

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ 99%
1. แมกนีเซียมไนเตรด ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99%
2. ไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ 99%
3. ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99%
4. เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ 99%
5. ไกลูซีน ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$)
6. สารละลายเอทานอล (Ethanol absolution) ความบริสุทธิ์ 99.7%

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. เครื่องชั่งแบบละเอียด satorius AG GOTTINGEN type Fabr-Nr (ควบคุมการทำงานด้วยวงจรอิเล็กทรอนิกส์) ใช้ชั่งมวลได้มากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียด 0.001 กรัม
2. ตู้อบสารของยี่ห้อ Memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิในการอบสูงสุด 200 องศาเซลเซียส
3. กระจกป้องกันที่ใช้ในการผสมสารทำด้วยโพลีเมอร์และมีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร ความสูง 10.7 เซนติเมตร
4. เม็ดบดย่อยทรงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิเมตร (ใช้ในจำนวน 250 เม็ด)
5. เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบอล (Ball milling)
6. Hot plate สำหรับใช้ในการทำให้สารระเหยออก
7. Magnetic stirrer สำหรับคนสารให้เข้ากัน
8. ข้อนตักสาร
9. บีกเกอร์ขนาด 1000 ซีซี
10. แม่พิมพ์ (Punch and die) ใช้ในการขึ้นรูปเซรามิก
11. กระดาษฟอยล์ (Foil)

12. เครื่องอัดไฮโดรลิกสำหรับขึ้นรูปเซรามิก อัดแรงดันได้สูงสุด 1000 Kg/cm^3
13. เตาเผาสาร Eurotherm อุณหภูมิสูงสุดในการเผา 1700 องศาเซลเซียส
14. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer)
15. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
16. เครื่องวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Aligent LCR Meter)
17. เครื่องวัดวงฮิสเทอรีซิส

วิธีการทดลอง

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึกและเซรามิก PMN-PT, PMN-PZ, PMN-PZT และ PMN-PT-PZ แสดงดังภาพ 40, 41, 42, 43 และ 44 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ตอนที่ 1 การเตรียมผงผลึก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT

1. ชั่งสารตั้งต้นคือ เลดออกไซด์ แมกนีเซียมไนเตรต ไนโอเบียมออกไซด์ เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งตามอัตราส่วนโดยมวลที่ได้จากการคำนวณ
2. นำสารที่ผ่านการชั่งจากข้อ 1 มาทำการผสมตามชนิดของผงผลึกที่ต้องการในกระป๋องพลาสติกที่มีเม็ดบอลขนาด 7 มิลลิเมตร จำนวน 250 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้การผสมสารให้ผสมกันดียิ่งขึ้น โดยจะมีกระป๋องผสมสารจำนวน 4 ชุดคือ สารผสมของ 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT จากนั้นนำไปบดย่อยบนเครื่องบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้ว จากนั้นนำสารที่อยู่ในกระป๋องบอลแต่ละกระป๋องทำการเทลงในตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อแยกของที่ผสมออกจากเม็ดบอล โดยการแยกนี้จะทำเป็นชุดตามชนิดของสาร แล้วจึงนำสารแต่ละชุดทำการแยกเอทานอลออกโดยใช้ Hot plate
4. เมื่อทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบในเตาอบโดยใช้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
5. นำสารของ 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT ที่ผ่านการอบแห้งแล้วมาทำการบดอย่างหยาบโดยใช้ครกหยก (Agate) เพื่อคัดขนาดและเพื่อให้ได้ผงผลึกที่มีขนาดที่สม่ำเสมอ
6. นำผงผลึกที่ผ่านการบดคัดขนาดในแต่ละชนิดมาบดผสมไล่ขึ้น โดยใช้อัตราส่วน
7. สารตั้งต้นเชื้อเพลิง นำผงส่วนหนึ่งไปตรวจสอบด้วยเครื่อง DTA-TG
8. นำสารที่บดผสมไล่ขึ้นแต่ละชนิดนำมาใส่ใน Crucible ปิดฝาจากนั้นนำไปเผาแคล

ไซนีนเตาโดยใช้อุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

9. นำผงผลึก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT ที่ผ่านการแคลไซน์ ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตอนที่ 2 การเตรียมเซรามิก PMN-PT, PMN-PZ, PMN-PZT และ PMN-PT-PZ

1. ทำการเตรียมเซรามิก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT โดยการนำผงผลึก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT ที่ได้จากการเผาแคลไซน์จากตอนที่ 1 มาใส่กระป๋องพลาสติกที่มีเม็ดบอลลขนาด 7 มิลลิเมตร โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสม PVA ลงไปเป็นปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปบดย่อยบนเครื่องบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้ว จากนั้นนำสารที่อยู่ในกระป๋องบดแต่ละกระป๋อง ทำการเทลงในตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อแยกของที่ผสมออกจากเม็ดบด โดยการแยกนี้จะทำเป็นชุดตามชนิดของสาร แล้วจึงนำสารละชุดทำการแยกเอาเอทานอลออกโดยใช้ Hot plate และนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

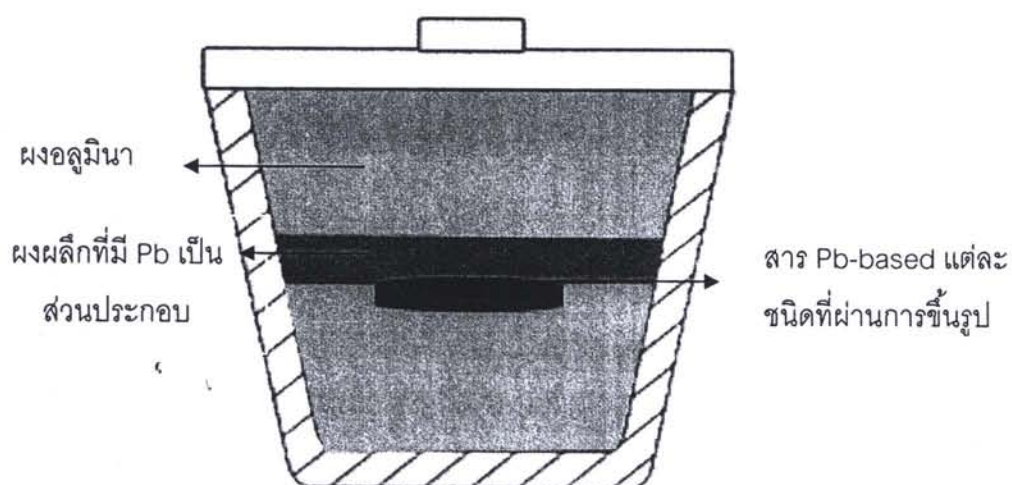
3. นำสารที่อบเสร็จในแต่ละชนิดมาบดย่อยอย่างหยาบโดยใช้ครกหยก (Agate) เพื่อคัดขนาดเพื่อให้ได้ผงผลึกที่มีขนาดที่สม่ำเสมอ

4. จากนั้นนำผงผลึก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT ที่ผสม PVA และผ่านการบดย่อยเพื่อคัดขนาด มาทำการอัดขึ้นรูปให้เป็นรูปเหรียญทรงกระบอกโดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึก PMN-PT, PMN-PZ, PMN-PZT และ PMN-PZ-PT ในปริมาณ 1.5 กรัม ในการอัดขึ้นรูป 1 ครั้งต่อหนึ่งชนิดของสาร โดยใช้ค่าความดันในการอัดขึ้นรูป 80 MPa

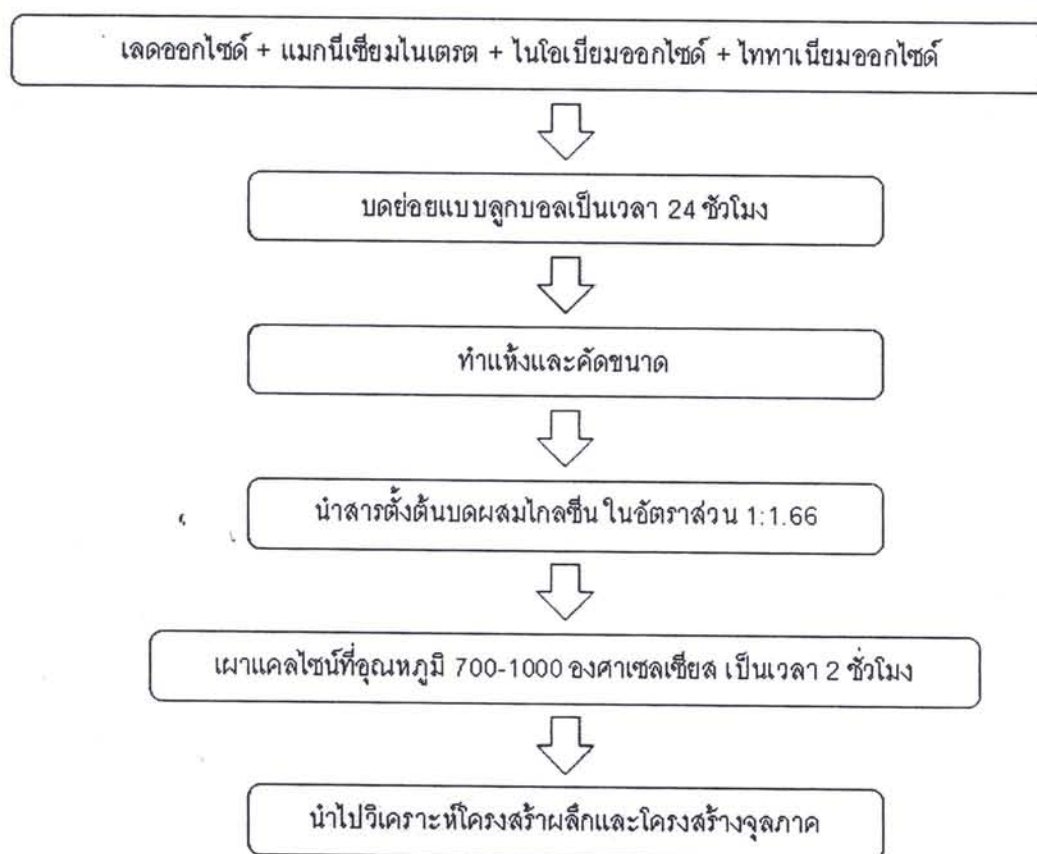
5. นำชิ้นงานแต่ละชนิดที่ผ่านการขึ้นรูปมาเรียงไว้ในถ้วยอะลูมินาที่มีฝาปิด โดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ในแต่ละชั้นจะมีการนำสารตั้งต้นที่มีตะกั่วเป็นส่วนประกอบ กบบนเม็ดเซรามิกเพื่อสร้างบรรยากาศของตะกั่วล้อมรอบเม็ดเพื่อลดการระเหยของตะกั่ว จากนั้นจะนำผงอะลูมินา กบทับอีกครั้ง ดังแสดงในภาพ 16

6. ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1250 องศาเซลเซียสโดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

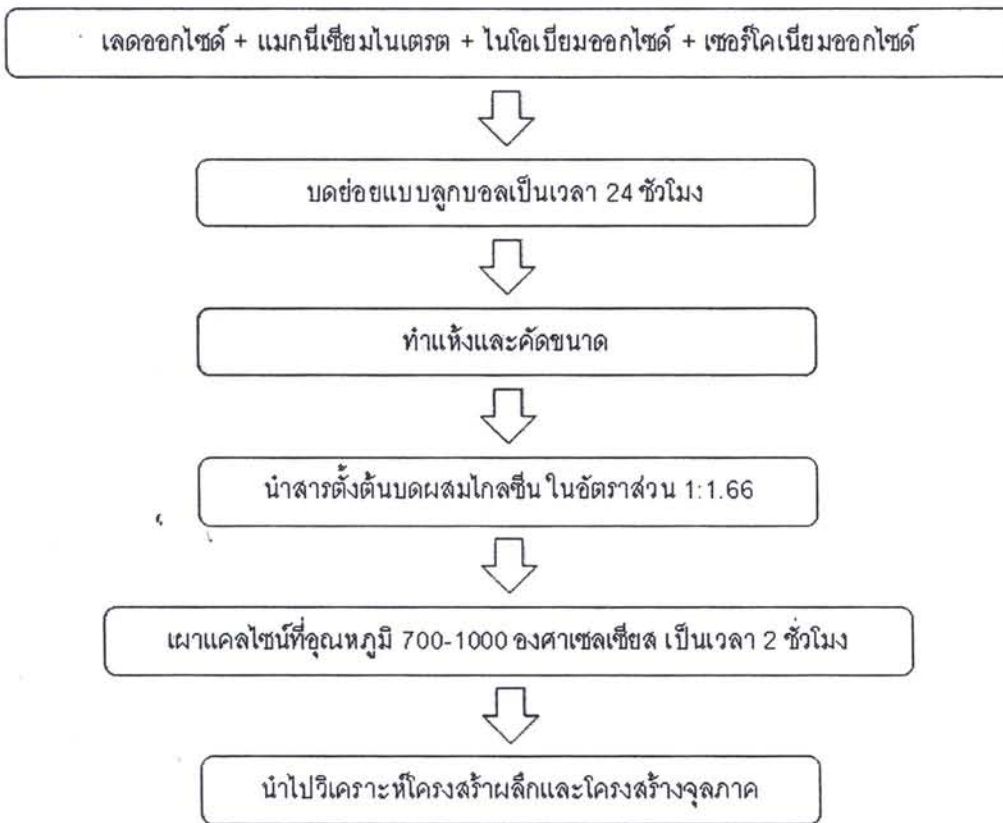
7. นำเซรามิก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ไปทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้า



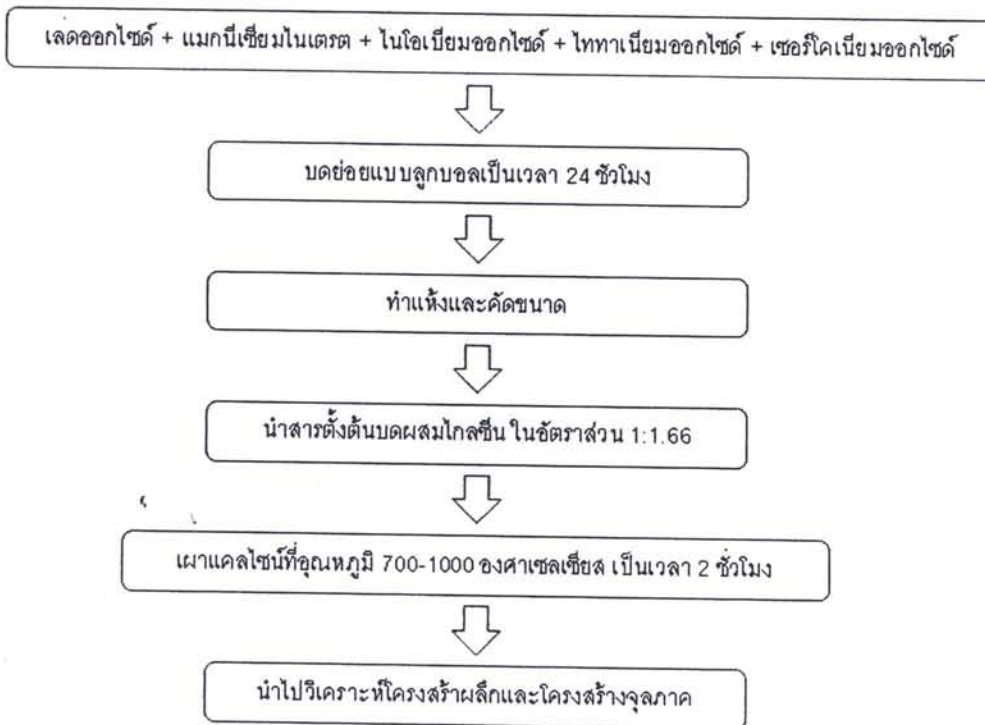
ภาพ 39 ขั้นตอนการซินเตอร์เซรามิก PMN-PT, PMN-PZ, PMN-PZT และ PMN-PZ-PT



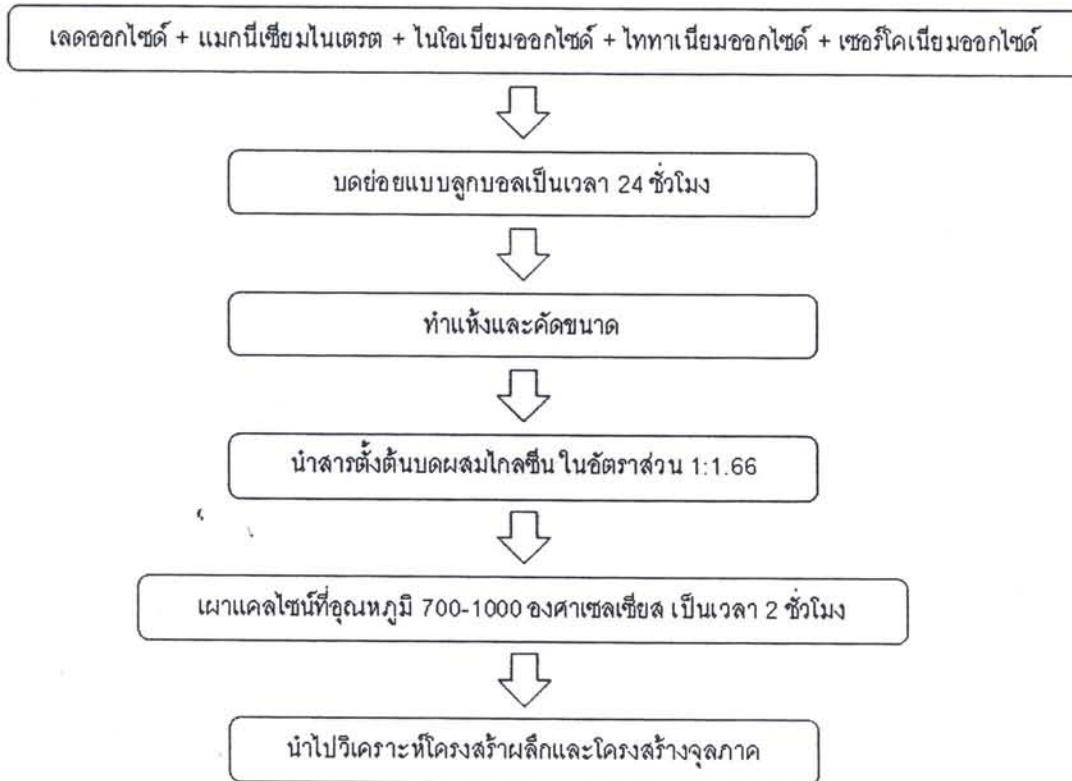
ภาพ 40 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงผลึก 0.67PMN-0.33PT



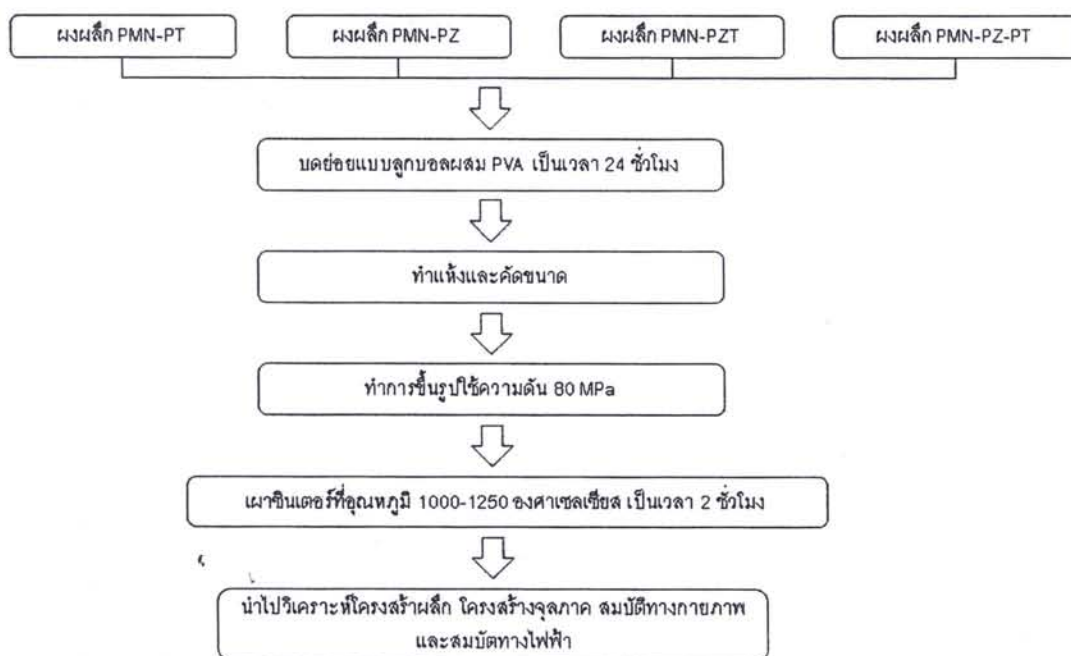
ภาพ 41 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงผลึก 0.65PMN-0.35PZ



ภาพ 42 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงผลึก 0.3PMN-0.7PZT



ภาพ 43 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงผลึก 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ



ภาพ 44 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเซรามิก 0.67PMN-0.33PT, 0.65PMN-0.35PZ, 0.53PMN-0.37PT-0.1PZ และ 0.3PMN-0.7PZT