สำนักงานวิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

วิธีการดำเนินการวิจัยประกอบด้วยขั้นตอนดังต่อไปนี้

1 การเตรียมสารประกอบ $Pb(Mn_{1/3}Nb_{2/3})O_3 - P(Zr,Ti)O_3$

2 การเติมสารที่ช่วยลดอุณหภูมิในการเผาซินเทอร์

3 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของชิ้นงาน

4 การวิเคราะห์สมบัติทางเพียโซอิเล็กทริกของชิ้นงาน

3.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

ตารางที่ 3.1 แสดงถึงสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

ชื่อสารเคมี	บริษัท	ลักษณะเฉพาะ
1 Zirconium oxide	Aldrich	Purity > 99 %
2 Manganese oxide	Aldrich	Purity > 99 %
3 Lead oxide	Aldrich	Purity > 99 %
4 Zinc oxide	Aldrich	Purity > 99 %
5 Titanium oxide	Aldrich	Purity > 99 %
6 Niobium oxide	Aldrich	Purity > 99 %
7 Polyvinyl Alcohol	Asia pacific	
8 Ethanol	Merck	Purity > 99 %
9 SiC powder	Merck	0.6 μm

อุปกรณ์สำคัญที่ใช้ในการวิจัย

1 เครื่องบด (ball mill)

2 เครื่องอัดไฮโดรลิก (hydraulic press)

3 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (x – ray diffractometer,XRD)

4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(scanning electron microscope,SEM)

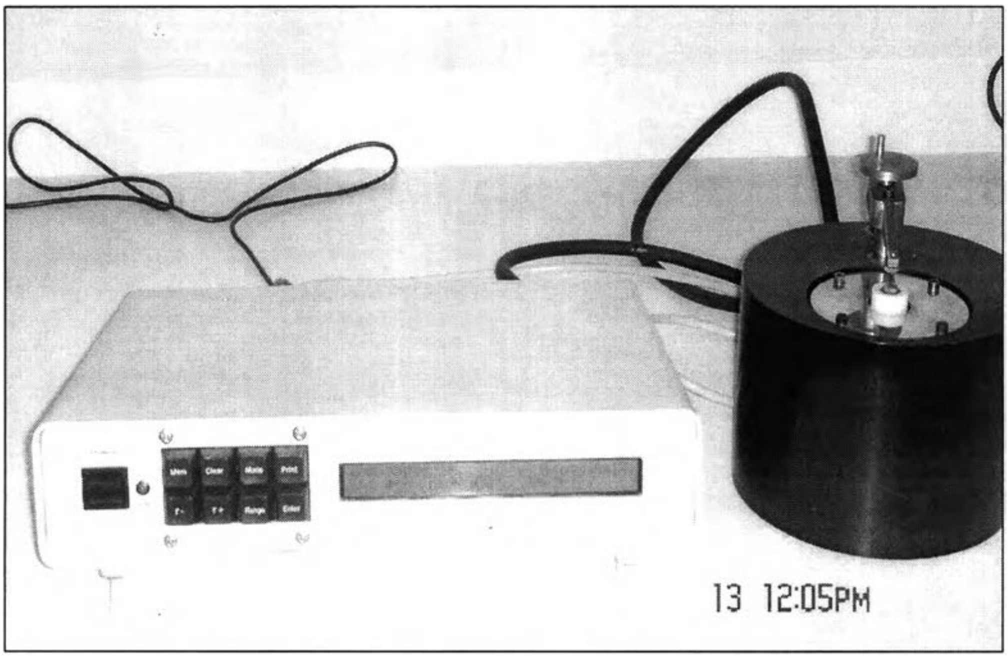
5 เครื่องวัดค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (d_{33} meter)

6 เครื่องอิมพิแดนซ์อนาไลเซอร์ (impedance analyzer HP4294A)

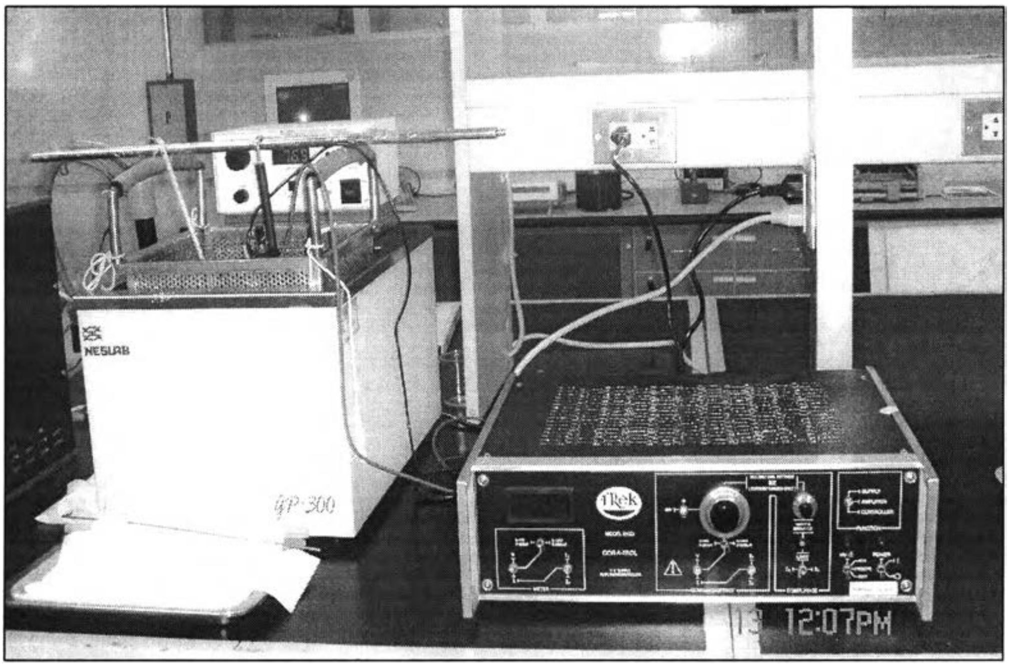
7 เตาเผา (muffle furnace)

ลักษณะของอุปกรณ์สำคัญที่ใช้ในงานวิจัยแสดงดังรูปที่ 3.1 – 3.3

รูปที่ 3.1 แสดงเครื่องอิมพิแดนซ์อนาไลเซอร์ (impedance analyzer HP4294A)



รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องวัดค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (d_{33} meter)



รูปที่ 3.3 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการโพลชิ้นงาน

3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์สาร

3.2.1 ขั้นตอนในการเตรียมสาร PMnN - PZT

1 ชั่งสารให้ได้น้ำหนักดังตารางที่ 3.2

2 นำสารตั้งต้นที่ชั่งแล้วบรรจุลงในขวดบดโพลีเอททีลีนที่มีความหนาแน่นสูง ซึ่งภายในบรรจุลูกบดเซอร์โคเนียประมาณครึ่งขวด

3 เติมเอททิลแฮลกอฮอล์เพื่อเป็นตัวกลางในการบดลงไปในขวดบดให้ได้ประมาณ 2 ใน 3 ของความสูงของขวดบด

4 นำขวดบดที่ปิดฝาสนิทวางบนเครื่องบดแบบบอลมิลล์ โดยใช้เวลาบดประมาณ 24 ชั่วโมงด้วยความเร็ว 258 รอบต่อนาที

5 กรองเอาลูกบดออกจนเหลือเฉพาะสารผสมที่ต้องการแขวนลอยอยู่ในเอททิลแอลกอฮอล์

6 ระเหยเอททิลแอลกอฮอล์ออกโดยใช้ความร้อนจนกระทั่งเหลือเฉพาะเนื้อสารประกอบ PMnN - PZT

7 นำเนื้อสารที่บดแล้วไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลาประมาณ 12 ชั่วโมงจนได้น้ำหนักคงที่

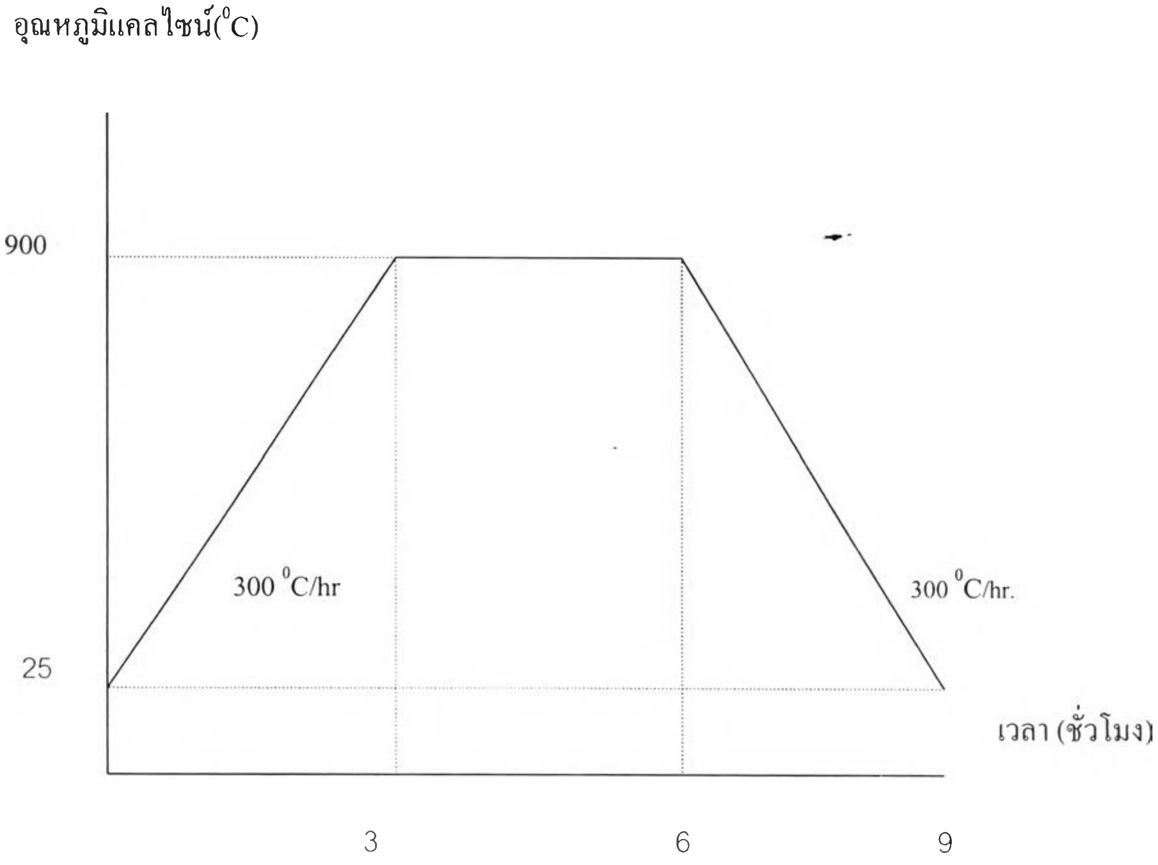
8 นำเนื้อสารไปบดกระจายด้วยโกร่งบดที่ทำจากอะลูมินา

9 คัดขนาดของสารโดยการกรองผ่านตะแกรงเบอร์ 100

10 นำสารที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราในการเผา 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ดังรูปที่ 3.4

ตารางที่ 3.2 แสดงถึงปริมาณของสารตั้งต้นที่ใช้

สูตรของสารประกอบ	น้ำหนักต่อโมล (กรัม)	จำนวนโมลที่เตรียม	PbO (กรัม)	TiO_2 (กรัม)	MnO_2 (กรัม)	Nb_2O_5 (กรัม)	ZrO_2 (กรัม)	ZnO (กรัม)	น้ำหนักรวม (กรัม)
$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.925}(Mn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.075}O_3$ +ZnO 0%	326.3534	0.3677	82.056	13.0426	0.7992	2.4438	21.8422	0.000	120.4558
$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.925}(Mn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.075}O_3$ +ZnO 0.25%	326.3534	0.3677	82.056	13.0426	0.7992	2.4438	21.8422	0.3011	120.7569
$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.925}(Mn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.075}O_3$ +ZnO 0.5%	326.3534	0.3677	82.056	13.0426	0.7992	2.4438	21.8422	0.6022	121.058
$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.925}(Mn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.075}O_3$ +ZnO 0.75%	326.3534	0.3677	82.056	13.0426	0.7992	2.4438	21.8422	0.9033	121.2851
$Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})_{0.925}(Mn_{1/3}Nb_{2/3})_{0.075}O_3$ +ZnO 1%	326.3534	0.3677	82.056	13.0426	0.7992	2.4438	21.8422	1.2044	121.5862



รูปที่ 3.4 แสดงแผนผังในการแคลไซน์สารเพียโซอิเล็กทริก

3.2.2 การเติมสารช่วยลดอุณหภูมิในการซินเทอร์

1 เติมสารช่วยลดอุณหภูมิในการซินเทอร์ในปริมาณร้อยละ 0, 0.25, 0.5, 0.75และ1 โดยน้ำหนัก

2 บรรจุในขวดบดโพลีเอททีลีน แล้วนำไปเข้าเครื่องบดแบบบอลมิลล์ 24 ชั่วโมงด้วยความเร็ว 250 รอบต่อนาที เพื่อให้สารที่ได้มีขนาดอนุภาคเล็กลง

3 เติมสารละลาย Polyvinyl Alcohol (PVA) ความเข้มข้น 3% จำนวน 3% โดยน้ำหนักของสารเพื่อเป็นตัวช่วยประสานในการขึ้นรูปในชั่วโมงสุดท้ายของการบด

4 ระเหยจนแห้ง พร้อมทั้งนำไปอบแห้งให้น้ำหนักคงที่

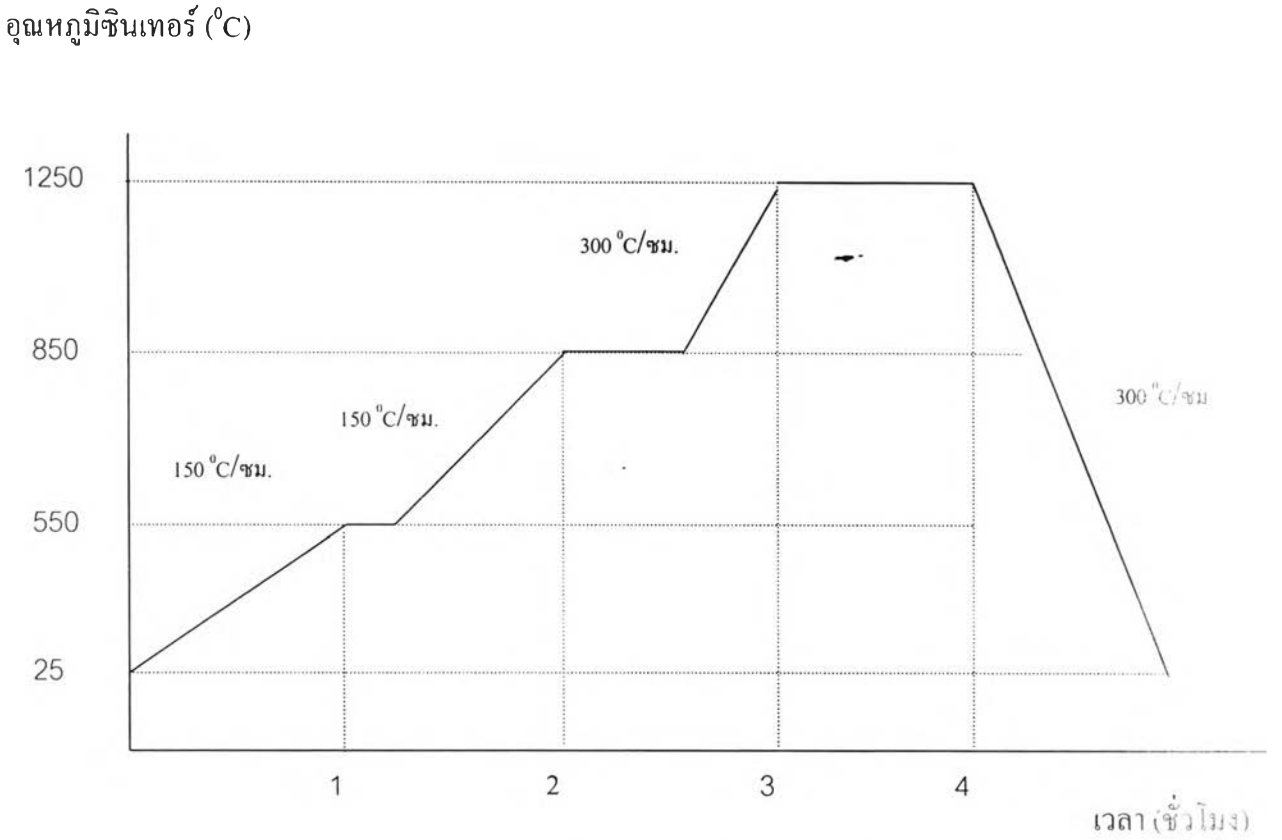
5 บดกระจายด้วยโกร่งบดอะลูมินา

6 นำสารที่ได้ไปกรองผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช

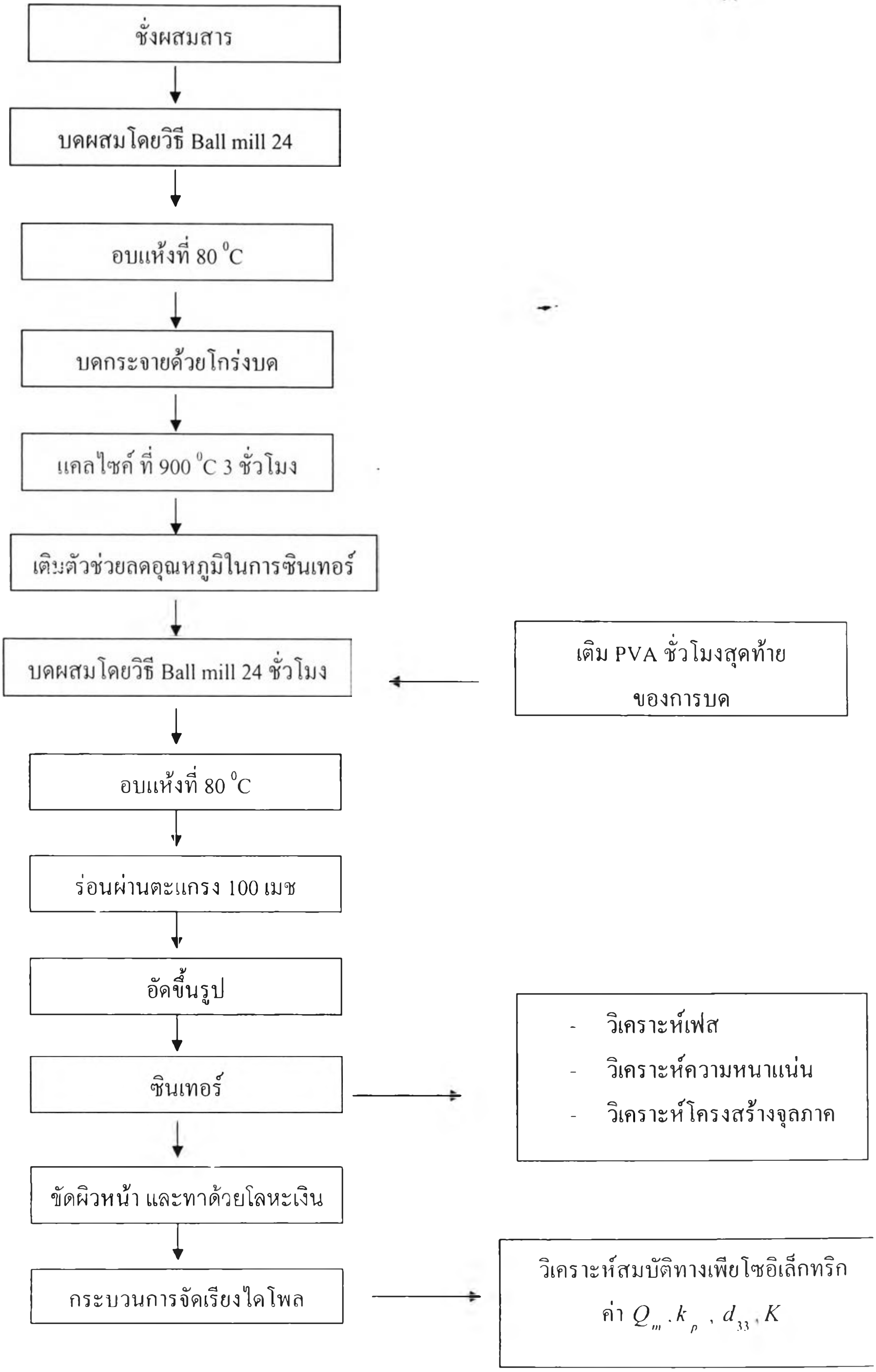
7 อัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงกลมที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร และมีความหนา1 มิลลิเมตร หนักเม็ดละ 1 กรัมด้วยแรงขนาด 1 ตันต่อตารางเซนติเมตร

8 เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 900,950,1000,1050 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยใช้อัตราการเผาที่ 150 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงจนกระทั่งถึง 550 องศาเซลเซียส ค้างไว้ 30 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิในการเผาในอัตรา 150 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จนกระทั่งถึง 850 องศาเซลเซียส ค้างไว้ 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิในการเผา 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จนกระทั่งถึงอุณหภูมิสุดท้ายในการซินเทอร์ โดยค้างไว้ที่อุณหภูมิสุดท้าย 2 ชั่วโมงหลังจากนั้นลดอุณหภูมิลงจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องด้วยอัตรา 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง โดยลักษณะการเพิ่มลดอุณหภูมิในการซินเทอร์แสดงดังรูปที่ 3.5

ลักษณะแผนผังของการทดลองเป็นไปตามรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.5 แสดงแผนผังที่ใช้ในการซินเทอร์สารเพียโซอิเล็กทริก



รูปที่ 3.6 แสดงแผนผังขั้นตอนการวิจัย

3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ

3.3.1 การวิเคราะห์เฟส

การวิเคราะห์เฟสของชิ้นงานนั้นทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง X – ray diffractometer (XRD) เพื่อวิเคราะห์ว่าสารที่ได้นั้นมีเฟสเพอร์รอพสไกท์หรือไม่ โดยสารที่ผ่านการซินเทอร์แล้วจะถูกนำไปใส่ในแผ่นอะลูมิเนียมที่รองรับสารตัวอย่างโดยใช้ดินน้ำมันเป็นตัวยึดติดแล้วปิดทับด้วยกระจกใสราบ จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเครื่อง XRD โดยใช้อัตราการเพิ่มมุมในการกวาด 0.25 องศาต่อนาที และทำการกวาดมุม 2θ ตั้งแต่15 องศา จนกระทั่งถึง 70 องศา ใช้กำลังไฟฟ้า 40 กิโลโวลต์ และกระแส40 มิลลิแอมแปร์ และใช้ $Cu - K\alpha$ radiation ที่ค่า λ เท่ากับ 1.540 อังสตรอม

3.3.2 การวิเคราะห์ความหนาแน่น

ความหนาแน่นทำการวิเคราะห์โดยใช้วิธีอะคีมีดิส โดยการนำชิ้นงานที่ผ่านการเผาซินเทอร์และขัดปรับขนาดเรียบร้อยแล้วไปอบให้แห้ง จากนั้นก็นำไปชั่งหาน้ำหนักแห้ง (D) เสร็จแล้วก็นำชิ้นงานไปต้มในน้ำกลั่นด้วยอุณหภูมิที่น้ำเดือดโดยใช้เวลาในการต้ม 6 ชั่วโมง เพื่อต้มเสร็จแล้วก็แช่ชิ้นงานไว้ 24 ชั่วโมงเพื่อให้มั่นใจว่าน้ำได้ซึมเข้าไปในเนื้อของชิ้นงานทั้งหมดแล้ว จากนั้นนำชิ้นงานไปชั่งเพื่อหาน้ำหนักเปียก (W) และชั่งในน้ำเพื่อหาน้ำหนักแขวนลอย (I) เพื่อนำไปคำนวณหาความหนาแน่นโดยใช้สมการ

$$\rho = \frac{D}{W - I}$$

เมื่อ ρ คือความหนาแน่น (g/cm^3)

D คือน้ำหนักแห้ง (g)

W คือน้ำหนักเปียก (g)

I คือน้ำหนักที่ชั่งในน้ำ หรือน้ำหนักแขวนลอย (g)

การวิเคราะห์หาความหนาแน่นตามทฤษฎี

ใช้สมการ

$$\rho = \frac{M}{N_A \times V}$$

เมื่อ ρ คือความหนาแน่น (g/cm^3)

M คือน้ำหนักของสาร 1 โมล (g)

N_A คือเลขอาโวกาโด

V คือปริมาตร (m^3)

การหาปริมาตรของหนึ่งหน่วยเซล (unit cell) ตามทฤษฎี

เนื่องจากชิ้นงานที่ได้มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล ซึ่งสามารถที่จะคำนวณหาปริมาตรของชิ้นงานตามทฤษฎีโดยใช้สมการ

$$V = a^2c$$

เมื่อ a และ และ c คือขนาดของผลึกตามแนวทิศ a และ c (lattice parameters) ในกรณีนี้เราสามารถหาค่า a และ c โดยพิจารณาจากระนาบของพีค (200) และ (002)

สำหรับค่าแลชติซพารามีเตอร์คำนวณได้จากสมการ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

ที่พีค (200) $$\frac{1}{d_{200}^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2} = \frac{4}{a^2}$$

จะได้ $$a = 2 \times d_{200}$$

ที่พีค (002) $$\frac{1}{d_{002}^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{2}{c^2} = \frac{4}{c^2}$$

จะได้ $$c = 2 \times d_{002}$$

การวิเคราะห์ค่าร้อยละของความหนาแน่นสัมพัทธ์

ค่าร้อยละของความหนาแน่นสัมพัทธ์คำนวณโดยใช้สมการ

% ความหนาแน่นสัมพัทธ์ = ความหนาแน่นของชิ้นงาน × 100 / ความหนาแน่นตามทฤษฎี

3.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคทำการวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) โดยชิ้นงานที่ผ่านการซินเทอร์และขัดปรับขนาดเรียบร้อยแล้วถูกทำให้นำไฟฟ้าโดยการเคลือบด้วยทองในบรรยากาศสุญญากาศด้วยเครื่อง Ion coater โดยใช้วิธีการเคลือบแบบสะปัตเตอริง เป็นเวลา 60 วินาที หลังจากนั้นนำไปส่องด้วยกล้อง SEM โดยการใช้กำลังขยาย 10000 เท่า เพื่อศึกษาดูลักษณะเกรนและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน หลังจากนั้นถ่ายภาพของชิ้นงานตัวอย่าง

3.4 การวิเคราะห์สมบัติทางเพียโซอิเล็กทริก

3.4.1 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric charge constant , d_{33})

ชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้ว แล้วถูกทิ้งไว้ 1 วัน หลังจากนั้นก็นำไปวิเคราะห์ค่า d_{33} โดยการใช้เครื่อง d_{33} Meter สำหรับการวัดค่าจะวัดที่ชิ้นงานจำนวน 3 ชิ้น โดยในหนึ่งชิ้นงานจะวัดจำนวน 6 จุด โดยการวัดด้านบวก 3 จุด และวัดด้านที่เป็นลบ 3 จุด หลังจากนั้นก็นำมาหาค่าเฉลี่ย

3.4.2 การวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant , K)

ชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้วแล้วถูกทิ้งไว้ 1 วัน ถูกนำไปวิเคราะห์ค่า K โดยการวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) ที่ความถี่ 1 kHz หลังจากนั้นวัดความหนาและพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงานเพื่อนำไปคำนวณหาค่า K โดยการใช้สมการ

$$K = \frac{Ct}{\varepsilon_0 A}$$

เมื่อ K คือค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

C คือค่าความจุไฟฟ้า (F)

t คือค่าความหนาของชิ้นงาน (m)

ε_0 คือค่าสภาพยอมทางไฟฟ้า มีค่าเท่ากับ 8.85×10^{-12} F/m

3.4.3 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบการเปลี่ยนแปลงพลังงาน กล – ไฟฟ้า (electromechanical coupling factor, k_p)

ชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้ว แล้วถูกทิ้งไว้ 1 วัน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์การเปลี่ยนแปลงพลังงาน k_p โดยใช้เครื่องอิมพิแดนอนาไลเซอร์ (impedance Analyzer HP4294A) วัดความถี่เรโซแนนซ์ (resonant frequency, f_a) และความถี่แอนตีเรโซแนนซ์ (antiresonant frequency, f_r) เพื่อนำไปคำนวณหาค่า (k_p) โดยการใช้สมการ

$$k_p = \left(\frac{f_a - f_r}{0.395 f_r + 0.547(f_a - f_r)} \right)^{1/2}$$

เมื่อ f_r คือความถี่เรโซแนนซ์ (Hz)

f_a คือความถี่แอนตี้เรโซแนนซ์ (Hz)

3.4.4 การวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์คุณภาพเชิงกล (mechanical quality factor,Q_m)

ชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้ว และผ่านการโพลแล้วถูกทิ้งไว้ 1 วัน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ค่า Q_m โดยใช้เครื่อง Impedance Analyzer (HP4294A) วัดความถี่เรโซแนนซ์ (resonant frequency, f_r) และความถี่แอนตี้เรโซแนนซ์ (antiresonant frequency, f_a) วัดความต้านทานของชิ้นงาน (Z_r) ที่ความถี่เรโซแนนซ์ และวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) ที่ความถี่ 1 Hz เพื่อที่จะนำไปคำนวณหาค่า Q_m โดยการใช้สมการ

$$Q_m = \frac{f_a^2}{2\pi Z_r C f_r (f_a^2 - f_r^2)}$$

เมื่อ Q_m คือค่า mechanical quality factor

f_r คือความถี่เรโซแนนซ์ (Hz)

f_a คือความถี่แนตี้เรโซแนนซ์ (Hz)

Z_r คือความต้านทานที่ความถี่เรโซแนนซ์ (โอมห์)

C คือความจุไฟฟ้าที่ความถี่ 1 Hz (F)

3.4.5 การวิเคราะห์ค่าวงจรฮีสเทอร์รีซีส

ชิ้นงานที่ผ่านการซินเทอร์ และผ่านกระบวนการในการทำขั้วเรียบร้อยแล้ว นำไปวัดค่าวงจรฮีสเทอร์รีซีส โดยใช้เครื่องวัดฮีสเทอร์รีซีสลูป High voltage interface