Central Library
Prince of Songkla University

บทที่ 3

วิธีวิจัย

วิธีวิจัยประกอบด้วย

1) เตรียมสารตัวอย่างแบเรียมไทเทเนทเนตจากสารแบเรียมคาร์บอเนตและไทเทเนียมออกไซด์ แล้วนำไปเผาอบผนึกที่อุณหภูมิ 1,100 1,200 1,250 1,300 1,350 และ 1,400 องศาเซลเซียสซึ่งจะได้แบเรียมไทเทเนทตามสมการ

$$BaCO_3 + TiO_2 \longrightarrow BaTiO_3 + CO_2$$

2) นำสารตัวอย่างที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X – Ray Diffractometer : XRD)
3) นำสารตัวอย่างที่ได้ไปตรวจสอบขนาดของเกรนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด (Scanning Electron Microscope : SEM)
4) ทดสอบความแข็งแรงของสารด้วยเครื่อง Universal Testing Machine
5) วัดค่าความจุไฟฟ้า ความต้านทาน และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR
6) ต้มสารในน้ำกลั่นเป็นเวลา 6 ชั่วโมงเพื่อหาค่าความหนาแน่นและความพรุน

วิเคราะห์ค่าต่างๆที่ได้จากการวัด โดยใช้อุปกรณ์และระเบียบวิธีวิจัยดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 แบเรียมไทเทเนทความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka
3.1.2 ไทเทเนียมออกไซด์ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka
3.1.3 แบเรียมคาร์บอเนต ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka
3.1.4 โพลีไวนีลแอลกอฮอล์ (PVA)
3.1.5 อะซีโตน
3.1.6 กาวเงิน
3.1.7 ผงอะลูมินา
3.1.8 น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด มีความละเอียด 0.0001 กรัม

3.2.2 โคร่งบดสาร

3.2.3 แม่พิมพ์ที่ใช้ในการอัดสารขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร

3.2.4 เครื่อง LCR ยี่ห้อ Hewlett Packard รุ่น 4263 B

3.2.5 เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก สามารถอัดด้วยแรงดันสูงสุด 25 ตัน

3.2.6 เตาเผาไฟฟ้ายี่ห้อ Carboliteรุ่น 902 P อุณหภูมิเผาสูงสุด 1,500 องศาเซลเซียส

3.2.7 ตู้อบไฟฟ้าอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

3.2.8 ไมโครมิเตอร์ ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร

3.2.9 เวอร์เนียร์ ความละเอียด 0.05 มิลลิเมตร

3.2.10 กระดาษทรายน้ำเบอร์ 500 และ 1000

3.2.11 ปีกเกอร์และช้อนตักสารขนาดต่างๆ

3.2.12 กล้องจุลทรรศน์ลำอิเล็กตรอนแบบกวาด กำลังขยาย 18 – 300,000 เท่า ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM 5800 LV

3.2.13 เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

3.2.14 เครื่องขัดสาร

3.2.15 เครื่อง Universal Testing Machine ยี่ห้อ Lloyd รุ่น MX 100

3.2.16 เครื่องชั่งสารในน้ำ (electro balance) รุ่น 7550 ผลิตโดยบริษัท Cahn ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.17 เทอร์โมมิเตอร์

3.2.18 น้ำกลั่น

3.2.19 เตาอบสาร อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

3.2.20 ถ้วยเผาสารแบบมีฝาปิด

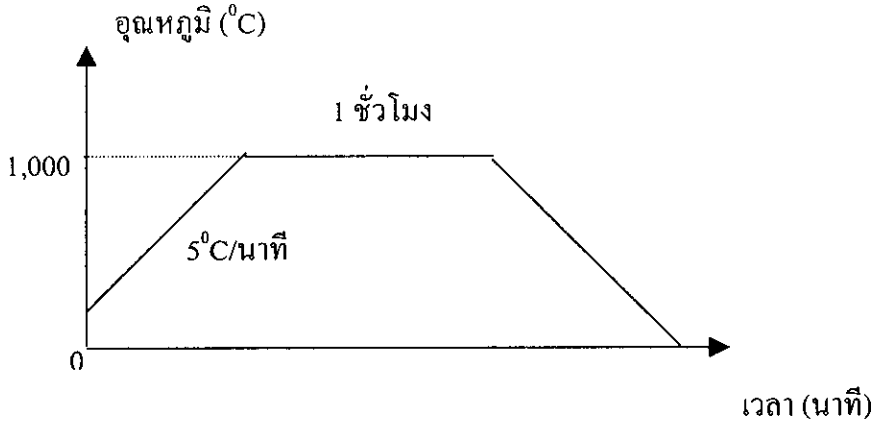
3.3 การเตรียมสารตัวอย่าง

3.3.1 เตรียมแบเรียมไทเทเนท

แบเรียมไทเทเนทเตรียมจากการผสมแบเรียมคาร์บอเนตกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยโมลแล้วบดด้วยเครื่องบดสารเป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยขณะบดใส่อะซิโตนลงไปเพื่อเป็นตัวช่วยในการกระจายผงของสารตัวอย่าง แล้วนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยให้อัตราการเพิ่มจาก

อุณหภูมิห้องเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วปล่อยให้เย็นลงโดยอัตราการลดของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึงอุณหภูมิห้อง (ดูภาพประกอบ 12)

ภาพประกอบ 12 แสดงอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิขณะเผาแคลไซน์

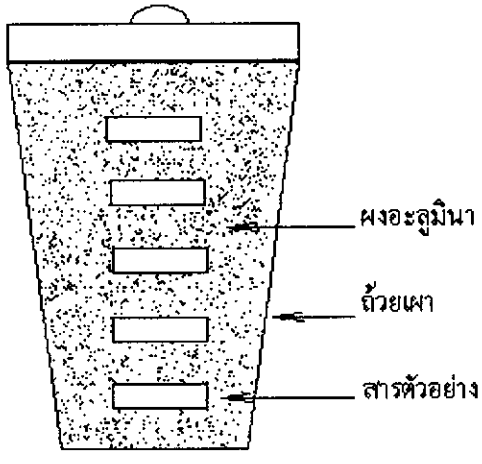


3.3.2 นำสารจากการเผาแคลไซน์มาบดด้วยครกบดโดยขณะทำการบดใส่ PVA ลงไป 1 หยดต่อสาร 1 กรัม (PVA เข้มข้น 2 %)

3.3.3 ขึ้นรูปเม็ดสารโดยใช้แม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร จำนวน 8 ตัวอย่าง

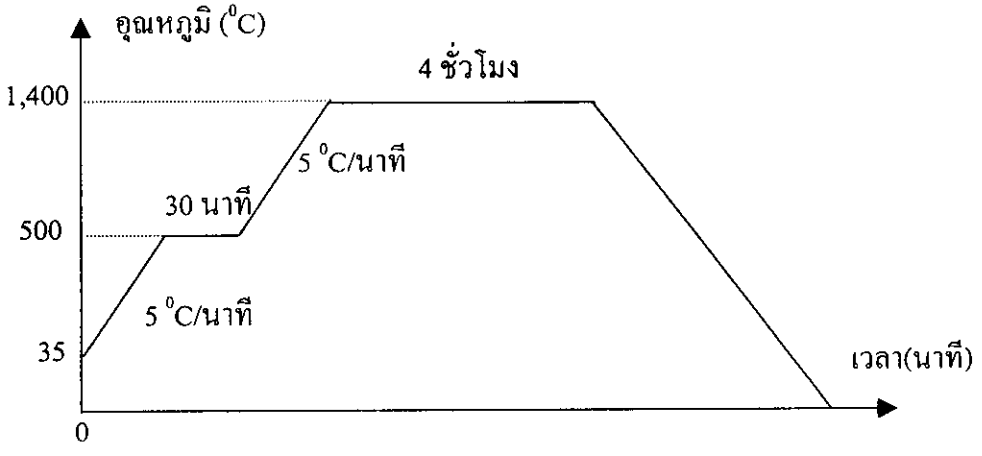
3.3.4 นำสารตัวอย่างไปจัดเรียงในถ้วยเผาโดยกลบสารตัวอย่างด้วยผงอะลูมินา เพื่อป้องกันเม็ดสารตัวอย่างเยิ้มติดกัน (ดูภาพประกอบ 13)

ภาพประกอบ 13 แสดงการจัดวางสารตัวอย่างในถ้วยเผาและกลบด้วยผงอะลูมินา



3.3.5 นำเม็ดสารไปเผาอบผนึก ที่อุณหภูมิ 1,100 1,200 1,250 1,300 1,350 และ 1,400 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยให้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีเท่ากันหมด และเผาค้างไว้ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาทีเพื่อไล่ PVA หลังจากนั้นเผาค้างไว้ที่อุณหภูมิปลายเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้อุณหภูมิลดลงด้วยอัตราการลดเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ดูภาพประกอบ 14)

ภาพประกอบ 14 แสดงอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิขณะเผาอบผนึก



3.3.6 ขัดสารตัวอย่างด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1000 แล้วนำไปอบแห้งพร้อมกับวัดเส้นผ่าศูนย์กลางและความหนา

3.3.7 ทากาวเงินที่ด้านทั้งสองของสารตัวอย่าง

3.3.8 นำสารที่ทากาวเงินแล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเพื่อให้เนื้อกาวแนบกับเนื้อสาร

3.4 การคำนวณ

3.4.1 หาค่าการหดตัวเชิงเส้นของสารตัวอย่างจากสมการ

$$s_l = \left[1 - \frac{D}{D_b}\right] \times 100\% \qquad 3.1$$

เมื่อ S_l คือ ค่าการหดตัวเชิงเส้น

D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางหลังการเผา

D_b คือ เส้นผ่าศูนย์กลางก่อนการเผา

3.4.2 หาค่าการหดตัวเชิงปริมาตรของสารตัวอย่างจากสมการ

$$S_v = \left[1 - \frac{V}{V_b}\right] \times 100\,\% \qquad 3.2$$

เมื่อ S_v คือ ค่าการหดตัวเชิงปริมาตร

V คือ ปริมาตรหลังการเผา

V_b คือ ปริมาตรก่อนการเผา

โดยปริมาตรของสารคำนวณจากสมการ

$$V = \pi r^2 h \qquad 3.3$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรของสาร

r คือ รัศมีของสาร

h คือ ความหนาของสาร

3.4.3 คำนวณค่าความหนาแน่นของสารตัวอย่างจากสมการ

$$\sigma = \left(\frac{W_3}{W_2 - W_1}\right)\sigma_{st} \qquad 3.4$$

เมื่อ σ คือ ความหนาแน่นของสาร

W_3 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างหลังอบแห้ง

W_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างขณะอมน้ำชั่งในอากาศ

W_1 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างขณะอมน้ำชั่งในน้ำ

σ_{st} คือ ความหนาแน่นของน้ำกลั่นที่อุณหภูมิทดลอง

3.4.4 คำนวณค่าการดูดซึมน้ำของสารตัวอย่างจากสมการ

$$A_b = \left(\frac{W_2 - W_3}{W_2} \right) x100 \qquad 3.5$$

3.4.5 คำนวณค่าความพรุนของสารตัวอย่างจากสมการ

$$P_r = \left(\frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \right) x100 \qquad 3.6$$

3.4.6 คำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของสารตัวอย่างจากสมการ

$$\varepsilon_r = \frac{C \times d}{\varepsilon_0 \times A} \qquad 3.7$$

เมื่อ ε_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

C คือ ค่าความจุไฟฟ้า

d คือ ความหนาของสาร

ε_0 คือ สภาพยอมสัมพัทธ์ของสูญญากาศ มีค่าเท่ากับ 8.854×10^{-12} coul^2/newton-m^2

3.4.7 คำนวณค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่างจากสมการ

$$\rho = \frac{R \times A}{d} \qquad 3.8$$

เมื่อ ρ คือ สภาพต้านทานไฟฟ้า

R คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้า

A คือ พื้นที่ผิวสัมผัสของสาร

d คือ ความหนาของสาร

3.4.8 หาขนาดของเกรนด้วยวิธีลากเส้นตัด

3.4.9 เปรียบเทียบค่า d – spacing ของสารตัวอย่าง กับค่า มาตรฐาน

3.4.10 คำนวณค่าความเป็นเตตระโกนอล โดยเปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่างแกน c กับ a (c/a) จากสมการที่ 3.9 และ 3.10

$$a = \frac{\lambda}{2}\sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{\sin^2\theta}} \qquad 3.9$$

เมื่อ a คือ ความยาวแกน a

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ เท่ากับ 1.05405 A

h k l คือ ดัชนีมิลเลอร์ของโครงผลึก

θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์บนผิวของสาร

และค่า c คำนวณจากสมการ

$$c = \sqrt{\frac{a^2 d^2}{d^2 - a^2}} \qquad 3.10$$

เมื่อ c คือ ค่าความยาวแกน c

a คือ ค่าความยาวแกน a

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

3.4.11 คำนวณค่าความแข็งแรงจากสมการ

$$T = \frac{2P}{\pi DL} \qquad 3.11$$

เมื่อ T คือ แรงดึงผ่านศูนย์กลาง

P คือ แรงดึงสูงสุด

D คือ ความยาวเส้นผ่าศูนย์กลาง

L คือ ความหนาของสาร