

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เลดออกไซด์ (PbO)
2. แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ความบริสุทธิ์ 99%
3. เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ 99%
4. ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99%
5. สารละลายเอทานอล (Ethanol absolute) ความบริสุทธิ์ 99%

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. เครื่องชั่งแบบละเอียด satorius AG GOTTINGEN type Fabr-Nr (ควบคุมการทำงานด้วยวงจรรีเลย์ทรานซิสเตอร์) ใช้ชั่งได้มวลมากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียดถึง 0.001 กรัม
2. ตู้อบสารยี่ห้อ memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิที่สูงสุดในการอบ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$
3. กระจกพลาสติกที่ให้ผสมสารทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิทโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 9 เซนติเมตร ความสูงประมาณ 19.5 เซนติเมตร
4. ลูกบดทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5 มิลลิเมตร จำนวน 450 เม็ด
5. เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบอล (Ball milling) มีลักษณะเป็นแกนเหล็กสองแกน วางตามแนวราบใช้มอเตอร์ประเภท single phase
6. แผ่นให้ความร้อน Hat plate
7. แท่งแม่เหล็ก Magnetic stirrer
8. ช้อนตักสาร
9. บีกเกอร์ขนาด 200, 500 และ 1000 ซีซี
10. กระดาษฟอยล์ (foil)
11. เต้าเผาสาร
12. เครื่องเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer)
13. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

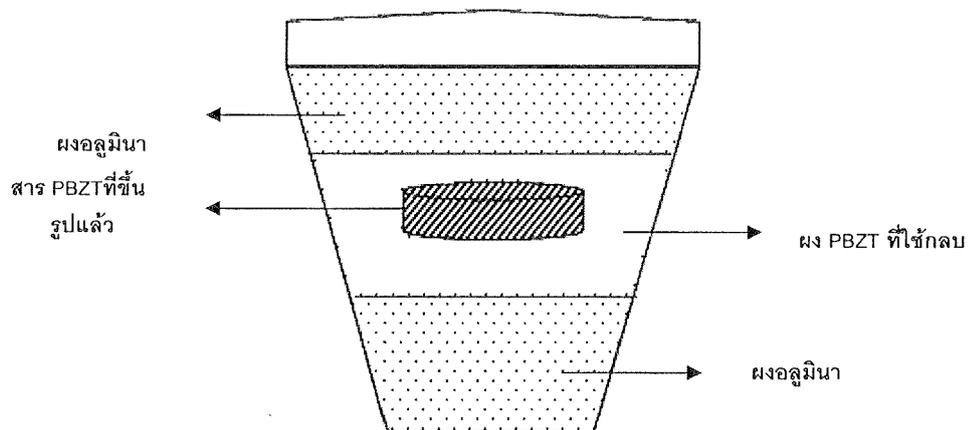
14. เครื่อง Difference Scanning Calorimeter

วิธีการทดลอง

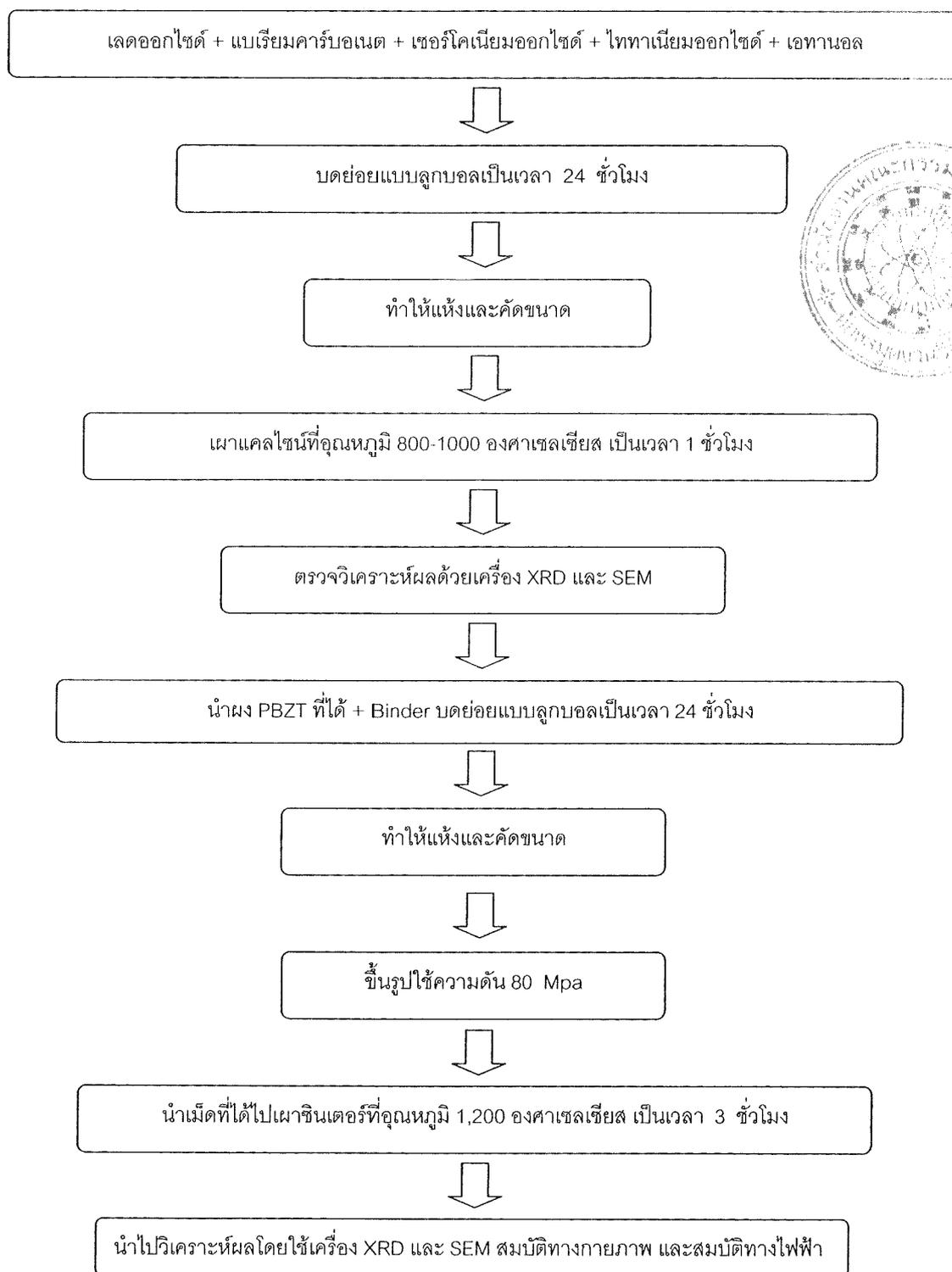
1. ชั่งสารตั้งต้นคือ เลดออกไซด์ แบเรียมคาร์บอเนต เซอร์โคเนียมออกไซด์ และไททาเนียมออกไซด์ โดยใช้วิธีการทางปริมาณสารสัมพันธ์
2. นำสารที่ชั่งได้มาผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5 มิลลิเมตร จำนวน 450 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งจะทำให้สารตั้งต้นเข้ากันได้ดี จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยและทำการบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางบนบีกเกอร์และมีแท่งแม่เหล็กอยู่ในบีกเกอร์เพื่อแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วนำสารที่ได้ไปตั้งไว้บนแผ่นให้ความร้อน (Hot plate) โดยให้ความร้อนประมาณ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง หรือจนกว่าสารจะแห้ง
4. นำสารที่แห้งแล้วมาบดโดยใช้ครกหยก (arget) จากนั้นนำผงผสมที่ได้ไปคัดขนาดเพื่อให้ได้อนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ
5. นำผงผสมที่คัดขนาดแล้วมาใส่ในถ้วยอลูมินา (alumina crucible) ปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 800-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยอัตราขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที
6. นำผงผลึกเลดแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เผาแคลไซน์แล้วไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
7. นำผงผลึกที่เผาแคลไซน์แล้วมาผสมกับ binder ในกระป๋องพลาสติกที่มีเม็ดเบ็ดเซอร์โคเนียมอยู่เพื่อทำการบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมงอีกครั้ง
8. เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางบนบีกเกอร์และมีแท่งแม่เหล็กอยู่ในบีกเกอร์เพื่อแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วนำสารที่ได้ไปตั้งไว้บนแผ่นให้ความร้อน (Hot plate) โดยให้ความร้อนประมาณ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง หรือจนกว่าสารจะแห้ง
9. นำสารที่แห้งแล้วมาบดโดยใช้ครกหยก (arget) จากนั้นนำผงผสมที่ได้ไปคัดขนาดเพื่อให้ได้อนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ
10. ทำการเตรียมเซรามิกเลดแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต โดยนำผงผสมที่บดย่อยแบบลูกบอลแล้วมาอัดทำรูปให้เป็นเหรียญทรงกระบอก โดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่าน

ศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร โดยใช้ผงเลดแบเรียมเซอร์โคเนตไททานेट 1.8 กรัมต่อการขึ้นรูป 1 ครั้ง อัดด้วยความดัน 80 เมกะปาสคาล

11. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้วมาจัดเรียงในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิดโดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆซึ่งแต่ละชั้นจะมีผงอลูมินาคั่นอยู่ ดังรูป 23
12. ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยเริ่มจากการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องจนกระทั่งถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่ม 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เพื่อกำจัด PVA ออกจากสารตัวอย่าง จากนั้นจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1200 องศาเซลเซียส แล้วเผาแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้องด้วยอัตราการลดลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที
13. นำเซรามิกที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดความหนาแน่น การหดตัว และค่าคงที่ไดอิเล็กทริก



ภาพ 23 การวางเม็ดเซรามิกสำหรับเผาซินเตอร์



ภาพ 24 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเลดแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต