

บทที่ 3
การทดลองที่ 3

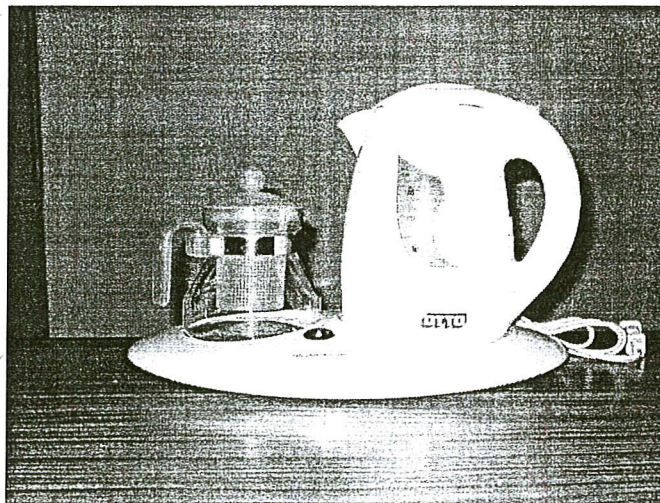
จุดประสงค์

เพื่อศึกษาแหล่งทำความร้อน PTCR เซรามิกในเครื่องใช้ไฟฟ้าที่ใช้กันในท้องตลาด

ความเป็นมา

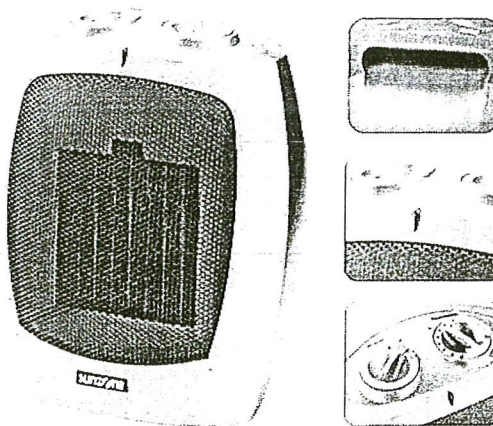
ปัจจุบันมีการนำ PTCR เซรามิกไปใช้ทำแทนทำความร้อนในเครื่องใช้ในชีวิตประจำวันหลายชนิด เช่น

- 1) เครื่องอุ่นน้ำชา (Tea warmer)



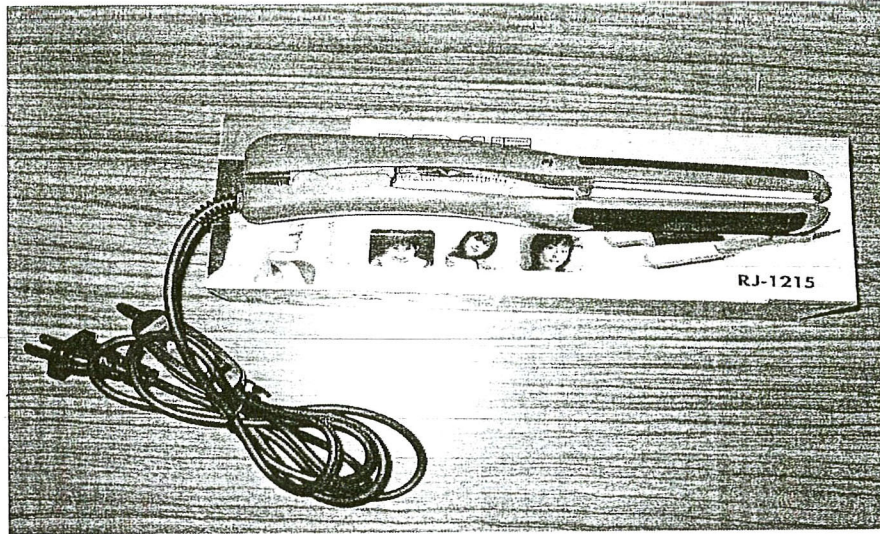
รูปที่ 40 เครื่องอุ่นน้ำชา

- 2) เครื่องทำความอบอุ่นในห้อง (Room heater)



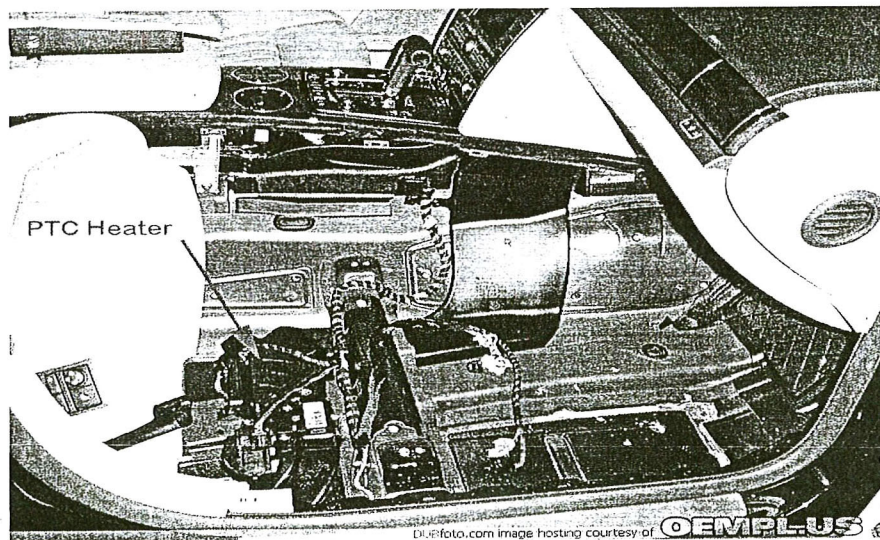
รูปที่ 41 เครื่องทำความอบอุ่นในห้อง

3) เครื่องรีดผม (Hair iron)



รูปที่ 42 เครื่องรีดผม

4) ตัวให้ความร้อนในรถยนต์ (Car heater)



รูปที่ 43 ตัวให้ความร้อนในรถยนต์ (web vvvortex.com)

5) เครื่องอุ่นเชื้อเพลิง

เพื่อให้ทราบองค์ประกอบทางเคมีและสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางไดอิเล็กทริกของ PTCR ซึ่งผลิตขึ้นโดยโรงงานผลิตชิ้นส่วน PTCR สำหรับนำไปใช้ในเครื่องใช้ไฟฟ้า การทดลองนี้จึงนำเครื่องใช้ไฟฟ้าที่ใช้แท่งทำความร้อน PTCR มาถอดเอาชิ้น PTCR ในเครื่องใช้ไฟฟ้าออกมา แล้วศึกษาองค์ประกอบและวัสดุสมบัติไดอิเล็กทริกและสมบัติ PTCR ของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้า

วิธีการทดลอง

1) นำเครื่องใช้ไฟฟ้ามาถอดออกเป็นชิ้นๆ เพื่อหาชิ้น PTCR ในเครื่องใช้ไฟฟ้านั้น ดูภาพขั้นตอนการการถอดเครื่องใช้ไฟฟ้าเพื่อนำชิ้น PTCR ออกมาที่ภาคผนวก ข)

2) แบ่งชิ้น PTCR ที่ถอดจากเครื่องใช้ไฟฟ้าเป็น 3 ส่วน ส่วนที่ 1 นำไปวิเคราะห์หาออกไซด์และวัฏภาคที่เป็นองค์ประกอบของ PTCR ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence และ X-ray diffractometer ตามลำดับ สำหรับการที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence นั้นส่งไปวิเคราะห์ที่กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ส่วนการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีซึ่งเป็นเครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D5005 ผลิตโดยบริษัท Bruker ประเทศเยอรมนี ส่วนที่ 2 นำไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) รุ่น JSM 6400 ผลิตโดยบริษัท Jeol ประเทศญี่ปุ่น เตรียมตัวอย่างด้วยสำหรับศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยวิธีการ fracture surface และวิธี thermal etching โดยนำชิ้นตัวอย่างไปขัดผิวให้เรียบด้วยกระดาษทรายจากเบอร์หยาบไปถึงเบอร์ละเอียด และสุดท้ายขัดด้วยผงกากเพชรต่อจากนั้นนำไปเผาจากอุณหภูมิห้องถึง 1100°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10°C ต่อนาที เมื่อถึง 1100°C แล้วเย็นไฟไว้ 60 นาที แล้วลดอุณหภูมิลงมาที่อุณหภูมิห้องด้วยอัตราการลดอุณหภูมิ 10°C ต่อนาที ต่อจากนั้นนำตัวอย่างไปเคลือบผิวด้วยอนุภาคทองบางๆ แล้วจึงนำไปถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

3) นำชิ้น PTCR ไปวัดค่าความเก็บประจุ (Capacitance; C_p) และความต้านทานไฟฟ้า (Resistance ;R) แล้วคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับสภาพความต้านทานด้วยวิธีเดียวกันกับวิธีที่กล่าวถึงในการทดลองที่ 1

ผลการทดลอง

1) ตารางที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของ PTCR ที่ใช้ในทางการค้าด้วยเครื่อง X-ray fluorescence จากตารางจะเห็นว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้ามีองค์ประกอบหลักเป็น BaO , PbO และ TiO_2 แสดงว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าเป็นสารประกอบจำพวก $\text{Ba}_{1-x}\text{Pb}_x\text{TiO}_3$ นอกจากนี้มีองค์ประกอบรองเป็น SiO_2 , Al_2O_3 ซึ่งอาจจะเป็นตัวที่ช่วยในการเผาผนึกตามที่กล่าวถึงในงานวิจัยของ Bomlai¹³ และ Lee กับคณะ¹⁴ นอกจากนี้ยังมี Nb_2O_5 ซึ่งน่าเป็นออกไซด์ที่เติมลงไปเพื่อให้ Nb^{5+} ออกมาเป็น donor ion ซึ่งจะทำให้ $\text{Ba}_{1-x}\text{Pb}_x\text{TiO}_3$ แสดงสมบัติ PTCR ออกมา นอกจากนี้ยังมี Fe_2O_3 ซึ่งคงจะเป็นพวกที่ให้ไอออนของธาตุแทรนซิชันซึ่งเติมลงไปเพื่อกระตุ้นให้สมบัติ PTCR เด่นชัดขึ้นดังที่กล่าวอ้างบทความของ Ueoka⁴

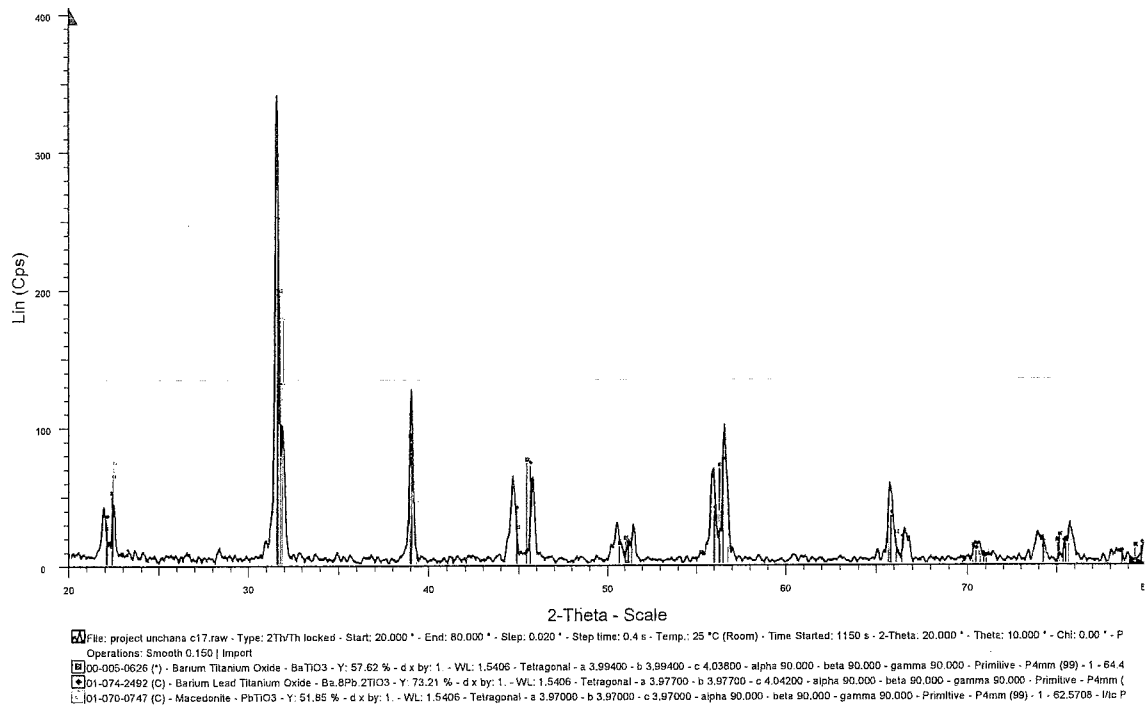
ตารางที่ 3 ออกไซด์ที่เป็นส่วนประกอบของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C14 และ C6

No	Oxides	C6	C14
1	Barium oxide (BaO)	43.80	44.50
2	Lead oxide (PbO)	25.70	23.90
3	Titanium dioxide (TiO ₂)	27.90	27.90
4	Silica (SiO ₂)	1.07	1.03
5	Alumina (Al ₂ O ₃)	0.52	1.18
6	Calcium oxide (CaO)	0.40	0.34
7	Ferric oxide (Fe ₂ O ₃)	0.00	0.26
8	Niobium Pentoxide (Nb ₂ O ₅)	0.17	0.21

2) รูป 44 และ 45 แสดงกราฟ X-ray diffraction ของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C17 และ C15 จากรูปแสดงว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้ามีวัฏภาคหลักเป็น $Ba_{1-x}Pb_xTiO_3$ แต่เพียงอย่างเดียวไม่มี peak ของวัฏภาคแปลกปลอม แสดงว่าสารเติมแต่งซึ่งได้แก่ SiO_2 , Al_2O_3 ที่เติมลงไปช่วยในการเผาผนึก Nb_2O_5 ที่เติมลงไปให้เกิดสมบัติ PTCR และ Fe_2O_3 ที่เติมเข้าไปเพิ่มกระตุ้นให้สมบัติ PTCR คงจะมีปริมาณน้อยเกินไปหรือสามารถละลายเข้าไปในวัฏภาค $Ba_{1-x}Pb_xTiO_3$ ได้ดีจึงไม่ทำให้เกิด peak ของวัฏภาคใหม่หรือ 2nd phase ออกมา

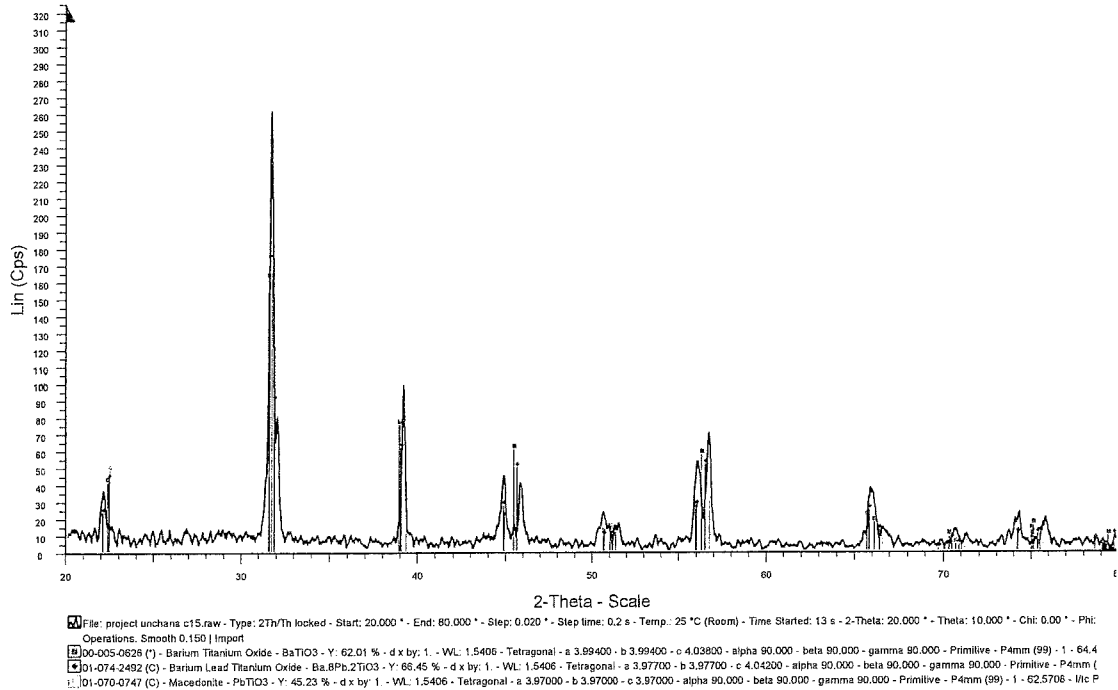
3) รูปที่ 46, 47 และ 48 เป็นภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C15 ที่กำลังขยายต่างๆ กัน ใช้วิธีลากเส้นตัดแล้วคำนวณขนาดของ grain ในรูปทั้งสามจะได้ว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้ามี grain size ขนาดเฉลี่ยเท่ากับ $2.05 \mu m$ รูปที่ 49 และ 50 เป็นภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C17 ซึ่งเตรียมตัวอย่างสำหรับถ่ายภาพด้วยวิธี fracture surface จะเห็นว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C17 มี grain size ขนาดใกล้เคียงกับ C15 อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 49 จะเห็นได้ว่ามีอนุภาคเม็ดเล็กๆ เป็นแทบเป็นก้อนเกาะติดเป็นกลุ่มๆ บนผิวชิ้นตัวอย่าง C17 ซึ่งอาจจะเกิดจากการขัดผิวเอาสิ่งสกปรกออกจากผิวตัวอย่างไม่หมด

C17

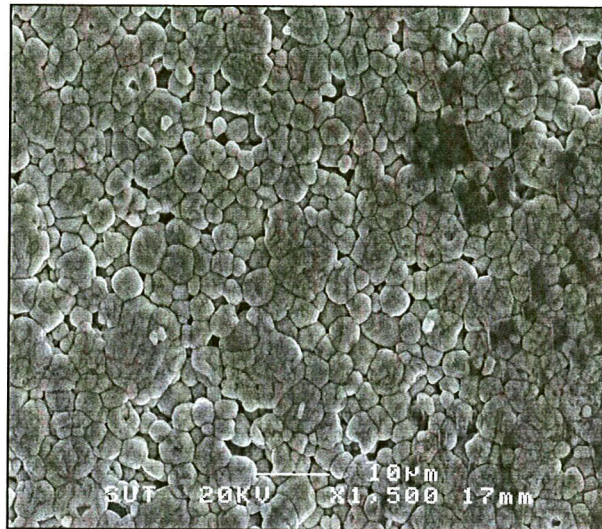


รูปที่ 44 กราฟ X-ray diffraction ของ PTCR เซิงการค้ำหมายเลข C17

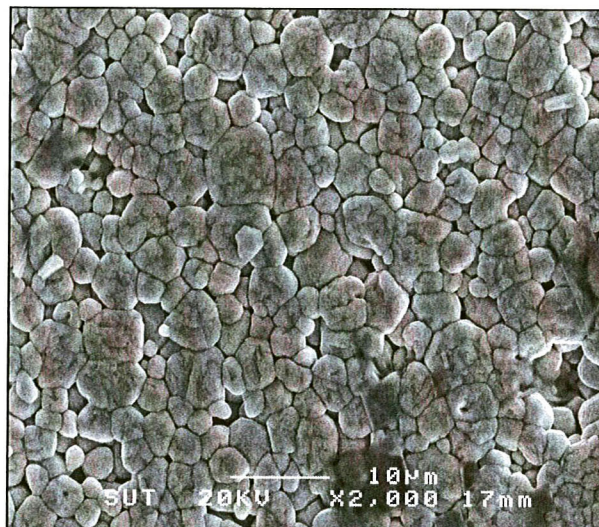
C15



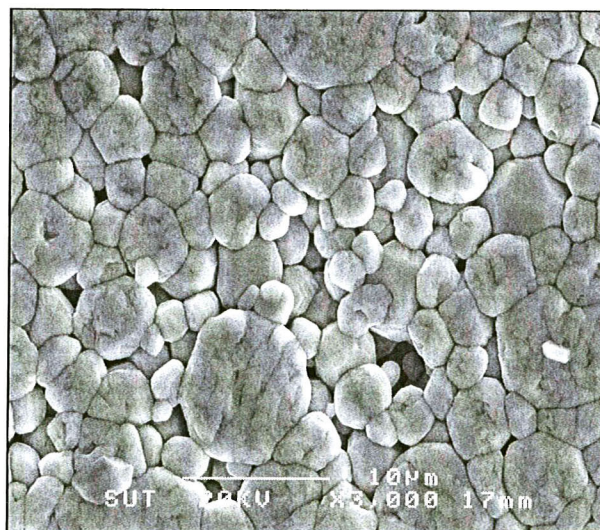
รูปที่ 45 กราฟ X-ray diffraction ของ PTCR เซิงการค้ำหมายเลข C15



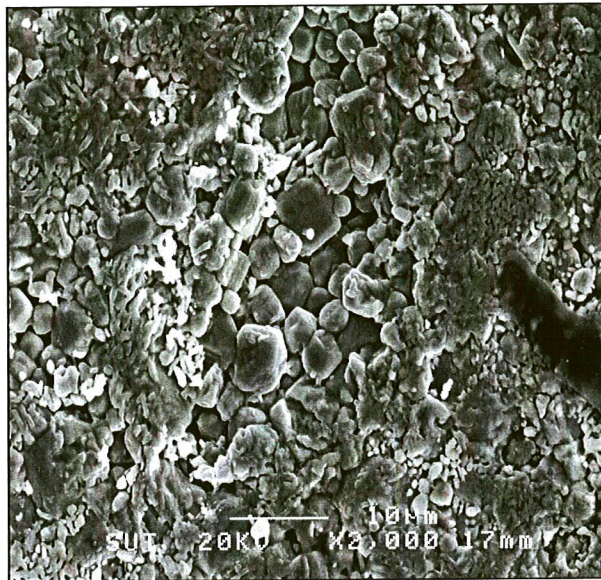
รูปที่ 46 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C15



รูปที่ 47 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C15



รูปที่ 48 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C15



รูปที่ 49 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C17



รูปที่ 50 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข C17

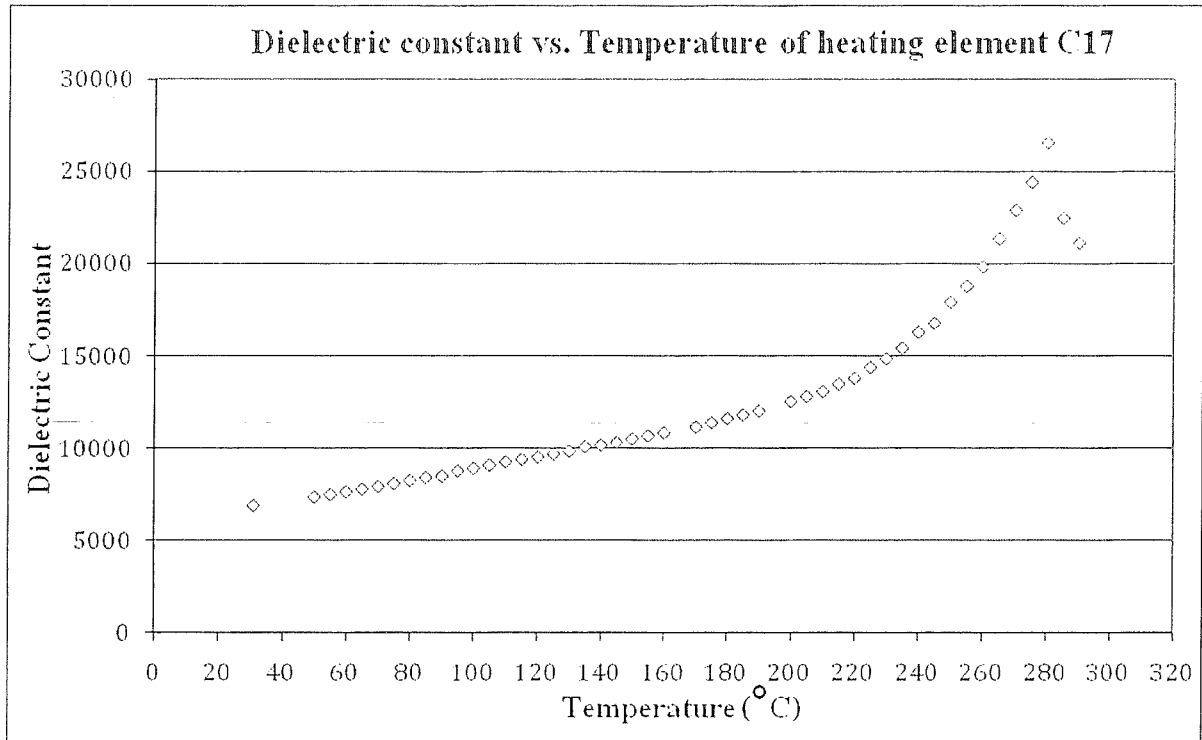
4) รูปที่ 51 และ 52 แสดง K' กับ ρ ที่อุณหภูมิต่างๆ ของ PTCR ที่ใช้ในทางการค้าหมายเลข C17 จากรูปที่ 51 จะเห็นว่า PTCR ทางการค้าหมายเลข C17 มีอุณหภูมิคูรีประมาณ 280°C และจากรูปที่ 52 จะเห็นได้ว่า เมื่อให้ความร้อนขึ้นตัวอย่างผ่านอุณหภูมินี้ ρ ของขึ้นตัวอย่างเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจาก $100\ \Omega\text{m}$ เป็น $500\ \Omega\text{m}$ เมื่อเทียบกับการทดลองที่ 1 และ 2 ที่ผ่านมาจะเห็นได้ว่าตัวอย่างที่ใช้ในเชิงการค้าหมายเลข 17 มี K' สูงกว่า และ ρ ต่ำกว่าตัวอย่างที่เตรียมในการทดลองที่ 1 และ 2 ที่ผ่านมามาก

รูปที่ 53 และ 54 แสดง K' กับ ρ ที่อุณหภูมิต่างๆ ของ PTCR ที่ใช้ในทางการค้าหมายเลข C12 เมื่อเปรียบเทียบรูปที่ 53 และ 54 กับรูปที่ 51 และ 52 จะเห็นว่า C12 มีพฤติกรรมเหมือนๆ กับ C17 เลย ที่

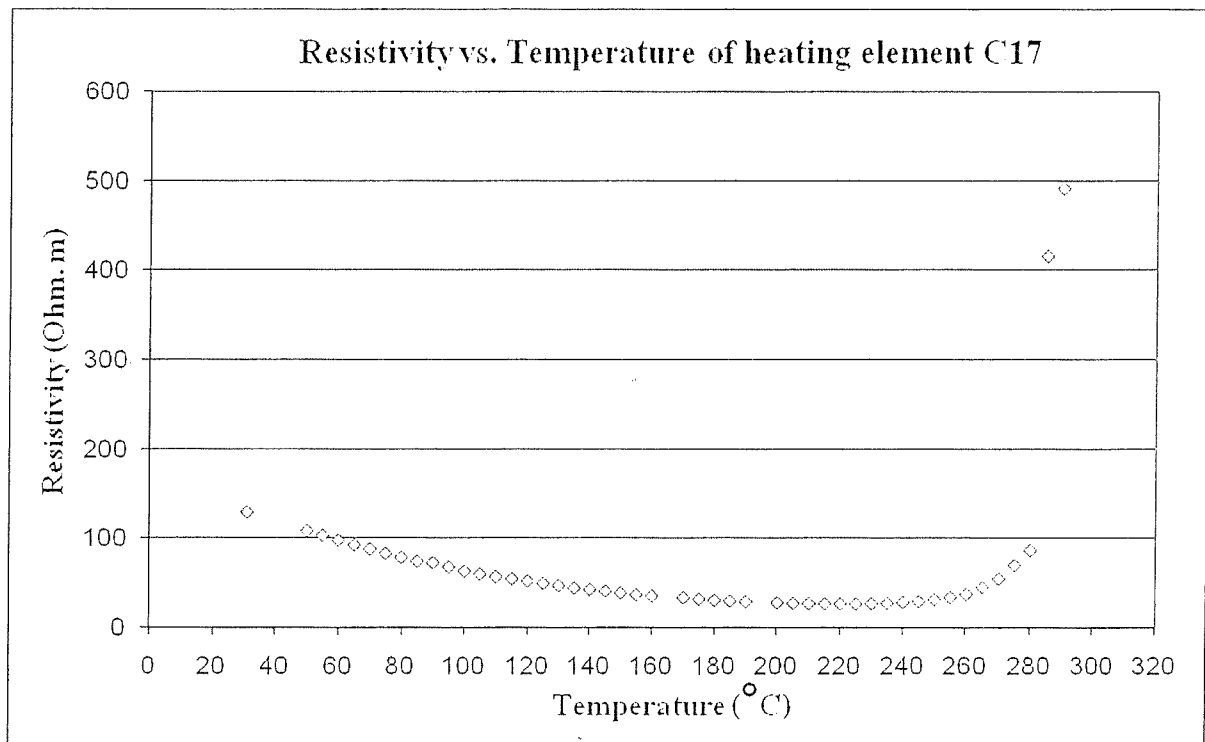
แตกต่างกันคือขึ้นตัวอย่างหมายเลขที่ C12 จะเริ่มแสดงพฤติกรรม PTCR ที่อุณหภูมิซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิของขึ้นตัวอย่างหมายเลขที่ C17 เล็กน้อย

รูปที่ 55 และ 56 แสดง K' กับ ρ ที่อุณหภูมิต่างๆ ของ PTCR ที่ใช้ในทางการค้าหมายเลข C15 จากรูปที่ 55 จะเห็นว่า C15 มีอุณหภูมิและจุดที่เริ่มเกิดสมบัติ PTCR ใกล้เคียงกับ C12 เพื่อให้เห็นสมบัติความเป็น PTCR ชัดเจนยิ่งขึ้น จึงเขียนกราฟ ρ ต่ออุณหภูมิต่ออีกแบบหนึ่งโดยใช้แกน y ของกราฟเป็นแกน logarithm ได้ดังกราฟรูปที่ 57 จากรูปที่ 57 จะเห็นว่า $\log$ ของสภาพความต้านทานมีค่าเพิ่มขึ้น $2\frac{1}{2}$ เท่า เรียก $\log \rho$ ที่เพิ่มขึ้น $2\frac{1}{2}$ เท่าว่าเพิ่มขึ้น 2 order of magnitudes นอกจากนี้ในรูปที่ 57 ยังแสดงการหา PTCR jump ด้วย ซึ่งหาได้โดยนำ ρ ที่มีค่าต่ำสุด ($\rho_{\min}$) ไปหาร ρ ที่มีค่าสูงสุด ($\rho_{\max}$) ได้เป็น PTCR jump จากรูปที่ 34 $\rho_{\max}$ และ $\rho_{\min}$ เท่ากับ 4400 และ 18 ตามลำดับ ดังนั้น $PTCR\ jump = 4400 \div 18 = 244$

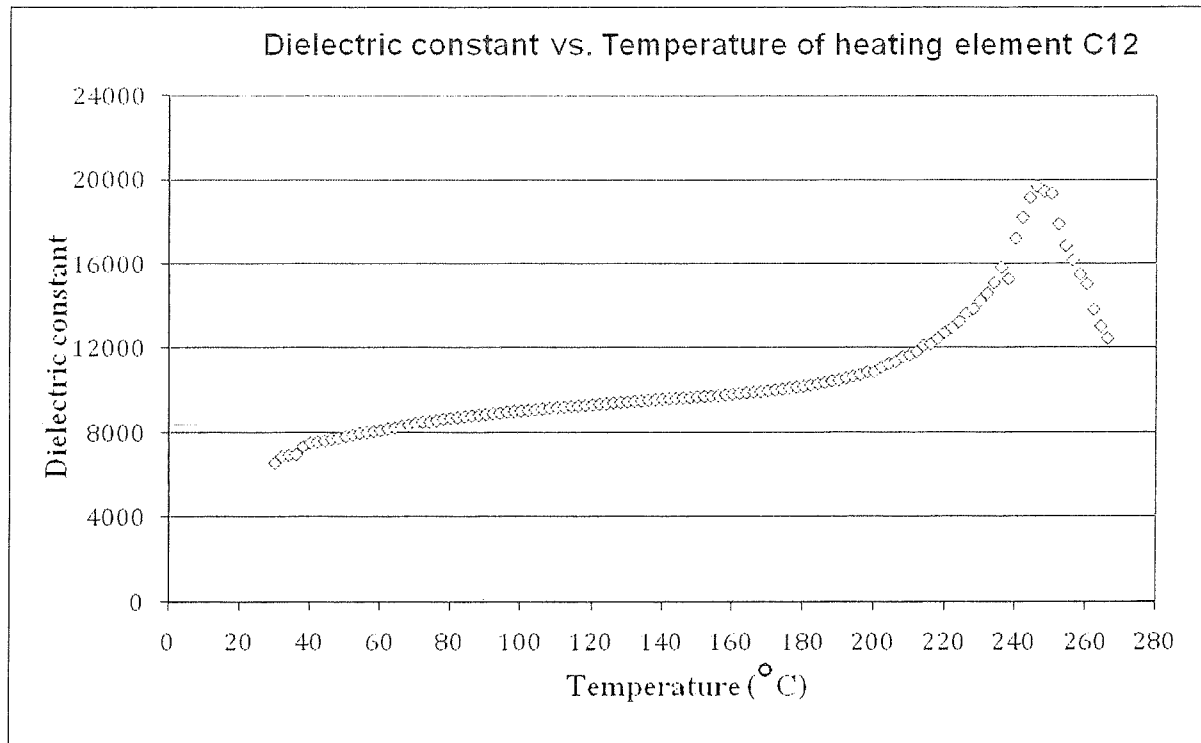
โดยสรุปจากการทดลองที่ 4 จะเห็นว่า PTCR ซึ่งใช้ในทางการค้าที่นำมาทดสอบมีวิธภาคเป็น $Ba_{1-x}Pb_xTiO_3$ dope ด้วย Nb มีการเติม SiO_2 , Al_2O_3 ไปช่วยในการเผาผนึก และมีการเติม Fe ลงไปช่วยกระตุ้นให้มีสมบัติ PTCR มากยิ่งขึ้น มีอุณหภูมิประมาณ $250^\circ C$ และมี ρ ที่อุณหภูมิต้องค่อนข้างต่ำคือประมาณ 50 – 200 Ohm-meter เมื่อได้รับความร้อนเกินกว่าอุณหภูมิสามารถเกิด PTCR jump ประมาณ 240 เท่า หรือ $2\frac{1}{2}$ order of magnitude



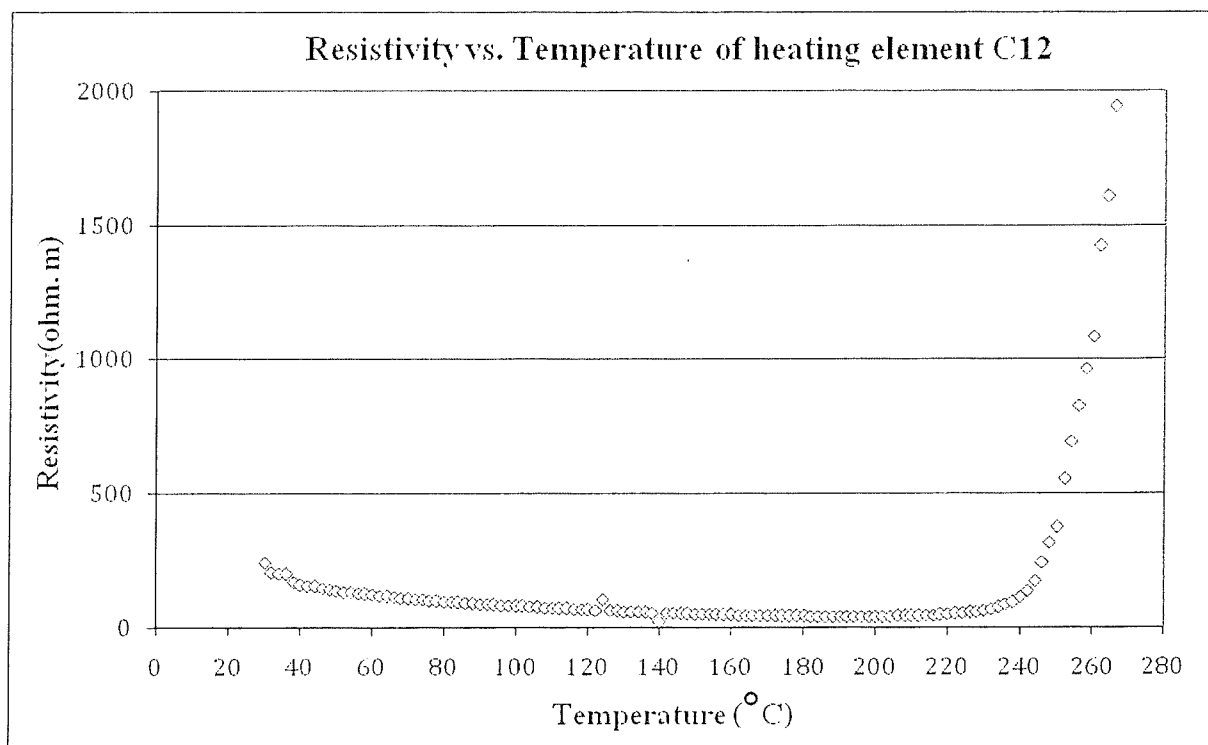
รูปที่ 51 ค่าคงที่ได้อิเล็กทริกของ PTCR ที่ใช้ทางการค้าหมายเลข C17



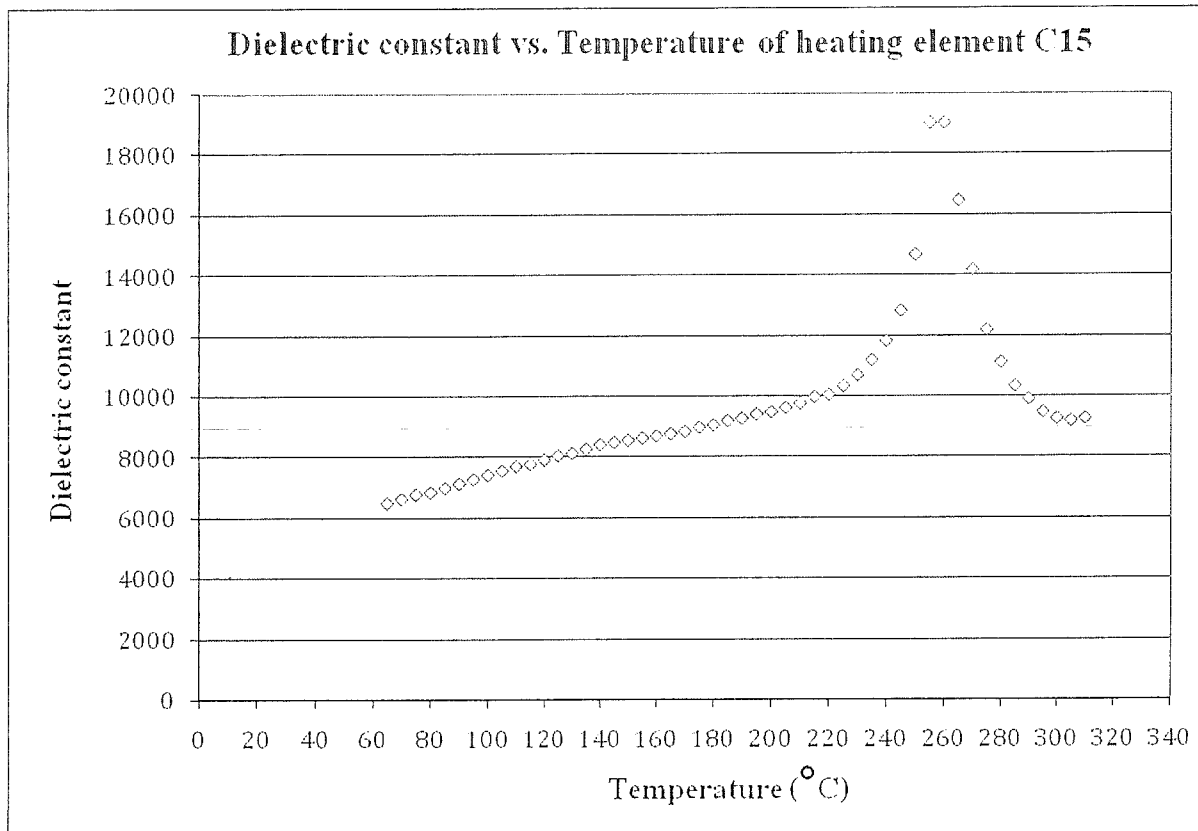
รูปที่ 52 สภาพต้านทานไฟฟ้าของ PTCR ที่ใช้ทางการค้าหมายเลข C17



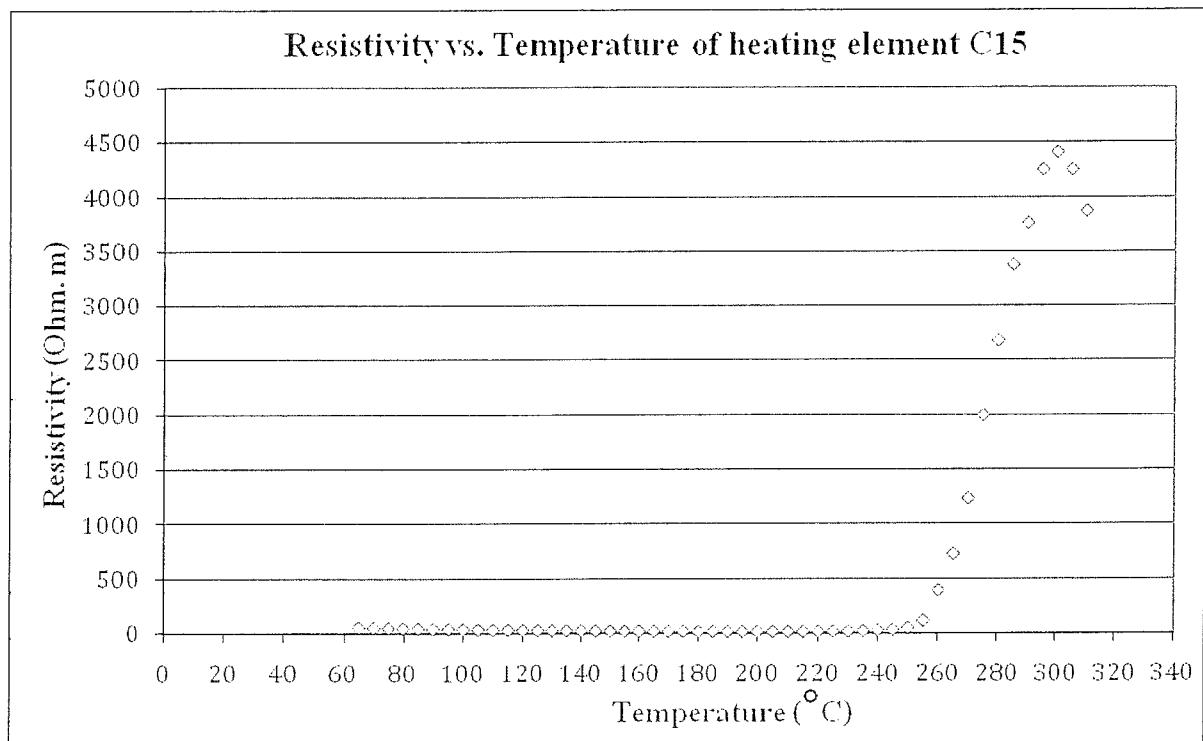
รูปที่ 53 ค่าคงที่ได้อิเล็กทริกของ PTCR ที่ใช้ทางการค้าหมายเลข C12



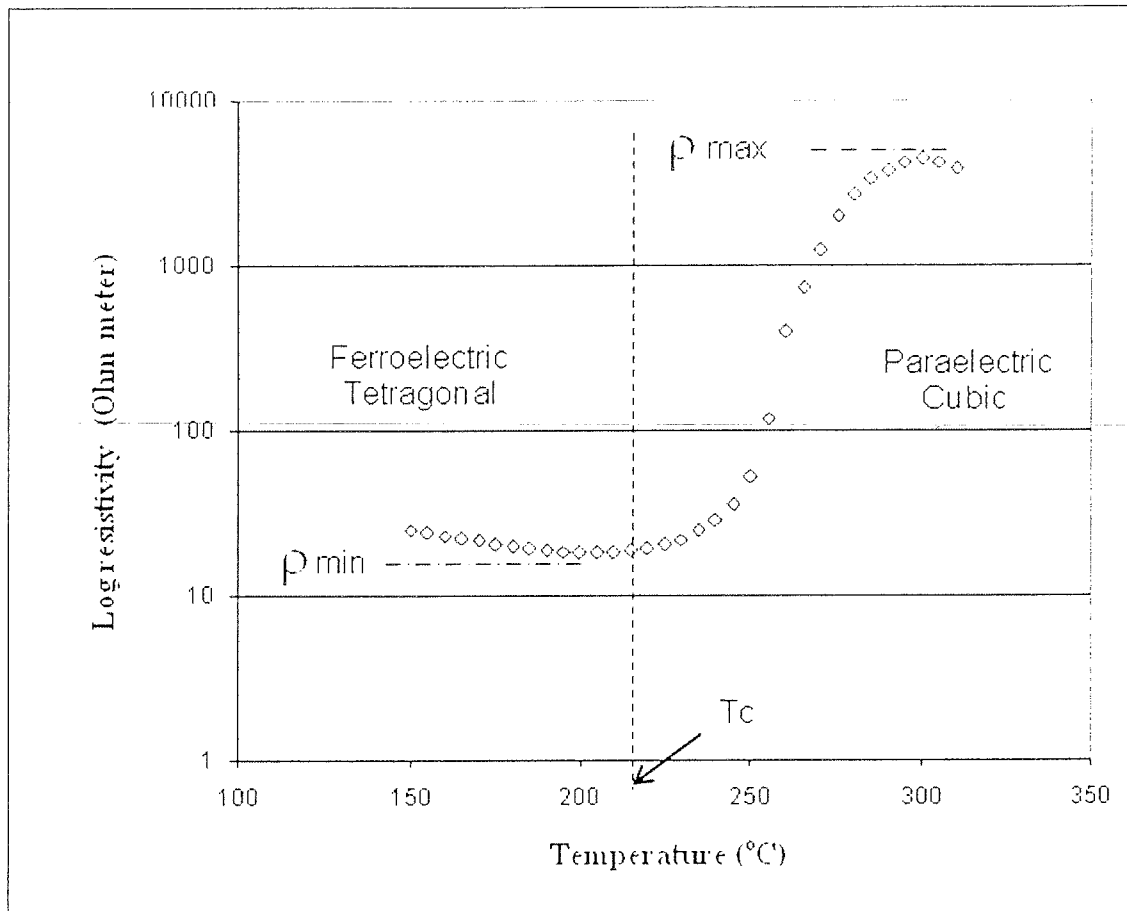
รูปที่ 54 สภาพความต้านทานของ PTCR ที่ใช้ทางการค้าหมายเลข C12



รูปที่ 55 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ PTCR ที่ใช้ทางการค้าหมายเลข C15



รูปที่ 56 สภาพความต้านทานไฟฟ้าของ PTCR ที่ใช้ทางการค้าหมายเลข C15



รูปที่ 57 Logarithm ของสภาพความต้านทานไฟฟ้าต่ออุณหภูมิของ PTCR ทางการค้าหมายเลขที่ C15