

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

การทำวิจัยเพื่อศึกษาทางไพโอโซอิเล็กทริกและไพโรอิเล็กทริกสำหรับคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ใช้วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.1 วัสดุ

- 3.1.1 ผงทางการค้าพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (poly vinylidene fluoride, PVDF) (Fluka81432)
- 3.1.2 สารละลายเอ็นเมทธิลไพโรลิโดน (1-methyl-2-pyrrolidene, NMP) (Fluka 69120)
- 3.1.3 ผงแบเรียมไททานาต (Bariumtitanate, BaTiO₃) (Aldrich 99 %)
- 3.1.4 กระดาษขึงสาร
- 3.1.5 แผ่นแก้วขนาด 35 × 35 cm² และ 2.5 × 2.5 cm² สำหรับใช้เป็นแผ่นรอง
- 3.1.6 กาวเงิน (silver paint) EPO-TEK สำหรับยึดสารตัวอย่างกับฐานรอง และใช้ติดขั้วไฟฟ้าระหว่างผิวหน้าสารตัวกับลวดทอง
- 3.1.7 แผ่นทองเหลืองสำหรับเป็นแผ่นรอง (substrate) และทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าของตัวอย่าง
- 3.1.8 ลวดอะลูมิเนียม ใช้ในการฉาบผิวเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้า
- 3.1.9 ลวดทองบริสุทธิ์ 99.99% รหัส AU 005130/16 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 60 μm
- 3.1.10 ตะกั่วบัดกรี (Alloy Tin 60/Lead 40) สำหรับทำขั้วไฟฟ้าให้สารตัวอย่าง
- 3.1.11 สารละลายอะซีโตน สำหรับทำความสะอาด
- 3.1.12 กระดาษฟอยด์อะลูมิเนียม (aluminum foil)
- 3.1.13 กาวนำความร้อน (heat conductive glue)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

ในงานวิจัยนี้ใช้อุปกรณ์การทดลองทั้งในส่วนที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมตัวอย่าง และส่วนที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

- 3.2.1 แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (high voltage power supply) Stanford Research Systems รุ่น PS 350/5000V–25W
- 3.2.2 เครื่องวัดกระแสไฟฟ้าแหล่งจ่ายไฟตรง (pA meter/DC voltage source) Hewlett Packard รุ่น 6451B
- 3.2.3 ชุดอุปกรณ์โคโรนาโพลิง (corona poling setup)
- 3.2.4 หัวแร้งบัดกรี (soldering iron) HISATOMI รุ่น OP 60L
- 3.2.5 เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer) HANNA instrument รุ่น HI 8757
- 3.2.6 เตาให้ความร้อน (hot plate) PNP รุ่น HS-2 ใช้สำหรับให้ความร้อนและแท่งแม่เหล็ก กวนสาร (magnetic stirrer)
- 3.2.7 เตาไฟฟ้า (hot plate) CHEMAT รุ่น KW-4AH ใช้สำหรับอบสารตัวอย่าง
- 3.2.8 เครื่องระเหยสารในสุญญากาศ (vacuum evaporation) JEOL รุ่น JEE - 400 ใช้ฉาบ อะลูมิเนียมลงบนสารตัวอย่าง
- 3.2.9 บีกเกอร์แก้วขนาด 150 mm ใช้สำหรับเป็นภาชนะเตรียมสารตัวอย่าง
- 3.2.10 เครื่องชั่งแบบดิจิทัล 4 ตำแหน่ง (digital electronic balance) CAHN รุ่น 7550
- 3.2.11 มัลติมิเตอร์ (multimeter) Fluke รุ่น 189 True RMS
- 3.2.12 ซ้อนตักสารแบบพลาสติก
- 3.2.13 ปากคีบสำหรับจับตัวอย่าง
- 3.2.14 เครื่องวัด LCR meter Hewlett Packard รุ่น HP 4263B
- 3.2.15 เครื่องออสซิลโลสโคป (oscilloscope) ยี่ห้อ รุ่น Tektronix รุ่น TDS 420A
- 3.2.16 อิเล็กโทรมิเตอร์ (electrometer) TAKEDA RIKEN รุ่น TR-8651
- 3.2.17 เครื่องกำเนิดสัญญาณไฟฟ้า (function generator) Stanford Research Systems รุ่น DS 345
- 3.2.18 เครื่องขยายสัญญาณล็อกอิน (lock-in amplifier) Princeton รุ่น 5210
- 3.2.19 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) JEOL JSM รุ่น 5800LV
- 3.2.20 หัวแร้งบัดกรี (soldering iron) HISATOMI รุ่น OP 60L
- 3.2.21 อุปกรณ์เพลเตียร์ (Peltier device) Duratec รุ่น DT 12 – 6
- 3.2.22 หัววัดอุณหภูมิ (temperature sensor) LABFACILITY LIMITED รุ่น DM-503 (Pt100)
- 3.2.23 ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) Welch Director รุ่น 8915

- 3.2.24 อุปกรณ์เปลี่ยนทิศทางการไหลของกระแสไฟฟ้า
- 3.2.25 เครื่องวัดความหนา Thickness Gauge Handling Precautions for the Digimatic Thickness Gage Mitutoyo Crop ความละเอียด 12.7 – 0.001 mm ความผิดพลาด 0.003 mm
- 3.2.26 อุปกรณ์ให้ความร้อน (HS - 2 PNP Hot plate and Magnetic Stirrer) ใช้สำหรับให้ความร้อนแก่กาวเงินเพื่อให้กาวเงินแห้งจนสามารถนำไฟฟ้า ใช้ในขั้นตอนการทำขั้วไฟฟ้าบนสารตัวอย่าง
- 3.2.27 แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงความต่างศักย์สูง (SF - 9586 Kilovolt Power supply) ใช้สำหรับการโพลิงสารตัวอย่าง
- 3.2.28 หัวเร่งบัคกรี ใช้ประกอบกับตะกั่วบัคกรีสำหรับทำขั้วไฟฟ้าของสารตัวอย่าง
- 3.2.29 กล้องจุลทรรศน์กำลังขยายต่ำ (Hertel and Reuss Optik Microscope) ใช้ในขั้นตอนการทำขั้วไฟฟ้าสารตัวอย่างสำหรับตรวจสอบการยึดติดระหว่างสายทองกับหน้าสารตัวอย่างด้วยกาวเงิน
- 3.2.30 เวอร์เนียร์ คาลิปเปอร์ (Vernier calipper)
- 3.2.31 ไมโครมิเตอร์ (Micrometer)
- 3.2.32 ระบบฉาบผิวสุญญากาศ (JEOL vacuum coating system, JEEE - 400)
- 3.2.33 เครื่องวัดกระแสไฟฟ้า/แหล่งจ่ายไฟตรง (pA meter/DC voltage source, Hewlett Packard, HP4140B)
- 3.2.34 แหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ (1135P He - Ne Laser) เป็นแหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์ มีความยาวคลื่น 632.8 nm กำลัง 20 วัตต์ เป็นเลเซอร์แบบโพลาไรซ์
- 3.2.35 ตัวแบ่งแสง (Beam splitter) แบ่งแสงเลเซอร์ออกเป็น 2 ส่วนความเข้มเท่ากัน บังคับให้แสงที่ถูกแบ่งเดินทางตั้งฉากกัน
- 3.2.36 กระจกอ้างอิงและไพโซอิเล็กทริกทรานส์ดิวเซอร์ (Reference Mirror and piezoelectric transducer) แผ่นไพโซอิเล็กทริกทรานส์ดิวเซอร์รับสัญญาณจากวงจรป้อนสัญญาณย้อนกลับ (feedback circuit) เปลี่ยนสัญญาณไฟฟ้าเป็นสัญญาณทางกล ขับให้แผ่นการจกอ้างอิงสั่นด้วยความถี่และแอมพลิจูดที่ได้รับจากวงจรป้อนสัญญาณย้อนกลับ
- 3.2.37 หัววัดแสง (BPX 65 Photodiode detector) ใช้ไดโอดเปลี่ยนความเข้มแสงเป็นความต่างศักย์ ตรวจจับแสงมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 mm

- 3.2.38 ที่จับยึดสารตัวอย่าง (Holder) เป็นแท่งทองเหลืองรูปทรงกระบอกตัน เส้นผ่านศูนย์กลางและความยาวเท่ากันคือ 3.5 ± 0.1 cm เซาะผิวด้านข้างเป็นช่องสี่เหลี่ยมจัตุรัสกว้าง 3.0 ± 0.1 cm สำหรับยึดกับสารตัวอย่าง
- 3.2.39 เป็นหมุน 360° (Newport 481A rotary stage) สำหรับวางที่จับยึดสารตัวอย่างให้สามารถเลื่อนไปมาได้โดยการหมุนเวอร์เนียไมโครมิเตอร์ 3 อันใน 3 ทิศทาง คือ แนวตั้ง แนวนอน และแนวตั้งฉากกับเลเซอร์
- 3.2.40 แท่นทรานสเลชัน (Newport 460A translation stage) สำหรับวางเป็นหมุน
- 3.2.41 วงจรป้อนสัญญาณย้อนกลับ (feedback circuit) รับสัญญาณจากหัววัดแสงมาเปรียบเทียบกับแอมพลิฟิเคชันของกระแส จากนั้นป้อนสัญญาณชดเชยไปยังกระแสอ้างอิงอีกครั้ง เพื่อเสถียรภาพของระบบ
- 3.2.42 แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงปรับค่าได้จาก 0 - 30 V
- 3.2.43 แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ± 12 V
- 3.2.44 ออสซิลโลสโคป (Oscilloscope) ยี่ห้อ HAMEG รุ่น HM 604
- 3.2.45 เครื่องขยายสัญญาณล็อกอิน (Princeton 5210 Lock-in Amplifier) ใช้อ่านสัญญาณความต่างศักย์กระแสสลับและความต่างเฟสที่ได้จากหัววัดแสง
- 3.2.46 เครื่องกำเนิดสัญญาณ (DS 340 15 MHz Function Generator) ป้อนสัญญาณไฟฟ้ากระแสสลับแก่สารตัวอย่างใช้แอมพลิฟิเคชันจาก 1 – 10 V_{pp}

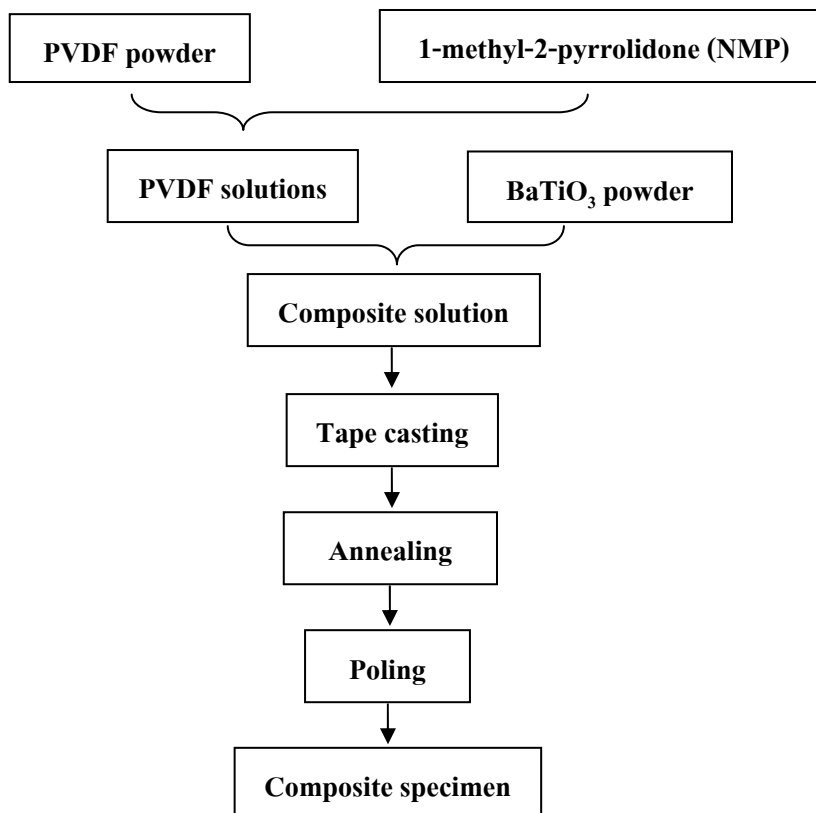
3.3 วิธีดำเนินการ

ในงานวิจัยนี้มีทำการวิจัย 3 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง การศึกษาสมบัติทางกายภาพ และการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ดังนี้

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

ในการเตรียมสารตัวอย่าง มีขั้นตอนในการเตรียมสารละลาย BaTiO₃/PVDF และแผ่นรองเพื่อใช้ในการขึ้นรูป วิธีการขึ้นรูปคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ให้เป็นแผ่นฟิล์ม แสดงดังในภาพประกอบที่ 3.1

ขั้นตอนการเตรียมคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF

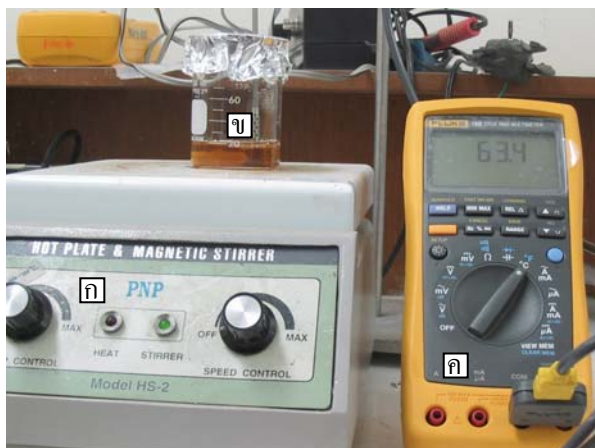


ภาพประกอบที่ 3.1 ไดอะแกรมแสดงขั้นตอนการเตรียมคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF

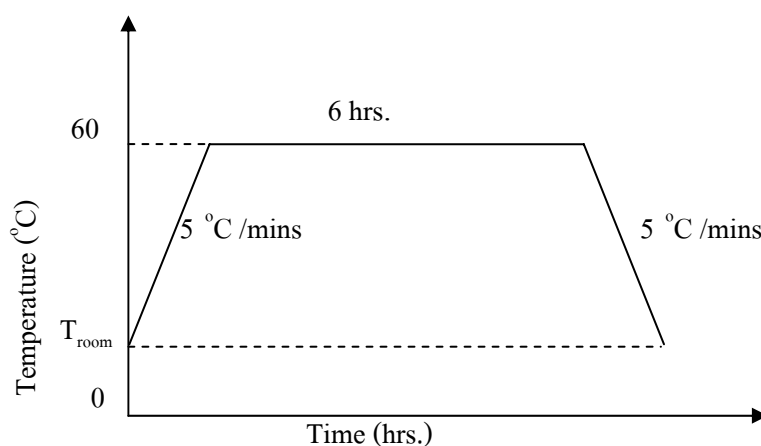
3.3.1.1 การเตรียมสารละลาย BaTiO₃/PVDF

เซรามิกที่ใช้ในการเตรียมคอมโพสิตในโครงการนี้ คือ แบเรียมไททาเนต มีขนาดอนุภาคที่น้อยกว่า 3 μm การหาปริมาณของ แบเรียมไททาเนตต่อพอลิเมอร์ PVDF ที่ใช้ในอัตราส่วน 15:85 และ 30:70 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ได้จากสมการ (2.1)

ผสมผงทางการค้าพอลิเมอร์ PVDF กับสารละลายเอ็นเมทิลทูไพโรลิโดน ที่มีจุดเดือด 202 - 204 $^{\circ}\text{C}$ ในอัตราส่วน 10 : 90 wt% นำสารซึ่งอยู่ในบีกเกอร์ไปวางบนเตาให้ความร้อนอย่างคงที่อุณหภูมิ 60 $^{\circ}\text{C}$ ใส่แท่งแม่เหล็กลงไปบีกเกอร์เพื่อช่วยในการคนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นค่อยๆเติมผงแบเรียมไททาเนต ตามสัดส่วนที่ได้คำนวณในสมการ (2.1) โดยให้ความร้อนแก่สารละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ดังภาพประกอบที่ 3.2



ภาพประกอบที่ 3.2 รูปแสดงการเตรียมสารละลายคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ (ก) เตาให้ความร้อน (ข) บีกเกอร์แก้วและแท่งแม่เหล็กกวนสาร (ค) เทอร์โมมิเตอร์



ภาพประกอบที่ 3.3 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาขณะกวนสาร

3.3.1.2 การเตรียมแผ่นรอง

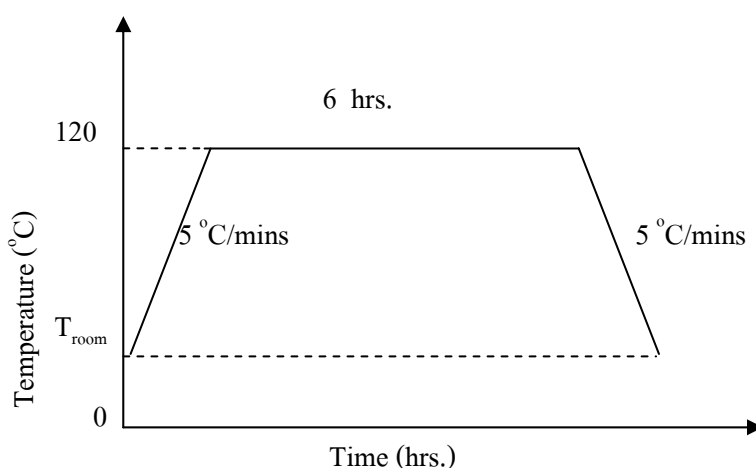
แผ่นรองที่ใช้ในการเตรียมสารละลายเตรียมคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ นั้นเลือกแผ่นแก้วขนาด $35 \times 35 \text{ cm}^2$ เพื่อเตรียมโดยวิธีการขึ้นรูปแบบเทป ทำความสะอาดด้วย อะซิโตน แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $60 \text{ }^\circ\text{C}$ ก่อนที่จะนำไปใช้ในการขึ้นรูปตามขั้นตอนการเตรียมคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ ดังแสดงภาพประกอบที่ 3.1

3.3.1.3 ขั้นตอนการขึ้นรูป

การขึ้นรูปเป็นแผ่นนั้น เลือกรูปการขึ้นรูปด้วยวิธีขึ้นรูปแบบเทป โดยการใส่แผ่นกระดาษขนาด $35 \times 35 \text{ cm}^2$ เป็นแผ่นรองและใช้แผ่นอะคริลิกที่เรียบปาดเพื่อทำให้สารตัวอย่างเป็นแผ่นที่มีความราบเรียบและสม่ำเสมอ

3.3.1.4 กระบวนการอบอ่อน

การอบให้ความร้อนแก่ฟิล์มคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ เพื่อให้เกิดการตกผลึก (crystallization state) ในการทดลองนี้ใช้อุณหภูมิ 120°C ซึ่งต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของ PVDF (จุดหลอมเหลว 170°C) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง



ภาพประกอบที่ 3.4 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาขณะคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ ผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.3.1.5 การทำขั้วไฟฟ้า

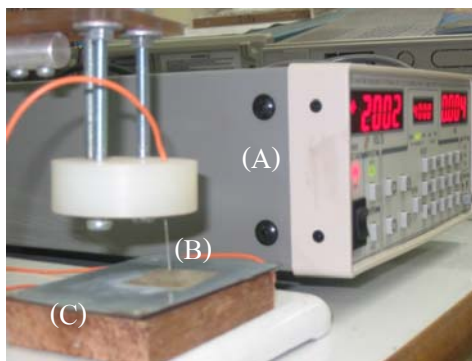
นำคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ ที่ได้จากการเตรียมมาทำขั้วไฟฟ้า ในการทำขั้วไฟฟ้าโดยใช้เครื่องระเหิดสารในสุญญากาศ (vacuum evaporation) ฉาบอะลูมิเนียมบริสุทธิ์เพื่อทำขั้วไฟฟ้าบนคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ รูปร่างและขนาดของขั้วไฟฟ้าเป็นวงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm โดยใช้อะลูมิเนียมฟอยล์เป็นหน้าฉาก กระทำภายใต้ความดัน $2 - 8 \times 10^{-4} \text{ Torr}$ การ

ฉาบสารต้องค่อย ๆ ง่ายกระแสไฟฟ้าจนถึงช่วง 10 - 15 A นานประมาณ 4 - 5 วินาที ทำการฉาบซ้ำไฟฟ้าทั้งสองหน้าของแผ่นคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF

3.3.1.6 กระบวนการโพลิง

นำคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ผ่านกระบวนการโคโรนาโพลิง โดยให้สนามไฟฟ้าสูงเพื่อจัดเรียงโมเมนต์ขั้วคู่ของคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF เพื่อให้ได้ความเป็นผลึกสูงและแสดงสมบัติทางไฟฟ้าได้ดี มีขั้นตอนดังนี้

(1) จัดรูปการทดลองดังภาพประกอบที่ 3.5

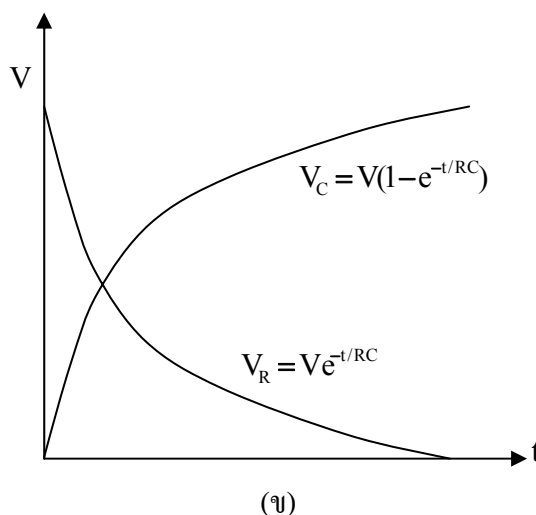
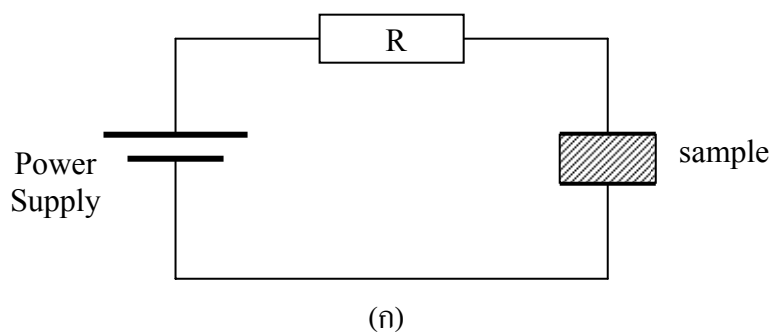


ภาพประกอบที่ 3.5 รูปการจัดเครื่องมือและอุปกรณ์โคโรนาโพลิง (A) เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (B) เย็บปลายแหลมขั้วบวก (C) แทนวางสารตัวอย่าง

- (2) ทากาวนำความร้อนบนแผ่นรองให้มีขนาดพอดีกับขนาดคอมโพสิต
- (3) นำแผ่นคอมโพสิตวางบนแผ่นรองระยะห่างจากเข็ม 0.4 cm
- (4) จ่ายศักย์ไฟฟ้า ด้วยสนามขนาด 3.7 kV เป็นเวลา 20 นาที และสนามขนาด 2.5 kV เป็นเวลา 15 นาที สำหรับเฟสพอลิเมอร์ PVDF และเฟสแบเรียมไททานต ตามลำดับ

กระบวนการโพลิงที่อุณหภูมิห้องง่ายต่อการเกิดปัญหาการออกของประจุที่ผิว อาจมีผลทำให้คอมโพสิต BaTiO₃/PVDF เป็นรูหรือฉีกขาดได้ ในงานวิจัยนี้ได้ลดปัญหานี้โดยการนำความต้านทานสูง 5 GΩ ต่ออนุกรมกับวงจรเพื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF น้อยที่สุด แต่ศักย์ตกคร่อมคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ประมาณเท่ากับศักย์ไฟฟ้าที่ไหลในวงจร Guy

และ Das - Gupta (Guy and Das - Gupta, 1991) โดยวงจรและศักย์ไฟฟ้าของสารตัวอย่างที่มีการเปลี่ยนแปลงดังภาพประกอบที่ 3.6



ภาพประกอบที่ 3.6 (ก) วงจรการ โพลิง (ข) ความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับการเปลี่ยนแปลง ศักย์ไฟฟ้าของตัวต้านทานและวัสดุที่มีความจุไฟฟ้าโดย $V = IR + V_s$

3.3.2 ตรวจสอบสมบัติกายภาพของคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF

ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) เพื่อดูการกระจายของอนุภาคของ แบเรียมไททานเนต ในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ PVDF ด้วยกำลังขยาย 2,500 เท่า วัดความหนาด้วย เครื่อง Thickness Gauge Handing ดังภาพประกอบที่ 3.7 โดยทำการเลือกวัด 5 จุดบนแผ่นคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF แล้วนำผลที่ได้หาค่าเฉลี่ย และค่าความผิดพลาด และตรวจสอบหาค่าความจุ

ความร้อนของเซรามิก ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter PerkinElmer DSC7 ซึ่งแสดงผลดังตัวอย่างในภาคผนวก ง

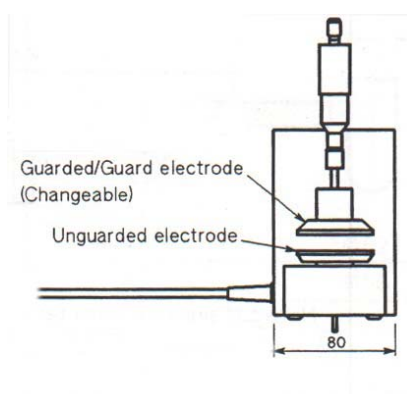


ภาพประกอบที่ 3.7 รูปแสดงเครื่อง Thickness Gauge Handing

3.3.3 ตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF

3.3.3.1 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริก

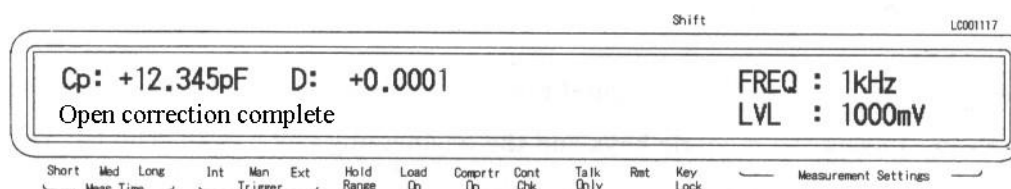
ในการศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกนั้นเป็นการวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กตริก แล้วนำมาคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าความสูญเสียไดอิเล็กตริกในวงจร ตามลำดับด้วยเครื่อง LCR meter โดยมีลักษณะแทนวงสารตัวอย่าง ดังภาพประกอบที่ 3.8



ภาพประกอบที่ 3.8 แทนวงสารตัวอย่างเลือกใช้หัววัด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 cm (ที่มา : HP 4263B LCR Meter User's Guide, 1996)

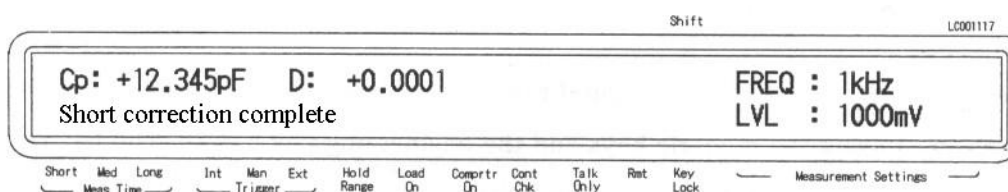
ข้อกำหนดของเครื่อง LCR meter คือการทำ“open correction” และ“short correction” เพื่อกำจัดความนำและความต้านทานตกค้างโดยกระทำดังนี้

1. กดปุ่ม blue - open (ให้กด Enter ทุกครั้งหลังจากกดปุ่มป้อนข้อมูลแต่ละครั้ง) รอจนเครื่องแสดง “open correction complete” ดังภาพประกอบที่ 3.9



ภาพประกอบที่ 3.9 หน้าปัดของเครื่อง LCR meter ขณะทำการ open correction (ที่มา : HP 4263B LCR Meter User's Guide, 1996)

2. นำตัวอย่างจำลอง (dummy sample) มาวางระหว่างหัววัด ของเครื่อง HP1641B ทำการ short correction โดยการกดปุ่ม blue - short และ enter รอจนเครื่องแสดง “short correction complete” ดังภาพประกอบที่ 3.10



ภาพประกอบที่ 3.10 หน้าปัดของเครื่อง LCR meter ขณะทำการ short correction (ที่มา : HP 4263B LCR Meter User's Guide, 1996)

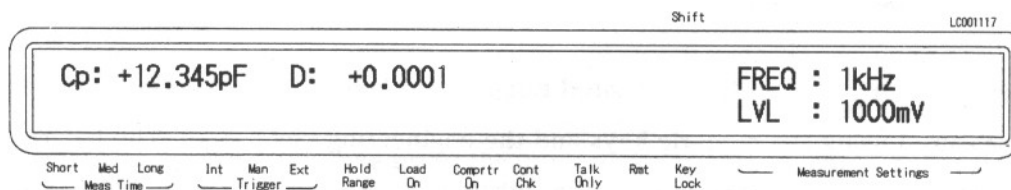
และเมื่อมีการเปลี่ยนสารตัวอย่างต้องทำการกำจัดความนำตกค้างและความต้านทานตกค้างก่อนตามขั้นตอนข้างต้นเสมอ

สำหรับขั้นตอนการวัดสามารถทำได้ดังนี้

1. นำแผ่นคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ที่เตรียมได้ในห้องปฏิบัติการ ผ่านการโพลิงวางบนแผ่นวงสาร ดังภาพประกอบที่ 3.8 ปรับค่าความต่างศักย์ให้คงที่ที่ 1.0 V

2. กดปุ่ม DC bias เพื่อทำการวัดคอมโพสิต BaTiO₃/PVDF ในสนามไฟฟ้ากระแสตรง

3. อ่านค่า Cp และ D ที่ความถี่ 10 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz ดังภาพประกอบ ที่ 3.11

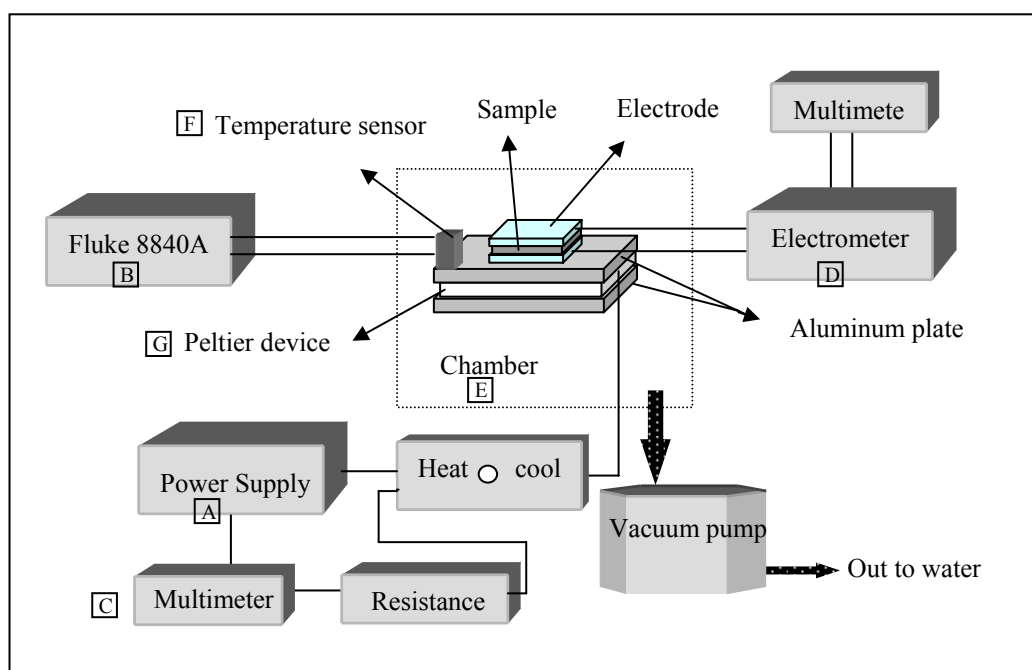


ภาพประกอบที่ 3.11 หน้าปัดของเครื่อง LCR meter ขณะทำการวัดและอ่านค่า C_p และ D (ที่มา: HP 4263B LCR Meter User's Guide, 1996)

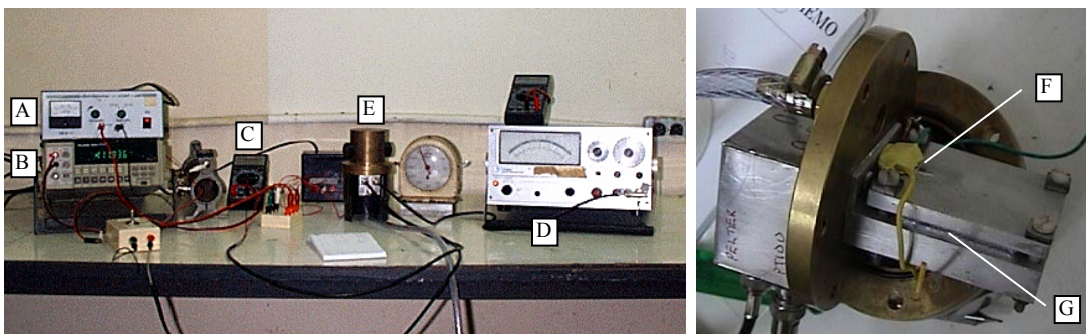
1. คำนวณค่าความจุไฟฟ้ามาคำนวณคงที่ไดอิเล็กตริก โดยใช้สมการที่ (2.22)
2. เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าความสูญเสียไดอิเล็กตริกกับความถี่ต่าง ๆ

3.3.3.2 การศึกษาสมบัติไพโรอิเล็กตริก

การหาสัมประสิทธิ์ไพโรอิเล็กตริกของวัสดุคอมโพสิต $BaTiO_3/PVDF$ จะใช้วิธีวัดแบบตรง ในวิธีการนี้สารตัวอย่างจะได้รับการเพิ่มอุณหภูมิและลดอุณหภูมิ ที่เวลาเท่ากันและศึกษาผลของกระแสไพโรอิเล็กตริก ในการวัดนี้จะได้สัมประสิทธิ์โดยตรง โดยในการศึกษาสมบัติไพโรอิเล็กตริกของพอลิเมอร์นั้นให้จัดชุดเครื่องมือและอุปกรณ์ ดังภาพประกอบที่ 3.12



(ก)



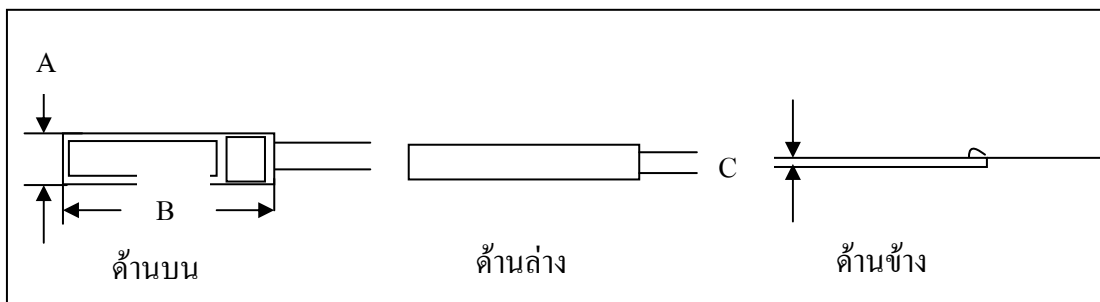
(ข)

(ค)

ภาพประกอบที่ 3.12 (ก) ไดอะแกรมอุปกรณ์ทดลองสำหรับวัดค่าคงที่ไฟโรอิเล็กทริก (ข) รูปแสดงชุดทดลองที่ใช้ในการวัดค่าคงที่ไฟโรอิเล็กทริก (ค) รูปแสดงลักษณะการจัดวางสารตัวอย่าง อุปกรณ์เพลเตียร์ และหัววัดอุณหภูมิ

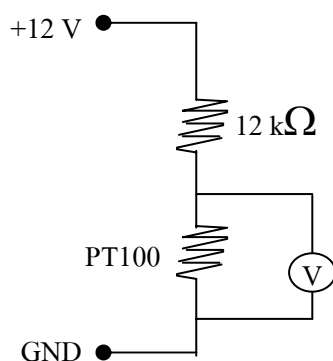
จากภาพประกอบที่ 3.11 แทนวางสารตัวอย่างทำด้วยอะลูมิเนียมมีความกว้าง 48.00 ± 0.05 mm ยาว 60.00 ± 0.05 mm หนา 5.00 ± 0.05 mm ซึ่งเป็นขนาดที่พอเหมาะ คือ มีพื้นที่หน้าตัดมากกว่าอุปกรณ์เพลเตียร์และมีเนื้อที่พอเพียงสำหรับวางสารตัวอย่างและหัววัดอุณหภูมิ นอกจากนี้ยังมีขนาดพอเหมาะต่อการสะสมความร้อนจากอุปกรณ์เพลเตียร์ เพื่อถ่ายเทไปยังหัววัดและสารตัวอย่าง ทั้งนี้พบว่าอะลูมิเนียมเป็นโลหะที่มีสภาพนำความร้อนที่ดี ง่าย และราคาถูกเมื่อเทียบกับโลหะชนิดอื่น ๆ เมื่อวางสารตัวอย่างลงบนแท่นอะลูมิเนียม ขั้วไฟฟ้าด้านหนึ่งของสารตัวอย่างจะเป็นขั้วล่างและแตะกับผิวอะลูมิเนียม ขั้วไฟฟ้าด้านบนต่อกับสายไฟสำหรับวัดค่าประจุไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโพลาริเซชันตามอุณหภูมิที่เปลี่ยน แท่นอะลูมิเนียมแท่นล่างประกบกับอะลูมิเนียมแท่นบน เพื่อให้สามารถใส่อุปกรณ์เพลเตียร์ไว้ระหว่างแท่นอะลูมิเนียม มีพื้นที่หน้าตัดเท่ากับแท่นบน แต่มีความหนาเป็น 2 เท่า ทำหน้าที่เป็นตัวระบายความร้อนออกจากอุปกรณ์เพลเตียร์ที่สะสมความร้อนไว้ตลอดเวลา ถ้าไม่มีตัวระบายหรือดึงความร้อนออกไปจะทำให้ไม่สามารถควบคุมการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิได้ตามต้องการ ซึ่งแท่นอะลูมิเนียมนี้จะนำไปติดกับฐานของแอมเบอร์ ที่ทำจากทองเหลืองต่อเข้ากับปั๊ม (oil rotary pump) เพื่อปั๊มเอาไอน้ำและอากาศออกจากระบบช่วยในการป้องกันไอน้ำเกาะสารตัวอย่างขณะทำการวัดที่อุณหภูมิต่ำและเพื่อป้องกันความร้อนจากภายนอกกระทบกระเทือนระบบด้วย

ส่วนหัววัดอุณหภูมิวางบนอะลูมิเนียมแท่นบนห่างจากสารตัวอย่างเท่ากับ 3.0 ± 0.05 mm การวางหัววัดบนแท่นอะลูมิเนียม ทำให้สามารถตรวจจับเล็ก ๆ ของหัววัดด้วยดินน้ำมันไว้กับที่บนแท่นอะลูมิเนียมป้องกันไม่ให้ขาของหัววัดเสียหาย



ภาพประกอบที่ 3.13 ลักษณะโดยทั่ว ๆ ไปของหัววัดอุณหภูมิโดยด้าน $A \times B \times C$ เท่ากับ $2 \times 5 \times 1.1 \text{ mm}^3$ มีขาเล็ก ๆ 2 ขา ยาว 11 mm

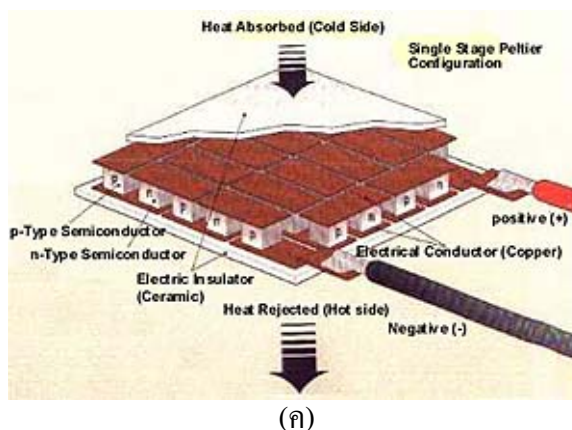
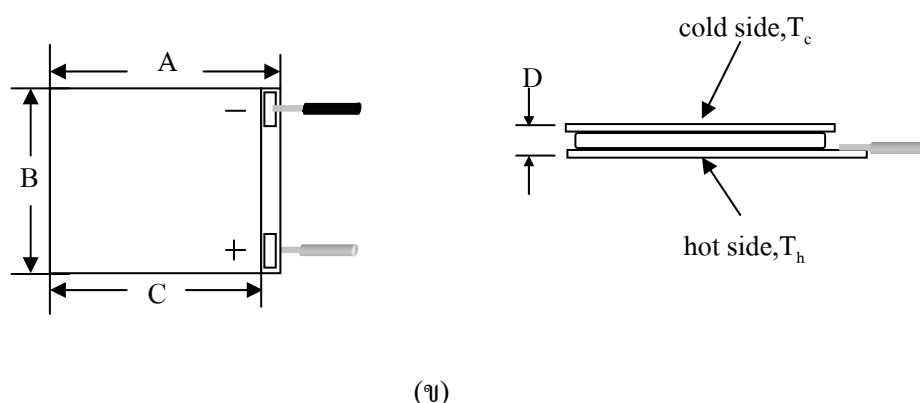
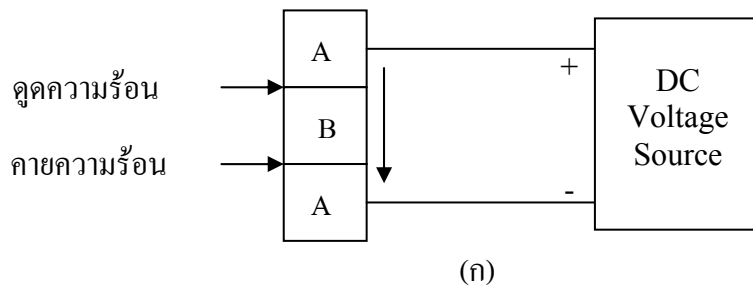
หัววัดอุณหภูมิ มีคุณสมบัติคือ ช่วงอุณหภูมิที่สามารถวัด (operating temperature range) -50 ถึง $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ส่วน PT 100 ทำงานเมื่อป้อนศักย์ไฟฟ้ากระแสตรง $12 \pm 2 \text{ V}$ ผ่านขา ทั้ง 2 โดยที่ ขาข้างหนึ่งต่อกับตัวต้านทานขนาด $12 \text{ k}\Omega$ เพื่อป้องกันกระแสไฟฟ้าไม่ให้ไหลผ่านมากเกินไป และ ที่อุณหภูมิศูนย์องศาสัมบูรณ์ PT 100 มีความต้านทาน $100 \text{ }\Omega$ ค่าความต้านทานนี้จะเปลี่ยนไป $0.385 \text{ }\Omega$ ทุก $1 \text{ }^\circ\text{C}$ อุณหภูมิของหัววัดเปลี่ยนแปลงได้หลายวิธี วิธีการที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือการได้รับความร้อนจากอุปกรณ์เพลตเดียร์ เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนทำให้ความต้านทานตลอดจนความต่างศักย์ของหัววัดเปลี่ยนแปลง สามารถอ่านค่าความต่างศักย์ได้ด้วยมัลติมิเตอร์ ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.14



ภาพประกอบที่ 3.14 วงจร PT 100 ในขณะที่ใช้งาน

ส่วนอุปกรณ์เพลตเดียร์ ทำงานโดยอาศัยปรากฏการณ์เพลตเดียร์ กล่าวคือเมื่อนำโลหะที่มีสภาพนำความร้อนต่างกัน 2 ชนิดมาแตะหรือสัมผัสกัน และปล่อยให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่าน

ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.15 จะทำให้เกิดการดูดความร้อนที่รอยต่อหนึ่งและคายความร้อนที่อีกรอยต่อหนึ่ง



ภาพประกอบที่ 3.15 (ก) ได้อะแกรมอย่างง่ายแสดงหลักการทำงานของอุปกรณ์เพลเตียร์ (ข) ไดอะแกรมแสดงลักษณะและขนาดของอุปกรณ์เพลเตียร์ (ค) แสดงการเกิดปรากฏการณ์เพลเตียร์

อุปกรณ์เพลเตียร์ที่ใช้ในงานวิจัยมีขนาด $A \times B \times C \times D$ เท่ากับ $4.4 \times 4 \times 4 \times 0.4 \text{ cm}^4$ มีคุณสมบัติทนกระแสไฟฟ้าสูงสุด (I_{max}) ได้ 5.6 แอมแปร์ สามารถเพิ่มอุณหภูมิสูงสุดได้ $150 \text{ }^\circ\text{C}$ ลด

อุณหภูมิต่ำสุดได้ $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ความต่างศักย์สูงสุด (V_{max}) 14.7 V และให้ปริมาณความร้อนสูงสุด (Q_{max})

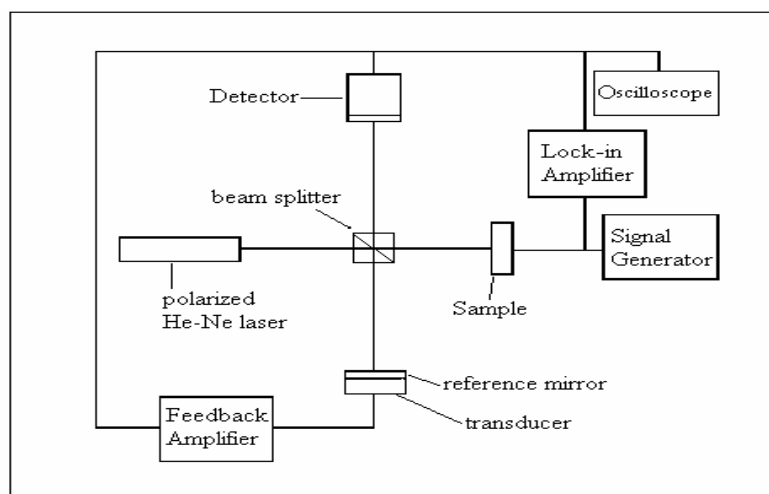
5.4 J

ขั้นตอนการศึกษาค่าคงที่ไพโรอิเล็กทริก ดังนี้

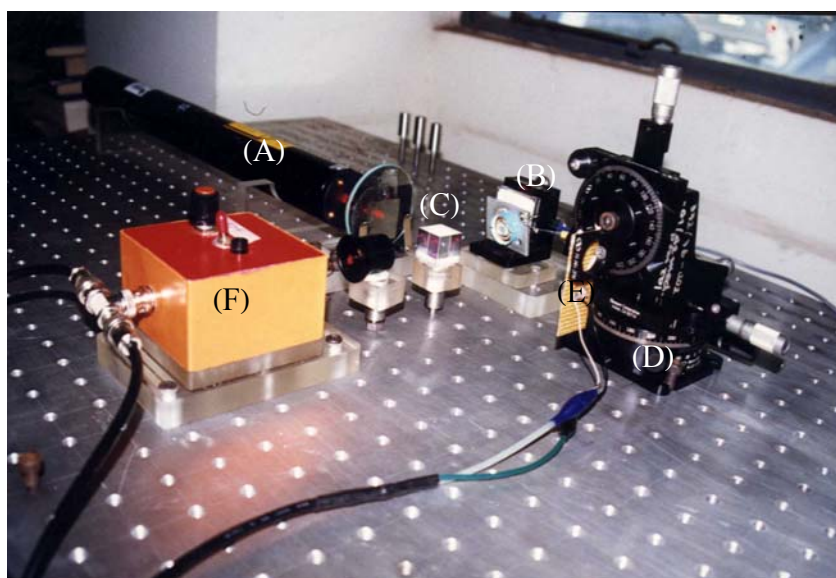
1. เปิดอิเล็กทรอนิกส์ที่ไว้ประมาณ 1 ชั่วโมง
2. นำแผ่นคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ ผ่านการโพลิงวางบนแผ่นอะลูมิเนียม
3. เปิดระบบสุญญากาศ
4. จ่ายศักย์ไฟฟ้าให้แก่อุปกรณ์เพลตเตียร์ เพื่อจะทำให้มีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านอุปกรณ์เพลตเตียร์ประมาณ 1 mA
5. ทำการปรับอุปกรณ์เปลี่ยนทิศทางการไหลของกระแสไฟฟ้าให้เป็น heat ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 3 นาที เมื่อครบ 3 นาที อ่านค่าศักย์ไฟฟ้าของสารตัวอย่าง (หน่วยเป็น mV) จากเครื่อง มัลติมิเตอร์ และค่าประจุไฟฟ้าจากเครื่องอิเล็กทรอนิกส์
6. ปรับอุปกรณ์เปลี่ยนทิศทางการไหลของกระแสไฟฟ้าให้เป็น cool ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 3 นาที อ่านค่าเช่นเดียวกับข้อ 5 หลังจากนั้นทำการปรับอุปกรณ์เปลี่ยนทิศทางของกระแสไฟฟ้าให้เป็น heat ทำซ้ำเช่นนี้จนได้ข้อมูลประมาณ 5 - 10 ชุด
7. คำนวณหาค่าอุณหภูมิ จากสมการที่ (2.17) และคำนวณหาค่าโพลาริเซชันจากสมการที่ (2.14)
8. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างโพลาริเซชันกับอุณหภูมิ
9. หาค่าคงที่ไพโรอิเล็กทริกจากสมการ (2.16) หรือหาจากค่าความชัน (slope) ของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างโพลาริเซชันกับอุณหภูมิ

3.3.3.3 การศึกษาสมบัติไพโรอิเล็กทริก

ในการศึกษาสมบัติไพโรอิเล็กทริกของฟิล์มวัสดุคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ นั้นให้จัดชุดเครื่องมือและอุปกรณ์ ดังภาพประกอบที่ 3.16 และภาพประกอบที่ 3.17



ภาพประกอบที่ 3.16 แสดงแผนผังอุปกรณ์ต่างๆ ของระบบอินเทอร์เฟอโรมิเตอร์



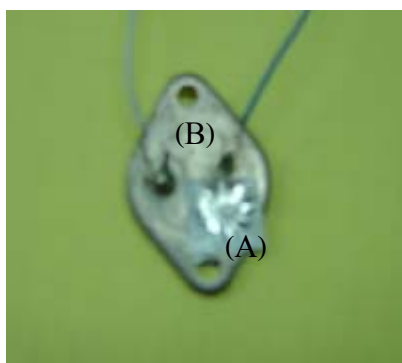
ภาพประกอบที่ 3.17 แสดงระบบอินเทอร์เฟอโรมิเตอร์ที่ใช้ในการทดลอง (A) ฮีเลียม-นีออน เลเซอร์ (B) กระจกอ้างอิง (C) ตัวแบ่งแสง (D) แท่นทรานสเลชัน (E) ที่จับยึด สารถังอย่าง (F) หัววัดแสง

หลังจากปรับปรุงระบบอินเทอร์เฟอโรมิเตอร์จนมีกำลังแยกความแตกต่างของ ระยะทางในระดับ 10^{-13} m แล้วพบว่าระบบจะมีเสถียรภาพสูงสุดก็ต่อเมื่อไม่มีการรบกวนจาก

สิ่งแวดล้อมใดๆ ในห้องแล็บ พร้อมทั้งปิดเครื่องใช้ไฟฟ้าทุกชนิดที่ไม่เกี่ยวข้องกับทำการทดลอง ในขณะวัดค่าคงที่ไพเอโซอิเล็กทริก

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างก่อนนำไปทดสอบ

นำสารตัวอย่างที่ผ่านการทำผิวหน้าโดยใช้กระจกปิดสไลด์เคลือบด้วยอลูมิเนียมซึ่งจะทำหน้าที่สะท้อนแสงเลเซอร์และผ่านการโพลิงแล้วไปทำขั้วไฟฟ้าโดยวางสารตัวอย่างลงบนฐานของโลหะโดยใช้กาวเงินและให้ความร้อนจนกาวเงินแข็งตัว ฐานของโลหะนี้จะทำหน้าที่เป็นขั้วล่างของสารตัวอย่าง ใช้ลวดทองคำซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง $60 \mu\text{m}$ ติดลงบนผิวหน้าสารตัวอย่างโดยใช้กาวเงินลวดทองคำนี้จะเป็นขั้วไฟฟ้าด้านบนของสารตัวอย่าง ดังภาพประกอบที่ 3.18



ภาพประกอบที่ 3.18 แสดงสารตัวอย่างวัสดุคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ บนฐานรอง (A) วัสดุคอมโพสิต $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$ (B) ฐานรอง

ขั้นตอนการศึกษาค่าคงที่ไพเอโซอิเล็กทริก

นำสารตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมสารตัวอย่างมาติดตั้งที่ระบบอินเทอร์เฟียร์โรมิเตอร์ โดยใช้สกรูยึดฐานโลหะ (ที่มีสารตัวอย่างติดอยู่ด้วย) ติดบนแท่นทองเหลืองและเป็นหมุน จากนั้นนำเป็นหมุนยึดติดกับแท่นทรานสเลชัน ปรับหามุมและตำแหน่งที่สามารถสะท้อนแสงเลเซอร์ได้ดีที่สุด จากนั้นทำตามขั้นตอนดังนี้

1. เปิดแสงเลเซอร์ หัววัดแสง และออสซิลโลสโคป
2. ปรับทางเดินแสงเลเซอร์ที่สะท้อนจากสารตัวอย่าง และแผ่นกระจกอ้างอิงให้รวมเป็นจุดเดียวกัน แสดงดังภาพประกอบที่ 4.10

เดียวกัน แสดงดังภาพประกอบที่ 4.10

3. เปิดวงจรป้อนสัญญาณย้อนกลับให้ทำหน้าที่ปรับเทียบ (calibrate mode) เพื่อดูการสั้นของกระจกอ้างอิงและหาค่า V_{p-p} ที่มากที่สุดที่สอดคล้องกับสมการที่ (2.25) ในระหว่างนี้สามารถ

ปรับมุมตกกระทบของเลเซอร์บนสารตัวอย่างหรือ ปรับมุมของกระจกอ้างอิงได้เล็กน้อย เพื่อให้เกิดการแทรกสอดได้ดีที่สุด บันทึกค่าความต่างศักย์เนื่องจากความเข้มแสงที่อ่านได้จากออสซิลโลสโคปลักษณะของสัญญาณ แสดงดังภาพประกอบที่ 4.11

4. เปิดวงจรป้อนสัญญาณย้อนกลับให้ทำหน้าที่ป้อนสัญญาณย้อนกลับ (feedback mode) และเริ่มวัดแอมพลิจูดการสั่นของสารตัวอย่าง โดยการป้อนสนามไฟฟ้ากระแสสลับ ให้แก่สารตัวอย่างจากเครื่องกำเนิดสัญญาณ โดยเริ่มจากความถี่คงที่ 1 kHz และแอมพลิจูด ตั้งแต่ 1 - 10 V

5. วัดความต่างศักย์และมุมเฟสของสัญญาณจากเครื่องขยายสัญญาณลือกอิน ในแต่ละแอมพลิจูดของความต่างศักย์ของสัญญาณที่ป้อนให้แก่สารตัวอย่าง

6. ในระหว่างการอ่านค่าจากเครื่องขยายสัญญาณลือกอินค่า V_{pp} คงที่ตลอดการบันทึก (สามารถตรวจสอบได้โดยปรับเปลี่ยนวงจรป้อนสัญญาณย้อนกลับให้ทำหน้าที่ปรับเทียบสัญญาณ)

7. คำนวณค่าการกระจัดที่ผิวหน้าสารตัวอย่างจากสมการที่ (2.30) ได้ d_{ac}

8. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง d_{ac} และสัญญาณที่ป้อนให้กับสารตัวอย่าง ความชันของกราฟจะเป็นการกระจัดต่อความต่างศักย์ที่ให้หรือเป็นค่าคงที่โพธิโซอิเล็กทริกในแนวความหนาของสารตัวอย่าง

9. ทดลองทำนองเดียวกันนี้โดยเปลี่ยนความถี่ของสัญญาณที่ป้อนให้แก่สารตัวอย่างเป็นความถี่ในช่วงที่สนใจ

10. เขียนกราฟระหว่างความถี่ที่ใช้กับค่าคงที่โพธิโซอิเล็กทริกในแนวความหนา คำนวณค่าเฉลี่ยของค่าคงที่โพธิโซอิเล็กทริกจากทุกๆ ความถี่ที่ไม่มีการเกิดเรโซแนนซ์ทางกลของสารตัวอย่าง