บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในการวิจัยครั้งนี้ได้เตรียมเลดติตาเนต ($PbTiO_3$) โดยวิธีการ Sinter ที่อุณหภูมิสูงโดยเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนการผสมสาร แรงดันในการขึ้นรูปและเวลาเผาแช่ (Soaking) ให้สารสุกตัว เมื่อเตรียมสารได้แล้วก็จะนำไปเอกซ์เรย์เทียบกับค่ามาตรฐาน และนำมาสร้าง contact เพื่อวัดค่าความจุไฟฟ้าที่อุณหภูมิและความถี่ต่าง ๆ แล้วสามารถคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเลคตริกได้

ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงใช้วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ทดลอง

3.1.1 ตะกั่วออกไซด์ (PbO Lead Oxide extra pure) ผลิตโดยบริษัท E. Merck มวล 223.20 g/mol

3.1.2 ติตาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ > 99 % ผลิตโดยบริษัท Fluka Switzerland มวลโมเลกุล 79.90 g/mol

3.1.3 กาวเงิน (Silver paste)

3.1.4 น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil)

3.1.5 น้ำกลั่น

3.1.6 อลูมิน่า (Al_2O_3)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด (sartorius) ซึ่งควบคุมการทำงานด้วยระบบวงจรอิเลคทรอนิกส์ ใช้ชั่งมวลในช่วง 0-160 กรัม และชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม

3.2.2 แม่พิมพ์ (punch and die) ใช้ในการอัดสาร ดังรูปที่ 3.1

3.2.3 เครื่องอัดระบบไฮโดรลิค (compressive strength) สามารถอัดด้วยแรงดันสูงสุด 5 ตัน ดังรูปที่ 3.2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.1 แสดงแม่พิมพ์และสารตัวอย่าง (Sample)

รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องอัดระบบไฮโดรลิค

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.4 เครื่องผสมสาร (Rolling) ใช้ผสมสารให้เข้ากัน

3.2.5 ครกบด

3.2.6 เตาเผาไฟฟ้าควบคุมอุณหภูมิโดยผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าขดลวด ใช้เผาแคลไซน์ (Calcine) และอบสารหลักทากาวเงินเพื่อทำ contact ดังรูปที่ 3.3

รูปที่ 3.3 แสดงเตาเผาไฟฟ้า

3.2.7 Thermocouple และ Temperature indicators ใช้สำหรับวัดอุณหภูมิในเตาเผา สามารถวัดอุณหภูมิได้ถึง 1600°C

3.2.8 ตู้อบไฟฟ้า ใช้สำหรับอบสารให้แห้ง

3.2.9 เทอร์โมมิเตอร์ ขนาด 0 - 400°C ใช้วัดอุณหภูมิของ Sample ใน Silicone oil

3.2.10 SANWA multimeter YX-360 TR

3.2.11 เวอร์เนียร์วัดได้ละเอียด 0.001 เซนติเมตร

3.2.12 บีกเกอร์ขนาดต่าง ๆ ช้อนตักสาร รวมทั้งหลอดทดลองขนาดต่าง ๆ

3.2.13 เครื่อง x-ray diffractometer

3.2.14 กระดาษทราย เบอร์ 280 และ 400

3.2.15 Regulated H.V. power supply รุ่น VR-500

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.16 เครื่องกำเนิดความถี่ (Function generator) ซึ่งให้ความถี่ในช่วง 0 - 1.0 MHz. model GAG-808B

3.2.17 ตัวเก็บประจุแบบ Silver mica และแบบ ceramics ใช้สำหรับเป็นตัวเก็บประจุอ้างอิง

3.2.18 ตัวเก็บประจุที่เปลี่ยนค่าได้ (Variable Capacitor)

3.2.19 ตัวความต้านทานขนาดต่าง ๆ (1 K -20 M)

3.2.20 Capacitance metor รุ่น DM-870 ใช้สำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้า

3.2.21 Oscilloscope Model OS-620

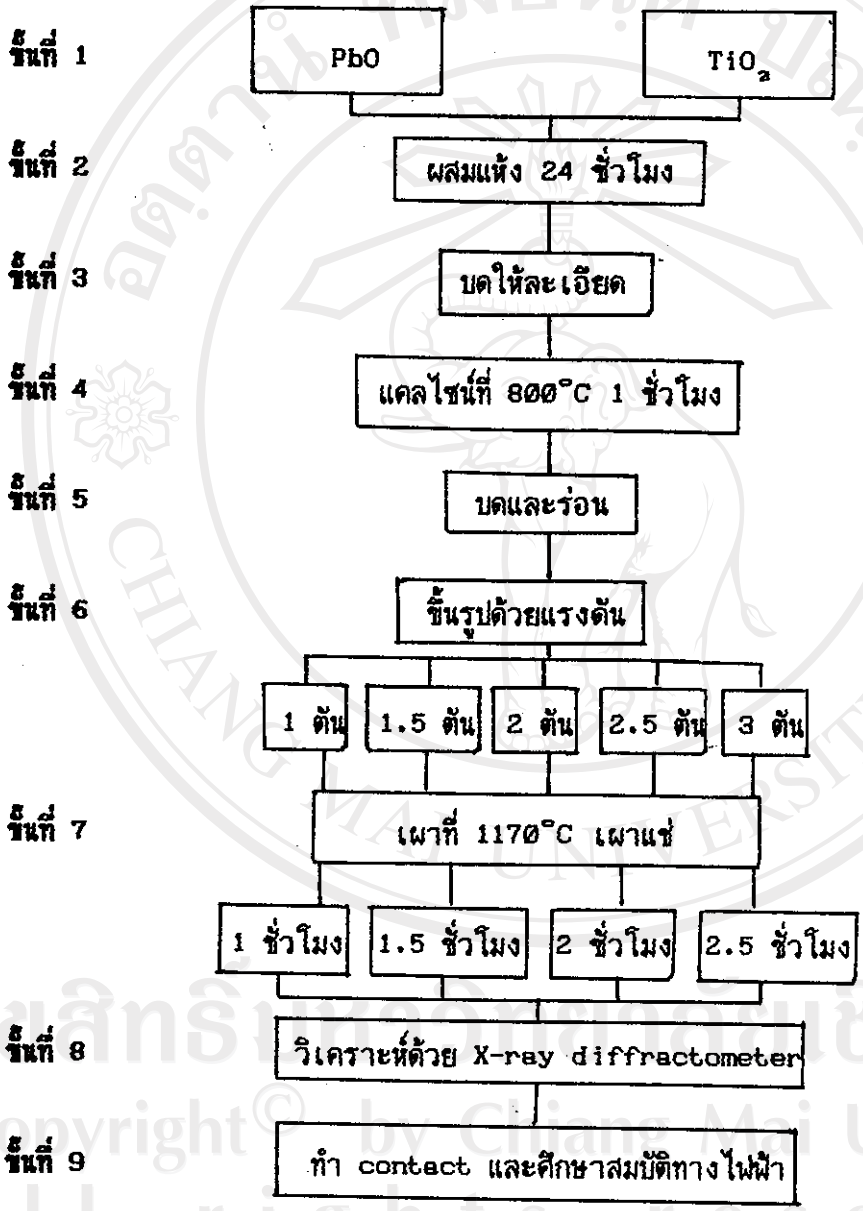
3.3 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1

3.3.1 การเตรียมสารตัวอย่าง ขั้นตอนการเตรียมเป็นดัง diagram

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ขั้นตอนในการเตรียมสารตัวอย่าง



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

อธิบายเพิ่มเติมจาก diagram

ขั้นที่ 1 การเตรียมเลดติตาเนต ($PbTiO_3$) ได้จากการผสมเลดออกไซด์ (PbO) กับติตาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ในอัตราส่วนหลายอัตราส่วน ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนการผสมสารในการทดลอง

ชุดที่	PbO (mole %)	TiO_2 (mole %)
1	1	1
2	9	10
3	10	9
4	8	10
5	10	8
6	7	10
7	10	7

ขั้นที่ 2 การผสมแบบบดแห้ง ทำให้เนื้อสารผสมกันได้ดีโดยใช้เครื่องมือ Rolling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ขั้นที่ 3 นำสารมาบดให้ละเอียด แล้วร่อนด้วยตะแกรงขนาด 100 Mesh

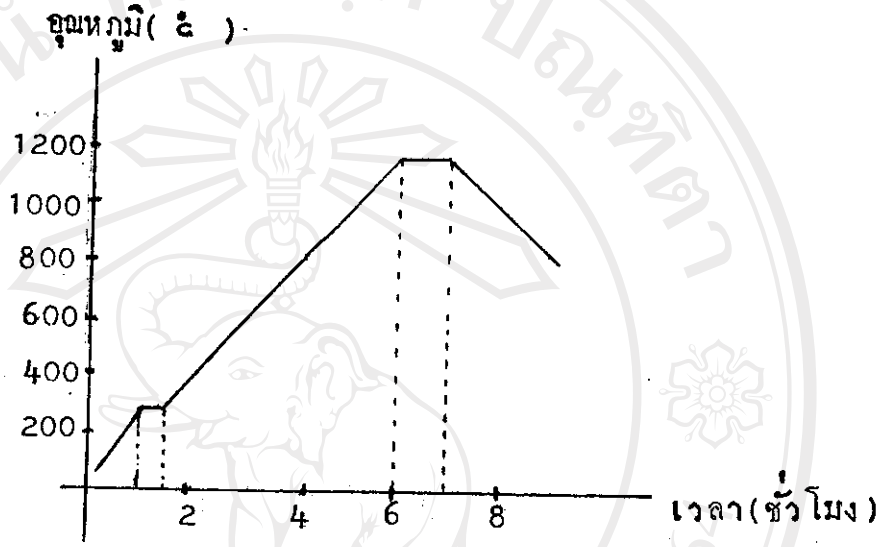
ขั้นที่ 4 เผาแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส เผาแช่ไว้ 1 ชั่วโมง ในการทดลองนี้ขึ้นรูปก่อนการเผาแคลไซน์ ขนาดของสารตัวอย่าง โดยมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2.62 เซนติเมตร หนาประมาณ 4 มิลลิเมตร แรงดันขึ้นรูป 5 ตัน

ขั้นที่ 5 นำมาบดให้ละเอียด และร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 100 Mesh

ขั้นที่ 6 ขึ้นรูปสารตัวอย่าง โดยใช้แม่พิมพ์อัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิค ด้วยแรงดัน 1, 1.5, 2, 2.5 และ 3 ตัน

ขั้นที่ 7 การเผาใช้เตาเผาไฟฟ้า เผาที่ 1170 องศาเซลเซียส แล้วเผาแช่ไว้ด้วยเวลาต่างกัน 4 ชุดคือ 1, 1.5, 2 และ 2.5 ชั่วโมง มีการควบคุมอุณหภูมิ ดังรูปที่ 3.4

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.4 แสดงการควบคุมอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง

อนึ่งในการเตรียมสารก่อนเผาจะต้องใช้ถ้วยเซรามิกส์ครอบสารตัวอย่างไว้ เพื่อป้องกันการระเหยออกไปของตะกั่ว

ขั้นที่ 8 นำสารตัวอย่างบางส่วนบดให้ละเอียด เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย x-ray diffractometer จะได้ diffraction pattern นำไปคำนวณหาค่า d-spacing โดยใช้ Bragg's law คือ

$$2d \sin\theta = \lambda \qquad (3.1)$$

หรือ $$d = \lambda/(2 \sin\theta)$$

เมื่อ λ คือความยาวคลื่นของ x-ray จากเป้าทองแดงมีค่าเท่ากับ 1.5405 °A

d คือ ค่า d-spacing

θ คือ diffraction angle

จากนั้นเปรียบเทียบค่า d-spacing จากที่คำนวณได้กับค่าจาก A.S.T.M. card[6]

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ขั้นที่ 9 การทำ Contact จะต้องขัดสารตัวอย่างด้วยกระดาษทรายเบอร์ 280 และ 400 ทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่น นำไปอบให้แห้ง จากนั้นใช้กาวเงิน (Silver paste) ทาให้ทั่วผิวทั้งสองหน้า ระวังไม่ให้เปื้อนของสารตัวอย่าง ถ้าสารตัวอย่าง มีกาวเงินเปื้อนขอบ กำจัดออกโดยใช้กระดาษทรายขัดออกจนหมด หลังจากทากาวเงินแล้วนำไปอบให้แห้ง ที่อุณหภูมิประ-มาณ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที นำไปเผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า

3.3.2 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเลดติตาเนต

3.3.2.1 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเลคตริก (Dielectric constant) ของ $PbTiO_3$ กับอุณหภูมิ

การศึกษาทำโดยนำสารตัวอย่าง $PbTiO_3$ มาทำเป็นตัวเก็บประจุ แล้ววัดค่าความจุของตัวเก็บประจุขึ้นตัวอย่างที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะใช้วิธีวัดในน้ำมันซิลิโคน (Silicone oil) ในช่วงอุณหภูมิ 40-200 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถหาค่าคงที่ไดอิเลคตริกของตัวเก็บประจุจากความสัมพันธ์

$$\epsilon_r = C_x l/\epsilon_o A \qquad (3.2)$$

เมื่อ ϵ_r = ค่าคงที่ไดอิเลคตริก ของ $PbTiO_3$

C_x = ความจุไฟฟ้าของตัวเก็บประจุ $PbTiO_3$

ϵ_o = ค่าคงที่ไดอิเลคตริกของสุญญากาศ
= (0.0885 pF/cm)

A = พื้นที่หน้าตัดของสารตัวอย่าง

l = ความหนาของสารตัวอย่าง

เนื่องจากในช่วงอุณหภูมิ 40-200°C ค่าคงที่ไดอิเลคตริก มีค่าไม่เปลี่ยนแปลง จึงขยายช่วงอุณหภูมิของการทดลองออกไปถึง 670°C แต่หลังจากอุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส น้ำมันซิลิโคนจะเดือด และระเหยแห้งไป ดังนั้น เมื่อต้องการวัดค่าความจุที่ อุณหภูมิสูงกว่า 250 องศาเซลเซียส จึงต้องนำสารตัวอย่างเข้าเตาเผาไฟฟ้า ดังรูปที่ 3.5 และ 3.6

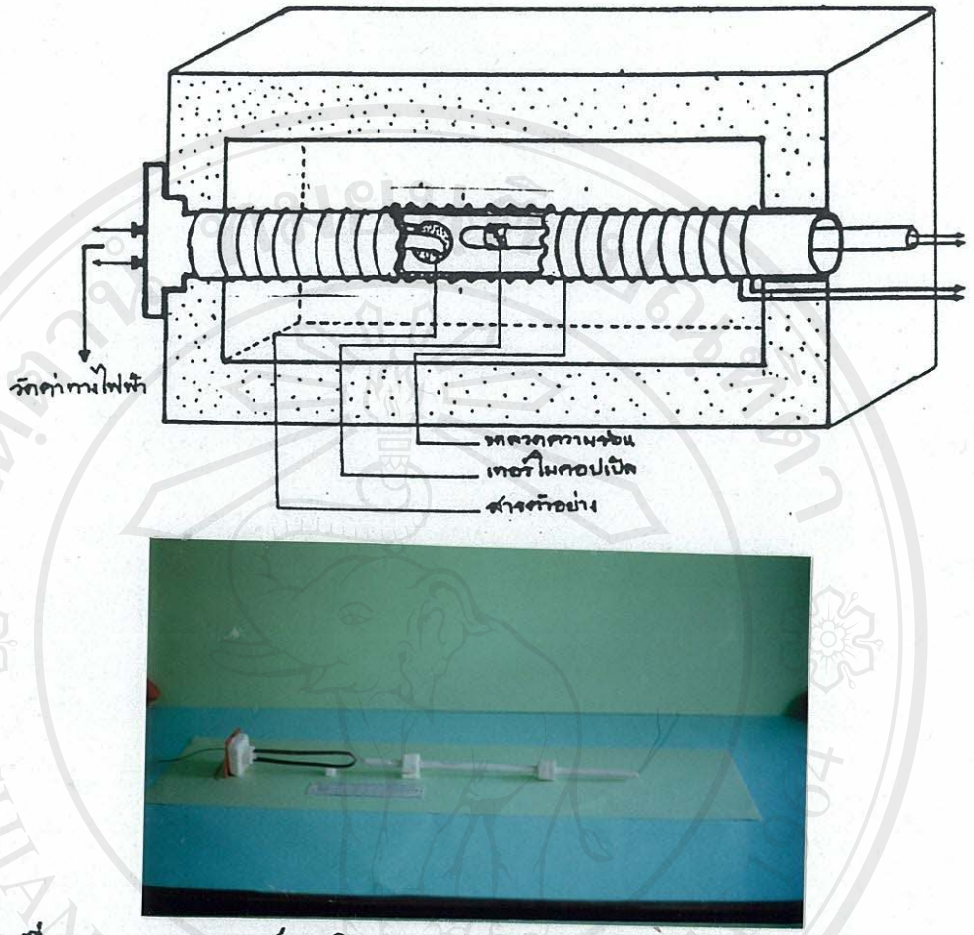
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.5 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้วัดค่าความจุไฟฟ้า โดยใช้เตาเผาไฟฟ้า

จากรูปที่ 3.5

1. อุปกรณ์ควบคุมเตาไฟฟ้า
2. Thermocouple
3. Voltmeter
4. Ammeter
5. Capacitance meter
6. แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้า (Power Supple)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.6 แสดงอุปกรณ์ภายในเตาเผาไฟฟ้า และตำแหน่งของสารตัวอย่างที่จะวัดค่าความจุไฟฟ้า

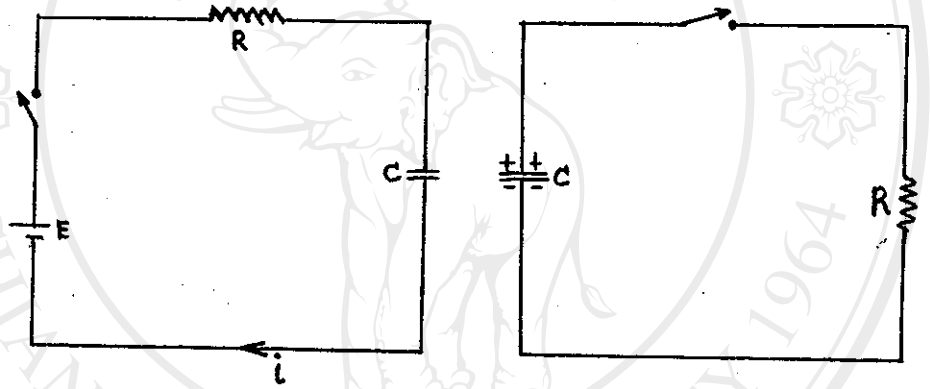
อนึ่ง นอกจากจะวัดค่าความจุไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในช่วง 40-670 องศาเซลเซียสแล้ว ยังมีการวัดค่าของกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ด้วย เพื่อจะศึกษาความสัมพันธ์ของความต้านทานที่อุณหภูมิต่าง ๆ ด้วย

3.3.2.2 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเลคตริก ของ $PbTiO_3$ กับความถี่

ในการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าไดอิเลคตริกของ $PbTiO_3$ กับความถี่ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส ในช่วงความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ถึง 100000 เฮิร์ตซ์ โดยใช้แหล่งกำเนิดสัญญาณ จาก Function generator Model GAG-808B แล้วนำมาต่อเข้ากับวงจร ดังแสดงในรูปที่ 3.10

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การหาค่าความจุโดยวิธีนี้ อาศัยหลักการเมื่อต่อตัวเก็บประจุเข้ากับแหล่งจ่ายไฟจะมีประจุเคลื่อนที่จากแหล่งจ่ายกระแสไปเก็บในตัวเก็บประจุ เรียกว่า การอัดประจุ ในทางตรงกันข้ามถ้านำตัวเก็บประจุที่มีประจุอยู่แล้วไปต่อเข้ากับตัวความต้านทาน ก็จะมีประจุเคลื่อนที่ออกจากตัวเก็บประจุ เรียกว่าการคายประจุ สำหรับอัตราการเคลื่อนที่ของประจุเข้า-ออก จากตัวเก็บประจุ จะขึ้นอยู่กับค่าความจุและความต้านทานที่ต่อในวงจร



รูปที่ 3.7.1, 3.7.2 แสดงวงจรอัด-คายประจุของตัวเก็บประจุ

จากรูปที่ 3.7.1 เมื่อปิดวงจรจะมีกระแสไฟฟ้า i ไหลผ่านความต้านทาน R ไปสะสมเป็นประจุไฟฟ้า q ในตัวเก็บประจุ ซึ่งมีค่าความจุ c ในเวลา t

จากกฎของเคอร์ชอฟฟ์

$$E - iR - q/c = 0 \qquad (3.3)$$

สมการที่ (3.3) นี้สามารถหาค่าประจุ ณ เวลา t ใด ๆ ได้ เมื่อกำหนดให้

$q = 0$ ที่เวลา $t = 0$ จะได้

$$q = q_0(1-e^{-t/Rc}) \qquad (3.4)$$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากรูปที่ 3.7.2 นำตัวเก็บประจุที่มีประจุอยู่จำนวนหนึ่งต่อเข้ากับความต้านทาน เมื่อปิดวงจรจะมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านความต้านทาน R เรียกวงจรนี้ว่า วงจรคายประจุ

จากกฎของเคอร์ชอฟฟ์

$$iR + q/c = 0 \qquad (3.5)$$

จากสมการให้ $q = q_o$ ที่เวลา $t = 0$ จะสามารถหาค่าของประจุ ณ เวลา t ใด ๆ ได้ตามสมการ

$$q = q_o e^{-t/RC} \qquad (3.6)$$

จากสมการที่ (3.6) จะเห็นว่า ประจุลดลงตามเวลา

เมื่อเวลาผ่านไป $t = RC$ (3.7)

สมการที่ (3.7) เรียกว่าค่าคงที่เวลา (RC-time constant)

แทนค่าสมการที่ (3.7) ในสมการที่ (3.4) และ (3.6) จะได้

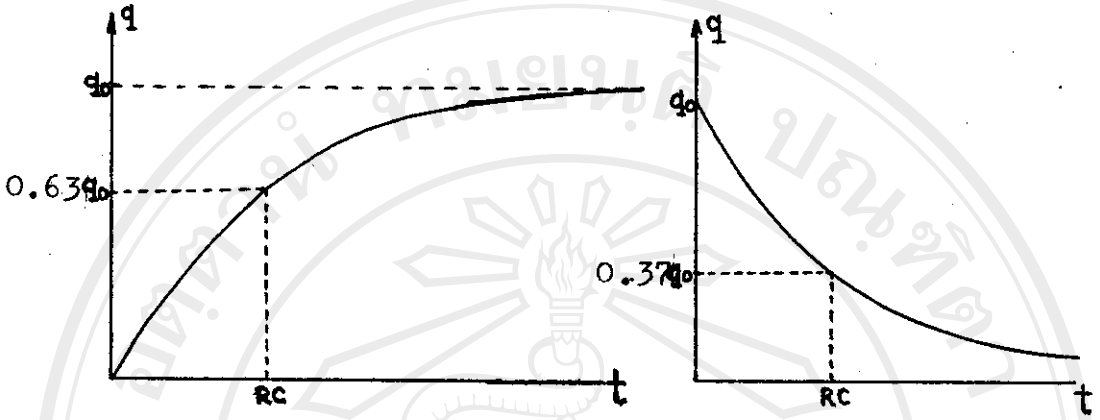
$$q = q_o (1-(1/e)) = 0.63\, q_o \qquad (3.8)$$

และ

$$q = q_o(1/e) = 0.37\, q_o \qquad (3.9)$$

จากสมการที่ (3.8) และ (3.9) สามารถแสดงความสัมพันธ์ระหว่างประจุกับเวลา ดังแสดงในรูปที่ 3.9.1, 3.9.2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.8.1, 3.8.2 กราฟแสดงการอัด-คายประจุ

จากสมการนิยามความจุ c = q/v จะเขียนสมการที่ (3.4) และ (3.6) ใหม่

$$V = V_o (1-e^{-t/RC}) \qquad (3.10)$$

และ $$V = V_o (e^{-t/RC}) \qquad (3.11)$$

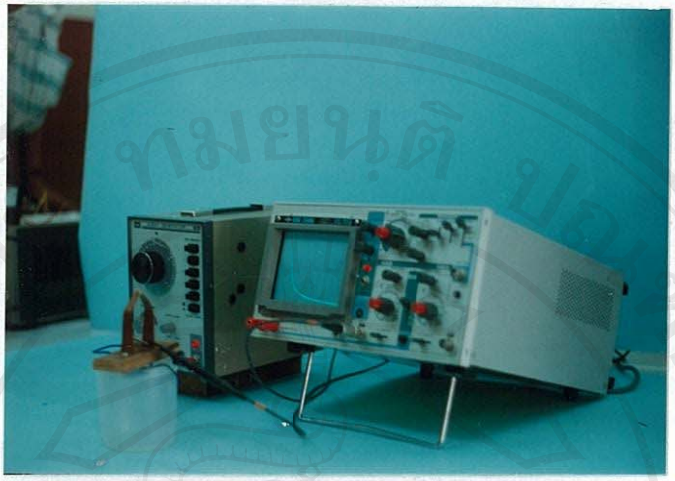
เมื่อ V = ความต่างศักย์คร่อมตัวเก็บประจุขณะใด ๆ

V_o = ความต่างศักย์สูงสุดคร่อมตัวเก็บประจุ

สมการที่ (3.10), (3.11) เป็นสมการที่ใช้อธิบายการอัดประจุ และคายประจุของตัวเก็บประจุ

ในการทดลองเพื่อหาค่าความจุที่ความถี่ต่าง ๆ นี้ จะมีอุปกรณ์ดังแสดงในรูปที่ 3.9

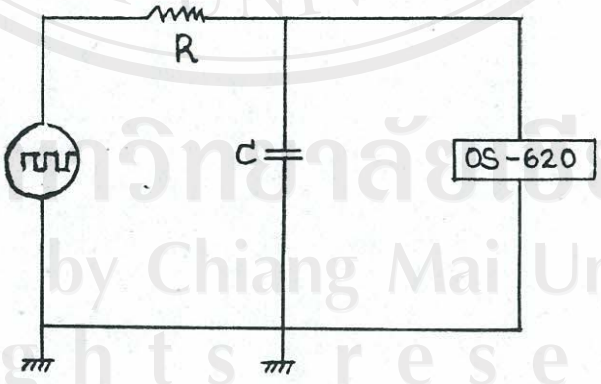
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.9 แสดงอุปกรณ์การวัดค่าความจุที่ความถี่ต่าง ๆ

1. Generator 0-1 MHz
2. Oscilloscope Model OS-620
3. ตัวเก็บประจุมาตรฐานค่าต่าง ๆ (300 pF - 6,000 pF)
4. ความต้านทานค่าต่าง ๆ (10Ω - 100 kΩ)

วงจรที่ใช้ทดลองเป็นดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แสดงวงจรการวัดค่าความจุที่ความถี่ต่าง ๆ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ในการทดลองนั้น แหล่งกำเนิดคลื่นจะให้คลื่นด้วยความถี่ค่าต่าง ๆ ผ่านความต้านทานที่เหมาะสม แล้วผ่านสารตัวอย่าง เมื่อใช้ Oscilloscope จับคร่อมสารตัวอย่าง ปรับสเกลให้เหมาะสมจะได้กราฟเช่นเดียวกับรูปที่ 3.8.2 ซึ่งสามารถหาค่า t ที่ 0.37 V_0 และจากความสัมพันธ์ดังสมการที่ (3.7) จะสามารถหาค่าความจุ (C) ได้

เมื่อทราบค่าความจุแล้ว ก็สามารถหาค่าคงที่ไดอิเลคตริกได้โดยอาศัยความสัมพันธ์ดังสมการที่ (3.2)

อนึ่งค่าความต้านทานจากสมการที่ (3.7) นั้น ต้องคำนึงถึงความต้านทานของ Oscilloscope ที่ความถี่ต่าง ๆ ด้วย ซึ่งแสดงค่าไว้ที่ตารางที่ ผ.49

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved