

บทที่ 4

ผลการวิจัย

4.1 สารตั้งต้น

4.1.1 การกระจายขนาดอนุภาค

การกระจายขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นได้แก่ PbO, ZrO₂, TiO₂, SrCO₃ และ Bi₂O₃ แสดงดังตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1-4.5

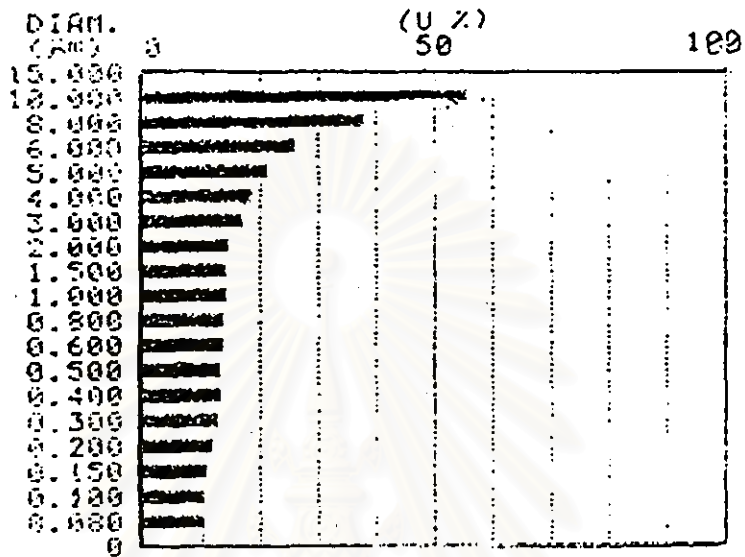
ตารางที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นที่ใช้เตรียมเซรามิก

สารตั้งต้น	<20 µm	<10 µm	<8 µm	<6 µm	<4 µm	<2 µm	<1.5 µm	<1.0 µm	<0.8 µm	<0.5 µm
PbO	100.0	56.2	38.3	26.4	18.8	14.9	14.6	14.4	14.1	13.8
ZrO ₂	100.0	90.3	86.0	79.6	63.3	35.3	31.1	23.5	19.5	12.4
TiO ₂	99.4	97.6	96.8	96.8	96.8	96.1	96.1	95.9	93.6	70.1
SrCO ₃	99.4	97.8	97.1	94.8	88.4	52.5	40.0	17.0	9.7	0.0
Bi ₂ O ₃	100.0	43.4	28.9	17.5	8.2	3.0	2.4	2.4	2.2	1.7

สารตั้งต้นส่วนใหญ่มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า 1.5 ไมครอน สาร PbO, ZrO₂, SrCO₃ และ Bi₂O₃ มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 1.5 ไมครอนอยู่ประมาณร้อยละ 14.6, 31.1, 40.0 และ 2.4 ตามลำดับ สาร ZrO₂ และ SrCO₃ มีการกระจายอนุภาคกว้าง ในขณะที่ PbO และ Bi₂O₃ มีการกระจายขนาดอนุภาคเป็นแบบแคบ ส่วนสาร TiO₂ มีขนาดละเอียดกว่าสารอื่นๆโดยมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 1.5 ไมครอนอยู่ประมาณร้อยละ 96.1 และมีการกระจายขนาดอนุภาคแบบแคบหรือมีปริมาณอนุภาคในช่วงขนาด 1.5-20 ไมครอน แตกต่างกันอย่างมา

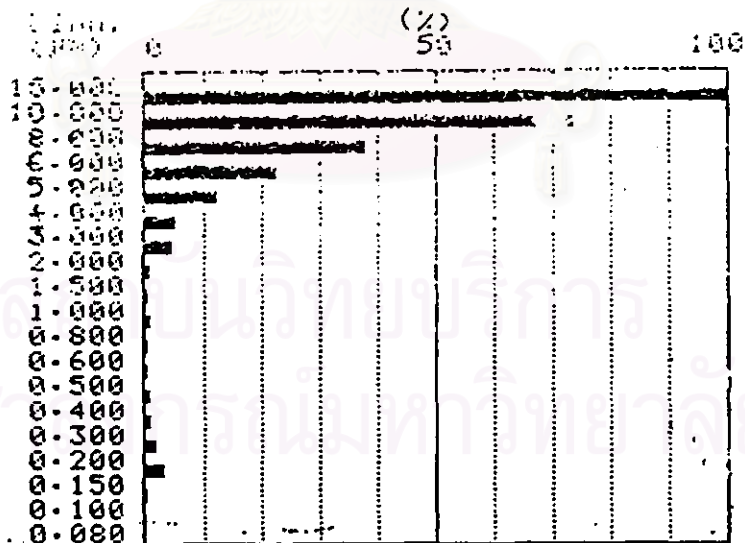
CUMULATIVE GRAPH

SAMPLE ID P80
 SAMPLE # 1



DIFFERENTIAL GRAPH

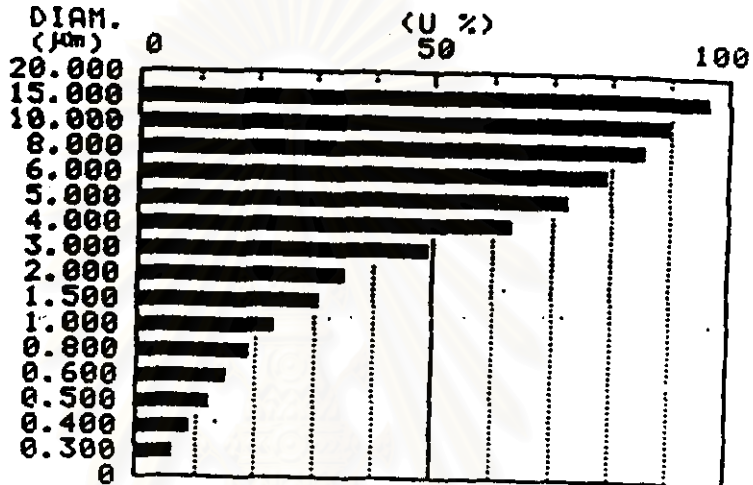
SAMPLE ID P80
 SAMPLE #



รูปที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของสาร PbO

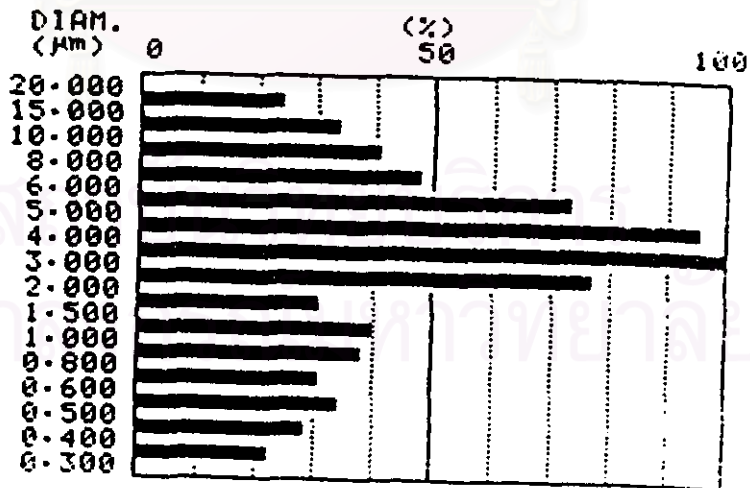
<CUMULATIVE GRAPH>

SAMPLE ID ZR02 (2)
SAMPLE # 1



<DIFFERENTIAL GRAPH>

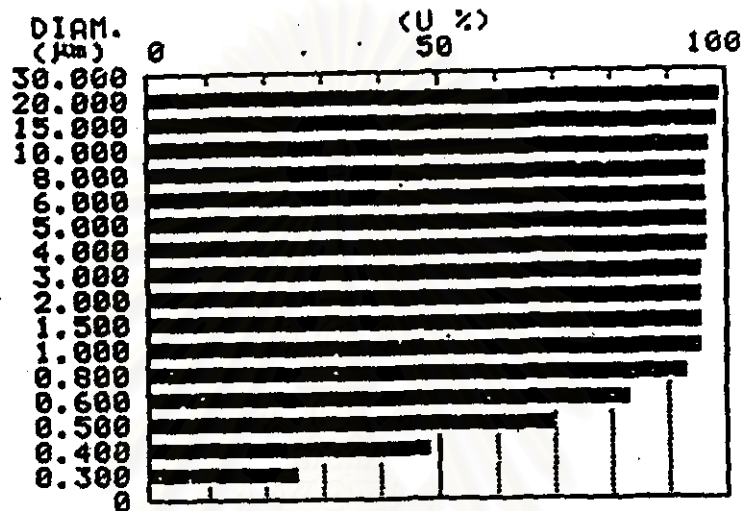
SAMPLE ID ZR02 (2)
SAMPLE # 1



รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของสาร ZrO₂

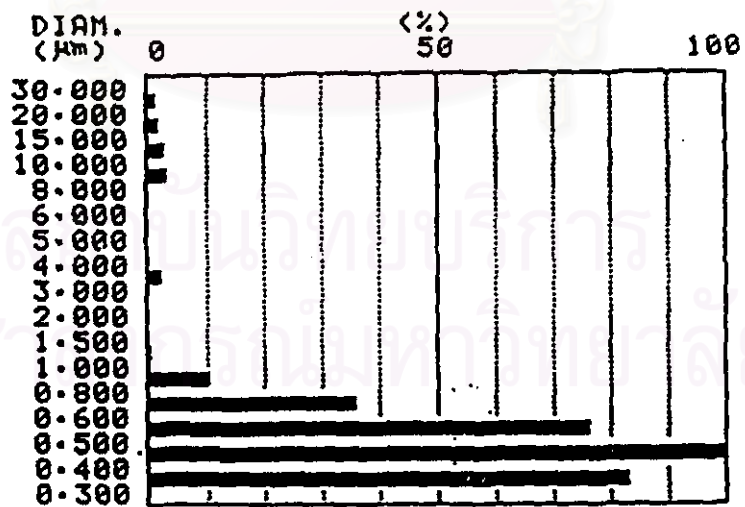
<CUMULATIVE GRAPH>

SAMPLE ID T102
SAMPLE # 02



<DIFFERENTIAL GRAPH>

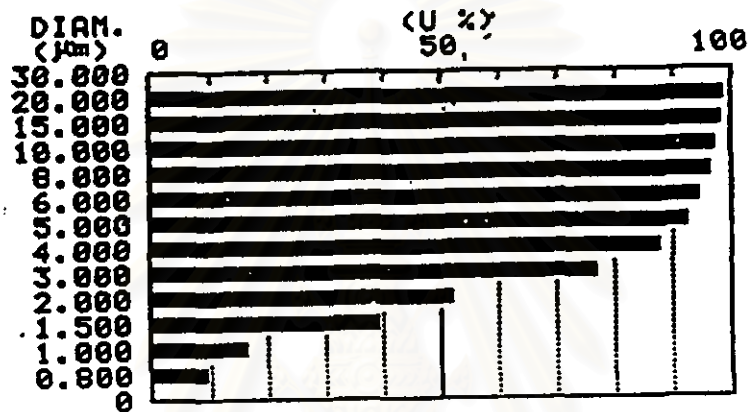
SAMPLE ID T102
SAMPLE # 02



รูปที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของสาร TiO₂

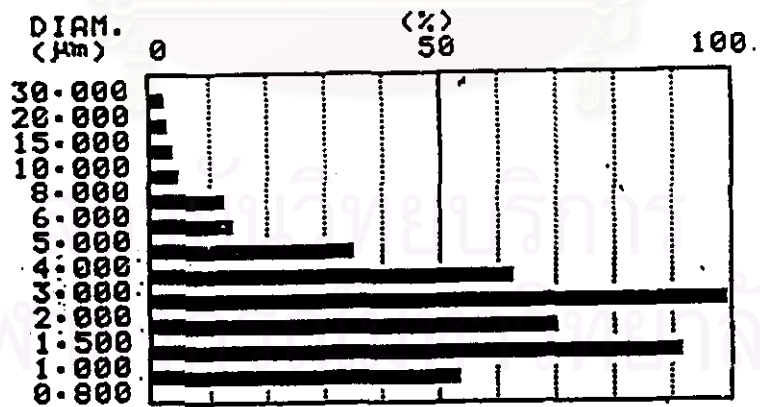
<CUMULATIVE GRAPH>

SAMPLE ID SRC03
SAMPLE # 02



<DIFFERENTIAL GRAPH>

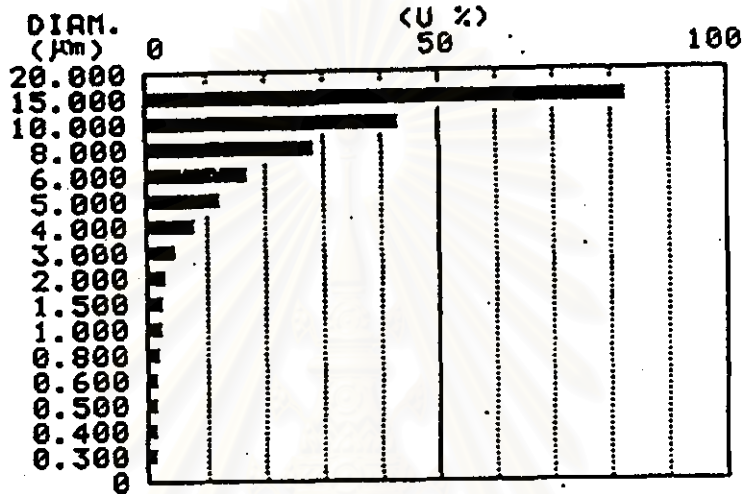
SAMPLE ID SRC03
SAMPLE # 02



รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของสาร SrCO₃

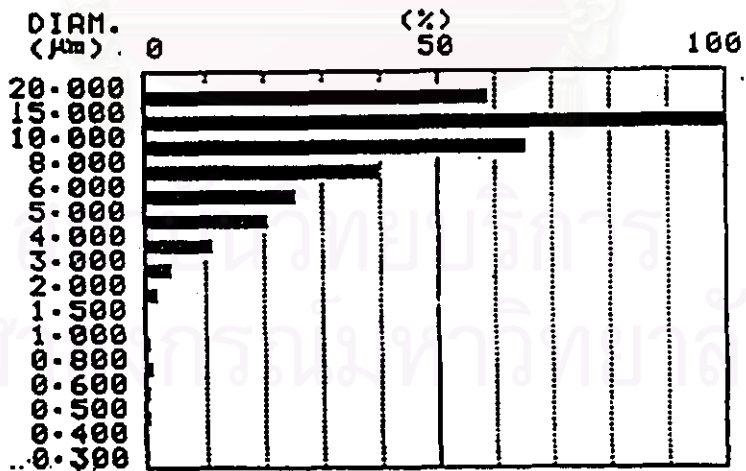
<CUMULATIVE GRAPH>

SAMPLE ID B1203
 SAMPLE # 01



<DIFFERENTIAL GRAPH>

SAMPLE ID B1203
 SAMPLE # 01



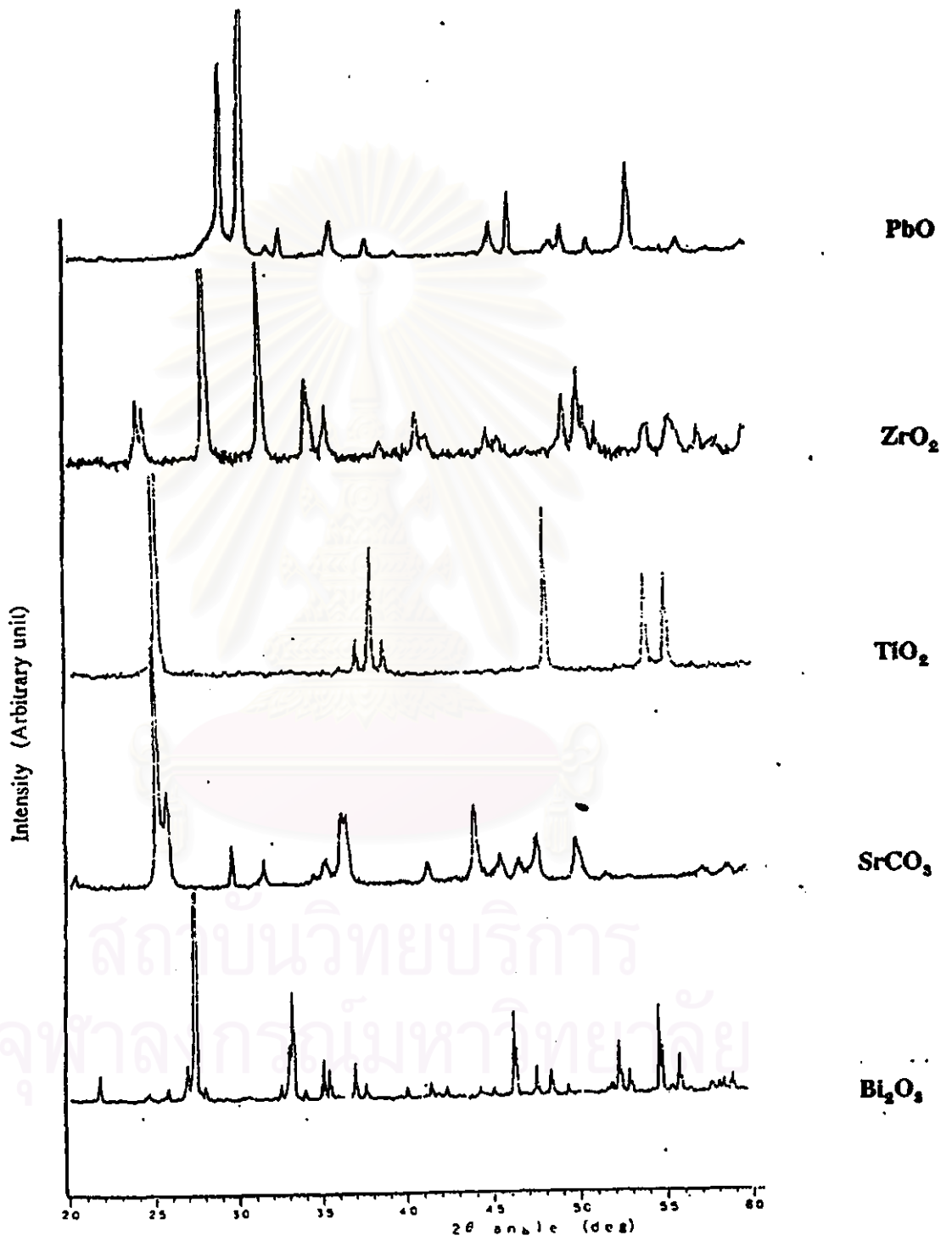
รูปที่ 4.5 การกระจายขนาดอนุภาคของสาร Bi₂O₃

4.1.2 การวิเคราะห์เฟส

X-ray diffraction pattern ของสารตั้งต้นแสดงดังรูปที่ 4.6 ผลวิเคราะห์ แสดงว่าสารตั้งต้น PbO , ZrO_2 , TiO_2 , $SrCO_3$ และ Bi_2O_3 ที่ใช้ในการวิจัยเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน PbO หมายเลข 38-1477 (Lead oxide/ Massicot), ZrO_2 หมายเลข 36-420 (Zirconium oxide/ Baddeleyite, syn), TiO_2 หมายเลข 21-1272 (Titanium oxide/ Anatase, syn), $SrCO_3$ หมายเลข 5-418 (Strontium carbonate/ Strontanite, syn) และ Bi_2O_3 หมายเลข 27-52 (Bismuth oxide) ตามลำดับ (คู่มือภาคผนวก ข.) เฟสของสารตั้งต้นที่ใช้เป็นสารประกอบเดี่ยวที่ไม่มีสารอื่นปนเปื้อน



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.6 XRD pattern ของสารตั้งต้นที่ใช้เตรียมเซรามิก
(PbO, ZrO₂, TiO₂, SrCO₃ และ Bi₂O₃)

4.2 การเผาแคลไซน์เพื่อเตรียมสาร PZT

4.2.1 การกระจายขนาดอนุภาค

การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่ได้จากการบดผสมสารตั้งต้นนาน 24, 26, 28 และ 30 ชม. แสดงดังตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.7-4.10

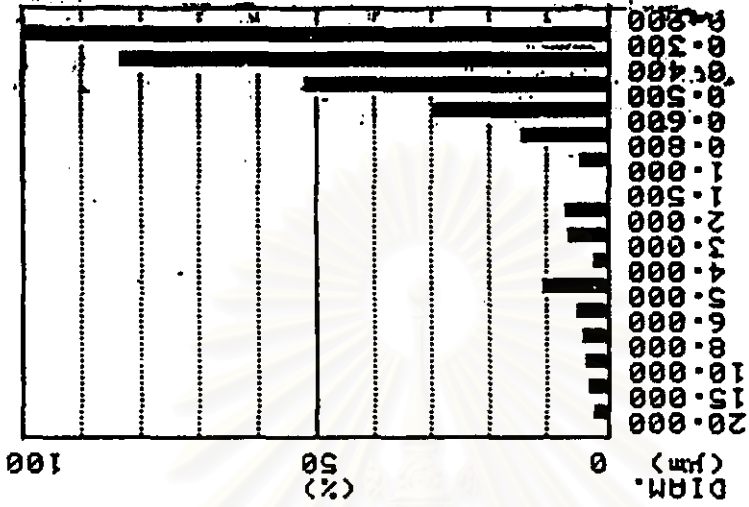
ตารางที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมในเวลาต่างๆ

เวลา (ชม.)	<20 μm	<10 μm	<8 μm	<6 μm	<4 μm	<2 μm	<1.5 μm	<1.0 μm	<0.8 μm	<0.5 μm
24	100.0	98.5	97.8	96.8	94.3	91.7	90.1	90.1	89.3	82.1
26	100.0	99.0	98.6	98.0	96.6	94.0	92.4	91.2	90.3	84.0
28	100.0	99.2	98.8	98.3	97.9	96.2	95.0	95.0	93.9	87.1
30	100.0	99.6	99.4	99.1	98.8	97.6	96.5	96.5	95.0	89.2

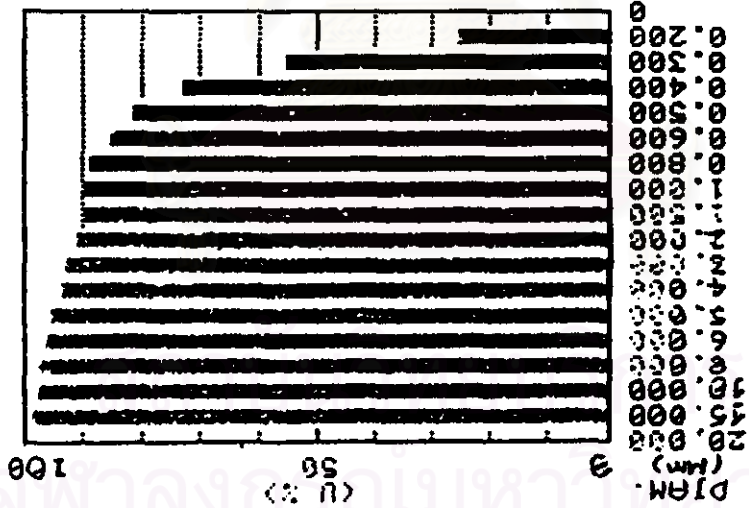
สารผสมมีขนาดอนุภาคเล็กลงเมื่อเพิ่มเวลาในการบด การบดผสมนาน 28 ชม. ได้สารผสมที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 1.5 ไมครอนอยู่ร้อยละ 95 และมีความแตกต่างจากการบดผสมนาน 30 ชม. เพียงเล็กน้อย เวลาในการบดผสมสารตั้งต้นนาน 28 ชม. จึงเพียงพอสำหรับสารผสมก่อนการเผาแคลไซน์

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.7 การกระจายขนาดอนุภาคของตัวอย่าง 24 ชม.



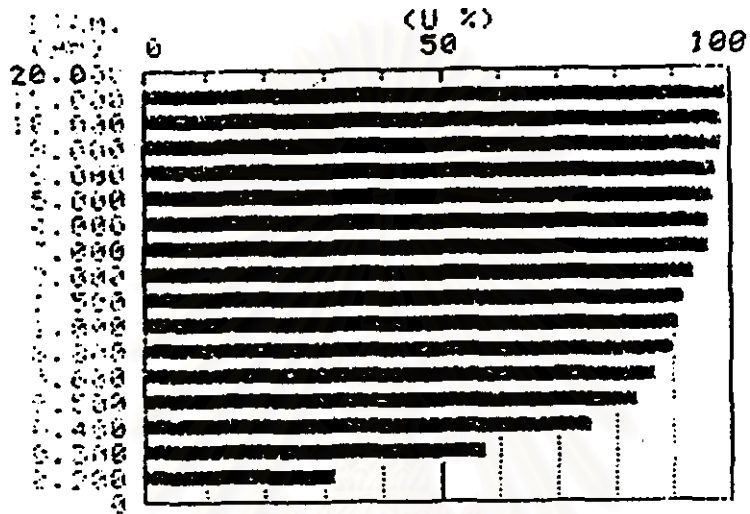
<DIFFERENTIAL GRAPH>
 SAMPLE ID PZT 24H # 2



<CUMULATIVE GRAPH>
 SAMPLE ID PZT 24H # 2

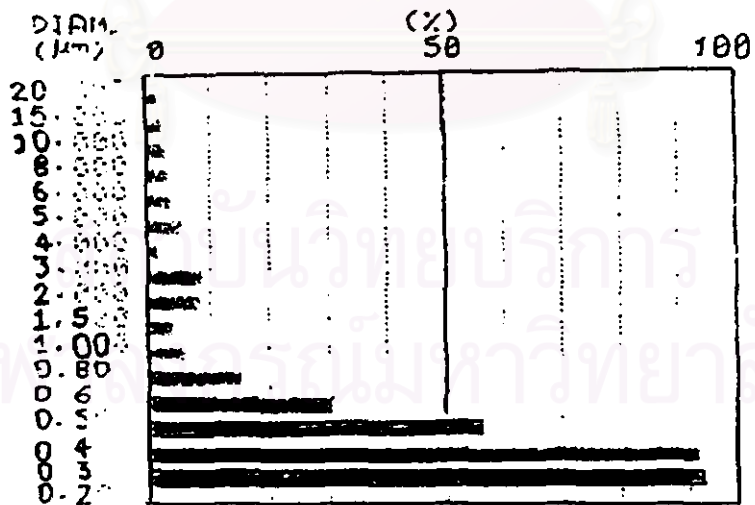
< CUMULATIVE GRAPH >

SAMPLE ID FZT 26H
 SAMPLE # 2

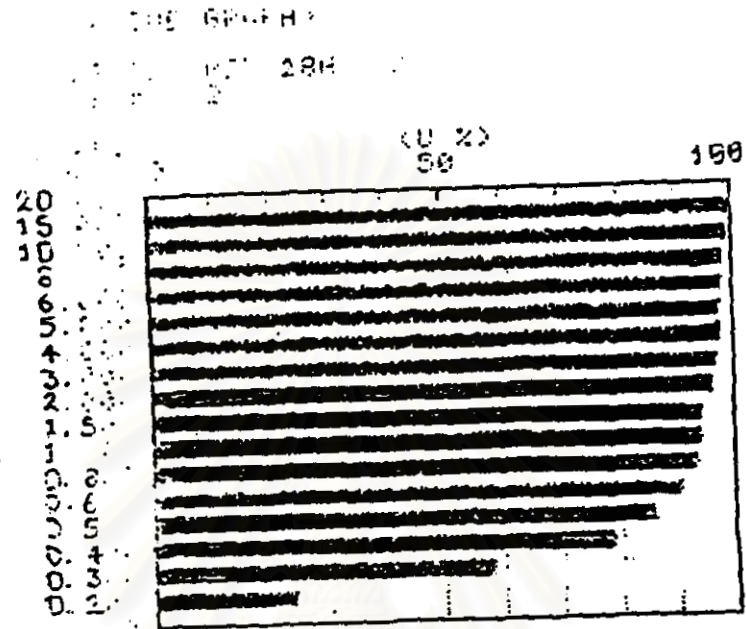


< DIFFERENTIAL GRAPH >

SAMPLE ID FZT 26H
 SAMPLE # 2

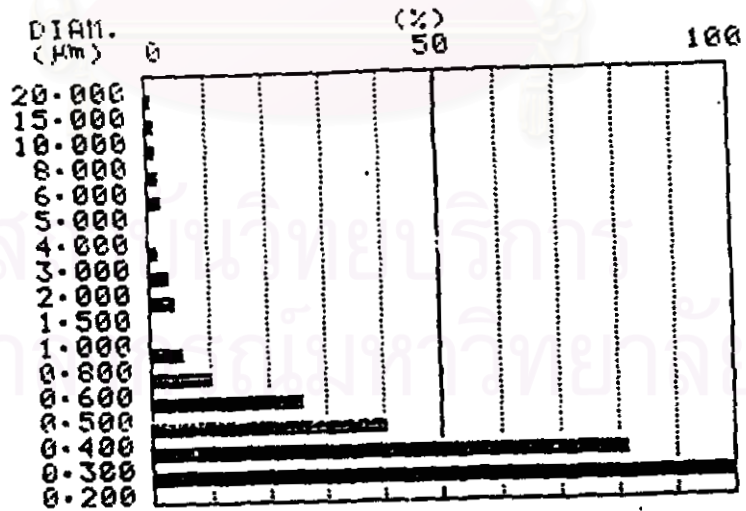


รูปที่ 2.8 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่บดนาน 26 ชม.



<DIFFERENTIAL GRAPH>

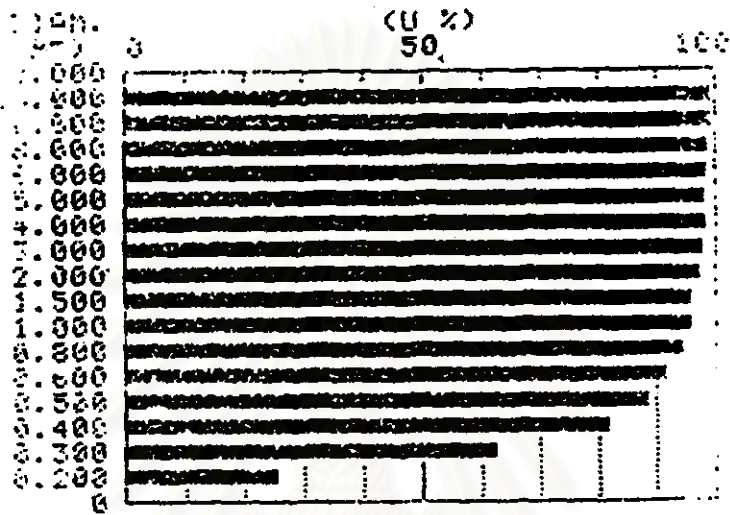
SAMPLE ID PZT 28H
 SAMPLE # 2



รูปที่ 2.9 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่บดนาน 28 ชม.

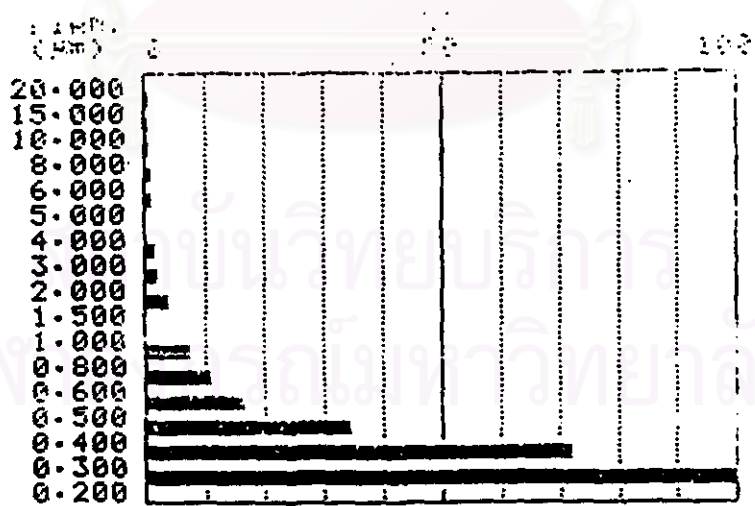
<RELATIVE GRAPH>

FILE ID P2T 30H
 FILE # 1



<DIFFERENTIAL GRAPH>

FILE ID P2T 30H
 FILE # 1



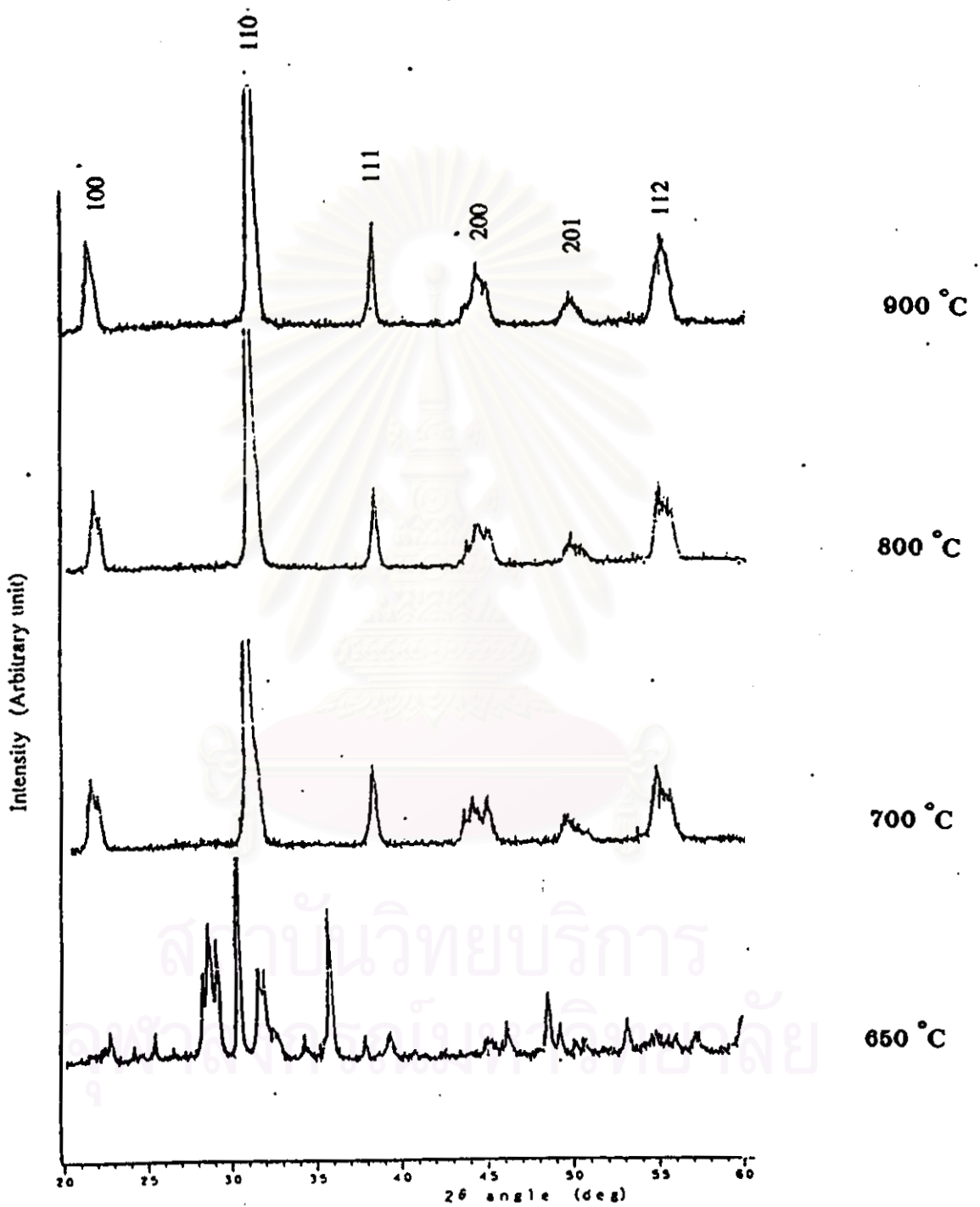
รูปที่ 4.10 การกระจายขนาดอนุภาคของสารผสมที่บดนาน 30 ชม.

4.2.2 การวิเคราะห์เฟส

X-ray diffraction pattern ของสารผสมสูตร PZT ที่ได้จากการบดผสมสารตั้งต้นนาน 28 ชม. และนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆแสดงดังรูปที่ 4.11 ผลวิเคราะห์แสดงว่าอุณหภูมิเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 700 °C เริ่มแสดงเฟสของสารประกอบ PZT ซึ่งเปรียบเทียบกับได้กับการคำนวณฐาน $Pb(Zr_{0.52} Ti_{0.48})O_3$ หมายเลข 33-784 (Lead zirconium titanium oxide) ดังแสดงในภาคผนวก ข. อย่างไรก็ตามตามอุณหภูมิเผาแคลไซน์ที่ 700 °C ยังมีร่องรอยของเฟสอื่นๆ และที่คยังไม่มีความคมชัดเมื่อเทียบกับเฟสหลังเผาที่อุณหภูมิ 800 °C (ดูในภาคผนวก ข.) ส่วนการเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 800 °C ขึ้นไปแสดงเฉพาะเฟสเดี่ยว (Single phase) ของสาร PZT



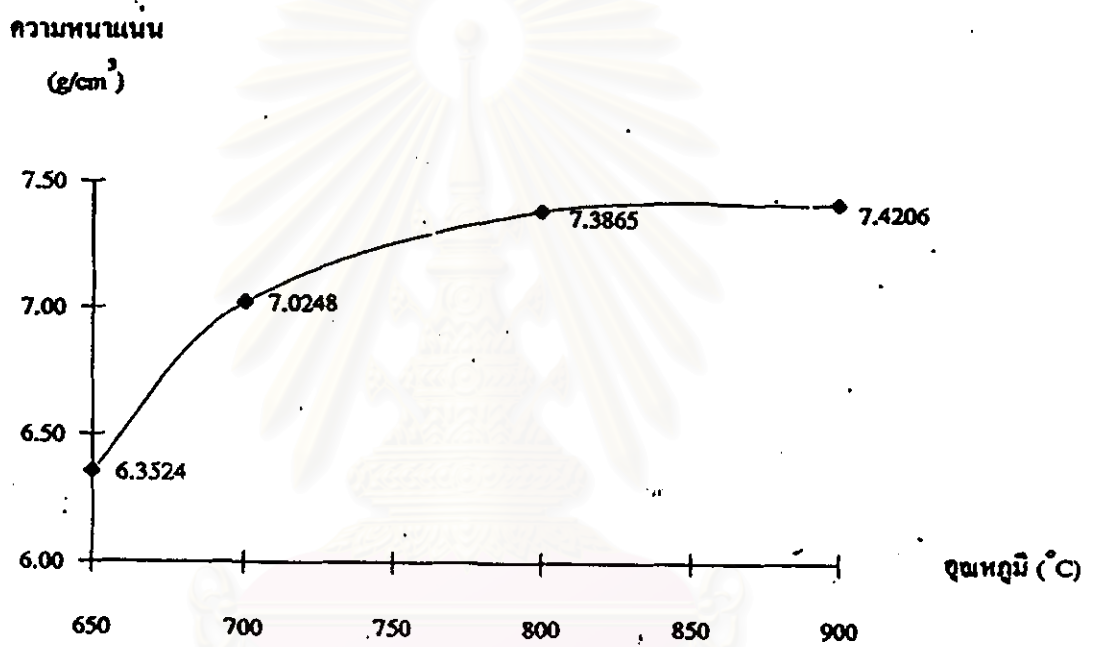
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.11 XRD pattern ของสารผสมอสังกะสีที่อุณหภูมิต่างๆ

4.2.3 ความหนาแน่น

ความหนาแน่นของสารผสมสูตร PZT หลังเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ
เผาแคลไซน์ดังแสดงรูปที่ 4.12

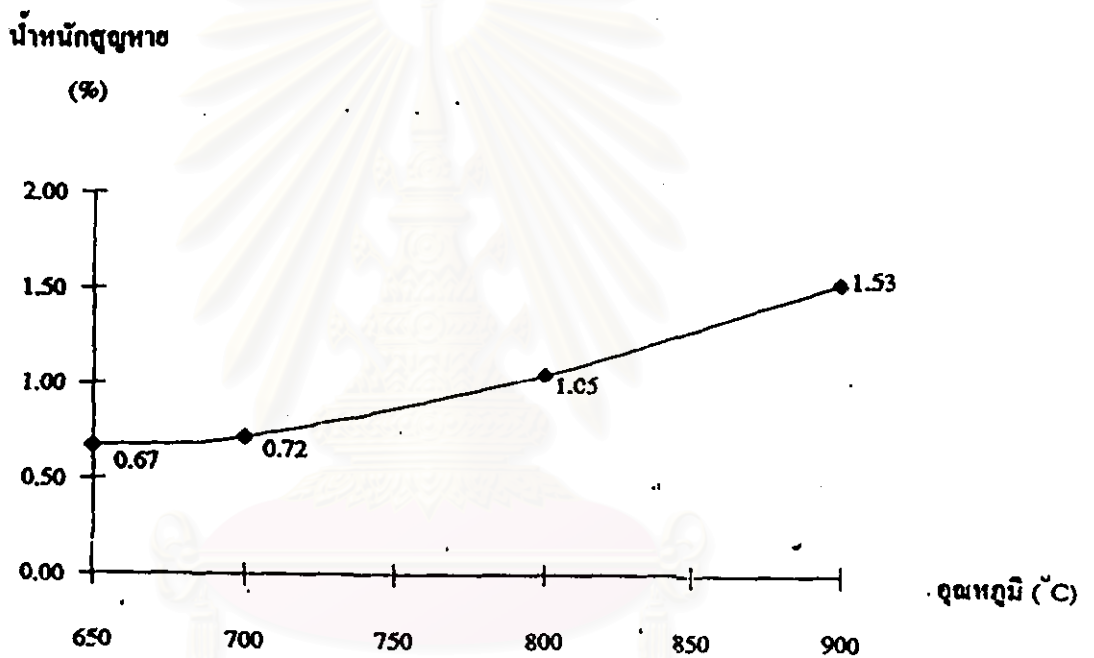


รูปที่ 4.12 ความหนาแน่นของสารผสมหลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.4 เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหาย

เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายของสารผสมสูตร PZT หลังเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาแคลไซน์ดังแสดงรูปที่ 4.13 การเผาที่อุณหภูมิ 900 °C หรือสูงกว่ามีการระเหยของ PbO ที่เป็นปัจจัยทำให้เกิดการสูญเสีย stoichiometry ของสารประกอบ PZT ได้



รูปที่ 4.13 เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายของสารผสมดังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

การเผาแคลไซน์สารผสมที่อุณหภูมิ 800 °C สามารถได้สาร PZT เป็นเฟสเดียว มีความหนาแน่นเท่ากับ 7.38 g/cm³ และน้ำหนักสูญหายสูงร้อยละ 1.05 การเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C มีน้ำหนักสูญหายสูงร้อยละ 1.53 เนื่องจากการระเหยของ PbO มากขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 838 °C การระเหยของ PbO ก่อปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงเลือกใช้ อุณหภูมิเผาแคลไซน์ที่ 800 °C นาน 2 ชม. สำหรับการศึกษา

4.3 การเผาซินเทอร์สาร PZT

4.3.1 การวิเคราะห์เฟส

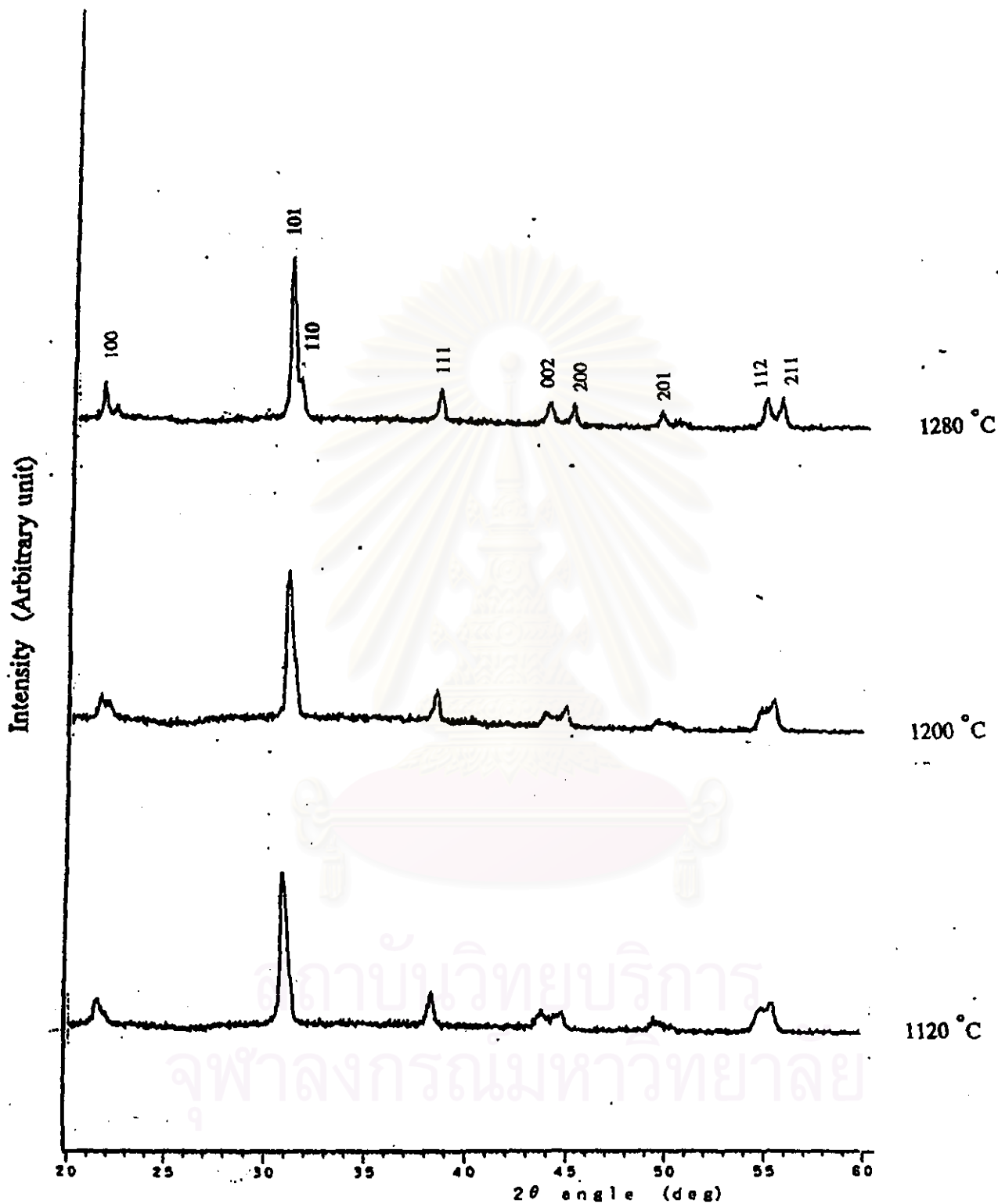
X-ray diffraction pattern ของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1120, 1200 และ 1280 °C แสดงเฟสเดี่ยวของสาร PZT ดังแสดงรูปที่ 4.14 การคำนวณค่า lattice parameters และความหนาแน่นทางทฤษฎี (Theoretical density) อ้างอิงจากรูปผลึกแบบเตตระโกนอล (ข้อมูลและการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.) เนื่องจากการแยกพีคของระนาบ (002) และ (200)

ค่า lattice parameters ของสาร PZT แสดงดังตารางที่ 4.3 สาร PZT ที่ถูกเตรียมขึ้นมีค่า c/a ระหว่าง 1.02-1.03 ซึ่งค่า c/a คงที่เพราะเป็นสารประกอบเดียวกัน อย่างไรก็ตาม ความแตกต่างที่เกิดขึ้นเนื่องจากผลของการเตรียมสารเช่น การชั่งน้ำหนักสารตั้งต้น เป็นต้น

ตารางที่ 4.3 Lattice parameters ของสาร PZT กับอุณหภูมิเผาซินเทอร์

อุณหภูมิ (°C)	c (Å)	a (Å)	c/a
1120	4.1346	4.0488	1.0212
1200	4.1346	4.0512	1.0206
1280	4.1468	4.0372	1.0271

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.14 XRD pattern ของสาร PZT ห้างเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

4.3.2 ความหนาแน่น

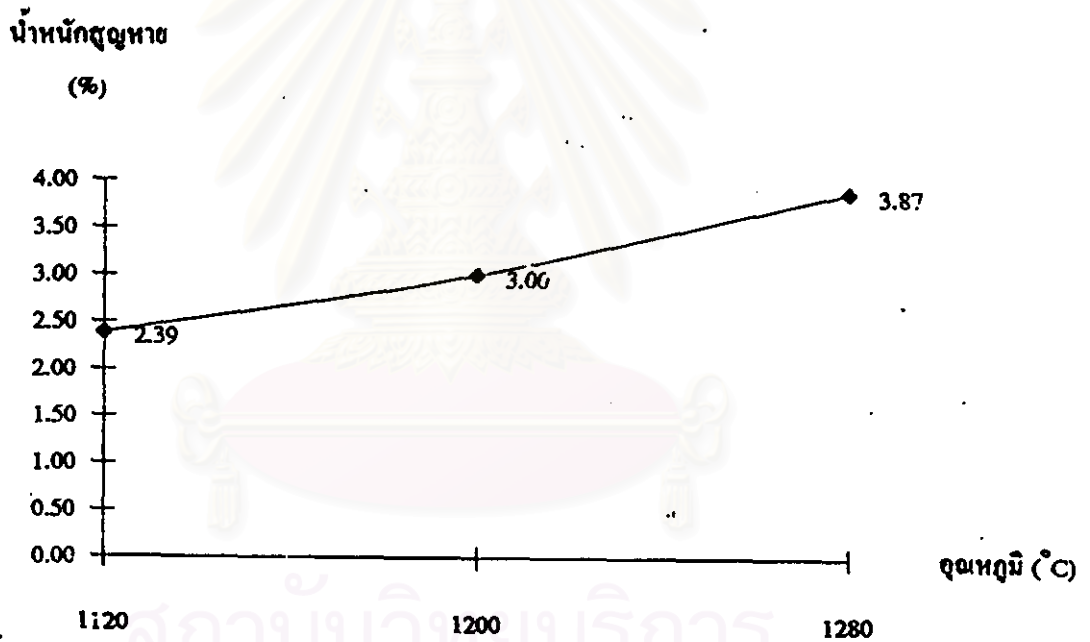
เปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นทางทฤษฎีของเม็ดสารก่อนเผาซินเทอร์ (Green density) มีค่าอยู่ในช่วง 62-64 ค่าความหนาแน่น ระดับรูพรุน ค่าการดูดซับน้ำ และเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นทางทฤษฎีหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.4 ความหนาแน่นและระดับรูพรุนของเม็ดสารลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์ ในขณะที่ค่าการดูดซับน้ำของ PZT มีค่าประมาณ 0.0003 ซึ่งไม่มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิเผาซินเทอร์ สำหรับเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นทางทฤษฎีหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆแสดงความสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นรวมของสาร PZT คือมีการเปลี่ยนแปลงจากร้อยละ 97 เป็นร้อยละ 95 เมื่ออุณหภูมิเผาซินเทอร์เปลี่ยนแปลงจาก 1120 ถึง 1280 °C อย่างไรก็ตามผลของระดับรูพรุนและการดูดซับน้ำของการทดลองไม่สอดคล้องกับความหนาแน่นรวม โดยทั่วไปความหนาแน่นต่ำเมื่อค่าระดับรูพรุนและค่าการดูดซับน้ำสูง ทั้งนี้ความคลาดเคลื่อนอาจเกิดจากรูพรุนที่เกิดภายในชิ้นงานมีขนาดเล็กจนไมเลกุลของน้ำไม่สามารถแทรกเข้าไปในรูพรุนได้

ตารางที่ 4.4 ความหนาแน่นของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	ρ_{bulk} (g/cm ³)	$\rho_{apparent}$ (g/cm ³)	ระดับรูพรุน	ค่าการดูดซับน้ำ	เปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นทางทฤษฎี
1120	7.7353	7.7510	0.0021	0.0003	96.82
1200	7.7015	7.7173	0.0020	0.0002	96.51
1280	7.6267	7.6394	0.0016	0.0002	95.20

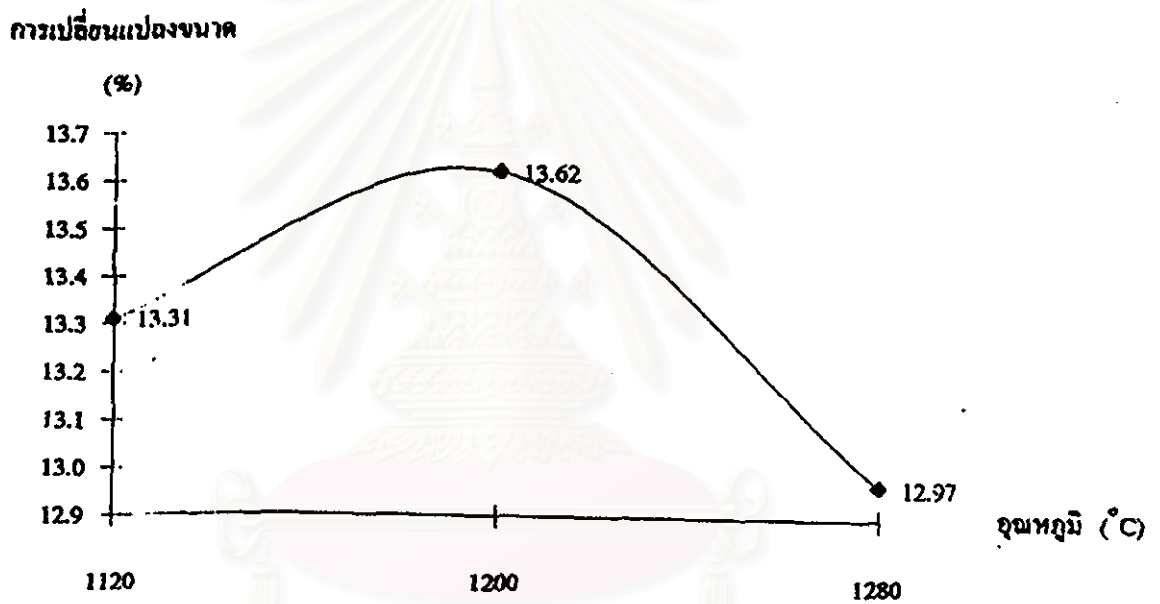
4.3.3 เปรอ์เซนต์น้ำหนักสูญหายและเปอร์เซนต์การเปลี่ยนแปลงขนาด

เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์แสดงดังรูปที่ 4.15 น้ำหนักสูญหายเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์ การเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C มีน้ำหนักสูญหายถึงร้อยละ 3.87 มากกว่าน้ำหนักสูญหายหลังเผาที่อุณหภูมิ 1120 °C ถึงร้อยละ 1.48 อุณหภูมิสูงมีผลทำให้การระเหยของ PbO สูงเช่นกัน



รูปที่ 4.15 เปรอ์เซนต์น้ำหนักสูญหายของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงขนาดของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่แสดงดัง
 รูปที่ 4.16 การเปลี่ยนแปลงขนาดหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีค่าใกล้เคียงกันคือ
 ประมาณร้อยละ 13



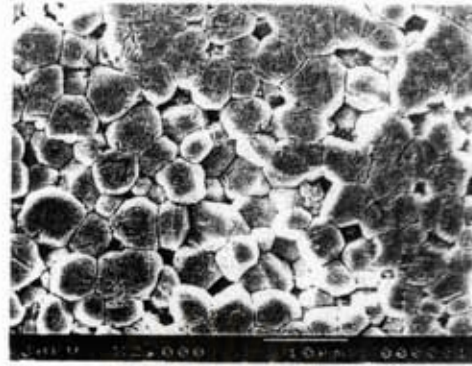
รูปที่ 4.16 เปอร์เซนต์การเปลี่ยนแปลงขนาดของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3.4 จุดโครงสร้าง

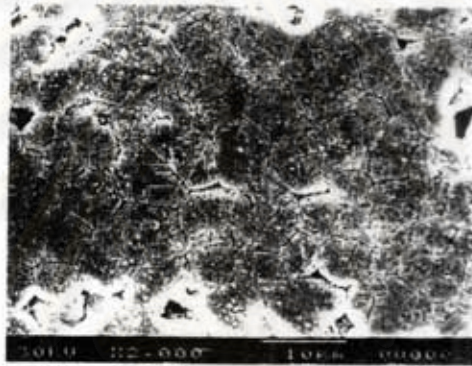
จุดโครงสร้างของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆแสดงดังรูปที่ 4.17 และขนาดเกรนของสาร PZT แสดงดังรูปที่ 4.18 จุดโครงสร้างหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1120°C แสดงลักษณะเกรนมีรูปร่างไม่แน่นอน ขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 4.5 ไมครอน และรอยต่อระหว่างเกรนบางบริเวณแสดงรูพรุนหรือการหลุดของเกรนออกจากเม็ดสาร การเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1200°C มีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 6.2 ไมครอน และยังคงแสดงรูพรุนบริเวณรอยต่อระหว่างเกรน การเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280°C มีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 11.6 ไมครอน และร่องรอยของรูพรุนสามารถสังเกตในบางบริเวณของรอยต่อระหว่างเกรนและภายในเกรน จุดโครงสร้างที่อุณหภูมิ 1280°C มีความหนาแน่นของเกรนมากกว่าที่อุณหภูมิ 1200°C และ 1120°C และปริมาณรูพรุนของจุดโครงสร้างที่อุณหภูมิ 1120°C สูงสุด

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



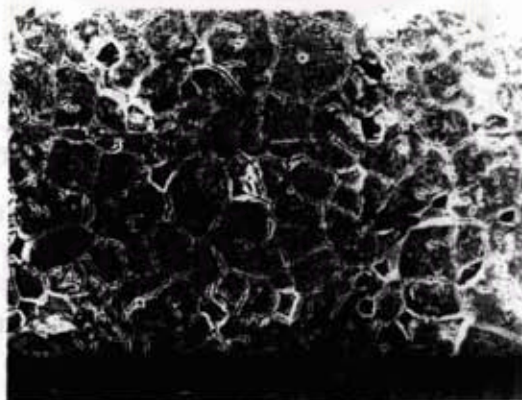
10 μm

1)



10 μm

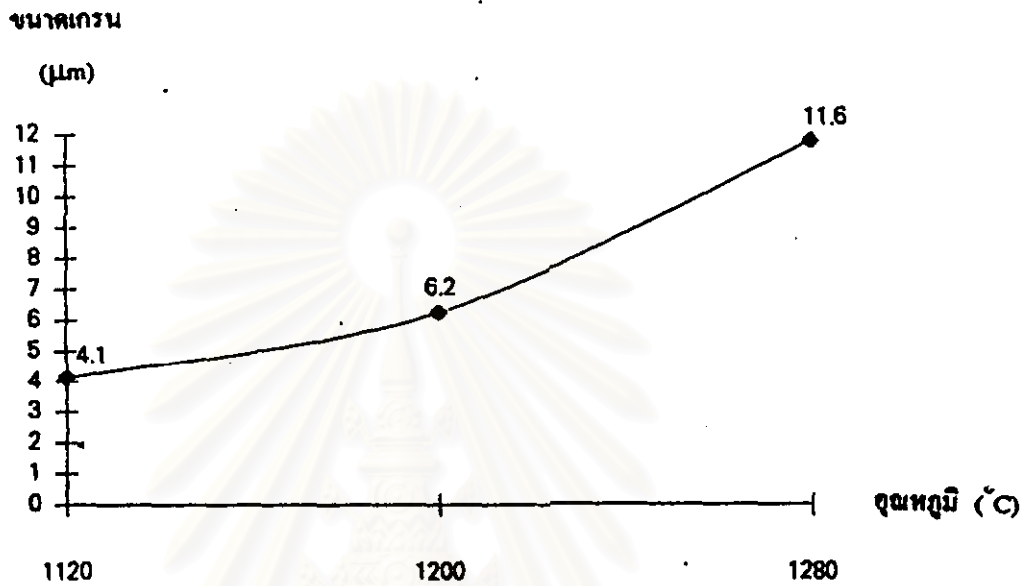
2)



10 μm

3)

รูปที่ 4.17 จุดโครงสร้างของสาร PZT ห้างเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ
1) 1120 °C, 2) 1200 °C และ 3) 1280 °C



รูปที่ 4.18 ขนาดเกรนของสาร PZT กับอุณหภูมิเผาซินเทอร์

4.3.5 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริก

ความถี่รีโซแนนซ์ (f_r) และแอนตี้-รีโซแนนซ์ (f_a) ของสาร PZT แสดงดังตารางที่ 4.5 ค่า f_r อยู่ในช่วง 160-185 kHz และค่า f_a อยู่ในช่วง 170-200 kHz ค่า f_r , f_a แสดงแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงไม่ขึ้นกับอุณหภูมิเผาซินเทอร์สาร PZT

ตารางที่ 4.5 ช่วงความถี่ f_r และ f_a ของสาร PZT

อุณหภูมิ (°C)	f_r (kHz)	f_a (kHz)
1120	160-170	170-180
1200	165-180	175-185
1280	168-185	180-200

สาร PZT ที่ผ่านการโพลีมีค่า d_{33} , K , g_{33} , k_p , Q_m และ $\tan \delta$ แสดงดังตารางที่ 4.6 ค่า d_{33} , k_p เพิ่มขึ้น ส่วนค่า K ลดลงตามอุณหภูมิเพาซีเทออร์ ค่า Q_m , $\tan \delta$ ไม่แสดงแนวโน้มที่ชัดเจน ค่า Q_m จากการทดลองมีค่าประมาณ 185 สำหรับสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีคือ $d_{33} = 200 \text{ pC/N}$, $k_p = 0.48$ และ $\tan \delta = 0.96\%$ เป็นสมบัติของสาร PZT ที่เพาซีเทออร์ที่อุณหภูมิ 1280°C จึงใช้เป็นอุณหภูมิสำหรับการศึกษาคต่อไป

ตารางที่ 4.6 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกของสาร PZT

อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	K (1 kHz)	d_{33} (pC/N)	$g_{33} * 10^{-3}$ (Vm/N)	k_p	Q_m	$\tan \delta$ (%)
1120	916.8	121.4	15.0	0.27	185.59	1.29
1200	908.1	153.0	15.0	0.36	126.47	1.37
1280	867.7	200.8	26.1	0.48	198.54	0.96

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4 การเติมสตรอนเชียม

4.4.1 การวิเคราะห์ผล

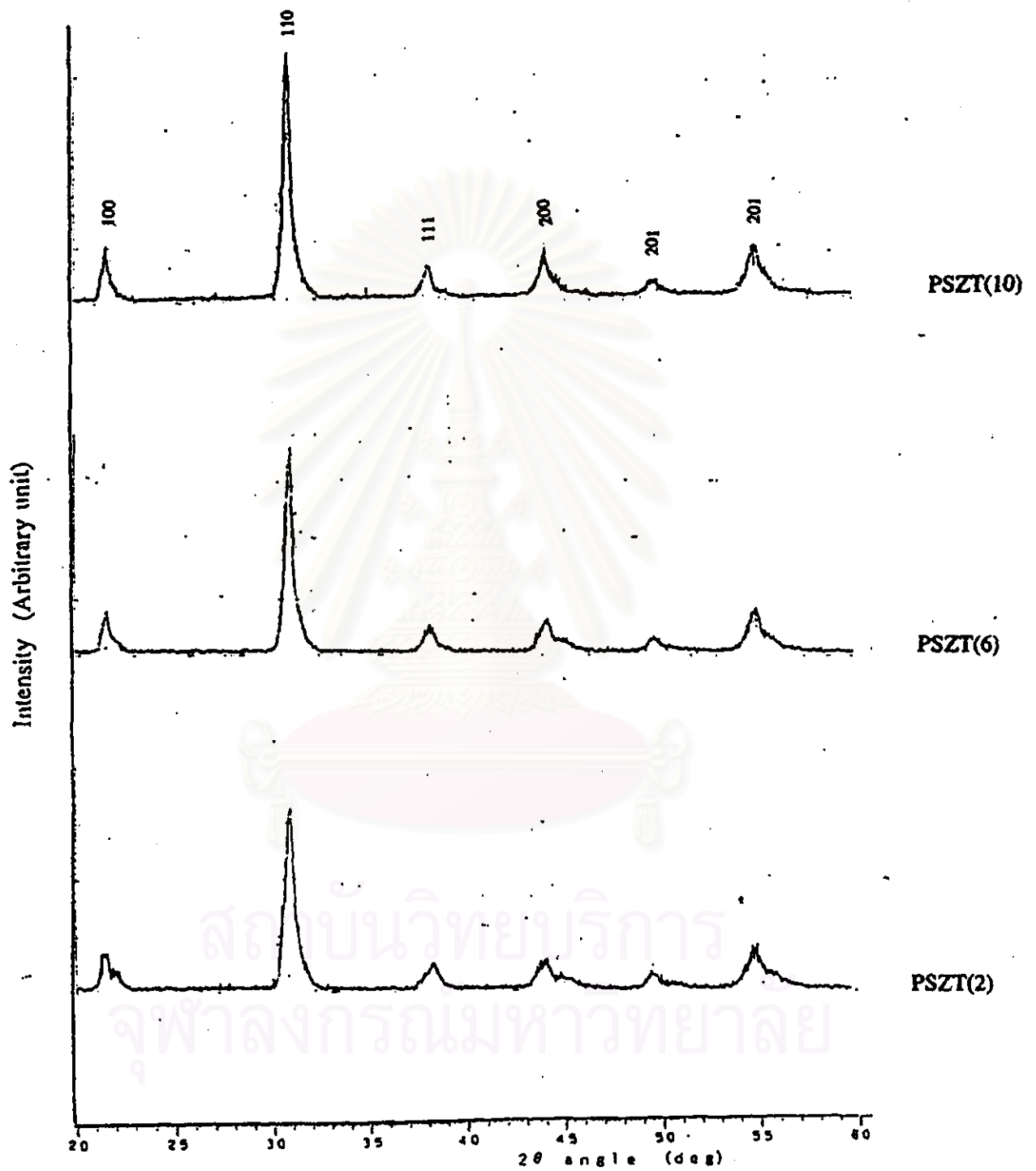
X-ray diffraction pattern หลังเผาแคลไซน์สาร PSZT(2), PSZT(6) และ PSZT(10) แสดงเฉพาะเฟสเดียวของสาร PSZT ดังแสดงรูปที่ 4.19

X-ray diffraction pattern ของสาร PSZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C แสดงเฟสเดียวของสาร PSZT ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเตตระโกนอตกดังแสดงรูปที่ 4.20

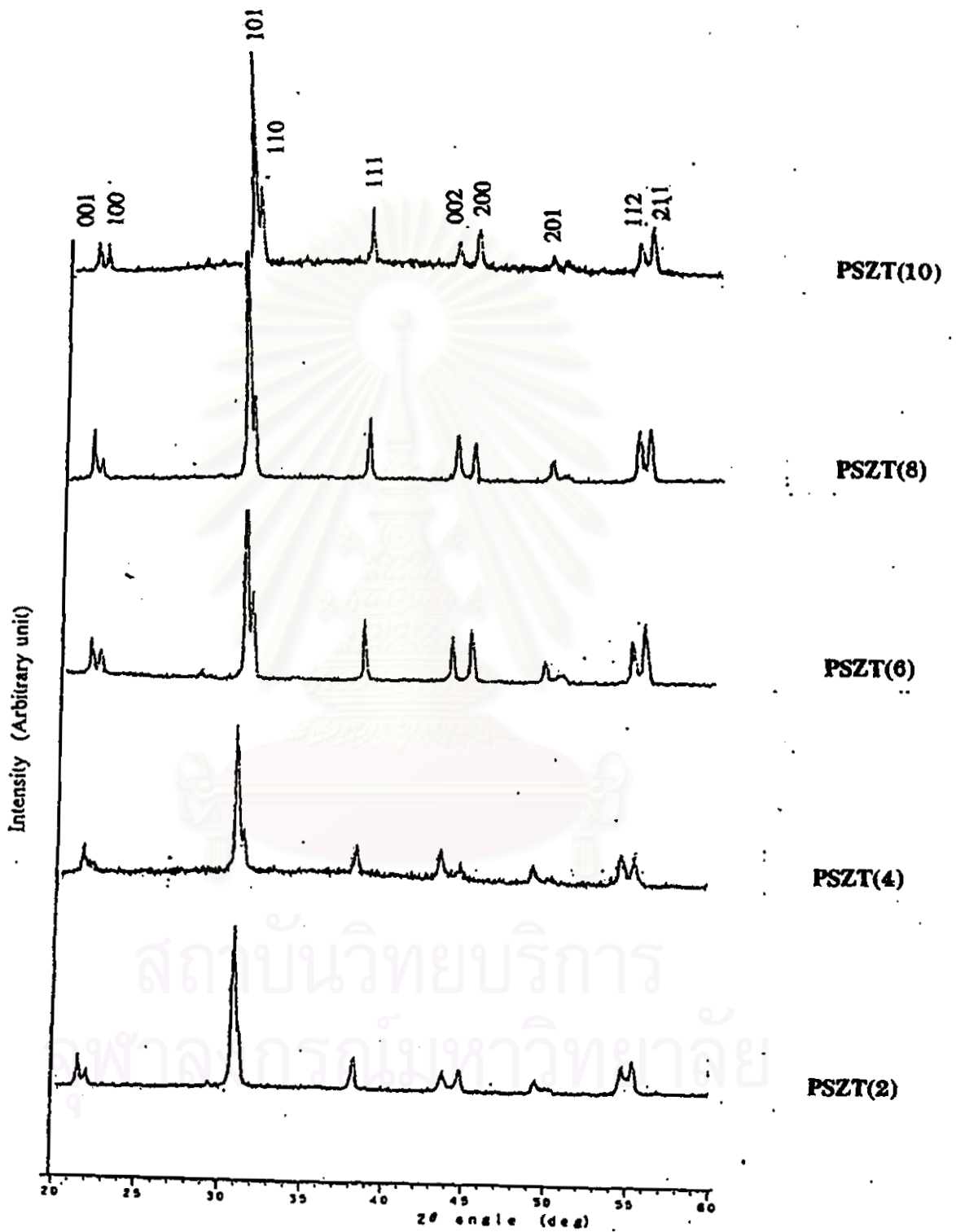
ค่า lattice parameters ของสาร PSZT คำนวณจากโครงสร้างแบบเตตระโกนอตกแสดงตารางที่ 4.7 และแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงค่า c/a ดังแสดงรูปที่ 4.21 การเติม Sr มีผลสำคัญต่อการลดค่าสัดส่วน c/a แม่ผลวิเคราะห์แสดงแนวโน้มไม่ชัดเจนเช่น PSZT(2) และ PSZT(10) แสดงค่าสัดส่วน c/a เท่ากับ 1.023 และ 1.026 ตามลำดับ ทั้งนี้อาจมีผลมาจากการขาด stoichiometry ของสารประกอบหรือเกิดความคลาดเคลื่อนในน้ำหนักของสารตั้งต้น

ตารางที่ 4.7 Lattice parameters ของสาร PSZT สูตรต่างๆ

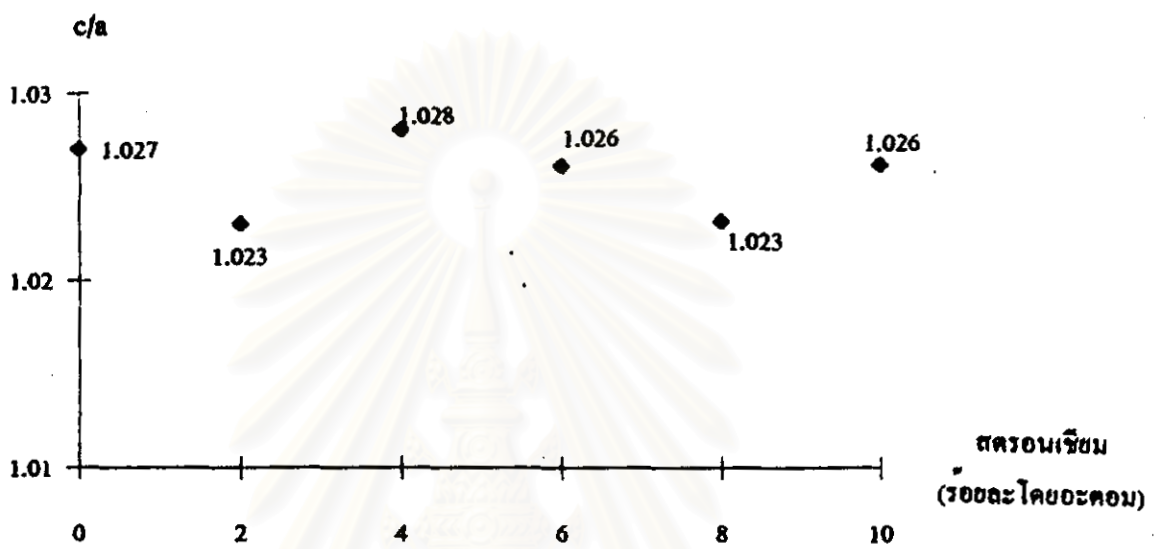
สูตร	c (Å)	a (Å)	c/a
PZT	4.1468	4.0372	1.0271
PSZT(2)	4.1448	4.0516	1.0230
PSZT(4)	4.1516	4.0396	1.0277
PSZT(6)	4.1254	4.0216	1.0258
PSZT(8)	4.1346	4.0418	1.0230
PSZT(10)	4.1200	4.0164	1.0258



รูปที่ 4.19 XRD pattern ของสาร PSZT(2), PSZT(6) และ PSZT(10) ทังแผ่นเคลือบ



รูปที่ 4.20 XRD pattern ของสาร PSZT หนาต่างๆถึงเผาเซินเทอร์



รูปที่ 4.21 ค่าสัดส่วน c/a ของสาร PSZT กับปริมาณตัวเติม Sr

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4.2 ความหนาแน่น

ความหนาแน่นหลังเผาซินเทอร์สาร PSZT แสดงดังตารางที่ 4.8 ความหนาแน่นมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณการเติมสตรอนเชียม สาร PSZT ที่เตรียมขึ้นมีความหนาแน่นสูงโดยสูตร PSZT(2), PSZT(4) และ PSZT(8) มีความหนาแน่นคิดเป็นร้อยละประมาณ 95 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ส่วนสาร PSZT(6) และ PSZT(10) มีความหนาแน่นคิดเป็นร้อยละประมาณ 93 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี อย่างไรก็ตามความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density) ของสาร PSZT ไม่แตกต่างกันมาก ทั้งนี้ความแตกต่างของค่าความหนาแน่นรวมอาจเนื่องมาจากขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงาน

ตารางที่ 4.8 ความหนาแน่นของสาร PSZT หลังเผาซินเทอร์

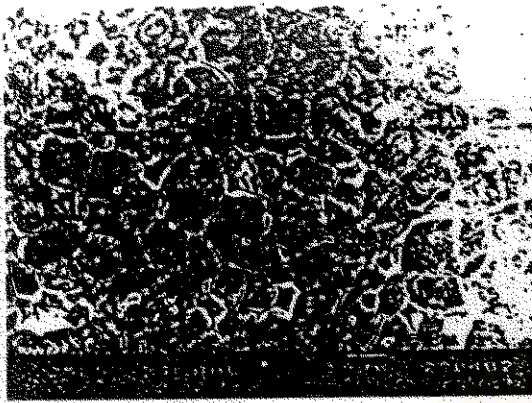
สูตร	ρ_{bulk} (g/cm^3)	ρ_{apparent} (g/cm^3)	ระดับรูพรุน	ค่าการดูดซับน้ำ	เปอร์เซ็นต์ ความหนาแน่นทางทฤษฎี
PZT	7.6267	7.6394	0.0016	0.0002	95.20
PSZT(2)	7.5334	7.6386	0.0137	0.0018	95.36
PSZT(4)	7.4838	7.5426	0.0078	0.0010	95.02
PSZT(6)	7.4239	7.5114	0.0116	0.0015	93.53
PSZT(8)	7.3952	7.5129	0.0154	0.0020	95.03
PSZT(10)	7.2916	7.4645	0.0231	0.0031	92.90

4.4.3 จุดโครงสร้าง

จุดโครงสร้างของสาร PSZT แสดงดังรูปที่ 4.22 และขนาดเกรนโดยเฉลี่ยแสดงดังรูปที่ 4.23 จุดโครงสร้างของสาร PSZT(2) และ PSZT(4) มีขนาดเกรนใกล้เคียงกันและสามารถเห็นรอยต่อบริเวณเกรนและภายในเกรนเช่นเดียวกับสาร PZT จุดโครงสร้างของสาร PSZT(6) และ PSZT(10) มีขนาดลดลงเล็กน้อยโดยสาร PSZT(6) มีขนาดเกรนเล็กกว่าสาร PSZT(8) ซึ่งมีขนาดเกรนเฉลี่ยเท่ากับ 10.1 ไมครอน ส่วนใหญ่จุดโครงสร้างของระบบสาร PSZT ที่มีปริมาณ Sr แตกต่างกันแสดงลักษณะเกรนหนาแน่นและรูพรุนเป็นจำนวนมากกระจายอยู่ทั่วไป ความพรุนของสารปริมาณมากอาจเกิดจากเทคนิคกระบวนการเตรียมสารยังมีเงื่อนไขไม่เหมาะสม

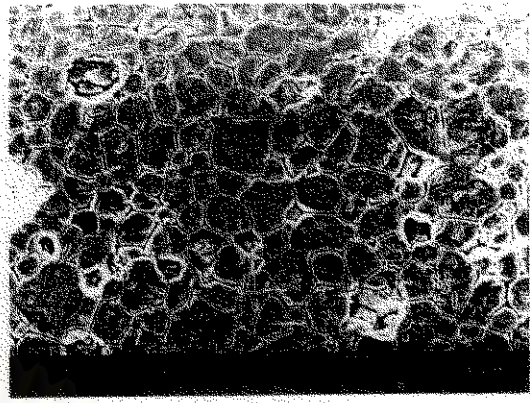


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



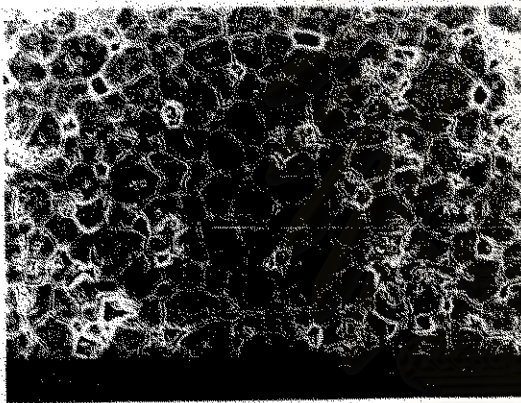
10 μm

1)

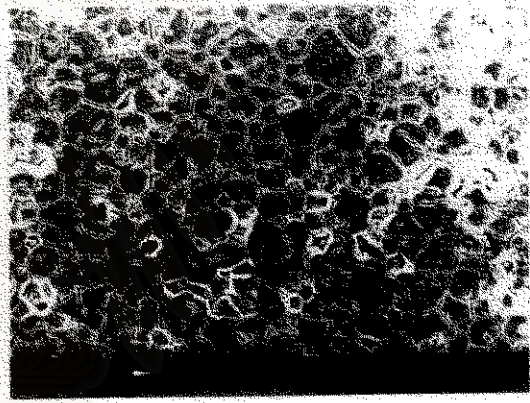


10 μm

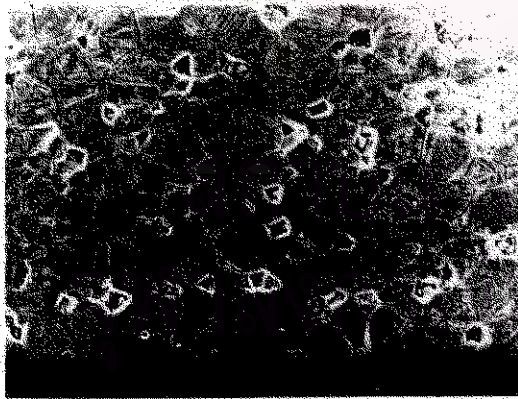
2)



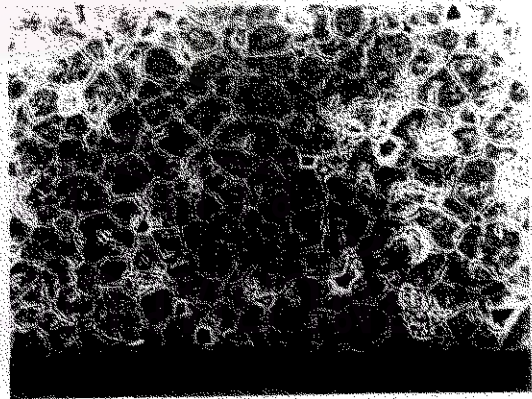
3)



4)



5)



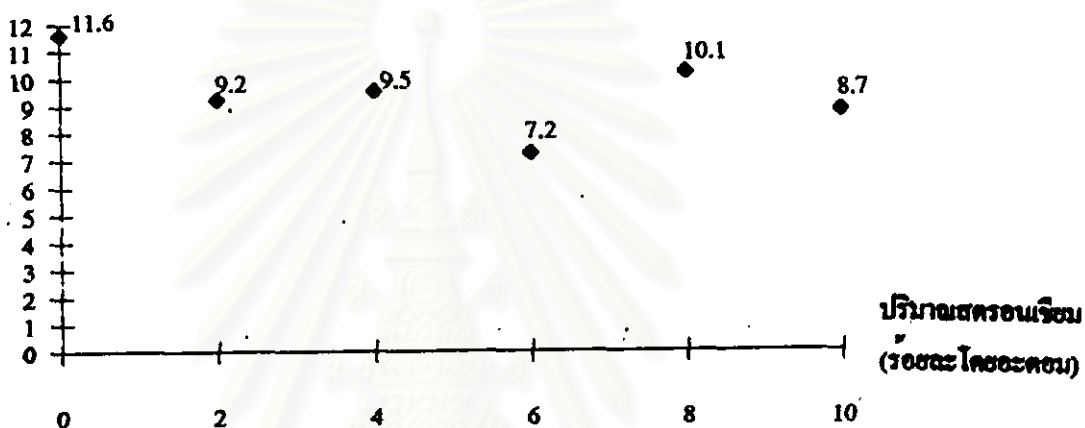
6)

รูปที่ 4.22 จุดโครงสร้างของสาร PSZT เผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C

1) PZT, 2) PSZT(2), 3) PSZT(4), 4) PSZT(6), 5) PSZT(8) และ 6) PSZT(10)

ขนาดเกรน

(μm)



รูปที่ 4.28 ขนาดเกรนของสาร PSZT กับปริมาณตัวเติม Sr

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4.4 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริก

ความถี่รีโซแนนซ์ (f_r) และแอนตี้-รีโซแนนซ์ (f_a) ของสาร PSZT แสดงดังตารางที่ 4.9 ค่า f_r อยู่ในช่วง 170-190 kHz และค่า f_a อยู่ในช่วง 180-210 kHz ค่า f_r, f_a ของสาร PSZT แสดงแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงไม่ขึ้นกับปริมาณตัวเติม Sr และมีช่วงใกล้เคียงกับสาร PZT

ตารางที่ 4.9 ช่วงความถี่ f_r และ f_a ของสาร PSZT

สูตร	f_r (kHz)	f_a (kHz)
PZT	168-185	180-200
PSZT(2)	170-180	180-200
PSZT(4)	170-185	180-200
PSZT(6)	170-185	180-205
PSZT(8)	175-185	185-210
PSZT(10)	180-190	190-205

สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกของสาร PSZT แสดงดังตารางที่ 4.10 เมื่อปริมาณการเค้นตรงอนเรียบเพิ่มขึ้น ค่า $\tan \delta$ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นในขณะที่ค่า Q_m มีแนวโน้มลดลง ค่า d_{33} , K และ k_p มีค่าสูงกว่าสาร PZT สมบัติทางไฟฟ้าสูงที่สุดสำหรับสูตร PSZT(6) มีค่า $d_{33} = 260.5 \text{ pC/N}$, $g_{33} = 25.4 \cdot 10^{-3} \text{ Vm/N}$, $K = 1164.6$ และ $k_p = 0.52$ เป็นสูตรสำหรับการศึกษาต่อไป

ตารางที่ 4.10 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกของสาร PSZT

สูตร	K (1 kHz)	d_{33} (pC/N)	$g_{33} \cdot 10^{-3}$ (Vm/N)	k_p	Q_m	$\tan \delta$ (%)
PZT	867.7	200.8	26.1	0.48	198.54	0.96
PSZT(2)	1053.9	224.8	24.1	0.49	173.59	0.94
PSZT(4)	1107.0	240.7	24.7	0.50	205.20	0.79
PSZT(6)	1164.6	260.5	25.4	0.52	188.73	0.83
PSZT(8)	1377.3	233.3	19.1	0.55	128.29	1.36
PSZT(10)	1155.8	206.0	20.1	0.45	115.01	1.52

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

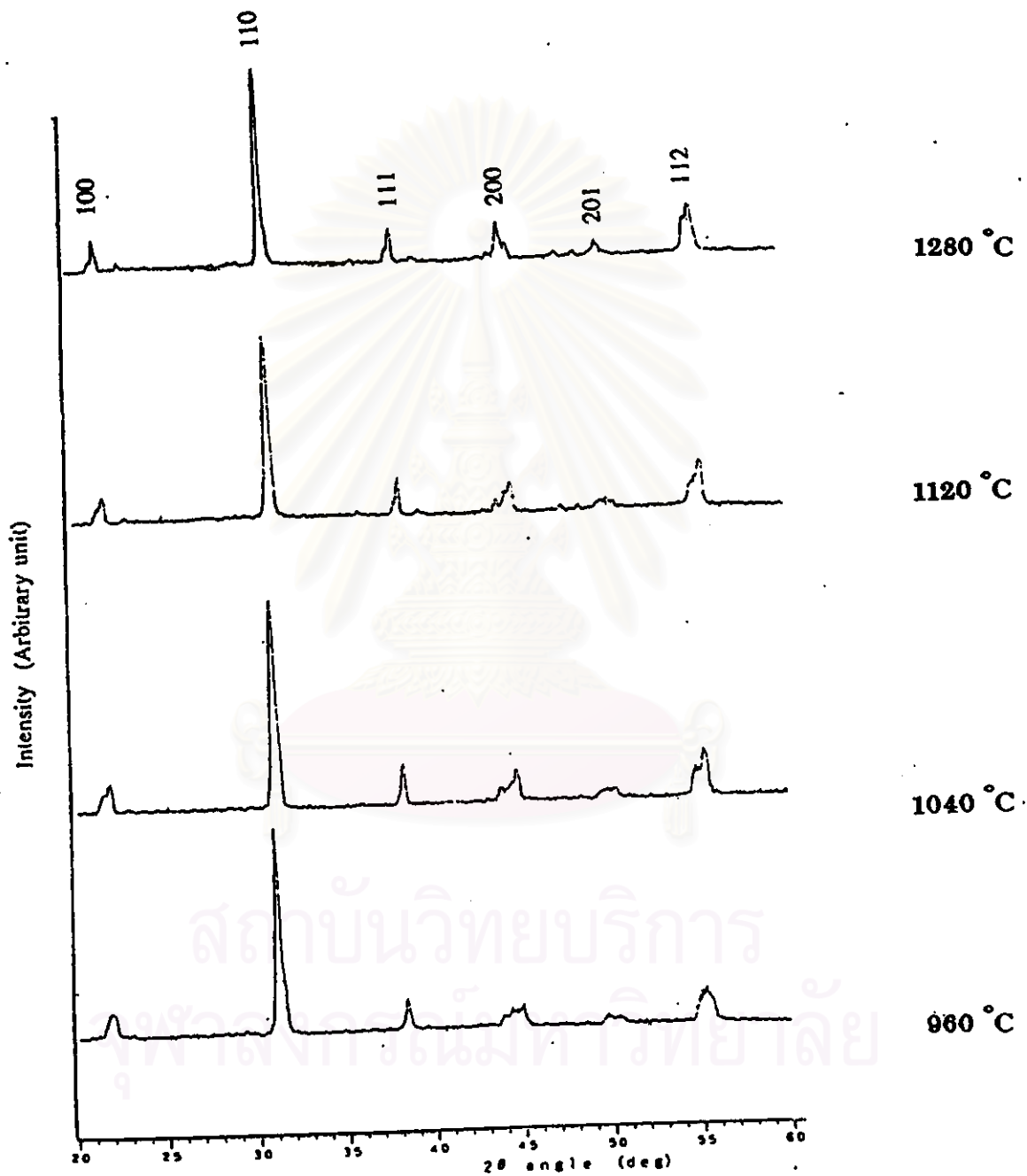
4.5 การเติมบิสมีทออกไซด์

4.5.1 การวิเคราะห์เฟส

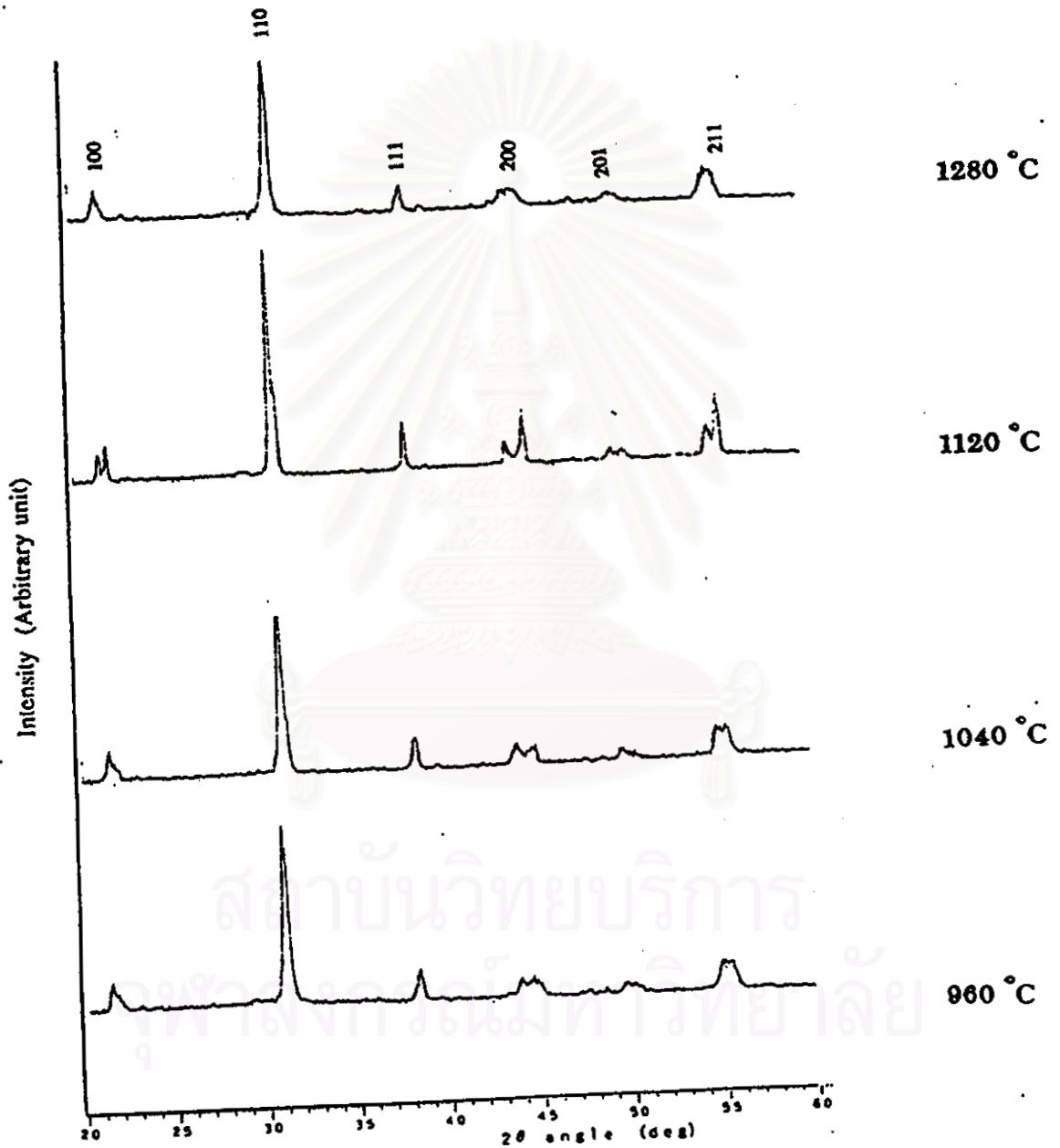
X-ray diffraction pattern ของสาร PSZT(6), PSZT(6)/B1 และ PSZT(6)/B2 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4.24-4.26 ผลวิเคราะห์แสดงเฟสเดี่ยวของสาร PSZT และไม่ปรากฏเฟสของบิสมีทออกไซด์เนื่องจากปริมาณการเติมต่ำกว่าร้อยละ 5 และต่ำกว่าความไวของเครื่อง XRD จะตรวจสอบได้



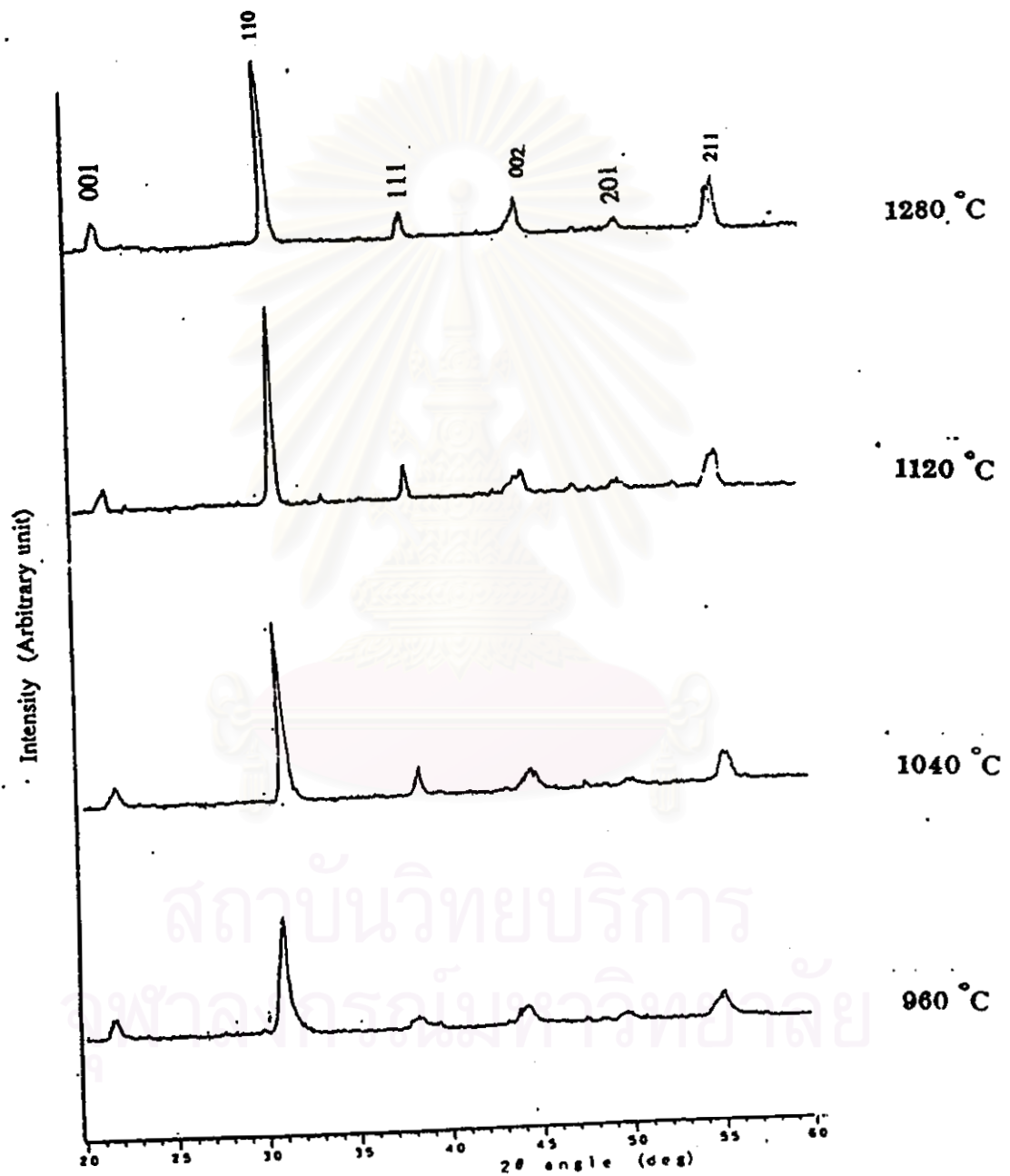
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.24 XRD pattern ของสาร PSZT(6) หั่งเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.25 XRD pattern ของสาร PSZT(6)/B1 หลังเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.26 XRD pattern ของสาร PSZT(6)/B2 หลังเผาขึ้นทอที่อุณหภูมิต่างๆ

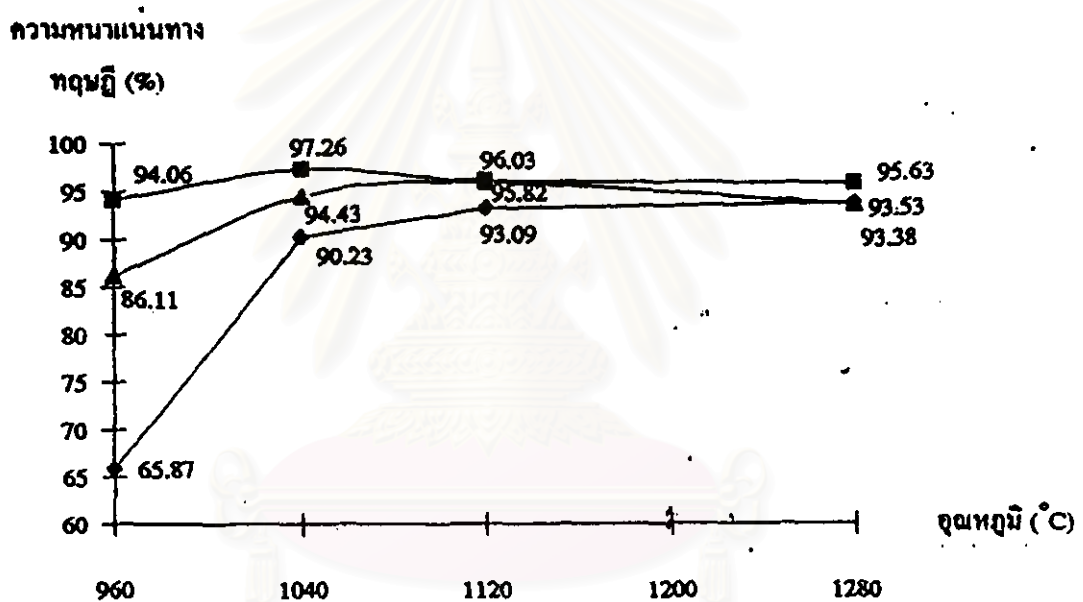
4.5.2 ความหนาแน่น

ความหนาแน่นของสาร PSZT(6), PSZT(6)/B1 และ PSZT(6)/B2 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.11 เปอร์เซนต์ความหนาแน่นทางทฤษฎีคำนวณโดยใช้ความหนาแน่นทางทฤษฎีเท่ากับ 7.9370 g/cm^3 ซึ่งเป็นความหนาแน่นทางทฤษฎีของสาร PSZT(6) เมาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280°C (ในทางปฏิบัติที่ถูกต้องจะต้องใช้ค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของสารแต่ละชนิด)

ตารางที่ 4.11 ความหนาแน่นของสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมาทออกไซด์

สูตร	อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	ρ_{bulk} (g/cm^3)	ρ_{apparent} (g/cm^3)	ระดับรูพรุน	ค่าการดูด ซึบน้ำ	เปอร์เซนต์ ความหนาแน่นทางทฤษฎี
PSZT(6)	960	5.2286	7.3600	0.2896	0.0554	65.87
	1040	7.1618	7.4879	0.0435	0.0061	90.23
	1120	7.3890	7.5722	0.0244	0.0033	93.09
	1280	7.4239	7.5114	0.0116	0.0015	93.53
PSZT(6) /B1	960	7.4659	7.5071	0.0055	0.0007	94.06
	1040	7.7196	7.7406	0.0027	0.0003	97.26
	1120	7.6223	7.6363	0.0018	0.0002	96.03
	1280	7.5902	7.5263	0.0008	0.0001	95.63
PSZT(6) /B2	960	6.8346	7.5483	0.0945	0.0138	86.11
	1040	7.4947	7.6775	0.0238	0.0032	94.43
	1120	7.6052	7.6238	0.0024	0.0003	95.82
	1280	7.4115	7.4230	0.0015	0.0002	93.38

การเผาซินเทอร์สาร PSZT(6)/B1 หรือสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์ ในปริมาณร้อยละ 1.5 ให้ความหนาแน่นสูงสุดเท่ากับ 7.72 g/cm^3 ที่อุณหภูมิเผาซินเทอร์ $1040 \text{ }^\circ\text{C}$ ความหนาแน่นที่ได้คิดเป็นร้อยละ 97 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ส่วนสาร PSZT(6)/B2 หรือสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์ปริมาณร้อยละ 3.0 ให้ความหนาแน่นสูงสุดเท่ากับ 7.60 g/cm^3 ที่อุณหภูมิเผาซินเทอร์ $1120 \text{ }^\circ\text{C}$ ความหนาแน่นที่ได้สูงคิดเป็นร้อยละ 95 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี ค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นทางทฤษฎีหลังเผาซินเทอร์สาร PSZT(6)/B1 ที่อุณหภูมิ $1040 \text{ }^\circ\text{C}$ ให้ค่าความหนาแน่นสูงกว่าเงื่อนไขการเตรียมอื่นๆ ดังแสดงรูปที่ 4.27

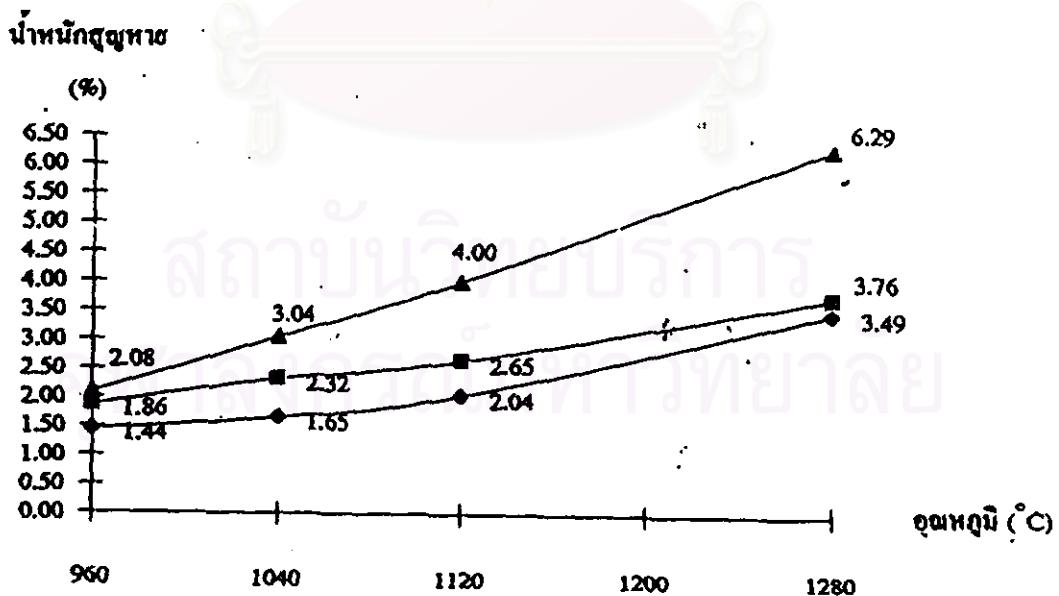


รูปที่ 4.27 ความหนาแน่นของสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์

- แทนสาร PSZT(6) ที่ไม่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์ (สูตร PSZT(6))
- แทนสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์ร้อยละ 1.5 (สูตร PSZT(6)/B1)
- ▲ แทนสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์ร้อยละ 3.0 (สูตร PSZT(6)/B2)

4.5.3 เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายและเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงขนาด

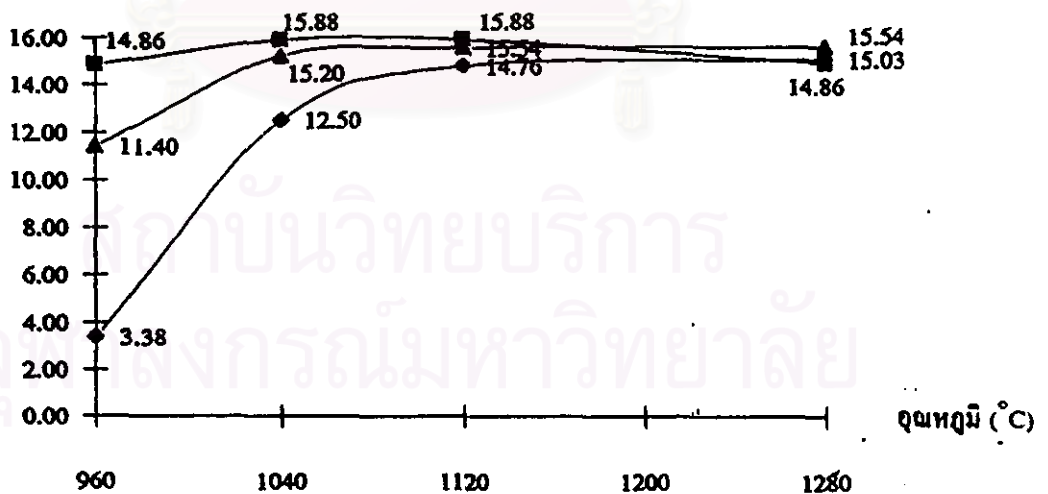
เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4.28 เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์และการเติมบิสมัทออกไซด์ทำให้ เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายสูงมากขึ้นเนื่องจากการระเหยของ Bi_2O_3 ที่มีอุณหภูมิตอมเหลวต่ำ สาร PSZT(6)/B2 มีน้ำหนักสูญหายเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 4.00 เป็นร้อยละ 6.29 หรือแตกต่างกัน ร้อยละ 2.29 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์จากอุณหภูมิ 1120 °C เป็น 1280 °C ในขณะที่สาร PSZT(6) และ PSZT(6)/B1 เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิดังกล่าวมีน้ำหนักสูญหายแตกต่างกันเพียง ร้อยละ 1 เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายที่เพิ่มขึ้นสอดคล้องกับความหนาแน่นที่ลดลงเช่น สาร PSZT(6)/B2 มีความหนาแน่นหลังเผาซินเทอร์ลดลงจาก 7.60 g/cm^3 เหลือ 7.41 g/cm^3 หรือ ลดลงร้อยละ 2.56 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์จาก 1120 °C เป็น 1280 °C ในขณะที่สาร PSZT(6)/B1 มีความหนาแน่นหลังเผาซินเทอร์ลดลงจาก 7.62 g/cm^3 เหลือ 7.59 g/cm^3 หรือ ลดลงประมาณร้อยละ 0.40 อย่างไรก็ตามสาร PSZT(6)/B1 เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1040 °C มี น้ำหนักสูญหายสูงในระดับหนึ่งแต่ความหนาแน่นสูงสุดเนื่องจากการเกิด liquid phase sintering สูงกว่าการระเหยออกจากชิ้นงาน



รูปที่ 4.28 เปอร์เซนต์น้ำหนักสูญหายของสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทออกไซด์

เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงขนาดของสาร PSZT(6), PSZT(6)/B1 และ PSZT(6)/B2 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4.29 การเปลี่ยนแปลงขนาดหลังเผาซินเทอร์ประมาณร้อยละ 15 เป็นค่าที่ให้ความหนาแน่นสูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นจากรูปที่ 4.27 สาร PSZT(6)/B1 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1040 °C และ 1120 °C มีการเปลี่ยนแปลงขนาดเท่ากันคือร้อยละ 15.88 แต่การเผาที่อุณหภูมิ 1040 °C มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญหายน้อยกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 1120 °C ซึ่งสอดคล้องกับความหนาแน่นรวมของสาร

การเปลี่ยนแปลงขนาด (%)



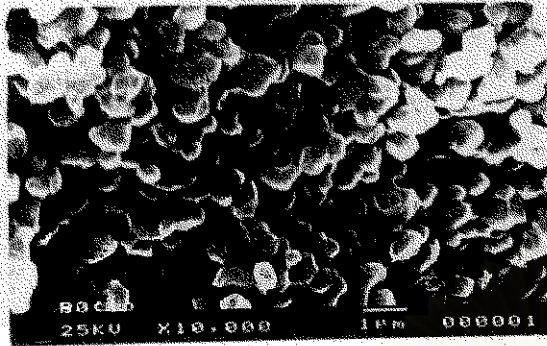
รูปที่ 4.29 เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงขนาดของสาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสเมทออกไซด์

4.5.4 จุดโครงสร้าง

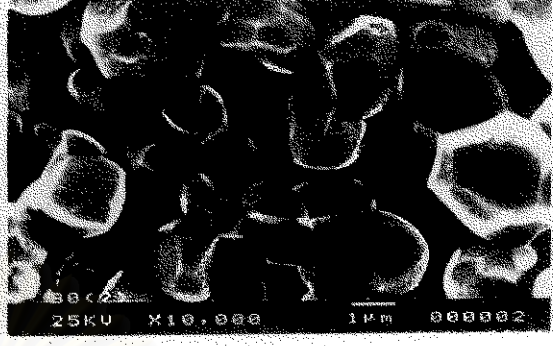
จุดโครงสร้างบริเวณ fractured surface ของสาร PSZT(6), PSZT(6)/B1 และ PSZT(6)/B2 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4.30-4.32 ลักษณะเกรนของสารมีเกรนใกล้เคียงกันและขอบเกรนชัดกันมากขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์ สาร PSZT(6)/B2 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1120 °C มีเกรนชัดกันมากและเกรนมีลักษณะเกือบกลม การศึกษานี้ไม่สามารถทราบขนาดเกรนของสารได้แน่นอนเนื่องจากเป็นการศึกษาที่ fractured surface โดยการสังเกตขนาดเกรนของสาร PSZT(6) ที่มีการเติมบิสมีทออกไซด์มีขนาดเล็กกว่าสาร PSZT(6) และมีขนาดเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิเผาซินเทอร์ ขนาดเกรนประมาณ 1-7 ไมครอน



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1)



2)



3)

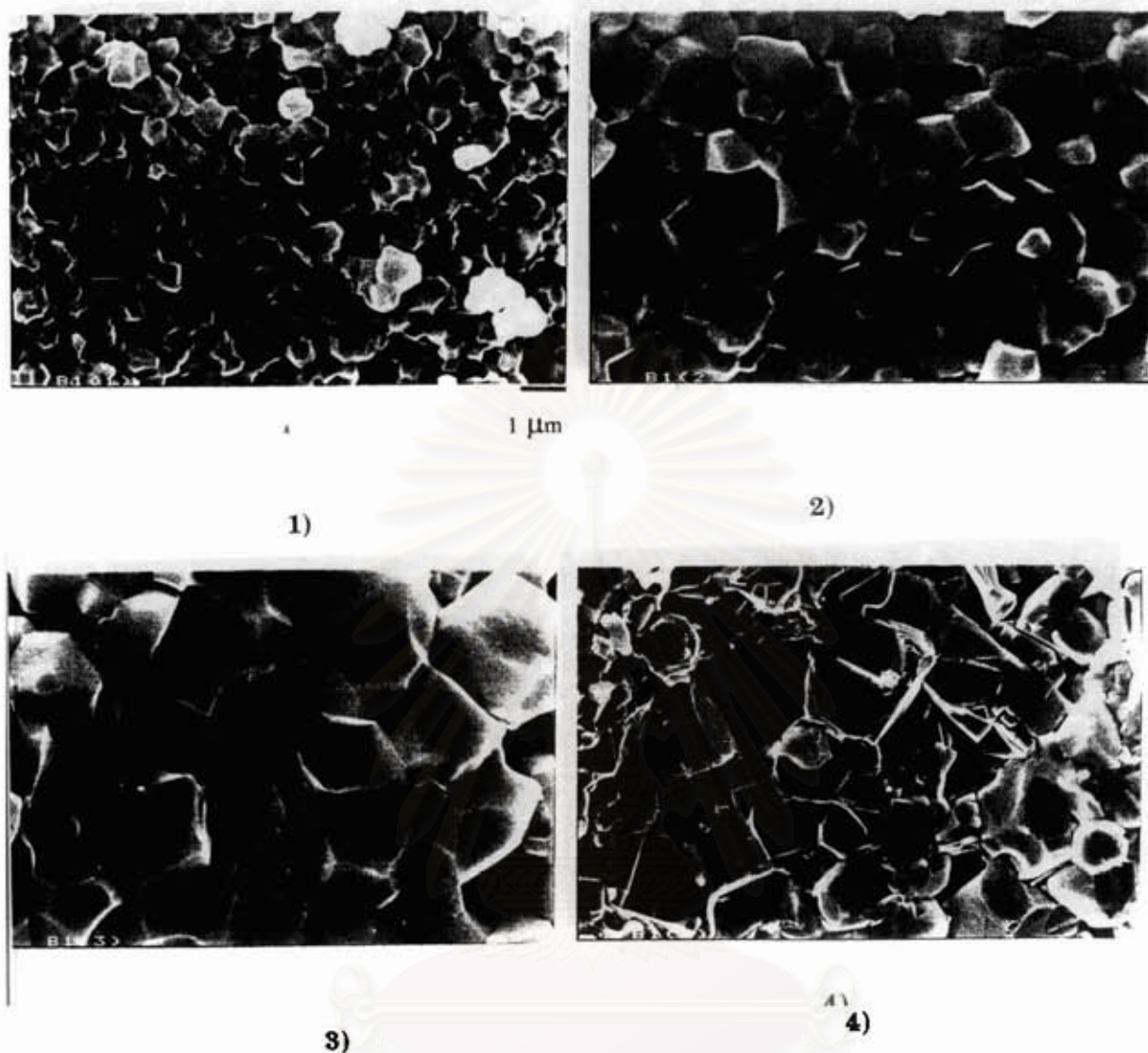


4)

รูปที่ 4.30 จุลโครงสร้างของสาร PSZT(6) หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

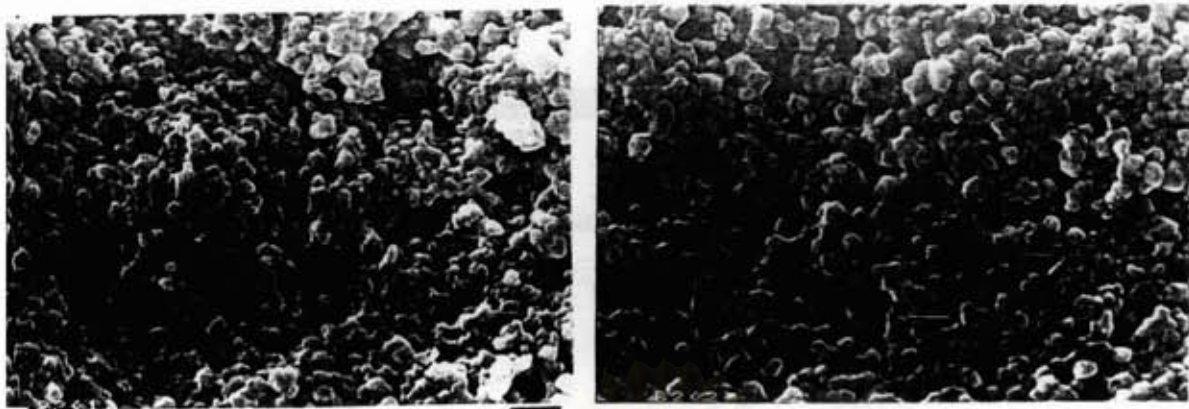
1) 960 °C, 2) 1040 °C, 3) 1120 °C และ 4) 1280 °C

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.31 จุลโครงสร้างของสาร PSZT(6)/B1 หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ
 1) 960 °C, 2) 1040 °C, 3) 1120 °C และ 4) 1280 °C

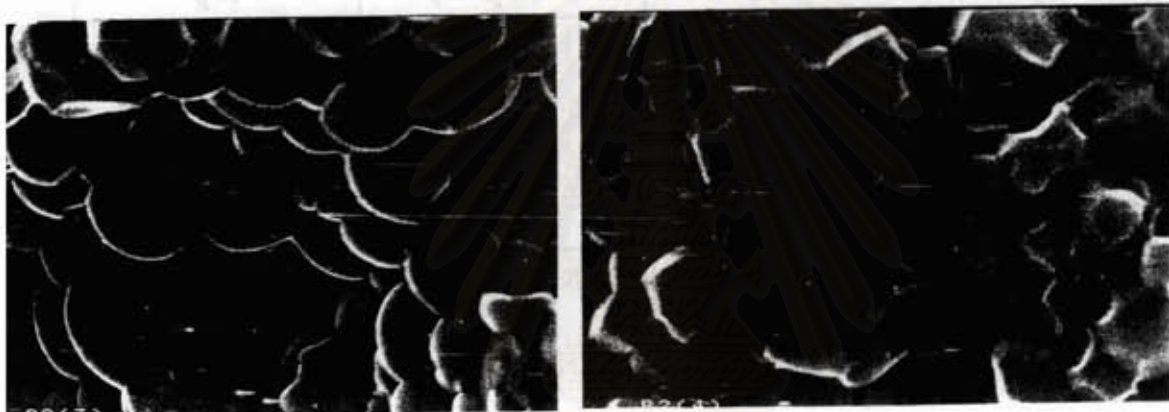
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1 μm

1)

2)



3)

4)

รูปที่ 4.32 จุดโครงสร้างของสาร PSZT(6)/B2 ห้างเผาขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ
 1) 960 °C, 2) 1040 °C, 3) 1120 °C และ 4) 1280 °C

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5.5 สมบัติทางไฟฟ้าและพีเอชไอเล็กทริก

ความถี่รีโซแนนซ์ (f_r) และแอนตี้-รีโซแนนซ์ (f_a) ของสาร PSZT แสดงดังตารางที่ 4.12 ค่า f_r อยู่ในช่วง 160-185 kHz และค่า f_a อยู่ในช่วง 175-205 kHz ซึ่งเป็นช่วงที่ใกล้เคียงกับสาร PZT และ PSZT

ตารางที่ 4.12 ช่วงความถี่ f_r และ f_a ของสาร PSZT(6) ที่มีตัวคิมบิสมัทออกไซด์

สูตร	อุณหภูมิ (°C)	f_r (kHz)	f_a (kHz)
PSZT(6)	960	ไม่พบ	ไม่พบ
	1040	160-170	175-180
	1120	160-170	175-180
	1280	170-185	180-205
PSZT(6)/B1	960	165-170	180-185
	1040	170-175	185-190
	1120	170-175	185-190
	1280	170-175	185-190
PSZT(6)/B2	960	165-170	180-185
	1040	170-175	180-185
	1120	170-175	185-190
	1280	170-175	185-190

สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกของสาร PSZT(6) ที่มีการเติมบิสมัท ออกไซด์แสดงดังตารางที่ 4.13

ตารางที่ 4.13 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริก

สูตร	อุณหภูมิ (°C)	K (1 kHz)	d_{33} (pC/N)	$g_{33} * 10^{-3}$ (Vm/N)	k_p	Q_m	$\tan \delta$ (%)
PSZT(6)	960	598.5	28.6	5.4	---	---	3.42
	1040	853.9	153.1	20.2	0.43	115.85	2.87
	1120	1002.2	196.1	22.1	0.46	156.39	2.66
	1280	1164.6	260.5	25.4	0.52	188.73	0.83
PSZT(6) /B1	960	1040.8	178.6	19.4	0.47	38.64	3.38
	1040	1342.4	275.0	23.1	0.51	47.55	1.95
	1120	1405.6	306.0	24.6	0.53	53.32	1.78
	1280	1272.1	324.1	28.8	0.56	70.96	1.04
PSZT(6) /B2	960	977.1	108.1	12.5	0.42	36.57	4.30
	1040	1126.8	177.6	17.8	0.44	43.47	3.84
	1120	1331.7	226.5	19.2	0.48	48.70	3.13
	1280	1135.9	270.6	26.9	0.51	61.84	1.62

สาร PSZT(6)/B1 เมาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1040 °C มีค่า $d_{33} = 275$ pC/N, $K = 1342$ และ $k_p = 0.51$ ตามลำดับ ค่าดังกล่าวใกล้เคียงกับสาร PSZT(6) เมาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C และยังให้ความหนาแน่นสูงสุดเท่ากับ 7.72 g/cm³ สาร PSZT(6) ที่มีตัวเติมบิสมัทร้อยละ 1.5 จึงเป็นสูตรสำหรับการเตรียมแท่งเซรามิกต่อไป

4.6 การเตรียมเซรามิกรูปแท่ง

4.6.1 การกระจายขนาดอนุภาค

สารเซรามิก PSZT(6)/B1 สำหรับการขึ้นรูปแท่งมีการกระจายขนาดอนุภาค ดังแสดงตารางที่ 4.14 ขนาดอนุภาคของสารที่ใช้ร้อยละ 95 มีขนาดน้อยกว่า 10 ไมครอนและ ร้อยละ 66 มีขนาดน้อยกว่า 2 ไมครอน รูปที่ 4.33 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคมีลักษณะ การกระจายค่อนข้างกว้าง

ตารางที่ 4.14 การกระจายขนาดอนุภาคที่ใช้ในการขึ้นรูปแท่ง

สูตร	20	10	8	6	4	2	1.5	1.0	0.8	0.5
	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
PSZT(6)/B1	100.0	95.8	94.1	91.4	85.9	66.0	49.9	35.6	22.3	8.8

4.6.2 ความหนาแน่น

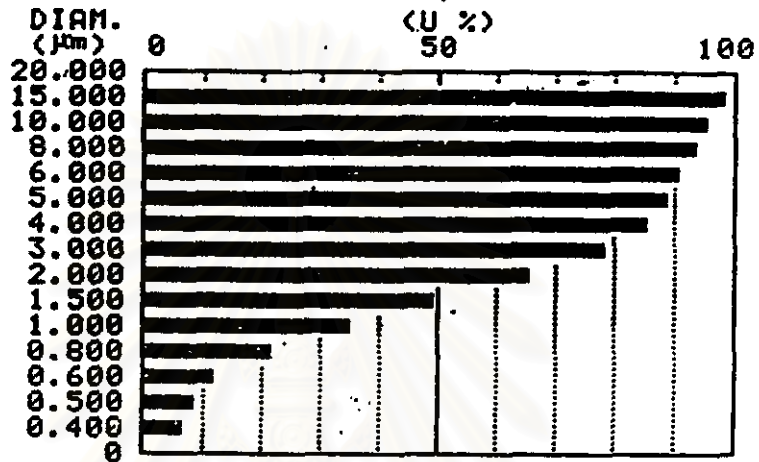
สารเซรามิกที่ขึ้นรูปแท่งแล้วมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 มม. แท่งเซรามิกหลัง การอบแห้งและเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1040 °C มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 0.75-0.90 มม. ผลการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งเซรามิกจำนวน 170 แท่งแสดงดังตารางที่ 4.15 คิดเป็นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 0.83 มม.

ตารางที่ 4.15 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งเซรามิก

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (มม.)	0.75	0.80	0.85	0.90
จำนวน (แท่ง)	18	62	68	22

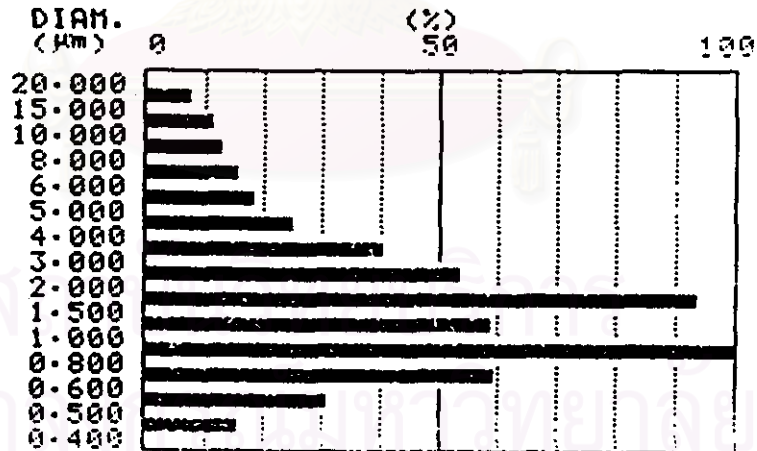
<CUMULATIVE GRAPH>

SAMPLE ID PEXNOW (AFTER 2ND MILLED
 SAMPLE # 2



<DIFFERENTIAL GRAPH>

SAMPLE ID PEXNOW (AFTER 2ND MILLED
 SAMPLE # 2



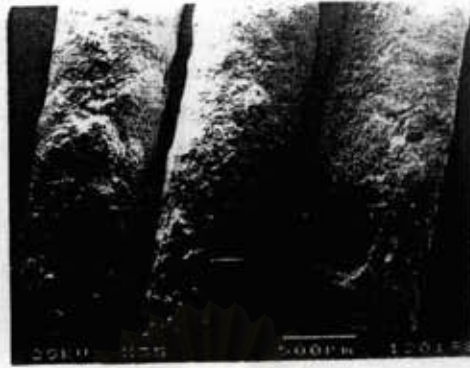
รูปที่ 4.33 การกระจายขนาดอนุภาคของสารสำหรับการอัดขึ้นรูปแท่ง

สำหรับความหนาแน่นของแท่งเซรามิกด้วยหลักการแทนที่น้ำมีค่า 7.00 g/cm^3 ในขณะที่พอลิเมอร์มีความหนาแน่นประมาณ 1.16 g/cm^3 ค่าทั้งสองนี้ถูกใช้ในการเตรียมวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3

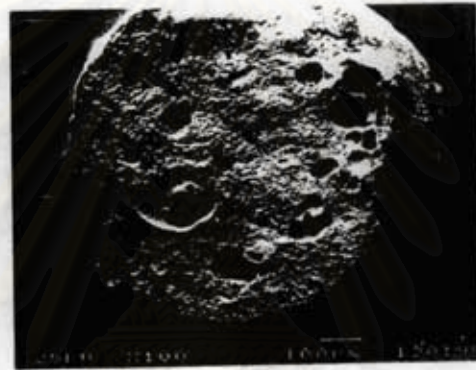
4.6.3 จุลโครงสร้าง

ภาพถ่าย SEM ของแท่งเซรามิกหลังเผาซินเทอร์แสดงดังรูปที่ 4.34-4.36 รูปที่ 4.34 แสดงแท่งเซรามิกที่ถูกอัดเมื่อสารมีความชื้นในช่วงร้อยละ 12-16 โดยไม่มีการดูดอากาศ สามารถสังเกตรูพรุนคานข้างภายนอกและหน้าตัดภายในแท่งเซรามิกเป็นจำนวนมาก รูปที่ 4.35 แสดงแท่งเซรามิกที่ถูกอัดเมื่อสารมีความชื้นในช่วงร้อยละ 12-16 แต่ทำการดูดอากาศในเนื้อสารก่อนการอัดแท่งทำให้แท่งเซรามิกมีจำนวนรูพรุนลดลง รูปที่ 4.36 แสดงแท่งเซรามิกที่ถูกอัดเมื่อสารมีความชื้นประมาณร้อยละ 9 และ 19 สารที่มีความชื้นร้อยละ 9 ถูกอัดผ่านจากหัวอัดไคยาก และติดอยู่กับแบบอัด และสามารถสังเกตรอยแตกบริเวณผิว ความชื้นนี้อาจน้อยเกินไปจึงไม่ได้แท่งที่ปราศจากตำหนิ ส่วนการอัดสารที่มีความชื้นร้อยละ 19 ไม่สามารถขึ้นรูปแท่งตรงเนื่องจากสารไหลผ่านหัวอัดได้ง่ายและโค้งงอหรือขาดเป็นแท่งสั้นหลังจากผ่านหัวอัด

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1)

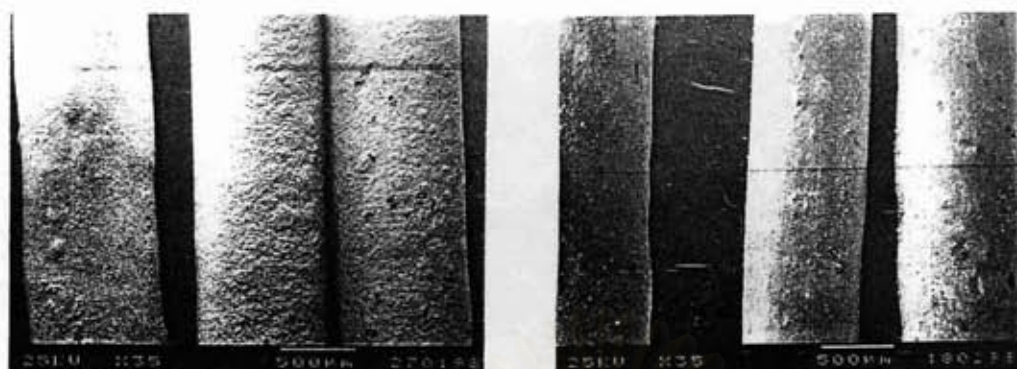


2)

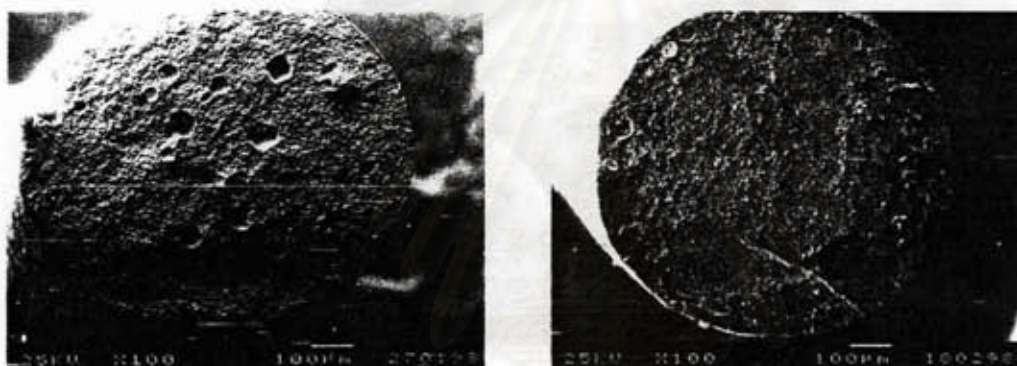
รูปที่ 4.34 จอโครงสร้างของแท่งเซรามิกอัดในช่วงความชื้นร้อยละ 12-16 (ไม่ดูอากาศ)

1) ผิวคานข้าง และ 2) ผิวหน้าตัด

สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1)



2)

รูปที่ 4.35 จุลโครงสร้างของแท่งเซรามิกอัดในช่วงความชื้นร้อยละ 12-16 (ดูดอากาศ)

1) ผิวด้านข้าง และ 2) ผิวหน้าตัด

สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1)



2)

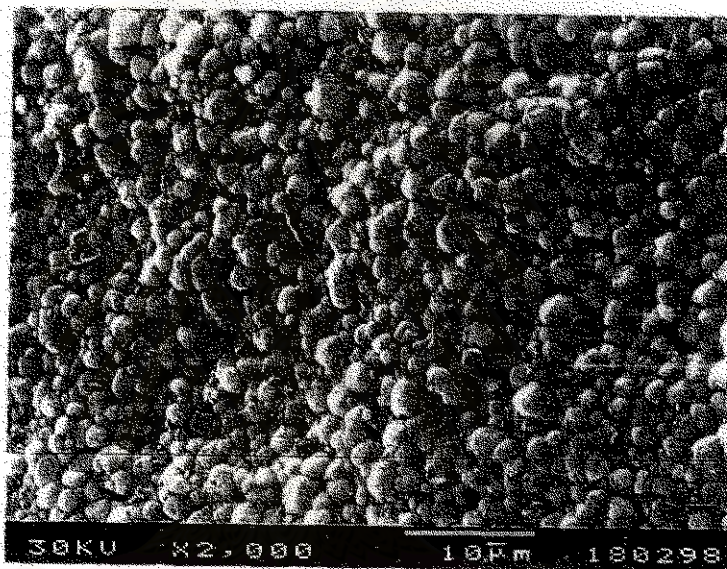
รูปที่ 4.34 จุดโครงสร้างของบริเวณผิวหน้าตัดของแท่งเซรามิกอัดที่ความชื้นอื่นๆ

1) ความชื้นร้อยละ 9 และ 2) ความชื้นร้อยละ 19

สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ลักษณะเกรนหลังเผาซินเทอร์แท่งเซรามิกที่อัดในช่วงความชื้นร้อยละ
แสดงดังรูปที่ 4.37 ขนาดเกรนมีค่าอยู่ในช่วง 3-5 ไมครอน

12-16



รูปที่ 4.37 จุดโครงสร้างบริเวณผิวภายนอกแท่งเซรามิก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

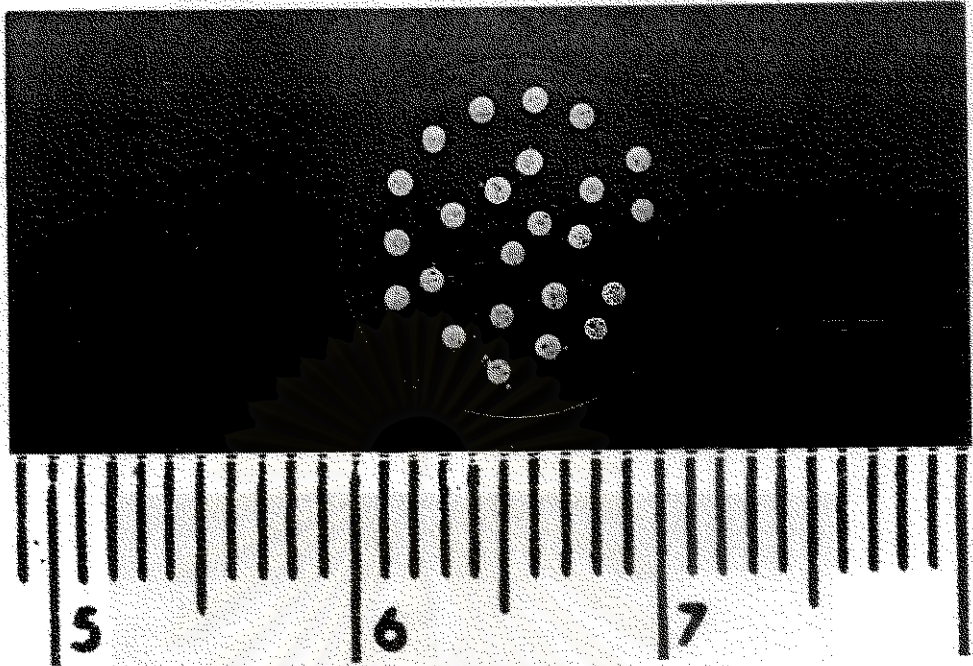
4.7 วัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3

4.7.1 ขุดโครงสร้าง

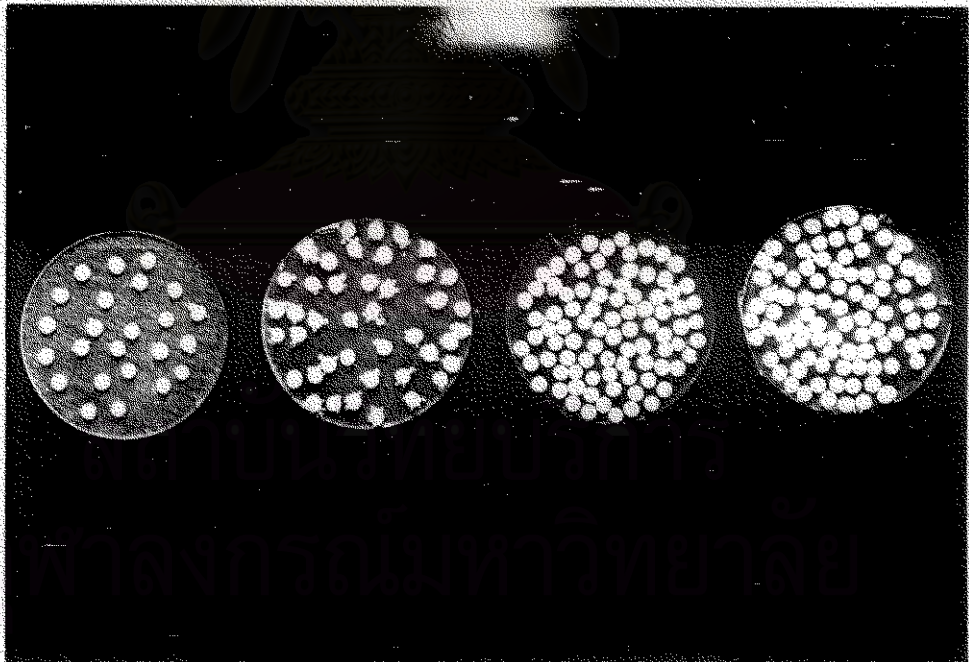
วัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ที่มีสัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 10, 20, 40 และ 45 แสดงดังรูปที่ 4.38 สามารถสังเกตรูพรุนที่ค้างอยู่ในพอลิเมอร์ได้เนื่องจากไม่สามารถกำจัดฟองอากาศออกไประหว่างการเทพอลิเมอร์ได้ทั้งหมด



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1)



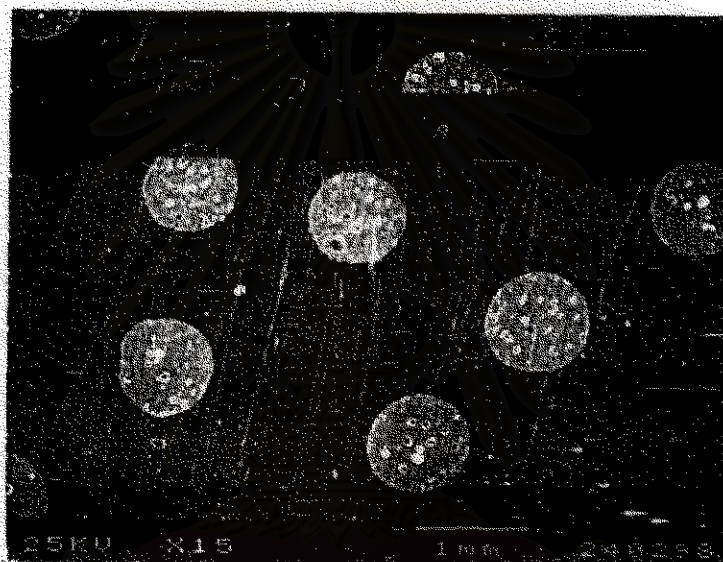
2)

รูปที่ 4.38 วัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ที่ถูกเตรียมขึ้น

1) ขนาดเปรียบเทียบกับไม้บรรทัด

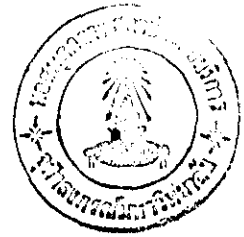
2) วัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ที่ตัดส่วนปริมาตรเซรามิกต่างๆ

รูปที่ 4.39 แสดงภาพ SEM ของวัสดุเชิงประกอบที่มีสัดส่วนปริมาณเซรามิก
อยู่ร้อยละ 10



รูปที่ 4.39 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุเชิงประกอบ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



4.7.2 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริก

ความถี่รีโซแนนซ์ (f_r) และแอนตี้-รีโซแนนซ์ (f_a) ของวัสดุเชิงประกอบแสดงดังตารางที่ 4.16 ค่า f_r อยู่ในช่วง 1500-1700 kHz (1.5-1.7 MHz) และค่า f_a อยู่ในช่วง 1600-1800 kHz (1.6-1.8 MHz) ค่า f_r และ f_a ของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงประมาณ 10 เท่าของค่าความถี่ของเซรามิก อย่างไรก็ตามการเพิ่มสัดส่วนปริมาตรเซรามิกที่ศึกษาไม่มีผลต่อการเพิ่มหรือลดค่า f_r และ f_a

ตารางที่ 4.16 ช่วงความถี่ f_r และ f_a ของวัสดุเชิงประกอบ

สัดส่วนเซรามิก (ร้อยละโดยปริมาตร)	f_r (kHz)	f_a (kHz)
10	1600-1700	1700-1800
20	1600-1700	1700-1800
40	1550-1650	1600-1700
45	1500-1600	1600-1700
100	170-175	185-190

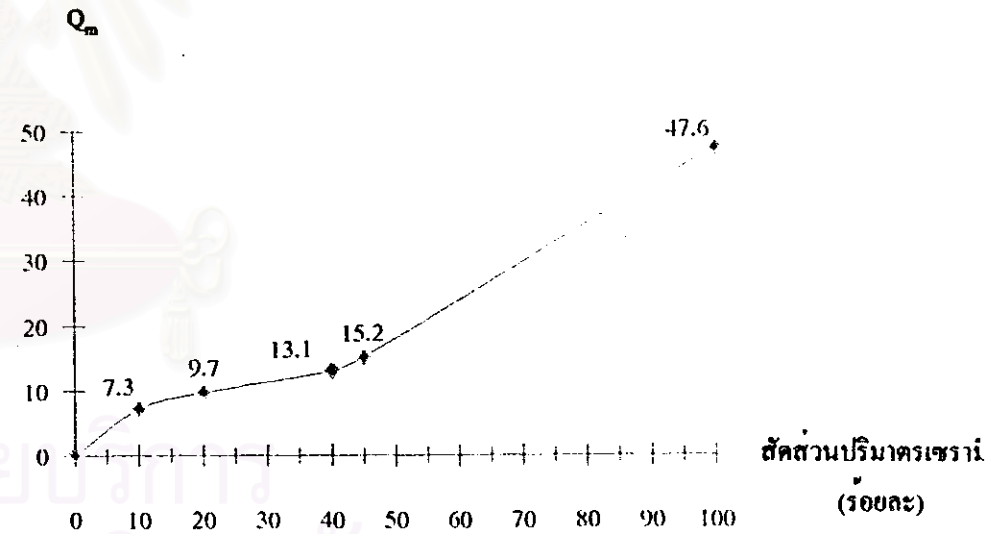
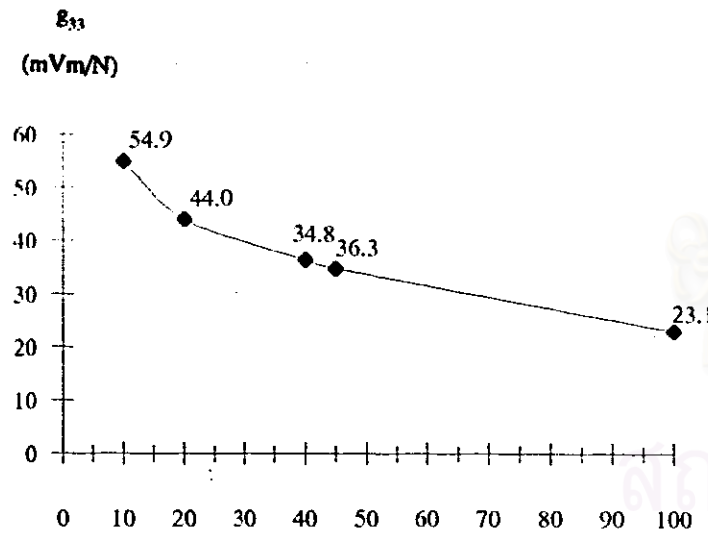
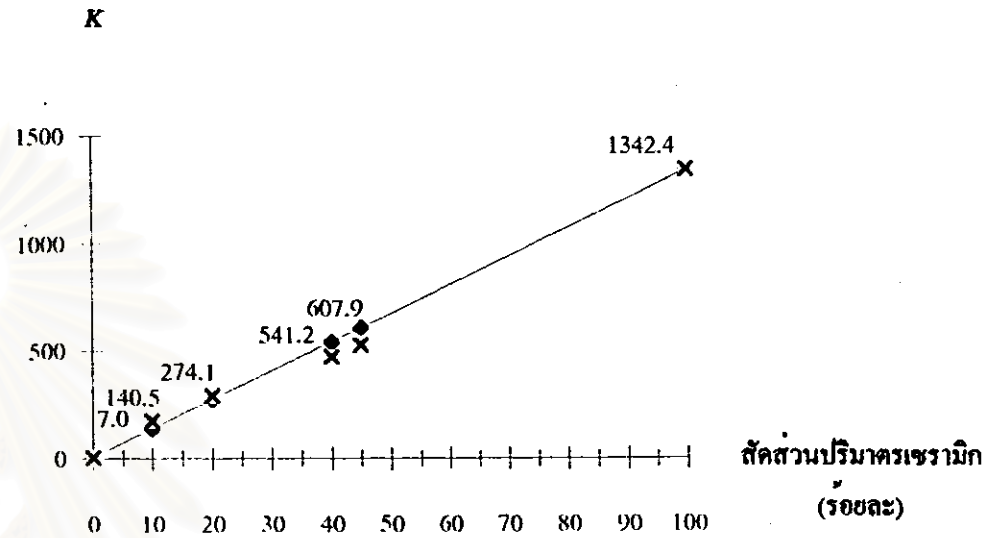
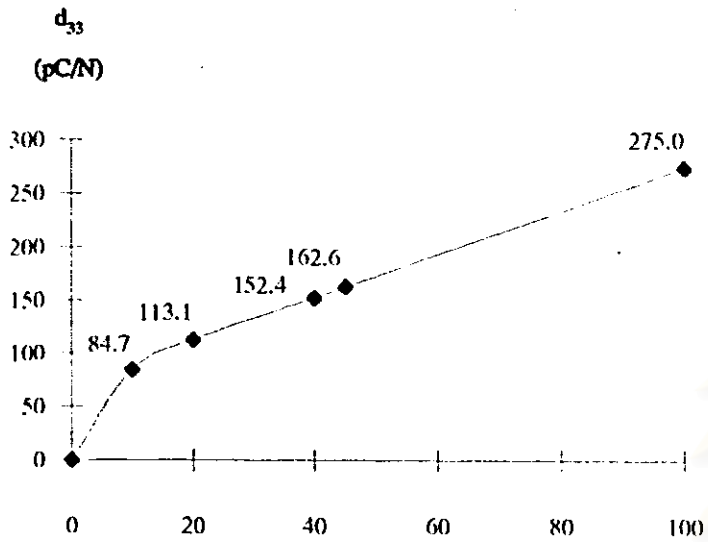
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.17 แสดงสมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ค่า K ของวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้นจาก 174 เป็น 527 เมื่อเพิ่มสัดส่วนปริมาตรเซรามิกจากร้อยละ 10-45 และค่า K นี้ต่ำกว่าค่า K ของเซรามิกประมาณ 3-8 เท่า ค่า d_{33} ของวัสดุเชิงประกอบมีค่าประมาณร้อยละ 40 ถึง 60 ของเซรามิก ($d_{33} = 274$ pC/N) ยกเว้นสัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 10 มีค่า d_{33} เท่ากับ 84 pC/N หรือร้อยละ 30 ของค่า d_{33} ของเซรามิก สำหรับค่า g_{33} ($g_{33} = d_{33}/\epsilon_0 K$) ของวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ที่มีสัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 10 มีค่าสูงสุดเท่ากับ $55 \cdot 10^{-3}$ Vm/N และลดลงเหลือ $35 \cdot 10^{-3}$ Vm/N เมื่อสัดส่วนปริมาตรเซรามิกเท่ากับร้อยละ 45 แต่ค่า g_{33} ที่สัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 45 มีค่าสูงกว่าค่า g_{33} ของเซรามิกอย่างเคียวถึงร้อยละ 66 เนื่องจากค่า K ของเซรามิกสูงกว่าวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ค่า k_p ของวัสดุเชิงประกอบมีค่าไม่แตกต่างกันมากนักโดยมีค่าระหว่าง 0.45-0.51 ยกเว้นวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ที่มีสัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 10 มีค่า k_p ค่อนข้างต่ำ ($k_p = 0.43$) ค่า $\tan \delta$ ของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงกว่าเซรามิกโดยมีแนวโน้มลดลงจาก 3.98 เหลือ 3.23 เมื่อเพิ่มสัดส่วนเซรามิกจากร้อยละ 10 ถึง 45 ในขณะที่ค่า Q_m ของวัสดุเชิงประกอบต่ำกว่าเซรามิกสำหรับวัสดุเชิงประกอบแสดงค่า Q_m เพิ่มขึ้นจาก 7.25 ถึง 12.53 เมื่อเพิ่มสัดส่วนปริมาตรเซรามิกจากร้อยละ 10 ถึง 45

ตารางที่ 4.17 สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุเชิงประกอบ

สัดส่วนปริมาตร ทางเซรามิก (%)	K (1 kHz)	d_{33} (pC/N)	$g_{33} \cdot 10^{-3}$ (Vm/N)	k_p	Q_m	$\tan \delta$ (%)
10	174.2	84.7	54.9	0.43	7.25	3.98
20	290.3	113.1	44.0	0.45	9.67	3.83
40	474.6	152.4	36.3	0.48	13.07	3.36
45	527.5	162.6	34.8	0.49	15.23	3.23
100	1342.4	275.0	23.1	0.51	47.55	1.95

ความสัมพันธ์ระหว่างค่า K , d_{33} , g_{33} และ Q_m ที่ได้จากการวิจัยกับค่าสัดส่วนปริมาตรเซรามิกแสดงดังรูปที่ 4.40 ค่า K ที่ได้จากการคำนวณโดยสมการ (22) ในหน้า 31 ถูกนำมาเปรียบเทียบกับค่าจากการวิจัย ส่วนค่า d_{33} ไม่ทำการเปรียบเทียบเนื่องจากสมการ (21) มี elastic constants ซึ่งเป็นตัวแปรที่ไม่ทราบค่าในการวิจัยนี้



รูปที่ 4.40 ผลของสัดส่วนปริมาตรเซรามิกต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3

4.8 อภิปรายผลการวิจัย

สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมสารเซรามิกได้แก่ PbO , ZrO_2 , TiO_2 , $SrCO_3$ และ Bi_2O_3 เป็นเฟสเดี่ยวที่มีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่ (มากกว่า 1.5 ไมครอน) และลักษณะการกระจายขนาดอนุภาคค่อนข้างกว้างขงเว้นสาร TiO_2 อย่างไรก็ตามการบดผสมสารตั้งต้นนาน 28 ชม. สามารถได้สารผสมที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 1.5 ไมครอนถึงร้อยละ 95 การใช้สารผสมขนาดเล็กกว่า 1.5 ไมครอน จะช่วยการเกิด solid state reaction ระหว่างการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำและระยะเวลาการเผาสั้นลง

การเผาแคลไซน์ตั้งแต่อุณหภูมิ 800 °C นาน 2 ชม. สามารถได้เฟสเดี่ยวของสาร PZT การเพิ่มอุณหภูมิเผาแคลไซน์ทำให้น้ำหนักสูญหายหลังการเผาเพิ่มขึ้น เช่น การเผาที่อุณหภูมิ 900 °C มีน้ำหนักสูญหายสูงถึงร้อยละ 1.53 ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการระเหยออกของ PbO มีอุณหภูมิหลอมเหลวประมาณ 838 °C การระเหยของ PbO ที่ปราศจากการชดเชยอาจทำให้เกิด PbO deficiency หรือสาร PZT ที่ได้ไม่เป็นไปตาม stoichiometry

การเผาซินเทอร์สาร PZT ในช่วงอุณหภูมิ 1120-1280 °C นาน 2 ชม. แสดงเฟสเดี่ยวของสาร PZT ที่มีโครงสร้างเตตระโกนอลและสัดส่วนค่า c/a อยู่ในช่วง 1.02-1.03 ความหนาแน่นหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1120 °C ($\rho_s = 7.73 \text{ g/cm}^3$) มีค่าสูงกว่าความหนาแน่นหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C ($\rho_s = 7.62 \text{ g/cm}^3$) ผลที่ได้สอดคล้องกับน้ำหนักสูญหายที่เพิ่มขึ้น การระเหยออกของ PbO อาจมีส่วนเกี่ยวข้องกับ อย่างไรก็ตามภาพจุลโครงสร้างของสาร PZT หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C แสดงขนาดเกรนใหญ่และมีความแน่นตัวสูงกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 1120 °C อาจกล่าวได้ว่าการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิสูงทำให้เกิดการเชื่อมต้อเกรนได้ดีกว่า อุณหภูมิเผาซินเทอร์ที่สูงขึ้นทำให้ได้ขนาดเกรนใหญ่ขึ้น แม้จะขาดความสอดคล้องด้านสมบัติของระดับรูพรุนและการดูดซับน้ำ ปัจจัยความคลาดเคลื่อนของผลการทดลองอาจเกิดจากขนาดรูพรุนของชิ้นงานหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิต่ำมีขนาดเล็ก การวัดน้ำหนักอื่นตัวต่ำอาจเป็นผลของโมเดลของน้ำไม่สามารถแทรกทั่วถึงทุกรูพรุน

สาร PZT มีค่า d_{33} , k_p เพิ่มขึ้น และ K ลดลง การเพิ่มขนาดเกรนและค่า k_p เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเทอร์สอดคล้องกับงานของ Haertling⁽¹⁹⁾ และ Yamamoto⁽¹⁶⁾ สาร PZT เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C ให้ค่า d_{33} , k_p และ Q_m สูงที่สุดและค่า $\tan \delta$ ต่ำที่สุด

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมสาร PZT จึงได้จากการบดผสมสารตั้งต้นนาน 28 ชม. เพื่อให้ได้สารผสมที่มีอนุภาคเล็กกว่า 1.5 ไมครอนถึงร้อยละ 95 การเผาแคลไซน์สารผสมที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 2 ชม. สามารถได้เฟสเดี่ยวของสาร PZT และการเผาซินเทอร์ที่

อุณหภูมิ 1280 °C นาน 2 ชม. เป็นอุณหภูมิเผาที่ทำให้ค่า d_{33} , k_p และ Q_m สูงที่สุด สภาวะดังกล่าวใช้สำหรับการเตรียมสาร PZT ที่มีตัวเติมสตรอนเชียม (Sr) และสาร PZT ที่มีตัวเติม Sr และบิสมัทออกไซด์ (Bi_2O_3)

สาร PZT ที่เติมสตรอนเชียม (Sr) ปริมาตรร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 โดยอะตอมเพื่อแทนที่ Pb^{2+} ของสาร PZT ถูกเตรียมขึ้น ผลการแคลไซน์สารผสมที่อุณหภูมิ 800 °C สามารถได้พีสเคียวชันเคียวกับการเตรียมสาร PZT และการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C แสดงโครงสร้างเตตระโกนอลที่มีสัดส่วนค่า c/a อยู่ในช่วง 1.02-1.03 เปลี่ยนแปลงตามการเติมสาร Sr ขนาดเกรนและความหนาแน่นของสารแสดงแนวโน้มลดลงตามการเติมสตรอนเชียมแม้จะไม่แสดงแนวโน้มที่ชัดเจนในบางข้อมูลอาจเป็นผลจากกระบวนการเตรียมสาร สำหรับสาร PSZT(6) แสดงขนาดเกรนเล็กกว่าสารสูตรอื่นๆ (ประมาณ 7 ไมครอน) ผลที่ได้สอดคล้องกับงานของ Kulcsar⁽⁸⁾ ที่พบว่าขนาดเกรนของสารลดลงเล็กน้อยเมื่อเติม Sr ร้อยละ 5 โดยอะตอม การเติม Sr สามารถเพิ่มค่า d_{33} , k_p และ K ได้ระดับหนึ่งซึ่งสอดคล้องกับงานของ Kulcsar⁽⁸⁾ และ Sr ส่งผลเล็กน้อยต่อการลดค่า Q_m

สาร PSZT(6) ถูกเติมสารบิสมัทออกไซด์ (Bi_2O_3) ปริมาตรร้อยละ 1.5, 3.0 โดยน้ำหนัก และเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 960, 1040, 1120 หรือ 1280 °C ผลการเติมบิสมัทออกไซด์ทำให้เกรนมีขนาดเล็กลงและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญหายสูงขึ้น ค่า K เพิ่มขึ้นในระดับหนึ่งและค่า Q_m ลดลงเมื่อปริมาณการเติมบิสมัทออกไซด์เพิ่มขึ้น สาร PSZT(6) ที่เติมบิสมัทออกไซด์ปริมาตรร้อยละ 1.5 (สูตร PSZT(6)/B1) และเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1040 °C ถูกเลือกสำหรับใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตแท่งเซรามิกเนื่องจากให้ค่าความหนาแน่นสูงสุด ($\rho_s = 7.72 \text{ g/cm}^3$) ประมาณร้อยละ 97 ของความหนาแน่นทฤษฎี สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกสูงใกล้เคียงกับสาร PSZT(6) เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C และมีค่า d_{33} , K และ k_p สูงกว่าสาร PSZT(6) และสาร PSZT(6)/B2

การปรับปรุงสมบัติของสาร PZT ด้วยตัวเติม Sr ในระดับร้อยละ 6 โดยอะตอม (สูตร PSZT(6)) และเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C ให้สมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกสูงกว่าสารสูตรอื่นๆและมีค่า d_{33} , K และ k_p ใกล้เคียงกับสาร PZT-4 (แสดงคังตารางที่ 2.2) การเติมบิสมัทออกไซด์ปริมาตรร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักช่วยลดอุณหภูมิเผาซินเทอร์เหลือ 1040 °C โดยสมบัติทางไฟฟ้าและเพียโซอิเล็กทริกใกล้เคียงกับสาร PSZT(6) และมีความหนาแน่นสูงขึ้น

สารเซรามิกที่มีความชื้นในช่วงร้อยละ 12-16 ถูกอัดผ่าน piston extruder สามารถขึ้นรูปแท่งตรงที่มีรูพรุนจำนวนมากบริเวณผิวและภายในแท่งเซรามิก การดูดอากาศก่อนการอัดสามารถลดรูพรุนลง แท่งเซรามิกหลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1040 °C มีความแข็งแรงพอ

สำหรับจับถือได้ง่าย อย่างไรก็ตามแท่งเซรามิกที่เตรียมได้มีความหนาแน่น ($\rho_s = 7.00 \text{ g/cm}^3$) ต่ำกว่าเซรามิกรูปเม็ด ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากกระบวนการเตรียมสารที่แตกต่างกัน การนำชิ้นงานไปผ่านกระบวนการ cold isostatic press อาจเป็นแนวทางหนึ่งสำหรับช่วยเสริมความหนาแน่นของแท่งเซรามิก

วัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ถูกเตรียมจากการจัดเรียงแท่งเซรามิกลงในหลอดแก้ว และเทพอลิเมอร์ลงในหลอดแก้วภายใต้สภาพใกล้เคียงสูญญากาศ วัสดุที่เตรียมขึ้นมีฟองอากาศค้างอยู่ภายในโดยเฉพาะบริเวณรอบแท่งเซรามิก ความชื้นของแท่งเซรามิกและการเทพอลิเมอร์อาจเป็นสาเหตุของการมีฟองอากาศนำไปสู่สนามไฟฟ้าในการโพลาไรซ์และการวัดค่าทางไฟฟ้าของชิ้นงานที่มีฟองอากาศค้างภายในอาจคลาดเคลื่อนไปจากความเป็นจริง การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 มีค่า g_{33} สูงกว่าเซรามิก ค่า g_{33} ของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้นเนื่องจากการลดลงของค่า K โดยเฉพาะเมื่อปริมาณเฟสพอลิเมอร์สูงขึ้น ค่า g_{33} ของวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ที่สัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 10 สูงกว่าค่า g_{33} ของเซรามิก ($g_{33} = 23 \times 10^{-3} \text{ Vm/N}$) มากกว่า 2 เท่า

สารเซรามิกสูตร PSZT(6)/B1 มีค่า d_{33} ต่ำกว่าและค่า K , Q_m สูงกว่าสารเซรามิกที่ถูกศึกษาโดย Tontrakoon ซึ่งสารตั้งต้นเป็นสาร PZT-5 (ดูหัวข้อที่ 2.2.4) หากต้องการสมบัติที่ใกล้เคียงกันสารเซรามิกที่เตรียมขึ้นในงานวิจัยนี้จึงควรศึกษาพัฒนาต่อไป วัสดุเชิงประกอบที่มีสัดส่วนปริมาตรเซรามิกร้อยละ 45 ที่เตรียมขึ้นจากการวิจัยนี้มีค่า $d_{33} = 162 \text{ pC/N}$, $K = 527.5$ และ $Q_m = 15$ สมบัติดังกล่าวใกล้เคียงกับวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมโดย Tontrakoon (ดูหัวข้อ 2.3 และรายการอ้างอิงที่ 27) ค่า $d_{33} = 141 \text{ pC/N}$, $K = 475$ และ $Q_m = 5$ สมบัติของวัสดุนี้เหมาะสมกับงานคาน pulse echo transducer วัสดุเชิงประกอบที่เตรียมได้ยังตอบสนองความถี่สูงประมาณ 1.6-1.8 MHz การพัฒนาให้ตอบสนองความถี่สูงยิ่งขึ้นการเตรียมแท่งเซรามิกควรมีขนาดเล็กลงเช่นกัน

หมายเหตุข้อผิดพลาด

ค่า g_{33} ในรายงานคำนวณจากค่า d_{33} และ K แต่ค่า d_{33} และค่า K ถูกวัดที่ความถี่ต่างกัน ดังนั้นค่า g_{33} ที่คำนวณจะถูกต้องมากขึ้นหากค่า d_{33} และ K ถูกวัดที่ความถี่เดียวกัน