

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับ วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลองที่ใช้ในการเตรียม และตรวจวิเคราะห์วัสดุผสม PZT/PE ที่เตรียมได้

3.1 สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้

- 1.1 เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ $\geq 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 1.2 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ $\geq 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Riedel- deHaen
- 1.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ $\geq 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Riedel – deHaen
- 1.4 พอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูง (High Density Polyethylene หรือ HDPE) และแบบความหนาแน่นต่ำ (Low Density Polyethylene หรือ LDPE)
- 1.5 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinylalcohol หรือ PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 1.6 ไซลีน (Xylene)
- 1.7 เอทานอล (ethanol)
- 1.8 น้ำกลั่น
- 1.9 น้ำมันซิลิโคน (silicone oil)
- 1.10 ลูกบิดเซอร์โคเนีย (zirconia ball)
- 1.11 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 1.12 บีกเกอร์ (beaker)
- 1.13 เครื่องผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมตัวให้ความร้อน (heater)
- 1.14 ครกบดสารทำด้วย agate
- 1.15 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง ($1400^{\circ}C$)
- 1.16 เครื่องบดสาร
- 1.17 เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก
- 1.18 ชุดแม่พิมพ์โลหะ
- 1.19 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) พร้อมฝาปิด

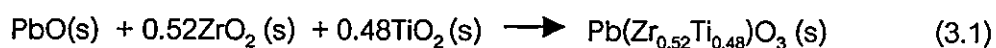
- 1.20 ผงอะลูมินา
- 1.21 ตะแกรงไนลอนเบอร์ 24 55 77 90 และ 120
- 1.22 แผ่นเปลว (foil)
- 1.23 หลอดฉีดยาพลาสติก
- 1.24 ช้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส
- 1.25 แท่งแก้ว
- 1.26 ไม้พาย
- 1.27 คีมปลายแหลม
- 1.28 กระดาษทรายน้ำเบอร์ 600 800 และ 1200
- 1.29 แท่งทองเหลือง
- 1.30 เครื่องตัดชิ้นงาน แบบความเร็วต่ำ ผลิตโดยบริษัท Buehler ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 1.31 เครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer) รุ่น JDX-8030 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
- 1.32 เครื่องอัดร้อน (hot pressing)
- 1.33 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM) รุ่น JSM-840A ผลิตโดยประเทศญี่ปุ่น
- 1.34 เครื่อง sputtering รุ่น JFC-1100E ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

3.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

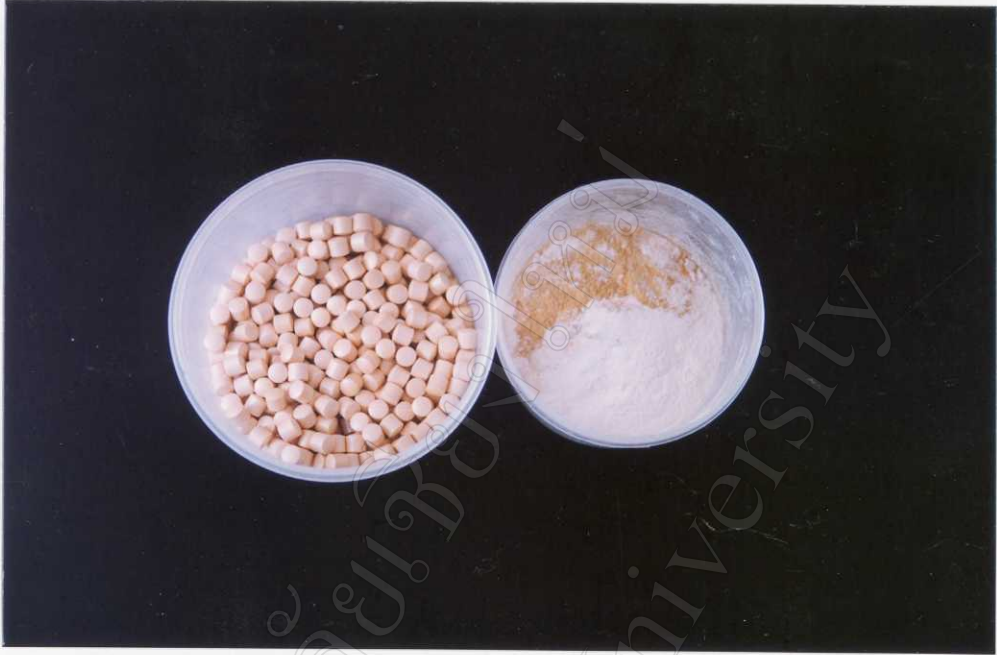
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมวัสดุผสมระหว่างเซรามิก PZT กับพอลิเมอร์ PE ในรูปแบบต่างๆ เช่น 0-3 2-2 และ 1-3 โดยเริ่มจากการเตรียมผง PZT ก่อนแล้วจึงนำไปเตรียมเป็นเซรามิก PZT โดยมีรายละเอียดของแต่ละขั้นตอนการเตรียมดังต่อไปนี้

3.2.1 การเตรียมผง PZT

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผง PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้นได้แก่ เลดออกไซด์ เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ ในอัตราส่วน 1:0.52:0.48 โมล มาชั่งตามปริมาณที่คำนวณจากสมการ (3.1)



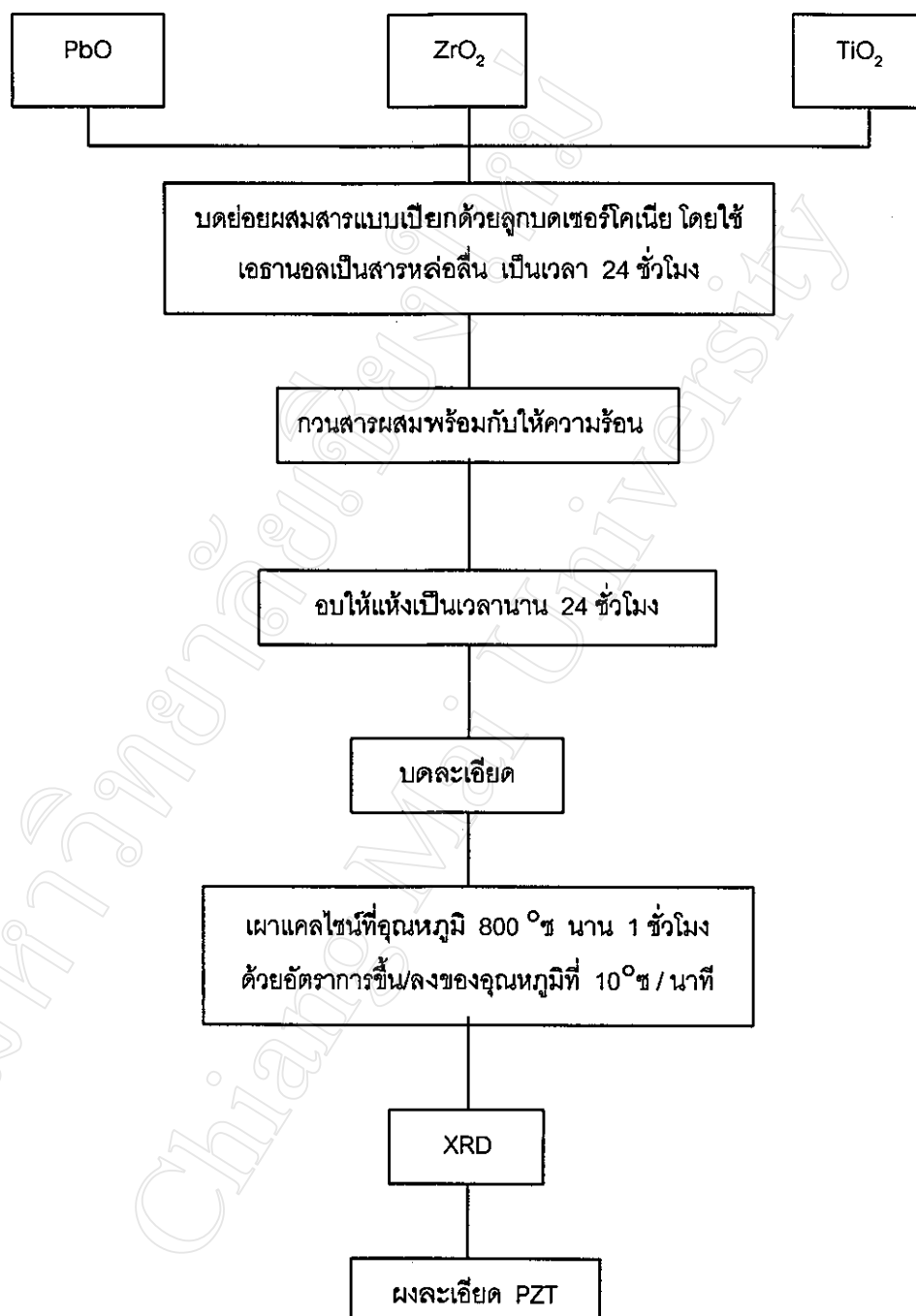
หลังจากนั้นนำออกไซด์ของสารทั้งสามชนิดมาผสมให้เข้ากัน ด้วยวิธีการบดย่อยแบบเปียก (wet-milling) ด้วยลูกบดเซอโรโคเนีย (รูป 3.1) เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง และใช้เอธานอลเป็นตัวกลางที่ช่วยทำให้สารตั้งต้นคลุกเคล้ากันได้ดี โดยอาศัยเครื่อง ball-mill (รูป 3.2) จากนั้นจึงนำสารผสมดังกล่าวมาทำให้แห้งโดยการกวน (stirred) ด้วยแท่งแม่เหล็กพร้อมกับให้ความร้อนแก่สารผสมจนกระทั่งสารเริ่มแห้งหมดๆ แล้วจึงนำไปอบ ในตู้อบด้วยอุณหภูมิประมาณ 120°C เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้นจะได้ผงของแข็งที่จับกันเป็นก้อน นำมาบดในครกบดสาร (agate mortar) แล้วนำไปใส่ในถ้วยอะลูมินาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นาน 1 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ 10°C ต่อนาที หลังจากนั้นจึงนำสารที่ได้ไปตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction : XRD) โดยสามารถแสดงขั้นตอนการเตรียมผง PZT ที่ใช้นี้ได้ดังในรูป 3.3



รูป 3.1 ลูกบดเซอริโคเนียและสารตั้งต้นที่ใช้



รูป 3.2 เครื่อง ball mill

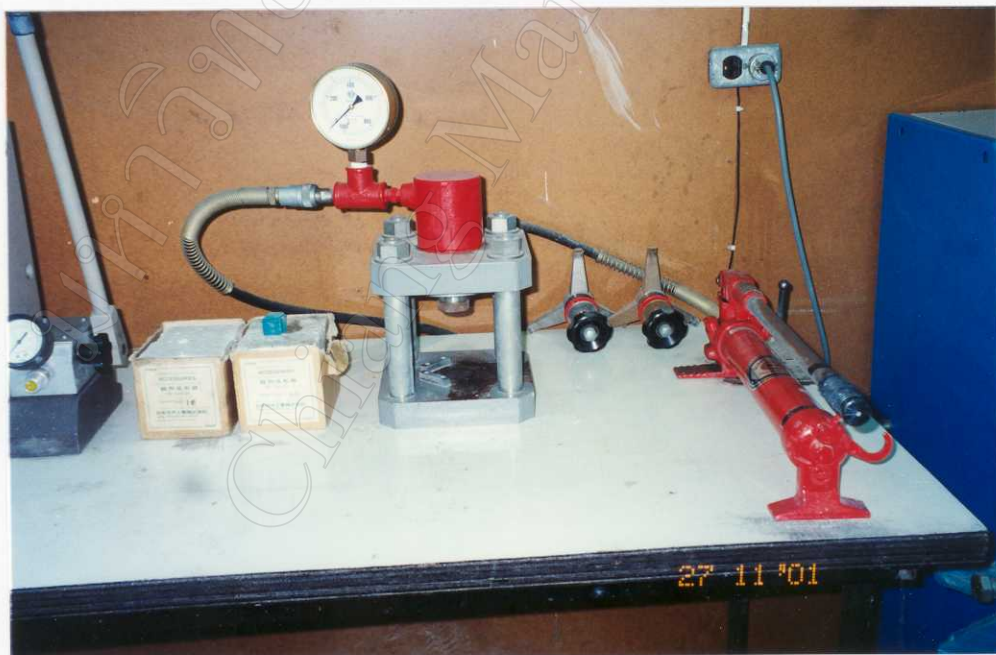


รูป 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผง PZT ที่ใช้

3.2.2 การเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE

3.2.2.1 วัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 0-3

การเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 0-3 จะเริ่มจากการเตรียมเซรามิก PZT โดยการนำผง PZT ที่เตรียมได้ มาทำการอัดขึ้นรูปโดยอาศัยวิธีการอัดแห้ง (dry pressing) โดยใช้แม่พิมพ์โลหะดังแสดงในรูป 3.4 และ 3.5 ในแต่ละครั้งของการอัดขึ้นรูปจะใช้สาร PZT ประมาณ 35 กรัมแรงดันที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปประมาณ 2 ตันเป็นเวลานาน 1 นาที จะได้สาร PZT ที่มีลักษณะเป็นรูปเหรียญ (disc) ซึ่งมีความหนาประมาณ 1.5 เซนติเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3.0 เซนติเมตร หลังจากนั้นจึงนำไปผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ด้วยเตาไฟฟ้าพลังงานสูง (รูป 3.6) การเผาซินเตอร์เป็นกระบวนการให้พลังงานความร้อนที่อุณหภูมิสูงแก่นุภาคของสารที่ผ่านการอัดขึ้นรูป เพื่อให้เกิดกระบวนการแพร่ของของแข็งทำให้อนุภาคเกิดการยึดเกาะและมีการเชื่อมต่อกัน ทำให้ความหนาแน่นของชิ้นงานเพิ่มขึ้น จนกระทั่งมีความแข็งแรงพอที่จะคงรูปร่างที่ได้ทำการอัดขึ้นรูปไว้ได้



รูป 3.4 เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก

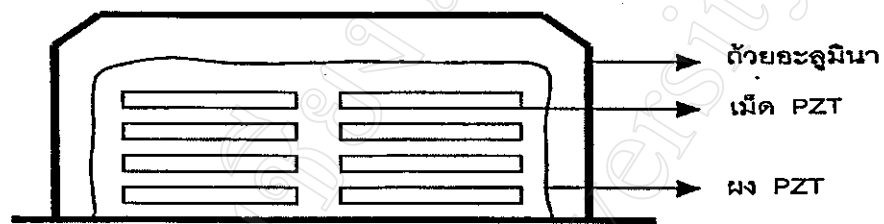


รูป 3.5 แม่พิมพ์โลหะที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป

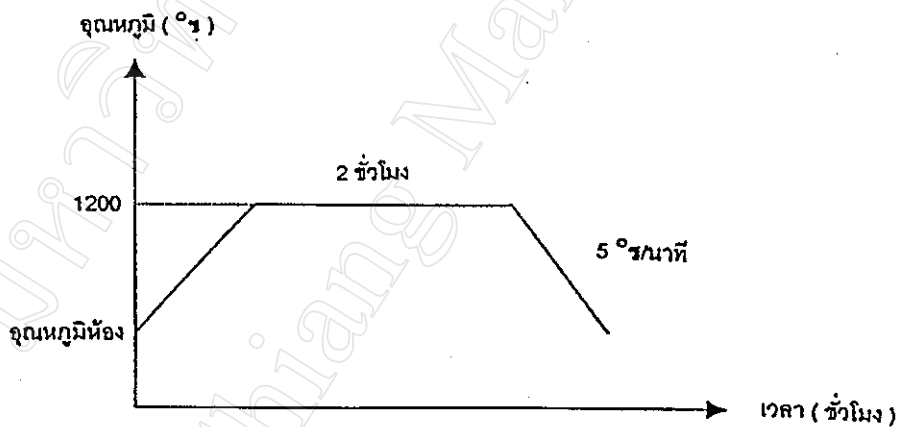


รูป 3.6 ภาพถ่ายเตาไฟฟ้าพลังงานสูง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการออกแบบการเผาซินเตอร์โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 1200°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง และอัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ 5°C ต่อนาที และจัดวางเม็ดสารตัวอย่างเพื่อทำการเผาโดยจะวางเรียงใส่ในถ้วยอะลูมินา ดังแสดงในรูป 3.7 โดยใช้แผนผังการเผาซินเตอร์ดังแสดงในรูป 3.8 จะได้เซรามิก PZT ออกมาแสดงในรูป 3.9



รูป 3.7 การจัดเรียงเม็ดสาร PZT ในถ้วยอะลูมินา



รูป 3.8 แผนผังการเผาซินเตอร์

หลังจากนั้นนำชิ้นงานเซรามิก PZT ที่ได้มาขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600 แล้วจึงนำไปบดด้วยครกเหล็กอย่างหยาบๆ เพื่อลดขนาดของเม็ดเซรามิกลง จากนั้นจึงนำมาบดด้วยเครื่องบด (รูป 3.10) เพื่อให้ได้ผงเซรามิก PZT ที่ละเอียดขึ้น ดังแสดงในรูป 3.11 หลังจากที่ได้ผงเซรามิก PZT แล้วจึงนำไปทำการร่อนคัดขนาดด้วยตะแกรงไนลอนขนาดต่างๆ เช่น เบอร์ 24 (~400 ไมโครเมตร) เบอร์ 55 (~100 ไมโครเมตร) เบอร์ 77 (~60 ไมโครเมตร) เบอร์ 90 (~50 ไมโครเมตร) และเบอร์ 120 (~30 ไมโครเมตร) (ดังรูปแสดงในภาคผนวก ข) วิธีการคัดขนาด

แสดงดังรูป 3.12 เพื่อใช้ในการศึกษาอิทธิพลของขนาดของเฟสเซรามิก PZT ที่มีต่อลักษณะโครงสร้างจุลภาคในวัสดุผสมเซรามิก PZT/ พอลิเมอร์ PE แบบ 0-3



รูป 3.9 เม็ดเซรามิกที่ผ่านกระบวนการซินเตอร์



รูป 3.10 ภาพถ่ายเครื่องบดเม็ดเซรามิก



รูป 3.11 ผงเซรามิก PZT ที่ผ่านการบดด้วยเครื่องบด

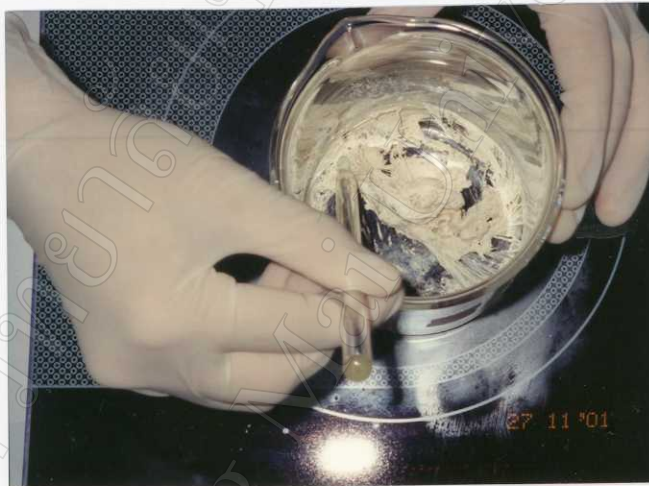


รูป 3.12 การคัดขนาดผงเซรามิกด้วยตะแกรงไนลอน

วัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 0-3 คือวัสดุที่ประกอบด้วยเฟสเซรามิก PZT ที่เป็นเฟสที่กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในสาร PE ที่เป็นเมตริกซ์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาวิธีการเตรียมวัสดุผสม PZT/PE แบบ 0-3 ที่มีอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่าง PZT:PE ค่าต่างๆ กัน เช่น 50:50 40:60 30:70 20:80 และ 10:90 โดยในแต่ละกรณีจะใช้ผงเซรามิก PZT ที่มีขนาดต่างๆ กัน พร้อมกับพลาสติก PE ให้มีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยเริ่มจากการชั่งเตรียมสารระหว่าง PZT กับ PE ที่มีค่าอัตราส่วนต่างๆ ต่อจากนั้นจึงทำให้เม็ด PE (รูป 3.13) หลอมละลายโดยอาศัยสารไซลีน (Xylene) เป็นตัวช่วยทำละลาย โดยการให้ความร้อนกับเม็ด PE จนเม็ด PE เริ่มละลายแล้วเติมสารไซลีนเพื่อช่วยให้เม็ด PE ละลายได้เร็วขึ้น หลังจากนั้นจึงทำการกวนสารผสมด้วยแท่งแก้วจนได้สารที่มีลักษณะคล้ายเจลใส แล้วจึงเริ่มใส่ผงเซรามิก PZT ลงไปพร้อมๆ กับทำการกวนให้ผงเซรามิกกระจายตัวใน PE อย่างสม่ำเสมอ เพื่อให้สารมีความเป็นเนื้อเดียวกันดี หลังจากนั้นจะได้สารผสมที่มีลักษณะเป็นก้อนสีเหลืองอ่อน เมื่อปล่อยให้ทิ้งไว้สักพักสารจะเริ่มแข็งตัวเป็นก้อนแข็ง ขั้นตอนแสดงดังรูป 3.14



รูป 3.13 เม็ด PE ประเภท HDPE

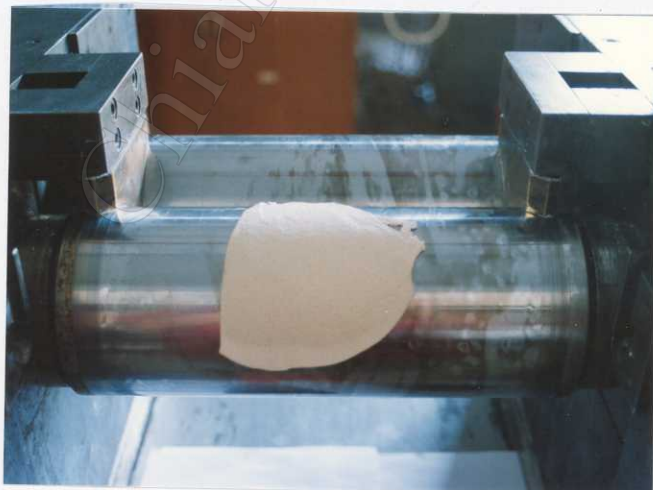
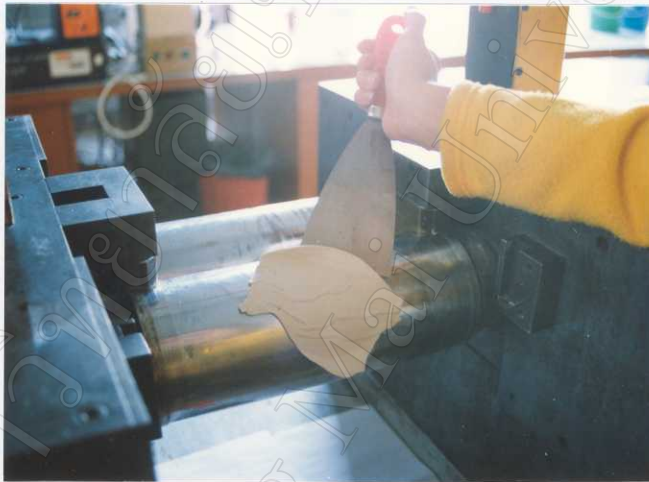
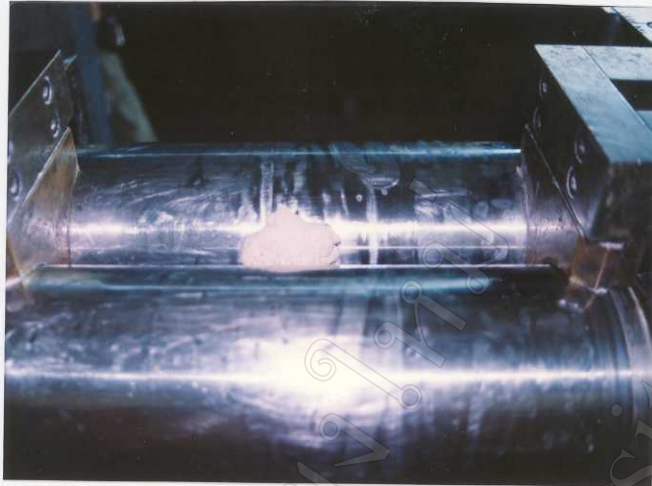


รูป 3.14 ขั้นตอนการเตรียมสารผสมระหว่างผงเซรามิก PZT กับพอลิเมอร์ PE

การขึ้นรูปวัสดุผสมแบบ 0-3 ในงานวิจัยนี้ได้อาศัยเทคนิคคาเลนเดอริง (calendering) ในการรีดเป็นแผ่น โดยใช้เครื่องรีด Model LR 110 (Lab Tech Engineering Company Ltd , Bangkok Thailand) ที่มีลักษณะเป็นลูกกลิ้งคู่หมุนและสามารถปรับความหนาของแผ่นรีด (รูป 3.15) ได้โดยการปรับระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง อีกทั้งยังสามารถควบคุมอุณหภูมิของแต่ละลูกกลิ้งได้ โดยเริ่มจากการนำสารก้อนสีเหลืองที่ได้มาวางบนลูกกลิ้งที่ร้อน ช่วงแรกต้องปรับอุณหภูมิให้สูงก่อนเพื่อให้ก้อนสารที่แข็งเริ่มอ่อนตัว เมื่อสารเริ่มอ่อนตัวมากขึ้นจึงปรับอุณหภูมิให้ลดลง โดยใช้ช่วงอุณหภูมิประมาณ $110-170^{\circ}\text{C}$ แล้วใช้พายเป็นตัวขูดวัสดุผสมให้ผสมกลับไปกลับมาเพื่อต้องการให้สารผสมมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากยิ่งขึ้น เป็นเวลานานประมาณ 0.5-1 ชั่วโมง ขั้นตอนดังแสดงในรูป 3.16



รูป 3.15 เครื่องรีด model LR 110



รูป 3.16 ลักษณะการรีดเป็นแผ่นโดยใช้เทคนิคคาเลนเดอร์

หลังจากรีดวัสดุผสมให้เป็นแผ่นแล้ว จึงนำไปอัดขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์ที่ทำจากแผ่นสแตนเลส (รูป 3.17) โดยจะนำวัสดุผสมที่มีลักษณะอ่อนเป็นแผ่นวางใส่แม่พิมพ์ แล้วนำเข้าเครื่องอัดพร้อมให้ความร้อน (hot pressing) (รูป 3.18) โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 150°C และความดัน 20 กิโลกรัม·ต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลานาน 4 นาที จากนั้นนำมาอัดเย็นอีกประมาณ 4 นาที จะได้แผ่นวัสดุผสมแข็งแสดงในรูป 3.19 แล้วจึงนำไปทำให้มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disc) พร้อมทั้งจะนำไปขัดด้วยกระดาษทรายน้ำ เบอร์ต่างๆ ดังนี้ 600 800 และ 1200 ตามลำดับเพื่อขจัดสิ่งสกปรกที่ปนเปื้อน สุดท้ายจะได้วัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE ที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมบาง พร้อมทั้งจะนำไปทำการศึกษาต่อไป



รูป 3.17 แม่พิมพ์สแตนเลสที่ใช้อัดขึ้นรูปให้เป็นแผ่น



รูป 3.18 เครื่องอัดร้อน



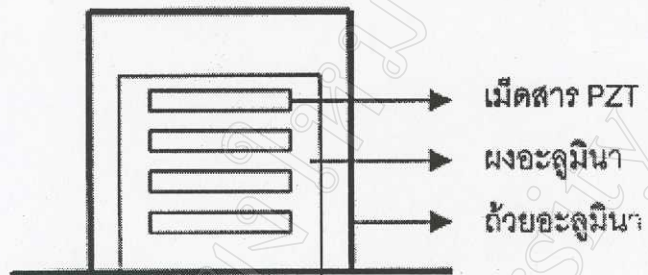
รูป 3.19 แผ่นวัสดุผสมที่ผ่านการอัดร้อนแล้ว

3.2.2.2 วัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 2-2

การเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT/พอลิเมอร์ PE แบบ 2-2 จะเริ่มจากการเตรียมแผ่นเซรามิก PZT ที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมแบนก่อน โดยจะอาศัยวิธีการขึ้นรูปแบบอัดแห้งเหมือนกับ การเตรียมชิ้นงานเซรามิก PZT สำหรับใช้ในการเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT/พอลิเมอร์ PE แบบ 0-3 แต่จะใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร (รูป 3.20) และในแต่ละครั้งของการขึ้นรูปจะใช้สาร PZT ประมาณ 4 กรัม ผสมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ประมาณ 3 หยด เพื่อใช้เป็นสารยึดเหนี่ยวในการขึ้นรูป แล้วทำการอัดโดยใช้แรงดันประมาณ 2 ตัน เป็นเวลานาน 30 วินาที จะได้สาร PZT ที่มีลักษณะเป็นเม็ดกลมแบน แล้วจึงนำไปทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิประมาณ 1200°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง และใช้อัตราขึ้น/ลงของ อุณหภูมิประมาณ 5°C ต่อนาที การจัดวางเรียงเม็ดสารแสดงดังรูป 3.21 แล้วจะทำการกลบ เม็ดด้วยผงอะลูมินา เมื่อสาร PZT ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วจะนำไปทำการขัดผิวหน้าให้ เรียบด้วยกระดาษทรายเบอร์ต่างๆ กันเช่น 600 800 และ 1200 ตามลำดับ เพื่อต้องการขัดให้ ผงอะลูมินาที่เกาะติดที่ผิวของเซรามิกหลุดออกให้หมดจนได้แผ่นเซรามิกที่มีความหนาประมาณ 1.2 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูป 3.22



รูป 3.20 แม่พิมพ์โลหะที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป



รูป 3.21 การจัดเรียงเม็ดสาร PZT ในถ้วยอะลูมินา

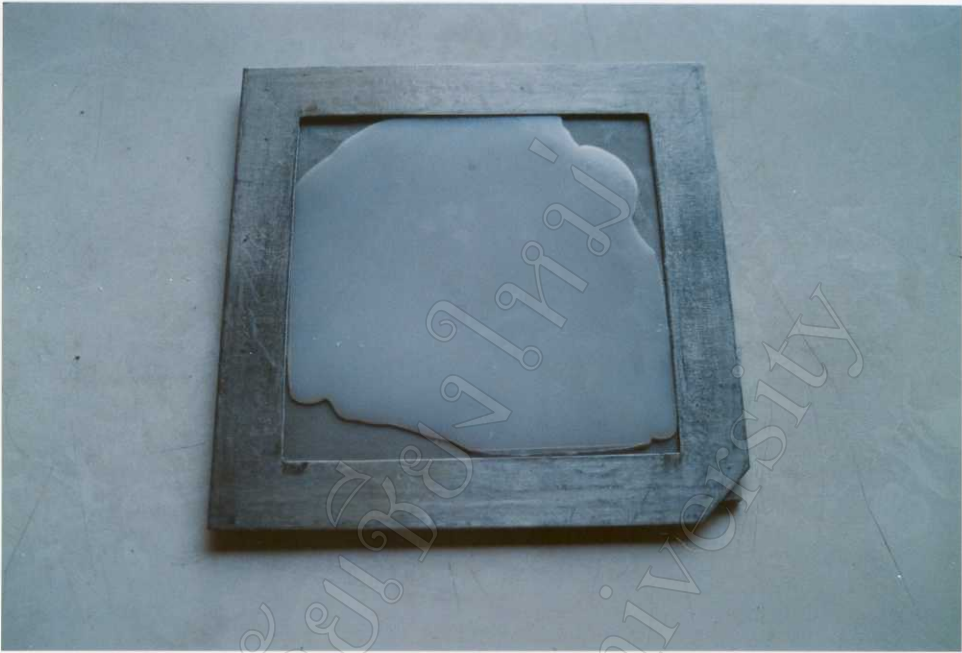


รูป 3.22 แผ่นเซรามิกกลมแบน

จากนั้นจึงทำการเตรียมแผ่นพอลิเมอร์ PE ให้มีลักษณะเป็นแผ่นกลมแบน โดยอาศัยเทคนิคคาเลนเดอริงในการรีดให้เป็นแผ่น เริ่มจากการนำเม็ด PE ประมาณ 20 กรัม วางบนลูกกลิ้งที่มีอุณหภูมิประมาณ 180°C แล้วทิ้งไว้สักพัก รอจนกว่าเม็ด PE จะเริ่มหลอมจนกลายเป็นของเหลวใสเหนียว ทำการเปิดเครื่องให้ลูกกลิ้งเริ่มหมุน แล้วทำการรีดกลับไปมาหลายๆรอบ โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูป 3.23 จากนั้นจึงนำไปวางบนแม่พิมพ์สแตนเลสเพื่อนำไปทำการอัดพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 150°C และใช้ความดันประมาณ 20 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลานาน 4 นาที แล้วจึงนำมาอัดเย็นอีก 4 นาที จะได้แผ่นพอลิเมอร์ PE แข็ง (รูป 3.24) หลังจากนั้นจึงนำไปทำให้มีลักษณะเป็นแผ่นกลมแบนต่อไป (รูป 3.25) ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 2-2 โดยเริ่มจากการนำแผ่นพอลิเมอร์ PE มาวางเรียงสลับกับแผ่นเซรามิก PZT ที่กลมแบนลงไปบนแม่พิมพ์โลหะ ต่อจากนั้นจึงทำการให้ความร้อนโดยอาศัยเครื่องให้ความร้อน (heater) จนมีอุณหภูมิประมาณ 180°C แล้วทำการอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก โดยใช้แรงดันประมาณครึ่งตัน รอจนกระทั่งแม่พิมพ์โลหะเย็นตัว แล้วจึงนำเอาชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูป 3.26



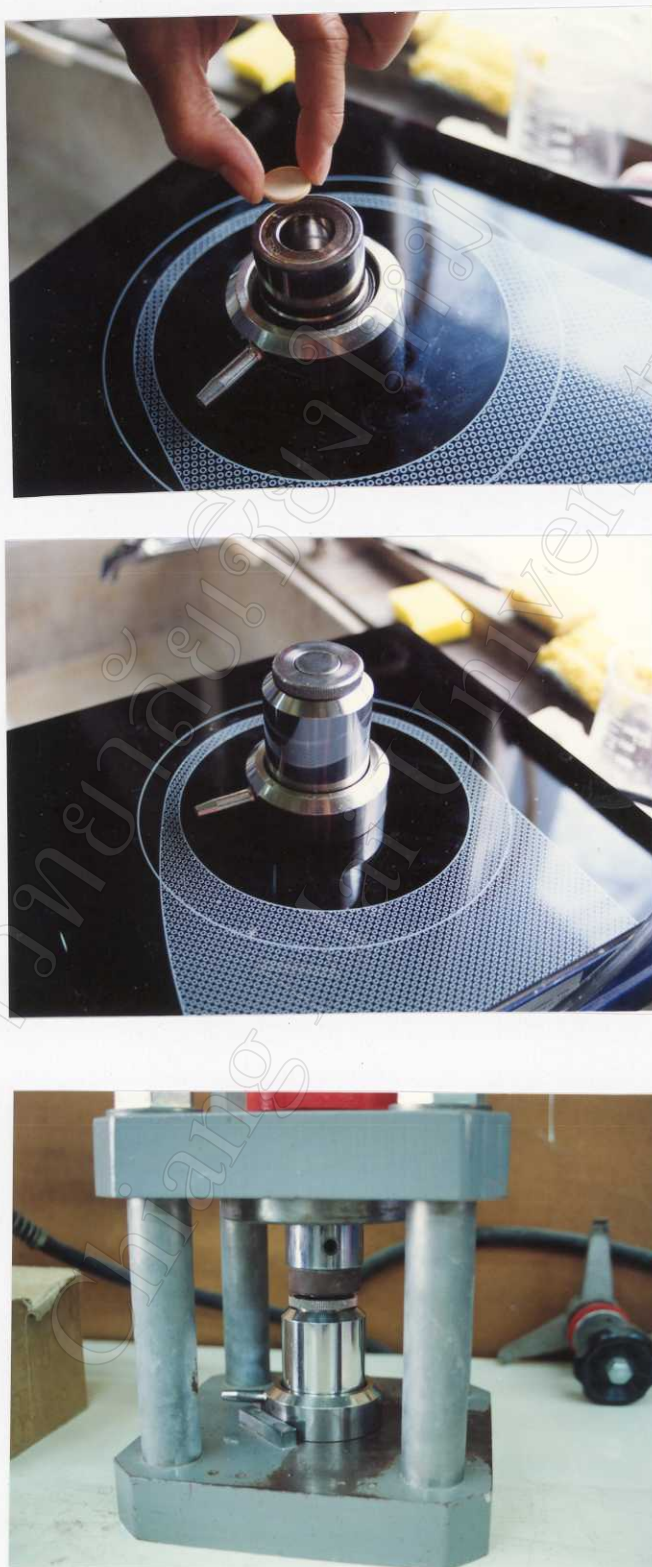
รูป 3.23 ขั้นตอนการเตรียมแผ่น PE



รูป 3.24 แผ่น PE ที่ผ่านการอัดร้อนในแม่พิมพ์สแตนเลส



รูป 3.25 แผ่นกลมแบนของ PE



รูป 3.26 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมแบบ 2-2

3.2.2.3 วัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 1-3

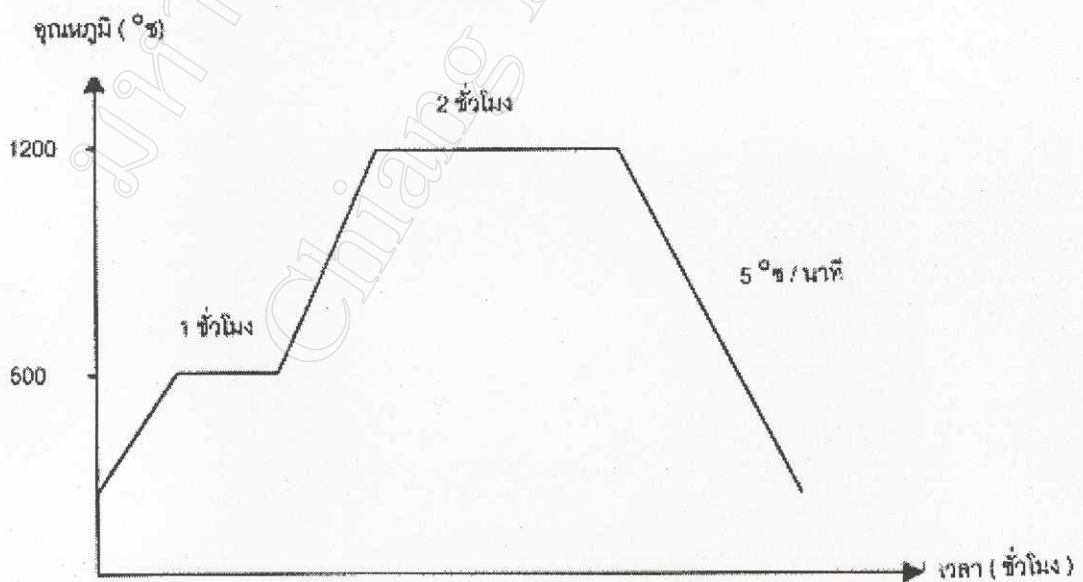
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 1-3 โดยเริ่มจากการเตรียมแท่งเซรามิก PZT ก่อน ด้วยการขึ้นรูปแท่งเซรามิกโดยอาศัย PVA เป็นสารยึดเหนี่ยวในการขึ้นรูป ประมาณร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก ซึ่งในการเตรียมสารแต่ละครั้งจะใช้สาร PZT ประมาณ 60 กรัมและใช้สาร PVA ประมาณ 15 กรัม โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลาย PVA และใช้น้ำกลั่นประมาณ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เป็นตัวทำละลาย พร้อมกับให้ความร้อน และใช้แท่งแม่เหล็กกวนสารเพื่อช่วยให้สารเข้ากันได้ดีขึ้น เมื่อได้สารละลาย PVA แล้วจึงทำการเติมสาร PZT ที่เตรียมไว้ลงไป ต่อจากนั้นให้ความร้อนไปเรื่อยๆ รอจนกระทั่งได้สารละลายที่มีความหนืดพอที่จะฉีดให้ขึ้นรูปได้ แล้วจึงทำการตักสารใส่หลอดฉีดยาพลาสติก เพื่อทำการฉีดให้เป็นแท่งสายยาวลงบนแผ่นกระดาษที่ถูกพับให้มีลักษณะเป็นลอนลูกฟูก ทิ้งไว้จนกระทั่งแท่ง PZT แห้งและมีความแข็งพอที่จะคงรูปร่างได้ โดยมีขั้นตอนการเตรียมแท่งเซรามิก PZT ดังแสดงในรูป 3.27 หลังจากนั้นจึงนำแท่ง PZT (รูป 3.28) ไปทำการเผาซินเตอร์โดยเริ่มจากการเผาแช่ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ก่อนแล้วจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 1200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง และใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ 5 °C ต่อนาที โดยให้แผนผังการเผาซินเตอร์ดังแสดงในรูป 3.29 มีการจัดวางแท่งเซรามิกเพื่อทำการเผาดังรูป 3.30 และใช้ผงอะลูมินาเป็นตัวกลบ หลังจากผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์จะได้แท่งเซรามิก PZT ดังแสดงในรูป 3.31



รูป 3.27 ขั้นตอนการเตรียมแท่งเซรามิก PZT



รูป 3.28 ลักษณะของแท่ง PZT ที่ผ่านการฉีดยา



รูป 3.29 แผนผังการเผาซินเตอร์ของแท่ง PZT ที่ใช้



รูป 3.30 การจัดเรียงแท่งสาร PZT ในอิฐทนไฟเพื่อจะนำไปเผาซินเตอร์



รูป 3.31 แท่งเซรามิก PZT ที่ได้จากการเผาซินเตอร์

หลังจากที่ทำการเตรียมแท่งเซรามิก PZT ได้แล้ว จึงทำการเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT/พอลิเมอร์ PE แบบ 1-3 โดยเริ่มจากการนำแท่งเซรามิก PZT ที่เตรียมได้ ไปใส่ในชั้นโลหะ (รูป 3.32) ที่ได้ทำการเจาะรูเอาไว้ที่ด้านข้างสำหรับใส่แท่งเซรามิก ดังแสดงในรูป 3.33 ในงานวิจัยนี้ จะใช้ผงพอลิเมอร์ PE (รูป 3.34) เพื่อความง่ายต่อการขึ้นรูป โดยการนำชั้นโลหะที่ใส่แท่งเซรามิกแล้ว ไปฝังลงในผง PE (รูป 3.35) ที่อยู่ในปิกเกอร์ ต่อจากนั้นจึงนำไปวางบนเครื่องให้ความร้อน รอจนกระทั่งผง PE หลอมละลายกลายเป็นของเหลว แล้วจึงยกลงจากเครื่องให้ความร้อน นำไปใส่ในอ่างน้ำเย็นเพื่อให้ PE เกิดการหดตัวและเย็นตัวเร็วขึ้น ซึ่งจะทำให้สามารถนำชิ้นงานออกมาจากปิกเกอร์ได้ง่ายขึ้นด้วย โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูป 3.36 นำชิ้นงานที่ได้จากการเตรียม (รูป 3.37) ไปตัดออกจากชั้นโลหะ จะได้วัสดุผสมเซรามิก PZT/พอลิเมอร์ PE แบบ 1-3 ในที่สุด (รูป 3.38)



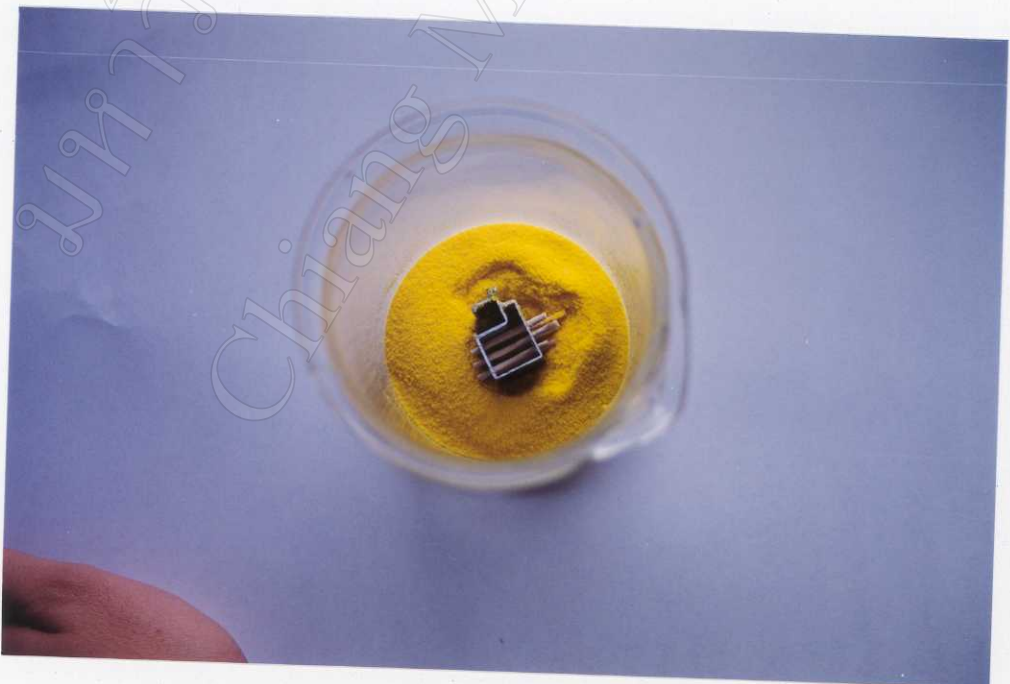
รูป 3.32 ชิ้นโลหะสำหรับใส่แท่งเซรามิก PZT



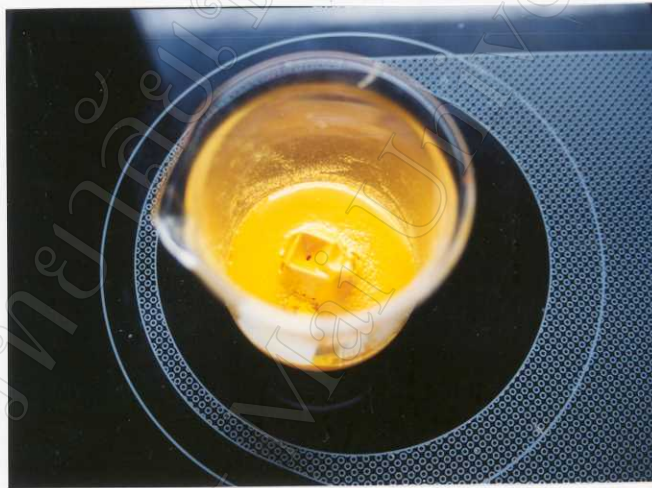
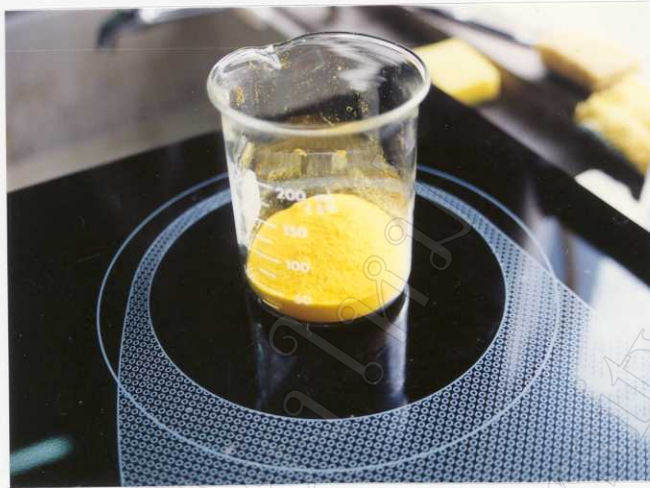
รูป 3.33 ชิ้นโลหะที่ทำการใส่แท่งเซรามิก PZT แล้ว



รูป 3.34 ผงพอลิเมอร์ PE



รูป 3.35 การฝังชิ้นโลหะลงในผงพอลิเมอร์ PE



รูป 3.36 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 1-3



รูป 3.37 ชิ้นงานที่นำออกจากบีกเกอร์



รูป 3.38 วัสดุผสมเซรามิก PZT / พอลิเมอร์ PE แบบ 1-3 ที่นำออกจากชิ้นโลหะ

3.3 การตรวจสอบสารตัวอย่าง

3.3.1 การตรวจสอบเฟส

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการนำผง PZT ที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์แล้วมาทำการตรวจสอบชนิดของเฟสที่เตรียมได้และความบริสุทธิ์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้ความต่างศักย์ 30 กิโลโวลต์ และกระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์ โดยการแสดงผลออกมาในรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law)

จากนั้นจึงนำข้อมูลที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS ของสาร PZT เพื่อยืนยันชนิดของเฟสและตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารที่เตรียมได้ต่อไป

3.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ทั้งในรูปแบบของผง เซรามิกและวัสดุผสม โดยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (รูป 3.39) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่อาศัยการนำเอาอิเล็กตรอนที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมาใช้แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์สนามแม่เหล็กแทนเลนส์กระจก และมีเครื่องตรวจจับสัญญาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดจากพื้นผิวของสารตัวอย่าง ที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิ จากนั้นจะมีชุดอุปกรณ์คอยทำหน้าที่แปลงสัญญาณที่ได้ไปเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพ ทำให้ได้ภาพผิวของสารตัวอย่างที่มีกำลังขยาย 3,000 -100,000 เท่า ซึ่งกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาจะมีกำลังขยายไม่เกิน 3,000 เท่า และสามารถแจจแสงรายละเอียดได้ในช่วงประมาณ 3-100 นาโนเมตร ในขณะที่กล้องจุลทรรศน์แสงธรรมดาสามารถแจจแสงได้ขนาดเล็กสุดเพียง 0.2 ไมโครเมตร เท่านั้น

งานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบลักษณะของผิวหน้าที่เกิดจากการตัดด้วยเครื่องตัดและบริเวณผิวที่เกิดจากรอยหัก (fractured surface) ข้อมูลที่ได้จะบอกถึงลักษณะรูปร่างของวัสดุผสม ขนาดของอนุภาคเซรามิก PZT และลักษณะการยึดเกาะกันของเฟสเซรามิก PZT กับเฟสพอลิเมอร์ PE ในวัสดุผสมแบบต่างๆ รวมถึงบริเวณรอยต่อระหว่างเฟสของเซรามิกกับพอลิเมอร์ด้วย

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานเพื่อนำไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค จะเริ่มจากการนำชิ้นงานที่ต้องการศึกษาติดลงบนแท่งทองเหลือง (stub) แล้วนำไปเคลือบผิวหน้าด้วยเครื่อง sputtering (รูป 3.40) เพื่อให้ชิ้นงานมีสภาพนำไฟฟ้าและอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ผ่านได้ แสดงขั้นตอนการเตรียมดังรูป 3.41



รูป 3.39 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



รูป 3.40 เครื่อง sputtering



รูป 3.41 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างชิ้นงานเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้อง SEM