

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

นอกจากวิธีการดำเนินงานแล้ว จะกล่าวถึงทฤษฎีที่เกี่ยวข้องซึ่งมีผลในการควบคุมกำหนดวิธีดำเนินงานวิจัยด้วย

3.1 สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือ

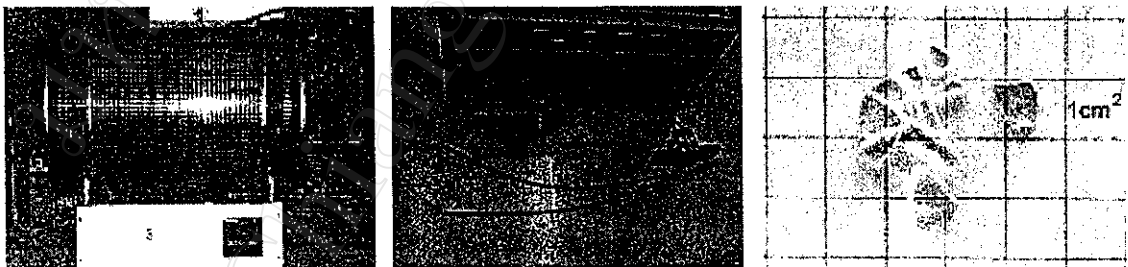
สารเคมี

- 3.1.1 แลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3 99.99%, Aldrich) JCPDS no.83-2024(H)
- 3.1.2 แกลเลียมออกไซด์ (Ga_2O_3 99.99%, Fluka) JCPDS no.41-1103(M)
- 3.1.3 ซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2 99%, Fluka) low quartz
- 3.1.4 เอธิลแอลกอฮอล์ ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 99%, Merck)
- 3.1.5 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA CH_3CHOH , Fluka)
- 3.1.6 น้ำกลั่น
- 3.1.7 กาวเงิน
- 3.1.8 อะซิโตน (CH_3COCH_3 , Carlo Erba)
- 3.1.9 กรดไฮโดรคลอริก (HCl 37%, Merck)
- 3.1.10 กรดไนตริก (HNO_3 65%, Merck)
- 3.1.11 กรดไฮโดรฟลูออริก (HF 45%, Merck)
- 3.1.12 กรดอะซิติก (CH_3COOH , Merck)
- 3.1.13 น้ำมันซิลิโคน (polyphenyl methylsiloxane) ใช้งานได้ช่วง -40°C ถึง 200°C
- 3.1.14 ผง อลูมินา ($\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$)
- 3.1.15 ผลึกเชิงเดี่ยวแลงกาไรต์ ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$: LGS) ตัดตั้งจากแกน C ปลุกผลึกด้วยวิธี CZ มหาวิทยาลัย Freiberg

อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.1.16 เครื่องชั่ง AND HM300 และ OHAUS explorer E12140
- 3.1.17 แม่พิมพ์ทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm. และ 2 cm.
- 3.1.18 เครื่องอัดไฮดรอลิค
- 3.1.19 เครื่องหมุนผสมสารความเร็วสูงสุด 41 รอบ/นาที
- 3.1.20 ลูกบิดเซอโรโคเนียทรงกระบอกขนาดเล็ก รัศมี 0.25 cm. สูง 0.7 cm. 250 เม็ด
- 3.1.21 หม้ออบพลาสติก รัศมี 3 cm. สูง 9.5 cm.
- 3.1.22 ครก agate และครก อลูมินา

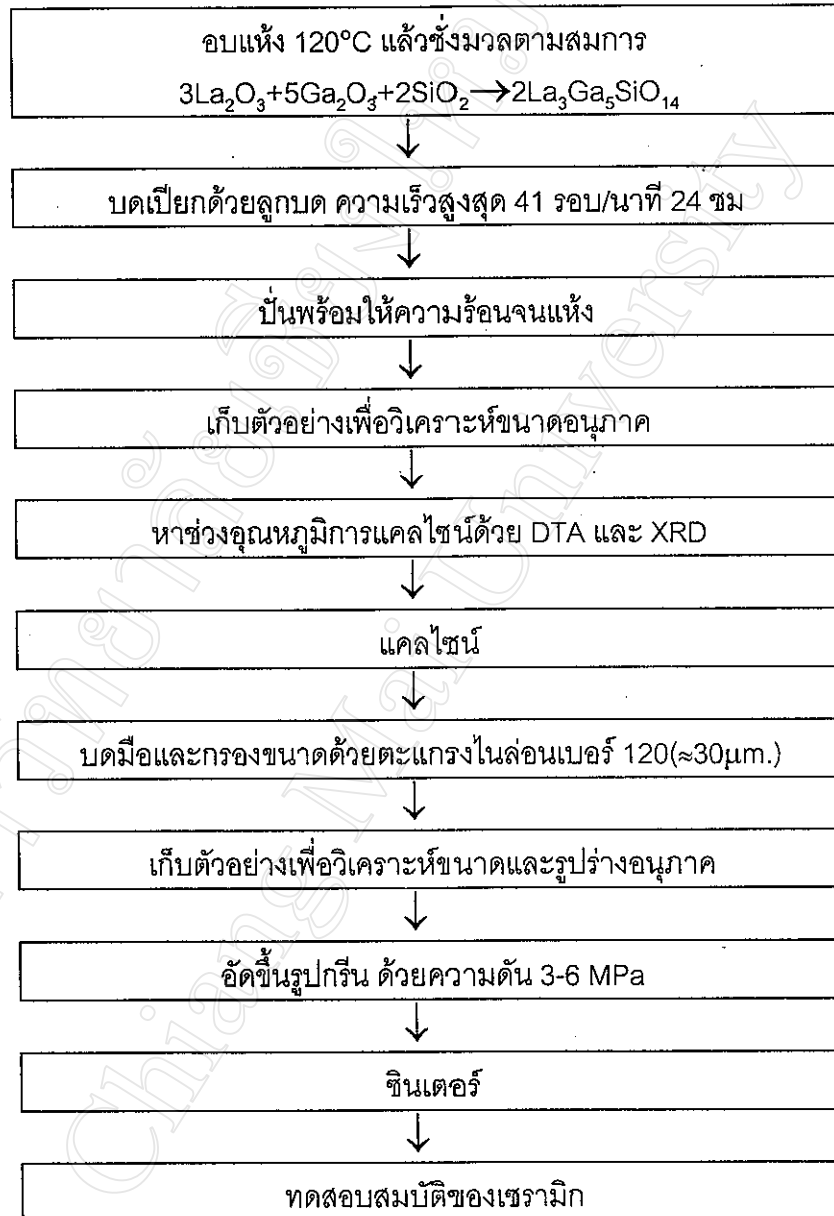
- 3.1.23 ผ้าไนลอนเบอร์ 120 mesh ($\approx 30 \mu\text{m}$)
- 3.1.24 เทอร์โมมิเตอร์ 100°C , 300°C ความละเอียด 1°C และ 2°C ตามลำดับ
- 3.1.25 เวอร์เนียคาลิเปอร์ และไมโครมิเตอร์
- 3.1.26 เตาไฟฟ้า (tube furnace, shinko controller)
- 3.1.27 ถ้วยพลาทินัม (platinum crucible)
- 3.1.28 เครื่องขัดสาร (Grinder-Polisher) Buehler รุ่น ECOMET3
- 3.1.29 กระดาษทรายน้ำ SiC เบอร์ 220, 400, 600, 800, 1000, 1200
- 3.1.30 เครื่องอัลตราโซนิก DSC Group No.00184
- 3.1.31 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค CILAS 1064
- 3.1.32 เครื่องวิเคราะห์สารด้วยความร้อน DTA-1000 TA system Dupont
- 3.1.33 X-Ray Diffractometer SIEMENS D500
- 3.1.34 X-Ray Diffractometer JEOL JDX 8030
- 3.1.35 LCZ มิเตอร์ HP4276 A ปรับความถี่ในย่าน $0.1\text{-}20\text{kHz}$ และอุปกรณ์ช่วยจับชิ้นงาน (test fixture) ตามรูป 3.1
- 3.1.36 กล้องจุลทรรศน์สะท้อนแสง (กำลังขยายสูงสุด $40\times$)
- 3.1.37 กล้อง SEM (JEOL รุ่น JSM 840A)
- 3.1.38 JCPDS 2000 pcpdfwin v.2.1



รูป 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือตามข้อ 3.1.26, 3.1.35 และผลึกเชิงเดี่ยว LGS

3.2 การเตรียมผงและเซรามิกแลงกาไซด์

เตรียมจากกระบวนการผสมผง (Powder Mixing) โดยคร่าวๆ เป็นไปตามรูป 3.2



รูป 3.2 แผนผังการเตรียมผงและเซรามิกแลงกาไซด์

3.2.1 การชั่งมวลสารตั้งต้น[32,33]

โดยที่ La_2O_3 อยู่ในรูป $\text{La}(\text{OH})_3$ ซึ่งดูดความชื้นได้ (hygroscopic) เช่นเดียวกับ Ga_2O_3 อาจดูดความชื้นในอากาศเป็น $\text{Ga}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ แม้จะช้ากว่าก็ตาม ดังนั้นจึงอบสารตั้งต้นทั้งสองชนิดใน vial แล้วนำมาปิดฝาดังให้เย็นจึงชั่ง

3.2.2 การผสมสารด้วยลูกบด[19,35,36,37]

ผสมด้วยวิธีบดเปียกด้วยลูกบด (wet ball milling) เพราะให้เป็นเนื้อเดียวกัน และผงที่ได้มีขนาดเล็กกว่าการบดแห้ง โดยใช้เครื่องหมุนผสมสาร(simple centrifugal mill) ความเร็วสูงสุด 41 รอบต่อนาที($f \approx 0.7$ Hz) ลูกบดและหม้อบดตามข้อ 3.25 และ 3.26 เมื่อบรรจุแล้วมีสัดส่วน ปริมาตรประมาณ 0.4-0.5 ของหม้อบด โดย $(f \approx 0.7) < f_c(\text{Hz}) = 0.5/r^{1/2}$ เมื่อ r คือ รัศมีของหม้อบดหน่วยเมตร ทำให้ลูกบดไหลตกเป็นระนาบ ปริมาตรของเหลวผสม(slurry) ปริมาณบนลูกบดเล็กน้อย ใกล้เคียงตามเงื่อนไข[36:p326] (ในขณะที่[19:p89]ระบุสัดส่วนของเหลวเทียบกับผงเป็น 100%-200%) อย่างไรก็ตามอัตราที่เหมาะสมแท้จริงของการหมุนผสมสารขึ้นกับขนาด น้ำหนักจำเพาะ ความแข็งของทั้งลูกบดและผง โดยยังไม่ปรากฏว่ามีอัตราใดที่ครอบคลุมได้หมดทุกเงื่อนไขการบด[35:p387,37:p109]

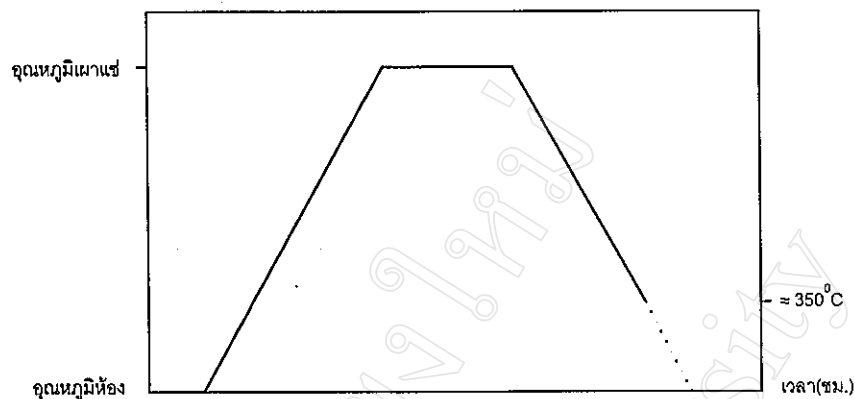
ภายใต้เงื่อนไขตัวแปรต่างๆที่สภาวะเงื่อนไขแบบเดียวกัน การแจกแจงขนาดอนุภาค (ซึ่งสำคัญอย่างยิ่งต่อเซรามิก)พร้อมกับความเป็นเนื้อเดียวกันที่จะได้ เป็นฟังก์ชันของเวลาการบด แต่เนื่องจากสารตั้งต้นก่อนบดมี 3 ชนิด ยากต่อการคำนวณเวลาที่ต้องใช้โดยคำนวณผ่านประสิทธิภาพการบด ดังนั้นอาศัยการเทียบเคียงโดยประมาณ จากกราฟการบดผงอลูมินาด้วยลูกบด [36:p330] จะใช้เวลาในการบด 24 ชม. คาดว่าพอเพียงที่จะทำให้สารตั้งต้นมีขนาดเล็กที่สุดในช่วง 0.4-10 μm . ตามความสามารถของวิธีการบดด้วยลูกบด[36:p324,19:p89] แล้วตรวจสอบผลทั้งหมดของการผสมจากการบด ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค โดยถือเป็นผลตัวแทนของการตรวจสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของสาร ซึ่งสามารถตรวจสอบเพิ่มเติมอย่างละเอียดด้วยเทคนิค XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)หรือ ESCA(Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)และอื่นๆ

ในการบดเปียกมักใช้สารช่วยการกระจายตัว(dispersant) เพื่อกันการเกาะตัวเป็นก้อนใหญ่และเติมสารหล่อลื่น(lubricant) ถ้าเป็นการบดเปียกของผงแคลไซต์เพื่อลดขนาดอนุภาคที่ได้จากการเผา อาจผสมสารช่วยยึดเกาะเข้าไปพร้อมกัน แต่ในงานวิจัยนี้ไม่มีการย่อยขนาดผงแคลไซต์ด้วยการบดเปียกเพิ่ม

3.2.3 การแคลไซน์และการหาช่วงอุณหภูมิการแคลไซน์[34:p414,35:p415,36:p24,19:p91]

การแคลไซน์เป็นการดัดแปลงลักษณะสมบัติของผงด้วยความร้อน ทำให้เกิดการรวมเป็นผลึกอนุภาคจึงมีขนาดหยาบขึ้น รวมถึงเพื่อปล่อยองค์ประกอบที่แตกตัวเป็นก๊าซเช่น CO_2 , SO_2 หรือน้ำออกไปได้ง่าย กระบวนการนี้ถูกควบคุมจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ผิวอนุภาคและการปล่อยก๊าซออกไป จึงเป็นขั้นตอนที่มีผลสำคัญต่อการหดตัวต่อไปของเซรามิกจากการซินเตอร์

การหาช่วงอุณหภูมิการแคลไซน์ในครั้งแรก ผงที่ได้หลังจากการผสมด้วยการบดเปียก จะนำมาวิเคราะห์ด้วย DTA เพื่อสังเกตปฏิกิริยาการดูดหรือคายความร้อนที่เกิดขึ้น หลังจากเพิ่มอุณหภูมิไปเรื่อย ช่วงอุณหภูมิที่สารมีปฏิกิริยาทางความร้อนเกิดขึ้น จะนำมาใช้เป็นขอบเขตกว้างๆ



รูป 3.3 แผนผังการแคลไซน์

เพื่อหาอุณหภูมิที่แน่นอนและเหมาะสมในการแคลไซน์อีกครั้ง โดยการวิเคราะห์พฤติกรรมของการเกิดเฟสของผงจากการแคลไซน์ในอุณหภูมินั้นๆอีกครั้งอย่างละเอียดด้วย XRD ซึ่งจะช่วยในการวิเคราะห์หาเงื่อนไขในการแคลไซน์ที่เหมาะสมต่อไป เพื่อให้กลายเป็นเฟสเดียวของ LGS มากที่สุด

การเผาแคลไซน์จะใช้ผงแคลไซน์จากอุณหภูมิก่อน นำมาบดมีอลดขนาดอนุภาคที่เกาะตัวหยาบ ขนาดอนุภาคจะลดลงแต่ยังคงเป็นอนุภาคเกาะตัว[37:p24]และอนุภาคที่แข็งขึ้นจะเพิ่มการปนเปื้อนให้มากขึ้นด้วยอย่างเลี่ยงไม่ได้ การบดจะลดระยะเวลาการแพร่ และเพิ่มความเป็นเนื้อเดียวกันเพื่อให้แน่ใจว่าปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์(โดยเฉพาะสัดส่วน SiO_2 ที่มีผสมอยู่น้อย) แล้วนำมาเผาซ้ำที่อุณหภูมิสูงขึ้นถัดไป จนได้อุณหภูมิที่เกิดเฟส LGS ดีที่สุด วิธีการเผานี้ยังช่วยในการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงมวลในแต่ละขั้นตอนได้แม่นยำมากขึ้น หลังจากนั้นจึงนำผงใหม่มาเผาที่อุณหภูมิเดียวกัน เพื่อเป็นการตรวจสอบการแคลไซน์จริงที่จะเกิดขึ้นอีกครั้งหนึ่ง

ผงที่ได้จากการแคลไซน์ จะนำมาวิเคราะห์ค่าร้อยละของน้ำหนักที่หายไปจากการเผา และวิเคราะห์ลักษณะด้วย SEM และใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาควัดขนาดและการแจกแจงขนาดที่ได้จากการแคลไซน์ ซึ่งมีผลมากในการกำหนดสมบัติของกรีนและเซรามิกจากการซินเตอร์

รูปแบบการเผาแคลไซน์โดยรวมของการทดลองเป็นดังรูป 3.3

3.2.4 สารช่วยยัดเกาะและการขึ้นรูปเซรามิก[35,36:p590,37,38:p380,19:p95]

ใช้การอัดในทิศทางเดียว(uniaxial pressing)โดยอัดแห้ง(dry pressing) คือมีความชื้นปะปน 0-4% แรงดันที่ใช้ 3-6 MPa แต่โดยทั่วไปการอัดแบบนี้จะใช้ความดันสูง ที่ 75-150 MPa เพื่อให้เนื้อกระจาย ซึ่งความหนาแน่นจะเริ่มไม่เปลี่ยนแปลง(แต่ถ้าถึง 300 MPa จะลดเกรเดียนท์ความหนาแน่นและการหดตัวได้ต่ำสุด) ความพรุนของกรีนหลังขึ้นรูป อาจมากกว่า 35% จนเกิน

50% ก็ได้[35:p379] ซึ่งปัญหาส่วนใหญ่ของกรีนที่มักเกิดกับการอัดทิศทางเดียวคือปัญหาการกระจายตัวไม่เป็นแบบเดียวกันในเนื้อ อันเนื่องจาก

1. แรงเสียดทานจากแม่พิมพ์(die-wall)และแรงเสียดทานระหว่างอนุภาค โดยเฉพาะอนุภาคที่ไม่ผ่านการทำเป็นเกรนูล(granule)หรือปริมาณสารยึดเกาะไม่พอเพียง

2. การใส่ผงไม่สม่ำเสมอ

3. อนุภาคไม่เหมาะสม ปัญหาจากเรื่องขนาดและลักษณะการแจกแจงไม่เหมาะสม

สารช่วยยึดเกาะที่ใช้เป็นประเภทไมใช่สารออลีนิกคือ PVA(CH_2CHOH) เป็นโพลิเมอร์ ซึ่งสายโซ่เกิดจากหน่วยเมอร์(mer)เดียวกัน โดยมีหน่วยอนุมูลเป็น OH ไม่เกิดการเสื่อมทางชีวภาพ(biodegrade) เพราะไม่ได้เปลี่ยนสภาพมาจากคาร์โบไฮเดรต มีความหนืดในระดับต่ำมาก ถึงปานกลาง ตลอดย่าน pH ที่ค่อนข้างกว้าง สารช่วยยึดเกาะจะจับอนุภาคเซรามิกและหล่อลื่นระหว่างการอัดและเป็นพันธะชั่วคราวหลังการอัด ปริมาณการใช้ปกติอยู่ในช่วง 0.5-5% wt.ต่อน้ำหนักเซรามิก แต่เมื่อพิจารณาพร้อมกับแรงดันที่ใช้ ในงานวิจัยนี้จึงต้องลดปริมาณ PVA ลงมาให้สอดคล้องกับแรงดันด้วย

การอัดแห้ง ปกติใช้ PVA มากที่สุด รองลงมาคือ methacrylate emulsion เพราะสามารถให้ความเหนียวและป้องกันเนื้อกรีนแตกได้ แต่เนื่องจาก PVA เพียงลำพังโดยไม่ผสมสารช่วยอ่อนตัว(plasticizer) เช่น PEG หรือน้ำ จะมี T_g (glass transition temperature) 87°C แต่เมื่อผสมสารช่วยอ่อนตัวจะทำให้ T_g ต่ำลง เช่นการผสม PVA:PEG=50:50 ทำให้ T_g ลดลงมาถึง 10°C นั้นหมายความว่า ที่อุณหภูมิห้องสารดังกล่าวจะมีพฤติกรรมเหมือนพลาสติกช่วยเพิ่มความเหนียว ทำให้กรีนที่อัดได้เด็งตัวกลับ(rebound)หลังการอัดน้อยมาก โอกาสที่จะเกิดการแตกจึงน้อยลง ในงานวิจัยนี้จะละลาย PVA 3% wt.ด้วยน้ำ(1หยด ≈ 0.021 g) ซึ่งเป็นสารเพิ่มความเหนียวสำหรับ PVA ที่ดีรองจากกลีเซอริน (ตัวอื่นๆเช่น PEG,PPG, พวอพิลีนไกลคอล เป็นต้น)

สารช่วยยึดเกาะแต่ละตัวจะแตกตัว(decomposition)ด้วยความร้อน และมีจุดเผาไหม้(burn off)ต่างกันไป ส่วนมากจะเผาด้วยบรรยากาศออกซิเดชันในช่วง 300°C - 1000°C ซึ่งต้องใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิช้าเพื่อป้องกันการเกรียม และให้ก๊าซจากปฏิกิริยาออกซิเดชันซึ่งมักมีองค์ประกอบของคาร์บอนหลุดออกผ่านทางรูพรุนซึ่งเริ่มจากภายนอกจนสิ้นสุดที่ภายใน สำหรับ PVA จะแตกตัวเป็นไอน้ำที่ 150°C - 250°C หลอมเหลวที่ 212°C

ทั้งปริมาณสารช่วยและปริมาณแรงดันจะมีผลต่อความหนาแน่นของกรีน อัตราการเผาไล่ก็จะมีผลต่อขนาดอนุภาคและความหนาแน่นของชิ้นงาน ในงานวิจัยนี้จะเผาแช่ที่ 500°C นาน 1 ชม. อุณหภูมิเดียวกับการเผาไล่ในการขึ้นรูปแบบ injection molding เพื่อให้การแตกตัวของสารช่วยและสิ่งตกค้างรวมถึงปฏิกิริยาที่จะเกิดเป็นก๊าซ เช่น น้ำ, CO_2 , SO_2 ซึ่งจะเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่าการกลายเป็นไอ(ปกติตั้งแต่ 500°C) ถูกกำจัดออกอย่างสมบูรณ์

3.2.5 การเผาซินเตอร์[34,35,36,40]

การซินเตอร์เมื่อพิจารณาในแง่เทอร์โมไดนามิกส์ คือการลดพลังงานอิสระต่างๆของเซรามิก จนระบบมีความหนาแน่นเข้าใกล้ความหนาแน่นทางทฤษฎี(theoretical density)มากที่สุด แต่ก็ยังไม่ใช่สถานะที่มีพลังงานต่ำสุดเพราะขอบเกรนอาจมีการเคลื่อนต่อเพื่อลดระดับพลังงานไปอีก โดยลดพื้นที่ผิวและพลังงานขอบเกรนและจัดเรียงจนเป็นผลึกเดี่ยวพลอครูพุน(ในทางทฤษฎีเท่านั้น)หรือเป็นรูพุนเล็กที่สุด เป็นการสิ้นสุดกระบวนการ ดังนั้นโดยปกติจึงพิจารณาเป็นการจับตัวเป็นของแข็ง(consolidation)ที่ก่อให้เกิดการแน่นตัว(densification) ซึ่งเกิดควบคู่กับการหดตัวอยู่เสมอ ผลการแน่นตัวทำให้อุณหภูมิของรูพุนลดลง สมบัติเชิงกลดีขึ้น แต่ในบางกรณีจะไม่เกิดการแน่นตัวก็ได้ เช่นในการผลิตวัสดุทนไฟ(refractory insulation) ในงานวิจัยนี้ต้องการเซรามิกที่มีความหนาแน่นของเฟส LGS สูง เพื่อลดอิทธิพลหรือการรบกวนจากรูพุน ที่มีต่อโครงสร้างของเซรามิกและสมบัติไฟฟ้า

ผงสารตั้งต้นที่จะให้ผลการซินเตอร์อย่างดีมากนั้น ควรจะต้องมีรูปร่างแกนสมมูล(equiaxed) กระจายตัวเป็นแบบเดียวกัน ขนาดต่ำกว่าไมครอน และมีการแจกแจงขนาดในช่วงแคบๆ จึงมักนำผงแคลไซน์มาย่อยขนาดด้วยการบดกับลูกบดอีกครั้ง พร้อมกับสารช่วยยึดเกาะเพื่อให้มีสมบัติบางอย่างใกล้เคียงกับที่ควรจะเป็น แต่วิธีการดังกล่าวจำเป็นต้องใช้สารมากขึ้น จึงใช้การบดมือและกรองขนาดด้วยผ้าไนลอนขนาด 30 μ m. และใช้วิธีการเตรียมเม็ดกรีนในสองแนวทางหลัก ซึ่งน่าจะมีผลต่อสมบัติกายภาพด้วยดังนี้

แบบที่1 : การบดมือผสมก่อนขึ้นรูปด้วยความดันคงที่ประมาณ 3-6 MPa.

แบบที่2 : การบดผสมจนแห้งแล้วบดเบาๆพอแตกตัวจนทั่ว จึงขึ้นรูปด้วยความดัน 3-6MPa.

โดยปกติแล้วผงและกรีนที่เตรียมได้ จะเป็นตัวแปรสำคัญมากในการกำหนดสมบัติเซรามิกที่ได้ ในระบบจริงที่เกิดขึ้น ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการซินเตอร์หรือโครงสร้างจุลภาคคือ

1.การเกิดปฏิกิริยาของผง(powder reactivity) ขนาดอนุภาคหรือผลึกเล็กๆ หรือพื้นที่ผิวจะเป็นตัวกำหนดอุณหภูมิและเวลาในการซินเตอร์ อนุภาคยิ่งเล็ก อุณหภูมิและเวลาที่ต้องใช้จะลดลงและมีผลต่อความแกร่งของเซรามิก แต่ถ้าใช้เวลาในการเผานานเกินไปเกรนจะโตขึ้น ความแกร่งจะลดลง

2.1 อนุภาคผงรูปร่างแบบแกนสมมูลจะดีต่อการบรรจุอัดมาก แต่โดยส่วนมากมักจะมีรูปร่างไม่แน่นอน(irregular) ซึ่งรูพุนเกิดได้มากขึ้น

2.2 อนุภาคแบบเกาะกลุ่มแข็ง(hard agglomerate)ทำให้กรีนมีการจับตัวต่างกันในแต่ละบริเวณ จุดที่มีความหนาแน่นสูงการซินเตอร์เกิดรวดเร็ว เกรนโตมากกว่า และเป็นไปได้ทั้งสองทางว่ารูพุนอาจเกิดจากอนุภาคขนาดเล็กรอบๆหรือจากก้อนอนุภาคแบบเกาะกลุ่มหดตัวลงไปเอง

2.3 การแจกแจงขนาดอนุภาคอย่างต่อเนืองสม่ำเสมอแบบ log normal(LN) จะทำให้กรีนมีความหนาแน่นสูง เซรามิกที่ได้จะมีเกรนสม่ำเสมอ ความหนาแน่นสูงและเป็นเนื้อเดียวกัน

ลักษณะผิวดมที่ผิดปกติจาก 2.1,2.2,2.3 จะทำให้เกิดรูพรุนขึ้น รวมถึงการเกิดก๊าซที่ไม่สามารถละลายในเนื้อเซรามิกก็ให้ผลแบบเดียวกัน

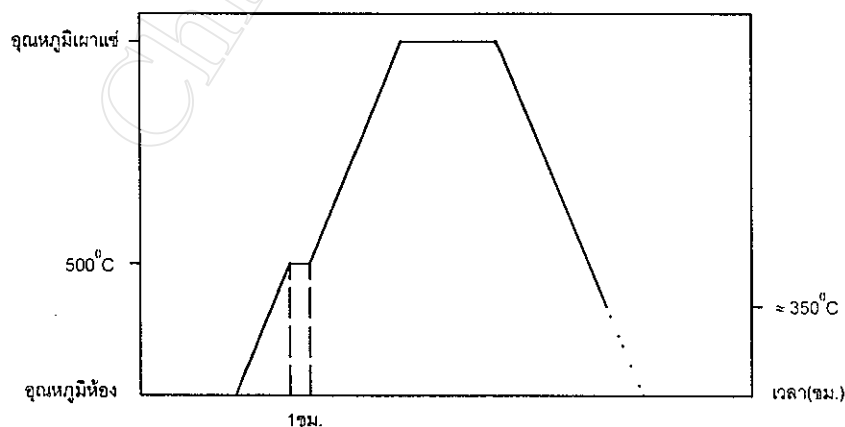
3.สารแต่งเติม

4.บรรยากาศซินเตอร์

เมื่อก้อนที่ได้จะข้ามขั้นตอนการทำให้แห้ง ซึ่งไม่จำเป็นสำหรับก้อนที่เตรียมจากการอัดแบบแห้ง (ความชื้น $\approx 0-4\%$) ซินเตอร์โดยตรงและกลบด้วยผงแลงกาไรต์บรรจุในถ้วยพลาสติก

แผนผังการซินเตอร์ ในการวิจัยนี้การเผาซินเตอร์จะใช้อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวขององค์ประกอบทุกตัว(solid-state sintering) มีตัวแปรที่สำคัญรองจากอุณหภูมิของผง คือ อุณหภูมิ กับเวลา กล่าวคือการหดตัวซึ่งเป็นผลจากการเปลี่ยนแปลงทางจุลภาค ซึ่งเกิดขึ้นมากในระยะแรกของการซินเตอร์ จะขึ้นกับ อุณหภูมิ(และขนาดอนุภาค) เป็นสำคัญ การแพร่ผ่านเชิงปริมาตร และการลดขนาดรูพรุนในระยะกลางและระยะสุดท้ายของการซินเตอร์ขึ้นกับระยะเวลาเป็นสำคัญ การทดสอบตัวแปรอุณหภูมิและอัตราหรือเวลาที่มีผลต่อความหนาแน่นของเซรามิก ใช้แบบ time-at-temperature เหมือนการซินเตอร์ทั่วไป(conventional sintering)คืออุณหภูมิเป็นตัวแปรหลัก อัตรามีความสำคัญรองลงมาใช้นำไปสู่การแช่อุณหภูมิเพื่อให้กระบวนการเกิดได้สมบูรณ์(อันที่จริงการแน่นตัวจะเกิดเร็วมาก ในช่วงต้นและกลางของการซินเตอร์ ก่อนถึงจุดแช่อุณหภูมิ และยังช้าลงอีกเมื่อความหนาแน่นได้ถึง 90% ของความหนาแน่นทางทฤษฎี นั่นคือการควบคุมเวลาหรือเพิ่มเวลาหลังจากการเกิดกระบวนการแล้วแทบไม่มีผลเพิ่มเติมใดๆ)

รูปแบบการเผาซินเตอร์โดยรวมเป็นตามรูป3.4 จะเผาได้สารอินทรีย์และPVA ที่ 500°C นาน 1 ชม. โดยจะเริ่มใช้อัตราช้าเพื่อป้องกันสภาวะไม่สมดุล เพราะการแพร่ในของแข็งเป็นไปได้ช้า ซึ่งเกี่ยวข้องไปถึงความหนาแน่นของเซรามิก อุณหภูมิเผาซินเตอร์ปกติต่ำกว่าจุดหลอมเหลว 10% แต่ต้องพิจารณาความสอดคล้องกับอุณหภูมิการแคลไซน์ด้วย



รูป 3.4 แผนผังการซินเตอร์

เซรามิกแลงกาไซต์ที่ได้จะนำมาวิเคราะห์

1. สมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ร้อยละของน้ำหนัที่หายไป ร้อยละของการหดตัว
2. สมบัติทางจุลภาค ได้แก่ ขนาดเกรน และลักษณะอื่นๆ ของเกรนที่ปรากฏ
3. สมบัติทางไฟฟ้า เมื่อเปรียบเทียบกับตัวแปร ความถี่และอุณหภูมิ

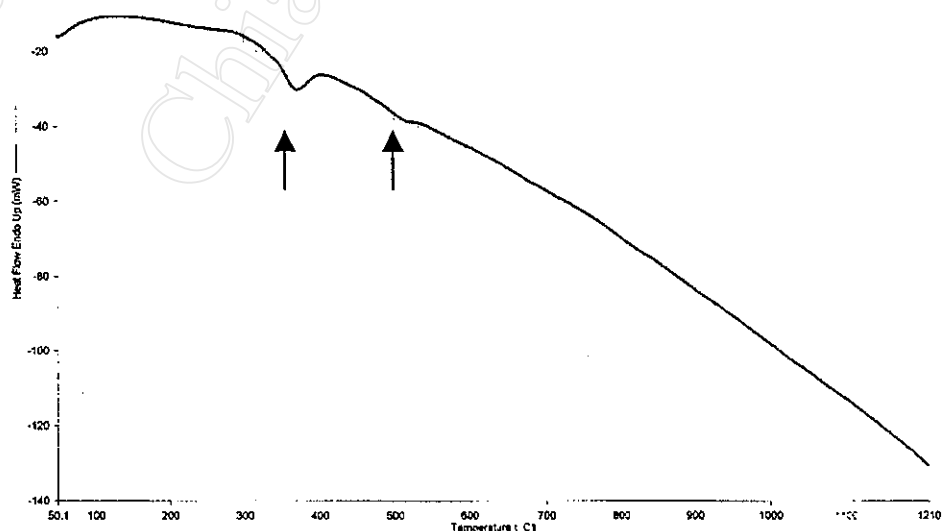
3.3 การตรวจสอบสารตัวอย่าง

3.3.1 การใช้ DTA ตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

โดยอาศัยการเพิ่มอุณหภูมิในอัตราคงที่ให้กับระบบ แล้วเปรียบเทียบความแตกต่างอุณหภูมิของสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงที่อยู่ในสถานะเดียวกัน ซึ่งจะแสดงออกมาในรูปปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermal) หรือการคายความร้อน (exothermal) อันมีที่มาจากหลายสาเหตุ

- ปฏิกิริยาดูดความร้อน อาจเกิดจากการแตกตัวหรือเปลี่ยนโครงสร้าง ,การแตกตัวออกของน้ำที่อยู่ภายใน, ปฏิกิริยารีดักชัน, การเปลี่ยนสถานะหรือการเปลี่ยนแปลงทางแม่เหล็ก
- ปฏิกิริยาคายความร้อนอาจเกิดจาก การเกิดผลึก, ปฏิกิริยาออกซิเดชันรวมถึงการสันดาป กระบวนการแช่แข็งหรือการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเมื่อได้รับความเย็น

สัญญาณกราฟที่ได้อาจแสดงในเชิงความสัมพันธ์ของผลต่างทางความร้อน(ΔT) กับอุณหภูมิ หรือในรูปแบบของอนุพันธ์(Derivative)กับอุณหภูมิก็ได้ บริเวณที่สารตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนอย่างผิดปกติจะบอกถึงรูปแบบปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น นิยมกำหนด $\Delta T < 0$ สำหรับปฏิกิริยาดูดความร้อน ดังตัวอย่างรูปที่ 3.5 เป็นสัญญาณแบบ ΔT ในช่วง 50°C ถึง 1210°C ที่บริเวณประมาณ 360°C และโค้งเล็กๆที่ 520°C จะเห็นปฏิกิริยาของสารตั้งต้นผสมของ LGS ที่ดูดความร้อนเข้าไปมากผิดปกติ เพื่อใช้ในการแตกตัวของ $\text{La}(\text{OH})_3, \text{La}(\text{CO}_3)_2$



รูป 3.5 กราฟ DTA แบบ ΔT อัตรา 20°C / นาที ของ สารตั้งต้นของแลงกาไซต์

อย่างไรก็ตาม ผลลัพธ์ที่จะได้จาก DTA ขึ้นอยู่กับเทคนิคในการดำเนินงานค่อนข้างมาก เมื่อเทียบกับ XRD หรือการทดสอบสมบัติกายภาพอื่นๆ ดังตัวอย่างในรูป 3.5 เป็นผลจากการบรรจุสารตั้งต้นผสมของแลงกาไรต์ลงบนผงอลูมินาในถ้วยอลูมินาอีกชั้นหนึ่ง ในงานวิจัยนี้จึงจำกัดการใช้เทคนิค DTA เพื่อช่วยหาช่วงอุณหภูมิการแคลไซน์ผงสารตั้งต้นเท่านั้น

3.3.2 การใช้ XRD ตรวจสอบการเกิดเฟส

โครงสร้างผลึกของสารแต่ละชนิด ย่อมมีค่าคงที่แลตทิซ $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$ เป็นค่าเฉพาะตัว ดังนั้นโดยอาศัยสมการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ $2(d/n)\sin\theta = \lambda$ ซึ่ง λ เป็นความยาวคลื่นค่าเดียว (monochromatic) มีค่าคงที่ ระดับความลึกที่รังสีทะลุผ่านในช่วง 1-1000 μm [32]. รูปแบบของค่า d_{hkl} กับช่วงมุม θ ที่เกิดการเลี้ยวเบน จะเป็นกลุ่มพีค ที่มีรูปแบบเฉพาะตัวสำหรับสารเฟสหนึ่งๆ จึงสามารถระบุเฟสของแลงกาไรต์โดยการเทียบกับฐานข้อมูลชุดค่า d-spacing JCPDS no.72-2249 นอกจากนี้ ผลของ XRD ยังสามารถช่วยในการวิเคราะห์ข้อมูลอื่นๆ ได้เช่น การหาขนาดเฉลี่ยของอนุภาค เป็นต้น อย่างไรก็ตาม ในงานวิจัยนี้การวิเคราะห์ด้วย XRD กระทำโดยการบรรจุสารด้านหน้า(front ,top-loading).ให้อยู่ในระนาบเดียวกับแท่นบรรจุ ถือว่าพอเพียงกับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ จึงให้รูปแบบกลุ่มพีคของค่า d_{hkl} ได้ดีเพียงพอกับการระบุเฟส แต่ค่าความเข้มสัมพัทธ์ของแต่ละพีคยังให้ผลไม่ดีนัก เพราะการใช้แผ่นสไลด์กดผงให้เรียบ จะเปิดโอกาสให้บางระนาบมีโอกาสเกิดการวางตัวได้มากกว่าระนาบอื่นๆ (preferred-orientation หรือ texture) รวมทั้งการใช้แท่นบรรจุ(holder)แบบพลาสติก อาจทำให้เกิดพีคได้ที่มุมแคบๆ ต่ำกว่า 30 องศา ความคลาดเคลื่อนของระบบ(systemic error) ในการระบุตำแหน่งตลอดช่วงการวัดมุม 2θ ช่วง 10° - 70° แบบหยาบ(step=0.3)มีค่ามากที่สุดประมาณ 0.3°

รายชื่อทั้งหมดใน JCPDS ที่ใช้ตรวจสอบกับ XRD แสดงไว้ในภาคผนวก

3.3.3 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

1) ร้อยละของน้ำหนักที่สูญเสีย(%weight loss:%loss)

$$\%loss = 100(1 - \frac{m_2}{m_1}) \quad (3-1)$$

m_1 : มวลสารก่อนดำเนินการ

m_2 : มวลสารเหลือหลังดำเนินการ

2) ร้อยละการหดตัว(%shrinkage:%S)

$$\text{ร้อยละการหดตัวเชิงปริมาตร} \quad \%S_{vol} = 100(1 - \frac{m_2/p_2}{V_1}) \quad (3-2)$$

$$\text{ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น} \quad \%S_0 = 100(1 - \frac{D_2}{D_1}) \quad (3-3)$$

V_1 : ปริมาตรจากการวัดขนาดโดยตรงของเซรามิกก่อนเผา

m_2/p_2 : ปริมาตรรวมของเซรามิกหลังเผา

D_1 : เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนเผา

D_2 : เส้นผ่านศูนย์กลางจากการวัดขนาดโดยตรงของเซรามิกหลังเผา

$V_2 = m_2/p_2$ ได้จากการแทนที่น้ำเนื่องจากโดยธรรมชาติของการวัดพื้นผิวโดยตรงด้วยเวอร์เนียหรือไมโครมิเตอร์จะให้ค่าการวัดมากกว่าความเป็นจริง ดังนั้น $\%S_{vol}$ ซึ่งคิดรวมทุกทิศทางจึงคำนวณจากการแทนที่น้ำ แต่ $\%S_0$ จำเป็นต้องได้จากการวัดเพราะไม่อาจกำหนดได้ว่าการหดตัวในทุกทิศทางของปริมาตรจะเท่ากัน

3) ความหนาแน่น(ρ)และความหนาแน่นสัมพัทธ์($\% \rho$) [35,41,42]

ความหนาแน่นรวม(bulk density)ของเซรามิก คิดจากวิธีแทนที่น้ำ (conventional method) ซึ่งค่อนข้างปลอดภัยที่สุดเมื่อเทียบกับวิธีการอื่น แต่เนื่องจากมวลของเซรามิกที่เผาได้มักจะมีค่าน้อย โดยเฉพาะเมื่อเทียบกับมาตรฐาน ASTM ที่ใช้ในการหาความหนาแน่นของเซรามิกแบบดั้งเดิมและแบบแก้ว จึงปรับใช้วิธีการหาความหนาแน่นใหม่ดังนี้

- ต้มเซรามิกในน้ำกลั่นเดือด 2 ชม. เพื่อให้เซรามิกอิมมersion หรือเป็นการบังคับให้น้ำเข้าแทนที่อากาศในรูพรุนมากที่สุด ซึ่งจำเป็นสำหรับวัสดุที่มีรูพรุนให้ของไหลเข้าได้
 - ใช้หลอดทองแดงเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.16 mm. ล้างด้วยอะซิโตน เป็นตะขอวางชิ้นงาน
 - ชั่งมวลเซรามิกในน้ำกลั่น (m_w)
 - เช็ดน้ำเฉพาะส่วนที่ติดอยู่บนผิวด้วยผ้าขึ้น ชั่งมวลเซรามิกหมาดในอากาศ (m_d)
 - อบแห้ง 120 °C เป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชม. ชั่งมวลเซรามิกแห้งในอากาศ (m_a)
- มวล m_w, m_d, m_a ต้องชั่งตามลำดับ เพราะเซรามิกอาจบิ่นระหว่างการต้มหรือชั่งในน้ำ ความหนาแน่นรวมทั้งก่อนที่แห้งจริงของเซรามิก ที่อุณหภูมิทดลอง (ρ_T) ซึ่งคำนึงถึงรูพรุน ปิด และแรงลอยตัวของอากาศด้วยจะได้ดังนี้

$$\rho_T = \frac{m_d \rho_w - m_w \rho_a}{m_a - m_w} \quad (3-4)$$

m_d = มวลเซรามิกแห้งในอากาศ

m_w = มวลเซรามิกอิมมersion ชั่งในน้ำกลั่น

m_a = มวลเซรามิกอิมมersion ชั่งในอากาศ

ρ_w = ความหนาแน่นของน้ำกลั่นที่อุณหภูมิทดลอง

ρ_a = ความหนาแน่นของอากาศที่อุณหภูมิทดลอง

และปรับแก้ ρ_T อุณหภูมิต่างๆ เป็น ρ_0 ที่อุณหภูมิ T_0 เดียวกัน ดังนี้

$$\rho_{T_0} = \frac{\rho_T}{1 + 3\alpha(T - T_0)} \quad (3-5)$$

แต่ค่า α_L (thermal linear coefficient) ของแสงกาโซต์อยู่ในระดับ 10^{-6} จึงไม่จำเป็นต้องนำสมการนี้มาใช้ และอุณหภูมิของอากาศและน้ำในการวิจัยอยู่ระหว่าง 26°C - 30°C ดังนั้น จะใช้ $\rho_a = 0.001115 \text{ g/cm}^3$ ค่าเดียว สำหรับ $T = 27^{\circ}\text{C}$ ความดันปรอท 720 mm. และให้ ρ_T ที่คำนวณที่อุณหภูมิต่างๆ คิดเป็นที่อุณหภูมิ 27°C เดียวกันตลอด อย่างไรก็ตาม ρ จากการคำนวณแรงลอยตัวอากาศด้วยนั้น ไม่ต่างจากการคำนวณโดยไม่ปรับแก้มากนักตามสมการ

$$\rho_T = \frac{m_d \rho_w}{m_a - m_w} \quad (3-6)$$

ถ้าเรามีปริมาตรขนาดเล็กพอควร น้ำแทรกเข้าไปในรูพรุนได้ยาก ทำให้ $m_a = m_d$ หรือ ความหนาแน่นรวมเท่ากับความหนาแน่นปรากฏ (apparent density)

ความหนาแน่นสัมพัทธ์หาได้จากนิยาม

$$\%P = 100 \left(\frac{\rho}{\rho_o} \right) \quad (3-7)$$

ρ_o = ความหนาแน่นของผลึก LGS (crystallographic density) = $5.738[495..]\text{g/cm}^3$

4 ความพรุนปรากฏ (apparent porosity: %P)

$$\%P = 100 \left(\frac{m_a - m_d}{m_a - m_w} \right) \quad (3-8)$$

สมการคำนวณเป็นรูปแบบเดียวกัน ไม่ขึ้นกับความดันอากาศ แต่ถ้ามีรูพรุนปิดภายในมาก %P จากการคำนวณดังกล่าวอาจไม่สื่อถึงความพรุนที่มีจริงทั้งหมด ต่างจากการคำนวณความหนาแน่น การแก้ไขโดย ถ้าสมมติให้เป็นเซรามิก LGS บริสุทธิ์ จะได้ความพรุนทั้งปริมাত্রเป็น $\%P = 100 - \%p$

3.3.4 การตรวจสอบขนาดอนุภาค [35,37,39]

ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคโดยใช้การวิเคราะห์ผสมน้ำ ที่แสดงผลการแจกแจงขนาดอนุภาคในช่วง $0.04\mu\text{m}$ - $500\mu\text{m}$. นอกจากนั้นจะใช้กล้อง SEM ในการตรวจสอบขนาดและรูปร่างของผง ผงที่ยังไม่ผ่านการเผาสามารถตรวจสอบได้ทันที แต่ผงที่ผ่านการเผาอุณหภูมิแคลไซน์แล้ว แทบทั้งหมดจะเป็นผงเกาะกลุ่มแข็งของผลึกเล็กๆขนาดต่างๆกัน การลดขนาดของกลุ่ม (deagglomerate) ไม่สามารถลดทอนถดถอยเป็นผลึกองค์ประกอบขนาดเดิม (primary particle หรือ ultimate crystalline size) ได้หมด แต่จะกลายเป็นกลุ่มแข็งขนาดเล็กลง (smaller agglomerate) เรื่อยๆ ผ่นวกกับไม่มีเกณฑ์แน่นอนในการแยก soft agglomerate ที่เกิดเพราะแรงที่ผิว (surface force) ออกจาก hard agglomerate ซึ่งเป็นการต่อเชื่อมกันจริง (solid bridge) ดังนั้น

-ในการวิเคราะห์ขนาด และการแจกแจงขนาดด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค จะวิเคราะห์เฉพาะส่วนผง ที่ผ่านการกรองขนาดด้วยผ้าไนลอนเบอร์ 120 ($\approx 30\mu\text{m}$.) โดยไม่บดเลย อนุภาคที่ได้จะมีขนาดใหญ่กว่า $30\mu\text{m}$ เล็กน้อยจากการยึดติดของผ้า ไส้ขนาดเล็กลงมาเรื่อยๆ

–ในการวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างด้วยกล้อง SEM จะวิเคราะห์ผงที่ผ่านการกรองขนาด 30µm.ผสมแอลกอฮอล์แล้วอัลตราโซนิกอย่างน้อย 2 ชม.เพื่อให้อนุภาคที่เกาะกลุ่มไม่แตกตัวเพิ่มอีกต่อไป เมื่อเริ่มตกตะกอนแยกชั้น เก็บตัวอย่างเฉพาะส่วนบน ซึ่งเบาที่สุด กำหนดถือเป็นกลุ่มที่มีอนุภาคและกลุ่มอนุภาคขนาดเทียบเท่าผลึกเล็กๆที่เกิดจากการแคลไซน์มากที่สุด ในงานวิจัยนี้ไม่ใช้สารช่วยการกระจายตัว(dispersant หรือ defloculant)และสารลดแรงตึงผิว(surfactant) (ที่นิยมใช้กันมากคือพอลิอะครีเลต) ขนาดของอนุภาคได้จากการวัดโดยตรงจากภาพถ่าย แต่จะสุ่มจากปริมาณไม่มากนัก เพราะเป็นการยากที่จะเก็บค่าจากการวัดโดยตรงจนได้ปริมาณมากพอเป็นตัวแทนได้ เหมือนเช่นเมื่อเทียบกับวิธีวัดโดยตรงของกล้องจุลทรรศน์แสง ซึ่งต้องใช้อุปกรณ์ช่วย เช่น graticule หรือ latex particle จำนวนน้อยที่สุดที่จะต้องวัดคือ 625 ขนาดที่วัดอยู่ในย่าน 1-100µm

3.3.5 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก[39,45,46]

ใช้กล้อง SEM หาขนาดเกรนของเซรามิก โดยใช้วิธีนับช่วงตัด (intercept procedure) เพราะสามารถใช้ได้กับทุกโครงสร้างที่ไม่จำเป็นต้องเป็นแบบแกนสมมูล หรือมีเกรนของเฟสอื่นปนอยู่ (duplex grain) ได้ด้วย ในที่นี้จะเลือกใช้แบบ lineal intercept (or Heyn) procedure เพราะสามารถลดกำลังขยายเพิ่มจำนวนเกรน(ไม่ต่ำกว่า 50เกรน) เพื่อความแม่นยำ ในขณะที่ three-circle (or Abrams) procedure กำหนดจำนวนเกรนในช่วง 70-150 เกรน แม้ว่าจะเป็นวิธีที่ชัดเจน รูปร่างซึ่งไม่ใช่แกนสมมูล โดยทันทีก็ตาม

ค่าที่ได้จากการวัดขนาด จะแสดงเป็นค่าช่วงตัดเฉลี่ย (Heyn intercept: l) และตัวเลขบอกขนาดเกรน (ASTM Grain Size Number ; G) ตามความสัมพันธ์ดังนี้

1) หาช่วงตัดเฉลี่ยของเกรน l

$$l = \frac{1}{n} \quad (3-9)$$

n : จำนวนเฉลี่ยต่อหนึ่งความยาวที่กำลังขยาย $1\times$

สำหรับเกรนรูปร่างใดๆ ก็ตาม $n = (\bar{n}_u \bar{n}_v \bar{n}_w)^{1/3}$ โดย $\bar{n}_u, \bar{n}_v, \bar{n}_w$ คือ จำนวนเฉลี่ยต่อหนึ่งความยาวในทิศทางที่ตั้งฉากกัน ในที่นี้เป็นการหาขนาดจากภาพถ่ายจากระนาบเดียวของชิ้นงาน ดังนั้น $n = \sqrt{\bar{n}_u \bar{n}_v}$ และ $l = \sqrt{l_v l_u}$

$$\bar{n}_u = \frac{0.9 \text{mag}}{U/n_u} \quad (3-10)$$

$\bar{n}_u$: จำนวนเกรนทั้งหมดตลอดทิศทาง u

U : ความยาวรวมทุกช่วงตัดในทิศทาง u ในหน่วย cm.

mag : กำลังขยายของกล้อง (magnitude)

เนื่องจากกล้อง SEM ที่ใช้ ที่กำลังขยาย 15000, 10000, 5000 เท่า ความยาว 1 μm วัดบนรูปถ่ายได้ 1.35, 0.9, 0.45 cm. ตามลำดับ ค่าปรับแก้ของกำลังขยายที่ถูกต้อง จึงไม่ใช่ 1 แต่เป็น 0.9

ค่าความคลาดเคลื่อนรวม Δl อาศัยการคำนวณจาก $dy = \sum \left| \frac{\partial y}{\partial x_i} dx_i \right|$

$$\Delta l = \frac{1}{2} \left(\left| \sqrt{\frac{\bar{l}_u}{\bar{l}_v}} \Delta \bar{l}_v \right| + \left| \sqrt{\frac{\bar{l}_v}{\bar{l}_u}} \Delta \bar{l}_u \right| \right) \quad (3-11)$$

2) ตัวเลขบอกขนาดเกรน G

$$G = 10 - 2 \log_2 L = 10 - \left(\frac{2}{\log 2} \right) \log L \quad (3-12)$$

L : ความยาว l ในหน่วย mm ที่กำลังขยาย 100X สำหรับการวัดในระดับไมโคร ความคลาดเคลื่อนของค่า G ที่ละ 0.5 และ 0.1 สำหรับความแม่นยำ 5% และ 1% ตามลำดับ

นอกจากนั้นจะเป็นการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคโดยสังเกตลักษณะทางกายภาพอื่นๆที่เกิดขึ้น เพื่อเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการตรวจสอบสมบัติกายภาพเบื้องต้น ผล XRD ซึ่งอาจจำเป็นต้องใช้เทคนิค EDS (Energy Dispersive (X-ray) Spectroscopy) ระดับความลึกในการวิเคราะห์ 1-100 μm . [32] ประกอบในการระบุเฟสด้วย ขึ้นกับผลการทดลองที่ได้

3.3.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า[44]

การตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จริง(ϵ_r'), ค่า dissipation factor($\tan \delta$) และค่าอิมพีแดนซ์(Z) เทียบกับการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและความถี่ ซึ่งเริ่มจากการทำซ้ำไฟฟ้าแล้วตรวจสอบด้วย LCZ มิเตอร์

1) การทำซ้ำไฟฟ้า

1 ขัดผิวหน้าเซรามิกให้เรียบขนานกัน ทั้งสองด้านด้วยกระดาษทรายน้ำ จนถึงเบอร์ 1200 แล้วขัดผงอลูมินาและเซรามิกที่ได้ ควรมีค่าสัดส่วนพื้นที่หน้าตัดของหัวต่อความหนาแน่น เพื่อที่จะสามารถอนุโลมให้สนามไฟฟ้าระหว่างหัวทั้งสองเป็นสนามไฟฟ้าขนานได้มากที่สุด เพื่อให้ค่า ϵ^* จากการคำนวณ $C^* = \frac{\int \epsilon' \vec{E} d\vec{A}}{\int \vec{E} d\vec{r}}$ ตรงกับการเปรียบเทียบ $\frac{C^*}{C_0}$,มากที่สุด เพราะ C_0 ที่ใช้ในการทดลองได้โดยคำนวณจากแผ่นหัวขนานอนันต์ ไม่ใช่จากการวัดค่า C_0 ของระบบรูปทรงจริงที่ใช้

2. อบแห้งไล่ไอน้ำหากเซรามิกมีรูพรุนให้น้ำเข้าได้มาก รวมถึงมีสีค่อนข้างขาว การอบแห้งไล่ไอน้ำอาจไม่เพียงพอ ควรต้มในน้ำกลั่นอีกครั้งแล้วค่อยอบแห้ง เพราะสิ่งเจือปนและแร่ธาตุในน้ำที่ใช้ขัดกับกระดาษทรายน้ำ เมื่อถูกเผาที่อุณหภูมิของกาาเงิน จะทำให้เกิดรอยไหม้ในเนื้อเซรามิกได้ ซึ่งเห็นได้หากขัดกาาเงินออก

3. ทาผิวขัดทั้งสองด้านจนถึงขอบด้วยกาวเงินแบบเผา(fired-on silver) ซึ่งยังรักษาสภาพการนำไฟฟ้าได้ดีแม้มีความถี่สูง และไม่เพิ่มค่า ϵ' , $\tan\delta$ เหมือนเช่นกาวเงินแบบทา(silver paint) แล้วเผาแช่ที่ 750 °C นาน 12 นาที อัตราการขึ้นลง 5°C / นาที การทาจนถึงขอบเนื่องจาก การควบคุมพื้นที่ทำได้ดีที่สุด และการแก้ค่าการรบกวนจากการเก็บประจุที่ขอบ(fringing, edge capacitance : C_e) มีน้อยที่สุด สำหรับการวัดแบบ 2 ขั้วที่ไม่มีขั้วค้ำกัน(guard electrode) อยู่รอบๆ

2) การเปรียบเทียบระบบก่อนการวัด

จากรูปแบบของอุปกรณ์ช่วยจับตามรูป 3.1 ทำให้ขั้วกาวเงินที่ด้านทั้งสองของเซรามิกไม่สามารถถูกปรับเทียบโดยการ offset zero พร้อมกับ HP4276A ได้ ดังนั้นจึงยังคงมีผลจาก L_o , C_o จากรูปแบบของขั้วกาวเงินที่ไม่ได้รับการปรับเทียบเข้าปะปนในการวัดด้วยเล็กน้อย เช่นเดียวกับอุปกรณ์ที่มีขาต่อทั่วไป แต่ในกรณีนี้ไม่สามารถแก้ไขค่าโดยสมการ[48:p3-23] เพราะไม่สามารถหาค่าเฉพาะ L_o , C_o , R_o ของขั้วกาวเงินวงกลมขนาดนี้ได้ การรบกวนภายในระบบการวัดเองนี้จึงกลับเข้าสู่รูปแบบเดิม ตามรูป 3.6 แต่ด้วยค่าการรบกวนน้อยลง ค่า C_e เป็นตามสมการ

$$C_e(\text{pF/cm}) = (0.0087-0.00252\ln d) \cdot 2\pi r \quad (3-13)$$

ใช้เมื่อความหนาขั้วน้อยกว่าความหนาชิ้นงานมากๆ และใช้สำหรับขั้ววงกลมไม่มีขั้วค้ำกัน d, r ในหน่วย mm. แม้หน่วย C_e จะไม่ถูกต้อง แต่สามารถให้ค่าประมาณได้ดีพอกับค่าจริง

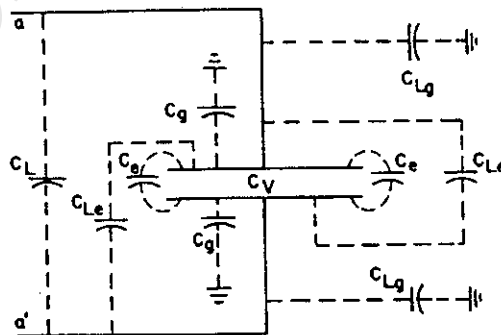
C_L, C_g, C_{Le} = ค่าเก็บประจุของสายต่อต่างๆเทียบกับจุดต่างๆ อาจถือได้ว่ามีค่าน้อย

C_g = ค่าเก็บประจุระหว่างขั้วกับกราวด์ ได้จากการทดสอบเท่านั้น

และเมื่อสมมติให้ C_e, C_g เป็นอิสระจากการสูญเสีย(ซึ่งเป็นจริงสำหรับ C_g ยกเว้นที่ความถี่ต่ำ และจริงสำหรับ C_e เมื่อขั้วมีขนาดเต็มถึงขอบ) ดังนั้นสมการทั่วไปที่จะปรับแก้ค่าจาก $C, \tan\delta$ ให้ได้ค่าจริง C_p (เทียบกับวงจรมานาน) $\tan\delta_p$ ในระบบการวัดสองขั้วคือ

$$C_p = C - (C_e + C_g) \quad (3-14)$$

$$C_p \tan\delta_p = C \tan\delta = C_o \epsilon'' \quad (C_o = \epsilon_o \frac{A}{d}) \quad (3-15)$$



รูป 3.6 รูปแบบความจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นในลักษณะต่างของระบบการวัดแบบมีสายหรือขาต่อ[44]

จะเห็นว่าถึงแม้จะปรับแก้ค่า C_0 จากการคำนวณได้ แต่ค่า C_0 ยังระบุแน่นอนไม่ได้ ยกเว้นจะใช้ระบบการวัดวิธีอื่น ดังนั้นจะใช้ค่า C ในความหมายของ C_p

3) หาค่า ϵ_r' , $\tan\delta$ และ Z

ค่า ϵ_r' ได้จากการเปรียบเทียบค่าความจุไฟฟ้าจริง(C_p)ที่วัดได้จากเครื่อง HP4276A กับความจุไฟฟ้าในสุญญากาศ ซึ่งคำนวณจากแผ่นขั้วขนานอนันต์ในสัดส่วน A/d เดียวกับชิ้นงาน

$$\epsilon_r' = \frac{C_p}{C_0} = \frac{C_p d}{\epsilon_0 A} \quad (3-16)$$

A/d = สัดส่วนเฉลี่ยระหว่างพื้นที่หน้าตัดขั้วไฟฟ้า ต่อความหนา หรือระยะระหว่างขั้ว

ϵ_0 = 8.854(187817) pF/m

C_p = ค่าความจุไฟฟ้า

ค่า $\tan\delta$ และ Z ได้จากการอ่านค่าจาก LCZ มิเตอร์โดยตรง และจะพิจารณาค่า Z ในรูปของ ZA/d แทน เพื่อตัดตัวแปรทางรูปทรงออก

$$\frac{d}{A} \left(\frac{1}{Z^*} \right) = \frac{d}{A} \left(\frac{1}{R_p} + i\omega C_p \right) = \sigma_p + i\omega\epsilon' \quad (3-17)$$

ในที่นี้การวัดเทียบความถี่ จะใช้อุปกรณ์ช่วยจับชิ้นงานแบบสั่นต่อเข้ากับ LCZ มิเตอร์ HP4276A อีกทอดหนึ่ง ปรับความถี่ในย่าน 100 Hz ถึง 20 kHz ซึ่งยังอยู่ในย่านความถี่ต่ำ ($<10^4$ kHz) และการวัดเทียบกับอุณหภูมิใช้อุปกรณ์ช่วยจับชิ้นงานแบบสายยาวมีซิลด์แทน ปรับอุณหภูมิในช่วง 30°C ถึง 240 °C ในน้ำมันซิลิโคน อัตราการขึ้นลงอุณหภูมิ 1°C - 2°C / นาที