

รายงานฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

การเตรียมแบเรียมไททาเนตเซรามิกด้วยการใช้แบเรียมไททาเนตไซด
เป็นตัวเชื่อม

โดย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ธันวาคม 2545

กิตติกรรมประกาศ

โครงการนี้เป็นโครงการที่ได้รับทุนจากงบประมาณแผ่นดิน ประจำปี 2545 ภายใต้ทิศทางการวิจัยที่นำไปสู่การเพิ่มผลผลิตและการสร้างมูลค่าเพิ่ม โดยมีแผนงานวิจัยเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการผลิตและการสร้างมูลค่าเพิ่ม และหัวข้อวิจัยเป็นการวิจัยเทคโนโลยีเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพวิธีการผลิต ลดต้นทุน และลดการสูญเสีย ผู้วิจัยขอขอบคุณทุกท่านที่มีส่วนเกี่ยวข้องในงานวิจัยนี้โดยเฉพาะอย่างยิ่ง Dr. Steve J Milne จาก Department of Materials, University of Leeds, UK ที่ให้คำแนะนำและคำปรึกษาตลอดช่วงการทำวิจัยที่ผ่านมา ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุทุกท่าน ที่ช่วยเหลือในเรื่องเทคนิคต่างๆ ทั้งด้านการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่างและการบริหารโครงการ โดยเฉพาะคุณสิริพรรณ นิลไพรัช ที่ให้คำปรึกษาในเรื่องการวิเคราะห์ผลการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา

บทคัดย่อ

แบบเรียบโททานेटโซลเตรียมจากกระบวนการที่ใช้สารประกอบพวกไดออล (diol route) และโซลที่เตรียมได้ใช้เป็นตัวเชื่อมสำหรับช่วยในการอัดขึ้นรูปผงแบบเรียบโททานेटแบบทิศทางเดียว (uniaxial die pressing) จากนั้นเปรียบเทียบความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการเผาที่ได้จากการใช้โซลเป็นตัวเชื่อมกับการใช้พอลิไวนิลบิวทิล (PVB) ซึ่งเป็นตัวเชื่อมที่มีการใช้อยู่ในปัจจุบัน ผลการทดลองพบว่า ชิ้นงานที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อมมีความหนาแน่นสูงกว่า แต่การหดตัวของชิ้นงานน้อยกว่า ตัวอย่างเช่น ชิ้นงานที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อม อัดขึ้นรูปที่ 100 MPa จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องไดลาโตมิเตอร์ (dilatometer) ในช่วง 1000-1400 °C ให้ค่าอัลฟาที่ $-391.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ และความหนาแน่นของชิ้นงานที่ 95 % หลังจากเผาชิ้นงานที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในขณะที่ชิ้นงานที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมให้ค่าอัลฟาในช่วง 1000-1400 °C ที่ $-417.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ และความหนาแน่นของชิ้นงานที่ 93 % ความแตกต่างที่เห็นได้ชัดเจนเมื่ออุณหภูมิในการเผาลดลง โดยชิ้นงานที่ใช้โซลให้ค่าความหนาแน่นสูงกว่าชิ้นงานที่ใช้ PVB ถึง 5-9 % เมื่อเผาที่ 1150°C

Abstract

A barium titanate (BT) precursor sol was prepared by a diol sol-gel route and used as a binder for assisting the uniaxial die pressing of commercial BT powders. The densification characteristics of powder compacts containing the BT sol-gel were compared to samples prepared using Polyvinyl butyral, PVB as a conventional organic binder. A reduced shrinkage, but slightly higher final density were found in samples with the sol-gel binder. For example, a sample with sol-gel binder pressed at 100 MPa which was tested by dilatometer in the range of 1000-1400°C gives alpha value of $-391.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ and density of 95% theoretical density after sintering at 1300°C for 2 h whereas a sample with PVB binder gives alpha value of $-417.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ and density of 93% theoretical density. The most noticeable difference was observed at low sintering temperatures, 1150°C, in which the density of the samples prepared using sol binder is 5-9 % higher than those using PVB.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อ	ii
Abstract	iii
สารบัญ	iv
สารบัญรูป	v
สารบัญตาราง	vi
บทที่ 1 บทนำ	
บทที่ 2 วิธีการทดลอง	
2.1 สารเคมีที่ใช้	3
2.2 การวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคของผงแบเรียมไททาเนต	3
2.3 การเตรียมแบเรียมไททาเนตโซล	3
2.4 การหาน้ำหนักของแบเรียมไททาเนตเจลและผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จาก แบเรียมไททาเนตโซล	3
2.5 การวิเคราะห์หาการสลายตัวของตัวเชื่อม	3
2.6 การวิเคราะห์วัฏภาคผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจล	4
2.7 การวิเคราะห์หาคาร์บอนไดออกไซด์ที่เหลืออยู่ในผงแบเรียมไททาเนต	4
2.8 การเตรียมชิ้นงานแบเรียมไททาเนตเซรามิก	4
2.9 การหาความหนาแน่นของชิ้นงาน	4
2.10 การศึกษาพฤติกรรมการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา	4
บทที่ 3 ผลการทดลอง	
3.1 การวิเคราะห์ลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ใช้	5
3.2 การตรวจสอบการสลายตัวของตัวเชื่อม	6
3.3 การตรวจสอบวัฏภาคและลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผา แบเรียมไททาเนตเจล	7
3.4 การวิเคราะห์การหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา	10
3.5 การศึกษาถึงความหนาแน่นของชิ้นงาน	13
3.6 การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการเผา	18
บทที่ 4 บทวิจารณ์และสรุปผลการทดลอง	19
เอกสารอ้างอิง	20

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 3.1 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงแบเรียมไททาเนต จาก Aldrich	5
รูปที่ 3.2 กราฟแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงแบเรียมไททาเนตจาก Aldrich	5
รูปที่ 3.3 กราฟแสดงการสลายตัวของ PVB	6
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงการสลายตัวของแบเรียมไททาเนตเจล	7
รูปที่ 3.5 X-ray diffraction pattern ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผา แบเรียมไททาเนตเจลที่ 800 °C, 900 °C และ 1000 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	8
รูปที่ 3.6 IR spectrum ของผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททาเนตเจล ที่ 800°C, 900 °C และ 1000 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	8
รูปที่ 3.7 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแบเรียมไททาเนตเจล หลังเผาที่ 700°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	9
รูปที่ 3.8 Dilatometric curve ของชิ้นงานซึ่งอัดที่ความดัน 100 MPa	10
รูปที่ 3.9 Dilatometric curve ของชิ้นงานซึ่งอัดที่ความดัน 100 MPa	11
รูปที่ 3.10 Dilatometric curve ของชิ้นงานซึ่งอัดที่ความดัน 100 MPa	11
รูปที่ 3.11 กราฟแสดงความหนาแน่นของชิ้นงานที่ใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดกันเมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	13
รูปที่ 3.12 กราฟแสดงความหนาแน่นของชิ้นงานที่ใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดกันเมื่อเผาที่เวลาต่างๆ ที่อุณหภูมิ 1150 °C	14
รูปที่ 3.13 กราฟแสดงผลของความดันในการอัดชิ้นงานต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน หลังเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	15
รูปที่ 3.14 กราฟแสดงผลของปริมาณโซลที่ใช้ต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน : (a) ตัวอย่างก่อนเผาหลังการอัดที่ 200 MPa ; (b) หลังการเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	16
รูปที่ 3.15 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแบเรียมไททาเนตซึ่งใช้โซลเป็นตัวเชื่อม (ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของแบเรียมไททาเนตเจล) เมื่อตัวอย่างอัดที่ 200 MPa และเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับ 96 %	18
รูปที่ 3.16 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแบเรียมไททาเนตซึ่งใช้ PVB เป็นตัวเชื่อม (ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก) เมื่อตัวอย่างอัดที่ 200 MPa และเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับ 95%	18

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 ค่าการหดตัวของแบเรียมไททานเตเซรามิกหลังการเผา	12
ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารประกอบอินทรีย์ในเจลแห้งที่สูญเสียน้ำไปจากชิ้นงานหลังการเผา	17

บทที่ 1

บทนำ

แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) เป็นหนึ่งในวัสดุที่สำคัญในกลุ่มของเพียโซอิเล็กทริกเซรามิกเนื่องจากการนำไปใช้เป็นตัวเก็บประจุหรือทรานสดิวเซอร์ (1) ซึ่งคุณภาพของผงแบเรียมไททาเนตเป็นปัจจัยหนึ่งในการกำหนดลักษณะของแบเรียมไททาเนตเซรามิกที่ได้ ดังนั้นงานวิจัยหลายงานจึงมุ่งที่การผลิตผงแบเรียมขนาดเดียวซึ่งมีความบริสุทธิ์สูงและซินเตอร์ได้ง่าย (2) เนื่องจากการเตรียมแบเรียมไททาเนตแบบดั้งเดิมคือ การผสมสารตั้งต้นที่เป็นผงเข้าด้วยกัน (mixed oxide route) มีข้อเสียอยู่หลายประการ เช่น ขนาดผงค่อนข้างใหญ่ (1-2 ไมครอน) มีสิ่งปนเปื้อนสูง และต้องการอุณหภูมิในการเผาสูง (3) ดังนั้นวิธีการเตรียมผงแบบอื่นๆจึงนำมาใช้เพื่อเตรียมผงที่มีความละเอียดกว่า มีความบริสุทธิ์สูงกว่า เช่น กระบวนการโซลเจล, ไมโครอิมัลชัน (micro emulsion) (4), ไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) (5-7) หรือ mechanical activation (8) แต่ละเทคนิคมีข้อดีข้อเสียต่างกันโดยเฉพาะอย่างยิ่งกับลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในแง่ของขนาดผงและความบริสุทธิ์ ยิ่งไปกว่านั้นบางเทคนิคต้องการเครื่องมือพิเศษ เช่น เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล แม้ว่าวิธีไมโครอิมัลชันจะให้ผงที่ละเอียดมากและกล่าวถึงข้อเสียเปรียบของกระบวนการโซลเจลว่าต้องใช้สารตั้งต้นที่มีราคาแพง กระบวนการโซลเจลยังมีข้อได้เปรียบบางประการที่เฉพาะตัวคือการผลิตได้ในลักษณะของแก้ว การผลิตผง การผลิตฟิล์มบางและการผลิตเส้นใย (9) นอกจากนี้ยังมีการนำโซลไปใช้ประโยชน์ได้อีกลักษณะหนึ่งคือ การใช้เป็นตัวเชื่อม

ในช่วง 10 ปีที่ผ่านมา ยังไม่มีการนำตัวเชื่อมที่เป็นสารอนินทรีย์ (Inorganic binder) มาใช้ในงานวิจัยกันอย่างกว้างขวางนัก ดังนั้นการวิจัยในเชิงดังกล่าวยังเป็นเรื่องที่น่าสนใจที่จะศึกษากันต่อไปในอนาคต

Kindl et al. (10) ได้ทดลองใช้อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โซล ในกระบวนการเตรียมอลูมินาเซรามิก และพบว่าโซลมีสมบัติในการเป็นสารช่วยการกระจายตัว (dispersing agent) ที่ดีและยังช่วยในเรื่องการซินเตอร์ ซึ่งสิ่งเหล่านี้ยืนยันได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) และการทดสอบความแข็ง (Microhardness Test) ในทำนองเดียวกัน Kumar et al. (11) ใช้โมโนไฮดรอกซีอลูมิเนียมออกไซด์ (Boehmite, AlOOH) เป็นตัวเชื่อม สำหรับ extrusion ของอลูมินาเซรามิก ผลจากการทดลองพบว่า อลูมินาเซรามิกมีความหนาแน่นสูง เนื่องจาก Boehmite ซึ่งมีขนาดในระดับนาโนเมตรเคลือบอยู่บนผิวของผงอลูมินาช่วยในเรื่องของ diffusion reaction

Petroff et al. (12) ศึกษาเกี่ยวกับเซอร์โคเนียไฮโดรเจล ซึ่งช่วยในเรื่องของการกระจายตัวและเสถียรภาพของเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead Zirconate Titatate, PZT) ในน้ำ และนอกจากนี้ยังมีพฤติกรรมในการเป็นตัวเชื่อม สำหรับการเทแบบ (casting) ผลการทดลองพบว่าการใช้เซอร์โคเนียไฮโดรเจลให้ค่าของความแข็งแรงก่อนเผา (green strength) ที่สูง โดยไม่จำเป็นต้องใช้สารเติมแต่ง (organic additive)

การใช้ตัวเชื่อมที่เป็นสารอนินทรีย์อีกระบบหนึ่งได้จากการตกตะกอนของไฮเดรตเมทัลออกไซด์ (hydrated metal oxide) บนผงซึ่งสามารถทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อม ได้โดยให้ประสิทธิภาพในการสูญเสียตัวเชื่อม น้อยมาก สิ่งสูญเสียออกไปจึงเป็นเพียงน้ำเท่านั้น ดังนั้นถือว่าเป็นระบบที่ปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม ตัวอย่าง เช่น อลูมินาเซอร์โคเนียคอมโพสิต เตรียมได้จากการตกตะกอนของไฮเดรตเซอร์โคเนีย (hydrated zirconia) ลงบนผงอลูมินา (13) ในทำนองเดียวกันซิลิกอนไนไตรด์ถูกเคลือบด้วยไฮเดรตอลูมินา (hydrated alumina) (14)

คณะผู้วิจัยเคยศึกษาถึงการใช้เลดเซอร์โคเนตไททานตโซลเป็นตัวเชื่อม เปรียบเทียบกับการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ในการขึ้นรูปเลดเซอร์โคเนตไททานตเซรามิก พบว่าเลดเซอร์โคเนตไททานตเซรามิกที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อม ให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่สูงกว่า หรืออาจกล่าวได้ว่าเลดเซอร์โคเนตไททานตโซลสามารถทำหน้าที่เป็นทั้งตัวเชื่อมและสารช่วยการซินเตอร์ริง (15)

แบเรียมไททานตโซลเตรียมได้จากสารตั้งต้นหลายชนิด มีโซลอย่างน้อย 7 กลุ่มที่เตรียมได้จากไทเทเนียมอัลคอกไซด์และสารตั้งต้นแบเรียมชนิดต่างๆ ได้แก่ กลุ่มที่ 1 : โลหะแบเรียม (16) กลุ่มที่ 2 : แบเรียมอัลคอกไซด์ (2, 17-20) กลุ่มที่ 3 แบเรียมอะซิเตต (21-23) กลุ่มที่ 4 แบเรียมไฮดรอกไซด์ (24-25) กลุ่มที่ 5 แบเรียมเมททอกซีเอทานอล (26) กลุ่มที่ 6 แบเรียมคลอไรด์ (27) และกลุ่มที่ 7 แบเรียมไนเตรต (27)

วัตถุประสงค์ของการวิจัยนี้เพื่อศึกษาถึงพฤติกรรมการซินเตอร์ริงและความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อใช้แบเรียมไททานตโซลเป็นตัวเชื่อม โดยเปรียบเทียบผลที่ได้กับชิ้นงานที่ใช้สารประกอบพวกพอลิเมอร์เป็นตัวเชื่อม การวิจัยนี้จะทำให้ทราบถึงข้อดีของการใช้โซลเป็นตัวเชื่อมในแง่ของการช่วยเรื่องการซินเตอร์ริงและความหนาแน่นของชิ้นงานสุดท้ายที่ได้จากการเผา

ในส่วนของ การทดลองการเตรียมโซลด้วยสารตั้งต้นพวกไดอัล (diol) ถูกเลือกใช้กับการทดลองนี้เนื่องจาก titanium diisopropoxide bisacetyl acetonate (TIAA) ซึ่งเป็นสารที่ปรับเปลี่ยนมาจากอัลคอกไซด์ (modified alkoxide precursor) และถูกใช้เป็นสารตั้งต้นนั้นไวต่ออากาศน้อยกว่าไทเทเนียมอัลคอกไซด์ ดังนั้นการเตรียมโซลจึงทำได้ในบรรยากาศปกติ

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมีที่ใช้

Barium acetate (Aldrich, purity > 99%)

Acetic acid (J.T. Baker, purity > 99.9%)

Titanium diisopropoxide bisacetyl acetonate หรือ TIAA , 75 wt% in isopropanol (Aldrich)

1,3 propanediol (Aldrich, purity > 98%)

Barium titanate powder (Aldrich, purity > 99%)

Poly(vinyl butyral-co-vinyl alcohol-co-vinyl acetate) 80 wt.% vinyl butyral หรือ PVB (Aldrich)

2.2 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงแบเรียมไททานเต

ขนาดอนุภาคของผงแบเรียมไททานเตวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) Philips XL30CP และด้วยเครื่องวิเคราะห์หาขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) ของ Sympatec HELOS

2.3 การเตรียมแบเรียมไททานเตโซล

1. ขวดก้นกลมที่ 1 ละลายแบเรียมอะซิเตตในกรดอะซิติก แล้วรีฟลักซ์เป็นเวลา 90 นาที
2. ขวดก้นกลมที่ 2 เป็นสารผสมระหว่าง titanium diisopropoxide bisacetylacetonate (TIAA) กับ 1,3 propanediol ในอัตราส่วน 1:1 mol ของ titanium ต่อ diol รีฟลักซ์สารผสมนี้เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นจึงกลั่นที่อุณหภูมิประมาณ 80 °C
3. ผสมสารละลายแบเรียมอะซิเตตจากขวดที่ 1 กับสารละลาย TIAA จากขวดที่ 2 ด้วยอัตราส่วน 1:1 โมล ของ Ba ต่อ Ti รีฟลักซ์ส่วนผสมเป็นเวลา 60 นาที

2.4 การหาน้ำหนักของแบเรียมไททานเตเจลและผงแบเรียมไททานเตที่ได้จากแบเรียมไททานเตโซล

1. ชั่งแบเรียมไททานเตโซล 5 กรัม ใส่ในอลูมินาครุชชีเบิล
2. ทำแบเรียมไททานเตโซลให้เป็นแบเรียมไททานเตเจลแห้ง โดยการให้ความร้อนครุชชีเบิลด้วย hot plate ที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C
3. บดแบเรียมไททานเตเจลแห้งให้ละเอียด แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ชั่งและบันทึกน้ำหนักของแบเรียมไททานเตเจลแห้งหลังการอบ
4. นำแบเรียมไททานเตเจลแห้งจากข้อ 3 ไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ชั่งและบันทึกน้ำหนักของผงแบเรียมไททานเตที่ได้

2.5 การวิเคราะห์ลักษณะการสลายตัวของตัวเชื่อม

การสลายตัวของแบเรียมไททานเตเจลและ PVB วิเคราะห์ด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA) จากอุณหภูมิ 0 °C ถึง 900 °C ด้วยเครื่อง Netzsch STA 409 C อัตราเร็วในการให้ความร้อน 5 °C/นาที อัตราเร็วในการไหลของบรรยากาศ (อากาศ/ไนโตรเจน : 50/50) ที่ใช้เท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที

2.6 การวิเคราะห์วัฏภาคผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแบบเรียบไททานิตเจด

การวิเคราะห์วัฏภาคของสารตัวอย่างทำได้โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ของ Philips PW3710 ($\text{CuK}\alpha$ 0.02° 2θ sec^{-1})

2.7 การวิเคราะห์คาร์บอนไอออนที่เหลืออยู่ในผงแบบเรียบไททานิต

การวิเคราะห์คาร์บอนไอออนทำได้โดยการใช้เครื่อง Fourier Transform Infrared (FTIR) ของ Perkin Elmer รุ่น 1760X

2.8 การเตรียมชิ้นงานแบบเรียบไททานิตเซรามิก

1. ละลายแบบเรียบไททานิตโซลในตัวทำละลายผสมระหว่างกรดอะซิติกและเอทานอล (กรดอะซิติก : เอทานอล = 1 : 4) แบบเรียบไททานิตโซลถูกใช้ในปริมาณต่างๆ ที่มีค่าเทียบเท่ากับเจลแห้งที่ได้จากโซลดังกล่าวคือ ร้อยละ 5, 6, 7 และ 8 โดยน้ำหนักของแบบเรียบไททานิตเจดแห้งในการผสมกับผงแบบเรียบไททานิต
2. ผสมผงแบบเรียบไททานิตลงในสารละลายแบบเรียบไททานิตโซล กวนให้เข้ากันด้วย magnetic stirrer จากนั้นจึงอบของผสมที่ 100°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
3. ของผสมระหว่างผงแบบเรียบไททานิตกับสารละลายแบบเรียบไททานิตโซล ถูกทำให้แห้งบน hot plate stirrer โดยการให้ความร้อนประมาณ 100°C
4. บดของผสมที่แห้งแล้วด้วยโกร่งและร่อนผ่านตะแกรงซึ่งทำด้วยโพลีเอสเตอร์ที่มีขนาด 300 ไมครอน
5. นำส่วนผสมที่แห้งและร่อนแล้วไปขึ้นรูปด้วยเทคนิคการอัดแบบทิศทางเดียว (uniaxial die pressing) โดยอัดขึ้นรูปที่ 100 MPa เป็นเวลา 30 วินาที ด้วยแบบที่ทำด้วยเหล็กขนาด 13×37.5 มิลลิเมตร โดยชิ้นงานมีความหนาประมาณ 6 มิลลิเมตร
6. ในกรณีของ PVB ละลาย PVB ในเอทานอลโดยให้ความร้อนเล็กน้อยจน PVB ละลายอย่างสมบูรณ์ แล้วจึงผสมผงแบบเรียบไททานิต ด้วยความเข้มข้นของ PVB ที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เมื่อผงแบบเรียบไททานิตถูกผสมให้เข้ากันดีกับสารละลาย PVB แล้วจึงทำส่วนผสมให้แห้งโดยทำตามขั้นตอนในข้อที่ 3-5

2.9 การหาความหนาแน่นของชิ้นงาน

ทั้งชิ้นงานที่ยังไม่ได้เผาและชิ้นงานที่เผาแล้ว วิเคราะห์หาความหนาแน่นได้โดยการวัดขนาดของชิ้นงานและชั่งน้ำหนัก จากนั้นจึงนำมาคำนวณหาความหนาแน่นด้วยสมการ $D = MV$

2.10 การศึกษาพฤติกรรมการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา

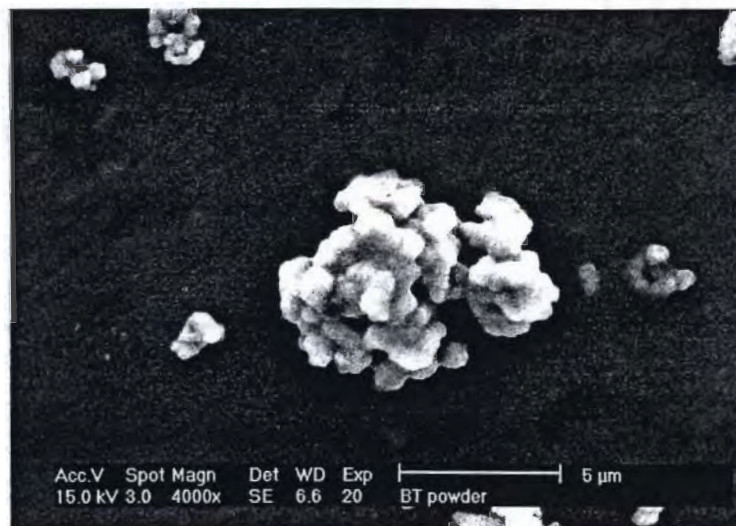
ชิ้นงานที่เตรียมได้ในข้างต้นมีขนาด $13 \times 37.5 \times 6$ มิลลิเมตร ซึ่งอัดที่ความดันต่างๆดังนี้คือ 100, 150 และ 200 MPa ถูกตัดให้มีขนาดประมาณ $13 \times 5 \times 6$ มิลลิเมตร จากนั้นจึงนำไปหาจุดขึ้นเตอรริงและพฤติกรรมการหดตัวหลังการเผาด้วยเครื่อง dilatometer แบบแนวตั้งของ SETARAM DHT2400K ด้วยอัตราเร็วของการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ที่ 10°C ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

บทที่ 3

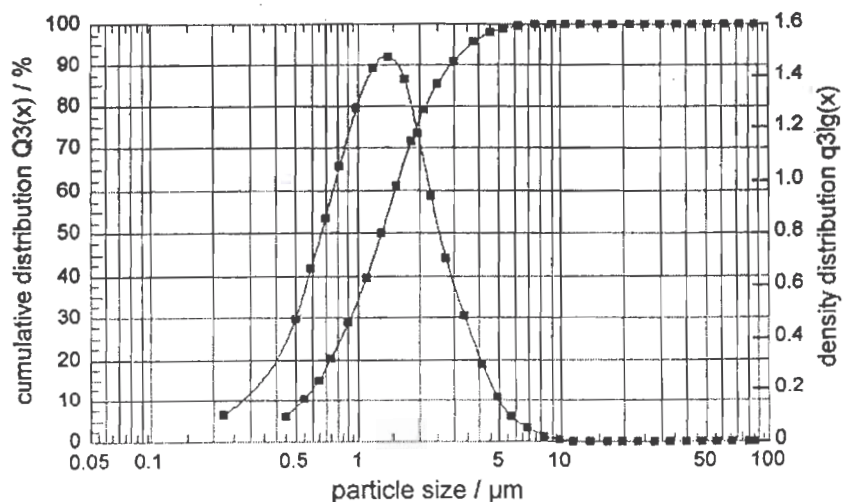
ผลการทดลอง

3.1 การวิเคราะห์ลักษณะของผงแบเรียมไททาเนตที่ใช้

จากข้อมูลของผู้ผลิตรายงานว่าผงแบเรียมไททาเนตนั้นมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 3 ไมครอน เมื่อวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูปที่ 3.1 พบว่า ขนาดของอนุภาคเบื้องต้นมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน แต่อนุภาคที่จับตัวกันเป็นกลุ่มใหญ่มีขนาดถึง 5 ไมครอน และเมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคดังรูปที่ 3.2 พบว่า ผงแบเรียมไททาเนตมีขนาดอนุภาคที่ d_{50} เท่ากับ 1.31 ไมครอน และ d_{90} เท่ากับ 2.94 ไมครอน



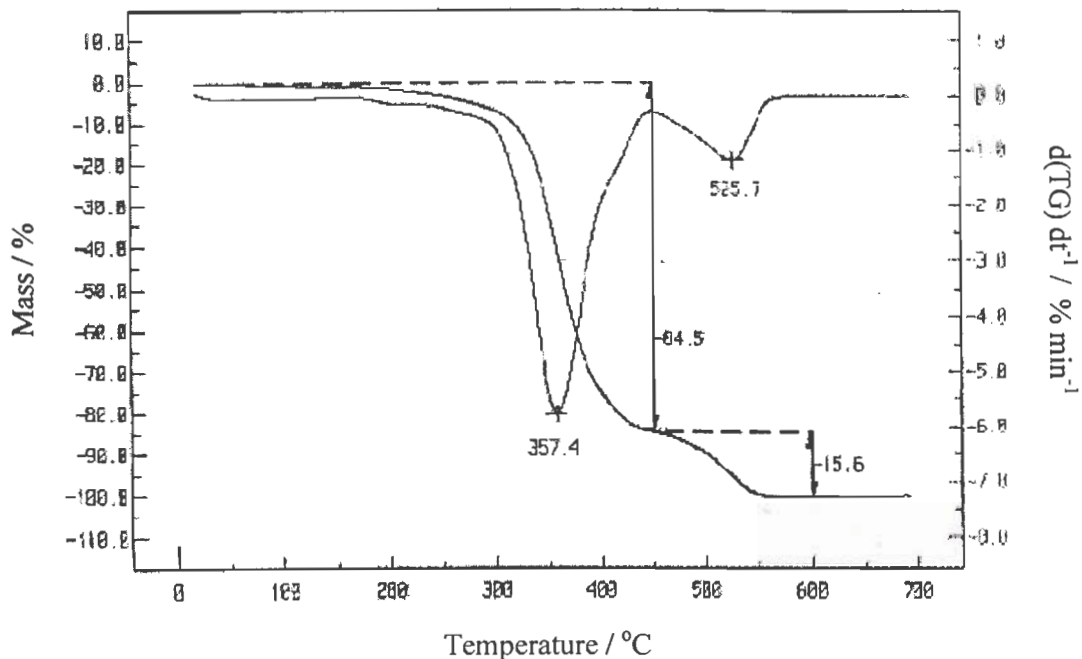
รูปที่ 3.1 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงแบเรียมไททาเนตจาก Aldrich



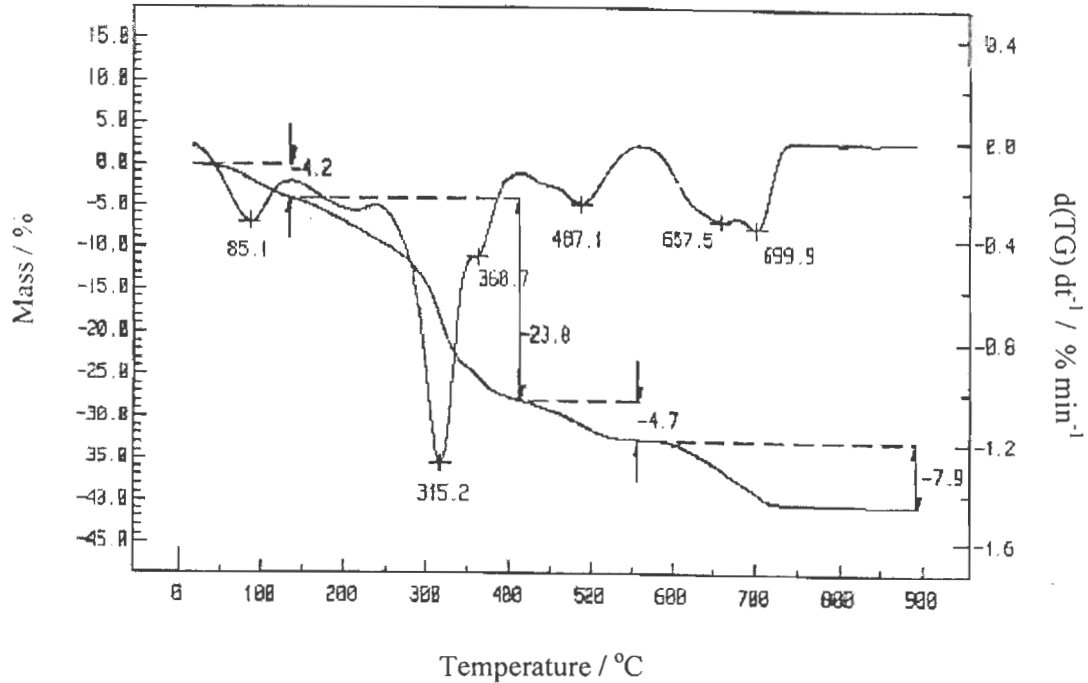
รูปที่ 3.2 กราฟแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงแบเรียมไททาเนตจาก Aldrich

3.2 การตรวจสอบการสลายตัวของตัวเชื่อม

การวิเคราะห์การสลายตัวของ PVB ด้วยเทคนิค TGA พบว่าการสลายตัวของ PVB อยู่ในช่วง 200°C ถึง 550°C น้ำหนักที่สูญเสียไป 100% โดยน้ำหนัก อยู่ที่ 550°C ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ในกรณีของแบเรียมไททานเตเจลแห้งพบว่าสารอินทรีย์ในเจลเริ่มสลายตัวที่ 80°C น้ำหนักที่สูญเสียไปทั้งหมดเท่ากับ 40%โดยน้ำหนัก การสูญเสียน้ำหนักหยุดที่ 700°C ดังรูปที่ 3.4 ทั้ง PVB และแบเรียมไททานเตเจลแสดงถึงการสูญเสียน้ำหนักอย่างมากในช่วงเดียวกันคือ 300°C ดังนั้นในขั้นตอนการเผาไล่ตัวเชื่อมของตัวอย่างทั้งสองประเภทคือ ตัวอย่างที่มีแบเรียมไททานเตเจลเป็นตัวเชื่อม และตัวอย่างที่มี PVB เป็นตัวเชื่อม การเผาไล่ตัวเชื่อมจึงทำที่สภาวะเดียวกันได้คือเผาที่ 700°C เมื่อเปรียบเทียบกับงานของนักวิจัยท่านอื่น(21-22) ซึ่งใช้แบเรียมอะซิเตดและไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิล ผลจาก TGA พบว่าเจลที่ทำให้แห้งแล้วสลายหมดที่ 700 °C และน้ำหนักที่สูญเสียทั้งหมดอยู่ที่ประมาณ 38 %โดยน้ำหนัก หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งว่าซิลที่ใช้แบเรียมอะซิเตดเป็นสารตั้งต้นนั้นส่วนของสารอินทรีย์ในเจลสลายตัวหมดที่ประมาณ 700°C และน้ำหนักที่สูญเสียทั้งหมดประมาณ 40 %โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ซิลเจลที่ได้จากแบเรียมไนเตรตและบิวทิลไททานเตโมโนเมอร์การสูญเสีย น้ำหนักทั้งหมดที่ 700 °C เช่นกัน (28)



รูปที่ 3.3 กราฟแสดงการสลายตัวของ PVB

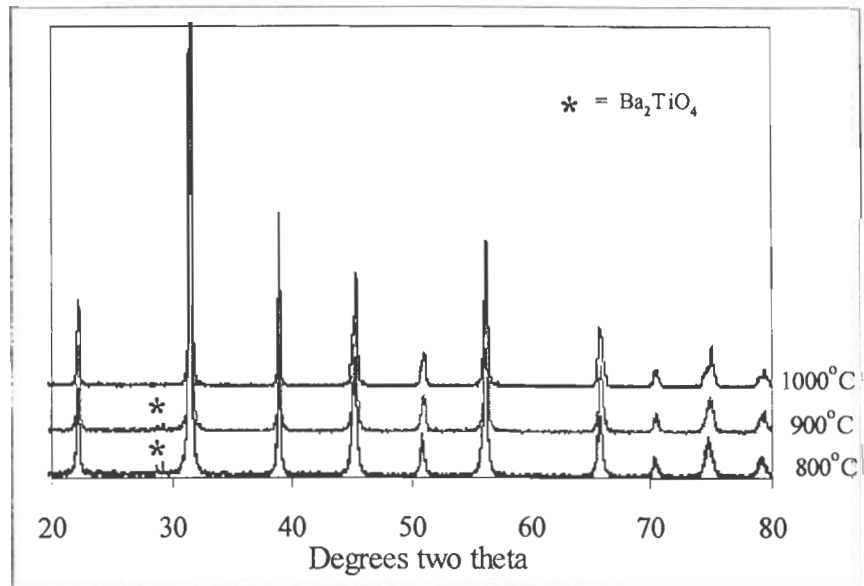


รูปที่ 3.4 กราฟแสดงการสลายตัวของแบเรียมไททานเตเจส

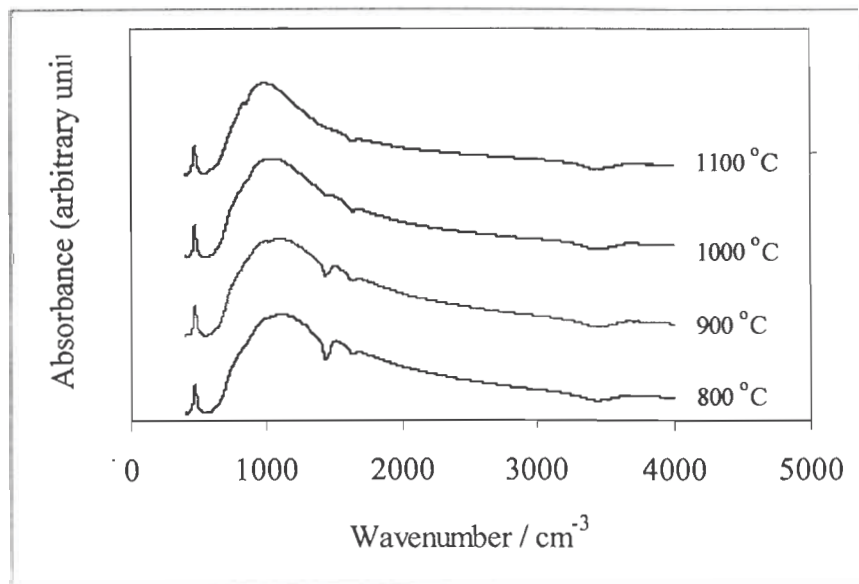
3.3 การตรวจสอบวัฏภาคและลักษณะของผงแบเรียมไททานเตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททานเตเจส

หลังจากที่แบเรียมไททานเตเจสแห้ง ถูกเผาที่ 800°C และ 900°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าผงแบเรียมไททานเตแสดง 2 วัฏภาคคือ วัฏภาคของแบเรียมไททานเตและวัฏภาคของแบเรียมออกซิไททานเต (Ba_2TiO_4) และไม่พบวัฏภาคของแบเรียมคาร์บอเนตเหลืออยู่ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และเมื่อให้อุณหภูมิการเผาสูงขึ้นถึง 1000°C XRD แสดงวัฏภาคของแบเรียมไททานเตเพียงวัฏภาคเดียว แต่อย่างไรก็ตามผลจาก FTIR พบว่าแบเรียมไททานเตเจสที่ถูกเผาที่ 800°C - 1000°C ยังพบพีคคาร์บอเนต ที่ 1433 cm^{-1} ดังรูปที่ 3.6 ซึ่งพีคของคาร์บอเนตจะหายไปเมื่อแบเรียมไททานเตเจสถูกเผาที่ 1100°C จาก XRD และ IR นอกจากแบเรียมไททานเตแล้วยังมีสารอีก 2 ชนิดที่พบคือ แบเรียมคาร์บอเนตและแบเรียมออกซิไททานเต พบเมื่อเจสที่แห้งแล้วถูกเผาที่ 800°C กรณีของ Ba_2TiO_4 คาดว่าเกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง TiO_2 และ BaCO_3 และเมื่อ Ba_2TiO_4 ทำปฏิกิริยากับ TiO_2 จะได้เป็น BaTiO_3 ในที่สุด (3)

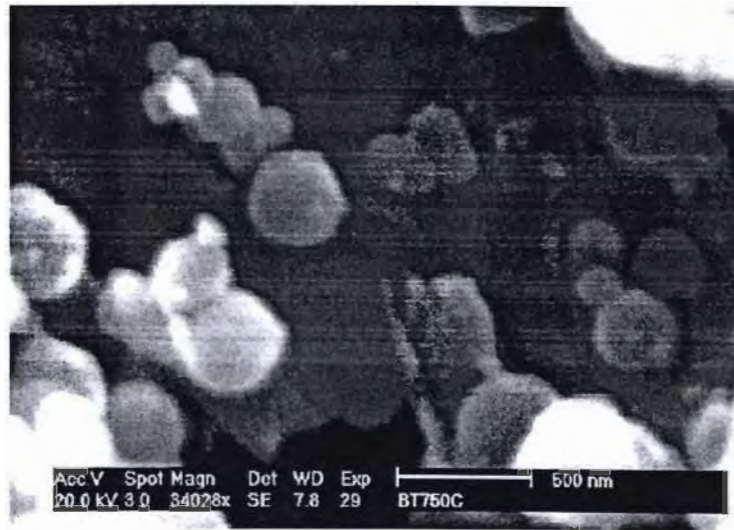
รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นว่าผงแบเรียมไททานเตที่ได้จากการเผาแบเรียมไททานเตเจสที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นั้นมีขนาดอนุภาคเบื้องต้นเล็กกว่า 500 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.5 X-ray diffraction pattern ของผงแบเรียมไททานेटที่ได้จากการเผาแบเรียมไททานेटเจลที่ 800 °C, 900 °C และ 1000 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



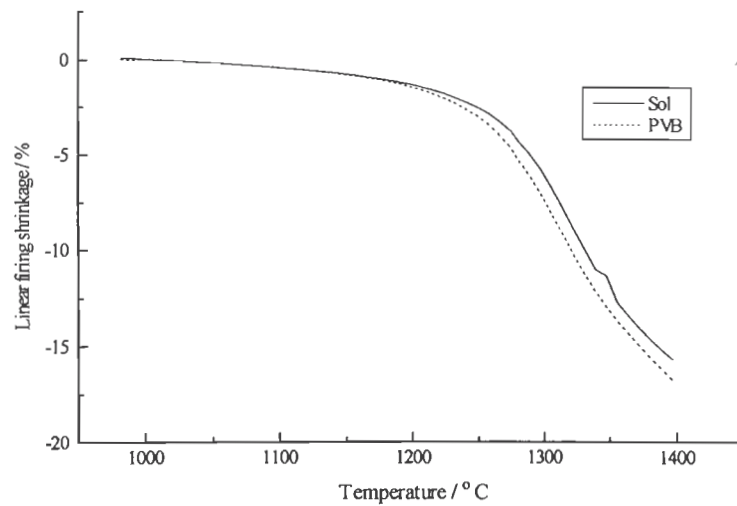
รูปที่ 3.6 IR spectrum ของผงแบเรียมไททานेटที่ได้จากเผาแบเรียมไททานेटเจลที่ 800 °C, 900 °C, 1000 °C และ 1100 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



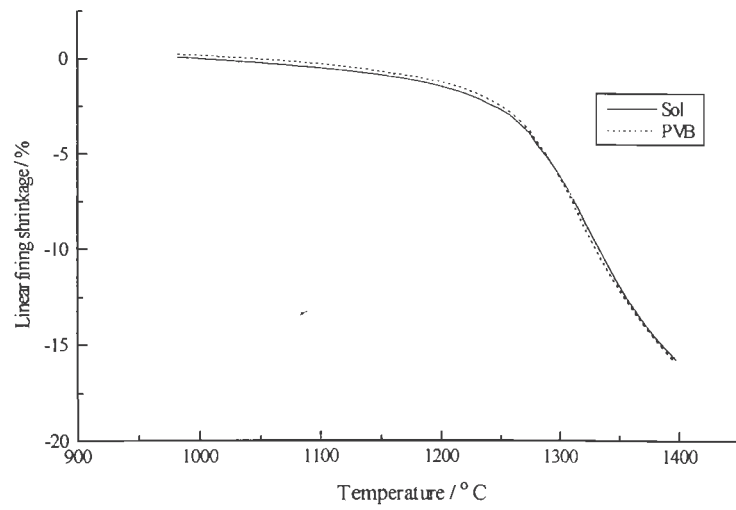
รูปที่ 3.7 รูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแบเรียมไททานเตเจสหลังจากเผาที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.4 การวิเคราะห์การหดตัวของชิ้นงานหลังการเผา

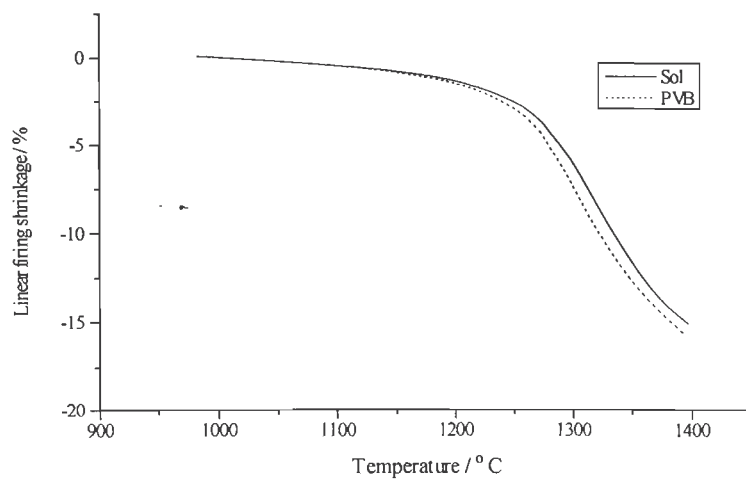
ชิ้นงานที่ใช้ตัวเชื่อมเป็น PVB 3% โดยน้ำหนัก และที่ใช้ตัวเชื่อมเป็นเจล 5% โดยน้ำหนัก อัดที่ความดันต่างๆ ดังนี้คืออัดที่ 100, 150 และ 200 MPa และตัดเป็นชิ้นให้มีขนาดที่นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง dilatometer ได้ ซึ่งร้อยละของการหดตัวหลังการเผาในช่วง 1000-1400 °C แสดงดังรูปที่ 3.8, 3.9 และ 3.10 จากกราฟจะเห็นได้ว่าตัวอย่างที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อมให้ผลการหดตัวของชิ้นงานน้อยกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อม ตัวอย่างเช่น ตัวอย่างที่อัดขึ้นรูปที่ความดัน 100 MPa ให้ค่าร้อยละของการหดตัวที่ 1390 °C เท่ากับร้อยละ 15.3 เมื่อใช้โซลเป็นตัวเชื่อม ในขณะที่ตัวอย่างที่เตรียมภายใต้สภาวะเดียวกันแต่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมให้ค่าการหดตัวของชิ้นงานที่ร้อยละ 16.3



รูปที่ 3.8 Dilatometric curve ของชิ้นงานซึ่งอัดที่ความดัน 100 MPa



รูปที่ 3.9 Dilatometric curve ของชิ้นงานซึ่งอัดที่ความดัน 150 MPa



รูปที่ 3.10 Dilatometric curve ของชิ้นงานซึ่งอัดที่ความดัน 200 MPa

ค่า alpha หรือ สัมประสิทธิ์การขยายตัวของตัวอย่างทั้งสองชนิดมีค่ามากขึ้น (ติดลบน้อยลง) ซึ่งแสดงถึงการหดตัวน้อยลงเมื่อตัวอย่างถูกอัดที่ความดันสูงขึ้น ค่า alpha สูงที่สุดเมื่อตัวอย่างถูกอัดที่ 200 MPa ดังแสดงได้ในตารางที่ 3.1

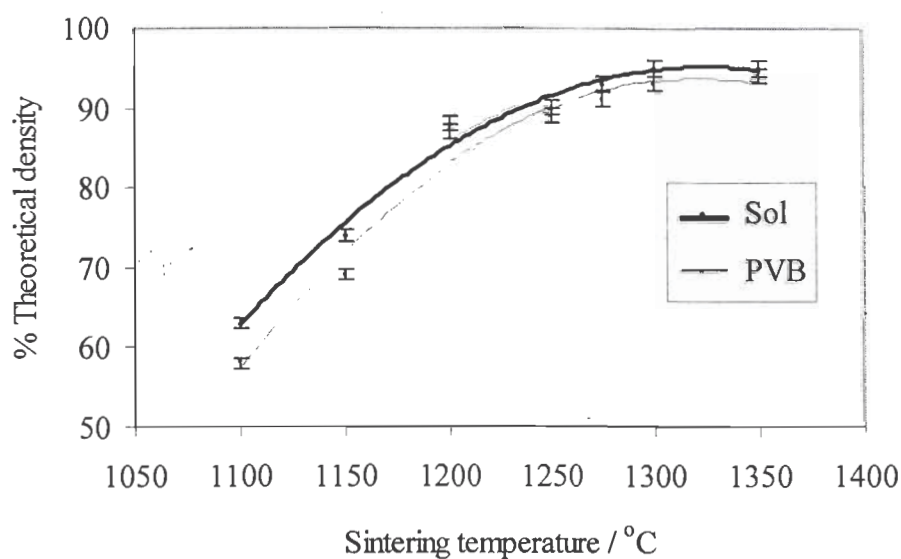
ตารางที่ 3.1 ค่าการหดตัวของแบเรียมไททานเตเซอร์รามิกหลังการเผา

ตัวอย่าง	ตัวเชื่อม	ความดัน(MPa)	ค่า alpha ช่วง 1000-1400°C
1	3 wt% PVB	100	$-417.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
2	3 wt% PVB	150	$-399.9 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
3	3 wt% PVB	200	$-369.1 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
4	5 wt% gel	100	$-391.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
5	5 wt% gel	150	$-389.3 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
6	5 wt% gel	200	$-357.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$

จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าเมื่อความดันสูงขึ้นการอัดตัวของชิ้นงานย่อมแน่นขึ้นดังนั้นการหดตัวจึงน้อยลง ดังจะเห็นได้ว่าตัวอย่างซึ่งอัดที่ 200 MPa มีการหดตัวน้อยที่สุด ค่า alpha ของตัวอย่างที่ใช้เจลเป็นตัวเชื่อมมีค่าสูงกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมเมื่อตัวอย่างทั้งสองชนิดอัดที่ความดันเดียวกัน ตัวอย่างเช่นที่ความดัน 200 MPa ค่า alpha ของตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมมีค่าเท่ากับ $-369.1 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ ในขณะที่ตัวอย่างที่ใช้เจลเป็นตัวเชื่อมมีค่าเท่ากับ $-357.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ เป็นไปได้ว่าอย่างน้อย 60% โดยน้ำหนักของเจลแห้ง จะกลายเป็นผงแบเรียมไททานเตเซอร์รามิกในที่สุด ดังผลที่แสดงใน TGA คือเจลแห้งสูญเสียน้ำหนักไปประมาณ 40% ผลที่ตามมาคือทุกส่วนที่มีเจลแห้งอยู่จะกลายเป็นช่องว่างเพียง 40% และผงแบเรียมไททานเตเซอร์รามิกที่ได้จากเจลทำหน้าที่หนุนโครงสร้างของชิ้นงานไว้ จากการศึกษาด้วย TEM ซึ่งเป็นงานวิจัยซึ่งผู้ทำวิจัยได้เคยทำไว้ในอดีต พบว่า มีเจลแทรกตัวอยู่ระหว่างอนุภาค (29) เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมนั้น เมื่อ PVB สลายตัวไปส่วนที่เคยมี PVB จะกลายเป็นช่องว่างทั้งหมด ดังนั้นระยะห่างระหว่างอนุภาคจึงมากกว่า เมื่อซินเตอร์ริงชิ้นงานจึงหดตัวมากกว่า

3.5 การศึกษาถึงความหนาแน่นของชิ้นงาน

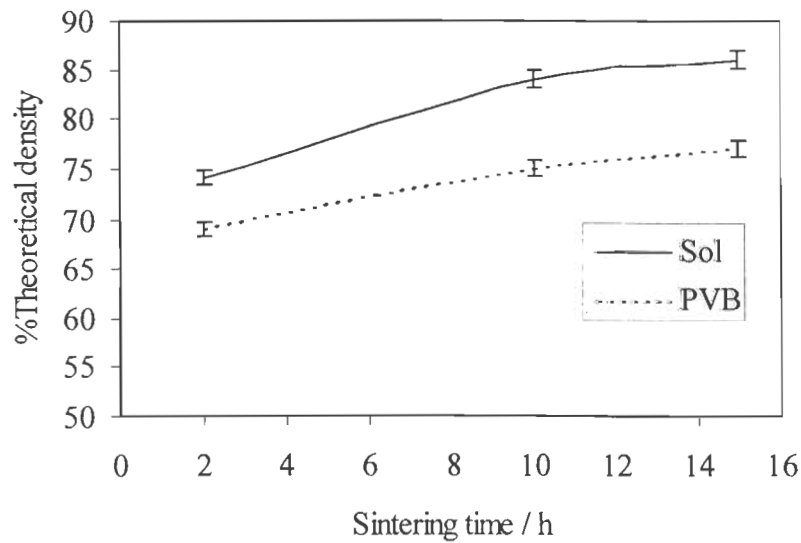
ในตอนต้นของการทดลองได้ลองใช้ PVB ที่น้อยกว่า 3 % โดยน้ำหนัก แต่ลักษณะของของชิ้นงานที่ได้ไม่แข็งแรงซึ่งสังเกตได้จากขอบของชิ้นงานมีการหลุดร่วง ดังนั้นปริมาณที่น้อยที่สุดของ PVB ที่ใช้ตลอดการทดลองนี้จึงกำหนดไว้ที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในทำนองเดียวกันกับตัวอย่างที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อมปริมาณที่น้อยที่สุดสำหรับการใช้โซลที่เท่ากับร้อยละของเจล 5 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.11 กราฟแสดงความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดเมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การศึกษาความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการเผา ทำภายใต้การเผาที่สภาวะต่างๆ ซึ่งการเปรียบเทียบของชนิดของตัวเชื่อมที่มีต่อความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อตัวอย่างถูกเผาที่ 1100°C, 1150°C, 1200°C, 1250°C, 1275°C, 1300°C และ 1350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รูปที่ 3.11 แสดงให้เห็นถึงความหนาแน่นของชิ้นงานที่สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น

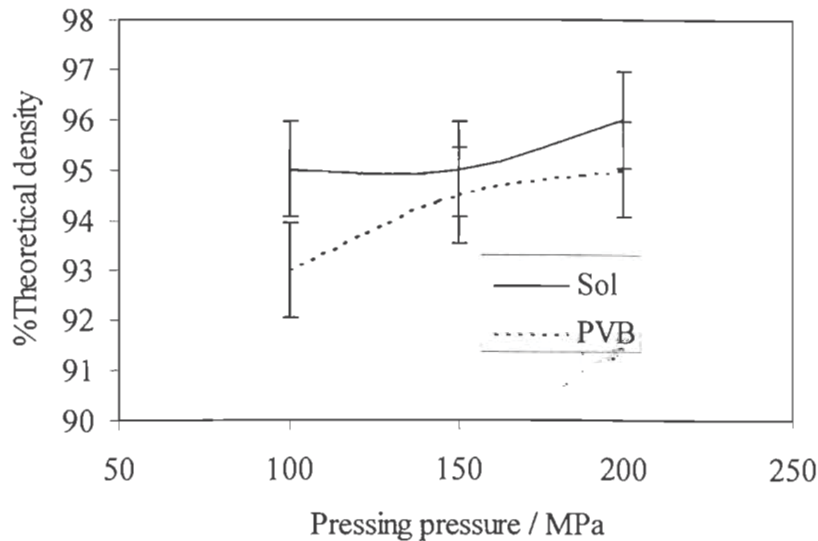
ในช่วง 1100°C-1150°C ความหนาแน่นของชิ้นงานซึ่งใช้โซลเป็นตัวเชื่อมสูงกว่าชิ้นงานที่ใช้ PVB ประมาณ 5 % ตัวอย่างเช่น หลังการเผาที่ 1150°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตัวอย่างที่ใช้ PVB มีความหนาแน่นเท่ากับ 69 % ส่วนตัวอย่างที่ใช้โซลมีความหนาแน่นเท่ากับ 74% และเมื่อตัวอย่างทั้งสองชนิดถูกเผาที่อุณหภูมิ 1200°C หรือสูงกว่า ตัวอย่างที่ใช้โซลมีค่าความหนาแน่นของชิ้นงานสูงกว่าประมาณ 1-2



รูปที่ 3.12 กราฟแสดงความหนาแน่นของชิ้นงานเมื่อใช้ตัวเชื่อมต่างชนิดเมื่อเผาที่เวลาต่างๆ ที่อุณหภูมิ 1150°C

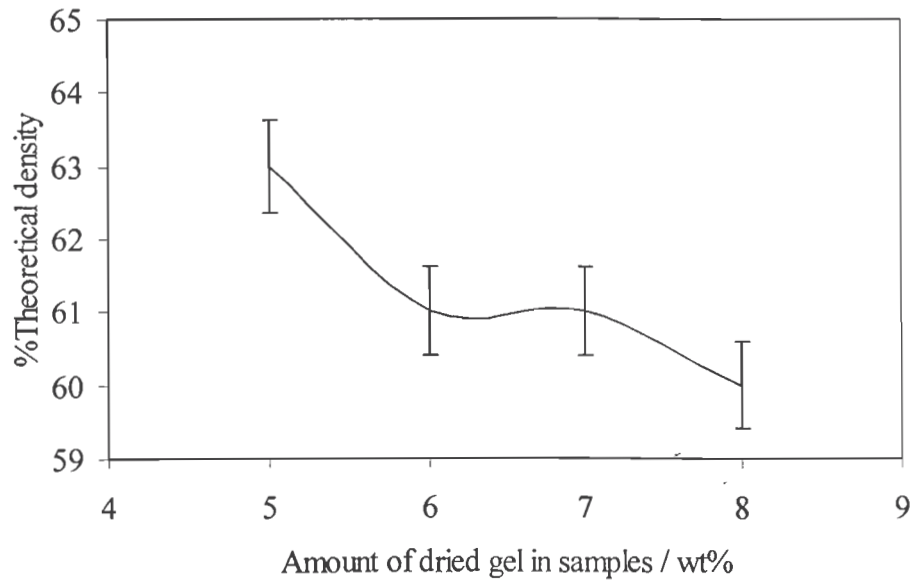
เมื่อกำหนดอุณหภูมิในการเผาที่ 1150°C และเวลาในการเผามากขึ้น ดังที่แสดงในรูปที่ 3.12 เห็นได้ว่าตัวอย่างที่ใช้เจลเกิดการซินเตอร์ริงที่อุณหภูมิต่ำได้ดีกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB ตัวอย่างเช่น หลังการเผาที่ 1150°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ตัวอย่างที่ใช้โซลมีความหนาแน่นเท่ากับ 84% ส่วนตัวอย่างที่ใช้ PVB มีความหนาแน่นเท่ากับ 75% เมื่อเผาตัวอย่างนานขึ้นเป็นเวลาถึง 15 ชั่วโมง พบว่า ทั้งตัวอย่างที่ใช้ PVB และตัวอย่างที่ใช้โซลมีความหนาแน่นสูงขึ้นเล็กน้อย จึงกล่าวได้ว่าตัวอย่างที่ใช้เจลแสดงความว่องไวในการซินเตอร์ริงที่อุณหภูมิต่ำได้ดีกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB ที่เป็นเช่นนี้อาจเนื่องมาจากผงแบเรียมไททาเนตที่ได้จากเจลมีขนาดเล็กจึงไวต่อการซินเตอร์ริง รูปที่ 3.7 แสดงให้เห็นว่าผงจากโซลมีขนาดเล็กกว่า 500 ไมครอน

การศึกษาถึงผลของความดันที่ใช้ในการอัดที่มีต่อความหนาแน่นของชิ้นงานโดยอัดตัวอย่างที่ความดัน 100, 150 และ 200 MPa จากรูปที่ 3.13 แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างซึ่งอัดที่ 200 MPa ให้ความหนาแน่นหลังการเผาสูงที่สุด ซึ่งผลจาก dilatometric curve แสดงถึงการหดตัวของชิ้นงานหลังการเผาอย่างน้อยที่สุดที่ความดัน 200 MPa เช่นกัน

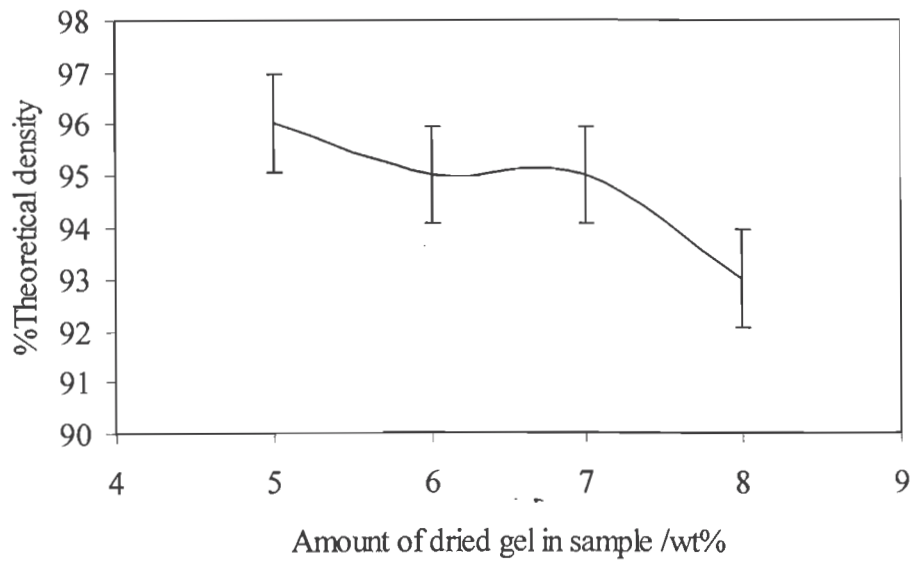


รูปที่ 3.13 กราฟแสดงผลของความดันในการอัดชิ้นงานต่อความหนาแน่นของชิ้นงานหลังเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อศึกษาถึงผลกระทบของปริมาณโซลที่ใช้ต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน โดยใช้โซลที่ปริมาณต่างๆ จนถึง 8 % เจลโดยน้ำหนัก โดยตัวอย่างทั้งหมดถูกอัดที่ 200 MPa พบว่าเมื่อปริมาณของเจลมากขึ้นทั้งตัวอย่างก่อนเผาและตัวอย่างหลังเผามีความหนาแน่นลดลงดังแสดงในรูปที่ 3.14 (a) และ 3.14 (b) การลดลงของความหนาแน่นของตัวอย่างหลังการเผาเป็นไปได้ว่าเมื่อปริมาณเจลมากขึ้นปริมาณของสารอินทรีย์ในเจลสูงขึ้นด้วยเช่นกัน ซึ่งทำให้เกิดช่องว่างหลังการเผามากกว่า โดยข้อมูลที่สนับสนุนข้อสันนิษฐานนี้ แสดงได้ดังตารางที่ 3.2 คือผลจากการคำนวณร้อยละของเจลที่หายไป ซึ่งเป็นข้อมูลที่ได้จาก TGA ว่าร้อยละของเจลมีหายไปหลังการเผามีค่าเท่ากับร้อยละ 40



(a)



(b)

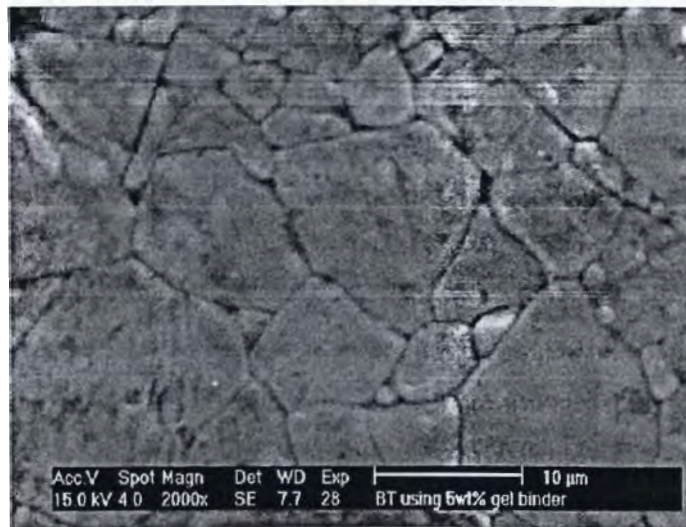
รูปที่ 3.14 กราฟแสดงผลของปริมาณโซลที่ใช้ต่อความหนาแน่นของชิ้นงาน : (a) ตัวอย่างก่อนเผาหลังการอัดที่ 200 MPa ; (b) หลังการเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารประกอบอินทรีย์ในเจลแห้งที่สุดสูญเสียไปจากชิ้นงานหลังการเผา

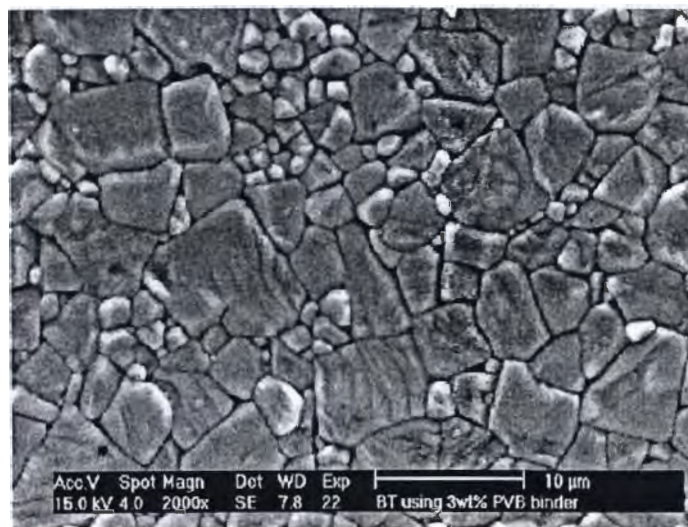
ตัวอย่าง	ตัวเชื่อม	ร้อยละของน้ำหนักของสารอินทรีย์ที่สูญเสียจากเจล
1	5 wt% gel	2
2	6 wt% gel	2.4
3	7 wt% gel	2.8
4	8 wt% gel	3.2

3.6 การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการเผา

รูปที่ 3.15 แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างที่ใช้เจลร้อยละ 5 อัดที่ 200 MPa และเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และรูปที่ 3.16 แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างที่ใช้ PVB ร้อยละ 3 โดยตัวอย่างเตรียมที่สภาวะเดียวกับตัวอย่างที่ใช้เจล โครงสร้างจุลภาคแสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อมมีขนาดของเกรนที่ใหญ่กว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อม นอกจากนี้ตัวอย่างที่ใช้ PVB เป็นตัวเชื่อมยังพบเกรนที่มีขนาดเล็กมากกว่าทั้งนี้เป็นการแสดงให้เห็นถึงการขึ้นเตอรริงที่พัฒนาการน้อยกว่าจึงยังพบเกรนขนาดเล็กอยู่มาก



รูปที่ 3.15 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแบบเตรียมไททานเตซึ่งใช้โซลเป็นตัวเชื่อม (ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของแบบเตรียมไททานเตเจล) เมื่อตัวอย่างอัดที่ 200 MPa และเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับ 96 %



รูปที่ 3.16 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแบบเตรียมไททานเตซึ่งใช้ PVB เป็นตัวเชื่อม (ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก) เมื่อตัวอย่างอัดที่ 200 MPa และเผาที่ 1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความหนาแน่นของชิ้นงานเท่ากับ 95%

บทที่ 4

บทวิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

ในขั้นต้นที่มีการผสมตัวเชื่อมกับผงแบเรียมไททาเนตพบว่าแบเรียมไททาเนตโซลละลายในตัวทำละลายได้ง่ายที่อุณหภูมิห้องเนื่องจากโซลเป็นของเหลว ในขณะที่ PVB ซึ่งเป็นของแข็งต้องให้ความร้อนเพื่อการละลายในตัวทำละลายอย่างสมบูรณ์

จากผลการทดลองในแง่บทบาทของแบเรียมไททาเนตโซลที่ทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมพบว่าแบเรียมไททาเนตโซลทำให้ผงแบเรียมไททาเนตยึดจับกันได้เช่นเดียวกับ PVB โดยสังเกตจากชิ้นงานที่ได้หลังการอัดขึ้นรูปว่าชิ้นงานนั้นอยู่ตัว ไม่แตกหักและมีความแข็งแรงพอที่จะนำไปทำการทดลองในขั้นต่อไปคือ การวัดขนาดของชิ้นงานเพื่อหาความหนาแน่นก่อนการเผาและการนำไปเผาต่อ นอกจากนี้ชิ้นงานหลังการเผาแสดงให้เห็นว่า ตัวอย่างที่ใช้โซลเป็นตัวเชื่อมมีค่าความหนาแน่นสูงกว่า และมีการหดตัวของชิ้นงานน้อยกว่า สิ่งที่พบได้อีกประการหนึ่งคือตัวอย่างที่ใช้โซลจะแสดงความไวในการขึ้นเตอรริงที่อุณหภูมิต่ำได้ดีกว่าตัวอย่างที่ใช้ PVB

เมื่อเปรียบเทียบงานวิจัยในครั้งนี้อยู่กับการวิจัยที่ผู้วิจัยได้เคยทำมาในอดีตพบว่าแม้วัสดุที่ใช้จะเปลี่ยนไปแต่การใช้โซลเป็นตัวเชื่อมยังคงให้ผลดีในแง่ความหนาแน่นของชิ้นงานซึ่งสูงกว่าการใช้พอลิเมอร์เป็นตัวเชื่อม โดยเฉพาะอย่างยิ่งกับอุณหภูมิการเผาที่ต่ำ ซึ่งถือว่าเป็นสิ่งที่ต้องการของทั้งเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) และแบเรียมไททาเนต (BT) เนื่องจากสารตะกั่วใน PZT สามารถระเหิดได้ที่อุณหภูมิสูง ทำให้องค์ประกอบของตะกั่วในโครงสร้างลดลง ส่วน BT มักเกิดการโตของเกรนเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาสูง ซึ่งทั้งการสูญเสียตะกั่วและการโตของเกรนมีผลต่อค่าไฟฟ้า ดังนั้นการพยายามลดอุณหภูมิในการเผาจึงเป็นเป้าหมายของสารประกอบทั้งสองชนิด และเมื่อพิจารณาถึงสารประกอบชนิดอื่นสำหรับการเตรียมเซรามิก การเผาผลิตภัณฑ์ได้ที่อุณหภูมิต่ำย่อมเป็นผลดีในแง่ของการลดการใช้พลังงาน

ดังที่กล่าวมาแล้วในบทนำว่าการเตรียมผงด้วยวิธีการทางเคมีให้ผลที่ดีกว่าการเตรียมผงด้วยวิธีการแบบดั้งเดิม ทั้งในแง่ของควมบริสุทธิ์และขนาดอนุภาค แต่ข้อเสียเปรียบของวิธีการทางเคมีคือสารตั้งต้นมีราคาแพง ถ้าต้องการเตรียมผงในให้มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดเล็กจะต้องเสียค่าใช้จ่ายมาก ดังนั้นการใช้โซลในการทดลองนี้จึงให้ประโยชน์หลักในแง่ของการใช้เป็นตัวเชื่อม และผลพลอยได้คือการเพิ่มความหนาแน่นของชิ้นงานโดยไม่ต้องใช้ผงที่เตรียมจากวิธีการทางเคมีทั้งหมดซึ่งเป็นการประหยัดค่าใช้จ่าย เนื่องจากงานวิจัยในลักษณะนี้ยังอยู่ในขั้นเริ่มต้น และไม่มีกรวิจัยกว้างขวางนัก ดังนั้นการศึกษาในแง่มุมต่างๆตามปัจจัยที่เกี่ยวข้องยังเป็นเรื่องที่น่าสนใจในการทดลองต่อไป ในอนาคตผู้วิจัยจะดำเนินการทดลองเรื่องความสัมพันธ์ระหว่างการผลิตผงและโซลในแง่มุมอื่นเพื่อให้เข้าใจธรรมชาติของสารผสมทั้งสองชนิดดังนี้

1. การทดลองใช้โซลจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน ดังจะเห็นได้จากบทนำว่าสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแบเรียมไททาเนตโซลมีได้ถึง 7 ชนิด ซึ่งคาดว่าจะให้ผลต่างกันเนื่องจากระบบของตัวทำละลายต่างกัน ซึ่งจะมีผลต่อการระเหยตัวทำละลายออกจากของผสม
2. ศึกษาถึงผลของขนาดอนุภาคผงที่ใช้ต่อการใช้โซลเป็นตัวเชื่อม ตั้งแต่ผงที่มีขนาดละเอียดจนถึงผงที่มีขนาดใหญ่
3. ทำการทดลองลักษณะนี้กับการขึ้นรูปแบบอื่นๆ เช่น cold isostatic press หรือ hot press เนื่องจากวิธีการดังกล่าวมีระบบการอัดที่ดีกว่าการขึ้นรูปแบบทิศทางเดียวดังนั้นจะทำให้ชิ้นงานเผาได้ที่อุณหภูมิต่ำลง

เอกสารอ้างอิง

1. G.H.Haertling, Ferroelectric Ceramics : History and Technology, J. Am. Ceram. Soc. 82 (4) 797-818 (1999).
2. H. Shimooka and M. Kuwabara, Preparation of dense BaTiO₃ ceramics from sol-gel-derived monolithic gels, J. Am. Ceram. Soc. 78 (10) 2849-52 (1995).
3. D.F.K. Hennings, B.S. Schreinemacher, and H. Schreinemacher, Solid-state preparation of BaTiO₃-based dielectrics using ultrafine raw materials, J. Am. Ceram. Soc. 84 (12) 2777-82 (2001).
4. R. Ueyama, M. Harada, T. Ueyama, T. Yamamoto, T. Shiosaki, K. Kuribayashi, K. Koumoto and W. Son Seo, Preparation of BaTiO₃ ultrafine particles by micro-emulsion charring method, J. Mat. Sci. : Mat. In Elec. 11 139-143 (2000).
5. P. Pinceloup, C. Courtois, A. Leriche and B. Thierry, Hydrothermal synthesis of nanometer-sized barium titanate powders : control of barium-titanate ratio, sintering, and dielectric properties, J. Am. Ceram. Soc. 82 (11) 3049-56 (1999).
6. A.T. Chien, J.S. Speck, F.F. Lange, A.C. Daykin and C. G. Levi, Low temperature/ low pressure hydrothermal synthesis of barium titanate : Powder and heteroepitaxial thin films, J. Mater. Res. 10 (7) 1784-1789 (1995).
7. E.B. Slamovich and I. A. Aksay, Structure evolution in hydrothermally processed (<100°C) BaTiO₃ films, J. Am. Ceram. Soc. 79 (11) 239-47 (1996).
8. J. Xue, J. Wang and D. Wan, Nanosized barium titanate powder by mechanical activation, J. Am. Ceram. Soc. 83 (1) 232-34 (2000).
9. R.P.S.M. Lobo, N.D.S. Mohallem, and R.L. Moreira, Grain size effects on diffuse phase transition of sol-gel prepared barium titanate ceramics, J. Am. Ceram. Soc. 78 (5) 1343-49 (1995).
10. B. Kindl, D.J. Carlsson, Y. Deslandes and, J. M. A. Hoddenbagh, Alumina hydroxide sols as processing aids for alumina ceramics. J. Can. Ceram. Soc. 60 [2]. 53 – 58 (1991).
11. C.S. Kumar, U.S. Hareesh, A.D. Damodaran and K.G. K. Warriar, Monohydroxy aluminium oxide (Boehmite, AlOOH) as a reactive binder for extrusion of alumina ceramics. J. Euro. Ceram. Soc. 17 1167 – 1172 (1997).
12. T. E. Petroff, S. A. M. Hesp and M. Sayer, Zirconia hydrogel casting of PZT ceramics. Ceram. Tran. : Grain Boundaries and Interfacial Phenomena in Electronic Ceramics, USA : The American Ceramic Society, 41 337 – 344 (1994).
13. A. P. Bromley, Microstructural Studies in the Alumina Zirconia System, PhD thesis, Department of Materials, University of Leeds (1992).

14. Ch. Wang, Processing of Coated Silicon Nitride Powders, PhD thesis, Department of Materials, University of Leeds, (1993).
15. S. Tangwivat and S.J. Milne, A sol-gel precursor as a powder binder for PZT fabrication, *J. Sol-Gel Sci. Tec.* **16**, 151-157 (1999).
16. K.A. Vorotilov, E.V. Orlova and V.I. Petrovsky, BaTiO₃ films on silicon wafers from metal alkoxides, *Ferroelectrics* **123** 261-271 (1991).
17. H. Matsuda, N. Kobayashi, T. Kobayashi, K. Miyazawa and M. Kuwabara, Room-temperature synthesis of crystalline barium titanate thin films by high-concentration sol-gel method, *J. Non-Cryst. Solids* **271** 162-166 (2000).
18. H. Shimooka, K-I. Yamada, S. Takahashi and M. Kuwabara, Preparation of Transparent, Partially-Crystallized BaTiO₃ monolithic xerogels by sol-gel processing, *J. Sol-Gel Sci. Tec.* **13** 873-876 (1998).
19. Y. Yamashita, N. Kurata and M. Kuwabara, TEM observation of barium titanate thin films consisting of nano-sized single crystals prepared by sol-gel processing, *Solid State Pheno.* **78-79** 387-394 (2001).
20. T. Kobayashi, H. Matsuda and M. Kuwabara, Shift of optical absorption edge in sol-gel derived transparent BaTiO₃ gels during aging, *J. Sol-Gel Sci. Tec.* **16** 165-171 (1999).
21. M.C. Cheung, H.L.W. Chan, Q.F. Zhou and C.L. Choy, Characterization of barium titanate ceramic / ceramic nanocomposite films prepared by a sol-gel process, *Nano-Struc. Mat.* **11** (7) 837-844 (1999).
22. K.M.S. Khalil, Low temperature evolution of crystalline BaTiO₃ from alkali-metal free precursor using sol-gel process, *Mat. Res. Innovat.* **2** 256-262 (1999).
23. J-D. Tsay and T-T. Fang, Effects of temperature and atmosphere on the formation mechanism of barium titanate using the citrate process, *J. Am. Ceram. Soc.* **79** (6) 1693-96 (1996).
24. N.V. Golubko, M.I. Yanovskaya, L.A. Golubko, E.P. Kovsman, M.B. Listoshina and B.A. Rotenberg, Preparation of barium titanate and related materials by the alkoxide-hydroxide route, *J. Sol-Gel Sci. Tec.* **20** 135-143 (2001).
25. M.N. Kamalasanan, N. D. Kumar and S. Chandra, Structural and microstructural evolution of barium titanate thin films deposited by the sol-gel process, *J. Appl. Phys.* **76** (8) 4603-09 (1994).
26. M. Kuwabara, S. Takahashi and T. Kuroda, Preparation of ferroelectric BaTiO₃ thin films on polycrystalline BaPbO₃ substrates by sol-gel processing and their electrical properties, *Appl. Phys. Lett.* **62** (25) 3372-74 (1993).
27. M. Chatterjee, M.K. Naskar and D. Ganguli, Sol-emulsion-gel synthesis of shapes powders in the system BaO-TiO₂, *J. Sol-Gel. Sci. Tec.* **16** 143-149 (1999).

28. P.D. Godbole, S.E. Deshpande, and S.K. Date, Sol-gel synthesis of ultrafine barium titanate using butyl titanate monomer and barium nitrate and its characterization, *Ferroelectrics*. 102 91-97 (1990).
29. S. Tangwiwat, PhD Thesis. University of Leeds, UK, unpublished (2000).