

บทที่ 4

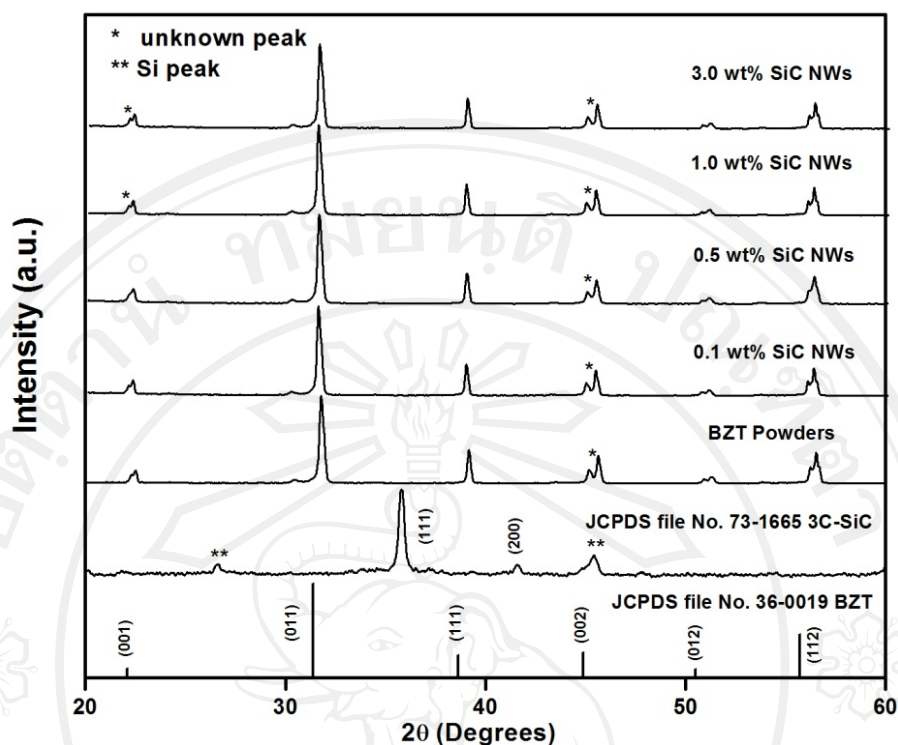
ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้เสนอผลการหาลักษณะเฉพาะของผงแบเรียมเซอร์โคเนตไทเทเนต (BZT) และเซรามิกนาโนคอมโพสิตในระบบแบเรียมเซอร์โคเนตไทเทเนต - เส้นลวดนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ (BZT-SiCNWs) หรือ $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$ เมื่อ x มีค่าเท่ากับ 0, 0.1, 0.5, 1.0 และ 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ พร้อมทั้งผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ ทางไฟฟ้า และเชิงกลของเซรามิกที่เตรียมได้ รวมทั้งการวิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 ผลการตรวจสอบสารตัวอย่าง BZT - SiCNWs

ผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผงผสมระหว่าง BZT - SiCNWs

จากการนำผง BZT ที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียสและผง SiCNWs ที่เตรียมได้จากการกระบวนการ CVD ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส มาผสมกันด้วยเทคนิคบดย่อยแบบกระแทก (Vibro - milling) เป็นเวลา 30 นาที ในอัตราส่วนต่างๆ จากนั้นตรวจสอบผงที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แล้วเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานในแฟ้มข้อมูล JCPDS ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงนาโนคอมโพสิตแสดงดังรูป 4.1 พบว่า ผงสาร BZT ที่เตรียมได้และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับข้อมูลของสาร BZT สูตร $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.75}\text{Zr}_{0.25})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 36 - 0019 ที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) นอกจากนี้ไม่ปรากฏฟิสิกของซิลิคอนคาร์ไบด์ เนื่องจากเติมลงไปในปริมาณน้อยกว่า 5 ร้อยละโดยน้ำหนัก จึงไม่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ อีกทั้งยังพบว่าผงนาโนคอมโพสิตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส จะปรากฏฟิสิกของสารแปลกปลอมขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 45.02 องศา (*) คาดว่าน่าจะเป็นฟิสิกของสารประกอบอื่นๆ แต่ยังไม่สามารถระบุได้แน่ชัดว่าเป็นสารประกอบชนิดใด นอกจากนี้จะสังเกตเห็นฟิสิกของสารแปลกปลอมในผงเส้นลวดนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งจะปรากฏขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 26.61 และ 45.32 องศา (**) ซึ่งคาดว่าจะเป็นฟิสิกของสารตั้งต้น คือ Si ที่ทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยา Fe ได้ไม่สมบูรณ์ ณ อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส โดยจะสามารถเกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์ที่อุณหภูมิมากกว่า 1400 องศาเซลเซียสขึ้นไป [52]



รูป 4.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง BZT ที่ผ่านการเผาแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส และผงนาโนคอมโพสิตระหว่าง BZT และ SiCNWs เมื่อเปรียบเทียบกับแฟ้มข้อมูล JCPDS

4.2 ผลการเตรียมนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

หลังจากการเตรียมนาโนคอมโพสิตในระบบ $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$ โดย x มีค่าเท่ากับ 0, 0.1, 0.5, 1.0 และ 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก แล้วนำผงคอมโพสิต BZT - SiCNWs ที่ได้มาอัดขึ้นรูปเป็นเม็ดกลมแบนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร โดยใช้สารยึดเหนี่ยวพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นตัวช่วยในการขึ้นรูป จากนั้นนำชิ้นงานตัวอย่างไปทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 – 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ ดังนี้ 5, 10 และ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามลำดับ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมวัสดุผสมนาโนเซรามิก BZT - SiCNWs จากนั้นเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาซินเตอร์จากค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่ได้ในแต่ละอัตราส่วนที่ใกล้เคียงกัน จากนั้นนำเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิที่เลือกมาตรวจสอบสมบัติต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.2.1 สมบัติทางกายภาพของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

นำเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆมาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ และร้อยละการหดตัวเชิงเส้น ได้ผลดังแสดงในตาราง 4.1 และรูป 4.2 - 4.4 โดยค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไทเทเนต $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.05}\text{Ti}_{0.95})\text{O}_3$ มีค่าเท่ากับ 6.0525 g/cm^3 [54] พบว่า ค่าความหนาแน่นจะมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์มากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ค่าความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้น สำหรับค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นนั้น พบว่า ค่าที่ได้จะมีความสัมพันธ์กับค่าความหนาแน่น คือ ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นจะมีค่ามากเมื่อเซรามิกมีความหนาแน่นสูง และจากผลของค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นที่แสดงดังตาราง 4.1 นั้น พบว่า ค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นที่ได้นั้นมีค่าสูงมากเมื่อปริมาณการเติม SiCNWs มากขึ้น ซึ่งน่าจะเกิดจากลักษณะเฉพาะของ SiCNWs ที่มีสมบัตินำความร้อนได้ดี โดยมีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนประมาณ $3.2 \text{ W/(cm}\cdot\text{K)}$ [43] จึงทำให้ค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้น (คำนวณจากเส้นผ่านศูนย์กลาง) มีค่ามาก

หลังจากทำการเผาซินเตอร์เม็ดเซรามิกที่เงื่อนไขแตกต่างกัน พบว่า เม็ดนาโนคอมโพสิตเซรามิกทุกอัตราส่วน มีลักษณะคล้ายเซรามิกพูน โดยจะมีความพูนมากขึ้นเมื่อเติม SiCNWs ปริมาณมากขึ้น และเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นเป็นผลทำให้ค่าความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิกมีค่าลดลง อย่างไรก็ตามที่เงื่อนไขที่ 1 พบว่า ค่าความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่อัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs และ 0.5BZT - 0.5SiCNWs มีค่ามากกว่าเซรามิก BZT (5.51 g/cm^3) นอกจากนี้ยังพบว่า SiCNWs สามารถช่วยปรับปรุงค่าความหนาแน่นของเซรามิก BZT ให้ดีขึ้นได้ที่เงื่อนไขการเผาซินเตอร์นี้

จากการศึกษาวิจัยที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ทุกเงื่อนไข พบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของนาโนคอมโพสิตเซรามิกลดลงเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากการสลายตัวของ SiCNWs ระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์ โดยจะสามารถเกิดได้ง่ายเมื่อเผาซินเตอร์ในบรรยากาศของออกซิเจน เพราะง่ายต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง SiC และ ออกซิเจน แล้วเกิดเป็น SiO_2 ได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 -1300 องศาเซลเซียส [44-46] ดังสมการต่อไปนี้

ภายใต้บรรยากาศของออกซิเจน



การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันภายใต้อุณหภูมิสูง



โดย SiO_2 ปริมาณ 1 ร้อยละโดยน้ำหนัก มักจะทำปฏิกิริยากับ C ปริมาณ 0.2 ร้อยละโดยน้ำหนัก แล้วจะเกิดการระเหยหรือสลายตัวออกไปในระหว่างกระบวนการซินเตอร์ [47] จึงทำให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่เติมปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น มีค่าลดลง และมีค่าน้อยกว่าเซรามิก BZT

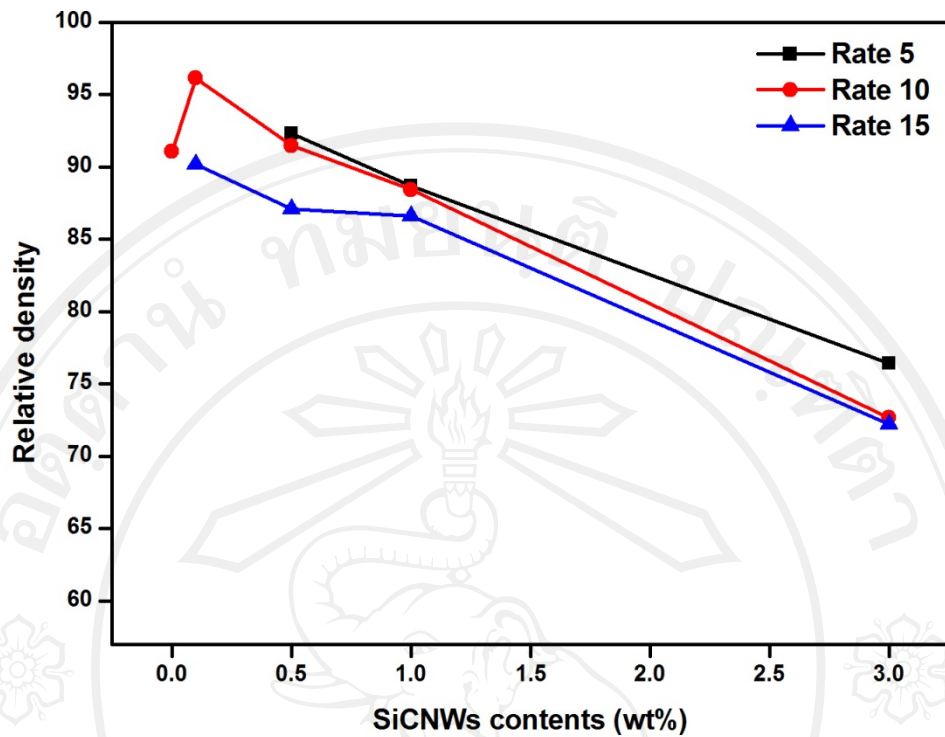
ตาราง 4.1 สมบัติทางกายภาพของเซรามิกคอมโพสิต BZT - SiCNWs ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

(1-x)BZT-xSiCNWs	Heating/Cooling Rate (°C/min)	Sintering Temperature (°C)	Density (g/cm ³)	Relative density	Shrinkage (%)
BZT	5	1350	-	-	-
		1400	5.86 ± 0.0144	96.96	16.06
		1450	5.83 ± 0.0126	96.45	16.60
	10	1350	5.51 ± 0.0084	91.05	14.93
		1400	5.92 ± 0.0060	97.94	16.56
		1450	5.84 ± 0.0285	94.77	17.10
	15	1350	-	-	-
		1400	5.76 ± 0.0049	95.32	17.33
		1450	5.73 ± 0.0394	96.59	17.93
0.9BZT-0.1SiCNWs	5	1350	-	-	-
		1400	5.56 ± 0.0861	92.02	15.26
		1450	5.54 ± 0.0105	91.88	15.73
	10	1350	5.81 ± 0.0024	96.13	15.26
		1400	5.76 ± 0.0053	95.31	16.03
		1450	5.75 ± 0.0104	92.38	16.26
	15	1350	5.45 ± 0.0480	90.19	17.53
		1400	5.61 ± 0.0115	92.83	16.67
		1450	5.59 ± 0.0452	95.09	16.56

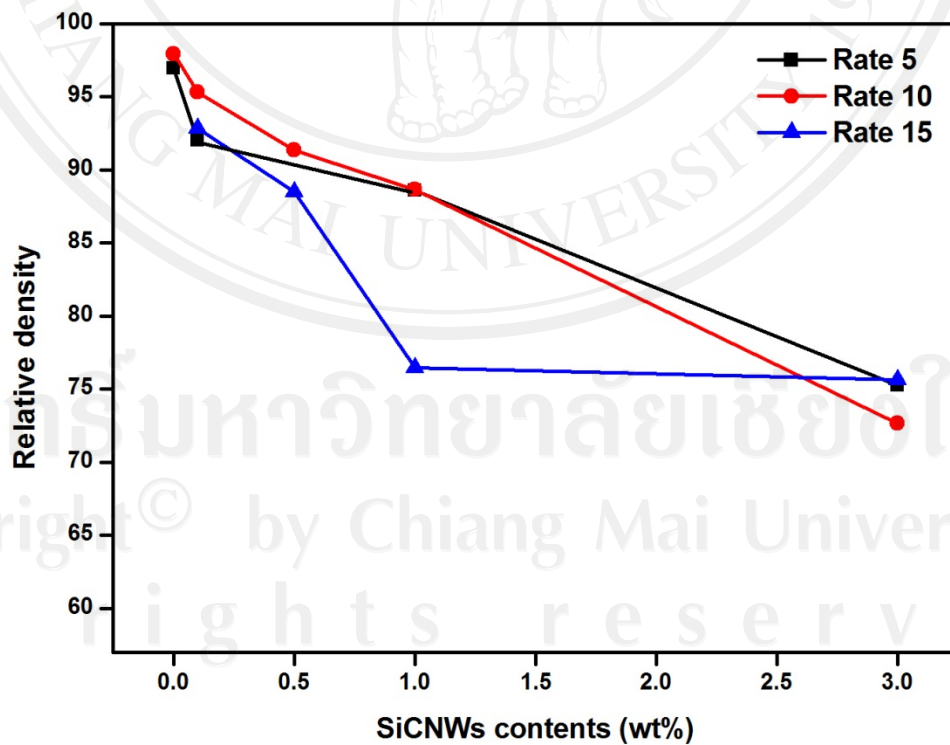
ตาราง 4.1 สมบัติทางกายภาพของเซรามิกคอมโพสิต BZT - SiCNWs ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ (ต่อ)

(1-x)BZT-xSiCNWs	Heating/Cooling Rate (°C/min)	Sintering Temperature (°C)	Density (g/cm ³)	Relative density	Shrinkage (%)
0.5BZT-0.5SiCNWs	5	1350	5.58 ± 0.0209	92.33	16.00
		1400	-	-	15.70
		1450	5.46 ± 0.0031	90.35	15.90
	10	1350	5.55 ± 0.0011	91.84	15.80
		1400	5.52 ± 0.0134	91.34	15.86
		1450	5.48 ± 0.0013	90.72	16.70
	15	1350	5.27 ± 0.0037	87.09	17.13
		1400	5.35 ± 0.0078	88.47	17.36
		1450	5.49 ± 0.0116	90.56	17.03
1.0SiCNWs	5	1350	5.01 ± 0.2130	88.69	16.20
		1400	5.05 ± 0.1774	88.58	16.23
		1450	4.97 ± 0.1845	87.49	16.26
	10	1350	5.35 ± 0.0427	88.43	16.33
		1400	5.36 ± 0.0135	88.64	16.73
		1450	5.03 ± 0.1929	87.59	17.63
	15	1350	5.24 ± 0.0254	86.59	16.83
		1400	4.47 ± 0.1790	76.45	17.50
		1450	4.56 ± 0.4282	88.61	17.67
3.0SiCNWs	5	1350	4.62 ± 0.2436	76.42	17.00
		1400	4.55 ± 0.0941	75.23	20.00
		1450	4.31 ± 0.1762	71.30	20.46
	10	1350	4.37 ± 0.0698	72.26	17.40
		1400	4.39 ± 0.0081	72.65	20.67
		1450	4.52 ± 0.0842	62.01	21.63
	15	1350	4.37 ± 0.1086	72.23	19.67
		1400	4.57 ± 0.0052	75.66	21.23
		1450	3.75 ± 0.0155	74.69	24.4

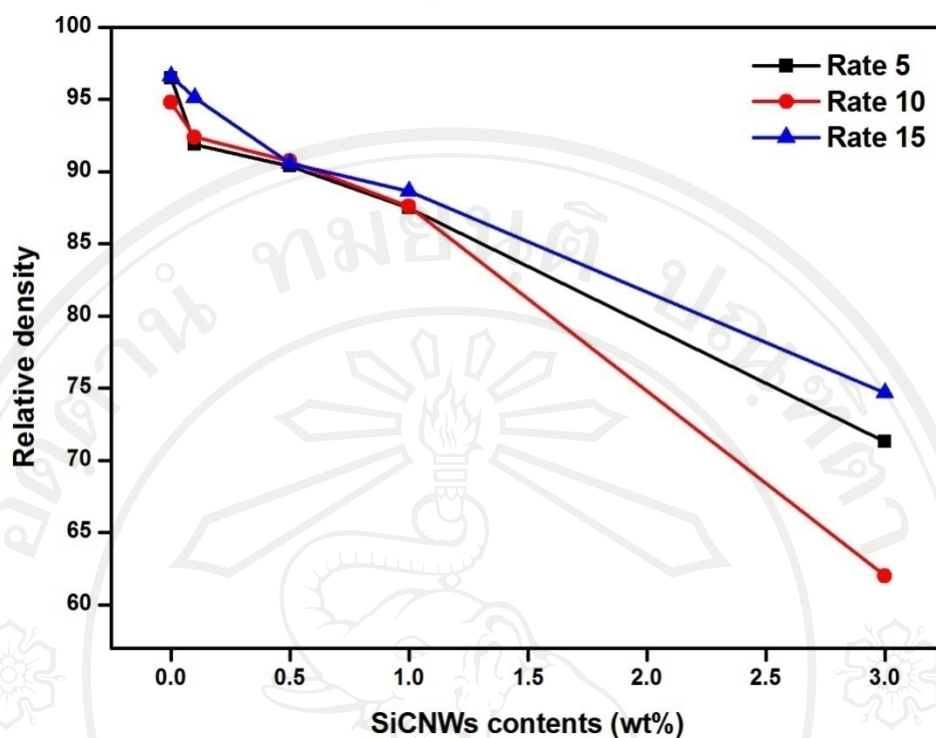
หมายเหตุ - แสดงถึงกรณีที่ไม่สามารถหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ และค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นได้ เนื่องจากเซรามิกเกิดการแตกในระหว่างการเผาซินเตอร์



รูป 4.2 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1350 องศาเซลเซียส



รูป 4.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 องศาเซลเซียส



รูป 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 องศาเซลเซียส

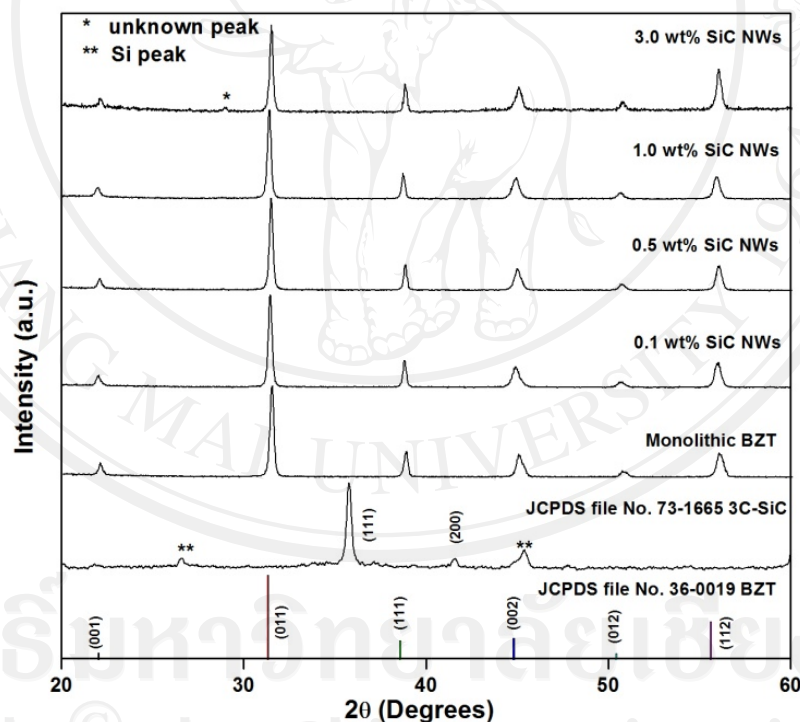
ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกอุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่เหมาะสมสำหรับนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ได้แก่ เงื่อนไขที่ 1 คือ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1350 องศาเซลเซียส เผาแช่ 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ให้ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเม็คนาโนคอมโพสิตเซรามิกมีค่าความหนาแน่นมากกว่าเซรามิก BZT ดังแสดงในตาราง 4.1 และเงื่อนไขที่ 2 คือที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1450 องศาเซลเซียส เผาแช่ 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งเป็นอุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับเซรามิก BZT โดยผลการวิจัยต่อไปนี้จะนำเสนอผลการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โครงสร้างจุลภาคและสมบัติต่างๆของเซรามิกทุกอัตราส่วนที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิดังกล่าว

4.2.2 องค์ประกอบทางเคมีของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

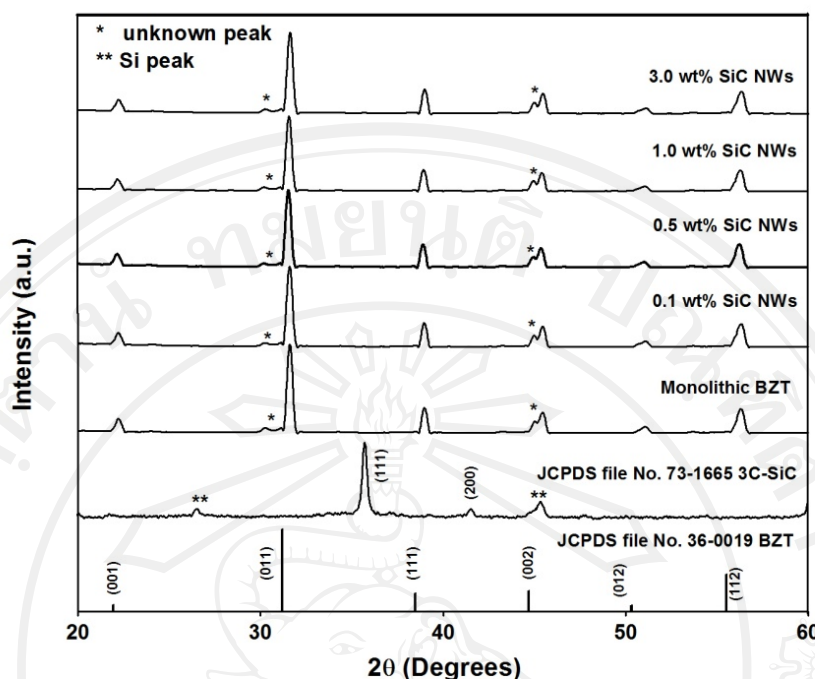
จากการวิเคราะห์นาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 และ 2 ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังแสดงในรูป 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ

จากรูปเมื่อพิจารณาจากพีคของ BZT พบว่า เมื่อทำการเติม SiCNWs ในอัตราส่วนแตกต่างกัน พบว่า โครงสร้างผลึกยังคงเป็นโครงสร้างแบบเตตระโกนอลอยู่ เพียงแต่ไม่ปรากฏพีคของ SiC จากผลที่กล่าวมานี้แสดงให้เห็นว่าอาจจะเกิดการละลาย (Dissolution) ของสาร SiC เข้าไปในโครงสร้างของ BZT และการสลายตัวของ SiC ในระหว่างกระบวนการซินเตอร์ หรือปริมาณการเติม SiCNWs น้อยเกินกว่า 5 ร้อยละ โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าน้อยเกินกว่าจะสามารถตรวจสอบได้ด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

นอกจากนี้ยังพบว่า เซรามิกที่อัตราส่วน 3.0SiCNWs ที่การเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 และ เซรามิกทุกอัตราส่วนของเงื่อนไขที่ 2 นั้น จะเกิดพีคแปลกลบอมขึ้นที่ตำแหน่ง 2 θ ประมาณ 28.9, 30.2 และ 45.02 องศา (*) ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นพีคของสารประกอบอื่นๆ โดยสารประกอบนี้อาจจะเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วทำให้เกิดปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์พอของสารตั้งต้นที่ใช้ แต่ยังไม่สามารถระบุได้แน่ชัดว่าเป็นสารประกอบชนิดใด ณ ขณะนี้



รูป 4.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs
เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1



รูป 4.6 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs
เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2

4.2.3 โครงสร้างจุลภาคของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

เมื่อนำชิ้นงานนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 และ 2 ผ่านการทำ Thermal etching โดยเผาที่อุณหภูมิ 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ตามลำดับ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที ทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผิวเซรามิกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลแสดงดังรูป 4.7 และ 4.11 และรอยหักแสดงดังรูป 4.8 และ 4.12 พบว่า ขนาดเกรนของ BZT นั้นแตกต่างกันค่อนข้างมาก ดังแสดงในตาราง 4.2 และ 4.3 ตามลำดับในกรณีของเซรามิก BZT ของทั้ง 2 เงื่อนไข จะมีขนาดค่อนข้างใหญ่ประมาณ 8.44 - 9.19 μm ตามลำดับ โดยการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2 แตกต่างกัน จะส่งผลต่อขนาดของเกรน ซึ่งจะเห็นว่าขนาดเกรนของเซรามิก BZT บริสุทธิ์ในเงื่อนไขที่ 2 มีขนาดเกรนใหญ่กว่าเงื่อนไขที่ 1 เนื่องจากเงื่อนไขที่ 2 เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับเซรามิก BZT ซึ่งปัจจัยที่มีผลคือ อุณหภูมิซินเตอร์ ระยะเวลาการเผา และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ โดยเงื่อนไขที่ 2 นั้น มีการใช้อุณหภูมิซินเตอร์ที่สูงและอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ค่อนข้างช้า ซึ่งถ้าหากอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิช้า จะส่งผลให้กระบวนการแพร่ของเนื้อสารเป็นไปได้ดีขึ้น เพราะฉะนั้น ขนาดเกรนของ BZT จึงมีขนาดใหญ่กว่าในเงื่อนไขที่ 1 ที่ใช้อุณหภูมิซินเตอร์ที่ต่ำกว่าและอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเร็วกว่า

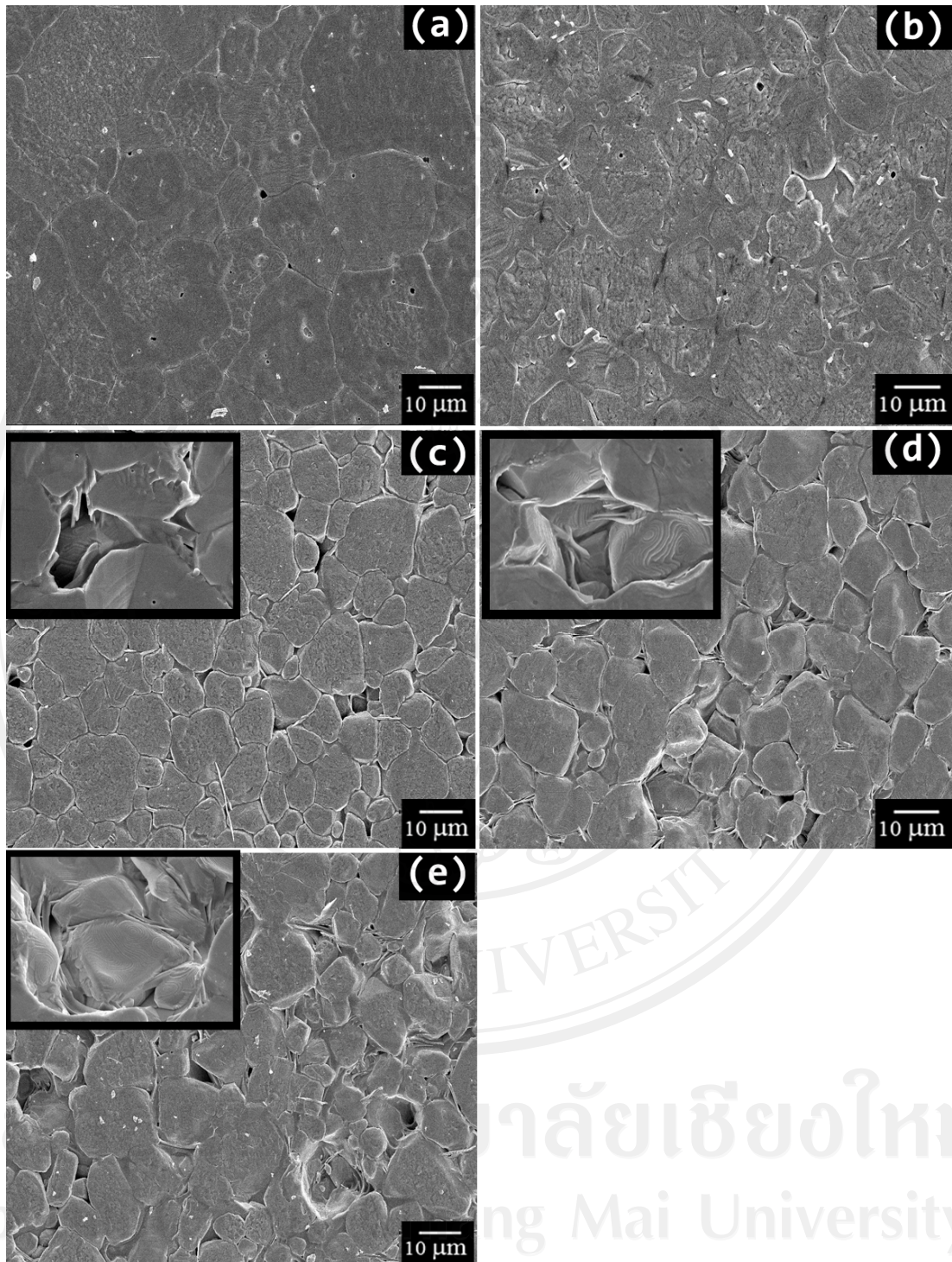
นอกจากนี้ยังเกิดการเติบโตของเกรนแบบผิดปกติ (Abnormal grain growth) และมักจะมีรูพรุนแบบปิด (Close pore) อยู่ภายในเนื้อเกรนในปริมาณมากในกรณีของเซรามิก BZT ดังรูป 4.12 (a) แต่เมื่อเติม SiCNWs ปริมาณเพิ่มขึ้น พบว่า ขนาดของ Abnormal grain growth และปริมาณรูพรุนแบบปิดค่อยๆ ลดลง อาจเนื่องมาจากการละลายของ SiC ณ บริเวณขอบเกรนของสารหลัก โดยจะทำให้หน้าที่ยึดขวางการเติบโตของเกรนหรือเป็นหมุดยึดขอบเกรน ทำให้การเติบโตของเกรนลดลงส่งผลให้ขนาดเกรนลดลงตามไปด้วย หรืออาจกล่าวได้ว่า เกิดจากปรากฏการณ์ Pinning effect ณ บริเวณขอบเกรนของสารหลักนั่นเอง

เมื่อพิจารณาโครงสร้างจุลภาคของผิวเซรามิกในอัตราส่วนต่างๆ พบว่า รูปร่างของเซรามิก BZT มีลักษณะกลมจะมีขนาดลดลงเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น โดยจะเห็นได้จากรูป 4.7 และ 4.11 ซึ่งจะมีเฟสของ SiCNWs กระจายตัวอยู่บริเวณขอบเกรนอย่างสม่ำเสมอ โดยมีลักษณะคล้ายถูกเซรามิก BZT ปกคลุมเฟสของ SiCNWs ดังจะเห็นได้จากรูป 4.10 และ 4.15 ที่สามารถตรวจสอบองค์ประกอบของ SiCNWs ที่อยู่บริเวณขอบเกรนของเซรามิก BZT และยังพบว่า SiCNWs สามารถละลายเข้าไปในเนื้อของเซรามิก BZT ได้อีกด้วย ซึ่งสามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิค EDS

เมื่อพิจารณารอยหักของเซรามิก BZT และนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ดังแสดงในรูป 4.8 และ 4.12 ของทั้ง 2 เงื่อนไข พบว่าลักษณะรอยหักส่วนใหญ่เกิดการแตกแบบผ่านเกรน (Transgranular fracture) ซึ่งการแตกแบบผ่านเกรนมักเกิดขึ้นกับเซรามิกที่มีขนาดเกรนใหญ่ เนื่องจากมีปริมาณขอบเกรนที่น้อย พลังงานอิสระ ณ ขอบเกรนน้อย และเกรนมีความแข็งแรงน้อย เพราะฉะนั้นรอยแตกจึงสามารถวิ่งผ่านเข้าไปในเกรนได้ แต่ในกรณีที่เกรนมีขนาดเล็ก รอยแตกมักจะวิ่งไปตามขอบเกรน (Intergranular fracture) ซึ่งเป็นไปตามทฤษฎีของ Hall - petch relationship [44] กล่าวคือ ความแข็งแรงแปรผกผันกับขนาดเกรน เมื่อรอยแตกที่วิ่งผ่านมีพลังงานไม่มากที่จะเอาชนะพลังงานอิสระที่บริเวณขอบเกรนไปได้ จึงทำให้รอยแตกวิ่งหรือเคลื่อนที่ไปในบริเวณที่มีพลังงานอิสระน้อยกว่า เพราะฉะนั้นจึงเปรียบได้ว่า ขอบเกรนเป็นตัวขัดขวางการวิ่งของรอยแตกที่จะผ่านเข้าไปในเกรน ยิ่งเกรนมีขนาดเล็ก ปริมาณขอบเกรนมาก จึงทำให้มีพลังงานอิสระที่ขอบเกรนมาตามด้วย ดังนั้น วัสดุจึงมีความแข็งแรงตามไปด้วย

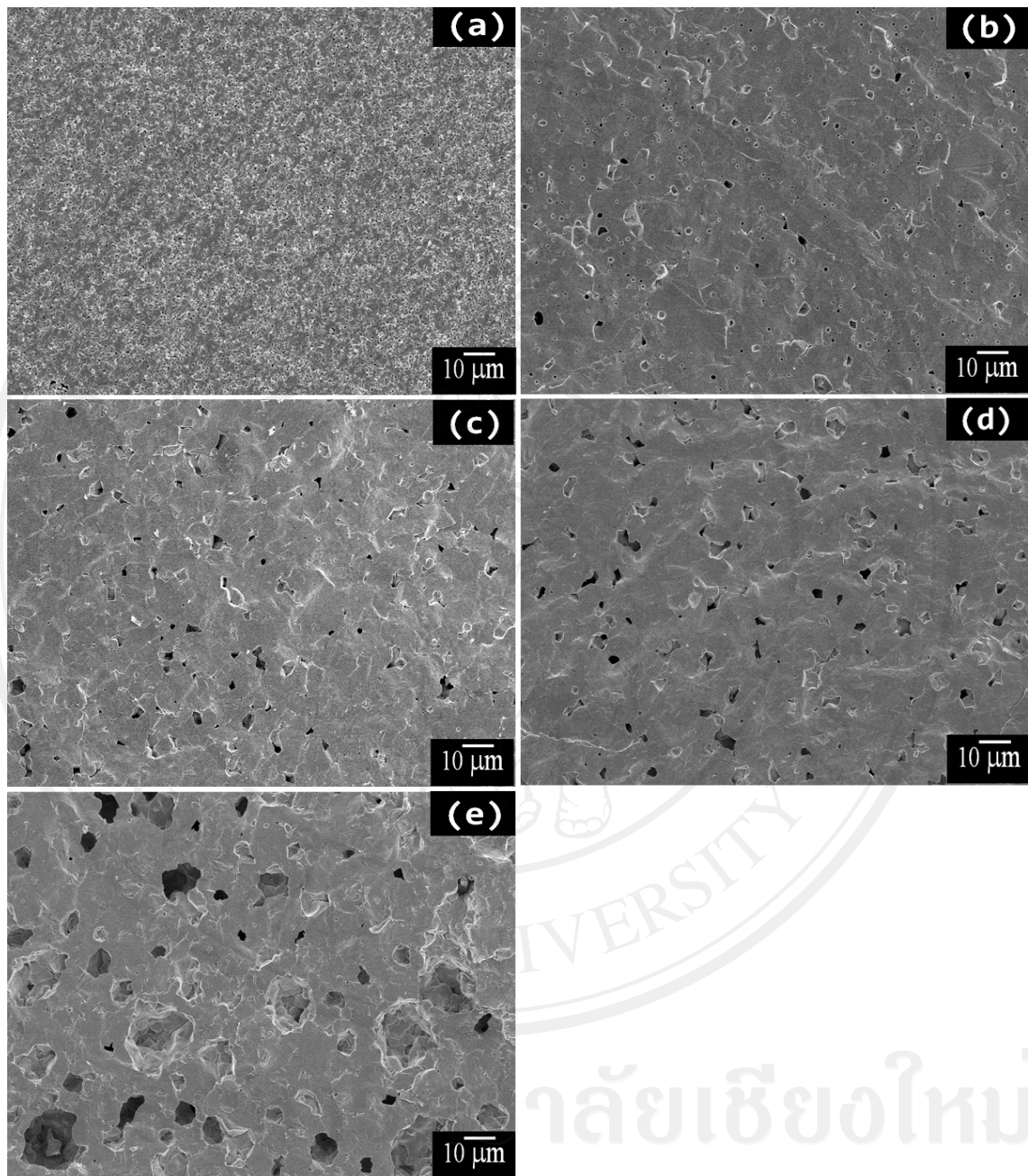
ในกรณีของเซรามิก BZT ปรากฏรอยแตกแบบผ่านเกรน เนื่องจากมีปริมาณขอบเกรนที่น้อย และความแข็งแรงในเนื้อเกรนต่ำ รอยแตกจึงสามารถวิ่งทะลุผ่านไปได้ และเมื่อเติม SiCNWs ปริมาณเพิ่มขึ้น จะทำให้ขนาดเกรนลดลง แต่ยังคงเป็นรอยแตกแบบผ่านเกรน ซึ่งไม่เป็นไปตามทฤษฎีของ Hall - petch relationship ทั้งนี้เนื่องจาก SiCNWs จะอยู่ตรงบริเวณขอบเกรนของนา-

โนคอมโพสิตเซรามิก และทำหน้าที่เป็นตัวขัดขวางการเดินทางของรอยแตก และเกรนมีความแข็งแรงต่ำ จึงทำให้รอยแตกสามารถวิ่งทะลุเกรนได้ แต่ในกรณีของเซรามิก BZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 จะเห็นว่ารอยแตกมีทั้งแบบผ่านเกรนและระหว่างเกรน อาจเป็นเพราะเงื่อนไขในการเผายังไม่เหมาะสม หรือยังไม่สามารถทำให้เป็นเซรามิกได้ทั่วทุกบริเวณ ดังจะเห็นได้จากรูป 4.8 (a) รอยแตกจะสามารถวิ่งแบบผ่านเกรนได้ เมื่อเกรนเกิดการหลอมรวมกัน หรือเชื่อมต่อกัน และจะพบรอยแตกตามขอบเกรน เมื่อเกรนยังไม่สามารถหลอมรวมกันได้ทั้งหมด ดังนั้น จึงเป็นได้ทั้งรอยแตกผ่านเกรนและรอยแตกตามขอบเกรนนั่นเอง

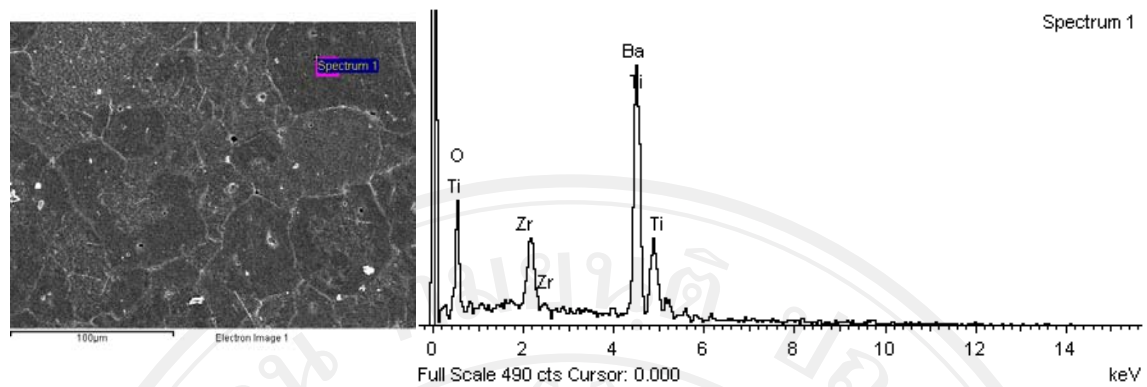


รูป 4.7 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผิวหน้าโนคอมโพสิต

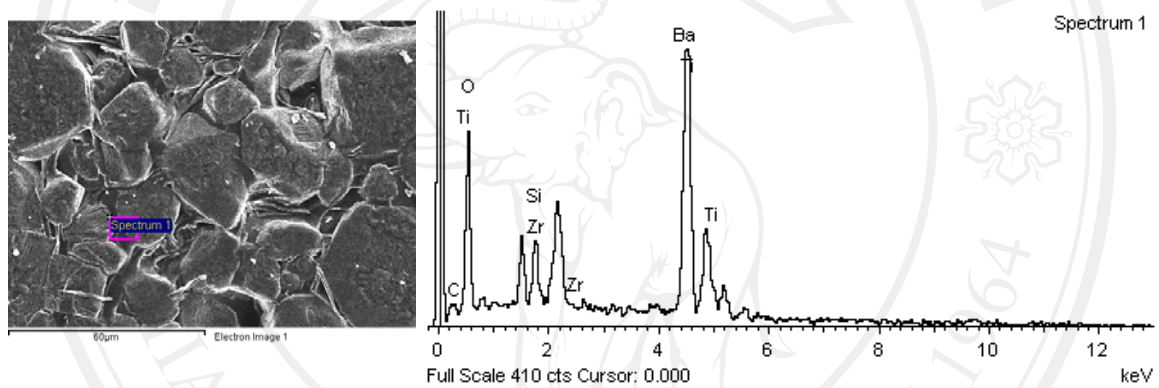
เซรามิก(1-x)BZT - xSiCNWs เมื่อ x มีค่าเท่ากับ (a) 0, (b) 0.1, (c) 0.5, (d) 1.0 และ (e) 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ เฝ้าชินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 ที่กำลังขยาย 500 เท่า



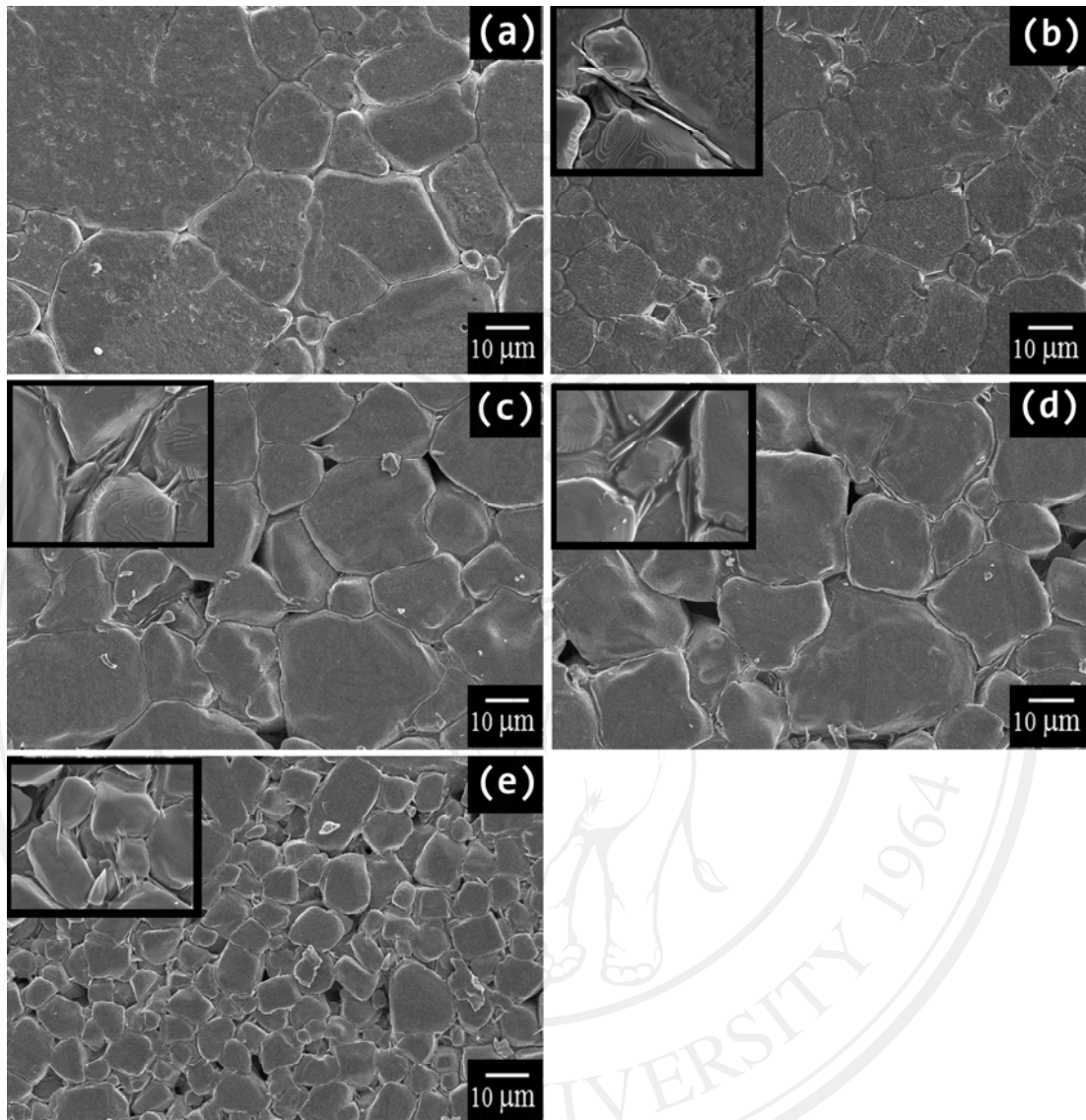
รูป 4.8 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรอยหักของนาโนคอมโพสิต เซรามิก(1-x)BZT - xSiCNWs เมื่อ x มีค่าเท่ากับ (a) 0, (b) 0.1, (c) 0.5, (d) 1.0 และ (e) 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ เฝ้าชินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 ที่กำลังขยาย 200 เท่า



รูป 4.9 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT ที่เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วยEDSแบบพื้นที่



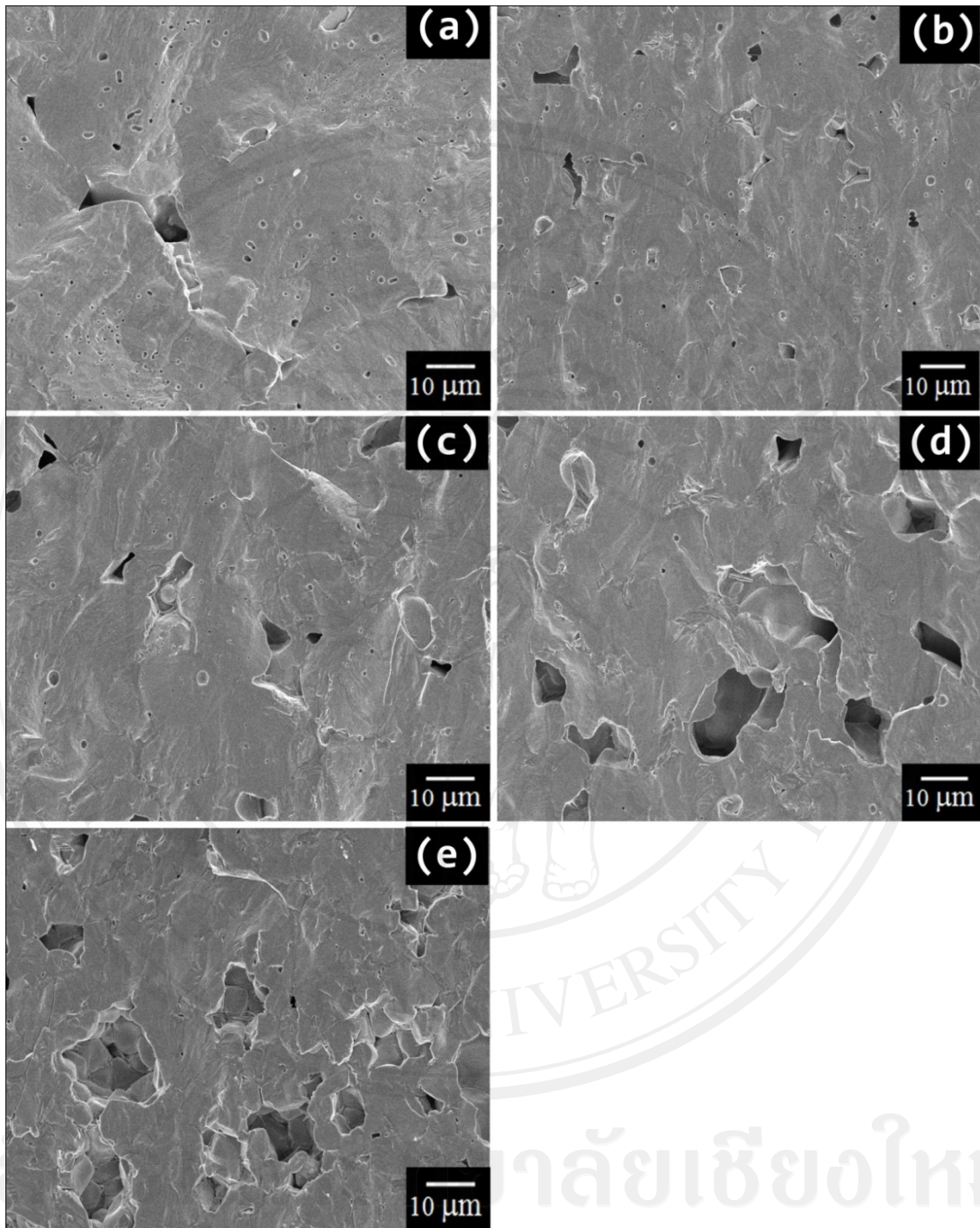
รูป 4.10 ภาพถ่าย SEM ของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่อัตราส่วน 3.0SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่



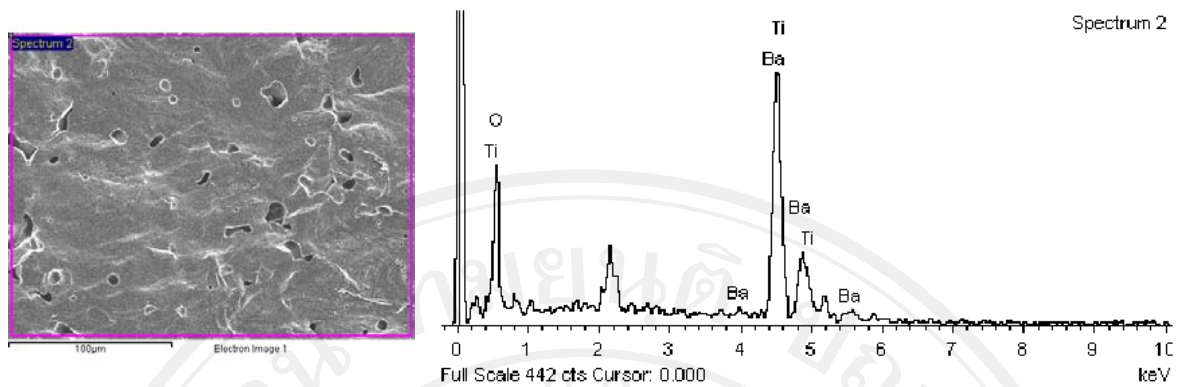
รูป 4.11 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพิวนาโนคอมโพสิตเซรามิก

(1-x)BZT - xSiCNWs เมื่อ x มีค่าเท่ากับ (a) 0, (b) 0.1, (c) 0.5, (d) 1.0 และ (e) 3.0

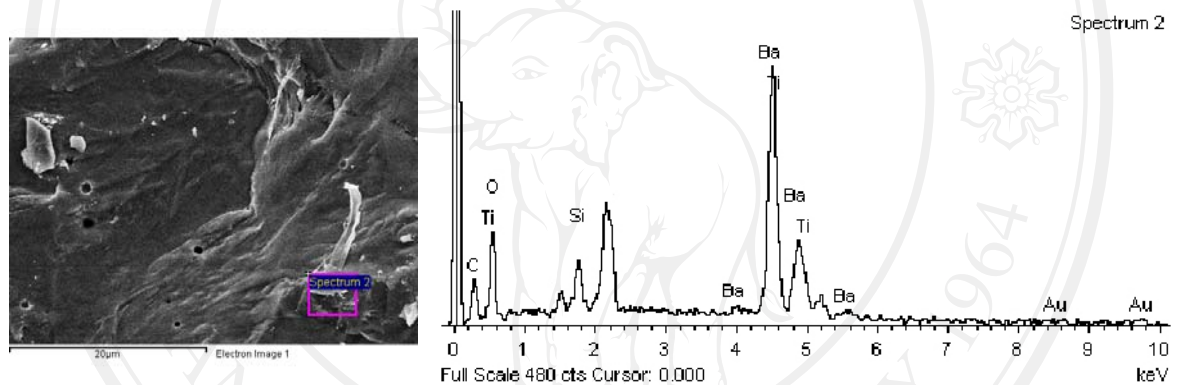
ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2 ที่ กำลังขยาย 500 เท่า



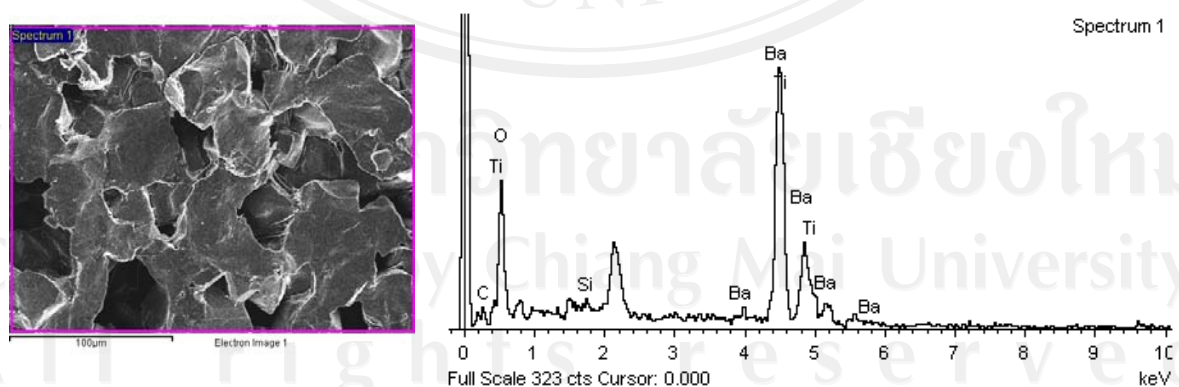
รูป 4.12 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรอยหักของนาโนคอมโพสิตเซรามิก (1-x)BZT - xSiCNWs เมื่อ x มีค่าเท่ากับ (a) 0, (b) 0.1, (c) 0.5, (d) 1.0 และ (e) 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ เฝ้าชินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2 ที่ กำลังขยาย 500 เท่า



รูป 4.13 ภาพถ่าย SEM รอยแตกของเซรามิก BZT ที่เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2 และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่



รูป 4.14 ภาพถ่าย SEM รอยแตกของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่อัตราส่วน 0.1SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ ด้วยเงื่อนไขที่ 2 และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่



รูป 4.15 ภาพถ่าย SEM รอยแตกของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่อัตราส่วน 3.0SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ ด้วยเงื่อนไขที่ 2 และสเปกตรัมของการวิเคราะห์ด้วย EDS แบบพื้นที่

4.3 สมบัติของเซรามิก BZT และนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs

4.3.1 สมบัติทางกายภาพ

ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิกที่อัตราส่วนต่างๆ เมื่อผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 และ 2 ประกอบด้วยค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density) ค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) และค่าน้ำหนักที่สูญเสีย (Weight loss) ซึ่งได้ผลดังแสดงในตาราง 4.2 และ 4.3 ตามลำดับ และ รูป 4.16 และ 4.17 พบว่า ค่าความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่แต่ละอัตราส่วนมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น เนื่องจากเกิดการสลายตัวของ SiC ภายใต้บรรยากาศของออกซิเจน แล้วเกิดเป็น SiO_2 ซึ่งจะจับกับ C แล้วเกิดการระเหยของสารประกอบออกไป ดังที่ได้กล่าวไปในตอนต้น ตามสมการ (1) และ (2) โดยจะทำให้เกิดรูพรุนแบบขนาดใหญ่ในเนื้อเซรามิก จึงทำให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิกลดลง ซึ่งจะมีความสัมพันธ์กับค่าน้ำหนักที่สูญเสียไปในระหว่างการเผาซินเตอร์ พบว่า ค่าน้ำหนักที่สูญเสียจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติม SiCNWs ปริมาณมากขึ้น ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของสารประกอบดังที่ได้กล่าวไปโดยอัตราส่วนที่มีค่าความหนาแน่นน้อยที่สุด คือ 3.0SiCNWs ซึ่งมีค่าเท่ากับ 4.37 และ 4.98 g/cm^3 (72.26 และ 82.36% ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี) ตามลำดับ แต่ในกรณีของนาโนคอมโพสิตเซรามิกที่อัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1 พบว่า ค่าความหนาแน่นกลับมีค่าเพิ่มขึ้นและมีค่ามากกว่าเซรามิก BZT ของทั้ง 2 เงื่อนไข ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากปริมาณของ SiCNWs ที่เติมลงไปมีปริมาณน้อย และอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่ำกว่าเงื่อนไขที่ 2 ดังนั้นจึงทำให้มีการระเหยหรือสลายตัวของ SiC และ SiO_2 ในปริมาณน้อย อีกทั้งเนื่องจากอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์อาจไม่สูงมากพอที่จะทำให้เกิดการระเหยของสารประกอบได้ จึงทำให้เกิดลักษณะของการละลายของสารประกอบที่บริเวณผิวของเซรามิกนั่นเอง ดังจะเห็นได้จากรูป 4.7 (b) จึงทำให้ค่าความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิกในอัตราส่วนนี้มีความหนาแน่นมากที่สุด

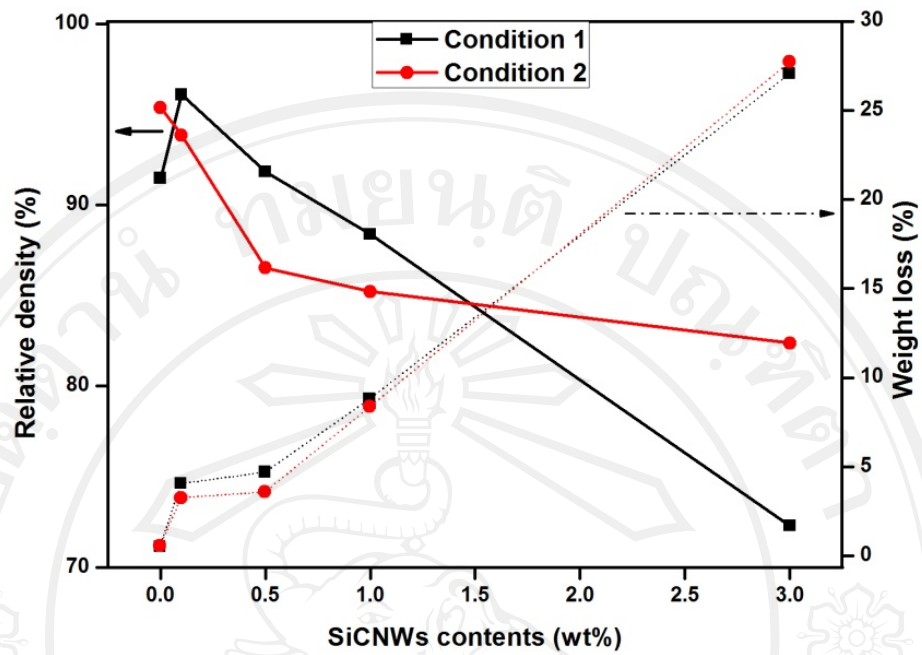
จากทฤษฎีพบว่า การหดตัวของเซรามิกมีความสัมพันธ์กับค่าความหนาแน่น โดยเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นมากจะมีการหดตัวมาก แต่สำหรับงานวิจัยนี้ พบว่า ค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ทั้ง 2 เงื่อนไข ไม่เป็นไปตามหลักการ โดยพบว่า เมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นก็เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ในขณะที่ค่าความหนาแน่นของเซรามิกกลับลดลง ในกรณีที่ค่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกเพิ่มขึ้น เนื่องมาจาก SiCNWs มีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนสูงถึง 3.2 W/K.cm [43] จึงถือได้ว่า SiCNWs เป็นตัวที่ทำให้เกิดการหดตัวได้มากขึ้น เหมือนที่ Hwang และคณะ [48] ได้กล่าวไว้แต่ในกรณีที่ค่าความหนาแน่นที่ลดลงสาเหตุเนื่องมาจากการสลายตัวของสารประกอบดังที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น

ตาราง 4.2 สมบัติทางกายภาพของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ด้วย
เงื่อนไขที่ 1

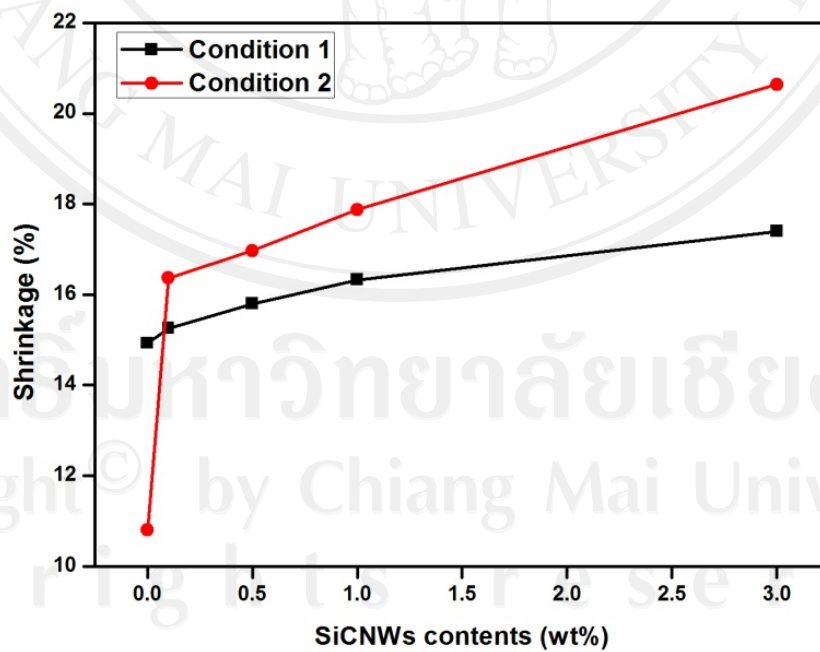
(1-x)BZT-xSiCNWs	Density (g/cm ³)	Relative density	Shrinkage (%)	Grain size (μm)	Weight loss (%)
BZT	5.51 ± 0.0017	91.50	14.93	8.44 ± 0.0757	0.51
0.9BZT-0.1SiCNWs	5.81 ± 0.0027	96.13	15.26	8.27 ± 0.0148	4.06
0.5BZT-0.5SiCNWs	5.55 ± 0.0018	91.84	15.80	5.23 ± 0.0410	4.69
1.0SiCNWs	5.35 ± 0.0427	88.43	16.33	5.54 ± 0.0355	8.81
3.0SiCNWs	4.37 ± 0.0698	72.26	17.40	6.57 ± 0.0450	27.06

ตาราง 4.3 สมบัติทางกายภาพของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ด้วย
เงื่อนไขที่ 2

(1-x)BZT-xSiCNWs	Density (g/cm ³)	Relative density	Shrinkage (%)	Grain size (μm)	Weight loss (%)
BZT	5.77 ± 0.0121	95.38	10.8	9.19 ± 0.0556	0.56
0.9BZT-0.1SiCNWs	5.68 ± 0.0062	93.98	16.37	8.03 ± 0.0907	3.26
0.5BZT-0.5SiCNWs	5.23 ± 0.0507	86.54	16.97	7.68 ± 0.0156	3.58
1.0SiCNWs	5.15 ± 0.0249	85.18	17.88	8.47 ± 0.0637	8.36
3.0SiCNWs	4.98 ± 0.0558	82.36	20.64	4.43 ± 0.0429	27.71



รูป 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นและค่าน้ำหนักที่สูญเสียกับปริมาณ SiCNWs ที่เติมลงในเซรามิก BZT



รูป 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นกับปริมาณ SiCNWs ที่เติมลงในเซรามิก BZT

4.3.2 สมบัติทางไฟฟ้า

ผลการทดลองในส่วนนี้จะนำเสนอผลการตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก ค่าโพลาไรเซชันอิมพัลส์ ค่าสภาพการมีขั้วคงค้างและค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ของเซรามิก BZT และนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขทั้ง 2

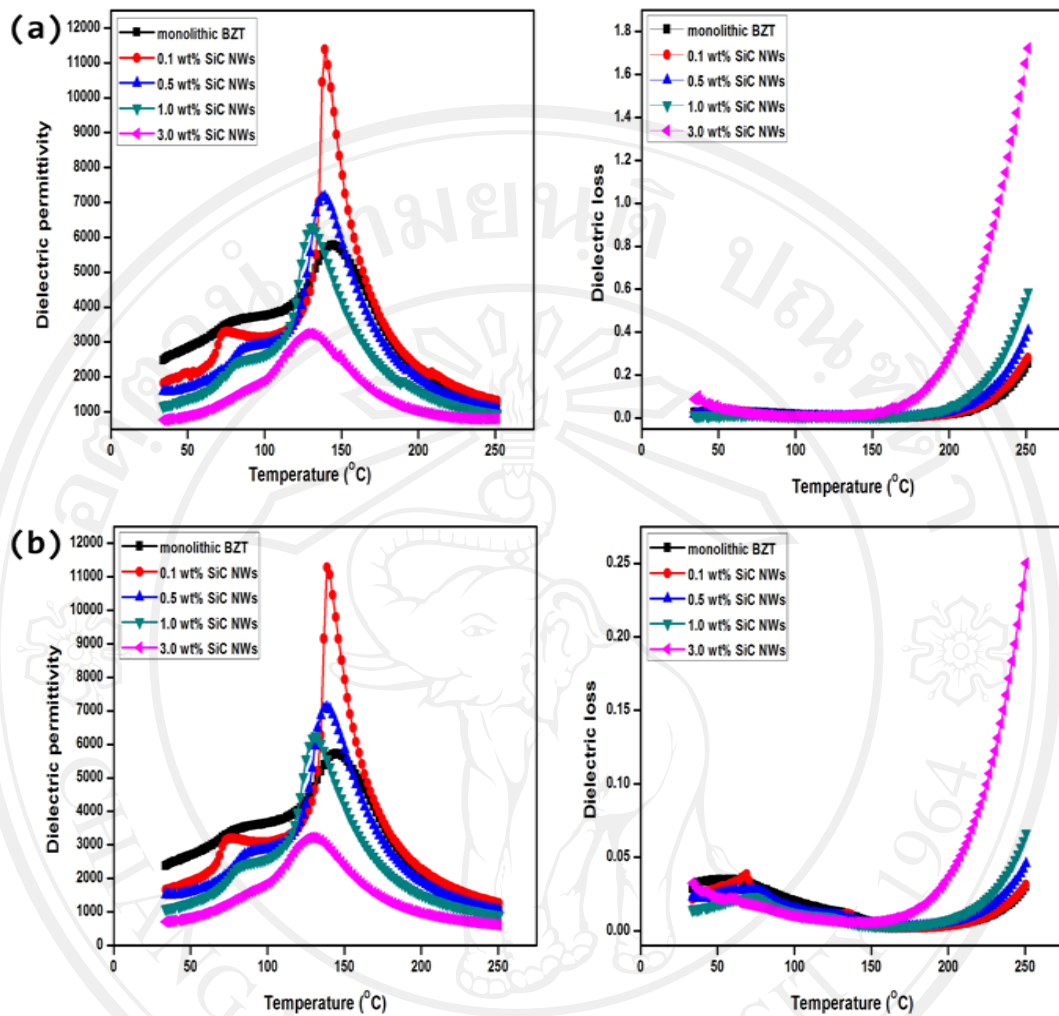
4.3.2.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก

เมื่อนำเซรามิกคอมโพสิต BZT - SiCNWs ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ทั้ง 2 เงื่อนไข มาศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิโดยเริ่มวัดจากอุณหภูมิห้องจนถึง 250 องศาเซลเซียส ที่ความถี่ 1 kHz และ 10 kHz ตามลำดับ ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูป 4.18 - 4.19 และตาราง 4.4 - 4.5 ตามลำดับ พบว่า ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกจะมีค่าลดลงเมื่อความถี่ที่ใช้ในการวัดสูงขึ้น นอกจากนี้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิกจะมีความแตกต่างกันในแต่ละอัตราส่วน จากรูป 4.18-4.19 จะสังเกตเห็นว่าที่อุณหภูมิคูรี (T_C) ของนาโนคอมโพสิตเซรามิกระบบ BZT - SiCNWs นั้นมีการเปลี่ยนแปลงแตกต่างกันไปในแต่ละอัตราส่วน โดย T_C ของเซรามิก BZT ของทั้ง 2 เงื่อนไข จะมีค่าอยู่ที่ประมาณ 143 และ 130 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และอุณหภูมิคูรีจะมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้นและเนื่องจากแต่ละความถี่จะให้ผลที่มีแนวโน้มที่เหมือนกัน คือ ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าเมื่อเติม SiCNWs ในปริมาณเพิ่มขึ้นค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะมีแนวโน้มลดลง ทั้ง 2 เงื่อนไข แต่ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกนั้นมีความแตกต่างกัน โดยเงื่อนไขที่ 1 ในปริมาณการเติม SiCNWs ช่วง 0 - 1.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง และจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติม SiCNWs ในปริมาณ 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก สำหรับเงื่อนไขที่ 2 นั้น พบว่า ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง เมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น ซึ่งแปรผันตามค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่ลดลงนั่นเอง

ซึ่งจะเห็นว่านาโนคอมโพสิตเซรามิกที่ผ่านการเผาด้วยเงื่อนไขที่แตกต่างกัน เมื่อเติม SiCNWs ลงไป จะมีผลต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิคูรีที่ต่างกัน ดังนี้ โดยเงื่อนไขที่ 1 ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เผาแค่ 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs มีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มากที่สุด คือ 11326 และมีค่ามากกว่าเซรามิก BZT ($\epsilon_r = 5758$) อาจเป็นเพราะผลของค่าความหนาแน่น (96.13%) ที่มีค่ามากกว่าเซรามิก BZT (91.48%) อาจเนื่องมาจากเงื่อนไขในการซินเตอร์นี้ไม่เหมาะสมสำหรับเซรามิก BZT จึงทำให้ค่าความหนาแน่นน้อยกว่านาโนคอมโพสิตเซรามิกใน

อัตราส่วนนี้ จึงทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มีค่าน้อยตามไปด้วย และเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะมีค่าลดลง เนื่องจากค่าความหนาแน่นที่ลดลงเช่นกัน แต่ในเงื่อนไขที่ 2 ที่ อุณหภูมิซินเตอร์ 1450 องศาเซลเซียส เผาแค่ 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มีแนวโน้มลดลงตามปริมาณการเติม SiCNWs ซึ่งสาเหตุที่ทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ลดลงนี้เกิดจากหลายสาเหตุด้วยกัน โดยสาเหตุหลักอาจเกิดจากขนาดเกรนที่ลดลง ซึ่งขนาดเกรนที่ลดลงนี้จะทำให้การจัดเรียงตัวใหม่ของโดเมนถูกจำกัด หรือผนังโดเมนสามารถเคลื่อนที่ได้ยาก (domain wall clamping) ทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ลดลง นอกจากนี้ยังมีสาเหตุมาจากค่าความหนาแน่นที่ลดลงเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น เนื่องจากผลของปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้นดังจะเห็นได้จากรูป 4.12 (b-e) เนื่องจากการสลายตัวของ SiCNWs ในระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์ อีกทั้งเฟสของ SiCNWs ที่อยู่บริเวณของเกรนและที่ละลายเข้าไปในเกรนนั้น เปรียบเหมือนรูพรุนชนิดหนึ่ง เนื่องจาก SiCNWs จัดว่าไม่เป็นสารที่มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริก เหมือนดังที่ Wonmaneeurung และคณะ [30] ได้รายงานไว้ นอกจากนี้ SiCNWs ยังมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เข้าใกล้ศูนย์อีกด้วย ดังนั้น ด้วยสาเหตุเหล่านี้จึงทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของนาโนคอมโพสิตเซรามิกลดลง เมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้นนั่นเอง

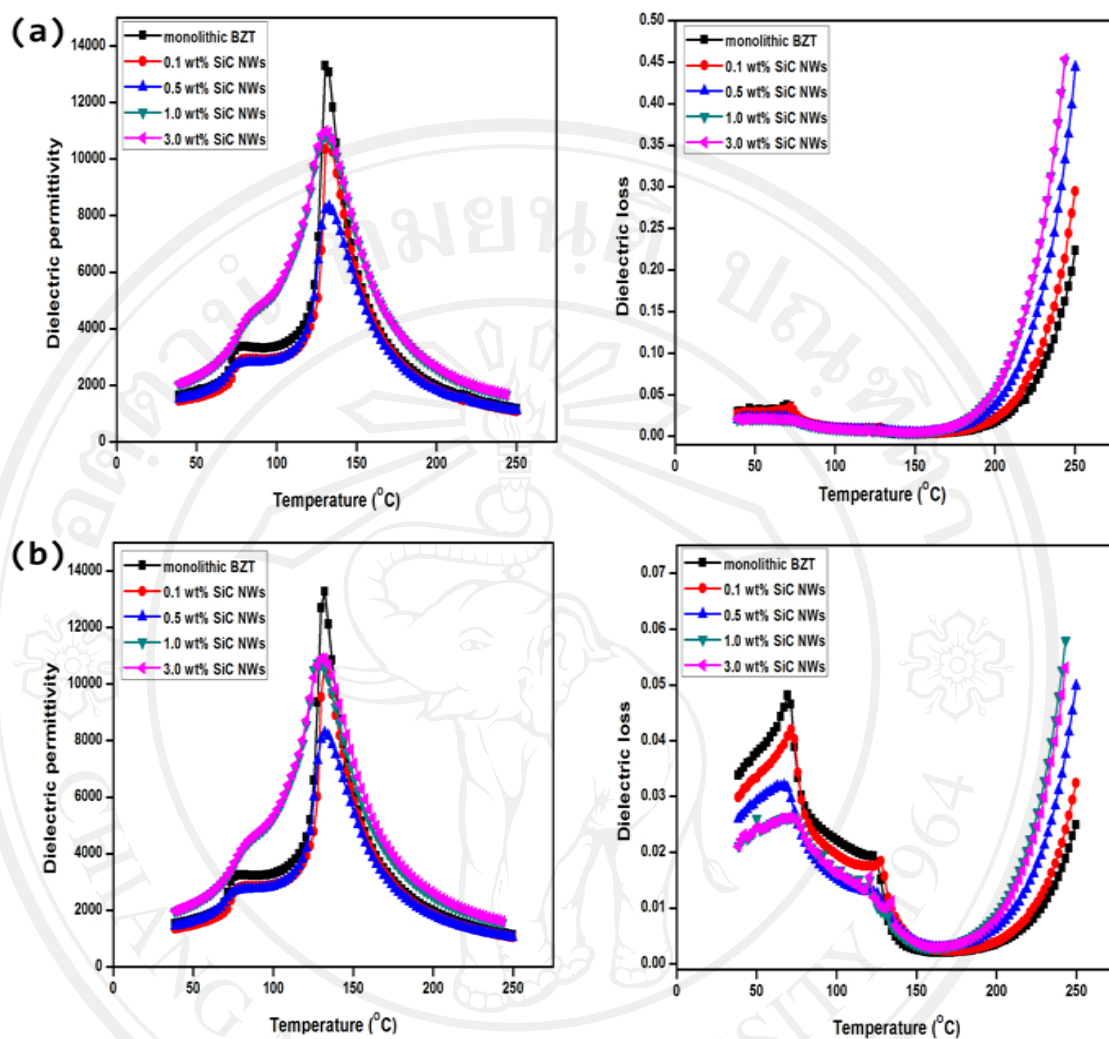
สำหรับค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT และนาโนคอมโพสิตเซรามิกแต่ละอัตราส่วนของทั้ง 2 เงื่อนไขมีแนวโน้มใกล้เคียงกันโดยพบว่า มีค่าค่อนข้างคงที่ที่อุณหภูมิห้องจนถึงประมาณ 150 องศาเซลเซียส แต่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่านี้ ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว โดยการเปลี่ยนแปลงนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณ SiCNWs คือ เมื่อปริมาณ SiCNWs มากขึ้น จะทำให้เซรามิกเริ่มมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ดังจะเห็นได้ในอัตราส่วน 3.0SiCNWs ที่มีค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกสูงกว่าทุกอัตราส่วนอื่นของทั้ง 2 เงื่อนไข นอกจากนี้ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีและอุณหภูมิห้องจะมีค่าแตกต่างกันชัดเจน โดยค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีจะมีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิห้อง ทั้งนี้เนื่องจากเป็นผลของอุณหภูมิ กล่าวคือ การให้ความร้อนแก่เซรามิกจะช่วยกระตุ้นให้ผนังโดเมน (Domain wall) และ Polarization สามารถเคลื่อนที่ได้ง่าย จึงทำให้ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าต่ำมาก ๆ แต่ในกรณีที่อุณหภูมิห้องพบว่า เมื่อความถี่เพิ่มขึ้น จะมี Polarization บางชนิดที่ไม่สามารถปรับตัวตามความถี่ได้ทันหรือไม่สามารถตอบสนองต่อความถี่ที่เพิ่มขึ้น จึงเกิดการหยุดนิ่งเนื่องจากความเฉื่อย จึงทำให้เกิดการสะสมเป็นความร้อน แล้วเกิดเป็นการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกขึ้นมา อีกทั้งยังวัดค่าการสูญเสียที่อุณหภูมิห้องจึงทำให้ผนังโดเมนและ Polarization มีการเคลื่อนที่น้อยมาก ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ค่าการสูญเสียที่อุณหภูมิห้องมีค่ามากกว่าที่อุณหภูมิคูรีนั่นเอง



รูป 4.18 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ต่างๆ ของนาโนคอมโพสิตเซรามิก $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$ โดย (a) - (b) คือ 1 และ 10 kHz ตามลำดับแกนด้วยเงื่อนไขที่ 1

ตาราง 4.4 สมบัติไดอิเล็กตริกของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs เฝ้าเงื่อนไขที่ 1 ที่ความถี่ 1 kHz

SiCNWs (wt %)	T_c (°C)	$\epsilon_{r\max}$	$\tan \delta_{\max}$	$\epsilon_{r25^\circ\text{C}}$	$\tan \delta_{25^\circ\text{C}}$
0	143	5758	0.0068	2462	0.0489
0.1	139	11326	0.0058	1599	0.0307
0.5	138	7144	0.0064	1052	0.0192
1.0	131	6300	0.0062	989	0.0150
3.0	129	3255	0.0105	485	0.0496



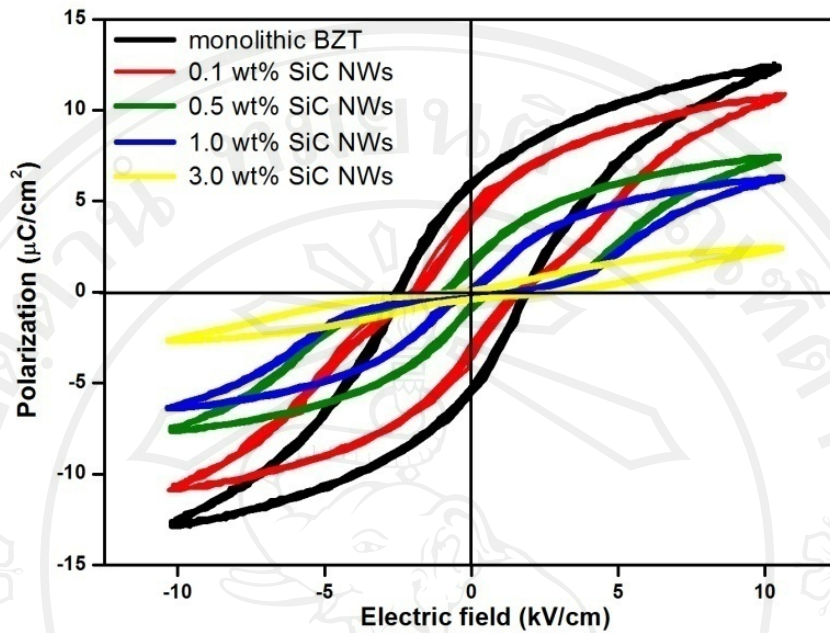
รูป 4.19 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ต่างๆ ของนาโนคอมโพสิตเซรามิก (1-x)BZT - xSiCNWs โดย (a) - (b) คือ 1 และ 10 kHz ตามลำดับแกนด้วยเงื่อนไขที่ 2

ตาราง 4.5 สมบัติไดอิเล็กทริกของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs แกนด้วยเงื่อนไขที่ 2 ที่ความถี่ 1 kHz

SiCNWs (wt %)	T_C (°C)	ϵ_r max	$\tan \delta_{\max}$	ϵ_r 25 °C	$\tan \delta_{25\text{ }^{\circ}\text{C}}$
0	130	13289	0.0050	1388	0.0670
0.1	133.21	10788	0.0071	1105	0.0342
0.5	133.09	8601	0.0061	1031	0.0289
1.0	131.26	10781	0.0060	779	0.0282
3.0	131.20	10969	0.0061	536	0.0211

4.3.2.2 ค่าโพลาริเซชันอิมิต์ค่าสภาพการมีขั้วคงค้าง และสนามไฟฟ้าลบค้าง

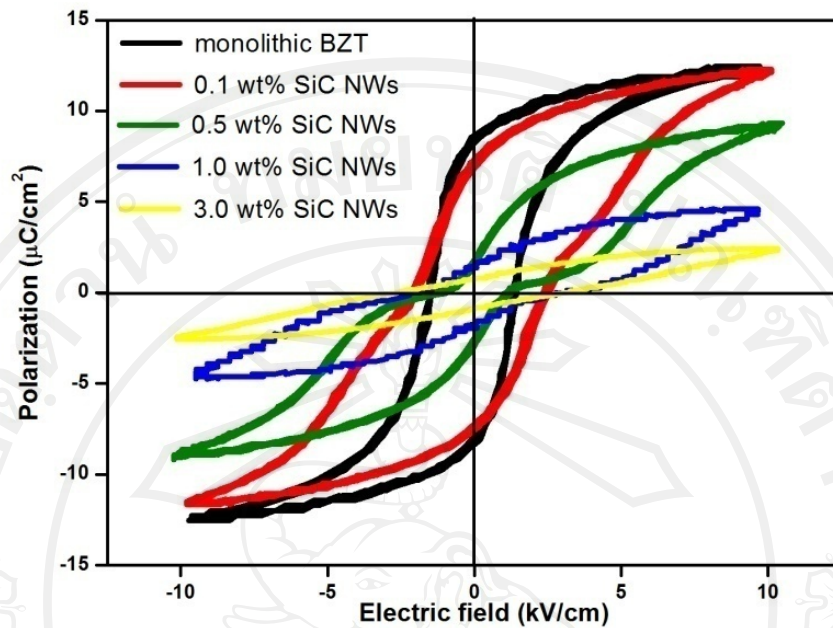
จากผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยเครื่องมือ Sawyer - Tower circuit ได้ผลดังแสดงในรูป 4.20 - 4.21 พบว่า ลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BZT ของทั้ง 2 เจือปนนั้นให้ค่าสภาพการมีขั้วคงค้าง (P_r) ประมาณ 6.08 และ 9.64 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ ตามลำดับ และค่าโพลาริเซชันอิมิต์ (P_s) มีค่าประมาณ 12.5 และ 14.69 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ แต่เมื่อเติม SiCNWs ปริมาณมากขึ้น พบว่าค่า P_r และ P_s ของเซรามิกมีแนวโน้มลดลง ซึ่งสามารถพิจารณาได้จากวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ทั้ง 2 เจือปน ที่มีลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสคล้ายคลึงกัน โดยเมื่อเติม SiCNWs ปริมาณมากขึ้นความกว้างของวงวนฮิสเทอรีซิสจะค่อยๆ แคบลง ซึ่งคาดว่าจะเป็นผลของการเติม SiCNWs ลงไป ซึ่งถือว่าเป็นการเจือสารชนิด Off-valence donor คือ สารที่มีประจุไอออนมากเข้าไปแทนที่สารที่มีประจุไอออนน้อยกว่า เช่น Si^{4+} แทนที่ Ba^{2+} อีกทั้งยังเป็นการเจือสารชนิด Isovalent additive คือ การเจือสารที่มีไอออนเท่ากันลงไปในส่วนหลัก เช่น Si^{4+} แทนที่ Zr^{4+} หรือ Ti^{4+} เป็นต้น ซึ่งสารในระบบนี้ไอออนของ Si^{4+} สามารถเข้าแทนที่ได้ทั้ง 2 ตำแหน่ง ดังที่ได้กล่าวไปก่อนหน้านี้ซึ่งผลของการเติมสารที่มีไอออนมากกว่าหรือเท่ากับลงไป จะส่งผลทำให้ความเสถียรของโดเมนต่ำ หรืออาจกล่าวได้ว่าผนังโดเมนยังมีความสามารถในการเคลื่อนที่ได้สูง จึงทำให้พื้นที่ภายในวงวนฮิสเทอรีซิสแคบลงเรื่อยๆ นอกจากนี้ยังเกิดลักษณะคอคอดหรือที่เรียกว่า Pinched loop จะเห็นได้ชัดเจนเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น โดยมีสาเหตุที่เกิดขึ้นได้ 2 กรณี คือ มีความบกพร่อง (Defects) [50] เช่น เฟสของ SiC และรูพรุน มีการกระจายตัวแบบสุ่มอยู่บริเวณขอบเกรน เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่เซรามิก จะมี Polarization บางส่วนที่ไม่สามารถชี้ไปทิศทางเดียวกับสนามไฟฟ้าภายนอกได้ทันที โดยจะมีทิศทางของ Polarization 2 ทิศทาง คือสวนทางกัน เนื่องจากถูกขัดขวางด้วยข้อบกพร่องต่างๆ ดังจะเห็นได้จากโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกจึงทำให้ค่า P_r เป็นศูนย์ นอกจากนี้ยังเป็นผลมาจากการเสื่อมสภาพ (Aging) โดยการเสื่อมสภาพของเซรามิกจะเกิดขึ้นเร็วหรือช้า ขึ้นอยู่กับปริมาณของช่องว่างของออกซิเจน หากต้องการให้เซรามิกมีอัตราการเสื่อมสภาพที่ช้า จะต้องทำให้ภายในระบบมีปริมาณช่องว่างของออกซิเจนมาก ซึ่งต้องเติมสารชนิด Off-valence acceptor ที่มีการชดเชยประจุที่ขาดด้วยช่องว่างของออกซิเจน จึงทำให้โดเมนมีความเสถียรมากกว่า เนื่องจากช่องว่างของออกซิเจนจะไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนจึงทำให้มีอัตราการเสื่อมสภาพที่ช้ากว่านั่นเอง แต่ในงานวิจัยนี้มีการแทนที่ไอออนของสารหลักในตำแหน่ง A และ B โดยจะมีการชดเชยประจุที่เกินด้วยช่องว่างของ A (A-site vacancies) จึงทำให้โดเมนมีเสถียรภาพต่ำ ผนังโดเมนสามารถเคลื่อนที่ได้ง่าย หรือกล่าวคือ เมื่อให้สนามไฟฟ้าเพียงเล็กน้อยโดเมนสามารถกลับทิศได้ง่าย (Domain switching) จึงทำให้เกิดการเสื่อมสภาพได้ง่าย ด้วยเหตุผลเหล่านี้จึงทำให้วงวนฮิสเทอรีซิสมีลักษณะเป็นคอคอดนั่นเอง



รูป 4.20 ลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของนาโนคอมโพสิตเซรามิก $(1-x)\text{BZT} - x\text{SiCNWs}$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1

ตาราง 4.6 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่เผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1

SiCNWs (wt %)	P_s ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	E_c (kV/cm)
0	12.51	6.08	2.18
0.1	10.81	4.14	1.71
0.5	7.48	1.64	1.12
1.0	6.35	0.22	0.82
3.0	2.56	0.21	1.695



รูป 4.21 ลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของนาโนคอมโพสิตเซรามิก (1-x)BZT - xSiCNWs ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2

ตาราง 4.7 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ที่อุณหภูมิซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2

SiCNWs (wt %)	P_s ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	E_c (kV/cm)
0	14.69	9.64	2.19
0.1	12.24	7.30	2.34
0.5	9.35	1.81	1.35
1.0	4.46	1.56	2.58
3.0	2.46	0.78	2.81

4.3.2.3 ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก

เมื่อพิจารณาค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (d_{33}) ของเซรามิก BZT และนาโนคอมโพสิตเซรามิก (1-x)BZT - xSiCNWs ของทั้ง 2 เงื่อนไข โดยทำการโพลด้วยสนามไฟฟ้า 1.5 kV/mm เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส แสดงผลดังตาราง 4.8 ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกจะบ่งบอกถึงประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นหรือขั้วคู่ทางไฟฟ้า (Dipole moment) หรือที่นิยมเรียกกันว่า สภาพการมีขั้ว (Polarization) เมื่อให้กระแสไฟฟ้าภายนอกแก่เซรามิก ซึ่งเซรามิก BZT ถือว่าเป็นสารเฟอร์โรอิเล็กทริกชนิดหนึ่ง และมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล จึงมีสภาพการมีขั้วอยู่

ภายในตัวเอง (Spontaneous polarization) แต่มีทิศทางที่แตกต่างกัน ดังนั้นสภาพขั้วจึงหักล้างกัน ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกมีค่าเป็นศูนย์ แต่เมื่อให้สนามไฟฟ้าภายนอกแก่เซรามิก หรือที่เรียกว่า การทำขั้ว(Poling)ด้วยสนามไฟฟ้าที่กล่าวไว้ในตอนต้น จะทำให้ขั้วไฟฟ้าที่เรียงตัวกันในทิศทางต่างๆในหลายๆเกรนนั้นให้หันไปในทิศทางเดียวกัน และให้ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกออกมา โดยความสมบูรณ์ของการทำขั้วขึ้นอยู่กับโครงสร้างของวัสดุด้วย เช่น เฟสเดตระ-โกนอล ทำได้ถึงร้อยละ 83 [4]

พบว่าค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของทั้ง 2 เกรนไข มีแนวโน้มคล้ายกัน โดยในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs มีค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกมากที่สุดคือ 139 และ 165pC/N ตามลำดับ และมีค่ามากกว่าเซรามิก BZT คือ 97 และ 98 pC/N ตามลำดับ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากค่าความหนาแน่นของนาโนคอมโพสิตเซรามิกในอัตราส่วนนี้ที่มีค่ามากกว่าเซรามิก BZT และมีค่าลดลงเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น เนื่องจากค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่ลดลงนั่นเอง นอกจากนี้ SiCNWs ยังถือว่าเป็นสารที่มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริกแต่อย่างใด จึงมีค่าเปรียบเหมือนรูปวงกลมหนึ่ง ดังที่กล่าวไว้ก่อนหน้านี้ ดังนั้นเมื่อ SiCNWs เพิ่มขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกจึงลดลงอย่างเห็นได้ชัด สำหรับค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกหลังจากการทำขั้วเป็นเวลา 24 ชั่วโมง มีแนวโน้มลดลงในทุกๆ อัตราส่วน ทั้งนี้เนื่องจากผลของการเสื่อมสภาพดังที่ได้กล่าวไว้ในหัวข้อ 4.3.2.2

ตาราง 4.8 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกของเซรามิกนาโนคอมโพสิต BZT - SiCNWs

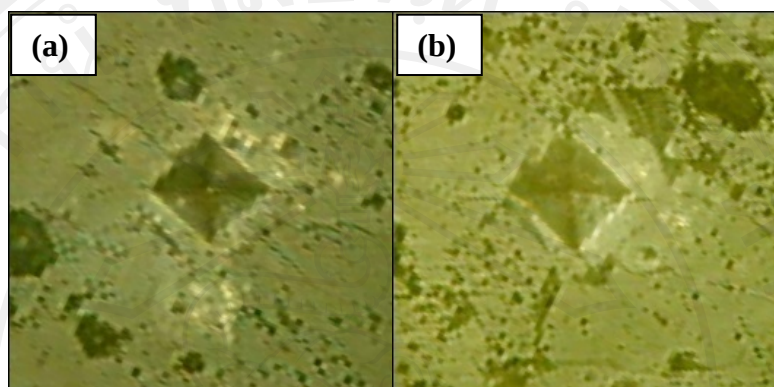
SiCNWs (wt%)	เกรนไขที่ 1		เกรนไขที่ 2	
	ก่อน 24ชม.	หลัง 24ชม.	ก่อน 24ชม.	หลัง 24 ชม.
0	97	93	98	95
0.1	139	138	165	155
0.5	41	38	87	77
1.0	38	36	57	56
3.0	34	30	50	49

4.3.3 สมบัติเชิงกล

ในส่วนนี้จะกล่าวถึงผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs ด้วยเทคนิคการกดแบบวิกเกอร์ส (Vickers indentation) แล้วนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (H_V) ค่าความต้านทานต่อรอยแตก (Fracture toughness; K_{IC}) และค่าความต้านทานต่อการสึกหรอ (Wear resistance) ซึ่งได้ผลการทดลองดังต่อไปนี้

4.3.3.1 ค่าความแข็ง

เมื่อนำชิ้นงานนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs มาทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งทางจุลภาคที่มีหัวกดเป็นแบบวิกเกอร์ส โดยใช้แรงในการกด 200 กรัม โดยมีตัวอย่างลักษณะของรอยกดแสดงดังรูป 4.22

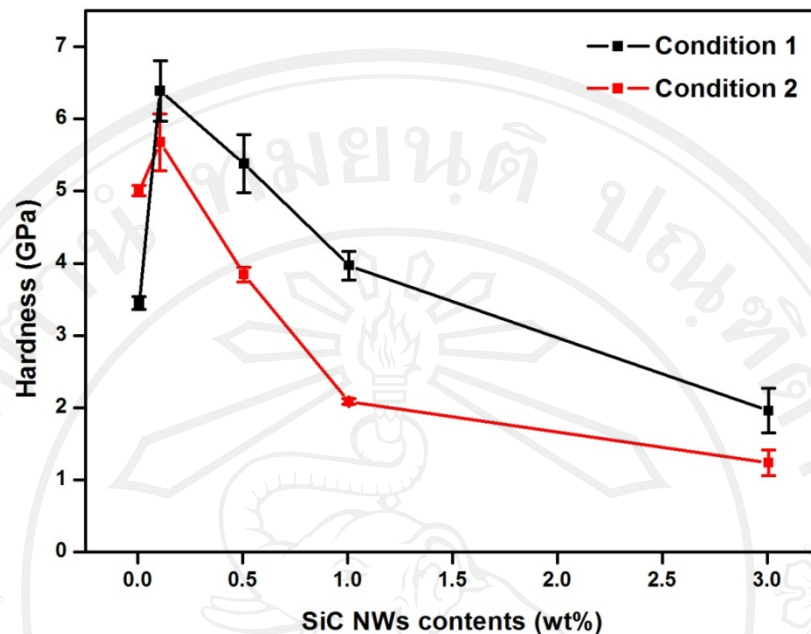


รูป 4.22 ตัวอย่างรอยกดที่เกิดขึ้นของหัวกดแบบวิกเกอร์ส ใน (a) เซรามิก BZT และ (b) นาโนคอมโพสิตเซรามิกอัตราส่วน 0.5BZT - 0.5SiCNWs ตามลำดับ

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งและปริมาณการเติม SiCNWs ลงใน BZT ดังรูป 4.23 จะสังเกตเห็นว่าค่าความแข็งที่ได้จากหัวกดแบบวิกเกอร์สนั้นมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันสำหรับเซรามิก BZT ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอรที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส และ 1450 องศาเซลเซียส นั้น จะมีค่าความแข็งในหน่วยวิกเกอร์ส คือ มีค่าเท่ากับ 3.46 และ 4.99 GPa ตามลำดับ แต่เมื่อเติมปริมาณ SiCNWs เข้าไปใน BZT เพียงเล็กน้อย คือ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หรือในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs จะส่งผลให้ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์สของเซรามิกนั้นเพิ่มขึ้นทันทีและมีค่าความแข็งสูงสุดที่สุด คือ 6.40 และ 5.66 GPa ตามลำดับ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ SiCNWs ขึ้นเป็นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก หรือในอัตราส่วน 0.5BZT - 0.5SiCNWs เป็นต้นไป จะเห็นได้ว่าค่าความแข็งในหน่วยวิกเกอร์สกลับลดลง และจะมีค่าน้อยที่สุดที่อัตราส่วน 3.0SiCNWs คือ 1.97 และ 1.22 GPa ตามลำดับ

ผลของค่าความแข็งเซรามิกที่อัตราส่วนต่างๆ ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ดว้ยเงื่อนไขต่างกัน แสดงดังตาราง 4.9 และ 4.10 พบว่ามีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกัน และจากผลที่ได้จะเห็นว่าเซรามิกในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs นั้นมีค่าความแข็งมากที่สุดในทั้ง 2 เงื่อนไขของการเผาขึ้นเตอร โดยพิจารณาจากขนาดและรูปร่างของเกรนประกอบ จะพบว่า เกรนมีขนาดเล็กลงและเรียงตัวกันอย่างไม่เป็นระเบียบ ซึ่งสอดคล้องกับทฤษฎีการเพิ่มความแข็งแรงโดยขอบเกรน (Grain boundary strengthening) หรือการเพิ่มความแข็งแรงด้วยทฤษฎีของ Hall - Petch (Hall - Petch

strengthening) [44] กล่าวว่า สามารถเพิ่มความแข็งแรงของวัสดุได้โดยการเพิ่มจำนวนขอบเกรน ซึ่งขอบเกรนจัดเป็นบริเวณที่มีความไม่สมบูรณ์ของผลึกและเป็นจุดศูนย์รวมของความเค้น [1] จึงสามารถยับยั้งการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชัน (Dislocation) ได้ หรือเคลื่อนที่ผ่านได้ยาก เนื่องด้วยบริเวณขอบเกรนเป็นบริเวณที่มีการเรียงตัวของโครงสร้างที่แตกต่างจากภายในเกรน หรือเป็นบริเวณที่มีความไม่สมบูรณ์ของผลึก เมื่อดิสโลเคชันเคลื่อนที่ผ่านบริเวณนี้ได้ยาก จึงทำให้มีความไม่สมบูรณ์ของผลึกสะสมอยู่บริเวณขอบเกรนมากขึ้น (Dislocation pile-up) และความไม่สมบูรณ์ของผลึกนี้เองที่ส่งผลให้วัสดุแข็งแรงขึ้น [44] นอกจากนี้ค่าความแข็งที่เพิ่มขึ้นยังเป็นผลมาจากความเค้นสะสมที่เกิดขึ้นที่บริเวณขอบเกรน [27] โดยความเค้นที่ขอบเกรนนี้เกิดขึ้นเนื่องจากค่าการขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion coefficient) ของ BZT และ SiCNWs ที่แตกต่างกัน จึงทำให้เกิดการสะสมความเค้นที่บริเวณขอบเกรน และในเซรามิกที่เติม SiCNWs ลงไปจะทำให้เซรามิกมีปริมาณขอบเกรนเพิ่มมากขึ้น ด้วยเหตุนี้ความเค้นที่สะสม ณ ขอบเกรนจึงมีปริมาณมากขึ้นด้วย จึงทำให้เซรามิกมีความแข็งแรงมากขึ้น แต่ในกรณีของเซรามิก BZT ซึ่งมีขนาดเกรนใหญ่เมื่อเทียบกับเซรามิกในอัตราส่วนอื่นๆ จึงมีจำนวนขอบเกรนน้อย ส่งผลทำให้มีบริเวณของการสะสมความเค้นดังที่กล่าวมาข้างต้นน้อยตามไปด้วย จึงเป็นผลให้เซรามิก BZT นี้มีค่าความแข็งน้อยกว่าเซรามิกในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs นี้ นอกจากนี้ความหนาแน่นยังมีผลต่อค่าความแข็งอีกด้วย พบว่า การเผาด้วยเงื่อนไขที่ 1 ในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs มีค่าความหนาแน่นมากที่สุด คือ 5.81 g/cm^3 เมื่อเทียบกับเซรามิกในอัตราส่วนอื่น ส่งผลให้ค่าความแข็งของเซรามิกอัตราส่วนนี้มีค่ามากที่สุดตามไปด้วย ส่วนเซรามิกที่มีความหนาแน่นน้อยที่สุด คือ เซรามิกอัตราส่วน 3.0SiCNWs ของทั้ง 2 เงื่อนไข คือ มีค่าเท่ากับ 4.43 และ 4.98 g/cm^3 ตามลำดับ จึงทำให้ค่าความแข็งของเซรามิกอัตราส่วนนี้น้อยตามไปด้วยนั่นเอง



รูป 4.23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบวิกเกอร์สกับอัตราส่วนการเติม SiCNWs ในนาโนคอมโพสิตเซรามิก(1-x)BZT - xSiCNWs

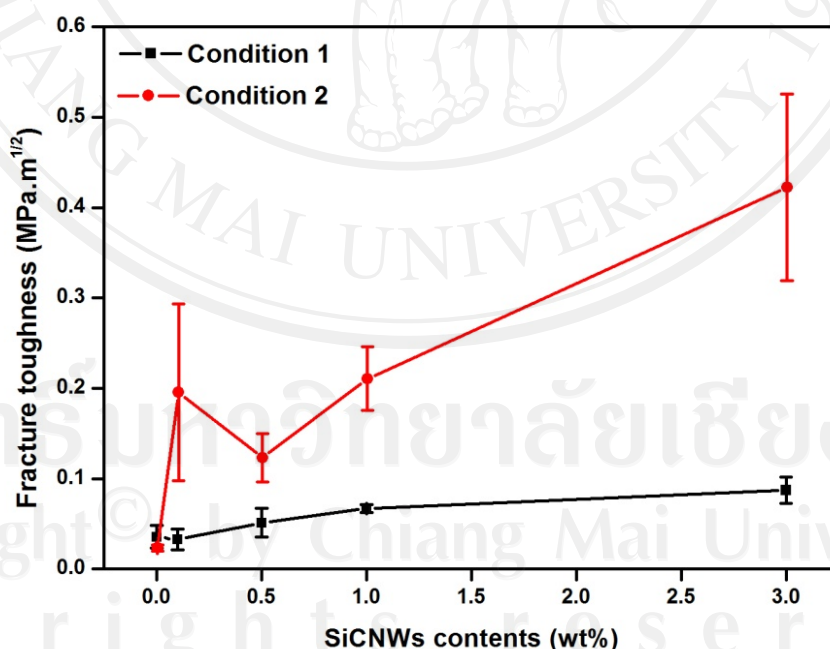
4.3.3.2 ค่าความต้านทานรอยแตก

เมื่อนำชิ้นงานเซรามิก BZT และนาโนคอมโพสิตเซรามิก (1-x)BZT - xSiCNWs ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิที่เงื่อนไขแตกต่างกัน มาทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งทางจุลภาค โดยใช้หัวกดแบบวิกเกอร์สและใช้แรง 200 กรัม แล้วจะได้รอยกดที่มีรอยแตก (Crack) ออกมาจากมุมทั้งสี่ และนำค่าที่ได้นี้มาคำนวณหาความต้านทานต่อรอยแตก (Fracture toughness; K_{IC}) ของเซรามิก ได้ผลดังแสดงในรูป 4.24 พบว่า มีค่าความต้านทานต่อรอยแตกน้อยที่สุดในเงื่อนไขที่ 1 และ 2 คือ ที่อัตราส่วน 0.9BZT-0.1SiCNWs ประมาณ $0.0328 \text{ MPa.m}^{1/2}$ และเซรามิก BZT ประมาณ $0.0238 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ตามลำดับ และอัตราส่วนที่ค่าความต้านทานรอยแตกมากที่สุดในเงื่อนไขที่ 1 และ 2 คือ ที่อัตราส่วน 3.0SiCNWs ประมาณ 0.0874 และ $0.4224 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ตามลำดับ

จะเห็นได้ว่าทั้ง 2 เงื่อนไข มีแนวโน้มค่าความต้านทานรอยแตกที่คล้ายๆกัน โดยมีค่าความต้านทานรอยแตกเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ SiCNWs ที่เติมลงไป ใน BZT เพิ่มขึ้นจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผิวแตกหักของเซรามิกที่แสดงในหัวข้อ 4.2.3 จะเห็นว่าลักษณะรอยแตกของเซรามิกส่วนมากเป็นแบบผ่านเกรน (Transgranular fracture) โดยเชื่อว่าเกิดจากการกระจายตัวของ

SiCNWs ที่อยู่ ณ บริเวณขอบเกรนของเซรามิก โดยจะทำหน้าที่เป็นสะพานเชื่อมหรือหมุดยึดขอบเกรนไว้ ทำให้รอยแตกไม่สามารถเปลี่ยนทิศทางได้เมื่อรอยแตกปะทะกับเฟสของ SiCNWs เหล่านี้ ดังนั้นรอยแตกจึงผ่านเข้าไปในเกรนแทนที่จะเคลื่อนที่ไปตามขอบเกรนทำให้ความยาวรอยแตกที่เกิดขึ้นนั้นสั้นกว่า ด้วยเหตุผลนี้การเติม SiCNWs เพิ่มขึ้นจึงมีส่วนในการปรับปรุงค่าความต้านทานรอยแตกของนาโนคอมโพสิตเซรามิกให้ดีขึ้น

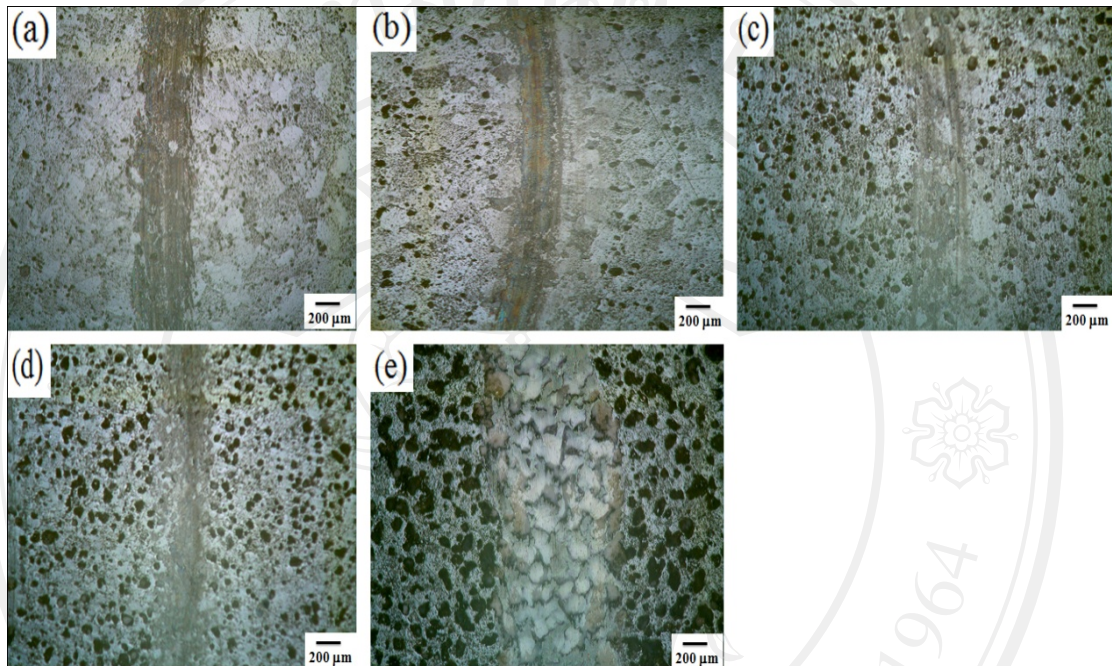
แต่ในขณะเดียวกันยังพบว่า ค่าความยาวต่อรอยแตกจะขึ้นอยู่กับปริมาณรูพรุนของเซรามิกด้วยเช่นกัน คือ เมื่อรอยแตกขยายตัวออกไปเจอรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ ดังจะเห็นในรูป 4.9 และ 4.13 ที่มีปริมาณและขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้น เนื่องจากการสลายตัวของ SiCNWs ในระหว่างการเผาซินเตอร์ทำให้รอยแตกไม่สามารถเคลื่อนที่ผ่านไปได้อีกเนื่องจากมีพลังงานไม่มากพอที่จะวิ่งผ่านรูพรุน จึงทำให้รอยแตกที่วัดได้สั้นกว่าที่ควรจะเป็น โดยจะเห็นว่าเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ทั้ง 2 เงื่อนไขมีค่าลดลง ซึ่งหมายความว่าปริมาณรูพรุนที่เพิ่มมากขึ้น จึงส่งผลให้มีค่าความต้านทานต่อรอยแตกมากด้วยเช่นกัน แต่ในทางตรงข้าม เซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นมากจะมีปริมาณรูพรุนน้อย ดังนั้นรอยแตกที่เกิดขึ้นก็จะสามารถเคลื่อนที่ไปได้โดยไม่มีรูพรุนเป็นตัวขวางกั้น ทำให้ค่าความต้านทานต่อรอยแตกมีค่าน้อยตามไปด้วย



รูป 4.24 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อรอยแตกกับอัตราส่วนการเติม SiCNWs ในเซรามิกนาโนคอมโพสิต (1-x)BZT – xSiCNWs

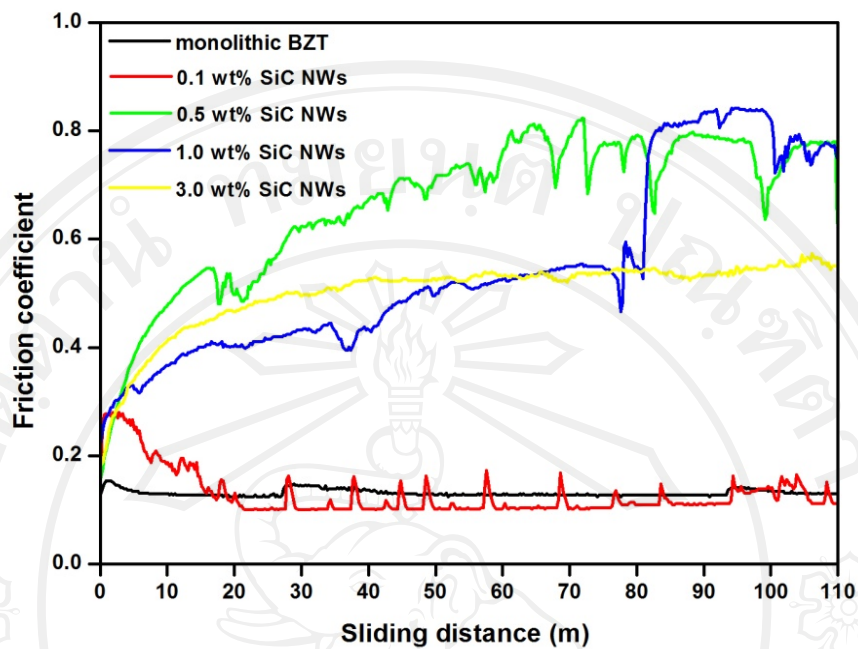
4.3.3.3 ค่าความต้านทานการสึกหรอของผิวเซรามิก

จากการทดสอบการสึกหรอแบบไถลด้วยเทคนิค pin-on-disk ของผิวเซรามิกและนาโนคอมโพสิตเซรามิก โดยใช้น้ำหนัก 250 กรัม เป็นระยะทาง 110 เมตร พบว่า ผิวเซรามิกเกิดรอยสึก ดังรูป 4.25

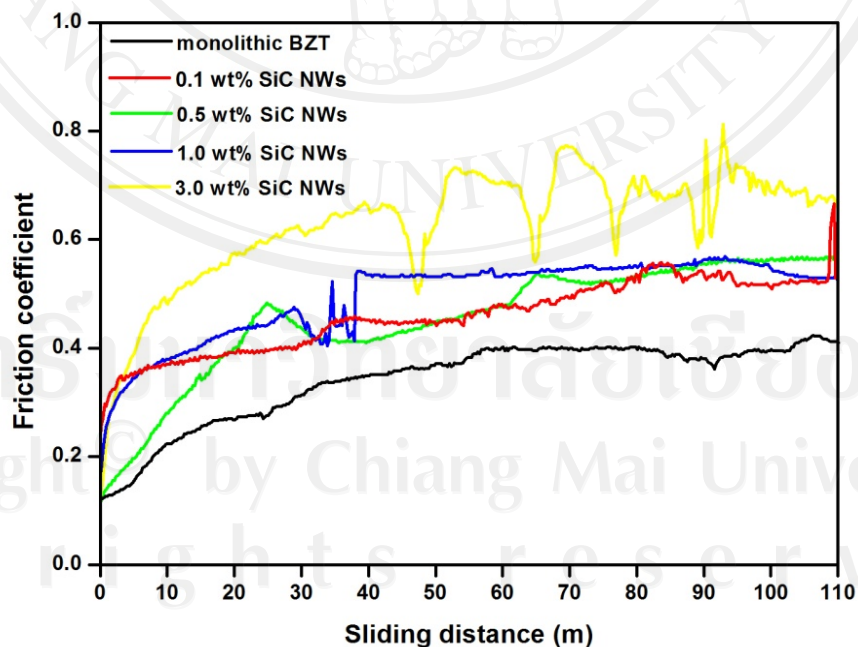


รูป 4.25 ตัวอย่างรอยสึกหรอของผิวเซรามิกที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2 โดยใช้น้ำหนัก 250 กรัม (a) - (e) SiCNWs ปริมาณ 0, 0.1, 0.5, 1.0 และ 3.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ

ผลการศึกษาสัมประสิทธิ์ความเสียดทาน (Friction coefficient) ของผิวเซรามิกจากการทดสอบการสึกหรอแบบไถล พบว่าผิวของเซรามิก BZT ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยเงื่อนไขทั้ง 2 เงื่อนไข ใน มีค่าน้อยที่สุด คือ 0.12 และ 0.34 ตามลำดับ และมีค่ามากที่สุดในอัตราส่วน 0.5BZT - 0.5SiCNWs และ 3.0SiCNWs คือ 0.66 และ 0.63 ตามลำดับ ดังจะเห็นได้จากรูป 4.26 และ 4.27 ตามลำดับ

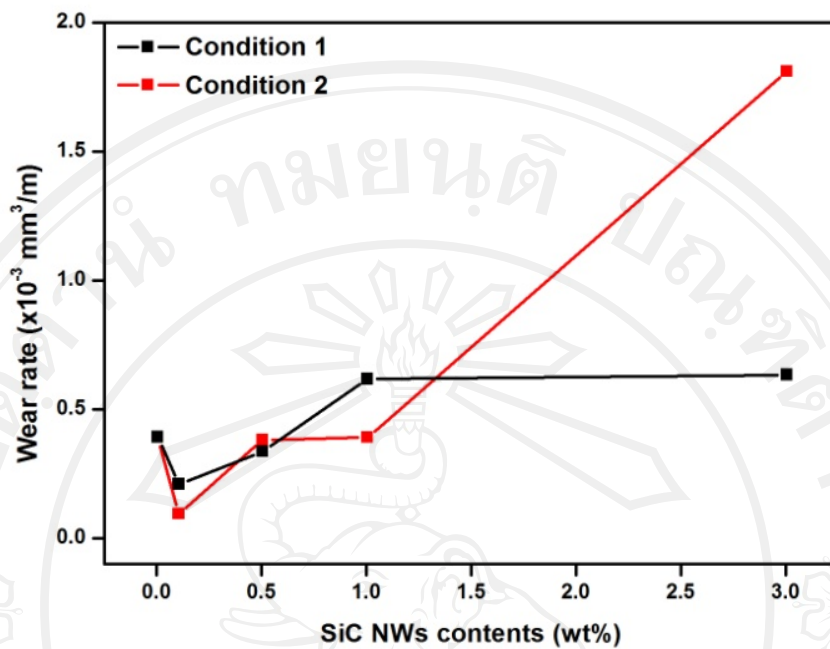


รูป 4.26 สัมประสิทธิ์ความเสียดทานของผิวเซรามิกที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ที่น้ำหนักทดสอบ 250 กรัม ระยะทาง 110 เมตร



รูป 4.27 สัมประสิทธิ์ความเสียดทานของผิวเซรามิกที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ที่น้ำหนักทดสอบ 250 กรัม ระยะทาง 110 เมตร

จากการศึกษาอัตราการสึกหรอของผิวเซรามิกในอัตราส่วนต่างๆ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่แตกต่างกัน ทั้ง 2 กรณี พบว่า นาโนคอมโพสิตเซรามิกในอัตราส่วน 0.9BZT-0.1SiCNWs มีอัตราการสึกหรอน้อยที่สุด และจะมีอัตราการสึกหรอเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.9 และ 4.10 ตามลำดับ ซึ่งค่าอัตราการสึกหรอจะมีความสอดคล้องกับค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทาน คือ ผิวเซรามิกในอัตราส่วนใดที่มีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานมากที่สุด จะมีอัตราการสึกหรอมากที่สุด นั่นคือ ในขณะที่ผิวผิวเซรามิกในอัตราส่วนใดมีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานน้อยที่สุด จะมีค่าอัตราการสึกหรอน้อยที่สุดด้วย ซึ่งในงานวิจัยมีความแตกต่างออกไป โดยค่าอัตราการสึกหรอของผิวเซรามิกในอัตราส่วนต่างๆ อาจจะไม่ขึ้นอยู่กับค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานเพียงอย่างเดียวเท่านั้น แต่ยังมีความสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุนของเซรามิกอีกด้วย โดยในเงื่อนไขที่ 1 ในอัตราส่วน 0.9BZT - 0.1SiCNWs มีอัตราการสึกหรอน้อยที่สุด เนื่องจากค่าความหนาแน่นของเซรามิกในอัตราส่วนนี้มีค่ามากที่สุดและยังเป็นผลมาจากการมีอยู่ของ SiCNWs ณ บริเวณขอบเกรน ซึ่งสามารถต้านทานการสึกหรอที่จะเกิดขึ้นได้ โดยพิจารณาได้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่เพิ่มขึ้นและมีค่ามากกว่าเซรามิก BZT สำหรับในเงื่อนไขที่ 2 อัตราการสึกหรอของนาโนคอมโพสิตเซรามิกในอัตราส่วนนี้ก็มีย่าน้อยที่สุดเช่นกัน ถึงแม้ว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิกในอัตราส่วนนี้จะมีค่าลดลงก็ตาม แต่ยังมีผลของค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่เพิ่มขึ้น จากการมีอยู่ของ SiCNWs ณ บริเวณขอบเกรนนั่นเอง แต่เมื่อปริมาณ SiCNWs เพิ่มขึ้น อัตราการสึกหรอก็เพิ่มขึ้นด้วย ทั้งนี้เนื่องจาก ค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่ลดลงอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้ปริมาณของรูพรุนในเซรามิกที่มีการเติม SiCNWs มากกว่า 0.1 ร้อยละโดยน้ำหนักขึ้นไป มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากการสลายตัวของ SiCNWs ซึ่งรูพรุนนั้นทำให้การไหลของห้วงบอลเป็นไปได้ง่ายขึ้น จึงทำให้อัตราการสึกหรอของเซรามิกมีค่ามากกว่าที่ควรจะเป็น ถึงแม้ว่าค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานจะเพิ่มขึ้นก็ตาม



รูป 4.28 อัตราการสึกหรอแบบไถลของผิวเซรามิกนาโนคอมโพสิต BZT - SiCNWs

ตาราง 4.9 สมบัติทางกลของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs เฝ้าขึ้นเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 1

(1-x)BZT-xSiCNWs	H_V (GPa)	K_{IC} (MPa.m ^{1/2})	Wear rate (x10 ⁻³ mm ³ /m)
BZT	3.46 ± 0.09	0.0355 ± 0.0126	0.3936
0.9BZT - 0.1SiCNWs	6.40 ± 0.42	0.0328 ± 0.0118	0.2121
0.5BZT - 0.5SiCNWs	5.39 ± 0.40	0.0512 ± 0.0161	0.3383
1.0SiCNWs	3.98 ± 0.20	0.0670 ± 0.0046	0.6194
3.0SiCNWs	1.97 ± 0.31	0.0874 ± 0.0144	0.6354

ตาราง 4.10 สมบัติทางกลของนาโนคอมโพสิตเซรามิก BZT - SiCNWs เฝ้าขึ้นเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่ 2

(1-x)BZT - xSiCNWs	H_V (GPa)	K_{IC} (MPa.m ^{1/2})	Wear rate (x10 ⁻³ mm ³ /m)
BZT	4.99 ± 0.07	0.0238 ± 0.0034	0.4033
0.9BZT - 0.1SiCNWs	5.66 ± 0.39	0.1958 ± 0.0977	0.0929
0.5BZT - 0.5SiCNWs	3.83 ± 0.10	0.1233 ± 0.0267	0.3930
1.0SiCNWs	2.07 ± 0.04	0.2108 ± 0.0351	0.4030
3.0SiCNWs	1.22 ± 0.18	0.4224 ± 0.1035	1.8907