



โครงการ  
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกแบเรียมบิสมัทซิงค์  
ไททานิตที่มีโครงสร้างทางจุลภาคต่างกัน  
Preparation and characterization of  $0.92\text{BaTiO}_3 -$   
 $0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ceramic with different microstructures

ชื่อนิสิต นางสาวกนกพร กุลทัศน์นารณ เลขประจำตัว 5933201523

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ปีการศึกษา 2562

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกแบบเรียบิสมัทซึ่งค้ไททานเนตที่มีโครงสร้างทางจุลภาค  
ต่างกัน

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

นางสาวกนกพร กุลทัศน์นารถ เลขประจำตัว 5933201523  
อนุมัติโดย



(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพล แรงทน)

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

หัวข้องานวิจัย	การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกแบเรียมบิสมาทซิงค์ไททานेटที่มีโครงสร้างทางจุลภาคต่างกัน
โดย	นางสาวกนกพร กุศลทัศน์นารณ
สาขาวิชา	วัสดุศาสตร์
แขนงวิชา	เซรามิกและวัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพล แรงทน
ปีการศึกษา	2562

---

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมเซรามิกแบเรียมบิสมาทซิงค์ไททานेटที่ 0.08 โดยโมล ( $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ ) ที่มีโครงสร้างทางจุลภาคต่างกันด้วยการควบคุมเงื่อนไขอุณหภูมิการเผาผนึก และนำมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้ ซึ่งเตรียมจากวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ได้ผลการตรวจสอบเฟสเพอรอฟสไกต์บริสุทธิ์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ของสารดังกล่าว มีขนาดอนุภาคหลังเผาแคลไซน์ที่ปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์คือ 2.512 ไมโครเมตร และการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส มีค่าการหดตัวโดยเฉลี่ยของเม็ดเซรามิกเท่ากับร้อยละ 13.56 ลักษณะเม็ดเซรามิกที่ได้ไม่มีตำหนิจากรอยแตกหลังเผา

<b>Title</b>	Preparation and characterization of $0.92\text{BaTiO}_3$ - $0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ ceramic with different microstructures
<b>Authors</b>	Miss Kanokporn Kullatassanent
<b>Department</b>	Materials Science
<b>Field</b>	Ceramics and Materials Science
<b>Advisor</b>	Assistant Professor Dr. Natthaphon Raengthon
<b>Academic Year</b>	2019

---

### Abstract

The purpose of this research is to prepare ceramic compounds with  $0.92\text{BaTiO}_3$  -  $0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  composition exhibiting different microstructures. They were prepared by a conventional solid-state reaction technique and carefully control sintering temperature in order to obtain different microstructures. The results showed that the calcined powder show a pure perovskite phase. The particle size ( $D_{V50}$  value) is  $2.512 \mu\text{m}$ . The sample sintered at  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  results in the average shrinkage value of  $13.56 \%$ . The ceramic pellets had no defects from cracks after sintering.

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์ดีเพราะได้รับความกรุณาช่วยเหลือที่ดีจากผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพล แรงทน อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัยที่ให้คำปรึกษา คำแนะนำและให้ข้อคิดเห็นต่าง ๆ ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ เพื่อให้ผู้จัดทำงานวิจัยปรับปรุงและแก้ไขงานวิจัยให้สมบูรณ์มากขึ้น รวมทั้งการอำนวยความสะดวกอุปกรณ์และเครื่องมือในปฏิบัติการทดลอง และเจ้าหน้าที่บริการวิทยาศาสตร์อีกท่านหนึ่ง นายวิรพงษ์ ครอบนม ผู้วิเคราะห์ตัวอย่างให้แก่ผู้จัดทำงานวิจัย เพื่อนำผลการทดลองที่วิเคราะห์ได้ เป็นข้อมูลในงานวิจัยฉบับนี้ ผู้จัดทำงานวิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างยิ่ง

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่บริการวิทยาศาสตร์ห้องสมุดคณะวิทยาศาสตร์วัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการเก็บรวบรวมข้อมูลและการเข้าถึงรายการวารสารที่ได้รับการตีพิมพ์ต่าง ๆ ทั้งในประเทศและต่างประเทศ และขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิทยาศาสตร์ผู้ถ่ายทอดความรู้ให้แก่ผู้จัดทำงานวิจัยนำวิชาที่เกี่ยวข้องมาประยุกต์ใช้กับงานวิจัยฉบับนี้ และขอขอบคุณรุ่นพี่ ป.เอก ป.โท และเพื่อน ๆ ภาควิทยาศาสตร์เอกเซรามิกรุ่นที่ 46 ที่ให้คำแนะนำ ความช่วยเหลือที่ดี และสร้างเสียงหัวเราะให้แก่ผู้จัดทำงานวิจัยตลอดการทำงานในห้องปฏิบัติการ

ประโยชน์และคุณค่าของงานวิจัยฉบับนี้ ผู้จัดทำงานวิจัยขอมอบให้แก่คณาจารย์และผู้สนใจเพื่อนำไปพัฒนาหรืออ้างอิงข้อมูลต่อไป

กนกพร กุลทัศน์ินารถ

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ซ
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ที่มาของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
<b>บทที่ 2 ความรู้พื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>3</b>
2.1 สมบัติทางไดอิเล็กทริก (Dielectric properties).....	3
2.1.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าแทนเจนต์การสูญเสีย (Relative Permittivity and Loss Tangent).....	3
2.2 วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric materials).....	5
2.2.1 อุณหภูมิคูรีและการเปลี่ยนเฟส (Curie temperature and phase transition).....	6
2.2.2 เฟอร์โรอิเล็กทริกปกติ (Normal ferroelectric).....	6
2.2.3 รีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Relaxor ferroelectric).....	7
2.3 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure).....	8
2.4 แบเรียมไททาเนต (BaTiO <sub>3</sub> ).....	9
2.5 บิสมัทซิงค์ไททาเนต (Bi(Zn <sub>1/2</sub> Ti <sub>1/2</sub> )O <sub>3</sub> ).....	10

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	11
2.6.1 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกด้วยอัตราส่วนโดยโมล แตกต่างกันในสารละลายปฏิกิริยาของแข็ง.....	11
2.6.2 การศึกษาขนาดเกรนที่ส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก BaTiO <sub>3</sub> .....	14
2.6.3 การศึกษาขนาดเกรนที่ส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของสารละลาย ปฏิกิริยาของแข็ง.....	14
2.6.4 การศึกษาผลของอุณหภูมิเผาผนึกที่มีต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้าของสารละลายปฏิกิริยาของแข็งเซรามิก.....	16
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....</b>	<b>18</b>
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	18
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	18
3.3 ขั้นตอนการเตรียมผงแบเรียมบิสมัทซิงค์ไททาเนต.....	19
3.4 ขั้นตอนการอัดเม็ดเซรามิกและการเผาผนึก.....	21
3.5 ขั้นตอนการวัดสมบัติทางกายภาพและทางไฟฟ้าของเม็ดเซรามิกแบเรียม บิสมัทซิงค์ไททาเนต.....	21
3.5.1 การตรวจสอบค่าความหนาแน่นของสารประกอบโดยการ ใช้วิธีการลอยตัว.....	21
3.5.2 การตรวจสอบการหดตัวของชิ้นงาน.....	22
3.5.3 การตรวจสอบการวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาค ด้วยเทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS).....	22
3.5.4 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD).....	23
3.5.5 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM).....	23
3.5.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR Meter.....	23

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.5.7 การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิส ด้วยเครื่องFerroelectric Testing System.....	24
3.6 แผนการดำเนินงานและขั้นตอนการทดลอง.....	25
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....</b>	<b>27</b>
4.1 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิกจากการใช้เตาเผาที่ 1.....	27
4.1.1 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ หลังเผาแคลไซน์.....	27
4.1.2 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS) หลังเผาแคลไซน์.....	29
4.1.3 ผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวและความหนาแน่น.....	30
4.1.4 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์หลังเผาผืนึก.....	31
4.2 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิกจากการใช้เตาเผาที่ 2.....	32
4.3 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	33
4.3.1 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ รังสีเอกซ์หลังเผาผืนึก.....	33
4.3.2 ผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวและความหนาแน่น.....	33
4.3.3 ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM).....	34
4.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric constant) และการสูญเสียไดอิเล็กตริก (Dielectric loss).....	35
4.3.5 ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิส.....	37
<b>บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....</b>	<b>39</b>
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	39
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	39



## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง.....	40

## สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่	4.1 แสดงค่าการกระจายขนาดของอนุภาคหลังเผาเคลือบของสาร 0.92BaTiO <sub>3</sub> -0.08Bi(Zn <sub>1/2</sub> Ti <sub>1/2</sub> )O <sub>3</sub> จากการใช้เตาเผาที่ 1.....	30
ตารางที่	4.2 แสดงค่าการกระจายขนาดของอนุภาคหลังเผาเคลือบของสาร 0.92BaTiO <sub>3</sub> -0.08Bi(Zn <sub>1/2</sub> Ti <sub>1/2</sub> )O <sub>3</sub> จากการใช้เตาเผาที่ 2.....	32

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 ขั้วคู่ไฟฟ้าในสนามไฟฟ้า.....	3
รูปที่ 2.2 แผนผังเวกเตอร์ของค่าแทนเจนต์การสูญเสีย.....	4
รูปที่ 2.3 การจัดเรียงขั้วไฟฟ้าภายในเนื้อสารก่อนเพิ่มสนามไฟฟ้า (A) และหลังเพิ่มสนามไฟฟ้า (B).....	6
รูปที่ 2.4 การเปลี่ยนแปลงสภาพพาราอิเล็กทรอนิกส์และเฟอร์โรอิเล็กทรอนิกส์ อุณหภูมิสูงหรือต่ำกว่า $T_c$ .....	6
รูปที่ 2.5 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาริเซชันกับสนามไฟฟ้าในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทรอนิกส์.....	7
รูปที่ 2.6 ลักษณะวงรอบฮิสเทอรีซิสของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทรอนิกส์.....	8
รูปที่ 2.7 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ ( $ABO_3$ ).....	8
รูปที่ 2.8 แสดงการเปลี่ยนแปลงผลึกแบเรียมไททาเนต.....	9
รูปที่ 2.9 แสดงกราฟโครงสร้างผลึกต่าง ๆ ต่ออุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ของแบเรียมไททาเนต.....	10
รูปที่ 2.10 แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของสมบัติไดอิเล็กทริกของบิสเมทซิงค์ไททาเนต.....	11
รูปที่ 2.11 รูปการเลี้ยวเบนของรังสี XRD ของสารประกอบเชิงซ้อน $(1-x)BaTiO_3-xBi(Zn_{1/2}Ti_{1/2})O_3$ .....	12
รูปที่ 2.12 กลไกการเจริญเติบโตของเกรนของการเผาผนึกปกติและแบบสองขั้นตอน.....	15
รูปที่ 3.1 แสดงเงื่อนไขการเผาผนึก (Sintering).....	21
รูปที่ 3.2 แผนการดำเนินงานละเอียดแผนผังแสดงขั้นตอนการทดลอง.....	25
รูปที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD หลังเผาแคลไซน์.....	29
รูปที่ 4.2 แสดงค่าร้อยละการหดตัวและความหนาแน่นปรากฏของเม็ดชิ้นงาน.....	31
รูปที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD หลังเผาผนึก.....	32
รูปที่ 4.4 แสดงการวิเคราะห์ XRD ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	33
รูปที่ 4.5 แสดงค่า (a) ความหนาแน่น และ (c) ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น.....	34
รูปที่ 4.6 แสดงค่าความหนาแน่นหลังเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	34

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.7 แสดงภาพการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วย SEM (a) $x=0.04$ , (b) $x=0.08$ , (c) $x=0.10$ และ (d) $x=0.14$ .....	35
รูปที่ 4.8 แสดงกราฟสมบัติไดอิเล็กทริกต่ออุณหภูมิที่ความถี่ต่าง ๆ.....	36
รูปที่ 4.9 แสดงภาพการแปรผันของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ออุณหภูมิการเผาผนึกต่าง ๆ.....	36
รูปที่ 4.10 แสดงกราฟพฤติกรรมของสมบัติไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิและความถี่ต่าง ๆ (a) $x=0.04$ เพอร์โรอิเล็กทริก (b) $x=0.08$ รีแลกเซอร์เพอร์โรอิเล็กทริก.....	37
รูปที่ 4.11 แสดงกราฟการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสที่อุณหภูมิห้อง.....	38

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

แบเรียมไททาเนต ( $\text{BaTiO}_3$ ) เป็นสารประกอบที่รู้จักกันดีในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากเป็นสารประกอบไร้สารตะกั่วมีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite) มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric) และสมบัติเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) ที่โดดเด่น จึงนำไปใช้เป็นตัวเก็บประจุหรือทรานสดิวเซอร์อย่างกว้างขวางและไม่เป็นมลพิษกับสิ่งแวดล้อม อย่างไรก็ตามจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าโครงสร้างของสารประกอบแบเรียมไททาเนตมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric constant) สูงสุดที่อุณหภูมิคูรี ( $T_c$ ) คือ 120 องศาเซลเซียส หากมากกว่าอุณหภูมิดังกล่าวสมบัติทางไฟฟ้าจะลดลงอย่างรวดเร็ว ทำให้ไม่สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงกว่าได้ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงกว่า 120 องศาเซลเซียส แบเรียมไททาเนตคงสภาพเป็นพาราอิเล็กทริกมีโครงสร้างเป็นคิวบิก (Cubic) ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 120 องศาเซลเซียส คงสภาพเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกโครงสร้างเปลี่ยนเป็นเทตระโกนัล (Tetragonal) ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 5 องศาเซลเซียส โครงสร้างเปลี่ยนเป็นออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) และที่อุณหภูมิต่ำกว่า -80 องศาเซลเซียส โครงสร้างเปลี่ยนเป็นรอมโบฮีดรัล (Rhombohedral) อย่างไรก็ตามการใช้งานสารประกอบดังกล่าวมักมีการใส่สารเติมแต่ง (Additives) บางอย่างเพื่อเปลี่ยนแปลงและปรับปรุงสมบัติพื้นฐานให้สามารถใช้งาน  $\text{BaTiO}_3$  ได้หลายช่วงอุณหภูมิ การปรับวัสดุด้วยการเติมไอออนของธาตุ  $\text{Bi}^{3+}$  และ  $\text{Zn}^{2+}$  ในโครงสร้างเพอโรฟสไกต์  $\text{ABO}_3$  โดยการเจือ (Doping) ที่ตำแหน่ง A คือ  $\text{Bi}^{3+}$  และตำแหน่ง B คือ  $\text{Zn}^{2+}$  จึงได้สารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของสารประกอบ  $\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ไปที่  $x = 0.08$  จะทำให้สารละลายของแข็งที่มีโครงสร้างเทตระโกนัลจะเปลี่ยนสภาพเป็นโครงสร้างซูโดคิวบิก (Pseudocubic) และการเปลี่ยนแปลงสภาพเฟสนี้จะเกิดการเปลี่ยนสมบัติไดอิเล็กตริกจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพดติกรรมแบบรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Relaxor ferroelectric) โดยทั่วไปการเตรียมตัวอย่าง เซรามิกสามารถทำได้โดยใช้กระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็งซึ่งเป็นกระบวนการที่สามารถควบคุมลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคได้ และเมื่อเซรามิกมีขนาดเกรนที่แตกต่างกันสามารถทำให้สารประกอบ  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  แสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่แตกต่างกันได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาการเตรียมเซรามิก  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ที่มีโครงสร้างทางจุลภาคที่ต่างกันด้วยการควบคุมเงื่อนไขในการ

เผาผนึก (อุณหภูมิ) เพื่อทำให้เกิดเซรามิกที่มีลักษณะทางโครงสร้างทางจุลภาคที่ต่างกัน และศึกษา ลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างทางจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาผลของเงื่อนไขในการเผาผนึกต่อโครงสร้างทางจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้า ของ  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เซรามิก

1.2.2 เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างทางจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของ  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เซรามิก

## 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1.3.1 ทำการเตรียมสารประกอบ  $(1-x)\text{BaTiO}_3\text{-}x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  โดยกำหนดค่า  $x = 0.08$  ด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

1.3.2 ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ที่มีต่อโครงสร้างผลึกและ โครงสร้างทางจุลภาคในกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1175, 1200 และ 1,225 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

1.3.3 ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติไดอิเล็กทริก และเฟอร์โรอิเล็กทริก ต่อโครงสร้างทาง จุลภาคของสารประกอบที่สังเคราะห์ได้

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบถึงสมบัติทางไฟฟ้าที่สมเหตุสมผลจากปัจจัยในกระบวนการสังเคราะห์ คือ ความ ไม่บริสุทธิ์และอุณหภูมิในการเผาผนึก ที่ทำให้ได้ขนาดของเฟสเพอรอฟสไกต์ที่แตกต่างกัน

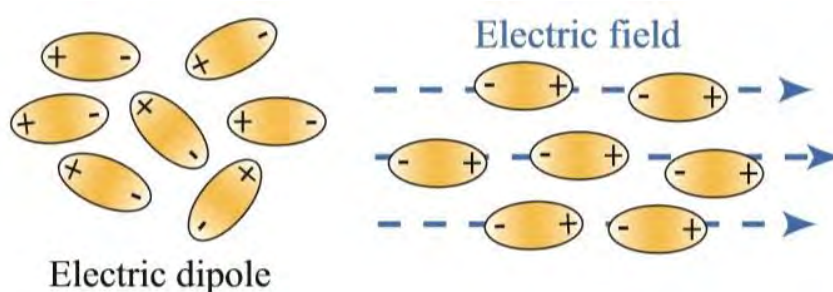
1.4.2 ทราบถึงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการสังเคราะห์สาร, โครงสร้างจุลภาค, โครงสร้างผลึก, การเจือสารประกอบ และสมบัติของวัสดุเพื่อเป็นแนวทางในการควบคุมวัสดุให้ได้ สมบัติตามที่ต้องการ

## บทที่ 2

### ความรู้พื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 สมบัติทางไดอิเล็กทริก (Dielectric properties)

วัสดุไดอิเล็กทริกคือวัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้า (Insulator or Dielectric) ไม่มีประจุไฟฟ้าอิสระ อิเล็กตรอนถูกยึดอย่างแข็งแรงกับโปรตอนด้วยพันธะโคเวเลนต์ อิเล็กตรอนที่มีน้ำหนักมวลเบากว่าโปรตอนจะเกิดการเลื่อนตำแหน่งเพียงเล็กน้อยหันทิศสวนทางกับสนามไฟฟ้าที่ให้ ทำให้เกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่าการโพลาไรเซชันหรือการแยกขั้วทางไฟฟ้า (Electric polarization) ที่ส่งผลต่อการเกิดโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole moment) ขึ้นในโมเลกุลของวัสดุ ดังรูปที่ 2.1 วัสดุไดอิเล็กทริกทำหน้าที่เป็นตัวกลางเก็บประจุในวงจรไฟฟ้าเมื่อได้รับสนามไฟฟ้า [1]



รูปที่ 2.1: ขั้วคู่ไฟฟ้าในสนามไฟฟ้า [2]

ตัวเก็บประจุสารไดอิเล็กทริกใด ๆ ที่ถูกกั้นด้วยแผ่นโลหะสองแผ่น เมื่ออยู่ภายใต้สนามไฟฟ้าสามารถทำให้ตัวเก็บประจุมีความจุแตกต่างกันตามชนิดของฉนวนหรือสารไดอิเล็กทริก ขึ้นอยู่กับสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative Permittivity) หรือค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant) ที่ต่างกัน

##### 2.1.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าแทนเจนต์การสูญเสีย (Relative Permittivity and Loss Tangent)

ค่าความจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นมีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าที่ไดอิเล็กทริกหรือสภาพยอมสัมพัทธ์ ดังสมการ (2.1)

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (2.1)$$

โดยที่  $\epsilon^*$  = ค่าสภาพยอมเชิงซ้อน (Complex relative permittivity)

$\epsilon'$  = ค่าสภาพยอมส่วนจริง (Real)

$\epsilon''$  = ค่าสภาพยอมส่วนจินตภาพ (Imaginary)

ค่าสภาพยอมส่วนจริง ( $\epsilon'$ ) คือความสามารถในการเก็บพลังงาน และค่าสภาพยอมส่วนจินตภาพ ( $\epsilon''$ ) คือการสูญเสียพลังงานของวัสดุแก่สนามไฟฟ้าที่ให้ไป ซึ่งค่าสภาพยอมเชิงซ้อน ( $\epsilon^*$ ) มีค่าเท่ากับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative Permittivity,  $\epsilon_r$ ) คูณกับค่าสภาพยอมสุญญากาศ (Permittivity in free space,  $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12}$  ฟารัด/เมตร) โดยที่ ( $\epsilon$ ) คือสภาพยอมของสาร ดังสมการที่ (2.2) และสมการที่ (2.3)

$$\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r \quad (2.2)$$

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0}$$

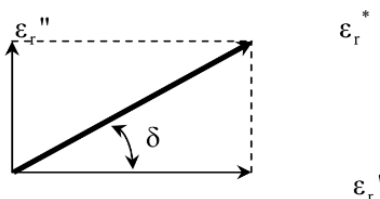
$$\epsilon_r = \frac{\epsilon^*}{\epsilon_0} = \left( \frac{\epsilon'}{\epsilon_0} \right) - j \left( \frac{\epsilon''}{\epsilon_0} \right)$$

$$\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j \epsilon_r'' \quad (2.3)$$

โดยที่ค่าสภาพยอมเชิงซ้อนหรือค่าคงตัวไดอิเล็กทริกเชิงซ้อน (Complex Dielectric Constant,  $\epsilon_r^*$ ) ประกอบด้วยค่าสภาพยอมส่วนจริงหรือค่าคงที่ไดอิเล็กทริกส่วนจริง (Dielectric Constant,  $\epsilon_r'$ ) แสดงถึงพลังงานที่ถูกเก็บไว้จากสนามไฟฟ้าภายนอก และค่าสภาพยอมส่วนจินตภาพหรือค่าตัวประกอบการสูญเสียของไดอิเล็กทริก (Dielectric Loss Factor,  $\epsilon_r''$ ) แสดงถึงพลังงานที่สูญเสียให้กับสนามไฟฟ้าภายนอก ค่าแทนเจนต์การสูญเสีย (Loss Tangent:  $\tan \delta$ ) หรือมุมการสูญเสีย (Loss angle) หรือเรียกว่า ตัวประกอบการกระจาย (Dissipation factor) คืออัตราส่วนระหว่างพลังงานที่สูญเสียต่อพลังงานที่เก็บไว้ เพื่อสะสมประจุ ดังสมการที่ (2.4)

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (2.4)$$

โดยที่  $\delta$  คือมุมระหว่าง  $\epsilon_r^*$  กับ  $\epsilon_r'$  ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2: แผนผังเวกเตอร์ของค่าแทนเจนต์การสูญเสีย

ในทางปฏิบัติค่าคงที่ไดอิเล็กทริก มีความสัมพันธ์กับค่าความจุไฟฟ้า ดังสมการที่ 2.5 [3, 4]

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (2.5)$$



- โดยที่  $\epsilon_r$  คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ไม่มีหน่วย
- $\epsilon_0$  คือ ค่าสภาพยอมสุญญากาศ เป็นค่าคงที่  $8.854 \times 10^{-12}$  มีหน่วยคือ ฟารัด/เมตร
- $C$  คือ ค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยคือ ฟารัด
- $t$  คือ ความหนาของวัสดุตัวอย่าง มีหน่วยคือ เมตร
- $A$  คือ พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าตั้งฉากสนามไฟฟ้า มีหน่วยคือ ตารางเมตร

## 2.2 วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric materials)

วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นกลุ่มหนึ่งของผลึกเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric crystals) ที่จุดศูนย์กลางไม่สมมาตรกับโครงสร้างผลึก ลักษณะสำคัญของเฟอร์โรอิเล็กทริกคือ ทิศของโมเมนต์ขั้วคู่ด้านหนึ่งมีขนาดมากกว่าโมเมนต์ขั้วคู่ทิศตรงข้าม สามารถเกิดโพลาริเซชันได้เองโดยไม่ถูกเหนี่ยวนำจากสนามไฟฟ้าภายนอกหรือไม่ต้องได้รับแรงกลก่อน และมีความสามารถในการกลับทิศของโพลาริเซชันหรือสลับขั้ว (Switching) โดยให้สนามไฟฟ้าภายนอกที่เหมาะสม พฤติกรรมของเฟอร์โรอิเล็กทริกเมื่อสนามไฟฟ้าภายนอกมีค่าเป็นศูนย์ ทิศของโมเมนต์ขั้วคู่จะไม่หักล้างกันหมด ยังคงการตกค้างหรือรีมาเนนท์โพลาริเซชัน (Remanent polarization,  $P_R$ ) ภายในผลึกอยู่ การเปลี่ยนแปลงปริมาณโพลาริเซชันเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงเรียกว่าปรากฏการณ์ไพโรอิเล็กทริก (Pyroelectric effect) สามารถอธิบาย ดังสมการที่ 2.10

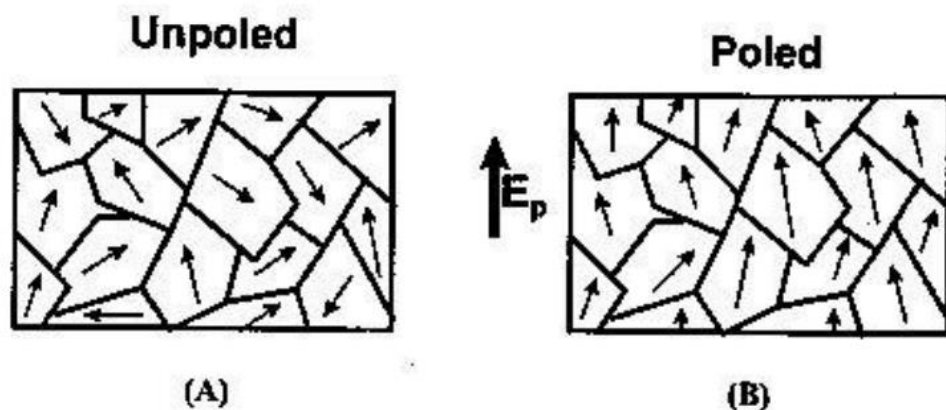
$$\Delta P_s = \pi \Delta T \quad (2.10)$$

โดยที่  $\Delta P_s$  คือ ปริมาณการเกิดโพลาริเซชันที่เปลี่ยนแปลงไป มีหน่วยคือ มิลลิคูลอมบ์/เซนติเมตร

$\pi$  คือ ค่าสัมประสิทธิ์ไพโรอิเล็กทริก (Pyroelectric coefficient)

$\Delta T$  คือ อุณหภูมิของผลึกที่เปลี่ยนแปลงไป มีหน่วยคือ องศาเซลเซียส

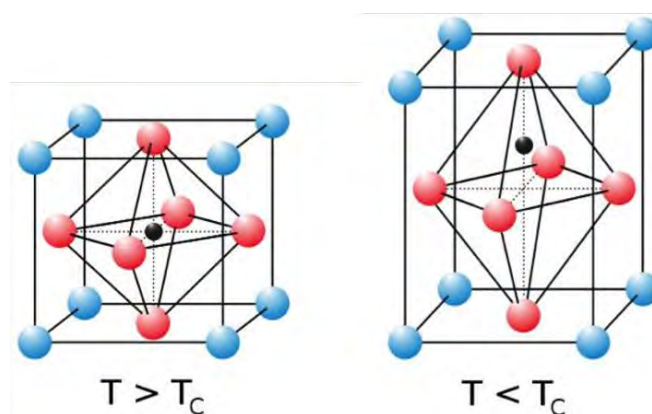
หากพิจารณาผลึกของวัสดุขนาดเล็กที่มีทิศทางของขั้วไฟฟ้าต่างกันและเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ ส่งผลให้วัสดุไม่สามารถแสดงสมบัติและวัดค่าเพียโซอิเล็กทริกได้ แต่เมื่อเพิ่มสนามไฟฟ้าเข้าไปขั้วภายในผลึกจะถูกสร้างขึ้นทำให้เกิดโพลาริเซชันหรือขั้วไฟฟ้าภายในเกรนในทิศทางใกล้เคียงกันหรือทิศทางเดียวกับทิศของสนามไฟฟ้าที่ถูกเพิ่มเข้าไป ดังรูปที่ 2.3 เพื่อเพิ่มสมบัติการเป็นเพียโซอิเล็กทริกและสมบัติทางไฟฟ้า [5, 6]



รูปที่ 2.3: การจัดเรียงขั้วไฟฟ้าภายในเนื้อสารก่อนเพิ่มสนามไฟฟ้า (A) และหลังเพิ่มสนามไฟฟ้า (B) [7]

### 2.2.1 อุณหภูมิคูรีและการเปลี่ยนเฟส (Curie temperature and phase transition)

การเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมเฟอร์โรอิเล็กทริกสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึก โดยขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิเรียกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟส (Phase transition temperature) หากวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกได้รับอุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคูรี (Curie Temperature,  $T_c$ ) ของวัสดุนั้น จะกลายสภาพเป็นพาราอิเล็กทริกที่มีผลึกรูปทรงสมมาตรตรงกับจุดศูนย์กลางของโครงสร้างหรือเรียกว่าคิวบิกพาราอิเล็กทริก ส่งผลให้วัสดุนั้นไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตัวเองได้ เมื่อลดอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิคูรีวัสดุนั้นเกิดการเปลี่ยนสภาพจากพาราอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกดั้งเดิม ทำให้ที่ตำแหน่งศูนย์กลางเคลื่อนออกจากจุดศูนย์กลางโครงสร้าง ดังรูปที่ 2.4 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity) ของเฟอร์โรอิเล็กทริกปกติเป็นพีคแหลมก็ต่อเมื่ออุณหภูมิคูรีมีค่าสูงสุดโดยไม่ขึ้นกับความถี่ [5, 8]

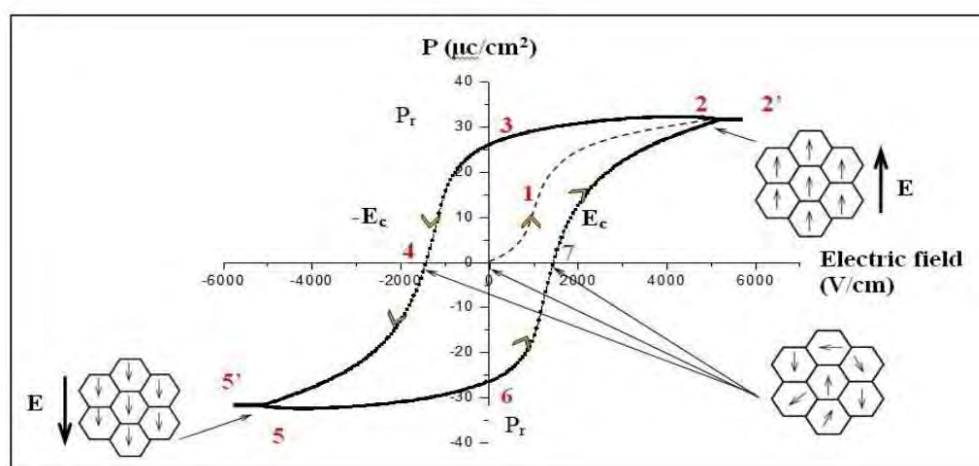


รูปที่ 2.4: การเปลี่ยนแปลงสภาพพาราอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิสูงหรือต่ำกว่า  $T_c$  [9]

### 2.2.2 เฟอร์โรอิเล็กทริกปกติ (Normal ferroelectric)

ทิศทางของโพลาไรเซชันในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกสามารถเปลี่ยนทิศทางได้ด้วยการให้ความถี่จากสนามไฟฟ้าแก่วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก โมเมนต์ขั้วคู่จะสลับทิศทางตามความถี่ของสนามไฟฟ้า จากความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนทิศทางโพลาไรเซชันและการเพิ่ม-ลดสนามไฟฟ้า (Polarization

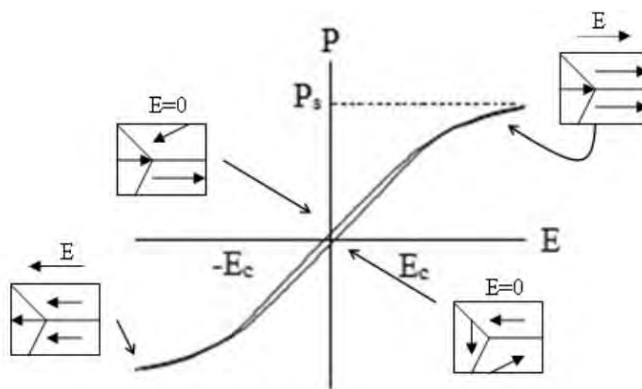
versus field) เริ่มแรกเพิ่มสนามไฟฟ้าเข้าไปจะเกิดการโพลาไรเซชันเพิ่มขึ้นโมเมนต์ขั้วคู่ภายในเกรนจัดเรียงตัวอย่างรวดเร็วจนถึงจุดอิ่มตัว (Saturation polarization) คือจุดที่ 2 เป็นค่าการเกิดโพลาไรเซชันมากที่สุด เมื่อลดค่าสนามไฟฟ้าลงจนเป็นศูนย์ ( $E = 0$ ) โมเมนต์ขั้วคู่บางส่วนจะกลับสู่ทิศทางเดิมแต่ยังโพลาไรเซชันคงเหลือหรือรีมานนท์โพลาไรเซชันอยู่ (Remanent polarization,  $P_R$ ) จุดที่ 3 หากต้องการให้โพลาไรเซชันเป็นศูนย์หรือโมเมนต์ขั้วคู่เกิดการหักล้างกันหมดให้เพิ่มสนามไฟฟ้าย้อนกลับทางเดิม ( $-E =$  ค่าสนามลบข้างโพลาไรเซชัน) คือจุดที่ 4 เรียกจุดนี้ว่าสนามโคเออร์ซีฟ (Coercive field,  $E_C$ ) หากเพิ่มสนามไฟฟ้าในทิศลบสูงขึ้นจนโมเมนต์ขั้วคู่ภายในเกรนจัดเรียงตัวขนานกันในทิศตรงข้ามกับจุดที่ 2 คือจุดที่ 5 หากไม่ให้เกิดกระแสไฟฟ้าปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาไรเซชันลดลงไปถึงจุดที่ 6 จากนั้นให้กระแสไฟฟ้าในทิศบวกการเกิดโพลาไรเซชันจะกลับสู่ศูนย์จุดที่ 7 และเพิ่มกระแสไฟฟ้าไปจุดอิ่มตัวที่ 2 ในที่สุดทำให้เกิดวงรอบของฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) ดังรูปที่ 2.5 [6]



รูปที่ 2.5: วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก [10]

### 2.2.3 รีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Relaxor ferroelectric)

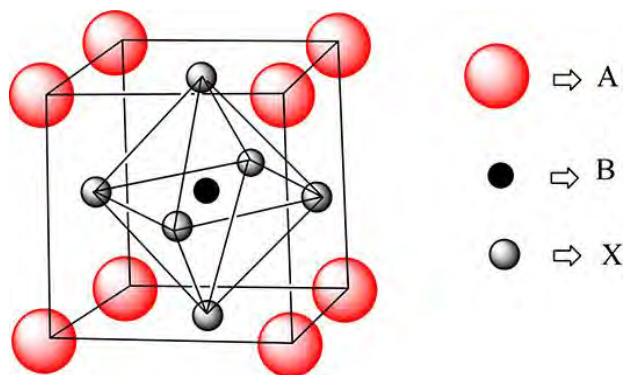
วงรอบฮิสเทอรีซิสของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นวงรอบฮิสเทอรีซิสที่แคบ ดังรูปที่ 2.6 ซึ่งต่างจากวงรอบฮิสเทอรีซิสของเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นวงรอบฮิสเทอรีซิสที่กว้างกว่า โดยค่ารีมานนท์โพลาไรเซชัน ( $P_R$ ) และค่าสนามไฟฟ้าบังคับ ( $E_C$ ) ของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกมีค่าน้อยกว่าเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติการสลับเปลี่ยนทิศทางของโพลาไรเซชันในวัสดุรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก ใช้วิธีเดียวกับการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างการโพลาไรเซชันและสนามไฟฟ้า (Polarization versus field) ของเฟอร์โรอิเล็กทริกข้างต้น [8]



รูปที่ 2.6: ลักษณะวงรอบฮิสเทอรีซิสของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก [5]

### 2.3 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure)

เพอโรฟสไกต์เป็นโครงสร้างผลึกกลุ่มใหญ่ที่มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก มีสูตรโครงสร้างคือ  $ABO_3$  การจัดเรียงตัวแบบ Cubic closed packed ตำแหน่ง A คือไอออนบวกมีรัศมีไอออนขนาดใหญ่ที่สุด ตั้งอยู่บนมุมโครงสร้าง 8 มุม ตำแหน่ง B คือ ไอออนบวกมีรัศมีไอออนขนาดเล็กที่สุด ตั้งอยู่ใจกลางของรูปทรงแปดหน้าหรือออกตะฮีดรอล (Octahedral) ตำแหน่ง O คือ ออกซิเจนที่ตั้งอยู่บนหน้าโครงสร้างหรือกลางผิวหน้า (Face center) ของด้านรูปทรง Cubic ทั้ง 6 ด้าน ดังรูปที่ 2.7 ตัวอย่างสารประกอบ ได้แก่  $BaTiO_3$ ,  $SrTiO_3$ ,  $LiNbO_3$  และ  $KNbO_3$  เป็นต้น



รูปที่ 2.7: โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ ( $ABO_3$ ) [12]

เนื่องจากโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ส่วนใหญ่เป็นสารประกอบที่มีสูตรเคมี  $A^{2+} B^{4+} O^{2-}_3$  หรือ  $A^{1+} B^{5+} O^{2-}_3$  ซึ่งสารประกอบเพอโรฟสไกต์ชนิดต่าง ๆ มีค่ารัศมีไอออนิกของไอออน A และ B ต่างกัน ความเสถียรของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ถูกวิเคราะห์ด้วยค่าทอรานซ์แฟกเตอร์ (Tolerance factor,  $t$ ) โดยอ้างถึงโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติที่ช่องว่างของไอออนบวก A และ B ต้องมีขนาดพอดีกับกับออกซิเจน ซึ่งสามารถหาได้จากดังสมการ (2.11)

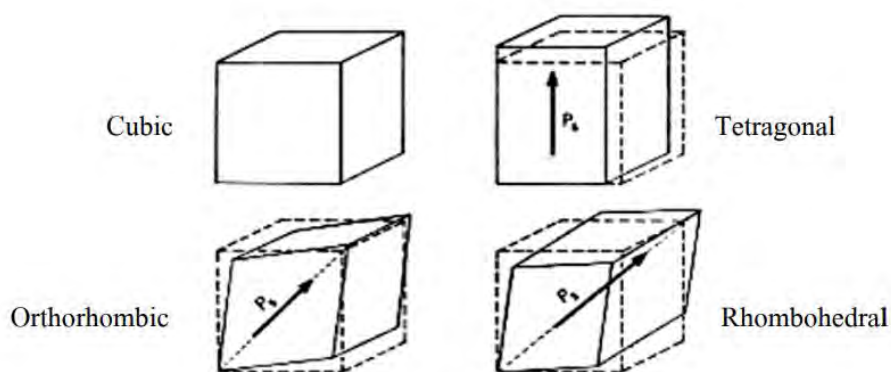
$$t = \frac{r_A + r_O}{\sqrt{2}(r_B + r_O)} \quad (2.11)$$

โดยที่  $r_A, r_B, r_O$  คือ รัศมีไอออนของไอออน A, B และออกซิเจน ตามลำดับ

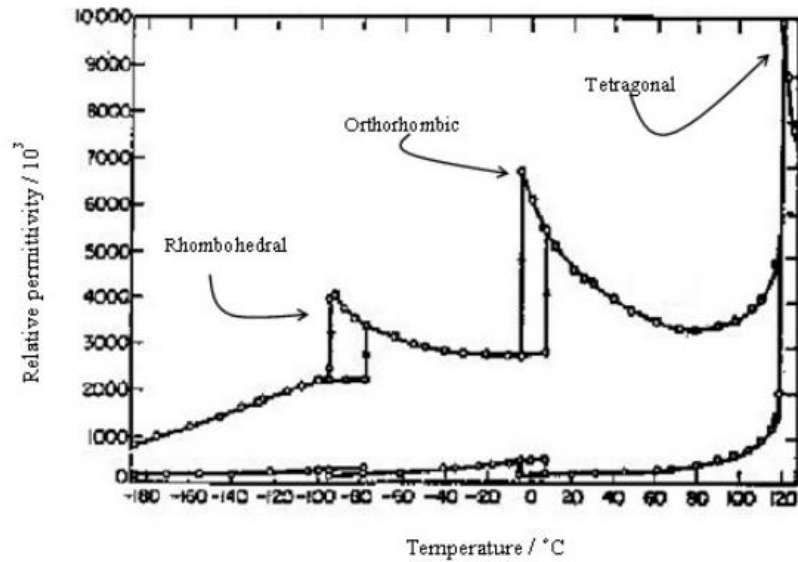
เมื่อค่าทอราแรนซ์แฟคเตอร์หรือค่า  $t$  อยู่ในช่วง  $0.95 < t < 1.06$  แสดงว่าโครงสร้างเพอโรฟสไกต์อยู่ในภาวะเสถียร โดยถ้า  $t$  มีค่าเท่ากับ 1 แสดงว่ามีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติ (Perfect perovskite) ถ้าค่า  $t$  มีค่ามากกว่า 1 จะมีที่ว่างขนาดใหญ่เกินไปสำหรับไอออน B เกิดช่องว่างให้ไอออน B เคลื่อนที่ได้ภายในทรงแปดหน้า [6, 11]

#### 2.4 แบเรียมไททานेट ( $\text{BaTiO}_3$ )

แบเรียมไททานेट (Barium titanate) เป็นสารประกอบที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางซึ่งมีสมบัติไดอิเล็กทริกและเป็นวัสดุเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) แบเรียมไททานेटมีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite) มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ขึ้นกับอุณหภูมิ โดยโครงสร้างของสาร  $\text{BaTiO}_3$  ที่อุณหภูมิสูงกว่า 120 องศาเซลเซียส หรือสูงกว่าอุณหภูมิคูรีของตัวเอง แบเรียมไททานेटคงสภาพเป็นพาราอิเล็กทริกมีโครงสร้างเป็นคิวบิก (Cubic) ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 120 องศาเซลเซียส ส่งผลให้โครงสร้างแปรสภาพเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเทตระโกนัล (Tetragonal) ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 5 องศาเซลเซียส โครงสร้างเปลี่ยนเป็นออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) และที่อุณหภูมิต่ำกว่า -80 องศาเซลเซียส โครงสร้างเปลี่ยนเป็นรอมโบฮีดรัล (Rhombohedral) ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.8 ซึ่งการเปลี่ยนโครงสร้างของแบเรียมไททานेट ตามอุณหภูมิดังกล่าวมีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity) ดังรูปที่ 2.9 [11]



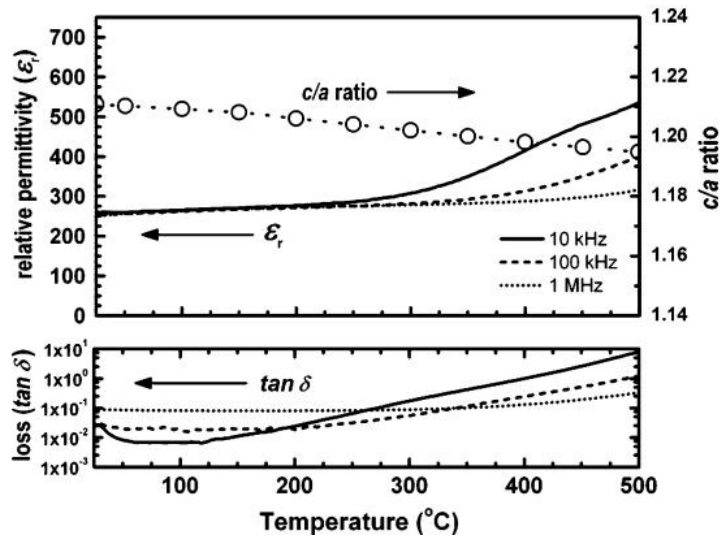
รูปที่ 2.8: แสดงการเปลี่ยนแปลงผลึกแบเรียมไททานेट [11]



รูปที่ 2.9: แสดงกราฟโครงสร้างผลึกต่าง ๆ ต่ออุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไปของแบเรียมไททาเนต [5]

## 2.5 บิสมัทซิงค์ไททาเนต ( $\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ )

บิสมัทซิงค์ไททาเนตได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในการประยุกต์ใช้กับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ไร้สารตะกั่วเนื่องจากอุณหภูมิคูรีอยู่ในอุณหภูมิที่สูง โครงสร้างของบิสมัทซิงค์ไททาเนตเป็นโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ที่ผิดปกติ ( $\text{ABO}_3$ ) โดย Bi อยู่ที่ตำแหน่ง A และ  $\text{ZnTi}$  อยู่ที่ตำแหน่ง ( $\text{B}'\text{B}''$ ) $\text{O}_3$  เป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างเทตระโกนัลด้วยอัตราส่วน  $c/a$  ขนาดที่ใหญ่คือ 1.21 ซึ่งวัสดุเซรามิกบิสมัทซิงค์ไททาเนตที่มีความบริสุทธิ์สามารถเกิดขึ้นได้ภายใต้แรงดันสูงเท่านั้น ภายใต้อุณหภูมิสูงเกินอุณหภูมิคูรีที่ 550 องศาเซลเซียส บิสมัทซิงค์ไททาเนตเกิดการเปลี่ยนสมบัติจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริก กราฟการวัดอุณหภูมิของตัวค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าแทนเจนต์การสูญเสียของบิสมัทซิงค์ไททาเนต ดังรูปที่ 2.10 การลดลงของค่าแทนเจนต์การสูญเสียสามารถเชื่อมโยงกับค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ลดลงเนื่องจากไม่มีการเปิด shell cations ของ B site เมื่อแบเรียมไททาเนตถูกเจือด้วยบิสมัทซิงค์ไททาเนต โครงสร้างเทตระโกนัลเปลี่ยนเป็นซูโดคิวบิกและเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กทริกจากเฟอร์โรอิเล็กทริกปกติเป็นพฤติกรรมแบบบริแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Relaxor ferroelectric) [13, 14]



รูปที่ 2.10: แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของสมบัติไดอิเล็กทริกของฟิล์มบางซีทาทาเนต [13]

## 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการที่แบเรียมไททาเนต ( $\text{BaTiO}_3$ ) เป็นสารที่มีสมบัติทางเพียโซอิเล็กทริกและแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ทำให้มีการนำแบเรียมไททาเนตไปประยุกต์ใช้งานทางด้านอุตสาหกรรมไฟฟ้าต่าง ๆ เช่น นำมาทำเป็นตัวเก็บประจุ ซึ่งตัวเก็บประจุเป็นหนึ่งในอุปกรณ์ที่มีบทบาทสำคัญต่อวงจรอิเล็กทรอนิกส์ในปัจจุบัน นักวิทยาศาสตร์หลายท่านจึงให้ความสนใจทำการศึกษาหลักการและวิธีการเตรียมแบเรียมไททาเนตจากสารตั้งต้นและวิธีการเตรียมที่แตกต่างกัน

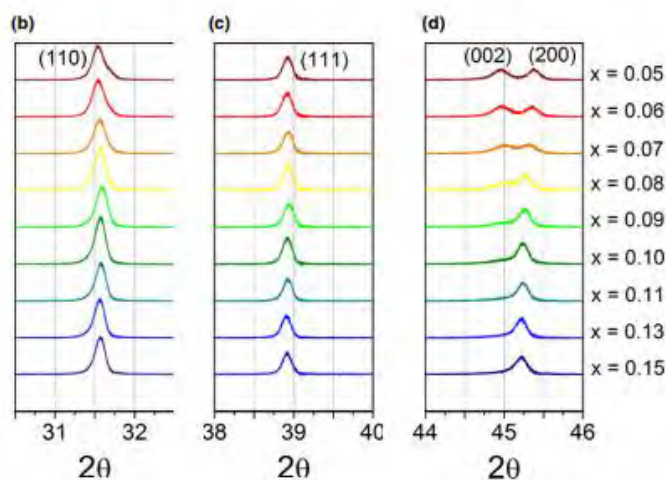
### 2.6.1 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกด้วยอัตราส่วนโดยโมลแตกต่างกันใน

#### สารละลายปฏิกิริยาของแข็ง

งานวิจัยของ Triamnak และคณะ ศึกษาเงื่อนไขการเพิ่มอัตราส่วนของสารประกอบบิสมาท-ซีทาทาเนต ( $\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ ) ในสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  (BT-BZT) โดยที่  $x = 0.00-0.15$  ที่มีผลต่อสมบัติไดอิเล็กทริก ทำการสังเคราะห์ BT-BZT จากวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-State reaction) ตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) ตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกที่ความถี่ 25–250 กิโลเฮิรท์ซ จากนั้นนำตัวอย่างชิ้นงานเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส วัดโพลาริเซชันฮิสเทอรีซิส (P-E) ที่ความถี่ 1 เฮิรท์ซ

ผลการทดลองจากการเตรียมเซรามิกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี XRD ที่อุณหภูมิห้องของสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  (BT-BZT) ที่  $x = 0.05-0.15$  พบว่า  $0.00 \leq x \leq 0.08$  เส้นกราฟถูกแยกเป็น 2 Peak ที่  $\{200\}$  คือโครงสร้างเทตระโกนัล และ  $0.08 < x \leq 0.15$

เส้นกราฟมี Peak เดียวคือโครงสร้างซูโดคิวบิกที่สี่เหลี่ยม ดังรูปที่ 2.11 ทำให้ทราบว่าเมื่อสารประกอบ บิสมัทซิงค์ไททาเนตเพิ่มขึ้น โครงสร้างผลึกของแบเรียมไททาเนตจะเปลี่ยนไป



รูปที่ 2.11: รูปการเลี้ยวเบนของรังสี XRD ของสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  [14]

การวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของแบเรียมบิสมัทซิงค์ไททาเนต พบว่าเมื่อเพิ่มบิสมัทซิงค์ไททาเนตจำนวนเล็กน้อยทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลงอย่างมากตามความเข้มข้นของบิสมัทซิงค์ไททาเนตที่เพิ่มขึ้น การวัดโพลาไรเซชันฮิสเทรีซิสที่อุณหภูมิห้องของแบเรียมบิสมัทซิงค์ไททาเนต พบว่าค่าโพลาไรเซชันที่เหลืออยู่ ( $P_r$ ) และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ( $E_c$ ) มีค่าลดลง ซึ่งรูปร่างลูปฮิสเทรีซิสของเฟอร์โรอิเล็กทริกปกติที่รีเวียเปลี่ยนแปลงเป็นลูปเล็กแหลมตามความเข้มข้นของบิสมัทซิงค์ไททาเนตที่เพิ่มขึ้นเริ่มจาก  $x = 0.08$  รูปร่างที่เปลี่ยนไปนี้บ่งบอกถึงพฤติกรรมของโพลาไรเซชันฮิสเทรีซิสมีแนวโน้มเปลี่ยนเป็นเฟสรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก [14]

จากการวิเคราะห์ข้างต้นพบว่าการเปลี่ยนแปลงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกปกติเป็นรีแลกเซอร์-เฟอร์โรอิเล็กทริกของแบเรียมบิสมัทซิงค์ไททาเนตช่วยชี้แนะงานในอนาคตที่ต้องการใช้ประโยชน์จากวัสดุเหล่านี้ที่มีคุณสมบัติเป็นฉนวนสำหรับการใช้งานพลังงานสูงและอุณหภูมิสูง

งานวิจัยของ Huang และ Cann ศึกษาเงื่อนไขการเพิ่มสัดส่วนของสารประกอบแบเรียมไททาเนต  $x\text{BaTiO}_3$  ในสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3-x\text{BaTiO}_3$  (BZT-BT) โดยที่  $x = 0.06-1$  ที่มีผลต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) พบว่า  $1 \leq x \leq 0.95$  โครงสร้างผลึกคงสภาพเป็นเทตระโกนัล และ  $0.8 \leq x \leq 0.66$  โครงสร้างผลึกคงสภาพเป็นซูโดคิวบิกหรือรอมโบฮีดรัล ตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของสารประกอบเชิงซ้อนดังกล่าว พบว่าแบเรียมไททาเนตที่บริสุทธิ์โดยปกติมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่  $-90$ ,  $0$  และ  $130$  องศาเซลเซียสตามลำดับ การเพิ่มบิสมัทซิงค์ไททาเนต BZT เพียง 5% ยอดพีคที่ควรมีที่  $0$  และ  $-90$  องศาเซลเซียส กลับไม่มี โครงสร้างผลึกเทตระ-



โกนัลจากการลดการเจือแบเรียมไททานเตในบิสมัซซิงค์ไททานเตที่  $1 \leq x \leq 0.95$  ทำให้อุณหภูมิที่หาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดลดลง และโครงสร้างผลึกอโรโมโบฮีดรัลที่  $0.8 \leq x \leq 0.66$  มีอุณหภูมิที่หาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเพิ่มขึ้นถึง 160 องศาเซลเซียส เทียบกับแบเรียมไททานเตที่บริสุทธิ์ 120 องศาเซลเซียส ตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกจากรอบวงฮิสเทอริซิส พบว่ามีค่าริมาเนนทีโพลารไรเซชัน ( $P_R$ ) และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ( $E_C$ ) สูงสุดที่ 0.05BZT-0.95BT เมื่อเทียบกับแบเรียมไททานเตที่บริสุทธิ์ รอบวงฮิสเทอริซิสจะเล็กเรียวลงเรื่อยๆเมื่อลดการเจือแบเรียมไททานเต [15]

งานวิจัยของ Huang และคณะ ทำการศึกษาสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิกแบเรียมไททานเตที่เจือด้วยบิสมัซซิงค์ไททานเตด้วยสารละลายปฏิกิริยาของแข็งอัตราส่วนโดยโมล 0.08 ทำการตรวจสอบอุณหภูมิที่แปรผันตรงกับค่าโพลารไรเซชันของเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิ 25-200 องศาเซลเซียส ทำการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกแบเรียมบิสมัซซิงค์ไททานเตที่ความถี่ 0.1, 1, 10, 100 และ 1000 กิโลเฮิรท์ซ์ พบว่าสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกเปลี่ยนเป็นพาราอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรี 25 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและความถี่ งานวิจัยเรื่องนี้วิเคราะห์ได้ว่าลดอุณหภูมิศึกษาน้อยกว่า 20 องศาเซลเซียส เพื่อตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจากสมบัติรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก [16]

งานวิจัยของ Bootchanont และคณะ ทำการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของวัสดุรีแลกเซอร์-เฟอร์โรอิเล็กทริกสารประกอบเชิงซ้อนแบเรียมบิสมัซซิงค์ไททานเต  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ถูกเตรียมด้วยสารละลายปฏิกิริยาของแข็งที่อัตราส่วนโดยโมล  $x = 0.05-0.13$  ทำการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิ 150-450 เคลวิน ที่ความถี่ 100 เฮิรท์ซ์, 1, 10, 100 และ 500 กิโลเฮิรท์ซ์ พบว่าที่  $x = 0.08$  มีอุณหภูมิคูรีเท่ากับ 94.62 เคลวิน อุณหภูมิที่หาค่าไดอิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 319 เคลวิน ค่า Relaxor degree ( $\gamma$ ) เท่ากับ 1.59 และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ( $\delta$ ) เท่ากับ 115.69 ตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกจากรอบวงฮิสเทอริซิสพบว่า วงรอบฮิสเทอริซิสเริ่มแคบลง ค่าริมาเนนทีโพลารไรเซชัน ( $P_R$ ) และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ( $E_C$ ) ลดลงเมื่อเพิ่มการเจือบิสมัซซิงค์ไททานเต สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของสารประกอบดังกล่าวเริ่มเปลี่ยนไปเป็นรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกที่  $x \geq 0.08$  [17]

สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่เปลี่ยนไปเป็นรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกมักเกิดขึ้นได้จากการเจือสารบางอย่างเข้าไปในสารหลัก ซึ่งวัสดุที่มีสมบัติรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกสามารถเปลี่ยนแปลงเป็นสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกได้เช่นกัน อย่างงานวิจัยของ Patterson และ Cann ศึกษาสมบัติรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกที่เปลี่ยนแปลงเป็นสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของสารละลายปฏิกิริยาของแข็ง

$(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3\text{-Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ที่อัตราส่วนโดยโมล 2-8% BZT ทำการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกที่ขึ้นกับอุณหภูมิเป็นตัว อุณหภูมิที่ให้ค่าไดอิเล็กทริกสูงสุดอยู่ในช่วง 333-345 องศาเซลเซียส

ที่ความเข้มข้นต่ำวัสดุสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยค่ารีมานนท์โพลาริเซชัน ( $P_R$ ) ประมาณ 35 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ความเข้มข้น BZT เพิ่มขึ้น รอบวงฮิสเทอริซิสมีแนวโน้มมีพฤติกรรมแบบบรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก ค่ารีมานนท์โพลาริเซชัน ( $P_R$ ) และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ( $E_C$ ) ลดลง การเพิ่มอุณหภูมิส่งผลต่อรอบวงฮิสเทอริซิส ทำให้ค่ารีมานนท์โพลาริเซชันลดลงและเริ่มปรากฏลักษณะวงคู่ อุณหภูมิที่ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดของวงฮิสเทอริซิสนี้แสดงให้เห็นว่าพฤติกรรมแบบบรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกเปลี่ยนเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติในวัสดุ [18]

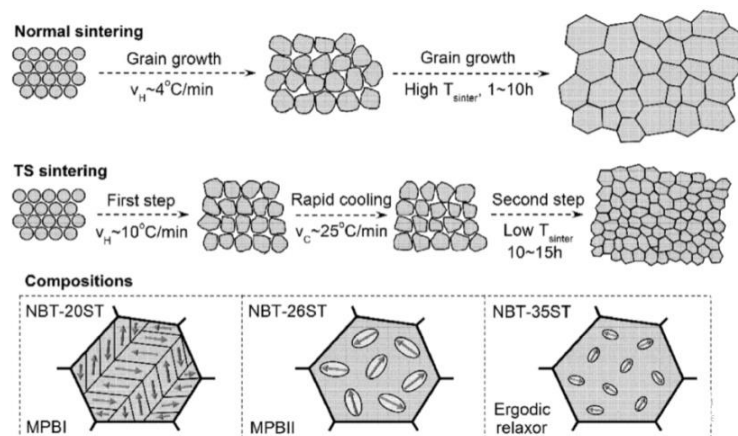
### 2.6.2 การศึกษาขนาดเกรนที่ส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก $\text{BaTiO}_3$

Zhao และคณะ ศึกษาผลกระทบของขนาดที่มีต่อการบิดเบือนเทอร์โกนัล, การเปลี่ยนแปลงเฟสและความหนาแน่นของสมบัติไดอิเล็กทริกเซรามิกแบบเรียวไททาเนตที่มีขนาดเกรน 50-1200 นาโนเมตร เพื่อแสดงผลกระทบของขนาดภายในที่มีต่อพฤติกรรมเฟอร์โรอิเล็กทริกของผลึกนาโนแบบเรียวไททาเนตจำนวนมาก งานวิจัยนี้จึงเตรียมตัวอย่างสารที่มีความหนาแน่นสูง เนื่องจากความพรุนตัวสามารถส่งผลกระทบอย่างมีนัยสำคัญต่อโครงสร้างและสมบัติไดอิเล็กทริกของผลึกนาโนแบบเรียวไททาเนต จากการตรวจสอบโครงสร้างผลึก, การเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของความหนาแน่น  $\text{BaTiO}_3$  ด้วยขนาดเกรนช่วง 50-1200 นาโนเมตร ที่มีต่อผลกระทบของขนาดเมื่อขนาดเกรนลดลงโครงสร้างผลึกที่อุณหภูมิห้องกลายเป็นโครงสร้างเทอร์โกนัลลดลง และอุณหภูมิคูรี ( $T_C$ ) มีค่าลดลงตามด้วย การเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของความเครียด, การปรับเปลี่ยนของโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นเองตั้งนั้นจึงส่งผลกระทบต่อ การเปลี่ยนเฟสและคุณสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก [19]

### 2.6.3 การศึกษาขนาดเกรนที่ส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของสารละลายปฏิกิริยาของแข็ง

โครงสร้างผลึกและสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบ Polycrystalline ขึ้นอยู่กับขนาดเกรนอย่างมากและนี่คือสิ่งที่เรียกว่า “Grain size effect” เพื่อพัฒนาอุปกรณ์เฟอร์โรอิเล็กทริกต่อไปงานวิจัยจึงให้ความสำคัญในการควบคุมสมบัติทางกายภาพของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการควบคุมโครงสร้างทางจุลภาค Liu และคณะ ศึกษาสมบัติทางกายภาพของขนาดเกรนที่ขึ้นกับความยืดหยุ่นของระบบ  $(\text{Na}_{1/2}\text{Bi}_{1/2})\text{TiO}_3\text{-xSrTiO}_3$  (NBT-xST) ได้แก่ NBT-20ST, -26ST และ -35ST ที่มีโครงสร้างหลายเฟสเนื่องจากมีองค์ประกอบทางเคมีที่เรียบง่ายและมีความคล่องตัวในการแสดงสมบัติทางกายภาพที่แตกต่างกัน

จากสามองค์ประกอบ NBT-20ST (MPBI) มีโดเมนขั้วที่ยาว, NBT-26ST (MPBII) มีขนาดขั้วนาโนใหญ่ (PNRs) และ NBT-35ST มีขั้วแบบไดนามิก เตรียมชิ้นงานอัดเป็นก้อนโดยใช้ Polyvinyl Alcohol 5 wt% เป็นสารเชื่อมประสาน (Binder) จากนั้นทำการเผาไล่ Binder ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส/นาที่ ที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เนื่องจากที่ขอบเกรนควบคุมการเจริญเติบโตของเกรน NBT ได้ในระหว่างการเผาผนึก จึงกำหนดให้มีเกรนขนาดหยาบและละเอียดด้วยการเผาผนึก 2 วิธี กลไกการเจริญเติบโตของเกรนวิธีแรกคือการเผาผนึกปกติตั้งข้างต้นและกลไกการเจริญเติบโตของเกรนวิธีที่สองคือการเผาผนึกแบบสองขั้นตอน เตรียมเม็ดชิ้นงานขนาดไมครอน โดยเริ่มที่อุณหภูมิขั้นตอนแรก ( $T_{\text{sinter1}}$ ) เม็ดชิ้นงานถูกให้ร้อนด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที่อย่างรวดเร็ว Socking เป็นเวลา 1 นาทีและถูกทำให้เย็นลงอย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิขั้นตอนที่สอง ( $T_{\text{sinter2}}$ ) ด้วยอัตราการลดอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส/นาที่ Socking เป็นเวลานาน 10-15 ชั่วโมง ดังรูปที่ 2.12 การสังเคราะห์ NBT-xST มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูง 93-99% ซึ่งค่อนข้างเหมาะสมกับการศึกษาผลกระทบของขนาด



รูปที่ 2.12: กลไกการเจริญเติบโตของเกรนของการเผาผนึกปกติและแบบสองขั้นตอน [20]

ตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พร้อมกล้องจุลทรรศน์เอ็กซ์เรย์แบบกระจายพลังงาน (EDS) ตรวจสอบขนาดเกรนเฉลี่ยด้วยวิธี Linear-Intercept ที่ตรวจได้มากกว่า 150 เกรน ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ตรวจสอบโครงสร้างโดเมนและสเปกตรัม Local poling ด้วยกล้องจุลทรรศน์ Piezoresponse Force

จากการตรวจสอบขนาดเกรน 0.4–4.3 ไมครอนเมตร ที่เตรียมโดยวิธีการเผาผนึกปกติและเผาผนึกสองขั้นตอนของ NBT-20ST, -26ST และ -35ST พบว่าเกรนที่มีขนาดใหญ่สามารถรับค่า piezoelectric  $d_{33}$  และ  $d_{33}^*$  สูงในองค์ประกอบ NBT-20ST และ -26ST อย่างไรก็ตามขนาดเกรนไมครอนสามารถเพิ่ม Relaxor degree อย่างมีนัยสำคัญเนื่องจากความเครียดภายในที่สูงขึ้น งานวิจัย

นี้บ่งบอกได้ว่าสมรรถนะทางไฟฟ้าของเพียโซอิเล็กทริกเซรามิกแบบมัลติฟังก์ชันไร้สารตะกั่วสามารถปรับแต่งได้อย่างมีประสิทธิภาพผ่านการดัดแปลงโครงสร้างทางจุลภาค [20]

งานวิจัย Lin และคณะ ศึกษาขอบเขตโครงสร้างผลึกระหว่างรอมโบอีตรัลและซูโดคิวบิกของสารประกอบเชิงซ้อน  $\text{BiFeO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3-y\text{BaTiO}_3$  ( $\text{BF}-x\text{BZT}-y\text{BT}$ ) และการเจือ Mn จาก  $\text{MnO}_2$  ในสารละลายปฏิกิริยาเชิงแข็งของสารประกอบดังกล่าวที่ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) อัตราส่วนโดยโมลที่ทำให้เกิดโครงสร้างผลึกทั้ง 2 แบบ คือ  $y$  ประมาณ 0.205,  $x = 0.10$  และ  $y$  ประมาณ 0.24,  $x = 0.05$  ตรวจสอบขนาดเกรนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า การเพิ่มการเจือ Mn ใน  $\text{BF}-x\text{BZT}-y\text{BT}$  ทำให้มีขนาดเกรนใหญ่ขึ้น เช่น  $\text{BF}69.6-\text{BZT}1.4-\text{BT}29$  มีขนาดเกรนเฉลี่ย 1.5 ไมโครเมตร เทียบกับ  $\text{BF}69.6-\text{BZT}1.4-\text{BT}29 + 0.26 \text{ wt\% MnO}_2$  มีขนาดเกรนเฉลี่ย 3.6 ไมโครเมตร ตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกเมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิก BF-BT พบว่าทั้งการเพิ่ม BZT เป็นสารที่สามและการเจือ Mn สามารถลดค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก BF-BZT-BT เพียโซอิเล็กทริก และพบว่าสมบัติเพียโซอิเล็กทริกและสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกขึ้นอยู่กับปริมาณการเพิ่มสาร BZT มีค่าเพียโซอิเล็กทริกสูงสุดที่เกิดขึ้นเองที่  $d_{33} \geq 145$  พิโกคูอมป์/นิวตัน จากการเจือ Mn ในสารประกอบเชิงซ้อน  $\text{BF}-x\text{BZT}-y\text{BT}$  ที่  $0.01 < x < 0.05$  และ  $0.27 \leq y \leq 0.31$  เซรามิกมีเกรนขนาดหยาบจากการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง ผลของความเค้นภายในที่ตกค้างมากกว่าผลจากขั้วไฟฟ้าที่บกพร่องเป็นกลไกพื้นฐานที่มีศักยภาพมากที่สุดที่จะเข้าใจการสลับขั้วของเพอร์โรอิเล็กทริกและการเกิดค่าเพียโซอิเล็กทริกที่เกิดขึ้นเองต่ำ [21]

#### 2.6.4 การศึกษาผลของอุณหภูมิเผาผนึกที่มีต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของสารละลายปฏิกิริยาของแข็งเซรามิก

รัตนดิพร สำอาง และคณะ ศึกษาการเตรียมแบบสามระบบเซรามิก  $0.70(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3)-0.20(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2}\text{TiO}_3)-0.10(\text{BaZr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80}\text{O}_3)$  ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง นำไปศึกษาผลของอุณหภูมิเผาผนึกที่ส่งผลต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกดังกล่าวที่เตรียมได้ เพื่อปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าให้ดีขึ้นกว่าการเตรียมในแบบหนึ่งระบบหรือสองระบบ ตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) สังเคราะห์ BNTBKT-BZT ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-State reaction) และเผาผนึกชิ้นงาน BNT-BKT-BZT ที่อุณหภูมิเผาผนึกแตกต่างกันคือ 1050-1175 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาทิต ตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

จากการตรวจสอบโครงสร้างผลึกพบว่า BNT และ BZT มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบอีตรัล และ BKT มีโครงสร้างเป็นแบบเทตระโกนัล ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิกด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกที่อุณหภูมิเผาผนึก 1050-1175 องศาเซลเซียส ในงานวิจัยนี้พบว่าเซรามิกมีโครงสร้างรวมกันระหว่างรอมโบอีตรัล และเทตระโกนัล และเมื่ออุณหภูมิเผาผนึกเพิ่มขึ้นโครงสร้างผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเทตระโกนัลมากขึ้น การศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกพบว่าเซรามิกในทุก ๆ ตัวอย่างมีพฤติกรรมแบบบริแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกเนื่องจากพฤติกรรมดังกล่าวขึ้นกับความถี่ โดยได้เพิ่มความถี่จาก 1 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็น 1 เมกะเฮิร์ตซ์ และพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาผนึกจาก 1050 องศาเซลเซียส เป็น 1150 องศาเซลเซียส [22]

งานวิจัยของ จงกล ทองนาม และคณะ ศึกษาผลของอุณหภูมิเผาผนึกที่มีต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าเช่นกัน แต่ทำการศึกษาผลของอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเผาผนึกของเซรามิกแบบเรียมไททาเนต จากการทดลองเผาสารในอัตราการขึ้นลงต่างๆ ตั้งแต่ 10, 15 และ 20 องศาเซลเซียส/นาที่ ที่อุณหภูมิเผาผนึก 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการตรวจสอบความหดตัวในแนวเส้นผ่านศูนย์กลางที่เกิดจากการเคลื่อนตัวเชื่อมติดกันของอนุภาค ในขณะที่เผาผนึกและวัดค่าความหนาแน่นของแบบเรียมไททาเนต พบว่าที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส/นาที่ มีค่าความหดตัวและค่าความหนาแน่นสูงที่สุด และมีค่าลดลงที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 15 และ 10 องศาเซลเซียส/นาที่ ตามลำดับ ตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคพบว่าขนาดของเกรนใหญ่มีแนวโน้มเล็กลงตามอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิที่สูงขึ้น ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส/นาที่ มีขนาดเกรนเล็กที่สุด 24.7 ไมโครเมตร ตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก พบว่าเซรามิกแบบเรียมไททาเนตที่ผ่านการเผาผนึก ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส/นาที่ มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด 9350 ซึ่งเป็นค่าที่มากกว่าอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 15 และ 10 องศาเซลเซียส/นาที่ ตามลำดับ จึงสรุปได้ว่าการมีขนาดเกรนที่เล็ก มีความหนาแน่นสูง และอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิที่สูง ทำให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้น หากขนาดเกรนของเซรามิกยังเล็กต่อไปจนถึงค่าวิกฤติค่าหนึ่ง แบบเรียมไททาเนตไม่สามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกได้ [23]

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงาน

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดของอุปกรณ์, สารเคมี และขั้นตอนการเตรียมแบเรียมไททาเนต ( $\text{BaTiO}_3$ ) ที่ปรับวัสดุด้วยการเติมไอออนของธาตุ  $\text{Bi}^{3+}$  และ  $\text{Zn}^{2+}$  ในเฟสเพอรอฟสไกต์  $\text{ABO}_3$  โดยการเจือที่ตำแหน่ง A คือ  $\text{Bi}^{3+}$  และตำแหน่ง B คือ  $\text{Zn}^{2+}$  จึงได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.08$  ซึ่งจะเริ่มตั้งแต่การเตรียมเซรามิกแบเรียมไททาเนตที่เจือด้วย Bi และ Zn ที่สัดส่วนดังกล่าว และการวัดสมบัติต่าง ๆ

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 บิสมัทออกไซด์ ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
- 3.1.2 แบเรียมคาร์บอเนต ( $\text{BaCO}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
- 3.1.3 ซิงค์ออกไซด์ ( $\text{ZnO}$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
- 3.1.4 ไททาเนียมออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
- 3.1.5 เอทานอล ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ) ความบริสุทธิ์ 95%
- 3.1.6 พอลิไวนิล แอลกอฮอล์ (PVA)

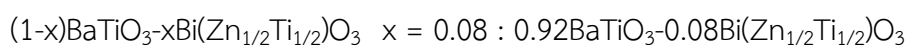
#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 หม้อบดเซอร์โคเนีย (Zirconia Ball Milling)
- 3.2.2 ลูกบดเซอร์โคเนีย (Zirconia)
- 3.2.3 ครกบดสาร
- 3.2.4 ช้อนตักสาร
- 3.2.5 เครื่องชั่งดิจิตอล ความละเอียด 0.0001 กรัม
- 3.2.6 กระดาษชั่งสาร (Weighing Paper)
- 3.2.7 อะลูมิเนียมฟลอยด์ (Aluminium Foil)
- 3.2.8 เครื่องบดความเร็วสูง (Planetary Milling)
- 3.2.9 กระจกเอทานอล
- 3.2.10 เตาอบ
- 3.2.11 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง

- 3.2.12 Hot plate และ Magnetic stirrer
- 3.2.13 Magnetic Bar
- 3.2.14 เครื่องอัดไฮดรอลิกทิศทางเดียว
- 3.2.15 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปเม็ดเซรามิก
- 3.2.16 คีมคีบ (Forceps)
- 3.2.17 ของพลาสติกสำหรับใส่เม็ดเซรามิกที่ผ่านการขึ้นรูปและเผาผนึก
- 3.2.18 ขวดพลาสติกสำหรับใส่สารที่ผ่านการแคลไซน์แล้ว
- 3.2.19 ตะแกรงกรอง
- 3.2.20 ปีกเกอร์ขนาด 100 และ 250 มิลลิลิตร
- 3.2.21 กระดาษทรายเบอร์ 800, 1200 และ 2000
- 3.2.22 ตู้ดูดควัน
- 3.2.23 ถ้วยอะลูมินาสำหรับเผาสาร (Alumina crucible)
- 3.2.24 หลอดหยดสาร (Dropper)
- 3.2.25 เครื่องมือวัดไมโครมิเตอร์ดิจิตอล
- 3.2.26 เครื่องวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาค (Malvern Mastersizer 2000)
- 3.2.27 เครื่องตรวจการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD Bruker AXS Diffractometer D8)
- 3.2.28 เครื่องตรวจสอบสัณฐานวิทยา (SEM JEOL JSM-6480LV)
- 3.2.29 เครื่องวัดสมบัติไดอิเล็กทริก LCR Meter
- 3.2.30 เครื่องวัดวงรอบฮิสเทอรีซิส (Ferroelectric Testing System)

### 3.3 ขั้นตอนการเตรียมผงแบเรียมบิสมาทซิงค์ไททาเนต

การเตรียมสารประกอบ  $\text{BaTiO}_3$  ที่เจือด้วยบิสมาท (Bi) และซิงค์ (Zn) จากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state) ดังต่อไปนี้



3.3.1 คำนวณสารตั้งต้นโดยใช้หลักปริมาณสารสัมพันธ์ที่สัดส่วน  $x = 0.08$  เป็นน้ำหนัก 10 กรัม

3.3.2 ชั่งสารตั้งต้นให้เกินปริมาณน้ำหนักสารที่ใช้จากการคำนวณเล็กน้อย จากนั้นทำให้สารแห้งโดยเข้าเตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิอย่างน้อย 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง

3.3.3 ชั่งสารตั้งต้นให้ตรงกับปริมาณน้ำหนักสารที่ใช้จากการคำนวณคลาดเคลื่อนเพิ่มได้ 0.0005 กรัม

3.3.4 นำสารตั้งต้นที่ชั่งแล้วมาผสมกันในภาชนะที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง (เอทานอล 100 มิลลิลิตร)

3.3.5 บดผสมสารตั้งต้นทั้งหมดโดยใช้หม้อบดเซอร์โคเนีย (Zirconia Ball Milling) และใช้เครื่องบดความเร็วสูง (Planetary Milling) บดสาร โดยใช้ความเร็วรอบ 400 rpm เป็นเวลา 30 นาที

3.3.6 ทำการกวนสารแขวนลอยด้วย Magnetic Bar พร้อมเพิ่มความร้อนจนเอทานอลระเหยเกือบหมด โดยใช้เครื่อง Hot plate และ Magnetic stirrer

3.3.7 ทำให้สารแห้งโดยใช้เตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิอย่างน้อย 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง

3.3.8 นำผง  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ที่ได้ใส่ภาชนะทนไฟอะลูมินา (Alumina crucible) ไปเผาแคลไซน์ (Calcination) ที่ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที

3.3.9 นำสารไปบดให้ละเอียดครั้งด้วยเครื่องบดและเงื่อนไขในการบดเช่นเดิม

3.3.10 ทำให้สารแห้งโดยใช้เตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิอย่างน้อย 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง

3.3.11 นำสารที่เผาแคลไซน์แล้วไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD) และตรวจสอบการวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS)

3.3.12 นำสารใส่ภาชนะทนไฟอะลูมินา (Alumina crucible) ไปเผาแคลไซน์ (Calcination) ที่ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที

3.3.13 นำสารไปบดให้ละเอียดครั้งด้วยเครื่องบดและเงื่อนไขในการบดเช่นเดิม

3.3.14 ทำให้สารแห้งโดยใช้เตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิอย่างน้อย 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง

3.3.15 นำสารที่เผาแคลไซน์แล้วครั้งที่ 2 ไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD) และตรวจสอบการวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS)



### 3.4 ขั้นตอนการอัดเม็ดเซรามิกและการเผาผนึก

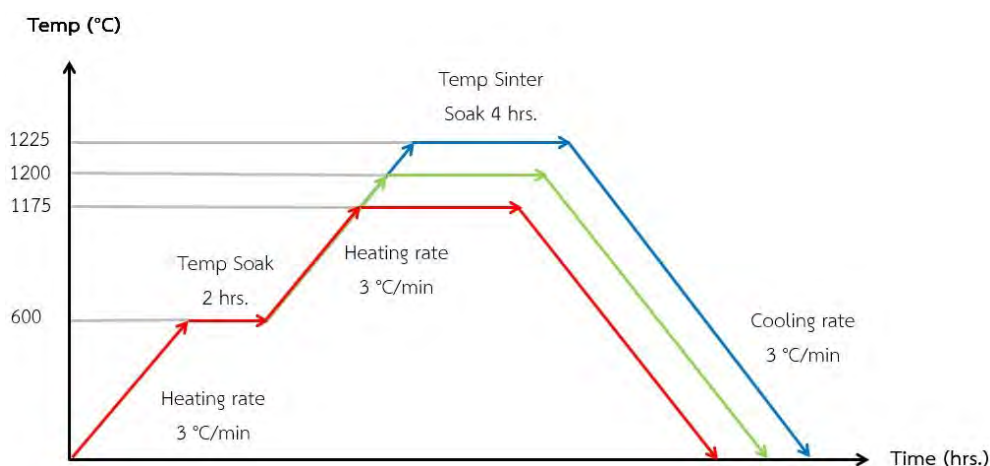
3.4.1 ชั่งน้ำหนักสารที่ผ่านการบดละเอียดแล้ว 0.50 กรัมโดยประมาณ ผสม PVA ความเข้มข้น 2% บดผสมในครกบดสาร

3.4.2 นำไปขึ้นรูปเซรามิกด้วยวิธีการ Uniaxial Pressing (การอัดขึ้นรูปในทิศทางเดียว) โดยใช้แม่พิมพ์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10.30 มิลลิเมตร ด้วยความดันภายใน 60 เมกะปาสคาล อัดขึ้นรูปชิ้นงานค้างไว้ 30 วินาที ชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะกลมแบน คล้ายเม็ดยา

3.4.3 นำชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปแล้วไปเผาให้ PVA ระเหยขั้นแรกที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียส/นาาที ขั้นที่สองเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียสตามลำดับ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียส/นาาที ดังรูปที่ 3.1 ใส่ภาชนะทนไฟอะลูมินา (Alumina crucible) เผาชิ้นงานแต่ละเงื่อนไขอย่างน้อย 5 ชิ้นงาน

3.4.4 วัดขนาดของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปหลังเผาผนึกด้วยไมโครมิเตอร์วัดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 ครั้ง ต่อ 1 ชิ้นงาน

3.4.5 นำเม็ดชิ้นงานที่เผาผนึกแล้วไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD) และตรวจสอบความหนาแน่นด้วยการต้มชิ้นงานในน้ำ DI เป็นเวลาอย่างน้อย 6 ชั่วโมง



รูปที่ 3.1: แสดงเงื่อนไขการเผาผนึก (Sintering)

### 3.5 ขั้นตอนการวัดสมบัติทางกายภาพและทางไฟฟ้าของเม็ดเซรามิกแบบเรียบบิสมาทซิงค์ไททาเนต

#### 3.5.1 การตรวจสอบค่าความหนาแน่นของสารประกอบโดยใช้วิธีการลอยตัว

นำเม็ดชิ้นงานที่ได้จากเงื่อนไขการเผาผนึกทั้ง 3 อุณหภูมิ วัดความหนาแน่นโดยใช้หลักการของอาร์คิมิดีสที่ระบุว่า “วัตถุที่จุ่มลงในของเหลวบางส่วนหรือทั้งหมดจะมีแรงลอยตัวกระทำกับวัตถุนั้นในทิศทางพุ่งขึ้น โดยที่แรงมีขนาดเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่วัตถุนั้นเข้ามาแทนที่” เริ่มจาก

ต้มชิ้นงานให้เดือดพอประมาณเป็นระยะเวลาอย่างน้อย 6 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักชิ้นงานหนึ่งครั้งในโดยจุ่มในของเหลวที่ทราบความหนาแน่น และชั่งอีกหนึ่งครั้งในอากาศ ซึ่งสามารถวัดความหนาแน่นของชิ้นงานของแข็งได้จากความหนาแน่นที่ทราบของของเหลวและค่ามวลของทั้งสองอย่าง ดังสมการที่ 3.1 เมื่อเสร็จสิ้นการวัดความหนาแน่นแล้วทำการอบเม็ดชิ้นงานให้แห้งโดยใช้เตาอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิอย่างน้อย 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง เพื่อดำเนินการตรวจสอบขั้นต่อไป

$$\text{Bulk Specific Gravity} = \frac{W_{\text{Dry}}}{W_{\text{Sat}} - W_{\text{Sus}}} \quad (3.1)$$

โดยที่ Bulk Specific Gravity = ความหนาแน่นของตัวอย่าง มีหน่วยคือ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

$W_{\text{Dry}}$  = น้ำหนักของตัวอย่างในอากาศ มีหน่วยคือ กรัม

$W_{\text{Sat}}$  = น้ำหนักของตัวอย่างที่มีของเหลวอิ่มตัวและผิวแห้ง มีหน่วยคือ กรัม

$W_{\text{Sus}}$  = น้ำหนักของตัวอย่างในของเหลว มีหน่วยคือ กรัม

### 3.5.2 การตรวจสอบการหดตัวของชิ้นงาน

ทำการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปแล้วด้วยเครื่องมือวัดไมโครมิเตอร์ทั้งก่อนเผาผนึกและหลังเผาผนึก วัดซ้ำ 3 ครั้งต่อ 1 ชิ้นงาน และหาค่าเฉลี่ยของชิ้นงานแต่ละอุณหภูมิ เพื่อคำนวณเปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นงาน เนื่องจากการเพิ่มความร้อนที่อุณหภูมิ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียสส่งผลให้อนุภาคของสารประกอบยึดติดกันแน่นมากขึ้น ขนาดชิ้นงานจึงหดเล็กลงตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น

### 3.5.3 การตรวจสอบการวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค

#### Dynamic Light Scattering (DLS)

ใช้ปริมาณผงเซรามิก  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วเล็กน้อยลงในน้ำ DI ซึ่งทั้งสองตัวอย่างทดสอบและตัวกลางตามลำดับต้องทราบค่าดัชนีหักเหและค่าการดูดกลืนแสง โดยเพิ่มรอบความเร็วในการหมุน 2600 rpm และปรับ Ultrasonic ที่ 15.0 เพื่อให้อนุภาคกระจายตัวดี การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเกิดขึ้นจากการฉายแสง Laser ไปตกกระทบกับอนุภาคขนาดต่าง ๆ ซึ่งจะดูดกลืนแสงทำให้ความเข้มแสงที่กระเจิงลดลง ความถี่ในการเปลี่ยนแปลงความเข้มแสงที่กระเจิงในช่วงเวลาต่าง ๆ Detector จะแปลงสัญญาณเหล่านั้นให้ได้ข้อมูลในรูปแบบของกราฟระหว่าง Intensity (แกน Y) และ เวลา (แกน X) และจะส่งต่อไปยัง Correlator เพื่อนำไป

คำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เลื่อนตำแหน่งและหาขนาดอนุภาคต่อไป โดยกำหนดการแสดงผลการทดลองแบบ %Volume (แกน Y) และ Particle size ไมโครเมตร (แกน X)

### 3.5.4 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD)

นำผงเซรามิก  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ และเม็ดชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกทั้ง 3 อุณหภูมิ มาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยเครื่อง XRD ที่อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้งานเลเซอร์ชนิด Cu K $\alpha$  โดยรังสีเอกซ์เกิดการกระเจิงแสงหลังจากตกกระทบบนผิวตัวอย่างซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึกเพอโรฟสไกต์ และเลี้ยวเบนออกจากมุมตกกระทบระนาบต่าง ๆ ไปยัง Detector ซึ่งแปลงสัญญาณเหล่านั้นให้ได้ข้อมูลในรูปความสัมพันธ์ของกราฟระหว่างความเข้ม Lin (Counts) และมุม  $2\theta$  ในการทดลองนี้กำหนดเงื่อนไขในการวิเคราะห์ตัวอย่างคือ ระยะเวลา  $2\theta = 5\text{-}80$  องศา ระดับการเพิ่มมุม  $2\theta$  ทีละ  $0.02$  องศา/0.5 วินาที ระยะเวลาในการวิเคราะห์ 30 นาที

### 3.5.5 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเม็ดเซรามิก เริ่มแรกก่อนนำไปศึกษา ขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1200 และ 2000 ตามลำดับ จากนั้นนำไปทำการกัดด้วยความร้อน (Thermal Etching) เพื่อให้เห็นขอบเกรนและรูปร่างที่ชัดเจนขึ้น หักชิ้นงานแล้ววางบน Stub ที่มีเทปกาวคาร์บอน โดยจะตรวจสอบรอยหักและผิวหน้าชิ้นงาน จากนั้นทำการเคลือบผิวชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค Sputtering ช่วงกำลังขยายในการตรวจสอบขึ้นอยู่กับชิ้นงานมีขนาดเกรนเท่าใด เพื่อวิเคราะห์ลักษณะของเกรนและรูพรุนในโครงสร้าง

### 3.5.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR Meter

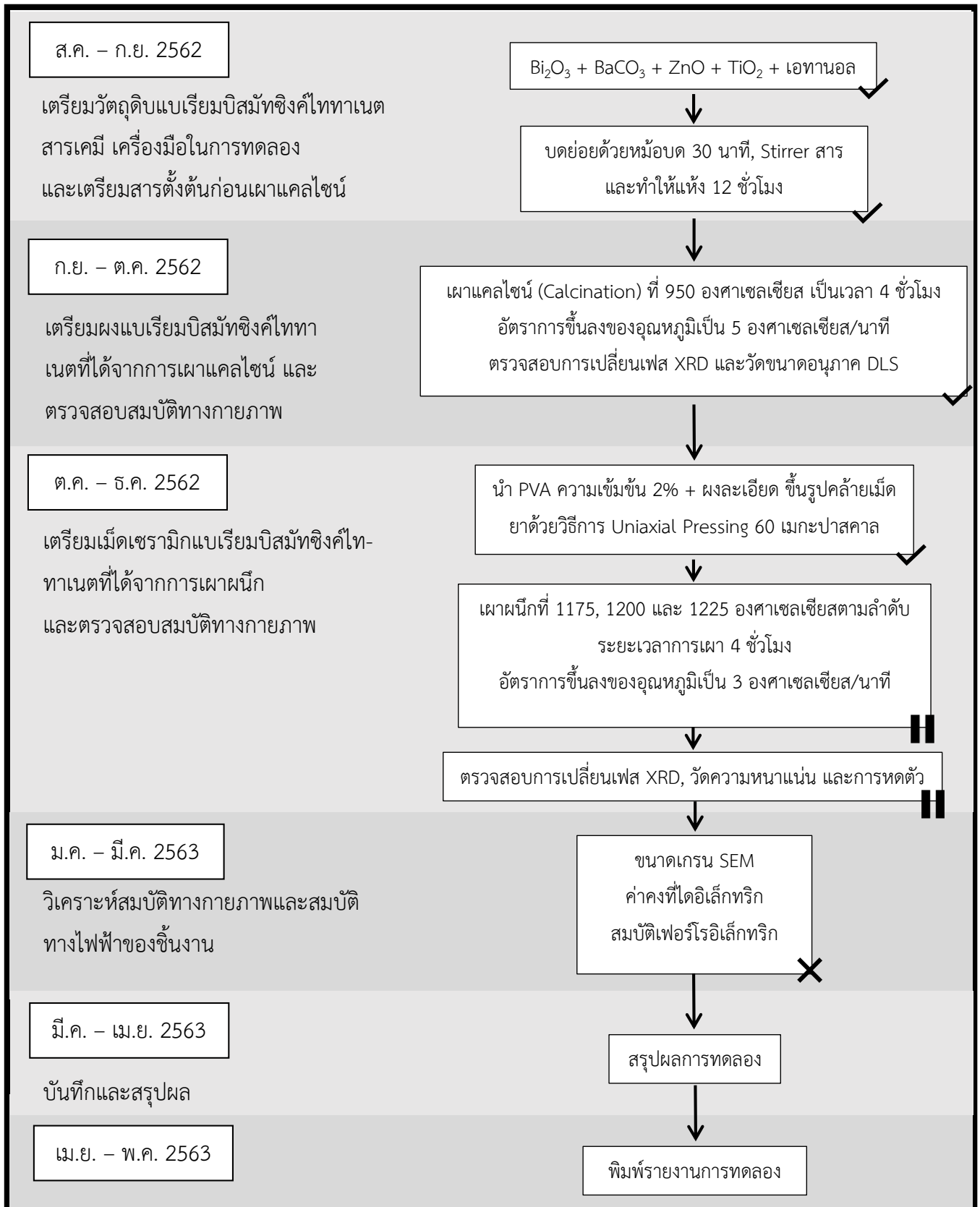
เพื่อวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant) และการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Dielectric loss) ในช่วงความถี่ 100 เฮิรตซ์-500 กิโลเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 25-400 องศาเซลเซียส เพื่อให้ทราบช่วงอุณหภูมิที่เม็ดเซรามิก  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วและชัดเจนในช่วงอุณหภูมินั้น ๆ ในการทดลองนี้จะขัดผิวทั้ง 2 ด้านของชิ้นงานด้วยกระดาษทราย จากนั้นทากาวเงินทั้ง 2 ด้านแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส (ด้วยอัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาที และ

Soaking Time 15 นาที) เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ออกจากโครงสร้าง จากนั้นนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ค่าความจุไฟฟ้ามาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังสมการที่ 2.5 ที่กล่าวไปข้างต้น

### 3.5.7 การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสด้วยเครื่อง Ferroelectric Testing System

โดยตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าด้วยกาวเงิน ตรวจสอบที่อุณหภูมิห้องจากการเพิ่มสนามไฟฟ้าในชิ้นงานส่งผลให้ค่าโพลาริเซชันสูงขึ้น ความเป็นขั้วไฟฟ้ากลับทิศทางกันจากการเปลี่ยนแปลงทิศทางสนามไฟฟ้า ทำให้เกิดวงรอบฮิสเทอรีซิส โดยเริ่มจากศึกษาที่อุณหภูมิห้อง นำชิ้นงานมาใส่ในชุดทดสอบ จากนั้นทำการจุ่มชุดทดลองในเครื่องควบคุมอุณหภูมิของเหลวซึ่งบรรจุน้ำมันซิลิโคนภายใน ทำการทดสอบค่อย ๆ เพิ่มสนามไฟฟ้าเข้าไป ทำการจดบันทึกข้อมูล

### 3.6 แผนการดำเนินงานและขั้นตอนการทดลอง



รูปที่ 3.2: แผนการดำเนินงานและแผนผังแสดงขั้นตอนการทดลอง

หมายเหตุ: เนื่องจากสถานการณ์การแพร่ระบาดของเชื้อไวรัส Covid-19 (โควิด-19) ในประเทศไทย ตามมาตรการเรื่องห้ามมิให้บุคคลใดออกนอกเคสสถานภายในระยะเวลาที่กำหนด ทำให้ไม่สามารถ ดำเนินการทดลองตามแผนที่วางไว้ได้

- ✓ ขั้นตอนที่ทำกรทดลองแล้ว
- || ขั้นตอนที่ทำกรทดลองไม่ครบ
- ✗ ขั้นตอนที่ยังไม่ทำกรทดลอง

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้จะเสนอผลการวิจัยที่ได้ทำการศึกษาจากการเตรียมเฟสเพอโรฟสไกต์เซรามิกแบบรีมโททานิต ที่เจือด้วย Bi และ Zn ได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.08$  โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียส/นาทิจำนวนที่มีผลต่อโครงสร้างทางจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกสารประกอบนี้ เริ่มจากนำผงตัวอย่างที่เตรียมได้หลังจากเผาแคลไซน์สองครั้งที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาทิจำนวนไปทำการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD) และวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS) แล้วขึ้นรูปชิ้นงานคล้ายเม็ดยา จากนั้นทำการวัดขนาดที่เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังเผาผนึกที่เงื่อนไขดังกล่าว เพื่อสังเกตการณ์หดตัวของชิ้นงาน จากนั้นนำเม็ดชิ้นงานที่เผาผนึกแล้วตรวจสอบค่าความหนาแน่นของสารประกอบโดยการใช้วิธีการลอยตัวและนำชิ้นงานบางส่วนไปวิเคราะห์เฟสอีกครั้ง

แต่เนื่องจากผลการหดตัวและความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาผนึกมีค่าที่ต่ำกว่าค่ามาตรฐานจากงานวิจัยและมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย ในขั้นตอนการเผาผนึกจึงเปลี่ยนเครื่องมือในการทดลองจากเตาเผาที่ 1 เป็นเตาเผาที่ 2 ดังนั้นจึงนำผลการทดลองของเตาเผาทั้งสองเปรียบเทียบกัน จะได้ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง ตามลำดับต่อไปนี้

#### 4.1 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิกจากการใช้เตาเผาที่ 1

##### 4.1.1 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์หลังเผาแคลไซน์

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ผงเซรามิกของสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.08$  โดยสังเคราะห์สาร 4 ครั้ง

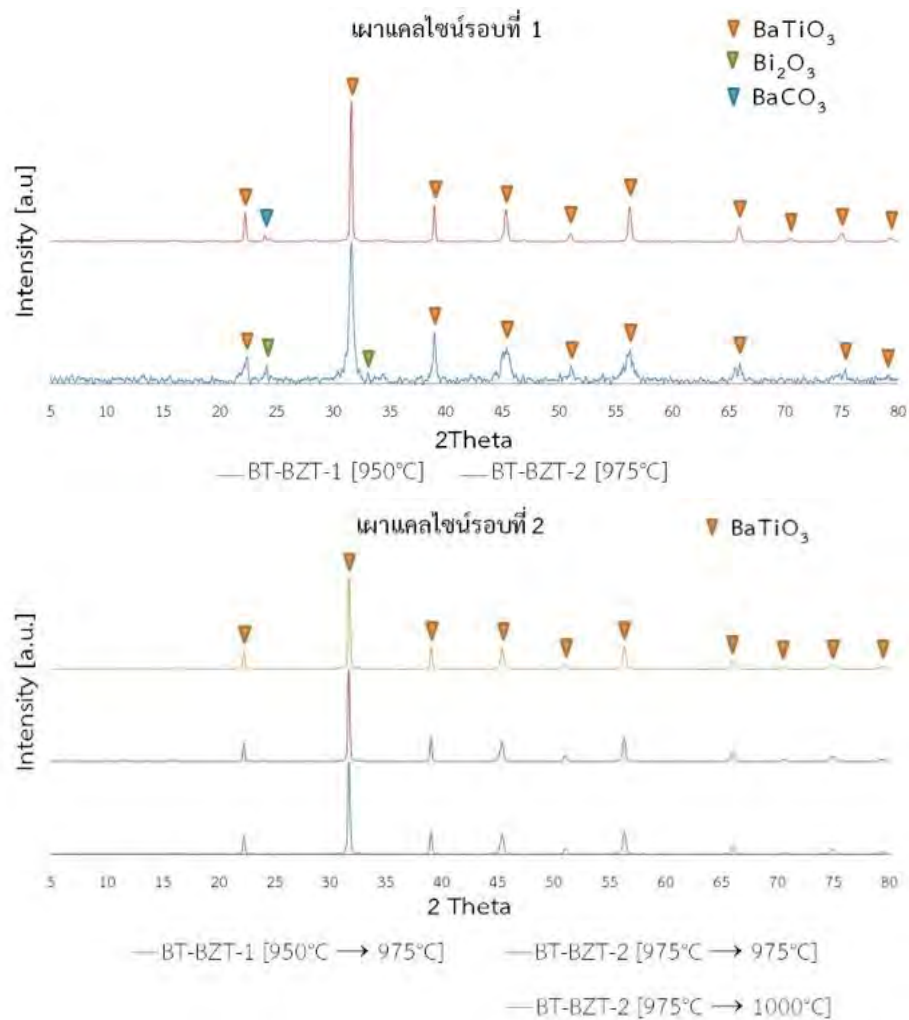
สารครั้งที่ 1 ทำการเผาแคลไซน์สองรอบที่อุณหภูมิ 950 และ 975 องศาเซลเซียส ตามลำดับเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

สารครั้งที่ 2 ทำการเผาแคลไซน์สองรอบ ซึ่งเผาอบแรกที่อุณหภูมิ 975 และแบ่งอุณหภูมิการเผาอบที่สองเป็น 975 และ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

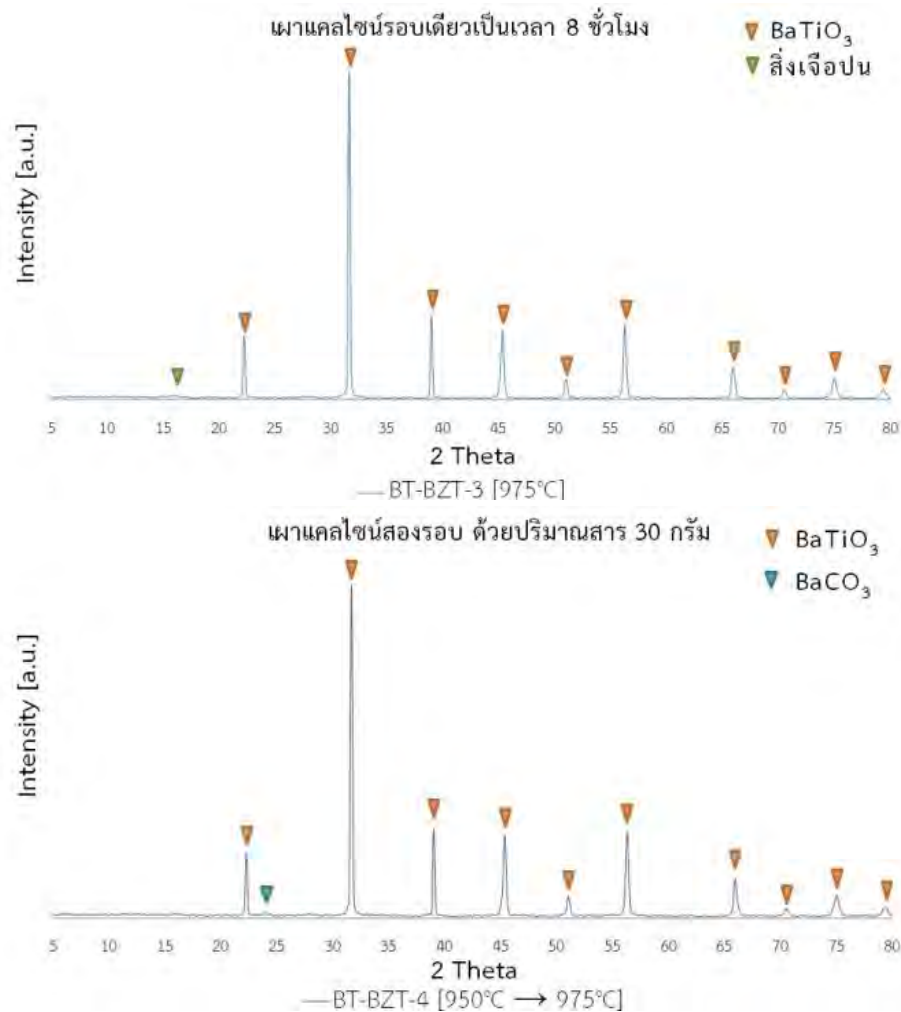
สารครั้งที่ 3 ทำการเผาแคลไซน์รอบเดียวที่อุณหภูมิ 975 องศาเซลเซียส แต่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

สารครั้งที่ 4 ทำการเผาแคลไซน์สองรอบที่อุณหภูมิ 950 และ 975 องศาเซลเซียส ตามลำดับเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แต่ซึ่งปริมาณสารเพิ่มเป็น 30 กรัม

ทุกเงื่อนไขอุณหภูมิการเผาใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาทีและสารมีน้ำหนัก 10 กรัม ยกเว้นการสังเคราะห์สารครั้งที่ 4 นำไปตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้น ดังรูปที่ 4.1







รูปที่ 4.1: แสดงผลการวิเคราะห์ XRD หลังเผาแคลไซน์

จากรูปที่ 4.1 พบว่าการเผาแคลไซน์รอบที่หนึ่งของสารครั้งที่ 1 และ 2 ยังคงพบเฟสที่เป็นสารตั้งต้นอยู่ ได้แก่ บิสมัทออกไซด์ ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) และแบเรียมคาร์บอเนต ( $\text{BaCO}_3$ ) ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาแคลไซน์ของสารครั้งที่ 1 ขึ้นเป็น 975 องศาเซลเซียส และสารครั้งที่ 2 ใช้อุณหภูมิเดิมและเพิ่มอุณหภูมิเผาแคลไซน์ขึ้นเป็น 1000 องศาเซลเซียส ส่งผลให้เกิดเฟสเพอรอฟสไกต์บริสุทธิ์ ส่วนการเผาแคลไซน์รอบเดียวของสารครั้งที่ 3 เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง พบว่ามีสิ่งเจือปนเล็กน้อยหรือสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันไม่หมด การเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์จึงยังไม่บริสุทธิ์ และการเผาแคลไซน์รอบเดียวของสารครั้งที่ 4 ในปริมาณสาร 30 กรัม พบว่ามีแบเรียมคาร์บอเนต ( $\text{BaCO}_3$ ) อยู่เล็กน้อย การเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์จึงยังไม่บริสุทธิ์เช่นกัน

#### 4.1.2 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS) หลังเผาแคลไซน์

หลังจากทำการเผาแคลไซน์ผงเซรามิกของสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.08$  โดยมีเฟสเพอรอฟสไกต์ที่บริสุทธิ์แล้วคือ สารครั้งที่ 1 เผาแคล

ไซนส์สองรอบที่อุณหภูมิ 950 และ 975 องศาเซลเซียส ตามลำดับเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และสารครั้งที่ 2 เผาแคลไซนส์สองรอบ ซึ่งเผาอบแรกที่อุณหภูมิ 975 และแบ่งอุณหภูมิการเผาอบที่สองเป็น 975 และ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับเป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำผงที่บดละเอียดไปตรวจวัดการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) โดยใช้ น้ำ DI เป็นตัวกลาง ใช้รอบความเร็วในการหมุน 3300 rpm และปรับ Ultrasonic ที่ 15.0 ดังตารางที่ 4.1

**ตารางที่ 4.1** แสดงค่าการกระจายขนาดของอนุภาคหลังเผาแคลไซนส์ของสาร  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  จากการใช้เตาเผาที่ 1

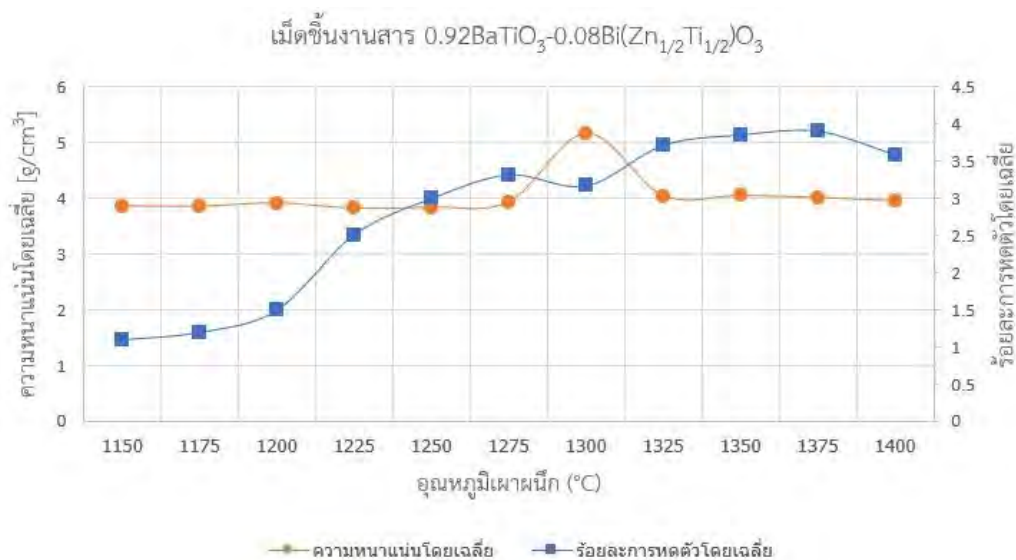
สารหลังเผาแคลไซนส์สองรอบ	ปริมาณขนาดอนุภาคสะสม (ไมโครเมตร)		
	D <sub>v</sub> 10	D <sub>v</sub> 50	D <sub>v</sub> 90
ครั้งที่ 1 [950°C → 975°C]	0.778	2.046	10.741
ครั้งที่ 2 [975°C → 975°C]	1.096	3.802	11.112
ครั้งที่ 2 [975°C → 1000°C]	1.026	3.098	10.741

จากตารางที่ 4.1 พบว่าขนาดอนุภาคหลังเผาแคลไซนส์ที่ปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ของสารครั้งที่ 1 มีขนาดเล็กที่สุดคือ 2.046 ไมโครเมตร เทียบกับขนาดอนุภาคหลังเผาแคลไซนส์ที่ปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ของสารครั้งที่ 2 การเผาแคลไซนส์รอบที่สองอุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส มีขนาดใหญ่ขึ้นมาคือ 3.098 ไมโครเมตร และการเผาแคลไซนส์รอบที่สองอุณหภูมิ 975 องศาเซลเซียส มีขนาดใหญ่ที่สุดคือ 3.802 ไมโครเมตร การเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซนส์ทำให้อนุภาคของสารมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากระบบพยายามลด Surface energy ให้มีพื้นที่ผิวจำนวนน้อยลง ซึ่งอนุภาคขนาดใหญ่มีความโค้งต่ำและมี Chemical potential ต่ำกว่าอนุภาคขนาดเล็กที่มีความโค้งสูงและมี Chemical potential สูง จากข้างต้นระบบต้องการลด Surface energy ลงทำให้เกิดการแพร่ของ Chemical potential สูงไปยัง Chemical potential ต่ำ และความร้อนทำให้เกิดการแพร่ ดังนั้นอะตอมจะแพร่จากอนุภาคขนาดเล็กไปหาอนุภาคขนาดใหญ่ ส่งผลให้สารเกิด Grain growth

#### 4.1.3 ผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวและความหนาแน่น

เพื่อให้เพียงพอต่อการตรวจสอบร้อยละการหดตัวและความหนาแน่นของเม็ดเซรามิก  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  และการตรวจสอบขั้นตอนอื่นต่อไป ทำการสังเคราะห์สารโดยใช้เงื่อนไขการเผาแคลไซนส์ของสารครั้งที่ 1 ที่ทำการเผาแคลไซนส์สองรอบที่อุณหภูมิ 950 และ 975 องศาเซลเซียส ตามลำดับเป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที และสารมีน้ำหนัก 10 กรัม คำนวณค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นโดยการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของแม่พิมพ์ก่อน จากนั้นวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดเซรามิกหลังเผาผนึก

หลังจากนำเม็ดชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1150-1400 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ทำการตรวจวัดความหนาแน่นโดยการใช้วิธีการลอยตัวแทนที่น้ำ เริ่มจากต้มชิ้นงานให้เดือดพอประมาณเป็นระยะเวลาอย่างน้อย 6 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นประมาณ 24 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งน้ำหนักชิ้นงานครั้งที่หนึ่งในโดยจุ่มในของเหลว, ชั่งครั้งที่สองในอากาศ และครั้งที่สามอบเม็ดชิ้นงานให้แห้ง ค่าที่ได้นำมาคำนวณหาความหนาแน่นปรากฏ (Bulk Specific Gravity) และนำค่าร้อยละการหดตัวของเม็ดเซรามิกที่อุณหภูมิข้างต้นเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ดังตารางที่ 4.2

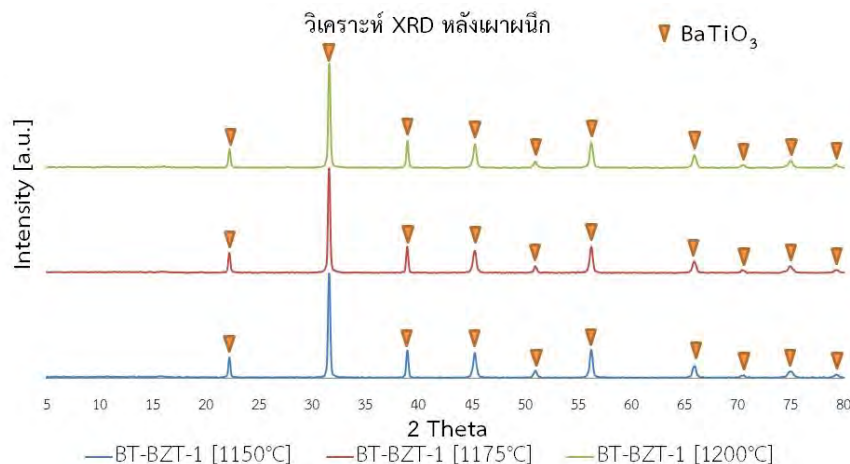


รูปที่ 4.2: แสดงค่าร้อยละการหดตัวและความหนาแน่นปรากฏของเม็ดชิ้นงาน

จากรูปที่ 4.2 เห็นได้ว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกขึ้น มีแนวโน้มการหดตัวโดยเฉลี่ยเพิ่มขึ้นน้อยในช่วงร้อยละ 1.09-3.91 และค่าความหนาแน่นโดยเฉลี่ยค่อนข้างคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงมากนักในช่วง 3.82-5.17 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร (ที่ความหนาแน่นโดยเฉลี่ย 5.17 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร เป็นค่าคลาดเคลื่อนจากการทดลอง) จึงทำการตั้งสมมุติฐานเกี่ยวกับการใช้งานเตาเผาที่อาจทำงานผิดปกติไป จึงเลือกใช้เตาเผาเครื่องอื่น

#### 4.1.4 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์หลังเผาผนึก

นำเม็ดเซรามิกที่เผาผนึกแล้วที่อุณหภูมิ 1150, 1175 และ 1200 องศาเซลเซียส ตามลำดับ มาบดละเอียดแล้วทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกอีกครั้ง ดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3: แสดงผลการวิเคราะห์ XRD หลังเผาผนึก

จากรูปที่ 4.3 พบว่าทุกอุณหภูมิการเผาผนึกมีเฟสที่ตรงกันคือเฟสของสารประกอบแบเรียมไททาเนตที่บริสุทธิ์ที่มีเฟสเพอโรฟสไกต์ (Perovskite) โดยไม่มีสิ่งเจือปนในระบบ

#### 4.2 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิกจากการใช้เตาเผาที่ 2

ใช้เตาเผาที่ 2 เผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที พบว่าการเผาแคลไซน์รอบเดียวส่งผลให้เกิดเฟสเพอโรฟสไกต์บริสุทธิ์ นำผงที่บดละเอียดไปตรวจวัดการกระจายขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) โดยใช้ น้ำ DI เป็นตัวกลาง ใช้รอบความเร็วในการหมุน 2600 rpm และปรับ Ultrasonic ที่ 15.0 ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าการกระจายขนาดของอนุภาคหลังเผาแคลไซน์ของสาร  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  จากการใช้เตาเผาที่ 2

สารหลังเผาแคลไซน์	ปริมาณขนาดอนุภาคสะสม (ไมโครเมตร)		
	D <sub>v</sub> 10	D <sub>v</sub> 50	D <sub>v</sub> 90
0.92BT-0.08BZT [950°C]	1.096	2.512	10.000

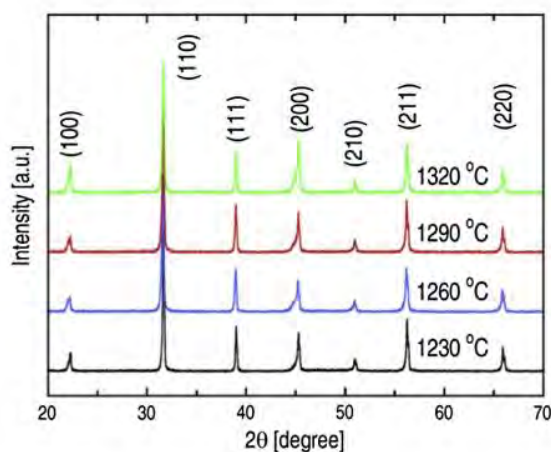
จากตารางที่ 4.2 พบว่าขนาดอนุภาคหลังเผาแคลไซน์ที่ปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ มีขนาดคือ 2.512 ไมโครเมตร ความแตกต่างจากการใช้งานเตาเผา ระหว่างเตาเผาที่ 1 และเตาเผาที่ 2 คือ ขั้นตอนการเผาผนึกเม็ดเซรามิกเพื่อตรวจสอบค่าร้อยละการหดตัวที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เตาที่ 1 มีค่าร้อยละการหดตัวโดยเฉลี่ยอยู่ที่ 1.49 เทียบกับเตาที่ 2 มีค่าร้อยละการหดตัวโดยเฉลี่ยอยู่ที่ 13.56 ซึ่งค่าที่ตรวจสอบได้มีความแตกต่างกันมาก ทำให้ทราบว่า การใช้เตาเผาที่ 1 ทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1150-1400 องศาเซลเซียส ตามลำดับมีค่าร้อยละการหดตัวโดยเฉลี่ยในช่วง 1.09-3.91 เป็นความบกพร่องของเตาที่ไม่สามารถใช้งานได้เต็มที่ประสิทธิภาพ และด้วยความไม่สะดวกใน

การปฏิบัติงานวิจัยด้วยเหตุปัจจัยภายนอก จึงรวบรวมงานวิจัยอื่น ๆ เพื่อคาดการณ์สมบัติทางกายภาพและทางไฟฟ้าของเม็ดเซรามิกแบเรียมบิสมาทซิงค์ไททาเนต

### 4.3 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

#### 4.3.1 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์หลังเผาผนึก

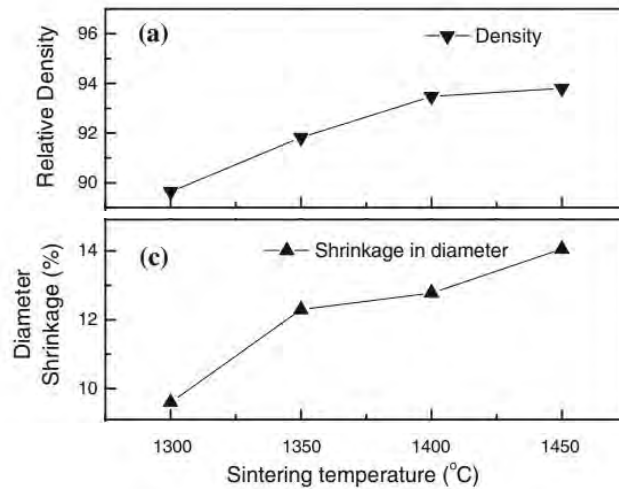
หลังจากอัดขึ้นรูปเม็ดชิ้นงานและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียสตามลำดับ มาบดละเอียดแล้วทำการวิเคราะห์เฟส จะได้เฟสเพอโรฟสไกต์บริสุทธิ์ทุกอุณหภูมิในการเผา คล้ายกับงานวิจัยของ Hu และคณะ ที่เจือด้วยบิสมาท (Bi) และแมกนีเซียม (Mg) ได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.12$  คือ  $0.88\text{BaTiO}_3-0.12\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  (0.88BT-0.12BMT) ทำการวิเคราะห์เฟสหลังเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1230-1320 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.4 [24]



รูปที่ 4.4: แสดงการวิเคราะห์ XRD ที่อุณหภูมิต่าง ๆ [24]

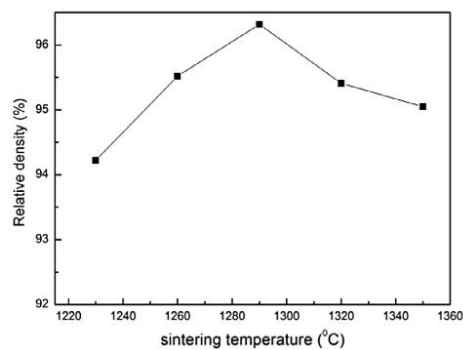
#### 4.3.2 ผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวและความหนาแน่น

ทำการคาดการณ์ร้อยละการหดตัวและความหนาแน่นปรากฏของเม็ดชิ้นงานสาร  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียสตามลำดับ ค่าของทั้งคู่มิแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างสอดคล้องกัน ซึ่งอ้างอิงจากงานวิจัยของ Mahesh และคณะ ที่ศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาผนึกต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าเจือด้วยเซอร์โคเนียม (Zr) ลงในแบเรียมไททาเนต 0.15 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นสารประกอบ  $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.15}\text{Ti}_{0.85})\text{O}_3$  ทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.5 [25]



รูปที่ 4.5: แสดงค่า (a) ความหนาแน่น และ (c) ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น [25]

แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาขึ้นมากเกินไป อาจส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของเม็ดขึ้นงานสาร  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ลดลง ซึ่งจำลองผลลัพธ์ความหนาแน่นของเม็ดขึ้นงานเทียบจากการศึกษาวิจัยของ Hu และคณะ ดังรูปที่ 4.6 [24]



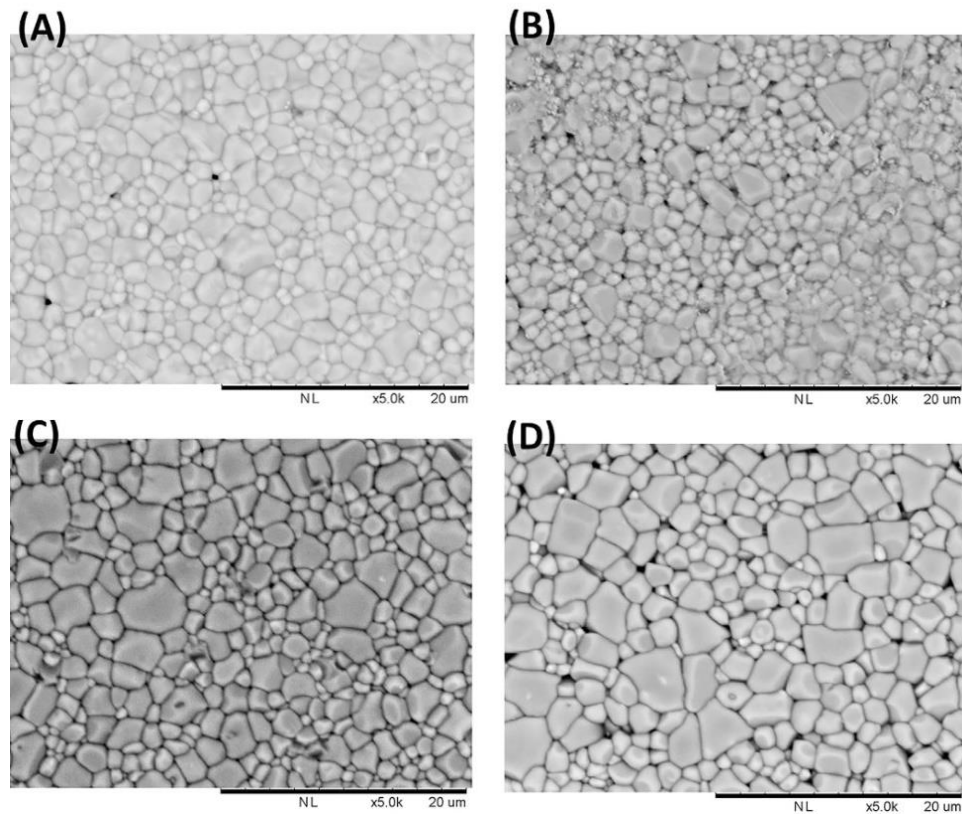
รูปที่ 4.6: แสดงค่าความหนาแน่นหลังเผาขึ้นที่อุณหภูมิต่าง ๆ [24]

จากงานวิจัยของ Hu และคณะ เมื่อถึงอุณหภูมิจุดหนึ่งสารประกอบเชิงซ้อนบางส่วนจะเกิดการหลอมตัวของ Bi ส่งผลให้เกิดความหนาแน่นที่ลดลง ดังนั้นสาร  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  จะเกิดการหลอมด้วย เนื่องจากมี Bi เจือในโครงสร้างแบบเรียมไททาเนต ซึ่งสารประกอบบิสมาท-ออกไซด์ ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) เป็นสารตั้งต้นที่มีจุดหลอมตัวต่ำที่อุณหภูมิ 817 องศาเซลเซียส [24]

#### 4.3.3 ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

งานวิจัยของ Zhao และคณะ ศึกษาการเพิ่มขึ้นของปริมาณสาร  $\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ทำให้อุณหภูมิการเผาขึ้นมีแนวโน้มลดลง อุณหภูมิการเผาขึ้นของ  $(1-x)\text{BaTiO}_3\text{-}x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.04, 0.08, 0.10$  และ  $0.14$  คือ 1235, 1210, 1100 และ 1050 องศาเซลเซียสตามลำดับ และขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสาร  $\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ดังรูปที่ 4.7 เปรียบเสมือนการเผา

ผงึกสาร  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ที่อุณหภูมิต่างกัน โดยที่อุณหภูมิ 1175 องศาเซลเซียส โครงสร้างมีความเป็นผลึกและมีขนาดเกรนเล็ก เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ 1200 องศาเซลเซียส โครงสร้างเริ่มหลอมเล็กน้อย ขนาดเกรนเล็กและเกรนใหญ่กระจายตัวไม่สม่ำเสมอ และที่อุณหภูมิ 1225 องศาเซลเซียส โครงสร้างเกิดการหลอมตัวและมีขนาดเกรนใหญ่ขึ้น [26]

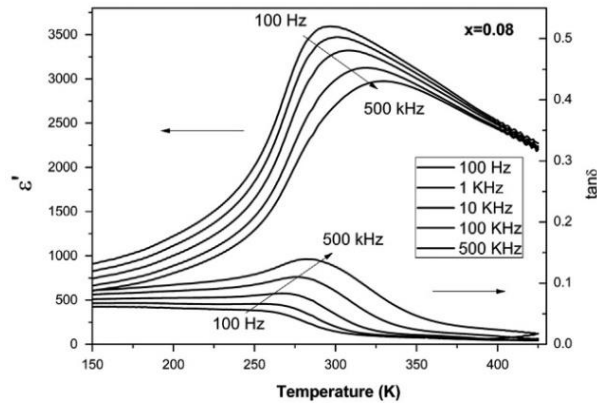


รูปที่ 4.7: แสดงภาพการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วย SEM (a)  $x=0.04$ , (b)  $x=0.08$ , (c)  $x=0.10$  และ (d)  $x=0.14$  [26]

#### 4.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant)

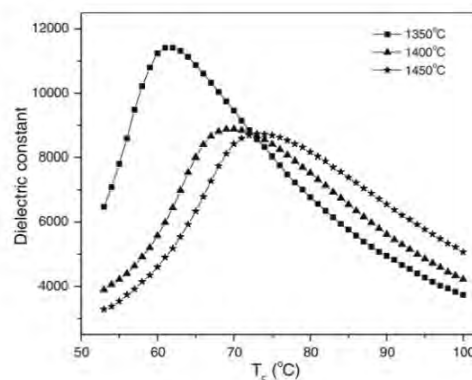
##### และการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Dielectric loss)

งานวิจัยอื่น ๆ ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าไดอิเล็กทริกของสารประกอบ  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  จากการเตรียมเม็ดขึ้นงานเซรามิกเผาผนึกอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส โดยประมาณ ทำให้ทราบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่แน่ชัดว่ามีค่าอยู่ในช่วง 3000-4000 เมื่อให้ความถี่ 0.1-1000 กิโลเฮิร์ตซ์ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลงเมื่อให้ความถี่มากขึ้น อุณหภูมิสูงที่ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ( $\epsilon_m$ ) จากการวัดที่ 100 กิโลเฮิร์ตซ์ คือ 319 เคลวิน หรือ 46 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.8 ซึ่งลักษณะของพีคที่โค้งแพร่กระจายตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น เป็นลักษณะอีกชนิดของเฟอร์โรอิเล็กทริกคือ รีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Relaxor ferroelectric) [14, 16, 17, 26]



รูปที่ 4.8: แสดงกราฟสมบัติไดอิเล็กทริกต่ออุณหภูมิที่ความถี่ต่าง ๆ [17]

หากเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่แปรผันตามอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียสตามลำดับ คาดการณ์ว่าอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ( $\epsilon_m$ ) ลดลง เนื่องจากโครงสร้างผลึกของสารประกอบ  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เกิดการหลอมตัว เม็ดขึ้นงานเซรามิกมีความหนาแน่นลดลง ความสูงของพีคค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่คาดการณ์จะลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1225 องศาเซลเซียสขึ้นไป อาจเป็นเพราะสมบัติเฉพาะตัวของสารประกอบ  $0.92\text{BaTiO}_3\text{-}0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อเผาผนึกเกินอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ( $\epsilon_m$ ) ความสูงของพีคจะลดลงมาก คล้ายกับงานวิจัยของ Mahesh และคณะ ความสูงของพีคค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลงอย่างเห็นได้ชัดระหว่างอุณหภูมิการเผาผนึกของสารประกอบ  $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.15}\text{Ti}_{0.85})\text{O}_3$  ที่ 1350 กับ 1400 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิการเผาผนึกที่เพิ่มขึ้นนั้นความสูงของพีคลดลงใกล้เคียงกัน ดังรูปที่ 4.9 [25]



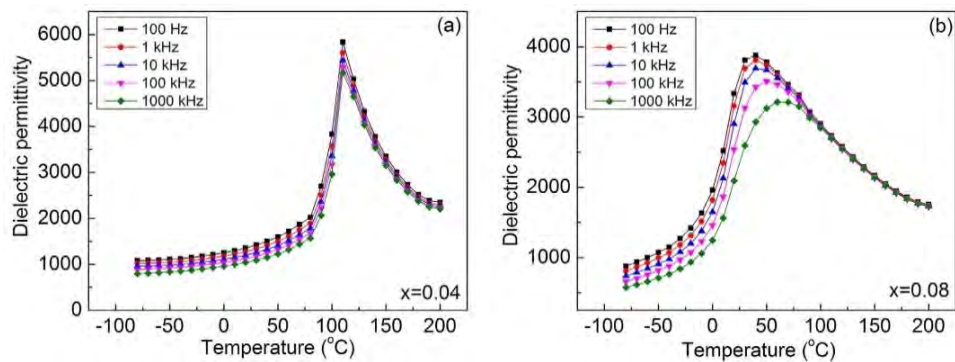
รูปที่ 4.9: แสดงภาพการแปรผันของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ออุณหภูมิการเผาผนึกต่าง ๆ [25]

หมายความว่าตามทีคาดการณ์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ( $\epsilon_m$ ) ของอุณหภูมิที่ 1175 องศาเซลเซียส มีค่ามากกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ( $\epsilon_m$ ) ของอุณหภูมิที่ 1200 และ 1225 องศาเซลเซียสตามลำดับ เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1175 องศาเซลเซียส มีโครงสร้างผลึกที่ชัดเจนและมีรูพรุนน้อย ต่างจากอุณหภูมิอื่นที่เพิ่มขึ้น โครงสร้างผลึกเริ่มหลอมตัว การมีขนาดเกรนที่ใหญ่ส่งผลให้



โมเมนต์ขั้วคู่มีขนาดของแรงที่สามารถเปลี่ยนทิศตามสนามไฟฟ้ามากขึ้นและทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้น แต่ก็ยังมีความสำคัญไม่เท่ากับการมีโครงสร้างผลึกที่ชัดเจน แม้ว่าสารประกอบมีขนาดเกรนใหญ่แต่โครงสร้างหลวมตัวจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจึงไม่ช่วยให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงได้

งานวิจัยของ Zhao และคณะ ศึกษาพฤติกรรมการแพร่กระจายค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจากกราฟที่มีความโค้งกว้างที่เรียกว่ารีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก ซึ่งต่างจากพฤติกรรมเฟอร์โรอิเล็กทริกที่กราฟเป็นยอดพีคแหลมของสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ดังรูปที่ 4.10 [26]



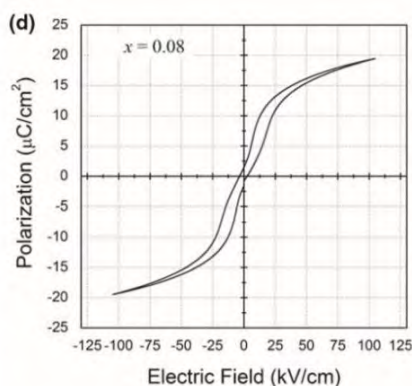
รูปที่ 4.10: แสดงกราฟพฤติกรรมของสมบัติไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิและความถี่ต่าง ๆ (a)  $x=0.04$  เฟอร์โรอิเล็กทริก (b)  $x=0.08$  รีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก [26]

พฤติกรรมการแพร่กระจายแบบรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Relaxor ferroelectric) เกิดจากการเติม Bi และ Zn ลงในเฟสเพอรอฟสไกต์ของสารประกอบแบเรียมไททานเต สามารถอธิบายได้ด้วยความต่างของช่องว่างและขนาดที่ไม่ตรงกันระหว่างไอออนของสารเจือซึ่งเข้าไปแทนที่การจัดเรียงไอออนแบเรียมที่ A-site และไอออนไทเทเนียมที่ B-site รบกวนการเกิดพฤติกรรมเฟอร์โรอิเล็กทริก โดเมนภายในโครงสร้างจึงถูกรบกวนไปด้วย ดังนั้นยอดแหลมของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจึงถูกเปลี่ยนเป็นความโค้งที่แพร่กระจายและให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ( $\epsilon_m$ ) ที่อุณหภูมิต่ำลง [24]

#### 4.3.5 ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิส

งานวิจัย Triamnak และคณะ ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าโพลาริเซชันคงเหลือ (Remanent polarization,  $P_R$ ) ของวัสดุและสนามไฟฟ้าบังคับ (Coercive field,  $E_C$ ) ด้วยการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสที่อุณหภูมิต้องสำหรับสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x=0.00-0.15$  ที่เตรียมขึ้นงานเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ที่  $0.92\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  ดังรูปที่ 4.11 พบว่า เป็นพฤติกรรมบ่งบอกถึงการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกกลายเป็นรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกภายใต้สนามไฟฟ้าสูง 100 กิโลโวลต์/เซนติเมตร เป็น

วงรอบฮิสเทอรีซิสที่แคบ เมื่อสนามไฟฟ้าเข้าใกล้ศูนย์การโพลาริเซชันคงเหลือ อยู่ในทิศทางเดิม (ทิศทางบวก) [14]



รูปที่ 4.11: แสดงกราฟการวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสที่อุณหภูมิห้อง [14]

การวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสเทียบกับอุณหภูมิการเผาผนึกจากการเตรียมเม็ดเซรามิกที่ 1175, 1200 และ 1225 องศาเซลเซียส คาดการณ์ว่าการวัดที่อุณหภูมิห้องจะเป็นวงรอบฮิสเทอรีซิสที่แคบ ค่าโพลาริเซชันคงเหลือ ( $P_r$ ) และสนามไฟฟ้าบังคับ ( $E_C$ ) จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาผนึกของเม็ดเซรามิกที่ 1225, 1175 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ เนื่องจาก ค่า (P-E) แปรผันตามอุณหภูมิการเผาผนึกที่ควบคุมขนาดเกรน กล่าวคือ การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก ส่งผลให้เกรนเกิดการรวมตัวจนขนาดเกรนใหญ่ (และมีความหนาแน่นสูง) มีพื้นที่โดเมนภายในเกรนอยู่มาก สารประกอบที่สังเคราะห์จึงเกิดการโพลาริเซชันได้มากแม้ปราศจากสนามไฟฟ้าที่ให้ไป และมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงขึ้น

วงรอบฮิสเทอรีซิสที่แคบของลักษณะรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก ไม่สามารถเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกเพื่อให้สารมีเกรนขนาดใหญ่จนมีค่า (P-E) สูง เพื่อทัดเทียมวงรอบฮิสเทอรีซิสที่กว้างของลักษณะเฟอร์โรอิเล็กทริก เนื่องจากมีโครงสร้างไม่เหมือนกัน จากงานวิจัยของ Zhao และคณะ ที่ศึกษาพบว่าการเจือบิสมีทและซิงค์ที่ 0.08 โดยโมลลงในสารประกอบแบเรียมไททานเตเป็นโครงสร้างซูโดคิวบิก (Pseudocubic) ต่างจากการเจือบิสมีทและซิงค์ที่ 0.04 โดยโมลลงในสารประกอบเดียวกันเป็นโครงสร้างเทตระโกนัล (Tetragonal) [26]

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมเซรามิกแบบเรียบไททานิตที่เจือด้วยด้วยบิสมีทและซิงค์ได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อน  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  เมื่อมีค่า  $x = 0.08$  จากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที่ การตรวจสอบเฟสเพอรอฟสไกต์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ พบว่าเป็นเฟสเพอรอฟสไกต์บริสุทธิ์ การวิเคราะห์ข้อมูลการกระจายขนาดของอนุภาค พบว่าขนาดอนุภาคหลังเผาแคลไซน์ที่ปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์คือ 2.512 ไมโครเมตร การเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ทำให้ทราบค่าการหดตัวโดยเฉลี่ยของเม็ดเซรามิกเท่ากับร้อยละ 13.56 ลักษณะเม็ดเซรามิกที่ได้ไม่มีตำหนิจากการแตกหลังเผา

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

การกำหนดขนาดอนุภาคให้แตกต่างกันโดยการควบคุมอุณหภูมิการเผาผนึกช่วง 1175-1225 องศาเซลเซียส เพื่อศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคต่างกันของสารประกอบแบบเรียบบิสมีทซิงค์ไททานิต สามารถปรับเงื่อนไขการเตรียมเซรามิก ดังนี้

- 1) กำหนดความเร็วรอบและระยะเวลาการบดสารแตกต่างกัน เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่แตกต่างกัน
- 2) เปลี่ยนอุณหภูมิการเผาผนึกเป็นช่วง 1100-1200 องศาเซลเซียส เพื่อให้ชิ้นงานเกิดความหนาแน่นและการหดตัวที่สูงสุด
- 3) ปรับระยะเวลาการเผาผนึกให้แตกต่างกัน 4, 8, 12 และ 24 ชั่วโมง เพื่อให้อนุภาคเกิดการรวมตัว มีขนาดเกรนใหญ่ขึ้น

## เอกสารอ้างอิง

- [1] แส่น วัตรูจิกฤต. แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetics). 538 ส75ม. สงขลา: คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สถาบันราชภัฏสงขลา, 2542.
- [2] ปวริศ พรหมเสนา. สมบัติการรับรู้ความเครียดของฟิล์มบางแบเรียมไททาเนตและแบเรียมสตรอนเชียม-ไททาเนตเตรียมโดยเทคนิคโซล-เจล. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2553.
- [3] สุโลมาน หะยีสะอะ. การวัดทางไพเอโซอิเล็กทริกและไพโรอิเล็กทริกสำหรับคอมโพสิต BaTiO<sub>3</sub>/PVDF. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต, สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2550.
- [4] อธิพงศ์ สุริยา และ วรการ วงศ์สายเชื้อ. การศึกษาและออกแบบระบบวัดสมบัติไฟฟ้าของยางก้อนด้วยคลื่นความถี่วิทยุ. การประชุมวิชาการทางวิศวกรรมไฟฟ้า ครั้งที่ 40, หน้า 182-185. 15-17 พฤศจิกายน 2560 ณ โรงแรมเดอะชาयน์ อ.บางละมุง จ.ชลบุรี, 2560.
- [5] รังสรรค์ เมืองเหลือ. 2554. การประดิษฐ์และวัดฮีสเทอรีซิสของ PZ-PNN วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก. สมุทราการ:คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง;
- [6] ชีระชัย บงการณ. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์การก่อเฟส โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก KNN-BZT ที่ประดิษฐ์ด้วยเทคนิคการเผาใหม่. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร, 2557.
- [7] กฤษณะ ประชุมของ และ สุขุม อิสเสงี่ยม. 2554. สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่มีโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตเป็นฐาน. ม.ป.ท.:มหาวิทยาลัยเชียงใหม่;
- [8] สุรศักดิ์ เนียมเจริญ. 2553. การสังเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกระบบ (Bi<sub>1/2</sub>K<sub>1/2</sub>)TiO<sub>3</sub>-LiSbO<sub>3</sub>. ม.ป.ท.:คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง;
- [9] Steele, Elizabeth Ann. Surface Characterization of Lanthanum Aluminate (LaAlO<sub>3</sub>). Diss. Northwestern University Evanston (2016).

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [10] สุดเขตต์ พจน์ประไพ และ ชื่นมนัส อุทัยสาร. 2558. การศึกษาพฤติกรรมการสับเปลี่ยนเฟสเฟอร์โรอิเล็ก- ทริกโดเมนของสาร Ta-Doped  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  เฟอร์โรอิเล็กทริกปราศจากสารตะกั่ว ภายใต้สนามไฟฟ้า. นครราชสีมา:มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี;
- [11] สุรศักดิ์ เนียมเจริญ, นราธิป วิทยากร และ รังสรรค์ เมืองเหลือ. 2557. วัสดุผสมนาโนคอมพอสิตสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเก็บประจุพลังงานสูง. ม.ป.ท.:สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง;
- [12] Images Perovskite. [Online]. Available from: <https://www.picswe.com/pics/images-perovskite-9e.html> [2019, April 18]
- [13] Suchomel, Matthew R., Andrew M. Fogg, Mathieu Allix, Hongjun Niu, John B. Claridge, and Matthew J. Rosseinsky.  $\text{Bi}_2\text{ZnTiO}_6$ : A lead-free closed-shell polar perovskite with a calculated ionic polarization of  $150 \mu\text{C cm}^{-2}$ . Chemistry of materials 18, no. 21 (2006): 4987-4989.
- [14] Triamnak, Narit, Rattikorn Yimnirun, Jan Pokorny, and David P. Cann. Relaxor Characteristics of the Phase Transformation in  $(1-x)\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  Perovskite Ceramics. Journal of the American Ceramic Society 96, no. 10 (2013): 3176-3182.
- [15] Huang, Chien-Chih, and David P. Cann. Phase transitions and dielectric properties in  $\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3-\text{BaTiO}_3$  perovskite solid solutions. Journal of Applied Physics 104, no. 2 (2008): 024117.
- [16] Huang, Shujin, Taeyang Kim, Dong Hou, David Cann, Jacob L. Jones, and Xiaoning Jiang. Flexoelectric characterization of  $\text{BaTiO}_3-0.08\text{Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ . Applied Physics Letters 110, no. 22 (2017): 222904.
- [17] Bootchanont, Atipong, Narit Triamnak, Saroj Rujirawat, Rattikorn Yimnirun, David P. Cann, Ruyan Guo, and Amar Bhalla. Local structure and evolution of relaxor behavior in  $\text{BaTiO}_3-\text{Bi}(\text{Zn}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$  ceramics. Ceramics International 40, no. 9 (2014): 14555-14562.

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [18] Patterson, Eric A., and David P. Cann. Relaxor to Ferroelectric Transitions in  $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3\text{-Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  Solutions. Journal of the American Ceramic Society 95, no. 11 (2012): 3509-3513.
- [19] Zhao, Zhe, Vincenzo Buscaglia, Massimo Viviani, Maria Teresa Buscaglia, Liliana Mitoseriu, Andrea Testino, Mats Nygren, Mats Johnsson, and Paolo Nanni. Grain-size effects on the ferroelectric behavior of dense nanocrystalline  $\text{BaTiO}_3$  ceramics. Physical Review B 70, no. 2 (2004): 024107.
- [20] Liu, Xing, Saidong Xue, Feifei Wang, Jiwei Zhai, and Bo Shen. Grain size dependent physical properties in lead-free multifunctional piezoceramics: a case study of NBT-xST system. Acta Materialia 164 (2019): 12-24.
- [21] Lin, Yang, Linlin Zhang, Weilin Zheng, and Jian Yu. Structural phase boundary of  $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3\text{-BaTiO}_3$  lead-free ceramics and their piezoelectric properties. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 26, no. 10 (2015): 7351-7360.
- [22] รัตน์ติพร สำอางค์, ศศิพร ประเสริฐपालิฉัตร และ ศศิภา พุทธิชน. โครงสร้างผลึกและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกไร้สารตะกั่ว BNT-BKT-BZT: ผลของอุณหภูมิซินเตอร์. PSRU Journal of Science and Technology 2.3 (2017): 20-32.
- [23] จงกล ทองนาม, พงษ์เทพ อากรสกุล, กมลพรรณ เพ็งพั๊ด และ กอบวุฒิ รุจิจินากุล. ผลของอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อสมบัติของเซรามิกแบเรียมิติตาเนต. วารสารสงขลานครินทร์ ฉบับวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 27, ฉบับที่ 4 (ก.ค.-ส.ค. 2548), หน้า 839-846.
- [24] Hu, Qingyuan, Li Jin, Tong Wang, Chunchun Li, Zhuo Xing, and Xiaoyong Wei. Dielectric and temperature stable energy storage properties of  $0.88\text{BaTiO}_3\text{-}0.12\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  bulk ceramics. Journal of Alloys and Compounds 640 (2015): 416-420.

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [25] Mahesh, M. L. V., W Bhanu Prasad, and A. R. James. Effect of sintering temperature on the microstructure and electrical properties of zirconium doped barium titanate ceramics. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 24, no. 12 (2013): 4684-4692.
- [26] Zhao, Xiaobo, Zhiyong Zhou, Ruihong Liang, Feihua Liu, and Xianlin Dong. High-energy storage performance in lead-free  $(1-x)\text{BaTiO}_3\text{-}x\text{Bi}(\text{Zn}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$  relaxor ceramics for temperature stability applications. Ceramics International 43, no. 12 (2017): 9060-9066.