



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมวัสดุผสมระหว่างเซรามิกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักและ
พอลิเมอร์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นทรานสดิวเซอร์

**Fabrication of Composite Materials between Non-Lead Based Ceramics and
Polymer for Transducer Applications**

โดย ดร. วันดี ธรรมจारी

ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ตันขศิริ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

มิถุนายน 2551

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมวัสดุผสมระหว่างเซรามิกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักและ
พอลิเมอร์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นทรานสดิวเซอร์

**Fabrication of Composite Materials between Non-Lead Based Ceramics
and Polymer for Transducer Applications**

คณะผู้วิจัย

- | | |
|---------------------------------|----------------------|
| 1. ดร. วันดี ธรรมจारी | มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ |
| 2. ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ตันขศิริ | มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ |

สนับสนุนโดย

สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษาและสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยเป็นอย่างสูงที่ได้สนับสนุนงบประมาณทั้งหมดในโครงการวิจัยนี้ ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเชียงใหม่ คณะวิทยาศาสตร์ ภาควิชาฟิสิกส์ และห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์ที่ได้ให้การสนับสนุนและเอื้อเฟื้อสถานที่รวมทั้งอุปกรณ์เครื่องมือต่างๆ ในการทำวิจัย นอกจากนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร. ทวี ตันขศิริ ที่ได้ให้คำปรึกษาที่ดีเยี่ยมและเป็นกำลังใจให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ผู้วิจัย

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ: MRG4980198

ชื่อโครงการ: การเตรียมวัสดุผสมระหว่างเซรามิกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก และพอลิเมอร์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นทรานสดิวเซอร์

ชื่อนักวิจัยและสถาบัน: ดร. วันดี ธรรมจารี
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

E-mail Address: msrlwt@yahoo.com

ระยะเวลาโครงการ: 2 ปี

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาถึงการเตรียมและสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมระหว่างสารเพียโซเซรามิกไร้สารตะกั่วกับพอลิเมอร์ ซึ่งสารเพียโซเซรามิกไร้สารตะกั่วที่งานวิจัยนี้ให้ความสนใจคือบิสมัทโซเดียมไททาเนต (Bismuth Sodium Titanate) หรือบีเอ็นที (BNT) เนื่องจาก BNT นี้มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกที่ใกล้เคียงกับเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead Zirconate Titanate:PZT)

โดยสารเพียโซเซรามิก BNT ซึ่งมีองค์ประกอบเป็น $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ ถูกเตรียมขึ้นโดยใช้เทคนิคการผสมแบบดั้งเดิม ซึ่งทำการเผาแคลไซน์และเผาอบผงเซรามิกบีเอ็นทีที่อุณหภูมิ 850. และ 1200 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการผสมผงสาร BNT กับอีพ็อกซีเรซินเพื่อเตรียมเป็นวัสดุผสมแบบ 0-3 แล้วจึงทำการตรวจสอบสมบัติกายภาพ สมบัติเพียโซอิเล็กทริก และสมบัติไดอิเล็กทริกของวัสดุผสมที่เตรียมได้ นอกจากนี้ยังทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมด้วยเทคนิค SEM จากผลการวิจัยพบว่า วัสดุผสมที่เตรียมได้นั้น สามารถเตรียมได้โดยมีสัดส่วนปริมาตรประมาณ 50 vol% โดยพบว่าสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุผสมที่เตรียมได้นั้นเปลี่ยนแปลงตามขนาดอนุภาคของผงสาร นอกจากนี้ยังพบอีกว่า วัสดุผสมของสารเพียโซเซรามิกไร้สารตะกั่วนี้มีความไม่เสถียรของสารทำให้การโพลาไรเซชันนั้นค่อนข้างยาก ส่งผลให้สมบัติเพียโซอิเล็กทริกด้อยกว่าวัสดุผสมของสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก

คำหลัก: วัสดุผสม, บีเอ็นที, อีพ็อกซีเรซิน

ABSTRACT

Project Code: MRG4980198

Project Title: Fabrication of Composite Materials between Non-Lead Based Ceramics and Polymer for Transducer Applications

Investigator: Dr. Wandee Thamjaree
Department of Physics
Faculty of Science
Chiang Mai University

In this research the fabrication and mechanical property of composite materials between non-lead based ceramics and polymer was studied. Bismuth sodium titanate or BNT is non-lead based ceramics which this research attempt to focus. Because it exhibits the outstanding piezoelectric properties likes PZT.

BNT with the composition of $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ was prepared using the conventional mixed oxide method. The BNT powder was calcined and annealed at temperature of 850 and 1200°C, respectively. BNT powder was mixed with epoxy resin to prepare the 0-3 composites. The physical property, piezoelectric and dielectric properties of composites samples was examined. Moreover, the microstructure of composites samples was determined by scanning electron microscope (SEM) technique. From the results, it can be seen that the 50% volume fraction composites can be prepared. Piezoelectric property of composites varies with particle size of ceramics powder. Moreover, non-lead based composites are not stable. It affects to poling process which have effect to their piezoelectric property.

Keywords: Composites, BNT, Epoxy Resin

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)
ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่
สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา
และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

1. ชื่อโครงการ : การเตรียมวัสดุผสมระหว่างเซรามิกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก
และพอลิเมอร์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นทรานสดิวเซอร์

Fabrication of Composite Materials between Non-Lead
Based Ceramics and Polymer for Transducer

Applications
2. ชื่อหัวหน้าโครงการ

ชื่อ : นางสาววันดี ธรรมจारी (Wandee Thamjaree)

หน่วยงานที่สังกัด ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ที่อยู่: 239 ถนนห้วยแก้ว ต. สุเทพ อ. เมือง จ. เชียงใหม่ 50200

โทรศัพท์ 0-5393-3367

โทรสาร 0-5335-7512

E-mail: msrlwt@yahoo.com
3. สาขาวิชาที่ทำการวิจัย: อิเล็กทรอนิกส์ (วัสดุศาสตร์)
4. ระยะเวลาดำเนินการ 2 ปี
5. ได้เสนอโครงการนี้หรือโครงการที่มีส่วนเหมือนกับเรื่องนี้บางส่วนเพื่อขอทุนต่อแหล่งทุนอื่นที่
ใดบ้าง

[] ไม่ได้เสนอต่อแหล่งทุนอื่น

6. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

สารพิโซอิเล็กทริกเซรามิก (piezoelectric ceramics) เป็นวัสดุที่สามารถแสดงสมบัติทางพิโซอิเล็กทริกได้อย่างโดดเด่น ซึ่งสมบัติดังกล่าวนี้ถูกค้นพบโดย Jacques และ Pierre Curie เมื่อปี ค.ศ. 1880⁽¹⁾ โดยสารเซรามิกพิโซอิเล็กทริกนี้สามารถแสดงปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริก ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่วัสดุนั้นมีการสร้างประจุไฟฟ้าให้เกิดขึ้น อันเป็นผลมาจากแรงกดอัดเชิงกล (mechanical pressure) หรือสามารถกล่าวได้ว่า สารพิโซอิเล็กทริกนี้สามารถเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้า และในทางกลับกันก็สามารถเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าไปเป็นพลังงานกลได้⁽²⁾ ด้วยสมบัติดังกล่าวนี้ ส่งผลให้พิโซอิเล็กทริกเซรามิกได้ถูกศึกษาค้นคว้าและพัฒนาอย่างต่อเนื่องจนถึงปัจจุบัน โดยนักวิจัยนั้นได้ให้ความสำคัญทั้งในเรื่องของการศึกษาค้นคว้าเชิงวิชาการและการประยุกต์ในงานเชิงอุตสาหกรรม จนสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ต่างๆ ได้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ประเภทต่างๆ เช่น บั๊ชเซอร์ (buzzers), ทรานสดิวเซอร์ (transducers), เครื่องตรวจจับ (sensors), หัวจุดแก๊ส (gas igniters), ไมโครโฟน (microphones), ลำโพง (speakers) และ ตัวขับเคลื่อน (actuators) เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถเตรียมพิโซอิเล็กทริกเซรามิกนี้ให้อยู่ในรูปแบบของวัสดุผสม (composite materials) เพื่อนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับสัญญาณในน้ำที่เรียกว่า ไฮโดรโฟน (hydrophones) หรือนำมาประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอัลตราซาวด์ (ultrasound) ในอุปกรณ์ biomedical imaging และเครื่องตรวจสอบแบบไม่ทำลาย (nondestructive testing) เป็นต้น^(1,3-6) จากคุณสมบัติเช่นนี้การนี้ จึงทำให้สามารถมองได้ว่าสารพิโซอิเล็กทริกเซรามิกนี้ เปรียบเสมือนกลไกที่สำคัญตัวหนึ่งที่ช่วยผลักดันให้เทคโนโลยีทางวัสดุนั้นมีการพัฒนาและก้าวหน้าไปอย่างรวดเร็ว

โดยทั่วไปแล้วสารที่นำมาใช้ทำเป็นวัสดุพิโซอิเล็กทริกในปัจจุบันนั้นมักจะเป็นเซรามิกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก ได้แก่ เลดเซอร์โคเนตไททาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$) หรือ PZT และ เลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$) หรือ PMN เนื่องจากส่วนใหญ่แล้วสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบนั้น จะสามารถแสดงสมบัติทางพิโซอิเล็กทริกได้ดีกว่าสารพิโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ซึ่งถึงแม้ว่าวัสดุเหล่านี้จะมีคุณสมบัติที่เหนือกว่าก็ยังมีขีดจำกัดในเรื่องของการนำมาใช้งาน เนื่องจากตะกั่วที่อยู่ในสารเหล่านี้เป็นพิษ โดยตะกั่วเป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 3 ตามระเบียบของกระทรวงอุตสาหกรรมในประเทศไทย⁽⁴⁾ ไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศ ส่งผลให้มีปริมาณอัตราการเสี่ยงต่อมลพิษเพิ่มขึ้น จากสาเหตุข้างต้นนี้ ส่งผลให้องค์กรรัฐและเอกชนในหลายๆ ประเทศรวมถึงประเทศไทยเริ่มตระหนักถึงอันตรายที่เกิดจากสารพิษอุตสาหกรรม

และเพิ่มขีดจำกัดสำหรับปริมาณการใช้สารพิษเหล่านี้มากขึ้น รวมถึงให้ความสำคัญกับสิ่งแวดล้อมและ ผลักดันให้มีการนำเอาเทคโนโลยีสะอาด (clean technology) มาใช้มากขึ้น นอกจากนี้ยังสนับสนุนให้ มีการค้นคว้าวิจัยเพื่อที่จะหาสารหรือวัสดุชนิดใหม่ขึ้นมา เพื่อใช้ทดแทนสารพิโซอิเล็กทริกที่มีตะกั่ว เป็นองค์ประกอบเหล่านี้

จากแนวคิดดังกล่าว ส่งผลให้นักวิจัยหลายกลุ่มพยายามที่จะพัฒนาวัสดุชนิดใหม่ที่ไม่มีตะกั่ว เป็นองค์ประกอบหรือมีการตะกั่วประกอบเป็นปริมาณน้อยขึ้นมา ซึ่งกลุ่มของวัสดุที่กำลังเป็นที่สนใจ และมีแนวโน้มที่จะสามารถนำมาใช้แทนกลุ่มที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักนั้น มีอยู่หลายกลุ่มด้วยกัน เช่น กลุ่มที่มีบิสมัท (Bi), แบเรียม (Ba), และกลุ่มอัลคาไลน์ไนโอเบต (alkaline niobate) เป็น องค์ประกอบ เป็นต้น ซึ่งตัวแทนของสารเหล่านี้ที่กำลังเป็นที่สนใจของนักวิจัย ได้แก่ บิสมัทโซเดียมไท ทาเนตเซรามิก ($(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$) หรือ BNT และ บิสมัทไททาเนต ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) เป็นตัวแทนของสารที่มี บิสมัทเป็นองค์ประกอบ แบเรียมเซอร์โคเนียมไททาเนต ($\text{BaZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$) หรือ BZT และ โพแทสเซียม- โซเดียม ไนโอเบต ($(\text{K},\text{Na})\text{NbO}_3$) เป็นตัวแทนของสารพิโซอิเล็กทริกที่มีแบเรียมและอัลคาไลน์ไน โอเบตเป็นองค์ประกอบ ตามลำดับ ซึ่งในกรณีของสารที่มีบิสมัทเป็นองค์ประกอบนั้น จากการศึกษา ค้นคว้า พบว่า BNT เป็นสารพิโซอิเล็กทริกที่มีสมบัติทางพิโซอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดี นั่นคือ BNT นี้มีค่าอุณหภูมิคูรี (Curie Temperature) อยู่ที่ประมาณ 320°C และ ณ อุณหภูมิห้อง BNT มี Remanent polarization (P_r) และ coercive field (E_c) สูงถึง $38 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $73 \text{ kV}/\text{cm}$ ตามลำดับ⁽⁷⁻¹⁰⁾ นอกจากนี้สาร BNT ยังถูกจัดให้เป็นสารประเภทรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก (relaxor ferroelectric) ทั้งนี้เนื่องจากสารชนิดนี้แสดงสมบัติเด่นของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity) กับอุณหภูมิเป็นแบบดิฟฟิวส์แมกซิมัม (diffuse maximum) นั่นคือจะมีพีค (peak) ที่มี ลักษณะฐานกว้างเกิดขึ้นที่บริเวณอุณหภูมิคูรีหรือช่วงของอุณหภูมิสูงสุด T_{max} และยังมีสมบัติที่ น่าสนใจหลายประการ อาทิ มีค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบพิโซอิเล็กทริก (piezoelectric coupling coefficient) สูง มีความสามารถในการยืดหดที่แม่นยำมาก จึงทำให้สารชนิดนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ อิเล็กทรอนิกส์ เช่น โซนาร์ทรานสดิวเซอร์ (Sonar transducers) ตัวขับเคลื่อนด้วยความเครียด (strain actuators) ตัวขับเคลื่อนด้วยการอัดด้วยไฟฟ้า (electrostrictive actuators) และตัวเก็บประจุแบบหลาย ชั้น (multilayer capacitors)⁽³⁾ เป็นต้น

ในกรณีของสารพิโซอิเล็กทริกที่มีแบเรียมเป็นองค์ประกอบนั้น จากการศึกษาค้นคว้าพบว่า แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) นั้นยังไม่สามารถแสดงสมบัติทางพิโซอิเล็กทริกได้เทียบเท่ากับสารที่มี

ตะกั่วเป็นองค์ประกอบเช่น PZT และ PMN ดังนั้นจึงได้มีนักวิจัยหลายกลุ่มพยายามที่จะปรับปรุงสมบัติโดยการเติมสารเจือบางตัวเข้าไป ซึ่งในปัจจุบันนี้ในมุมมองของนักวิจัย BZT กำลังเป็นที่สนใจและเป็นที่น่าจับตา เนื่องจากสมบัติของผลึกเดี่ยวของ BZT นั้นแสดงนอกจากจะมีสมบัติไดอิเล็กตริกที่โดดเด่นแล้วยังแสดงสมบัติทางพิโซอิเล็กตริกที่โดดเด่นมาก จึงทำให้นักวิจัยมีแนวคิดที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นพิโซอิเล็กตริกทรานสดิวเซอร์ (piezoelectric transducers)⁽¹¹⁾ และในกรณีของสารพิโซอิเล็กตริกที่มีอัลคาไลไนโอเบตเป็นองค์ประกอบ พบว่า สาร $(K,Na)NbO_3$ ซึ่งเป็นสารที่เกิดจากการผสมกันระหว่างสารเฟอร์โรอิเล็กตริก $KNbO_3$ และสารแอนติเฟอร์โรอิเล็กตริก (antiferroelectric) $NaNbO_3$ ⁽¹²⁾ เมื่อทำการเตรียมด้วยวิธี Reactive-Templated Grain Growth (RTGG) โดยมีสัดส่วนใกล้เคียงกับมอร์โฟทรอปิกเฟสบาวันเดรี (morphotropic phase boundary; MPB) จะทำให้สารมีโครงสร้างเป็นแบบออโรธอมบิก (orthorhombic) และเตตระโกนอล (tetragonal) ซึ่งมีอุณหภูมิคูรีที่ประมาณ 253 °C มีค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กตริก (d_{33}) เท่ากับ 300 pC/N^(5,13) ซึ่งจะเห็นได้ว่า $(K,Na)NbO_3$ นอกจากที่จะไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมแล้วยังแสดงสมบัติทางพิโซอิเล็กตริกได้ใกล้เคียงกับ PZT ส่งผลให้นักวิจัยพยายามที่จะนำมาใช้ทดแทนสารพิโซอิเล็กตริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ แต่เนื่องจาก $(K,Na)NbO_3$ เป็นสารที่ค่อนข้างที่จะมีราคาแพงเมื่อเทียบกับ PZT ส่งผลให้การนำมาประยุกต์ใช้นั้นยังไม่เป็นที่แพร่หลายนัก

อย่างไรก็ตาม การพัฒนาสารพิโซอิเล็กตริกที่ไม่มีสารตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (non-lead piezoelectric) เพื่อนำมาใช้แทนสารตัวเดิม (PZT และ PMN) นั้นยังคงเป็นความต้องการอย่างเร่งด่วน โดยเฉพาะเมื่อพิจารณาผลในระยะยาวในเชิงของการอนุรักษ์ธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องมีการศึกษาวิจัยในด้านนี้ต่อไป ซึ่งจากการศึกษาค้นคว้าในขั้นต้นนั้นพบว่า งานค้นคว้าวิจัยส่วนใหญ่จะเน้นไปในเรื่องของความสัมพันธ์ระหว่างวิธีการสังเคราะห์ (synthesis) หรือกระบวนการเตรียม (fabrication) ที่มีต่อสมบัติทางพิโซอิเล็กตริกและสมบัติไดอิเล็กตริกของสาร รวมถึงผลของสารเจือที่มีต่อสมบัติของวัสดุด้วย โดยการศึกษาจะเน้นไปที่ในเชิงของวัสดุเฟสเดียว (single phase) มากกว่า แต่เนื่องจากสารพิโซอิเล็กตริกที่ใช้อยู่ในปัจจุบันนั้นยังมีบทบาทที่โดดเด่นและสำคัญอย่างมาก ในเรื่องของ การนำมาประยุกต์ในรูปแบบของวัสดุผสม (composite materials) ดังตัวอย่างที่กล่าวถึงแล้วในข้างต้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ให้ความสนใจและความสำคัญในการเตรียมวัสดุผสมระหว่างสารพิโซอิเล็กตริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (เช่น BNT และ BZT) กับพอลิเมอร์เพื่อนำมาประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ทรานสดิวเซอร์แทนวัสดุผสมที่เตรียม

จากสารพีโซอิเล็กทริก PZT หรือ PMN ซึ่งการศึกษาค้นคว้าในงานวิจัยนี้เป็นที่คาดหวังว่าจะสามารถนำมาใช้เป็นดัชนีบ่งชี้ได้ว่า สารพีโซอิเล็กทริกเซรามิกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบนี้ จะสามารถนำมาใช้แทนสารพีโซอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบได้อย่างสมบูรณ์เพียงใด นอกจากนี้ ยังเป็นงานวิจัยที่ยังไม่มีนักวิจัยท่านใดได้พัฒนาถึงสมบัติของวัสดุผสมดังกล่าว จากแนวความคิดดังกล่าว จึงมีความเป็นไปได้ว่าการศึกษาวิจัยในเชิงของวัสดุผสมนี้จะสามารถนำมาใช้พัฒนาวัสดุผสมพีโซอิเล็กทริกที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมให้มีสมบัติดีขึ้นทัดเทียมกับวัสดุผสมที่เตรียมจาก PZT หรือ PMN ที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบันได้

8. วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาถึงการเตรียมสารพีโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (เช่น BNT, BZT)
2. เพื่อศึกษาถึงการเตรียมวัสดุผสมระหว่างสารพีโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (เช่น BNT, BZT) กับพอลิเมอร์
3. เพื่อศึกษาผลของการเรียงติดกัน (connectivity) ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสมที่เตรียมได้
4. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล (mechanical property) และสมบัติกายภาพ (physical property) ของวัสดุผสมที่เตรียมได้
5. เพื่อศึกษาสมบัติทางพีโซอิเล็กทริกและไดอิเล็กทริกของวัสดุผสมที่เตรียมได้ และเปรียบเทียบผลที่ได้กับวัสดุผสมที่เตรียมจากสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ
6. เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงเซรามิกของสารที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบและวัสดุผสมที่เตรียมได้
7. เพื่อนำผลงานวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

9. ระเบียบวิธีวิจัย

ปีที่ 1

1. ศึกษาค้นคว้าและรวบรวมข้อมูลที่เกี่ยวข้อง
2. จัดซื้อวัสดุ อุปกรณ์
3. สังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางกายภาพของผงสาร (BNT หรือ BZT) ที่เตรียมได้
4. ศึกษาวิวัฒนาการของเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงที่เตรียมได้ โดยวิธี X-ray analysis, Thermal analysis และ Electron Microscopy
5. ทำการขึ้นรูปและศึกษาการเผาซินเตอร์
6. ทำการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบทางเคมีของสารเซรามิกที่เตรียมได้ เพื่อเปรียบเทียบกันระหว่าง BNT และ BZT โดยเลือกสารที่แสดงสมบัติไพโซอิเล็กทริกที่โดดเด่นและใกล้เคียงกับ PZT มากที่สุด
7. ตรวจวัดสมบัติไดอิเล็กทริกและไพโซอิเล็กทริกของสารเซรามิกที่เตรียมได้

ปีที่ 2

1. เตรียมวัสดุผสมระหว่างสารที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (BNT หรือ BZT) กับพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค suction
2. ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมที่เตรียมได้
3. ตรวจสอบผลของการเรียงติดกัน (connectivity) ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสมที่เตรียมได้
4. ตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกและไพโซอิเล็กทริกของวัสดุผสมที่เตรียมได้
5. ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมที่เตรียมได้
6. อภิปรายผลการศึกษาและสรุปผลการวิจัยตลอดจนข้อเสนอแนะ
7. เรียบเรียงผลงานเพื่อการตีพิมพ์

10. จำนวนโครงการที่ผู้สมัครกำลังดำเนินการอยู่

-

11. เอกสารอ้างอิง

1. G.H. Heartling, J. Am. Ceram. Soc. (1999), Vol.82, p. 797.
2. A.J. Moulson and J.M. Herbert, *Electroceramic* 2nd Edition, 2003, p. 355 (John Wiley&Sons).
3. R.C. Buchanan, *Ceramic Materials for Electronics:Processing, Properties and Application*, 1st Edn., 1986, p. 189 (New York:Marcel Dekker).
4. อารี ธนบุญสมบัติ, เพียโซอิเล็กทริกเซรามิกไร้สาร(ตะกั่ว):บิส്മัทโซเดียมทิตาเนต, วารสารเทคโนโลยีวัสดุศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (ตุลาคม-ธันวาคม 2540).
5. Y. Saito, H. Takao, T. Tani, T. Nonoyoma, K. Takatori, T. Homma, T. Nagaya and M. Nakamura, *Nature* (2004), Vol. 432, p.84.
6. A. Safari, *J. Phys. III France*, (1994), Vol. 4, p. 1129.
7. G.A. Smolensky, V.A. Lsopor, A.I. Agranovskaya and N.N. Krainik, *Sov.Phys.Solid State*, (1961), Vol.2, p.2651.
8. C.F. Buhner, *J. Chem. Phys.*, (1962), Vol 36, p.798.
9. J. Suchanicz, K. Roleder, A. Kania and J. Handerek, *Ferroelectrics*, (1988), Vol.77, p.107.
10. K. Roleder, J. Suchanicz and A. Kania, *Ferroelectrics*, (1989), Vol.89, p.1.
11. Z. Yu, R. Guo, A.S. Bhalla, *Mats. Letts.* (2002), Vol. 57, p. 349.
12. R. Wang, R. Xie, T. Sekiya and Y. Shimojo, *Mats. Res. Bull.* (2004), Vol. 39, p. 1709.
13. X. Jing, Y. Li, Q. Yang, J. Zeng and Q. Yin, *Ceram. Inter.* (2004), Vol. 30, p. 1889.
14. Y. Xu *Ferroelectric Materials and Their Applications*, 1991, p. 201 (North-Holland).
15. X.M. Chen, Y. T. Lu, D.Z. Jin, X.Q. Liu, *J. Electroceramics*, (2005), Vol. 15, p. 21.
16. J.K. Lee, H.J. Youn, K.S. Hong and S.E. Park, *J. Appl. Phys.*, (1999), Vol.85, No.1, p.368.
17. S.B. Vakhrushev, V.A. Isupov, V.E. Kvyatkovsky, N.M. Okuneva and I.P. Pronin, *Ferroelectrics*, (1985), Vol. 63, p. 153.
18. V.A. Isupov, P.L. Strelets and I.A. Serova, *Sov. Phys. Solid State*, (1984), Vol. 6, p. 615.
19. T. Takenaka, K. Maruyama and K. Sakata, *Jpn. J. Appl. Phys.*, (1991), Vol.30, No.9B, p.2236.

20. S. Kuharuangrong and W. Schulze, *J. Am. Ceram. Soc.*, (1996), Vol.79, No.15, p.1273.
21. S. Kuharuangrong, *J. Mats. Sci.*, (2001), Vol.36, p.1727.
22. J. Suchanics, M.G. Gavshin, A.Y. Kudzin and C.Z. Kus, *J. Mats. Sci.*, (2001) Vol.36, p.1981.
23. S. Kuharuangrong, *J. Mats. Sci. Lett.*, (1999), Vol.18, p.1155.
24. J.K. Lee, H.J. Yoon, K.S. Hong and S.E. Park, *J. Appl. Phys.*, (1999), Vol.85, No.1, p.368.
25. Idem., *Ibid.* (1995), Vol.78, p.2274.
26. J.D. Byua, J.I. Yoon, S. Nahm, J.C. Kim, *Mats. Res. Bull.* (2000), Vol. 35, p. 1755.
27. Y. Wang, L. Li, J. Qi, Z. Gui, *Ceram. Inter.* (2002), Vol. 28, p. 657.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	2
บทคัดย่อ	3
หน้าสรุปโครงการ	5
บทที่ 1 บทนำ	13
บทที่ 2 ทฤษฎี	15
บทที่ 3 การวิจัย	34
บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิเคราะห์ผลการวิจัย	44
บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัย	68
เอกสารอ้างอิง	70
Output	73
ภาคผนวก	75

บทที่ 1

บทนำ

วัสดุพิโซอิเล็กทริก (piezoelectric materials) มีสมบัติพิเศษคือ เมื่อได้รับแรงกล (mechanical force) จะให้แรงดันไฟฟ้า (voltage) ที่เรียกว่า ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectric effect) ในทางกลับกันเมื่อวัสดุได้รับแรงดันไฟฟ้าจะทำให้มีการเปลี่ยนรูปร่าง (deformation) เกิดแรงกลซึ่งเรียกว่า ปรากฏการณ์อินเวอร์สพิโซอิเล็กทริก (inverse piezoelectric effect) การเปลี่ยนไปมา ระหว่างพลังงานกล และพลังงานไฟฟ้า สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้ประโยชน์จากวัสดุพิโซอิเล็กทริก มีหลายอย่างด้วยกัน ขึ้นกับปรากฏการณ์ การเปลี่ยนแปลง วัสดุพิโซอิเล็กทริกที่ได้รับความนิยมในปัจจุบันคือ เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (lead zirconate titanate) หรือ PZT ซึ่งมีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก โดยก่อให้เกิดปัญหาทั้งใน กระบวนการผลิต และการใช้งาน เนื่องจากออกไซด์ของตะกั่วเป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ด้วย เหตุนี้จึงได้วิจัยและพัฒนาวัสดุพิโซอิเล็กทริกให้ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่ว หรือให้มีสารประเภทนี้ เป็นองค์ประกอบในปริมาณน้อยที่สุด [1-4]

บิสมัทโซเดียมไทเทเนตเฟอร์โรอิเล็กทริก (bismuth sodium titanate ferroelectric) หรือ BNT เป็นสารประกอบที่มีความเป็นไปได้ที่จะมีสมบัติที่สามารถทดแทนการใช้สารประกอบที่มีออกไซด์ของ ตะกั่ว โครงสร้าง BNT มีลักษณะเป็นเพอโรฟไกต์ (Perovskite) ซึ่งพบว่า มีการเปลี่ยนแปลงระบบ ผลึกตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ระบบผลึกของ BNT เป็นรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ซึ่งมี สมบัติทางไฟฟ้าเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอล (tetragonal) และผลึกลูกบาศก์ (cubic) ตามลำดับ ซึ่งจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้าเช่นกันโดยที่ จะมีการเปลี่ยนไปเป็นแอนไทเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) และพาราอิเล็กทริก (paraelectric) [5]

การพัฒนาสมบัติสมบัติของวัสดุผสม (composites) เป็นแนวทางที่เอาสมบัติของวัสดุ เฟอร์โรอิเล็กทริกมาปรับปรุงใช้ ซึ่งสมบัติของวัสดุผสมจะขึ้นอยู่กับการจัดเรียงเฟส เปอร์เซ็นต์โดย ปริมาตร (volume percent) ของเซรามิก และการกระจายตัวของเฟส (spatial distribution of active

phase) ในวัสดุผสม วัสดุผสมนั้นสามารถแบ่งได้ตามชนิด ขนาดและรูปร่าง และลักษณะของ (disperse phase) หากพิจารณาการจัดเรียงตัวของแต่ละเฟสที่มีการเรียงตัวติดกันใน 3 มิติ สำหรับ วัสดุผสมที่มี 2 เฟสนั้น สามารถจัดเรียงติดกันได้ 10 แบบ คือ 0-0, 0-1, 0-2, 0-3, 1-1,

1-2 , 2-2 , 1-3 , 2-3 และ 3-3 โดยรูปแบบที่เตรียมได้ง่าย คือ แบบ 0-3 เนื่องจากเป็นรูปแบบการเรียง ติดกันที่สามารถเตรียมได้ง่าย ไม่ยุ่งยากซึ่งวัสดุผสมชนิดนี้มีความสำคัญอย่างมากในการพัฒนาวัสดุ อุปกรณ์ทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ อุปกรณ์ทางการแพทย์ เป็นต้น [6-7] ดังนั้นการศึกษาและการ พัฒนาของวัสดุผสมเฟียโซอิเล็กทริกและเซรามิกที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่ว ในปัจจุบันจึงได้รับความสนใจในงานวิจัยต่างๆ เป็นอย่างมาก

ด้วยเหตุนี้วัสดุผสมเฟียโซอิเล็กทริกที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่วและอีพ็อกซีเรซินจึงเป็น งานวิจัยอีกทางเลือกหนึ่งที่มีความน่าสนใจ ซึ่งในงานวิจัยนี้จึงมีเป้าหมายในการที่จะศึกษาถึงเทคนิค การเตรียมวัสดุผสมพร้อมทั้งศึกษาถึงสมบัติทางเชิงกลและไฟฟ้า ตลอดจนโครงสร้างทางจุลภาคที่มีผล ต่อสมบัติของวัสดุผสมที่เตรียมจากสารเซรามิกที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่ว อีกทั้งจะเป็นการสร้าง องค์ความรู้ใหม่เพื่อเป็นพื้นฐานและแนวทางในการศึกษาวิจัยและพัฒนาเพื่อการประยุกต์ใช้ในระดับสูง ต่อไป

บทที่ 2

วรรณกรรมปริทัศน์

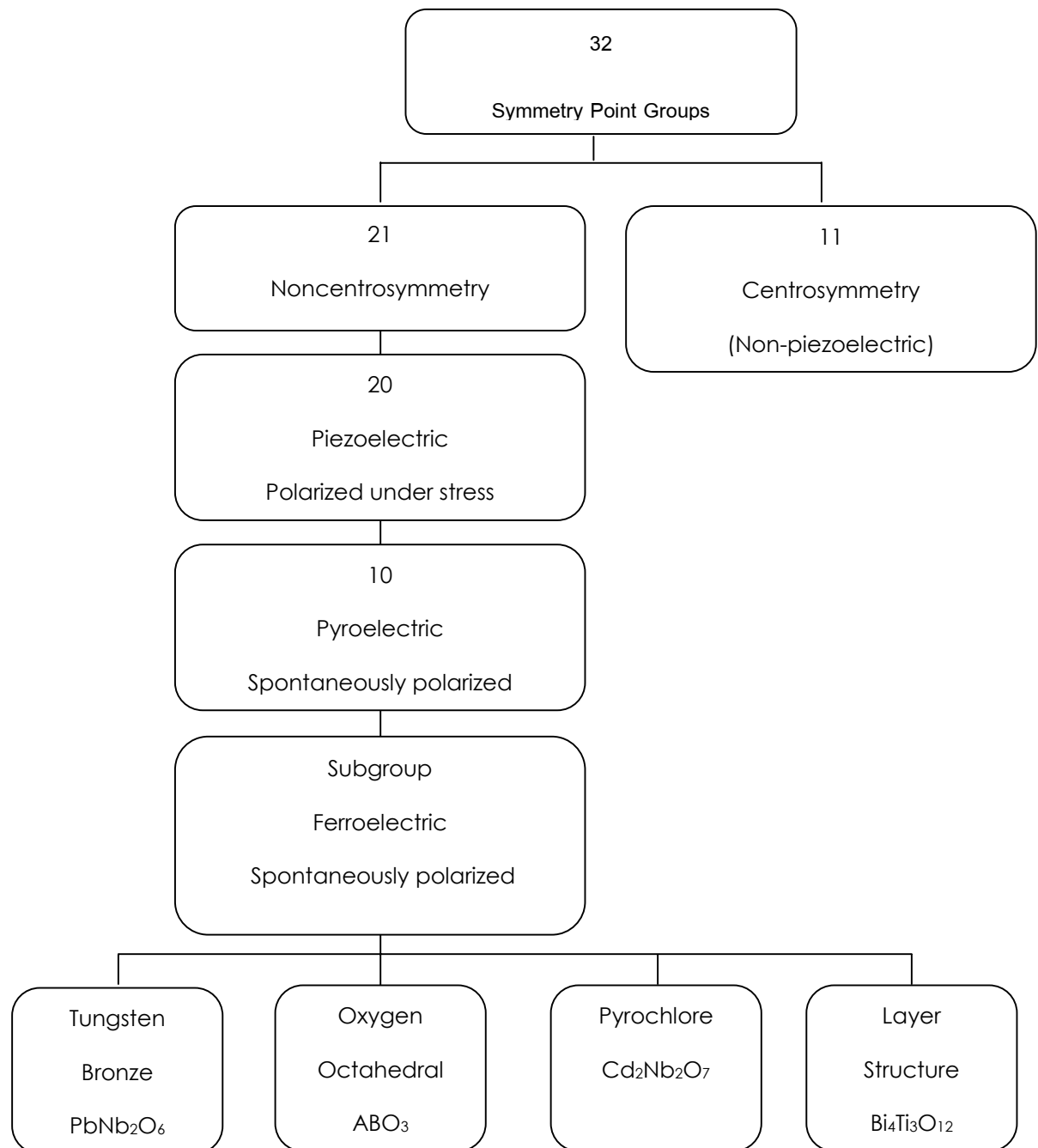
2.1 ความเป็นมาของสารพิโซอิเล็กทริก

ในปี ค.ศ. 1880 Jacques และ Pierre Curie [8] ได้ค้นพบปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectricity) ขึ้นเป็นครั้งแรก ในระหว่างการศึกษาผลของแรงดันที่มีต่อการเกิดประจุไฟฟ้าของผลึก ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกเป็นปรากฏการณ์ที่สารสามารถเปลี่ยนแปลงโพลาไรเซชัน (polarization) ทางไฟฟ้าเมื่อได้รับความเครียดทางกล ในทำนองกลับกันเมื่อสารได้รับสนามไฟฟ้าก็จะเกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดและปริมาตรได้ซึ่งสารที่จะแสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) ได้นั้นจะมีลักษณะของโครงสร้างผลึกเป็นแบบหน่วยเซลล์ (unit cell) ไม่สมมาตรกับจุดศูนย์กลาง (noncentrosymmetric class) ซึ่งสามารถแยกแยะได้จากระบบของสมมาตรทั้ง 32 กลุ่มจุด (point group) ในทางผลึกวิทยาพื้นฐานที่สำคัญในการศึกษาสมบัติ พิโซอิเล็กทริกของของแข็ง เมื่อทำการพิจารณาวัสดุที่มีผลึกเดี่ยวพบว่า ผลึกมีองค์ประกอบทางเคมีคงที่ และประกอบด้วยไอออน (อะตอมที่มีประจุ) เรียงตัวกันซ้ำๆ ต่อกันเป็นเครือข่าย เกิดเป็นระนาบผลึก (lattice) หน่วยที่เล็กที่สุดที่มีความสมมาตรเรียกว่าหน่วยเซลล์ (unit cell) และเป็นตัวบอกความเป็นไปได้ของการมีสมบัติพิโซอิเล็กทริกในผลึก

นักผลึกศาสตร์แบ่งผลึกเป็น 32 กลุ่มและใน 32 กลุ่มจะถูกแบ่งออกเป็น 2 พวก คือ 11 กลุ่มที่มีหน่วยเซลล์สมมาตรกับจุดศูนย์กลาง และ อีก 21 กลุ่มที่มีหน่วยเซลล์ไม่สมมาตรกับจุดศูนย์กลาง และใน 21 กลุ่มนี้มีเพียง 20 กลุ่มเท่านั้นที่แสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริก และอีกหนึ่งกลุ่มไม่แสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริกดังรูป 2.1 เนื่องจากเมื่อสารอยู่ในความเครียดแล้ว สารจะมีสมมาตรกับจุดศูนย์กลาง (ส่งผลให้โพลาไรเซชันรวมหักล้างกันหมด) ส่งผลให้ไม่แสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริก และใน 20 กลุ่มนี้จะมีเพียง 10 กลุ่มเท่านั้นที่มีขั้วในตัวเอง (spontaneous polarization, P_s) คือ เกิดโพลาไรเซชันได้ด้วยตัวของสารเองโดยไม่ต้องมีการให้สนามไฟฟ้าเข้าไป

นอกจากว่าวัสดุนั้นจะมีลักษณะไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางอยู่เอง ซึ่งจะทำให้ผลรวมของการเคลื่อนที่ของประจุบวกและลบสามารถสร้างไดโพลไฟฟ้าขึ้นมาหรือที่เรียกว่าเกิดโพลาไรเซชันสภาพพิโซอิเล็กทริกเกิดขึ้นได้สองแบบคือแบบทางตรง (direct effect) และแบบผกผัน (converse

effect) และระดับการเกิดโพลาริเซชันจะขึ้นกับระดับความเครียดที่เกิดจากแรงที่ได้รับ และเครื่องหมายของประจุที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับว่าแรงที่ให้ป็นแรงดึงหรือแรงกด

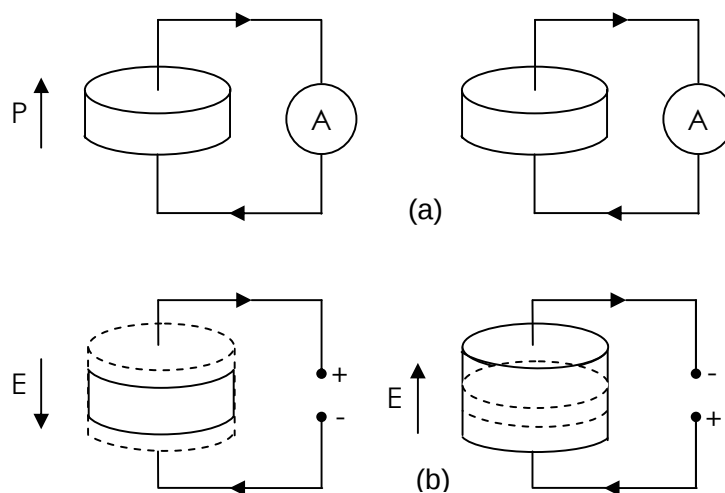


รูป 2.1 การแบ่งกลุ่มวัสดุตามลักษณะสมมาตร [9]

2.2 ปรากฏการณ์ไพโซอิเล็กทริกในเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก

การจะทำให้เกิดสภาพไพโซอิเล็กทริกในเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิกนั้นจะต้องผ่านกระบวนการที่สำคัญที่เรียกว่าการโพล (poling) ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้จะต้องไม่เกินอุณหภูมิคูรี (curie temperature, T_c) เพราะเซรามิกจะเสียสภาพโพลาริเซชันที่เกิดจากการโพลเมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี

ปรากฏการณ์ไพโซอิเล็กทริกในเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิกมีกลไกการทำงาน 2 รูปแบบคือ ผลทางตรง (direct effect) เป็นปรากฏการณ์ที่เกิดประจุไฟฟ้าจากการให้แรงทางกล เช่น เครื่องกำเนิดสัญญาณ (generator) และผลย้อนกลับ (converse effect) ซึ่งการเคลื่อนที่หรือการทำงานทางกลจะเกิดจากการที่ให้นาไฟฟ้าเข้าไป เช่น มอเตอร์ (motor) ดังแสดงในรูป 2.2



รูป 2.2 ปรากฏการณ์ไพโซอิเล็กทริก [9]

กลไกทั้งสองแบบสามารถอธิบายได้ด้วยสมการ

$$D = dT + \epsilon^T E \quad (\text{generator}) \quad (2.1)$$

$$S = s^E T + dE \quad (\text{motor}) \quad (2.2)$$

โดยที่ D คือ dielectric displacement

T คือ ความเค้น(stress)

E คือ สนามไฟฟ้า(electric field)

d คือ ค่าสัมประสิทธิ์ไพโซอิเล็กทริก

S คือ ความเครียด (strain)

s^E คือ ค่า compliance เมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าคงที่

ϵ^T คือ dielectric constant (permittivity) เมื่อค่าความเค้นคงที่

2.3 สมบัติไพโซอิเล็กทริก

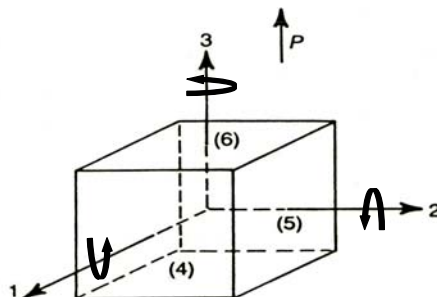
2.3.1 Piezoelectric charge coefficient d_{ij} (C/N)

ค่าปริมาณของประจุไฟฟ้าที่สร้างขึ้นบนผิวของวัสดุไพโซอิเล็กทริกซึ่งตัววัสดุไพโซอิเล็กทริกจะสร้างขึ้นเมื่อได้รับแรง (stress, strain) ต่อหนึ่งหน่วยนิวตันทั้ง Direct Effect และ Converse Effect

- i คือ ทิศทางของโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นในวัสดุ
- j คือ ทิศทางของความเค้นที่ให้แก่สารไพโซอิเล็กทริกหรือทิศทางของ ความเครียดที่สารยืดหด

เช่น

- d_{33} คือ ค่าปริมาณของประจุไฟฟ้าที่สร้างขึ้นในทิศทาง 3 (แกน Z) เมื่อสารได้รับความเค้นในทิศทาง 3 (แกน Z)
- d_{31} คือ ค่าประจุที่สารสร้างขึ้นในทิศทาง 3 (แกน Z) เมื่อสารได้รับความเค้นในทิศทางตั้งฉากกับทิศทางที่สารสร้างประจุ (1,2) (แกน x หรือ แกน y)



รูป 2.3 แสดงการกำหนดทิศทางและระนาบสำหรับไพโซอิเล็กทริก [3]

2.3.2 Piezoelectric Voltage Coefficient g_{ij} (V/N)

ค่าปริมาณของความต่างศักย์ที่สารไพโซอิเล็กทริกสร้างขึ้นเมื่อได้รับความเค้นทั้งในกรณี Direct Effect และ Converse Effect ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังสมการ

$$E_i = g_{ij}T_j \quad (2.3)$$

เมื่อ i คือ 1,2,3 และ j คือ 1,2,3,4,5,6

E_i คือ สนามไฟฟ้าที่เกิดขึ้น (electric field) ที่เกิดขึ้นในทิศทาง i

g_{ij} คือ สัมประสิทธิ์แรงดันพิโซอิเล็กทริก (piezoelectric voltage coefficient)

ในทิศ ij มีหน่วยเป็น V/N

T_j คือ ความเค้นที่ใส่ให้กับสารพิโซอิเล็กทริก (apply mechanical stress)

ในทิศทาง j

และยังสามารถแสดงความสัมพันธ์กับค่า piezoelectric charge coefficient (d_{ij}) และ สัมประสิทธิ์แรงดันพิโซอิเล็กทริกดังสมการ

$$g_{ij} = \frac{d_{ij}}{\epsilon_r \epsilon_0} \quad (2.4)$$

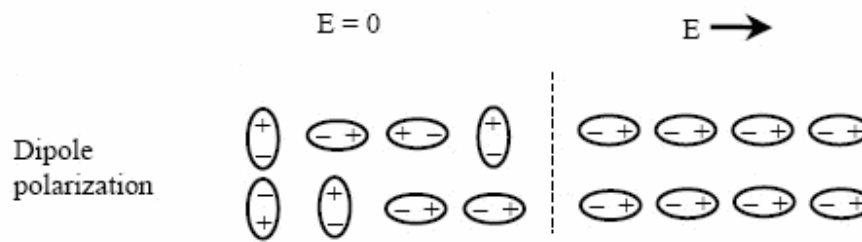
ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant)

ϵ_0 คือ permittivity ของ free space (8.854×10^{-12} F/m)

2.4 สมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties)

สารไดอิเล็กทริกเป็นสารที่นิยมนำมาใช้ในการทำเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า (capacitor) โดยในช่วงการค้นพบช่วงแรกนั้นสารที่นำมาใช้ คือ ไมก้า (mica) เป็นผลึกเชิงเดี่ยวของแร่ซิลิเกต ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางเนื่องจากมีความเสถียรสูง

สมบัติไดอิเล็กทริก คือ สมบัติการเป็นฉนวนไฟฟ้าในวัสดุโดยเมื่อวัสดุอยู่ในสภาวะปกติจะประกอบไปด้วยโมเลกุลที่มีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกันระหว่างโปรตอนและอิเล็กตรอน โดยจะอยู่ภายใต้แรงยึดเหนี่ยวของโมเลกุลและแรงยึดเหนี่ยวของอะตอม ภายในเนื้อสารจึงไม่มีประจุไฟฟ้าอิสระ แต่เมื่อสารได้รับกระแสไฟฟ้าจะทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักไปในทิศทางของสนามไฟฟ้า ส่วนกลุ่มประจุลบจะถูกผลักไปในทิศทางตรงกันข้าม ทำให้โมเลกุลของสารเกิดไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) ขึ้นมาดังรูป 2.4



รูป 2.4 การเกิดโพลาไรซ์แบบ ionic [3]

ในสารไดอิเล็กตริกบางตัวมีโมเลกุลที่มีขั้วอยู่แล้วเพียงแต่ทิศทางของไดโพลไม่เป็นระเบียบ ดังนั้นเมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่สารไดอิเล็กตริกจะทำให้ไดโพลเล็กๆ นี้เกิดการจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกันอย่างเป็นระเบียบ เมื่อพิจารณาผลสารทั้งหมดจะเห็นว่าผลสารทั้งหมดจะเห็นว่าประจุบวกทั้งหมดย้ายออกจากประจุลบ ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่า สารไดอิเล็กตริกนั้นถูกโพลาไรซ์ (polarized) ทิศทางของไดโพลจะตรงข้ามกับทิศของสนามไฟฟ้าที่ให้

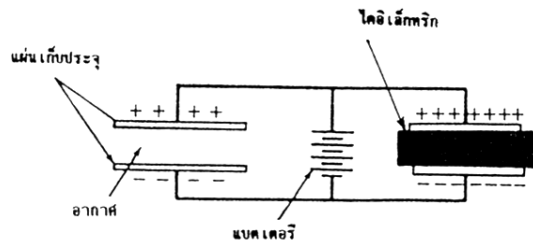
สารไดอิเล็กตริกนี้มีสมบัติที่น่าสนใจ คือ สามารถเก็บประจุไฟฟ้า โดยความสามารถในการเก็บประจุของสารไดอิเล็กตริกนั้น จะใช้การเปรียบเทียบกับ การเก็บประจุไฟฟ้าของสุญญากาศว่าสามารถเก็บประจุได้เพิ่มขึ้นกี่เท่า [10] ดังสมการ

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r A / d \quad (2.5)$$

โดยที่

ϵ_r	คือ	relative permittivity (dielectric constant)
ϵ_0	คือ	ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่า 8.854×10^{-12} F/m
C	คือ	ค่าความจุ มีหน่วยเป็นฟารัด (F)
A	คือ	พื้นที่หน้าตัดของแผ่นโลหะตัวนำ (m^2)
D	คือ	ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า (m)

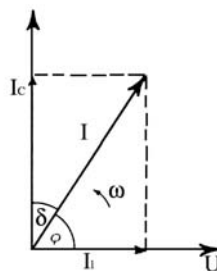
โดยค่า ϵ_r เป็นตัวบ่งบอกถึงประสิทธิภาพและความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าของสารไดอิเล็กตริกนั้นๆ มีค่าเป็นกี่เท่าของสุญญากาศ ความสามารถในการเก็บประจุจะแปรผันตรงกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และรูปทรงของตัวเก็บประจุ ดังนั้นการเก็บประจุไฟฟ้าที่สมบูรณ์ที่สุดจะต้องไม่นำไฟฟ้าเลยถ้าหากได้รับกระแสไฟฟ้าตรง นั่นคือ จะต้องไม่มีสภาพนำไฟฟ้าอยู่เลยหรือความต้านทานสูงเป็นอนันต์ แต่ในทางปฏิบัติแล้วสารไดอิเล็กตริกที่ใช้งานจะมีค่าความต้านทานไม่เป็นอนันต์ จะมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านในปริมาณเล็กน้อยที่เรียกว่า กระแสรั่ว (leakage current) เกิดขึ้น



รูป 2.5 แสดงตัวเก็บประจุแบบแผ่นขนาน 2 ชั้นที่ต่อในวงจรไฟฟ้าเดียวกัน [12]

เมื่อวัสดุไดอิเล็กทริกอยู่ในสนามไฟฟ้ากระแสสลับ พฤติกรรมวัสดุจะแตกต่างออกไป เมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้ากระแสตรงซึ่งเมื่อพิจารณาสนามไฟฟ้ากระแสสลับ สนามไฟฟ้าจะสลับตามรูปแบบของคลื่นไซน์ ดังนั้นเมื่อให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับแก่วัสดุไดอิเล็กทริก ไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริกจะเกิดการเปลี่ยนแปลงกลับไปมาตามความถี่ของสนามไฟฟ้ากระแสสลับที่ให้ ณ ที่ความถี่สูง ไดโพลจะกลับตัวไม่ทันกับสนามที่ให้ ส่งผลให้เกิด relaxation ขึ้นหรืออาจกล่าวได้ว่าเมื่อใส่สนามไฟฟ้าแก่วัสดุสารไดอิเล็กทริก ไดโพลในสารวัสดุไดอิเล็กทริกจะใช้พลังงานที่ให้ในการกลับตัวไปมา แต่เมื่อความถี่สูง ไดโพลกลับไม่ทัน เมื่อกลับไม่ทันไดโพลจึงไม่กลับตัว เมื่อไม่กลับตัวแต่ยังคงรับพลังงานจากสนามไฟฟ้าอยู่ พลังงานที่สารได้รับจะค่อยๆ สะสมเกิดเป็นความร้อนขึ้น เป็นการสูญเสียในวัสดุสารไดอิเล็กทริก

เนื่องจากตัวเก็บประจุไม่มีความต้านทานเป็นอนันต์ (infinity) ดังนั้นจึงทำให้เกิดการรั่วของกระแสและทำให้เกิดการสูญเสียขึ้นในวัสดุสารไดอิเล็กทริก โดยปกติตัวเก็บประจุจะมีกระแส I_C ที่นำศักย์ไฟฟ้าอยู่ 90° แต่ถ้ามีความต้านทานเพิ่มเข้ามาจะทำให้เกิดการสูญเสียเป็นความร้อนเกิดขึ้นในตัวเก็บประจุ



รูป 2.6 ค่า loss tangent ที่เกิดขึ้นในวัสดุไดอิเล็กทริก [9]

$$\sigma_{AC} = \omega \epsilon_0 \epsilon_r \tan \delta \quad (2.6)$$

$$\text{Loss factor} = \epsilon_r \tan \delta$$

เมื่อ σ_{AC} = dielectric(or AC) conductivity
 $\epsilon_r \tan \delta$ = loss factor
 $\tan \delta$ = dissipation factor

เมื่อพิจารณาถึงผลของอุณหภูมิต่อค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก โดยทั่วไปแล้ว ค่านี้ควรจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ ซึ่งการที่เพิ่มขึ้นของค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกนี้ มีสาเหตุมาจากการเพิ่มขึ้นของกระแสรั่ว (leakage current : I_L) นั่นคือ เกิดการลดลงของค่าความต้านทานทางไฟฟ้าของสารไดอิเล็กตริก แต่ยังมีสาเหตุอื่น ๆ อีกที่ต้องนำมาพิจารณาด้วยกันคือ [9]

- 1.การสูญเสียเนื่องจากความต้านทานไม่ถึงอนันต์
- 2.การสูญเสียเนื่องจาก dipole relaxation
- 3.การสูญเสียเนื่องจาก electron polarization
- 4.การสูญเสียเนื่องจากการสั่นของไอออน

สาเหตุในข้อ 3 และ 4 นั้น จะเกิดในย่านความถี่สูง ๆ เท่านั้น และสาเหตุสำคัญที่เกิดการสูญเสียในช่วงความถี่ต่าง ๆ จะมาจากสาเหตุในข้อ 1 และ 2 เป็นส่วนใหญ่ นอกจากนี้การเปลี่ยนแปลงของค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ จะขึ้นกับประเภทของสารไดอิเล็กตริก ในสารประเภทมีขั้วนั้น จะมีการสูญเสียเนื่องจาก dipole relaxation และการนำไฟฟ้า ซึ่งจะมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

2.5 สมบัติความต้านทานเชิงซ้อน(Acoustic impedance properties)[10,11]

ความต้านทานเชิงซ้อนเป็นการตอบสนองของวัสดุอนุภาคที่ถูกกระตุ้นด้วยคลื่นฮาร์มอนิกที่มีความถี่จำเพาะ โดยพิจารณาจากอัตราส่วนของความดันเสียงและความเร็วเสียงของอนุภาคขณะทำการวัด ซึ่งผลที่ได้ออกมาจะมีคุณภาพในเชิงปริมาณที่มีหน่วยเป็น เรย์ (rayls) ในการวัดค่าความต้านทานเชิงซ้อนนั้นจะพิจารณาเฉพาะระนาบคลื่นที่ผ่านชั้นงานที่ทำการวัดเทียบกับตัวเทียบความถี่อ้างอิง สามารถแสดงได้ดังสมการ

$$Z = P/U \quad (2.7)$$

กำหนดให้

Z คือ ความต้านทานเชิงซ้อน (acoustical impedance)

P คือ ความดันเสียงที่ระนาบตัดขวาง (cross-section)

U คือ ปริมาตรความเร็วเสียง (volume velocity)

2.5.1 ลักษณะเฉพาะของความต้านทานเชิงซ้อน (Characteristic impedance)

ความต้านทานเชิงซ้อนของเสียงยังสามารถใช้บ่งบอกลักษณะเฉพาะของตัวกลางต่าง ๆ เช่น อากาศ หิน หรือ น้ำ

$$Z_0 = \rho \cdot c \quad (2.8)$$

เมื่อ

Z_0 คือ ลักษณะเฉพาะของความต้านทานเชิงซ้อน $N(s/m^3)$ หรือ $Pa(s/m)$

ρ คือ ความหนาแน่นของตัวกลาง (kg/m^3)

c คือ ความเร็วของคลื่นตามยาว หรือ ความเร็วเสียง (m/s)

2.6 วงวนฮิสเทอรีซิสเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric hysteresis loop) [12]

วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก คือวัสดุที่มีขั้วในสถานะที่ไม่มีสนามไฟฟ้าภายนอกแล้วมีทิศทางการจัดเรียงตัวในสถานะสมดุลของเวกเตอร์สภาพการมีขั้วขึ้นเอง (spontaneous polarization) อย่างน้อย 2 ทิศทางและเวกเตอร์สภาพการมีขั้วขึ้นเองนี้สามารถสลับทิศทางการใช้สนามไฟฟ้า ซึ่งคุณลักษณะที่สำคัญของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก ก็คือ การกลับทิศของสภาพการมีขั้ว (polarization reversal หรือ switching) โดยสนามไฟฟ้า ผลสืบเนื่องของการกลับทิศของโดเมนในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก [13] คือการเกิดวงวนฮิสเทอรีซิสเฟอร์โรอิเล็กทริก ดังรูป 2.7 เมื่อมีสนามไฟฟ้า กระแสสลับต่ำๆ สภาพการมีขั้วจะเพิ่มแบบเชิงเส้นกับขนาดของสนามดังสมการ 2.9

$$P_i = \chi_{ij} E_j \quad (2.9)$$

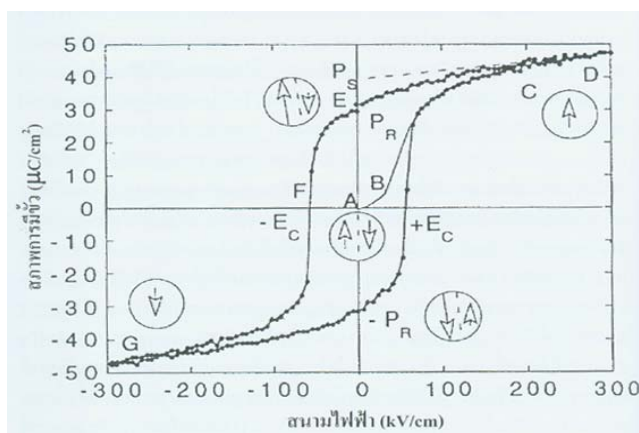
เมื่อ P_i คือ โพลาริเซชัน (C/m^2)

E_j คือ สนามไฟฟ้าที่ให้ (V/m)

χ_{ij} คือ สภาพรับไวได้ไดอิเล็กทริก (dielectric susceptibility)

ซึ่งสอดคล้องกับช่วง AB ของรูป 2.5 ในช่วงนี้สนามไฟฟ้าจะไม่สูงพอที่จะกลับทิศทางของโดเมนที่มีทิศทางของสภาพการมีขั้วที่ไม่ขึ้นชอบ และเมื่อสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้นสภาพการมีขั้วที่มีทิศทางดังกล่าวก็จะเริ่มกลับทิศทางไปตามสนามไฟฟ้า และมีการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นของประจุที่วัดได้สูงขึ้น ช่วง BC และสมการ 2.9 ก็ไม่สามารถใช้ได้อีกต่อไป และเมื่อโดเมนทั้งหมดถูกจัดทิศทางใหม่แล้ว จุด C สภาพเฟอร์โรอิเล็กทริกจะมีพฤติกรรมแบบเชิงเส้นอีกครั้ง ช่วง CD และเมื่อลดสนามไฟฟ้าลง โดเมนบางส่วนก็จะกลับไปสู่ทิศทางเดิม (back-switching) แต่ตำแหน่งสนามไฟฟ้าที่เป็นศูนย์ จุด E สภาพการมีขั้วจะไม่เป็นศูนย์ ดังนั้นถ้าจะทำให้สภาพการมีขั้วหมดไป สนามไฟฟ้าจะต้องถูกกลับทิศจุด F และเมื่อเพิ่มสนามไฟฟ้าในทิศทางตรงข้าม ก็จะทำให้มีการจัดเรียงทิศทางของไดโพลใหม่ ก่อนที่จะถึงจุดอิ่มตัว (saturation) จุด G แล้วก็มีการลดลงของสนามไฟฟ้าเป็นศูนย์ เมื่อกลับทิศทางของสนามไฟฟ้าอีกครั้ง ก็จะครบรอบการทดลอง สภาพการมีขั้วเมื่อสนามไฟฟ้าเป็นศูนย์ จุด E เรียกว่า “สภาพการมีขั้วตกค้าง” (remanent polarization) สนามไฟฟ้าที่ใช้ต้องใช้ในการลดสภาพการมีขั้วให้

กลับสู่ศูนย์อีกครั้งเรียกว่า “สนามไฟฟ้าลบกลับ” (coercive field, E_c) สำหรับสภาพการมีขั้วเกิดขึ้นเอง P_s มักจะถูกกำหนดให้เป็นจุดตัดแกนสภาพการมีขั้วของเส้นตรงที่ลากต่อมาจากช่วงเชิงเส้น CD (ทั้งนี้จะต้องเน้นย้ำว่าในวัสดุพหุผลึกนั้น สภาพการมีขั้วทั้งแบบเกิดขึ้นเองที่เท่าเทียมกับผลึกเชิงเดี่ยวนั้นไม่สามารถเกิดขึ้นเองได้ และจะเป็นการถูกต้องมากกว่าที่จะกล่าวถึง “สภาพการมีขั้วอิ่มตัว” (saturated polarization) P_{sat} แทนที่สภาพการมีขั้วขึ้นเอง P_s) นอกจากนี้ยังต้องกล่าวว่าสนามไฟฟ้าลบกลับ E_c ซึ่งได้จากจุดตัดของวงวนฮิสเทอรีซิสกับแกนสนามไฟฟ้านั้น ไม่ใช่ค่าสนามไฟฟ้าเริ่มเปลี่ยนสมบัติ (absolute threshold field) [14] ถ้าสนามไฟฟ้าต่ำๆ ถูกให้กับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นระยะเวลานานๆ แล้วสภาพการมีขั้วก็จะเกิดการกลับทิศในที่สุด



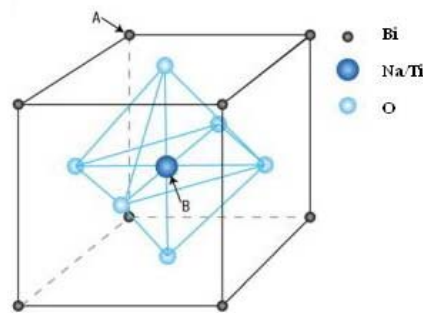
รูป 2.7 ลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก [14]

2.7 บิสมัทโซเดียมไททาเนต (BNT) [5,15]

เป็นที่ทราบกันดีว่าสารเซรามิก เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead zirconate titanate) หรือ PZT นั้นสามารถแสดงสมบัติไพโซอิเล็กทริก (piezoelectric) ได้อย่างโดดเด่นมากเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอื่นๆ ในกลุ่มเดียวกัน แต่สถานการณ์ในปัจจุบัน ปัญหาสิ่งแวดล้อมเป็นปัญหาที่ได้รับความสนใจและต้องช่วยกันแก้ไข เนื่องจากสารตะกั่วที่อยู่ในสารกลุ่มนี้ เป็นอันตรายต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ซึ่งผลของปัญหาสิ่งแวดล้อมนี้ได้กลายเป็นข้อจำกัด ก่อให้เกิดปัญหาหลายประการทั้งในการผลิตและการใช้งาน ดังนั้นจึงทำให้มีการวิจัยและพัฒนาในส่วนของวัสดุไพโซอิเล็กทริกที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่ว หรือให้มีสารประเภทนี้เป็นองค์ประกอบในปริมาณที่น้อยลงเพื่อลดมลภาวะที่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม [1-4]

บิสมัทโซเดียมไททาเนต (bismuth sodium titanate, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$) หรือ BNT เป็นสารประกอบไพโซอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ ที่มีความซับซ้อน โดยทั่วไปสารประกอบซึ่งมีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์จะมีสูตรโครงสร้างเป็น ABO_3 ดังรูป 2.8

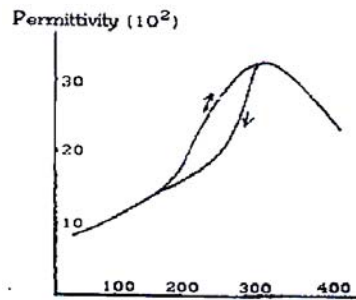
จากการศึกษาลักษณะผลึกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่สูงพบว่า สารที่มีค่าความสามารถในการโพลาไรซ์เชิงไฟฟ้า (electronic polarizability) สูงมีสาเหตุมาจาก oxygen octahedron ของไอออนประจุบวกซึ่งอยู่ที่ B-site และที่ A-site ในกรณีของไอออนของตะกั่ว (Pb^{2+}) เนื่องจากมี อิเล็กตรอนที่ไม่ได้ถูกใช้ร่วมอยู่ในชั้น 6s จึงทำให้มีค่าความสามารถในการโพลาไรซ์เชิงไฟฟ้าที่สูง ซึ่งมีผลต่อสารประกอบของไอออนชนิดนี้



รูป 2.8 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite) [5]

จากข้อสมมติฐานที่ว่า ความสามารถในการโพลาไรซ์เอง (spontaneous polarizability) ของสารประกอบที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ที่ไอออนของ A-site ซึ่งอาจเป็นได้ทั้ง แทเลียม หรือ บิสมัท ก่อให้เกิดสารประกอบหลายชนิด ซึ่งมีสูตรทางเคมีทั่วไปดังต่อไปนี้ $[A^{3+}_{0.5}B^{3+}_{0.5}]B^{4+}O_3$, $[A^{3+}_{0.5}Ti^{5+}_{0.5}]B^{4+}O_3$, $Bi^{3+}B^{3+}O_3$ และ $Ti^{5+}B^{5+}O_3$ เป็นต้น สำหรับสารประกอบที่น่าสนใจ คือสารบิสมัทโซเดียมไททาเนตเฟอร์โรอิเล็กทริก (bismuth sodiumtitanate ferroelectric) เนื่องจากสารประกอบระบบนี้ มีความเป็นไปได้ที่จะมีสมบัติที่สามารถนำมาทดแทนการใช้สารประกอบที่มีออกไซด์ของตะกั่วเป็นองค์ประกอบ โครงสร้าง BNT มีลักษณะเป็นเพอโรฟสไกต์ ซึ่งพบว่า มีการเปลี่ยนแปลงระบบผลึกตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ณ อุณหภูมิห้อง ($25^{\circ}C$) ระบบผลึกของ BNT เป็นรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอล (tetragonal) และผลึกลูกบาศก์ (cubic) ตามลำดับ ซึ่งจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้าเช่นกันโดยที่จะเปลี่ยนไปเป็นแอนไทเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) และพาราเฟอร์โรอิเล็กทริก (paraferroelectric) ตามลำดับระบบผลึกของ BNT ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

ผลกระทบที่มีต่อสมบัติทางไฟฟ้าจะแตกต่างกัน เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงระบบผลึกหลังจากการให้ความร้อนหรือลดอุณหภูมิ พบว่าจะมีผลต่อสมบัติเป็นแอนไทเฟอร์โรอิเล็กทริกดังรูป 2.9



รูป 2.9 แสดงลักษณะของ permittivity ของผลึก $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการวัดที่ความถี่ 500 กิโลเฮิรตซ์ [16]

จากการศึกษาถึงการจัดเรียงตัวแบบทวิน (twin configuration) และการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบของประจุบวก (cation ordering) ของผลึก BNT โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) และกล้องจุลทรรศน์แบบแสงโพลาไรซ์ (optical polarization microscope) พบว่า ไอโซโทรไพเซชัน (isotropization) จะเกิดขึ้นในช่วงที่มีการเปลี่ยนระบบผลึกของรอมโบอีดรอล และเตตระโกนอล โดยที่จะอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 200°C ถึง 230°C ในระหว่างให้ความร้อน และ 230°C ลงไปถึง 200°C ในระหว่างลดความความร้อนนอกจากนี้ยังพบว่า BNT มีลักษณะการจัดตัวอย่างเป็นระเบียบในระยะยาวของประจุ (long-range cation ordering) ของสารประกอบเพอโรฟสไกต์และระบบผลึกของ BNT ที่อุณหภูมิสูงจะอยู่ในรูปของ face-centered cubic

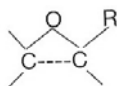
จากการศึกษาพบว่า BNT มีพฤติกรรมเกี่ยวกับการนำไฟฟ้าเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ คือ ค่าสภาพยอมและความนำไฟฟ้า (electric conductivity) ของ BNT จะขึ้นอยู่กับปริมาณสนามไฟฟ้าและค่าความถี่ที่ใช้วัด โดยที่การนำไฟฟ้าของ BNT จะเพิ่มขึ้น 6-8 เท่าของระดับการนำไฟฟ้าเดิมหลังจากที่เพิ่มสนามไฟฟ้า นอกจากนี้ยังพบว่าการเกิดพฤติกรรมดังกล่าวนี้ในค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant) และการสูญเสียไดอิเล็กตริก (dielectric loss) ของ BNT ที่ความถี่ต่างๆ ที่ใช้ในการวัดตั้งแต่ 20 เฮิรตซ์ ถึง 100 เฮิรตซ์ โดยที่ความถี่ต่ำ พีคของค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant peak) จะสูงผิดปกติมากและระดับของพีคจะกลับสู่สภาวะปกติเมื่อทำการวัดที่ความสูง (100 กิโลเฮิรตซ์) ซึ่งปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นนี้สันนิษฐานว่าเป็นผลมาจากการกระจายอย่างไร้ระเบียบ (random displacement) ของไอออน Bi^{3+} และ Na^+ ที่บริเวณของไอออนประจุบวกที่ A-site หรืออาจกล่าวอีกนัยหนึ่งว่า การที่เกิดการขนส่งประจุ (charge transport) นี้อาจสืบเนื่องมาจากการ “กระโดด (hopping)” ของอิเล็กตรอนจากสถานะเฉพาะแห่งสู่อีกสถานะหนึ่ง ทำให้เกิด phase-shifted conductivity และในขณะเดียวกันผลของการเคลื่อนที่อย่างอิสระของไอออนประจุบวกที่ A-site ทำให้เกิดการสูญเสียไดอิเล็กตริกอย่างมากเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิขึ้น [16] ดังนั้นการที่จะพัฒนาสมบัติของ BNT ให้สามารถเข้าสู่การผลิตเชิงอุตสาหกรรมได้นั้น นอกจากนั้นจะต้องสนใจสมบัติทางด้านเพียโซ

อิเล็กทริกและสมบัติเชิงกลไฟฟ้า (electromechanical) ของ BNT แล้ว สมบัติทางไฟฟ้าที่เกี่ยวข้องกับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกของ BNT ควรที่จะนำมาพิจารณาด้วย

สมบัติไดอิเล็กตริกของ BNT ได้แก่ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพการใช้งานของวัสดุมีผลทำให้สมบัติทั้ง 2 ชนิดเกิดการเปลี่ยนแปลงค่าไปตามขนาดของความถี่ที่ใช้วัด อุณหภูมิในขณะวัดและค่าความเข้มข้นของสนามไฟฟ้า (electric field strength) ในระหว่างการจัดเรียงขั้ว (poling) นั้น ค่าการตอบสนองทางไดอิเล็กตริก (dielectric) นี้เป็นผลมาจากการเปลี่ยนตำแหน่งในระยะสั้น (short-range displacements) ของประจุภายในไอทธิพลของสนามไฟฟ้านั้นเอง การเปลี่ยนตำแหน่งของประจุนำไปสู่การเก็บพลังงานไฟฟ้า และส่งผลกระทบต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก สำหรับค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก (dielectric loss) เป็นสมบัติที่แสดงถึงพลังงานสัมพัทธ์ที่ต้องใช้ในการเก็บประจุจำนวนหนึ่ง

2.8 อีพ็อกซีเรซิน (Epoxy Resins)[17-19]

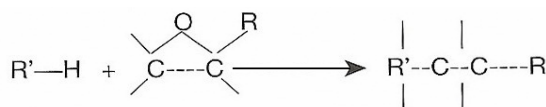
อีพ็อกซีเรซิน (EP) หรืออีพ็อกซีเป็นเมทริกซ์ สำหรับวัสดุผสมที่มีให้เลือกใช้ได้หลายชนิด แม้ว่าพอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัวจะมีราคาถูกมากกว่า หรือพอลิอิมิดจะสามารถทนทานความร้อนได้ดีกว่า แต่อีพ็อกซีจะมีสมบัติทางกายภาพที่กว้าง มีความแข็งแรงเข้ากันได้ดีกับเส้นใยทุกชนิดและสามารถผ่านกระบวนการขึ้นรูปได้สะดวก ทำให้อีพ็อกซีเป็นสารที่ได้รับการเลือกใช้มากที่สุด ส่วนใหญ่อีพ็อกซีจะใช้ในงานโครงสร้างต่าง ๆ ทั้งนี้โครงสร้างทางเคมีของเรซินชนิดทำให้สุก (curing agents) ชนิดของสารดัดแปลงโครงสร้าง (modifying reactants) ที่มีให้เลือกมากมาย และสภาวะการก่อโครงสร้างตาข่าย (curing conditions) จะเป็นตัวกำหนดสมบัติความเหนียวทน ความทนทานต่อสารเคมีและตัวทำละลาย สมบัติทางกลตั้งแต่ที่มีความยืดหยุ่นสูงจนถึงมีความแข็งแรงสูง (high strength) และมีความแข็ง (hardness) สมบัติต้านทานการไหลคลาน (creep) ความล้า นอกจากนี้อีพ็อกซียังเด่นในด้านการยึดเกาะ (adhesion) เส้นใยได้อย่างยอดเยี่ยม ความทนทานความร้อนและคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม ปฏิกริยาก่อโครงสร้างตาข่ายไม่ก่อให้เกิดสารข้างเคียง (by products) และมีการหดตัวต่ำหลังปฏิกริยาก่อโครงสร้างตาข่ายเรซินที่ยังไม่สุก (uncured resin) ก็มีให้เลือกได้ตั้งแต่ที่เป็นของเหลวความหนืดต่ำจนเป็นของแข็ง ซึ่งเมื่อรวมกับสารก่อโครงสร้างตาข่ายที่มีมากมาย จะทำให้สามารถเลือกสภาวะของกระบวนการเตรียมวัสดุผสมได้หลากหลาย ข้อเสียของอีพ็อกซีเรซินที่สำคัญ คือ การดูดความชื้น และความเปราะ ดังนั้นสมบัติทางเคมีของเรซินที่เลือกใช้ จึงเป็นตัวแปรสำคัญในการกำหนดการใช้งาน องค์ประกอบสำคัญทางเคมีของอีพ็อกซีเรซินได้แก่ หมู่เคมีอีพอกไซด์ (epoxide) ออกซิเรน (oxirane) และเอทอโรกซิลีน (ethoxylene) ดังรูป 2.10



รูป 2.10 โมเลกุลอีพอกซี เมื่อ R คือ เคมีส่วนที่เหลือของโมเลกุลอีพอกซี [17]

อีพอกไซด์เรซินมักจะเป็น 1, 2- or อ่านว่า ealpa-epoxide $\text{—CH}_2\text{—CH—CH}_2$ หรือเรียกว่าหมู่

ไกลคอล (glycol) ซึ่งมักจะเชื่อมกับโมเลกุลด้วยพันธะกับออกซิเจน ไนโตรเจน หรือหมู่คาร์บอกซิล (carboxyl) จึงมักเรียกโดยรวมว่ากลีซิดิลอีเธอร์ (glycidyl ether) กลีซิดิลเอมีน (glycidyl amine) และ กลีซิดิลเอสเธอร์ (glycidyl ester) ปฏิกิริยาการสุกจากหมู่อกซิเรนกับการประกอบอื่นที่มีไฮโดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาเป็นดังนี้



รูป 2.11 แสดงปฏิกิริยาการสุกจากหมู่อกซิเรนกับการประกอบอื่นที่มีไฮโดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา [17]

โดยกลุ่ม $\text{R}'\text{—H}$ ได้แก่ primary amine ($\text{R}'\text{NH}_2$) Secondary amine ($\text{R}'\text{R}'\text{NH}$) หมู่กรดคาร์บอกซิลิก ($\text{R}'\text{COOH}$) หมู่เมอร์แคปแทน (mercaptan, $\text{R}'\text{SH}$) หรือหมู่ฟีนอล (phenol)

นอกจากนี้ก็ได้แก่หมู่กรดคาร์บอกซิลิกแอนไฮไดรด์ (carboxylic acid anhydrides)

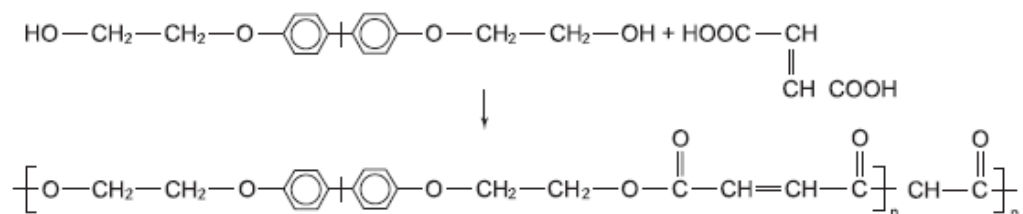
และการเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดและด่าง ปฏิกิริยาของหมู่กรดคาร์บอกซิลิกแอนไฮไดรด์จะเหมือนกับหมู่กรดคาร์บอกซิลิก คือ ทำให้เกิดโครงตาข่ายด้วยพันธะเอสเทอร์ ส่วนกรดและด่างจะทำให้เกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิเมอร์ของหมู่อีพอกไซด์ได้เป็นพอลิอีเทอร์ (polyether) คือจำนวนกลุ่มอีเทอร์ซึ่งขึ้นอยู่กับสารเร่งปฏิกิริยา และสภาวะของปฏิกิริยา

การผลิตอีพอกซีเรซิน

กระบวนการผลิตอีพอกซีเรซินมีอยู่สองกระบวนการที่สำคัญคือ

1. ปฏิกิริยาของอีพิคลอโรไฮดริน (epichlorohydrin) กับสารประกอบที่มีไฮโดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา เช่น ฟีนอลและเอมีน DeTrey Freres ผลิตอีพอกซีเรซิน ในปี ค.ศ. 1936 โดยเตรียมจากกระบวนการควบแน่นของ bis-phenol A (p,p-isopropylidene diphenol, BPA) $(\text{HOC}_6\text{H}_4)_2\text{C}_3\text{H}_6$ กับ epichlorohydrin ($\text{ClCH}_2\text{CHOCH}_2$) กระบวนการผลิตนี้เป็นแบบที่นิยมใช้ทั่วไป

2. ปฏิกิริยาการเติมหมู่อีพอกซีลงบนสารประกอบโอลิฟินส์ด้วยกรดรุนแรง (peracid epoxidation of olefins) อีพอกซีที่ได้มีความสำคัญรองจากปฏิกิริยาแรก วิธีการเลือก peracid เพื่อใช้เป็นสารก่อหมู่อีพอกซี (epoxidizing agents) เป็นหัวใจสำคัญของเทคโนโลยีการผลิต



รูป 2.12 กระบวนการเติมหมู่อีพอกซีด้วยกรด [17]

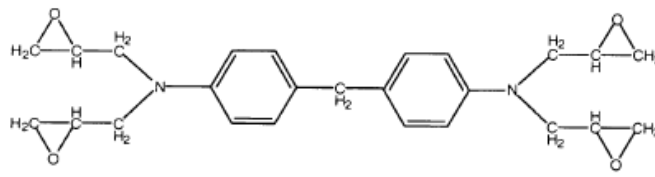
โดยปฏิกิริยาแรก อีพอกซีเรซินที่ผลิตได้เป็นหลัก คือ ไดกลีซิดิลอีเทอร์ของบิสฟีนอลเอ (diglycidylether of bisphenol A, DGEBA) รวมทั้งโมเลกุลลักษณะเดียวกันที่มีขนาดใหญ่กว่า โดยเกิดจากอีพิกลอโรไฮดริน ซึ่งเป็นสารที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการการสังเคราะห์กลีเซอริน (glycerine) ด้วยบิสฟีนอลเอ (BPA) ในภาวะที่มีความเป็นด่าง

เมื่อค่า n เพิ่มขึ้น โมเลกุลของ DGEBA ก็มีขนาดใหญ่ขึ้นความหนืดก็จะเปลี่ยนแปลงจากของเหลวหนืดน้อยจนเป็นของแข็งที่มีอุณหภูมิอ่อนตัว (softening point) สูง DGEBA ใช้มากในงาน filament winding ซึ่งเป็นกระบวนการสำหรับเรซินเหลว และในงาน prepreg สมบัติของอีพอกซีที่ได้จาก BPA เป็นดังตาราง 2.1 โมเลกุลที่มีขนาดใหญ่เตรียมโดยการควบคุมอัตราส่วนของอีพิกลอโรไฮดรินกับ BPA ยังมี BPA มากจะได้โมเลกุลขนาดใหญ่มากขึ้นหรืออาจเตรียมโมเลกุลขนาดใหญ่จาก BPA และ DGEBA โดยมี Lewis base เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วิธีนี้มีความสำคัญต่อการคิดสูตรส่วนผสม เพราะโมเลกุลขนาดใหญ่จะเกิดขึ้นในระหว่างการผลิต prepreg หรือในขั้นตอนการทำให้สุกที่จะตามมา

ตาราง 2.1 ตัวอย่างคุณสมบัติของอีพ็อกซี จาก BPAชนิดต่างๆ [18]

น้ำหนัก โมเลกุลเฉลี่ย	น้ำหนักเฉลี่ย ต่อ หมู่อีพ็อก ไซด์	ค่า n โดยประมาณ	ความหนืดที่ 25 °C (80 °F)	อุณหภูมิอ่อนตัว	
				°C	°F
350	182	0	80	-	-
380	188	0.15	140	-	-
600	310	0.9	กึ่งของแข็งของแข็ง	40	105
900	475	2.0	ของแข็ง	70	160
1400	900	3.7	ของแข็ง	100	212
2900	1750	9.0		130	265
3750	3200	11.9		150	300

น้ำหนักเฉลี่ยต่อหมู่อีพ็อกไซด์เป็นกรัมของเรซินที่ให้ 1 โมลเทียบเท่าของหมู่อีพ็อกไซด์ หรือ บางครั้งเรียกว่า EEW (น้ำหนักอีพ็อกไซด์เทียบเท่า) และ EMM (มวลโมเลกุลของอีพ็อกไซด์) ส่วน อุณหภูมิอ่อนตัวหาจาก Durrans mercury method อีพ็อกซีเรซินมากทางการค้าอีกตัวหนึ่ง คือ เตตระกลีซิดิลเมธีลีนไดอะนิลีน (tetraglycidylmethylene dianiline หรือ TGMDA) หรือชื่อทางเคมีว่า N,N,N',N'-tetraglycidyl-4, 4-diamino-diphenylmethane

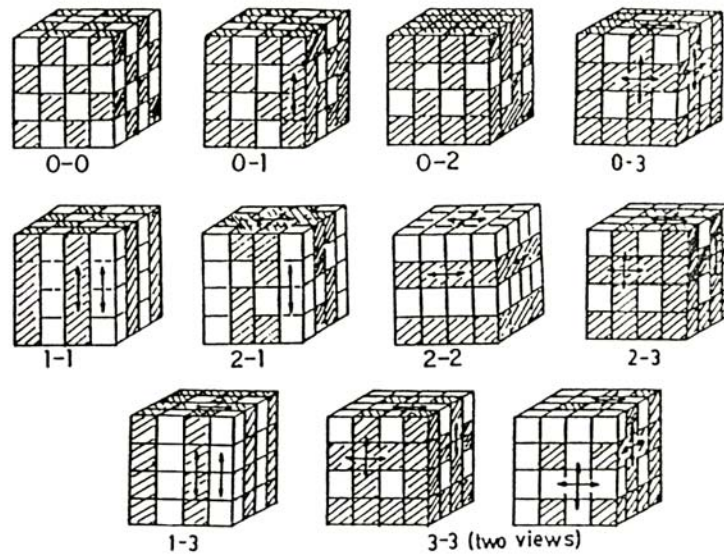


รูป 2.13 โครงสร้างเคมีของโมเลกุล TGMDA [18]

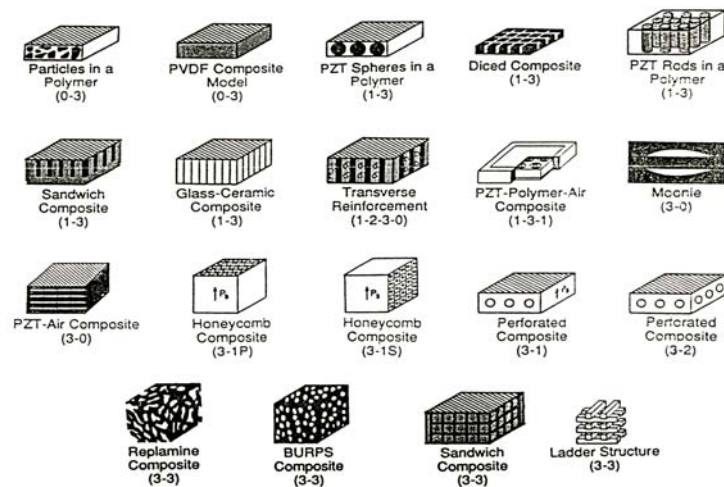
TGMDA มักใช้ในภาวะที่ผ่านการสังเคราะห์เป็นพอลิเมอร์ไปบางส่วนแล้ว โดยมักใช้กับกระบวนการ prepreg และทำให้สุกในหม้ออัดความดัน (autoclave) หรือเครื่องอัดร้อน (hot press) ชื่อทางการค้าของอีพ็อกซีได้แก่ Araldite, Epon, Epirez, DER และ Epotuf ประมาณ 70% ของ EP นำมาใช้ในงานวัสดุผสมที่เหลือนำไปใช้ในงานอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และขนส่ง

2.9 วัสดุผสม (composite materials)[20]

วัสดุผสม คือ วัสดุที่เกิดขึ้นจากการผสมหรือประกอบกันของวัสดุตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป โดยมีการยึดติดกันที่ยังคงสามารถแบ่งแยกวัสดุแต่ละชนิดออกจากกันได้ด้วยตาหรือกล้องจุลทรรศน์ วัสดุผสมเป็นวัสดุที่มีสมบัติรวมระหว่างสมบัติของวัสดุที่นำมารวมกันและสามารถแสดงสมบัติที่ดีของแต่ละเฟสรวมกัน วัสดุที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุผสมนั้นสามารถแบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ matrix phase และ disperse phase ซึ่ง matrix phase เป็นวัสดุที่ทำหน้าที่เชื่อมและยึดเกาะ disperse phase ให้รวมเป็นอันเดียวกัน ส่วน disperse phase เป็นองค์ประกอบที่กระจายตัวในลักษณะต่าง ๆ กันใน matrix phase วัสดุผสมนั้นสามารถแบ่งได้ตามชนิด ขนาดและรูปร่าง และลักษณะของ disperse phase หากพิจารณาการจัดเรียงตัวของแต่ละเฟสที่มีการเรียงตัวติดกันใน 3 มิติ สำหรับวัสดุผสมที่มี 2 เฟสนั้น สามารถจัดเรียงติดกันได้ 10 แบบ คือ 0-0 , 0-1 , 0-2 , 0-3 , 1-1 , 1-2 , 2-2 , 1-3 , 2-3 และ 3-3 ดังรูป 2.9 โดยตัวเลขตัวแรกจะบอกถึงลักษณะการเชื่อมต่อกันของเฟสที่กระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์ ส่วนเลขตัวหลังจะบอกถึงลักษณะการเชื่อมต่อกันของเฟสที่เป็นเมทริกซ์ สำหรับระบบที่มี 3 เฟสจะมีการจัดเรียงติดกันได้ 20 แบบ ระบบที่มี 4 เฟสจะมีการเรียงติดกันได้ 35 แบบ และระบบที่มีจำนวน n เฟส จะมีการเรียงติดกันได้ $(n+3)!/3!n!$ รูปแบบ จากพื้นฐานของการเชื่อมต่อกันจึงได้มีการพัฒนารูปแบบวัสดุผสมระหว่างเซรามิกกับพอลิเมอร์ที่สำคัญได้อีกหลากหลายรูปแบบดังรูป 2.15



รูป 2.14 รูปแบบการเชื่อมต่อเฟสแบบต่างๆ ของวัสดุผสมที่มี 2 เฟส [21]



รูป 2.15 ลักษณะของวัสดุผสมระหว่างไพโซอิเล็กทริกเซรามิกกับพอลิเมอร์ [21]

2.10 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 1972 เริ่มมีการเตรียมวัสดุผสมในรูปแบบของการเชื่อมต่อแบบ 0-3 โดย Kitayama และ saguwara ซึ่งวัสดุผสมที่ได้ยังมีคุณสมบัติที่ไม่ดีเท่าที่ควรเพราะการเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3 จะสามารถทำได้ง่าย แต่ก็เป็นการยากที่จะทำให้เฟสของเซรามิกมีการกระจายตัวในเฟสของพอลิเมอร์ได้

อย่างสม่ำเสมอ ต่อมาในปี ค.ศ. 1991 Han และคณะ [2] ได้ทำการพัฒนาการผลิตวัสดุผสมแบบคอลลอยด์ (colloid processing) เพื่อปรับปรุงความเป็นเนื้อเดียวกันในโครงสร้างและลดช่องว่างภายในวัสดุผสมแบบ 0-3

ในปี 1989 H.G.Lee และคณะ [22] ทำการศึกษาผลของรูพรุนขององค์ประกอบแต่ละเฟส เช่น รูพรุนของเซรามิก และรูพรุนที่วอยต่อของ phase และพบว่ารูพรุนเหล่านี้มีผลต่อความหนาแน่นสมบัติไดอิเล็กตริก และสมบัติพิโซอิเล็กตริก

ต่อมาในปี ค.ศ. 2001 Dong-Hau Kuo และคณะ Yuan Lin [23] ได้ทำการเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3 ระหว่างแบเรียมไททาเนตที่มีการเจือสารอื่นและอีพ็อกซีเรซิน โดยศึกษาถึงพฤติกรรมของสมบัติไดอิเล็กตริกของวัสดุผสมที่มีการเจือสาร แลนทานัม แมกนีเซียมและสตรอนเซียม ลงในแบเรียมไททาเนตในปริมาณ 1-5, 1-5 และ 10-30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ซึ่งพบว่าวัสดุผสมแบบ 0-3 ที่เตรียมได้มีค่าการสูญเสียทางความร้อน (dielectric loss) มีค่าเพิ่มมากขึ้น ณ ความถี่สูง ซึ่งกลุ่มนักวิจัยดังกล่าวได้พยายามที่จะเพิ่มค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant) และลดค่าการสูญเสียทางความร้อนของวัสดุผสมโดยการเติมสารกึ่งตัวนำ (semi-conducting) พบว่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนัก แต่ค่าการสูญเสียทางความร้อนมีค่าที่ลดลง และในปี ค.ศ. 2004 Dong -Hau Kuo และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาถึงสมบัติไดอิเล็กตริกของวัสดุผสมของเซรามิก 3 ชนิดในอีพ็อกซีเรซิน ซึ่งในการศึกษาครั้งนี้ได้ทำการเปรียบเทียบวัสดุเซรามิกที่ใช้ 3 ชนิดคือ แบเรียมไททาเนตที่สังเคราะห์ได้ แบเรียมไททาเนตทางการค้าและเลดแมกนีเซียมไนโอเบตทางการค้า ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าความพรุนที่เกิดขึ้นในฟิล์มบางนั้นมีผลต่อค่าการสูญเสียทางความร้อน เมื่อค่าความพรุนมีค่าน้อยก็จะทำให้ค่าการสูญเสียทางความร้อนลดลง ในปี ค.ศ. 2006 Kuo-Chung Cheng และคณะ [25] ได้ทำการศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับอีพ็อกซีเรซินที่ความถี่สูง ในการศึกษาครั้งนี้ได้เติม Y5V ศึกษาเปรียบเทียบพบว่าเมื่อปริมาณของ Y5V เพิ่มมากขึ้นจาก 0-80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร จะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขึ้นในส่วน of ค่าการสูญเสียทางความร้อนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0-70 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร มีค่าตั้งแต่ 0.022-0.028 แต่ที่ 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรจะมีค่าการสูญเสียทางความร้อนลดลงเหลือเพียง 0.025

จากเอกสารที่เกี่ยวข้องข้างต้นจะเห็นว่าจะเน้นการศึกษาถึงสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุผสมเป็นส่วนใหญ่ ซึ่งผลของค่าไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางความร้อนมีผลต่อสมบัติต่อวัสดุผสมอย่างมากเมื่อนำไปประยุกต์ใช้งาน ซึ่งเป็นที่น่าสนใจในการที่จะปรับปรุงสมบัติดังกล่าวให้ดียิ่งขึ้นและกระบวนการเตรียมที่แตกต่างออกไป

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับ วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการทดลองที่ใช้ในการเตรียม การตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เตรียมได้ในอัตราส่วนที่ต่าง ๆ กัน การศึกษาสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้า

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 บิสมัทไตรออกไซด์ (Bismuth (III) oxide: Bi_2O_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium (IV) oxide: TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99-100 ผลิตโดยบริษัท Riedel-deHaën ประเทศฝรั่งเศส
- 3.1.3 โซเดียมคาร์บอเนต (Sodio carbonateo anidro: Na_2CO_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Analyticals
- 3.1.4 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 ผลิตโดยบริษัท MERCK ประเทศเยอรมนี
- 3.1.5 อะลูมินา (alumina) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.6 อีพ็อกซีเรซิน (Epoxy resins) Specifix-40 ผลิตโดยบริษัท Struers ประเทศเดนมาร์ก
- 3.1.7 กาวเงิน (silver paint)
- 3.1.8 น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 หม้ออบผสมสารรูปทรงกระบอก ทำด้วยพอลิเมอร์พร้อมฝาเกลียวปิดสนิท
- 3.2.2 ลูกบดเซอโรโคเนียทรงกลม (Zirconia milling ball)
- 3.2.3 กระดาษฟอยล์ (Foil)
- 3.2.4 แผ่นอะลูมินา (Alumina plate)
- 3.2.5 ช้อนตักสาร
- 3.2.6 เทปกาวยลาสติก

- 3.2.7 เทปพันท่อน้ำ
- 3.2.8 ปีกเกอร์ขนาดต่างๆ
- 3.2.9 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.2.10 ชุติถ้วยอะลูมินาพร้อมฝาปิด (Alumina crucible) สำหรับเผาสาร
- 3.2.11 ตะแกรงลวด
- 3.2.12 ขวดรูปชมพู่
- 3.2.13 ครกบดสาร (Agate mortar)
- 3.2.14 เวอร์เนียร์คาร์ลิปเปอร์
- 3.2.15 กระจกทรายน้ำเบอร์ 400 800 1000 และผงขัดอะลูมินาขนาด 1 ไมครอน
- 3.2.16 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร
- 3.2.17 ผ้ารองคัตขนาดผ 120 ไมครอน
- 3.2.18 หลอดฉีดขนาด 10 cc
- 3.2.19 กระจกกรอง

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.3.1 เครื่องชั่งสารระบบอิเล็กทรอนิกส์ที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม ชั่งได้สูงสุด 210 กรัม Item No.E12140 เครื่องหมายทางการค้า OHAUS ผลิตโดยบริษัท Japan & Jessen marketing (T) LTD.
- 3.3.2 เครื่องบดย่อยผสมสารแบบหมุนวน (ball-milling)
- 3.3.3 เครื่องอัดความดันสูงระบบไฮดรอลิก
- 3.3.4 ตู้อบสารอุณหภูมิ 120 °C ผลิตโดยบริษัท Griffin Grundy
- 3.3.5 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิ 1600°C รุ่น BRF 16/5-2409CP, Serial No: 1183/11/00 เครื่องหมายทางการค้า Elite Thermal Systems Limited
- 3.3.6 เครื่องผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมตัวให้ความร้อน (Hot plate) ผลิตโดยบริษัท Schott Gerate GMBH รุ่น SLK4

- 3.3.7 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JDX-8030 ประเทศญี่ปุ่น
- 3.3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)
- 3.3.9 เครื่อง LCR Meter รุ่น 821 ผลิตโดยบริษัท Instek ใช้สำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก (Dielectric loss)
- 3.3.10 เครื่องวัดวงวนฮีสเทอรีซิส
- 3.3.11 เครื่องตัดชิ้นงาน

3.4 วิธีการทดลอง

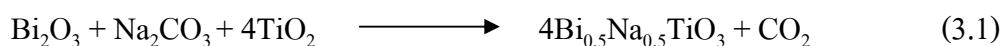
ในหัวข้อนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดที่เกี่ยวกับวิธี และกระบวนการทดลอง โดยจะแบ่งเป็น 2

ขั้นตอนหลัก คือ ขั้นตอนที่ 1 จะกล่าวถึงการเตรียมสารตัวอย่างบิสมาทโซเดียมไททาเนต (BNT) และการเตรียมวัสดุผสมโดยใช้วิธีพอกซีเรซิน ส่วนในขั้นตอนที่ 2 เป็นวิธีการตรวจสอบและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงาน

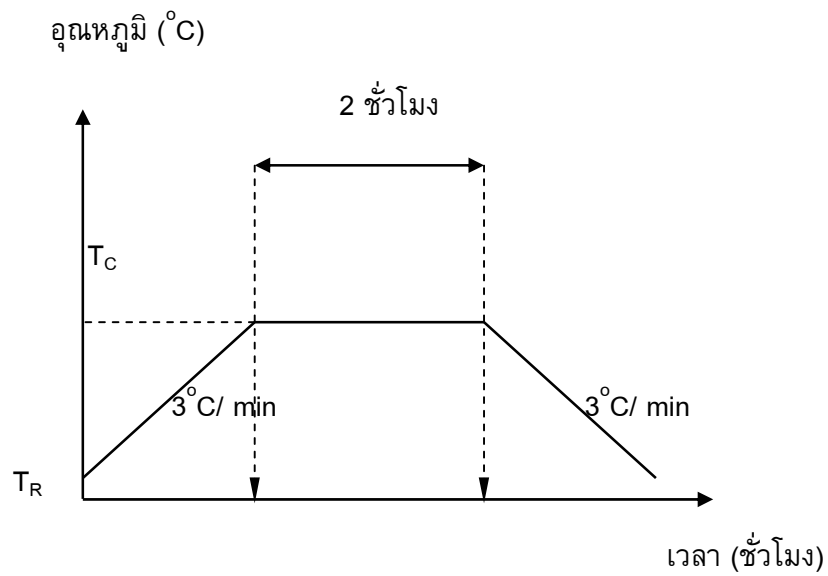
3.4.1 การเตรียมสารตัวอย่างและชิ้นงาน

3.4.1.1 การเตรียมบิสมาทโซเดียมไททาเนต ((Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃: BNT)

สำหรับการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมของสารประกอบบิสมาทโซเดียมไททาเนต (Bismuth Sodium Titanate:BNT) จากการสังเคราะห์ขึ้นโดยดูจากสมการเคมี



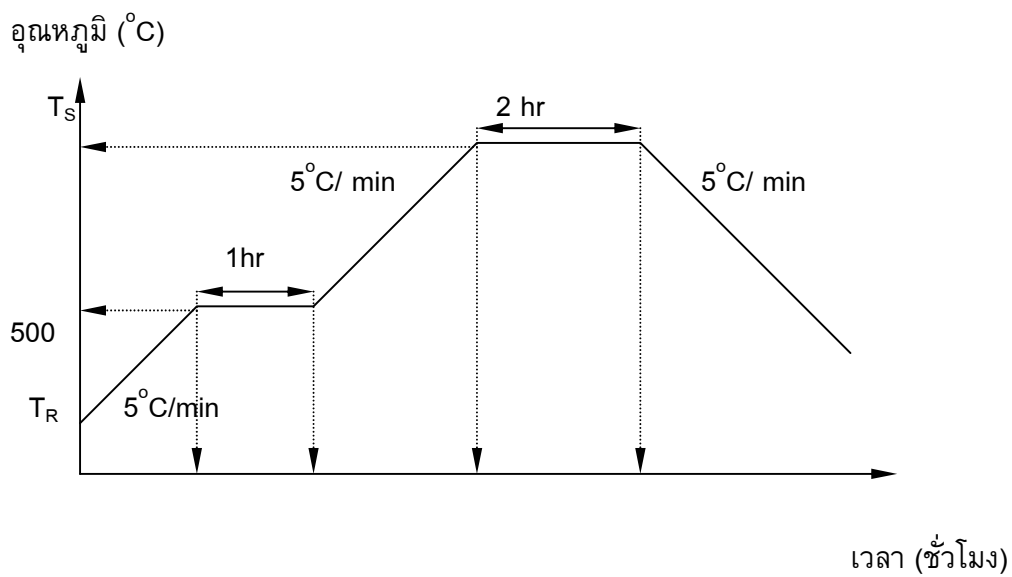
ทำการเตรียมสารตัวอย่างปริมาณ 50 กรัม โดยใช้ตัวทำละลายเป็นเอทานอล จากนั้นทำการสังเคราะห์ตามอัตราส่วนดังกล่าว แล้วทำการบดผสมแบบหมุนวน พร้อมกับอาศัยเม็ดบดเซอโรโคเนียร์ในการผสมโดยการอาศัยแรงกระแทกจากเม็ดบด ส่งผลทำให้สารตั้งต้นเกิดการผสมกันและเกิดกระบวนการทำให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง จากนั้นทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแซ่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการเผาขึ้นและลงที่ 5 °C/min จากนั้นทำการตรวจสอบเฟส ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer)



กำหนดให้ T_C คือ อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)

T_R คือ อุณหภูมิห้อง

รูป 3.1 แผนภาพแสดงการเผาแคลไซน์



กำหนดให้ T_S คือ อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ (องศาเซลเซียส)

T_R คือ อุณหภูมิห้อง

รูป 3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเผาซินเตอร์

3.4.1.2 การเตรียมวัสดุผสมโดยใช้อีพ็อกซีเรซิน

เทคนิคนี้เป็นการขึ้นรูปชิ้นงานให้เป็นวัสดุผสมแบบ 0-3 โดยอาศัยแรงดึงจากปั๊มดูดอากาศเพื่อให้ของเหลวที่อยู่ภายในหลอดฉีดยาไหลลงจากด้านบนลงด้านล่างของหลอดฉีดยาดังรูป 3.3 หลังจากนั้นก็จะให้ของเหลวที่อยู่ภายในแห้งตัวตามรูปร่างของภาชนะนั้นๆ ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมนี้

1. จัดระบบปั๊มดังรูป 3.3



รูป 3.3 ระบบปั๊มที่ใช้ในการขึ้นรูปโดยกระบวนการเทคนิคการขึ้นรูปนี้เรียกว่า เทคนิคชักชั้น

2. เตรียมสารอีพ็อกซีเรซิน ซึ่งชุดที่ใช้ในการเตรียมนี้จะมีสารเคมีที่เป็นสารตั้งต้นอยู่ 2 ชนิดคือ ตัว Resin และ Curing Agent โดยจะผสมในแก้วกระดาดในอัตราส่วนของ Resin ต่อ Curing Agent (2.1:1.0 by volume) โดยปริมาตร

3. เตรียมหลอดฉีดยาโดยใช้กระดาษกรองรองด้านปลายหลอดโดยให้เส้นผ่านศูนย์กลางของกระดาษเล็กกว่าหลอดฉีดยา (ควรรอง 2 ชั้น) เพื่อไม่ให้ผงเซรามิกหลุดออกก่อนที่จะไหลผ่านเนื้อเซรามิก

4. ติดตั้งหลอดฉีดยาเข้ากับระบบปั๊ม จากนั้นเทสารเซรามิกที่เตรียมมาลงในหลอดฉีดยา

5. เทสารผสมของอีพ็อกซีเรซินลงในหลอดฉีดยา จากนั้นเปิดปั๊มดูดอากาศเพื่อให้อีพ็อกซีเรซินไหลลงมาด้านล่างของหลอด เมื่ออีพ็อกซีเรซินไหลผ่านเนื้อเซรามิกด้วยสมบรูณ์ทั้งหลอดซึ่งอาจสังเกตจากการไหลของอีพ็อกซีเรซินที่ปลายหลอดด้านล่าง ให้ปิดเครื่องปั๊มดูดอากาศ

6. นำชิ้นงานออกจากเครื่อง แล้วปล่อยชิ้นงานแห้งที่อุณหภูมิห้อง (ประมาณ 2 วัน)

7. นำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 5 มาตัดตามขนาดที่ต้องการ

3.4.2 การวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.4.2.1 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray diffraction) เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึก และมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นหลังจากนั้นรังสีเอ็กซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง โดยมีขั้นตอนในการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังนี้

1. นำผงตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์มาบดให้ละเอียด
2. นำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง (sample holder) เกลี่ยผงตัวอย่างให้เรียบโดยใช้กระจกสไลด์
3. ใส่แผ่นสารบรรจุสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในเครื่อง XRD
4. เริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เท่ากับ 10° และมุมสุดท้าย 2θ เท่ากับ 60°
5. ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม กับมุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสและความบริสุทธิ์ของผงตัวอย่างที่เกิดขึ้นโดยนำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบร็ก

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.2)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ในกรณีนี้ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$)

3.4.2.2 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

3.4.2.2.1 การหาความหนาแน่น

การทดลองนี้ได้ทำการหาความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้หลักการแทนที่ของArchimedesทำการทดลองโดยนำเซรามิกที่เตรียมได้มาตมในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมงทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศแล้วจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของสารเซรามิก หลังจากนั้นนำชิ้นเซรามิกที่ผ่านการตมมาชั่งในอากาศ (W_2) หลังจากนั้นนำเซรามิกไปอบ

ในตู้อบอุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้แห้งก่อนนำมาชั่งในอากาศอีกครั้งหนึ่ง (W_1) แล้วจึงทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการ (3.4)

$$\rho_s = \frac{W_1}{W_2 - W_3} \times \rho_{st} \quad (3.3)$$

เมื่อ ρ_s และ ρ_{st} คือ ความหนาแน่นของเซรามิกและของน้ำตามลำดับ

W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ

W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

3.4.2.2.2 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในด้านของการศึกษาโครงสร้างจุลภาค ของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมิ 1050 - 1150 °C นั้นจะทำการนำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้ เมื่อ มาตรวจสอบด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังรูปที่ 3.5 เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาประกอบอธิบายถึงโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ และสมบัติทางกายภาพชิ้นงานต่างๆ โดยมีขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างดังนี้

1. นำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาด เพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวชิ้นงาน
2. นำชิ้นงานไปอบในตู้อบที่มีอุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมงเพื่อให้ชิ้นงานแห้ง
3. นำชิ้นงานตัวอย่างไปติดบนแท่งทองเหลือง (stub) ด้วยเทปคาร์บอน
4. ทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 8 นาทีก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานต่อไป

3.4.2.3 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

3.4.2.3.1 การตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) และค่าการสูญเสีย

ไดอิเล็กตริก (dielectric loss, $\tan\delta$)

ในการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และส่วนของค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) ความถี่ 1 kHz โดยวัดเทียบกับอุณหภูมิห้อง โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1. นำชิ้นงานตัวอย่างที่ทราบค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางไปทำขั้วไฟฟ้าโดยการทาการเงิน (silver pate) ทั้ง 2 ด้านของชิ้นงาน
2. นำชิ้นงานมาทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz
3. นำค่าความจุไฟฟ้ามาทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก จากสมการ 3.4

$$\epsilon_r = Cd/A\epsilon_0 \quad (3.4)$$

เมื่อ ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

C คือ ค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยเป็นฟารัด (F)

d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กตริก มีหน่วยเป็นเมตร (m)

A คือ พื้นที่ของไดอิเล็กตริก มีหน่วยเป็นตารางเมตร (m^2)

ϵ_0 คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสุญญากาศมีค่าเท่ากับ 8.854×10^{-12} F/m

3.4.2.3.2 การตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กตริก (piezoelectric coefficient, d_{33})

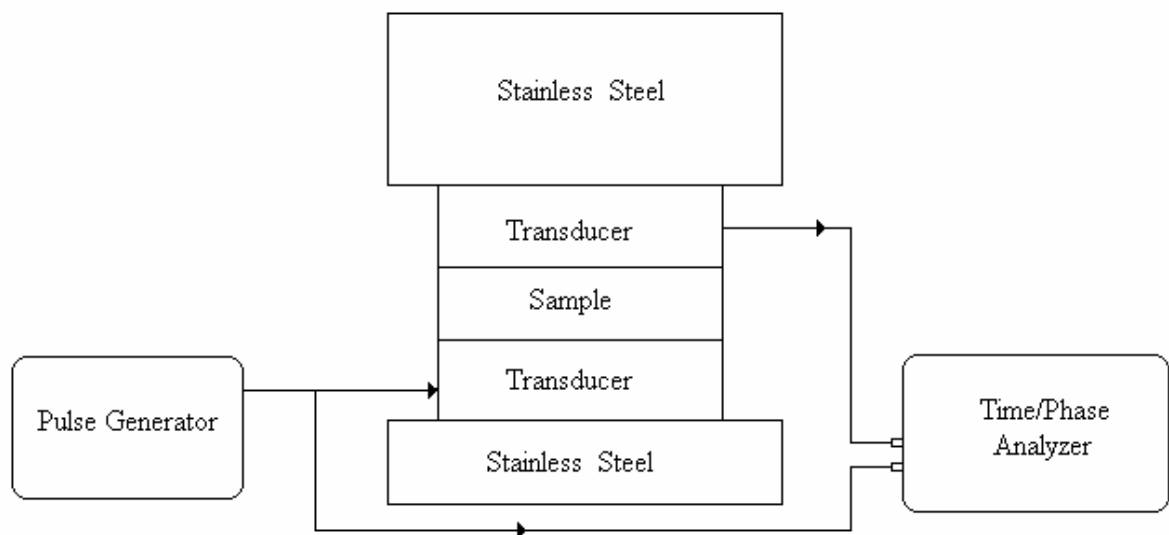
ในการวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กตริกสามารถทำได้โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานตัวอย่างมาทำการทาด้วยการเงิน (silver paint) โดยทำการทาการเงินให้ทั่วบริเวณของผิวหน้า และทาทั้ง 2 หน้าของชิ้นงาน เพื่อให้สารตัวอย่างมีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่บริเวณผิวหน้า ในขั้นตอนของการตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กตริก จำเป็นที่จะต้องมีการโพลลิง (poling) สารเซรามิกเพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของไดโพลโมเมนต์ และทำให้สารเซรามิกสามารถแสดงพฤติกรรมการเกิดสมบัติพีโซอิเล็กตริก โดยทำการโพลลิงในซิลิโคนที่ความต่างศักย์ 2-3 kV ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นระยะเวลานาน 15 นาที โดยมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้

1. นำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการเผาการเงินมาทำการตรวจสอบขอบของชิ้นงานเพื่อป้องกันการลัดวงจรจากการให้สนามไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์สูงเข้าไป
2. นำชิ้นงานตัวอย่างใส่ในชุดการทดลองซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์จับเมดตัวอย่าง บีกเกอร์ที่บรรจุซิลิโคนอยู่ วางลงบนเครื่องมือผสมสารแบบแม่เหล็กพร้อมตัวให้ความร้อน
3. ทำการตั้งอุณหภูมิในการทดลองไว้ที่ 80 °C

4. เริ่มทำการโพลลิงโดยการค่อยๆปรับความต่างศักย์จนได้ความต่างศักย์ที่ 2-3 kV/mm
5. ทำการโพลลิงแซ่ไว้เป็นระยะเวลานาน 15 นาที
6. นำชิ้นงานออกจากชุดการทดลองแล้วทิ้งไว้ 24 ชั่วโมงก่อนที่จะนำชิ้นงานไปทำการตรวจสอบสมบัติฟิสิกส์อิเล็กทรอนิกส์

3.4.2.3.3 การตรวจสอบความต้านทานเชิงซ้อน

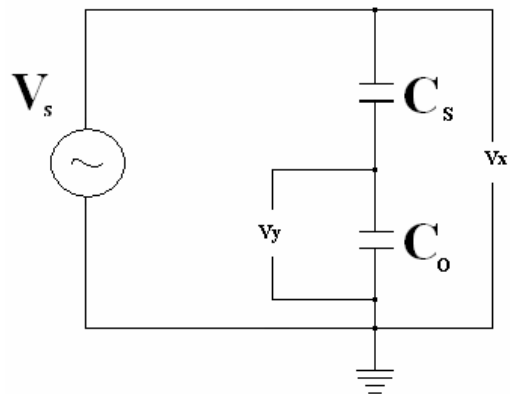
การวัดค่าความต้านทานเชิงซ้อนในการทดลองนี้จะใช้ชิ้นงานที่เป็นลักษณะเป็นแผ่นกลมทำการวัดเทียบกับความถี่อ้างอิงโดยชุดการวัดจะมีลักษณะดังรูป 3.4



รูป 3.4 ชุดเครื่องมือวัดความต้านทานเชิงซ้อน

3.4.2.3.4 การตรวจสอบวงวนฮิสเทอรีซิส

นำชิ้นงานไปวัดค่าวงวนฮิสเทอรีซิส (P-E) โดยให้สนามไฟฟ้า 15 kV/cm และ 35 kV/cm ตามลำดับ โดยการวัดวงวนฮิสเทอรีซิสในการทดลองนี้จะใช้วงจรที่เรียกว่า Sawyer-Tower circuit [12] ดังรูปที่ 3.5



เมื่อ C_s : C_{sample}

C_o : $C_{\text{reference}}$

รูป 3.5 แผนผังวงจร sawyer-tower

ซึ่งวงจรนี้ทำให้เราสามารถหาค่าโพลาไรเซชัน (P) เมื่อให้สนามไฟฟ้าค่าต่าง ๆ ได้

จาก
$$P = \frac{Q}{A} \quad (3.5)$$

เมื่อ P คือ โพลาไรเซชัน (C/m^2)

Q คือ ประจุบนพื้นผิวตัวเก็บประจุ (C)

A คือ พื้นที่ตัวเก็บประจุ (m^2)

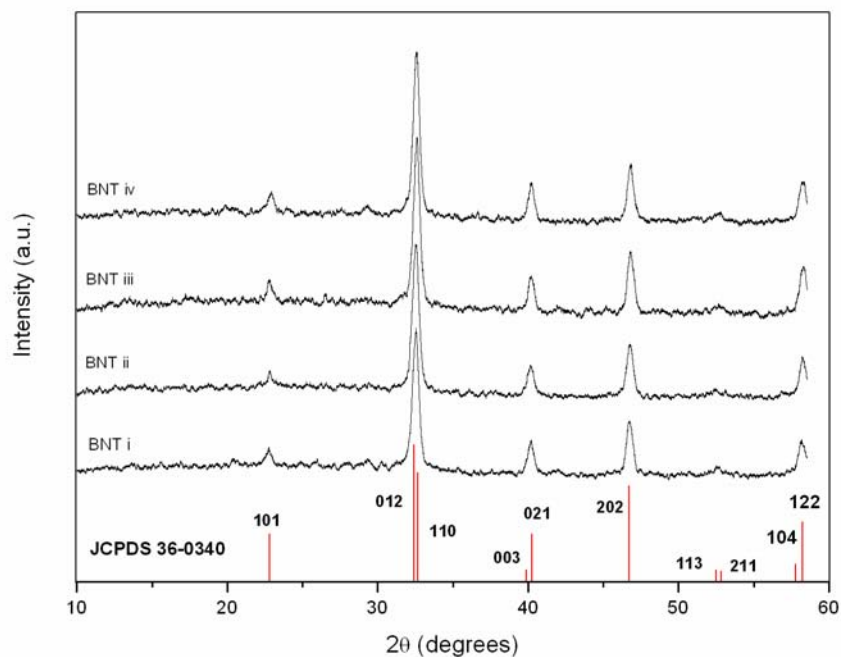
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ทำการศึกษาผลของเงื่อนไขในการเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3 โดยใช้เทคนิคชั้นของเซรามิก BNT กับอีพ็อกซีเรซิน โดยตรวจสอบปริมาณเฟสของสาร ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffractometer) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ปริมาณเฟสที่อยู่ในวัสดุผสม และการศึกษาทางโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ได้แก่ ความสามารถในการเปลี่ยนแปลงพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้าของวัสดุจากการวัดค่า d_{33} ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ความต้านทานเชิงซ้อน (Acoustic impedance) วงวนฮิสเทอรีซิส (Hysteresis Loop) โดยมีรายละเอียดดังนี้

4.1 ผลการวิเคราะห์เซรามิกที่นำมาใช้ในกระบวนการทำวัสดุผสม

4.1.1 ผลการวิเคราะห์สารเซรามิกด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน



รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก BNT แต่ละเงื่อนไข

จากการตรวจสอบสมบัติของวัสดุในขั้นตอนการเตรียม โดยอาศัยการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ โดยแต่ละเงื่อนไขจะทำการอบสารตั้งต้นดังมีเงื่อนไขดังต่อไปนี้

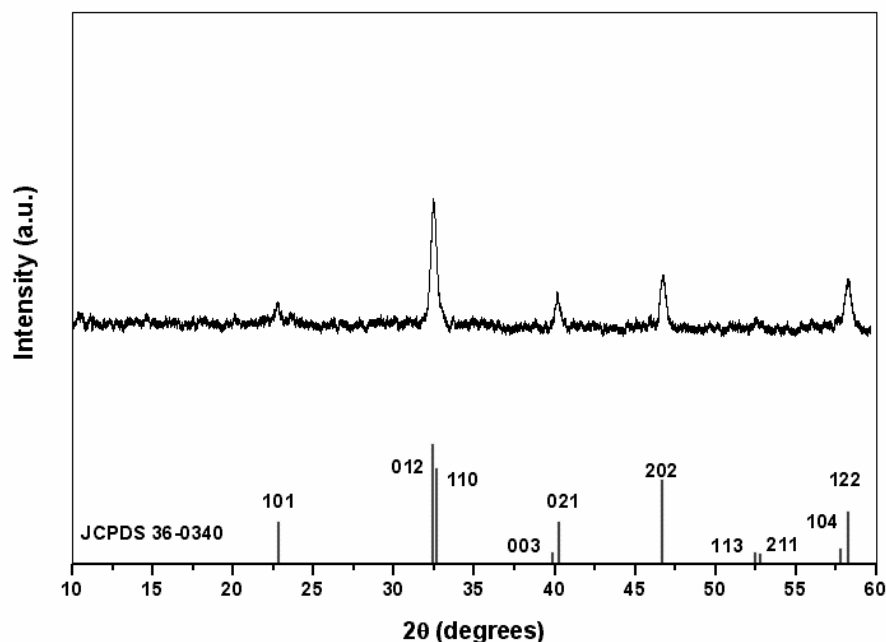
i = ไม่ทำการอบสารตั้งต้นเลย

ii = อบสารตั้งต้น Bi_2O_3

iii = อบสารตั้งต้น Bi_2O_3 และ Na_2CO_3

iv = อบสารตั้งต้น Bi_2O_3 , Na_2CO_3 และ TiO_2

แต่ละเงื่อนไขจะแสดงค่าออกมาเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (Diffraction Pattern) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของผลึกแต่ละชนิดจากค่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ นำค่า d-spacing ไปเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานของ JCPDS ซึ่งจากการทดลองพบว่าผง BNT ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ และนำไปซินเตอร์ที่ $1250\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีความสอดคล้องกับเฟสของ $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$ และตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 36-0340 มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบฮีดรอล (Rhombohedral) จากรูป 4.1 ในเงื่อนไขที่ iii จะมีค่าความเข้มของพีคในแต่ละระนาบมีค่าสูงเมื่อเปรียบเทียบกับเงื่อนไขต่างๆ



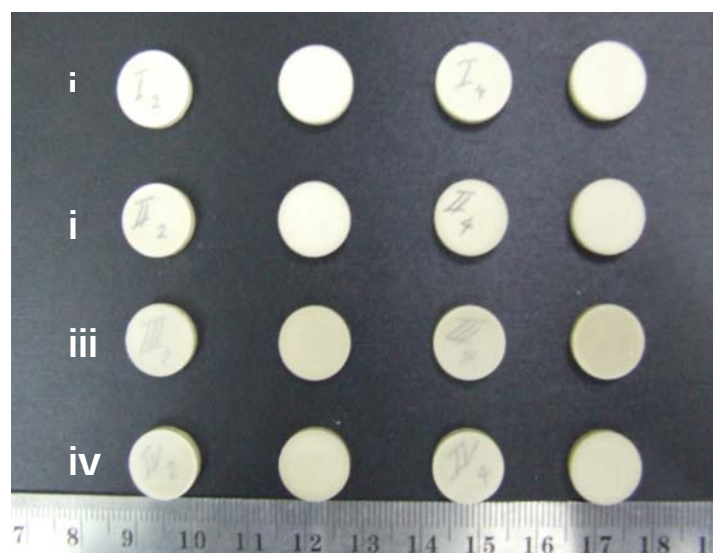
รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก BNT เงื่อนไข iii

4.1.2 ผลการหาค่าความหนาแน่นและการหดตัวของเซรามิก

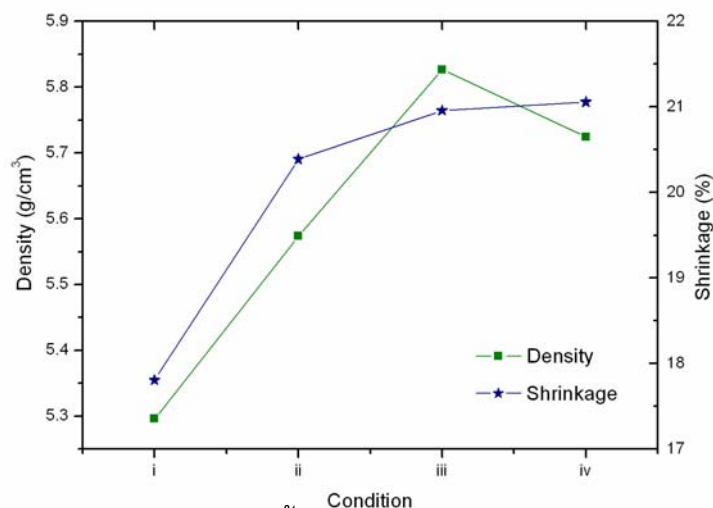
เซรามิกแต่ละชนิดที่เตรียมได้จะถูกนำมาหาค่าความหนาแน่นและการหดตัวของชิ้นงานดังแสดงผลในตาราง 4.1 จากข้อมูลที่แสดงในตารางเห็นได้ว่า ในเงื่อนไข iii มีค่าความหนาแน่นที่สูงที่สุดโดยมีค่าถึง 5.83 g/cm^3 ในส่วนของค่าการหดตัวของชิ้นงานเองหลังจากผ่านกระบวนการซินเตอร์มาแล้ว มีค่าการหดตัวที่ใกล้เคียงกัน ดังนี้ คือ 18%, 20% และ 21%

ตาราง 4.1 แสดงค่าความหนาแน่นและผลของการหดตัวของชิ้นงานในแต่ละเงื่อนไข

เงื่อนไข	ชื่อชิ้นงาน	ความหนาแน่น (g/cm^3)	การหดตัว (%)
ไม่อบสารตั้งต้น	i	5.35	18
อบ Bi	ii	5.58	20
อบ Bi และ Na	iii	5.83	21
อบ Bi, Na และ Ti	iv	5.76	21



รูป 4.3 ลักษณะของชิ้นงานหลังจากผ่านกระบวนการซินเตอร์



รูป 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างชิ้นงานแต่ละชนิดกับค่าความหนาแน่นและเปรียบเทียบกับค่าการหดตัว

4.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก

ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกทั้ง 4 เงื่อนไขแสดงค่าดังตาราง 4.2 เมื่อเปรียบเทียบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิกในแต่ละเงื่อนไขแล้วเงื่อนไขที่ 1 มีค่าไดอิเล็กตริกที่สูงแต่ก็มีค่าสูญเสียทางความร้อนสูงตาม แต่ในเงื่อนไขอื่นๆ ค่าอิเล็กทริกจะมีค่าที่ใกล้เคียงกันคือ อยู่ในช่วงระหว่าง 696 – 744 ในส่วนของค่าการสูญเสียทางความร้อนก็มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก คือมีค่าประมาณ 0.1

ตาราง 4.2 แสดงค่า ϵ_r และ $\tan\delta$ ของเซรามิกแต่ละเงื่อนไข

ชิ้นงาน	ϵ_r	$\tan\delta$
i	922	0.26
ii	744	0.13
iii	726	0.15
iv	696	0.10

จากผลการตรวจสอบสมบัติของผงเซรามิกในชั้นต้นโดยมีเงื่อนไขของสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน ในกระบวนการอบไล่ความชื้น จึงเลือกที่จะใช้เซรามิกในเงื่อนไขที่ iii ในการเตรียมวัสดุผสมซึ่งมีความหนาแน่น การหดตัวและค่าไดอิเล็กตริกอยู่ในเกณฑ์ที่ดี

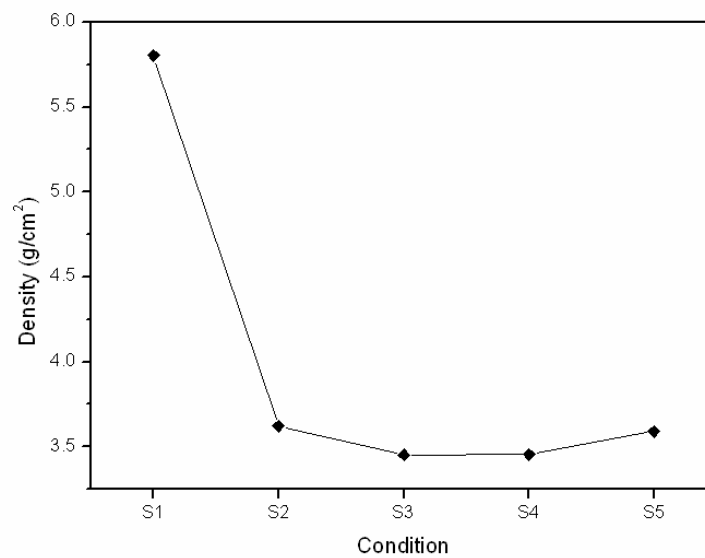
4.2 ผลการวิเคราะห์วัสดุผสม

4.2.1 ผลการหาค่าความหนาแน่นและปริมาณเฟสของวัสดุผสม

การเตรียมวัสดุผสมนั้น ค่าความหนาแน่นของสารแต่ละชนิดมีความสำคัญต่อสมบัติต่างๆ ของวัสดุขึ้นอยู่กับนำไปใช้งาน ในงานวิจัยนี้ทำการเตรียมชิ้นงานด้วยเทคนิคชักชั้น โดยเตรียมเซรามิกที่ใช้ผสม 2 แบบคือ แบบที่หนึ่งเป็นเซรามิกที่ไม่ได้ขึ้นรูปนำไปเผาซินเตอร์แล้วนำมาบดเป็นผง กำหนดให้ชื่อชิ้นงานเป็น S2 แบบที่สองเป็นเซรามิกที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วบดคัดขนาดอนุภาคของเซรามิกให้มีขนาดอนุภาคดังนี้ 75-150 μm , 150-300 μm และ 300-850 μm กำหนดให้ชื่อชิ้นงานเป็น S3, S4 และ S5 ตามลำดับ และในส่วนของชิ้นงานที่เป็นเซรามิกไม่ได้เป็นวัสดุผสม กำหนดให้ชื่อชิ้นงานเป็น S1 ได้ผลของความหนาแน่นและปริมาณเฟสของวัสดุผสมดังตาราง

ตาราง 4.3 ค่าความหนาแน่นและปริมาณของเฟสในวัสดุผสม

ชิ้นงาน	ชื่อชิ้นงาน	ความหนาแน่น (g/cm^3)	BNT vol%	Epoxy vol%
BNT	S1	5.80	100	-
BNT + Epoxy	S2	3.62	53	47
75-150 μm	S3	3.45	48	52
150-300 μm	S4	3.46	49	51
300-850 μm	S5	3.59	52	48



รูป 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างชั้นงานแต่ละชนิดกับค่าความหนาแน่น



รูป 4.6 ลักษณะและขนาดของชั้นงานต่างๆ เริ่มจากด้านซ้ายจะเป็น เซรามิก BNT วัสดุผสม วัสดุผสม ที่มีขนาดอนุภาค 75-150 μm , 150-300 μm และ 300-850 μm ตามลำดับ

ในงานวิจัยนี้ทำการขึ้นรูปชิ้นงานที่เป็นวัสดุผสมอาศัยเทคนิคชักชั้น โดยใช้อนุภาคที่เป็นผงผสมกับอีพ็อกซีเรซิน กระบวนการนี้ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการจัดเรียงตัวกันของอนุภาคได้ดี ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูง ถ้าในระบบมีอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า $1\ \mu\text{m}$ กระจายตัวอยู่ในของเหลวจะเรียกกระบวนการนี้ว่า สารแขวนลอย (suspension) [26] วัสดุผสมที่เตรียมได้จะมีค่าความหนาแน่นที่ไม่ต่างกันมากสังเกตได้จากปริมาณเฟสของเซรามิก BNT ในวัสดุผสม ที่อยู่ในช่วง 48-53 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกับอัตราส่วนโดยปริมาตรของผงเซรามิก BNT และอีพ็อกซีเรซิน จากกฎทรงมวลของสาร

$$M_{\text{com}} = M_{\text{BNT}} + M_{\text{Epoxy}}$$

กำหนดให้

M_{com} คือ มวลของวัสดุผสม

M_{BNT} คือ มวลของเซรามิก BNT

M_{Epoxy} คือ มวลของอีพ็อกซีเรซิน

จากนิยามของความหนาแน่น คำนวณต่อปริมาตร ณ อุณหภูมิหนึ่งๆ จะได้

$$\rho_{\text{com}} V_{\text{com}} = \rho_{\text{BNT}} V_{\text{BNT}} + \rho_{\text{Epoxy}} V_{\text{Epoxy}}$$

$$\rho_{\text{com}} = \rho_{\text{BNT}} \frac{V_{\text{BNT}}}{V_{\text{com}}} + \rho_{\text{Epoxy}} \frac{V_{\text{Epoxy}}}{V_{\text{com}}}$$

กำหนดให้

ρ_{com} = ความหนาแน่นของวัสดุผสม

ρ_{BNT} = ความหนาแน่นของเซรามิก BNT

ρ_{Epoxy} = ความหนาแน่นของอีพ็อกซีเรซิน

V_{com} = ปริมาตรของวัสดุผสม

V_{BNT} = ปริมาตรของเซรามิก BNT

V_{Epoxy} = ปริมาตรของเซรามิกอีพ็อกซีเรซิน

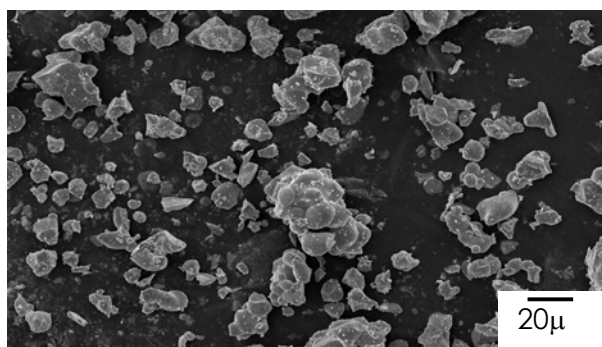
ถ้าวัสดุผสมมีการเชื่อมต่อกันของแต่ละเฟสโดยไม่มีรูพรุนหรือช่องว่างของอากาศเกิดขึ้น ปริมาตรวัสดุผสมจะมีค่าเท่ากับ ผลรวมของปริมาตรแต่ละเฟสดังสมการ

$$V_{\text{com}} = V_{\text{BNT}} + V_{\text{Epoxy}}$$

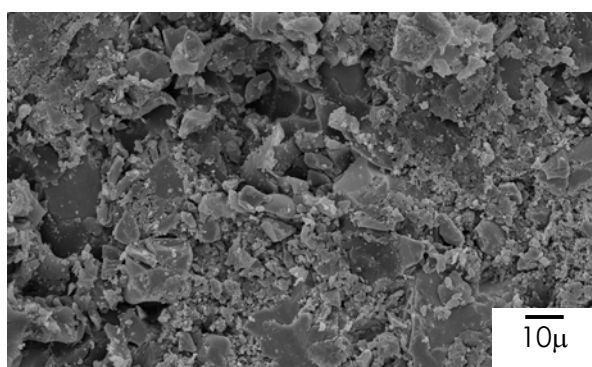
จึงเป็นไปได้ยากในทางปฏิบัติที่จะไม่ทำให้เกิดรูพรุนหรือช่องว่างของอากาศดังนั้น

อนุภาคที่มีการัดขนาดจึงมีค่าความหนาแน่นที่วัดได้ใกล้เคียงกับ วัสดุผสม BNT แบบไม่ได้ผ่านการขึ้นรูป

4.1.3 ผลการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



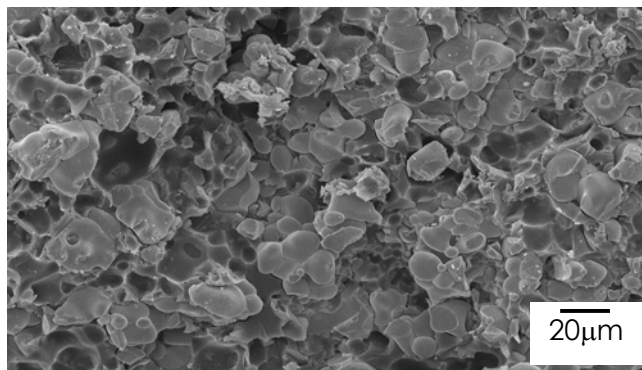
รูป 4.7 ผงเซรามิกที่ใช้ทำวัสดุผสม



รูป 4.8 ผิวหน้าวัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น (secondary electron image)



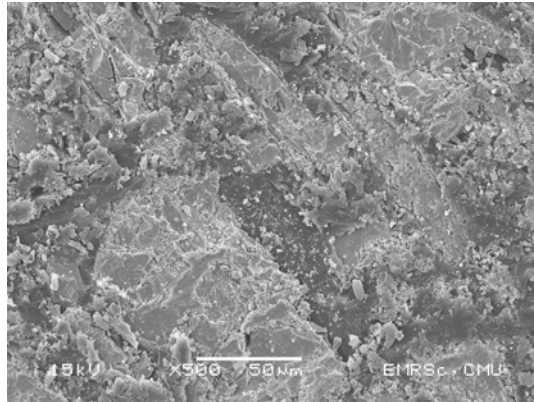
รูป 4.9 ผิวหน้าวัสดุผสมหลังจากผ่าน การตัดเป็นแผ่น (backscatter electron signal)



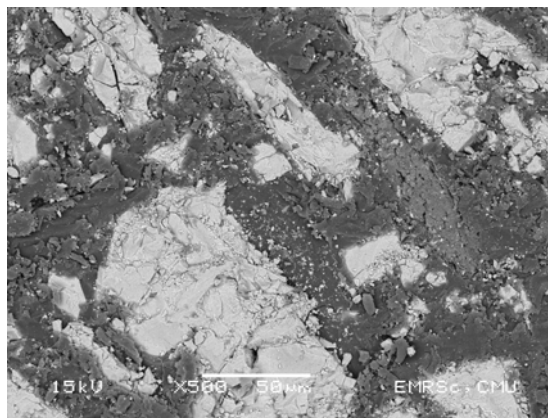
รูป 4.10 ภาพบริเวณรอยของหักวัสดุผสม (secondary electron image)



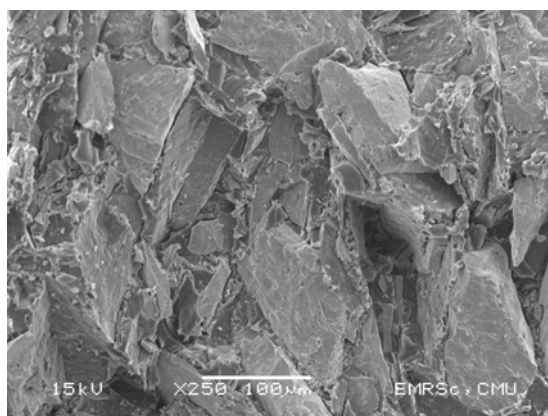
รูป 4.11 ภาพบริเวณรอยหักของวัสดุผสม (backscatter electron signal)



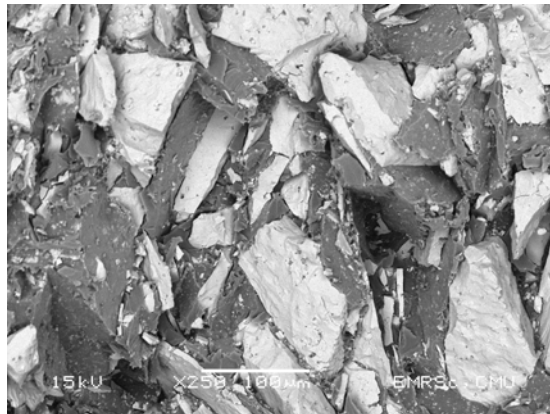
รูป 4.12 ผิวหน้าวัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น 75-150 μm (secondary electron image)



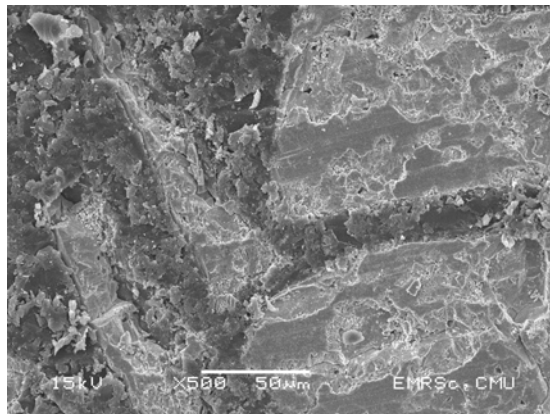
รูป 4.13 ผิวหน้าวัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น 75-150 μm (backscatter electron signal)



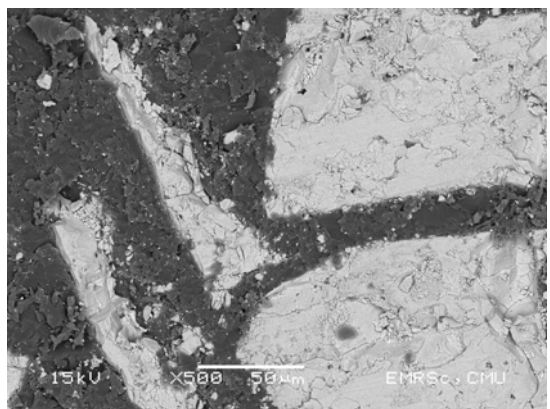
รูป 4.14 ภาพบริเวณรอยหักวัสดุผสม 75-150 μm (secondary electron image)



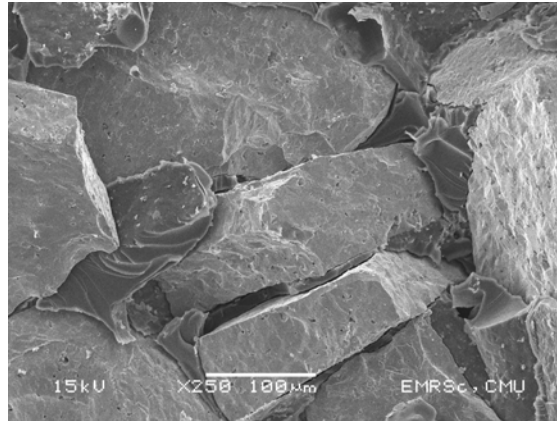
รูป 4.15 ภาพบริเวณรอยหักวัสดุผสม 75-150 μm (backscatter electron signal)



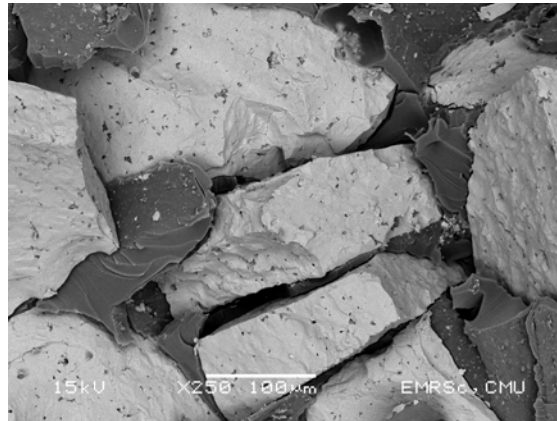
รูป 4.16 ผิวหน้าวัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น 150-300 μm (secondary electron image)



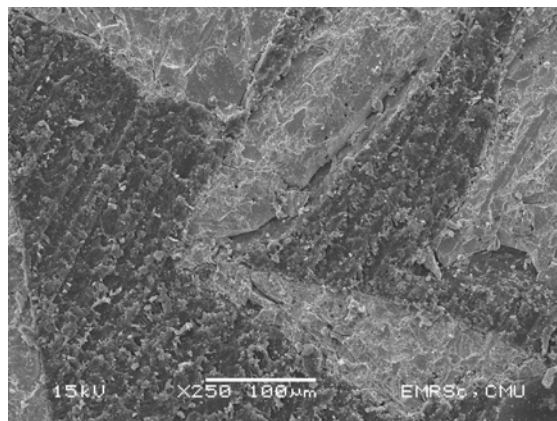
รูป 4.17 ผิวหน้า วัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น 150-300 μm (backscatter electron signal)



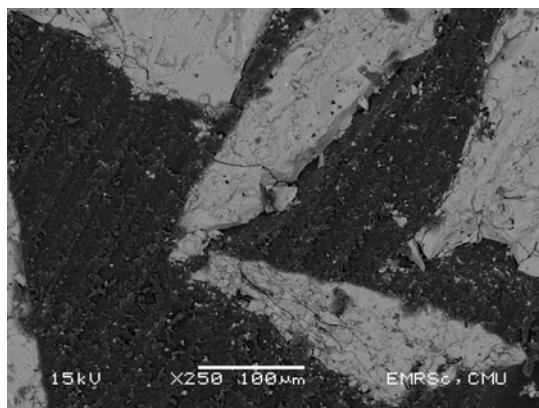
รูป 4.18 ภาพบริเวณรอยหัก วัสดุผสม 150-300 μm (secondary electron image)



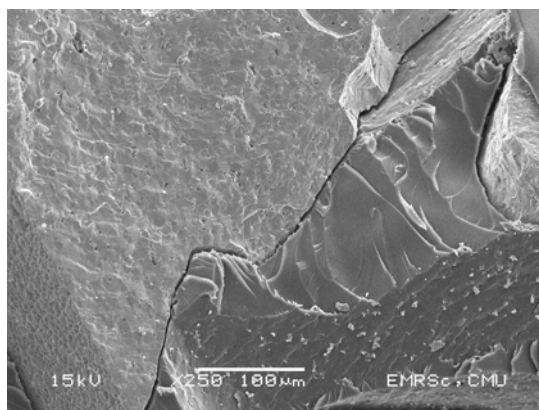
รูป 4.19 ภาพบริเวณรอยหัก วัสดุผสม 150-300 μm (backscatter electron signal)



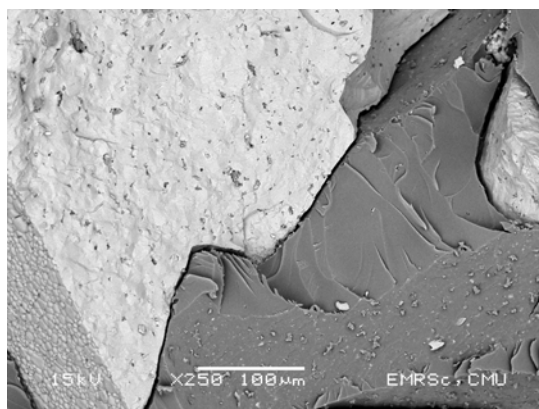
รูป 4.20 ผิวหน้า วัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น 300-850 μm (secondary electron image)



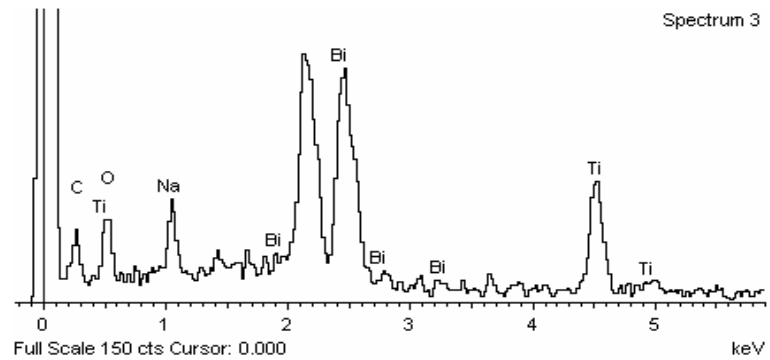
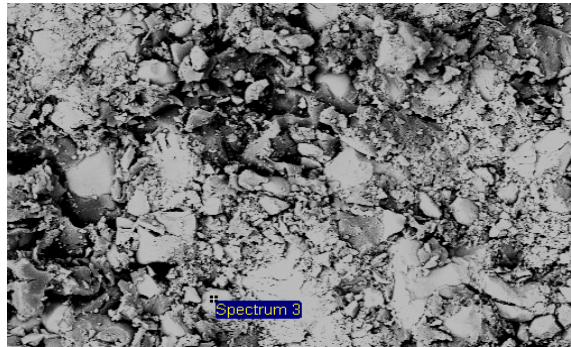
รูป 4.21 ผิวหน้า วัสดุผสมหลังจากผ่านการตัดเป็นแผ่น 300-850 μm (backscatter electron signal)



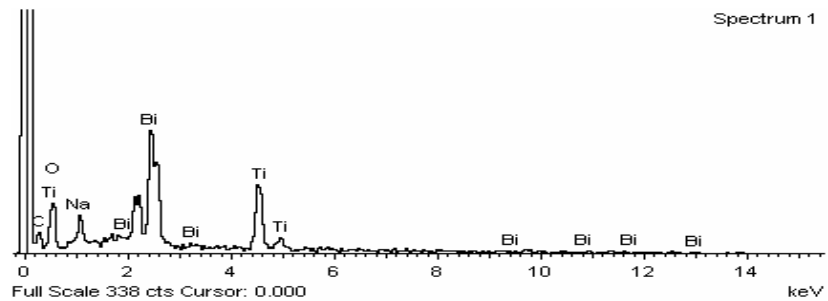
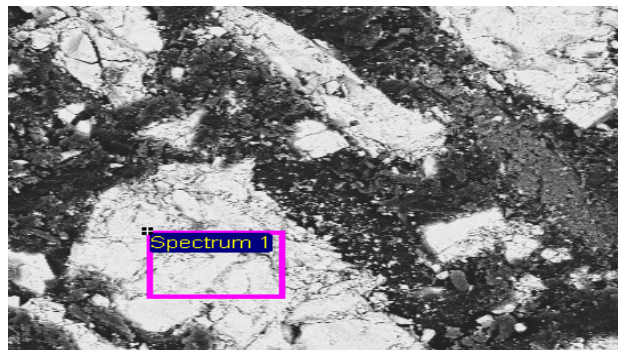
รูป 4.22 ภาพบริเวณรอยหัก วัสดุผสม 300-850 μm (secondary electron image)



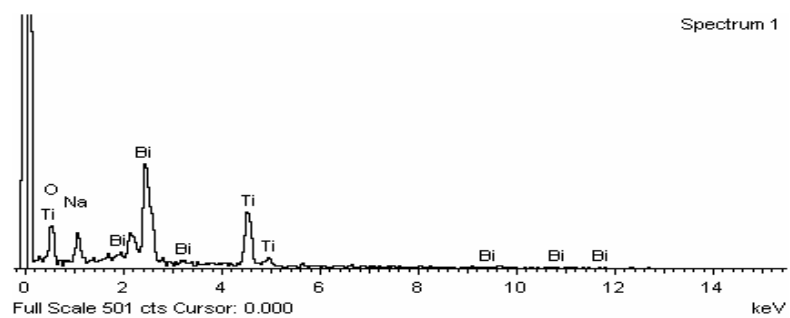
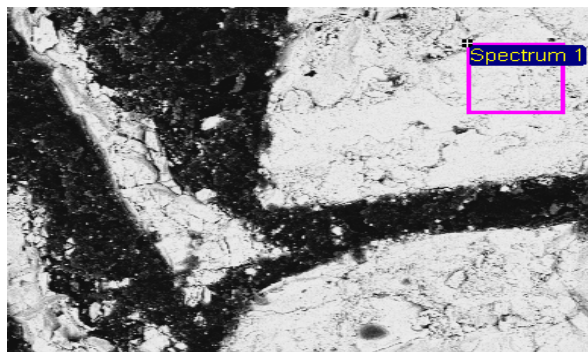
รูป 4.23 ภาพบริเวณรอยหัก วัสดุผสม 300-850 μm (backscatter electron signal)



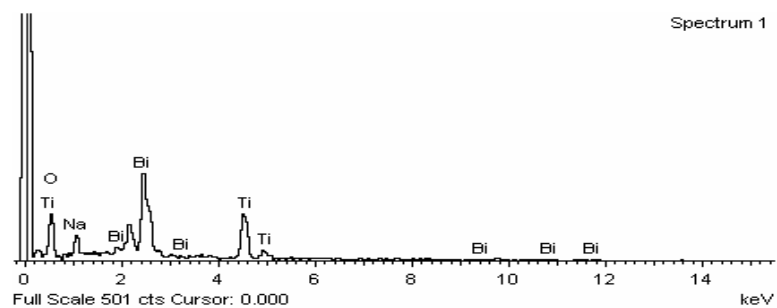
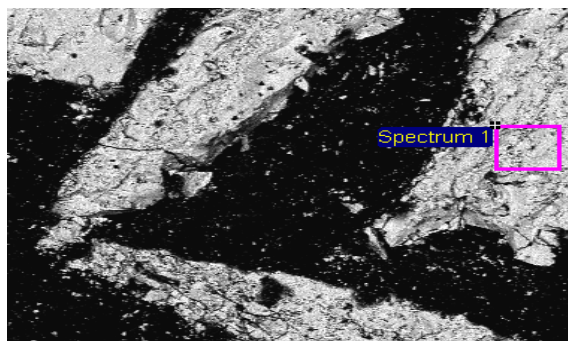
รูป 4.24 แสดงปริมาณธาตุที่พบในชิ้นงานวัสดุผสม S2 โดยใช้เทคนิค EDS



รูป 4.25 แสดงปริมาณธาตุที่พบในชิ้นงานวัสดุผสม S3 โดยใช้เทคนิค EDS



รูป 4.26 แสดงปริมาณธาตุที่พบในชิ้นงานวัสดุผสม S4 โดยใช้เทคนิค EDS



รูป 4.27 แสดงปริมาณธาตุที่พบในชิ้นงานวัสดุผสม S5 โดยใช้เทคนิค EDS

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าลักษณะของผงเซรามิกมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่างๆ ซึ่งมีขนาดอนุภาคประมาณ 5-20 μm โดยประมาณ เมื่อนำผงเซรามิกไปขึ้นรูปทำเป็นวัสดุผสมกับอีพ็อกซีเรซินการยึดติดของอนุภาคเซรามิกและอีพ็อกซีเรซินจะเป็นการยึดเกาะที่มีผงเซรามิกกระจายตัวแบบสุ่ม โดยรูปที่สามารถบ่งชี้ลักษณะการกระจายตัวของแต่ละเฟสที่มีความสมบูรณ์ของภาพ จะอยู่ในการทำงานของภาพที่ backscatter electron signal ลักษณะของชิ้นงานโดยทั่วไปจะมีการยึดเกาะกันแบบมีรูพรุนเกิดขึ้นในเนื้อของชิ้นงานเป็นบางพื้นที่ โดยสังเกตจากรอยหักชิ้นงานจะเห็นลักษณะคล้ายกับฟองอากาศอาจเป็นฟองอากาศที่เกิดภายในระหว่างกระบวนการแห้งตัวของอีพ็อกซีเรซิน เมื่อพิจารณาถึงความต่อเนื่องของเฟสเซรามิกจะมีความต่อเนื่องแบบสุ่ม ความต่อเนื่องของเฟสนี้จะส่งผลถึงสมบัติฟิสิกส์อิเล็กทริกของวัสดุผสม [21] ลักษณะของผิวหน้าและรอยหักของวัสดุผสมที่มีขนาดของอนุภาคเซรามิกที่แตกต่างกันอนุภาคที่มีขนาดเล็กจะมีการกระจายตัวที่ค่อนข้างสม่ำเสมอมากกว่าอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ เมื่อพิจารณาวัสดุผสมที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ จากรูป 4.20 และ 4.23 จะเห็นได้ชัดว่าเซรามิกและอีพ็อกซีเรซินจะมีช่องว่างของอากาศแทรกอยู่ระหว่าง ทั้งสองเฟสในทางกลับกัน วัสดุผสมที่มีขนาดอนุภาคเล็ก รูป 4.14 และ 4.15 เซรามิกและอีพ็อกซีเรซินมีการยึดเกาะกันที่ดีกว่า คือ ลักษณะของช่องว่างระหว่างเฟสของเซรามิกและเฟสของอีพ็อกซีเรซินจะมีปริมาณช่องว่างที่น้อยกว่าวัสดุผสมที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่

4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุ

4.3.1 สมบัติฟิสิกส์อิเล็กทริกและไดอิเล็กทริกของชิ้นงาน

ชิ้นงานทั้งหมดที่นำไปโพลเพื่อนำมาวัดค่า d_{33} นั้น โดยชิ้นงานที่เป็นเซรามิกโพลด้วยสนามไฟฟ้า 3 kV/mm ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นระยะเวลา 15 นาที และชิ้นงานที่เป็นวัสดุผสมโพลด้วยสนามไฟฟ้า 2 kV/mm ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นระยะเวลา 15 นาที

ตาราง 4.4 แสดงค่า ϵ_r และ $\tan\delta$ ของเซรามิกและวัสดุผสม

ชิ้นงาน	ϵ_r	$\tan\delta$
S1	621	0.18
S2	336	0.98
S3	4	0.14
S4	93	0.12
S5	146	0.11

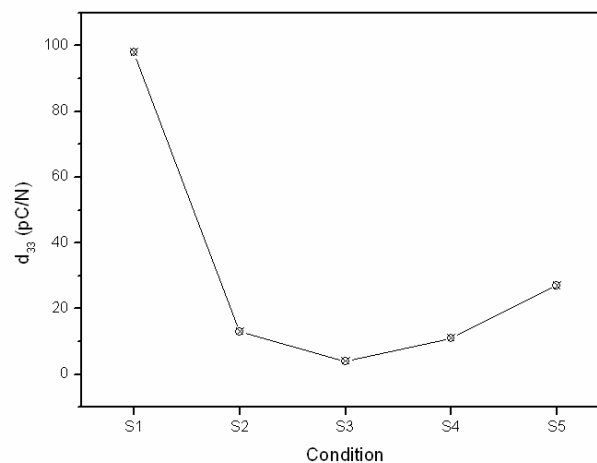
ตาราง 4.5 แสดงค่า d_{33} และ g_{33} ของเซรามิกและวัสดุผสม

ชิ้นงาน	d_{33} (pC/N)	g_{33} (10^{-3} V-m/N)
S1	98	18
S2	13	4
S3	4	6
S4	11	13
S5	27	21

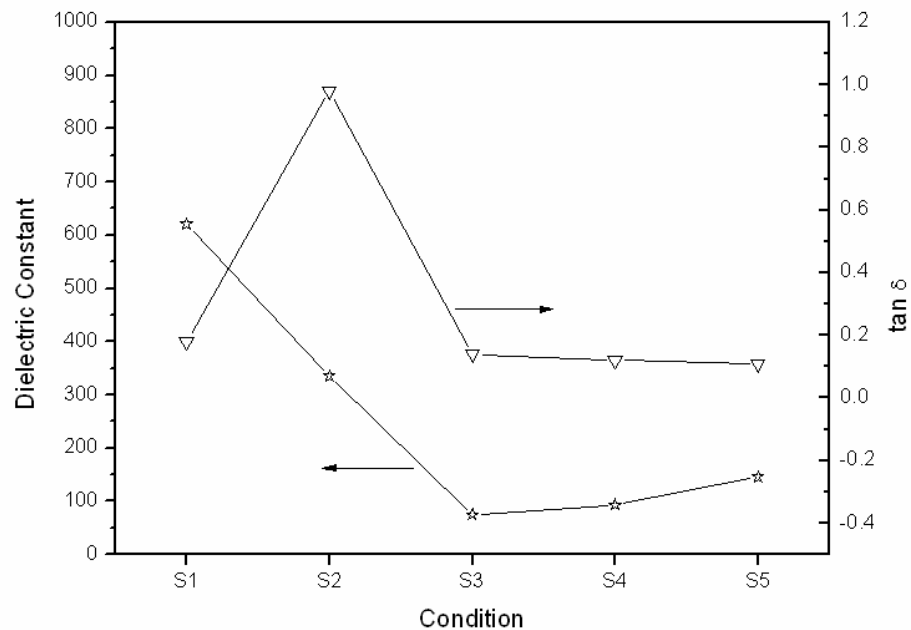
ผลของสมบัติพิโซอิเล็กทริกดังที่แสดงไว้ในตาราง 4.4 และตาราง 4.5 การโพลวัสดุที่เป็นเซรามิกและวัสดุผสมใช้สนามไฟฟ้าที่แตกต่างอันเนื่องมาจาก ตัวสาร BNT โดยทั่วไปแล้วเป็นสารที่โพลยาก ในการวิจัยนี้จึงทำการโพลด้วยสนามไฟฟ้าที่ 2 kV/mm – 3 kV/mm

เมื่อศึกษาผลของอนุภาคเซรามิกแล้วพบว่าเซรามิกที่มีอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้ค่า d_{33} เพิ่มขึ้น แต่ในกรณีของชั้นงานที่ S2 อาจเป็นผลมาจาก ขนาดของอนุภาคเซรามิกที่มีความแตกต่างกันหลายขนาดทำให้อนุภาคที่มีขนาดเล็กเข้าไปอยู่ในช่องว่าง (cage) ที่เกิดขึ้นจากอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่ามาบรรจุกันแล้วทำให้เกิดช่องว่างนี้ เมื่อให้แรงแก่วัสดุผสม แรงนั้นจะไม่สามารถส่งผ่านไปยังอนุภาคที่มีขนาดเล็กได้ จึงทำให้อนุภาคที่มีขนาดเล็กไม่มีบทบาทสำคัญต่อสมบัติพิโซอิเล็กทริกของวัสดุผสม ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่า “cage effect”[27]

จากตาราง 4.5 เห็นได้ว่าเมื่อขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 300-850 μm จะมีค่า d_{33} สูงขึ้นซึ่งสามารถเกิดจาก อนุภาคเซรามิกที่มีขนาดใหญ่กว่าความหนาของเมตวัสดุผสม (0.6-0.8 mm) จะทำให้วัสดุผสมมีโอกาสเกิดการผสมกันระหว่างแบบ 0-3 กับแบบ 1-3 ซึ่งวัสดุผสมแบบ 1-3 นี้จะมีสมบัติพิโซอิเล็กทริกที่ดีกว่าแบบ 0-3



รูป 4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างชั้นงานแต่ละชนิดกับค่า d_{33}



รูป 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าสูญเสียทางความร้อนไดอิเล็กตริก

ของชิ้นงาน โดยวัดค่าที่อุณหภูมิห้อง (28°C) ความถี่ 1 kHz

เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก พบว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิกมีค่าสูงกว่าวัสดุผสม ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกมีผลจากหลายปัจจัย เช่น ขนาดของเกรน หรือการจัดตัวของอิเล็กตรอนในอะตอม

ในส่วน of ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของวัสดุผสม พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะขึ้นอยู่กับปริมาณของเซรามิก อันเนื่องมาจากสมบัติไดอิเล็กตริกของแต่ละเฟสรวมกันเป็นสมบัติที่เรียกว่า sum property [28] โดยการรวมกันของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเฟสที่แตกต่างกันจะมีทั้งแบบอนุกรม (series) และแบบขนาน (parallel) และกฎการรวมตัวกัน (mixing rules) ซึ่งเกี่ยวข้องกับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและสัดส่วนโดยปริมาตร (volume fraction)

เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ 1 kHz กับขนาดของอนุภาคเซรามิก พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ผลของขนาดอนุภาคที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ Moon-Ho Lee และคณะ [29] จากผลของอนุภาค เมื่อเฟสการกระจายตัว (active phase) มีความเข้มข้นสูงขึ้น จะทำให้โครงสร้างของเฟสมีความต่อเนื่องและทำให้สภาพการเชื่อมโยงของเฟสดังกล่าว

4.3.2 ผลของค่าความต้านทานเชิงซ้อน

ผลจากการวัดค่าความต้านทานเชิงซ้อนของวัสดุผสมแสดงได้ดังตาราง 4.6 จากข้อมูลที่ได้ ค่าความแตกต่างของค่าความต้านทานเชิงซ้อนมีค่าไม่แตกต่างกันมากเนื่องจากชั้นงานมีค่าความหนาแน่นที่ใกล้เคียงกันทำให้ค่าความต้านทานเชิงซ้อนมีค่ามีค่าประมาณ 7 Mrayls เมื่อเทียบกับค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเนื้อเยื่อที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบยังถือว่าค่าที่สูงอยู่ซึ่งค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเนื้อเยื่อที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบจะมีค่าประมาณ 1 Mrayls โดยประมาณ

ตาราง 4.6 แสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกับค่าความต้านทานเชิงซ้อนของวัสดุ

ผสมเมื่อมีขนาดของอนุภาคเพิ่มขึ้น

ชั้นงาน	ความหนาแน่น (g/cm^3)	Z (Mrayls)
S3	3.453	7.36
S4	3.456	7.03
S5	3.591	7.40

4.3.3 ผลของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก

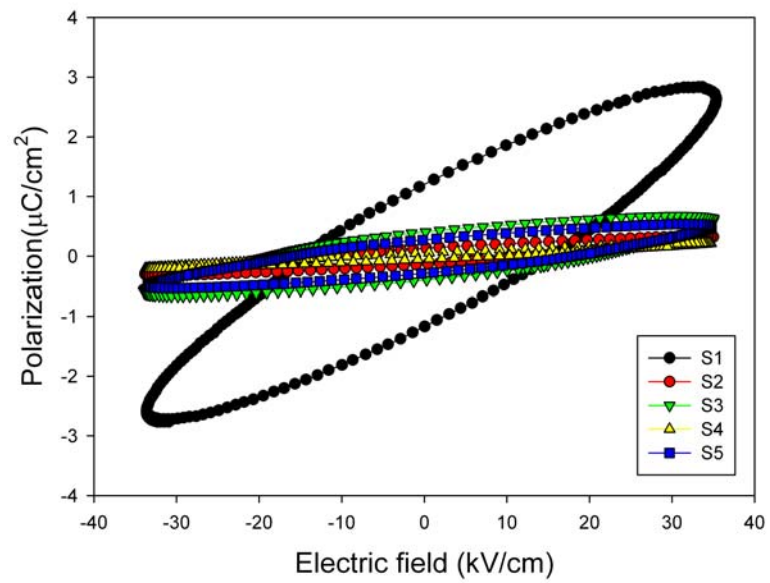
วงวนฮิสเทอรีซิสของสารที่มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก คือ การกลับทิศของสภาพการมีขั้ว (polarization reversal หรือ switching) โดยสนามไฟฟ้า อันเป็นผลสืบเนื่องมาจากการกลับทิศของโดเมนในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก จึงทำให้เกิดวงวนฮิสเทอรีซิส

ตาราง 4.7 แสดงค่าสภาพการมีขั้วตกค้าง (P_r) สนามไฟฟ้าลบล้าง (E_c) และสภาพการมีขั้วได้สูงสุด (P_{max}) ของเซรามิก BNT วัดที่สนามไฟฟ้า 35 kV/cm ความถี่ 50 Hz

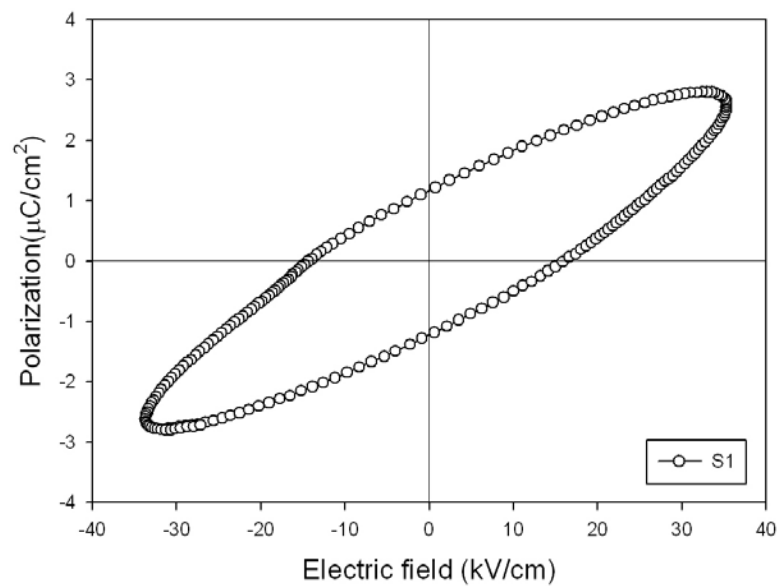
ชั้นงาน	ชื่อชั้นงาน	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	E_c (kV/cm)	P_{max} ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)
Ceramic	S1	1.15	15.5	2.90

ตาราง 4.8 แสดงค่าสภาพการมีขั้วตกค้าง (P_r) สนามไฟฟ้าลบล้าง (E_c) และสภาพการมีขั้วได้สูงสุด (P_{max}) ของวัสดุผสม วัดที่สนามไฟฟ้า 35 kV/cm ความถี่ 50 Hz

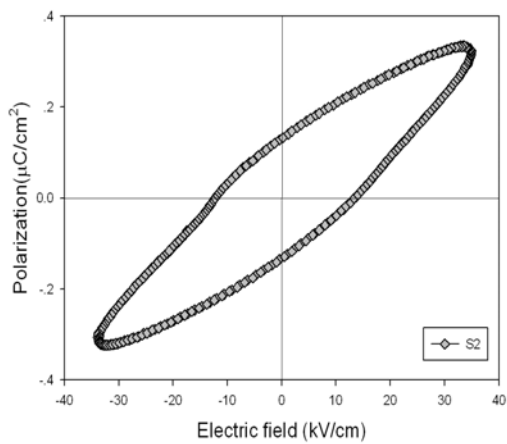
ชั้นงาน	ชื่อชั้นงาน	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	E_c (kV/cm)	P_{max} ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)
Composite (CMP)	S2	0.13	12.9	0.35
Particle size of BNT + Epoxy				
(75-150 μm)	S3	0.40	20.0	0.70
(150-300 μm)	S4	0.05	8.7	0.22
(300-850 μm)	S5	0.27	16.8	0.55



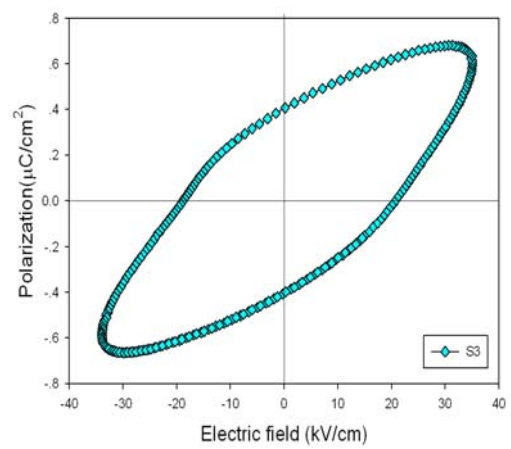
รูป 4.30 วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่เป็นเซรามิกและวัสดุผสมแบบ 0-3 แต่ละชนิด (สนามไฟฟ้า 35 kV/cm ความถี่ 50 Hz)



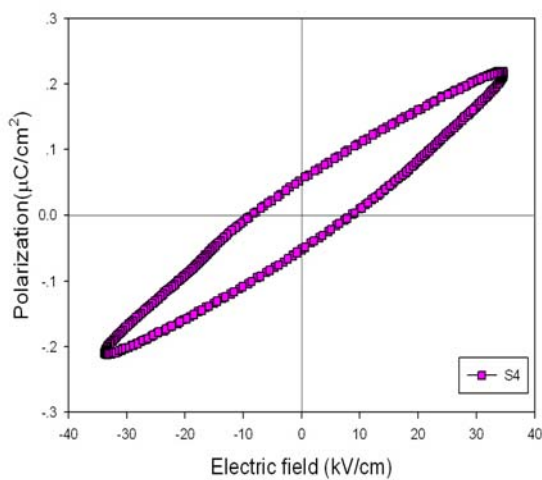
รูป 4.31 วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงาน เซรามิก BNT (สนามไฟฟ้า 35 kV/cm ความถี่ 50 Hz)



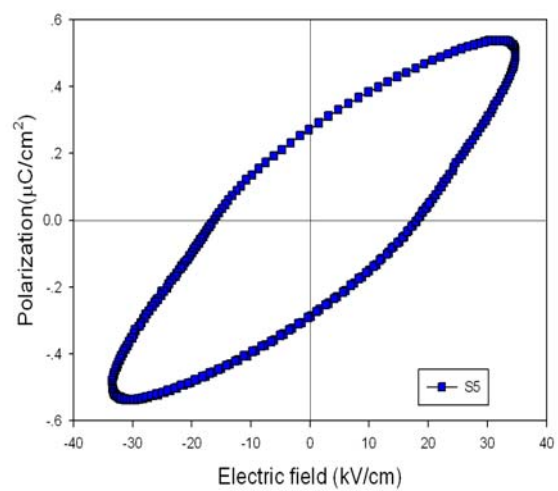
รูป 4.32 วงวนฮิสเทอรีซิสของวัสดุผสม
ระหว่างเซรามิก BNT กับอีพ็อกซีเรซิน



รูป 4.33 วงวนฮิสเทอรีซิสของวัสดุผสม
ระหว่างเซรามิก BNT กับอีพ็อกซีเรซิน
ขนาดอนุภาคระหว่าง 75-150 μm



รูป 4.34 วงวนฮิสเทอรีซิสของวัสดุผสม
ระหว่างเซรามิก BNT กับอีพ็อกซีเรซิน
ขนาดอนุภาคระหว่าง 150-300 μm



รูป 4.35 วงวนฮิสเทอรีซิสของวัสดุผสม
ระหว่างเซรามิก BNT กับอีพ็อกซีเรซิน
ขนาดอนุภาคระหว่าง 300-850 μm

การให้สนามไฟฟ้าที่มีความแรงเพียงพอจะทำให้ผนังของโดเมนแกว่งไปมาสามารถทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของทิศทางโดเมนแบบ 180 องศา ให้อยู่ในทิศทางที่ใกล้เคียงกับทิศทางของสนามไฟฟ้ามากที่สุดเท่าที่การวางทิศทางของแกนผลึกจะยอมให้ได้ นอกจากนี้สนามไฟฟ้าง่ายังมีอิทธิพลต่อการจัดเรียงตัวของโดเมนแบบ 71 องศา กับแบบ 109 องศาในวัสดุที่มีเฟสเป็นรอมโบอีไดรอล [30] ซึ่งจากผล XRD พบว่าสารเซรามิกในระบบนี้มีเฟสเป็นแบบรอมโบอีไดรอล และสภาพของการมีขั้วหลังจากนำสนามไฟฟ้าออกไปแล้ว หรือที่เรียกว่า สภาพการมีขั้วตกค้าง (remanent polarization) P_r ที่มีอยู่ในวัสดุพหุผลึกจะขึ้นอยู่กับสถานะโดเมนที่มีได้ในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก ซึ่งวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างแบบรอมโบอีไดรอลซึ่งมีสถานะโดเมนที่มีอยู่ได้ 8 สถานะ มีค่า $(P_r)_{\max}$ ได้เท่ากับ $0.87 P_s$ [31] และจากผลของวงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่เป็นเซรามิกค่า P_r จะมีค่าเท่ากับ $1.15 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ E_c เท่ากับ $15.5 \text{ kV}/\text{cm}$ ค่าทั้งสองที่แสดงออกมายังไม่ถึงจุดที่อิ่มตัวของสารเองเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยเคยมีมาโดยค่า P_r มีค่าเท่ากับ $38 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ E_c เท่ากับ $73 \text{ kV}/\text{cm}$ [32] และชิ้นงานที่เป็นวัสดุผสม ค่า P_r ได้จากวงวนฮิสเทอรีซิสแต่ค่าของ P_s อาจยังไม่เห็นได้ชัดเจนเนื่องจากลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของสารเองยังไม่อิ่มตัวจึงไม่สามารถสังเกตเห็นได้และปัจจัยอื่นเช่นค่าของการสูญเสียทางความร้อนของวัสดุเองมีค่าสูงมากจึงทำให้วงวนที่แสดงออกมามีรูป 4.30 อย่างไรก็ตามค่าที่สามารถหาได้จากวงวนฮิสเทอรีซิสคือ ค่าสภาพการมีขั้ว และสนามไฟฟ้า ซึ่งแสดงไว้ในตาราง 4.7 และ 4.8 ซึ่งจากข้อมูลนี้สามารถหาค่า $P_{\max}$ จากวงวนฮิสเทอรีซิสได้ในกรณีที่จะกล่าวถึงนี่จะเป็นการเปรียบเทียบในส่วนของชิ้นงานที่เป็นวัสดุผสม ลักษณะของวงวนที่แสดงออกมานั้นจะมีลักษณะเป็นวงวนที่มีขนาดบางและเล็ก

บทที่ 5

สรุปผลทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3 ระหว่างบิสฟีนอลเอไดเมทิลไททาเนตและอีพ็อกซีเรซิน

จากผลการทดลองการเตรียมวัสดุผสมสามารถเตรียมขึ้นงานได้ คือ

1. สามารถเตรียมชิ้นงานวัสดุผสมที่มีปริมาณของวัสดุไวงาน (active material) ในชิ้นงานต่างๆ ดังต่อไปนี้ 53, 48, 49 และ 52 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร
2. เทคนิคการเตรียมนี้จะมีสัดส่วนของของวัสดุไวงาน (active material) ในวัสดุผสมสามารถเกิดขึ้นเกิดขึ้นได้ในปริมาณสูงสุดที่ 53 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

5.2 สรุปผลการศึกษาสมบัติกายภาพและโครงสร้างจุลภาค ของวัสดุผสมแบบ 0-3 ระหว่างบิสฟีนอลเอไดเมทิลไททาเนตและอีพ็อกซีเรซิน

ผลจากการตรวจสอบสมบัติกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมพบว่า

1. ปริมาณของขนาดอนุภาคที่แตกต่างกันในวัสดุผสมไม่มีผลต่อความหนาแน่นของวัสดุผสมมากนัก
2. การใช้อนุภาคที่มีขนาดเล็กในการขึ้นรูปชิ้นงานมักจะทำให้ชิ้นงานขึ้นรูปได้ไม่สมบูรณ์ ดังนั้นการกระจายตัวของอนุภาคควรอยู่ในสัดส่วนที่พอเหมาะ

5.3 สรุปผลศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ของวัสดุผสมแบบ 0-3 ระหว่างบิสแมทโซเดียมไททาเนตและอีพ็อกซีเรซิน

จากผลการทดลองสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุผสมพบว่า

1. เมื่ออนุภาคมีขนาดเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า d_{33} เพิ่มขึ้น
2. ปัญหาที่เกิดขึ้นของวัสดุผสมแบบ 0-3 ที่มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกคือ ความลำบากในการโพล เนื่องจากสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุจะถูกบั่นทอนลงด้วยค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของอีพ็อกซีเรซิน ซึ่งมีค่าต่ำกว่าเซรามิกเพียโซอิเล็กทริกอยู่มาก
3. วงวนฮิสเทอรีซิสที่วัดได้ไม่สามารถบ่งบอกค่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (P_s) อันเนื่องมาจากวัสดุผสมเองมีค่าความสูญเสียทางความร้อนสูงมาก วงวนที่แสดงออกมานั้นจึงมีลักษณะคล้ายวงรี

5.4 ข้อเสนอแนะ

จากผลของงานวิจัยนี้ยังมีประเด็นและรายละเอียดที่เกิดขึ้นในกระบวนการทำงาน ซึ่งสิ่งเหล่านี้มีความน่าสนใจซึ่งจะนำไปสู่การพัฒนาวัสดุผสมพิโซอิเล็กทริกให้มีประสิทธิภาพมากขึ้นเช่น

1. การศึกษาขนาดอนุภาคของวัสดุไวงานในวัสดุผสม ได้มีการศึกษากันในรายละเอียดเฉพาะสารเซรามิกที่ใช้ในระบบของวัสดุผสมนั้นๆ เช่น 0-3 หรือ 1-3 ซึ่งยังไม่เป็นที่แน่ชัดว่าขนาดของอนุภาคของสารเพียโซอิเล็กทริกแต่ละชนิดจะมีสมบัติที่แตกต่างกันมากหรือไม่
2. ในกระบวนการเตรียมเทคนิคนี้แรงดันในการดึงชิ้นงานควรมีแรงดันที่คงที่ เนื่องจากการดึงโดยอาศัยการดูดอากาศออกแล้วให้ของเหลวไหลมาแทนที่นี้ จะมีแรงดึงลดลงเมื่อเวลาผ่านไปช่วงหนึ่ง ซึ่งอาจจะช่วยแก้ไขปัญหาค่าความไม่สมบูรณ์ของชิ้นงานได้ และอาจจะสามารถเพิ่มปริมาณเฟสของเซรามิกเพิ่มขึ้นได้
3. ปัจจัยหนึ่งในการเตรียมวัสดุผสมแบบ 0-3 นี้คือการกระจายตัวของเฟสในวัสดุผสมถ้าสามารถควบคุมการกระจายตัวของอนุภาคได้จะทำให้สมบัติของวัสดุผสมมีค่าที่ดีขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Smith, W.A., Shaulov, A., Auld, B.A., "Tailoring the Properties of Composite Piezoelectric Materials for Medical Ultrasonic Transducers", IEEE Ultrasonics Symp. (1985) 642 - 647.
- [2] Han, K., Safari, A., Riman R.E., "Colloidal Processing for Improved Piezoelectric Properties of Flexible 0-3 Ceramic-Polymer Composites", J. Am. Ceram. Soc. 74 (1991) 1699 - 1702.
- [3] Cross, L.E., "Review Ferroelectric materials for electromechanical transducer applications", Mater. Chem. Phys. 43 (1996) 108 – 115.
- [4] Janas, V.F., Safari A., "Overview of Fine-Scale Piezoelectric Ceramic/Polymer Composite Processing", J. Am. Ceram. Soc. 78 (1995) 2945 - 2955.
- [5] อารี ธนบุญสมบัติ, "เพียโซอิเล็กทริกเซรามิกส์ไร้สาร(ตะกั่ว) : บิสมัทโซเดียมไททาเนต", วารสารเอ็มเทคฉบับเดือนตุลาคม-ธันวาคม 2540, ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, พ.ศ. 2540
- [6] Cross, L.E., "Review Ferroelectric materials for electromechanical transducer applications", Mater. Chem. Phys. 43 (1996) 108 – 115.
- [7] Kuo, D.H., Chang, C.C., Su, T.Y., Wang, W.K., Lin, B.Y., "Dielectric behaviours of multi-doped BaTiO₃/epoxy composites", J. Eur. Ceram. Soc. 21 (2001) 1171 - 1177.
- [8] Haertling, G.H. Ferroelectric Ceramics : History and Technology.
J. Am. Ceram. Soc. 82 (1999) 797-818.
- [9] Moulson, A. J. and Herbert. J. M. "Electroceramics: Materials –Properties-Application" 2nd ed. Chapman and Hall., London, (1990)135-402.
- [10] Telford, W.M.; L.P. Geldart, R.E. Sheriff, D.A. Keys "Applied Geophysics" New York, U.S.A.: Cambridge University Press, (1978) 251.
- [11] J.-P. Dalmont, "Acoustic Impedance Measurement, Part I: A Review" J. Sound and Vib. 243(3), (2001) 427-439.
- [12] รัตติกร ยิ้มนิรัญ, สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริก, 2549

- [13] Buchanan, R. C. Ceramic Materials for Electronics : Processing, Properties and Application. 2 nd ed. Marcel Dekker Inc., (1991)131-133
- [14] Burfoot J. C. and Taylor G. W. "Polar Dielectrics and Their Applications"., London, Macmillan., 1979
- [15] ชัชฎาภรณ์ เตชะอ้าย "การศึกษาสมบัติและโครงสร้างจุลภาคของบิสมีทไซด์เดียมไททาเนต" การค้นคว้าเชิงอิสระวิทยาศาสตร์บัณฑิต (วัสดุศาสตร์), มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ เชียงใหม่, 2546
- [16] Pronin I.P., Psyrnikov P., Egorov V.A., Zaitseva N.V., and Loffe A.F., Ferroelectrics. 25 (1980) 365-397.
- [17] Lee H. and Neville K., Handbook of Epoxy Resins, McGraw-Hill, 1967
- [18] Goodman S.H., Handbook of Thermoset Plastics, Noyes. (1986)133–182.
- [19] Brydson J.A., Plastics Materials, Iliffe Books Ltd.or D. Van Nostrand Co., (1966) 451–483.
- [20] J.F. Tressler, S. Alkoy and R.E. Newhame, Journal of Electroceramics 2:4, (1998) 257-272.
- [21] Ahmad S, Development of piezoelectric composites for transducers, J. Phys. III France. 4 (1994) 1129-1149.
- [22] H.G. Lee,and Kim, H. G, Influence of Microstructure on Dielectric and Piezoelectric Properties of Lead Zirconate-Polymer Composites, J. Am. Ceram. Soc., 72 (1989) 938-942.
- [23] Kuo, D.H., Chang, C.C., Su, T.Y., Wang, W.K., Lin, B.Y., "Dielectric behaviours of multi-doped BaTiO₃/epoxy composites", J. Eur. Ceram. Soc. 21 (2001) 1171 - 1177.
- [24] Kuo, D.H., Chang, C.C., Su, T.Y., Wang, W.K., Lin, B.Y., "Dielectric properties of three ceramic/epoxy composites", Mater. Chem. Phys. 85 (2004) 201 - 206.
- [25] Cheng, K.C., Lin, C.M., Wang, S.F., Lin, S.F., Yang, C.F., "Dielectric

properties of epoxy resin–barium titanate composites at high frequency”, *Mater. Lett.* 61 (2007) 757 - 760.

- [26] W.E. Lee and W.M. Rainforth, *Ceramic Microstructures: Properties Control by Processing*, Chapman & Hall :London, 1994
- [27] C. Cui, R. H. Baughnam, Z. Iqbal, T.R. Kazmar, and D. K. Dahlstrom, Improved Piezoelectric Ceramic/Polymer Composites for Hydrophone Applications, *Synthetic Metals*. 85(1997) 1391-1392.
- [28] R.E. Newnham, Composite Electroceramic, *Ann.Rev. Mater. Sci.* vol.16, pp47-63 (1986)
- [29] Moo-Ho L., Arvind H. and Robert E. N, Poling of Coprecipitated Lead Titanate-Epoxy 0-3 Piezoelectric Composites, *J. Am. Ceram. Soc* 72[6], (1989) 986-990.
- [30] Fousek J. and Janovec V, *J. Appl. Phys.*40 (1969) 135
- [31] Cross L. E., *Ferroelectric ceramics: tailoring properties for specific applications* *Ferroelectric Ceramics* ed N. Setter and E. L. Colla (1993) 1
- [32] G.A. Smolensky, V.A. Isupov, A.I. Agranovskaya, N.N. Krainik, *Sov. Phys. Solid State*2 (1961) 2651.

OUTPUT

งานวิจัยที่เผยแพร่ในการประชุมวิชาการระดับชาติ

1. ธนพงศ์ สารอินทร์,¹ วันดี ธรรมจारी,¹ วิม เหนือเพ็ง¹ และ ทวี ตันชมศิริ, Fabrication of 0-3 BNT-Epoxy Resin Composites by using Suction Technique, STT33, Nakhorn Si Thammarat, Thailand.
2. วิม เหนือเพ็ง, วันดี ธรรมจारी, พิศิษฐ์ สิงห์ใจ และ ทวี ตันชมศิริ, FABRICATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF NANOCOMPOSITES BETWEEN SIC NW AND EPOXY RESIN, STT33, Nakhorn Si Thammarat, Thailand.
3. วันดี ธรรมจारी, วิม เหนือเพ็ง และ ทวี ตันชมศิริ, FABRICATION OF BARIUM ZIRCONATE TITANATE CERAMICS BY USING THE ULTRASONIC BALL-MILLING TECHNIQUE, STT33, Nakhorn Si Thammarat, Thailand.
4. Thanapong Sareein*, Wandee Thamjaree, Wim Nhuapeng and Tawee Tunkasiri, Dielectric property enhancement and microstructure of BNT ceramics/polymer composites by adding nanoparticles, การประชุมวิชาการจุลทรรศน์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 25 จังหวัดพิษณุโลก

งานวิจัยที่เผยแพร่ในการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

1. W. Nhuapeng, W. Thamjaree and T. Tunkasiri, Fabrication of Lead Zirconate Titanate Powder by Using Ultrasonic Ball-milling Technique, The International Symposium on Functional Materials in Hangzhou, P.R. China, 16-19 May 2007.
2. W. Thamjaree, W. Nhuapeng and T. Tunkasiri, Effect of Rare Earth Additive (Nd_2O_3) on Microstructure and Dielectric Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics, The International Symposium on Functional Materials in Hangzhou, P.R. China, 16-19 May 2007.

3. W. Thamjaree, T. Udomsupmun, S. Kumfu, W. Nhuapeng, P. Singjai and T. Tunkasiri, Fabrication and Mechanical Properties of Silicon Carbide Nanowire and Epoxy Resin Composites, The AMN-3, Christchurch, New Zealand, 8-15 February 2007.
4. W. Nhuapeng, S. Kumfu, W. Thamjaree, P. Singjai and T. Tunkasiri, Fabrication and Mechanical Properties of MWNTs/Epoxy Resin Composites, The AMN-3, Christchurch, New Zealand, 8-15 February 2007.
5. W. Thamjaree, W. Nhuapeng, P. Singjai and T. Tunkasiri, Effect of Adding Carbon Nanotubes on Poling of Non-Lead Based Piezoelectric Composites, The AMN-3, Christchurch, New Zealand, 8-15 February 2007.
6. W. Thamjaree and W. Nhuapeng, Microstructure and Mechanical Properties of 0-3 Piezocomposites Fabricated by Using Suction Technique, The 5th Asian Meeting on Electroceramics, Bangkok, 10-14 December 2006.
7. W. Nhuapeng and W. Thamjaree, Fabrication of PZT Powder by Using Ultrasonic Ball-milling Technique, The 5th Asian Meeting on Electroceramics, Bangkok, 10-14 December 2006.
8. W. Nhuapeng, S. Kumfu, W. Thamjaree and T. Tunkasiri, Phase Formation and Piezoelectric Property of Lanthanum Doped Lead Zirconate Titanate Ceramics, The Asia-Pacific Conference of Transducers and Micro-Nano Technology, Singapore, 24-29 June 2006.

งานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารต่างประเทศ

1. W. Thamjaree, W. Nhuapeng and T. Tunkasiri, Effects of rare earth additive (Nd_2O_3) on microstructure and dielectric properties of lead zirconate titanate ceramics, Phys. Scr. T129 (2007) 194-198.
2. T. Sareein, W. Thamjaree^a, W. Nhuapeng and T. Tunkasiri, Fabrication of 0-3 non-lead based piezoceramic/polymer composites using suction technique, in press in Advance Materials Research. (^a Corresponding Author)

ภาคผนวก

**Fabrication of 0-3 non-lead based piezoceramic/polymer composites
using suction technique**

T. Sareein, W. Thamjaree^a, W. Nhuapeng and T. Tunkasiri

Department of Physics, Faculty of science, Chiang Mai University,

Chiang Mai, 50200, Thailand.

^amsrlwt@yahoo.com

Keywords: BNT, Lead-free piezoelectric, Piezocomposites

Abstract. In this research, 0-3 composites between non-lead based piezoceramic and polymer were fabricated using the suction technique. Bismuth sodium titanate ($\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$;BNT) which prepared from conventional mixed oxide method was used as active phase whereas epoxy resin was used as matrix phase. The 50% volumetric fraction of BNT/epoxy resin can obtain from suction technique. The physical and piezoelectric properties of composites samples were examined. It can be found that density of composite samples were about 1.78 g/cm^3 . Moreover, the piezoelectric coefficient (d_{33}) of sample was 13 pC/N. Furthermore, the microstructure of composites was determined using SEM technique.

Introduction

Recently, lead oxide-based perovskite piezoelectric ceramics, for example, lead zirconate titanate ($\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$, PZT) are now widely used in many applications [1-2]. Since PZT exhibits the superior piezoelectric properties. However, the lead oxide-based materials are hazard to human and environment. Therefore, lead-free or non-lead based piezoelectric ceramics have now attracted considerable interest to replace the lead-based material system [1]. Bismuth sodium titanate, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNT), a ferroelectric material which was first discovered by Smolenskii *et al.* in 1960 [2]. BNT ceramics is strongly ferroelectric materials and show the outstanding advantages in a free control atmosphere which produce no PbO

evaporation [3]. Thus, they have been considered to be good candidates for non-lead based piezoelectric ceramics. Moreover, it is considered to apply in hydrophone applications [2-3]. Since BNT ceramics are hard and brittle in nature which may not be flexible enough to suit a curved surface. Therefore, piezocomposites which employed an active piezoelectric material in conjunction with an active or passive polymer phase have been suggested with different connectivity patterns [4]. In this work, the 0-3 composites between BNT and polymer are fabricated using the suction technique. The physical and piezoelectric properties of composites samples were examined. Furthermore, the microstructure of composites was determined using SEM technique.

Experimental

$(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$ ceramics were prepared by a conventional mixed oxide technique. Commercially available Bi_2O_3 (98%), Na_2CO_3 (99.9%), and TiO_2 (99%) were used as raw materials. The starting powder were mixed and milled in ethanol (99%) for 24 h using a Y_2O_3 -stabilized zirconia ball. The mixture was then dried and calcined at temperature of 800 °C for 2 h with heating and cooling rate of 3 °C/min. To obtain ceramics powder, the calcined powder was then sieved and annealed at 1075 °C for 2 h with heating and cooling rate of 3 °C/min. Next, 0-3 piezocomposites between BNT powder and epoxy resin were fabricated using the suction technique (Fig. 1). The BNT powders and resin were filled in a syringe with a filter underneath. The syringe was plugged in a flask partly filled with water. Suction was carried out through an air pump. The piezocomposites was cut into disks with a thickness of 1 mm and 16 mm in diameter. The silver paste (Electrodrag 1415M, Acheson) was used as electrodes and painted to the top and bottom surface of disk about 9 mm in diameter and left to dry at room temperature. Dielectric properties were measured using a LCZ meter (model 4276, Hewlett-Packard). The specimens were poled in silicone oil at 120 °C with a poling field of 3 kV/mm for 5 min. The piezoelectric coefficient (d_{33}) of the samples was measured using a piezo d_{33} meter. Distributions of BNT powder phase in the composites were investigated using SEM.

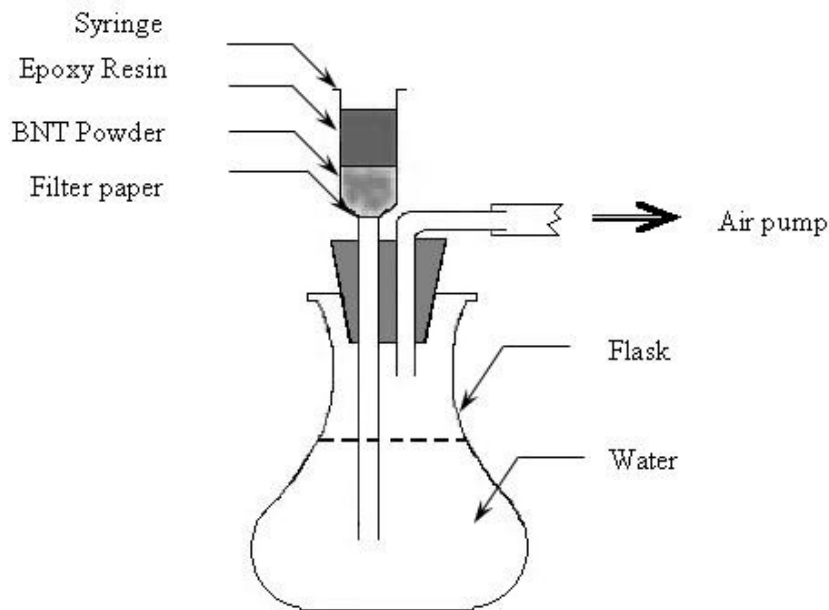


Figure 1. Schematic of the equipment to prepare 0-3 piezoceramic/epoxy resin composites.

Results and Discussion

The BNT ceramics powder annealed at the temperatures of 1075 °C was scanned using a Siemens Diffractometer with Ni filtered $\text{CuK}\alpha$ radiation, covering the 2θ ranges of 10° - 60° , stepping scan of 0.5° and 1 sec counting time per step was employed. The corresponding diffractograms were compared with JCPDS powder diffraction file of BNT powder [5]. The XRD result shows that every peak can be attributed to BNT with orthorhombic structure which could be matched with JCPDS no. 36-0340 [5]. Furthermore, it is also found that no impurities or secondary phases were detected using this XRD method. Table 1 illustrates the physical and electrical properties of BNT/epoxy composites compare with BNT ceramics and other work. From the results, it could be seen that density of samples are much decrease since the quantity of polymer passive phase which used to replace the BNT ceramics phase. Dielectric properties (measured at 1 kHz) and the piezoelectric coefficient d_{33} of piezocomposites samples decreased when the volumetric ratio of BNT active phase was

decreased. Therefore, it can be said that properties of piezocomposites is proportional to the volumetric ratio of ceramics phase. The dielectric and piezoelectric properties of composites samples are 336 and 13 pC/N, respectively.

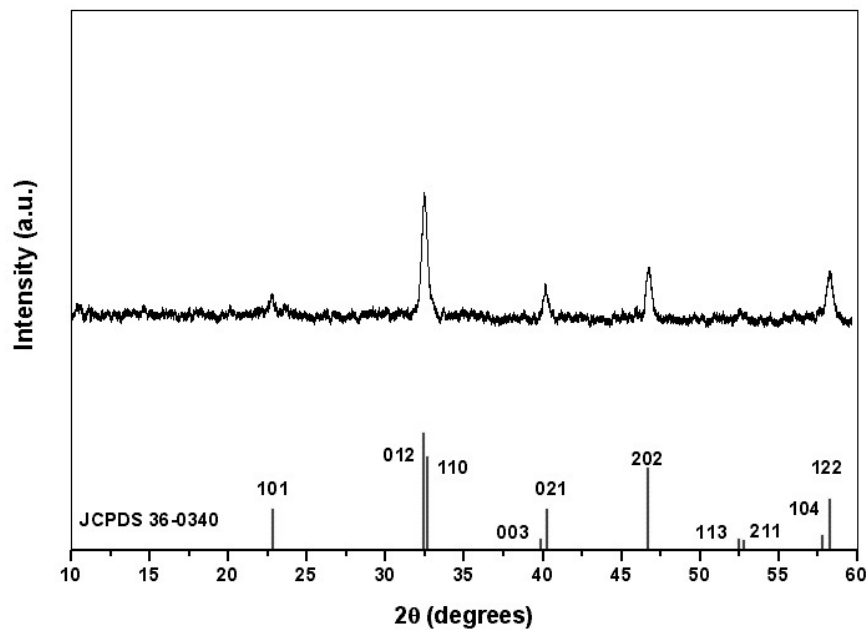


Figure 2. XRD pattern of BNT ceramics powder annealed at temperature of 1075 °C

Moreover, it can be seen that dielectric constant of composites samples are much higher than those of previous work [1] which used different of active and passive materials. Furthermore, the d_{33} values of obtained samples are close to work of K. Lam et al. [1] which used the piezopolymer P(VDF-TrFE) as the passive phase and fabricated composites sample by using hot pressing technique. Fig. 3 and Fig. 4 show a typical SEM micrograph of BNT powder and composites sample, respectively. It has been found that the average particle size of BNT powder is about 10 μm with the irregular shape (Fig. 3). Fig. 4 exhibits the fracture surface of 0-3 composites. The dark area and bright areas are observed. The dark area belongs to the resin while the brighter area belongs to the BNT powder. The BNT phase shows agglomeration of the particles which connected by resin.

Table 1. Physical and electrical properties of piezoceramics and piezocomposites samples

Specimens	Density (g/cm ³)	Vol (%)	ϵ_r	$\tan \delta$	d_{33} (pC/N)
BNT	5.804	100	621	0.18	98
BNT/Epoxy Resin	3.623	53	336	0.98	13
BNBT/P(VDF-TrFE) [1]	-	40	32.2	0.95	-14
PZT 502/ P(VDF-TrFE) [1]	-	40	34.0	-	-

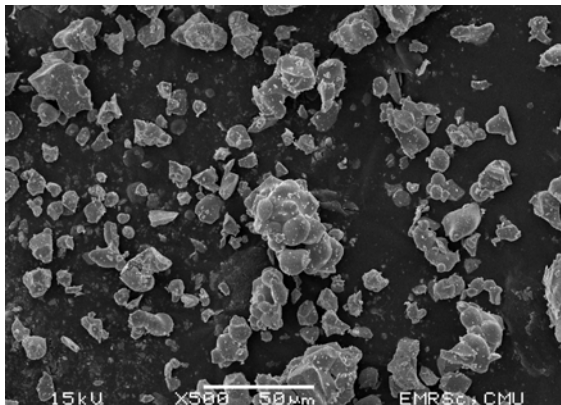


Figure 3. SEM micrograph of BNT powder

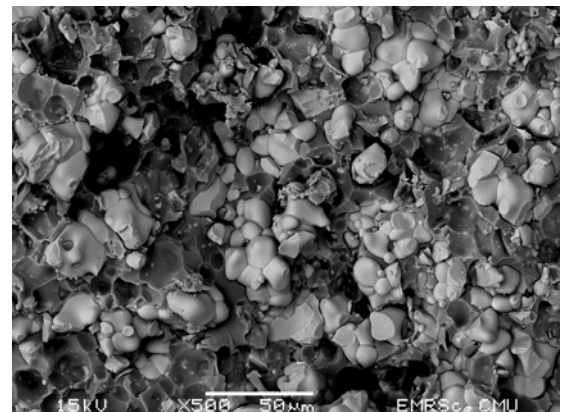


Figure 4. SEM micrograph of the 0-3 composite materials between the non-lead

Summary

BNT/epoxy resin 0-3 composites were fabricated via suction technique. It can be concluded that the high volumetric ratio obtained from this technique. Density of piezocomposites (3.623 g/cm³) is less than that of BNT ceramics (5.804 g/cm³). The dielectric and piezoelectric properties of samples are 336 and 13 pC/N, respectively. It is also found that the dielectric

constant is much higher than composites samples which fabricated by using hot pressing and used different active and passive phase. Furthermore, from SEM, the BNT particles were shown to be good packed together, resulting in the composite being denser when fabricated the sample by using suction technique.

Acknowledgements

The authors would like to express their sincere thanks to the Thailand Research Fund and the Graduate School of Chiang Mai University for financial support. The authors also would like to thanks Faculty of Science, Chiang Mai University for gratefully knowledge.

References

- [1] K. Lam, X. Wang, H.L. Chan, Composites Part A 36, 1595-1599 (2005)
- [2] G.A. Smolenskii, V.A. Isupov, A.I. Agranovskaya, N.N. Krainik: Sov. Phys. Solid State **2**, 2651 (1961); English translation
- [3] T. Takanaka: Ultrason. Technol. 8, 2 (2001); in Japanese
- [4] R.P. Tandon, D.R. Chaubey, R. Shngh, N.C. Soni, J. Mater. Sci. Lett. 12, 1182 (1993)
- [5] Powder Diffraction File, Card No.36-0340 (2000) (Swarthmore , PA Joint Committee on Powder Diffraction Standards, International Centre for Diffraction Data).