

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงวัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลองในขั้นตอนต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการวิจัยในครั้งนี้

ในการวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมสารแบเรียม - สทรอนเซียมทิตาเนต ($\text{Ba}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{TiO}_3$) ที่เจือด้วยสารแอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_3) และมีการเจือเพิ่มด้วย TiO_2 ส่วนที่เกินปกติ (excess TiO_2) และ SiO_2 เพื่อลดอุณหภูมิซินเตอร์ ซึ่งได้แบ่งการทดลองออกเป็น 4 ขั้นตอน คือ

ตอนที่ 1 ศึกษาหาเวลาของการหลอมผสมสารที่เหมาะสม เพื่อให้ผงละเอียดของสารตัวอย่างผสมกันอย่างสม่ำเสมอ โดยทำการศึกษาสารตัวอย่างที่เจือด้วย Sb_2O_3 0.003 โมล นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตอนที่ 2 เมื่อได้เวลาในการหลอมผสมสารที่เหมาะสมแล้ว ทำการศึกษาหาปริมาณของ Sb_2O_3 ที่เหมาะสมเพื่อทำให้เซรามิกแบเรียม - สทรอนเซียมทิตาเนตกลายเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่ำ

ตอนที่ 3 หลังจากทราบปริมาณสารเจือที่เหมาะสมแล้ว ทำการศึกษาหาเวลาที่ใช้ในการซินเตอร์ที่เหมาะสม โดยทำการศึกษาสารตัวอย่างที่เจือด้วย 0.0015 โมล และทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350 °C ด้วยเวลาต่างๆ กัน

ตอนที่ 4 เมื่อได้ปริมาณ Sb_2O_3 และเวลาที่ใช้ในการซินเตอร์ที่เหมาะสมแล้ว นำสารที่ผ่านกระบวนการซินเตอร์แล้ว มาทำขั้วเพื่อศึกษาหาขั้วไฟฟ้าที่เหมาะสมในการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า โดยทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของพีทีซี ค่าความต้านทานของกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่ตกคร่อมสารตัวอย่าง ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของเซรามิกแบเรียม - สทรอนเซียมทิตาเนต

ตอนที่ 5 ทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เพื่อตรวจสอบผลของเวลาที่ใช้ในการหลอมผสมสารหลังการเผาแคลไซน์ ปริมาณสารเจือ และเวลาที่ใช้ในการซินเตอร์ ว่ามีผลต่อโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างอย่างไรบ้าง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ความบริสุทธิ์ 99+% ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company
- 3.1.2 ดิตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9+% ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company
- 3.1.3 สทรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) ความบริสุทธิ์ 99.9+% ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company
- 3.1.4 แอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company
- 3.1.5 ซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.6% ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company
- 3.1.6 อะลูมิเนียมออกไซด์ ความบริสุทธิ์ >99% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic AG, Switzerland
- 3.1.7 กาวเงิน
- 3.1.8 ลวดอะลูมิเนียม
- 3.1.9 ลวดทองแดง
- 3.1.10 แผ่นทองคำ ความบริสุทธิ์ 99.99%
- 3.1.11 เม็ดเงินบริสุทธิ์ 100%
- 3.1.12 ทินเนอร์
- 3.1.13 น้ำกลั่น
- 3.1.14 น้ำมันซิลิโคน
- 3.1.15 ผงอลูมินา
- 3.1.16 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA)
- 3.1.17 เอรานอล

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 ลูกบดเซอร์โคเนีย (ZrO_2)
- 3.2.2 เครื่องชั่งละเอียด ซึ่งได้ละเอียด 0.0001 กรัม
- 3.2.3 แม่พิมพ์ (pundh and die) ใช้ในการอัดสาร

- 3.2.4 เครื่องผสมสาร ใช้ในการผสมสารให้เข้ากันด้วยวิธีผสมเปียก (wet mill)
- 3.2.5 เครื่องอัดไฮโดรลิก
- 3.2.6 เตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น UCF 1600/A ใช้สำหรับการเผาแคลไซต์และซินเตอร์
- 3.2.7 เตาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น 815S ใช้สำหรับเผาภาวเงิน
- 3.2.8 ตู้อบไฟฟ้า ใช้สำหรับอบสารให้แห้ง
- 3.2.9 เครื่องระเหยสารในระบบสุญญากาศ
- 3.2.10 เครื่อง LCZ มิเตอร์ รุ่น HP 4 276 A ใช้สำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปความร้อนของไดอิเล็กตริก (Dissipation Factor) ในช่วงความถี่ 100 Hz-20 kHz
- 3.2.11 เครื่องหมุนผสมสารแบบแม่เหล็ก(magnetic stirrer) พร้อมตัวให้ความร้อน (Hot plate)
- 3.2.12 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (x-ray Diffractometer)
- 3.2.13 กล้องจุลทรรศน์แสง (Polarizing Microscope)
- 3.2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (SEM)
- 3.2.15 เครื่องขัดสาร (Grinder-Polisher) ของบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3
- 3.2.16 เวอร์เนียดิจิตอล วัดได้ละเอียด 0.01 มิลลิเมตร
- 3.2.17 ไมโครมิเตอร์ วัดได้ละเอียด 0.01 มิลลิเมตร
- 3.2.18 กระดาษทรายเบอร์ 100, 220, 400, 800, 1000 และ 1200
- 3.2.19 ครกบดสาร
- 3.2.20 ปีกเกอร์และข้อตักสารขนาดต่าง ๆ
- 3.2.21 Alumina crucible ใช้สำหรับใส่สารเพื่อแคลไซต์
- 3.2.22 แหล่งจ่ายไฟกระแสตรง 0-30 โวลต์
- 3.2.23 มัลติมิเตอร์แบบดิจิตอล พร้อมด้วยเทอร์โมคัปเปิลชนิด k-type
- 3.2.24 ตัวต้านทานขนาด 1500 โอห์ม
- 3.2.25 สายไฟพร้อมแจ็ค
- 3.2.26 กระปุกพลาสติก ใช้สำหรับใส่สาร
- 3.2.27 อิฐทนไฟ
- 3.2.28 ถังมือยาง
- 3.2.29 JCPDS card
- 3.2.30 แท่งแม่เหล็กสำหรับหมุนผสมสาร(magnetic bar)

3.3 วิธีการทดลอง

ในการวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็นหลายสัดส่วน ดังแสดงในแผนภูมิรูปที่ 3.1 และสามารถอธิบายในรายละเอียดได้ ดังนี้

3.3.1 การเตรียมสารตัวอย่าง

1. เตรียมสารที่จะใช้ในการทดลองให้พร้อม ได้แก่ แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ทิตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) สทรอนเชียมคาร์บอเนต (SrCO_3) แอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_3) และซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2) และทำการตรวจสอบสารตั้งต้นด้วย XRD เพื่อตรวจสอบสารก่อนนำมาใช้ว่าเป็นสารที่ต้องการใช้หรือมีเฟสปนเปื้อนเข้ามาหรือไม่

2. ทำการเตรียมสารแบเรียม - สทรอนเชียมทิตาเนต ($\text{Ba}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{TiO}_3$) ที่เจือด้วยแอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_3) โดยมีทิตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) มากเกินปกติ (excess TiO_2) และซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นตัวช่วยในกระบวนการซินเตอร์ริง ด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม โดยมีสัดส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ดังนี้

ตอนที่ 1

$$\text{BaCO}_3 : \text{SrCO}_3 : \text{TiO}_2 : \text{Sb}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 = 0.8 : 0.2 : 1.01 : 0.003 : 0.03 \quad \text{โมล}$$

ตอนที่ 2

$$\text{BaCO}_3 : \text{SrCO}_3 : \text{TiO}_2 : \text{Sb}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 = 0.8 : 0.2 : 1.01 : X : 0.03 \quad \text{โมล}$$

เมื่อ X มีค่า 0.0015, 0.002, 0.03 โมล

ตอนที่ 3

$$\text{BaCO}_3 : \text{SrCO}_3 : \text{TiO}_2 : \text{Sb}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 = 0.8 : 0.2 : 1.01 : 0.0015 : 0.03 \quad \text{โมล}$$

3. ชั่งน้ำหนักของสารแต่ละชนิดตามที่คำนวณได้ด้วยเครื่องชั่งละเอียด และนำไปผสมกันในกระปุกพลาสติก

4. ผสมด้วยเขรานอลและนำไปบดผสมแบบเปียกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้เม็ดบดเซอโรโคเนียเป็นตัวบดและหมุนผสมสาร.

5. นำมาทำให้แห้งบนตัวให้ความร้อน(hot plate) พร้อมคนไปด้วยแท่งแม่เหล็กหมุนผสมสาร(magnetic stirrer)

6. จากนั้นนำไปอบให้แห้งสนิทในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 120 °ซ

7. หลังจากที่เราสารแห้งสนิทแล้วก็นำสารบดให้มีขนาดเล็กลงเนื่องจากการอบในตู้อบไฟฟ้าจะทำให้สารจับตัวเป็นก้อนแข็ง

8. นำสารที่ได้ใส่ใน crucible เมื่อทำการเผาแคลไซน์ (Calcination) โดยเผาที่อุณหภูมิ 1100 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิเป็น 10 °ซ /นาที่ ดังแผนภูมิในรูปที่ 3.2

9. นำสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมาบดให้ละเอียดอีกครั้งเพื่อลดขนาดของสารให้เล็กลง เนื่องจากสารที่แคลไซน์แล้วจะเกาะกันเป็นก้อนแข็ง

สำหรับการศึกษาในตอนที 1 นั้น เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์มาแล้วจะนำไปหมุนผสมสารหลังการแคลไซน์เพิ่มเติมเป็นเวลา 0 (ไม่ได้ทำการหมุนผสมสารเพิ่ม), 12, 24 และ 36 ชั่วโมง จากนั้นทำให้แห้งบนตัวให้ความร้อนและคนด้วยแท่งแม่เหล็กหมุนผสมสาร นำไปอบให้แห้งสนิทในตู้อบไฟฟ้าอีกครั้งหนึ่ง จากนั้นบดให้ละเอียดเช่นเดียวกับที่กล่าวไว้ในข้อที่ 9

10. เติม PVA 3% โดยน้ำหนัก ลงในผงแคลไซน์ที่บดละเอียดแล้วประมาณ 1.5 กรัม ตามอัตราส่วน 2 หยดต่อ 1 กรัมของสาร แล้วอัดขึ้นรูปสารให้เป็นเม็ดด้วยแม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ด้วยแรงดัน 1 ตัน ก็จะทำให้ได้เม็ดสารที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร หนาประมาณ 2 มิลลิเมตร

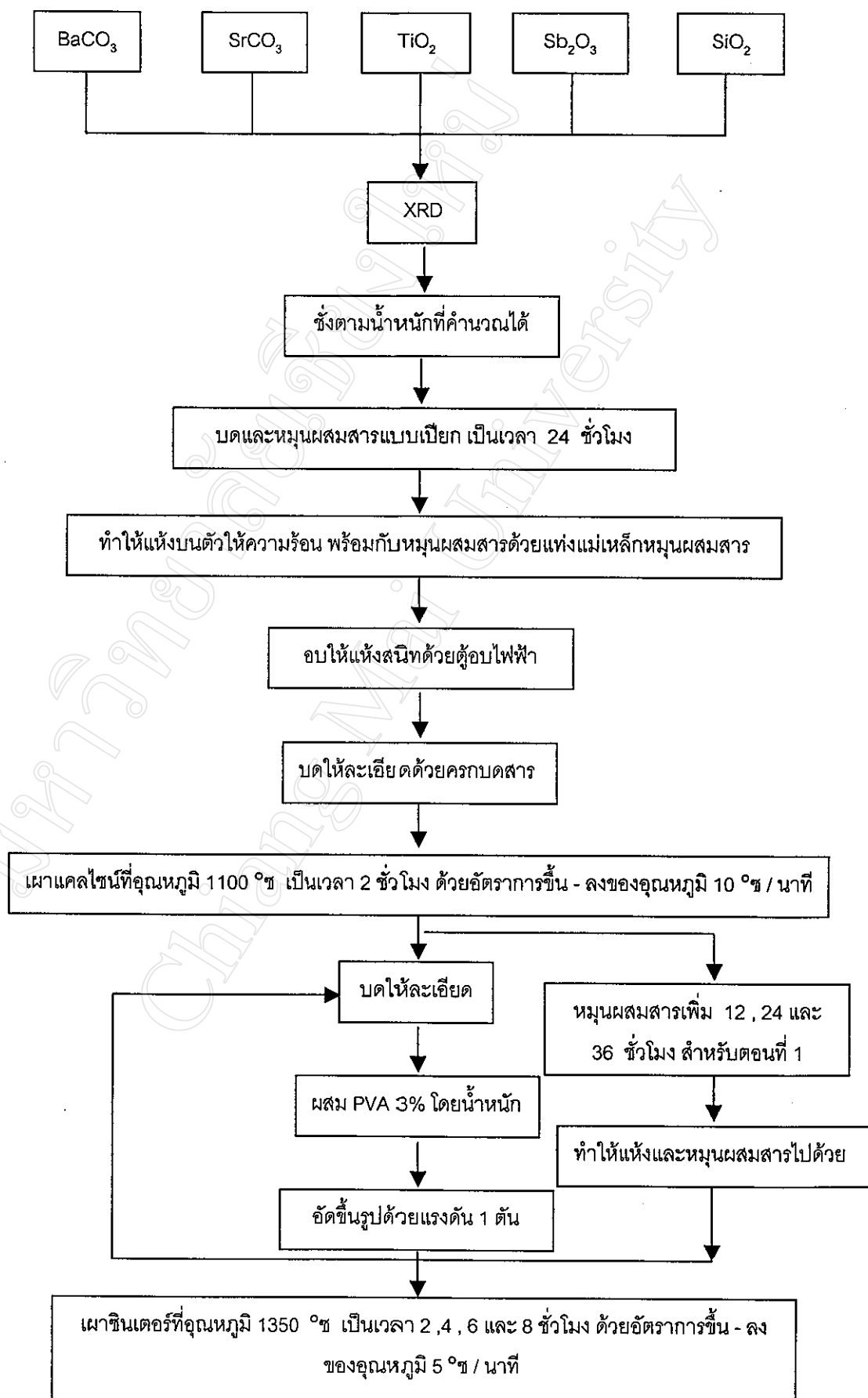
11. นำเม็ดสารที่ได้วางในอิฐทนไฟที่เขาคือเป็นร่องไว้แล้ว โดยแบ่งเม็ดสารออกเป็น 2 กลุ่ม คือ กลุ่มแรกใช้ผง Al_2O_3 เป็นตัวรองพื้น และกลบด้านบนตลอดทั้งเม็ด ส่วนกลุ่มที่สองใช้ ร่องพื้นอย่างเดียวด้วยผง Al_2O_3

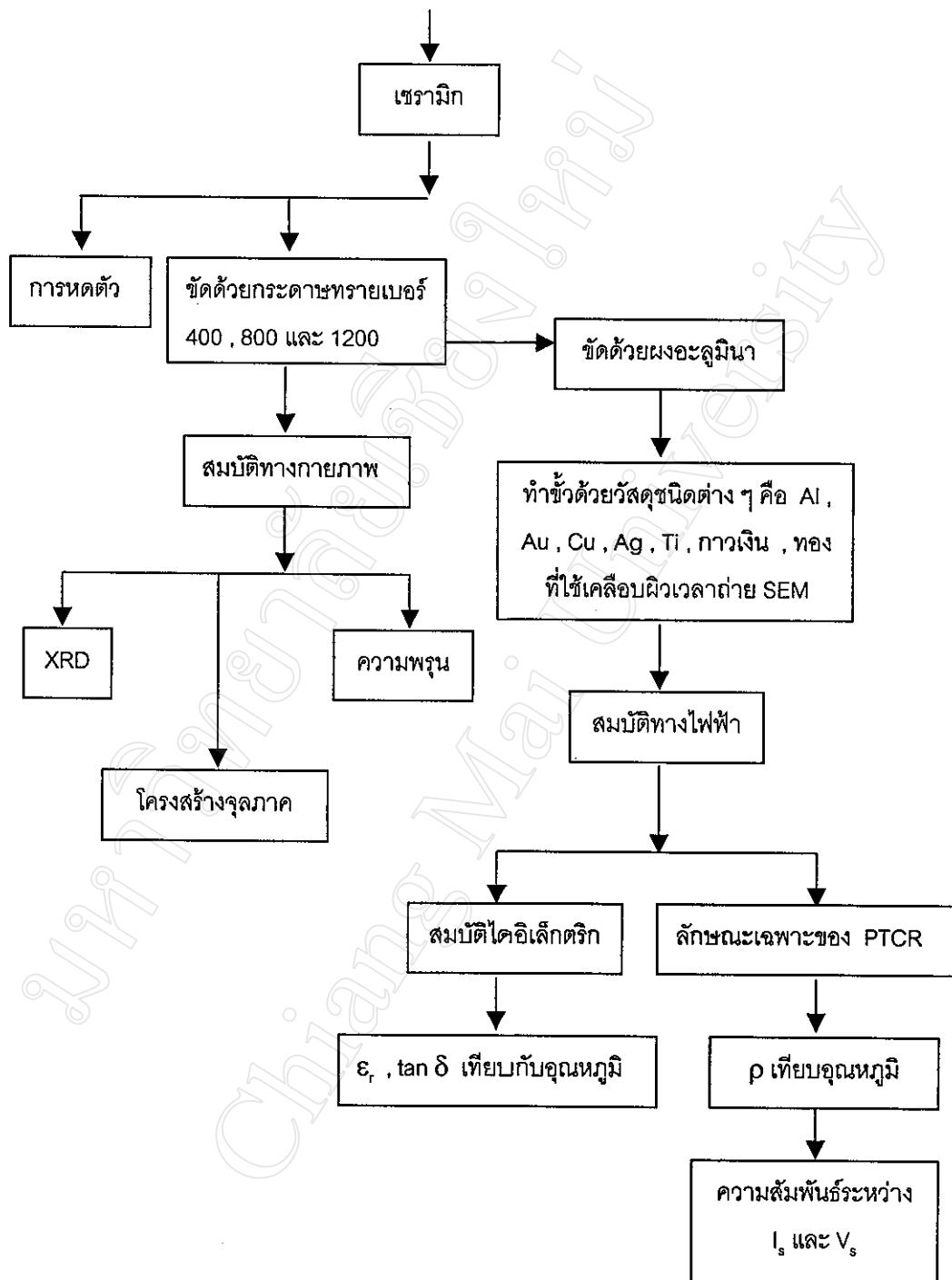
12. จากนั้นสารที่วางอยู่ในอิฐทนไฟไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350 °ซ เป็นเวลาต่าง ๆ กัน คือ

ตอนที่ 1	:	2	ชั่วโมง
ตอนที่ 2	:	2	ชั่วโมง
ตอนที่ 3	:	2, 4, 6, 8	ชั่วโมง

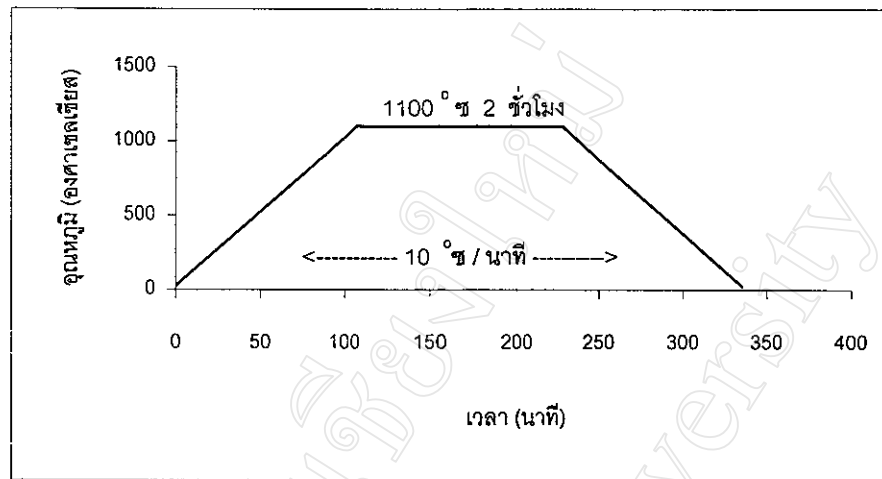
โดยมีแผนภูมิการเผาซินเตอร์ดังรูปที่ 3.4 ซึ่งมีอัตราการขึ้น - ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ /นาที่ และทำการเผาแซ่ที่อุณหภูมิ 500 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อไล่สาร PVA ให้ออกจากสารตัวอย่าง

13. นำสารที่ผ่านการซินเตอร์แล้วมาปิดเอาผงอะลูมินาออก ก็จะได้เซรามิกที่สามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการทดลองขั้นต่อไป

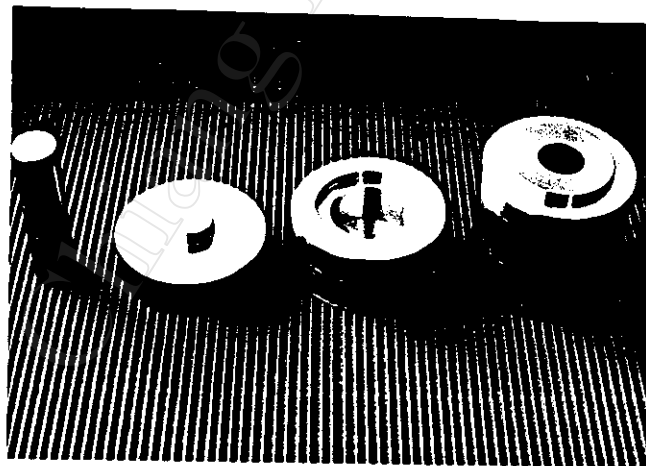




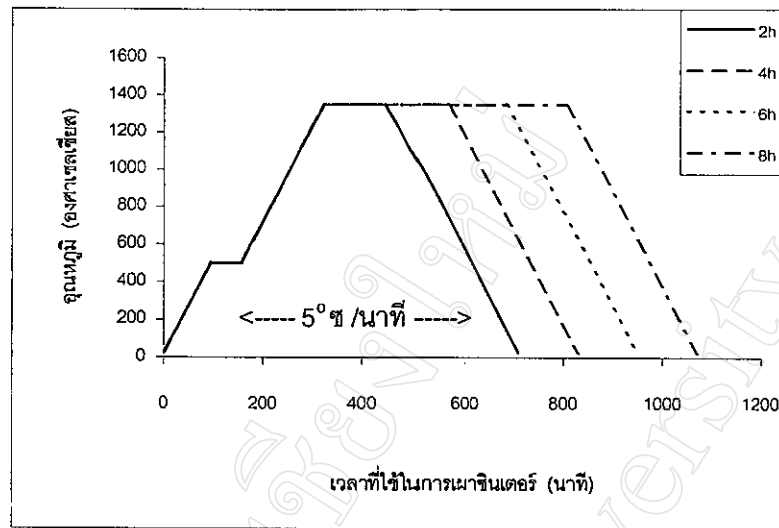
รูปที่ 3.1 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง



รูปที่ 3.2 แผนภูมิการเผาแคลไซน์



รูปที่ 3.3 แม่พิมพ์ที่ใช้สำหรับอัดขึ้นรูปสารตัวอย่าง



รูปที่ 3.4 แผนภูมิการเผาซินเตอร์

3.3.2 การตรวจสอบสารตัวอย่างด้วย XRD

ในขั้นตอนนี้เป็น การตรวจวิเคราะห์ว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้ ว่าเป็นสารตัวอย่างที่เราต้องการจะเตรียมหรือไม่ ตลอดจนทำการวิเคราะห์ผลของปริมาณสารเชื้อที่เติมลงไปว่ามีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารเดิมหรือเกิดเฟสอื่นขึ้นมาหรือไม่ โดยมีวิธีการดังนี้

1. นำสารมาขัดผิวให้เรียบด้วยกระดาษทราย จากนั้นล้างทำความสะอาดให้เรียบร้อย พร้อมกับอบให้แห้ง
2. นำสารไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (x-ray diffractometer) แล้วทำการบันทึกมุม 2θ ออกมาในรูปของพีคการเลี้ยวเบน (Diffraction Pattern)
3. นำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบร็ก

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.1)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

λ คือ ความยาวของคลื่นของเอกซเรย์

(ในกรณีนี้ $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$)

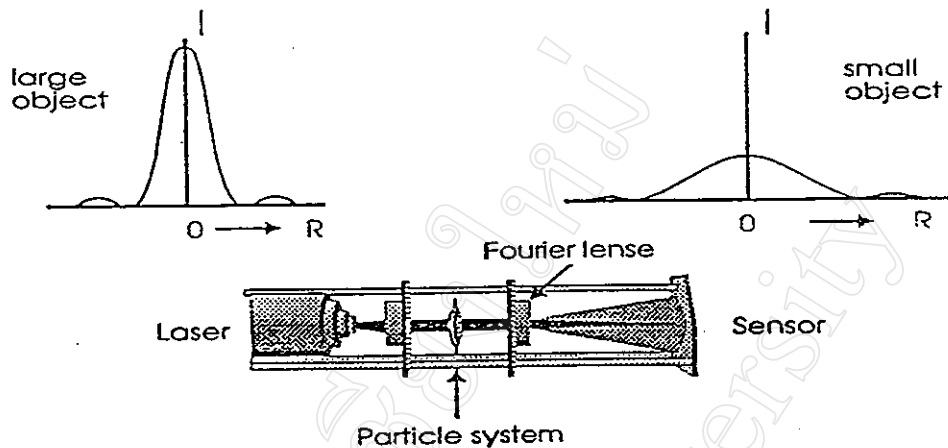
ซึ่งค่า d ที่หาได้จะนำไปเปรียบเทียบกับค่า d-spacing ใน JCPDS card ต่อไป เพื่อตรวจวิเคราะห์หาว่าสารที่เตรียมไว้เป็นสารที่ต้องการเตรียมหรือไม่ และมีโครงสร้างเป็นแบบใด

3.3.3 การตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของผงละเอียดที่เตรียมได้ โดยใช้ Laser diffraction spectrometer

การตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของผงละเอียดนั้น ทำเพื่อตรวจสอบว่าขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของผงละเอียดของสารตัวอย่างหลังการแคลไซน์ก่อนที่จะนำไปอัดขึ้นรูป เพื่อเผาชินเตอร์ในขั้นตอนต่อไปนั้นมีขนาดเท่าใด กระจายตัวดีหรือไม่

Laser diffractometer ที่ใช้สำหรับการวัดการกระจายตัวและขนาดของอนุภาค อาศัยหลักการพื้นฐานทางฟิสิกส์ คือการเลี้ยวเบนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า กล่าวคือ เมื่อยิง monochromatic light ผ่านอนุภาคจะเกิดรูปแบบของการเลี้ยวเบน โดยความเข้มของรังสีเลี้ยวเบนจะขึ้นอยู่กับ ขนาดของอนุภาค (d) ความยาวโฟกัสของเลนส์ รัศมีหัววัด (sensor) ที่ใช้ตรวจรับแสง และยังขึ้นกับความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสี ถ้าเราวัดอนุภาคขนาดเล็ก มุมของการเลี้ยวเบนจะมีขนาดใหญ่ ส่วนอนุภาคขนาดใหญ่ มุมการเลี้ยวเบนจะมีขนาดเล็ก⁽⁴⁴⁾ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ซึ่งการวัดขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคนั้น สามารถทำได้ดังนี้

1. นำสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว มาอบให้แห้งในตู้อบไฟฟ้าเพื่อไล่ความชื้นในสารตัวอย่าง
2. นำสารที่ผ่านอบแห้งแล้ว มาบดให้ละเอียดด้วยครกบดสารโดยใช้เวลาในการบดเท่ากับเวลาที่ใช้ในบดสารสำหรับอัดขึ้นรูป เพื่อจะได้ทราบขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคก่อนการเผาชินเตอร์
3. หลังจากบดเรียบร้อยแล้ว นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง laser diffraction spectrometer
4. เมื่อนำสารใส่ลงในบริเวณที่ใส่สารสำหรับทำการวิเคราะห์ เครื่องจะทำการสั่นเพื่อให้อนุภาคเกิดการแตกตัวออกจากกัน
5. จากนั้นเครื่องจะทำการคำนวณขนาด และการกระจายตัวของอนุภาคออกมาในรูปของกราฟแจกแจงความถี่ โดยแกน X แทนด้วยสเกล log ของขนาดอนุภาค มีหน่วยเป็น μm และแกน Y แทนด้วยเปอร์เซ็นต์ของปริมาณอนุภาคที่ขนาดต่างๆ นอกจากนี้เครื่องยังคำนวณค่าทางสถิติต่างๆ ให้ด้วยเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูล
6. ถ้าขนาดอนุภาคมีขนาดเล็กเกินไป คือ ต่ำกว่า $0.1 \mu\text{m}$ เครื่องจะไม่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ เนื่องจากเป็นขีดจำกัดของเครื่องมือตัวนี้ที่ไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคที่ต่ำกว่า $0.1 \mu\text{m}$ ได้ ซึ่งถ้ามีขนาดอนุภาคนานี้ เครื่องก็จะมีข้อมูลบอกไว้ด้วย



รูปที่ 3.5 อุปกรณ์การกระเจิงแสงด้วยเลเซอร์ และมุมการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้น ⁽⁴⁴⁾

3.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิกสารตัวอย่างที่เตรียมได้

3.3.4.1 การหาค่าการหดตัว

ในการศึกษาค่าการหดตัวของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เป็นการศึกษาค่าการหดตัวเชิงเส้นเพียงอย่างเดียว เนื่องจากในขั้นตอนของการเผาซินเตอร์นั้นได้นำเอาผงอะลูมินามาวางรองพื้นและกลบเม็ดของสารตัวอย่าง ทำให้มีผงอะลูมินาติดอยู่ที่ผิวของสารตัวอย่าง จึงไม่สามารถวัดการหดตัวเชิงปริมาตรได้ โดยค่าการหดตัวเชิงเส้นนั้นสามารถหาได้โดยวิธีการ ดังต่อไปนี้

1. นำเม็ดสารที่ผ่านการอัดรูปขึ้นรูปแล้ว (green body) มาวัดเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเม็ดสาร (เท่ากับเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของแม่พิมพ์ คือ 14.95 มิลลิเมตร)
2. วัดเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของสารหลังจากการเผาซินเตอร์แล้ว
3. คำนวณหาค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) ของสารได้จากสูตร ⁽³⁸⁾

$$S_L = 1 - \frac{D}{D_B} \times 100\% \quad (3.2)$$

เมื่อ S_L คือ ค่าการหดตัวเชิงเส้น คิดเป็นเปอร์เซ็นต์
 D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเม็ดสารหลังการเผาซินเตอร์
 D_B คือ เส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเม็ดสารก่อนเผาซินเตอร์

3.3.4.2 การหาค่าความพรุน (porosity)

ในการหาค่าความพรุนนี้อาศัยหลักการที่ว่าสารมีความพรุนแบบสม่ำเสมอตลอดทั้งเม็ดสาร ซึ่งสามารถหาค่าความพรุนได้ดังนี้

1. นำสารไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 800 และ 1200 จากนั้นนำไปอบในตู้อบไฟฟ้าให้แห้ง
2. นำสารที่ผ่านการขัดด้วยกระดาษทรายแล้ว ไปถ่ายรูปพื้นผิวด้วยกัลลิ่งโพลาริซ์
3. จากนั้นนำรูปที่ได้มาหาค่าความพรุน โดยวิธีการนับจุดตัดของเส้น (point counting) แล้วนับจุดตัดของเส้นที่อยู่ในรูพรุน และสามารถคำนวณหาค่าความพรุนได้จากสมการที่ 3.3

$$P = \frac{\text{จำนวนจุดตัดของเส้นในรูพรุน}}{\text{จำนวนจุดตัดของเส้นทั้งหมด}} \times 100\% \quad (3.3)$$

เมื่อ P คือ ค่าความพรุนคิดเป็นเปอร์เซ็นต์

3.3.5 การตรวจสอบค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (ρ) เทียบกับอุณหภูมิ

การศึกษาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเทียบกับอุณหภูมิ ทำการตรวจสอบเพื่อศึกษาหาลักษณะเฉพาะของ PTCR ของสารตัวอย่าง สามารถทำได้โดยการวัดค่าความต่างศักย์ที่คร่อมตัวต้านทานขนาด 1.5 k Ω ดังแสดงในรูปที่ 3.6 เพื่อศึกษาหาข้อไฟฟ้าโลหะที่เหมาะสม โดยมีขั้นตอนต่าง ๆ ดังนี้

1. นำสารที่ทำข้อไฟฟ้าด้วยวัสดุชนิดต่าง ๆ มาแล้ว คือ อะลูมิเนียม (Al) ทอง (Au) ทองแดง (Cu) เงิน (Ag) กาวเงิน ไทเทเนียม (Ti) และทองที่ใช้เคลือบผิวของสารตัวอย่างเวลาถ่าย SEM โดยที่ข้อไฟฟ้า Al, Au, Cu และ Ag นั้นทำด้วยวิธีการระเหยสารให้กลายเป็นไอในระบบสุญญากาศ (evaporation) ส่วน Ti และทองที่ใช้เคลือบผิวของสารตัวอย่างเวลาถ่าย SEM ทำด้วยวิธีการสปัตเตอร์ อีกข้อไฟฟ้าหนึ่งคือ กาวเงินทำด้วยวิธีนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 12 นาที โดยมีอัตราการขึ้น - ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °C / นาที มาต่อเข้ากับวงจรดังรูปที่ 3.5 แล้วทำการจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงในช่วง 2-30 โวลต์ให้แก่วงจร แล้วทำการวัดค่าความต่างศักย์ที่ตกคร่อมตัวต้านทานขนาด 1.5 k Ω ในขณะเดียวกันก็ให้ความร้อนแก่สารไปด้วย โดยสารจะแช่อยู่ในน้ำมันซิลิโคนและทำการให้ความร้อนที่ละน้อยด้วยตัวให้ความร้อน (hot plate) พร้อมกับให้แก่ง

แม่เหล็กหมุนในน้ำมันซิลิโคนด้วยเพื่อให้ความร้อนกระจายอย่างทั่วถึง เพื่อเพิ่มอุณหภูมิอย่างช้า ๆ ซึ่งจะช่วยให้สารตัวอย่างร้อนเท่ากับน้ำมันซิลิโคน (ไม่ควรให้ความร้อนเร็วเกินไป เพราะจะทำให้สารตัวอย่างร้อนไม่ทันน้ำมันซิลิโคน) โดยทำการวัดจากอุณหภูมิห้องถึง 240-260 °C

2. ทำการคำนวณหาค่าความต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่างเช่น ได้จากสมการที่ 3.4 คือ

$$R_s = \frac{(V_{dc} - V_R)}{V_R / R} \quad (3.4)$$

เมื่อ R_s คือ ความต้านทานของสารตัวอย่าง (Ω)

V_{dc} คือ ความต่างศักย์ที่จ่ายให้แก่วงจร (V)

V_R คือ ความต่างศักย์ที่ตกคร่อม R

R คือ ตัวต้านทานที่ทราบค่าที่ต่ออนุกรมอยู่ในวงจร ในที่นี้คือ 1.5 k Ω

3. เมื่อทราบค่าความต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่างแล้วก็สามารถคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าได้ดังสมการที่ 3.5 คือ

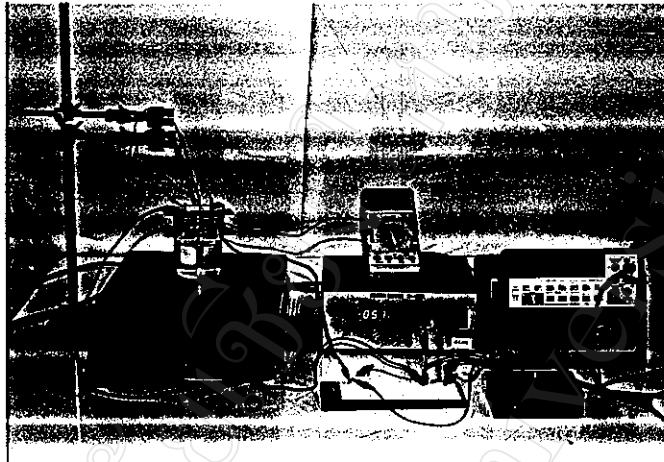
$$\rho = \frac{RA}{d} \quad (3.5)$$

เมื่อ ρ คือ สภาพต้านทานไฟฟ้า มีหน่วยเป็นโอห์ม-เซนติเมตร

R คือ ความต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่าง (โอห์ม)

A คือ พื้นที่ของสารตัวอย่าง มีหน่วยเป็นตารางเซนติเมตร

4. นำค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าที่คำนวณได้ไปเขียนกราฟเทียบกับอุณหภูมิ โดยให้แกน X แทนด้วยอุณหภูมิ และแกน Y แทนด้วยค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า



รูปที่ 3.6 วงจรที่ใช้ในการทดลองเพื่อตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่าง
สภาพต้านทานไฟฟ้าเทียบกับอุณหภูมิ

3.3.6 การตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ ตกคร่อมสารตัวอย่าง

ในการศึกษา ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ตกคร่อมสารตัวอย่างนั้น ทำเพื่อตรวจสอบดูว่าขั้วไฟฟ้าที่ใช้มีลักษณะเป็นแบบโอห์มิก(ohmic contact) หรือแบบไม่เป็นโอห์มิก(non-ohmic contact) เพราะในการศึกษาลักษณะเฉพาะของ PTCR นั้น ขั้วไฟฟ้าที่ใช้จะต้องมีลักษณะเป็นโอห์มิก เพื่อให้ได้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิห้องต่ำสามารถทำได้โดยวัดค่าความต่างศักย์ที่ตกคร่อมตัวต้านทานขนาด $1.5 \text{ k}\Omega$ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 โดยมีขั้นตอนต่างๆ ดังต่อไปนี้

1. นำสารที่ผ่านการตรวจสอบในหัวข้อ 3.3.5 มาแล้ว มาต่อเข้ากับวงจรดังรูปที่ 3.7 แล้วทำการปรับเปลี่ยนกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้แก่วงจร โดยทำการจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงในช่วง 0-30 โวลต์ แล้วทำการวัดค่าความต่างศักย์ที่คร่อมตัวต้านทานขนาด $1.5 \text{ k}\Omega$
2. ทำการคำนวณหาค่าความต่างศักย์ที่ตกคร่อมสารตัวอย่าง ได้จากสมการที่ 3.6

$$V_s = V_{dc} - V_R \quad (3.6)$$

เมื่อ V_s คือ ความต่างศักย์ที่ตกคร่อมสารตัวอย่าง (V)

V_{dc} คือ ความต่างศักย์ที่จ่ายให้แก่วงจร (V)

V_R คือ ความต่างศักย์ที่ตกคร่อมตัวต้านทาน R (V)

3. ทำการคำนวณค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านสารตัวอย่าง เนื่องวงจรที่ทำการทดลองนั้นเป็นแบบอนุกรม ทำให้กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านตัวต้านทานและสารตัวอย่างมีค่าเท่ากันหมด ดังนั้นสามารถหาค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านสารตัวอย่างได้ ดังสมการ

$$I_s = I_R = \frac{V_R}{R} \quad (3.7)$$

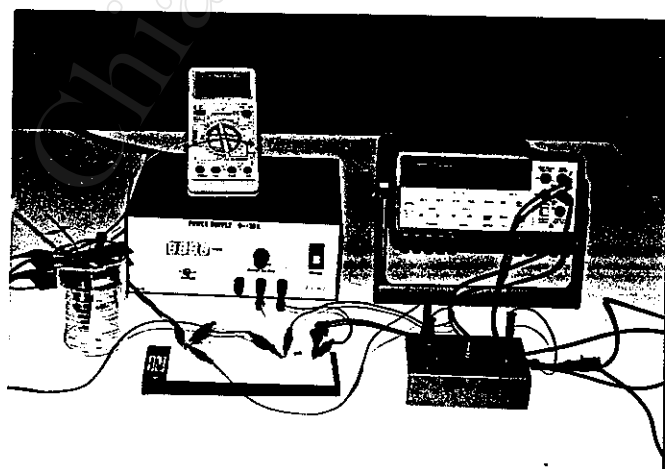
เมื่อ I_s คือ กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านสารตัวอย่าง (A)

I_R คือ กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านตัวต้านทาน R (A)

V_R คือ ความต่างศักย์ที่ตกคร่อมตัวต้านทาน R (V)

R คือ ตัวต้านทานที่ทราบค่าที่ต่ออนุกรมในวงจร ในที่นี้ คือ 1.5 k Ω

4. นำค่า V_s และ I_s ที่คำนวณได้ไปเขียนกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่าง V_s และ I_s โดยทำการวิเคราะห์หว่ากราฟที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นตรงหรือไม่



รูปที่ 3.7 วงจรที่ใช้ในการทดลองเพื่อตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ตกคร่อมสารตัวอย่าง

3.3.7 การตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity, ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กตริก (dissipation factor, $\tan\delta$)

ในการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และส่วนแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กตริกสามารถหาค่าได้โดยใช้เครื่อง LCZ มิเตอร์ รุ่น HP 4276 A ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปความร้อนของไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) ในช่วงความถี่ 100 Hz-20kHz โดยในการวิจัยนี้ได้ทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz และวัดเทียบกับอุณหภูมิที่อุณหภูมิห้องถึง 200 °ซ โดยได้ทำการทดลองดังนี้

1. นำสารที่ทราบค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางหลังจากการขัดด้วยผงอะลูมินาแล้วไปทำขั้วไฟฟ้า ซึ่งในที่นี้ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ ได้กล่าวไว้แล้วในหัวข้อ 3.3.5
2. เมื่อทำขั้วแล้วนำสารมาติดตั้งกับชุดทดลอง ดังรูปที่ 3.8 โดยทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz
3. ให้ความร้อนแก่สารซึ่งแช่อยู่ในน้ำมันซิลิโคนที่ละลายด้วยตัวให้ความร้อน (hot plate) เพื่อเพิ่มอุณหภูมิอย่างช้า ๆ ซึ่งจะช่วยให้สารตัวอย่างร้อนเท่ากับน้ำมันซิลิโคน (ไม่ควรให้ความร้อนเร็วเกินไป เพราะจะทำให้สารตัวอย่างร้อนไม่ทันน้ำมันซิลิโคน) โดยทำการวัดจากอุณหภูมิห้องถึง 200 °ซ
4. ทำการจดบันทึกค่าความจุไฟฟ้าและค่าแฟกเตอร์การสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของทุก 4 °ซ และทำการจดบันทึกอุณหภูมิที่ให้ค่าความจุไฟฟ้าสูงสุดขณะนั้นเป็นอุณหภูมิ (T_o)
5. นำค่าความจุไฟฟ้ามาทำการคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ จากสมการที่ 3.8

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_o A} \quad (3.8)$$

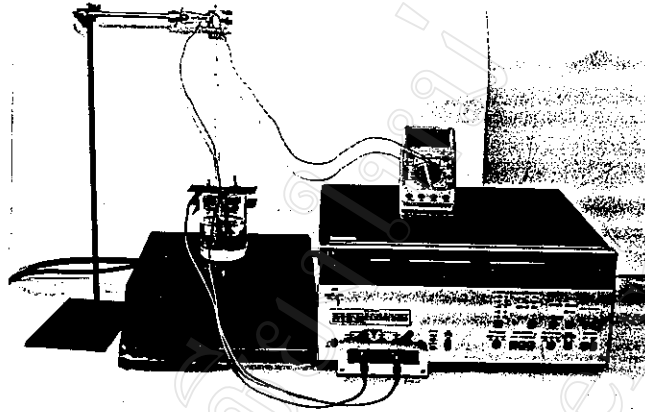
เมื่อ ϵ_r คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์

C คือ ค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยเป็นฟารัด (F)

d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กตริก มีหน่วยเป็นเมตร(m)

A คือ พื้นที่ของไดอิเล็กตริก มีหน่วยเป็นตารางเมตร (m^2)

ϵ_o คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าเท่ากับ 8.854×10^{-12} F/M



รูปที่ 3.8 วงที่ใช้ในการตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย
ในรูปของความร้อนเทียบกับอุณหภูมิ

3.3.8 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้

ในขั้นตอนนี้จะทำการศึกษา ผลของเวลาที่ใช้ในการหมนผสมสารหลังการเผาแคลไซน์ ต่อโครงสร้างจุลภาคสารตัวอย่างที่เจือด้วย Sb_2O_3 0.003 โมล และศึกษาโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างที่เจือด้วย Sb_2O_3 ในปริมาณที่ไม่เท่ากัน และอีกกรณีหนึ่งหนึ่งก็ทำการศึกษาเพื่อดูว่า เวลาที่ใช้ในการซินเตอร์ต่างกันในสารตัวอย่างที่เจือด้วย Sb_2O_3 0.0015 โมล จะมีโครงสร้างจุลภาคที่เหมือนหรือต่างกันอย่างไร

ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคนั้น ทำได้โดยการนำสารที่ผ่านการเผาซินเตอร์มาขัดเอาผงอะลูมินาออกด้วยกระดาษทราย จากนั้นทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยวิธีการหักสารตัวอย่างออกเป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำผิวบริเวณตรงรอยหักไปดูด้วย SEM โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. นำสารตัวอย่างที่ผ่านการหักมาแล้วติดลงบนแท่งทองเหลือง จากนั้นทาด้วยกาวเงินแบบที่ไม่ต้องเผาเพื่อให้บริเวณนั้นนำไฟฟ้าได้
2. นำสารตัวอย่างที่ติดอยู่บนแท่งทองเหลือง ไปเคลือบทองด้วยวิธีการสปัตเตอร์ริง เพื่อลดการสะสมของประจุไฟฟ้าที่ผิวของสารตัวอย่าง
3. จากนั้นนำไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วย SEM และสามารถถ่ายรูปโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างออกมาได้