บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ 99% บริษัท Fluka
2. สตรอนเซียมไททาเนต ($SrCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99% บริษัท Sigma-Alorich
3. ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99% บริษัท Aldrich
4. อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) บริษัท Intelma
5. สารละลายเอทานอล (Ethanal absolute) ความบริสุทธิ์ 99% บริษัท Liquor Distillery Organization

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. กระป๋องพลาสติกใช้ผสมสาร 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. เครื่องอัดไฮโดรลิก ใช้สำหรับขึ้นรูปสาร อัดแรงดันได้สูงสุด 1000 kgf/cm^3
3. เครื่องผสมสารแบบบดย่อย แบบลูกบอล (ball milling)
4. เตาเผาสาร CARBOLITE model STF 15/75/450 อุณหภูมิสูงที่สุดในการเผา 1500 °C
5. เครื่อง Hot plate
6. ตู้อบสารยี่ห้อ memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิที่ใช้ในการอบประมาณ 200 ° C

7. แม่พิมพ์ (Punch and die) ใช้ในการอัดสาร

8. ครกบดสารทำด้วย Agate

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง

1. เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (x-ray diffractrometer)

2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3. เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนของมวลสาร (DTA)

4. เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักของมวลสาร (TGA)

5. เครื่อง Agilent 4263B LCR Meter

วิธีการทดลอง

1. ชั่งสารตั้งต้น เลดออกไซด์ สตรอนเซียมไททาเนต ไททาเนียมออกไซด์ โดยใช้วิธีทางปริมาณสารสัมพัทธ์ $(Pb_xSr_{1-x})TiO_3$, x= 2.5, 5.0 และ 7.5 ที่เติมตะกั่วส่วนเกินปริมาณต่างๆ คือ 0, 1, 3, 5 และ 10 wt.%

2. นำสารที่ได้จากข้อ 1. มาผสมกันในประป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาดเล็กจำนวน 550 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 *mm* ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาให้สนิท เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงนำ magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก

4. นำสารที่ได้ไปตั้งวางบนแผ่นความร้อน โดยปรับให้ความร้อนประมาณ 250 °C เอทานอลจะระเหยไปจนหมด จากนั้นนำสารไปอบที่อุณหภูมิ 100-120 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หรือจนกว่าจะแห้งสนิท

5. นำสารที่แห้งแล้วมาบดโดยใช้ครกหยก (agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (sieving) เพื่อให้ได้ขนาดที่สม่ำเสมอ

6. นำสารที่บดได้ใส่ใน Crucible ปิดฝานำไปเผาแคลไซน์ในเตา

7. นำผงสารเลดสตรอนเซียมไททาเนตที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

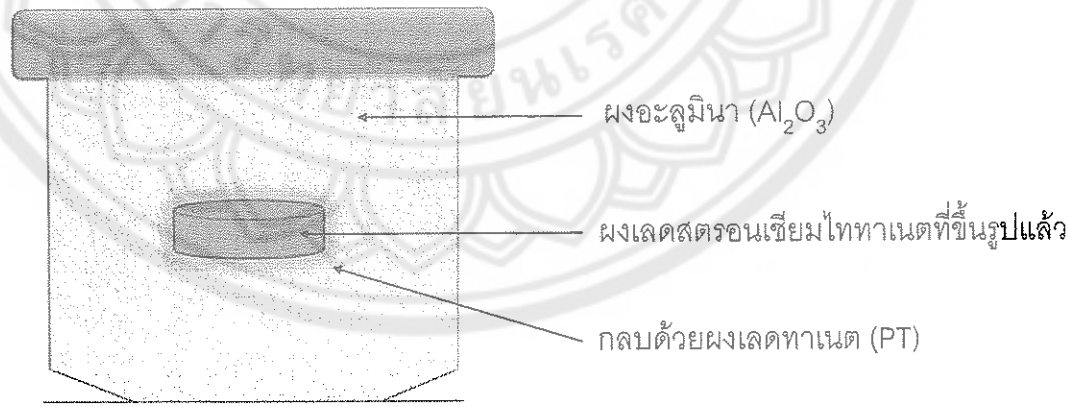
8. นำผงเลดสตรอนเซียมไททาเนตที่เผาแคลไซน์ในข้อที่ 6. มาผสม binder แล้วใส่ในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลมขนาดเล็กจำนวน 550 เม็ด หลังจากนั้นเติมเอทานอล 200 ปิดฝาให้แน่นแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยด้วยลูกบอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

9. เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ที่มีแท่งเหล็กอยู่ข้างใน เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็ดบอล แล้วนำสารที่ได้ไปตั้งไว้บนแผ่นให้ความร้อนโดยปรับความร้อนประมาณ 250 °C จนเอทานอลระเหยไปหมด จากนั้นนำสารไปอบที่อุณหภูมิ 100-120 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หรือจนกว่าสารจะแห้งสนิทนำสารที่ได้มาบดโดยใช้ครกหยก (agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (sieving) จนได้ผงสารที่ละเอียด

10. ทำการเตรียมเซรามิกเลดสตรอนเซียมไททาเนต โดยนำผงที่จากการเผาแคลไซน์มาทำการอัดขึ้นรูป โดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีเส้นผาศูนย์กลางประมาณ 1.5 cm โดยใช้ผงเลดสตรอนเซียมไททาเนตประมาณ 1.8 g ต่อการอัดขึ้นรูป 1 ครั้ง อัดด้วยความดันประมาณ 80 MPa

11. นำชิ้นงานเลดสตรอนเซียมไททาเนตที่ขึ้นรูปแล้ว มาจัดเรียงไว้ในถ้วยอะลูมินาที่มีฝาปิดโดยจัดเรียงเป็นชั้นๆ ซึ่งแต่ละชั้นจะใส่ผงอะลูมินาคั่นไว้ (ภาพ 51) และนำไปเผาซินเตอร์

12. นำเซรามิกเลดสตรอนเซียมไททาเนตไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าโดยการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก วัดการเปลี่ยนแปลงทางด้านความร้อน และวัดค่าความหนาแน่นด้วยวิธีการอาร์คีมีดิส



ภาพ 51 การจัดเรียงชิ้นงานของเลดสตรอนเซียมไททาเนตที่อัดขึ้นรูปแล้วในถ้วยอะลูมินาที่มีฝาปิด

ภาพ 52 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเลดสตรอนเชียมไททาเนต