

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

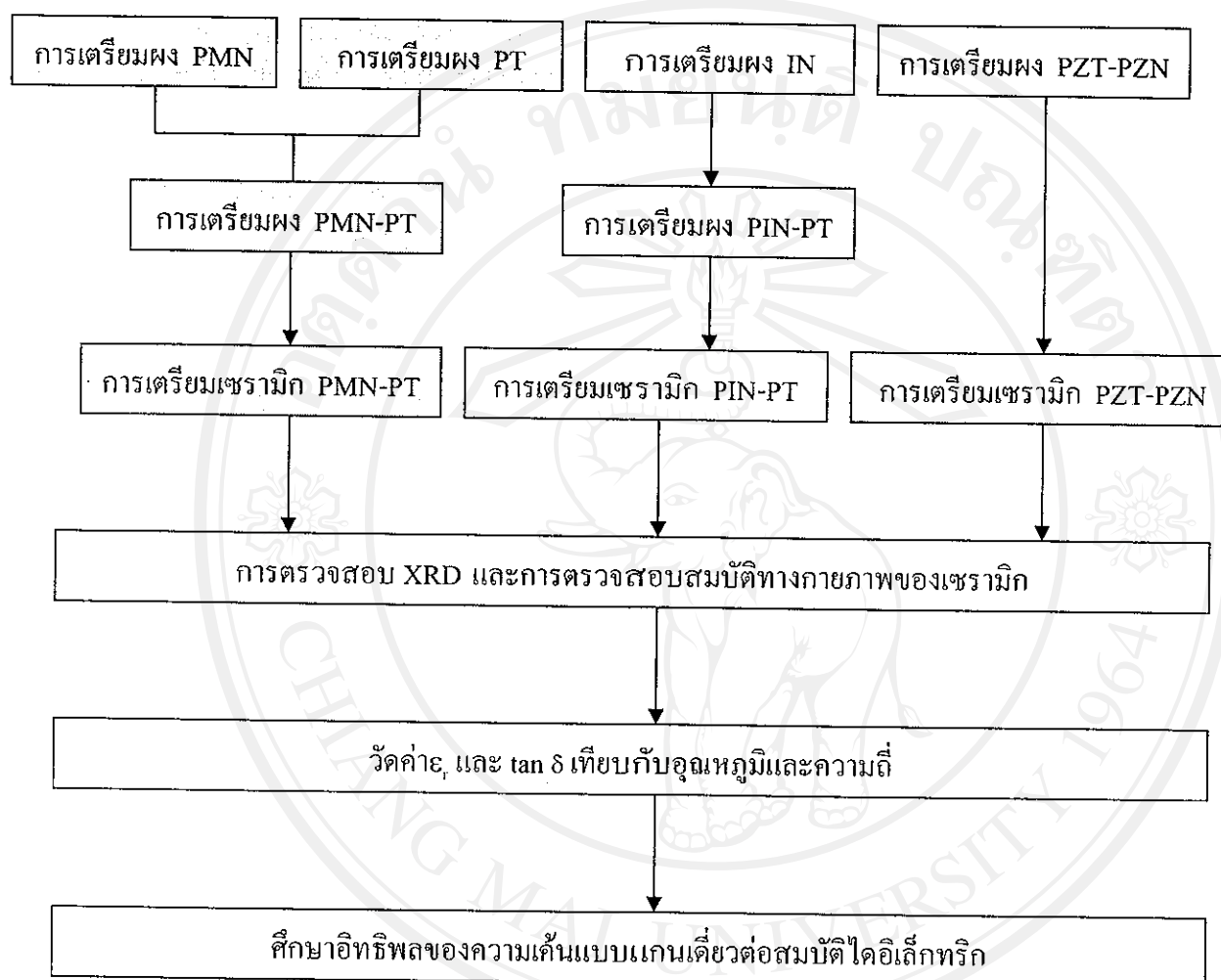
ในบทนี้จะกล่าวถึงกระบวนการเตรียมเซรามิกในระบบ PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN ไว้โดยย่อ สำหรับรายละเอียดเกี่ยวกับกระบวนการเตรียมเซรามิกในระบบ PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN สามารถศึกษาเพิ่มเติมได้จากเอกสารอ้างอิงลำดับที่ 5-8 และนอกจากนี้ในบทนี้ยังกล่าวถึงการตรวจวิเคราะห์สารเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยวิธีการ XRD วัดสมบัติทางกายภาพ ศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิและความถี่ และศึกษาถึงอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก ซึ่งขั้นตอนการทดลองได้แสดงในแผนภาพรูป 3.1 รวมถึงรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมีและอุปกรณ์

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 สารเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต (PMN-PT)
- 3.1.2 สารเซรามิกเลดอินเดียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต (PIN-PT)
- 3.1.3 สารเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต-เลดซิงค์ไนโอเบต (PZT-PZN)

3.2 อุปกรณ์

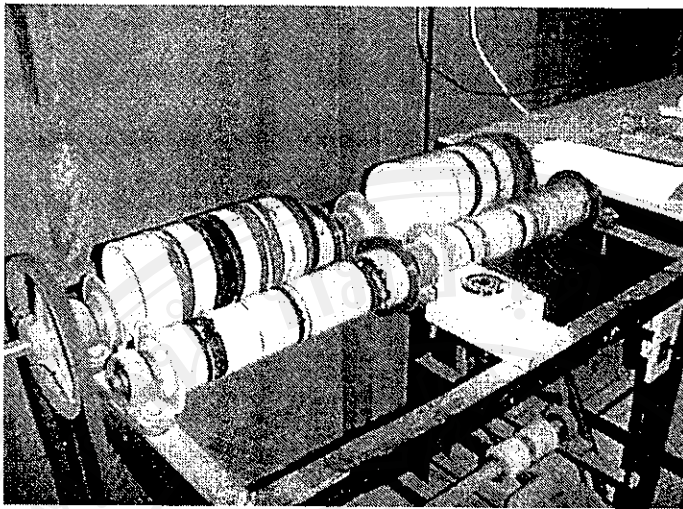
- 3.2.1 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร ผลิตโดยบริษัท Lenton Furnances รุ่น 4279
- 3.2.2 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.3 กระดาษทรายเบอร์ 400 800 และ 1200
- 3.2.4 ผ้าสักหลาด
- 3.2.5 ผงขัดอะลูมินาขนาดอนุภาค 1 ไมโครเมตร
- 3.2.6 งานหมุนสำหรับขัดสาร ผลิตโดยบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3
- 3.2.7 กาวเงิน (silver paste)
- 3.2.8 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น Siemens-D500
- 3.2.9 LCR-meter ผลิตโดยบริษัท Instek รุ่น LCR 821
- 3.2.10 เครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียว (uniaxial compressometer)



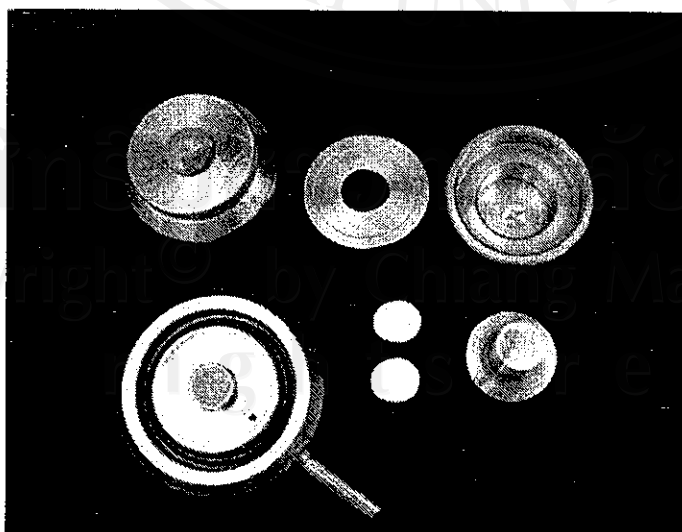
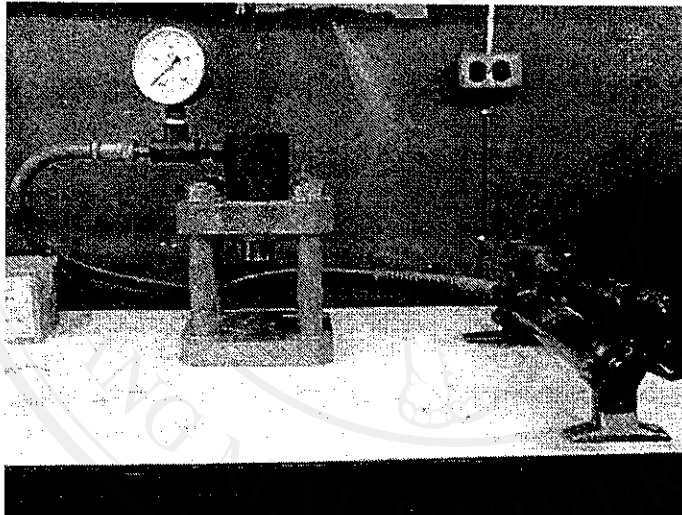
รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงการทดลองทั้งหมด

3.3 กระบวนการเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต (PMN-PT)[5]

การเตรียมผง PMN-PT เริ่มต้นโดยการเตรียมผง PMN และผง PT ขึ้นมาก่อน สำหรับผง PMN เตรียมด้วยวิธีโคลัมไบต์ (columbite method) ซึ่งเป็นวิธีการแบบสองขั้นตอน และผง PT เตรียมด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม โดยใช้สารตั้งต้นคือ PbO และ TiO₂ โดยรายละเอียดการเตรียมผง PMN และผง PT สามารถศึกษาเพิ่มเติมได้จากเอกสารอ้างอิงลำดับที่ 5 จากนั้นนำผง PMN และผง PT ที่เตรียมได้มาชั่งและผสมกันโดยอัตราส่วนโดยโมลต่างๆ กันคือ 0.5PMN-0.5PT, 0.6PMN-0.4TP, 0.7PMN-0.3PT, 0.8PMN-0.2PT และ 0.9PMN-0.1PT นำผงผสม PMN-PT ใส่ในกระป๋องพลาสติกแล้วปิดให้แน่นโดยพันด้วยเทปกาวยพลาสติก แล้วนำไปบดเปียกด้วยเครื่องผสมสารแบบ ball-milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำให้แห้งด้วยการนำไปวางบนเตาแผ่นความร้อนพร้อมกับกวนด้วยแท่งกวนสารจนแห้ง นำไปอบในตู้อบสารที่มีอุณหภูมิ 100 °ซ อย่างน้อย 24 ชั่วโมงแล้วบดด้วยครกบด นำผงผสมที่เตรียมได้มากัดเลือกเม็ดอนุภาคให้มีขนาดเม็ดอนุภาคเล็กลงใกล้เคียงกันด้วยตะแกรงไนลอนที่มีขนาดประมาณ 30 ไมโครเมตร จากนั้นนำผง PMN-PT ที่ผ่านการคัดขนาดแล้วมาทำการอัดขึ้นรูป (pressing) ด้วยแม่พิมพ์โลหะและเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (hydraulic press) อัดแบบทิศทางเดียว (uniaxial pressing) ด้วยความดัน 1 ตัน เป็นเวลา 30 วินาที โดยใช้ PVA ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักเป็นสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยให้อนุภาคเชื่อมต่อกัน เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) นำชิ้นงานวางเรียงกันในถาดอะลูมินา แล้วใช้ผง PZ กลบชิ้นงานและโดยให้ผงอะลูมินากลบด้านบนและด้านล่างของผง PZ อีกครั้งหนึ่ง แล้วนำไปวางในเตาเผาสาร แล้วเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1240 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ/นาที จะได้สารเซรามิก PMN-PT สารเซรามิกที่ผ่านการเผาแล้วจะถูกนำมาหาความหนาแน่น (density) จากนั้นนำสารเซรามิกที่เตรียมได้มาทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) ด้วยการทาด้วยกาวเงิน (silver paste) ที่ผิวทั้งสองด้านของสารเซรามิก แล้วนำไปเผาในเตาเผาสาร ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 12 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ/นาที



รูป 3.2 เครื่องบดย่อยผสมสารแบบ Ball-milling



รูป 3.3 แม่พิมพ์โลหะและเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก

3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิกเลดอินเดียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต (PIN-PT)[6,7]

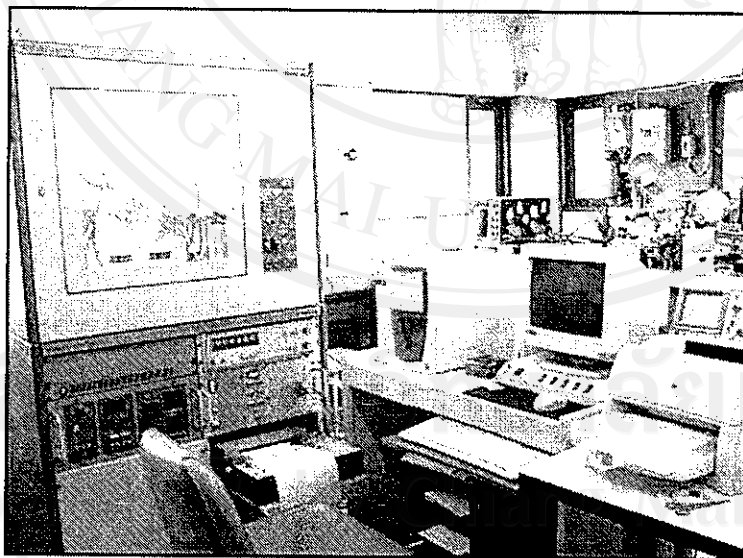
ผง PIN-PT เตรียมด้วยวิธีวูล์ฟรามไมต์ (wolframite method) ซึ่งเป็นการเตรียมแบบสองขั้นตอนที่คล้ายกับวิธีโคลัมไบต์ที่ใช้เตรียมผง PMN โดยเริ่มต้นจากการเตรียมผงอินเดียมไนโอเต (IN) จากนั้นนำผง IN ที่เตรียมได้มาผสมกับเลดออกไซด์ (PbO) และไทเทเนตออกไซด์ (TiO_2) เพื่อเตรียมผง PIN-PT ตามสัดส่วนที่เหมาะสมโดยสามารถศึกษารายละเอียดการเตรียมเพิ่มเติมได้จากเอกสารอ้างอิงลำดับที่ 6 และ 7 จากนั้นนำไปบดเปียกอีกครั้งโดยเครื่องผสมสารแบบ vibro-milling เป็นเวลานาน 30 นาที แล้วทำให้แห้งโดยการนำไปวางบนเตาแผ่นความร้อนและนำไปอบในตู้อบสาร แล้วบดด้วยครกบดสาร (agate) นำผงที่ได้ใส่ในถ้วยอะลูมินา เตาเคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง $800-900^{\circ}C$ ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนองค์ประกอบเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $5^{\circ}C/$ นาที เพื่อให้ได้ผง PIN-PT จากนั้นนำผง PIN-PT ที่เตรียมได้มาทำการอัดขึ้นรูป (pressing) ด้วยแม่พิมพ์โลหะและเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (hydraulic press) โดยมีวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมเซรามิก PMN-PT ในหัวข้อที่ 3.3 เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) จึงนำชิ้นงานไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง $1100-1125^{\circ}C$ ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนองค์ประกอบเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $10^{\circ}C/$ นาที โดยมีรายละเอียดการเตรียมเซรามิกตามเอกสารอ้างอิงลำดับที่ 6 และ 7 เมื่อได้สารเซรามิก PIN-PT แล้วนำไปหาค่าความหนาแน่น (density) จากนั้นจึงนำสารเซรามิกที่เตรียมได้มาทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) โดยมีวิธีการเช่นเดียวกับการทำขั้วอิเล็กโทรดเซรามิก PMN-PT ในหัวข้อที่ 3.3

3.5 กระบวนการเตรียมเซรามิกเลดเซอร์โคเนตเลดไทเทเนต-เลดซิงค์ไนโอเบต (PZT-PZN)[8]

ผง PZT-PZN ถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีผสมออกไซด์ (simple mixed-oxide method) โดยเริ่มจากสารตั้งต้นซึ่งก็คือ PbO , ZrO_2 , TiO_2 , ZnO และ Nb_2O_5 ซึ่งมีวิธีการเตรียมตามเอกสารอ้างอิงลำดับที่ 8 จากนั้นนำผง PZT-PZN ที่ได้จากวิธีเตรียมดังกล่าว มาทำการอัดขึ้นรูป (pressing) ด้วยแม่พิมพ์โลหะและเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (hydraulic press) โดยมีวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมเซรามิก PMN-PT ในหัวข้อที่ 3.3 เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) นำชิ้นงานวางเรียงกันในถ้วยอะลูมินาแล้วนำไปวางในเตาเผาสาร เตาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง $1200-1250^{\circ}C$ ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนองค์ประกอบเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น $5^{\circ}C/$ นาที จะได้สารเซรามิก PZT-PZN ซึ่งจะนำสารเซรามิกที่ได้ไปวัดหาค่าความหนาแน่น (density) จากนั้นนำสารเซรามิกที่เตรียมได้มาทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) โดยมีวิธีการเช่นเดียวกับการทำขั้วอิเล็กโทรดเซรามิก PMN-PT ในหัวข้อที่ 3.3

3.6 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ในการตรวจสอบหาชนิดและปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่างของงานวิจัยครั้งนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique) โดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น Siemens-D500 ดังรูปที่ 3.4 ซึ่งเทคนิคนี้เป็นวิธีที่อาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบน โดยมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นจะมีความเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ โดยสามารถตรวจสอบได้จากฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files)[22] ดังนั้นจึงสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุชนิดใดและมีโครงสร้างเป็นอย่างไรเมื่อเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล การทดสอบเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาบรรจุใส่ในแผ่นสารตัวอย่าง (sample holder) ซึ่งพื้นผิวสารเซรามิกจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกันกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง x-ray diffractometer (รูป 3.4) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ที่ให้รังสีเอ็กซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.54 Å ออกมา โดยเพิ่มค่ามุม 2θ จาก 10 องศา ไปจนถึงค่ามุม 2θ ที่ 60 องศาด้วยอัตราการเพิ่มมุม 5 องศาต่อนาที



รูป 3.4 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น Siemens-D500

3.7 การหาค่าความหนาแน่น (density)

ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) เริ่มจากนำเซรามิกที่ต้องการทราบค่ามาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ชั่งขณะเปียก (W_2) และนำไปอบในเตาอบให้แห้งเพื่อนำมาชั่งขณะแห้ง (W_1) แล้วจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่นตามสมการ 3.7 ดังนี้

$$\rho_c = \left(\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3.7)$$

เมื่อ ρ_c และ ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของเซรามิกและของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง W_1 , W_2 และ W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง ขณะเปียก และในน้ำตามลำดับ

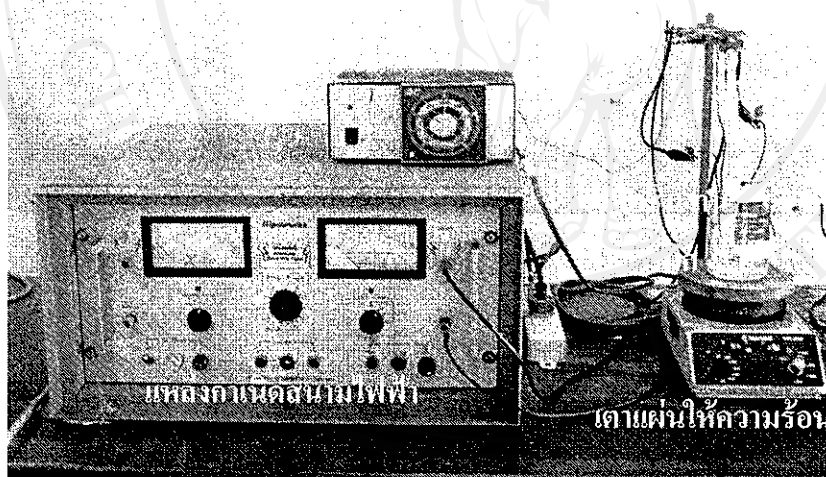
3.8 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของสารเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต, เลดอินเดียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต และเลดเซอร์โคเนตเลดไทเทเนต-เลดซิงค์ไนโอเบต

ในการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกภายใต้ความเค้นแบบแกนเดียวของเซรามิก จะทำการศึกษาในเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN ที่เตรียมได้ทั้งที่ยังไม่ผ่านการทำขั้ว (unpoled) และเซรามิกที่ผ่านการทำขั้ว (poled) แล้ว สำหรับการทำขั้วนั้นสามารถทำได้โดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงในระดับที่มากพอที่จะบังคับโคโพลในสารเซรามิกให้มีทิศทางไปในทิศทางเดียว หรือให้ปริมาณกระแสไฟฟ้าประมาณ 2 เท่าของ E_c ของสารเซรามิก กับสารเซรามิกที่อุณหภูมิ 120°C เป็นระยะเวลา 30 นาที ซึ่งสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการทำขั้วสารเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN แต่ละองค์ประกอบแสดงดังตารางที่ 3.1 โดยอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำขั้วไฟฟ้าแสดงดังรูป 3.5

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 3.1 แสดงสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการทำขั้วสารเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN

เซรามิก	สนามไฟฟ้าที่ใช้ (kV/cm)	เซรามิก	สนามไฟฟ้าที่ใช้ (kV/cm)	เซรามิก	สนามไฟฟ้าที่ใช้ (kV/cm)
0.5PMN-0.5PT	22.46	0.5PIN-0.5PT	22.00	0.5PZT-0.5PZN	20.00
0.6PMN-0.4PT	13.36	0.6PIN-0.4PT	17.50	0.6PZT-0.4PZN	20.00
0.7PMN-0.3PT	6.72	0.7PIN-0.3PT	9.70	0.7PZT-0.3PZN	20.00
0.8PMN-0.2PT	3.40	0.8PIN-0.2PT	8.40	0.8PZT-0.2PZN	20.00
0.9PMN-0.1PT	2.34	0.9PIN-0.1PT	6.75	0.9PZT-0.1PZN	20.00



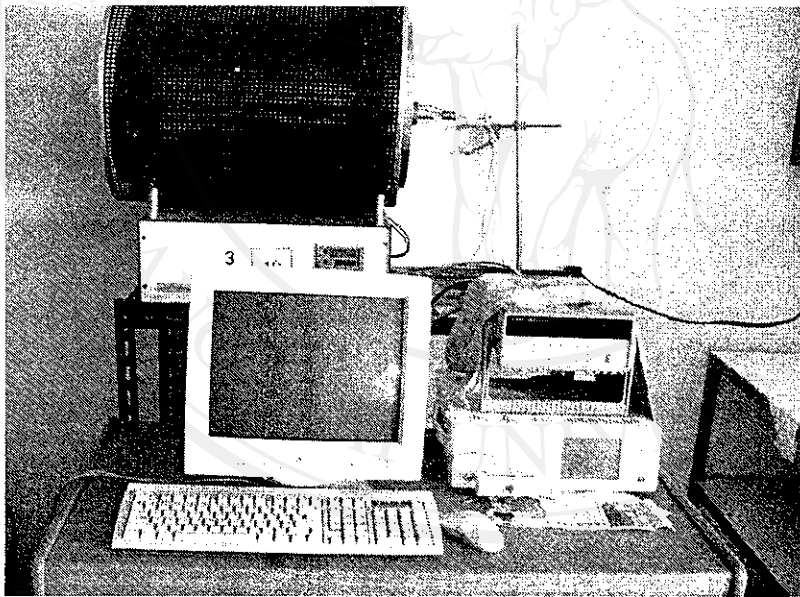
รูป 3.5 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทำขั้วไฟฟ้า (poling)

การศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของสารเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN ที่เตรียมได้ทั้งที่ยังไม่ผ่านการทำขั้ว (unpoled) และที่ผ่านการทำขั้ว (poled) แล้วจะมีวิธีการจัดตั้งอุปกรณ์ ดังรูป 3.6 โดยใส่สารเซรามิกที่ต้องการลงในแท่นจับสารตัวอย่าง (sample holder) จากนั้นนำเข้าเตา โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ $5^{\circ}\text{C} / \text{นาท}$ อุณหภูมิเริ่มต้นประมาณ 30°C และอุณหภูมิสุดท้ายประมาณ 400°C ตั้งการทำงานของเครื่อง LCR meter ให้แสดงค่าความจุของตัวเก็บประจุ (capacitance) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่ความถี่ต่างๆ กัน ดังนี้ 1 kHz

10 kHz 100 kHz และ 1 MHz นำค่าความจุของตัวเก็บประจุที่ได้มาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก
 ดังสมการ 3.8

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (3.8)$$

- เมื่อ C คือ ค่า capacitance
 d คือ ความหนาของเซรามิก
 A คือ พื้นที่ผิวของเซรามิก
 ϵ_0 คือ ค่า permittivity ของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} F/m
 ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant)

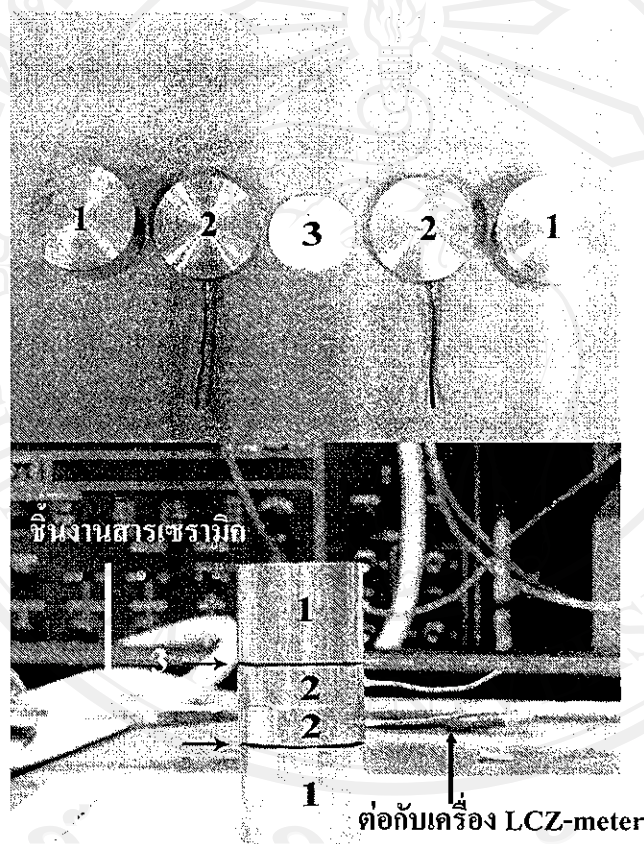


รูป 3.6 อุปกรณ์วัดสมบัติไดอิเล็กทริกกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและความถี่

3.9 การศึกษาอิทธิพลของความดันแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กทริกของสารเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต, เลดอินเดียมไนโอเบต-เลดไทเทเนต และเลดเซอร์โคเนตเลดไทเทเนต-เลดซิงค์ไนโอเบต

ในการทดลองศึกษาอิทธิพลความดันแบบแกนเดียว ที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN ใช้เครื่องอัดแรงแบบแกนเดียว (uniaxial compressometer) (ดังรูป 3.7) ซึ่งส่วนประกอบของเครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียวจะประกอบด้วย

แท่งโลหะทรงกระบอกจำนวน 4 แท่งและแผ่นอะลูมินา 2 อัน โดยแท่งโลหะทรงกระบอกหมายเลข 1 จะอยู่ในส่วนของฐานและบริเวณด้านบนเพื่อรับแรงอัด ส่วนอีกแท่งหมายเลข 2 จะมีขนาดบางกว่าแท่งโลหะ 2 แท่งแรกซึ่งจะเชื่อมติดกับสายไฟ ซึ่งเป็นส่วนที่ต่อเข้ากับเครื่อง LCZ-meter ซึ่งเซรามิกที่เตรียมได้จะถูกวางระหว่างแท่งโลหะหมายเลข 2 นี้ สำหรับแผ่นอะลูมินา (หมายเลข 3) จะอยู่ตรงส่วนที่อยู่ระหว่างแท่งโลหะหมายเลข 1 และ 2 ทั้งบริเวณด้านบนและด้านล่าง เพื่อให้มีความเป็นฉนวนป้องกันการลัดวงจรของไฟฟ้าที่จะเกิดขึ้นระหว่างการทดลอง



รูป 3.7 ส่วนประกอบของเครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดี่ยว และลักษณะการจัดเรียง

ในการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN ที่สภาวะความเค้นค่าต่างๆ จะทำการจัดตั้งอุปกรณ์ดังรูป 3.7 โดยจะใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิกซึ่งใช้แรงอัดในช่วง 0-2.5 ตัน โดยเพิ่ม/ลดแรงอัดครั้งละ 0.125 ตัน แล้วอ่านค่าจาก LCZ-meter ซึ่งเป็นค่าความจุของตัวเก็บประจุ (capacitance) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ซึ่งจะต้องคำนวณค่า ϵ_r จากสมการที่ 3.8 และความเค้นจากสมการที่ 3.9 ตามลำดับ

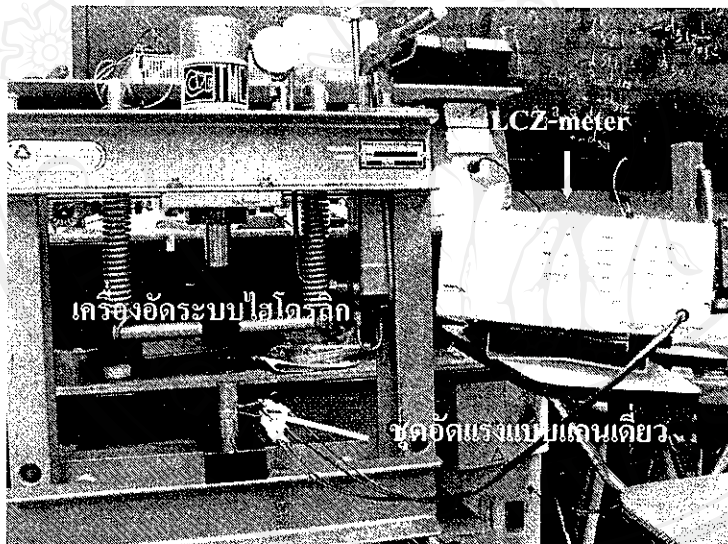
$$S = \frac{Fx100}{A} \quad (3.9)$$

เมื่อ S คือ ความเค้น (มีหน่วยเป็น MPa)

F คือ แรงอัด (มีหน่วยเป็น ตัน)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของเซรามิก (มีหน่วยเป็น ตารางเซนติเมตร)

เมื่อทำการจัดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแล้วจึงทำการศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กทริกของสารเซรามิก PMN-PT, PIN-PT และ PZT-PZN ที่เตรียมได้ทั้งที่ยังไม่ผ่านการทำขั้ว (unpoled) และสารเซรามิกที่ผ่านการทำขั้ว (poled) แล้ว



รูป 3.8 อุปกรณ์ที่ใช้วัดค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ ภายใต้ความเค้น