

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 บทนำ

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาพฤติกรรมในการสับเปลี่ยนทิศทางของโดเมนภายใต้สนามไฟฟ้า และความล้าทางไฟฟ้าของสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต ที่เติมสารเจือ Li^+ และ Sb^{5+} อย่างละ 0.04 โมล แล้วเติมสารเจือ Ta^{5+} ในปริมาณต่าง ๆ จะได้สารประกอบที่มีสูตรทางเคมีคือ $(\text{K}_{0.50}\text{Na}_{0.46}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{(0.96-x)}\text{Sb}_{0.04}\text{Ta}_x)\text{O}_3$ การเติมสารเจือ Ta^{5+} เป็นการแทนที่ Nb^{5+} ด้วยไอออน ซึ่งมีประจุที่เท่ากัน (isovalent doping) จึงไม่จำเป็นต้องปรับสมดุลประจุใหม่แต่ก็อาจส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้างได้ (Gusakova et al., 2010; Mgbemere et al., 2011)

จากการศึกษาผลของการเติมสารเจือต่าง ๆ ในสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตของนักวิจัยในอดีตที่ผ่านมา ส่วนใหญ่เป็นการศึกษาเฉพาะผลของการเติมสารเจือกับสมบัติทางไฟฟ้า (Juan et al., 2011; Zang et al., 2006) ซึ่งพบว่า การเติมสารเจือ Li^+ และ Sb^{5+} สามารถปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าให้ดีขึ้น อีกทั้งการเติมสารเจือ Ta^{5+} เพิ่มเข้าไป จะช่วยปรับค่าคงที่ไพเอโซอิเล็กทริกให้สูงขึ้นและลดอุณหภูมิคูรีลง ให้เข้าใกล้อุณหภูมิห้อง (Lin et al., 2009; Rubio-Marcos et al., 2007; Wang et al., 2011; Zuo et al., 2009) นอกจากสมบัติทางไฟฟ้าแล้วยังศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคด้วยการใช้กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ร่วมกับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ในการอธิบายผลของการเติมสารเจือทั้ง 3 ชนิด แต่ทั้งหมดก็ยังไม่อาจอธิบายได้ถึงพฤติกรรมความเสื่อมของประสิทธิภาพอันเนื่องมาจากการใช้งาน

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของการเติมสารเจือ Li^+ Sb^{5+} และ Ta^{5+} เข้าไปในสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต ที่มีต่อพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้า (electrical fatigue) โดยการให้สนามไฟฟ้าผ่านชิ้นงานตัวอย่างจำนวนรอบมากๆ (Damjanovic, 1998; Zhang et al., 2008) พบว่าเมื่อจำนวนรอบสนามไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้นจะทำให้โพลาริเซชันลดลง แต่ก็ยังไม่มีผลของการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง และผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่าง ๆ ผู้วิจัยจึงเลือกใช้การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ร่วมกับการศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคด้วยการใช้กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงเมื่อชิ้นงานตัวอย่างเกิดความล้าทางไฟฟ้า ประกอบกับการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าคงที่ไพเอโซอิเล็กทริกที่จำนวนรอบต่าง ๆ เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นระหว่างการทดลอง สารประกอบโพแทสเซียม

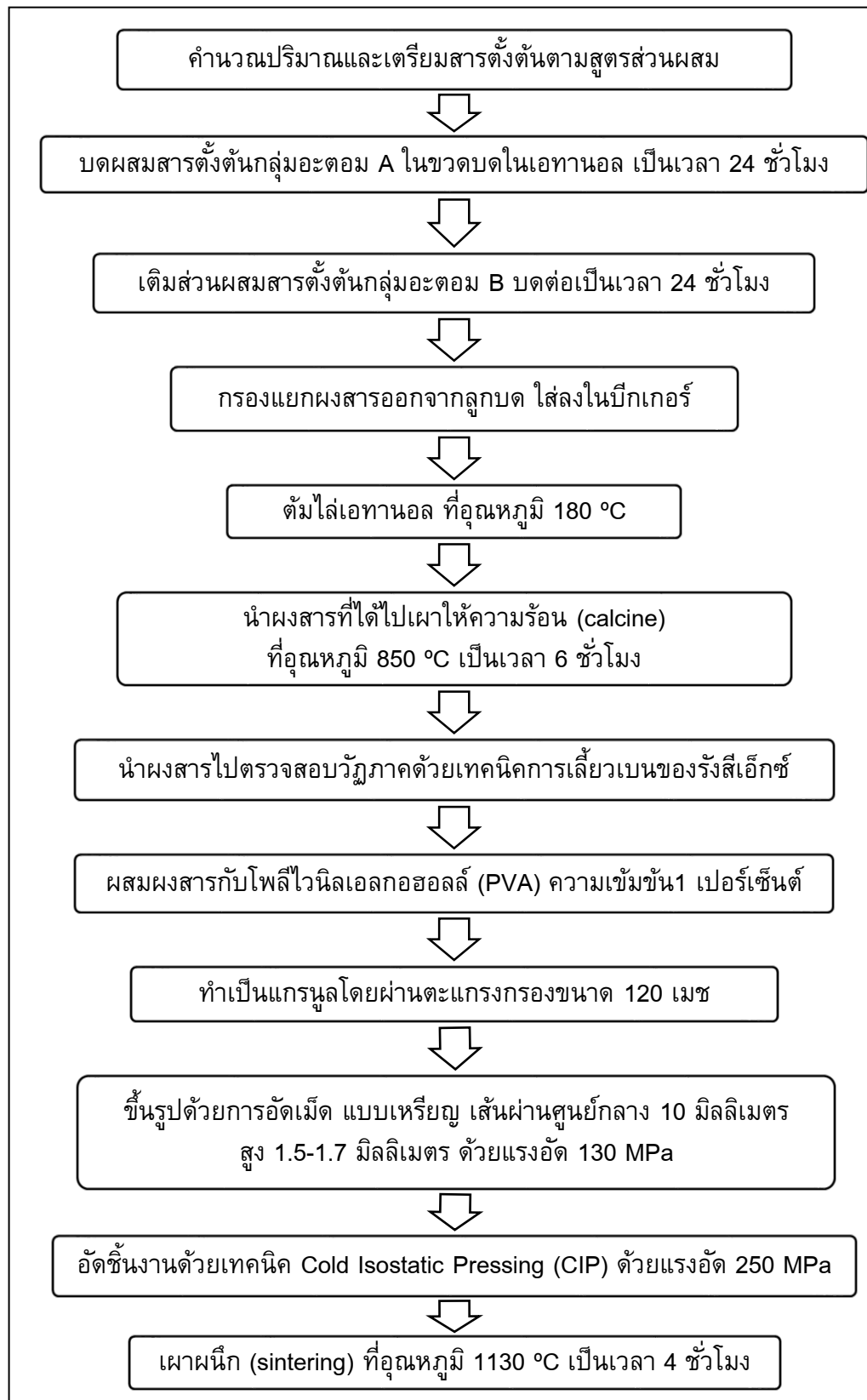
โซเดียมไนโอเบตในงานวิจัยนี้เติมสารเจือ Li^+ และ Sb^{5+} อย่างละ 0.04 โมล แล้วเติมสารเจือ Ta^{5+} ในปริมาณต่าง ๆ ดังตารางที่ 3.1 จะถูกสังเคราะห์ด้วยวิธี Solid-state reaction ซึ่งมีแผนงานดัง รายละเอียดจะอธิบายในหัวข้อ 3.2

ตารางที่ 3.1 สูตรส่วนผสมของการเติมแทนทาลัม (Ta^{5+}) โดยวิธี Solid-state reaction

สูตรทางเคมี	ชื่อย่อ	ปริมาณ Li^+ (mole)	ปริมาณ Sb^{5+} (mole)	ปริมาณ Ta^{5+} (mole)
$(\text{K}_{0.52}\text{Na}_{0.48})\text{NbO}_3$	KNN	-	-	-
$(\text{K}_{0.50}\text{Na}_{0.46}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{0.96}\text{Sb}_{0.04})\text{O}_3$	x=0.00	0.04	0.04	-
$(\text{K}_{0.50}\text{Na}_{0.46}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{0.92}\text{Sb}_{0.04}\text{Ta}_{0.04})\text{O}_3$	x=0.04	0.04	0.04	0.04
$(\text{K}_{0.50}\text{Na}_{0.46}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{0.88}\text{Sb}_{0.04}\text{Ta}_{0.08})\text{O}_3$	x=0.08	0.04	0.04	0.08
$(\text{K}_{0.50}\text{Na}_{0.46}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{0.84}\text{Sb}_{0.04}\text{Ta}_{0.12})\text{O}_3$	x=0.12	0.04	0.04	0.12

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่เติมสารเจือแทนทาลัม (Ta^{5+}) จำนวน 20 กรัม โดยวิธี Solid-state reaction

สูตร	ปริมาณ 20 กรัม					
	Li_2CO_3	Na_2CO_3	K_2CO_3	Nb_2O_5	Sb_2O_5	Ta_2O_5
KNN	-	2.619	3.699	13.682	-	-
x=0.00	0.152	2.507	3.553	13.122	0.665	-
x=0.04	0.149	2.463	3.490	12.352	0.654	0.893
x=0.08	0.147	2.419	3.429	11.608	0.642	1.754
x=0.12	0.144	2.378	3.370	10.890	0.631	2.586



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์สารด้วยวิธี Solid-state reaction

3.2 การเตรียมตัวอย่างและสารเคมี

สังเคราะห์สารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ เจือ Li^+ Sb^{5+} และ Ta^{5+} ด้วยวิธี solid state reaction เป็นวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย โดยมีสารตั้งต้นอยู่ในรูปแบบของสารประกอบออกไซด์ได้แก่ ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) (99 เปอร์เซ็นต์ Merck) โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) (99.9 เปอร์เซ็นต์ Merck) โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) (99 เปอร์เซ็นต์ Merck) ไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) (99.9 เปอร์เซ็นต์ Sigma-Aldrich) แอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_5) (99.995 เปอร์เซ็นต์ Sigma-Aldrich) และทังสเตนออกไซด์ (Ta_2O_5) (99.99 เปอร์เซ็นต์ Sigma-Aldrich) โดยมีขั้นตอนการสังเคราะห์ดังต่อไปนี้

1) ล้างเตรียมวัตถุดิบด้วยการเติมสารตั้งต้นตามสูตร KNN ตามตารางที่ 3.2 ปริมาณ 20 กรัม ในสารละลายเอทานอล (ethanol) (95 เปอร์เซ็นต์) โดยใช้ลูกบดเซอร์โคเนียร์และลูกบดอลูมินา บดเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2) เทสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตออกให้หมด ล้างทำความสะอาดวัตถุดิบและลูกบดด้วยสารละลายเอทานอล แล้วบดสารตามข้อ 1 อีก 1 ครั้ง เพื่อให้ผิวลูกบดและวัตถุดิบมีสิ่งเจือปนชนิดอื่น ๆ น้อยที่สุด

3) ล้างทำความสะอาดวัตถุดิบและลูกบด แล้วนำวัตถุดิบไปตากให้แห้ง ส่วนลูกบดนำเข้าอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ $100-120^\circ\text{C}$

4) ชั่งสูตรส่วนผสมตามสูตรที่ได้คำนวณไว้ตามตารางที่ 3.2 ด้วยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ส่วนผสมในกลุ่มสารตั้งต้นของตำแหน่งอะตอม A ได้แก่ Li_2CO_3 Na_2CO_3 และ K_2CO_3 และสารละลายเอทานอล พร้อมทั้งลูกบดลงไปในวัตถุดิบ ให้มีช่องว่างภายใน อย่างน้อย 1 ส่วน 4 ของวัตถุดิบ

5) ปิดฝาวัตถุดิบให้แน่น เพื่อป้องกันการรั่วไหล ดังรูปที่ 3.2 บดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

6) เติมส่วนผสมสารตั้งต้น กลุ่มอะตอม B ได้แก่ Nb_2O_5 Sb_2O_5 และ Ta_2O_5 ตามสูตรที่ได้คำนวณไว้ตามตารางที่ 3.2

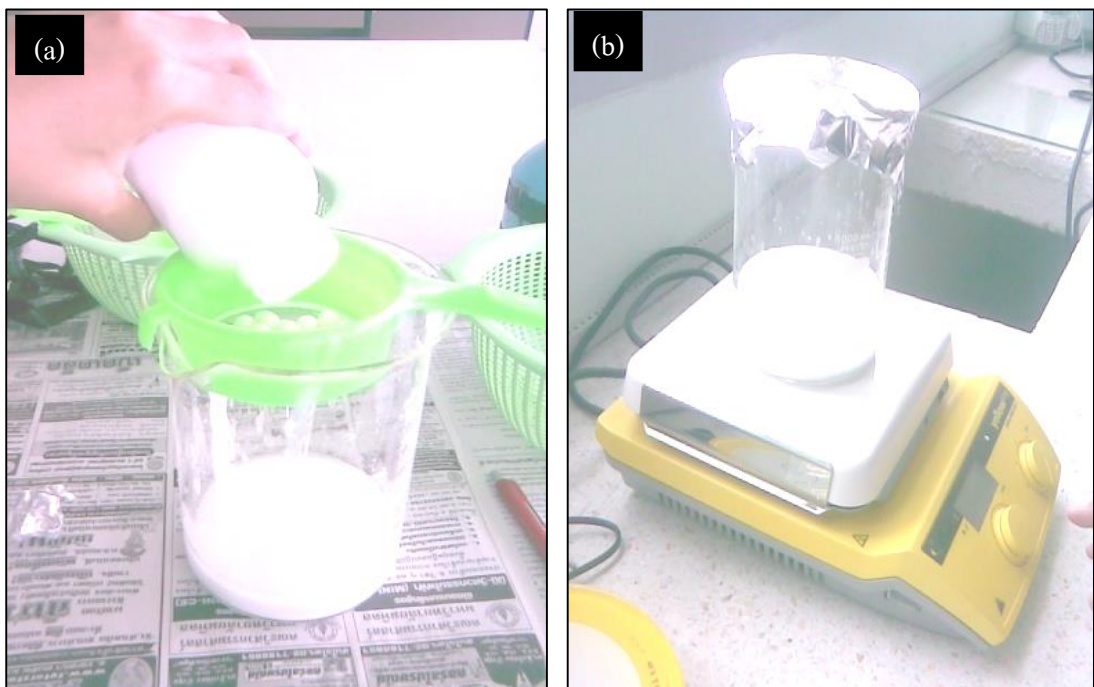
7) ปิดฝาวัตถุดิบให้แน่น เพื่อป้องกันการรั่วไหล วางบนรางบดต่อเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

8) เทและกรองแยกสารที่สังเคราะห์ออกจากลูกบดใส่ไว้ในบีกเกอร์ ดังรูปที่ 3.3 (a)

9) นำไปต้มไล่สารละลายเอทานอลบนเครื่องคณผสมที่อุณหภูมิ 180°C โดยปิดด้านบนบีกเกอร์เพื่อป้องกันการปนเปื้อนและเปิดช่องเล็กน้อยสำหรับระบายอากาศ ดังรูปที่ 3.3 (b)



รูปที่ 3.2 ขวดบดสารที่เติมสารตั้งต้น ปิดฝาพร้อมบด



รูปที่ 3.3 (a) กรองสารประกอบที่สังเคราะห์ออกจากลูกบด (b) การต้มไล่สารละลายเอทานอลบนเครื่องคนผสม (stirrer) ที่อุณหภูมิ 180 °C

10) นำสารสังเคราะห์เข้าเตาอบ ที่อุณหภูมิ 200 °C เพื่อไล่สารละลายเอทานอลและความชื้นที่เหลือค้าง เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.4

11) นำสารสังเคราะห์ที่อบแล้วมาบดย่อยให้เป็นผงละเอียดดังรูปที่ 3.5 ขั้นตอนควรทำอย่างรวดเร็ว และต้องไม่ให้สารสังเคราะห์ถูกความชื้น เพราะสารโพแทสเซียมไวต่อความชื้นในอากาศอาจทำให้สารทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) จนเปลี่ยนเป็นสารที่ไม่ต้องการได้ (Winter, 1993-2012)

12) นำผงสารบรรจุในภาชนะเผา (alumina crucible) ดังรูปที่ 3.6 เข้าเตาเผาให้ความร้อน (calcine) ให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (Liang et al., 2011) ดังรูปที่ 3.7



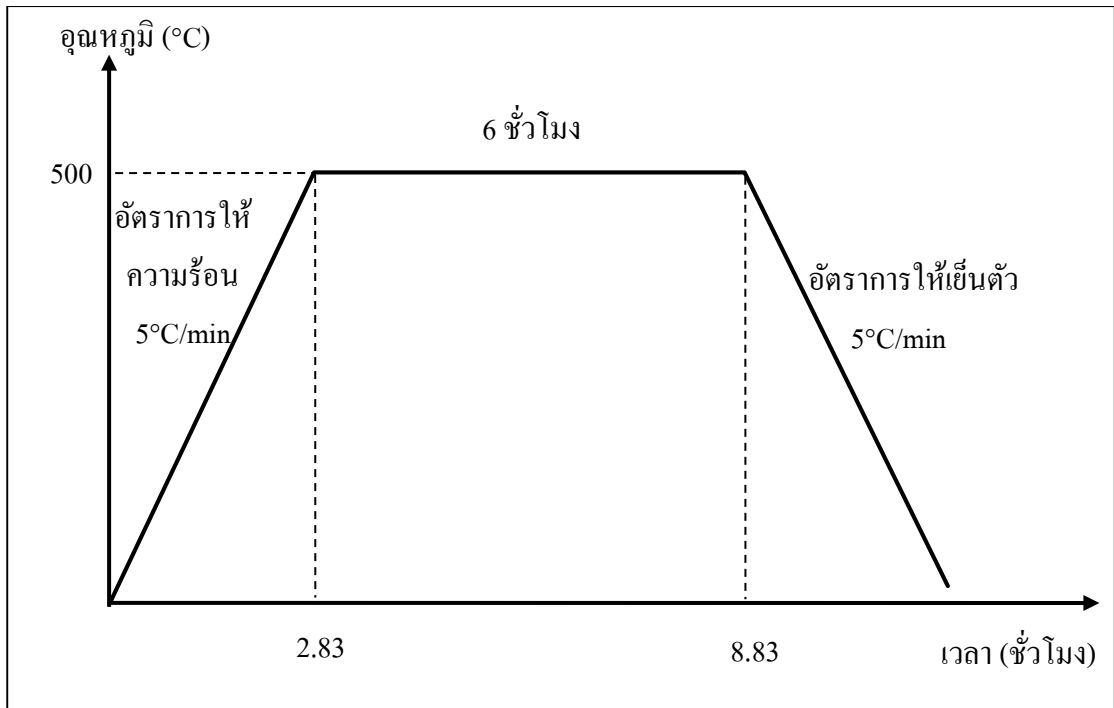
รูปที่ 3.4 อบแห้งสารที่สังเคราะห์ได้ในเตาอบ ที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง



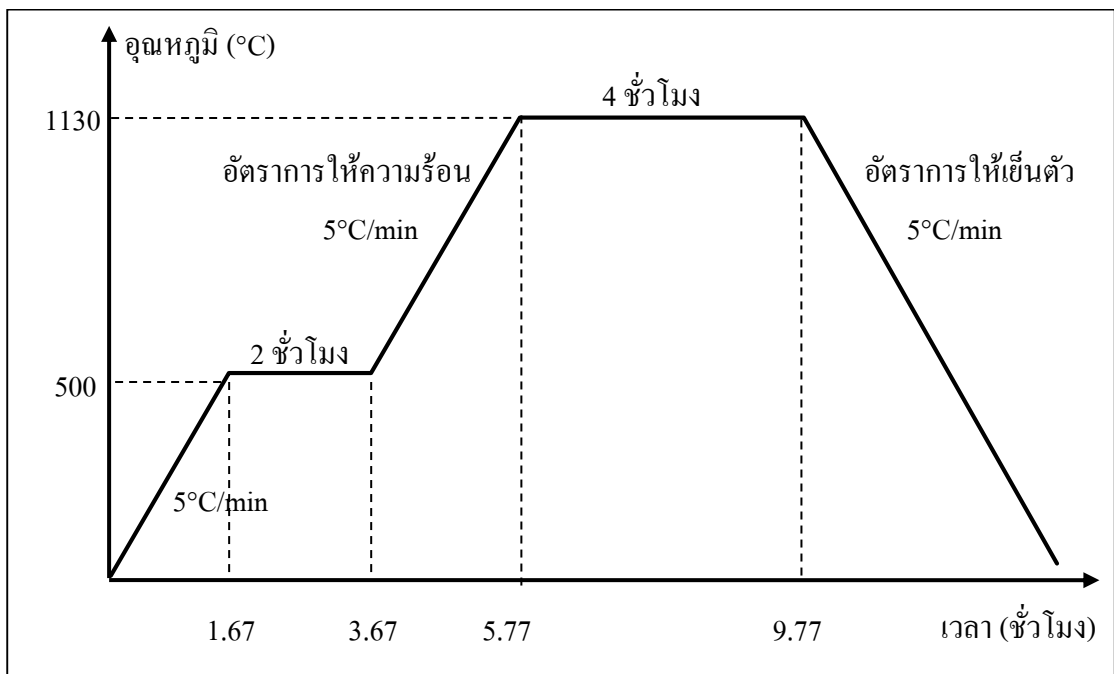
รูปที่ 3.5 (a) สารสังเคราะห์หลอมแห้งที่จับกันเป็นก้อน (b) การบดย่อยให้เป็นผง



รูปที่ 3.6 ผงสารสังเคราะห์บรรจุในภาชนะเผา (alumina crucible) สำหรับเผาให้ความร้อน (calcine) และเผาผนึก (sintering)



รูปที่ 3.7 วิธีการเผาให้ความร้อน (calcine) ที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ



รูปที่ 3.8 วิธีการเผาผนึก (sintering) ที่อุณหภูมิ 1130°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ

13) นำผงสารไปตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (Bruker รุ่น Phaser DII) ของศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

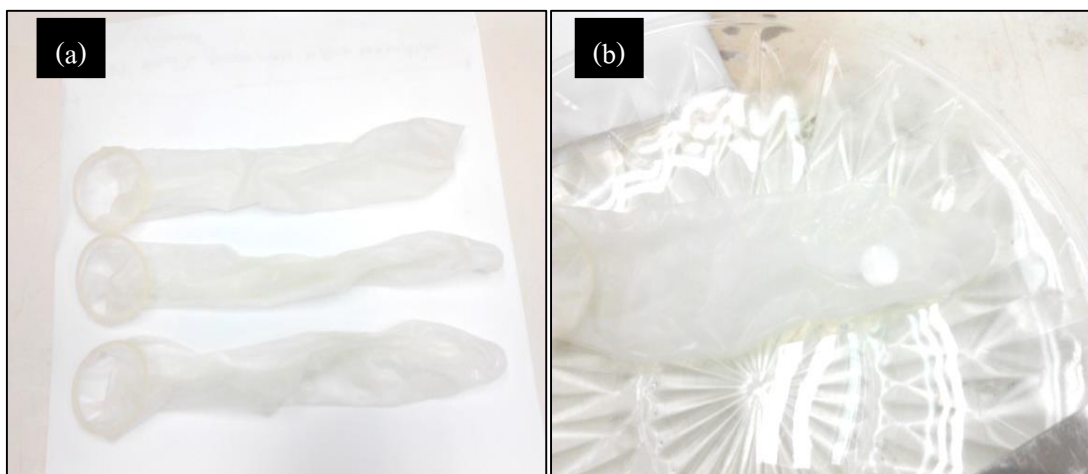
14) นำไปผสมโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาณ PVA 0.0024 กรัม ต่อผงโพแทสเซียม โซเดียมไนโอเบตที่เติมสารเจือแล้ว 1 กรัม) คนให้เป็นเนื้อเดียวกันบนเครื่องคนผสม แล้วนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิไม่เกิน 60°C

15) จากข้อ 11 ทำเป็นเม็ดเล็ก ๆ (granule) ผ่านตะแกรง 120 เมช และขึ้นรูปด้วยการอัดเม็ดเป็นชั้นตัวอย่าง (dry pressing) แบบเหรียญ ซึ่งน้ำหนักสารอย่างละ 0.65 กรัม เส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร สูง 1.5-1.7 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (Carver) 130 MPa นำสารตัวอย่างมาบรรจุลงในถุงยาง ดังรูปที่ 3.9 (a-b) ดูดอากาศภายในถุงยางออกให้หมดเพื่อป้องกันถุงแตกเนื่องจากแรงอัด รูปที่ 3.10 (a) การดูดอากาศออกจากถุงด้วยเครื่องสุญญากาศ (b) สารตัวอย่างในถุงยาง

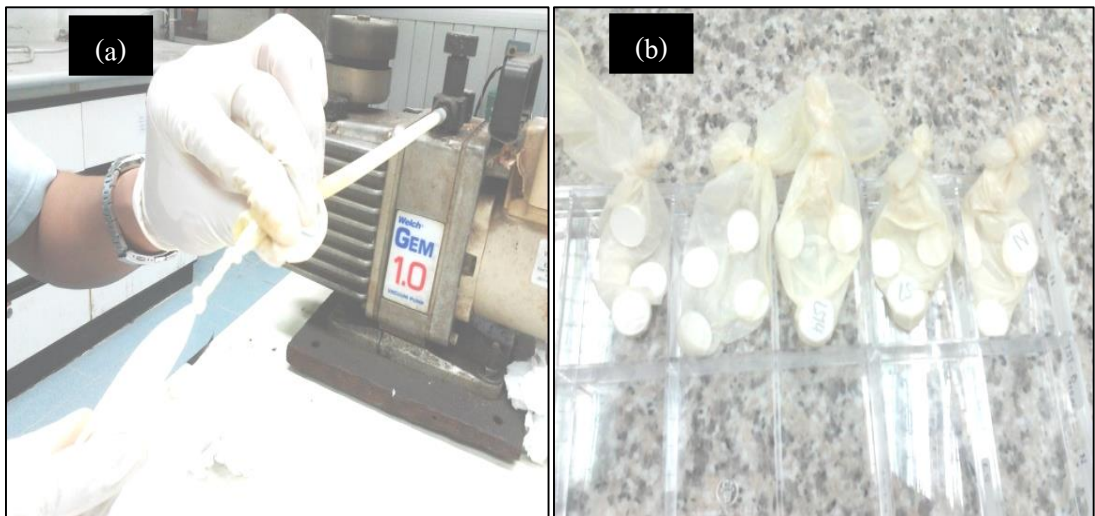
16) หลังดูดอากาศ โดยซ้อนภายในถุงยาง 2 ชั้น

17) นำถุงสารตัวอย่างที่ดูดอากาศออกแล้วใส่ในตะกร้าใส่ลงในเครื่องดังรูปที่ 3.11 โดยใช้เครื่องอัดเท่ากันทุกทิศทาง (cold isostatic press CIP) (Avure Technologies รุ่น LCIP22260) 250 MPa. เป็นเวลา 15 นาที รูปที่ 3.11(b)

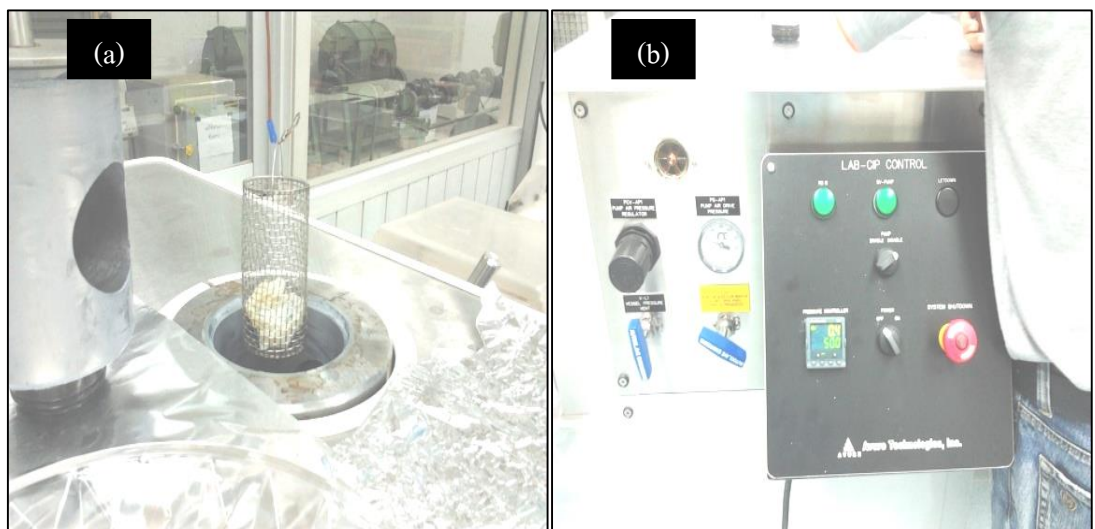
18) แล้วนำไปเผาผนึก (sintering) ที่อุณหภูมิ 1130°C โดยใช้ อัตราการให้ความร้อน (heating rate) 5 °C / นาที เฝ้าแช่ที่อุณหภูมิเผาผนึก (soaking time) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และอัตราการเย็นตัว (cooling rate) 5 °C/นาที



รูปที่ 3.9 (a) ถุงยางสำหรับห่อหุ้มสารตัวอย่าง (b) การใส่สารตัวอย่างในถุงยาง

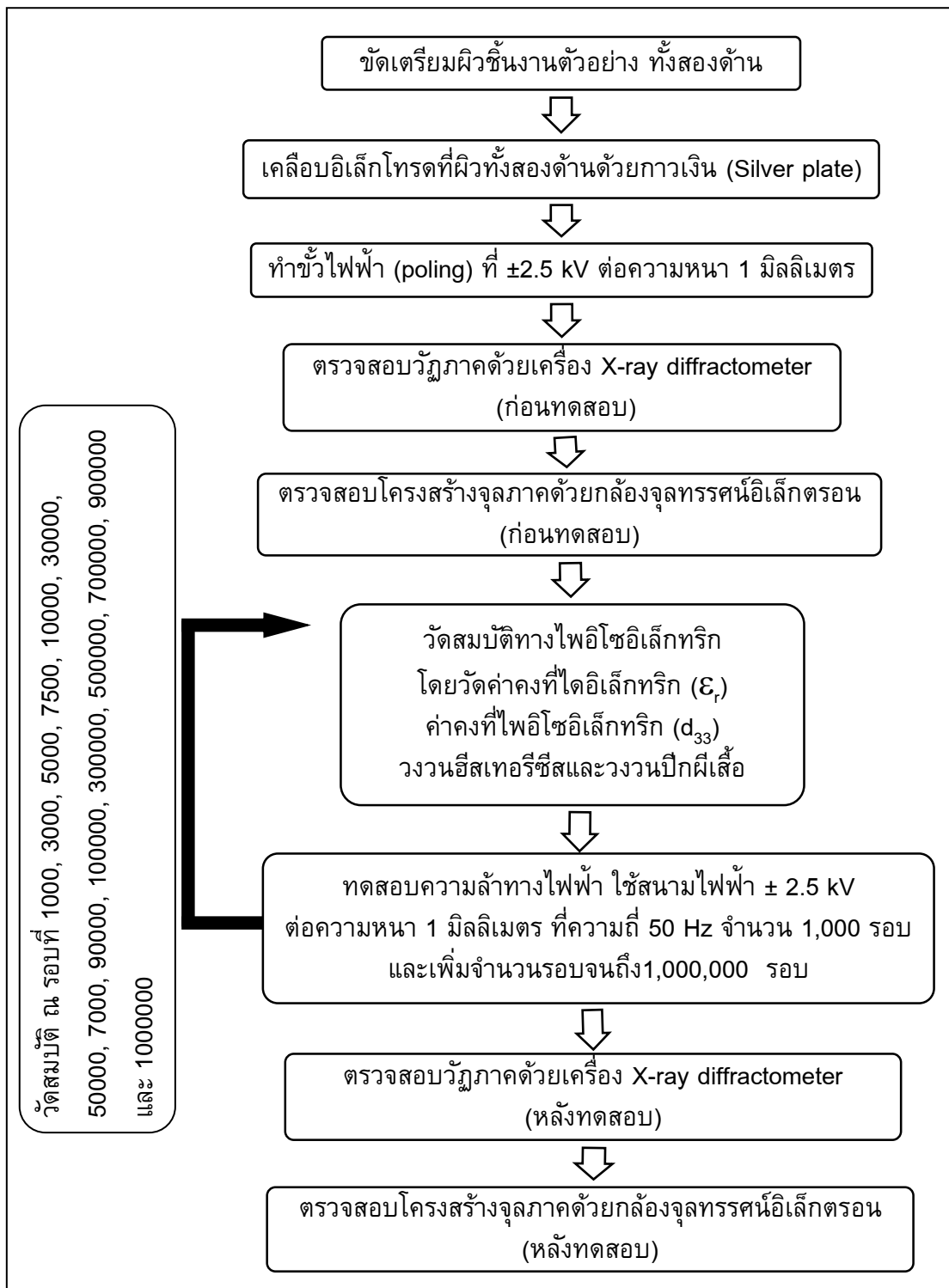


รูปที่ 3.10 (a) การดูดอากาศออกจากถุงด้วยเครื่องสุญญากาศ (b) สารตัวอย่างในถุงยางหลังดูดอากาศ



รูปที่ 3.11 (a) ถุงสารตัวอย่างในตะกร้าใส่ลงในเครื่อง (b) เครื่องอัดเทกกันทุกทิศทาง (CIP)

3.3 การเตรียมชิ้นงานตัวอย่างสำหรับการทำการทดสอบ



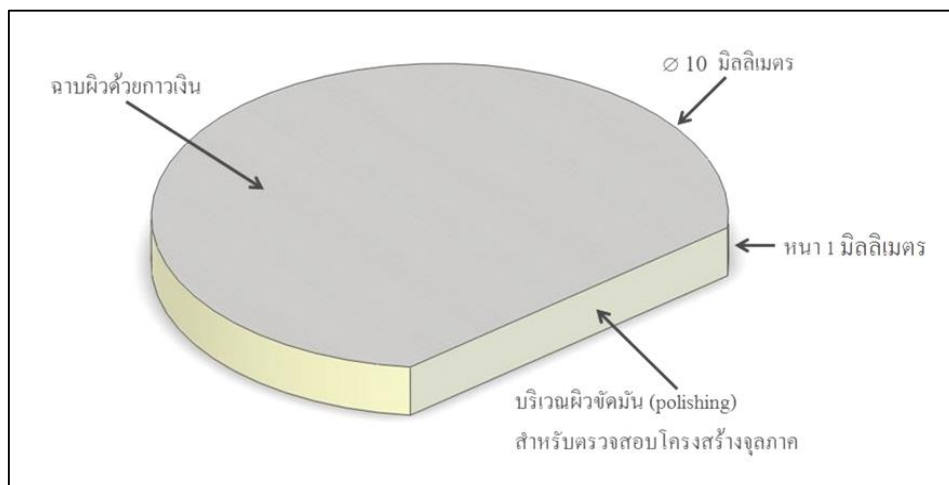
รูปที่ 3.12 แผนภาพแสดงขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การขัดชิ้นงานตัวอย่าง

นำชิ้นงานตัวอย่างมาขัดผิวหน้าทั้งสอง และหน้าตัดให้เรียบเนียนสม่ำเสมอ (grinding) (เพื่อป้องกันความคลาดเคลื่อนที่เกิดจากความไม่สม่ำเสมอ รอยร้าว สิ่งปนเปื้อน และความพร่องอื่น ๆ ด้วยเครื่องขัดสาร (Buehler, Phoenix Beta) ให้มีความหนา 1 มิลลิเมตร โดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 800 1000 และ 1200 ตามลำดับ ดังรูปที่ 3.13 โดยน้ำเป็นตัวหล่อลื่น หลังจากนั้นขัดมัน (polishing) ผิวหน้าตัดด้านข้าง ด้วยกระดาษทรายเบอร์ 2000 ตามด้วยผงอลูมินา ขนาด 0.02 ไมโครเมตร บนผ้าสักหลาด



รูปที่ 3.13 ชิ้นงานตัวอย่างก่อนขัดและหลังขัดผิวหน้า



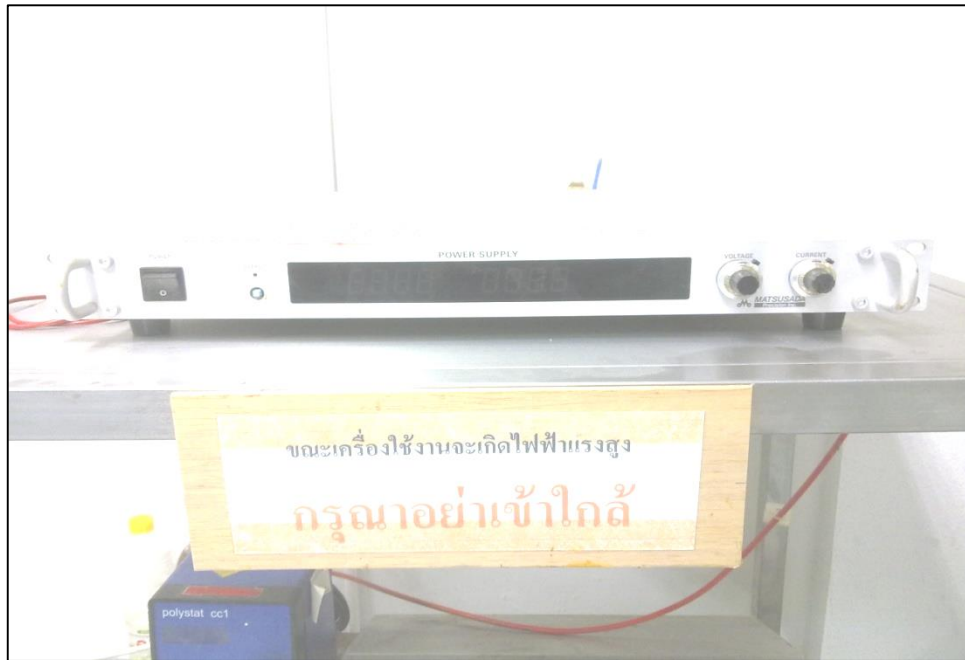
รูปที่ 3.14 ลักษณะของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมเสร็จแล้ว

3.3.2 การทำขั้วไฟฟ้า (Electroding)

นำชิ้นงานตัวอย่างที่ขัดผิวหน้า และผิวด้านข้างให้เรียบสม่ำเสมอแล้ว ทำความสะอาดสารตัวอย่างด้วยอะซิโตน ทากาวเงิน (Silver paste) บนผิวหน้าชิ้นงานตัวอย่าง ทั้ง 2 ด้านเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้า (electrode) ของชิ้นงานตัวอย่าง และใช้อะซิโตนทำความสะอาด ผิวด้านข้างชิ้นงานตัวอย่างอีกครั้ง ดังรูปที่ 3.14 จากนั้นอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 200°C อบแห้งไว้ 20 นาที เพื่อให้กาวเงินที่เป็นขั้วไฟฟ้าแห้งสนิทกับผิวหน้าทั้งสองด้าน นำชิ้นงานตัวอย่างที่ได้หลังจากอบมาลบออกไซด์ที่ผิวหน้าชิ้นงานตัวอย่างออกโดยใช้ยางลบหมึกที่ผิวชิ้นงานตัวอย่างจนสะอาด และขัดผิวด้านข้างเพื่อลบอิเล็กโทรดที่ยังเหลืออยู่ด้วยกระดาษทรายอีกครั้ง ก่อนนำไปเหนี่ยวนำขั้วไฟฟ้าเพื่อป้องกันการลัดวงจร

3.3.3 การเหนี่ยวนำขั้วไฟฟ้า (Poling)

นำชิ้นงานตัวอย่างที่ทาด้วยอิเล็กโทรดแล้วไปเหนี่ยวนำไฟฟ้าด้วยเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงดันสูง (Matsusada, AU-30*40) ดังรูปที่ 3.15 โดยจะนำชิ้นงานตัวอย่างใส่ในชุดควบคุมอุณหภูมิดังรูปที่ 3.16 แทนใส่ตัวอย่างสำหรับการทำขั้ว โดยด้านบนของแท่นจะต่อเข้ากับขั้วบวก ส่วนด้านล่างจะต่อเข้ากับขั้วลบของสายไฟ ซึ่งภายในบรรจุด้วยน้ำมันซิลิโคนทำหน้าที่เป็นตัวกลางเนื่องจากมีความเป็นฉนวนทางไฟฟ้าเพราะในขณะเหนี่ยวนำขั้วไฟฟ้าต้องใช้แรงดันไฟฟ้าที่สูงจากนั้นปรับอุณหภูมิไปที่ 200°C ก่อนจ่ายแรงดันไฟฟ้ากระแสตรงแก่ชิ้นงานตัวอย่างโดยใช้แรงดันไฟฟ้า 2.5 kV ต่อความหนา 1 มิลลิเมตร เมื่อปรับแรงดันไฟฟ้าได้ตามต้องการจับเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของโพลาริเซชันภายในชิ้นงานตัวอย่างไปในทิศทางที่ใกล้เคียงกับทิศทางของสนามไฟฟ้ามากที่สุด เมื่อครบเวลาดังกล่าวจึงลดแรงดันไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้าลงที่ให้กับวัสดุตามลำดับ แล้วปิดชุดควบคุมอุณหภูมิ รอจนกระทั่งสนามไฟฟ้าตกค้างมีค่าเป็นศูนย์ก่อนแล้วจึงนำตัวอย่างออกแล้วเช็ดทำความสะอาด ชิ้นงานตัวอย่างด้วยกระดาษชำระพร้อมทำเครื่องหมายขั้วไฟฟ้าลงบนผิววัสดุ



รูปที่ 3.15 เครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงดันสูง



รูปที่ 3.16 ชุดควบคุมอุณหภูมิ

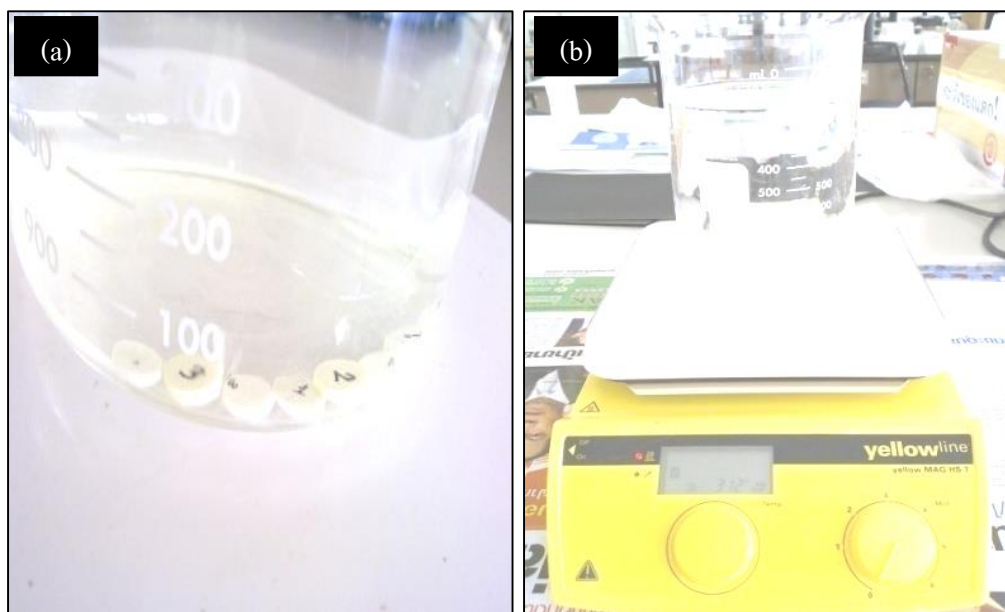
3.4 การหาความหนาแน่น (bulk density)

หลังจากขัดเตรียมชิ้นงานตัวอย่างให้มีความหนา 1 มิลลิเมตรแล้วนำมาวิเคราะห์ความหนาแน่นด้วยวิธีของอาร์คิมิดีส (Archimedes) โดยขั้นตอนการหาความหนาแน่น มีดังต่อไปนี้

- 1) นำชิ้นงานตัวอย่างเขียนสัญลักษณ์ด้วยดินสอ ดังรูปที่ 3.17(a) จากนั้นนำไปต้มในดังรูปที่ 3.17 (b) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คอยเติมน้ำให้ท่วมชิ้นงานตัวอย่างตลอดเวลาที่ต้ม เมื่อครบเวลา 3 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงในน้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 2) นำสารตัวอย่างไปชั่งแบบแขวนลอยในน้ำ ได้น้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (W_{ss})
- 3) นำสารตัวอย่างออกจากน้ำแล้วใช้กระดาษชำระเช็ดน้ำที่ผิวออกแล้วชั่งน้ำหนักได้เป็นน้ำหนักอิมมัตด้วยน้ำ (W_s)
- 4) นำสารตัวอย่างไปอบจนแห้งสนิท แล้วปล่อยให้เย็นตัว จากนั้นนำไปชั่ง ได้เป็นน้ำหนักแห้ง (W_D)
- 5) นำค่าที่ได้จากข้อ 2-4 ไปหาค่าความหนาแน่น (Bulk density) ของตัวอย่างได้จากสมการที่ 3.1

$$\text{bulk density (g/cm}^3\text{)} = \frac{(W_D \rho_1)}{(W_s - W_{ss})} \quad (3.1)$$

เมื่อ	W_D	คือ น้ำหนักแห้ง (กรัม: g)
	W_s	คือ น้ำหนักอิมมัตด้วยน้ำ (กรัม: g)
	W_{ss}	คือ น้ำหนักแขวนลอยในน้ำ (กรัม: g)
	ρ_1	คือ ค่าความหนาแน่นของน้ำ ($\approx 1 \text{ g/cm}^3$)



รูปที่ 3.17 (a) ชั่งงานตัวอย่างที่เขียนสัญลักษณ์ (b) การตมชั่งงานตัวอย่างเพื่อใส่อากาศ

3.5 การวิเคราะห์โครงสร้างและการตรวจสอบวัฏภาค

วิเคราะห์สารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ที่เติมสารเจือต่าง ๆ โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ นำตัวอย่างแบบผง (powder) และแบบเหรียญมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้าง เริ่มตั้งแต่ 2θ ที่ 20° - 70° ใช้ scan step เท่ากับ 0.02° ต่อ step และ scan speed เท่ากับ 0.2 วินาทีต่อ step โดย Rotation เท่ากับ 15 รอบต่อนาที divergence slit เท่ากับ 1 และ antiscattering slit เท่ากับ 1 ในทุกตัวอย่าง แล้วใช้โปรแกรม Diffra^{puls} EVA ในการวิเคราะห์ สำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนวัฏภาค เริ่มตั้งแต่ 2θ ที่ 31° - 33° 44° - 47° และ 50° - 53° ใช้ scan step เท่ากับ 0.01° ต่อ step และ scan speed เท่ากับ 0.2 วินาทีต่อ step โดย Rotation เท่ากับ 15 รอบต่อนาที divergence slit เท่ากับ 1 และ antiscattering slit เท่ากับ 1 ในทุกตัวอย่าง โดยวิเคราะห์ตัวอย่างแบบผงที่ผ่านการเผาให้ความร้อนมาแล้ว ชั่งงานตัวอย่างก่อนและหลังทดสอบความล้าทางไฟฟ้า

3.6 ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM 6010LV) ณ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสุรนารี ดังรูปที่ 3.18 เพื่อใช้ยืนยันและอธิบายลักษณะโครงสร้างของสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียม

ไนโอเบตที่เติมสารเจือต่าง ๆ และใช้อธิบายการเปลี่ยนแปลงของสมบัติทางไฟฟ้าอันเนื่องมาจากความเสียหายบนพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างได้ เช่น รูพรุน รอยแตกกร้าว ซึ่งจะถ่ายภาพบริเวณผิวหน้าตัดด้านข้างที่ขัดมันแล้ว ก่อนและหลังทดสอบความล้าโดยไม่ต้องฉาบขี้ไฟฟ้า



รูปที่ 3.18 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

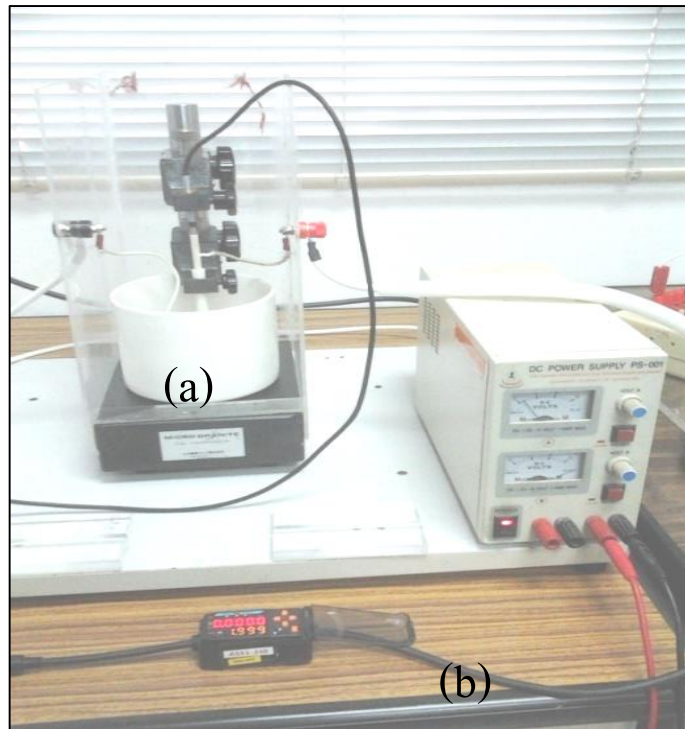
3.7 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้า

คือสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุ โดยวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) ค่าคงที่โพลาไรเซชัน (d_{33}) วิเคราะห์ห้วงวนฮีสเทอรีซิสและวงวนปีกผีเสื้อก่อนให้สนามไฟฟ้า เพื่อให้ชิ้นงานตัวอย่างเกิดความล้าทางไฟฟ้า (electrical fatigue) เปรียบเทียบกับหลังให้สนามไฟฟ้า จนชิ้นงานตัวอย่างเกิดความล้า ภายใต้สนามไฟฟ้า ± 2.5 kV ที่ความถี่ 50 Hz ตั้งแต่ 1,000 ถึง 1,000,000 รอบ

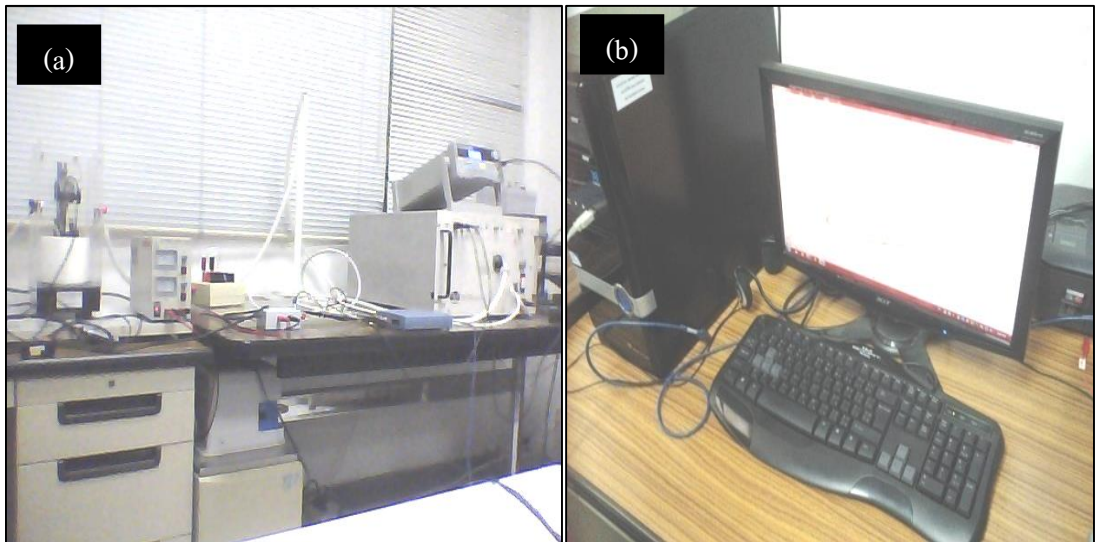
3.7.1 วิเคราะห์วงวนฮีสเทอรีซิสและวงวนปีกผีเสื้อ

สามารถเขียนขั้นตอนการทดสอบได้ดังนี้

1. ใส่ชิ้นงานตัวอย่างลงในอ่างบรรจุน้ำมันซิลิโคน ดังรูปที่ 3.19-รูปที่ 3.20 ระหว่างอิเล็กโทรดทั้ง 2
2. ป้อนความถี่ให้กับชิ้นงานตัวอย่าง จนกระทั่งได้ความถี่ที่ต้องการ โดยความถี่ที่ใช้ในการทดสอบ 10 Hz 20 Hz 40 Hz และ 50 Hz ตามลำดับ ที่อุณหภูมิห้อง โดยสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบคือ ± 3.5 kV ต่อความหนา 1 มิลลิเมตร ที่อุณหภูมิห้อง
3. บันทึกวงวนฮีสเทอรีซิสที่ความถี่ต่าง ๆ
4. ป้อนสนามไฟฟ้าให้กับชิ้นงานตัวอย่างจนกระทั่งได้สนามไฟฟ้าที่ต้องการ โดยค่าของสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ ± 1.0 kV ± 2.0 kV ± 2.5 kV ± 2.8 kV ± 3.0 kV และ ± 10 kV ต่อความหนา 1 มิลลิเมตร ตามลำดับ ที่อุณหภูมิห้อง ความถี่ 50 Hz
5. บันทึกวงวนฮีสเทอรีซิสที่สนามไฟฟ้าต่าง ๆ
6. ใส่ชิ้นงานตัวอย่างลงชุดทดสอบโดยป้อนสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบคือ ± 2.5 kV ต่อความหนา 1 มิลลิเมตร ความถี่ 50 Hz ที่อุณหภูมิห้อง
7. บันทึกวงวนฮีสเทอรีซิส ที่จำนวนรอบตั้งแต่ 1,000-1,000,000 รอบ
8. คำนวณค่าสนามไฟฟ้า และโพลาริเซชันที่สภาวะโหลดต่าง ๆ ทางไฟฟ้า
9. จากข้อ 6 เชื่อมต่อชุดทดสอบเข้ากับชุดตรวจวัดค่าการขยายและหดตัว ดังรูปที่ 3.19 (ข) เพื่อทดสอบวงวนปีกผีเสื้อ แล้วบันทึกข้อมูลที่จำนวนรอบ ตั้งแต่ 1,000-1,000,000 รอบ



รูปที่ 3.19 (a) อ่างใส่ชิ้นงานตัวอย่าง และ (b) ชุดตรวจวัดค่าการขยายและหดตัว



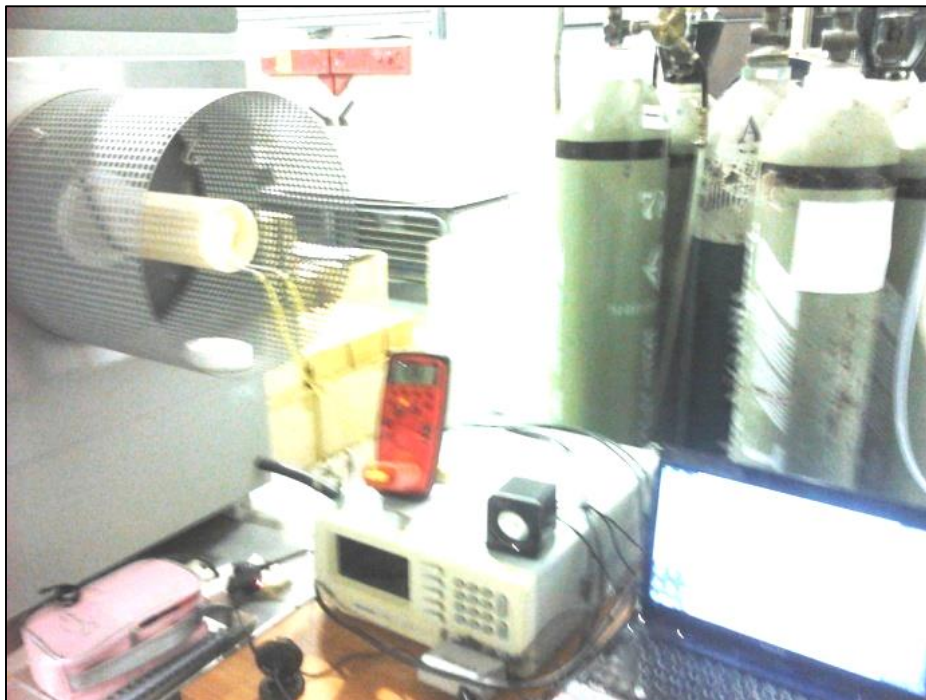
รูปที่ 3.20 (a) ชุดทดสอบวาววนฮีสเทอริซิส และวาววนปีกผีเสื้อ (b) ลักษณะจอแสดงผลระหว่างการทดสอบ ที่ห้องปฏิบัติการ กลุ่มวิจัย Smart material and intelligent system มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3.7.2 การหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant)

การหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ϵ_r ของชิ้นงานตัวอย่าง ได้จากการวัดค่าความจุของตัวเก็บประจุของชิ้นงานด้วยเครื่อง LCR Meter (GW INSTRON LCR-821) ซึ่งในการวัดค่านั้นจะจ่ายแรงดันไฟฟ้า 1 V ที่วัสดุ และใช้ความถี่ 1 kHz 10 kHz 50 kHz 100 kHz ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวัดชิ้นงานตัวอย่างตั้งแต่ก่อนทดสอบความล้าทางไฟฟ้า ระหว่างการทดสอบและหลังจากการทดสอบครบจำนวน จากนั้นนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกได้จากความสัมพันธ์

$$\text{Dielectric constant } (\epsilon_r) = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (3.2)$$

- โดยที่ C คือ ค่าความจุของตัวเก็บประจุ (ฟารัด: F)
 d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กทริก (เมตร: m)
 ϵ_0 คือ สภาพยอมทางไดอิเล็กทริกของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} (ฟารัด/เมตร: F/m)
 A คือ พื้นที่หน้าตัดของแผ่นไดอิเล็กทริก (ตารางเมตร: m²)



รูปที่ 3.21 การติดตั้งอุปกรณ์วัดสมบัติทางไฟฟ้าของสารตัวอย่าง

3.7.3 การหาค่าคงที่ไพโซอิเล็กทริก (d_{33})

การตรวจสอบค่า d_{33} ของชิ้นงานตัวอย่าง โดยนำชิ้นเซรามิก KNN ที่ทำ
 ขั้วแล้วปล่อยทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จึงนำมาวัดค่า d_{33} ด้วยเครื่อง d_{33} Meter (International Ltd.,
 APC-S5865) ดังรูปที่ 3.22 และวัดชิ้นงานตัวอย่างตั้งแต่ก่อนทดสอบความล้าทาง
 ไฟฟ้า ระหว่างการทดสอบและหลังจากการทดสอบครบจำนวน



รูปที่ 3.22 เครื่อง d_{33} Meter ที่อาคารปฏิบัติการวิศวกรรมเซรามิก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี