

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินงานวิจัย

#### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ไททาเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
2. แบเรียมคาร์บอเนต ( $\text{BaCO}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
3. โซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
4. บิสมัทออกไซด์ ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
5. แคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
6. สตรอนเซียมคาร์บอเนต ( $\text{SrCO}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
7. เอทิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ (Ethanol absolute) ความบริสุทธิ์ 99.7%
8. ยูเรีย
9. ไกลซีน

#### อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. ครอบป้องกันใช้ผสมสาร ทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 10 cm ความสูงประมาณ 19.5 cm
2. ลูกบดทรงกลมที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 5 mm
3. Magnetic stirrer bar
4. บีกเกอร์ขนาด 1000 cc
5. กระดาษฟอยล์
6. ช้อนตักสาร
7. ตะแกรงลวด
8. ถ้วย Crucible

#### เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งสารแบบละเอียด ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-330
2. เครื่องอัดไฮดรอลิก ใช้สำหรับขึ้นรูปสาร อัดแรงดันได้สูงสุด  $1000 \text{ kg/cm}^3$
3. เครื่องผสมสารแบบบดย่อย แบบลูกบอล (ball milling)

4. เตาเผา Eurotherm อุณหภูมิสูงที่สุดในการเผา 1700 องศาเซลเซียส
5. เครื่อง Hot plate
6. ตู้อบสารยี่ห้อ memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิที่ใช้ในการอบประมาณ 200 °C
7. แม่พิมพ์ (Punch and die) ใช้ในการอัดสาร
8. ครกบดสารทำด้วย Agate

### เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง

1. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; Philip PW3040/60 X' Pert Pro)
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; LEO 1455 VP)
3. เครื่อง LCR Meter (Agilent 4263B)



### วิธีการทดลอง

#### ตอนที่ 1 การเตรียมผงผลึกบิสมาทโซเดียมไททาเนต (BNT)

1. ชั่งสารตั้งต้นคือ บิสมาทออกไซด์ โซเดียมคาร์บอเนต และไททาเนียมไดออกไซด์ ตามอัตราส่วนโดยโมลที่ได้จากการคำนวณ
2. นำสารที่ชั่งได้ในข้อ 1) มาทำการผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาให้สนิท เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก
4. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
5. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆโดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด(Sieving) เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ
6. นำสารมาบดผสมกับไกลซีน โดยใช้อัตราส่วน 1:2 จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาดอีกครั้งหนึ่ง

7. นำสารที่บดได้ใส่ใน Crucible เปิดฝานำไปเผาแคลไซน์ในเตาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

8. นำผงผลึกบิสมีทโซเดียมไททานेटที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

### ตอนที่ 2 การเตรียมผงผลึกแคลเซียมไททานेट (CT)

1. ชั่งสารตั้งต้นคือ แคลเซียมคาร์บอเนต และไททานเนียมไดออกไซด์ ตามอัตราส่วนโดยโมลที่ได้จากการคำนวณ

2. นำสารที่ชั่งได้ในข้อ 1) มาทำการผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาให้สนิท เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก

4. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

5. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆ โดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (Sieving) เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ

6. นำสารมาบดผสมกับไกลซีน โดยใช้อัตราส่วน 1:2 จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาดอีกครั้งหนึ่ง

7. นำสารที่บดได้ใส่ใน Crucible เปิดฝานำไปเผาแคลไซน์ในเตาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

8. นำผงผลึกแคลเซียมไททานेटที่เตรียมได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

### ตอนที่ 3 การเตรียมผงผลึกสทรอนเซียมไททานेट (ST)

1. ชั่งสารตั้งต้นคือ สทรอนเซียมคาร์บอเนต และไททานเนียมไดออกไซด์ ตามอัตราส่วนโดยโมลที่ได้จากการคำนวณ

2. นำสารที่ชั่งได้ในข้อ 1) มาทำการผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาให้สนิท เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็บบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก
4. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
5. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆโดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด(Sieving) เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ
6. นำสารมาบดผสมกับยูเรีย โดยใช้อัตราส่วน 1:2 จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาดอีกครั้งหนึ่ง
7. นำสารที่บดได้ใส่ใน Crucible เปิดฝานำไปเผาแคลไซน์ในเตาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที
8. นำผงผลึกสทอนเซียมไททานेटที่เตรียมได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

#### ตอนที่ 4 การเตรียมผงผลึกแบเรียมไททานेट (BT)

1. ชั่งสารตั้งต้นคือ แบเรียมคาร์บอเนต และไททานเนียมไดออกไซด์ ตามอัตราส่วนโดยโมลที่ได้จากการคำนวณ
2. นำสารที่ชั่งได้ในข้อ 1) มาทำการผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาให้สนิท เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็บบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก
4. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
5. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆโดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด(Sieving) เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ
6. นำสารมาบดผสมกับไกลซีน โดยใช้อัตราส่วน 1:2 จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาดอีกครั้งหนึ่ง

7. นำสารที่บดได้ใส่ใน Crucible เปิดฝานำไปเผาแคลไซน์ในเตาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

8. นำผงผลึกแบเรียมไททาเนตที่เตรียมได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

**ตอนที่ 5 การเตรียมเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-แคลเซียมไททาเนต (BNTCT)**

1. ทำการเตรียมเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-แคลเซียมไททาเนต (BNTCT) โดยการนำผงผลึกที่ได้จากการเตรียมในตอนที่ 1 และตอนที่ 2 มาผสมกันตามสัดส่วนสมการเคมีดังนี้  $1-x(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{ATiO}_3$  [ $A = \text{Ca}^{2+}$ ] โดย  $x = 0.0 - 0.08$  แล้วนำผงผลึกผสมที่ได้มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด หลังจากนั้นเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสมสาร binder ลงไปร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ปิดฝาให้สนิทเสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก

3. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

4. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆโดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (Sieving) จนได้ผงสารที่ละเอียด

5. นำสารที่คัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก และใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-แคลเซียมไททาเนต (BNTCT) 1.2 กรัม ต่อการขึ้นรูป 1 ครั้ง อัดด้วยแรงดันประมาณ 80 MPa

6. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปเสร็จแล้ว (Green body) มาเรียงไว้ในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิดโดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ซึ่งในแต่ละชั้นจะใส่ผงอลูมินา ดังแสดงในภาพ 22

7. ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 - 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

**ตอนที่ 6 การเตรียมเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-สทรอนเซียมไททาเนต (BNTST)**

1. ทำการเตรียมเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-สทรอนเซียมไททาเนต (BNTST) โดยการนำผงผลึกที่ได้จากการเตรียมในตอนที่ 1 และตอนที่ 3 มาผสมกันตามสัดส่วนสมการเคมีดังนี้

1-  $x(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{ATiO}_3$  [A =  $\text{Sr}^{2+}$ ] โดย  $x = 0.0 - 0.40$  แล้วนำผงผลึกผสมที่ได้มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด หลังจากนั้นเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสมสาร binder ลงไปร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ปิดฝาให้สนิทเสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนปีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก

3. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

4. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆโดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (Sieving) จนได้ผงสารที่ละเอียด

5. นำสารที่คัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก และใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-สตรอนเชียมไททาเนต (BNTST) 1.2 กรัม ต่อการขึ้นรูป 1 ครั้ง อัดด้วยแรงดันประมาณ 80 MPa

6. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปเสร็จแล้ว (Green body) มาเรียงไว้ในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิดโดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ซึ่งในแต่ละชั้นจะใส่ผงอลูมินา ดังแสดงในภาพ 22

7. ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 - 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

#### ตอนที่ 7 การเตรียมเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNTBT)

1. ทำการเตรียมเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNTBT) โดยการนำผงผลึกที่ได้จากการเตรียมในตอน 1 และตอนที่ 4 มาผสมกันตามสัดส่วนสมการเคมีดังนี้  $1-x(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3-x\text{ATiO}_3$  [A =  $\text{Ba}^{2+}$ ] โดย  $x = 0.0 - 0.12$  แล้วนำผงผลึกผสมที่ได้มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 200 เม็ด หลังจากนั้นเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสมสาร binder ลงไปร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ปิดฝาให้สนิทเสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนปีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก

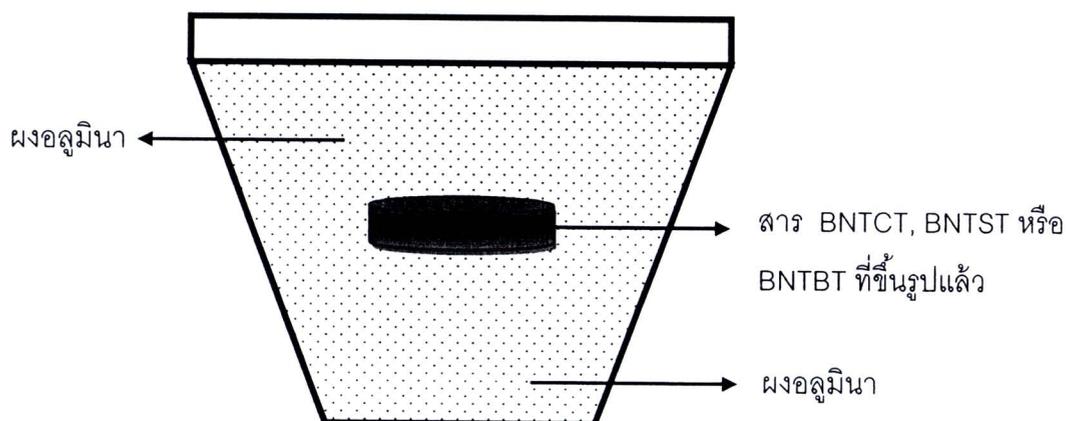
3. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

4. นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆโดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด(Sieving) จนได้ผงสารที่ละเอียด

5. นำสารที่คัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก และใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึกบิส്മัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNTBT) 1.2 กรัม ต่อการขึ้นรูป 1 ครั้ง อัดด้วยแรงดันประมาณ 80 MPa

6. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปเสร็จแล้ว (Green body) มาเรียงไว้ในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิดโดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ซึ่งในแต่ละชั้นจะใส่ผงอลูมินา ดังแสดงในภาพ 22

7. ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 - 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที



ภาพ 22 แสดงขั้นตอนการซินเตอร์เซรามิกเซรามิกบิส്മัทโซเดียมไททาเนต-แคลเซียมไททาเนต (BNTCT) เซรามิกบิส്മัทโซเดียมไททาเนต-สทรอนเซียมไททาเนต (BNTST) และเซรามิกบิส്മัทโซเดียมไททาเนต-แบเรียมไททาเนต (BNTBT)