

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1. สรุปกระบวนการเตรียมเซรามิกแสงกาไรต์

เมื่อตั้งต้นจากการผสมในสัดส่วน stoichiometric น้ำหนักรวมประมาณ 15-20g. ผสมด้วยการบดเปียกด้วยลูกบดขนาดเล็ก 24 ซม. น้ำหนักที่หายไปหลังการผสม 0.11 - 5%

1.1 การแคลไซน์ที่อัตราการขึ้นลงอุณหภูมิ 1°C, 2°C, 3°C, 5°C ต่อนาที เวลาแช่ 4.30 ชม. ไม่มีผลแตกต่างต่อความสมบูรณ์ของการเกิดเฟสแสงกาไรต์

อุณหภูมิการแคลไซน์ที่ต่ำที่สุดซึ่งให้เฟสแสงกาไรต์สูงสุดคือ 1200°C โดยมีลำดับการปรากฏของเฟส คือ $\text{La}_4\text{Ga}_2\text{O}_9$ (ก่อน 800°C - 1000°C), LaGaO_3 (900°C - 1180°C), $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ (1000°C ขึ้นไป) และเฟสหลงเหลือคือ

ที่ 1120°C เฟส Ga_2O_3 เริ่มเหลือคงที่

ที่ 1300°C ขึ้นไป เกิดเฟส $\text{La}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ เพิ่มในปริมาณเล็กน้อย

น้ำหนักที่หายไปในการแคลไซน์เกิดจากการสูญเสีย La_2O_3 ที่อยู่ในรูป $\text{La}(\text{OH})_3$ เป็นหลักประมาณ 15% ของน้ำหนัก La_2O_3 ทั้งหมด

1.2 โดยเงื่อนไขการอัดแห้งในทิศทางเดียว ที่ความดัน 3-6 MPa

การหดตัวของเซรามิกในแนวนอนมี (% S_v) และน้ำหนักที่หายไป (%loss) หลังการขึ้นเตอร์ครั้งแรกที่ 1300°C ขึ้นกับชนิดของเฟส โดยเฟสแสงกาไรต์มี % loss ประมาณ 0.4-0.7%

การหดตัวเชิงปริมาตร (% S_{vol}) และความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเมื่อบดผสมสารก่อนการอัด

กระบวนการก่อนอัดเม็ดกรีน มีผลต่อเซรามิกหลังการขึ้นเตอร์ คือ การบดจะเพิ่มความหนาแน่นให้เซรามิก โดยมีการหดตัวเพิ่มขึ้นหลังเผาในทิศทางตามแรงดัน เมื่อเทียบกับการบดผสม PVA จนแห้ง

อุณหภูมิขึ้นเตอร์ช้าที่ 1350°C จาก 1300°C ให้ความหนาแน่นของเซรามิกแสงกาไรต์สูงสุด (% $p > 90\%$) เมื่อเทียบกับอุณหภูมิขึ้นเตอร์ 1300°C หรืออุณหภูมิขึ้นเตอร์ช้า 1400°C โดยมีการสูญเสียน้ำหนักเพิ่มขึ้นน้อยที่สุด

เมื่อคำนึงถึงการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของเนื้อเซรามิกเป็นหลัก การเตรียมกรีนที่เหมาะสมคือ การบดผสม PVA จนแห้ง โดยอาจเพิ่มน้ำหนักเฉพาะ PVA เป็น 0.1% ขึ้นไปต่อมวลรวม และเพิ่มความดันจากเดิม 3-6 MPa ให้สูงขึ้นแล้วใช้อุณหภูมิขึ้นเตอร์ช้าที่ 1350°C

5.2. สรุปโครงสร้างจุลภาคหลังการขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ที่ 1300°C (หรือต่ำกว่า 1350°C) เกรนของแสงกาไรต์มีรูปร่างแบบแกนสมมูล ขนาดเกรน $1.03 \pm 0.13 \mu\text{m}$. และกระบวนการเตรียมกรีนทั้งหมด ยังมีผลต่อลักษณะเนื้อสารหรือสภาพรู

พูนของเซรามิก โดยภายใต้การควบคุมความดัน 3-6 MPa การบีบผสม PVA จนแห้งจะทำให้เกิดรูพรุนเปิดเนื่องจากแรงดันน้อยเกินไป การบดจะทำให้เกิดรูพรุนปิด

ที่ 1350°C โดยซินเตอร์ซ้ำจาก 1300°C เกรนมีรูปร่างแบบแกนสมมูล ขนาดเกรน $1.43 \pm 0.19 \mu\text{m}$ ที่มีความหนาแน่นสูงสุด ค่าการหดตัวเพิ่มขึ้นมากที่สุด และค่าการสูญเสียเพิ่มขึ้นน้อยที่สุด

ที่ 1400°C โดยซินเตอร์ซ้ำจาก 1300°C เกรนเปลี่ยนรูปร่างเป็นแบบแท่ง ขนาดเกรน 2.28-2.46 μm ความหนาแน่นลดลงมีการแตกภายในเนื้อเซรามิก รวมถึงมีสิ่งตกค้างนอกเกรน ซึ่งอาจเป็นสารปนเปื้อนหรือเฟสอื่น ๆ

โดยผล XRD พบว่ามีเฟส Ga_2O_3 คงค้างและเกิดเฟส $\text{La}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ เพิ่ม โดยผล EDS และ XRD แสดงว่า ผิวนอกของเซรามิกแลงกาไซด์มีโครงสร้างต่างไปจากเนื้อใน ซึ่งน่าจะเกิดจากการแพร่ของเฟสอื่น หรือธาตุเบาที่ไม่ใช่ La ที่ 1400°C

5.3. สรุปสมบัติไฟฟ้า (ϵ' , $\tan \delta$, $|Z|A/d$)

3.1 โครงสร้างจุลภาคและความหนาแน่นของเซรามิกมีผลต่อค่าทางไฟฟ้า โดยเซรามิกแลงกาไซด์ซินเตอร์ที่ 1400°C มีเกรนเป็นรูปแท่ง แต่ยังมีมีความหนาแน่นสูงกว่า และให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่าเซรามิกแลงกาไซด์ซินเตอร์ 1300°C ซึ่งมีเกรนแบบแกนสมมูล ในที่นี้ถือว่าเป็นผลร่วมกันของทั้งสองตัวแปร ไม่สามารถเปรียบเทียบที่ความหนาแน่นเดียวกัน เพื่อดูผลจากการเปลี่ยนโครงสร้างของเกรน เนื่องจากข้อมูลมีน้อยเกินไป

3.2 ลักษณะเนื้อสารและรูพรุน มีผลต่อค่าทางไฟฟ้า ถ้าเป็นเซรามิกแลงกาไซด์เฟสเดียว เนื้อเดียวกัน ค่า ϵ' , $\tan \delta$, จะไม่เปลี่ยนแปลงการตอบสนองต่อความถี่ต่ำ 0.1-20 kHz ที่ใช้ทดสอบ โดยเซรามิกแลงกาไซด์เนื้อเดียว มีค่า ϵ' คงที่อยู่ในช่วง 19-23.5 ตามความหนาแน่น และ $\tan \delta$ ประมาณ 0.001 คงที่ตลอดย่าน 0.1-20 kHz แต่ถ้าเป็นเซรามิกหลายเฟส จะมีการตอบสนองความถี่โดยลดค่า ϵ' , $\tan \delta$ ตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น

ค่า ZA/d พิจารณาได้ว่าเป็นไปตาม สมการ $\frac{|Z|A}{d} = \frac{1}{\omega \epsilon' \sqrt{1 + \tan^2 \delta}}$ ซึ่งพอประมาณใช้ได้

กับเซรามิกที่ไม่ใช่เนื้อเดียวกันด้วย

3.3 การวัดค่าแปรตามอุณหภูมิ ที่ความถี่ 1kHz จากอุณหภูมิห้องจนถึง 240°C ให้รูปแบบการตอบสนองเช่นเดียวกับสารไดอิเล็กตริกทั่ว ๆ ไปที่วัดค่าภายใต้กระแสสลับ

5.4 ข้อเสนอแนะ

1. ความถูกต้องของกระบวนการเตรียมสารและวัดค่า

1.1 เพิ่มขั้นตอนการกรองขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นก่อนผสม เพื่อควบคุมทั้งขนาดและการกระจายให้เป็นแบบเดียวกัน

1.2 ทดสอบเงื่อนไขการแคลไซน์โดยการแอนนิลสารตั้งต้นที่ 1100°C และ 1300°C ก่อนการผสม ซึ่งจะให้ผลแม่นยำในการกำหนดสัดส่วนผสมที่เหลืออยู่หลังเผาจริง ๆ ได้ แต่ควรตรวจสอบผลของของเหลวที่ใช้ผสมที่มีต่อสารตั้งต้นในการผสมด้วย

1.3 ทดสอบการสูญเสียมวลของ Ga_2O_3

1.4 ในการผสมสารตั้งต้นด้วยการบดเปียก อาจทดลองใส่สารช่วยกระจายตัว เพื่อช่วยให้แน่ใจมากขึ้นว่า SiO_2 ซึ่งมีปริมาณน้อยที่สุด จะมีการกระจายตัวได้ทั่วถึงมากขึ้น รวมทั้งควรแยกการผสมเป็น 2 ครั้ง จากเดิมการผสมพร้อมกันหมดในครั้งเดียวจะทำให้มีสัดส่วนโมลเป็น $(3\text{La}_2\text{O}_3 + 5\text{Ga}_2\text{O}_3) : 2\text{SiO}_2 = 4 : 1$ การแยกผสมระหว่าง SiO_2 กับสารตั้งต้นตัวใดตัวหนึ่งให้เข้ากันตามจำนวนโมลที่ต้องการเช่น 1 : 1 ก่อน แล้วแบ่งนำไปผสมกับสัดส่วนที่เหลือ จะช่วยให้มีการกระจายตัวได้ดีขึ้นโดยไม่ต้องเพิ่มเวลาในการบดและปริมาณสารตั้งต้นมากนัก และสมควรอย่างยิ่งจะต้องตรวจสอบผล การผสมให้แน่ใจว่าเป็นเนื้อเดียว (XPS, ESCA) เพราะผลการผสมที่เปลี่ยนไปมีผลเปลี่ยนแปลงอัตราและอุณหภูมิการแคลไซน์ด้วย ดังผลการทดลอง

1.5 ในการอัดเม็ดกรีน ควรทดสอบเงื่อนไขอื่นเพิ่มเติม โดยการเพิ่มปริมาณสารละลาย PVA อาจเริ่มจาก 0.1% จนถึงช่วง 0.5-5% wt ตามที่นิยมกันในการอัดแห้ง และทดสอบเพิ่มความดันควบคู่กัน น่าจะช่วยลดตำหนิที่มองไม่เห็นของกรีนหลังการอัด(แต่มาปรากฏหลังการซินเตอร์) ได้ จนอาจไม่ต้องสนใจรูปแบบการอัดเม็ดกรีนที่ใช้ในงานวิจัยนี้ซึ่งถูกจำกัดด้วยเงื่อนไขทางเทคนิค

1.6 ควรให้เซรามิกที่ได้มีขนาดใหญ่พอสมควร หรือมีรัศมีมากพอสมควร เพราะจะช่วยเพิ่มความแม่นยำถูกต้องของการวัด เช่นความหนาแน่น และทำให้สามารถเพิ่มสัดส่วน A/d ในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าได้มาก โดยเฉพาะเมื่อเป็นสารที่มีค่า C น้อย การแก้ไขค่าความจุไฟฟ้า C_e , C_g จะกระทำ得更แม่นยำมากขึ้น

1.7 ถ้าไม่สามารถหลีกเลี่ยงการเปลี่ยนแปลงความชื้นและอุณหภูมิของสภาพแวดล้อมเมื่อวัดค่าทางไฟฟ้า ควรทดสอบผลจากตัวแปรเหล่านี้เพิ่มเติม แต่การควบคุมการเปลี่ยนแปลงโดยเด็ดขาดน่าจะส่งผลดีกว่า เพราะจะช่วยลดความซับซ้อนจากความจำเป็นต้งใช้น้ำมันซิลิโคนเป็นเฟสประกอบเข้ามา แต่อย่างไรก็ตามการวัดในตัวกลางใด ยังคงต้องให้เซรามิกอ้อมตัวกลางนั้นเสมอ[50]

2. เพื่อเพิ่มความสมบูรณ์ของข้อมูล

2.1 ขยายช่วงการวัดความถี่ และอุณหภูมิ ซึ่งย่อมต้องมีการทดสอบและ ควบคุมผล

กระทบที่เพิ่มขึ้นด้วย เช่นการรบกวนจากความถี่ของหลอดฟลูออเรสเซนต์ หรือการป้องกันผลจากการแผ่รังสีความร้อนจากไส้ตะไคร้โดยตรง เป็นต้น

2.2 ทดสอบสภาพการนำไฟฟ้าหรือสภาพต้านทานไฟฟ้ากระแสตรง แปรตามอุณหภูมิเพิ่มเติม เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงในย่านต่าง ๆ (extrinsic, intrinsic)

2.3. เพิ่มปริมาณชิ้นงานเซรามิกที่มีลักษณะเนื้อแบบเดียวกัน (จำนวนเฟส, ประเภทพูน) โดยกระจายให้มีความหนาแน่นในช่วงกว้างมากขึ้น เพื่อทดสอบความสัมพันธ์ของค่าต่าง ๆ กับตัวแปรอิสระ %P หรือ %p อย่างน้อยจะสามารถทดสอบพารามิเตอร์ P_c (ค่าความพูนวิกฤติ) และเลขยกกำลัง t สำหรับทฤษฎีการไหลผ่านได้

2.4 ทดสอบเซรามิกซินเตอร์ซ้ำ 1350°C เพิ่มเติม นำมาเปรียบเทียบระหว่าง 1300°C กับ 1350°C เพื่อทดสอบตัวแปรความหนาแน่น และระหว่าง 1350°C กับ 1400°C เพื่อทดสอบผลของโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนไป

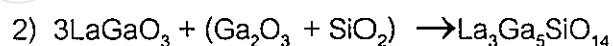
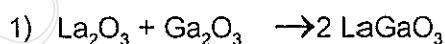
2.5 หาขนาดอนุภาคด้วยวิธีการรังสีเอกซ์เพิ่มเติม เพื่อเปรียบเทียบผลของแต่ละวิธีซึ่งมีข้อได้เปรียบต่างกัน(ในงานวิจัยนี้ไม่สามารถนำผลดังกล่าวมาคำนวณขนาดอนุภาคได้ เนื่องจากปัญหาบางประการ) รวมถึงการวิเคราะห์การแจกแจงขนาดอนุภาคของผงแคลไซต์ที่ผ่านการอัลตราโซนิก ด้วยเครื่องวิเคราะห์ เพื่อนำมาเปรียบเทียบกับวิธีการทาง SEM

3. เพื่อค้นหาเงื่อนไขอื่นของการแคลไซต์และซินเตอร์

3.1 ทดสอบเวลาในการเผาซึ่งมีต่อปริมาณเฟสแลงกาไรต์

3.2 หากผงการแคลไซต์มีปริมาณมากพอ ควรนำมาบดเปียกเพื่อลดขนาดอนุภาค โดยใส่สารช่วยการกระจายตัวและสารหล่อลื่นเพิ่มเติม ซึ่งย่อมส่งผลปรับปรุงให้กระบวนการอัดกรีนควบคุมได้ตามความต้องการ และทำให้อุณหภูมิซินเตอร์ลดลง เซรามิกมีความหนาแน่นสูงขึ้น

3.3 ทดสอบเปลี่ยนลำดับปฏิกิริยา จากเดิม La_2O_3 , Ga_2O_3 และ SiO_2 ทำปฏิกิริยาพร้อมกัน แต่อาจมีปัญหาจากการกระจายตัวไม่เป็นแบบเดียวกัน ในขณะที่เฟส LaGaO_3 เกิดได้ค่อนข้างง่ายที่อุณหภูมิต่ำกว่า ดังนั้นอาจนำใช้เป็นเฟสสารตั้งต้นแทน

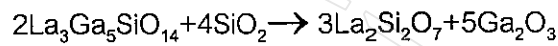


และน่าจะช่วยลดปัญหาการกระจายตัวของ SiO_2 ได้ด้วย เพราะสัดส่วนการผสมโดยการบดเปียกของ Ga_2O_3 : SiO_2 เป็น 1 : 1 ซึ่งมากกว่าสัดส่วนเดิมคือ 4 : 1

4. แนวทางการวิจัยเพิ่มเติมในแง่เซรามิก

4.1 ควรทดสอบค่าความแข็งแรงทางไดอิเล็กตริก (Dielectric Strength) สมบัติเชิงกล และทางความร้อน เพิ่มเติม เพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานที่จำเป็นในการกำหนดการประยุกต์ใช้งานของเซรามิก

4.2 ทดสอบการถ่ายเทมวลของ SiO_2 ที่มีต่อ LGS ว่าเกิดขึ้นหรือไม่ และมีผลทำให้ LGS แตกตัวตามสมการหรือไม่



4.3 ทดสอบองค์ประกอบ CNGS, SNGS, CTGS, STGS ซึ่งเป็นสารในตระกูลเดียวกับ LGS แต่มีโครงสร้างภายในเป็นระเบียบทั้งหมด และลดปริมาณ การใช้ Ga_2O_3 ลง 40%

4.4 ทดสอบการแปรสัณฐานผลึกอีกครั้ง ในไดอะแกรมสามเหลี่ยม เพื่อหาบริเวณที่ยังส่งผลการเผาให้เป็นเฟสเดียวได้ (homogeneity region) โดยใช้วิธีการแอนนีกก่อนผสม และใช้วิธีการผสมซ้ำโดยเติมองค์ประกอบใดตัวหนึ่งเข้าไปในการบดเปียกซ้ำครั้งใหม่ น่าจะช่วยลดปัญหามวลวิกฤติของการผสมมวลน้อยเกินไปได้ ขณะเดียวกันจะทำให้ทราบบริเวณทดสอบค่า $\text{TCF}=0$ ของไดอิเล็กทริกวีซีเนเตอร์ด้วย