2. วิธีการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนการวิจัยออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ๆ ได้แก่

1. การสังเคราะห์ผง $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป (conventional mixed- oxide) โดยการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์และศึกษาผลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน (Na_2CO_3และ K_2CO_3)

2. การเตรียมเซรามิกจากผงที่สังเคราะห์ได้ โดยการแปรค่าอุณหภูมิซินเตอร์ ชนิดและปริมาณของสารเจือ

โดยมีรายละเอียดของสารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ ตลอดจนวิธีการเตรียมและการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เตรียมได้ ดังต่อไปนี้

2.1 สารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

2.1.1 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.9+ % ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich

2.1.2 โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich

2.1.3 ไนโอเบียมเพนท็อกไซด์ (Nb_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich

2.1.4 ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ > 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Fluka

2.1.5 แทนทาลัมออกไซด์ (Ta_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich

2.1.6 แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) มีความบริสุทธิ์ 99.9 %ผลิตโดยบริษัท Aldrich

2.1.7 ไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) มีความบริสุทธิ์ 99.9 %ผลิตโดยบริษัท Aldrich

2.1.8 แอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.995 %ผลิตโดยบริษัท Aldrich

2.1.9 เอธานอล มีความบริสุทธิ์ 95 % และ 99.99 % ผลิตโดยบริษัท J. T. Baker

2.1.10 โพลีไวนิลอะซิเตต (PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka

2.1.11 กาวเงิน ผลิตโดยบริษัท Metech Inc.

2.1.12 อะลูมินา มีความบริสุทธิ์ 98 % ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Haën

2.1.13 กระดาษทรายเบอร์ 400, 600 และ 1,200

2.1.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5800LV ยี่ห้อ JEOL

2.1.15 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น X'Pert MPD ยี่ห้อ Philips

2.1.16 เครื่อง LCR Meter ยี่ห้อ Hewlett Packard รุ่น HP 4263B

2.1.17 เครื่องชั่งสารระบบดิจิตอล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S

2.1.18 เครื่องชั่งสารระบบดิจิตอล ทศนิยม 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S

2.1.19 เครื่องบดย่อยสาร (Ball milling)

2.1.20 เครื่องเป่าไฟฟ้า

2.1.21 เครื่องหมุนผสมสารแบบแม่เหล็กพร้อมตัวให้ความร้อน

2.1.22 เครื่องอัดไฮโดรลิก (Hydraulic press)

2.1.23 เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic)

2.1.24 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาชิ้นงาน (Muffle furnace) ยี่ห้อ Carbolite

2.1.25 เตาอบไฟฟ้า

2.1.26 กระดาษฟอยด์

2.1.27 ขวดพลาสติกสำหรับใส่สารตั้งต้นในการบดผสม

2.1.28 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร

2.1.29 ครกบดสารทำด้วยพอร์ซเลน

2.1.30 ช้อนตักสาร

2.1.31 ถ้วยครูซิเบิลทำจากอะลูมินา

2.1.32 บีกเกอร์ขนาด 50, 100, 250, 600 และ 1000 ml ยี่ห้อ Pyrrex

2.1.33 แท่งแม่เหล็กสำหรับหมุนผสมสาร (Magnetic bar)

2.1.34 ลูกบดอะลูมินา

2.1.35 โถดูดความชื้น

2.1.36 ซิลิกาเจล

2.1.37 ถุงพลาสติกบรรจุสาร

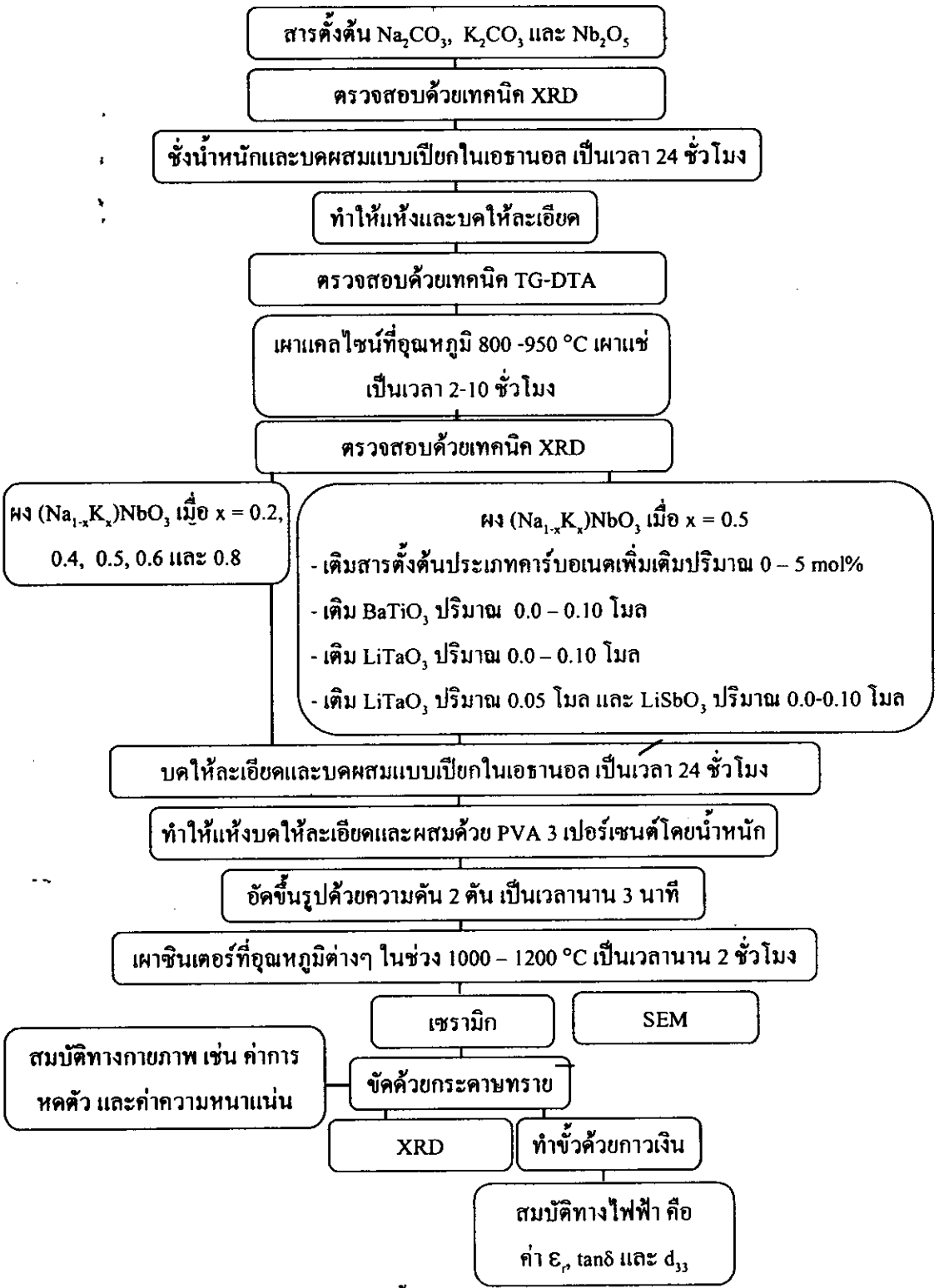
2.1.38 เทปกาวพันเกลียว

2.1.39 พู่กันสำหรับทากาวเงิน

2.1.40 เวอร์เนียร์ ยี่ห้อ KOVET (Electronic digital calipers)

2.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

วิธีการวิจัยและการขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยสรุปในงานวิจัยนี้ดังแสดงในแผนภาพรูป 2.1



รูป 2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

2.2.1 การเตรียมผง $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$

ทำการเตรียมผง $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป (conventional mixed- oxide) ตามขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูป 2.1 โดยได้เริ่มทำการศึกษาที่ x มีค่า 0.4 และ 0.5 เพื่อหาเงื่อนไขในการแคลไซน์ที่เหมาะสม จากนั้นทำการแปรค่าสัดส่วนของ x คือ 0.2, 0.6 และ 0.8 โดยใช้สารตั้งต้นซึ่งประกอบด้วย Na_2CO_3, K_2CO_3 และ Nb_2O_5 มาตรวจสอบคุณภาพด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraxtion, XRD) แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนักตามที่คำนวณได้ตามสมการเคมีที่ 2.1- 2.5

$$x = 0.2;\ 4Na_2CO_3\,(s) + K_2CO_3\,(s) + 5Nb_2O_5\,(s) \longrightarrow 10(Na_{0.8}K_{0.2})NbO_3\,(s) + 5CO_2\,(g) \quad (2.1)$$

$$x = 0.4;\ 3Na_2CO_3\,(s) + 2K_2CO_3\,(s) + 5Nb_2O_5\,(s) \longrightarrow 10(Na_{0.6}K_{0.4})NbO_3\,(s) + 5CO_2\,(g) \quad (2.2)$$

$$x = 0.5;\ Na_2CO_3\,(s) + K_2CO_3\,(s) + 2Nb_2O_5\,(s) \longrightarrow 4(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3\,(s) + 2CO_2\,(g) \quad (2.3)$$

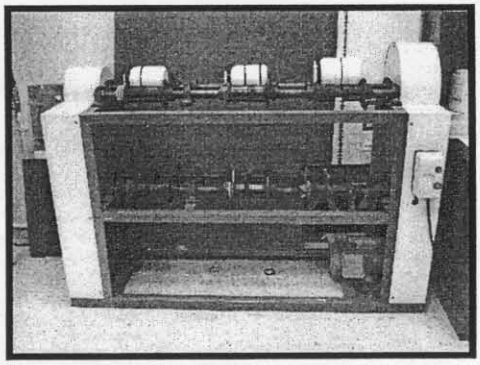
$$x = 0.6;\ 2Na_2CO_3\,(s) + 3K_2CO_3\,(s) + 5Nb_2O_5\,(s) \longrightarrow 10(Na_{0.4}K_{0.6})NbO_3\,(s) + 5CO_2\,(g) \quad (2.4)$$

$$x = 0.8;\ Na_2CO_3\,(s) + 4K_2CO_3\,(s) + 5Nb_2O_5\,(s) \longrightarrow 10(Na_{0.2}K_{0.8})NbO_3\,(s) + 5CO_2\,(g) \quad (2.5)$$

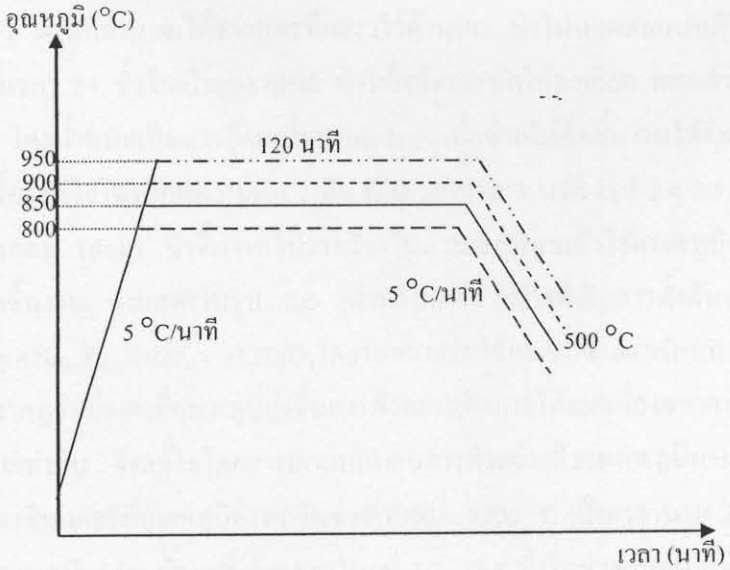
จากนั้นนำสารตั้งต้นมาผสมแบบเปียกโดยการเทใส่ในขวดพลาสติกที่มีลูกบดอะลูมินา และผสมเอธานอลที่มีความบริสุทธิ์ 99.99% ซึ่งใช้เป็นตัวที่ช่วยหล่อลื่นให้สารเกิดการผสมคลุกเคล้ากันได้ดี ปิดฝาให้สนิทพันด้วยเทปกาวและนำไปบดผสมสารด้วยเครื่องหมุนผสมสาร (ball-milling) เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 2.2 นำสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นซองเหลวออกจากเครื่องหมุนผสมสาร และกรองผ่านตะแกรงเพื่อแยกเอาลูกบดออก จากนั้นนำไประเหยแห้งโดยใช้ Hot plate โดยมีแท่งแม่เหล็กคนสารตัวอย่างไปด้วยเพื่อป้องกันสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักมากตกลงไปอยู่ด้านล่างของบีกเกอร์ หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งสนิทต่อในเตาอบที่ 120 °C เป็นเวลานานประมาณ 24 ชั่วโมง เมื่อได้สารที่แห้งสนิท มักจับตัวเป็นกลุ่มก้อน นำมาบดให้ละเอียดด้วยครกบดและแบ่งสารที่เตรียมได้ (x = 0.4 และ 0.5) ส่วนหนึ่งประมาณ 5 กรัม ไปตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเครื่อง thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA) นำข้อมูล TG-DTA ที่ได้มาใช้ประกอบการเลือกช่วงอุณหภูมิสำหรับเผาแคลไซน์ จากนั้นแบ่งสารผสมส่วนละประมาณ 5 กรัมมาใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ โดยการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์ โดยเลือกช่วงอุณหภูมิ 800 – 950 °C เผาแช่เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 2.3 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เผาแช่เพิ่มเป็นเวลานาน 6 และ 10 ชั่วโมง (โดยแผนผังการเผาแคลไซน์มีลักษณะเช่นเดียวกับรูป 2.3 เพียงแต่เปลี่ยนเวลาจาก 120 นาที เป็น 360 หรือ 600 นาที ตามลำดับ) เมื่อได้อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการแคลไซน์สำหรับ x = 0.4 และ 0.5 แล้ว จากนั้นทำการแคลไซน์สารผสมที่ค่า x อื่นๆ คือ 0.2, 0.6 และ 0.8 ที่เงื่อนไขนี้

สำหรับสารตัวอย่าง $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ (x = 0.5) ได้ศึกษาอิทธิพลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน (Na_2CO_3และ K_2CO_3) ในปริมาณ 0, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยชั่งน้ำหนักสารตั้งต้นตามที่คำนวณได้ตามสมการเคมีที่ 2.3 จากนั้นเพิ่มปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 อย่างละ 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล และแปรค่าอุณหภูมิแคลไซน์ในช่วง 600 – 950 °C โดยใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกันกับกรณีของสารตัวอย่างที่ไม่มีการเติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ดังที่กล่าวมาแล้ว

จากนั้นนำสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว ไปตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิค XRD และตรวจสอบลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) ซึ่งรายละเอียดจะกล่าวในหัวข้อ 2.3



รูป 2.2 การบดผสมแบบเปียกด้วยเครื่อง ball-milling



รูป 2.3 แผนผังการเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 800 – 950 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

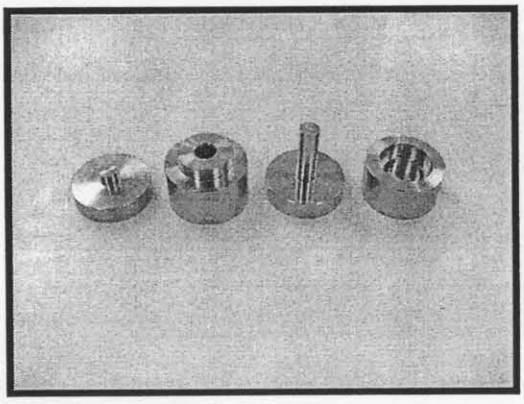
2.2.2 การเตรียมเซรามิก $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$

ในขั้นตอนนี้ทำการวิจัยโดยการนำผงสารตัวอย่าง ที่ค่า x ต่างๆ และ $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ คือ

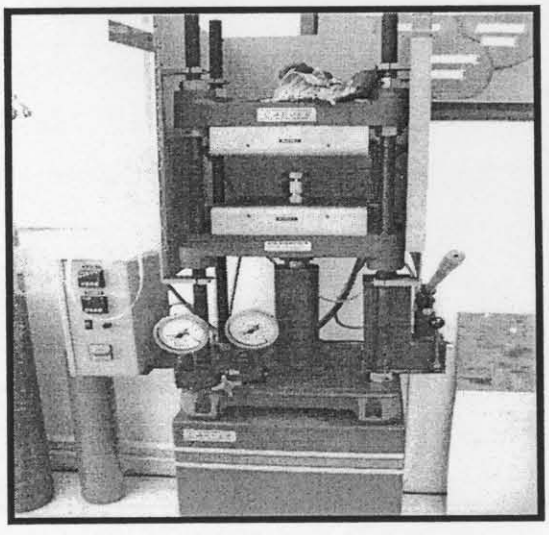
- สารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น ในปริมาณ 0, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยคำนวณเพิ่มเติมจาก สมการ 2.3
- $LiTaO_3$ ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.05, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน (1-y) $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3 - yLiTaO_3$ (y = 0.0, 0.02, 0.05, 0.06 และ 0.10)
- $BaTiO_3$ ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน (1-z) $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3 - zBaTiO_3$ (z = 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10)
- $LiTaO_3$ ปริมาณ 0.05 โมล และ $LiSbO_3$ ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน (0.95-n) $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3 - 0.05LiTaO_3 - n\ LiSbO_3$ (n = 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10)

โดยการเตรียมเซรามิกจะเริ่มจากการเตรียมผง $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ ตามวิธีการที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 2.2.1 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ยกเว้น $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินปริมาณ 0.05 โมล และสารตัวอย่างที่เจือด้วย $LiTaO_3$ ปริมาณ 0.05 โมล และ $LiSbO_3$ ในปริมาณ 0.0-0.10 โมล จะเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) จากนั้นนำสาร $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปบดให้ละเอียดด้วยครก และชั่งน้ำหนัก $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ และสารเจือชนิดต่างๆ ตามที่คำนวณได้จากสูตรที่กล่าวไว้ด้านบน นำไปบดผสมแบบเปียกด้วยวิธีเดียวกับการเตรียมผงเป็นเวลา 24 ชั่วโมงในเอธานอล ทำให้แห้งและบดให้ละเอียด ผสมด้วย PVA ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเป็นสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยให้อัดชิ้นงานได้ง่ายขึ้น จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกที่ความดัน 2 ตัน เป็นเวลานาน 3 นาที (รูป 2.4-2.5) เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) นำชิ้นงานไปวางเรียงในถ้วยอะลูมินาแล้วใช้ผงอะลูมินาวางด้านล่างและกลบด้านบนของชิ้นงาน ดังแสดงในรูป 2.6 (สำหรับสารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น และ $(1-y)(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3 - yLiTaO_3$ โดยในช่วงแรกใช้การเผาซินเตอร์แบบวางสารตัวอย่างบนผงอะลูมินา ปรากฏว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นสารตัวอย่างเกิดการโก่งงอเนื่องจากการระเหยการเป็นไอที่ผิวทั้งสองได้ไม่เท่ากัน จึงแก้ไขโดยการเผาแบบกลบสารตัวอย่างด้วยผงอะลูมินา) แล้วนำไปวางในเตาเผาสารและเผาซิน-เตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง 1000 – 1200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที ดังแสดงในรูป 2.7 – 2.8 ซึ่งในช่วงแรกเผาแช่ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อไล่ PVA ที่เติมลงไป เมื่อจบโปรแกรมที่ตั้งไว้จะได้สารเซรามิก

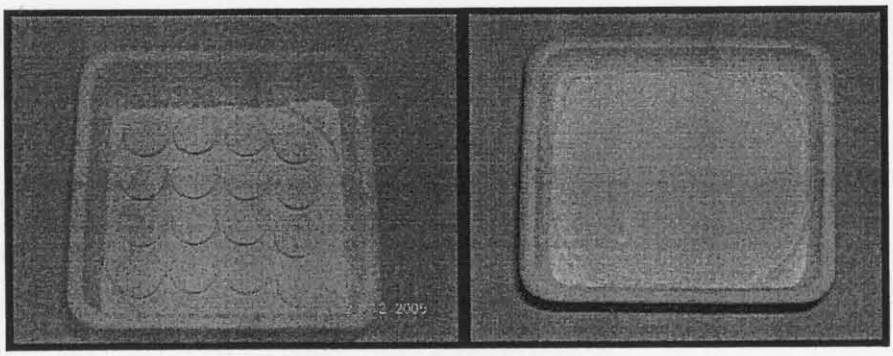
$(Na_{1-x}K_x)NbO_3$และ $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ จากนั้นนำเซรามิกที่ได้ส่วนหนึ่งตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM และส่วนที่เหลือนำมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 800 และ 1200 เพื่อให้ผิวหน้าเรียบได้ระนาบและเหลือความหนาประมาณ 1 mm จากนั้นนำไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ เช่น ปริมาณน้ำหนักที่สูญหายไปหลังเผา การหดตัว (shrinkage) และความหนาแน่น (density) สำหรับสมบัติทางไฟฟ้า ชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านขัดแล้วจะถูกทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) ด้วยการทาด้วยกาวเงิน ที่ผิวทั้งสองด้านของเซรามิก แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลานาน 10 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที



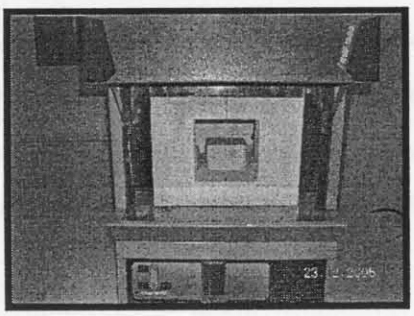
รูป 2.4 แม่พิมพ์โลหะที่ใช้อัดชิ้นงาน



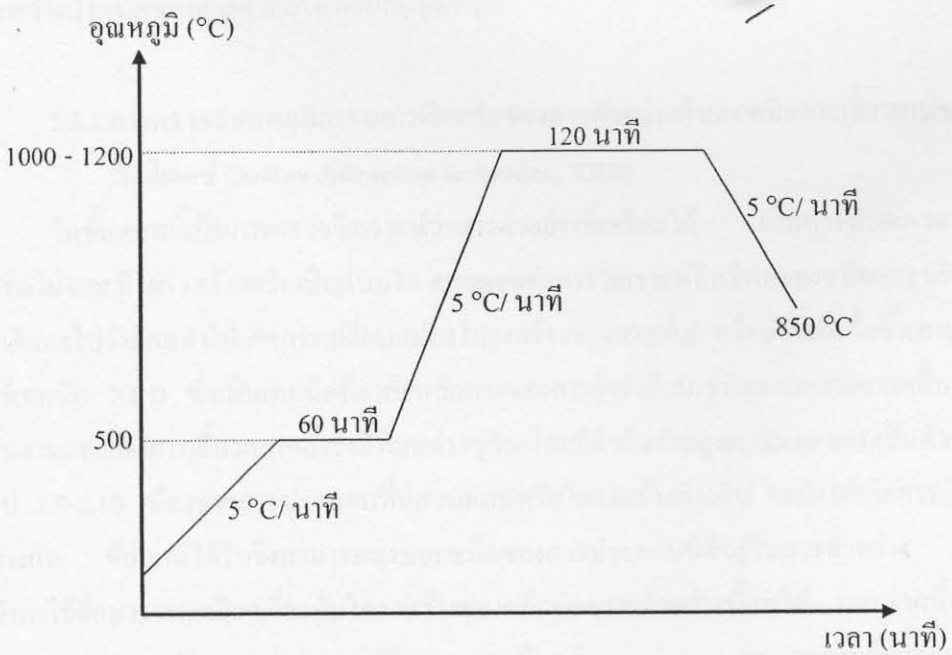
รูป 2.5 เครื่องอัดไฮโดรลิกสำหรับอัดชิ้นงานในแม่พิมพ์



รูป 2.6 การนำชิ้นงานไปวางเรียงในถ้วยอะลูมินาแล้วใช้ผงอะลูมินาวางด้านล่างและกลบด้านบนของชิ้นงาน



รูป 2.7 การวางถ้วยอะลูมินาในเตาเผาไฟฟ้าเพื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูป 2.8 แผนผังการเผาซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมิ 1,000 – 1,200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

2.3 การตรวจสอบสารตัวอย่าง

2.3.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมด้วยเทคนิค Thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมก่อนแคลไซน์ที่ x มีค่า 0.4 และ 0.5 โดยใช้เทคนิค TG-DTA โดยมีรายละเอียดของขั้นตอนการตรวจสอบดังนี้

1. นำผงสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมมาแล้วกับผงอะลูมินาซึ่งใช้เป็นสารเปรียบเทียบ ในปริมาณอย่างละ 25 มิลลิกรัม มาใส่ลงในถ้วยอะลูมินาขนาดเล็กอย่างละถ้วย

2. ทำการเพิ่มอุณหภูมิของระบบด้วยอัตรา 10 °C/นาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 1200 °C พร้อมกับทำการตรวจสอบความแตกต่างของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นหรือลดลงของสารตัวอย่าง เทียบกับสารอ้างอิงที่อาจเกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่าง ซึ่งถ้าเกิดปฏิกิริยาแบบดูดหรือคายความร้อนขึ้นในขณะที่ทำการเพิ่มอุณหภูมิ จะทำให้มีศักย์ไฟฟ้าเกิดขึ้นที่ปลายของเทอร์โมคัพเปิล เครื่อง DTA จะแสดงผลดังกล่าวออกมาในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแตกต่างของอุณหภูมิสารกับอะลูมินาเทียบกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา ซึ่งสามารถนำไปเลือกช่วงอุณหภูมิสำหรับเผาแคลไซน์ได้

3. สำหรับเทคนิค TGA จะอาศัยหลักการตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของสารตัวอย่างเทียบกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ โดยแสดงผลออกมาในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของสารตัวอย่างเทียบกับอุณหภูมิ

2.3.2 การตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray diffraction technique, XRD)

ในขั้นตอนนี้เป็นการตรวจวิเคราะห์ว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เป็นสารตัวอย่างตามที่ต้องการหรือไม่ และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด ตลอดจนทำการวิเคราะห์อิทธิพลของชนิดและปริมาณสารเจือที่เติมลงไปว่ามีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารเดิม หรือเกิดเฟสอื่นขึ้นมาหรือไม่ โดยใช้เทคนิค XRD ซึ่งเป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่น ไปกระทบชิ้นงานและเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีตัวรับสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับข้อมูล ดังรูป 2.9-2.10 เนื่องจากสารประกอบที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้างต่างกัน จะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆของปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึกและความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่างได้อีกด้วย โดยมีวิธีการดังนี้

1. นำผงสารตัวอย่าง หรือเซรามิกที่ผ่านการขัดผิวหน้าแล้ว บรรจุลงในแผ่นสำหรับใส่ตัวอย่าง (sample holder) โดยให้ผิวของสารตัวอย่างอยู่ในระนาบเดียวกันกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง

2. นำสารตัวอย่างไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD โดยใช้ความต่างศักย์ 30 kV และกระแสไฟฟ้า 20 mA แล้วทำการบันทึกมุม 2θ ออกมาในรูปของพีกการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์กับมุม 2θ

3. นำมุม 2θ ที่ได้มาคำนวณหาค่า *d*-spacing จากกฎของแบรกก์ ตามสมการที่ 2.6

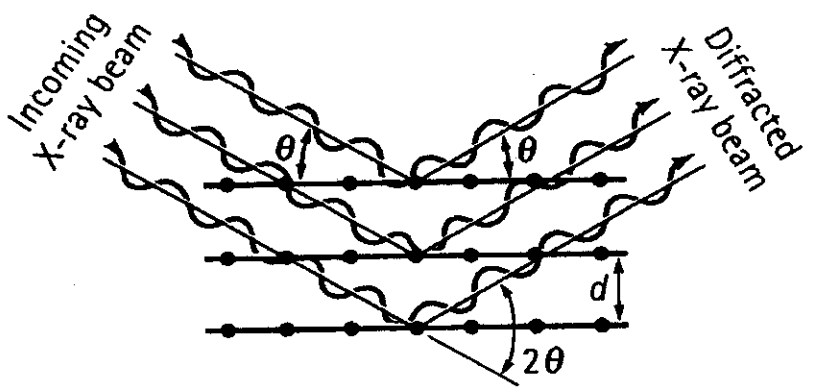
$$2d\sin\theta = n\lambda \qquad (2.6)$$

โดยที่ d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (*d*-spacing)

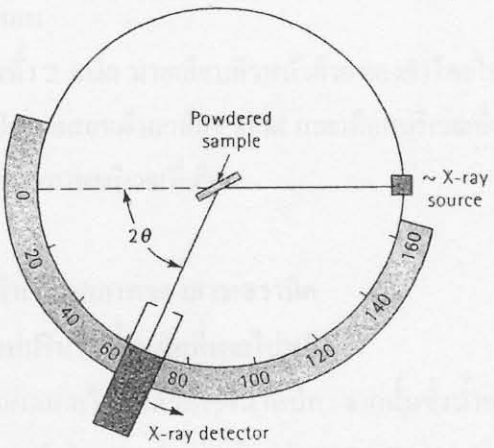
λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (~ 1.5406 Å สำหรับเป้าทองแดง)

θ คือ มุมของแบรกก์

4. นำค่า *d*-spacing หรือค่ามุม 2θ และค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้ไปเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS ซึ่งเป็นฐานข้อมูลมาตรฐานเกี่ยวกับข้อมูล XRD ของสารประกอบต่างๆ เพื่อตรวจสอบการเกิดเฟสของสารตัวอย่าง



รูป 2.9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ [35]



รูป 2.10 มุม 2θ ที่ได้จากการตรวจสอบสารตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD [35]

2.3.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

สำหรับลักษณะรูปร่าง ขนาด การกระจายตัวของอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ ถูกตรวจสอบโดยเทคนิค SEM ซึ่งหลักการของ SEM โดยย่อ คือ ภายในคอลัมน์ (column) ของเครื่องจะมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ซึ่งทำหน้าที่ปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกมา (primary electron) เราจะควบคุมจำนวนอิเล็กตรอนนั้นด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง ๆ (high voltage) และใช้เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic lens) โฟกัสให้อิเล็กตรอนนั้นตกกระทบชิ้นงาน และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบชิ้นงานจะเกิดอันตรกริยา (interaction) ได้สัญญาณแบบต่าง ๆ เช่น สัญญาณจากอิเล็กตรอนในชิ้นงานที่หลุดออกมา (secondary electron) อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ (backscattered electron) หรือ X-ray สัญญาณแต่ละชนิดจะถูกจับโดย detector และแปลผลเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า และแปลเป็นภาพในที่สุด ซึ่งขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างมีดังนี้

1. สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นผง นำมาผสมกับเอธานอลแล้วนำไปอัลตร้าโซนิกส์เป็นเวลานานประมาณ 30 นาที เพื่อให้อนุภาคผงมีการกระจายตัวดีขึ้น จากนั้นนำมาหยดลงบนผิวของแท่งทองเหลือง (stub) ทิ้งไว้ในแห้ง

2. สำหรับชิ้นงานเซรามิกนำมาหักให้เป็นชิ้นเล็กๆ และเลือกตัวแทนมา 2 ชิ้น ต่อ 1 ตัวอย่าง โดยใช้ดูพื้นผิวหน้า (as-sintered surface) 1 ชิ้น และดูรอยหัก (fractured surface) 1 ชิ้น จากนั้นนำมาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตร้าโซนิกส์เป็นเวลานานประมาณ 30 นาที เช่นเดียวกัน เพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวสารตัวอย่าง และอบไว้ในตู้อบไฟฟ้าเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อทำ

ให้เซรามิกแห้ง จากนั้นนำไปติดบนแท่งทองเหลืองด้วยเทปกาวสองหน้าหรือเทปกาวคาร์บอนให้อยู่ในลักษณะที่เหมาะสมแก่การตรวจสอบ

3. นำสารตัวอย่างทั้ง 2 ชนิด มาเคลือบผิวหน้าด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 2 นาที จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบด้วยกล้อง SEM และเลือกบริเวณที่สามารถเป็นตัวแทนของชิ้นงานได้ทั้งชิ้น พร้อมกับทำการถ่ายภาพบริเวณที่เลือก

2.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิก

2.3.4.1 การตรวจสอบปริมาณน้ำหนักที่หายไปหลังเผา

นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมาชั่งน้ำหนัก จากนั้นชั่งน้ำหนักอีกครั้งหลังการเผาที่อุณหภูมิ 1150 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ยกเว้นสารตัวอย่าง $(Na_{0.8}K_{0.2})NbO_3$ เผาที่อุณหภูมิ 1075 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ซึ่งผลต่างของน้ำหนักก่อนและหลังเผา ก็คือ ปริมาณน้ำหนักที่หายไปหลังเผานั่นเอง

2.3.4.2 การหาค่าการหดตัวเชิงเส้นหลังเผา

นำชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกมาวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงาน จากนั้นวัดเส้นผ่านศูนย์กลางอีกครั้งหลังการเผาซินเตอร์ ซึ่งค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage, S_L) ของสารตัวอย่าง เมื่อคิดเป็นเปอร์เซนต์ สามารถคำนวณได้จากสมการ 2.7

$$S_L = 1-\frac{D}{D_B}x100 \qquad (2.7)$$

เมื่อ D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกหลังเผา

D_B คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนเผา

2.3.4.3 การหาค่าความหนาแน่น

ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้หาได้โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของ Archimedes โดยนำเซรามิกที่ผ่านขัดผิวหน้าแล้วมาต้มในน้ำกลั่นที่เดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง แช่ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งในน้ำ (W_1) และชั่งขณะเปียก (W_2) แล้วนำไปอบในตู้อบสารเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักแห้งในอากาศ (W_3) ดังแสดงในรูป 2.11 แล้วคำนวณหาความหนาแน่นของเซรามิกดังสมการ 2.8

$$\rho = \frac{W_3}{W_2 - W_1} \quad (2.8)$$

เมื่อ ρ คือ ความหนาแน่นของเซรามิก

W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก

W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศหลังอบแห้ง

รูป 2.11 ชุดที่ใช้สำหรับหาค่าความหนาแน่น

2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ก่อนที่จะนำเซรามิกมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้านั้น ชิ้นงานจะต้องผ่านการทำอิเล็กโทรด ด้วยการทาด้วยกาวเงินที่ผิวทั้งสองด้าน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลานาน 10 นาที เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าที่ผิวของเซรามิก จากนั้นจึงนำเซรามิกไปศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกและสมบัติพิโซอิเล็กตริก ดังนี้

2.3.5.1 สมบัติไดอิเล็กตริก

นำชิ้นงานหลังจากทากาวเงิน มาวัดค่าความจุไฟฟ้า นำมาคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ε_r) และค่าการสูญเสียทางไฟฟ้าในรูปของความร้อน (tan δ) ด้วยเครื่อง LCR meter โดยวางสารตัวอย่างระหว่างโพรบ ปรับค่าความต่างศักย์ให้คงที่ 1000 mA และกดปุ่ม DC bias อ่านค่า Cp และ D ที่ความถี่ต่างๆ คือ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz และ 10 kHz ก่อนการวัดค่าทุกครั้งต้องตั้งค่าต้องผ่านการทำ "open correction" และ "short correction" เพื่อรีเซ็ทค่าใหม่ ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.9

$$\varepsilon_r = \frac{c_p d}{\varepsilon_o A} \qquad (2.9)$$

เมื่อ ε_r = ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

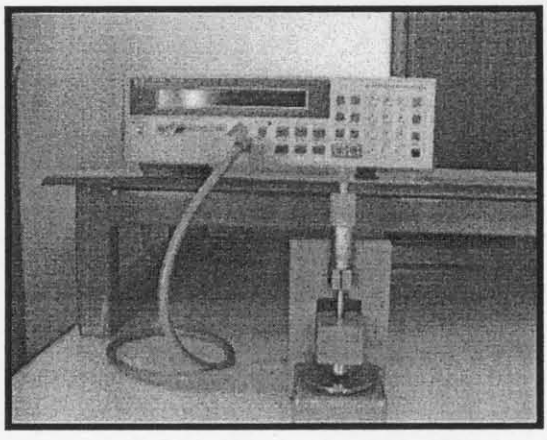
C_p = ค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า (F)

d = ความหนาของชิ้นงาน (m)

ε_o = ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของอากาศ = 8.85×10^{-12} (F/ m)

A = พื้นที่หน้าตัดของบริเวณที่ทำขั้วไฟฟ้า (m^2)

โดยค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ε_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, tanδ) ที่ได้ มีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้นในทุกสารตัวอย่าง ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงขอนำเสนอค่าที่ได้จากการวัดที่ความถี่ 1 kHz เท่านั้น



รูป 2.12 เครื่อง LCZ ที่ใช้สำหรับวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ε_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, tan δ)

ฝ่ายหอสมุด
คุณหญิงหลง อรรถกระวีสุนทร

2.3.5.2 สมบัติพิโซอิเล็กตริก

ในการที่จะศึกษาสมบัติพิโซอิเล็กตริกของชิ้นงานเซรามิกนั้น สารเซรามิกจะต้องผ่านการทำขั้ว (poling) โดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงขนาด 3 kV/mm แก่สารตัวอย่างที่แช่อยู่ในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 15 นาที เพื่อให้ไดโพลโมเมนต์ที่อยู่ภายในเนื้อสารจัดเรียงตัวไปตามทิศของสนามไฟฟ้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการโพลลิงแล้วไปวัดค่าสัมประสิทธิ์ พิโซอิเล็กตริก (Piezoelectric Coefficient, d_{ij} [C/N]) ซึ่งในที่นี้วัดค่า d_{33} ด้วยเครื่อง piezo d_{33} meter โดยการให้แรงกดและวัดค่าความต่างศักย์ที่ได้จากเซรามิกในทิศเดียวกับทิศของแรงที่ให้