

### บทที่ 3

#### วิธีการทดลอง

ในการทดลองครั้งนี้ได้ทำการศึกษา วัสดุผสมพีโซอิเล็กทริก แบบ 0-3 ระหว่าง พีแซดทีกับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงซึ่งเป็นเทอร์มัลพลาสติก โดยให้พีแซดทีเป็น dispersed phase และพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงเป็น matrix phase จากนั้นศึกษาโดยศึกษาสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติไดอิเล็กตริก ค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกของวัสดุผสมโดยการศึกษาผลของความหนาแน่นของวัสดุผสมขั้นตอนในการเตรียมวัสดุผสม, ผลของเวลาและสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการโพลวัสดุและสมบัติของกายภาพต่างๆ

#### 3.1 การเตรียมสารพีโซอิเล็กทริกเซรามิก พีแซดที ที่ใช้ในวัสดุผสม

Dispersed phase ที่เลือกใช้ในวัสดุผสม 0-3 ในการทดลองนี้คือ เซรามิก พีแซดที โดยใช้วิธีการเตรียมแบบ Solid state reaction หรืออาจเรียกว่า mixed oxide การเลือกใช้วิธี mixed oxide เนื่องจากสารตั้งต้นราคาถูก และยังสามารถทำการเตรียมได้ในปริมาณมาก โดยใช้สารตั้งต้น เป็นสารประกอบออกไซด์ ซึ่งประกอบด้วย เลดออกไซด์ (lead oxide : PbO) เซอร์โคเนตออกไซด์ (Zirconate oxide :  $ZrO_2$ ) ทิตาเนตออกไซด์ (titanate oxide :  $TiO_2$ ) โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1 : 0.52 : 0.48 พร้อมกับเจือแมงกานีสออกไซด์ (manganese oxide  $MnO_2$ ) ประมาณ 0.4 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักทั้งหมด เตรียมสารตั้งต้นมวลสุทธิ 602.4 g ปริมาณสารแต่ละชนิดแสดงดังตาราง 3.1

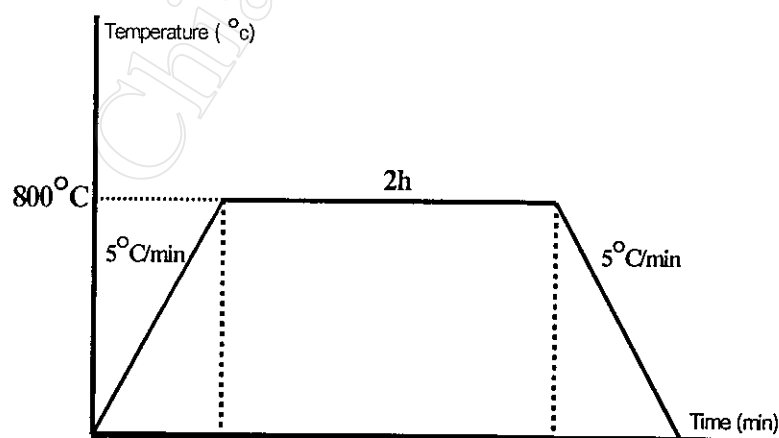
ตารางที่ 3.1 แสดงจำนวนน้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้เตรียมผงพีแซดที

| ชื่อสาร | ที่มา | ความบริสุทธิ์ | มวลโมเลกุล | มวลที่ใช้ | ลักษณะสี   |
|---------|-------|---------------|------------|-----------|------------|
| PbO     | Fluka | 99.0%         | 223.19     | 411.26304 | ผงสีเหลือง |
| $ZrO_2$ | Fluka | 99.0%         | 123.22     | 118.06728 | ผงสีเทา    |
| $TiO_2$ | Fluka | 99.5%         | 79.90      | 70.66968  | ผงสีขาว    |
| $MnO_2$ | Fluka |               | 86.94      | 2.4       | ผงสีดำ     |

โดยชั่งสารด้วยเครื่องชั่งแบบดิจิตอล (digital) ความละเอียด 0.0001 mg รุ่น AB2.04 (Mettler Toledo, Switzerland) สามารถชั่งได้สูงสุดไม่เกิน 210 g ผสมสารตั้งต้นกับตัวช่วยกระจาย (disperseing agent) โดยใช้เอทานอล (ethanol  $C_2H_5OH$ ) ความบริสุทธิ์ 99.97% การใช้เอทานอลเป็น

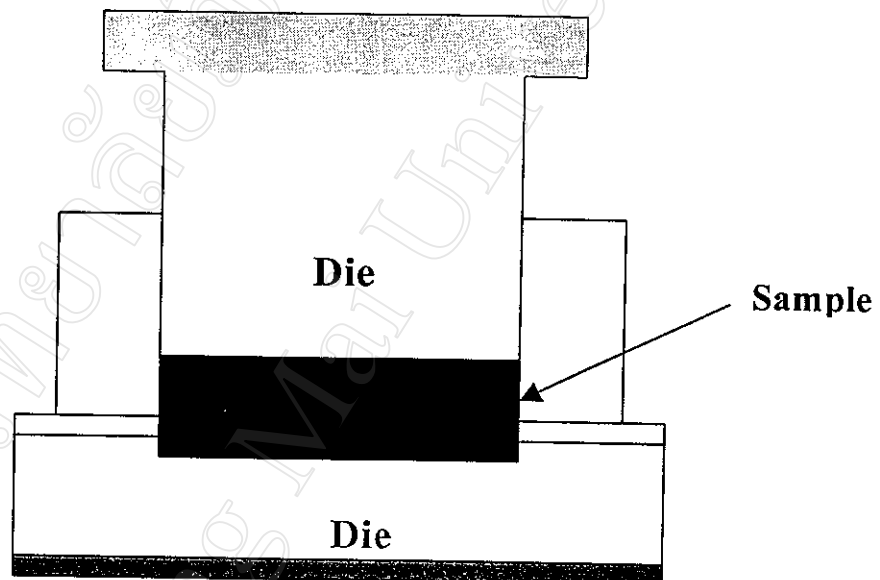
ตัวทำละลายเนื่องจากเอธานอลไม่ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น และเป็นสารที่ระเหยง่ายจากนั้นบรรจุสารละลายในภาชนะซึ่งเป็นกระป๋องพลาสติก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางพร้อมกับใส่ลูกบด (grinding media) โดยลูกบดที่เลือกใช้ทำด้วยเซอร์โคเนีย โดยเลือกใช้ลูกบด 2 ขนาดคือ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง  $3/8'' \times 3/8''$  และขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางขนาด  $1/8'' \times 1/8''$  โดยใส่ประมาณ 1 ใน 3 กระป๋องปิดฝาให้แน่นด้วยเทปในลอนเพื่อกันมิให้สารตั้งต้นไหลซึมออกมาพร้อมกับนำกระป๋องไปวางบนโรล (roll) ของเครื่องผสมสารแบบ ball-mill โดยมีมอเตอร์เป็นตัวหมุนแกนเหล็กด้วยความเร็ว 60 รอบต่อนาที ทำการ ball-mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้จังหวะการหมุนคือ หมุน 4 ชั่วโมงพัก 2 ชั่วโมง ทำจนครบการหมุน 24 ชั่วโมง เพื่อให้ลูกบดช่วยผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันและกระจายตัวผสมกันอย่างสม่ำเสมอเรียกวิธีการนี้ว่า wet ball-mill

หลังจากผ่านกระบวนการ ball-mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนำสารละลายที่ได้ระเหยเอาเอธานอลออกโดยตั้งบนเตาความร้อน (heater) พร้อมกับคนสารด้วย magnetic stirrer ไปด้วย จนเอธานอลระเหยออกจนหมด สารที่ได้จะมีลักษณะหมาดๆ นำสารละลายที่ได้เข้าอบกับตู้อบที่อุณหภูมิ  $100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้แน่ใจว่าเอธานอลได้ระเหยไปหมดแล้ว ลักษณะของสารจะแห้งและจับตัวเป็นก้อน มีลักษณะเป็นสีเหลืองอ่อนนำสารที่ได้มาบดด้วยครกหยก (agate mortar) พร้อมกับร่อนด้วยไนลอนเบอร์ 120 ( $\sim 80\mu\text{m}$ ) จากนั้นนำสารที่ผ่านไนลอนเบอร์ 120 ( $\sim 80\mu\text{m}$ ) แล้วใส่ในถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) พร้อมกับปิดฝาซึ่งถ้วยนี้สามารถทนความร้อนได้สูงถึง  $1600^{\circ}\text{C}$  จากนั้นนำถ้วยเข้าสู่กระบวนการเผาแคลไซน์ โดยการเผาแคลไซน์พีแซดที่ในการทดลองนี้ใช้อุณหภูมิ  $800^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเท่ากับ  $5^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที พร้อมกับแช่อุณหภูมิดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์

โดยแช่อุณหภูมิที่  $800^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยากลายเป็นสารพีแซดที่ทั้งหมด สำหรับเตาเผาที่เลือกใช้ในการแคลไซน์สารนั้นใช้เตา Lenton Furnaces Unit C2, Valley way, Welland Industrial, Estate Market, Hargorough, Leicestershire, LE 167 PS ซึ่งใช้หลักการเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานความร้อนภายในประกอบด้วยวัสดุฉนวนเพื่อกักเก็บความร้อนให้คงอยู่ สามารถควบคุมการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิด้วยวงจรอิเล็กทรอนิกส์ พร้อมกับตั้งโปรแกรมควบคุมการเพิ่มและลดอุณหภูมิได้ตามต้องการโดยผ่านตัวควบคุม (cortroller) หลังจากผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์แล้วสารตั้งต้นจะกลายเป็น Solid Solution พีแซดที่มีลักษณะจับตัวกันเป็นก้อนสีเหลือง ทำการลดและร้อนผ่านตะแกรงไนลอนเบอร์ 120 ( $\sim 80\mu\text{m}$ ) จะได้ผงพีแซดสำหรับการขึ้นรูป

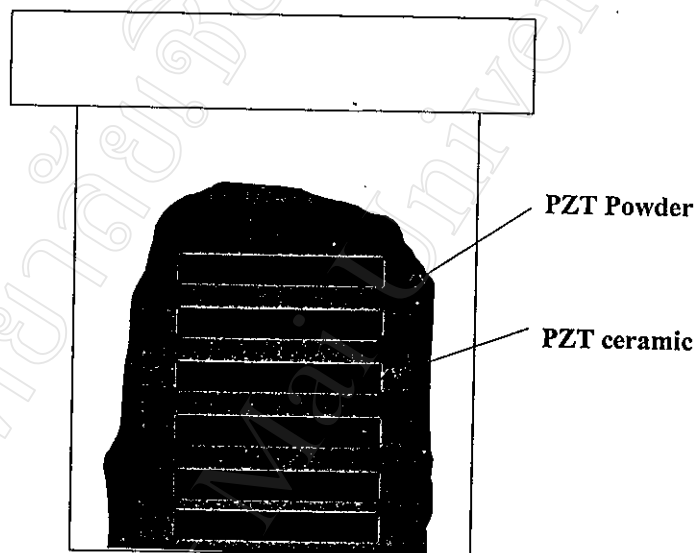


รูปที่ 3.2 แสดงแบบแม่พิมพ์โลหะที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป

เนื่องจากจากผงพีแซดที่ ได้จากกระบวนการแคลไซน์นั้นมีขนาดของเกรนไม่สมบูรณ์จึงต้องทำการขึ้นรูปโดยกระบวนการอัดโดยใช้แรงดัน (dry-pressing) เพื่อให้ได้ขนาดของเกรนที่เหมาะสม ลักษณะการอัดจะอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นจานกลม (disc) โดยเลือกใช้แม่พิมพ์โลหะ (die) [Kbr Oekket Die, JAPAn SPECTROSCOPIC CO, LTD] อัดด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (Rikon Seiki Co Ltd, China) โดยใช้ความดันประมาณ  $60\text{ kgf/cm}^2$  ที่ไว้ประมาณครึ่งชั่วโมง ได้เม็ดพีแซดที่ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 27 มิลลิเมตร หนาประมาณ 4.5 มิลลิเมตร (โดยการเตรียมสารใส่พิมพ์แต่ละครั้งใช้ผงพีแซดที่มวล 10 กรัม) โดยแสดงลักษณะการอัดขึ้นรูปดังรูปที่ 3.2

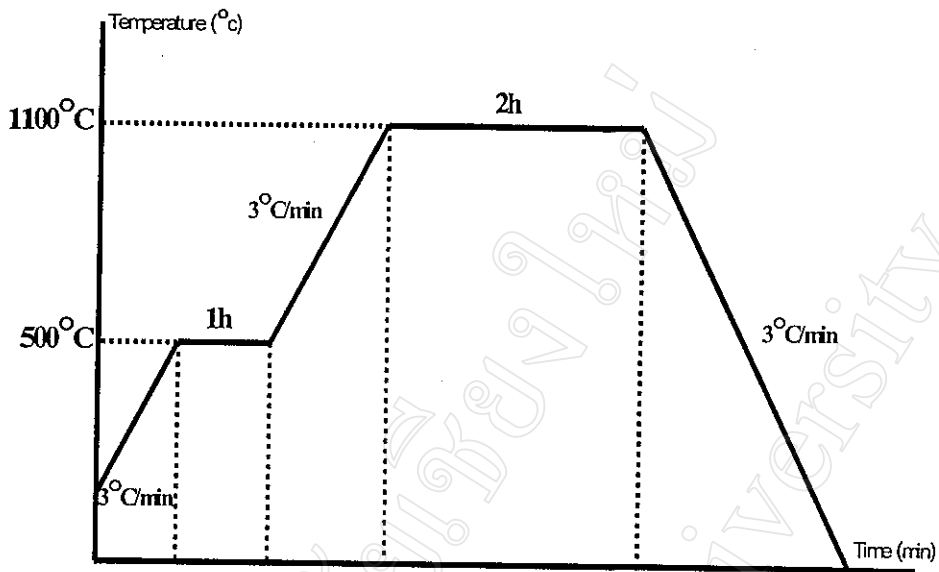
### 3.1.1 ขั้นตอนการเผาซินเตอร์

นำเม็ดสารพีแซดที่อัดขึ้นรูปด้วยความดันมาใส่เรียงในถ้วยเซอร์โคเนียหลังจากที่เรียงเม็ดสารเป็นชั้นๆ แล้วทำการกลบด้วยผงพีแซดที่ จนเม็ดสารทั้งด้านข้างและด้านบน เพื่อเพิ่มบรรยากาศของ PbO ในขณะทำการเผาซินเตอร์ เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์นั้นสูงกว่าจุดหลอมเหลวของ PbO ดังนั้น PbO จะเกิดการระเหยออก ดังนั้นวิธีแก้ไขคือเพิ่มบรรยากาศ PbO ให้สารพีแซดที่โดยการกลบให้ PbO ในเม็ดสารไม่ระเหยหรือระเหยให้น้อยที่สุด พร้อมกับปิดฝาถ้วยเซอร์โคเนียให้สนิทดังรูปที่ 3.3

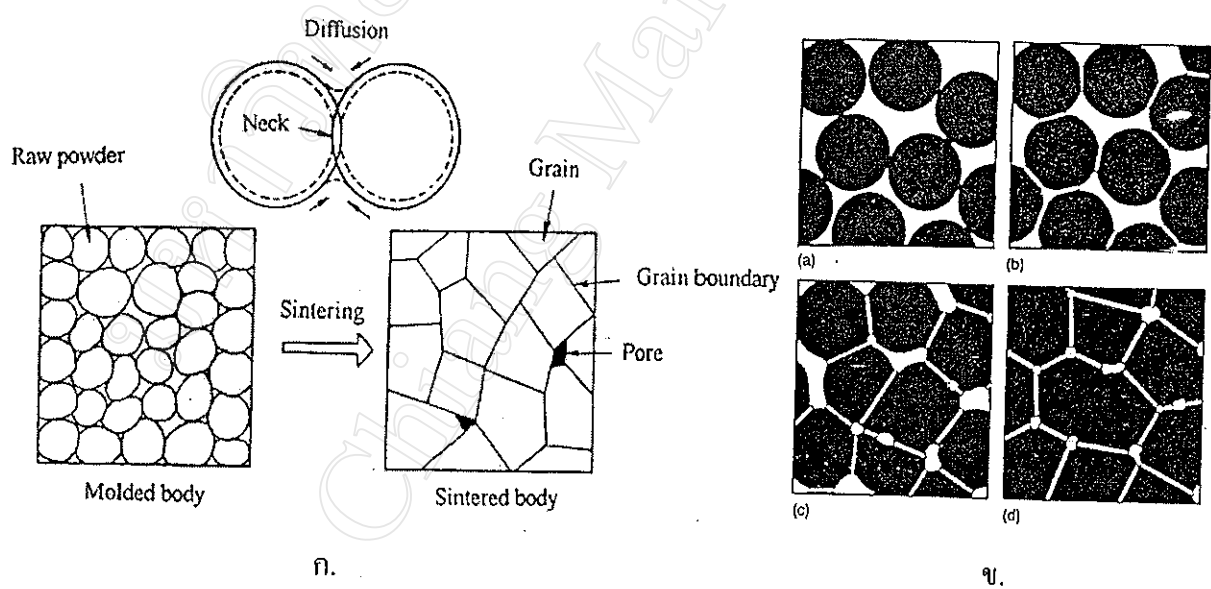


รูปที่ 3.3 แสดงการจัดเรียงเม็ด พีแซดที่ และการกลบด้วยผงพีแซดที่  
เพื่อมิให้ PbO เกิดการระเหยออกไป

จากนั้นเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ  $1100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงโดยใช้อัตราเพิ่มและลดอุณหภูมิเท่ากับ  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  โดยแช่อุณหภูมิไว้ที่  $500^{\circ}\text{C}$  เพื่อไล่สารอินทรีย์ที่ปะปนอยู่ในเม็ดพีแซดที่เป็นเวลา 1 ชั่วโมงหลังจากสารผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ  $1100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงดังรูปที่ 3.4 ผงพีแซดที่จะกลายเป็นเซรามิกพีแซดที่ เนื่องจากการเผาซินเตอร์จะทำให้อะตอมของสารเกิดการแพร่เข้าหากันและเชื่อมติดกันมิใช่หลอมรวมกันเกิดเป็นลักษณะของรอยคอดที่เรียกว่า neck และอุณหภูมิที่สูงและเวลาที่ยาวนานพอจะทำให้ neck เกิดการโตขึ้น ส่งผลให้ช่องว่างภายในระหว่างเกรนนั้นลดลง ส่งผลให้สารมีความหนาแน่นสูงขึ้นดังแสดงดังรูป 3.5



รูปที่ 3.4 แสดงอุณหภูมิที่ใช้เพื่อเผาผงพีแซดทีให้เป็นเซรามิกพีแซดที



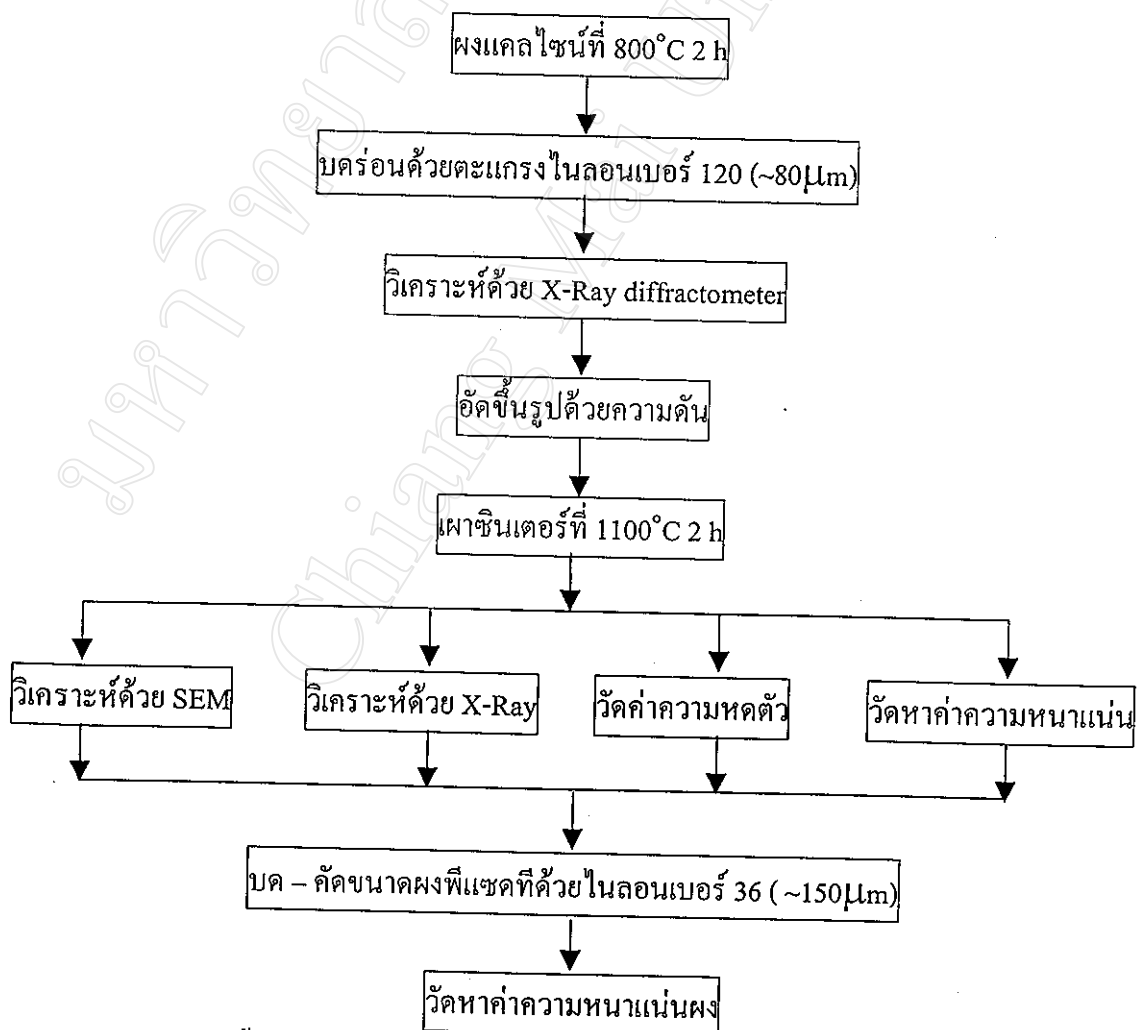
รูปที่ 3.5 ก. แสดงลักษณะการเกิด Neck ขึ้นเมื่อสารผ่านกระบวนการ ซินเตอร์  
 ข. แสดงลักษณะการเกิดเกรนและช่องว่างภายในระหว่างเกรนที่ลดลง  
 ส่งผลให้สารมีความหนาแน่นสูงขึ้น

### 3.1.2 ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกโดยวิธีการบด – ร่อน

เมื่อผงพีแซดที่ได้ผ่านกระบวนการซินเตอร์เป็นเม็ดเซรามิกพีแซดที่ให้นำเม็ดเซรามิกมาขัดผิวหน้าเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดมาด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800 จากนั้นนำมาบดด้วยครกหยก (agate mortar) ซึ่งผงที่ได้จะมีลักษณะเป็นสีน้ำตาล นำผงที่ได้ร่อนผ่านไนลอนขนาด 36 ซึ่งเท่ากับ  $150\ \mu\text{m}$  ซึ่งเป็นขนาดทางการค้าเนื่องจากผงสารบางส่วนอาจเป็นอันตรายต่อการสูดดมได้

### 3.1.3 การวิเคราะห์เซรามิกที่จะนำไปเป็นเฟสวัสดุผสม

นำเม็ดเซรามิกที่ผ่านกระบวนการซินเตอร์แล้วและผงพีแซดที่เผาเคลไซน์ มาวิเคราะห์หาค่าต่างๆ ซึ่งได้แก่การวิเคราะห์ตรวจสอบด้วย X-Ray diffractometer การหาเปอร์เซ็นต์การหดตัว (shrinkage) หาความหนาแน่น (density) และการหาขนาดผงเซรามิกพีแซดที่ (powder size) ดังขั้นตอนดังแสดง

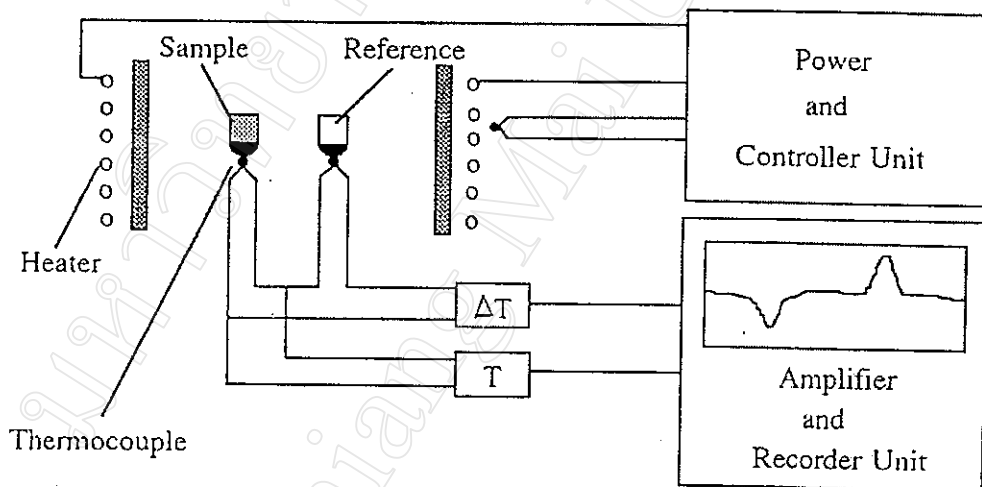


ขั้นตอนการวิเคราะห์เซรามิกพีแซดที่ใช้เตรียมในวัสดุผสม

### 3.1.3.1 การวิเคราะห์สารด้วยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอานาไลซิส (Differential Thermal Analysis DTA)

การวิเคราะห์ทางความร้อนเป็นเทคนิคหนึ่งที่ยอมรับกันมากเพื่อศึกษาหาสมบัติทางความร้อน เนื่องจากสารแต่ละตัวแสดงสมบัติทางความร้อนที่แตกต่างกันซึ่งการวิเคราะห์ทางความร้อนนี้เป็นการติดตามผลการเปลี่ยนแปลงสมบัติเฉพาะของสารโดยการเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ ซึ่งสารแต่ละประเภทจะแสดงการเปลี่ยนแปลงที่แตกต่างกันออกไป

เครื่อง DTA จะใช้วิธีการวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานโดยเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่ให้แก่สารและแสดงออกมาในรูปกราฟ DTA เรียกว่า เทอร์โมแกรมซึ่งเครื่อง DTA จะใช้สารมาตรฐานเป็นตัวเปรียบเทียบ ซึ่งสารมาตรฐานที่นิยมใช้คืออลูมินา (alumina) และ Platinum เนื่องจากสารทั้งสองนี้เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิน้อยมากหรือไม่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเลยในช่วงที่ทำการทดลอง ซึ่ง DTA จะเป็นลักษณะการวัดพลังงานแตกต่างของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งบอกถึงพลังงานที่สารตัวอย่างดูดเข้าไปหรือคายออกมา



รูปที่ 3.6 แสดงภาพการวิเคราะห์ด้วย DTA

### 3.1.3.2 การหาค่าความหดตัว

ทำการวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางก่อนและหลังกระบวนการเผาขึ้นเตอร์ของสารเซรามิกที่แช่ดที่แล้วนำมาคำนวณหาค่าความหดตัวดังสมการ

$$S = \left( \frac{D_b - D_s}{D_b} \right) \times 100\%$$

|     |       |     |                                                    |
|-----|-------|-----|----------------------------------------------------|
| โดย | S     | คือ | เปอร์เซ็นต์การหดตัว                                |
|     | $D_b$ | คือ | ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารก่อนทำการเผาซินเตอร์ |
|     | $D_s$ | คือ | ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารหลังทำการเผาซินเตอร์ |

### 3.1.3.3 การหาค่าความหนาแน่น

การหาค่าความหนาแน่นของเม็ดสารเซรามิกพีแซดที การหาค่าความหนาแน่นนี้ยึดหลักของอาร์คิมิดีส (Archimedes's principal) ซึ่งกล่าวว่า “เมื่อวัสดุจมในของเหลววัตถุนั้นจะถูกพยุงขึ้นด้วยแรงที่มีขนาดเท่ากับน้ำหนักของเหลวที่ถูกแทนที่” โดยเครื่องมือที่ใช้คือ เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอล (Mettler Toledo model AB 204 Switzerland)

ขั้นตอนการหาคือ ชั่งเม็ดเซรามิกพีแซดทีในอากาศแล้วบันทึกค่า แล้วทำการชั่งเม็ดเซรามิกพีแซดทีในน้ำ หาค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่ต้องใช้ดังสมการ

จากความสัมพันธ์

$$\rho = \left( \frac{W_0}{W_1 - W_2} \right) \rho_0$$

|     |          |     |                                                                           |
|-----|----------|-----|---------------------------------------------------------------------------|
| โดย | $\rho$   | คือ | ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง                                                 |
|     | $W_0$    | คือ | น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในอากาศหลังจากอบแห้ง 12 ชั่วโมง               |
|     | $\rho_0$ | คือ | ความหนาแน่นของของเหลวที่อุณหภูมิขณะชั่ง                                   |
|     | $W_1$    | คือ | น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในอากาศหลังต้มที่ 100 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง   |
|     | $W_2$    | คือ | น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ชั่งในของเหลวหลังต้มที่ 100 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง |

### 3.1.3.4 การหาความหนาแน่นของผงพีแซดที

สามารถหาได้ความหนาแน่นของผลได้จากขวดถ่วงจำเพาะ (Pycnometer) โดยมีขั้นตอนดังนี้

- ทำความสะอาดขวดถ่วงจำเพาะพร้อมจุกแล้วนำไปชั่งบันทึกค่าเป็น  $M_1$
- ใส่สารตัวอย่างที่ต้องการหาความหนาแน่นประมาณ 1 ใน 3 ของขวดแล้วนำไปชั่งพร้อมจุก บันทึกค่าเป็น  $M_2$
- เติมน้ำมันก๊าดลงในขวดถ่วงจำเพาะจนเต็ม นำขึ้นชั่งพร้อมจุกบันทึกค่าเป็น  $M_3$

- เทแอลกอฮอล์ออกพร้อมสารตัวอย่าง ทำความสะอาดขวดล้างจำเพาะให้แห้งแล้วเติมแอลกอฮอล์จนเต็มแล้วชั่งบันทึกค่าเป็น  $M_4$

คำนวณหาค่าความหนาแน่นของสารตัวอย่างได้จาก

$$\rho = \frac{(M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \rho_0$$

$\rho_0$  คือ เป็นค่าความหนาแน่นของแอลกอฮอล์ที่อุณหภูมิขณะชั่ง

### 3.2 การเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3

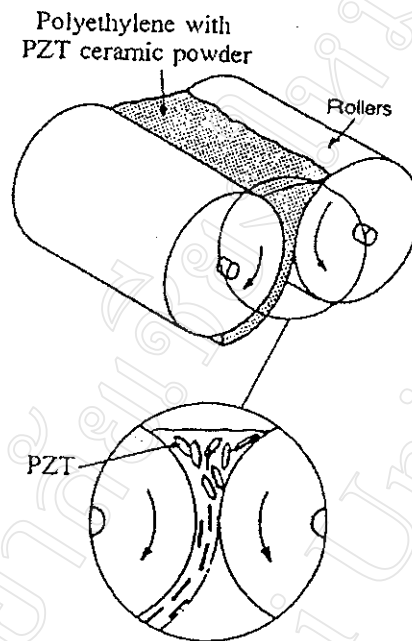
วัสดุผสมแบบ 0-3 ที่เลือกใช้ในการทดลองนี้คือ สารพีซีอีเลกตริกที่เลือกใช้คือ เซรามิกพีแซดที่ใช้เป็นเฟส dispersed และโพลิเมอร์ที่ใช้เป็นเมตริกซ์ เฟส คือ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

โดยทั่วไปการเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3 นั้นจะใช้เทคนิคการรีดเป็นแผ่น (calendering) แล้วนำมาตัดขึ้นรูปตามต้องการแต่วิธีนี้เหมาะสมกับการเตรียมในอัตราส่วน เซรามิก/พอลิเมอร์ ไม่มากนัก แต่ในการทดลองครั้งนี้ใช้อัตราส่วน เซรามิก/พอลิเมอร์ คือ 60/40 ดังนั้นโอกาสที่ผงเซรามิกจะเกิดการสูญเสียในระหว่างการเตรียมจึงมีสูง ผู้ทดลองจึงได้คิดแปลงการเตรียมเล็กน้อยโดยการนำผงเซรามิกและพอลิเมอร์ผสมกันก่อน แล้วจึงเข้ากระบวนการเตรียมแบบการรีดเป็นแผ่น โดยละลายพอลิเอทิลีนในสารละลายไซลีน (Xylene) ที่อุณหภูมิ 90-100°C จนพอลิเอทิลีนละลายหมดจึงค่อยๆ เติมผงพีแซดที่ลงไป คนให้เข้ากันให้มากที่สุด พยายามอย่าให้เหลือสารพีแซดที่ หลังจากขั้นตอนนี้แล้วสารผสมที่ได้จะมีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาลอ่อน และทำการทิ้งสารผสมนี้ในตู้ควั่นเป็นเวลา 2 วัน เพื่อให้สารไซลีนระเหยออกไปให้หมด แล้วนำเข้าสู่เทคนิคการรีดเป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดแบบ Rolling เพื่อให้ผงพีแซดที่กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในพอลิเมอร์

#### 3.2.1 การรีดแผ่น

นำวัสดุผสมเข้าสู่เทคนิคการรีดเป็นแผ่นด้วยเครื่องรีด Model LR 110 (Lab Tech Engineering Company Ltd, Bangkok Thailand) ลักษณะจะเป็นลูกกลิ้ง คู่ หมุน เข้าหากันหรือหมุนออกจากกันได้แล้วแต่การปรับ และยังสามารถควบคุมอุณหภูมิของแต่ละแกนได้อีกด้วยในการทดลองครั้งนี้ใช้อุณหภูมิประมาณ 130 – 140°C ซึ่งพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงความหนาแน่นสูงนั้นจะค่อนข้างเหนียวและรีดขึ้นรูปได้ง่าย ลักษณะของการผสมจะเป็นดังรูปที่ 3.7 ระหว่างการรีดใช้

พายคุ่วสตุผสมให้เข้ามผสมกันไปด้วย เพื่อช่วยให้วัสดุผสมผสมกันดีขึ้น ใช้เวลารีดประมาณ 1 ชั่วโมง เพื่อให้เซรามิกกระจายตัวดีขึ้น



รูปที่ 3.7 แสดงลักษณะการผสม PZT ด้วยการใช้นิเทศการรีดเป็นแผ่น (calendering)

### 3.2.2 การอัดเม็ดวัสดุผสม

หลังจากรีดเป็นเวลา 1 ชั่วโมงแล้ว นำวัสดุผสมที่ได้อัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์ที่เตรียมไว้ซึ่งขนาดของความหนาของวัสดุผสมจะขึ้นกับแม่พิมพ์ที่เตรียม ซึ่งการทดลองนี้ต้องการเตรียมวัสดุผสมที่มีความหนาแตกต่างกันโดยแม่พิมพ์ที่ใช้จะมี 2 ขนาดคือ 5 mm และ 1 mm นำมาผสมที่ได้อัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์แต่ละขนาดที่อุณหภูมิ 140 – 150°C ด้วยเครื่องด้วยความดัน 200 kgf/cm<sup>2</sup> เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำมาหล่อเย็นด้วยน้ำเป็นเวลาอีก 10 นาที จะได้แผ่นวัสดุผสมที่มีความหนาตามแม่พิมพ์ที่เตรียม นำแผ่นวัสดุผสมที่ได้มาตัดขึ้นรูปตามต้องการซึ่งการทดลองนี้ตัดรูปสี่เหลี่ยมขนาด ~ 10 x 10 mm ด้วยเครื่องแล้วนำแผ่นวัสดุผสมที่ได้มาตัดตามความหนาที่ต้องการคือ 1mm, 2 mm, 3 mm, 5 mm ตามลำดับ

### 3.2.3 การขัดเม็ด

นำวัสดุผสมที่ได้มาทำการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ต่าง ๆ ดังนี้ 100, 400, 600, 1000 ตามลำดับ เพื่อขจัดสิ่งสกปรกที่ปนเปื้อน และเพื่อให้ได้ขนาดตามต้องการ และให้เป็นระนาบ

### 3.2.4 การทำขั้วอิเล็กโทรด

นำสารที่เตรียมได้มาทำขั้วอิเล็กโทรดด้วยการเงินแบบไม่ต้องเผา (ELECTRODAG 1415 M High Conductivity Paint) ควรทำให้สม่ำเสมอและมีความหนาเท่าๆ กันทุกจุด พยายามอย่าให้ขั้วทั้ง 2 ติดกัน โดยตรวจสอบว่าติดกันหรือไม่โดยวิธีการใช้โอห์มมิเตอร์ทดสอบโดยปรับเป็นแบบมีเสียง ถ้าขั้วทั้ง 2 ด้านติดกันจะมีเสียงดังเกิดขึ้น ให้ทำการขัดกาวเงินบริเวณที่ติดกันออกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1200 แล้วทำการตรวจสอบด้วยโอห์มมิเตอร์อีกครั้งหนึ่ง

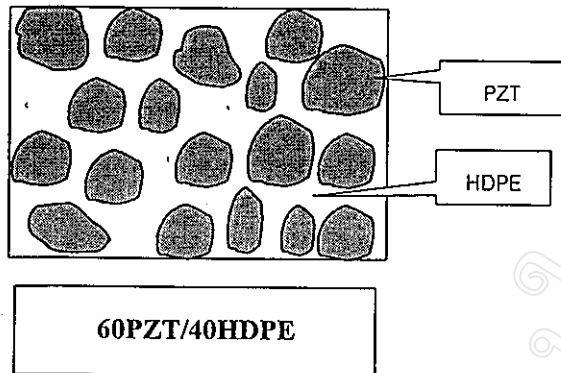
### 3.2.5 เทคนิคการเจือเฟสตัวนำ

การเจือเฟสตัวนำในวัสดุผสมจะช่วยในกระบวนการโพล โดยการทดลองนี้เฟสตัวนำที่เลือกใช้คือ คาร์บอนแกรไฟต์ โดยทำการเจือคาร์บอนแกรไฟต์ในปริมาณเท่ากับ 1.5% โดยปริมาตร และทำการเปลี่ยนแปลงเทคนิคในการเจือออกเป็น 3 แบบ ดังนี้

1. ทำการเจือคาร์บอนแกรไฟต์ และเซรามิกพีแซดที และพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูง พร้อมกัน
2. ทำการเจือคาร์บอนแกรไฟต์ในผงพีแซดทีก่อนการเผาซินเตอร์แล้วนำเซรามิกพีแซดทีที่ได้มาผสมกับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูง
3. แบ่งคาร์บอนแกรไฟต์ออกเป็นสองส่วนเท่ากัน โดยทำการเจือส่วนที่หนึ่งในผงพีแซดทีก่อนการเผาซินเตอร์แล้วนำเซรามิกพีแซดทีที่ได้มาผสมกับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูง และคาร์บอนแกรไฟต์ส่วนที่เหลือ

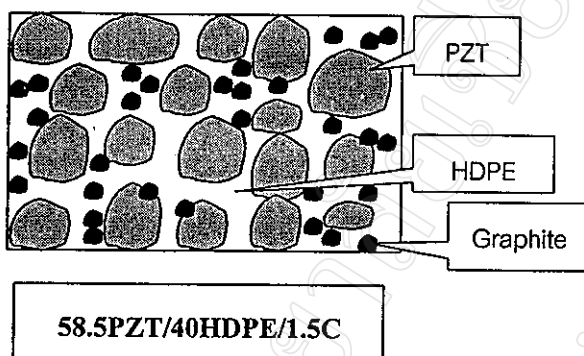
เพื่อให้ส่วนผสมทั้งหมดผสมเข้ากัน ทั้ง 3 แบบ จึงเลือกใช้ Xylene เป็นตัวทำละลายพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงโดยละลายพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงใน Xylene ที่อุณหภูมิประมาณ 90-100 °C แล้วจึงผสมเฟสต่าง ๆ ลงไป

ซึ่งรูปแบบการกระจายตัวของคาร์บอนแกรไฟต์และพีแซดทีในพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงน่าจะเป็นดังรูปที่ 3.8



การกระจายตัวของเซรามิกพีแซดที่กับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูง

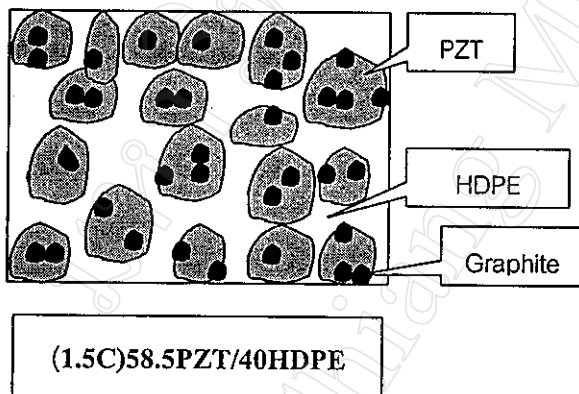
ทำการผสมเซรามิกพีแซดที่ผ่านกระบวนการ ซินเตอร์ ที่  $1100^{\circ}\text{C}$  กับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงในอัตราส่วน 60/40 โดยทำการละลายพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงในไซลีนที่อุณหภูมิ  $120^{\circ}\text{C}$  แล้วจึงทำการผสมเซรามิกพีแซดที่



เทคนิคการเจือแกรไฟต์แบบที่ 1

(58.5PZT/40HDPE/1.5C)

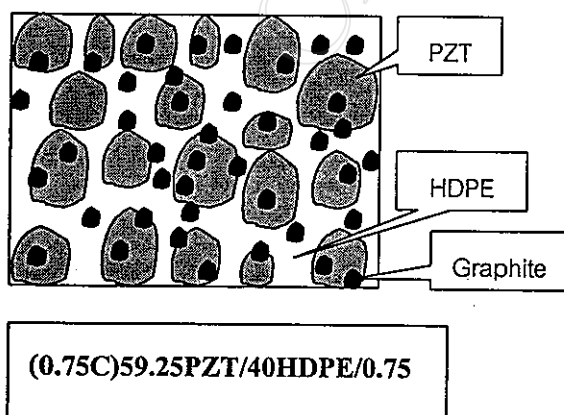
ทำการผสมเซรามิกพีแซดที่ผ่านกระบวนการ ซินเตอร์ ที่  $1100^{\circ}\text{C}$  กับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงโดยทำการละลายพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงใน ไซลีนที่ อุณหภูมิ  $120^{\circ}\text{C}$  แล้วจึงทำการผสมเซรามิกพีแซดที่และผงแกรไฟต์พร้อมกัน



เทคนิคการเจือแกรไฟต์แบบที่ 2

((1.5C)58.5PZT/40HDPE)

ทำการผสมผงแกรไฟต์กับพีแซดที่แล้วเผา ซินเตอร์ ที่  $1100^{\circ}\text{C}$  นำเซรามิกที่ได้ผสม กับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงโดยทำการละลายพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงใน ไซลีนที่ อุณหภูมิ  $120^{\circ}\text{C}$  แล้วจึงทำการผสม



เทคนิคการเจือแกรไฟต์แบบที่ 3

((0.75C)59.25PZT/40HDPE/0.75C)

แบ่งผงแกรไฟต์ออกเป็น 2 ส่วนเท่ากันทำการผสมผงแกรไฟต์ส่วนแรกกับพีแซดที่แล้วเผา ซินเตอร์ ที่  $1100^{\circ}\text{C}$  นำเซรามิกที่ได้ผสม กับพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงโดยทำการละลายพอลิเอธิลีนความหนาแน่นสูงใน ไซลีนที่ อุณหภูมิ  $120^{\circ}\text{C}$  แล้วทำการผสมพร้อมกับผงแกรไฟต์ส่วนที่เหลือลงไป

รูปที่ 3.8 แสดงลักษณะเทคนิคต่าง ๆ ในการเจือคาร์บอนแกรไฟต์ และขั้นตอนการทำ

### 3.2.6 การโพล

การโพลเป็นกระบวนการสำคัญกระบวนการหนึ่งที่ทำให้สารเพอร์โรอิเล็กทริกแบบ polycrystalline แสดงสมบัติต่างๆ ได้ดีขึ้นถึงมากที่สุด เพราะการโพลเป็นการใช้สนามไฟฟ้าเข้าไปเบี่ยงเบนโพลาริเซชันในเนื้อสารให้ไปตามสนามไฟฟ้าที่ให้ โดยทั่วๆ ไปแล้วการโพลเซรามิกพีแซดที่จะใช้สนามไฟฟ้าประมาณ 2.5 kv/mm ในน้ำมันซิลิโคน (Silicone Oil) อุณหภูมิที่ใช้ใกล้  $T_c$  (curie temperature) เป็นเวลาประมาณ 30 นาที ถึง 1 ชั่วโมง แต่สำหรับวัสดุผสมพอลิเมอร์กับพีแซดที่สนามที่ใช้จะสูงกว่านี้แต่ในการวิจัยครั้งนี้ศึกษาผลของสนามที่ใช้ในการโพลและเวลาที่ใช้ในการโพลส่งผลต่อสมบัติพีโซอิเล็กทริกอย่างไร โดยแบ่งลักษณะการโพลเป็น 2 แบบ

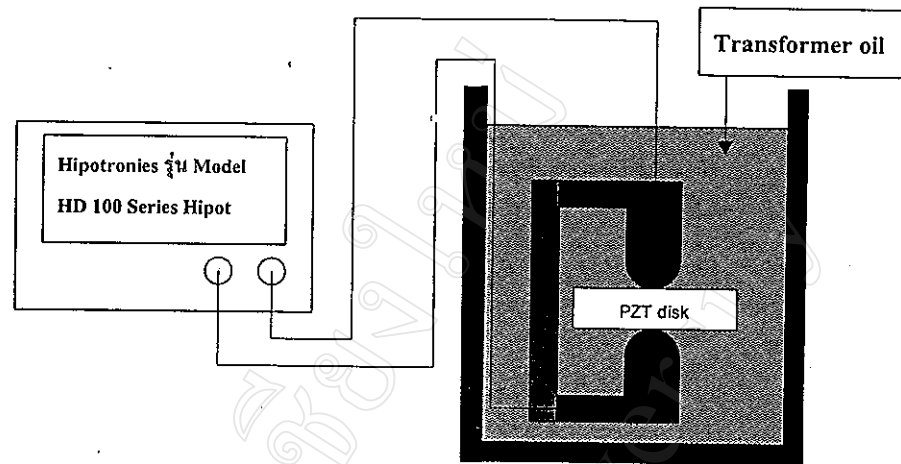
1. เปลี่ยนแปลงสนามไฟฟ้าที่ให้ (4 Kv/mm , 6 Kv/mm , 8Kv/mm)
2. เปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการ โพล ( 10 min , 20 min , 30 min )

โดยใช้สารตัวอย่างทั้งหมด 4 ชุด ดังนี้

หมายเหตุ

|          |     |                              |
|----------|-----|------------------------------|
| Sample 1 | คือ | 60PZT/40HDPE                 |
| Sample 2 | คือ | 58.5PZT/40HDPE/1.5C          |
| Sample 3 | คือ | (1.5C)58.5PZT/40HDPE         |
| Sample 4 | คือ | (0.75C)59.25PZT/40HDPE/0.75C |

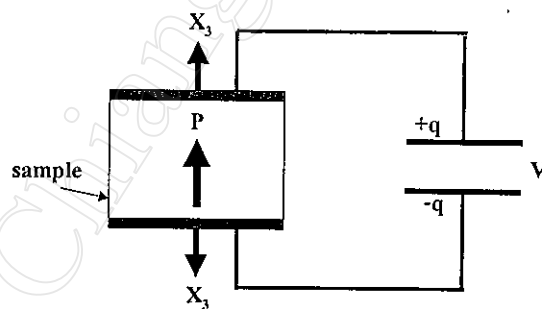
โดยทุกๆ สารตัวอย่างได้ทำการเปลี่ยนแปลงสนามไฟฟ้าที่ให้คือ 4 kv/mm , 6 kv/mm , 8 kv/mm ตามลำดับ และเปลี่ยนแปลงเวลาให้คือ 10 นาที, 20 นาที และ 30 นาที ที่อุณหภูมิ 80°C เพื่อทำการเปรียบเทียบผลของสนามไฟฟ้าและเวลาที่ใช้ในการโพลกับสมบัติของวัสดุผสม 0-3 เพื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติทางไฟฟ้าโดยวัดค่าพีโซอิเล็กทริก ก่อนและหลังทำการโพลและหลังจากโพลแล้ว 24 ชั่วโมง โดยการทดสอบนี้ใช้เครื่องกำเนิดศักย์สูงยี่ห้อ Hipotronics รุ่น Model HD 100 Series Hipot Tester เป็นเครื่องที่ให้ศักย์ไฟฟ้าสูงสุดได้ 15 kv/mm สามารถให้ได้ทั้งไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสสลับ ลักษณะเด่นของเครื่องคือ เมื่อเกิด breakdown ขึ้น เครื่องจะทำการตัดทันทีและมีเสียงสัญญาณเตือนดังแสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แสดงการจัดอุปกรณ์เพื่อเตรียมในการโพล

### 3.2.7 สมบัติพีโซอิเล็กทริก

การวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริก  $d_{33}$  โดยใช้ Piezometer System Model PM25; Take Control มีหลักการทำงานดังนี้ ใช้สารตัวอย่างมาต่อขนานกับตัวเก็บประจุที่มีค่าความจุไฟฟ้า  $C$  เมื่อทำการให้ความเค้น (stress)  $X_3$  แก่ขั้วอิเล็กโทรดซึ่งมีพื้นที่เท่ากับ  $A$  สารพีโซอิเล็กทริกจะเกิดประจุขึ้น  $q$  ถ้า  $h$  คือความหนาของสารตัวอย่างและ  $V$  เป็นความต่างศักย์ ระหว่างแผ่นคู่ขนานของตัวเก็บประจุ ดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แสดงหลักการวัดค่า  $d_{33}$

$$D_{33} = d_{33}X_3 + \epsilon_{33}E_3 \quad (1)$$

$$q = CV = D_{33}A \quad (2)$$

ให้  $D_{33}$  คือ การขจัดไดอิเล็กทริก  
 $E_3$  คือ สนามไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเมื่อให้ความเค้น  $X_3$  ที่ขั้วอิเล็กโทรดซึ่งมีความสัมพันธ์กับความต่างศักย์ ( $V$ ) และความหนาของสารตัวอย่าง ( $t$ ) ดังนี้

$$E_3 = -\frac{V}{h} \quad (3)$$

จาก (2)

$$D_{33} = \frac{CV}{A} \quad (4)$$

จาก 3 และ 4 แทนใน 1

จะได้

$$\frac{CV}{A} = d_{33}X_3 - \epsilon_{33}\frac{V}{h}$$

$$\frac{d_{33}X_3A}{C + \epsilon_{33}\frac{A}{h}}$$

เมื่อ  $C \gg \epsilon_{33}\frac{A}{h}$

$$d_{33} = \frac{CV}{X_3A} = \frac{q}{F_3}$$

โดย  $F_3$  คือ แรงที่กระทำกับสารตัวอย่างในทิศทาง 3 หรือทิศทางการโพลาไรซ์  
แต่ในทางปฏิบัติการวัดแบบกดไว้มีผลทำให้ประจุที่ออกมารววัดค่าได้ยากเพื่อลดปัญหาจึง  
ทำการวัดเทียบกับตัวมาตรฐานด้วยแรงที่เท่ากันและใช้ตัวเก็บประจุเดียวกันจากสมการจะได้

$$\frac{d_{33}}{d_{st}} = \frac{V}{V_{st}} \quad (*)$$

$$d_{33} = \frac{V}{V_{st}} d_{st} \quad (**)$$

โดย  $d_{st}$  คือ ค่า  $d_{33}$  ของตัวมาตรฐาน  
 $V_{st}$  คือ ศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเมื่อใช้ตัวมาตรฐาน  
 $V$  คือ ศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้จากสารตัวอย่าง

ซึ่งในเครื่องมือจริงๆ เครื่องจะทำการวัดค่าศักย์ไฟฟ้า  $V$  แล้วคำนวณตามสมการ \*\* จะได้ค่า  $d_{33}$  ของสารตามต้องการ

### 3.2.8 การวัดค่า Resonance Frequency ( $f_r$ ) และ antiresonance Frequency ( $f_a$ )

ค่า Resonance Frequency ( $f_r$ ) และ Antiresonance Frequency ( $f_a$ ) เป็นค่าที่ใช้ในการคำนวณหาความสัมพันธ์คู่ควบในแนวนอน (Planar Coupling coefficient;  $K_p$ ) โดยใช้เครื่อง Impedance/Gain-Phase Analyzer : Hawlett 4194 A แล้ววัดค่า Impedance  $z$  ของสารตัวอย่างที่

ความถี่ต่างๆ และสามารถอ่านค่า  $f_r$  และ  $f_a$  ได้จากกราฟที่ปรากฏบนจอภาพ จากนั้นทำการหาค่า  $K_p$  ดังสมการ

$$K_p = \sqrt{\frac{2.5(f_a^2 - f_r^2) + 0.038}{f_a^2}}$$

### 3.2.9 การหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

การหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก  $\epsilon_r$  ของสารตัวอย่างหาได้จากการวัดค่าความจุไฟฟ้า  $C$  ของสารตั้งต้น ในการทดลองครั้งนี้ศึกษาค่าความจุไฟฟ้าของสารเมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและความถี่ โดยใช้เครื่อง HP 4194A IMPEDANCE/GAIN PHASE ANALYZER หัววัด HP 16451B Dielectric test fixture สำหรับการวัดแบบเปลี่ยนแปลงความถี่และใช้เครื่อง HP 4192A LF impedance analyzer สำหรับการวัดแบบเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแล้วนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกได้จากความสัมพันธ์

$$\epsilon_r = \frac{h}{\epsilon_0 A} C$$

|                     |     |                                                                          |
|---------------------|-----|--------------------------------------------------------------------------|
| โดยที่ $\epsilon_0$ | คือ | ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสุญญากาศ ( $=8.85 \times 10^{-15} \text{ F/mm}$ ) |
| $h$                 | คือ | ความหนาของสารตัวอย่าง, mm                                                |
| $A$                 | คือ | พื้นที่หน้าตัดของขั้วอิเล็กโทรดของสารตัวอย่าง, $\text{mm}^2$             |