

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

ตาราง 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อเครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทที่ผลิต	รุ่น
1. ลูกบดเซอร์โคเนีย (Zirconia ball media) ทรงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร	-	-
2. ครกบดสารแบบอะเกต (Agate mortar)	-	-
3. ชุดถ้วยอะลูมินาพร้อมฝาปิด (Alumina crucible)	-	-
4. เครื่องบดผสมสารแบบลูกบอล (Ball mill)	-	-
5. เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง	CWF – Chamber	CARBOLITE
6. ชุดแม่พิมพ์โลหะ	-	-
7. เครื่องอัดไฮดรอลิก	Chemoscience (Thailand) Co. Ltd.	CARVER
8. ตะแกรงร่อนมาตรฐาน	-	-
9. เครื่องอัดขึ้นรูป (Compression molding machine)	Lab Tech Engineering Co. Ltd.	LP 20
10. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer)	Philips X' Pert MPD	Philips
11. เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	Malvern Instruments Ltd.	Mastersizer
12. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)	JEOL	JSM-5910LV

ตาราง 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

ชื่อเครื่องมือ	บริษัทที่ผลิต	รุ่น
13. เครื่องวัดปริมาณความร้อนเชิง ผลต่างแบบกราด (Differential scanning Calorimeter)	Perkin-Elmer Co. Ltd	DSC 7
14. เครื่องวัดความหนาแน่น	Mettler -Telodo	-
15. เครื่องรีโอมิเตอร์ (Melt rheometer)	Rheometric Scientific, Inc.	ARES
16. แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)	Hipotronic	Model HD 100 SERIES HIPOT TESTER
17. เครื่อง LCR มิเตอร์	-	HP model 4284 A SPI-MODULE™
18. เครื่อง Sputtering	SPI	Sputter Coater
19. เครื่อง d_{33} มิเตอร์	KCF technologies	S58865

3.2 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

ตาราง 3.2 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

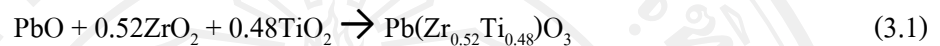
ชื่อสารเคมีและวัสดุ	สูตรเคมี	เกรด	บริษัท
1. เลดออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ $\geq 99.0\%$)	PbO	AR	Fluka
2. เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ 98.5%)	ZrO ₂	AR	Riedel-deHean
3. ไทเทเนียมไดออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ $\geq 99.0\%$)	TiO ₂	AR	Sigma-Aldrich
4. แบเรียมไทเทเนต (ความบริสุทธิ์ $\geq 98.0\%$)	BaTiO ₃	AR	Fluka
5. พอลิไวนิลิดีน ฟลูออไรด์ (Polyvinylidene fluoride, PVDF)	$-(CH_2CF_2)_n-$	AR	Fluka และ Sigma-Aldrich
6. เอทานอล (ความบริสุทธิ์ $\geq 99.9\%$)	C ₂ H ₅ OH	AR	Merck
7. ฟองอะลูมินา	Al ₂ O ₃	AR	Fluka
8. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA)	$-(CH_2CHOH)_n-$	AR	Fluka
9. กระดาษทรายน้ำ เบอร์ 600 800 และ 1000	-	-	-

3.3 วิธีการทดลอง

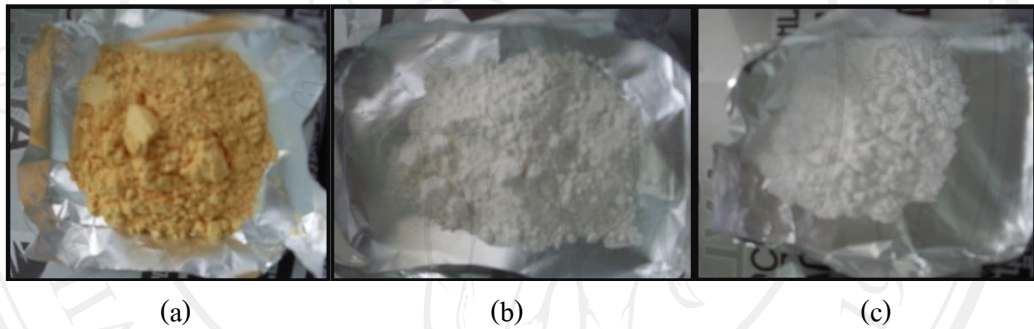
3.3.1 การเตรียมผงเซรามิกพีแซดที (PZT) และบีที (BT)

- การเตรียมผงเซรามิกพีแซดที (PZT)

1. ชั่งน้ำหนักสารตั้งต้นโดยให้อัตราส่วนโดยมวลของเลดออกไซด์ : เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ : ไทเทเนียมไดออกไซด์ เท่ากับ 1 : 0.52 : 0.48 โดยน้ำหนักสารตั้งต้นคำนวณได้จากสมการ 3.1



ลักษณะสารตั้งต้นทั้งสามชนิดแสดงดังรูป 3.1



รูป 3.1 สารตั้งต้น (a) เลดออกไซด์ (b) เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ และ (c) ไทเทเนียมไดออกไซด์

2. นำสารผสมตั้งต้นทั้งสามชนิดบรรจุในขวดพลาสติกที่มีลูกบด (Grinding media) ชนิดเซอร์โคเนีย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร ประมาณ 3 ใน 4 ของขวด จากนั้นเติมเอทานอลลงไปเพื่อเป็นตัวช่วยกระจาย (Dispersion) จากนั้นปิดฝาให้แน่น และใช้เทปพันท่อพันรอบคอขวด จากนั้นปิดฝาให้แน่น และใช้เทปกาวพลาสติกพันฝาอีกชั้น เพื่อป้องกันไม่ให้สารแขวนลอยในขวดไหลซึมออกมา แล้วนำขวดพลาสติกไปบรรจุในกระบอกพลาสติกและพันด้วยเทปกาวอีกชั้นหนึ่ง ดังแสดงในรูป 3.2



รูป 3.2 การเตรียมสารผสมแขวนลอย

3. นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบ Ball milling ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบ ควบคุมการหมุนของลูกกลิ้งด้วยมอเตอร์ ดังแสดงในรูป 3.3 ทำการบดผสมสารแขวนลอยเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ลูกบดจะบดและผสมสารตั้งต้น ทำให้สารตั้งต้นเกิดการผสมและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

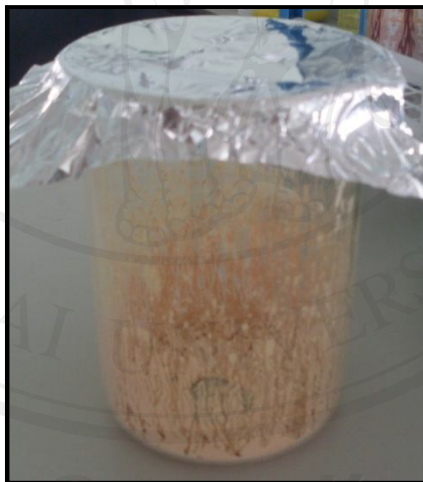


รูป 3.3 เครื่องผสมสารแบบ Ball milling

4. หลังการบด นำสารผสมไปประเหยเอทานอลออก โดยการกวนสารผสมพร้อมกับให้ความร้อนประมาณ 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิประมาณ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารผสมที่เป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะแห้งและจับตัวกันเป็นก้อน ดังแสดงในรูป 3.5

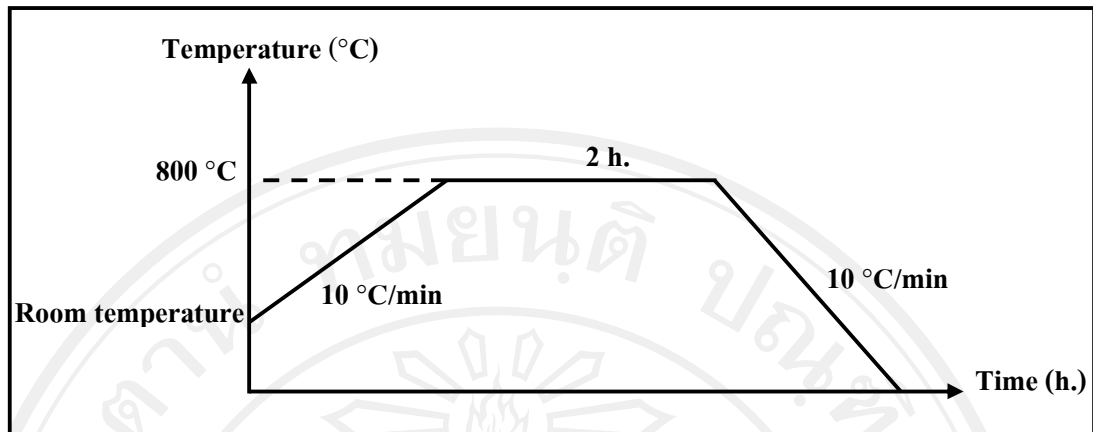


รูป 3.4 ขั้นตอนการระเหยเอทานอล

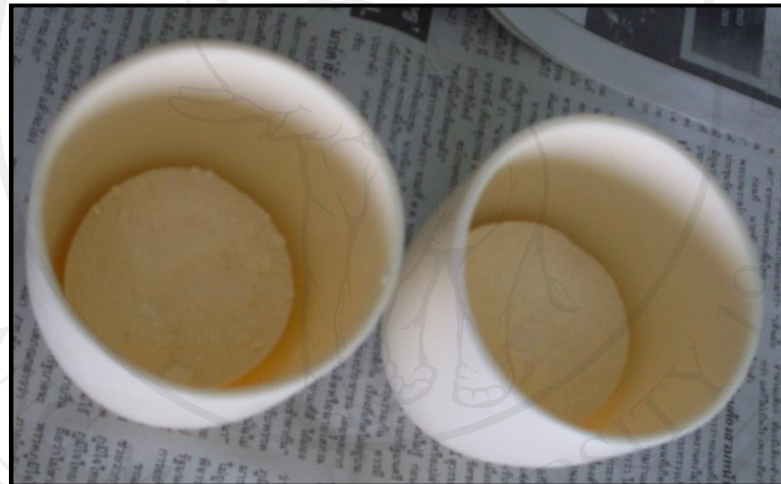


รูป 3.5 สารผสมที่ได้หลังการระเหยเอทานอล

5. นำสารผสมมาบดให้ละเอียดและร่อนด้วยตะแกรง ทำให้ได้ผงสารผสม นำสารผสมใส่ในถ้วยอะลูมิเนียมปิดฝา นำสารผสมไปเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ เท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และมีขั้นตอนการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิและแช่อุณหภูมิ ดังแผนภาพ แสดงดังรูป 3.6 หลังการเผาเคลือบจะได้ผง PZT มีลักษณะเป็นของแข็งจับตัวกันเป็นก้อน ดังรูป 3.7

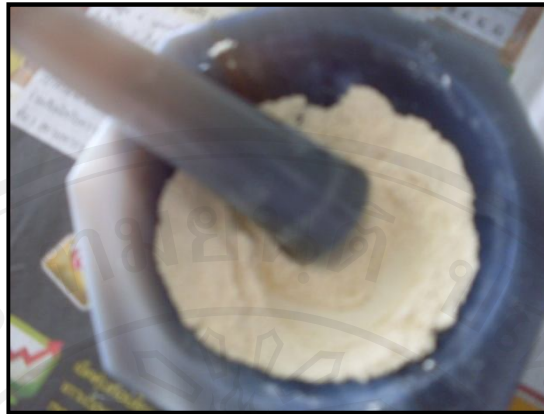


รูป 3.6 แผนภาพแสดงการใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ของผง PZT



รูป 3.7 ผง PZT หลังการเผาแคลไซน์

6. บดผง PZT ให้เป็นผงละเอียด แล้วชั่งน้ำหนักประมาณ 20 กรัม ผสมตัวช่วยประสาน (Binder) พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA) แล้วบรรจุลงในแม่พิมพ์โลหะ (Die) จากนั้นทำการอัด (Dry pressing) ขึ้นรูปผง PZT ให้เป็นเม็ดยกกลมแบน (Disc) ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ด้วยความดันประมาณ 1.5 ตัน ที่ใช้เวลาประมาณ 15 วินาที จะได้เม็ด PZT ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 28 มิลลิเมตรและหนาประมาณ 3 มิลลิเมตร ดังรูป 3.10



รูป 3.8 ครกบดสาร (Agate mortar) ใช้บดสารให้เป็นผงละเอียด



(a)



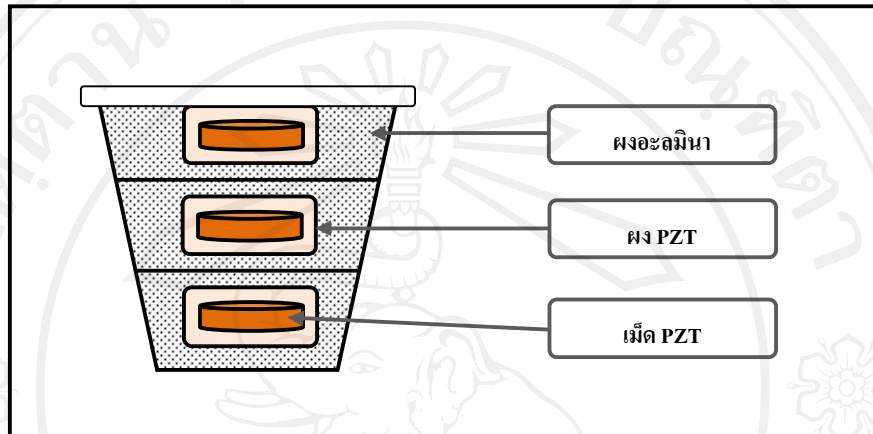
(b)

รูป 3.9 (a) ชุดแม่พิมพ์โลหะเส้นผ่านศูนย์กลาง 28 มิลลิเมตร (b) เครื่องอัดไฮดรอลิก



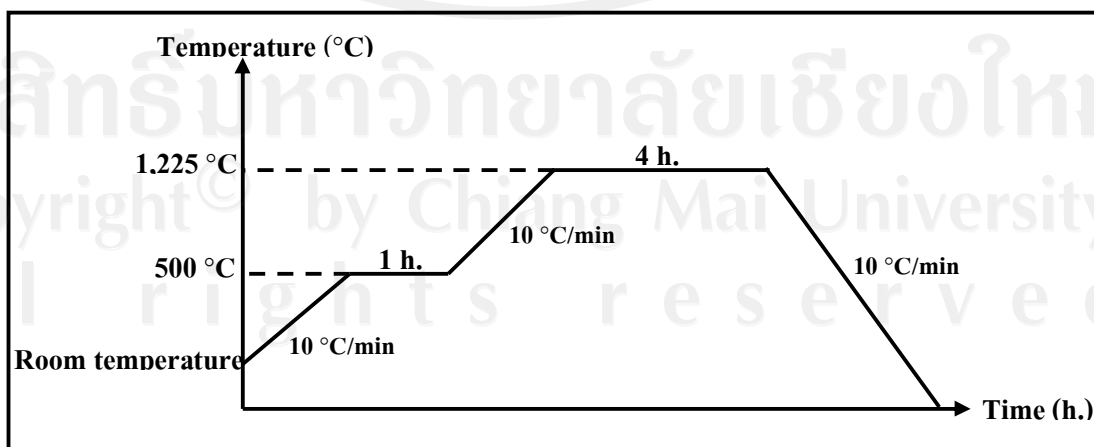
รูป 3.10 เม็ด PZT ที่ผ่านการอัดขึ้นรูป

7. นำเม็ด PZT มาเรียงในถ้วยอะลูมินา โดยระหว่างชั้นของเม็ด PZT จะเติมผงอะลูมินาคั่นไว้ เพื่อให้ไม่ให้เม็ด PZT ติดกันและสามารถแยกแต่ละเม็ดออกจากกันได้ง่ายหลังการเผาซินเตอร์ นอกจากนี้รอบๆ เม็ด PZT จะถูกคลุมด้วยผง PZT เพื่อชดเชยการสูญเสียตะกั่วขณะเผา การจัดเรียงเม็ด PZT เพื่อการเผาซินเตอร์ ดังรูป 3.11



รูป 3.11 ลักษณะของการจัดเรียงเม็ด PZT สำหรับการเผาซินเตอร์

8. ทำการเผาซินเตอร์ (Sintering) เม็ด PZT ที่อุณหภูมิ 1,225 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ เท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที [37] และมีขั้นตอนการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิและแช่อุณหภูมิ ดังแผนภาพแสดงดังรูป 3.12 หลังการเผาซินเตอร์จะได้เม็ดเซรามิก PZT ที่มีเนื้อแน่นและมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น



รูป 3.12 แผนภาพแสดงการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ของผงเซรามิก PZT



รูป 3.13 เม็ดเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์

9. นำเม็ดเซรามิก PZT หลังการเผาซินเตอร์มาบดด้วยครกอะเกตจนเป็นผงละเอียด แล้วจึงทำการคัดขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อนมาตรฐาน เพื่อคัดแยกผงเซรามิก PZT ออกเป็น 3 ขนาด คือ < 45 ไมครอน 45-75 ไมครอน และ 75-125 ไมครอน

- การเตรียมผงเซรามิกบีที (BT)

1. ชั่งน้ำหนักสารตั้งต้นแบเรียมไทเทเนตหรือบีที (BaTiO_3 , BT) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประมาณ 10 กรัม ผสมตัวช่วยประสานพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักลงไปประมาณ 1 หยดต่อสารตั้งต้น 1 กรัม ดังรูป 3.14



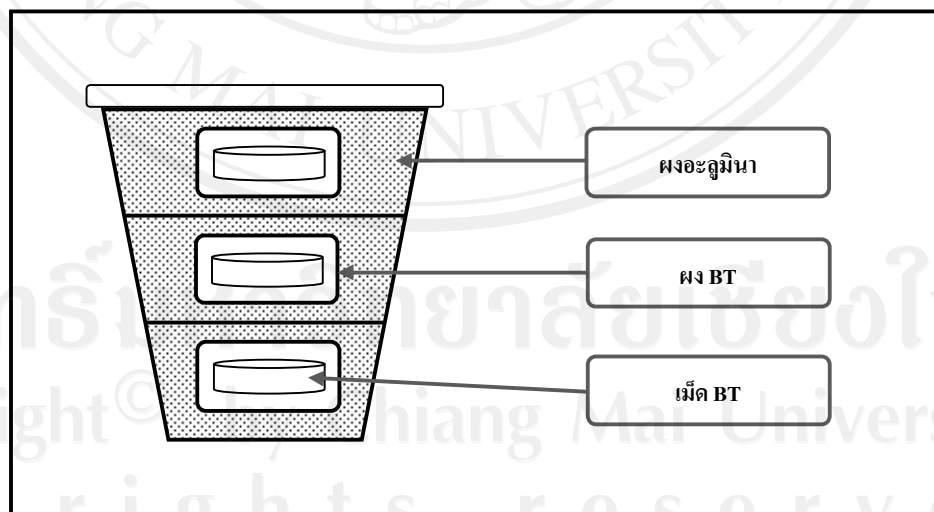
รูป 3.14 การเตรียม BT สำหรับอัดขึ้นรูป

2. บรรจุสารตั้งต้นลงในแม่พิมพ์โลหะ จากนั้นทำการอัดขึ้นรูปผง BT ให้เป็นเม็ดกลมแบน ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ด้วยความดันประมาณ 2 ตัน ทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที จะได้เม็ด BT ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 28 มิลลิเมตรและหนาประมาณ 4 มิลลิเมตร ดังรูป 3.15



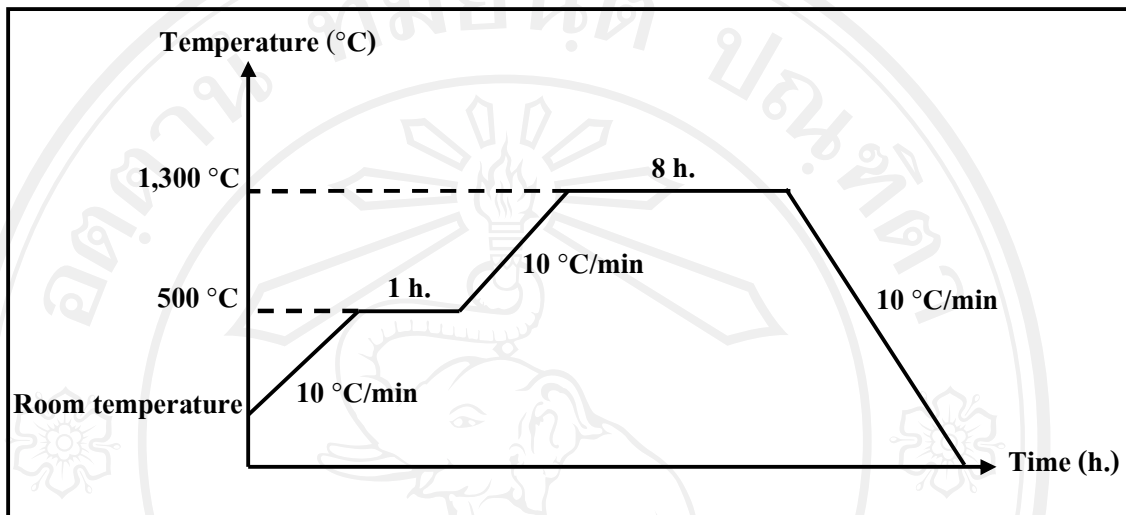
รูป 3.15 เม็ด BT ที่ผ่านการอัดขึ้นรูป

3. นำเม็ด BT มาเรียงในถ้วยอะลูมินา โดยระหว่างชั้นของเม็ด BT จะก่อกับด้วยผงอะลูมินา จากนั้นปิดฝาให้สนิท ดังรูป 3.16



รูป 3.16 ลักษณะของการจัดเรียงเม็ด BT สำหรับการเผาซินเตอร์

4. ทำการเผาซินเตอร์ เม็ด BT ที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยใช้ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ เท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที [38] และมีขั้นตอนการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ และแช่อุณหภูมิ ดังแผนภาพแสดงดังรูป 3.17



รูป 3.17 แผนภาพแสดงการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ของผงเซรามิก BT

5. นำเม็ดเซรามิก BT หลังการเผาซินเตอร์ (รูป 3.18) มาบดด้วยครกโกร่งให้เซรามิก BT มีขนาดเล็กลงก่อน ต่อจากนั้นบดด้วยครกอะเกตจนเป็นผงละเอียด แล้วจึงทำการคัดขนาดด้วย ตะแกรงร่อนมาตรฐาน เพื่อคัดแยกผงเซรามิก BT ออกเป็น 3 ขนาด คือ < 45 ไมครอน 45-75 ไมครอน และ 75-125 ไมครอน



รูป 3.18 เม็ดเซรามิก BT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์

3.3.2 การเตรียมเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต PVDF/PZT และ PVDF/BT

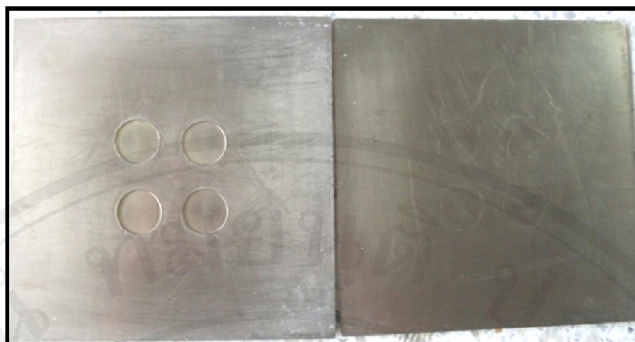
การเตรียมชิ้นทดสอบวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต PVDF/PZT และ PVDF/BT ทำได้โดยการขึ้นรูปด้วยการอัด (Compression molding) โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. ชั่งน้ำหนักพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ หรือ PVDF (สำหรับเซรามิก PZT ใช้ PVDF จากบริษัท Fluka ส่วนเซรามิก BT ใช้ PVDF จากบริษัท Sigma-Aldrich) และผงเซรามิก โดยกำหนดให้สัดส่วนปริมาณของผงเซรามิก เท่ากับ 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เพื่อทำการศึกษาอิทธิพลของขนาดอนุภาคเซรามิก
2. บรรจุ PVDF และผงเซรามิกลงในขวดพลาสติก แล้วทำการผสมให้เข้ากันด้วยวิธีทางกล (Mechanical mixing) โดยควบคุมให้ใบกวนหมุนด้วยความเร็ว 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที ดังแสดงในรูป 3.19



รูป 3.19 การผสมด้วยวิธีทางกล (Mechanical mixing)

3. ชั่งน้ำหนักและบรรจุสารผสมลงในช่องว่างแม่แบบเพื่อเตรียมชิ้นทดสอบ โดยขึ้นทดสอบสำหรับการทดสอบสมบัติเชิงไฟฟ้ากล (Electromechanical properties) สมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties) และค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric coefficient, d_{33}) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตรและหนา 1.0 มิลลิเมตร



รูป 3.20 แม่แบบสำหรับเตรียมชิ้นทดสอบ

4. นำไปขึ้นรูปชิ้นทดสอบด้วยวิธีการอัด ณ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ความดัน 1,500 psi เป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นอัดเย็นที่อุณหภูมิห้อง 10 นาทีด้วยเครื่องกดอัด



รูป 3.21 เครื่องอัดขึ้นรูป (Compression molding machine) ชิ้นทดสอบ

5. นำชิ้นทดสอบไปขัดด้วยกระดาษทรายน้ำขนาดเบอร์ 600, 800 และ 1,000 ตามลำดับ เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนบริเวณผิวของชิ้นทดสอบ

6. นำชิ้นทดสอบหลังการขัดไปอบเพื่อไล่ความชื้นก่อนการทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงไฟฟ้ากล สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติเพียโซอิเล็กทริกต่อไป



รูป 3.22 ตัวอย่างชิ้นทดสอบ (a) PVDF/PZT คอมโพสิต และ (b) PVDF/BT คอมโพสิต

สำหรับการศึกษาอิทธิพลของปริมาณอนุภาคเซรามิกจะใช้อนุภาคเซรามิกที่มีขนาดที่ให้วัสดุคอมโพสิตที่มีสมบัติโดยรวมที่ค่อนข้างดีหรือสามารถทำการขึ้นรูปได้ง่ายและมีสมบัติโดยรวมที่สามารถยอมรับได้ โดยทำการปรับเปลี่ยนปริมาณของอนุภาคเซรามิกที่เติมลงใน PVDF ในช่วง 0-50 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

3.4 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะวัสดุเพียโซอิเล็กทริกเซรามิก

3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุ PZT และ BT ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

งานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) โดยใช้เครื่อง Philips X' Pert MPD (รูป 3.23) ในการวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุ PZT และ BT ใช้ความต่างศักย์ 40 kV กระแส 35 mA โดยอาศัยหลักการการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนพื้นผิวของวัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (Scattering) และเลี้ยวเบนโดยมีมุมการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ของที่รังสีที่ตกกระทบภายในวัสดุ โดยพิจารณาความสัมพันธ์ค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่มีลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง โดยมีขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบเฟส ดังนี้

1. นำตัวอย่างบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง (Sample holder)
2. ใส่แผ่นสารบรรจุตัวอย่างที่เตรียมได้ในเครื่อง XRD
3. เริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 20 เท่ากับ 10° และมุมสุดท้าย 20 เท่ากับ 60°

4. ผลที่แสดงออกจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม กับมุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสของตัวอย่างที่เกิดขึ้นโดยนำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรกก์

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.2)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ในกรณีนี้ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$)



รูป 3.23 เครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer)

3.4.2 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงเซรามิก PZT และ BT (Particle analysis)

การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงเซรามิกทำได้โดยการนำเม็ดเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้วมาบดด้วยครกอะเกตจนเป็นผงละเอียด แล้วทำการคัดขนาดด้วยตะแกรงร่อนมาตรฐาน เพื่อทำการคัดแยกผงเซรามิกออกเป็น 3 ช่วงขนาด คือ < 45 ไมครอน 45-75 ไมครอน และ 75-125 ไมครอน จากนั้นนำผงเซรามิกหลังการคัดขนาดไปทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Particle size analyzer

3.4.3 การหาค่าความหดตัวของเซรามิก (Shrinkage)

การตรวจสอบค่าความหดตัวหลังเผาของเซรามิก (%Shrinkage) สามารถทำได้โดยการหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนเผาและหลังการเผาซินเตอร์ ซึ่งนำไปคำนวณหาร้อยละของการหดตัวได้จากสมการ 3.3

$$\% \text{Shrinkage} = \left(\frac{R_1 - R_2}{R_1} \right) \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ R_1 = ขนาดของเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดเซรามิกก่อนทำการเผาซินเตอร์
 R_2 = ขนาดของเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดเซรามิกหลังทำการเผาซินเตอร์

3.4.4 การวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density measurement)

งานวิจัยนี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของตัวอย่างที่เตรียมได้ หาได้จากการชั่งน้ำหนักในของเหลว อาศัยหลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes principle) โดยใช้เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอล (Mettler-Telodo) เครื่องชั่งนี้มีอุปกรณ์หาความหนาแน่น (Densometer) ดังรูป 3.24 โดยสามารถชั่งมวลในอากาศแล้วนำมวลไปชั่งในของเหลวได้เลย วิธีการชั่งมวลเพื่อหาความหนาแน่นโดยนำชิ้นตัวอย่างชั่งมวลในอากาศ อ่านค่ามวลแล้วปรับเป็นศูนย์ โดยที่ชิ้นตัวอย่างยังชั่งอยู่ จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างไปชั่งในของเหลว เครื่องจะประมวลผลความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างออกมาให้เลย ความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างจะคำนวณได้โดยใช้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$\rho = \left(\frac{M}{M_0} \right) \rho_0 \quad (3.4)$$

โดยที่ ρ คือ ความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่าง

M คือ ความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างที่ชั่งในอากาศ

ρ_0 คือ ความหนาแน่นของของเหลวที่อุณหภูมิขณะชั่ง

M_0 คือ มวลของของเหลวที่มีปริมาตรเท่ากับปริมาตรของชิ้นตัวอย่าง



รูป 3.24 เครื่องวัดความหนาแน่น

3.4.5 การศึกษาสัณฐานวิทยาของเซรามิก (Morphology study)

การศึกษาสัณฐานวิทยาของขนาดอนุภาคเซรามิก โดยในการวิเคราะห์ใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงดังรูป 3.25 ซึ่งการเตรียมตัวอย่างและการถ่ายภาพด้วย SEM มีขั้นตอนดังนี้

1. ตัดเทปคาร์บอนบนแท่นทองเหลือง (Stub) แล้วนำผงเซรามิกโรยให้กระจายให้ทั่ว
2. นำตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นในเตาที่มีอุณหภูมิไม่เกิน 100 องศาเซลเซียส
3. จากนั้นทำการเคลือบผิวตัวอย่างด้วยทองคำโดยใช้เทคนิคสปัตเตอร์ริง (Sputtering)
4. หาดำแหน่งที่ต้องการถ่ายภาพ ปรับความชัดเจน ความละเอียด และความสว่าง เมื่อได้ตำแหน่ง และภาพที่เหมาะสมแล้วจึงทำการถ่ายภาพ



รูป 3.25 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.6 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต

3.6.1 การวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะของพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PVDF) ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลแคลอริเมทรีแบบกราด (Differential scanning calorimetry, DSC)

งานวิจัยนี้ใช้เทคนิค DSC มาทำการหาอุณหภูมิหลอมเหลว (Melting temperature, T_m) ของพอลิเมอร์ PVDF เพื่อนำผลที่ได้ไปเป็นข้อมูลในการใช้อุณหภูมิสำหรับกระบวนการขึ้นรูปวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต

3.6.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต ด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต เตรียมขึ้นทดสอบให้มีขนาด $10 \times 10 \times 1.0$ มิลลิเมตร จากนั้นวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุด้วยเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ โดยใช้ความต่างศักย์ 40 kV กระแส 35 mA

3.7 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต

3.7.1 การวิเคราะห์ความหนาแน่น (Density measurement)

การวิเคราะห์ความหนาแน่นของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต จะทำการตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาด $10 \times 10 \times 2$ มิลลิเมตร จากนั้นนำไปทดสอบความหนาแน่นด้วยเครื่องทดสอบค่าความหนาแน่น

3.7.2 การศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology study)

การศึกษาสัณฐานวิทยาของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิตที่เตรียมได้ เพื่อศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคเซรามิกในเฟสของพอลิเมอร์ โดยในการวิเคราะห์ใช้เทคนิค SEM ซึ่งการเตรียมชิ้นทดสอบและการถ่ายภาพด้วย SEM มีขั้นตอนดังนี้

1. นำชิ้นตัวอย่างจุ่มในโครเจนเหลวเพื่อให้ชิ้นตัวอย่างเปราะ และหักได้ง่าย
2. นำชิ้นตัวอย่างไปติดบนแท่นทองเหลืองที่ติดเทปคาร์บอน โดยจัดให้รอยหักของชิ้นตัวอย่างที่ทำการศึกษาวางอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการถ่ายภาพ SEM
3. ทำการเคลือบผิวตัวอย่างด้วยทองคำโดยใช้เทคนิคสปัตเตอร์ริง
4. หาคำแนะนำที่ต้องการถ่ายภาพ ปรับความชัดเจน ความละเอียด และความสว่าง เมื่อได้ตำแหน่ง และภาพที่เหมาะสมแล้วจึงทำการถ่ายภาพ

3.8 การทดสอบสมบัติเชิงไฟฟ้ากล (Electromechanical properties) ของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต

งานวิจัยนี้ได้ทดสอบสมบัติเชิงไฟฟ้ากลของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิตโดยการทดสอบกระแสวิทยาทายได้สนามไฟฟ้า (Electrorheology) โดยการทดสอบสามารถทำได้โดยการเตรียมชิ้นทดสอบที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 25 มิลลิเมตรและหนาประมาณ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำชิ้นทดสอบไปวางระหว่างแผ่นอิเล็กโทรดที่ยึดติดบนแท่นวางชิ้นทดสอบแบบแผ่นขนาน (Parallel plate) ของเครื่องรีโอมิเตอร์ แสดงดังรูป 3.26 ซึ่งเชื่อมต่อกับแหล่งจ่ายสนามไฟฟ้าแบบกระแสตรง (DC power supply) แล้วเคลื่อนแผ่นอิเล็กโทรดทั้งสองให้ประกบกับชิ้นทดสอบ จากนั้นทำการตั้งสภาวะของเครื่องรีโอมิเตอร์ โดยกำหนดความถี่ในการทดสอบ เท่ากับ 0.1-100 รอบต่อวินาที และอุณหภูมิในการทดสอบ เท่ากับ 27 องศาเซลเซียส โดยทำการปรับเปลี่ยนความแรงสนามไฟฟ้าในช่วง 0-2,000 โวลต์ต่อมิลลิเมตร

ซึ่งค่าที่ได้จากการทดสอบจะแสดงในรูปของค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus, G') ซึ่งแสดงสภาพความเป็นของแข็ง และค่ามอดุลัสการสูญเสีย (Loss modulus, G'') แสดงสภาพการเป็นของเหลวของวัสดุ โดยในงานวิจัยนี้ศึกษาสมบัติเชิงไฟฟ้ากลของเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต โดยการศึกษาการตอบสนองของค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus response, $\Delta G'$) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ 3.5

$$\Delta G' = G'_E - G'_0 \quad (3.5)$$

โดยที่ $\Delta G'$ = การตอบสนองของค่ามอดุลัสสะสม (Pa)
 G'_E = มอดุลัสสะสมภายใต้สนามไฟฟ้า (Pa)
 G'_0 = มอดุลัสสะสม ณ สภาวะบรรยากาศ (Pa)



รูป 3.26 เครื่องรีโอมิเตอร์ (Melt rheometer)

3.9 การวิเคราะห์สมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties) ของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต

การวิเคราะห์สมบัติไดอิเล็กทริกของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต โดยการทดสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant, ϵ_r) ของชิ้นทดสอบ โดยใช้เครื่อง LCR มิเตอร์ (รุ่น HP model 4284 A) เชื่อมต่อกับเครื่องรีโอมิเตอร์ โดยที่ชิ้นทดสอบมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 25 มิลลิเมตรและหนาประมาณ 1.0 มิลลิเมตร การทำขั้วไฟฟ้าให้กับชิ้นทดสอบโดยใช้กาวเงิน (Silver paint) ทาบริเวณผิวหน้าทั้งสองด้านของชิ้นทดสอบ โดยอุณหภูมิในการทดสอบ เท่ากับ 27 องศาเซลเซียส และความถี่ที่ใช้ในการทดสอบใช้ความถี่ต่ำ เท่ากับ 20 Hz

3.10 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric coefficient, d_{33}) ของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต

การทดสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกคอมโพสิต โดยใช้เครื่องเพียโซมิเตอร์ (Piezo d_{33} meter) เริ่มจากการนำชิ้นทดสอบมาทำขั้วไฟฟ้าโดยเคลือบผิวด้วยทองด้วยเทคนิคสปีตเตอร์ริงทั้งสองด้าน ในขั้นตอนของการทดสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกจะต้องมีการโพลาไรซ์ชิ้นทดสอบ เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวไดโพลโมเมนต์ และทำให้วัสดุเพียโซอิเล็กทริกสามารถแสดงพฤติกรรมการเกิดสมบัติเพียโซอิเล็กทริก โดยชิ้นทดสอบ PVDF/PZT คอมโพสิตจะทำการโพลาไรซ์อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที โดยสนามไฟฟ้าที่ใช้โพลา

มีขนาดเท่ากับ 4 kV/mm สำหรับชั้นทดสอบ PVDF/BT คอมโพลีตจะทำการโพลที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที โดยสนามไฟฟ้าที่ใช้โพลมีขนาดเท่ากับ 3 kV/mm โดยมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้

1. นำชั้นทดสอบที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าแล้ว ใส่ในชุดการทดลองซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์จับชิ้นตัวอย่าง บีกเกอร์ที่บรรจุซิลิโคนอยู่ วางลงบนเตาให้ความร้อนพร้อมเครื่องหมุนผสมสารแบบแม่เหล็ก
2. ตั้งอุณหภูมิในการทดลอง
3. เริ่มทำการ โพล โดยค่อยๆ ปรับความต่างศักย์จนได้ความต่างศักย์ที่กำหนด
4. ทำการ โพล เสร็จแล้วเป็นเวลา 30 นาที
5. นำชั้นทดสอบออกจากชุดการทดลองแล้วทิ้งไว้อย่างน้อย 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำชั้นทดสอบไปทำการทดสอบสมบัติเพียโซอิเล็กทริก