

บทที่ 5

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 ในการเตรียมสาร $Ba_{1-x}Dy_xTiO_3$ ในการทดลองด้วยวิธีการ Solid State Reaction โดยใช้สาร $BaCO_3$ ที่ได้จากการ upgraded ในห้องปฏิบัติการ พบว่าสารที่เตรียมได้จากการตรวจสอบด้วยวิธีทาง X-Ray Diffraction และ X-Ray Fluorescent น่าจะเป็นสารในระบบ $(Ba, Sr, Dy)(Ti, Zr)O_3$ โดยที่สาร Sr เกิดจากการปนเปื้อนในสาร $BaCO_3$ ที่ได้จากการ upgraded และสาร Zr เกิดจากกระบวนการผสมและบดสารด้วยเครื่อง Planetary Ball Mill

5.1.2 สารที่เตรียมได้แสดงคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ทำเป็นตัวเก็บประจุ และความพรุน (Porosity) ของสารไดอิเล็กตริกมีผลในการลดคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกลงไป

5.1.3 ความพรุนของสารที่เตรียมได้ ไม่มีผลอย่างชัดเจน ต่อสมบัติทางกายภาพของสารที่เตรียมได้ กล่าวคือลักษณะสีของเม็ดสารตัวอย่าง ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อความพรุนของสารมากขึ้น และค่าความหดตัว (Shrinkage) ไม่มีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าความพรุนของสารตัวอย่าง

5.1.4 ความพรุนของสารไม่มีผลในการเปลี่ยนโครงสร้างของสารตัวอย่าง โดยเมื่อตรวจสอบด้วย X-Ray Diffraction เมื่อสารมีความพรุนมากขึ้นจะไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงใน Diffraction Pattern

5.1.5 สารที่เตรียมได้มีอุณหภูมิคูรี (T_c) อยู่ในช่วง $50-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งเป็นผลของการเลื่อนอุณหภูมิคูรี (T_c) จากสาร Sr และ Zr (โดย Dy มีผลเล็กน้อย) ที่ปะปนอยู่ในสารตัวอย่าง

5.1.6 ความพรุนของสารมีผลในการเลื่อนอุณหภูมิคูรีไปบ้างเล็กน้อย แต่จะมีผลทำให้เกิดการเลื่อนของอุณหภูมิคูรีมากในสารที่เจือด้วยสาร Dy ในปริมาณ 0.0 และ $0.8\text{ mol\%}$

5.1.7 ความพรุนของสารทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) ลดลง (เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิห้อง) แต่จะไม่แสดงผลต่อค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) มากนัก

5.1.8 ความพรุนของสารทำให้อัตราการลดลงของค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) เมื่อเทียบกับความถี่มีค่ามากขึ้น โดยเฉพาะสารที่เจือด้วยสาร Dy ในปริมาณ 0.0, 0.2 และ 0.8 mol% แต่ความพรุนของสารไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของ $\tan \delta$ เมื่อเทียบกับความถี่มากนัก

5.1.9 ค่า Dielectric Strength ของสารที่เตรียมได้ มีการลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อสารมีความพรุนมากขึ้น นอกจากนี้ค่า Resistivity ของสารที่ทำได้ในการทดลองก็มีการลดลงในทำนองเดียวกัน

5.1.10 ความพรุนของสารไม่มีผลต่อลักษณะทาง Microstructure ของสาร โดยไม่มีการยับยั้งการเติบโตของเกรน เมื่อปริมาณ Dy เพิ่มขึ้น และความพรุนของสารในการทดลองไม่มีความสัมพันธ์กับขนาดของเกรน

5.1.11 สาร BaCO_3 ที่ได้จากการ upgraded ในห้องปฏิบัติการ มีการปะปนของสาร Sr ด้วย ทำให้ไม่เหมาะสมในการนำมาเป็นสารตั้งต้นในการทดลอง

5.2 วิจารณ์ผลการทดลอง

5.2.1 การที่ BaCO_3 ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทดลอง มีสาร Sr ปะปนด้วย ทำให้ผลการทดลองมีการคลาดเคลื่อนไป คือ ทำให้อุณหภูมิคูรีของสารเลื่อนลงมาอยู่ในช่วง $50-100^\circ\text{C}$ แต่จากการทดลองถึงผลของความพรุนต่ออุณหภูมิคูรีอาจจะทำให้เกิดความไม่แน่ใจในผลของความพรุนต่อการเลื่อนอุณหภูมิคูรีด้วย แต่ถ้าพิจารณาให้ชัดเจนจะเห็นว่า ในแต่ละสารที่ได้จากการเจือสาร Dy ในปริมาณหนึ่ง เช่น สารที่เจือปริมาณ Dy เป็น 0.6 mol% สารนี้จะผ่านกระบวนการที่ใช้ในการเตรียมโดยใช้ BaCO_3 เริ่มต้นเหมือนกัน และเตรียมผ่านกระบวนการพร้อม ๆ กัน ดังนั้นถ้ามีการเจือปนของสารอื่นมาจะต้องมีปริมาณที่คงที่ และเมื่อทำการศึกษาถึงผลความพรุนนั้น ก็ทำโดยเติมสาร PMMA ลงในสารตั้งต้นเดียวกัน เพียงแต่มีการเติมสาร PMMA ในปริมาณที่แตกต่างกันเพื่อให้สารมีความพรุนที่ต่างกัน ดังนั้นสารที่เจือสาร Dy ในปริมาณที่คงที่ น่าจะประกอบด้วยสารที่ปะปนมาในปริมาณที่เท่ากัน เราสามารถสรุปได้ว่า การศึกษาผลของความ

พรุนต่อสมบัติทางไฟฟ้าของสารมีผลที่ถูกต้องพอสมควร นอกจากสาร Sr จะมีผลต่ออุณหภูมิคูรีแล้ว ยังมีผลทำให้ไม่สามารถควบคุมอัตรา Ba/Ti ของสารที่เตรียมได้ ซึ่งผลของ Ba/Ti นั้นมีผลมากต่อลักษณะทาง Microstructure ของสาร ซึ่งจากการทดลองทำให้ผลของ Dy ในการยับยั้งการเติบโตของเกรนถูกบดบัง และทำให้ขนาดของเกรนของสารในการทดลองมีขนาดใหญ่มาก และยังทำให้เกิดสารอื่นที่ไม่ต้องการปะปนมาในสารที่เตรียมได้ ดังนั้น BaCO_3 ที่ใช้ในการทดลองนั้น ไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นสารตั้งต้นในการทดลอง

5.2.2 กระบวนการเตรียมด้วยวิธี Solid State Reaction ซึ่งในการวิจัยนี้ใช้วิธีการบดและผสมด้วยเครื่อง Planetary Ball Mill ซึ่งมีลักษณะในการใส่สารและใช้เม็ดบดที่ทำจาก ZrO_2 ทั้งคู่ ทำให้มีการปนเปื้อนของสาร Zr เกิดขึ้นในปริมาณที่เยอะ ซึ่งสาร Zr ก็มีผลต่อการเลื่อนอุณหภูมิคูรี (T_c) และมีผลต่ออัตราส่วน Ba/Ti ดังได้กล่าวมาแล้ว นอกจากนี้ ZrO_2 ก็มีการตกค้างอยู่ในสารที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้ว ซึ่งการเตรียมสารด้วยวิธีนี้จึงไม่เหมาะสม ควรจะใช้การผสมสารในภาชนะที่ทำจากสารอินทรีย์ ซึ่งสามารถกำจัดออกไปได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่ำ และปริมาณการปนเปื้อนของ ZrO_2 ก็มีปริมาณน้อย ซึ่งวิธีการนี้ได้ใช้กันอยู่อย่างแพร่หลายในงานวิจัยต่างๆ

5.2.3 ในการขึ้นรูปสารให้เป็นเม็ดควรจะใช้ปริมาณสารที่ใกล้เคียงกันให้มากที่สุด เพื่อที่จะได้ขนาดของเม็ดสารที่ใกล้เคียงกัน เพื่อที่สามารถหาปริมาณของการหดตัวเชิงปริมาตร (Volume Shrinkage) ได้ถูกต้องมากขึ้น ซึ่งจากผลการทดลองเป็นการหาค่าการหดตัวเชิงเส้น ทำให้เปรียบเทียบผลของความพรุนต่อค่าความหดตัวไม่ได้

5.2.4 การที่สารมีขนาดของเกรนแตกต่างกันมาก อาจจะเป็นเพราะในการทดลองในช่วงการเผาซินเตอร์ ซึ่งช่วงลดอุณหภูมิบางครั้งมีการนำพัดลมไปใช้ในการลดอุณหภูมิ อาจจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ซึ่งมีผลต่อขนาดของเกรน ดังนั้นการทดลองควรจะต้องปล่อยให้มีการลดลงของอุณหภูมิตามธรรมชาติ เพื่อให้เงื่อนไขในการลดของอุณหภูมิไม่แตกต่างกัน

5.2.5 สารที่ได้จากการเผาซินเตอร์มักจะมีผิวที่ขรุขระมาก ซึ่งอาจจะมีผลในการทดลอง ทั้งนี้เพราะว่าในการทำอิเล็กโทรดบนสาร จะต้องทาภาวเงินบนผิวของสาร ซึ่งถึงแม้จะผ่านการขัดให้เรียบก็ตาม แต่ก็ยังมีผลของรูพรุนที่ปะปนอยู่ ซึ่งภาวเงินอาจจะมีการไหลซึมเข้าไปภายในเนื้อสาร ทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของระยะห่างระหว่างอิเล็กโทรดได้ นอกจากนี้ความหนา

ของเม็ดสารที่จะใช้ทดลองนั้น ควรจะมีขนาดใกล้เคียงกันที่สุด เพื่อกำจัดผลของความหนาต่อสมบัติทางไดอิเล็กตริกออกไป ซึ่งในการทดลองนั้นความหนาของเม็ดสารมีความแตกต่างกัน ทำให้อาจจะมีผลของความหนาของเม็ดสารเข้ามาเกี่ยวข้อง โดยเฉพาะในการทดลองการวัดค่าเบรคควาน์ ซึ่งเกี่ยวข้องกับความหนาค่อนข้างมาก

5.2.6 การวัดผลของความพรุนของสารต่อ Diffraction Pattern จะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนแปลงของค่า d -spacing (จากมุม 2θ) ซึ่งอาจจะเป็นผลมาจากการหด ซึ่งต้องเทียบกับสารที่มีความหนาเท่าๆ กัน อาจจะมีการเลื่อนของค่า d -spacing เกิดขึ้นได้ นอกจากนี้ความละเอียดของการวัดจากเครื่องมือ อาจจะมีผลทำให้ไม่เห็นถึงความแตกต่างของ Diffraction Pattern ได้

5.2.7 ในการทดลองซึ่งวัดค่า Dissipation Factor พบว่า มีปัญหาในการวัดเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของค่า Dissipation Factor อยู่ ดังนั้นจึงต้องเลือกค่าที่มากที่สุดในการบันทึกในแต่ละจุดของการทดลอง

5.2.8 การวัดคุณสมบัติของไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิมีปัญหาในการควบคุมอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิให้คงที่ ดังนั้นผู้ทดลองจึงพยายามที่จะเพิ่มอุณหภูมิให้ช้าที่สุด เพื่อให้มีการปรับสมดุล โดยเพิ่มอุณหภูมิประมาณ $2^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ และเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของค่า ϵ_r มาก แสดงว่าใกล้ถึงอุณหภูมิ T_c ซึ่งต้องการทราบค่าที่แน่นอน ผู้ทดลองพยายามที่จะให้อุณหภูมิเพิ่มในอัตรา $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จึงสามารถบันทึกค่าอุณหภูมิ T_c ได้แม่นยำพอสมควร

5.2.9 ในการศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกเทียบกับความพรุนของสาร เมื่อความพรุนมีค่ามากเกินไป จะทำให้สารแสดงสมบัติทางด้านเป็นตัวต้านทานออกมา ซึ่งจะทำให้ค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ มีค่ามาก และเพิ่มมากขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป ดังนั้นในการทดลองจะต้องควบคุมไม่ให้สารมีความพรุนที่มากเกินไป ในการทดลองนี้ความพรุนมีค่าอยู่ในช่วงที่น้อยกว่า 20% ซึ่งสารยังแสดงสมบัติของการเป็นสารไดอิเล็กตริกที่เหมาะสมที่จะใช้ทำตัวเก็บประจุได้

5.2.10 การเลื่อนของอุณหภูมิคูรี (T_c) ลงมาอยู่ในช่วง $50-100^\circ\text{C}$ ทำให้ผลการทดลองแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนของค่า ϵ_r อย่างรวดเร็ว และในการเปรียบเทียบก็เกิดปัญหาเพราะว่าการเพิ่มของ ϵ_r มีอัตราที่ไม่เท่ากันในแต่ละสารที่มีความพรุนแตกต่างกัน ทำให้ไม่สามารถเปรียบเทียบผลของความพรุนต่อสมบัติไดอิเล็กตริกตลอดช่วงอุณหภูมิของการทดลอง

5.2.11 การศึกษาลักษณะทาง Microstructure ของสาร จากรูปที่ 4.26 และ 4.27 จะเห็นได้ว่าสารมีขนาดของ grain ที่ใหญ่มาก และไม่พบการยับยั้งการเติบโตของ grain เนื่องจากสาร Dy ที่เจือเข้าไป ซึ่งถ้าเกิดการยับยั้งการเติบโตของเกรนแล้ว สารที่เจือด้วยสาร Dy ควรจะมีขนาดของ grain ประมาณไม่เกิน $10\ \mu\text{m}$ แต่ในการทดลองไม่พบลักษณะของการยับยั้งการเติบโตของ grain ซึ่งอาจจะเป็นเพราะมีสาร Sr และ Zr ปะปนเข้ามาทำให้สารเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติไป

5.2.12 การสังเกตลักษณะทาง Microstructure จะเห็นว่าสารมีรูพรุนขนาดใหญ่ ปะปนอยู่ โดยรูพรุนเหล่านี้เกิดจากสาร PMMA ที่เติมเข้าไปมีขนาดของเม็ดสารใหญ่มาก และอาจจะสร้างปัญหาต่อการวัดคุณสมบัติอื่นๆ เนื่องจากผลที่ผิวสารไม่เรียบสม่ำเสมอ ดังนั้นการควบคุมความพรุนของสาร ควรจะใช้สารอินทรีย์ที่มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะใช้วิธีการอื่น ดังรายละเอียดในบทที่ 2 ก็ได้

5.3 ข้อเสนอแนะ

5.3.1 ในการเตรียม BaTiO_3 ซึ่งใช้วิธี Solid State Reaction ควรจะใช้สารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์มากกว่า 99% โดยเฉพาะสาร BaCO_3 ที่ได้จากการ upgraded ในห้องปฏิบัติการนั้น พบว่ามีสาร Sr ปะปนมาในปริมาณที่มากพอสมควร ดังนั้นสาร BaCO_3 ที่จะใช้เป็นสารตั้งต้นควรจะใช้สารที่มีการวิเคราะห์ปริมาณสารที่ผสมมาให้หน่อยที่สุด ซึ่งอาจจะใช้สาร BaCO_3 จากบริษัท หรือการ upgraded วิธีใหม่ นอกจากนั้นการผสมสารด้วยวิธี wet Mill โดยใช้เครื่องมือ Planetary Ball Mill นั้นค่อนข้างจะไม่เหมาะสม ทั้งนี้เพราะว่ามีสาร Zr ปะปนมาด้วย ดังนั้นเราควรจะใช้ภาชนะที่ใส่สารที่ทำจากสารอินทรีย์ เช่น Polyethelene เป็นต้น ซึ่งสารอินทรีย์ที่ปะปนมา สามารถที่จะเผาให้ออกไปได้ที่อุณหภูมิต่ำ

5.3.2 การขึ้นรูปสารควรจะใช้ปริมาณสารที่มีปริมาณใกล้เคียงกัน เพื่อให้สารที่อัดออกมาแล้วมีปริมาตรที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งสามารถที่จะเปรียบเทียบการหดตัวเชิงปริมาตร ซึ่งให้ผลที่ถูกต้องกว่า การวัดค่าความหดตัวเชิงเส้น

5.3.3 การควบคุมความพรุนโดยวิธีการเติมสารอินทรีย์นั้น ควรจะใช้สารที่มีขนาดอนุภาคที่ไม่ใหญ่เกินไป ซึ่งจะทำให้สารมีความไม่สม่ำเสมอของผิว รวมทั้งความลำบากในการทำอิเล็กโทรด ทำให้ผิวของอิเล็กโทรดจะไม่เรียบซึ่งมีผลในการวัดคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกของสาร ดังนั้น การเตรียมสารที่ต้องการควบคุมความพรุนควรจะใช้สารอินทรีย์ให้มีขนาดเล็กประมาณไม่เกิน 30-50 μm หรือจะใช้วิธีอื่นดังรายละเอียดในบทที่ 2

5.3.4 การวัดคุณสมบัติต่างๆ การเตรียมสารตัวอย่างควรจะให้มีความหนาที่ใกล้เคียงกันให้มากที่สุด เพื่อลดผลทางด้านความหนาของเม็ดสารต่อสมบัติต่างๆ เช่น ค่า Breakdown Voltage เป็นต้น

5.3.5 การวัดคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกเมื่อเทียบกับอุณหภูมิ ควรจะใช้อัตราการขึ้นของอุณหภูมิให้ช้าที่สุด เพื่อที่อุณหภูมิจะได้เท่ากันตลอดเม็ดสาร นอกจากนั้นการวัดควรวัดทั้งการเพิ่มอุณหภูมิและการลดอุณหภูมิเพื่อหาค่าเฉลี่ย

5.3.6 คุณสมบัติอีกอย่างที่สำคัญที่ต้องพิจารณาถึงก็คือ ผลของ Aging ซึ่งในการทดลองถ้าทิ้งระยะเวลาในการวัดมาก จะมีผลของ Aging เข้ามาเกี่ยวข้องด้วย และที่สำคัญก็คือ การเปรียบเทียบสมบัติของไดอิเล็กตริกจะต้องวัดทันที เมื่อเตรียมสารเสร็จหรือถ้าจำเป็นต้องทิ้งไว้ควรจะให้ระยะเวลาให้เท่ากัน เพื่อตัดผลของ Aging ออกไป