

## บทที่ 3

### วิธีการวิจัย

#### 3.1 สารเคมี

- 3.1.1 เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศเยอรมัน
- 3.1.2 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO<sub>2</sub>) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศเยอรมัน
- 3.1.3 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Riedel-de Haen ประเทศเยอรมัน
- 3.1.4 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO<sub>2</sub>) nanopowder < 100 nm บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.5 แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) nanopowder < 50 nm บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.6 ฟองอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
- 3.1.7 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 บริษัท Liquor Distillery Organization Excise Department ประเทศไทย
- 3.1.8 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA) บริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
- 3.1.9 กาวเงิน บริษัท SPI Supplies Division of STRUCTURE PROBE ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.10 อะซีโตน
- 3.1.11 น้ำกลั่น
- 3.1.12 น้ำยาล้างจาน

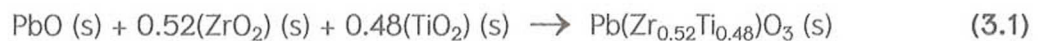
### 3.2 อุปกรณ์

- 3.2.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม บริษัท Sartorius รุ่น MC1 Analytic AC210S ประเทศเยอรมัน
- 3.2.2 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม บริษัท AND รุ่น HM-300 ประเทศญี่ปุ่น สำหรับชั่งเพื่อคำนวณหาค่าความหนาแน่น
- 3.2.3 กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด
- 3.2.4 ลูกบดเซอร์โคเนีย ( $ZrO_2$ )
- 3.2.5 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 3.2.6 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling
- 3.2.7 บีกเกอร์ขนาด 250, 600 และ 1000 มิลลิลิตร
- 3.2.8 กระดาษฟอยล์ (foil)
- 3.2.9 กระดาษรองชั่งสาร (weighing paper) บริษัท Whiteman
- 3.2.10 ตะแกรงร่อนสาร
- 3.2.11 คีมจับชิ้นงาน
- 3.2.12 ครกบดสาร (agate)
- 3.2.12 ช้อนตักสาร
- 3.2.13 ไตรเป้าผสม สำหรับเป่าอุปกรณ์หรือชิ้นงานหลังทำความสะอาด
- 3.2.14 แปรงล้างขวด
- 3.2.15 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.16 เทปกาวยคาร์บอน
- 3.2.17 เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (hot plate & magnetic stir) ยี่ห้อ Cimarec ปรับอุณหภูมิได้สูงสุด  $400^{\circ}C$  และปรับความเร็วในการคนสารด้วยแม่เหล็กได้ 12 ระดับ
- 3.2.18 ตู้อบสารปรับอุณหภูมิได้สูงสุดประมาณ  $200^{\circ}C$  บริษัท Griffin Grundy
- 3.2.19 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ Electrolux ประเทศไทย
- 3.2.20 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ HOUSE WORTH รุ่น HW-8085 ประเทศจีน
- 3.2.21 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร ยี่ห้อ Lenton Furnances รุ่น 4279
- 3.2.22 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
- 3.2.23 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ยี่ห้อ Carvert รุ่น C #3912
- 3.2.24 ดิจิตอลเวอร์เนียร์คาลิเปอร์ ยี่ห้อ ZIMM – ZEEM ประเทศจีน

- 3.2.25 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ ยี่ห้อ YUGO รุ่น M920 ประเทศไทย
- 3.2.26 ดิจิตอลเทอร์โมมิเตอร์ ยี่ห้อ OAKTON ประเทศจีน
- 3.2.27 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น X'Pert บริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์
- 3.2.28 เครื่อง Sputter Coater บริษัท The Polaron รุ่น SC7620 ประเทศอังกฤษ
- 3.2.29 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) บริษัท LEO รุ่น 1455VP ประเทศอังกฤษ
- 3.2.30 จานหมุนสำหรับขัดสาร ยี่ห้อ Struers รุ่น LaboPol -1 ประเทศเดนมาร์ก
- 3.2.31 กระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800 และ 1000 ตราพานางแอ่น
- 3.2.32 เครื่อง Precision LCR meter รุ่น E 4980 A, 20 Hz – 2 MHz บริษัท Agilent ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.33 ผงขัดเพชรแบบสเปิร์ขนาดอนุภาค 1, 3 และ 6  $\mu\text{m}$  บริษัท Kemet International ประเทศอังกฤษ
- 3.2.34 กระดาษขัด DP-Dac, DP-Pan บริษัท Struers ประเทศเนเธอร์แลนด์
- 3.2.35 กระดาษขัด Microcloth บริษัท Buehler ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.36 ผงขัดเพชร ขนาด 6, 3 และ 1  $\mu\text{m}$
- 3.2.37 เครื่อง UP2005 ultrasonic Processor บริษัท Hielscher Ultrasond Technology ประเทศเยอรมัน
- 3.2.38 เครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester) บริษัท Buehler รุ่น 1600-6100 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.39 กล้องดิจิตอลต่อกับเลนส์ตา (Digital Camera for Microscope) บริษัท I.P.O. Instrument Co. Ltd. รุ่น DCM 130 (USB 2.0) Resolution 1.3 Mpixels ต่อพ่วงกับคอมพิวเตอร์ โดยทาง USB ใช้กับโปรแกรม Scope Photo 3.0 Digital Camera for Microscope & Telescope
- 3.2.40 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง บริษัท Wuzhou New Found Instrument รุ่น XJL-101 Reflected Light Metallurgical Microscope ประเทศจีน
- 3.2.41 กล้องดิจิตอลต่อกับเลนส์ตา (Digital Camera Eyepiece) บริษัท Pro-Way Optics & Electronics รุ่น DCE-PW1 ประเทศเยอรมัน ต่อพ่วงกับคอมพิวเตอร์ โดยใช้ USB PC Camera 301 P ใช้กับโปรแกรม T. DN-2 Microscopy Image Processing System
- 3.2.42 กล้องจุลทรรศน์ OPTIPHOT-2 ผลิตโดยบริษัท Nikon ประเทศญี่ปุ่น

### 3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึกเลเซอร์โคเนตไททาเนต ( $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ )

เตรียมผงเลเซอร์โคเนตไททาเนตสูตร  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เริ่มจากการชั่งสารตั้งต้น  $\text{PbO}$ ,  $\text{TiO}_2$  และ  $\text{ZrO}_2$  ตามสัดส่วนจำนวนโมล  $\text{Pb} : \text{Zr} : \text{Ti}$  เป็น 1 : 0.52 : 0.48 ด้วยการดุลสมการเคมีตามสมการ (3.1) จากนั้นชั่งสารตามปริมาณที่คำนวณโดยใช้เครื่องชั่งสารที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.1) สมการการดุลสมการเคมีเป็นดังสมการข้างล่างนี้



นำสารตั้งต้นมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนียแล้วเติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนแท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling ตามรูป 3.2 ทำการบดย่อยผสมสารเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วกรองเอาของเหลวที่ผสมแล้วใส่บีกเกอร์ นำไปทำให้แห้งโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (รูป 3.3) ใช้ความร้อนประมาณ  $120\text{--}130\text{ }^{\circ}\text{C}$  เมื่อของเหลวนั้นแห้งแล้ว นำไปอบอีกครั้งเพื่อให้แห้งสนิทเป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง ทำการร่อนผงผสมด้วยตะแกรกร่อน นำผงที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.4) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ตั้งแต่  $500$  ถึง  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน  $5\text{ }^{\circ}\text{C/นาที่}$  แผนภาพการเผาแคลไซน์แสดงดังรูป 3.5



รูป 3.1 เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001



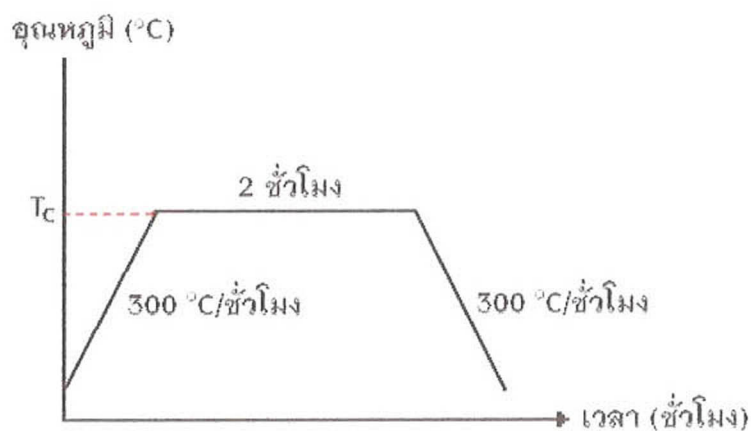
รูป 3.2 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling



รูป 3.3 เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่อง  
คนสารด้วยแม่เหล็ก



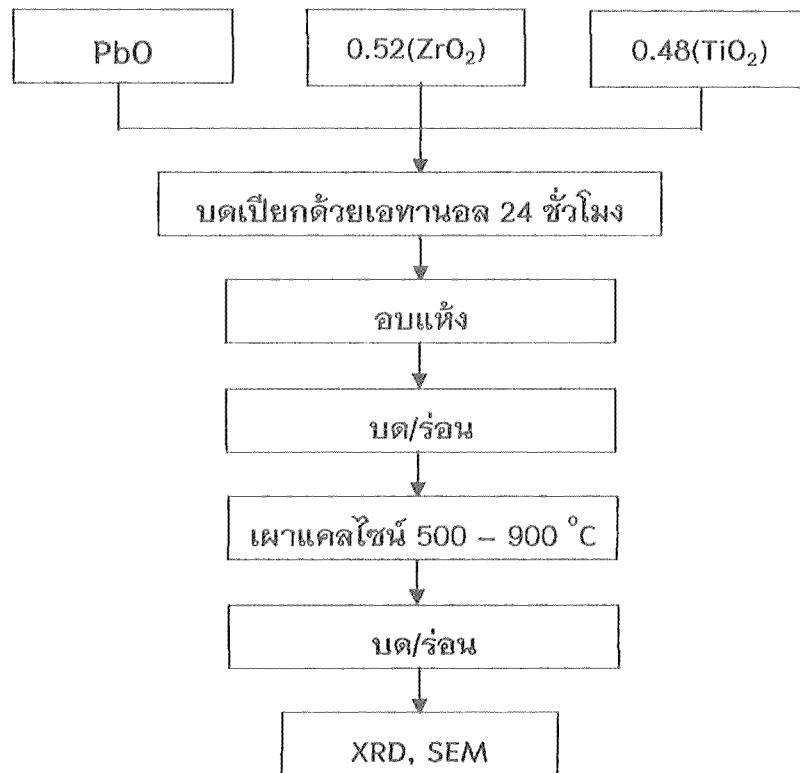
รูป 3.4 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาแคลไซต์และเผา  
ซินเตอร์



รูป 3.5 แผนภาพการเผาแคลไซต์ (โดย  $T_c$  คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซต์)

นำผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  แสดงดังแผนผังในรูป 3.6

ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$



รูป 3.6 แผนผังการเตรียมผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$

ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ทั้งหมดที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และคำนวณหาความบริสุทธิ์จากสมการที่ (3.2)

$$\text{ร้อยละความบริสุทธิ์ (\%)} = \frac{I_p}{(I_p + I_i)} \times 100 \quad (3.2)$$

โดยที่  $I_p$  แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก

$I_i$  แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสแปลกปลอม

### 3.4 กระบวนการเตรียมผงผลึก $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ เมื่อเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ $\text{MgO}$ และ $\text{ZrO}_2$

นำผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เลือกคุณสมบัติที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ได้จากหัวข้อ 3.3 คือ  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $800^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาทำการเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$  เป็นปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร โดยคำนวณให้เป็นปริมาณมวลของสารที่จะใช้ตามสมการที่ (3.3) และสมการ (3.4)

$$\% \text{Mass of additive(g)} = \left( \frac{\frac{\text{vol\%Additive}}{100} \times \rho_{\text{Additive}}}{\frac{\text{vol\%Additive}}{100} \times \rho_{\text{Additive}} + \left(1 - \frac{\text{vol\%Additive}}{100}\right) \rho_{\text{Main}}} \right) \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ  $\% \text{Mass of additive}$  เป็นร้อยละของมวลของสารเจือที่ต้องการแปลงจากร้อยละโดยปริมาตรที่ต้องการ

$\text{vol\%Additive}$  เป็นร้อยละโดยปริมาตรของสารเจือที่ต้องการแปลงค่า

$\rho_{\text{Main}}$  เป็นความหนาแน่นของสารที่เป็นเฟสหลัก ในงานวิจัยนี้ใช้  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$

$\rho_{\text{Additive}}$  เป็นความหนาแน่นของสารเจือที่เป็นเฟสรอง ในงานวิจัยนี้ใช้ อนุภาคระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$

$$\% \text{Mass of main(g)} = 100 - \left[ \left( \frac{\frac{\text{vol\%Additive}}{100} \times \rho_{\text{Additive}}}{\frac{\text{vol\%Additive}}{100} \times \rho_{\text{Additive}} + \left(1 - \frac{\text{vol\%Additive}}{100}\right) \rho_{\text{Main}}} \right) \times 100 \right] \quad (3.4)$$

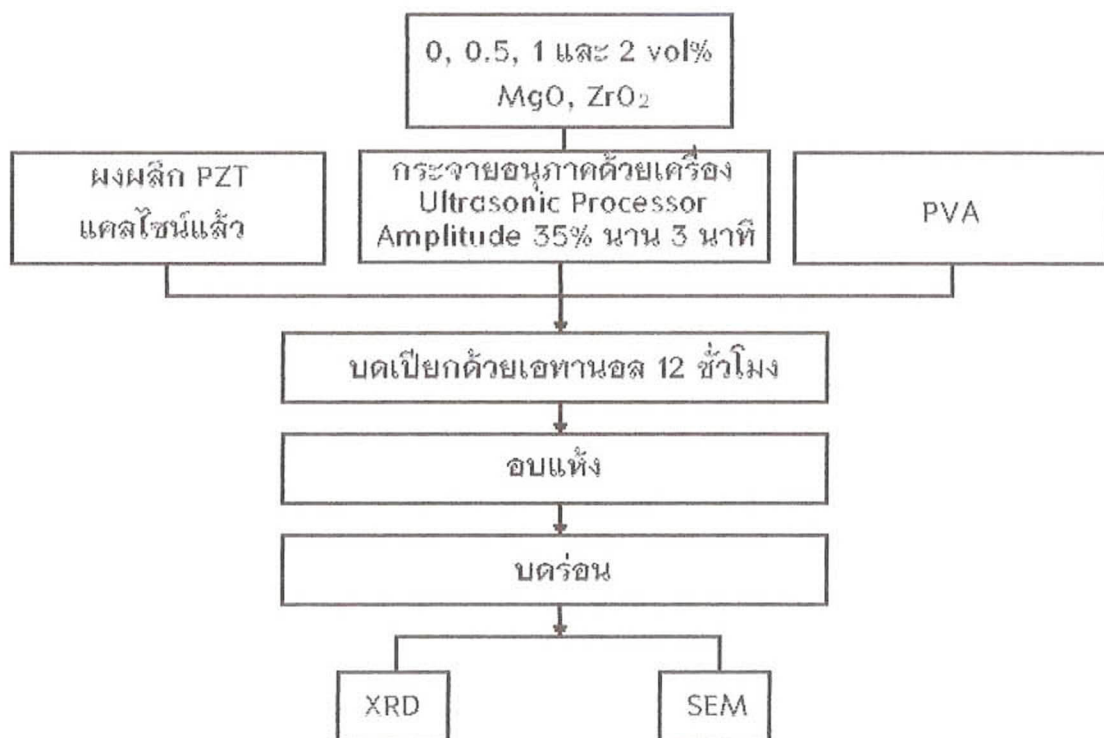
หรือ  $\% \text{Mass of main(g)} = 100 - \% \text{Mass of additive(g)}$

เมื่อ  $\% \text{Mass of main}$  เป็นร้อยละของมวลของสารที่เป็นเฟสหลัก

นำผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่แคลไซน์แล้ว สารเจือที่มีอนุภาคในระดับนาโนที่ทำการกระจายอนุภาคด้วยเครื่อง Ultrasonic Processor ดังรูป 3.7 โดยใช้ Cycle 0.5 ใช้ Amplitude 35% นาน 3 นาที และ PVA ความเข้มข้น 3% โดยน้ำหนัก มาทำการบดผสมเปียกอีกครั้ง เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วทำแห้ง คัดขนาดอีกครั้ง แผนผังการเตรียมผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  + สารเจือ แสดงดังรูป 3.8



รูป 3.7 เครื่อง Ultrasonic Processor ที่ใช้ในการกระจายอนุภาคของสารเจือ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$



รูป 3.8 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่ผสมสารเจือระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$

จากนั้นนำผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่ผสมสารเจือเรียบร้อยแล้วมาตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึกอีกครั้งด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่ผสมสารเจือเรียบร้อยแล้ว ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

### 3.5 กระบวนการเตรียมเซรามิก $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ $\text{MgO}$ และ $\text{ZrO}_2$

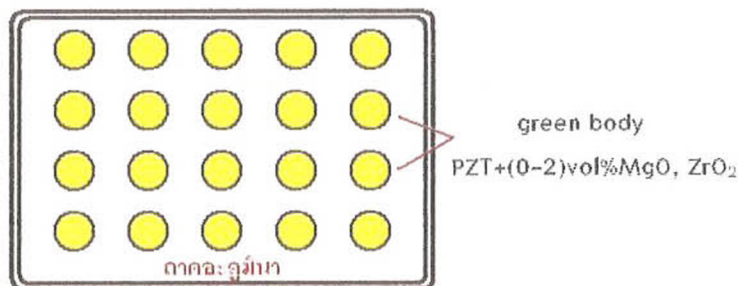
นำผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$  ในปริมาณร้อยละ 0–2 โดยปริมาตร มาอัดขึ้นรูปครึ่งละ 1 กรัม ซึ่งชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นกลม (Disk) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร โดยทำการอัดในแม่พิมพ์โลหะ ดังรูป 3.9 ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (รูป 3.10) ด้วยความดัน 0.6 ตัน เป็นเวลานาน 25–30 วินาที เมื่อได้ชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูป (green body) แล้วจึงนำมาจัดเรียงในถาดอะลูมินา ดังรูป 3.11 นำไปเผาทำจัดตัวประสานออกที่อุณหภูมิ  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  โดยให้อัตราความร้อนอย่างช้าๆ  $1\text{ }^{\circ}\text{C/นาที่}$  ดังแผนภาพในรูป 3.12



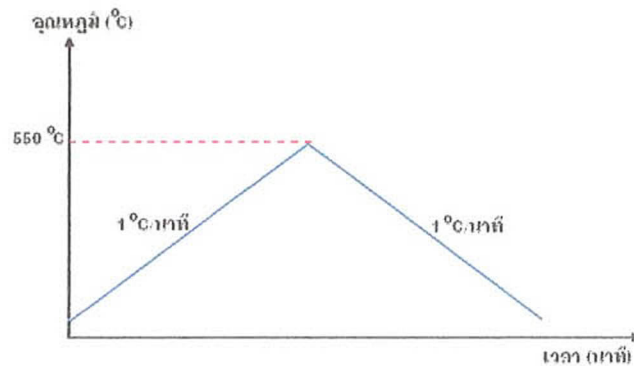
รูป 3.9 แม่พิมพ์โลหะ



รูป 3.10 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก

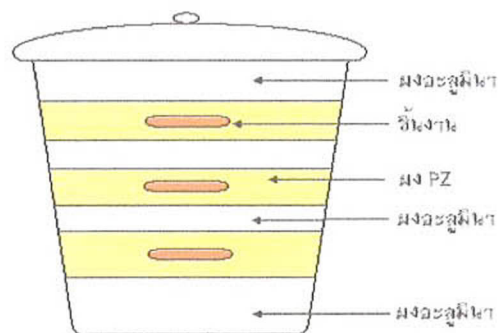


รูป 3.11 การจัดเรียงชิ้นงานบนถาดอะลูมินา

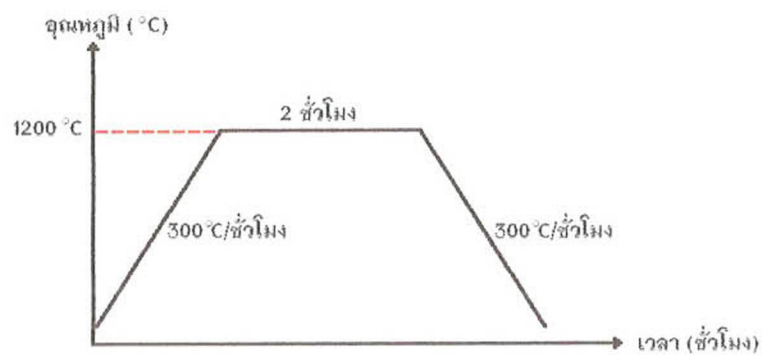


รูป 3.12 แผนผังการเผาเพื่อกำจัด PVA

หลังจากทำการกำจัด PVA แล้ว นำเม็ดชิ้นงานมาเรียงลงในถ้วยอะลูมินาที่รองกันและกลบด้วยผงอะลูมินาโดยทำการกลบชิ้นงานด้วยผงผลึก  $\text{PbZrO}_3$  ดังรูป 3.13 เพื่อป้องกันการระเหยของตะกั่วออกจากชิ้นงานในระหว่างที่ทำการเผาซินเตอร์ ซึ่งเป็นการทำให้การเผาซินเตอร์อยู่ในบรรยากาศของตะกั่วมันเอง จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปเผาซินเตอร์โดยใช้เตาไฟฟ้า (รูป 3.4) ณ อุณหภูมิ  $1200^\circ\text{C}$  เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการให้ความร้อน  $5^\circ\text{C}/\text{นาที่}$  แผนภาพการเผาซินเตอร์เป็นดังรูป 3.14 เมื่อเผาซินเตอร์แล้วนำเซรามิกที่ได้ไปล้างและทำความสะอาดชิ้นงานอีกครั้งด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ดังรูป 3.15 นำเซรามิกที่ล้างทำความสะอาดแล้วอบด้วยเตาอบไฟฟ้าดังรูป 3.16 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3 + (0-2) \text{ vol\% MgO, ZrO}_2$  แสดงดังแผนผังในรูป 3.17



รูป 3.13 การจัดเรียงชิ้นงานในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์



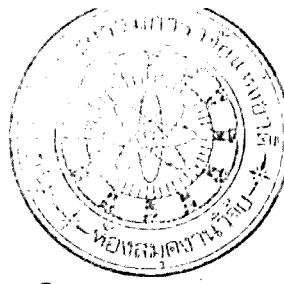
รูป 3.14 แผนภาพการเผาซินเตอร์



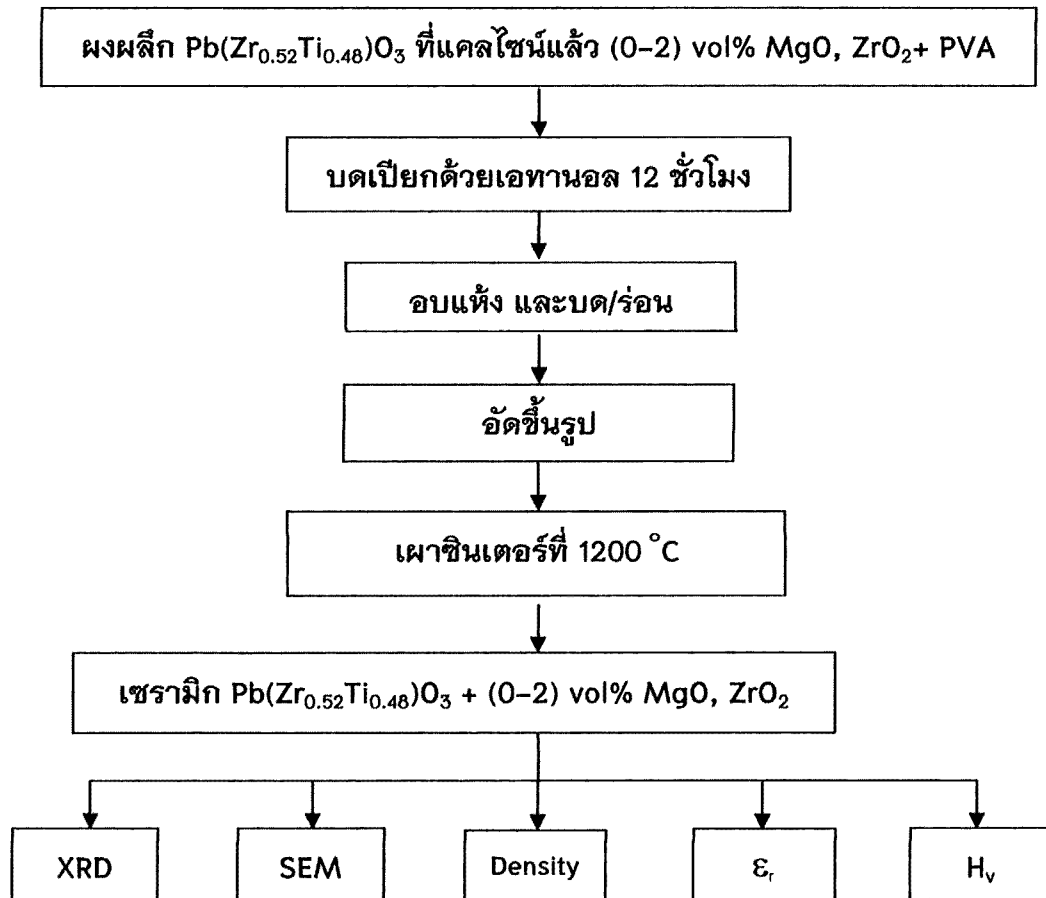
รูป 3.15 เครื่องอัลตราโซนิก



รูป 3.16 เตาอบไฟฟ้า

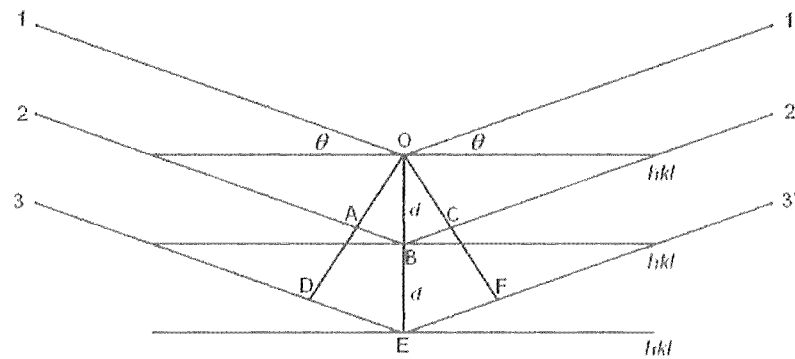


ขั้นตอนการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3 + (0-2) \text{ vol\% MgO, ZrO}_2 \text{ nanoparticles}$



รูป 3.17 แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่มีสารเจือปนอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO<sub>2</sub>

### 3.6 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.18 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม [29]

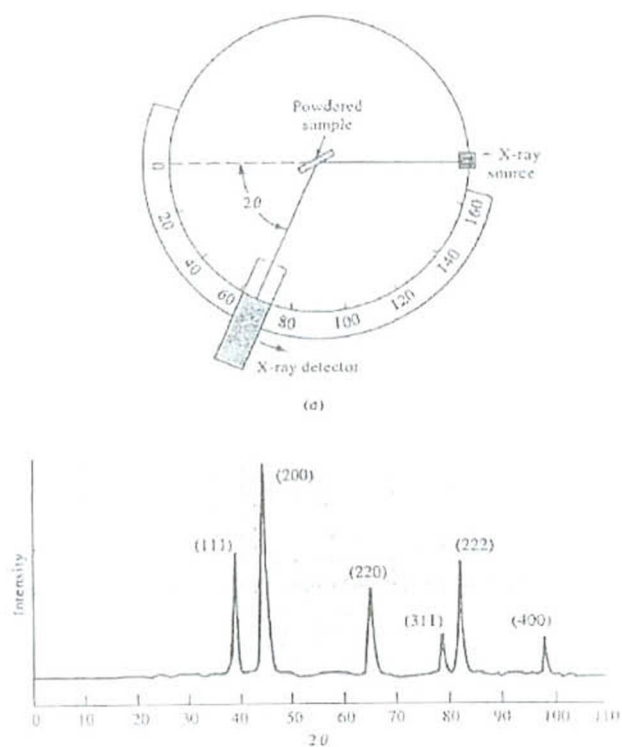
ผลึกที่มีการวางเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบเป็นชั้นๆ บนชุดระนาบ (hkl) ดังรูป 3.18 เมื่อเกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชั้นอะตอมเหล่านี้ ณ มุม  $\theta$  ถ้าคลื่นที่เลี้ยวเบนออกมานี้มีเฟสเดียวกัน จะเกิดการรวมกันแบบเสริมกันได้นั้นจะต้องมีระยะทางเดินของคลื่นต่างกันอยู่เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ (3.5) โดยเรียกสมการนี้ว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.5)$$

- เมื่อ  $d$  เป็นระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (h k l)
- $\theta$  เป็นมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก
- $n$  เป็นเลขจำนวนเต็มใดๆ = 1, 2, 3, ...
- $\lambda$  เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

ผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาตรวจสอบด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะได้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของฟิวดิงรังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูป 3.19) ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบ

ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแปดใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (รูป 3.20) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ ) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ  $1.540562 \text{ \AA}$  ออกมาด้วย step ประมาณ  $0.01$  องศาต่อวินาที จากค่ามุม  $2\theta$  ที่  $10$  องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม  $2\theta$  ที่  $60$  องศา



รูป 3.19 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.20 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์

### 3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ , ผงผลึก $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ $\text{MgO}$ , $\text{ZrO}_2$ และเซรามิก $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ $\text{MgO}$ , $\text{ZrO}_2$

#### ผงผลึก

นำผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 – 900 °C มาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาค เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาประกอบในการอธิบายลักษณะรูปร่างและการเกาะตัวของผงเซรามิก โดยนำผงเซรามิกที่ต้องการตรวจสอบมาโรยบนฐานวางสาร (sample holder) ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอน (carbon tape) แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering ด้วยเครื่อง Sputter Coater ดังรูป 3.21 จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังรูป 3.22

ทำเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนเป็นผงผลึก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เติมสารเจือ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$  ที่มีอนุภาคระดับนาโน

#### เม็ดเซรามิก

นำชิ้นงานเซรามิก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$  ที่เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C มาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลานาน 15–30 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออกไปจากผิวหน้าชิ้นงาน จากนั้นนำไปอบให้แห้ง แล้วจึงหักชิ้นงานออกเป็นชิ้นเล็กๆ นำแต่ละชิ้นไปติดบนฐานวางสารตัวอย่าง ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอนเช่นกัน โดยจัดให้ผิวหน้า (surface) วางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการสำรวจด้วยเทคนิค SEM แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานต่อไป



รูป 3.21 เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620



รูป 3.22 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP

### 3.8 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น (Density) และความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density)

#### การหาความหนาแน่น (Density)

การหาความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) [30] เริ่มจากนำเซรามิกที่ต้องการทราบค่ามาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ และทิ้งให้อิ่มตัวด้วยน้ำเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ ( $W_3$ ) ชั่งขณะเปียก ( $W_2$ ) และนำไปอบในเตาอบไฟฟ้าเป็นเวลา 1 คืน เพื่อนำมาชั่งมวลขณะแห้ง ( $W_1$ ) โดยใช้เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.23) แล้วจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่น ดังสมการ (3.6)

$$\rho_c = \left( \frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3.6)$$

- เมื่อ  $\rho_c$  คือ ความหนาแน่นของเซรามิก  
 $\rho_{H_2O}$  คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง  
 $W_1$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง (มวลแห้ง)

- $W_2$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะเปียก (มวลมหาด)
- $W_3$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะที่อยู่ในน้ำ (มวลเปียก)



รูป 3.23 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม สำหรับหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน

#### การหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density)

เมื่อได้ความหนาแน่นเชิงทฤษฎีของเซรามิกที่ผสมผงของสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนในปริมาณต่างๆ กันแล้ว จึงนำมาคำนวณหาความหนาแน่นสัมพัทธ์เพื่อใช้เปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่มีสารเจือปนได้โดยใช้สมการ (3.7)

$$\text{ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (\%)} = \left( \frac{\rho_{th} - \rho_s}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad (3.7)$$

เมื่อ  $\rho_{th}$  และ  $\rho_s$  คือความหนาแน่นเชิงทฤษฎีและความหนาแน่นของเซรามิกที่ได้จากการทดลองตามลำดับ

### 3.9 การศึกษาค่าร้อยละการหดตัวหลังการเผา (Percent shrinkage)

นำเซรามิกที่ได้มาตรวจสอบหาค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิกภายหลังการเผาขึ้นเตอร์ในรูปของการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนและหลังการเผาขึ้นเตอร์ จากนั้นจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาร้อยละการหดตัวของเซรามิกดังสมการ (3.8) ดังนี้

$$\text{การหดตัวเชิงเส้น (\%)} = \left( \frac{d_1 - d_2}{d_1} \right) \times 100 \quad (3.8)$$

เมื่อ  $d_1$  และ  $d_2$  เป็น เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนและหลังการเผาขึ้นเตอร์ตามลำดับ

### 3.10 การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก

ทำการเตรียมชิ้นงานเซรามิก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$  สำหรับการทดสอบวัดหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก โดยการขัดผิวหน้าของชิ้นงานเซรามิกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร (รูป 3.24) เพื่อให้ผิวทั้งสองด้านของเซรามิกอยู่ในแนวระนาบและเรียบสม่ำเสมอ นำชิ้นงานไปล้างทำความสะอาดผิวด้วยน้ำที่มีส่วนผสมน้ำยาล้างจานเพียงเล็กน้อยเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่หลุดออกมาในขณะที่ทำการขัดผิวหน้าของเซรามิก จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  โดยใช้เตาอบ นำมาวัดขนาดความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนการทำซ้ำด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์แบบดิจิตอล (รูป 3.25) ทำการทาการเงินเพื่อทำซ้ำโดยทาการเงินที่ละด้านของชิ้นงานแล้วนำชิ้นงานไปอบเพื่อให้การเงินแห้งจนครบทั้งสองด้าน เมื่อชิ้นงานแห้งนำไปทำความสะอาดขอบข้างของชิ้นงานด้วยอะซิโตนเพื่อป้องกันการซ่อตถึงกันของผิวหน้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปเผาให้กาเงินที่อุณหภูมิ  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 15 นาที ใช้อัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิเป็น  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$  ตรวจสอบซ้ำที่ทำได้ว่าติดกันตลอดทั้งหน้าของชิ้นงานหรือไม่ด้วยโอห์มมิเตอร์ ระวังอย่าให้ทั้งสองด้านของผิวหน้าซ่อตถึงกัน นำชิ้นงานที่ได้มาทำการวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ( $\tan \delta$ ) โดยใช้เครื่อง LCZ meter ดังรูป 3.26 วัดที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ซึ่งค่าความจุที่วัดได้นั้นสามารถนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์) ได้จากสมการ (3.9)

$$\epsilon_r = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (3.9)$$

- เมื่อ  $\epsilon_r$  คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก หรือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของชิ้นงาน  
 $\epsilon_0$  คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศมีค่าประมาณ  $8.854 \times 10^{-15}$  F/mm  
 $C$  คือ ค่าความจุไฟฟ้า  
 $t$  คือ ความหนาของชิ้นงาน  
 $A$  คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน



รูป 3.24 จานหมุนสำหรับขัดสารตัวอย่าง



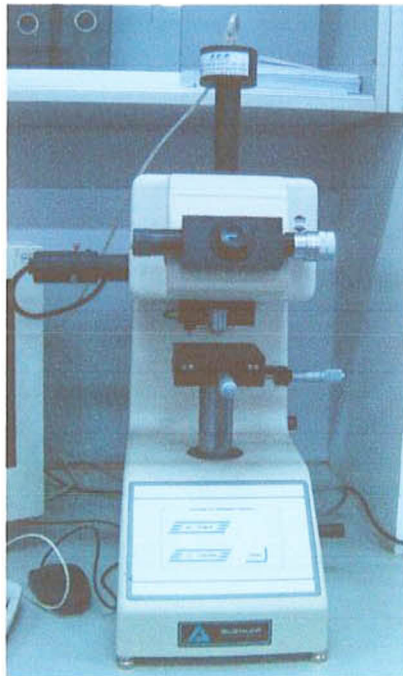
รูป 3.25 ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์



รูป 3.26 LCR meter รุ่น E 4980 A 20Hz–2 MHz

### 3.11 การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness)

ทำการเตรียมชิ้นงานนำเซรามิก  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ  $\text{MgO}$  และ  $\text{ZrO}_2$  เพาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ  $1200^\circ\text{C}$  มาทำการขัดเพื่อให้ได้ระนาบ และทำการขัดให้เงาเป็นกระจก โดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และใช้สเปรย์ผงขัดเพชรขนาดอนุภาค 6, 3 และ  $1\ \mu\text{m}$  ฟันบนกระดาษขัด DP-Dac, DP-Pan, Microcloth เพื่อขัดเงาเม็ดเซรามิก โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร ดังรูป 3.23 ช่วยในการขัดผิวหน้าของชิ้นงาน เมื่อผิวหน้าเงาเป็นกระจกแล้ว นำชิ้นงานมาล้างทำความสะอาด อบให้แห้ง แล้วนำไปทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งระดับจุลภาค ที่ใช้ทำการทดสอบด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ ดังรูป 3.27 โดยการกดด้วยโหลดขนาด 300 และ 500 กรัม เป็นเวลา 15 วินาที ตัวอย่างละ 6 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย



รูป 3.27 เครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester)

การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.10) [31]

$$H_v = 1854.4 \left( \frac{P}{d^2} \right) \quad (3.10)$$

- เมื่อ  $H_v$  คือค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (GPa)  
 $P$  คือโหลดที่ให้แก่วัด (N)  
 $d$  คือค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด ( $\mu\text{m}$ )