



สัญญาเลขที่ R2559A028



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

สำนักหอสมุด

โครงการ การประดิษฐ์และศึกษาลักษณะเฉพาะของเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ซึ่งเตรียมโดยกระบวนการผลสมผ่าน

คณะผู้วิจัย สังกัด

- | | |
|-------------------------------|--|
| 1. ผศ.ดร.ศรารุณี เถื่อนถ้า | ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชวิถี |
| 2. นางสาวมลลิกา มูละ | ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชวิถี |
| 3. นางสาวพิรุณรัตน์ กุลสุวรรณ | ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชวิถี |

สำเนาหลักฐาน มหาวิทยาลัยราชวิถี	30 ก.พ. ๒๕๖๔
วันลงนามบันทึก	1040836
เลขประจำบันทึก	เจดีย์กานต์ชุด ๓ QC 378
	.5
	๙๑๖๙๕
	๒๕๖๑

สนับสนุนโดยบประมาณสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา

Title	THE FABRICATION AND STUDY OF (1-x)(Bi _{0.5} Na _{0.5})TiO ₃ -xBaTiO ₃ CERAMICS PREPARED BY HYBRID METHOD
Researcher	Assistant Professor Sarawut Thountom, Ph.D.
Keywords	BNT-BT, Sol-gel combustion, Perovskite Structure

ABSTRACT

Crystalline (1-x)(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃-xBaTiO₃ (BNKT) powders were prepared by sol-gel combustion method using citric acid glycine and urea as fuel. The molar ratio of sol-gel to fuel at 1:1 was. To understand the reaction processes, thermal transformation was revealed by thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-- DTA). The crystal structures and microstructures of the samples were investigated by X-ray diffraction and Scanning Electron Microscopy techniques.

The analysis of crystalline powder BNT-BT the addition of fuel citric Acid glycine and urea by using the diffraction of X-ray diffraction showed that the coexistence of BNT and BT phases, corresponding to JCPDS file number 36-0340 and 53-0762 respectively, in every condition. but only glycine and urea crystalline powder pure phase calcined at temperature of 750 °C and 850 °C respectively, the microstructures of the were investigated. The average particles size in the range of 111.78, 101.60 and 193.98 nm.

The XRD results of BNT-BT ceramics the addition of glycine and urea fuel the temperature sintering 1050 - 1100°C showed secondary phase peak of potassium titanium oxide (K₂Ti₈O₁₇). The microstructure of BNBTG ceramics exhibited abnormal grain growth an average of 6.34μm. The density of 4.95 g/cm³ and 3.92 g/cm³. The dielectric constant and the dielectric loss of ceramic, found that the temperature of sintering at 1150 °C with a frequency of 1 kHz, the dielectric highest value of 3703.71 and a dielectric loss of 0.029. and The microstructure of BNBTU ceramics exhibited abnormal grain growth an average of 5.69μm. The density of 3.92 g/cm³. The dielectric constant and the dielectric loss of ceramic, found that the temperature of sintering at 1170°C with a frequency of 1 kHz, the dielectric highest value of 3466.99 and a dielectric loss of 0.012, respectively.

ชื่อเรื่อง	การประดิษฐ์และศึกษาลักษณะเฉพาะของเซรามิก ($1-x$ (Bi _{0.5} Na _{0.5})TiO ₃ -xBaTiO ₃) ซึ่งเตรียมโดยกระบวนการสมมประสาน ระหว่างวิธีการเผาใหม่ด้วยโซล-เจลกับวิธีการปฏิกิริยาของแข็งผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศราวุฒิ เถื่อนถ้า
นักวิจัย	บิสมัทโซเดียมไททาเนต วิธีปฏิกิริยาการเผาใหม่ของโซล-เจล โครงสร้างแบบเพอร์ฟสไกท์

บทคัดย่อ

ผลลัพธ์บิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนต ($1-x$ (Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃-xBaTiO₃) ถูกสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล ร่วมกับสารเชือกเหลวเพลิงชิตริก ไกลเซ็น และยูเรีย ที่อัตราส่วน 1:1 โดยไม่ผลศึกษาการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อนโดยเทคนิคการวิเคราะห์ร้อยละการสูญเสียน้ำหนัก การดูดและปลั๊กงาน (TG-DTA) แสดงให้เห็นถึงขั้นการเกิดปฏิกิริยา ผลลัพธ์ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปตรวจสอบโครงสร้างผลลัพธ์ และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการถ่ายรูปแบบของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องรุ้ง (SEM)

ผลการวิเคราะห์ผลลัพธ์ BNT-BT ที่เติมสารเชือกเหลวชิตริก ไกลเซ็น และยูเรีย ด้วยเทคนิคการถ่ายรูปแบบของรังสีเอกซ์พบว่ามีการเกิดโครงสร้างร่วมกันของสารประกอบ BNT และ BT ซึ่งตรงตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 36-0340 และ 53-0762 ตามลำดับ ตั้งแต่อุณหภูมิการเผาแคลไชน์ 550°C ทุกสารเชือกเหลว โดยการเติมเชือกเหลวชิตริกไม่แสดงโครงสร้างบริสุทธิ์ การเติมสารเชือกเหลว ไกลเซ็น และยูเรีย พบผลลัพธ์มีความบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิการเผาแคลไชน์ตั้งแต่ 750 °C และ 850°C ตามลำดับ และจากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผลลัพธ์ของสารเชือกเหลวไกลเซ็น และยูเรีย ที่สังเคราะห์โดยเผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 750 °C และ 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคของผลลัพธ์ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมเกาะกลุ่มกัน อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 111.78, 101.60 และ 193.98 นาโนเมตร ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์เซรามิก BNT-BT ที่เติมสารเชือกเหลวไกลเซ็น และยูเรีย ด้วยเทคนิคการถ่ายรูปแบบของรังสีเอกซ์พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1050–1100°C แสดงโครงสร้างทุติยภูมิของสารโพแทสเซียมไททาเนียมออกไซด์ ($K_2Ti_8O_{17}$) จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวน้ำของเซรามิก BNKTG พบว่าเกิดกร恩ที่มีรูปร่างลักษณะที่ไม่แน่นอน โดยมีขนาดกร恩เฉลี่ยอยู่ที่ 6.34 μm ตรวจสอบค่าความหนาแน่นโดยหลักการแทนที่ของอะคิมิติสเซรามิกมีความหนาแน่นอยู่ที่ 4.93 g/cm³ ผลการวัดค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียโดยอิเล็กทริกของเซรามิก พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1150°C ความถี่ 1 kHz มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3703.71 มีค่าสูญเสีย ไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.029 และจากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคบริเวณผิวน้ำของเซรามิก BNKTU พบว่าเกิดกร恩ที่มีรูปร่างลักษณะที่ไม่แน่นอน โดยมีขนาดกร恩เฉลี่ยอยู่ที่ 5.69 μm ตรวจสอบค่าความหนาแน่นโดยหลักการแทนที่ของอะคิมิติสเซรามิกมีความหนาแน่นอยู่ที่ 3.92 g/cm³ ค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียโดยอิเล็กทริกของเซรามิก พบว่าอุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1170°C ความถี่ 1 kHz มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3466.99 และมีค่าสูญเสียโดยอิเล็กทริกเท่ากับ 0.012 ตามลำดับ

บทที่ 1 บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันเทคโนโลยีสารสนเทศมีบทบาทสำคัญในการดำรงชีวิตของมนุษย์ เนื่องจากมนุษย์ใช้ข้อมูลสารสนเทศเพื่ออำนวยความสะดวกต่างๆ ด้วยเหตุนี้ทำให้มีการศึกษาวิจัยเพื่อพัฒนาอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์และเทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์เพื่อที่จะตอบสนองต่อความต้องการใช้เทคโนโลยีสารสนเทศ อุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ที่ได้ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาคุณสมบัติให้มีศักยภาพมากขึ้น เพื่อตอบสนองต่อความต้องการใช้ผลิตภัณฑ์อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ได้ต้องการใช้ในปริมาณมากและมีคุณภาพมากยิ่งขึ้น วัสดุที่ใช้ในการนำมาสร้างเป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์จึงมีความสำคัญในการพัฒนาเทคโนโลยีเพื่อสนองต่อความต้องการดังกล่าว เป็นที่ทราบกันดีว่าวัสดุในกุ่มเซรามิกส์ไฟฟ้า (Electro-ceramics) เป็นวัสดุขั้นพื้นฐานในการพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โดยอาศัยคุณสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็ก ในการพัฒนาคุณสมบัติของวัสดุในกุ่มนี้มีกระบวนการที่หลากหลาย เช่น การพัฒนาในการเตรียม การพัฒนาตัววัสดุที่นำมาสร้างเป็นอุปกรณ์ เป็นต้น

สารประกอบในกุ่มที่มีโครงสร้างแบบเพอร์โวฟไกต์ (Perovskite structure) เป็นอีกกุ่มหนึ่งที่มีคุณสมบัติที่โดดเด่นทางไฟฟ้า โดยเฉพาะคุณสมบัติด้านพิไฮอเล็กทริก (Piezoelectric properties) ซึ่งมีความสำคัญในการนำไปเป็นวัสดุขั้นพื้นฐานในการสร้างเป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ โดยวัสดุที่มีคุณสมบัติเด่นในกุ่มนี้คือ $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT) $PbMg_{1/3}Nb_{2/3}O_3$ เป็นต้น แต่เนื่องจากสารกุ่ม PZT นี้มีส่วนประกอบเป็นตะกั่วซึ่งเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม จึงมีการคิดค้นวัสดุใหม่ซึ่งปราศจากตะกั่วขึ้น เพื่อนำมาทดแทนวัสดุที่มีสารตะกั่ว จากการศึกษาพบว่าวัสดุที่มีคุณสมบัติด้านพิไฮอเล็กทริก (Piezoelectric properties) ที่ปราศจากตะกั่วจะมีบริเวณที่อยู่ในช่วงของการเกิดสารละลายของแข็งที่มีการเกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างองค์ประกอบทางเคมีเกิดขึ้นมาอย่างชัดเจน เฟสมอร์ฟอิ舸รปิก (morphotropic phase boundary ; MPB) ให้ค่าการตอบสนองให้ค่าการตอบสนองเชิงกล และเชิงไฟฟ้าที่โดดเด่น เช่นกัน [1] สารที่มีคุณสมบัติด้านพิ

ให้อิเล็กทริก (Piezoelectric properties) ที่ดีอีกชนิดหนึ่งคือ $\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BKT) และ $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNT) โดยสารกุ่ม BKT-BNT มีอัตราส่วนทางเคมีเป็น $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{TiO}_3$ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเตต拉โกลนอล (tetragonal structure) และแบบรอมบิโอไฮดราล (rhombohedral structure) ให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี และให้ผลการตอบสนองไฟฟ้าเชิงกลได้ดีมาก ขณะที่ห้องด้อยคือ $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{TiO}_3$ มีค่าสนามไฟฟ้าคงค้าง (E_c) ค่อนข้างสูง ทำให้เซรามิกของ $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{TiO}_3$ ทำให้เกิดข้าวได้ยาก จึงจำเป็นต้องเตรียม $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{TiO}_3$ ให้มีขนาดอนุภาคที่เล็ก เพื่อที่เมื่อนำไปเข้ารูป เป็นเซรามิกแล้วจะทำให้เซรามิกมีค่าสนามไฟฟ้าคงค้างลดลง ด้วยคุณสมบัติที่กล่าวมาแล้วนั้นทำให้มีการประดิษฐ์ $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{TiO}_3$ เพื่อศึกษาคุณสมบัติต่างๆ โดยมีวิธีการประดิษฐ์ที่แตกต่างกัน ขอกำไว้ เช่น วิธีปฏิกิริยาของแข็ง (Solid state reaction) วิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation), วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) และวิธีโซล-เจล (Sol-gel) เป็นต้น โดยแต่ละกระบวนการผลิต มีข้อดีและข้อด้อยที่แตกต่างกันของก็ไปดังนี้ วิธีปฏิกิริยาของแข็งเป็นวิธีที่ง่าย ไม่ซับซ้อน มีอุณหภูมิ ผ่านก่อปฏิกิริยาสูง สารที่เตรียมได้มีเฟสเดียวเป็นจำนวนมาก วิธีการตกตะกอนร่วม อุณหภูมิผ่านก่อปฏิกิริยาต่ำ สารที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูงแต่ควบคุมองค์ประกอบได้ยาก และวิธีโซล-เจล เป็น การสังเคราะห์ทางเคมีที่ไม่ยุ่งยาก สารที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์สูงและสามารถควบคุม องค์ประกอบได้ง่าย จากเงื่อนไขต่างๆ พบว่าวิธีปฏิกิริยาเผาไหม้ของโซล-เจล เป็นวิธีที่น่าสนใจ เมื่อจากน้ำถักชุดจะที่โดยเด่นของโซล-เจล มาประยุกต์ใช้ร่วมกับปฏิกิริยาการเผาไหม้ (Combustion) คือ การสังเคราะห์ยังคงมีรูปแบบเดียวกับวิธีโซล-เจล แล้วเติมสารเผาไหม้ (Combustion agent) ซึ่งทำหน้าที่เป็นเชื้อเพลิง (Fuel) ให้แก่สารตั้งต้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง อุณหภูมิจุดระเบิด (Ignited temperature) สารซึ่งการเผาไหม้จะเกิดการเผาไหม้ หรือ เกิดปฏิกิริยาเร็วๆ แล้วคายพลังงานออกมามากให้แก่สารตั้งต้นซึ่งต้องการพลังงานเพื่อใช้ในการ สร้างพันธะภายใน ก่อนสร้างพันธะใหม่ในการสร้างผลิตภัณฑ์ สารช่วยในการเผาไหม้ได้แก่ ญี่รี่ ไกลซีน และโมโนเมียมในแทรต กรดซิตริก กรดออกซาลิก อะเซทิก酛酛 อะเซทิก酛酛 และกรด酛酛 ได้แอมมีน เตตระแอซีติก เป็นต้น

โครงการนิจัยนี้จึงเสนอแนวทางในการวิจัย คือ การประดิษฐ์และศึกษาลักษณะเฉพาะของ เซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$ ซึ่งเตรียมโดยกระบวนการผสมผสานระหว่างวิธีการเผาไหม้ ด้วยโซล-เจลกับวิธีการปฏิกิริยาของแข็ง เพื่อนำไปเป็นองค์ประกอบในการสร้างอุปกรณ์ ชิ้นเล็กที่ทนทาน ที่เตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซล-เจล ที่ใช้กรดซิตริก ญี่รี่ และไกลซีน

เป็นสารช่วยการเผาไหม้ โดยศึกษาอุณหภูมิในการเผาไหม้ผงผลึก และศึกษานิคของสารเขือเพลิงที่มีผลต่อโครงสร้างผลึกและโครงสร้างอุลภาค ซึ่งเป็นปัจจัยที่ทำให้คุณสมบัติทางกายภาพ คุณสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้[2]

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผงผลึก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ โดยวิธีปฏิกิริยาเผาไหม้ของโซล-เจล
2. เพื่อศึกษาอุณหภูมิของการเผาแคลโลไนซ์ และศึกษานิคของสารเขือเพลิงที่มีผลต่อโครงสร้างผลึกและโครงสร้างอุลภาคของ $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$
3. เพื่อศึกษาผลของการอุณหภูมิในการเผาขึ้นเทอร์มิคที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

ขอบเขตการวิจัย

1. เตรียมผงผลึก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ โดยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซลเจล ร่วมกับสารเขือเพลิงกรดซิตริก ญี่เรียว และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล โดยใช้อุณหภูมิในการเผาแคลโลไนซ์ 550 – 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการซีนลง 2 องศาต่อนาที
2. เตรียมเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซลเจลร่วมกับสารเขือเพลิงกรดซิตริก ญี่เรียว และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล โดยใช้อุณหภูมิในการเผาขึ้นเทอร์มิค 1,130 – 1,170 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง อัตราการซีนลง 5 องศาต่อนาที
3. วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ และคุณสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ที่เตรียมได้

คำสำคัญหรือคำจำกัดความที่ใช้ในการวิจัย

BNT-BT, Sol-gel combustion, Pervoskite structure

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้องค์ความรู้ในการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของผงเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซล-เจล (sol-gel auto-combustion) โดยใช้สารช่วยการเผาไหม้ คือ กรดซิตริก ญี่ปุ่น และไกลสีน
2. ทราบกลไกการเกิดปฏิกิริยาของการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของผงเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซล-เจล
3. ทราบสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างอุลภาค โครงสร้างผลึก และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ที่เตรียมได้

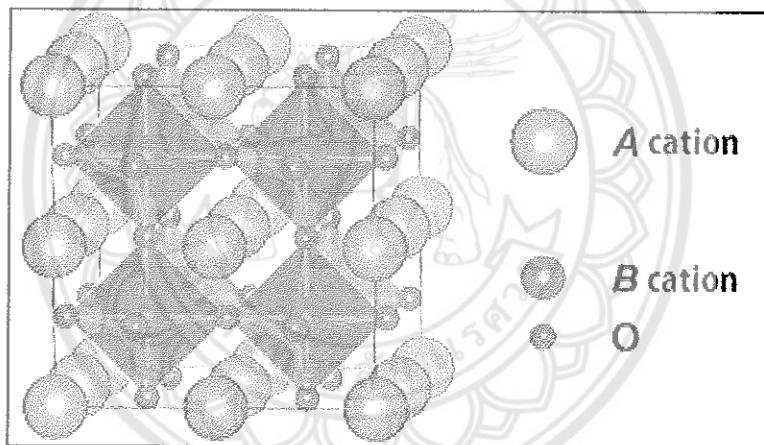


บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

โครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ (Perovskite structure) [3]

โครงสร้างพื้นฐานเป็นเพอร์อฟสไกต์ ซึ่งมีสูตรทางเคมีคือ " ABO_3 " ซึ่งโครงสร้างนี้สามารถอธิบายด้วยโครงสร้างคิวบิกอย่างง่ายได้ โดยธาตุ A ซึ่งเป็นแคตไอออน (cation) ที่มีขนาดใหญ่ที่สุด จะตั้งอยู่ที่มุมของ 8 ของรูปทรงคิวบิก ตัวอย่างเช่น Pb Ca Ba Sr Na และ K เป็นต้น ส่วนธาตุ B อยู่ที่จุดกลางของรูปทรงสี่เหลี่ยม (octahedral) เป็นแคตไอออนที่มีขนาดเล็กที่สุด ได้แก่ Ti Zr Nb Ta เป็นต้น และตุดท้ายแน่นไอออน (anions) ออกซิเจนทั้ง 6 ตัวจะอยู่ที่บริเวณกลางผิวน้ำ (face center) ของด้านรูปทรงคิวบิกทั้ง 6 ด้าน ตัวอย่างสารประกอบที่มีโครงสร้างแบบเพอร์อฟสไกต์ เช่น $BaTiO_3$ $PbTiO_3$ $PbZrO_3$ $NaNbO_3$ $SrTiO_3$ และ $Bi_{0.5}(Na_{1-x}K_x)TiO_3$



ภาพที่ 1 หน่วยเซลล์แบบเพอร์อฟสไกต์ (ABO_3) ของ $Bi_{0.5}(Na_{1-x}K_x)TiO_3$ [6]

ในบิสมัทใชเดียมโพแทสเซียมไททาเนต ซึ่งเป็นสารที่มีโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์มี Bi^{3+} และ Na^+ เป็นแคตไอออนขนาดใหญ่ ตั้งอยู่ที่มุมทั้ง 8 ของกล่อง ส่วนแคตไอออน B เป็น Ti^{4+} มีขนาดเล็กที่สุด อยู่ที่ศูนย์กลางของกล่อง และถูกล้อมรอบด้วยแอนไฮดรอนทั้ง 6 ที่อยู่ในตำแหน่งกลางผิวน้ำและถูกซึมอย่างเป็นทางออกตะเขิดรองภายนอกกล่อง ดังภาพที่ 1

เป็นที่ทราบกันแล้วว่า หากสารเฟริโอลีเด็กทริกได้รับอุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคือของสารนั้นแล้ว สารดังกล่าวจะกลายสภาพเป็นพาราโอลีเด็กทริก โดยผลึกมีความสมมาตรกับอุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ ผลที่ตามมาคือสารจะไม่สามารถเกิดโพลาไรเรชันด้วยตนเองได้ และเมื่อลดอุณหภูมิตัวกล่าวลงให้ต่ำกว่าอุณหภูมิคือ สารดังกล่าวจะมีการเปลี่ยนสภาพจากพาราโอลีเด็กทริกไปเป็นเฟริโอลีเด็กทริกเช่นเดิม ทำให้ตัวแหนงศูนย์กลางมีการเปลี่ยนตำแหน่ง และโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกจะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกที่ไม่มีความสมมาตรกับศูนย์กลาง ตัวอย่างโครงสร้างดังกล่าว เช่น เตตራgonal (tetragonal) รอมโบไฮดรออล (rhombohedral) หรือโมโนคลินิก (monoclinic)

เฟริโอลีเด็กทริก (Ferroelectric) [3]

สารเฟริโอลีเด็กทริกเป็นสารที่มีโครงสร้างที่ไม่สมมาตรกับอุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ จึงทำให้สามารถสร้างได้โดยไม่ต้องได้รับแรงกดซึ่งสามารถแยกสารเฟริโอลีเด็กทริกออกจากกันได้โดยใช้โพลาไรเรชัน(remanent polarization: P_r) เมื่อสนาณไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปค่าเป็นศูนย์

โดยปกตินั้นโพลาไรเรชัน (P) เป็นผลมาจากสนาณไฟฟ้าซึ่งจัดเรียงขึ้นคู่ออะตอม (atomic dipole) หรือขั้นโมเลกุล (molecular dipole) อย่างเป็นระเบียบ ในสารน้ำเหลืองนิดโพลาไรเรชันเป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนาณไฟฟ้า เมื่อสนาณไฟฟ้า \bar{E} มีความเข้มน้อย

เมื่อ χ_e คือ ค่าคงที่เรียกว่าสภารับได้ทางไฟฟ้า (electric susceptibility) ของตัวกลาง

ϵ_0 คือ สภายอมของสุญญากาศ (permittivity of a vacuum) มีค่าคงที่ประมาณ

$$8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$$

สนาณไฟฟ้าในสมการ (1) เป็นสนาณไฟฟ้าทั้งหมด ซึ่งเกิดจากประจุอิสระและจากโพลาไรเรชันที่สนาณ \bar{E} ผลิตขึ้นเอง χ_e ไม่มีทิศทาง และการกระจัดไฟฟ้า (electric displacement: \bar{D}) จึงซึ่งเปลี่ยนได้เป็น

$$\overline{D} = \epsilon_0 \overline{E} + P \quad (2)$$

เมื่อนำสมการ (1) รวมกับสมการ (2) จะได้

$$\overline{D} = \epsilon_0 \overline{E} + \epsilon_0 \chi_e \overline{E}$$

$$\overline{D} = \epsilon_0(1+\chi_e) \overline{E} \quad (3)$$

และ

$$\epsilon = \epsilon_0(1+\chi_e) \quad (4)$$

เมื่อ ϵ คือ สภาพย้อม (Permittivity) ของวัสดุดังนั้นสมการ (4) จึงเขียนใหม่ได้เป็น

$$\overline{D} = \epsilon \overline{E} \quad (5)$$

จากสมการ (5) พบว่าไฟล้าไรเรชันและการกระจัดไฟฟ้าจะซึ่งกันสนับสนุนไฟฟ้าเนื่องจากในสัญญาการไม่มีสารที่ก่อให้เกิดไฟล้าไรเรชัน ดังนั้นสภาพรับได้ทางไฟฟ้าจึงเป็นศูนย์ นั่นคือค่าสภาพย้อม (ϵ) จึงมีค่าเท่ากับ ϵ_0 และจากสมการ (4) จะได้

$$\frac{\epsilon}{\epsilon_0} = (1+\chi_e) = \epsilon_r \quad (6)$$

หรือ

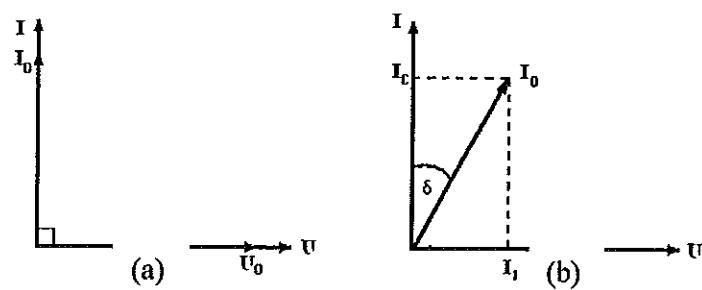
$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (7)$$

เมื่อ ϵ_r คือ สภาพย้อมสัมพัทธ์ (relative permittivity) หรือ ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกในวัสดุเฟริโธอิเล็กทริก สรุนในกฎค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ϵ_r จะมีค่าสูง ดังนี้ $\bar{P} \gg \epsilon_0 \bar{E}$ และ $D \approx P$

ถ้าขนาดและทิศทางของโพลาไรเซชันสามารถกลับได้ด้วยสนามไฟฟ้าจากภายนอกแล้ว จะเรียกผลึกที่แสดงสมบัติดังกล่าวว่าเป็นเฟริโธอิเล็กทริก ผลึกเฟริโธอิเล็กทริกที่มีไฟฟ้าไรเซชันทิศทางเดียวกันจะเรียกว่าเป็น เฟริโธอิเล็กทริกโดเมน (ferroelectric domain) ภายในหนึ่งโดเมน ข้างไฟฟ้าทั้งหมดจะมีทิศทางเดียวกันและ เรียกรอยต่อระหว่างโดเมน เรียกว่า ผนังโดเมน (domain wall) ในแต่ละผลึกของเฟริโธอิเล็กทริกจะมีเฟริโธอิเล็กทริกโดเมนอยู่มาก ซึ่งสามารถทำให้ผลึกที่ประกอบไปด้วยหลายโดเมนหรือโดเมนเดียว มีทิศทางไฟฟ้าไรเซชันอยู่ในทิศทางเดียวกันได้โดย อาศัยสนามไฟฟ้าจากภายนอกมากจะทำ

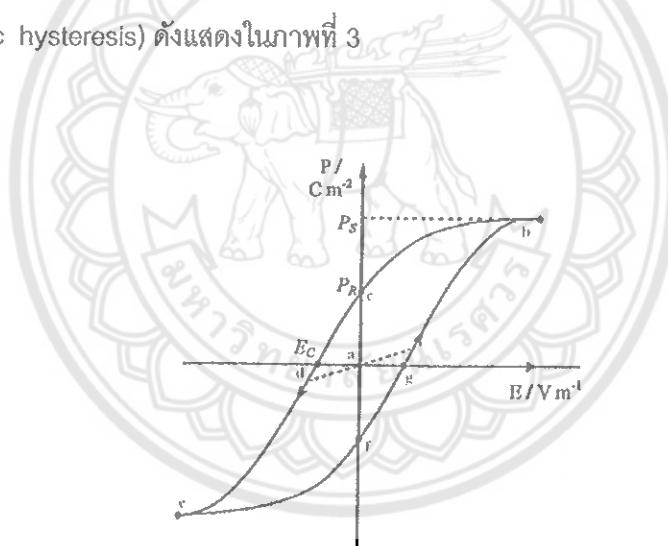
เมื่อป้อนไฟฟ้ากระแสสลับให้กับวัสดุไดอิเล็กทริก สนามไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดเป็นเหตุให้เกิดไฟเพลิงภายในวัสดุไดอิเล็กทริก ในกรณีอุดมคติ ไฟเพลิงภายในวัสดุไดอิเล็กทริกสามารถลดลง ทิศทางได้ตามความถี่ของแหล่งกำเนิด กรณีกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V_0) มีความต่างไฟสักน้อย 90 องศา ดังภาพที่ 2(a) ทำให้ผลคูณสเกลาร์ (scalar product) ของ I และ V เท่ากับศูนย์ ดังนั้นจึงไม่มีการสูญเสียพลังงานของวัสดุไดอิเล็กทริก (dielectric loss: $\tan \delta$) เกิดขึ้น แต่ในความเป็นจริงการลดลงทิศทางของไฟฟ้าจะก่อให้เกิดความต้านทานภายในเนื้อวัสดุเอง ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานขึ้น ซึ่งกรณีนี้กระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้ามีความต่างไฟสักน้อยกว่า 90 องศา ภาพที่ 2(b) โดยการสูญเสียพลังงานที่เกิดขึ้นนี้ สามารถวัดได้จากการทดสอบและเป็นอัตราส่วนของสภาพย้อมจินตภาพ (imaginary permittivity: ϵ'') และสภาพย้อมจริง (real permittivity: ϵ') ดังสมการ (8)

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (8)$$



ภาพที่ 2 ความต่างเพื่อสระห่วงกระแสตน์ (I) และศักย์ไฟฟ้า (U) ของวัสดุโดยอิเล็กทริก
(a) กรณีไม่มีการสูญเสียพลังงาน (b) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน[3]

วัสดุประเทเฟอร์โรอิเล็กทริก โพล่าไอลเซ็นที่สามารถกลับทิศได้ด้วยสนามไฟฟ้าจาก
ภายนอกและสามารถกลับทิศของโพล่าไอลเซ็นที่สามารถกลับทิศได้ด้วยไฟฟ้า叫做
เฟอร์โรอิเล็กทริกไฮสเตเรซิส (ferroelectric hysteresis) ดังแสดงในภาพที่ 3



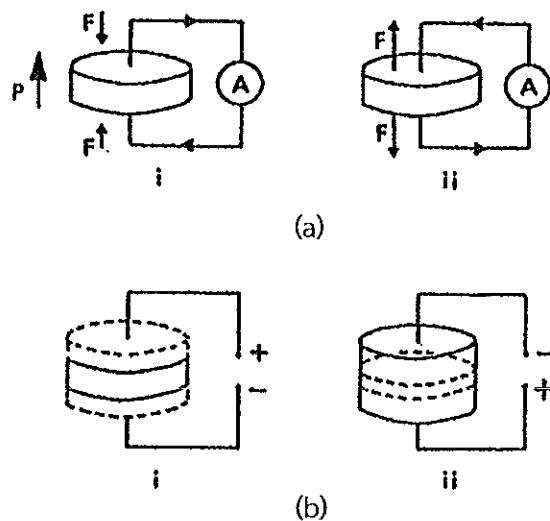
ภาพที่ 3 วงรอบไฮสเตเรซิสระหว่างโพลาไอลเซ็นกับสนามไฟฟ้าในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก[3]

เมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไปครั้งแรกการเกิดโพลาไรเซชันเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งถึงจุดอิมตัว (saturation polarization) คือจุด b ซึ่งการเกิดโพลาไรเซชันมีค่ามากที่สุด ได้โพลทั้งหมดจะเรียงตัวช้านกัน และหากเพิ่มสนามไฟฟ้าไปมากกว่านี้ ก็ไม่มีผลต่อการเกิดโพลาไรเซชัน เมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าลดลงแทนที่การโพลาไรเซชันจะด้อยกลับไปตามเส้นทางเดิม เหมือนตอนเริ่มต้น ($P = 0$) แต่กลับไปสู่พิกัดที่แตกต่างกัน แม้ว่าไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ($E = 0$) แก่รัศดูเฟร์โรอิเล็กทริกก์ตาม แต่ยังคงมีโพลาไรซ์หลงเหลืออยู่ หรือ รีมาเนนท์ โพลาไรเซชัน (remanent value: P_r) ที่จุด C ถ้าเราต้องการกำจัดโพลาไรเซชันที่ยังหลงเหลืออยู่ เราต้องให้สนามไฟฟ้าย้อนกลับพิกัดเดิม (นั่นคือ $-E$) โพลาไรเซชันจะลดลงสู่ศูนย์ที่จุด d ซึ่งเรียกว่าจุดนี้ว่าสนามโคเครอเรซีฟ (coercive field: E_c) ถ้าเราพยายามให้สนามไฟฟ้าในพิกัดเดิมนี้สูงขึ้นอีก ในที่สุดก็จะถึงจุดอิมตัว ที่จุด e ข้าวได้โพลทั้งหมดที่ไปทางขวาเมื่อถึงจุดนี้ ถ้าไปป้อนกระแสไฟฟ้าให้กับรัศดูเฟร์โรอิเล็กทริก แล้วปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาไรเซชันเพิ่มขึ้นไปทางขวาจุด f เพื่อให้ครบวงจร ต้องป้อนกระแสไฟฟ้าอีกครั้งในพิกัดเดิม โพลาไรเซชันจะกลับสู่ศูนย์ที่จุด g และในที่สุดก็จะมุ่งไปสู่จุดอิมตัวที่จุด b

สมบัติพิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric property) [4]

คำว่า "พิโซ" มาจากภาษากรีก แปลว่า "กด" ตั้งนั้นพิโซอิเล็กทริก จึงหมายความว่าความสามารถของวัสดุในการเปลี่ยนแรงกดที่ได้รับให้เป็นกระแสไฟฟ้า ซึ่งแรงกดที่ได้รับเป็นแรงทางกลทำให้เกิดความเครียดในผลึกขึ้น จึงเกิดการเรียงตัวไปทางเดียวกันเรียกว่าการโพลาไรเซชัน และการให้กระแสออกมานะ โดยสถาปัตย์พิโซอิเล็กทริกถูกค้นพบครั้งแรก โดย Jacques Curie และ Pierre Curie เมื่อปี ค.ศ. 1880 โดยการศึกษาอิทธิพลของแรงกดต่อประจุไฟฟ้าของผลึก เช่น ควอทซ์(Quartz) ซิงค์เบลนด์ (Zinc blende) และทัวร์มาไลน์ (Tourmaline) เมื่อต้น

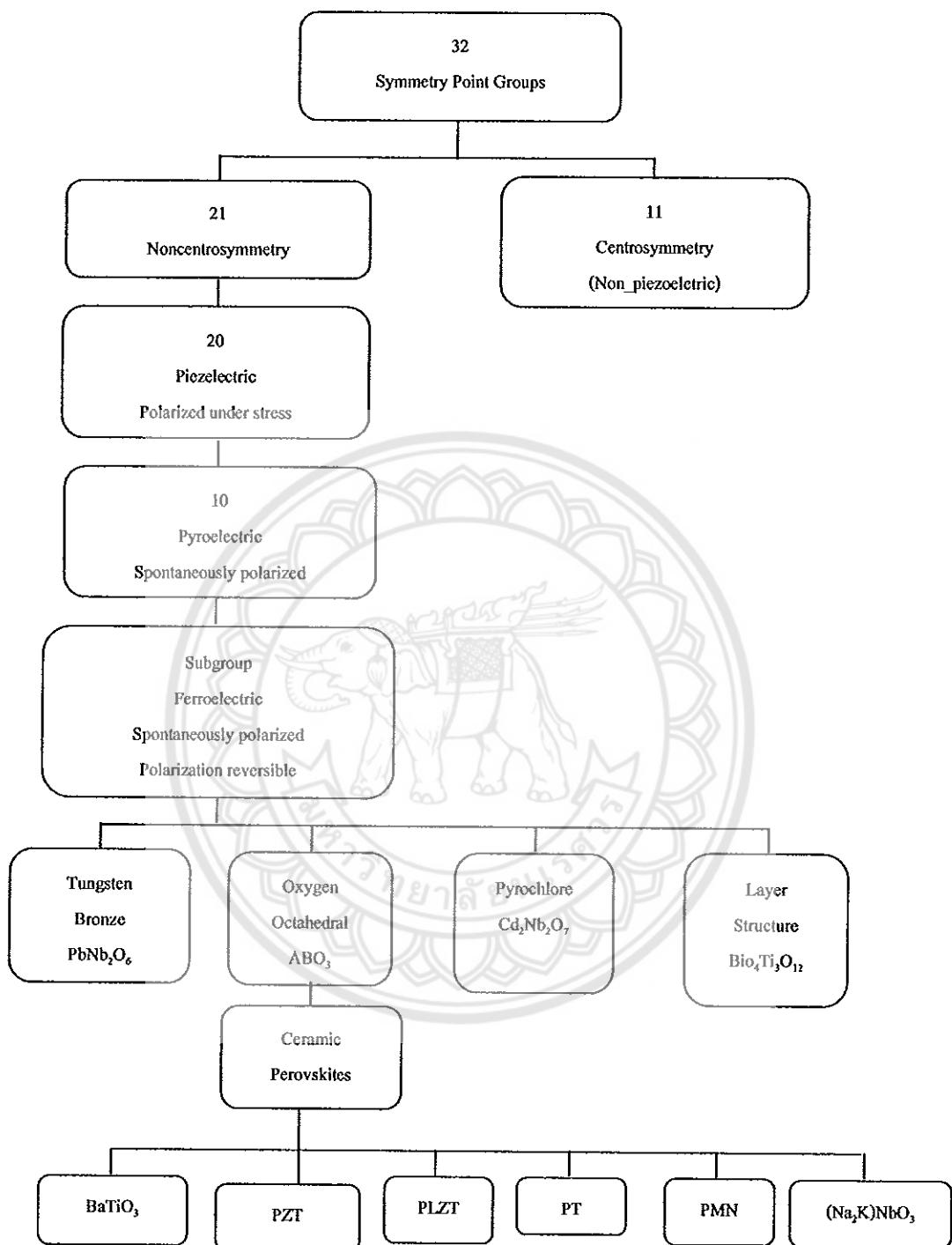
สภาพพิโซอิเล็กทริกสามารถเกิดขึ้นได้ 2 แบบ คือ แบบตรง (Direct piezoelectric effect) และแบบผันกลับได้ (converse piezoelectric effect) แสดงดังภาพที่ 4



ภาพที่ 4 ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (a) แบบตรงและ (b) แบบผันกลับ[4]

สภาพพิโซอิเล็กทริกแบบตรงสามารถเปลี่ยนแรงทางกลให้เป็นไดเพดได ภาพที่ 4(a) ในทำงานของกลับกันสภาพพิโซอิเล็กทริกแบบผันกลับสามารถเปลี่ยนแรงไฟฟ้าให้เป็นแรงกลได แสดงดังภาพ 4(b) ซึ่งระดับการเกิดเพลลาเรื้อนจะขึ้นกับความเครียดที่เกิดจากแรงที่ไดรับนอกจานนี้ทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้แก่าวัสดุนิดนึงเป็นตัวกำหนดค่าวัสดุจะขยายหรือหดลง

หน่วยเซลล์ (Unit cell) ของโครงสร้างผลึกในวัสดุมีความสำคัญมากต่อสภาพพิโซอิเล็กทริก กล่าวคือ สภาพพิโซอิเล็กทริกจะเกิดขึ้นไดในวัสดุที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์เท่านั้น ดังนั้น จึงสามารถแบ่งกลุ่มผลึก 32 กลุ่ม เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ ดังภาพที่ 5

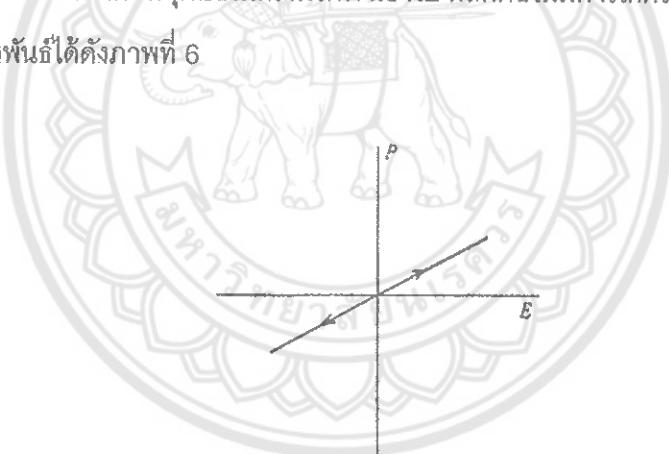


ภาพที่ 5 แผนภาพแสดงการแบ่งกลุ่มพิโซอิเล็กทริกและกลุ่มย่อย

ประเกทแรกเป็นสารที่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์มีทั้งหมด 11 กลุ่ม จึงประเกทหนึ่งเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ มีทั้งหมด 21 กลุ่ม ใน 21 กลุ่ม เป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ดังกล่าวนั้น มี 20 กลุ่ม ที่มี สมบัติเป็นสารพิโซอิเล็กทริก และในสาร 20 กลุ่มนี้มีกลุ่มอยู่ที่เป็นสารเฟริโซอิเล็กทริก ดังภาพที่ 5 ซึ่งข้อแตกต่างของวัสดุทั้ง 2 ชนิดนี้คือความสามารถในการหักไฟฟ้าไว้ เช่นเดียวกัน โดยสารพิโซอิเล็กทริกไม่สามารถ กัดไฟฟ้าไว้ เช่นเดียวยตามเองได้ แต่จะกิดเมื่อให้แรงกดต่อผลึกหัวน้ำ ไข่และที่สามฟาร์โซอิเล็กทริกสามารถ กัดไฟฟ้าไว้ เช่นเดียวยตามเองได้แม้จะไม่มีแรงกดมากกระทำ

พาราอิเล็กทริก (Paraelectric) [5]

เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิโครงสร้างเฟริโซอิเล็กทริกและโครงสร้างแอนเติเฟริโซอิเล็กทริก ซึ่งสารพาราอิเล็กทริกจะประพุติตัวเป็นชั้นๆ ตามปกติ มีโครงสร้างที่สมมาตร จึงไม่ สามารถกัดไฟฟ้าไว้ เช่นเดียวยตามเอง เมื่อมีการป้อนสนามไฟฟ้าให้กับสารพาราอิเล็กทริก ทำให้ เกิดไฟฟ้าไว้ เช่นเดียวกัน แต่เมื่อหยุดป้อนสนามไฟฟ้าเข้าไป ผลก็คือไม่มีการกัดไฟฟ้าไว้ เช่นเดียวกัน อีก ซึ่ง เกี่ยวกับความสัมพันธ์ได้ดังภาพที่ 6



ภาพที่ 6 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างไฟฟ้าในสารพาราอิเล็กทริก[5]

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD) [6,7,8]

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ จะอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) ซึ่งหลักการนี้จะเหมือนกันกับหลักการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในกต้องๆ แต่ต่างกันที่รังสีเอกซ์สามารถส่องผ่าน (TEM) สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาใช้ในการศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง ในผลึกของสารตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของหน่วยเซลล์ของตำแหน่งอะตอมที่แตกต่างกันไป ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกมามีไม่เท่ากัน เราจึงสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction pattern) ได้ นอกจากนี้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างแบบไม่ทำลาย (non – destructive analysis) สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุทั้งในเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ ทำให้ทราบว่าภายในตัวอย่างนั้น มีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง

การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จะพิจารณาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอมที่นานกัน ซึ่งเหมือนกับกฎการสะท้อนของแสง ดังนี้

- สำรังสีต่อกัน สำรังสีเลี้ยวเบน (สะท้อน) และเส้นปกติอยู่บนระนาบเดียวกัน (แตกต่างจาก การพิจารณาของเลาอี)
- มนต์สำรังสีเลี้ยวเบน (สะท้อน) กระทำกับระนาบของอะตอม จะเท่ากับที่สำรังสีต่อกัน บนระนาบของอะตอม

ภายใต้เงื่อนไขบางอย่าง จะมีรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนในทิศทางที่ทำมนต์กับระนาบท่ากับมนต์ต่อกัน พิจารณาภาพตัดขวางของผลึกขยายให้เห็นการเรียงตัวกันของอะตอมบนชุดระนาบ (hkl) ซึ่งมีระยะระหว่างระนาบเป็น d_{hkl} ตั้งภาพที่ 7 ชุดระนาบ (hkl) ประกอบด้วยระนาบจำนวนมาก (สำหรับผลึกที่มีขนาดใหญ่กว่า $1 \mu\text{m}$) แทนด้วย A, B, C,... ซึ่งนานกันและห่างกันเป็นระยะ d_{hkl} เท่ากัน สมมติรังสีเอกซ์สามารถทะลุทะลวงไปที่อะตอมบนระนาบที่ลึกลงไปเป็นหลายร้อยชั้นจากผิวน้ำ ของผลึก อะตอมเหล่านี้จะทำหน้าที่เป็นศูนย์กลางการกระเจิงรังสีเอกซ์ออกไปทุกทิศทุกทาง ในที่นี่เราต้องการทราบว่าจะเกิดการเลี้ยวเบนหรือไม่ สำรังสีเอกซ์ต่อกันจะลงไปที่ผลึกแล้ว และถ้าเกิดจะเกิดภัยได้เงื่อนไขใด

- path difference ของรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากอะตอมบนระนาบเดียวกันจะเท่ากับศูนย์ เป็นอะตอม H และ M ดังนั้นรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกจากอะตอมบนระนาบเดียวกันจะมีเฟสตรงกันและสามารถรวมกันแบบเสริม กลไยเป็นส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์เดียวแทน
- path difference ของรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากอะตอมบนระนาบที่อยู่ติดกัน เช่น รังสีกระเจิงจากอะตอม M บนระนาบ A (รังสี 1M1') และจากอะตอม L บนระนาบ B (รังสี M') จะมีขนาดเท่ากับ

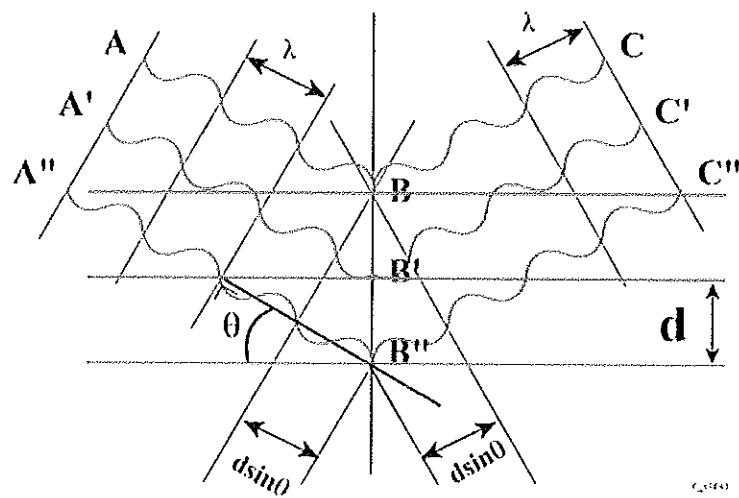
$$\text{path difference} = KL + LJ = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (9)$$

ซึ่งรังสีกระเจิงจากห้องส่องระนาบนี้มีเฟสตรงกัน จนเกิดการรวมกันแบบเสริมก็ต่อเมื่อ path difference มีขนาดเป็นจำนวนเต็มของความยาวคลื่น λ นั่นคือ

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (10)$$

เมื่อ $n = 1, 2, 3, \dots$

สมการ (10) คือ กฎของแบบรากก (bragg's law) กล่าวได้ว่า การเลี้ยวเบนจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อ d_{hkl} , θ , ทำให้สมการเป็นจริง สำหรับ $n = 1, 2, 3, \dots$ นุ่ม ที่เข้าเงื่อนไขการเลี้ยวเบน เรียกว่า นุ่มแบบรากก (Bragg angle) ค่า n เป็นลำดับการเลี้ยวเบนนุ่มแบบรากก



ภาพที่ 7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ผ่านผลึก เมื่อมุนต์กกระหบของรังสีเอกซ์เท่ากับ θ การเลี้ยวเบนจะเกิดที่มุมการเลี้ยวเบนเท่ากับ 2θ ถ้าความยาวคลื่นรังสีเอกซ์และระยะระหว่างระนาบเข้ากับกฎของแบนร์ก[7]

การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิช c/a และค่าอัตราส่วน c/a สามารถกระทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟฟรากซัน และจากสมการ (10)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (11)$$

ในระบบเหตุรวมโภณอ่อนน์ค่าแลตทิช a มีค่าเท่ากับแลตทิช b แต่ไม่เท่ากับแลตทิช c ($a = b \neq c$) ดังนั้น จากสมการ (11) เปลี่ยนใหม่ได้เป็น

$$\frac{1}{d^2_{hkl}} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (12)$$

หรือ

$$a^2 \frac{1}{d^2_{hkl}} = (h^2 + k^2) + \frac{l^2}{(c/a)^2} \quad (13)$$

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) [9]

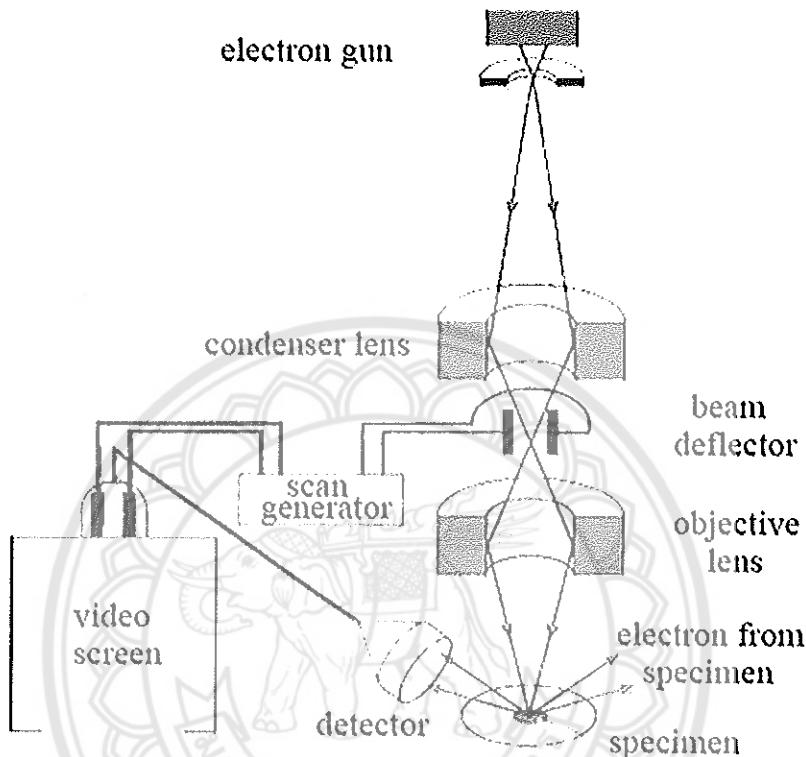
เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์เดนส์ประกอบหั้งแบบใช้แสงธรรมชาติและใช้รังสีแบบขึ้นๆ นี้ข้อจำกัดในการขยายภาพ เพราะกำลังขยายและกำลังแยกออกจากจะซึ่งกับลักษณะของเลนส์แล้วยังซึ่งอยู่กับความยาวคลื่นของแม่เหล็กไฟฟ้าที่ใช้ออกด้วย กล้องจุลทรรศน์เดนส์ประกอบสามารถมีกำลังขยายและส่องดูวัตถุขนาดเล็กสุดได้เพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น ส่วนกำลังขยายรวมก็ไม่เกิน 2,000 เท่า จึงยังคงเห็นรัตภูภัยในเซลล์ที่มีขนาดเล็กเป็นจุด ไม่สามารถแยกรายละเอียดได้กว่าส่วนนั้นเป็นอย่างไร ต่อมาได้มีการนำเอาอิเล็กตรอนซึ่งมีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นของแสงมาก เข้ามาใช้ในกล้องจุลทรรศน์แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์แม่เหล็กแทนเลนส์กระเจ้า เรียก กล้องดังกล่าวว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องที่ใช้ศึกษาโครงสร้างหรือองค์ประกอบ พื้นผิวของเซลล์เนื้อเยื่อและวัตถุได้ โดยทำให้องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซลล์หรือวัตถุให้มีความเห็นชัดเจนแตกต่างกัน

หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด อิเล็กตรอนปั๊มนูน (Primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1,000 ถึง 3,000 伏特 หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นออกไซด์ (Anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสูญญากาศ $10^{-5} - 10^{-7}$ ทอร์ และมีชุดค้อนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอน (Electron beam) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิงลงสู่เมืองล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปั๊มนูนให้มีจุดโฟกัสบนผิwtawiyawat ด้วยมีชุดขอตัวควบคุมการส่องกราด (Scan coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิwtawiyawat ตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (Control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระแทบผิwtawiyawat ผิwtawiyawat ซึ่งจะใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (Control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระแทบผิwtawiyawat กระแทบผิwtawiyawat ผิwtawiyawat ระหว่างอิเล็กตรอนปั๊มนูนกับอิเล็กตรอนที่กระแทบตัวในวัตถุหรือตัวอย่างจะเกิดการติดตอร่วมกัน (Interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปั๊มนูนกับอิเล็กตรอนที่กระแทบตัวในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการ

ปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (Electron signal) ออกมานา สัญญาณอิเล็กตรอนจะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งจะนำไปสร้างเป็นภาพนาโทรหัศน์และสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรหัศน์ได้โดย ดังแสดงในภาพที่ 8



ภาพที่ 8 ส่วนประกอบและหลักการเบื้องต้นของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง粒 [9]

ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ที่เกิดขึ้น คือ

- (1) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image, SEI) หรือเป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่พื้นผิวดับไม่ลึก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิดต่า
- (2) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image, BEI) หรือเป็นกุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชั้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับ

ออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

(3) สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M, \dots) ถูกกระตุ้น (Excited) หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจร ทำให้อะตอมต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นงโคจรตัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานส่วนเกินออกมานຽปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่แทนที่ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเบิงบีโนณและคุณภาพ

สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพประกอบนูนๆ ของรับภาพได้โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (Plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระแสจิงกลบจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดครอยต์ฟีเจ็น (PN junction detector) หรือตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และในสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์จะใช้หัวดังรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเทาทริลิคโอลิเทียมทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พัฒนาของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งอุปกรณ์วิเคราะห์ที่นั้นนี้ทั้งแบบเดี่ยวๆ (Single Channel Analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multi Channel Analyzer, MCA)

Thermo gravimetric analysis (TGA) [10,11]

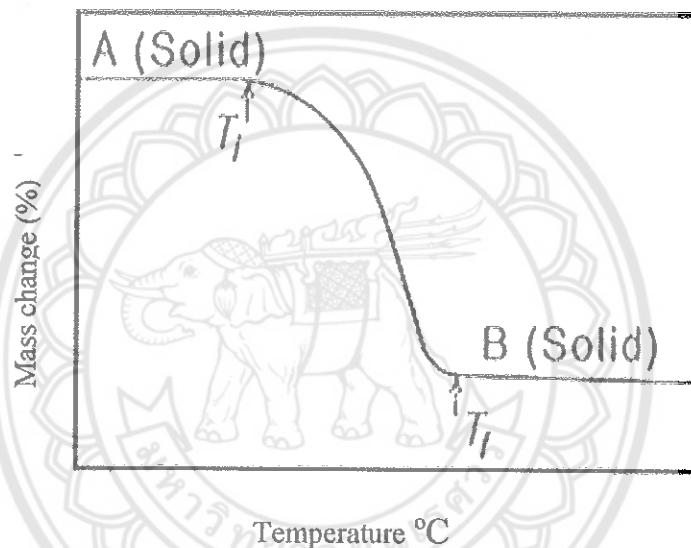
Thermo gravimetric (TG) หรือ Thermo gravimetric analysis (TGA) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยการวัดมวลที่เปลี่ยนแปลงไปเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ (Scanning mode) หรือเวลา (isothermal mode) โดยมีการควบคุมอัตราการให้ความร้อน รวมถึงบรรยากาศที่ใช้ในการทดลอง

ปรากฏการณ์ทางความร้อนที่ส่งผลให้สัดส่วนเกิดการเปลี่ยนแปลงมวล เช่น การราย (desorption) การดูดซับ (absorption) การระเหิด (sublimation) การระเหย (vaporization) การออกซิเดชัน (oxidation) และการสลายตัว (decomposition) สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA โดยสามารถศึกษาได้จาก ข้อมูลดังนี้ องค์ประกอบของวัสดุ ปริมาณการคง

รูป และเส้นรีวภาพทางความร้อนของวัสดุ รวมไปถึงการตรวจสอบผลลัพธ์งาน隼น์ของ physicochemical ที่เกิดขึ้นในวัสดุ เช่น การคงรูป เส้นรีวภาพทางความร้อนและการบ่ม (aging) เมื่อจากความร้อน และการออกซิเจน เป็นต้น

ลักษณะกราฟ TGA

ผลลัพธ์ที่ได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA แสดงด้วยกราฟ ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการเปลี่ยนแปลงของมวล (mass change, %) หรือร้อยละของมวล (mass, %) กับอุณหภูมิ (temperature, °C) ได้ลักษณะของกราฟที่มีการถอย退步ดังภาพที่ 9



ภาพที่ 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง mass change, % กับ temperature °C[10]

โดยให้ T_1 เป็นอุณหภูมิที่ sample เกิดการถอย退步อย่างเป็นกระบวนการ (procedural decomposition temperature) กล่าวคือ เป็นอุณหภูมิต่ำสุดที่ sample เกิดการเปลี่ยนแปลงมวลมากพอที่เครื่องจะสามารถวัดได้ ในขณะที่ T_2 เป็นอุณหภูมิที่มวลเกิดการเปลี่ยนแปลงไปอย่างสมบูรณ์ ช่วงอุณหภูมิของปฏิกิริยาการถอย退步 (reaction interval, $T_1 - T_2$) ที่ได้จากการไม่ได้เป็นค่าจำเพาะของ sample นี้หากแต่สามารถเปลี่ยนแปลงได้ โดยขึ้นอยู่กับสภาพของการทดสอบโดยสามารถคำนวณอัตราการเปลี่ยนแปลงของมวลได้จากสมการ 14

$$m_L = \frac{[(m_s - m_B)]}{m_s} \times 100 \quad (14)$$

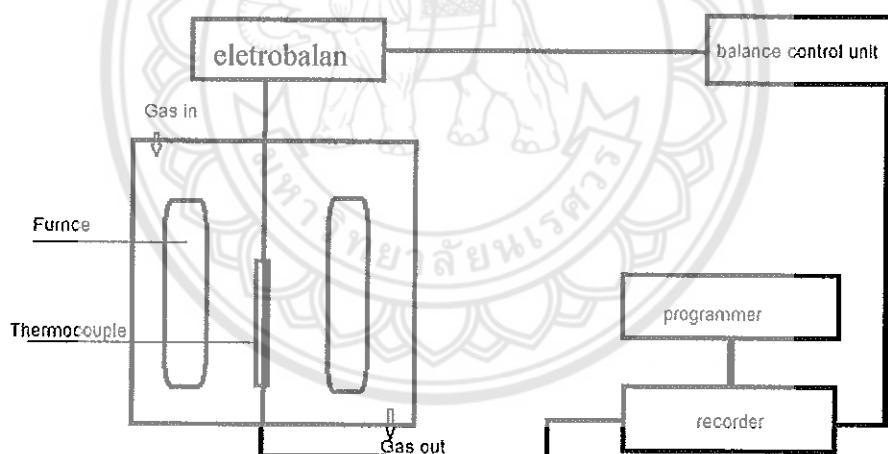
โดยกำหนดให้ m_L = อัตราการลดลงของน้ำหนัก

m_s = ปริมาณมวลเริ่มของสารตัวอย่าง

m_B = ปริมาณมวลของสารตัวอย่าง ที่เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างสมบูรณ์

เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ประกอบไปด้วยส่วนสำคัญหลักๆ 4 อย่าง ดังนี้

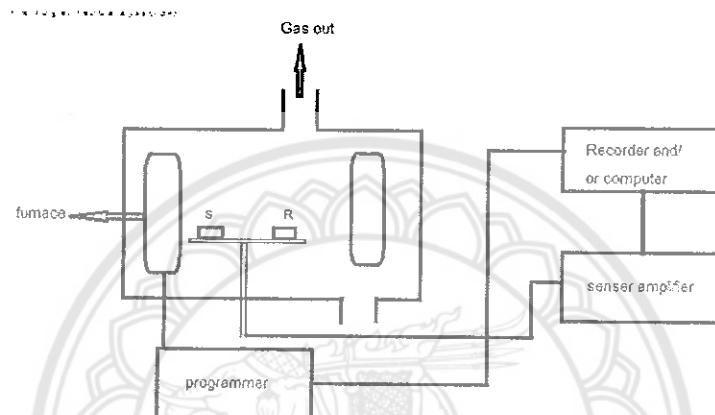
1. เตาเผา (furnace)
2. เครื่องชั่งแบบอิเล็กทรอนิกส์และเครื่องควบคุม (electro balance and controller)
3. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature programmer)
4. เครื่องบันทึกข้อมูล (recorder)



ภาพที่ 10 แสดงส่วนประกอบของเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

Differential thermal analysis (DTA) [10,11]

Differential thermal analysis (DTA) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยการวัดอุณหภูมิและปริมาณความร้อนระหว่างชิ้นงานตัวอย่าง (sample) กับวัสดุข้างอิง (reference material) ด้วยเครื่องมือดังภาพที่ 11 โดยอาศัยปฏิกิริยาการดูดหรือปล่อยความร้อน (endothermic and exothermic reaction) ของชิ้นตัวอย่าง เป็นพื้นที่สแกนอุณหภูมิ (Scanning mode) หรือเวลา (isothermal mode) โดยมีการควบคุมอัตราการให้ความร้อนรวมถึงบรรยายกาศที่ใช้ในการทดสอบ

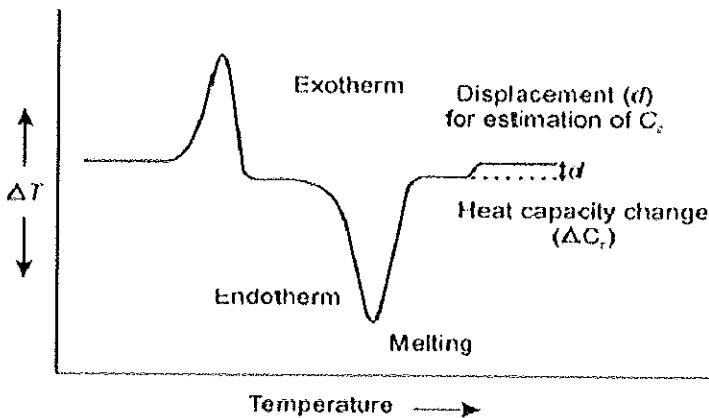


ภาพที่ 11 แสดงองค์ประกอบของเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA

วัสดุที่จะนำมาใช้เป็นวัสดุข้างอิง ควรมีส่วนบุบเดือยต่อความร้อนโดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงภาย ในช่วงอุณหภูมิการทดสอบ และไม่ทำปฏิกิริยากับถ้วยใส่ชิ้นงานตัวอย่าง (crucible) หรือหัววัดอุณหภูมิ (thermocouple)

ปรากฏการณ์ทางความร้อนที่สังผิดต่อการดูดหรือปล่อยความร้อนของชิ้นงานตัวอย่าง จันเป็นสาเหตุทำให้เกิดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิของชิ้นงานตัวอย่างและวัสดุข้างอิง เช่น การเปลี่ยนสถานะ การเกิดผลึก การหลอมเหลว การระเหย และการออกซิเดชัน เป็นต้น

ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA ถูกแสดงด้วยกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความแตกต่างของอุณหภูมิ ΔT กับอุณหภูมิใน scanning mode หรือ เวลา (time, min) ใน isothermal mode ภาพที่ 12



ภาพที่ 12 แสดงความแสดงด้วยกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความแตกต่างของอุณหภูมิ

ΔT กับอุณหภูมิใน scanning mode หรือ เวลา (time, min)[11]

การเตรียมเซรามิกด้วยวิธีการโซลเจล (Sol-gel) [12]

กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) หมายถึง การสังเคราะห์โครงสร้างแข็ง อนินทรีย์ โดยกระบวนการทางปฏิกิริยาเคมีในสารละลาย ณ อุณหภูมิต่ำ ซึ่งคำว่ากระบวนการโซล-เจล มาจากวิธีที่สามารถเปลี่ยนแปลงสถานะจากของเหลวเป็นของแข็งโดยไม่จำเป็นต้องเกิดในระบบที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ สารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการโซล-เจล ต้องเป็นสารอนินทรีย์ประเภทโมโนเมอร์ หรือ โอลิโกลิโนร์ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้

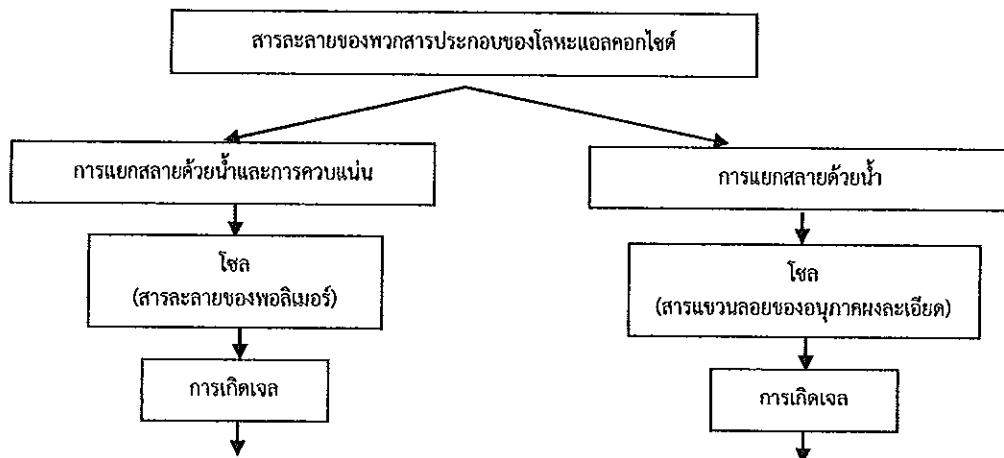
กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากเป็นเทคโนโลยีที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพและหลากหลายนัยน์ สามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตสารเร่งปฏิกิริยา (catalysis) ตัวดูดซับ (absorbent) แผ่นฟิล์มบาง (thin film) การขับผิว (coating) ฯลฯ

คำว่า "โซล-เจล" เป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัว และเกี่ยวโยงกับเทคนิคต่างๆ มากน้อยที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับไม่เลกุง การเตรียมผงด้วยเทคนิคโซล-เจล ต้องประกอบด้วยขั้นตอนดังนี้

1. การเตรียม "โซล" จากการผสมสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่เหมาะสม ลงในช่องเหลวแล้วทำให้อุ่นภูมิเหล่านี้มีการกระจายตัวไปทั่วช่องเหลวอย่างเสถียร

2. ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไป หรือปั่นอย่างให้เป็นเวลาหนึ่หรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (electrolyte) ที่เหมาะสมลงไปเพื่อหนุนยาน้ำให้เกิดการสร้างพันธะที่เชื่อมต่อกันเป็นโครงสร้างท่อเนื่องในสามมิติคล้ายคลึงกับกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ ซึ่งจะทำให้ตัวโซลูชันมีความหนืดมากขึ้นเรื่อยๆ จนกลายเป็น “เจล”
3. ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในเจลออกไป (dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหดแยกออกไปจากกันในระหว่างที่มีการทำให้เจลแห้งจึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกไปจากตัวเจลภายใต้สภาวะวิกฤติยังขาด (supercritical) หรือสภาวะวิกฤติมิติเกิน (hypercritical) นั้นแทนจะทำให้มีการหลุดตัวเกิดขึ้นโดย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความกระชับ จึงสามารถดูดซึมน้ำเจลที่แห้งแล้วให้กลับเป็นผงละเอียดได้ง่าย
4. ทำการเผาเจลที่ปราศจากน้ำให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบตามที่ต้องการต่อไป ผงที่เตรียมได้จากการโซล-เจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 -50 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวนานมาก การเผาผลาญให้เกิดการแผ่นตัวจึงสามารถกระทำได้ด้วยการใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าในการเผาของผงที่เตรียมได้จากการเผาเจลแบบดั้งเดิม

การจัดแบ่งประเภทของวิธีการเตรียมแบบโซล-เจลนั้นสามารถกระทำโดยพิจารณาจากการเลือกโซล หรือสารละลายน้ำใช้เป็นสารตั้งต้น ดังแสดงในภาพที่ 13



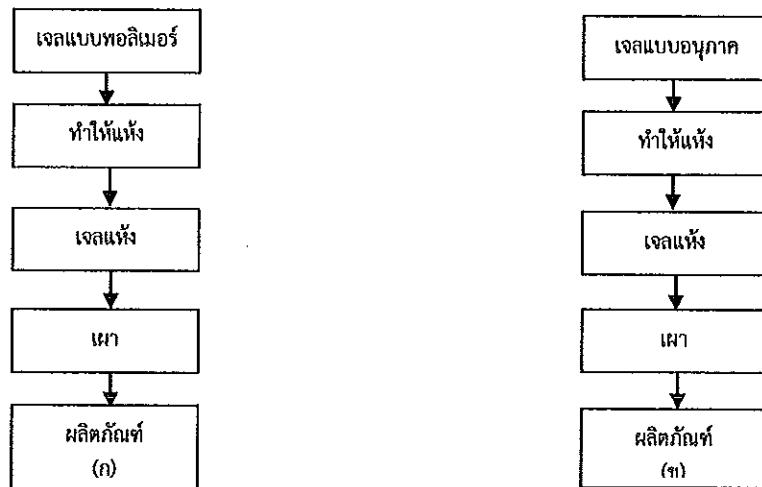
1040836



สำนักหอสมุดฯ

30 ก.พ. 2564

๒ ๖๖
๓๗๙
.๕
๑๖๙๕
๙๖๑



ภาพที่ 13 แสดงลำดับขั้นตอนต่างๆ ของกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคชีล-เจล แบบ

(ก)พอลิเมอร์และ (ข) คลอสloyด์

การเกิดโครงสร้างลักษณะต่างๆ กันสามารถอธิบายได้ดังนี้

1. โครงข่ายอนุภาค (particle networks)

เป็นโครงข่ายที่มีการแยกแข็งของความหนาแน่นสูง และไม่สม่ำเสมอตลอดแนวเกิดขึ้น จากการเกาะกสูมกันของอนุภาค โดยมีลักษณะทางเคมีของพื้นผิวนอนุภาคเป็นตัวกำหนดสมบัติการแขวนคลอย และลักษณะโครงสร้างของการเกาะกันของอนุภาค ด้วยเช่นกัน เช่นจากจะส่งผลโดยตรงต่ออัตราการเกาะกสูมกันของอนุภาค และขนาดของแต่ละกสูมอนุภาคที่จะเกิดขึ้น

2. โครงข่ายกลุ่มก้อน (aggregate network)

เป็นโครงข่ายที่มีการแยกแข็งความหนาแน่นต่ำ และมีความไม่สม่ำเสมอตลอดแนวเกิดขึ้นจากการรวมกันของระบุกอนุภาคเป็นหย่อมๆ เป็นกรณีที่เกิดขึ้นในการเตรียมสารละลายภายในได้สภาวะที่มีของแข็งตกตะกอนของมาเป็นอนุภาคที่มีขนาดเพ็กมากๆ ทำให้ออนุภาคเกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขึ้นในระหว่างที่กำลังมีการตกตะกอน และจะได้โครงข่ายที่มีความแข็งแรงสูงเกิดขึ้น

3. โครงข่ายพอลิเมอร์ (polymer networks)

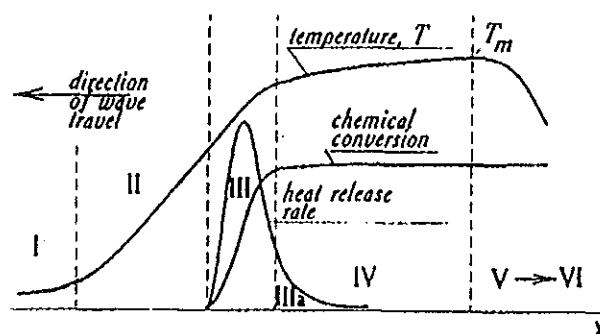
เป็นโครงข่ายที่มีการแยกแข็งของความหนาแน่นต่ำ และมีความสม่ำเสมอตลอดแนวเกิดขึ้นจากการต่อเชื่อมร้ามลาย (crosslinking polymer) ของพวกพอลิเมอร์ ที่มี

โดยอนของโลหะที่ต้องการปนอยู่ ในบางกรณีจะมีการใช้พลาฟอสเมอร์อนินทรีย์ที่ประกอบด้วยซุกของพันธะโลหะกับออกซิเจนเป็นแกนกลาง

การเตรียมเชรามิกด้วยวิธีการเผาใหม่ (Combustion technique) [13]

การใช้ประโยชน์จากการปลดปล่อยพลังงานความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีในขั้นตอนการผลิต มีการใช้กันมานานแล้วตั้งแต่ศตวรรษที่ผ่านมา เมื่อ Beketov และ Goldshmidt [13] ได้ค้นพบ self-sustaining thermite reaction ซึ่งต่อมาได้ใช้หลักการจุดระเบิดของปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการผลิตอย่างมากมาย เช่น ในกระบวนการผลิตเทาลดอมเหล็ก การผลิตเฟอร์โรลลูมิ ฯลฯ อย่างไรก็ตามการพัฒนาทฤษฎีการเผาใหม่ (combustion) ยุคใหม่ไม่ได้มีรูปแบบอย่างที่เคยปฏิบัติมา ในปี ค.ศ. 1967 ได้มีการค้นพบปรากฏการณ์จุดระเบิดของแข็ง ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น จะได้ผลผลิตในสถานะของแข็ง และการพัฒนาวิธีการเผาใหม่มีเป็นฐานของ self-propagation high temperature (SHS) ได้กระตุ้นให้เกิดการทดลองและการศึกษาทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการการเผาใหม่ของสารประกอบ อนินทรีย์และวัสดุอย่างกว้างขวาง ซึ่งผลของการเผาใหม่ที่ได้จากการทดลองได้ถูกนำไปเป็นพื้นฐานของเทคโนโลยีการเผาใหม่และการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม

กระบวนการการเผาใหม่มีการใช้งานกันอย่างกว้างขวาง สำหรับวัสดุชั้นสูง และกระบวนการผลิตเพื่อการประยุกต์พัลส์ ในปัจจุบันการควบคุมความเร็วของการจุดระเบิด ฉุนหูนิ สดสวน และโครงสร้างของผลผลิตทำได้โดยการประยุกต์แนวคิดแผนใหม่ของทฤษฎีการเผาใหม่และโครงสร้างคณิตศาสตร์ ของปฏิกิริยาเคมี ซึ่งสามารถอธิบายกระบวนการทั่วไปของการเผาใหม่ ดังแสดงในภาพที่ 14



ภาพที่ 14 การเปลี่ยนแปลงของกระบวนการเผาใหม่[13]

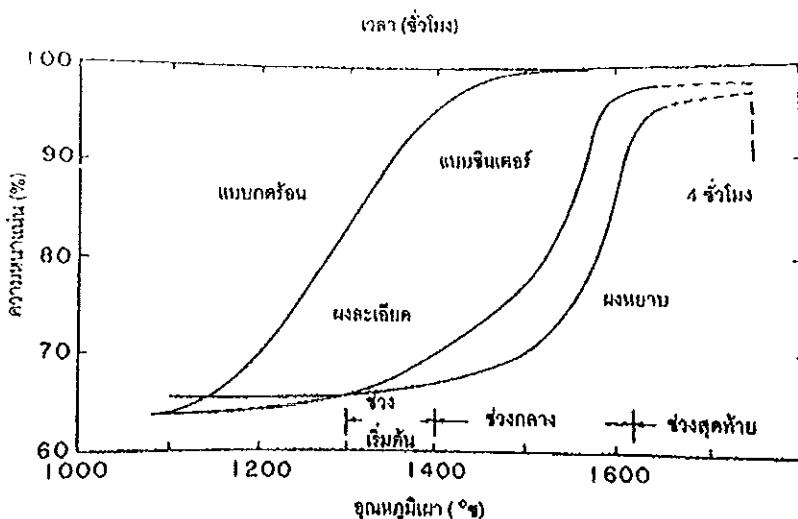
ช่วงที่หนึ่งเป็นการเริ่มต้นของปฏิกริยา ช่วงที่สองเป็นช่วงก่อนที่จะเกิดปฏิกริยา ซึ่งช่วงนี้จะยังไม่มีปฏิกริยาเกิดขึ้น แต่จะมีการถ่ายเทความร้อนเพิ่มมากขึ้น ช่วงที่สามเป็นช่วงที่มีความสำคัญต่อโครงสร้างของวัสดุ โดยจะมีการปลดปล่อยพลังงานความร้อนออกมานอกเกิดการขยายตัวและความร้อนที่ปลดปล่อยออกมานี้จะแพร่ไปสู่ช่วงที่สี่ คือ ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ส่วนที่เก็บไว้ที่สุดของช่วงนี้คือ ส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสและโครงสร้างของวัสดุ ซึ่งขั้นตอนนี้จะเป็นตัวกำหนดโครงสร้างสุดท้ายและมีบทบาทสำคัญต่อสมบัติของวัสดุ ในช่วงที่ห้าของกระบวนการ เป็นช่วงที่วัสดุเกิดการเย็นตัว และในช่วงนี้อาจมีผลกระทบต่อโครงสร้างของวัสดุ ถ้าการเย็นตัวเกิดช้าอย่างช้าๆ จะทำให้ได้โครงสร้างของวัสดุที่สมดุล ดังนั้นในกระบวนการเผาไหม้ อัตราการให้ความร้อนจะเป็นตัวกำหนดรูปแบบการปลดปล่อยความร้อนและถ่ายเทความร้อนไปสู่ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ส่วนคุณลักษณะของวัสดุที่ได้จะขึ้นอยู่กับเฟส โครงสร้าง เสื่อม化 และอัตราการเย็นตัวของวัสดุ

การซินเทอร์ [13]

1. การซินเทอร์แบบสถาณะของแข็ง

การซินเทอร์ (sintering) คือกระบวนการทางความร้อนที่ทำให้ออนุภาคเกิดการสร้างพันธะกันอย่างสมดุล โดยมีโครงสร้างหลักเป็นของแข็งที่พัฒนามาจากการเคลื่อนที่ย้ายมวลสักขณะ ต่างๆ ที่มักเกิดขึ้นในระดับอะตอม การเกิดพันธะเข้มต่อกันดังกล่าวทำให้ระบบมีความแข็งแรงสูงขึ้นและมีพลังงานลดลง นอกจากนี้ยังอาจถูกต้องได้ว่าการซินเทอร์นั้นมายถึง การกำจัดพูนที่อยู่ระหว่างผงเริ่มต้น โดยอาศัยการหดตัวขององค์ประกอบที่เริ่มนอยู่ติดกันแล้วเกิดการเติบโตไปด้วยกัน

การหดตัวของชิ้นงานเซรามิกขณะที่ทำการเผาซินเทอร์ สามารถตรวจสอบได้จากการวัดขนาด หรือหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ และเวลาในการเผา ซึ่งประกอบไปด้วย 3 ขั้นตอน ดังแสดงในภาพที่ 15



ภาพที่ 15 แสดงพฤติกรรมการซินเตอร์แบบสถานะของแข็งทั่วๆไปในรูปของความสัมพันธ์ระหว่าง ความหนาแน่นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา[13]

1. การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial sintering) จะเกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัวกันใหม่อีกครั้ง หนึ่งของอนุภาคผงภายในรีบบันและการเกิดพันธะที่แข็งแรง หรือคอ (neck)
 2. การซินเตอร์ช่วงกลาง (intermediate sintering) เป็นช่วงที่ขนาดของคอเริ่มโตขึ้นและปริมาณของความพรุนในรีบบันจะเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอนุภาคเริ่มเข้ามาใกล้กันมากยิ่งขึ้น ทำให้รีบบันเกิดการหล่อรวมอย่างชัดเจน เริ่มมีเกรนและขอบเกรนเกิดขึ้น
 3. การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย (final state sintering) เป็นช่วงที่รูพรุนในรีบบันเริ่มปิดตัวเอง ลงและค่อยๆถูกกำจัดให้หมดไปจากรีบบันอย่างช้าๆ โดยอาศัยกลไกการแพร์เช่น ဓากรศากูพรุนออกตามแนวของขอบเกรน และหุดออกไปจากรีบบัน ซึ่งจะทำให้รีบบันเกิดการแยกตัวเพิ่มขึ้นจากเดิมเพื่อยังเล็กน้อย
2. การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว

การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว (liquid phase sintering) เป็นกระบวนการการเผาซินเตอร์ที่มีองค์ประกอบหนึ่งของวัสดุเกิดการหลอมเหลวซึ่นกันกลายเป็นสภาพไปเป็นของเหลวในระหว่างที่มีการซินเตอร์ ซึ่งเป็นกระบวนการการหดที่นิยนใช้ในการผลิตเซรามิกด้วยการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ที่ต่ำลง เมื่อจากโดยปกติแล้ววัสดุพอกเซรามิกส่วน

ในญี่ปุ่นมีจุดหลอมเหลวที่สูงมากบางชนิดอาจสูง 3000°C ทำให้ต้องมีการใช้พลังงานที่สูงมากในการเผาซินเทอร์ผลิตภัณฑ์เหล่านี้ นอกจากนี้ยังเป็นการเรียงต่อการเกิดปฏิกิริยาเรื่องราวที่ต้องมีการหักเหและเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่อง เช่น การหักเหของโครงสร้างภายในเม็ดหินที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ หรือการเปลี่ยนแปลงของอัตราการซึมซับของสารต่างๆ ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ เช่น การซึมซับของน้ำในหินที่มีความชื้นสูง หรือการเปลี่ยนแปลงของอัตราการซึมซับของสารต่างๆ ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ เช่น การซึมซับของน้ำในหินที่มีความชื้นสูง

กระบวนการซินเทอร์แบบมีเฟสของเหลวมีอยู่สองระบบคือ

- ระบบที่ไม่เป็นเนื้อดียากัน เมื่อซึมงานได้รับความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิของ การซินเทอร์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวได้เกิดขึ้นและคงสภาพอยู่ตลอดช่วงการซินเทอร์ และเมื่อซึมงานเย็นตัวลงเฟสที่เป็นของเหลวนี้จะเกิดการแข็งตัวแยกเฟสอยู่ในซึมงาน
- ระบบที่มีความเป็นเนื้อดียากันเมื่อซึมงานได้รับความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิของ การซินเทอร์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นแล้วค่อยๆ หายไปปร้าๆ ด้วยการ ละลายลงไปอยู่ในแมทริกซ์ของซึมงาน

กระบวนการซินเทอร์ที่มีเฟสของเหลวประกอบด้วย 4 ระยะดังนี้

- ระยะที่อนุภาคมีการจัดเรียงตัวกันใหม่ (particle rearrangement stage) หลังจากที่มีการหลอมเหลวเกิดขึ้น อนุภาคของแข็งจะถูกแรงดันกระเด็นออกจาก ของเหลวดึงเข้าหากันทำให้ซึมงานเกิดมีการหดตัวอย่างรวดเร็ว และมีการกำจัดรู พุนออกไปจากซึมงาน
- ระยะที่อนุภาคมีการแยกออกจากกันแล้วเกิดการตกตะกอนร้าวภายในอนุภาค (dissolution reprecipitation stage) มีรายกรณีที่อนุภาคของแข็งสามารถ ละลายในเฟสที่เป็นของเหลวได้ในระดับหนึ่ง ซึ่งความโค้งของอนุภาคของแข็ง และความดัน ณ จุดสมดุลระหว่างอนุภาคของแข็งจะช่วยให้เกิดการแยกออกจาก กันของอนุภาคได้ เมื่อก็จะมีการละลายตัวขึ้น ตัวถูกละลายจะพร่าเข้าสู่จุดที่มี ความโค้งตรงข้ามภายในโครงสร้างอนุภาค และเกิดการตกตะกอนจนทำให้เกิด บริเวณดังกล่าวมีขนาดใหญ่ ซึ่งการตกตะกอนอาจจะไม่ได้เป็นตัวเดียวกันกับ

อนุภาคของของแข็งเริ่มตันก็ได้ แต่อาจจะเป็นตัวใหม่ที่มีองค์ประกอบที่ได้จากเฟสที่มีเป็นของแข็งและที่เป็นของเหลวอยู่ร่วมกัน ซึ่งการตกตะกอนในลักษณะดังกล่าวนี้จะทำให้ปริมาณเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นในระบบลดลงขณะที่มีการตกตะกอน

3. ระยะที่ของเหลวที่มีสมานลักษณ์ (liquid assimilation) ในบางกรณีของเหลวจะเข้าไปปะปนอยู่ร่วมกับเฟสที่เป็นของแข็งได้โดยตรงด้วยการ เกิดปฏิกิริยาทางเคมี หรืออาจจะเข้าไปแทรกอยู่ด้วยแรงกล จนทำให้เกิดการเป็นของแข็งที่อยู่ในรูปของสารละลายของแข็งที่เกิดจากการดูดซับของเหลวหรือเกิดเฟสใหม่ที่ก่อผลึกมาจากการที่เกิดการหลอม
4. ระยะที่มีการเติบโตของเกรนในสถานะของแข็ง (solid state grain growth state) เมื่อของเหลวถูกรีดออกมากจากอนุภาคที่อัดแน่น หรือมีการแพร่เข้าไปอย่างภายในของแข็งจะทำให้เกิดขอบเกรนปักก្ញีขึ้นมา ซึ่งถ้าหากระบบยังมีการซินเตอร์อยู่ก็จะมีพฤติกรรมการเติบโตของเกรนเป็นเชิงตอนหลักที่ custody ควบคุมพฤติกรรมของ การซินเตอร์ต่อไป

การหาความหนาแน่น (density) [14]

ความหนาแน่น (density) หมายถึง ค่ามวลต่อบริษัทของวัสดุ ณ ฉุนภูมินี้ๆ จัดเป็นสมบัติทางกายภาพอย่างหนึ่งของวัสดุ และเป็นประโยชน์อย่างยิ่งกับงานทางด้านเชรุมิก ซึ่งอาศัยค่าความหนาแน่นเป็นตัวชี้วัดถึงประสิทธิภาพในการอัดแน่นตัวของวัสดุ ในระหว่างขั้นตอนการซีนกูป

การหาค่าความหนาแน่นอาศัยหลักการของอาร์คิมีเดสที่กล่าวไว้ว่า “เมื่อจุ่มของแข็งลงในของเหลวจะมีแรงพยุงเกิดขึ้นบนของแข็งนั้น โดยแรงพยุงที่เกิดขึ้นจะมีค่าเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ด้วยปริมาตรของของแข็ง” ซึ่งการหาค่าความหนาแน่นทำได้โดยการหาค่ามวลของวัตถุในอากาศและขณะที่จุ่มอยู่ในน้ำ และสามารถคำนวณค่าความหนาแน่น (ρ) ได้จากสมการ 15

$$\rho = \frac{w_a}{w_a - w_{fl}} \cdot \rho_{fl} \quad (15)$$

เมื่อ ρ คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ρ_{fl} คือ ค่าความหนาแน่นของเหลว มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

w_a คือ น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัม

w_{fl} คือ น้ำหนักของชิ้นงานในของเหลว มีหน่วยเป็นกรัม

ส่วนการหาความหนาแน่นของเหลวในกรณีที่ทราบปริมาตรที่เปลี่ยนของชิ้นแข็งสามารถหาได้จาก

$$\rho_{fl} = G/V \quad (16)$$

โดยที่ G คือ แรงดึงที่เกิดขึ้นกับชิ้นแข็ง (หน่วยเป็นกรัม) หาได้จากน้ำหนักของชิ้นงานในอากาศลบด้วยน้ำหนักของชิ้นงานในของเหลว

V คือ ปริมาตรของชิ้นแข็งที่จุ่มลงในของเหลว มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับการหาค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density : ρ_r) น้ำสามารถคำนวณหาได้จากสมการที่ (17)

$$\rho_r (\%) = \left(\frac{\rho_b}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad (17)$$

เมื่อ ρ_r คือ ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์

ρ_b คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ρ_{th} คือ ค่าความหนาแน่นในทฤษฎีของสาร มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกบิสมัทใช้เดี่ยมโพแทสเซียมไไฟฟานेट หาได้โดยนำข้อมูลที่ได้จาก XRD มาคำนวณโดยใช้สมการ (18)

$$\%Perovskite = \left(\frac{I_{perov}}{I_{perov} + I_{excess}} \right) \times 100 \quad (18)$$

เมื่อ I_{perov} คือ พีคหลัก

I_{excess} คือ พีคที่เกินมา

ค่าความหดตัวของสารตัวอย่าง (Shrinkage)

ค่าความหดตัวในแนวเชิงเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังจากการเผาซินเตอร์ หาได้โดยใช้สมการ (19)

$$A = \frac{\phi_i - \phi_f}{\phi_i} \times 100 \quad (19)$$

เมื่อ A คือ ค่าความหดตัวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง

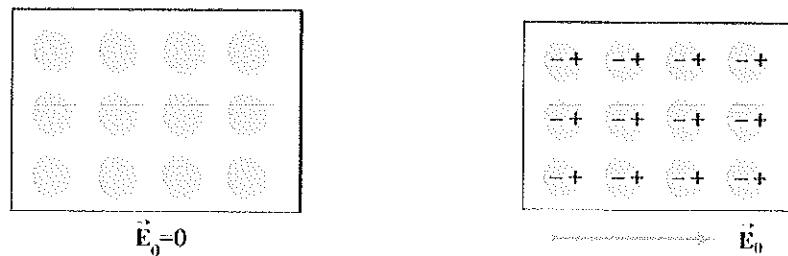
ϕ_i คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยก่อนเผาซินเตอร์

ϕ_f คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหลังเผาซินเตอร์

ไดอิเล็กทริก และอนวน (Dielectrics and Insulators)[15]

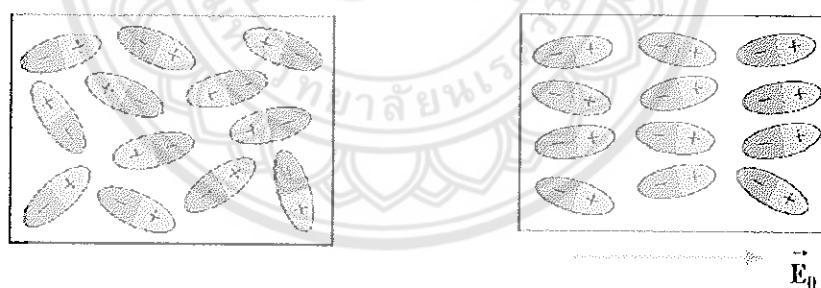
สารไดอิเล็กทริกและอนวน นิยามให้ว่า เป็นพวกรสດุที่มีสภาพต้านทานไฟฟ้าสูง โดยมีสมบัติของสภาพยอน (ϵ) และตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อน ($\tan \delta$) ในรสดุที่เมื่ออยู่ในสภาวะปกติจะประกอบไปด้วยโมเลกุลที่มีจุดศูนย์กลางมวลรวมกันระหว่างโปรตอนและกตุ่น อะลีกตรอน ที่อยู่ภายใต้แรงยึดโมเลกุลและแรงยึดเหนี่ยวของอะตอมภายในเนื้อสาร จึงไม่มีประดิษฐ์ไฟฟ้าอิสระ แต่เมื่อมีสถานไฟฟ้าผ่านเข้าไปในสนามดังกล่าว จะทำให้มोเลกุลเกิดแรงทางไฟฟ้า เมื่องจากสนามไฟฟ้ากระทำกับโมเลกุลจะทำให้กตุ่นประจุบวก ถูกผลักไปในทิศทางของสนาม และ

กสูมประจุลบจะเคลื่อนที่ไปในทิศทางตรงกันข้าม จะทำให้มีผลลัพธ์ของสารเกิดเป็นโมเมนต์คิวบคู่ (dipole moment) ชื่นมาดังแสดงดังภาพที่ 16



ภาพที่ 16 แสดงการเกิดไฟลาไอซ์เช่นขึ้นของอะตอม[15]

นอกจากนี้ยังมีกรณีของสารไดอิเล็กทริกที่ไม่เกิดมีความเป็นข้ออչุกอนแล้ว เพียงแต่ ทิศทางของข้อคุณมีความไม่เป็นข้ออչุกอนแล้ว เพียงแต่ทิศทางของข้อคุณมีความไม่เป็นระเบียบและ เมื่อมีสนามไฟฟ้าภายนอกมาระบุจะทำให้ข้อคุณเล็กๆเหล่านั้นเกิดการเรียงตัวในทิศทางเดียวกัน อย่างเป็นระเบียบ ดังแสดงในภาพที่ 17



ภาพที่ 17 ภาพไฟลาไอซ์ที่เกิดขึ้นในสารไดอิเล็กทริกเมื่อออยู่ในสนามไฟฟ้า[15]

1. ประเภทของสารไดอิเล็กทริก

สารไดอิเล็กทริกเซรามิก และจำนวนนั้นมีสมบัติที่แตกต่างกันไป ซึ่งมีสภาพย้อมส้มพัทธ์ประมาณ 6 ไปจนถึง สารประกอบเพริโออิเล็กทริกขั้นตอนที่มีสภาพย้อมส้มพัทธ์มากกว่า 20,000 จำนวนจึงถูกจัดให้อยู่ในกลุ่มสารไดอิเล็กทริกที่มีค่าสภาพย้อมส้มพันธ์ต่ำ ถึงแม้ว่าค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของจำนวนจะมีค่าสูงเกินกว่าที่ใช้ในตัวเก็บประจุ

- สารไดอิเล็กทริกประเภท I (class I dielectric) โดยปกติจะหมายถึงพวกรเรามิกที่มีค่าสภารยอน(permittivity) ต่ำจนถึงปานกลาง โดยจะต้องมีค่าตัวประกอบการสูญเสีย(dissipation factor) ที่น้อยกว่า 0.003 ซึ่งสภารยอนปานกลาง (medium-permittivity) ในที่นี้จะหมายถึง การมีค่า ϵ_r อยู่ระหว่าง 15 ~ 500
 - สารไดอิเล็กทริกประเภท II (class II dielectric) หมายถึงพวกรเรามิกที่มีค่าสภารยอนสูงๆ โดยทั่วไปแล้วเรามิกเหล่านี้จะเป็นส่วนในกสุ่มเฟร์โรอิเล็กทริก โดยมีค่า ϵ_r อยู่ระหว่าง 2000 – 20000 และมีการเปลี่ยนแปลงของสมบัติไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิสามารถไฟฟ้าและความถี่มากกว่าในพวกรสารไดอิเล็กทริกประเภท I ซึ่งโดยทั่วไปแล้วตัวประกอบการสูญเสียของเรามิก ประเภทนี้จะมีค่าน้อยกว่า 0.03 จุดเด่นของสารไดอิเล็กทริกประเภทนี้คือ มีค่าประสิทธิภาพเพียงปริมาณต่ำ
 - สารไดอิเล็กทริกประเภท III (class III dielectric) หมายถึงพวกรที่ประกอบด้วยส่วนที่เป็นตัวนำไฟฟ้า ซึ่งสำคัญในการลดความหนาของไดอิเล็กทริกในตัวเก็บประจุได้ดีกว่าน้อยหนึ่งอันดับขนาดได้ถายมีประสิทธิภาพ สมบัติโดยทั่วไปจะคล้ายคลึงกับไดอิเล็กทริกประเภท II แต่ความต่างคือถ้าใช้งานจะอยู่ระหว่าง 2 ถึง 25 โกลต์ และความต้านทานจะลดลงอย่างมากถ้าความต่างศักย์สูงกว่าหนึ่งห้อดีของไดอิเล็กทริกประเภทนี้อยู่ที่โครงสร้างที่ง่าย เช่นแผ่นตัวเก็บประจุแบบแผ่นจานกลมและห่อและห่อขนาดเล็กที่มีช่องไฟฟ้า ซึ่งสามารถให้ค่าความจุมากกว่า 1 ไมโครฟาร์ด

2. เรามิกไดอิเล็กทริกและชนวนที่มีสภารยอนทางไฟฟ้าต่ำ ปานกลาง และสูง

 - กสุ่มเรามิกไดอิเล็กทริกที่มีสภารยอนต่ำและชนวน ไดอิเล็กทริกสุ่มนี้ถูกใช้ถายกันข้างในลักษณะชนวน และยังมีความสำคัญมากเช่นถ้าต้องใช้ในกรณีที่ต้องการตัวเก็บประจุที่ค่าความจุต่ำในการใช้งานที่ความถี่สูง หรือในบางกรณีซึ่งกระแสต้องไหล

ผ่านตัวเก็บประจุมีความต้องการตัวเก็บประจุที่มีขนาดใหญ่ซึ่งอัตราการถ่ายเทคุณร้อนจะดีกว่า

2. ก่อรุ่นเซรามิกไดอิเล็กทริกที่มีสภาพยอมปานกลาง เซรามิกก่อรุ่นนี้ที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายเป็นไดอิเล็กทริกประเภท I (class I dielectrics) ซึ่งจะต้องมีตัวแปรการสูญเสียที่ต่ำด้วย สาเหตุนี้ทำให้สารประกอบเฟอร์โรอิเล็กทริกไม่สามารถนำมาใช้ได้ เมื่อจากมีการสูญเสียที่สูง ($\tan \delta > 0.003$) โดยเฉพาะภายใต้สถานไฟฟ้ากระแสสลับ

ในการประยุกต์ใช้ของเซรามิกก่อรุ่มนี้นั้น โดยทั่วไปจะประกอบด้วย 3 ประเภทการใช้งานหลักคือ

- ตัวเก็บประจุกำลังสูง สำหรับช่วงความถี่ 0.5 – 50 เมกะเฮิรต ซึ่งต้องการสภาพการสูญเสียที่ต่ำ และสัมประสิทธิ์ของสภาพยอมที่เป็นผลสามารถรับได้เนื่องจากมีส่วนช่วยในการจำกัดกำลังที่ส่งผ่านถ้าอุณหภูมิสูงขึ้น

- ตัวเก็บประจุสถิติยิร สำหรับการใช้งานทางอิเล็กทรอกนิกส์ที่ไม่ป้องต้องการให้ตัวเก็บประจุมีเสถียรภาพต่ำกว่า $\pm 1\%$ ในช่วงอุณหภูมิและความต่างศักย์ไฟฟ้า โดยมีช่วงความถี่การใช้งานในช่วง 1 กิโลเฮิรต ถึง 100 เมกะเฮิรต

- โพรงสันห้องไมโครเวฟ (microwave resonant cavities) ซึ่งใช้งานในช่วงความถี่ 0.5 – 50 จิไกเบิรต ต้องการเสถียรภาพที่ต่ำกว่า $\pm 0.05\%$ ในช่วงอุณหภูมิการใช้งานและมีตัวแปรการสูญเสียที่ต่ำกว่า 2×10^{-4}

3. ก่อรุ่นเซรามิกไดอิเล็กทริกที่มีสภาพยอมสูง วัสดุไดอิเล็กทริกที่มีสภาพยอมสมพาร์ท์มากกว่า 1000 นัน ต่ำมากจะเป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิ สถานไฟฟ้า และความถี่มากกว่า วัสดุไดอิเล็กทริกที่มีสภาพยอมต่ำกว่า วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกมีสมบัติที่พิเศษ

หากพิจารณาวัสดุไดอิเล็กทริกอยู่ในแผ่นตัวนำคู่ชานาน เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่แผ่นตัวนำประจุที่อยู่บนแผ่นตัวนำคู่ชานานจะเนี่ยนานให้เกิดประจุบริเวณผิวน้ำของวัสดุไดอิเล็กทริก (σ_r) เมื่อพิจารณาที่สนามที่เกิดขึ้นภายในวัสดุไดอิเล็กทริก จากกฎของเกาส์

$$\vec{E} = \frac{\sigma_T - \sigma_P}{\epsilon_0} \quad (20)$$

$$\sigma_T = \vec{E}\epsilon_0 + \sigma_P \text{ หรือ } \frac{Q}{A} = \vec{E}\epsilon_0 + \vec{P} \quad (21)$$

เมื่อ \vec{E} = ขนาดและทิศทางของสนามไฟฟ้า

σ_Y = surface density ($\frac{Q}{A}$)

σ_P = polarization (\vec{P})

โดยการกำหนดค่าโพลาไรเซชันเป็นจำนวนไม่แน่นอนซึ่งคู่กันนี้น่วยปริมาณ ดังแสดงในสมการ 21

$$\vec{P} = n\vec{p} = \epsilon_0\chi\vec{E} \quad (22)$$

จะได้ค่า

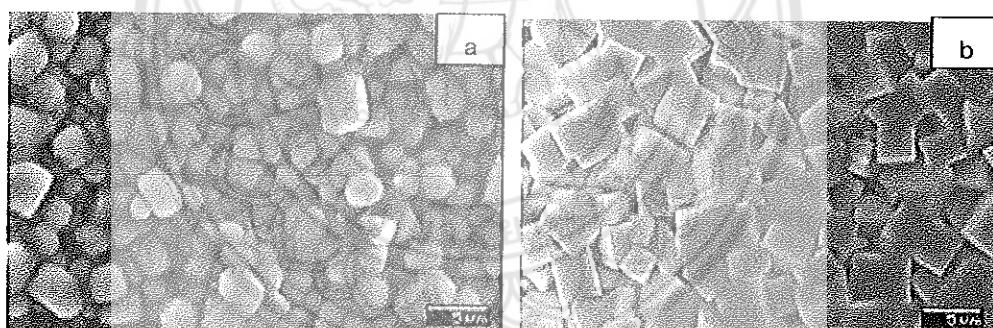
$$\frac{Q}{A} = \vec{E}\epsilon_0 + \epsilon_0\chi\vec{E} \quad (23)$$

$$\frac{Q}{A} = \epsilon_0\vec{E}(1 + \chi) \quad (24)$$

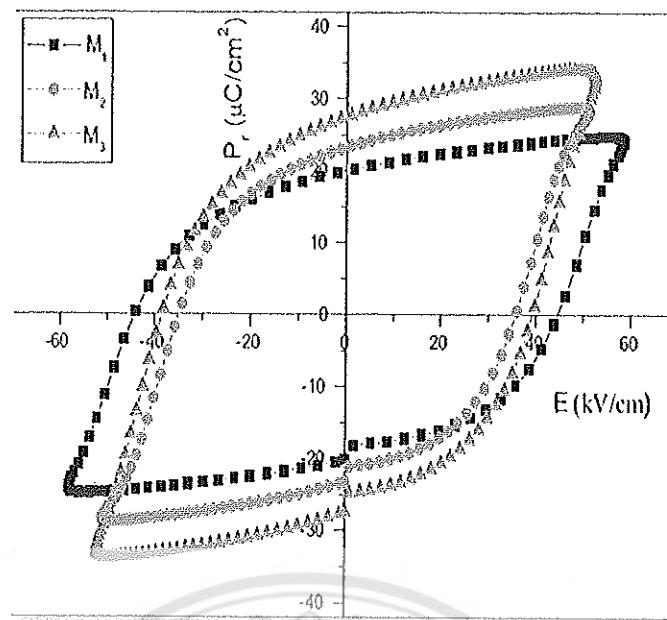
เมื่อค่าคงที่ χ นี้เป็นสมบัติอีกประการหนึ่งของสารโดยอิเล็กทริก ซึ่งเป็นค่าคงที่แต่ละชนิดที่บ่งบอกถึงความสามารถในการเกิดโพลาไรซ์ของสารโดยอิเล็กทริกแต่ละตัว ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่า ϵ_r ในลักษณะแปรผันตาม ดังแสดงในสมการ 24

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

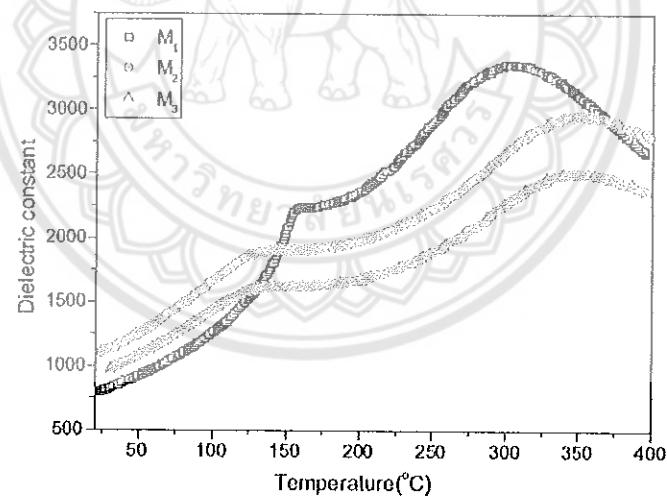
การเตรียมโซลูชันของ $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_x\text{K}_{1-x})_{0.5}\text{TiO}_3$ โดยหัวไกเมืองการเตรียมที่หลากหลายมากมาย แต่ที่นิยมกันคือการใช้สารตั้งต้นในกสุ่ม ในบรรดา และ ซิเทรต ดังมีผลการวิจัยของ Wei Li [16] และ คณะในปี 2011 ได้สังเคราะห์ $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_x\text{K}_{1-x})_{0.5}\text{TiO}_3$ โดยใช้สารตั้งต้นเป็น $\text{Na(OOCCH}_3)_3\text{H}_2\text{O}$, $\text{K(OOCCH}_3)$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ โดยใช้กรดอะซิติก และเօຮານອດ เป็นตัวทำ ละลาย พบว่าสามารถสังเคราะห์ผงเซรามิกของ $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_x\text{K}_{1-x})_{0.5}\text{TiO}_3$ ได้ที่อุณหภูมิ 700 องศา เชลເໜີສ โดยມີຂະດຂອງຜົງຍູ້ທີ່ 85 nm โดยขณะທີ່การเตรียมດ້ວຍວິທີປົງກິໂຮຍາສຕານະຂອງແຟັງ ຈະ ໄດ້ຄ່າຂະດຂອງອນຸກາຄອຍູ້ທີ່ 168 nm ແລະ ຊື່ນຽມປົກໃຫ້ເກີດເປັນແຜນເໝາມິກໄດ້ທີ່ອຸນຫຼວມີ 1150 องศาເໜີສ ໂດຍທີ່ເໝາມິກທີ່ໄດ້ມີຂະດຂອງເກຣນອຍູ້ທີ່ 5-7 ໃນขณะທີ່ເຕີມດ້ວຍວິທີປົງກິໂຮຍາສຕານະຂອງແຟັງ ໄດ້ຄ່າຂະດຂອງເກຣນອຍູ້ທີ່ 2-5 μm ແລະ ໄດ້ຄ່າສນາມໄຟຟ້າຄົ້ງ (Ec) ຍູ້ທີ່ 36.2 KV/cm ໃນขณะທີ່ເຕີມດ້ວຍວິທີປົງກິໂຮຍາສຕານະຂອງແຟັງ ໄດ້ຄ່າສນາມໄຟຟ້າຄົ້ງອຍູ້ທີ່ 44.4 KV/cm ຈຶກທັງຍັງພວກວ່າຄ່າ piezoelectric ຂອງການເຕີມດ້ວຍວິທີ sol-gel ໄດ້ຄ່າ d_{33} ທີ່ 146 pC/N ໃນขณะທີ່ສຕານະຂອງແຟັງ ໄດ້ຄ່າ d_{33} ເປັນ 107 pC/N ແລະ ດັບດັກພາພທີ່ 18-20 ແລະ ຕາරາງທີ່ 1



ກາພທີ່ 18 ແສດງຮູບແບບຂອງເໝາມິກ BNT-BT ເພາະນີ້ເຕີມດ້ວຍວິທີປົງກິໂຮຍາສຕານະຂອງແຟັງ
(a) ເຕີມດ້ວຍວິທີປົງກິໂຮຍາສຕານະຂອງແຟັງ (b) ເຕີມດ້ວຍກິໂຮຍີເຊີລ-ເຈັດ [16]



ภาพที่ 19 แสดงวงรอบอิสเทอซิสของเซรามิก BNT-BT ที่เตรียมโดยวิธีการโซล – เจล (M_2)[16]

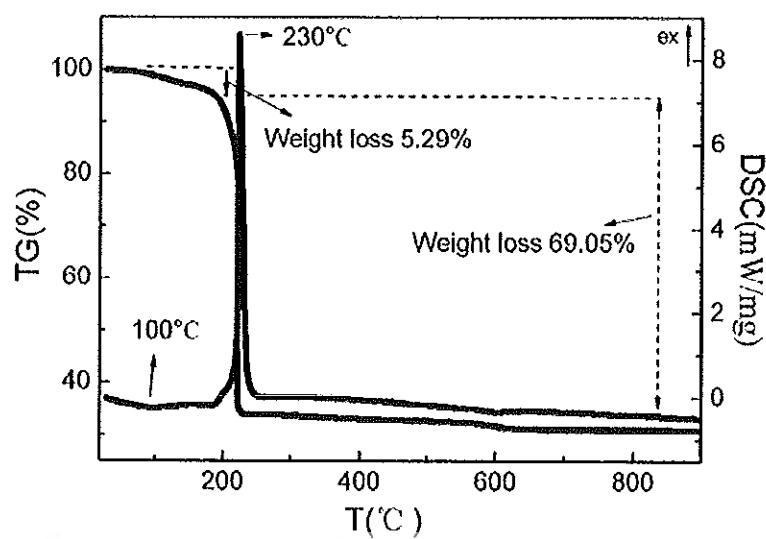


ภาพที่ 20 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก BNT-BT ที่เตรียมโดยวิธีการโซล-เจล (M_2)[16]

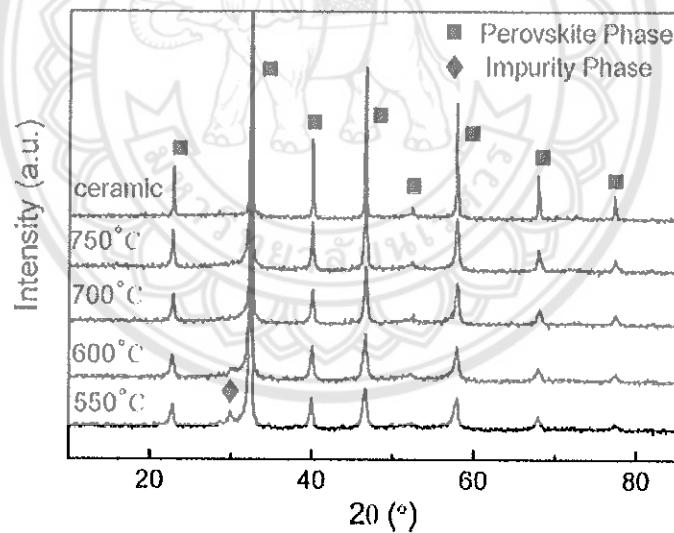
ตาราง 1 แสดงค่าคงที่พิโซอิเล็กทริกของเซรามิก BNT-BT ที่เตรียมโดยวิธีการโซล – เจล (M_2)[16]

Ceramics	d_{33} (pC/N)	K_p	Q_m
M_1 Sample	107	0.24	127
M_2 Sample	146	0.26	154
M_3 Sample	135	0.27	133

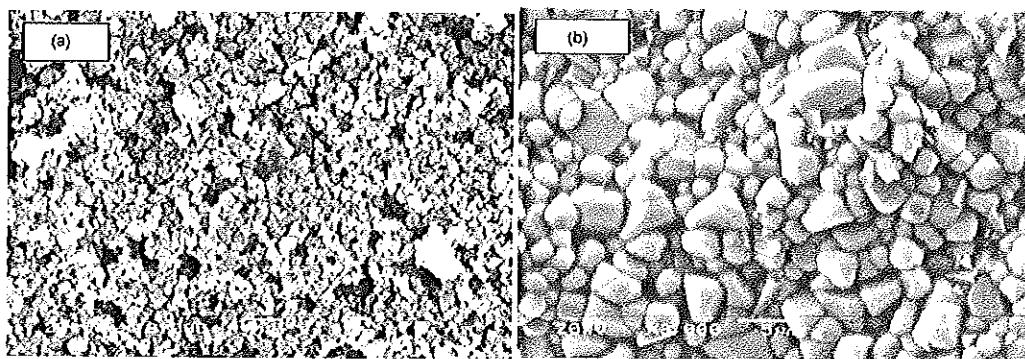
ในปี 2009 Xiaoming Chen [2] และคณะ ได้ทำการเตรียมเซรามิกด้วยปฏิกิริยาการเผาในมั่งของโซล-เจลของ $(1-x)(Bi0.5Na0.5)TiO3-xBaTiO3$ โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CH_3COOH $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ CH_3COOK และ $Ti(OC_4H_9)_4$ โดยมี CH_3COOH เป็นตัวทำละลาย และมี $CH_3COCH_2COCH_3$ เป็นสารเชื้อเพลิง จากการตรวจสอบด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อนที่อุณหภูมิ $50 - 850^\circ C$ พบว่าเกิดการขยายความร้อนสูงสุดที่อุณหภูมิ $230^\circ C$ เกิดการลดความร้อนสูงสุดที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ และยังเกิดการถูกต้องเสียบันหนัก 69.05% จากกราฟสามารถอนุมานได้ว่าเกิดการระเหย การสลายตัวของสารตั้งต้น และสารอินทรีย์ อนินทรีย์ภายในเจล และสามารถสรุปได้ว่าโครงสร้างผลึกแบบเพอร์โวพสไก์ที่เกิดการก่อตัวตั้งแต่อุณหภูมิ $600^\circ C$ เป็นต้นไป และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเดี่ยวบนด้วยรังสีเอกซ์พับว่าสามารถสังเคราะห์ผงเซรามิก ของ $(1-x)(Bi0.5Na0.5)TiO3-xBaTiO3$ ได้ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$ เป็นต้นไป มีขนาดผงอยู่ที่ $100 - 200$ นาโนเมตร โดยขณะที่การเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาการเผาในมั่งของโซล-เจล ขึ้นรูปก่อให้เกิดเป็นแผ่นเซรามิกได้ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส พนวณค่า piezoelectric ของการเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาการเผาในมั่งของโซล-เจล ให้ค่า d_{33} ที่ 164 pC/N แสดงดังภาพที่ 21-23 และตารางที่ 2



ภาพที่ 21 แสดงการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผงบิสมัลโดยเติมโพแทสเซียมไทด์เนต[2]



ภาพที่ 22 แสดงรูปแบบการเลี้ยงเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึก BNT-BT [2]



ภาพที่ 23 แสดงรูปแบบของผงผลึก BNT-BT ที่ได้จะเครื่อง SEM (a) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (b) เผาเซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง [2]

ตารางที่ 2 แสดงสมบัติทางไฟฟ้าและการภาพของเซรามิก BNT-BT เผาเซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1130 \sim 1170^{\circ}\text{C}$

T ($^{\circ}\text{C}$)	d_{33} (pC/N)	k_p	ε_r	$\tan\delta$	d (g/cm 3)
1130	95	0.16	1046	0.047	5.26
1140	126	0.21	963	0.043	5.47
1150	164	0.27	925	0.038	5.71
1160	157	0.25	941	0.040	5.58
1170	145	0.20	949	0.044	5.43

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. Acetic Acid (CH_3COOH) 99.5%, RCL-Labscan
2. Bismuth(III) nitrate pentahydrate ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 98.5%, Sigma-Aldrich
3. Sodium acetate trihydrate ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), RCL-Labscan
4. Potassium acetate (CH_3COOK) 99%, Ajax
5. Tetrabutyl titanate ($\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$) 97%, Sigma-Aldrich
6. Cetic Acid ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 95.5%, RCL-Labscan
7. Urea ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$) 99%, Sigma-Aldrich
8. Glycine ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$) 98.5%, Ajax
9. Deionized water
10. Ethanal absolute 99.7%, MERCK
11. Poly Vinyl Alcohol : PVA 5%, Ajax

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. บีกเกอร์ขนาด 100 250 500 และ 1000 มิลลิลิตร
2. ขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร
3. ขวดแก้วสีขาวขนาด 250 มิลลิลิตร
4. บีเป็ตต์แก้วขนาด 150 มิลลิลิตร
5. แท่งแร่เหล็กสำหรับกวนสาร
6. ศีมจับชิ้นงาน
7. ข้อมตถักสาร
8. ถุงบดอะลูมินา ญี่ปุ่นกลม
9. ถ้วยอะลูมินา
10. กระดาษฟอยล์

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องตราชะสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กทรอนแบบส่องการดู
3. เครื่องวัดค่าไดโอดิสก์ทริก
4. เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนจากมวลที่เปลี่ยนแปลง

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึกและเซรามิก BNT-BT ร่วมกับสารเชือเพลิงกรดซิตริก ญี่เรียว และไกลีนแสดงตั้งภาคที่ 24

ตอนที่ 1 การเตรียมสารละลาย BNT-BT โดยวิธีการโซลเจล

1. รีบ่น้ำหนักสารตั้งต้นคือ CH_3COOH $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ CH_3COOK และ $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ ตามอัตราส่วนโดยมวลที่ได้จากการคำนวณ
2. นำ $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ CH_3COOK ละลายใน CH_3COOH
3. เตรียมสารละลาย $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ ที่อุณหภูมิห้อง และนำสารละลายจากข้อ 2.มาผสมให้เข้ากันโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จนสารละลายใส่จะได้โซลของ $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$
4. ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เก่า 24 ชั่วโมง เพื่อทำให้เจลแห้งก่อนนำไปเผาแคลร์เซต

ตอนที่ 2 การเตรียมผงผลึก BNT-BT ร่วมกับสารเชือเพลิงกรดซิตริก

1. รีบ่น้ำหนักสารเชือเพลิงกรดซิตริก ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ตามอัตราส่วนโดยมวลที่ได้จากการคำนวณ
2. นำโซลของ $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$ ที่ได้จากตอนที่ 1 ใส่ใน Crucible จากนั้นเติมสารเชือเพลิงกรดซิตริกที่คำนวณได้จากข้อ 1 ในอัตราส่วน 1: 1 โดยนึ่ง
3. นำไปเผาแคลร์เซตที่อุณหภูมิ $550 - 850^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. นำไปโซลไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. นำไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กทรอนแบบส่องการดู

ตอนที่ 3 การเตรียมผงผลึก BNT-BT ร่วมกับสารเชือเพลิงยูเรีย

1. ชั่งน้ำหนักสารเชือเพลิงยูเรีย ตามอัตราส่วนโดยนิลที่ได้จากการคำนวณ

2. นำชาดของ $(1-x)(\text{Bi}0.5\text{Na}0.5)\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ที่ได้จากตอนที่ 1 ใส่ใน Crucible

จากนั้นเติม สารเชือเพลิงกรดซิตริกที่คำนวณได้จากข้อ 1 ในอัตราส่วน 1: 1 โดยนิล

3. นำไปเผาแคลไนท์อุณหภูมิ $550 - 850^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4. นำไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุดภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตอนที่ 4 การเตรียมผงผลึก BNT-BT ร่วมกับสารเชือเพลิงไกลซีน

1. ชั่งน้ำหนักสารเชือเพลิงไกลซีน ตามอัตราส่วนโดยนิลที่ได้จากการคำนวณ

2. นำชาดของ $(1-x)(\text{Bi}0.5\text{Na}0.5)\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ ที่ได้จากตอนที่ 1 ใส่ใน Crucible

จากนั้นเติม สารเชือเพลิงกรดซิตริกที่คำนวณได้จากข้อ 1 ในอัตราส่วน 1: 1 โดยนิล

3. นำไปเผาแคลไนท์อุณหภูมิ $550 - 850^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4. นำไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุดภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตอนที่ 5 การเตรียมเซรามิก BNT-BT ร่วมกับสารเชือเพลิง กรดซิตริก ยูเรีย และไกลซีน แสดงดังภาพที่ 25

1. เตรียมผงเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ (BNT-BT) โดยนำผงที่ได้จากการเตรียมในตอนที่ 2, 3, และ 4 ใส่ในกระปุกพลาสติกที่บรรจุเม็ดบอสทองกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด แล้วเติมเขอกานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสม PVA ลงไป 3% โดยน้ำหนัก จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปปางบันเครื่องบดอยแบบบูกนัด เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารที่ได้ลงบนตะแกรง漉าที่วางอยู่บนนีกเกอร์ เพื่อถางสารออกจากเม็ดบอส จากนั้นใส่แห้งแม่เหล็กลงในปะและปิดฝ่าด้วยกระดาษฟอย จากนั้นนำไปตั้งบนเตาที่อุณหภูมิ $250-280^\circ\text{C}$ เพื่อให้เขอกานอคระเนย

3. นำสารที่ได้ไปอบโดยใช้อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมานบดด้วยครกหยก เพื่อให้ได้ผงที่มีความละเอียดและมีขนาดสม่ำเสมอ

4. นำผงผลึกที่คัดขนาดแล้วมาขัดขึ้นรูปด้วยเครื่องขัดไอลาร์จิก และใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.2 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึก $(1-x)(\text{Bi}0.5\text{Na}0.5)\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$ 1.2 กรัมต่อการขัดรูป 1 ครั้ง ใช้แรงดันในการขัด 80 MPa

5. นำชิ้นงานที่ขัดขึ้นรูปเสร็จแล้ว มาเรียงในถ้วยอะลูมิเนียมที่มีฝาปิดโดยทำการเรียงเป็นชั้นๆ ชั้งในแต่ละชั้นจะใส่ผงอะลูมิเนียม แล้วทำการเผาชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ $1130 - 1170^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

6. นำเซรามิกที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างเฟสและโครงสร้างทางอุณหภูมิด้วยเทคนิคการเสี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), หาความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำโดยอาศัยหลักการของอะคีเมดีส (Archimedes) และศึกษาสมบัติโดยอิเล็กทริก (LCR) ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 400°C



นำ $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ CH_3COOK ละลายใน CH_3COOH

เติมสารละลาย $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50°C
เวลา 2 ชั่วโมง รอจนสารละลายใส

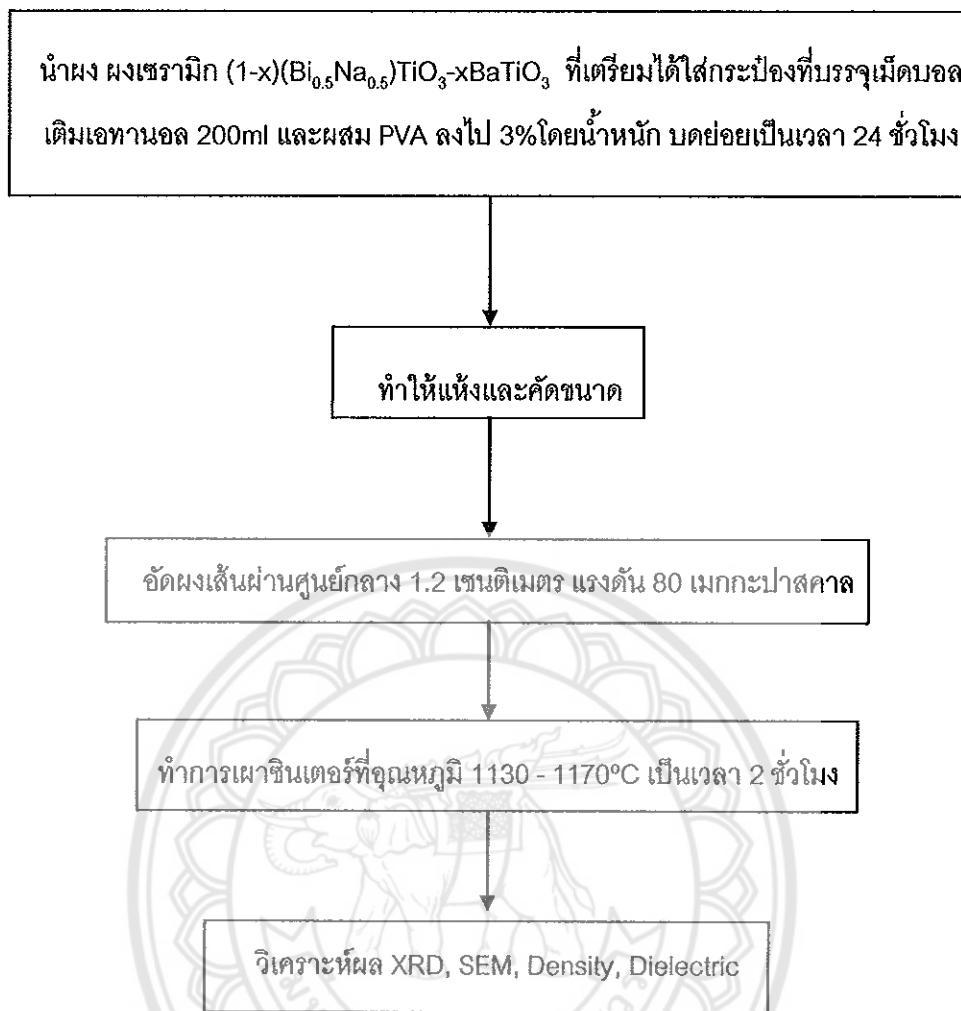
นำเซลล์ไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C
เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เติมสารเรื้อรัง กระดิจติริก ญี่ปุ่น และไกค์ซีน
ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล

แคลไนน์ที่อุณหภูมิ $550 - 850^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

วิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง XRD, SEM

ภาพที่ 24 แผนผังการเตรียมพลาสติก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$



ภาพที่ 25 แผนผังการเตรียมเซรามิก $(1-x)(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-xBaTiO}_3$

บทที่ 4

ผลการวิจัย

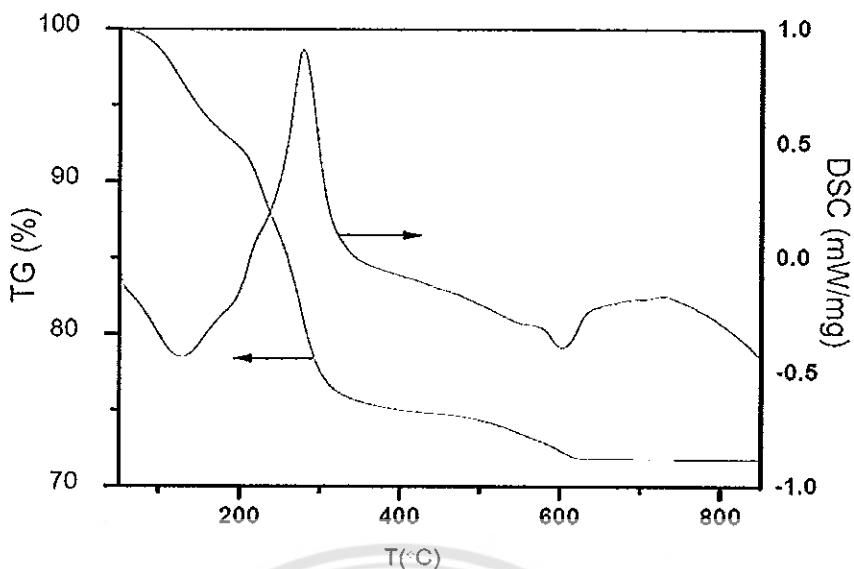
ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต ด้วยปฏิกริยาการเผาไหม้ของโซลเจลร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิตริก ญี่รี่ และไกลซีน

1. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNT-BT)

1.1 ผลการวิเคราะห์ร้อยละการสูญเสียน้ำหนัก การดูดและคายฟลังงาน ด้วยเทคนิค วิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermo gravimetric Differential thermal analysis : TG - DTA)

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อน (TG - DTA) เพื่อตรวจสอบกระบวนการย่อยสลายและการเกิดผลลัพธ์ของผง BNT-BT ภายใต้แก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 50 -850°C โดยมีขั้นตอนการเพิ่มอุณหภูมิ 10°C/min แสดงดังภาพที่ 26 พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อนสามชั้นตอนดังนี้ ชั้นตอนที่หนึ่ง ระหว่างอุณหภูมิ 50-200°C ซึ่งสอดคล้องกับการระเหยของน้ำ และตัวทำละลายของสารอินทรีย์ โดยมีการสูญเสียน้ำหนัก 7.36% ชั้นตอนที่สอง ระหว่างอุณหภูมิ 200-350°C พบว่าเกิดการคายความร้อนโดยมีจุดสูงสุดที่อุณหภูมิ 278.97°C ซึ่งสอดคล้องกับการสลายตัวขององค์ประกอบคาร์บอน ในไนโตรเจนไดออกไซด์ และคาดว่าเป็นผลมาจากการเผาไหม้ของตัวทำละลายของสารตั้งต้น โดยมีสารสูญเสียน้ำหนัก 16.93% ชั้นตอนที่สาม ระหว่างอุณหภูมิ 450-650°C พบว่าเกิดการคายความร้อนโดยมีจุดสูงสุดอยู่ที่อุณหภูมิ 564.51°C ซึ่งเป็นการก่อตัวของโครงสร้างเพอร์อฟส์ไกท์ และยังพบว่าเกิดการลดความร้อนโดยมีจุดสูงสุดที่อุณหภูมิ 602.99°C ซึ่งสอดคล้องกับการเกิดการออกซิเดชันของกลุ่มสารอินทรีย์ และอนินทรีย์ที่เหลืออยู่ โดยมีการสูญเสียน้ำหนัก 2.80% และไม่เกิดการสูญเสียน้ำหนักและเกิดการทำปฏิกริยาอีก เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 800°C [2,16,17,18]

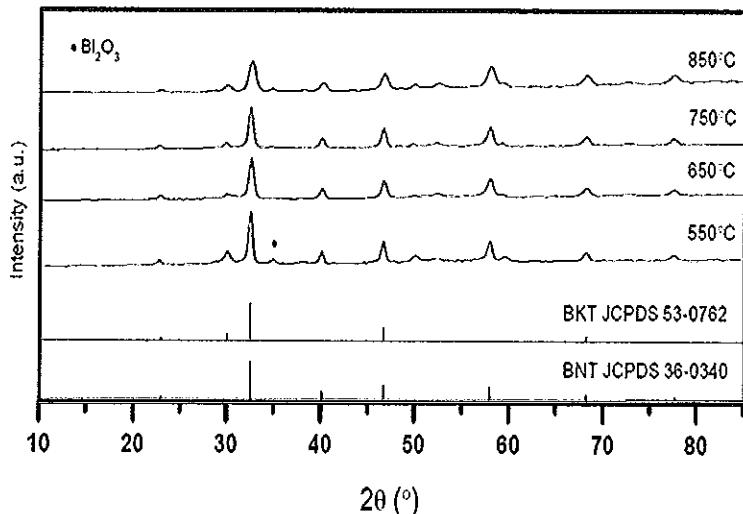
การวิเคราะห์ชี้ทางด้านสามารถชี้ให้เห็นว่า โครงสร้างเพอร์อฟส์ไกท์สามารถก่อตัวขึ้นได้ที่อุณหภูมิ สูงกว่า 564.51°C ซึ่งสามารถนำไปเป็นแนวทางในการกำหนดอุณหภูมิการเผาแคลไนซ์ของผงผลึก BNT-BT



ภาพที่ 26 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผงบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต

1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลลัพธ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer : XRD)

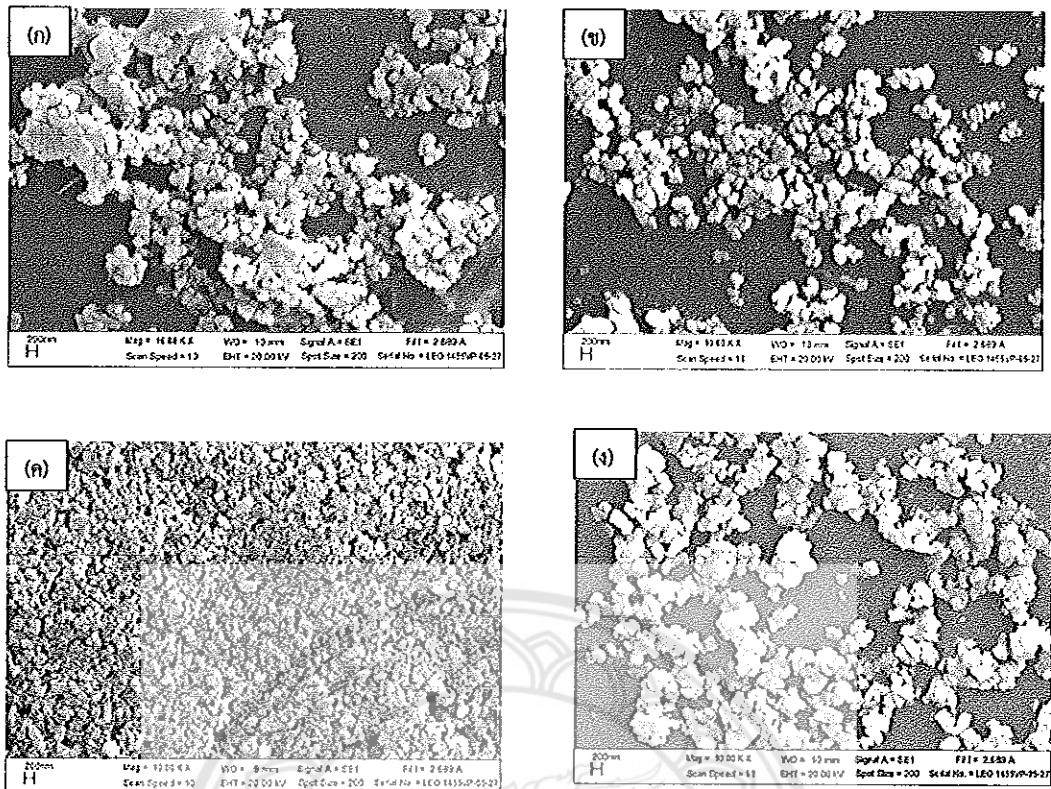
จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลลัพธ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNT-BT) แสดงดังภาพที่ 27 เพาแคลไซด์ที่อุณหภูมิ 550 - 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการชีนลง 2°C/min พบว่าที่เกิดโครงสร้างร่วมของสารประกอบของ BNT และ BKT ที่มีโครงสร้างแบบเพอร์อฟสไกต์ ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 650°C เป็นต้นไป รูปแบบการเลี้ยวเบนของผงลีก BNT มีโครงสร้างเป็นแบบร่องใบสีขาวคล และสอดคล้องกับฐานข้อมูลของ JCPDS หมายเลข 36-0340 และไม่พบโครงสร้างเปลกปลอมของสารเจือปนได้ฯ ขณะเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของผงลีก BKT ที่มีโครงสร้างแบบเตตระโนนคล และสอดคล้องกับฐานข้อมูลของ JCPDS หมายเลข 53-0762 และไม่พบโครงสร้างเปลกปลอมของสารเจือปนได้ฯ ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์เชิงความร้อนว่าโครงสร้างผลลัพธ์แบบเพอร์อฟสไกต์ จะเริ่มเกิดการก่อตัวที่อุณหภูมิที่สูงกว่า 564.51°C



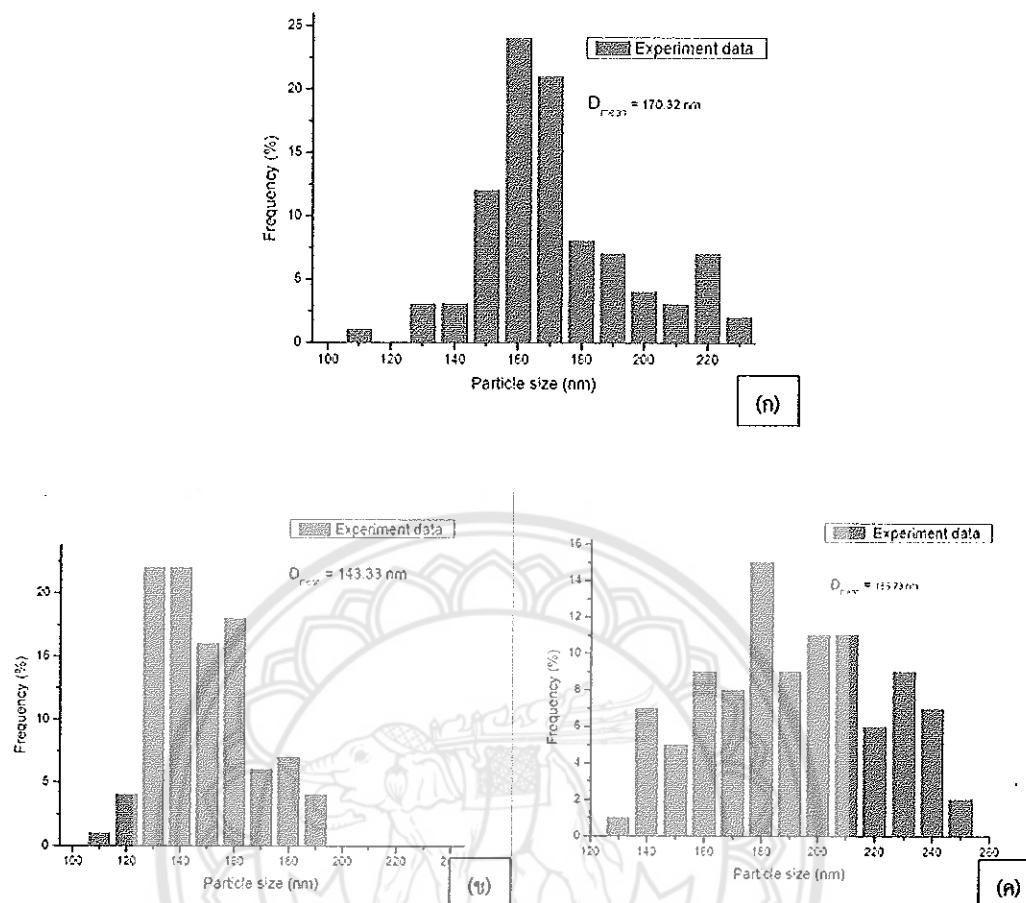
ภาพที่ 27 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกBNT-BTที่ อุณหภูมิต่างๆ

1.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของผงผลึก BNT-BT หลังจากการเผาแคลไธเนทอุณหภูมิ 550 650 750 และ 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิ 550°C ยังเกิดโครงสร้างผงลึก BNT-BT ไม่สมบูรณ์หลังจากตรวจสอบโดยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ลักษณะของผงผลึกมีการเกาะกู่มัน มีขนาดเล็กในญี่ปะปนกัน โดยผงที่ได้เป็นเพียงของสารตั้งต้นที่ยังทำปฏิกิริยา กันไม่สมบูรณ์ จึงยังไม่มีอนุภาคของผงผลึก BNT-BT แสดงดังภาพที่ 28(ก) เมื่ออุณหภูมิแคลไธน์สูงขึ้นตั้งแต่ 650°C เกิดอนุภาคของผงผลึก BNT-BT ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร มีรูปร่างเป็นทรงกลม เกิดการเกาะกู่มันอย่างหนาแน่น ภาระกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 170.32 143.33 และ 186.73 nm. โดยวัดขนาดอนุภาคจากโปรแกรม ImageJ Launcher ที่กำลังขยาย 10000 เท่า และคำนวณค่าการกระจายตัวของอนุภาคโดยวิธีการหาค่าขนาดอนุภาคแบบ จุดตัดเส้นตรงเฉลี่ย (mean linear intercept) แสดงดังภาพที่ 29(ข) 29(ค) และ 29(ง) ตามลำดับ



ภาพที่ 28 ภาพถ่ายบิวเวนผิวน้ำแข็งของผงผลึก BNT-BT (ก) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 550°C (ข) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 650°C (ค) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 750°C และ (ง) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 850°C

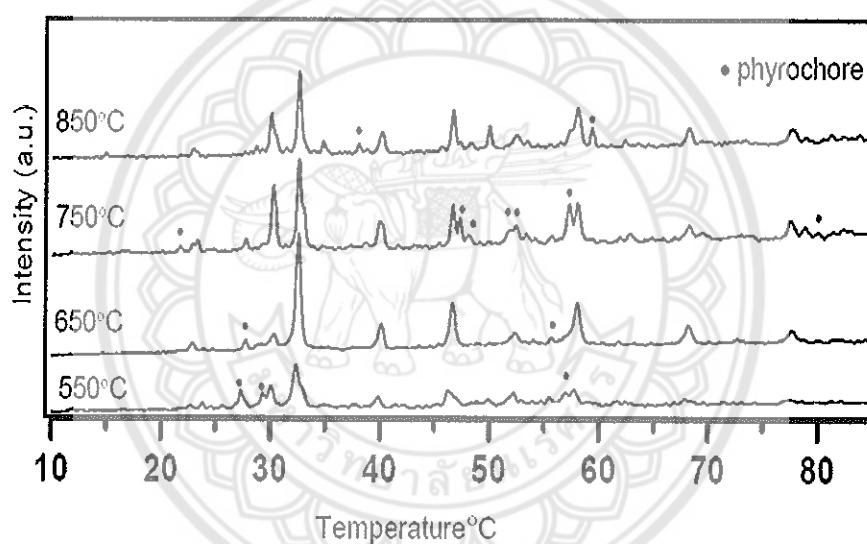


ภาพที่ 29 ภาพการกระจายตัวของขนาดผงผลึก BNT-BT (ก) เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 650°C (ข)
เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 750°C (ค) เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 850°C จำนวน 100
อนุภาค

2. ผลผลการตรวจสอดลักษณะเฉพาะของผงผลึกบิสมัทใช้เดี่ยมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต ร่วมกับสารเชือเพลิงกรดซิตริก (BNT-BTCA)

2.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer : XDR)

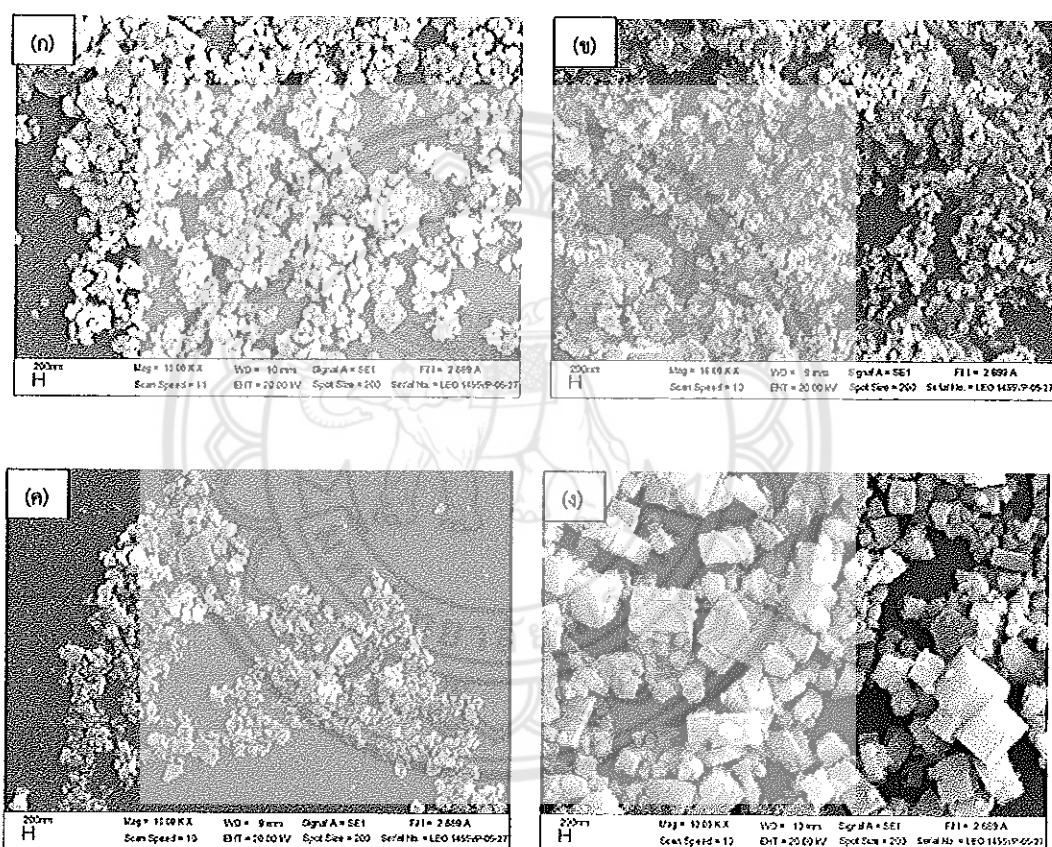
จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงผลึกบิสมัท ใช้เดี่ยมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต (BNT-BT) แสดงดังภาพที่ 30 ผงแคลไธน์ที่อุณหภูมิ 550 - 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบร่วมกับโครงสร้างของสารอื่นเจือปนมากับโครงสร้างของสารตั้งต้นทุกอุณหภูมิการเผาแคลไธน์



ภาพที่ 30 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกบิสมัทใช้เดี่ยมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต ร่วมกับสารเชือเพลิงกรดซิตริก ที่อุณหภูมิต่างๆ

2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของผงผลึก BNT-BT หลังจากการเผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 550, 650, 750 และ 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบร่วมกับที่ทุกอุณหภูมิการเผาแคลไชน์ ยังเกิดโครงสร้างผงผลึก BNT-BT ไม่สมบูรณ์หลังจากตรวจสอบโดยการเลือยเวบของรังสีเอกซ์ (XRD) ลักษณะของผงผลึกมีการเกาะกุ่นกัน มีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกันโดยผงที่ได้เป็นเพียงผงของสารตั้งต้นที่ยังทำปฏิกิริยากับไฟฟ้าสมบูรณ์ และมีสารอื่นเช่นปูน

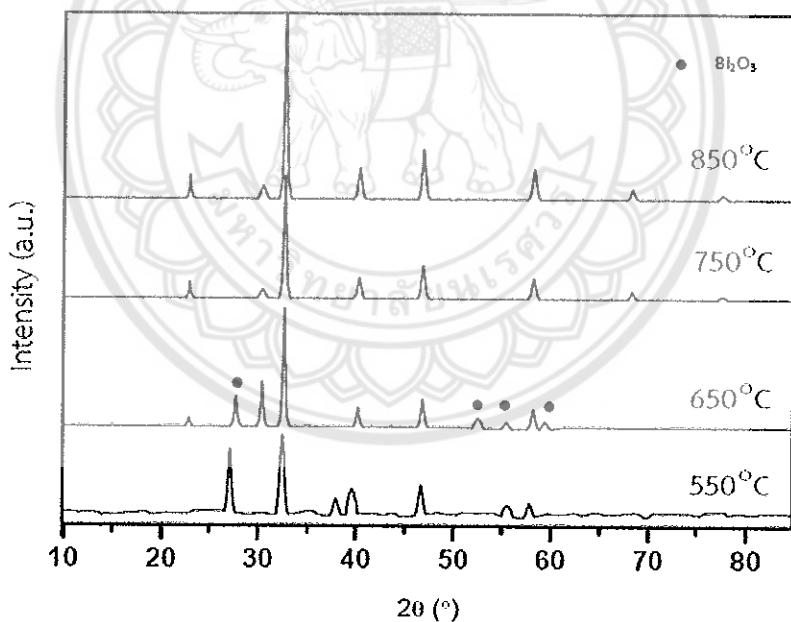


ภาพที่ 31 ภาพถ่ายบีริเวณผิวน้ำของผงผลึก BNK ร่วมกับสารเชือเพลิงกรดซิต्रิก (ก) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 550°C (ข) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 650°C (ค) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 750°C และ (ง) เผาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 850°C

3. ผลผลการตรวจสอดคล้องระหว่างผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต ร่วมกับสารเชือเพลิงไกลซีน (BNT-BTG)

3.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer : XDR)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต (BNT-BT) เผาแคลไชร์ที่อุณหภูมิ 550 - 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังภาพที่ 32 พนว่าเกิดโครงสร้างของสารประกอบของ BNT และ BKT ที่มีโครงสร้างแบบเพอร์ออกฟไกท์ ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 750°C เป็นต้นไป รูปแบบการเลี้ยวเบนของผลึก BNT มีโครงสร้างเป็นแบบรอมบิสไตรอต และสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 36-0340 และไม่พบโครงสร้างแปลกปลอกของสารเจือปนได้ และเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของผลึก BKT ที่มีโครงสร้างแบบเทตราโนโนด และสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 53-0762 และไม่พบโครงสร้างแปลกปลอกของสารเจือปนได้

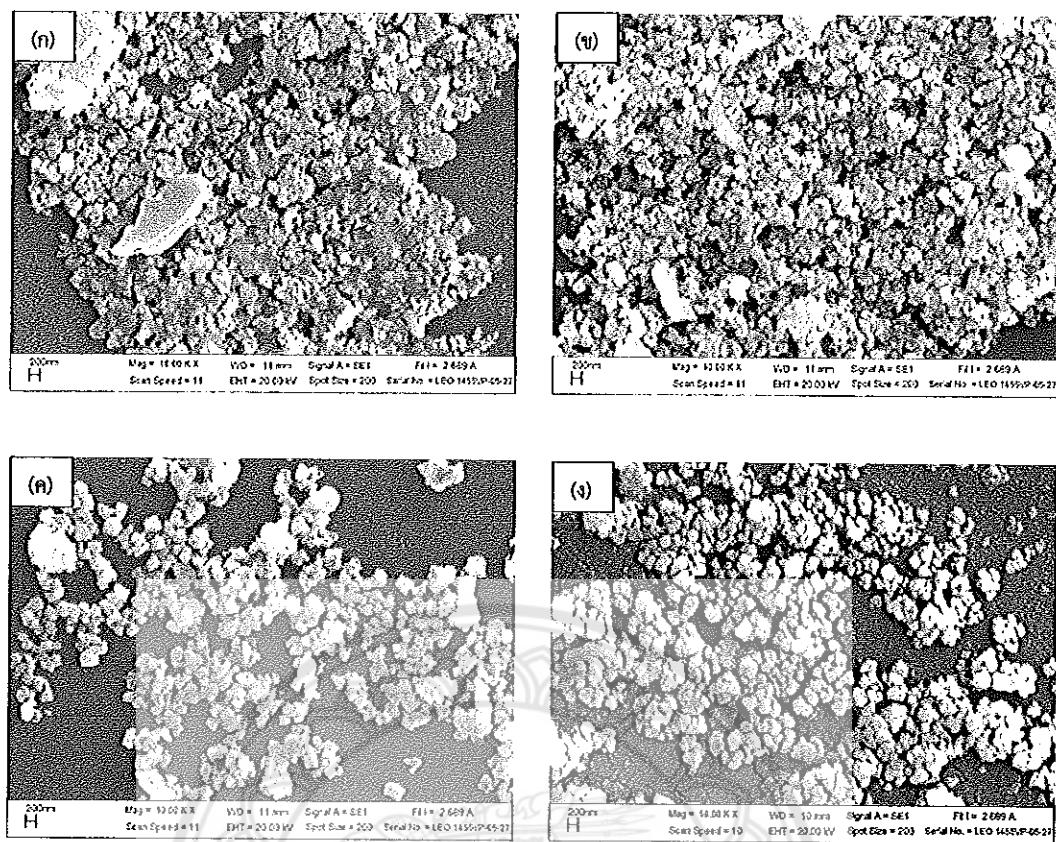


ภาพที่ 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต ร่วมกับสารเชือเพลิงไกลซีน ที่อุณหภูมิต่างๆ

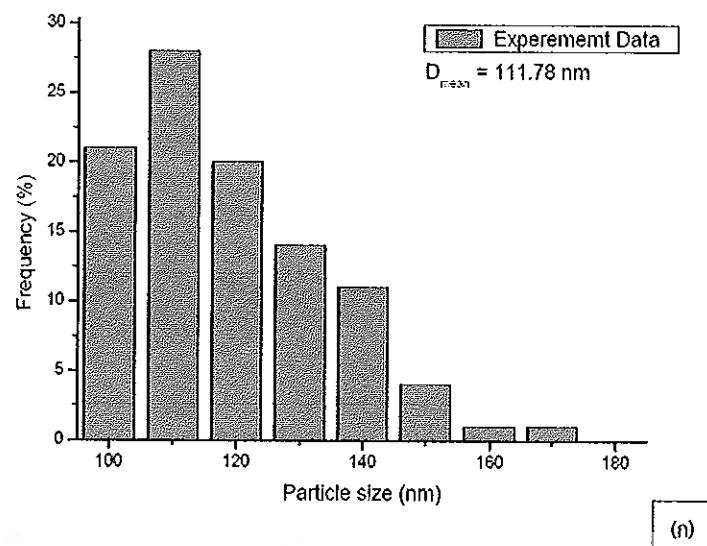
3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคตัวอย่างกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของผงผลึก BNT-BT หลังจากการเผาแคลไนซ์ที่อุณหภูมิ 550, 650, 750 และ 850°C เมื่อเวลา 2 ชั่วโมง พนกว่าที่อุณหภูมิ 550 - 750°C ยังเกิดโครงสร้างผลึก BNT-BT ไม่สมบูรณ์หลังจากตรวจสอบโดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ลักษณะของผงผลึกมีการเกาะกสุ่มกัน มีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกันโดยผงที่ได้เป็นเพียงผงของสารตั้งต้นที่ยังทำปฏิกิริยากับไม่สมบูรณ์ จึงยังไม่มีอนุภาคของผงผลึก BNT-BT และที่อุณหภูมิแคลไนซ์ 750°C เป็นต้นไป เกิดอนุภาคของผงผลึก BNT-BT ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับหนาในเมตร มีรูปร่างเป็นทรงกลม เกิดการเกาะกสุ่มกันอย่างหนาแน่น การกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 111.78 nm และ 101.60 nm แสดงตั้งภาพที่ 33 และ 34 โดยวัดขนาดอนุภาคจากโปรแกรม ImageJ Launcher ที่กำลังขยาย 10000 เท่า และคำนวณค่าการกระจายตัวของอนุภาคโดยวิธีการหาค่าขนาดอนุภาคแบบ จุดตัดเส้นตรงเฉลี่ย (mean linear intercept)

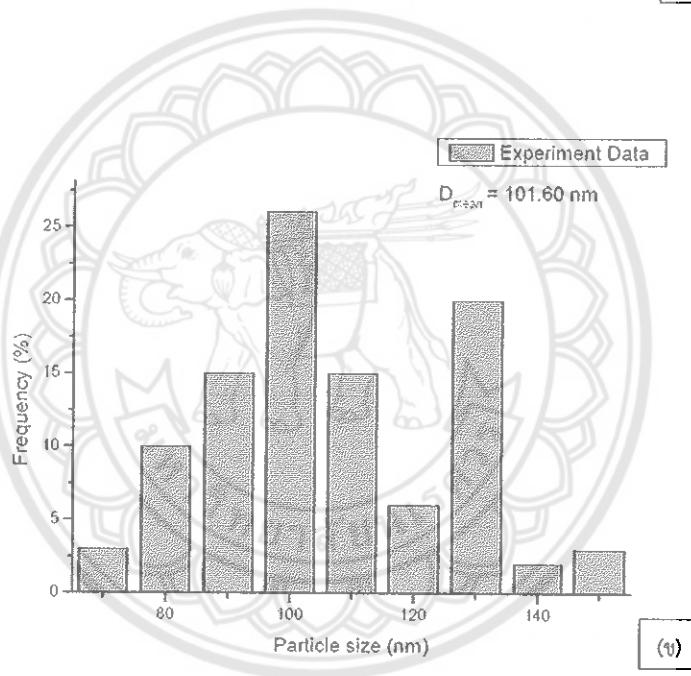




ภาพที่ 33 ภาพถ่ายบีวีเอ็นผิวน้ำของผงผลึก BNT-BT ร่วมกับสารเชือเพลิงไกลซีน (ก) เพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550°C (ข) เพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650°C (ค) เพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750°C และ (ง) เพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°C



(n)



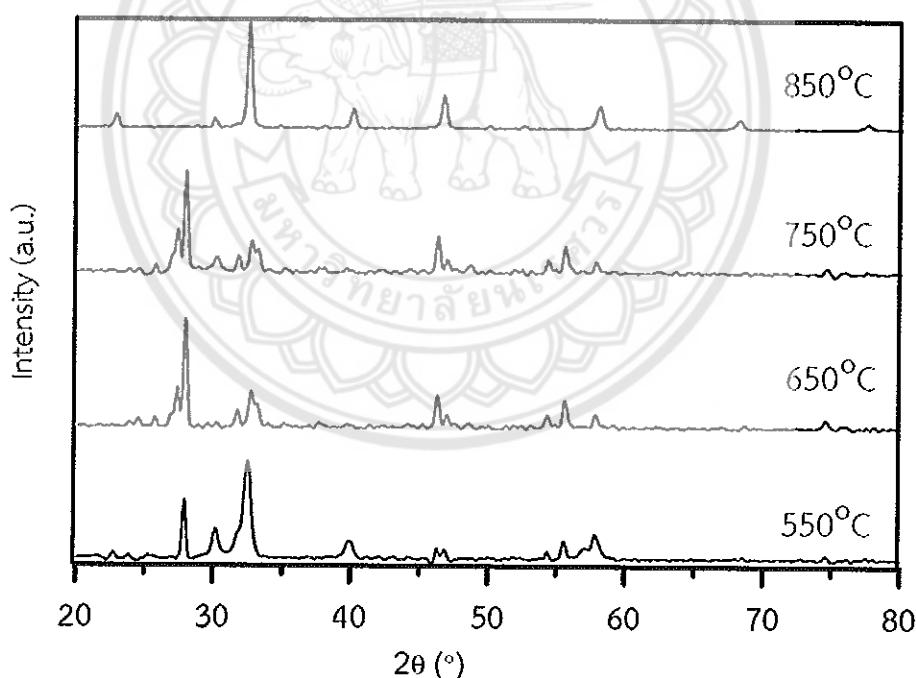
(v)

ภาพที่ 34 ภาพการกระจายตัวของขนาดผงผลึก BNT-BTร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซีน เพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (n) 750°C (v) 850°C จำนวน 100 อนุภาค

4. ผลผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต ร่วมกับสารเชือเพลิงยูเรีย (BNT-BTU)

4.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer : XDR)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNT-BT) แสดงดังภาพที่ 35 เผาแคลไอน์ที่อุณหภูมิ 550 - 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าที่เกิดโครงสร้างของสารประกอบของ BNT และ BKT ที่มีโครงสร้างแบบ เพอรอฟไกต์ ที่อุณหภูมิ 850°C รูปแบบการเลี้ยวเบนของผงผลึก BNT มีโครงสร้างเป็นแบบ รอกน ใบศีรั卓 และสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 36-0340 และไม่พบโครงสร้างแปรกปลอม ของสารเจือปนได้ และเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของผงผลึก BKT ที่มีโครงสร้างแบบ เตตราโนโนด และสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 53-0762 และไม่พบโครงสร้างแปรกปลอมของสารเจือปนได้

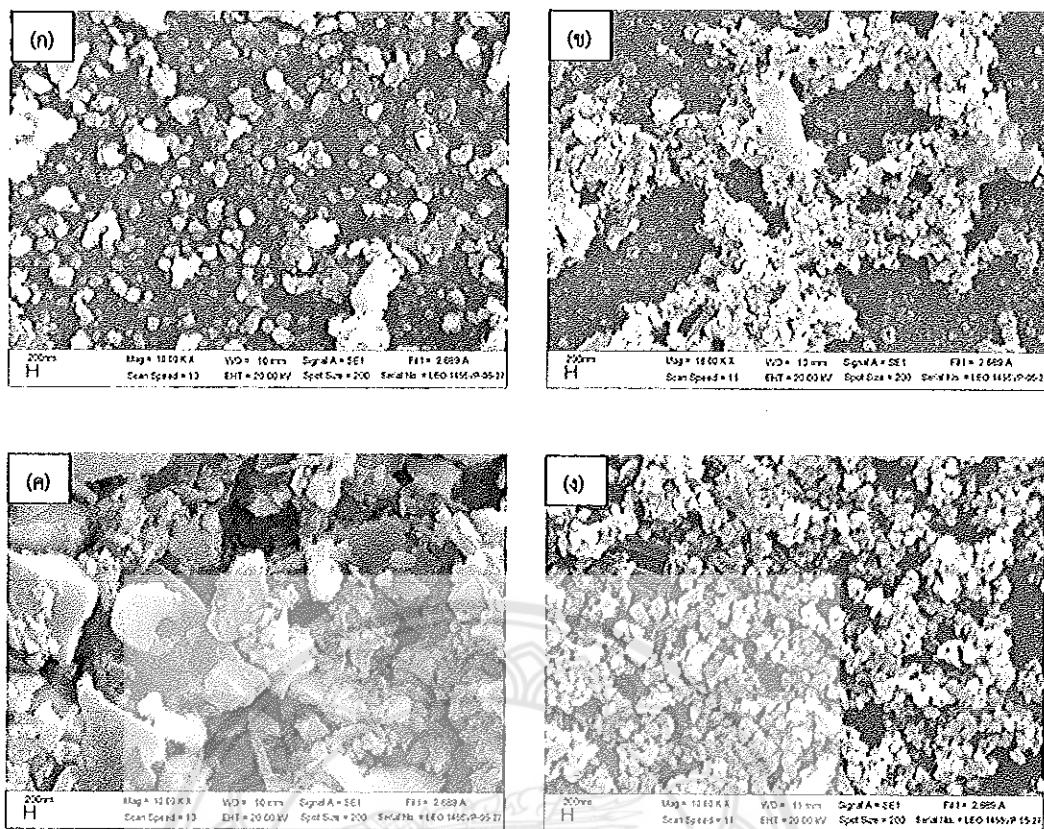


ภาพที่ 35 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต ร่วมกับสารเชือเพลิงยูเรีย ที่อุณหภูมิต่างๆ

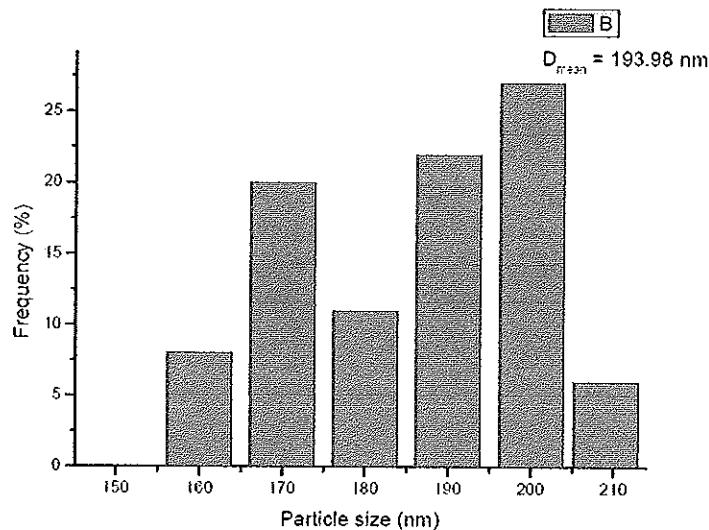
4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างอุบัตภากด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของผงผลึก BNT-BT หลังจากการเผาแคลไธน์ที่อุณหภูมิ 550 650 750 และ 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบร่วมกัน มีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกัน โดยที่ได้เป็นเพียงผงของสารตั้งต้นที่ยังทำปฏิกิริยา กันไม่สมบูรณ์ จึงยังไม่มีอนุภาคของผงผลึก BNT-BT แสดงตั้งภาพ 36(ก) 36(ข) และ 36(ค) เมื่ออุณหภูมิแคลไธน์ 850°C เกิดอนุภาคของผงผลึก BNT-BT ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร มีรูปร่างเป็นทรงกลม เกิดการเกาะกซุ่มกันอย่างหนาแน่น การกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 193.98 nm. โดยวัดขนาดอนุภาคจากโปรแกรม ImageJ Launcher ที่กำลังขยาย 1000 เท่า และคำนวณค่าการกระจายตัวของอนุภาคโดยวิธีการหาค่าขนาดอนุภาคแบบจุดตัดเส้นตรงเฉลี่ย (mean linear intercept) แสดงตั้งภาพที่ 37 ตามลำดับ





ภาพที่ 36 ภาพถ่ายบิวเว่นผิวน้ำของผลลัพธ์ BNT-BT ร่วมกับสารเชื่อเพลิงยูเรีย (ก) เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 550°C (ข) เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 650°C (ค) เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 750°C และ (ง) เพาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 850°C



ภาพที่ 37 ภาพการกระจายตัวของขนาดผงผลึก BNT-BT ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย เพาแคล ไชน์ที่อุณหภูมิ 850°C จำนวน 100 อนุภาค

ตารางที่ 3 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BNT-BT ที่อุณหภูมิการเผาแคลไชน์ 550 - 850°C

อุณหภูมิแคลไชน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BNT-BT (nm)			
	BNT-BT	BNT-BTCA	BNT-BTG	BNT-BTU
550°C	-	-	-	-
650°C	170.32	-	-	-
750°C	143.33	-	111.78	-
850°C	186.73	-	101.60	193.98

จากตารางที่ 3 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BNT-BT ที่ไม่ใส่สารเชื้อเพลิง และใส่สารเชื้อเพลิงการซิตริก ไกลซีน และยูเรีย ที่เป็นไข้อัตราส่วน (BNT-BT : Fuel) 1:1 โดยโมล ที่อุณหภูมิการเผาแคลไชน์ที่ 550 - 850°C สามารถสรุปได้ว่า เกิดโครงสร้าง BNT-BT ที่ไม่ใส่สารเชื้อเพลิงที่สมบูรณ์

ตั้งแต่อุณหภูมิ 650°C มีขนาดเฉลี่ยอչุ่ยที่ประมาณ 170.39 -186.77 nm โดยที่อุณหภูมิการเผาแคลไธเนน 750°C มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กที่สุดอչุ่ยที่ 143.33 nm

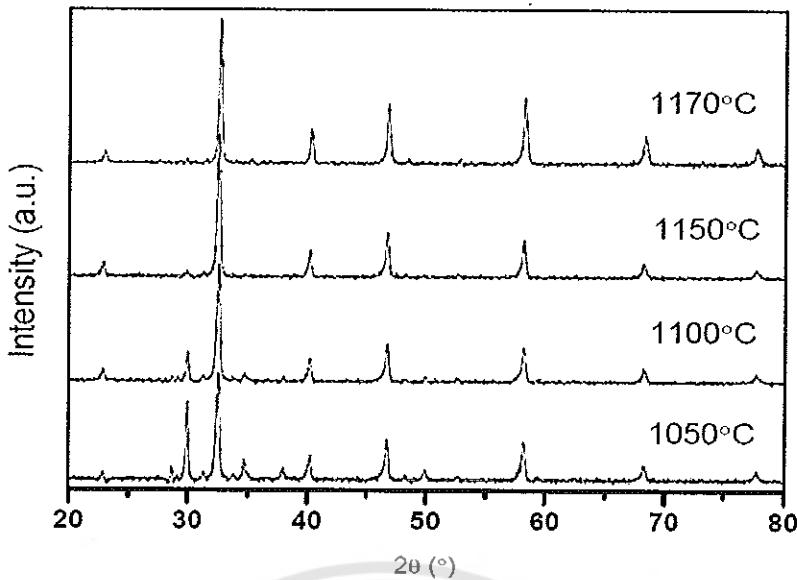
เมื่อพิจารณาขนาดเฉลี่ยของผงผลึก BNT-BT ที่ใส่สารเรื้อรัง กรณีติริก ไกลซีน และ ญี่ปุ่น พบว่าที่อุณหภูมิการเผาแคลไธเนน 550 -650°C ในทุกสารเรื้อรังยังเกิดโครงสร้างของสาร BNT-BT ไม่สมบูรณ์ ที่อุณหภูมิ 750°C เกิดโครงสร้างของสาร BNT-BT สมบูรณ์ที่ใส่สารเรื้อรังเพียงชนิดเดียวคือ ไกลซีน มีขนาดเฉลี่ยอչุ่ยที่ประมาณ 111.78 nm และที่อุณหภูมิ 850°C เกิดโครงสร้างของสาร BNT-BT สมบูรณ์ที่ใส่สารเรื้อรังสองชนิดคือ ไกลซีน และญี่ปุ่น มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอչุ่ยที่ประมาณ 101.60 nm และ 193.98 ตามลำดับ

จากตารางเมื่อเปรียบเทียบชนิดของสารเรื้อรังสามารถสรุปได้ว่า การใส่สารเรื้อรังลงไว้ในกระบวนการการเผาแคลไธเนนชี้งำนให้เกิดการเผาไหม้และสามารถถ่ายเทพลังงาน ให้แก่สารตั้งต้นให้สามารถทำปฏิกิริยา กันสมบูรณ์ได้ที่อุณหภูมิการเผาแคลไธเนนต่ำกว่า วิธีโซล-เจลทั่วไป แต่อย่างไรก็ตาม จากตารางที่ 1 จะเห็นได้ว่าที่เงื่อนไขอัตราส่วน (BNT-BT : Fuel) 1:1 โดยไม่ลด อาจจะเป็นอัตราส่วนที่ยังไม่เหมาะสม เพราะจากการตรวจทดสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พานโครงสร้างเปลกปลอกที่เกิดจากการเติมสารเรื้อรัง

1. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต(BNT-BT)

1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer : XRD)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต (BNT-BT) แสดงดังภาพที่ 38 เม็ดเดอร์ที่อุณหภูมิ 1050 - 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลง 5°C/min ที่อุณหภูมิการเผาชินเดอร์ 1050 – 1100°C แสดงโครงสร้างทุติยภูมิของสารโพแทสเซียมไททาเนียมออกไซด์ ($K_2Ti_8O_{17}$) เป็นผลมาจากการเกิด K^+ และ Ti^{4+} ในช่วงอุณหภูมิการเผาชินเดอร์ที่ต่ำ และว่าพบโครงสร้างทุติยภูมิที่แสดงเมื่ออุณหภูมิการเผาชินเดอร์สูงขึ้น จนกระทั่งที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นต้นไปจะพบโครงสร้างเพอร์รอกฟสไกเดอร์ของ เซรามิก BNT-BT ที่สมบูรณ์[19]



ภาพที่ 38 รูปแบบการเสี้ยวน์ของรังสีเอกซ์ของเซรามิกบิสมัทใช้เติมไททาเนต-แบเรียมไหหานต ที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ต่างๆ

1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างอุลกาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของเซรามิก BNT-BT หลังจากการเผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050, 1100, 1150 และ 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยถ่ายภาพบริเวณผิวน้ำแข็งเซรามิกพบว่าอุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1050°C แสดงดังภาพที่ 39(ก) เกิดเกณฑ์มีรูปร่างลักษณะที่ไม่แน่นอน มีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกันทั้งผิวน้ำแข็งเซรามิก และมีขนาดเกรณเจลี่อยู่ที่ประมาณ 3.26 μm ที่อุณหภูมิการเผา 1100 - 1170°C เกิดการเติบโตของเกณฑ์ลักษณะเป็นแห่งๆ และเกณฑ์ยาวซึ้งเนื่องจากอุณหภูมิการเผาชินเตอร์เพิ่มสูงขึ้น โดยมีขนาดเกรณเจลี่อยู่ที่ 5.55 - 12.6 μm แสดงดังในตารางที่ 4 อย่างไรก็ตามสามารถอธิบายลักษณะการเกิดเกรณแบบสูมของแบบคือ template grains และ matrix grains ซึ่งเป็นผลเนื่องจากสาเหตุดังต่อไปนี้

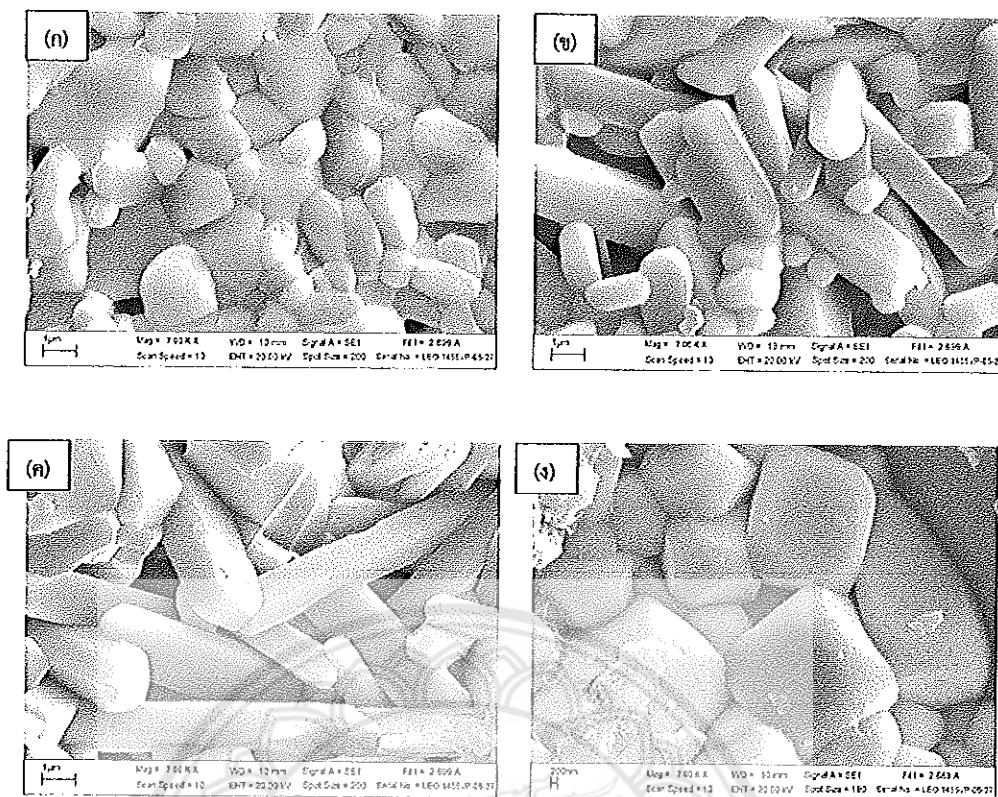
- template grains เกิดการกระจายตัวอยู่ใน matrix grains ซึ่งจะเกิดขนาดไม่เท่ากับผิวน้ำแข็งเซรามิก จากภาพที่ 39(ข) 39(ค) แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวกันของ template grains และ matrix grains ซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในการเผาชินเตอร์คือ เมื่ออุณหภูมิการเผาชินเตอร์เพิ่ม

สูงขึ้นบริเวณ template grains จะเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ที่ตรวจพบว่าระนาบ (110) มีค่าความเข้มสูงสุดมากเมื่อเทียบกับระนาบอื่นๆที่ตรวจพบ[20]

- การทำปฏิกิริยาของสารประกอบและธาตุที่ใช้เป็นเป็นสารตั้งต้น ในการศึกษาเชรามิก BNT-BT กล่างคือ Na และ K ได้กระจายตัวเข้าไปในแฉตทิพของ BiT ซึ่งส่งผลทำให้เกิดเป็นรูปแบบของ template grains และ matrix grains ที่ปะปนกันบนบริเวณผิวน้ำของเชรามิก

ค่าความหนาแน่น และค่าร้อยละการหดตัวของเชรามิก BNT-BT ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างๆ พบร่วมกับ มีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น โดยมีค่าความหนาแน่นอยู่ที่ $4.43 - 5.94 \text{ g/cm}^3$ โดยมีค่าความหนาแน่นสูงสุด 5.94 g/cm^3 ที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1170°C โดยขณะที่การหดตัวเริ่มเส้นมีค่าใกล้เคียงกันอยู่ระหว่าง $21.58 - 24.35 \%$ ดังแสดงในตารางที่ 2





ภาพที่ 39 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องการดูบริเวณผิวน้ำของเซรามิก BNT-BT เม็ดซินເຫຼວດເປົ້າໃນເວລາ 4 ຊົ່ວໂມງ ກຳລັງຂະຍາຍ 7000 ເທົ່າທີ່ອຸນຫກຸມ (g) ເພື່ອຊິນເຫຼວດທີ່ອຸນຫກຸມ 1050°C (h) ເພື່ອຊິນເຫຼວດທີ່ອຸນຫກຸມ 1100°C (i) ເພື່ອຊິນເຫຼວດທີ່ອຸນຫກຸມ 1150°C (j) ເພື່ອຊິນເຫຼວດທີ່ອຸນຫກຸມ 1170°C

ตารางที่ 4 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ความหนาแน่น และค่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT-BT ที่อຸນຫກຸມໃຫ້ເຫຼວດຕ່າງໆ

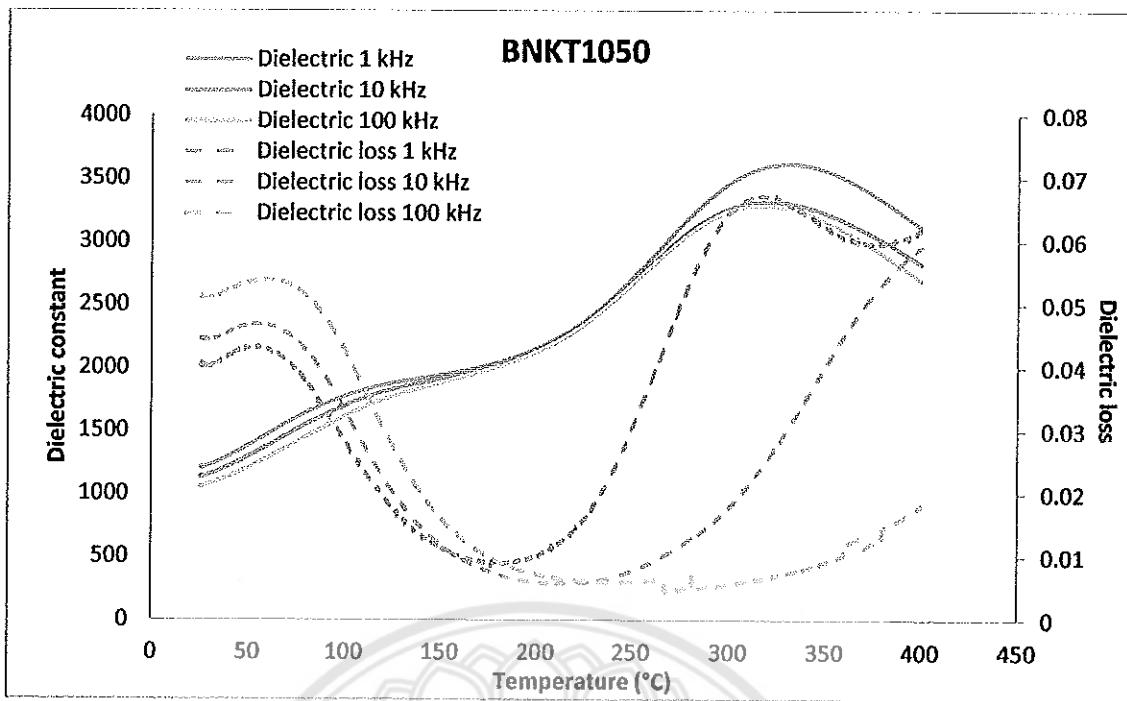
ອຸນຫກຸມ ຊິນເຫຼວດ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	ความหนาแน่น (g/cm^3)	การหดตัวเชิง เส้น (%)
1050	3.26	4.43	24.35
1100	5.84	5.09	24.29
1150	12.6	5.58	22.70
1170	5.55	5.94	21.58

1.3 ผลการวิเคราะห์ค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิชินเทอร์ 1050 -1170°C ที่ความถี่ 1kHz 10kHz และ100kHz

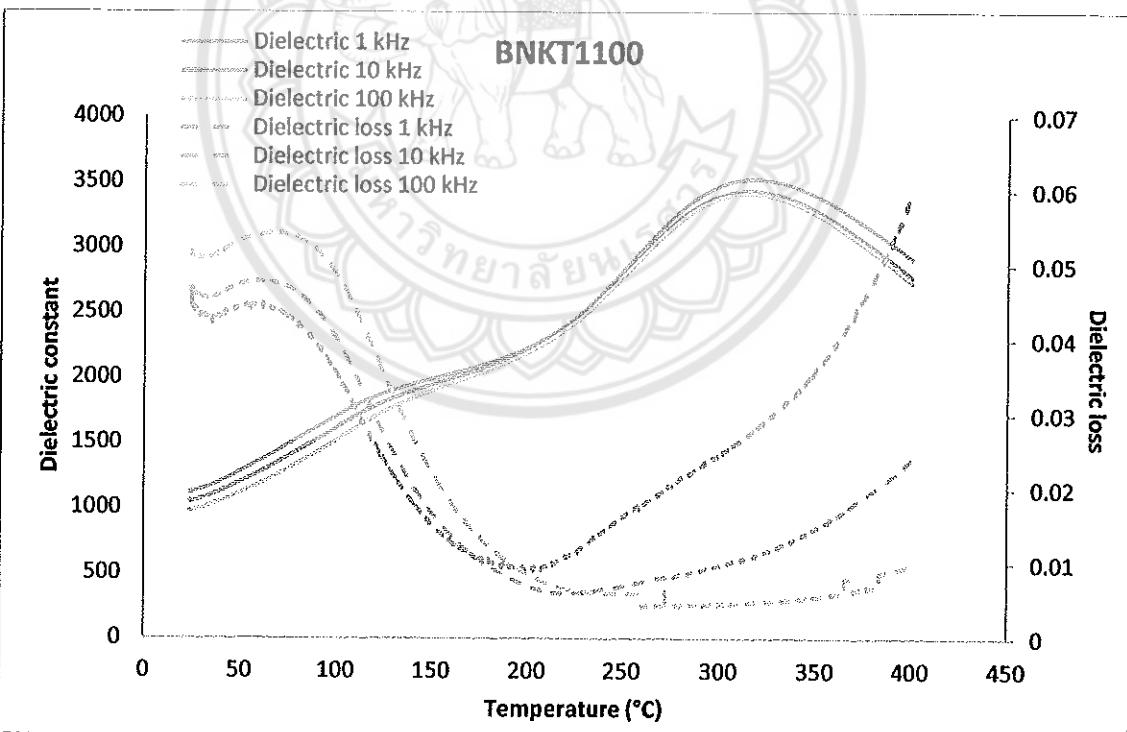
ผลจากการวัดค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก BNT-BT ที่อุณหภูมิชินเทอร์ 1050 -1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง อัตราขึ้นลง 5°C/min โดยใช้ความถี่ 1kHz 10kHz และ100kHz ดัง แสดงดังภาพที่ 40 41 42 และ43ตามลำดับ พบว่ามีพีคเกิดขึ้น 2 พีค โดยพีคแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ depolarization (T_d) ประมาณ 50 - 85°C สามารถหาได้จากอุณหภูมิที่มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพีค แรก ซึ่งสอดคล้องกับการการเปลี่ยนเฟสจากเฟริโวอิเล็กทริกไปเป็นแอนติเฟริโวอิเล็กทริก และพีคที่สอง เกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิครูรี (T_m) ประมาณ 300 - 330°C สามารถหาได้จากอุณหภูมิที่มีค่าไดอิเล็กทริก สูงสุด สอดคล้องกับการเปลี่ยนเฟสการแอนติเฟริโวอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก[2]

ที่ความถี่ 1 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชิ้นเตอร์ที่ 1050°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3613.66 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.030 ที่ความถี่ 10 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชิ้นเตอร์ ที่ 1100°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3510.58 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.010 และ ที่ความถี่ 100 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชิ้นเตอร์ที่ 1100°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3409.18 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.004 ดังแสดงในตารางที่ 5

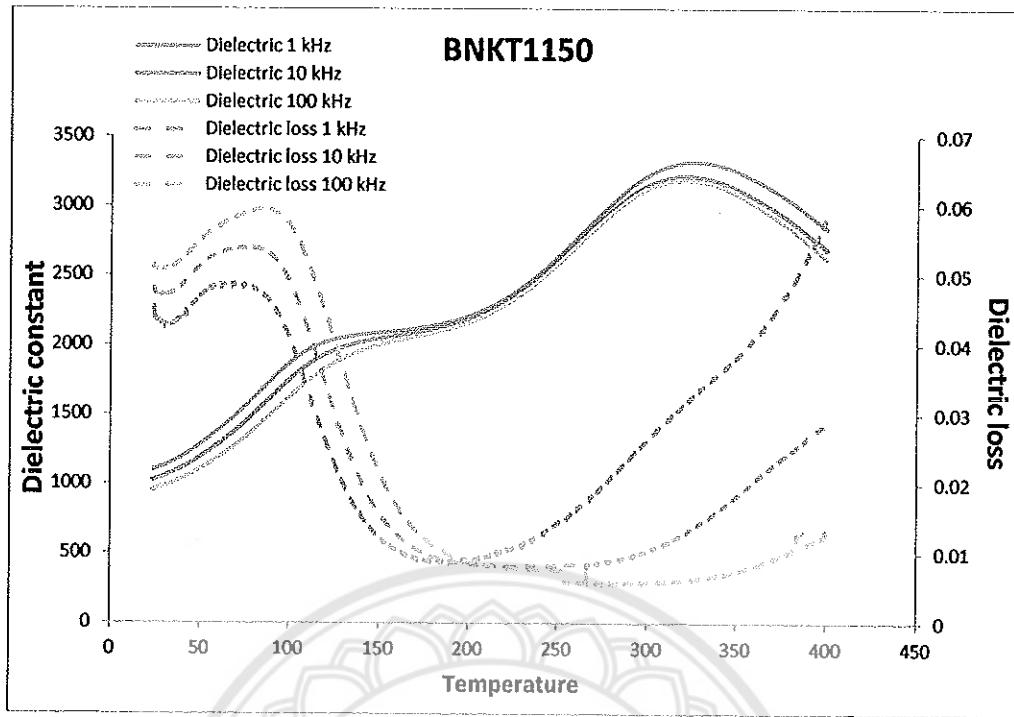




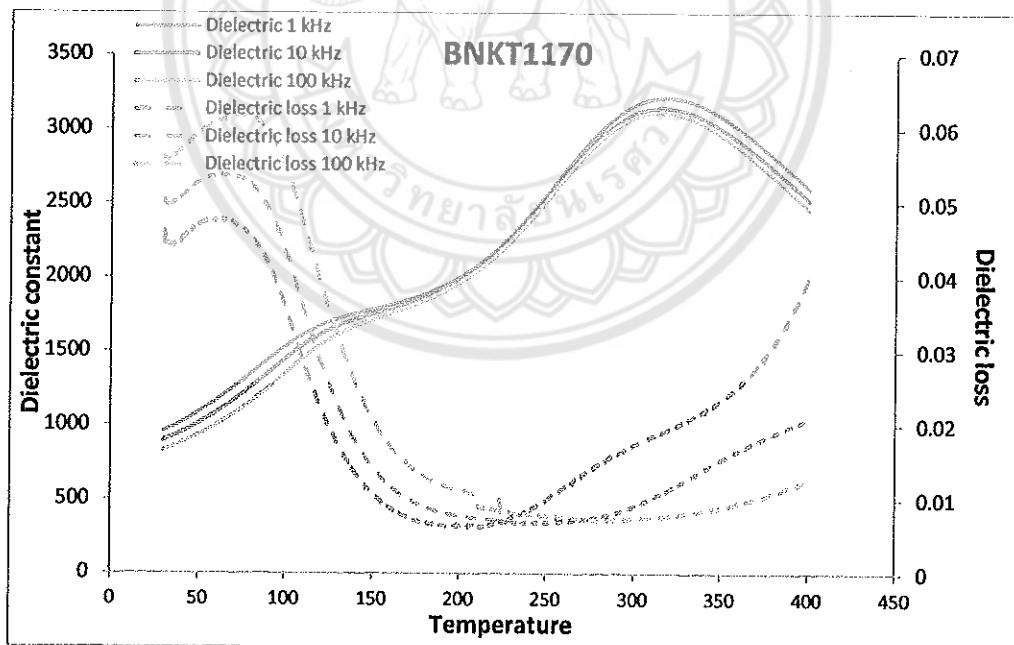
ภาพที่ 40 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BT ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050°C



ภาพที่ 41 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BT ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C



ภาพที่ 42 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BT ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C



ภาพที่ 43 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BT ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1170°C

ตารางที่ 5 แสดงอุณหภูมิ depolarization (T_d) อุณหภูมิคือ (T_m) ค่าคงที่ไดอีเล็กทริกที่ (ϵ_r) ที่ T_m ค่า สูญเสียไดอีเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่ T_m ของเซรามิก BNT-BT ความถี่ 1 kHz 10 kHz และ 100 kHz ที่อุณหภูมิขั้นเต็มต่างๆ

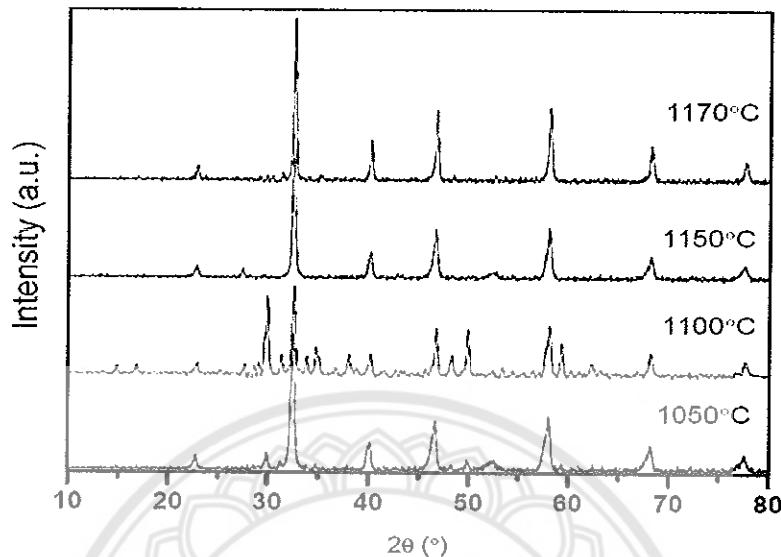
อุณหภูมิ ขั้นเต็ม ($^{\circ}\text{C}$)	ความถี่ (kHz)	T_d ($^{\circ}\text{C}$)	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	ϵ_r ที่ T_m	$\tan \delta$ ที่ T_m
1050	1	107.16	325.30	3613.66	0.030
	10			3316.09	0.028
	100			3281.45	0.007
1100	1	111.71	311.87	3520.97	0.026
	10			3510.58	0.010
	100			3409.18	0.004
1150	1	113.60	320.76	3317.19	0.031
	10			3220.33	0.011
	100			3191.69	0.007
1170	1	114.91	311.90	3209.53	0.018
	10			3211.89	0.010
	100			3113.66	0.007

2. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไไฟฟ์เนต-แบเรียมไไฟฟ์เนตร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซีน (BNT-BTG)

2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer : XRD)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไไฟฟ์เนต-แบเรียมไไฟฟ์เนตร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซีน (BNT-BTG) แสดงดังภาพที่ 44 ผ่าน ชั้นเต็มที่อุณหภูมิ 1050 - 1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง คัดกรองรีนลง 5°C/min พบว่าที่อุณหภูมิ การเผาชินเตอร์ 1050 – 1100°C แสดงโครงสร้างทุติยภูมิของสารไฟแทสเซียมไไฟฟ์เนย์มอกไซด์ ($\text{K}_2\text{Ti}_8\text{O}_{17}$) เป็นผลมาจากการเกิด K^+ และ Ti^{4+} ในช่วงอุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ต่ำ และพบว่าโครงสร้าง

ทุติยภูมิที่ลดลงเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น จนกระทั่งที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นต้นไปจะพบโครงสร้างเพอร์ซอฟต์ไกท์ของเซรามิก BNT-BTG ที่สมบูรณ์[19]

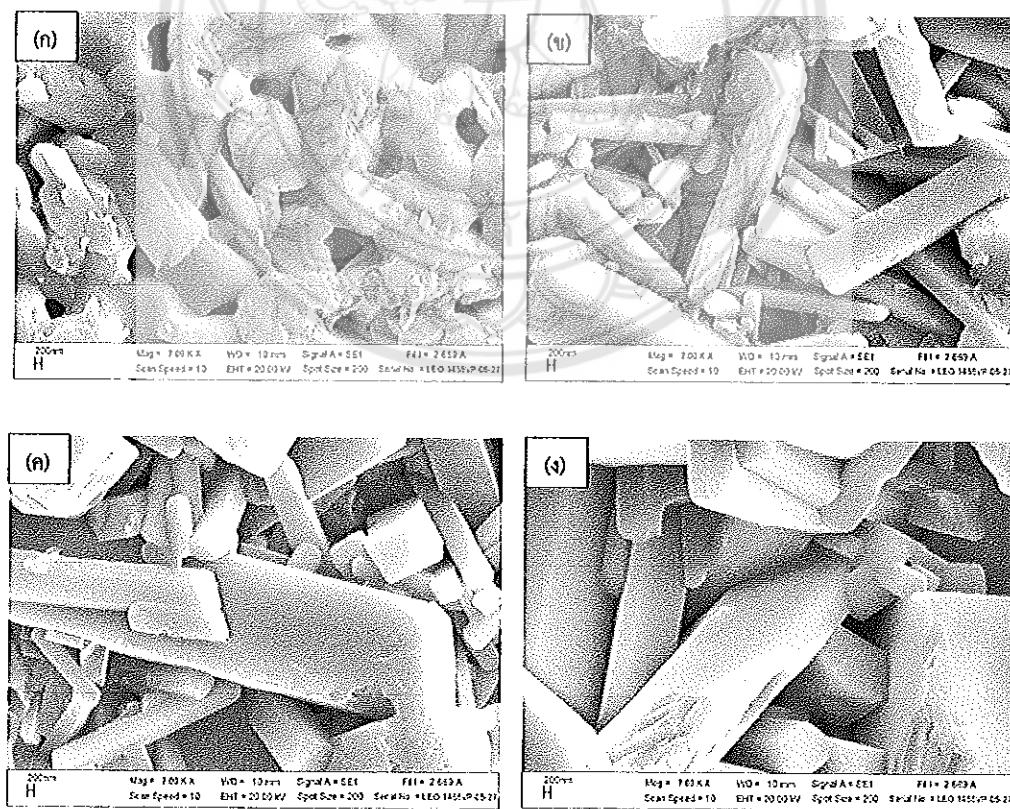


ภาพที่ 44 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกบิสมัทโซเดียมไทดานเนต-แบเรียมไทดานเนตร่วมกับสารเชือเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่างๆ

2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างอุลตราค่าด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของเซรามิก BNT-BT หลังจากการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 , 1100 , 1150 และ 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยถ่ายภาพบริเวณผิวน้ำแข็งเซรามิกพบว่าอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ 1050°C แสดงดังภาพที่ 45(ก) เกิดเกรนที่มีรูปร่างลักษณะที่ไม่แน่นอน มีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกันทั่วทั้งผิวน้ำแข็งเซรามิก และมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ $5.10 \mu\text{m}$ ที่อุณหภูมิการเผา 1100 - 1170°C แสดงดังภาพที่ 45(ข)-45(ก)เกิด การเติบโตของเกรนที่ลักษณะเป็นแท่งยาว และเกรนจะยาวขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มสูงขึ้น โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ 5.87 - $6.34 \mu\text{m}$ และแสดงดังในตารางที่ 4 อย่างไรก็ตามสามารถอธิบายลักษณะการเกิดเกรนแบบสุ่มสองแบบ คือ template grains และ matrix grains ซึ่งเป็นผลเนื่องจากสาเหตุดังต่อไปนี้

- template grains เกิดการกระจายตัวอยู่ใน matrix grains ซึ่งจะเกิดขนาดไปกับผิวน้ำของเซรามิก จากภาพที่ 45(ช)-45(ง)แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวกันของ template grains และ matrix grains ซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในการเผาชินเทอร์คิค เมื่ออุณหภูมิการเผาชินเทอร์เพิ่มสูงขึ้นบริเวณ template grains จะเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยงแบบด้วยรังสีเอกซ์ที่ตรวจพบว่าระนาบ (110) มีค่าความเข้มสูงสุดมากเมื่อเทียบกับระนาบอื่นๆ ที่ตรวจพบ[20]
- การทำปฏิกิริยาของสารประกอบและธาตุที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ในการศึกษาเซรามิก BNT-BT กล่าวคือ Na และ K ได้กระจายตัวเข้าไปในแลตทิซของ BT ซึ่งส่งผลทำให้เกิดเป็นรูปแบบของ template grains และ matrix grains ที่ปะปนกันบนบริเวณผิวน้ำของเซรามิก ค่าความหนาแน่น และค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก BNT-BTG ที่อุณหภูมิชินเทอร์ต่างๆ พบร่วมกับค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น โดยมีค่าความหนาแน่นอยู่ที่ $4.55 - 5.28 \text{ g/cm}^3$ โดยมีค่าความหนาแน่นสูงสุด 5.28 g/cm^3 ที่อุณหภูมิการเผาชินเทอร์ 1170°C โดยขณะที่การหดตัวเริ่งเส้นมีค่าใกล้เคียงกันอยู่ระหว่าง $20.56 - 22.94\%$ ดังแสดงในตารางที่ 6



ภาพที่ 45 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องการดูบริเวณผิวน้ำของเซรามิก BNT-BTG เผาชินเตอร์เป็นเวลา 4 ชั่วโมง กำลังขยาย 7000 เท่าที่อุณหภูมิ (ก) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050°C (ข) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C (ค) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C (ง) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1170°C

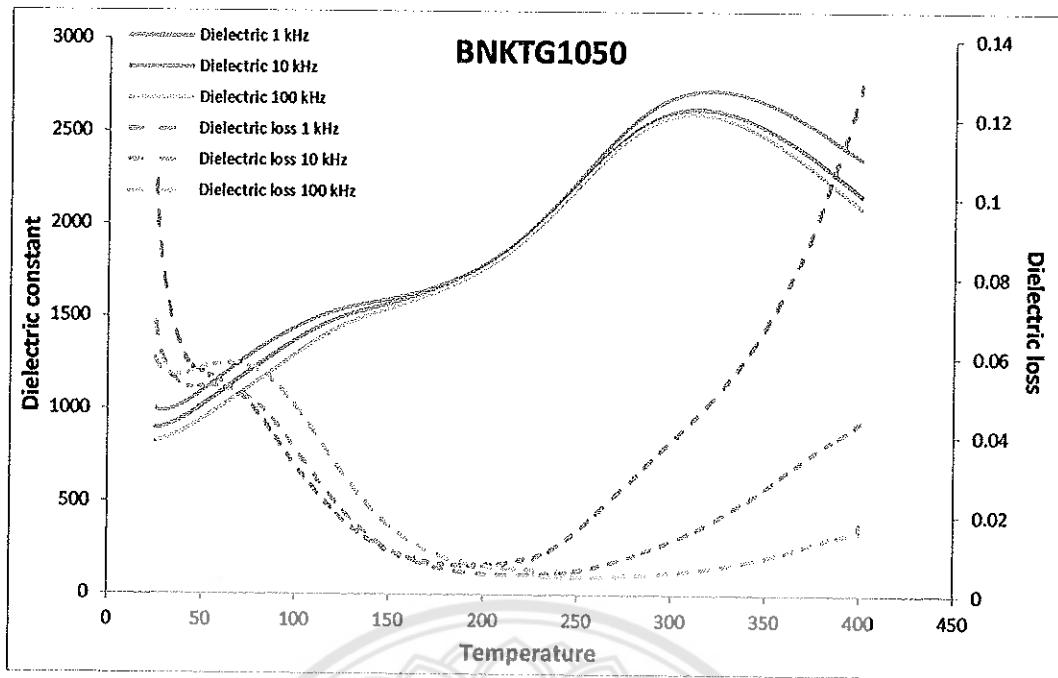
ตารางที่ 6 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ความหนาแน่น และค่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT-BTG ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างๆ

อุณหภูมิ ชินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	ความหนาแน่น (g/cm3)	การหดตัวเชิง เส้น (%)
1050	5.10	4.87	21.17
1100	6.12	4.55	22.94
1150	6.34	4.93	21.17
1170	5.87	5.28	20.56

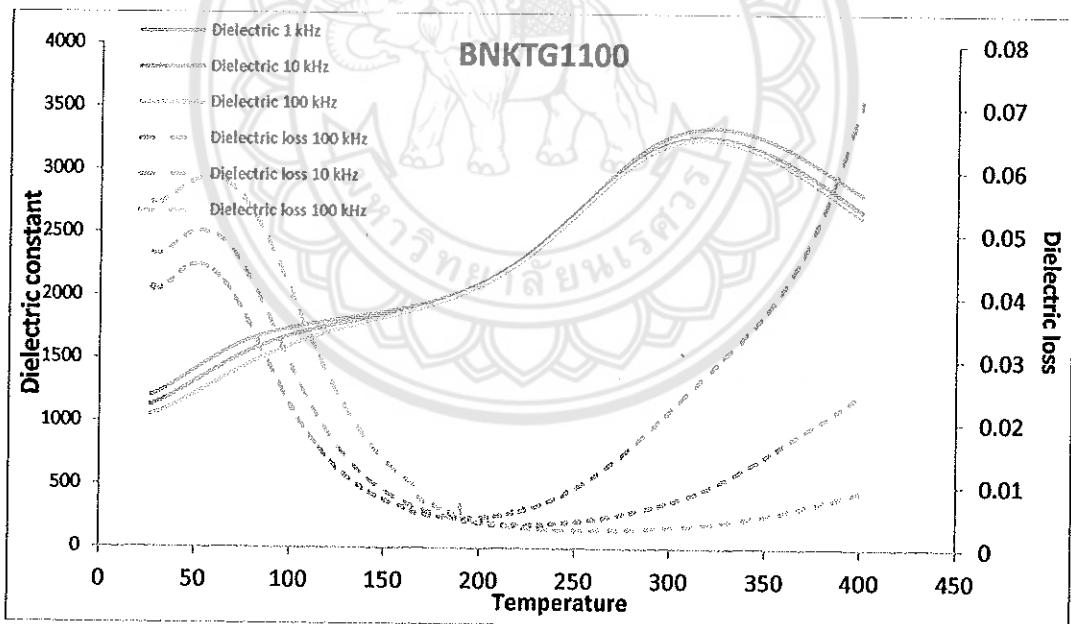
2.3 ผลการวิเคราะห์ค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิชินเตอร์ 1050 -1170°C ที่ความถี่ 1kHz 10kHz และ100kHz

ผลจากการวัดค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก BNT-BTG ที่อุณหภูมิชินเตอร์ 1050 -1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ขั้ตราชีนลง 5°C/min โดยใช้ความถี่ 1kHz 10kHz และ100kHz ดัง แสดงดังภาพที่ 46 47 48 และ49 ตามลำดับ พบว่ามีพีคเกิดขึ้น 2 พีค โดยพีคแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ depolarization (T_d) ประมาณ 40-70°C สามารถหาได้จากอุณหภูมิที่มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพีคแรก ซึ่งสอดคล้องกับการเปลี่ยนเฟสจากเฟริโวิอิเล็กทริกไปเป็นแอนติเฟริโวิอิเล็กทริก และพีคที่สองเกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิกuru (T_m) ประมาณ 300 - 330°C สามารถหาได้จากอุณหภูมิที่มีค่าไดอิเล็กทริก สูงสุด สอดคล้องกับการเปลี่ยนเฟสการแอนติเฟริโวิอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก[2]

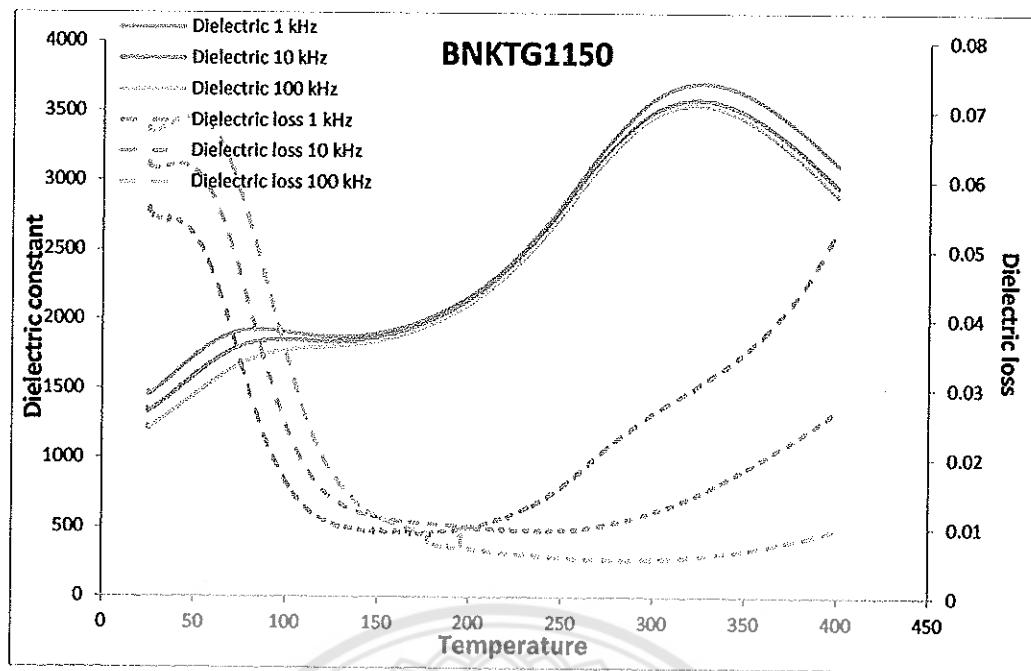
ที่ความถี่ 1 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1150°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3703.71 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.029 ที่ความถี่ 10 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1150°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3585.29 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.014 และที่ความถี่ 100 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1100°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3547.78 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.005 ดังแสดงในตารางที่ 7



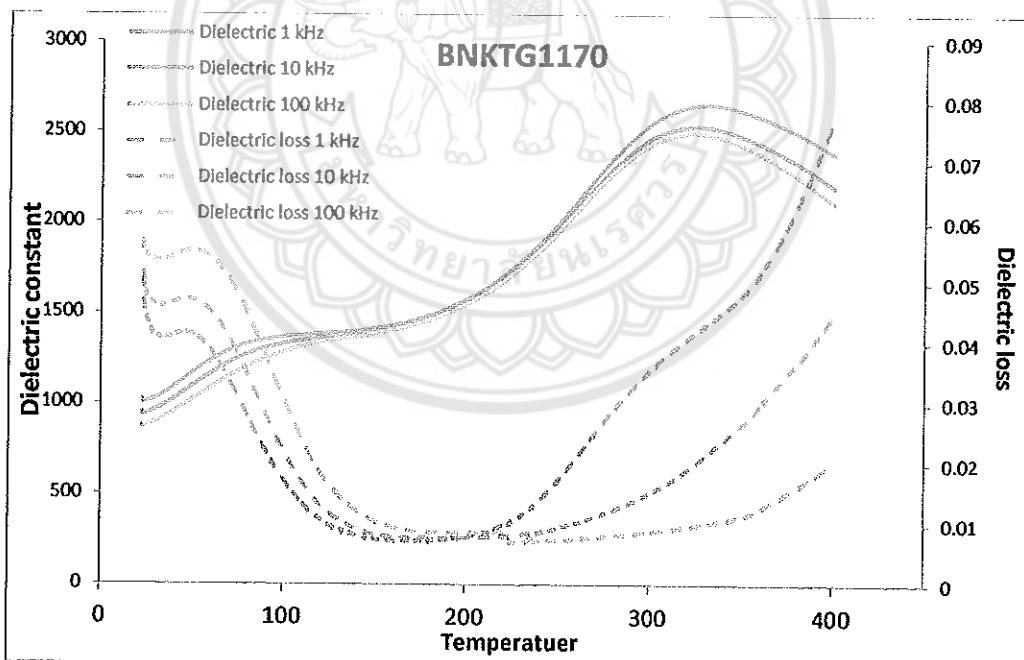
ภาพที่ 46 ค่าคงที่ดielektทริก และค่าสูญเสียดielektทริก ของเซรามิก BNT-BTG ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050°C



ภาพที่ 47 ค่าคงที่ดielektทริก และค่าสูญเสียดielektทริก ของเซรามิก BNT-BTG ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C



ภาพที่ 48 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BTG ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C



ภาพที่ 49 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BTG ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1170°C

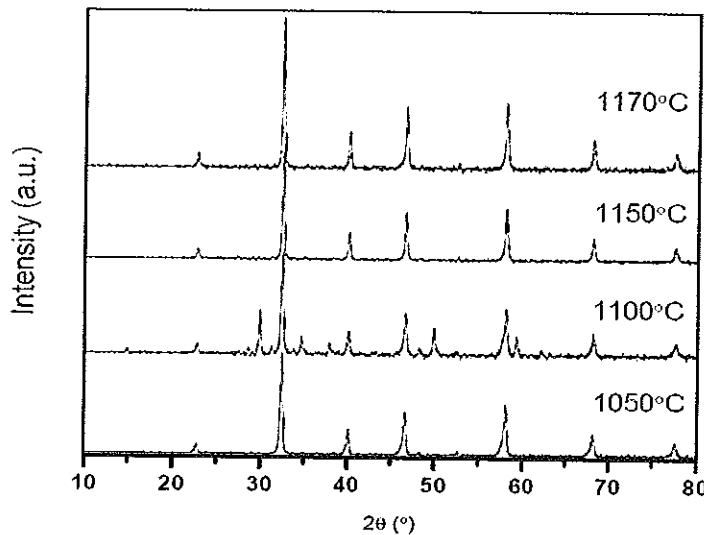
ตารางที่ 7 แสดงอุณหภูมิ depolarization (T_d) อุณหภูมิคู่รี (T_m) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ (ϵ_r) ที่ T_m ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่ T_m ของเซรามิก BNT-BTG ความถี่ 1 kHz 10 kHz และ 100 kHz ที่อุณหภูมิชินເຕອຣ์ต่างๆ

อุณหภูมิ ชินເຕອຣ์ (°C)	ความถี่ (kHz)	T_d (°C)	T_m (°C)	ϵ_r ที่ T_m	$\tan \delta$ ที่ T_m
1050	1	111.03	311.48	2720.06	0.047
	10			2626.41	0.015
	100			2601.68	0.006
1100	1	89.56	312.29	3335.28	0.025
	10			3251.31	0.009
	100			3234.46	0.003
1150	1	82.56	321.64	3703.71	0.029
	10			3585.29	0.014
	100			3547.78	0.005
1170	1	86.27	321.61	2646.89	0.041
	10			2534.59	0.019
	100			2496.27	0.009

3. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกนิสมัทโซเดียมไททาเนต-ແນເຮຍມໄທທາ ເນດ່ວມກັບສາງເຊື້ອເພລິງຢູ່ເຮຍ (BNT-BTU)

3.1 ผลการวิเคราะห์ໂຄງສ້າງຜລິກດ້ວຍເຫດນີກເລີຍວະນາຂອງຮັງສືເອກົງ (X-ray diffractometer : XRD)

จากการวิเคราะห์ໂຄງສ້າງຜລິກດ້ວຍເຫດນີກເລີຍວະນາຂອງຮັງສືເອກົງ(XRD) ของเซรามิก
ນิสมัทโซเดียมໄທທາເນດ່ວມກັບສາງເຊື້ອເພລິງຢູ່ເຮຍ (BNT-BTU) แสดงດັງການທີ 50 ເພາ
ຊີນເຕອຣ໌ທີ່ອຸນຫຼາມ 1050 - 1170°C ເປັນເວລາ 4 ຊົ່ວໂມງ ຢັ້ນຕາການເຂັ້ນຈົງ 5°C/min ທີ່ອຸນຫຼາມການເພາຊີນ
ເຕອຣ໌ 1050 – 1100°C ແສດງໂຄງສ້າງທຸດຍກົມືຂອງສາງໃຫຍ່ແທສເຊີມໄທທາເນີຍມອອກໄສຣ (K₂Ti₈O₁₇) ເປັນ
ຜລມາຈາກເກີດ K⁺ ແລະ Ti⁴⁺ ໃນຫ່ວງອຸນຫຼາມການເພາຊີນເຕອຣ໌ທີ່ຕໍ່າ ແລະພບວ່າໂຄງສ້າງທຸດຍກົມືທີ່ລດລົງເນື້ອ
ອຸນຫຼາມການເພາຊີນເຕອຣ໌ສູງຂຶ້ນ ຈະກະທັງທີ່ອຸນຫຼາມ 1150°C ເປັນຕົ້ນໄປຈະພບເພື່ອຮອັບຮັດໄກຕ່າງໆ
ເຫດນີກ BNT-BT ທີ່ສົມບູຮຸນ[19]



ภาพที่ 50 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกบิสเมล์โซเดียมไไฟทาเนต-แวนเรียมไไฟทาเนตร่วมกับสารเชือเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่าง ๆ

3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

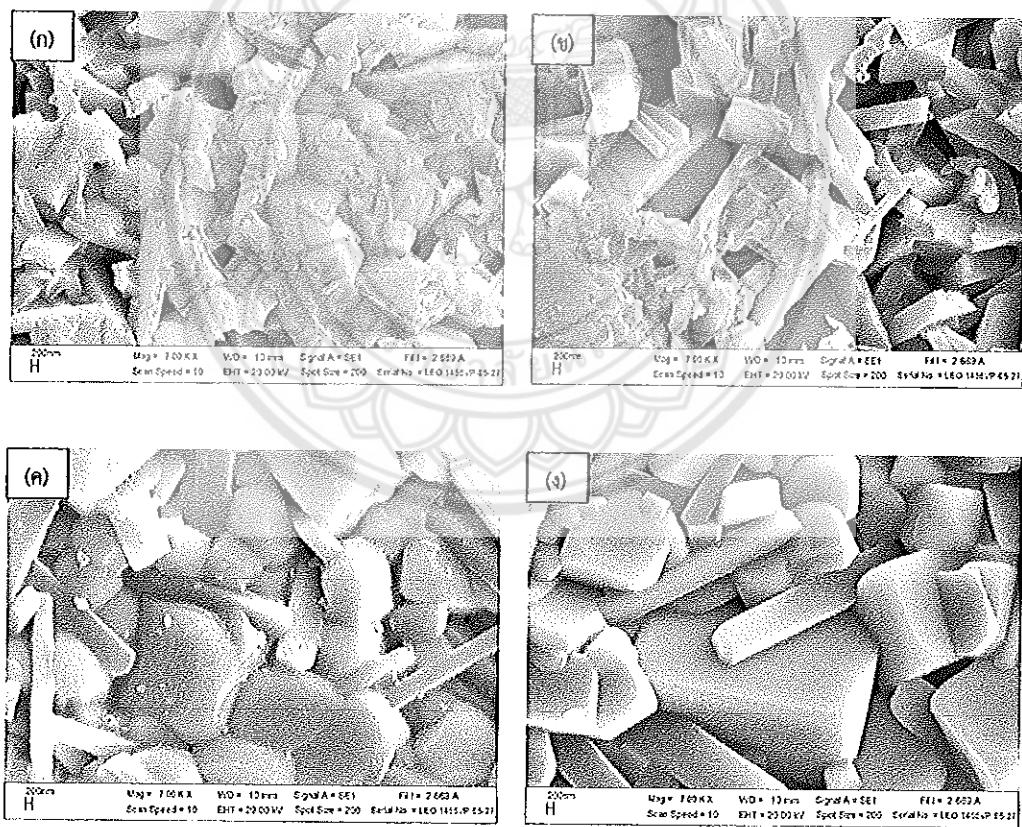
จากการศึกษาโครงสร้างอุลตราภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของเซรามิก BNT-BT หลังจากการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 1100 1150 และ 1200°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยถ่ายภาพบริเวณผิวน้ำของเซรามิกพบว่าอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ 1050°C แสดงดังภาพที่ 51(ก) เกิดเกณฑ์ที่มีรูปร่างลักษณะที่ไม่แน่นอน มีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกันทั่วทั้งผิวน้ำของเซรามิก และมีขนาดเกเรนเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ $1.23 \mu\text{m}$ ที่อุณหภูมิการเผา 1100 -1170°C เกิดการเติบโตของเกเรนที่ลักษณะเป็นแท่งยาว และเกเรนจะขยายขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มสูงขึ้น โดยมีขนาดเกเรนเฉลี่ยอยู่ที่ $3.37 - 5.69 \mu\text{m}$ แสดงดังในตารางที่ 6 อย่างไรก็ตามสามารถอธิบายลักษณะการเกิดเกเรนแบบสุมสองแบบคือ template grains และ matrix grains ซึ่งเป็นผลเนื่องจากสาเหตุดังต่อไปนี้

- template grains เกิดการกระจายตัวอยู่ใน matrix grains ซึ่งจะเกิดขนานไปกับผิวน้ำของเซรามิก จากภาพที่ 51(ก) - 51(ง) แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวกันของ template grains และ matrix grains ซึ่งน้อยกว่าอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์คือ เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มสูงขึ้นบริเวณ template grains จะเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการ

เลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ที่ตราบน้ำหนัก (110) นิค่าความเข้มสูงสุดมากเมื่อเทียบกับระนาบอื่นๆที่ตราบน้ำ [20]

- การทำปฏิกิริยาของสารประกอบและธาตุที่ใช้เป็นเสารั้งตัวที่ใช้ในการศึกษาเซรามิก BNT-BT กล่าวคือ Na และ K ได้กระจายตัวเข้าไปในแลตทิตของ BiT ซึ่งส่งผลทำให้เกิดเป็นรูปแบบของ template grains และ matrix grains ที่ปะปนกันบนบริเวณผิวน้ำหน้าของเซรามิก

ค่าความหนาแน่น และค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก BNT-BTU ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างๆ พ布ว่า มีค่าความหนาแน่นลดลง โดยมีค่าความหนาแน่นอยู่ที่ $3.92 - 4.30 \text{ g/cm}^3$ โดยมีค่าความหนาแน่นสูงสุด 4.30 g/cm^3 ที่อุณหภูมิการเผาสินเตอร์ 1100°C โดยขณะที่การหดตัวเริ่งเต้นมีค่าใกล้เคียงกันอยู่ระหว่าง $16.21 - 19.94\%$ ดังแสดงในตารางที่ 8



ภาพที่ 51 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องการดูบริเวณผิวน้ำของเซรามิก BNT-BTU เผาชินเตอร์เป็นเวลา 4 ชั่วโมง กำลังขยาย 7000 เท่าที่อุณหภูมิ (ก) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050°C (ข) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C (ค) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C (ง) เผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1170°C

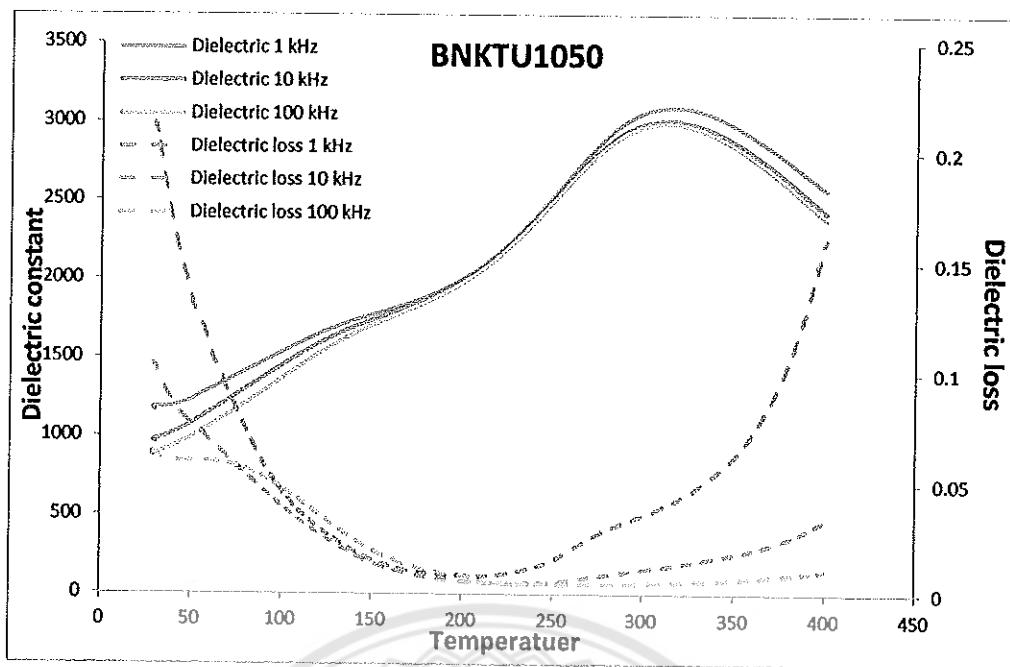
ตารางที่ 8 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ความหนาแน่น และค่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT-BTU ที่อุณหภูมิชินเตอร์ต่างๆ

อุณหภูมิ ชินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	ความหนาแน่น (g/cm ³)	การหดตัวเชิง เส้น (%)
1050	1.23	4.24	19.52
1100	3.37	4.30	19.94
1150	4.40	3.99	17.19
1170	5.69	3.92	16.21

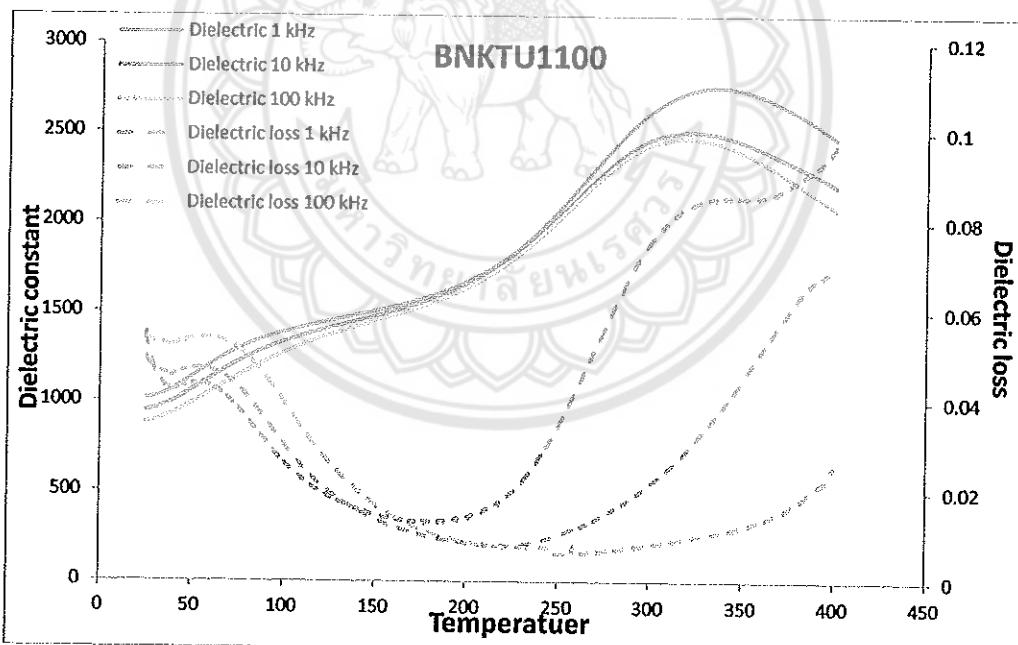
3.3 ผลการวิเคราะห์ค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิชินเตอร์ 1050 -1170°C ที่ความถี่ 1kHz 10kHz และ100kHz

ผลจากการวัดค่าไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก BNT-BTU ที่อุณหภูมิชินเตอร์ 1050 -1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง อัตราขึ้นลง 5°C/min โดยใช้ความถี่ 1kHz 10kHz และ100kHz ดังแสดงดังภาพที่ 52 53 54 และ55 ตามลำดับ พบว่ามีพื้นเกิดขึ้น 2 พื้น โดยพื้นแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ depolarization (T_d) ประมาณ 50 - 80°C สามารถหาได้จากอุณหภูมิที่มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพื้นแรก ซึ่งสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงจากเพริโตรอิเล็กทริกไปเป็นแอนติเพริโตรอิเล็กทริก และพื้นที่สองเกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิคูลร์ (T_m) ประมาณ 300 - 330°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่มีค่าคงไดอิเล็กทริกสูงสุด สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงจากแอนติเพริโตรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก[2]

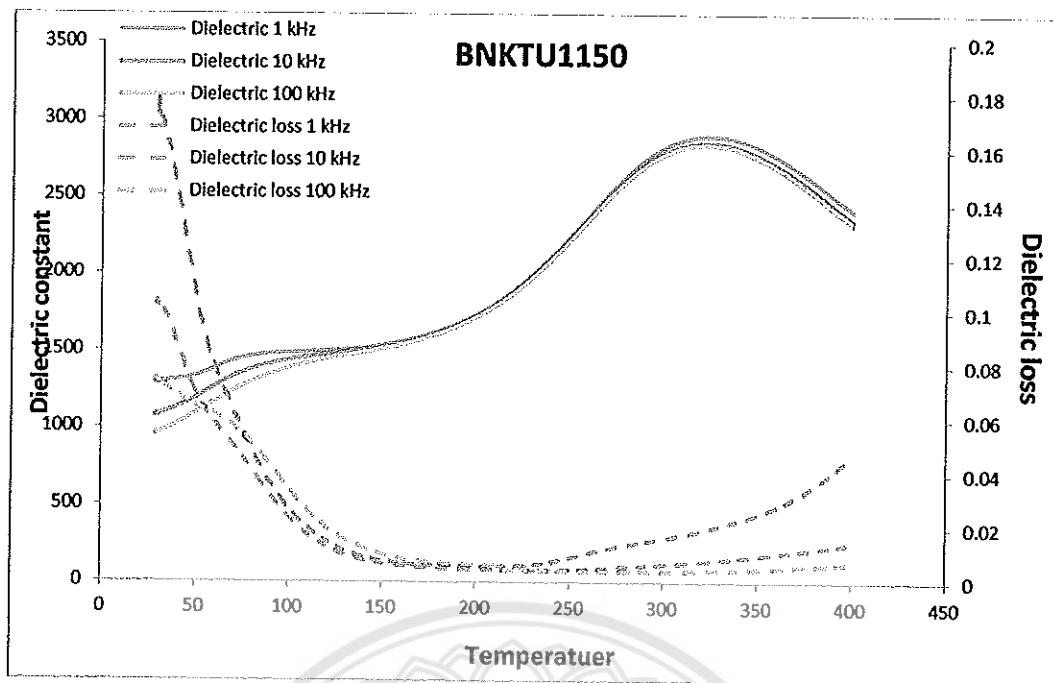
ที่ความถี่ 1 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1170°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3466.99 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.012 ที่ความถี่ 10 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1170°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3420.71 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.005 และที่ความถี่ 100 kHz พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ 1170°C มีไดอิเล็กทริกสูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 3417.49 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.005 ดังแสดงในตารางที่ 9



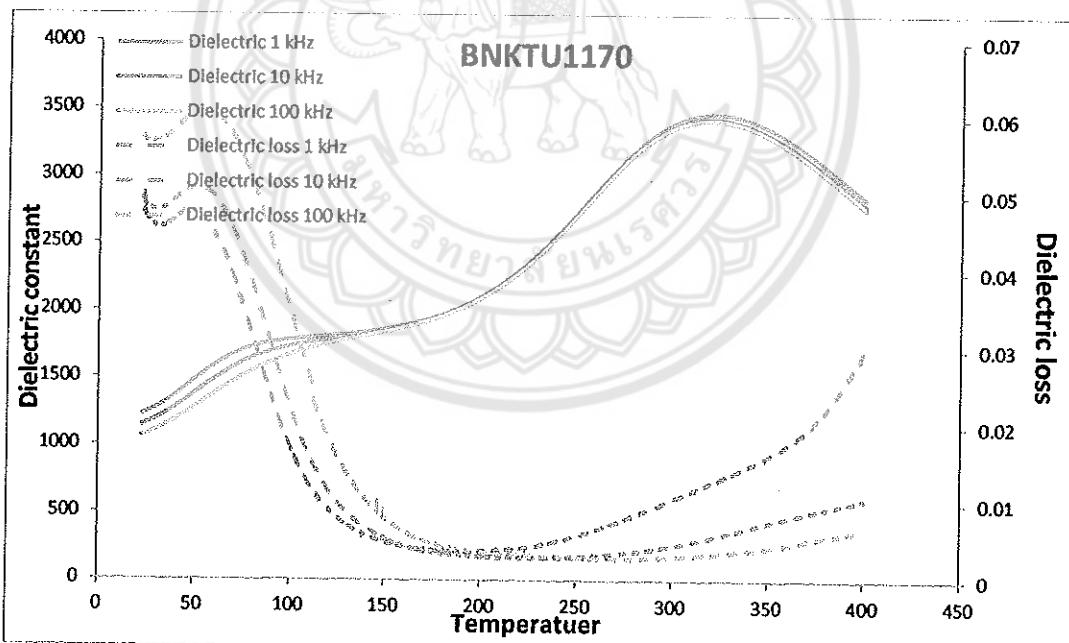
ภาพที่ 52 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BTU ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050°C



ภาพที่ 53 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BTU ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C



ภาพที่ 54 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BTU ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C



ภาพที่ 55 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BTU ที่ความถี่ 1
10 100 kHz ชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1170°C

ตารางที่ 9 แสดงอุณหภูมิ depolarization (T_d) อุณหภูมิคูรี γ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ (ϵ_r) ที่ T_m ค่า สูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่ T_m ของเซรามิก BNT-BTG ความถี่ 1 kHz 10 kHz และ 100 kHz ที่อุณหภูมิซินເຫຼວ່າต่างๆ

อุณหภูมิ ซินເຫຼວ່າ ($^{\circ}\text{C}$)	ความถี่ (kHz)	T_d ($^{\circ}\text{C}$)	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	ϵ_r ที่ T_m	$\tan \delta$ ที่ T_m
1050	1	77.55	309.42	3090.89	0.038
	10			2990.16	0.012
	100			2993.32	0.005
1100	1	60.99	328.82	2753.73	0.083
	10			2471.34	0.032
	100			2468.73	0.010
1150	1	70.59	317.71	2897.12	0.019
	10			2855.54	0.007
	100			2838.61	0.004
1170	1	51.00	315.84	3466.99	0.012
	10			3420.71	0.005
	100			3417.49	0.003

ตารางที่ 10 แสดงผลเปรียบเทียบขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BT BNT-BTG และBNT-BTU

ชนิดสาร เชือเพิง	อุณหภูมิ ชีนเตอร์ (°C)	ขนาด เกรนเฉลี่ย (μm)	ค่าร้อยละ ^{ การหดตัว} (%)	ความ หนาแน่น (g/cm ³)	ค่าคงที่ ไดอิเล็กทริก	ค่าการ สูญเสีย ^{ ไดอิเล็กทริก}
BNT-BT	1050	3.26	24.35	4.43	3613.66	0.030
	1100	5.84	24.29	5.09	3520.97	0.026
	1150	12.6	22.70	5.58	3317.19	0.031
	1170	5.55	21.58	5.94	3209.53	0.018
BNT-BTG	1050	5.10	21.17	4.87	2720.06	0.047
	1100	6.12	22.94	4.55	3335.28	0.025
	1150	6.34	21.17	4.93	3703.71	0.029
	1170	5.87	20.56	5.28	2646.89	0.041
BNT-BTU	1050	1.23	19.52	4.24	3090.89	0.038
	1100	3.37	19.94	4.30	2753.73	0.083
	1150	4.40	17.19	3.99	2897.12	0.019
	1170	5.69	16.21	3.92	3466.99	0.012

จากตารางที่ 10 แสดงผลเปรียบเทียบขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก BNT-BT BNT-BTG และ BNT-BTU เพาชินเตอร์อุณหภูมิ 1050 - 1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พนว่าเซรามิก BNT-BT ที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1050 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 3613.66 และมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับ 0.030 ในขณะที่เซรามิก BNT-BTG พนว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1150°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก สูงสุดเท่ากับ 3703.71 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.029 และเซรามิก BNT-BTU พนว่าที่

อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1170°C มีค่าคงที่ได้อิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 3466.99 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.012

จากการผลการวิจัยร้างดันสามารถสรุปได้ว่า การประดิษฐ์เซรามิก BNT-BT ร่วมกับการสารเอนเพลิงกรดซิติคิก ไกลเช็นและ ยูเรีย เพื่อศึกษาโครงสร้างผลลัพธ์ โครงจุลภาค และคุณสมบัติทางไฟฟ้านั้น สามารถประดิษฐ์ด้วยวิธีปฏิกรณ์การเผาใหม่ของโซลเจลได้ และเซรามิกที่ให้ค่าทางไฟฟ้าที่ดีที่สุดคือ เซรามิก BNT-BTG ซึ่งมีค่าไดอิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 3703.71 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.029



บทที่ 5

บทสรุป

สรุปการตรวจสอบผลึกบิสมัทใช้เดี่ยมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนตด้วยปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซล-เจล ร่วมกับสารเชือเพลิงกรดซิตริก ญูเรีย และไกลชีน

ผงผลึกบิสมัทใช้เดี่ยมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนต (BNT-BT) ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้ของโซล-เจลร่วมกับสารเชือเพลิง กรดซิตริก ญูเรีย และไกลชีน ที่อัตราส่วน 1:1 โดยมีผลหลังจากเผาแคลตไนซ์ที่อุณหภูมิ 550-850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบร่วมกับการเติมสารเชือเพลิงไกลชีน ผงผลึกมีความบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิการเผาแคลตไนซ์ 750°C เป็นต้นไป และที่เติมสารเชือเพลิงญูเรีย ผงผลึกมีความบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิการเผาแคลตไนซ์ 850°C โดยการตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และผลวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกตัวอย่างต้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องการดูดพบร่วง อนุภาคของผงผลึก BNT-BT มีลักษณะเป็นทรงกลม เกาะกันอยู่ในช่องหนาแน่น มีขนาดเล็กในทุกประปัน กัน โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกอยู่ในช่วง 100 -200 นาโนเมตร

จากการศึกษาพบว่าสารเชือที่เหมาะสมสำหรับนำไปสร้างเซรามิก คือ สารเชือเพลิงไกลชีนที่อุณหภูมิการเผาแคลตไนซ์ 750°C และ สารเชือเพลิงญูเรียที่อุณหภูมิการเผาแคลตไนซ์ 850°C ตามลำดับ

สรุปผลการตรวจสอบเชรามิกบิสมัทใช้เดี่ยมไททาเนต-แบบเรียมไททาเนตร่วมกับสารเชือเพลิงญูเรีย และไกลชีน

เชรามิก BNT-BT ถูกสร้างขึ้นโดยใช้ผงผลึกที่เติมสารเชือเพลิงไกลชีนที่อุณหภูมิการเผาแคลตไนซ์ 750°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยทำการอัดรีนูปแล้วนำไปเผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 - 1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากการตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่า ที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1050 – 1100°C แสดงพีคโครงสร้างทุติยภูมิของสารโพแทสเซียมไททาเนียมออกไซด์ ($K_2Ti_6O_{17}$) เป็นผลมาจากการเกิด K^+ และ Ti^{4+} ในช่วงอุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ต่อมา และพบโครงสร้างทุติยภูมิที่ลดลง เมื่ออุณหภูมิการเผาชินเตอร์สูงขึ้น จนกระทั่งที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นต้นไปจะพบโครงสร้าง รอฟส์ไกต์ของเชรามิก BNT-BT ที่สมบูรณ์ ผลการตรวจสอบวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าเกิดกรานที่มีลักษณะเป็นแท่งยาว โดยขนาดของกรานจะยาวขึ้นเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เพิ่มขึ้น โดยมีขนาดกรานเฉลี่ยอยู่ที่ $5.10 - 6.34 \mu m$ มีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดเท่ากับ $5.28 g/cm^3$ และร้อยละการหดตัวของ เชรามิกสูงสุดที่ 22.94 % ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเชรามิก BNT-BTG พบร่วมกับอุณหภูมิการเผา

ชินเตอร์ 1150°C ที่ความถี่ 1 kHz มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 3703.71 และมีค่าสูญเสีย ไดอิเล็กทริกเท่ากับ 0.029

เซรามิก BNT-BT ถูกสร้างขึ้นโดยใช้ผงผลึกที่เติมสารเรือเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิการเผาแคลไธร์น 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยทำการอัดขึ้นรูปแล้วนำไปเผาชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 - 1170°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากการตรวจสอบด้วยเทคนิคการเดี้ยวบนของรังสีเอกซ์พบว่า ที่อุณหภูมิการเผา ชินเตอร์ 1050 – 1100°C แสดงฟีคโครงสร้างทุติยภูมิของสารโพแทสเซียมไททาเนียมออกไซด์ ($K_2Ti_6O_{17}$) เป็นผลมาจากการเกิด K^+ และ Ti^{4+} ในช่วงอุณหภูมิการเผาชินเตอร์ที่ต่ำ และพบโครงสร้าง ทุติยภูมิที่ลดลง เมื่ออุณหภูมิการเผาชินเตอร์สูงขึ้น จนกระทั่งที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นต้นไปจะพบโครงสร้างเหลวของฟลักต์ ไกต์ของเซรามิก BNT-BT ที่สมบูรณ์ ผลการตรวจสอบโครงสร้างฉลากภาพพบว่าเกิดกรานที่มีลักษณะ เป็นแท่งยาว โดยขนาดของกรานจะยาวขึ้นเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เพิ่มขึ้น โดยมีขนาดกรานเฉลี่ยอยู่ที่ 1.23 – 5.69 μm มีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดเท่ากับ 4.30 g/cm^3 และร้อยละการหดตัวของเซรามิกสูงสุดที่ 19.94 % ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก BNT-BTU พบว่าที่อุณหภูมิการเผาชินเตอร์ 1170°C ที่ความถี่ 1 kHz มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 3466.99 และมีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก เท่ากับ 0.012

บรรณานุกรม
เอกสารอ้างอิง/บรรณานุกรม

- [1] Yoo, J., D. Oh, et al. (2004). Dielectric and piezoelectric characteristics of lead-free Bi0.5(Na0.84K0.16)0.5TiO3 ceramics substituted with Sr." \ Materials Letters, 58(29): 3831-3835.
- [2] Chen, X., Y. Liao, et al. (2010). Phase structure and electric properties of Bi0.5(Na0.825K0.175)0.5TiO3 ceramics prepared by a sol-gel method. Journal of Alloys and Compounds, 493(1-2), 368-371.
- [3] Moulson, A. J. and Herbert, J.M. (2003). Electroceramics: materials, properties, application. England: West Sussex PO19 8SQ.
- [4] Haertling, G.H. (1999). "Ferroelectric ceramics." Journal of the American Ceramic Society, 82, 797-818
- [5] Comyn, T. (1998). Piezoelectric PZT-based ceramics: Principle and applications. USA: APC international.
- [6] นราด ชวี รุ่งชันเกียรติ, 2545, วิทยาศาสตร์นิวเคลียร์, สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ, หน้า 97-100.
- [7] สมพันธ์ วงศ์นาจา, 2547, เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโตรเมทรีแบบกระจายพลังงานสำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ, หน้า 28.
- [8] บัญชา ถนนุญสมบัติ. (2554). การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดิฟแฟรกชัน (หน้า 19-26). กรุงเทพฯ: สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี.
- [9] กฤษณา ศิริເຕີມກຸດ. (2545). ກໍສັງຄູລທຣະນີອີເຕີກຕຣອນແບບສອງກຣາດແລະອຸປກຣົນ ວິເຄາະທົ່າຕຸ້ວັ້ນສີເຈັກ. ໃນ ເຄື່ອງມືອົງຈັຍທາງວັສດຸສາສົກ: ຖະໜາງີແລະການທຳງານເບື້ອງຕັ້ນ (หน้า 289-305). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [10] Gurdeep R. Chaiwal, Sham K. Anand, Himalaya Publishing House, 2002. Instrumental Methods Of Chemical Analysis: Thermal Methods, pg. 2.701, 5th Ed.
- [11] Sharma B.K. Goel Publishing House "Instrumental Methods of Analysis" pg. 234-237.

- [12] ชุพล อนันดา. (2552). กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซามิกกั้นสูง. ใน เอกสารประกอบการสอนรายวิชา อ.วศ. 210443 (หน้า 40-43, 132-145). เรียงใหม่: ภาควิชาพิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- [13] ศุจิตรา วงศ์เงียมจิตต์. (2552). วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี “กระบวนการโซล – เจล” (หน้า 95-110). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [14] ปราณี รัตนวัสดิโรจน์. (2543). การหาความหนาแน่นด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้า. ใน เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น (หน้า 89-125). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [15] รุ่งกานต์ พานคำดาว. (2548). การเติมฟิล์มบางของเลดเชอร์โคเนตให้แนบเนตเจ็อด้วยเคนทรานฟ์โดยเทคนิคสปีนไกท์ติ้ง. บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2548
- [16] Wei, L., Zhijun, X., Ruiqing, C., Peng, F. and Yanjie, Z., (2011). Synthesis and characterization of $(\text{Na}_{0.85}\text{K}_{0.15})_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics by different methods. *Materials Research Bulletin*, 46, 871-874.
- [17] Zupei Yang, Bing Liu, Lingling Wei, Yuting Hou., (2008). Structure and Electrical Properties of $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ Ferroelectric Thick Films Derived From a Polymer Modified Sol-Gel Method. *Materials Research Bulletin*, 43, 81-89
- [18] Dae Soo Jung, Hye Young Koo and Yun Chan Kang., (2010). Fine-sized $\text{Bi}_{0.6}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ powders prepared by spray pyrolysis from polymeric precursors. *Journal of Ceramic Processing Research*, 11(4), 425-431
- [19] Pin Yi Chen, Cheng Sao Chen, Chen-Chia Chou, Tseung-Yuen Tseng and Haydn Chen., (2011) Effects of Second Phase and Defect on Electrical Properties in $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5-x}\text{K}_x\text{TiO}_3$ Lead-Free Piezoelectric Ceramics. *Advanced Materials Research*, 286-286, 1343-1348
- [20] Toshio Kimura, Yuan Yi and Fumito Sakurai., (2010) Mechanisms of Texture Development in Lead-Free Piezoelectric Ceramics with Perovskite Structure Made by the Templated Grain Growth Process. *Materials*, 3, 4965-4978