บทที่ 3
วัสดุอุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในการวิจัยครั้งนี้ ได้เตรียมสารผสมสทรอนเชียมติตาเนตและแคลเชียมติตาเนต โดยใช้สทรอนเชียมคาร์บอเนต ($SrCO_3$) แคลเชียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) และติตาเตียมไดออกไซด์ (TiO_2) ผสมกันด้วยอัตราส่วน 1:1:2 โมล แล้วนำสารผสมไปผ่านขบวนการซินเตอร์ (Sinter) เพื่อให้สุกตัว แล้วนำไปทำเป็นตัวเก็บประจุ วัดค่าความจุไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเลกตริก ในการวิจัยนี้ใช้วัสดุ อุปกรณ์ และมีขั้นตอนการทดลอง ดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สทรอนเชียมคาร์บอเนต ($SrCO_3$) ความบริสุทธิ์ > 98% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemie Switzerland มวลโมเลกุล 147.63

3.1.2 แคลเชียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) ความบริสุทธิ์ > 98% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemie Switzerland มวลโมเลกุล 135.96

3.1.3 ติตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ > 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemie Switzerland มวลโมเลกุล 79.90

3.1.4 นีโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ > 99.9% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemie Switzerland มวลโมเลกุล 265.81

3.1.5 ยิบเตรียมออกไซด์ (Y_2O_3) ความบริสุทธิ์ > 99.9% ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd. Poole England มวลโมเลกุล 225.81

3.1.6 กาวเงิน (Silver paste)

3.1.7 น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil)

3.1.8 น้ำกลั่น

3.1.9 PVA (Polyvinyl Alcohol) ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemie Switzerland

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด ซึ่งควบคุมการทำงานด้วยระบบวงจรอิเลกโทรนิกส์ ใช้ชั่งมวลในช่วง 0-100 กรัม และมีความละเอียดถึง 0.0001 กรัม

3.2.2 ตู้อบไฟฟ้า ใช้สำหรับอบสารที่ชื้นให้แห้ง

3.2.3 เตาเผาไฟฟ้า ซึ่งสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ โดย Thermocouple และมีสเกลสำหรับอ่านค่าอุณหภูมิ ใช้สำหรับเผาแคลไซน์ (Calcine) ก่อนนำไปขึ้นรูปเป็นเม็ด

3.2.4 เตาเผา ซึ่งใช้กาซหุงต้มธรรมดาเป็นเชื้อเพลิง ใช้สำหรับเผาสารตัวอย่างในขบวนการซินเตอร์ (Sinter)

3.2.5 Thermocouple และ temperature indicators ใช้สำหรับควบคุมและวัดอุณหภูมิภายในเตาเผา

3.2.6 ครกบดสาร ใช้สำหรับบดสารก่อนจะผสมและหลังจากแคลไซน์แล้ว

3.2.7 ตะแกรงร่อนสารอย่างละเอียด เบอร์ 300 และ 400 ซึ่งหลังจากผ่านการร่อนแล้ว จะได้สารที่มี particle size น้อยกว่า 53 ไมโครเมตรและ 37 ไมโครเมตร ตามลำดับ

3.2.8 ช้อนตักสาร ปากคีบ บีกเกอร์ และหลอดทดลองขนาดต่าง ๆ

3.2.9 เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก

3.2.10 แม่พิมพ์โลหะสำหรับขึ้นรูปสารให้เป็นเม็ด ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 ซม. และ 2.5 ซม.

3.2.11 กระดาษทรายน้ำอย่างหยาบและอย่างละเอียด สำหรับขัดเม็ดสารตัวอย่างหลังจากเผาแล้ว

3.2.12 ไมโครมิเตอร์ ซึ่งมีความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร ใช้สำหรับวัดความหนาและเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารตัวอย่าง

3.2.13 เทอร์โมมิเตอร์ ซึ่งสามารถวัดอุณหภูมิได้สูงถึง 400°C ใช้สำหรับวัดอุณหภูมิของน้ำมันซิลิโคน ขณะที่วัดความจุไฟฟ้าของเม็ดสารตัวอย่าง

3.2.14 เครื่องวัด Digital multimeter สำหรับวัดความต่างศักย์และความต้านทาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.15 เครื่องกำเนิดความถี่ (function generator) ซึ่งให้ความถี่ในช่วง 0-1200 กิโลเฮริตซ์

3.2.16 วงจรเชริงบริดจ์

3.3 การเตรียมสารตัวอย่าง

3.3.1 การเตรียมสารผสมสทรอนเชียมนิตาเนตและแคลเชียมติตาเนต

บดสารตั้งต้น คือ สทรอนเชียมคาร์บอเนต ($SrCO_3$) แคลเชียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) และติตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วยครกบดสาร แล้วร่อนด้วยตะแกรงเบอร์ 400 นำสารที่บดและร่อนมาผสมกัน โดยใช้สทรอนเชียมคาร์บอเนต 1 โมล แคลเชียมคาร์บอเนต 1 โมล และติตาเนียมไดออกไซด์ 2 โมล แล้วนำไปหมุน (mill) ให้เนื้อสารเข้ากันเป็นเวลา 10 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาขึ้นรูปเป็นเม็ดขนาดใหญ่ แล้วนำไปเผาแคลไซน์ (calcine) ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเป็นการขับไล่สิ่งเจือปนออกจากเนื้อสาร แล้วปล่อยให้เย็นตามธรรมชาติ

3.3.2 การเตรียมส่วนผสมสทรอนเชียมติตาเนตและแคลเชียมติตาเนต เติมสารเจือ

การเตรียมสารตัวอย่างชุดนี้ ดำเนินการตามขั้นตอนเหมือนกับ 3.3.1 เพียงแต่นำสารเจือ คือ นีโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) เติมลงไปในส่วนผสมเป็นจำนวน 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.12 และ 0.14 โมล เปอร์เซนต์ ตามลำดับ และอีกชุดใช้สารเจืออีกอย่าง คือ ยิบเตรียมออกไซด์ (Y_2O_3) เติมลงไปในส่วนผสมเป็นจำนวน 0.02 โมล เปอร์เซนต์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3.3 การเผาสารตัวอย่าง

นำเม็ดสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว มาบดและร่อนจนละเอียด ผสม PVA (Polyvinyl Alcohol) เพื่อให้เนื้อสารยึดติดกันมากขึ้น จะได้ไม่แตกเมื่อเผา ใช้เนื้อสารจำนวนครั้งละ 0.3 กรัม ใส่ลงในแม่พิมพ์โลหะ อัดด้วยความดันประมาณ 2500 kg/cm^2 จะได้เม็ดสารขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 ซม. บรรจุเม็ดสารลงในกล่องที่ทำด้วยอิฐทนไฟ

แล้วนำไปเข้าเตาเผา ซึ่งใช้กาซหุงต้มเป็นเชื้อเพลิง ค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิ จนกระทั่งได้อุณหภูมิ 1400°C แช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นค่อย ๆ ลดอุณหภูมิลง จนกระทั่งมีอุณหภูมิประมาณ 800°C จึงปิดกาซ

3.4 การตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยรังสีเอกซ์ (X-rays)

นำสารตัวอย่างมาบดให้ละเอียด แล้วอัดลงในแผ่นบรรจุสาร ซึ่งทำได้วยเปอร์สเปค และปาดผิวหน้าให้เรียบ นำไป x-ray ด้วย x-ray diffractometer แล้วคำนวณหา d-spacing โดยใช้สมการจากกฎของ Bragg คือ

$$2\, d \sin\theta = \lambda$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.54 A°

θ คือ Diffraction angle

นำค่า d-spacing ที่ได้จากการคำนวณไปเปรียบเทียบกับค่า d-spacing จาก A.S.T.M card

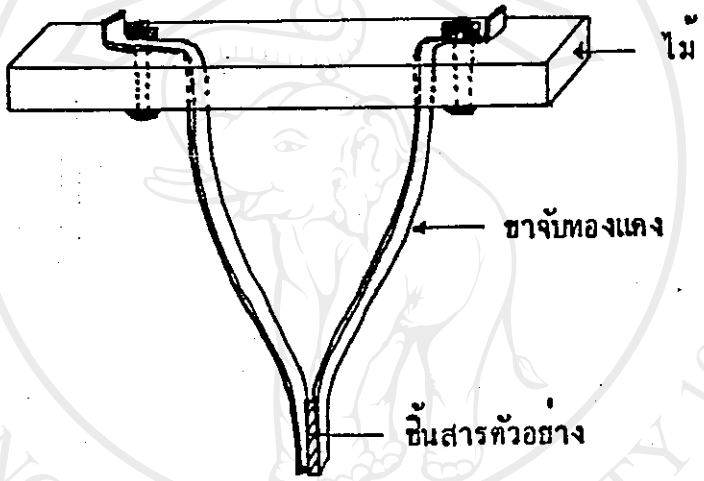
3.5 การเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นตัวเก็บประจุ

นำเม็ดสารที่ได้หลังจากการเผา sinter มาขัดด้วยกระดาษทรายน้ำอย่างหยาบ เพื่อให้มีความหนาลดลง แล้วจึงขัดด้วยกระดาษทรายน้ำอย่างละเอียดให้ผิวหน้าเรียบสม่ำเสมอ ล้างด้วยน้ำกลั่น อบให้แห้ง นำกาวเงิน (silver paste) มาทาลงที่ผิวทั้งสองด้านของเม็ดสาร อบให้แห้งในตู้อบสาร แล้วจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 5 นาที

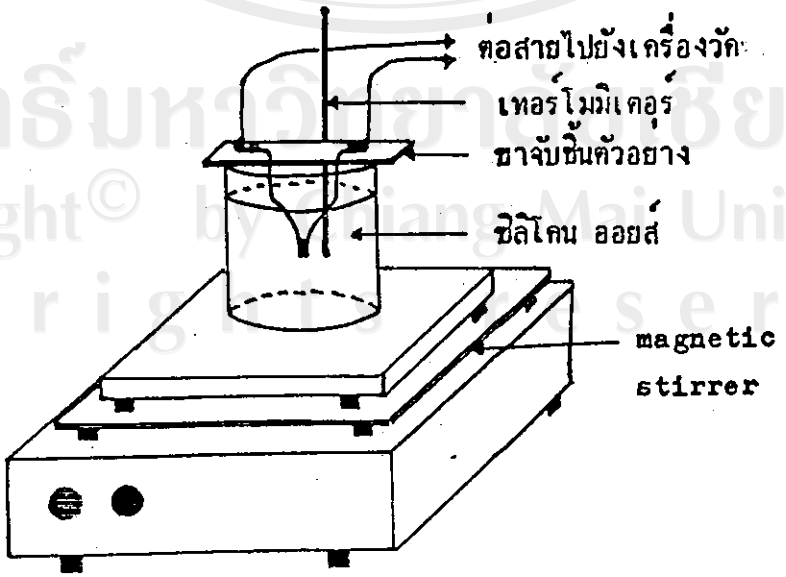
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.6 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเลกตริกของสารตัวอย่างกับอุณหภูมิ

นำเม็ดสารที่ทำเป็นตัวเก็บประจุแล้ว หนีบด้วยขาจับชิ้นสารตัวอย่าง ลักษณะดังรูปที่ 3.1 แล้วนำไปติดตั้ง ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.1 แสดงขาจับชิ้นตัวอย่าง เพื่อใช้วัดความจุไฟฟ้าใน Silicone oil



รูปที่ 3.2 แสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในการวัดความจุไฟฟ้าเทียบกับอุณหภูมิ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

วัดค่าความจุไฟฟ้าของตัวเก็บประจุที่ทำจากสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 30-290 องศาเซลเซียส ด้วย digital C.Meter แล้วคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเลกตริก ตามสมการ

$$\varepsilon_r = \frac{Cd}{\varepsilon_o A}$$

เมื่อ ε_r = ค่าคงที่ไดอิเลกตริกของชิ้นสารตัวอย่าง

C = ความจุไฟฟ้าของตัวเก็บประจุที่ทำจากสารตัวอย่าง

d = ความหนาของชิ้นสารตัวอย่าง

A = พื้นที่หน้าตัดของชิ้นสารตัวอย่าง

ε_o = ค่าเพอร์มิตติวิตีของสุญญากาศ = 0.0885 pF/cm

3.7 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเลกตริกของสารตัวอย่างกับความถี่

ทำได้โดยการวัดความจุไฟฟ้าของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง แต่เปลี่ยนแปลงความถี่ที่ได้จากเครื่องกำเนิดความถี่ในช่วงความถี่ 100 Hz จนถึง 1 MHz ใช้แหล่งกำเนิดความถี่รูป sine จาก function generator ในการวัดความจุไฟฟ้านี้ใช้วงจรเชริงบริดจ์

3.8 การศึกษาค่าความต้านทานของสารชิ้นตัวอย่าง

นำชิ้นสารตัวอย่างที่วัดทำเป็นตัวเก็บประจุแล้ว มาวัดค่าความต้านทานด้วยเครื่องวัด multimeter

3.9 การศึกษาค่าความหนาแน่นของสารชิ้นตัวอย่าง

นำสารชิ้นตัวอย่างของส่วนผสมสทรอนเชียมติตาเนตและแคลเชียมติตาเนต กับส่วนผสมที่เจือสาร Nb_2O_5, Y_2O_3 อย่างละ 1 ชิ้น วัดความหนาและเส้นผ่าศูนย์กลางด้วยไมโครมิเตอร์หลาย ๆ ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย ซึ่งมวลโดยใช้ตาชั่งอย่างละเอียด แล้วหาความหนาแน่น

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จาก $\rho = \frac{m}{V}$

เมื่อ ρ – ความหนาแน่นของสารชิ้นตัวอย่าง

m – มวลของสารชิ้นตัวอย่าง

V – ปริมาตรของสารชิ้นตัวอย่าง

โดย $V = \pi r^2 d$

เมื่อ r – รัศมีเฉลี่ยของสารชิ้นตัวอย่าง

d – ความหนาเฉลี่ยของสารชิ้นตัวอย่าง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved