

บทที่ 7

การทดลองที่ 7

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาพฤติกรรมของ PTCR ของ Nb-dope $\text{Ba}_{0.75}\text{Pb}_{0.25}\text{TiO}_3$

ความเป็นมา

จากการทดลองที่ 1 ที่ผ่านมามองเห็นว่า PTCR สูตร 13 ซึ่งเกิดจากการแทนที่ Nb^{5+} เข้าไปใน BaTiO_3 มีพฤติกรรม PTCR ที่ดี อย่างไรก็ตาม PTCR สูตรที่ 13 ในการทดลองที่ 1 นั้นแสดงพฤติกรรม PTCR ที่อุณหภูมิต่ำกว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้า การทดลองนี้จึงทดลองเติม Pb เข้าไปใน Nb-doped BaTiO_3 เพิ่มจะได้กระตุ้นให้แสดงพฤติกรรมตาม PTCR ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

วิธีการทดลอง

- 1) ผสม PTCR สองสูตร คือสูตรที่ 22 และ 23 ซึ่งมีสูตรเคมีตามที่แสดงในตารางที่ 7 ตามส่วนผสมที่แสดงในภาคผนวก ก12) และ ก13)
- 2) บดผสมส่วนผสม เเผา calcine เติมตัวช่วยในการเผาผนึก ตัวช่วยกระตุ้นสมบัติ PTCR และเผาผนึกด้วยวิธีการเดียวกันกับการทดลองที่ 5 ทั้งหมด ยกเว้นแต่ใช้อุณหภูมิ calcine $800\text{ }^{\circ}\text{C}$
- 3) เผาผนึกขึ้นตัวอย่างตั้งแต่ $1000\text{--}1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ตาม profile การเผาในการทดลองที่ 4 เสร็จแล้วขัดผิวแล้วนำชิ้นตัวอย่างสูตรที่ 22 ไปหาความหนาแน่นและความพรุนตัวโดยใช้วิธี Archimedes จากนั้นนำตัวอย่างทั้งหมดไปฉาบโลหะตัวนำและวัดสมบัติของชิ้นตัวอย่างเหมือนการทดลองที่ผ่านมา

ตารางที่ 7 สูตรเคมีของ PTCR สูตรที่ 22 และ 23

สูตร	สูตรเคมี
22	$(\text{Ba}_{0.75}\text{Pb}_{0.25})(\text{Ti}_{0.996}\text{Nb}_{0.004})\text{O}_3 + 0.0167\text{Al}_2\text{O}_3 + 0.0375\text{SiO}_2 + 0.0127\text{TiO}_2 + 0.0127\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
23	$(\text{Ba}_{0.75}\text{Pb}_{0.25})(\text{Ti}_{0.99}\text{Nb}_{0.01})\text{O}_3 + 0.0167\text{Al}_2\text{O}_3 + 0.0375\text{SiO}_2 + 0.0127\text{TiO}_2 + 0.0127\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

ผลการทดลอง

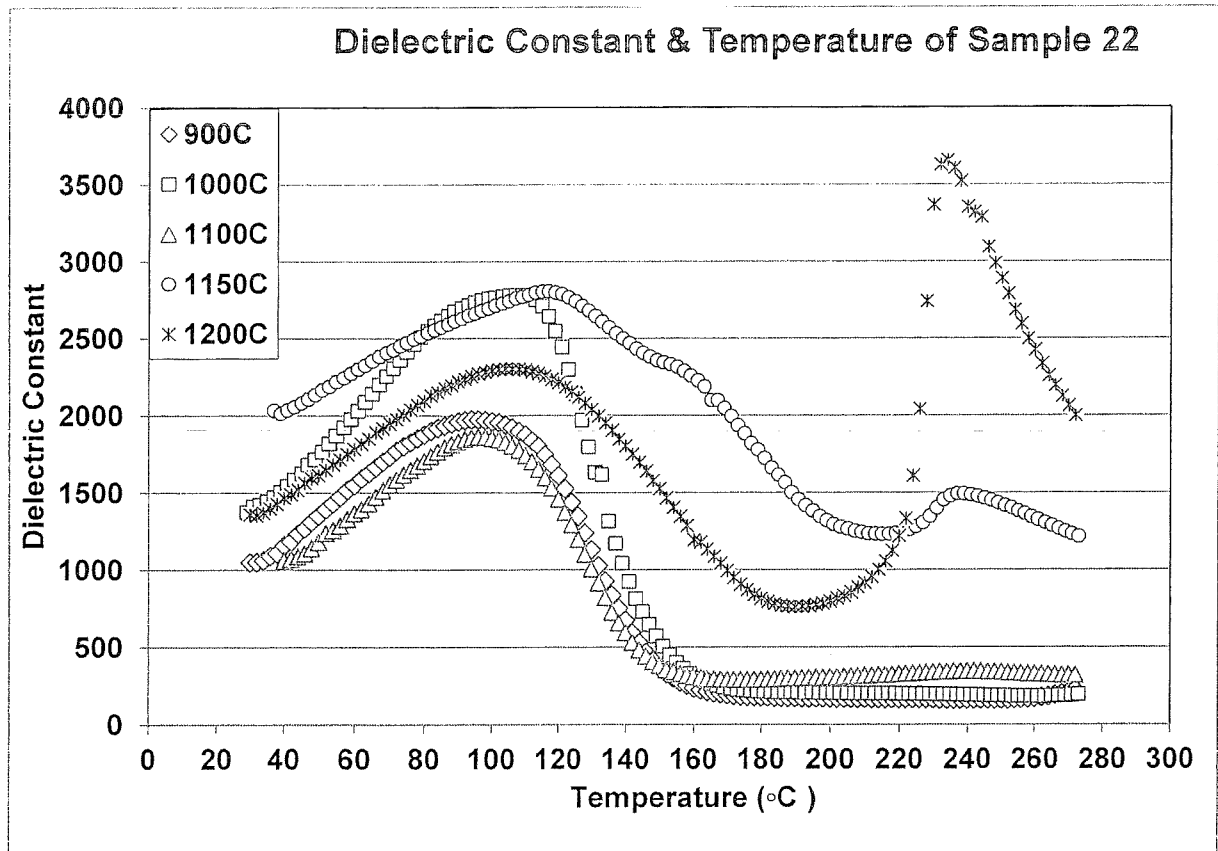
ตารางที่ 8 แสดงความหนาแน่นและความพรุนตัวของ PTCR สูตร 22 ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ กัน จากตารางจะเห็นได้ว่า PTCR ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิที่อุณหภูมิต่างๆ มีความหนาแน่นต่ำๆ และมีความพรุนตัวสูงมาก คาดว่า PTCR สูตร 11-21 ซึ่งสังเคราะห์ขึ้นในการทดลองก่อนๆ และ PTCR สูตร 23 ในการทดลองนี้คงมีความหนาแน่นและความพรุนตัวในทำนองเดียวกัน นี่เองจึงเป็นสาเหตุให้ PTCR ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ มีพฤติกรรมแตกต่างไปจาก PTCR ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงๆ มาก และนี่เองคงเป็นเหตุให้ PTCR ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ มีพฤติกรรมแตกต่างไปจากทฤษฎีของ Heywang, Daniels และ Jonker มาก

ตารางที่ 8 ความหนาแน่นและความพรุนตัวของ PTCR สูตร 22 ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ

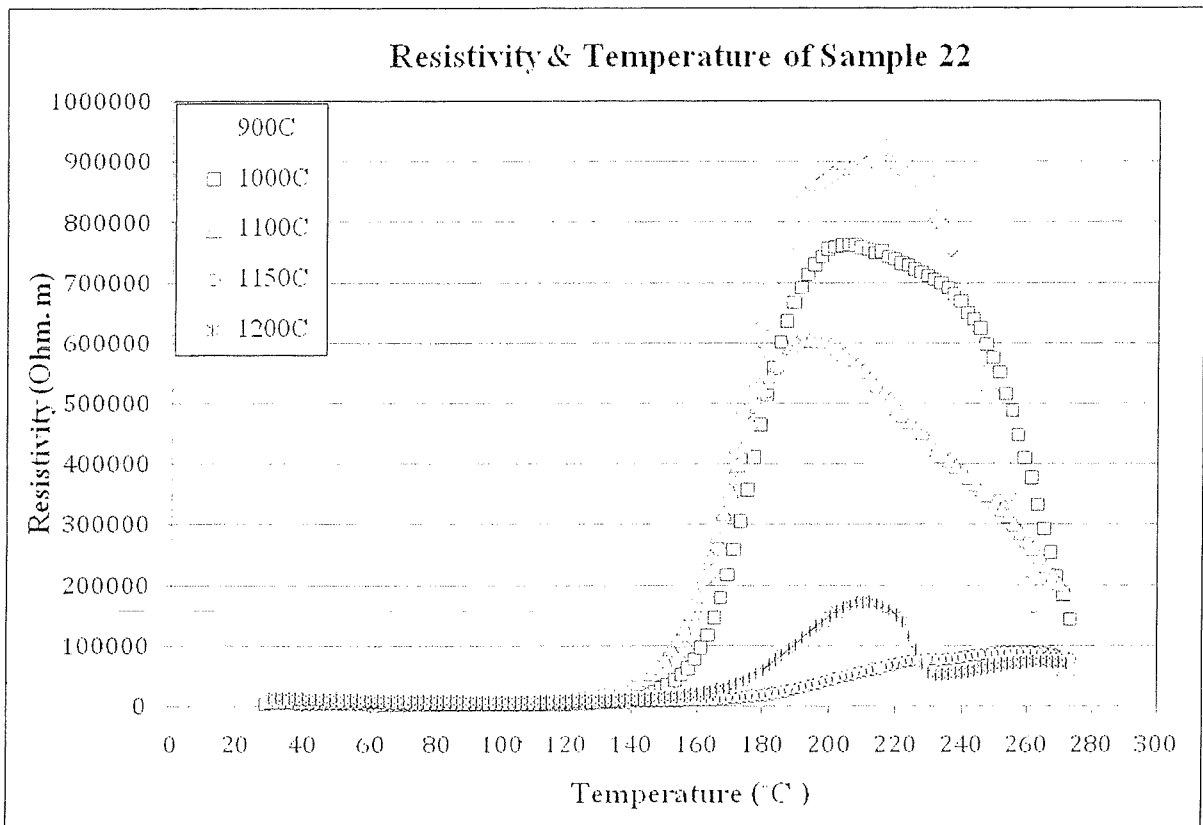
อุณหภูมิเผาผนึก (°C)	ความหนาแน่น (g/cm ³)	ความพรุนตัว (%)
900	3.02	50.59
1000	2.98	49.89
1100	3.43	43.01
1150	5.25	12.98
1200	5.46	4.20

รูปที่ 86 และ 87 แสดง K' กับ ρ ที่อุณหภูมิต่างๆ ของ PTCR สูตร 22 ซึ่งเผาผนึกที่ 900-1200 °C จากรูปที่ 86 จะเห็นว่าชิ้นงานซึ่งเผาผนึกที่ 1200 °C มีกราฟ K' ที่มี peak ซึ่งแสดงการเปลี่ยนจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกอย่างชัดเจนที่อุณหภูมิ 234 °C ขณะที่ชิ้นงานซึ่งเผาผนึกที่ 900-1100 °C มีกราฟ K' ซึ่งไม่มี peak ที่แสดงการเปลี่ยนสมบัติจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริก ส่วนชิ้นตัวอย่างซึ่งเผาผนึกที่ 1150 °C มีกราฟ K' ที่มีรอยนูนเล็กๆ ที่คล้ายกับจะโตเป็น peak ที่แสดงการเปลี่ยนจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกอย่างชัดเจนที่อุณหภูมิ 225°C แสดงว่าอุณหภูมิคูรีของ PTCR สูตร 22 มีค่าประมาณ 225-234 °C ซึ่งก็ใกล้เคียงกับอุณหภูมิคูรีของ PTCR สูตร 18 เพราะ PTCR ทั้งสองสูตรมีการแทนที่ Ba^{2+} ใน $BaTiO_3$ ด้วย Pb^{2+} ปริมาณใกล้เคียงกัน จากรูปที่ 87 จะเห็นว่า PTCR สูตร 22 ซึ่งเผาผนึกที่ 900-1100 °C มีพฤติกรรม PTCR อย่างเห็นได้ชัด เพราะชิ้นตัวอย่างดังกล่าวมี ρ เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิประมาณ 150 °C ส่วนชิ้นตัวอย่างซึ่งเผาผนึกที่ 1150 °C มี ρ เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ อย่างต่อเนื่องตลอดช่วงอุณหภูมิที่ทดลอง

สำหรับชิ้นตัวอย่างซึ่งเผาผนึกที่ 1200 °C เมื่อให้ความร้อนขึ้นตัวอย่างในช่วงแรกๆ (จากอุณหภูมิห้องถึง 210 °C) ชิ้นตัวอย่างจะมี ρ เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นแต่ความต้านทานที่เพิ่มขึ้นมีค่าไม่มากนัก แต่เมื่อให้ความร้อนต่อไป (จาก 210-234 °C) ชิ้นตัวอย่างจะมี ρ ลดลง และที่อุณหภูมิ 234 °C จะมีกราฟของ ρ มีการเปลี่ยนแปลงอย่างฉับพลันคือ ρ จะหยุดลดลงและมีค่าคงที่เกือบจะไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิต่อไปจนถึง 270 °C การเปลี่ยนแปลงอย่างฉับพลันที่ 234 °C น่าจะเกี่ยวเนื่องกับการเปลี่ยนแปลงสมบัติของชิ้นตัวอย่างจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริกเพราะจากรูปที่ 86 อุณหภูมิคูรีของชิ้นตัวอย่างซึ่งเผาผนึกที่ 1200 °C เท่ากับ 234 °C ซึ่งถ้าเป็นเช่นนี้แสดงว่าการเพิ่มขึ้นของ ρ ชิ้นตัวอย่างนี้เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจากอุณหภูมิห้องถึง 210 °C ไม่น่าจะเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงสมบัติจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก



รูปที่ 86 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ PTCR สูตร 22 ซึ่งเผาผนึกที่ 900-1200 °C

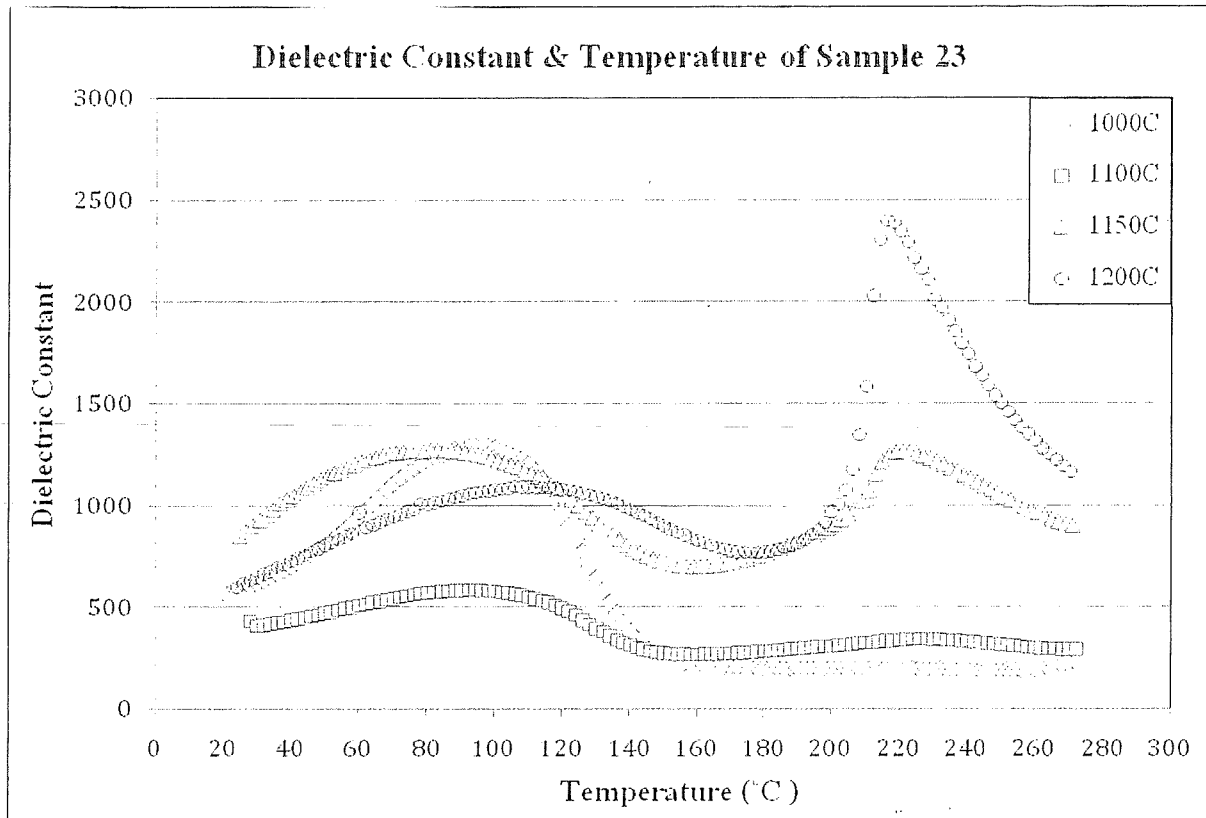


รูปที่ 87 สภาพความต้านทานไฟฟ้าของ PTCR สูตร 22 ซึ่งเผาผนึกที่ 900-1200 °C

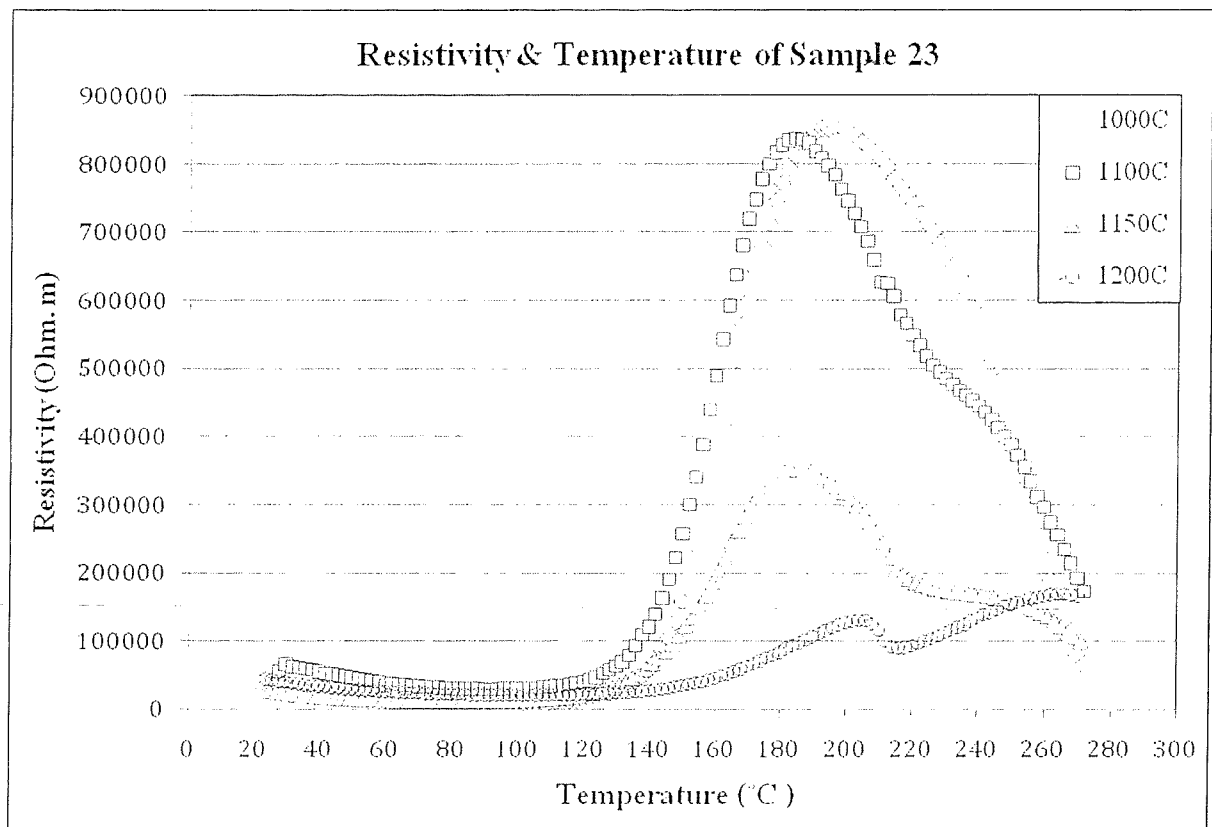
รูปที่ 88 และ 89 แสดง K' กับ ρ ของ PTCR สูตร 23 ซึ่งเผาผนึกที่ 1000-1200 °C จากรูปที่ 88 จะเห็นได้ว่า PTCR สูตรที่ 23 มีพฤติกรรมเหมือนกับ PTCR สูตร 22 กล่าวคือกราฟ K' ของชิ้นตัวอย่างนี้ซึ่งเผาผนึกที่ 1000 และ 1100 °C ไม่มี peak แสดงการเปลี่ยนแปลงสมบัติจากเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกในช่วงอุณหภูมิห้องจนถึงประมาณ 260 °C แต่กราฟ K' ของชิ้นตัวอย่างซึ่งเผาผนึกที่ 1200 °C จะมี peak ของการเปลี่ยนแปลงจากเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกชัดเจน และกราฟ K' ของชิ้นตัวอย่างซึ่งเผาผนึกที่ 1150 °C จะมีรอยนูนเล็กๆ ซึ่งน่าจะโตเป็น peak แสดงการเปลี่ยนแปลงสมบัติจากเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริก อย่างไรก็ตาม peak แสดงการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวของ PTCR สูตร 23 ซึ่งเผาผนึกที่ 1150 และ 1200 °C เกิดที่อุณหภูมิ 221 และ 216 °C ตามลำดับซึ่งต่ำกว่า อุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวของ PTCR สูตร 22 แสดงว่า PTCR สูตรที่ 23 มีอุณหภูมิคูรีต่ำกว่า PTCR สูตร 22 ทั้งๆ ที่ทั้งสองสูตรมีการแทนที่ Ba^{2+} ด้วย Pb^{2+} ในปริมาณเท่ากันกัน สาเหตุที่เป็นเช่นนี้อาจจะเป็นเพราะ PTCR สูตร 23 มีการแทนที่ Ti^{4+} ด้วย Nb^{5+} ในปริมาณมากกว่า PTCR สูตร 22

จากรูปที่ 89 จะเห็นว่า PTCR สูตร 23 ซึ่งเผาที่ 1000-1100 °C แสดงพฤติกรรม PTCR โดยความต้านทานเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อได้รับความร้อนถึง 130 °C แต่ชิ้นตัวอย่างที่เผาผนึกที่ 1150-1200 °C มีกราฟ ρ คล้ายๆ กับกราฟ ρ ของ PTCR สูตรที่ 22 ซึ่งเผาผนึกที่ 1200 °C กล่าวคือช่วงแรกชิ้นตัวอย่างจะมี ρ เพิ่มขึ้นต่อมา ρ จะมีค่าลดลงและเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบฉับพลันที่อุณหภูมิคูรีแสดงให้เห็นชัดว่าการเพิ่มขึ้นของ ρ ในช่วงแรกไม่เกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงสมบัติจากเฟร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริกของชิ้นตัวอย่าง

โดยสรุปจะเห็นได้ว่า Nb-doped ($\text{Ba}_{0.75}\text{Pb}_{0.25}$) TiO_3 ในการทดลองนี้สามารถแสดงสมบัติ PTCR ได้ แต่อุณหภูมิที่เริ่มแสดงสมบัติ PTCR ยังต่ำกว่าอุณหภูมิที่ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าเริ่มแสดงสมบัติ PTCR



รูปที่ 88 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ PTCR สูตร 23 ซึ่งเผาขึ้นที่ 1000 – 1200 °C



รูปที่ 89 สภาพความต้านทานไฟฟ้าของ PTCR สูตร 23 ซึ่งเผาขึ้นที่ 1000 – 1200 °C

สรุปและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทดลองเพื่อผลิตแท่งทำความร้อนเซรามิกที่มีส่วนผสมเคมีต่างๆ กัน 13 สูตร ด้วยกระบวนการผลิตต่างๆ กัน โดย vary แรงดันที่ใช้ในการอัดเม็ด, อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึก, ลำดับการใส่ส่วนผสมของวัตถุดิบ รวมทั้งทดลองเติมแป้งเข้าไปเพื่อเพิ่มความพรุนตัว จากการทดลองพบว่าสามารถเตรียมเซรามิกที่มีสมบัติ PTCR แต่เมื่อเทียบกับ PTCR ที่ผลิตได้กับ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าซึ่งถอดออกมาจากเครื่องใช้ไฟฟ้าที่อยู่ในท้องตลาดแล้วพบว่า PTCR ที่ผลิตขึ้นในงานวิจัยนี้ยังมีความแตกต่างจาก PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าอยู่ 2 ประการคือ 1) สภาพความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิใกล้ๆ อุณหภูมิห้องของ PTCR ที่ผลิตได้จากงานวิจัยนี้มีค่าสูงกว่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้า 2) อุณหภูมิที่ PTCR ที่ผลิตขึ้นในงานวิจัยนี้เริ่มแสดงสมบัติ PTCR ยังคงต่ำกว่าอุณหภูมิที่ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าเริ่มแสดงสมบัติ PTCR

หากจะนำ PTCR ที่ผลิตขึ้นจากงานวิจัยนี้ไปใช้แทน PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าจะต้องปรับวงจรไฟฟ้าของเครื่องใช้ไฟฟ้าให้ใช้งานที่สภาพความต้านทานไฟฟ้าที่สูงขึ้น นอกจากนี้การที่ PTCR ที่ผลิตได้จากงานวิจัยนี้เริ่มแสดงสมบัติ PTCR ที่อุณหภูมิต่ำกว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าทำให้ PTCR ที่ผลิตได้จากงานวิจัยนี้จะตัดไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่ำกว่า PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้า ดังนั้นหากนำ PTCR ไปใช้งานกับเครื่องใช้ไฟฟ้าเครื่องใช้ไฟฟ้าจะตัดไฟที่อุณหภูมิต่ำลง ซึ่งอาจจะเหมาะสมสำหรับการใช้งานบางประเภท อย่างไรก็ตามหากยังต้องการให้ผลิต PTCR ให้มีสมบัติเท่าๆ กับ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้าก็อาจจะต้องปรับปรุงสูตรของส่วนผสมหรือปรับปรุงกระบวนการผลิตซึ่งก็อาจจะทำให้ได้ PTCR ที่มีสมบัติใกล้เคียงกับ PTCR ที่ใช้ในเชิงการค้ายิ่งขึ้น