

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ผงสารตัวอย่าง ACL 4030 และ ACL 4040
2. Polyvinyl alcohol (PVA)
3. Silicone oil
4. Resin and Hardener
5. Alumina paste
6. กาวเงิน
7. HF (Hydrofluric acid)
8. HCL (Hydrocholric acid)
9. น้ำกลั่น
10. MEK (Methyl ethyl ketone)
11. Fish oil
12. Dibutyl Phthalate
13. Polyethylene Gylcol
14. Cyclohexanone

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งสารแบบละเอียดผลิตโดยบริษัท SATORIUS ควบคุมการทำงานด้วยระบบ วงจรอิเล็กทรอนิกส์ ชั่งมวลในช่วง 0-160 g และชั่งละเอียดถึง 0.0001 g
2. เครื่องชั่งสารแบบละเอียดอัตโนมัติ ผลิตโดย METTLER TOLEDO
3. เครื่องอัดสาร specac สามารถอัดได้ด้วยแรงดันสูงสุด 25 tons ใช้อัดผงสารให้เข้ากัน แน่น ก่อนที่จะเผาซินเตอร์
4. เตาเผาไฟฟ้า ผลิตโดยบริษัท lanton สามารถตั้งอุณหภูมิสูงสุดได้ 1500 °C

5. เครื่องกำเนิดความถี่ (Audio Generator) ความถี่ 0-1 MHz รุ่น GAC-808 A ผลิตโดย Goodwill
6. เครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าสูง ผลิตโดยบริษัท cenco
7. เครื่อง Universal Counter รุ่น 5314 A ผลิตโดยบริษัท Hewlett Packard
8. เครื่อง Storage Oscilloscope ผลิตโดยบริษัท Iwatsu รุ่น DS-8631
9. Electric Hot Plate ผลิตโดยบริษัท Ardent รุ่น ASO-201
10. เครื่อง Temperature sensor ที่ 120°C
11. LCZ-meter ผลิตโดยบริษัท Hewlett Packard
12. เครื่องขัดสาร (Grinder-Palisher) ผลิตโดยบริษัท Bochler รุ่น Ecomet3
13. เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer) รุ่น JEOL
14. กล้อง scanning electron microscope
15. ถังพลาสติกกลม สำหรับใส่สารในการ ball mill
16. ครกบดสารตัวอย่างทำด้วย Agate
17. Magnesia Crucible
18. เครื่องผสมสารแบบ ball mill ใช้สำหรับผสมสารให้เข้ากัน โดยวิธีที่เรียกว่า rolling จะได้สารที่มีเนื้อสารกระจายอย่างสม่ำเสมอ มีลักษณะเป็นแท่นเหล็ก มีแกนเหล็กตามแนวระนาบใช้ motor เป็นตัวหมุนแกนเหล็ก
19. แม่พิมพ์พลาสติก (mold) ใช้เป็นแม่พิมพ์ในการหล่อเรซิน ให้ปกคลุมสารตัวอย่างเพื่อสะดวกในการจับยึด
20. บีกเกอร์
21. กระดาษ foil
22. ช้อนพลาสติกสำหรับตักสาร
23. หลอดไฟแบบ sport light ขนาด 300 watt
24. เทอร์โมมิเตอร์
25. magnetic stirrer
26. ขาตั้ง
27. ที่จับสาร
28. สายไฟ
29. กระดาษทรายน้ำเบอร์ 400 , 600 และ 1000
30. ผ้าสักหลาด สำหรับ polishing

31. หม้อสุญญากาศ
32. rotary pump
33. หม้อแปลงไฟฟ้าจาก 220 volt มาเป็น 110 volt
34. ตู้อบสารโดยตั้งอุณหภูมิให้คงที่ที่ 105 °C
35. ไมโครมิเตอร์มีความละเอียด 0.01 cm
36. เม็ดบด
37. Tape casting system
38. เครื่องวัด d33
39. DTA (Differential Thermal Analysis)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1. ศึกษาสมบัติพื้นฐานของผงสารสำเร็จ ACL 4030 และ ACL 4040 โดย

- นำผงสารสำเร็จไปทดสอบหาชนิดของสารโดยวิธีการ x-ray diffraction
- นำผงสารสำเร็จไปถ่ายภาพ SEM เพื่อหาขนาดของ particle size
- นำผงสารสำเร็จไปทดสอบหาช่วงอุณหภูมิของการซินเตอร์โดยใช้เครื่อง DTA
- หาอุณหภูมิ Sintering ที่แท้จริง ของผงสารสำเร็จ โดยการนำผงสารสำเร็จมาอัดเม็ด โดยใช้บล็อกอัดสารรูป disc ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm แล้วนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วงที่กราฟ DTA มีการเปลี่ยนแปลง แล้วนำสารตัวอย่างที่ได้ มาหาค่าความหนาแน่น และทำการพลอตกราฟระหว่างอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ และค่าความหนาแน่นที่ได้
- เมื่อได้อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่แน่นอนแล้ว ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิดังกล่าว เพื่อนำเม็ดสารนั้นไปหาสภาพความพรุน (Porosity), ความหดตัว (Shrinkage) และค่าความหนาแน่น
- นำเม็ดสารไปศึกษาหาโครงสร้างทางจุลภาค โดยทำการขัดผิวหน้าของเม็ดสารตัวอย่างให้เรียบโดยใช้กระดาษทรายน้ำเบอร์ 600 และเบอร์ 1000 ตามลำดับ จนกระทั่งผิวของชิ้นสารตัวอย่างไม่มีรอยขีดข่วนเมื่อมองด้วยตาเปล่าจึงนำชิ้นสารตัวอย่างไปขัดด้วย Alumina paste ขนาด 1 μm บนผ้าสักหลาดจนผิวหน้าเป็นมันวาว เมื่อนำไปส่องกล้องจุลทรรศน์ จะไม่เห็นรอยขีดข่วน แล้วนำชิ้นสารตัวอย่างไปกัดกรดโดยใช้ กรดไฮโดรคลอริก 5 ml ในน้ำกลั่น

100 ml ผสมกับกรดไฮโดรฟลูอริก 35 หยด โดยนำเม็ดสารตัวอย่างที่เตรียมได้จุ่มในสารละลายเป็นเวลา 15 วินาที ล้างด้วยน้ำสะอาด แล้วนำไปศึกษาหาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์

- นำเม็ดสารตัวอย่าง ทากาวเงินและนำไปเผาเพื่อให้กาวเงินแห้งที่อุณหภูมิ 750°C เป็นเวลา 12 นาที ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- นำเม็ดสารตัวอย่างไปทำขั้ว (Pole) โดยใช้ค่าสนามไฟฟ้าประมาณ $1.6\text{ kV}/\text{mm}$
- นำเม็ดสารตัวอย่างที่ได้ไปหาสมบัติทางไฟฟ้า ได้แก่ ค่า ϵ_r , $\tan \delta$, Electric strength, d33, Frequency resonance and frequency anti-resonance (f_r , f_a)

3.3.2. เตรียมสารตัวอย่างเพื่อประยุกต์ใช้ทำเป็นหม้อแปลง (Transformer)

3.3.2.1. การเตรียมสารตัวอย่างโดยวิธี Tape Casting

- ชั่งผงสารสำเร็จ 100 g ผสมในเอทานอล 100 ml นำไปสั่นโดยใช้ Ultrasonic 20 – 30 นาที แล้วทิ้งให้แห้งในอากาศ
- ทำการเตรียม Solution 1 โดยใช้

MEK	30 ml
เอทานอล	30 ml
Fish oil	2.5 ml
- นำ Solution ที่ได้มาผสมกับผงสารตัวอย่าง และนำไป Ball Mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- ทำการเตรียม Solution 2 โดยใช้

Poly methyl methanerylate	12 g
MEK	40 ml
Dibutyl Phthalate	8 ml
Polythylene Glycal	8 ml
Cyclohexanone	2 ml
- นำ Solution 2 ที่ได้ผสมกับ Solution 1 ที่เตรียมไว้ในตอนแรก และทำการ Ball Mill ต่อเป็นเวลาอีก 24 ชั่วโมง
- นำสารที่ได้ทั้งหมดไปอุ่นในน้ำที่อุณหภูมิ $80 - 100^{\circ}\text{C}$ เตรียมพร้อมที่จะทำการเทสารในเครื่อง Tape Casting

- เมื่อเตรียมเครื่อง Tape Casting ที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว แล้วตั้งใบมีดในการรีด (Doctor Blade) ไว้ที่ความหนา 0.5 mm
- เทสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เพื่อทำการ Tape Casting ปล่อยให้แห้งในอากาศในที่ที่ไม่มีฝุ่นละอองเป็นเวลาประมาณ 3 วัน
- เมื่อสารตัวอย่างแห้งดีแล้ว ขึ้นรูปโดยใช้บล็อกรูปวงกลม
- นำสารตัวอย่างไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C โดยกำหนดให้อัตราการขึ้นลงอุณหภูมิเป็นไปอย่างช้า ๆ (ในงานวิจัยนี้ใช้อัตราการขึ้นลงอุณหภูมิ 1 °C/min)
- นำสารตัวอย่างที่ได้จากการเผาซินเตอร์มาวิเคราะห์ผลที่ได้

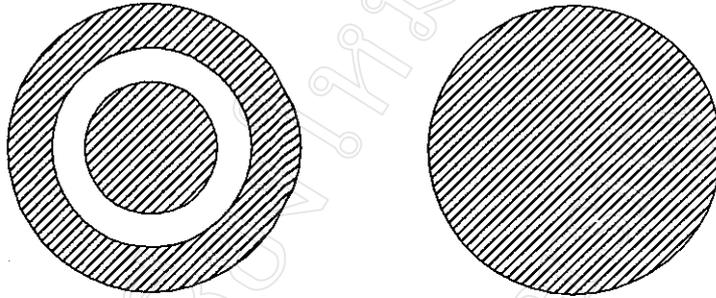
3.3.2.2 การเตรียมโดยวิธี Disc ชนิด A

- นำผงสาร ACL 4040 ขึ้นรูปโดยใช้บล็อกขึ้นรูปสารรูป disc ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm แรงดัน 3 tons
- เผา ซินเตอร์ disc ที่อุณหภูมิ 1250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลง 5 °C/min
- เปิดสารที่ได้ ชัดผิวหน้า เพื่อปรับแต่ให้มีความขนานกันดีขึ้น
- ทำการอัดเม็ดอีกครั้งโดยใช้บล็อกขึ้นรูปสารรูป disc ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm โดยการวางจัดเม็ดสารที่ได้ข้างต้น ให้อยู่ตรงกลางแล้วทำการโรยผง ACL 4030 ให้อยู่บริเวณขอบ ใช้แรงดัน 1 ton
- เผา ซินเตอร์สารตัวอย่างอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลง 5 °C/min
- วิเคราะห์ผลที่ได้

3.3.2.3 การเตรียมสารตัวอย่างโดยวิธี Disc ชนิด B

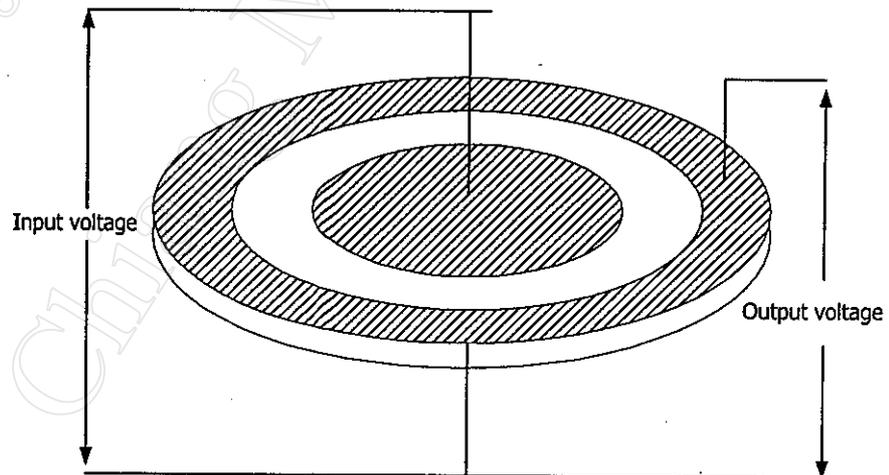
- ขึ้นรูปสารชนิด ACL 4030 โดยวิธีใช้บล็อกอัดสารรูป disc ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm
- green sheet รูป disc ที่ได้ นำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลง 5 °C/min
- ชัดผิวหน้าให้เรียบและขนานกันทั้ง 2 ด้าน

- นำสารตัวอย่างที่ได้ทาภาวเงินให้มีลักษณะตามรูปที่ 3.1 และเผาเพื่อให้ภาวเงินแห้งติดสนิทกับสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 12 นาที อัตราการขึ้นลง 5 °C/min



รูปที่ 3.1 แสดงพื้นที่ทาภาวเงินของสารตัวอย่างแบบ disc ชนิด B

- บัดกรีสายไฟต่อที่ภาวเงินแต่ละจุดแล้วทำการ โพลสาร โดยกำหนดให้ด้านที่มีภาวเงิน ทาอยู่เต็มหน้าเป็นกราวด์ (G) และใช้ค่าสนามไฟฟ้าในการโพลประมาณ 1.6 kV/mm
- นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้วัดค่าอัตราส่วนของ V_{out} / V_{in} โดยใช้การต่อขั้วตามรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงการต่อขั้วทางไฟฟ้าด้าน input และ output กับสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นได้

- ใช้สาร ACL 4040 เตรียมสารตัวอย่างตามวิธีข้างต้น แต่เปลี่ยนค่าอุณหภูมิที่ใช้ซินเตอร์ เป็น 1250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลง 5 °C/min และเปลี่ยนค่าสนามไฟฟ้าในการโพลเป็น 2 kV/mm และวัดค่าอัตราส่วน V_{out} / V_{in}