

บทที่ 3

การทดลองและวิเคราะห์ทดสอบ

ในการศึกษาวิธีการขึ้นรูปของวัสดุเชิงประกอบเซรามิก-พอลิเมอร์ชนิด 0-3 ซึ่งวิธีการทดลองและการวิเคราะห์ทดสอบที่ได้รวบรวมในบทนี้จะครอบคลุมถึงวิธีการเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบโดยวิธีต่างๆ และวิธีการตรวจสอบสมบัติชิ้นงานที่เตรียมขึ้น ตลอดจนวิธีการเตรียมตัวอย่างและหลักการทำงานของเครื่องมือ

สารเคมีที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้ประกอบด้วยสารเลดออกไซด์ เซอร์โคเนียมออกไซด์ ไททาเนียมออกไซด์ เป็นสารประกอบหลักสำหรับสังเคราะห์สารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สาร PVDF สำหรับเป็นเฟสพอลิเมอร์ สารเอทิลแอลกอฮอล์ สารเมทิล เอทิล คีโตน (MEK) และ สารอะซิโตนเป็นตัวทำละลาย รายละเอียดแสดงในตาราง 3.1

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสาร	แหล่งที่มา	ข้อมูลเฉพาะ
สารเลดออกไซด์ (PbO)	Kanto Chemical	>99.05%
สารเซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO ₂)	Fluka Chimeka	>99.0%
สารไททาเนียมออกไซด์ (TiO ₂)	Fluka Chimeka	>99.0%
สารพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PVDF)	Fluka Chimeka	M _r ~534,000
สารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ (C ₂ H ₅ OH)	BDH AnalaR	99.8%min assay
สารละลายเมทิล เอทิล คีโตน (MEK) (C ₂ H ₅ COCH ₃)	Unilab Reagent	-
สารละลายอะซิโตน (CH ₃ COCH ₃)	Carlo Erba Reagenti	99.8% min assay

รายละเอียดของอุปกรณ์และเครื่องมือที่จำเป็นในการทดลองเตรียมสารเซรามิกและอุปกรณ์สำหรับเตรียมสารวัสดุเชิงประกอบ แสดงในตาราง 3.2

ตารางที่ 3.2 รายการอุปกรณ์และเครื่องมือ

อุปกรณ์และเครื่องมือ	บริษัท	ข้อมูลเฉพาะ
เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง	Mettler instrument	รุ่น Mettler AM100
เครื่องบดบอลมิล	Hitachi	ความเร็ว 214 รอบต่อนาที
ตู้อบ	Tabai espec cooperation	รุ่น Safty oven SPHH-100
เตาเผา	Naberterm	อุณหภูมิสูงสุดที่ใช้ได้ 1370 °C
เครื่องอัดไฮดรอลิก	T.M.C.Hydraulic press	แรงอัดสูงสุด 10 ตัน
เครื่องอัด CIP	Kobelco	รุ่น Dr.CIP
เครื่องขัด	Marumoto kocho kaisha	
แผ่นขัด	Buehler	P 1000 และ 2400
เครื่องล้างอัลตราโซนิก	Decon ultrasonic	
เครื่องเคลือบทอง (Ion coater)	Eiko	รุ่น Eiko IB-3
เครื่องดูดอากาศ (Vacuum desiccator)	Buehler	
Particle size analyzer	Shimadzu	รุ่น SA-CP3
X-ray diffractometer (XRD)	Shimadzu	รุ่น XD-610
Scanning electron microscope	JEOL	รุ่น JSM-T330A
Thermogravimetric Analyzer and Differential Thermal Analyzer (DTA & TGA)	SEIKO	รุ่น TG/DTA 200
Differential Thermal Analyzer (DTA)	Perkin-Elmer	รุ่น DTA 7
Thermogravimetric Analyzer (TGA)	Perkin-Elmer	รุ่น TGA 7

3.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของสาร

3.1.1 การวัดการกระจายขนาดอนุภาค

นำสาร PbO, ZrO₂, TiO₂, PZT และ PVDF ประมาณ 1 กรัม มาผสมกับสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (sodium hexametaphosphate) ความเข้มข้น 2% โดยน้ำหนัก เพื่อช่วยในการกระจายตัว (dispersing agent) กวนผสมกันโดย magnetic stirrer ประมาณ 10 นาที จนเกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นใช้ pipette สุ่มสารละลายมาวิเคราะห์ขนาดอนุภาค โดยเครื่อง Centrifugal Particle Size - Analyzer รุ่น SA-CP3

3.1.2 การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง

การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้างของชิ้นงาน โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น JSM-T330A เพื่อศึกษาขนาดรูปร่างและการกระจายของอนุภาคขนาดรูพรุน รอยแตก ตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์เป็นได้ทั้งผงและชิ้นงาน (เม็ดสาร แท่ง แผ่น ฯลฯ) การวิเคราะห์โดยเครื่อง SEM สำหรับงานวิจัยครั้งนี้มีการเตรียมตัวอย่างดังนี้

- ตัวอย่างที่เป็นผง เช่น PZT และ PVDF จะผสมผงตัวอย่างลงในสารละลายที่ไม่ละลายผงตัวอย่าง เพื่อให้ผงตัวอย่างเกิดการกระจายตัวเพื่อให้เห็นลักษณะอนุภาคอย่างชัดเจน จากนั้นแบ่งส่วนของผสมหยดลงบนแท่นรอง (stud) เป่าให้แห้งแล้วจึงนำไปเคลือบผิวด้วยทองโดย เครื่อง Ion coater นาน 4 นาที เพื่อให้เกิดสภาพนำไฟฟ้า แล้วนำมาวิเคราะห์ลักษณะจุลโครงสร้างของ PZT ที่กำลังขยาย 5000 เท่า ส่วน PVDF ที่กำลังขยาย 1500 และ 10000 เท่า

- ตัวอย่างที่เป็นชิ้นงาน ที่ขึ้นรูปเป็นเม็ดยกกลม (disk) ของวัสดุเชิงประกอบเซรามิก-พอลิเมอร์ ตรวจวิเคราะห์พื้นผิวที่หัก (Fracture Surface) แล้วไปติดบนแท่นรองที่เคลือบด้วยคาร์บอน จากนั้นนำไปเคลือบทอง แล้วนำไปตรวจลักษณะจุลโครงสร้างของพื้นผิวที่หักโดยใช้กำลังขยาย 100 ถึง 10000 เท่า ใช้กำลังขยายที่ต่างกัน เนื่องจากต้องการดูขนาดอนุภาคของ PVDF ที่เกาะกลุ่มกัน ให้ชัดเจนยิ่งขึ้น

- สำหรับการศึกษาลักษณะการเชื่อมต่อนของเฟสเซรามิกและพอลิเมอร์ ที่ขึ้นรูปด้วยวิธี hot-press โดยศึกษาจากลักษณะผิวที่ขัด ทำการเตรียมตัวอย่างโดยหักชิ้นงานและนำไปขัดจนผิวหน้าเรียบ จากนั้นนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นาน 18 นาที ด้วยอัตราความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาที นำชิ้นงานไปติดบนแท่นรองที่เคลือบด้วยคาร์บอน นำไปเคลือบทอง และศึกษาลักษณะจุลโครงสร้างด้วยกำลังขยาย 7500 เท่า

3.1.3 การศึกษาลักษณะเฟส

การศึกษาเฟสของสาร PbO, TiO₂, ZrO₂, PZT และ PVDF ใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (Shimadzu Corporation รุ่น XRD-6000) การเตรียมตัวอย่างที่เป็นผง ทำโดยอัดผงตัวอย่างลงในแผ่นอะลูมิเนียมและปาดผิวหน้าให้เรียบ ส่วนชิ้นงานของวัสดุเชิงประกอบ เตรียมโดยนำชิ้นงานไปติดบน Sample Holder ที่ทำจากอะลูมิเนียม โดยวางให้ผิวหน้าของเม็ดสารเรียบขนานไปกับแผ่นอะลูมิเนียม Holder การวิเคราะห์เฟสใช้ Cu-K α radiation โดยมีค่า $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ความต่างศักย์ 30 kV. และกระแส 30 mA. ทำการตรวจสอบตั้งแต่มุม 2θ ที่ 10 ถึง 80 องศา สำหรับการวิเคราะห์วัสดุตั้งต้น (PbO, TiO₂, ZrO₂ และ PVDF) ทำการวิเคราะห์ตั้งแต่มุม 2θ เท่ากับ 20 ถึง 80 องศา สำหรับผง PZT หลังเผาแคลไซน์จะวิเคราะห์ตั้งแต่มุม 2θ ตั้งแต่ 20-60 เพื่อตรวจสอบเฟสของไพโรคลอรัซึ่งถ้ามีจะปรากฏชัดเจนที่ 2θ เท่ากับ 29.5 องศาเนื่องจากเป็นมุม 2θ ที่มี intensity สูงสุด นำผลที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS ของสารแต่ละชนิดที่ทำการทดลอง การ์ดมาตรฐาน JCPDS ที่ใช้ในการวิจัยรวบรวมไว้ในภาคผนวก ก

3.1.4 อิทธิพลของความร้อนต่อสารพอลิเมอร์และวัสดุเชิงประกอบ

ในการศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสารพอลิเมอร์และวัสดุเชิงประกอบในการทดลองนี้ใช้วิธีการศึกษา 2 วิธีด้วยกัน คือ วิธี Differential Thermal Analysis และ Thermogravimetric Analysis สำหรับสารพอลิเมอร์และวัสดุเชิงประกอบ เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสารเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ รายละเอียดการวิเคราะห์ทดสอบมีดังต่อไปนี้

3.1.4.1 การศึกษาอิทธิพลของความร้อนโดยวิธี Differential Thermal Analysis (DTA)

การศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสาร PVDF โดยเครื่อง DTA (SEIKO รุ่น TG/DTA 220) เตรียมตัวอย่างโดยนำ PVDF มาร้อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออก และทำให้เย็นตัวใน desiccator จากนั้นนำ PVDF ไปใส่ในถ้วยครุชชีเบลเพื่อศึกษาอุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาของ PVDF โดยใช้อะลูมินา เป็นสารอ้างอิงและทำการวิเคราะห์ตั้งแต่อุณหภูมิ 30 ถึง 900 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาต่อนาที ในบรรยากาศออกซิเจน สำหรับวัสดุเชิงประกอบ PZT:PVDF อัตราส่วน 75:25 เปอร์เซนต์โดยปริมาตร เตรียมขึ้นและนำมาร้อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช จากนั้นนำไปอบและ

นำมาวิเคราะห์ โดยเครื่อง DTA (Perkin-Elmer รุ่น DTA7) ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.1.4.2 การศึกษาอิทธิพลของความร้อนโดยวิธี Thermogravimetric analysis (TGA)

การศึกษาอิทธิพลของความร้อนต่อสาร PVDF โดยเครื่อง TGA (SEIKO รุ่น TG/DTA 220) ซึ่งเป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป การเตรียมตัวอย่างโดยนำ PVDF มาร้อนผ่านตะแกรงเบอร์ 100 เมช จากนั้นนำไปอบไล่ความชื้นที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง และนำไปตรวจสอบกับเครื่อง TGA อุณหภูมิที่ใช้ทดสอบตั้งแต่ 30 ถึง 900 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที สำหรับวัสดุเชิงประกอบ PZT:PVDF อัตราส่วน 75:25 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร นำมาวิเคราะห์ โดยเครื่อง TGA (Perkin-Elmer รุ่น DTA7) ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.1.5 การวัดค่าความหนาแน่น

- ค่าความหนาแน่นของผง PZT วิเคราะห์โดยหลักของอาร์คิมิดิส นำขวด pycnometer พร้อมฝาปิดซึ่งน้ำหนัก (B) จากนั้นบรรจุสารที่ต้องการวิเคราะห์อย่างน้อย 5 กรัม ลงในขวดแล้วชั่งน้ำหนัก (P) ค่อย ๆ เทน้ำกลั่นลงในขวดที่มีสารอยู่อย่างช้า ๆ ประมาณ 2 ใน 3 ของปริมาตรขวด นำขวดเข้าเครื่องดูดอากาศประมาณ 30 นาที เพื่อลดอากาศที่แทรกอยู่ตามรูพรุนและเพื่อให้อนุภาคเล็ก ๆ ตกตะกอนลงสู่ด้านล่างขวด เติมน้ำกลั่นลงในขวดช้า ๆ จนเต็มขวด ปิดฝาขวดแล้วเช็ดรอบขวดออกให้แห้ง ชั่งน้ำหนักรวมของขวดที่บรรจุสารและน้ำจนเต็ม (T) ทำความสะอาดขวด pycnometer และอบแห้งใน desiccator จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงในขวดเปล่าอีกครั้งจนเต็ม ปิดฝาและเช็ดรอบขวดให้แห้งจึงนำไปชั่ง (W) คำนวณความหนาแน่นของผงอนุภาคโดยใช้สมการ

$$\rho_c = \frac{(P - B)\rho_w}{(W - B) - (T - P)}$$

โดยที่ ρ_c คือ ความหนาแน่นของผงอนุภาค (g/cm^3)

ρ_w คือ ความหนาแน่นของน้ำ (g/cm^3)

B คือ น้ำหนักของขวด pycnometer พร้อมฝาปิด (g)

P คือ น้ำหนักของขวดซึ่งบรรจุสารพร้อมฝาปิด (g)

T คือ น้ำหนักของขวดซึ่งบรรจุสารและน้ำกลั่นพร้อมฝาปิด (g)

W คือ น้ำหนักของขวดซึ่งบรรจุน้ำกลั่นพร้อมฝาปิด (g)

- สำหรับความหนาแน่นของผง PVDF วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง He pycnometer รุ่น - AccuPyc 1330 Pycnometer เนื่องจากความหนาแน่นของผง PVDF มีค่าน้อยประกอบกับอนุภาคมีขนาดเล็ก ดังนั้นในการหาความหนาแน่นโดยวิธีแรกไม่ได้ผล การวัดความหนาแน่นโดยวิธีนี้อาศัยการแทรกซึมของก๊าซฮีเลียม (He) เข้าไปในสารตัวอย่าง ความหนาแน่นของตัวอย่างสามารถคำนวณได้จากน้ำหนักของตัวอย่างซึ่งจะต้องทราบก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ กับปริมาตรของตัวอย่าง ซึ่งได้จากการคำนวณผลการเปลี่ยนแปลงของความดันภายในระบบ เมื่อปล่อยให้ก๊าซฮีเลียม ถูกดูดซับบนตัวอย่างในช่วงเวลาที่เหมาะสม ตามทฤษฎีดังนี้

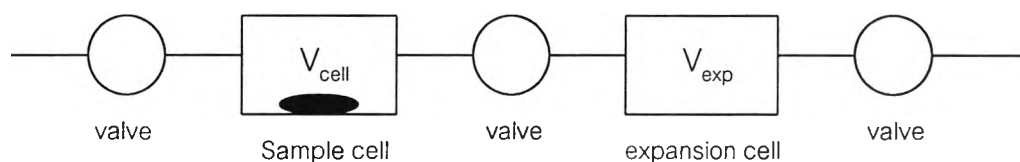
เมื่อปล่อยก๊าซเข้าไปในเซลล์ก๊าซจะแทรกซึมเข้าไปในตัวอย่างจนได้ปริมาตรของตัวอย่าง ดังสมการ

$$V_{\text{samp}} = V_{\text{cell}} - V_{\text{gas}}$$

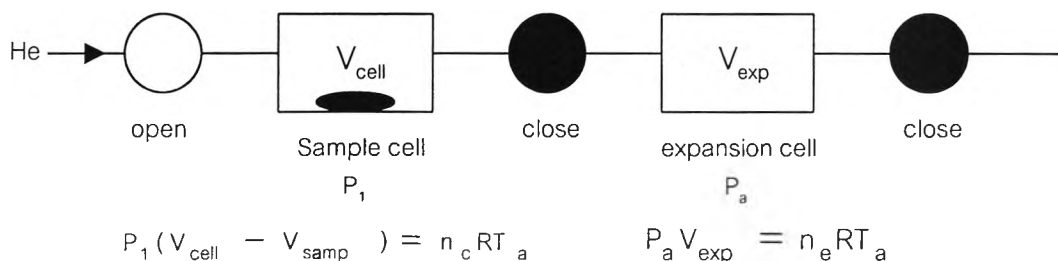
มวลของสาร (m) ได้จากการชั่งดังนั้น

$$\text{ความหนาแน่น } (\rho) = \frac{m}{(V_{\text{cell}} - V_{\text{gas}})}$$

แต่เนื่องจากก๊าซมีการหดและขยายตัว ดังนั้นจึงออกแบบเซลล์ให้มี 2 เซลล์ ดังรูป

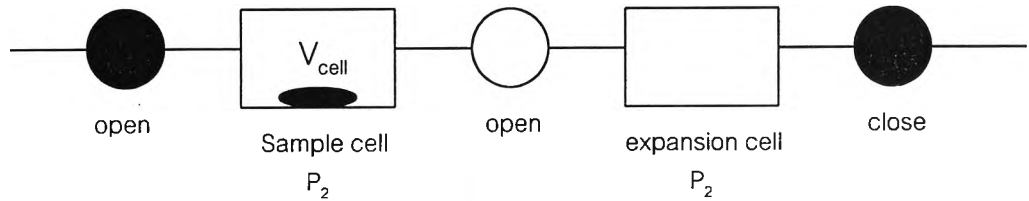


โดยระบบอยู่ในสภาวะปกติ คือ ความดันบรรยากาศ (P_a) อุณหภูมิห้อง (T_a) เมื่อปล่อยก๊าซเข้าไปใน sample cell ด้วยความดัน P_1 ดังแสดงในรูป



$n_c =$ จำนวนโมลของก๊าซใน V_{cell}

$n_e =$ จำนวนโมลของก๊าซใน V_{exp}



$$P_2(V_{cell} - V_{samp} + V_{exp}) = n_c RT_a + n_e RT_a$$

จากทั้ง 3 สมการ จะได้

$$P_2(V_{cell} - V_{samp} + V_{exp}) = P_1(V_{cell} - V_{samp}) + P_a V_{exp}$$

สามารถหา V_{samp} ได้จากสมการ

$$V_{samp} = V_{cell} - \frac{V_{exp}}{\frac{P_1 - P_a}{P_2 - P_a} - 1}$$

โดย P_1, P_2, P_a ได้จากการวัดโดย Pressure Transducer และจะหาความหนาแน่นได้จากสมการ

$$\text{ความหนาแน่น } (\rho) = \frac{m}{V_{samp}}$$

- ส่วนความหนาแน่นของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบเซรามิก-พอลิเมอร์วิเคราะห์โดยการนำชิ้นตัวอย่างไปชั่งผิวหน้าให้เรียบโดยใช้แผ่นขัด SiC ขนาดความละเอียด 1000 และ 2400 จากนั้นนำไปอบจนแห้งที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส แล้วปล่อยให้เย็นลง นำไปชั่งน้ำหนักแห้ง (Dry weight) บนเครื่องชั่งที่มีความละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นนำเม็ดสารไปเข้าเครื่องดูดอากาศ (Vacuum pump) นาน 30 นาที แล้วจึงเติมน้ำลงไปในภาชนะที่ใส่เม็ดสาร ดูดอากาศต่ออีก 60 นาที จึงนำเม็ดสารมาชั่งน้ำหนักสารอิมมัตวแขวนลอย (Suspended weight) และน้ำหนัก

อิมิตัว (Saturated weight) แล้วนำไปคำนวณความหนาแน่นรวม (Bulk density) และเปอร์เซ็นต์รูพรุน (% Apparent Porosity) คำนวณจากสมการ

$$\text{bulk density} = \frac{D}{W - S} \times \rho$$

$$\% \text{apparent porosity} = \frac{(W - D)}{(W - S)} \times \rho \times 100$$

โดยที่ ρ คือ ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลอง (g/cm^3)

D คือ น้ำหนักแห้ง (g)

S คือ น้ำหนักอิมิตัวแขวนลอย (g)

W คือ น้ำหนักอิมิตัว (g)

การคิดเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นทางทฤษฎีของวัสดุเชิงประกอบคำนวณจากสมการ

$$\% \text{ ความหนาแน่นทางทฤษฎี} = \frac{D}{(D_{\text{PZT}} \times \frac{V_{\text{PZT}}}{V}) + (D_{\text{PVDF}} \times \frac{V_{\text{PVDF}}}{V})} \times 100$$

โดยที่ D คือ ความหนาแน่นที่วัดได้ (g/cm^3)

D_{PZT} คือ ความหนาแน่นของผง PZT (g/cm^3)

D_{PVDF} คือ ความหนาแน่นของ PVDF (g/cm^3)

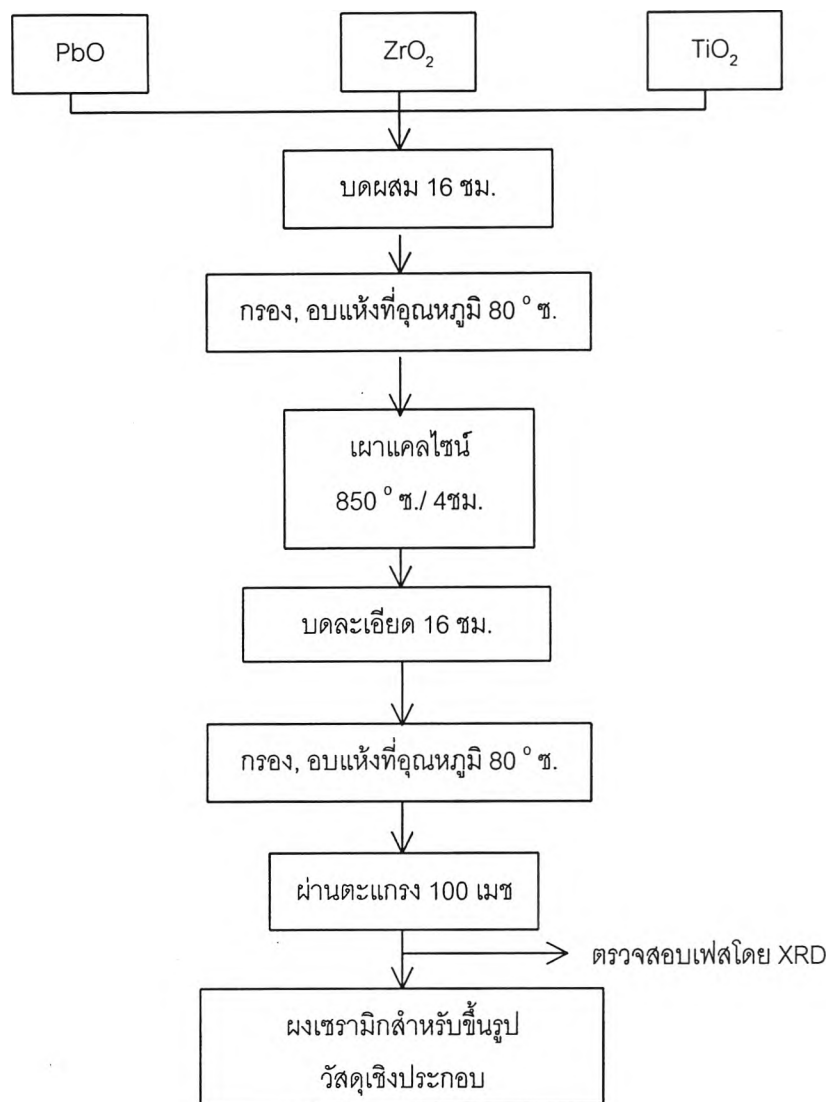
V_{PZT} คือ ปริมาตรของ PZT (cm^3)

V_{PVDF} คือ ปริมาตรของ PVDF (cm^3)

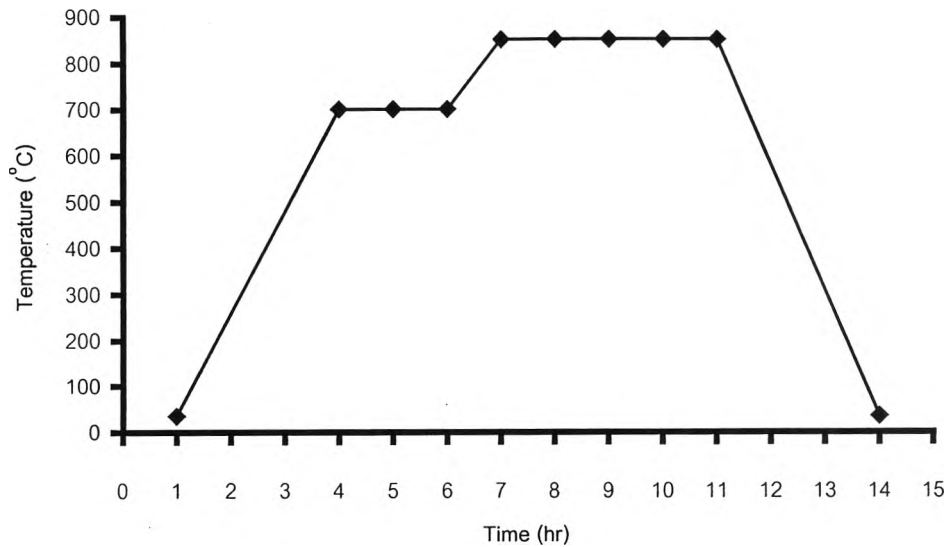
V คือ ปริมาตรรวม $V_{\text{PZT}} + V_{\text{PVDF}}$ (cm^3)

3.2 การเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททานต (PZT)

การเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททานตโดยวิธีการผสมออกไซด์ (Mixed oxide) แสดงในรูปที่ 3.1 สารตั้งต้นที่ใช้ประกอบด้วย เลดออกไซด์ (Lead oxide : PbO) เซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium oxide: ZrO₂) และไททานเนียมออกไซด์ (Titanium oxide: TiO₂) ก่อนผสม นำสารตั้งต้นไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น ทิ้งให้เย็นตัวลงใน desiccator และนำไปชั่งน้ำหนักตามสูตร Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ โดยใช้เครื่องชั่งที่มีความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง นำสารตั้งต้นมาบดผสมในขวดโพลีเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) ที่มีลูกบดเซอร์โคเนีย และอะซิโตน (acetone) เป็นตัวกลางในการช่วยบดผสม เป็นเวลา 16 ชั่วโมง จากนั้นนำของผสมที่ได้มาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และบดด้วยโกร่ง (Pestle and mortar) นำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ (calcine) ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส นาน 4 ชั่วโมง ในถ้วยอะลูมินาซึ่งมีฝาปิดและฉีกฝาปิดด้วยซีเมนต์ที่มีส่วนผสมอะลูมินาและเซอร์โคเนียในอัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก เพื่อป้องกันการสูญหายของตะกั่ว กราฟการให้ความร้อนในขั้นตอนการแคลไซน์แสดงในรูปที่ 3.2 หลังจากแคลไซน์นำผงที่ได้ไปบดให้ละเอียดในขวดบดเป็นเวลา 16 ชั่วโมง นำไปอบให้แห้งอีกครั้ง จากนั้นนำมาบดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช แบ่งสารเลดเซอร์โคเนตไททานตมาส่วนหนึ่งเพื่อนำไปวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นโดยวิธี XRD ส่วนผงที่เหลือนำไปใช้ในการผสมกับพอลิเมอร์ให้เป็นวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) สำหรับขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบ



รูปที่ 3.2 แผนภูมิการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ (Calcination profile)

3.3 วิธีการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบ

การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบชนิด 0-3 ที่ใช้ในการทดลองนี้มี 3 วิธี คือ

วิธีที่ 1 การใช้เอทานอลเป็นสารละลายในการผสม PZT-PVDF และขึ้นรูปโดยการอัดไฮดรอลิก และอัดต่อด้วย Cold Isostatic Press และเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

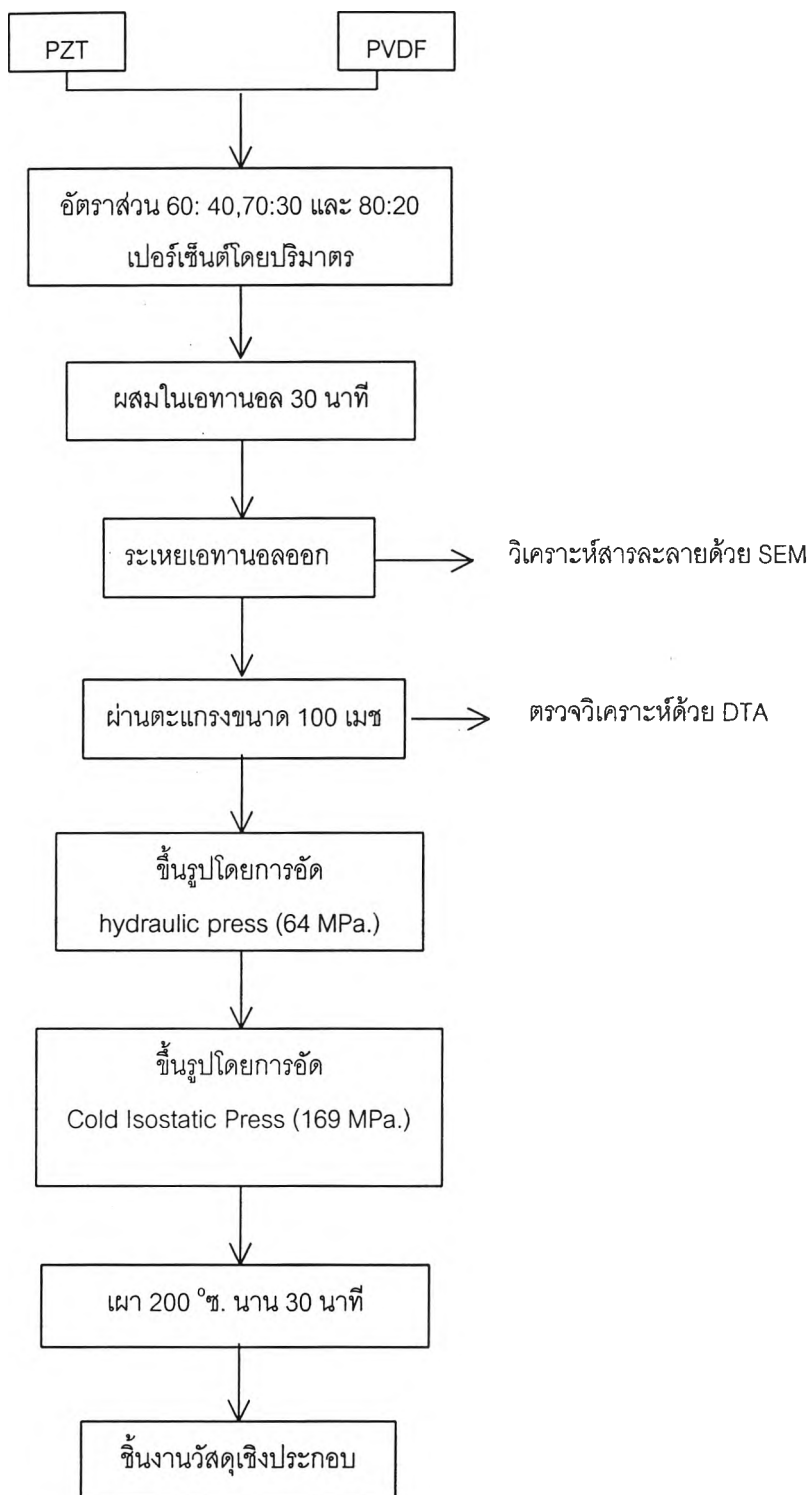
วิธีที่ 2 การใช้เอทานอลเป็นสารละลายในการผสม PZT-PVDF และขึ้นรูปโดยวิธี hot-press ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

วิธีที่ 3 การใช้เมทิล เอทิล คีโตน (MEK) เป็นตัวทำละลาย PZT-PVDF และขึ้นรูปโดยวิธี hot-press ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

มีรายละเอียดในแต่ละวิธีดังต่อไปนี้

วิธีที่ 1 การใช้เอทานอลเป็นสารละลายในการผสม PZT-PVDF และขึ้นรูปโดยการอัดไฮดรอลิก และอัดต่อด้วย Cold Isostatic Press และเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

วิธีการขึ้นรูปด้วยวิธีนี้เริ่มด้วยการผสมผง PZT กับ PVDF ในอัตราส่วน PZT:PVDF เท่ากับ 60:40 70:30 และ 80:20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร โดยคำนวณจากความสัมพันธ์ของความหนาแน่นของสารแต่ละตัว (ความหนาแน่นทางทฤษฎีซึ่งได้จากการคำนวณผล XRD ของสาร PZT เท่ากับ 7.97 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ได้จากการคำนวณผลกราฟ XRD ความหนาแน่นของ PVDF เท่ากับ 1.8 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ได้จากการวิเคราะห์โดยเครื่อง He-Pycnometer) กับปริมาตรที่ต้องการ นำมาคำนวณหาน้ำหนักของสาร ในขั้นตอนแรกจะทำโดยการผสมสารทั้งสองตัวโดยใช้สารละลายเอทานอล (C_2H_5OH) เป็นตัวกลางที่ช่วยผสมสารให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและเป็นสารละลายที่นิยมใช้กันทั่วไปและมีในห้องทดลอง ใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ช่วยในการผสมประมาณ 30 นาที จากนั้นนำสารละลายไปวางบน hot-plate เพื่อระเหยสารเอทานอลออกไป ขณะที่เอทานอลเริ่มระเหยส่วนผสมสารละลายบางส่วนออกมาศึกษาลักษณะการผสมระหว่างสาร PZT และ PVDF โดยเครื่อง SEM ส่วนของผสมที่เหลือให้ความร้อนต่อจนกระทั่งสารเอทานอลระเหยหมด จากนั้นนำผงของสารผสมมาบดด้วยโกร่ง และร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอน ซึ่งน้ำหนักแล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่แรงอัด 64 MPa. และนำไปอัดต่อด้วยเครื่อง CIP ที่แรงอัด 169 MPa. (2000 kgf/cm^2) จากนั้นนำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ซึ่งอุณหภูมินี้พิจารณาจากปฏิกิริยาการหลอมตัวของสาร PVDF ซึ่งแสดงในกราฟ DTA และ TGA รูปที่ 4.16 ใช้อัตราการใช้ความร้อน 120 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และทิ้งไว้ 30 นาที แล้วลดอุณหภูมิในการเผาจาก 200 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียส) นำชิ้นงานที่ได้มาตรวจความหนาแน่น ลักษณะจุลโครงสร้าง ขั้นตอนในการเตรียมสาร PZT-PVDF โดยการอัดและเผา แสดงในรูปแบบที่ 3.3



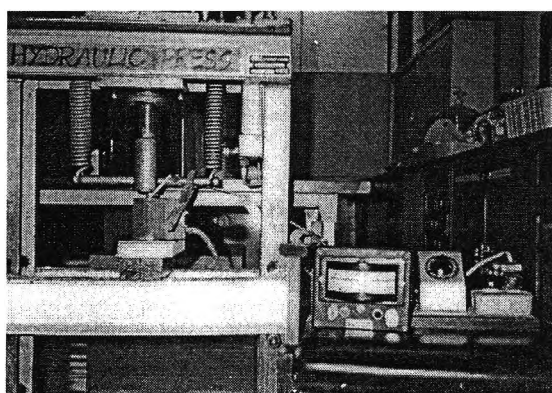
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบโดยวิธีการอัดและเผาขึ้นงาน

วิธีที่ 2 การใช้เอทานอลเป็นสารละลายในการผสม PZT-PVDF และขึ้นรูปโดยวิธี hot-press ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

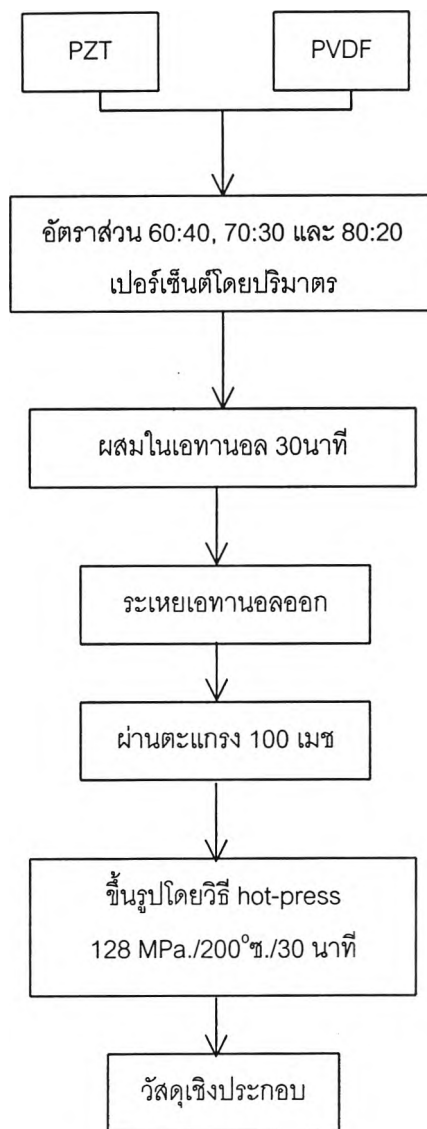
นำสารผสม PZT:PVDF อัตราส่วน 60:40 70:30 และ 80:20 เปรอร์เซ็นต์โดยปริมาตร มาละลายด้วยเอทานอล แล้วนำไปอบแห้งทำให้เป็นผงโดยการร่อนผ่านตะแกรง 100 เมช รวการขึ้นรูป ขณะเดียวกันเตรียมแบบพิมพ์โดยนำไปอบที่ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำส่วนผสมที่เตรียมขึ้นมาเทใส่แบบพิมพ์แล้วนำแบบพิมพ์ที่มีสารบรรจุอยู่ไปอบอีก 10 นาที แล้วจึงนำไปอัดโดยวิธี hot-press ที่แรงดัน 128 MPa ที่ 200 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที จากนั้นนำไปตรวจสอบลักษณะจุลโครงสร้างด้วย SEM ขั้นตอนการขึ้นรูปโดยวิธีนี้สรุปในรูปที่ 3.5

วิธีการ hot-press

การขึ้นรูปโดยวิธี hot-press เป็นกระบวนการขึ้นรูปโดยให้แรงอัดในแนว uniaxial ขณะเดียวกันให้ความร้อนแก่สารที่ทำการขึ้นรูปด้วย อุปกรณ์ที่ใช้ในการทำ Hot Press ประกอบด้วย เครื่องอัดไฮดรอลิก เครื่องนำความร้อน (heater) เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (controller) และเทอร์โมคอปเปิล ดังแสดงในรูป 3.4 ในขั้นตอนการอัด นำแบบพิมพ์ (mould) ที่บรรจุสารที่ต้องการอัดมาครอบด้วยเครื่องนำความร้อนซึ่งต่ออยู่กับเครื่องควบคุมอุณหภูมิและเทอร์โมคอปเปิล ขณะให้แรงอัด วัดอุณหภูมิของ mould และสามารถแช่แรงอัดที่อุณหภูมิ ตามต้องการได้ วิธีการนี้จะช่วยให้อนุภาคของพอลิเมอร์ที่เป็นส่วนผสมของวัสดุแข็งประกอบเกิดการอ่อนตัวและสามารถทำให้การอัดเกิดได้ดีขึ้น ส่งผลให้เนื้อสารหลังอัดแน่นขึ้นอีกด้วย



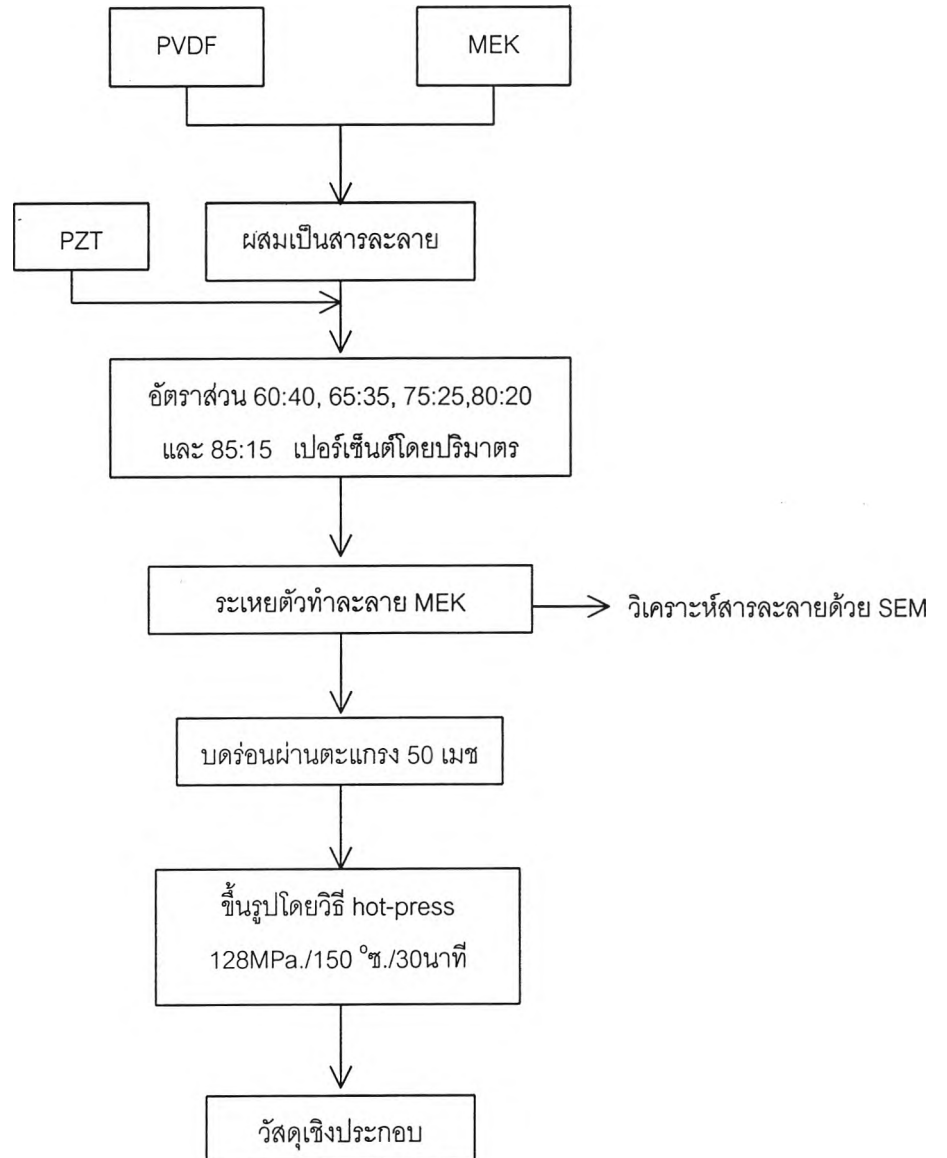
รูปที่ 3.4 เครื่อง hot-press



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ PZT-PVDF โดยใช้เอทานอลเป็นตัวผสมและขึ้นรูปโดยวิธี hot-press

วิธีที่ 3 การใช้เมทิล เอทิล คีโตน (MEK) เป็นสารละลายในการผสม PZT-PVDF และขึ้นรูปโดยวิธี hot-press ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

ส่วนผสมที่ใช้ในการขึ้นรูปประกอบด้วย PZT:PVDF ในอัตราส่วน เท่ากับ 60:40 65:35 70:30 75:25 80:20 และ 85:15 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร อัตราส่วน 65:35 75:25 และ 85:15 เป็นอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นมาจากอัตราส่วนผสมเดิม การใช้ปริมาณพอลิเมอร์น้อยลงเนื่องจากส่วนผสมสามารถร่อนผ่านตะแกรงขนาด 50 เมช ได้ การเตรียมสารเริ่มโดยนำพอลิเมอร์ PVDF มาละลายในตัวทำละลายเมทิล เอทิล คีโตน (Methyl Ethyl Ketone : MEK) เนื่องจาก MEK สามารถเป็นตัวทำละลายสาร PVDF ได้⁽²⁰⁾ ใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) และความร้อนช่วยในการละลาย จนกระทั่ง PVDF ละลายหมดได้เป็นสารละลายใส เติมผงเซรามิก PZT ในส่วนผสมนั้นลงไป กวน และให้ความร้อนต่อไปจนกระทั่งตัวทำละลายเริ่มระเหย แบ่งสารละลายบางส่วนมาเพื่อศึกษา ลักษณะการผสมระหว่าง PZT และ PVDF โดยเครื่อง SEM เมื่อตัวทำละลายระเหยไปหมด นำสารผสมที่ได้มาบดด้วยโกร่งและร่อนผ่านตะแกรง 50 เมช ใช้ตะแกรงขนาดนี้เนื่องจากพอลิเมอร์ที่เคลือบอนุภาคของเซรามิกจะเกาะกันเป็นแผ่นจึงไม่สามารถร่อนผ่านตะแกรง 100 เมช ได้จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปโดยวิธี hot-press ใช้แรงอัด 128 MPa. ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที การลดอุณหภูมิในการอัด hot-press เนื่องจากอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส สูงเกินไปจึงทำให้ PVDF หลอมตัวติดแบบพิมพ์ จึงได้ชิ้นงานที่ไม่สมบูรณ์และวิธีการใช้ hot-press เป็นการให้ความดันควบคู่ไปกับความร้อนจึงสามารถใช้อุณหภูมิต่ำลงได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความดันที่ใช้ หลังจากนั้น นำไปตรวจสอบลักษณะจุลโครงสร้างและความหนาแน่น ขั้นตอนการเตรียมและขึ้นรูปของวิธีที่ 3 นี้แสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ PZT-PVDF โดยใช้ MEK เป็นสารละลายในการผสม และขึ้นรูปโดยวิธี hot-press