

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

ผลของการเติมแคทไอออนที่มีต่อสมบัติของสารเฟอร์โรอิเล็กตริก
บิสมัทโซเดียมไททาเนตเซรามิก

Effects of Cation Substitutions on the Properties of Ferroelectric
Bismuth Sodium Titanate (BNT) - Based Ceramics

คณะผู้วิจัย

1. อาจารย์ ดร. อนุชา วัชรภาสกร

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

2. ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร. ทวี ตันมศิริ

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ.และสกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) สำหรับงบประมาณสนับสนุนทั้งหมดจากทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ ประจำปี 2547 ในการทำวิจัยนี้

ขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร. ทวี ตันขศิริ ในฐานะนักวิจัยที่ปรึกษา ผู้ได้ให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อผู้วิจัย ทั้งด้านแนวความคิดในการทำงานวิจัยและจริยธรรมในการเป็นนักวิจัยที่ดีและมีคุณภาพ จนทำให้งานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี และทำให้ผู้วิจัยได้เรียนรู้ประสบการณ์อันมีค่า และมีความมั่นใจที่จะวางแผนเพื่อทำวิจัยชิ้นต่อไป

ขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ และภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ สำหรับสถานที่ ครุภัณฑ์ และอุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้ในการทำการวิจัย และขอขอบคุณนักศึกษาทั้งระดับปริญญาตรีและโท คณาจารย์ เจ้าหน้าที่ ข้าราชการและพนักงานมหาวิทยาลัย ประจำภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือจนงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณครอบครัวของผู้วิจัย เพื่อร่วมงานและเจ้าหน้าที่ทุกท่าน หน่วยงานวิจัยอิเล็กทรอนิกส์โทรคมนาคม ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ได้ส่งเสริมสนับสนุนและเป็นกำลังใจตลอดมา หากรายงานวิจัยฉบับนี้มีสิ่งใดขาดตกบกพร่อง ผู้วิจัยต้องขออภัยเป็นอย่างสูง และหวังว่ารายงานวิจัยฉบับนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้สนใจในงานด้านนี้ต่อไปตามสมควร

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

อาจารย์ ดร. อนุชา วัชรภาสกร

Copyright© by Chiang Mai University

(หัวหน้าโครงการ)

All rights reserved

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ: MRG4780073
ชื่อโครงการ: ผลของการเติมแคโทดไอออนที่มีต่อสมบัติของสารเพอร์โรอิเล็กตริกบิส്മัทโซเดียมดีดาคเนตเซรามิก
ชื่อนักวิจัย: อาจารย์ ดร. อนุชา วัชรภาสกร มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
E-mail address: anucha@stanfordalumni.org
ระยะเวลาโครงการ: 2 ปี

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อต้องการศึกษาสมบัติของเซรามิกบิส്മัทโซเดียมดีดาคเนตที่ถูกเจือด้วยแคโทดไอออนประเภทต่าง ๆ เช่น เซอร์โคเนียม ทังสเทนและไดสโพรเซียมเป็นต้น โดยการศึกษาจะเริ่มตั้งแต่วิธีการเตรียมผงให้ได้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูงทั้งในกรณีที่มี สารเจือและไม่มีสารเจือ จากนั้นจึงนำผงไปอัดเป็นเม็ดเซรามิกที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการแน่นตัวและลักษณะของเซรามิกที่ได้ จากนั้นจึงนำเซรามิกไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไดอิเล็กตริกเพื่อนำมาเปรียบเทียบกับ ระหว่างไอออนชนิดต่าง ๆ ที่เติมลงไปและเปรียบเทียบกับระบบอื่น ๆ ที่ได้มีผู้วิจัยไว้แล้ว

จากผลการวิจัยพบว่า การเติมเซอร์โคเนียมออกไซด์และทังสเทนออกไซด์ลงในบิส്മัทโซเดียมดีดาคเนต ทำให้ขนาดเกรนของเซรามิกโตขึ้นเล็กน้อยในขณะที่การเติมไดสโพรเซียมออกไซด์ทำให้เกรนมีขนาดเล็กลง ดูเหมือนว่าการแทนที่ของไอออนในตำแหน่ง B จะให้ผลในแง่ของโครงสร้างจุลภาคที่ตรงข้ามกับการแทนที่ไอออนในตำแหน่ง A สำหรับสมบัติเชิงกลดูเหมือนว่าการเติม สารเจือลงไปไม่ทำให้สมบัติเปลี่ยนมากนักถึงแม้ว่าโดยรวมจะสมบัติดีขึ้นเมื่อเทียบกับบิส്മัทโซเดียมดีดาคเนตบริสุทธิ์ อย่างไรก็ตาม ในแง่ของสมบัติไดอิเล็กตริก การแทนที่ด้วยไอออน เซอร์โคเนียมทำให้เกิดฟลักซ์อุณหภูมิต่ำในกราฟระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิ และทำให้ลักษณะของกราฟมีความกว้างเพิ่มขึ้นแทนที่จะเป็นพีค สำหรับไอออน ทังสเทนจะสังเกตเห็นเพียง พีคที่อุณหภูมิต่ำโดยที่ค่าของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกไม่ต่างกันกับชิ้นงานที่ไม่มีสารเจือ ในบิส്മัทโซเดียมดีดาคเนตเจือด้วยไดสโพรเซียมในปริมาณต่ำ ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าสูงกว่าในชิ้นงานอื่นๆ เมื่อเติมลงไปปริมาณสูงขึ้น พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าเสถียรและไม่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและความถี่ ดูเหมือนว่าการเจือด้วยไดสโพรเซียมลงในบิส്മัทโซเดียมดีดาคเนต อาจนำไปสู่การทำวัสดุไดอิเล็กตริกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่มีความเสถียรสูงในช่วงอุณหภูมิและความถี่ที่กว้าง ถ้าหากทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขึ้นได้

คำหลัก: บิส്മัทโซเดียมดีดาคเนต เพอร์โรอิเล็กตริก ไดอิเล็กตริก

Abstract

Project Code: MRG4780073
Project Title: Effects of Cation Substitutions on the Properties of Ferroelectric Bismuth Sodium Titanate (BNT)-Based Ceramics
Investigator: Dr. Anucha Watcharapasorn Chiang Mai University
E-mail Address: anucha@stanfordalumni.org
Project Period: 2 years

This research aims at a study of properties of bismuth sodium titanate ceramics which were doped with various ions such as zirconium, tungsten and dysprosium. The study begins with finding the optimum process for preparation of high-purity doped and undoped powders. The powders were then pressed into pellets which were sintered at various sintering temperatures to investigate the influence of temperature on densification and characteristics of the ceramics. Afterwards, the ceramics were then characterized for their microstructures and dielectric properties so that the results among different dopants and those found in literature could be compared.

The results from the research showed that addition of zirconium oxide and tungsten oxide into BNT caused a slight increase in grain size of the doped ceramics while the addition of dysprosium oxide caused a decrease in grain size. It seems that B-site substitution had the opposite effect on developed microstructure compared with A-site substitution. For mechanical properties, the effects were not large for the doped BNT ceramics although it seemed to be slightly better than pure BNT. However, in terms of dielectric properties, substitution with zirconium ion caused peaks at low temperature in dielectric constant-temperature curves with increasingly diffused transition. For tungsten ion, only low-temperature peaks were observed but the values were not different from undoped samples. In dysprosium-doped BNT, the dielectric constant at low doping showed higher values than the other doped and undoped samples. At higher dysprosium content, the dielectric constant became independent of temperature and frequency. The latter showed some promise for being utilized in devices that required high-stability of dielectric constant over a wide temperature and frequency range.

Keywords: bismuth sodium titanate, ferroelectric, dielectric

สารบัญ

กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและวรรณกรรมปริทัศน์	3
2.1 สภาพเพียโซอิเล็กตริก สภาพไพโรอิเล็กตริกและสภาพเพโรอิเล็กตริก	3
2.2 ตัวเก็บประจุและสมบัติไดอิเล็กตริก	7
2.3 สมบัติเชิงกลของวัสดุ	12
2.4 ผลของสารเจือที่มีต่อสมบัติของวัสดุเพโรอิเล็กตริก	15
2.5 วัสดุบิสมัทโซเดียมดีตาเนต	16
บทที่ 3 วิธีการทดลอง	20
3.1 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมดีตาเนต	20
3.2 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมดีตาเนตที่มีสารเจือ	20
3.2.1 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมดีตาเนตเจือด้วยเซอร์โคเนียม	20
3.2.2 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมดีตาเนตเจือด้วยทังสเตน	20
3.2.3 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมดีตาเนตเจือด้วยไดสโพรเซียม	21
3.3 การเตรียมเซรามิก	22
3.4 การวิเคราะห์สมบัติของเซรามิก	22
3.4.1 การวิเคราะห์เฟส	22
3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ	22
3.4.3 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค	23
3.4.4 การวัดสมบัติเชิงกล	23
3.4.5 การวัดสมบัติทางไดอิเล็กตริก	23

บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	24
4.1 บิสม์สโซเดียมติตาเนต	24
4.1.1 ผงบิสม์สโซเดียมติตาเนต	24
4.1.2 เซรามิกบิสม์สโซเดียมติตาเนต	24
4.2 บิสม์สโซเดียมติตาเนตเจือด้วยเซอร์โคเนียม	26
4.2.1 ผลจากการเตรียมผงบิสม์สโซเดียมติตาเนตที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม	26
4.2.2 ผลจากการเตรียมเซรามิกบิสม์สโซเดียมติตาเนตที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม	28
4.2.3 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก	34
4.2.4 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก	36
4.2.4.1 การกดแบบวิกเกอร์	36
4.2.4.2 การกดแบบบรูน์	42
4.2.4.3 ผลการหาค่ามอดูลัสของยัง	47
4.2.4.4 ผลการหาค่าความทนทานต่อรอยแตก	48
4.2.5 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก	50
4.3 บิสม์สโซเดียมติตาเนตเจือด้วยทังสเตน	57
4.3.1 ผลจากการเตรียมผงบิสม์สโซเดียมติตาเนตที่เจือด้วยทังสเตน	57
4.3.2 ผลจากการเตรียมเซรามิกบิสม์สโซเดียมติตาเนตที่เจือด้วยทังสเตน	58
4.3.3 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก	65
4.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก	65
4.3.5 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก	67
4.4 บิสม์สโซเดียมติตาเนตเจือด้วยไดสโพรเซียม	73
4.4.1 ผลจากการเตรียมเซรามิกบิสม์สโซเดียมติตาเนตที่เจือด้วยไดสโพรเซียม	73
4.4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกายภาพของเซรามิก	74
4.4.3 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก	76
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	79
5.1 สรุปผลการวิจัย	79
5.2 ข้อเสนอแนะ	80
เอกสารอ้างอิง	81
Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกอ. และ สกว.	83
ภาคผนวก	85

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ในปัจจุบัน สารเฟอร์โรอิเล็กตริก (ferroelectric) ซึ่งจัดอยู่ในกลุ่มสารที่มีคุณสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริก (piezoelectric) มีความสำคัญต่อชีวิตมนุษย์ในหลายๆด้าน สารเหล่านี้ได้ถูกนำไปใช้ ในอุปกรณ์หลายชนิด เช่น ตัวขับเคลื่อน (actuators) และตัวแปลง (transducers) เป็นต้น นอกจากนี้ สารจำพวกนี้ยังได้ถูกนำไปใช้สร้างเครื่องมือทางการแพทย์หลายชนิด เช่น อัลตราโซนิกมอเตอร์ (ultrasonic motors) ที่มีประสิทธิภาพในการทำลายนิ่ว และเครื่องตรวจวัดอัลตราซาวด์ เป็นต้น นอกจากอุปกรณ์เหล่านี้แล้ว สารเฟอร์โรอิเล็กตริกก็เริ่มจะมีบทบาทในชีวิตประจำวันของมนุษย์เพิ่มมากขึ้น โดยเฉพาะในด้านที่เกี่ยวข้องกับสุขภาพ

แต่เนื่องจากสารส่วนใหญ่ที่ใช้ในปัจจุบันประกอบไปด้วยธาตุตะกั่วเป็นสำคัญ จึงทำให้เกิดปัญหาเรื่องสารพิษตกค้างอยู่ในสิ่งแวดล้อม ตั้งแต่ส่วนเหลือใช้ของสารตั้งต้น เช่น ออกไซด์ของตะกั่ว (PbO หรือ Pb_3O_4) ในการผลิตสารเลดเซอร์โคเนตพิทาเนต (PZT) หรือเลดแลนทานัมเซอร์โคเนตพิทาเนต (PLZT) จนถึงการนำกลับมาใช้ใหม่ (recycling) และการกำจัดขยะหลังจากที่อุปกรณ์ต่างๆหมดอายุการใช้งาน นอกจากนี้ การใช้อุปกรณ์ทางการแพทย์จะต้องคำนึงถึงว่าสารเฟอร์โรอิเล็กตริกนี้ จะต้องเข้ากันได้และไม่ทำปฏิกิริยากับส่วนใดส่วนหนึ่งของร่างกายมนุษย์ (biocompatible) เนื่องจากปัญหาดังกล่าว จึงจำเป็นที่จะต้องหาสารเฟอร์โรอิเล็กตริกที่ไม่มีสารตะกั่วเป็นส่วนผสมและมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับสารที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน

ถึงแม้ว่าในขณะนี้ จะมีการค้นพบสารเฟอร์โรอิเล็กตริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นส่วนผสมอยู่เป็นจำนวนไม่น้อย ยกตัวอย่างเช่น $BaTiO_3$, $LiNbO_3$ และ $Bi_4Ti_3O_{12}$ เป็นต้น แต่จากการศึกษาวิจัยของกลุ่มวิจัยต่างๆพบว่า เมื่อเปรียบเทียบสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริกของสารเหล่านี้กับสารประกอบ PLZT แล้ว สารเหล่านี้ยังมีคุณสมบัติไม่ดีพอที่จะนำไปใช้งานได้ อย่างไรก็ตาม มีการพบว่าสารประกอบ บิสมัทไฮเดรียมพิทาเนต ($Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ หรือ BNT) มีคุณสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กตริก ที่อาจจะทำให้ดีขึ้นได้โดยการเติมสารชนิดอื่นที่เรียกว่า สารเจือ (dopant) ลงไปในแลตทิซ (Lattice) ของวัสดุเพื่อเปลี่ยนสมบัติของสารนี้

ในสิบกว่าปีที่ผ่านมา ได้มีการศึกษาผลของการเติม dopant ลงในสาร BNT เข้ามิก แต่ส่วนใหญ่จะเป็นการศึกษาแบบสุ่ม ซึ่งลักษณะของผลของการทดลองที่ได้จะมีลักษณะแตกต่างกันออกไปตามชนิดของสารที่เติม ซึ่งทำให้การวิเคราะห์ผลไม่มีความต่อเนื่อง นอกจากนี้

การรายงานผลจากแต่ละกลุ่มวิจัยยังไม่สมบูรณ์นัก ยกตัวอย่างเช่น ใน BNT-based เซรามิก บางตัวก็ไม่มี การนำเสนอค่าทางเพียโซอิเล็กตริก ที่จำเป็นต้องใช้ในการเปรียบเทียบสมบัติของ สารต่างๆ เพื่อที่จะสามารถคัดเลือก dopant ที่เหมาะสมและนำมาปรับปรุงให้ BNT เซรามิก มีสมบัติที่ดีขึ้น นอกจากนี้ การวิจัยในเรื่องชนิดของ dopant รวมไปถึงวิธีการสังเคราะห์สาร (materials synthesis) ลักษณะทางโครงสร้างทางจุลภาค (microstructures) และบทบาท ของสิ่งปนเปื้อน (impurities) ที่จะมีผลอย่างมากต่อสมบัติทางเพียโซและเพียโซอิเล็กตริกของ สารชนิดนี้ยังไม่เป็นที่แพร่หลายนัก ซึ่งข้อมูลเหล่านี้สามารถจะนำไปเป็นตัวบ่งชี้ถึงองค์ประกอบ ของ dopant ที่เหมาะสมที่สุด เพื่อที่จะทำให้ BNT-based เซรามิก สามารถเข้ามาแทน ที่สารเพียโซอิเล็กตริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบเช่น PLZT และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) หรือเลดแมกนีเซียมไนโอเบตเลดตีตาเนต (PMN-PT)

1.2 วัตถุประสงค์

การทำวิจัยนี้ จุดประสงค์หลักคือเพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผง BNT และ BNT ที่มีสารเจือ ที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยใช้วิธีการทำปฏิกิริยาระหว่างผงผสมของสารตั้งต้น จากนั้นจึงหาลักษณะ ทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของผงที่เตรียมได้ และในการทำเซรามิกจะหาตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการแน่นตัวของเซรามิก เช่น อุณหภูมิ เป็นต้น หลังจากนั้น จึงทำการวิเคราะห์โครงสร้าง จุลภาค องค์ประกอบทางเคมีและสมบัติทางไดอิเล็กตริก เพื่อศึกษาผลของสารเจือชนิดต่างๆที่มี ต่อสมบัติดังกล่าว

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

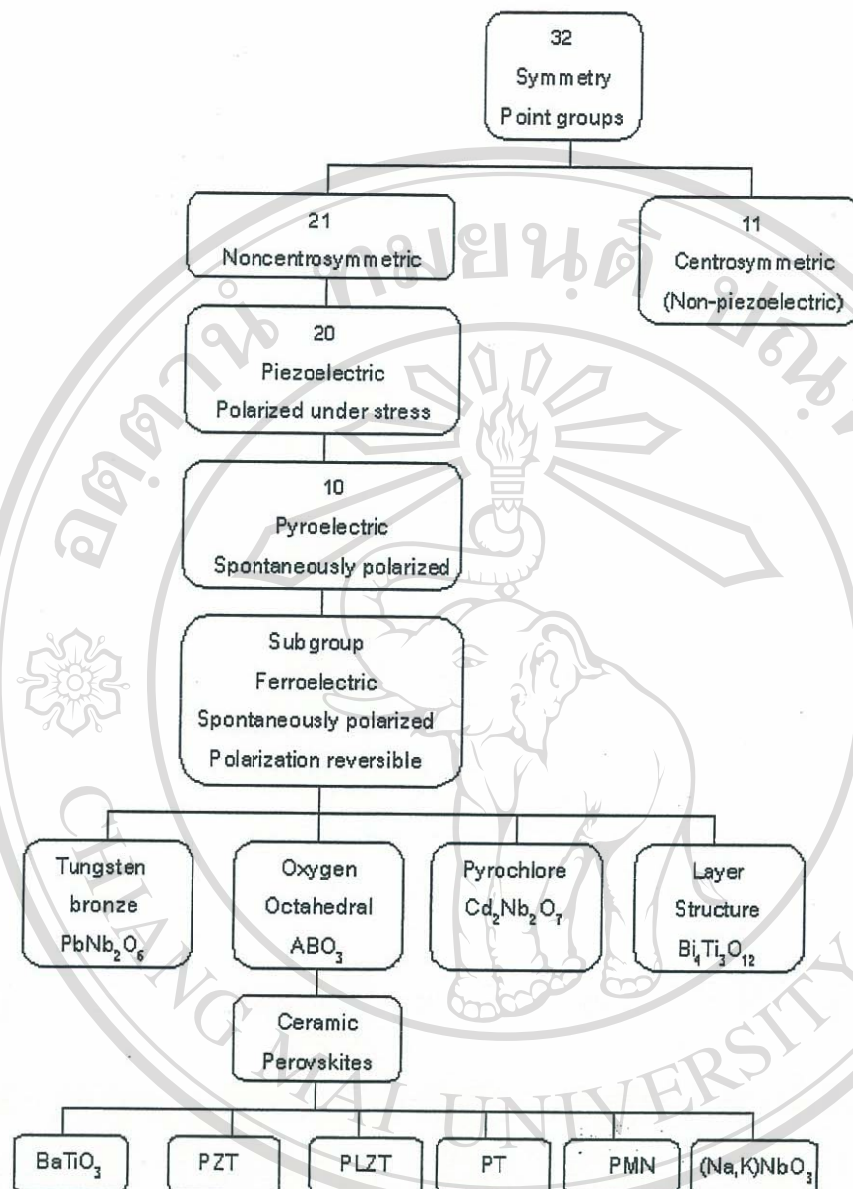
บทที่ 2

ทฤษฎีและวรรณกรรมปริทัศน์

2.1 สภาพเพียโซอิเล็กตริก สภาพไพโรอิเล็กตริกและสภาพเฟอร์โรอิเล็กตริก

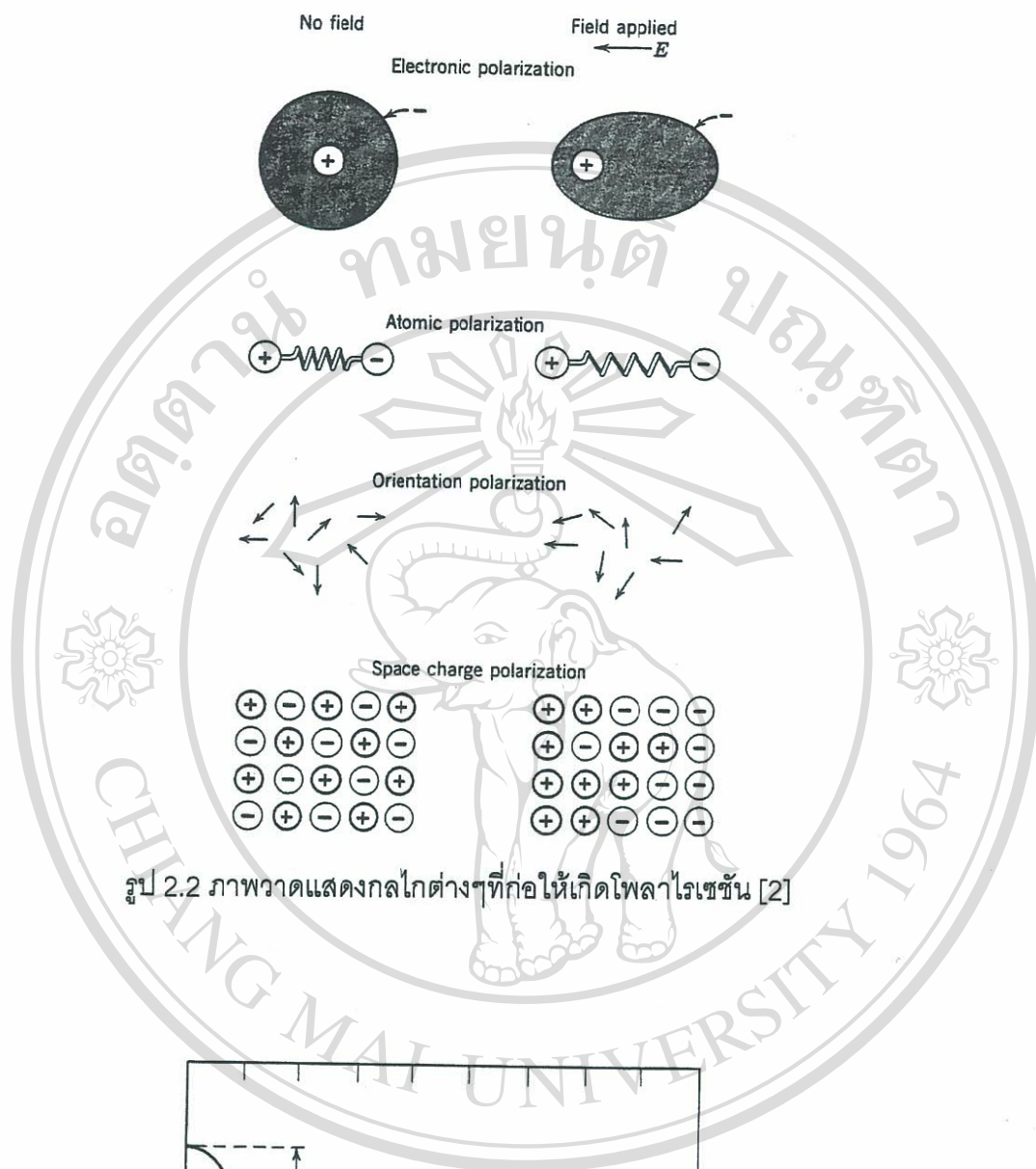
สภาพเพียโซอิเล็กตริก (Piezoelectricity) สภาพไพโรอิเล็กตริก (Pyroelectricity) และสภาพเฟอร์โรอิเล็กตริก (Ferroelectricity) จัดเป็นสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุจำพวกหนึ่งที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Noncentrosymmetric (ดูรูป 2.1) โดยวัสดุที่มีสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กตริกจะเป็นกลุ่มย่อยที่อยู่ภายใต้วัสดุที่สามารถแสดงความเป็นเพียโซอิเล็กตริกได้ อาจจะกล่าวได้อีกแง่หนึ่งว่า วัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกทุกตัวสามารถแสดงสมบัติเพียโซอิเล็กตริกได้ แต่วัสดุเพียโซอิเล็กตริกบางตัวอาจจะไม่มีสภาพเฟอร์โรอิเล็กตริก ดังนั้น จาก การพิจารณาในเรื่องของความสมมาตร (Symmetry) ในจำนวนกลุ่มจุด (Point group) ทั้งหมด 32 กลุ่มแล้ว จะมีอยู่ 20 กลุ่มที่มีสภาพเพียโซอิเล็กตริก และมีอยู่ 10 กลุ่มที่มีสภาพเป็นไพโรอิเล็กตริก ส่วนกลุ่มที่มีสภาพเฟอร์โรอิเล็กตริกจะอยู่ภายใต้กลุ่มไพโรอิเล็กตริกอีกทีหนึ่ง

จุดกำเนิดของสภาพทางไฟฟ้าทั้งสามชนิดมาจากการเกิดโพลาไรเซชัน (Polarization) ภายในวัสดุนั้น โดยสามารถเกิดขึ้นได้จากหลายสาเหตุดังแสดงไว้ในรูป 2.2 กลไกแรกคือ Electronic polarization ที่เกิดจากการเคลื่อนตำแหน่งของกลุ่มหมอกอิเล็กตรอนเทียบกับตำแหน่งของนิวเคลียสภายใต้สนามไฟฟ้า กลไกที่สองเป็นการเคลื่อนตำแหน่งของไอออนบวกและลบ จึงเรียกว่า Atomic หรือ Ionic polarization กลไกที่สามที่มักจะไม่ค่อยพบในเซรามิกคือ Orientation polarization โดยที่ขั้วไฟฟ้าถาวร (Permanent dipole moment) เกิดจากประจุบวกและลบที่ไม่สมดุลกันภายในโมเลกุลหรือไอออนซับซ้อน (Complex ion) และภายใต้สนามไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าถาวรเหล่านี้จะเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันกับทิศของสนามไฟฟ้า กลไกในการเกิดโพลาไรเซชันอย่างที่ดีเกิดจากประจุเคลื่อนที่ (Mobile charges) ที่มีอยู่ภายในตัววัสดุแต่เนื่องจากการเคลื่อนที่ของประจุดังกล่าวถูกขัดขวางจากรอยต่อ (Interfaces) ภายในวัสดุทำให้ไม่สามารถเคลื่อนที่ไปยังผิวและคายออกตรงอิเล็กโทรด (Electrodes) ได้ จึงถูกกักไว้ในตัววัสดุนั้น และเมื่อมีสนามไฟฟ้ามากจะทำให้ส่งผลให้วัสดุนั้นมีความจุไฟฟ้า (Capacitance) เพิ่มขึ้น เมื่อดูจากวงจรภายนอก สำหรับความสามารถในการเกิดโพลาไรเซชัน (Polarizability) ของแต่ละกลไกสามารถตรวจได้จากการให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับแก่วัสดุ โดยความสัมพันธ์ระหว่าง Polarizability และความถี่ของสนามไฟฟ้าจะมีลักษณะคล้ายกับดังในรูป 2.3

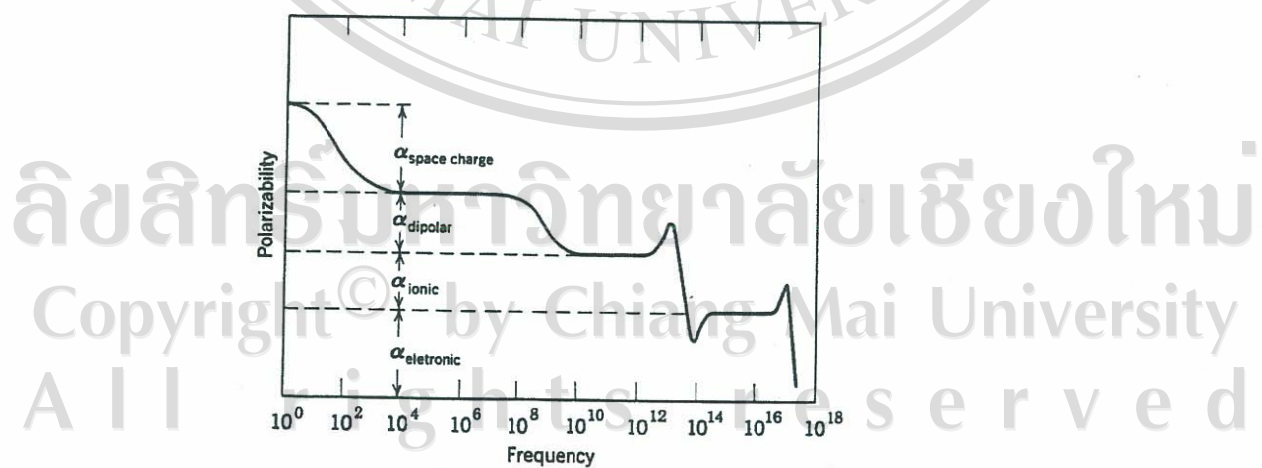


รูป 2.1 ตารางแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกลุ่มวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกหรือ Point group เป็นแบบ Noncentrosymmetry และกลุ่มย่อยที่สามารถแสดงความเป็นเพียโซอิเล็กตริก ไพโรอิเล็กตริกและเฟอโรอิเล็กตริก [1]

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 2.2 ภาพวาดแสดงกลไกต่างๆที่ก่อให้เกิดโพลาไรเซชัน [2]



รูป 2.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Polarizability และความถี่ของสนามไฟฟ้า [2]

จากการพิจารณาการเกิดโพลาไรเซชันและลักษณะสมมาตรของผลึก สภาพเพียโซอิเล็กตริกในวัสดุจึงเกิดจากการเลื่อนตำแหน่งของไอออนบวกและไอออนลบ เนื่องจากแรงกระทำภายนอก เช่น สนามไฟฟ้า (Electric field) หรือแรงกล (Mechanical force) เป็นต้น สำหรับสภาพเพียโซอิเล็กตริกเป็นปรากฏการณ์ที่ย้อนกลับได้ (Reversible process) นั่นคือ เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุเพียโซอิเล็กตริก วัสดุนั้นสามารถยืดหรือหดตัวได้ จะเรียกว่าเป็นผลกลับ (Converse effect) และเมื่อให้แรงแก่วัสดุนั้น จะเกิดการสะสมของประจุบวกและลบบนผิวของวัสดุ ทำให้วัสดุนั้นมีลักษณะคล้ายๆกับแบตเตอรี่ เรียกว่าเป็นผลโดยตรง (Direct effect) ของปรากฏการณ์นี้ ส่วนผิวด้านไหนของวัสดุจะมีประจุบวกหรือลบ ขึ้นอยู่กับว่าแรงเค้นที่ให้กับวัสดุเป็นแบบแรงเค้นดึง (Tensile stress) หรือแรงเค้นอัด (Compressive stress) สำหรับวัสดุเพียโซอิเล็กตริกที่ไม่ใช่เฟอร์โรอิเล็กตริก เมื่อไม่มีแรงกระทำต่อวัสดุ ค่าโพลาไรเซชันจะเป็นศูนย์

วัสดุจำพวกไพโรอิเล็กตริกและเฟอร์โรอิเล็กตริกนั้น จะเป็นวัสดุเพียโซอิเล็กตริกที่มี Spontaneous polarization เกิดขึ้นภายในวัสดุ นั่นคือ ขั้วไฟฟ้า (Electric dipoles) มีการจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันถึงแม้ว่าจะไม่มีสนามไฟฟ้ามากระทำก็ตาม ทั้งนี้เนื่องจากขั้วไฟฟ้าที่เกิดขึ้นภายในวัสดุสามารถส่งแรงที่มีขนาดสูงพอ ที่จะทำให้ขั้วไฟฟ้าที่อยู่ใกล้เคียงจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันได้ และในวัสดุเหล่านี้เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยน จะเกิดการเปลี่ยนแปลง ของ Spontaneous polarization และทำให้ค่าประจุบวกและลบที่เกิดขึ้นบนผิวของวัสดุเปลี่ยนไปด้วย ส่วนวัสดุที่เรียกว่าเฟอร์โรอิเล็กตริกนั้นจะจำกัดอยู่เฉพาะในกรณีที่ Spontaneous polarization ของวัสดุสามารถกลับทิศ (Reversed) โดยการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปได้ โดยที่สนามไฟฟ้านั้นจะต้องมีค่าไม่สูงไปกว่าค่า Dielectric breakdown ซึ่งเป็นค่าสนามไฟฟ้าสูงสุดก่อนที่วัสดุนั้นจะกลายเป็นตัวนำไฟฟ้า (Electrical conductor) สำหรับคำว่าไดอิเล็กตริก (Dielectrics) นั้นเป็นคำใช้เรียกวัดว้ทุกตัวที่ไม่นำไฟฟ้า (Non-conducting)

การใช้งานของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกในงานที่เกี่ยวข้องกับสภาพเพียโซอิเล็กตริกจะอาศัยขั้วไฟฟ้าที่เกิดขึ้นภายในตัววัสดุเป็นสำคัญ ในวัสดุที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single crystal) ที่มีเกรนเดียว และมีขั้วไฟฟ้าที่เรียงตัวในทิศเดียวกันทั้งหมดหรือที่เรียกว่า Single domain จะถือว่าวัสดุดังกล่าวให้ค่าทางเพียโซอิเล็กตริกและไดอิเล็กตริกที่ดีที่สุด แต่เนื่องจากการสร้างผลึกเดี่ยวต้องอาศัยเทคนิคในโลยีที่ค่อนข้างสูงและเวลาค่อนข้างนาน ในปัจจุบัน วัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกส่วนมากจึงมีลักษณะเป็นเซรามิก นั่นคือเกิดจากการอัดผงให้แน่นแล้วเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้ได้ความหนาแน่นใกล้เคียงกับผลึกเดี่ยวมากที่สุด แต่ผลลัพธ์ที่ได้จากการเผาคือวัสดุที่มีหลายเกรนและถึงแม้ว่าแต่ละเกรนจะมีขั้วไฟฟ้าทิศทางเดียวแต่ในเกรนอื่นจะมีขั้วไฟฟ้าที่หันขั้วไปในทิศทางต่างๆกัน ทำให้ไม่

สามารถใช้งานเซรามิกดังกล่าวได้ ดังนั้น ในปัจจุบันก่อนนำไปใช้งาน เซรามิกจึงต้องผ่านกระบวนการที่เรียกว่า Poling คือนำไปผ่านสนามไฟฟ้ากระแสตรงเพื่อเหนี่ยวนำให้ขั้วไฟฟ้าที่เรียงตัวกันในทิศทางต่างๆ ในหลายๆ เกรนนั้น ให้หันไปในทิศทางเดียวกัน ซึ่งความสมบูรณ์ของ Poling ขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกของวัสดุนั้น โดยมีค่าประมาณตั้งแต่ 83% ในเฟสเดตระโกนอล 86% ในเฟสรวมโบฮีตรอล จนถึง 91% ในเฟสออร์โธโรมบิก เมื่อเทียบกับความสมบูรณ์ของการ Poling ในผลึกเดี่ยว

2.2 ตัวเก็บประจุและสมบัติไดอิเล็กตริก

ในปัจจุบัน วัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกหลายชนิดได้ถูกนำมาใช้ทำเป็นตัวเก็บประจุ (Capacitors) ในวงจรอิเล็กทรอนิกส์ในการทำหน้าที่ต่างๆ เช่น การบล็อกสัญญาณ การรวมหรือแยกสัญญาณ การแยกกระแสตรงและกระแสสลับ การกรองและการเก็บพลังงานเพื่อใช้เป็นแบตเตอรี่ เป็นต้น ประสิทธิภาพของตัวเก็บประจุขึ้นอยู่กับค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance, C) ที่มีสมการคือ

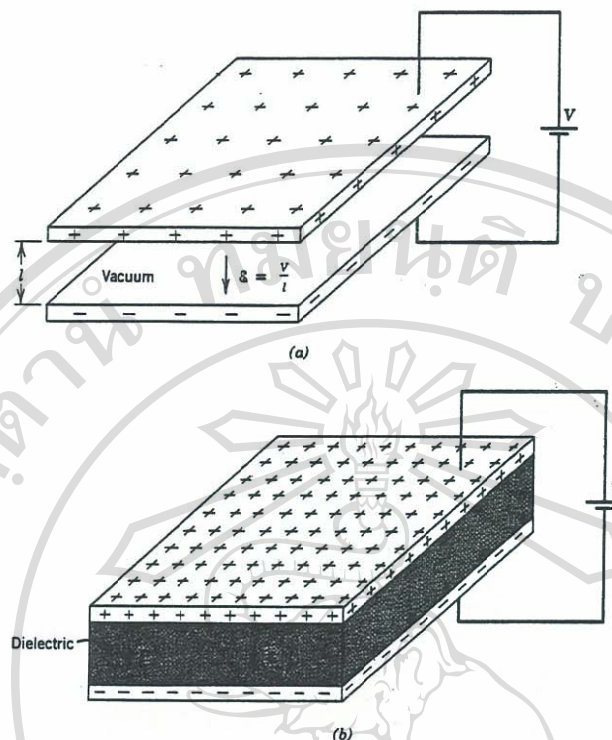
$$C = \frac{Q}{V} \quad (2-1)$$

โดย Q คือปริมาณประจุที่ถูกเก็บไว้และ V คือค่าความต่างศักย์ที่ให้แก่ตัวเก็บประจุ โดยหน่วยของค่าความจุไฟฟ้าคือ คูลอมบ์ต่อโวลต์ (Coulomb/Volt) หรือฟารัด (farad, F)

ในกรณีที่ตัวเก็บประจุเป็นแผ่นขนานที่มีพื้นที่หน้าตัด A และหนา l (ดูรูป 2.4) เมื่อวางแผ่นนี้ระหว่างอิเล็กโทรดและให้ความต่างศักย์ V แก่ตัวเก็บประจุ ค่าความจุไฟฟ้า จะมีค่าเท่ากับ

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{l} \quad (2-2)$$

โดย $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ คือค่าสภาพยอมของสุญญากาศ (Permittivity of a vacuum) ϵ_r คือสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity) หรือค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric constant) ของวัสดุ จะเห็นว่าถ้าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าสูงจะทำให้วัสดุมีความสามารถในการเก็บประจุสูงด้วย

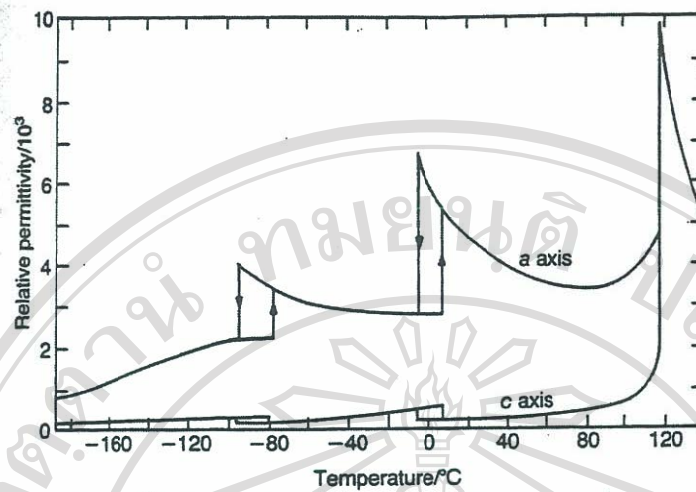


รูป 2.4 ภาพวาดแสดงตัวเก็บประจุแบบแผ่นขนาน (a) สุญญากาศอยู่ระหว่างอิเล็กโทรด (b) วัสดุไดอิเล็กตริกอยู่ระหว่างอิเล็กโทรด [3]

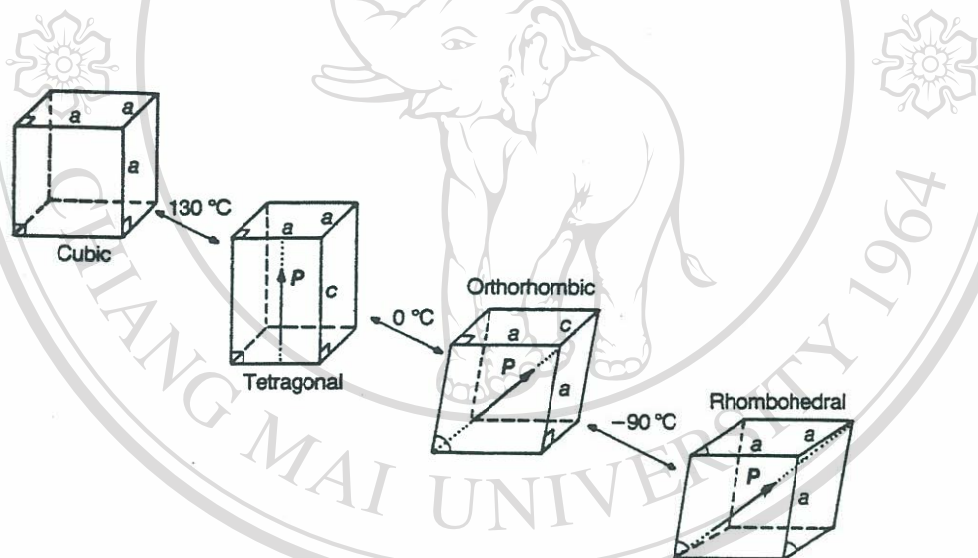
สำหรับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริก นอกจากค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะขึ้นกับความถี่ของสนามไฟฟ้าแล้ว (ดังในรูป 2.3) ยังขึ้นอยู่กับการดูดซับอีกด้วย ดังตัวอย่าง กราฟระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและอุณหภูมิของเซรามิกแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) ในรูป 2.5 แบเรียมไททาเนตถือว่าเป็นวัสดุตัวแรกๆ ที่ในปัจจุบันยังถูกนำมาใช้ทำเป็นตัวเก็บประจุอยู่ จะเห็นว่าลักษณะของกราฟจะมีพีค (Peaks) ที่แบ่งกราฟออกเป็นสี่ช่วง ซึ่งแต่ละช่วงจะเทียบได้กับการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของแบเรียมไททาเนต ดังแสดงในรูป 2.6

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 2.5 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของผลึกเดี่ยวแบเรียมไททาเนต [4]



รูป 2.6 การเปลี่ยนโครงสร้างผลึกในผลึกเดี่ยวแบเรียมไททาเนตที่ช่วงอุณหภูมิต่างๆ [4]

จากการวัดค่า Spontaneous polarization ของผลึกเดี่ยวแบเรียมไททาเนตยังพบอีกว่าที่อุณหภูมิ 120 °C แบเรียมไททาเนตจะมีค่า Spontaneous polarization เป็นศูนย์ ซึ่งเป็นอุณหภูมิเดียวกับที่โครงสร้าง เปลี่ยนจากเตตระโกนอล (Tetragonal) เป็นคิวบิก (Cubic) ดังนั้น ที่อุณหภูมินี้จึงเป็นจุดที่วัสดุนี้เปลี่ยนสภาพจากเฟอร์โรอิเล็กตริกเป็นพาราอิเล็กตริก (Paraelectric) และเรียกอุณหภูมินี้ว่า อุณหภูมิคูรี (Curie temperature, T_c) โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและช่วงอุณหภูมิที่ใกล้กับอุณหภูมิคูรีนี้ จะมีลักษณะโดยประมาณเป็นไปตามกฎของคูรี-ไวส์ (Curie-Weiss Law) ดังสมการ

$$\varepsilon_r = \frac{A}{T - \theta_c} \quad (2-3)$$

โดย A เป็นค่าคงที่สำหรับวัสดุชนิดหนึ่งๆ และ θ_c คืออุณหภูมิคูรี

ผลของความถี่ของสนามไฟฟ้าและอุณหภูมิที่มีต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริกนั้นไม่สามารถแยกออกจากกันได้อย่างชัดเจน สำหรับความถี่ที่ต่ำกว่า 10^{10} Hz จะไม่ส่งผลมากนักต่อ Electronic และ Ionic polarizations ที่ถือว่าเป็นกลไกหลักที่ส่งผลให้วัสดุมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกในเซรามิกมีค่าต่างกันไปตามปกติการวัดค่าไดอิเล็กตริกจะวัดอยู่ในช่วงความถี่ระหว่าง 1 kHz ถึง 1 MHz ในกรณีเดียวกัน การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิก็ไม่มีผลต่อค่าของโพลาริเซชันทั้งสองชนิดนี้มากนัก อย่างไรก็ตาม ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ไอออนและจุดบกพร่อง (Imperfections) สามารถเคลื่อนที่ได้ดีขึ้น และสภาพนำไฟฟ้ากระแสตรง (DC Conductivity) มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ผลรวมจากความสัมพันธ์เหล่านี้ ทำให้ค่าไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่ำมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าเป็นผลของ Ion jump orientation และ Space charge polarizations ที่เกิดจากปริมาณของพาหะประจุ (Charged carriers) ที่เพิ่มขึ้น และเพื่อป้องกันผลของ Electrode polarization ที่ก่อให้เกิดการเพิ่มค่าของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกอย่างผิดปกติ การวัดค่าดังกล่าวจึงต้องกระทำภายใต้ความถี่ที่สูงกว่า 1 kHz ดังที่ได้กล่าวไปแล้ว

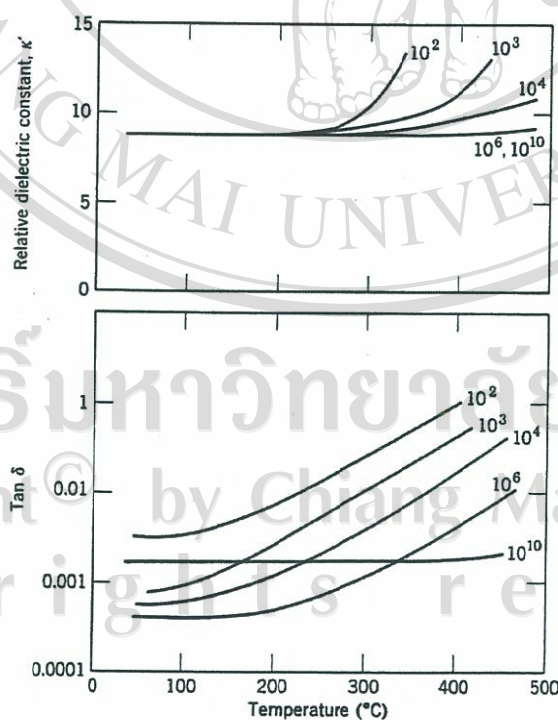
นอกจากค่าคงที่ไดอิเล็กตริกแล้ว สิ่งที่ต้องคำนึงถึงคือพลังงานที่สูญเสียในขณะที่ให้ความต่างศักย์ (หรือสนามไฟฟ้า) แก่วัสดุ ซึ่งค่าที่จะนำมาใช้เปรียบเทียบเรียกว่า Dielectric loss factor หรือค่าสูญเสียไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) ถึงแม้ว่าค่า Loss factor ในเซรามิกจะมีค่าต่ำกว่าในวัสดุอื่น เช่น พลาสติก ก็ตาม แต่ในการนำเซรามิกนั้นไปใช้งานจริง ก็ต้องคำนึงถึงค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกนี้ด้วย สำหรับสมการที่เกี่ยวข้องกับค่า Loss factor นี้ สามารถเขียนให้อยู่ในรูปของสภาพนำไฟฟ้า (σ) ของวัสดุ และความถี่ (f) นั่นคือ

$$\tan \delta = \frac{\sigma}{2\pi f \varepsilon_r \varepsilon_0} \quad (2-4)$$

ค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกที่วัดได้จากการทดลองส่วนมากจะมีค่าสูงกว่าที่คำนวณจากสมการ (2-4) อย่างไรก็ตาม ก็สามารถชี้ให้เห็นแนวโน้มได้ว่าค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกจะมีค่าสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและที่ความถี่ต่ำ

สาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกเกิดจากสามกระบวนการหลักคือ (1) การสูญเสียเนื่องจากการเคลื่อนที่ของไอออน (Ion migration losses) ซึ่งส่งผลให้เกิด DC conductivity losses และ Ion jump and dipole relaxation losses (2) Ion vibration และ deformation losses (3) Electron polarization losses ในบรรดาสาเหตุทั้งสามนี้ Electron polarization losses ส่งผลให้เกิดการดูดซับ (Absorption) และการเกิดสเปกตรัม (Spectrum) ที่ตามองเห็น Ion vibration และ deformation losses มีผลกระทบที่สำคัญเฉพาะความถี่ในช่วงอินฟราเรด (Infrared) แต่ไม่มีผลมากนักในกรณีที่ความถี่ต่ำกว่า 10^{10} Hz ดังนั้นในการคำนึงถึงการใช้วัสดุเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กตริก Ion migration losses จึงเป็นสาเหตุหลักและจะมีค่าสูงที่อุณหภูมิสูงและความถี่ต่ำ การศึกษาเพื่อหาวัสดุที่เหมาะสมในการทำงาน จึงต้องหาวัสดุที่ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงในขณะที่ความถี่ต่ำต้องให้ค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกต่ำด้วย

ลักษณะของกราฟตัวอย่างที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ค่าสูญเสียไดอิเล็กตริก ความถี่และอุณหภูมิ ถูกแสดงในรูป 2.7 จะเห็นได้ว่าสำหรับวัสดุไดอิเล็กตริกทั่วไป ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกจะมีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและความถี่ลดลง อาจกล่าวได้ว่าขนาดของค่าไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกมักจะแปรผันไปในทิศทางเดียวกัน



รูป 2.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ค่าสูญเสียไดอิเล็กตริก ความถี่และอุณหภูมิของเซรามิกอะลูมินา [2]

สำหรับในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริก ดังที่ได้ยกตัวอย่างของ BaTiO_3 และอธิบายแล้วว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะสูงขึ้นตามอุณหภูมิจนถึงจุดเปลี่ยนโครงสร้างผลึก จึงเกิดเป็นฟิเคชั่น และตรงจุดนี้จะมีค่าไดอิเล็กตริกสูงเป็นพิเศษโดยเฉพาะตรงตำแหน่งที่เป็นอุณหภูมิคูรี นอกจากนี้ วัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกยังมีคุณสมบัติต่อไปนี้ที่ทำให้สามารถนำไปใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ได้คือ

(ก) มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่าคืออยู่ในช่วง 200-10,000 เมื่อเทียบกับวัสดุไดอิเล็กตริกทั่วไปที่มีค่าอยู่ในช่วง 5-100

(ข) มีค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกค่อนข้างต่ำ (0.1-7%)

(ค) มีสภาพต้านทานไฟฟ้าสูง ($> 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$)

(ง) มีค่า Dielectric breakdown สูงพอสมควร (100-120 kV/cm สำหรับ bulk และ 500-800 kV/cm สำหรับ thin film)

(จ) พฤติกรรมทางไฟฟ้า (Electrical) ไฟฟ้าเชิงกล (Electromechanical) และไฟฟ้าเชิงแสง (Electrooptic) ไม่เป็นเชิงเส้นตรง (Non-linear)

เนื่องจากไม่มีวัสดุใดที่สามารถมีคุณสมบัติครบทุกข้อ จึงต้องมีการศึกษาและพัฒนาสมบัติ ของวัสดุชนิดต่างๆ ให้เหมาะกับการนำไปใช้งานให้ได้ดีที่สุด

2.3 สมบัติเชิงกลของวัสดุ

สมบัติเชิงกล (Mechanical properties) ของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกมีความสำคัญต่อการนำไปใช้งานจริง เนื่องจากวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกเกือบทั้งหมดที่ใช้งานอยู่ในปัจจุบันเป็นสารประกอบจำพวกออกไซด์ ซึ่งเรามาึกของสารประกอบเหล่านี้มีความแข็งแรงแต่อาจจะเปราะ ซึ่งเป็นลักษณะปกติของสารประกอบที่มีพันธะเป็นแบบไอออนิก (Ionic bonds) ดังนั้น เมื่อวัสดุได้รับแรงเค้นเพื่อผลิตกระแสไฟฟ้า หรือในทางกลับกันต้องการให้วัสดุมีการยืดหรือหดตัวเมื่อได้รับกระแสไฟฟ้า จึงมีความจำเป็นที่จะต้องศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุเหล่านี้ด้วย ตัวอย่างเช่น ความแข็ง (Hardness) ความแข็งแรง (Strength) สภาพยืดหยุ่น (Elasticity) ความทนทานต่อการแตกหัก (Fracture toughness) เป็นต้น

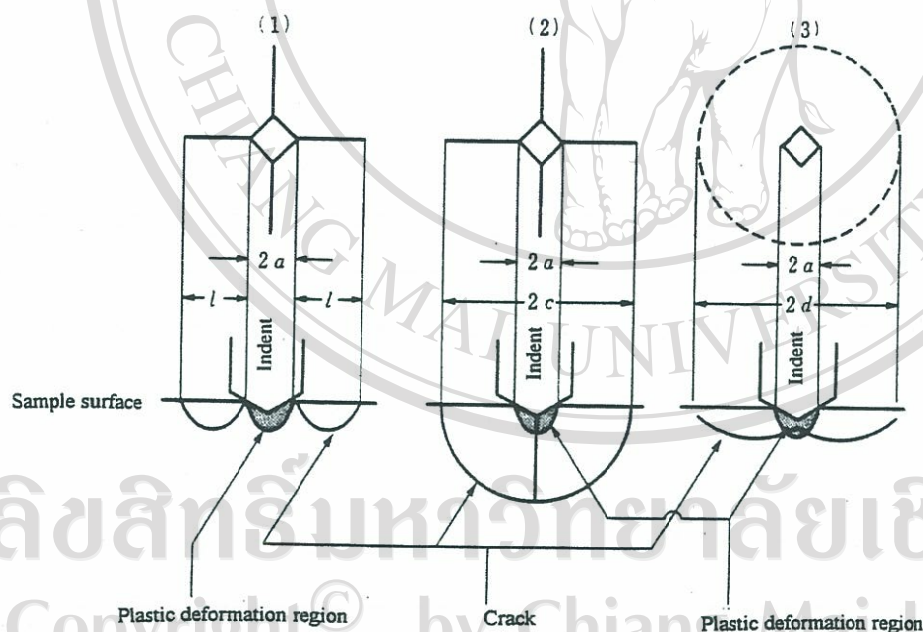
การแตกหักของวัสดุจะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่อความเค้นที่วัสดุได้รับสูงกว่าความเค้นวิกฤต (Critical stress, σ_c) ความทนทานต่อการแตกหักของวัสดุหาได้จากสมการ

$$K_{IC} = Y\sigma_c\sqrt{\pi a} \quad (2-5)$$

โดย Y คือพารามิเตอร์ที่ไม่มีหน่วยและขึ้นอยู่กับชิ้นงานและลักษณะของรอยแตกในชิ้นงาน a คือขนาดของรอยแตก ค่าความทนทานต่อการแตกหักนี้เป็นสมบัติของวัสดุที่ขึ้นกับอุณหภูมิ อัตราการเกิดความเครียด (Strain rate) และโครงสร้างจุลภาค (Microstructure)

สำหรับวิธีการวัดความทนทานต่อการแตกหักมีอยู่หลายวิธีเช่น Indentation Microfracture (IM) Controlled Surface Flaw (CSF) Chevron Notch (CM) และ Single Edge Notched Beam (SENB) [5] แต่จะได้กล่าวถึงวิธีแรก เนื่องจากเป็นวิธีที่ค่อนข้างง่ายและการเตรียมชิ้นงานไม่ยุ่งยาก นอกจากนี้ ผลที่ได้จากการวัดยังสามารถนำไปประมาณหาปัจจัยอื่นๆที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเชิงกลอีกด้วย

เครื่องมือที่ใช้ในการทำ IM เรียกว่า Vickers microhardness tester ซึ่งจะประกอบไปด้วยหัวกดที่ทำจากเพชรมีรูปทรงปิระมิด เมื่อกดหัวกดลงไปในผิวของชิ้นงานจะเห็นรอยกดและอาจจะเห็นรอยแตกด้วย (ขึ้นอยู่กับแรงที่ใช้กด) ดังแสดงในรูป 2.8 ค่าความทนทานต่อการแตกหัก (K_{IC}) จึงสามารถคำนวณได้จากขนาดของรอยกดและความยาวของรอยแตก



รูป 2.8 ภาพวาดแสดงการเกิดรอยแตกแบบต่างๆ (1) Palmqvist crack (2) Median crack และ (3) Lateral crack [5]

วิธี IM สามารถนำไปใช้กับรอยแตกแบบ Palmqvist หรือแบบ Median ทั้งนี้ เนื่องจากว่าต้องอาศัยการวัดความยาวของรอยแตก (Crack length) จากทฤษฎีของกลศาสตร์การแตกหัก

(Fracture mechanics) Evans et al. [6] ได้เสนอสมการที่จะนำมาใช้ในการคำนวณหาค่าความทนทานต่อการแตกหักในกรณีของ Median crack คือ

$$\text{Median crack} \quad \left(\frac{K_{IC} \phi}{HV a^{1/2}} \right) \left(\frac{E \phi}{HV} \right)^{2/5} = 0.055 \log \left(8.4 \frac{a}{c} \right) \quad (2-6)$$

โดย ϕ คือ Restriction constant HV คือความแข็งแบบ Vickers E คือ Young's modulus a และ c คือ ครึ่งหนึ่งของความยาวของรอยกุดและความยาวของรอยแตกตามลำดับ

Niihara [7] ได้ปรับสมการ (2-6) โดยแยกตามชนิดของรอยแตกคือ

$$\text{Palmqvist crack} \quad \left(\frac{K_{IC}}{HV a^{1/2}} \right) \left(\frac{HV}{E} \right)^{2/5} = 0.018 \left(\frac{l}{a} \right)^{-1/2} \quad (2-7)$$

$$\text{Median crack} \quad \left(\frac{K_{IC}}{HV a^{1/2}} \right) = 0.203 \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} \quad (2-8)$$

นอกจากสมการที่ใช้หาค่าความทนทานต่อการแตกหักที่ได้จากทฤษฎีแล้ว ยังมีสมการที่พบว่ามีความสอดคล้องกับผลการทดลองของการหาความแข็งของวัสดุโดยใช้วิธี Vickers นั่นคือ

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{HV} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{l^{3/2}} \right) \quad (2-9)$$

โดย P คือแรงที่ใช้ในการกด

จากสมการการหา K_{IC} จะพบว่าตัวแปรที่จำเป็นต้องใช้คือค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) ซึ่งในทางทฤษฎีสามารถหาได้จากอัตราส่วนระหว่างความเค้น (Stress) และความเครียด (Strain)

$$E = \frac{\text{stress}}{\text{strain}} \quad (2-10)$$

แต่ในกรณีที่ไม่สามารถหาค่ามอดูลัสของยังโดยตรงได้ ก็สามารถคำนวณได้จากผลของการวัดความแข็งของวัสดุแบบนूप (Knoops hardness test) โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสของยังและความแข็งแบบนूपคือ

$$E = \frac{\alpha HK}{\left(\frac{b}{a} - \frac{b'}{a'}\right)} \quad (2-11)$$

โดย HK คือค่าความแข็งแบบนूप b/a อัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของหัวกัดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของหัวกัดด้านยาว หัวกัดนूप $b/a = 1/7.11$ b'/a' คืออัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของรอยกุดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของรอยกุดด้านยาว ส่วน α เป็นค่าคงที่ จากการทดลองของ Marshall และคณะ [8] พบว่ามีค่าประมาณ 0.45

2.4 ผลของสารเจือที่มีต่อสมบัติของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริก

ข้อได้เปรียบที่สำคัญข้อหนึ่งของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริก ที่ต่างจากวัสดุไดอิเล็กตริกทั่วไปคือ การที่สามารถเปลี่ยนสมบัติของวัสดุเหล่านี้ได้โดยการเปลี่ยนองค์ประกอบทางเคมี (Chemical composition) และโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของเซรามิก ซึ่งจากการทดลองพบว่าผลโดยทั่วไปที่อาจเกิดขึ้นเมื่อมีการเติมแคโทไอออนลงในเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กตริกคือ (ก) การเลื่อนตำแหน่งของอุณหภูมิคูรีและอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงเฟส (Transition temperature) (ข) การจำกัดการเคลื่อนที่ของ Domain wall (ค) การเกิดขึ้นของเฟสที่สองและการทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอขององค์ประกอบเคมี (ง) การควบคุมขนาดของผลึก และ (จ) การควบคุมปริมาณของออกซิเจนและค่าเวเลนซ์ของไอออนของไททาเนียม ผลที่เกิดขึ้นมีความสำคัญต่อการนำวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกไปใช้งานดังรายละเอียดต่อไปนี้ [4]

2.4.1 การเปลี่ยนจุดคูรี (Curie point) ทำให้สามารถเลื่อนจุดสูงสุดของค่าไดอิเล็กตริกไปยังอุณหภูมิที่จะนำวัสดุนั้นไปใช้งานได้ ตัวอย่างเช่น การเติม Sr^{2+} เข้าไปแทน Ba^{2+} ใน BaTiO_3 พบว่าสามารถทำให้ค่าของ T_c ต่ำลง ในขณะที่การเติม Pb^{2+} จะทำให้ T_c สูงขึ้น

2.4.2 ไอออนของธาตุทรานสิชัน เช่น Fe^{3+} Ni^{2+} Co^{3+} ที่สามารถเข้าไปแทนที่ Ti^{4+} สามารถลดการเคลื่อนที่ของ Domain wall และสามารถลดค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกได้

2.4.3 การเติม CaZrO_3 ลงใน BaTiO_3 ทำให้เกิดเป็นวัสดุที่มีองค์ประกอบทางเคมีไม่สม่ำเสมอและทำให้พิคในกราฟของค่าไดอิเล็กตริกและอุณหภูมิขยายกว้างขึ้น ถึงแม้ว่าจะมีค่าต่ำกว่า

ในกรณีที่ที่คิดแคบก็ตาม แต่จะทำให้การใช้งานของวัสดุในที่มีหลายช่วงอุณหภูมิมีความเสถียรมากขึ้น

2.4.4 การเติมแคทไอออนที่มีค่าเวเลนซ์สูงกว่าไอออนที่เข้าไปแทนที่ เมื่อปริมาณของแคทไอออนดังกล่าวสูงกว่าประมาณ 0.5% ตัวอย่างเช่น การเติม La^{3+} เพื่อแทนที่ Ba^{2+} หรือ Nb^{5+} เพื่อแทนที่ Ti^{4+} ตามปกติจะลดการเติบโตของผลึก ผลที่ตามมาคือการที่ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่ำกว่า T_c มีค่าเพิ่มขึ้น ขนาดของผลึกหรือเกรนในเซรามิกยังสามารถถูกควบคุมโดยสถานะที่ใช้ในการเผาซินเตอร์

2.4.5 การเติมแคทไอออนที่มีค่าเวเลนซ์สูงกว่าที่ปริมาณน้อยๆ ($< 0.2\%$) ใน BaTiO_3 พบว่าทำให้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำลง อย่างไรก็ตาม ในกรณีที่ใช้แคทไอออนที่มีเวเลนซ์ต่ำกว่า เช่น การใช้ Mn^{3+} แทน Ti^{4+} พบว่า ไอออนจะทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอน (Acceptors) จะทำให้ค่า สภาพต้านทานไฟฟ้าสูงและทำให้สามารถเผาซินเตอร์เซรามิกในบรรยากาศที่มีออกซิเจนต่ำได้

ถึงแม้ว่า ข้อมูลดังที่กล่าวมา จะมีประโยชน์ต่อการเลือกนำสารเจือมาใช้ แต่ผลที่ควรจะได้ จำเป็นจะต้องมีการศึกษาไปพร้อมๆ กับการพัฒนาทฤษฎี เพื่อให้สามารถนำไปสู่การพัฒนาวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริกอย่างแท้จริงได้ นอกจากนี้ การที่สามารถเลือกใช้วัสดุที่ไม่ทำให้เกิดมลพิษไม่ว่าจะทางตรงหรือทางอ้อม ย่อมเป็นประโยชน์ต่อการดำรงอยู่ของมนุษย์เช่นกัน

2.5 วัสดุบิสมาทโซเดียมดีตาเนต

สารเซรามิกบิสมาทโซเดียมดีตาเนต ($\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ หรือ BNT จัดเป็นสารเฟอร์โรอิเล็กตริกที่มีคุณสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริกที่ดีที่สุดตัวหนึ่งในหมู่สารประกอบที่ไม่มีตะกั่ว จากการวิเคราะห์เซลล์หน่วย (unit cell) ของสารนี้ ณ อุณหภูมิห้อง ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) พบว่ามีแลตทิซเป็น Rhombohedral โดยมีค่าคงที่ของแลตทิซ (lattice constant) เท่ากับ $3.891 \text{ \AA}$ และมุมระหว่างแกนทั้งสามมีค่าเท่ากับ $89^\circ 36'$ [9] และเนื่องจากสารชนิดนี้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ Perovskite ซึ่งเป็นโครงสร้างเดียวกับสารเพียโซอิเล็กตริกที่สำคัญอีกหลายชนิด เช่น BaTiO_3 , PMN ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$) และ PZT ($\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$) เป็นต้น จึงทำให้ BNT เป็นสารที่มีสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กตริกที่ดีมาก โดยจากการทดลองพบว่าสารชนิดนี้มีอุณหภูมิคูรี (T_c) ที่ 320°C ซึ่ง เป็นอุณหภูมิที่สูงพอที่จะสามารถ ใช้สารนี้ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิต่ำกว่า T_c ได้ นอกจากนี้ ค่า Remanent Polarization (P_r) ของสารนี้มีค่าเท่ากับ 38

mC/cm² และ Coercive Field (E_c) เท่ากับ 73 kV/cm [10-13] แต่เนื่องจากค่า Coercive Field ที่ค่อนข้างสูง จึงทำให้การศึกษาสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริกของสารนี้มีไม่มากนัก

สมบัติอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจของ BNT คือการเปลี่ยนเฟสในช่วงของอุณหภูมิที่ค่อนข้างกว้าง (Diffuse Phase Transition) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวของสาร Relaxor Ferroelectrics [5] ซึ่งสารจำพวกนี้เริ่มจะมีบทบาทมากขึ้นในแง่ของการนำมาประยุกต์ใช้งานอย่างเช่น ใช้เป็นตัวเก็บประจุที่มี ค่า dielectric constant (ϵ_r) สูงถึง 24,000 ในสาร PMN-PT (90/10) เมื่อเปรียบเทียบกับสารเพียโซอิเล็กตริกทั่วไปเช่น PZT ที่มีค่า ϵ_r อยู่ที่ประมาณ 1,300 [1] และสำหรับสมบัติทางด้านความเครียดที่ถูกเหนี่ยวนำขึ้นโดยการให้สนามไฟฟ้าต่อสารนั้น (Electrostriction) ก็พบว่าสาร Relaxor Ferroelectrics ก็มีคุณสมบัติเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในอุปกรณ์จำพวก Transducers, Electrostrictive Actuators และ Micro-Positioning System เนื่องจากความเครียดแปรผันโดยตรงกับสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไป และไม่พบว่ามี Hysteresis loop ซึ่งถ้าหากสมบัตินี้เกิดขึ้นในเซรามิก BNT ก็ย่อมจะบรรลุซึ่งวัตถุประสงค์ของการนำ BNT มาใช้ทำอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์แทนสารเพียโซอิเล็กตริกที่ประกอบด้วยตะกั่ว อย่างไรก็ตาม ปัญหาหนึ่งที่ยังมีอยู่ในการศึกษาคุณสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริกของ BNT คือการหาความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างผลึกกับการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริก ซึ่ง Pronin et al. [14] และกลุ่มนักวิจัยบางกลุ่ม [15, 16] พบว่าอุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างผลึกของ BNT ไม่ตรงกับอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนค่า dielectric constant ซึ่งจากผลการทดลองนี้ทำให้เกิดข้อสงสัยเกี่ยวกับเฟส (phase) ที่เกิดขึ้นในสารชนิดนี้เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นหรือลดลง และ Pronin et al. [14] ยังพบว่าอุณหภูมิแรกที่มีการเปลี่ยนค่า dielectric constant คือประมาณ 220°C แต่จากผลการทดลองของ Sakata et al. [17] พบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 320°C และ 520°C ค่า dielectric constant ก็มีการเปลี่ยนแปลงเหมือนกัน จากข้อมูลดังกล่าว นักวิจัยส่วนมากจะยอมรับว่าในสารเซรามิก BNT มีการเปลี่ยนสมบัติทางไดอิเล็กตริกอยู่ 4 แบบจากอุณหภูมิต่ำไปสูงดังนี้ จากเฟอร์โรอิเล็กตริก -> แอนไทเฟอร์โรอิเล็กตริก (Antiferroelectric) -> พาราอิเล็กตริก (Paraelectric) -> พาราอิเล็กตริก (Paraelectric) ซึ่งจะมีการเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจาก Rhombohedral -> Rhombohedral หรือ Tetragonal -> Tetragonal -> Cubic ถึงกระนั้นก็ตาม การเกิดสมบัติแอนไทเฟอร์โรอิเล็กตริกของสารนี้ยังเป็นข้อถกเถียงกันอยู่ [18] เนื่องจากยังมีข้อขัดแย้งระหว่างข้อมูลที่ได้จากการศึกษาค่าโพลาไรเซชัน (polarization) [17] และสมบัติทางโครงสร้างผลึก [15] ของสาร BNT ดังนั้น การศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคโดยละเอียดของสารนี้ จึงเป็นสิ่งจำเป็นต่อการทำความเข้าใจและการหาความสัมพันธ์ที่แน่นอน

ระหว่างลักษณะ ทางโครงสร้างผลึกและคุณสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริกของสารนี้ ปัญหาอีกอย่างหนึ่งซึ่งเป็นหัวใจสำคัญในการเริ่มทำโครงการวิจัยนี้ คือการศึกษาการเปลี่ยนค่าทางเพียโซหรือเฟโรอิเล็กตริกของสาร BNT เมื่อมีการเติม dopants ซึ่งการเติมสารดังกล่าว สามารถทำได้สองวิธีคือ ในแง่มหภาค (Macroscopic) และในแง่จุลภาค (Microscopic) ในแง่มหภาคนั้นจะเป็นการเติมสารลงไปเพื่อสร้างคอมโพสิต (Composites) ซึ่งในกรณีนี้ สมบัติทางเพียโซอิเล็กตริกที่ได้นั้น จะเป็นสมบัติเฉลี่ยจากเฟสที่ประกอบกันเป็นคอมโพสิตนั้น ซึ่งข้อด้อยของแต่ละเฟสจะถูกทดแทนโดยข้อดีของอีกเฟสหนึ่ง ส่วนการเปลี่ยนแปลงสมบัติในทางจุลภาคนั้น จะเป็นงานหลักของโครงการวิจัยนี้ ซึ่งการศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเพียโซอิเล็กตริก ไดอิเล็กตริก เฟโรอิเล็กตริกและแอนไทเฟโรอิเล็กตริกของ BNT-Based เซรามิก จะเกิดจากการเติม dopant เข้าไปในสาร BNT โดยที่ dopant ดังกล่าวจะเข้าไปรวมเป็นเนื้อเดียวกันกับสารแม่ (Matrix) ส่วนปริมาณของ dopant ที่จะใช้เติมเข้าไบนั้น ขึ้นอยู่กับขนาดของไอออนและค่าเวเลนซี (Valency) ของสารชนิดนั้นๆ สำหรับปัจจัยแรก ถ้าขนาดของไอออนของ dopant และขนาดของไอออนใน Matrix มีค่าต่างกันน้อยกว่า 15% ก็จะมีโอกาสสร้างสารละลาย ของแข็งแบบแทนที่ (Substitutional Solid Solution) ได้ง่าย แต่ถ้าหากต่างกันมากกว่า 15% ปริมาณ dopant ที่เติมเข้าไปได้จะถูกจำกัดให้เหลือน้อยกว่า 1% [2] (ถ้าปริมาณสารเติมมากกว่านี้ จะก่อให้เกิดเฟสอื่นขึ้นแทนที่จะเป็นเฟสเดียวเท่านั้น) ส่วนปัจจัยที่สอง หากไอออนที่เติมเข้าไปมีเวเลนซีต่างจากไอออนใน Matrix การแทนที่ของไอออนจะมีข้อจำกัด เนื่องจากจะต้องมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของ defects ขึ้นเพื่อรักษาความเป็นกลางของค่าทางไฟฟ้า (Electrical Neutrality) จากการศึกษาการสร้าง Solid Solutions ของเซรามิก BNT-based ได้มีผู้ทำการทดลองผสมสารในหลายๆระบบ เช่น BNT-BaTiO₃ [19], BNT-PbTiO₃ [18, 20], BNT-1/2(Bi₂O₃-Sc₂O₃) [21], BNT-(Bi_{0.5}K_{0.5})TiO₃ [22], BNT-KNbO₃ [23] และ BNT-PbZrO₃ [24] เป็นต้น ซึ่งจะสังเกตได้ว่า การแทนที่ของไอออนส่วนใหญ่จะแทนที่ใน A-site สำหรับโครงสร้าง Perovskite (ABO₃) ส่วนในกรณีของ BNT โครงสร้างหรือสูตรทางเคมีอาจจะเขียนได้เป็น (A_{0.5}A'_{0.5})BO₃ ส่วนไอออนที่เติมเข้าไปใน BNT จะไปอยู่ที่ตำแหน่งใดนั้นก็ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลักสองชนิดที่ได้กล่าวมาข้างต้น

ในกรณีของการแทนที่ (Bi_{0.5}Na_{0.5}) โดยไอออน Ba²⁺ นั้น Takenaka et al. [19] พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ สาร BNT บริสุทธิ์แล้ว ค่าคงที่ทางไดอิเล็กตริก จะเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงสุดเมื่อเติม Ba²⁺ จำนวน 6mol% เข้าไปในระบบ ส่วนค่า Electromechanical coupling factor (k_p) จะลดลง สำหรับค่า loss tangent (tan δ) ณ อุณหภูมิห้องนั้น จะมีค่าค่อนข้างต่ำ (1.5%)

สำหรับอุณหภูมิคูรี (T_c) นั้นจะลดลงและค่าคงที่เพียโซอิเล็กตริก (d_{33}) นั้นมีค่าสูงขึ้น (125×10^{-12} C/N) เช่นเดียวกับค่าความแข็งแรงเชิงกล (Mechanical Strength) เมื่อศึกษาผลลัพท์โดยรวมแล้ว กลุ่มวิจัยดังกล่าวได้สรุปว่า สาร BNT Solid Solutions ที่เตรียมได้มีคุณสมบัติเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในอุปกรณ์อัลตราโซนิกความถี่สูง (High-Frequency Ultrasonic Devices) หรือตัวขับเคลื่อนเพียโซอิเล็กตริก (Piezoelectric Actuators) แต่สิ่งที่กลุ่มวิจัยยังไม่สามารถที่จะให้คำตอบที่แน่นอนได้คือสาเหตุที่ทำให้สมบัติเชิงกลของสารนี้ดีขึ้นดังนั้นก็จะต้องมีการศึกษาต่อไป

สำหรับผลของการทดลองของกลุ่มวิจัยอื่นๆ หากจะสรุปและเปรียบเทียบให้เห็นภาพโดยรวมนั้นจะทำได้ค่อนข้างลำบากเนื่องจากว่า แต่ละกลุ่มงานวิจัยได้อธิบายถึงสมบัติของระบบที่กลุ่มนั้นๆ สนใจโดยไม่ได้รวมถึงข้อมูลที่เป็นและสำคัญในการเปรียบเทียบสาร ซึ่งข้อมูลเหล่านี้รวมไปถึงค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) ค่า Electromechanical coupling factor (k_p) ค่า dielectric loss ($\tan \delta$) ค่าคงที่เพียโซอิเล็กตริก (piezoelectric constant, d_{33}) และค่าความแข็งแรงเชิงกล (Mechanical Strength) โดยสมบัติเหล่านี้มีความสำคัญและควรถูกศึกษาอย่างจริงจังก่อนที่จะสามารถบอกได้ว่าสารชนิดใดเหมาะสมกับการใช้เพื่อเปลี่ยนคุณสมบัติทางเพียโซ-และเพียโรอิเล็กตริกของ BNT-based เซรามิก ก่อนที่จะสามารถนำสารดังกล่าวไปใช้ทดแทนสารเพียโรอิเล็กตริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

ส่วนหนึ่งของการดำเนินงานวิจัยในโครงการนี้คือเพื่อต้องการรวบรวมข้อมูลที่ได้จากงานวิจัยของกลุ่มวิจัยต่างๆ เพื่อเก็บเป็นฐานข้อมูลที่จะใช้หาปัจจัยสำคัญที่ทำให้สมบัติทางไดอิเล็กตริกของ BNT-Based เซรามิกเปลี่ยนไป อีกส่วนหนึ่งของการดำเนินโครงการวิจัยนี้คือ เพื่อที่จะศึกษาผลของการเติม dopant อย่างเป็นระบบโดยจะเน้นไปที่การเติม dopant ที่จะทำ ให้สมบัติทางไฟฟ้าเชิงกล และทางไดอิเล็กตริกของเซรามิกเปลี่ยนไปอย่างเหมาะสมกับการนำไปใช้งานนั้นๆ ตัวอย่างเช่น การเติมแลนทานัม (La^{3+}) ลงไปในสาร PZT เพื่อให้สารชนิดนี้มีสมบัติที่ดีขึ้น และพบว่า PLZT ที่ความเข้มข้นของ La^{3+} ต่างๆ ก็จะมีคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกและเพียโซอิเล็กตริกต่างกันออกไป นอกจากนี้ยังพบว่า การเติม La^{3+} ยังช่วยให้สารเซรามิก PZT มีความโปร่งใส (Transparency) มากขึ้น ซึ่งในกรณีนี้ ก็สามารถนำสารโปร่งใสนี้ไปใช้งานที่เกี่ยวข้องกับ Electro-optic Applications ได้ [1]

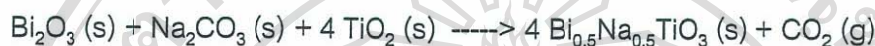
จะเห็นได้ว่าการพัฒนาคุณสมบัติของสาร BNT โดยการเติม dopant ลงไปที่ละชนิด รวมทั้งมีการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค ตำแหน่งที่ไอออนของสารนั้นเข้าไปอยู่ (Site Substitution) คุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกและเพียโซอิเล็กตริก น่าจะให้ข้อมูลที่สรุปได้และนำไปสู่การพัฒนาคุณภาพของสารนี้ได้แน่นอนมากยิ่งขึ้น

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมเตตาเนต

วิธีการเตรียมผงบิสมัทโซเดียมเตตาเนตคำนวณจากสมการเคมี



สารตั้งต้นทุกตัวจะมีความบริสุทธิ์มากกว่า 98% โดยเริ่มแรก สารตั้งต้นทุกตัวจะถูกบดรวมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีเม็ดบดเซอร์โคเนีย (Zirconia milling balls) และเอทานอล (Ethanol) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งวิธีนี้เรียกว่า วิธี Ball mill หลังจากนั้นจึงนำไปอบ ให้แห้งที่อุณหภูมิ ต่ำกว่า 100 °C จากนั้น จึงนำไปเผาแคลไซน์ (Calcination) ในช่วงอุณหภูมิ 800-1000 °C เพื่อตรวจสอบดูว่าอุณหภูมิใดเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม

3.2 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมเตตาเนตที่มีสารเจือ

การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมเตตาเนตที่มีสารเจือนั้น จะค่อนข้างซับซ้อนกว่าการเตรียมผง BNT บริสุทธิ์ ทั้งนี้เนื่องจากในบางกรณีที่ต้องการเติมสารเจือที่มีค่าเวเลนซ์ต่างไปจากไอออนที่ จะเข้าไปแทนที่ จำเป็นต้องคำนึงถึงทั้งความสมดุลของประจุและความสมดุลของมวลด้วย

3.2.1 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมเตตาเนตเจือด้วยเซอร์โคเนีย

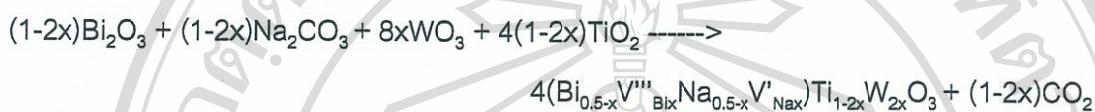
ในกรณีนี้ จะใช้เซอร์โคเนียออกไซด์ (ZrO_2) ในการทำปฏิกิริยาเคมี เพื่อสร้างเป็นสารละลายของแข็งที่มีสูตรเคมีคือ $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_3$ เนื่องจาก ไอออนเซอร์โคเนียมีประจุเท่ากับ ไอออนไททาเนียม ดังนั้น สมการเคมีที่ใช้ในการคำนวณปริมาณสารที่ต้องใช้คือ



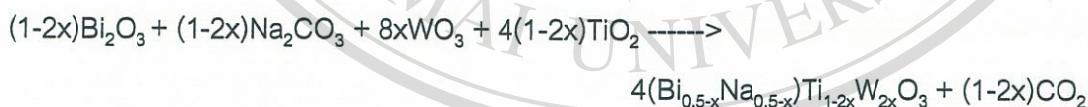
3.2.2 การเตรียมผงบิสมัทโซเดียมเตตาเนตเจือด้วยทังสเตน

เนื่องจากสารประกอบที่ใช้ในการเตรียมคือทังสเตนออกไซด์ (WO_3) ซึ่งค่าเวเลนซ์ของไอออนทังสเตนคือ +6 และเมื่อเทียบขนาดของรัศมีไอออนของทังสเตนและไททาเนียมพบว่ามีความใกล้เคียงกันมากนั่นคือ $r(\text{W}^{6+}) = 0.6 \text{ \AA}$ และ $r(\text{Ti}^{4+}) = 0.605 \text{ \AA}$ ดังนั้น ไอออนทังสเตนจึงน่าที่จะเข้าไป

อยู่แทนที่ไอออนไททาเนียมมากที่สุด อย่างไรก็ตาม ทั้งสแตนยังสามารถมีเวเลนซ์ +5 และ +4 ส่วนรัศมีของไอออนจะมีค่าสูงขึ้นตามลำดับ ในส่วนของการหาสมการเคมีเพื่อที่จะคำนวณปริมาณสารที่ต้องใช้ จะใช้ไอออนทั้งสแตนที่มีเวเลนซ์ +6 เป็นหลัก จากค่าเวเลนซ์ที่ต่างกันของไอออนทั้งสแตนและไททาเนียม สมการที่ใช้จึงต้องทำให้เกิดความสมดุลประจุและมวล ซึ่งจากข้อจำกัดดังกล่าวก่อให้เกิดจุดบกพร่องขึ้น จุดบกพร่องที่ว่านี้ ตามความน่าจะเป็นแล้วควรจะมาจาก Vacancy ของไอออนของบิสมาทและโซเดียม ดังสมการ



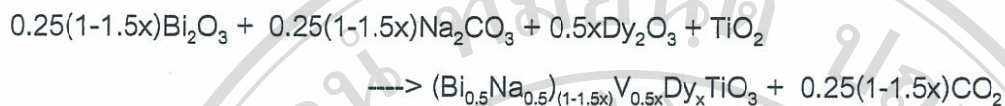
โดย $\text{V}_{\text{Bi}x}^{\text{'''}}$ และ $\text{V}_{\text{Na}x}^{\text{'}}$ เป็นลักษณะการระบุชนิดและประจุของจุดบกพร่องที่เกิดขึ้นตามวิธีการระบุของโครเกอร์วังก์ (Kroger-Vink notation) ซึ่ง $\text{V}_{\text{Bi}x}^{\text{'''}}$ หมายถึง ช่องว่าง (Vacancy) ที่เกิดขึ้นตรงตำแหน่งของไอออนบิสมาทและมีประจุ -3 ส่วน $\text{V}_{\text{Na}x}^{\text{'}}$ หมายถึงช่องว่างที่เกิดขึ้นตรงตำแหน่งของไอออนโซเดียมและมีประจุ -1 อย่างไรก็ตาม ในการคำนวณปริมาณสารที่ใช้นั้น ไม่จำเป็นต้องใส่ช่องว่างที่เกิดขึ้นลงไปในการคำนวณ เนื่องจากว่า ช่องว่างดังกล่าว เป็นมวลที่หายไปแต่เขียนไว้เพื่อแสดงถึงความสมดุลของประจุที่เกิดขึ้นภายในวัสดุเท่านั้น ดังนั้น สมการที่ใช้ในการคำนวณปริมาณสารในการสังเคราะห์ BNT ที่เจือด้วย W คือ



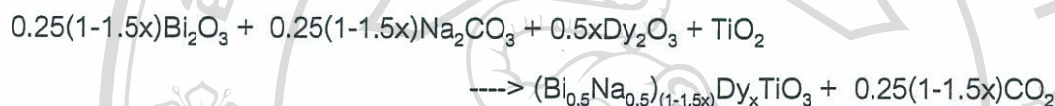
3.2.3 การเตรียมผงบิสมาทโซเดียมดีตาเนตเจือด้วยไดสโพรเซียม

สำหรับกรณีนี้ สารตั้งต้นที่ใช้ในการเติมลงใน BNT คือ Dy_2O_3 ดังนั้น ประจุตั้งต้นของไอออนไดสโพรเซียมคือ +3 ในความเป็นจริงสารประกอบของไดสโพรเซียมสามารถมีไอออนไดสโพรเซียมที่มีประจุ +2 หรือ +3 ก็ได้ และจากการประมาณค่ารัศมีไอออนของไดสโพรเซียมในสารประกอบออกไซด์ รัศมีไอออนของไดสโพรเซียมที่มีเลขโคออดิเนชัน (Coordination number) เท่ากับ 8 คือ $r(\text{Dy}^{3+}) = 1.109 \text{ \AA}$ และ $r(\text{Dy}^{2+}) = 1.027 \text{ \AA}$ จะเห็นว่ารัศมีของไอออนไดสโพรเซียมมีขนาดใหญ่มากกว่าของไททาเนียมมาก และตำแหน่งที่ไดสโพรเซียมเข้าไปแทนที่ น่าจะเป็นตำแหน่งของไอออนบิสมาทหรือโซเดียม สำหรับเลขโคออดิเนชันเดียวกัน รัศมีของไอออนทั้งสองคือ $r(\text{Bi}^{3+}) = 1.17$

Å และ $r(\text{Na}^+) = 1.18 \text{ Å}$ จะเห็นว่ามีรัศมีที่ใกล้เคียงกันมากกว่าของไททาเนียม สำหรับสมการที่ได้จะเน้นถึงการเข้าไปแทนที่ของไอออนไดสโพรเซียมเป็นหลัก โดยการเข้าไปแทนที่นั้น จะคำนึงถึงว่าไดสโพรเซียมจะเข้าไปแทนที่บิสมาต์และโซเดียมในปริมาณที่เท่าๆกัน ตามสมการ



และสมการที่ใช้ในการคำนวณปริมาณสารที่ต้องใช้คือ



3.3 การเตรียมเซรามิก

หลังจากที่ผสมได้ผ่านการแคลไซน์แล้ว จึงถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) เพื่อตรวจสอบดูเฟส (Phase) ที่เกิดขึ้น เมื่อได้เฟสที่ต้องการแล้วจึงนำผงไปอัดด้วยแรงดันสูง ให้ออกมาเป็นเม็ดมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 15 มม. และหนาประมาณ 2 มม. จากนั้น จึงนำไปวางในถ้วยอะลูมินา (Alumina crucible) แล้วปิดฝาเพื่อป้องกันการสูญเสียของวัสดุผ่านการระเหย สำหรับอุณหภูมิที่ใช้เผาซินเตอร์จะอยู่ในช่วงตั้งแต่ 900-1200 °C โดยเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จึงได้เม็ดเซรามิก หลังจากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์หาสมบัติอื่นๆต่อไป

3.4 การวิเคราะห์สมบัติของเซรามิก

3.4.1 การวิเคราะห์เฟส

ในการวิเคราะห์เฟสของเซรามิก BNT ทั้งที่มีและไม่มีสารเจือ จะใช้เครื่อง Powder X-ray diffractometer เป็นหลักในการวิเคราะห์ โดยช่วงของมุม 2θ ที่ใช้วัดจะมีค่าประมาณ 20-60 องศา โดยมีความละเอียดในการวัดเท่ากับ 0.002 องศา เครื่องมือที่ใช้คือรุ่น JEOL JDX-8030

3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ

การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพจะรวมไปถึงมวลที่หายไปหลังเผาซินเตอร์ และความหนาแน่นของชิ้นงานโดยวิธี Archimedes

3.4.3 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค

โครงสร้างทางจุลภาค (Microstructure) จะถูกศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JEOL JSM 5910LV โดยนอกจากโครงสร้างจุลภาคแล้ว องค์ประกอบทางเคมีโดยประมาณยังสามารถหาได้จากเครื่อง SEM นี้ โดยอาศัยการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ที่ออกมาจากชิ้นงาน ที่เรียกว่าการวัดใน Mode EDX (Energy-dispersive X-ray analysis)

3.4.4 การวัดสมบัติเชิงกล

การวัดสมบัติเชิงกลจะเน้นเรื่องของการวัดค่าความแข็งแบบวิกเกอร์และนूप โดยใช้ เครื่อง Vickers microhardness tester (Galileo Microscan OD'98) และ Knoop microhardness tester (Matzura MXT α -7 Type D) และน้ำหนักที่ใช้กดคือ 1000 กรัมและ 300 กรัม ตามลำดับ

3.4.5 การวัดสมบัติทางไดอิเล็กตริก

ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกวัดจากเครื่อง LCZ Meter (HP 4276A) ที่เชื่อมต่อกับเตา โดยความถี่ที่ใช้วัดอยู่ในช่วง 1 kHz ถึง 1 MHz และช่วงอุณหภูมิของชิ้นงานมีค่าประมาณ 30-450 °C

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

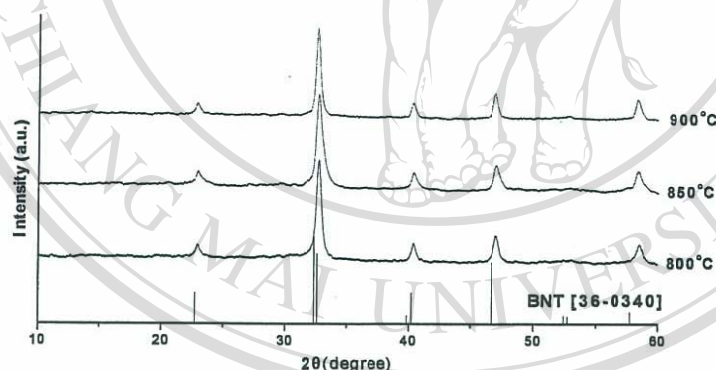
บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

4.1 บิส്മัทโซเดียมไดทาเนต

4.1.1 ผงบิส്മัทโซเดียมไดทาเนต

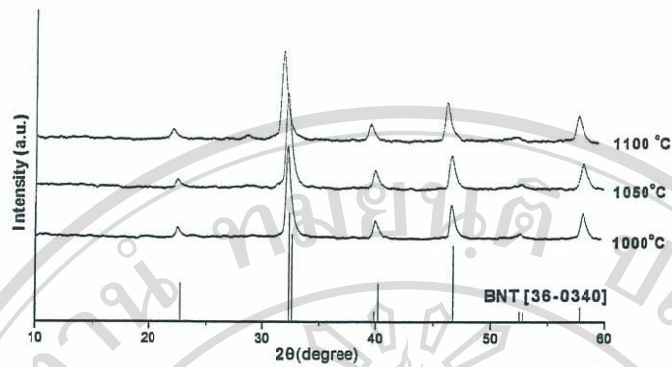
จากการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (รูป 4.1) พบว่า การสังเคราะห์บิส്മัทโซเดียมไดทาเนตในช่วงอุณหภูมิ 800-900 °C ให้ผลที่ไม่แตกต่างกัน นั่นคือ ได้เฟสเดียวที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบอีดรอล ตาม JCPDS file หมายเลข 36-0340 ดังแสดงไว้ในรูป 4.1 เพื่อเปรียบเทียบ สำหรับผงบิส്മัทโซเดียมไดทาเนตที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เพื่อทำเป็นเซรามิกและเปรียบเทียบสมบัติกับเซรามิกบิส്മัทโซเดียมไดทาเนตที่มีสารเจือจางมาจากผงที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่ 800 °C ทั้งนี้ ตามปกติที่อุณหภูมิต่ำกว่า การสูญเสียวัสดุที่เกิดจากการระเหยของสารประกอบที่มีความดันไอ (Vapor pressure) สูงจะน้อยกว่า และจะทำให้วัสดุมีองค์ประกอบทางเคมีที่ใกล้เคียงกับส่วนผสมตอนเริ่มต้นที่สุด



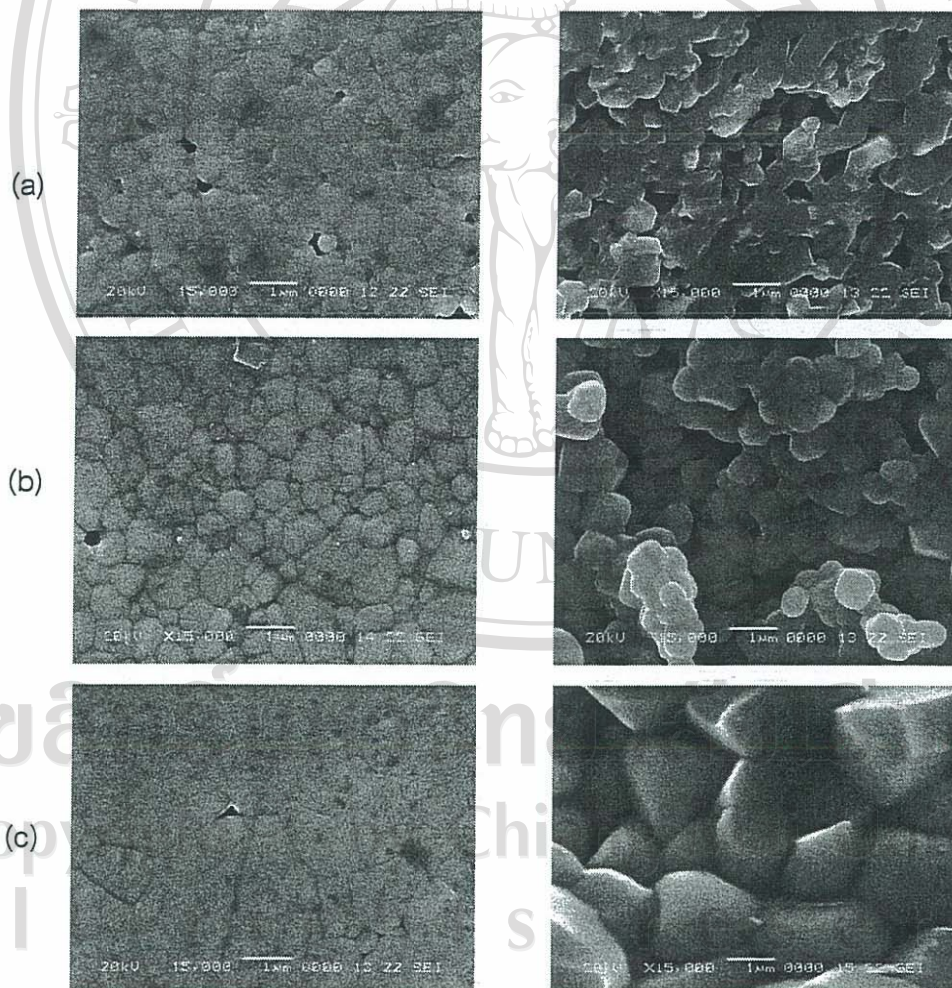
รูป 4.1 แผนภาพเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงบิส്മัทโซเดียมไดทาเนตที่อุณหภูมิแคลไซต์ต่างๆ

4.1.2 เซรามิกบิส്മัทโซเดียมไดทาเนต

เมื่อนำผงแคลไซต์อัดเป็นเม็ด นำไปเผาซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมิต่างๆ พบว่า ตั้งแต่อุณหภูมิ 1000 °C ขึ้นไป เซรามิก BNT จะมีความหนาแน่นสูงกว่า 95% ของความหนาแน่นในทางทฤษฎี และจากแนวโน้มที่วัดได้พบว่า ความหนาแน่นจะสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น รูป 4.2 แสดงแผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก BNT ที่ถูกเผาที่อุณหภูมิซินเตอร์ตั้งแต่ 1000 ถึง 1100 °C จะสังเกตได้ว่า ตำแหน่งที่เป็นพีคจะมีความกว้างของพีคและความเข้มสัมพัทธ์ไม่ต่างกัน และเมื่อเทียบกับผงที่แคลไซต์พบว่า มีแผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเช่นเดียวกัน จึง



รูป 4.2 แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก BNT ที่เผาที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ



รูป 4.3 ภาพโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิว (ซ้าย) และรอยหัก (ขวา) ของเซรามิก BNT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (a) 1000 °C (b) 1050 °C และ (c) 1100 °C

อาจกล่าวได้ว่า การเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงไม่ทำให้โครงสร้างผลึกของ BNT เปลี่ยนไป อย่างไรก็ตาม การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก BNT ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่า เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จะทำให้ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นและมีรูพรุนลดลง ดังแสดงในรูป 4.3 ซึ่งสอดคล้องกับแนวโน้มของความหนาแน่นที่วัดได้

สำหรับสมบัติอื่นๆของเซรามิก BNT จะได้ถูกอภิปรายร่วมกับเซรามิก BNT ที่มีสารเจือชนิดต่างๆดังรายละเอียดข้างล่าง

4.2 บิสมาทไบเดียมิตาเนตเจือด้วยเซอร์โคเนียม

4.2.1 ผลจากการเตรียมผงบิสมาทไบเดียมิตาเนตที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

เตรียมผงบิสมาทไบเดียมิตาเนตที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม ด้วยวิธีการนำสารตั้งต้นคือ Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , TiO_2 และ ZrO_2 มาทำการบดย่อยผสมด้วยวิธีผสมแบบ ball - milling ในอัตราส่วนดังสมการ

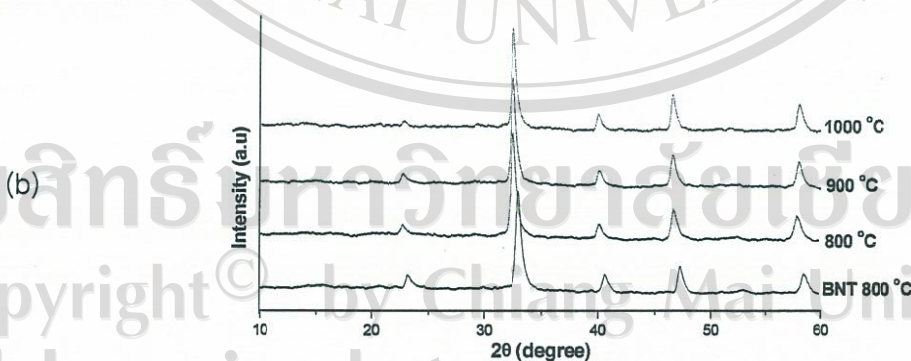
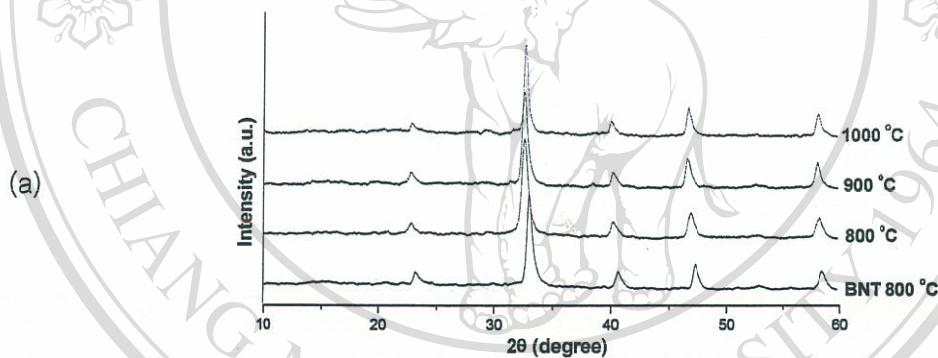


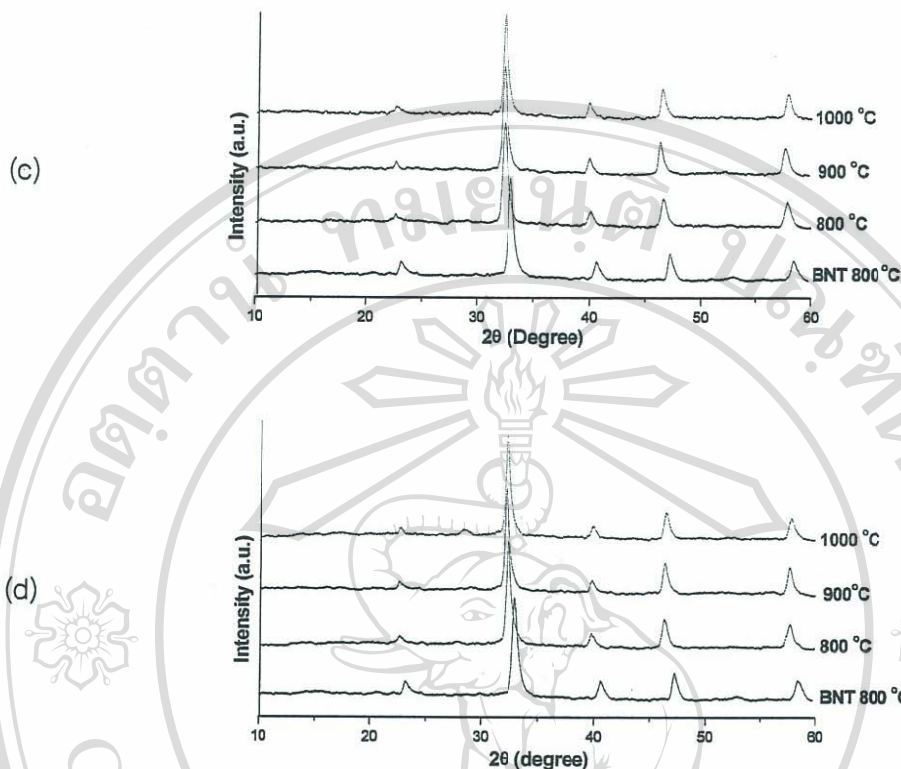
โดยที่ $x = 0.05, 0.10, 0.15, 0.20$ ตามลำดับ แล้วนำไปทำการศึกษาหาเงื่อนไขในการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมต่อการเตรียมผง BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม โดยการนำสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ นั้นไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ผลการตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) ของผง BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C , 900°C และ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$ พบว่าทุกอุณหภูมิการเผาแคลไซน์สามารถใช้เตรียมสาร BNT เจือด้วยเซอร์โคเนียมได้ เพราะพิกของกราฟในแต่ละอุณหภูมินั้นจะได้พิกที่ไม่แตกต่างกันมากนักเมื่อเทียบกับพิกของ BNT บริสุทธิ์ และยังคงความเป็นเฟสเดียว (single phase) ดังแสดงในรูป 4.4 อย่างไรก็ตาม จะสังเกตเห็นว่าตำแหน่งของพิกทุกพิกของผง BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม จะขยับไปทางซ้ายมือ เมื่อเทียบกับตำแหน่งของพิกใน BNT บริสุทธิ์ แสดงให้เห็นว่าการเติมเซอร์โคเนียมลงในแลตทิซของ BNT ไม่ทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนไปแต่จะทำให้ขนาดของหน่วยเซลล์ (Unit cell) โตขึ้นเล็กน้อย และขนาดจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของเซอร์โคเนียมที่เติมลงไป ผลการวิเคราะห์นี้สอดคล้องกับความจริงที่ว่าขนาดของ

ไอออนเซอร์โคเนียม ($r_{Zr^{4+}}=0.72 \text{ \AA}$) มีขนาดใหญ่กว่าไอออนไททาเนียม ($r_{Ti^{4+}}=0.605 \text{ \AA}$) และเมื่อไอออนเซอร์โคเนียมเข้าไปแทนที่ไอออนไททาเนียม จึงทำให้ขนาดของหน่วยเซลล์ใหญ่ขึ้น

ถึงแม้ว่า ในการเตรียมผง BNT เจือด้วยเซอร์โคเนียม แสดงให้เห็นว่าในช่วงอุณหภูมิที่ศึกษา สามารถใช้เตรียมผงที่เป็นเฟสเดียวได้ทุกอุณหภูมิ แต่เมื่อคำนึงถึงว่า ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีอัตราการสูญเสียวัสดุที่ระเหยง่ายได้มากกว่าที่อุณหภูมิต่ำและทำให้วัสดุที่เตรียมได้มีองค์ประกอบทางเคมีต่างไปจากปริมาณสัมพัทธ์ของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ ดังนั้น ในการทดลองนี้จึงเลือกใช้ผงที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่ 800°C ในการเตรียมเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม



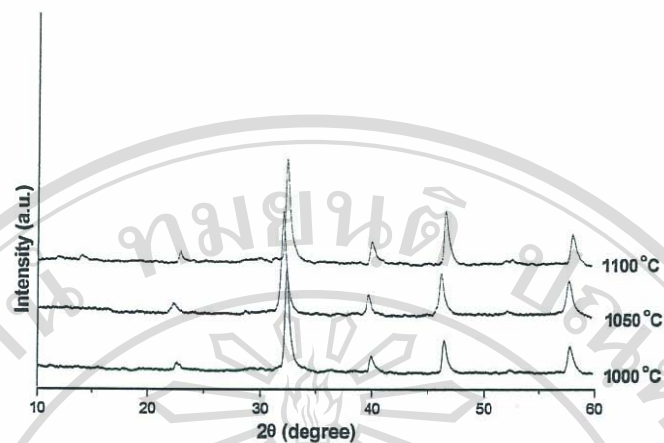


รูป 4.4 แผนภาพเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง BNT เจือด้วย (a) 5mol%Zr (b) 10mol%Zr (c) 15mol%Zr (d) 20mol%Zr

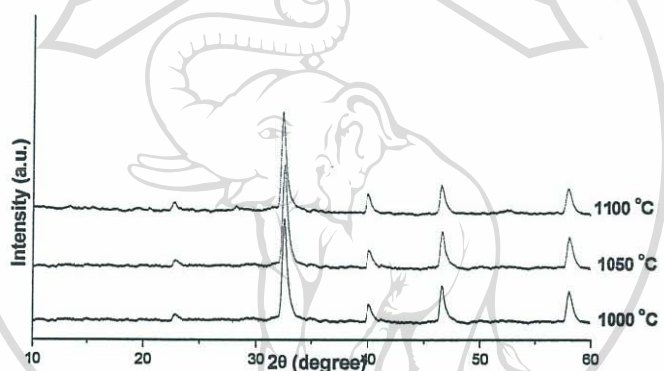
4.2.2 ผลจากการเตรียมเซรามิกบิสมีต์โซเดียมติดตามที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

หลังจากเตรียมเซรามิกโดยการนำผง BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูปแล้วนำไปทำการศึกษาหาเงื่อนไขในการเผาซินเตอร์ที่เหมาะสมต่อการเตรียมเซรามิก โดยการนำชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ นั้น ไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) หลังจากที้นำผง BNT ไปทำการอัดขึ้นรูปแล้วนำไปทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 - 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5°C/นาที จึงนำชิ้นงานที่ได้มาตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) ดังแสดงในรูป 4.5

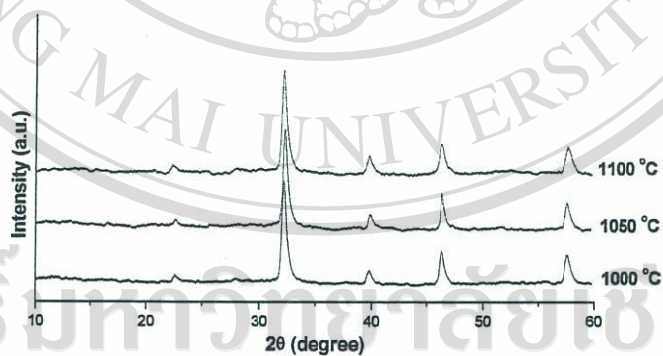
(a)



(b)

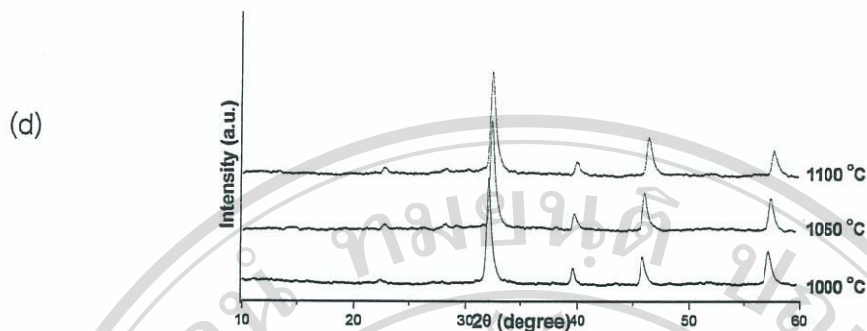


(c)



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.5 แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก BNT เจือด้วย (a) 5mol%Zr (b) 10mol%Zr (c) 15mol%Zr (d) 20mol%Zr ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

จากนั้นทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคนี้ได้ใช้กำลังขยายที่ 15,000 เท่า โดยทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวและบริเวณรอยหัก ดังแสดงในรูป 4.6 ถึง 4.8

พิจารณารูป 4.6-4.8 บริเวณรอยหักของเซรามิก พบว่าเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C เซรามิก BNT ที่มีปริมาณเซอร์โคเนียม 5 mol% และ 10 mol% เป็นการแตกหักแบบทะลุผ่านเกรน ส่วนเซรามิก BNT ที่มีปริมาณเซอร์โคเนียม 15 mol% และ 20 mol% เป็นการแตกหักแบบตามขอบเกรน

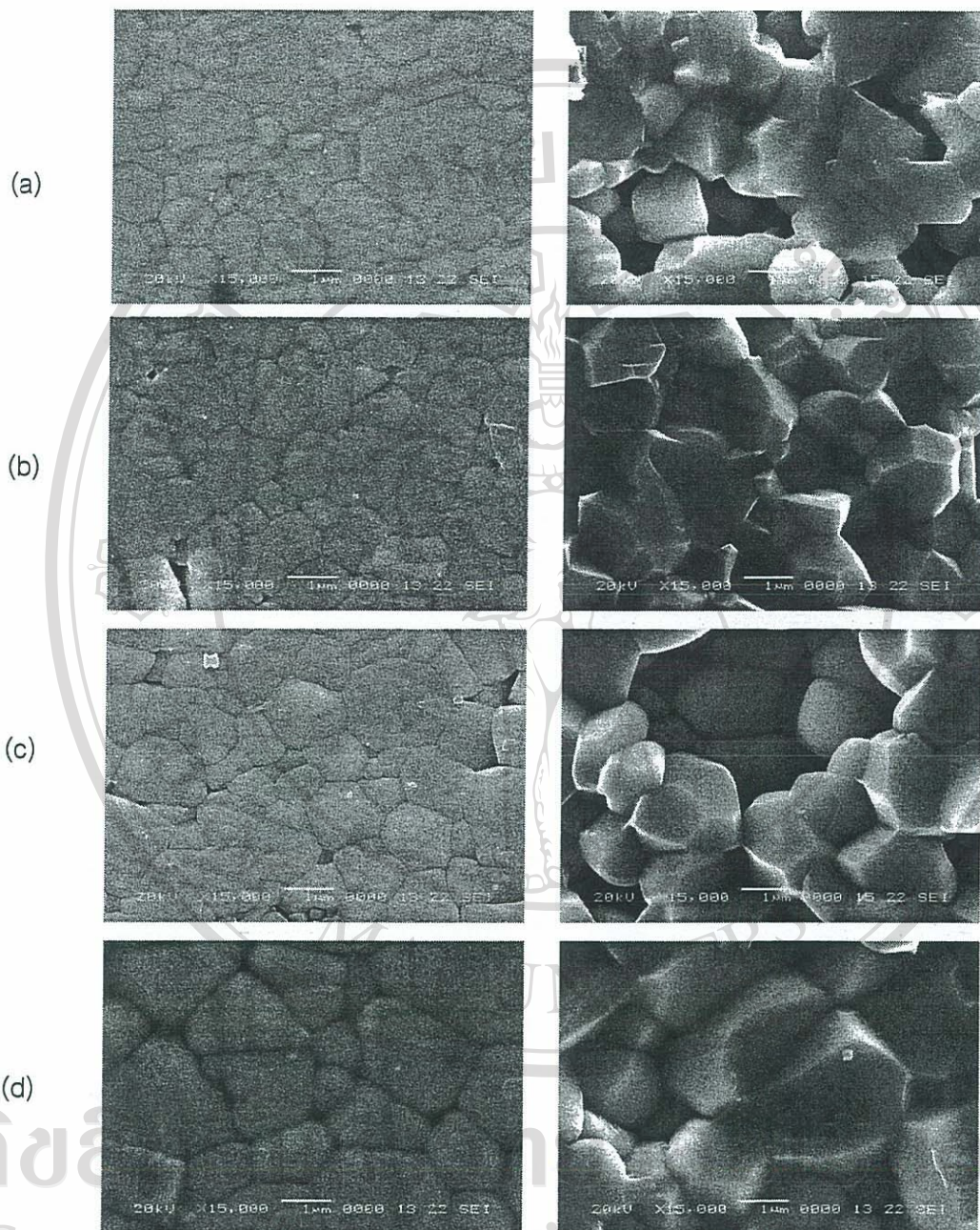
เมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C เซรามิก BNT ที่มีปริมาณเซอร์โคเนียม 5 mol% เป็นการแตกหักแบบทะลุผ่านเกรน ส่วนเซรามิก BNT ที่มีปริมาณเซอร์โคเนียม 10 mol%, 15 mol% และ 20 mol% เป็นการแตกหักแบบตามขอบเกรน

เมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C เซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมทั้งหมด เป็นการแตกหักแบบตามขอบเกรน

จากการวิเคราะห์บริเวณพื้นผิวของเซรามิกพบว่า ปริมาณรูพรุนจะลดลงเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ส่วนขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น เนื่องจากการเคลื่อนที่ของขอบเกรน โดยอาศัยแรงดันที่เกิดจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของขอบเกรนทั้งสองข้าง ขอบเกรนจะเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางของความโค้ง ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้าหากันเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น จากนั้นจึงนำเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมไปทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ และสมบัติเชิงกลต่อไป

พื้นผิว

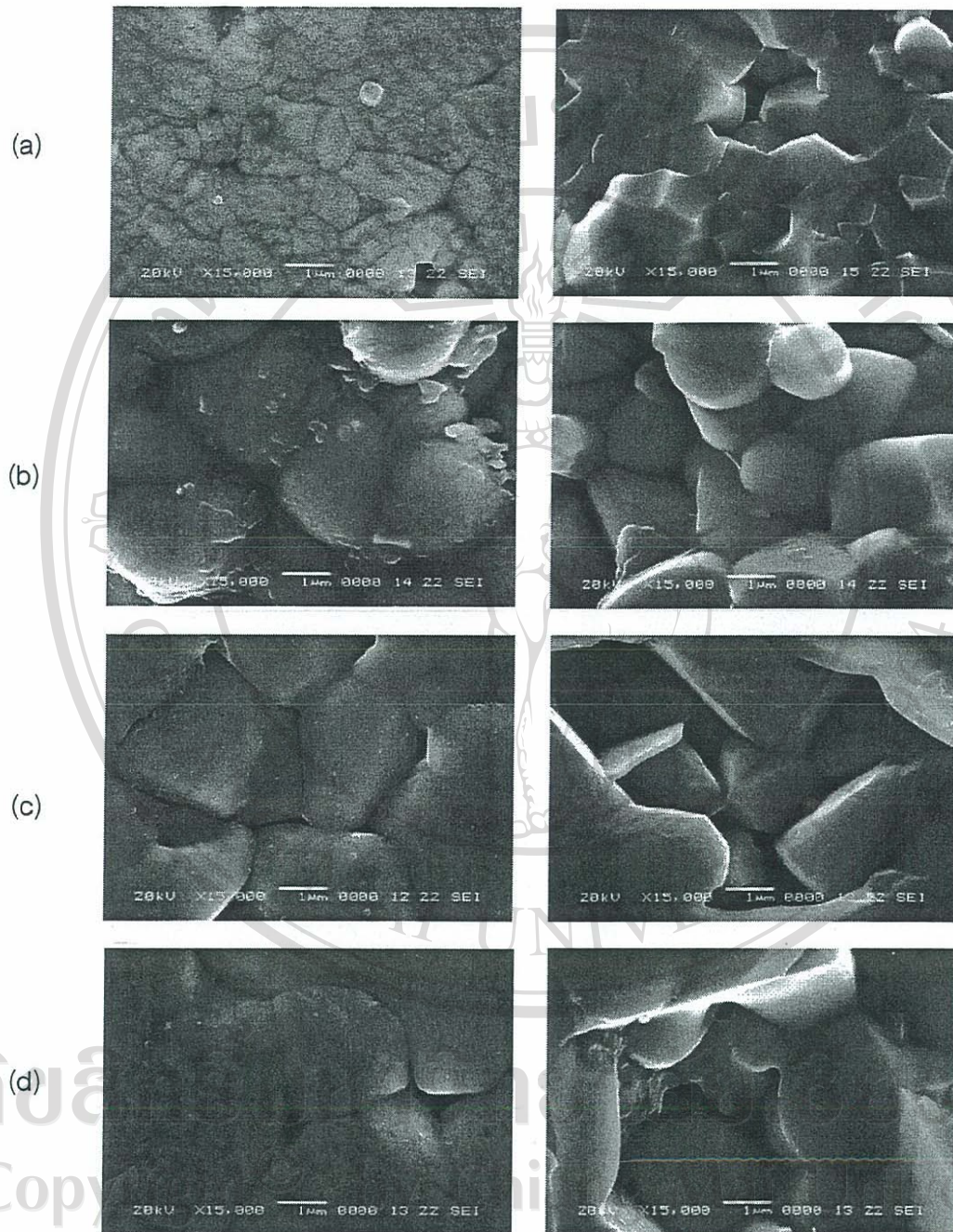
รอยหัก



รูป 4.6 ภาพ SEM ของเซรามิก BNT เจือด้วย (a) 5mol%Zr (b) 10mol%Zr (c) 15mol%Zr (d) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C

พื้นผิว

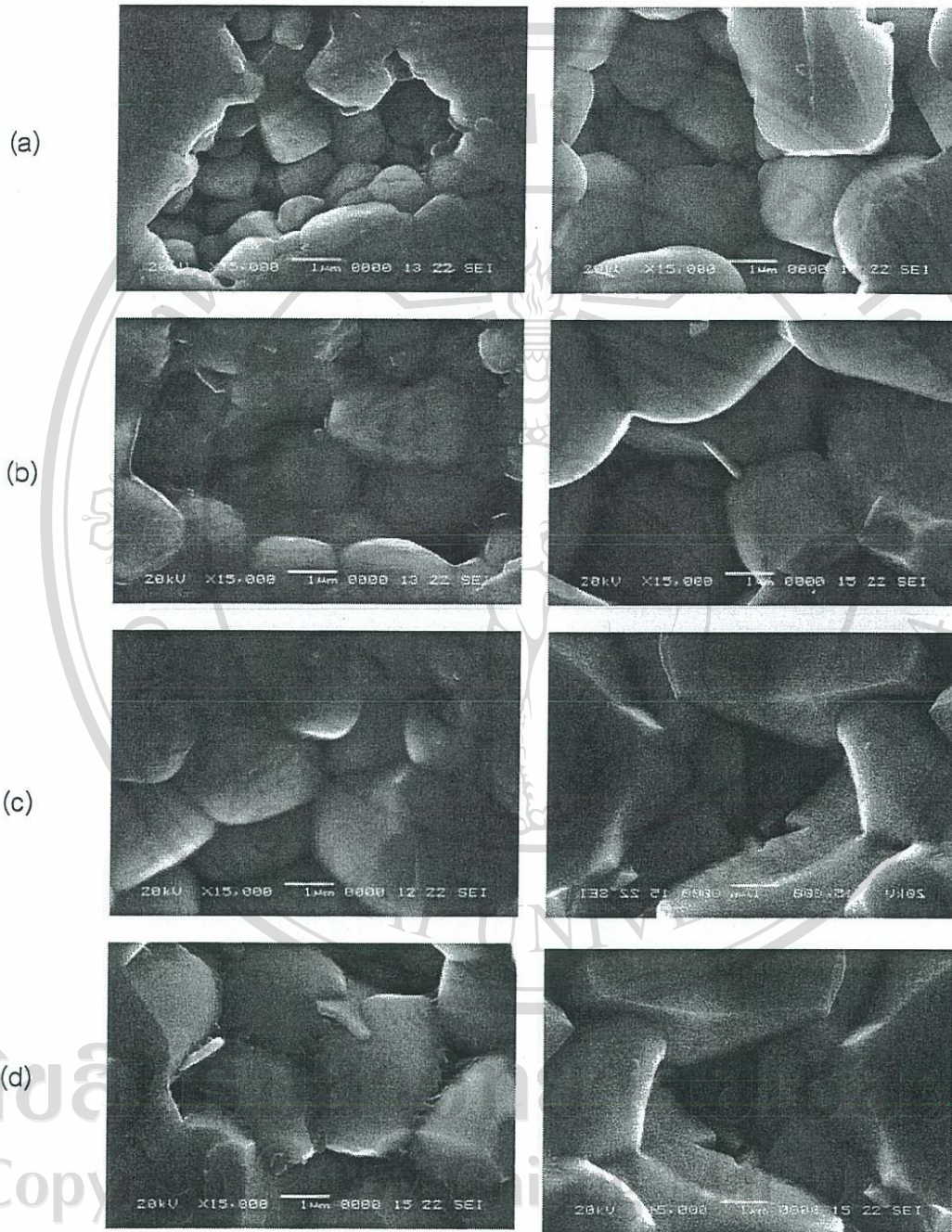
รอยหัก



รูป 4.7 ภาพ SEM ของเซรามิก BNT เจือด้วย (a) 5mol%Zr (b) 10mol%Zr (c) 15mol%Zr (d) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C

พื้นผิว

รอยหัก



รูป 4.8 ภาพ SEM ของเซรามิก BNT เจือด้วย (a) 5mol%Zr (b) 10mol%Zr (c) 15mol%Zr (d) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C

4.2.3 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

นำชิ้นงานเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมิ 1000-1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5°C/นาที่ มาทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โดยจะทำการสังเกตจากลักษณะ คำนวณหาค่าความหนาแน่น และค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้น มีรายละเอียดดังนี้

การตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มีเซอร์โคเนียมผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% ตามลำดับซึ่งผลการทดสอบที่ได้แสดงดังในตาราง 4.1

ตาราง 4.1 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

Zr (mol%)	ความหนาแน่น (g/cm ³)		
	1000 °C	1050 °C	1100 °C
0	5.87	5.89	5.97
5	5.70	5.80	5.73
10	5.72	5.81	5.90
15	5.84	5.86	5.92
20	5.90	6.12	6.17

จากผลการทดสอบในตาราง 4.1 พบว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิก BNT อยู่ในช่วง 5.87-5.97 g/cm³ มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 5.97 g/cm³ และค่าความหนาแน่นของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมอยู่ในช่วง 5.70-6.17 g/cm³ มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 6.17 g/cm³

ดังนั้น เซรามิก BNT มีค่าความหนาแน่นมากขึ้น เมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น และเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกันของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าถ้าปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย แต่เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นระหว่างเซรามิก BNT กับเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าเซรามิก BNT + 20mol%Zr เท่านั้นที่มีค่าความหนาแน่นมากกว่าเซรามิก BNT

การตรวจสอบค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มีเซอร์โคเนียมผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% ตามลำดับ ซึ่งผลการทดสอบที่ได้แสดงในตาราง 4.2

ตาราง 4.2 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

Zr (mol%)	เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้น (%)		
	1000 °C	1050 °C	1100 °C
0	19.08	20.07	20.68
5	15.69	15.88	17.05
10	15.91	17.59	18.02
15	16.48	18.00	18.10
20	19.88	20.13	21.33

จากตาราง พบว่าค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT อยู่ในช่วง 19.08 – 20.68 มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 20.68 และค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมอยู่ในช่วง 15.69 – 21.33 มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 21.33 ซึ่งคาดว่าผลการหดตัวมีผลมาจากการเคลื่อนตัวเชื่อมติดกันของอนุภาคในขณะทำการเผาซินเตอร์ดังที่ได้กล่าวมาแล้ว ดังนั้น เซรามิก BNT มีค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นมากขึ้นเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นและเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกันของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าถ้าปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย แต่เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นระหว่างเซรามิก BNT กับเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมพบว่าเซรามิก BNT + 20mol%Zr เท่านั้นที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นมากกว่าเซรามิก BNT ซึ่งแนวโน้มสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่วัดได้

4.2.4 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก

นำชิ้นงานเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ ในช่วงอุณหภูมิ 1000-1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5°C/นาที่ มาทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งทางจุลภาค โดยหักดแบบวิกเกอร์และแบบนูน ซึ่งใช้แรง ในการกด 1,000 กรัม และ 300 กรัมตามลำดับ แล้วนำค่าที่ได้ไปหาค่าความแข็งในหน่วยวิกเกอร์ (HV) และนูน (HK) ค่ามอดูลัสของยัง (E) และค่าความต้านทานรอยแตก (K_{IC})

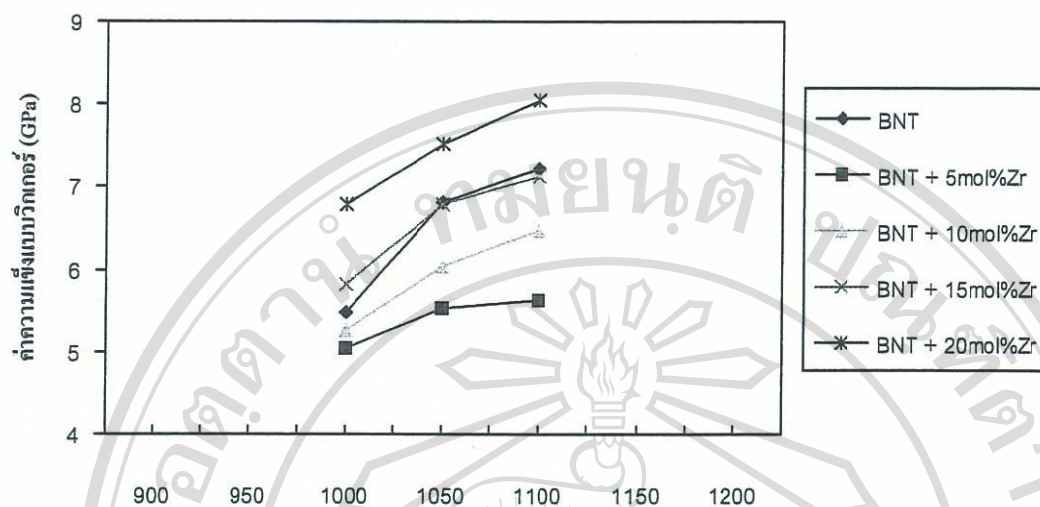
4.2.4.1 การกดแบบวิกเกอร์ (Vickers Indentation)

การตรวจสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มีเซอร์โคเนียมผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% ตามลำดับ ซึ่งผลการทดสอบที่ได้ แสดงในตาราง 4.3

ตาราง 4.3 แสดงค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

Zr (mol%)	ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (GPa)		
	1000 °C	1050 °C	1100 °C
0	5.47	6.82	7.24
5	5.04	5.53	5.63
10	5.27	6.03	6.48
15	5.81	6.80	7.12
20	6.80	7.53	8.06

จากผลการทดสอบในตาราง 4.3 สามารถนำไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบวิกเกอร์กับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูป 4.9



รูป 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบวิกเกอร์กับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์

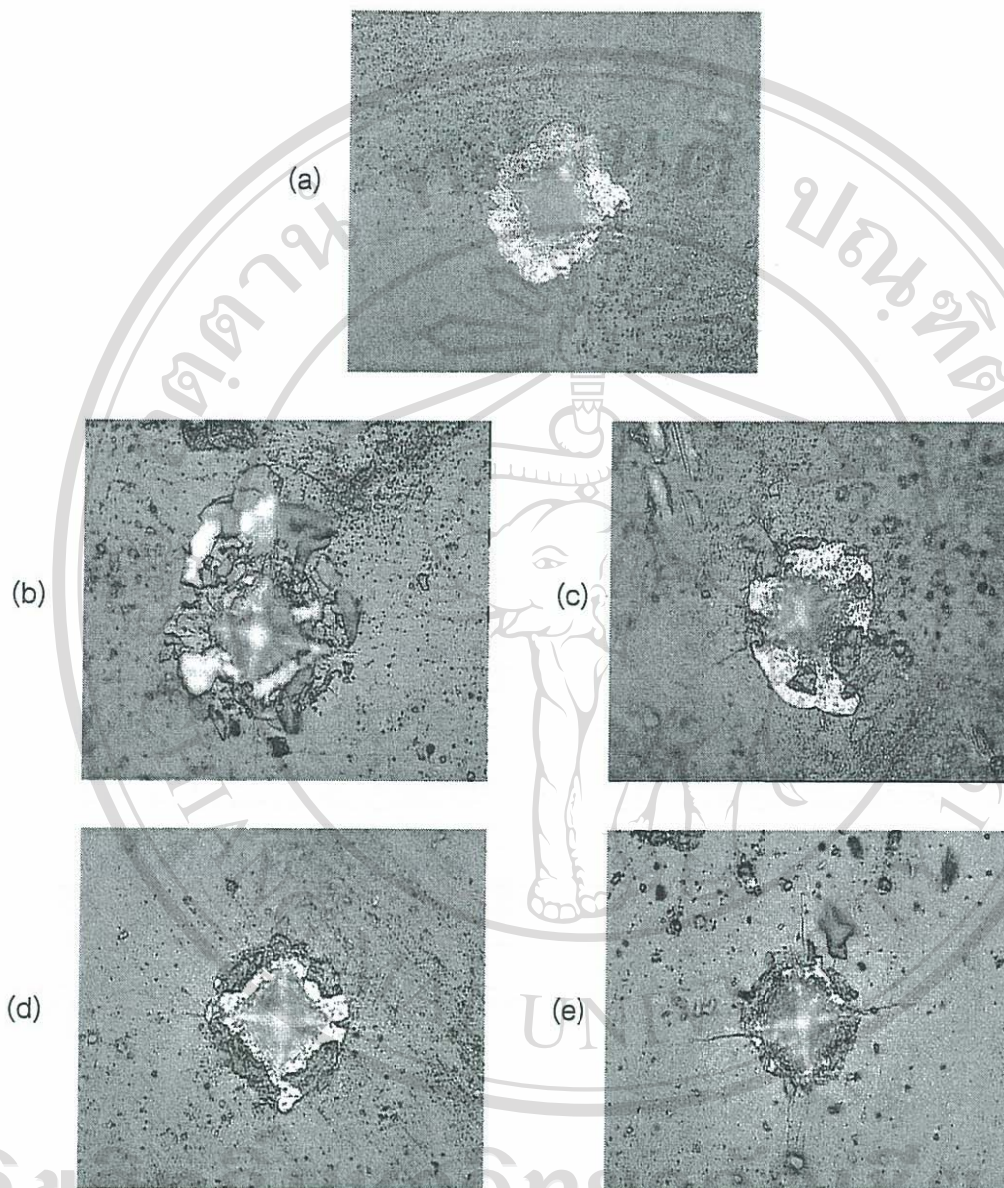
พิจารณารูป 4.9 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิกกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ พบว่าค่าความแข็งของเซรามิก BNT อยู่ในช่วง 5.47 – 7.24 GPa มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 7.24 GPa และค่าความแข็งของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมอยู่ในช่วง 5.04 – 8.06 GPa มีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 8.06 GPa

ดังนั้น เซรามิก BNT มีค่าความแข็งแบบวิกเกอร์มากขึ้น เมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น และเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกันของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าถ้าปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย แต่เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ระหว่างเซรามิก BNT กับเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าเซรามิก BNT + 20mol%Zr เท่านั้นที่มีค่าความแข็งแบบวิกเกอร์สูงกว่าเซรามิก BNT

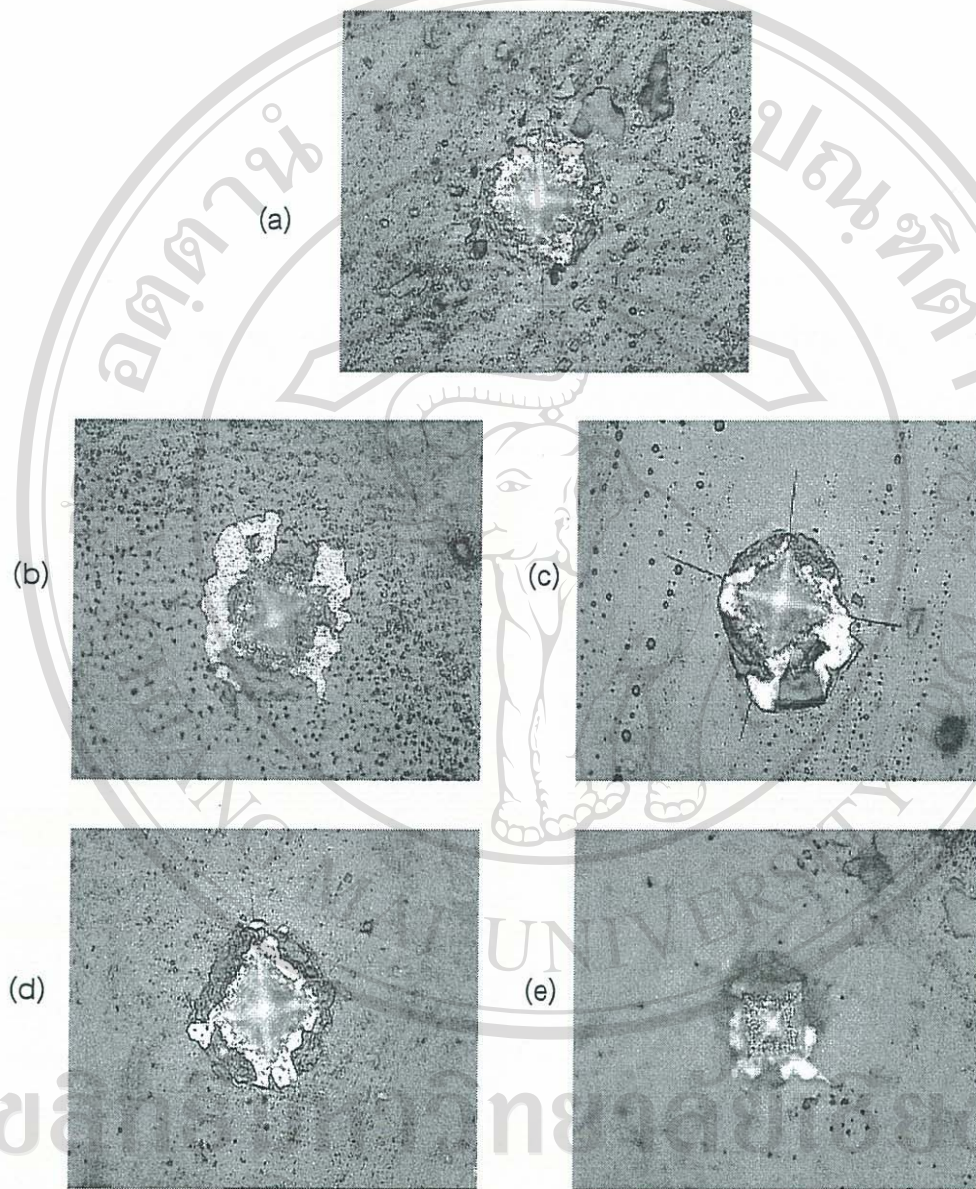
จากงานวิจัยของ วรรณวิสัย ไชยสาร [25] ที่ศึกษาถึงสมบัติเชิงกลในเซรามิกแบเรียมไททาเนต-เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT-BT) พบว่ามีค่าความแข็งแบบวิกเกอร์อยู่ในช่วง 3 – 5 GPa และงานวิจัยของ ชันทอง ทรงศิริ [26] ที่ศึกษาถึงสมบัติเชิงกลของเซรามิกผสมเลดแมกนีเซียมไนโอเบต – เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PMN-PZT) พบว่าค่าความแข็งแบบวิกเกอร์อยู่ในช่วง 4 – 5 GPa กล่าวได้ว่า ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิกที่เตรียมได้ในการทดลองนี้มีค่าที่สูงกว่า PZT-BT และ PMN-PZT เล็กน้อย

เมื่อพิจารณารูปถ่ายของรอยกดแบบวิกเกอร์ ในรูป 4.10 ถึง 4.12 พบว่าในการทดสอบนี้การใช้แรงในการกด 1,000 กรัม นั้นอาจจะมากเกินไป เนื่องจากรอยกดที่ได้จะจมลึกลงไปบนเนื้อเซรามิก และเกิดความเสียหายบริเวณรอบ ๆ รอยกด ทำให้เห็นขอบของรอยกดและรอยแตก (crack) ที่เกิดจากการกดตรงบริเวณมุมทั้ง 4 ด้านของรอยกดไม่ชัดเจน ทำให้ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ที่คำนวณได้นั้นอาจเกิดความคลาดเคลื่อน สำหรับอุปกรณ์ที่ให้ชั่งน้ำหนักตั้งแต่ 600-900 กรัม ไม่มีอยู่ในชุดอุปกรณ์การทดลองและจากการเลือกใช้แรงในการกด 500 กรัม พบว่าไม่เห็นรอยกดที่ชัดเจน จึงจำเป็นต้องเลือกใช้แรงในการกด 1,000 กรัม อย่างไรก็ตาม แนวโน้มของค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ที่ได้ ดูเหมือนว่าจะแปรผันตามความหนาแน่นของเซรามิก ที่ทุกๆคุณสมบัติขึ้นเตอร์ นั่นคือ ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นที่สุดจะมีความแข็งมากที่สุด

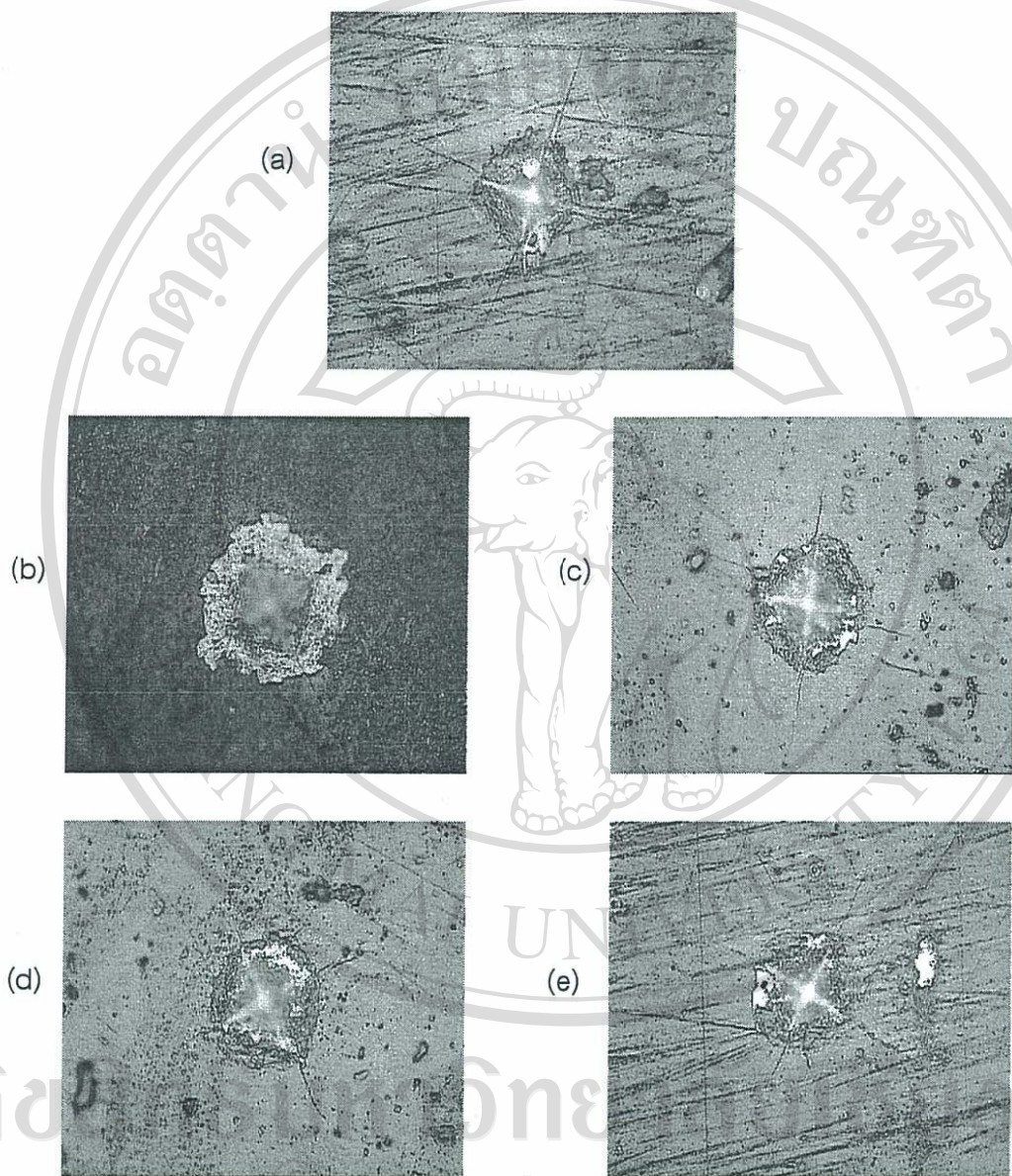
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก BNT ที่เจือด้วย (a) 0mol%Zr (b) 5mol%Zr (c) 10mol%Zr (d) 15mol%Zr และ (e) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C



รูป 4.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก BNT ที่เจือด้วย (a) 0mol%Zr (b) 5mol%Zr (c) 10mol%Zr (d) 15mol%Zr และ (e) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C



รูป 4.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก BNT ที่เจือด้วย (a) 0mol%Zr (b) 5mol%Zr (c) 10mol%Zr (d) 15mol%Zr และ (e) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C

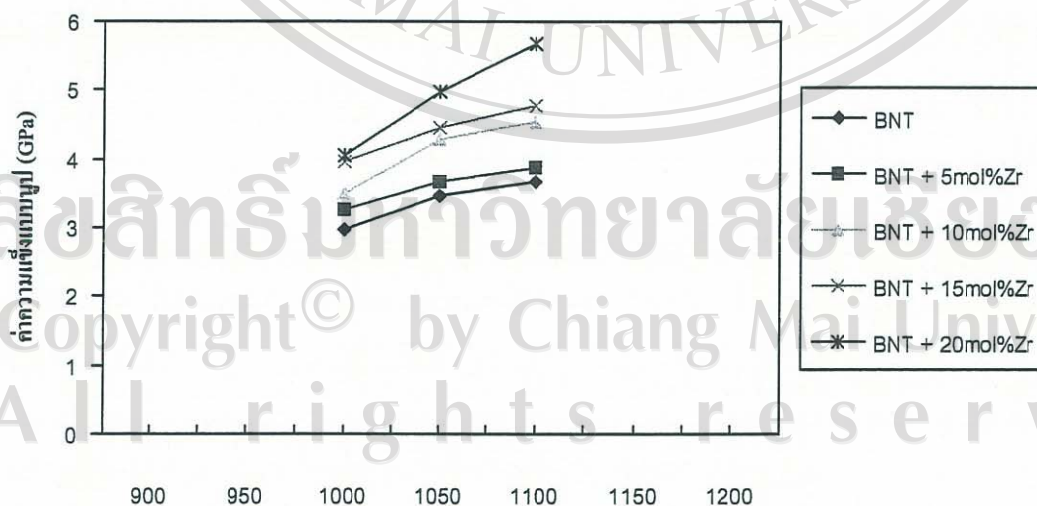
4.2.4.2 การกดแบบนूप (Knoop Indentation)

การตรวจสอบค่าความแข็งแบบนूपของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มีเซอร์โคเนียมผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% มีผลการทดสอบที่ได้แสดงดังตาราง 4.4

ตาราง 4.4 แสดงค่าความแข็งแบบนूपของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

Zr (mol%)	ค่าความแข็งแบบนूप (GPa)		
	1000 °C	1050 °C	1100 °C
0	2.97	3.46	3.66
5	3.27	3.66	3.86
10	3.50	4.29	4.54
15	3.97	4.47	4.77
20	4.05	4.98	5.69

จากผลการทดสอบในตาราง 4.4 สามารถนำไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบนूपกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูป 4.13



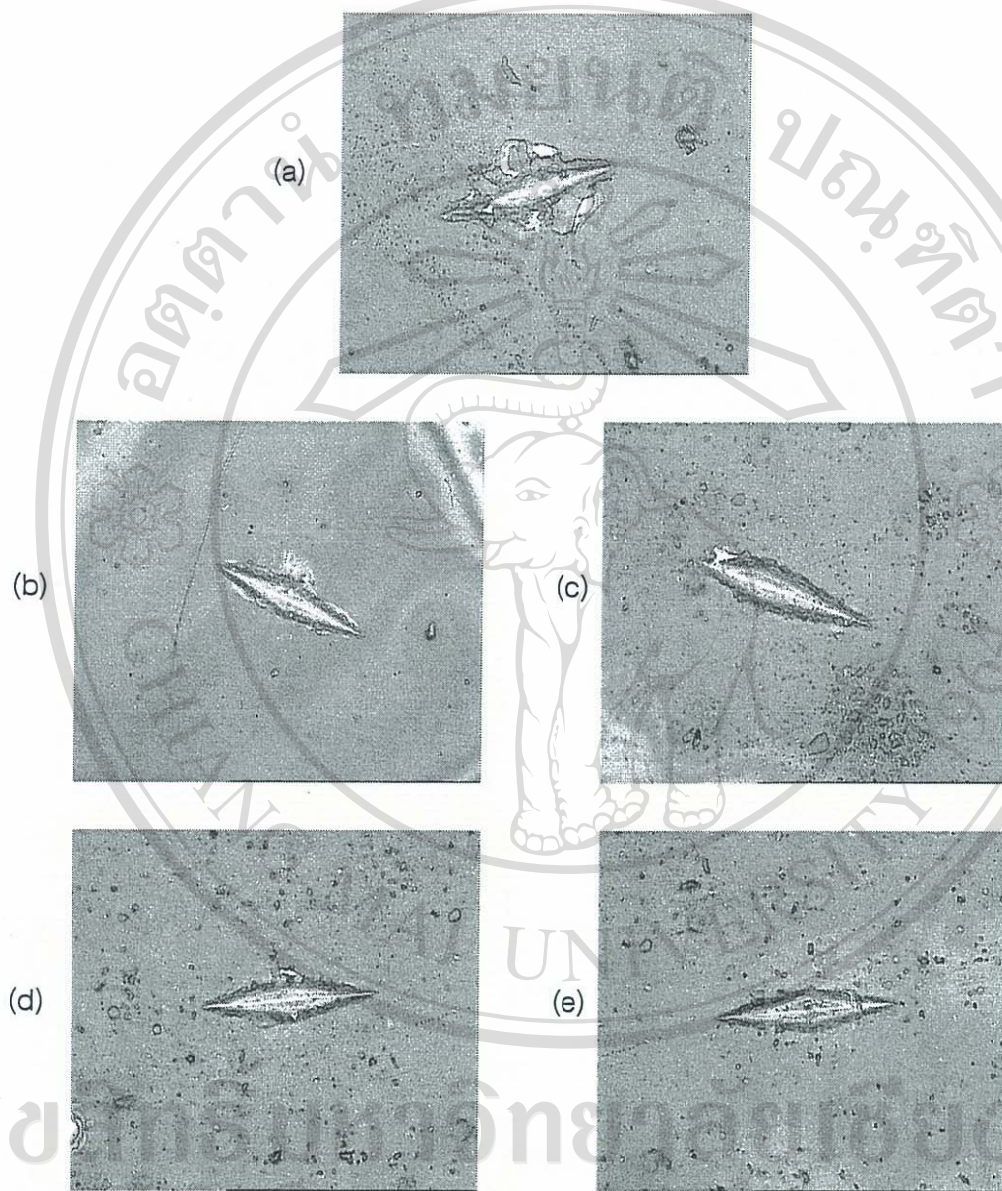
รูป 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบนूपกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์

เมื่อพิจารณารูป 4.13 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแรงแบบนูนของเซรามิกกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$) พบว่าค่าความแข็งแรงแบบนูนของเซรามิก BNT อยู่ในช่วง 2.97-3.66 GPa มีค่าความแข็งแรงแบบนูนสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100°C คือเท่ากับ 3.66 GPa และค่าความแข็งแรงแบบนูนของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมอยู่ในช่วง 3.27-5.69 GPa มีค่าความแข็งแรงแบบนูนสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100°C คือเท่ากับ 5.69 GPa

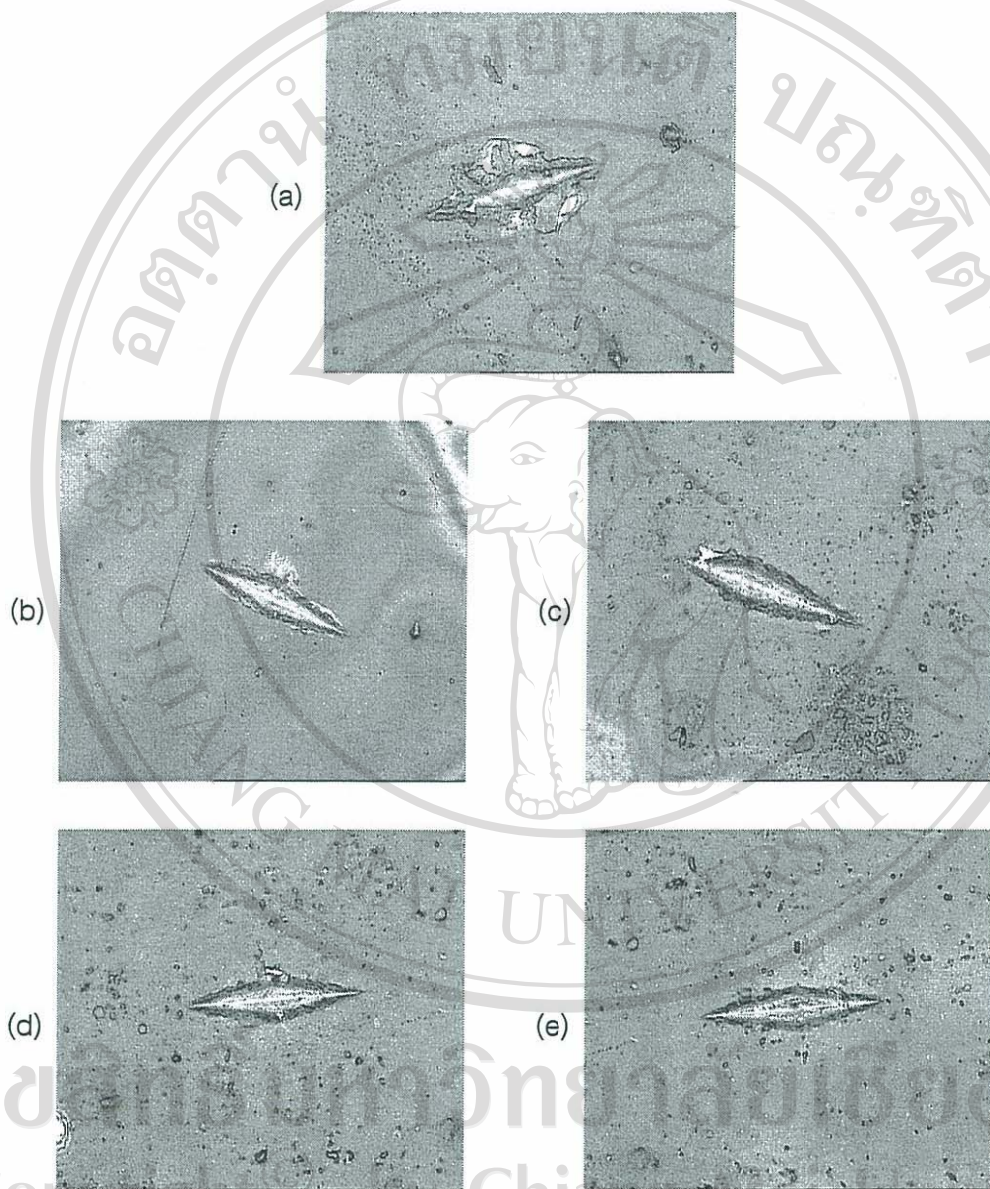
ดังนั้น เซรามิก BNT มีค่าความแข็งแรงแบบนูนมากขึ้น เมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นและเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกันของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมพบว่าถ้าปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นค่าความแข็งแรงแบบนูนก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าความแข็งแรงแบบนูนระหว่างเซรามิก BNT กับเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมพบว่าเซรามิกที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมนั้นมีค่าความแข็งแรงแบบนูนมากกว่าเซรามิก BNT ที่ทุกๆ อุณหภูมิซินเตอร์

จากแนวโน้มของค่าความแข็งแรงที่แตกต่างกันระหว่างค่าความแข็งแรงแบบนูนและแบบวิกเกอร์ นั้น อาจจะเป็นเพราะว่า ความคลาดเคลื่อนของการวัดรอยกดของนูนจะมีน้อยกว่าแบบวิกเกอร์ ทั้งนี้ เนื่องจากลักษณะของหัวกดที่แตกต่างกัน อีกอย่างหนึ่ง น้ำหนักในการกดที่ใช้กับการวัดแบบนูนก็น้อยกว่าที่ใช้ในการวัดแบบวิกเกอร์ สำหรับรอยกดที่ได้จากการวัดแบบนูนนั้น ได้แสดงไว้ในรูป 4.14 ถึง 4.16

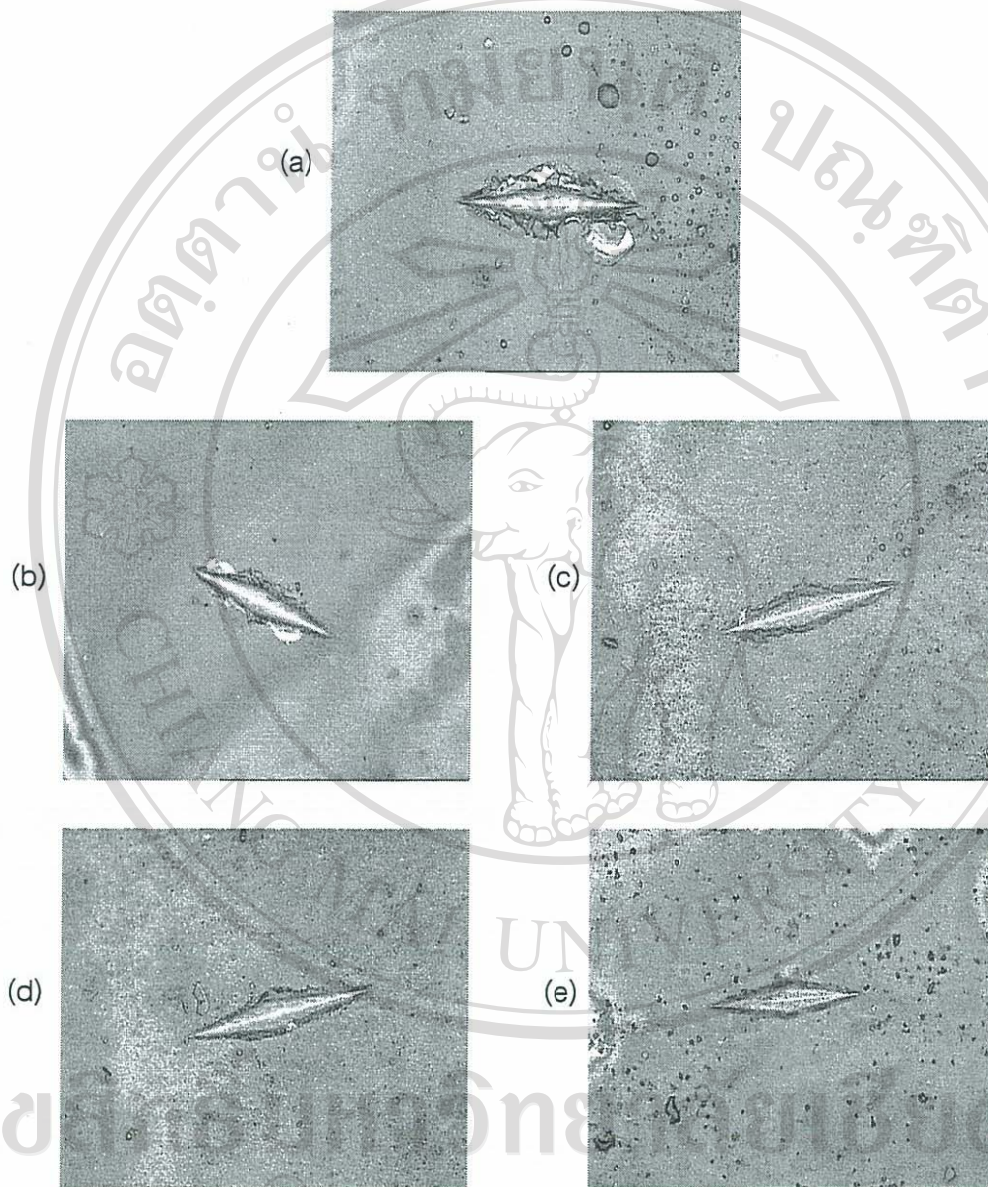
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก BNT ที่เจือด้วย (a) 0mol%Zr (b) 5mol%Zr (c) 10mol%Zr (d) 15mol%Zr และ (e) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C



รูป 4.15 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก BNT ที่เจือด้วย (a) 0mol%Zr (b) 5mol%Zr (c) 10mol%Zr (d) 15mol%Zr และ (e) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C



รูป 4.16 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก BNT ที่เจือด้วย (a) 0mol%Zr (b) 5mol%Zr (c) 10mol%Zr (d) 15mol%Zr และ (e) 20mol%Zr ที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C

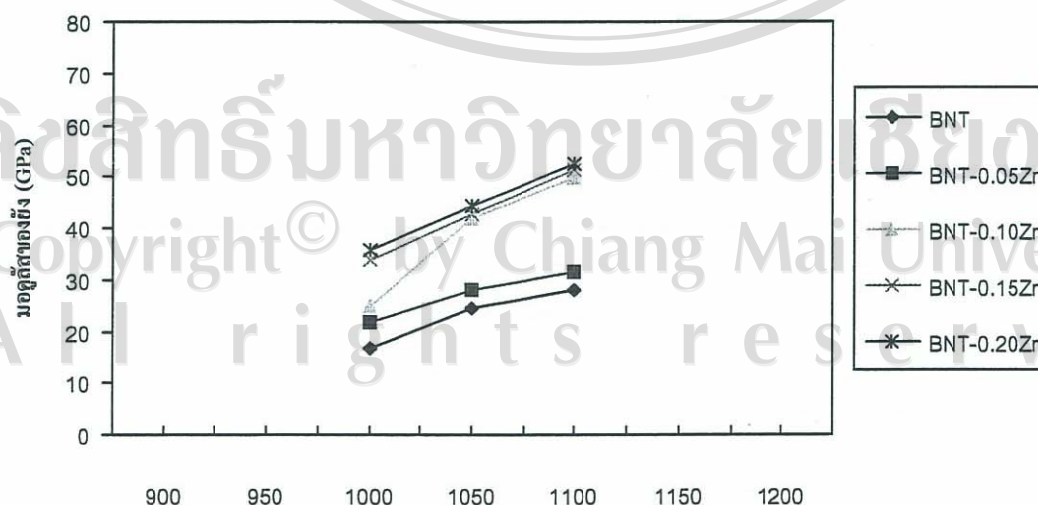
4.2.4.3 ผลการหาค่ามอดูลัสของยัง (Young's Modulus)

การหาค่ามอดูลัสของยังของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มีเซอร์โคเนียมผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% ตามลำดับ มาทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งทางจุลภาคโดยหัวกดแบบนูป ซึ่งใช้แรงในการกด 300 กรัม จึงสามารถนำไปคำนวณค่ามอดูลัสของเซรามิกจากสมการ (2-11) ซึ่งผลการทดสอบที่ได้แสดงในตาราง 4.5

ตาราง 4.5 แสดงค่ามอดูลัสของยังของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

Zr (mol%)	Young's Modulus (GPa)		
	1000 °C	1050 °C	1100 °C
0	16.71	24.33	27.92
5	21.64	27.92	31.58
10	25.00	41.97	49.83
15	33.71	42.89	51.33
20	35.74	44.29	52.27

จากผลการทดสอบในตาราง 4.5 สามารถนำไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า มอดูลัสของยังกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูป 4.17



รูป 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสของยังกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์

เมื่อพิจารณารูป 4.17 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสของยัง กับ อุณหภูมิในการเผาขึ้นเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$) พบว่าเซรามิก BNT มีค่ามอดูลัสของยังอยู่ในช่วง 16.71-27.92 GPa มีค่ามอดูลัสของยังสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 $^{\circ}\text{C}$ คือเท่ากับ 27.92 GPa และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม มีค่ามอดูลัสของยังอยู่ในช่วง 21.64-52.27 GPa มีค่ามอดูลัสของยังสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 $^{\circ}\text{C}$ คือเท่ากับ 52.27 GPa

ดังนั้น เซรามิก BNT มีค่ามอดูลัสของยังมากขึ้น เมื่อทำการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น และเมื่อทำการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกันของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าถ้า ปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นค่ามอดูลัสของยังก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่ามอดูลัสของยังระหว่างเซรามิก BNT กับเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่า เซรามิกที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมนั้นมีค่ามอดูลัสของยังมากกว่าเซรามิก BNT

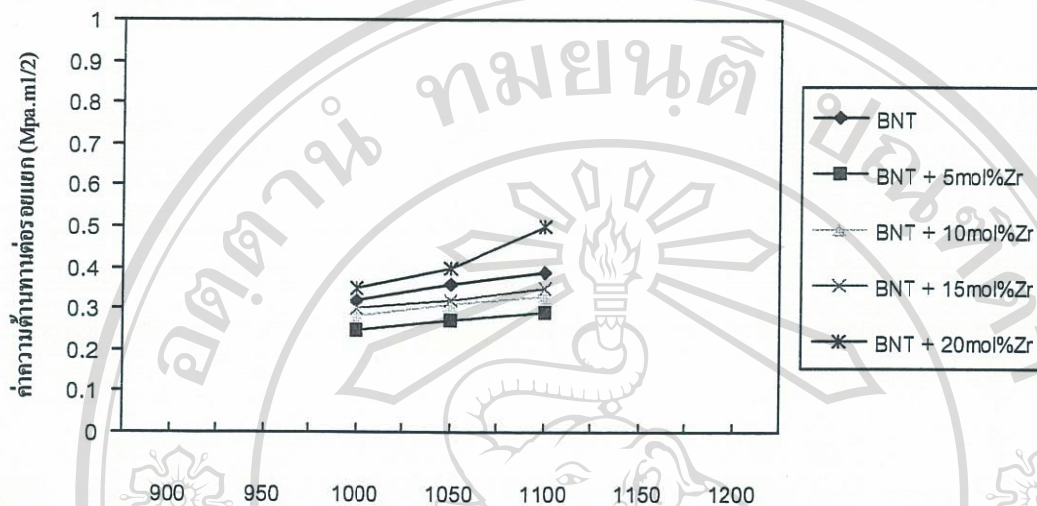
4.2.4.4 ผลการหาค่าความทนทานต่อรอยแตก (Fracture Toughness, K_{IC})

การตรวจสอบค่าความทนทานต่อรอยแตกของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มี เซอร์โคเนียมผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% ตามลำดับ มาทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งทางจุลภาคโดยหัวกดแบบวิกเกอร์ ซึ่งใช้แรงในการกด 1,000 กรัม พบว่า ลักษณะของรอยกดนั้นมีรอยแตก (crack) ออกมาจากมุมทั้ง 4 ด้านของรอยกด (รูป 4.10 ถึง 4.12) จึงสามารถนำไปคำนวณค่าความทนทานต่อรอยแตกของเซรามิกจากสมการ (2-9) ซึ่งผลการทดสอบที่ได้แสดงในตาราง 4.6

ตาราง 4.6 แสดงค่าความทนทานต่อรอยแตกของเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่เจือด้วย เซอร์โคเนียม

Zr (mol%)	ค่าความทนทานต่อรอยแตก ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)		
	1000 $^{\circ}\text{C}$	1050 $^{\circ}\text{C}$	1100 $^{\circ}\text{C}$
0	0.32	0.36	0.39
5	0.25	0.27	0.29
10	0.28	0.31	0.33
15	0.30	0.32	0.35
20	0.35	0.40	0.44

จากผลการทดสอบในตาราง 4.6 สามารถนำไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความทนทานต่อรอยแยกกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูป 4.18



รูป 4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความทนทานต่อรอยแยกกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์

เมื่อพิจารณาจาก รูป 4.18 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความทนทานต่อรอยแยกกับอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ (°C) พบว่าเซรามิก BNT มีค่าความทนทานต่อรอยแยกอยู่ในช่วง 0.32-0.39 MPa.m^{1/2} มีค่าความทนทานต่อรอยแยกสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 0.39 MPa.m^{1/2} และเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม มีค่าความทนทานต่อรอยแยกอยู่ใน ช่วง 0.35-0.50 MPa.m^{1/2} มีค่าความทนทานต่อรอยแยกสูงสุดที่อุณหภูมิ 1100 °C คือเท่ากับ 0.50 MPa.m^{1/2} ซึ่งค่าความทนทานต่อรอยแยกจะแปรผันตรงกับค่ามอดูลัสของยังและจะแปรผกผันกับค่าความยาวของรอยแตกที่เกิดจากห้วงกดแบบวิกเกอร์ โดยมีความสัมพันธ์ดังสมการ (2-9)

ดังนั้น เซรามิก BNT มีค่าความทนทานต่อรอยแยกมากขึ้น เมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นและเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกันของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าถ้าปริมาณของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นค่าความทนทานต่อรอยแยกก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าความทนทานต่อรอยแยกระหว่างเซรามิก BNT กับเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม พบว่าเซรามิก BNT + 20mol%Zr มีค่าความทนทานต่อรอยแยกมากกว่าเซรามิก BNT

4.2.5 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก

เมื่อนำสารเซรามิก BNT และเซรามิก BNT ที่มี Zr ผสมอยู่ตั้งแต่ 5mol%, 10mol%, 15mol% และ 20mol% ที่เตรียมได้มาศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กตริก กับอุณหภูมิที่ความถี่ต่างๆ โดยใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ดังที่ได้กล่าวในบทที่ 3 ได้ผลการทดลอง ดังรูป 4.19 - 4.21 นอกจากนี้ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 320 °C ได้ถูกใส่ไว้ในตาราง 4.7 และ 4.8 เพื่อการเปรียบเทียบ

จากรูปจะเห็นว่าที่ทุกอุณหภูมิซินเตอร์ กราฟของค่าไดอิเล็กตริกของ BNT จะมีลักษณะคล้ายคลึงกันนั่นคือจะมีพีคอยู่ตรงช่วงอุณหภูมิคูรี สำหรับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิห้อง จะมีค่าใกล้เคียงกันคือประมาณ 600 แต่ที่อุณหภูมิ 320 °C แนวโน้มของค่าไดอิเล็กตริกจะมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น

เมื่อดูกราฟของแต่ละอุณหภูมิซินเตอร์ จะพบว่าการเจือด้วยเซอร์โคเนียมทำให้ความสัมพันธ์ระหว่างค่าไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิแตกต่างไปจากชิ้นงาน BNT โดยเฉพาะที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1000 และ 1050 °C

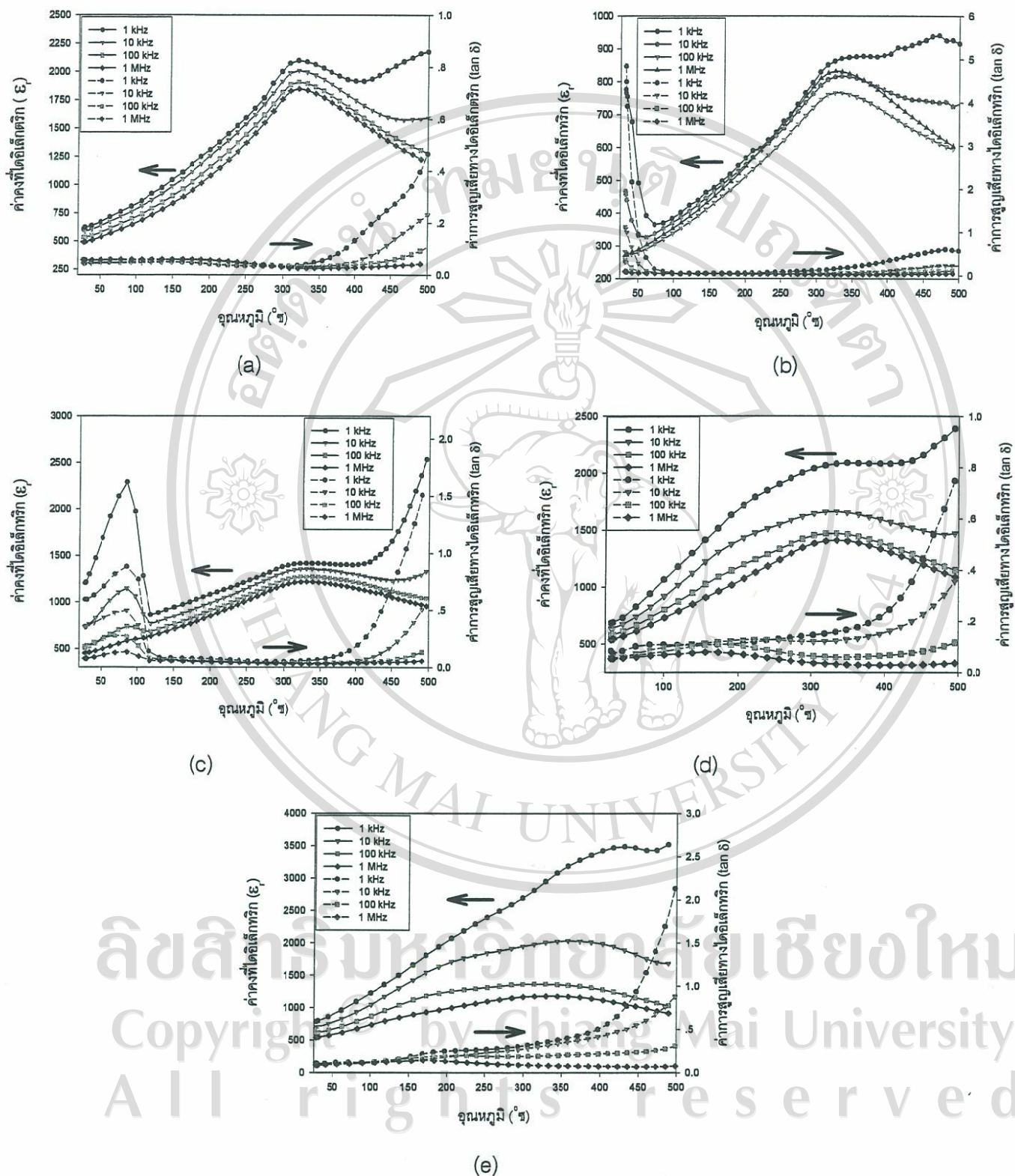
ที่อุณหภูมิ 1000 °C ในชิ้นงานที่มี 5mol%Zr พบว่าค่าไดอิเล็กตริกมีค่าสูง กว่าของ BNT จากนั้นค่าจึงลดลงและสูงขึ้นเป็นพีคที่อุณหภูมิคูรี การเกิดขึ้นของพีคนี้น่าจะเกิดจากการเปลี่ยนโครงสร้างภายในวัสดุซึ่งอาจจะเป็นการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกหรือการเปลี่ยนสภาพทางไฟฟ้าก็ได้ เมื่อเพิ่มปริมาณของเซอร์โคเนียมเป็น 10mol%Zr จะเห็นว่าค่าไดอิเล็กตริกที่มีค่าสูงนั้น ชยับออกมาเป็นพีคที่อุณหภูมิประมาณ 85 °C อาจจะเป็นไปได้ว่าปริมาณของไอออนเซอร์โคเนียมที่เพิ่มขึ้น ทำให้การเปลี่ยนโครงสร้างผลึกหรือสภาพทางไฟฟ้าเกิดได้ยากขึ้น ในกรณีที่ปริมาณของเซอร์โคเนียมสูงกว่า 10mol%Zr ดูเหมือนว่าพีคที่อุณหภูมิต่ำนั้นจะยังชยับไปทางขวามือเข้าไปใกล้อุณหภูมิคูรีมากขึ้น ทำให้ลักษณะโดยรวมของกราฟมีลักษณะที่กว้างและค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิสูงมีค่าสูงขึ้นกว่าหรือใกล้เคียงกับของ BNT ส่วนค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกนั้น จะแปรผันตามขนาดของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกซึ่งถ้าเทียบกับ BNT ชิ้นงานที่มีไอออนเซอร์โคเนียมยังมีค่าที่ค่อนข้างสูง

ที่อุณหภูมิ 1050 °C ในชิ้นงานที่มี 5mol%Zr จะเห็นว่าเริ่มมีพีคที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 70-75 °C คล้ายคลึงกับที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1000 °C แต่เมื่อปริมาณของไอออนเซอร์โคเนียมสูงกว่า 5mol%Zr พีคดังกล่าวจะหายไป แต่ทำให้ลักษณะของกราฟโดยรวมมีลักษณะที่กว้างขึ้นเช่นเดียวกัน จะเห็นว่าการเปลี่ยนอุณหภูมิซินเตอร์มีผลต่อค่าไดอิเล็กตริกของเซรามิก BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียม

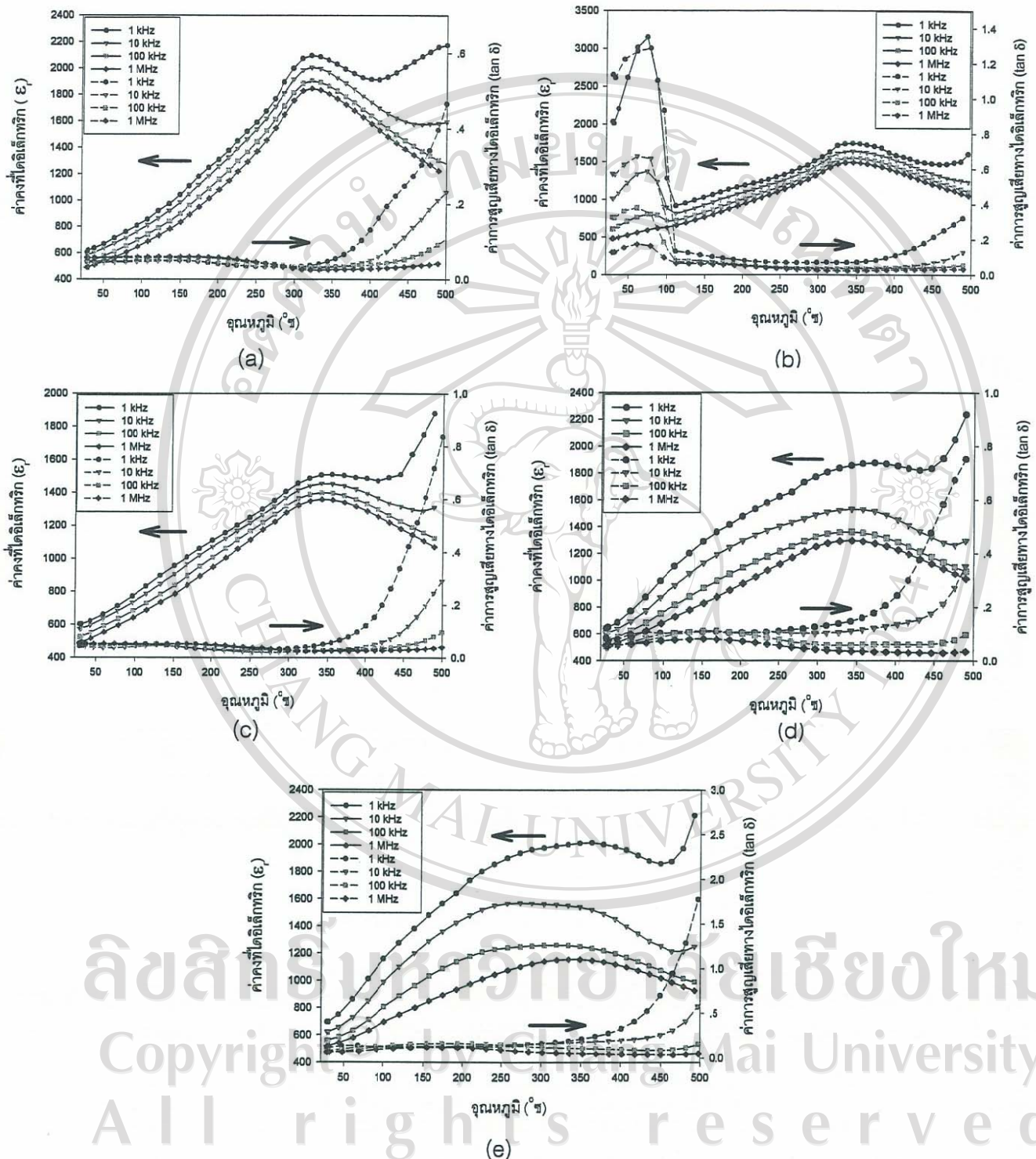
ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1100 °C ที่ 5mol%Zr จะพบเพียงแต่ฟีดเล็กๆที่อยู่ภายใต้กราฟรวม และเมื่อเพิ่มปริมาณของไฮดรอกซีโคเนียม พบว่าจะทำให้ลักษณะของกราฟโดยรวมของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีความกว้างเพิ่มขึ้นเช่นกัน

จากผลการทดลองนี้ ถึงแม้ว่าจะยังบอกไม่ได้แน่ชัดว่า ฟีดที่อุณหภูมิต่ำเกิดขึ้นเนื่องจากสาเหตุใด แต่การเปลี่ยนโครงสร้างผลึกและการเปลี่ยนสภาพทางไฟฟ้าอาจจะมีส่วนอยู่มาก นอกจากนี้ ผลของอุณหภูมิซินเตอร์ที่มีต่อลักษณะของกราฟค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิ ยังต้องมีการศึกษาต่อไป ทั้งในแง่ของการวัดฮิสเทอรีซิสลูป (Hysteresis loop) เพื่อคุณสมบัติและสภาพทางไฟฟ้าของชิ้นงานว่ามีสภาพเป็นแบบเฟอร์โรอิเล็กตริกหรือแอนไทเฟอร์โรอิเล็กตริก นอกจากนี้ หากสามารถที่จะวัดสมบัติดังกล่าวพร้อมกับการศึกษาโครงสร้างผลึกที่อุณหภูมิสูงแล้ว น่าจะนำไปสู่ความเข้าใจในตัววัสดุ BNT ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมมากยิ่งขึ้น

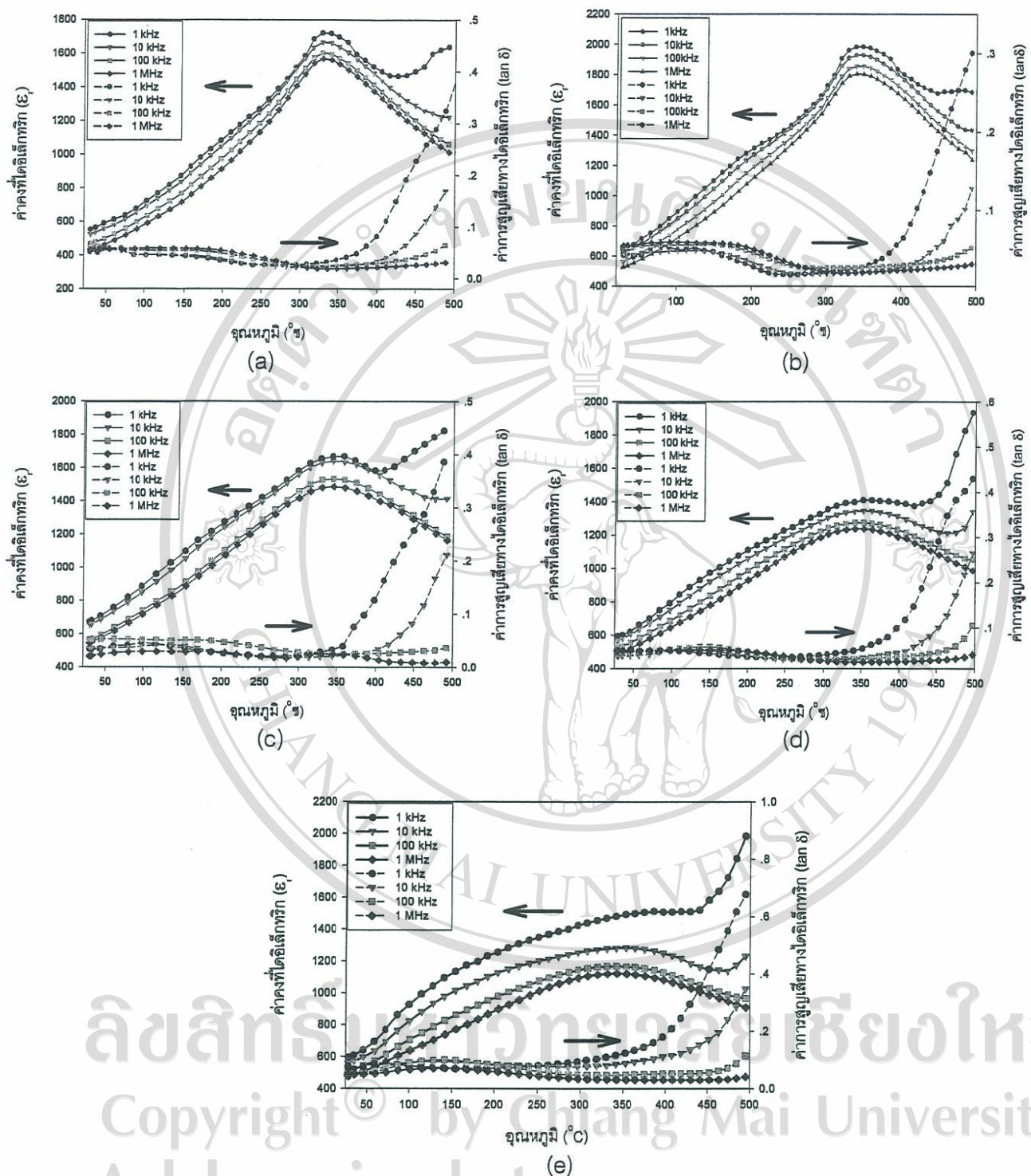
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 4.19 กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของเซรามิก BNT
เจือด้วย Zr (a) 0 mol% (b) 5 mol% (c) 10 mol% (d) 15 mol% (e) 20 mol% เผาที่ 1000 °C



รูป 4.20 กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของเซรามิก BNT เจือด้วย Zr (a) 0 mol% (b) 5 mol% (c) 10 mol% (d) 15 mol% (e) 20 mol% เผาที่ 1050 °C



รูป 4.21 กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของเซรามิก BNT
เจือด้วย Zr (a) 0 mol% (b) 5 mol% (c) 10 mol% (d) 15 mol% (e) 20 mol% เผาที่ 1100 °C