บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการทดสอง

1. Strontium nitrate [$Sr(NO_3)_2$] ความบริสุทธิ์ 98% บริษัท Merck
2. Citric acid monohydrate [$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$] ความบริสุทธิ์ 99.5% บริษัท Merck
3. Titanium(IV) butoxide ความบริสุทธิ์ 97% บริษัท Aldrich
4. Ammonium hydroxide ความบริสุทธิ์ 28.0 - 30.0% บริษัท J.T. Baker

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. อุปกรณ์ทางเคมี เช่น ช้อนตักสาร หลอดทดลอง บีกเกอร์ ปิเปต ฯลฯ
2. เครื่องชั่งสารแบบละเอียด Satorius AG GOTTINGEN type Fabr-Nr
3. ตู้อบสารของยี่ห้อ Memert D06057 Model 100
4. เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (Hot plate& magnetic stir) IKA รุ่น C-MAG HS7
5. เตาเผาสาร Eurotherm อุณหภูมิสูงที่สุดในการเผา 1700 °C
6. เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบอล (Ball milling) ใช้มอเตอร์ประเภท single phase induction motor
7. กระป๋องพลาสติกที่ใช้ผสมสารทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 เซนติเมตร ความสูงประมาณ 10.7 เซนติเมตร
8. ลูกบดทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิเมตร (จำนวน 200 ลูก)
9. แท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) สำหรับกวนสาร
10. กระดาษฟอยด์
11. ครกหยกสำหรับบดสาร
12. แม่พิมพ์ (Punch and die) ในการใช้อัดสาร
13. เครื่องอัดไฮโดรลิก ใช้สำหรับขึ้นรูปสารอัดแรงดันได้สูงสุด 1000 Kg/cm^3
14. เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction : XRD) รุ่น Philips X'Pert

15. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) รุ่น LEO 1455 VP

16. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope: TEM) รุ่น TECNAI G2 FEI

17. เครื่องวัดค่าไดอิเล็กทริก (Aligent LCR Meter)

วิธีการทดลอง

การเตรียมผงผลึกสตรอนเชียมไททาเนต ($SrTiO_3$)

ผงผลึกสตรอนเชียมไททาเนตถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยวิธีการโซล-เจล เริ่มจากเตรียมสารตั้งต้น โดยละลายกรดซิตริก 63 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน (DI water) 100 มิลลิลิตรและปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง pH=9 โดยหยดสารแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นเติมสารสตรอนเชียมไนเตรตและไททาเนียมบิวทอกไซด์ลงไปในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล หลังจากนั้นนำสารละลายตั้งต้นไปอุ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้สารตั้งต้นออกมาอยู่ในรูปของโซลสีเหลืองใส ขั้นตอนต่อไปคือขั้นตอนการเผาก่อปฏิกิริยา (การแคลไซน์) โดยนำโซลที่ได้มาแบ่งผสมกับกรดซิตริกที่ใช้เป็นสารเชื้อเพลิงในอัตราส่วนต่างๆ (1:1,1:2, และ1:3) โดยโมล คนให้เข้ากัน และนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 500-900 °C เป็นเวลา2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลง 2°C/min จะได้ผงผลึกสตรอนเชียมไททาเนตมีลักษณะฟู มีสีขาว และนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะโดยตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และตรวจสอบลักษณะทางกายภาพโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) แสดงดังภาพ 21

การเตรียมเซรามิกสตรอเชียมไททาเนต ($SrTiO_3$)

ผงผลึกสตรอนเชียมไททาเนตที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C จะถูกนำมาผ่านกระบวนการสร้างเซรามิกสตรอนเชียมไททาเนตดังภาพ 22 โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังต่อไปนี้

1. นำผงผลึก $SrTiO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุเม็ดบดแล้วเติมเอทานอลลงไปในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และหยดตัวประสาน (PVA Binder) ลงไป 3% โดยน้ำหนัก จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 12 ชั่วโมงแล้ว เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อทำการล้างสารออกจากเม็ดบด จากนั้นใส่แท่งแม่เหล็กลงไปและปิดด้วยกระดาษฟอยล์ โดยเจาะรูระบายความร้อนที่ด้านบนแล้วนำไปตั้งบนเตาที่อุณหภูมิประมาณ 250-280 °C เพื่อให้เอทานอลระเหยออก

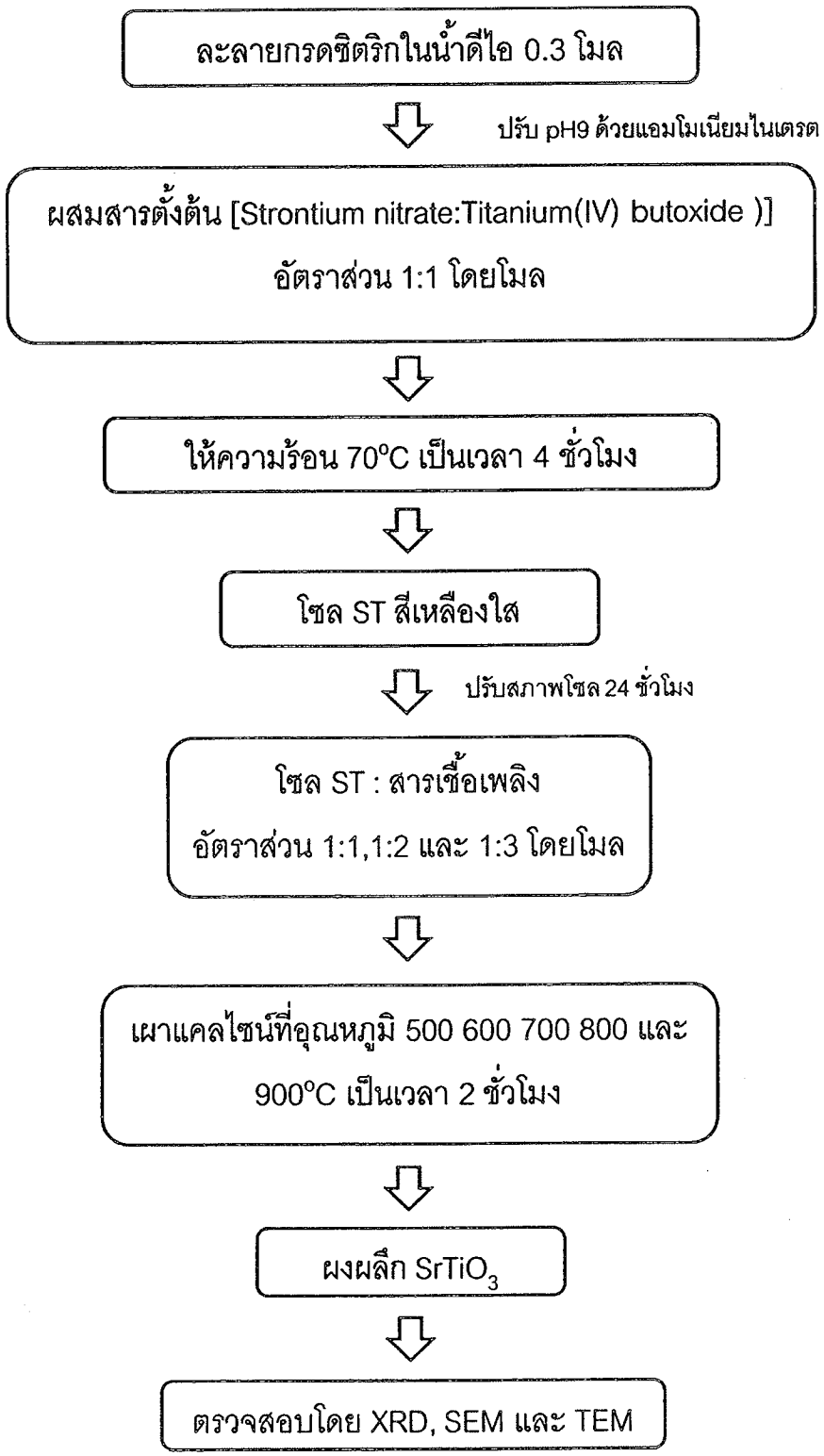
3. เมื่อเอทานอลระเหยออกหมดแล้วนำไปอบในตู้อบโดยใช้อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมาออกมาบดด้วยครกเพื่อทำให้ขนาดอนุภาคมีความสม่ำเสมอ

4. นำผงที่ผ่านการคัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปให้เป็นเหรียญทรงกระบอกด้วยแม่พิมพ์โลหะ โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร แรงดันที่ใช้ในการอัดประมาณ 110 เมกะปาสคาล ปริมาณของผงผลึกที่ใช้ต่อการอัดขึ้นรูปประมาณ 1 กรัม/เม็ด

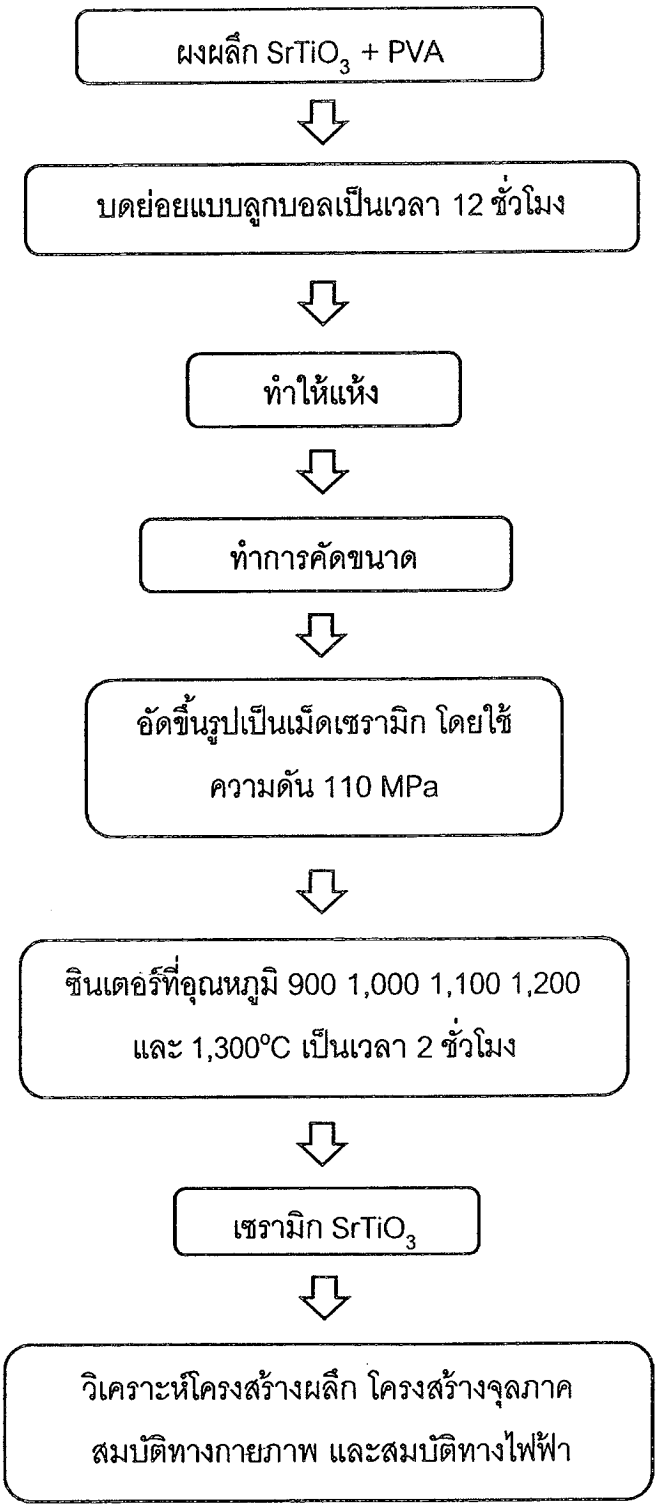
5. นำชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเสร็จแล้ว (Green body) มาเรียงในถ้วยอะลูมินาที่มีฝาปิดโดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ซึ่งแต่ละชั้นจะใส่ซ้อนด้วยผงอลูมินาแล้วทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 900-1300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 °C/min

6. หลังจากเผาซินเตอร์นำเซรามิก $SrTiO_3$ ที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาค ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), หาความหนาแน่นโดยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำโดยอาศัยหลักการของอเคมีดิส (Archimedes)

7. ศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR (ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 200 °C)



ภาพ 21 แผนผังการสังเคราะห์ผงผลึกสตรอนเชียมไททาเนต



ภาพ 22 แผนผังการเตรียมเซรามิกสตรอนเชียมไททาเนต