

บทที่ 4

วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติเชิงกล ของวัสดุผสมระหว่าง เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) และ ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ (PC) แบบ 0-3 ซึ่งในขั้นตอนแรกจะทำการเตรียม เซรามิก PZT และ ทำการวัดสมบัติทางกายภาพอื่น ได้แก่ ความหนาแน่น การหดตัวเชิงปริมาตร และ น้ำหนักที่สูญเสียหลังจากการเผาซินเตอร์ หลังจากนั้นจึงนำเซรามิก PZT ที่ดีที่สุดไปทำการผสมกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ด้วยอัตราส่วนต่างๆ โดยปริมาตรเพื่อเตรียมเป็นวัสดุผสม แล้วจึงทำการตรวจสอบ ความหนาแน่นของวัสดุผสม โดยอาศัยหลักการของอิมมิดิส และการตรวจสอบเฟส โดยอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) รวมไปถึง การศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสูญญากาศไม่มาก (Scanning Electron Microscope, SEM) การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าที่ผ่านการทำขั้ว ได้แก่ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และ สัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริก โดยใช้ เครื่อง LCZ meter และ piezoelectric meter ตามลำดับและ การทดสอบค่าสัมประสิทธิ์คูลัมไฟฟ้าเชิงกล ส่วนการทดสอบสมบัติเชิงกลได้แก่ การกดอัด (compressive strength) แล้วศึกษาถึงความสัมพันธ์ของสมบัติต่างๆ โดยในขั้นตอน การเตรียมเซรามิก PZT และ วัสดุผสมมีรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี อุปกรณ์ กระบวนการเตรียม และการตรวจสอบสมบัติต่างๆดังนี้

4.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 4.1.1 เลดออกไซด์ (lead oxide: PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 4.1.2 เซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide: ZrO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Rirdel-deHaën ประเทศฝรั่งเศส
- 4.1.3 ไทเทเนียมออกไซด์ (titanium oxide: TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท Rirdel-deHaën ประเทศฝรั่งเศส
- 4.1.4 ผงอะลูมินาไดออกไซด์ (alumina dioxide, Al_2O_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.7 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 4.1.5 เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 ผลิตโดยบริษัท Merck KGaA ประเทศเยอรมัน

- 4.1.6 น้ำมันซิลิโคน (silicone oil) 200 fluid 350 cs ผลิตโดยบริษัท APS Ajax Finechem ประเทศออสเตรเลีย
- 4.1.7 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol, PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 4.1.8 ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ตราช้าง ผลิตโดยเครือซีเมนต์ไทย ประเทศไทย

4.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 4.2.1 กระจกปอลาสติกพร้อมฝาปิดใช้สำหรับบดย่อย
- 4.2.2 ช้อนตักสาร
- 4.2.3 เทปกา
- 4.2.4 บีกเกอร์ขนาด 100 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- 4.2.5 ลูกบดเซอรโคเนีย (zirconia milling ball)
- 4.2.6 ครกบดสาร (agate mortar)
- 4.2.7 เวอร์เนียคาลิเปอร์ (vernier caliper)
- 4.2.8 แท่งกวนสารที่ทำจากแท่งแม่เหล็กขนาด 2.5 เซนติเมตร (magnetic stirrer)
- 4.2.9 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 4.2.10 กระดาษทรายน้ำเบอร์ 400 600 800 และ 1000
- 4.2.11 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร
- 4.2.12 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร

4.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

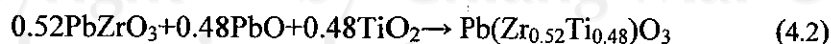
- 4.3.1 เตาแผ่นความร้อน (hot plate) ผลิตโดยบริษัท Schott Gerate GMBH รุ่น SLK4
- 4.3.2 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (hydraulic press)
- 4.3.3 เครื่องบดผสมแบบ ball milling ความเร็ว 60 รอบ/นาที
- 4.3.4 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น MH-300
- 4.3.5 ตู้อบสารอุณหภูมิ 200^oซ ผลิตโดยบริษัท Giffin Grundy
- 4.3.6 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิ 1500^oซ ผลิตโดยบริษัท Lenton รุ่น 4279

- 4.3.7 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) ผลิตโดยบริษัท Philip รุ่น X-pert
- 4.3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM 6335FLCZ
- 4.3.9 เครื่องสร้างความต่างศักย์สูง (high voltage) รุ่น Hipotronics model HD 100 series HIPOT test
- 4.3.10 เครื่อง LCZ meter ผลิตโดยบริษัท Hewlett Packard 4276A
- 4.3.11 เครื่องวัดค่าคงที่พีโซอิเล็กทริก (piezoelectric meter) รุ่น Pennebaker Model 800 Piezo d₃₃ Tester ผลิตโดยบริษัท American Piezo Ceramics, Inc.
- 4.3.12 เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอ่าง (temperature bath) รุ่น THERMAL ROBO TR-1A ผลิตโดยบริษัท AS ONE
- 4.3.13 เครื่องทดสอบการกดอัด รุ่น S-SERIES ผลิตโดยบริษัท HOUNSFIELD TEST EQUIPMENT

4.4 กระบวนการเตรียมวัสดุผสมระบบ 0-3 ของ เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) และ ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์(PC)

4.4.1 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT)

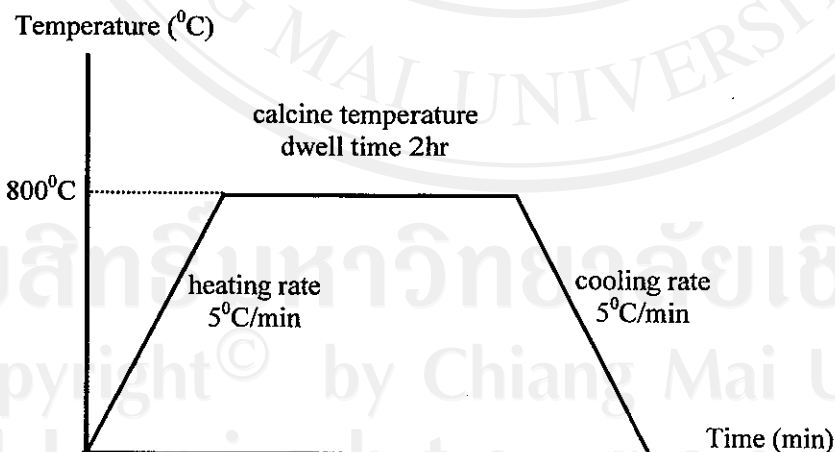
ในการทดลองนี้เลือกใช้เทคนิคการเตรียมแบบ Solid state reaction หรือ อาจเรียกว่า mixed oxide เนื่องจากสามารถทำการเตรียมได้ในปริมาณมากและทำการเตรียมผง PZT ด้วยวิธีแบบ Two Step ซึ่งมีการเตรียมสองขั้นตอนโดยเริ่มจาก การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนต (PbZrO₃: PZ) จากสมการ 4.1 และเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไทเทเนตจากสมการ 4.2



โดยเริ่มจากการเตรียมผง PZ ซึ่งสารด้วยเครื่องชั่งแบบดิจิตอลความละเอียด 0.0001 มิลลิกรัม สามารถชั่งได้สูงสุดไม่เกิน 210 กรัม และผสมสารตั้งต้น กับตัวช่วยกระจาย (dispersing agent) โดยใช้เอทิลแอลกอฮอล์ หรือ เอทานอล เป็นตัวทำละลายเนื่องจาก เอทานอล ไม่ทำปฏิกิริยา

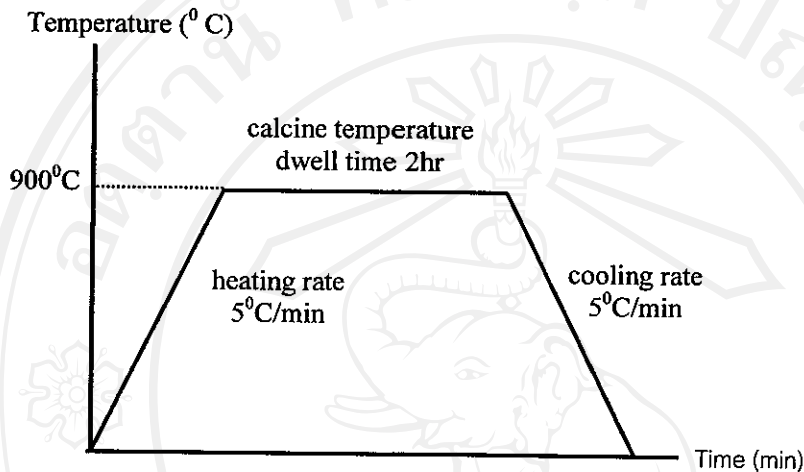
กับสารตั้งต้น และเป็นสารที่ระเหยง่าย หลังจากนั้น ทำการบรรจุสารละลายลงในภาชนะ ซึ่งเป็น กระจกพลาสติก พร้อมกับใส่ลูกบดเซอร์โคเนีย (zirconia milling ball) ซึ่งมีขนาดเส้นผ่าน ศูนย์กลาง $3/8" \times 3/8"$ โดยใส่ประมาณ 1 ใน 3 ของ กระจกแล้วปิดฝาให้สนิท จากนั้นนำไปวางบน โรล (roll) ของเครื่องบดผสมสารแบบ ball milling โดยมีมอเตอร์เป็นตัวหมุนแกนหลักด้วย ความเร็ว 60 รอบต่อนาที ทำการ ball-mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้จังหวะการหมุนคือ หมุน 4 ชั่วโมง พัก 2 ชั่วโมง ทำจนครบการหมุน 24 ชั่วโมง เพื่อให้ลูกบดช่วยผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันและ กระจายตัวผสมกันอย่างสม่ำเสมอ เรียกวิธีการนี้ว่า wet ball-mill

หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ออกมาตั้งบนเตาแผ่นความร้อน (hot plate) พร้อมกับคน สารด้วย magnetic stirrer ไปด้วยจนเอธานอลระเหยออกจนหมด สารที่ได้จะมีลักษณะหมาดๆ นำ สารละลายที่ได้เข้าอบที่ตู้อบอุณหภูมิ 105°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้แน่ใจได้ว่าเอธานอลได้ ระเหยออกไปหมดแล้ว ซึ่งลักษณะของสารจะแห้งและจับตัวเป็นก้อน จากนั้นนำสารที่ได้มาบด ด้วยครกบดสาร (agate mortar) พร้อมกับร่อนด้วยตะแกรงไนลอนเบอร์ 120 (≈ 80 ไมครอน) จากนั้นนำสารที่ได้ใส่ในถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) พร้อมกับปิดฝา ซึ่งถ้วยอะลูมินานี้จะ สามารถทนความร้อนได้สูงถึง 1600°C จากนั้นนำถ้วยที่บรรจุสารเข้าสู่กระบวนการแคลไซน์โดยใช้ เตาไฟฟ้าอุณหภูมิ 1500°C ซึ่งในการเผาแคลไซน์ ผงเลเซอร์โคไซด์ ในการทดลองนี้ใช้อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5°C ต่อนาที แผนผังการเผา แคลไซน์แสดงดังรูป 4.1



รูป 4.1 แผนผังการเผาแคลไซน์ผงPZ

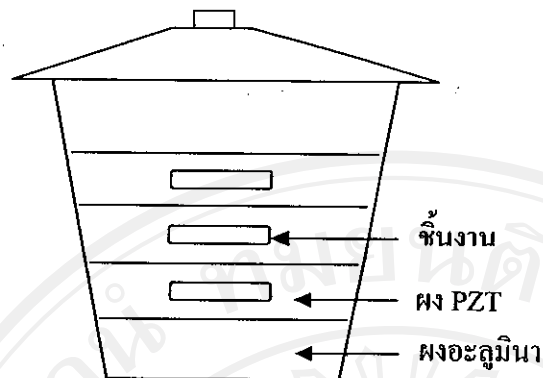
เมื่อได้ผงPZแล้ว ก็ทำการเตรียมผงPZTจากสมการ 4.2 โดยทำซ้ำทุกขั้นตอนเหมือนกับการเตรียมผงPZ โดยเปลี่ยนอุณหภูมิแคลไซน์เป็น 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5°C ต่อนาที แผนผังการเผาแคลไซน์ผงPZTแสดงดังรูป 4.2



รูป 4.2 แผนผังการเผาแคลไซน์ ผง PZT

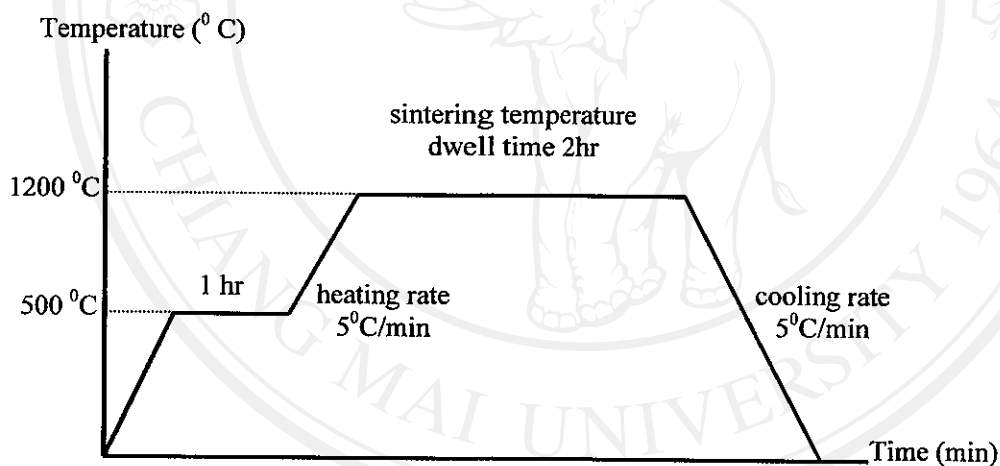
4.4.2 การเตรียมเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT)

เมื่อได้ผงPZTที่มีปริมาณผลึกเพอร์อฟสไกต์สูงสุดแล้วจะทำการทำการบดผสมผงPZT กับสารละลาย PVA ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นตัวช่วยในการอัดขึ้นรูปในอัตรา 1 หยด ต่อผงPZT 1.5 กรัม จากนั้นอัดขึ้นรูปขึ้นงานด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ด้วยแรง 1 ตัน เป็นเวลา 10 วินาที ในแม่พิมพ์โลหะที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (dise) ซึ่งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว (green body) มาจัดเรียงลงในถ้วยอะลูมินา และเนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์นั้นสูงกว่าจุดหลอมเหลวของตะกั่วออกไซด์ (PbO) ดังนั้นเพื่อเป็นการช่วยป้องกันไม่ให้ตะกั่วออกไซด์ระเหยออกไปหรือระเหยออกไปน้อยที่สุด ก็ต้องเพิ่มบรรยากาศของตะกั่วออกไซด์ เข้าไป โดยใช้วิธีการกลบชิ้นงานด้วยผงPZT ก่อนที่จะทำการปิดฝาให้สนิท ดังแสดงในรูป 4.3



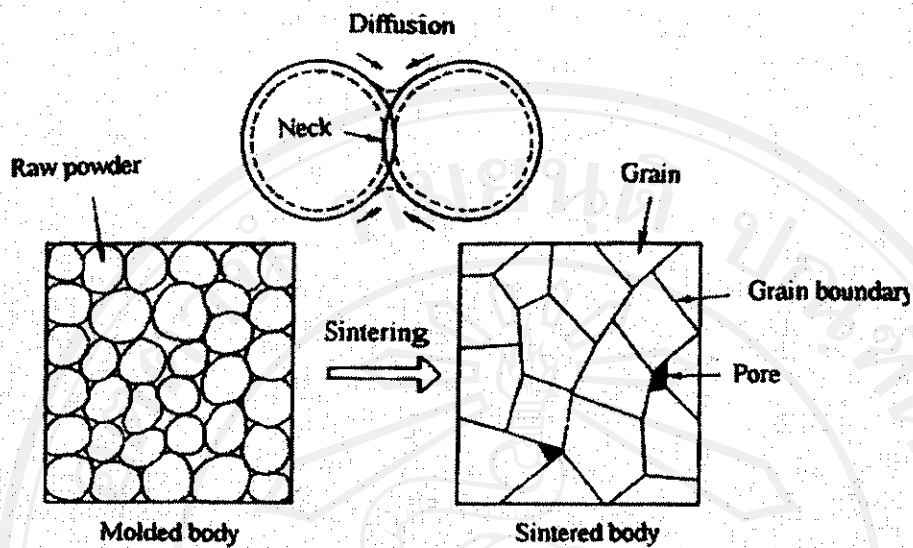
รูป 4.3 ลักษณะการจัดชั้นงานสำหรับการเผาซินเตอร์

จากนั้นนำไปเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงโดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5°C ต่อนาที ดังแผนผังการเผาซินเตอร์ในรูป 4.4



รูป 4.4 แผนผังการเผาซินเตอร์เซรามิก PZT

โดยจะต้องทำการเผาเซที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงก่อนเพื่อทำการไล่ PVA ที่ใช้ผสมผง PZT ในตอนต้น ซึ่งในการเผาซินเตอร์จะทำให้อะตอมของสารเกิดการแพร่เข้าหากันและเชื่อม ติดกันแต่มีใช้การหลอมรวมกัน เกิดเป็นลักษณะของคอคอดที่เรียกว่า “เนค (neck)” และที่อุณหภูมิสูงและเวลานานพอจะทำให้เนค เกิดการโตขึ้น ส่งผลให้ช่องว่างภายในระหว่างเกรนนั้นลดลงส่งผลให้สารมีความหนาแน่นสูงขึ้นดังรูป 4.5



รูป 4.5 ลักษณะการเกิดเนคในกระบวนการซินเตอร์

4.4.3 การคัดขนาดผงเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนตโดยวิธีการ บด-ร่อน

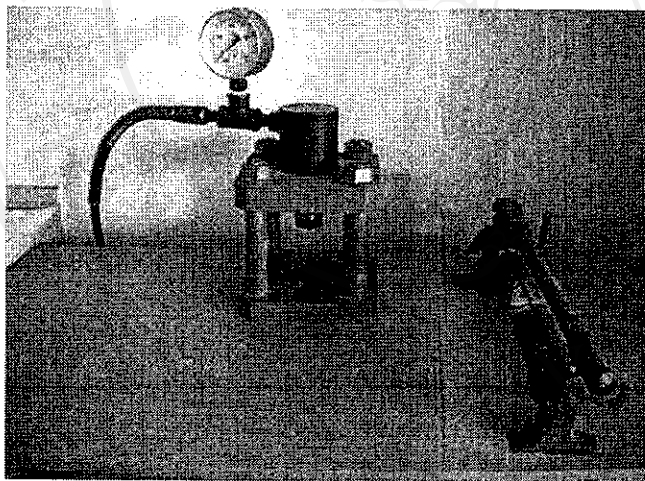
เมื่อผง PZT ได้ผ่านกระบวนการซินเตอร์เป็นเม็ดเซรามิก PZT แล้ว จากนั้นทำการนำ เม็ดเซรามิก PZT มาขัดผิวหน้าเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดมา ด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600 แล้วจึงนำมาบดด้วยครกบด สแตนเลส (stainless mortar) นำผงที่ผ่านการบดมาร่อนผ่าน ตะแกรง (sieve size) เพื่อคัดขนาด ให้ขนาดเซรามิก PZT มีค่ามัธยฐาน ≈ 600 ไมครอน

แผนผังการเตรียมเซรามิก PZT และการคัดขนาดแสดงดังรูป 4.6

4.4.4 การเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3

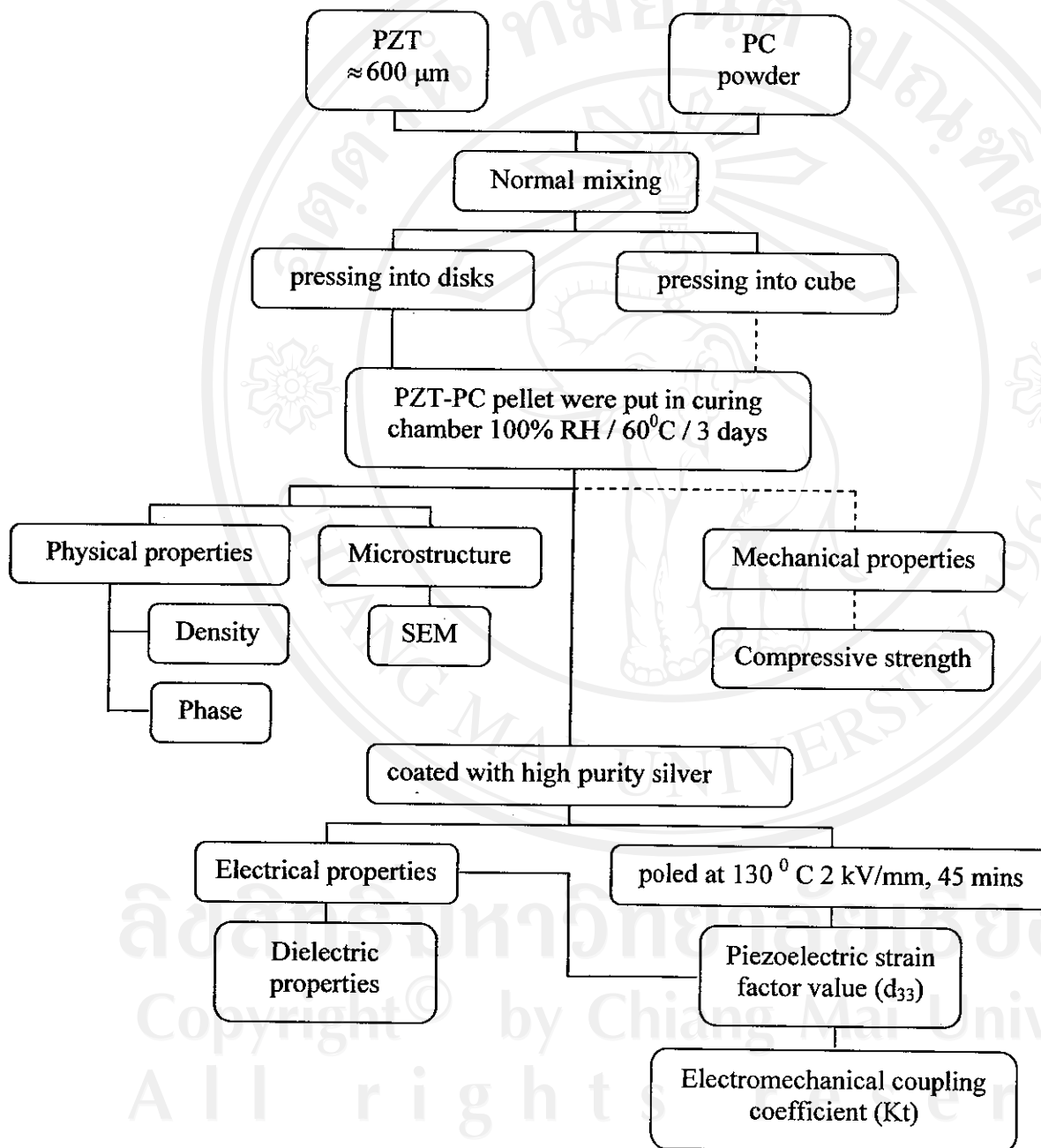
วัสดุผสมแบบ 0-3 ที่เลือกใช้ในการทดลองนี้ คือ PZT-ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ โดยให้ PZT เป็นดิสเพรสเฟส และให้ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์เป็นเมทริกซ์เฟส

โดยเริ่มจากการร่อนปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ไม่ให้จับตัวกันเป็นก้อน จากนั้นจึงนำไปผสมกับเม็ดเซรามิก PZT โดยวิธีการผสมแบบธรรมดา (normal mixing) ด้วยอัตราส่วน 0 30 60 และ 90 ร้อยละโดยปริมาตรของ PZT จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ดังรูป 4.7 ด้วยแรง 1-1.5 ตัน เป็นเวลา 10 วินาที ในแม่พิมพ์โลหะที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disc) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วมาจัดเรียงในเครื่องควบคุมอุณหภูมิ 60°C และในสถานะที่มีความชื้นเป็นเวลา 3 วัน เพื่อให้ปูนซีเมนต์ซึ่งที่เป็นเมทริกซ์เฟสเกิดการแข็งตัว เชื่อมประสานเซรามิก PZT ซึ่งเป็นดิสเพรสเฟส และ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยา ไฮเดรชันที่สมบูรณ์ จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบสมบัติต่างๆ



รูป 4.7 เครื่องอัดไฮดรอลิกที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป

แผนผังสรุปขั้นตอนการเตรียมทั้งหมดของวัสดุผสม PZT-ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ แสดงดัง
รูป 4.8 และในงานวิจัยนี้ได้เตรียมวัสดุผสมในอัตราส่วนต่างๆ และการทดสอบสมบัติต่างๆดัง
ตาราง 4.1



รูป 4.8 แผนผังขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสม PZT-ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

ตาราง 4.1 วัสดุผสมในอัตราส่วน และการทดสอบสมบัติต่างๆ

Sample code	Ratio PZT:PC	Physical Properties		Microstructure (SEM)	Electrical Properties		K _t	Mechanical Properties (Compressive Strength)
		XRD	Density		$\epsilon_r, \tan\delta$	d33		
PC	0:100	✓	✓	✓	✓	-	-	✓
30%PZT	30:70	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
40%PZT	40:60	✓	✓	-	✓	✓	-	-
50%PZT	50:50	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-
60%PZT	60:40	✓	✓	-	✓	✓	-	✓
70%PZT	70:30	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-
80%PZT	80:20	✓	✓	-	✓	✓	-	-
90%PZT	90:10	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-
PZT	100:0	✓	✓	-	✓	✓	-	-

4.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของวัสดุผสม

4.5.1 การหาค่าความหนาแน่น

4.5.1.1 หาค่าความหนาแน่นของเม็ดเซรามิกPZT

การหาค่าความหนาแน่นของเม็ดเซรามิกPZTจะยึดหลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes' principal) ซึ่งกล่าวว่า “เมื่อวัสดุจมในของเหลววัตถุนั้นจะถูกพยุงขึ้นด้วยแรงที่มีขนาดเท่ากับน้ำหนักของเหลวที่ถูกแทนที่” ขั้นตอนการหา คือ ชั่งเม็ดเซรามิกPZTในอากาศแล้วบันทึกค่า จากนั้นทำการชั่งเม็ดเซรามิกPZTในน้ำ หาค่าตัวแปรต่างๆที่ต้องใช้ดังสมการ

จากความสัมพันธ์

$$\rho = \left(\frac{W_0}{W_1 - W_2} \right) \rho_0 \quad (4.3)$$

โดย ρ คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง

ρ_0 คือ ความหนาแน่นของของเหลวในการทดลองนี้ คือ น้ำ ที่อุณหภูมิขณะชั่ง

W_0 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในอากาศหลังจากอบแห้ง 24 ชั่วโมง

W_1 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในอากาศหลังดมที่ 100⁰ซ เป็นเวลา

4-6 ชั่วโมง

W_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในของเหลวหลังต้มที่ 100°C เป็นเวลา 4-6 ชั่วโมง

4.5.1.2 หาค่าความหนาแน่นของเม็ดวัสดุผสมและปูนซีเมนต์

การหาค่าความหนาแน่น จะยึดหลักของอาร์คิมิดีสเช่นกัน ขั้นตอนการหาจะต่างจากการหาความหนาแน่นของเม็ดเซรามิก PZT ตรงที่จะไม่ต้มเม็ดวัสดุผสมแต่จะทำการแช่ในน้ำ 30 นาทีแทนซึ่งค่าตัวแปรต่างๆที่ต้องใช้มีดังสมการ

$$\rho = \left(\frac{W_1}{W_1 - W_2} \right) \rho_0 \quad (4.4)$$

โดย W_1 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในอากาศ
 W_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในน้ำหลังแช่ในน้ำที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 45 นาที

และจากกฎทรงมวลของสารดังสมการ 4.5 สามารถคำนวณความหนาแน่นเชิงทฤษฎีเพื่อนำมาเปรียบเทียบกับความหนาแน่นของวัสดุผสมจากการวัดจริงได้

$$M = M_{\text{PZT}} + M_{\text{PC}} \quad (4.5)$$

โดยที่ M คือ มวลของวัสดุผสม
 M_{PZT} คือ มวลของ PZT ในวัสดุผสม
 M_{PC} คือ มวลของ PC ในวัสดุผสม

จากนิยามความหนาแน่น $\rho = \frac{M}{V} \quad (4.6)$

$$M = \rho V \quad (4.7)$$

แทนค่า 4.7 ใน 4.5 จะได้ $\rho V = \rho_{\text{PZT}} V_{\text{PZT}} + \rho_{\text{PC}} V_{\text{PC}} \quad (4.8)$

โดยที่	V	คือ	ปริมาตรของวัสดุผสม
	V_{PZT}	คือ	ปริมาตรของ PZT ในวัสดุผสม
	V_{PC}	คือ	ปริมาตรของ PC ในวัสดุผสม
	ρ_{PZT}	คือ	ความหนาแน่นของ PZT ในวัสดุผสม
	ρ_{PC}	คือ	ความหนาแน่นของ PC ในวัสดุผสม

4.5.2 การตรวจโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

เทคนิคนี้จะอาศัยการตรวจสอบโดยอาศัยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) คือ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิววัสดุ ซึ่งมีโครงสร้างเป็นผลึก จะมีการจัดเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) ซึ่งจะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อรังสีที่เลี้ยวเบนมาจากชุดระนาบเดียวกัน เมื่อนำเครื่องตรวจจับ (detector) มาวางที่ตำแหน่งมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารประกอบแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะของโครงสร้าง

เมื่อนำวัสดุผสมที่ได้ มาตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลที่ได้จะเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ตามกฎของแบร็ก (Bragg's law) ซึ่งสามารถนำมาคำนวณค่า d-spacing ได้จากสมการ 4.9

$$2d \sin \theta = \lambda \quad (4.9)$$

เมื่อ d = ค่า d-spacing

λ = ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากเป้าทองแดง
ซึ่งมีค่าประมาณ $1.54 \text{ \AA}$

θ = มุมของแบร็ก

เมื่อได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แล้วจะนำไปเทียบกับข้อมูลใน JCPDS file ซึ่งเป็นฐานข้อมูลของ XRD

4.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา (morphology) หรือโครงสร้างจุลภาค (microstructure) ของสารตัวอย่างซึ่งมีกำลังขยายมากกว่า 3000 เท่าจนถึงมากกว่า 100,000 เท่า โดยการแจกแจงรายละเอียดของภาพมีความเป็นไปได้ประมาณ 3 นาโนเมตร ในการทดลองนี้จะเป็นการนำชิ้นงานวัสดุผสม PZT-PC ที่มีอัตราส่วนในการผสมต่าง ๆ มาส่องด้วยกล้อง SEM ข้อมูลที่ได้นี้สามารถบอกลักษณะ รูปร่าง และ การจัดเรียงตัวของวัสดุผสมได้ นอกจากนี้ยังสามารถเห็นถึงบริเวณรอยต่อของเฟสที่ต่างกันและรูพรุนภายในของวัสดุผสมได้

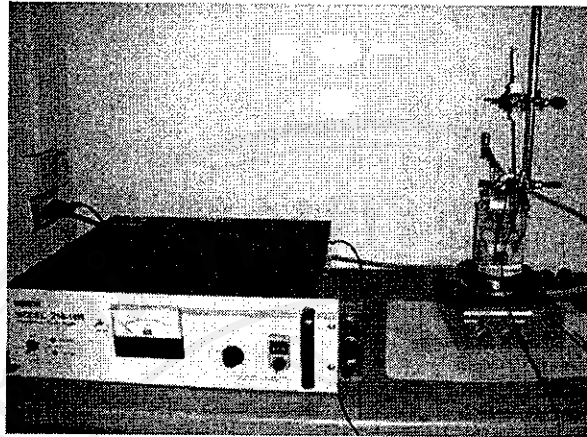
การเตรียมชิ้นงานก่อนนำไปถ่าย SEM มีวิธีการเตรียมดังนี้

- ทำความสะอาดชิ้นงานเพื่อขจัดสิ่งสกปรกที่เกาะบริเวณผิววัสดุผสมออกให้หมด
- นำวัสดุผสมที่ได้เข้าเตาอบอุณหภูมิ 105°C ประมาณ 45 นาทีเพื่อไล่ความชื้น
- นำชิ้นวัสดุผสมที่ผ่านการชุบให้แตกติดลงบนแท่นวางชิ้นงานทองเหลืองที่ติดเทปคาร์บอนไว้
- เคลือบผิวชิ้นงานด้วยวิธี gold sputtering เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าแบบครบวงจรต่อชิ้นงาน
- ทำการตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM เพื่อดูลักษณะสัณฐานวิทยาของรอยหักของวัสดุผสม

4.7 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

4.7.1 การสร้างขั้วและการโพล

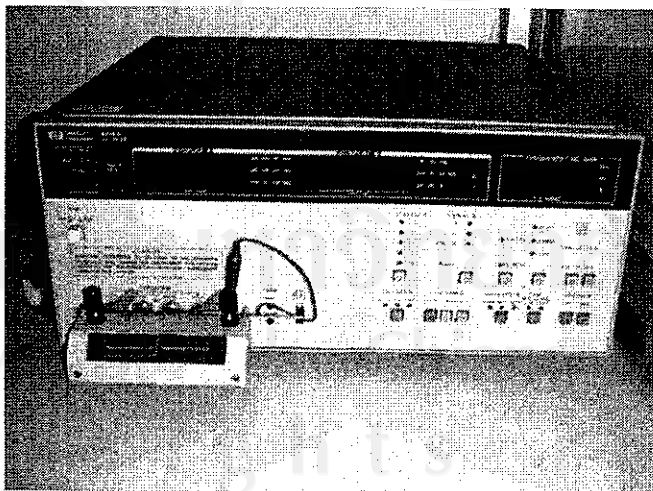
เริ่มจากการขัดชิ้นงานให้มีขนาดตามต้องการ จากนั้นนำไปอบให้แห้งประมาณ 45 นาที ก่อนนำมาทากาวเงิน (silver paint) แบบไม่เผาเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าแบบครบวงจร จากนั้นจะเข้าสู่ขั้นตอนของการโพล จัดอุปกรณ์ดังรูป 4.9 ซึ่งการโพลนั้น เป็นการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปเบี่ยงเบนโพลาริเซชันในเนื้อสารให้เปลี่ยนไปตามสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไป โดยจะนำชิ้นงานไปวางในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 130°C โดยให้สนามไฟฟ้าแก่ชิ้นงานขนาด 2 กิโลโวลต์ต่อมิลลิเมตร เป็นเวลา 45 นาที โดยจะสร้างขั้วในทิศตามแนวความยาวของวัสดุผสม



รูป 4.9 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการโพล

4.7.2 การตรวจสอบค่าสภาพสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) และ ค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$)

หลังจากเตรียมชิ้นงานให้มีขนาดตามต้องการแล้วจากนั้นนำชิ้นงานทาด้วยกาวเงินทั้งสองด้านเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าแบบครบวงจร จากนั้น นำมาวัดความจุและค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในทิศทางแนวความยาวของวัสดุผสมด้วยเครื่อง LCZ meter ดังรูป 4.10 ซึ่งเมื่อนำไปคำนวณหาสภาพยอมสัมพัทธ์จากสมการ 4.10 จะได้เป็น ϵ_{33} โดยจะทำการวัดที่อุณหภูมิห้องด้วยความถี่ 1 กิโลเฮิร์ต



รูป 4.10 เครื่อง LCZ meter สำหรับวัดค่าความจุและค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง

จาก

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (4.10)$$

- เมื่อ C = ค่าความสามารถในการกักเก็บประจุของสาร (F)
 ϵ_0 = ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่า 8.854×10^{-12} (F/m)
 ϵ_r = ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารไดอิเล็กทริกนั้น
 A = พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าบนสารไดอิเล็กทริก (m^2)
 d = ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า (m)

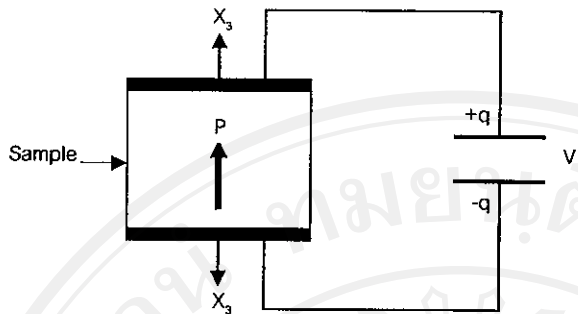
4.7.3 การตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริก

นำวัสดุผสมที่ผ่านการโพล ในทิศทางตามแนวความยาวหรือในแนวนอนกับทิศทางการให้สนามไฟฟ้า ไปทำการวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกหลังจากที่ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง โดยจะวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกในแนวนอนกับทิศทางการโพล เช่นกัน ด้วยเครื่อง piezoelectric meter ดังรูป 4.11



รูป 4.11 เครื่อง piezoelectric meter สำหรับวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริก (d_{33})

โดยการให้แรงกดกับวัสดุผสมแล้วเครื่องจะทำการแปลงค่าความต่างศักย์ที่ได้ออกมาในรูปแบบของค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกซึ่งมีหลักการทำงานดังนี้ คือใช้สารตัวอย่างมาต่อขนานกับตัวเก็บประจุที่มีค่าความจุ C เมื่อทำการให้ความเค้น (stress) X_3 แก่ขั้วอิเล็กโทรดซึ่งมีพื้นที่เท่ากับ A สารพีโซอิเล็กทริกจะเกิดประจุขึ้น q ถ้า h คือ ความหนาของสารตัวอย่างและ V เป็นความต่างศักย์ระหว่างแผ่นคู่ขนานของตัวเก็บประจุดังแสดงดังรูป 4.12



รูป 4.12 หลักการวัดค่าสัมประสิทธิ์ไพโซอิเล็กทริก (d_{33})

ในทางปฏิบัติการวัดแบบกดจะมีผลทำให้เกิดการร้าวของประจุ ส่งผลให้วัดค่าได้ยาก เพื่อลดปัญหาจึงต้องมีการวัดเทียบกับตัวมาตรฐานด้วยแรงที่เท่ากันและใช้ตัวเก็บประจุเดียวกัน

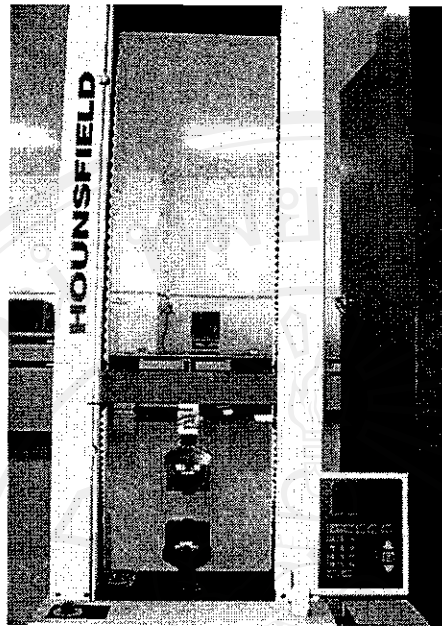
ซึ่งในเครื่องมือจริงๆ เครื่องจะทำการวัดค่าศักย์ไฟฟ้า (V) แล้วคำนวณ ซึ่งจะทำให้ได้ค่า d_{33} ของสารตามต้องการ

4.8 การตรวจสอบสมบัติเชิงกล

4.8.1 การทดสอบกำลังอัด

ทำการเตรียมชิ้นงานวัสดุผสมที่ต้องการทดสอบกำลังอัดด้วยการอัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์โลหะ ด้วยแรง 1 ตัน เป็นเวลา 10 วินาที โดยเครื่องอัดไฮดรอลิก ในแม่พิมพ์โลหะที่มีลักษณะเป็นลูกบาศก์ ขนาด 10x10x10 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วมาจัดเรียงในเครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอ่าง (temperature bath) ที่สามารถควบคุมความชื้นได้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์ที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 3 วัน เพื่อให้ปูนซีเมนต์ซึ่งเป็นเมทริกซ์เฟสเกิดการแข็งตัวเชื่อมประสานเซรามิก PZT ซึ่งเป็นดิสเพิร์สเฟสและเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันที่สมบูรณ์ จากนั้นจึงนำไปทดสอบกำลังอัดด้วยเครื่องมือ ดังรูป 4.13

All rights reserved



รูป 4.13 เครื่องทดสอบการกดอัด รุ่น S-SERIES

โดยมีวิธีการทดสอบดังนี้

- 1) นำก้อนตัวอย่างวางกึ่งกลางของแท่นทดสอบ โดยให้แกนอยู่ในแนวศูนย์กลางของแท่นกด
- 2) เปิดเครื่องทดสอบ
- 3) กดก้อนขึ้นงานจนแตกหัก แล้วทำการบันทึกค่าที่ได้
- 4) นำค่าน้ำหนักและพื้นที่หน้าตัดที่ได้มาหาค่ากำลังอัด ดังสมการ 3.6

$$\text{กำลังอัดของคอนกรีต} = \frac{\text{น้ำหนักกด}}{\text{พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน}} \quad (4.11)$$

หน่วยที่ใช้ทั่วไป คือ

1. กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร (K/cm^2)

2. นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร (N/mm^2)