บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ กระบวนการเตรียมผงซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปริมาณต่างๆ การเตรียมเม็ดเซรามิก และการตรวจสอบสมบัติต่างๆของเซรามิกตามลำดับดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) ความบริสุทธิ์ 99.9%ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9%ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.3 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA)

3.1.4 ผงอะลูมินา (Al_2O_3)

3.1.5 เมธานอล

3.1.6 น้ำกลั่น

3.1.7 กาวเงินแบบไม่ต้องเผา

3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์ ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม

3.2.2 กระดาษฟอยด์ (aluminium foil)

3.2.3 ช้อนตักสาร

3.2.4 ลูกบดเซอร์โคเนีย (ZrO_3)

3.2.5 กระปุกพลาสติก

3.2.6 เทปกาวพลาสติก

3.2.7 เครื่องบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling

3.2.8 แท่งแม่เหล็กสำหรับหมุนผสมสาร (magnetic bar)

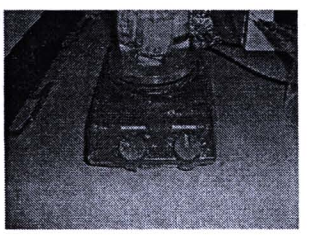
3.2.9 บีกเกอร์

3.2.10 เครื่องบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling

3.2.11 ผ้าปิดจมูก

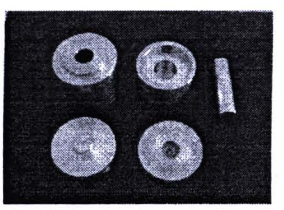
3.2.12 ถุงมือยาง

3.2.13 เตาแผ่นให้ความร้อน (hot plate) พร้อมระบบหมุนผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer)



รูป 3.1 เตาแผ่นให้ความร้อน พร้อมระบบหมุนผสมสารแบบแม่เหล็ก

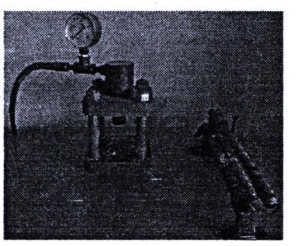
3.2.14 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร



รูป 3.2 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป

3.2.15 ครกบดสาร

3.2.16 เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก



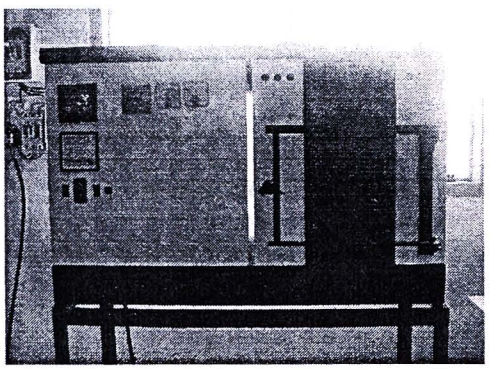
รูป 3.3 เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก

3.2.17 คีมจับสาร

3.2.18 ถ้วยอะลูมินา

3.2.19 ตู้อบสาร

3.2.20 เตาเผาไฟฟ้า EUROTERM รุ่น UCF 1600/A



รูป 3.4 เตาเผาไฟฟ้า

3.2.21 กระดาษทรายเบอร์ 100, 400 และ 1000

3.2.22 เครื่องขัดสาร (grinder-polisher) ของบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3

3.2.23 เวอร์เนีย วัดความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร

3.2.24 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffractrometer)

3.2.25 แหล่งจ่ายไฟกระแสตรง 0 ถึง 30 โวลต์

3.2.26 มัลติมิเตอร์แบบดิจิตอล (digital multimeter) ของ Agilent รุ่น 34401A

3.2.27 ตัวต้านทานขนาด 498 โอห์ม

3.2.28 เครื่อง LCR มิเตอร์ Agilent รุ่น 4284A

3.2.29 เครื่องสปัตเตอร์แบบกระแสตรง (DC magnetron sputter)

3.2.30 พู่กัน สำหรับทากาวเงิน

3.2.31 เครื่องอัลตร้าโซนิกส์

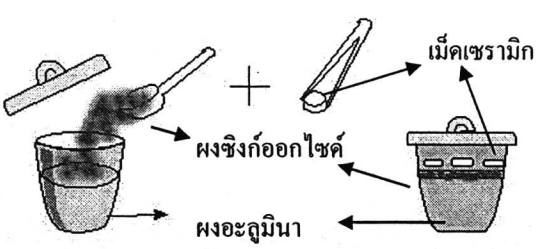
3.2.32 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

3.2.33 ตะแกรงลวด

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 เตรียมสารตัวอย่าง

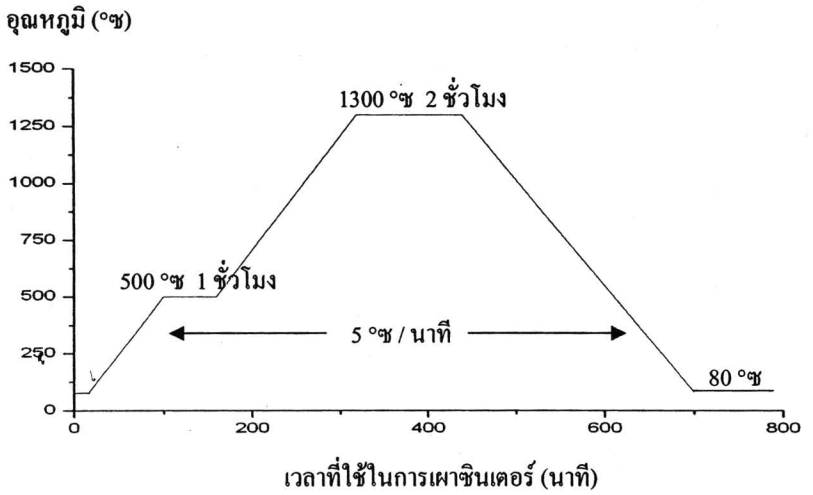
เตรียมผงเซรามิกซิงก์ออกไซด์ที่ผสมด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม (mixed oxide) โดยเริ่มจากสารตั้งต้นคือ ZnO และ TiO_2 ในสัดส่วนที่ต้องการ สำหรับในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมสาร ZnO ผสมด้วย TiO_2 ที่ 0, 1, 3, 5, 10 และ 15%โดยปริมาตร ตามลำดับ ชั่งสารที่ต้องการตามอัตราส่วนแล้วใส่ลงในกระปุกพลาสติกที่มีลูกบดเซอร์โคเนียบรรจุอยู่ ผสมสารแบบเปียกด้วยการเติมเมทานอลลงไป บดผสมสารด้วยการบดย่อยแบบ ball milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารผสมที่ได้มากรองบนตะแกรงเพื่อแยกลูกบดเซอร์โคเนียออก จากนั้นทำให้แห้งบนเตาแผ่นให้ความร้อนโดยใส่แท่งแม่เหล็กเพื่อทำให้มีการหมุนผสมสารร่วมด้วย จากนั้นอบสารผสมให้แห้งสนิทในเตาอบ ที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส นำสารผสมที่ได้มาบดให้มีขนาดเล็กลงเนื่องจากภายหลังการอบสารจะจับตัวกันเป็นก้อนด้วยครกบดสาร ชั่งผงสารที่ได้ในปริมาณ 1.5 กรัม แล้วอัดขึ้นรูปให้เป็นแผ่นกลม (disc shape) ด้วยแม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร ด้วยแรงอัด 1 ตัน เป็นเวลา 15 วินาที นำเม็ดที่ผ่านการอัดขึ้นรูปมาจัดเรียงในถ้วยอะลูมินาที่รองพื้นด้วยผงซิงก์ออกไซด์ดังรูป 3.5



รูป 3.5 แสดงการจัดเรียงเม็ดในถ้วยอะลูมินาก่อนนำไปเผาซินเตอร์

จากนั้นนำไปเผาซินเตอร์ไล่ PVA ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงก่อน จากนั้นเพิ่มขึ้นไปที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที ดังรูป 3.6 จากนั้นจึงทำความสะอาดผิวของเม็ดเซรามิกให้เรียบ ก่อน

นำไปขัดด้วยกระดาษทราย เบอร์ 100, 400, 1000 และขัดให้ขึ้นเงาด้วยอะลูมินาขนาด 1 ไมครอน ล้างด้วยน้ำสะอาด แล้วอบให้แห้ง



รูป 3.6 แผนภูมิการเผาซินเตอร์ของสารตัวอย่าง

3.3.2 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่างเซรามิกที่เตรียมได้

3.3.2.1 การหาค่าการหดตัวหลังเผา (shrinkage)

การศึกษาการหดตัวของสารตัวอย่างเซรามิกหลังการเผาซินเตอร์นี้ จะทำการศึกษาค่าการหดตัวในรูปแบบเชิงเส้น (linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานทั้งก่อนและหลังเผาซินเตอร์ จากนั้นนำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้น จากสมการที่ 3.1

$$S_L = \frac{(D_1 - D_2)}{D_1} \times 100\,\% \qquad (3.1)$$

เมื่อ S_L คือ ค่าการหดตัวเชิงเส้น คิดเป็นเปอร์เซ็นต์

D_1 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนการเผาซินเตอร์

D_2 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังการเผาซินเตอร์

3.3.2.2 การหาค่าความหนาแน่น (density)

นำตัวอย่างเม็ดเซรามิกที่เตรียมได้หลังการเผาซินเตอร์ ขัดทำความสะอาดอบให้แห้งแล้ว นำไปชั่งน้ำหนักบนเครื่องชั่งแบบละเอียด ทำการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดเซรามิกเพื่อนำมาคำนวณหาปริมาตร ตามสมาการที่ 3.2 และจึงสามมารถคำนวณค่าความหนาแน่นจากสมการที่ 3.3 ได้ดังนี้

$$V = \frac{\pi D_2^2}{4} \times h \qquad (3.2)$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรของเม็ดเซรามิก ซึ่งมีหน่วยเป็น ลูกบาศก์เซนติเมตร

D_2 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดเซรามิก

H คือ ความหนาของเม็ดเซรามิก

$$D = \frac{M}{V} \qquad (3.3)$$

เมื่อ D คือ ความหนาแน่นของเม็ดเซรามิก (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

V คือ ปริมาตรของเม็ดเซรามิก

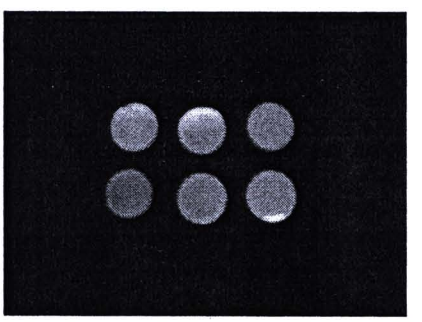
M คือ มวลของเม็ดเซรามิก

3.3.3 การเตรียมขั้วไฟฟ้าของเม็ดเซรามิกตัวอย่าง

ขั้วไฟฟ้าที่ดีนั้นจะต้องมีความสามารถในการนำไฟฟ้าหรือสามารถส่งถ่ายประจุไฟฟ้าได้ดี การทำขั้วไฟฟ้าจึงเป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่งต่อการผลิตชิ้นงานพวกเซรามิกสำหรับใช้ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เพราะขั้วไฟฟ้านั้นถือว่าเป็นส่วนหนึ่งของอุปกรณ์ทั้งหมด การเคลือบบริเวณที่ต้องการทำขั้วฟ้าไฟในชิ้นงานเซรามิกสามารถกระทำได้หลายวิธีด้วยกัน ในส่วนของการวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมขั้วไฟฟ้าที่สามารถแยกออกเป็น 2 ชุด ด้วยกัน ดังนี้คือ

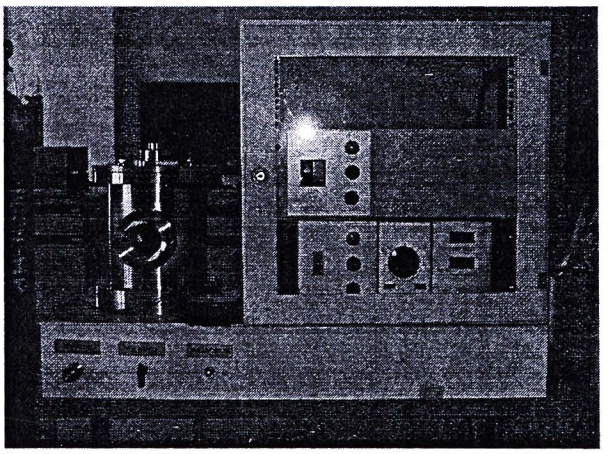
3.3.3.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยฟิล์มบางแพลตทินัม

นำเม็ดเซรามิกที่ขัดจนให้ขึ้นเงาด้วยอะลูมินาขนาด 1 ไมครอนแล้ว ล้างด้วยน้ำให้สะอาด และอบให้แห้ง ดังรูป 3.7



รูป 3.7 ชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายและอะลูมินาแล้ว

เตรียมสไลด์สำหรับใช้เป็นฐานในการวางชิ้นตัวอย่างเซรามิกโดยผ่านการทำความสะอาดและอบให้แห้งมาก่อน วางชิ้นงานลงบนแผ่นสไลด์โดยจดจำตำแหน่งให้ถูกต้อง นำไปวางบนฐานวางชิ้นงานในเครื่องสปัตเตอริง ที่มีแพลตทินัมเป็นเป้าในการสปัตเตอริง ทำการสปัตเตอริงตัวอย่างเม็ดเซรามิกทั้ง 2 ด้าน เมื่อเสร็จแล้วจะได้ฟิล์มบางแพลตทินัมที่ติดอยู่บนผิวหน้าของเม็ดเซรามิกสำหรับใช้เป็นขั้วไฟฟ้า



รูป 3.8 เครื่องสปัตเตอร์ริงแบบดีซี-แมกนีตรอน (dc magnetron sputtering)

3.3.3.2 การเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยกาวเงิน

เทคนิคการใช้กาวเงิน (silver paste) ที่มีอนุภาคของสารพวกออกไซด์ของกาวเงินผสมกับผงแก้วในปริมาณน้อยๆ ก็เป็นที่นิยมใช้กันโดยอาศัยการทาลงบนพื้นผิวของเซรามิกด้วยพู่กันหรือใช้วิธีสกรีน หรืออาจจะพิมพ์ลงบนพื้นผิวของเซรามิกแล้วทิ้งไว้ให้แห้ง บางชนิดต้องนำไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส เพื่อให้แก้วเกิดการหลอมหนืดช่วยยึดอนุภาคของเงินกับผิวหน้าของเซรามิกให้แน่นยิ่งขึ้น ในงานวิจัยนี้จะทาด้วยกาวเงินชนิดที่ไม่ต้องเผาทั้ง 2 ด้านของพื้นผิวเม็ดเซรามิก รอจนกาวแห้งแล้วจึงทำการขัดขอบด้านข้างในส่วนที่ทาเลอะออกไป

3.4 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในการตรวจสอบหาองค์ประกอบทางเคมีและชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ลงบนพื้นผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบนโดยมีมุมการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงผลึกและระนาบที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ เนื่องจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สำหรับวัสดุแต่ละชนิดมีลักษณะเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุชนิดนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็สามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุประเภทใด โดยพิจารณาจากความสัมพันธ์ค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความ

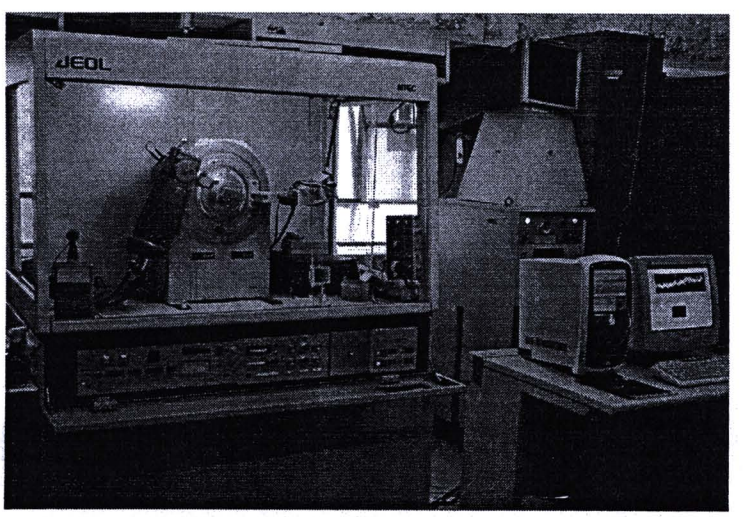
เข้มพีครังสีเอ็กซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบน ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรวจสอบได้เมื่อนำมาเทียบกับข้อมูลสารชนิดต่างๆที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) จะสามารถบอกได้ว่าสารที่นำมาตรวจสอบเป็นสารประเภทใด พร้อมทั้งบอกได้ว่าสารมีเฟสใดบ้าง

ขั้นตอนการตรวจสอบนั้นเริ่มจากนำผงหรือชิ้นงานเซรามิกที่ต้องการตรวจสอบมาบรรจุใส่ในแท่นรองรับสารตัวอย่าง ในเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) ดังรูป 3.9 ทำการบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนจากค่ามุม 2θ ที่ 10 องศา ไปจนถึงค่ามุม 2θ ที่ 60 องศา นำค่ามุม 2θ ที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนมาคำนวณค่า d-spacing จากกฎของแบรกก์ ดังสมการที่ 3.4

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \tag{3.4}$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

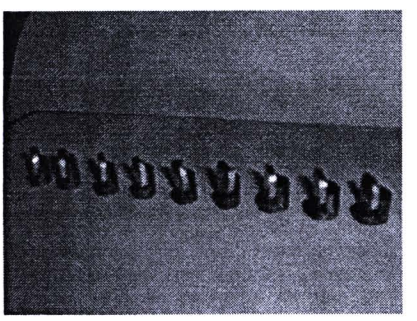


รูป 3.9 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)

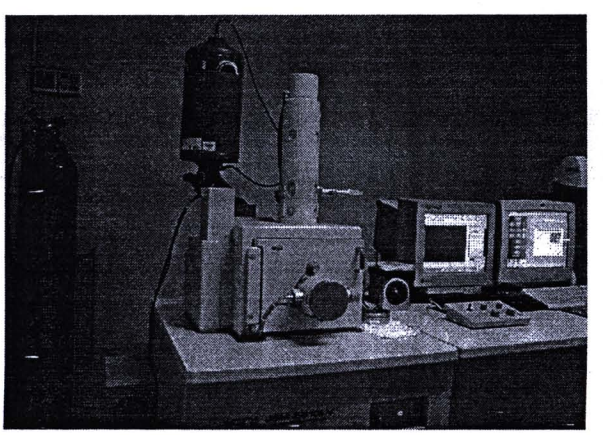
3.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้

3.5.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนั้นมีขั้นตอนดังนี้ คือ นำชิ้นตัวอย่างที่เตรียมได้แต่ละชิ้นในอัตราส่วนต่างๆมาหักครึ่งแล้วขัดด้วยกระดาษทรายและอะลูมินาขนาด 1.0 ไมครอน ทำความสะอาดผิวชิ้นงาน แล้วจึงกัดผิวหน้าด้วยกรดและอบให้แห้ง นำแต่ละชิ้นไปติดบนแท่นทองเหลือง (stub) ด้วยเทปคาร์บอนโดยจัดให้ผิวหน้า (surface) และรอยหัก (fracture) วางอยู่บนตำแหน่งตามรูป 3.10 ทำสะพานด้วยเทปคาร์บอนอีกครั้ง จากนั้นทำการเคลือบผิวชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิคการสปัตเตอร์ (sputtering) แล้วนำไปทำการตรวจสอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูป 3.10 ชิ้นงานที่เตรียมแล้วเพื่อนำไปตรวจสอบด้วย SEM



รูป 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) JEOL รุ่น JSM 5910LV

3.6 การตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่าง ค่ากระแสไฟฟ้าและค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ตกคร่อมชิ้นงาน

ในการศึกษาการตรวจสอบระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ตกคร่อมชิ้นงานตัวอย่างนั้น จะทำการศึกษาเปรียบเทียบความแตกต่างของการทำขั้วไฟฟ้าจากการทาด้วยกาวเงิน และการทำฟิล์มบางแพลตทินัมที่เคลือบลงบนพื้นผิวหน้าของเม็ดเซรามิก โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นงานตัวอย่างเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ไฟฟ้า ด้วยการนำชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าแล้วมาต่อเข้ากับวงจรดังรูป 3.12 จากนั้นทำการปรับเปลี่ยนกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่วงจร โดยทำการจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงในช่วงระหว่างของ -5 ถึง +30 โวลต์ แล้วทำการวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ตกคร่อมตัวต้านทาน (V_R) ขนาด 500 โอห์มและวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ตกคร่อมชิ้นตัวอย่าง (V_S) บันทึกค่าความต่างศักย์ V_S และ V_C (ความต่างศักย์ของแหล่งจ่ายกระแสไฟฟ้า) ที่อ่านได้ คำนวณค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นงาน เนื่องจากในวงจรที่ใช้ทำการทดลองนั้นต่อแบบอนุกรม ดังรูป 3.13 ทำให้กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านตัวต้านทานและชิ้นตัวอย่างมีค่าเท่ากันหมด ดังนั้นสามารถหาค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นตัวอย่างได้ดังสมการที่ 3.5 จากนั้นนำค่า V_S และค่า I_S ที่คำนวณได้ไปพล็อตกราฟหาความสัมพันธ์

$$I_S = I_R = \frac{V_R}{R} \tag{3.5}$$

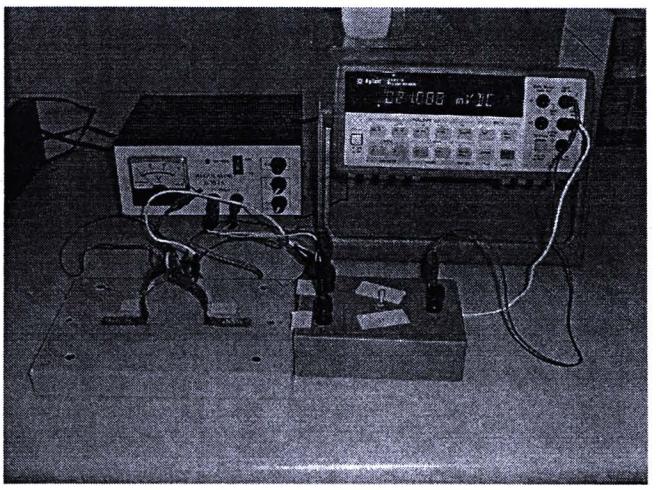
เมื่อ I_s คือ กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นตัวอย่าง (A)

I_R คือ กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านตัวต้านทาน (A)

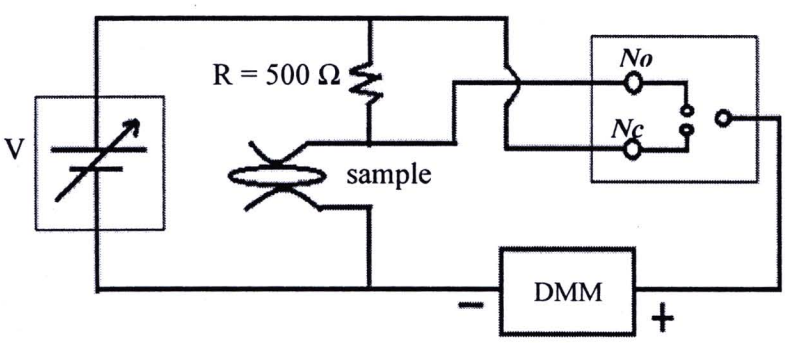
V_R คือ ความต่างศักย์ที่ตกคร่อมตัวต้านทาน (V) ซึ่งหาได้จาก $V_{cc} - V_s$

R คือ ตัวต้านทานที่ทราบค่าในที่นี้คือ 500 โอห์ม

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย



รูป 3.12 วงจรที่ใช้ในการทดลองเพื่อหาความสัมพันธ์ของค่า V_S และ I_s



รูป 3.13 แผนภาพวงจรการต่อแบบนุกรม

ที่ความต่างศักย์ -5 ถึง +30 โวลต์ ค่ากระแสที่ได้จากทั้ง 2 นำมาหาค่าเฉลี่ยโดยกำหนดให้เป็น I_s แล้วนำค่าที่ได้มาไปคำนวณหาค่าความต้านทาน นำค่าความต้านทานที่ได้ไปแทนค่าในสมการสมการที่ 3.6

$$\rho_s = \frac{R_s \cdot A}{h} \tag{3.6}$$

เมื่อ ρ_s คือ สภาพต้านทานไฟฟ้าของเซรามิก (Ω - cm)

R_s คือ ความต้านทานไฟฟ้าที่วัดได้ (Ω)

h คือ ความหนาของชิ้นเซรามิก (cm)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของเซรามิก (cm^2) ซึ่งคำนวณจาก

$\pi\frac{d^2}{4}$ เมื่อ d คือขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิก

3.7 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกของชิ้นงานตัวอย่าง

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constance, ε_r) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (dielectric loss tangent, $\tan\delta$) โดยเครื่อง LCZ มิเตอร์ รุ่น HP 4192A ซึ่งสามารถวัดค่าความจุทางไฟฟ้า (capacitance, C) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan\delta$) ซึ่งจะวัดเทียบในช่วงความถี่ 1kHz- 1MHz เริ่มจากนำชิ้นตัวอย่างที่ต้องการวัดต่อเข้ากับชุดทดลองดังรูป 3.14 ทำการบันทึกค่าความจุไฟฟ้าและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก นำค่าความจุไฟฟ้ามาคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กทริกได้จากสมการที่ 3.7 แล้วนำไปพล๊อตกราฟ

$$\varepsilon_r = \frac{C \cdot h}{\varepsilon_0 \cdot A} \tag{3.7}$$

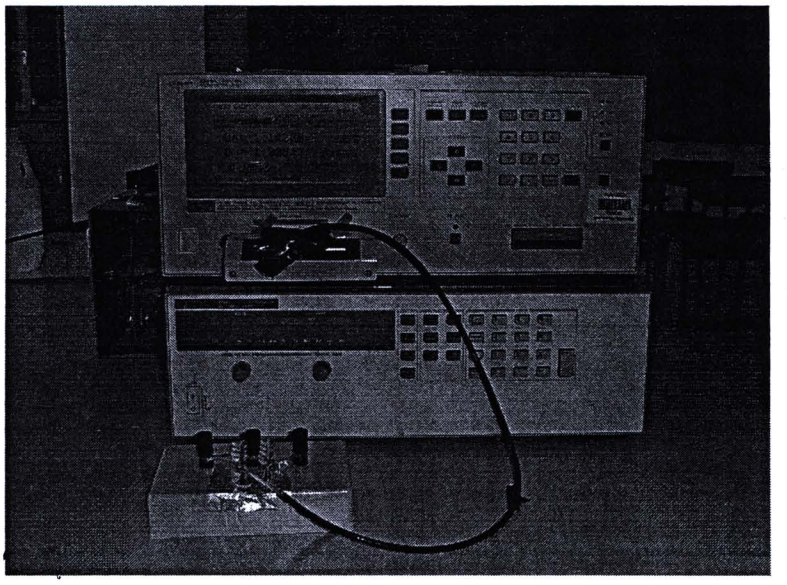
เมื่อ ε_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก หรือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity)

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

C คือ ค่าความจุไฟฟ้า (F)

h คือ ความหนาของเซรามิก (m)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของเซรามิก (m^2)



รูป 3.14 วงจรที่ใช้ในการทดลองวัดหาค่าความจุทางไฟฟ้า และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่