

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในการวิจัยนี้ การเตรียมสารแบเรียมติตาเนต (BaTiO_3) ที่เจือด้วยสารดิสไพร์-เซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) เตรียมโดยใช้แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ที่ได้จากการ upgraded ในห้องปฏิบัติการ (ดูในภาคผนวก ข) ผสมกับสารติตาเนียมออกไซด์ (TiO_2) และ ดิสไพร์เซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) โดยวิธีการ Solid State Reaction ด้วยสัดส่วน



และทำการควบคุมความพรุนของสาร โดยการเติมสารอินทรีย์ และนำสารผสมผ่านกระบวนการซินเตอร์ (Sintering) ที่อุณหภูมิสูง แล้วนำสารที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บประจุ เพื่อศึกษาผลของความพรุนต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียพลังงานทางไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิและความถี่ รวมทั้งศึกษาผลของความพรุนต่อค่า Dielectric Strength และโครงสร้างจุลภาค ดังนั้นการวิจัยนี้จะใช้ วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ความบริสุทธิ์ > 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic AG. Switzerland
- 3.1.2 แบเรียมคาร์บอเนต BaCO_3 ที่ได้จากการ upgraded ในห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์ (Electro - Ceramic Research Lab) มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- 3.1.3 ติตาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ > 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic AG. Switzerland
- 3.1.4 ดิสไพร์เซียมออกไซด์ (Dy_2O_3) ความบริสุทธิ์ > 99.9% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic AG. Switzerland
- 3.1.5 โพลีเมทิลเมทาไครเลต $[(\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)(\text{CO}_2\text{CH}_3))_n]$; PMMA (น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 120,000) ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical

- 3.1.6 แอมโมเนียมคาร์บอเนต $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3]$ ผลิตโดย RPE [Reagente Puro Erba]
- 3.1.7 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 37 % ผลิตโดยบริษัท Merck Germany
- 3.1.8 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol ; PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic AG. Switzerland.
- 3.1.9 อะลูมินัมออกไซด์ (Al_2O_3) ความบริสุทธิ์ > 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemic AG. Switzerland.
- 3.1.10 กาวเงิน (silver paste)
- 3.1.11 น้ำมันพืช
- 3.1.12 ทินเนอร์
- 3.1.13 น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด Sartorius ซึ่งควบคุมการทำงานด้วยระบบวงจรอิเล็กทรอนิกส์ ใช้ช่วงมวลในช่วง 0 - 160 กรัม และชั่งได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด Sartorius

3.2.2 เครื่องบดละเอียด (Planetary Ball Mill) ของบริษัท Retch
Type PM4 ใช้เพื่อบดและผสมสารด้วยวิธี wet mill ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องบดละเอียด (Planetary Ball Mill)

3.2.3 แม่พิมพ์ (punch and die) ใช้ในการอัดสาร ดังรูปที่ 3.3



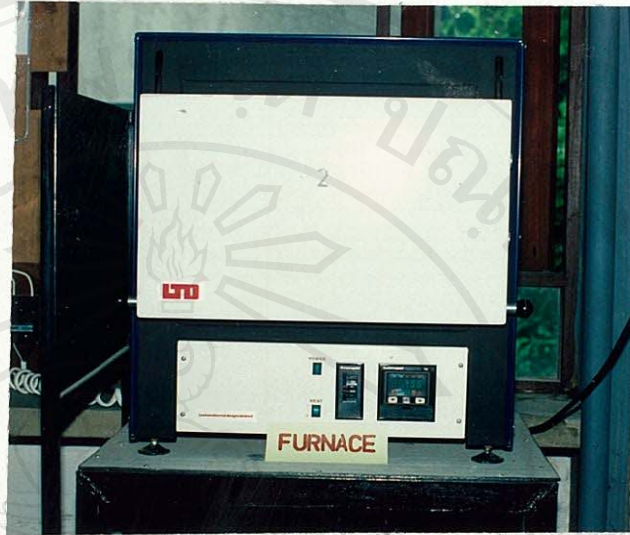
รูปที่ 3.3 แม่พิมพ์สำหรับอัดสาร

3.2.4 เครื่องอัดไฮโดรลิก ซึ่งสามารถอัดได้แรงดันสูงสุด 1000 kg/cm^2
ดังรูปที่ 3.4



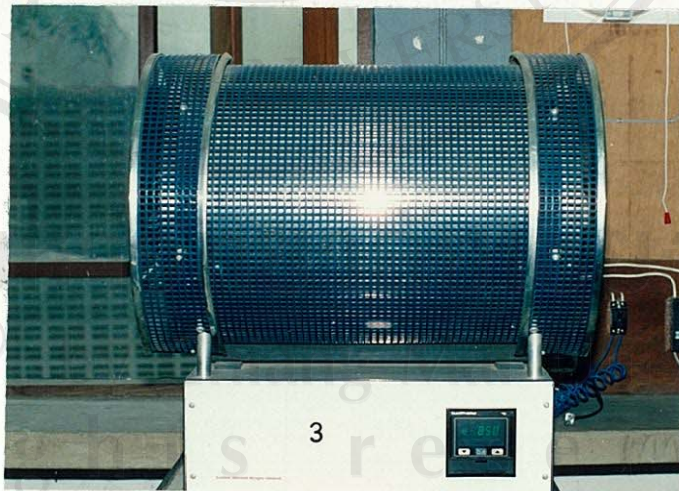
รูปที่ 3.4 เครื่องอัดไฮโดรลิก

- 3.2.5 เตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น UCF 1600/A ใช้สำหรับการแคลไซน์และซินเตอร์ สามารถควบคุมการเพิ่มหรือลดของอุณหภูมิได้โดยการควบคุมของ Microprocessor ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น UCF 1600/A

- 3.2.6 เตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น 815 S ใช้สำหรับเผา膏เงิน (silver paste) และการกัดด้วยความร้อน (Thermal Etching) ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น 815S

3.2.7 ตู้อบไฟฟ้า ใช้สำหรับอบสารให้แห้ง

3.2.8 เครื่อง LCZ Meter รุ่น HP 4276 A ใช้สำหรับวัดค่าความจุและค่า
แฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก (Dissipation Factor) โดย
ความควบคุม ความถี่ได้ในช่วง 100 Hz ถึง 20 kHz ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่อง LCZ Meter รุ่น HP 4276 A

3.2.9 Hot plate รุ่น Corning hotplate PC-101

3.2.10 เทอร์มิเตอร์ขนาด 0 - 200 °C ใช้วัดอุณหภูมิของ sample

3.2.11 เครื่องวัด Breakdown Voltage ผลิตโดยบริษัท Hipotronic
รุ่น HD 100 Series Hipot Tester ดังรูปที่ 3.8



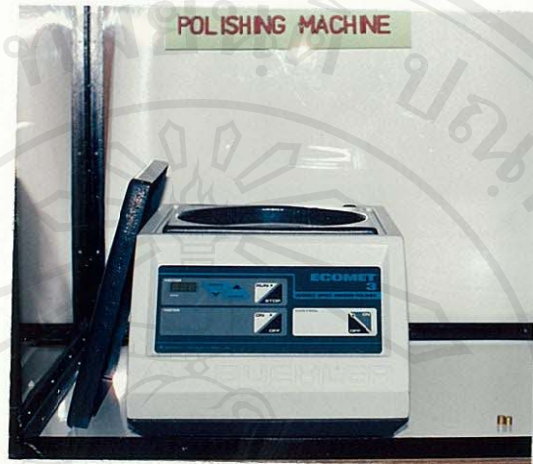
รูปที่ 3.8 เครื่องวัด Hipot Tester

3.2.12 เครื่อง X - Ray Diffractometer (XRD) ของบริษัท JEOL
รุ่น DX-GE-2PC ดังรูปที่ 3.9



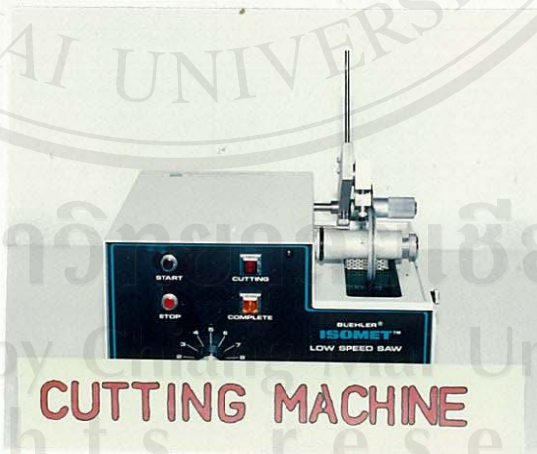
รูปที่ 3.9 เครื่อง X-Ray Diffractometer

3.2.13 เครื่องขัดสาร (Grinder-Polisher) ของบริษัท Buehler รุ่น ECOMET 3 ดังรูปที่ 3.10



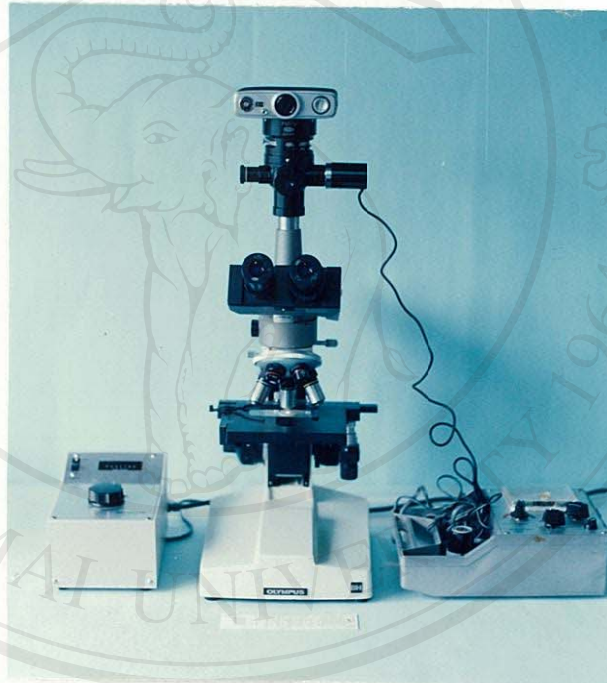
รูปที่ 3.10 เครื่องขัดสาร

3.2.14 เครื่องตัดสาร ของบริษัท Buehler รุ่น ISOMET ดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่องตัดสาร

- 3.2.15 เครื่อง X - Ray Fluorescent (XRF) เพื่อใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุที่อยู่ในสาร
- 3.2.16 เวอร์เนียวัดได้ละเอียด 0.001 เซนติเมตร
- 3.2.17 กระดาษทรายเบอร์ 120 , 280 , 600 และ 1000
- 3.2.18 ครกบดสาร
- 3.2.19 กล้อง Polarizing Microscope สำหรับดู Microstructure



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

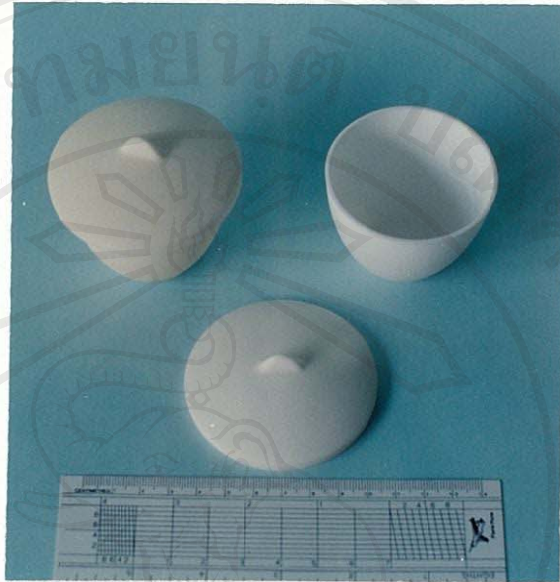
Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

รูปที่ 3.12 กล้อง Polarizing Microscope

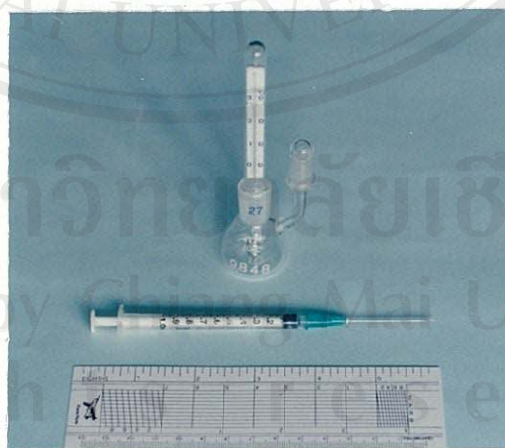
- 3.2.20 บีกเกอร์ขนาดต่าง ๆ และช้อนตักสาร

3.2.21 Aluminar Crusible ใช้ใส่สารเพื่อแคลไซน์และซินเตอร์ ดังรูปที่ 3.13



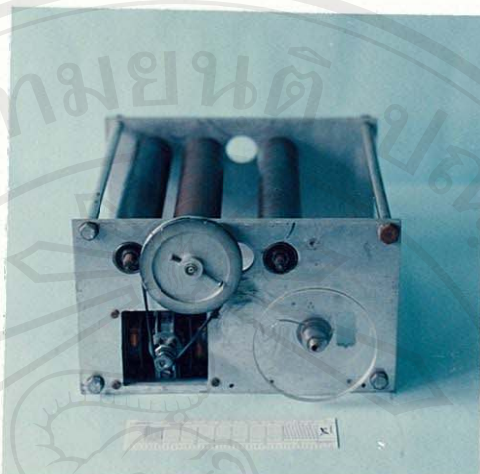
รูปที่ 3.13 Aluminar Crusible

3.2.22 Pyncnometer สำหรับวัดความหนาแน่นของสาร ดังรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เครื่องมือหาความหนาแน่นของสาร

3.2.23 เครื่องผสมสาร (Milling) เพื่อผสมสารอินทรีย์กับสารตัวอย่าง
ดังรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 เครื่องผสมสาร (Milling)

3.2.24 เครื่อง Microfiche เพื่อดู JCPDS card

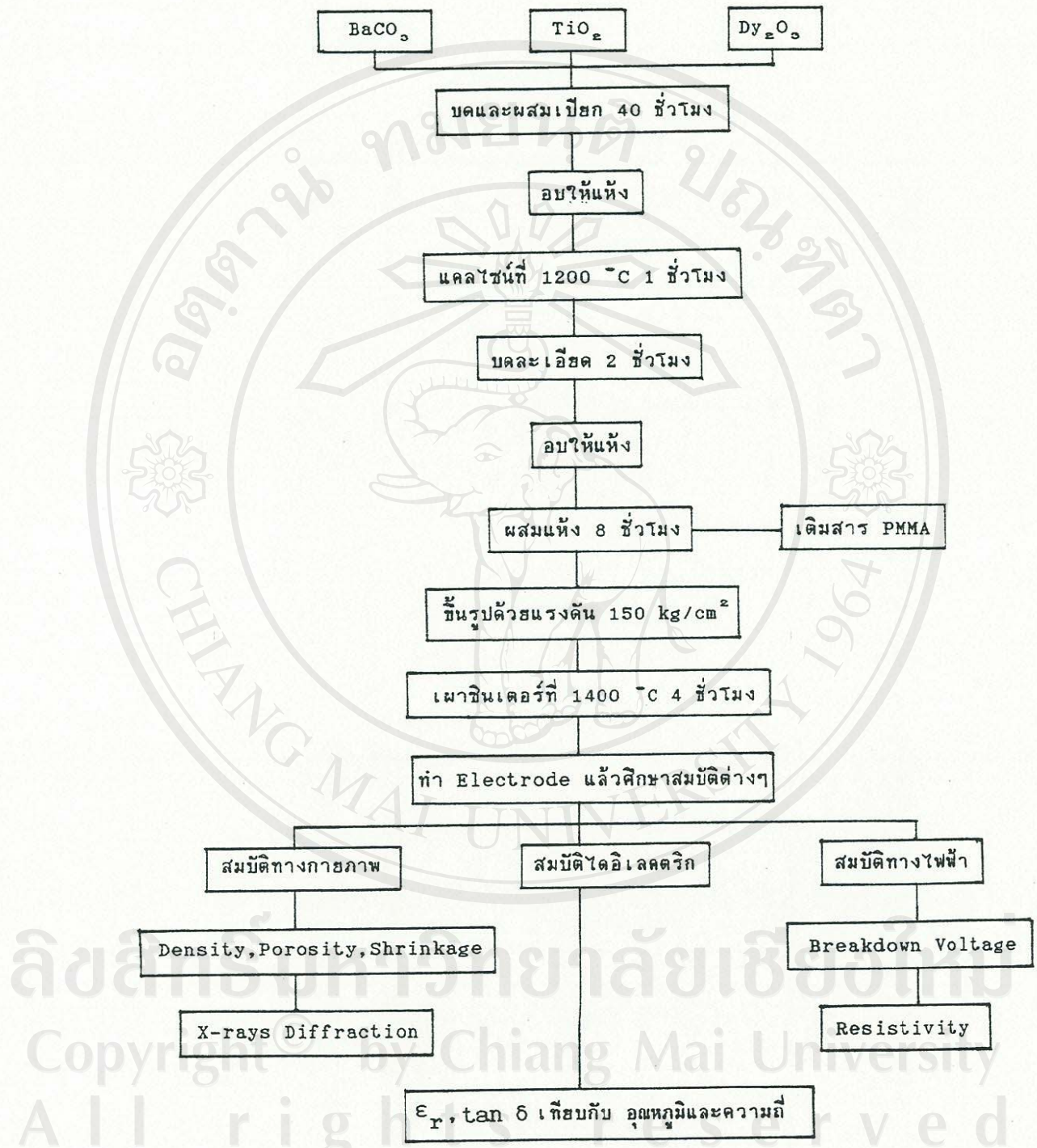
3.3 วิธีการทดลอง

ในการวิจัยได้แบ่งขั้นตอนการทำงานเป็นหลายส่วนดังแผนภูมิในรูปที่ 3.16 และรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3.1 การเตรียมสารตัวอย่าง

1. เตรียมสารที่จะใช้ในการทดลองให้พร้อมได้แก่ แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3), ทิตาเนียมออกไซด์ (TiO_2) และดิสโพรเซียมออกไซด์ (Dy_2O_3)
2. นำสารแต่ละชนิดมาชั่งด้วยเครื่องชั่งอย่างละเอียด Sartorius โดยให้ได้จำนวนสารรวม 100 g โดยมีสัดส่วน (ดังตารางที่ 3.1)

$$\text{BaCO}_3 : \text{TiO}_2 : \text{Dy}_2\text{O}_3 = 1-x : 1 : x \text{ mol\%}$$



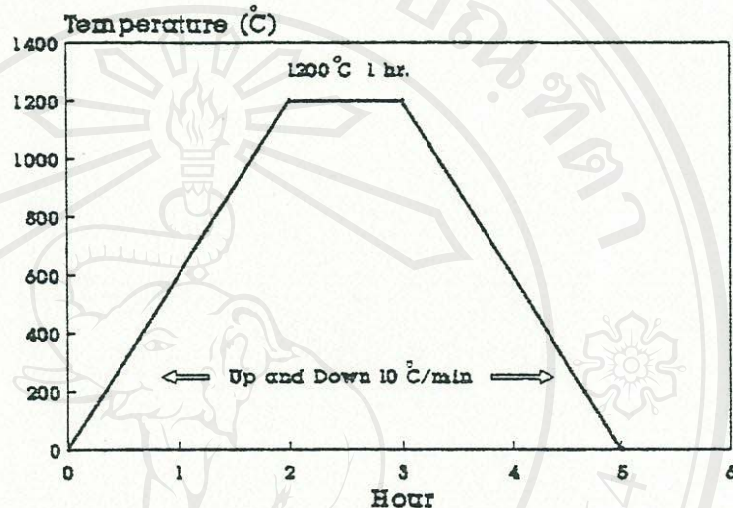
รูปที่ 3.16 แผนภูมิในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารที่ใช้ต่ออัตราส่วนต่างๆ

Dy-Doped (mol%)	ปริมาณสารที่ใช้ (g)			รวม (g)
	BaCO ₃	TiO ₂	Dy ₂ O ₃	
0.0	71.1833	28.8167	0.0000	100.00
0.2	71.0465	28.8189	0.1345	100.00
0.4	70.9097	28.8211	0.2691	100.00
0.6	70.7729	28.8235	0.4037	100.00
0.8	70.6360	28.8257	0.5383	100.00
1.0	70.4991	28.8280	0.6729	100.00
1.2	70.3622	28.8302	0.8075	100.00

3. นำสารทั้งหมดซึ่งมีมวล 100 g ไปบดละเอียดด้วยวิธี Wet mill ในเครื่องบดละเอียด Planetary ball mill โดยผสมน้ำกลั่น ด้วยอัตราส่วน 1 g : 1 cc โดยบดด้วยความเร็วรอบ 180 รอบ ต่อนาที เป็นเวลา 40 ชั่วโมง
4. นำสารที่ได้จากการบดละเอียดแล้ว มาอบให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 120°C
5. หลังจากที่ได้สารแห้งสนิทแล้ว ก็นำสารมาบดให้มีขนาดเล็กลงเนื่องจากการอบด้วยตู้อบไฟฟ้า จะทำให้สารจับตัวเป็นก้อนแข็ง

6. นำสารที่ได้ใส่ใน Crucible เพื่อทำการเผาแคลไซน์ (Calcination) โดยจะเผาที่ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มีอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิเป็น $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ โดยเผาในเตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น UCF 1600/A ดังแผนภูมิในรูปที่ 3.17



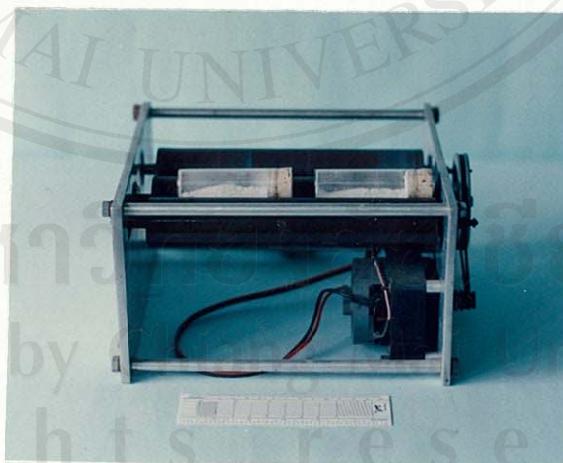
รูปที่ 3.17 แผนภูมิการเผาแคลไซน์

7. สารที่ได้จากการเผาแคลไซน์ เราจะนำไปบดละเอียดอีกครั้งเพื่อให้สารมีขนาดของอนุภาคที่เล็ก โดยเรานำสารไปบดละเอียดด้วยเครื่อง Planetary Ball Mill โดยวิธีบดเปียก (wet mill) เช่นเดิม แต่ใช้เวลาในการบดเป็น 2 ชั่วโมง ที่ 180 รอบต่อนาที
8. นำสารที่ผ่านการบดละเอียดมาอบให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 120°C
9. นำสารที่อบแห้งแล้ว บดด้วยครกให้ละเอียดอีกครั้ง
10. ทำการควบคุมความพรุนของสารตัวอย่างอัตราส่วนต่างๆ ด้วยการผสมสารอินทรีย์ (Polymethylmethacrylate : PMMA) โดยเติมสาร PMMA ด้วยอัตราส่วน 0, 0.5, 1.0 และ 2.0 % โดยน้ำหนัก (ดังตารางที่ 3.2) ลงในสารเริ่มต้นที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนการเติมสาร PMMA

Dy-Doped (mol%)	ปริมาณการเติมสาร PMMA (wt.%)			
	0.0	0.5	1.0	2.0
0.0	0.0	0.5	1.0	2.0
0.2	0.0	0.5	1.0	2.0
0.4	0.0	0.5	1.0	2.0
0.6	0.0	0.5	1.0	2.0
0.8	0.0	0.5	1.0	2.0
1.0	0.0	0.5	1.0	2.0
1.2	0.0	0.5	1.0	2.0

11. นำสารที่เติม PMMA แล้ว มาผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องผสมสาร (Milling) เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ดังรูปที่ 3.18)



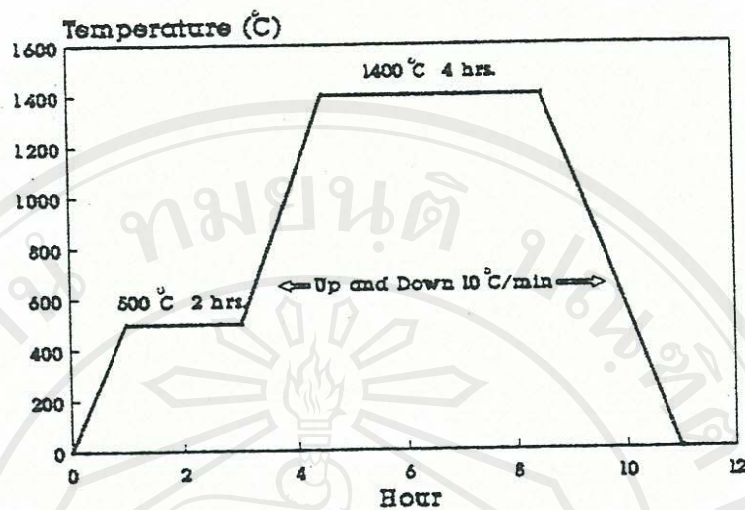
รูปที่ 3.18 การผสมสาร PMMA กับสารตัวอย่าง

12. ชั่งสารที่ได้จากการผสมประมาณ 4 กรัม มาผสมกับ PVA (2% โดยน้ำหนัก) ตามอัตราส่วน 2 หยดต่อ 1 กรัมของสาร แล้วขึ้นรูปสารให้เป็นเม็ดด้วยแม่พิมพ์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.72 เซนติเมตร ด้วยแรงดัน 150 kg/cm^2 จะได้สารที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.72 เซนติเมตร หนาประมาณ 1-2 มิลลิเมตร (ดังรูปที่ 3.21)
13. นำเม็ดสารที่ได้วางใน Crucible โดยมี Al_2O_3 เป็นตัวรองพื้น และกลบด้านบนตลอดทั้งเม็ด ดังรูปที่ 3.19

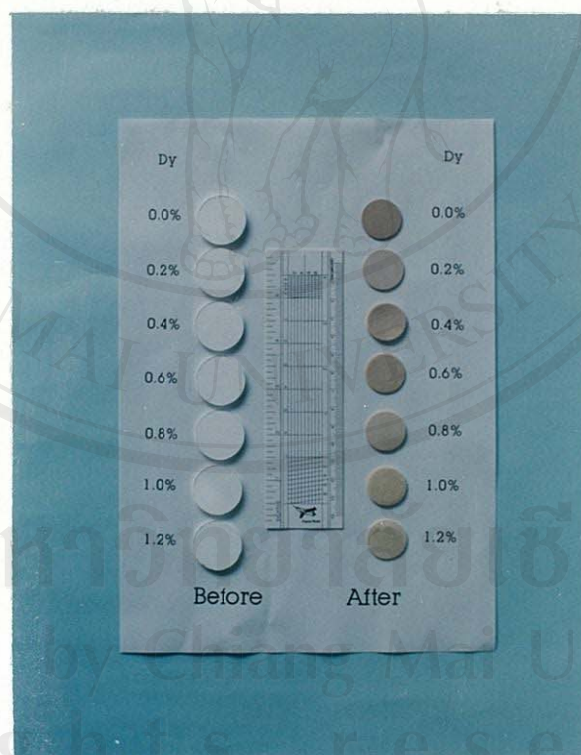


รูปที่ 3.19 การวางเม็ดสารใน Crucible

14. นำสารที่วางใน Crucible แล้วไปเผาซินเตอร์ (Sintering) เพื่อขึ้นรูปให้สารแกร่ง โดยเผาในเตาเผาไฟฟ้า EUROTHEM รุ่น UCF 1600/A ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยมีแผนภูมิการเผา ดังรูปที่ 3.20 ซึ่งมีอัตราขึ้น-ลง ของอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที}$ และเผาค้างที่ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อไล่สาร PVA และ PMMA ให้ออกไปจากสารตัวอย่าง
15. นำสารที่ผ่านการซินเตอร์แล้ว ล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่น เพื่อเป็นสารตัวอย่างเริ่มต้นในการทดลองต่อไป



รูปที่ 3.20 แผนภูมิการเพาซีนเตอร์สสาร



รูปที่ 3.21 ลักษณะสารก่อนและหลังการขึ้นเตอร

3.3.2 การหา Shrinkage, Density และ Porosity ของสาร

3.3.2.1 การหา Shrinkage

1. นำสารที่ได้มาทำความสะอาดแล้วทำการวัดเส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารก่อนเผา (เท่ากับเส้นผ่าศูนย์กลางของแม่พิมพ์ คือ 2.72 ซม.)
2. วัดเส้นผ่าศูนย์กลางของสารหลังจากการเผาซินเตอร์แล้ว
3. หาค่าความหดตัว (Shrinkage) ของสารโดยสูตร

$$S = \left(1 - \frac{D}{D_B}\right) \times 100 \% \quad (3.1)$$

เมื่อ S คือ ค่าความหดตัว (Shrinkage) คิดเป็นเปอร์เซ็นต์

D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารหลังจากการเผาซินเตอร์

D_B คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารก่อนเผาซินเตอร์ ซึ่งมีค่าคงที่ คือ 2.72 เซนติเมตร

3.3.2.2 การหา Density

1. นำเม็ดสารหลังจากเผาซินเตอร์มาขัดด้วยกระดาษทราย และเครื่องขัดสาร ให้มีขนาดความหนาใกล้เคียงกันมากที่สุด
2. นำสารที่ได้ไปตัดด้วยเครื่องตัดให้มีความกว้างและยาวใกล้เคียงกันทุกเม็ด ซึ่งเม็ดสารที่ได้จะมีปริมาตรใกล้เคียงกันทุกเม็ด เพื่อให้หาความถูกต้องในการหาความหนาแน่นให้มากที่สุด
3. นำสารที่ตัดแล้วไปหาความหนาแน่นด้วย Pycnometer โดยใช้สูตร

$$\rho = \frac{(M_2 - M_1) \times \rho_{st}}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \quad (3.2)$$

โดยที่ ρ คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง
 ρ_{st} คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิในการทดลอง
 M_1 คือ มวลของ Pycnometer
 M_2 คือ มวลของ Pycnometer + Sample
 M_3 คือ มวลของ Pycnometer + Sample + น้ำกลั่น
 M_4 คือ มวลของ Pycnometer + น้ำกลั่น

3.3.2.3 การหาค่าความพรุน (Porosity)

ในการหาค่าความพรุนนี้ได้อาศัยหลักที่ว่า (6-8) สารที่ไม่ได้เติม PMMA นั้นจะมีความพรุนเป็นศูนย์ ซึ่งอาจจะพูดได้ว่า ความพรุนที่กล่าวถึงในการวิจัยครั้งนี้เป็นความพรุนสัมพัทธ์ (Relative Porosity) เทียบกับสารที่ไม่ได้เติม PMMA ในการหาความพรุนนั้นหาจากความหนาแน่นของสารที่ได้จากการทดลองในขั้นตอนที่แล้ว โดยใช้สูตร

$$P = \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0}\right) \times 100 \% \quad (3.3)$$

โดยที่ P คือ ความพรุนของสารตัวอย่างคิดเป็นเปอร์เซ็นต์
 ρ คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่างที่เติมสาร PMMA
 ρ_0 คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่างที่ไม่ได้เติมสาร PMMA

3.3.3 การตรวจสอบโครงสร้างด้วย X-Ray Diffractometer

ในขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาผลของความพรุนต่อโครงสร้างของสาร โดยการตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วย X-Ray Diffractometer เมื่อสารมีความพรุนแตกต่างกัน โดยมีวิธีการดังนี้

1. นำสารมาขัดผิวให้เรียบด้วยกระดาษทรายและเครื่องขัด แล้วล้างทำความสะอาดให้เรียบร้อย พร้อมกอบให้แห้ง
2. นำสารไปตรวจสอบด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยบันทึกมุม 2θ ออกมาใน Diffraction Pattern

3. นำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จาก Bragg's Law

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.4)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างของระนาบ

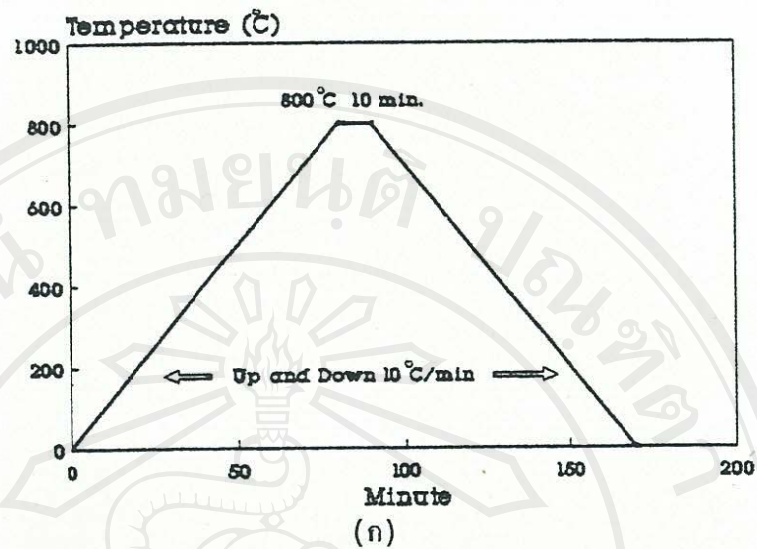
λ คือ ความยาวของคลื่นของเอกซ์เรย์
(ในกรณีนี้ $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$)

ซึ่งค่า d ที่หาได้ จะนำไปเปรียบเทียบกับ d-spacing บน JCPDS card
ต่อไป เพื่อเปรียบเทียบโครงสร้างของสารที่เตรียมขึ้นว่าเป็นสารที่ต้องการ
หรือไม่

3.3.4 การทำตัวเก็บประจุ (Capacitor)

ในการทําวิจัยนี้เราต้องการนำสารไดอิเล็กตริกที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บ
ประจุ เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของตัวเก็บประจุ เมื่อสาร ไดอิเล็กตริกที่
ใช้มีความพรุนแตกต่างกัน ซึ่งมีวิธีการดังต่อไปนี้

1. นำสารที่เผาซินเตอร์แล้ว มาขัดให้เรียบร้อยด้วยกระดาษทราย
และเครื่องขัดสาร แล้วล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น พร้อมทั้งอบให้
แห้ง
2. นำเม็ดสารมาทาภาวเงิน (Silver paste) โดยมีเส้นผ่า-
ศูนย์กลางของภาวเงิน เป็น 1 เซนติเมตร โดยทาทั้ง 2 ด้าน
เพื่อเป็นอิเล็กโทรดของตัวเก็บประจุ
3. นำเม็ดสารที่ทาภาวเงินเรียบร้อยแล้วไปเผาด้วยเตาเผาไฟฟ้า
EURPTHERM รุ่น 815S โดยเผาที่ 800°C เป็นเวลา 10 นาที
โดยมีอัตราการขึ้นของอุณหภูมิเป็น $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ และอัตราการลง
ของอุณหภูมิเป็น $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ ดังแผนภูมิในรูปที่ 3.22 ก.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

(ข)

รูปที่ 3.22 ก. แผนภูมิการเผาการเงิน

ข. ลักษณะของการตกการเงินบนเม็ดสาร

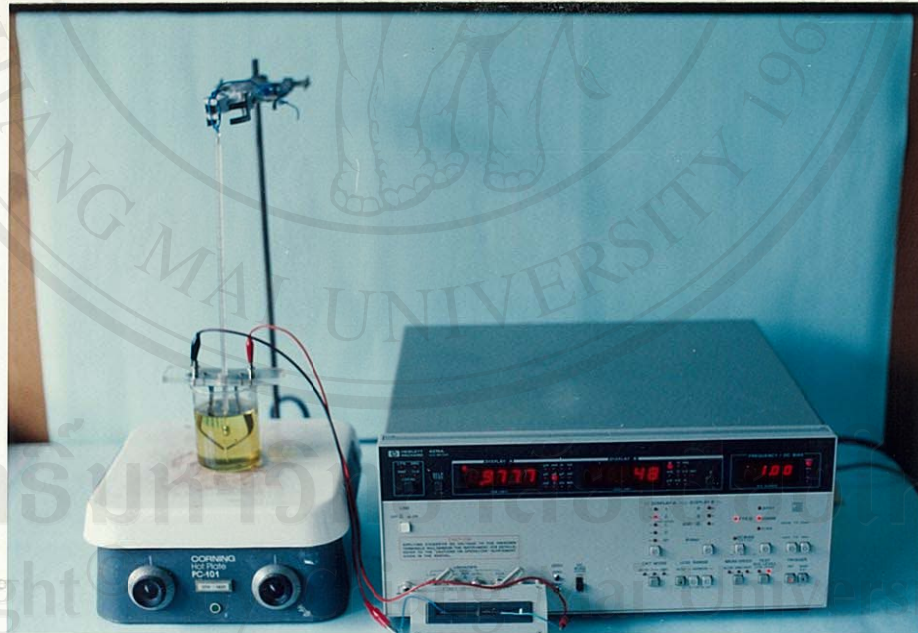
3.3.5 การวัดค่า Dielectric Constant (ϵ_r) และ Dissipation Factor ($\tan \delta$)

ในการวัดสมบัติไดอิเล็กตริกของสารตัวอย่างใช้เครื่อง LCZ Meter รุ่น HP 4276 A ซึ่งสามารถหาค่า Capacitance และ Dissipation Factor ของสารไดอิเล็กตริกได้ในช่วง 100 Hz ถึง 20 kHz โดยในการวิจัยนี้แบ่งการทดลองช่วงนี้เป็น 2 ส่วนคือ

3.3.5.1 การวัดค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิ

การทดลองตอนนี้นำจุดประสงค์เพื่อดูผลของความพหุต่อสมบัติทางไดอิเล็กตริกเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไปโดยจะทดลองในช่วงอุณหภูมิ 30-160 °C และให้ความถี่ของสัญญาณเป็น 1 kHz ดังนี้

1. นำสารที่ทำการเงินแล้วมาติดตั้งกับชุดทดลอง (ดังรูปที่ 3.23) โดยตั้งเครื่อง LCZ Meter ให้มีความถี่ 1 kHz



รูปที่ 3.23 การทดลองสมบัติไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิ

2. ให้ความร้อนกับสาร (ซึ่งแช่อยู่ในน้ำมันพืช) ที่ละลายด้วย Hot Plate เพื่อเพิ่มอุณหภูมิช้าๆ จากนั้นเมื่ออุณหภูมิถึง 30°C ให้เริ่มบันทึกค่า Capacitance และ Dissipation Factor และทำการบันทึกทุกๆ 5°C ไปจนถึง 160°C จึงหยุดการทดลอง (ข้อควรระวังเมื่อสารมีอุณหภูมิใกล้ๆ จุด T_c สารจะมีการเปลี่ยนค่า Capacitance และ Dissipation Factor อย่างรวดเร็ว และเมื่อค่า Capacitance ขึ้นจนถึงค่าสูงสุดให้บันทึกอุณหภูมิขณะนั้นเป็น T_c)
3. นำค่า Capacitance มาทำการคำนวณเพื่อหาค่า Dielectric Constant จากสูตร

$$\epsilon_r = \frac{C \times d}{\epsilon_0 \times A} \quad (3.5)$$

โดยที่	ϵ_r	คือ	ค่า Dielectric Constant
	C	คือ	ค่า Capacitance
	d	คือ	ความหนาของสารไดอิเล็กตริก
	A	คือ	พื้นที่ของไดอิเล็กโตรด
	ϵ_0	คือ	ค่า permittivity ของสุญญากาศ
			มีค่าเท่ากับ $8.854 \times 10^{-14} \text{ F/cm}$

3.3.5.2 การวัดค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ เทียบกับค่าความถี่

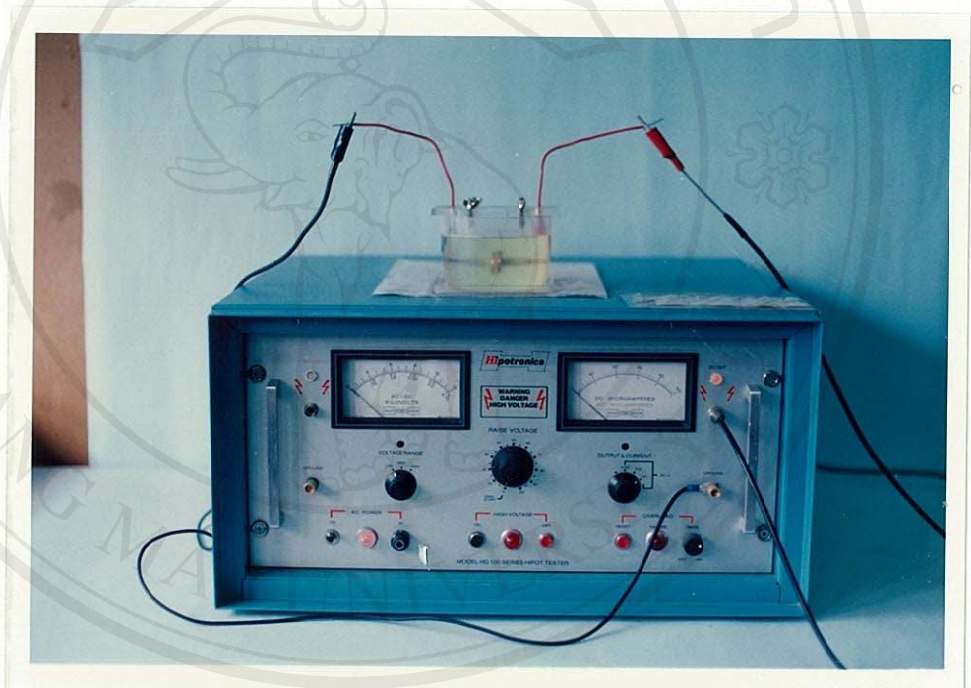
การทดลองนี้จะทำการเปลี่ยนแปลงค่าความถี่ของสัญญาณจาก 100 Hz ถึง 20 kHz โดยให้อุณหภูมิคงที่ที่ 30°C แล้วทำการวัดเช่นเดียวกับการทดลองในขั้นตอนที่ผ่านมา และใช้สูตรที่ 3.5 ในการคำนวณหาค่า Dielectric Constant ซึ่งจากการทดลองก็จะได้ทราบถึงผลของการเปลี่ยนแปลงความถี่ต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารที่ความถี่แตกต่างกันไป

Copyright©
All rights reserved

3.3.6 การวัดค่า Dielectric Strength

การทดลองนี้เป็นการศึกษาผลของความพรุนต่อค่า Dielectric Strength ของสารที่เตรียมได้ โดยในการทดลองจะเป็นการหาค่า Breakdown Voltage ของสารที่มีความพรุนแตกต่างกัน ในการวัดค่า Breakdown Voltage นั้นใช้เครื่อง Hipot Tester เป็นตัววัด ดังนี้

1. นำตัวเก็บประจุที่เตรียมมาประกอบกับชุดการทดลอง ดังรูปที่ 3.24 โดยใช้ไฟฟ้ากระแสตรง (D.C)



รูปที่ 3.24 การวัดค่า Dielectric Strength

2. วัดค่า Breakdown Voltage โดยเพิ่มความต่างศักย์ทีละ 500 V. และบันทึกค่ากระแสที่ไหลผ่านตัวเก็บประจุ
3. เพิ่มค่าความต่างศักย์ไปจนเกิดการเบรคดาวน์ และบันทึกค่าความต่างศักย์สูงสุดเป็น Breakdown Voltage

4. ทำการคำนวณ หาค่า Dielectric Strength จาก

$$E = \frac{V}{d} \quad (3.6)$$

โดยที่ E คือ ค่า Dielectric Strength (kV/mm)

V คือ Breakdown Voltage (kV)

d คือ ความหนาของเม็ดสาร (mm)

5. ทำการคำนวณหาค่า Resistivity ของสาร จาก

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{R \times A}{d} \\ &= \frac{V \times A}{I \times d} \end{aligned} \quad (3.7)$$

โดยที่ ρ คือ ค่า Resistivity ของสาร

R คือ ค่า Resistance ของสาร

V คือ ค่าความต่างศักย์

I คือ ค่ากระแส

A คือ พื้นที่ของกาวเงิน

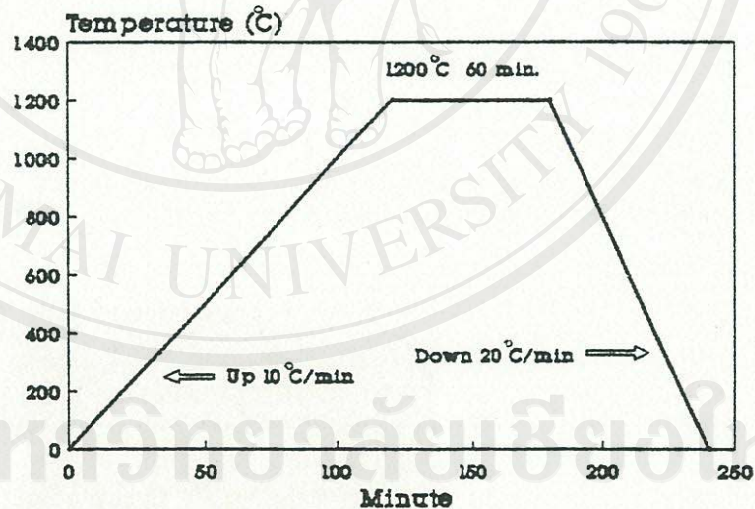
d คือ ความหนาของตัวเก็บประจุ

3.3.7 การศึกษา Microstructure ของสาร

ในขั้นตอนนี้จะศึกษาผลของความพรุนต่อ Microstructure ของสาร ซึ่งจะต้องนำสารมาผ่านกระบวนการ Etching เพื่อดู grains structure ดังนี้

1. นำสารที่ผ่านกระบวนการเผา Sinter แล้วนำมาขัดให้เรียบด้วยกระดาษทรายหยาบ (เบอร์ 120) ด้วยเครื่องขัดสารที่ความเร็วรอบ 400 รอบ/นาที

2. หลังจากกำจัดรอยต่าง ๆ ได้พอสมควรแล้วก็นำสารขัดต่อด้วยกระดาษทรายเบอร์ละเอียดขึ้น (เบอร์ 280 และ เบอร์ 600)
3. นำเม็ดสารที่ขัดผ่านกระดาษทรายทั้ง 3 เบอร์ ซึ่งจะเป็นเม็ดเรียบมาก ขัดต่อด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1000 จนเริ่มเป็นมันพอสมควร
4. นำเม็ดสารขัดด้วยผ้าสักหลาด และสารช่วยขัดจนสารขึ้นเงา คล้ายกับกระจก ซึ่งในขั้นตอนนี้ ถ้ามองในกล้อง Polarizing Microscope จะเห็นรอยของเกรนบ้างแล้ว ซึ่งถือว่าใช้ได้แล้ว
5. นำสารที่ขัดเงาเรียบร้อยแล้วทำการ Etching ด้วย Thermal โดยการเผาที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเตาเผาไฟฟ้า EUROTHERM รุ่น 815 S โดยอัตราการขึ้น $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ และปล่อยให้อุณหภูมิลดลงแบบธรรมชาติ (ข้อควรระวังในขั้นตอนการลดลงของอุณหภูมิอาจจะค่อยๆ ลดลงแบบ $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ เพื่อป้องกันการแตกของสารก็ได้)



รูปที่ 3.25 แผนภูมิการเผา Etching

6. หลังจากนั้นนำสารที่ได้มาส่องดูด้วยกล้อง Polarizing Microscope และถ่ายภาพก็จะได้ Microstructure ของสาร