

ผลของการบดต่อสัณฐานของผลึก $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ ซึ่งสังเคราะห์ ในเกลือหลอมเหลว

ศุภกาญจน์ กิจอำนาจสุข¹ ไพศาล เสตสุวรรณ² และ พัฒนะ รักความสุข³

Abstract

Kijamnajsuk, S.¹, Setasuwan, P.² and Rakkwamsuk, P.¹

Effect of milling on morphology of molten salt synthesized $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ crystals

Songklanakarinn J. Sci. Technol., 2007, 29(4) : 1093-1099

Effect of milling liquid (acetone and ethanol), and milling times on morphology of $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ (ST7) crystals grow in molten potassium chloride salt at 1250°C for 4 h was investigated. Two kinds of crystals with different morphologies were found: ST7 crystals having a tabular shape of less than 20 μm diameter and small secondary-phase crystals having high symmetry. Milling starting materials in ethanol yielded ST7 crystals that were up to 3 times thinner than those milled with acetone, increasing the (001) Lotgering factor almost twice that when prepared with acetone. Large crystals become a bit smaller and the number of small crystals increased when the milling time increased.

Key words : crystal growth, molten salt synthesis, $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$, piezoelectrics

¹Division of Materials Technology, School of Energy and Materials, King Mongkut's University of Technology, Tungkrui, Bangmod, Bangkok, 10140 Thailand. ²National Metal and Materials Technology, Klong 1, Khlung Luang, Pathum Thani, 12120 Thailand.

¹นักศึกษาระดับปริญญาโท วศ.ม. สาขาเทคโนโลยีวัสดุ ³Ph.D. (Electrophysics) สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ทุ่งครุ บางมด กรุงเทพฯ 10140 ²Ph.D. (Electroceramics) ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ตำบลคลองหนึ่ง อำเภอคลองหลวง จังหวัดปทุมธานี 12120

Corresponding e-mail : paisan@mtec.or.th

รับต้นฉบับ 1 สิงหาคม 2549

รับลงพิมพ์ 29 มกราคม 2550

บทคัดย่อ

ศุภกาญจน์ กิจอำนาจสุข ไพศาล เสตสุวรรณ และ พัฒนะ รักความสุข
ผลของการบดต่อสัณฐานของผลึก $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ ซึ่งสังเคราะห์ในเกลือหลอมเหลว
ว. สงขลานครินทร์ วทท. 2550 29(4) : 1093-1099

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของแอซีโตนและเอทานอล ซึ่งใช้เป็นของเหลวสำหรับบด (milling liquid) และเวลาในการเตรียมสารตั้งต้นเพื่อปลูกผลึก $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ (ST7) ในเกลือโพแทสเซียมหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผลึกที่ปลูกได้ประกอบด้วยผลึก ST7 ที่มีรูปร่างเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมแบน (tabular) มีขนาดน้อยกว่า $20\ \mu\text{m}$ และผลึกขนาดเล็กรูปร่างสมมาตรซึ่งเป็นผลึกของเฟสที่สอง ผลึก ST7 มีปริมาณเฟสที่สองน้อยกว่า เมื่อเตรียมสารตั้งต้นในเอทานอล และผลึกมีความหนาแน่นน้อยกว่าหรือบางกว่าในแอซีโตนสูงสุดถึง 3 เท่า ทำให้ค่าจัดเรียงทิศทางผลึก (Lotgering factor) ของระนาบ (001) ที่ 3.5 ชั่วโมง สูงกว่าของผลึก ST7 ที่เตรียมในแอซีโตนเกือบ 2 เท่า เมื่อใช้เวลานานมากขึ้นผลึกขนาดใหญ่ที่ปลูกได้มีขนาดเล็กลงเล็กน้อย แต่ผลึกขนาดเล็กมีจำนวนมากขึ้น

วัสดุเพียโซอิเล็กทริกนับเป็นวัสดุพื้นฐานที่ได้รับการประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ต่างๆ อย่างแพร่หลาย เช่น แหล่งกำเนิดความต่างศักย์สูง (high voltage source) อุปกรณ์รับสัญญาณ (sensor) แอคชูเอเตอร์ (actuator) อุปกรณ์ตรวจจับใต้น้ำ (sonar) ฯลฯ (Setter, 2002) วัสดุเพียโซอิเล็กทริกทางการค้ามีธาตุตะกั่วเป็นส่วนผสมหลัก เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกสูง แต่ตะกั่วเป็นวัสดุมีพิษก่อให้เกิดปัญหาด้านมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงมีความพยายามวิจัยหาสารทดแทน ซึ่งได้แก่ $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$, KNbO_3 , LiTaO_3 , BaTiO_3 ฯลฯ แต่สารเหล่านี้ยังให้ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกต่ำ ไม่สามารถทดแทนวัสดุที่มีตะกั่วเป็นส่วนผสมได้ อย่างไรก็ตามการปรับปรุงสมบัติของวัสดุเพียโซทริกของกลุ่มไม่มีตะกั่วยังสามารถทำได้โดยการปรับเปลี่ยนกระบวนการผลิตที่ชื่อว่า template grain growth (TGG) วิธีนี้จะทำให้ได้วัสดุหลายเกรนที่มีการจัดเรียงผลึกไปในทิศทางหนึ่ง (preferred orientation) สมบัติที่ได้จะมีค่าใกล้เคียงผลึกเดี่ยวในทิศทางการจัดเรียงตัวนั้น ซึ่งอาจจะมีค่าสูงกว่าวัสดุหลายเกรนที่เรียงตัวกันโดยสุ่ม (randomly-oriented) และมีต้นทุนการผลิตที่มีราคาต่ำกว่าการปลูกผลึกเดี่ยว ทำให้วิธีนี้ได้รับความสนใจเพื่อพัฒนาและผลิตวัสดุเพียโซอิเล็กทริกชนิดไม่มีตะกั่วต่อไป

กระบวนการผลิต TGG คือ กระบวนการที่ใช้ผลึกต้นแบบรูปร่างไม่สมมาตร เช่น ผลึก $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ซึ่งมีรูปร่างเป็นเกล็ดแบน (Horn et al., 1996; Horn et al., 1990) ผลึก $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ ซึ่งมีรูปร่างเข็ม (Zhao et al., 2005)

หรือผลึก $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ และ SrTiO_3 ซึ่งมีรูปร่างสี่เหลี่ยมแบน (Takauchi et al., 1998; Watari et al., 2000; Haeni et al., 2001; Ebrahimi et al., 2002; Liu et al., 2003) ผสมในผงเซรามิก ซึ่งมีขนาดเล็กกว่า หรือเรียกอีกอย่างว่า เมทริกซ์ จากนั้นขึ้นรูปวัสดุโดยการหล่อขึ้นงานให้เป็นแผ่น (tape casting) หรือการอัดรีด (extrusion) แรงจากขั้นตอนการขึ้นรูป ซึ่งเป็นแรงเฉือนจะช่วยจัดเรียงผลึกต้นแบบให้เรียงตัวไปในทิศทางที่ขนานกับทิศของแรงเฉือน นำชิ้นงานมาเผาอบเพิกเพื่อให้ชิ้นงานมีความแข็งแรง ความร้อนจากขั้นตอนนี้ยังช่วยเหนี่ยวนำให้เมทริกซ์ติดตามผลึกต้นแบบ ทำให้ได้ผลึกหลายเกรนซึ่งผลึกส่วนมากมีการจัดเรียงผลึกตามผลึกต้นแบบ ปัจจุบันมีการวิจัยต่างๆ ซึ่งสามารถจัดเรียงเกรนของเมทริกซ์ตามผลึกต้นแบบได้สำเร็จ เช่น Yilmaz และคณะ (2003) สามารถผลิต $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ จากผลึกต้นแบบ SrTiO_3 ซึ่งมีรูปร่างสี่เหลี่ยมแบน ให้มีการจัดเรียงผลึกไปในระนาบ (200) ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกสูงกว่าการผลิตโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ถึง 5 เท่า Jing และคณะ (2004) สามารถผลิต $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)_{0.5}\text{TiO}_3$ จากผลึก $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ รูปเกล็ดและผลึก TiO_2 รูปเข็มให้มีการจัดเรียงทิศทางในระนาบ (200) ได้เช่นเดียวกัน จากงานวิจัยเหล่านี้ พบว่า ปัจจัยที่ช่วย TGG สำเร็จ ได้แก่ 1) ผลึกต้นแบบและเมทริกซ์ต้องมีระบบผลึกที่เหมือนกันหรือสัมพันธ์กัน 2) ผลึกต้นแบบต้องมีรูปร่างและขนาดที่สามารถจัดเรียงตัวด้วยแรงจากการขึ้นรูปได้ง่าย และ 3) เมทริกซ์ต้องมีขนาดที่เล็กกว่าผลึกต้นแบบมาก เพื่อช่วยให้เกิดการโดนบน

ผลึกต้นแบบได้ง่าย

จากความสำคัญของรูปร่างและขนาดของผลึกต้นแบบ การศึกษาอิทธิพลที่ส่งผลกระทบต่อรูปร่างและขนาดของผลึก จึงเป็นงานที่น่าสนใจ เทคนิคซึ่งนิยมใช้ศึกษาการปลูกผลึก ต้นแบบ ได้แก่ การปลูกในเกลือหลอมเหลว (molten salt synthesis, MSS) หรือเรียกอีกอย่างว่า เทคนิคฟลักซ์ ผลการศึกษาโดย Zhou และคณะ (2005) และ Ebrahimi และคณะ (2002, 2005) พบว่า สารตั้งต้นมีอิทธิพลต่อ รูปร่างของผลึกโดยผลึก ST7 ที่ปลูกจากผงไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (rutile) มีรูปร่างเกล็ดแบน (platelet) ส่วนผลึก ST7 ที่ปลูกจากผงไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส (anatase) มีรูปร่างสี่เหลี่ยมแบนที่มีความหนา มากกว่า แต่ยังไม่พบงานวิจัยที่ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในการเตรียมสารตั้งต้นคือ แอซีโตน และเอทานอล และเวลาในการบด ว่ามีผลต่อรูปร่างและขนาดของผลึก ST7 ที่ปลูกในเกลือหลอมเหลวอย่างไร งานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรดังกล่าว

วิธีทดลอง

เตรียมผง SrCO_3 (Fluka, 99.9%) และ TiO_2 (Fluka, 99.9%) ตามปริมาณสารสัมพันธ์ (94.11:33.94 ร้อยละโดยน้ำหนัก) แล้วนำไปบดด้วยลูกบดเซอร์โคเนีย เส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 5 mm ในตัวกลางแอซีโตนหรือเอทานอล เป็นเวลา 3.5, 7 และ 21 ชั่วโมง เมื่อบดครบตามเวลาที่กำหนด แยกลูกบดออก นำสารไปอบให้แห้ง สุ่มตัวอย่างเพื่อนำไปวัดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์สีแดง (Malvern Mastersizer S, $\lambda = 632.8$ nm) ในตัวกลางน้ำดีไอออไนซ์ (deionized water) นำผงตั้งต้นผสมรวมกับเกลือโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ที่ได้รับการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยให้สัดส่วนของผลึก ST7 ต่อเกลือเป็น 25:75 โดยปริมาตร ส่วนผสมดังกล่าวได้รับการคนผสมด้วยแท่งแม่เหล็กในตัวกลางชนิดเดียวกันกับการบดเป็นเวลา 10 นาที นำสารไปอบให้แห้งอีกครั้ง นำส่วนผสมที่แห้งแล้วใส่ถ้วยทนไฟอะลูมินา ปิดฝาและยวบยาบด้วยอะลูมินาซีเมนต์เพื่อป้องกันเกลือระเหยที่อุณหภูมิสูง นำถ้วยทนไฟไปอบให้ยาแนวแห้ง แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน $300^\circ\text{C}/\text{ชั่วโมง}$

และอัตราการเย็นตัว $180^\circ\text{C}/\text{ชั่วโมง}$ (Kijamnajsuk *et al.*, 2006) เมื่อถ้วยเย็นตัวแล้ว นำผลึกออกจากเตา ล้างเกลือด้วยน้ำร้อนหลายครั้งจนแน่ใจว่าไม่มีเกลือเหลือปนอยู่ในผลึก กรองผลึกที่ได้ผ่านกระดาษกรอง อบผลึกให้แห้ง นำไปตรวจวิเคราะห์เฟสด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer, XRD JEOL JDX-3530) รูปร่างและขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Scanning Electron Microscope, SEM JEOL JSM-5410) และคำนวณค่าการจัดเรียงผลึก (degree of orientation) ในระนาบ (001) จากสมการลอตเกอร์ริงแฟคเตอร์ (Lotgering factor) (Horn *et al.*, 1996)

$$J_{001} = \frac{(P_{001} - P_0)}{(1 - P_0)}$$

ซึ่ง $P_{001} = \frac{\sum(I_{00l})}{\sum(I_{hkl})}$ คือ

อัตราส่วนของผลรวมพื้นที่ได้กราฟของระนาบ (00l) ต่อผลรวมพื้นที่ได้กราฟของพีคทั้งหมดของชิ้นงานที่สนใจ

และ $P_0 = \frac{\sum(I_{00l})}{\sum(I_{hkl})}$ คือ

อัตราส่วนของพื้นที่ได้กราฟของระนาบ (00l) ต่อผลรวมพื้นที่ได้กราฟของพีคทั้งหมดของชิ้นงานที่มีการจัดเรียงผลึกแบบสุ่ม

ผลการทดลอง

ขนาดของสารตั้งต้น

การกระจายขนาดสารตั้งต้นก่อนและหลังการบดในตัวกลางแอซีโตนและเอทานอลแสดงใน Figure 1 พบว่าผง SrCO_3 (Figure 1 (a)) มีการกระจายของขนาดก่อนบดเป็น 2 ขนาด คือ $0.31 \mu\text{m}$ และ $10.48 \mu\text{m}$ แม้ว่า SrCO_3 สามารถละลายในน้ำได้ในอัตราการละลายที่อุณหภูมิ 20°C เท่ากับ 0.01 กรัม/ลิตร แต่จากการวัดซ้ำ 3 ครั้ง พบว่าค่าเฉลี่ยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 0.02 เท่านั้น ทำให้เชื่อได้ว่าถึงแม้ SrCO_3 อาจละลายในตัวกลางน้ำได้บ้าง แต่ไม่กระทบต่อการวัด ส่วนผง TiO_2 (Figure 1(b)) มีขนาดเล็ก

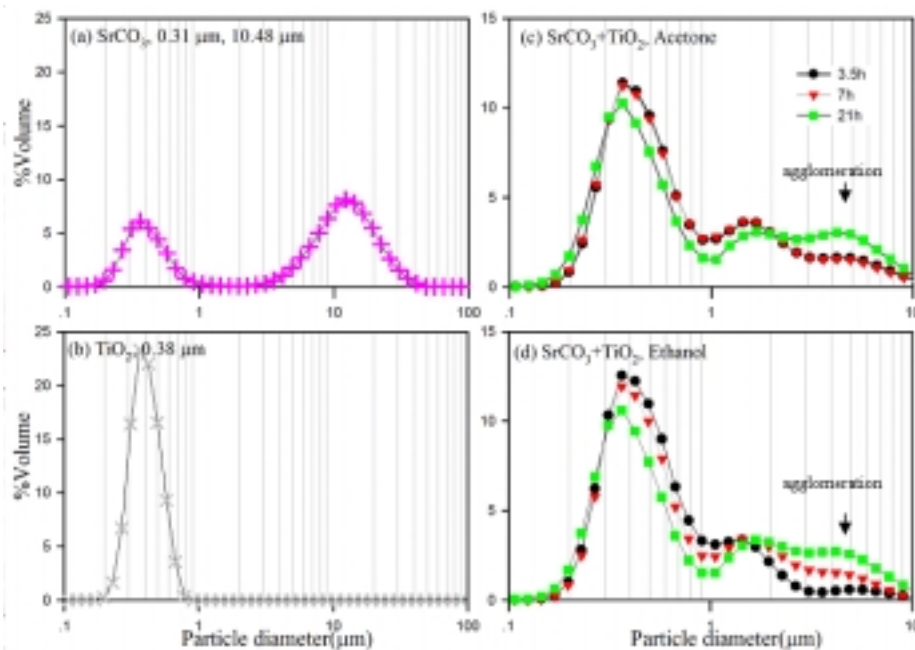


Figure 1. (a-b) Particle size distribution and average D_{43} of starting power: SrCO_3 and TiO_2 respectively. (c-d) Particle size distribution and average D_{43} of starting powders ($\text{SrCO}_3+\text{TiO}_2$) after milling in acetone and ethanol respectively. ($\lambda = 632.8 \text{ nm}$, $\text{RA} = 1.5295$, $\text{Media} = \text{deionized water}$)

กว่าและมีการกระจายของขนาดช่วงเดียว โดยมีขนาดเฉลี่ย $0.38 \mu\text{m}$ ขนาดของสารตั้งต้น SrCO_3 และ TiO_2 หลังการบดในแอซีโทนและเอทานอลเป็นเวลา 3.5, 7 และ 21 ชั่วโมง แสดงใน Figure 1(c-d) พบว่า การบดที่ระยะเวลาต่างๆ ทำให้สารตั้งต้นมีขนาดเล็กลงได้ใกล้เคียงกัน และทำให้สารตั้งต้นมีการกระจายขนาด 3 ช่วง ได้แก่ $0.2-1 \mu\text{m}$, $1.1-3 \mu\text{m}$ และ $3.1-9 \mu\text{m}$ สารตั้งต้นที่มีขนาดมากกว่า $1 \mu\text{m}$ อาจเป็นผง SrCO_3 ขนาดใหญ่ ($10.48 \mu\text{m}$) ที่ถูกบดหรือผงอนุภาคสารตั้งต้นขนาดเล็กเกิดการรวมกันเป็นกลุ่ม (agglomeration) การรวมกลุ่มของสารตั้งต้นขนาดเล็กแสดงให้เห็นชัดเจนเมื่อบดนานกว่า 7 ชั่วโมง

สัณฐานผลึก

การศึกษาสัณฐานผลึกด้วยกล้อง SEM แสดงใน Figure 2 พบผลึกสองลักษณะ ได้แก่ ผลึกรูปร่างสี่เหลี่ยมแบนขนาดใหญ่ซึ่งเป็นผลึก ST7 (Ebrahimi et al., 2002) ผลึกขนาดเล็กมีสมมาตรสูงซึ่งน่าจะเป็นผลึก SrTiO_3 ที่มี

โครงสร้างเป็นลูกบาศก์ (Kijamnajsuk et al., 2006) เนื่องจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (Figure 3) พบว่าทั้งในตัวอย่างบดแอซีโทนและเอทานอล นอกจากเกิดเฟส ST7 แล้วยังมีเฟสที่สองซึ่งเป็นสารประกอบของ Sr-Ti-O (SrTiO_3 และ Sr_2TiO_4) ปรากฏอยู่ด้วย การพบเฟสที่สองสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ebrahimi และคณะ (2005) ซึ่งอธิบายว่า SrO ละลายในเกลือหลอมเหลวได้เล็กน้อย ทำให้ปริมาณสารตั้งต้นไม่เป็นไปตามปริมาณสารสัมพันธ์ อย่างไรก็ตามงานวิจัยของผู้นี้และคณะ (2006) พบว่าสามารถปลูกผลึก SrTiO_3 ได้สำเร็จ โดยไม่พบปัญหาเรื่องเฟสที่สอง ทำให้เชื่อได้ว่าการละลายของ SrO (จาก SrCO_3) อาจไม่ใช่เหตุผลเดียวที่ทำให้ปลูกผลึก ST7 บริสุทธิ์ไม่ได้ จาก Figure 3 ยังพบว่าเฟสที่สองมีน้อยกว่าจากการเตรียมสารตั้งต้นด้วยเอทานอลเมื่อเทียบกับแอซีโทน ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการที่ SrCO_3 สามารถละลายได้ในเอทานอลแต่ไม่ละลายในแอซีโทน ทำให้ SrCO_3 มีการกระจายตัวเกาะยึดรอบผง TiO_2 ส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่า และ

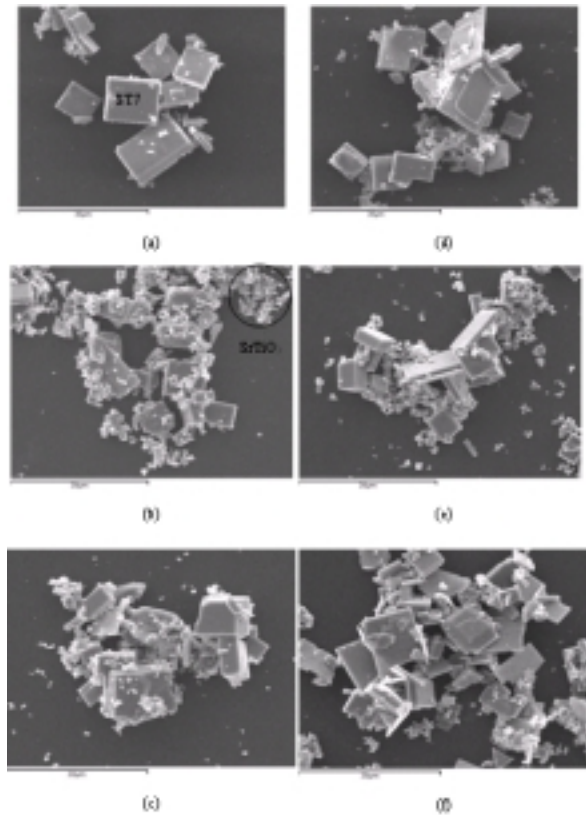


Figure 2. SEM micrographs of ST7 crystal synthesized by MSS when starting powder milled in (a-c) acetone and (d-f) ethanol for 3.5, 7 and 21 h respectively.

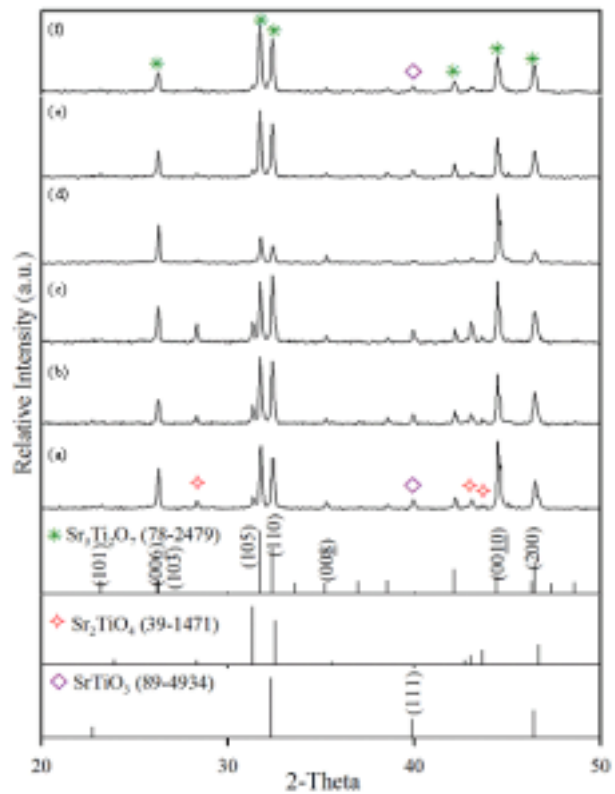


Figure 3. XRD patterns of ST7 crystal when starting powder milled in (a-c) acetone and (d-f) ethanol for 3.5, 7 and 21 h respectively.

การศึกษานี้พบว่าเวลาบดไม่มีส่วนช่วยในการเกิดปฏิกิริยา

การวิเคราะห์การจัดเรียงทิศทางจากผล XRD (Figure 3) เห็นได้ว่า ความสูงของรูปแบบการเลี้ยวเบนไม่เป็นไปตามมาตรฐาน โดยพบว่าพีคในกลุ่มระนาบ (00*l*) ได้แก่ (006) (008) (00 10) ฯลฯ มีความสูงมากขึ้น ทำให้ทราบว่าการจัดเรียงตัวที่เกิดขึ้นอยู่ในระนาบ (00*l*)

ผลึกจากการเตรียมสารตั้งต้นด้วยของเหลวทั้งสองชนิด มีขนาดและรูปร่างคล้ายคลึงกัน โดยมีขนาดน้อยกว่า 20 μm แต่มีความหนาประมาณ 1-3.5 μm และ 0.3-2 μm สำหรับผลึกที่เตรียมด้วยเอซีโตนและเอทานอลตามลำดับ ผลึกซึ่งเตรียมด้วยเอทานอลจึงมีความหนาน้อยกว่าหรือบางกว่าสูงสุดถึง 3 เท่า

สำหรับการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาบดสารตั้งต้น ต่อขนาดผลึกในตัวกลางชนิดเดียวกัน พบว่าเมื่อเพิ่มเวลา

บดมากขึ้น ผลึกขนาดใหญ่ที่ปลูกได้มีขนาดเล็กลงเล็กน้อย แต่ผลึกขนาดเล็กมีจำนวนมากขึ้นอย่างชัดเจน สอดคล้องกับค่าการจัดเรียงผลึก (Figure 4) ที่มีค่าสูงสุดเมื่อบดนาน 3.5 ชั่วโมง และมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มเวลาบดมากขึ้น อย่างไรก็ตามการแยกเฟสที่สองซึ่งเป็นผลึกขนาดเล็กสามารถทำได้ด้วยการแขวนลอยแล้วเทแยกเอาน้ำออกไปหลายๆ ครั้ง จนเหลือแต่ผลึกขนาดใหญ่เพื่อนำไปใช้งานต่อไป

เนื่องจากผลึกที่มีขนาดเล็กเหล่านี้ไม่สามารถเกิดการจัดเรียงตัวในขณะที่ถูกอัดในช่องว่างรูปสี่เหลี่ยมบาง ในการเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ส่วนผลึกที่มีขนาดใหญ่และมีความหนาน้อยหรือค่อนข้างบาง ดังเช่นผลึกที่เกิดจากการเตรียมสารตั้งต้นด้วยเอทานอลนั้น ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของผลึกให้เรียงตัวตามแนวของลักษณะแผ่นบางได้ดีกว่า โดยมีหน้าผลึกที่ตั้ง

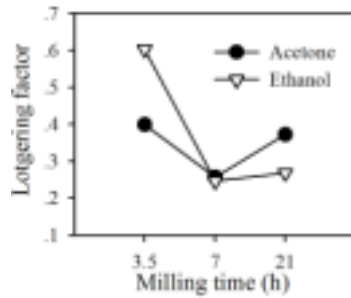


Figure 4. Lotgering factor of ST7 crystal versus milling times.

จากกับความหนาอยู่ในระนาบเดียวกับช่องว่างรูปสี่เหลี่ยมบางได้มากที่สุด ทำให้ค่าการจัดเรียงผลึกที่มากที่สุดเป็นผลึกที่เตรียมสารตั้งต้นด้วยเอทานอล จากการวิเคราะห์เบื้องต้นพบว่าการเรียงตัวเป็นไปตามระนาบ (00 l) จึงทำให้ทราบวาระนาบของหน้าผลึกที่ตั้งฉากกับความหนาคือระนาบ (00 l) สำหรับค่าการจัดเรียงตัวของผลึกที่เตรียมสารตั้งต้นด้วยการบดในแอซีโทน 21 ชั่วโมง มีค่าเพิ่มมากกว่าที่ 7 ชั่วโมงนั้น ยังไม่สามารถอธิบายได้ว่าเป็นเพราะเหตุใด

สรุปผลการทดลอง

จากผลการศึกษาปัจจัยของของเหลวสำหรับการบดคือ แอซีโทน และเอทานอล และเวลาบด 3.5, 7 และ 21 ชั่วโมง ต่อสัณฐานผลึก ST7 ซึ่งปลูกในเกลือโพแทสเซียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง สามารถสรุปได้ดังนี้

1. การบดในเอทานอลหรือแอซีโทน ทำให้สารตั้งต้น (SrCO_3 และ TiO_2) มีขนาดเล็กลงได้ใกล้เคียงกัน
2. การบดสารตั้งต้นในเอทานอลทำให้การปลูกผลึก ST7 ที่มีรูปร่างสี่เหลี่ยมแบน มีความหนาน้อยกว่าการบดในแอซีโทนสูงสุดถึง 3 เท่า
3. การบดสารตั้งต้นในเอทานอลทำให้มีเฟสที่สองในการปลูกผลึกน้อยกว่าจากการเตรียมสารตั้งต้นด้วยแอซีโทน ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการละลายของ SrCO_3 ในเอทานอลได้ ทำให้ SrCO_3 มีการกระจายตัวเกาะยึดรอบผง TiO_2 ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่า และการศึกษานี้พบว่าเวลาบดไม่มีส่วนช่วยในการเกิดปฏิกิริยา
4. เมื่อเวลาบดมากขึ้น ผลึกขนาดใหญ่ที่ปลูกได้มี

ขนาดเล็กลงเล็กน้อย แต่ผลึกขนาดเล็กมีจำนวนมากขึ้น สอดคล้องกับค่าการจัดเรียงผลึกที่มีค่าสูงสุดเมื่อบดด้วยเวลาที่น้อยที่สุดคือ 3.5 ชั่วโมง

5. ค่าการจัดเรียงผลึกที่มากที่สุดเกิดจากผลึกที่เตรียมสารตั้งต้นด้วยเอทานอล ผลึกมีขนาดใหญ่และมีความหนาแน่นหรือค่อนข้างบาง

การใช้เอทานอลเป็นของเหลวในการบดจึงให้ผลดีกว่าแอซีโทน ทั้งในเรื่องการเกิดปฏิกิริยาที่ดีกว่า และรูปร่างผลึกที่มีความหนาแน่นน้อยกว่าหรือบางกว่า เหมาะสมกับการนำไปใช้ในกระบวนการ TGG ต่อไป โดยเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการบดสารตั้งต้นด้วยเอทานอลคือ 3.5 ชั่วโมง

เอกสารอ้างอิง

- Ebrahimi, M.E., Allahverdi, M. and Safari, A. 2002. Synthesis of Platelet SrTiO_3 by Epitaxial Growth on $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ Core Crystals. ISAF 2002, Proceedings of the 13th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, May, 1-June, 28, 2000: 239-242.
- Ebrahimi, M.E., Allahverdi, M. and Safar, A. 2005. Synthesis of High Aspect Ratio Platelet SrTiO_3 . J. Am. Ceram. Soc., 88(8): 2129-2132.
- Haeni, Jh., Theis, Cd., Schlom, Dg., Tian, W., Pan, Xq., Chang, H., Takeuchi, I. and Xiang, Xd. 2001. Epitaxial Growth of the First Five of the $\text{Sr}_{n+1}\text{Ti}_n\text{O}_{3n+1}$ Ruddlesden-Popper Homologous Series. Appl. Phys. Lett., 78(21): 3292-3294.
- Horn, J.A., Zhang, S.C., Selvaraj, U., Messing, G.L., Trolier-McKinstry, S., Yokoyama, M., 1996. Fabrication of Textured $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ by Template Grain Growth. ISAF '96, Proceedings of the 10th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, New York, USA, August, 18-21, 1996: 943-946.
- Horn, J.A., Zhang, S.C., Selvaraj, U., Messing, G.L. and Trolier-McKinstry, S. 1999. Template Grain Growth of Textured Bismuth Titanate. J. Am. Ceram. Soc., 82(4): 921-926.
- Jing, X., Li, Y., Yang, Q., Zeng, J and Yin, Q. 2004. Influence of Different Templates on the Textured $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)_{0.5}\text{TiO}_3$ Piezoelectric Ceramics by the Reactive Templated Grain Growth Process, Ceram. Int., 30: 1889-1893.

- Kan, Y., Wang, P., Li, Y., Cheng, Y. and Yan, D. 2003. Fabrication of Textured Bismuth Titanate by Templated Grain Growth using Aqueous Tape Casting. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23: 2163-69.
- Kijamnajsuk, S., Setasuwan, P., Rakkwamsuk, P. 2006. The Effect on Size and Shape of BNT and ST Seeds. the fourth Thailand Material Science and Technology Conferences, Pratumthani, Thailand, March, 31- April, 1, 2006: 353-355.
- Kimura, T., Sakuma, Y. and Murata, M. 2005. Texture Development in Piezoelectric Ceramics by Templated Grain Growth Using Heterotemplates. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 25: 2227-30.
- Liu, H., Sun, X., Zhao, Q., Xiao, J., and Ouyang, S. 2003. The Syntheses and Microstructures of Tabular SrTiO_3 Crystal. *Solid-State Electron*, 47: 2295-2298.
- Setter, N. Ed. 2002. *Piezoelectric Materials in Devices*, EPFL Swiss Federal Institute of Technology, Switzerland.[S1]
- Takeuchi, T. and Satoh, T. 1998. Microcomposite Crystal $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ - SrTiO_3 with an Epitaxial Core-Shell Structure. *Solid State Ionics*, 108: 67-71.
- Watari, K., Brahmarrout B., Messing, G.L. and Trolier-McKinstry, S. 2000. Epitaxial Growth of Anisotropically Shaped, Single-Crystal Crystals of Cubic SrTiO_3 . *J. Mater. Res.*, 15(4): 846-49.
- Yilmaz, H., Messing, G.L. and Trolier-McKinstry, S. 2003. (Reactive) Templated Grain Growth of Textured Sodium Bismuth Titanate ($\text{Na}_{1/2}\text{Bi}_{1/2}\text{TiO}_3$ - BaTiO_3) Ceramics-I Processing. *J. Electroceram.*, 11: 207-15.
- Zhao, L., Gao, F., Zhang, C., Zhao, M. and Tian, C. 2005. Molten Salt Synthesis of Anisometric $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ Crystals. *J. Cryst. Growth*, 276(3): 446-452.