

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดวิธีการดำเนินการวิจัยของของโครงการวิจัยเรื่องการสังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติของเซรามิกเฟอร์ไรต์เล็กทริกไว้ตะกั่วในระบบสารละลายของแข็งแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานาต์กับแบเรียมซีเรียมไททานาต์ (1-x)BZT-xBCeT โดยประกอบไปด้วยเนื้อหาในหัวข้อของสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ กระบวนการสังเคราะห์ผงและเซรามิก รวมถึงวิธีการเตรียมชิ้นงานเพื่อตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้าและการตรวจสอบสมบัติ มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 ผงแบเรียมคาร์บอเนต (Barium carbonate: BaCO_3)
- 3.1.2 ผงซีเรียมออกไซด์ (Cerium oxide: CeO_2)
- 3.1.3 ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium dioxide: ZrO_2)
- 3.1.4 ผงไทเทเนียมออกไซด์ (Titanium oxide: TiO_2)
- 3.1.5 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA)
- 3.1.6 ผงอะลูมินาไดออกไซด์ (Alumina dioxide: Al_2O_3)
- 3.1.7 เอทานอล (Ethanol)
- 3.1.8 น้ำมันซิลิโคนออยล์ (Silicone oil)
- 3.1.9 กาวเงิน (Silver paint)
- 3.1.10 อะซิโตน (Acetone)

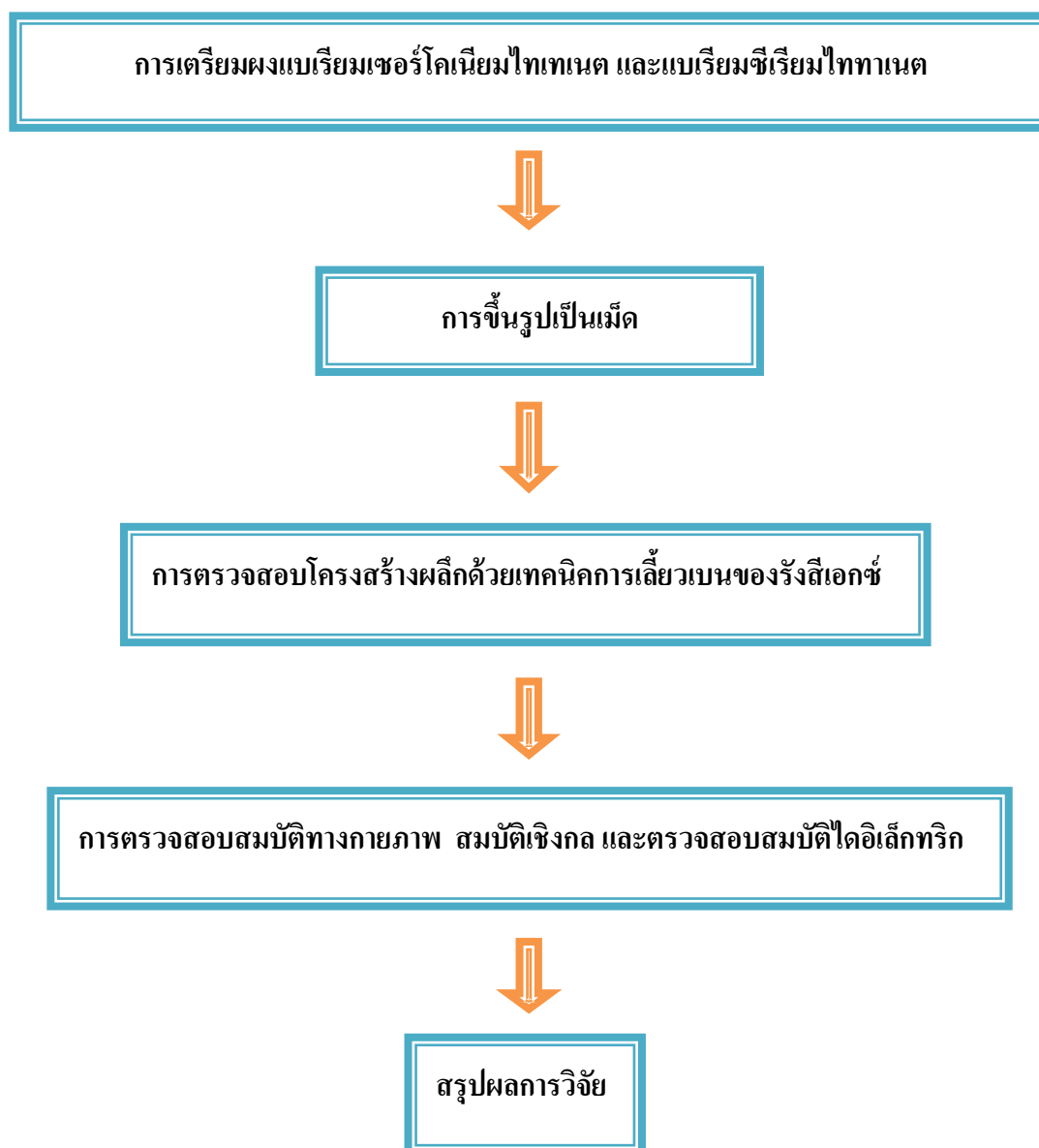
3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 ลูกบดเซอร์โคเนีย (Zirconia milling media)
- 3.2.2 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.2.3 บีกเกอร์ขนาด 100, 500 และ 1000 ลูกบาศก์มิลลิเมตร
- 3.2.4 กระจกพลาสติกพร้อมปิดใช้สำหรับการบดย่อย
- 3.2.5 ซ้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส
- 3.2.6 เทปกาว
- 3.2.7 ครกบดสาร (Agate mortar)
- 3.2.8 เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper) ระบบดิจิตอล ความละเอียด 0.01 mm
- 3.2.9 ถ้วยอะลูมินา (Alumina crucible)

- 3.2.10 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 cm
- 3.2.11 ทรายทรายน้ำ
- 3.2.12 พงซ์อะลูมินา
- 3.2.13 ผ้าร่อน (Sieve)
- 3.2.14 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (Hydrolic press)
- 3.2.15 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม
- 3.2.16 เครื่องบดผสมแบบ ball-milling ความเร็ว 60 รอบ/นาที
- 3.2.17 เตาไฟฟ้า
- 3.2.18 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer)
- 3.2.19 เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (Microhardness tester)
- 3.2.20 เครื่อง LCR Hitester สำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก
- 3.2.21 เครื่องบดย่อยแบบกระแทก (Vibro-milling)

3.3 แผนการดำเนินงานและวิธีวิจัย

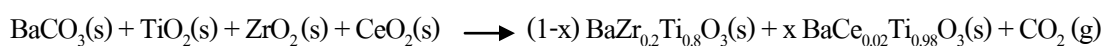
ในการสังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติของเซรามิกระบบสารละลายของแข็งแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานेटกับแบเรียมซีเรียมไททานेट $(1-x)\text{BZT}-x\text{BCeT}$ โดยมีการเตรียมผง $(1-x)\text{BZT}-x\text{BCeT}$ และทำส่วนผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน นำผงที่ได้มาขึ้นรูปเป็นเม็ด แล้วทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากนั้นนำมาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติไดอิเล็กทริก แล้วสรุปผลการทำวิจัย ซึ่งแผนการดำเนินงานและวิธีวิจัยแสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนการดำเนินงานและวิธีวิจัย

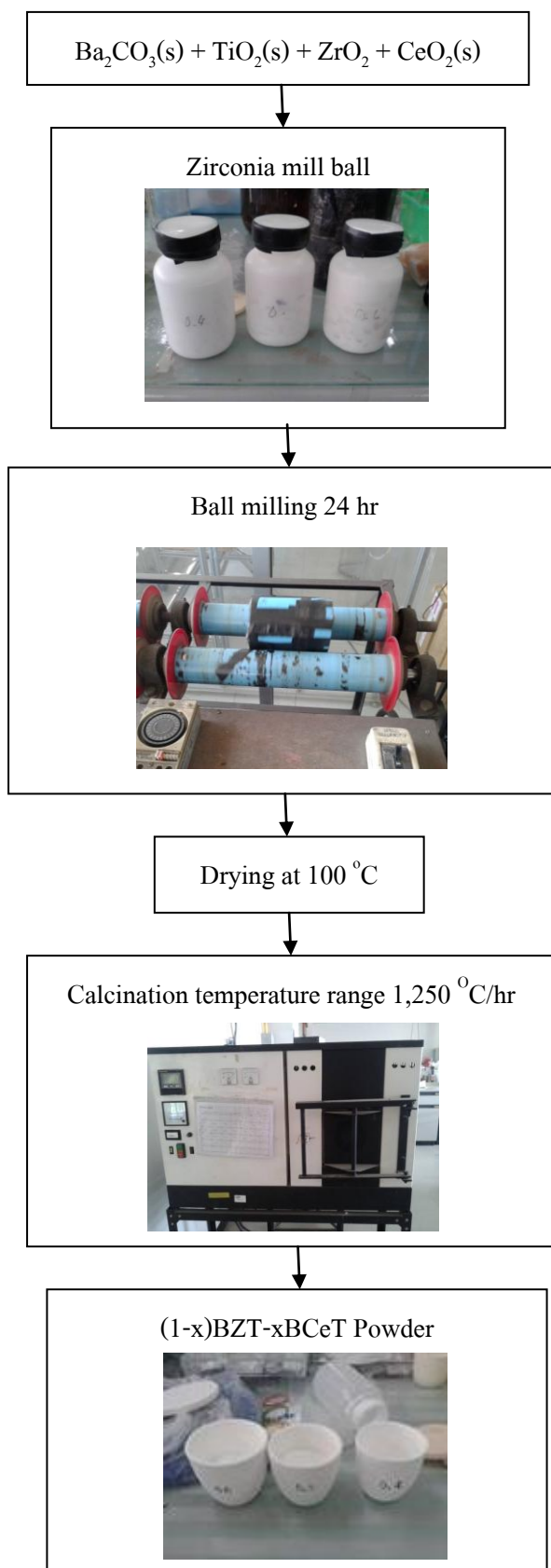
3.4 การเตรียมผงแบเรียมเซอร์โคเนียมไทเทเนต และแบเรียมซีเรียมไททานต

ในการเตรียมผง (1-x)BZT-xBCeT ใช้วิธีการเตรียมแบบมิกส์ออกไซด์ โดยคำนวณจากสมการเคมี

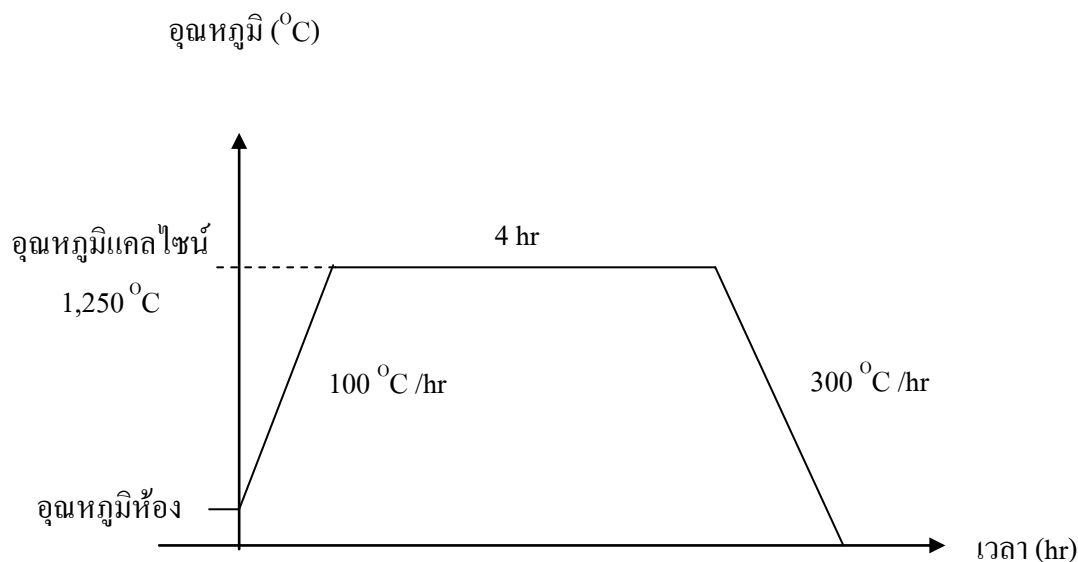


เมื่อ $x = 0.4, 0.5$ และ 0.6 เศษส่วนโดยมวล (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก) กระบวนการเตรียมผง (1-x)BZT-xBCeT แสดงในรูปที่ 3.2 พอสังเขป และมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 1) โดยเริ่มจากซังสารตั้งต้น Ba_2CO_3 , TiO_2 , ZrO_2 และ CeO_2 นำมาบดผสมกันในกระปุกพลาสติกที่มีเม็ดบดเซอร์โคเนีย (Zirconia mill ball) โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 2) จากนั้นทำการแยกเม็ดบดออกจากของเหลว แล้วนำมาทำให้แห้ง โดยนำของเหลวผสมมาวางบนเตาแผ่นให้ความร้อน (hot plate) ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส และคนสารด้วยแท่งคนสาร (magnetic bar) จนได้ผงเกือบแห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงนำมาบดละเอียดด้วยครกบดสาร (agate mortar)
- 3) แล้วนำมาเผาแคลไซด์ (calcination) ในช่วงอุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.3 จากนั้นนำผง (1-x)BZT-xBCeT มาบดด้วยครกบดสาร (agate mortar)



รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมผง (1-x)BZT-xBCeT

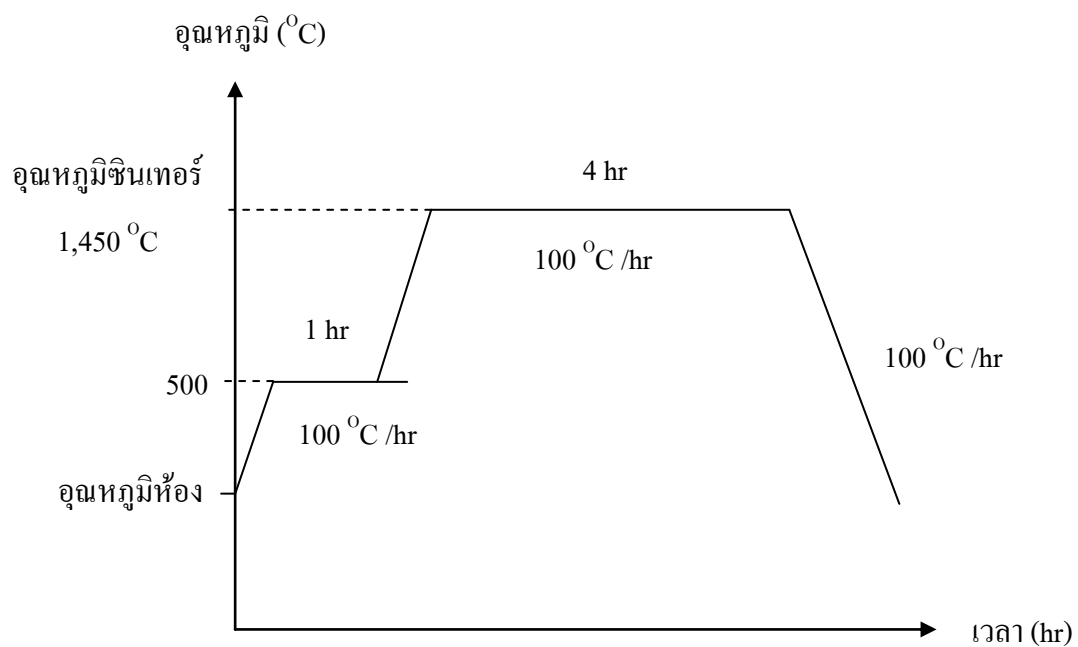


รูปที่ 3.3 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาเคลือบ

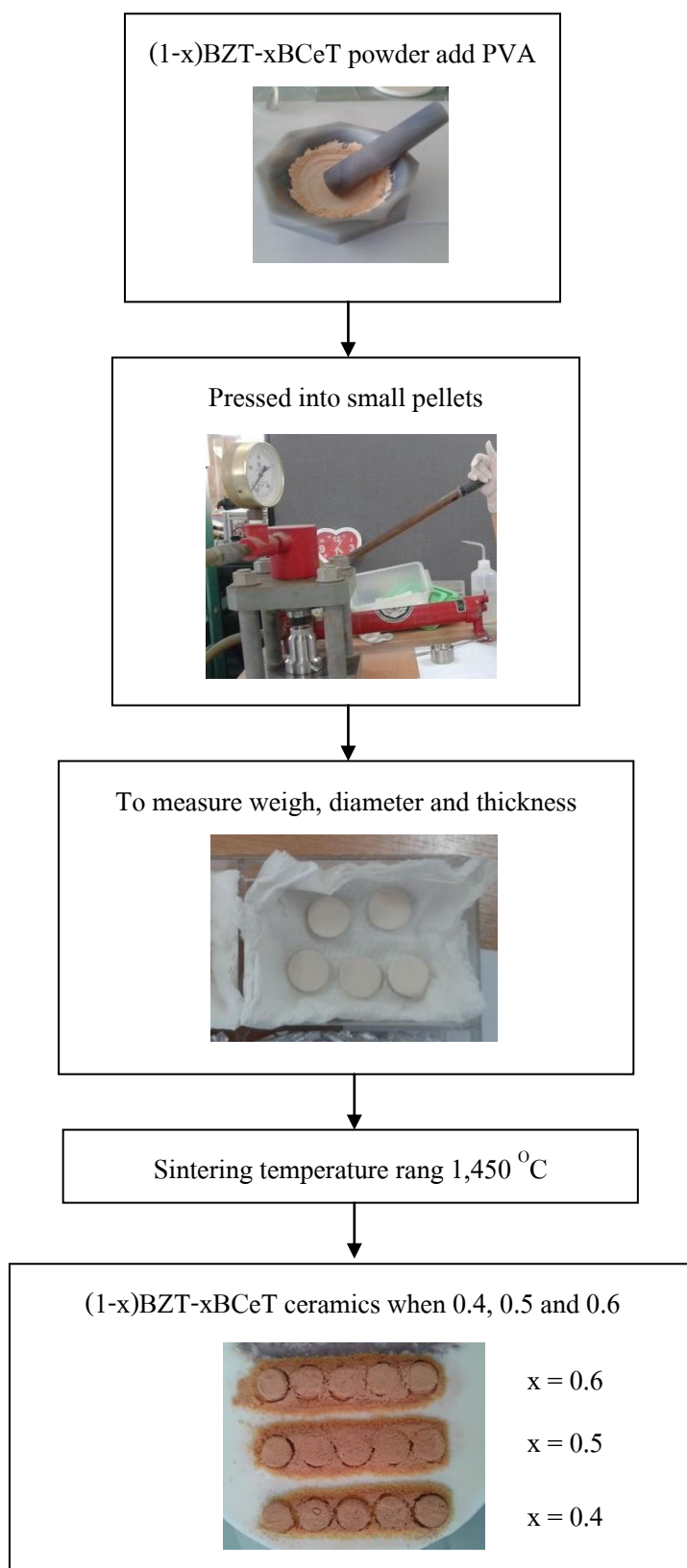
3.5 การเตรียมเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนียมซีเรียมไททานต

ขั้นตอนการเตรียมเซรามิก $(1-x)\text{BZT}-x\text{BCeT}$ แสดงในรูป 3.5 ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 1) บดผง $(1-x)\text{BZT}-x\text{BCeT}$ แล้วเติมสารยึดเหนี่ยว (binder) พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเป็นตัวแทนในการขึ้นรูปให้ชิ้นงาน เป็นเวลา 5 นาที จนละเอียด
- 2) นำผงที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูป มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disc) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิกและแม่พิมพ์โลหะด้วยความดัน 1 ตันเป็นเวลา 15 วินาที
- 3) นำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วมาจัดเรียงลงในแผ่นอะลูมินา แล้วนำมาปิดฝาเพื่อป้องกัน สิ่งปนเปื้อนระหว่างการเผา
- 4) นำไปเผาซินเทอร์ซึ่งในการทดลองนี้จะทำการซินเทอร์เท่ากับ 1,450 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์

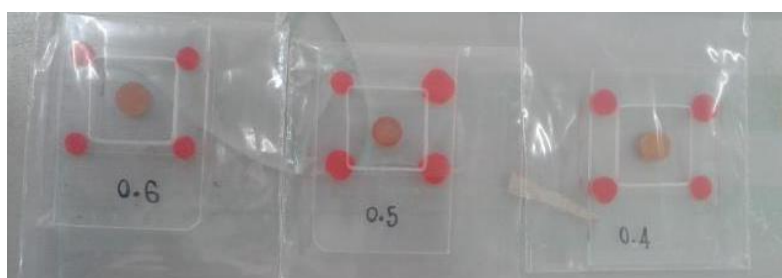


รูปที่ 3.5 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมเซรามิก (1-x) BZT-xBCeT

3.6 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

การใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ในการตรวจสอบหาองค์ประกอบทางเคมีและชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งทำได้โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง และเลี้ยวเบนขึ้น โดยมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ โดยแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็就会有ความเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัดมารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่า วัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ และความเข้มของพีค รังสีเอกซ์ของแบบอย่างการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยมีขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานเซรามิก (1-x)BZT-xBCeT ดังนี้

- 1) ชัดผิวหน้าชิ้นงานเซรามิกด้วยกระดาษทรายที่ต้องการนำไปวิเคราะห์เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกบริเวณผิวออก
- 2) นำเซรามิกที่ขัดผิวหน้าออกแล้วนำไปทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง
- 3) หลังจากทำความสะอาดแล้วนำชิ้นงานไปอบให้แห้งในเตาที่มีอุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 4) นำชิ้นงานที่อบแห้งแล้วไปติดบนฐานกระจกที่เตรียมไว้ด้วยดินน้ำมัน ที่แสดงดังรูปที่ 3.6 แล้วนำไปเข้าเครื่องเพื่อวิเคราะห์



รูปที่ 3.6 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกที่ติดบนฐานกระจกที่เตรียมไว้ด้วยดินน้ำมัน

3.7 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

3.7.1 การหาค่าความหนาแน่น

ในการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก (1-x)BZT-xBCeT ใช้วิธีการของอาร์คิมิดีส (Archimedes' principle) คือ เมื่อวัตถุจมอยู่ในของเหลว วัตถุนั้นจะพยุงขึ้นด้วยแรงลอยตัว (Buoyant Force) ซึ่งมีขนาดเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ในวัตถุ ถือเป็นวิธีการเหมาะสมกับของแข็งทุกชนิด ทั้งจมและลอย แต่ไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำหรือสารละลายน้ำ โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

- 1) นำเม็ดเซรามิกไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 1 วัน
- 2) นำเม็ดเซรามิกไปชั่งด้วยวิธีการแทนที่โดยใช้เครื่องแล้วบันทึกค่าที่ได้เป็นน้ำหนัก W_3
- 3) นำเม็ดเซรามิกไปชั่งในอากาศบันทึกเป็นน้ำหนัก W_2 แล้วนำเม็ดไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน
- 4) ทำการชั่งน้ำหนัก W_1 แล้วบันทึกค่าจากนั้นแทนค่าในสมการต่อไปนี้

$$\rho_c = \frac{W_3}{W_2 - W_1} \times \rho_{H_2O}$$

เมื่อ ρ_c คือ ความหนาแน่นของเม็ดเซรามิกมีหน่วยเป็น กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

W_1 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อชั่งในน้ำหลังต้ม มีหน่วยเป็น นิวตัน

W_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อชั่งในอากาศหลังต้ม มีหน่วยเป็น นิวตัน

W_3 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างหลังอบแห้ง มีหน่วยเป็น นิวตัน

ρ_{H_2O} คือ ค่าความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิห้อง มีหน่วยเป็น กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร



รูปที่ 3.7 เครื่องชั่งอัตโนมัติที่สามารถชั่งได้ทั้งในน้ำและอากาศ

3.8 การตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก

3.8.1 การตรวจสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์

นำเม็ดเซรามิก BZT-BCeT ไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000 และ 1200 ให้เรียบและได้ระนาบ เพื่อสามารถมองเห็นรอยกดได้อย่างชัดเจน แล้วนำไปวัดค่าความแข็งด้วยวิธีการกด(indentation technique) โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการเตรียมมาแล้วทดสอบด้วยเครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (micro hardness tester) โดยรูปแบบของหัวกดแบบวิกเกอร์(Vickers hardness tester HD) ดังรูปที่ 3.8 จากนั้นวัดค่าความยาวของรอยแยกที่เกิดจากการกดด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ (crack length) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (light microscope)



รูปที่ 3.8 เครื่องวัดค่าความแข็งที่ใช้หัวกดแบบวิกเกอร์

ในการทดสอบความแข็งของเซรามิก (1-x)BZT-xBCeT เมื่อทำการกดชิ้นงานแล้วทราบค่าความยาวของรอยกด (d) จึงสามารถนำไปคำนวณค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ได้ดังสมการ

$$HV = 1.854 \frac{P}{d^2}$$

เมื่อ HV คือ ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ มีหน่วยเป็น จิกะปาสกาล

P คือ น้ำหนักที่ให้แก่หัวกด มีหน่วยเป็น นิวตัน

d คือ ค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของวิกเกอร์ มีหน่วยเป็น ไมโครเมตร

3.9 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก

การตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Relative permittivity, ϵ_r) และการสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กทริก (Dissipation factor, $\tan \delta$) ในการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและการสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กทริกสามารถหาได้โดยอาศัยเครื่องวัด ไดอิเล็กทริก ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า C และ $\tan \delta$ ในช่วงความถี่ 20 เฮิร์ต - 2 เมกะเฮิร์ต ในช่วงอุณหภูมิห้ององศาเซลเซียส โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

- 1) นำเม็ดเซรามิกไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ต่างให้เรียบและได้ระนาบ
- 2) วัดค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางเซรามิกหลังขัด
- 3) นำเซรามิกไปทาสีไฟฟ้า โดยทาขาวเงิน (Silver paint) แล้วนำไปเผา
- 4) นำเม็ดเซรามิกไปทำการวัดค่า C และ $\tan \delta$ ด้วยเครื่องวัดในช่วงความถี่ 20 เฮิร์ต - 2 เมกะเฮิร์ต แล้วนำไปคำนวณหาค่า ϵ_r ดังสมการ

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

เมื่อ C คือ ค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยเป็น คูลอมบ์ต่อโวลต์ หรือ ฟารัด

ϵ_0 คือ 8.85×10^{-12} มีหน่วยเป็น ฟารัดต่อเมตร

ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของสารนั้น

A คือ พื้นที่หน้าตัดของเม็ดเซรามิก มีหน่วยเป็น เมตร

d คือ ความหนาของเม็ดเซรามิก มีหน่วยเป็นเมตร