

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้เป็นการศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกและเพียโซอิเล็กตริกของของผสมแบบ 0-3 ระหว่างพีแซดทีกับโพลีเอธีลีนซึ่งเป็นเทอร์มัลพลาสติก ขั้นตอนการเตรียมของผสมจึงประกอบไปด้วย ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกพีแซดทีสำหรับเป็นเฟสเซรามิก ศึกษาสมบัติของพอลิเมอร์และเตรียมพอลิเมอร์ที่จะนำมาใช้เป็นเฟสเมตริกซ์ หลังจากนั้นวิเคราะห์ผงเซรามิกที่เตรียมได้ คัดขนาดผงเซรามิก นำมาเตรียมเป็นของผสมแบบ 0-3 และสุดท้ายศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริก และเพียโซอิเล็กตริก ของของผสมที่เตรียมขึ้นจากผงเซรามิกขนาดต่างๆ

3.1 การเตรียมเซรามิกพีแซดทีในของผสม

ในของผสมแบบ 0-3 สำหรับเฟสของเซรามิกเพียโซอิเล็กตริกนั้น จะใช้เซรามิกพีแซดทีที่มีลักษณะเป็นผงเรียกว่า ผงเซรามิกพีแซดที ซึ่งได้จากการนำเม็ดสารพีแซดทีมาเผาซินเตอร์ จะได้สารเซรามิกที่มีลักษณะเป็นแผ่นจานกลม (disc) แล้วนำมาบดด้วยครกอะลูมินาผ่านตะแกรงร่อนสารที่ทำจาก nylon เบอร์ต่างๆ จะได้ผงเซรามิกที่มีขนาดของผงแตกต่างกัน เพื่อจะนำไปใช้เตรียมของผสม ซึ่งจะกล่าวรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1.1 ขั้นตอนการเตรียมผงแคลไซต์

เป็นการเตรียมผงแคลไซต์โดยใช้วิธีการแบบดั้งเดิม (conventional) ที่เรียกว่าวิธี solid state reaction หรืออาจเรียกอีกอย่างหนึ่งว่าวิธี mixed oxide เนื่องจากใช้สารตั้งต้นเป็นสารประกอบออกไซด์ ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมประกอบด้วย เลดออกไซด์ (lead oxide : PbO) เซอร์โคเนตออกไซด์ (zirconate oxide : ZrO_2) ทิตาเนตออกไซด์ (titanate oxide : TiO_2) โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:0.52:0.48 เจือด้วยแมงกานีสออกไซด์ (manganese oxide : MnO_2) ประมาณ 0.4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของน้ำหนักรวม เตรียมสารตั้งต้นมวลสุทธิ 502.0 g ปริมาณสารแต่ละชนิดที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สารตั้งต้นที่นำมาใช้เตรียมผงพีแซดที

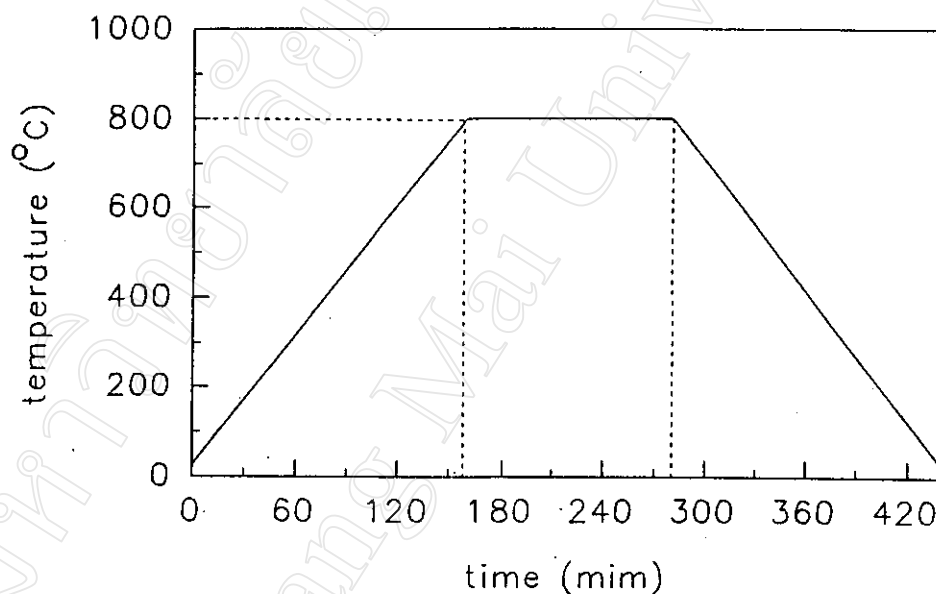
ชื่อสาร	ที่มา	ความบริสุทธิ์	มวลโมเลกุล	มวลที่ใช้	ลักษณะสี
PbO	Fluka	99.0%	223.19	342.7192	ผงสีเหลือง
ZrO ₂	Fluka	99.0%	123.22	98.3894	ผงสีเทา
TiO ₂	Fluka	99.5%	79.90	58.8914	ผงสีขาว
MnO ₂	Fluka		86.94	2	ผงสีดำ

ชั่งสารด้วยเครื่องชั่งสาร model AB204 (Mettler Toledo, Switzerland) ซึ่งเป็นระบบตาชั่งแบบดิจิตอล (digital) ความละเอียดอ่านได้ 0.0001 mg สามารถชั่งได้ไม่เกิน 210 g

ผสมสารตั้งต้นที่ผ่านการชั่งแล้วเข้าด้วยกัน โดยการเติมตัวช่วยกระจาย (dispersing agent) ในที่นี้ใช้เอทานอล (ethanol : C₂H₅OH) สาเหตุที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายเนื่องจากเป็นสารระเหยง่าย ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้นที่เตรียม ขณะทำงานทดลองห้ามอยู่ใกล้ไฟ และสูดดม เพราะอาจเป็นอันตรายได้ บรรจุสารละลายใส่ในภาชนะซึ่งเป็นกระป๋องพลาสติก ใส่ลูกบด (grinding media) ซึ่งทำด้วยเซอโรโคเนต ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3/8"×3/8" โดยใส่ประมาณ 1 ใน 3 ของกระป๋อง ปิดฝากระป๋องให้แน่นใช้เทปในลอนพันทับเพื่อป้องกันไม่ให้สารในกระป๋องไหลซึมออกมาขณะทำการผสม นำกระป๋องไปวางบนโรล (roll) ของเครื่องผสมสารแบบ ball-mill มีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีแกนเหล็กวางในแนวราบ ใช้มอเตอร์เป็นตัวหมุนแกนเหล็กด้วยความเร็ว 60 รอบต่อนาที ทำให้กระป๋องหมุนตามเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ลูกบดจะบดเนื้อสารและผสมสาร ทำให้เนื้อสารกระจายอย่างสม่ำเสมอ วิธีการนี้เรียกว่า wet ball-mill

เมื่อผ่านกระบวนการ ball-mill แล้ว สารละลายที่ได้จะเป็นเนื้อเดียวกัน นำไประเหยเอาเอทานอลออกโดยการนำไปตั้งบนเตาความร้อน (heater) และความร้อนจากหลอดสปอร์ตไลท์ ในขณะเดียวกันก็คนสารด้วยระบบ magnetic stirrer ไปด้วย เมื่อเอทานอลระเหยออกหมดจะได้สารที่มีลักษณะแห้ง จับตัวเป็นก้อน สีเหลืองอ่อน นำสารที่จับตัวเป็นก้อนนั้นมาบดให้ละเอียดด้วยครกหยก (agate mortar) แล้วนำไปร่อนด้วยตะแกรงในลอนเบอร์ 120 ซึ่งตะแกรงในลอนนี้ได้ดัดแปลงมาจากการนำท่อพีวีซีมาตัดแล้วขึงด้วยผ้าในลอนตาข่าย ข้อควรระวังในการร่อนด้วยในลอนนี้คืออย่ากดสารไปกับตะแกรงในขณะทำการร่อน เพราะอาจทำให้รูของผ้าในลอนขยายขนาดได้ ซึ่งขนาดของในลอนเบอร์ 120 นี้จะมีวิธีการหาขนาดอ้างอิงในภาคผนวก ก

นำผงสารที่ผ่านการร่อนแล้วใส่ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) จนเต็มแล้วปิดฝา ซึ่งถ้วยนี้สามารถทนความร้อนได้ถึง 1600°C นำถ้วยเข้าเตาเผาเพื่อการทำเผาแคลไซน์จะได้สารพีแซดที่ สำหรับการเผาแคลไซน์นั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิเท่ากับ 300°C ต่อชั่วโมง และแช่อุณหภูมิดังแสดงในรูป 3.1 เริ่มด้วยการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องขึ้นไปที่อุณหภูมิ 800°C จากนั้นแช่อุณหภูมิที่ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้สารประกอบตั้งต้นทำปฏิกิริยากันเป็นสารพีแซดที่ทั้งหมด หลังจากนั้นลดอุณหภูมิลงโดยใช้อัตราการลด 300°C ต่อชั่วโมงเช่นเดียวกัน



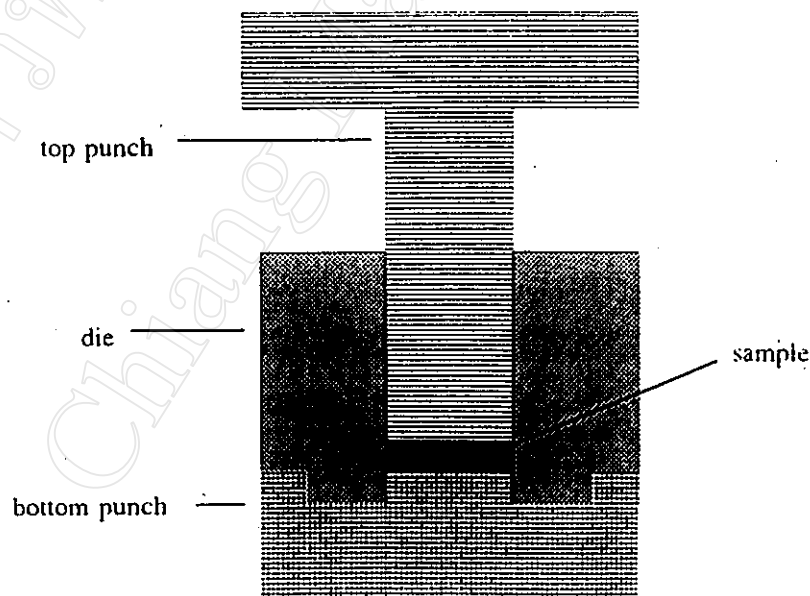
รูปที่ 3.1 การใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์

สำหรับเตาที่ใช้ในการเผาแคลไซน์สารนั้นใช้เตา Lenton Furnaces Unit C2, Valley Way, Welland Industrial, Estate Market, Hargorough, Leicestershire, LE167 PS ซึ่งใช้หลักการในการเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานความร้อน ภายในประกอบด้วยวัสดุที่เป็นฉนวน ควบคุมการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิด้วยวงจรอิเล็กทรอนิกส์ สามารถตั้งโปรแกรมควบคุมการเพิ่มและลดอุณหภูมิได้ตามต้องการ โดยผ่านตัวควบคุม (controller)

ในขั้นตอนการเผาแคลไซน์จะเป็นขั้นตอนทำให้สารประกอบทำปฏิกิริยากัน กลายเป็น solid solution ของสารพีแซดที่ หลังการเผาแคลไซน์สารจะมีการหดตัวจับกันเป็นก้อนแข็ง สีเหลือง หลังจากนั้นนำไปบดและร่อนผ่านตะแกรงไนลอนเบอร์ 120 จะได้ผงพีแซดที่สำหรับนำไปใช้ในการขึ้นรูป

3.1.2 ขั้นตอนการขึ้นรูป

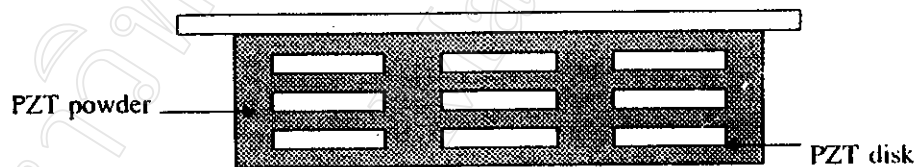
นำผงพีแซดที่ผ่านการร่อนมาขึ้นรูป โดยกระบวนการอัดโดยใช้ความดัน (dry-pressing) ทำการอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นจานกลม (disc) โดยใช้แม่พิมพ์โลหะ (die) [Kbr Oekket Die, JAPAN SPECTROSCOPIC CO.,LTD.] ลักษณะแสดงดังรูป 3.2 อัดด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (Rikon Seiki Co.Ltd., China) โดยใช้ความดันประมาณ 60 kgf/cm^2 ทั้งไว้ประมาณครึ่งชั่วโมง ได้เม็ดพีแซดที่ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร หนาประมาณ 1-2 มิลลิเมตร (ความหนาของเม็ดพีแซดที่ขึ้นขึ้นอยู่กับมวลของสารที่ใส่ลงในแม่พิมพ์โลหะ โดยแต่ละครั้งจะใช้ผงพีแซดที่มวล 3 กรัม)



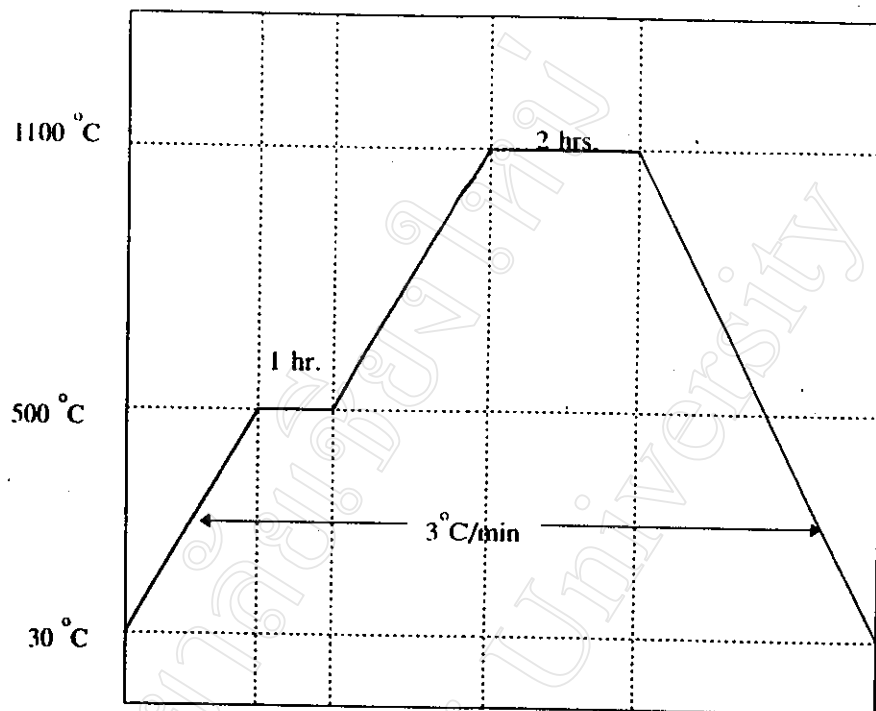
รูปที่ 3.2 แบบแม่พิมพ์โลหะที่ใช้อัด

3.1.3 ขั้นตอนการเผาซินเตอร์

นำเม็ดพีแซดที่ผ่านการอัดมาเรียงใส่ถ้วยสี่เหลี่ยมที่ทำจากเซอโคเนีย ลักษณะการจัดเรียงเม็ดพีแซดที่แสดงดังรูปที่ 3.3 ในแต่ละชั้นจะโรยผงพีแซดที่ขึ้นไว้ เพื่อให้แต่ละเม็ดสารไม่ติดกันและแยกเม็ดออกง่าย หลังจากการเผาซินเตอร์แล้ว หลังจากเรียงเม็ดพีแซดที่เสร็จแล้ว จะคลุมด้วยผงพีแซดที่ทั้งทางด้านบนและด้านข้าง เพื่อเป็นการเพิ่มบรรยากาศของ PbO ในขณะที่ทำการเผาซินเตอร์ เพราะในช่วงนี้ PbO จะระเหยออก การเพิ่มบรรยากาศ PbO จะช่วยให้ PbO ในเม็ดสารพีแซดที่ไม่ระเหยหรือระเหยน้อยลงได้ ปิดฝาถ้วยสี่เหลี่ยมให้สนิท นำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเท่ากับ 300°C ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยแช่อุณหภูมิไว้ที่ 500°C เพื่อไล่สารอินทรีย์ที่ปะปนอยู่ในเม็ดพีแซดที่ออกให้หมด เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

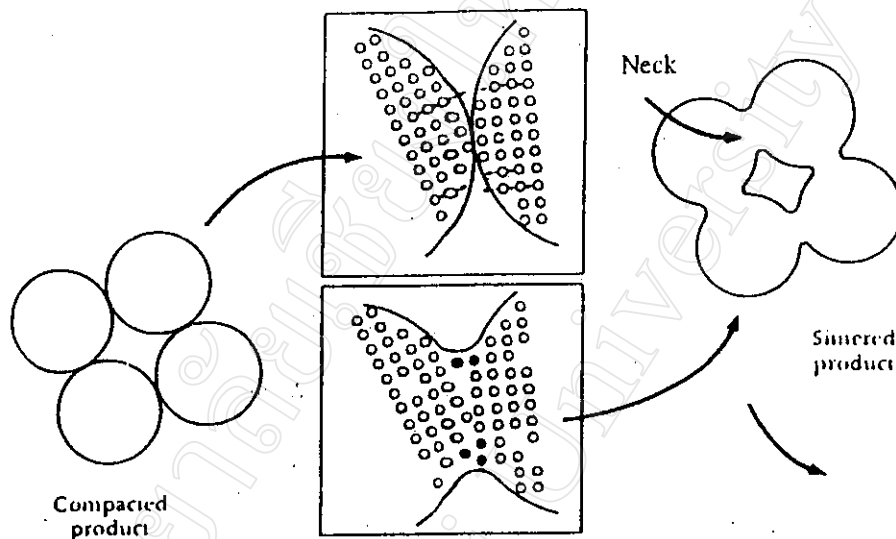


รูปที่ 3.3 การจัดเรียงเม็ดพีแซดที่เพื่อทำการเผาซินเตอร์



รูปที่ 3.4 การใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์

หลังจากนำสารตัวอย่างที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยความดันแล้วมาเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง (sintering temperature) สารที่ได้จะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น กล่าวคือขบวนการเผาซินเตอร์คือขบวนการที่ทำให้อะตอมของสารที่การแพร่ (diffusion) เข้าหากันและเชื่อมติดกัน ไม่ใช่ลักษณะการหลอมรวมกัน แต่จะยึดติดกันแน่น ลักษณะดังรูปที่ 3.5 เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น อะตอมสารที่อยู่ระหว่างรอยต่อจะมีการแพร่เข้าหากันและเชื่อมติดกัน มีลักษณะเป็นรอยคอดที่ระหว่างสองผิว เรียกว่า neck เมื่ออุณหภูมิเริ่มสูงขึ้น neck จะหนาขึ้นเรื่อยๆ จนกระทั่งไม่มีช่องว่างระหว่างผิว สารจึงแน่นและความหนาแน่นของสารเพิ่มขึ้น ซึ่งปัจจัยสำคัญในการเผาซินเตอร์คือ อุณหภูมิที่ใช้เผา เวลาที่แช่ (soaking time) และอัตราในการเพิ่ม/ลด อุณหภูมิ



รูปที่ 3.5 การเกิด neck ระหว่างอนุภาคในการเผาซินเตอร์

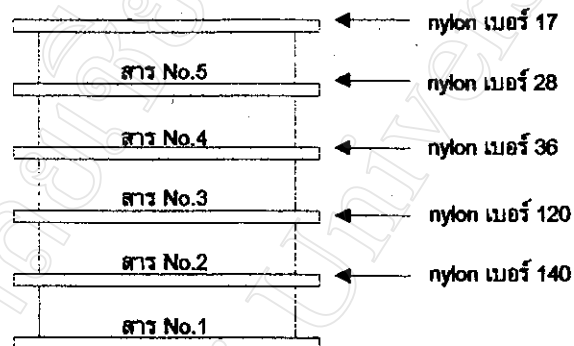
หลังจากการเผาซินเตอร์แล้ว ทำการคัดเม็ดบนสุดและเม็ดล่างสุดออก เนื่องจากเม็ดบนสุดมีโอกาสที่ PbO จะระเหยออกไปมาก ในขณะที่เม็ดล่างสุดมีโอกาสที่ Zr จากภาชนะจะซึมเข้าไปยังเนื้อสารได้ หลังจากนั้นนำเม็ดสารที่ได้ไปขัดผิวเพื่อเอาผง PZT ที่เกาะอยู่บริเวณผิวสารออก

สำหรับเม็ดเซรามิกพีแชนด์ที่จะนำไปวิเคราะห์หาค่าต่าง ๆ ซึ่งจะได้กล่าวต่อไปในหัวข้อการวิเคราะห์เซรามิกและผงเซรามิกที่เตรียมได้

3.1.4 ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิก โดยวิธีการบด-ร่อน

สำหรับผงเซรามิกพีแชนด์ที่นั้น ได้มาจากการนำเม็ดเซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์และขัดผิวแล้ว มาบดด้วยครกหยก (agate mortar) ซึ่งผงที่บดได้จะมีสีน้ำตาล มีความละเอียดไม่สม่ำเสมอ เนื่องจากจุดประสงค์ในการทดลองต้องการศึกษาขนาดของผงเซรามิกที่มีต่อสมบัติต่าง ๆ ของของผสม ดังนั้นขั้นตอนการเตรียมที่สำคัญอีกขั้นตอนหนึ่งคือ ขั้นตอนการคัดขนาด

ของผงเซรามิก ในการทดลองนี้เลือกใช้วิธีการร้อนโดยใช้ตะแกรงที่ทำจากไนลอน สำหรับไนลอนที่ใช้จะมีหลายขนาด คือ ขนาด 17, 28, 36, 120 และ 140 ซึ่งเป็นขนาดเบอร์ทางการค้า ลักษณะขั้นตอนการร่อนสารแสดงได้ดังรูป 3.6



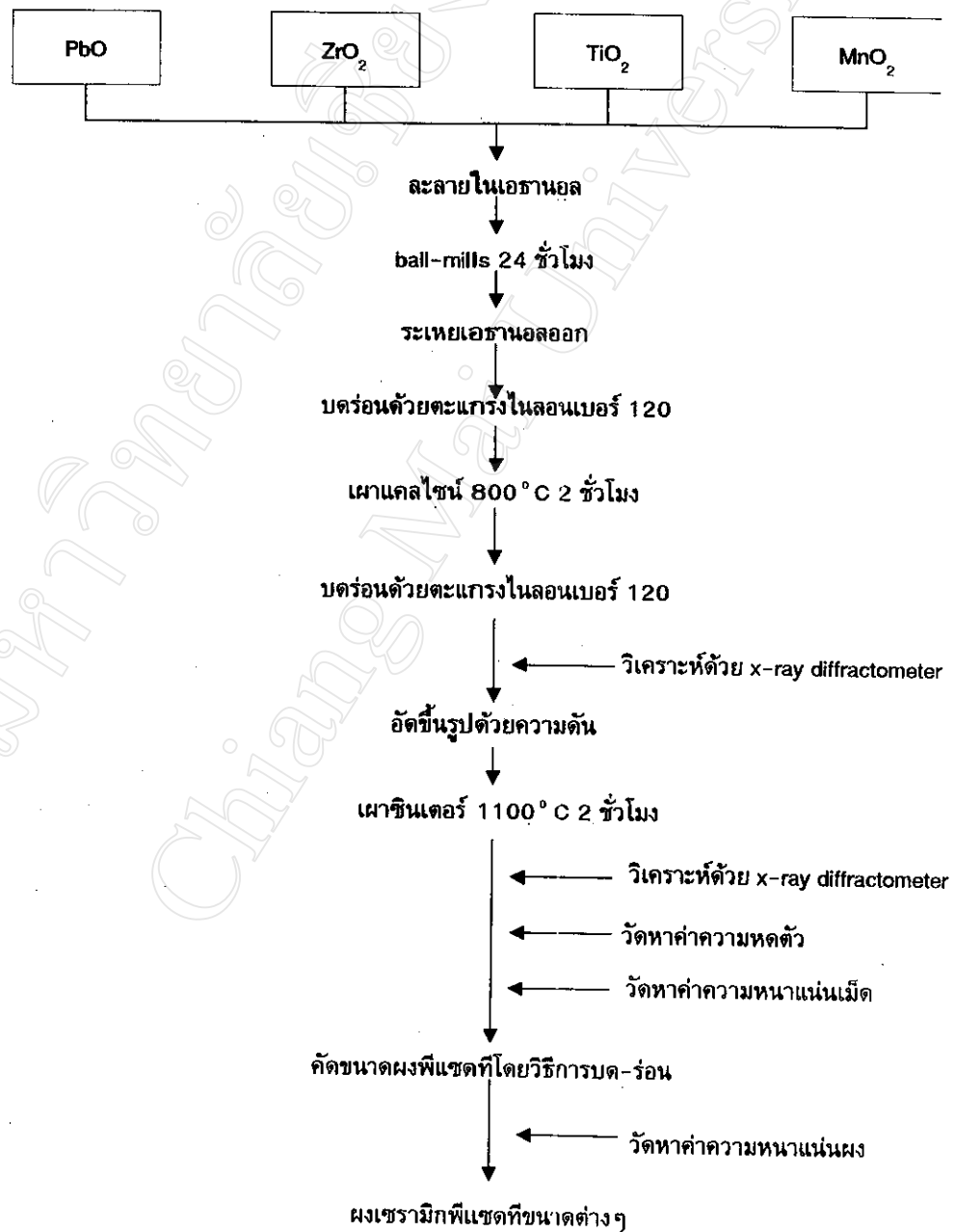
รูปที่ 3.6 การร่อนผงเซรามิกพีแชนด์ที่

ซึ่งผงเซรามิกพีแชนด์ที่ค้างอยู่บนแต่ละชั้นของตะแกรงไนลอนจะมีขนาดแตกต่างกัน ซึ่งขนาดที่แน่นอนของผงเซรามิกไม่สามารถระบุได้ แต่จะบอกได้ในลักษณะเป็นช่วงขนาดผงสารที่ผ่านและค้างตะแกรงไนลอน โดยขนาดตะแกรงไนลอนนั้นจะกล่าวโดยละเอียดอีกครั้งในขั้นตอนการวิเคราะห์ขนาดผงเซรามิกพีแชนด์ที่

ในขั้นตอนการบด-ร่อนสารนี้ มีข้อควรระวังที่สำคัญประการหนึ่งคือ ควรสวมที่ป้องกันจมูกในขณะที่ทำการร่อนสารทุกครั้ง เพราะผงสารละเอียดบางส่วนจะมีการฟุ้งกระจายในขณะที่ทำการร่อน ซึ่งเป็นอันตรายหากสูดดม

3.2 การวิเคราะห์เซรามิกและผงเซรามิกที่เตรียม

การวิเคราะห์เซรามิกและผงเซรามิกที่เตรียมได้นั้น กระทำตามแผนผังดังรูปที่ 3.7 ซึ่งแสดงถึงขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกพีแซดที และการวิเคราะห์หาค่าต่างๆ ซึ่งได้แก่การวิเคราะห์ตรวจสอบด้วย x-ray diffractometer การหาเปอร์เซ็นต์การหดตัว (shrinkage) หาความหนาแน่น (density) และการหาขนาดผงเซรามิกพีแซดที (powder size)



รูปที่ 3.7 แผนผังขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ผงเซรามิกพีแซดที

3.2.1 การวิเคราะห์ด้วย x-ray diffractometer

การศึกษาสารตัวอย่างที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการ diffraction ด้วย x-ray โดยใช้เครื่อง x-ray diffractometer (JEOL JDX-8030, Tokyo, Japan) ใช้ความต่างศักย์ 3 KV กระแส 20 mA ได้ diffraction pattern โดยระบบของเครื่องสามารถคำนวณ d-spacing จาก peak ที่ปรากฏ ซึ่งหลักการคำนวณอาศัยสมการ (3.1) จากกฎของแบรกก์ (Bragg's law)

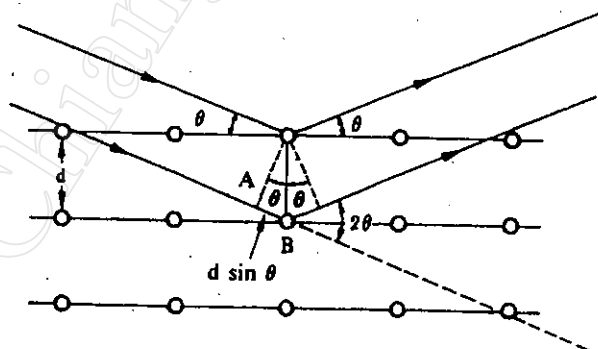
$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.1)$$

โดยที่ d คือค่า d-spacing

λ คือค่าความยาวคลื่นของ x-ray กำเนิดจากเบ้าทองแดงซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.54

θ คือมุมที่วัดจากระนาบอะตอมที่ขนานกัน ห่างกัน d

หลักการสะท้อนลำแสงจากระนาบอะตอมที่ขนานกัน มาแทรกสอดกันและ/หรือหักล้างกันไปตามกฎของแบรกก์ ดังแสดงได้ดังรูปที่ 3.8 โดยทั่วไป d-spacing ของสารตัวอย่างมีหลายค่า เนื่องจากอะตอมที่ขนานกันมีหลายระนาบ แต่ละระนาบจะเกิดการสะท้อนและแทรกสอดมากมายต่างกัน ความเข้มที่ปรากฏใน diffraction pattern จึงแตกต่างกัน ทำให้สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างเปรียบเทียบกับมาตรฐานจาก JCPDS⁽¹⁸⁾ ได้



รูปที่ 3.8 การสะท้อนจากระนาบอะตอมที่ขนานกันห่างกัน d

3.2.2 การหาค่าความหดตัว

ค่าความหดตัว (shrinkage) ของเม็ดสารตัวอย่างทำได้โดยการวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางก่อนทำการเผาซินเตอร์ และหลังทำการเผาซินเตอร์ แล้วนำมาคำนวณหาค่าความหดตัว ดังสมการ (3.2)

$$S = \left(\frac{D_b - D_s}{D_b} \right) \times 100\% \quad (3.2)$$

โดยที่ S คือเปอร์เซ็นต์ความหดตัว

D_b คือขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารตัวอย่างก่อนทำการเผาซินเตอร์

D_s คือขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารตัวอย่างหลังทำการเผาซินเตอร์

3.2.3 การหาค่าความหนาแน่น

การหาค่าความหนาแน่นของเม็ดสารตัวอย่าง

ความหนาแน่นของเม็ดพีแซดที่เซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้ว หาได้โดยใช้การชั่งน้ำหนักในของเหลวด้วยเครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอล (Mettler Toledo model AB204, Switzerland) ซึ่งมีอุปกรณ์หาความหนาแน่น (denso meter) โดยเครื่องนี้สามารถใช้หาความหนาแน่นของเม็ดสารได้ โดยอาศัยหลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes's principal) ซึ่งกล่าวว่า “เมื่อวัตถุจมในของเหลว วัตถุนั้นจะถูกพยุงขึ้นด้วยแรงที่มีขนาดเท่ากับน้ำหนักของเหลวที่ถูกแทนที่” ซึ่งวิธีการชั่งมวลเพื่อหาความหนาแน่นกระทำได้ดังนี้ เริ่มจากประกอบอุปกรณ์หาความหนาแน่นเข้ากับเครื่องชั่งให้เรียบร้อย พร้อมของเหลวที่จะใช้ ในที่นี้ใช้น้ำกลั่น จากนั้นปรับศูนย์ หลังจากนั้นทำการชั่งสารในอากาศ เครื่องจะบันทึกค่ามวลไว้ หลังจากนั้นปรับศูนย์ แล้วนำสารตัวอย่างชั่งลงในน้ำ ซึ่งมีเทอร์โมมิเตอร์บอกอุณหภูมิของน้ำในขณะชั่ง เครื่องบันทึกค่ามวลที่ชั่งในน้ำ หลังจากนั้นเครื่องจะทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นโดยอัตโนมัติ แล้วปรากฏค่าบนหน้าปัดเครื่องชั่ง ซึ่งหลักการคำนวณนั้นจะอาศัยความสัมพันธ์ดังสมการ (3.3)

$$\rho = \left(\frac{M}{M_0} \right) \rho_0 \quad (3.3)$$

โดยที่ ρ คือความหนาแน่นของสารตัวอย่าง

M คือมวลของสารตัวอย่างที่ชั่งในอากาศ

ρ_0 คือความหนาแน่นของของเหลวที่อุณหภูมิขณะชั่ง

M_0 คือมวลของของเหลวที่มีปริมาตรเท่ากับปริมาตรสารตัวอย่างมีค่าเท่ากับมวลของวัตถุในอากาศลบด้วยมวลของวัตถุที่ชั่งในน้ำ

การหาความหนาแน่นของผงเซรามิก

การหาความหนาแน่นของผงพีแสดที่เซรามิกสามารถหาได้โดยใช้ ขวดถ่วงจำเพาะ (pycnometer) โดยทำตามขั้นตอนต่อไปนี้คือ

1. ทำความสะอาดขวด ถ.พ. ให้เรียบร้อย เช็ดให้แห้งสนิท แล้วนำไปชั่งพร้อมจุกบนเครื่องชั่งระบบดิจิทัล (Mettler Toledo model AB204, Switzerland) บันทึกค่าที่อ่านได้เป็น M_3
2. ใส่ผงสารตัวอย่างลงในขวดประมาณ 1 ใน 3 ของขวดแล้วนำไปชั่งพร้อมจุก บันทึกค่าเป็น M_2
3. เติมน้ำกลั่นลงในขวดที่ใส่สารตัวอย่างจนเต็มขวด นำไปชั่งพร้อมจุก บันทึกค่าเป็น M_3
4. เทน้ำกลั่นและสารตัวอย่างในขวดทิ้ง ทำความสะอาดขวดให้แห้งสนิท เติมน้ำกลั่นจนเต็มขวด แล้วนำไปชั่งพร้อมจุก บันทึกค่าเป็น M_4

นำค่าต่าง ๆ ที่บันทึกได้ มาคำนวณหาความหนาแน่นผงสารตัวอย่าง ดังสมการ (3.4)

$$\rho = \frac{(M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \rho_0 \quad (3.4)$$

โดยที่ ρ_0 คือความหนาแน่นของน้ำกลั่นที่อุณหภูมิขณะชั่ง

3.2.4 การหาขนาดของผงเซรามิก

การหาขนาดของผงเซรามิกสามารถทำได้หลายวิธี แต่ในกรณีที่ขนาดของผงมีขนาดเล็ก วิธีที่นิยมใช้ในการบอกขนาดคือ การอ้างอิงจากขนาดของตะแกรงที่ใช้ร่อนสาร ว่าสารสามารถถูกร่อนผ่านหรือค้างอยู่บนตะแกรงนั้น ยกตัวอย่างเช่น สารที่ถูกร่อนผ่านตะแกรงขนาด $100 \mu\text{m}$ แต่ไม่สามารถถูกร่อนผ่านตะแกรงขนาด $50 \mu\text{m}$ ก็อาจอ้างได้ว่าขนาดของผงสารอยู่ในช่วง $50 \mu\text{m} - 100 \mu\text{m}$

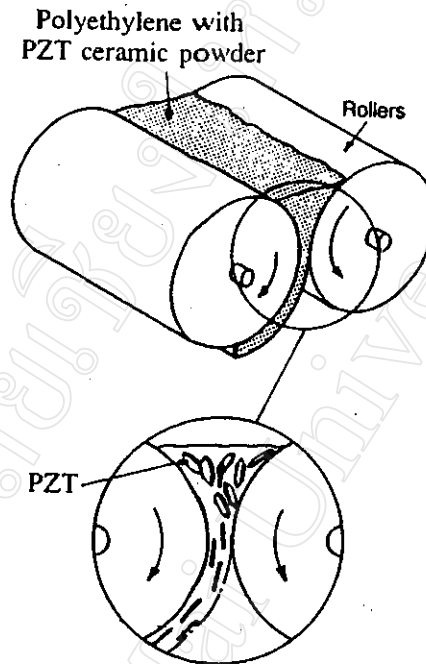
ในการทดลองนี้ได้ใช้ตะแกรงไนลอนที่ทำขึ้นเอง โดยใช้ผ้าตาข่ายไนลอนมาขึงบนท่อพีวีซี สำหรับตาข่ายไนลอนที่ใช้นั้นประกอบไปด้วยเบอร์ 17, 28, 36, 120 และเบอร์ 140 ซึ่งขนาดที่แน่นอนของตาข่ายไนลอนสามารถหาได้โดยการถ่ายภาพจากกล้อง Scanning Electron Microscope : SEM (JEOL model JSM - 840A scanning microscope) หลังจากนั้นวัดขนาดภาพตาข่ายที่ได้โดยเปรียบเทียบกับ Calibrator ซึ่งสามารถบอกขนาดที่แน่นอนของตาข่ายไนลอนได้

3.3 การเตรียมของผสมแบบ 0-3

ในการทดลองนี้ต้องการเตรียมของผสมแบบ 0-3 ระหว่างเซรามิกกับพอลิเมอร์ โดยใช้ผงพีแชนด์ที่เป็นเฟสของเซรามิก และโพลีเอธิลีนเป็นเมตริกซ์พอลิเมอร์ เตรียมได้จากการนำผงเซรามิกที่ผ่านการร่อนคัดขนาดแล้วมาผสมกับโพลีเอธิลีนด้วยเทคนิคการรีดเป็นแผ่น (calendering) จากนั้นนำมาตัดเป็นแผ่นกลมแล้วอัดเป็นเม็ด จะได้เม็ดสารตัวอย่างที่เป็นของผสมแบบ 0-3 ซึ่งในการเตรียมของผสมดังที่กล่าวข้างต้นจะใช้ได้ดีสำหรับกรณีที่ผงเซรามิกมีขนาดค่อนข้างเล็ก แต่สำหรับการทดลองนี้ใช้ผงเซรามิกที่ค่อนข้างใหญ่ จึงเกิดปัญหาในขณะทำการรีด คือ ผงเซรามิกจะร่วงขณะรีด และไม่เกาะตัวติดกับพอลิเมอร์ ซึ่งได้ทำการแก้ปัญหานี้โดยการนำส่วนผสมทั้งหมดคือ โพลีเอธิลีนและผงเซรามิก มาผสมกันก่อนแล้วจึงค่อยนำไปรีด โดยวิธีการผสมนั้นทำได้โดยนำพอลิเมอร์ คือ โพลีเอธิลีน มาผสมตัวทำละลาย ซึ่งในกรณีนี้ใช้สารไซลีน (xylene) ที่อุณหภูมิประมาณ 100°C เมื่อสังเกตเห็นว่าโพลีเอธิลีนละลายหมดแล้ว จึงค่อยๆ ใส่สารเซรามิกพีแชนด์ทีละลงไป กวนให้เข้ากัน ในตอนนี้สารผสมจะมีลักษณะข้นเหนียว และจับตัวเป็นก้อน แต่สามารถสังเกตเห็นได้ว่าการกระจายตัวของผงเซรามิกยังไม่ดี หลังจากนั้นทิ้งสารผสมนี้ไว้ในตู้ควั่นเป็นเวลา 1-2 วัน เพื่อต้องการให้สารไซลีนระเหยออกไปให้หมด แล้วจึงค่อยนำสารผสมมารีดด้วยเครื่องรีดแบบ rolling ดังที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น เพื่อต้องการให้เซรามิกมีการกระจายตัวได้ดีขึ้น ในการทดลองนี้มีข้อควรระวังคือ สารไซลีนเป็นสารระเหยที่เป็นพิษ ดังนั้นในขั้นตอนการผสมจึงต้องกระทำในตู้ควั่น เพื่อป้องกันไอระเหยขณะทำการเตรียมสาร

3.3.1 การรีดแผ่น

ในการรีดแผ่นใช้เครื่องรีด Model LR 110. (Lab Tech Engineering Company Ltd., Bangkok, Thailand) มีลักษณะเป็นคู่ ซึ่งเวลาแกนเหล็กหมุนจะหมุนในทิศทางตรงข้าม ภายในมีอุปกรณ์ให้ความร้อนแก่แกนเหล็ก และสามารถควบคุมอุณหภูมิของแต่ละแกนได้ ในการเตรียมครั้งนี้ใช้อุณหภูมิประมาณ 150°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่โพลีเอธิลีนมีความหนืดถูกรีดเป็นแผ่นได้ง่าย วิธีการรีดแผ่นทำโดยปรับความห่างระหว่างแกนเหล็กให้พอเหมาะ จากนั้นใส่พอลิเมอร์ลงไปที่ตำแหน่งระหว่างแกน ทำการรีดพอลิเมอร์ให้เป็นแผ่นออกมาก่อนแล้วค่อยๆ โรยผงเซรามิกพีแชนด์ทีละลงไป เมื่อแกนเหล็กหมุนลักษณะของสารจะถูกรีด แสดงได้ดังรูปที่ 3.9 ความหนืดของโพลีเอธิลีนจะช่วยยึดผงเซรามิกไม่ให้ร่วงหล่นในขณะรีดแผ่น ในระหว่างการรีดให้ใช้พายขูดของผสมบนแกนเหล็กแล้วรีดผสมใหม่ เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง เพื่อให้ผงเซรามิกพีแชนด์ที่กระจายตัวได้ดีขึ้น



รูปที่ 3.9 การผสมของผสมแบบ 0-3 โดยวิธีการรีดแผ่น

3.3.2 การอัดเม็ดของผสม

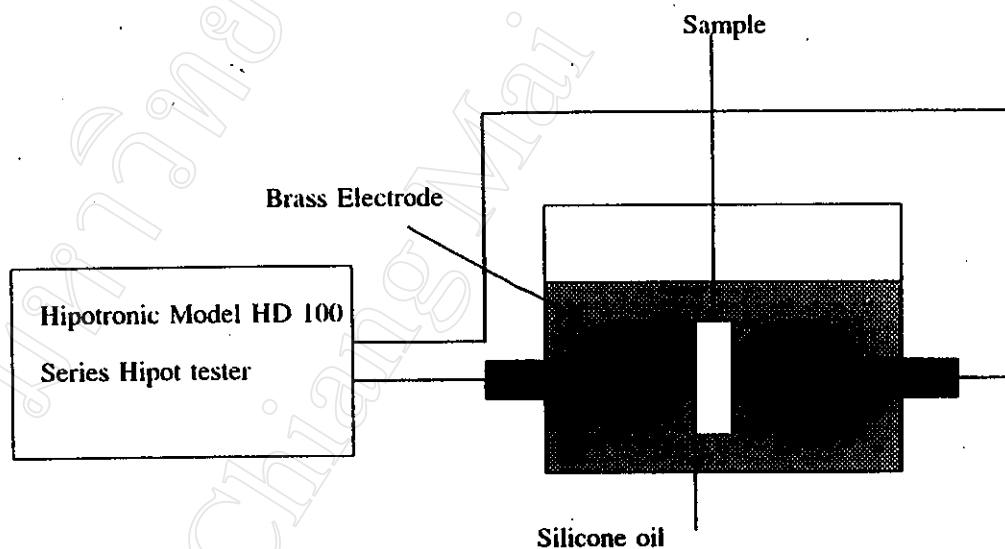
นำแผ่นของผสมที่รีดได้มาตัดเป็นแผ่นวงกลมขนาด 20 mm นำแผ่นของผสมมาซ้อนกันจนมีขนาดประมาณ 1 mm นำไปอัดเม็ดด้วยความดัน ที่อุณหภูมิใกล้จุดหลอมเหลว โดยใช้แม่พิมพ์ที่ให้ความร้อนอุณหภูมิประมาณ 130°C นำไปอัดด้วยความดัน 200 kgf/cm^2 จนกระทั่งอุณหภูมิของแม่พิมพ์ลดลงจนมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง ซึ่งจะใช้เวลาประมาณครึ่งชั่วโมง จะได้เม็ดของผสม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 mm หนาประมาณ 0.7-0.9 mm

3.3.3 การทำขั้วอิเล็กโทรด

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ มาทาผิวทั้งสองข้างของเม็ดสารเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 14 mm ด้วยกาวเงินชนิดแห้งเอง (Silver paste : Dotite type D-550, Fujikura Kasei Co., Ltd., Japan) ในการทำต้องมีความประณีตและพยายามให้มีความหนาสม่ำเสมอ

3.3.4 การโพล

ขั้นตอนที่สำคัญอีกขั้นตอนหนึ่งคือการโพล เพราะเป็นการทำให้โพลาริเซชันแบบเกิดขึ้นเอง พยายามจัดเรียงตัวไปในทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้ ทำให้เม็ดสารมีโพลาริเซชันสำหรับการโพลเซรามิกพีแซดที่จะใช้สนามไฟฟ้าประมาณ 2.5 kV/mm ในน้ำมันซิลิโคน (silicone oil) ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ส่วนการโพลของผลระหว่างพีแซดที่เซรามิกกับโพลีเอธิลีนนั้น สนามไฟฟ้าจะผ่านในเมตริกซ์พอลิเมอร์ได้น้อยมาก มีผลทำให้เฟสของเซรามิกที่กระจายตัวอยู่ได้รับสนามไฟฟ้าที่น้อยเช่นกัน จึงต้องใช้สนามในการโพลสูงกว่าในกรณีการโพลเซรามิกพีแซดที่มาก สำหรับการทดลองนี้ทำการโพลด้วยสนามไฟฟ้าค่าต่างๆ คือ 10 และ 15 kV/mm ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และใช้สนามไฟฟ้า 15 kV/mm ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเช่นกัน เพื่อทำการเปรียบเทียบผลของสนามไฟฟ้ากับสมบัติของของผสมแบบ 0-3 หลังจากนั้นนำสารตัวอย่างไปวัดสมบัติไดอิเล็กตริกและเพียโซอิเล็กตริก หลังจากทำการโพล 24 ชั่วโมง แสดงภาพโพลดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แผนภาพการโพล

ในการทดลองนี้ใช้เครื่องกำเนิดศักย์สูง ยี่ห้อ Hipotronics รุ่น Model HD 100 Series Hipot Tester เป็นเครื่องให้ศักย์ไฟฟ้าสูงสุดได้ 15 kV/mm ให้กระแสได้ทั้งแบบกระแสตรงและกระแสสลับ แต่ในกรณีนี้ใช้กระแสตรง นอกจากนี้ภายในตัวเครื่องยังมีระบบการตรวจเช็ค ถ้า

เกิดการ breakdown ขึ้นกระแสน้ำหน้าปัดจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เครื่องจะทำการตัดทันที และมีเสียงสัญญาณเตือน เนื่องจากการไหลสารที่เป็นของผสมจะใช้สนามไฟฟ้าที่สูงมาก ดังนั้นจึงควรมีความระมัดระวังในขณะที่ทำการไหลอย่างมาก เพราะอาจทำให้เกิดอันตรายได้

3.4 สมบัติไดอิเล็กตริก

ศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของสารตัวอย่าง ซึ่งเป็นของผสมแบบ 0-3 ระหว่างพีแซดที่เซรามิกกับโพลีเอธิลีน โดยใช้อัตราส่วนในการเตรียมเท่ากับ 40 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ซึ่งแต่ละอัตราส่วนนั้นเตรียมจากผงเซรามิกที่มีขนาดแตกต่างกัน 5 ขนาด คือ ผงเซรามิกที่ร่อนอยู่ระหว่างตะแกรงไนลอนเบอร์ 17 และ 28 (NO.5), ระหว่างตะแกรงเบอร์ 28 และ 36 (NO.4), ระหว่างตะแกรงเบอร์ 36 และ 120 (NO.3), ระหว่างตะแกรงเบอร์ 120 และ 140 (NO.2) และผงสารที่ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 140 (NO.1) ทำการศึกษาถึงผลของขนาดเซรามิกที่มีต่อสมบัติไดอิเล็กตริก และเปรียบเทียบกับสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกพีแซดที่และของโพลีเอธิลีน

3.4.1 การหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

การหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) ของสารตัวอย่าง ได้จากการวัดค่าความจุไฟฟ้าของสารตัวอย่าง โดยใช้ Impedance/Gain-Phase Analyser : Hewlett 4194 A (Hewlett Packard, California, U.S.A) แล้วนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ได้จากความสัมพันธ์ดังสมการ (3.5)

$$\epsilon_r = \frac{t}{\epsilon_0 A} C \quad (3.5)$$

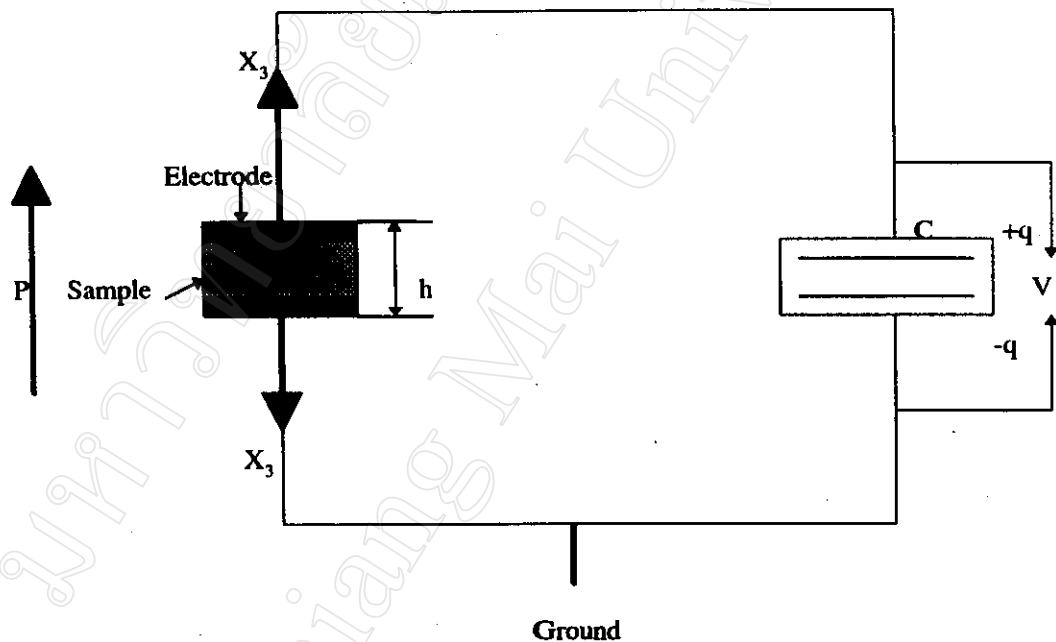
โดยที่ ϵ_0 คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสุญญากาศ ($= 8.85 \times 10^{-15} \text{ F/mm.}$)
 A คือ พื้นที่หน้าตัดของขั้วอิเล็กโทรดของสารตัวอย่าง mm.^2
 t คือ ความหนาของสารตัวอย่าง, mm.

3.4.2 การหาค่า $\tan \delta$

ค่า $\tan \delta$ สามารถอ่านค่าได้โดยตรงจากเครื่อง Impedance/Gain-Phase Analyser : Hewlett 4194 A (Hewlett Packard, California, U.S.A) โดยวัดไปพร้อมกับค่าความจุไฟฟ้าเมื่อเทียบกับความถี่และอุณหภูมิ

3.5 สมบัติเพียโซอิเล็กทริก

การวัดค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก d_{33} โดยใช้ Piezometer System Model PM 25 ; Take Control โดยมีหลักการทำงานดังนี้คือ ใช้สารตัวอย่างมาต่อขนานกับตัวเก็บประจุที่มีค่าความจุไฟฟ้า C ดังแสดงในรูปที่ 3.11 เมื่อให้ความดัน (Stress) X_3 ที่ขั้วอิเล็กโทรด มีพื้นที่ A จะทำให้เกิดประจุ q ถ้า h เป็นความหนาของสารตัวอย่าง และ V เป็นความต่างศักย์ระหว่างแผ่นคู่ขนานของตัวเก็บประจุ แสดงสมการที่เกี่ยวข้องดังนี้



รูปที่ 3.11 หลักการวัดค่า d_{33}

$$D_{33} = d_{33} X_3 + \epsilon_{33} E_3 \quad (3.6)$$

$$q = CV = D_3 A \quad (3.7)$$

โดยที่ D_{33} คือ การขจัดไดอิเล็กทริก

E_3 คือ สนามไฟฟ้าที่เกิดขึ้นให้ความดัน X_3 ที่ขั้วอิเล็กโทรด ซึ่งมีความสัมพันธ์กับความต่างศักย์ (V) และความหนาของสารตัวอย่าง (t) ดังนี้

$$E_3 = -\frac{V}{t} \quad (3.8)$$

จาก (3.7)
$$D_{33} = \frac{CV}{A} \quad (3.9)$$

จาก (3.8) และ (3.9) แทนลงใน (3.6) ได้

$$\frac{CV}{A} = d_{33}X_3 - \epsilon_{33} \frac{V}{t} \quad (3.10)$$

จะได้
$$= \frac{d_{33}X_3 A}{C + \epsilon_{33} \frac{A}{t}} \quad (3.11)$$

เมื่อ $C \gg \epsilon_{33} \frac{A}{t}$ ได้

$$d_{33} = \frac{CV}{X_3 A} = \frac{q}{F_3} \quad (3.12)$$

โดยที่ F_3 คือ แรงที่กระทำกับสารตัวอย่างในทิศทาง 3 หรือทิศทางการโพล

แต่ในทางปฏิบัติ การวัดแบบกดไว้มีผลทำให้ประจุที่ออกมาเร็ว วัดค่าได้ยาก เพื่อลดปัญหา จึงทำการวัดเทียบกับตัวมาตรฐาน ด้วยแรงที่เท่ากัน และใช้ตัวเก็บประจุตัวเดียวกัน จาก (3.12) จะได้

$$\frac{d_{33}}{d_{st}} = \frac{V}{V_{st}} \quad (3.14)$$

$$d_{33} = \frac{V}{V_{st}} d_{st} \quad (3.15)$$

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

ดังนั้นการปฏิบัติจริง เครื่องจะทำการวัดค่าศักย์ไฟฟ้า V แล้วคำนวณตามสมการ (3.14) จะได้ค่า d_{33} ของสารตามต้องการ

3.6 การวัดค่า Resonance Frequency (f_r) และ Antiresonance Frequency (f_a)

ทำการวัดค่า Resonance Frequency (f_r) และ Antiresonance Frequency (f_a) ของเมดพีแซดที่เซรามิก เพื่อนำไปคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบในแนวระนาบ (Plannar Coupling Coefficient ; K_p) โดยใช้เครื่อง Impedance/Gain-Phase Analyzer : Hawlett 4194 A แล้ววัดค่า impedance z ของสารตัวอย่างที่มีความถี่ต่างๆ และสามารถอ่านค่า f_r และ f_a ได้จากกราฟที่ปรากฏบนจอภาพ หลังจากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่า K_p ดังสมการ (3.15)

$$K_p = \sqrt{\frac{2.5(f_a^2 - f_r^2)}{f_a^2} + 0.038} \quad (3.15)$$