

2. วิธีการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนการวิจัยออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ ได้แก่

1. การสังเคราะห์ผง ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x$) NbO_3 เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป (conventional mixed-oxide) โดยการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์และศึกษาผลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน (Na_2CO_3 และ K_2CO_3)

2. การเตรียมเซรามิกจากผงที่สังเคราะห์ได้ โดยการแปรค่าอุณหภูมิซินเตอร์ ชนิดและปริมาณของสารเจือ

โดยมีรายละเอียดของสารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ ตลอดจนวิธีการเตรียมและการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เตรียมได้ ดังต่อไปนี้

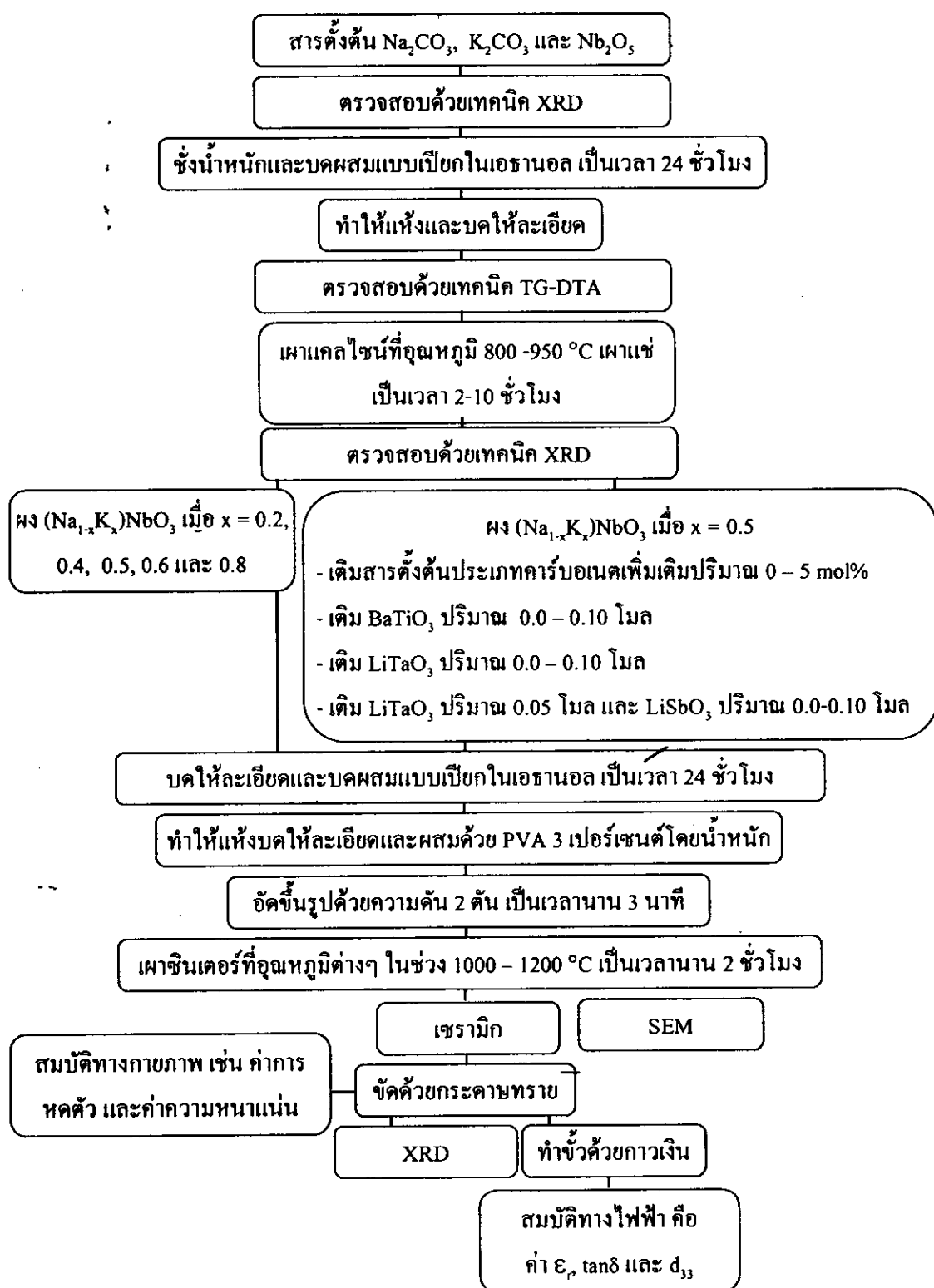
2.1 สารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- 2.1.1 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.9+ % ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 2.1.2 โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.3 ไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (Nb_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.4 ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ > 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 2.1.5 แทนทาลัมออกไซด์ (Ta_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.6 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.7 ไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.8 แอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_3) มีความบริสุทธิ์ 99.995 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.9 เอทานอล มีความบริสุทธิ์ 95 % และ 99.99 % ผลิตโดยบริษัท J. T. Baker
- 2.1.10 โพลีไวนิลอะซิเตด (PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 2.1.11 กาวเงิน ผลิตโดยบริษัท Mettech Inc.
- 2.1.12 อะลูมินา มีความบริสุทธิ์ 98 % ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Haën
- 2.1.13 กระดาษทรายเบอร์ 400, 600 และ 1,200
- 2.1.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5800LV ยี่ห้อ JEOL
- 2.1.15 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น X'Pert MPD ยี่ห้อ Philips
- 2.1.16 เครื่อง LCR Meter ยี่ห้อ Hewlett Packard รุ่น HP 4263B
- 2.1.17 เครื่องชั่งสารระบบดิจิทัล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S

- 2.1.18 เครื่องชั่งสารระบบดิจิตอล ทศนิยม 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S
- 2.1.19 เครื่องบดบดย่อยสาร (Ball milling)
- 2.1.20 เครื่องเป่าไฟฟ้า
- 2.1.21 เครื่องหมุนผสมสารแบบแม่เหล็กพร้อมตัวให้ความร้อน
- 2.1.22 เครื่องอัดไฮดรอลิก (Hydraulic press)
- 2.1.23 เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic)
- 2.1.24 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาชิ้นงาน (Muffle furnace) ยี่ห้อ Carbolite
- 2.1.25 เตาอบไฟฟ้า
- 2.1.26 กระดาษฟอยด์
- 2.1.27 ขวดพลาสติกสำหรับใส่สารตั้งต้นในการบดผสม
- 2.1.28 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร
- 2.1.29 กรอบบดสารทำด้วยพอร์ซเลน
- 2.1.30 ช้อนคัดสาร
- 2.1.31 ถ้วยครุฑิเบลทำจากอะลูมินา
- 2.1.32 บีกเกอร์ขนาด 50, 100, 250, 600 และ 1000 ml ยี่ห้อ Pyrex
- 2.1.33 แท่งแม่เหล็กสำหรับหมุนผสมสาร (Magnetic bar)
- 2.1.34 ลูกบดอะลูมินา
- 2.1.35 โดคูความชื้น
- 2.1.36 ซิลิกาเจล
- 2.1.37 อนุพลาสติกบรรจุสาร
- 2.1.38 เทปกาวยันเกลียว
- 2.1.39 พู่กันสำหรับทากาวเงิน
- 2.1.40 เวอร์เนียส ยี่ห้อ KOVET (Electronic digital calipers)

2.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

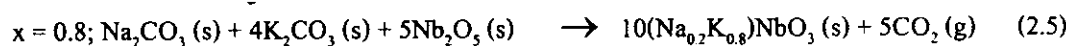
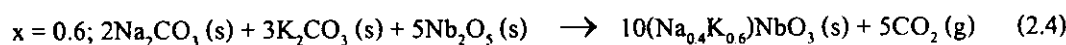
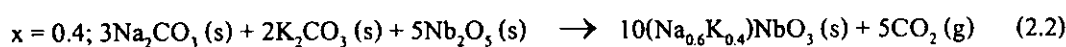
วิธีการวิจัยและการขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยสรุปในงานวิจัยนี้ดังแสดงในแผนภาพรูป 2.1



รูป 2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

2.2.1 การเตรียมผง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$

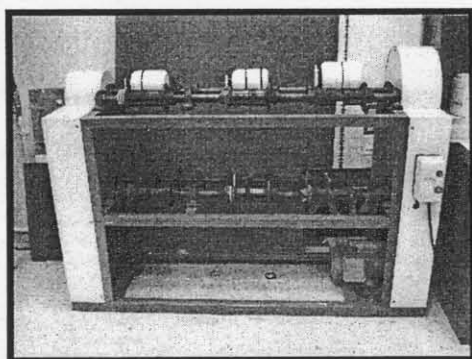
ทำการเตรียมผง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป, (conventional mixed-oxide) ตามขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูป 2.1 โดยได้เริ่มทำการศึกษาที่ x มีค่า 0.4 และ 0.5 เพื่อหาเงื่อนไขในการแคลไซน์ที่เหมาะสม จากนั้นทำการแปรค่าสัดส่วนของ x คือ 0.2, 0.6 และ 0.8 โดยใช้สารตั้งต้นซึ่งประกอบด้วย Na_2CO_3 , K_2CO_3 และ Nb_2O_5 มาตรวจสอบคุณภาพด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนักตามที่ได้คำนวณได้ตามสมการเคมีที่ 2.1- 2.5



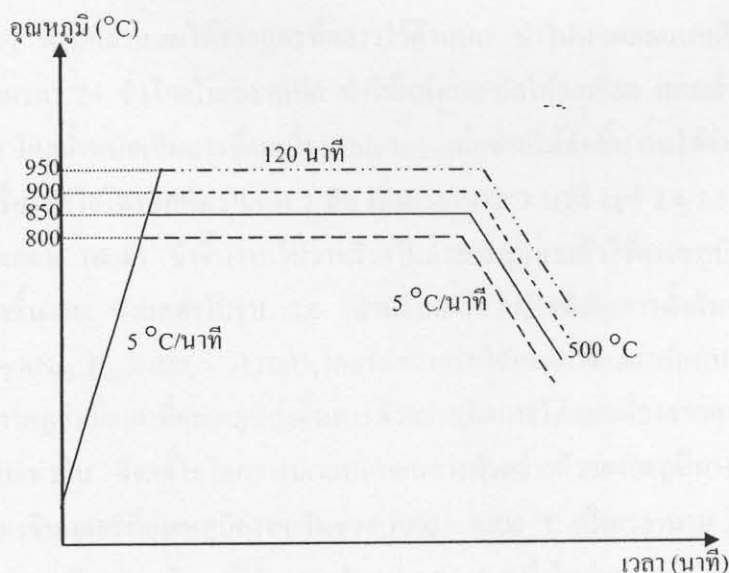
จากนั้นนำสารตั้งต้นมาผสมแบบเปียกโดยการเทใส่ในขวดพลาสติกที่มีลูกบดอะลูมินา และผสมเอธานอลที่มีความบริสุทธิ์ 99.99% ซึ่งใช้เป็นตัวที่ช่วยหล่อลื่นให้สารเกิดการผสมคลุกเคล้ากันได้ ดี ปิดฝาให้สนิทพันด้วยเทปขาวและนำไปบดผสมสารด้วยเครื่องหมุนผสมสาร (ball-milling) เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 2.2 นำสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผงเหลวออกจากเครื่องหมุนผสมสาร และกรองผ่านตะแกรงเพื่อแยกเอาลูกบดออก จากนั้นนำไประเหยแห้งโดยใช้ Hot plate โดยมีแท่งแม่เหล็กคนสารตัวอย่างไปด้วยเพื่อป้องกันสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักมากตกลงไปอยู่ด้านล่างของบีกเกอร์ หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งสนิทที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลานานประมาณ 24 ชั่วโมง เมื่อได้สารที่แห้งสนิท มักจับตัวเป็นกลุ่มก้อน นำมาบดให้ละเอียดด้วยครกบดและแบ่งสารที่เตรียมได้ ($x = 0.4$ และ 0.5) ส่วนหนึ่งประมาณ 5 กรัม ไปตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเครื่อง thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA) นำข้อมูล TG-DTA ที่ได้มาใช้ในการเลือกช่วงอุณหภูมิสำหรับเผาแคลไซน์ จากนั้นแบ่งสารผสมส่วนละประมาณ 5 กรัมมาใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ โดยการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์ โดยเลือกช่วงอุณหภูมิ 800 – 950 °C เผาแห้งเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 2.3 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เผาแห้งเพิ่มเป็นเวลานาน 6 และ 10 ชั่วโมง (โดยแผนผังการเผาแคลไซน์มีลักษณะเช่นเดียวกับรูป 2.3 เพียงแค่เปลี่ยนเวลาจาก 120 นาที เป็น 360 หรือ 600 นาที ตามลำดับ) เมื่อได้อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการแคลไซน์สำหรับ $x = 0.4$ และ 0.5 แล้ว จากนั้นทำการแคลไซน์สารผสมที่ค่า x อื่นๆ คือ 0.2, 0.6 และ 0.8 ที่เงื่อนไขนี้

สำหรับสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ($x = 0.5$) ได้ศึกษาอิทธิพลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน (Na_2CO_3 และ K_2CO_3) ในปริมาณ 0, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยชั่งน้ำหนักสารตั้งต้นตามที่คำนวณได้ตามสมการเคมีที่ 2.3 จากนั้นเพิ่มปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 อย่างละ 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล และแปรค่าอุณหภูมิเคลไซน์ในช่วง $600 - 950^\circ\text{C}$ โดยใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกันกับกรณีของสารตัวอย่างที่ไม่มีการเติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ดังที่กล่าวมาแล้ว

จากนั้นนำสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาเคลไซน์แล้ว ไปตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิค XRD และตรวจสอบลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) ซึ่งรายละเอียดจะกล่าวในหัวข้อ 2.3



รูป 2.2 การบดผสมแบบเปียกด้วยเครื่อง ball-milling



รูป 2.3 แผนผังการเผาเคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ $800 - 950^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

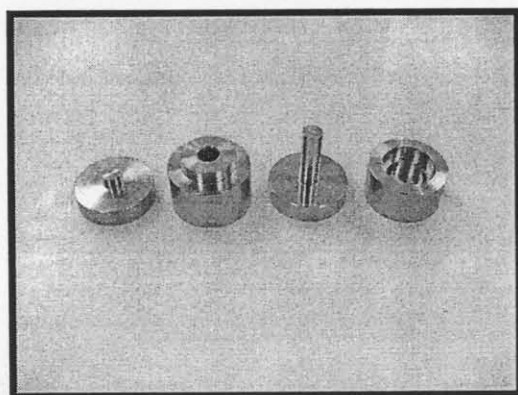
2.2.2 การเตรียมเซรามิก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$

ในขั้นตอนนี้ทำการวิจัยโดยการนำผงสารตัวอย่าง ที่ค่า x ต่างๆ และ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ คือ

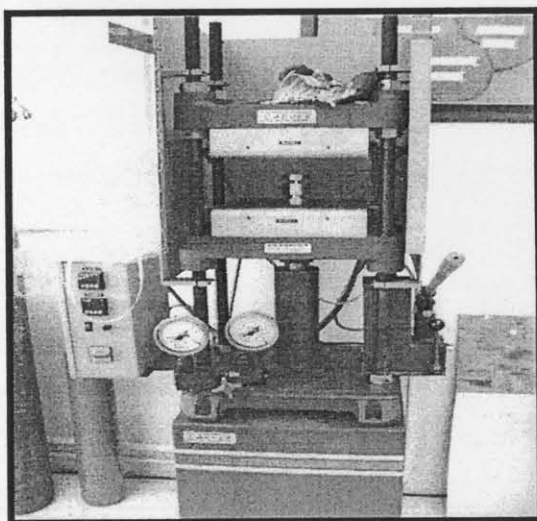
- สารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น ในปริมาณ 0, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยคำนวณเพิ่มเติมจาก สมการ 2.3
- LiTaO_3 ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.05, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน $(1-y)$ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y\text{LiTaO}_3$ ($y = 0.0, 0.02, 0.05, 0.06$ และ 0.10)
- BaTiO_3 ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน $(1-z)$ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z\text{BaTiO}_3$ ($z = 0.0, 0.02, 0.04, 0.06$ และ 0.10)
- LiTaO_3 ปริมาณ 0.05 โมล และ LiSbO_3 ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน $(0.95-n)$ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05\text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ ($n = 0.0, 0.02, 0.04, 0.06$ และ 0.10)

โดยการเตรียมเซรามิกจะเริ่มจากการเตรียมผง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ตามวิธีการที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 2.2.1 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ยกเว้น $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินปริมาณ 0.05 โมล และสารตัวอย่างที่เจือด้วย LiTaO_3 ปริมาณ 0.05 โมล และ LiSbO_3 ในปริมาณ 0.0-0.10 โมล จะเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) จากนั้นนำสาร $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปบดให้ละเอียดด้วยครก และชั่งน้ำหนัก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ และสารเจือชนิดต่างๆ ตามที่คำนวณได้จากสูตรที่กล่าวไว้ด้านบน นำไปบดผสมแบบเปียกด้วยวิธีเดียวกับการเตรียมผงเป็นเวลา 24 ชั่วโมงในเอธานอล ทำให้แห้งและบดให้ละเอียด ผสมด้วย PVA ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเป็นสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยให้อัดชิ้นงานได้ง่ายขึ้น จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 2 ตัน เป็นเวลานาน 3 นาที (รูป 2.4-2.5) เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) นำชิ้นงานไปวางเรียงในถ้วยอะลูมินาแล้วใช้ผงอะลูมินาวางด้านล่างและกลบด้านบนของชิ้นงาน ดังแสดงในรูป 2.6 (สำหรับสารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น และ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y\text{LiTaO}_3$ โดยในช่วงแรกใช้การเผาซินเตอร์แบบวางสารตัวอย่างบนผงอะลูมินา ปรากฏว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นสารตัวอย่างเกิดการโค้งงอเนื่องจากการระเหยการเป็นไอที่ผิวทั้งสองได้ไม่เท่ากัน จึงแก้ไขโดยการเผาแบบกลบสารตัวอย่างด้วยผงอะลูมินา) แล้วนำไปวางในเตาเผาสารและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง $1000 - 1200^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5°C ต่อนาที ดังแสดงในรูป 2.7 – 2.8 ซึ่งในช่วงแรกเผาแช่ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อไล่ PVA ที่เติมลงไป เมื่อจบโปรแกรมที่ตั้งไว้จะได้สารเซรามิก

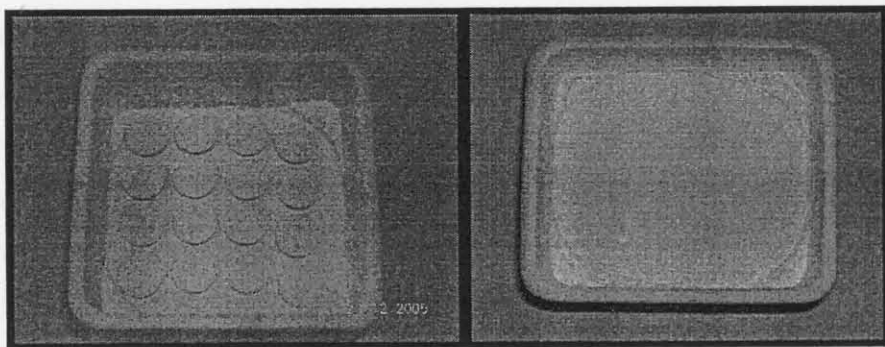
$(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ จากนั้นนำเซรามิกที่ได้ส่วนหนึ่ง ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM และส่วนที่เหลือนำมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 800 และ 1200 เพื่อให้ผิวหน้าเรียบได้ระนาบและเหลือความหนาประมาณ 1 mm จากนั้นนำไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ เช่น ปริมาณน้ำหนักรที่สูญหายไปหลังเผา การหดตัว (shrinkage) และความหนาแน่น (density) สำหรับสมบัติทางไฟฟ้า ชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านขัดแล้วจะถูกทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) ด้วยการทาสีด้วยกาวเงิน ที่ผิวทั้งสองด้านของเซรามิก แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลานาน 10 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที



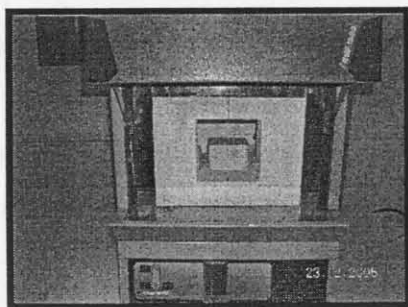
รูป 2.4 แม่พิมพ์โลหะที่ใช้อัดชิ้นงาน



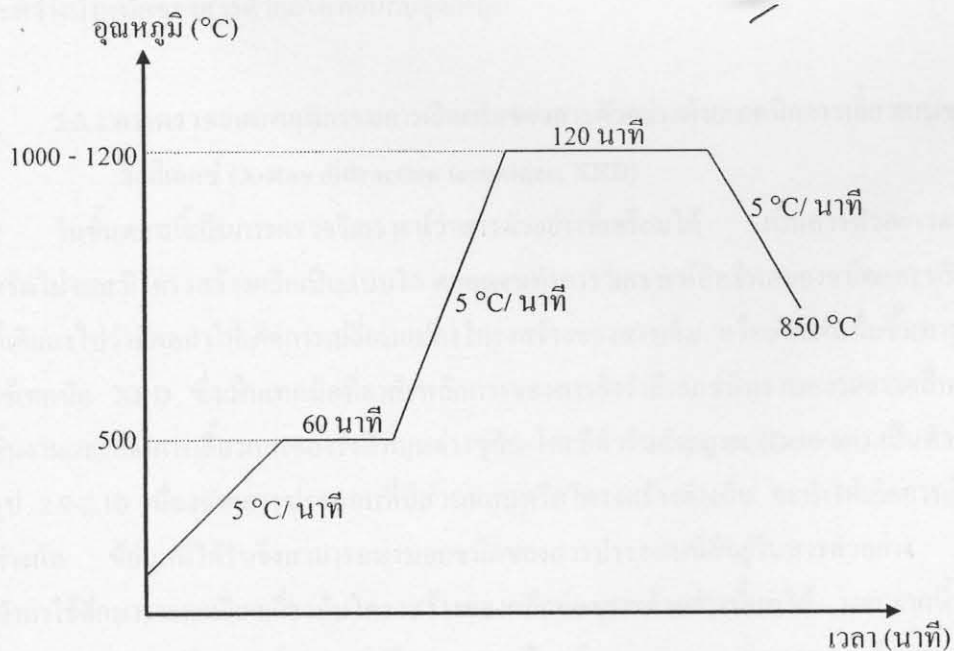
รูป 2.5 เครื่องอัดไฮดรอลิกสำหรับอัดชิ้นงานในแม่พิมพ์



รูป 2.6 การนำชิ้นงานไปวางเรียงในถาดขอะลูมินาแล้วใช้ผงอะลูมินาวางด้านล่างและกลบด้านบนของชิ้นงาน



รูป 2.7 การวางถาดขอะลูมินาในเตาเผาไฟฟ้าเพื่อเผาชิ้นเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูป 2.8 แผนผังการเผาชิ้นเตอร์ในช่วงอุณหภูมิ 1,000 – 1,200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

2.3 การตรวจสอบสารตัวอย่าง

2.3.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมด้วยเทคนิค Thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมก่อนแคลไซน์ที่ x มีค่า 0.4 และ 0.5 โดยใช้เทคนิค TG-DTA โดยมีรายละเอียดของขั้นตอนการตรวจสอบดังนี้

1. นำผงสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมมาแล้วกับผงอะลูมินาซึ่งใช้เป็นสารเปรียบเทียบ ในปริมาณอย่างละ 25 มิลลิกรัม มาใส่ลงในถ้วยอะลูมินาขนาดเล็กอย่างละถ้วย

2. ทำการเพิ่มอุณหภูมิของระบบด้วยอัตรา $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จากอุณหภูมิห้องจนถึง 1200°C พร้อมทั้งทำการตรวจสอบความแตกต่างของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นหรือลดลงของสารตัวอย่าง เทียบกับสารอ้างอิงที่อาจเกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่าง ซึ่งถ้าเกิดปฏิกิริยาแบบดูดหรือคายความร้อนขึ้นในขณะที่ทำการเพิ่มอุณหภูมิ จะทำให้มีศักย์ไฟฟ้าเกิดขึ้นที่ปลายของเทอร์โมคัพเปิล เครื่อง DTA จะแสดงผลดังกล่าวออกมาในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแตกต่างของอุณหภูมิสารกับอะลูมินาเทียบกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา ซึ่งสามารถนำไปเลือกช่วงอุณหภูมิสำหรับเผาแคลไซน์ได้

3. สำหรับเทคนิค TGA จะอาศัยหลักการตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของสารตัวอย่าง เทียบกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ โดยแสดงผลออกมาในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของสารตัวอย่างเทียบกับอุณหภูมิ

2.3.2 การตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray diffraction technique, XRD)

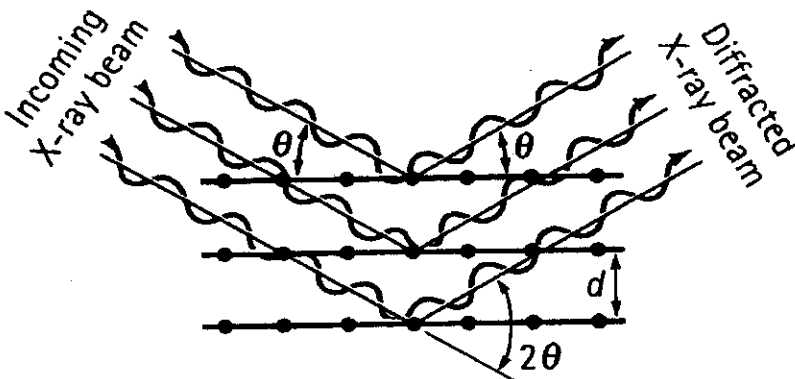
ในขั้นตอนนี้เป็นการตรวจวิเคราะห์ว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เป็นสารตัวอย่างตามที่ต้องการหรือไม่ และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด ตลอดจนทำการวิเคราะห์อิทธิพลของชนิดและปริมาณสารเจือที่เติมลงไปว่ามีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารเดิม หรือเกิดเฟสอื่นขึ้นมาหรือไม่ โดยใช้เทคนิค XRD ซึ่งเป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่น ไปกระทบชิ้นงานและเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างกัน โดยมีตัวรับสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับข้อมูล ดังรูป 2.9-2.10 เนื่องจากสารประกอบที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้างต่างกัน จะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆของปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึกและความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่างได้อีกด้วย โดยมีวิธีการดังนี้

1. นำผงสารตัวอย่าง หรือเซรามิกที่ผ่านการขัดผิวหน้าแล้ว บรรจุลงในแผ่นสำหรับใส่ตัวอย่าง (sample holder) โดยให้ผิวของสารตัวอย่างอยู่ในระนาบเดียวกันกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง
2. นำสารตัวอย่างไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD โดยใช้ความต่างศักย์ 30 kV และกระแสไฟฟ้า 20 mA แล้วทำการบันทึกมุม 2θ ออกมาในรูปของพีการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์กับมุม 2θ
3. นำมุม 2θ ที่ได้มาคำนวณหาค่า d -spacing จากกฎของแบรกก์ ตามสมการที่ 2.6

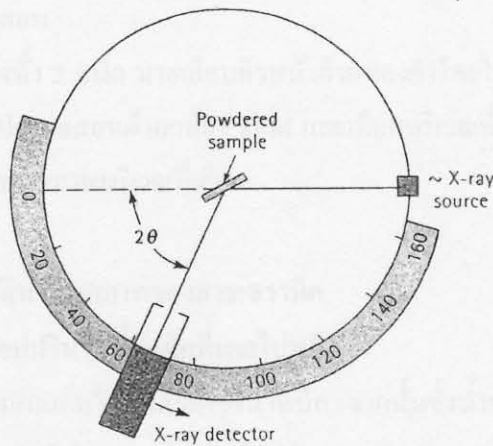
$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.6)$$

โดยที่ d	คือ	ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d -spacing)
λ	คือ	ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\sim 1.5406 \text{ \AA}$ สำหรับเป้าทองแดง)
θ	คือ	มุมของแบรกก์

4. นำค่า d -spacing หรือค่ามุม 2θ และค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้ไปเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS ซึ่งเป็นฐานข้อมูลมาตรฐานเกี่ยวกับข้อมูล XRD ของสารประกอบต่างๆ เพื่อตรวจสอบการเกิดเฟสของสารตัวอย่าง



รูป 2.9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ [35]



รูป 2.10 มุม 2θ ที่ได้จากการตรวจสอบสารตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD [35]

2.3.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

สำหรับลักษณะรูปร่าง ขนาด การกระจายตัวของอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ ถูกตรวจสอบโดยเทคนิค SEM ซึ่งหลักการของ SEM โดยย่อ คือ ภายในคอลัมน์ (column) ของเครื่องจะมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ซึ่งทำหน้าที่ปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกมา (primary electron) เราจะควบคุมจำนวนอิเล็กตรอนนั้นด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง ๆ (high voltage) และใช้เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic lens) โฟกัสให้อิเล็กตรอนนั้นตกกระทบบนชิ้นงาน และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบบนชิ้นงานจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ได้สัญญาณแบบต่าง ๆ เช่น สัญญาณจากอิเล็กตรอนในชิ้นงานที่หลุดออกมา (secondary electron) อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ (backscattered electron) หรือ X-ray สัญญาณแต่ละชนิดจะถูกจับโดย detector และแปลผลเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า และแปลเป็นภาพในที่สุด ซึ่งขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างมีดังนี้

1. สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นผง นำมาผสมกับเอธานอลแล้วนำไปอัลตราโซนิกส์เป็นเวลาประมาณ 30 นาที เพื่อให้อนุภาคผงมีการกระจายตัวดีขึ้น จากนั้นนำมาหยดลงบนผิวของแท่งทองเหลือง (stub) ทิ้งไว้ให้แห้ง

2. สำหรับชิ้นงานเซรามิกนำมาหักให้เป็นชิ้นเล็กๆ และเลือกตัวแทนมา 2 ชิ้น ต่อ 1 ตัวอย่าง โดยใช้ดูพื้นผิวหน้า (as-sintered surface) 1 ชิ้น และดูรอยหัก (fractured surface) 1 ชิ้น จากนั้นนำมาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์เป็นเวลาประมาณ 30 นาที เช่นเดียวกัน เพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวสารตัวอย่าง และอบไว้ในตู้อบไฟฟ้าเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อทำ

ให้เซรามิกแห้ง จากนั้นนำไปติดบนแท่งทองเหลืองด้วยเทปกาวยสองหน้าหรือเทปกาวยคาร์บอนให้อยู่ในลักษณะที่เหมาะสมแก่การตรวจสอบ

3. นำสารตัวอย่างทั้ง 2 ชนิด มาเคลือบผิวหน้าด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 2 นาที จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบด้วยกล้อง SEM และเลือกบริเวณที่สามารถเป็นตัวแทนของชิ้นงานได้ทั้งชิ้น พร้อมทั้งทำการถ่ายภาพบริเวณที่เลือก

2.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิก

2.3.4.1 การตรวจสอบปริมาณน้ำหนักรที่หายไปหลังเผา

นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาเคลือบแล้วมาชั่งน้ำหนัก จากนั้นชั่งน้ำหนักอีกครั้งหลังการเผาที่อุณหภูมิ 1150 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ยกเว้นสารตัวอย่าง $(\text{Na}_0.5\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เผาที่อุณหภูมิ 1075 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ซึ่งผลต่างของน้ำหนักก่อนและหลังเผา ก็คือ ปริมาณน้ำหนักรที่หายไปหลังเผานั้นเอง

2.3.4.2 การหาค่าการหดตัวเชิงเส้นหลังเผา

นำชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกมาวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงาน จากนั้นวัดเส้นผ่านศูนย์กลางอีกครั้งหลังการเผาซินเตอร์ ซึ่งค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage, S_L) ของสารตัวอย่าง เมื่อคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ สามารถคำนวณได้จากสมการ 2.7

$$S_L = 1 - \frac{D}{D_B} \times 100 \quad (2.7)$$

เมื่อ D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกหลังเผา
 D_B คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนเผา

2.3.4.3 การหาค่าความหนาแน่น

ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้หาได้โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของ Archimedes โดยนำเซรามิกที่ผ่านขัดผิวหน้าแล้วมาต้มในน้ำกลั่นที่เดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง แช่ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งในน้ำ (w_1) และชั่งขณะเปียก (w_2) แล้วนำไปอบในตู้อบสารเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักแห้งในอากาศ (w_3) ดังแสดงในรูป 2.11 แล้วคำนวณหาความหนาแน่นของเซรามิกดังสมการ 2.8

$$\rho = \frac{W_3}{W_2 - W_1} \quad (2.8)$$

เมื่อ	ρ	คือ	ความหนาแน่นของเซรามิก
	W_1	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ
	W_2	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก
	W_3	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศหลังอบแห้ง



รูป 2.11 ชุดที่ใช้สำหรับหาค่าความหนาแน่น

2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ก่อนที่จะนำเซรามิกมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้านั้น ชิ้นงานจะต้องผ่านการทำอิเล็กโทรด ด้วยการทาด้วยกาวเงินที่ผิวทั้งสองด้าน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลานาน 10 นาที เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าที่ผิวของเซรามิก จากนั้นจึงนำเซรามิกไปศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกและสมบัติพิโซอิเล็กตริก ดังนี้

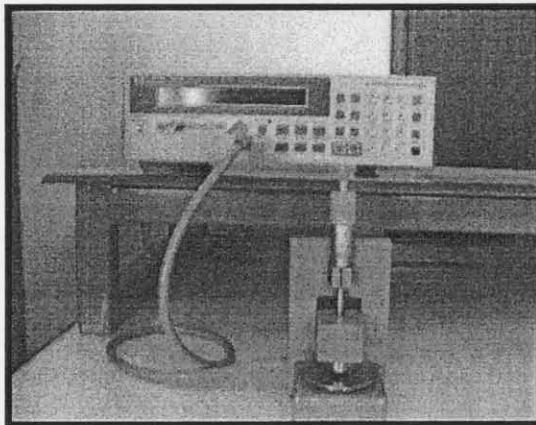
2.3.5.1 สมบัติไดอิเล็กตริก

นำชิ้นงานหลังจากทาภาวเงิน มาวัดค่าความจุไฟฟ้า นำมาคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียทางไฟฟ้าในรูปของความร้อน ($\tan \delta$) ด้วยเครื่อง LCR meter โดยวางสารตัวอย่างระหว่างโพรบ ปรับค่าความต่างศักย์ให้คงที่ 1000 mA และกดปุ่ม DC bias อ่านค่า C_p และ D ที่ความถี่ต่างๆ คือ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz และ 10 kHz ก่อนการวัดค่าทุกครั้งต้องตั้งค่าต้องผ่านการทำ “open correction” และ “short correction” เพื่อรีเซ็ตค่าใหม่ ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.9

$$\epsilon_r = \frac{C_p d}{\epsilon_0 A} \quad (2.9)$$

เมื่อ	ϵ_r	=	ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก
	C_p	=	ค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า (F)
	d	=	ความหนาของชิ้นงาน (m)
	ϵ_0	=	ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของอากาศ = 8.85×10^{-12} (F/m)
	A	=	พื้นที่หน้าตัดของบริเวณที่ทำขั้วไฟฟ้า (m^2)

โดยค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ที่ได้ มีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้นในทุกสารตัวอย่าง ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงขอนำเสนอค่าที่ได้จากการวัดที่ความถี่ 1 kHz เท่านั้น



รูป 2.12 เครื่อง LCZ ที่ใช้สำหรับวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$)

2.3.5.2 สมบัติพิโซอิเล็กทริก

ในการที่จะศึกษาสมบัติพิโซอิเล็กทริกของชิ้นงานเซรามิกนั้น สารเซรามิกจะต้องผ่านการทำขั้ว (poling) โดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงขนาด 3 kV/mm แก่สารตัวอย่างที่แช่อยู่ในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 15 นาที เพื่อให้ไดโพลโมเมนต์ที่อยู่ภายในเนื้อสารจัดเรียงตัวไปตามทิศของสนามไฟฟ้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการโพลิงแล้วไปวัดค่าสัมประสิทธิ์ พิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric Coefficient, d_{ij} [C/N]) ซึ่งในที่นี้วัดค่า d_{33} ด้วยเครื่อง piezo d_{33} meter โดยการให้แรงกดและวัดค่าความต่างศักย์ที่ได้จากเซรามิกในทิศเดียวกับทิศของแรงที่ให้