมุนในแนวนอนบนสายพานที่ขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ ภายในหม้อบดจะถูกบุด้วยยางเพื่อป้องกันการสึกหรอเนื่องจากการกระแทกของเม็ดบดกับผนัง คือเม็ดบดจะมีการเคลื่อนที่คล้ายอักษรรูปตัว D โดยจะเคลื่อนที่เลื่อนไล่ไปจากตำแหน่ง B ไปตำแหน่ง A แล้วตกลงมากระแทกกับวัสดุด้านล่างและหมุนเวียนด้วยลักษณะเช่นนี้ไปเรื่อยๆจนขนาดอนุภาคเล็กลงจนไม่สามารถบดให้ละเอียดลงไปได้อีก จะเห็นได้ว่าอัตราเร็วการหมุนหม้อบดนี้จะส่งผลต่อแนวการเคลื่อนที่ของเม็ดบด และพลังงานกลที่ให้กับอนุภาคผง โดยต้องการทำให้เม็ดบดเคลื่อนไปยังตำแหน่งบนสุดของเส้นทางการเคลื่อนที่ ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบการบดแบบเปียก กับการบดแบบแห้ง พบว่าการบดแบบเปียกจะมีข้อดีเหนือกว่าตรงที่พลังงานที่ใช้ในการบดจะมากกว่าประมาณร้อยละ 10–20 แต่ก็มีข้อเสียตรงที่การบดแบบเปียกนี้จะทำให้เกิดการสึกหรอของเม็ดบดได้มากกว่า แต่การบดทั้งสองนี้จะมีข้อเสียหลัก คือการเจือปนของเศษเม็ดบดที่เกิดการสึกหรอหรือแตกในระหว่างการบด ดังนั้นจึงจำเป็นต้องแก้ไข โดยอาจจะเลือกใช้เม็ดบดเซอร์โคเนียที่เฉื่อยต่อปฏิกิริยาเคมีที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ หรือใช้เม็ดบดเหล็กที่สามารถทำการล้างหรือใช้สนามแม่เหล็กดูดออกจากผงได้ รวมถึงหลีกเลี่ยงการใช้เม็ดบดที่มีความหนาแน่นต่ำ เช่น พอร์ซแลน และอะลูมินา

2.5 แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$)

แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) ดังรูปที่ 2.6 เป็นสารในกลุ่มที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ที่มีการค้นพบพฤติกรรมเฟร์โรอิเล็กทริกและมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกเกิดขึ้นทำให้สมบัติไดอิเล็กทริกและโครงสร้างทางจุลภาคมีการเปลี่ยนแปลง $BaTiO_3$ มีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ที่เหนืออุณหภูมิ คูรี (ประมาณ 130°C) unit cell ของ $BaTiO_3$ จะเป็นแบบลูกบาศก์ (cubic) ที่มีการจัดเรียงไอออน ดังรูปที่ 2.6 ที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดคูรีลงมานั้น โครงสร้างของ $BaTiO_3$ จะเกิดการบิดเบี้ยวขึ้นเล็กน้อย เข้าสู่รูปแบบของเตรตระโกนอล (tetragonal) และจะมีโมเมนต์ขั้วคู่เกิดขึ้นมาทิศทางตามแนวแกน c

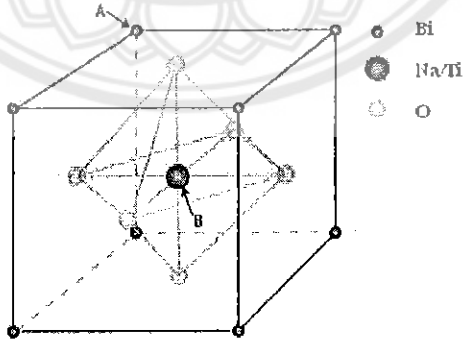


รูปที่ 2.6 โครงสร้างของสาร $BaTiO_3$ [13]

2.6 บิสมัทโซเดียมไททาเนต (BNT) [14]

บิสมัทโซเดียมไททาเนต (bismuth sodium titanate, $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$) หรือ BNT เป็นสารประกอบพิโซอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ ที่มีความซับซ้อน โดยทั่วไปสารประกอบซึ่งมีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์จะมีสูตรโครงสร้างเป็น ABO_3 ดังรูปที่ 2.7

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



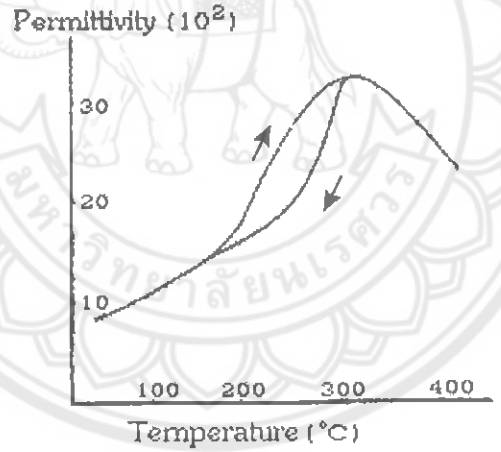
รูปที่ 2.7 โครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ (perovskite)

จากข้อสมมติฐานที่ว่า ความสามารถในการโพลาไรซ์เอง (spontaneous polarizability) ของสารประกอบที่มีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ที่ไอออนของ A-site ซึ่งอาจจะเป็นได้ทั้งแทลเลียม หรือบิสมัทก่อให้เกิดสารประกอบหลายชนิด สำหรับสารประกอบที่น่าสนใจ คือสาร

บิสมัทโซเดียมไททาเนตเฟร์โรอิเล็กทริก (bismuth sodiumtitanate ferroelectric) เนื่องจากสารประกอบระบบนี้ มีความเป็นไปได้ที่จะมีสมบัติที่สามารถนำมาทดแทนการใช้สารประกอบที่มีออกไซด์ของตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

โครงสร้าง BNT มีลักษณะเป็นเพอรอฟสไกด์ ซึ่งพบว่า มีการเปลี่ยนแปลงระบบผลึกตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ณ อุณหภูมิห้อง (27°C) ระบบผลึกของ BNT เป็นรอมโบฮีดรอล ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเฟร์โรอิเล็กทริก เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอล และผลึกลูกบาศก์ ตามลำดับ ซึ่งจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้าเช่นกันโดยที่จะเปลี่ยนไปเป็นแอนไทเฟร์โร อิเล็กทริก (antiferroelectric) และพาราเฟร์โรอิเล็กทริก (paraferroelectric) ตามลำดับระบบผลึกของ BNT ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

ผลกระทบที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าจะแตกต่างกัน เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงระบบผลึกหลังจากการให้ความร้อนหรือลดอุณหภูมิ พบว่าจะมีผลต่อสมบัติเป็นแอนไทเฟร์โรอิเล็กทริกดังรูปที่ 2.8



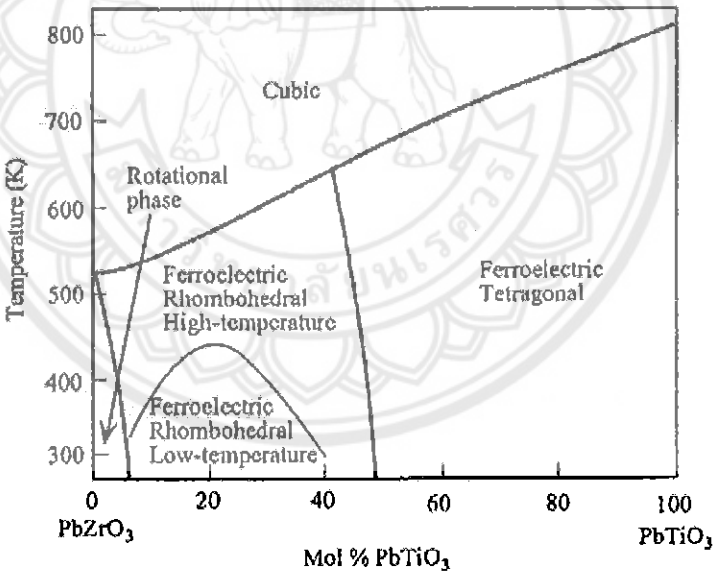
รูปที่ 2.8 ลักษณะของค่า permittivity ของผลึก $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ในการวัดที่ความถี่ 500 กิโลเฮิทซ์ [15]

2.7 เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead zirconate titanate)

เลดเซอร์โคเนตไททาเนต เป็นสารพิโซอิเล็กทริกที่มีการนิยมทำมาใช้อย่างแพร่หลายในวงการอุตสาหกรรม เนื่องจากแสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกได้ดี [16] มีค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบไฟฟ้าเชิงกลสูง มีอุณหภูมิคูรีที่สูงส่งผลให้สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงสุดได้ดี ที่สำคัญสามารถ

เตรียมได้ง่ายและหลากหลายองค์ประกอบ อุณหภูมิที่ใช้ก็ไม่สูงมากนัก จึงทำให้เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนตเป็นที่นิยม

เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) มีอุณหภูมิคูรีอยู่ที่ประมาณ 390 °C [4] ซึ่งอุณหภูมิคูรีนี้ จะเปลี่ยนแปลงเมื่อองค์ประกอบของสารเปลี่ยนแปลงไปโดย ณ ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี เลดเซอร์โคเนตไททาเนตจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอรอฟสไกต์ ที่มีหน่วยเซลล์แบบคิวบิกซึ่งส่งผลให้แสดงสมบัติเป็นพาราอิเล็กตริก เมื่อทำการลดอุณหภูมิให้ต่ำลงกว่าอุณหภูมิคูรี ลักษณะของหน่วยเซลล์จะเปลี่ยนแปลงไปเป็นแบบเตตระโกนอล (tetragonal) หรือรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ซึ่งผลให้สมบัติของเซรามิกเป็นเฟร์โรอิเล็กทริก โดยในกรณีของเฟสเตตระโกนอลนั้นจะเกิดกระบวนการ โพลาไรเซชั่นขึ้นได้เองในทิศทาง (100) ส่วนในกรณีของเฟสรอมโบฮีดรอล กระบวนการโพลาไรเซชั่นจะเกิดขึ้นเองในทิศทาง (111) และยังพบอีกว่าสมบัติทางด้านไฟฟ้าของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตนั้น แสดงสมบัติที่โดดเด่นมากในสัดส่วนของ Zr:Ti อยู่ที่ 52:48 หรือ 53:47 ซึ่งอยู่ ณ บริเวณที่เรียกว่า รอยต่อเฟสที่มีสัณฐานเหมือนกัน (Morphotropic Phase Boundary : MPB) [17] ดังเฟสไดอะแกรมในรูป 2.9



รูป 2.9 เฟสไดอะแกรมของสารในระบบ PZT [18]

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปี ค.ศ. 2002 Bao-Jin Chu และคณะ [19] ได้ทำการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก $(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_3$–$BaTiO_3$ โดยเน้นไปที่สมบัติทางพิโซอิเล็กทริกของ $(1-x)(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_3$–$(x)BaTiO_3$ (x=0.02, 0.04, 0.06, 0.08 และ 0.1) หาความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก และอุณหภูมิที่ทำให้เกิดกระบวนการดีโพล (depolarization temperature) ของสารเติม

สารเจือของเซรามิก ซึ่งพบว่า โดยส่วนใหญ่แล้วเซรามิก $(1-x)(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_3-(x)BaTiO_3$นั้น depolarization temperature จะมีค่าที่ต่ำกว่าอุณหภูมิสูงสุดของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่จะต้องนำมาศึกษาเพิ่มเติมต่อไป

ปี ค.ศ. 2006 Huang Xingyou และคณะ [20] ได้ทำการศึกษาอิทธิพลขององค์ประกอบต่อสมบัติพิโซเซรามิกไม่มีตะกั่วของ BNT-BT โดยเน้นเซรามิกพิโซอิเล็กทริกไม่มีสารตะกั่วของ $(Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO_3-BaTiO_3$(BNT-BT) ได้ทำการเตรียมโดยเทคนิคเซรามิกพิโซอิเล็กทริกแบบดั้งเดิม (เผาซินเตอร์ไม่มีอากาศ) พบว่าสมบัติพิโซอิเล็กทริกและสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก BNT จะเริ่มเพิ่มขึ้นและลดลงในขณะที่การเติมปริมาณ $BaTiO_3$ เพิ่มขึ้น

ปี ค.ศ. 2006 Su-Ho Lee และคณะ [21] ได้ทำการศึกษาปรากฏการณ์ความร้อนของเซรามิก BNT-BT ในการศึกษานี้ใส่ปริมาณ $BaTiO_3$ (BT) เล็กน้อย ซึ่งมีลักษณะของเฟร์โรอิเล็กทริก และโครงสร้าง เตรตระโกนอลที่อุณหภูมิปกติใน BNT อุณหภูมิสูงขึ้นอย่างรวดเร็วจนถึงระดับสูงสุด 100°C สำหรับ 3 นาทีแรก จากนั้นก็จะอิ่มตัว ดังนั้นในการศึกษานี้เราจะแสดงปรากฏการณ์ความร้อนและการรักษาเสถียรภาพอุณหภูมิเซรามิก BNT-BT ที่สามารถนำมาใช้เป็นข้อมูลอ้างอิงในการพัฒนา เซรามิก BNT-BT ที่ดีขึ้น

ปี ค.ศ. 2007 Lanfang Gao และคณะ [22] ได้ทำการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกและเฟร์โร อิเล็กทริกเซรามิกของ $(1-x)BaTiO_3-xBi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยเน้นไปที่สมบัติไดอิเล็กทริกและเฟร์โรอิเล็ก ทริกของเซรามิกที่ไม่มีตะกั่ว $(1-x)BaTiO_3-xBi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ (x = 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3) เตรียมโดยวิธีเทคนิคเซรามิกแบบดั้งเดิม ทำการซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 - 4 ชั่วโมง พบว่าการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกและเฟร์โรอิเล็กทริก ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง มีค่าลดลงเมื่อปริมาณ BNT เพิ่มขึ้น สำหรับสารตัวอย่างที่มี BNT 0.3 โมล พบว่าแสดงพฤติกรรมเป็นแบบรีแลกเซอร์ อุณหภูมิคูรี (T_c) มีการเลื่อนเล็กน้อย เมื่อเติม BNT ต่ำกว่า 0.1 โมล อุณหภูมิคูรี (T_c) สูงสุด (ประมาณ 150 °C) พบที่เมื่อเติม BNT 0.2 โมล ค่าโพลาไรเซชันคงค้าง (P_r) จะลดลงในขณะที่ ค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง (E_c) จะเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณ BNT เพิ่มขึ้น

ในปี ค.ศ. 1981 Hankey และ Biggers [5] ทำการศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดเฟสของ PZT ด้วยการเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์ (Mixed oxides) พบว่า PZT เกิดเฟสที่สมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 775°C และมีการระเหยของตะกั่ว

และในปีเดียวกันนี้เอง Chandratreya [6] ได้ทำการศึกษา PZT ที่เตรียมจาก PZ และ PT เป็นสารตั้งต้นพบว่าเกิดการขยายตัวเชิงปริมาตร (volume Expansion) ในช่วงอุณหภูมิ

450 – 600°C และ 700 – 800°C สำหรับ PZ และ PT ตามลำดับ และยังพบการเกิด PZT ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700°C ขึ้นไป

เมื่อถึงปี ค.ศ. 1983 Cho และ Biggers [7] ทำการเตรียม PZT ด้วยวิธีการเตรียม 2 แบบ คือ การมิกซ์ออกไซด์ และวิธีการเกลือหลอมเหลว (Molten SoH) ซึ่งอาศัยหลักการเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์-โพแตสเซียมคลอไรด์ (NaCl-KCl) ลงไปคอยช่วยในการทำปฏิกิริยาให้ผงผลึก PZT ที่มีความบริสุทธิ์สูงที่อุณหภูมิต่ำได้ และยังพบอีกว่าขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค PZT ที่เตรียมได้จากวิธีมิกซ์ออกไซด์จะสูงกว่าที่เตรียมได้จากโมท์เทนซอลท์ จากนั้นก็มีการเตรียมสารประกอบเฟร์โรอิเล็กทริกในระบบ PZT อีกหลายรูปแบบ ทั้งทางเคมี และทางปฏิกิริยาของแข็ง เพื่อให้ได้สารที่บริสุทธิ์

จนกระทั่งในปี ค.ศ. 2004 Bruncková และคณะ [23] ได้ทำการเตรียม PZT ด้วยวิธีโซล-เจล พบว่าเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C มีการก่อตัวของเฟส PZT ขึ้น แต่ยังมีเฟสที่ไม่บริสุทธิ์ มีเฟสไพโรคลอร์ปนอยู่ และมีทำการเผาอบอ่อน (anneal) ณ อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะมีการเปลี่ยนจากเฟสไพโรคลอร์ไปเป็นเฟสผสมระหว่างไพโรคลอร์และเฟสบริสุทธิ์

บทที่ 3
วิธีการวิจัย

3.1 สารเคมี

3.1.1 แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka

3.1.2 บิสมัทไตรออกไซด์ (Bi_2O_3) ความบริสุทธิ์ที่ 98% ผลิตโดยบริษัท Fluka

3.1.3 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99.5% ผลิตโดยบริษัท Sigma--Aldrich

3.1.4 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Sigma–Aldrich

3.1.5 เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 บริษัท Sigma–Aldrich

3.1.6 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Sigma--Aldrich

3.1.7 โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 บริษัท Merck

3.1.8 โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท RCI Labscan

3.1.9 สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$)

3.1.7 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 บริษัท Liquor Distillery Organization Excise Department

3.1.12 น้ำกลั่น

3.1.13 น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)

3.1.10 น้ำยาล้างจาน

3.2 อุปกรณ์

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

3.2.2 กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด

3.2.3 ลูกบดอิเทีย–เซอร์โคเนีย (Y–ZrO_2)

3.2.4 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)

3.2.6 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball–milling

3.2.6 บีกเกอร์ขนาด 250, 600 และ 1000 มิลลิลิตร

3.2.7 กระดาษฟอยล์ (foil)

3.2.8 กระดาษรองชั่งสาร (weighing paper) บริษัท Whiteman

3.2.9 ตะแกรงร่อนสาร

3.2.12 ครกบดสาร (agate)

3.2.12 ช้อนตักสาร

3.2.13 ไดร์เป่าผม สำหรับเป่าอุปกรณ์หรือชิ้นงานหลังทำความสะอาด

3.2.14 แปรงล้างขวด

3.2.15 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)

3.2.16 เทปกาวคาร์บอน

3.2.17 เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (hot plate & magneticstir) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7 ประเทศเยอรมัน

3.2.18 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ HOUSE WORTH รุ่น HW-8085

3.2.19 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสำหรับเผาสาร ผลิตโดยบริษัท ชวโชติ จำกัด อุณหภูมิสูงสุด 1200 °C รุ่น L9/12P ประเทศไทย

3.2.20 ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์ 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

3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึกผงผลึกสารเฟร์โรอิเล็กทริก โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว

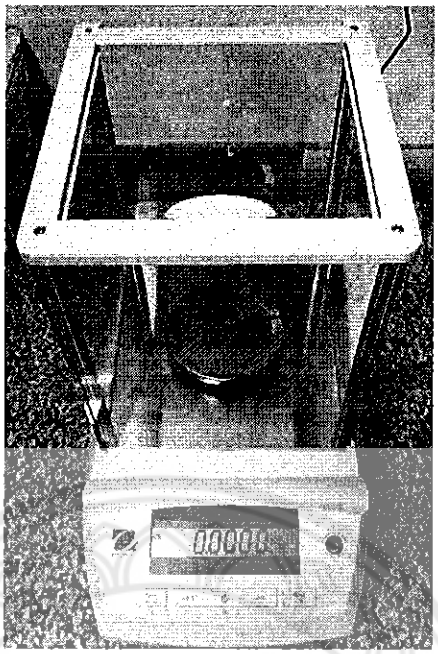
3.3.1 เตรียมผงผลึกแบเรียมไททาเนต-บิสมัทโซเดียมไททาเนต สูตร $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$

เตรียมผงผลึกแบเรียมไททาเนต-บิสมัทโซเดียมไททาเนต สูตร $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ โดยนำสารตั้งต้น $BaCO_3$, TiO_2, Bi_2O_3 และ Na_2CO_3 ที่จะใช้ไปทำการอบด้วยเตาอบตามรูป 3.1 ทำการชั่งสารตั้งต้น $BaCO_3$, TiO_2, Bi_2O_3 และ Na_2CO_3 ที่อบแล้วตามสมการที่ดุลสมการเคมีตามสมการ (3.1) จากนั้นชั่งสารตามปริมาณที่คำนวณโดยใช้เครื่องชั่งสารที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม ดังรูป 3.2 การดุลสมการเคมีเป็นดังสมการข้างล่างนี้

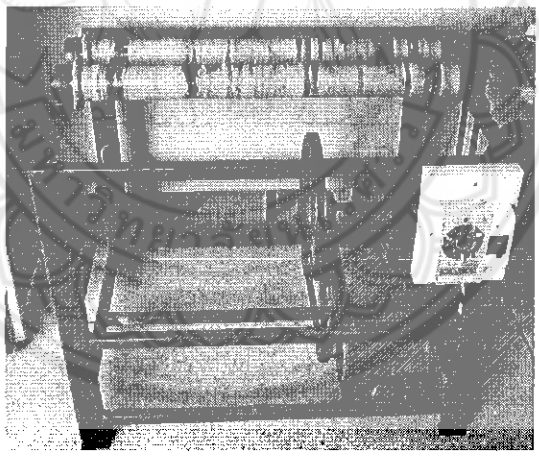
$$(0.7)[BaCO_3 + TiO_2] + (0.3)[¼\ Bi_2O_3 + ¼\ Na_2CO_3 + TiO_2] \rightarrow$$
$$(0.7)(BaTiO_3) + (0.3)(Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3) + (1.175)\ (CO_2) \qquad (3.1)$$

นำสารตั้งต้นมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดอิเทีย-เซอร์โคเนียแล้วเติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนแท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling ตามรูป 3.3 ทำการบดย่อยผสมการเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วกรองเอาของเหลวที่ผสมแล้วใส่บีกเกอร์ นำไปทำให้แห้งโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็กดังรูป 3.4 ใช้ความร้อนประมาณ 120-130 °C เมื่อของเหลวนั้นแห้งแล้ว นำไปอบอีกครั้งเพื่อให้แห้งสนิทเป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง ทำการร่อนผงผสมด้วยตะแกรงร่อน พักสารผสมที่ได้ไว้ (เพื่อผสมกับเกลือผสมเป็นวิธีเกลือหลอมเหลว) แต่ถ้านำผงผสมที่ร่อนไว้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C ตามแผนภาพ 3.6 (เป็นวิธีมิกซ์ออกไซด์ ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ แสดงดังแผนภาพในรูป 3.7) นำผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

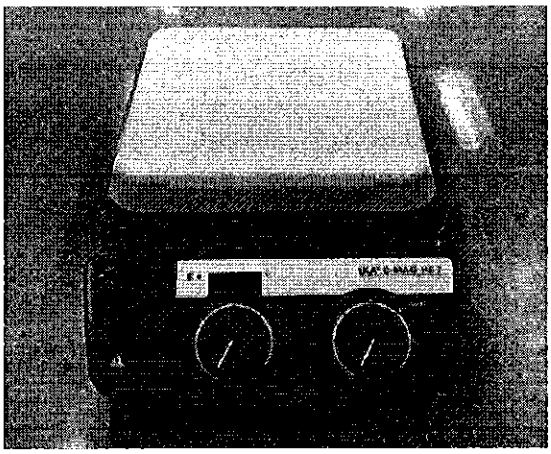
รูป 3.1 เตาอบสาร



รูป 3.2 เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม

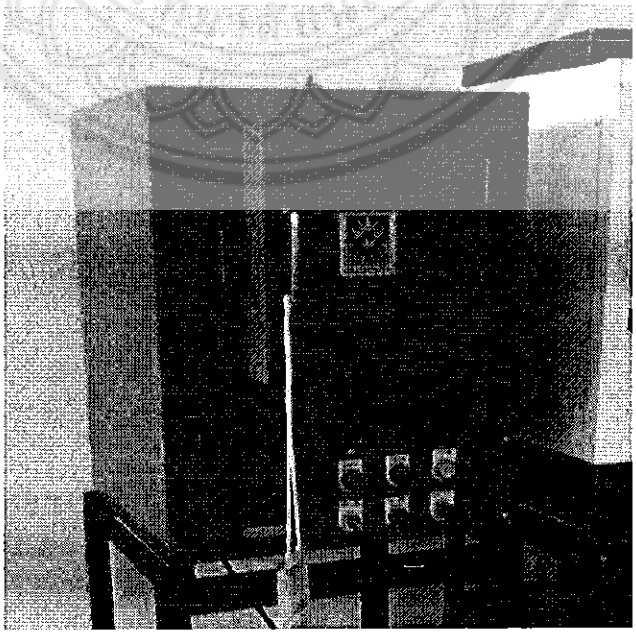


รูป 3.3 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling

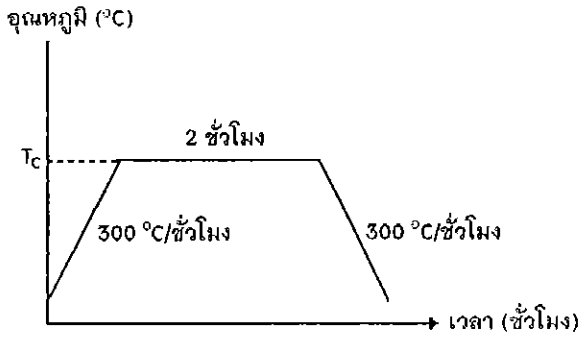


รูป 3.4 เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก

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 จากนั้นนำเกลือที่ผสมได้นี้ไปบดผสมกับสารผสมที่พักไว้ ในสัดส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก [24-26] นำผงผสมที่ผสมกับเกลือผสมแล้วที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.5) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 $^{\circ}$C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 $^{\circ}$C/นาที แผนภาพการเผาแคลไซน์แสดงดังรูป 3.6



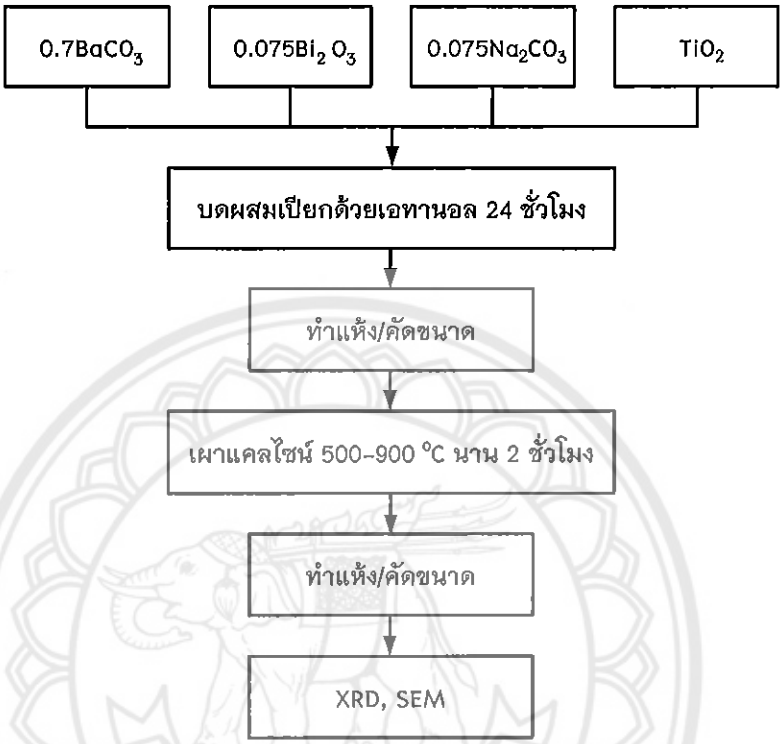
รูป 3.5 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง สำหรับเผาแคลไซน์



รูป 3.6 แผนภาพการเผาแคลไซน์ (โดย T_C คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์)

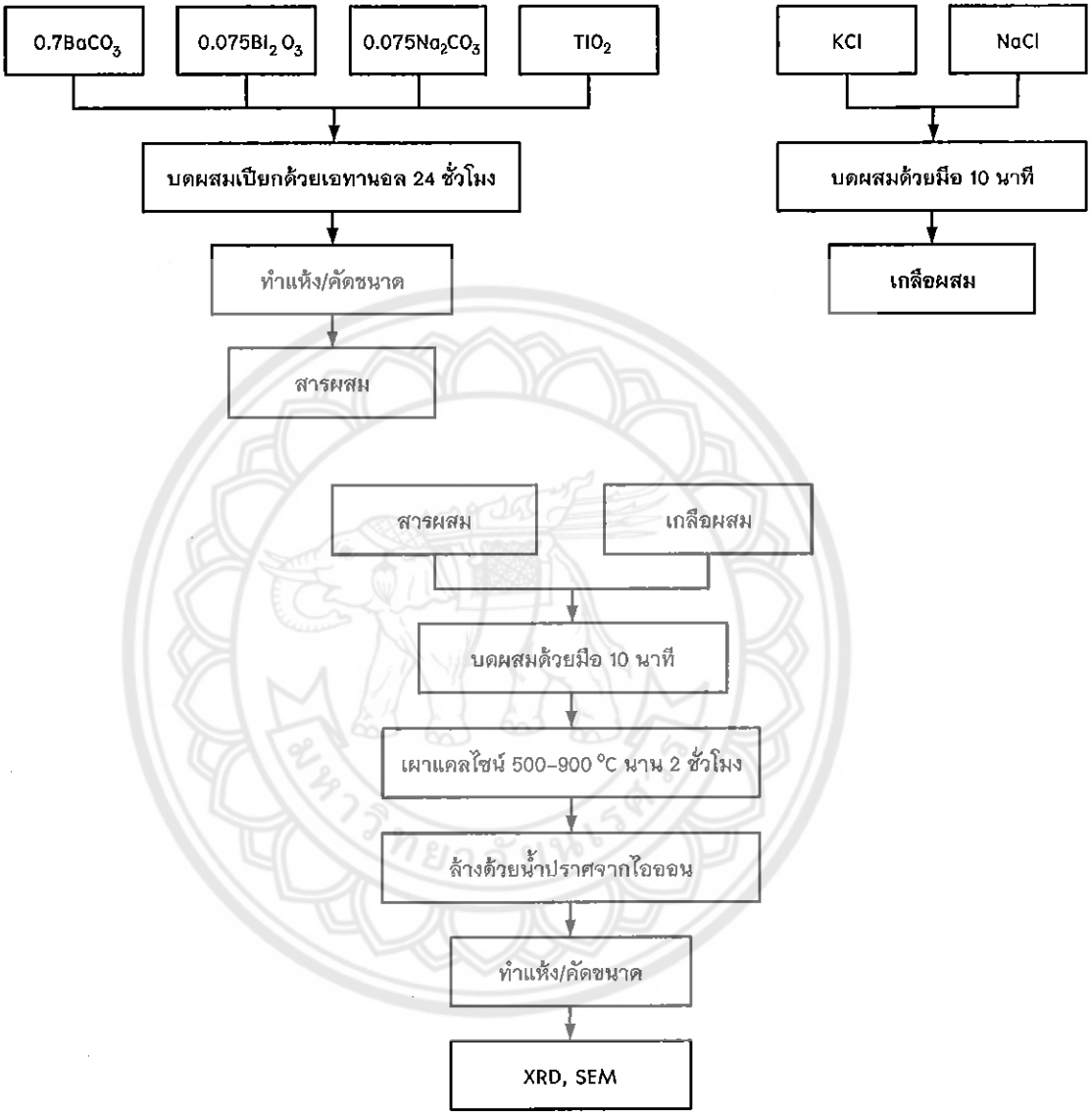
นำผงผลึกที่ได้จากการเผาแคลไซน์แล้ว ณ อุณหภูมิต่างๆ ไปแยกเกลือออก โดยการล้างด้วยน้ำที่ปราศจากไอออนที่ต้มจนร้อน จนกระทั่งคลอไรด์ไอออนอิสระหมดไป โดยการทดสอบว่ายังมีคลอไรด์ไอออนเหลืออยู่หรือไม่ด้วยการหยดสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตลงในน้ำทิ้งที่ล้างเกลือออกจากผงผลึก (ซึ่งควรทำการล้างเกลือออกก่อนทดสอบประมาณ 3-4 รอบก่อน จึงทดสอบน้ำทิ้งในรอบท้ายๆ) ถ้ายังมีตะกอนขาวขุ่น ซึ่งเป็นตะกอนของ AgCl แสดงว่ายังล้างเกลือออกจากผงผลึกไม่หมด ทำการล้างจนกระทั่งไม่มีเกลือเหลืออยู่แล้ว จึงทำแห้งผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ นำผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่ล้างเกลือหมดแล้วทุกอุณหภูมิแคลไซน์ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ แสดงดังแผนผังในรูป 3.8

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรค่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูป 3.7 แผนผังการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรค่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูป 3.8 แผนผังการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

3.3.2 เตรียมผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต สูตร ($Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$)

เตรียมผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนตสูตร $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เริ่มจากการนำสาร PbO, TiO_2 และ ZrO_2 ที่จะใช้ไปทำการอบด้วยเตาอบตามรูป 3.1 แล้วชั่งสารตั้งต้น PbO, TiO_2 และ ZrO_2 ตามสัดส่วนจำนวนโมล Pb : Zr : Ti เป็น 1 : 0.52 : 0.48 ด้วยการดุลสมการเคมีตามสมการ (3.2) จากนั้นชั่งสารตามปริมาณที่คำนวณโดยใช้เครื่องชั่งสารที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.2) สมการการดุลสมการเคมีเป็นดังสมการข้างล่างนี้

$$PbO\ (s) + 0.52(ZrO_2)\ (s) + 0.48(TiO_2)\ (s) \longrightarrow Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3\ (s) \qquad (3.2)$$

นำสารตั้งต้นมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดอิเทีย-เซอร์โคเนียแล้วเติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนแท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling ตามรูป 3.3 ทำการบดย่อยผสมการเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วกรองเอาของเหลวที่ผสมแล้วใส่บีกเกอร์ นำไปทำให้แห้งโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็กดังรูป 3.4 ใช้ความร้อนประมาณ 120-130 °C เมื่อของเหลวนั้นแห้งแล้ว นำไปอบอีกครั้งเพื่อให้แห้งสนิทเป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง ทำการร่อนผงผสมด้วยตะแกรงร่อน พักสารผสมที่ได้ไว้ (เพื่อผสมกับเกลือผสมเป็นวิธีเกลือหลอมเหลว) แต่ถ้านำผงผสมที่ร่อนไว้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C ตามแผนภาพในรูป 3.6 (เป็นวิธีมิกซ์ออกไซด์ ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ สารโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ แสดงดังแผนภาพในรูป 3.9) นำผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

นำเกลือผสมที่เตรียมโดยเกลือ 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 จากนั้นนำเกลือที่ผสมได้นี้ไปบดผสมกับสารผสมที่พักไว้ ในสัดส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก [24-26] นำผงผสมที่ผสมกับเกลือผสมแล้วที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.5) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที แผนภาพการเผาแคลไซน์แสดงดังรูป 3.6

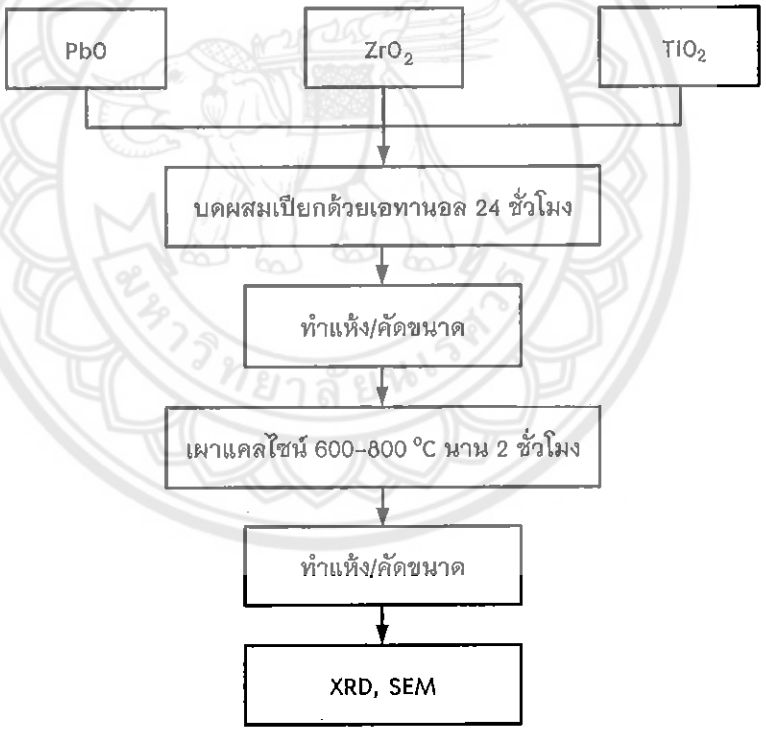
นำผงผลึกที่ได้จากการเผาแคลไซน์แล้ว ณ อุณหภูมิต่างๆ ไปแยกเกลือออก โดยการล้างด้วยน้ำที่ปราศจากไอออนที่ต้มจนร้อน จนกระทั่งคลอไรด์ไอออนอิสระหมดไป โดยการทดสอบว่ายังมีคลอไรด์ไอออนเหลืออยู่หรือไม่ด้วยการหยดสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตลงในน้ำ

วิทย
ธร
ว๓๓๕
๒๕๕๔

17 ส.ค. 2559
สำนักหอสมุด
1.7015094

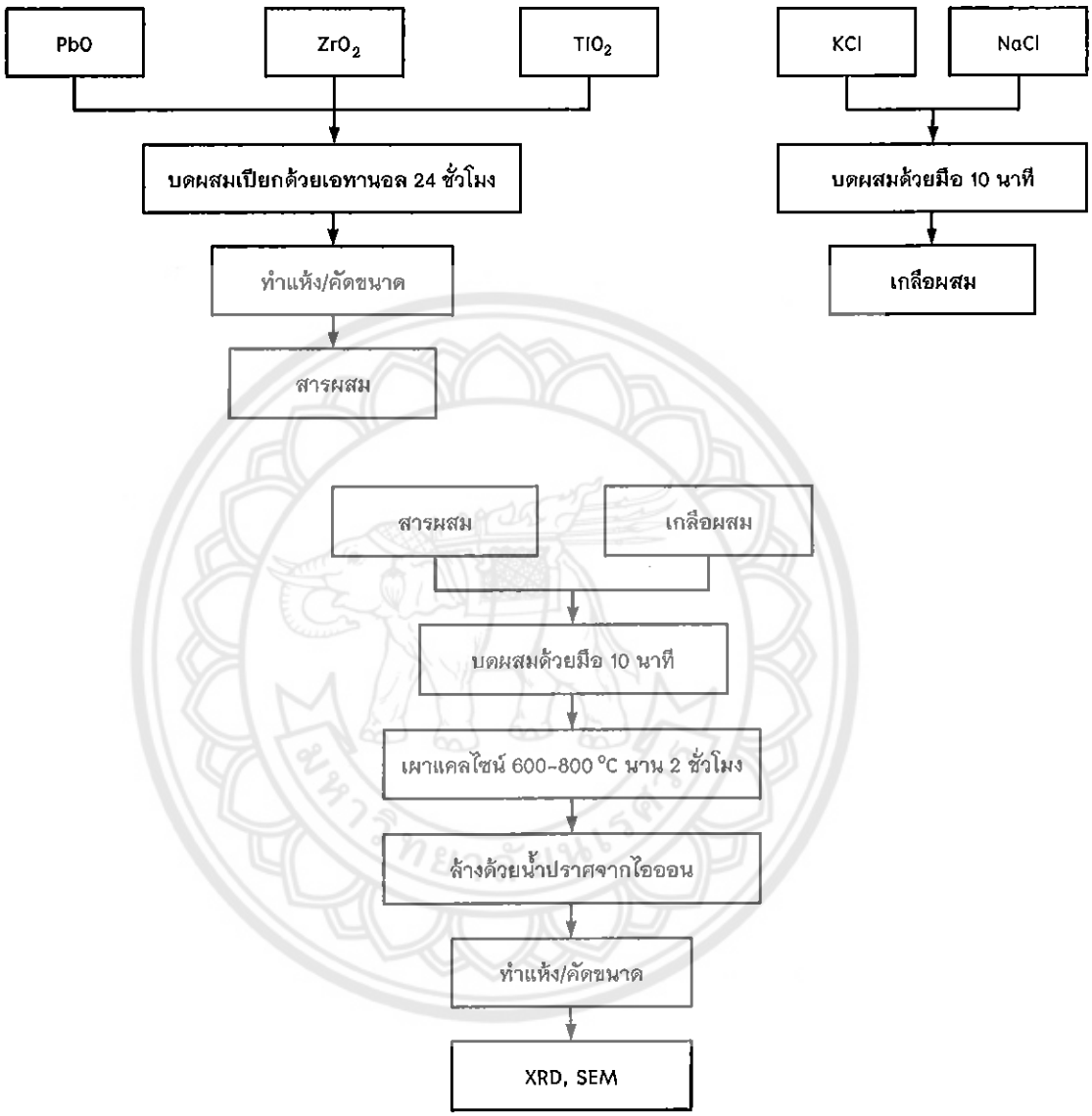
ทิ้งที่ล้างเกลือออกจากผงผลึก (ซึ่งควรทำการล้างเกลือออกก่อนทดสอบประมาณ 3-4 รอบก่อน จึงทดสอบน้ำทิ้งในรอบท้ายๆ) ถ้ายังมีตะกอนขาวขุ่น ซึ่งเป็นตะกอนของ AgCl แสดงว่ายังล้างเกลือออกจากผงผลึกไม่หมด ทำการล้างจนกระทั่งไม่มีเกลือเหลืออยู่แล้ว จึงทำแห้งผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ นำผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่ล้างเกลือหมดแล้วทุกอุณหภูมิแคลไซน์ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ แสดงดังแผนผังในรูป 3.10

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรค่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



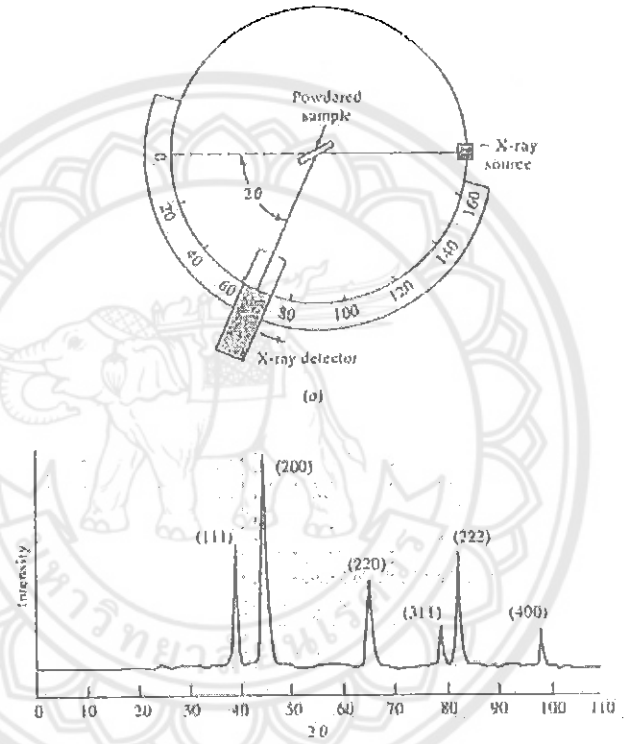
รูป 3.9 แผนผังการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรค่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูป 3.10 แผนผังการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว และแปรอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแพคใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (รูป 3.13) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง (Cuk_{α}) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.540562 Å ออกมาด้วย step ประมาณ 0.01 องศาต่อวินาที จากค่ามุม 2θ ที่ 10 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 2θ ที่ 60 องศา

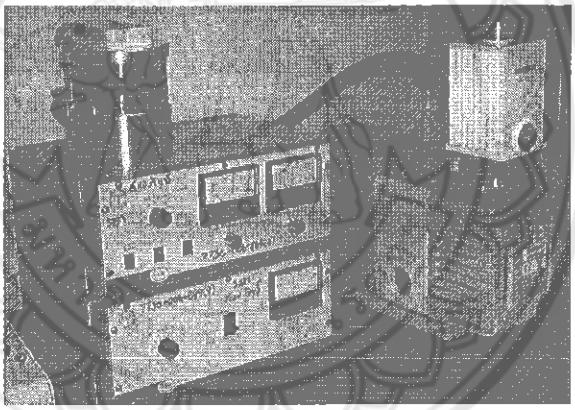


รูป 3.12 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบน**ของรังสีเอกซ์**

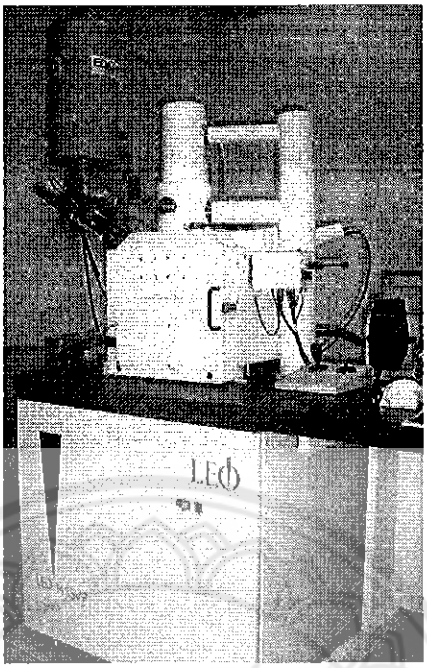
รูป 3.13 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips

3.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ และผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$

นำผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว และผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว มาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาค เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบในการอธิบายลักษณะรูปร่างและการเกาะตัวของผงเซรามิก โดยนำผงเซรามิกที่ต้องการตรวจสอบมาโรยบนฐานวางสาร (sample holder) ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอน (carbon tape) แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering ด้วยเครื่อง Sputter Coater ดังรูป 3.14 จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังรูป 3.15



รูป 3.14 เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620

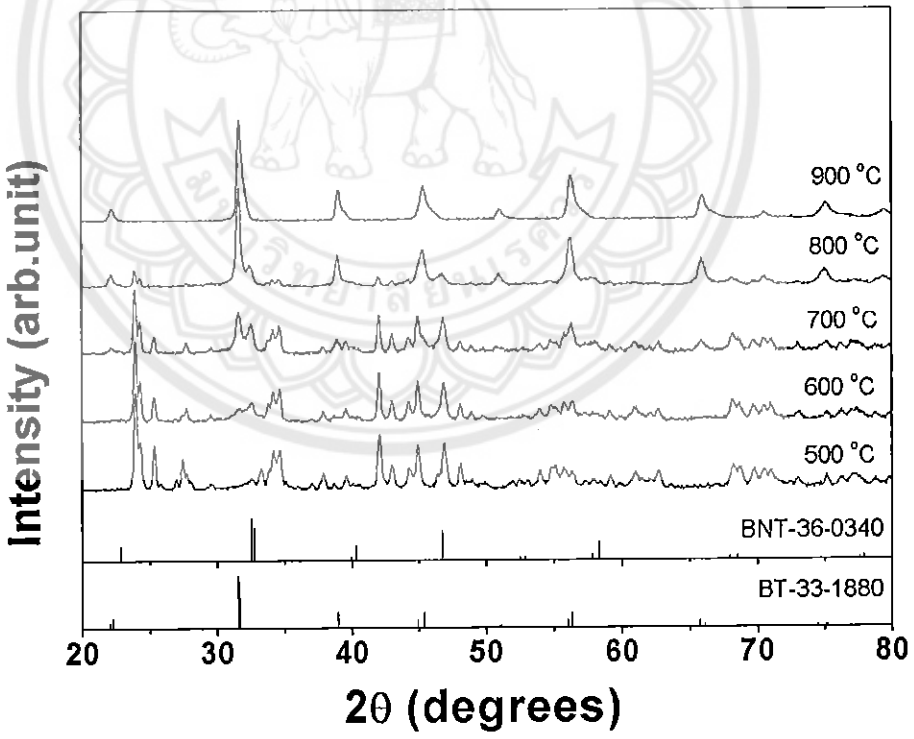


รูป 3.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP

บทที่ 4
ผลการวิจัย และการอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

จากการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ แสดงได้ดังรูป 4.1



รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

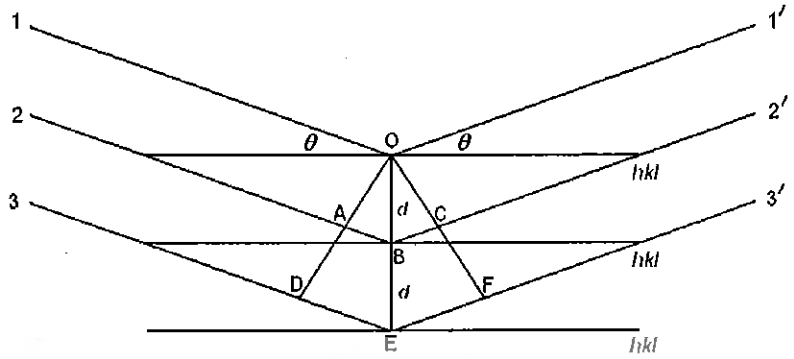
ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3-(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ และผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ทุกอุณหภูมิด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และคำนวณหาความบริสุทธิ์จากสมการที่ (3.3) [27]

$$\text{ร้อยละความบริสุทธิ์ (\%)} = \frac{I_p}{(I_p + I_i)} \times 100 \qquad (3.3)$$

โดยที่ I_p แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก

I_i แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสแปลกปลอม

3.4 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.11 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม [28]

ผลึกที่มีการวางเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบเป็นชั้นๆ บนชุดระนาบ (hkl) ดังรูป 3.11 เมื่อเกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชั้นอะตอมเหล่านี้ ณ มุม θ ถ้าคลื่นที่เลี้ยวเบนออกมานี้มีเฟสเดียวกัน จะเกิดการรวมกันแบบเสริมกันได้นั้นจะต้องมีระยะทางเดินของคลื่นต่างกันอยู่เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ (3.4) โดยเรียกสมการนี้ว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d \sin \theta = n\lambda \qquad (3.4)$$

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

ผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาตรวจสอบด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะได้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีความเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีครังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูป 3.12) ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบ

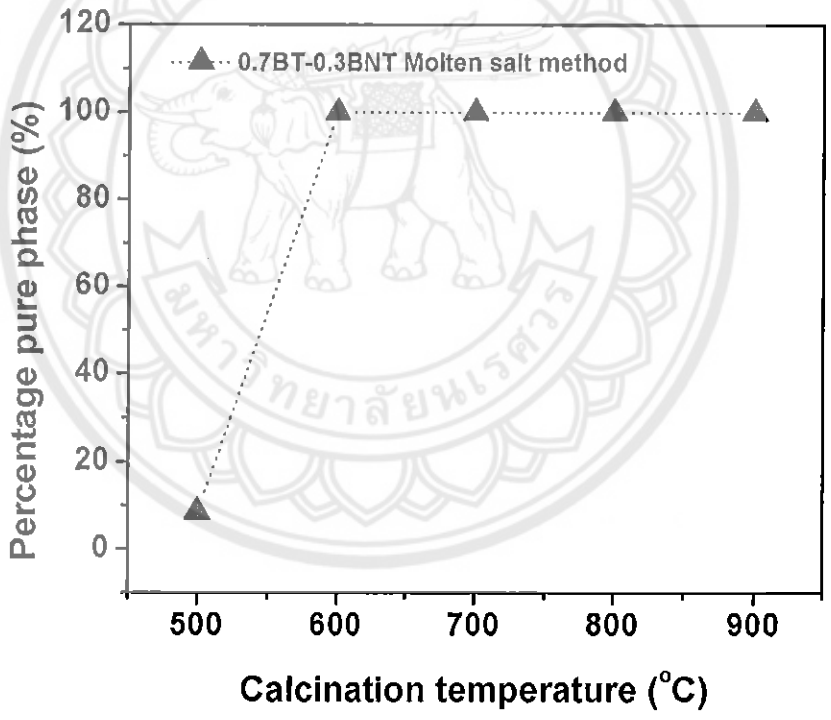
จากรูป 4.1 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 700 °C นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก $BaTiO_3$ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33-1880 [29] และข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 36-0340 [30] และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 800 °C พบว่ามีการฟอร์มตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ มากขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 900 °C พบว่าผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ มีเฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด เมื่อทำการคำนวณหาร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ตามสมการที่ (3.3) [27] ได้ดังตาราง 4.1 และดังกราฟในรูป 4.2

ตาราง 4.1 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500-900 °C

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
500	7.32
600	9.69
700	20.82
800	51.69
900	100.00

ตาราง 4.2 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500–900 °C

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
500	8.54
600	100.00
700	100.00
800	100.00
900	100.00

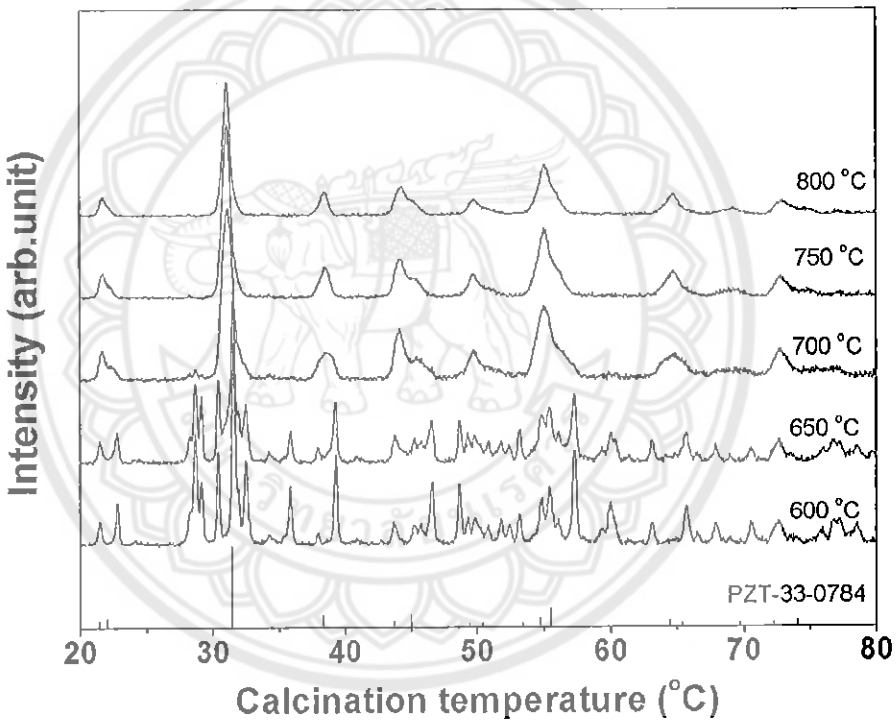


รูป 4.4 กราฟร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

จากตาราง 4.2 และจากกราฟในรูป 4.4 พบว่าความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวนั้น มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 600 °C ขึ้นไป โดยเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ซึ่งเมื่อเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียวพบว่า สามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ได้ถึง 300 °C แต่เงื่อนไขที่เหมาะสมนี้ จะพิจารณาลักษณะของผงผลึกจากภาพถ่าย SEM ร่วมด้วย

4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

จากการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ แสดงได้ดังรูป 4.5



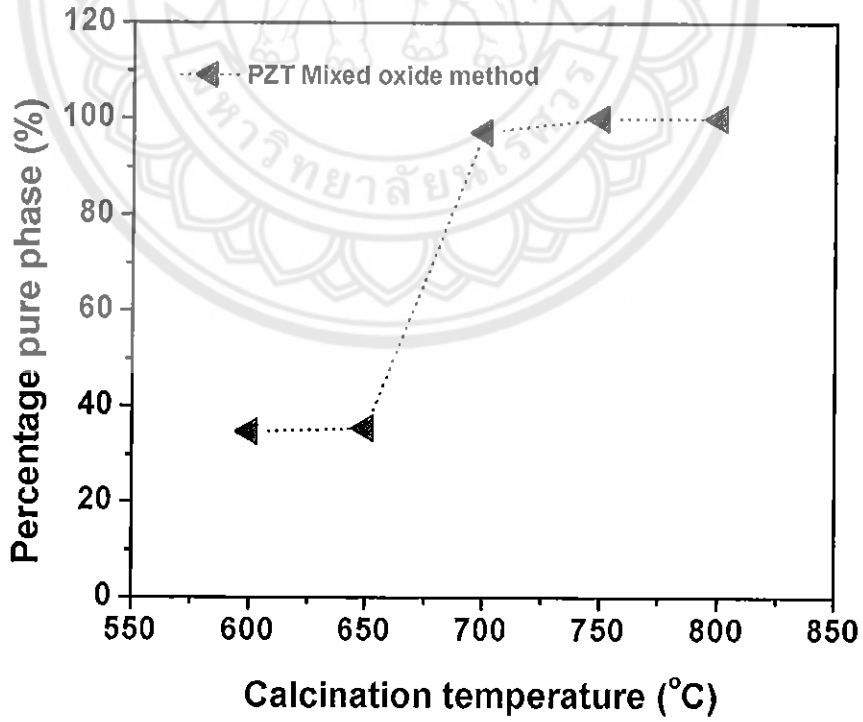
รูป 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 – 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

จากรูป 4.5 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 – 650 °C นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33-0784 [31] และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 700 °C พบว่ามีการฟอร์มตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ มากขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 750 °C พบว่า

ผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ มีเฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด และพบว่าพีคที่ได้จะเป็นพีคเดี่ยวเป็นส่วนมาก เมื่อทำการคำนวณหาร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ตามสมการที่ (3.3) [27] ได้ดังตาราง 4.3 และดังกราฟในรูป 4.6

ตาราง 4.3 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600-800 °C

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
600	34.72
650	35.50
700	97.14
750	100.00
800	100.00

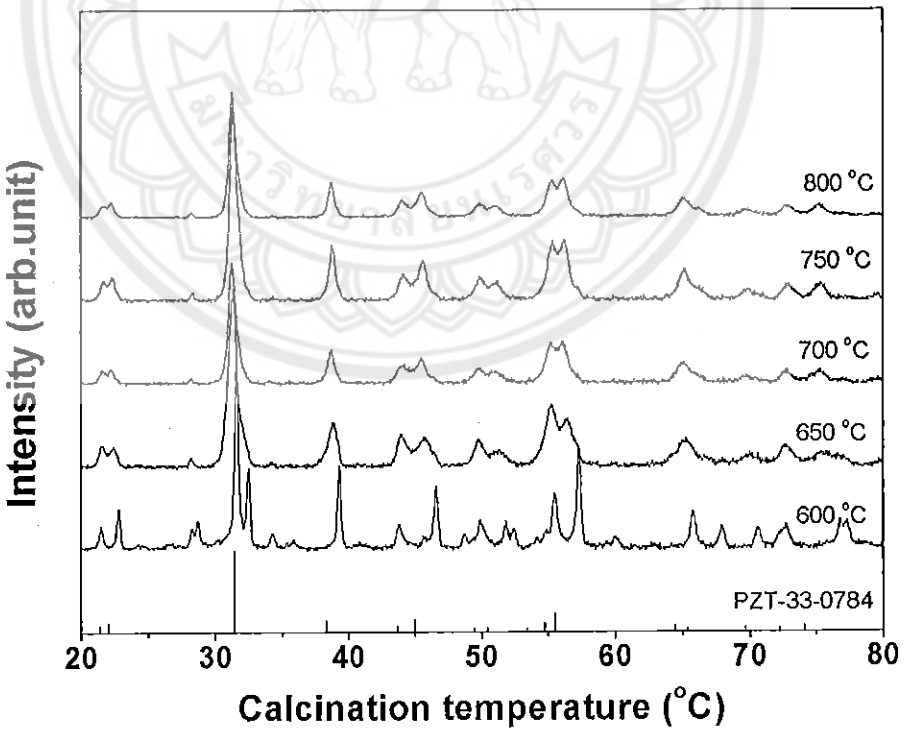


รูป 4.6 กราฟร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 – 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

จากตาราง 4.3 และจากกราฟในรูป 4.6 พบว่าความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียวนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้น และมีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเป็น 100% เมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 750 °C โดยเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง

4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

จากการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีเกลือหลอมเหลว ได้ทำการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที นำมาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว แสดงได้ดังรูป 4.7

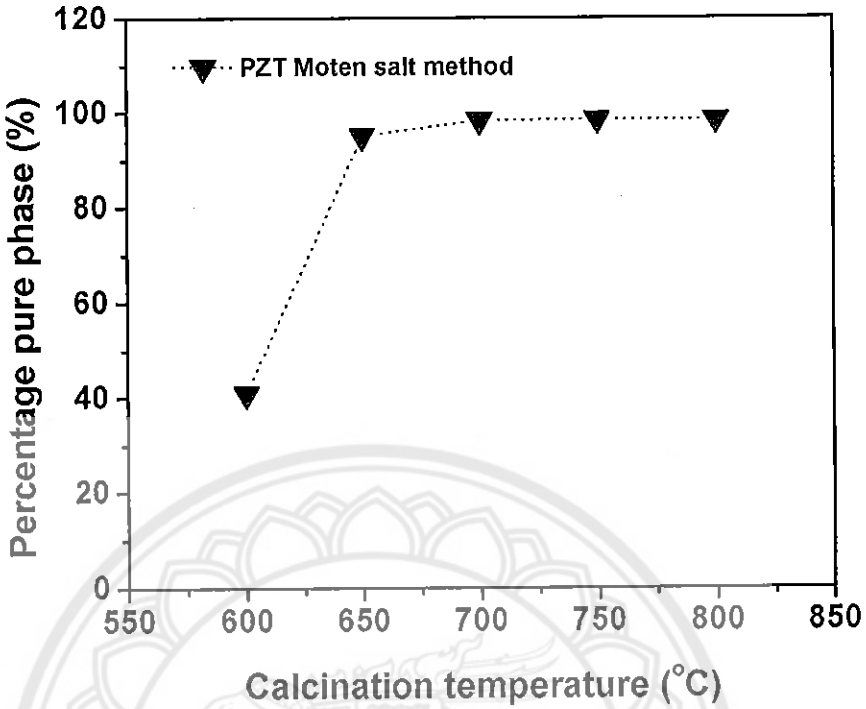


รูป 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 – 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

จากรูป 4.7 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 °C นั้น พบว่ายังไม่เป็นเฟสบริสุทธิ์เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33-0784 [31] และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 600 °C พบว่ามีการฟอร์มตัวเป็นเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ สูงขึ้นมาก และพบว่าผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ มีเฟสเกือบจะบริสุทธิ์ทั้งหมดที่อุณหภูมิแคลไซน์ 700, 750, 800 °C และพบว่าพีคที่ได้จะมีความเป็นเตตระโกนอล โดยสังเกตได้จากมุมเลี้ยวเบน $2\theta \sim 21.6°$, 22.3 °; 43.6 °, 44.9 °; 50.4 °, 53.4 °; 55.5 °, 56.1 ° เมื่อทำการคำนวณหาร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ตามสมการที่ (3.3) [27] ได้ดังตาราง 4.4 และดังกราฟในรูป 4.8

ตาราง 4.4 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600-800 °C

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
600	40.91
650	95.08
700	98.38
750	98.54
800	98.57

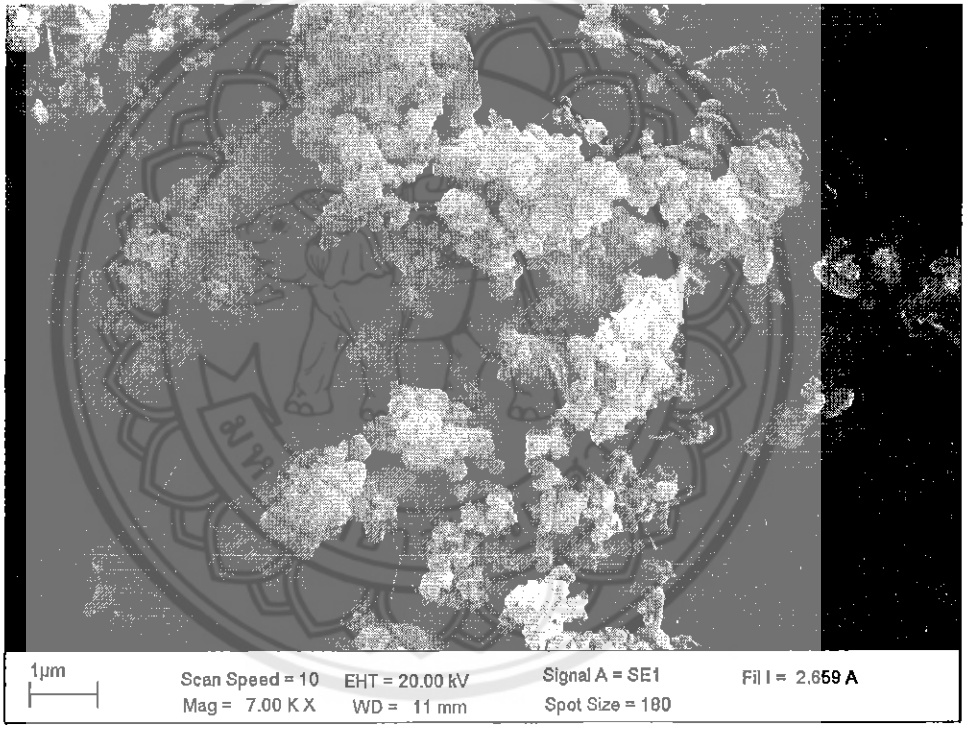


รูป 4.8 กราฟร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 – 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

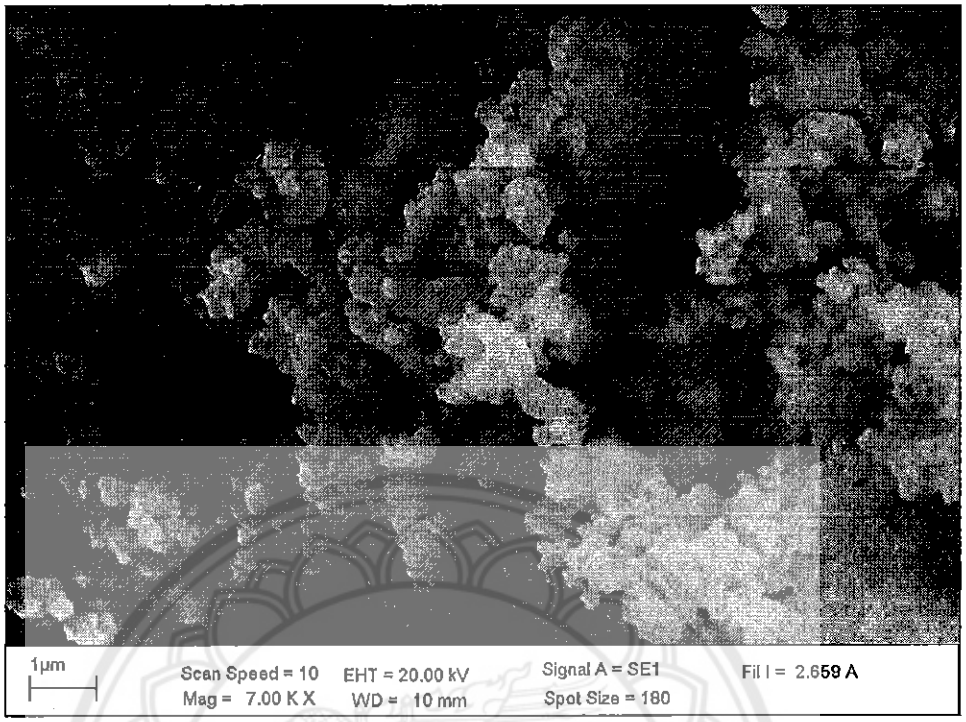
จากตาราง 4.4 และจากกราฟในรูป 4.8 พบว่าความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวนั้น มีความบริสุทธิ์ของผงผลึกเกือบเป็น 100% ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700 °C ขึ้นไป โดยเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง การที่ความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ไม่เป็น 100% เนื่องจากยังมีพีคเกินที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta \sim 28.2\text{-}28.3^{\circ}$ ซึ่งพีคเกินนี้อนุมานว่ามาจากการล้างเกลือที่ยังไม่ดีพอ เมื่อเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียวพบว่า สามารถลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ได้เพียง 50 °C แต่เงื่อนไขที่เหมาะสมนี้ จะพิจารณาลักษณะของผงผลึกจากภาพถ่าย SEM ร่วมด้วย

4.5 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

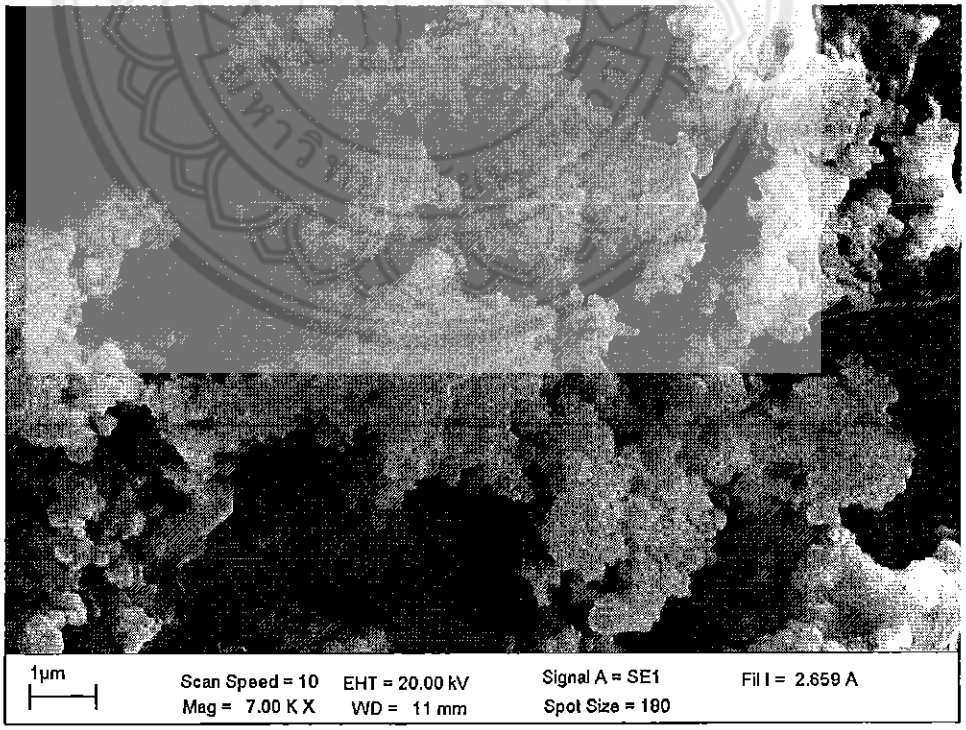
นำผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C นาน 2 ชั่วโมง ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ นี้ เป็นดังรูป 4.9–4.13



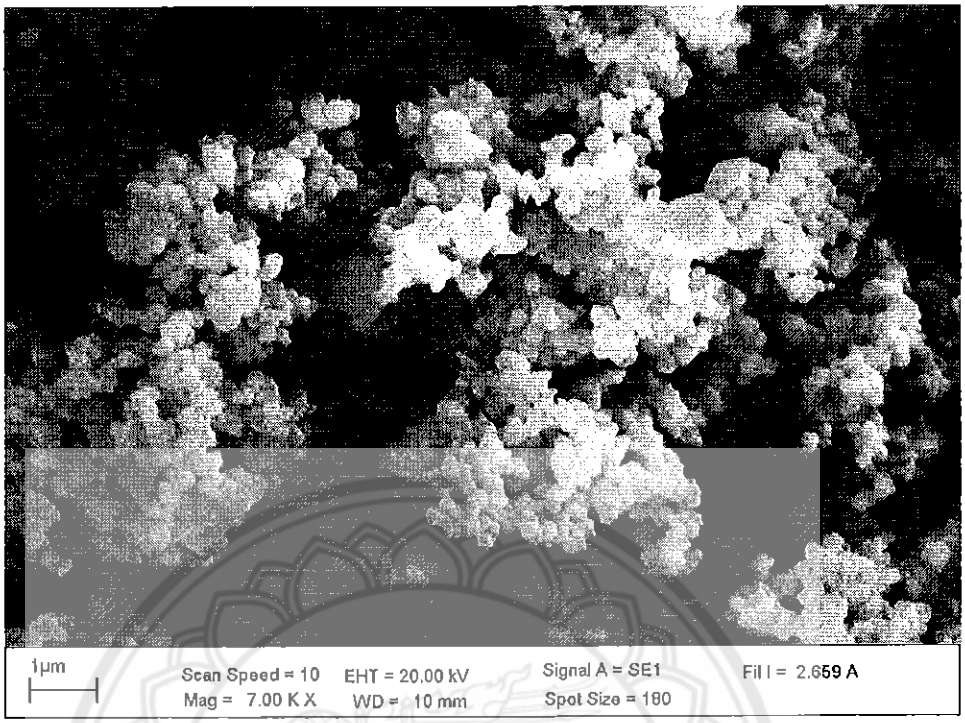
รูป 4.9 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



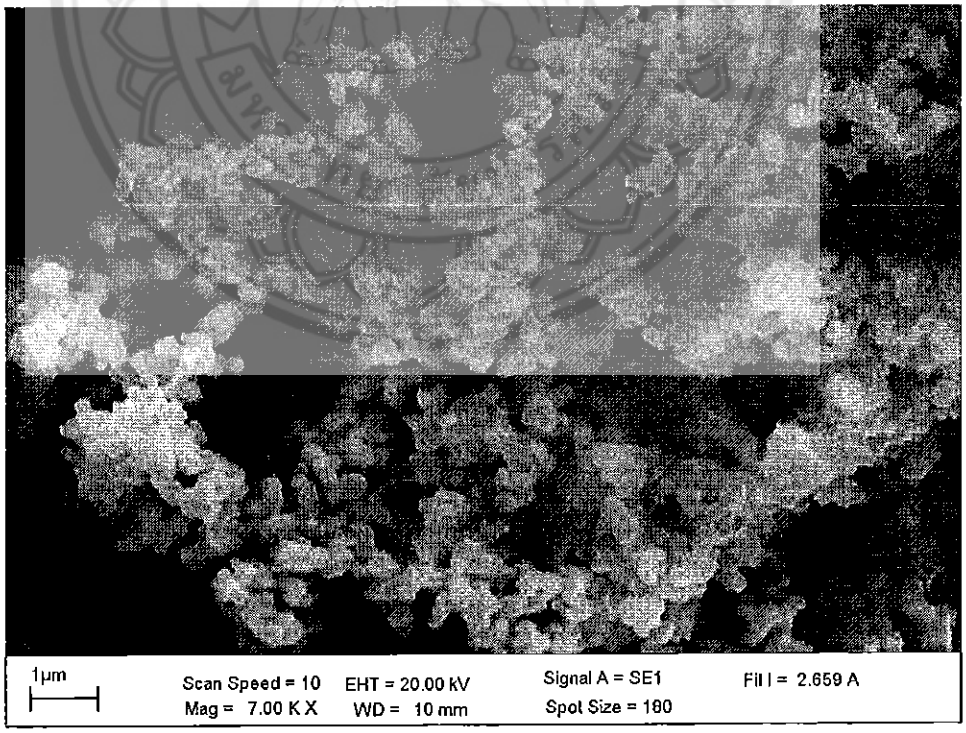
รูป 4.10 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.11 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.12 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

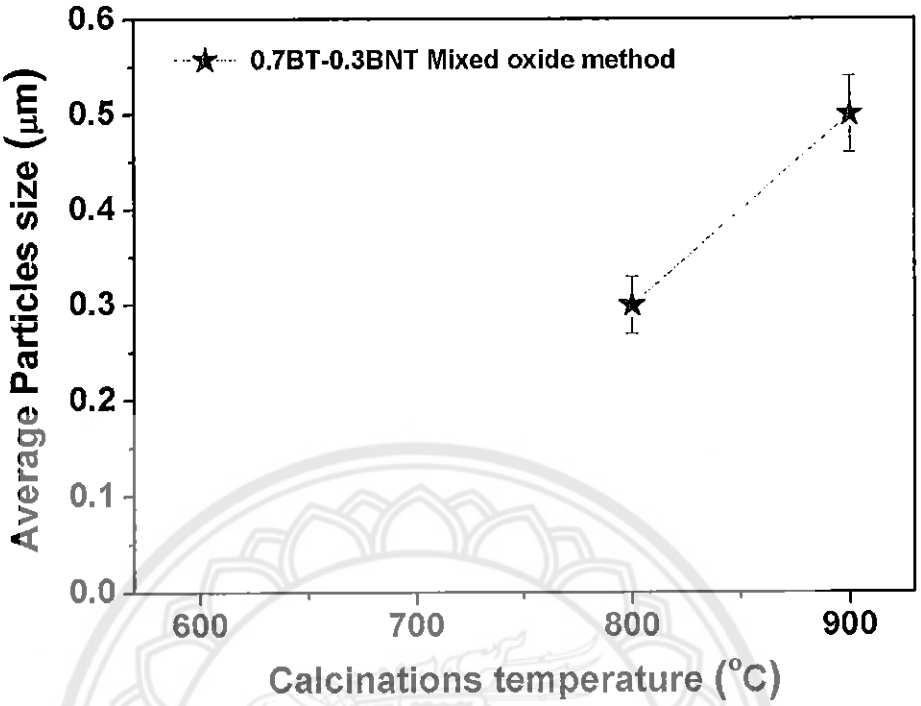


รูป 4.13 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากรูป 4.9-4.13 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 500-700 °C ลักษณะของผงผลึกยังดูไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนเล็กผสมก้อนใหญ่ซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผสมกันอยู่อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 800 °C ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม ถึงจะมีขนาดเล็กบ้างใหญ่บ้าง แต่ก็มีลักษณะรูปร่างเหมือนกัน และสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 800 และ 900 °C ลักษณะของอนุภาคหรือผงผลึกมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น ขนาดของอนุภาคมีแนวโน้มใหญ่ขึ้นแต่ก็ใกล้เคียงกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 800 และ 900 °C ดังตาราง 4.5 และดังกราฟในรูป 4.14

ตาราง 4.5 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและความไม่แน่นอนของการวัดของผงผลึกในระบบ $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
800	0.30 ± 0.03
900	0.50 ± 0.04

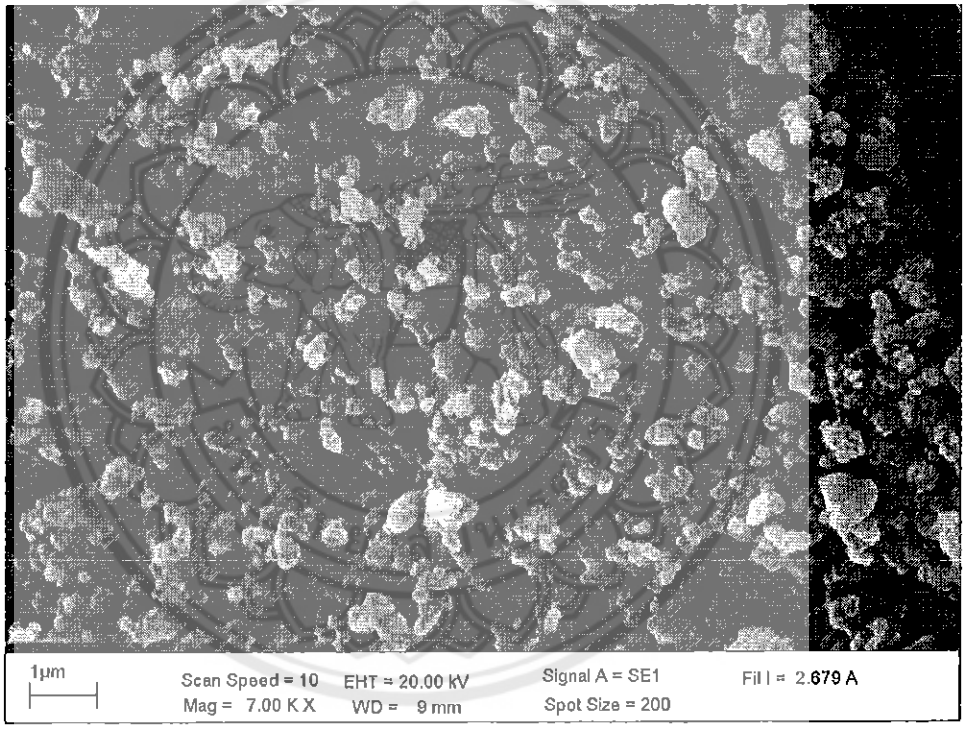


รูป 4.14 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

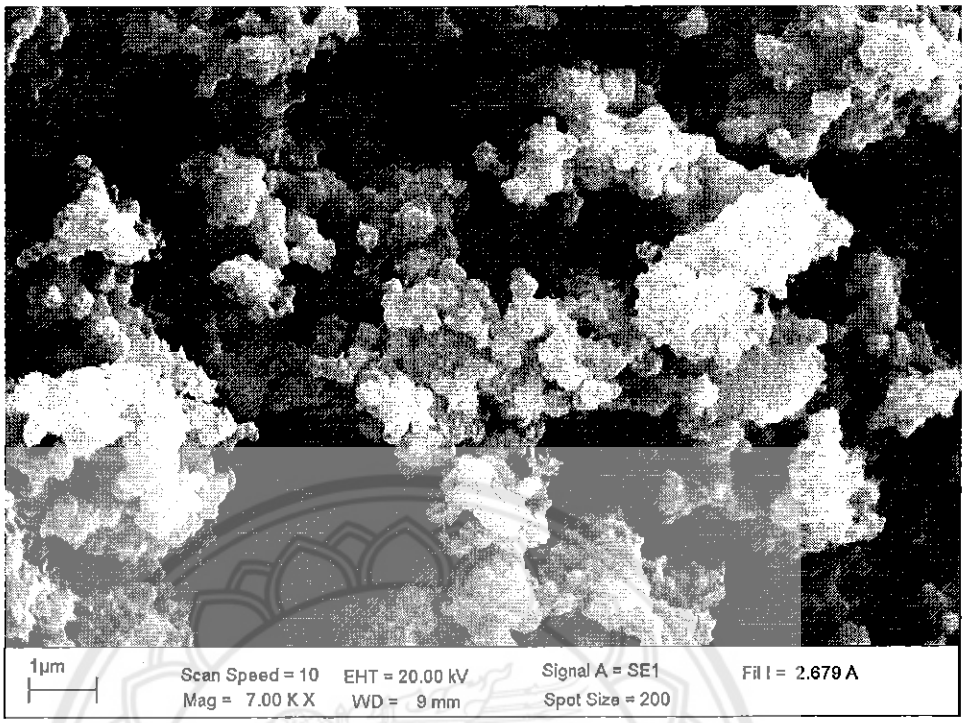
จากข้อมูล XRD ในรูป 4.1 และข้อมูล SEM ในรูป 4.9–4.13 พบว่า ผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ฟอร์มตัวเป็นเนื้อเดียวกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 800 °C แต่ผงผลึกมีรูปร่างลักษณะใกล้เคียงกันมากเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 900 °C ซึ่งสอดคล้องกับการคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ในตาราง 4.1 ดังนั้นเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์คือ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.6 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

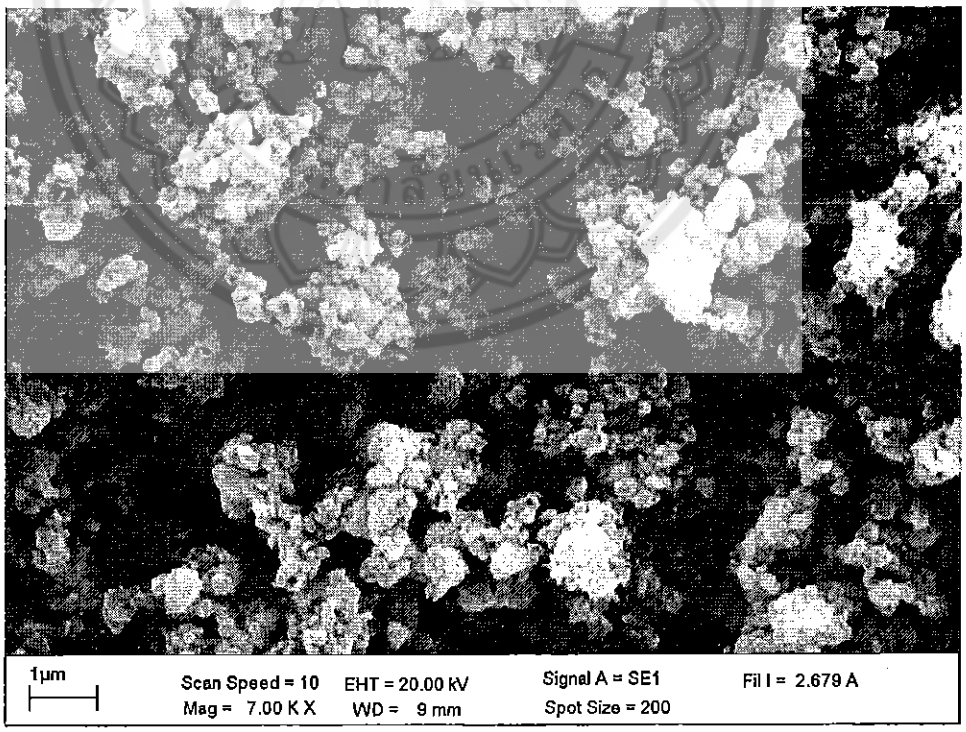
นำผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C นาน 2 ชั่วโมง ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ นี้ เป็นดังรูป 4.15–4.19



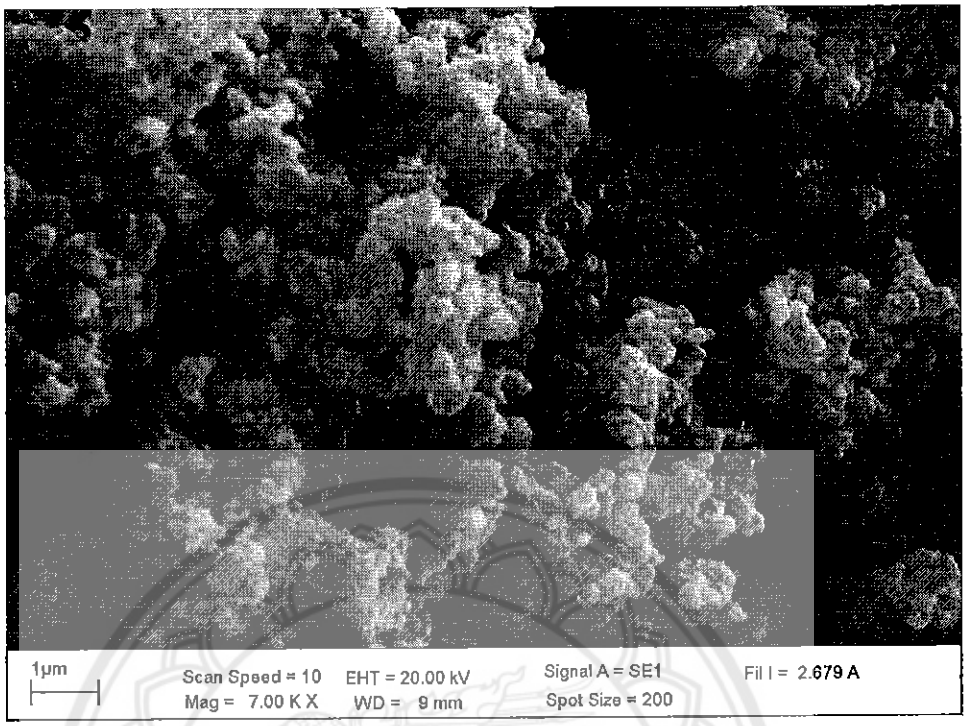
รูป 4.15 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



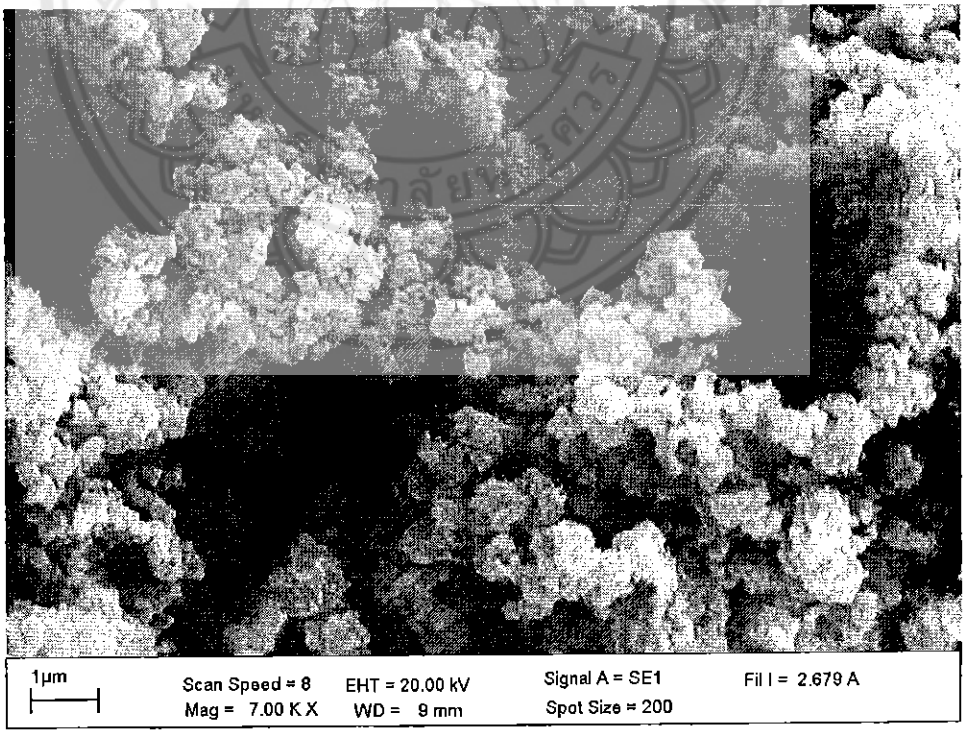
รูป 4.16 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.17 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.18 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

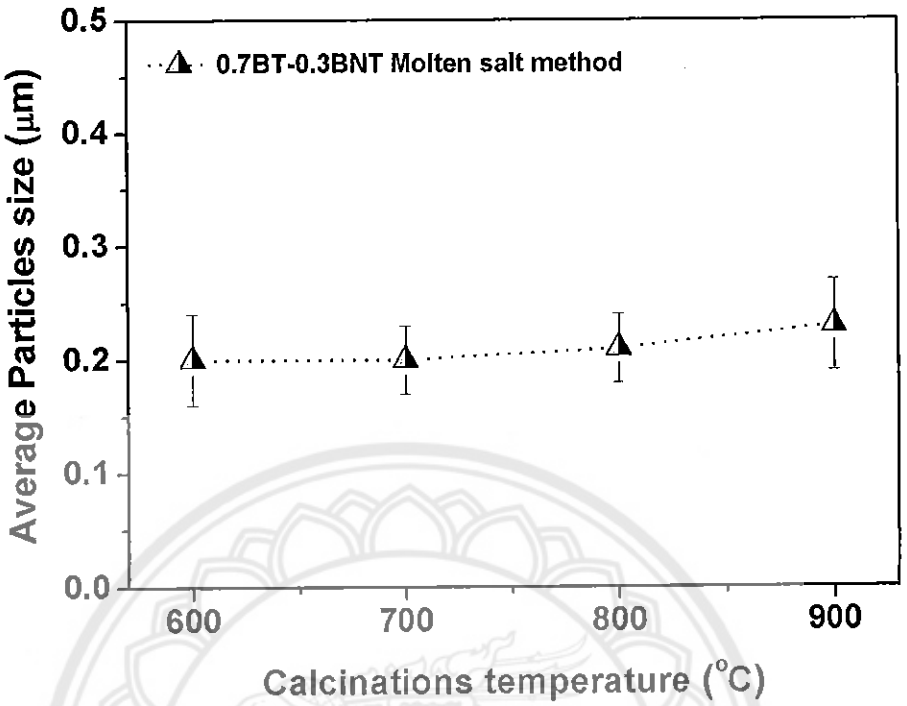


รูป 4.19 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากรูป 4.15-4.19 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800 และ 900 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 500 °C ลักษณะของผงผลึกยังดูไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนเล็กผสมก้อนใหญ่ซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผสมกันอยู่อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 600 °C ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม ขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้น ขนาดอนุภาคของผงผลึกมีแนวโน้มใหญ่ขึ้นแต่ก็ใกล้เคียงกัน ดังตาราง 4.6 และกราฟในรูป 4.20

ตาราง 4.6 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและความไม่แน่นอนของการวัดของผงผลึกในระบบ $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
600	0.20 ± 0.04
700	0.20 ± 0.03
800	0.21 ± 0.03
900	0.23 ± 0.04

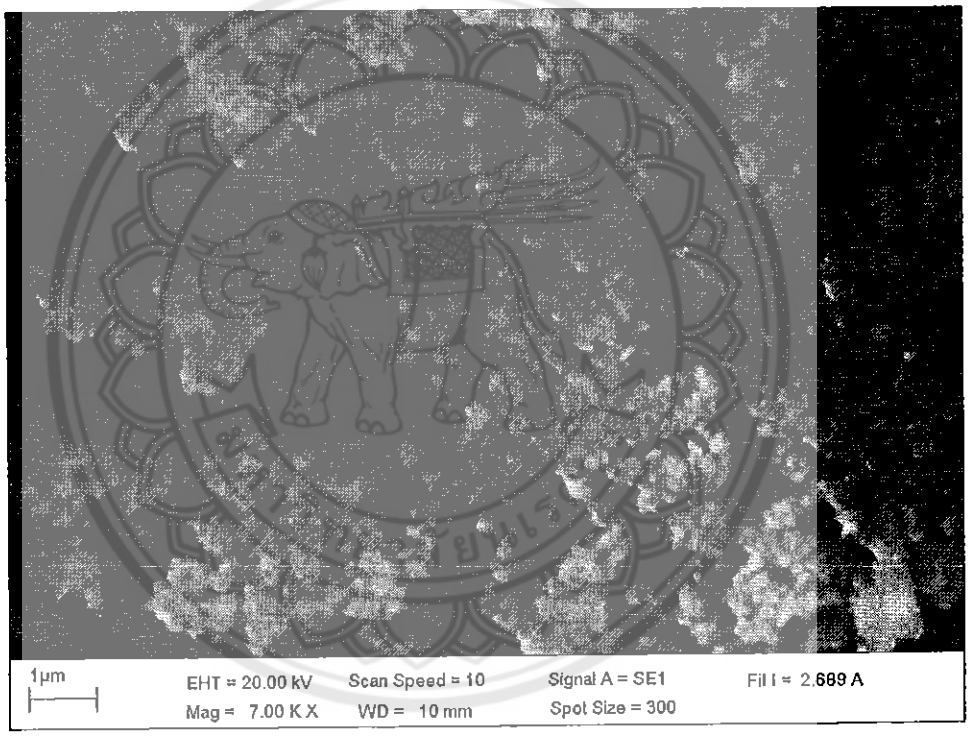


รูป 4.20 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

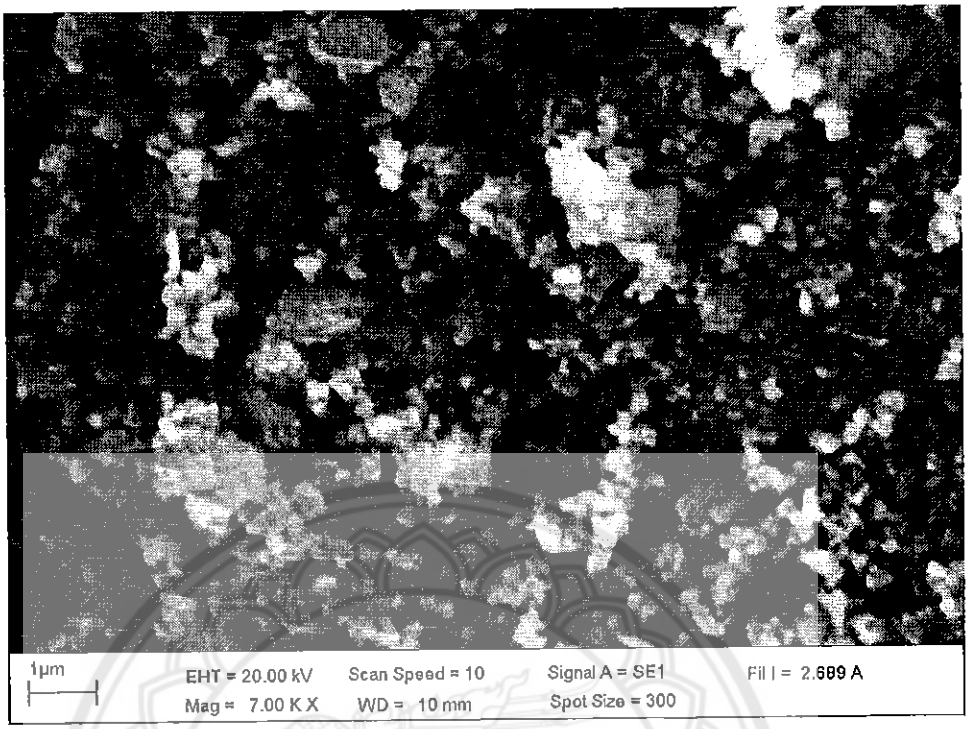
จากข้อมูล XRD ในรูป 4.3 และข้อมูล SEM ในรูป 4.15-4.19 พบว่า ผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว ฟอร์มตัวเป็นเนื้อเดียวกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 600 °C และผงผลึกมีรูปร่างลักษณะใกล้เคียงกันมาก สอดคล้องกับการคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ในตาราง 4.2 ดังนั้นเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์คือ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.7 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

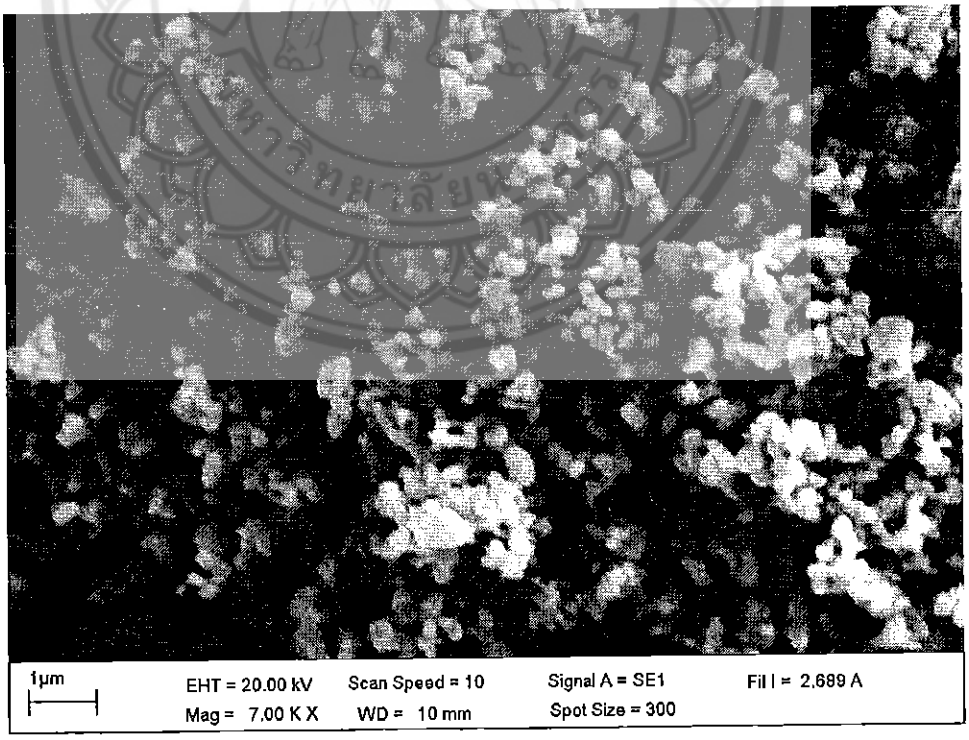
นำผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ นี้เป็นดังรูป 4.21–4.25



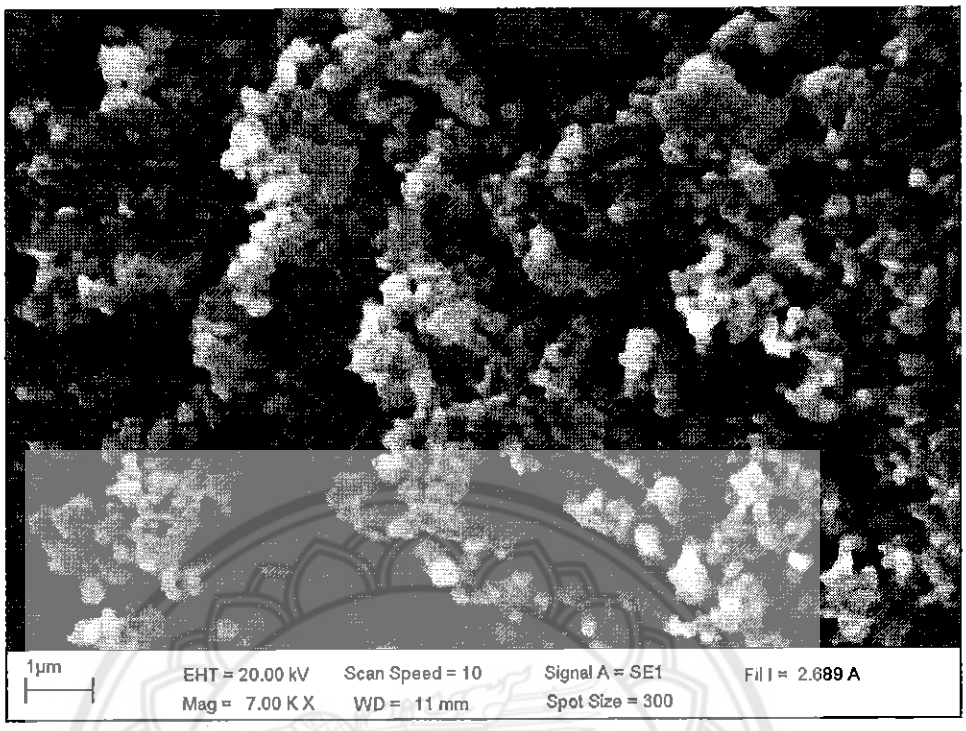
รูป 4.21 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



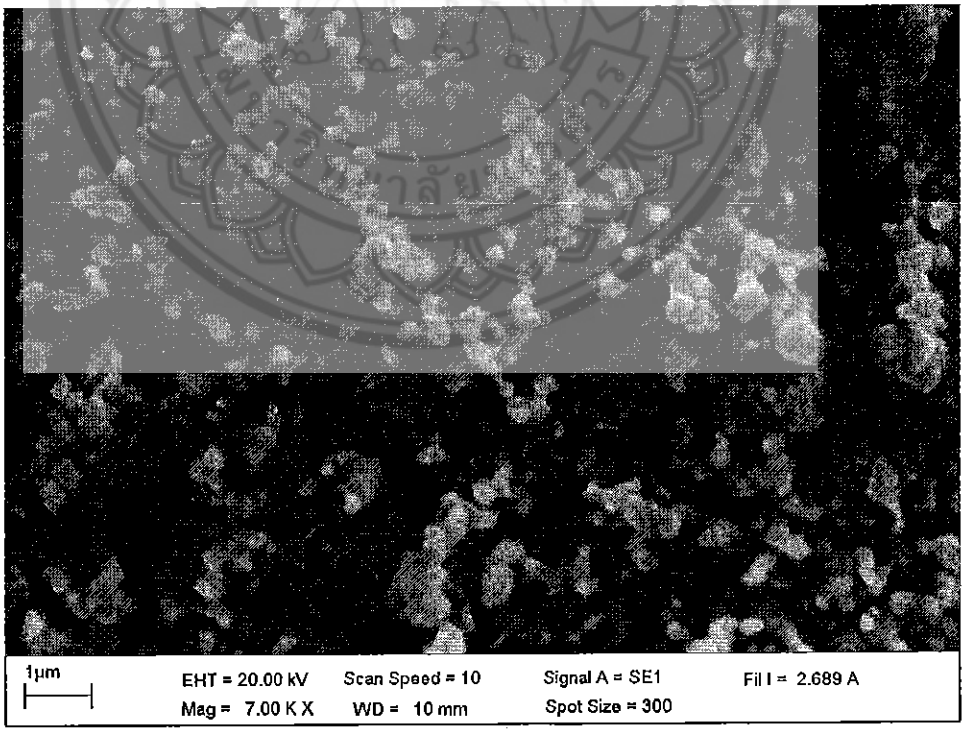
รูป 4.22 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.23 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.24 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

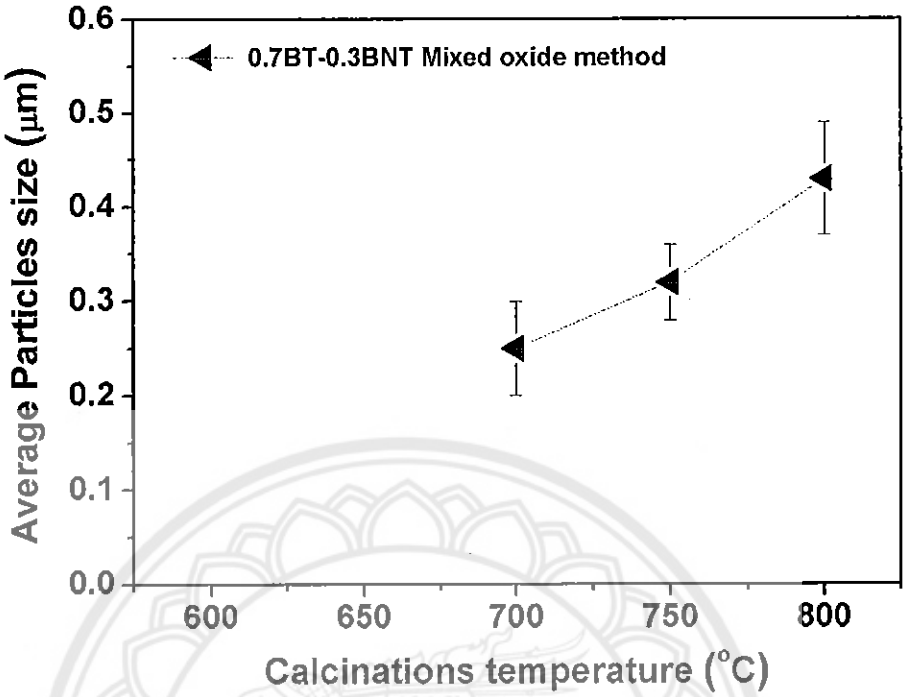


รูป 4.25 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากรูป 4.21–4.25 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 600–650 °C ลักษณะของผงผลึกยังดูไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนกลมเล็กผสมก้อนใหญ่ที่มีลักษณะเป็นแผ่นซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผสมกันอยู่อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 700 °C ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม ลักษณะรูปร่างเหมือนกัน มีขนาดของอนุภาคใกล้เคียงกันในแต่ละอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ สอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่มีการฟอร์มตัวเป็นสาร $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้น ลักษณะของอนุภาคหรือผงผลึกมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น ขนาดของอนุภาคมีแนวโน้มใหญ่ขึ้นแต่ก็ใกล้เคียงกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700, 750 และ 800 °C ดังตาราง 4.7 และดังกราฟในรูป 4.26

ตาราง 4.7 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและความไม่แน่นอนของการวัดของผงผลึกในระบบ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
700	0.25 ± 0.05
750	0.32 ± 0.04
800	0.43 ± 0.06

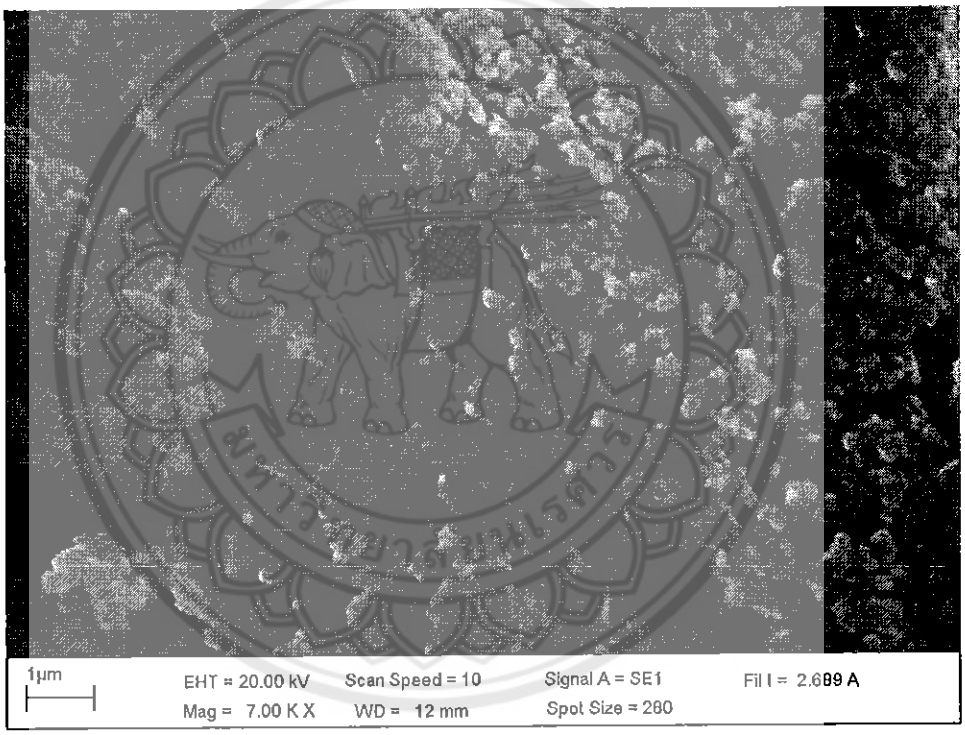


รูป 4.26 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

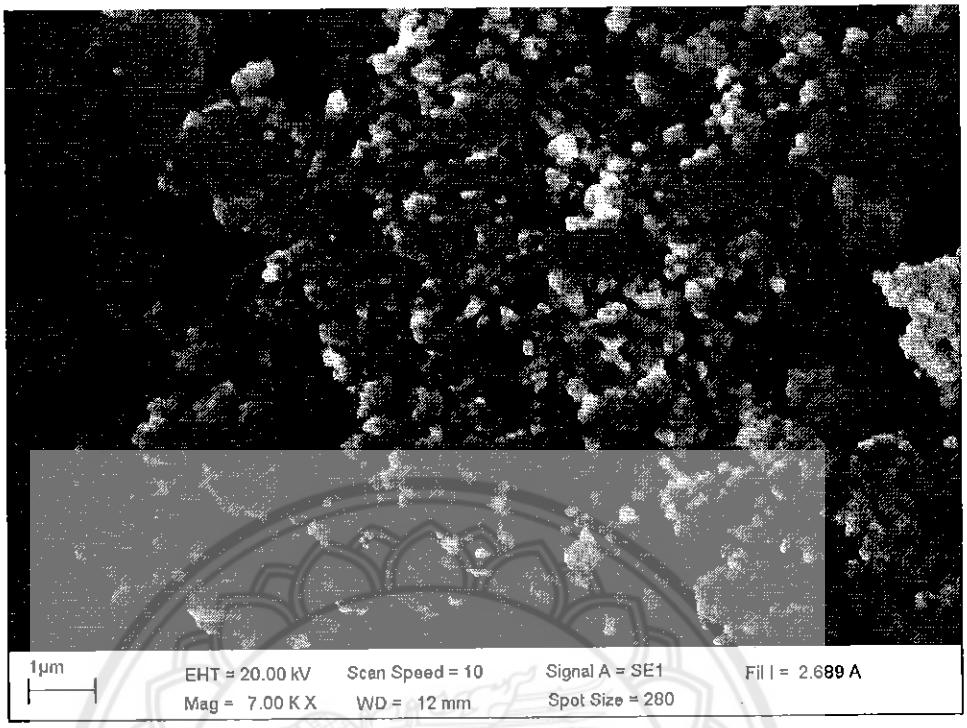
จากข้อมูล XRD ในรูป 4.5 และข้อมูล SEM ในรูป 4.21–4.25 พบว่า ผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ฟอร์มตัวเป็นเนื้อเดียวกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700 °C แต่ผงผลึกมีรูปร่างลักษณะใกล้เคียงกันมากเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 750 °C ซึ่งสอดคล้องกับการคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ในตาราง 4.3 ดังนั้นเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์คือ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.8 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

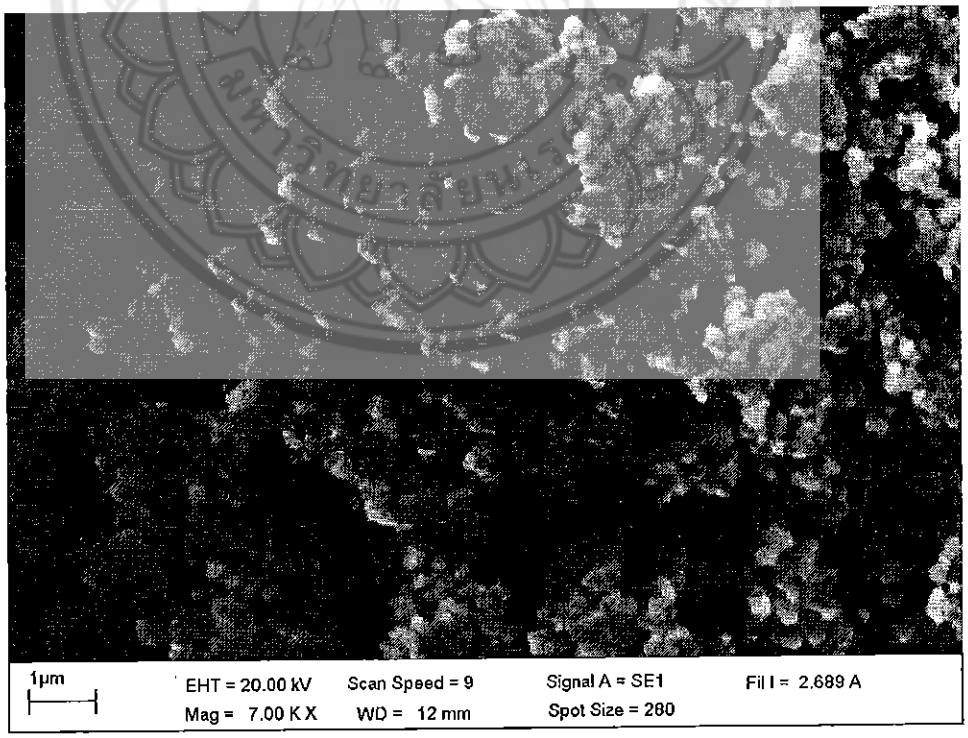
นำผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะรูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไปเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ นี้เป็นดังรูป 4.27-4.31



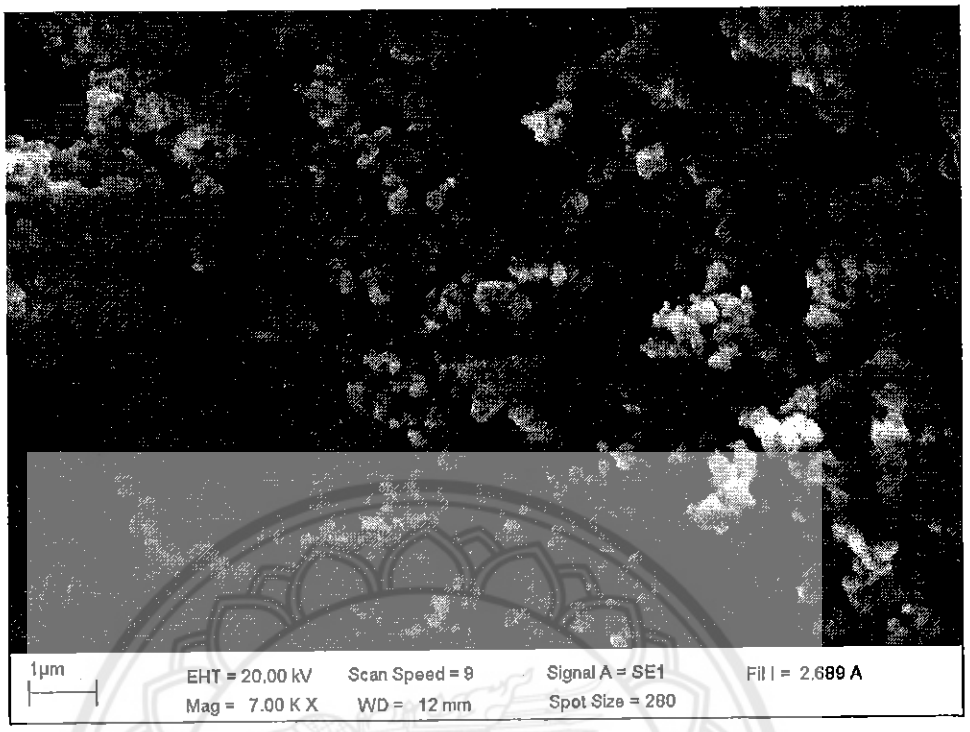
รูป 4.27 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



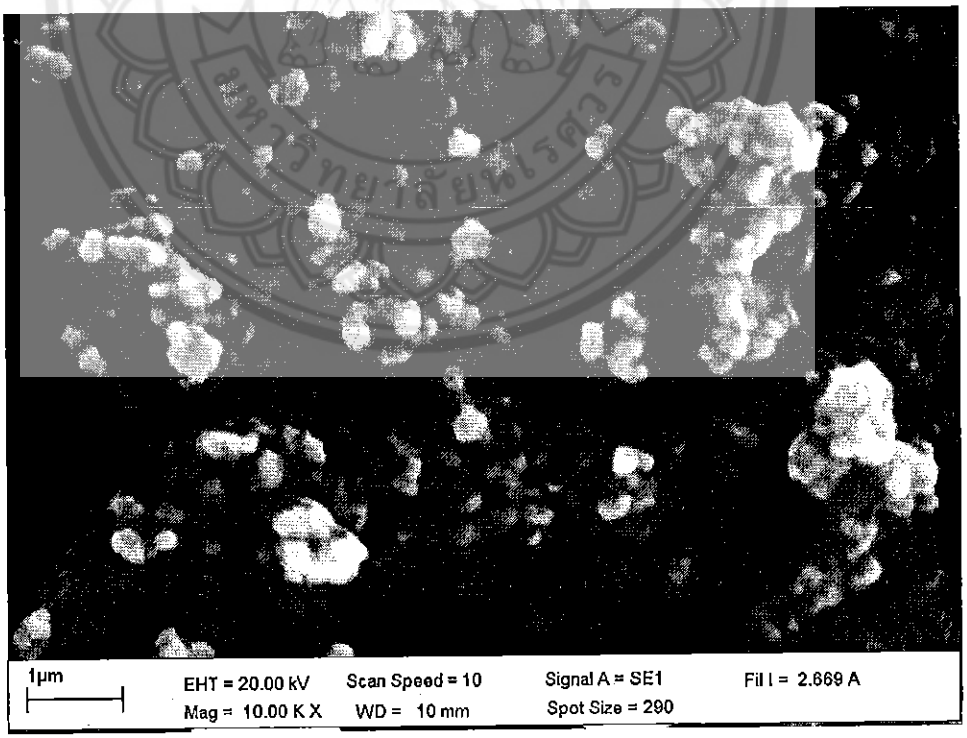
รูป 4.28 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.29 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.30 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

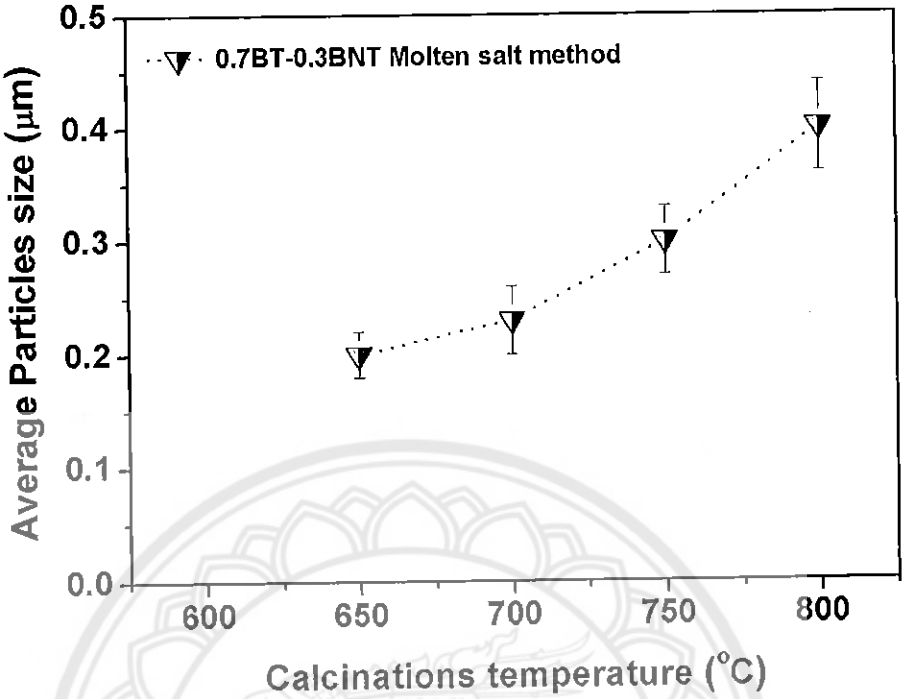


รูป 4.31 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากรูป 4.27-4.31 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 650, 700, 750 และ 800 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าภาพถ่ายลักษณะของอนุภาคของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 600 °C ลักษณะของผงผลึกยังดูไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งสังเกตเห็นมีลักษณะเป็นก้อนเล็กผสมก้อนใหญ่ซึ่งมีรูปร่างไม่เหมือนกันผสมกันอยู่อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์เป็น 650 °C ขึ้นไป จะเห็นว่าลักษณะของผงผลึกนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างกลม ขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้ในการวิเคราะห์โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้น ขนาดอนุภาคของผงผลึกมีแนวโน้มใหญ่ขึ้นแต่ก็ใกล้เคียงกัน ดังตาราง 4.8 และกราฟในรูป 4.32

ตาราง 4.8 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและความไม่แน่นอนของการวัดของผงผลึกในระบบ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 650-800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
650	0.20 ± 0.02
700	0.23 ± 0.03
750	0.30 ± 0.03
800	0.40 ± 0.04



รูป 4.32 ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650-800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากข้อมูล XRD ในรูป 4.5 และข้อมูล SEM ในรูป 4.27-4.31 พบว่าผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว ฟอร์มตัวเป็นเนื้อเดียวกันตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 650 °C และผงผลึกมีรูปร่างลักษณะใกล้เคียงกันมาก สอดคล้องกับการคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ในตาราง 4.4 ดังนั้นเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์คือ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

บทที่ 5
สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยเรื่องการลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกสารจำพวกเฟร์โรอิเล็กทริก ได้ทำการหาเงื่อนไขในการเตรียมผงผลึกที่มีและ ไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ใช้วิธีการเตรียมผงผลึกแบบมิกซ์ออกไซด์ เปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลว โดยผงผลึกที่ไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในงานวิจัยนี้ใช้ $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการตรวจความบริสุทธิ์ของผงผลึก พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ โดยวิธีการเกลือหลอมเหลวให้มีความบริสุทธิ์ 100% อยู่ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 600 °C ขณะที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้ได้ความบริสุทธิ์ 100% เช่นเดียวกัน อยู่ที่ 900 °C ดังนั้นจึงสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก $(0.7)BaTiO_3$–$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ได้ถึง 300 °C

สำหรับผงผลึกที่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในงานวิจัยนี้ใช้ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 600, 650, 700, 750 และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการตรวจความบริสุทธิ์ของผงผลึก พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ โดยวิธีการเกลือหลอมเหลวให้มีความบริสุทธิ์ 100% อยู่ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 700 °C ขณะที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ในการเตรียมผงผลึกเดียวกันนี้โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้ได้ความบริสุทธิ์ 100% เช่นเดียวกัน อยู่ที่ 750 °C ดังนั้นจึงสามารถลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึก $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ได้ 50 °C

การเตรียมผงผลึกด้วยวิธีเกลือหลอมเหลวจะได้อนุภาคของผงผลึกมีขนาดเล็กกว่า การเตรียมผงผลึกด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์เพียงอย่างเดียว ทั้งสารที่มีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากงานวิจัยนี้ได้พบว่าวิธีการเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลวสามารถลดอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ให้ได้ผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์ ใช้ได้ดีสำหรับผงผลึกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ แต่ผงผลึกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบนั้น วิธีเตรียมผงผลึกแบบเกลือหลอมเหลวสามารถลดอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ได้เพียง 50 °C ซึ่งเมื่อเทียบกับการเพิ่มขั้นตอนการเตรียมที่เพิ่มขึ้นแล้ว พบว่าผงผลึกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบไม่เหมาะสมที่จะใช้การเตรียมผง

ผลึกด้วยวิธีเกลือหลอมเหลว อาจทดสอบโดยการเตรียมด้วยวิธีอื่น เช่นวิธีการเตรียมโดยการตกตะกอนร่วม การเตรียมแบบโซล-เจล เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

[1] C.C. Homes, T. Vogt, S.M. Shaprio, S. Wakimoto, M.A. Subramanian and A.P. Ramirez, "Charge transfer in the high dielectric constant materials $CaCu_3Ti_4O_{12}$ and $CdCu_3Ti_4O_{12}$" *Phys Rev B.*, **67**: 092106 1-4, 2003.

[2] M.A. Subramanian, D. Li, N. Duran, B.A. Reisner and A.W. Sleight, "RAPID COMMUNICATION High Dielectric Constant in $ACu_3Ti_4O_{12}$ and $ACu_3Ti_3FeO_{12}$ Phases", *J. Sol. State Chem.*, 151: 323-325, 2000.

[3] S. Saha and T.P. Sinha, "Low temperature scaling behaviour of $BaFe_{0.5}Nb_{0.5}O_3$", *Phys Rev B.*, 65: 134103 1-7, 2002.

[4] A.J. Moulson and J.M. Herrbert, *Electroceramics: Material, Properties and Applications*, 2003; (2 nd ed.), John Wiley and Sons Ltd, West Sussex, England.

[5] D.L. Hankey and J.V. Biggers, "Solid-State Reaction in the System $PbO-TiO_2-ZrO_2$", *J. Am. Ceram. Soc.*, 64: c172-c173, 1981.

[6] S.S. Chandratreya, R.M. Fulrath and J.A. Pasle, "Reaction Mechanisms in the Formation of PZT Solid Solution", *J. Am. Ceram. Soc.*, 64: 422-425, 1981.

[7] S.H. Cho and J.B. Biggers, "Characterization and Sintering of Lead Zirconate Titanate Powders", *J. Am. Ceram. Soc.*, 66: 743-746, 1983.

[8] S. Eitssayeam, U. Intatha, K. Pengpat and T. Tunkasiri, "Preparation and characterization of barium iron niobate ($BaFe_{0.5}Nb_{0.5}O_3$) ceramics", *Current Applied Physics*, 6: 316-318, 2006.

[9] U. Intatha, S. Eitssayeam, K. Pengpat, K.J.D. MacKenzie and T. Tunkasiri, "Dielectric properties of low temperature sintered LiF doped $BaFe_{0.5}Nb_{0.5}O_3$", *Metterials Letters*, 61: 196-200, 2007.

[10] รัตติกร ยิ้มนิรัญ, *เอกสารประกอบการสอนวิชาคุณลักษณะเฉพาะและสมบัติของวัสดุ*, 2545, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่: เชียงใหม่.

[11] Ferroelectric Random Access memories. สืบค้นเมื่อ 23 มกราคม 2557 สืบค้นจาก http://physics.cusat.ac.in/oed/research_area.htm.

[12] Generalic, Eni. "Ball mill" Croatian-English Chemistry Dictionary & Glossary. 24 Jan. 2015. KTF-Split. (March 25, 2015). http://glossary.periodni.com

[13] โครงสร้างผลึกของแบเรียมไททาเนต สืบค้นเมื่อ 1 กรกฎาคม 2558 สืบค้นจาก http://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:BaTiO3_oxygen_coordination.png

[14] รัชฎาภรณ์ เตอะอ้าย, "การศึกษาสมบัติ และโครงสร้างจุลภาคของบิสมัทโซเดียมทิทาเนต", *การค้นคว้าอิสระวิทยาศาสตร์บัณฑิต (วัสดุศาสตร์)*, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2546.

[15] 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.

[16] G.H. Hearting, "Ferroelectric Ceramics: History and Technology", *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**: 797-818, 1999.

[17] K.R. Han, H.J. Koo, M.J. Hong and C.S. Lim, "Simple Synthesis of Submicrometer Lead Titanate Powder by Precipitation of TiO_2 Precusor on PbO Particulates", *J. Am. Ceram. Soc.*, **83**: 971-973, 2000.

[18] Phase diagram of PZT, สืบค้นเมื่อ 1 กรกฎาคม 2558 สืบค้นจาก http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/piezoelectrics/pzt.php

[19] C. Bao-Jin, C. Da-Ren, L. Guo-Rong and Y. Qing-Rui, "Electrical properties of $Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO_3$-$BaTiO_3$ ceramics", *J. of the European Ceramic Society*, **22**: 2115-2121, 2002.

[20] H. Xing, G. Chunhua, C. Zhigang and L. Huiping "Influence of Composition on Properties of BNT-BT Lead-Free Piezoceramics", *J. of Rare Earths*, **24**: 321-324, 2006.

[21] S-H.Lee, J-Y.Sug, G.Sa-Gong, T-K. Song and M-H. Kim "The Investigation on the Heat-generation Phenomenon of BNT-BT Ceramics" *Applications of ferroelectrics, 2006. isaf '06. 15th ieee international symposium*, 176-181. **DOI:** 10.1109/ISAF.2006.4387854.

[22] L. Gao, Y. Huang, Y. Hu and H. Du "Dielectric and ferroelectric properties of $(1-x)BaTiO_3$-$xBi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ ceramics" *Ceramics International*, **33**: 1041-1046, 2007.

[23] H. Bruncková, L'. Medvecký, J. Briančin, K. Saksl, "Influence of hydrolysis conditions of the acetate sol-gel process on the stoichiometry of PZT powders", Ceramics International, **30**(3): 453-460, 2004.

[24] 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.

[25] 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.

[26] 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.

[27] S.L. Swart and T.R. Shrout, "Fabrication of Perovskite Lead Magnesium Niobate", *Materials Research Bulletin*, 17: 1245-1250, 1982.

[28] E.J. Kramer, P. Haasen and R. Cahn, Materials Science and Technology. New York: VCH, 1992.

[29] Powder Diffraction File, Card No. 33-1880. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.

[30] Powder Diffraction File, Card No. 36-0340. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.

[31] Powder Diffraction File, Card No. 36-0340. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.

Output ที่ได้จากโครงการ

1. นำเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ ที่มีการตีพิมพ์เฉพาะ Abstract

Chompoonuch Warangkanagool. Preparations of 0.7BT–0.3BNT powders by mixed oxide method compared with molten salt method. The 7th National Science Research Conference 30–31 March 2015, Naresuan University, Phitsanulok, Thailand 2015; 162.

2. ตีพิมพ์ในวารสารระดับชาติ

Chompoonuch Warangkanagool. Reducing temperature for preparation 0.7BT–0.3BNT ceramic powders. Naresuan University Journal: Science and Technology 2015; 23(2).

ภาคผนวก

PY-P-025

การเตรียมผงผลึก 0.7BT-0.3BNT โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว

Preparations of 0.7BT-0.3BNT powders by mixed oxide method compared with molten salt method

ชมพูนุช วางคณานุกูล[1,2,*]

[1]ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก 65000

[2]ศูนย์วิจัยเพื่อความเป็นเลิศทางวิชาการด้านฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก 65000

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมผงผลึกแบเรียมไททาเนต-บิสมัทโซเดียมไททาเนต ($0.7BaTiO_3$-$0.3Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$; 0.7BT-0.3BNT) โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว ภายใต้เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 500-900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 900 °C และ 600 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าวิธีเกลือหลอมเหลวนี้ไปช่วยลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ได้ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) นำไปหาขนาดของอนุภาค พบว่าอนุภาคของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมทั้งสองวิธีนั้น มีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน เมื่อหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกจากภาพถ่าย SEM พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 600-900 °C อยู่ในช่วง 0.2-0.3 µm

คำสำคัญ : ผงผลึก $0.7BaTiO_3$-$0.3Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ / วิธีมิกซ์ออกไซด์ / วิธีเกลือหลอมเหลว

Abstract

In this research, the preparation of barium titanate - bismuth sodium titanate ($0.7BaTiO_3$-$0.3Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$; 0.7BT-0.3BNT) powders by mixed oxide method compared with molten salt method were investigated. These powders were calcined at 500 – 900 °C for 2 h with heating rate of 5 °C/min. The phase structure was examined by x-ray diffraction (XRD). It was found that, the optimum calcination temperature of 0.7BT-0.3BNT powders prepared by mixed oxide method and molten salt method were found at 900 and 600 °C, respectively. It was clear that the molten salt method could be reduced calcination temperature. 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 0.7BT-0.3BNT powders with both methods are agglomerated. The average particle sizes of 0.7BT-0.3BNT powders at 600-900 °C were between 0.2 to 0.3 µm.

Keywords: $0.7BaTiO_3$-$0.3Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ powders/ mixed oxide method / molten salt method

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

บันทึกข้อความ

ส่วนราชการ สำนักงานเลขานุการบัณฑิตวิทยาลัย งานวิจัยและวิเทศสัมพันธ์ โทร.๘๘๓๕

ที่ ศธ ๐๕๒๗.๐๒/๒๖๒๖ **วันที่** ๑๖ กรกฎาคม ๒๕๕๘

เรื่อง ตอบรับการตีพิมพ์บทความ

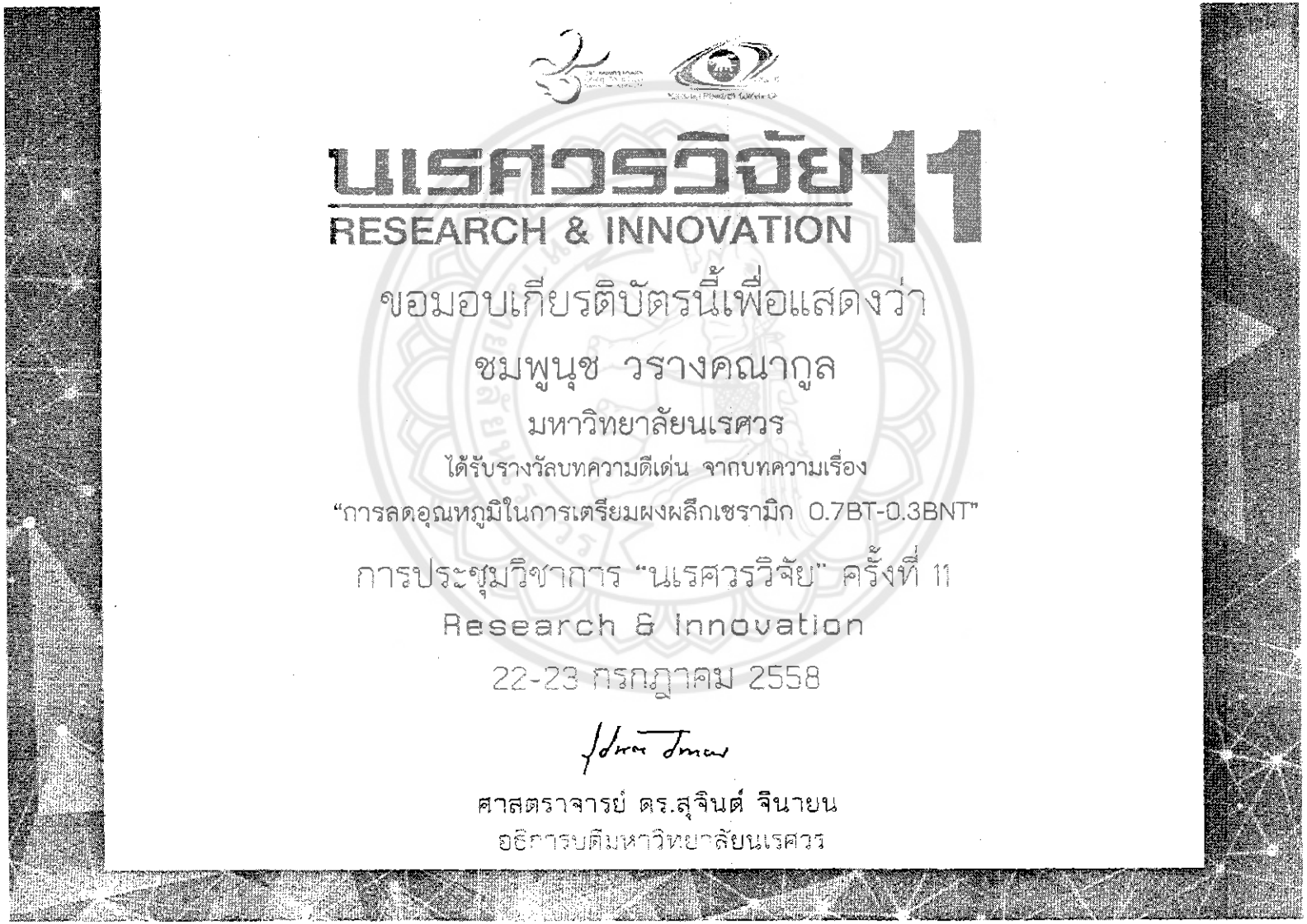
เรียน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช วรางคณากูล

ตามที่ท่านได้ส่งผลงานนิพนธ์เรื่อง "การลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกเซรามิก ๐.๗T-๐.๓NT" เพื่อขอลงตีพิมพ์ในวารสารมหาวิทยาลัยนเรศวร: วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (Naresuan University Journal: Science and Technology) นั้น

ผลงานนิพนธ์ของท่านได้ผ่านการพิจารณาโดยผู้ทรงคุณวุฒิเรียบร้อยแล้ว และได้รับการพิจารณาให้ลงตีพิมพ์ในวารสารมหาวิทยาลัยนเรศวร: วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ ๒๓ ฉบับที่ ๒ ประจำเดือนพฤษภาคม – สิงหาคม ๒๕๕๘ กลุ่มสาขาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี หากดำเนินการจัดรูปเล่มตามแบบของวารสารเรียบร้อยแล้ว จะจัดส่งให้ท่านตรวจสอบความถูกต้องของบทความอีกครั้ง ก่อนตีพิมพ์ต่อไป

จึงเรียนมาเพื่อโปรดทราบ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ศักดิ์ชัย วิทยาอารีย์กุล)
รองคณบดีฝ่ายวิจัยและวิเทศสัมพันธ์ ปฏิบัติราชการแทน
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย



นเรศวรวิจัย 11
RESEARCH & INNOVATION

ขอมอบเกียรติบัตรนี้เพื่อแสดงว่า

ชมพูนุช วรางคณากูล

มหาวิทยาลัยนเรศวร

ได้รับรางวัลบทความดีเด่น จากบทความเรื่อง

"การลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT"

การประชุมวิชาการ "นเรศวรวิจัย" ครั้งที่ 11

Research & Innovation

22-23 กรกฎาคม 2558

ศาสตราจารย์ ดร.สุจินต์ จินายน

อธิการบดีมหาวิทยาลัยนเรศวร

Naresuan University Journal: Science and Technology 2015; 23(2)

การลดอุณหภูมิในการเตรียมผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT

ชมพูนุช วรางคณากูล

Reducing temperature for preparation 0.7BT-0.3BNT ceramic powders

Chompoonuch Warangkanagool

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก 65000
สถานวิจัยเพื่อความเป็นเลิศทางวิชาการด้านฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก 65000
Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand
Research Center for Academic Excellent in Applied Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand
Corresponding author. E-mail address: chompoonuchp@nu.ac.th

บทคัดย่อ

ในการศึกษานี้ ได้สนใจถึงโครงสร้างเฟส และโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกเซรามิก $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ หรือ 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว โดยใช้ $BaCO_3$, TiO_2, Bi_2O_3 และ Na_2CO_3 เป็นสารตั้งต้น ทำสารตั้งต้นนี้มาบดผสมเปียกกันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางในการผสม น้ำของผสมนี้ทำให้แห้ง คัดขนาด และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที เช่นเดียวกันทั้งสองวิธี ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว คือ ณ อุณหภูมิ 900°C และ 600°C ตามลำดับ จะเห็นว่าวิธีเกลือหลอมเหลวนี้ไปช่วยลดอุณหภูมิในการผาแคลไซน์ได้ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) นำไปหาขนาดของอนุภาค พบว่าอนุภาคของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมทั้งสองวิธีนั้น มีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน เมื่อหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกจากภาพถ่าย SEM พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 600-900 °C อยู่ในช่วง 0.2-0.3 μm

คำสำคัญ: $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ การเตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ การเตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว

Abstract

In the present study, the phase structure and microstructure of $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ or 0.7BT-0.3BNT ceramic powders prepared by mixed oxide and molten salt methods were investigated. Reagent grade $BaCO_3$, TiO_2, Bi_2O_3 and Na_2CO_3 powders were used as starting materials. The mixture of these powders was ground for 24 hrs in ethanol using zirconia grinding media. The suspension was dried, sieved and subsequently calcined at 600-900°C for 2 hrs with heating rate of 5°C/min for both methods. The phase structure was examined by x-ray diffraction (XRD). It was found that the optimum calcination temperature of 0.7BT-0.3BNT ceramic powders prepared by mixed oxide method and molten salt method were found at 900 and 600 °C, respectively. It was clear that the molten salt method could reduce the calcination temperature. The microstructure was examined by scanning electron microscopy (SEM) and the average particle sizes was measured from SEM micrographs. The results showed that the particles of 0.7BT-0.3BNT powders with both methods were rounded and agglomerated. The average particle sizes of 0.7BT-0.3BNT powders at 600-900 °C were between 0.2 to 0.3 μm.

Keywords: $(0.7)BaTiO_3$-$(0.3)Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ powder, Mixed oxide method, Molten salt method

บทนำ

แบเรียมไททาเนต (BT) และบิสมัทโซเดียมไททาเนต (BNT) เป็นวัสดุปราศจากสารตะกั่วสองชนิดที่น่าสนใจเป็นวัสดุที่ได้รับการคัดเลือกให้นำมาใช้แทนวัสดุที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ เนื่องจากสามารถหลีกเลี่ยงมลพิษของตะกั่วในขั้นตอนการผลิตได้ BT เป็นวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกทั่วไปที่มี

โครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ มีสมบัติพิโซเล็กทริกและเฟร์โรอิเล็กทริกที่ดี แต่มีอุณหภูมิคูรีที่ต่ำคือประมาณ 120°C ตามด้วยการเปลี่ยนเฟสครั้งที่สองประมาณที่อุณหภูมิ 5°C ซึ่งนำไปสู่การเสถียรที่อุณหภูมิต่ำ (Miyake, & Ueda, 1984, p. 709; Merz, 1949, pp. 1221–1225; Moulson, & Herbert, 2003) การนำวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริก BT ที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบมาใช้งานจึงจำเป็นต้องเพิ่มอุณหภูมิคูรี และเลื่อนอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสครั้งที่สองให้สูงขึ้น สำหรับ BNT เป็นวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกซึ่งมีอุณหภูมิคูรีที่ค่อนข้างสูงประมาณ 320°C มีโพลาไรเซชั่นคงค้างที่สูง 38 mC/cm^2 และมีสนามไฟฟ้าลบล้าง 73 kV/cm ณ อุณหภูมิห้อง (Smolenskii, Isupov, Agranovskaya, & Krainik, 1961, pp. 2651–2654) อย่างไรก็ตามการจัดเรียงขั้วใน BNT บริสุทธิ์นั้นทำได้ยาก เพราะมีค่าสนามไฟฟ้าลบล้างมาก และสมบัติการนำไฟฟ้าค่อนข้างสูง การพัฒนาสมบัติด้านนี้จึงมีผู้ศึกษาโดยการเติมสารประกอบของแข็งหลายๆ ประเภทเข้าไปใน BNT เช่นเติม $SrTiO_3$ (Sakata, & Masuda, 1974, pp. 347–349) เติม $La_2(TiO_3)_3$ (Herabut, & Safari, 1997, pp. 2954–2958) เติม $NaNbO_3$ (Li, Feng, & Yao, 2004, pp. 1194–1198) หรือเติม $BaTiO_3$ (Takenaka, et al., 1991) ในระบบที่มี BNT เป็นองค์ประกอบพื้นฐาน จะมี (1-x)BNT-(x)BT มีรอยต่อเฟสสัณฐาน (MPB) ที่ x = 0.06–0.07 ซึ่งสารในระบบนี้จะแสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริก และสมบัติไดอิเล็กทริกที่โดดเด่น (Takenaka, Maruyama, & Sakata, 1991, pp. 2236–2239) จึงมีงานวิจัยจำนวนมากที่มุ่งไปยังองค์ประกอบที่ใกล้ MPB (Takenaka, Huzumi, Hata, & Sakata, 1993, pp. 136–142; Hosono, Harada, & Yamashita, 2001, pp. 5722–5726; Chu, Chen, Li, & Yin, 2002, pp. 2115–2121; Li, et al., 2004, pp. 5–9) มีงานวิจัยเพียงไม่กี่งานที่รายงานในช่วงที่ไม่ใกล้กับ MPB การเตรียมสารในระบบเดียวกันด้วยวิธีที่แตกต่างกันจะทำให้ได้สารที่มีสมบัติแตกต่างกัน สำหรับงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผงผลึกของเซรามิก 0.7BT-0.3BNT ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว เปรียบเทียบกัน เพื่อลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์

วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

ผสมสารตั้งต้นโดยการนำสารตั้งต้นได้แก่ $BaCO_3$, TiO_2, Bi_2O_3, และ Na_2CO_3 โดยคำนวณ และไปชั่งในตามปริมาณสารสัมพันธ์ นำไปบดผสมเปียกโดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง นาน 24 ชั่วโมง จากนั้นทำแห้งและคัดขนาด นำผงผสมที่ได้แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกจะนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500–900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/นาที เรียกว่าการเตรียมด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ส่วนที่ 2 นำผงผสมที่ทำแห้งและคัดขนาดแล้วไปผสมกับผงเกลือผสม (ที่เตรียมโดยการบดผสม NaCl และ KCl ในสัดส่วน 1:1 โดยโมล ในครกหยก) จากนั้นบดผสมผงเกลือและผงผสมสารตั้งต้นในสัดส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก นำไปเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขเดียวกันกับการเตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ หลังการเผาแคลไซน์ทำการแยกเกลือออกจากสารด้วยการล้างด้วยน้ำร้อนที่ปราศจากไอออนจนคลอไรด์ไอออนหมดแล้วทำให้แห้ง เรียกวิธีการนี้ว่าการเตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว นำผงผลึกเซรามิกที่เตรียมได้ทั้งสองวิธี ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณหาค่าความบริสุทธิ์ของผงผลึกที่ได้โดยใช้สมการที่ (1) (Swart, & Shrout, 1982, pp. 1245–1250)

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

โดยที่ I_p แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก

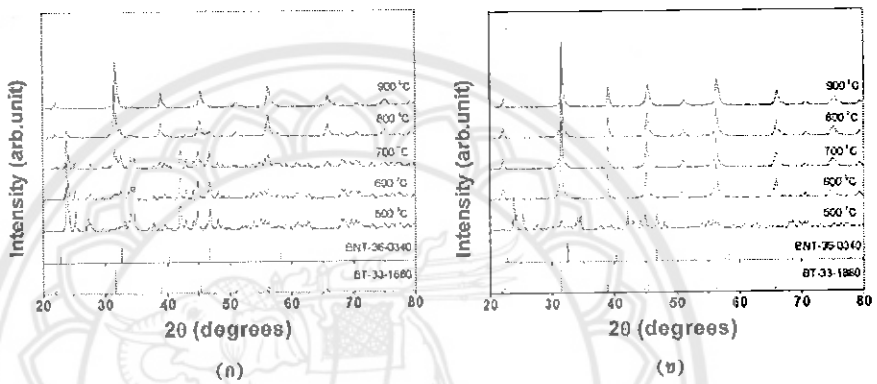
I_t แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสแปลกปลอม

Naresuan University Journal: Science and Technology 2015; 23(2)

ตรวจสอบลักษณะรูปร่าง หรือโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) นำข้อมูลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมาคำนวณหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยด้วยโปรแกรมอิมเมทเจ

ผลการวิจัย และการอภิปรายผล

นำผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ และวิธีเกลือหลอมเหลว เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500-900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ได้ผลดังรูปที่ 1(ก) และ 1(ข) ตามลำดับ



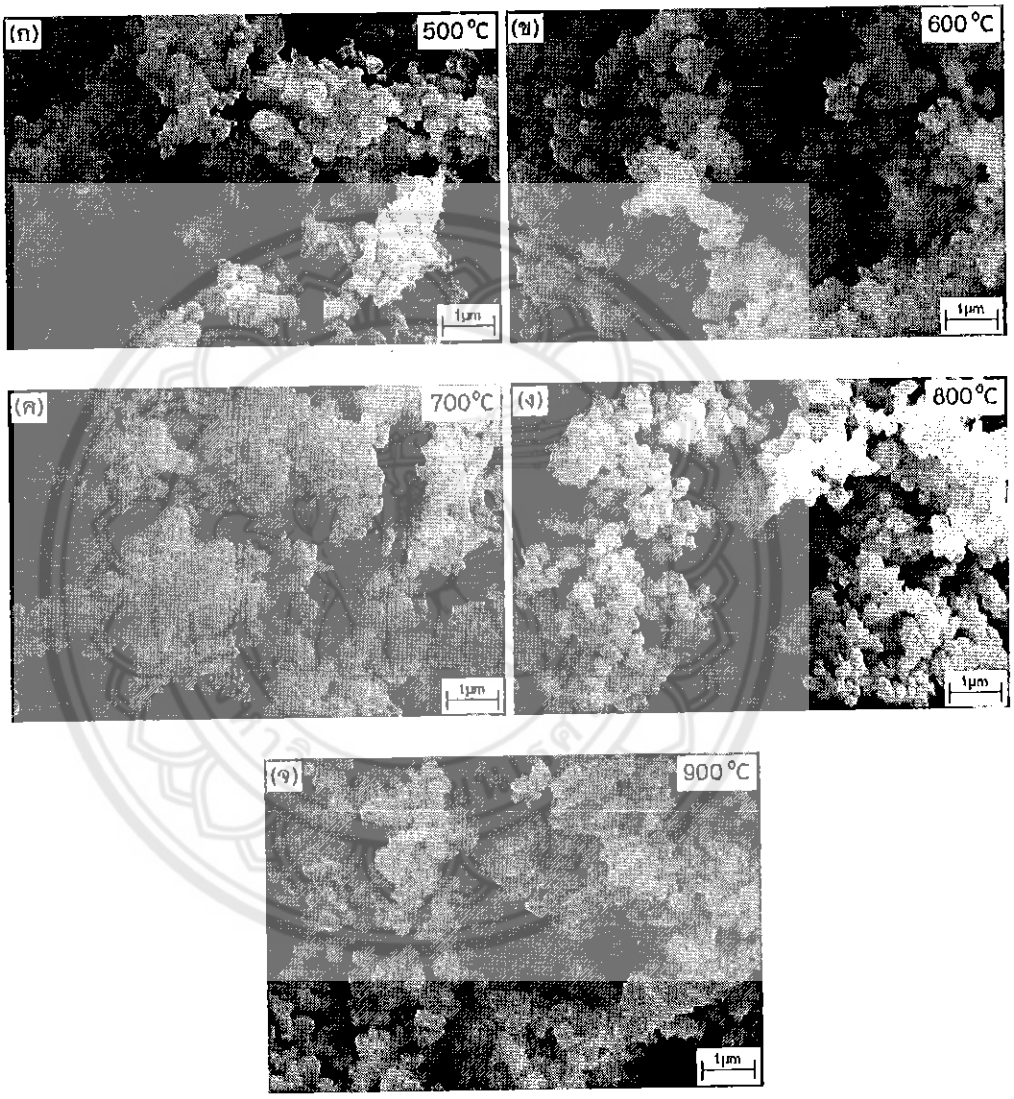
รูปที่ 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500-900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยวิธีการเตรียม (ก) มิกซ์ออกไซด์ (ข) เกลือหลอมเหลว

จากรูปที่ 1 จะเห็นได้ชัดว่า การเตรียมผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ตามรูป (ก) นั้น ต้องใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงถึง 900°C จึงจะทำให้ผงผลึกเซรามิกที่ได้มีความบริสุทธิ์ ในขณะที่การเตรียมผงผลึกเซรามิกชนิดเดียวกันด้วยวิธีเกลือหลอมเหลวตามรูป (ข) นั้น ใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพียง 600°C ก็ได้ผงผลึกเซรามิกที่บริสุทธิ์แล้ว จึงกล่าวได้ว่าเกลือผสมที่ใส่ลงไปนั้นไปช่วยลดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ หรือเกลือทำหน้าที่เป็นฟลักซ์ (flux) โดยเกลือผสมที่ใส่ลงไปในผงผสมนั้นมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำกว่าผงผสม 0.7BT-0.3BNT มาก เมื่อจะได้รับความร้อนจะทำให้เกลือเกิดการละลายกลายเป็นของเหลว และปลดปล่อยความร้อนให้แก่ผงผสม 0.7BT-0.3BNT ทำให้ผงผสมดังกล่าวได้รับความร้อนมากกว่าความร้อนที่ได้จากการเผาแคลไซน์ จึงทำให้ผงผสม 0.7BT-0.3BNT มีความบริสุทธิ์โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่าวิธีมิกซ์ออกไซด์ ดังนั้นวิธีเกลือหลอมเหลวนี้จึงช่วยประหยัดพลังงานในการเผาแคลไซน์ เมื่อคำนวณหาความบริสุทธิ์ของผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT จากการเตรียมทั้งสองวิธี จะได้ร้อยละความบริสุทธิ์ ดังตารางที่ 1

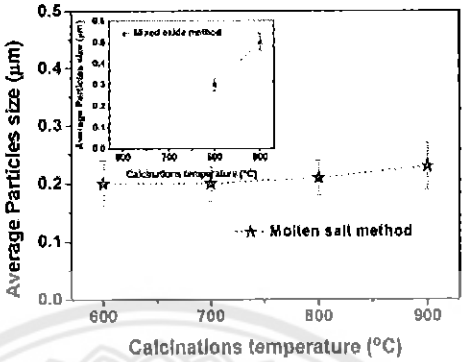
ตารางที่ 1 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เทียบกับวิธีเกลือหลอมเหลว

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT	
	วิธีมิกซ์ออกไซด์	วิธีเกลือหลอมเหลว
500	7.32	8.54
600	9.69	100
700	20.82	100
800	51.69	100
900	100	100

นำผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธี มาศึกษาลักษณะรูปร่าง หรือโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ได้ผลดังรูปที่ 2 และรูปที่ 3



รูปที่ 2 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500-900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยวิธีการเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์



รูปที่ 4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกเซรามิก 0.7BT-0.3BNT ที่ผ่านแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500-900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยวิธีการเตรียมแบบเกลือหลอมเหลว และในภาพเล็กเป็นวิธีการเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์

วิจารณ์และสรุปผลการศึกษา

ผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลว จะใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 600°C ต่ำกว่าที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ประมาณ 300°C ลักษณะผงผลึกที่ได้ทั้ง 2 วิธีมีรูปร่างค่อนข้างกลม แต่ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก 0.7BT-0.3BNT ที่เตรียมโดยวิธีเกลือหลอมเหลวมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกเดียวกันที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณมหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ได้อุดหนุนทุนวิจัย ปีงบประมาณ 2557 ขอบพระคุณศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร.ทวี ต้นมหิริ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่อำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการ และภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่อำนวยความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการเช่นกัน

เอกสารอ้างอิง

Chu, B. J., Chen, D. R., Li, G. R., & Yin, Q. R. (2002). Electrical properties of $Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO_3$–$BaTiO_3$ ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 22, 2115–2121.

Herabut, A., & Safari, A. (1997). Processing and electromechanical properties of $(Bi_{0.5}Na_{0.5})_{(1-1.5x)}La_xTiO_3$ ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, *80*(11), 2954–2958.

Hosono, Y., Harada, K., & Yamashita, Y. (2001). Crystal growth and electrical properties of lead-free piezoelectric material $(Na_{1/2}Bi_{1/2})TiO_3$–$BaTiO_3$. *Japanese Journal Applied Physics*, *40*(9B), 5722-5726.

Li, H. D., Feng, C. D., & Yao, W. L. (2004). Some effects of different additives on dielectric and piezoelectric properties of $(Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO_3$–$BaTiO_3$ morphotropic-phase-boundary composition. *Materials Letters*, *58*, 1194–1198.

Li, Y., Chen, W., Zhou, J., Xu, Q., Sun, H., & Xu, R. (2004). Dielectric and piezoelectric properties of lead-free $(Na_{0.5}Bi_{0.5})TiO_3$–$NaNbO_3$ ceramics. *Materials Science Engineering B*, *112*, 5–9.

Merz, W. J. (1949). The electric and optical behavior of $BaTiO_3$ single-domain crystals. *Physical Review*, *76*, 1221–1225.

Miyake, S., & Ueda, R. (1948). On transitional region in phase change of barium titanate. *Journal of Physical Society of Japan*, 6, 709.

Moulson, A. J., & Herbert, J. M. (2003). *Electroceramics: Material, Properties and Applications* (2nd ed.). London: Chapman & Hall.

Sakata, K., & Masuda, Y. (1974). Ferroelectric and antiferroelectric properties of $(Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO_3$–$SrTiO_3$ solid solution ceramics. *Ferroelectric*, 7, 347–349.

Smolenskii, G. A., Isupov, V. A., Agranovskaya, A. I., & Krainik, N. N. (1961). New ferroelectrics of complex composition. *Soviet Physics – Solid State*. 2(11), 2651–2654.

Swart, S. L., & Shrout, T. R. (1982). Fabrication of Perovskite Lead Magnesium Niobate. Materials Research Bulletin, 17, 1245–1250.

Takenaka, T., Maruyama, K.-I., & Sakata, K. (1991). $Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO_3$ system for lead-free piezoelectric ceramics. *Japanese Journal Applied Physics, 30*(9B), 2236–2239.

Takenaka, T., Huzumi, A., Hata, T., & Sakata, K. (1993). Mechanical properties of (BiNa)1/2TiO3-based piezoelectric ceramics. *Silicates Industriels*, 7(8), 136–142.