บทที่ 3
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ 99%

3.1.2 แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99.997%

3.1.3 ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99%

3.1.4 สารละลายเอทานอล (Ethanol absolute) ความบริสุทธิ์ 99.7%

3.1.5 Binder

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

3.2.1 เครื่องชั่งสารแบบละเอียด ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-330

3.2.2 กระดาษฟอยด์

3.2.3 ช้อนตักสาร

3.2.4 กระป๋องพลาสติกที่ใช้ผสมสาร ทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 เซนติเมตร ความสูงประมาณ 10.7 เซนติเมตร

3.2.5 ลูกบด (ZrO_2) รูปทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิเมตร (ใช้จำนวน 700 เม็ด)

3.2.6 เทปกาวพลาสติก

3.2.7 เครื่องผสมสารแบบบดย่อยแบบลูกบอล (ball milling) มีลักษณะเป็นแกนเหล็ก 2 แกน วางตามแนวราบ ใช้มอเตอร์ประเภท single phase induction motor เป็นตัวขับแกนหลักให้หมุนด้วยอัตราเร็ว 27 รอบ/นาที

3.2.8 บีกเกอร์ขนาด 1000 ซีซี

3.2.9 ตู้อบสารผลิตโดยบริษัท Griffin Grundy อุณหภูมิที่ใช้ประมาณ 120 องศาเซลเซียส

3.2.10 ครกบดสารทำด้วย Agate

3.2.11 ถ้วย alumina crucible พร้อมฝาปิด

3.2.12 เตาเผาสาร ผลิตโดยบริษัท Lenton Furnaces ประเทศ England

3.2.13 Hot plate

3.2.14 ตะแกรงลวดมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 9.94 เซนติเมตร

3.2.15 Magnetic stirrer สำหรับคนสารให้เข้ากัน

3.2.16 แม่พิมพ์ (punch and die) ใช้ในการอัดสาร (tablet size = 20 mm)

3.2.17 เครื่องอัดไฮโดรลิก ใช้สำหรับขึ้นรูปสาร อัดแรงดันได้สูงสุด 1000 kgf/cm^3

3.2.18 เทอร์โมมิเตอร์

3.2.19 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-rays diffractrometer)

3.2.20 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.2.21 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter รุ่น PERKIN-ELMER DSC7

3.2.22 เครื่อง LCR Meter รุ่น 4263B ผลิตโดยบริษัท Agilent Technologies

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ชั่งสารตั้งต้นคือ เลดออกไซด์, ไททาเนียมออกไซด์ และแบเรียมคาร์บอเนต โดยใช้วิธีการทางปริมาณสารสัมพันธ์

3.3.2 นำสารที่ชั่งได้มาทำการผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกระบอกขนาดเล็ก จำนวน 680 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาแล้วพันด้วยเทปกาวให้แน่น เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.3 เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ที่มีแท่งแม่เหล็กอยู่ข้างใน เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำสารที่ได้ไปตั้งไว้บนแผ่นความร้อนโดยปรับให้ร้อนประมาณ 250 องศาเซลเซียส เอทานอลระเหยไปจนหมด จากนั้นทำการอบที่ 100 – 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง หรือจนกว่าจะแห้ง

3.3.4 นำสารที่แห้งแล้วมาบดโดยใช้ครกหยก (agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (sieving) เพื่อให้ได้ขนาดที่สม่ำเสมอ

3.3.5 นำสารที่บดแล้วมาใส่ในถ้วยอลูมินา (alumina crucible) ปิดฝาแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ตั้งแต่ 400 ถึง 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.6 นำผงเลดแบเรียมไททาเนตที่ได้ตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากนั้นคำนวณหาขนาดของอนุภาค และอัตราส่วน c/a โดยใช้ข้อมูลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และกราฟที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.3.7 เผาสารที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ตั้งแต่ 1 ถึง 4 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจสอบด้วยวิธีเดียวกับข้อ 3.3.6

3.3.8 นำผงเลดแบเรียมไททาเนตที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมงมาผสมกับ binder แล้วใส่ในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาดเล็ก จำนวน 680 เม็ด หลังจากนั้นเติมเอทานอล 200 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วพันด้วยเทปกาวให้แน่น เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยด้วยลูกบอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.9 เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ที่มีแท่งแม่เหล็กอยู่ข้างใน เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำสารที่ได้ไปตั้งไว้บนแผ่นความร้อนโดยปรับให้ร้อนประมาณ 250 องศาเซลเซียส เอทานอลระเหยไปจนหมด จากนั้นทำการอบที่ 100 – 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง หรือจนกว่าจะแห้ง

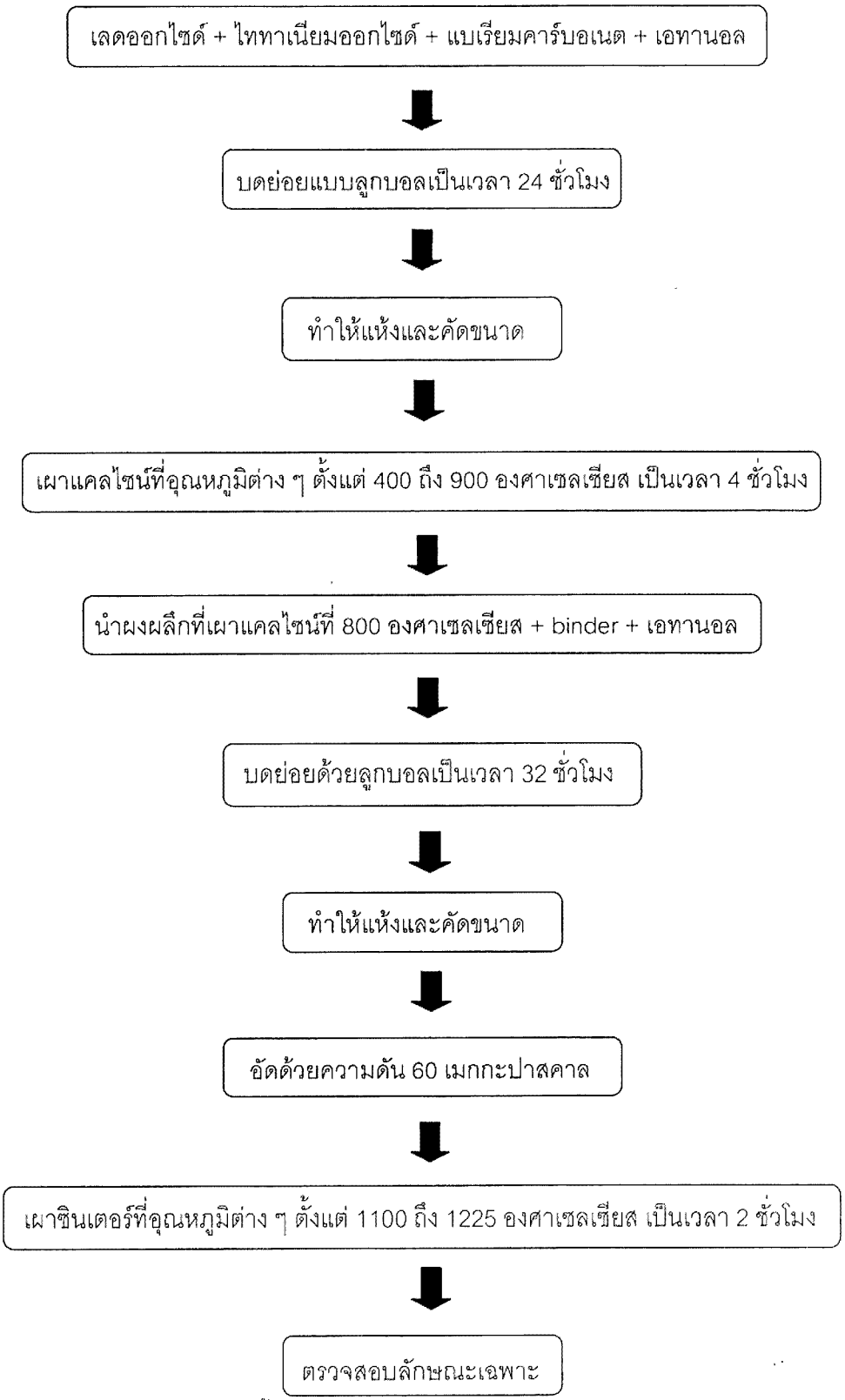
3.3.10 นำสารที่แห้งแล้วมาบดโดยใช้ครกหยก (agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (sieving) จนได้ผงสารที่ละเอียด

3.3.11 ทำการเตรียมเซรามิกเลดแบเรียมไททาเนต โดยการนำผงที่ได้จากการบดย่อยด้วยลูกบอล มาทำการอัดขึ้นรูปให้เป็นเหรียญทรงกระบอก โดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร โดยใช้ผงเลดแบเรียมไททาเนต 2 กรัม ต่อการขึ้นรูป 1 ครั้ง อัดด้วยความดันประมาณ 60 เมกะปาสคาล

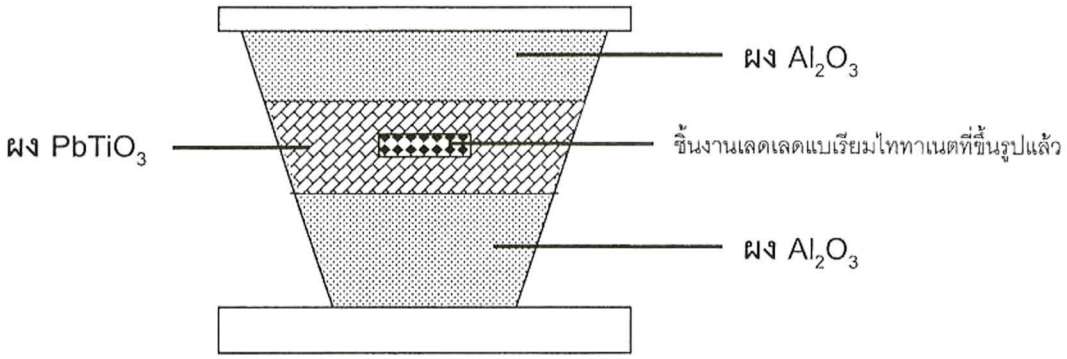
3.3.12 นำชิ้นงานเลดแบเรียมไททาเนตที่ขึ้นรูปแล้ว (green body) มาจัดเรียงไว้ในถ้วยอลูมินาที่มีผาปิดโดยทำการจัดเรียงเป็นชั้น ๆ ซึ่งในแต่ละชั้นจะใส่ผงอลูมินาและผงเลดไททาเนตคั่นไว้ ดังรูป 3.2

3.3.13 ทำการเผาซินเตอร์ โดยเริ่มจากการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เพื่อกำจัด PVA ออกไปจากสารตัวอย่าง จากนั้นทำการเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งถึงอุณหภูมิต่าง ๆ (1100 ถึง 1225 องศาเซลเซียส) ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วเผาแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงลดอุณหภูมิลงถึงอุณหภูมิห้อง ด้วยอัตราการลดของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.14 นำเซรามิกที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดความหนาแน่น การหดตัว และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก



รูปที่ 3.1 แผนภูมิขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเลดแบรียมไททาเนตบริสุทธิ์



รูปที่ 3.2 การจัดเรียงชิ้นงานเลดแบเรียมไททาเนตที่ขึ้นรูปแล้วในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิด