บทที่ 3
วิธีดำเนินวิจัย

3.1 การเตรียมตัวอย่างแก้ว

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

1. เตาเผาแบบขดลวดไฟฟ้า
2. Crucible
3. เครื่องชั่ง (ความละเอียด 0.001 กรัม)
4. ครกบดสาร
5. ช้อนตักสาร
6. กระดาษทรายเบอร์ 100, 400 และ 1,000
7. ผงขัดเพชรและผ้าสักหลาด
8. เครื่องขัดมอเตอร์ไฟฟ้า

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมแก้ว

1. Silicon Dioxide (SiO_2)
2. Sodium Carbonate (Na_2CO_3)
3. Potassium Nitrate (KNO_3)
4. Potassium Carbonate (K_2CO_3)
5. Boric Oxide (B_2O_3)
6. Barium Carbonate (Bi_2O_3)
7. Potassium chromate (K_2CrO_4)

3.1.3 วิธีการเตรียมแก้ว

เตรียมสารตั้งต้น ประกอบด้วย

SiO_2	35	grams
Na_2CO_3	10	grams
KNO_3	2	grams
K_2CO_3	16	grams
B_2O_3	5	grams
Bi_2O_3	30	grams
K_2CrO_4	0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 3, 5, 10	gram

1. ทำการชั่งสารเหล่านี้ตามที่กำหนดไว้ นำมาผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันในครกบด แล้วนำตัวอย่างใส่ลงในถ้วย crucible

2. นำถ้วย crucible ไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,275°C เผาแช่ไว้เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ให้เย็นในเตา

3. นำแก้วที่ได้จากการเผามาทุบเพื่อที่จะนำเนื้อแก้วไปขึ้นรูป โดยการเผาด้วยแก๊สให้แก้วอ่อนตัวลง แล้วกดให้เป็นแผ่นบาง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นตัวในเตา

4. ขัดแก้วด้วยกระดาษทรายน้ำเบอร์ 100, 400, 1000 และผงเพชรขนาด 3,0.25 ไมครอน

3.2 การทดลองสมบัติของแก้ว

3.2.1 การหาค่าความหนาแน่น (Density)

การหาค่าความหนาแน่นของแก้วจะให้แก้วที่ถูกทุบให้แตกนำมาหาค่าโดยมีวิธีดังนี้

1. ชั่งมวลของแก้วในอากาศได้เป็น M_1
2. ชั่งมวลของแก้วในน้ำได้เป็น M_2
3. คำนวณหาค่าความถ่วงจำเพาะ

น้ำหนักของน้ำที่ถูกแทนที่โดยวัตถุ = M_1- M_2 = น้ำหนักของน้ำที่มีปริมาตรเท่าวัตถุ

ความถ่วงจำเพาะ = น้ำหนักของวัตถุในอากาศ / น้ำหนักของน้ำที่ถูกแทนที่โดยวัตถุ

$$(S) = \frac{M_1 g}{M_{st} g} \tag{3.1}$$

หรือ

$$S = \frac{M_1 g}{(M_1 - M_2) g} = \frac{M_1}{M_1 - M_2} \tag{3.2}$$

และ

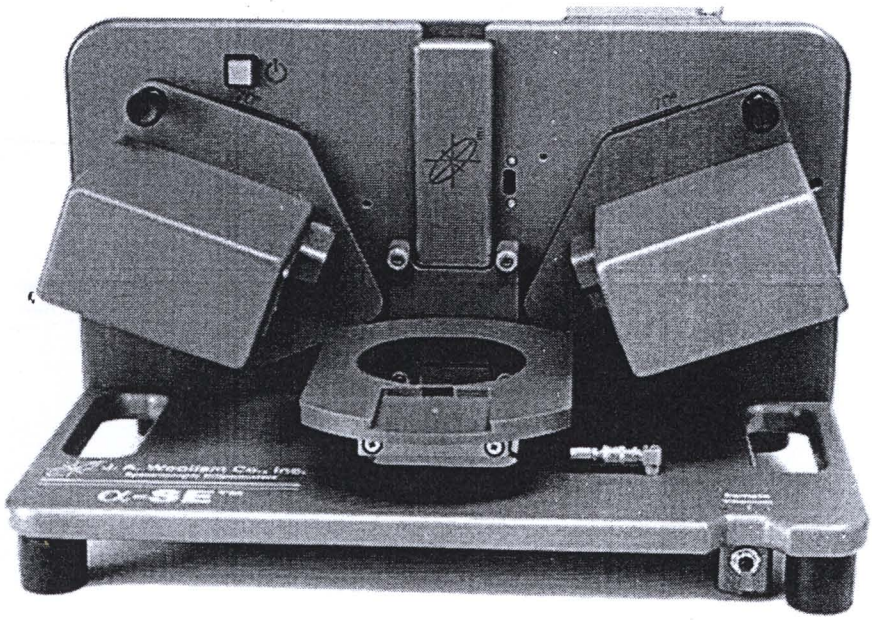
$$S = \frac{\rho}{\rho_{st}} \tag{3.3}$$

ซึ่ง ρ_{st} เท่ากับ 1 g/m^3 ดังนั้นค่าความหนาแน่นจะมีค่าเท่ากับ S

3.2.2 การวัดค่าดรรชนีหักเห (Refractive Index)

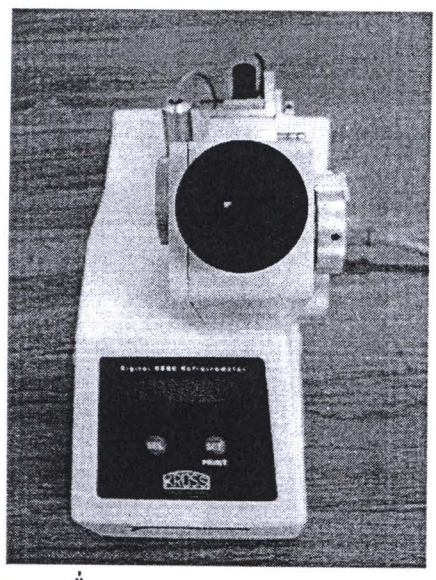
ในการทดลองนี้จะใช้เครื่อง ellipsometer J.A. Woollam Co.,Inc. รุ่น alpha-SE ดังรูปที่ 3.1 ในการหาค่าดรรชนีหักเหของแก้วที่ความยาวคลื่นต่างๆ โดยอาศัยหลักการโพราไรซ์ของแสง และวัดค่าดรรชนีหักเหที่ความยาวคลื่น 589.3 nm ซึ่งใช้แหล่งกำเนิดแสงเป็นหลอดโซเดียมด้วย

เครื่อง Refractometer KRUSS D-22976 ดังรูปที่ 3.2 โดยจะต้องมี Contact Liquid เพื่อกำจัดฟิล์มบางของอากาศที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวแก้ว



©J.A. Woollam Co., Inc.

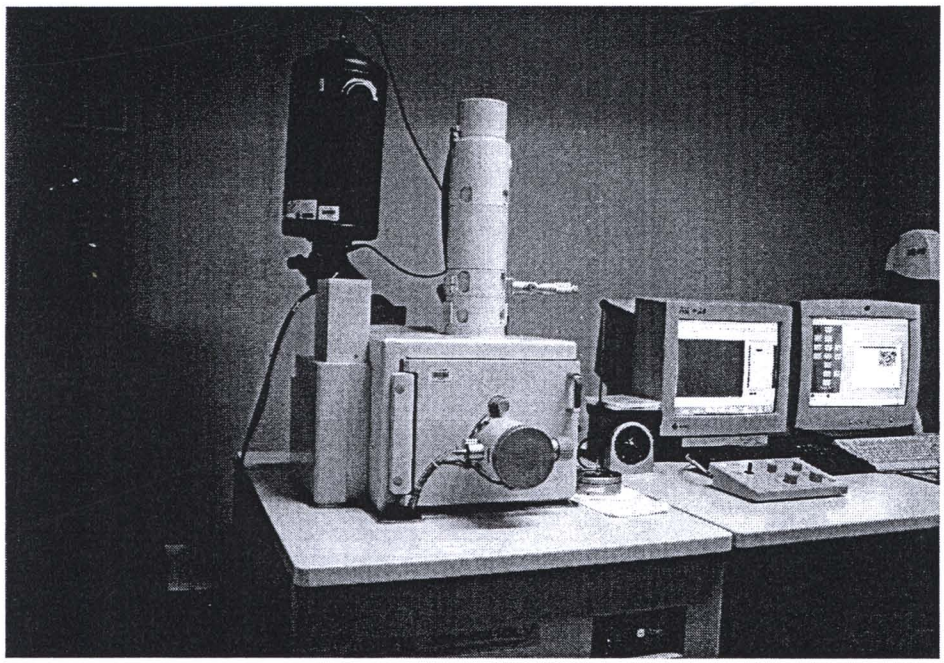
รูปที่ 3.1 เครื่อง ellipsometer J.A. Woollam Co.,Inc. รุ่น alpha-SE



รูปที่ 3.2 เครื่อง Refractometer KRUSS D-22976

3.2.3 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคบริเวณรอยแตกและการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของแก้วโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคบริเวณรอยแตกของแก้ว จะตรวจสอบโดยใช้แก้วที่ถูกทุบให้แตก นำไปติดบนฐานโลหะ (stab) ด้วยเทปคาร์บอน และนำไปเคลือบด้วยทอง (gold sputtering) แล้วจึงนำชิ้นงานไปตรวจสอบโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JEOL รุ่น JSM-5910LV) ดังรูปที่ 3.2 โดยศึกษาในโหมด secondary electron และวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ โดยเทคนิคเอ็นนีจีดีสเพอร์ซีฟสเปคโตรสโกปี (EDS)



รูปที่ 3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.2.4 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกของแก้ว

ในการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกของแก้ว ชิ้นงานที่ถูกขัดเรียบแล้ว จะได้รับการทำขั้วโดยการทากาวเงินซึ่งเป็นสารนำไฟฟ้าลงไปทั้งสองด้านของชิ้นงาน และทำการวัดพื้นที่บริเวณที่ทากาวเงินไว้ แล้วจึงนำไปวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าสูญเสียทางไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR meter (Agilent รุ่น 4284A 20Hz-1MHz) ที่ความถี่ 100Hz-1MHz ในอุณหภูมิห้อง แล้วนำค่าที่วัดได้มาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกดังสมการ (3.3)

$$\varepsilon_r = \frac{C \cdot d}{\varepsilon_0 \cdot A} \qquad (3.3)$$

เมื่อ ε_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก หรือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity)

ε_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าเท่ากับ 8.854×10^{-12} F/m

C คือ ค่าความจุไฟฟ้า (F)

d คือ ความหนาของเซรามิก (m)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของเซรามิก (m^2)

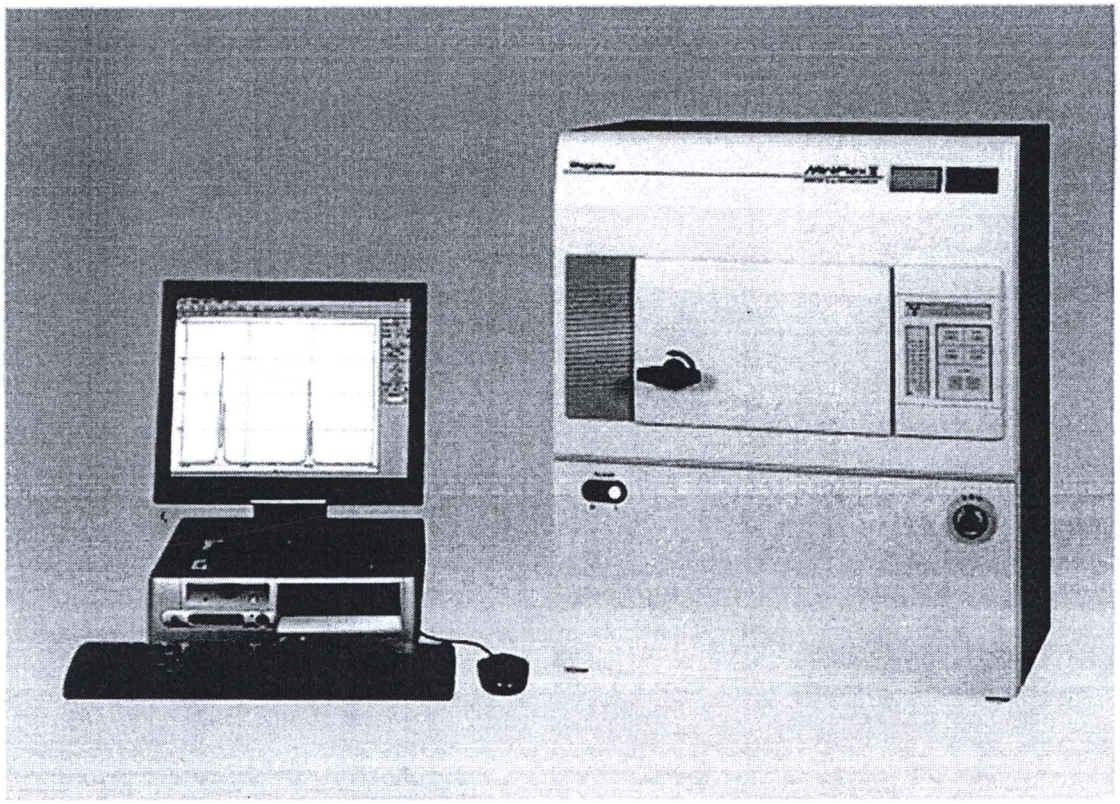
3.2.5 การดูดกลืนแสงยูวี-วิสีเบิล

ทำโดยการนำแผ่นแก้วที่ขัดเรียบไปทดสอบการส่องผ่านของแสงด้วยเครื่อง uv-visible spectroscopy ที่ความยาวคลื่น 300-800 nm

3.3 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในการตรวจสอบหาองค์ประกอบทางเคมีและชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ลงบนพื้นผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบนโดยมีมุมการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงผลึกและระนาบที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ เนื่องจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สำหรับวัสดุแต่ละชนิดมีลักษณะเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุชนิดนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็สามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุประเภทใด โดยพิจารณาจากความสัมพันธ์ค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มพีครังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบน ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้

ขั้นตอนการตรวจสอบนั้นเริ่มจากนำผงแก้วที่ต้องการตรวจสอบมาบรรจุใส่ในกระจกสำหรับใส่สารตัวอย่าง จากนั้นนำไปวางที่ช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) (Rigaku รุ่น Miniflex^{TM} II benchtop XRD system) ดังรูปที่ 3.3 โดยใช้มุมในการทดสอบเป็น 20-80 องศา



รูปที่ 3.4 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)