



รายงานการวิจัย

เรื่อง

การสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของผงนาโนเลดไอร์ออน
ไนโอเบตโดยวิธีพาร์เซียลซอลเจด

นายพิทักษ์ อยู่มี

พ.ศ. 2548

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนจากมหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม

คำนำ

รายงานวิจัยเรื่อง การสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของผงนาโนเลดไอร์ออนไนโอเบต โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล ได้รับทุนอุดหนุนจากมหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม ประจำปี 2548 เป็นงานวิจัยพื้นฐานทางวิทยาศาสตร์ทางสาขาเคมีวัสดุศาสตร์ งานวิจัยเล่มนี้ได้แบ่งเนื้อหาหลัก ออกเป็น 5 บท ดังนี้ บทนำ แนวคิดทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง วิธีดำเนินการวิจัย ผลการวิจัย สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ

ผู้เขียนหวังว่างานวิจัยนี้คงอำนวยประโยชน์ต่อการเรียนการสอนและงานวิจัย ตามสมควร หากท่านที่นำไปใช้มีข้อเสนอแนะผู้เขียนยินดีรับฟังและขอขอบคุณในความอนุเคราะห์นั้น ณ โอกาสนี้ด้วย

พิทักษ์ อยู่มี

พฤษภาคม 2548

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยเรื่องนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งจาก รศ. ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์ ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ได้ให้คำแนะนำและข้อเสนอแนะอันเป็นแนวทางแก้ไข ข้อบกพร่องต่าง ๆ ยังเป็นผลให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดีและช่วยตรวจทานงานวิจัยซึ่งยังผลให้ ได้มีงานวิจัยตีพิมพ์เผยแพร่

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม ที่ให้ความช่วยเหลือในการใช้เครื่อง AAS และเครื่อง SEM ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และเครื่องวิเคราะห์ ขนาดอนุภาค

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงครามที่ให้การสนับสนุนเงินทุนวิจัยและ อุปกรณ์ต่างๆ ส่งผลให้งานวิจัยลุล่วงไปได้ด้วยดี

พิทักษ์ อยู่มี
พฤษภาคม 2548

งานวิจัยเรื่อง	การสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของผงเลดไอร์ออนไนโอเบต โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล
ชื่อผู้วิจัย	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พิทักษ์ อยู่มี
สถาบัน	มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
ปีการศึกษา	2548

บทคัดย่อ

ผงนาโนเลดไอร์ออนไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$; PFN) สามารถสังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล วิธีพาร์เซิลซอลเจลได้จากการพัฒนากระบวนการเตรียม $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ โดยการใช้ผงไอร์ออนไนโอเบต (FeNbO_4) ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอลเจลผสมกับผงเลดออกไซด์ สำหรับการเตรียมไอร์ออนไนโอเบตได้จากการผสมสารตั้งต้นคลอไรด์ของไอร์ออนและไนโอเบียม ใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวทำให้เกิดเจล จากนั้นทำการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของกลไกการเกิดของไอร์ออนไนโอเบตด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกและดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอะนาลิซิส (TG/DTA) และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าผงไอร์ออนไนโอเบตที่ได้จากการแคลไซน์เจลที่ 900°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงเป็นเฟสออร์โธโรมบิกที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเลดไอร์ออนไนโอเบตตามเงื่อนไขอุณหภูมิและเวลาโดยเครื่อง XRD จะได้เฟสคิวบิกของผงเลดไอร์ออนไนโอเบตแคลไซน์ที่ 900°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง รูปร่างลักษณะของผงเลดไอร์ออนไนโอเบตที่แคลไซน์จะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยจะอยู่ประมาณ 200-400 นาโนเมตร และวิเคราะห์เชิงปริมาณเพื่อหาธาตุในองค์ประกอบของผงเลดไอร์ออนไนโอเบตด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม พบว่าผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเลดไอร์ออนไนโอเบตมีค่าใกล้เคียงกับสูตร $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$

ผงเลดไอร์ออนไนโอเบตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจลนำไปขึ้นรูปและเผาซินเทอร์พบว่าที่อุณหภูมิ 1100°C มีความหนาแน่นสูงสุดเท่ากับ 95.8 %

Research Title	Synthesis and Characterization of Nano Powders Lead Iron Niobate by Partial Sol Gel Method
Name	Assistant Processor Dr. Pitak Youmee
Institute	Pibulsongkram Rajabhat University
Year	2005

Abstract

Lead iron niobate ($\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$) nano powders had been synthesized by the partial sol gel methods. The partial sol gel method had been developed for the synthesis of PFN powders by mixing iron niobate (FeNbO_4) powders obtained by the sol gel method with PbO powders. The sol gel route provides new approaches for the synthesis of iron niobate powders. Chlorides of iron and niobium were used as the starting precursors. Ammonium hydroxide was employed as a sol agent to gel. The formation mechanism of iron niobate was clarified using thermogravimetric and differential thermal analyses (TG/DTA) and X-ray diffraction (XRD) technique. Iron niobate fine powders obtained from calcination of dried gel at 900°C for 4 hours was orthorhombic phase at room temperature. The formation of PFN phase synthesized by the partial sol gel was investigated as a function of calcination temperature and dwell time by XRD. A single rhombohedral phase of PFN powders was successfully obtained for a calcination temperature of 900°C for 3 hours. The morphology of the calcined powders of PFN was determined via scanning electron microscope and particle size analyses. Powders formed had an average particle size around 200-400 nm. Confirmation of all elements in the powders was quantitatively analyzed by AAS. These powders had good compositional homogeneity close to the stoichiometry of $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$.

The PFN powders from the partial sol gel method was pressed and sintered to obtain the density at 1100°C . with a maximum sintered density of 95.8 %.

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ฅ
รายการอักษรย่อ	
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 สมมติฐานการวิจัย	2
1.4 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.5 ระเบียบวิธีวิจัย	3
1.6 ระยะเวลาที่ทำการวิจัย	3
1.7 สถานที่ทำการวิจัย	4
1.8 นิยามศัพท์เฉพาะ	4
1.9 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย	4
บทที่ 2 แนวคิดทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 ความหมายของอิเล็กทรอนิกส์เซรามิก	5
2.2 วัสดุไดอิเล็กทริก	7
2.2.1 วัสดุไพโซอิเล็กทริก	7
2.2.2 วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก	9
2.3 เลดไอร้ออนไนโอเบต	13
2.4 วิธีการสังเคราะห์ผงอิเล็กทรอนิกส์เซรามิก	15
2.4.1 วิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง	15
2.4.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล	17

2.4.3	วิธีการตกตะกอนร่วม	18
2.4.4	วิธีซอลเจล	20
2.5	เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	22
2.5.1	อุปกรณ์หลักในเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	24
2.5.2	การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิควัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	28
2.6	เครื่องเอกซเรย์คิฟแฟรกโทมิเตอร์	30
2.7	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	31
2.8	การวิเคราะห์ทางความร้อน	33
2.9	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	34
บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย	39
3.1	วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบต	40
3.1.1	วิธีการสังเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยวิธีซอลเจล	39
3.1.2	วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอซเจล	39
3.2	วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาคุณลักษณะของผงไอร์ออนในโอเบต	41
3.2.1	วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยการสลายตัวทางความร้อน	41
3.2.2	วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์คิฟแฟรกโทมิเตอร์	41
3.2.3	วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	42
3.2.4	วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค	42
3.3	วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาคุณลักษณะของผงเลดไอร์ออนในโอเบต	42
3.3.1	วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์คิฟแฟรกโทมิเตอร์	42
3.3.2	วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	42
3.3.3	วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค	43

2.4.3	วิธีการตกตะกอนร่วม	18
2.4.4	วิธีซอลเจล	20
2.5	เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	22
2.5.1	อุปกรณ์หลักในเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	24
2.5.2	การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิควัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	28
2.6	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์	30
2.7	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	31
2.8	การวิเคราะห์ทางความร้อน	33
2.9	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	34
บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย	39
3.1	วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบต	40
3.1.1	วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยวิธีซอลเจล	39
3.1.2	วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอสเจล	39
3.2	วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาคุณลักษณะของผงไอร์ออนในโอเบต	41
3.2.1	วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยการสลายตัวทางความร้อน	41
3.2.2	วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์	41
3.2.3	วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	42
3.2.4	วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค	42
3.3	วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาคุณลักษณะของผงเลดไอร์ออนในโอเบต	42
3.3.1	วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์	42
3.3.2	วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	42
3.3.3	วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค	43

3.4	วิธีการวิเคราะห์หาค่าประกอบทางเคมีด้วยเครื่องวัดการกลืนแสง โดยอะตอม	43
3.4.1	วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว	43
3.4.2	วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานของเหล็ก	43
3.4.3	วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานของไนโอเบียม	44
3.4.4	วิธีการเตรียมสารละลายตัวอย่างจากผงเลดไอร์ออนในโอเบตสำหรับ การตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	44
3.5	วิธีการเตรียมและหาค่าคุณลักษณะของเซรามิกเลดไอร์ออนในโอเบต	45
3.5.1	วิธีการเตรียมแผ่นเซรามิกไอร์ออนในโอเบต	45
3.5.2	วิธีการวิเคราะห์เซรามิกเลดไอร์ออนในโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรคโทมิเตอร์	45
3.5.3	วิธีการวิเคราะห์เซรามิกเลดไอร์ออนในโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	45
3.5.4	วิธีหาความหนาแน่นแผ่นเซรามิก	46
3.5.5	วิธีวัดการหดตัวของแผ่นเซรามิก	46
บทที่ 4	ผลการวิจัย	47
4.1	ผลการสังเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบต	47
4.1.1	ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมในสังเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบต	47
4.1.2	ผลวิเคราะห์การสลายตัวของความร้อนของเจลไอร์ออนในโอเบต	49
4.1.3	ผลการวิเคราะห์ผงไอร์ออนในโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน	50
4.1.4	ผลการหารูปร่างลักษณะของผงไอร์ออนในโอเบต	55
4.1.5	ผลวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคของผงไอร์ออนในโอเบต	55
4.2	ผลการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบต	56
4.2.1	ผลการหาสภาวะการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบต	56
4.2.2	ผลการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนในโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ ดิฟแฟรคชัน	57
4.2.3	ผลการหารูปร่างลักษณะของผงเลดไอร์ออนในโอเบต	60
4.2.4	ผลวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคของ ผงเลดไอร์ออนในโอเบต	60

4.3	ผลการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบไอโรออนในโอเบต	61
4.4	ผลการวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของเซรามิกเคลือบไอโรออนในโอเบต	66
4.4.1	ผลการวิเคราะห์เซรามิกเคลือบไอโรออนในโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	66
4.4.2	ผลการหาความหนาแน่นของเซรามิกเคลือบไอโรออนในโอเบต	68
4.4.3	ผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกเคลือบไอโรออนในโอเบตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	70
4.4.4	ผลการวิเคราะห์หาการหดตัวของแผ่นเซรามิกเคลือบไอโรออนในโอเบต	73
บทที่ 5	สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ	75
5.1	สรุปและอภิปรายผลการสังเคราะห์ไอโรออนในโอเบตโดยวิธีซอลเจล	75
5.2	สรุปและอภิปรายผลการสังเคราะห์เคลือบไอโรออนในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล	78
5.3	ข้อเสนอแนะ	80
	บรรณานุกรม	81
	ภาคผนวก	85
	ประวัติผู้ทำวิจัย	89

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงประเภทอุปกรณ์และประโยชน์ของอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกบางตัว	6
4.1 สรุปภาวะที่ใช้สังเคราะห์ผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตจากวิธีซอลเจล	48
4.2 สีของเจลและลักษณะของผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่สังเคราะห์ได้	48
4.3 สรุปผลช่วงอุณหภูมิของน้ำหนักเจลที่สูญเสียไปและพลังงานที่เกี่ยวข้อง	49
4.4 เปอร์เซ็นต์ของเฟสเพอรอพสไกต์ของผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน	59
4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว	61
4.6 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก	62
4.7 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม	63
4.8 ค่าการดูดกลืนแสงของตะกั่ว เหล็กและไนโอเบียม ในสารตัวอย่าง	65
4.9 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบต	65
4.10 ค่าความหนาแน่นของเซรามิกเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่เผาขึ้นรูปอุณหภูมิต่าง ๆ	68
4.11 เปอร์เซ็นต์การหดตัวของแผ่นเซรามิก	73
4.12 สรุปข้อมูลคุณลักษณะของความหนาแน่นที่อุณหภูมิการเผาขึ้นรูปต่าง ๆ	74

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 วัสดุโพธิโซอิเล็กทริก (ก) ไม่มีสนามไฟฟ้า ศูนย์กลางประจุบวกและประจุลบไม่อยู่ที่เดียวกัน, (ข) ใส่ความดันเข้าไป (ค) ใส่ความดันเข้าไปและมีทางให้ไฟเดิน (ง) ใส่ความต่างศักย์จากภายนอก	8
2.2 สารเพอร์โรอิเล็กทริก (BaTiO_3) (ก) สภาพมีขั้วปกติ (ข) สภาพมีขั้วกลับกันโดยจะเคลื่อนที่ลง Ti^{4+} และ O^{2-} เคลื่อนขึ้นด้านบน	11
2.3 เพอร์โรอิเล็กทริก โดเมนของหน่วยเซลล์ที่อยู่ติด ๆ กัน จะเกิดสภาพมีขั้วเหมือนกันและถูกแบ่งแยกด้วยกำแพงโดเมน	11
2.4 วงฮิสเทอรีซิสของเพอร์โรอิเล็กทริก	12
2.5 หน่วยเซลล์ของโครงสร้างเพอโรพสไกต์แบบ ABO_3	13
2.6 โครงสร้างผลึกของเลดไอร์ออนไนโอเบต	14
2.7 การเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคในสภาวะของแข็ง	16
2.8 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสปีชีส์ที่ละลายน้ำหรือไฮดรอกซิลไอออนที่เวลาต่าง ซึ่งนำไปสู่การเกิดนิวเคลียสผลึกและการเติบโต	18
2.9 แผนภาพความเสถียรของสารละลายที่ค่า pH ต่าง ๆ โดยปกติสารละลายจะไม่เสถียรที่ความเป็นกรดต่ำซึ่งสังเกตได้จากการตกตะกอน	19
2.10 กราฟมาตรฐานของการดูดกลืนแสง	23
2.11 แผนภาพองค์ประกอบของเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	24
2.12 ลักษณะของหลอดซอลโลว์แคโทด	25
2.13 ระบบเผาสาร	26
2.14 กระบวนการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ	27
2.15 ส่วนประกอบของเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์	31
2.16 ส่วนประกอบของเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	32
3.1 แผนภาพการสังเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตโดยวิธีซอลเจล	40
4.1 TGA/DTA เทอร์โมแกรมของเจลไอร์ออนไนโอเบต	49
4.2 แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงไอร์ออนไนโอเนตที่เผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	50

4.3	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงไฮร์รอนไนโอเนตที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	51
4.4	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงไฮร์รอนไนโอเนตที่เผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	52
4.5	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงไฮร์รอนไนโอเนตที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	53
4.6	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงไฮร์รอนไนโอเนตที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2, 3 และ 4 ชั่วโมง	54
4.7	รูปร่างลักษณะของผงไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	55
4.8	การกระจายตัวของผงไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	55
4.9	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงเลคไฮร์รอนไนโอเนตเผาที่อุณหภูมิ 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	57
4.10	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของผงเลคไฮร์รอนไนโอเนตที่เผาผงที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับ	58
4.11	รูปร่างลักษณะของผงเลคไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	60
4.12	การกระจายตัวของผงเลคไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	60
4.13	กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว	62
4.14	กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานเหล็ก	63
4.15	กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม	64
4.16	แบบอย่างการเลี้ยวเบนของเซรามิกเลคไฮร์รอนไนโอเนตที่เผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C, 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C และ 1150 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	67
4.17	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปกับเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นตามทฤษฎี	69
4.18	รูปร่างลักษณะของเซรามิกเลคไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	70
4.19	รูปร่างลักษณะของเซรามิกเลคไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	71
4.20	รูปร่างลักษณะของเซรามิกเลคไฮร์รอนไนโอเบตเผาที่ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	71

4.21 รูปร่างลักษณะของเซรามิกเคลือบไอร่อนไนโอเบตเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1100 °C
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

72

มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนครศรีอยุธยา
Pibulsongkram Rajabhat University

รายการอักษรย่อ

DTA	Differential Thermal Analysis
Endo	Endothermic
Exo	Exothermic
FN	Iron niobate (FeNbO_4)
g/cm^3	Gram per cubic centimetre
Hz	Hertz (Frequency)
JCPDS	Joint committee for powder diffraction standards
nm	nanometer
MLCC	Multilayer capacitor
PFN	Lead iron niobate ($\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$)
ppm	part per million
SEM	Scanning electron microscopy
TGA	Thermal Gravimetric Analysis
XRD	X-ray diffraction
$^{\circ}\text{C}$	Degree celcius
%	Percent

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันงานวิจัยทางวิทยาศาสตร์ที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์วัสดุอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกที่ให้สมบัติทางกล สมบัติทางแสง สมบัติทางแม่เหล็ก และสมบัติทางไฟฟ้า ได้รับการพัฒนาอย่างต่อเนื่อง โดยเฉพาะในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์หรือไฟฟ้าจำเป็นต้องอาศัยพื้นฐานการผลิตอุปกรณ์จากวัสดุประเภทไดอิเล็กทริก (dielectric) เฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) และไพโซอิเล็กทริก (piezoelectric) และตัวนำไฟฟ้า ซึ่งวัสดุอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกเหล่านี้กำลังจะถูกพัฒนาเพื่อใช้ประโยชน์ได้หลากหลายขึ้น

สารเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric materials) มีสมบัติเด่นหลายอย่างที่จะนำไปใช้ประโยชน์ทางด้านวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำ ค่าคงที่ไพโซอิเล็กทริกสูงและสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กอื่น ๆ โดยเฉพาะสารเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบได้ถูกนำมาใช้แทนแบเรียมไททานเตต (barium titanate, BaTiO₃) ด้วยเหตุผลดังนี้คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาต่ำและมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง ซึ่งเป็นประโยชน์มากในการทำวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ทำตัวเก็บประจุ ตัวแปลงสัญญาณ ตัวตรวจวัดแก๊ส และในแผ่นพลังงานสุริยะ เป็นต้น ปกติจะนิยมสังเคราะห์สารเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบโดยวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งหรือวิธีทางกายภาพคือนำออกไซด์ของโลหะมาบดผสมกันและเผาที่อุณหภูมิสูง ข้อดีของการสังเคราะห์แบบนี้ก็คือทำได้ปริมาณมากและราคาถูกแต่ก็มีปัญหาเรื่องขนาดอนุภาคที่ใหญ่ ไม่สม่ำเสมอ ความบริสุทธิ์ต่ำ การควบคุมองค์ประกอบของสารทำได้ยาก มักจะเกิดมีเฟสที่ไม่ต้องการ (pyrochlore) เสมอ ทำให้ต้องใช้อุณหภูมิในการเผาสารอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกสูงมาก

เลดไอร์รอนไนโอเบต (lead iron niobate, Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O₃) เป็นสารในกลุ่มตระกูลเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบที่น่าสนใจเพราะเป็นสารองค์ประกอบในวัสดุทางอิเล็กทรอนิกส์เซรามิก โดยเฉพาะอย่างยิ่งเลดไอร์รอนไนโอเบตเป็นองค์ประกอบที่สำคัญในการทำตัวเก็บประจุหลายชั้น (multilayer ceramic capacitor, MLCC) ซึ่งให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงและใช้อุณหภูมิในการเผาต่ำ

จึงมีการคิดวิธีที่จะสังเคราะห์สารเฟอร์ไรต์เล็กทรอนิกส์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบโดยวิธีทางเคมี เพราะเป็นเทคนิคที่ให้สารที่มีความบริสุทธิ์สูง ได้ขนาดอนุภาคในระดับนาโน ใช้อุณหภูมิในการเผาต่ำกว่าวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งและสามารถทำปฏิกิริยากันในระดับโมเลกุล ซึ่งจะมีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุเซรามิกแต่กรณีของการสังเคราะห์ผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบต พบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยวิธีการทางเคมี เช่น วิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal method) วิธีการตกตะกอนร่วม (coprecipitation method) วิธีซอลเจล (sol gel method) จะพบปัญหาเกี่ยวกับการควบคุมองค์ประกอบของผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตเนื่องจากมีจำนวนองค์ประกอบหลายตัวและสังเคราะห์ยากมากมักจะเกิดมีเฟสที่ไม่ต้องการเสมอในระหว่างการสังเคราะห์ซึ่งเป็นข้อจำกัดในการสังเคราะห์สารเฟอร์ไรต์เล็กทรอนิกส์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

ทางผู้วิจัยจึงสนใจที่จะสังเคราะห์ผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอลเจลแบบใหม่ซึ่งเป็นวิธีที่คิดขึ้นจากฐานความรู้เดิมเป็นวิธีการสังเคราะห์โดยนำเทคนิคซอลเจลและทางกายภาพผสมกันเพื่อแก้ปัญหาการสังเคราะห์สารเฟอร์ไรต์เล็กทรอนิกส์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ซึ่งคาดว่าจะเป็วิธีหนึ่งที่มีข้อดีของการสังเคราะห์คือได้ผงละเอียดในระดับนาโน ที่มีความบริสุทธิ์สูง และได้องค์ประกอบของสารสม่ำเสมอ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล
2. เพื่อตรวจหาคุณลักษณะของผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่สังเคราะห์ได้
3. เพื่อตรวจหาคุณลักษณะของเซรามิกเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบต

1.3 สมมติฐานการวิจัย

สามารถสังเคราะห์ผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล

1.4 ขอบเขตของการวิจัย

1. สังเคราะห์ผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตโดยวิธีซอลเจล
2. สังเคราะห์ผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตจากผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตกับตะกั่วออกไซด์
3. อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการแคลไซน์เลดไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่สังเคราะห์ได้
4. ตรวจหาลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตและผงเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบต
5. ตรวจหาลักษณะเฉพาะของเซรามิกเลดไฮดรอกไซด์ในโอเบต

1.5 ระเบียบวิธีวิจัย

1. ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนในโอเบตโดยวิธีพาร์เซิลซอลเจล
2. เตรียมผงไอร์รอนในโอเบตโดยวิธีซอลเจล ใช้สารตั้งต้นระหว่างเหล็กคลอไรด์ (FeCl_3) กับไนโอเบียมคลอไรด์ (NbCl_5) และหาสภาวะที่เหมาะสม เช่น ความเข้มข้นของสาร อุณหภูมิ ความเป็นกรดต่าง ตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นต้น
3. นำผงไอร์รอนในโอเบตที่ได้มาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและความบริสุทธิ์โดย
 - 3.1 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน (Termogravimetric Analysis and Differential Thermal Analysis, TGA/DTA)
 - 3.2 ศึกษาเฟสที่ต้องการด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD)
 - 3.3 ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 - 3.4 ศึกษาการกระจายตัวและขนาดของอนุภาคด้วย Particle size analyzer
4. นำผงไอร์รอนในโอเบตมาทำปฏิกิริยากับตะกั่วออกไซด์โดยวิธีการเกิดปฏิกิริยาในสภาวะของแข็งหรือวิธีทางกายภาพ
5. นำผงเลดไอร์รอนในโอเบตที่ได้มาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและความบริสุทธิ์โดย
 - 5.1 ศึกษาเฟสที่ต้องการด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์
 - 5.2 ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 - 5.3 ศึกษาการกระจายตัวและขนาดของอนุภาค
 - 5.4 ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS)
6. นำเซรามิกเลดไอร์รอนในโอเบตที่ได้มาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ
 - 6.1 ศึกษาเฟสด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์
 - 6.2 ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 - 6.3 หาความหนาแน่นของแผ่นเซรามิก
7. วิจัยและสรุปผลการทดลอง

1.6 ระยะเวลาที่ทำการวิจัย

ใช้ระยะเวลา 1 ปี

1.7 สถานที่ทำการวิจัย

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

1.8 นิยามศัพท์เฉพาะ

1. เลดไอร์ออนไนโอเบต (lead iron niobate; $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$; PFN) หมายถึงสารประกอบโลหะออกไซด์พวกเพอร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ
2. ไอร์ออนไนโอเบต (iron niobate; FeNbO_4 ; FN) หมายถึงสารประกอบออกไซด์ของโลหะทรานซิชันกลุ่ม ABO_4 ที่มีสมบัติเป็นตัวนำไฟฟ้า
3. แคลไซน์ (calcine) หมายถึง การเผาให้เป็นผงสารประกอบอนินทรีย์ในบรรยากาศออกซิเจน
4. วิธีพาร์เชียลซอลเจล (partial sol-gel method) หมายถึง วิธีการเตรียมสารประกอบออกไซด์แบบผสมระหว่างวิธีซอลเจลและวิธีการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง
5. วิธีซอลเจล (sol-gel method) หมายถึง การเตรียมสารประกอบออกไซด์ที่ใช้ซอลและเจลเป็นตัวตั้งต้น
6. วิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction) หมายถึงการเตรียมสารประกอบออกไซด์ที่ใช้การบดผสมโลหะออกไซด์ในสถานะของแข็ง

1.9 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย

1. ได้สถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ผงเลดไอร์ออนไนโอเบต
2. ได้สมบัติกายภาพบางประการของผงเลดไอร์ออนไนโอเบต
3. ได้สมบัติกายภาพบางประการของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบต

บทที่ 2

แนวคิดทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในกลางทศวรรษ 1980's ได้มีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ เช่น แบเรียมไทเทเนต (barium titanate, BaTiO_3) เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (lead zirconate titanate, $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$) และเลดไทเทเนต (lead titanate, PbTiO_3) เป็นต้น ทั้งในรูปของผงละเอียดฟิล์มบางและไฟเบอร์ เพื่อให้มีสมบัติพิเศษทางกายภาพ ไฟฟ้า แม่เหล็ก หรือแสง ซึ่งสามารถนำไปใช้งานได้หลายทาง การสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์สามารถใช้ทำเป็นสารไพโซอิเล็กทริก และเฟอร์โรอิเล็กทริก ซึ่งใช้ประโยชน์ส่วนใหญ่ทางด้านการวัดความต่างศักย์ไฟฟ้า ตัวตรวจจับสัญญาณ ระบบความจำ รวมถึงตัวเก็บประจุ เป็นต้น ในอนาคตจะมีการนำสารไพโซอิเล็กทริกไปรวมเข้ากับพอลิเมอร์เกิดเป็นสารประกอบไพโซเซรามิก-พอลิเมอร์เพื่อใช้ประโยชน์ด้านการแปลงสัญญาณหรือทางการแพทย์ (Haertling, 1999 :799)

2.1 ความหมายของอิเล็กโทรเซรามิก

สารอิเล็กโทรเซรามิก (electroceramic) ส่วนใหญ่คือสารประกอบโลหะออกไซด์ซึ่งมีบทบาทอย่างมากในการพัฒนาเทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์ ปัจจุบันได้มีการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติต่าง ๆ อย่างแพร่หลาย ซึ่งสารอิเล็กโทรเซรามิกเป็นวัสดุที่มีสมบัติพิเศษเฉพาะด้านตามการเกิดขึ้นจากองค์ประกอบที่มีสูตรเฉพาะตัวมักไม่พบในธรรมชาติ กระบวนการสังเคราะห์หรือการเกิดขึ้นอยู่ภายใต้เงื่อนไขหลายอย่างและก็ให้รูปแบบที่ซับซ้อนและเฉพาะเจาะจง โดยเฉพาะอย่างยิ่งสมบัติทางด้านไฟฟ้า ในสารกึ่งตัวนำที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) สูง ๆ จะได้รับการสนใจในการนำสารนั้นมาทำเป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ตัวเก็บประจุเพราะค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงก็ยิ่งทำให้ขนาดตัวเก็บประจุเล็กลงซึ่งเหมาะกับอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์

ในปัจจุบันสารอิเล็กโทรเซรามิกเหล่านี้มีมากมายหลายชนิด ได้แก่ อินซูลเลเตอร์ (insulator) เฟอร์ไรต์ (ferrites) สับสเตรต (substrate) เป็นต้น ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงประเภทอุปกรณ์และประโยชน์ของอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกบางตัว (Bhalla, 2004 : 5)

สารที่ใช้	สูตร โมเลกุล	อุปกรณ์	ประโยชน์
แบเรียมสทรอนเซียมไททานต	$BaSrTiO_3$	ตัวเก็บประจุ	ใช้ในวงจรรีเลย์ทรอนิกส์
เลดไอร์ออนไนโอเบต	$P(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$	ตัวเก็บประจุ	ใช้ในวงจรรีเลย์ทรอนิกส์
เลดเซอร์โคเนต	$PbZrTiO_3$	ไพโซอิเล็กทริก	ทำออสซิลเลเตอร์
เลดไททานต	$PbTiO_3$	ไพโซอิเล็กทริก	ทำออสซิลเลเตอร์
แบเรียมไททานต	$BaTiO_3$	ไพโซอิเล็กทริก	ทำออสซิลเลเตอร์
แบเรียมไททานต	$BaTiO_3$	เทอร์มิสเตอร์	ใช้ควบคุมอุณหภูมิ
สทรอนเซียมไททานต	$SrTiO_3$	เทอร์มิสเตอร์	ใช้ควบคุมอุณหภูมิ
สารแม่เหล็ก	$M^*OFe_2O_3$	เฟอร์ไรท์	ใช้ทำแม่เหล็ก
อลูมินา	Al_2O_3	ฐานไอซี	ใช้ทำฐานไอซี
แบเรียมออกไซด์	BeO	ฐานไอซี	ใช้ทำฐานไอซี
อลูมิเนียมไนไตรด์	AlN	ฐานไอซี	ใช้ทำฐานไอซี

หมายเหตุ

M^* เป็นโลหะใด ๆ เช่น Mg, Ba, Mn, Ni, Co รวมทั้ง Fe ด้วย

2.2 วัสดุไดอิเล็กทริก (Dielectric Materials)

วัสดุไดอิเล็กทริกเป็นวัสดุที่ไม่นำกระแสไฟฟ้าหรืออาจกล่าวว่าเป็นฉนวนไฟฟ้า ดังนั้นโลหะจึงไม่เป็นวัสดุไดอิเล็กทริก แต่วัสดุเซรามิกและพอลิเมอร์ส่วนใหญ่จัดเป็นวัสดุไดอิเล็กทริก สมบัติที่สำคัญของการเป็นฉนวนไฟฟ้า คือ ความแข็งแรงไดอิเล็กทริก (dielectric strength) ซึ่งเป็นปริมาณที่แสดงถึงความทนทานต่อความต่างศักย์ของวัสดุไดอิเล็กทริกซึ่งมีค่าเท่ากับศักย์ไฟฟ้าสูงสุดที่ไดอิเล็กทริกยังคงใช้งานได้โดยไม่เกิดความเสียหายต่อความยาวหนึ่งหน่วย (potential gradient, V/mm) และสามารถนำค่าเหล่านี้ไปใช้ประโยชน์เพื่อหลีกเลี่ยงการล้มเหลวทางไฟฟ้า (electrical breakdown) วัสดุเซรามิกถูกใช้งานอย่างกว้างขวางสำหรับเป็นฉนวนไฟฟ้าโดยมีความทนไดอิเล็กทริกและสภาพต้านทานไฟฟ้าสูงมาก

2.2.1 วัสดุไพโซอิเล็กทริก (Piezoelectric Materials)

ปรากฏการณ์ไพโซอิเล็กทริก (piezoelectric effect) ถูกค้นพบโดยปีแอร์และเจค คูรี (Pierre and Jacques Curie) ในปี ค.ศ. 1892 คำว่าไพโซ (piezo) มีรากศัพท์มาจากภาษากรีกคือ ไพโซซิน (piezin) ซึ่งแปลว่าแรงดันหรือแรงกด เมื่อให้แรงกดสาร ไพโซก็จะเกิดกระแสไฟฟ้าออกมาจากวัสดุนั้น ปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นเฉพาะแรงกลกระทำต่อผลึกจะกระตุ้นให้เกิดขั้วทางไฟฟ้าในผลึกที่เป็นแบบ ไม่มีจุดกึ่งกลางของสมมาตร การที่แรงกลเหนี่ยวนำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นนี้เรียกว่า ปรากฏการณ์ไพโซอิเล็กทริก ในกรณีที่สาร ไพโซอิเล็กทริกเป็นเซรามิกจะทำให้เกิดประจุไฟฟ้าขึ้นเมื่อมีการให้แรงกระทำทางกลต่อวัสดุนั้นหรือในทางกลับกันวัสดุนั้นก็จะมี การเปลี่ยนแปลงขนาดได้เมื่อมีการให้กระแสไฟฟ้าเข้าไป ซึ่งจำนวนประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นหรือขนาดที่ เกิดการเปลี่ยนแปลงนั้นจะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของวัสดุนั้น

ปรากฏการณ์ไพโซอิเล็กทริกเป็นการเปลี่ยนแปลงพลังงานกลเป็นพลังงานไฟฟ้าหรือ พลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกล ซึ่งอธิบายได้โดยการพิจารณารูปที่ 2.1 (ก) ที่มีการจัดเรียงไดโพล-โมเมนต์จำนวนมากในหน่วยเซลล์ไปในทางเดียวกัน ทำให้เกิดโพลาริเซชัน (polarization) ที่มี ประจุบวกรวมกันอยู่ทางด้านหนึ่งของผลึกและประจุลบอยู่อีกปลายด้านหนึ่ง เมื่อพิจารณารูปที่ 2.1 (ข) และ (ง) จะพบว่า

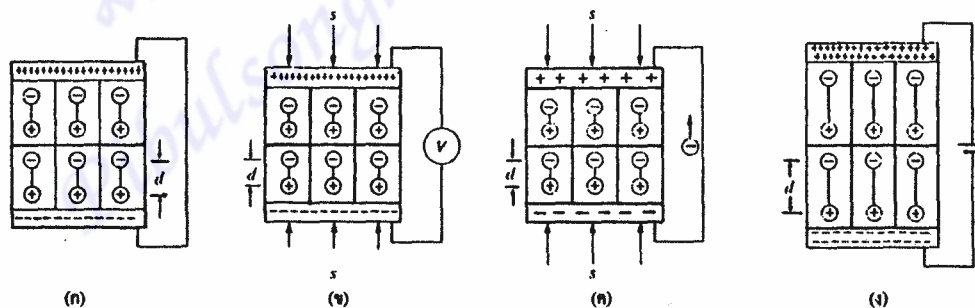
(1) เมื่อกด (หรือดึง) ผลึกความเค้น (s) จะเกิดความเครียด (e) ตามฮิสตริกมอดูลัสของ วัสดุและความเครียดที่เกิดขึ้นจะเปลี่ยนแปลงระยะทางไดโพล (d) ซึ่งส่งผลไปยังโพลาริเซชัน ($\sum Qd/V$) เพราะ Q และ V มีค่าคงที่ ถ้าโพลาริเซชันลดลง (เนื่องจากถูกกด d ลดลง) ก็จะมีประจุ อยู่หนาแน่นที่ปลายทั้งสองของผลึกและถ้าปลายทั้งสองไม่ได้ยึดต่อกับอะไร จะสามารถวัดค่าความ

ต่างศักย์ (V) ที่เกิดขึ้นได้ ดังแสดงในรูป 2.1 (ข) แต่ถ้าต่อกันครบวงจรไฟฟ้าอิเล็กตรอนจะย้ายตำแหน่งจากปลายด้านหนึ่งไปยังอีกด้านหนึ่ง ดังแสดงในรูปที่ 2.1 (ค)

(2) ถ้าไม่มีการใส่ความดันแต่ใส่ความต่างศักย์เข้าไปทำให้ความหนาแน่นของประจุเพิ่มขึ้นที่ปลายทั้งสอง โดยประจุลบภายใน BaTiO_3 จะถูกดึงเข้าหาขั้วบวกและประจุบวกจะถูกดึงในทิศทางตรงกันข้ามได้มากขึ้น ซึ่งนอกจากจะทำให้โมเมนต์และระยะทางไดโพลเพิ่มขึ้นยังทำให้ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้นด้วย ดังแสดงในรูป 2.1 (ง)

ดังนั้นวัสดุไพโซอิเล็กทริกสามารถแสดงปรากฏการณ์ของการมีสนามไฟฟ้าในวัสดุเมื่อได้รับความเค้นจากภายนอกและในทางตรงกันข้ามจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเชิงกล (ขนาด) เมื่อได้รับสนามไฟฟ้าภายนอกวัสดุที่สามารถแสดงสมบัติเหล่านี้ ได้แก่ BaTiO_3 , สารละลายของแข็ง PbZrO_3 - PbTiO_3 และผลึกของควอตซ์ (SiO_2) เป็นต้น

ในกรณีของไพโซอิเล็กทริกเซรามิกมักจะประกอบด้วยเลคออกไซด์ โทเทเนียมออกไซด์ เซอร์โคเนตและสารตัวเติม (additives) ที่เป็นออกไซด์ของโลหะ ทั้งนี้ส่วนผสมขนาดและรูปร่างไพโซอิเล็กทริกเซรามิกจะมีความแตกต่างกันไปโดยขึ้นอยู่กับลักษณะการใช้งาน นอกจากนี้ก่อนที่จะนำเอาไพโซอิเล็กทริกเซรามิกมาใช้งานนั้นจะต้องผ่านกระบวนการทำขั้ว (electroding) และกระบวนการใส่ขั้วด้วยสนามไฟฟ้าแรงสูงก่อน เพื่อให้โคเมนทางไฟฟ้ามีการจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันกับทิศทางของสนามไฟฟ้า



รูปที่ 2.1 วัสดุไพโซอิเล็กทริก (ก) ไม่มีสนามไฟฟ้า ศูนย์กลางประจุบวกและประจุลบไม่อยู่ที่เดียวกัน, (ข) ใส่ความดันเข้าไป (ค) ใส่ความดันเข้าไปและมีทางให้ไฟเดิน (ง) ใส่ความต่างศักย์จากภายนอก (เสาวรจน์, 2543 :45)

2.2.2 วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric Materials)

ในปัจจุบันสารเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก (ferroelectric ceramics) มีส่วนสำคัญต่อตลาดทางอิเล็กทรอนิกส์เป็นอย่างมากสารเฟอร์โรอิเล็กทริกแสดงหน้าที่สำคัญในวงจรทางไฟฟ้ากล่าวคือเป็นตัวเก็บประจุ มีการเปลี่ยนแปลงทางด้านอิมพีแดนซ์ (impedance) เมื่อความถี่ของการใช้งานเปลี่ยนไปและสามารถเปลี่ยนกลับไปกลับมาระหว่างสัญญาณทางไฟฟ้ากับพลังงานในรูปแบบอื่น ๆ

หลายปีที่ผ่านมาสารเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีผู้สนใจทำการศึกษาคือ แบเรียมไทเทเนต เลดเซอร์โคเนตไททานเนต เลดไอร์รอนไนโอเบตและเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (lead magnesium niobate, $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$) เป็นต้น งานวิจัยส่วนใหญ่จะมุ่งเน้นไปถึงการพัฒนาสมบัติของสารเหล่านี้ให้ใช้ได้กับอิเล็กโทรด (electrode) ที่มีราคาถูกรวมไปถึงสามารถใช้กระบวนการผลิตที่มีสมบัติสม่ำเสมอทุกครั้งที่ทำการผลิต (reproducibility) การลดต้นทุนโดยการใช้เงินกับแพลเลเดียม (silver-palladium, Ag-Pd) เป็นตัวอิเล็กโทรดแทนการใช้แพลเลเดียมอย่างเดียวในการทำตัวเก็บประจุที่มีชั้นของไดอิเล็กทริกหลาย ๆ ชั้นซ้อนกันอยู่และมีอิเล็กโทรดชั้นระหว่างชั้นเรียกโดยทั่วไปว่า ตัวเก็บประจุเซรามิกหลายชั้น (multilayer ceramic capacitor, MLCC) นั่นสิ่งที่สำคัญอย่างหนึ่งคือ การลดอุณหภูมิในการเผาของสารไดอิเล็กทริกลง ถ้าอุณหภูมิในการเผาต่ำ (low sintering temperature) ก็สามารเลือกใช้เปอร์เซ็นต์เงินที่สูงขึ้นได้

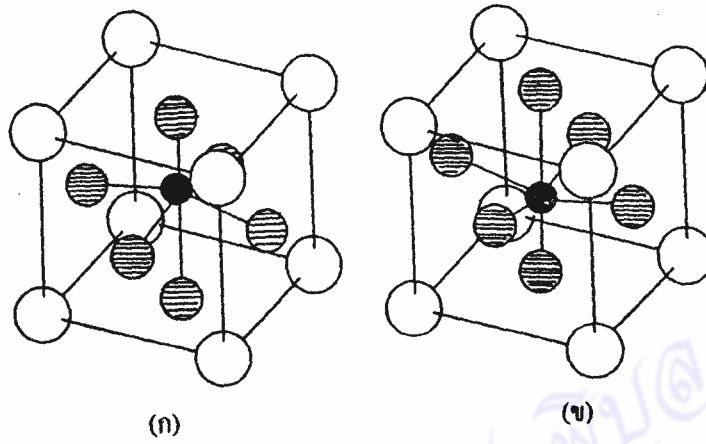
ความจำเป็นในการลดต้นทุนดังกล่าวทำให้มีการคิดค้นสารใหม่ ซึ่งส่วนใหญ่จะมุ่งไปยังสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (lead-based system) โดยทั่วไปรู้จักกันในชื่อรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (relaxor ferroelectric) สารประเภทรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกมีลักษณะเด่นต่างจากสารเฟอร์โรอิเล็กทริกทั่วไป 2 ประการ

1. ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกขึ้นกับความถี่การใช้งาน
2. ค่าอุณหภูมิคูรี (curie temperature) ไม่ได้มีเพียงค่าเดียว กล่าวคือ อุณหภูมิคูรีเป็นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกหรือสถานะแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric state) ไปเป็นสถานะพาราอิเล็กทริก (paraelectric state) นั้นช่วงอุณหภูมิของการเปลี่ยนที่กว้าง ปริมาณของเฟสพาราอิเล็กทริกจะค่อย ๆ เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจนกระทั่งเฟสทั้งหมดกลายเป็นพาราอิเล็กทริกช่วงอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสนี้อาจกว้างประมาณ 100-200 °C

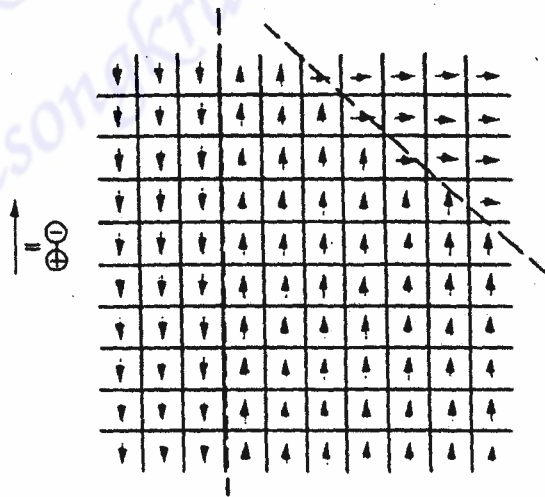
เนื่องจากอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสที่กว้างของสารประเภทรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกนี้ ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่เปลี่ยนไปตามอุณหภูมิมิมีไม่มากนัก ปัญหาอันเนื่องมาจากการเปลี่ยนสมบัติทางไดอิเล็กทริกหรือคุณภาพของตัวเก็บประจุที่มีต่ออุณหภูมิก็จะหมดไป

สารประเภทรีเล็กเซอร์ที่มีผู้ทำการศึกษาและวิจัยกันมากคือเลดแลนแทนัมเซอร์โคเนตไทเทเนต (lead lanthanum zirconate titanate, $(\text{Pb}_x\text{La}_{1-x})(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$), $\text{P}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ หรือ PFN และ $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PMN สารเหล่านี้จะอยู่ในกลุ่มของ ABO_3 เช่นเดียวกับแบเรียมไทเทเนต โดยที่ A จะมีประจุ +2 และ B จะมีประจุ +4 หากแต่สารที่อยู่ส่วนของ A หรือ B เป็นรีเล็กเซอร์จะมีมากกว่า 1 ชนิดและอยู่กันอย่างไม่เป็นระเบียบอีกทั้งต้องไม่ทำให้ผลรวมของประจุเปลี่ยนไป เพราะจะมีผลทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าลดต่ำลงตัวอย่างของสารมากกว่า 1 ชนิดที่มีอยู่ในส่วนของ B เช่น Zr^{4+} กับ Ti^{4+} ใน $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ และ Mg^{2+} กับ Nb^{5+} ใน $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ นั้นเอง การศึกษาและการวิจัยโดยการเติมสารอื่น ๆ ลงไปใน PLZT, PFN และ PMN เพื่อพัฒนาสมบัติต่าง ๆ ให้ดีขึ้นยังคงดำเนินต่อไป นอกจากการศึกษาค้นคว้าเพื่อหาสารอื่นๆ เพิ่มเติมก็มีขึ้น เช่น $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PZN หรือ $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PNN (Nair et al., 1996)

เมื่อพิจารณาสภาพมีขั้วของควอตซ์โดยการจัดเรียงอะตอมในหน่วยเซลล์จะเป็นแบบถาวร เพราะหน่วยเซลล์ไม่สามารถจัดเรียงตัวใหม่ได้อีกโดยปลายด้านหนึ่งของผลึกจะมีสภาพเป็นบวกเสมอและปลายอีกด้านหนึ่งจะมีสภาพเป็นลบเสมออีกเช่นกันแต่ผลึกของ BaTiO_3 จะไม่เป็นเช่นนั้น ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งการเคลื่อนที่ลงเพียงเล็กน้อยของ Ti^{4+} (และการเคลื่อนที่ขึ้นลงของ O^{2-}) จะเกิดผลึกที่มีลักษณะกลับกันเหมือนเงาในกระจก ทำให้สภาพมีขั้วตรงข้ามกันและสภาพมีขั้วนี้จะเปลี่ยนกลับได้โดยการใส่สนามแม่เหล็กไฟฟ้าภายนอกเข้าไปความสามารถในการกลับสภาพขั้วนี้เรียกว่า เฟอร์โรอิเล็กทริกซิตี (ferroelectricity) ซึ่งมีผลทำให้เกิดเฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมน (ferroelectric domain) เช่นเดียวกับโดเมนที่เกิดในสนามแม่เหล็กดังแสดงในรูปที่ 2.3 โดยแต่ละโดเมนจะประกอบด้วยหน่วยเซลล์ที่สภาพมีขั้วเหมือนกันและถูกแบ่งด้วยกำแพงโดเมน (domain wall) ซึ่งสามารถย้ายตำแหน่งได้ด้วยสนามไฟฟ้าภายนอก

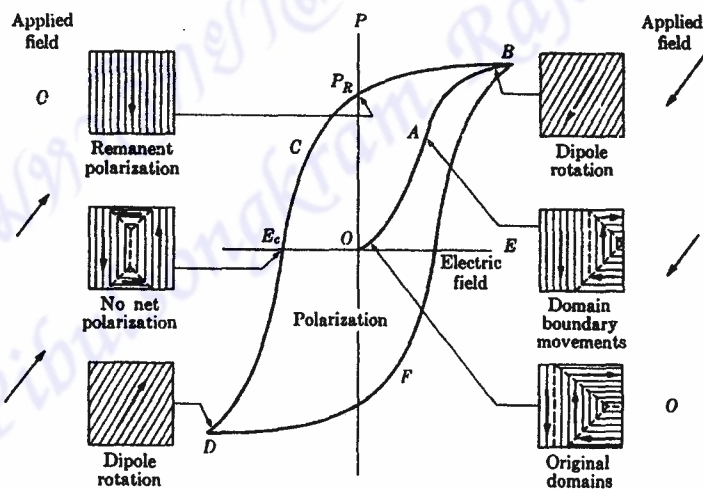


รูปที่ 2.2 สารเฟอร์โรอิเล็กทริก (BaTiO_3) (ก) สภาพมีขั้วปกติ (ข) สภาพมีขั้วกลับกันโดยจะเคลื่อนที่ลง Ti^{+4} และ O^{2-} เคลื่อนขึ้นด้านบน (เสาวรจน์, 2543 :45)



รูปที่ 2.3 เฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมนของหน่วยเซลล์ที่อยู่ติด ๆ กัน จะเกิดสภาพมีขั้วเหมือนกันและถูกแบ่งแยกด้วยกำแพงโดเมน (เสาวรจน์, 2543 :46)

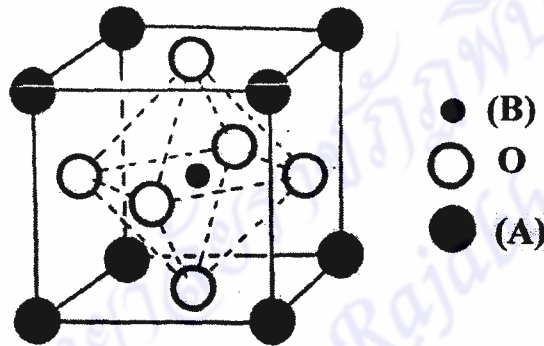
การมีโดเมนในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกทำให้เกิดวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ในสนามไฟฟ้าดังแสดงในรูปที่ 2.4 ซึ่งการเปลี่ยนโพลาริเซชันที่สัมพันธ์กับสนามไฟฟ้าภายนอกวงฮิสเทอรีซิสจะเป็นเส้นกราฟที่ไม่มีการชำระรอยเค็มเลย โดยจะเริ่มจากจุด O ซึ่งเมื่อใส่สนามไฟฟ้า E เข้าไป จะทำให้เกิดโพลาริเซชันเพิ่มขึ้นในวัสดุ (จะเห็นการเคลื่อนย้ายขอบโดเมน) ผ่านจุด A จนอิมิตัวที่จุด B และเมื่อสนามไฟฟ้าลดลงจน $E = 0$ ปรากฏว่าโพลาริเซชันจะไม่กลับไปที่จุดเริ่มต้น เพราะยังมีโพลาริเซชันเหลืออยู่ในวัสดุ (remanent polarization, P_R) และถ้าใส่สนามไฟฟ้าในทิศตรงกันข้าม ($-E_c$) โพลาริเซชันจะลดลงเหลือ 0 เรียกสนามไฟฟ้าที่ทำให้โพลาริเซชันลดลงเหลือ 0 นี้ว่าสนามคออร์ซีฟ (coersive field) เมื่อเพิ่ม $-E_c$ ต่อไปจนถึงจุด D โพลาริเซชันจะอิมิตัวอีกครั้งหนึ่ง และถ้าลดสนามไฟฟ้าจากจุด D จน $-E_c = 0$ ในทำนองเดียวกัน จะพบว่าโพลาริเซชันยังคงเหลืออยู่ในวัสดุ ซึ่งถ้ากลับทิศของสนามไฟฟ้าอีกครั้ง และเพิ่มต่อไปเรื่อยๆ จนโพลาริเซชันเพิ่มถึงจุด B ก็จะได้วงฮิสเทอรีซิสครบวงพอดี



รูปที่ 2.4 วงฮิสเทอรีซิสของเฟอร์โรอิเล็กทริก (Bhalla et al., 2000 : 21)

2.3 เลดไอร์รอนไนโอเบต

เพอโรฟสไกต์ (perovskite) เป็นชื่อของแร่แคลเซียมไทเทเนต (calcium titanate, CaTiO_3) แคลเซียมไทเทเนตเป็นสารตัวแรก ๆ ที่ถูกใช้เป็นสารอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกและยังมีอีกหลายตัวเช่น แบเรียมไทเทเนต เลดไทเทเนต เลดไอร์รอนไนโอเบต เป็นสารที่มีโครงสร้างเป็นแบบเพอโรฟสไกต์ โดยทั่วไปสารกลุ่มเพอโรฟสไกต์จะมีโครงสร้างทั่วไปเป็น ABO_3 เมื่อ O เป็นออกซิเจน A เป็นไอออนของโลหะที่มีขนาดใหญ่ และ B เป็นไอออนของโลหะที่มีขนาดเล็ก โครงสร้างผลึกเพอโรฟสไกต์แบบ ABO_3 แสดงดังรูปที่ 2.5



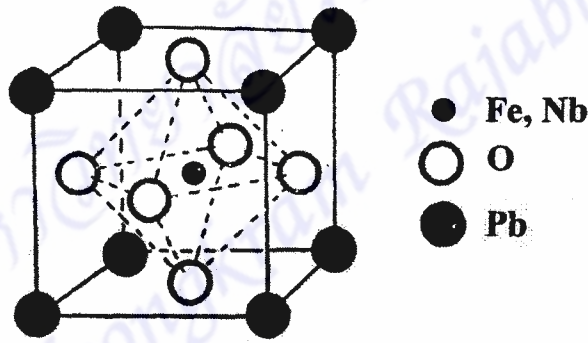
รูปที่ 2.5 หน่วยเซลล์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์แบบ ABO_3

ในหลายปีที่ผ่านมาได้มีการศึกษาสารกลุ่มเพอโรฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ นักวิทยาศาสตร์พบว่าสารกลุ่มนี้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงมากซึ่งถูกเรียกว่า รีแลกเซอร์เพอโรฟสไกต์ (relaxor perovskite) โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารกลุ่มเพอโรฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ มีสูตรทั่วไปเป็น $\text{PbB}'\text{B}''\text{O}_3$ เมื่อ B' เป็นพวกแคตไอออนที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนต่ำ เช่น Fe^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Sc^{3+} และ B'' เป็นพวกแคตไอออนที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนสูง เช่น Nb^{5+} , Ta^{5+} , W^{6+} สารกลุ่มนี้บางตัวสามารถจะเปลี่ยนไปอยู่ในสถานะที่เป็นระเบียบได้โดยการให้ความร้อนปกติแต่บางตัวไม่สามารถเปลี่ยนได้ยังคงอยู่ในสถานะไม่เป็นระเบียบ

สารรีแลกเซอร์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบที่รู้จักกันดีคือ เลดไอร์รอนไนโอเบตหรือเลดเฟร์โรไนโอเบต (lead ferroniobate) จัดเป็นสารกลุ่มเพอโรฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบมีสูตรโมเลกุลเป็น $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ ใช้สัญลักษณ์เป็น PFN ค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1958 โดย Smolensky et al.

เลดไอร์ออนไนโอเบตเป็นสารที่มีโครงสร้างเป็นแบบเพอโรฟสไกต์ที่อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศปกติ โครงสร้างผลึกของเลดไอร์ออนไนโอเบตเป็นแบบรอมโบฮีดรัล (rhombohedral) มีแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เป็น $a = 4.014 \text{ \AA}$, $\beta = 89.92^\circ$ จะมีสมบัติเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกและแอนติเฟอร์โรแมกเนติก มีรายงานการศึกษาว่ามีการเปลี่ยนเฟสของเลดไอร์ออนไนโอเบตที่ประมาณ 385-388 K จากรอมโบฮีดรัลไปเป็นสี่เหลี่ยมลูกบาศก์จะมีสมบัติเป็นพาราอิเล็กทริก (Mohan et al., 1996 : 2149-2151)

โครงสร้างผลึกเพอโรฟสไกต์ของเลดไอร์ออนไนโอเบตประกอบไปด้วยเครือข่ายที่เชื่อมต่อกันที่มุมของเครือข่ายออกตะฮีดรัลแบบ $(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ โดยที่อะตอมของ Fe^{3+} หรือ Nb^{5+} จะอยู่ศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ และมี Pb^{2+} เป็นไอออนอยู่ที่มุมของสี่เหลี่ยมลูกบาศก์และ O^{2-} เป็นไอออนอยู่ที่ศูนย์กลางของผิวหน้าสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ทั้ง 6 ด้าน แสดงดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 โครงสร้างผลึกของเลดไอร์ออนไนโอเบต

เลดไอร์ออนไนโอเบตเป็นองค์ประกอบที่สำคัญในตัวเก็บประจุหลายชั้นเนื่องจากว่ามีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง ($>10^4$) และเผาที่อุณหภูมิต่ำประมาณ $1,000 \text{ }^\circ\text{C}$ มีรายงานว่าสมบัติทางไฟฟ้าของเลดไอร์ออนไนโอเบตจะขึ้นกับโครงสร้างทางจุลภาค (microstructure) และสารเจือปนหรือเฟสที่ไม่ต้องการในเลดไอร์ออนไนโอเบต เลดไอร์ออนไนโอเบตมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกประมาณ 26,000 ซึ่งมีค่าสูงกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของแบเรียมไทเทเนต 4-5 เท่า (Ananta, 1999)

2.4 วิธีการสังเคราะห์ผงอิเล็คทรอนเซรามิก

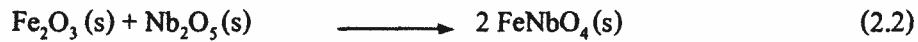
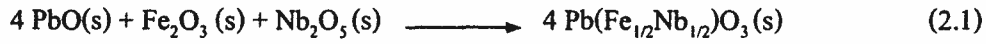
การที่จะพัฒนาสมบัติของผงอิเล็คทรอนเซรามิกให้ดีขึ้นนั้นจะขึ้นอยู่กับวิธีการสังเคราะห์สารกลุ่มเพอโรฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบไม่ได้ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของวัสดุเพียงอย่างเดียวแต่จะขึ้นอยู่กับการใช้งานด้วย มีรายงานเกี่ยวกับขบวนการสังเคราะห์สารกลุ่มเพอโรฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบจำนวนมาก เช่น วิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็ง (solid state reaction) วิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal method) วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation method) และวิธีซอลเจล (sol-gel) เป็นต้น ในการสังเคราะห์สารประกอบที่เป็นผงอิเล็คทรอนเซรามิกมีแนวทางในการสังเคราะห์อยู่ด้วยกันหลายวิธีดังนี้

2.4.1 วิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็ง

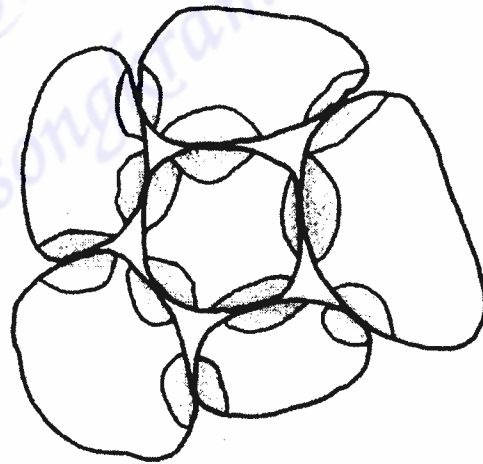
เป็นวิธีที่ง่ายและนิยมใช้กันมากที่สุด เนื่องจากตรงไปตรงมาคือการนำเอาสารตั้งต้นที่อยู่ในสภาพที่เป็นผงแห้งซึ่งให้ได้ตามสัดส่วนที่ต้องการแล้วนำมาคลุกเคล้ารวมกันซึ่งอาจใช้เครื่องเขย่าหรือบดคลุกเคล้าในครกบดจนเข้าเป็นเนื้อเดียวกันแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิที่เหมาะสมในช่วง 800-1300 °C ด้วยเวลาเผาที่ต้องการ การสังเคราะห์ผงเซรามิกโดยวิธีนี้จะมีปัญหาเรื่องขนาดอนุภาคใหญ่ ไม่สม่ำเสมอ ความบริสุทธิ์ต่ำ การควบคุมองค์ประกอบของสารทำได้ยากจะเกิดมีเฟสที่ไม่ต้องการ (pyrochlore) เสมอ ทำให้ต้องใช้อุณหภูมิในการเผาสารอิเล็คทรอนเซรามิกสูงมาก

กลไกการเกิดสารประกอบของโลหะออกไซด์ด้วยปฏิกิริยาในสถานะของแข็งมี 2 ขั้นตอนคือขั้นตอนแรกจะเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคในสถานะของแข็งแสดงดังรูปที่ 2.7 ขบวนการรวมตัวกันนั้นจะเกิดขึ้นจากธรรมชาติของอนุภาคและการนำไฟฟ้าของอิเล็คตรอนในอนุภาคจากการศึกษาพบว่าการเกาะรวมตัวกันระหว่างอนุภาคจะสูงเมื่อใช้ระยะเวลามากขึ้น เมื่อกลไกของปฏิกิริยาดำเนินไปได้หนึ่งในสามก็จะได้ผงเซรามิกโลหะออกไซด์ ขั้นตอนที่ 2 ไม่ใช่การเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งโดยตรงแต่เกิดจากอนุภาคของสารตั้งต้นในสถานะที่เป็นไอไปทำปฏิกิริยากับอนุภาคของของแข็งตัวอื่น ๆ ในระบบ

ในการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาข้างล่าง



มีรายงานการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตว่าเป็นการยากที่จะให้ได้องค์ประกอบสม่ำเสมอทุกครั้งด้วยวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็ง โดยใช้สารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูงของตะกั่วออกไซด์ (lead oxide, PbO) เหล็กออกไซด์ (iron oxide, Fe₂O₃) และไนโอเบียมออกไซด์ (niobium oxide, Nb₂O₅) ซึ่งตามสัดส่วนที่ต้องการผสมให้เข้ากันและเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้ Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O₃ และระหว่างการเผาจะเกิดเฟสของ Pb₃Nb₄O₁₃ และ Pb₂Nb₂O₇ เป็นเฟสที่ไม่ต้องการจากระบบของ PbO-Nb₂O₅ และเฟสของ Pb₂Fe₂O₅ จากระบบของ PbO-Fe₂O₃ (Ring, 1996)



รูปที่ 2.7 การเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคในสถานะของแข็ง

2.4.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล

วิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นวิธีการสังเคราะห์ผงเซรามิกส์ที่ใช้อุณหภูมิค่าอยู่ในช่วงประมาณ 100-350 °C และความดันสูงมาก (ความดันสูงถึง 15 เมกกะปาสกาล (MPa) หรือประมาณ 150 เท่าของความดันบรรยากาศ) ซึ่งสูงกว่าวิธีการตกตะกอนร่วมและวิธีซอลเจล จากสภาวะดังกล่าวพบว่ามีอยู่จริงในธรรมชาติ เช่น ขบวนการเกิดแร่ธาตุต่าง ๆ ในใต้ดิน ขบวนการเกิดซีโอไลต์ (zeolite) เป็นต้น

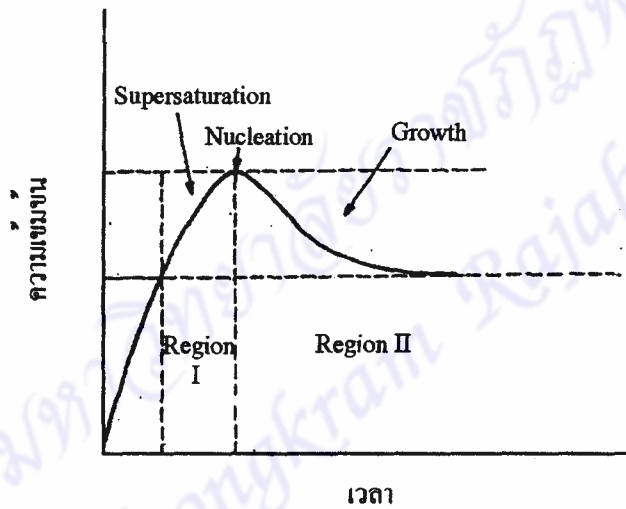
สารเคมีตั้งต้นที่ใช้ในวิธีไฮโดรเทอร์มอลสามารถใช้ได้ทั้งอัลคอกไซด์ สารประกอบเกลือของโลหะออกไซด์และสารประกอบไฮดรอกไซด์ เป็นต้น กลไกการเกิดอนุภาคของแข็งคล้ายกับกรรมวิธีการตกตะกอนจากสารละลายคือการเกิดนิวเคลียสผลึก (nucleation) และการเติบโตของนิวเคลียสผลึกเป็นอนุภาคเล็ก ๆ สารละลายตั้งต้นจะถูกบรรจุในภาชนะปิดทรงกระบอกที่ทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิมเรียกว่า บอมบ์ (bomb) ซึ่งมีวาล์วเปิด-ปิดผิวด้านในของบอมบ์จะเคลือบด้วยเทฟลอน (teflon) เพื่อป้องกันการกัดกร่อนหลังจากสารละลายได้รับความร้อนโดยการนำบอมบ์ไปใส่ไว้ในเตาอบหรืออ่างควบคุมอุณหภูมิความร้อนหรือใช้ไมโครเวฟ หลังจากเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์จะเปิดวาล์วเพื่อลดความดันลง กรองเอาผงเซรามิกออก ล้างด้วยน้ำหรือแอลกอฮอล์และนำผงที่ได้ไปอบแห้ง

การสังเคราะห์ผงเซรามิกโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลจะใช้อุณหภูมิต่ำกว่าวิธีซอลเจลซึ่งเป็นข้อดีของวิธีนี้และประโยชน์อีกอย่างหนึ่งคือในระบบของโลหะออกไซด์ที่ไม่ละลายน้ำที่ความดันบรรยากาศแต่ในระบบของไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิประมาณ 100-350 °C ก็เพียงพอที่จะทำให้ความดันไปละลายสารตั้งต้น เบส หรือเกลือของโลหะรวมเข้าด้วยกันเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ที่ต้องการได้เพราะจะเกิดความร้อนขุดยั้ง (super-heated) ในระบบ

ผงเซรามิกที่สังเคราะห์ผ่านขบวนการไฮโดรเทอร์มอลจะเป็นผลึกที่ไม่มีน้ำเป็นองค์ประกอบและไม่เกิดการเกาะรวมตัวกันของอนุภาค การสังเคราะห์โดยวิธีนี้ไม่ต้องบดและเผา การลดขนาดของอนุภาคโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลก็สามารถทำได้โดยการลดอุณหภูมิลงก็สามารถลดขนาดของอนุภาคและสามารถผลิตในระดับอุตสาหกรรม วิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นวิธีที่มีค่าใช้จ่ายต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคอื่น ๆ ข้อจำกัดของกรรมวิธีนี้คือขาดข้อมูลทางเทอร์โมไดนามิกส์ที่จะนำไปใช้ประกอบการเลือกสภาวะการเตรียม เช่น ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อุณหภูมิ ความดัน เป็นต้น เนื่องจากข้อมูลส่วนใหญ่มาจากการวัดหรือคำนวณที่สภาวะมาตรฐานที่ 25 °C และความดัน 1 บรรยากาศ

2.4.3 วิธีการตกตะกอนร่วม

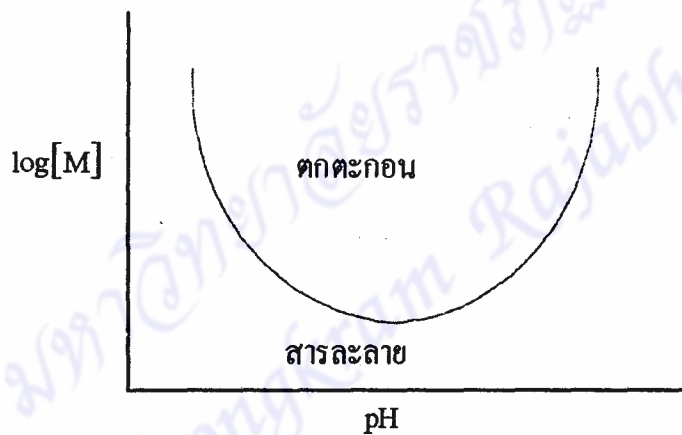
วิธีการตกตะกอนร่วมเป็นกรรมวิธีหนึ่งที่นิยมใช้ค่อนข้างแพร่หลายเนื่องจากอุปกรณ์ที่ใช้ส่วนใหญ่เป็นเครื่องแก้วนั้นค่อนข้างหาง่ายและสามารถเตรียมได้ในสภาพบรรยากาศปกติเนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้ส่วนใหญ่ไม่ไวต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) กลไกการเกิดผงเซรามิกจากสารละลายเกี่ยวข้องกับเกิดการเกิดอนุภาคของแข็งที่มีขนาดเล็ก ๆ ที่เรียกว่า การเกิดนิวเคลียสผลึก และการเติบโตของนิวเคลียสผลึกเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น สภาวะของการเกิดและการเติบโตของนิวเคลียสผลึกขึ้นกับความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสปีชีส์ที่ละลายน้ำหรือไฮดรอกซิลไอออนที่เวลาต่าง ๆ ซึ่งนำไปสู่การเกิดนิวเคลียสผลึกและการเติบโต (สิทธิสุนทร, 2543 : 36)

การสังเคราะห์ผงอิเล็กทรอนิกส์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมเป็นเทคนิคการแยกไอออนหรือโมเลกุลที่สนใจซึ่งอยู่ในเฟสของสารละลายจะถูกทำให้กระจายมาอยู่ในเฟสของของแข็งได้ โดยเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการตกตะกอนเช่น ความเป็นกรด่าง อนุภาคที่ตกตะกอนมักจะเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน ข้อดีของการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนสามารถควบคุมขนาดและรูปร่างของอนุภาคได้ การกระจายตัวของอนุภาคและความบริสุทธิ์สูง สำหรับข้อเสียของวิธีนี้คือต้องเสียเวลาในการแยกตะกอนออกจากสารละลาย ในการอบและเผาให้แห้งต้องป้องกันการเกิดการเกาะรวมตัวกันของอนุภาคการที่สารละลายจะถึงจุดอิ่มตัวหรือไม่นั้น นอกจากจะขึ้นอยู่กับ

ความเข้มข้นและยังขึ้นกับความเข้มข้นของสารละลาย รูปที่ 2.9 แสดงแผนภาพความเสถียร (stability diagram) ของสารละลายที่ pH ต่าง ๆ ณ ค่า pH สูงหรือต่ำมาก ๆ สารละลายจะเสถียรเนื่องจากความเข้มข้นไม่สูงพอที่จะถึงจุดอิ่มตัว สถานะนี้จะสังเกตได้ง่ายเนื่องจากสารละลายยังคงใสอยู่ เมื่อความเข้มข้นลดลง สารละลายจะอิ่มตัวมากขึ้นและเมื่อถึงจุดวิกฤตจะเกิดนิวเคลียสผลึก เมื่อนิวเคลียสผลึกเติบโตขึ้นจนมีขนาดใหญ่พอที่จะตกตะกอนซึ่งสังเกตได้จากสารละลายขุ่นหรือมีตะกอนตกอยู่ที่ก้นภาชนะ ดังนั้นการเตรียมผงเซรามิกโดยกรรมวิธีนี้จะต้องเลือกใช้ความเข้มข้นและ pH ที่เหมาะสม ส่วนมากจะเตรียมที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้องเพื่อเร่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ในบางกรณีต้องนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเผาเพื่อให้ได้องค์ประกอบที่ต้องการ



รูปที่ 2.9 แผนภาพความเสถียรของสารละลายที่ค่า pH ต่าง ๆ โดยปกติสารละลายจะไม่เสถียรที่ความเข้มข้นต่ำซึ่งสังเกตได้จากการตกตะกอน (สิทธิสุนทร, 2543 : 37)

2.4.4 วิธีซอลเจล

วิธีซอลเจลเป็นเทคนิคการเตรียมสารประกอบออกไซด์ที่ใช้ซอลและเจลเป็นตัวตั้งต้นในการเตรียมอิเล็กทรอนิกส์ให้มีลักษณะเป็นผง ไฟเบอร์ แผ่นฟิล์มบางและแก้วเซรามิก เป็นต้น สารอิเล็กทรอนิกส์หลายชนิดที่ถูกเตรียมโดยวิธีซอลเจล เช่น แบเรียมไททานเต เลคแลนทานัม ตะกั่วเซอร์โคเนตไททานเต เซอร์โคเนตไททานเต ลิเทียมไททานเต เลคแมกนีเซียมไนโอเบต และสทอนเทียมแบเรียมไนโอเบต เป็นต้น

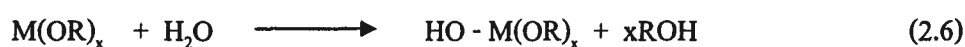
วิธีซอลเจลได้ถูกพัฒนาอย่างรวดเร็ว พื้นฐานของการเตรียมโดยวิธีซอลเจลจะเกี่ยวข้องกับ การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่น (condensation reaction) ของโลหะอัลคอกไซด์ หลังจากนั้นทำให้แห้งและอัดผงอนุภาคให้ติดกันเป็นก้อนแข็งโดยใช้ความร้อนแต่เป็น อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมละลายของโลหะจะได้สารที่เป็นตัวจะไปผลิตอุปกรณ์ทางเซรามิก

ซอล คือ สารแขวนลอยในสถานะของเหลวคล้ายสารละลาย ส่วนเจลเป็นสารละลายแขวนลอยชนิดหนึ่งซึ่งจับตัวแข็งเป็นวุ้น มีความหนืดสูงจนสารละลายมีความยืดหยุ่นอย่างของแข็งที่เป็นเช่นนั้นเนื่องจากโครงข่าย (net work) ของเฟสที่กระจาย (dispersed phase) หรือคอลลอยด์ (colloid) และสารตัวกลางทำกระจาย (dispersion medium) วนเวียนอยู่ทั่วโครงข่ายนั้น การเปลี่ยนจากซอลเป็นเจลจะทำให้ความหนืดสูงขึ้น

ในระบบของซอลเจล จะอธิบายได้เป็น 2 แบบที่แตกต่างกัน

1. ระบบอนุภาคที่แขวนลอยจะเกี่ยวข้องกับการกระจายของโลหะออกไซด์หรืออนุภาคของไฮดรอกไซด์ในของเหลว จะเป็นซอลแล้วซอลก็จะรวมตัวกันเป็นเจล
2. ระบบพอลิเมอร์จะเกี่ยวข้องกับการเกิดพอลิเมอร์ของสารเคมีอนินทรีย์ของโลหะอัลคอกไซด์ที่จะผลิตเจลได้พอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นโครงข่าย

สำหรับระบบของพอลิเมอร์โมเลกุลขนาดใหญ่ที่เป็นโครงข่ายจะได้จากการเกิดพอลิเมอร์ของสารอินทรีย์ เช่น โลหะอัลคอกไซด์ โลหะอัลคอกไซด์จะประกอบด้วยอะตอมของโลหะกับกลุ่มอัลคิล (alkyl group) ที่ต่อกับออกซิเจน เช่น $-CH_3$ (เมทิล), $-C_2H_5$ (เอทิล) เป็นต้น ปฏิกิริยาข้างล่างนี้เป็นโลหะอัลคอกไซด์สายสั้น ๆ สำหรับ $M(OR)_x$ ที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วนหรือทั้งหมด



ปฏิกิริยาต่อมาเป็นการต่อสายโซ่ (chain) จากปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน (polycondensation reaction)



ระบบนี้จะมีเจลเลชัน (gelation) เกิดขึ้นเมื่อมีสารที่มีโมเลกุลเป็นสายยาวเป็นผลิตภัณฑ์จากการเกิดไฮโดรไลซิสและพอลิคอนเดนเซชันของอัลคอกไซด์ ผลิตภัณฑ์จะมีลักษณะเป็นโครงข่ายที่ใหญ่ขึ้นอย่างรวดเร็วจุดที่เริ่มเป็นเจลเป็นเวลาซึ่งจะเกิดโมเลกุลขนาดใหญ่ที่ล้อมรอบซอลสามารถสังเกตได้จากการทดลองพบว่าความหนืดเพิ่มขึ้นพฤติกรรมเปลี่ยนแปลงรูปร่างและการไหลของเจลที่เหมาะสมสามารถทำเป็นฟิล์มบาง ไฟเบอร์หรือการขึ้นรูปต่าง ๆ

ขั้นตอนในการทำให้แห้ง เจลที่เปียก เมื่อทำให้แห้งจะเกิดมีรูพรุนและเป็นของแข็ง วัสดุฐานที่อนุภาคเจล ตัวอย่างการทำให้แห้งโดยการระเหยเจลจะอยู่ในรูปของเซอโรเจล (xerogel) ซึ่งจะมีการยุบตัวของผิวหน้าเจลเท่านั้นแต่การทำให้เจลแห้งภายใต้สภาพวิกฤต เช่น ที่ความดันวิกฤต และอุณหภูมิวิกฤต เมื่อของเหลวและไออยู่ในสมดุลซึ่งกันและกัน สามารถกำจัดของเหลวและไอที่อยู่ระหว่างผิวทั้งสอง ผลทำให้เกิดรูพรุนทั่วทั้งหมดเราเรียกว่า แอโรเจล (aerogel)

ข้อดีในขบวนการซอลเจลของการรวมตัวกันทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกันของสารตั้งต้นที่ใช้เตรียมจะทำให้พื้นที่ผิวของเจลมากมีผลทำให้การตกผลึกและการเผาขึ้นรูปเซรามิก (sintering) ทำได้ที่อุณหภูมิไม่สูงมากนัก

สิ่งที่สำคัญในขบวนการของซอลเจลเป็นการพัฒนาสำหรับเตรียมแก้วบาง ๆ ที่มีรูพรุนซึ่งใช้เป็นเมมเบรน (membrane) และฟิวเตอร์ (filter) ในปัจจุบันนี้เทคโนโลยีของซอลเจลเป็นที่สนใจกันในห้องปฏิบัติการทางอุตสาหกรรมเพราะสามารถจะประยุกต์และพัฒนาได้เป็นอย่างดี

2.5 เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS)

การดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุในรูปที่เป็นอะตอมอิสระ โดยใช้คลื่นแสงอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet) และวิสิเบิล (visible) นอกจากนี้ยังมีเทคนิคอื่นที่เกี่ยวข้องในหลักการของการดูดกลืนแสงโดยอะตอมได้แก่ เทคนิคการวัดการเปล่งแสงด้วยเปลวไฟ (flame photometry) เทคนิคการวัดแสงที่เปล่งออกมาโดยอะตอม (atomic emission spectrophotometry) และ เทคนิคการวัดแสงฟลูออเรสเซนซ์โดยอะตอม (atomic fluorescence spectrophotometry) เทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคที่สะดวกและรวดเร็วกว่า มีความถูกต้องและแม่นยำสูงด้วย วิธีการดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคที่นิยมใช้มาตั้งแต่ปี ค.ศ. 1960 โดยใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก ในปัจจุบันนี้สามารถใช้หาปริมาณธาตุต่าง ๆ มากกว่า 70 ธาตุ

เทคนิคนี้อาศัยหลักการวัดความเข้มแสงที่ลดลง เนื่องจากถูกดูดกลืนโดยอะตอมของโลหะที่สถานะพื้น (ground state) จะมีพลังงานต่ำสุดแต่เมื่ออะตอมเหล่านั้นได้รับพลังงานที่เหมาะสมก็จะทำให้เวเลนซ์อิเล็กตรอนของอะตอม ถูกกระตุ้นให้ขึ้นไปสู่สถานะถูกกระตุ้น (excited state) แต่เนื่องจากสถานะนี้ไม่เสถียรอิเล็กตรอนก็จะกลับสู่สถานะพื้น พร้อมทั้งคายพลังงานที่รับเข้าไปออกมาในรูปคลื่นแสง ซึ่งธาตุแต่ละชนิดจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ กัน โลหะที่ใช้ในการศึกษามักอยู่ในรูปของสารละลายหรือธาตุผสม (combined element) ดังนั้นจึงต้องใช้ความร้อนที่พอเหมาะเปลี่ยนให้กลายเป็นโลหะอะตอมเรียกว่าเกิดอะตอมไมเซชัน (atomization) อาจจะต้องใช้ความร้อนจากเปลวไฟในการกลายเป็นอะตอม (flame atomization) หรือไม่ใช้เปลวไฟในการกลายเป็นอะตอม (non-flame atomization) เช่น ใช้ความร้อนจากอาร์คไฟฟ้าหากใช้ความร้อนจากเปลวไฟขั้นตอนที่เกิดขึ้นในเปลวไฟมีดังนี้

1. การระเหยกลายเป็นไอหรือการหลอมละลาย (vaporization or fusion) คือการเปลี่ยนสารตัวอย่างจากสถานะของแข็งไปเป็นแก๊ส
2. การแตกตัว (dissociation) คือใช้เปลวไฟเป็นตัวทำหน้าที่ให้โมเลกุลแก๊สของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์แตกตัวเป็นอะตอม
3. การดูดกลืน (absorption) คือการที่อะตอมที่เป็นกลางที่สถานะพื้นดูดกลืนพลังงานของเส้นพลังงานแสงจากแหล่งกำเนิดแสงทำให้ถูกกระตุ้นไปอยู่ที่สถานะถูกกระตุ้น

เทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอมนั้น นับว่าเป็นเทคนิคที่มีการใช้งานกันมากที่สุดในสามเทคนิคดังกล่าวสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสารต่าง ๆ การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantitative analysis) ของเทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอมยังคงอาศัยความสัมพันธ์ที่เป็นไปตามหลักของเบียร์ (Beer) ดังสมการ

$$A = abc \quad (2.9)$$

เมื่อ

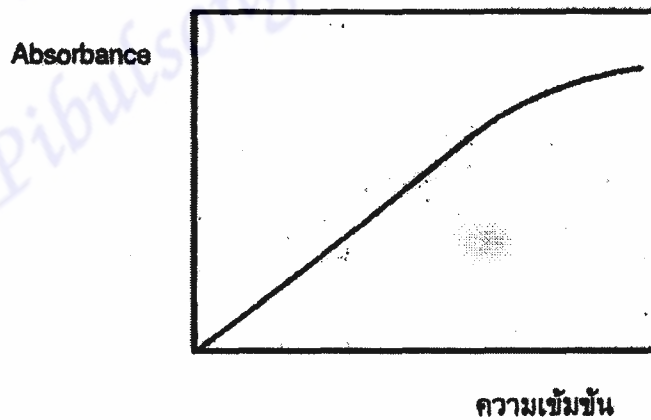
A คือค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)

a คือค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (absorption coefficient) ซึ่งเป็นค่าคงที่ที่เป็นลักษณะเฉพาะของสารที่ดูดกลืนแสง

b คือระยะทางที่แสงผ่านที่เกิดการดูดกลืนแสง

C คือความเข้มข้นของสารที่ดูดกลืนแสง

ดังนั้น เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสง (A) มาเขียนกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานจะปรากฏกราฟเส้นตรงที่เรียกว่ากราฟมาตรฐาน ดังรูปที่ 2.10 แต่อย่างไรก็ตามการสร้างกราฟมาตรฐานในลักษณะเช่นนี้ จะได้กราฟเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นหนึ่ง ๆ เท่านั้น และบางครั้งอาจจะได้ออกมาเป็นเส้น โค้งก็มี



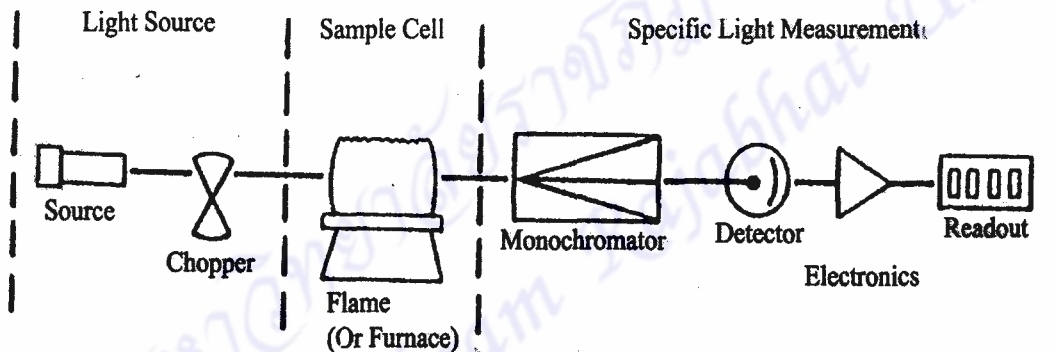
รูปที่ 2.10 กราฟมาตรฐานของการดูดกลืนแสง (บัณฑิต, 2539 :154)

2.5.1 อุปกรณ์หลักในเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

องค์ประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ของเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม แสดงดังรูปที่

2.11 มี 5 ส่วนด้วยกันคือ

1. แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
2. ระบบเผาสาร (Burner system)
3. ตัวแยกแสง (Monochromator)
4. คีเทคเตอร์ (Detector)
5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read-out units)



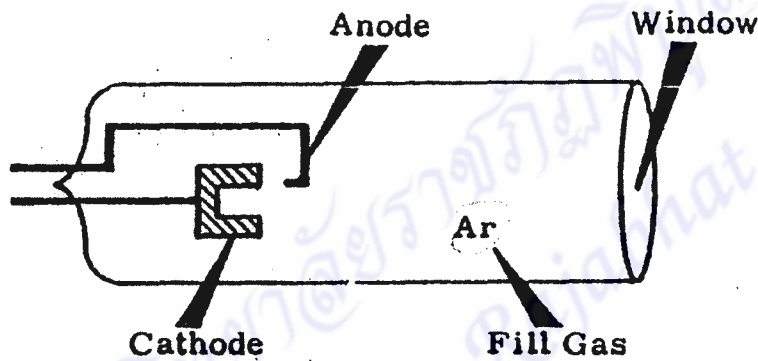
รูปที่ 2.11 แผนภาพองค์ประกอบของเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม (บัณฑิต, 2539 :175)

1. แหล่งกำเนิดแสง

เนื่องจากอะตอมจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะ ในการวัดการดูดกลืนแสงด้วยความไวสูงสุด จำเป็นต้องมีแหล่งกำเนิดแสงที่เป็นแบบเส้นที่จะคายแสงที่มีความยาวคลื่นที่จะถูกดูดกลืนโดยอะตอม นอกจากนั้นแหล่งกำเนิดแสงชนิดนี้ยังส่งผลให้เทคนิควัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่มีการรบกวนน้อยมาก แหล่งกำเนิดดังกล่าวนี้ปกตินิยมใช้หลอดขอลโลว์แคโทด (hollow cathode lamp) ซึ่งทำด้วยโลหะชนิดเดียวกับธาตุที่ต้องการศึกษา เช่น ต้องการศึกษาคะกำก็ควรใช้หลอดขอลโลว์แคโทดที่ทำด้วยตะกำภายในบรรจุด้วยแก๊สเฉื่อย เช่น นีออน (neon) หรืออาร์กอน (argon) ที่ความดันต่ำ ๆ ประมาณ 2 – 3 มิลลิเมตรปรอท เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าประมาณ 1,000 โวลต์ (volt) เข้าไปจะเกิดการแตกตัวขึ้นซึ่งจะทำให้อาร์กอนแตกตัวเป็น Ar^+ ดังสมการ



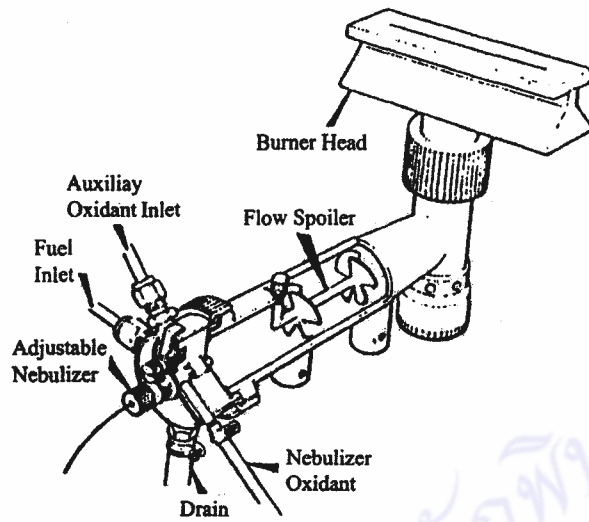
ซึ่ง Ar^+ ที่เกิดจะวิ่งไปชนอะตอมของตะกั่วที่ใช้ทำแคโทด (cathode) ก็จะถ่ายทอดพลังงานให้แก่อะตอมของตะกั่วซึ่งอยู่ที่สถานะพื้นและจะถูกกระตุ้นไปอยู่ที่สถานะถูกกระตุ้น เมื่อกลับสู่สถานะพื้นก็จะปล่อยพลังงานออกมาในรูปรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) ซึ่งมีลักษณะเฉพาะเป็นแถบเส้นของตะกั่ว ลักษณะของหลอดสเปกโตรมิเตอร์แคโทดโดยทั่วไปจะมีลักษณะดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 ลักษณะของหลอดสเปกโตรมิเตอร์แคโทด (บัณฑิต, 2539 :174)

2. ระบบเผาสาร

เป็นระบบที่ทำการเปลี่ยนสภาพของสารละลายให้กลายเป็นอะตอม อาจเรียกอีกชื่อหนึ่งเป็นการสร้างอะตอม (atomizer) อุปกรณ์ส่วนนี้ประกอบด้วยอุปกรณ์ย่อย 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นตัวสร้างละออง (nebulizer) และส่วนที่เป็นตัวเผา (burner) แสดงดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 ระบบเผาสาร (บัณฑิต, 2539 :168)

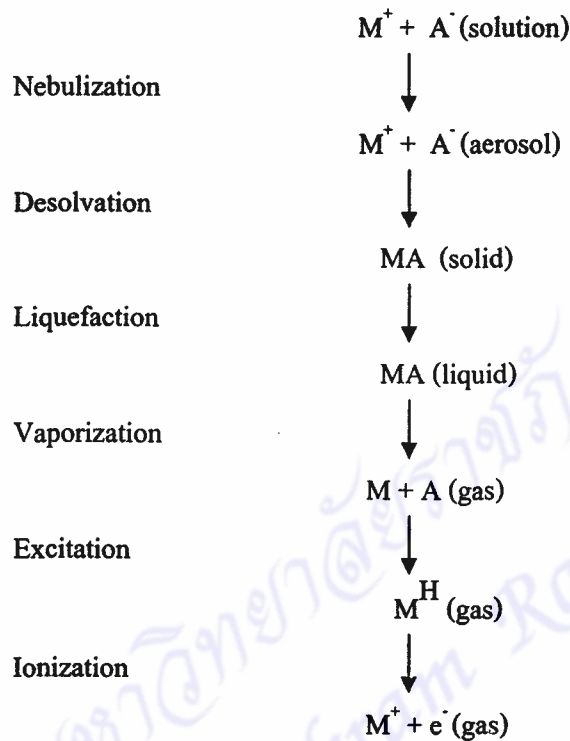
ตัวสร้างละอองเป็นส่วนที่สารละลายถูกทำให้เป็นละอองฝอยเล็ก ๆ ผสมกับเชื้อเพลิงและตัวออกซิไดส์ (oxidising agent) ส่วนตัวเผาจะทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระทำให้สารตัวอย่างจะดูดกลืนพลังงานความร้อนจากเปลวไฟกลายเป็นไออะตอมได้ง่ายขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.14 เปลวไฟที่เกิดจากการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงชนิดต่าง ๆ ให้อุณหภูมิต่าง ๆ กันและทำหน้าที่คล้ายเซลล์การดูดกลืนแสง (absorption cell) เปลวไฟที่ใช้กันโดยทั่วไปในเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมได้แก่

1. อากาศ/โพรเพน ให้เปลวไฟที่มีอุณหภูมิต่ำสุดคือ ประมาณ $1,900^{\circ}\text{C}$ ซึ่งร้อนพอที่จะทำให้เกิดอะตอมอิสระของธาตุได้หลายธาตุ เช่น ทองแดง ตะกั่ว โพแทสเซียม โซเดียม และสังกะสี ถ้าธาตุที่ต้องการวิเคราะห์อยู่ในของผสมที่มีส่วนประกอบหรือโครงสร้างซับซ้อน ธาตุนั้นอาจเกิดสารประกอบทนไฟ เช่น ออกไซด์ที่ไม่หลอมละลาย (refractory oxide) อยู่ภายในเปลวไฟ เมื่อเปลวไฟนั้นร้อนไม่พอที่จะทำให้สารประกอบแตกตัวอย่างสมบูรณ์

2. อากาศ/แอเซทีลีน เป็นเปลวไฟที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในเปลวไฟชนิดนี้มีอุณหภูมิประมาณ $2,300^{\circ}\text{C}$ และนิยมใช้ในการวิเคราะห์ธาตุแทรนซิชัน

3. ไนโตรสออกไซด์/แอเซทีลีน เป็นเปลวไฟที่ให้ความร้อนมากที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ $3,000^{\circ}\text{C}$ นิยมใช้เปลวไฟชนิดนี้สำหรับการเกิดอะตอมอิสระของธาตุที่เปลี่ยนเป็นอะตอมได้ยาก เช่น โบรอน อะลูมิเนียม ซิลิกอน และธาตุหายาก (rare-earth element)

สิ่งสำคัญที่จะทำให้การวิเคราะห์ธาตุโดยวิธีการดูดกลืนแสงโดยอะตอมนี้ได้ผลดีเพียงไรนั้นจะขึ้นอยู่กับเกิดการเกิดอะตอมอิสระซึ่งดำรงอยู่ที่สถานะพื้น โดยใช้ความร้อนจากเปลวไฟดังกล่าวมาแล้ว



รูปที่ 2.14 กระบวนการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ

3. ตัวแยกแสง

ตัวแยกแสงทำหน้าที่ในการแยกคลื่นแสงจากแหล่งกำเนิดแสงให้ได้ความยาวคลื่นที่ต้องการวัดออกเป็นแถบหรือเป็นช่วงคลื่นแสงออกเป็นแถบหรือเป็นช่วงที่แคบ ๆ เช่น พิลเตอร์หรือตัวแยกแสง ตัวอย่าง ตัวแยกแสงที่ใช้ในเครื่องมือการดูดกลืนแสงโดยอะตอม ได้แก่ ปริซึม (prism)

4. ดีเทคเตอร์

ดีเทคเตอร์จะทำหน้าที่เหมือนดวงตาที่จะแปลงความเข้มของแสงให้เป็นกระแสไฟฟ้า ปกติแล้วจะเป็นหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube) ซึ่งเป็นเครื่องวัดความเข้มแสงที่ผ่าน

ออกจากสารตัวอย่างและอ้างอิง (reference) เปรียบเทียบความแตกต่างของการดูดกลืนแสงที่เกิดขึ้นโดยวัดในเทอมของสัญญาณที่เทคโนโลยีเทอร์ตอวัตต์ของกำลังขยาย ถ้าเป็นหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์แบบให้พลังงานรังสีเป็นหลอดสุญญากาศเหมือนกับหลอดโฟโตแต่ให้กำลังขยายของสัญญาณได้สูงกว่ามากคืออาจใช้แฟลคเตอร์ของการขยายสูงถึง 10^8 เท่า ทั้งนี้เพราะมีการเพิ่มขึ้นของจำนวนอิเล็กตรอนเรียกว่าแซกกันคาร์รีอิเล็กตรอน (secondary electron) ที่หลุดออกมาจากพื้นที่ผิวของไดโนด (dynodes) ซึ่งทำด้วยโลหะอัลคาไล

5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล

ซึ่งถูกทำมาตรฐานให้สามารถอ่านค่าการดูดกลืนแสงหรือค่าการคายแสงได้โดยตรง

2.5.2 การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิควัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

ในกรณีที่สารตัวอย่างไม่มีสิ่งรบกวนและสารตัวอย่างเจือจางอาจจะทำการวิเคราะห์ได้ง่าย โดยเทียบกับสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้ว วิธีที่นิยมใช้กันทั่ว ๆ ไป โดยปรับสัญญาณที่ได้จากสารไร้สิ่งตัวอย่าง (blank) ให้เป็นศูนย์ แล้วจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (4-5 ความเข้มข้น) เมื่อใช้เทคนิคการกลายเป็นอะตอมโดยไม่ใช้เปลวไฟ (flameless atomization technique) อาจใช้วัดพื้นที่พีก (peak area) หรือความสูงของพีก (peak height) แล้วนำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลายจะได้กราฟมาตรฐาน (calibration curve) ซึ่งอาจเป็นเส้นตรงหรือเส้นโค้งก็ได้ ในการเขียนกราฟอาจใช้เครื่องคอมพิวเตอร์หรือเครื่องคำนวณทำงานได้ ถ้าให้เป็นเส้นตรงใช้วิธีทศฉาก (least squared fit) แต่ถ้าเป็นเส้นโค้ง อาจใช้เครื่องลากเส้นโค้งให้ได้ พร้อมคำนวณความเข้มข้นให้ด้วยจากค่าที่วัดได้ของสารตัวอย่างซึ่งสะดวกมาก

เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมมีองค์ประกอบหลายอย่างซึ่งบางส่วนจะต้องใช้ความระมัดระวังในการใช้งาน เพื่อไม่ให้เกิดอันตรายและยืดอายุการใช้งานให้ยาวนานขึ้น การใช้เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมจะต้องระมัดระวังเกี่ยวกับแก๊สต่าง ๆ ที่ใช้สารไวไฟ กรด และสารพิษต่าง ๆ รวมถึงความร้อนและรังสีอัลตราไวโอเลตที่เกิดจากการเผาไหม้ การใช้ระบบความปลอดภัยสำหรับห้องปฏิบัติการทั่ว ๆ ไปไม่เพียงพอที่จะป้องกันความปลอดภัยได้จึงควรทราบข้อระมัดระวังในการใช้งาน ได้แก่

1. ระบบดูดไอพิษ (Exhaust system) ในขณะที่ใช้เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม โดยเฉพาะการดูดกลืนแสงโดยอะตอมด้วยเปลวไฟจะเกิดความร้อนสูงและเกิดไอของสารพิษซึ่งเป็นกรดจำเป็นต้องกำจัดออกไปเพื่อไม่ให้เกิดอันตรายต่อผู้ตรวจวิเคราะห์ ดังนั้นระบบดูดไอพิษ

จะต้องมีคุณภาพที่ดีได้มาตรฐานมีแรงดึงดูดอากาศไม่มากหรือน้อยเกินไป เพราะถ้ามากเกินไป อาจจะทำให้เปลวไฟไม่สม่ำเสมอแต่ถ้าน้อยเกินไปจะเกิดอันตรายต่อผู้ใช้และควรเปิดก่อนที่จะจุด เปลวไฟหรือเปิดเตาเผาแบบกราไฟต์ (graphite furnace)

2. ถังแก๊ส (Compressed gas cylinder) ควรมีที่เก็บถังแก๊สแยกออกจากตัวห้องปฏิบัติการ อยู่ในที่ ๆ มีอากาศถ่ายเทสะดวกและอุณหภูมิไม่สูงตัวถังแก๊สอยู่ในแนวตั้งและมีโซ่รัดให้ติดกับผนังห้องท่อแก๊สจะมีสีแตกต่างกันตามชนิดของแก๊สและไม่สับสนในการใช้แก๊สชนิดต่าง ๆ มีวาล์ว ปิดเปิดที่อยู่ใกล้มือในกรณีที่เกิดปัญหา มีป้ายตรวจเช็คการรั่วของแก๊ส เช่น น้ำสบู่และคอย ตรวจสอบการรั่วอยู่เสมอและทุกครั้งที่เปลี่ยนถังแก๊ส

3. ท่อนำแก๊ส (Gas hose and connections) ควรใช้ท่อแก๊สที่มาจากโรงงานผู้ผลิตเครื่องมือ และใช้ในระยะเวลาสั้นที่สุดระมัดระวังการติดตั้งอย่าให้เกิดความเสียหายต่อท่อแก๊สและมีรอยต่อน้อย ที่สุด ขนาดของท่อจะต้องพอดีกับมาตรวัดและตัวเครื่องและการติดตั้งจะต้องแน่นพอ ในกรณีที่มีการติดตั้งแก๊สหลายชนิดจะต้องมีการติดสัญลักษณ์ที่ท่อแก๊สเพื่อป้องกันการสับสน

4. แก๊สแอเซทิลีน (Acetylene gas) แก๊สชนิดนี้จะต้องระมัดระวังในการใช้เพราะอาจเกิดระเบิดได้ โดยปฏิบัติดังนี้ ห้ามใช้ท่อแก๊ส (tubing) เป็นโลหะทองแดง อย่าใช้ถังแก๊สที่มีความดันเกิน 105 กิโลปาสคัล (kPa) อย่าให้แก๊สแอเซทิลีนสัมผัสกับโลหะทองแดง เงิน ปรีท คลอรีนแก๊ส และกรีซ (grease)

5. ไนตรัสออกไซด์ (Nitrous oxide) แก๊สชนิดนี้เป็นตัวช่วยให้เกิดการเผาไหม้ชนิดเดียวกับ ออกซิเจน และแข็งตัวได้ง่ายในอุณหภูมิลึกเวลาใช้จะต้องมีตัวให้ความร้อนเพื่อป้องกันการแข็งตัว และไม่ควรให้ถูกกับไขมันเพราะจะทำให้เกิดการสันดาป

6. ตัวเผาสาร (Burner) ระวังอย่าใช้ตัวเผาสารแบบอากาศ-แอเซทิลีนกับเปลวไฟแอเซทิลีน ไนตรัสออกไซด์ เพราะตัวเผาสารชนิดนี้ไม่ทนความร้อนและอาจเกิดความเสียหายได้ แต่สามารถใช้ตัวเผาสารแอเซทิลีน ไนตรัสออกไซด์กับเปลวไฟอากาศ-แอเซทิลีนได้ อย่านำออกซิเจนบริสุทธิ์ หรืออากาศที่มีออกซิเจนสูงมาเป็นตัวออกซิไดส์และไม่ควรให้รูระบายของเหลวถูกอุดตันโดย สารละลายที่ออกมาจากเครื่องเพราะอาจเกิดระเบิดได้ ควรปิดเปลวไฟก่อนที่จะทำความสะอาดตัวเผาสารและใช้ถุงมือจับตัวเผาสารเพราะอาจยังร้อนจัด

7. รังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet radiation) หลอดหลอดโลว์แคโทดและหลอดปล่อย กระแสไฟฟ้าโดยไม่มีขั้ว (electrodeless discharge) รวมทั้งเตาเผาแบบกราไฟต์สามารถให้แสง อัลตราไวโอเล็ตได้จึงไม่ควรมองตรง ๆ และควรมีแผ่นกระจกป้องกันแสงหรือใช้แว่นตาป้องกัน แสงอัลตราไวโอเล็ต

8. อันตรายจากความร้อน (Heat hazard) เปลวไฟ เตาเผาแบบกราไฟต์และตัวเผาสารจะมี อุณหภูมิสูง ควรจะมีกระจกป้องกันความร้อนและไม่ควรจับต้องหรือทำความสะอาดตัวเผาสาร ในขณะที่ร้อน

9. ตรวจสอบความปลอดภัย (Safety check) ดังนี้ ปิดวาล์วแก๊สทุกครั้งที่เกิดใช้งาน ตรวจสอบบริเวณทำงานอย่าให้มีสารเคมีหรือสารไวไฟ เปิดคู่มือไอพินและตรวจเช็คการทำงาน ใส่ตัว เผาสารที่ถูกต้องและล็อกตัวสร้างละอองให้แน่น ตรวจสอบดูถึงแก๊สว่าใช้ถูกต้องและไม่มีรอยรั่ว เปิด แก๊สให้มีความดันตามที่ปรากฏในคู่มือของเครื่อง ปิดกระจกป้องกันแสง (flame shield) และจุด แก๊สตามคู่มือ

2.6 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD)

ในการหาโครงสร้างผลึกสามารถตรวจสอบโดยการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์เป็น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) ที่มีพลังงานสูงและมีความยาวคลื่นสั้นโดยมีความ ยาวคลื่นในลำดับเดียวกับระยะทางระหว่างอะตอมของวัสดุของแข็ง เมื่อลำแสงของรังสีเอกซ์ กระทบวัสดุของแข็งจะเกิดการกระเจิง (scatter) ในทุกทิศทาง เนื่องจากอะตอมหรือไอออนที่อยู่ใน ทางเดินของรังสีเอกซ์ ปัจจุบันอาจกล่าวได้ว่าเป็นเทคนิคที่ใช้หาโครงสร้างของสารที่ได้รับความ เชื่อถือมากที่สุดคือ เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction)

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็ก ไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.1-100 Å เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีความ ยาวคลื่นใกล้เคียงกับระยะห่างระหว่างระนาบ (interplanar spacing) ของผลึกเข้าสู่ผลึกสารจะทำให้ รังสีเอกซ์เกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) ได้ ดังนั้นถ้าเราทราบความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ก็สามารถ คำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกสารนั้นได้โดยอาศัยการอธิบายด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg's law) จะได้ว่า

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.10)$$

เมื่อ

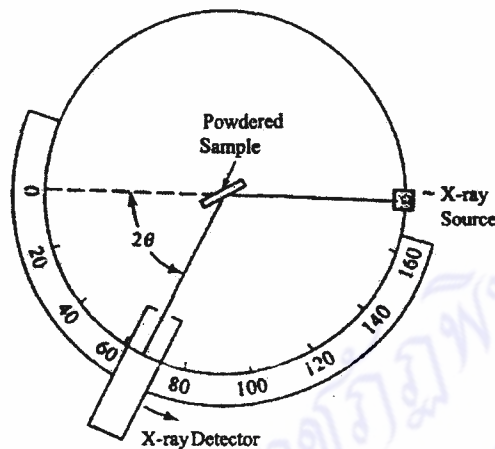
d = ระยะห่างระหว่างระนาบ (หรือเรียกว่า d-spacing)

θ = มุมของแบรกก์ (Bragg's angle)

λ = ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์

n = 0, 1, 2, 3,

ในการถ่ายภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่าเอกซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์โดยมีส่วนประกอบต่าง ๆ ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ส่วนประกอบของเอกซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (พิทักษ์, 2535 :37)

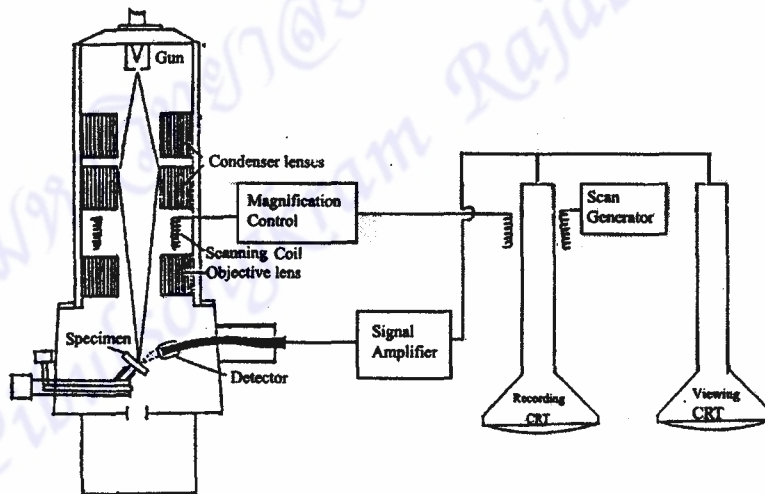
2.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีประโยชน์อย่างมากในการศึกษาลักษณะภายนอกของสารตัวอย่างอีกทั้งให้กำลังขยายอย่างกว้างขวางอย่างต่ำสุดใกล้เคียงกับกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาจนถึงกำลังขยายสูงสุดใกล้เคียงกับภาพที่ได้รับจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) การแจกแจงรายละเอียดของภาพ (resolving power) มีความเป็นไปได้ถึง 3 นาโนเมตร นอกจากนั้นแล้วกล้องชนิดนี้ซึ่งส่วนใหญ่ประกอบด้วยอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งเปิดโอกาสให้ผู้ใช้มีโอกาสตัดแปลงต่อเติมอุปกรณ์อื่น ๆ เพื่อให้มีการแสดงผลในรูปแบบต่าง ๆ เช่นการวิเคราะห์ธาตุ การคำนวณหามวลและปริมาตร กล้องชนิดนี้เหมาะกับการวิจัยพื้นฐานมากที่สุดอันสืบเนื่องมาจากวิธีที่มีความรวดเร็วง่ายกว่าวิธีที่ใช้ในการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน

ส่วนประกอบสำคัญของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดประกอบด้วย

1. ระบบสุญญากาศ (Vacuum) และ คอลัมน์ (Column)
2. ระบบควบคุมอิเล็กทรอนิกส์ (Electronic console) และจอโทรทัศน์ (CRT)

ระบบสุญญากาศประกอบด้วยเครื่องจักรกลและระบบการแพร่ผ่านหรือบางแบบมีปั๊มไอออนซึ่งมีหน้าที่ทำให้มีสุญญากาศภายในคอลัมน์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ประกอบด้วยลำแสงอิเล็กตรอน (electron beam) ซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดแสงสว่างซึ่งจะถูกรวมให้เป็นจุดขนาดเล็กประมาณ 3-6 นาโนเมตร จะถูกบังคับให้ตกลงบนตัวอย่างด้วยเลนส์วัตถุ (objective lens) พร้อมทั้งถูกบังคับให้เคลื่อนที่ไปในทิศทางหนึ่งทิศทางใดบนพื้นผิวของตัวอย่างด้วยเครื่องที่ทำให้เกิดการส่องกราด (scanning generator) ซึ่งอยู่ระหว่างเลนส์ควบแน่น (condenser lens) ลำแสงของอิเล็กตรอนนี้เรียกว่า ไฟมารีอิเล็กตรอน (primary electron) จะถูกโฟกัสตามตัวอย่างตามต้องการด้วยเลนส์วัตถุ เมื่อไฟมารีอิเล็กตรอนกระทบบนตัวอย่างซึ่งอยู่ภายในห้องใส่ตัวอย่าง (specimen chamber) จะทำให้เกิดกลุ่มของอิเล็กตรอนชุดที่ 2 เรียกว่า เซกันดารีอิเล็กตรอน (secondary electron) ออกมาจากผิวตัวอย่างและจะถูกรวบรวมด้วยตัวรวบรวมอิเล็กตรอน (electron collector) จะส่งผ่านท่อนำแสงเข้าสู่เครื่องขยายสัญญาณ (signal amplifier) ซึ่งทำหน้าที่ขยายสัญญาณแล้วแปลสัญญาณให้เกิดภาพบนจอโทรทัศน์และบันทึกภาพในเวลาเดียวกัน



รูปที่ 2.16 ส่วนประกอบของเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2.8 การวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermal analysis)

การวิเคราะห์ทางความร้อนเป็นเทคนิคที่มีประโยชน์อย่างมากในการศึกษาวิเคราะห์สาร เพราะสามารถแสดงสมบัติทางความร้อนของสารได้หลายอย่าง ซึ่งการวิเคราะห์ทางความร้อนนี้จะเป็นการติดตามผลการเปลี่ยนแปลงสมบัติเฉพาะของสาร โดยเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้จะแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับชนิดของสาร

ดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล อะนาไลซิส (Differential Thermal Analysis, DTA) การวิเคราะห์ทางความร้อนเป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาอุณหภูมิคล้ายแก้ว (glass transition temperature, Tg) และอุณหภูมิการหลอมตัว (melting temperature, Tm) ซึ่งอุณหภูมิช่วงนี้จะมีการเปลี่ยนแปลงพลังงานของตัวมันเองอย่างชัดเจน โดยเครื่อง DTA จะใช้วิธีการวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานโดยเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่ให้แก่สารแล้ว แสดงออกมาในรูปกราฟ DTA เรียกว่า เทอร์โมแกรม (thermogram) โดยทั่วไปแล้วเครื่อง DTA จะใช้สารมาตรฐานเป็นตัวเปรียบเทียบซึ่งสารมาตรฐานนี้จะต้องมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิน้อยมากหรือไม่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเลยในช่วงที่ใช้ในการทดลอง สารมาตรฐานที่ใช้เช่น อะลูมินา (alumina) จะมีช่วงอุณหภูมิใช้งานสูงถึง 1500°C จะวัดพลังงานแตกต่างของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่อุณหภูมิต่าง ๆ ซึ่งจะบอกถึงพลังงานที่สารตัวอย่างดูดเข้าไปหรือคายออกมา

เทอร์โมแกรวิเมตรี อะนาไลซิส (Thermogravimetry Analysis, TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาความเสถียรทางความร้อนซึ่งจะศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเปรียบเทียบกับอุณหภูมิสำหรับเทคนิค TGA นี้ แบ่งเป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ คือ

ไอโซเทอร์มอล เทอร์โมแกรวิเมตรี (isothermal gravimetry) เป็นการศึกษาโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเปรียบเทียบกับเวลาโดยที่อุณหภูมิกงที่ตลอดการทดลอง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้จะมีผลต่อการสลายตัวถ้าในการทดลองใช้อุณหภูมิสูงการสลายตัวจะเกิดได้เร็วกว่าการทดลองที่ใช้อุณหภูมิต่ำ

นอนไอโซเทอร์มอล เทอร์โมแกรวิเมตรี (non-isothermal gravimetry) เป็นการศึกษาโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเทียบกับเวลาและอุณหภูมิในขณะที่มีการให้ความร้อนคงที่ ในการวิเคราะห์จะทำในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน เพื่อกำจัดไอของสารและแก๊สออกซิเจนที่เกิดจากการสลายตัวออกจากระบบ ผลที่ได้แสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักกับอุณหภูมิที่ได้เรียกว่า เทอร์โมแกรม

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

มีรายงานจำนวนมากที่รายงานการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็ง พบว่าเป็นการยากที่จะสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตให้ได้ องค์ประกอบสมมูลเสมอทุกครั้งด้วยวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งโดยใช้สารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูงของ PbO , Fe_2O_3 และ Nb_2O_5 ซึ่งตามสัดส่วนที่ต้องการผสมให้เข้ากันและเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้เฟส $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ และระหว่างการเผาจะเกิดเฟสของ $Pb_3Nb_4O_{13}$ และ $Pb_2Nb_2O_7$ เป็นเฟสที่ไม่ต้องการจากระบบของ $PbO-Nb_2O_5$ และเฟสของ $Pb_2Fe_2O_5$ จากระบบของ $PbO-Fe_2O_3$ จากรายงานวิจัยจะมีการสังเคราะห์ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ โดยวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งอยู่ 2 แบบใหญ่ ๆ คือ วิธีแรกจะใช้ในอัตราส่วนที่ต้อง Fe_2O_3 และ Nb_2O_5 บดผสมให้เข้ากันและเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้ $FeNbO_4$ และนำ $FeNbO_4$ ไปบดผสมกับ PbO และนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ และมีเฟสที่ไม่ต้องการเกิดขึ้นคือ $Pb_3Nb_4O_{13}$ วิธีที่ 2 จะใช้ $4PbO$, Fe_2O_3 และ Nb_2O_5 บดผสมและเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ และ $Pb_3Nb_4O_{13}$ และ $Pb_2Nb_2O_7$ เป็นเฟสที่ไม่ต้องการ

Pourroy et al., 1990 ได้มีการสังเคราะห์ $FeNbO_4$ จากสารละลายไฮดรอกไซด์ของไอร์รอนและไนโอเบียมและทำการตกตะกอนด้วย NH_4OH ได้ตะกอนสีน้ำตาลดำพบว่าเมื่อใช้เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันศึกษาผลึกของ $FeNbO_4$ จะได้ผลึกของ $FeNbO_4$ ไม่เป็นระเบียบที่สมบูรณ์เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ $900\text{ }^{\circ}C$ และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}C$ จะได้เฟสวูลฟราไมท์ (wolframite phase) ของ $FeNbO_4$ ที่เป็นระเบียบและวัดสมบัติทางแม่เหล็กของสาร

Chiu และ Desu, 1991 ได้ศึกษาการสังเคราะห์ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ จากวิธีการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งและใช้ KCl เป็นตัวประสานในการเกิดปฏิกิริยาให้ดีขึ้นเรียกวิธีการสังเคราะห์นี้ว่าการสังเคราะห์แบบมอลเทนซอลท์ (molten salt synthesis, MSS) จะใช้สารตั้งต้นเป็น PbO , Fe_2O_3 และ Nb_2O_5 โดยใช้อัตราส่วนของ PbO ที่มากเกินไปผสมในเกลือของ KCl และบดผสมให้เข้ากันในเอทานอลเป็นเวลา 12 ชั่วโมงและเผาที่อุณหภูมิสูง พบว่าจะได้ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ที่อุณหภูมิการเผา $800\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง และเมื่อเผาที่ $900\text{ }^{\circ}C$ ในระบบปิดจะเกิดการระเหยของ PbO และได้ขนาดอนุภาคเป็นทรงกลม ไม่เกาะกันเป็นก้อน ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีทำปฏิกิริยาในของแข็งในเกลือที่หลอมเหลวและเผาขึ้นรูปเซรามิกที่ $1,100\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 13 ชั่วโมง ได้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเป็น 12,270 ที่ความถี่ 1 MHz

Guzman และ Aegerter, 1993 ได้สังเคราะห์ $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$, $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ และ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของไนโอเบตในสารละลายน้ำจะได้เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิการเผาต่ำ จากการศึกษาพบว่า การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของกรดและค่าที่ใช้ อัตราการผสมและธรรมชาติของสารตั้งต้น เพอรอฟสไกต์เฟสจะเริ่มปรากฏที่ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ และได้เฟสที่บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อนำมาอัดเม็ดเซรามิกและเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ นำไปวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกพบว่าได้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเท่ากับ 2,600

Cho และ Yoshimura, 1996 ได้การสังเคราะห์ฟิล์มเลดไททานेट (PbTiO_3) จากสารละลายตะกั่วไฮดรอกไซด์ ($\text{Pb}(\text{OH})_2$) ที่มีความเข้มข้น 0.07 โมลต่อลิตร ในสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่มีความเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลภายใต้ความดัน 2.0 เมกะปาสคาล (MPa) ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่าโครงสร้างทางจุลภาคของ PbTiO_3 ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ใช้ ได้ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.6-6 ไมครอน

Tena et al., 1996 ได้ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ FeNbO_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งหรือวิธีทางกายภาพและศึกษาสมบัติของเซรามิกไอร์รอนไนโอเบตด้วยเครื่องมือพีเคเนซสเปกโทรสโกปี (impedance spectroscopy) พบว่าเซรามิกไอร์รอนไนโอเบตที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าสูงมากซึ่งเหมาะจะนำไปเป็นตัวนำไฟฟ้า

Jenhi et al., 1998 ได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีซอลเจล จากสารตั้งต้น $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, NbCl_5 และ FeCl_3 และจะใช้ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ มากเกินพอในการเกิดปฏิกิริยาจะได้เฟสของ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในระหว่างการเผาเฟสที่ไม่ต้องการจะเกิดขึ้นเมื่อเริ่มเผาสูงกว่า $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ และเกิดผลึกของออกไซด์ที่ไม่ทราบอีก 2 เฟสเมื่อเผาที่อุณหภูมิ $850\text{ }^{\circ}\text{C}$

Sekar, 1998 ได้สังเคราะห์ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ โดยการเผาโลหะไนเตรด ไนโอเบียมออกไซด์ ($\text{Nb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_5$) แอมโมเนียมไนเตรด (NH_4NO_3) และเตตราฟอร์มอลไตราซีน (tetraformal trisazine, TFTA) ในบรรยากาศออกซิเจน 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรกเผาสารละลายน้ำที่คำนวณอัตราส่วนของ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Nb}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_5$ ใน NH_4NO_3 และ TFTA เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ การเกิดเพอรอฟสไกต์เฟสที่อุณหภูมิในช่วง $500\text{-}1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ขั้นที่สอง เผาเลดออกไซด์และไอร์รอนไนโอเบตจนได้เฟสของเลดไอร์รอนไนโอเบตที่ต้องการ

Liu และ Barber, 1999 ได้ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีซอลเจลใช้สารตั้งต้นเป็นเลด (II) แอซีเตตไตรไฮเดรต (lead (II) acetate trihydrate, $\text{Pb}(\text{OO}(\text{CH}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$, ไอร์รอน (II) แอซีเตต (iron (II) acetate, $\text{Fe}(\text{OOCCH}_3)_2$) และไนโอเบียม

(V) ไฮดรอกไซด์ (niobium(V) ethoxide, $\text{Nb}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_5$) และศึกษาความเป็นผลึกของฟิล์มบนแผ่น SrTiO_3 พบว่าเมื่อใช้เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน พบว่าได้ขนาดอนุภาคเป็นนาโนและหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกพบว่าขึ้นอยู่กับความถี่จาก 0.1-1000 kHz

Gnanasekar et al., 1999 ได้สังเคราะห์ไอร์รอนไนโอเบตแบบโมโนคลินิกเฟส (monoclinic phase) และศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติแม่เหล็ก และตัวจับสัญญาณ (sensor) แก๊ส ของไอร์รอนไนโอเบต ศึกษาความเป็นผลึกและรูปร่างลักษณะของผงไอร์รอนไนโอเบตด้วยเทคนิคใช้เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าค่าการนำไฟฟ้าและแม่เหล็กของไอร์รอนไนโอเบตเกิดจากการที่พันธะระหว่าง Fe-O-Fe มี Fe^{2+} และ Fe^{3+} ผสมรวมกันอยู่และจากการศึกษาการนำไอร์รอนไนโอเบตเป็นตัวจับสัญญาณ โดยการเปลี่ยนอุณหภูมิพบว่าจะตอบสนองและตรวจวัดแก๊ส H_2 และ H_2S ได้ที่ 573-623 K และตรวจวัดแก๊สหุงต้มที่ 673 K

Ananta, 1999 ได้สังเคราะห์ไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง โดยใช้สารตั้งต้น Fe_2O_3 และ Nb_2O_5 ผสมกันในเครื่องบดแบบสั้นในไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (isopropyl alcohol) หลังจากนั้นอบที่ 120°C และนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงและนำมาบดอีกครั้งและทำการเผาซ้ำที่อุณหภูมิ $1150-1300^\circ\text{C}$ จากนั้นนำไปตรวจหาลักษณะของผงไอร์รอนไนโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าได้เฟสของไอร์รอนไนโอเบตเป็นแบบโมโนคลินิกและออร์โธโรมบิก (orthorhombic) ปั่นกันอยู่และมีเฟสที่ไม่ต้องการคือ FeNb_2O_6 เกิดขึ้น

Yoshikawa, 1999 ได้สังเคราะห์ผง $x\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 \cdot (1-x)\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ โดยวิธีการปฏิกิริยาไฮโดรซิสด้วยไดเอทิลามีน (diethylamine) ในสารละลายไนเตรตเป็นตัวทำให้เกิดการตกตะกอน พบว่าจากการอบตะกอนจะได้เฟสสัณฐานและอนุภาคที่ละเอียดหลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ $450-600^\circ\text{C}$ จะได้เพอรอฟสไกต์เฟสและเฟสที่ไม่ต้องการเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาพบว่าจะได้เพอรอฟสไกต์เฟสเพิ่มขึ้น

Youmee และ Phanichphant, 2001 ได้สังเคราะห์ผงไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีการตกตะกอนร่วมของสารละลาย NbCl_5 กับสารละลาย FeCl_3 ผสมกันในสารละลายออกซาลิกและใช้ NH_4OH ปรับความเป็นกรด่าง พบว่าที่ pH ประมาณ 10 จะได้ตะกอนสีน้ำตาลดำหลังจากนั้นอบที่ 120°C และไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA/DTA) หลังจากนั้นนำไปเผาและนำไปตรวจหาลักษณะของผงไอร์รอนไนโอเบตด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและดูการกระจายตัวของอนุภาค พบว่าได้เฟสของไอร์

รอนไนโอเบตเมื่อเผาที่ 900 °C เป็นแบบโมโนคลีนิกเฟสและออร์โทโรมบิกเฟสและได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กและเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน

Mohan และ Banerjee, 2001 ได้สังเคราะห์เลดแมกนีเซียมและเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีเคมีเวทไฮดรอกไซด์ (semiwet hydroxide) และศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริก พบว่าการสังเคราะห์จะได้เฟส $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ และ $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ โดยวิธีการนี้จะเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C และพื้นที่ผิวของผง $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ จะน้อยกว่าผง $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ จากนั้นนำผง $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ มาอัดเม็ดเซรามิกพบว่ามีความหนาแน่นมากกว่า 90 % ที่ 930 °C เมื่อนำไปวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกพบว่าได้เท่ากับ 11,000-14,000 หลังจากนั้นนำไปโด๊ป (dope) ด้วยแมงกานีสออกไซด์ (MnO_2) พบว่าค่าคงที่การสูญเสียไดอิเล็กทริกลดลงและอุณหภูมิคูรีของ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ก็ลดลงด้วย

Gao, Xue และ Wang, 2002 ได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ผงนาโน $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ โดยวิธีแมคานิคัลแอคติเวชัน (mechanical activation) ระหว่าง PbO กับ $FeNbO_4$ พบว่าได้ผง $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ อยู่ในช่วง 5-15 นาโนเมตร เมื่อทำการเผาสารตั้งแต่ 500 ถึง 900 °C และจะเกิดการสลายตัวบางส่วนเป็นเฟสที่ไม่ต้องการ

Liou, Shih และ Yu, 2002 ได้ศึกษาปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometric) ของเซรามิกเพอรอฟสไกต์เลดไอร์รอนไนโอเบตโดยขบวนการเผาสารตั้งต้นระหว่าง PbO , Nb_2O_5 และ $Fe(NO_3)_3$ และอัดเผาทันทีพบว่าจะได้ เซรามิกของเลดไอร์รอนไนโอเบต 100 % ในรูปของเพอรอฟสไกต์เฟสเมื่อเผาขึ้นรูปที่ 1120 °C และ 1210 °C เป็นเวลา 2 และ 4 ชั่วโมงตามลำดับ

Youmee, 2003 ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงละเอียดของเลดไอร์รอนไนโอเบตสามารถสังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซิลออกซาเลตและวิธีออกซาเลต วิธีพาร์เซิลออกซาเลตได้จากการพัฒนากระบวนการเตรียมผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยใช้ผง $FeNbO_4$ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีออกซาเลตผสมกับ PbO วิธีออกซาเลตที่คิดขึ้นมาใหม่สำหรับการเตรียมไอร์รอนไนโอเบตได้จากการผสมสารตั้งต้นคลอไรด์ของไอร์รอนและไนโอเบียม ใช้ไดเอทิลออกซาเลตเป็นตัวทำให้เกิดการตกตะกอนของไอร์รอนไนโอเบิลออกซาเลต จากนั้นทำการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของกลไกการเกิดของไอร์รอนไนโอเบตด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อน (TG/DTA) และเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันอุณหภูมิสูง ทำการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเลดไอร์รอนไนโอเบตตามเงื่อนไขอุณหภูมิและเวลาโดยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อน (TG/DTA) และเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะได้เฟสคิวบิกเทียมของผงเลดไอร์รอนไนโอเบตแคลไซน์ที่ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง รูปร่างลักษณะของผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่แคลไซน์จะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

Youmee และ Phanichphant, 2004 ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิของผงไอโรนไนโอเบตโดยปฏิกิริยาการตกตะกอนของสารละลายของไนเตรตและเหล็กคลอไรด์และไนโอเบียมคลอไรด์ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ในกรดออกซาลิกและใช้สารละลายแอมโมเนียเป็นตัวตกตะกอน จากนั้นทำการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TG/DTA) ทำการศึกษาเฟสของ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง รูปร่างลักษณะของผงไอโรนไนโอเบตที่แคลไซน์โดยวิธีนี้จะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
Pibulsongkram Rajabhat University

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

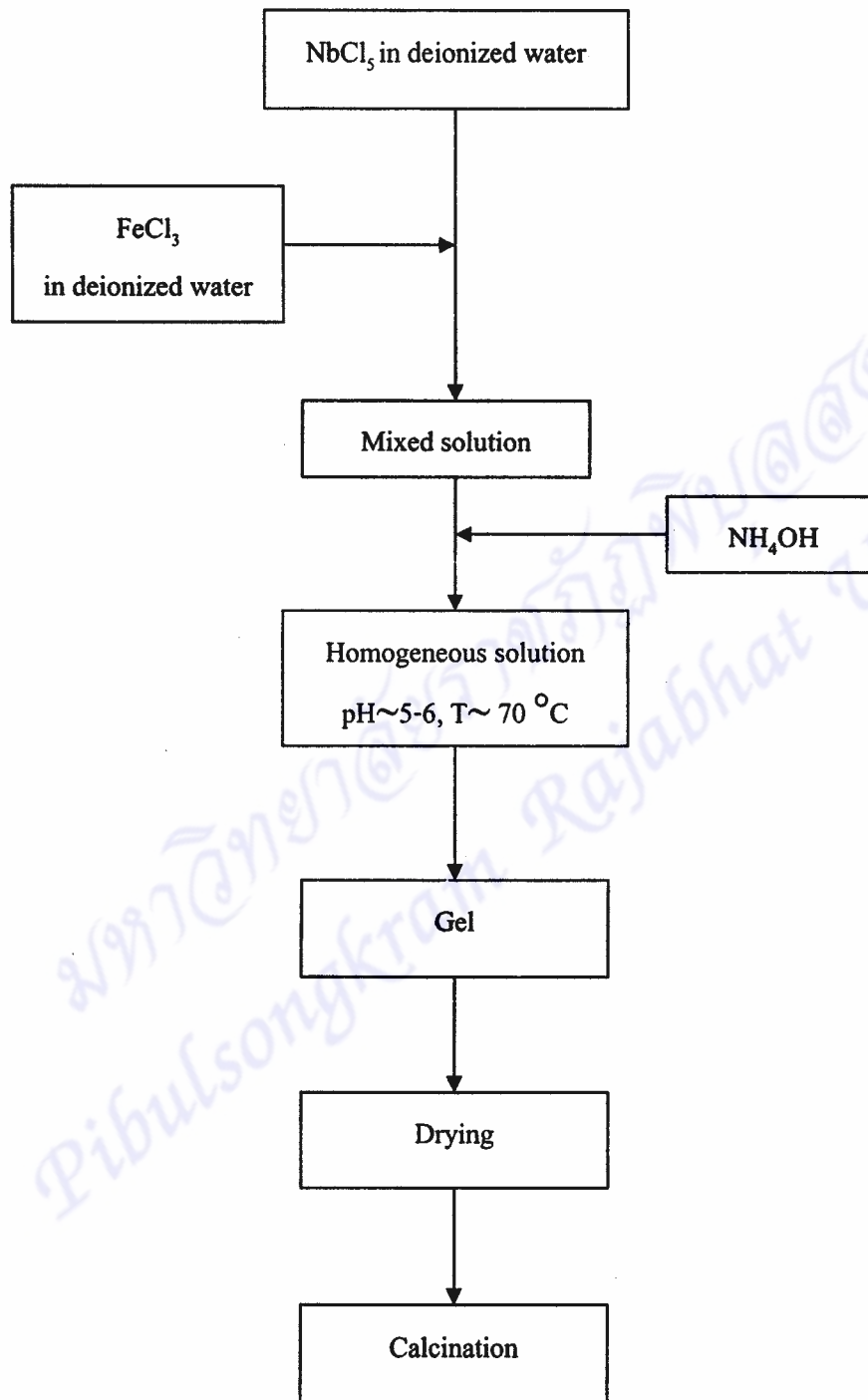
3.1 วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบต

3.1.1 วิธีการสังเคราะห์ผงไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีซอลเจล

1. เตรียมสารแขวนลอยไนโอเบียมคลอไรด์ 0.05 mol ในน้ำกลั่นจำนวน 100 cm³ พร้อมทั้งคนอย่างแรง
2. เตรียมสารละลายเหล็กคลอไรด์ 0.05 mol ในน้ำกลั่นจำนวน 100 cm³
3. นำสารละลายเหล็กคลอไรด์ 0.05 mol จำนวน 100 cm³ ค่อย ๆ เติมใส่ลงไป
ในสารแขวนลอยไนโอเบียมคลอไรด์จำนวน 0.05 mol ในน้ำกลั่นจำนวน 100 cm³ และให้ความร้อนแก่สารละลายผสมที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C พร้อมทั้งคนตลอดเวลา
4. เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์พร้อมกับวัด pH ในสารละลายผสมจนเกิดเจลขึ้นที่ pH ประมาณ 5-6
5. ทำเหมือนข้อ 1-4 แต่เปลี่ยนจำนวนโมลเป็น 0.10, 0.15 และ 0.2 ตามลำดับ
6. นำเจลไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 120 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
7. นำเจลที่อบแห้งไปบดและเผาที่อุณหภูมิ 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตามลำดับ

3.1.2 วิธีการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีพาร์เซียลซอลเจล

1. นำผงไอร์รอนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีซอลเจลมาบดผสมกับเลดออกไซด์ในครกบด (mortar) ในอัตราส่วนระหว่าง PbO : FeNbO₄ เป็น 2 : 1, 2.1 : 1, 2.2 : 1, 2.3 : 1 โดยโมลตามลำดับ
2. จากนั้นนำของผสมที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์ผงไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีซอลเจล

3.2 วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาคุณลักษณะของผงไอร์ออนไนโอเบต

3.2.1 วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยการสลายตัวทางความร้อน

นำผงเจลไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีซอลเจลประมาณ 10-20 mg นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA/DTA แล้ววิเคราะห์ผลที่ได้

Parameter

Final temp	1100 °C
Start temp	50 °C
Scanning rate	20 °C/min
Sample	10-20 mg

Condition

Load condition	Load temp
Load temp	50 °C
Go to temp rate	100.0 °C/min

3.2.2 วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์

หาโครงสร้างของผงไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีซอลเจลเทียบกับมาตรฐาน JCPDS FILE โดยนำตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วอัดลงในแบบบรรจุสารด้วยเปอร์สเปคแล้วปาดผิวหน้าให้เรียบจากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์

3.2.3 วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างผงไอร์ออนไนโอเบตเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนำตัวอย่างที่แห้งไปจัดวางบนสตัป (stub) ทองเหลืองขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร โดยการใช้เทปกาวเป็นตัวเชื่อมผิวล่างของตัวให้ติดอยู่บนสตัปกาวที่ใช้จะต้องมีโลหะผสมหรือจะต้องเป็นสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้า หลังจากขั้นตอนการติดตัวอย่างบนสตัปซึ่งขั้นตอนนี้เรียกว่ามัดตั้ง (mounting) แล้วจะต้องนำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยโมเลกุลของโลหะไนที่ระเหยสูญญากาศ (vacuum evaporation) นาน 15 นาที การเคลือบหรือฉาบ (coating) ที่ทำกันอยู่เป็นประจำมักจะเริ่มจากการฉาบผิวของตัวอย่างด้วยคาร์บอนเสียก่อนเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าและตามด้วยการฉาบผิวด้วยทองผสมแพลเลเดียม (gold-palladium) ความหนาแน่นของแผ่นโมเลกุลของโลหะดังกล่าวรวมทั้งแผ่นคาร์บอนซึ่งฉาบครั้งแรกรวมกันไม่ควรเกิน 15 nm ตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบพร้อมที่จะนำไปตรวจภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ทันที ตัวอย่างเหล่านี้สามารถเก็บไว้ได้เป็นเวลานาน ทั้งนี้ต้องเก็บไว้ในตัวอย่างที่แห้งและปราศจากฝุ่นจากนั้นนำไปดูขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.2.4 วิธีการวิเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตโดยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค

วัดการกระจายตัวของผงไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีซอลเจล โดยนำตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

3.3 วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาคุณลักษณะของผงเลดไอร์ออนไนโอเบต

3.3.1 วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนไนโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์

หาโครงสร้างของผงเลดไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีพาร์เซียซอลเจลเทียบกับมาตรฐาน JCPDS FILE โดยนำตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วอัดลงในแบบบรรจุสารด้วยเปอร์สเปคแล้วปาดผิวหน้าให้เรียบจากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์

3.3.2 วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร์ออนไนโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างผงเลดไอร์ออนไนโอเบตเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนำตัวอย่างที่แห้งไปจัดวางบนสตัป (stub) ทองเหลืองขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร โดยการใช้กาวเป็นตัวเชื่อมผิวล่างของตัวให้ติดอยู่บน

สตั๊บบาวที่ใช้จะต้องมีโลหะผสมหรือจะต้องเป็นสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้า หลังจากขั้นตอนการติดตัวอย่างบนสตั๊บบาวซึ่งขั้นตอนนี้เรียกว่าเม้าต์ติ้ง (mounting) แล้วจะต้องนำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยโมเลกุลของโลหะไนที่ระเหยสูญญากาศ (vacuum evaporation) นาน 15 นาที การเคลือบหรือฉาบ (coating) ที่ทำกันอยู่เป็นประจำมักจะเริ่มจากการฉาบผิวของตัวอย่างด้วยคาร์บอนเสียก่อนเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าและตามด้วยการฉาบผิวด้วยทองผสมแพลเลเดียม (gold-palladium) ความหนาแน่นของแผ่นโมเลกุลของโลหะดังกล่าวรวมทั้งแผ่นคาร์บอนซึ่งฉาบครั้งแรกรวมกันไม่ควรเกิน 15 นาโนเมตร ตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบพร้อมที่จะนำไปตรวจภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ทันที ตัวอย่างเหล่านี้สามารถเก็บไว้ได้เป็นเวลานาน ทั้งนี้ต้องเก็บไว้ในตัวอย่างที่แห้งและปราศจากฝุ่นจากนั้นนำไปดูขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.3 วิธีการวิเคราะห์ผงเลดไอร่อนไนโอเบตโดยเครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค
 วัดการกระจายตัวของผงเลดไอร่อนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีพาร์เซิลซอลเจล โดยนำตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

3.4 วิธีการวิเคราะห์หาค่าประกอบทางเคมีด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

3.4.1 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันเตรียมได้จากสารละลายตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้นดังนี้ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 ppm โดยใช้ ไมโครปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานตะกั่ว 1000 ppm มาดังนี้ 12.5, 25.0, 37.5, 50.0 และ 62.5 μl ตามลำดับ ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 cm^3 ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตรแล้วถ่ายสารละลายทั้งหมดลงในขวดพลาสติก

3.4.2 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก

เตรียมสารละลายมาตรฐานของเหล็กที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันเตรียมได้จากสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นดังนี้ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1 ppm โดยใช้ไมโครปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1000 ppm มา 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 และ 25.00 μl ตามลำดับใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 cm^3 ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตรแล้วถ่ายสารละลายใส่ลงในขวดพลาสติก

3.4.3 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม

เตรียมสารละลายมาตรฐานของไนโอเบียมที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันเตรียมได้จากสารละลายมาตรฐานไนโอเบียมเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นดังนี้ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1 ppm โดยใช้ไมโครปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานไนโอเบียมเข้มข้น 1000 ppm มา 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 และ 25.00 μl ตามลำดับใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 cm^3 ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตรแล้วถ่ายสารละลายใส่ลงในขวดพลาสติก

3.4.4 วิธีการเตรียมสารละลายตัวอย่างจากผงเลดไอร์ออนไนโอเบตสำหรับการตรวจ

วิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

1. ชั่งตัวอย่างของผงเลดไอร์ออนไนโอเบตที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาจำนวน 50 mg ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 cm^3 แล้วละลายด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกและกรดไนตริก (หมายเหตุ ให้ระวังการใช้กรดไฮโดรฟลูออริกควรทำในตู้ควัน)
2. ปล่อยให้ตัวอย่างเย็นลงแล้วกรองสารละลาย (ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42) ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 cm^3
3. ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตร
4. ถ่ายสารละลายตัวอย่างที่ได้ใส่ลงในขวดพลาสติก
5. นำไปวัดหาปริมาณโลหะโดยใช้เครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมแล้วเขียนกราฟมาตรฐานซึ่งเขียนระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นเพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีของผงเลดไอร์ออนไนโอเบต

3.5 วิธีการเตรียมและหาคุณลักษณะของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบต

3.5.1 วิธีการเตรียมแผ่นเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบต

นำผงเลดไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีพาร์เซิลซอลเจลมาประมาณ 2.0 g นำไปอัดด้วยเครื่องอัดเม็ดเซรามิกไฮดรอลิกใช้แม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.2 cm นำแผ่นเซรามิกที่ได้ไปเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C, 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C, 1150 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเป็น 10 °C ต่อนาทีและการลดลงของอุณหภูมิเป็น 10 °C ต่อนาที

3.5.2 วิธีการวิเคราะห์เซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์

หาเฟสของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีพาร์เซิลซอลเจลเทียบกับมาตรฐาน JCPDS FILE โดยนำตัวอย่างมาอัดลงในแบบบรรจุสารด้วยเปอร์สเปคแล้วจากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์

3.5.3 วิธีการวิเคราะห์เซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนำตัวอย่างที่แห้งไปจัดวางบนสตัป (stub) ทองเหลืองขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร โดยการใช้กาวเป็นตัวเชื่อมผิวล่างของตัวให้ติดอยู่บนสตัปกาวที่ใช้จะต้องมีโลหะผสมหรือจะต้องเป็นสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้า หลังจากขั้นตอนการติดตัวอย่างบนสตัปซึ่งขั้นตอนนี้เรียกว่าเม้าต์ติ้ง (mounting) แล้วจะต้องนำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยโมเลกุลของโลหะไนที่ระเหยสูญญากาศ (vacuum evaporation) นาน 15 นาที การเคลือบหรือฉาบ (coating) ที่ทำกันอยู่เป็นประจำมักจะเริ่มจากการฉาบผิวของตัวอย่างด้วยคาร์บอนเสียก่อนเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าและตามด้วยการฉาบผิวด้วยทองผสมแพลเลเดียม (gold-palladium) ความหนาแน่นของแผ่นโมเลกุลของโลหะดังกล่าวรวมทั้งแผ่นคาร์บอนซึ่งฉาบครั้งแรกรวมกันไม่ควรเกิน 15 nm ตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบพร้อมที่จะนำไปตรวจภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ทันที ตัวอย่างเหล่านี้สามารถเก็บไว้ได้เป็นเวลานาน ทั้งนี้ต้องเก็บไว้ในตัวอย่างที่แห้งและปราศจากฝุ่นจากนั้นนำไปดูขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.5.4 วิธีหาความหนาแน่นแผ่นเซรามิก

นำแผ่นเซรามิกมาหาความหนาแน่นโดยการแทนที่น้ำในเครื่องวัดความหนาแน่นและคำนวณโดยใช้หลักของอาร์คิมิดีส (Archimedes' principle) สำหรับแผ่นเซรามิกที่จะนำมาหาความหนาแน่นจะต้องนำไปแช่ในน้ำกลั่นก่อนและจุ่มประมาณ 2 ชั่วโมงเพื่อให้แน่ใจว่าเป็นน้ำหนักที่ถูกต้อง (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก)

3.5.5 วิธีวัดการหดตัวของแผ่นเซรามิก

นำแผ่นเซรามิกที่เผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิต่าง ๆ มาวัดการหดตัวเปรียบเทียบกับแผ่นเซรามิกเลดไอร่อนในโอเบตก่อนเผาโดยวัดความหนาของแผ่นเซรามิกและเส้นผ่าศูนย์กลาง (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก)

บทที่ 4

ผลการวิจัย

4.1 ผลการสังเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบต

4.1.1 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบต

ในการทดลองนี้ได้มีการสังเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตจากวิธีซอลเจลโดยใช้สารตั้งต้นเป็น NbCl_5 และ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และหาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดเจล ได้แก่ ความเข้มข้น อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ในการเกิดเจล สภาวะความเป็นกรดต่าง สรุปผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 สรุปสภาวะที่ใช้สังเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตจากวิธีซอลเจล

อัตราส่วนความเข้มข้น ของ Fe : Nb (mol dm^{-3})	อุณหภูมิของปฏิกิริยา ($^{\circ}\text{C}$)	เวลาที่ใช้ในการ เกิดเจล (นาที)	pH ในการเกิดเจล
0.5 : 0.5	70.0	41	5.4
1.0 : 1.0	70.0	21	4.7
1.5 : 1.5	70.0	13	5.2
2.0 : 2.0	70.0	10	5.4

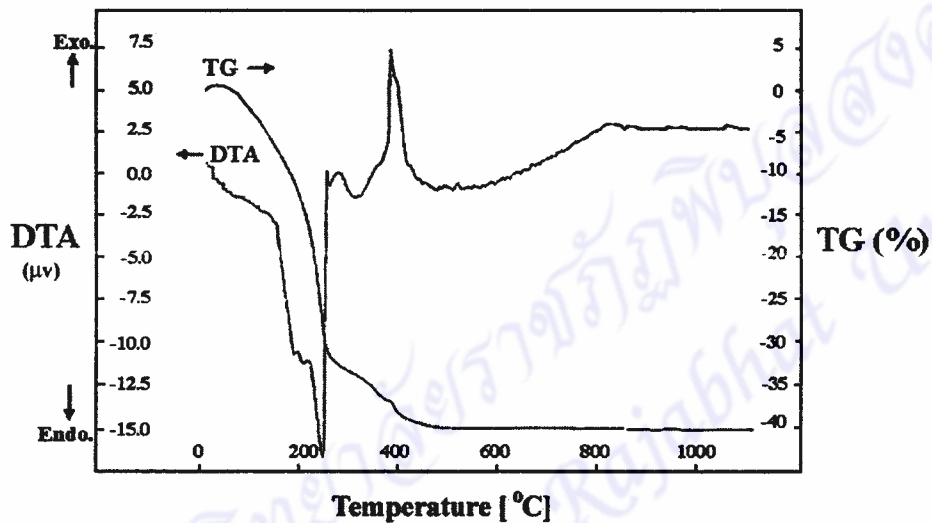
จากการสังเกตสีและลักษณะของเจลที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยากอนเดนเซชันพบว่าที่อัตราส่วน โมลของ Fe และ Nb ทุก ๆ อัตราส่วนจะได้เจลที่มีลักษณะคล้ายวุ้นใสสีน้ำตาลแดงมีความหนืดสูง เมื่อนำมาอบและเผาจะได้ผงละเอียดสีน้ำตาลแดงถึงน้ำตาลแดงปนดำ ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 สีของเจลและลักษณะของผงไฮดรอกไซด์อินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้

อัตราส่วนความเข้มข้นของ Fe : Nb (mol dm ⁻³)	ลักษณะของเจล	ลักษณะผง FeNbO ₄ ที่สังเคราะห์ได้
0.5 : 0.5	วุ้นสีน้ำตาลแดง	ผงละเอียดสีน้ำตาลแดง
1.0 : 1.0	วุ้นสีน้ำตาลแดง	ผงละเอียดสีน้ำตาลแดง
1.5 : 1.5	วุ้นสีน้ำตาลแดงเข้ม	ผงละเอียดสีน้ำตาลแดงปนดำ
2.0 : 2.0	วุ้นสีน้ำตาลแดงเข้ม	ผงละเอียดสีน้ำตาลแดงปนดำ

4.1.2 ผลวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของเจลไอร์ออนไนโอเบต

ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA/DTA) โดยใช้ตัวอย่างเจลประมาณ 10-20 mg ผลการสลายตัวทางความร้อนของเจลที่สังเคราะห์โดยวิธีซอลเจลในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 50-1100 °C แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 TGA/DTA เทอร์โมแกรมของเจลไอร์ออนไนโอเบต

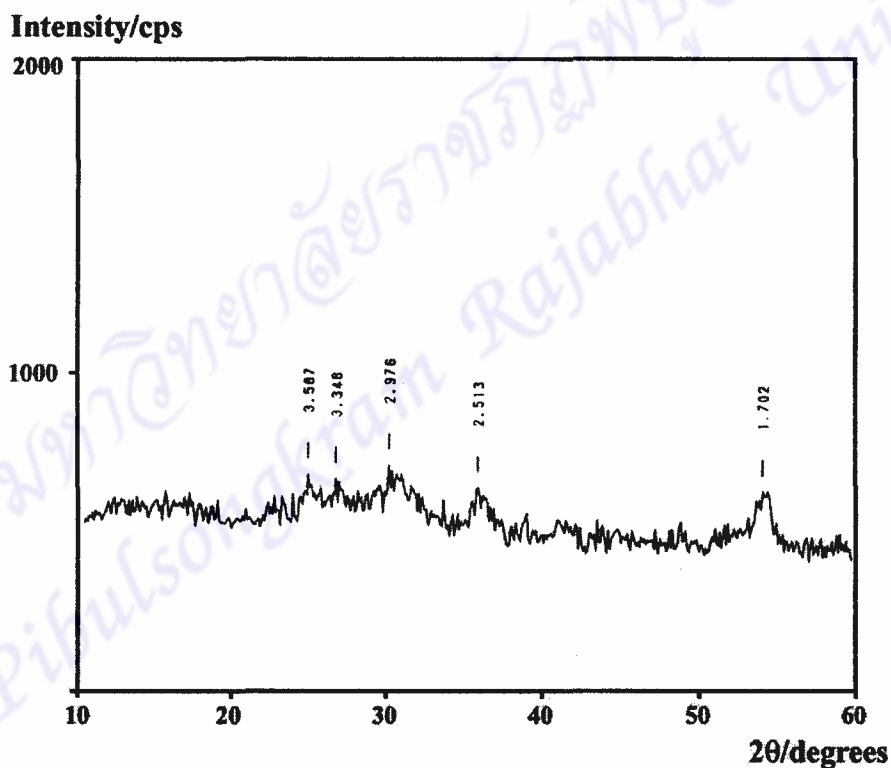
จากผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของเจลจะทำให้ทราบว่าควรจะเผาเจลที่อุณหภูมิไม่สูงมากนักคือที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500 °C ขึ้นไป และจากผลการทดลองด้วยเทคนิคการสลายตัวทางความร้อนดังกล่าวสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 สรุปผลช่วงอุณหภูมิของน้ำหนักเจลที่สูญเสียไปและพลังงานที่เกี่ยวข้อง

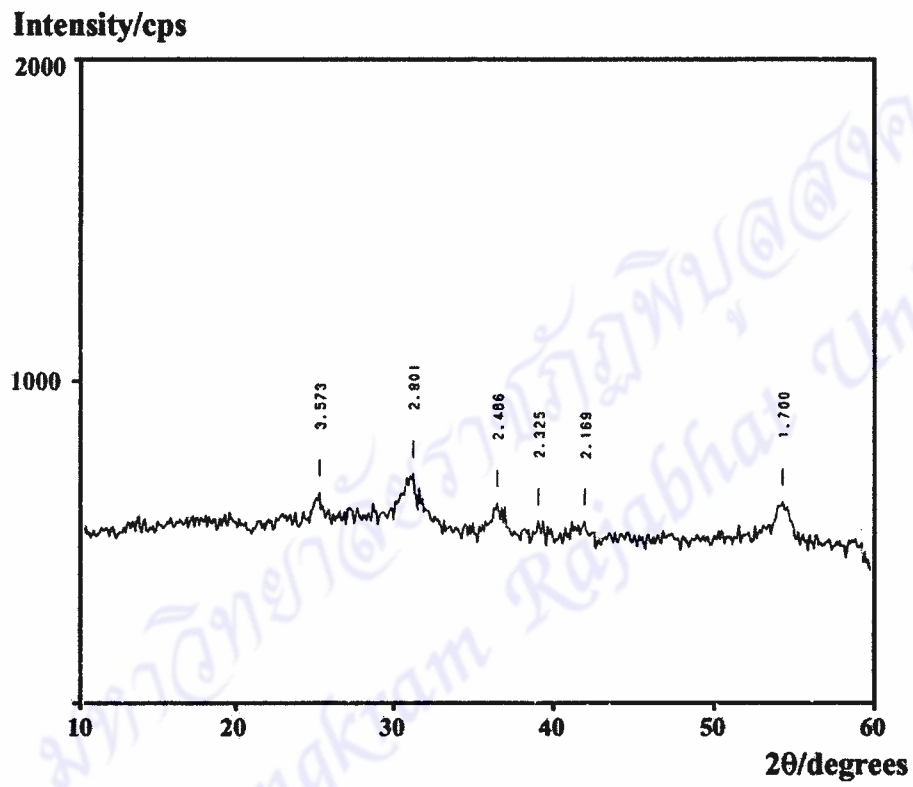
การเปลี่ยนแปลง	ช่วงอุณหภูมิ		
	ช่วงที่ 1	ช่วงที่ 2	ช่วงที่ 3
น้ำหนักที่สูญเสียไป (%)	10	15-20	10
ช่วงอุณหภูมิของน้ำหนักเจลที่สูญเสียไป (°C)	50-200	200-250	250-400
พลังงานที่เกี่ยวข้อง	คูคพลังงาน	คูคพลังงาน	กายพลังงาน

4.1.3 ผลการวิเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

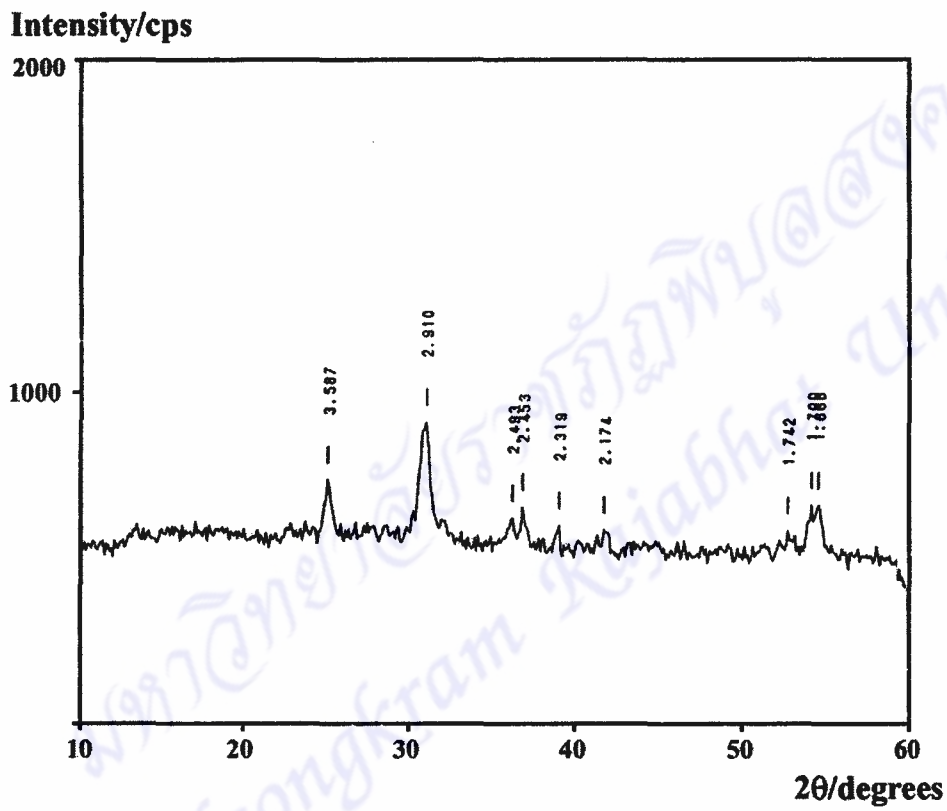
งานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, Philips PW 1700) ในการหาโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ จากการนำเจลไปเผาให้เป็นผงไอร์ออนไนโอเบตที่อุณหภูมิ 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตที่สังเคราะห์โดยวิธีซอลเจลด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction pattern) แสดงดังรูปที่ 4.2-4.5



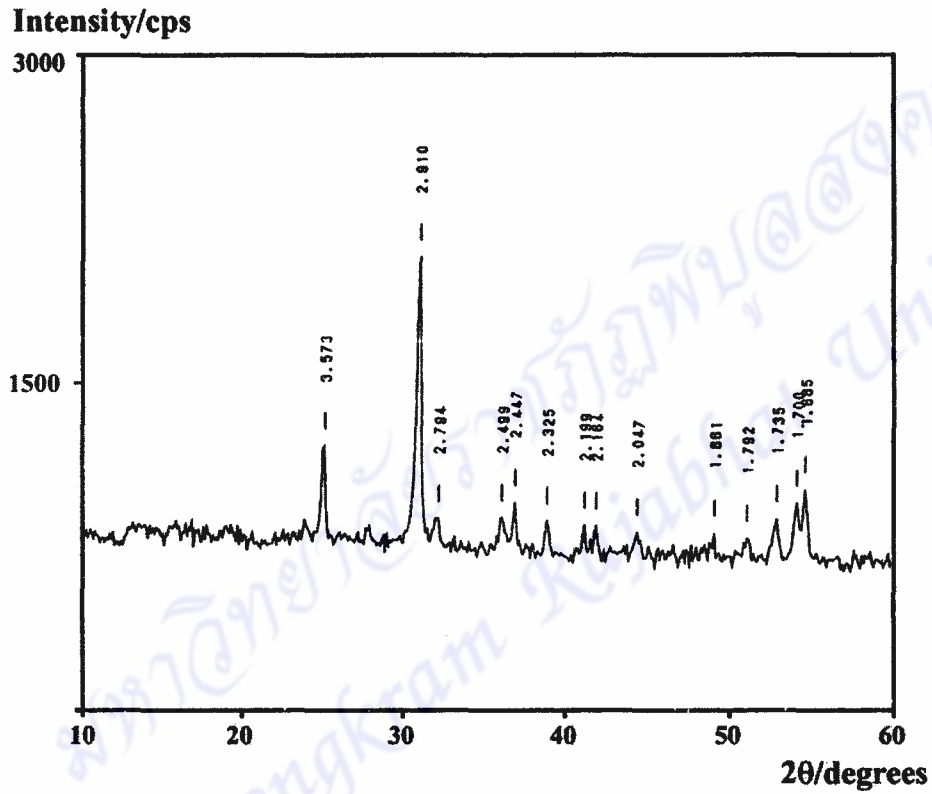
รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงไอร์ออนไนโอเบตที่เผาที่ 600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



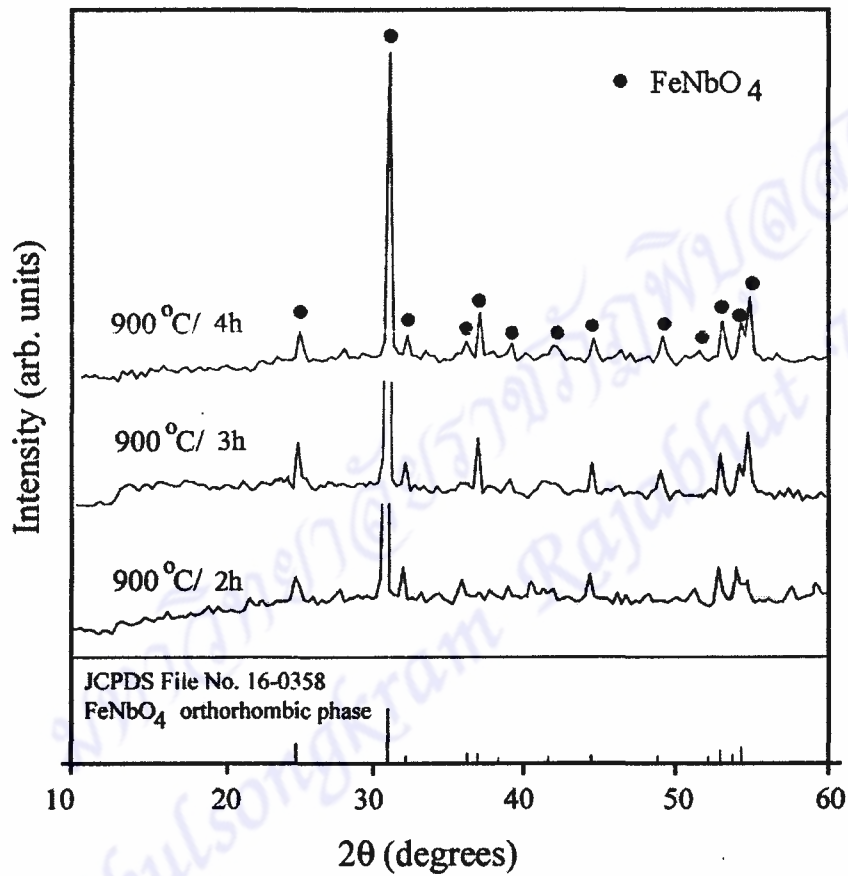
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงไอร์ออนไนโอเนตที่เผาที่ 700 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงไอรอนไนโอเนตที่เผาที่ 800 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



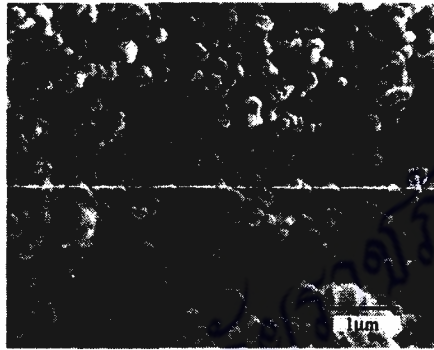
รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงไฮดรอกซีไนโอเนตที่เผาที่ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.6 รูปแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงไฮดรอกไซด์ไนโอเบตที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2, 3 และ 4 ชั่วโมง

4.1.4 ผลการหารูปร่างลักษณะของผงไอร์ออนไนโอเบต

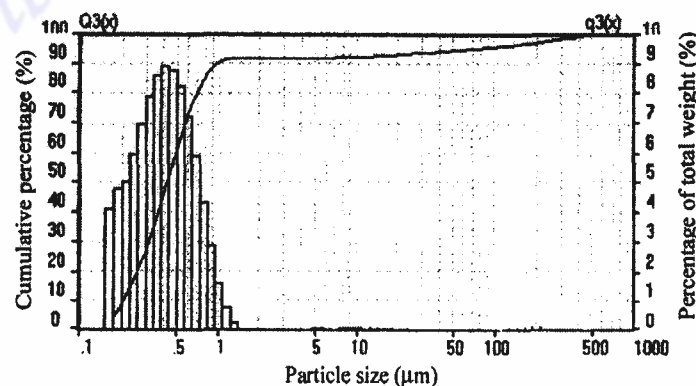
การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค (microstructure) และสัณฐานวิทยา (morphology) ของสภาพพื้นผิวของผงไอร์ออนไนโอเบตที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, LEO รุ่น 1450 VP จากประเทศสหราชอาณาจักร) ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของผงไอร์ออนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.1.5 ผลวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคของผงไอร์ออนไนโอเบต

การวิเคราะห์การกระจายตัวของผงไอร์ออนไนโอเบตที่เผาผงที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงด้วยเครื่องวัดขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค (Particle size analyzer, Malvern S Ver2.19) ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 การกระจายตัวของผงไอร์ออนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2 ผลการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบต

4.2.1 ผลการหาสภาวะการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบต

การทดลองนี้ได้นำผงไอร์รอนไนโอเบต (FeNbO_4) ที่เผาที่อุณหภูมิ $900\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่สังเคราะห์จากวิธีซอลเจลมาบดผสมกับเลดออกไซด์ (PbO) ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสภาวะของแข็งในอัตราส่วนระหว่างโมลของ PbO ต่อโมลของ FeNbO_4 เป็น 2:1, 2.1:1, 2.2:1 และ 2.3:1 ตามลำดับ จากปฏิกิริยาระหว่าง PbO กับ FeNbO_4 ตามทฤษฎีจะต้องใช้อัตราส่วนโมลเป็น 2:1 ดังสมการที่ 4.1

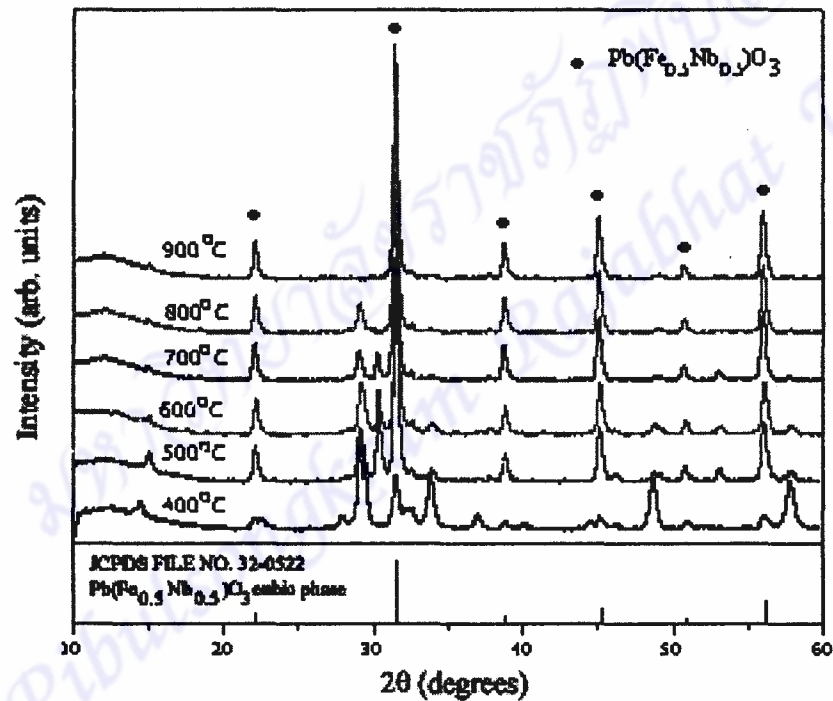


จากการทดลองไม่เป็นเช่นนั้นพบว่าอัตราส่วนโมลระหว่าง PbO กับ FeNbO_4 กับที่อัตราส่วน 2.1 ต่อ 1 จะให้ผลผลิต $\text{Pb(Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{)O}_3$ ที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าในอัตราส่วนผสมอื่น ในการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยการทำปฏิกิริยากันในสภาวะของแข็งของ PbO กับ FeNbO_4 จะต้องใช้อุณหภูมิในการเผาสูงกว่า $1000\text{ }^\circ\text{C}$ จะทำให้มีการสูญหายไปของ PbO เนื่องจากว่าจุดเดือดของ PbO จะอยู่ที่ประมาณ $780\text{ }^\circ\text{C}$ ทำให้มี PbO บางส่วนสูญหายไปขณะที่ทำการเผาจึงจำเป็นต้องใช้จำนวนโมลของเลดออกไซด์สูงกว่า 2 เท่าเล็กน้อย และ ถ้าใช้ PbO มากเกินไปจะทำให้ PbO ที่เกินมากเกิดปฏิกิริยาในสภาวะของแข็งเป็นเฟสอื่นที่ไม่ต้องการ (pyrochlore phase)

จากนั้นใช้อัตราส่วนโมลของ PbO กับ FeNbO_4 ในอัตราส่วนโมล 2.1:1 มาบดในครกบดเป็นเวลา 2 ชั่วโมงในเอทานอลและนำไปอบที่ $120\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงหลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ $400\text{ }^\circ\text{C}$, $500\text{ }^\circ\text{C}$, $600\text{ }^\circ\text{C}$, $700\text{ }^\circ\text{C}$, $800\text{ }^\circ\text{C}$, $900\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และนำไปวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์

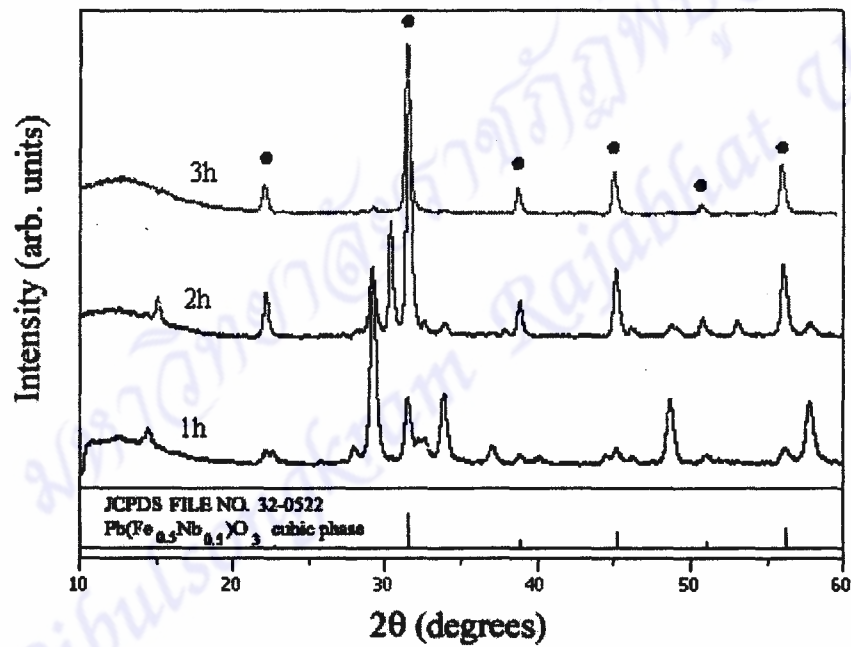
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ผงเคลือบไอรอนไนโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

งานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, Philips PW 1700) ในการหาโครงสร้างของผงเคลือบไอรอนไนโอเบตที่อุณหภูมิ 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ผงเคลือบไอรอนไนโอเบตที่สังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจลด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเคลือบไอรอนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับมาตรฐาน JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 32-0522 พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 °C จะได้เฟสของ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ ที่สมบูรณ์ จากนั้นนำผงที่เผาที่อุณหภูมิที่ 900 °C ไปหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาเพื่อนำไปเผาที่เวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับและนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ซึ่งแสดงผลในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเลดไอร์ออนไนโอเนตที่เผาผงที่อุณหภูมิ 900 °C, เป็นเวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับ

จากผลการวิเคราะห์ผงเคลือบไอรอนไนโอเบตที่สังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจลที่เผาผงอุณหภูมิ 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนที่จะสามารถใช้สมการของ Swartz และ Shroud หาความสัมพันธ์ของความเข้มของพีคที่แสดงเฟสเพอรอฟสไกต์กับเฟสที่ไม่ต้องการจากสมการที่ 4.2 พบว่าเปอร์เซ็นต์เฟสเพอรอฟสไกต์มีค่าเท่ากับความเข้มของพีคในเฟสเพอรอฟสไกต์ส่วนความเข้มของพีคในเฟสเพอรอฟสไกต์บวกความเข้มของพีคในเฟสที่ไม่ต้องการคูณด้วย 100 แสดงผลดังตารางที่ 4.4

$$\% \text{ เฟสเพอรอฟสไกต์} = \frac{I_{\text{perovskite}}}{(I_{\text{pyrochlore}} + I_{\text{perovskite}})} \times 100 \quad (4.2)$$

$I_{\text{perovskite}}$ = ความเข้มของพีคที่แสดงเฟสเพอรอฟสไกต์ (ตำแหน่ง 110)

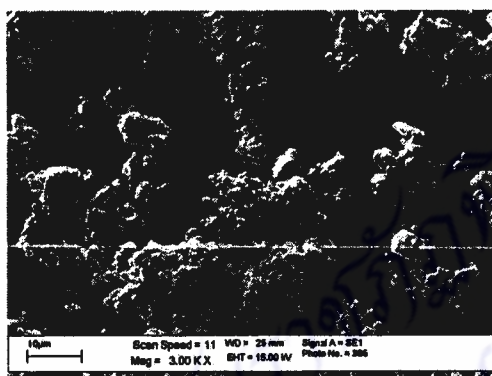
$I_{\text{pyrochlore}}$ = ความเข้มของพีคในเฟสที่ไม่ต้องการ (ตำแหน่ง 222)

ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์ของเฟสเพอรอฟสไกต์ของผงเคลือบไอรอนไนโอเบตที่เผาอุณหภูมิต่าง ๆ กัน

อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (C°)	% เฟสเพอรอฟสไกต์
500	45
600	63
700	85
800	90
900	100

4.2.3 ผลการหารูปร่างลักษณะของผงเคลือบไอร่อนไนโอเบต

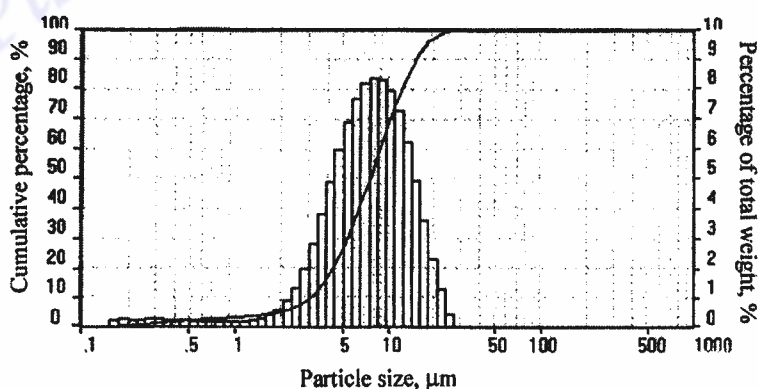
การศึกษาลักษณะโครงสร้างขนาดเล็กและรูปร่างลักษณะของสภาพพื้นผิวผงเคลือบไอร่อนไนโอเบตโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, LEO รุ่น 1450 VP จากประเทศสหราชอาณาจักร) ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM ของผงเคลือบไอร่อนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4.2.4 ผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคของผงเคลือบไอร่อนไนโอเบต

การวิเคราะห์การกระจายตัวของผงเคลือบไอร่อนไนโอเบตที่เผาอุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงด้วยเครื่องวัดขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค (Particle size analyzer, Malvern S Ver2.19) ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.12



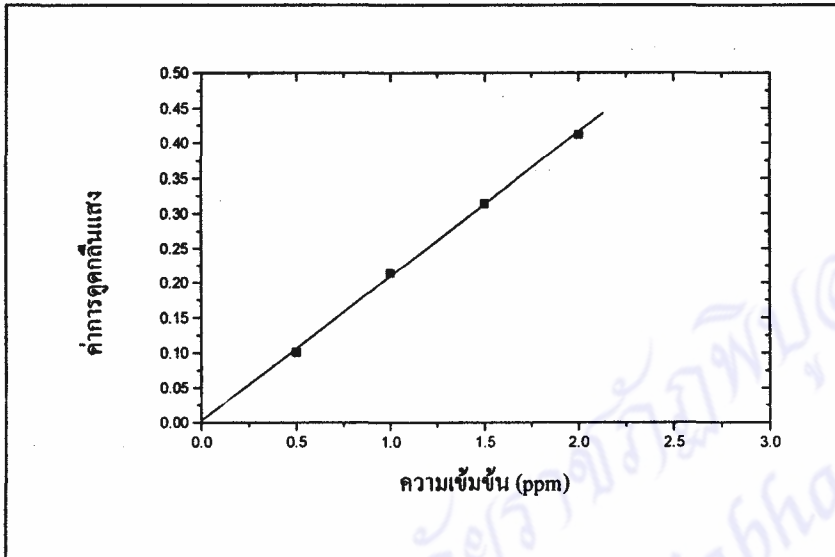
รูปที่ 4.12 การกระจายตัวของผงเคลือบไอร่อนไนโอเบตเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4.3 ผลการวิเคราะห์หองค์ประกอบทางเคมีของผงเลดไอร์รอนไนโอเบต

การทดลองนี้ได้นำผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่เผาอุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มา 50 mg แล้วละลายด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกและกรดไนตริก ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 cm³ และเจือจาง 10 เท่าจะได้ความเข้มข้นของ Pb(Fe₁₂Nb₁₂)O₃ มีค่าเท่ากับ 1 ppm (part per million) ซึ่งหมายความว่าในสารละลายของ Pb(Fe₁₂Nb₁₂)O₃ 1 ppm จะมีความเข้มข้นของตะกั่วเป็น 1 ppm ความเข้มข้นของเหล็ก 0.5 ppm และความเข้มข้นของไนโอเบียม 0.5 ppm จากนั้นนำมาวิเคราะห์หาความเข้มข้นด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม (AAS) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานของตะกั่ว เหล็ก ไนโอเบียม แสดงดังตารางที่ 4.5, 4.6 และ 4.7 และนำมาเขียนกราฟมาตรฐานแสดงดังรูปที่ 4.13, 4.14 และ 4.15 จากนั้นวิเคราะห์หาความเข้มข้นและคำนวณหาองค์ประกอบทางเคมีของผงเลดไอร์รอนไนโอเบตได้ผลแสดงในตารางที่ 4.8 และ 4.9

ตารางที่ 4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

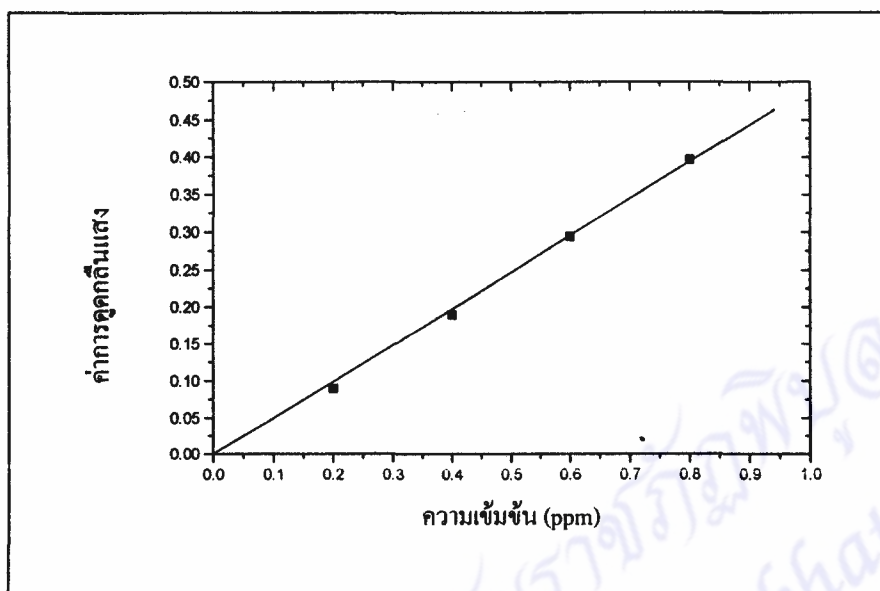
ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง
0.50	0.101
1.00	0.214
1.50	0.314
2.00	0.412
2.50	0.617



รูปที่ 4.13 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

ตารางที่ 4.6 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

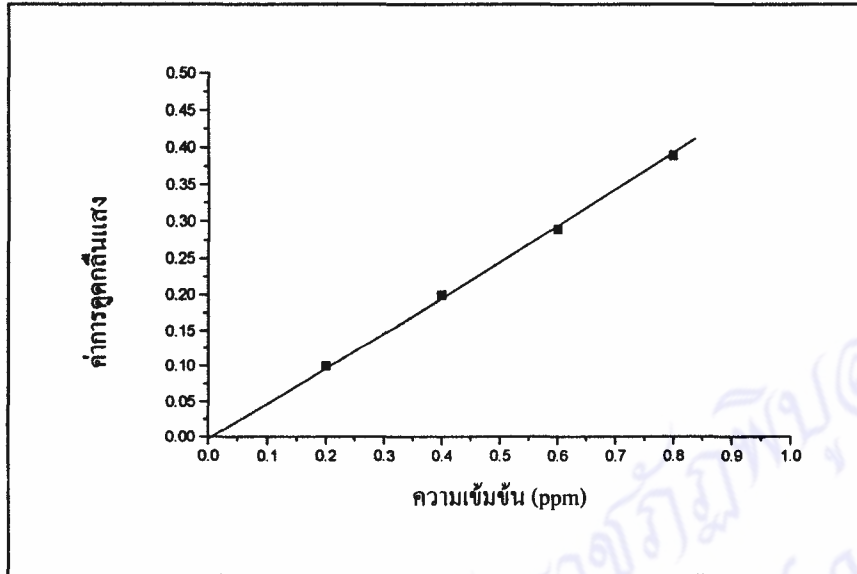
ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเหล็ก (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง
0.20	0.09
0.40	0.19
0.60	0.294
0.80	0.397
1.00	0.441



รูปที่ 4.14 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ตารางที่ 4.7 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม

ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง
0.20	0.1
0.40	0.2
0.60	0.29
0.80	0.39



รูปที่ 4.15 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม

ตารางที่ 4.8 ค่าการดูดกลืนแสงของตะกั่ว เหล็กและไนโอเบียม ในสารตัวอย่าง

ตัวอย่างสารที่วิเคราะห์	ค่าการดูดกลืนแสง			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
ตะกั่ว	0.212	0.213	0.213	0.213
เหล็ก	0.252	0.243	0.247	0.247
ไนโอเบียม	0.247	0.238	0.237	0.241

ตารางที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของผงเลดไอร์รอนไนโอเบต

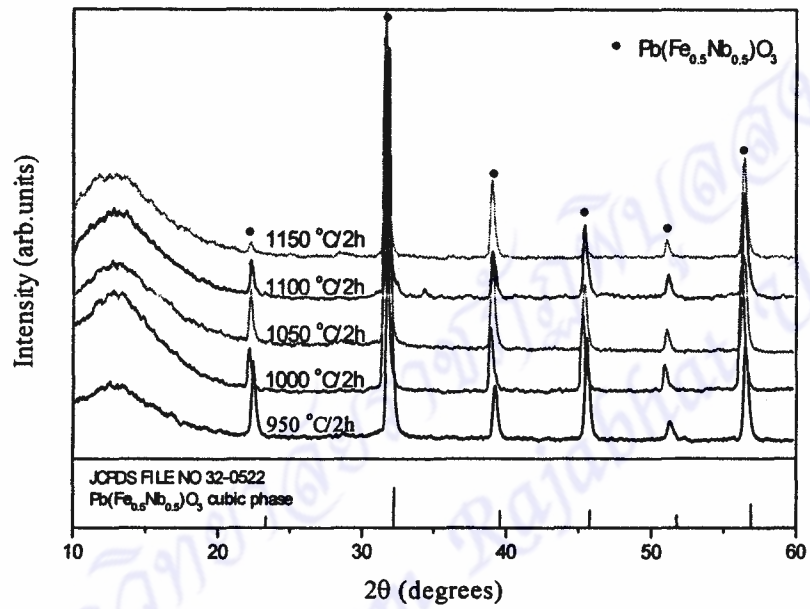
ธาตุ	ความเข้มข้นของธาตุในสารประกอบ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ (ppm)	
	สูตร	วัดได้
Pb	1	0.99
Fe	0.5	0.51
Nb	0.5	0.48

4.4 ผลการวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของเซรามิกเลดไอร์รอนไนโอเบต

จากการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีพาร์เซียลซอลเจลพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาผงเลดไอร์รอนไนโอเบตคือที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้เฟสเพอรอฟสไกต์ 100 % จากนั้นนำผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่สังเคราะห์มาชั่งน้ำหนักให้ได้ประมาณ 2.0 กรัมต่อตัวอย่างแผ่นเซรามิกและนำมาอัดแผ่นเซรามิกเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.2 เซนติเมตรและนำไปเผาโดยให้มีเลดออกไซด์ในขณะการเผาเพื่อทำให้เกิดบรรยากาศของตะกั่วป้องกันการสูญเสียของตะกั่วเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ทำการเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C, 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C และ 1150 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับและทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของแผ่นเซรามิก

4.4.1 ผลการวิเคราะห์เซรามิกเลดไอร์รอนไนโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

นำแผ่นเซรามิกเลดไอร์รอนไนโอเบตที่เผาขึ้นรูปไปตรวจสอบเฟสของเลดไอร์รอนไนโอเบตด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน งานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, Philips PW 1700) แสดงดังรูปที่ 4.16 จากการทดลองพบว่าที่ทุกอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปแผ่นเซรามิกเลดไอร์รอนไนโอเบตจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับมาตรฐาน JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 32-0522 ซึ่งเป็น 100 % เพอรอฟสไกต์เฟสคิวบิกของ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$



รูปที่ 4.16 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเนตที่เผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C, 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C และ 1150 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

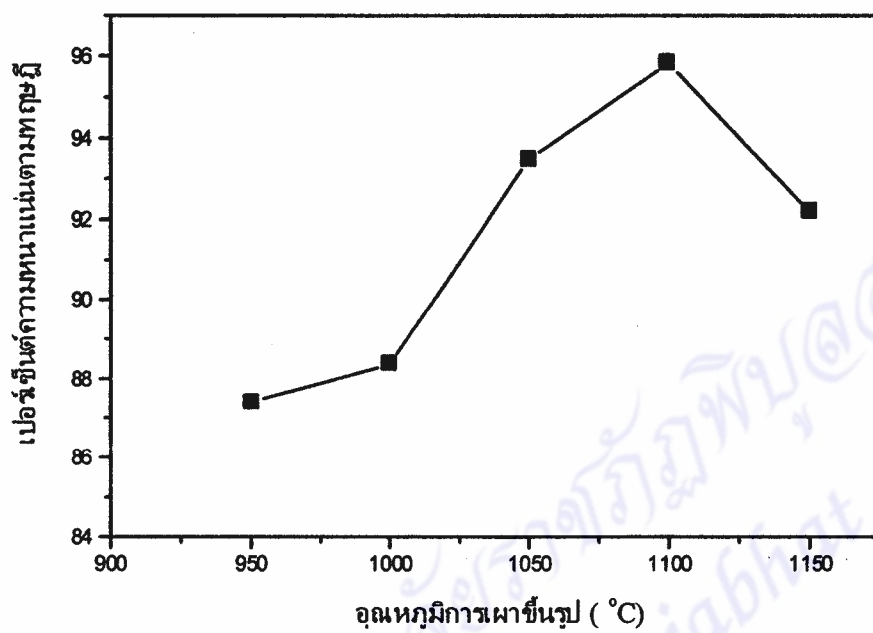
4.4.2 ผลการหาความหนาแน่นของเซรามิกเลดไอร้ออนไนโอเบต

เมื่อนำแผ่นเซรามิกเลดไอร้ออนไนโอเบตที่เผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C, 1000°C, 1050 °C, 1100 °C และ 1150 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาหาความหนาแน่นของแผ่นเซรามิกที่ได้โดยการแทนที่น้ำและคำนวณโดยใช้หลักของอาร์คิมิดีส (Archimedes' principle) ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.10

เมื่อให้ความร้อนแก่เลดไอร้ออนไนโอเบตจะมีการสูญหายไปของเลดออกไซด์ได้จากปฏิกิริยาการเผาขึ้นรูปเซรามิกเลดไอร้ออนไนโอเบตที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่มีผลต่อความหนาแน่นสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นตามทฤษฎีแสดงดังรูปที่ 4.17

ตารางที่ 4.10 ค่าความหนาแน่นของเซรามิกเลดไอร้ออนไนโอเบตที่เผาขึ้นรูปอุณหภูมิต่าง ๆ

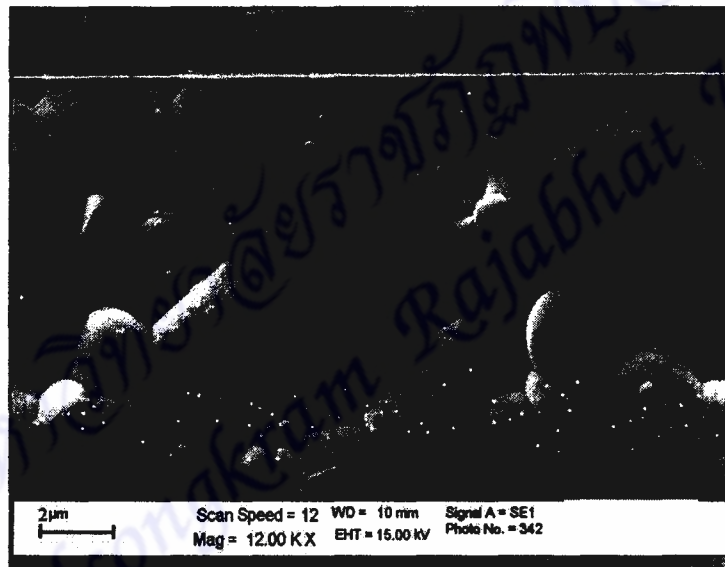
อุณหภูมิการเผา ขึ้นรูป (°C)	ความหนาแน่น (g/cm ³)			ความ หนาแน่น เฉลี่ย (g/cm ³)	% ความ หนาแน่นตาม ทฤษฎี	% ความเป็น รูพรุนเฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
950	7.42	7.41	7.34	7.39	87.42	12.6
1000	7.48	7.46	7.47	7.47	88.37	11.6
1050	7.94	7.90	7.87	7.91	93.48	6.5
1100	8.10	8.10	8.10	8.10	95.82	4.2
1150	7.83	7.77	7.79	7.80	92.19	7.8



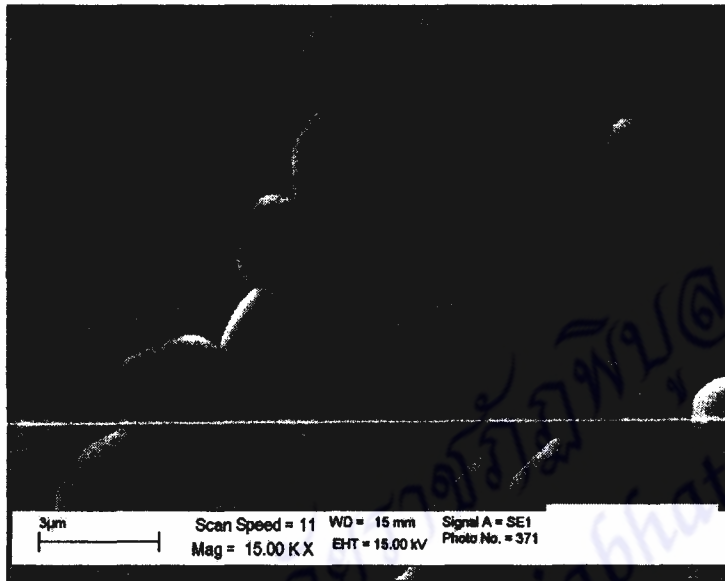
รูปที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปกับเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นตามทฤษฎี

4.4.3 ผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตด้วย
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

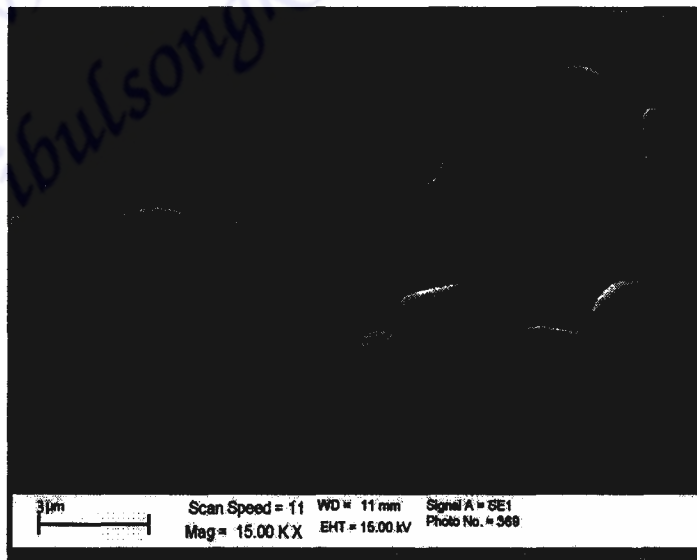
การศึกษาลักษณะ โครงสร้างขนาดเล็กและรูปร่างลักษณะของสภาพพื้นผิวของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตที่เผาอุณหภูมิ 950 °C, 1000 °C, 1050 °C และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, LEO รุ่น 1450 VP จากประเทศสหราชอาณาจักร) ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.18-4.21



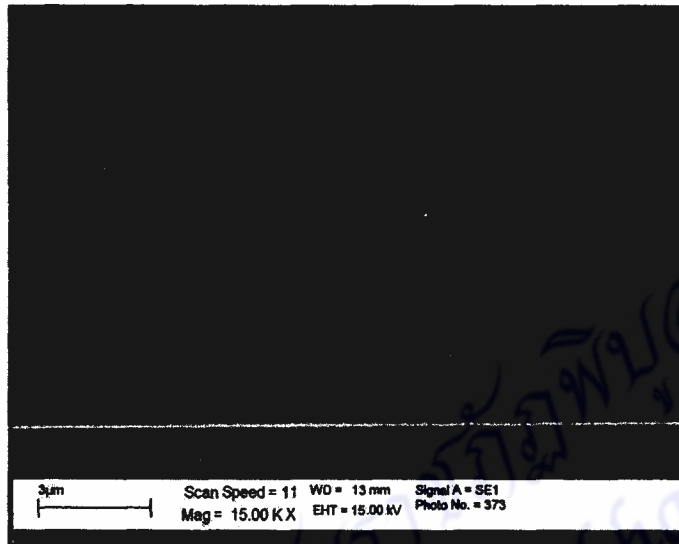
รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตเผาที่ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.21 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิกเคลดไอรอนไนโอเบตเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.4.4 ผลการวิเคราะห์หาการหดตัวของแผ่นเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบต

เมื่อนำเซรามิกเลดไอร์ออนไนโอเบตที่เผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 950 °C, 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C และ 1150 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาหาการหดตัวของแผ่นเซรามิกโดยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของแผ่นเซรามิกก่อนเผาและหลังเผาขึ้นรูป พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาขึ้นรูปจะมีผลทำให้การหดตัวของแผ่นเซรามิกมีค่าสูงขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 เปอร์เซ็นต์การหดตัวของแผ่นเซรามิก

อุณหภูมิการเผาขึ้นรูป (°C)	% การหดตัวของแผ่นเซรามิก
950	6.43
1000	7.84
1050	8.12
1100	9.25

จากการทดลองพบว่าเมื่อเผาขึ้นรูปเซรามิกไอร์ออนไนโอเบตที่อุณหภูมิ 950 °C จะได้เปอร์เซ็นต์การหดตัวเป็น 6.43 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1000 °C , 1050 °C และ 1100 °C ตามลำดับจะได้เปอร์เซ็นต์การหดตัวเป็น 7.84, 8.12 และ 9.25 ตามลำดับ

จากข้อมูลของเปอร์เซ็นต์เฟสเพอโรฟสไกต์ของเลดไอร์ออนไนโอเบตที่หาจากเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน เปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นตามทฤษฎี เปอร์เซ็นต์การหดตัวแผ่นเซรามิกและขนาดของอนุภาค สามารถสรุปผลดังตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 สรุปข้อมูลคุณลักษณะของความหนาแน่นที่อุณหภูมิการเผาขึ้นรูปต่าง ๆ

อุณหภูมิการเผาขึ้นรูป (°C)	% เฟสเพอโรฟสไกต์	% การหดตัว	% ความหนาแน่นตามทฤษฎี	ขนาดอนุภาค (µm)
950	100	6.43	87.4	2-3
1000	100	7.84	88.4	2-4
1050	100	8.12	93.5	2-4
1100	100	9.25	95.8	3-5

บทที่ 5

สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปและอภิปรายผลการสังเคราะห์ไอร์ออนไนโอเบตโดยวิธีซอลเจล

ในการทดลองนี้ได้มีการสังเคราะห์ผงไอร์ออนไนโอเบตจากวิธีซอลเจลโดยใช้สารตั้งต้นเป็น NbCl_5 และ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และหาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดเจลได้แก่ ความเข้มข้น อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ในการเกิดเจล สภาวะความเป็นกรดต่าง จากการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นระหว่างสารแขวนลอยไนโอเบียมคลอไรด์กับสารละลายไอร์ออนคลอไรด์จะใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเป็นเจลน้อยลง จากเวลา 41 นาทีที่ความเข้มข้นของสารทั้งสองเป็น 0.5 mol dm^{-3} เวลาจะลดลงตามลำดับจนกระทั่งความเข้มข้นของสารทั้งสองเป็น 2.0 mol dm^{-3} จะใช้เวลาในการเกิดเจลประมาณ 10 นาที จากการทดลองพบว่าที่ความเข้มข้นน้อยกว่า 0.5 mol dm^{-3} และมากกว่า 2.0 mol dm^{-3} จะไม่เหมาะในการเกิดเจล จากการสังเกตสีและลักษณะของเจลที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยากอนเดนเซชัน พบว่าที่อัตราส่วนโมลของ Fe และ Nb ทุก ๆ อัตราส่วนจะได้เจลที่มีลักษณะคล้ายรู้น้ำตาลแดงมีความหนืดสูง เมื่อนำมาอบและเผาจะได้ผงละเอียดสีน้ำตาลแดงถึงน้ำตาลแดงปนดำ

ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (TGA/DTA) โดยใช้ตัวอย่างเจลประมาณ 10-20 mg ผลการสลายตัวทางความร้อนของเจลที่สังเคราะห์โดยวิธีซอลเจลในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 50-1100 °C แสดงดังรูปที่ 4.1 ในส่วนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเทอร์โมแกรวิเมตรี อะนาไลซิส (TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาความเสถียรทางความร้อนของสาร โดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเทียบกับอุณหภูมิขณะที่มีอัตราการให้ความร้อนคงที่ พบว่าจากการวิเคราะห์เส้นเทอร์โมแกรม (thermogram) น้ำหนักของเจลไอร์ออนไนโอเบตจะสูญหายไปรวมทั้งหมดประมาณ 40 % ในช่วงที่ 1 อุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C จะมีการสูญเสียของน้ำหนักเจลประมาณ 15 % เป็นผลเนื่องมาจากการระเหยของสารอินทรีย์และการระเหยของน้ำที่ถูกดูดซับไว้ในโมเลกุล ช่วงที่ 2 ช่วงอุณหภูมিরะหว่าง 200-250 °C นี้เป็นส่วนสำคัญมากน้ำหนักจะสูญหายไปประมาณ 15-20 % เป็นผลเนื่องมาจากการแยกสลายโมเลกุลของสารประกอบอินทรีย์ขณะที่อุณหภูมิสูง ช่วงที่ 3 อุณหภูมিরะหว่าง 250-400 °C

ช่วงนี้น้ำหนักจะสูญเสียไปประมาณ 10 % เป็นผลเนื่องมาจากการจัดเรียงโมเลกุลใหม่ของสารอินทรีย์ที่เหลืออยู่และที่อุณหภูมิสูงกว่านี้น้ำหนักของสารลดลงน้อยมาก จากรายงาน (Phule and Risbud, 1988 :185) และ (Griesmar et al., 1990 : 1288) พบว่าเมื่อให้ความร้อนแก่เจลของสารใด ๆ น้ำหนักของสารจะลดลงประมาณ 40 % ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้

ส่วนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล อะนาไลซิส (DTA) เป็นเทคนิคที่ศึกษาความแตกต่างของพลังงานที่ให้เข้าไประหว่างสารตัวอย่างและตัวอ้างอิง (reference) เทียบกับอุณหภูมิขณะที่มีอัตราการให้ความร้อนคงที่ จากผลการวิเคราะห์ผงเจลไฮดรอกซีไนโอเบต พบว่าช่วงอุณหภูมิ 150-300 °C จะเกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบดูดความร้อนซึ่งเป็นผลมาจากสลายตัวของความร้อนของสารประกอบอินทรีย์และช่วงอุณหภูมิ 400-500 °C จะเกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบคายความร้อนซึ่งเป็นผลมาจากการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเป็นสารอนินทรีย์

ในการหาโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ จากการนำเจลไปเผาให้เป็นผงไฮดรอกซีไนโอเบตที่อุณหภูมิ 600 °C, 700 °C, 800 °C และ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ผงไฮดรอกซีไนโอเบตที่สังเคราะห์โดยวิธีซอลเจลด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน จะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction pattern) แสดงดังรูปที่ 4.2-4.5 จากการนำเจลที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะได้ว่าแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มีพีก (peak) ปรากฏขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และจากการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าจะสังเกตเห็นได้ไม่ชัดแต่ก็จะปรากฏความเป็นผลึกของ FeNbO₄ เกิดขึ้น จากการเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงจะมีพีกของ FeNbO₄ ที่ชัดเจนแต่ยังมีความบริสุทธิ์ของ FeNbO₄ ไม่ถึง 100 % และมีเฟสที่ไม่ต้องการปนเล็กน้อยและเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเมื่อนำผลที่ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์เทียบกับมาตรฐานของ JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 16-0358 ได้ผลใกล้เคียงกันมาก รวมทั้งรูปร่างลักษณะของพีกที่เกิดขึ้นสามารถยืนยันได้ว่าเป็น FeNbO₄ จริง ซึ่งมีพีกหลักที่เกิดขึ้นสอดคล้องกับพีกมาตรฐานของ JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 16-0358 สรุปว่าการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีไนโอเบตโดยวิธีซอลเจลจะเผาที่อุณหภูมิ 900 °C ก็ปรากฏเฟสของ FeNbO₄ ที่ต้องการและมีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งจะพบว่าการสังเคราะห์โดยวิธีซอลเจลนั้น จะใช้อุณหภูมิในการเผาดำกว่าการสังเคราะห์ด้วยการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งที่เผาผงที่อุณหภูมิ 800-1200 °C และจะเกิดเฟสที่ต้องการที่ประมาณ 1150 °C (Ananta, 1999 : 1880)

จากนั้นนำผงที่เผาอุณหภูมิ 900 °C ไปหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาผงคือนำไปเผาที่เวลา 2, 3 และ 4 ชั่วโมงตามลำดับและนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ซึ่งแสดงผลในรูปที่ 4.6 พบว่าเวลาที่เหมาะสมคือ 4 ชั่วโมง เมื่อนำผลที่ตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน เทียบกับมาตรฐานของ JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 16-0358 ได้ผลใกล้เคียงกันมาก รวมทั้งรูปร่างลักษณะของ พิกที่เกิดขึ้นสามารถยืนยันได้ว่าเป็น FeNbO_4 ซึ่งมีรูปร่างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Youmee, 2002)

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค (microstructure) และสัณฐานวิทยา (morphology) ของ สภาพพื้นผิวของผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.7 จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดผงอนุภาคที่มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาค อยู่ในช่วง 0.2-0.4 μm หรือ 200-400 nm อนุภาคจะมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนซึ่งเป็นสมบัติอย่างหนึ่งของผงไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่มีสมบัติความเป็นแม่เหล็กปนอยู่ (Youmee, 2002) จากผลการวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคจะอยู่ในช่วง 0.2-1.5 μm และอนุภาคเฉลี่ยเป็น 0.4 μm จากรูปเมื่อพิจารณาการกระจายตัวของอนุภาค พบว่าอนุภาคจะกระจายตัวในช่วง 10 % (d_{10}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ 0.20 μm การกระจายตัวในช่วง 25 % (d_{25}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ 0.28 μm การกระจายตัวในช่วง 50 % (d_{50}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ 0.41 μm และการกระจายตัวในช่วง 90 % (d_{90}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ 0.95 μm ในการวิเคราะห์ผงอนุภาคที่มีขนาดเล็กมากจำเป็นต้องอาศัยเทคนิควัดขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคมายืนยันผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ซึ่งผลที่ได้ก็สอดคล้องกัน

5.2 สรุปและอภิปรายผลการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยวิธีพาร์เซียดซอลเจล

การทดลองนี้ได้นำผงไอร์รอนไนโอเบต (FeNbO_4) ที่เผาที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่สังเคราะห์จากวิธีซอลเจลมาผสมกับเลดออกไซด์ (PbO) ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งในอัตราส่วนระหว่างโมลของ PbO ต่อโมลของ FeNbO_4 เป็น 2:1, 2.1:1, 2.2:1 และ 2.3:1 ตามลำดับ จากปฏิกิริยาระหว่าง PbO กับ FeNbO_4 ตามทฤษฎีจะต้องใช้อัตราส่วนโมลเป็น 2:1 ดังสมการที่ 4.1



จากการทดลองไม่เป็นเช่นนั้นพบว่าอัตราส่วนโมลระหว่าง PbO กับ FeNbO_4 กับที่อัตราส่วน 2.1 ต่อ 1 จะให้ผงละเอียด $\text{Pb(Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{)O}_3$ ที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าในอัตราส่วนผสมอื่น มีรายงานของ Lopatin *et al.*, 1987 Chien and Seshu, 1993 และ Youmee and Phanichaphant, 2004 ว่าในการสังเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตโดยการทำปฏิกิริยากันในสถานะของแข็งของ PbO กับ FeNbO_4 จะต้องใช้อุณหภูมิในการเผาสูงกว่า 1000°C จะทำให้มีการสูญหายไปของ PbO เนื่องจากว่าจุดเดือดของ PbO จะอยู่ที่ประมาณ 780°C ทำให้มี PbO บางส่วนสูญหายไปขณะที่ทำการเผาผงจึงจำเป็นต้องใช้จำนวนโมลของเลดออกไซด์สูงกว่า 2 เท่าเล็กน้อย และจากรายงาน (Ananta, 1999) ถ้าใช้ PbO มากเกินไปจะทำให้ PbO ที่เกินมาเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งเป็นเฟสอื่นที่ไม่ต้องการ (pyrochlore phase)

งานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, Philips PW 1700) ในการหาโครงสร้างของผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่อุณหภูมิ 400°C , 500°C , 600°C , 700°C , 800°C และ 900°C ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่สังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซียดซอลเจลด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่าเมื่อเผาผงที่อุณหภูมิ 500°C , 600°C และ 700°C จะเริ่มปรากฏเฟสของ $\text{Pb(Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{)O}_3$ ซึ่งพิกที่สูงสุดแหลมในช่วง 2θ ประมาณ 32° ที่ปรากฏจะแสดงถึงพิกหลักของเพอโรพสไกต์ $\text{Pb(Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{)O}_3$ ในตำแหน่ง (110) และจะมีพิกในช่วง 2θ ประมาณ $28-31^\circ$ จำนวน 2 พิกที่ไม่สูงมากนัก จากรายงานของ Jenhi *et al.*, 1998 พิกที่ตำแหน่ง 29° จะเป็นพิกของ PbO (222) แสดงว่าถ้าเผาผงที่อุณหภูมิในช่วง $500-700^\circ\text{C}$ จะยังคงมี PbO เกิดขึ้นในการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง PbO กับ FeNbO_4 และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900°C จะได้พิกที่ตำแหน่งต่าง ๆ 6 พิกหลักของ 2θ ในช่วง $10-60^\circ$ เมื่อนำไปเทียบกับมาตรฐานของ $\text{Pb(Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{)O}_3$ ของ JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 32-0522 พบว่าเมื่อ

พิจารณารูปร่างลักษณะของพิกที่เกิดขึ้นสามารถยืนยันได้ว่าเป็นเพอโรพสไกต์เลดไอร์รอนไนโอเบต ซึ่งพอสรุปได้ว่าเป็น $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ในรูปผลึกของแบบคิวบิก (cubic) ที่มีกลุ่มสมมาตรเป็น $PR3m$ มีค่าคงที่ของหน่วยเซลล์เป็น 4.074 \AA (Griesmar, 1990 : 1288)

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับมาตรฐาน JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 32-0522 พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ จะได้เฟสของ $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ที่สมบูรณ์ จากนั้นนำผงที่เผาที่อุณหภูมิที่ $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ไปหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาเพื่อนำไปเผาที่เวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับและนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน ซึ่งแสดงผลในรูปที่ 4.10 พบว่าเวลาที่เหมาะสมคือ 3 ชั่วโมง เมื่อนำผลที่ตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน เทียบกับมาตรฐานของ JCPDS ที่แฟ้มเลขที่ 32-0522 ได้ผลใกล้เคียงกันมาก รวมทั้งรูปร่างลักษณะของพิกที่เกิดขึ้นสามารถยืนยันได้ว่าเป็นเฟส $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ซึ่งมีรูปร่างผลึกเป็นแบบคิวบิก (Griesmar, 1990 : 1288)

จากผลการวิเคราะห์ผงเลดไอร์รอนไนโอเบตที่สังเคราะห์โดยวิธีพาร์เซิลซอลเจลที่เผาผงที่อุณหภูมิ $400 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $500 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $600 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $700 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $800 \text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะได้แบบอย่างการเลี้ยวเบนที่จะสามารถใช้สมการของ Swartz และ ShROUT หากความสัมพันธ์ของความเข้มของพิกที่แสดงเฟสเพอโรพสไกต์กับเฟสที่ไม่ต้องการจากสมการที่ 4.2 พบว่าเปอร์เซ็นต์เฟสเพอโรพสไกต์มีค่าเท่ากับความเข้มของพิกในเฟสเพอโรพสไกต์ ส่วนความเข้มของพิกในเฟสเพอโรพสไกต์บวกความเข้มของพิกในเฟสที่ไม่ต้องการคูณด้วย 100

การศึกษาลักษณะ โครงสร้างขนาดเล็กและรูปร่างลักษณะของสภาพพื้นผิวผงเลดไอร์รอนไนโอเบต โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.11 จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดลักษณะของอนุภาคเลดไอร์รอนไนโอเบตมีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในช่วง $2-3 \mu\text{m}$ อนุภาคจะมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อน

จากผลวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคจะอยู่ในช่วง $0.2-20 \mu\text{m}$ และอนุภาคเฉลี่ยเป็น $6 \mu\text{m}$ จากรูปเมื่อพิจารณาการกระจายตัวของอนุภาค พบว่าอนุภาคจะกระจายตัวในช่วง 10% (d_{10}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ $2.36 \mu\text{m}$ การกระจายตัวในช่วง 25% (d_{25}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ $3.76 \mu\text{m}$ การกระจายตัวในช่วง 50% (d_{50}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ $5.94 \mu\text{m}$ และการกระจายตัวในช่วง 90% (d_{90}) จะมีอนุภาคขนาดประมาณ $14.61 \mu\text{m}$

จากผลการทดลองพบว่าการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมเมื่อนำมาคำนวณหาองค์ประกอบทางเคมีจะให้ความเข้มข้นของธาตุในสารประกอบ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ ของตะกั่วเท่ากับ 0.99 ppm เหล็กเท่ากับ 0.51 ppm และไนโอเบียม 0.48 ppm ในการทดลองหาความเข้มข้นของธาตุในสารประกอบ $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ ด้วยเทคนิควัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมนั้นเมื่อนำมาหาความคลาดเคลื่อน (error) ในรูปของความคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ (relative error) จะหาได้จาก (เกตุ, 2534 : 156)

$$\% \text{ ความคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์} = \frac{\text{ความคลาดเคลื่อนสัมบูรณ์} \times 100}{\text{ค่าจริง}}$$

ซึ่งความคลาดเคลื่อนสัมบูรณ์จะหาค่าที่วัดได้ลบค่าจริง ในกรณีของตะกั่วความคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์เท่ากับ 1 % และของเหล็กเท่ากับ 2 % และไนโอเบียมเท่ากับ 4 % จากความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นถือเป็นปกติที่ยอมรับได้ ความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นจะเกิดจากความไม่แน่นอน (uncertainties) ในการวัด ซึ่งในการเกิดขึ้นนั้นผู้ทดลองจะไม่ทราบและไม่สามารถที่จะควบคุมได้

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ถ้ามีการสนับสนุนเงินทุนวิจัยต่อควรจะมีการศึกษาเจดไอรออนไนโอเบตไปประยุกต์สู่ผลิตภัณฑ์อื่น เช่น ไฟเบอร์ หรือฟิล์มบาง ซึ่งกำลังมีประโยชน์มากในปัจจุบัน
2. ควรมีการศึกษาเซรามิกเจดไอรออนไนโอเบตเพื่อนำไปใช้ประโยชน์ซึ่งต้องอาศัยความรู้ในศาสตร์อื่นด้วยเช่น ฟิสิกส์และวิศวกรรม เป็นต้น
3. ควรหาวิธีทำการสังเคราะห์ให้ได้ขนาดเป็นนาโนสเกลจะมีประโยชน์ต่องานวิจัยทางนาโนเทคโนโลยี

บรรณานุกรม

มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
Pibulsongkram Rajabhat University

บรรณานุกรม

- เกตุ กรุดพันธ์. (2534). เคมีวิเคราะห์ขั้นสูง เล่ม 1. เชียงใหม่ : มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- ชุติมา ศรีวิบูลย์. (2536). เคมีวิเคราะห์. คณะวิทยาศาสตร์ : มหาวิทยาลัยรามคำแหง.
- บัณฑิต ลีละศาสตร์. (2539). เอกสารประกอบการประชุมเชิงปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ.
คณะวิทยาศาสตร์ : มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- พิทักษ์ อยู่มี. (2535). การเตรียมผงแบเรียมดีดแทนต์ที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยวิธีซอลเจด. วิทยานิพนธ์ :
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- เวकिन นพนิตย์. (2534). จุดทรนอันอิเล็กทรอนิกส์. คณะวิทยาศาสตร์ : มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- สิทธิสุนทร สุโพธิณะ. (2543). “การเตรียมผงเซรามิกโดยวิธีทางเคมี”. วารสารวัสดุ MTEC.
5, (7) : 34-38.
- เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร. (2543). วัสดุศาสตร์มูลฐาน. กรุงเทพฯ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- Ananta, S. and Thomas, N. W. (1999). “Relationships between sintering conditions, microstructure and dielectric properties of lead iron niobate”. *J. Eur. Ceram. Soc.* 19 : 1873-1881.
- Bhalla, A. S., Guo, R. and Roy, R. (2000). “The perovskite structure a review of its role in ceramic science and technology”. *Mater. Res. Innov.* 4 : 3-26.
- Buchanan, R. C. (1986). *Ceramic materials for electronics*. New York : Marcel Dekker.
- Chewassatn, S. (1995). *Sol gel synthesis of fibers and films of lead titanate based ceramics*.
Ph.D. Thesis. The University of Leeds.
- Chien, C. C. and Seshu, B. D. (1993). “Microstructure and properties of lead ferroniobate ceramics $Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ ”. *Mater. Sci. Eng. B21* : 26-35.
- Chiu, C. C., Li, C. C. and Desu, S. B. (1991). “Molten salt synthesis of a complex perovskite, $Pb(Fe_{0.5}Nb_{0.5})O_3$ ”. *J. Am. Ceram. Soc.* 74, (1) : 38-41.
- Cho, W. S. and Yoshimura, M. (1997). “Hydrothermal synthesis of $PbTiO_3$ films”. *J. Mater. Res.* 12, (3) : 833-839.
- Feng, C. and Schulze, W. A. (1988). “Synthesis and characterization of monosized $Pb(Sc_{1/2}Nb_{1/2})O_3$ powder”. *Adv. Ceram. Mater.* 3, (5) : 468-472.

- Gao, X., Xue, J. and Wang, J. (2002). "Sequential combination of constituent oxides in the synthesis of $\text{Pb}(\text{Fe}_{0.5}\text{Nb}_{0.5})\text{O}_3$ by mechanical activation". *J. Am. Ceram. Soc.*, 85, (3) : 565-572.
- Gnanasekar, K. I. and et al. (1999). "Electrical and sensor properties of FeNbO_4 : a new sensor material". *Sens. and Actuator. B55* : 170-179.
- Griesmar, P., Papin, C. and Livage, J. (1990). "Sol-gel synthesis of PFN ceramics $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ ". *J. Mater. Sci. Lett.* 9 : 1288-1289.
- Guzman, G. and Aegerter, M. A. (1993). "Synthesis of ferroelectric perovskite through aqueous solution techniques". *J. Mater. Sci.* 28 : 6510-6515.
- Haertling, G. H. (1999). "Ferroelectric ceramic : History and Technology". *J. Am. Ceram. Soc.* 82, (4) : 797-818.
- Jenhi, H. and et al. (1998). "Synthesis and characterization of $\text{Pb}(\text{Fe}_{0.5}\text{Nb}_{0.5})\text{O}_3$ by sol-gel and solid state method". *Ann. Chim. Sci. Mat.* 23 : 151-154.
- Jenhi, M. and et al. (1998). "Reaction mechanism in the formation of perovskite $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ by calcining of mixed oxide (CMO)". *Eur. J. Sol. State Inorg. Chem.* 35 : 221-230.
- Kanai, H. and et al. (1998). "Fine grained relaxor dielectric ceramic prepared by hydrothermally synthesized powder". *Jpn. J. Appl. Phys.* 35 : 5122-5125.
- Lesley, S. and Elaine, M. (1996). *Solid state chemistry : An introduction*. London : Chapman & Hall.
- Liu, Q., Yi, G. H. and Barber, D. J. (1999). "Oriented nano-structured $\text{Pb}(\text{Fe}_{0.5}\text{Nb}_{0.5})\text{O}_3$ thin films on $\text{SrTiO}_3(100)$ substrate by a sol-gel technique". *Mater. Lett.* 38 : 239-244.
- Lopatin, S. S., Lupeiko, T. G. and Ivleva, T. L. (1987). "Preparation of lead iron niobate in the presence of melts sodium and potassium chlorides". *Zh. Neorg. Khim.* 32, (40) : 865-868.
- Lu, C. H. and Lo, S. Y. (1997). "Lead pyroniobate pyrochlore nanoparticles synthesized via hydrothermal processing". *Mater. Res. Bull.* 32, (3) : 371-378.
- Mohan, D., Prasad, P. and Banerjee, S. (1996). "Preparation of lead iron niobate by semi-wet route". *J. Mater. Sci. Lett.* 15 : 2149-2152.

- Nair, N. and Roy, R. (1996). "Inorganic lead compounds in electroceramics and glasses".
Am. Ceram. Soc. Bull. 75, (1) : 77-82.
- Phule, P. P. and Risbud, S. H. (1988). "Synthesis of PFN by chemical route". **Adv. Chem-Mater.**
3 : 183-186.
- Pourroy, G., Malats, I., Riera, I., Poix, P. and Poinsoy, R. (1990). "Low temperature synthesis of
 NbFeO_4 and TaFeO_4 , influence of recrystallization on the magnetic properties". **J. Solid State Chem.**
88 : 476-84.
- Ring, T. A., (1996). **Fundamentals of ceramic powder processing and synthesis**, San Diego :
Academic Press.
- Sai Sunder, V. V. S. S., and Umarji, A. M. (1995). "Thermal expansion studies in the lead iron
niobate-lead titanate system". **Mater. Res. Bull.** 30, (4) : 427-434.
- Sekar, M. M. A. (1996). "Synthesis and characterization and properties of lead-based relaxor
ferroelectrics". **J. Mater. Res.** 11, (5) : 1210-1218.
- Swartz, S. L. and Shrout, T. R. (1982). "Fabrication of perovskite lead magnesium niobate".
Mater. Res. Bull. 17 : 1245-1250.
- Tena, M. A. and et al. (1996). "Impedance spectroscopy studies of FeNbO_4 ". **J. Mater. Sci.**
31 : 253-264.
- West, A. R. (1981). **Solid state chemistry and its applications**. New York : John Wiley & Sons.
- Yan, M. F. (1981). "Microstructure control in the processing of electronic ceramics".
Mater. Sci. Eng. 48 : 53-72.
- Yoshikawa, Y. (1996). "Chemical preparation of lead-containing niobate powders". **J. Am. Ceram.**
Soc. 79, (9) : 2417-2421.
- Youmee, P. (2002). **Synthesis and characterization of lead iron niobate by novel oxalate
method**. Ph.D.Thesis. Chiang Mai University.
- Youmee, P. and Phanichaphant, S. (2004). "Synthesis and properties of lead iron niobate (PFN)"
Ceram. Forum Int. / DKG. 81, (11) : 35-41.

ภาคผนวก

มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนครศรีอยุธยา
Pibulsongkram Rajabhat University

ภาคผนวก

1. เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม (Atomic Absorption Spectrophotometer; AAS) รุ่น AA-6200 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
2. เตาอบ (Hot air) รุ่น ULE 500 ผลิตโดยประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
3. เตาเผา (Furnace) ขนาด 1100 °C รุ่น RWE 1100 ผลิตโดยบริษัท Carbolite ประเทศสหราชอาณาจักร
4. เครื่องชั่ง (Balance) 2 และ 4 ตำแหน่ง รุ่น PG 2002-S ผลิตโดยบริษัท Mettler Toledo ประเทศสหราชอาณาจักร
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) รุ่น LEO 1450 VP ผลิตโดยบริษัท LEO ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
6. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer; XRD) รุ่น PW 3040/60 X' Pert Pro consde ผลิตโดยบริษัท Phillips ประเทศสหราชอาณาจักร
7. เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermogravimetric and Differential Thermal Analyzer; TGA/DTA) บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
8. เครื่องวัดความเป็นกรดค่า (pH meter) บริษัท Metrohm ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
9. เครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค (Particle size analyzer) Malvern S Ver. 2.19 ประเทศสหราชอาณาจักร
10. เตาเผา (Furnace) ขนาด 1500 °C รุ่น RWE 1500 ผลิตโดยบริษัท Carbolite ประเทศสหราชอาณาจักร

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ไนโอเบียมคลอไรด์ (Niobium chloride; NbCl_5) assay 99 % AR grade ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
2. ไอร์ออนคลอไรด์ (III) คลอไรด์ (Iron(III)chloride-6-hydrate; $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) assay min 99 % AR grade ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba ประเทศอิตาลี
3. เลดออกไซด์ (Lead oxide; PbO) assay 99 % AR grade ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide; NH_4OH) 25 % ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศสหราชอาณาจักร
5. เอทานอล (Ethanol; $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) assay 95 % AR grade ผลิตโดย บริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
6. กรดไนตริก (Nitric acid; HNO_3) 69-70.5 % $d = 1.42 \text{ kg dm}^{-3}$ AR. grade ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศสหราชอาณาจักร
7. กรดไฮโดรฟลูออริก (Hydrofluoric acid; HF) 70 % $d = 1.68 \text{ kg dm}^{-3}$ AR grade ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศสหราชอาณาจักร
8. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid; HCl) 37 %, $d = 1.19 \text{ kg dm}^{-3}$ AR grade ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศสหราชอาณาจักร
9. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (Standard solution of lead for AAS) ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
10. สารละลายมาตรฐานเหล็ก (Standard solution of iron for AAS) ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
11. สารละลายมาตรฐานไนโอเบียม (Standard solution of niobium for AAS) ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน

S_d คือ เปอร์เซ็นต์การหดตัว
 D' คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของช่วงก่อนแปรรูป (หรือความหนาแน่นของช่วงก่อนแปรรูป)
 D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของช่วงหลังแปรรูป (หรือความหนาแน่นของช่วงหลังแปรรูป)

$$S_d = (1 - D'/D) \times 100\%$$

เปอร์เซ็นต์การหดตัว (SD) หมายถึง

จำนวนการเปลี่ยนแปลง

การหดตัวของช่วงจะหาได้จากอัตราความหนาแน่นและเส้นผ่าศูนย์กลางของช่วงก่อนการแปรรูป

4. วิธีการหาค่าของตัวอย่ง (Shrinkage measurement)

$W_t^{(dry)}$ คือ น้ำหนักแห้งของตัวอย่าง
 $W_t^{(saturated)}$ คือ น้ำหนักของตัวอย่างที่อิ่มตัวในน้ำกลั่น
 $W_t^{(suspended)}$ คือ ตัวอย่างในน้ำที่กลั่น
 $D^{(liq)} = 1$ คือ ความหนาแน่นของน้ำ

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{W_t^{(sat)} - W_t^{(sus)}}{W_t^{(dry)} D^{(liq)}}$$

อัตราการคำนวณความหนาแน่น

ของตัวอย่างหลังจากนำตัวอย่างที่อิ่มตัวในน้ำกลั่น 2 ชั่วโมง

อาร์คิมิดีส (Archimedes' principle) เครื่องตัวอย่างในน้ำที่กลั่นและน้ำหนักแห้งของตัวอย่างก่อน

การหาความหนาแน่นของแผ่นจะใช้เทคนิคการแปรผันที่แม่นยำและคำนวณโดยใช้หลักการของ

3. การคำนวณความหนาแน่น

ประวัติผู้ทำวิจัย

ชื่อ-นามสกุล (ภาษาไทย) นายพิทักษ์ อยู่มี
 (ภาษาอังกฤษ) Mr. Pitak Yoomee
 เลขหมายเลขประจำตัวประชาชน 3-6599-00691-11-2
 ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ระดับ 7
 หน่วยงาน คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
 มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
 ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับ	อักษรย่อและชื่อเต็ม	สาขาวิชา	ชื่อสถาบัน
2534	ป.ตรี	วิทยาศาสตร์บัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
2538	ป.โท	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
2546	ป.เอก	วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สาขาที่มีความชำนาญ

เคมีอนินทรีย์สังเคราะห์ วัสดุศาสตร์

งานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารนานาชาติ

Yoomee, P., Phanichaphant, S., Ananta, S. and Heimann, R. B., Novel oxalate route to high quality iron niobate fine powders. *Ceram. Forum Int. / DKG*, 2001, 78, E48-E51.

Phanichaphant, S., Yoomee, P., Kleeberg, R., Ullrich, B., Phase transformation of iron niobate powders and ceramics synthesized by oxalate route *Interceram*, 2003, 52(2), 84-88.

Yoomee, P., Phanichaphant, S., Ananta, S. and Heimann, R. B., Synthesis and properties of lead iron niobate (PFN). *Ceram. Forum Int. / DKG*, 2004, 81(11), E35-E41.

งานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับชาติ

Youmee, P., Tunkasiri, T., Rujijanagul, G. and Phanichaphant, S., Synthesis of barium titanate powders by sol-gel method. *J. Sci. Fac. CMU.*, 2000, **27**(1) 14-23.

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Microstructure of lead iron niobate powders synthesized by partial oxalate *J. E. M. S. T.*, 2002, **16**, 125-126.

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., SEM and XRD investigations of effect of sintering time on phase and morphology of iron niobate ceramic. *J. E. M. S. T.*, 2001, **15**, 93-94.

Youmee, P. and Phanichaphant, S., Characterization of perovskite lead iron niobate powders synthesized by partial oxalate. *J. Sci. Fac. CMU.*, 2005, **32**(1) 71-76.

งานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับท้องถิ่น

พิทักษ์ อยู่มี และสุรรัตน์ เตปินตา การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจาก แกลบในจังหวัดพิษณุโลก. *Research Journal*, 2005, **2**(1) 32-39.

เสนอผลงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

Youmee, P., Rujijanagul, G., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Phase and morphology investigation of BaTiO₃ powders prepared by a sol-gel route. *7th Asia-Pacific Electron Microscopy Conference, Singapore*, 26-30 June 2000.

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Microstructure of lead iron niobate powder synthesized by partial oxalate. *3rd ASEAN Microscopy Conference and 19th Annual Conference of Electron Microscopy Society of Thailand*, 30-1 February 2002.

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Characterization of perovskite lead iron niobate powders synthesized by partial oxalate method. *The 8th International Conferences on Ceramic Processing Science, Germany*, 2-5 September 2002.

Youmee, P., and Phanichaphant, S., XRD and SEM studies of fine powders lead iron niobate synthesized by partial sol gel route. *Smart Material 04 of Thailand*, 1-3 December 2004.

ผลงานประชุมวิชาการระดับชาติ

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Novel oxalate route to iron niobate fine powders. 26th Congress on Science and Technology of Thailand, Bangkok, 2000, 107.

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Partial oxalate route to lead iron niobate powders. 27th Congress on Science and Technology of Thailand, SongKha, 2001, 135.

Youmee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Lead iron niobate powders synthesized by oxalate route. 28th Congress on Science and Technology of Thailand, Bangkok, 2002,

Youmee, P., Caungtong, G. and Phanichaphant, S., Sol gel route to iron niobate fine powders. 30th Congress on Science and Technology of Thailand, Bangkok, 2004,

Youmee, P. and Phanichaphant, S., Synthesis and characterization of iron niobate nanopowders by sol gel method. 31th Congress on Science and Technology of Thailand, Nakhon Ratchasima, 2005.