

บทที่ 5

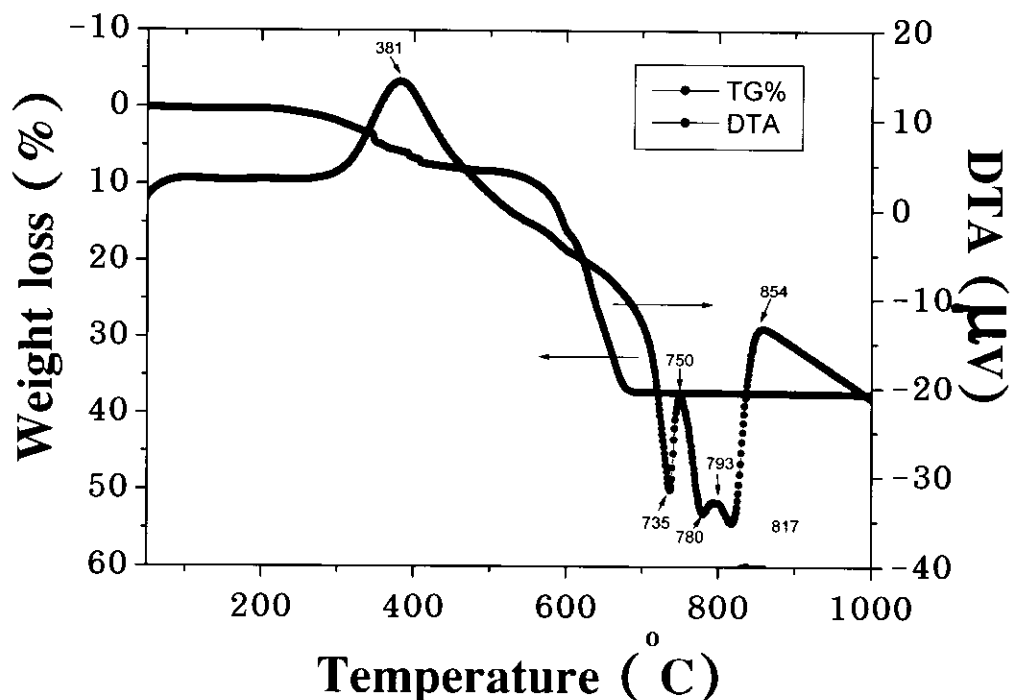
ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการวิจัยและอภิปรายผลโดยภายหลังจากจากการเตรียมวัสดุผง BaTiO_3 เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจะเซ้เท่ากับ 1:5 และวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจะเซ้เท่ากับ 1:10 วัสดุผงดังกล่าวได้ถูกนำมาศึกษาด้วยเทคนิคต่าง ๆ เพื่อศึกษาองค์ประกอบของวัสดุผง รวมทั้งการเกิดเฟส โครงสร้างและลักษณะสัณฐานของวัสดุผง จากนั้นทำการสังเคราะห์วัสดุเซรามิก BaTiO_3 และวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ทำการศึกษาสมบัติเบื้องต้นของวัสดุเซรามิกคือ เฟสโครงสร้าง ลักษณะพื้นผิวหน้า สมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ รายละเอียดของผลการศึกษาและการอภิปรายผลมีรายละเอียดดังนี้

5.1 ผลการศึกษาวัสดุผงและวัสดุ BaTiO_3 โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจะเซ้เท่ากับ 1:5

5.1.1 ผลการวิเคราะห์วัสดุผงโดยเทคนิค TG/DTA

การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นหรือสารประกอบอื่น ๆ ของวัสดุผง BaTiO_3 เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะในเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจะเซ้เท่ากับ 1:5 เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักของวัสดุผงตั้งต้นเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ พร้อมทั้งศึกษาผลของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารประกอบอื่น ๆ ในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 30°C ถึง 1000°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ดังแสดงในภาพที่ 5.1 เมื่อพิจารณากราฟของ TGA ที่แสดงน้ำหนักวัสดุผงตั้งต้นของ BaTiO_3 จะเห็นได้ว่าที่อุณหภูมิ 30°C ถึง 700°C น้ำหนักของวัสดุผงตั้งต้นมีการลดลงอย่างรวดเร็วและต่อเนื่องถึง 36.95% แสดงว่าเกิดการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์และสารที่สามารถระเหยได้ เช่น น้ำ สารประกอบโลหะในเตรตและคาดว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า 700°C น่าจะเป็นช่วงที่มีการเกิดการสลายพันธะขององค์ประกอบของสารละลายเจลาวันทางจะเซ้ซึ่งเป็นสารประกอบประเภทโปรตีน เมื่อพิจารณากราฟของ TGA ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700°C พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุผงตั้งต้นเพียงเล็กน้อยเกือบจะคงที่ ซึ่งคาดว่าวัสดุผงตั้งต้นเริ่มเกิดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิ 700°C ผลดังกล่าวนี้สามารถบ่งชี้ได้ว่าเริ่มมีการเกิดเฟสของ BaTiO_3 แต่เมื่อพิจารณากราฟ DTA ที่ช่วงอุณหภูมิ 735°C ถึง 854°C พบว่ายังคงมีการดูดกลืนหรือคายพลังงานในการสร้างหรือสลายพันธะอย่างต่อเนื่องคาดว่าอาจเกิดเฟสที่สองที่ไม่เสถียรของ BaTiO_3 ซึ่งต้องยืนยันผลของการเกิดผลึกและเฟสที่สองของวัสดุผงโดย BaTiO_3 โดยอาศัยผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผงด้วยเทคนิค XRD และ เทคนิค FTIR ดังนั้นในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างของ วัสดุผง BaTiO_3 จึงเลือกใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ 700°C , 800°C และ 900°C (เงื่อนไขและสัญลักษณ์ที่ใช้ในการเตรียมวัสดุผงและวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) แสดงได้ในตารางที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ) โดยใช้เวลาในการแคลไซน์ 2 ชั่วโมงเพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสของโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO_3 ที่เตรียมได้



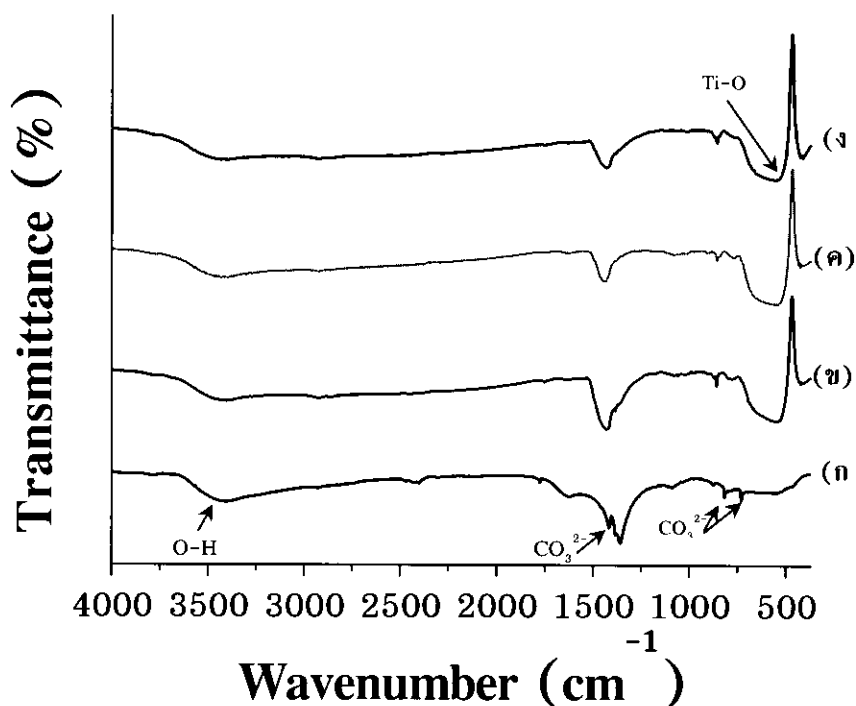
ภาพที่ 5.1 การสลายตัวทางความร้อนของเจลแห้งโดยเทคนิค TG/DTA ของสารตั้งต้น BaTiO_3 เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลวานทางจะเข้าเท่ากับ 1:5

5.1.2 การศึกษาองค์ประกอบของวัสดุผงโดยใช้เทคนิค FTIR

การศึกษาองค์ประกอบของวัสดุผง BaTiO_3 เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรตต่อสารละลายเจลวานทางจะเข้าเท่ากับ 1:5 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการศึกษาโดยใช้เทคนิค FTIR ดังแสดงในภาพที่ 5.2 ซึ่งเป็นกราฟที่ได้แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงในย่าน IR กับตำแหน่งเลขคลื่น โดยทำการวัดตั้งแต่เลขคลื่น $370\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ เมื่อทำการเปรียบเทียบตำแหน่งของเลขคลื่น (wave number) ที่มีการส่งผ่านแสงอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ จากกลุ่มวิจัยอื่นซึ่งแสดงในตารางที่ 5.1 พบว่ามีกลุ่ม O-H และ CO_3^{2-} เกิดขึ้นที่ตำแหน่งต่างๆ โดยเฉพาะกลุ่ม CO_3^{2-} ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $1430, 856$ และ 751 cm^{-1} ซึ่งเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น กลุ่ม CO_3^{2-} จะถูกขับออกโดยสังเกตได้ในภาพที่ 5.2 (ง) และ กลุ่ม O-H ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3435 cm^{-1} เมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น กลุ่ม O-H จะถูกขับออกเช่นกัน ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 574 cm^{-1} พบลักษณะการสั่นของ Ti-O ในวัสดุผงที่เป็นวัสดุผง BaTiO_3 ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยของ Dáran et al. (2001) พิจารณากราฟ FTIR ของวัสดุผง BTP_1 เมื่อศึกษาโครงสร้างและองค์ประกอบโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่าวัสดุผงที่ได้ยังมีเฟสของ TiO_2 เจือปนอยู่และสอดคล้องกับผล DTA ที่พบการดูดกลืนหรือคายพลังงานในการสร้างหรือสลายพันธะในช่วงอุณหภูมิ $735\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $854\text{ }^{\circ}\text{C}$ อย่างไรก็ตามยอดกราฟส่วนมากยังคงเป็นโครงสร้างแบบลูกบาศก์ของ BaTiO_3 และพบว่าวัสดุผง BTP_2 และ BTP_3 มีเฟสของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทสและรูไทล์ เจือปนอยู่ในปริมาณที่มากกว่าวัสดุผง BTP_1 ดังนั้นจากผลการทดลองจากเทคนิค TG/DTA เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และ FTIR เป็นการยืนยันว่าสามารถสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ได้

ตารางที่ 5.1 แสดงข้อมูลอ้างอิงตำแหน่งของเลขคลื่น (wave number) ที่มีการส่งผ่านแสงอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ จากกลุ่มวิจัยอื่น

Wavenumber (cm^{-1})	Band assignments	Reference
1634	OH^-	Shi et al. (1997)
1430	CO_3^{2-}	
474-701	O-H	
428	fingerprint absorption of BaTiO_3	
3435	O-H	Dáran et al. (2001)
2960	C-H	
1760	C=C stretching	
1436, 1059, 856, 693	CO_3^{2-}	
574	Ti-O	
3447, 3372	V(OH)	Lu et al. (2002)
1617, 1600	titanium complex with catechol ligand	
1585, 1573	catechol	
1530, 1417	COO	
1330	CH_3	
745	C-H	
1878	Fe_2O_3	Anunziata et al. (2003)
1650, 1446	Fe^{3+}	
1575	Fe^{2+}	



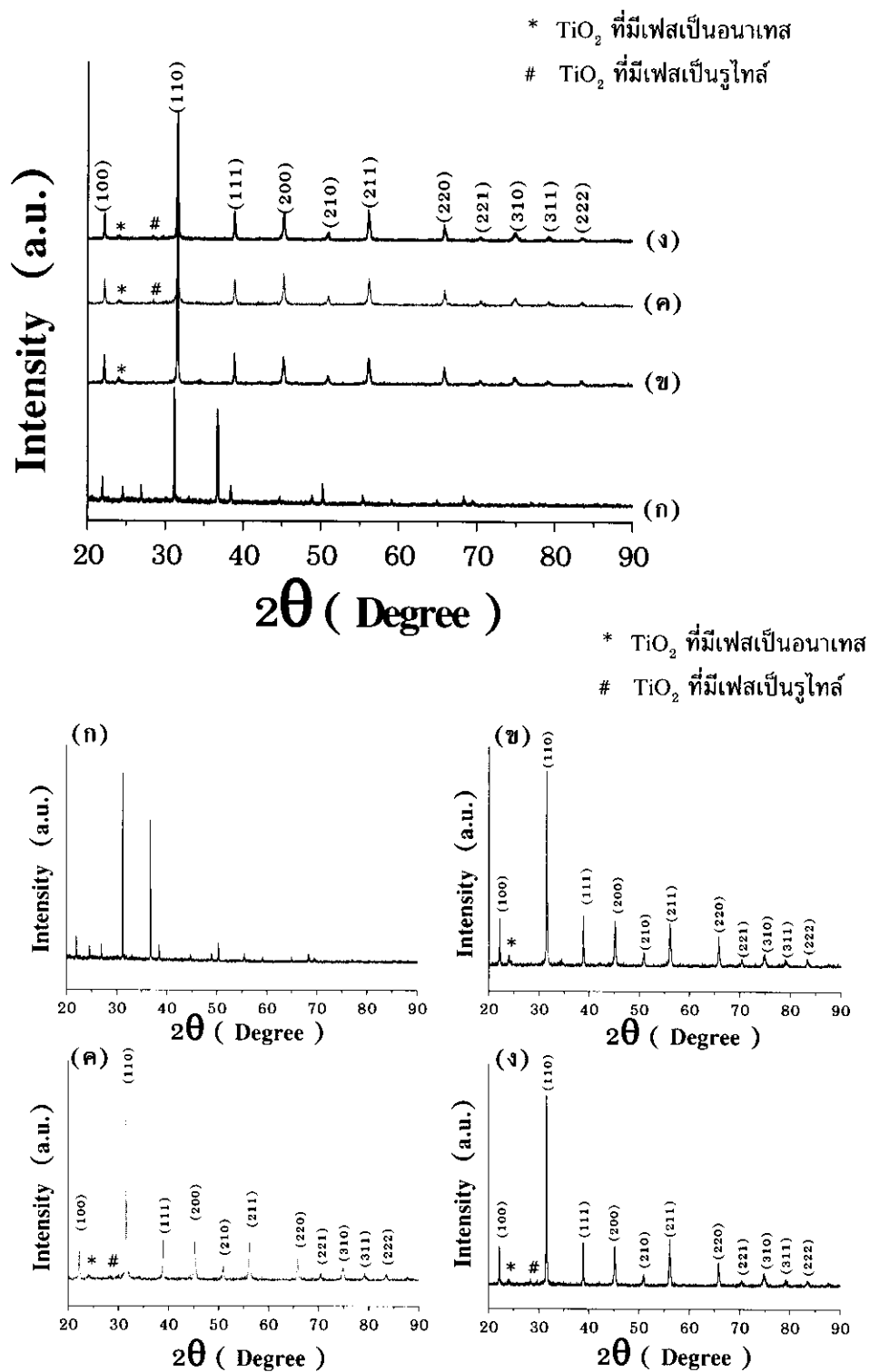
ภาพที่ 5.2 สเปกตรัม FTIR ของของวัสดุผง BaTiO_3 เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลว่านหางจระเข้เท่ากับ 1: 5 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) เจลแห้ง (ข) วัสดุผง BTP_1 (ค) วัสดุผง BTP_2 (ง) วัสดุผง BTP_3

5.1.3 กลไกการเกิดวัสดุผง BaTiO_3

ในการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO_3 ในงานวิจัยนี้เตรียมโดยวิธีโซลเจลแบบดัดแปลงโดยใช้สารละลายเจลว่านหางจระเข้เป็นตัวทำละลายโดยอาศัยกระบวนการทางโพลิเมอร์ คือ ละลายสารตั้งต้นของโลหะไนเตรตในสารละลายเจลว่านหางจระเข้ที่มีสมบัติช่วยทำให้อนุภาคของสารตั้งต้นนี้มีมีการกระจายตัวไปทั่วสารละลายเจลว่านหางจระเข้อย่างสม่ำเสมอ โดยคาดว่าอนุภาคประจุบวกของโลหะไนเตรตจะจับกับอิเล็กตรอนจากไนโตรเจนที่อยู่ในหมู่อะมิโน NH_2 เช่น กลูตามีน ที่อยู่ในโครงสร้างของสารละลายเจลว่านหางจระเข้ จากนั้นทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโดยการให้ความร้อนเพื่อระเหยของเหลวในสารละลายเจลว่านหางจระเข้บางส่วนออกไป เพื่อทำให้เกิดการสร้างพันธะที่เชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่อง ซึ่งทำให้สารละลายมีความหนืดมากขึ้นเรื่อยๆ จนเกิดเป็นเจล ซึ่งกระบวนการเกิดเจสนี้เป็นกลไกสำคัญที่ควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมีให้มีความสม่ำเสมอและเมื่อทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในตัวเจลออกไป โดยที่ความแข็งแรงของเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกไปจากกันในช่วงที่มีการทำให้เจลแห้ง จึงสามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเมกุลให้คงอยู่ได้ ซึ่งในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO_3 กระบวนการแคลไซน์วัสดุผงตั้งต้นเพื่อให้เกิดสารประกอบที่มีโครงสร้างและองค์ประกอบของ BaTiO_3 ตามที่ต้องการนั้นใช้อุณหภูมิแคลไซน์ 700, 800 และ 900 °C เพื่อกำจัดสารประกอบประเภทไกลโคโปรตีนในสารละลายเจลว่านหางจระเข้ออกไปจนหมดและไม่เหลือสารประกอบอื่นที่ไม่ต้องการตกค้างอยู่ในวัสดุผงและเพื่อให้ได้วัสดุผง BaTiO_3 ที่มีความบริสุทธิ์สูง

5.1.4 ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO_3 โดยเทคนิค XRD

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆโดยเทคนิค XRD ผลการศึกษาแสดงในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของการเลี้ยวเบน (intensity) กับมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้มุม 2θ เริ่มต้นและสิ้นสุดที่ 20° องศา และ 90° องศาตามลำดับ และสามารถระบุระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังแสดงในภาพที่ 5.3 จากผลการทดลองพบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเจลแห้งมีรูปแบบการเลี้ยวเบนใกล้เคียงข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 89-2263) แต่ยังคงมีเฟสเจือปนของ TiO_2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง BTP_1 วัสดุผง BTP_2 และวัสดุผง BTP_3 สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 89-2263) ซึ่งมีโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์และสอดคล้องกับข้อมูลในงานวิจัยของ Peng et al. (2003) จากภาพที่ 2.2 (ในบทที่ 2) ที่อุณหภูมิห้องวัสดุผง BaTiO_3 มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล แต่จากการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิห้องวัสดุผงที่เตรียมได้มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์สาเหตุเนื่องมาจากอนุภาคที่เตรียมได้มีขนาดเล็กมากจึงมีความเค้นส่วนเกิน (residual stress) สูง ดังนั้นโครงสร้างผลึก BaTiO_3 ที่อุณหภูมิห้องจึงมีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ วัสดุผง BTP_1 พบเฟสเจือปนของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทสและมีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลอ้างอิงจากฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 78-2486) เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้น พบว่า วัสดุผง BTP_2 และ วัสดุผง BTP_3 พบเฟสเจือปนของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทส และ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นรูไทล์อ้างอิงจากฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 87-0920) การพบเฟสเจือปนของ TiO_2 ในโครงสร้างของ BaTiO_3 นี้คาดว่าอาจเกิดจากการกระจายตัวของ Ti^{4+} ในสารละลายวุ้นทางจะเข้ไม่สม่ำเสมอ จึงทำให้ Ti^{4+} มีมากเกินไปในปฏิกิริยาระหว่าง Ba^{2+} และ Ti^{4+} และสอดคล้องกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค TG-DTA เมื่อพิจารณารูปกราฟของ TGA ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700°C พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุผงตั้งต้นเพียงเล็กน้อย ซึ่งคาดว่าวัสดุผงตั้งต้นเริ่มเกิดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิ 700°C ผลดังกล่าวนี้สามารถบ่งชี้ได้ว่าเริ่มมีการเกิดเฟสของ BaTiO_3 แต่เมื่อพิจารณารูปกราฟ DTA ที่ช่วงอุณหภูมิ 735°C ถึง 854°C พบว่ายังคงมีการดูดกลืนหรือคายพลังงานในการสร้างหรือสลายพันธะอย่างต่อเนื่องคาดว่าอาจเกิดเฟสที่สองที่ไม่เสถียรของ BaTiO_3 ซึ่งเมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แล้วพบว่าเฟสที่ไม่เสถียรนั้นน่าจะเป็นเฟสเจือปนของ TiO_2 และสอดคล้องกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค FTIR ที่พบการสั่นของพันธะ Ti-O ในวัสดุผง BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ



ภาพที่ 5.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง BaTiO_3 ที่ผ่านการเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) เจลแห้ง (ข) วัสดุผง BTP_1 (ค) วัสดุผง BTP_2 (ง) วัสดุผง BTP_3

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สามารถคำนวณขนาดอนุภาคของวัสดุผงได้ ดังแสดงในตารางที่ 5.2 โดยคำนวณจากยอดกราฟฐานกว้าง (รายละเอียดของวิธีการคำนวณอธิบายในบทที่ 4 หัวข้อ 4.3.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์) ขนาดอนุภาคของ BTP_1 วัสดุผง BTP_2 และ วัสดุผง BTP_3 มีขนาด $46.58(+26.62)$, $39.67(+10.31)$ และ $45.96(+30.21)$ นาโนเมตร ตามลำดับซึ่งมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าวัสดุผง BaTiO_3 ที่ซื้อมา และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter, a) ได้ ดังแสดงในตารางที่ 5.2 ซึ่งค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของวัสดุผง BTP_1 วัสดุผง BTP_2 และ วัสดุผง BTP_3 ที่ได้จากการคำนวณมีค่าใกล้เคียงกับค่าจากข้อมูลมาตรฐานของวัสดุผง BaTiO_3 (JCPDS No. 89-2263) ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์

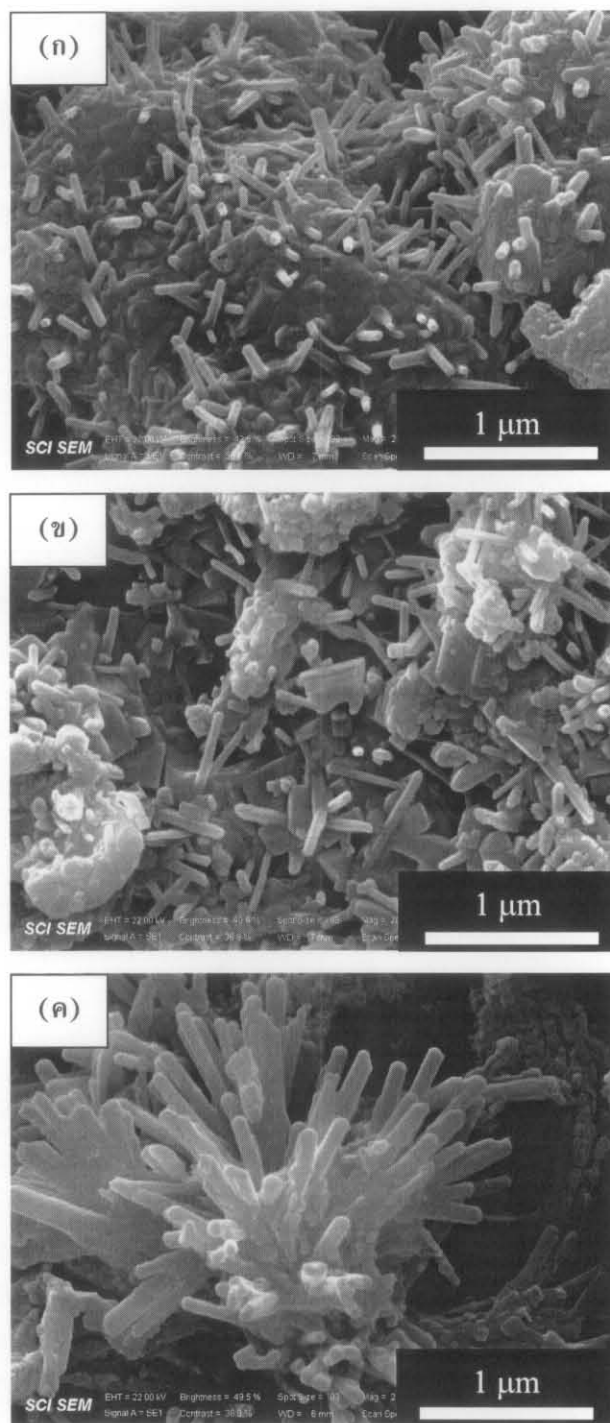
ตารางที่ 5.2 ข้อมูลพื้นฐานของวัสดุผง BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ทำการศึกษาโดยเทคนิค XRD

วัสดุผง	ขนาดอนุภาค (nm)	แลตทิซพารามิเตอร์ a (Å)
JCPDS No. 89-2263	-	4.0060
BTP_0	100	4.0109
BTP_1	$46.58 + 26.62$	4.0087
BTP_2	$39.67 + 10.31$	4.0071
BTP_3	$45.96 + 30.21$	4.0088

หมายเหตุ เงื่อนไขการกำหนดสัญลักษณ์แสดงในตารางที่ 4.1

5.1.5 ผลการศึกษาลักษณะของวัสดุผง BaTiO_3 โดยเทคนิค SEM

จากการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของวัสดุผง BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเทคนิค SEM ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 5.4 (ก) ถึง 5.4 (ค) พบว่าอนุภาคของวัสดุผง BTP_1 วัสดุผง BTP_2 และ วัสดุผง BTP_3 มีลักษณะรวมตัวกันเป็นแท่งขนาดเล็ก (nanorods) เหมือนกันทุกๆ เงื่อนไขอุณหภูมิแคลไซน์ โดยประมาณได้ว่าแท่งขนาดเล็กนี้มีเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งมีขนาดเล็กกว่า 50 นาโนเมตร ซึ่งการเกิดแท่งขนาดเล็กในลักษณะเช่นนี้เมื่อพิจารณาจากการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นหรือสารประกอบอื่นๆ ด้วยเทคนิค TG/DTA ของวัสดุผงตั้งต้น BaTiO_3 พบว่าเมื่อวัสดุผงตั้งต้นผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 700°C ถึง 900°C เกิดการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์และสารที่สามารถระเหยได้เช่น น้ำ สารประกอบโลหะไนเตรดและมีการเกิดการสลายพันธะของสารละลายเจลว่านหางจระเข้ซึ่งมีสมบัติเป็นพอลิเมอร์ เมื่อมีการเกิดผลึกของวัสดุผง BaTiO_3 พบว่าผลึกไม่มีการเติบโตในเชิงรัศมีในทุกทิศทาง แต่เกิดการเติบโตในทิศทางเดียวจึงทำให้วัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ทุกอุณหภูมิแคลไซน์มีลักษณะเป็นแท่งขนาดเล็กซึ่งสอดคล้องในงานวิจัยของ Wei et al. (2006) และพบว่าเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้นจะพบปริมาณการเกิดแท่งขนาดเล็กมากขึ้นและแท่งมีความเพิ่มยาวขึ้น

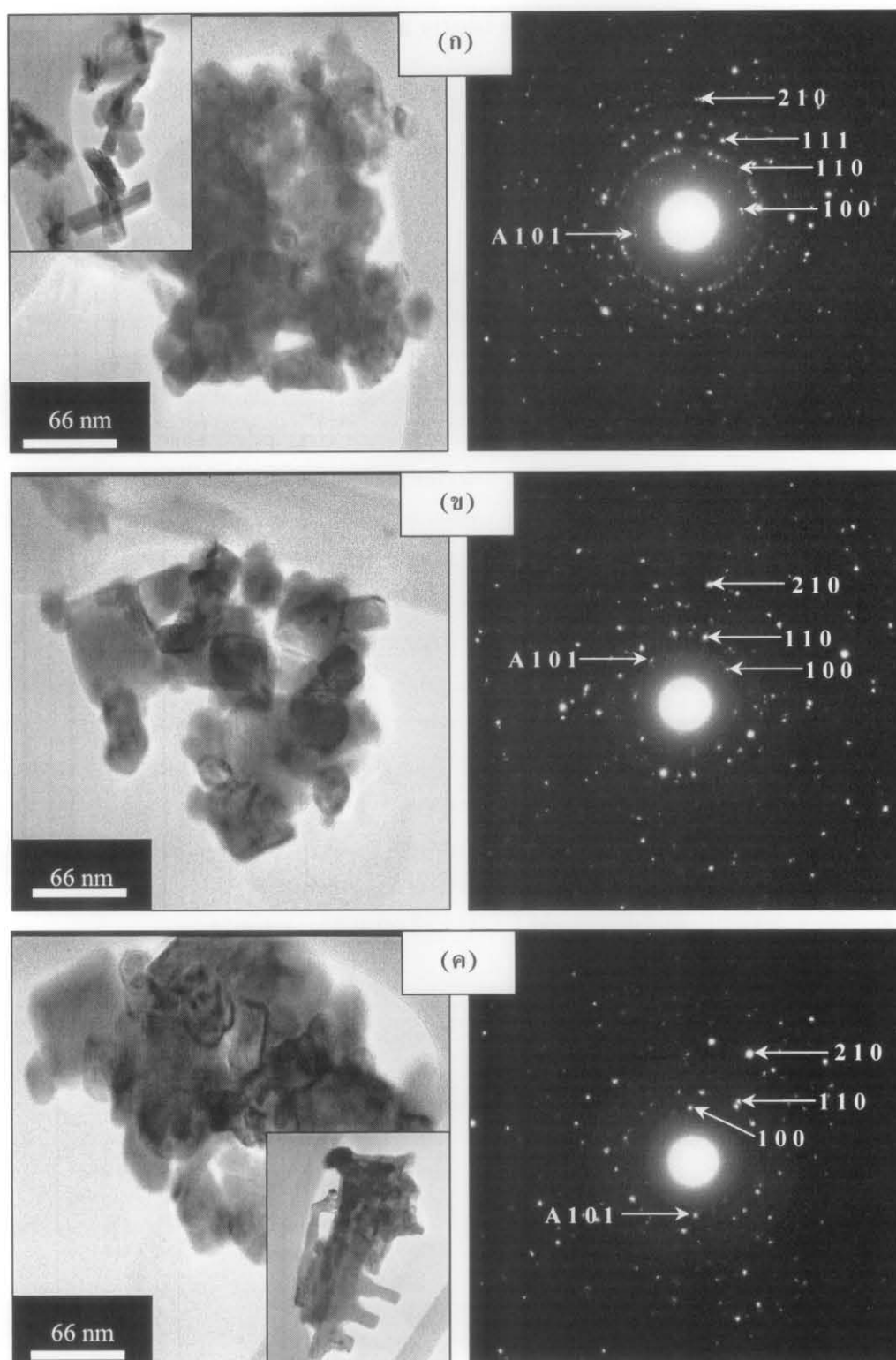


ภาพที่ 5.4 แสดงพื้นผิวของของวัสดุผง BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
 (ก) วัสดุผง BTP_1 (ข) วัสดุผง BTP_2 (ค) วัสดุผง BTP_3

5.1.6 ผลการศึกษาลักษณะของวัสดุผง BaTiO₃ โดยเทคนิค TEM

จากการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของวัสดุผง BaTiO₃ ที่เตรียมได้โดยเงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้เทคนิค TEM เพื่อหาโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นในวัสดุผง BaTiO₃ ที่เตรียมได้โดยการพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน เพื่อศึกษาลักษณะพื้นฐานและประมาณขนาดของอนุภาคผง BaTiO₃ และเพื่อใช้ในการยืนยันผลที่ได้จากเทคนิค XRD และ FTIR จากภาพที่ 5.5 (ก) ถึง 5.5 (ค) แสดงภาพถ่ายโดยเทคนิค TEM และ รูปแบบการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ของผลึกของวัสดุผง BaTiO₃ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อพิจารณาลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคจะพบว่าทุกเงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ อนุภาคผงมีขนาดเล็กกว่า 66 nm และมีลักษณะคล้ายสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ และเมื่อพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของผลึกในภาพที่ 5.5 (ก) ถึง 5.5 (ค) พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่มีลักษณะเป็นวงแหวน (ring pattern) ซึ่งแสดงว่าในบริเวณที่ศึกษาวัสดุผง BaTiO₃ นั้นมีโครงสร้างภายในเป็นแบบพหุผลึก (polycrystal) สำหรับการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของผลึกจากภาพถ่ายโดยเทคนิค TEM สามารถคำนวณได้จากการคำนวณค่าระยะห่างระหว่างระนาบจากรัศมีของวงแต่ละวงเทียบกับระยะห่างระหว่างระนาบจากฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 89-2263) ซึ่งทำให้ได้ค่าดัชนีมิลเลอร์ (hkl) ของแต่ละวงโดยการคำนวณอาศัยสมการที่ (ข.1) ภาคผนวก ข

จากการคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบซึ่งสามารถใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นภายในวัสดุผง BaTiO₃ ได้โดยการเปรียบเทียบค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่คำนวณได้ กับค่า ระยะห่างระหว่างระนาบจากฐานข้อมูลอ้างอิง (JCPDS No. 89-2263) ซึ่งจากการคำนวณได้ค่าระยะห่างระหว่างระนาบและ ระนาบการเลี้ยวเบน แสดงดังตารางที่ 5.3 จากข้อมูลของระยะห่างระหว่างระนาบที่คำนวณได้พบว่าวัสดุผง BaTiO₃ ทุกเงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ และ พบเฟสปลอมปนของ TiO₂ ที่มีเฟสเป็นอนาเทสและมีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (A(1 0 0)) อ้างอิงจากฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 78-2486) ซึ่งผลการตรวจพบดังกล่าวนี้สอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิค XRD และ FTIR เป็นการยืนยันว่าสามารถสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ได้และมีเฟสปลอมปนของ TiO₂ ที่มีเฟสเป็นอนาเทสที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลจริง



ภาพที่ 5.5 ภาพถ่าย TEM และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของวัสดุผง BaTiO₃ ที่ แคลไซน์ที่ อุณหภูมิ ต่างๆโดยใช้เวลาในการแคลไซน์ 2 ชั่วโมง (ก) วัสดุผง BTP_1 (ข) วัสดุผง BTP_2 (ค) วัสดุผง BTP_3 (ภาพแทรกแสดงภาพถ่าย TEM ของแท่งขนาดเล็ก (nanorods))

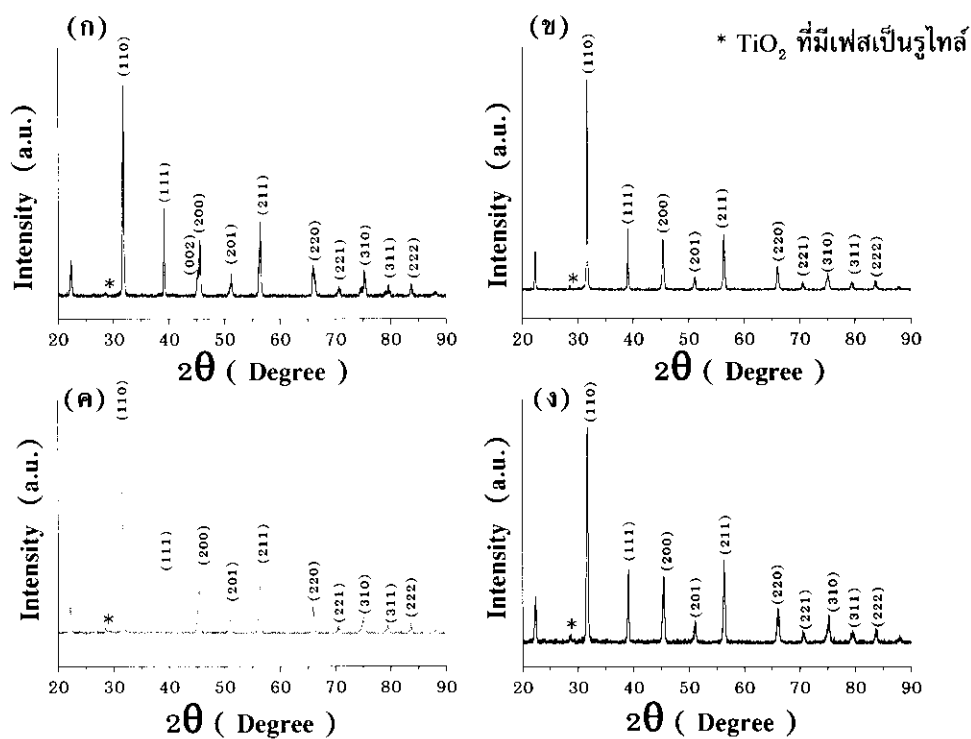
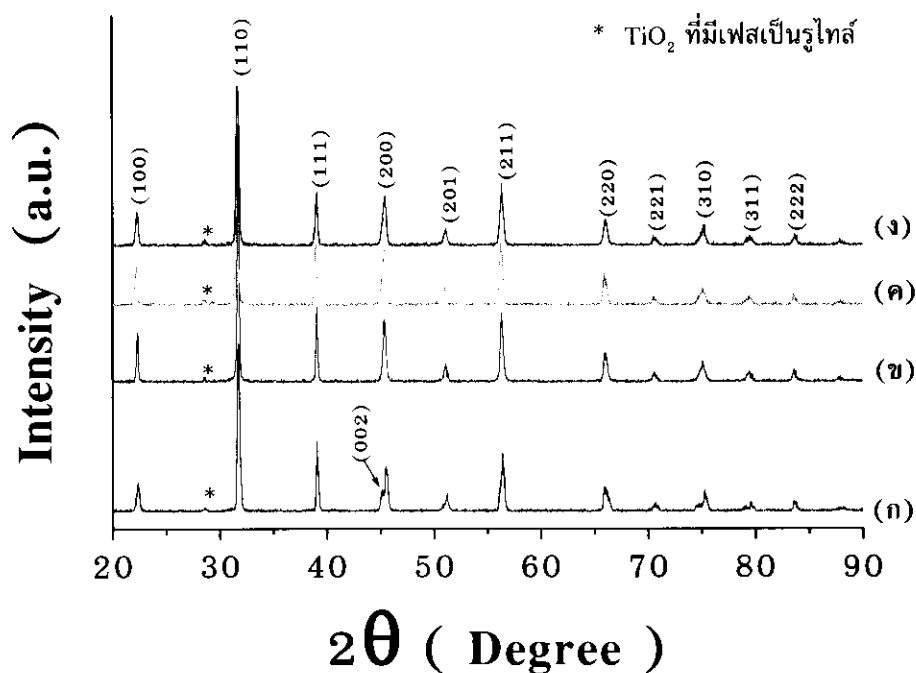
ตารางที่ 5.3 ผลการคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบเพื่อระบุโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่เงื่อนไขต่างๆ (อ้างอิงจาก JCPDS No. 89-2263)

วัสดุผง	วงที่	R (mm)	$d_{\text{ทดลอง}} (\text{\AA})$	$d_{\text{มาตรฐาน}} (\text{\AA})$	โครงสร้าง	ระนาบ
BTP_1	1	3.200	4.0293	4.0060	cubic	(1 0 0)
	2	3.600	3.5816	3.5165		A(1 0 0)
	3	4.560	2.8152	2.8326		(1 1 0)
	4	5.840	2.3520	2.3128		(1 1 1)
	5	7.200	1.7908	1.7915		(2 1 0)
BTP_2	1	3.100	4.0293	4.0060	cubic	(1 0 0)
	2	3.660	3.5228	3.5165		A(1 0 0)
	3	4.500	2.8275	2.8326		(1 1 0)
	4	7.200	1.7908	1.7915		(2 1 0)
BTP_3	1	3.200	4.0546	4.0060	cubic	(1 0 0)
	2	3.640	3.5422	3.5165		A(1 0 0)
	3	4.200	2.8652	2.8326		(1 1 0)
	4	7.200	1.7908	1.7915		(2 1 0)

หมายเหตุ A(1 0 0) คือ เฟสของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทสและมีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลอ้างอิงจากฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 78-2486)

5.1.7 ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 โดยเทคนิค XRD

หลังจากศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO_3 ที่เตรียมได้โดยเงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้ทำการสังเคราะห์ วัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_1, BTS_2 และ BTS_3 โดยสังเคราะห์จากวัสดุผง BTP_0, BTP_1, BTP_2 และ BTP_3 ตามลำดับ วัสดุเซรามิกทั้งหมดผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากผ่านกระบวนการเผาผนึกแล้ว ได้ทำการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผงเซรามิก BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยเทคนิค XRD ผลการศึกษาแสดงในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบน (intensity) กับมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้มุม 2θ เริ่มต้นและสิ้นสุดที่ 20° องศา และ 90° องศา ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 5.6(ก) ถึง 5.6(ง) ผลการทดลองพบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุเซรามิก BTS_0 สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 81-2203) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเพอร์โรไทต์ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลในงานวิจัยของ Lee et al. (2006) ส่วนวัสดุเซรามิก BTS_1, BTS_2 และ BTS_3 มีโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์เทียม (pseudocubic) จากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุผง BTP_1 วัสดุผง BTP_2 และ วัสดุผง BTP_3 โดยเทคนิค XRD สามารถตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทสที่มีโครงสร้างผลึกแบบเพอร์โรไทต์ แต่จากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_1, BTS_2 และ BTS_3 ไม่พบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทสแต่ตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นรูไทล์ในโครงสร้างของวัสดุเซรามิกเนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น TiO_2 ที่มีเฟสเป็นอนาเทสจะเปลี่ยนเฟสจากอนาเทสเฟสไปเป็นรูไทล์เฟส (Kumar et al., 2007)



ภาพที่ 5.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_1 (ค) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ง) วัสดุเซรามิก BTS_3

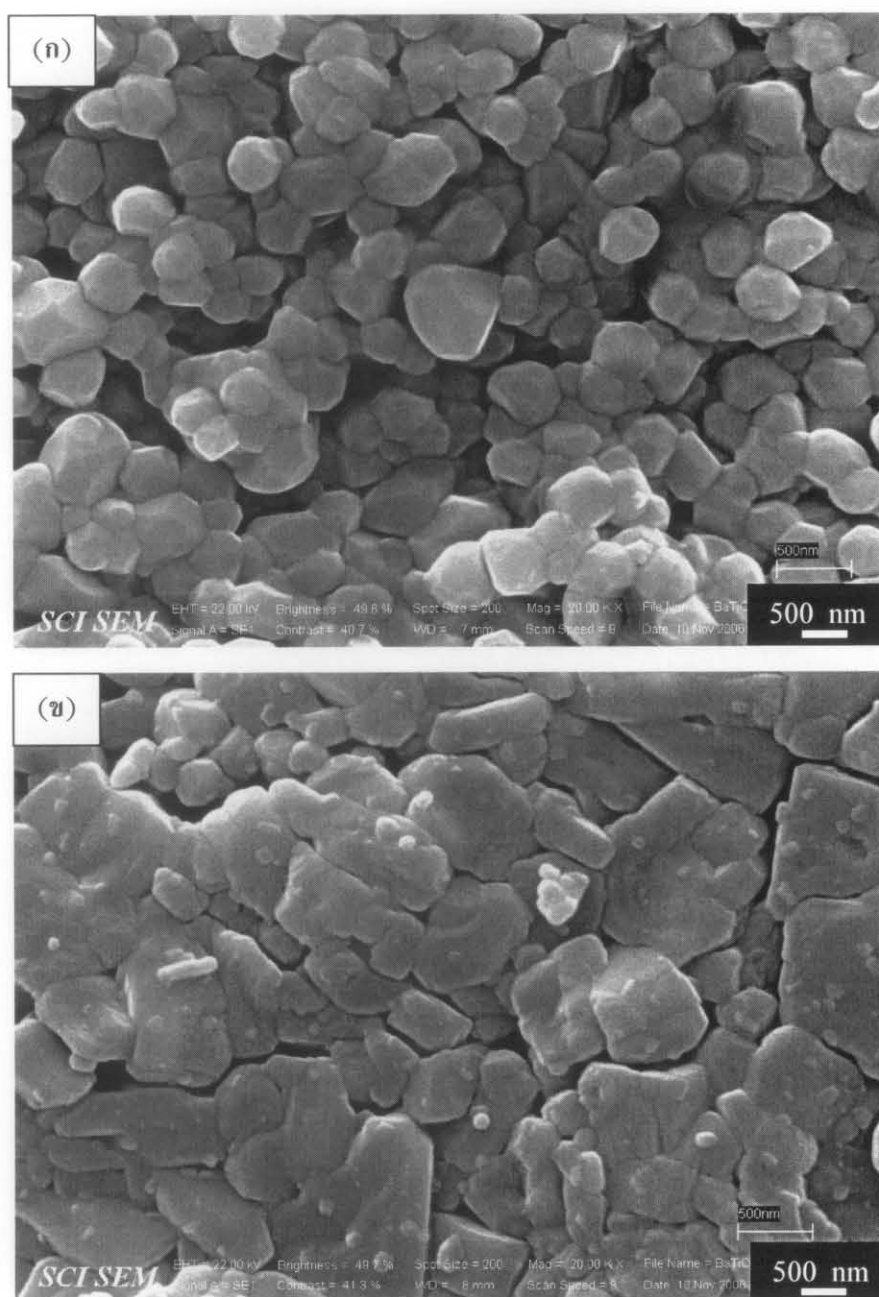
5.1.8 ผลการศึกษาลักษณะของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ โดยเทคนิค SEM

การศึกษาลักษณะพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ โดยเทคนิคการถ่ายภาพ SEM ด้วยกำลังขยาย 20,000 เท่า โดยเตรียมวัสดุเซรามิกจากวัสดุผง BaTiO₃ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อศึกษาการแน่นตัวของวัสดุโดยพิจารณาจากลักษณะของรูพรุน และ ลักษณะของการเกิดเกรนของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_1, BTS_2 และ BTS_3 ซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังภาพที่ 5.7(ก)-5.7(ง) การหาขนาดเกรนจากภาพถ่ายโดยเทคนิค SEM โดยวิธีการวิเคราะห์จากภาพถ่าย สรุปได้ดังตารางที่ 5.4

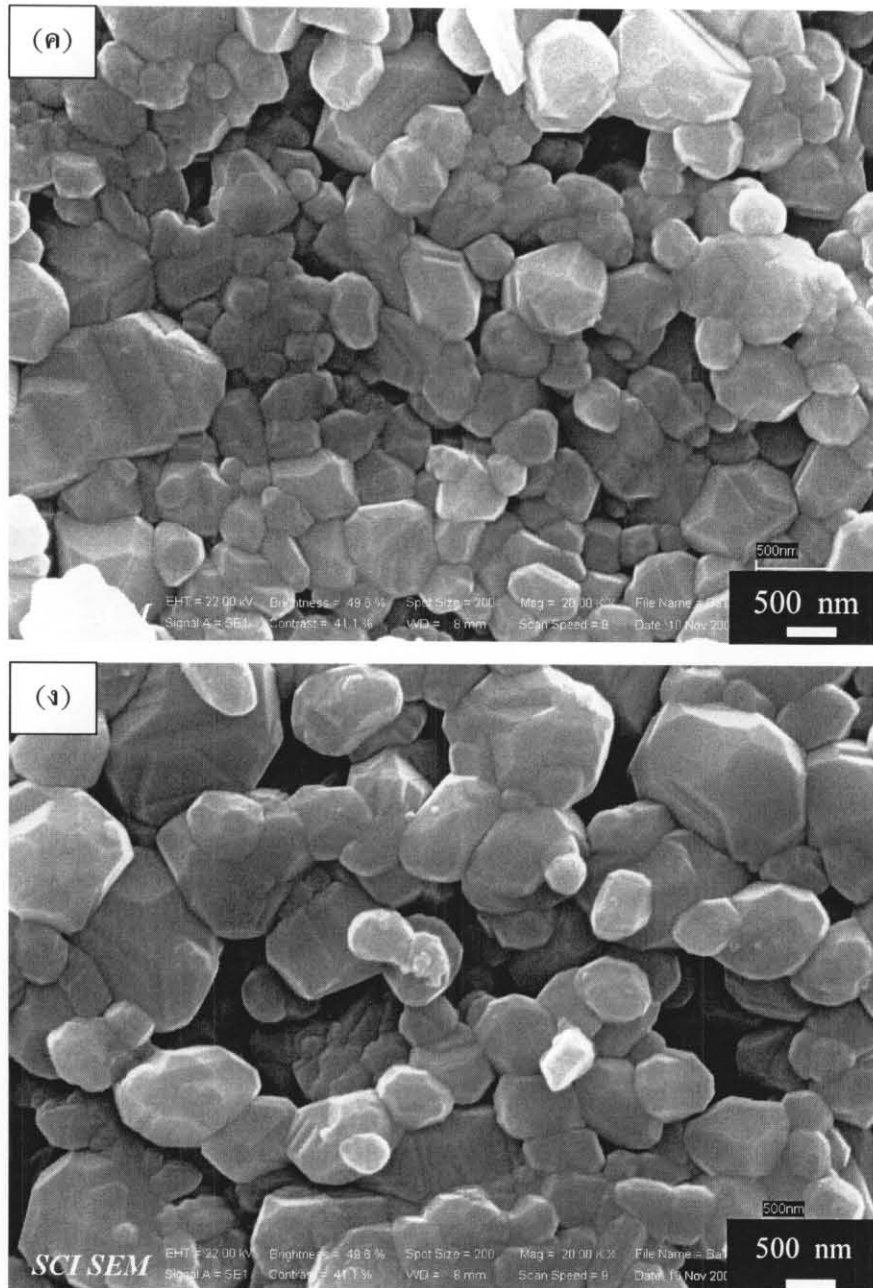
จากภาพที่ 5.7(ก) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BTS_0 จากการผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวมีการเกิดเกรนอย่างสมบูรณ์เกรนมีลักษณะค่อนข้างกลม และขนาดของเกรนแต่ละเกรนมีขนาดใกล้เคียงกันโดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.39(+0.10) ไมโครเมตร โครงสร้างทางจุลภาคของเกรนมีลักษณะเป็นรูพรุนเกิดขึ้น ซึ่งรูพรุนที่เกิดขึ้นเป็นรูพรุนที่เกิดขึ้นภายในวัสดุเซรามิกแล้วเชื่อมต่อกันถึงผิวหน้าของวัสดุ เรียกรูพรุนดังกล่าวนี้ว่า รูพรุนแบบเปิด (open pores) สำหรับรูพรุนที่เกิดขึ้นในวัสดุเซรามิก BTS_0 คาดว่าอาจจะมีสาเหตุมาจากวัสดุเซรามิก BTS_0 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C มีความหนาแน่นต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎี (จากรายงานการวิจัยนี้ไม่สามารถหาความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกที่เตรียมได้เนื่องจากเกิดการแตกหักเสียหายของวัสดุเซรามิกหลังจากการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก) จึงเกิดรูพรุนขึ้นในวัสดุเซรามิก ซึ่งจากรายงานการวิจัยของ Tuan et al. (1999) พบว่าเมื่อทำการเผาวัสดุผง BaTiO₃ ที่อุณหภูมิ 1290 °C เป็นเวลา 600 นาที วัสดุเซรามิก BaTiO₃ เมื่อคำนวณความหนาแน่นโดยวิธีอาร์คิมิดีสเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎีมีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 98.5% และพบรูพรุนในพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ ในปริมาณที่น้อย

จากภาพที่ 5.7(ข) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BTS_1 จากผลการศึกษาพบว่าลักษณะของพื้นผิวมีการเติบโตของเกรนที่ผิดปกติ (abnormal grain growth) เนื่องจากเกิดการหลอมตัวของเกรนทำให้เกรนบางส่วนมีขนาดใหญ่และสังเกตขนาดเกรนและขอบเกรนไม่ชัด เกรนเฉลี่ยมีขนาดประมาณ 0.66(+0.26) ไมโครเมตร สำหรับการหลอมตัวของเกรนที่เกิดขึ้นอาจมีสาเหตุเนื่องจากวัสดุผง BTP_1 ที่ใช้สังเคราะห์เป็นวัสดุเซรามิก BTS_1 มีการรวมตัวกันเป็นแท่งขนาดเล็กก่อนเผาไหม้ ดังนั้นเมื่อทำการเผาไหม้จึงทำให้เกิดการหลอมตัวของเกรนและเกิดการเติบโตของเกรนที่ผิดปกติภายในโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุเซรามิก ซึ่งคล้ายกับรายงานการวิจัยของ Park et al. (2002) ที่พบว่าเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคผงก่อนผ่านการเผาไหม้ เมื่อวัสดุเซรามิกผ่านการเผาไหม้แล้วเกิดการหลอมตัวของเกรนเข้าหากันทำให้ขนาดเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น

จากภาพที่ 5.7(ค) และ 5.7(ง) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 ตามลำดับ จากผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวมีการเกิดเกรนอย่างสมบูรณ์ เกรนมีลักษณะค่อนข้างกลม ลักษณะของเกรนที่พบมีสองลักษณะคือเกรนขนาดเล็ก และเกรนที่มีการเติบโตของเกรนที่ผิดปกติ ซึ่งขนาดเกรนของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 มีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.47(+0.19) และ 0.63(+0.29) ไมโครเมตรซึ่งอาจคาดคะเนได้ว่าวัสดุเซรามิก BTS_2 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าวัสดุเซรามิก BTS_3 เนื่องจากมีขนาดของเกรนเล็กกว่าวัสดุเซรามิก BTS_3 เกรนขนาดเล็กส่งผลให้ความกว้างของผนังโดเมน 90 ° มีค่าน้อยทำให้พื้นที่ของผนังโดเมนต่อหน่วยปริมาตรของวัสดุมีค่ามาก ซึ่งทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ มีค่าสูงด้วยด้วย (Moulson, Herbert, 2003)



ภาพที่ 5.7 แสดงพื้นผิวของของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_1 (ค) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ง) วัสดุเซรามิก BTS_3



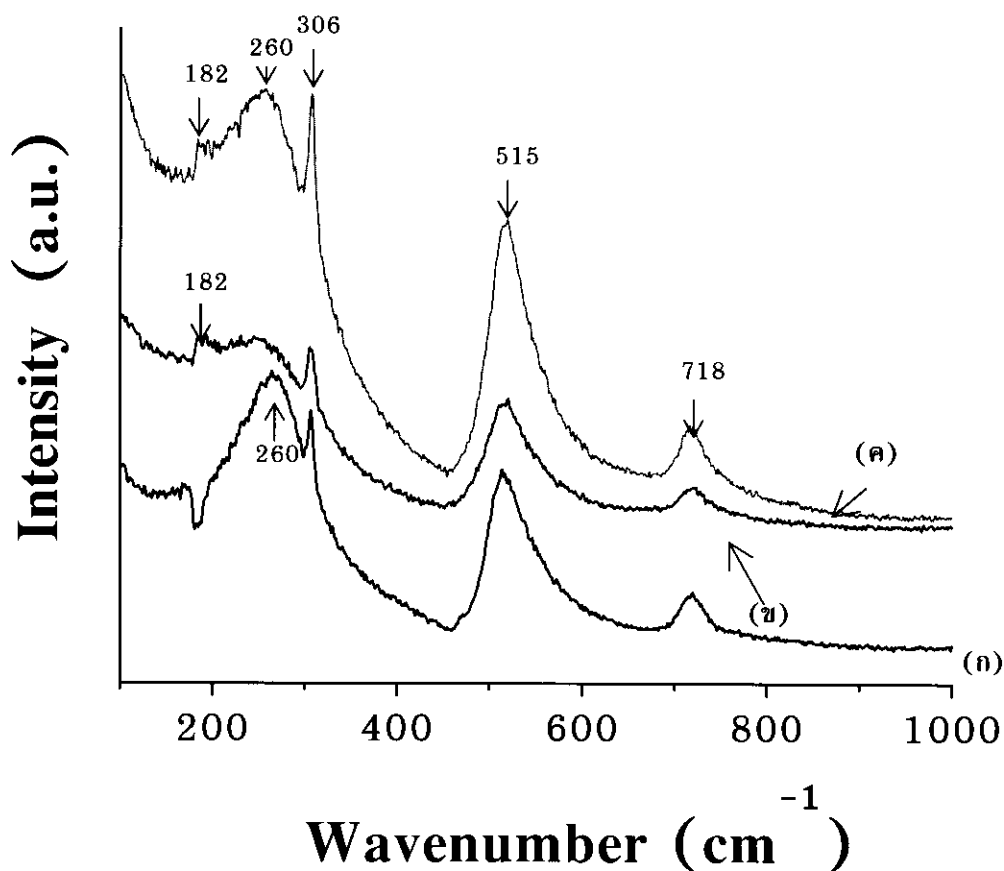
ภาพที่ 5.7 แสดงพื้นผิวของของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_1 (ค) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ง) วัสดุเซรามิก BTS_3 (ต่อ)

ตารางที่ 5.4 ขนาดเกรนของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ทำการศึกษาโดยเทคนิค SEM

วัสดุเซรามิก	ขนาดเกรน (μm)
JCPDS No 81-2203	-
BTS_0	0.39 + 0.10
BTS_1	0.66 + 0.26
BTS_2	0.47 + 0.19
BTS_3	0.63 + 0.29

5.1.9 การศึกษาองค์ประกอบของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ โดยใช้เทคนิคการกระเจิงรามาน

จากการศึกษาองค์ประกอบของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ โดยสังเกตจากสเปกตรัมรามานที่แสดงในภาพที่ 5.8 โดยทำการวัดสเปกตรัมในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่ 100 cm⁻¹ ถึง 1000 cm⁻¹ ของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยที่ (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ง) วัสดุเซรามิก BTS_3 ซึ่งได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของยอดกราฟฐานกว้าง (intensity a.u.) กับตำแหน่งเลขคลื่น (cm⁻¹) จากรายงานการวิจัยของ Li et al. (2004) และ Zhang et al. (2006) พบว่าตำแหน่งเลขคลื่น 721, 520, 306, 260 และ 188 cm⁻¹ เป็นตำแหน่งที่เป็นคุณลักษณะที่เด่นชัดของสเปกตรัมรามานของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ จากการทดลองพบว่าสเปกตรัมรามานของวัสดุเซรามิก BTS_2 และวัสดุเซรามิก BTS_3 เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่น 718, 515, 306, 260 และ 182 cm⁻¹ ส่วนวัสดุเซรามิก BTS_0 สเปกตรัมรามานเกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่น 718, 515, 306 และ 260 cm⁻¹ เมื่อเปรียบเทียบกับรายงานการวิจัยของ Li et al. (2004) และ Zhang et al. (2006) พบว่ามีการเลื่อนตำแหน่งของเลขคลื่นบางตำแหน่งซึ่งอาจเกิดจากความเค้นขณะที่ทำการวัดจึงทำให้เลขคลื่นบางตำแหน่งเกิดการเลื่อนไป สเปกตรัมรามานสามารถนำมาวิเคราะห์การเกิดพันธะแฝงที่อยู่ในภายในโครงสร้างของวัสดุเซรามิกและสามารถใช้ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ ได้ (Hwang et al., 2004) จากสเปกตรัมรามานของวัสดุ BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 ยอดกราฟฐานกว้างที่ตำแหน่งเลขคลื่น 182 cm⁻¹ คาดว่าน่าจะเป็นเฟสแบบอโรโรมบิคที่แฝงอยู่ในโครงสร้างแบบลูกบาศก์เทียม คล้ายกับรายงานการวิจัยของ Li et al. (2004) ที่พบยอดกราฟฐานกว้างที่เลขคลื่น 180 cm⁻¹ บ่งบอกถึงเฟสแบบอโรโรมบิคที่เป็นเฟสแฝงอยู่ในโครงสร้างแบบเทตระโกนัล และจากภาพที่ 5.8 พบว่าเวลาในการแคลไซน์มีผลต่อสเปกตรัมรามานของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ โดยที่อุณหภูมิในการแคลไซน์สูงจะทำให้สเปกตรัมที่วัดได้มีความคมชัด (sharp) มากกว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า เนื่องจากมีการสั่นของผลึกภายในที่สม่ำเสมอจึงทำให้สเปกตรัมที่วัดได้มีความคมชัด และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้นความเข้มของสเปกตรัมรามานจะเพิ่มขึ้น สังเกตได้ชัดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 515 cm⁻¹ ซึ่งคาดว่าวัสดุเซรามิก BaTiO₃ ที่เตรียมจากวัสดุผง BaTiO₃ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงน่าจะเป็นผลึกสมบูรณ์มากกว่าที่อุณหภูมิต่ำ



ภาพที่ 5.8 แสดงรามานสเปกตรัมของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยที่ (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ง) วัสดุเซรามิก BTS_3

5.2 ผลการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลวานทางจะเข้าเท่ากับ 1:5

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 โดยศึกษาพฤติกรรมการขึ้นกับอุณหภูมิและการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) โดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C และในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ข้อมูลจากการทดลองแสดงในรูปแบบของค่าความจุไฟฟ้า (C_p) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกสำหรับการนำเสนอผลการทดลองได้แสดงในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกกับ อุณหภูมิ (ที่ความถี่ต่างๆ) โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสามารถคำนวณได้โดยตรงจากค่า C_p ดังแสดงในภาพที่ 4.8 ซึ่งในการทดลองนี้ไม่สามารถวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_1 ได้ เนื่องจากวัสดุเซรามิก BTS_1 เกิดการแตกหักเสียหายในระหว่างการทดลองดังนั้นในผลการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกนี้จึงได้รายงานเฉพาะผลการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0 วัสดุเซรามิก BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 ตามลำดับ

5.2.1 การขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และ ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก

จากภาพที่ 5.9 (ก.1) และ ภาพที่ 5.9 (ก.2) แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0 ที่ความถี่ต่างๆ พบว่าในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง -20°C ช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 120°C และที่ช่วงอุณหภูมิ 140°C ถึง 200°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 1700 ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 0.01 ถึง 0.02 ที่อุณหภูมิ 130°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าประมาณ 7000 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิ 130°C เป็นช่วงที่วัสดุเซรามิก BTS_0 เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริกหรือเรียกว่าอุณหภูมิคูรีหรือจุดคูรีนั่นเอง จึงทำให้ที่อุณหภูมิ 130°C วัสดุเซรามิก BTS_0 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงที่สุดตลอดช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา เมื่อพิจารณาที่ช่วงอุณหภูมิ -10°C ถึง 25°C พบว่าที่ความถี่ 100 Hz ถึง 10 kHz ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 2200 และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกค่าอยู่ในช่วง 0.02 ถึง 0.1 จากพฤติกรรมที่ผิดปกติดังกล่าวนี้นี้เกิดขึ้นจากเปลี่ยนเฟสของวัสดุเซรามิก BTS_0 จากออร์โธมบิกเฟสไปเป็นเทตระโกนัลเฟส ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Li et al. (2004) ที่พบว่าที่อุณหภูมิ 0°C ถึง 25°C มีการเปลี่ยนเฟสของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ออร์โธมบิกเฟสไปเป็นเทตระโกนัลเฟส จึงทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในช่วง 0°C ถึง 25°C มีค่าสูง

จากภาพที่ 5.10 (ข.1) และ ภาพที่ 5.10 (ข.2) แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_2 ที่ความถี่ต่างๆ พบว่าที่ช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง -20°C ช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 110°C และที่ช่วงอุณหภูมิ 130°C ถึง 200°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 1200 ถึง 1700 ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 0.01 ถึง 0.02 ที่อุณหภูมิ 120°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าประมาณ 2500 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิ 120°C เป็นช่วงที่วัสดุเซรามิก BTS_2 เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ดังนั้นวัสดุเซรามิก BTS_2 จึงมีอุณหภูมิคูรีที่ 120°C เมื่อพิจารณาที่ช่วงอุณหภูมิ -10°C ถึง 25°C พบว่าที่ความถี่ 100 Hz พบพฤติกรรมที่ผิดปกติเช่นเดียวกับวัสดุเซรามิก BTS_0 โดยที่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 1400 ถึง 2300 และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกค่าอยู่ในช่วง 0.02 ถึง 0.30 ซึ่งน่าจะเกิดจากการเปลี่ยนเฟสเช่นเดียวกับวัสดุเซรามิก BTS_0

จากภาพที่ 5.11 (ค.1) และ ภาพที่ 5.11 (ค.2) แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_3 ที่ความถี่ต่างๆ พบว่าที่ช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง -20°C ช่วงอุณหภูมิ 30°C ถึง 110°C และที่ช่วงอุณหภูมิ 130°C ถึง 200°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 520 ถึง 960 ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 0.01 ถึง 0.02 ที่อุณหภูมิ 120°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าประมาณ 1400 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิ 120°C เป็นช่วงที่วัสดุเซรามิก BTS_3 เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ดังนั้นวัสดุเซรามิก BTS_3 จึงมีอุณหภูมิคูรีที่ 120°C ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Luan et al. (1999) เมื่อพิจารณาที่ช่วงอุณหภูมิ -10°C ถึง 25°C พบว่าที่ความถี่ 100 Hz พบพฤติกรรมที่ผิดปกติเช่นเดียวกับวัสดุเซรามิก BTS_0 โดยที่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 730 ถึง 1500 และค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกค่าอยู่ในช่วง 0.08 ถึง 0.40 ซึ่งน่าจะเกิดจากการเปลี่ยนเฟสของวัสดุเซรามิกเช่นกัน

จากภาพที่ 5.12 แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของ (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2 และ (ค) วัสดุเซรามิก BTS_3 ทำการศึกษาในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C ที่ความถี่ 100 kHz พบว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกประมาณ 7000 มีอุณหภูมิคูรีเท่ากับ 130°C ส่วนวัสดุเซรามิก BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 มีอุณหภูมิคูรี

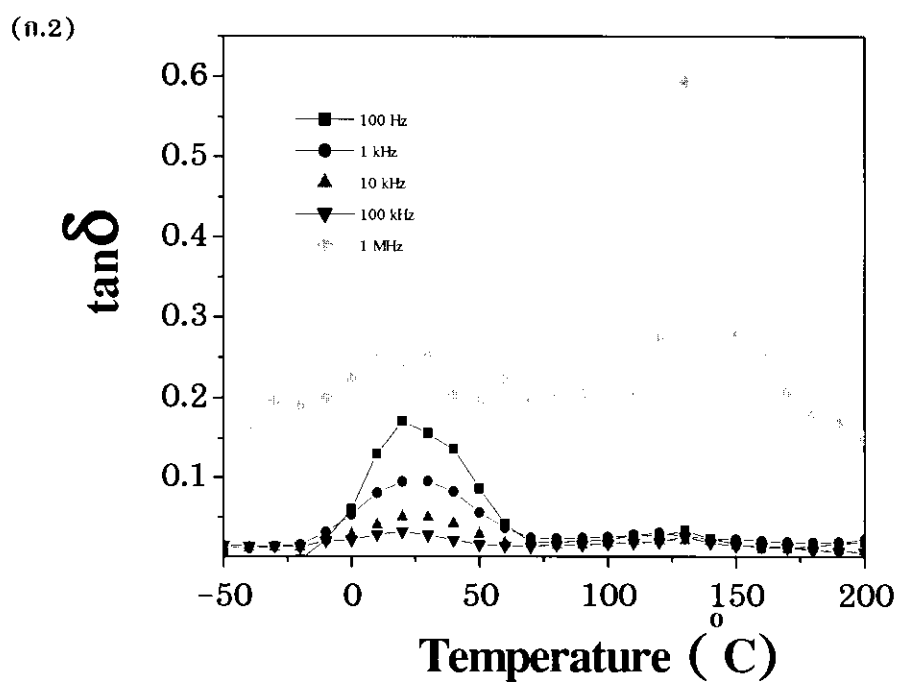
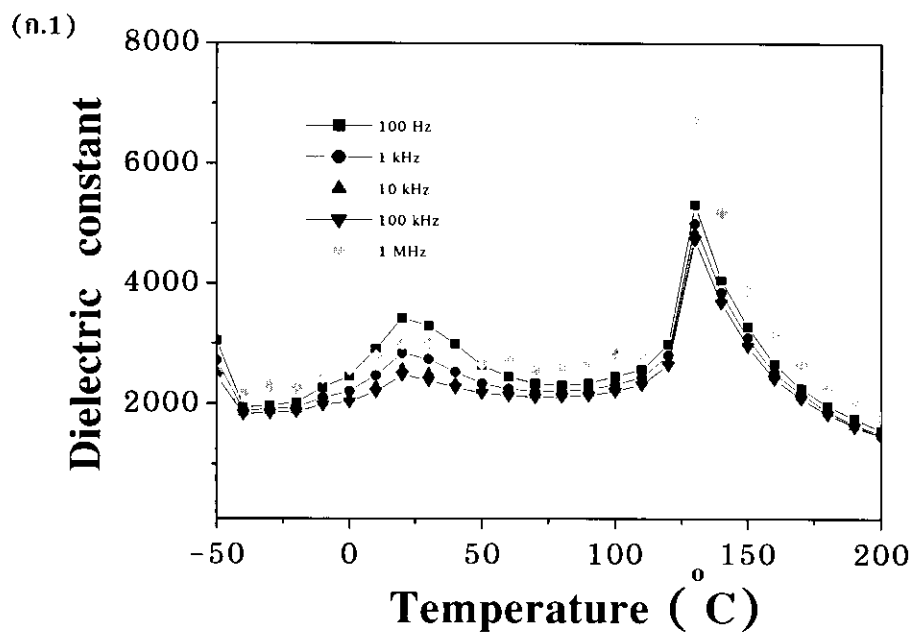
เท่ากันคือเท่ากับ 120°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 มีค่าประมาณ 2500 และ 1400 ตามลำดับ ซึ่งสาเหตุของการลดลงของอุณหภูมิคูรีเกิดขึ้นเนื่องจากเมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 พบว่ามีปริมาณ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นรูไทล์สูงกว่าในวัสดุเซรามิก BTS_0 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 มีปริมาณ Ti^{4+} ในโครงสร้างผลึกสูงกว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 ซึ่งทำให้เกิดการบิดเบี้ยวในผลึกชั้นจึงส่งผลให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงสอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2001) เมื่อพิจารณาที่จุดคูรีของวัสดุเซรามิกทั้ง 3 เจือปน พบว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 มีความคมชัดของยอดกราฟฐานกว้างมากกว่าวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 สาเหตุเกิดจากเมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคของวัสดุเซรามิกพบว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 มีขนาดอนุภาคผิวกว้างกว่าวัสดุผงของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 ซึ่งการมีขนาดอนุภาคขนาดเล็กนั้นจะมีความเค้นส่วนเกินสูง ส่งผลให้ที่จุดคูรีของวัสดุเซรามิกมีความคมชัดของยอดกราฟฐานกว้างต่ำ และทำให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงด้วย (Moulson, Herbert, 2003) ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 มีค่าประมาณ 0.02 ถึง 0.04 และมีค่าต่ำกว่าค่าของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกวัสดุเซรามิก BTS_0 ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง 0.05 ถึง 0.21 ในช่วงอุณหภูมิ -10°C ถึง 25°C พบพฤติกรรมค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าบริเวณใกล้เคียงคาดว่ามีความเกิดจากการเปลี่ยนเฟสของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 จากอโรธอมบิคเฟสไปเป็นเทระโกนัลเฟสจึงทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในช่วง 0°C ถึง 25°C มีค่าสูงซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Li et al. (2004)

เมื่อทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -20°C ถึง 180°C และ 180°C ถึง -20°C ของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 เพื่อยืนยันพฤติกรรมที่ผิดปกติในช่วงอุณหภูมิ -10 ถึง 25°C ซึ่งจากภาพที่ 5.13 พบว่าวัสดุเซรามิก ทุกเจือปนในช่วงอุณหภูมิ -10°C ถึง 25°C มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าบริเวณใกล้เคียงซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Li et al. (2004) ซึ่งการพบพฤติกรรมเช่นนี้เกิดจากการเปลี่ยนเฟสของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 จากอโรธอมบิคเฟสไปเป็นเทระโกนัลเฟสและสอดคล้องกับผลการศึกษาองค์ประกอบของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 โดยใช้เทคนิคการกระเจิงรามานดังภาพที่ 5.8 ที่พบว่ายอดกราฟฐานกว้างที่เลขคลื่น 180 cm^{-1} บ่งบอกถึงเฟสแบบอโรธอมบิคที่เป็นเฟสแฝงอยู่ในโครงสร้างแบบเทระโกนัล

จากตารางที่ 5.5 เมื่อเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่เตรียมจากวัสดุผง BaTiO_3 โดยใช้สารละลายเจลาวันทางจระเข้เป็นตัวทำละลายและใช้อัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:5 พบว่าวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่เตรียมได้มีอุณหภูมิ T_c ของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 ต่ำกว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 และต่ำกว่าบางกลุ่มวิจัยสาเหตุอาจเนื่องมาจากการตรวจพบมีปริมาณ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นรูไทล์ในโครงสร้างผลึกของวัสดุเซรามิก ซึ่งปริมาณ Ti^{4+} ในโครงสร้างของวัสดุเซรามิก BTS_2 และ BTS_3 สูงกว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 ทำให้เกิดการบิดเบี้ยวในโครงสร้างผลึกจึงส่งผลให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงสอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2001) ส่วนค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_2 และ BTS_3 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกน้อยกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกหลายกลุ่มวิจัย สาเหตุการมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอาจเนื่องมาจาก ขนาดของเกรน ความหนาแน่นของวัสดุเซรามิก ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อถัดไป

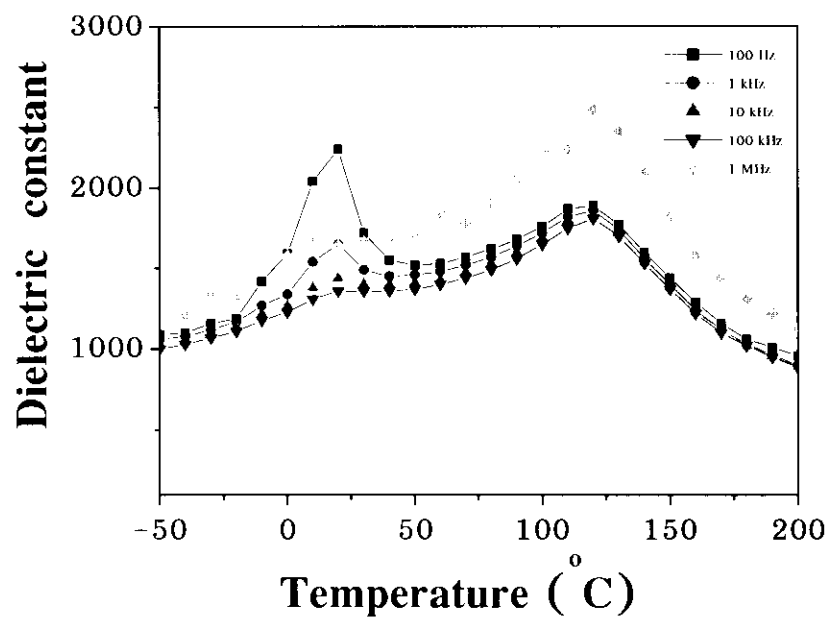
ตารางที่ 5.5 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ จากกลุ่มวิจัยอื่นและค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้จากการทดลอง

กลุ่มวิจัย	อุณหภูมิเผาผนึก (ชั่วโมง)	อุณหภูมิคูรี (T _c) °C	ขนาดเกรน (μm)	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก
Luan et al. (1999)	1050 /0.5	130	0.28	4000
	1100 /0.5	120	0.76	5500
	1150 /0.5	120	1.8	1000
Boulos et al. (2005)	1250 /10	125	-	12000
	1250 /20	125	-	10000
Cernea et al. (2005)	1275/3	104	1.5	3020
Vinothini et al. (2006)	1300/3	135	-	3000
ผลการทดลอง				
BTS_0	1100/4	130	0.39 ± 0.10	7000
BTS_2	1100/4	120	0.47 ± 0.19	2500
BTS_3	1100/4	120	0.63 ± 0.29	1400

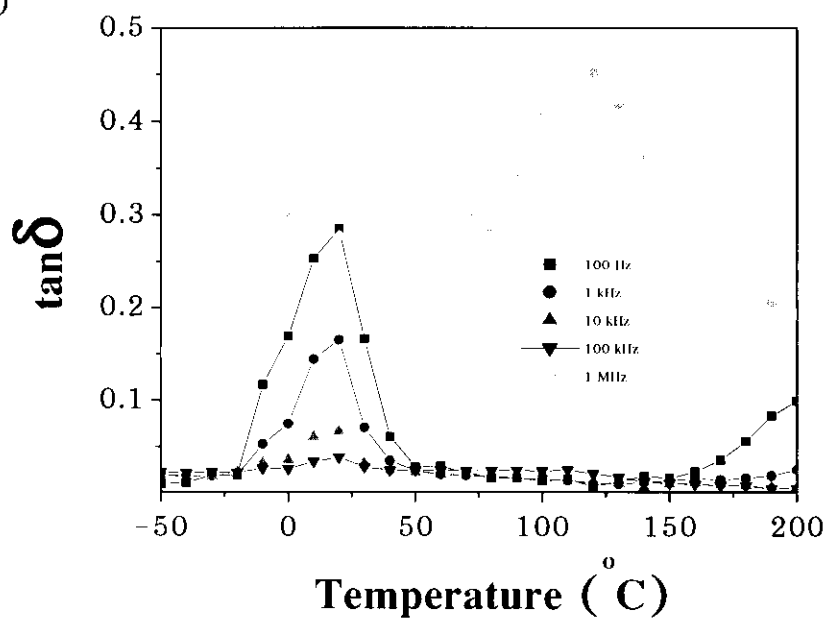


ภาพที่ 5.9 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0

(ข.1)

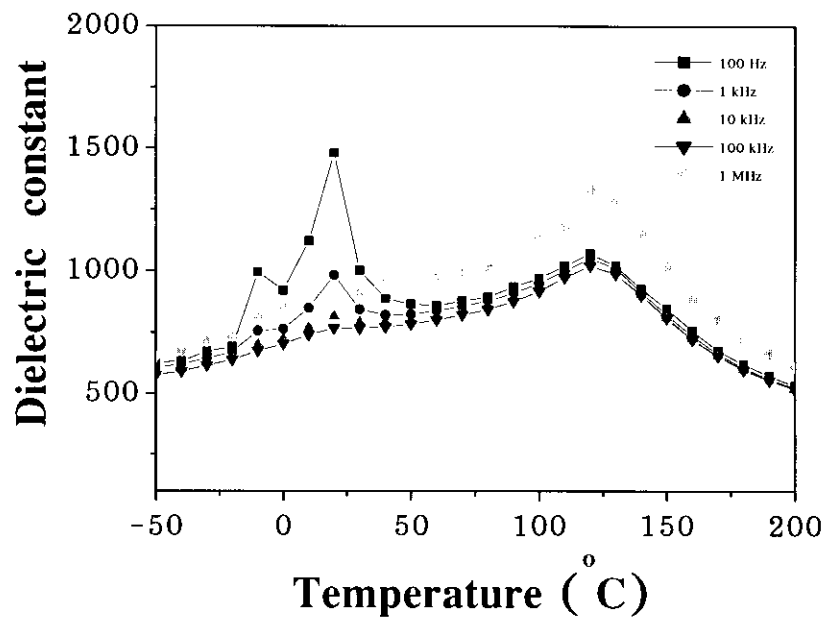


(ข.2)

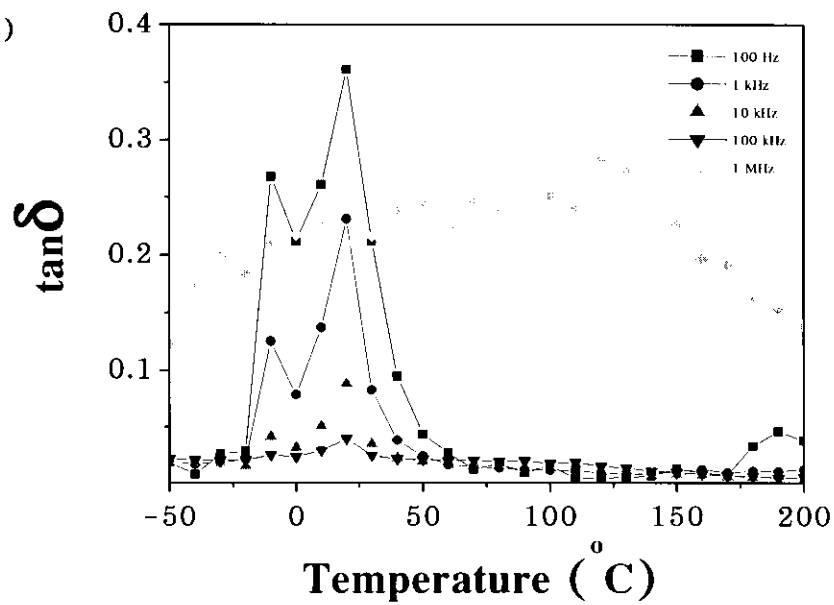


ภาพที่ 5.10 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2

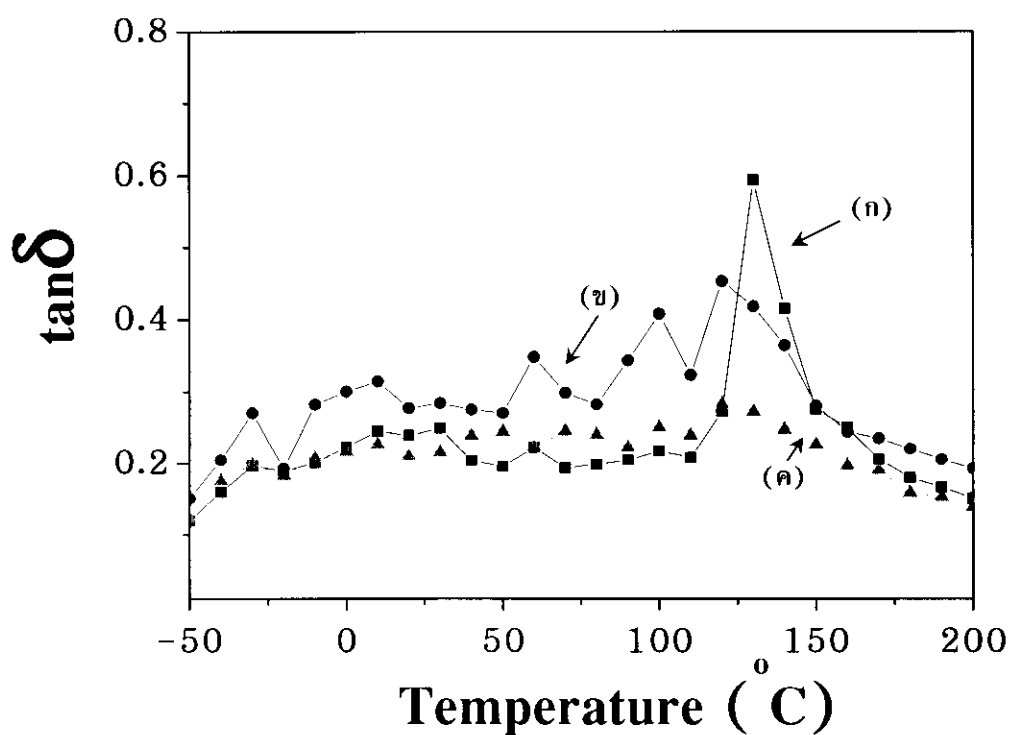
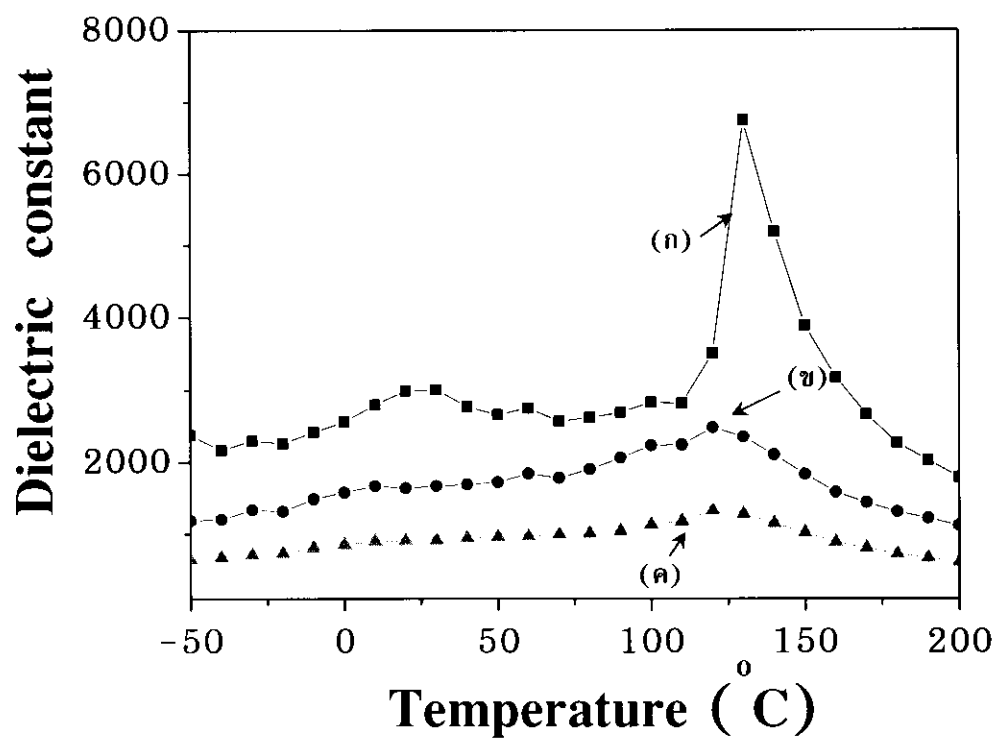
(ค.1)



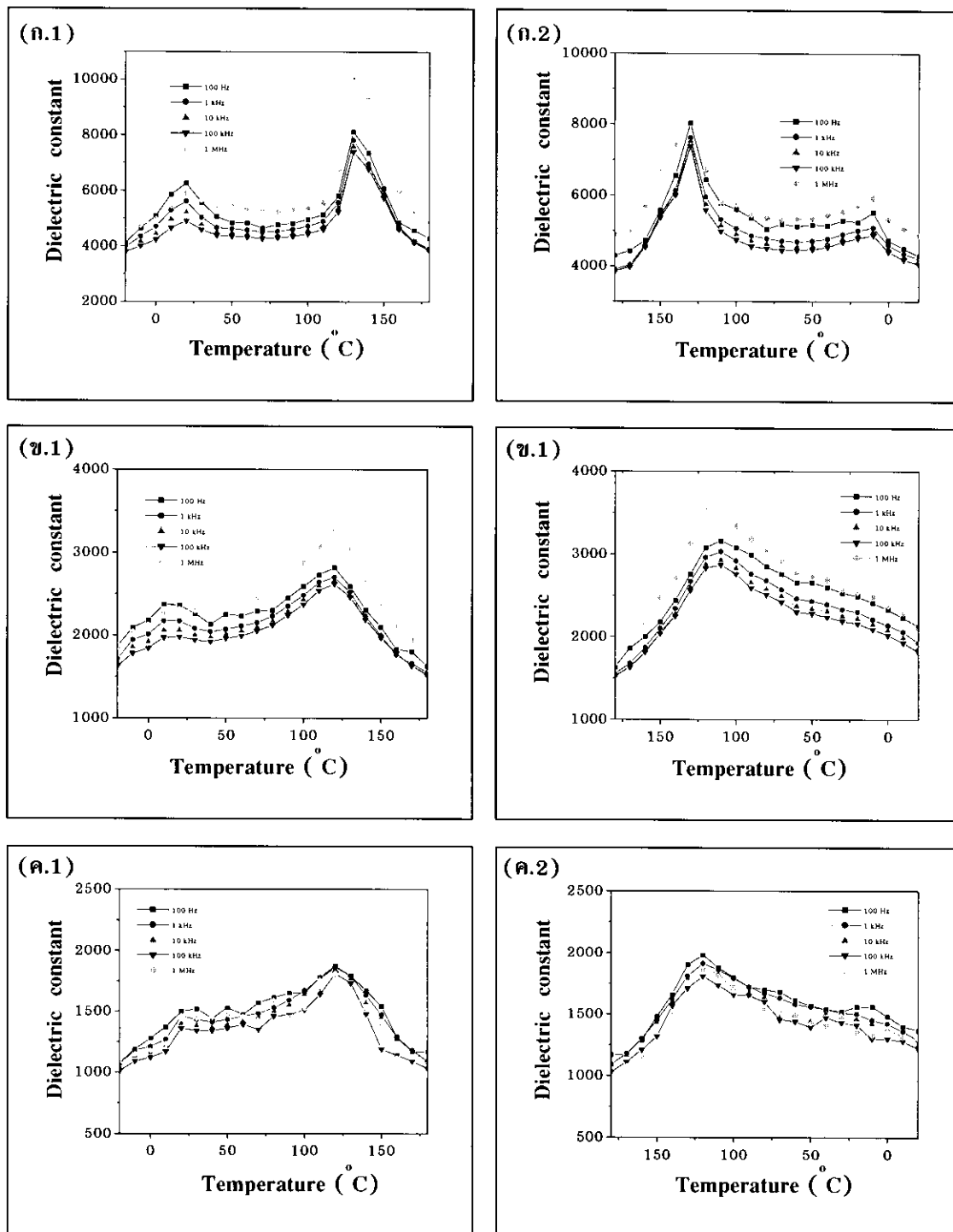
(ค.2)



ภาพที่ 5.11 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 $^{\circ}\text{C}$ ถึง 200 $^{\circ}\text{C}$ (ค) วัสดุเซรามิก BTS_3



ภาพที่ 5.12 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 kHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ค) วัสดุเซรามิก BTS_3



ภาพที่ 5.13 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -20 °C ถึง 180 °C และ 180 °C ถึง -20 °C ของ (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2 (ค) วัสดุเซรามิก BTS_3

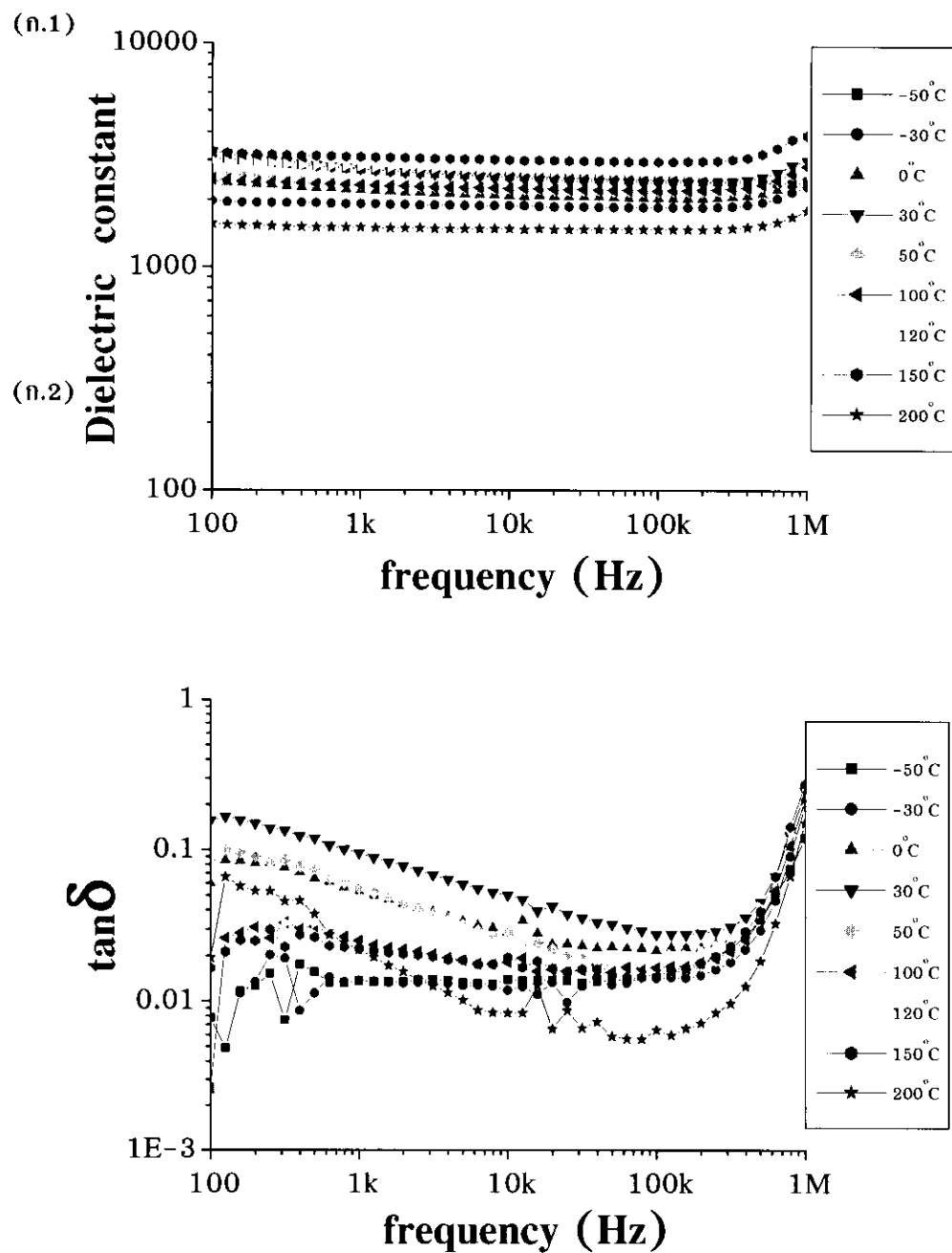
5.2.2 การขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และ ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก

จากภาพที่ 5.14 (ก.1) และ ภาพที่ 5.14 (ก.2) เมื่อพิจารณาการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0 มีค่าอยู่ในช่วง 1100 ถึง 1400 และมีการเปลี่ยนแปลงตามความถี่น้อยมากและที่ความถี่เข้าใกล้ 1 MHz ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าอยู่ในช่วง 0.008 ถึง 0.03 ที่ช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 100 kHz ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าค่อย ๆ ลดลง แต่ที่ช่วงความถี่ 100 kHz ถึง 1 MHz ค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าค่อย ๆ เพิ่มขึ้นถึง 0.3

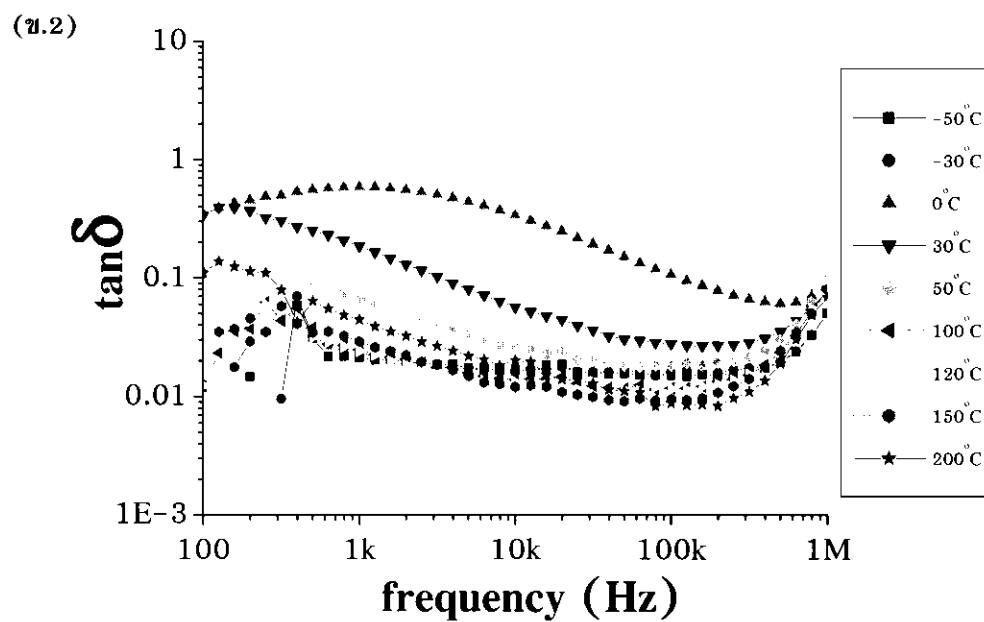
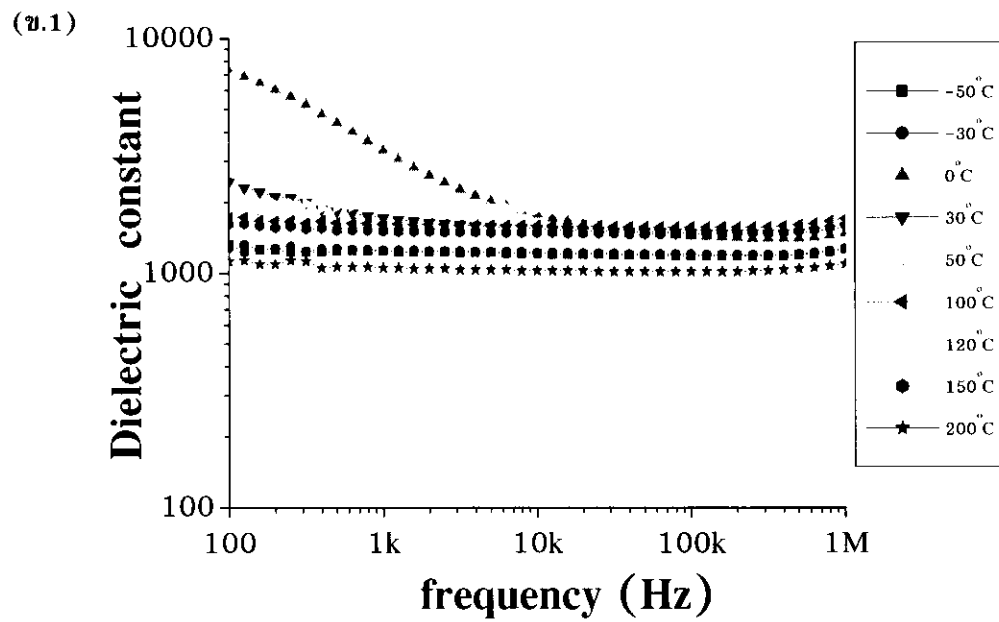
จากภาพที่ 5.15 (ข.1) และ ภาพที่ 5.15 (ข.2) เมื่อพิจารณาการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_2 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_2 มีค่าอยู่ในช่วง 2000 ถึง 7000 และมีการเปลี่ยนแปลงตามความถี่น้อยมากตลอดช่วงความถี่ที่ทำการศึกษา ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่ามีค่าค่อย ๆ ลดลงและมีค่าอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.34 แต่ที่ช่วงความถี่เข้าใกล้ 1 MHz ค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าค่อย ๆ เพิ่มขึ้นถึง 0.3

จากภาพที่ 5.16 (ค.1) และ ภาพที่ 5.16 (ค.2) เมื่อพิจารณาการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_3 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_3 มีค่าอยู่ในช่วง 500 ถึง 1000 และมีการเปลี่ยนแปลงตามความถี่น้อยมากเช่นเดียวกับวัสดุเซรามิก BTS_2 ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าค่อย ๆ ลดลงและมีค่าอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.22 แต่ที่ช่วงความถี่เข้าใกล้ 1 MHz ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าค่อย ๆ เพิ่มขึ้นถึง 0.3

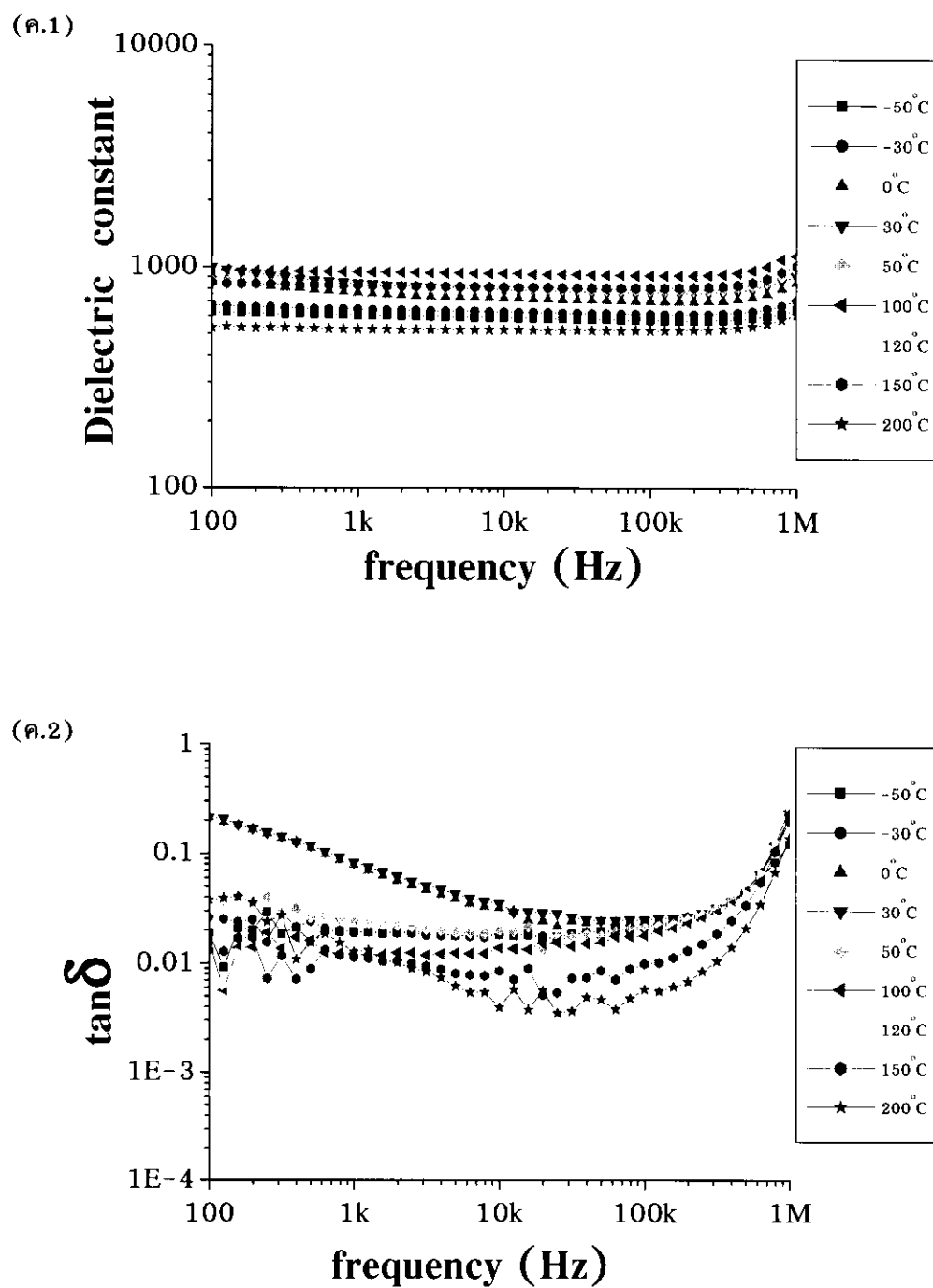
จากผลการพิจารณาการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_2 และ BTS_3 ที่ทำการศึกษาในช่วง 100 Hz ถึง 1 MHz ความถี่และทำการศึกษาที่ช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีการเปลี่ยนแปลงตามความถี่น้อยมากตลอดช่วงความถี่ที่ทำการศึกษาซึ่งขัดแย้งกับงานวิจัยของ Vinothini et al. (2006) ที่พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ BaTiO₃ มีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ซึ่งการไม่เปลี่ยนแปลงตามความถี่หรือการเปลี่ยนแปลงตามความถี่เพียงเล็กน้อยของวัสดุเซรามิก BaTiO₃ อาจเกิดเนื่องจากวัสดุเซรามิก BaTiO₃ เป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีการเปลี่ยนแปลงในช่วงความถี่ประมาณ 10 GHz (Moulson, Herbert, 2003) ดังนั้นในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ที่ทำการศึกษาจึงไม่พบการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_2 และ BTS_3



ภาพที่ 5.14 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0



ภาพที่ 5.15 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2



ภาพที่ 5.16 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C (ค) วัสดุเซรามิก BTS_3 (ต่อ)

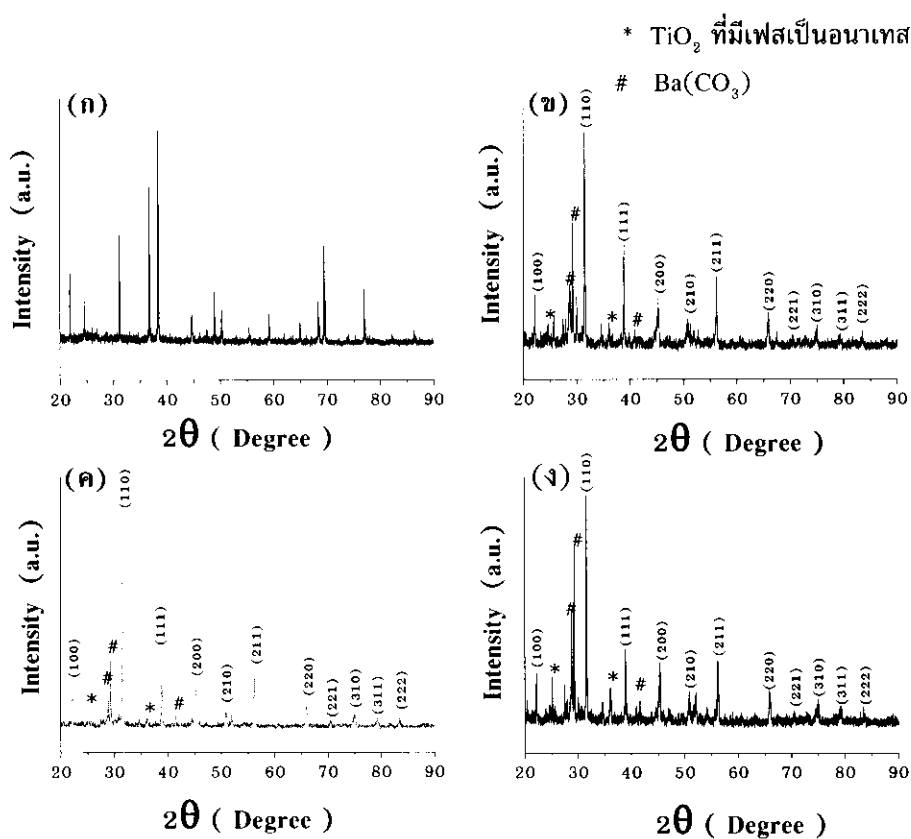
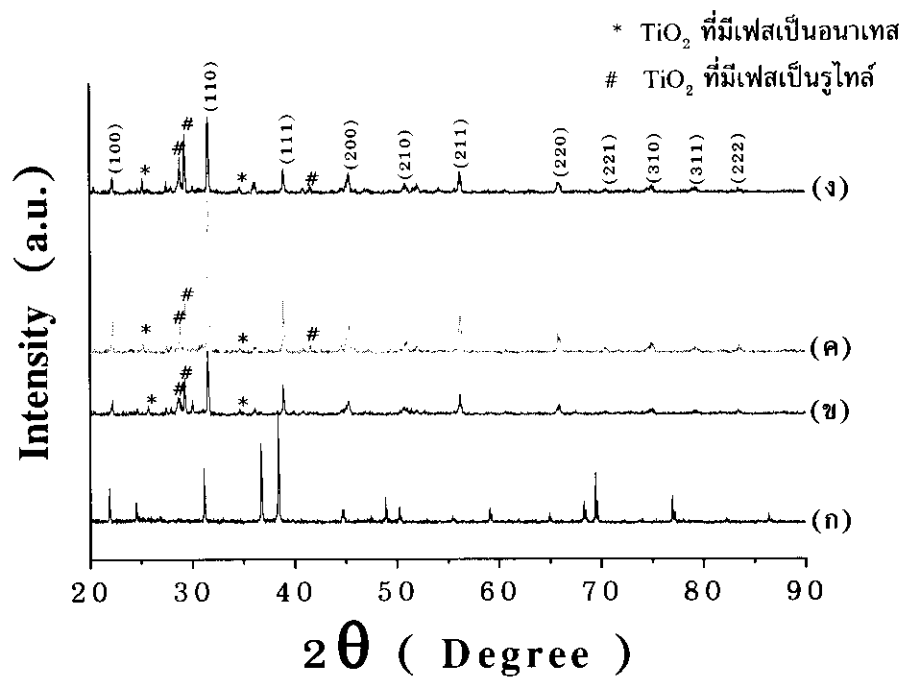
5.2.3 ผลของขนาดเกรนต่อสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BaTiO_3

จากภาพที่ 5.12 แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของ (ก) วัสดุเซรามิก BTS_0 (ข) วัสดุเซรามิก BTS_2 และ (ค) วัสดุเซรามิก BTS_3 ทำการศึกษาในช่วงอุณหภูมิ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่ความถี่ 100 kHz พบว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงที่สุดคือมีค่าประมาณ 7000 ส่วนวัสดุเซรามิก BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าประมาณ 2500 และ 1400 ตามลำดับ ซึ่งสาเหตุของการมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงของวัสดุเซรามิกนั้นจะขึ้นอยู่กับขนาดเกรนของวัสดุเซรามิก ความเค้นภายในเกรนวัสดุเซรามิกที่มีเกรนขนาดเล็กเนื่องจากการไม่มีผนังโดเมนในทิศ 90° มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (รัตติกกร ยัมนิริญ, 2549) อีกทั้งการมีความหนาแน่นของวัสดุที่สูงก็ส่งผลให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงอีกด้วย (Tuan et al., 1999) เมื่อพิจารณาภาพที่ 5.7(ก) ถึง 5.7(ง) พบปริมาณรูพรุนในวัสดุเซรามิก BTS_2 ในปริมาณที่น้อยกว่าเซรามิก BTS_0 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 ดังนั้นคาดว่าวัสดุเซรามิก BTS_2 จึงน่าจะมีความหนาแน่นของวัสดุสูงกว่าวัสดุเซรามิกอื่น แต่เมื่อพิจารณาตารางที่ 5.4 พบว่าวัสดุเซรามิก BTS_0 วัสดุเซรามิก BTS_2 และ วัสดุเซรามิก BTS_3 มีขนาดเกรนเท่ากับ $0.39(+0.10)$, $0.47(+0.19)$ และ $0.63(+0.29)$ ตามลำดับ ถ้าพิจารณาขนาดเกรนของวัสดุเซรามิกอาจคาดคะเนได้ว่า วัสดุเซรามิก BTS_0 น่าจะเป็นวัสดุเซรามิกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเนื่องจากมีขนาดเกรนเล็กที่สุด ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0 มีค่าสูงที่สุดซึ่งสอดคล้องกับการมีขนาดเกรนที่เล็ก เมื่อพิจารณาในภาพรวมพบว่าค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BTS_0, BTS_2 และ BTS_3 ทั้งหมดที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีค่าอยู่ในช่วง 0.008 ถึง 0.34 ในช่วงความถี่ที่ต่ำกว่า 1 MHz ดังนั้นวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้น่าจะสามารถนำไปประดิษฐ์เป็นตัวเก็บประจุได้เนื่องจากมีค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วงที่สามารถยอมรับได้ (ซึ่งมีค่าไม่เกิน 0.02)

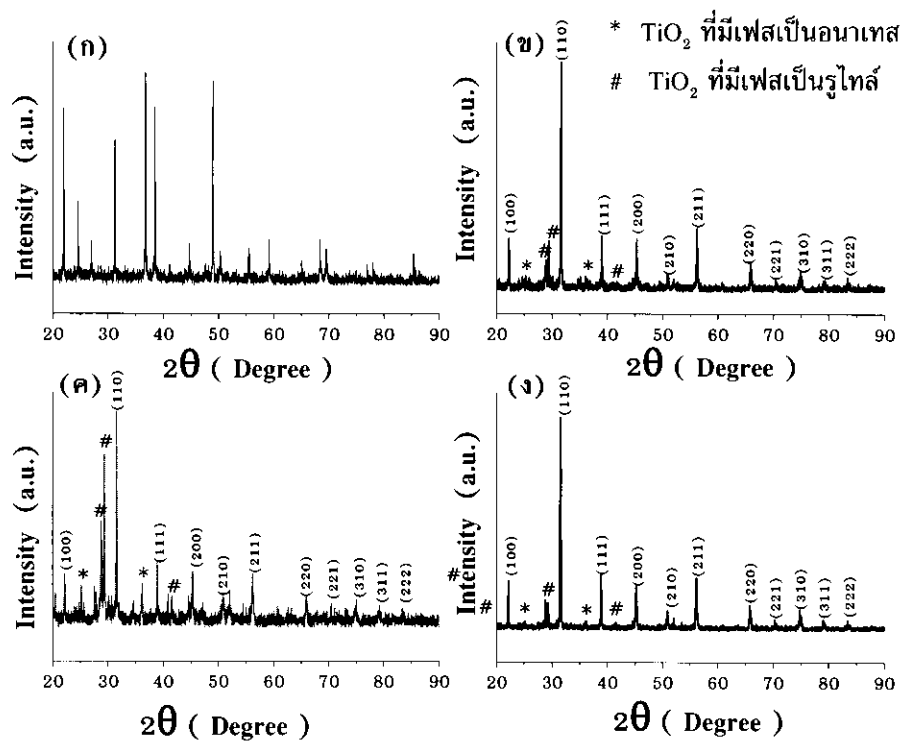
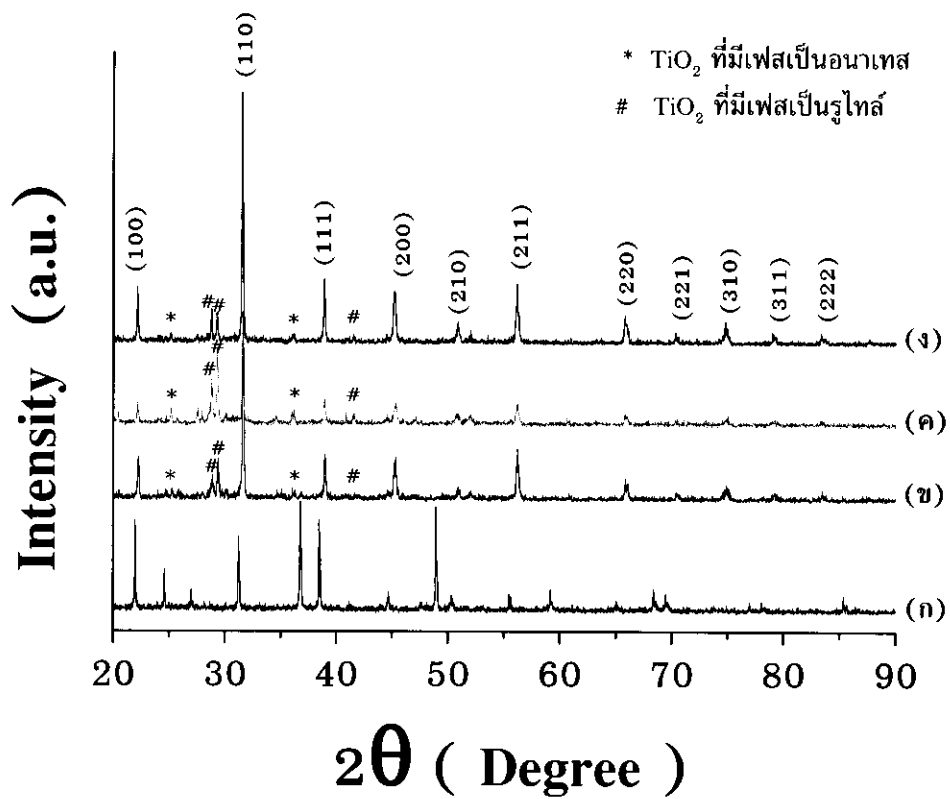
5.3 ผลการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ ช้ำ

หลังจากทำการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ โดยใช้สารละลายเจลาวันทางจะเข้เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:5 และใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Ba : Ti เท่ากับ 1:1 (โดยรายละเอียดการเตรียมแสดงในหัวข้อที่ 4.1) หลังจากได้เจลแห้งหรือวัสดุผงตั้งต้นแล้วนำวัสดุผงตั้งต้นที่เตรียมได้ไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้วัสดุผงเกิดเป็นสารประกอบ BaTiO₃ ศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง BaTiO₃ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆโดยเทคนิค XRD พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C มีรูปแบบการเลี้ยวเบนใกล้เคียงข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 89-2263) เป็นโครงสร้างแบบลูกบาศก์ของวัสดุผง BaTiO₃ แต่ยังคงมีเฟสเจือปนของ TiO₂ ที่มีเฟสเป็นอนาเทส และมีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล และ TiO₂ ที่มีเฟสเป็นรูไทล์ การพบเฟสเจือปนของ TiO₂ ในโครงสร้างของ BaTiO₃ นี้คาดว่าอาจเกิดจากการกระจายตัวของ Ti⁴⁺ ในสารละลายเจลาวันทางจะเข้ไม่สม่ำเสมอ จึงทำให้ Ti⁴⁺ มีมากเกินไปในปฏิกิริยาระหว่าง Ba²⁺ และ Ti⁴⁺ จึงได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ โดยใช้สารละลายเจลาวันทางจะเข้เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:5 ช้ำ เพื่อยืนยันผลการตรวจพบเฟสเจือปนของ TiO₂ ในโครงสร้างของ BaTiO₃ หลังจากการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผงที่เตรียมได้ยังคงมีเฟสปลอมปนของ TiO₂ ดังแสดงในภาพที่ 5.17 ซึ่งปริมาณที่ตรวจพบมีปริมาณที่สูงกว่าการเตรียมวัสดุผง BaTiO₃ ในครั้งแรก ซึ่งคาดว่าอาจเกิดจากการกระจายตัวของ Ti⁴⁺ ในสารละลายเจลาวันทางจะเข้ไม่สม่ำเสมอจึงทำให้ Ti⁴⁺ มีมากเกินไปในปฏิกิริยาระหว่าง Ba²⁺ และ Ti⁴⁺ ดังนั้นจึงได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ โดยใช้สารละลายเจลาวันทางจะเข้เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:10 และใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Ba : Ti เท่ากับ 1:1 เพื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสปลอมปนของ TiO₂ ในโครงสร้างของ BaTiO₃

การสังเคราะห์วัสดุผง BaTiO₃ โดยใช้สารละลายเจลาวันทางจะเข้เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:10 และใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Ba : Ti เท่ากับ 1:1 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผงที่เตรียมได้ยังคงมีเฟสเจือปนของ TiO₂ ดังแสดงในภาพที่ 5.18 ซึ่งปริมาณที่ตรวจพบมีปริมาณที่สูงกว่าการเตรียมวัสดุผง BaTiO₃ โดยอัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:5 ในครั้งแรก แต่เฟสเจือปนที่ตรวจพบมีปริมาณที่ต่ำกว่าการเตรียมวัสดุผง BaTiO₃ โดยอัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:5 ช้ำ ซึ่งคาดว่าอาจเกิดจากการกระจายตัวของ Ti⁴⁺ ในสารละลายเจลาวันทางจะเข้ได้ดีกว่าการเตรียมช้ำ ดังนั้น จึงได้ทำการเตรียมวัสดุผงและวัสดุเซรามิก Ba_{1-x}Fe_xTiO₃ (0 ≤ x ≤ 0.05) โดยใช้อัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรดต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้เท่ากับ 1:10 เพื่อศึกษาเพื่อศึกษาพฤติกรรมทางไดอิเล็กทริกโดยผลการศึกษาแสดงในหัวข้อถัดไป



ภาพที่ 5.17 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผง BaTiO_3 ที่เตรียมซ้ำ โดยใช้อัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายละลายเจลว่านทางจะเข้าเท่ากับ 1:5 โดยผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) 700 °C (ค) 800 °C (ง) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 5.18 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผง BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:10 โดยผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) 700 °C (ค) 800 °C (ง) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

5.4 ผลการศึกษาวัสดุผงและวัสดุ $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:10

จากผลการศึกษาการเตรียมวัสดุผงและวัสดุ $BaTiO_3$ โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:5 ในหัวข้อที่ 5.1 พบว่าวัสดุผงและวัสดุ $BaTiO_3$ ที่เตรียมได้ตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ซึ่งอาจเป็นผลมาจากในขั้นตอนกระบวนการเตรียมวัสดุผงมีการกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาผลการเตรียมวัสดุผงและวัสดุ $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:10 เพื่อเปรียบเทียบผลการตรวจพบปริมาณเฟสปลอมปนของ TiO_2 ซึ่งผลการศึกษาการเตรียมวัสดุผงและวัสดุ $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:10 รายละเอียดจะกล่าวถึงในหัวข้อต่อไป

5.4.1 ผลการวิเคราะห์วัสดุผงโดยเทคนิค TG/DTA

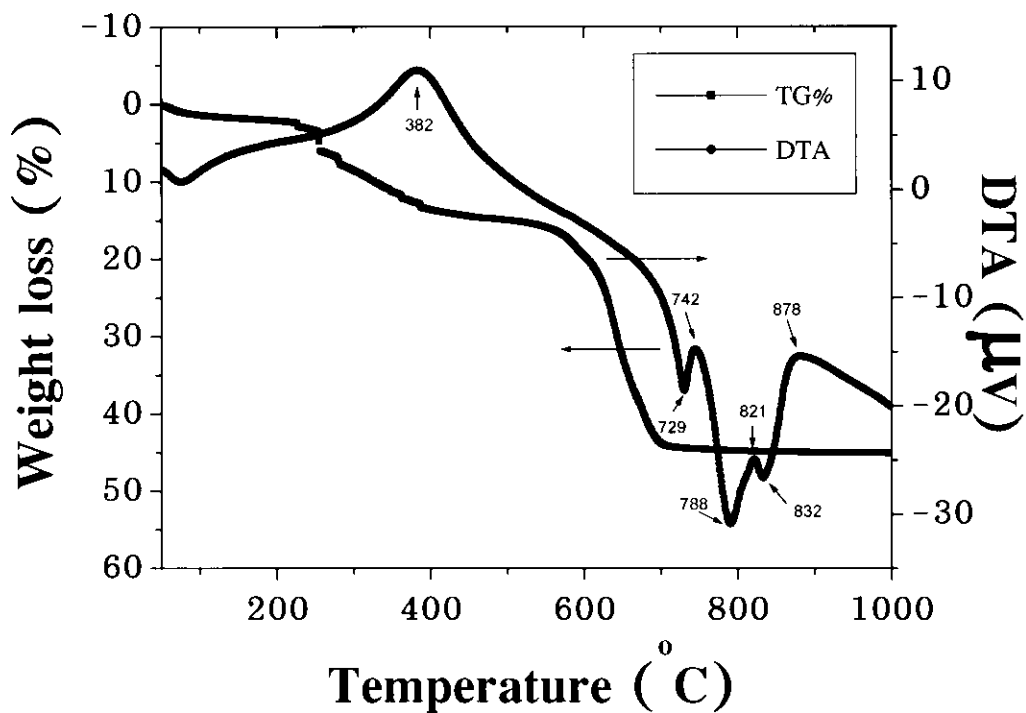
การศึกษาลักษณะของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นหรือสารประกอบอื่น ๆ ของวัสดุผง $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) เมื่อ $x = 0, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04$ และ 0.05) เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะในเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:10 เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของวัสดุผงตั้งต้นเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ พร้อมทั้งศึกษาลักษณะของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารประกอบอื่น ๆ ในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 30°C ถึง 1000°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ดังแสดงในภาพที่ 5.19(ก) ถึง 5.21(จ)

จากภาพที่ 5.19(ก) ในกรณีที่ $x = 0$ เมื่อพิจารณากราฟของ TGA ที่อุณหภูมิ 30°C ถึง 700°C พบว่ามีการลดลงของน้ำหนักสารตั้งต้นอย่างรวดเร็วและต่อเนื่องถึง 43.76% แสดงให้เห็นว่าเกิดการสลายตัวของ น้ำ สารประกอบโลหะในเตรตและสารที่ระเหยได้ และคาดว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า 700°C น่าจะเป็นช่วงที่มีการเกิดการสลายพันธะขององค์ประกอบของสารละลายเจลาวันทางจระเข้ซึ่งเป็นสารประกอบประเภทโปรตีนขึ้น ซึ่งให้ผลคล้ายกับการศึกษาลักษณะของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นของวัสดุผง $BaTiO_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะในเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:5 เมื่อพิจารณาภาพที่ 5.13(ก) พบว่าที่อุณหภูมิสูงกว่า 700°C มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตั้งต้นเพียงเล็กน้อยเกือบจะคงที่ แสดงว่าเกิดการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์และสารที่สามารถระเหยได้เช่น น้ำ สารประกอบโลหะในเตรต และคาดว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า 700°C และน่าจะเป็นช่วงที่มีการเกิดการสลายพันธะขององค์ประกอบของสารละลายเจลาวันทางจระเข้ซึ่งเป็นสารประกอบประเภทโปรตีนซึ่งคาดว่าวัสดุผงตั้งต้นเริ่มมีการรวมตัวเป็นผลึกและเกิดเป็นโครงสร้างของสารประกอบ $BaTiO_3$ เมื่อพิจารณากราฟ DTA ที่ช่วงอุณหภูมิ 729°C ถึง 878°C พบว่ายังคงมีการดูดกลืนหรือคายพลังงานในการสร้างหรือสลายพันธะอย่างต่อเนื่องคาดว่าอาจเกิดเฟสที่สองที่ไม่เสถียรของ $BaTiO_3$ ซึ่งต้องยืนยันผลของการเกิดผลึกและเฟสที่สองของวัสดุผงโดย ทำการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผงหลังจากผ่านการแคลไซน์โดยอาศัยผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผงด้วยเทคนิค XRD และ เทคนิค FTIR

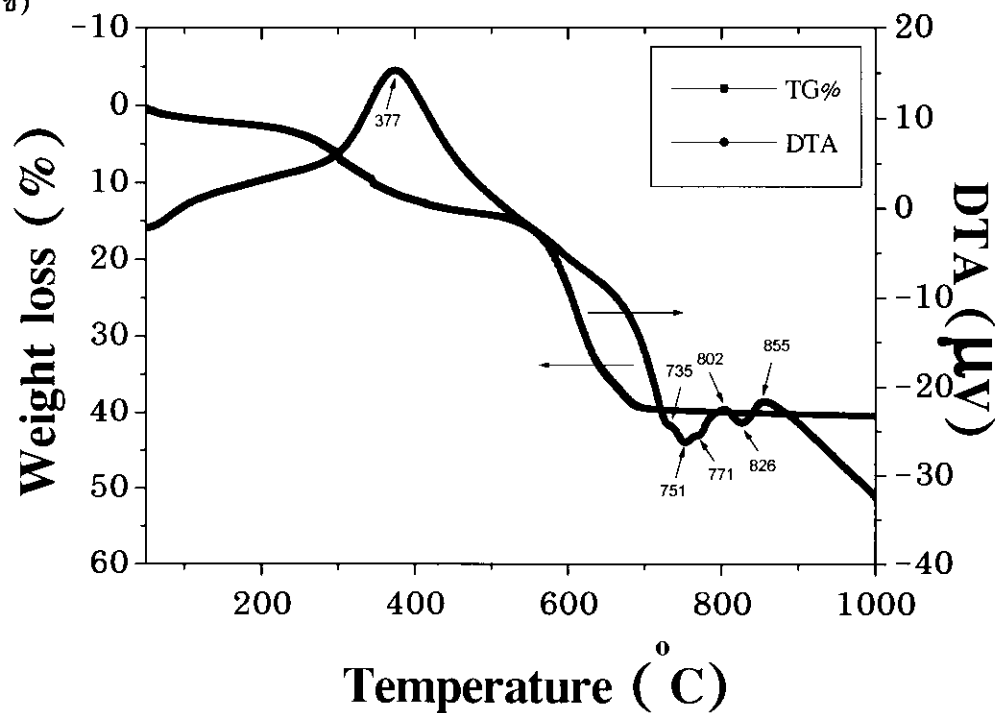
จากภาพที่ 5.19(ข) ถึง 5.21(จ) พิจารณากรณีที่ x เพิ่มขึ้น คือ $x = 0.01$ ถึง 0.05 ที่อุณหภูมิ 30°C ถึง 700°C เมื่อพิจารณากราฟของ TGA สำหรับทุกกรณี พบว่าการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะที่คล้ายกับกรณีที่ $x = 0$ และคล้ายกับการศึกษาลักษณะของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นของวัสดุผง $BaTiO_3$ ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะในเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจระเข้เท่ากับ 1:5 โดยที่มีการลดลงของน้ำหนักของสารตั้งต้นอย่างรวดเร็วและต่อเนื่อง ซึ่งเปอร์เซ็นต์การ

สลายตัวโดยน้ำหนักของสารตั้งต้นแสดงในตารางที่ 5.6 เมื่อมีการเจือ Fe เข้าไปในโครงสร้างของ BaTiO_3 พบว่ามีการดูด (endothermic) และคายพลังงาน (exothermic) เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งคาดว่าอาจเกิดจากการสร้างพันธะกันเพื่อเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ของ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ และเกิดการรวมตัวเป็นผลึกออกไซด์ของ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลในงานวิจัยของ Beltrán et al. (2004) เมื่อพิจารณาภาพที่ 5.19(ข) ถึง 5.21(ฉ) พบว่าที่อุณหภูมิสูงกว่า $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ การสลายตัวของน้ำหนักสารตั้งต้นทุกเงื่อนไขการเจือ Fe มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเกือบจะคงที่และเปอร์เซ็นต์การสลายตัวโดยน้ำหนักของสารตั้งต้นไม่ขึ้นกับค่า x โดยสารตัวอย่างที่มีการสลายตัวมากที่สุดคือเงื่อนไขที่ $x = 0.03$ จากการพิจารณาการสลายตัวของสารตั้งต้น เมื่อมีการแคลไซน์สารตั้งต้นที่อุณหภูมิและเวลาที่เท่ากันแล้ว สารตั้งต้นที่มีการสลายตัวของน้ำหนักมากอาจจะมีความบริสุทธิ์สูงกว่าสารตั้งต้นที่มีการสลายตัวในปริมาณที่น้อย เมื่อพิจารณากราฟ DTA ที่ช่วงอุณหภูมิ $735\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $860\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่ายังคงมีการดูดกลืนหรือคายพลังงานในการสร้างหรือสลายพันธะอย่างต่อเนื่องคาดว่าอาจเกิดเฟสที่สองที่ไม่เสถียรของ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ซึ่งต้องยืนยันผลของการเกิดผลึกและเฟสที่สองของวัสดุผงโดย $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ โดยอาศัยผลการศึกษาคโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผงด้วยเทคนิค XRD และ เทคนิค FTIR ดังนั้นในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ จึงเลือกใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ $700, 800$ และ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการแคลไซน์ 2 ชั่วโมงเพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสของโครงสร้างของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่เตรียมได้ ซึ่งจะกล่าวถึงในหัวข้อถัดไป

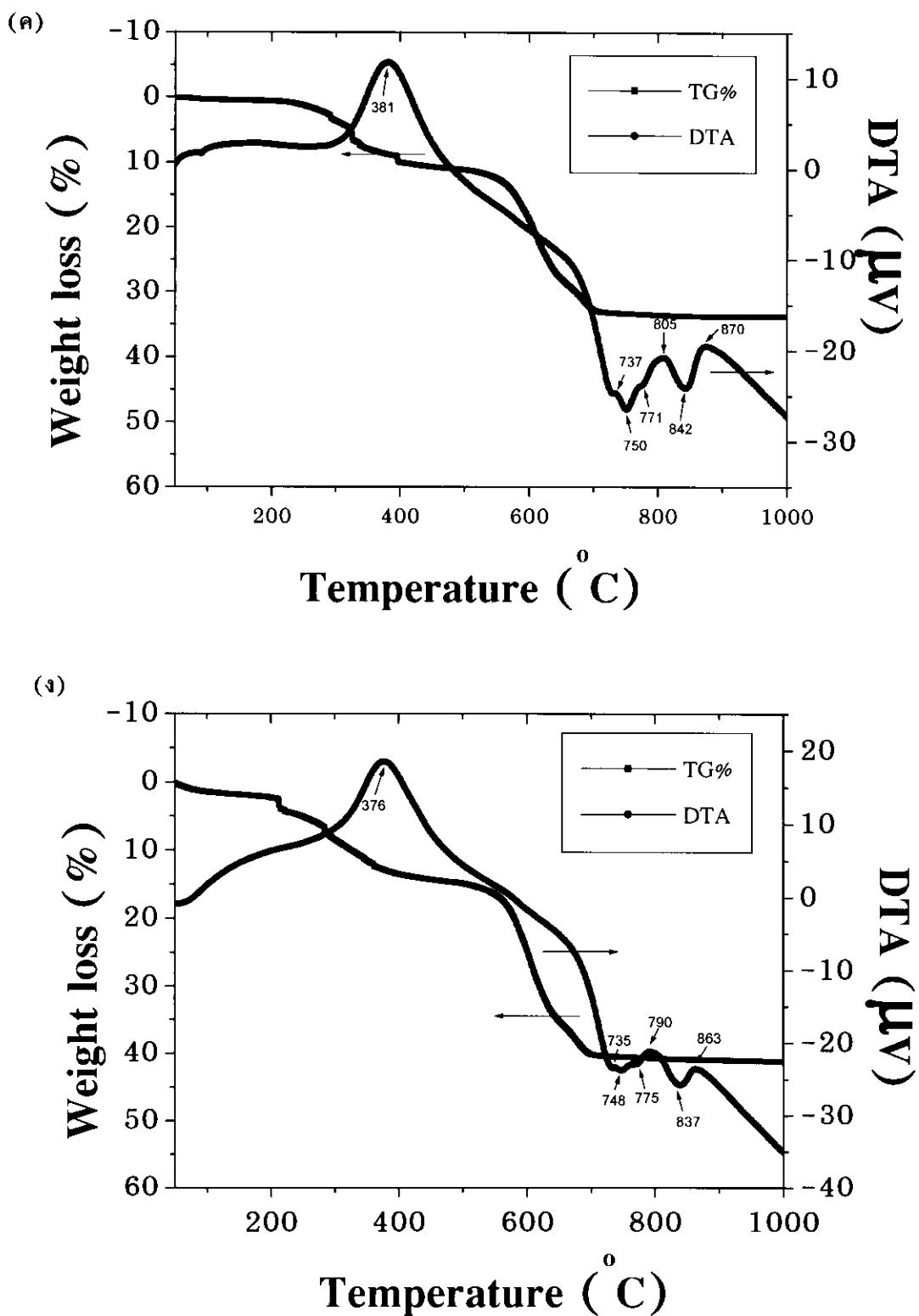
(ก)



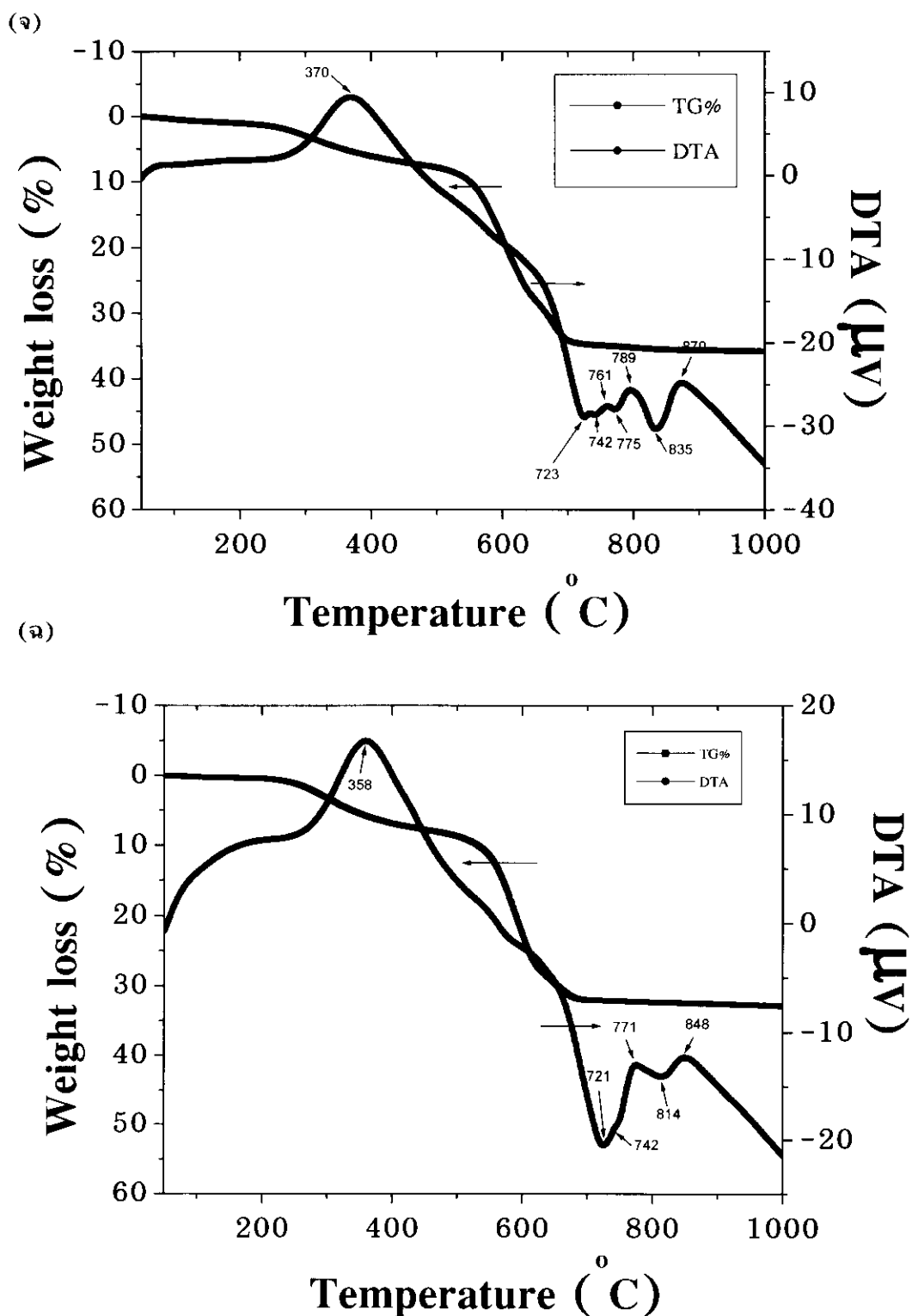
(ข)



ภาพที่ 5.19 การสลายตัวทางความร้อนของเจลแห้งโดยเทคนิค TG/DTA ของสารตั้งต้น $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลว่านทางจะเซ้เท่ากับ 1:10
 (ก) $x = 0$ (ข) $x = 0.01$



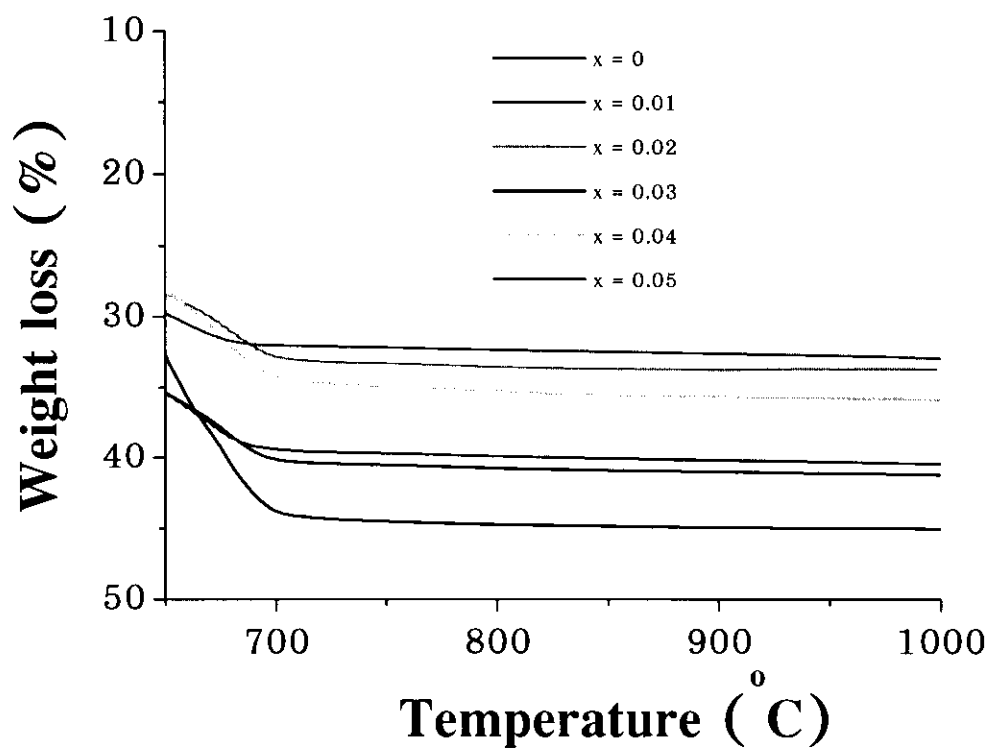
ภาพที่ 5.20 การสลายตัวทางความร้อนของเจลแห้งโดยเทคนิค TG/DTA ของสารตั้งต้น $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลวานหางจะเข้าเท่ากับ 1:10
(ค) $x = 0.02$ (ง) $x = 0.03$



ภาพที่ 5.21 การสลายตัวทางความร้อนของเจลแห้งโดยเทคนิค TG/DTA ของสารตั้งต้น $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลวานทางจะเซ้เท่ากับ 1:10
 (จ) $x = 0.04$ (ฉ) $x = 0.05$

ตารางที่ 5.6 แสดงเปอร์เซ็นต์การสลายตัวโดยน้ำหนักของเจลแห้ง (วัสดุผลตั้งต้น) $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ในอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที}$ ในช่วงอุณหภูมิ 600°C ถึง 1000°C

x	% การสลายตัวโดยน้ำหนัก
0	43.76
0.01	39.33
0.02	32.90
0.03	40.12
0.04	34.45
0.05	31.77



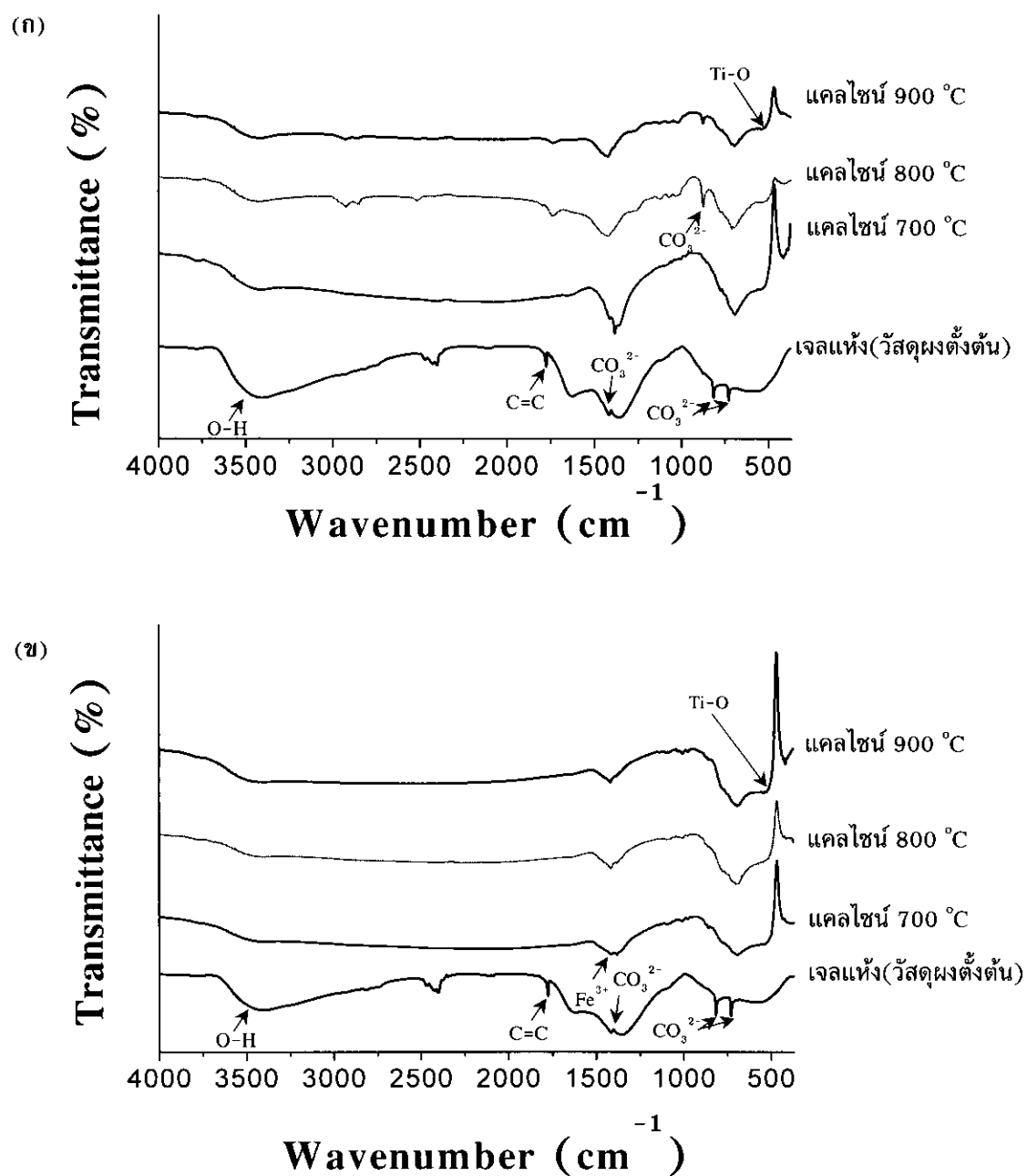
ภาพที่ 5.22 แสดงเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของเจลแห้ง (วัสดุผลตั้งต้น) $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ ($0 \leq x \leq 0.05$) ในอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที}$ ในช่วงอุณหภูมิ 600°C ถึง 1000°C

5.4.2 การศึกษาองค์ประกอบของวัสดุผงโดยใช้เทคนิค FTIR

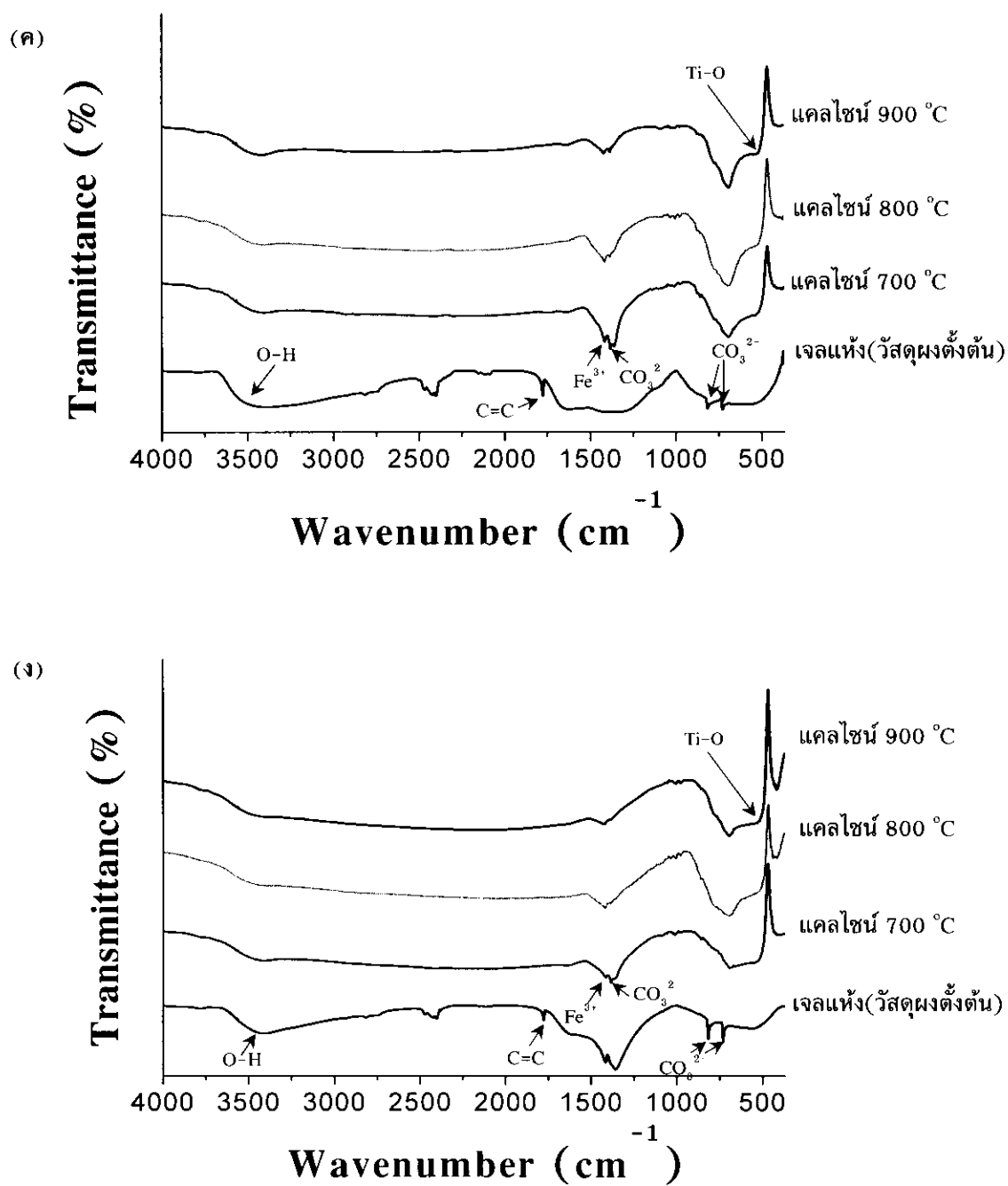
การศึกษาองค์ประกอบของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจะเข้าเท่ากับ 1:10 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการศึกษาโดยใช้เทคนิค FTIR ดังแสดงในภาพที่ 5.17 (ก) ถึง 5.17 (ฉ) ซึ่งเป็นกราฟที่ได้แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงในย่าน IR กับตำแหน่งเลขคลื่น โดยทำการวัดตั้งแต่เลขคลื่น 370–4000 cm^{-1} เพื่อเป็นการยืนยันการมีอยู่ของโครงสร้างสารประกอบภายในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) และเฟสปลอมปนที่เกิดขึ้นโดยพิจารณาจากความเข้มของแถบสเปกตรัมการดูดกลืนที่ปรากฏ เปรียบเทียบตำแหน่งของเลขคลื่นกับกลุ่มวิจัยอื่นซึ่งแสดงตำแหน่งของเลขคลื่นในตารางที่ 5.1

จากภาพที่ 5.23 (ก) ในกรณีที่ $x = 0$ พบว่ามีกลุ่ม O-H และ CO_3^{2-} เกิดขึ้นที่ตำแหน่งต่างๆ โดยเฉพาะกลุ่ม CO_3^{2-} ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1430, 856 และ 751 cm^{-1} ซึ่งเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น กลุ่ม CO_3^{2-} จะถูกขับออกโดยสังเกตได้จากการมีเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านที่น้อยลง พบกลุ่ม O-H และกลุ่ม C=C ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3435 cm^{-1} และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1760 cm^{-1} ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น กลุ่ม O-H และกลุ่ม C=C จะถูกขับออกเช่นกัน และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 574 cm^{-1} ตรวจพบลักษณะการสั่นของพันธะ Ti-O ในวัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงว่ามีเฟสปลอมปนของ TiO_2 ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ กรณีที่ $x = 0$ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยของ Dáran et al. (2001)

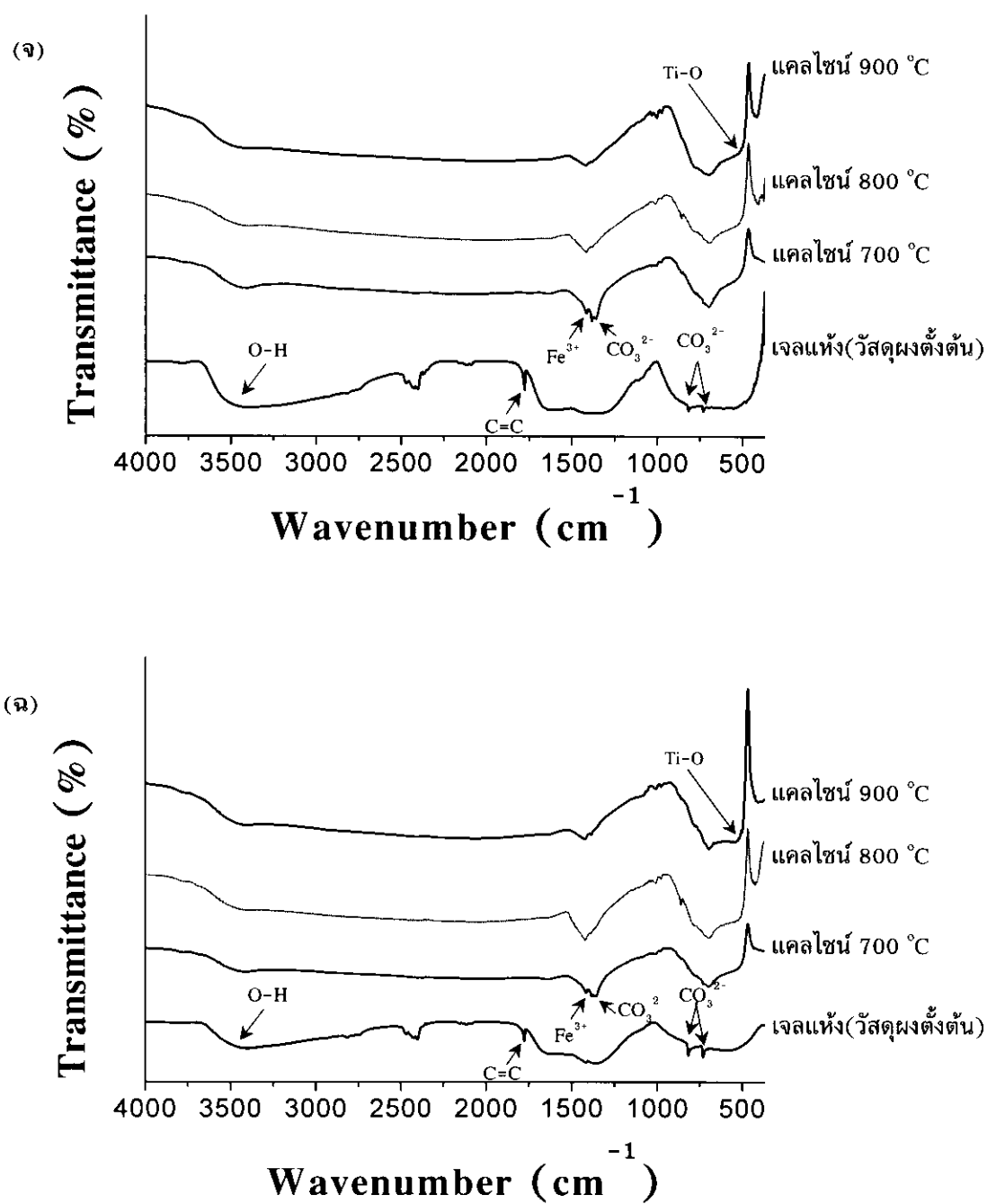
จากภาพที่ 5.23 (ข) ถึง 5.25 (ฉ) พิจารณากรณีที่ x เพิ่มขึ้น คือ $x = 0.01$ ถึง 0.05 ตรวจพบการสั่นของพันธะ CO_3^{2-} ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1430, 856 และ 751 cm^{-1} การสั่นของพันธะ O-H พันธะ C=C ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3435 cm^{-1} และตำแหน่งเลขคลื่น 1760 cm^{-1} ตามลำดับ เช่นเดียวกับการสั่นที่ $x = 0$ และตรวจพบพันธะของ Fe^{3+} ตำแหน่งเลขคลื่น 1446 cm^{-1} ที่เมื่อพิจารณาเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านในแต่ละพันธะการดูดกลืนเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้นยังคงพบพันธะของ Fe^{3+} แต่ห่มู่ฟังก์ชัน CO_3^{2-} , O-H และ C=C จะถูกขับออกโดยสังเกตได้จากการมีเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านที่น้อยลง และยังตรวจพบลักษณะการสั่นของพันธะ Ti-O ในวัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เช่นเดียวกับการตรวจพบการสั่นของพันธะ Ti-O และ CO_3^{2-} ในกรณีที่ $x = 0$ แสดงให้เห็นว่ามีเฟสปลอมปนของ TiO_2 และ CO_3^{2-} ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$



ภาพที่ 5.23 สเปกตรัม FTIR ของของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลวานทางจะเซ้เท่ากับ 1:10 (ก) $x = 0$ (ข) $x = 0.01$



ภาพที่ 5.24 สเปกตรัม FTIR ของของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลว่านทางจะเซ้เท่ากับ 1:10 (ค) $x = 0.02$ (ง) $x = 0.03$



ภาพที่ 5.25 สเปกตรัม FTIR ของของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลว่านทางจะเซ้เท่ากับ 1:10 (จ) $x = 0.04$ (ฉ) $x = 0.05$

5.4.3 กลไกการเกิดวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$)

กลไกการเกิดวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ในงานวิจัยนี้จะเกิดในลักษณะที่คล้ายคลึงกับการเตรียมวัสดุผง BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจะเซ้เท่ากับ 1:5 คือละลายสารตั้งต้นของโลหะไนเตรตในสารละลายเจลาวันทางจะเซ้ที่มีสมบัติช่วยให้อนุภาคของสารตั้งต้นนี้มีการกระจายตัวไปทั่วสารละลายเจลาวันทางจะเซ้ได้อย่างสม่ำเสมอ โดยคาดว่าอนุภาคประจุบวกของ Fe^{3+} ในโลหะไนเตรตจะจับกับอิเล็กตรอนจากไนโตรเจนที่อยู่ในหมู่อะมิโน NH_2 ที่อยู่ในโครงสร้างของสารละลายเจลาวันทางจะเซ้ ให้ความร้อนเพื่อระเหยของเหลวในสารละลายเจลาวันทางจะเซ้บางส่วนออกไปเพื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายทำให้เกิดการสร้างพันธะที่เชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่องจนเกิดเป็นเจล ซึ่งกระบวนการเกิดเจลจะควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมีให้มีความสม่ำเสมอ โดยที่ความแข็งแรงของเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้ระเหยย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกไปจากกัน ในระหว่างที่มีการทำให้เจลแห้ง จึงสามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ ส่วนกระบวนการแคลไซน์วัสดุผงตั้งต้นนั้นจะช่วยทำให้เกิดสารประกอบที่มีโครงสร้างและองค์ประกอบของ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ตามที่ต้องการนั้นใช้อุณหภูมิแคลไซน์ 700, 800 และ 900 °C เพื่อกำจัดสารประกอบประเภทไกลโคโปรตีนในสารละลายเจลาวันทางจะเซ้ออกไปจนหมดและไม่เหลือสารประกอบอื่นที่ไม่ต้องการตกค้างอยู่ในวัสดุผงและเพื่อให้ได้วัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่มีความบริสุทธิ์สูง

5.4.4 ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยเทคนิค XRD

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะไนเตรตต่อสารละลายเจลาวันทางจะเซ้เท่ากับ 1:10 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเทคนิค XRD ผลการศึกษาแสดงในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบน กับมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้มุม 2 θ เริ่มต้นและสิ้นสุดที่ 20 องศา และ 90 องศา ตามลำดับ และสามารถระบุระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังแสดงในภาพที่ 5.26 ถึง 5.31

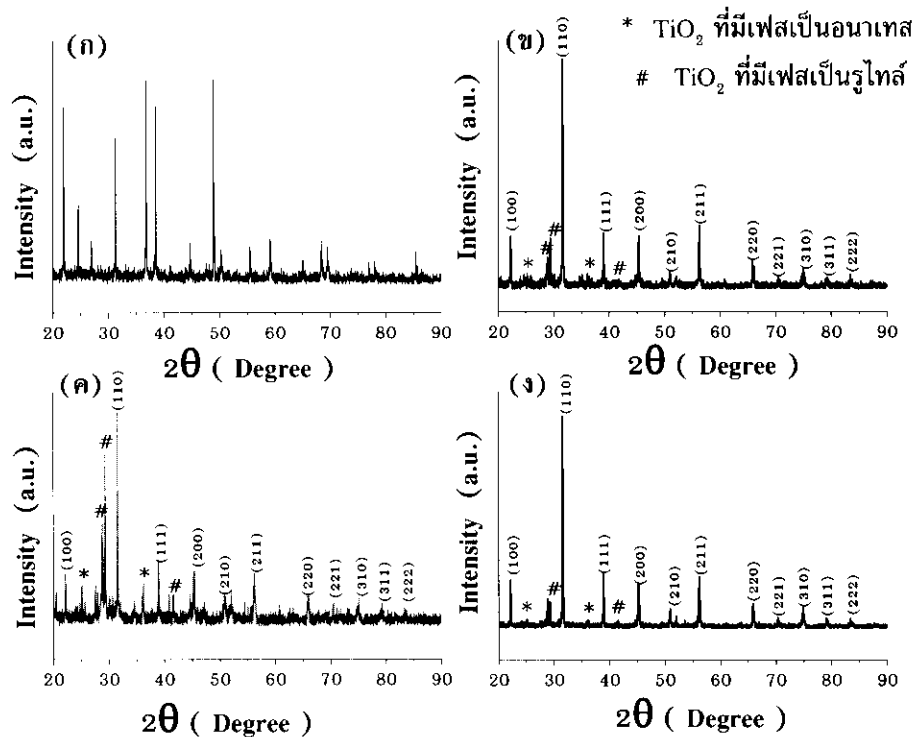
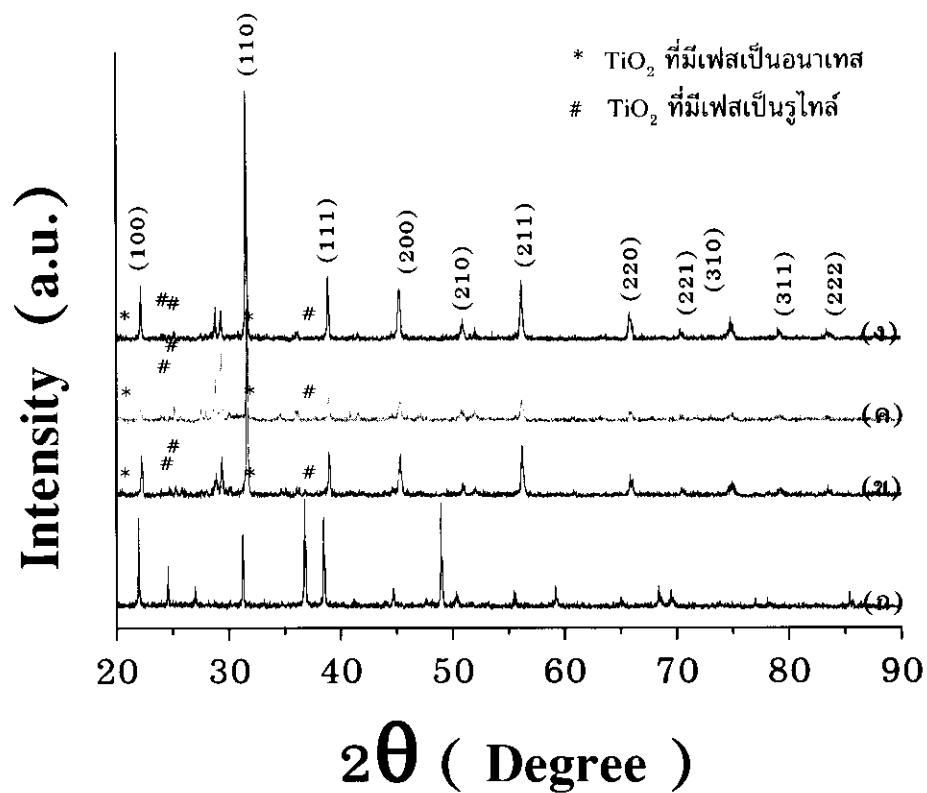
จากภาพที่ 5.26, 5.27, 5.29 และ 5.31 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0, 0.01, 0.03$ และ 0.05 ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผงที่แคลไซน์สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 89-2263) ซึ่งเป็นโครงสร้างของ BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ และพบว่ามีเฟสพลอมปนของ TiO_2 ในวัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C และ 900 °C แต่พบในปริมาณที่น้อยกว่าวัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C การพบเฟสพลอมปนของ TiO_2 คาดว่าอาจเกิดจากการกระจายตัวของ Ti^{4+} ในสารละลายเจลาวันทางจะเซ้ไม่สม่ำเสมอ จึงทำให้ Ti^{4+} มีมากเกินไปในปฏิกิริยาระหว่าง Ba^{2+} และ Ti^{4+} และการตรวจพบ TiO_2 นี้ยังสอดคล้องกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค FTIR ที่พบการสั่นของพันธะ Ti-O ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากภาพที่ 5.28 และ 5.30 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0.02$ และ 0.04 ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์พบว่า เจื่อนไข $x = 0.02$ วัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C และ 900 °C และเจื่อนไข $x = 0.04$ วัสดุผงที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C และ 800 °C สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS

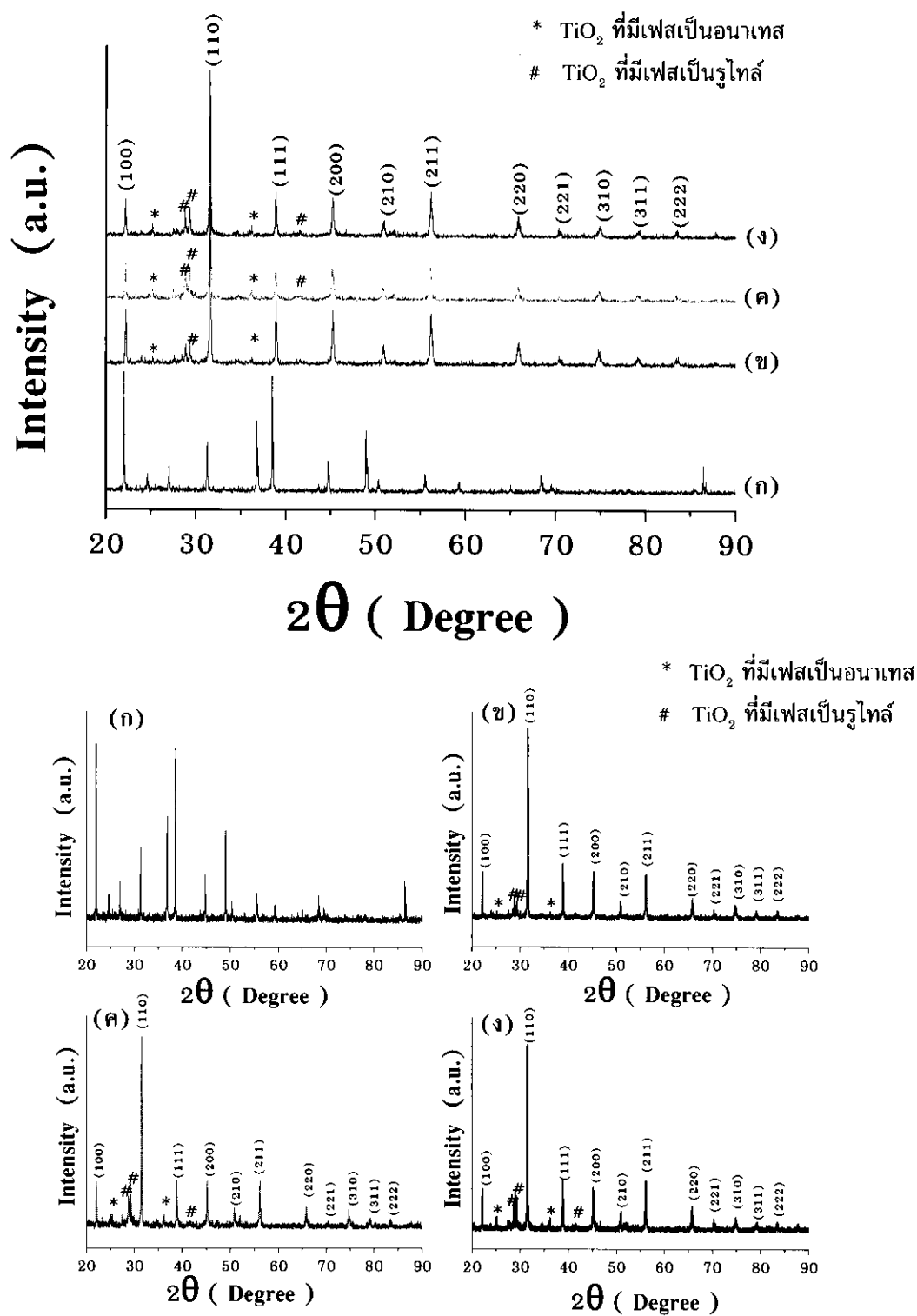
No. 89-2263) ซึ่งเป็นโครงสร้างของ BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ ส่วนเงื่อนไข $x = 0.02$ วัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C และ เงื่อนไข $x = 0.04$ วัสดุผงที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 81-2203) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเทระโกนัล เงื่อนไข $x = 0.02$ และ 0.04 ทุกอุณหภูมิแคลไซน์ยังตรวจพบการพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 เช่นเดียวกับกรณีที่ $x = 0.01, 0.03$ และ 0.05 ซึ่งเมื่อค่า x สูงขึ้นการตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 มีแนวโน้มลดลงซึ่งอาจหมายถึงการเกิดผลึกที่สมบูรณ์ของ BaTiO_3 นั่นเอง

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สามารถคำนวณขนาดอนุภาคและค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $700, 800$ และ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังแสดงในตารางที่ 5.7 โดยคำนวณจากยอดกราฟฐานกว้าง (รายละเอียดของวิธีการคำนวณอธิบายในบทที่ 4 หัวข้อ 4.3.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์) พบว่าขนาดอนุภาคของวัสดุผงทุกเงื่อนไข x มีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงขนาดของอนุภาคไม่ขึ้นกับอุณหภูมิแคลไซน์ ขนาดอนุภาคมีค่าใกล้เคียงกันและมีขนาดอนุภาคน้อยกว่า 100 นาโนเมตร ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของวัสดุผงทุกเงื่อนไข x และทุกอุณหภูมิแคลไซน์ที่ได้จากการคำนวณมีค่าใกล้เคียงกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากข้อมูลมาตรฐานของวัสดุผง BaTiO_3 (JCPDS No. 89-2263) ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ และ (JCPDS No. 81-2203) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเทระโกนัล

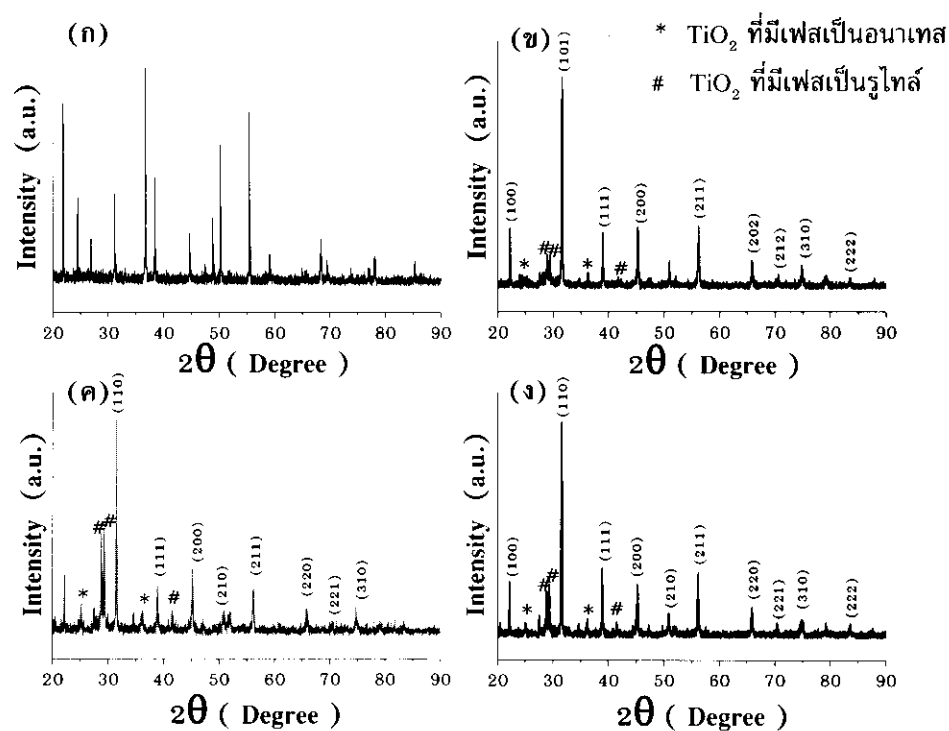
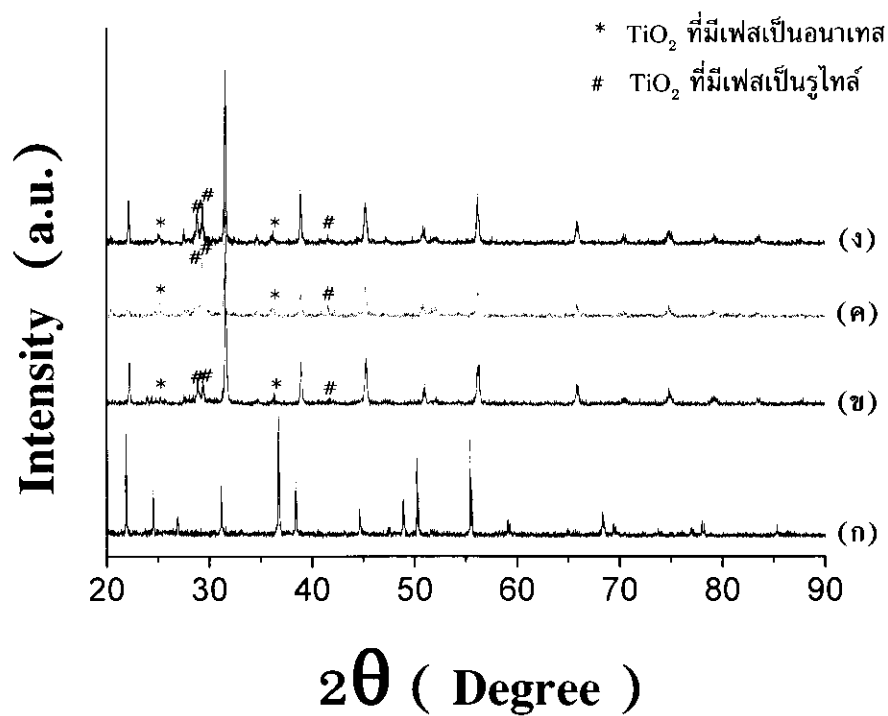
จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) พบว่ามีเฟสปลอมปนของ TiO_2 ในโครงสร้างผลึกสาเหตุเกิดจาก Fe^{3+} ที่ต้องการเจือเข้าไปเพื่อแทนที่ Ba^{2+} นั้น Fe^{3+} ไม่สามารถเข้าไปแทนที่ Ba^{2+} ได้เนื่องจาก Fe^{3+} มีรัศมีอะตอมใกล้เคียงกับ Ti^{4+} มากกว่า Ba^{2+} (รัศมีอะตอมของ Ba^{2+} , Fe^{3+} และ Ti^{4+} มีค่าเท่ากับ $2.53, 1.56$ และ $1.76 \text{ \AA}$ ตามลำดับ) ดังนั้น Fe^{3+} จึงเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของ Ti^{4+} แทน ทำให้มี Ti^{4+} ส่วนเกินในปฏิกิริยาส่งผลให้ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ทุกเงื่อนไขการเตรียม



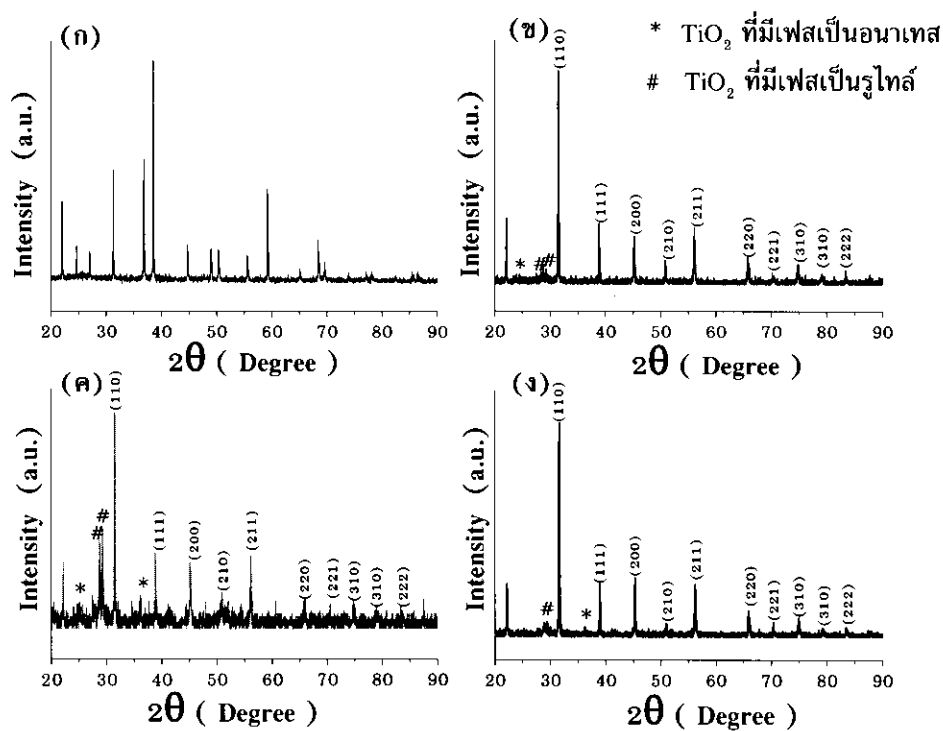
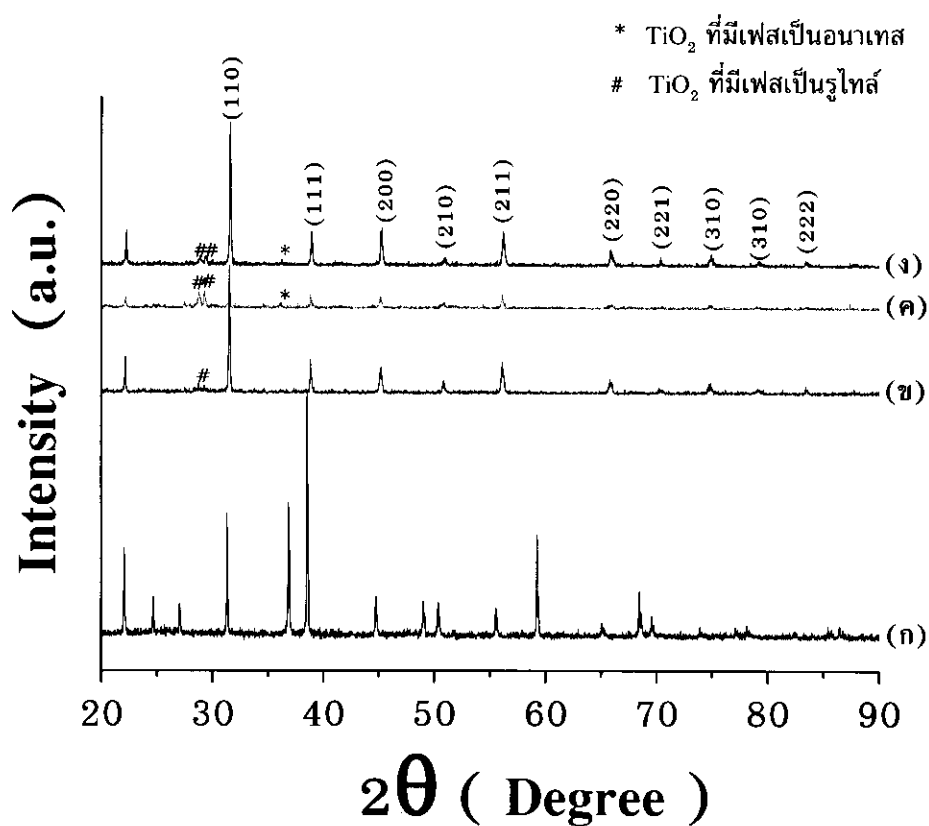
ภาพที่ 5.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผสม $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) แคลไซน์ 700 °C (ค) แคลไซน์ 800 °C (ง) แคลไซน์ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



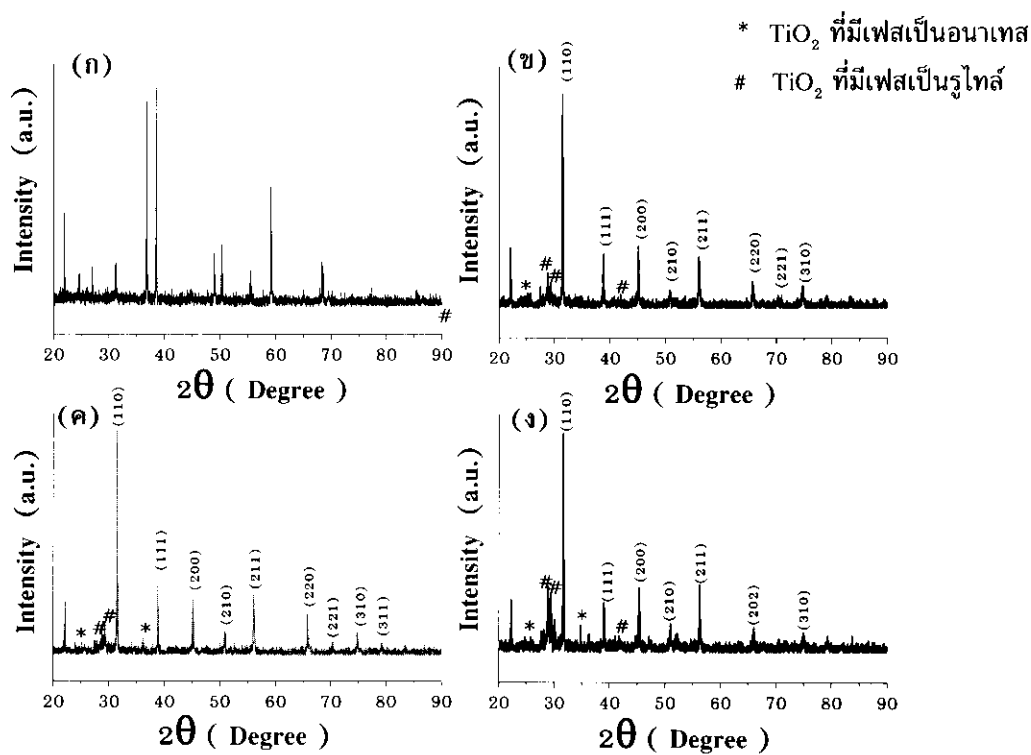
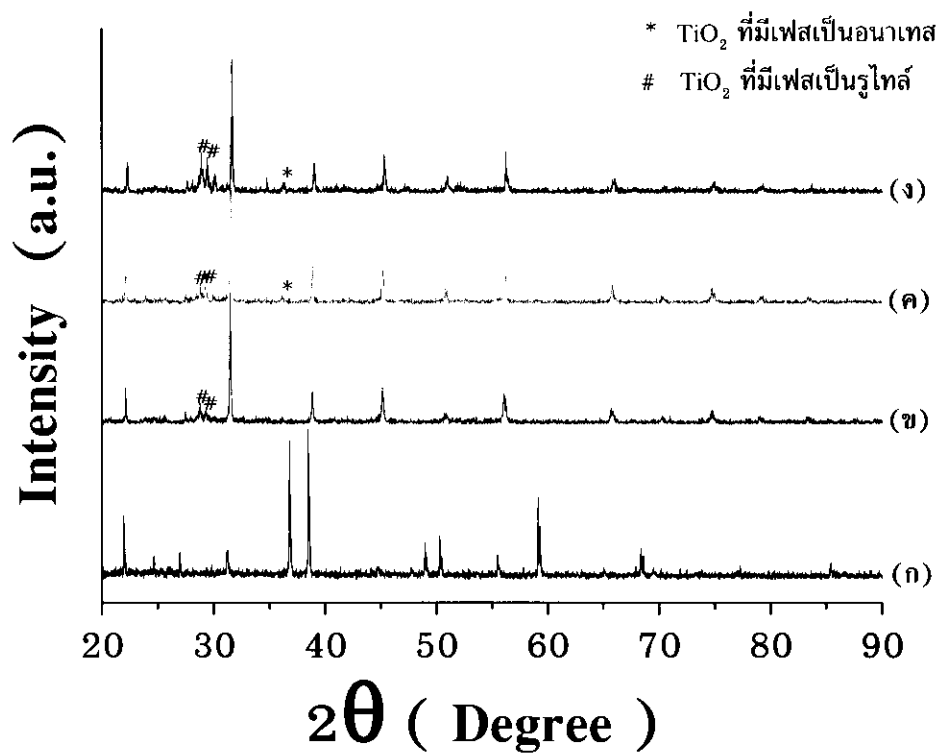
ภาพที่ 5.27 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0.01$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) แคลไซน์ 700°C (ค) แคลไซน์ 800°C (ง) แคลไซน์ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



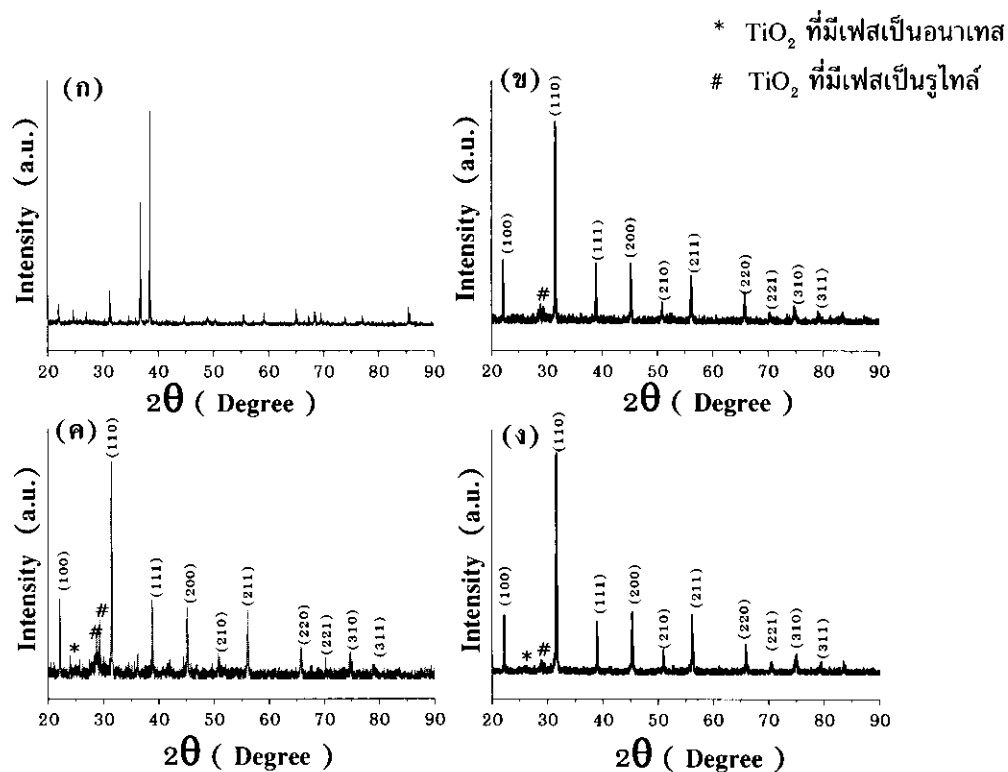
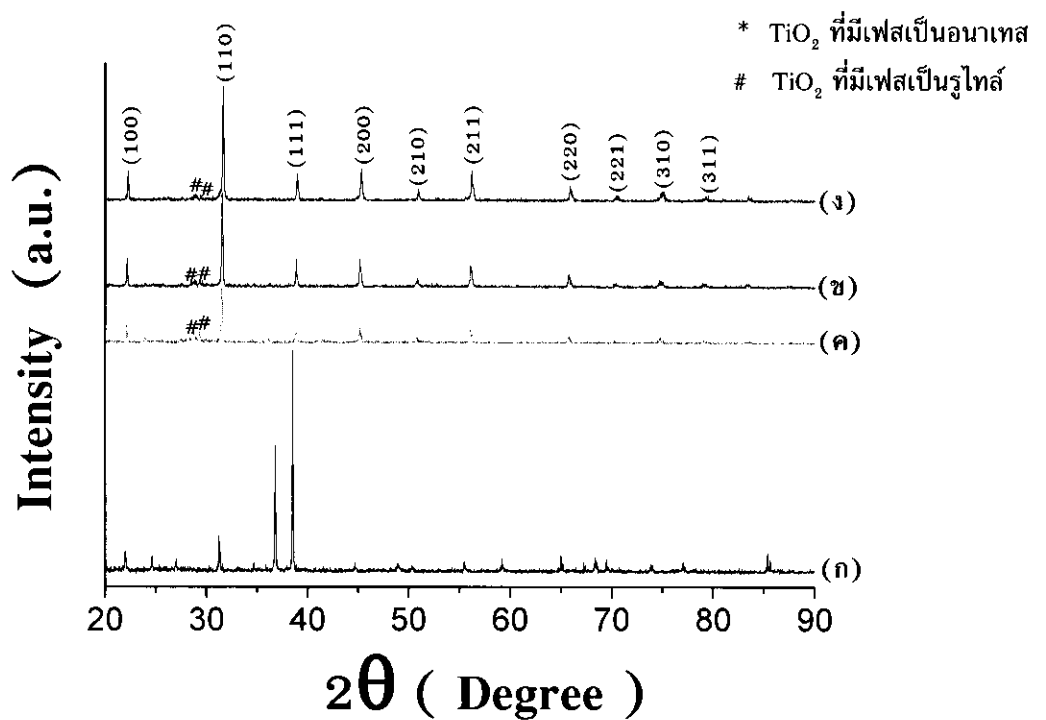
ภาพที่ 5.28 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0.02$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) แคลไซน์ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ค) แคลไซน์ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ง) แคลไซน์ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 5.29 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0.03$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) แคลไซน์ 700°C (ค) แคลไซน์ 800°C (ง) แคลไซน์ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

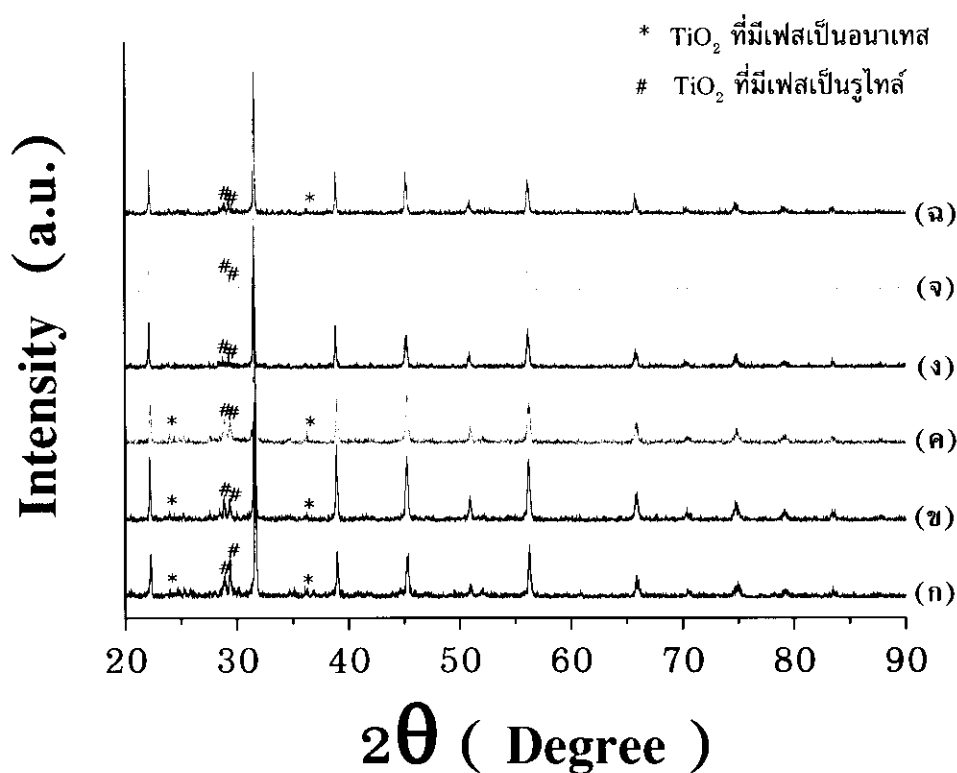


ภาพที่ 5.30 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0.04$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) แคลไซน์ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ค) แคลไซน์ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ง) แคลไซน์ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 5.31 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ เมื่อ $x = 0.05$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) เจลแห้ง (ข) แคลไซน์ 700°C (ค) แคลไซน์ 800°C (ง) แคลไซน์ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเทคนิค XRD พบว่าทุกเงื่อนไข x สามารถตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 โดยเมื่อเปรียบเทียบปริมาณความเข้มของการตรวจพบปริมาณ TiO_2 ในแต่ละอุณหภูมิแคลไซน์พบว่าวัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C มีความเข้มของการตรวจพบปริมาณ TiO_2 น้อยที่สุด พิจารณาภาพที่ 5.32 เปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C ทุกเงื่อนไข x พบว่า ที่เงื่อนไขค่า $x = 0.03$ ตรวจพบปริมาณ TiO_2 น้อยกว่าเงื่อนไขอื่นๆ ซึ่งสอดคล้องกับเมื่อพิจารณาผลการสลายตัวทางความร้อนจากภาพที่ 5.19 (ไม่คิดเปรียบเทียบกับกรณี $x = 0$) พบว่า เงื่อนไขการเจือ $x = 0.03$ น่าจะมีความบริสุทธิ์มากที่สุดเนื่องจากวัสดุผงตั้งต้นที่มีการสลายตัวของน้ำหนักรวมมากที่สุดซึ่งอาจหมายถึงการสลายตัวของเฟสปลอมปนที่ไม่ต้องการออกไปมากเช่นกัน



ภาพที่ 5.32 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ก) BFP_0 (ข) BFP_1 (ค) BFP_2 (ง) BFP_3 (จ) BFP_4 (ฉ) BFP_5

ตารางที่ 5.7 ข้อมูลพื้นฐานของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่มีเฟสเป็นลูกบาศก์ และ เทตระโกนัล ทำการศึกษาโดยเทคนิค XRD

เงื่อนไข	วัสดุผง	ขนาดอนุภาค (nm)	แลตทิซพารามิเตอร์	
			a (Å)	c (Å)
	JCPDS No 89-2263	-	4.0060	-
	JCPDS No 81-2203	-	3.9910	4.0352
x = 0	cal_700	55.48 ± 30.01	4.0059	-
	cal_800	64.44 ± 22.51	4.0065	-
	cal_900	59.10 ± 37.02	4.0095	-
x = 0.01	cal_700	52.16 ± 25.27	4.0082	-
	cal_800	63.67 ± 34.76	4.0599	-
	cal_900	49.46 ± 27.27	3.8627	-
x = 0.02	cal_700	56.08 ± 33.29	4.0142	4.0076
	cal_800	50.05 ± 30.88	4.0082	-
	cal_900	58.21 ± 32.24	4.0081	-
x = 0.03	cal_700	54.93 ± 31.00	4.0119	-
	cal_800	52.65 ± 20.05	4.0119	-
	cal_900	57.06 ± 31.66	4.0064	-
x = 0.04	cal_700	53.49 ± 32.61	4.0107	-
	cal_800	58.81 ± 28.46	4.0120	-
	cal_900	74.48 ± 27.40	4.0145	4.0164
x = 0.05	cal_700	62.84 ± 39.87	4.0107	-
	cal_800	78.01 ± 34.36	4.0123	-
	cal_900	77.26 ± 30.40	4.0073	-

5.4.5 ผลการศึกษาลักษณะของวัสดุผง $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดย

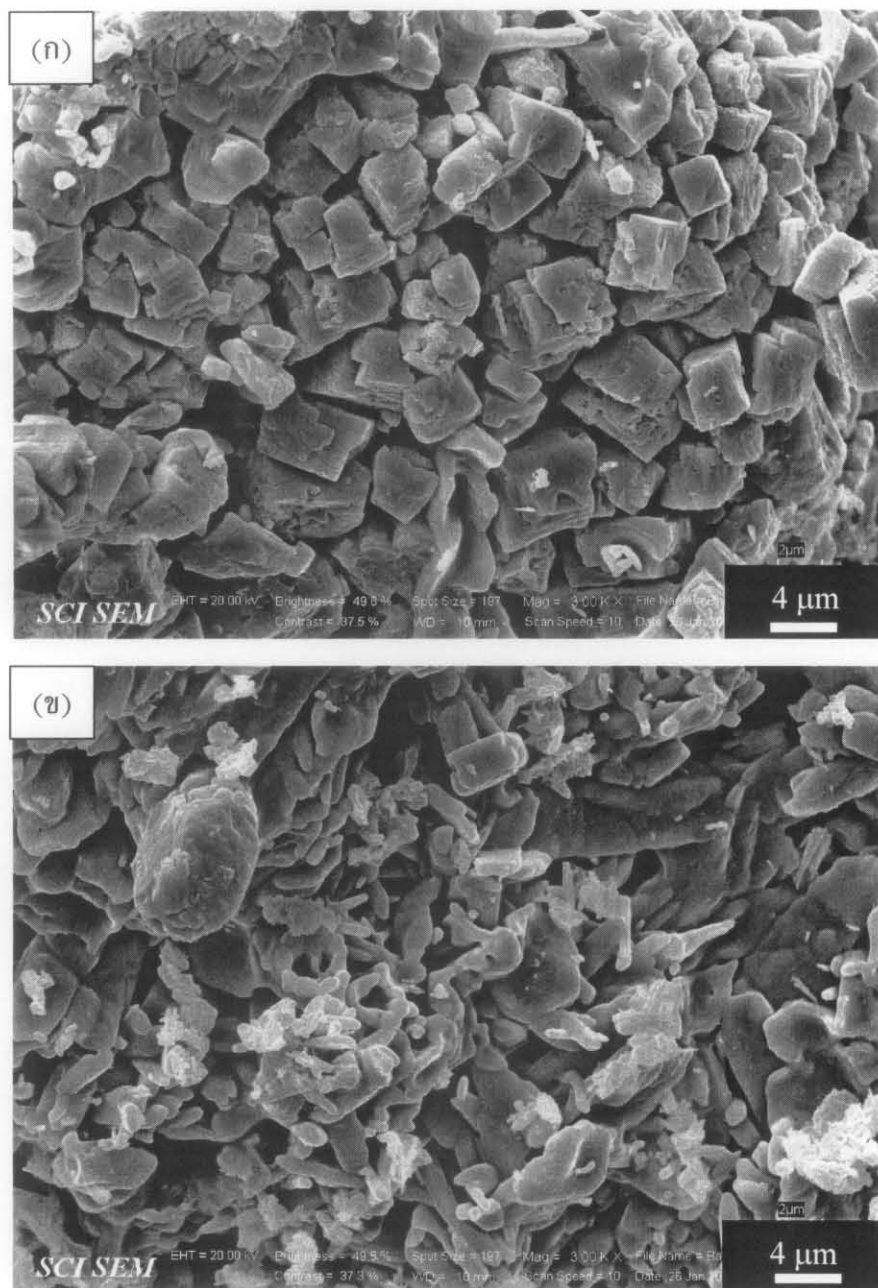
เทคนิค SEM

เนื่องจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุผง $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าวัสดุผงทุกเงื่อนไข x ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C (โดยกำหนดสัญลักษณ์แสดงในตารางที่ 5.8) ตรวจพบความเข้มข้นของปริมาณ TiO_2 น้อยที่สุด ดังนั้นจึงเลือกศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C โดยเทคนิค SEM โดยใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า ดังแสดงในภาพที่ 5.33 (ก) ถึง 5.33 (ฉ)

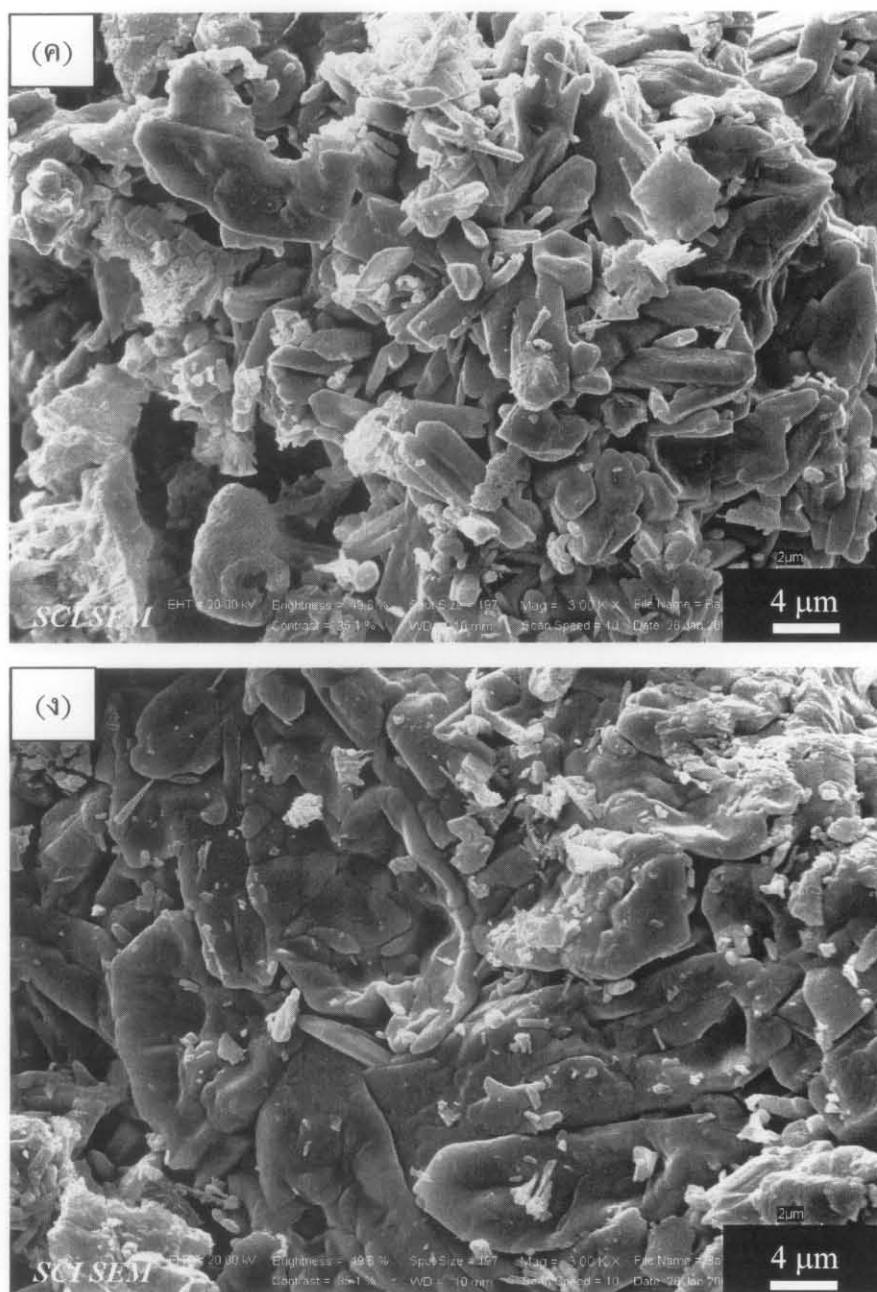
จากการศึกษาหาขนาดอนุภาคผงของวัสดุโดยเทคนิค XRD จากข้อมูลในตารางที่ 5.7 พบว่าอนุภาคของวัสดุผง BFP_0 มีขนาดประมาณ 25 ถึง 85 นาโนเมตร แต่จากจากภาพที่ 5.33 (ก) พบว่าวัสดุผง BFP_0 มีการเกาะตัวกัน (agglomerate) ของอนุภาคขนาดเล็กและเกิดการหลอมเข้าหากันก่อนการเผาผนึก (pre-sintering) ทำให้เกิดเป็นกลุ่มอนุภาคขนาดใหญ่ ซึ่งกลุ่มอนุภาคขนาดใหญ่นี้มีขนาดประมาณ 4 ไมโครเมตร ซึ่งมีลักษณะคล้ายคลึงกับวัสดุผงที่เตรียมด้วยเงื่อนไข $0.01 \leq x \leq 0.05$ จากภาพที่ 5.33 (ข) ถึง 5.33 (ฉ) จากภาพจะเห็นว่า มีการเกาะตัวกันของอนุภาคขนาดเล็กและเกิดการหลอมเข้าหากันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคไปทั่วบริเวณที่ทำการศึกษาเช่นกัน และมีแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของขนาดกลุ่มก้อนของอนุภาคเมื่อ x มากขึ้น ซึ่งอาจคาดได้ว่า Fe^{3+} ที่เจือเข้าไปน่าจะเข้าไปแทนที่ Ti^{4+} และแทรกอยู่ในโครงสร้างของ $BaTiO_3$ จึงทำให้อนุภาคผงขนาดเล็กมีการหลอมรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนอนุภาคขนาดใหญ่ (ซึ่งต้องตรวจสอบหาตำแหน่งของ Fe^{3+} ในโครงสร้างของ $BaTiO_3$ ด้วยเทคนิค EXAFS เพื่อยืนยันตำแหน่งของ Fe^{3+} ต่อไป) สำหรับการพิจารณาขนาดอนุภาควัสดุผงที่เตรียมด้วยเงื่อนไข $0.01 \leq x \leq 0.05$ โดยเทคนิค SEM นี้ ไม่สามารถระบุขนาดของอนุภาคได้ เนื่องจากเครื่องมือที่ใช้มีขีดจำกัดที่ไม่สามารถถ่ายภาพด้วยกำลังขยายที่สูงมากกว่านี้ได้ ทำให้ไม่สามารถประมาณขนาดอนุภาคที่แท้จริงได้ ส่วนเงื่อนไขและสัญลักษณ์ที่ใช้ในการเตรียมวัสดุผงและวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) แสดงได้ในตารางที่ 5.8

ตารางที่ 5.8 เงื่อนไขการเตรียมวัสดุผง $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

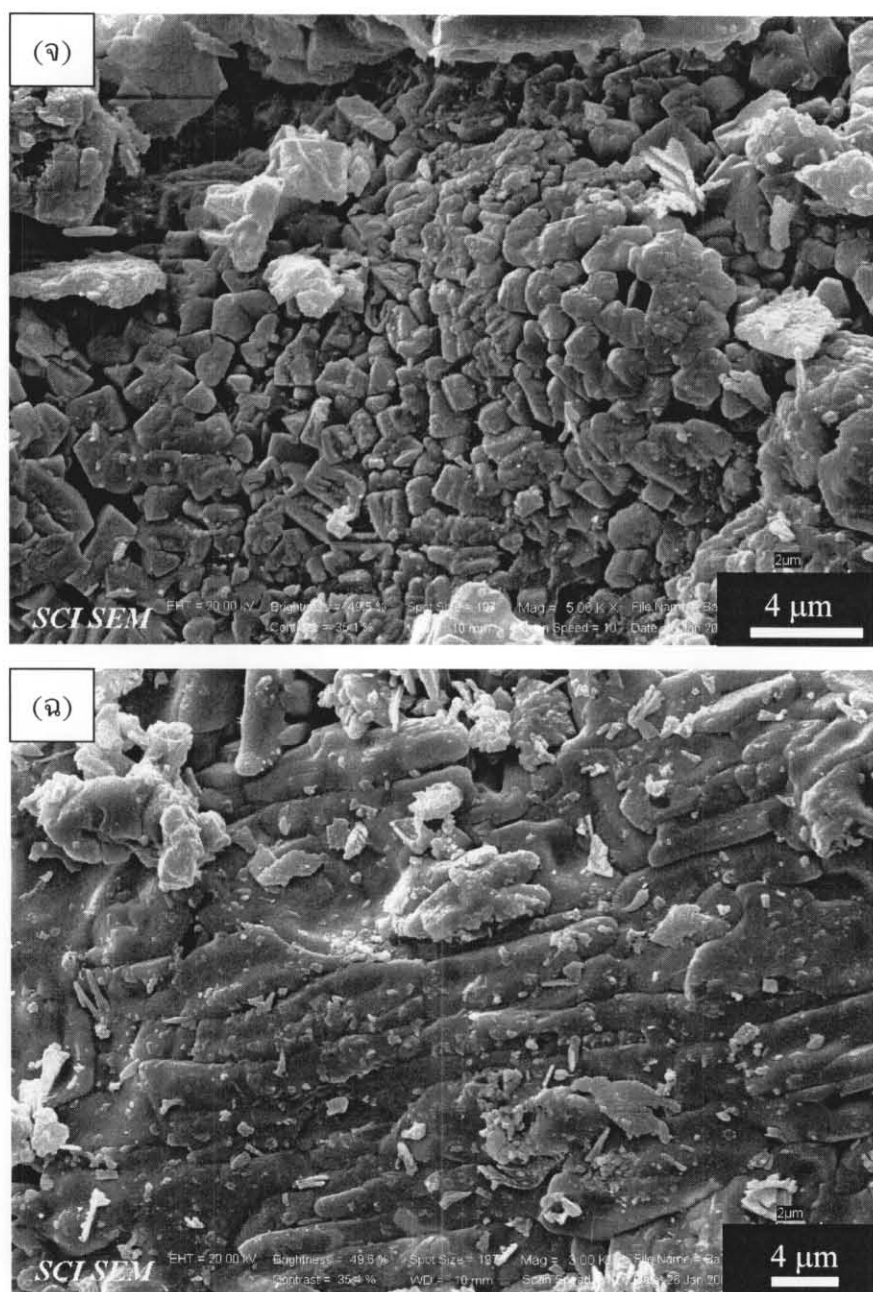
เงื่อนไขการเตรียม	สัญลักษณ์	
	วัสดุผง	วัสดุเซรามิก
$Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($x = 0$)	BFP_0	BFS_0
$Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($x = 0.01$)	BFP_1	BFS_1
$Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($x = 0.02$)	BFP_2	BFS_2
$Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($x = 0.03$)	BFP_3	BFS_3
$Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($x = 0.04$)	BFP_4	BFS_4
$Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($x = 0.05$)	BFP_5	BFS_5



ภาพที่ 5.33 แสดงพื้นผิวของของวัสดุ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ก) BFP_0 (ข) BFP_1 (ค) BFP_2 (ง) BFP_3 (จ) BFP_4 (ฉ) BFP_5



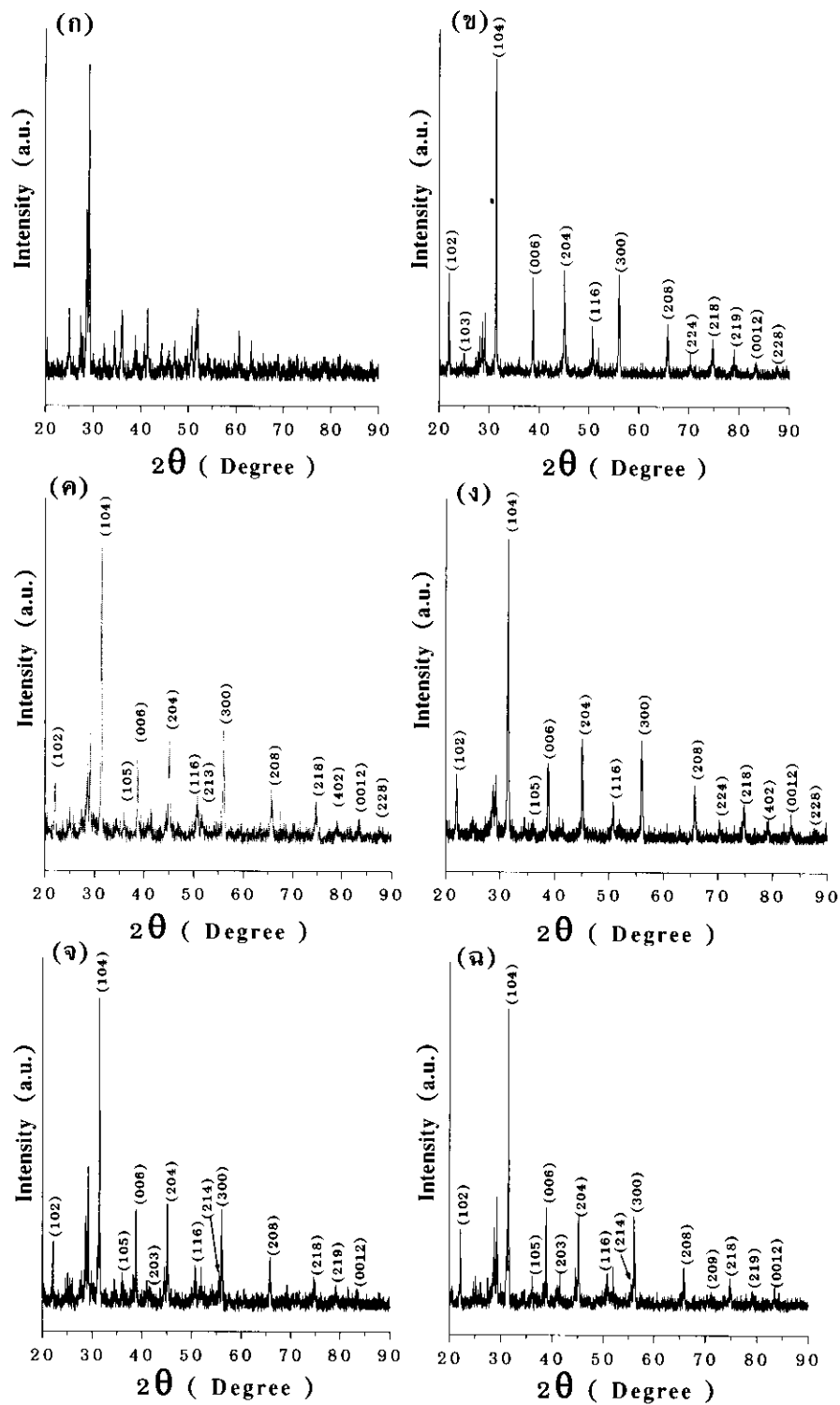
ภาพที่ 5.33 แสดงพื้นผิวของของวัสดุผง $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ก) BFP_0 (ข) BFP_1 (ค) BFP_2 (ง) BFP_3 (จ) BFP_4 (ฉ) BFP_5 (ต่อ)



ภาพที่ 5.33 แสดงพื้นผิวของของวัสดุ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ก) BFP_0 (ข) BFP_1 (ค) BFP_2 (ง) BFP_3 (จ) BFP_4 (ฉ) BFP_5 (ต่อ)

5.4.6 ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยเทคนิค XRD

หลังจากศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุ $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่เตรียมได้โดยเงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่สังเคราะห์ได้คือ วัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 โดยสังเคราะห์จากวัสดุ BFP_0, BFP_1, BFP_2, BFP_3, BFP_4 และ BFP_5 ตามลำดับ วัสดุเซรามิกทั้งหมดผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 , 1200 และ 1300°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากผ่านกระบวนการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงแล้วสามารถหาความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎีซึ่งแสดงในตารางที่ 5.7 (โดยการคำนวณอาศัยสมการที่ ค.1 และ ค.2 ภาคผนวก ค) และได้ทำการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาพที่ 5.26(ก) ถึง 5.26(จ) ผลการศึกษาพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุเซรามิก BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 76-0738) ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกของ BaTiO_3 มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัล ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุเซรามิก BFS_0 พบว่าไม่สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ BaTiO_3 ใดเลย สาเหตุอาจเนื่องมาจากวัสดุเซรามิก BFS_0 ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่ต่ำและไม่เหมาะสมจึงทำให้เกิดผลึกไม่สมบูรณ์ เมื่อพิจารณาภาพที่ 5.26(ข) ถึง 5.26(จ) พบว่าเมื่อค่า x เพิ่มขึ้นการเกิดเฟสของ BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัลมีค่าสูงขึ้นด้วยซึ่งสังเกตได้จากการตรวจพบระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุและพบว่าวัสดุเซรามิก BFS_5 ที่ตรวจพบระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มากกว่าวัสดุเซรามิกอื่น ซึ่งอาจคาดได้ว่าวัสดุเซรามิก BFS_5 มีความเป็นผลึกของ BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัลที่สมบูรณ์กว่าวัสดุเซรามิกอื่น แต่อย่างไรก็ตามจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 พบว่ายังคงมีเฟสปลอมปนของ TiO_2 แต่เฟสที่ตรวจพบเป็นรูโหล ซึ่งเกิดจาก Fe^{3+} ที่ต้องการเจือเข้าไปเพื่อแทนที่ Ba^{2+} นั้น Fe^{3+} ไม่สามารถเข้าไปแทนที่ Ba^{2+} ได้เนื่องจาก Fe^{3+} มีรัศมีอะตอมใกล้เคียงกับ Ti^{4+} มากกว่า Ba^{2+} (รัศมีอะตอมของ Ba^{2+} , Fe^{3+} และ Ti^{4+} มีค่าเท่ากับ 2.53, 1.56 และ 1.76 Å ตามลำดับ) ดังนั้น Fe^{3+} จึงเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของ Ti^{4+} แทน ทำให้ Ti^{4+} ส่วนเกินในปฏิกิริยาส่งผลให้ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ทุกเงื่อนไขการเตรียมและวัสดุเซรามิก BFS_3 ตรวจพบเฟสปลอมปนในปริมาณความเข้มที่น้อยกว่าวัสดุเซรามิกอื่น ซึ่งการตรวจพบเฟสปลอมปนนี้อาจมีผลกับค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกซึ่งจะได้กล่าวถึงในหัวข้อต่อไป และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter, a , c) ดังแสดงในตารางที่ 5.7 ซึ่งค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของวัสดุเซรามิกทั้งหมดที่ได้จากการคำนวณมีค่าใกล้เคียงกับค่าจากข้อมูลมาตรฐานของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัลที่สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No. 76-0738) ส่วนวัสดุเซรามิกทุกเงื่อนไขการเตรียมที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200°C และ 1300°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าหลังจากผ่านการเผาผนึกประมาณ 72 ชั่วโมง วัสดุเซรามิกทุกเงื่อนไขการเตรียมเกิดการแตกเป็นผงละเอียด ซึ่งคาดว่าอาจเกิดจากการทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศ Fe^{3+} ที่เจือเข้าไปเกิดการแทนที่ในตำแหน่งของ Ti^{4+} ทำให้เกิดช่องว่างของออกซิเจนขึ้น ทำให้โครงสร้างภายในเกิดการขยายตัวสอดคล้องกับงานวิจัยของ Maso et al. (2006) ที่พบการออกซิเดชันของ Fe^{3+} ไปเป็น Fe^{4+} เป็นผลให้เกิดช่องว่างของออกซิเจนภายในโครงสร้างของผลึกของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 แต่กลุ่มวิจัยของ Maso et al. (2006) ไม่ได้รายงานการแตกเป็นผงละเอียดของวัสดุเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงกว่า 1200°C



ภาพที่ 5.34 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ก) BFS_0 (ข) BFS_1 (ค) BFS_2 (ง) BFS_3 (จ) BFS_4 (ฉ) BFS_5

ตารางที่ 5.9 ข้อมูลพื้นฐานของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่มีโครงสร้างผลึกของ BaTiO_3 แบบเฮกซะโกนัลทำการศึกษาโดยเทคนิค XRD

วัสดุเซรามิก	แลตทิซพารามิเตอร์		ขนาดเกรน (μm)	ความหนาแน่น (%)
	a (Å)	c (Å)		
JCPDS No. 76-0738	5.7350	14.0500		
BFS_0	-	-	2.31 ± 0.89	41.77
BFS_1	5.6387	13.7901	0.92 ± 0.24	48.55
BFS_2	5.4213	13.7742	< 0.2	46.10
BFS_3	5.6938	13.9282	1.20 ± 0.35	49.09
BFS_4	5.7376	13.9402	< 0.2	46.32
BFS_5	5.7301	13.9572	< 0.2	46.71

5.4.7 ผลการศึกษาลักษณะของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยเทคนิค SEM

การศึกษาลักษณะพื้นผิวของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยเทคนิคการถ่ายภาพ SEM ด้วยกำลังขยาย 20,000 เท่า เพื่อศึกษาการแน่นตัวของวัสดุโดยพิจารณาจากลักษณะของรูพรุนและลักษณะของการเกิดเกรนของวัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 ซึ่งผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังภาพที่ 5.35 (ก) ถึง 5.37 (ฉ) และการหาขนาดเกรนจากภาพถ่ายโดยเทคนิค SEM โดยวิธีการวิเคราะห์จากภาพถ่าย สรุปได้ดังตารางที่ 5.7

จากภาพที่ 5.35(ก) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_0 จากการผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวมีการเกิดเกรนอย่างสมบูรณ์เกรนมีลักษณะรูปร่างคล้ายกัน และขนาดของเกรนแต่ละเกรนมีขนาดมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 2.31 ± 0.89 ไมโครเมตร และเกรนบางเกรนที่อยู่ติดกันมีการหลอมของเกรน

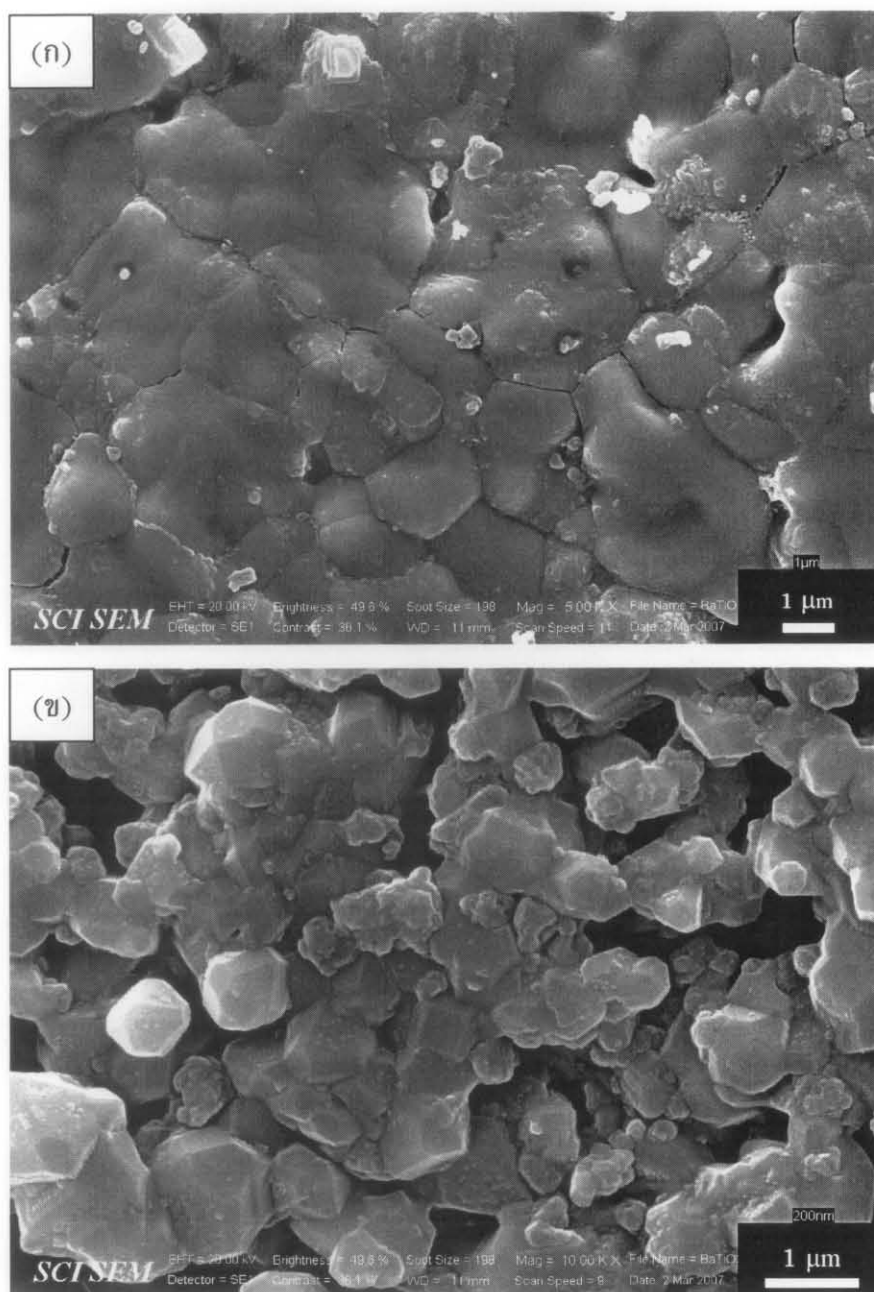
จากภาพที่ 5.35(ข) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_1 จากการผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวมีการเกิดเกรนอย่างสมบูรณ์เกรนมีลักษณะค่อนข้างกลมโดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.92 ± 0.24 ไมโครเมตร ตรวจพบรูพรุนในโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุเซรามิก BFS_1 ซึ่งรูพรุนที่เกิดขึ้นเป็นรูพรุนที่เกิดขึ้นภายในวัสดุเซรามิกแล้วเชื่อมต่อมาถึงผิวหน้าของวัสดุ หรือที่เรียกว่า รูพรุนแบบเปิด สำหรับรูพรุนที่เกิดขึ้นในวัสดุเซรามิก BFS_1 มีสาเหตุมาจากวัสดุเซรามิก BFS_1 มีความหนาแน่นต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎี คือมีความหนาแน่นประมาณ 48.55%

จากภาพที่ ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_2 จากผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_2 เกิดการหลอมตัวของเกรนโดยที่ขนาดเกรนของมีค่าน้อยกว่า 0.2 ไมโครเมตร และยังพบรูพรุนในโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุเซรามิก ซึ่งรูพรุนที่พบเป็นรูพรุนแบบเปิด

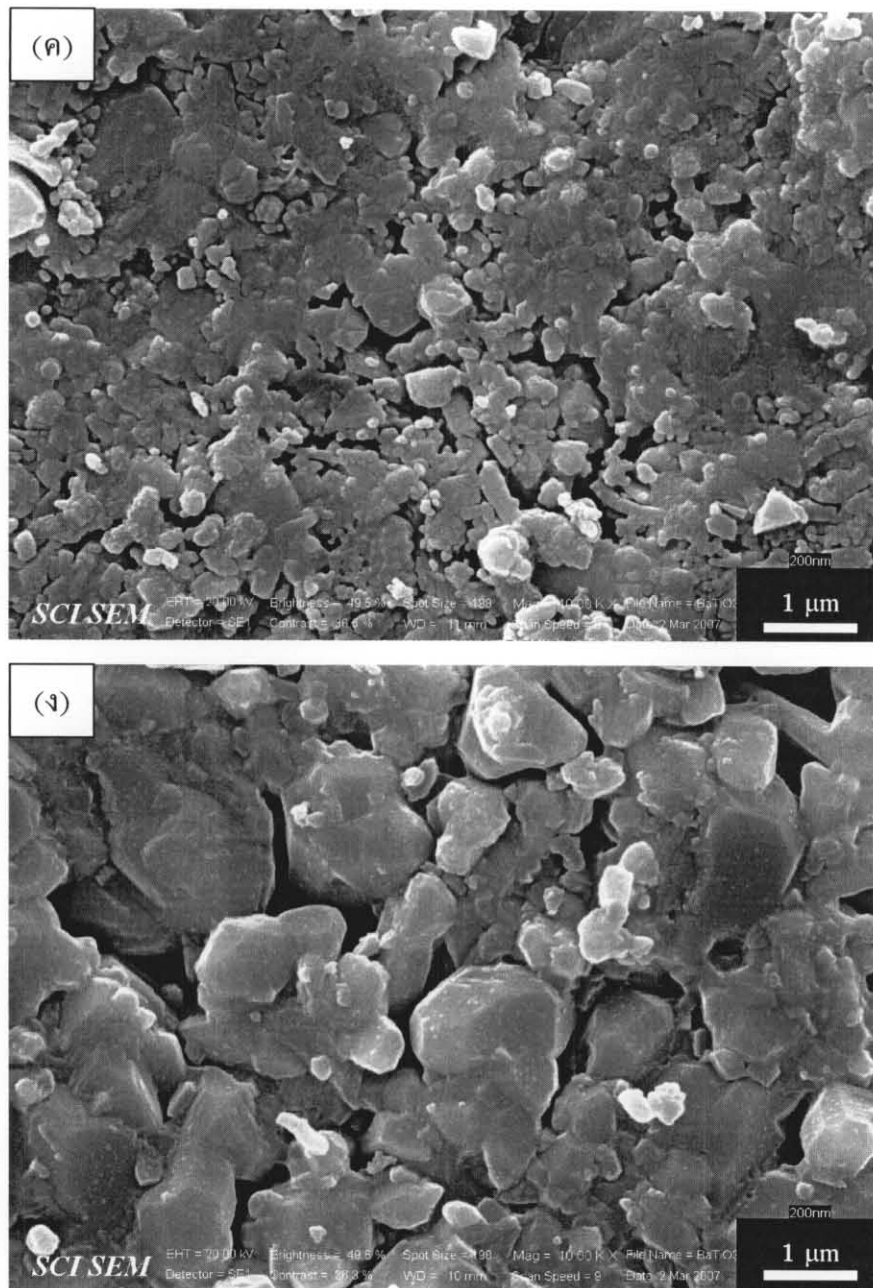
จากภาพที่ 5.36(ค), 5.37(จ) และ 5.37(ฉ) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_2, BFS_4 และ BFS_5 ตามลำดับ จากผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_2, BFS_4 และ BFS_5 เกิดการหลอมตัวของเกรนโดยที่ขนาดเกรนของวัสดุเซรามิกทั้งสองมีค่าน้อยกว่า 0.2 ไมโครเมตร สำหรับการหลอมตัวของเกรนที่เกิดขึ้นอาจมีสาเหตุเนื่องจากวัสดุผง BFS_2, BFS_4 และ

BFP_5 ที่ใช้สังเคราะห์เป็นวัสดุเซรามิก BFS_2, BFS_4 และ BFS_5 มีการรวมตัวกันก่อนเผาผนึก ดังนั้นเมื่อทำการเผาผนึกจึงทำให้เกิดการหลอมตัวของเกรน และยังตรวจพบรูพรุนในโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุเซรามิกทั้งสอง ซึ่งรูพรุนที่พบเป็นรูพรุนแบบเปิดเช่นเดียวกับที่พบในวัสดุเซรามิก อื่น สำหรับรูพรุนที่พบในวัสดุเซรามิกทั้งสอง มีสาเหตุมาจากวัสดุเซรามิก BFS_4 และ BFS_5 มีความหนาแน่นต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎีคือมีค่าประมาณ 46.10, 46.32 และ 46.71% ตามลำดับ

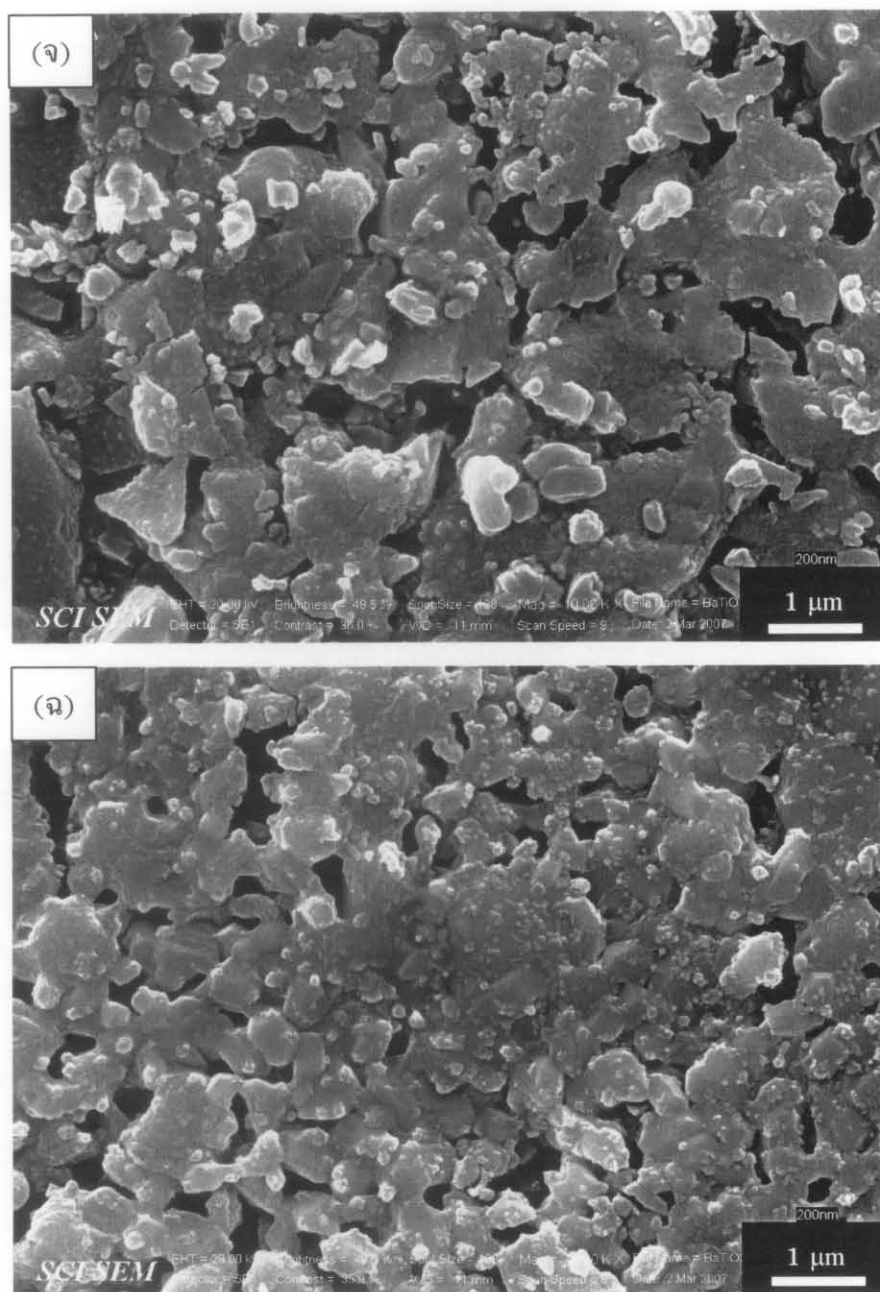
จากภาพที่ 5.36(ง) ลักษณะของพื้นผิวของวัสดุเซรามิก BFS_3 ผลการศึกษาพบว่าพื้นผิวมีการเกิดเกรนอย่างสมบูรณ์ เกรนมีลักษณะค่อนข้างกลม ลักษณะของเกรนที่พบมีสองลักษณะคือเกรนขนาดเล็กและเกรนที่มีการเติบโตของเกรนที่ผิดปกติ เนื่องจากเกิดการหลอมตัวของเกรนทำให้เกรนบางส่วนมีขนาดใหญ่และสังเกตขนาดเกรนและขอบเกรนไม่ชัด ซึ่งขนาดเกรนของวัสดุเซรามิก BFS_3 มีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.20 ± 0.35 ไมโครเมตร ตรวจพบรูพรุนในโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุเซรามิก BFS_3 ซึ่งรูพรุนที่เกิดขึ้นเป็นรูพรุนแบบเปิด สาเหตุของเกิดรูพรุนอาจเกิดมาจากวัสดุเซรามิก BFS_3 มีความหนาแน่นต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎีคือมีความหนาแน่นประมาณ 49.09%



ภาพที่ 5.35 แสดงพื้นผิวของของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ก) BFS_0 (ข) BFS_1



ภาพที่ 5.36 แสดงพื้นผิวของของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ $1100^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (ค) BFS_2 (ง) BFS_3



ภาพที่ 5.37 แสดงพื้นผิวของของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ $1100^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยเงื่อนไข (จ) BFS_4 (ฉ) BFS_5

5.5 ผลการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) เปรียบโดยใช้อัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นของโลหะต่อสารละลายเจลาหนทางจะขี้เท่ากับ 1:10

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) โดยศึกษาพฤติกรรมการณ์ขึ้นกับอุณหภูมิและการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) โดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ และในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ข้อมูลจากการทดลองแสดงในรูปแบบของค่าความจุไฟฟ้า (C_p) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกสำหรับการนำเสนอผลการทดลองได้แสดงในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่า และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกกับ อุณหภูมิ (ที่ความถี่ต่าง ๆ) โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสามารถคำนวณได้โดยตรงจากค่า C_p ดังแสดงในภาพที่ 4.8 ในผลการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกนี้ ได้รายงานผลการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของ วัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2 BFS_3, BFS_4 และ วัสดุเซรามิก BFS_5 ตามลำดับ

5.5.1 การขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และ ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก

จากภาพที่ 5.38 (ก.1) และ ภาพที่ 5.38 (ก.2) แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_0 ที่ความถี่ต่าง ๆ พบว่าทุกช่วงความถี่ที่ทำการศึกษาช่วงอุณหภูมิ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่อุณหภูมิประมาณ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าสูงสุดโดยมีค่าประมาณ 20,000 แต่ไม่สามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นอุณหภูมิคูรี(อุณหภูมิคูรีเป็นอุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟอโรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก) เนื่องจาก วัสดุเซรามิก BFS_0 พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ไม่สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานใดเลย ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่ต่ำและอุณหภูมิไม่เหมาะสมจึงทำให้เกิดผลึกไม่สมบูรณ์ และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 0.4 ถึง 2 เมื่อพิจารณาในช่วงอุณหภูมิ $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 100 ถึง 9000 และมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิน้อยมาก ส่วนค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกค่าอยู่ในช่วง 0.2 ถึง 1

จากภาพที่ 5.39 (ข.1) ภาพที่ 5.39 (ข.2) ภาพที่ 5.43 (ฉ.1) และ ภาพที่ 5.43 (ฉ.2) แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_1 และ วัสดุเซรามิก BFS_5 ที่ความถี่ต่าง ๆ พบว่าในช่วงอุณหภูมิ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าประมาณ 2000 และ 6000 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิ $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ น่าจะเป็นช่วงที่วัสดุเซรามิก BFS_1 และ วัสดุเซรามิก BFS_5 เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟอโรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ดังนั้นวัสดุเซรามิก BFS_1 และ วัสดุเซรามิก BFS_5 จึงมีอุณหภูมิคูรีเท่ากับ $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกทั้งสองมีค่าประมาณ 0.05 ถึง 2 และ 0.04 ถึง 5 ตามลำดับ เมื่อพิจารณาในช่วงอุณหภูมิ $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกทั้งสองมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิน้อยมาก

จากภาพที่ 5.40 (ค.1) และ ภาพที่ 5.40(ค.2) แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_2 ที่ความถี่ต่าง ๆ พบว่าในช่วงอุณหภูมิ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าประมาณ 5500 ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 0.02 ถึง 2 อาจคาดได้ว่าที่อุณหภูมิ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ น่าจะเป็นช่วงที่วัสดุเซรามิก BFS_2 เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟอโรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ดังนั้นวัสดุเซรามิก BFS_2 จึงมีอุณหภูมิคูรีที่ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ เมื่อพิจารณาในช่วงอุณหภูมิ $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$

พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ น้อยมาก

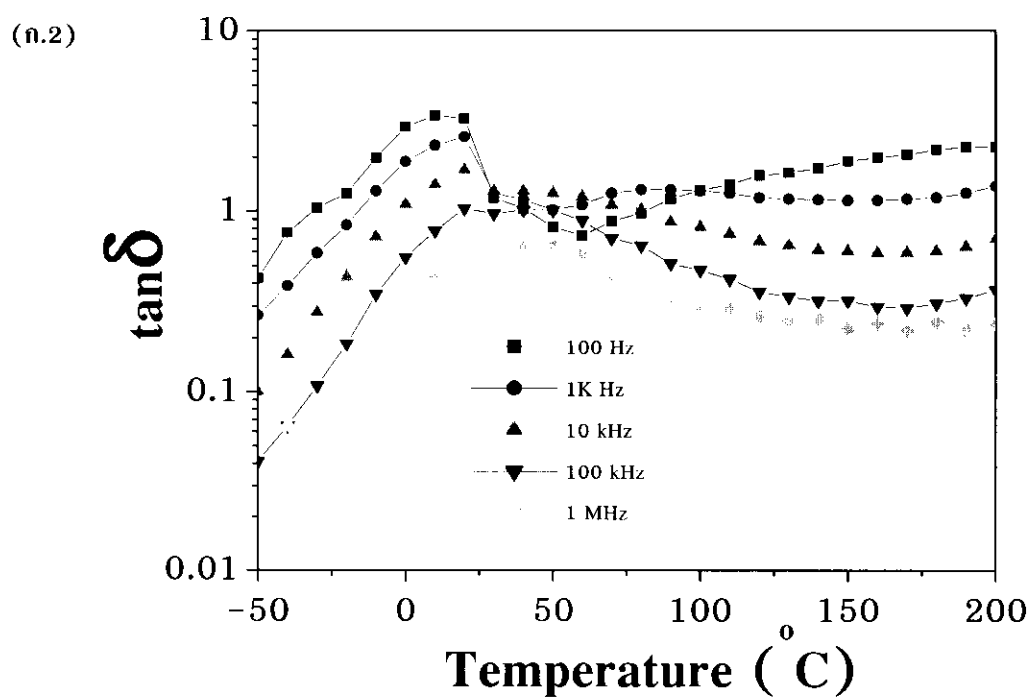
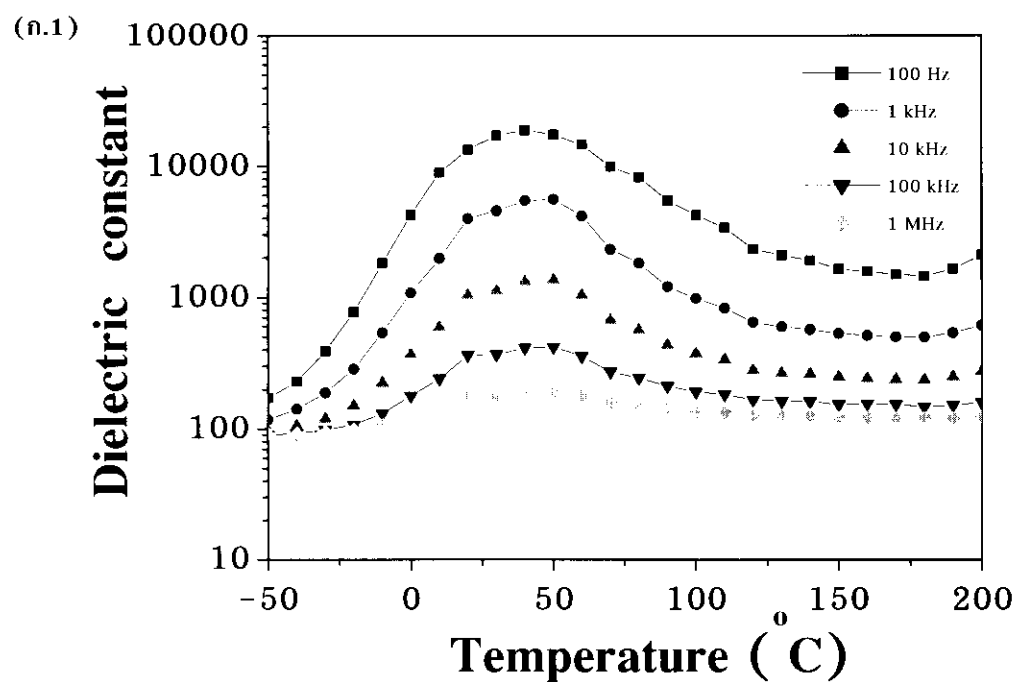
จากภาพที่ 5.41 (จ.1) ภาพที่ 5.41 (จ.2) 5.42 (จ.1) และ ภาพที่ 5.42 (จ.2) แสดง การขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_3 และ วัสดุ เซรามิก BFS_4 ที่ความถี่ต่างๆ พบว่าในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 20°C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกทั้งสองมีค่าเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 20°C โดยมีค่าประมาณ 3100 และ 9000 ตามลำดับ ค่าการสูญเสีย ทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกมีค่าประมาณ 0.2 ถึง 1 และ 0.2 ถึง 4 ตามลำดับ อาจคาดได้ว่าที่อุณหภูมิ 20°C น่าจะเป็นช่วงที่วัสดุเซรามิก BFS_3 และ วัสดุเซรามิก BFS_4 เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากเฟร์โรอิเล็กทริก ไปเป็นพาราอิเล็กทริก ดังนั้นวัสดุเซรามิก BFS_2 และ วัสดุเซรามิก BFS_4 จึงมีอุณหภูมิคูรีที่ 20°C เมื่อ พิจารณาในช่วงอุณหภูมิ 20°C ถึง 200°C พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุ เซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิน้อยมาก

จากภาพที่ 5.44 แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทาง ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 ทำการศึกษาในช่วง อุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C ที่ความถี่ 100 kHz มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและอุณหภูมิคูรีแสดงในตารางที่ 5.10 และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.02 ถึง 1 เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและอุณหภูมิคูรีที่ได้ จากการทดลอง พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและอุณหภูมิคูรีที่มีค่าต่ำ ซึ่งสาเหตุอาจเนื่องมาจากวัสดุเซรามิก ทั้งหมดที่เตรียมได้ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่อุณหภูมิ 1100°C นั้นอาจทำให้วัสดุเซรามิกมีการเกิดเป็นวัสดุ เซรามิก BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัลไม่สมบูรณ์จึงทำให้วัสดุเซรามิกมีความหนาแน่นต่ำ อีกทั้งมี การตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 อีกด้วย

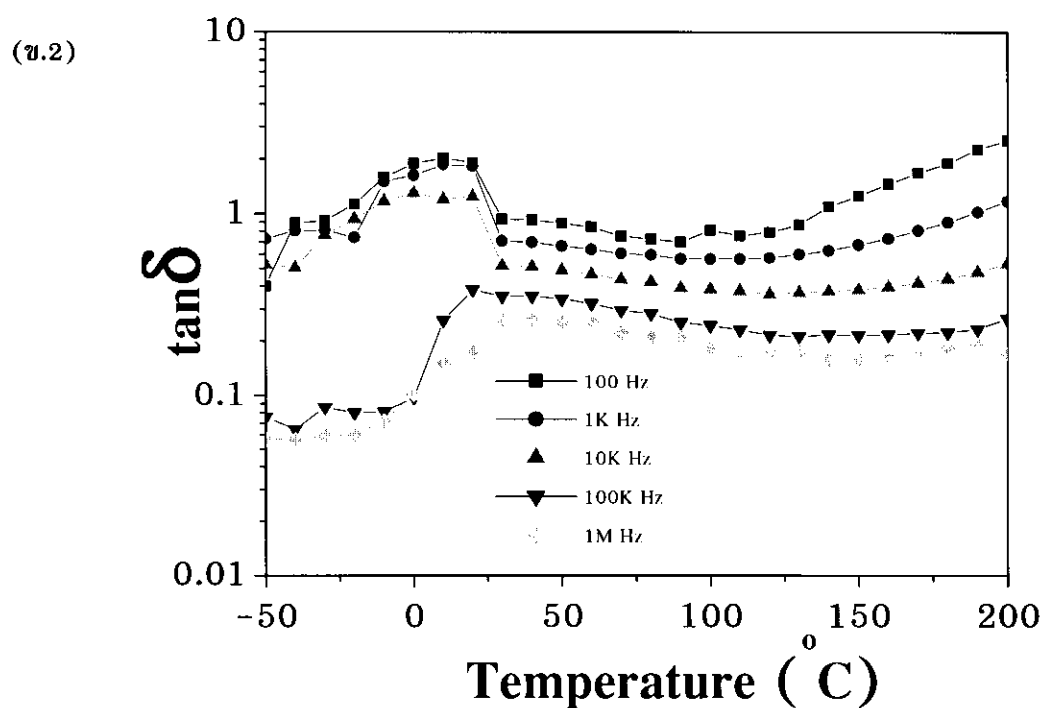
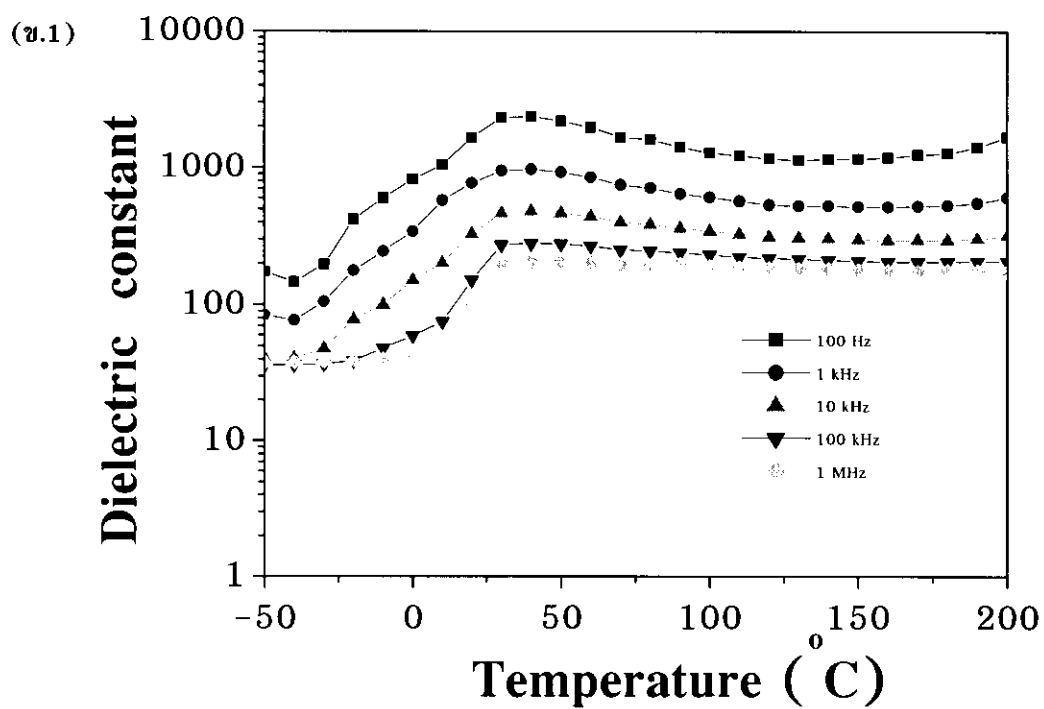
จากตารางที่ 5.10 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องและความถี่ 100 kHz ของวัสดุ เซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ที่ได้จากการทดลองพบว่าทุกๆเงื่อนไขการเจือปน x อุณหภูมิคูรีมีค่า อยู่ในช่วง 40°C ถึง 50°C ซึ่งการมีอุณหภูมิคูรีที่ต่ำนั้นคาดว่าอาจเกิดจากเกิดการออกซิเดชันของ Fe^{3+} ไปเป็น Fe^{4+} จึงส่งผลให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลง ซึ่งจากผลการวิจัยของ Maso et al. (2006) และ Maier et al. (2001) พบว่าเมื่อเจือปนการเจือ Fe เข้าไปในโครงสร้างของ BaTiO_3 สูงขึ้นอุณหภูมิคูรีมีค่าลดลง สาเหตุ เกิดจากเกิดช่องว่างของออกซิเจนในโครงสร้างของวัสดุเซรามิก เนื่องจากเมื่อวัสดุเซรามิกผ่านการเผาผนึกแล้ว ทำให้เกิดการออกซิเดชันของ Fe^{3+} ไปเป็น Fe^{4+} และจึงทำให้เกิดช่องว่างของออกซิเจนในโครงสร้างของวัสดุเซรา มิก ซึ่งมีค่ามากขึ้นเมื่อเจือปน Fe สูงขึ้นจึงส่งผลให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลง อีกทั้งจากผลการศึกษารูปแบบ การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุเซรามิกทุกเงื่อนไขการเตรียมตรวจพบเฟสปลอมปนของ TiO_2 ที่มีเฟสเป็นรู ไทล์ และสอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee et al. (2001) ที่พบว่า Ti^{4+} ทำให้เกิดการบิดเบี้ยวในโครงสร้างผลึก ของวัสดุเซรามิกส่งผลให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลง

ตารางที่ 5.10 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องและความถี่ 100 kHz ของวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ที่ได้จากการทดลอง

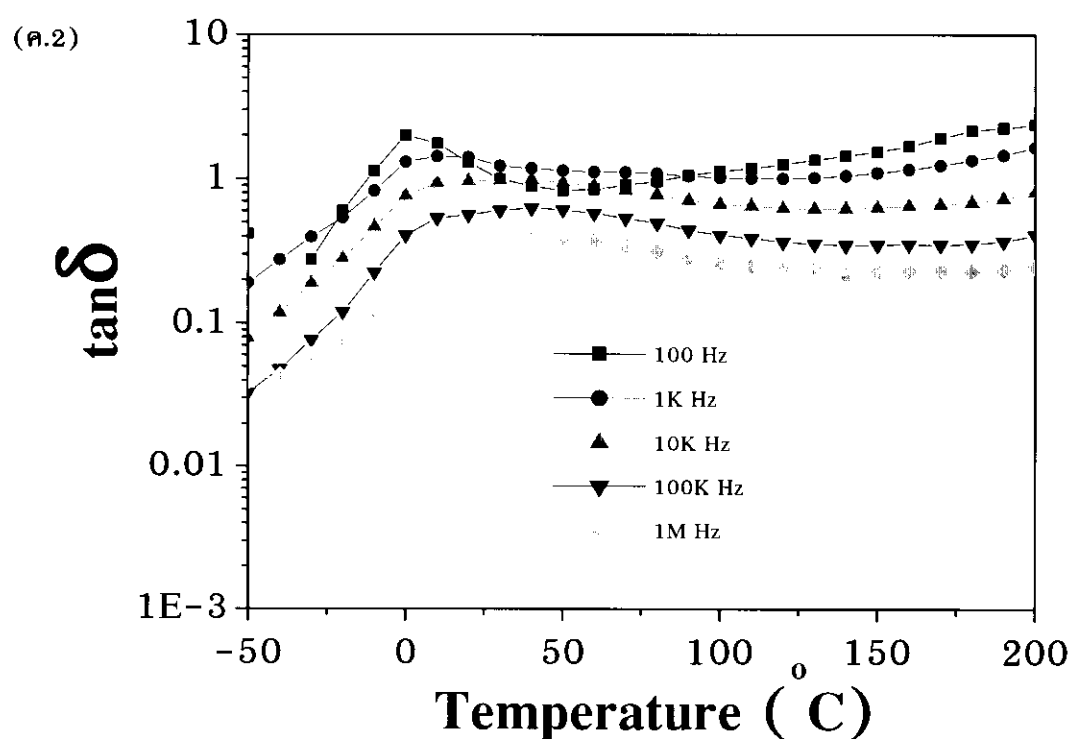
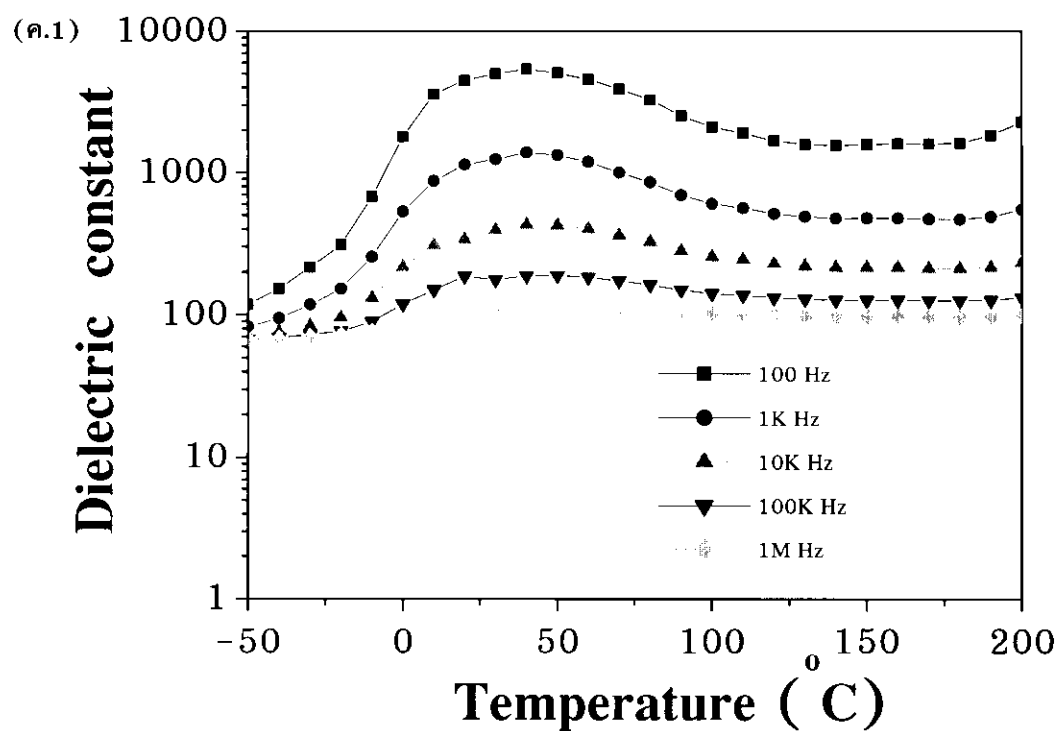
เงื่อนไข x	อุณหภูมิเผาผนึก/ชั่วโมง	อุณหภูมิคูรี (T_c) °C	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก
0 (BFS_0)	1100/4	–	~ 420
0.01 (BFS_1)	1100/4	~ 40	~ 280
0.02 (BFS_2)	1100/4	~ 40	~ 185
0.03 (BFS_3)	1100/4	~ 50	~ 300
0.04 (BFS_4)	1100/4	~ 40	~ 225
0.05 (BFS_5)	1100/4	~ 40	~ 215



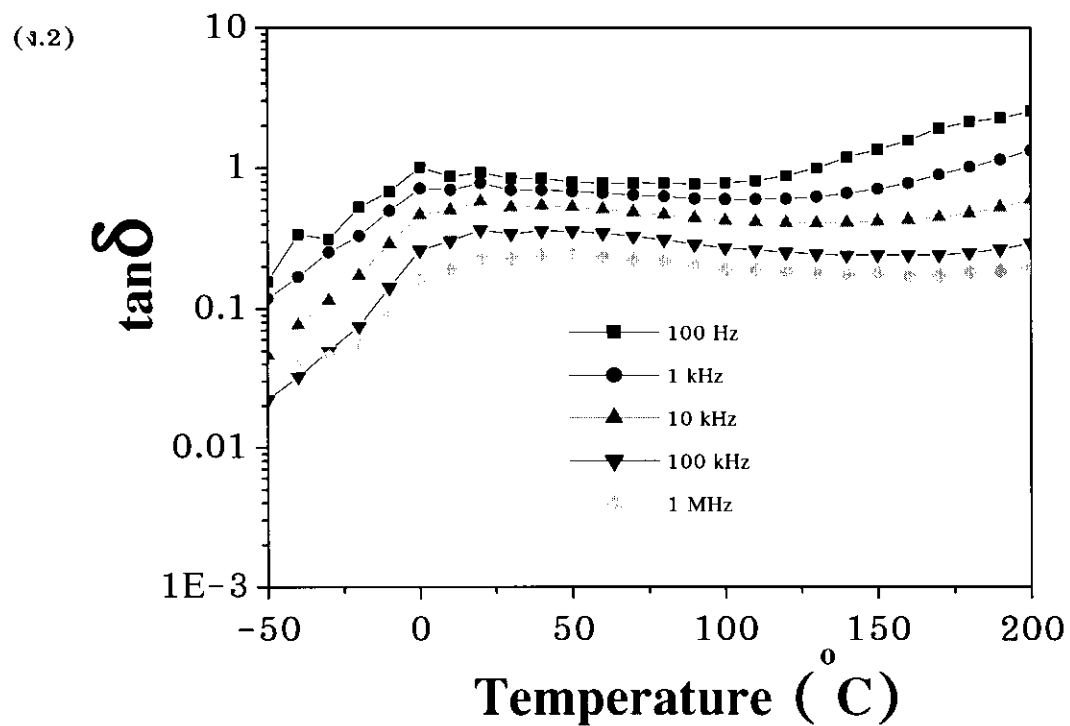
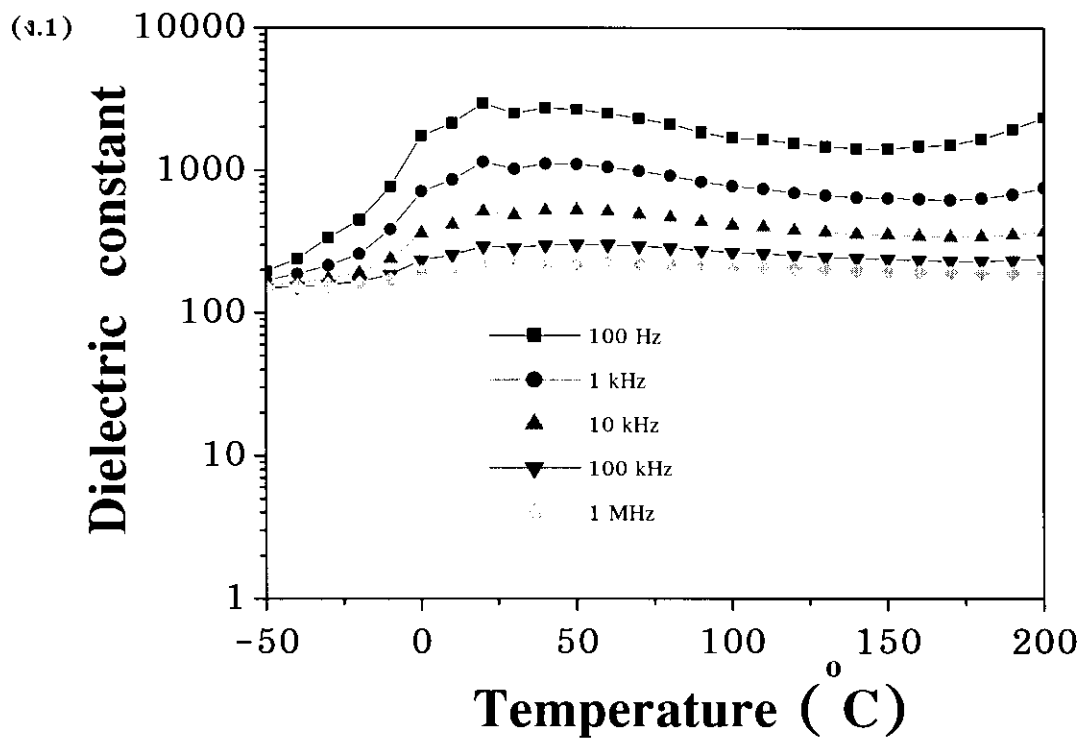
ภาพที่ 5.38 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C (ก) วัสดุเซรามิก BFS_0



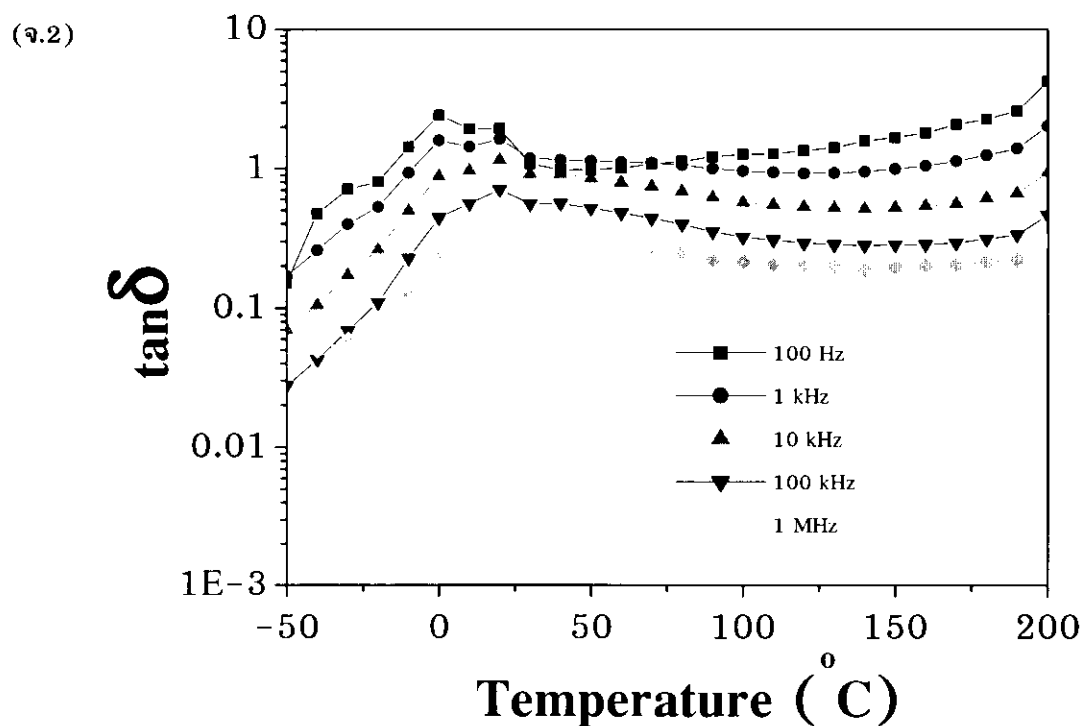
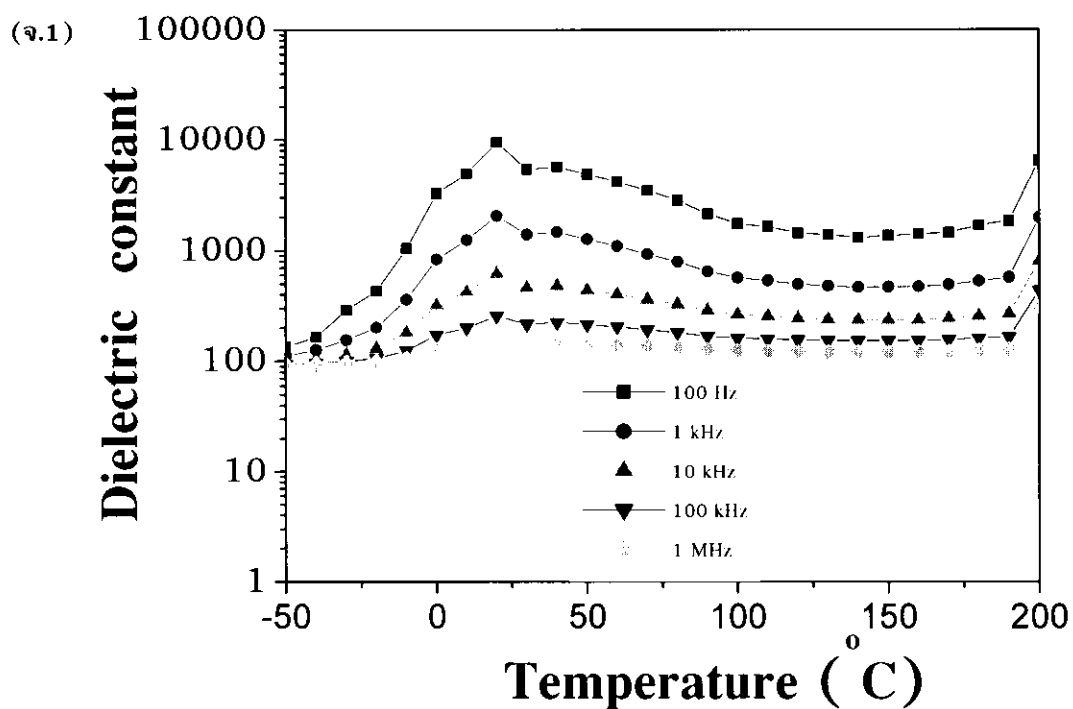
ภาพที่ 5.39 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ข) วัสดุเซรามิก BPS_1



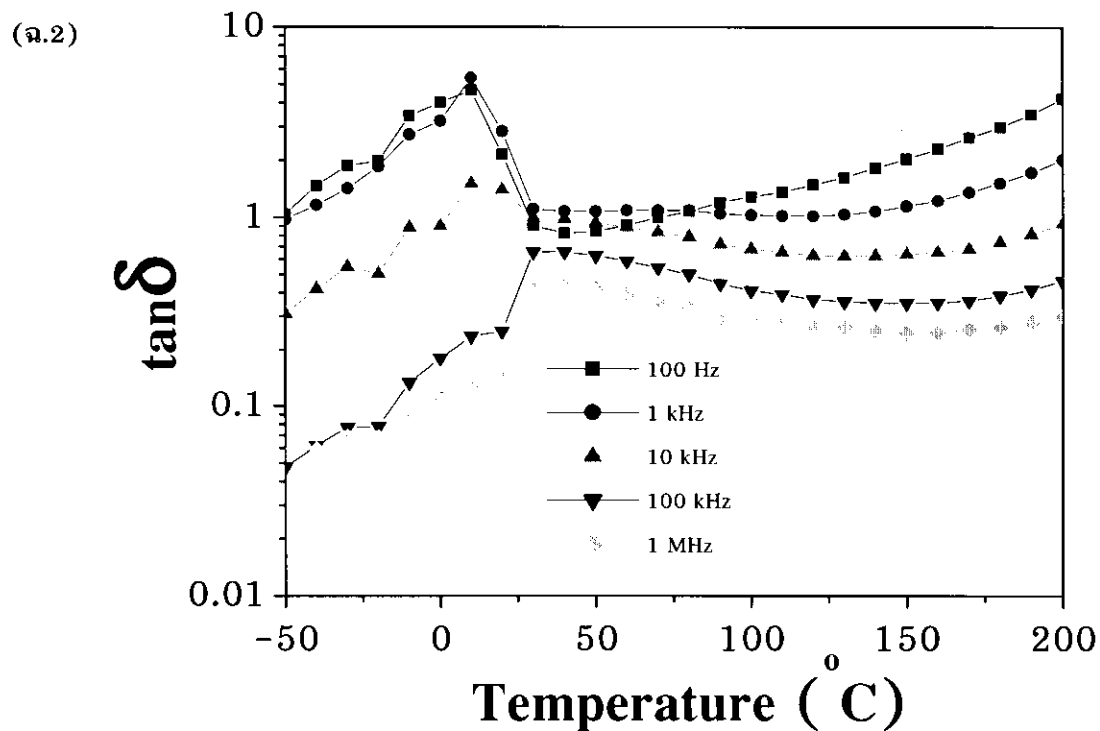
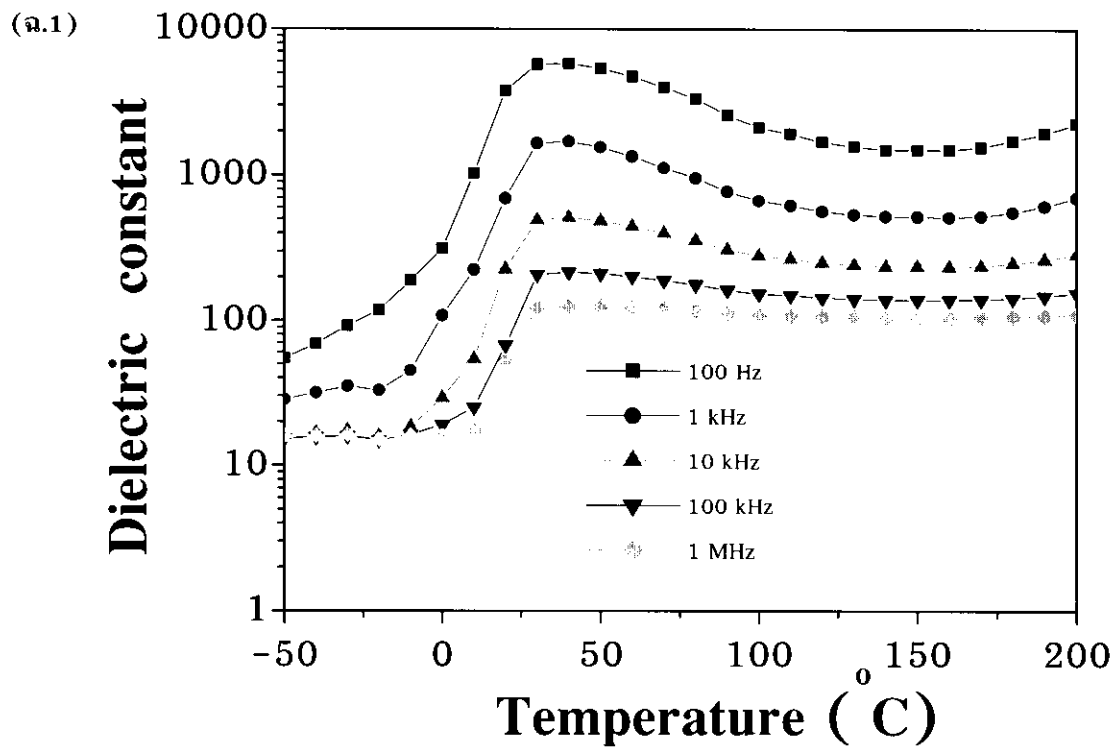
ภาพที่ 5.40 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ค) วัสดุเซรามิก BFS_2



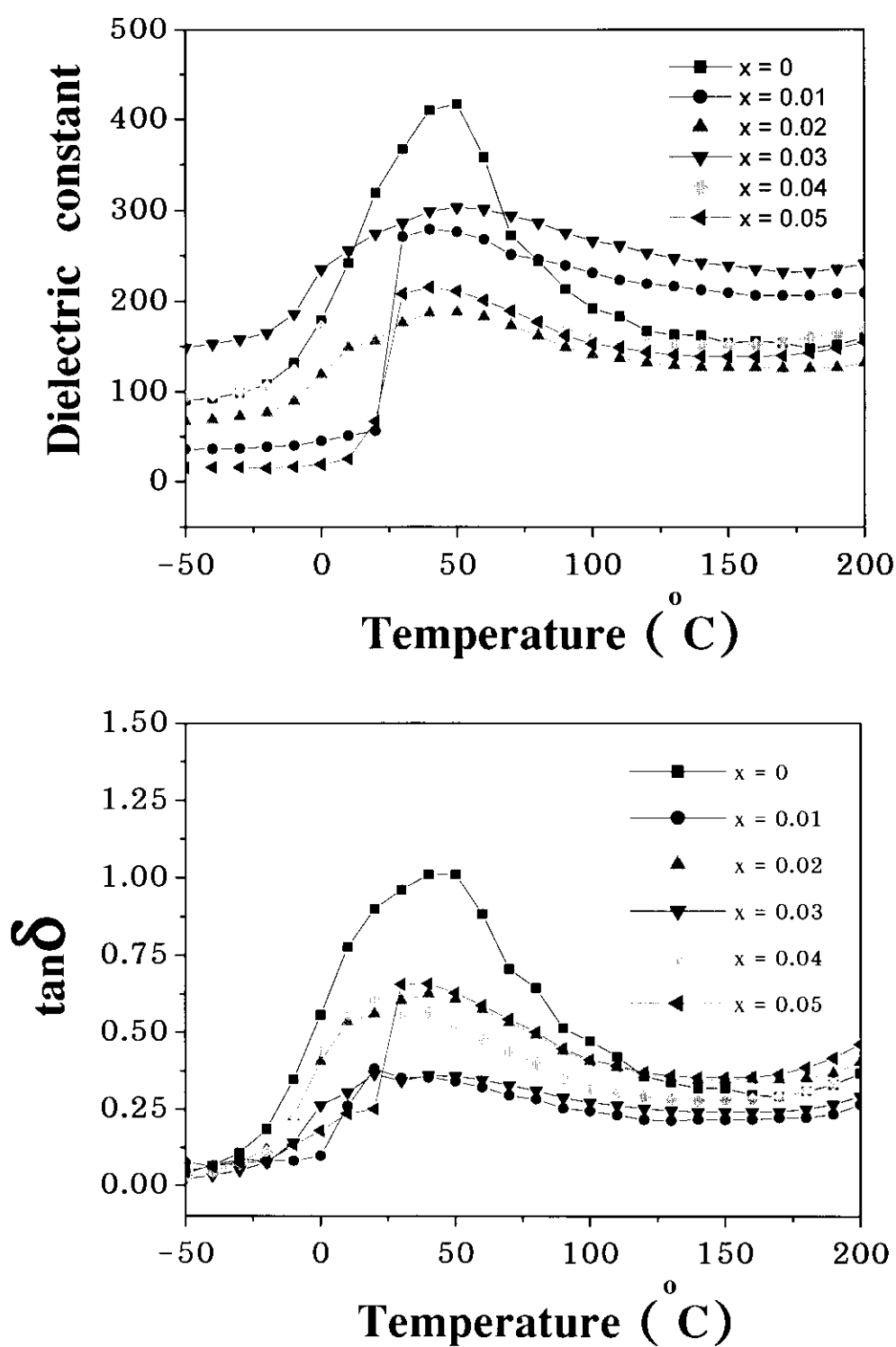
ภาพที่ 5.41 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C (จ) วัสดุเซรามิก BFS_3



ภาพที่ 5.42 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C (จ) วัสดุเซรามิก BFS_4



ภาพที่ 5.43 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C (จ) วัสดุเซรามิก BFS_5



ภาพที่ 5.44 การเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 kHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 $^{\circ}\text{C}$ ถึง 200 $^{\circ}\text{C}$ วัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5

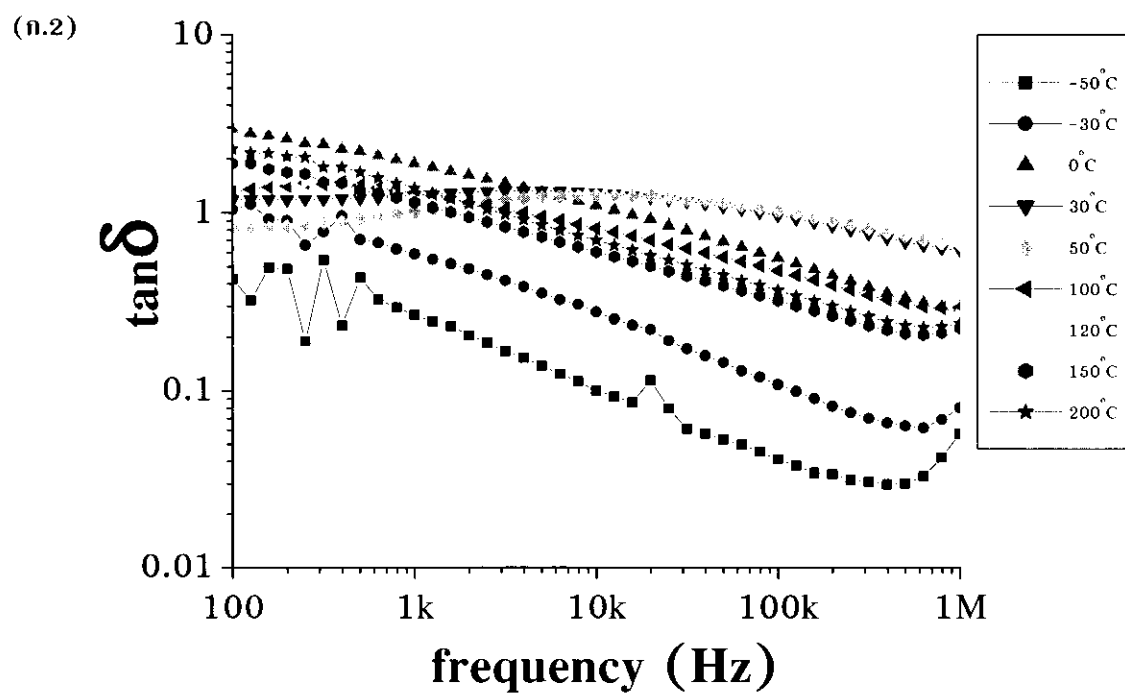
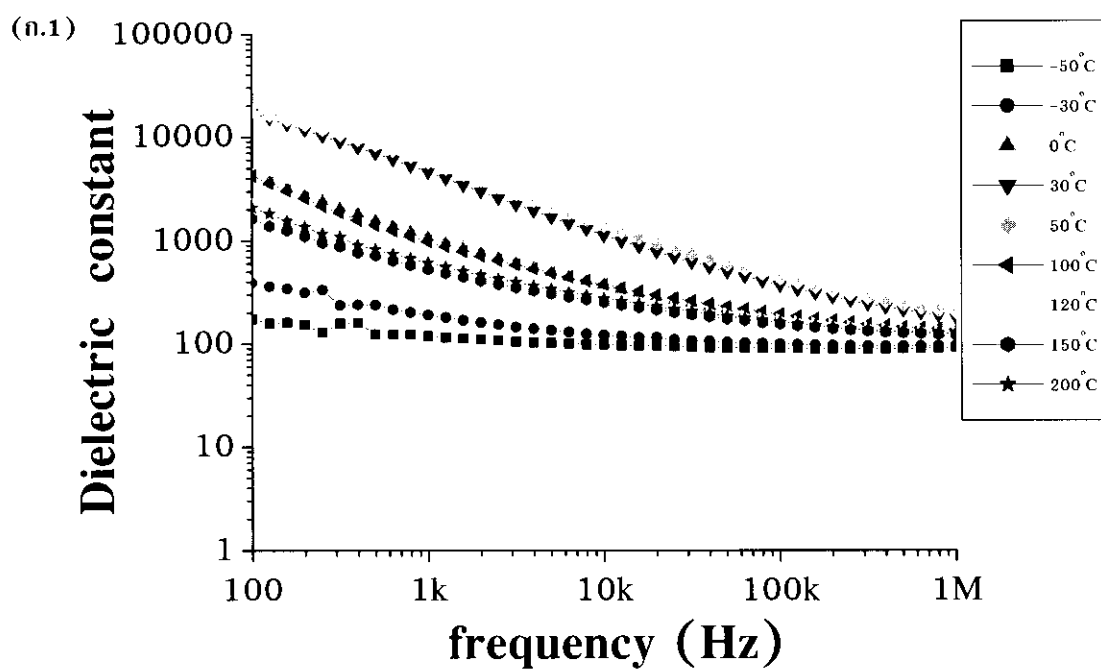
5.5.2 การขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และ ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก

จากภาพที่ 5.45 (ก) ถึง 5.50 (ฉ) เมื่อพิจารณาการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของ วัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2 BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 พบว่าวัสดุเซรามิกทุกเงื่อนไขมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกแสดงในตารางที่ 5.11 จากผลการพิจารณาการขึ้นกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกทุกเงื่อนไขที่ทำการศึกษาในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ที่ช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลงและค่อยๆ และคงที่เมื่อความถี่สูงกว่า 100 kHz ซึ่งหรืออาจกล่าวได้ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก มีการเปลี่ยนแปลงตามความถี่น้อยมากตลอดช่วงความถี่ที่ทำการศึกษา อาจเนื่องมาจากการเจือ Fe^{3+} เข้าไปในโครงสร้างของวัสดุเซรามิก $BaTiO_3$ ในปริมาณที่น้อย จึงทำให้วัสดุเซรามิกที่เตรียมได้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกไม่ขึ้นกับความถี่ อีกทั้งเนื่องจากวัสดุเซรามิก $BaTiO_3$ เป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีการเปลี่ยนแปลงในช่วงความถี่ประมาณ 10 GHz ดังนั้นในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2 BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 มีการเปลี่ยนแปลงตามความถี่เพียงเล็กน้อย

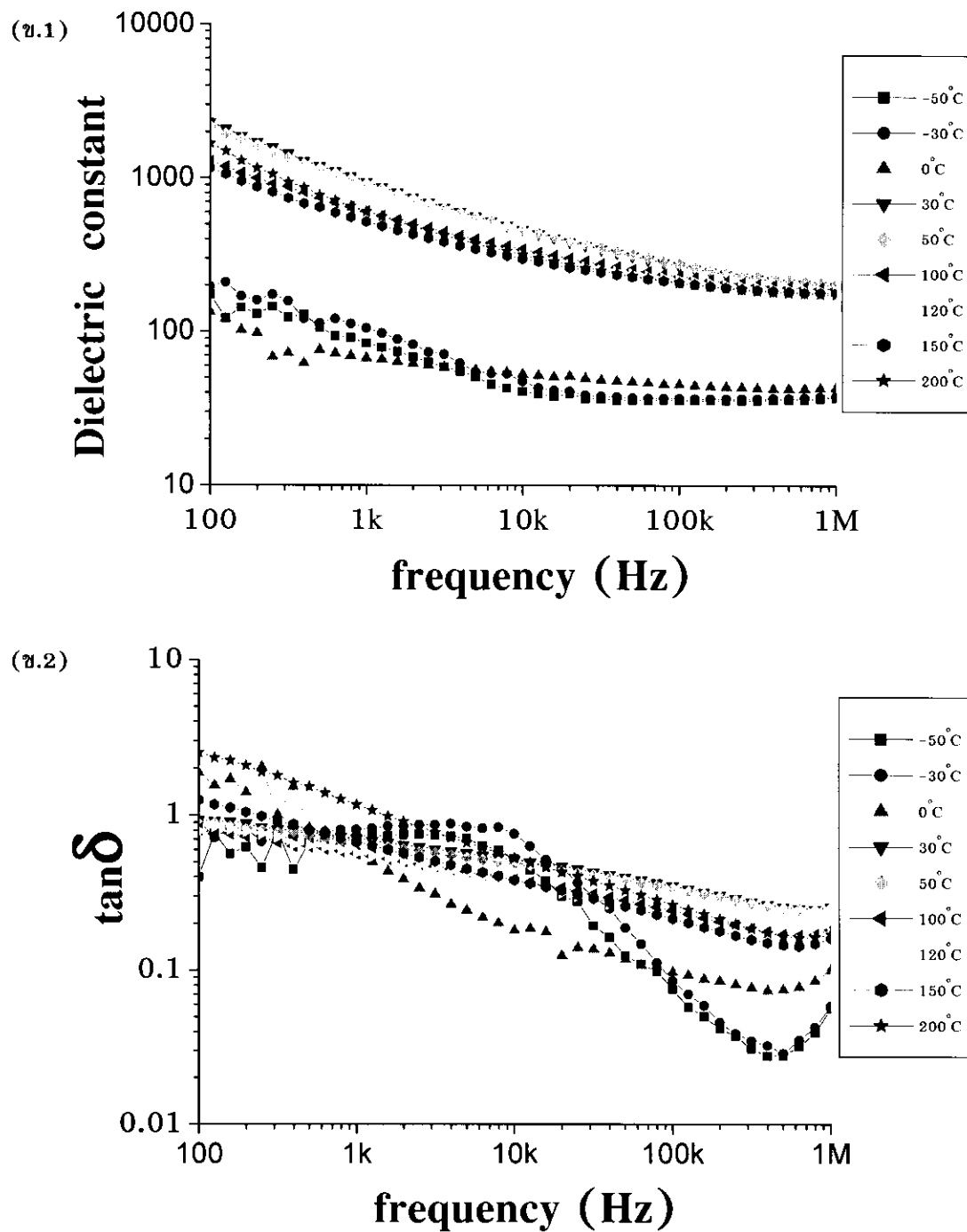
จากตารางที่ 5.11 ถ้าไม่นำค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_0 มาเปรียบเทียบกับวัสดุเซรามิกอื่น เนื่องจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุเซรามิก BFS_0 ไม่สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $BaTiO_3$ โดยสาเหตุอาจเนื่องมาจากวัสดุเซรามิก BFS_0 ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่ต่ำและไม่เหมาะสมจึงทำให้เกิดผลึกไม่สมบูรณ์ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก BFS_4 มีค่าสูงที่สุด ซึ่งเมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุเซรามิก BFS_4 พบว่ามีความเป็นผลึกของ $BaTiO_3$ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัลที่ค่อนข้างสมบูรณ์ อาจส่งผลให้วัสดุเซรามิก BFS_4 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าวัสดุเซรามิกอื่น

ตารางที่ 5.11 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่ศึกษาในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ที่ช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C ของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$)

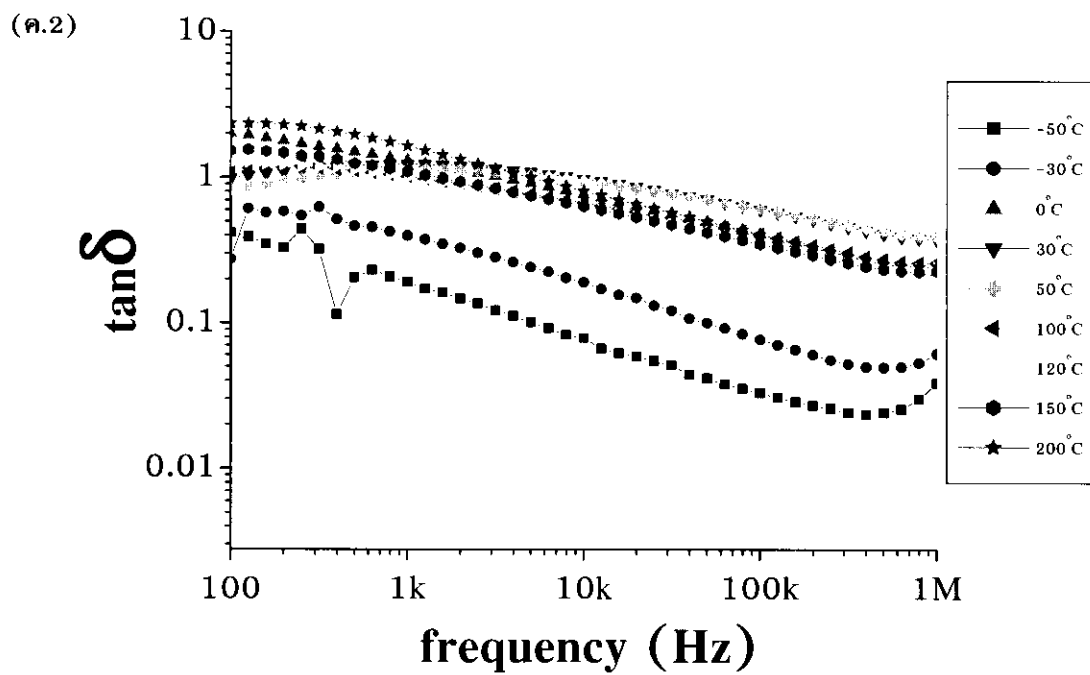
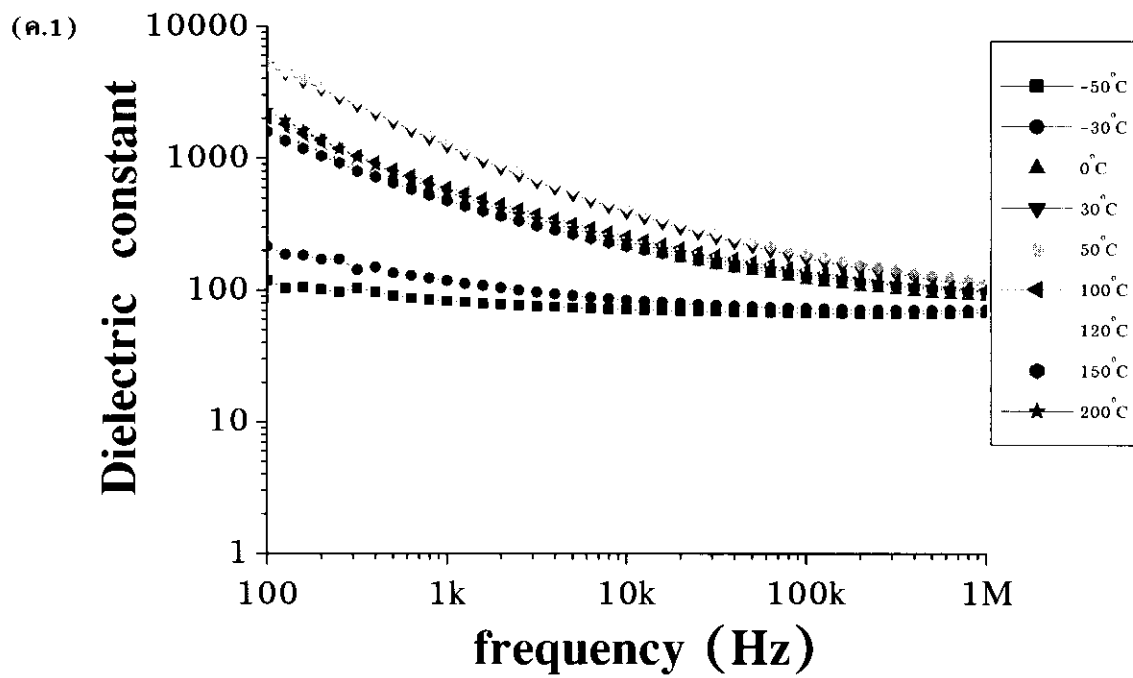
วัสดุเซรามิก	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก	ค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก
BFS_0	100 – 20,000	0.40 – 3.0
BFS_1	35 – 2,500	0.02 – 2.5
BFS_2	65 – 5,500	0.02 – 2.3
BFS_3	160 – 2,700	0.02 – 2.6
BFS_4	100 – 6,000	0.02 – 4.2
BFS_5	16 – 5,700	0.02 – 4.3



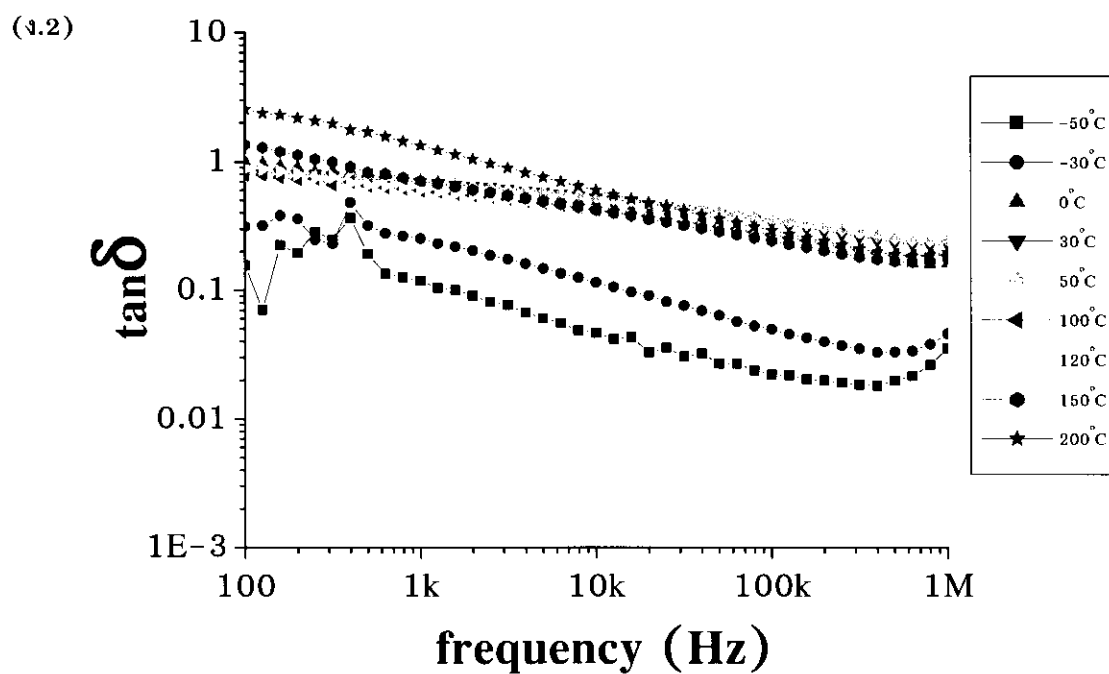
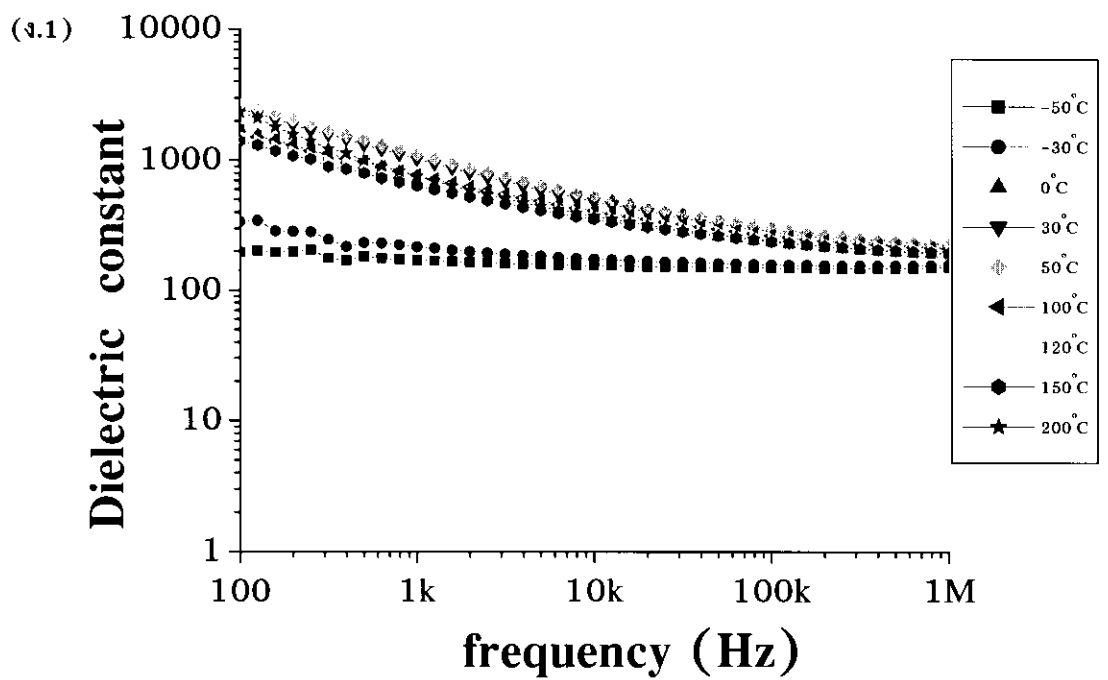
ภาพที่ 5.45 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ก) วัสดุเซรามิก BFS_0



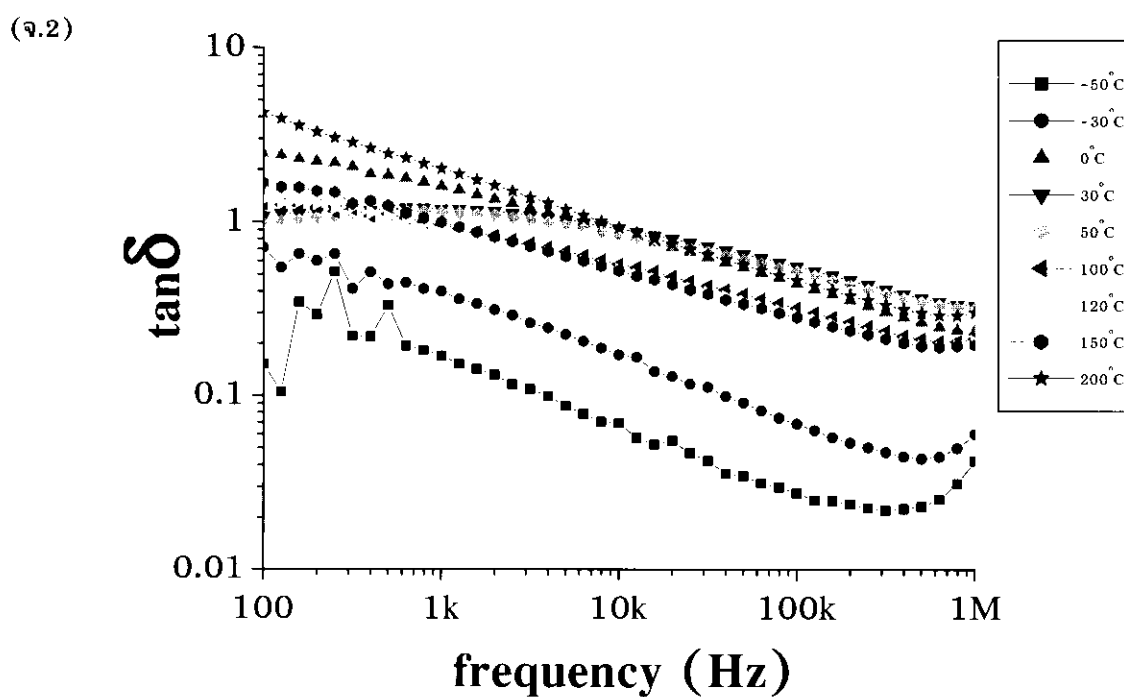
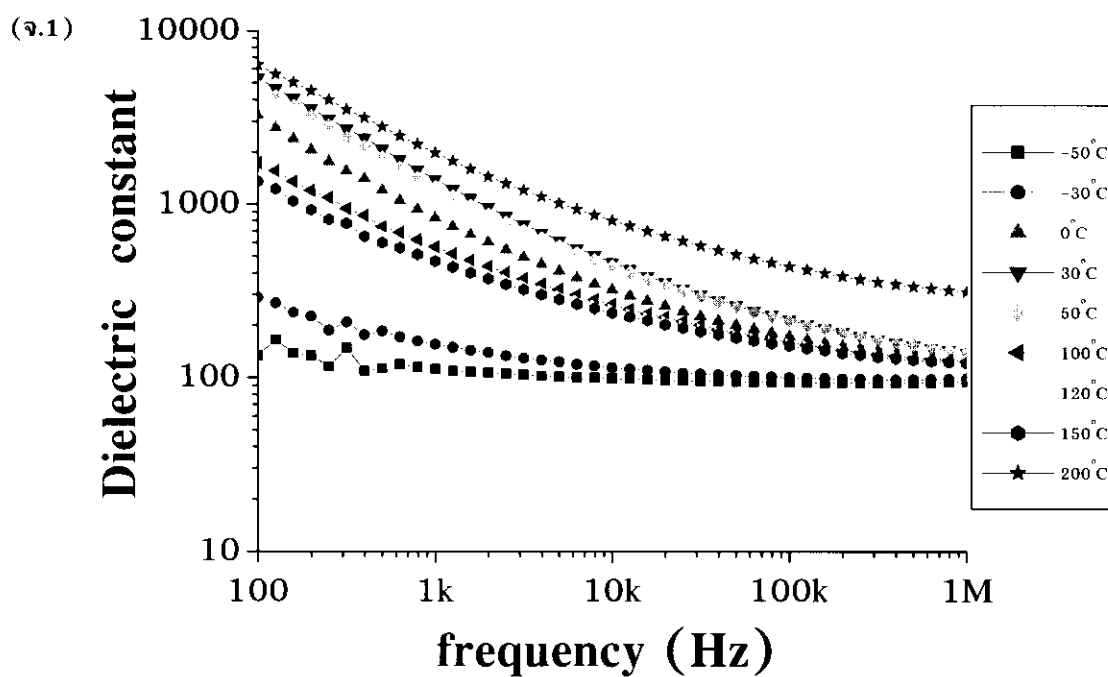
ภาพที่ 5.46 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50°C ถึง 200°C (ข) วัสดุเซรามิก BFS_1



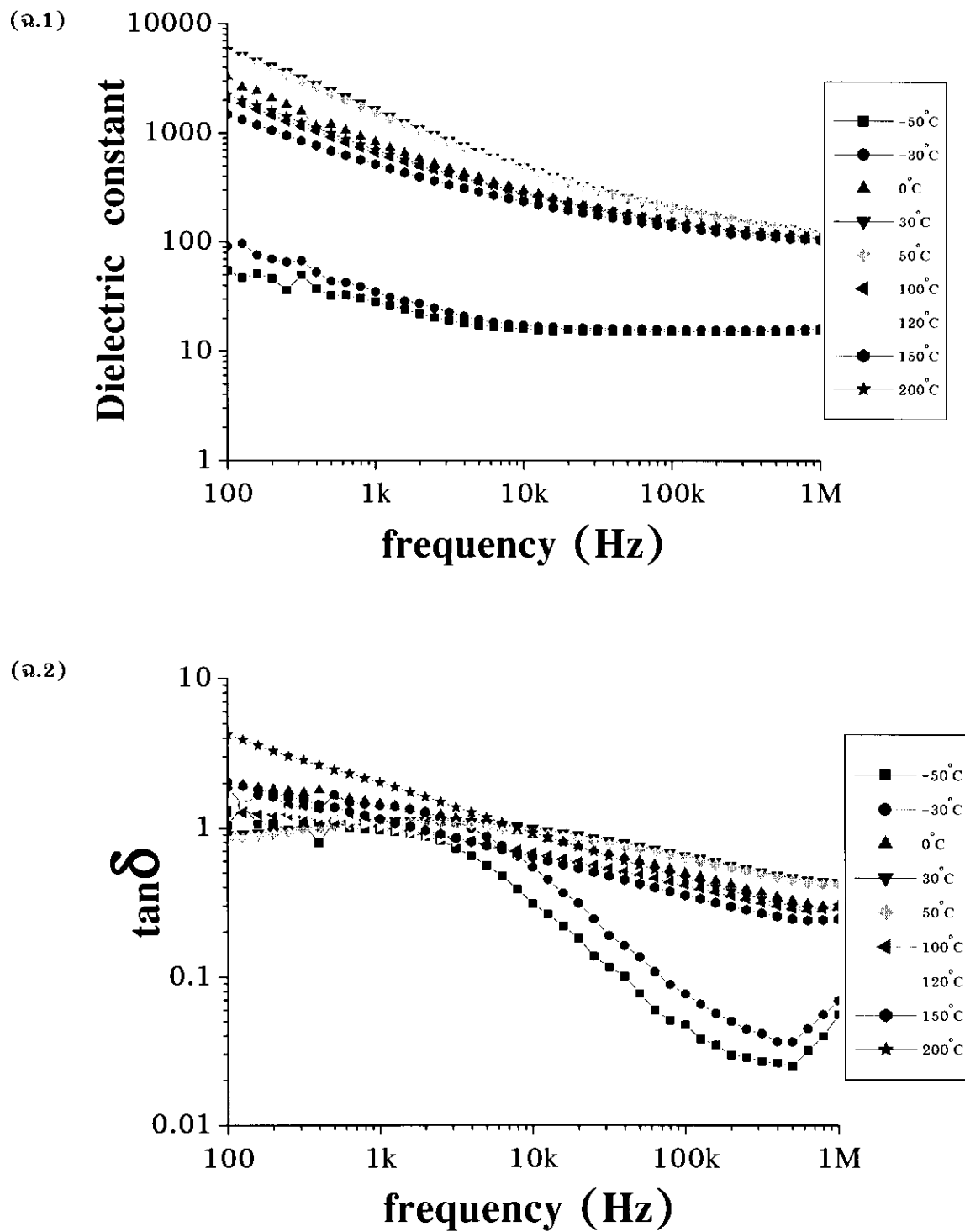
ภาพที่ 5.47 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (ค) วัสดุเซรามิก BFS_2



ภาพที่ 5.48 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (จ) วัสดุเซรามิก BFS_3



ภาพที่ 5.49 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (จ) วัสดุเซรามิก BFS_4



ภาพที่ 5.50 การเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ในช่วงอุณหภูมิ -50 °C ถึง 200 °C (จ) วัสดุเซรามิก BFS_5

5.5.3 ผลของขนาดเกรนต่อสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$

$$(0 \leq x \leq 0.05)$$

จากภาพที่ 5.44, ตารางที่ 5.10 และ ตารางที่ 5.11 แสดงการขึ้นกับอุณหภูมิและความถี่ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของ วัสดุเซรามิก BFS_0, BFS_1, BFS_2, BFS_3, BFS_4 และ BFS_5 ทำการศึกษาในช่วงอุณหภูมิ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่ความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz พบว่าวัสดุเซรามิก BFS_4 และ BFS_5 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกใกล้เคียงกันและสูงกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกอื่นคือมีค่าประมาณ 6000 และ 5700 ตามลำดับ ซึ่งสาเหตุของการมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงของวัสดุเซรามิกนั้นจะขึ้นอยู่กับขนาดเกรนของวัสดุเซรามิก ซึ่งเมื่อพิจารณาจากตารางที่ 5.7 แล้วพบว่าวัสดุเซรามิก BFS_2, BFS_4 และ BFS_5 มีขนาดของเกรนเล็กกว่าวัสดุเซรามิกอื่นคือมีขนาดน้อยกว่า 200 นาโนเมตรซึ่งวัสดุเซรามิกที่มีขนาดเกรนเล็กอาจเป็นวัสดุที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง เนื่องจากวัสดุที่มีเกรนขนาดเล็กนั้นทำให้ความเค้นที่อยู่ภายในเกรนของวัสดุเซรามิกลดลงเนื่องจากผนังโดเมน 90° ส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก แต่เมื่อพิจารณาความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกในตารางที่ 5.9 พบว่าวัสดุเซรามิก BFS_2, BFS_4 และ BFS_5 มีความหนาแน่นมีค่า 46.42, 46.96 และ 47.51% ตามลำดับ และสูงกว่าวัสดุเซรามิกอื่น ประกอบกับการพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุเซรามิกพบว่าวัสดุเซรามิก BFS_4 และ BFS_5 มีความเป็นผลึกของ $BaTiO_3$ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัลที่สมบูรณ์กว่าทุกวัสดุเซรามิกที่เตรียมได้ จึงน่าจะเป็นสาเหตุที่ทำให้วัสดุเซรามิก BFS_4 และ BFS_5 มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าวัสดุเซรามิกอื่น

5.5.4 ผลของความเค้นต่อสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$

$$(0 \leq x \leq 0.05)$$

การศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ทำการวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง ที่ช่วงความเค้น 0 ถึง 12.5 เมกะปาสคาล โดยวัดที่ความถี่ 5 ถึง 200 kHz สามารถคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สภาวะความเค้นต่างๆ ทั้งในช่วงของการเพิ่มและลดความเค้น แสดงในภาพที่ 5.51(ก) ถึง 5.56(ง) พบว่าทุกเงื่อนไขการเตรียมวัสดุเซรามิก $Ba_{1-x}Fe_xTiO_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) เมื่อมีการให้ความเค้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อมีการลดความเค้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงด้วย หลังจากนั้นได้ทำการคำนวณหาความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกเฉพาะช่วงของการเพิ่มความเค้นที่ความเค้นต่างๆ เทียบกับค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความเค้น ตามสมการ

$$\text{Relative change in } \epsilon_r = [(\epsilon_s - \epsilon_0)/\epsilon_0] \times 100$$

$$\text{Relative change in } \tan\delta = [(\tan\delta_s - \tan\delta_0)/\tan\delta_0] \times 100$$

เมื่อ ϵ_s คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ความเค้น S ใดๆ

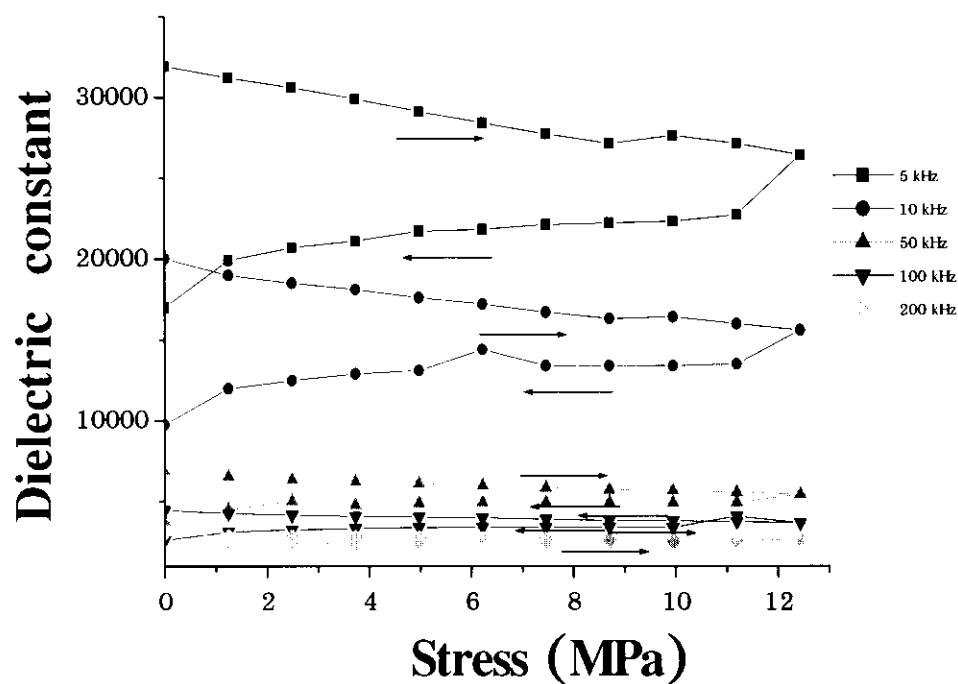
ϵ_0 คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ความเค้น 0 ปาสคาล

$\tan\delta_s$ คือ ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก S ใดๆ

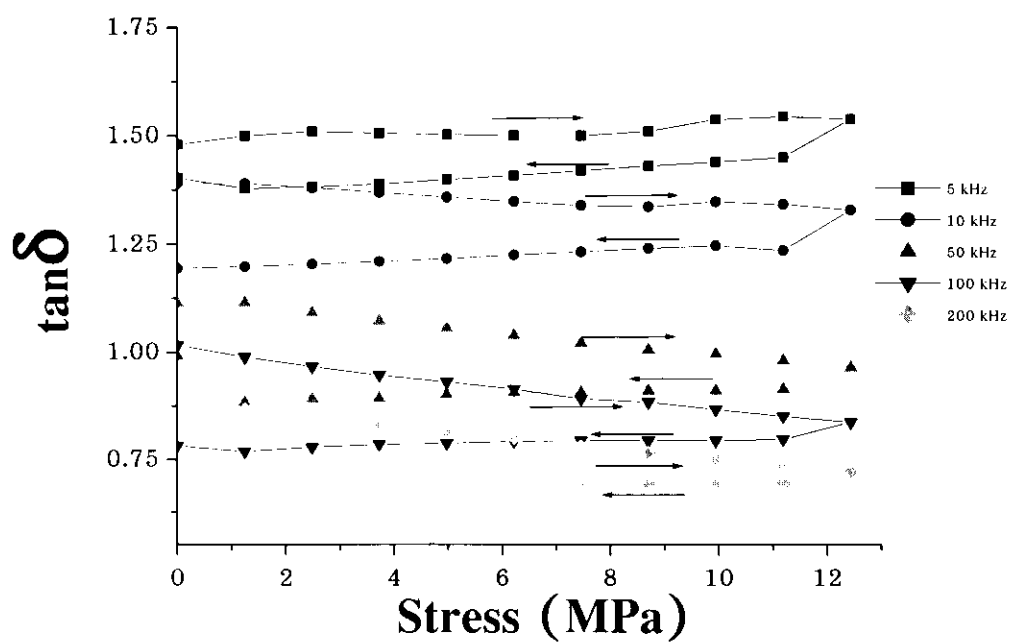
$\tan\delta_0$ คือ ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก 0 ปาสคาล

จากภาพที่ 5.57(ก) ถึง 5.62(ฉ) เป็นความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในช่วงของการเพิ่มความดันที่ความดันต่างๆ เทียบ กับค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความดัน พบว่าวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ทุกเงื่อนไข x ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนในช่วงความดัน 0 ถึง 7.5 MPa ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกนี้คาดว่าอาจเกิดจาก Fe ที่เจือเข้าไปในองค์ประกอบของวัสดุเซรามิก BaTiO_3 เข้าไปช่วยเพิ่มการโพลาไรเซชันภายในโครงสร้างของวัสดุเซรามิก และเมื่อวัสดุเซรามิก $\text{Ba}_{1-x}\text{Fe}_x\text{TiO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.05$) ได้รับความดันเชิงกลจากภายนอกความดันเชิงกลที่ให้เข้าไบนั้นอาจจะทำให้โครงสร้างโดเมนมีการเปลี่ยนแปลงเพื่อทำให้พลังงานภายในโดเมนมีค่าต่ำสุดระหว่างเกิดกระบวนการนี้โดเมนบางโดเมนจะถูกรวมเข้ากับโดเมนอื่นหรืออาจมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างไปภายใต้ความดันแบบแกนเดียว ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงทิศทางของโดเมนเมื่อให้ความดันจากภายนอกเข้าไปโดยที่โดเมนส่วนใหญ่ไม่ได้มีการจัดเรียงตัวในแนวที่ทำมุมกัน 180° จึงทำให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้นซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yimnirun et al. (2006) จากนั้นเมื่อความดันเพิ่มขึ้นถึง 12.5 MPa ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะค่อนข้างคงที่ ซึ่งการที่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าคงที่นั้นที่อาจเกิดจากการให้ความดันที่ไม่เกิน 12.5 MPa นั้นอาจจะไม่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างถาวรต่อโดเมนหรือโครงสร้างภายในของวัสดุเซรามิก (Kao, 2004; Hence, West, 1990; Moulson, Herbert, 2003; Yimnirun et al., 2006) เมื่อพิจารณาค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกวัสดุเซรามิก พบว่าค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกทุกวัสดุเซรามิกมีแนวโน้มลดลงเมื่อความดันมีค่ามากขึ้นยกเว้นวัสดุเซรามิก BFS_0 และ BFS_1 ที่มีค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นเมื่อความดันเพิ่มขึ้น อาจเนื่องมาจากการจัดเรียงตัวใหม่ของโดเมนก็เป็นได้

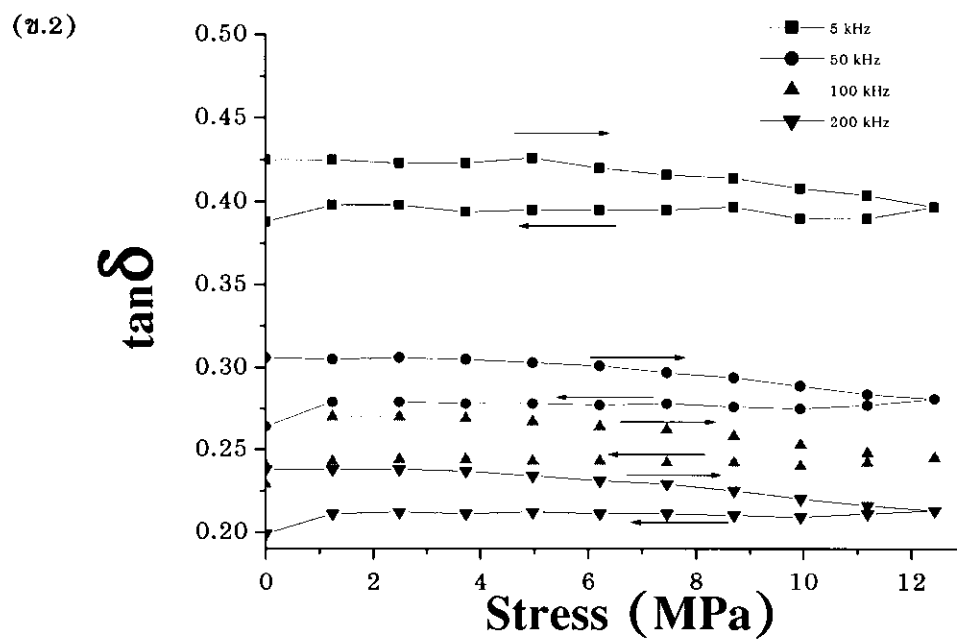
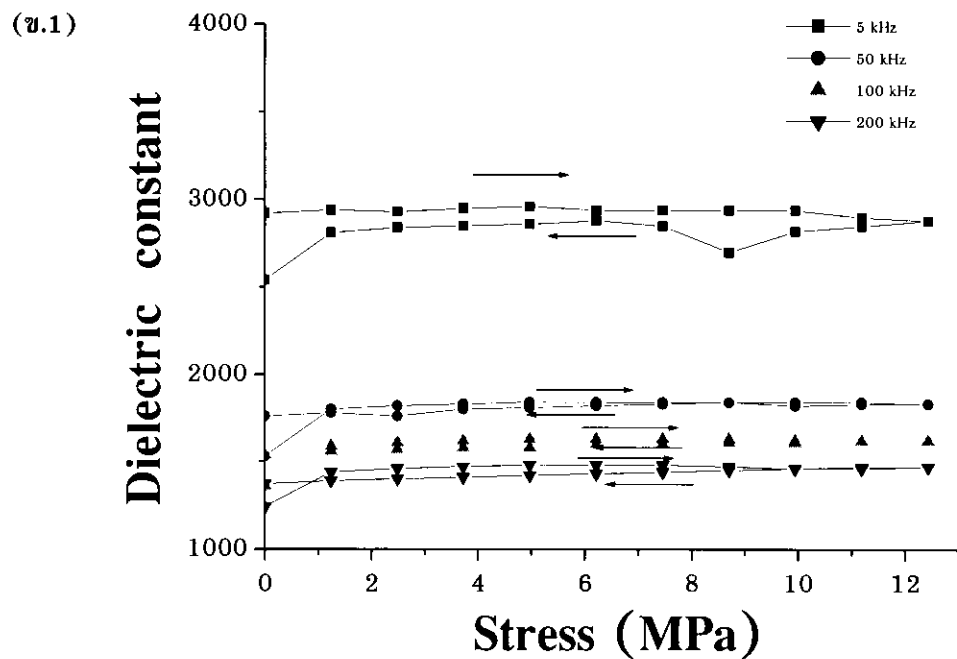
(ก.1)



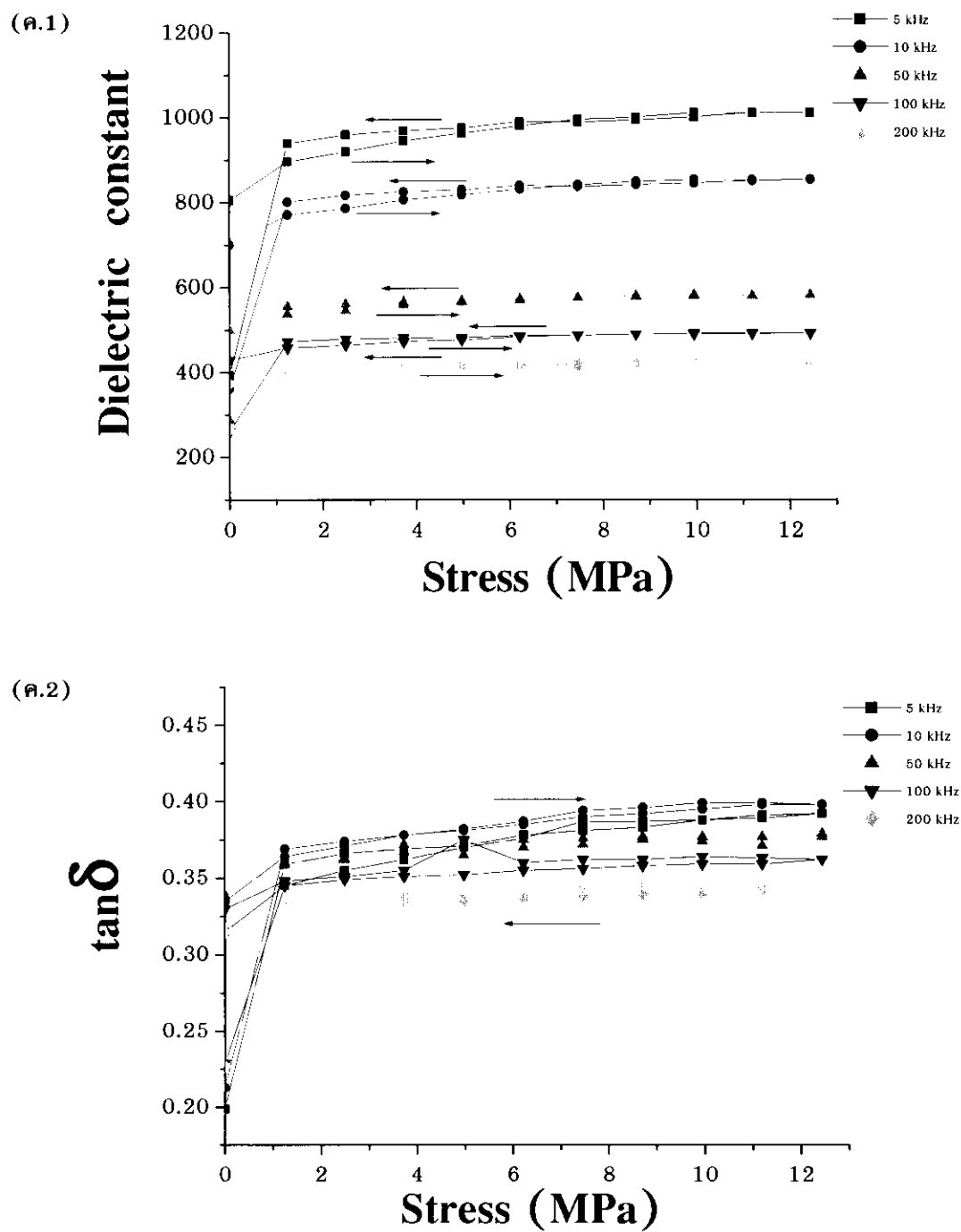
(ก.2)



ภาพที่ 5.51 การเปลี่ยนแปลงกับความเค้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ก) วัสดุเซรามิก BFS_0

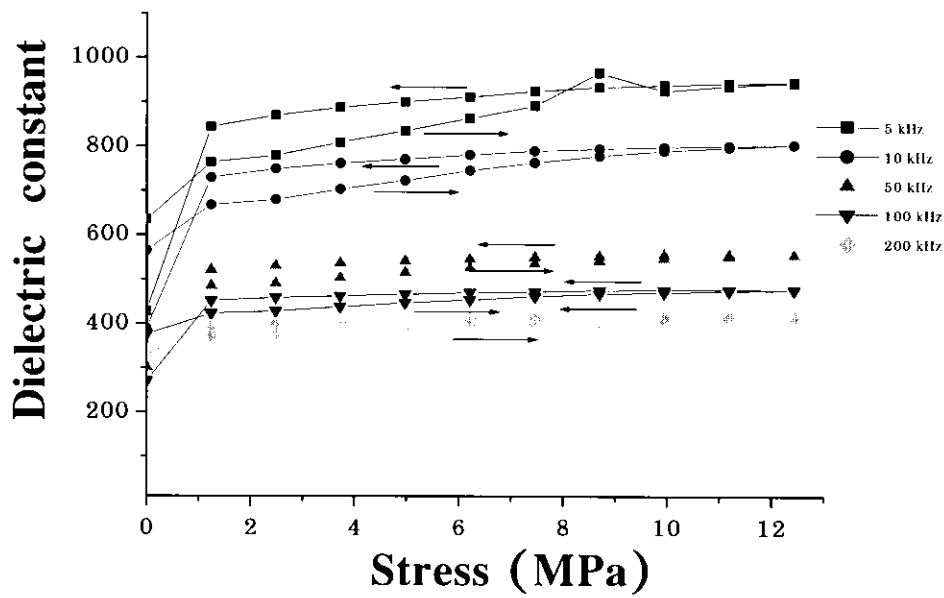


ภาพที่ 5.52 การเปลี่ยนแปลงกับความดันของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ข) วัสดุเซรามิก BFS_1

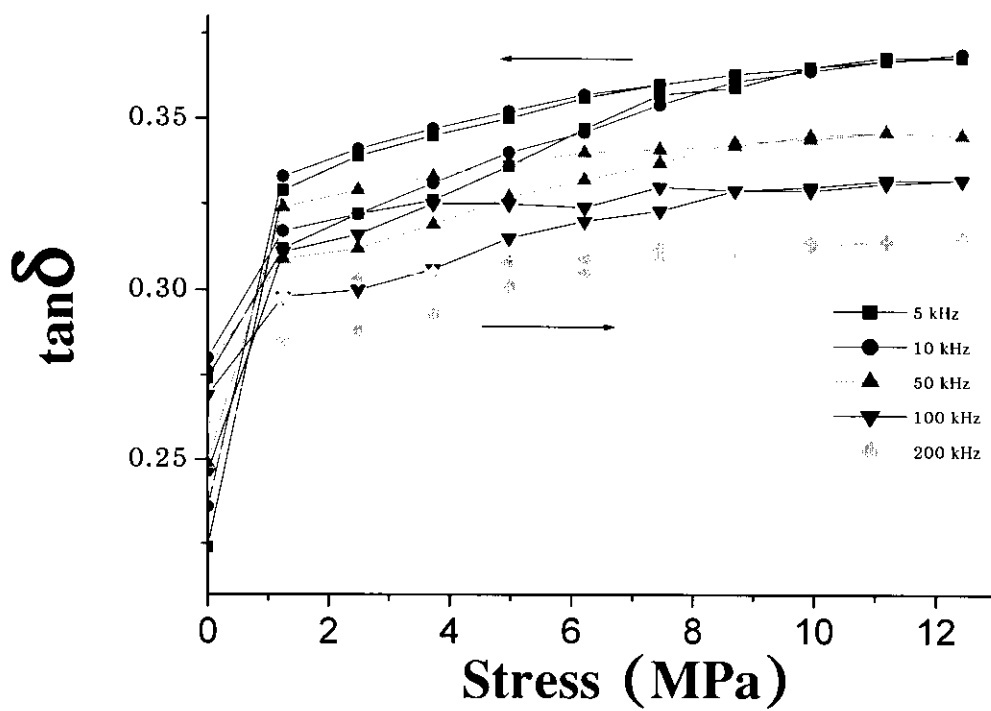


ภาพที่ 5.53 การเปลี่ยนแปลงกับความเค้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ค) วัสดุเซรามิก BFS_2

(จ.1)

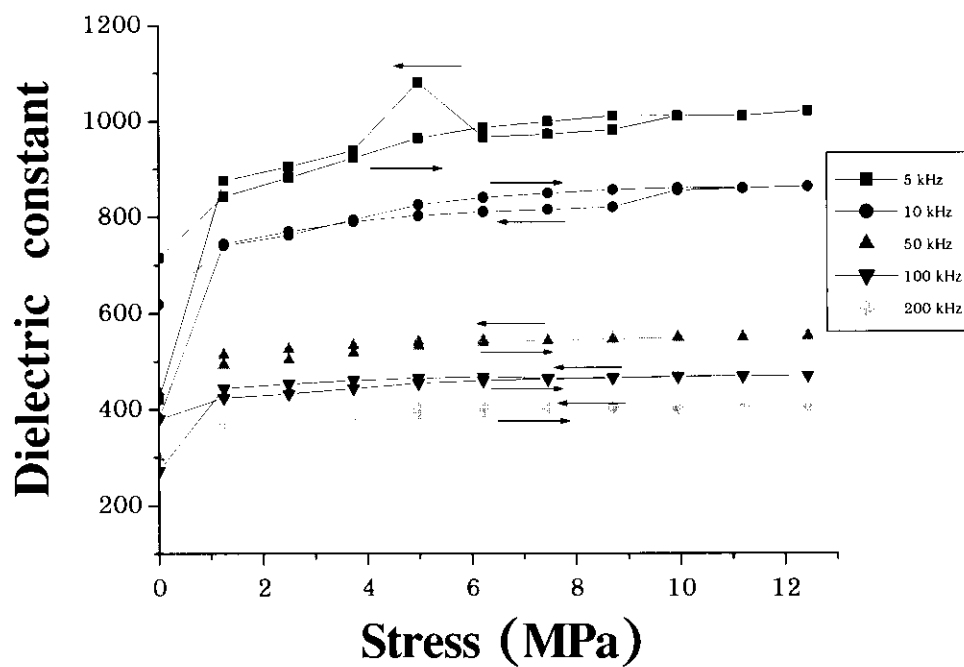


(จ.2)

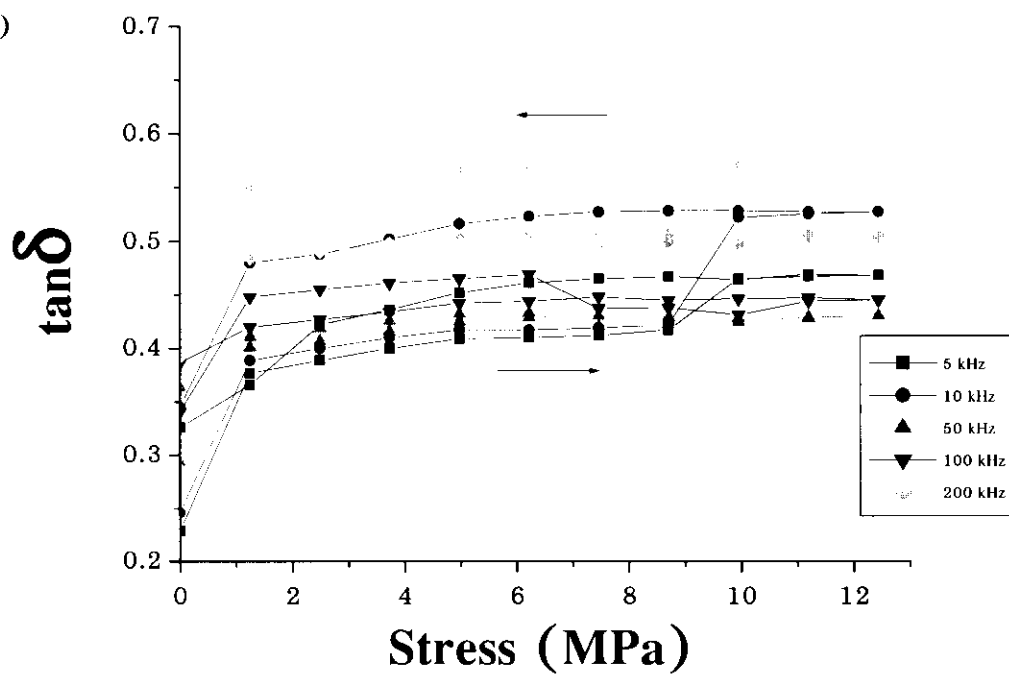


ภาพที่ 5.54 การเปลี่ยนแปลงกับความเค้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ง) วัสดุเซรามิก BFS_3

(จ.1)

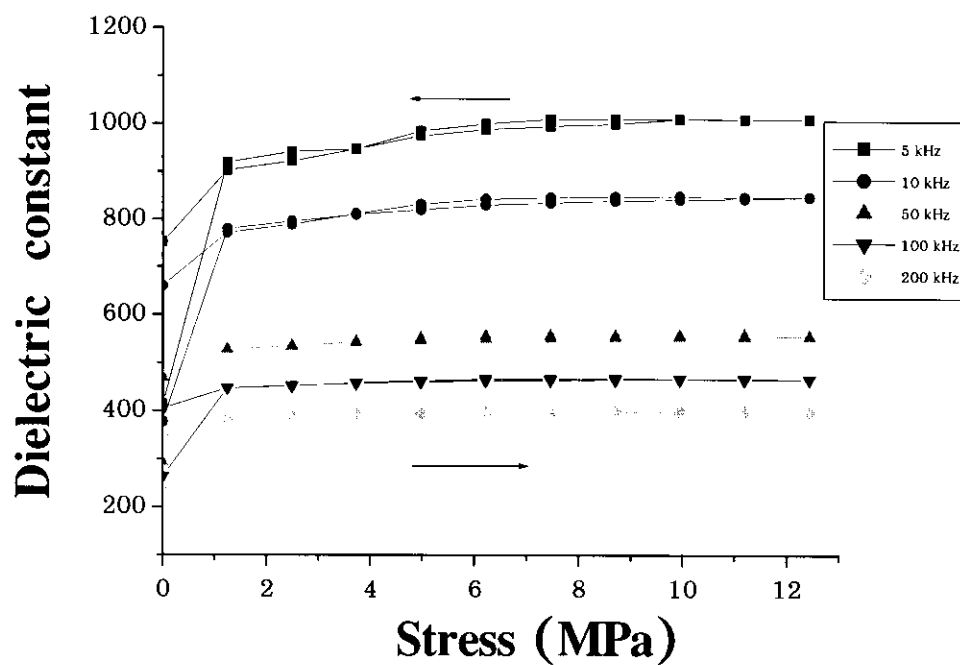


(จ.2)

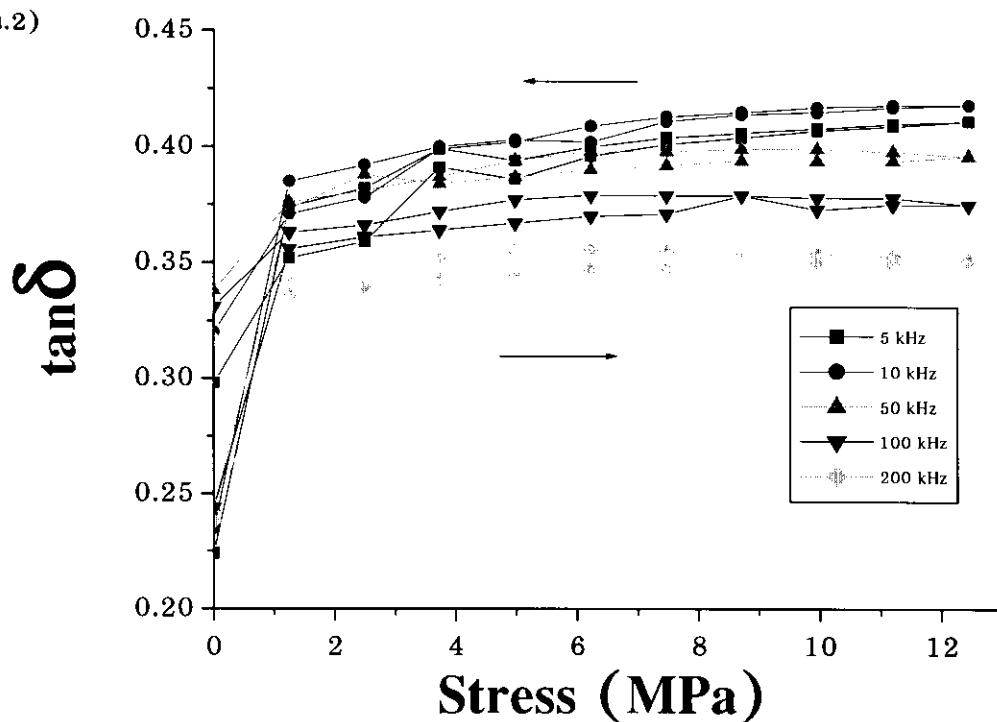


ภาพที่ 5.55 การเปลี่ยนแปลงกับความเค้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (จ) วัสดุเซรามิก BFS_4

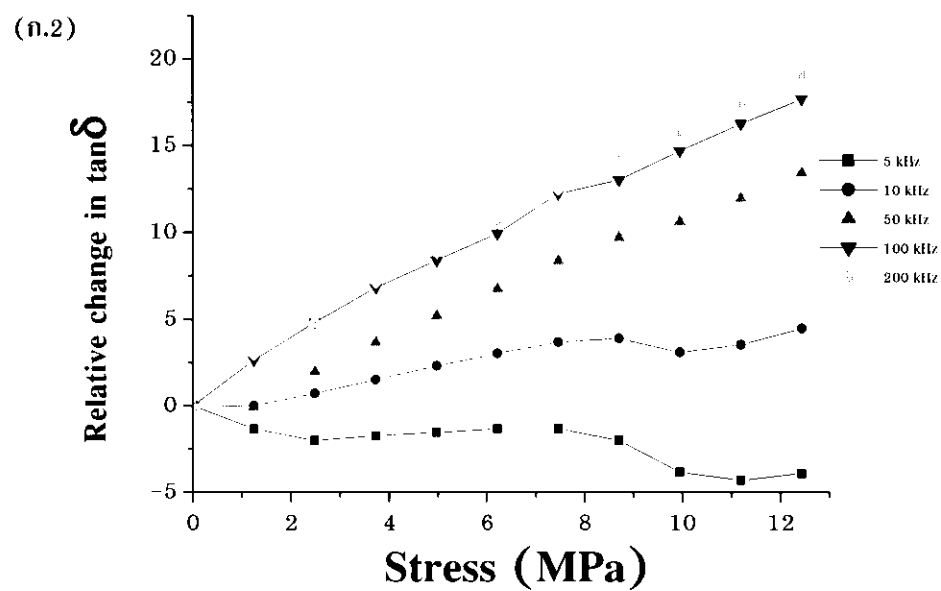
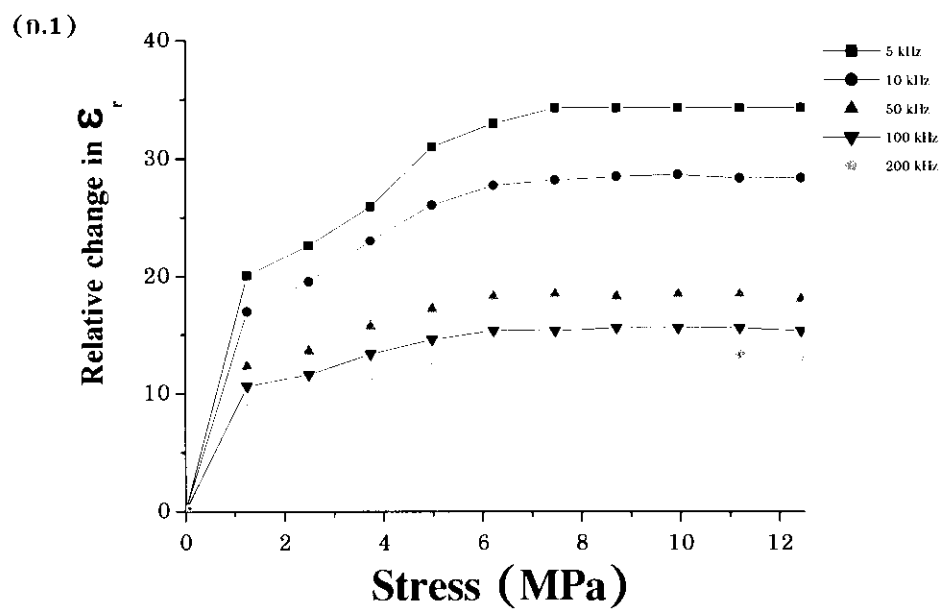
(จ.1)



(จ.2)

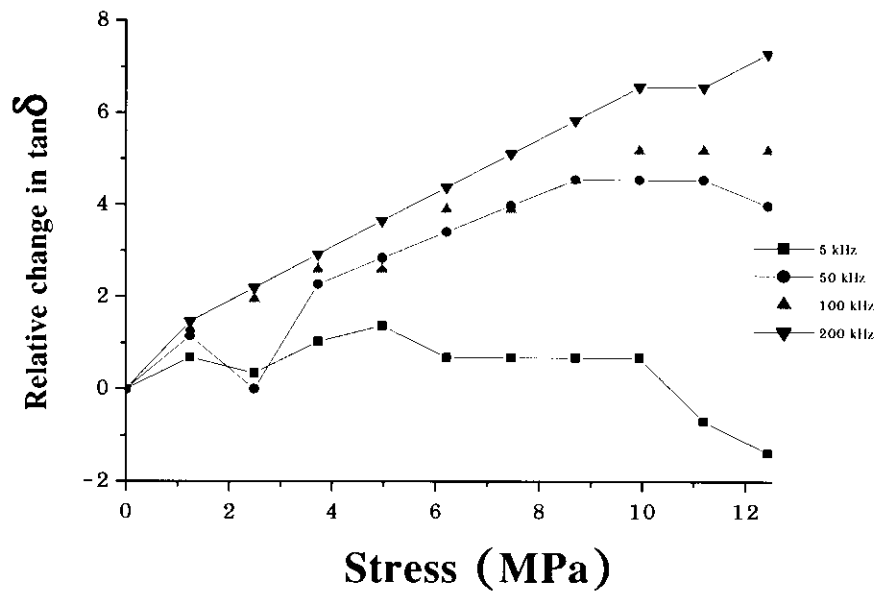


ภาพที่ 5.56 การเปลี่ยนแปลงกับความเค้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (จ) วัสดุเซรามิก BFS_5

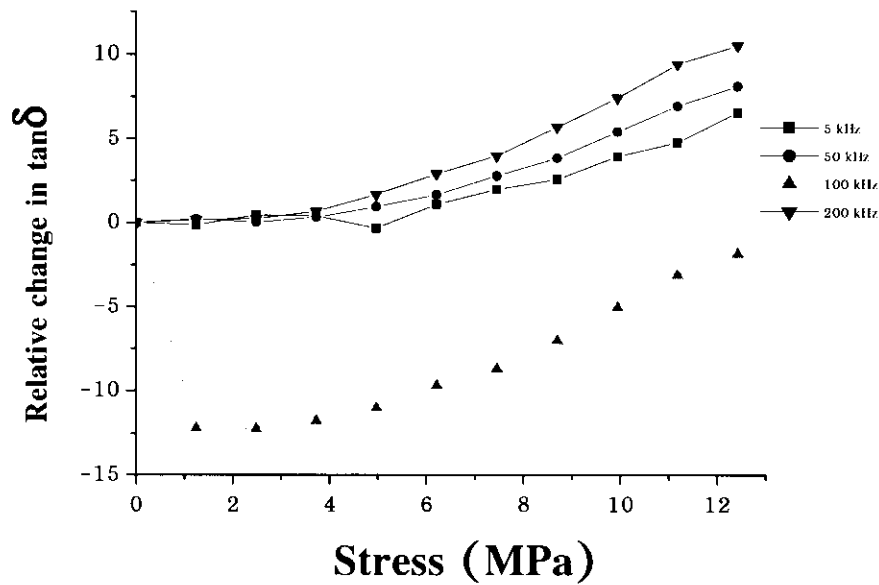


ภาพที่ 5.57 ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกขณะที่ให้ความเค้นต่าง ๆ เทียบกับขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความเค้นในช่วงของการเพิ่มความเค้นในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ก) วัสดุเซรามิก BFS_0

(ข.1)

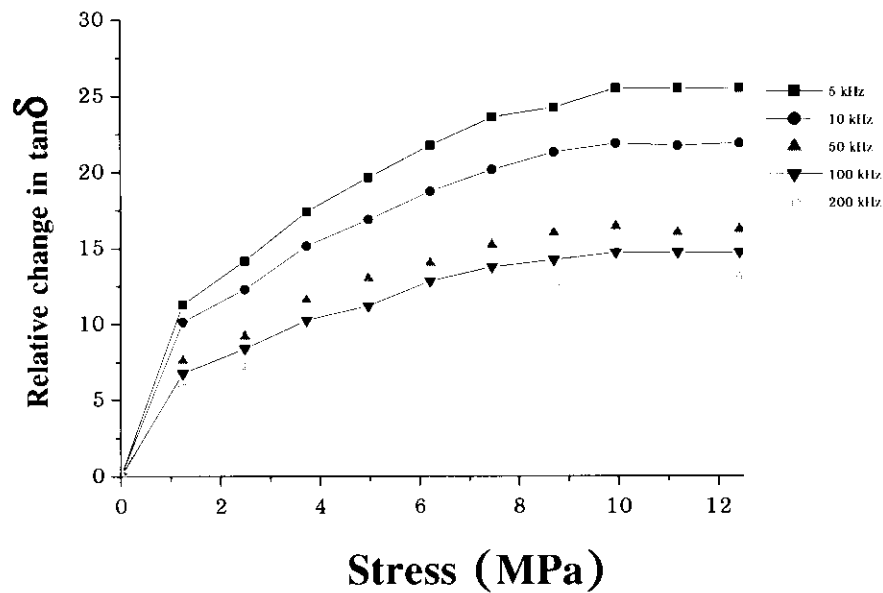


(ข.2)

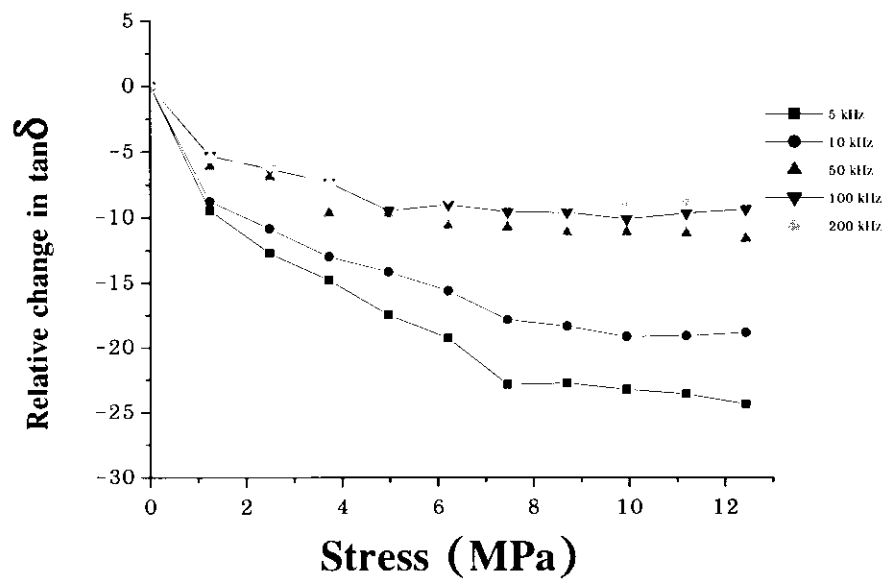


ภาพที่ 5.58 ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกขณะที่ให้ความเค้นต่างๆ เทียบกับขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความเค้นในช่วงของการเพิ่มความเค้นในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ข) วัสดุเซรามิก BFS_1

(ค.1)

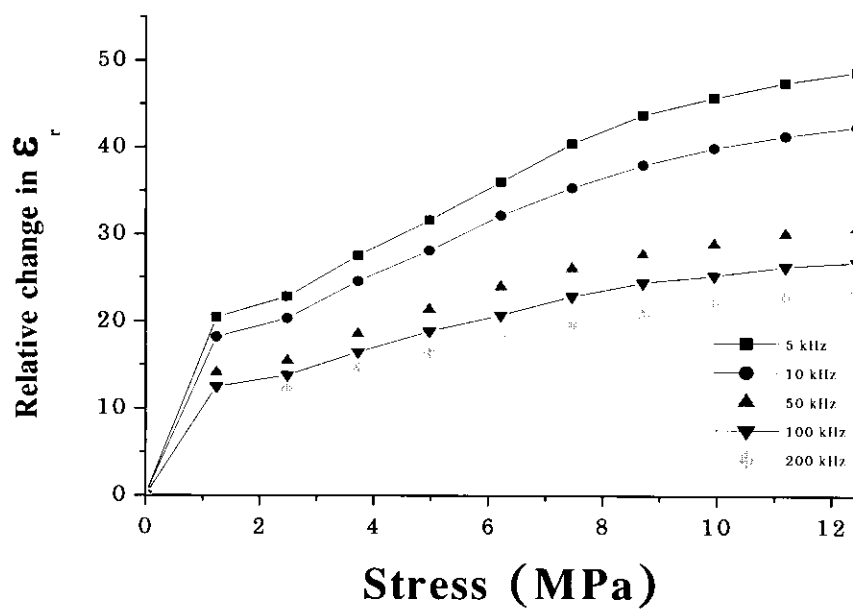


(ค.2)

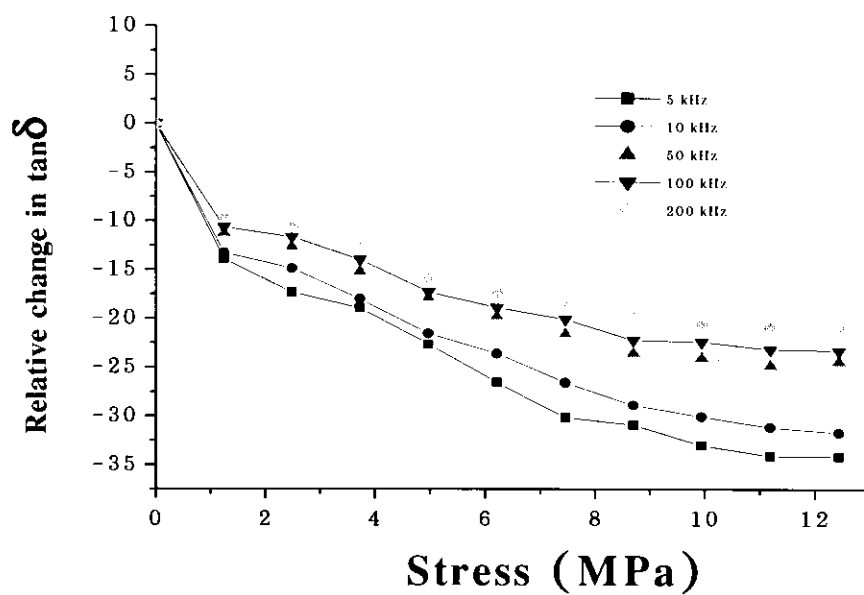


ภาพที่ 5.59 ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกขณะที่ให้ความเค้นต่างๆ เทียบกับขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความเค้นในช่วงของการเพิ่มความเค้นที่ช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ค) วัสดุเซรามิก BFS_2

(จ.1)

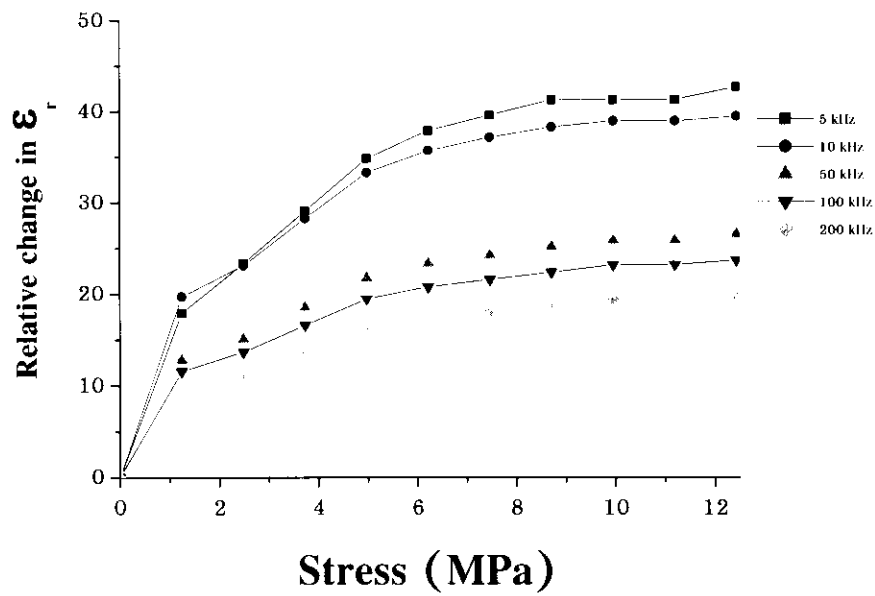


(จ.2)

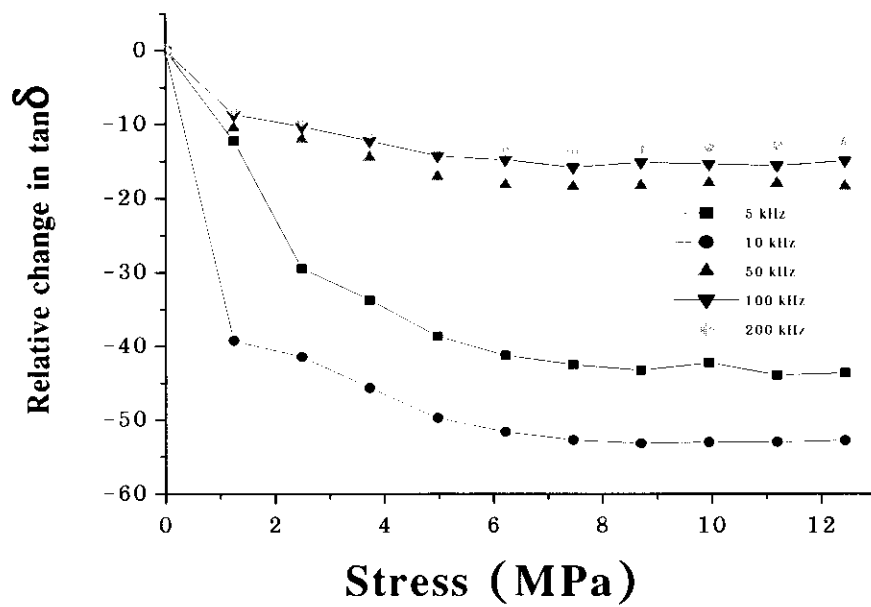


ภาพที่ 5.60 ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกขณะที่ให้ความดันต่าง ๆ เทียบกับขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความดันในช่วงของการเพิ่มความดันในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (ง) วัสดุเซรามิก BFS_3

(จ.1)

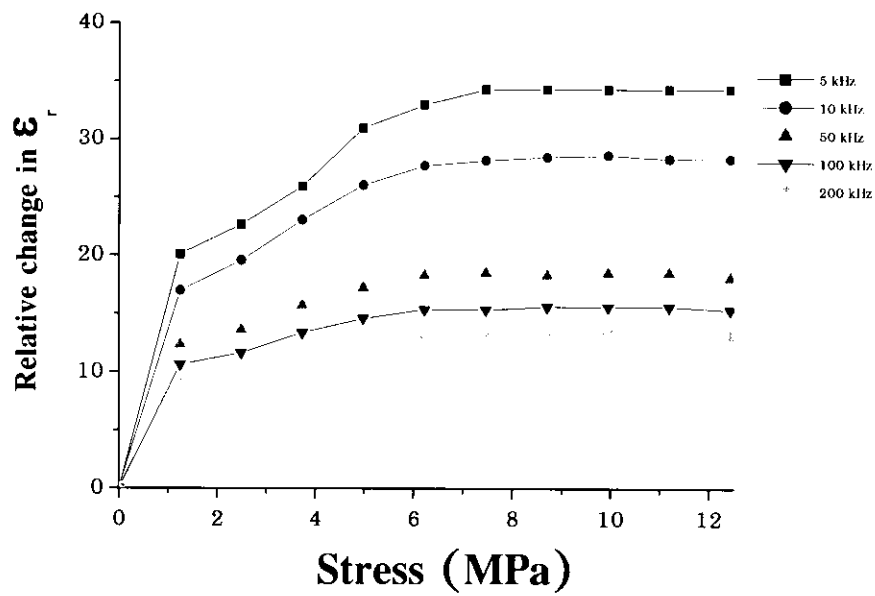


(จ.2)

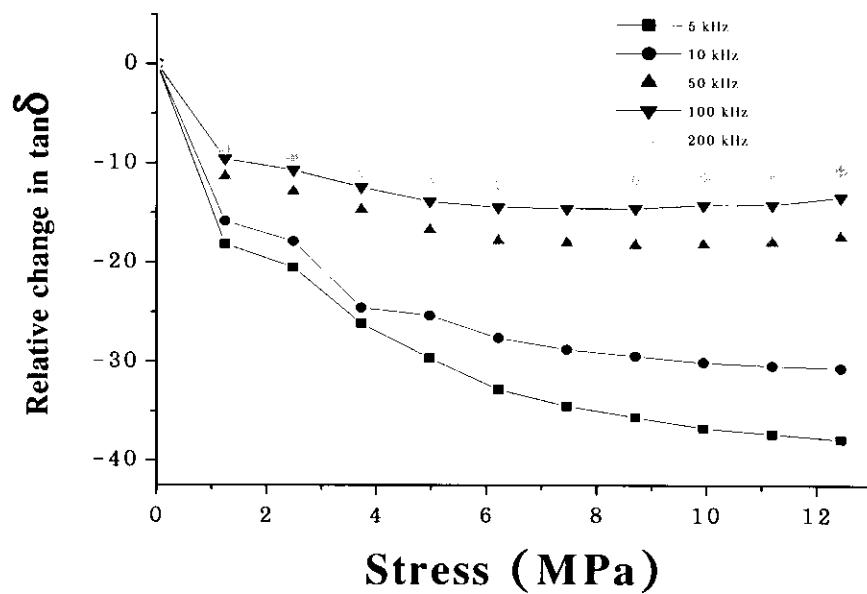


ภาพที่ 5.61 ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกขณะที่ให้ความเค้นต่างๆ เทียบกับขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความเค้นในช่วงของการเพิ่มความเค้นในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (จ) วัสดุเซรามิก BFS_4

(จ.1)



(จ.2)



ภาพที่ 5.62 ความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของวัสดุเซรามิกขณะที่ให้ความดันต่างๆ เทียบกับขณะที่วัสดุเซรามิกไม่ได้รับความดันในช่วงของการเพิ่มความดันในช่วงความถี่ 5 kHz ถึง 200 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (จ) วัสดุเซรามิก BFS_5