

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผงและเซรามิกของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่มีสูตรโครงสร้างเป็น $Zr_xTi_{2-x}O_4$ โดยที่ x มีค่าเป็น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0 ตามลำดับ ด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์ (mixed oxide) เพื่อศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างเซอร์โคเนียมต่อติตาเนียมว่ามีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกเซอร์โคเนียมไดออกไซด์อย่างไร โดยทำการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) ของเซรามิกเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ ทั้งยังได้ศึกษาถึงความสัมพันธ์ของพฤติกรรมเหล่านี้กับลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมและตรวจวิเคราะห์เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคต่างๆ ตั้งแต่กระบวนการเตรียมผง เซรามิก และการตรวจสอบพฤติกรรมทางไฟฟ้า โดยมีรายละเอียดตามลำดับดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้

- 3.1.1 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ 99.0% ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์ น้ำหนักโมเลกุล 123.219 กรัม / โมล
- 3.1.2 ติตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 98.5 % ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba น้ำหนักโมเลกุล 79.899 กรัม / โมล
- 3.1.3 เอทานอล (CH_3CH_2OH) ความบริสุทธิ์ 99.7 % ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศไทย
- 3.1.4 ตัวเชื่อมประสาน (polyvinyl alcohol หรือ PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.5 ผงอลูมินา (Al_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.0% ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์ น้ำหนักโมเลกุล 101.961 กรัม / โมล

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้

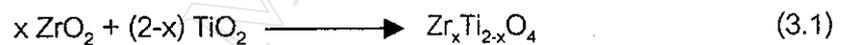
- 3.2.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด ใช้ชั่งมวลได้มากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียดถึง 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300
- 3.2.2 เครื่องบดย่อยผสมสารแบบ Ball-milling
- 3.2.3 แม่พิมพ์สำหรับอัดขึ้นรูปชิ้นงานรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2.00 เซนติเมตร
- 3.2.4 เครื่องอัดไฮดรอลิก อัดได้แรงดันสูงสุด 1000 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร
- 3.2.5 เครื่อง Impedance analyser (HP 4925 A)
- 3.2.6 เครื่องขัดสาร (Grinder-Polisher) ของบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3
- 3.2.7 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงจากบริษัท Lenton รุ่น 4279 อุณหภูมิสูงสุด 1500^oซ
- 3.2.8 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงจากบริษัท BKE อุณหภูมิสูงสุด 1800^oซ
- 3.2.9 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง
- 3.2.10 บีกเกอร์ขนาด 250 และ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.2.11 แม่เหล็กสำหรับกวนสาร
- 3.2.12 ตะแกรง
- 3.2.13 ถ้วยเผาสารทำด้วยอลูมินา (clucible) พร้อมฝาปิด
- 3.2.14 ช้อนตักสาร
- 3.2.15 เทปกาว
- 3.2.16 เวอร์เนียร์และไมโครมิเตอร์
- 3.2.17 ลูกบด ZrO₂ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12.45 มิลลิเมตร จำนวน 100 เม็ด
- 3.2.18 Hot plate ผลิตโดยบริษัท เบคไทย กรุงเทพมหานครอุปกรณ์เคมีภัณฑ์
- 3.2.19 ตู้อบสาร ใช้สำหรับอบสารให้แห้ง อุณหภูมิประมาณ 200^oซ จากบริษัท Griffin Grundy
- 3.2.20 เครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น SIEMENS 500
- 3.2.21 เครื่องดีพีเพอเรนเชียล เทอมอล อนุาไลซิส (Differential Thermal Analysis)
- 3.2.22 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) รุ่น JSM 840 A

- 3.2.23 ครกบดสาร
- 3.2.24 ขวดแก้วใส
- 3.2.25 หลอดหยดสาร
- 3.2.26 กระดาษทรายเบอร์ 220 400 600 800 และ 1200

3.3 การเตรียมผงเซอร์โคเนียมิตาเนต

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผงเซอร์โคเนียมิตาเนตโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ที่มีชั้นตอนตามลำดับดังแสดงในรูปที่ 3.1 และมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

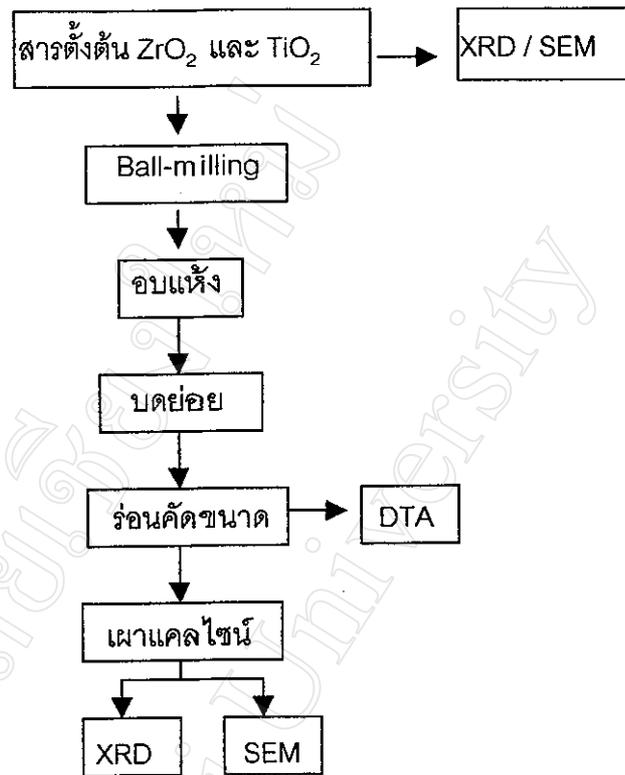
- 3.3.1 นำสารตั้งต้นที่ใช้มาตรวจสอบคุณภาพและสมบัติด้วยเทคนิค XRD และ SEM
- 3.3.2 ทำการเตรียมผงเซอร์โคเนียมิตาเนตในระบบ $Zr_xTi_{2-x}O_4$ โดยมีอัตราส่วนของเซอร์โคเนียม (Zr^{4+}) ต่อติตาเนียม (Ti^{4+}) เป็น 0.2:1.8, 0.4:1.6, 0.6:1.4, 0.8:1.2 และ 1.0:1.0 โดยโมล ดังสมการเคมีที่ 3.1 โดยการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมสารครั้งละ 50 กรัมดังรายละเอียดในตารางที่ 3.1



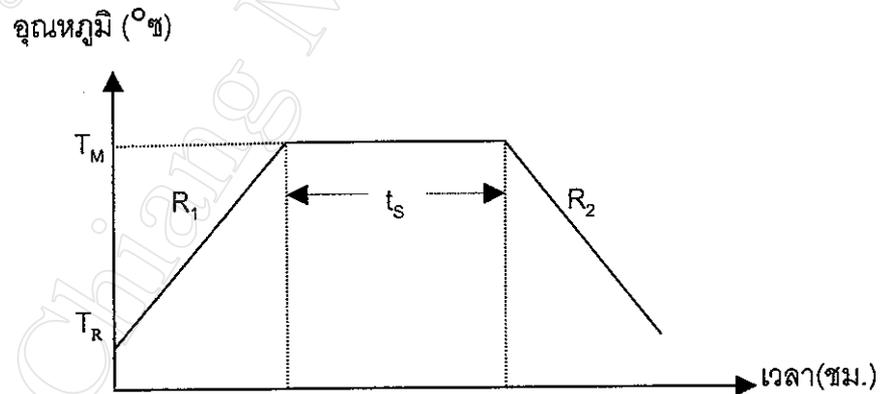
ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณสารตั้งต้นที่ได้จากการคำนวณ

สาร	Zr : Ti	ZrO ₂ (กรัม)	TiO ₂ (กรัม)	มวลรวม(กรัม)
ก	0.2:1.8	7.3153	42.6907	50.00
ข	0.4:1.6	13.9132	36.0868	50.00
ค	0.6:1.4	19.8965	30.1035	50.00
ง	0.8:1.2	25.3467	24.6533	50.00
จ	1.0:1.0	30.3319	19.6681	50.00

- 3.3.3 ผสมสารตั้งต้นทั้งสองในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบด ZrO_2 จำนวน 100 ลูก และเทเอทานอลปริมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นปิดฝากระป๋องและพันเทปกาวให้เรียบร้อยเพื่อป้องกันการรั่วซึมของเอทานอล
- 3.3.4 นำกระป๋องไปพันด้วยยางอีกชั้นหนึ่งแล้วนำไปวางบนเครื่อง ball-milling ทำการบดย่อยผสมสารเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง (เครื่อง ball-milling ทำงาน 6 ชั่วโมง พัก 2 ชั่วโมง) จนครบตามเวลา
- 3.3.5 แยกสารตั้งต้นที่ผสมแล้วกับเม็ดบดออกจากกันโดยเทสารใส่ปิกเกอร์ผ่านตะแกรงกรองลูกบดออก
- 3.3.6 นำสารที่ได้ไปตั้งบน Hot plate และให้ความร้อนพร้อมกับกวนสารด้วยแท่งแม่เหล็กตลอดเวลา จนเอทานอลระเหยเกือบหมดจึง นำแท่งกวนสารออก ปิดปากปิกเกอร์ด้วยกระดาษ foil ที่เจาะรู แล้วนำสารที่ได้ไปเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ $200^{\circ}C$ นาน 2 ชั่วโมง
- 3.3.7 เมื่ออบเสร็จ นำสารมาบดเบาๆ เพื่อไม่ให้สารเกาะกัน แล้วแบ่งสารบางส่วนไปทำการตรวจสอบหาช่วงอุณหภูมิการแคลไซน์โดยใช้เทคนิค DTA
- 3.3.8 เมื่อทราบช่วงอุณหภูมิแล้ว แบ่งสารใส่ถ้วย crucible ทำการเผาแคลไซน์ที่เงื่อนไขของอุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ กัน โดยใช้อัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิตั้งที่ $5^{\circ}C/นาที่$ ดังแผนผังแสดงในรูปที่ 3.2
- 3.3.9 ทำการตรวจสอบผลที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยวิธี XRD ในทุกเงื่อนไขของการเผาแคลไซน์ และคำนวณหาค่าปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้น
- 3.3.10 เมื่อได้ผงเซอร์โคเนียมติดตามเนตที่ต้องการแล้วจึงนำผงที่ได้ไปตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ต่อไป



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมผงเซอร์โคเนียมดีทาทาเนตที่ใช้



รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงแผนผังการเผาแคลไซน์ที่ใช้

เมื่อ T_M คือ อุณหภูมิแคลไซน์

T_R คือ อุณหภูมิห้องประมาณ 25°C ถึง 30°C

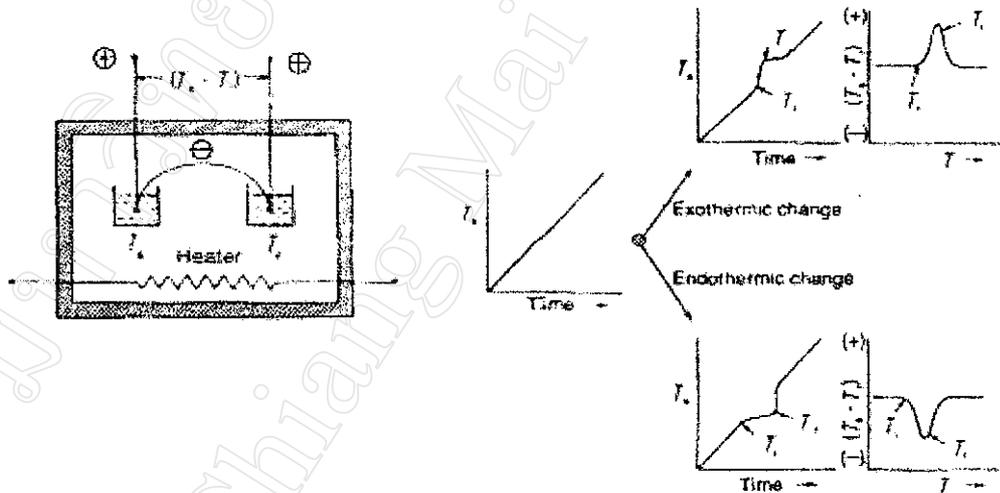
t_s คือ ระยะเวลาเผาแช่ และ

R_1 และ R_2 คือ อัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิ ตามลำดับ

3.4 การตรวจสอบผงที่เตรียมได้

3.4.1 วิธีดีฟเฟอร์เรนเชียลเทอร์มอลอานาไลซิส (DTA)

เมื่อเกิดปฏิกิริยาเคมี การเปลี่ยนแปลงเฟส หรือการเปลี่ยนแปลงสถานะสารผสมจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนขึ้นซึ่งสามารถตรวจสอบได้ด้วยวิธี DTA เพื่อช่วยให้ทราบถึงช่วงอุณหภูมิโดยประมาณของการเปลี่ยนแปลงนั้นๆ โดยมีลักษณะอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.3 ภายในระบบจะมีถ้วยใส่สารที่ทำจากแพลตตินัม 2 ใบ ถ้วยแรกสำหรับใส่สารอ้างอิงแทนด้วยสัญลักษณ์ r และอีกใบสำหรับใส่สารตัวอย่างแทนด้วยสัญลักษณ์ s และมีขดลวดให้ความร้อนเพื่อเพิ่มอุณหภูมิในระบบโดยการควบคุมกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านขดลวดพร้อมทั้งมีเทอร์โมคัพเบิล(thermocouple) สำหรับวัดอุณหภูมิของสารทั้งสองเมื่ออุณหภูมิของ r และ s แตกต่างกันจะทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าที่ปลายของเทอร์โมคัพเบิลขึ้น



รูปที่ 3.3 แสดงหลักการทำงานของเครื่อง DTA [41]

เมื่อพิจารณาการเกิดปฏิกิริยาเคมีจากสมการที่ 3.1 ปฏิกิริยาเคมีจะเกิดขึ้นได้นั้น สารตั้งต้นต้องดูดพลังงานเข้าไปเพื่อสลายพันธะระหว่างเซอร์โคเนียมกับออกซิเจนและติดตามีเยมกับออกซิเจน เมื่อมีการดูดพลังงานของสารตัวอย่างจะทำให้สารมีอุณหภูมิสูงขึ้นมากกว่า

สารอ้างอิงทำให้สังเกตผลต่างของอุณหภูมิได้เรียกว่า exothermic peak และเมื่อสารทำปฏิกิริยาทางเคมีเสร็จสมบูรณ์สารตัวอย่างจะคายพลังงานที่มากเกินไปออกมาเพื่อให้สารอยู่ในสภาวะที่เสถียรที่สุดทำให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างต่ำกว่าอุณหภูมิของสารอ้างอิง จะสังเกตผลต่างของอุณหภูมินี้ได้เรียกว่า endothermic peak ดังนั้นสารอ้างอิงที่เลือกใช้จะต้องไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนใดๆ ในช่วงอุณหภูมิที่สารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาเคมี

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

- 3.4.1.1 นำสารตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัมมาอบที่อุณหภูมิ 200 °C นาน 6 ชั่วโมง
- 3.4.1.2 เปิดเครื่อง DTA ทำการอุ่นเครื่องเพื่อให้พร้อมที่จะทำงาน
- 3.4.1.3 นำสารตัวอย่างและผงอลูมินาใส่ถ้วยเผาตัวอย่างละใบ
- 3.4.1.4 นำสารไปวางในเครื่อง DTA แล้วตั้งค่าอัตราการเพิ่ม/ลดของอุณหภูมิที่ 10 °C / นาที ตั้งอุณหภูมิเริ่มต้นที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิสุดท้ายที่ 1450 °C จากนั้นกดปุ่มให้เครื่องเริ่มทำงาน

3.4.2 วิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

ผลึกที่มีการวางเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบเป็นชั้นๆ บนชุดระนาบ (hkl) ดังรูปที่ 3.4 เมื่อเกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชั้นอะตอมเหล่านี้ ณ มุม θ ถ้าคลื่นที่เลี้ยวเบนออกมานี้มีเฟสเดียวกัน (in phase) จะเกิดการรวมกันแบบเสริมกันได้ นั่นจะต้องมีระยะทางเดินของคลื่นต่างกันอยู่เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการที่ 3.2 โดยเรียกสมการนี้ว่าสมการของแบรกก์ (Bragg's law)

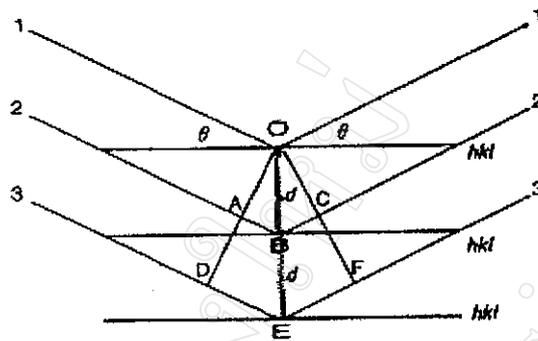
$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (3.2)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (h k l)

θ คือ มุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก

n คือ เลขจำนวนเต็มใดๆ $n = 1, 2, 3, \dots$

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์



รูปที่ 3.4 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม[41]

ผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาตรวจสอบด้วยวิธี XRD จะได้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่แตกต่างกัน

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

3.4.2.1 ในกรณีสารตัวอย่างเป็นผงจะต้องบดสารให้ละเอียด

3.4.2.2 นำสารตัวอย่างใส่ในช่องตรงกลางของแผ่นยึดสารตัวอย่าง (sample holder) เกลี่ยให้ผิวด้านบนของสารเรียบโดยใช้กระจกสไลด์ พื้นผิวด้านบนของสารจะอยู่ในแนวระดับเดียวกันกับผิวด้านบนของแผ่นยึดสารตัวอย่าง

3.4.2.3 นำแผ่นยึดสารตัวอย่างใส่เข้าไปในเครื่อง XRD ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 กิโลโวลต์ กระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์

3.4.2.4 ตั้งชื่อแฟ้มข้อมูล ใส่ค่ามุมเริ่มต้นที่ 2θ เป็น 10° และมุมสุดท้ายที่ค่า 2θ เป็น 60° โดยมีลำดับการอ่านข้อมูลที่ละ 0.005° แล้วเริ่มทำงาน

3.4.2.5 ผล XRD ที่ได้จะแสดงออกมาในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (intensity : I) กับค่ามุม 2θ นำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS¹ ของ ZT และคำนวณหาค่าปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของเฟส $Zr_xTi_{2-x}O_4$ ที่เกิดขึ้นในแต่ละกรณีของการเผาแคลไซน์ในเชิงเปรียบเทียบได้จากการใช้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ 3.3

¹JCPDS หรือ Joint Committee for Powder Diffraction Standards

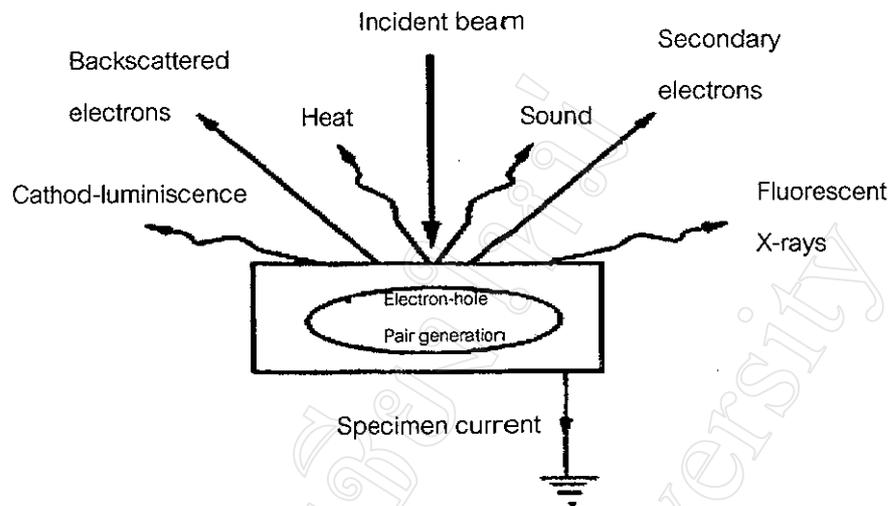
$$(\text{wt } \%) \text{Zr}_x\text{Ti}_{2-x}\text{O}_4 = \left[\frac{I_{\text{ZT}}}{I_{\text{ZT}} + I_s} \right] \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ I_{ZT} คือ ค่าความเข้มสูงสุดของพีค x-ray ของเฟส $\text{Zr}_x\text{Ti}_{2-x}\text{O}_4$

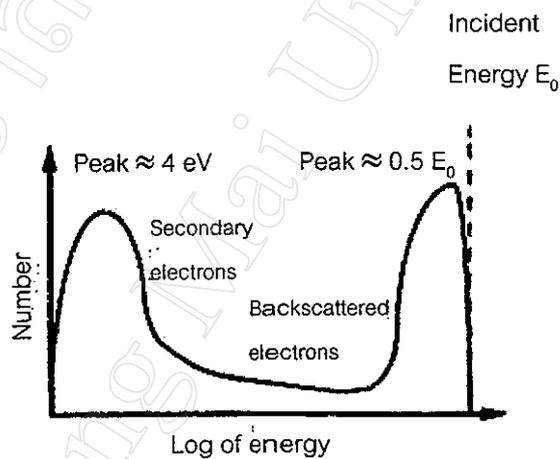
I_s คือ ค่าความเข้มสูงสุดของพีค x-ray ของเฟสแปลกปลอม

3.4.3 วิธีการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

เริ่มจากการนำสารตัวอย่างไปทำการเคลือบผิวด้วยทองคำซึ่งเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี จากนั้นนำไปไว้ในช่องใส่สารตัวอย่างของกล้อง SEM เมื่อสารตัวอย่างถูกชนด้วยกลุ่มอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูง จะเกิดอันตรกิริยาเนื่องจากการชนของกลุ่มอิเล็กตรอนเหล่านี้ขึ้นโดยพลังงานของอิเล็กตรอนจะถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูปแบบอื่นๆ หลายประเภทเช่น backscattered electrons, secondary electrons, fluorescent X-ray, cathodoluminescence, ความร้อน และ เสียง เป็นต้น ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และสามารถเขียนกราฟอธิบายการกระจายของพลังงานของอิเล็กตรอนเหล่านี้ได้ดังรูปที่ 3.6 ซึ่งจะเห็นได้ว่าที่พลังงานสูง(กิโลอิเล็กตรอนโวลต์) จะมีจำนวนอิเล็กตรอนที่เกิดจาก backscattered electrons มากเนื่องจากพลังงานของอิเล็กตรอนเหล่านี้มีค่าสูง จึงไม่เหมาะสำหรับการตรวจจับเพื่อแปลงเป็นสัญญาณไฟฟ้างั้นที่บริเวณพลังงานต่ำและมีจำนวนอิเล็กตรอนมากจึงเป็นบริเวณที่สะดวกในการตรวจจับสัญญาณและแปลงเป็นสัญญาณไฟฟ้าได้ง่ายกว่าซึ่งส่วนใหญ่จะเห็นได้ว่าเป็นอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากระดับพลังงานชั้นนอกๆ คือที่บริเวณผิวของทองที่ใช้เคลือบสารตัวอย่างนั่นเอง ดังนั้น ณ ตำแหน่งต่างๆ ที่มีการเกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนที่ยิงลงไปบนชิ้นสารตัวอย่างจะสามารถตรวจจับ secondary electrons ได้จำนวนหนึ่งเมื่อทำการกวาดลำอิเล็กตรอนไปทั่วทั้งบริเวณของสารตัวอย่างที่ต้องการจะทำให้เกิดเป็นภาพที่ประกอบด้วยบริเวณมืดและสว่างขึ้นมา



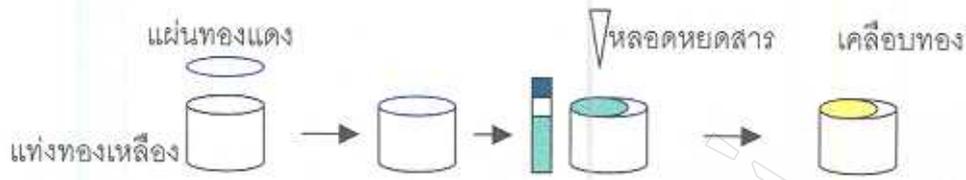
รูปที่ 3.5 แสดงการเกิดอันตรกิริยาของลำอิเล็กตรอนกับสารตัวอย่าง[41]



รูปที่ 3.6 กราฟแสดงการกระจายพลังงานของอิเล็กตรอนที่เปล่งออกจากสารตัวอย่าง[41]

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

- 3.4.3.1 นำสารตัวอย่างใส่ลงในขวดแก้วขนาดเล็กที่มีเอทานอลอยู่ประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดฝาขวดให้แน่น
- 3.4.3.2 นำไปทำการสั่นด้วยคลื่นอัลตราโซนิค เป็นเวลานาน 30 นาที
- 3.4.3.3 หยดเอทานอลลงบนแผ่นทองแดงที่ติดอยู่กับแท่งทองเหลือง แล้วรอจนแห้ง
- 3.4.3.4 นำไปทำการเคลือบทองด้วยเทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 8 นาที เสร็จแล้ว จึงนำผงสารตัวอย่างไปตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM

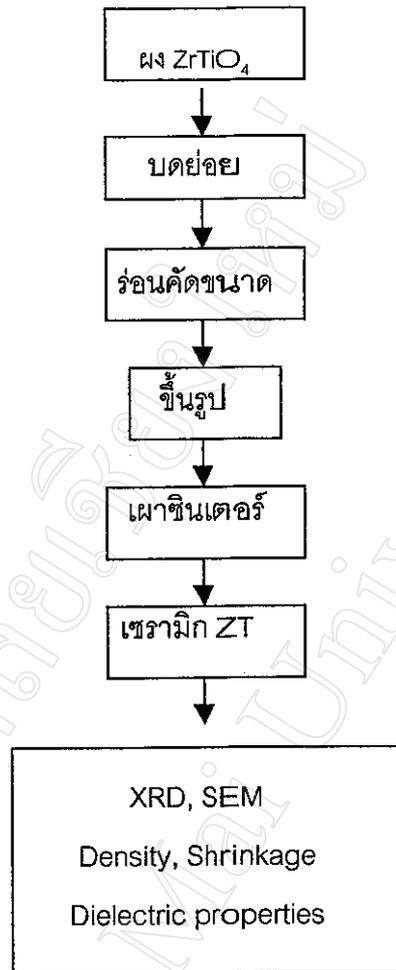


รูปที่ 3.7 แผนภาพแสดงการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อถ่ายภาพ SEM

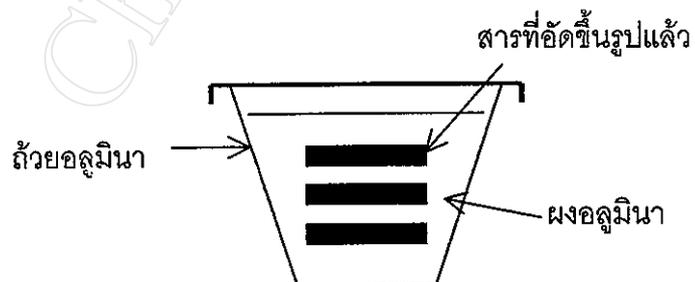
3.5 การเตรียมเซรามิกเซอร์โคเนียมิตาเนต

เมื่อได้ผงเซอร์โคเนียมิตาเนตที่มีความบริสุทธิ์สูงแล้ว จึงนำมาทำการขึ้นรูปและเผาเพื่อเตรียมเป็นเซรามิกแสดงขั้นตอนดังรูปที่ 3.8 ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

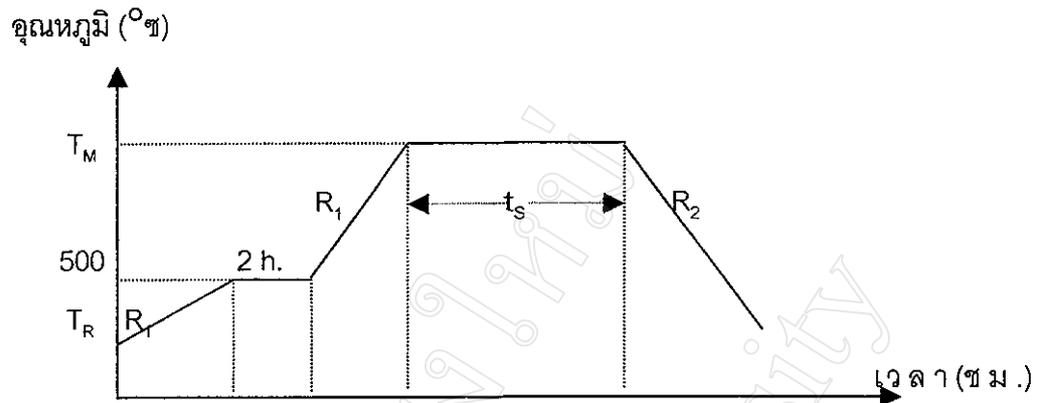
- 3.5.1 เมื่อได้ผงเซอร์โคเนียมิตาเนตที่มีเฟสที่ต้องการแล้ว นำผงที่ได้มาผ่านกระบวนการร่อนคัดขนาด
- 3.5.2 ชั่งสาร 2.5 กรัมผสมกับ PVA (3% โดยน้ำหนัก) จำนวน 8 หยด ผสมให้เข้ากันโดยใช้ครกบดเบาๆ จากนั้นนำไปทำการอัดขึ้นรูปให้เป็นรูปเหรียญทรงกระบอกด้วยแม่พิมพ์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.99 เซนติเมตร ใช้แรงดัน 2 ตันอัดทิ้งไว้เป็นเวลานาน 150 วินาที จะได้ชิ้นงานที่มีความหนาประมาณ 2.8-3.0 มิลลิเมตร ซึ่งมวลของชิ้นงานก่อนการเผาซินเตอร์ (m_0)
- 3.5.3 นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้วใส่ในถ้วยเผาสารวางเป็นชั้นๆ โดยมีผงอลูมินาถูกรอบข้างแสดงในรูปที่ 3.9 ปิดฝาแล้วนำเข้าเตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูงเพื่อทำการเผาซินเตอร์
- 3.5.4 เผาซินเตอร์โดยใช้อัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิคงที่ที่ $5^{\circ}\text{C} / \text{นาที่}$ โดยเริ่มจากการเผาค้างไว้ที่ 500°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดตัวเชื่อมประสาน (PVA) ที่ใช้ออกจากชิ้นงานให้หมดก่อนการเผาซินเตอร์ จากนั้นจะให้ความร้อนต่อไปจนถึงอุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่อยู่ในช่วง 1450°C ถึง 1600°C โดยใช้เวลาในการเผาแช่เป็นเวลานาน 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง โดยมีแผนผังการเผาซินเตอร์แสดงในรูปที่ 3.10 เมื่อเสร็จแล้วจึงนำเซรามิกที่ได้ไปทำความสะอาดเอาผงอลูมินาออกจากนั้นวัดค่าความหนาของชิ้นงาน (d) เส้นผ่านศูนย์กลาง (D) และชั่งมวลของชิ้นงานหลังผ่านการเผาซินเตอร์ (m) นำชิ้นงานตรวจสอบชนิดของเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิค XRD SEM และ สมบัติทางไดอิเล็กตริกต่อไป



รูปที่ 3.8 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเซอร์โคเนียมไทแทนตที่ใช้



รูปที่ 3.9 แสดงการจัดเรียงชิ้นงานในถ้วยอลูมินาเพื่อเผาซินเตอร์



รูปที่ 3.10 แสดงแผนผังการเผาซินเตอร์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

เมื่อ T_M คือ อุณหภูมิซินเตอร์

T_R คือ อุณหภูมิห้องประมาณ 25 ถึง 30 °ซ

t_s คือ ระยะเวลาเผาแช่ และ

R_1 / R_2 คือ อัตราการขึ้น / ลงของอุณหภูมิ ตามลำดับ

3.6 การตรวจสอบเซรามิกที่เตรียมได้

3.6.1 การหาค่าการหดตัว

ค่าการหดตัวเป็นสมบัติทางกายภาพอย่างหนึ่งของเซรามิกหลังจากผ่านกระบวนการซินเตอร์ ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัว (S) จากสมการ

$$S = (1 - D/D_0) * 100 \% \quad (3.4)$$

เมื่อ S คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวของเซรามิกหลังการเผาซินเตอร์

D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดสารหลังการเผาซินเตอร์

D_0 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดสารก่อนการเผาซินเตอร์ มีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับแม่พิมพ์อัดสารคือ 1.99 เซนติเมตร

3.6.2 การหาค่าความหนาแน่น

การวัดค่าความหนาแน่นของเซรามิกนั้นสามารถวัดได้จากการใช้อัตราส่วนของมวลต่อปริมาตรได้โดยตรงในกรณีที่เซรามิกนั้นมีรูปร่างที่สม่ำเสมอ แต่ในทางปฏิบัติเซรามิกที่เตรียมได้มีมวลไม่สม่ำเสมอทั่วทั้งก้อนและมักจะพบรูพรุนกระจายอยู่ทั่วไปภายในเซรามิก ดังนั้นจึงได้นำกฎของอาร์คิมิดีสเข้ามาใช้ในการหาค่าความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่น้ำโดยอาศัยสมการ

$$\rho = \frac{W_1}{W_1 - W_0} \rho_0 \quad (3.5)$$

เมื่อ ρ คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง (ค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีได้แสดงการคำนวณไว้ในภาคผนวก ก)

ρ_0 คือ ความหนาแน่นของน้ำกลั่น ณ อุณหภูมิที่ทดลอง (ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของน้ำกับอุณหภูมิได้แสดงไว้ในภาคผนวก ข)

W_1 คือ น้ำหนักแห้งของชิ้นงานเมื่อชั่งในอากาศ และ

W_0 คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำเมื่อรูพรุนถูกแทนที่ด้วยน้ำ ตามลำดับ

ขั้นตอนการเตรียมสารและวิธีการทดลอง

3.6.2.1 นำเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้วมาทำความสะอาดโดยการขัดกระดาษทรายเพื่อเอาผงอลูมินาที่ติดอยู่บริเวณผิวหน้าเซรามิกออก นำเซรามิกไปชั่งหาค่าน้ำหนักเป็น W_1

3.6.2.2 นำเซรามิกที่ได้มาต้มในน้ำกลั่นเพื่อให้น้ำแพร่เข้าไปแทนที่อากาศในรูพรุนนาน 2 ชั่วโมง

3.6.2.3 รอจนกระทั่งน้ำเย็น แล้วนำสารไปชั่งในน้ำกลั่นได้มวลมีค่าเป็น W_0 วัดค่าอุณหภูมิของน้ำกลั่นขณะที่ทำการชั่งด้วยเทอร์โมมิเตอร์ (เซรามิก 1 ชิ้นจะชั่งอย่างละ 10 ครั้งเพื่อนำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย)

3.6.3 การหาค่าความพรุน

ค่าความพรุนที่กล่าวถึงนี้เป็นค่าความพรุนสัมพัทธ์ที่คำนวณได้จากค่าความหนาแน่นของสารโดยอาศัยความสัมพันธ์

$$P (\%) = \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0} \right) \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ P คือ ค่าความพรุนสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง

ρ_0 และ ρ คือ ค่าความหนาแน่นของสารก่อนและหลังการเผาขึ้นเตอร์ตามลำดับ

3.6.4 การวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก

ในการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกของสารตัวอย่างจะใช้วิธีการวัดค่าความสามารถในการเก็บกักประจุของเซรามิกแล้วคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์อีกที โดยมีอุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจวัดดังแสดงในรูปที่ 3.11 โดยจะทำการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกเทียบกับการเปลี่ยนแปลงความถี่ตั้งแต่ที่ 5 เฮิร์ตซ์ถึง 10 เมกะเฮิร์ตซ์ แล้วจึงทำการวัดค่าทั้งสองเทียบกับการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิตั้งแต่อุณหภูมิห้องไปจนถึงที่อุณหภูมิ 300 °ซ โดยมีขั้นตอนการเตรียมและการตรวจสอบดังนี้

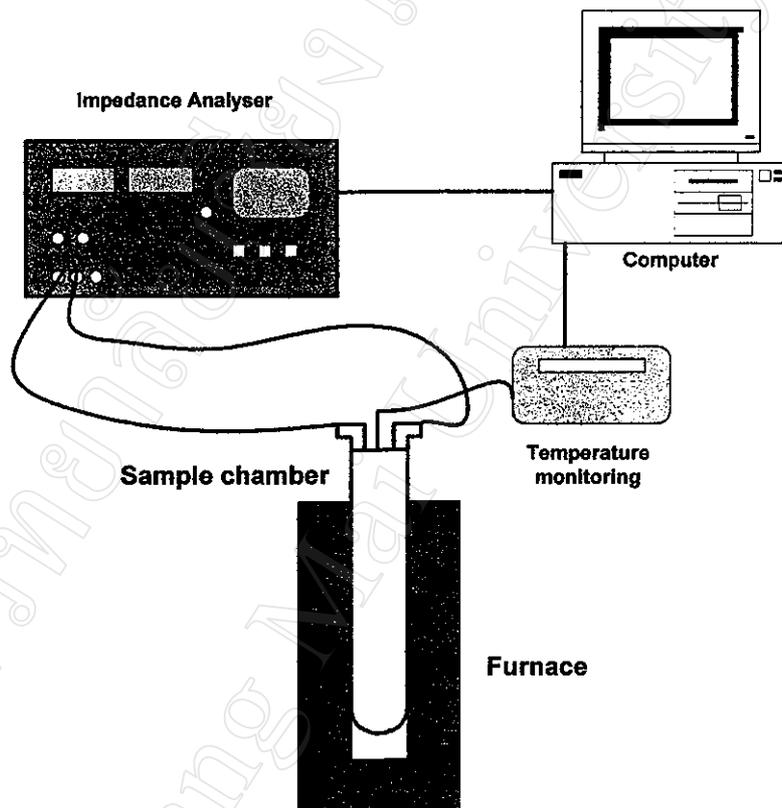
ขั้นตอนการเตรียมสารและวิธีการทดลอง

3.6.4.1 ทำการขัดผิวของชิ้นงานให้เรียบขนานกันทั้งสองหน้าโดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 220 400 600 800 และ 1200 จากนั้นทำการขัดด้วยผงอลูมินาอีกครั้ง เซรามิกที่ได้จะมีความหนาประมาณ 1.4 มิลลิเมตร (เพื่อป้องกันความคลาดเคลื่อนที่เกิดจากความไม่สม่ำเสมอของความหนา รอยร้าว สิ่งเจือปน และความพร่องอื่นๆ เมื่อขัดเสร็จแล้วควรตรวจสอบชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงก่อน)

3.6.4.2 วัดความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกหลังผ่านการขัด

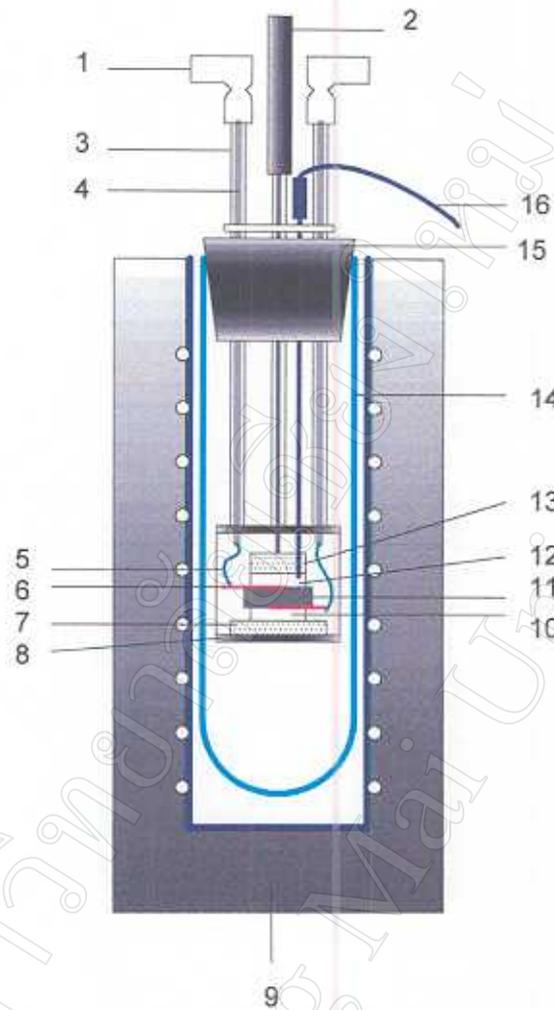
3.6.4.3 นำเซรามิกมาทำขั้วไฟฟ้า โดยวิธีการเคลือบด้วยทองคำขาว โดยใช้เทคนิค sputtering ที่มีพื้นที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าประมาณ 1.33 ตารางเซนติเมตร

3.6.4.4 นำไปทำการตรวจวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกด้วยการใช้ชุดอุปกรณ์ตรวจวัด* ดังแสดงในรูปที่ 3.11 แล้วจึงทำการคำนวณหาความสัมพันธ์ตามสมการที่แสดงในหัวข้อ 2.3



รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะการจัดเครื่องมือสำหรับการทดลองเพื่อทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางไดอิเล็กตริกของเซรามิกที่เตรียมได้

* ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจวัดสมบัติทางไดอิเล็กตริกของสารตัวอย่างทั้งหมด โดยการใช้เครื่องมือตรวจวัดที่ Department of Physics, University of Warwick, U.K. และ Materials Research Laboratory, The Pennsylvania State University, U.S.A.



ส่วนประกอบ: 1) BNC connector, 2) Pushing screw, 3) Stainless tube, 4) Quartz tube, 5) Pt wire, 6) Gold foil, 7) & 13) Ceramic supporters, 8) Steel foundation, 9) Tube furnace, 10) & 12) Alumina discs, 11) Sample, 14) Quartz glass chamber, 15) Rubber bung, 16) Thermocouple.

รูปที่ 3.12 แสดงส่วนประกอบของชุดบรรจุนำงาน สำหรับการวัดค่าความจุและ ค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกของเซรามิก ZT ที่เตรียมได้

3.6.5 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก

นำเซรามิกสารตัวอย่างมาถ่ายภาพด้วยกล้อง SEM เพื่อศึกษาการเติบโตของเกรน ความพรุน และโครงสร้างทางจุลภาคของบริเวณผิวหน้าและรอยแตกหักภายในของเซรามิกเพื่อหาความสัมพันธ์กับพฤติกรรมทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

ขั้นตอนการเตรียมสารและวิธีการทดลอง

3.6.5.1 เซรามิกที่ได้จากเงื่อนไขการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกันจะถูกหักและวางบนแท่งทองเหลือง โดยใช้กาวสองหน้าติด

3.6.5.2 นำเซรามิกไปเคลือบด้วยทองด้วยวิธีการ sputtering นาน 5 นาที แล้วนำไปถ่ายภาพด้วยกล้อง SEM