

### บทที่ 3

#### วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาถึงสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้าของนาโนคอมโพสิต-เซรามิกแบบเรียมเซอร์โคเนต - เส้นลวดนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ (BZT - SiCNWs) โดยเริ่มจากการเตรียมผง BZT และ SiCNWs จากนั้นนำผงที่ได้มาผสมกันด้วยอัตราส่วน  $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$  เมื่อ  $x = 0, 0.1, 0.5, 1.0$  และ  $3.0$  ร้อยละโดยน้ำหนัก เพื่อทำการเตรียมเซรามิก จากนั้นจึงทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น การหดตัวเชิงปริมาตร และทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า ได้แก่ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก สมบัติเพียโซอิเล็กตริกและสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กตริก ได้แก่ ค่าโพลาริเซชันแบบเกิดขึ้นเอง ค่าสภาพการมีขั้วคงค้างและค่าสนามลบล้างแม่เหล็ก ส่วนการทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ค่าความแข็ง ค่าความต้านทานการสึกหรอและค่าความต้านทานต่อรอยแตก แล้วศึกษาความสัมพันธ์ของสมบัติต่างๆ โดยขั้นตอนในการเตรียมผงและเซรามิกรวมทั้งรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี อุปกรณ์ กระบวนการเตรียม และการตรวจสอบสมบัติต่างๆ นั้นจะได้กล่าวถึงในบทนี้

#### 3.1 สารเคมี

1. ผงแบเรียมคาร์บอเนต (Barium carbonate:  $\text{BaCO}_3$ ) ความบริสุทธิ์  $\geq 99.0\%$  ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
2. ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium oxide:  $\text{ZrO}_2$ ) ความบริสุทธิ์  $\geq 99.0\%$  ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
3. ผงไทเทเนียมออกไซด์ (Titanium oxide:  $\text{TiO}_2$ ) ความบริสุทธิ์  $\geq 98.5\%$  ผลิตโดยบริษัท Riedel-deHaen ประเทศเยอรมัน
4. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
5. ผงอะลูมินาไดออกไซด์ (Alumina dioxide:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
6. เอทานอล (Ethanol) ความบริสุทธิ์  $\geq 95\%$  ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน

7. น้ำมันซิลิโคนออยล์ (Silicone oil) 200 fluid 350 cs ผลิตโดยบริษัท APS Ajax Finechem ประเทศออสเตรเลีย
8. กาวเงิน (Silver paint)
9. อะซิโตน (Acetone) ความบริสุทธิ์  $\geq 99.8\%$  ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน

### 3.2 วัสดุ

1. ลูกบดเซอร์โคเนีย (Zirconia milling media)
2. แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (Magnetic bar)
3. ปีกเกอร์ขนาด 100, 500 และ 1000 ลูกบาศก์มิลลิเมตร
4. กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิดใช้สำหรับการบดย่อย
5. ซ้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส
6. เทปกาว
7. ครกบดสาร (Agate mortar)
8. เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper) ระบบดิจิตอล ความละเอียด 0.01 mm
9. ถ้วยอะลูมินา (Alumina crucible)
10. แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 cm
11. กระดาษทรายน้ำเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และ 1200
12. ผงขัดอะลูมินาขนาดอนุภาค 1  $\mu\text{m}$
13. ฟাঁร่อน (Sieve) ขนาด 120 mesh (ประมาณ  $< 50 \mu\text{m}$ )

### 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เตาแผ่นความร้อน (Hot plate) ผลิตโดยบริษัท Schott Gerate GMBH รุ่น SLK4
2. เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (Hydraulic press)
3. จานหมุนสำหรับขัดสาร ผลิตโดยบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3
4. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300
5. เครื่องบดผสมแบบ ball-milling ความเร็ว 60 รอบ/นาที
6. ตู้อบสารผลิตโดยบริษัท Giffin Grundy
7. เตาไฟฟ้า
8. เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น X-pert ผลิตโดยบริษัท Philip

9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) รุ่น JSM 840A ผลิตโดยบริษัท JOEL ประเทศญี่ปุ่น
10. เครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (Microhardness tester) รุ่น Galileo รุ่น Microscan 2 โดยทำการตรวจสอบด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ส (Vickers)
11. เครื่อง LCR Hitester รุ่น 3532-50 ผลิตโดย HIOKI ประเทศญี่ปุ่น สำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกโดยบริษัท Lenton thermal designs limited ประเทศอังกฤษ
12. เครื่องมือวัดสมบัติฮิสเทอรีซิส (Sawyer-Tower circuit)
13. เครื่องบดย่อยแบบกระแทก (Vibro-milling)

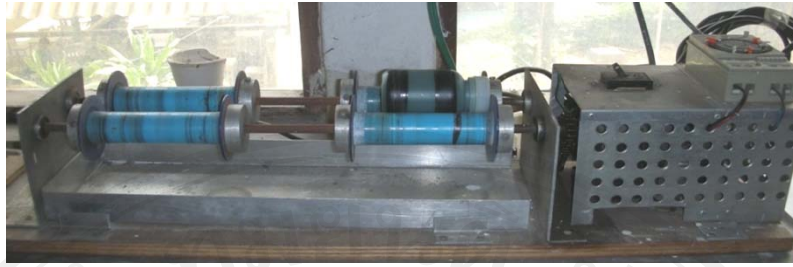
### 3.4 การเตรียมสารตัวอย่าง

#### 3.4.1 การเตรียมผงแบเรียมเซอร์โคเนตไทเทเนต

ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมผงของสารประกอบแบเรียมเซอร์โคเนตไทเทเนต โดยมีสูตรเป็น  $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.05}\text{Ti}_{0.95})\text{O}_3$  ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้น ได้แก่  $\text{BaCO}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  และ  $\text{TiO}_2$  มาผสมดังอัตราส่วนในสมการ 3.1



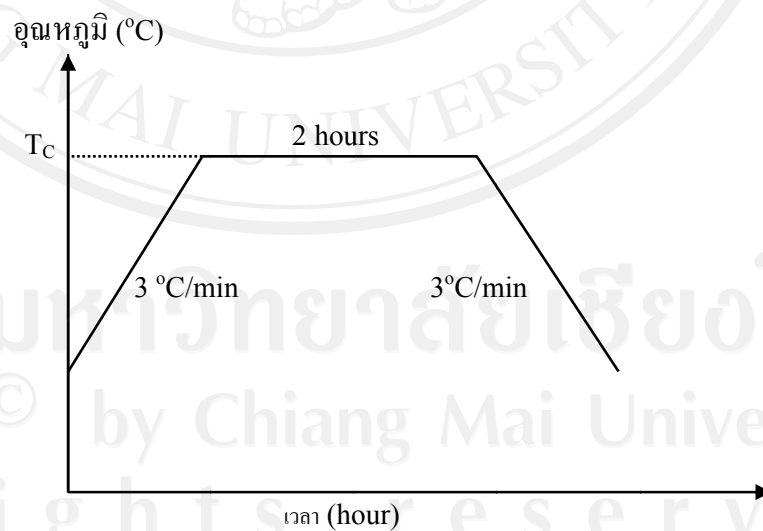
โดยทำการเตรียมสารตัวอย่างปริมาณ 50 กรัม จากนั้นนำสารทั้งสามชนิดมาผสมกันให้เข้ากัน ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย แล้วทำการบดผสมด้วยวิธี ball-milling ด้วยเครื่องบดผสมสารแบบหมุนวนดังรูป 3.1 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำสารผสมมาอบให้แห้ง จากนั้นนำสารผสมที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.2) โดยมีเงื่อนไขในการเผาที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที ดังแผนผังการแคลไซน์รูป 3.3 เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคของสารตั้งต้นให้ได้เป็นสารประกอบ BZT จากนั้นจึงนำสารที่ได้ไปตรวจสอบเฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังแผนผังรูป 3.4



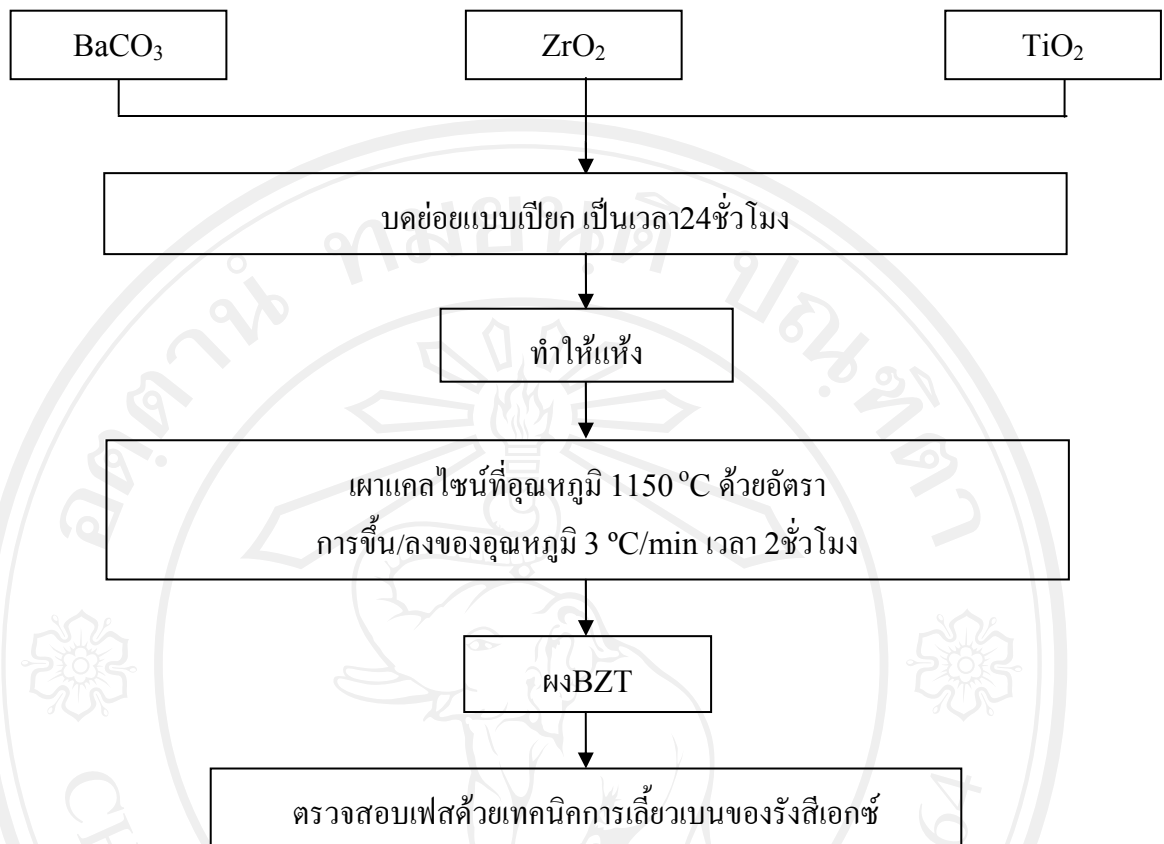
รูป 3.1 เครื่องบดผสมแบบ ball-milling



รูป 3.2 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสารที่อุณหภูมิสูง



รูป 3.3 การเผาแคลไซน์ของผง BZT ( $T_c$  คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์)

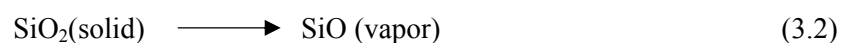


รูป 3.4 แผนผังภาพขั้นตอนการเตรียมผง BZT

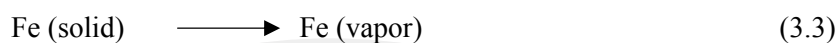
### 3.4.2 การเตรียมเส้นลวดนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์

การเตรียมเส้นลวดนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีการเคลือบไอเคมีสะสม (Chemical vapor deposition; CVD) โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้น ได้แก่ ผงซิลิคอนไดออกไซด์ ( $\text{SiO}_2$ ) ผงคาร์บอน (C) และใช้ผงแกรไฟต์ (Fe) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) มาผสมดังอัตราส่วน 45:45:10 ร้อยละ โดยน้ำหนัก จากนั้นบดให้ส่วนผสมทั้งสามเข้ากัน แล้วนำผงที่ได้ใส่ลงในถ้วยอะลูมินา (Alumina boat) แล้วนำเข้าสู่กระบวนการเคลือบไอเคมีสะสม โดยใช้เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเผาแช่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของอาร์กอน (Ar) ซึ่งปฏิกิริยาจะดำเนินไปดังสมการต่อไปนี้ [52-53]

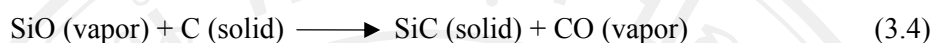
จะเกิดไอของ  $\text{SiO}$  ขึ้นก่อน ดังสมการ (3.2)



ขณะเดียวกันก็จะเกิดไอของ Fe และ CO ขึ้นพร้อมๆ กัน



หลังจากนั้นไอของ SiO จะทำปฏิกิริยากับแกรไฟต์



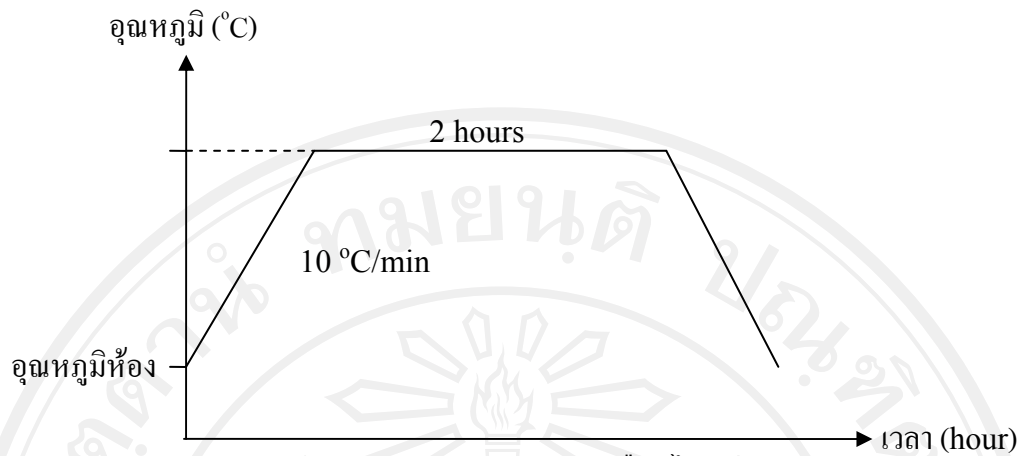
เมื่ออุณหภูมิลดลง ไอของ Fe จะเกิดการควบแน่นกลายเป็นหยดของเหลว



เมื่อหยดของเหลวของ Fe ตกเคลือบอยู่บนผิวของซิลิโคนคาร์ไบด์ ก็จะเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบาง และเติบโตเป็นซิลิโคนคาร์ไบด์ ดังนี้



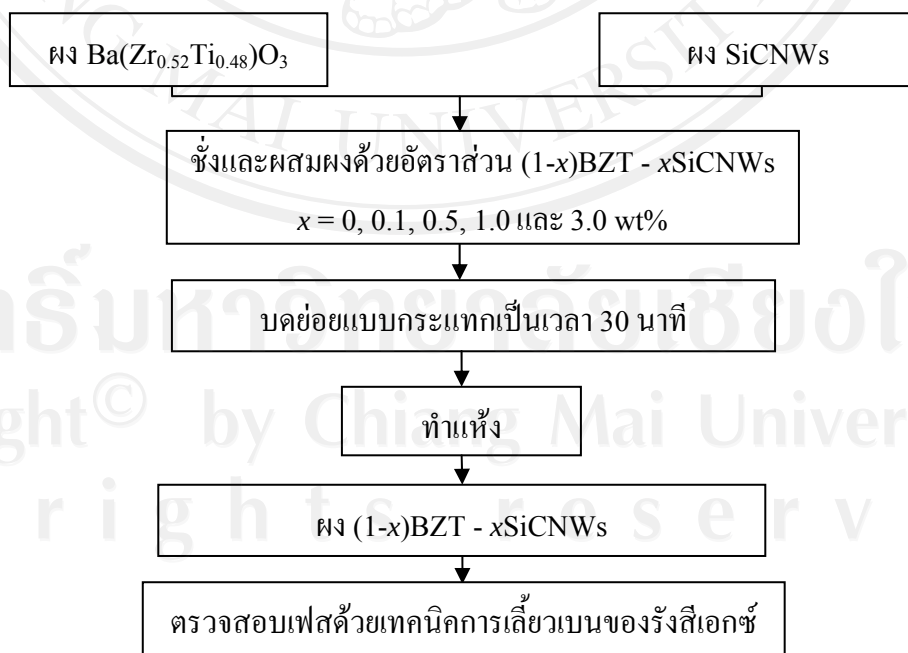
ปฏิกิริยานี้จะดำเนินไปเรื่อยๆ ค่อยๆเติบโตเกิดเป็นเส้นลวดนาโนซิลิโคนคาร์ไบด์ จนกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา (Fe) จะทำปฏิกิริยาจนหมด โดยเส้นลวดนาโนซิลิโคนคาร์ไบด์ที่ได้มักจะถูกล้อมด้วยชั้นของ SiO<sub>2</sub> ที่มักจะเกิดขึ้นไม่ว่าจะอยู่ภายใต้บรรยากาศใดๆ จากนั้นนำผงที่ได้มาทำการเผาไล่สารประกอบที่เหลือตกค้างด้วยอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จึงนำสารที่ได้ไปตรวจสอบเฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.5 แผนผังกระบวนการเคลือบไอเคมีสะสม

### 3.4.3 การเตรียมผงนาโนคอมโพสิต BZT - SiCNWs

การเตรียมผงคอมโพสิต BZT - SiCNWs นี้จะเป็นการนำสาร BZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์มา ผสมกับ SiCNWs ตามอัตราส่วน  $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$  เมื่อ  $x$  มีค่าเท่ากับ 0, 0.1, 0.5, 1.0 และ 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก แล้วนำผงทั้งสองชนิดมาผสมให้เข้ากันในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบอล เซอร์โคเนีย และทำการบดผสมด้วยวิธี vibro - milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวกลางที่ช่วยให้สารเข้ากันได้ดี จากนั้นนำสารผสมดังกล่าวมาทำให้แห้ง จากนั้นนำผงผสมที่ได้ไปตรวจสอบชนิดของเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังแผนผังรูป 3.6



รูป 3.6 แผนผังภาพขั้นตอนการเตรียมผง BZT-SiCNWs

### 3.4.4 การเตรียมนาโนคอมโพสิตเซรามิกBZT - SiCNWs

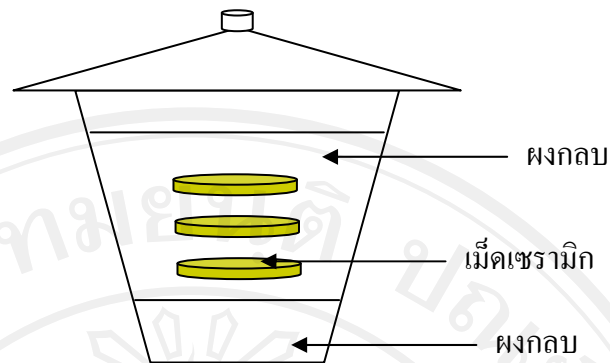
การเตรียมเซรามิกคอมโพสิตในระบบ  $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$  เริ่มจากนำผงสารที่เตรียมได้ไปชั่งน้ำหนักประมาณ 2 กรัม มาผสมกับสารยึดเหนี่ยวพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ประมาณ 1 หยด แล้วนำไปอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นกลม (disc) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร ดังรูป 3.7 ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิกแบบทิศทางเดียว (uniaxial pressing) ดังแสดงในรูป 3.8 ด้วยแรงดัน 1 ตัน เป็นเวลา 1 นาที จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปใส่ลงในถ้วยอะลูมินา ดังรูป 3.9 แล้วทำการกลบชิ้นงานด้วยผงอะลูมินา เพื่อช่วยให้ความร้อนสามารถกระจายเข้าสู่ชิ้นงานทุกทิศทางอย่างสม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังช่วยลดการสูญเสียของอัตราส่วนของสารได้อีกด้วย หลังจากนั้นนำไปเผาซินเตอร์ ด้วยเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1350, 1400 และ 1450 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5, 10 และ 15 องศาเซลเซียสต่อนาทีตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังแผนผังการเผาซินเตอร์รูป 3.10



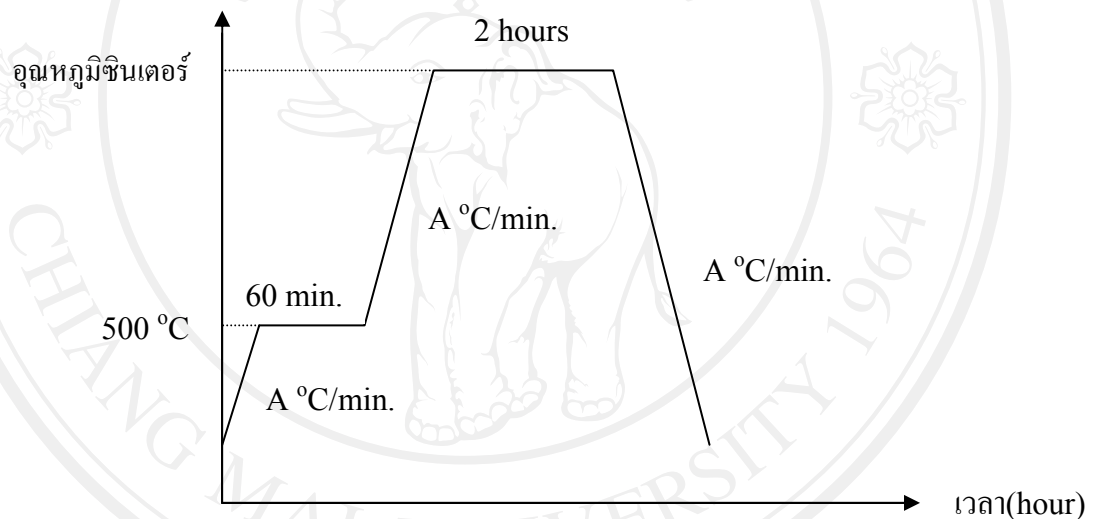
รูป 3.7 แม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร



รูป 3.8 เครื่องอัดไฮดรอลิก



รูป 3.9 แผนผังลักษณะการวางสารตัวอย่างในถ้วยอะลูมินา



รูป 3.10 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เซรามิก

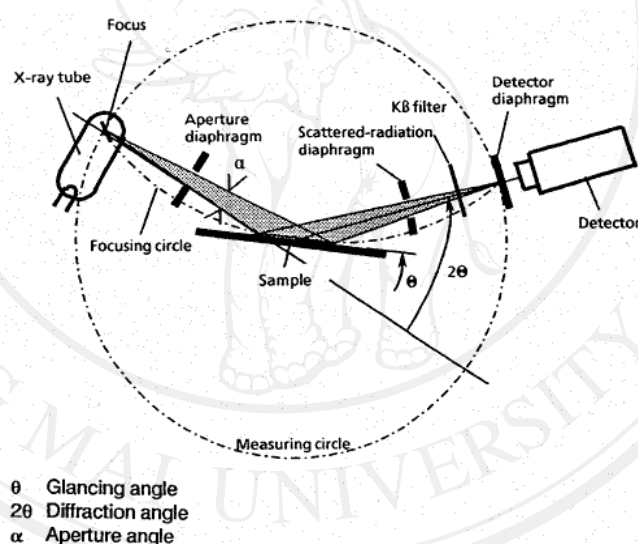
เมื่อ A คือ อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ

5, 10 และ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามลำดับ

### 3.5 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

งานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ในการตรวจสอบหาองค์ประกอบทางเคมีและชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งทำได้โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (Scattering) และเลี้ยวเบนขึ้น โดยมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ โดยแบบอย่างการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับ

ตรวจวัด (Detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ดังรูป 3.15 ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่า วัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของเบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีครังสีเอกซ์ของแบบอย่างการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files หรือ ICSD files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาบรรจุใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer แล้วจึงเดินเครื่องทดสอบ โดยใช้เป้าทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ ) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ  $1.54 \text{ \AA}$  ออกมาด้วย step  $0.02$  องศาจากค่ามุม  $2\theta$  ที่  $10$  องศาไปจนถึงมุม  $2\theta$  ที่  $60$  องศา



รูป 3.11 การวิเคราะห์ผลึกโดยใช้เครื่องมือการหักเหรวมถึงสถานภาพจำเป็นสำหรับการหักเห

ผลที่ได้จะแสดงออกมาอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม  $2\theta$  จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสและความบริสุทธิ์ของผงตัวอย่างที่เกิดขึ้น โดยนำค่ามุม  $2\theta$  ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของเบรกก์ตามสมการ 3.2

เมื่อ  $d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)  
 $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ มีค่าเท่ากับ  $1.54 \text{ \AA}$



รูป 3.12 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

### 3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

#### 3.6.1 การหาค่าความหนาแน่น

การหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานนาโนคอมโพสิตเซรามิกหลังจากผ่านการเผาซินเตอร์ ใช้หลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes) ซึ่งทำการทดลองโดยนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาชั่งน้ำหนักในน้ำ ( $W_3$ ) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกเซรามิก หลังจากนั้นนำเซรามิกที่ผ่านการต้มมาชั่งน้ำหนักในอากาศ ( $W_2$ ) ซึ่งเครื่องชั่งน้ำหนักแสดงดังรูป 3.13 แล้วจึงนำเซรามิกนั้นไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ให้แห้ง ก่อนนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้งหนึ่ง ( $W_1$ ) แล้วจึงทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการ 3.8

$$\rho_s = \left[ \frac{W_1}{W_2 - W_3} \right] \times \rho_{st} \quad (3.8)$$

|       |             |                                                                                |
|-------|-------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| เมื่อ | $\rho_s$    | คือ ความหนาแน่นของเซรามิก                                                      |
|       | $\rho_{st}$ | คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทดลอง หน่วย กรัม/ลบ.ซม. ( $\text{g/cm}^3$ ) |
|       | $W_1$       | คือ น้ำหนักของเซรามิกหลังจากอบแห้ง หน่วย กรัม (g)                              |

$W_2$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ หน่วย กรัม (g)

$W_3$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ หน่วย กรัม (g)



รูป 3.13 เครื่องชั่งระบบดิจิทัลสำหรับวัดค่าความหนาแน่น

### 3.6.2 การหาค่าการหดตัว

หลังจากผ่านการเผาขึ้นเตอร์นำชิ้นงานที่ได้มาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังเผาในรูปของร้อยละการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของชิ้นงานเซรามิกก่อนและหลังการเผาขึ้นเตอร์ จากนั้นจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาร้อยละการหดตัวของเซรามิก โดยคำนวณจากสมการ 3.9 ดังนี้

$$S = \left[ \frac{D_b - D_s}{D_b} \right] \times 100 \quad (3.9)$$

เมื่อ  $S$  คือ ร้อยละการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก หน่วย เปอร์เซ็นต์ (%)

$D_b$  คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนเผาขึ้นเตอร์ หน่วย cm

$D_s$  คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนหลังขึ้นเตอร์ หน่วย cm

### 3.6.3 การหาปริมาณน้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา

หลังจากผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วจึงนำเซรามิกที่ได้มาตรวจสอบหาปริมาณของสารที่สูญเสียไปในระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์ โดยจะใช้น้ำหนักของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการเผาซินเตอร์มาคำนวณหาร้อยละของปริมาณสารที่สูญเสียไป โดยคำนวณได้จากสมการ 3.10 ดังนี้

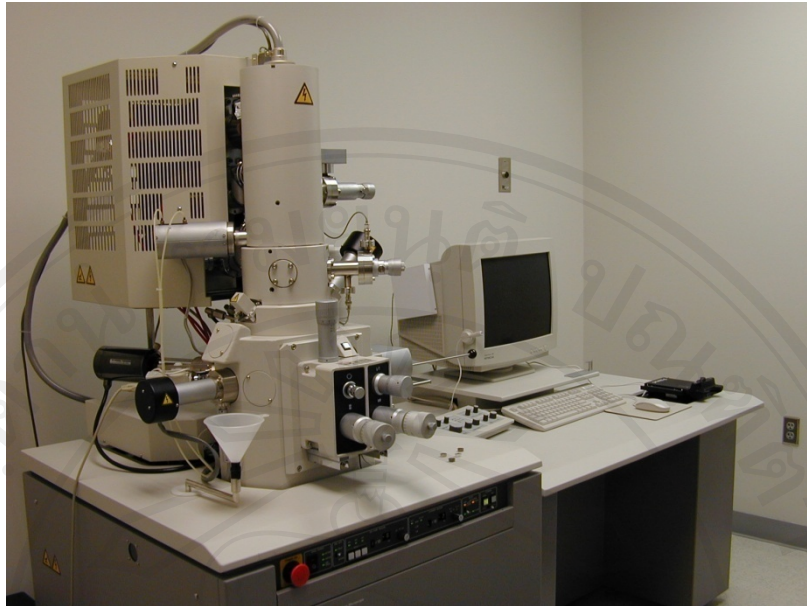
$$\text{น้ำหนักที่สูญเสีย (\%)} = \left[ \frac{W_1 - W_2}{W_1} \right] \times 100 \quad (3.10)$$

เมื่อ  $W_1$  และ  $W_2$  คือ น้ำหนักของเซรามิกก่อนและหลังการเผาซินเตอร์ ตามลำดับ

เมื่อศึกษาผลการทดลองทั้งหมดของการวัดสมบัติทางกายภาพของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ในแต่ละอัตราส่วนและในแต่ละอุณหภูมิซินเตอร์แล้ว จึงเลือกอุณหภูมิซินเตอร์ที่ทำให้นาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ทุกอัตราส่วนมีค่าความหนาแน่นที่สูงที่สุดและมีค่ามากกว่าเซรามิก BZT จากนั้นนำเซรามิกนาโนคอมโพสิต BZT - SiCNWs ที่เลือกแล้วไปวัดสมบัติทางไฟฟ้า ได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริก สมบัติเพียโซอิเล็กทริก สมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก และวัดสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแบบวิกเกอร์ส แล้วนำค่าที่วัดได้ไปคำนวณหาค่ามอดุลัสของยัง และค่าความต้านทานต่อรอยแยก และวัดสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก ได้แก่ ค่าโพลาไรเซชันอิ่มตัว (Saturated polarization;  $P_s$ ) และค่าสภาพการมีขั้วคงค้าง (Remanent polarization;  $P_r$ ) เป็นต้น

### 3.7 การศึกษาโครงสร้างจุลภาค

การศึกษาโครงสร้างจุลภาคนั้นจะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูป 3.14 เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบการอธิบายถึงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของสารและชิ้นงานที่เตรียมได้ โดยจะทำการตรวจสอบผิวหน้าที่ผ่านการขัด (Polished surfaces) และรอยหัก (Fracture surfaces) โดยทำการขัดผิวเซรามิกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600, 800, 1000 และ 1200 และขัดด้วยผงอะลูมินาขนาด  $1\mu\text{m}$  แล้วทำ thermal etching โดยใช้อุณหภูมิ 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที



รูป 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

### 3.8 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

#### 3.8.1 การตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก

การวัดสมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties) ของเซรามิกที่เตรียมได้ เริ่มจากการทำขั้วไฟฟ้าให้กับชิ้นงาน โดยนำเซรามิกที่เตรียมได้มาทำการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 1000 และ 1200 ตามลำดับ เพื่อให้ชิ้นงานมีผิวที่เรียบและได้ระนาบ จากนั้นจึงนำไปอบแห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาทำขั้วไฟฟ้าโดยใช้กาวเงินแบบไม่เหมาะสำหรับการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องบริเวณผิวหน้าทั้งสองด้านของชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นนำไปตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก ด้วยการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Dielectric constant;  $\epsilon_r$ ) และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Dielectric loss;  $\tan\delta$ ) ณ อุณหภูมิห้อง โดยทำการเปลี่ยนแปลงค่าความถี่เป็น 100 - 100,000 Hz ตามลำดับ ซึ่งค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารตัวอย่างนั้นสามารถหาได้จากการวัดค่าความจุไฟฟ้า โดยใช้เครื่อง LCZ มิเตอร์ ดังรูป 3.15 แล้วจึงนำค่าความจุไฟฟ้าที่อ่านได้มาคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกจากความสัมพันธ์ดังสมการ 3.11 และทำการบันทึกค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกจากการอ่านค่าโดยตรงจากเครื่อง LCZ มิเตอร์ และหลังจากนั้นได้มีการนำเซรามิกในระบบดังกล่าว ไปตรวจสอบหาสมบัติทางไดอิเล็กทริกอีกครั้งหนึ่ง โดยเป็นการหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่มีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิ จากเครื่อง LCH Hitester ดังรูป 3.16 สำหรับชิ้นงานตัวอย่างที่จะนำไปวัดค่าไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิต่างๆ นั้นทำการทา กาวเงินแบบเผา จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยทำการวัดในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 250 องศาเซลเซียส

$$\varepsilon_r = \frac{Cd}{\varepsilon_0 A} \quad (3.11)$$

|                       |     |                                                                                             |
|-----------------------|-----|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| เมื่อ $\varepsilon_r$ | คือ | ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง                                                            |
| $C$                   | คือ | ค่าความจุไฟฟ้า หน่วย ฟารัด (F)                                                              |
| $d$                   | คือ | ความหนาของสารตัวอย่าง หน่วย เมตร (m)                                                        |
| $A$                   | คือ | พื้นที่ขั้วไฟฟ้าของชิ้นงานตัวอย่าง หน่วย ตารางเมตร (m <sup>2</sup> )                        |
| $\varepsilon_0$       | คือ | ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสุญญากาศ มีค่าเท่ากับ $8.854 \times 10^{-12}$ หน่วย ฟารัดต่อเมตร (F/m) |



รูป 3.15 เครื่อง LCZ meter



รูป 3.16 เครื่อง LCR Hitester

### 3.8.2 การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

#### การหาค่าโพลาริเซชันอิมิตัวค่าสภาพการมีขั้วคงค้างและสนามลบล้างไฟฟ้า

พฤติกรรมการเกิดวงวนฮิสเทอรีซิส (P-E hysteresis loop) ของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs นั้นสามารถทำการทดสอบได้โดยใช้เครื่องมือที่เรียกว่า Sawyer-Tower circuit โดยนำนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่ต้องการทดสอบสมบัติมาทำการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 1000 และ 1200 ตามลำดับ เพื่อให้ชิ้นงานตัวอย่างราบเรียบและได้ระนาบ จากนั้นทำการทากาวเงินบริเวณพื้นผิวหน้าของชิ้นงานตัวอย่างทั้งสองด้าน จากนั้นใช้ตัวจับซึ่งอยู่ในน้ำมันซิลิโคนจับชิ้นงานตัวอย่างไว้ แล้วเริ่มให้สนามไฟฟ้าแก่ชิ้นงานตัวอย่าง โดยจะให้สนามไฟฟ้าตั้งแต่ศูนย์จนถึงสนามไฟฟ้าที่มากที่สุดที่จะทำให้โพลาริเซชันของชิ้นงานตัวอย่างเกิดการอิมิตัว หรือเกิดการเบรค (Break down) ของชิ้นงานตัวอย่างขึ้น โดยผลที่ได้จะออกมาในรูปของวงวนฮิสเทอรีซิส จากนั้นหาค่าโพลาริเซชันอิมิตัว ค่าสภาพการมีขั้วคงค้าง และค่าสนามไฟฟ้าลบล้างจากนั้นทำการคำนวณหาค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิส เพื่อวิเคราะห์สมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริก โดยใช้สมการ 2.4

### 3.9 การตรวจสอบสมบัติเชิงกลของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

#### 3.9.1 การหาค่าความแข็งของเซรามิก

การวัดค่าความแข็ง (Hardness) ของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ด้วยวิธีการกด (Indentation) ทำได้โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการเตรียมแล้วมาทดสอบด้วยเครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (Microhardness tester) โดยใช้รูปแบบของหัวกดแบบวิกเกอร์ส (Vickers hardness testing;  $H_V$ ) ดังรูป 3.17



รูป 3.17 เครื่องวัดค่าความแข็งที่ใช้หัวกดแบบวิกเกอร์ส

เมื่อทำการกดชิ้นงานตัวอย่างด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์สแล้ว นำค่ารอยกดที่บันทึกได้ไปคำนวณหาความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ส จากสมการ 2.5 จากนั้นคำนวณหาค่ามอดุลัสของยังตามสมการ 3.12 และสุดท้ายเมื่อได้ค่ามอดุลัสของยังของชิ้นงานตัวอย่างแล้ว จึงนำไปคำนวณหาความต้านทานต่อรอยแตกโดยใช้สมการ 2.10

$$E_{\text{nanocomposite}} = E_1 V_1 + E_2 V_2 \quad (3.12)$$

โดย  $E_{\text{nanocomposite}}$  คือ ค่ามอดุลัสของเซรามิกนาโนคอมโพสิต หน่วย ปาสคาล (Pa)  
 $E_1, E_2$  คือ ค่ามอดุลัสของเฟสหลักและเฟสรอง ตามลำดับ หน่วย ปาสคาล (Pa)  
 $V_1, V_2$  คือ ค่าสัดส่วนโดยปริมาตรของเฟสหลักและเฟสรอง ตามลำดับ หน่วย ปาสคาล (Pa)

### 3.9.2 การทดสอบการสึกหรอของผิวเซรามิก

งานวิจัยนี้ได้ทำการทดสอบการสึกหรอของผิวนาโนคอมโพสิตเซรามิกโดยใช้การทดสอบแบบไถล (Sliding wear) โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. นำชิ้นงานที่ต้องการทดสอบไปทดสอบการสึกหรอด้วยเครื่อง pin-on-disk โดยใช้ ทังสเตนคาร์ไบด์ (WC) รัศมี 3.15 มิลลิเมตร เป็นหัวกด (Pin) โดยทำการทดสอบในบรรยากาศปกติและมีสภาวะการทดสอบการสึกหรอดังตาราง 3.1

ตาราง 3.1 แสดงสภาวะการทดสอบการสึกหรอแบบไถลของผิวเซรามิก

| พารามิเตอร์                         | ค่าพารามิเตอร์ที่กำหนด |
|-------------------------------------|------------------------|
| น้ำหนักหัวกด                        | 250 กรัม               |
| ขอบเขตความเสียดทาน (friction limit) | 1.22                   |
| ความเร็วเชิงเส้นในการหมุน           | 2.79                   |
| ระยะทดสอบ                           | 110 เมตร               |

น้ำหนัก (Load) 250 กรัม ระยะทาง 110 เมตร ความเร็ว (Linear speed) 2.7 เซนติเมตรต่อวินาที และแรงเสียดทาน 1.22 ต่อน้ำหนัก 250 กรัม

2. วัดความกว้างของรอยสึกของชิ้นงานทุกระยะการทดสอบ โดยแต่ละระยะการทดสอบ วัดรอยสึก 10 ตำแหน่งเพื่อหาค่าเฉลี่ยโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสง
3. คำนวณหาปริมาตรที่สูญเสีย (volume loss) ดังสมการ (3.13)

$$\text{Volume loss} = \frac{\pi(r_t)(w_t)^3}{6r_p} \quad (3.13)$$

เมื่อ Volume loss คือ ปริมาตรของชิ้นงานที่สูญเสียหลังการทดสอบ ( $\text{mm}^3$ )

$r_t$  คือ รัศมีของรอยสึก (mm)

$w_t$  คือ ความกว้างของรอยสึก ( $\mu\text{m}$ )

$r_p$  คือ รัศมีของรอยกด (mm)

4. วาดกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรที่สูญเสียกับระยะทางการทดสอบ เพื่อหาค่าความชันของกราฟ ซึ่งเท่ากับอัตราการสึกหรอของชิ้นงาน โดยอัตราการสึกหรอสามารถคำนวณได้จากสมการ (2.10)



รูป 3.18 เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบไถล