บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมสารเซรามิกส์ระบบ Ba-Ti-Zr-Sr จากสารตั้งต้น $BaCO_3$, TiO_2, ZrO_2 และ SrO ในอัตราส่วนโมลต่าง ๆ กัน แล้วเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง หลังจากนั้นได้นำสารตัวอย่างที่ได้มาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ซึ่งมีวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้และวิธีดำเนินการทดลองดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ความบริสุทธิ์ > 99%

3.1.2 ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ > 99%

3.1.3 เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9%

3.1.4 สตรอนเชียมออกไซด์ (SrO) ความบริสุทธิ์ 99.5%

3.1.5 อะซีโตน (CH_3COCH_3)

3.1.6 กาวเงิน (Silver paste)

3.1.7 น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil)

3.1.8 น้ำกลั่น (H_2O)

3.1.9 กาซไนโตรเจน (N_2)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องชั่งมวลละเอียด Precisa ซึ่งควบคุมการทำงานด้วยวงจรอิเลคทรอนิกส์ ชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม ดังรูปที่ 3.1

3.2.2 แบบพิมพ์สำหรับอัดเม็ดสาร (Pressing block) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.2

3.2.3 เครื่องอัดไฮโดรลิค สามารถอัดด้วยแรงสูงสุด 100,000 psi ดังรูปที่ 3.3

3.2.4 เตาเผาไฟฟ้า Eurotherm ใช้สำหรับเผาซินเตอร์ ซึ่งสามารถปรับอัตราเพิ่มและลดอุณหภูมิได้อย่างเที่ยงตรง ดังรูปที่ 3.4

3.2.5 ตู้อบไฟฟ้าอุณหภูมิสูงสุด 300° c ใช้สำหรับอบสารให้แห้งดังรูปที่ 3.5

3.2.6 เครื่องผสมสาร (magnetic stirrer) ใช้สำหรับคนสารให้เข้าด้วยกันโดยวิธีผสมเปียก (wet mill) ดังรูปที่ 3.6

3.2.7 digital multimeter รุ่น DM-880

3.2.8 variable DC. Power supply 0-30 Volt

3.2.9 Sweep Function generator 2 MHz. รุ่น EFG-2210

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.10 สายไฟพร้อมแจค

3.2.11 เวอร์เนียร์วัดได้ละเอียด 0.001 เซนติเมตร

3.2.12 เทอร์โมมิเตอร์

3.2.13 บิกเกอร์ขนาดต่าง ๆ และช้อนตักสาร

3.2.14 ครกบดสาร

3.2.15 ตะแกรงร่อนสารขนาด 80 mesh

3.2.16 กระดาษทรายละเอียด

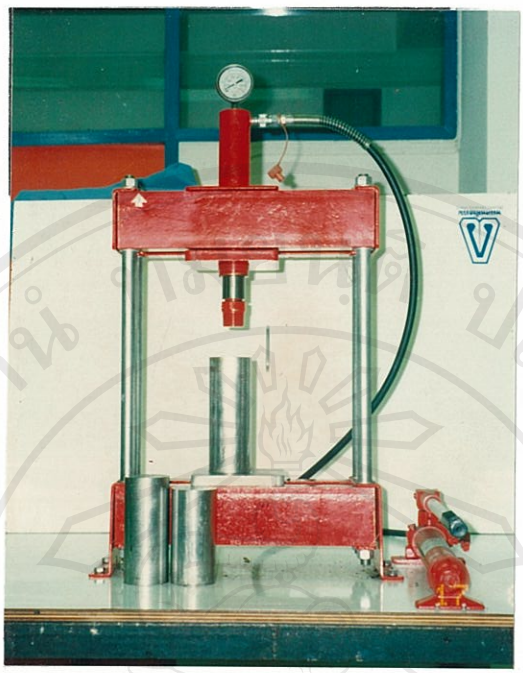
3.2.17 เครื่อง X-ray diffractometer

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.1 เครื่องชั่งมวลละเอียด Precisa

รูปที่ 3.2 แบบพิมพ์สำหรับอัดเม็ดสาร (Pressing block)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.3 เครื่องอัดไฮโดรลิค

รูปที่ 3.4 เตาเผาไฟฟ้า Eurotherm

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.5 ตู้อบไฟฟ้า

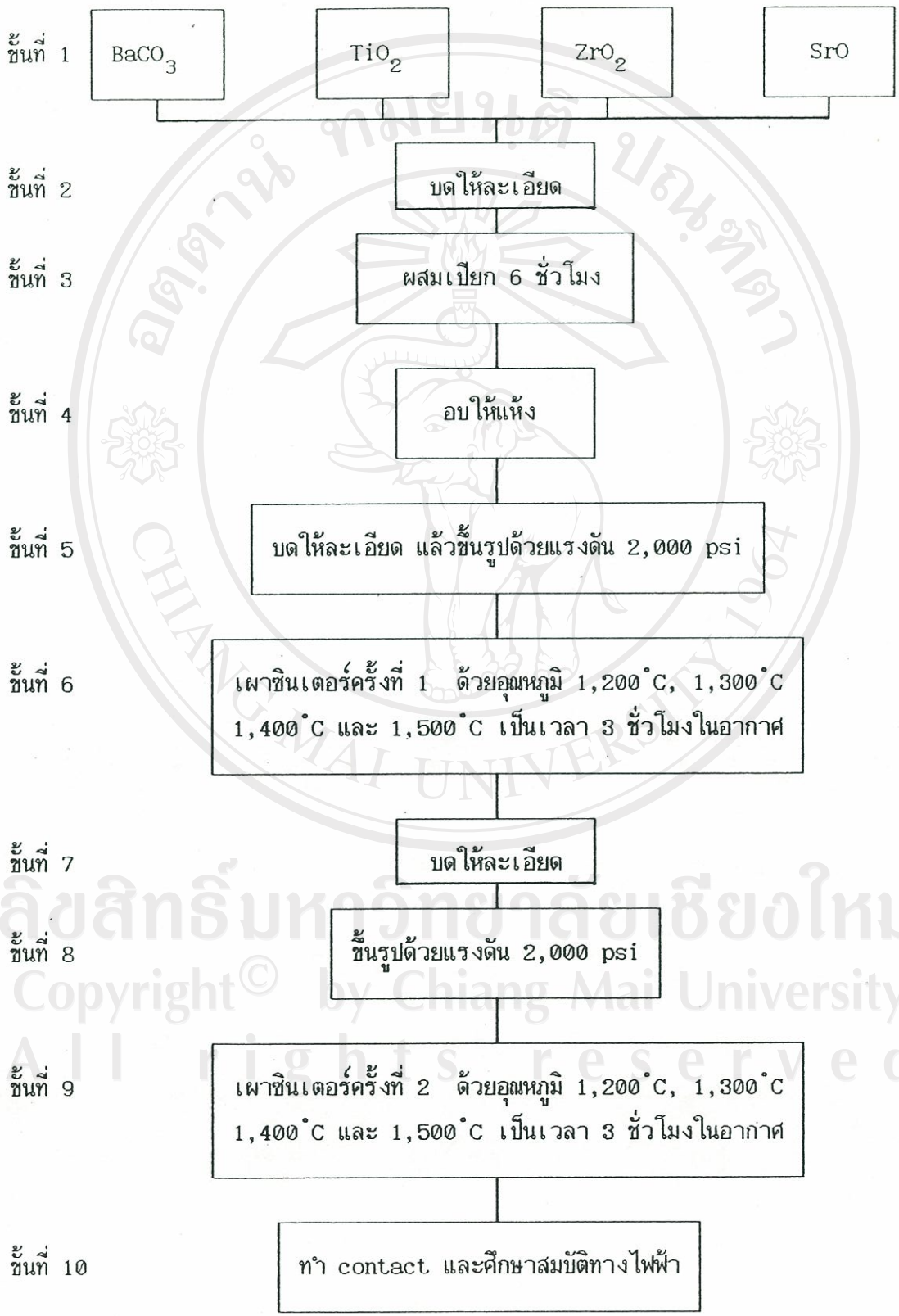
รูปที่ 3.6 เครื่องผสมสาร (magnetic stirrer)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3 วิธีทดลอง

การดำเนินการทดลองในงานวิจัยนี้ ได้แบ่งเป็น 2 ตอน ดังนี้

ตอนที่ 1 เตรียมสารตัวอย่างตามขั้นตอน ดังแผนภูมิข้างล่าง



แผนภูมิ : แสดงขั้นตอนกระบวนการทดลองสำหรับตอนที่ 1

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รายละเอียดของขั้นตอนการทดลองจากแผนภูมิหน้า 23 เป็นดังต่อไปนี้

ขั้นที่ 1 เตรียมสารที่ใช้ในทดลองให้พร้อมได้แก่ แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_2) และสตรอนเชียมออกไซด์ (SrO)

ขั้นที่ 2 นำสารต่าง ๆ ในขั้นที่ 1 แต่ละชนิดมาบดให้ละเอียดด้วยครกบดสาร และนำไปผ่านตะแกรงร่อนสารขนาด 80 mesh เพื่อคัดเลือกความละเอียดของผงสาร

ขั้นที่ 3 นำสารที่ผ่านขั้นตอนที่ 2 ไปชั่งด้วยเครื่องชั่งมวลอย่างละเอียด Precisa เพื่อให้ได้สัดส่วนของสารต่าง ๆ ตามต้องการ นำมาผสมกัน (ดังตารางที่ 3.1) เติมน้ำกลั่นพอประมาณคนให้เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ขั้นที่ 4 นำสารที่ผสมแล้วไปอบให้แห้งด้วยเตาอบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 150°C

ขั้นที่ 5 บดสารที่ผ่านการอบแห้งแล้วให้ละเอียด จากนั้นนำไปขึ้นรูป โดยการอัดแห้ง (dry or dust press) ด้วยแบบพิมพ์โลหะ ที่ความดัน 2,000 psi

ขั้นที่ 6 แยกสารที่ได้จากขั้นที่ 5 ไปเผาซินเตอร์ครั้งที่ 1 ด้วยเตาเผาไฟฟ้า Eurotherm ที่อุณหภูมิ 1,200°C, 1,300°C, 1,400°C และ 1,500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในอากาศตามเงื่อนไข การเพิ่มและลดอุณหภูมิในการเผา* ดังรูปที่ 3.7, รูปที่ 3.8, รูปที่ 3.9 และรูปที่ 3.10 ตามลำดับ

ขั้นที่ 7 บดเม็ดสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาซินเตอร์ครั้งที่ 1 ให้ละเอียดด้วยครกบดสาร

ขั้นที่ 8 ขึ้นรูปโดยการอัดแห้งด้วยแบบพิมพ์โลหะ ที่ความดัน 2,000 psi

ขั้นที่ 9 แยกเม็ดสารที่ขึ้นรูปแล้วไปเผาซินเตอร์ครั้งที่ 2 ตามเงื่อนไขการเผาซินเตอร์ครั้งที่ 1 ในขั้นตอนที่ 6 อีกครั้งหนึ่ง

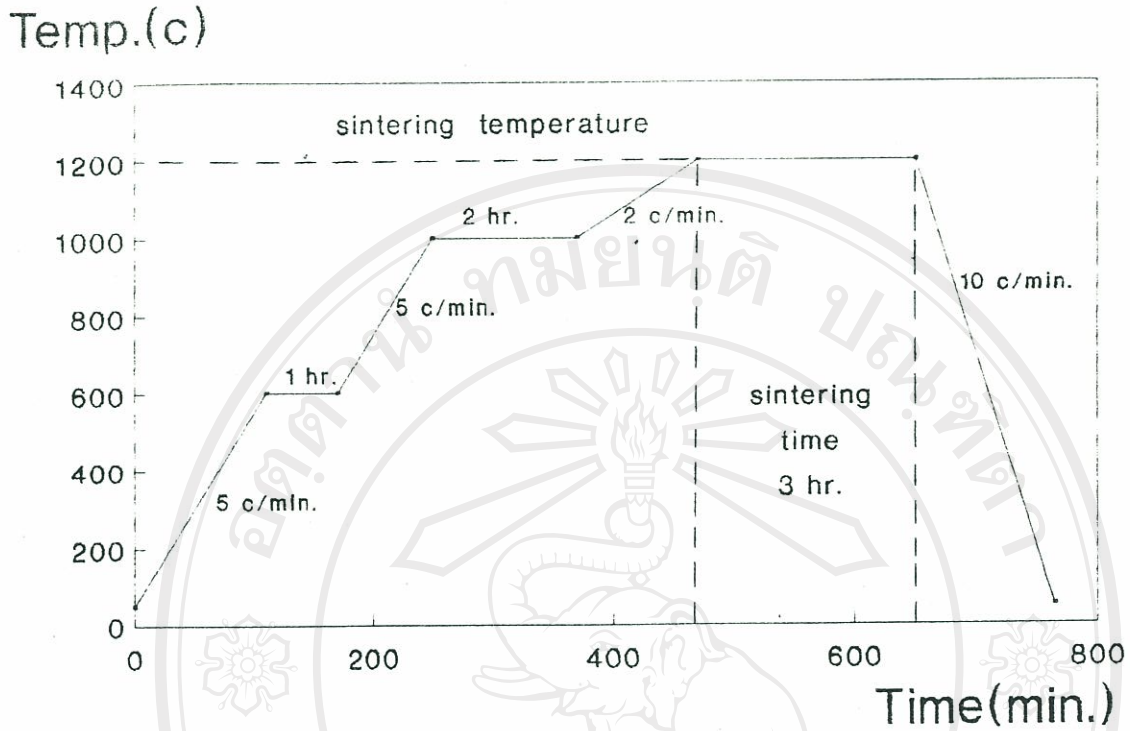
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

หมายเหตุ * การเพิ่มอุณหภูมิจะแบ่งเป็น 3 ช่วง คือ ช่วงแรกจากอุณหภูมิ 50°C ถึง 600°C และช่วงที่สองจาก 600°C ถึง 1,000°C โดยเพิ่มด้วยอัตรา 5°C/นาที เท่ากัน และช่วงที่สามเพิ่มจากอุณหภูมิ 1,000°C ถึง อุณหภูมิที่ต้องการซินเตอร์ (1,200°C, 1,300°C, 1,400°C หรือ 1,500°C) ด้วยอัตรา 2°C/นาที สำหรับการลดอุณหภูมิมีช่วงเดียว คือ ลดจากอุณหภูมิที่ซินเตอร์ถึง 50°C ด้วยอัตรา 10°C/นาที

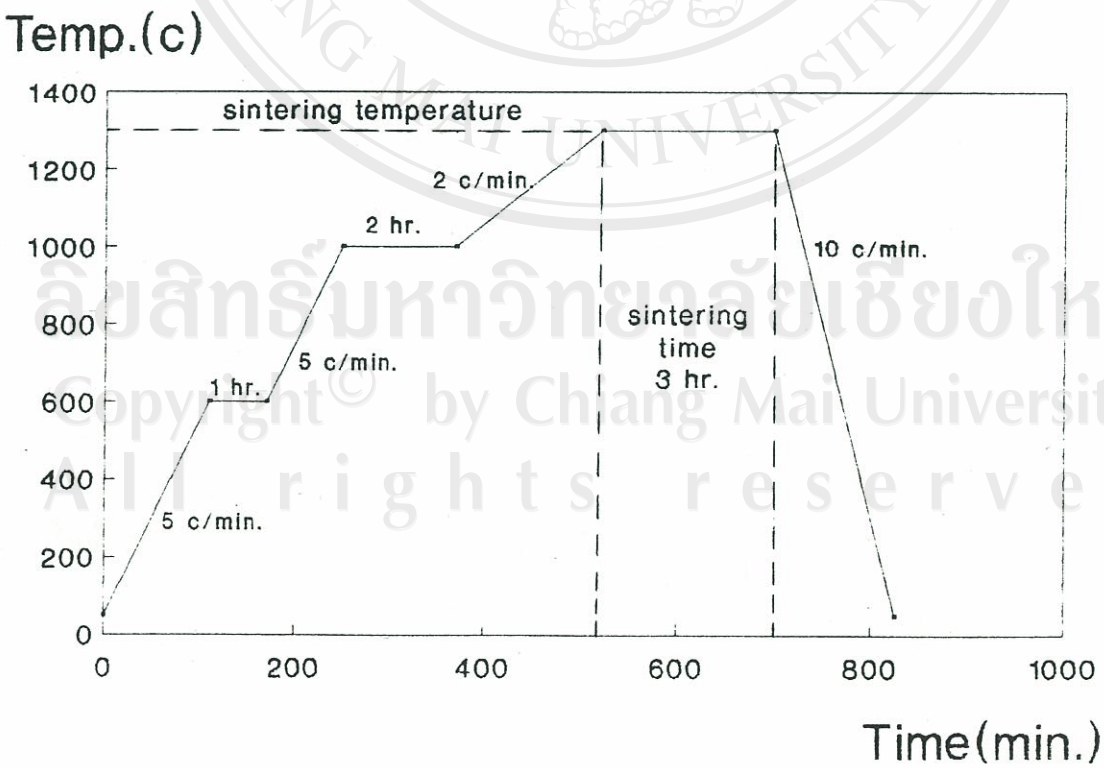
ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนการผสมสารตั้งต้นในการเตรียมสารเซรามิก ระบบ Ba-Ti-Zr-Sr

ชุดที่	ส่วนประกอบ			
	$BaCO_3$ (mole)	TiO_2 (mole)	ZrO_2 (mole)	SrO (mole)
NO.1	1	1	0.5	1
NO.2	1	1	1	1
NO.3	1	1	1.5	1
NO.4	1	1	2	1
NO.5	1	1	1	0.5
NO.6	1	1	1	1.5
NO.7	1	1	1	2
NO.8	1	1	0	0.1
NO.9	1	1	0	0.3
NO.10	1	1	0	0.6

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

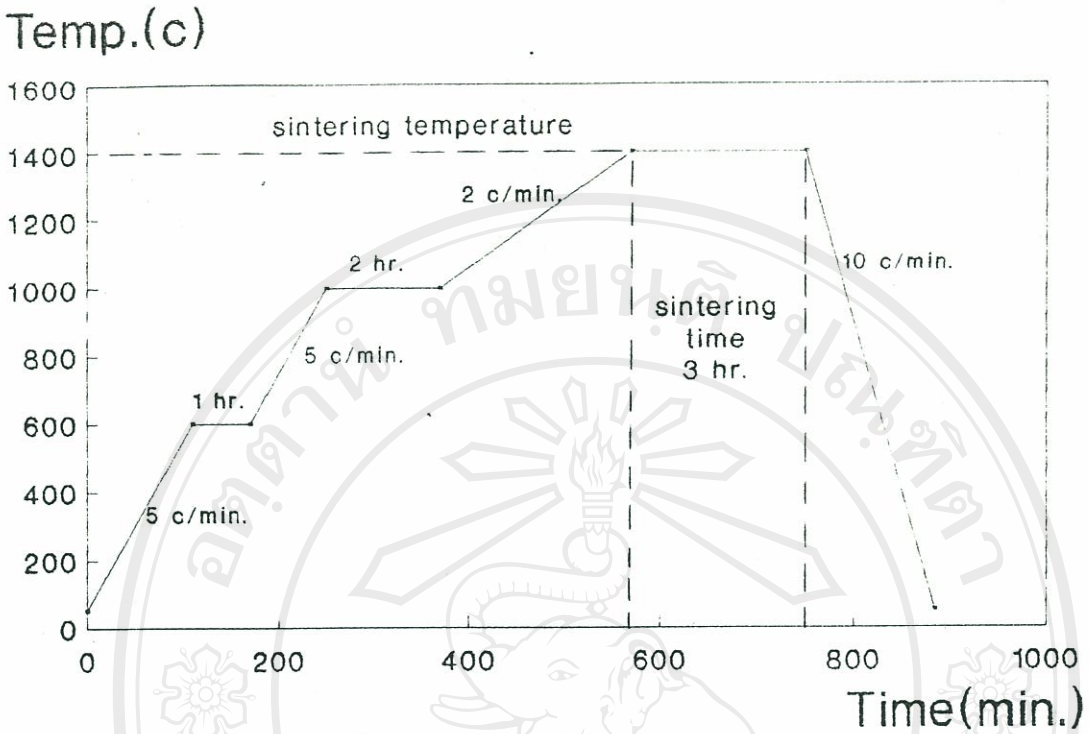


รูปที่ 3.7 แสดงเงื่อนไขในการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200°C

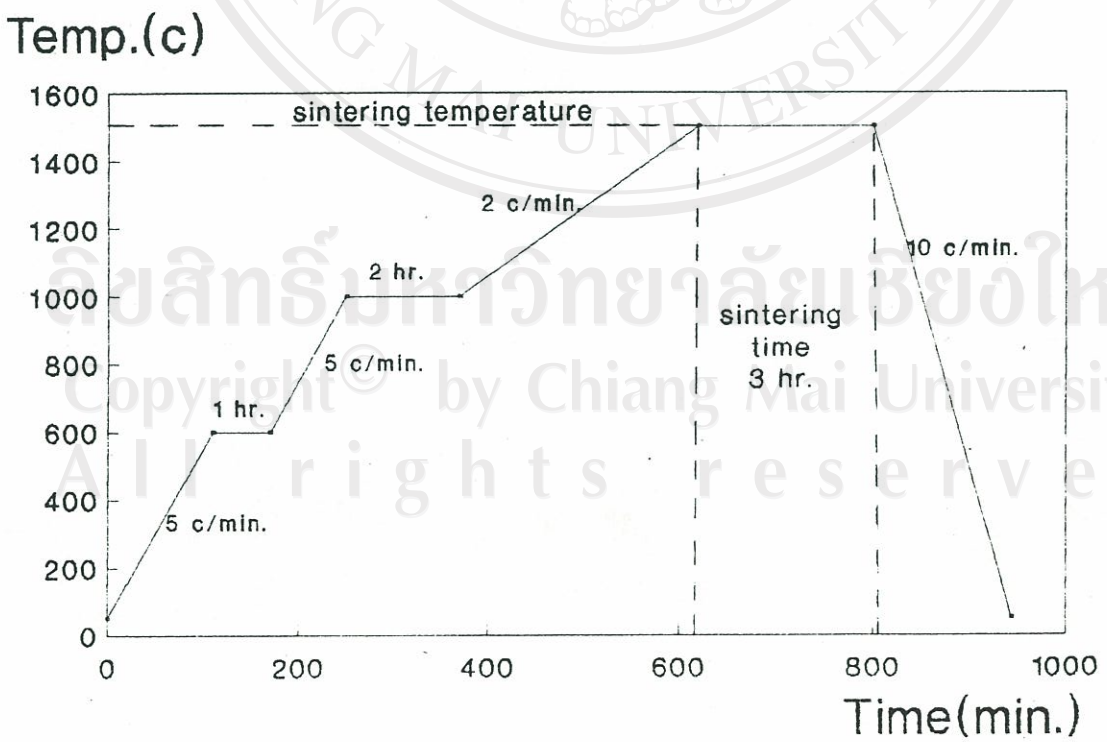


รูปที่ 3.8 แสดงเงื่อนไขในการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,300°C

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



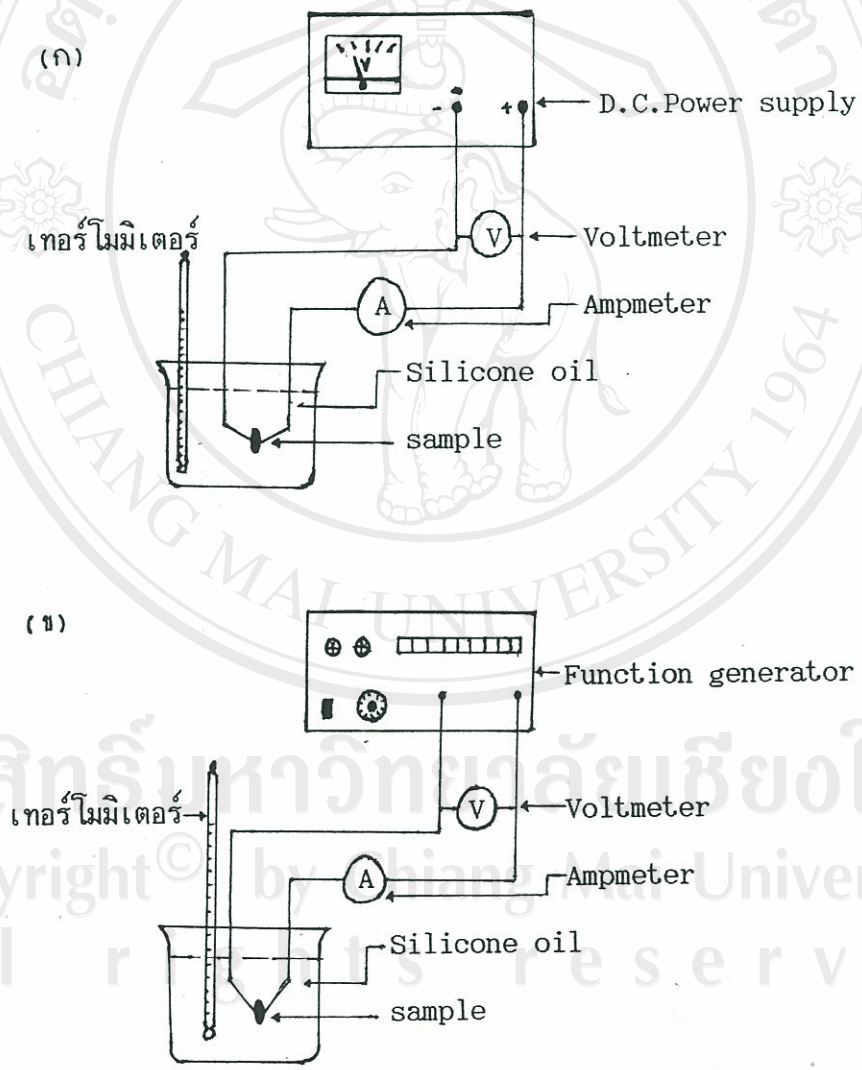
รูปที่ 3.9 แสดงเงื่อนไขในการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,400 °C



รูปที่ 3.10 แสดงเงื่อนไขในการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,500 °C

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ขั้นที่ 10 นำเม็ดสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาซินเตอร์ครั้งที่ 2 แล้วไปขัดผิวหน้าทั้งสองด้านให้เรียบด้วยกระดาษทรายละเอียด ล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น นำไปอบให้แห้ง แล้ววัดขนาดความหนา และเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารตัวอย่างด้วยเวอร์เนียร์ที่มีความละเอียด 0.001เซนติเมตร จากนั้นทาผิวหน้าทั้งสองของสารตัวอย่างด้วยกาวเงิน (Silver paste) ที่ผสมอะซีโตน (Acetone) ให้มีความข้นเหมาะสม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารตัวอย่างไปศึกษาสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ และ loss factor ที่อุณหภูมิและความถี่ต่าง ๆ ด้วยวงจรไฟฟ้าและอุปกรณ์ตามรูปที่ 3.11 และรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.11 (ก) แสดงวงจรไฟฟ้าที่ใช้วัดสภาพต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่าง ๆ
(ข) แสดงวงจรไฟฟ้าที่ใช้หาค่า loss factor ของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิและความถี่ต่าง ๆ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.12 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในวงจรไฟฟ้าตามรูปที่ 3.11

คำอธิบายเกี่ยวกับการคำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าและ loss factor สามารถหาได้ ดังต่อไปนี้

- คำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (resistivity) ของสารตัวอย่าง หาได้จากความสัมพันธ์ของสมการ

$$\rho = \frac{RA}{d}$$

โดยที่ ρ คือ สภาพต้านทานไฟฟ้า (ohm-m)

R คือ ความต้านทานไฟฟ้า (ohm)

A คือ ค่าพื้นที่ผิวหน้าของเม็ดสารตัวอย่าง

d คือ ความหนาของเม็ดสารตัวอย่าง

และจากวงจรไฟฟ้ารูปที่ 3.11 (ก) สามารถหาความต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่างได้ตามสมการ

$$R = \frac{V}{I}$$

เมื่อ V คือ ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่คร่อมสารตัวอย่าง (Volt)

I คือ กระแสไฟฟ้า (Amphere)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

- การคำนวณหาค่า loss factor ของสารตัวอย่าง สามารถหาได้จากสมการ

$$\text{loss factor} = \left(\frac{1.8 \times 10^{10}}{f\rho}\right)$$

เมื่อ f คือ ความถี่จาก out put ของ generator (Hz)
ρ คือ สภาพต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่าง

ตอนที่ 2 มีขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างและการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเหมือนกับตอนที่ 1 เพียงแต่จะเลือกสารตัวอย่างที่เหมาะสมบางอัตราส่วน (ดูจากผลการทดลองตอนที่ 1) แยกเผาซินเตอร์ครั้งที่ 1 ที่อุณหภูมิ 1,200°C และ 1,400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน และเผาซินเตอร์ครั้งที่ 2 ที่อุณหภูมิ 1,400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน โดยการผ่านกาซไนโตรเจนเข้าไปตามท่อให้ความร้อนของเตาเผาไฟฟ้า Eurotherm

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved