บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดที่เกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์และกระบวนการการประดิษฐ์เซรามิกเฟร์โรอิเล็กทริกไร้ตะกั่วในระบบบิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนตสตรอนเชียมไอรอนแทนทาเลตเพื่อนำไปตรวจสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้า ทางกายภาพและเชิงกล โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองได้แก่

1. ผงบิสมัทออกไซด์ (bismuth oxide; Bi_2O_3)
2. ผงโซเดียมคาร์บอเนต (sodium carbonate; Na_2CO_3)
3. ผงโพแทสเซียมคาร์บอเนต (potassium carbonate; K_2CO_3)
4. ผงไทเทเนียมออกไซด์ (titanium oxide; TiO_2)
5. ผงสตรอนเชียมคาร์บอเนต (Strontium carbonate; $SrCO_3$)
6. ผงไอรอนออกไซด์ (Iron oxide; Fe_2O_3)
7. ผงแทนทาเลทออกไซด์ (Tantalate oxide; Ta_2O_3)
8. เอทานอล (ethanol)
9. น้ำกลั่น (distilled water)
10. อะซิโตน (acetone)
11. กาวเงิน (silver paint)
12. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA)

3.2 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีดังต่อไปนี้

1. เม็ดบดเซอร์โคเนียร์ทรงกลม
2. แท่งแม่เหล็ก สำหรับหมุนผสมสาร
3. บีกเกอร์ขนาด 100,500 และ 1,000 มิลลิลิตร
4. กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด สำหรับทำการบดย่อยสาร
5. ช้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส

6. เทปกาวพลาสสีขาวและสีดำ
7. สก็อตไบต์และน้ำยาล้างจาน
8. ถุงซิปสำหรับใส่สาร
9. คีมคีบสาร
10. ตะแกรง สำหรับร่อนสาร
11. ครกหยกบดสารนาดเล็ก
12. ถ้วยอลูมินา พร้อมฝาปิด
13. ผงขัดอะลูมินา
14. ผ้าร่อน
15. สดึง สำหรับยึดผ้าร่อน
16. กระดาษฟอยล์
17. กระดาษทรายน้ำเบอร์ 800, 1,000 และ 1,200
18. ถุงมือ
19. เตาแผ่นความร้อน สำหรับระเหยแห้ง
20. แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
21. เวอร์เนียร์ดิจิตอล ความละเอียด 0.001 มิลลิเมตร
22. เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง 1,200 องศาเซลเซียส
23. ตู้อบสารอุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส
24. เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก
25. เครื่องบดผสม
26. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม
27. จานหมุนสำหรับขัดสาร
28. เครื่องวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกประเทศอังกฤษ
29. เครื่องมือวัดสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก

3.3 วิธีการสังเคราะห์เซรามิก

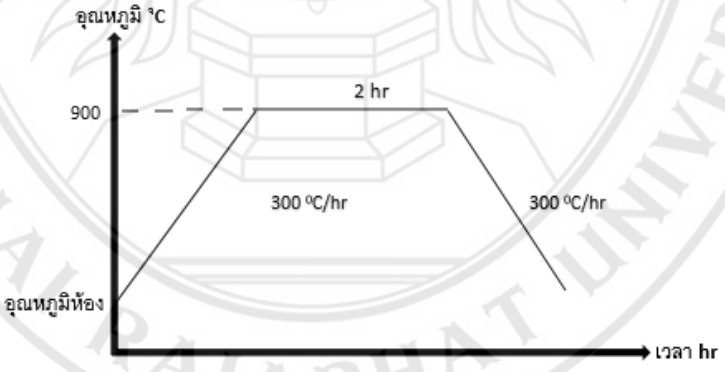
3.3.1 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนตกับสตรอนเชียมไอรอนแทนทาเลท

ทำการเตรียมผงเซรามิกในระบบ (1-x) BNKT–xSFT เริ่มจากการนำสารทั้งหมดมาชั่ง ได้แก่ Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , K_2CO_3 , TiO_2 , $SrCO_3$, Fe_2O_3 และ Ta_2O_3 โดยการคำนวณได้จากการดุลสมการเคมีตามอัตราส่วนเพื่อให้ได้สารผลิตภัณฑ์ตามต้องการที่มีสูตรทางเคมีเป็น

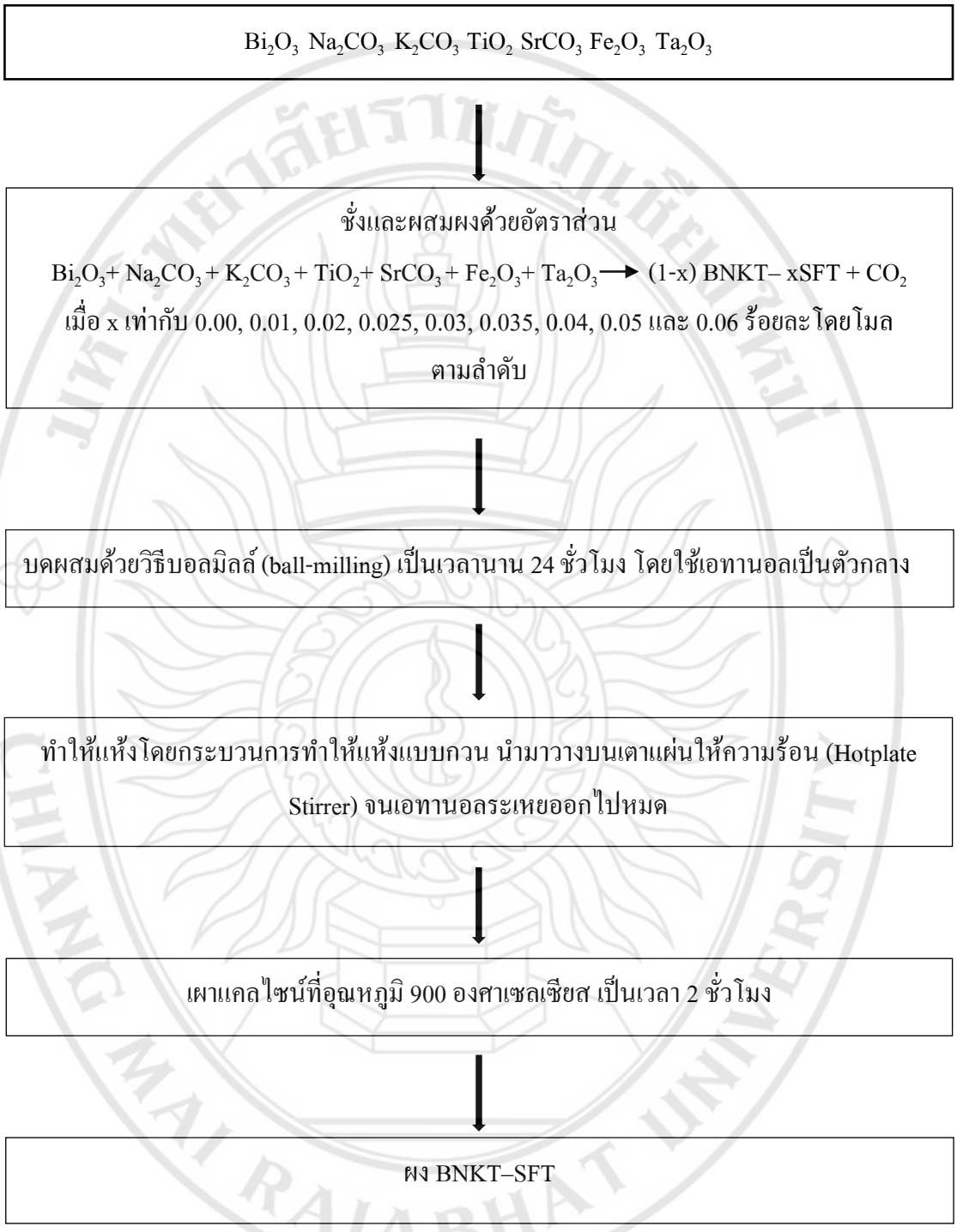
$$(1\text{-}x)[Bi_{0.5}(Na_{0.84}K_{0.16})TiO_3]\text{-}x[Sr(Fe_{0.5}Ta_{0.5})O_3]$$

หรือ (1-x)BNKT-xSFT เมื่อ x เท่ากับ 0.00, 0.01, 0.02, 0.025, 0.03, 0.035, 0.04, 0.05 และ 0.06 ร้อยละโดยโมล ตามลำดับ ซึ่งจะคำนวณออกมาได้ว่าสารแต่ละชนิดจะต้องใช้กี่กรัม โดยสารทั้งหมดจะชั่งรวมกันได้ 30 กรัม ด้วยเครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม เมื่อชั่งเสร็จจะนำสารทั้งหมดมาผสมให้เข้ากันในกระป๋องพลาสติกที่ใส่เม็ดลูกบดเซอร์โคเนีย (zirconia mill ball) และทำการบดผสมด้วยวิธีบอลมิลล์ (ball-milling) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางที่ช่วยให้สารคลุกเคล้ากันได้ดี จากนั้นทำการแยกเม็ดบดเซอร์โคเนียออกจากของเหลวใสในบีกเกอร์ แล้วนำมาทำให้แห้งโดยกระบวนการทำให้แห้งแบบกวน นำมาวางบนเตาแผ่นให้ความร้อน (Hotplate Stirrer) แล้วกวนสารด้วยแท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar) ทำให้เอทานอลระเหยออกไปจนหมด จนได้ผงที่แห้งแล้วนำมาบดละเอียดด้วยตะเกรงร่อนสารเพื่อให้มีลักษณะเป็นผง

นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังภาพที่ 3.1 จากนั้นนำผงที่ได้มาร่อนผ่านผ้าร่อน จะได้ผงละเอียดบิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนตกับสตรอนเชียมไอรอนแทนทาเลท เพื่อนำไปใช้ในขั้นตอนการเตรียมเซรามิคต่อไป โดยขั้นตอนการเตรียมผงสรุปเป็นแผนผังดังภาพที่ 3.2



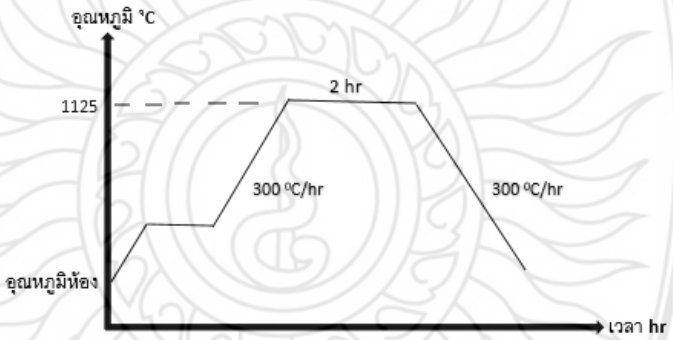
ภาพที่ 3.1 แผนผังการเผาแคลไซน์ของผงในระบบ (1-x)BNKT–xSFT



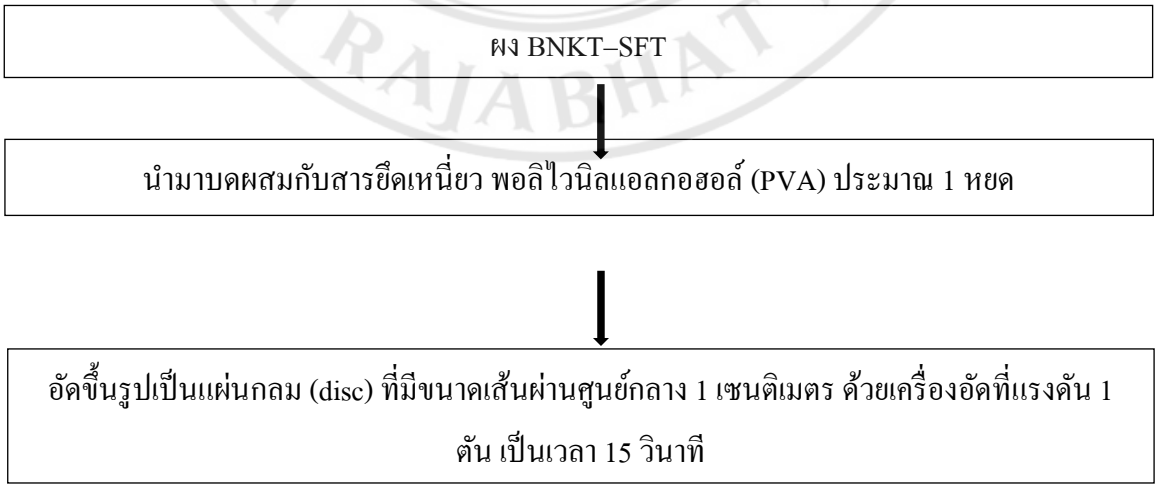
ภาพที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกในระบบ (1-x)BNKT–xSFT

3.3.2 การเตรียมเซรามิกบิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนตกับสตรอนเชียมไอรอนแทนทาเลต

การเตรียมเซรามิกในระบบ (1-x)BNKT–xSFT โดยที่ x เท่ากับ 0.00, 0.01, 0.02, 0.025, 0.03, 0.035, 0.04, 0.05 และ 0.06 ร้อยละโดยมวล ตามลำดับ เริ่มจากการนำผงสารที่เตรียมได้ไปชั่งน้ำหนักประมาณ 0.5 กรัม นำมาบดผสมกับสารยึดเหนี่ยว พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) เป็นตัวประสานในการขึ้นรูปชิ้นงาน ประมาณ 1 หยด ก่อนนำไปอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นกลม (disc) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร ด้วยเครื่องอัดที่แรงดัน 1 ตัน เป็นเวลา 15 วินาที จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการอัดเม็ดมาจัดเรียงในแผ่นอะลูมินากลบด้วยผงเดิมแล้วนำฝามาปิดเพื่อป้องกันสิ่งปนเปื้อนระหว่างการเผา หลังจากนั้นนำไปเผาซินเทอร์ (sintering) ด้วยเตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 1125 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังภาพที่ 3.3 แล้วจึงเอาเม็ดเซรามิกออกจากเตาเผา โดยขั้นตอนการเตรียมเซรามิกสรุปเป็นแผนผังดังภาพที่ 3.4



ภาพที่ 3.3 แผนผังการเผาซินเทอร์เซรามิกในระบบ (1-x)BNKT–xSFT



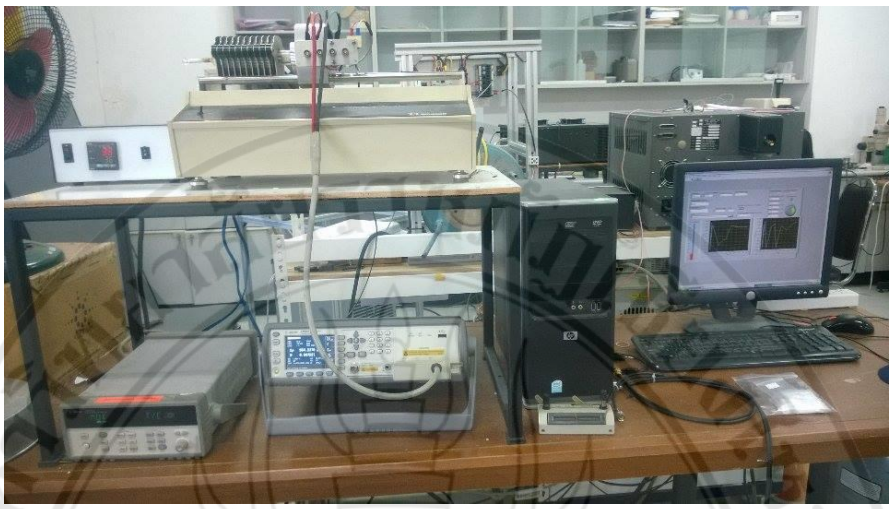
ภาพที่ 3.4 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเซรามิกในระบบ (1-x)BNKT–xSFT

3.4 วิธีการตรวจสอบสมบัติเซรามิก

3.4.1 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก

การตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (relative permittivity, ε_r) และการสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กทริก (dissipation factor, tan δ) ในการทดลองนี้ได้ทำการตรวจวัดที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิสูง สามารถหาได้โดยอาศัยเครื่องวัดไดอิเล็กทริก ซึ่งวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (tan δ) ในช่วงความถี่ 1,000 เฮิรตซ์ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1. นำชิ้นงานเซรามิกไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000, และ 1200 ตามลำดับ ให้มีขนาด 1 มิลลิเมตร*เพื่อให้ผิวของชิ้นงานเรียบและได้ระนาบ*
2. วัดค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางหลังขัดด้วยกระดาษทราย
3. นำชิ้นงานเซรามิกมิกไปทำขั้วไฟฟ้า โดยทากาวเงิน (silver paint) แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส นาน 15 *นาที*
4. นำชิ้นงานเซรามิกไปทำการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และ ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ด้วยเครื่องวัดในช่วงความถี่ 1,000 เฮิรตซ์ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ดังภาพที่ 3.5
5. บันทึกค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกตามช่วงความถี่ที่กำหนดแล้วนำค่าความจุไฟฟ้าไปคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก



ภาพที่ 3.5 เครื่องสำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก

3.4.2 การตรวจสอบสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก

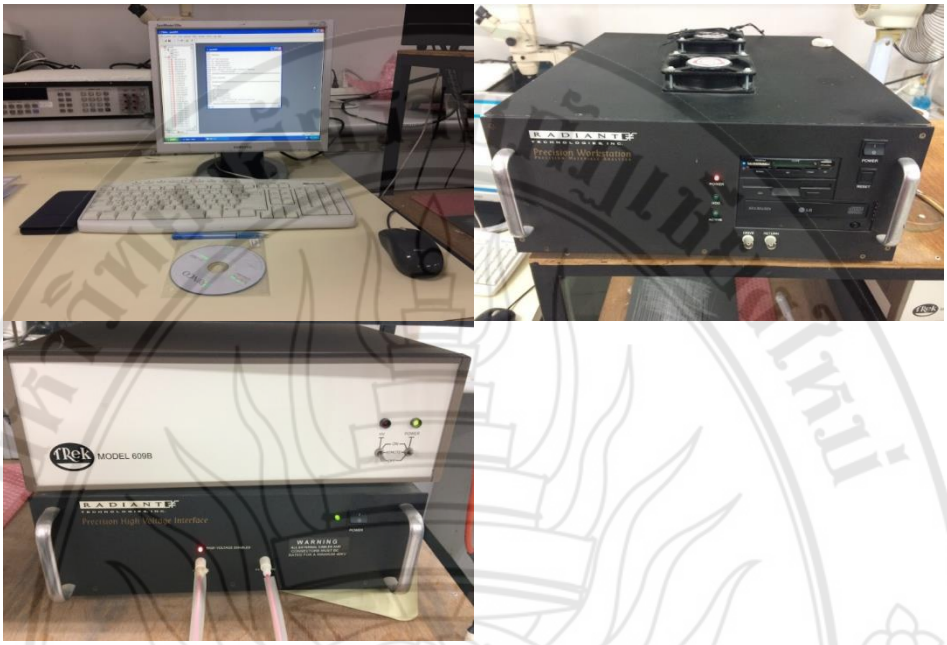
คุณสมบัติที่สำคัญที่สุดของวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริก คือการกลับทิศของสภาพการมีขั้ว โดยการใช้สนามไฟฟ้า และผลของการกลับทิศของโดเมนในวัสดุคือ การเกิดวงวนฮีสเทอรีซีส โดยการเกิดวงวนฮีสเทอรีซีสของเซรามิกสามารถทำได้โดยวัดด้วยเครื่องวัดสมบัติฮีสเทอรีซีส ดังภาพที่ 3.6 โดยมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้

1.นำชิ้นงานเซรามิกไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000, และ 1200 ตามลำดับ ให้มีขนาด 1 มิลลิเมตร*เพื่อให้ผิวของชิ้นงานเรียบและได้ระนาบ*

2.นำชิ้นงานเซรามิกไปทำขั้วไฟฟ้า โดยทากาวเงิน (silver paint) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส นาน 15 นาที เพื่อให้กาวเงินแห้ง

3.ใช้ตัวจับซึ่งอยู่ในน้ำมันซิลิโคนจับชิ้นงาน แล้วให้สนามไฟฟ้าแก่ชิ้นงานเซรามิก โดยใช้เครื่องวัดสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก ดังภาพที่ 3.6

4.นำค่าที่ได้มาเปรียบเทียบดูค่าสภาพคงเหลือโพลาไรเซชั่นและสนามไฟฟ้าลบล้าง



ภาพที่ 3.6 เครื่องตรวจสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก

3.4.3 การตรวจสอบเฟสและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ มาทำการตรวจสอบหาองค์ประกอบทางเคมีและชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งเทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) โดยเมื่อรังสีตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึกและมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบ จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบน และสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันออกไปตามลักษณะโครงสร้างผลึก ซึ่งการตรวจสอบจะเริ่มจากการนำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาบรรจุใส่แผ่นบรรจุสารตัวอย่าง จากนั้นใส่แผ่นสารที่บรรจุสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในเครื่อง X-ray diffractrometer แล้วจึงเดินเครื่องทดสอบ โดยใช้เป้า

ทองแดง (CuK∝) ที่ให้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นประมาณ 1.54439 อังสตรอม เริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่2θ เท่ากับ 10 องศา และมุมสุดท้าย 2θ เท่ากับ 80 องศา ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (Intensity) กับค่ามุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสและความบริสุทธิ์ของชิ้นงานตัวอย่างที่เกิดขึ้น

ภาพที่ 3.7 ชิ้นงานที่เตรียม XRD

ภาพที่ 3.8 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

3.4.4 การตรวจสอบความหนาแน่น

การทดลองนี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการการแทนที่ของอาร์คีมิดิส (Archimedes) ซึ่งทำการทดลองโดยการนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 5 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ทั้งนี้เพื่อเป็น

การกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของเม็ดเซรามิก หลังจากนั้นนำเซรามิกที่ผ่านการต้มมาชั่งน้ำหนักในอากาศ (W_2) แล้วจึงนำเซรามิกไปอบในตู้ที่มีอุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ให้แห้งก่อนที่จะนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้งหนึ่ง (W_1) แล้วจึงทำการคำนวณหาความหนาแน่นของชิ้นงาน เซรามิกจากสมการ 3.1

$$\rho_s = \left[\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right] \times \rho_{st} \qquad (3.1)$$

เมื่อ ρ_s คือ ความหนาแน่นของเซรามิก

ρ_{st} คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทดลอง มีหน่วยเป็น กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (g/cm^3)

W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกหลังจากอบแห้ง มีหน่วยเป็น กรัม (g)

W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ มีหน่วยเป็น กรัม (g)

W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ มีหน่วยเป็น กรัม (g)

3.4.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

งานวิจัยนี้จะใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ในการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบการอธิบายถึงโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก ที่มีขนาดเกรนและรูปร่างของเกรนที่แตกต่างกัน รวมทั้งใช้ประกอบการอธิบายสมบัติทางกายภาพของเซรามิกได้ โดยจะทำการตรวจสอบพื้นผิว ซึ่งมีขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างชิ้นงาน ดังนี้

1) นำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลทราโซนิก เพื่อกำจัดสิ่งแปลกปลอมออกไปจากผิวของชิ้นงาน เป็นเวลา 10 นาที
2) นำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออกจากชิ้นงาน
3) นำชิ้นงานไปติดเทปคาร์บอน และนำไปเคลือบผิวด้วยทองคำ (Au) โดยใช้เครื่องสปัตเตอริ่ง (sputtering)
4) นำชิ้นงานเซรามิกไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ทุกเงื่อนไขการประดิษฐ์