

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

นายวิจัยนี้ได้ทำการศึกษา สมบัติเชิงกลของเซรามิก PZT PMN และเซรามิก PZT-PMN โดยเริ่มจากการเตรียมผง PZT และ PMN ด้วยวิธีมีคส์ออกไซด์ แล้วจึงนำผงที่ได้มาผสมกันด้วยสัดส่วนต่างๆ โดยโมล เพื่อเตรียมเป็นเซรามิก จากนั้นจึงทำการตรวจสอบ สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกล เพื่อศึกษาอิทธิพลขององค์ประกอบทางเคมีและอุณหภูมิซินเตอร์ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของเซรามิกที่เตรียมได้ต่อไปโดยมีรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี อุปกรณ์ กระบวนการเตรียม และการหาลักษณะเฉพาะดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 เลดออกไซด์ (lead oxide: PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.2 เซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide: ZrO₂) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.3 ไทเทเนียมออกไซด์ (titanium oxide: TiO₂) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท Carlo-Erba ประเทศสเปน
- 3.1.4 แมกนีเซียมออกไซด์ (magnesium oxide: MgO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ >98 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.5 ไนโอเบียมออกไซด์ (niobium oxide: Nb₂O₅) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศเยอรมัน
- 3.1.6 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol: PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.7 เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- 3.1.8 น้ำกลั่น

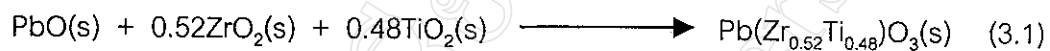
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300
- 3.2.2 กระจกพลาสติกพร้อมฝาปิดใช้สำหรับบดย่อย
- 3.2.3 ลูกบดเซอริโคเนีย
- 3.2.4 ปีกเกอร์ขนาด 100 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- 3.2.5 แท่งกวนสารทำด้วยแม่เหล็กขนาด 2.5 เซนติเมตร
- 3.2.6 เตาแผ่นความร้อน (hot plate)
- 3.2.7 ช้อนตักสาร
- 3.2.8 เทปขาว
- 3.2.9 ครกบดสาร
- 3.2.10 ตู้อบสารอุณหภูมิ 200°C ผลิตโดยบริษัท Griffin Grundy
- 3.2.11 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.12 เตาแผ่นความร้อน (hot plate) ผลิตโดยบริษัท Schott Gerate GMBH รุ่น SLK4
- 3.2.13 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง ผลิตโดยบริษัท Lenton รุ่น 4279
- 3.2.14 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร
- 3.2.15 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก
- 3.2.16 กระดาษทรายเบอร์ 400 600 800 และ 1200
- 3.2.17 ผงขัดอะลูมินาขนาดอนุภาค 1 ไมโครเมตร
- 3.2.18 จานหมุนสำหรับขัดสาร ผลิตโดยบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3
- 3.2.19 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) ผลิตโดยบริษัท Philips Analytical
- 3.2.20 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM 840A
- 3.2.21 เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester) ผลิตโดยบริษัท Matsuzawa รุ่น MXT- α
- 3.2.22 เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester) ผลิตโดย บริษัท Galileo รุ่น Microscan2

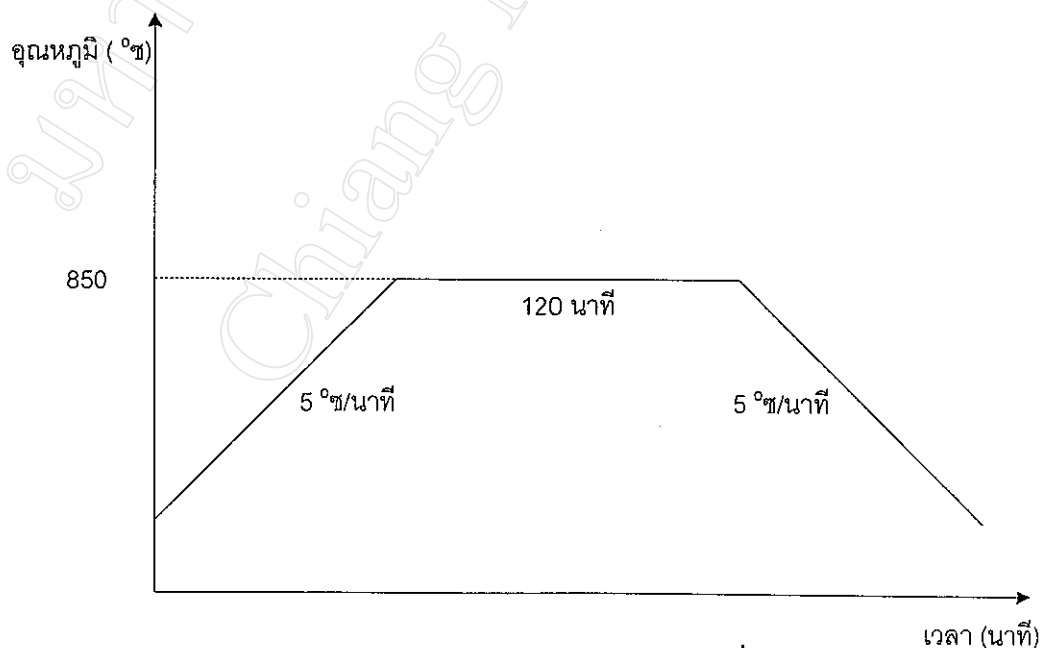
3.3 กระบวนการเตรียมผง

3.3.1 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนต

ได้ทำการเตรียมผง PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ โดยวิธีมีคัลล์ออกไซด์ (รูป 3.4) จากการใช้สาร PbO ZrO_2 และ TiO_2 เป็นสารตั้งต้นโดยอาศัยสมการเคมีที่ 3.1 คือ



เริ่มจากการชั่งสารตามสัดส่วนที่เหมาะสมดังสมการที่ 3.1 แล้วนำมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย เติมน้ำตาลลงไปเพื่อช่วยในการกระจายตัว ปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบ ball-milling เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ทำให้แห้งด้วยเตาแผ่นความร้อนพร้อมกับกวนสารแขวนลอยด้วยแท่งแม่เหล็ก นำผงที่ได้ใส่ลงในถ้วยอะลูมินาไปเผาแคลไซน์โดยมีเงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ (รูป 3.1) เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคระหว่างสารตั้งต้นให้ได้เป็นสารประกอบ PZT [25] จากนั้นจึงนำผงที่ได้ไปตรวจสอบชนิดของเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ต่อไป



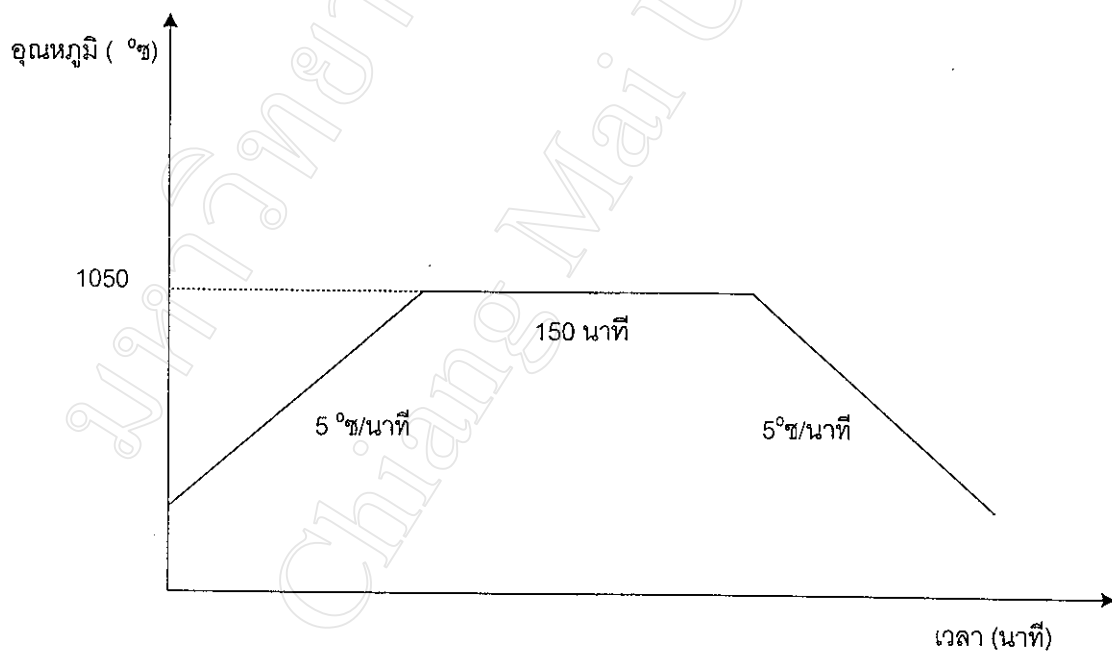
รูป 3.1 แผนผังการเผาแคลไซน์ผง PZT ที่ใช้

3.3.2 การเตรียมผงเลดแมกนีเซียมไนโอเบต

ได้ทำการเตรียมผง PMN ด้วยวิธีโคลัมไบต์ (columbite method) ซึ่งเป็นวิธีการแบบสองขั้นตอน (รูป 3.4) โดยเริ่มจากการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบต (MgNb_2O_6) โดยอาศัยสมการที่ 3.2

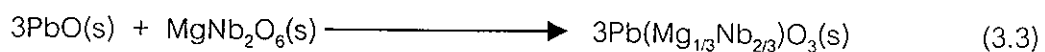


การเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบตจะทำโดยอาศัยวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมผง PZT ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.3.1 จากนั้นจึงนำผงที่ผ่านการผสมแล้วมาใส่ลงในถ้วยอะลูมินา เพื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1050°C ใช้เวลาการเผาประมาณ 2 ชั่วโมง 30 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$ เพื่อให้สารตั้งต้นทำปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นผงโคลัมไบต์ [34]

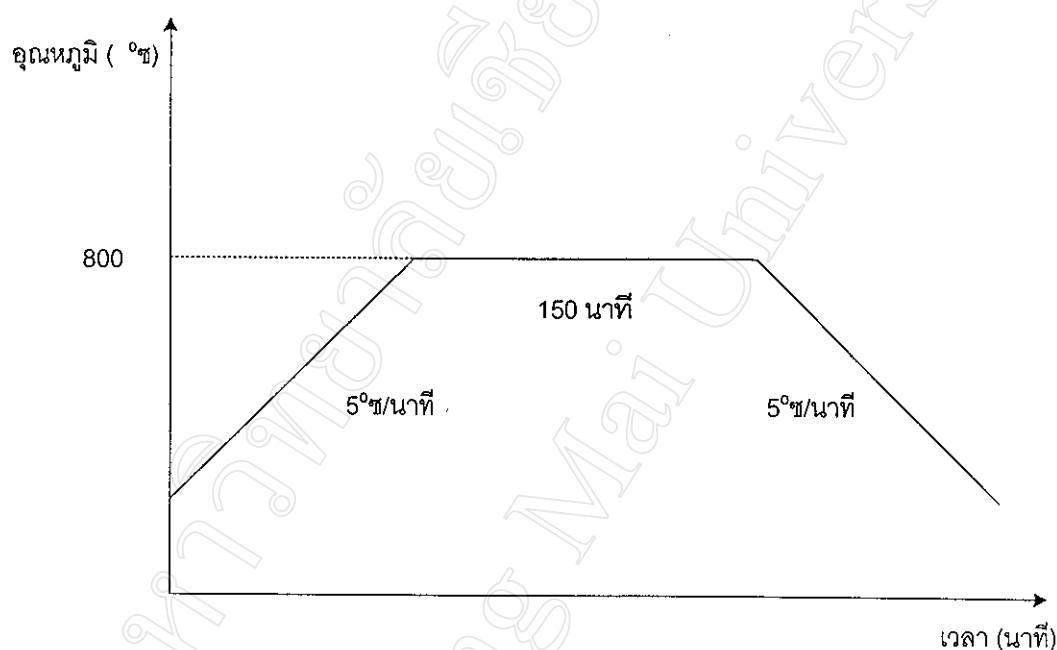


รูป 3.2 แผนผังการเผาแคลไซน์ผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่ใช้

จากนั้นจึงนำผงแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมได้มาผสมกับเลดออกไซด์ (PbO) เพื่อเตรียมเป็นสาร PMN ต่อไปโดยอาศัยสมการ 3.3 คือ



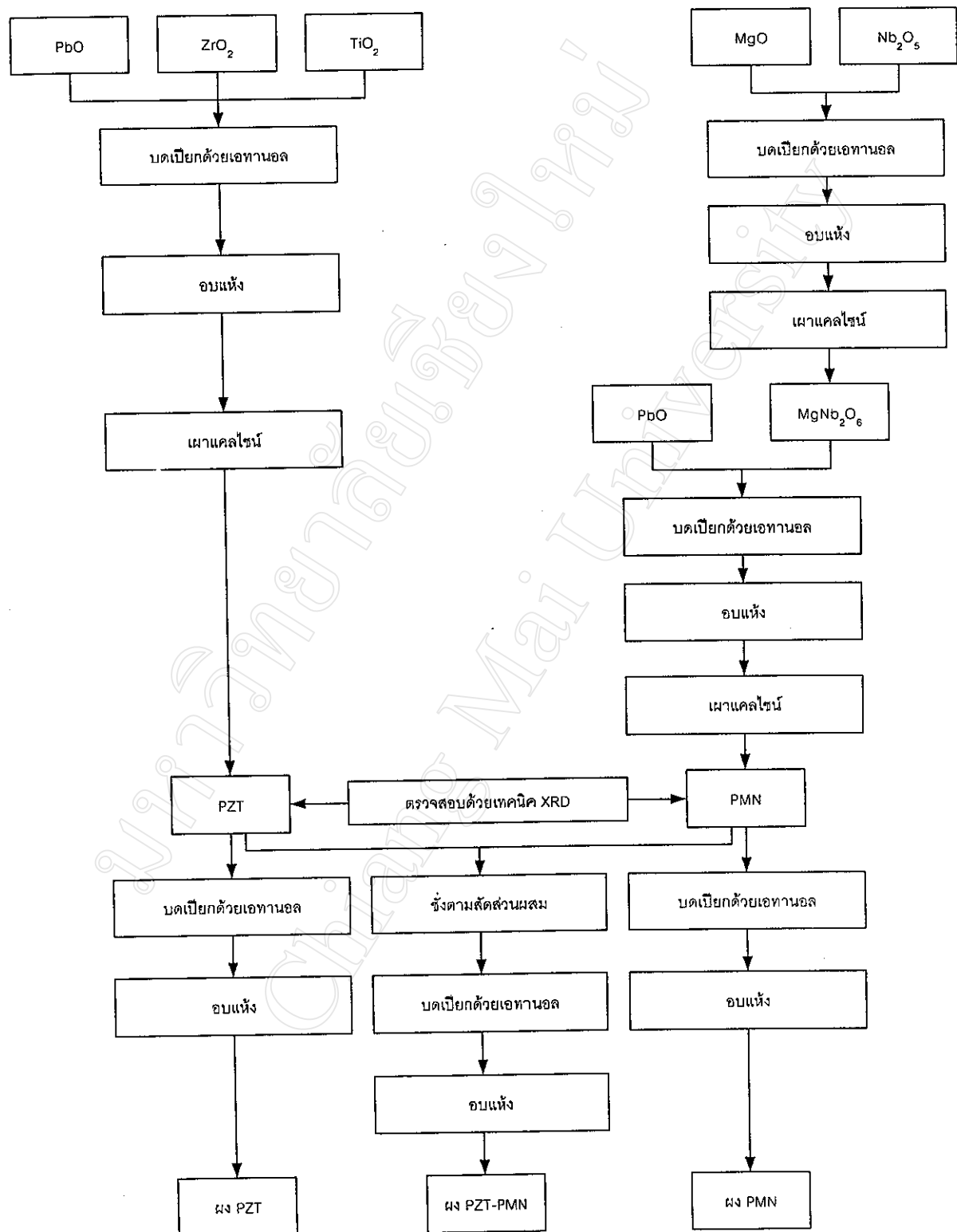
โดยอาศัยขั้นตอนการเตรียมเช่นเดียวกับวิธีการเตรียมผง PZT ที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.3.1 นำผงผสมที่ผ่านการ ball-milling มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C โดยใช้เวลาในการเผาเช่นาน 2 ชั่วโมง 30 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ (รูป 3.4) เพื่อให้เกิดปฏิกิริยารวมตัวกันระหว่างเลดออกไซด์กับแมกนีเซียมไนโอเบตเป็น PMN [34] แล้วจึงนำผงที่ได้มาตรวจสอบชนิดของเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ต่อไป



รูป 3.3 แผนผังการเผาแคลไซน์ผง PMN ที่ใช้

3.3.3 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททานเต-เลดแมกนีเซียมไนโอเบต

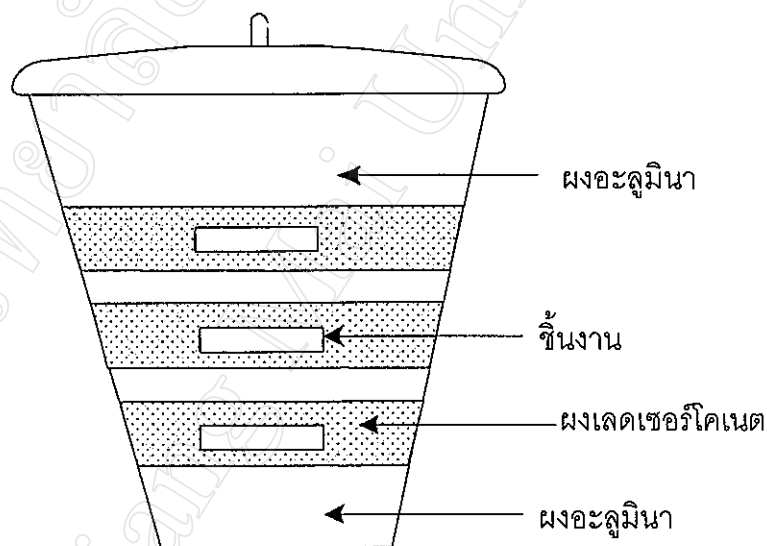
เมื่อเตรียมสาร PZT และ PMN ได้แล้วจึงทำการเตรียมผง PZT-PMN ที่มีอัตราส่วนผสมโดยโมลต่าง ๆ กันคือ 0.9PZT-0.1PMN 0.7PZT-0.3PMN 0.5PZT-0.5PMN 0.3PZT-0.7PMN และ 0.1PZT-0.9PMN ด้วยการนำผง PZT และ ผง PMN ที่เตรียมได้มาผสมให้เข้ากันโดยการใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกับวิธีการเตรียมผง PZT ที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.3.1 ซึ่งขั้นตอนการเตรียมผงนั้นได้แสดงในแผนภาพรูป 3.4



รูป 3.4 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมผง PZT PMN และ PZT-PMN

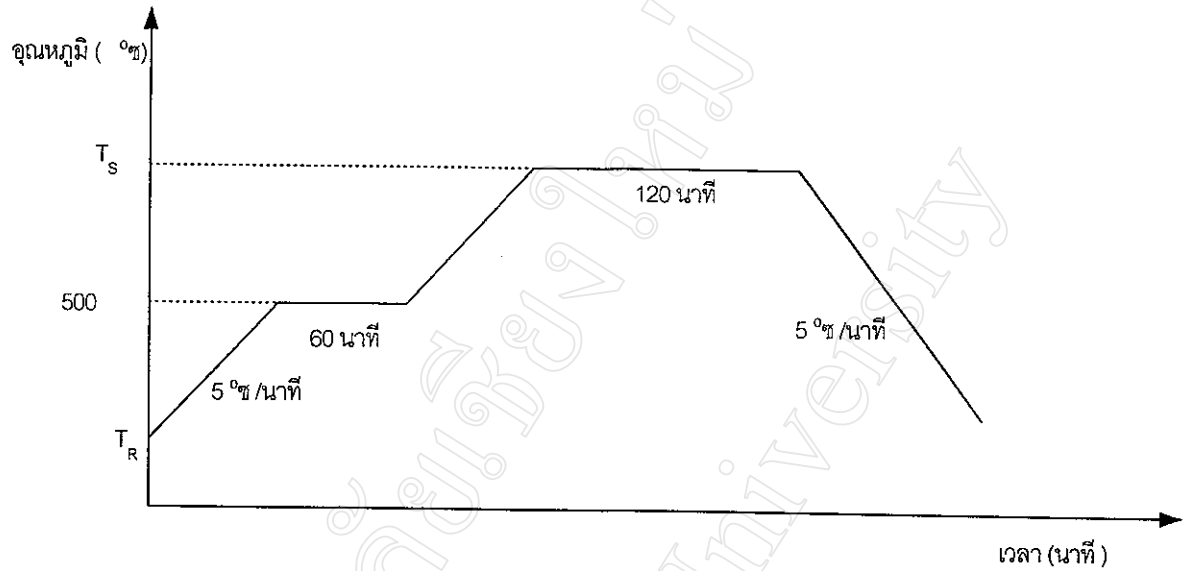
3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก

ได้ทำการเตรียมเซรามิกโดยอาศัยวิธีการดังแผนภาพแสดงขั้นตอนในรูป 3.4 ด้วยการนำผงที่เตรียมได้มาทำการอัดขึ้นรูป (pressing) โดยใช้ PVA ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักเป็นตัวช่วยในการขึ้นรูปให้ชิ้นงานมีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disc) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตรโดยใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิกและแม่พิมพ์โลหะด้วยความดัน 1.5 ตัน เป็นเวลา 30 วินาทีแล้วจึงนำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว (green body) มาจัดเรียงลงใน ถ้วยอะลูมินา กลับขึ้นงานด้วยผงเลดเซอร์โคเนตก่อนที่จะกลับทับอีกครั้งด้วยผงอะลูมินาแล้วจึงปิดฝาดังแสดงในรูป 3.5 นำไปเผาขึ้นเตอร์ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง $1000-1300^{\circ}\text{C}$



รูป 3.5 ลักษณะการจัดชิ้นงานสำหรับการเผาขึ้นเตอร์

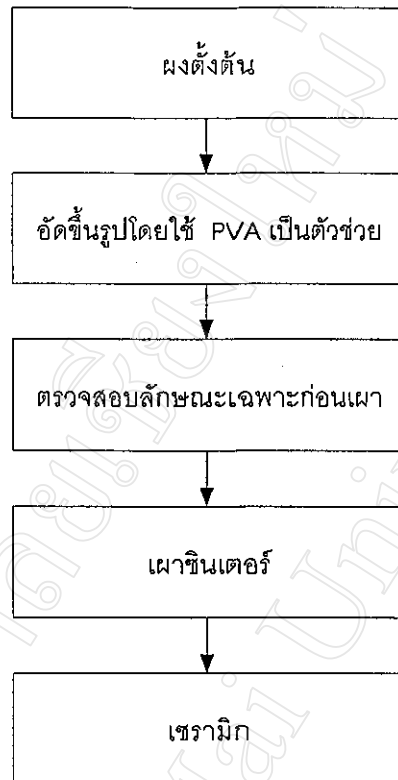
ในการเผาเซรามิกซึ่งจะต้องทำการเผาแช่ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมงก่อนเพื่อให้ PVA แล้วจึงค่อยเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นต่อไปจนถึงอุณหภูมิที่ต้องเผาขึ้นเตอร์ (T_s) ดังแสดงในแผนผังรูป 3.6 ซึ่งขั้นตอนการเตรียมเซรามิกนั้นได้แสดงในแผนภาพรูป 3.7



รูป 3.6 แผนผังแสดงการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เซรามิกที่ใช้
เมื่อ T_S คืออุณหภูมิซินเตอร์ ส่วน T_R คืออุณหภูมิห้อง

ตาราง 3.1 แสดงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์

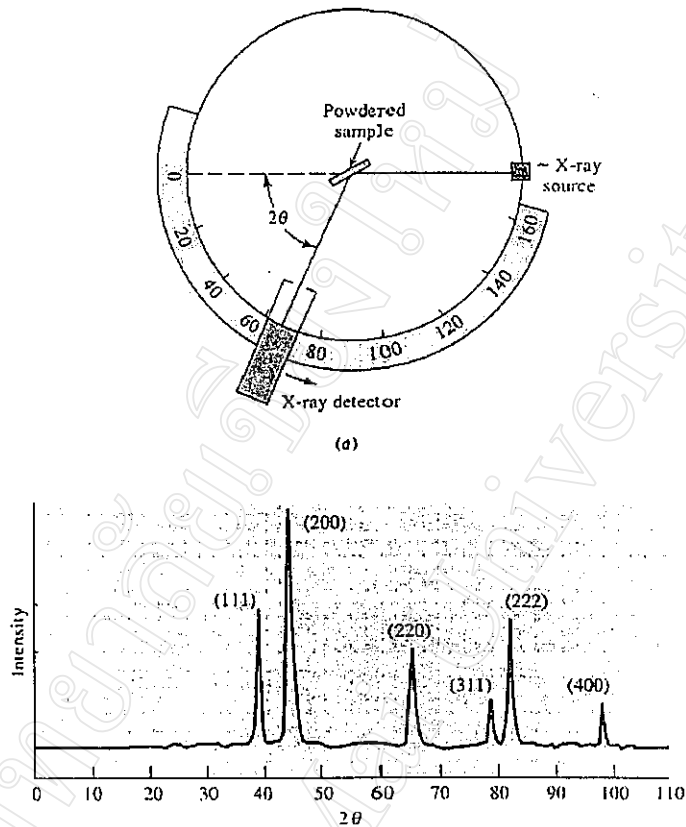
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300
PZT							
0.9PZT-0.1PMN							
0.7PZT-0.3PMN							
0.5PZT-0.5PMN							
0.3PZT-0.7PMN							
0.1PZT-0.9PMN							
PMN							



รูป 3.7 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมเซรามิกในระบบ PZT-PMN

3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผลึกที่มีโครงสร้างเป็นรูปผลึก และมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างเป็นระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบนมาจากชุดระนาบเดียวกัน เมื่อนำเครื่องตรวจจับ (detector) มาวางที่ตำแหน่งมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารประกอบแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง ลักษณะของการตรวจสอบและรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นแสดงดังรูป 3.8



รูป 3.8 ลักษณะการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และ ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [12]

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD

- 3.5.1 นำผง PZT และ PMN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์มาบดให้ละเอียด
- 3.5.2 นำสารตัวอย่างบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง (sample holder) เกลียให้เรียบโดยใช้กระจกสไลด์ โดยที่พื้นผิวของสารตัวอย่างจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกับแผ่นบรรจุสาร
- 3.5.3 ใส่แผ่นบรรจุสารตัวอย่างที่เตรียมในข้อ 3.5.2 ในเครื่อง XRD
- 3.5.4 เริ่มเดินเครื่องโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เป็น 0° และมุมสุดท้ายมีค่า 2θ เป็น 60°
- 3.5.5 ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม กับมุม 2θ นำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบลักษณะเฟสของ PZT และ PMN ที่เกิดขึ้น

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

3.6.1 การหาค่าความหนาแน่น (density)

ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้ โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของ Archimedes ทำการทดลองโดยนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมงทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศแล้วจึงนำมาชั่งในน้ำ (w_3) และชั่งขณะเปียก (w_2) หลังจากนั้นนำเซรามิกไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ให้แห้งก่อนนำมาชั่งในอากาศอีกครั้งหนึ่ง (w_1) แล้วจึงทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการ 3.4

$$\rho_c = (w_1 / (w_2 - w_3)) \times \rho_{H_2O} \quad (3.4)$$

เมื่อ ρ_c และ ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของเซรามิกและของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง

w_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ

w_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก

w_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

3.6.2 การหาค่าการหดตัวหลังเผา (firing shrinkage)

หลังจากทำการเผาชิ้นเตอร์เซรามิกแล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้มาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังเผาในรูปของการหดตัวเชิงปริมาตร (volume shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของชิ้นงานเซรามิกก่อนและหลังการเผาชิ้นเตอร์ จากนั้นจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาปริมาตรของชิ้นงานทั้งก่อนและหลังเผาโดยอาศัยสมการ 3.5 คือ

$$V = \pi r^2 \times d \quad (3.5)$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรของชิ้นงาน

r คือ รัศมีของชิ้นงาน และ

d คือ ความหนาของชิ้นงาน

แล้วจึงนำปริมาตรหลังเผา (V_2) มาเปรียบเทียบกับปริมาตรของเซรามิกก่อนเผา (V_1) เพื่อคำนวณหาร้อยละของการหดตัวของเซรามิกจากสมการ 3.6

$$S = ((V_1 - V_2) / V_1) \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ S คือ ร้อยละของการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก
ส่วน V_1 และ V_2 คือ ปริมาตรของเซรามิกก่อนและหลังเผาขึ้นเตอร์

3.6.3 การหาปริมาณน้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา (weight loss)

ได้ทำการตรวจสอบปริมาณสารที่สูญเสียไปเนื่องจากกระบวนการเผาขึ้นเตอร์ โดยใช้น้ำหนักของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปเป็นตัวบ่งบอกถึงปริมาณของสารที่สูญเสียไปอันเนื่องมาจากความร้อนที่ให้แก่เซรามิกระหว่างการเผา โดยคิดเป็นร้อยละของน้ำหนักของสารตั้งต้นก่อนและหลังเผาซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ 3.7

$$W_{loss} = ((W_1 - W_2) / W_1) \times 100 \quad (3.7)$$

เมื่อ W_{loss} คือ ร้อยละของน้ำหนักชิ้นงานที่สูญเสียไปเนื่องจากการเผา
ส่วน W_1 และ W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกก่อนและหลังการเผา

3.7 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

สำหรับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคนั้นจะทำโดยการนำชิ้นงานเซรามิก PZT-PMN ที่มีสัดส่วนองค์ประกอบต่างๆที่ผ่านการขึ้นเตอร์ด้วยเงื่อนไขของอุณหภูมิที่แตกต่างกันมาตรวจสอบด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อที่จะนำข้อมูลที่ได้มาใช้ในการประกอบการอธิบายสมบัติเชิงกลที่ทดสอบได้

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างดังต่อไปนี้

- 3.7.1 นำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาดด้วยการใช้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลานานประมาณ 30 นาทีเพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวของชิ้นงาน
- 3.7.2 จากนั้นนำไปอบในตู้อบที่มีอุณหภูมิประมาณ 80°C เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมงเพื่อให้ชิ้นงานแห้ง
- 3.7.3 หักชิ้นงานตัวอย่างให้มีขนาดเล็กลงแล้วจึงนำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stub) ด้วยเทปกาวสองหน้า โดยจัดให้บริเวณทั้งที่เป็นลักษณะของผิวหน้า (free surface) และรอยหัก (fracture surface) วางตัวอย่างในแนวที่เหมาะสมแก่การตรวจสอบ
- 3.7.4 ทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 8 นาที ก่อนจะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานต่อไป

3.8 การทดสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก

เริ่มต้นจากการเตรียมเซรามิกที่จะนำมาทำการทดสอบโดยการขัดผิวของเซรามิกด้วยกระดาษทราย เบอร์ 400 800 และ 1200 ตามลำดับ แล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้มาขัดด้วยผงขัดอะลูมินาที่มีความละเอียดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรอีกครั้ง เพื่อที่จะทำให้ผิวทั้งสองด้านของเซรามิกอยู่ในแนวระนาบและเรียบอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นจึงนำเซรามิกที่ผ่านกระบวนการขัดไปอบในตู้อบที่มีอุณหภูมิประมาณ 80°C เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง เพื่อให้แห้ง หลังจากนั้นจึงนำชิ้นงานมาทำการทดสอบสมบัติเชิงกลต่างๆซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.8.1 การหาค่าความแข็งของเซรามิก (hardness)

ได้ทำการวัดค่าความแข็งด้วย วิธีการกด (indentation technique) โดยนำชิ้นเซรามิกที่ผ่านกระบวนการเตรียมแล้วมาทำการทดสอบ เพื่อหาค่าความแข็งทั้งในรูปของความแข็งในหน่วยของนูนและความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ ของเซรามิกที่มีสัดส่วนองค์ประกอบต่างๆโดยใช้เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester :Matsuzawa MXT- α และ Galileo Microscan2) แล้วยังนำค่าความแข็งที่ได้มาประกอบกับค่ามอดุลัสของยัง เพื่อที่จะนำมาคำนวณหาค่าความต้านทานต่อรอยแยก

ต่อไปซึ่งการหาค่าความแข็งในหน่วยของนูนสามารถคำนวณได้จากสมการ 3.8 และ ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์จากสมการ 3.9 [15]

$$HK = (14.23 \times P) / d^2 \quad (3.8)$$

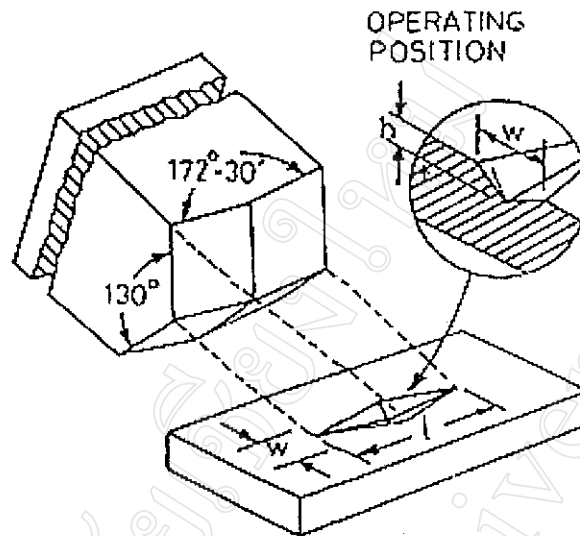
เมื่อ HK คือ ค่าความแข็งในหน่วยของนูน
 P คือ น้ำหนักที่ให้กับหัวกด และ
 d คือ ค่าความยาวของรอยกด

$$HV = (1.8185 \cdot 10^{10} \times P) / d^2 \quad (3.9)$$

เมื่อ HV คือ ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์
 P คือ น้ำหนักที่ให้แกหัวกด และ
 d คือ ความยาวเฉลี่ยของรอยกด

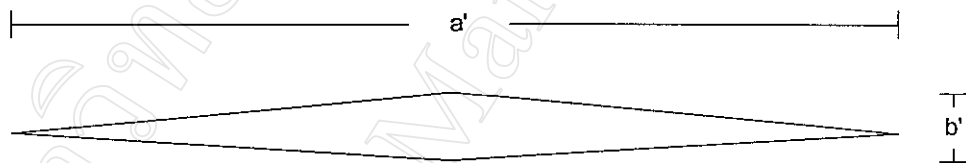
3.8.2 การหาค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus)

ได้ทำการหาค่ามอดูลัสของยังของชิ้นงานโดยอาศัยการคำนวณจากขนาดของรอยกดที่เกิดขึ้นด้วยวิธีการกดด้วยหัวกดนูน (Knoop indentation technique) โดยใช้เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester :Matsuzawa MXT- α) ที่ใช้แรงในการกดขนาด 50 กรัมแรง (gf) หลังจากการใช้หัวกดนูนแล้วรอยกดบนผิวของชิ้นงานจะมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูนตกค้างที่ผิวของเซรามิก โดยที่รอยกดนี้จะมีขนาดเล็กกว่าขนาดของหัวกดเนื่องจากตอนที่ถอนหัวกดออกจากผิวของชิ้นงานเซรามิก เซรามิกจะเกิดการคืนตัวแบบยืดหยุ่นทำให้เส้นทแยงมุมด้านสั้นมีค่าลดลงในขณะที่เส้นทแยงมุมด้านยาวนั้นแทบจะไม่มีเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นเลย พฤติกรรมการยืดหยุ่นนี้จะสัมพันธ์กับอัตราส่วนระหว่างค่าความแข็งกับค่ามอดูลัสของยังในชิ้นงานเซรามิกแต่ละชนิด จึงทำให้สามารถทำการคำนวณหาค่ามอดูลัสของยังของชิ้นงานได้จากสมการ 3.10 [17]



รูป 3.9 ลักษณะการกดผิวชิ้นงานด้วยหัวกดรูป

เมื่อ w คือ ความกว้างของรอยกด l คือ ความยาวของรอยกด และ h คือ ความลึกของรอยกด



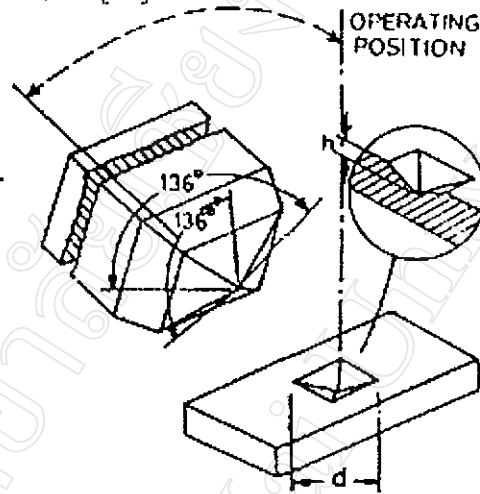
รูป 3.10 ลักษณะรูปร่างของรอยกดที่เกิดจากหัวกดรูป

$$E = \alpha HK [(b/a) - (b'/a')] \quad (3.10)$$

- เมื่อ E คือ ค่ามอดุลัสของยัง (GPa)
- α คือ ค่าคงที่ที่ได้จากผลการทดลองของ Marshall และคณะ [14]
สำหรับเซรามิกโดยทั่วไปมีค่าประมาณ 0.45
- HK คือ ค่าความแข็งในหน่วยของนูน (GPa)
- b/a คือ ค่าอัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของหัวกดด้านสั้นต่อ
เส้นทแยงมุมของหัวกดด้านยาวสำหรับหัวกดรูปนั้นมีค่า
ประมาณ 1/7.11
- b'/a' คือ ค่าอัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านสั้นต่อ
เส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาว

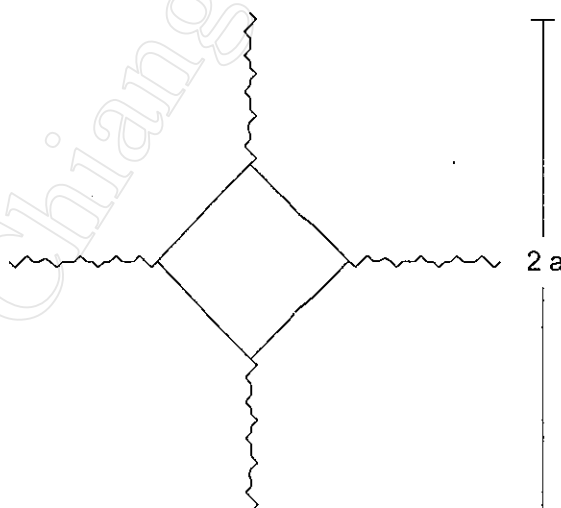
3.8.3 การหาค่าความต้านทานต่อรอยแตก (fracture toughness, K_{Ic})

ทำการหาค่า K_{Ic} ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้หัวกดวิกเกอร์ของเครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester: Galileo Microscan2) กดลงบนผิวของชิ้นงานโดยใช้น้ำหนักในการกดขนาด 1000 กรัมแรง (gf) เพื่อที่จะทำให้ผิวหน้าเซรามิกเกิดเป็นรอยแตกจากมุมทั้งสี่ของหัวกด แล้วนำมาคำนวณโดยใช้สมการ 3.11 [18]



รูป 3.11 ลักษณะการกดผิวชิ้นงานด้วยหัวกดวิกเกอร์

เมื่อ d คือ ความยาวของรอยกด และ h คือ ความลึกของรอยกด



รูป 3.12 ลักษณะรูปร่างของรอยแตกที่เกิดขึ้นจากการใช้หัวกดแบบวิกเกอร์

เมื่อ a คือ ความยาวของรอยแตกจากจุดศูนย์กลาง

$$K_{Ic} = 0.016(E/HV)^{1/2}(P/C^{3/2}) \quad (3.11)$$

เมื่อ	K_{Ic}	คือ ค่าความต้านทานต่อรอยแตกของเซรามิก ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
	E	คือ ค่ามอดูลัสของยังที่ได้จาก 3.8.2 (GPa)
	HV	คือ ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (GPa)
	P	คือ น้ำหนักที่กด และ (MPa)
	C	คือ ความยาวของรอยแตกที่เกิดขึ้นจากหัวกด (m)

หลังจากที่ทำการทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานเซรามิกทั้งหมดแล้วจึงนำข้อมูลที่ได้มาศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบทางเคมีที่มีต่อสมบัติเชิงกลของเซรามิกในระบบ PZT-PMN