



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมแบเรียมทิตาเนตผงละเอียด เพื่อใช้สร้าง ceramic capacitor คุณภาพสูง

(Synthesis fine powder Barium Titanate for High Quality Capacitor Ceramics)

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กอบวุฒิ รุจิณากุล และ คณะ

มิถุนายน 2543

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมแบเรียมไททาเนตผงละเอียด

เพื่อใช้สร้าง ceramic capacitor คุณภาพสูง

(Synthesis fine powder Barium Titanate for High Quality Capacitor Ceramics)

คณะผู้วิจัย

- ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กอบวุฒิ รุจิณากุล มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ตันขศิริ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยครั้งนี้สำเร็จลงได้จากความร่วมมือหลายฝ่าย และผลการทดลองเกือบทั้งหมดมาจากการช่วยเหลือของนักศึกษาที่ศรัทธาและอาสาช่วยข้าพเจ้า ดังนั้นข้าพเจ้าใคร่ขอขอบคุณเป็นรายๆ ดังต่อไปนี้

1. ขอขอบคุณ คุณชโนภาส พาโคกหม ซึ่งเป็นนักศึกษาปริญญาเอกในความดูแลร่วมระหว่างข้าพเจ้าและ ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ดันขศิริ ซึ่งได้ช่วยทำการทดลองในส่วนการตกตะกอน และ mixed oxide บางส่วน

2. ขอขอบคุณ คุณหนึ่งฤทัย ภูสิทธิ์ (นักศึกษาปริญญาโทในความดูแลของข้าพเจ้า) ที่ได้ช่วยทำการทดลองในส่วนการตกตะกอนและถ่ายภาพ SEM

3. ขอขอบคุณ คุณปิยฉัตร เงินเจริญ, คุณกุสุมา หมื่นนุทธ, คุณกมลพรรณ เพ็งพัด, คุณจุฑารัตน์ ศิริสุขประเสริฐ ซึ่งเป็นนักศึกษาปริญญาตรี ซึ่งได้ช่วยให้การทดลองในส่วน mixed oxide สำเร็จลง

4. ขอขอบคุณ Dr. M. Kikuzawa ที่ได้ช่วยแนะนำสูตรการสร้าง capacitor และชี้ให้เห็นถึงอนาคตทางด้านอุตสาหกรรมในด้านนี้

5. ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. สุกนธ์ พานิชพันธ์ ในการแนะนำเทคนิคการเตรียมทางเคมีบางประการ

6. ขอขอบคุณ ดร.สุพล อนันดา ที่ให้การช่วยเหลือในการให้ข้อแนะนำและร่วมเขียนผลงานในบาง paper

7. ขอขอบคุณ คุณบุษบง กันทะลือ และ คุณณัฐชนาฏ ธิจักร ที่ได้ช่วยในการถ่ายภาพ SEM

8. ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ปราโมทย์ วณิดยธนาคม ที่ให้ความร่วมมืออำนวยความสะดวกในการใช้เครื่อง SEM

9. ขอขอบคุณ คุณดวงพร เล็กสวัสดิ์ ที่ได้ช่วยพิมพ์งาน และอำนวยความสะดวกด้านธุรการต่างๆ

10. ขอขอบคุณ ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ดันขศิริ ที่ได้ช่วยแนะนำการเขียนผลงานระดับนานาชาติ ซึ่งการตีพิมพ์จะไม่บังเกิดขึ้นเลยหากไม่ได้รับความช่วยเหลือจากท่าน

สุดท้าย ต้องขอขอบคุณทาง สกว. ที่ได้ให้โอกาสในการทำวิจัย โดยสนับสนุนในรูปเงินทุนต่างๆ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กอบวุฒิ รุจิณากุล

บทคัดย่อ

รหัสงานวิจัย : PDF41

ชื่องานวิจัย : การเตรียมแบเรียมติตาเนตผงละเอียดเพื่อใช้สร้าง ceramic capacitor คุณภาพสูง

ผู้วิจัย : กอบวุฒิ รุจิจนากุล และ ทวี ดันขศิริ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

E-mail : -

ระยะเวลาวิจัย : 2 ปี

วัตถุประสงค์ : 1. เพื่อเตรียมแบเรียมติตาเนตผงละเอียดและตรวจสอบคุณสมบัติของสารที่เตรียมได้

2. ศึกษาผลของการโด๊ปที่มีต่อคุณสมบัติไดอิเล็กตริกของ BaTiO_3

3. เตรียม BaTiO_3 เพื่อนำมาใช้เป็นคาปาซิเตอร์

วิธีการทดลอง : ในงานวิจัยนี้สามารถแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ

ในส่วนที่ 1 ได้เตรียมแบเรียมติตาเนตโดยวิธีตกตะกอน และทำการตรวจสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของแบเรียมติตาเนตที่เตรียมขึ้น โดยโครงสร้างทางจุลภาคจะศึกษาโดย SEM นอกจากนั้นแล้วสมบัติไดอิเล็กตริกของแบเรียมติตาเนตที่โด๊ปด้วย 0.8, 0.2 และ 0.5 mol% ของ Dy_2O_3 จะให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเท่ากับ 4000, 3600 และ 3300 ตามลำดับ.

ในส่วนที่ 2 ได้ทำการศึกษาผลของโด๊ป ตัวโด๊ปเช่น Nb, Ni, Ta และ Sn และเงื่อนไขการซินเตอร์ที่มีต่อคุณสมบัติไดอิเล็กตริกของแบเรียมติตาเนตที่เตรียมโดยวิธี mixed oxide

ผลลัพธ์ที่ได้ : 1. ขนาดของอนุภาคของผงแบเรียมติตาเนตที่เตรียมจากวิธีการตกตะกอนอยู่ในระดับนาโนเมตร ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิการแคลไซน์สูงขึ้น และคาปาซิเตอร์ที่สร้างจาก BaTiO_3 โด๊ปด้วย Dy_2O_3 ด้วยปริมาณ 0.8, 2.0 และ 5.0 mol จะให้ค่าคงไดอิเล็กตริก 4,000, 3,600 และ 3,300 ตามลำดับ

2. คุณสมบัติไดอิเล็กตริกของ BaTiO_3 ที่โด๊ปด้วย Sn จะขึ้นกับอุณหภูมิและเวลาของการซินเตอร์

สรุป : จากการเปรียบเทียบคุณสมบัติไดอิเล็กตริกของแบเรียมติตาเนตเซรามิกที่โด๊ปด้วย Dy และคาปาซิเตอร์ที่ได้จากโรงงาน พบว่าเซรามิกที่ผู้วิจัยเตรียมได้สามารถนำมาใช้งานเป็นคาปาซิเตอร์ได้

ข้อเสนอแนะและงานในอนาคต

1. สาร TiCl_4 ซึ่งเป็นสารตั้งต้นของการทดลองนี้มีอันตรายมาก จึงน่าจะหาสารอื่นมาใช้แทนในการทดลองต่อไป
2. ในการที่จะปรับปรุง T_c ของ BaTiO_3 ที่โด๊ปด้วย Sn ควรจะมีการเปลี่ยนปริมาณ Sn ที่ใช้ด้วย

Abstract

Project Code : PDF41

Project Title : Synthesis fine powder barium titanate for high quality capacitor ceramics.

Investigators : Gobwute Rujijanagul and Tawee Tunkasiri

Dept. of Physics, Fac. of Science, Chiang Mai Univ., Chiang Mai THAILAND

E-mail Address : -

Project Period : 2 years

Objectives :

1. To prepare fine powder of BaTiO_3 and to characterize its properties.
2. To study the effect of doping on dielectric properties of BaTiO_3
3. To prepare BaTiO_3 for use in capacitors.

Methodology : This research is divided into two main parts

In part I, barium titanate powder was prepared by precipitation method. The measurement of physical properties of the powder were carried out. Microstructure of the powder was studied by electron microscopy. Furthermore, the dielectric properties of barium titanate doped with 0.8-5.0 mol percent of Dy_2O_3 were studied.

In part II, effect of dopant such as Nb, Ni, Ta and Sn and sintering conditions on the dielectric properties of BaTiO_3 prepared from mixed oxides method were studied.

Results :

1. The particle size of BaTiO_3 powder prepared from precipitation method is in nanometer order. The particle size increases with increasing calcining temperature. The capacitor made from BaTiO_3 doped with 0.8, 0.2 and 5.0 mol percent of Dy_2O_3 gave the dielectric constant of 4,000, 3,600 and 3,300 respectively.

2. Dielectric properties of BaTiO_3 doped with Sn depends on the sintering temperature and the sintering time.

Discussion Conclusion : By comparing the dielectric properties of Dy doped Barium titanate ceramics prepared from precipitation method and the properties of the capacitors from industrial, it can be concluded that the Dy doped Barium titanate ceramics can be use as a capacitors.

Suggestions / Further Implication / Implementation

1. TiCl_4 is a dangerous starting material for preparation BaTiO_3 , other starting materials should be considered to prepare BaTiO_3
2. Changing the T_c of BaTiO_3 doped with various percents of Sn should be studied.

Keywords : BaTiO_3 , capacitor, precipitation

Executive Summary

งานวิจัยนี้ได้เตรียม BaTiO_3 และโด๊ปด้วยตัวโด๊ปต่างๆ เพื่อสร้างเป็น capacitor โดยงานวิจัยแบ่งเป็น 2 ส่วนคือการเตรียม BaTiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอน และการเตรียมด้วยวิธี mixed oxide ดังนั้นจึงขอสรุปผลการทดลอง เป็น 2 ส่วน ดังนี้

ส่วนที่ 1 การเตรียม BaTiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนเพื่อใช้สร้างเป็น Capacitor

1. อุณหภูมิการตกตะกอนที่เหมาะสมต่อการเตรียม BaTiO_3 คือ 80°C
2. อนุภาคที่ได้จากการตกตะกอนที่สังเกตจาก SEM นั้นเป็นกลุ่มอนุภาคเล็กๆ ประกอบกันขึ้นเป็นกลุ่มอนุภาคที่มีขนาดใหญ่
3. ขนาดของอนุภาคหลัง Calcine ขึ้นกับอุณหภูมิการ Calcine โดยที่อุณหภูมิสูง ขนาดอนุภาคจะใหญ่ ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิการตกตะกอน
4. มีการเปลี่ยนรูปร่างผลึกของ BaTiO_3 เมื่ออุณหภูมิ Calcine เปลี่ยนไป
5. Capacitor ที่สร้างจาก BaTiO_3 ที่มาจากการตกตะกอนแล้วโด๊ปด้วย Dy 0.8 mol% สามารถนำมาใช้งานได้โดยมีคุณสมบัติเทียบเท่ากับ capacitor ที่ได้จากโรงงาน

ส่วนที่ 2 การเตรียม BaTiO_3 ด้วยวิธี mixed oxide เพื่อใช้สร้างเป็น Capacitor

1. เมื่อเตรียม BaTiO_3 แล้วโด๊ปด้วย Sn แล้วนำมาทำเป็น Capacitor พบว่า อุณหภูมิการขึ้นเตอรและเวลาการขึ้นเตอมีผลต่อค่า ϵ_r โดยถ้าอุณหภูมิสูงและเวลาขึ้นเตอรนานจะทำให้ค่า ϵ_r มีค่าสูง ซึ่ง BaTiO_3 ที่โด๊ปด้วย Sn นี้มีคุณสมบัติคล้ายกับ Capacitor ที่ได้จากท้องตลาด อย่างไรก็ตามในส่วนนี้ยังต้องมีการพัฒนาต่อไป
2. BaTiO_3 ที่เตรียมด้วยวิธี mixed oxide แล้วโด๊ปด้วย Nb และ Ni หรือ Ta นั้น พบว่าการโด๊ปที่เปลี่ยนไปทำให้เกิดปรากฏการณ์ insulator-semiconductor transition ซึ่งควรหาเหตุผลมาอธิบายปรากฏการณ์นี้

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
Abstract	ค
Executive Summary	ง
สารบัญรูป	ฉ
สารบัญตาราง	ญ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	2
1.2 ข้อสมมติ	4
1.3 วัตถุประสงค์	5
บทที่ 2 การสร้าง BaTiO ₃ capacitor โดย BaTiO ₃ เตรียมจากวิธีการตกตะกอน	
2.1 การเตรียมผง BaTiO ₃ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม	6
2.1.1 การเตรียมิตาเนียมไอออน (Ti ⁴⁺ Solution)	6
2.1.2 การวิเคราะห์ิตาเนียมไอออน (Ti ⁴⁺ Solution)	6
2.1.3 การเตรียมสารละลายแบเรียมไอออน (Ba ²⁺ Solution)	7
2.1.4 การเตรียมแบเรียมไททานิล ออกซาเลท	7
2.2 การสร้างตัวเก็บประจุ (Capacitor)	10
2.2.1 การเตรียมสารละลายดิฟโฟเซียมไอออน (Dy ³⁺ solution)	10
2.2.2 การเติมสารเจือ	10
2.3 ผลการทดลอง	12
2.3.1 ผลการทดลองการเตรียม BaTiO ₃ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม	12
2.3.2 ผลของอุณหภูมิในขณะตกตะกอน	12
2.3.3 ผลการศึกษา BaTiO ₃ ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิต่างๆด้วย X-ray diffraction	15
2.3.4 ผลการศึกษานาโนภาคจากการเตรียมสาร BaTiO ₃ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิตกตะกอนต่างๆ กัน	16

2.3.5	ผลการหาค่า c/a ของ $BaTiO_3$ ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ	17
2.3.6	ผลการศึกษาทางด้านความร้อน	18
2.3.7	ผลการศึกษาและวิเคราะห์สารที่เผา calcine อุณหภูมิต่างๆ ด้วย X - ray diffraction	19
2.3.8	ผลการศึกษาผง $BaTiO_3$ ที่อุณหภูมิ calcine ต่างๆ ด้วย SEM	21
2.3.9	ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ	27
2.3.10	ผลการศึกษาหาค่า c/a ratio ของสารที่ได้จากการเผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ	28
2.3.11	ผลการศึกษาสารที่เตรียมได้ จากการเผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำมาแตกตัว	29
2.3.12	ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของสาร ที่ตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ หลังจากนำไปทำให้สารแตกตัวด้วย Ultrasonic	35
2.3.13	ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ หลังจากการที่นำไปทำให้สารแตกตัวด้วย ultrasonic	35
2.3.14	ผลศึกษาการเจือสารด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้ X-ray diffraction	36
2.3.15	ผลศึกษาการหดตัวของสาร	38
2.3.16	ผลการศึกษาหาค่า dielectric	39
2.3.17	ผลศึกษา Microstructure ของสารเซรามิกที่โด๊ปด้วย Dy	40
2.4	สรุปผลการทดลองการสร้าง $BaTiO_3$ capacitor โดยวิธีการตกตะกอน	41
บทที่ 3	การสร้าง $BaTiO_3$ capacitor โดยวิธี mixed oxide	
3.1	การสร้าง $BaTiO_3$ capacitor ที่เจือด้วย Sn	43
3.1.1	การทดลอง	43
3.1.1.1	การเตรียม $BaTiO_3$ ที่เจือด้วย Sn	43
3.1.1.2	การหาค่าการหดตัว (Shrinkage)	46
3.1.1.3	การหาความหนาแน่น (Density)	46
3.1.1.4	การศึกษาโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของสาร	46
3.1.1.5	การทำตัวเก็บประจุ (Capacitor)	47

3.1.2	ผลการทดลอง	47
3.1.2.1	ผลการเตรียมสารตัวอย่าง	47
3.1.2.2	ผลการศึกษาการหดตัว (Shrinkage) และความหนาแน่น (Density) ของสาร	48
3.1.2.3	ผลการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค (Microstructure) ของสาร	51
3.1.2.4	ผลของอุณหภูมิซินเตอร์ต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) กับแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เมื่อเทียบกับอุณหภูมิ	55
3.1.3	สรุปผลการทดลองการสร้าง BaTiO ₃ capacitor ที่เจือด้วย Sn	61
3.2	การสร้าง BaTiO ₃ capacitor ที่เจือด้วยสารเจือ Nb และ Ta	62
3.2.1	การทดลอง	62
3.2.1.1	การเตรียม BaTiO ₃ ที่เจือด้วย Nb และ Ta	62
3.2.2	ผลการทดลอง	64
3.2.2.1	ผลการเตรียมสารตัวอย่าง	64
3.2.2.2	ผลการตรวจสอบสารที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)	65
3.2.2.3	ผลการหาค่าความหดตัว (Shrinkage) และค่าความหนาแน่น (Density) ของ sample	66
3.2.2.4	ผลของการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคโดยการดูลักษณะผิวซินเตอร์	67
3.2.2.5	ผลการวัดค่า Dielectric constant (ϵ_r) และค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เทียบกับอุณหภูมิ ณ ความถี่ 1 kHz	72
3.2.3	สรุปผลการทดลองการสร้าง BaTiO ₃ capacitor ที่เจือด้วย Nb และ Ta	75
3.3	การสร้าง BaTiO ₃ capacitor ที่เจือด้วยสารเจือ Nb และ Ni	77
3.3.1	การทดลอง	77
3.3.1.1	การเตรียม BaTiO ₃ ที่เจือด้วย สารเจือ Nb และ Ni	77
3.3.2	ผลการเตรียมสารตัวอย่าง	79
3.3.2.1	ผลการตรวจสอบสารที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)	79

3.3.2.2 ผลของการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคโดยการ ดูลักษณะผิวซินเตอร์	80
3.3.2.3 ผลการวัดค่า Dielectric constant (ϵ_r) และ ค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เทียบกับอุณหภูมิ ณ ความถี่ 1 kHz	83
3.3.3 สรุปผลการทดลอง	86
บทที่ 4 การเปรียบเทียบ capacitor ที่สร้างขึ้นและ capacitor จากท้องตลาด	88
บทที่ 5 บทสรุปและวิจารณ์การสร้าง capacitor	92
เอกสารอ้างอิง	93
Output ที่ได้	95
ภาคผนวก	98

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 รูปแสดงการจัดอุปกรณ์และการเตรียม Ti^{4+} Solution	6
2.2 รูปแสดงอัตราการขึ้นลงของเตาที่ใช้ในการเผาตะกอน เพื่อการวิเคราะห์ความเข้มข้นของ Ti^{4+} Solution	7
2.3 รูปแสดงการทดสอบละลายเพื่อตกตะกอน	8
2.4 รูปแสดงขั้นตอนการเตรียมแบเรียมดีดาคเนตและการวิเคราะห์	9
2.5 รูปแสดงอัตราการขึ้นลงของเตาที่ใช้ในการเผาสารที่อุณหภูมิต่างๆ	9
2.6 รูปแสดงอัตราการขึ้น-ลง ของเตาเผาในการ calcine สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมด้วยการเติมสารเจือ	10
2.7 รูปแสดงอัตราการขึ้น-ลง ของเตาเผา ในการเผา sinter สารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมด้วยการเติมสารเจือ	11
2.8 รูปแสดงขั้นตอนการเตรียมตัวเก็บประจุ	11
2.9 รูปแสดงผลการวิเคราะห์สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำมา calcine ที่ 1000 °C ด้วย SEM	13-14
2.10 X-ray ของสารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนหลังการอบ 50 °C	15
2.11 รูปแสดงผลการวิเคราะห์สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ การตกตะกอนต่างๆ แล้วนำมา calcine ที่ 1000 °C ด้วยวิธี X-ray	16
2.12 รูปแสดงผลการวิเคราะห์ BTO ด้วยเครื่อง Differential Thermal Analysis (DTA)	18
2.13 รูปแสดงการวิเคราะห์ BTO ด้วย Thermogravimetry (TG)	19
2.14 รูปแสดงการวิเคราะห์ BTO ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย X - ray diffraction	20
2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM	21-26
2.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคและอุณหภูมิ calcine ของ $BaTiO_3$	27
2.17 แสดงค่า c/a ของสาร ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมแล้วนำมาเผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ	28
2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM	29-34
2.19 ขนาดอนุภาคของ $BaTiO_3$ ที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ หลังจากที่ทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic	36
2.20 แสดง X - ray diffraction Pattern ของสารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วม	37

2.21	แสดงเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารที่ได้จากการดกตะกอนรวม โดยการเติมสารเจือ Dy^{3+} solution	38
2.22	แสดง ค่า Dielectric constant ที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิ ของสาร $BaTiO_3$ ที่เติมสารเจือ 0.0, 0.8, 2.0 และ 5.0 mol%	39
2.23	แสดงค่า Dissipation Factor ที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิ ของสาร $BaTiO_3$ ที่เติมสารเจือ 0.0, 0.8, 2.0 และ 5.0 mol%	39
2.24	รูปแสดง Microstructure ของสาร	40-41
3.1	แผนภูมิการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิซินเตอร์ที่มีต่อ $(Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O_3)$	44
3.2	แผนภูมิการทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาซินเตอร์ที่มีต่อ $(Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O_3)$	45
3.3	X-ray diffraction ของ $BaTiO_3$ หลังการเผาแคลไซน์ที่ $1300\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	48
3.4	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวกับอุณหภูมิซินเตอร์	49
3.5	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและอุณหภูมิซินเตอร์	49
3.6	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวกับเวลาการซินเตอร์	50
3.7	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและเวลาการซินเตอร์	50
3.8	แสดงภาพ SEM ของ ผิว $Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O_3$ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ	51-52
3.9	แสดงภาพ SEM ของ ผิว $Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O_3$ ซินเตอร์ที่ $1300\text{ }^{\circ}C$ และช่วงเวลาซินเตอร์ต่างๆ	53-54
3.10	แสดงการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ	56
3.11	แสดงการเปรียบเทียบค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก เทียบกับอุณหภูมิที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ	57
3.12	แสดงการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิที่เวลา ของการซินเตอร์ต่างๆ	59
3.13	แสดงการเปรียบเทียบค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก เทียบกับอุณหภูมิที่เวลาซินเตอร์ต่างๆ	60
3.14	แผนภูมิการทดลอง	63
3.15	แสดง X-ray diffraction ของ $BaTiO_3$ ที่เตรียมได้	65
3.16	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวและปริมาณการได้ป Ta_2O_5	66
3.17	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นและปริมาณการได้ป Ta_2O_5	67
3.18	แสดงผิวของ $BaTiO_3$ ceramics ที่ได้ปด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ Ta_2O_5 ปริมาณต่างๆ	68-71

3.19	แสดงค่าไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อได้ปด้วย Ta ₂ O ₅ ด้วยปริมาณต่างๆ	73
3.20	แสดงค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อได้ป Ta ₂ O ₅ ด้วยปริมาณต่างๆ	74
3.21	แผนภูมิในการทดลอง	78
3.22	แสดงผิวของ BaTiO ₃ ceramics ที่ได้ปด้วย Nb ₂ O ₅ 0.8 mol% และ NiO ปริมาณต่างๆ	80-82
3.23	แสดงค่าไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อมีตัวได้ป NiO ปริมาณต่างๆ	84
3.24	ค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อมีตัวได้ป NiO ปริมาณต่างๆ	85
4.1	ค่า Dielectric constant ที่อุณหภูมิต่างๆ ของตัวอย่างที่ได้จากโรงงาน	88
4.2	ค่า tanδ ที่อุณหภูมิต่างๆ ของตัวอย่างที่ได้จากโรงงาน	89
4.3	ค่า dielectric constant ที่อุณหภูมิต่างๆ ของสารตัวอย่าง ที่ผู้วิจัยเตรียมขึ้นจาก BaTiO ₃ ได้ปด้วย Dy	90
4.4	ค่า dielectric constant ที่อุณหภูมิต่างๆ ของสารตัวอย่าง ที่ผู้วิจัยเตรียมขึ้นจาก BaTiO ₃ ได้ปด้วย Sn	91

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ตารางแสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของสาร BaTiO_3 ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ	17
2.2 ตารางแสดงผลการหาค่า c/a ของสารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ	17
2.3 ตารางแสดงผลการวิเคราะห์ BaTiO_3 ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ หลังจากที้นำไปทำให้แตกตัว ด้วย ultrasonic	35
3.1 การเปรียบเทียบค่า T_0 และ T_C ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ	55
3.2 การเปรียบเทียบค่า T_0 และ T_C ที่เวลาการซินเตอร์ต่างๆ	61
3.3 แสดงผลการสังเกตสีของ sample BaTiO_3 dope ด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ Ta_2O_5 ในปริมาณต่างๆ และ pure BaTiO_3	64
3.4 การเปรียบเทียบค่า T_C ที่ปริมาณ Ta_2O_5 (%) ต่างๆ	72
3.5 แสดงผลการสังเกตสีของ sample BaTiO_3 dope ด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ NiO ในปริมาณต่างๆ และ pure BaTiO_3	79
3.6 การเปรียบเทียบค่า T_C ที่ปริมาณ NiO (%) ต่างๆ	86

บทที่ 1

บทนำ

ในปัจจุบันเทคโนโลยีด้านอิเล็กทรอนิกส์กำลังได้รับความสนใจศึกษาและค้นคว้ากันอย่างกว้างขวาง การผลิตอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ดีมีคุณภาพเป็นการช่วยผลักดันให้เกิดความก้าวหน้ามากขึ้น โดยวัสดุอิเล็กทรอนิกส์เซรามิกได้เข้ามามีบทบาทอย่างมากในการพัฒนาเทคโนโลยีในสาขานี้ และได้มีการพยายามที่จะลดขนาดของผลิตภัณฑ์ลงให้มีขนาดเล็กมากที่สุด ในขณะที่เดียวกันให้ผลิตภัณฑ์มีประสิทธิภาพที่สูงขึ้นด้วย

วัสดุเซรามิกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric Constant) สูง ได้รับความสนใจที่จะศึกษาเพื่อนำมาทำเป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เช่น ตัวเก็บประจุ (Capacitor) และตัวเก็บประจุคัลยไฟฟ้าสูง (High Voltage Capacitor) ซึ่งใช้สำหรับเป็น filter ที่มีอำนาจการแยกแยะ (Power Separation Filter (PSF)) สูงในระบบสื่อสาร เพราะสารที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกยิ่งสูงก็สามารถทำให้ขนาดของตัวเก็บประจุนั้นมีขนาดเล็กลงซึ่งสอดคล้องกับความต้องการในปัจจุบัน

ในกระบวนการผลิตตัวเก็บประจุจากวัสดุเซรามิกนั้น สิ่งที่ต้องพิจารณาถึงได้แก่ สารไดอิเล็กตริกที่ใช้ต้องมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก (Dielectric Loss) ต่ำ และสภาพต้านทานไฟฟ้า (Resistivity) สูง ซึ่งในการพัฒนาสมบัติต่างๆ เหล่านี้ได้มีการศึกษากันในสารเซรามิกหลายชนิด

สารแบเรียมติตาเนต (BaTiO_3) ได้ถูกนำมาใช้เป็นสารไดอิเล็กตริกอย่างกว้างขวางในการสร้างตัวเก็บประจุเนื่องจากสารแบเรียมติตาเนตมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกค่อนข้างสูง แต่การใช้งานก็ถูกจำกัด (BaTiO_3 บริสุทธิ์) ทั้งนี้เพราะแบเรียมติตาเนตมีการเปลี่ยนแปลงของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงโดยเฉพาะที่อุณหภูมิประมาณ 130°C ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนาสมบัติของสารแบเรียมติตาเนตให้ดีขึ้น ซึ่งในปัจจุบันมีอยู่ 2 วิธีด้วยกัน คือ วิธีแรกการเจือสารอื่นเข้าไปในสารแบเรียมติตาเนต ซึ่งวิธีนี้ได้มีการศึกษากันอย่างกว้างขวาง เช่น การเจือสาร Gd_2O_3 , Yb_2O_3 , La_2O_3 , Ta_2O_5 , Nb_2O_5 , Dy_2O_3 , ZrO_2 และ SnO_2 เป็นต้น เข้าไปในสารแบเรียมติตาเนต พบว่ามีผลยับยั้งการเกิดเกรน (Grain Formation) ในสารแบเรียมติตาเนต ซึ่งจะทำให้สมบัติทางไฟฟ้าดีขึ้นอีกวิธีหนึ่งทำโดยการควบคุมขนาดของอนุภาค และหาเงื่อนไขในการผลิตให้เหมาะสม วิธีนี้อาจทำได้โดยการเตรียมด้วยวิธีทางเคมี

ดังนั้นวัตถุประสงค์ของการวิจัยครั้งนี้คือ เพื่อเตรียม BaTiO_3 ผงละเอียด แล้วใช้ BaTiO_3 ที่เตรียมได้เป็นฐานในการสร้าง Capacitor ceramics ที่มีค่าคุณภาพสูง และศึกษาผลของตัวเติมต่างๆ ที่ต่อตัวเก็บประจุที่สร้างขึ้น

1.1 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Arlt และ Sasko [1] ได้ทำการทดลองโดยการศึกษาการเรียงตัวของโดเมนของแบเรียมไททาเนต และศึกษาลักษณะการเรียงตัวของ domain แบบต่างๆ ซึ่ง domain เกี่ยวข้องกับค่า ϵ_r

Arlt และ de With [2] ได้ศึกษาค่าของ Dielectric ของ BaTiO_3 ที่มีขนาดเกรนเล็ก โดยเตรียมผง BaTiO_3 โดยวิธี Solid Reaction และพบว่าเมื่อ BaTiO_3 มีขนาดเกรนเล็ก ค่า dielectric constant มีค่าประมาณ 5000 โดยมีขนาดเกรน 0.8-1 μm

Yen และคณะ [3] ได้เตรียมสาร Barium Titanyl Oxalate Tetrahydrate โดย Yen และคณะ เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม แล้ววัดขนาดของอนุภาคของสารที่ตกตะกอน ซึ่งสารนี้เมื่อนำมาเผาจะกลายเป็น BaTiO_3 พบว่าวิธีการเตรียม BaTiO_3 ด้วยวิธีตกตะกอนจะให้ขนาดอนุภาคที่เล็กมาก นอกจากนั้นแล้ว ยังพบว่าการเปลี่ยน phase จาก Tetragonal ไปเป็น Cubic ยังขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาค

Fang และคณะ [4] ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของผง BaTiO_3 ที่ได้จากการเตรียมโดยการตกตะกอนร่วม ณ อุณหภูมิต่างๆ และยังพบว่า BaTiO_3 สามารถเตรียมจากการ calcine ที่อุณหภูมิต่ำ

Hsiang และ Yen [5] ได้ศึกษา domain และเดบิตของ particle size ของ BaTiO_3 ที่ particle size ขนาดต่างๆ และพบว่าการเดบิตของ domain เกี่ยวข้องกับขนาด particle size

Tunkasiri และ Rujijanagul [6] พบว่าเมื่อ particle size เล็กลง ทำให้ ceramics มีความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้น จึงเป็นที่คาดว่าสมบัติอื่นๆ จะเปลี่ยนแปลงไปด้วย โดยเฉพาะค่า dielectric constant และการทนต่อศักย์ไฟฟ้าสูง

Kahn [7] ได้พบว่าการ dope BaTiO_3 ด้วย Nb เป็นจำนวนสูงจะทำให้ค่า ϵ_r ของ BaTiO_3 มีค่าไม่เปลี่ยนไปมากกับอุณหภูมิ

Bonsack [8] ได้ศึกษาผลของตัว dope ต่างๆ ที่มีต่อคุณสมบัติทางไฟฟ้าของ BaTiO_3 ceramics

Lin และ คณะ [9] ได้ทำการศึกษา diffuse phase transition ในระบบ $(\text{A}_x\text{B}_{1-x})\text{TiO}_3$ และ $\text{A}(\text{B}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ พบว่าการเกิด diffuse phase transition ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลง strain อันเนื่องมาจากการแทรกตัวของไอออน B

Lu และคณะ [10] ได้ศึกษาโครงสร้าง Core และ Shell ซึ่งมีผลต่อ diffuse phase transition ใน BaTiO_3 ที่เจือด้วย ZrO_3

Tu และคณะ [11] ได้สร้าง Capacitor ceramic ที่มีค่า ϵ_r สูงมากจากระบบ $\text{Ba}(\text{Ti}_{1-x-y}\text{Sn}_x\text{Zr}_y)\text{O}_3$

Tunkasiri และ Rujijanagul [12] พบว่าการทำให้ Capacitor ceramics มีการทนต่อแรงดันไฟฟ้าสูงนั้นต้องทำให้ grain ของเนื้อ ceramics มีขนาดเล็กถึงค่าหนึ่ง

Aklimoto และคณะ [13] ได้ศึกษาโครงสร้างของ BaTiO_3 ที่มีโครงสร้างแบบ Hexagonal

Dalington และคณะ [14] ได้ทำการศึกษาหาโครงสร้างของ BaTiO_3 ที่เปลี่ยนไปกับอุณหภูมิในช่วงกว้าง คือตั้งแต่ 150 ถึง 425 K พบว่า เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป โครงสร้างของแบบเรียมิตาเนดจะเปลี่ยนไป

Wu และ Lin [15] ได้ศึกษาผลของ Nb ที่มีต่อ BaTiO_3 พบว่า Nb มีผลต่อการเปลี่ยนสถานะของ BaTiO_3 ความเครียดของผลึกและมีผลต่อคุณสมบัติ PTCR ของ BaTiO_3

Suyam และ Mitsuru [16] ได้ทำการเตรียม single crystal จากวิธีเคมีซึ่งเป็นวิธีใหม่ในการเตรียม single crystal

Bruce และคณะ [17] ได้ศึกษาผลของขนาดอนุภาคที่มีต่อการเปลี่ยนสถานะของ BaTiO_3 ซึ่งเขาเตรียม BaTiO_3 โดยวิธี hydrothermal พบว่าคุณสมบัติของ BaTiO_3 ส่วนใหญ่ขึ้นกับขนาดอนุภาค แต่การเปลี่ยนสถานะเปลี่ยนไปเล็กน้อย เมื่อขนาดอนุภาคเปลี่ยนไป

Lobo และคณะ [18] ได้เตรียม BaTiO_3 โดยวิธี sol-gel แล้วศึกษาลักษณะการเปลี่ยนสถานะแบบ Diffuse phase transition พบว่าขนาดเกรนมีผลต่อการเปลี่ยนสถานะดังกล่าว

Masami และคณะ [19] ได้เตรียม BaTiO_3 Thin films โดยวิธี sputtering และพบว่า Ba ต่อ Ti ที่มีต่อสมบัติทางแสงของ BaTiO_3

Hirokazu และคณะ [20] ได้เตรียม BaTiO_3 ceramics จากวิธี sol-gel ซึ่ง gel มาจาก monolith gels

Danielle และคณะ [21] ได้เตรียม $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$ ฟิล์มบางโดยวิธี sol-gel พร้อมทั้งตรวจสอบคุณสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้

Liou และคณะ [22] ได้เตรียม $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ โดยเติม Mg และ Mn และศึกษาค่า dielectric constant กรณีกระแสไฟฟ้าแบบกระแสตรง พบว่าตัวเติมมีผลต่อเกรน และอุณหภูมิ curie นอกจากนั้นแล้ว anharmonic coefficient จะเพิ่มขึ้น เมื่อ Sr เพิ่มขึ้น

Peter และคณะ [23] ได้เตรียม $(\text{Ba}_{1-x}\text{Ca}_x)(\text{Ti}_{1-y}\text{Zr}_y)\text{O}_3$ ในสัดส่วน x, y ต่างๆ และมีการเติมด้วยตัวเติมต่างๆ พบว่า ceramic ชุดนี้สามารถมีค่า ϵ_r สูงถึง 25000

Finlay และคณะ [24] ได้ศึกษาการดอปของ La ที่มีต่อ BaTiO_3 ซึ่งทำให้ ϵ_r มีค่าสูงขึ้นถึง 20000 ในขณะเดียวกัน La ยังมีผลทำให้ T_c ของ BaTiO_3 ลดลงด้วย

Hirokazu และ คณะ [25] เตรียม BaTiO_3 แล้วเติมด้วย Nb และ Co แล้วศึกษาคูณสมบัติทางไฟฟ้าและคุณสมบัติทางกายภาพ พบว่า Nb และ Co มีผลต่อ T_c ของ BaTiO_3 และทำให้ค่า dielectric เมื่อเทียบกับอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงไปในลักษณะ stable มากขึ้น

Pascal และคณะ [26] BaTiO_3 ได้เตรียม โดยวิธี hydrothermal จาก Ba(OH)_2 และ titanium alkoxide และได้ตรวจสอบคุณสมบัติพื้นฐานต่างๆ ของ BaTiO_3

Toru และคณะ [27] ศึกษาผลการ doped ของ Mg ที่มีผลต่อ BaTiO_3 พบว่า Mg มีผลทำให้ลักษณะการเปลี่ยนเฟสของ BaTiO_3 เปลี่ยนไป ซึ่ง Mg ที่ dope มีผลต่อรูปร่างผลึกด้วย

1.2 ข้อสมมติ

โดยทั่วไป Ceramics ที่เตรียมจากสารตั้งต้นผงละเอียด จะให้คุณสมบัติที่ดี ดังนั้น จึงเป็นที่คาดว่า Barium Titanate (BaTiO_3) ผงละเอียดนั้นเมื่อนำมาทำเป็น Ceramics จะทำให้สมบัติทางไฟฟ้าดี จากการค้นคว้าที่ผ่านมาพบว่าการเตรียม BaTiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอน จะทำให้ได้ BaTiO_3 ผงละเอียดมาก ซึ่งการเตรียมแบบนี้ใช้ กรด Oxalic เป็นฐาน และในการตกตะกอนจะหยด TiCl_4 และ BaCl_2 อย่างช้าๆ ทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของ Barium Oxalate ที่ได้ ดังนั้นทางผู้วิจัยจึงได้เปลี่ยนกรด Oxalic ตัวใหม่ที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารอีก 2 ตัว ข้างต้นกันเมื่อผสม แต่จะทำปฏิกิริยาเมื่อให้ความร้อนที่พอเหมาะ วิธีนี้จะทำให้ได้ผง Barium Titanyl Oxalate Tetrahydrate ที่มีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคมาก เนื่องจากเกิดการตกตะกอนพร้อมกัน และจากผลงานตีพิมพ์ที่ผ่านมาพบว่า BaTiO_3 สามารถใช้เป็นฐานในการสร้าง Capacitors ที่ให้ค่า ϵ_r สูง และถ้าหากใช้ผง BaTiO_3 ที่มีความละเอียดสูงอีกทั้งมีความสม่ำเสมอของผงสูงด้วยแล้ว จึงเป็นที่คาดว่าน่าจะสามารถสร้าง Capacitor ที่มีคุณภาพดีได้

นอกจากนั้นแล้วจากการดูงานตามโรงงานต่างๆ และจากผลงานตีพิมพ์ที่ผ่านมาพบว่า BaTiO_3 สามารถใช้เป็นฐานในการสร้าง Capacitors ที่ให้ค่า ϵ_r สูง โดยถ้าเตรียมในชุด $\text{Ba}(\text{Sn}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ หรือ BaTiO_3 doped ด้วย Nb และสารช่วยโด๊ปอื่น จะทำให้ค่า ϵ_r สูงมากถึง 18,000 ที่เดียว และถ้าหากใช้ผง BaTiO_3 ที่มีความละเอียดสูงอีกทั้งมีความสม่ำเสมอของผงสูงด้วยแล้ว จึงเป็นที่คาดว่าน่าจะสามารถสร้าง Capacitor ที่มีคุณภาพดีได้ และได้รับคำแนะนำจาก Dr. M. Kikuzawa (ที่ปรึกษาอาวุโสบริษัท Hitachi) ให้ลองสร้าง Capacitors ที่ใช้ BaTiO_3 ที่โด๊ปด้วย Nb และตัวโด๊ปอื่นๆ พร้อมกัน

1.3 วัตถุประสงค์

ในการวิจัยครั้งนี้มีวัตถุประสงค์ต่อไปนี้

1. เพื่อเตรียม BaTiO_3 ผงละเอียด
2. ศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพของ BaTiO_3 ที่เตรียมขึ้น
3. ใช้ BaTiO_3 ที่เตรียมได้เป็นฐานในการสร้าง Capacitor ceramics ที่มีค่า Dielectric สูง
4. ศึกษาคุณสมบัติของ Capacitor ที่เตรียมสมบัติกับ ceramics capacitor ที่ผลิตขาย ในท้องตลาด
5. ค้นหาหรือสร้างสูตรการเตรียม Capacitor คุณภาพสูง

บทที่ 2

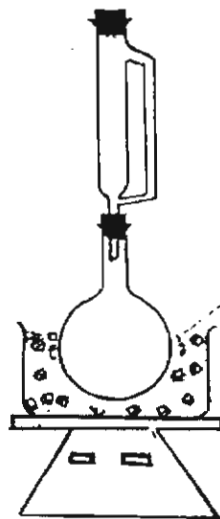
การสร้าง BaTiO_3 capacitor โดย BaTiO_3 เตรียมจากวิธีการตกตะกอน

ในบทนี้จะได้กล่าวถึงการเตรียม BaTiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมและผลการทดลอง

2.1 การเตรียมผง BaTiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

2.1.1 การเตรียมทิตาเนียมไอออน (Ti^{4+} Solution)

หยดน้ำกลั่นที่แช่เย็น ปริมาตร 1000 ml ลงใน สารทิตาเนียมเตตระคลอไรด์ (TiCl_4) ปริมาตร 30 ml ในขณะที่หยดน้ำเย็นลงไปในนั้นจะคนด้วย magnetic bar และแช่อยู่ในอ่างน้ำแข็ง ซึ่งสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.1

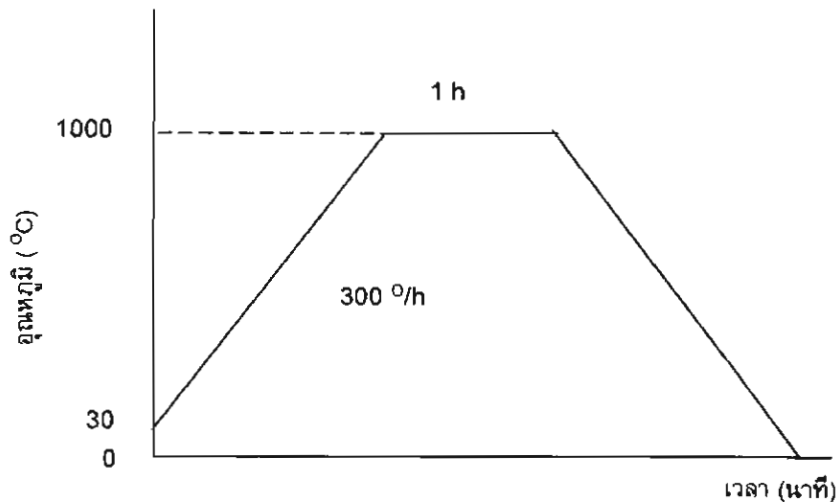


รูปที่ 2.1 รูปแสดงการจัดอุปกรณ์และการเตรียม Ti^{4+} Solution

2.1.2 การวิเคราะห์ทิตาเนียมไอออน (Ti^{4+} Solution)

เมื่อเตรียมสารดังในหัวข้อ 2.1.1 แล้ว สารละลายที่ได้ เรียกว่า สารละลายทิตาเนียมไอออน (Ti^{4+} Solution) สารละลายที่เตรียมได้ต้องนำมาวิเคราะห์หาปริมาณ Ti^{4+} โดยการหยดสารแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงในสารละลายที่เตรียมได้ในข้อ 2.1.1 จะพบว่าเมื่อหยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงไปแล้วจะเกิดตะกอนสีขาว ให้หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงไปจนกระทั่งสามารถสังเกตด้วยตาว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลง ทดสอบอีกครั้งด้วยการใช้กระดาษลิตมัส เพื่อทดสอบความเป็นกรด-ด่าง ถ้าผลจากการทดสอบด้วยกระดาษลิตมัสเป็นด่าง แสดงว่าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงอีก จากนั้นจึงกรองตะกอนที่ได้ นำ

ตะกอนที่ได้มาซึ่ง แล้วนำไปเผาโดยใช้อัตราการขึ้นของเตา $300\text{ }^{\circ}\text{C/ ชั่วโมง}$ ในการเผาคะกอน โดยการพักที่อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ซึ่งสามารถแสดงอัตราการขึ้น-ลงของเตาได้ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 รูปแสดงอัตราการขึ้นลงของเตาที่ใช้ในการเผาคะกอน
เพื่อการวิเคราะห์ความเข้มข้นของ Ti^{4+} Solution

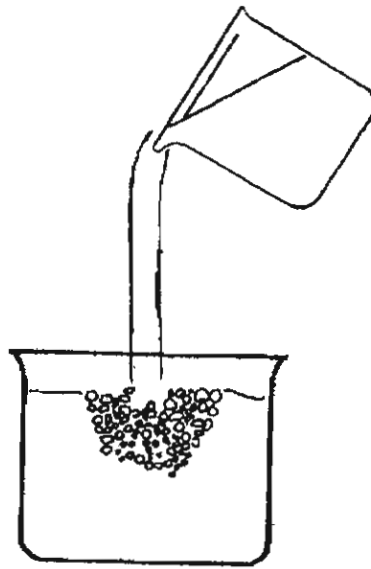
จากนั้นนำสารที่เผาได้มาซึ่งอีกครั้ง สารที่ได้จากการเผาคือ TiO_2 แล้วจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาปริมาณสารแบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และสารไดเอทิล ออกซาเลท ($(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{C}_2\text{H}_4$) ที่ต้องการใช้

2.1.3 การเตรียมสารละลายแบเรียมไอออน (Ba^{2+} Solution)

ซึ่งสารแบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ตามปริมาณที่คำนวณได้ จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำกลั่น คนจนเข้ากัน สารละลายที่ได้เรียกว่า สารละลายแบเรียมไอออน (Ba^{2+} Solution)

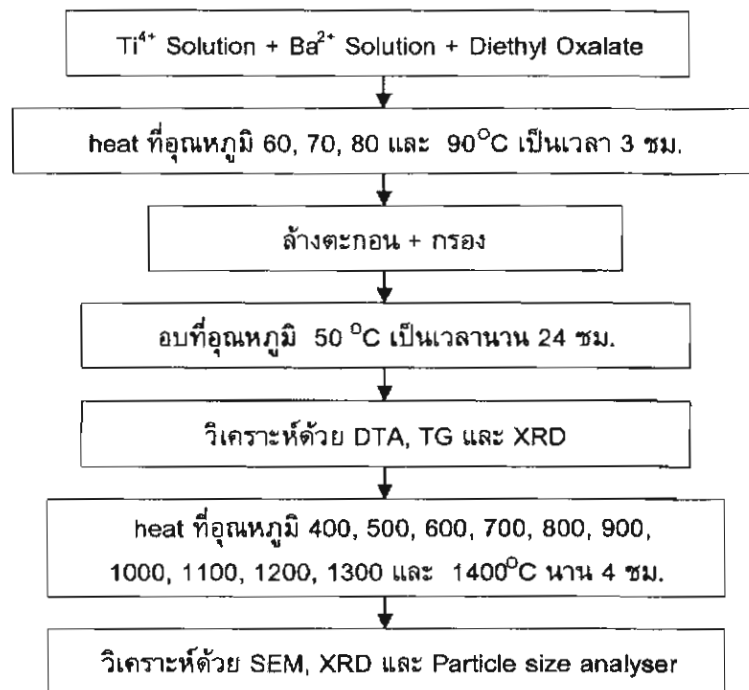
2.1.4 การเตรียมแบเรียมไททานิล ออกซาเลท (Barium Titanyl Oxalate , BTO)

นำสารละลาย Ti^{4+} Solution ที่เตรียมได้, สาร Ba^{2+} Solution ที่เตรียมได้ และสาร Diethyl Oxalate ตามปริมาณที่คำนวณได้มาเทรวมกันดังรูปที่ 2.3

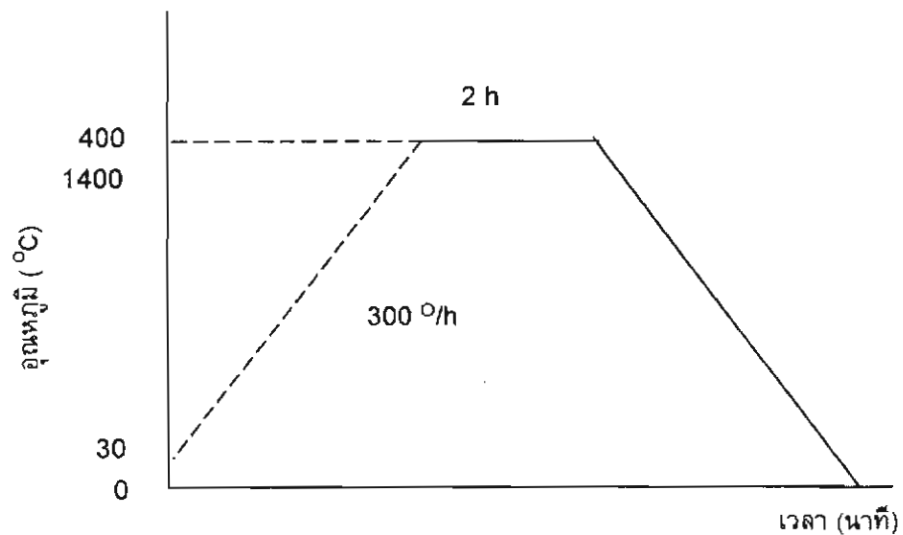


รูปที่ 2.3 รูปแสดงการทดสอบการละลายเพื่อตกตะกอน

แล้วคนสารจนเป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อสารเข้ากันจนเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว จึงให้ความร้อนกับสาร ที่อุณหภูมิ 60 °C, 70 °C, 80 °C และ 90 °C เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงล้างตะกอนที่ได้ แล้วจึงนำมากรอง นำตะกอนที่กรองได้มาอบที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาวิเคราะห์ด้วยกระบวนการต่างๆ ซึ่งสามารถแสดงขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 รูปแสดงขั้นตอนการเตรียมแบเรียมดีตาเนตและการวิเคราะห์



รูปที่ 2.5 รูปแสดงอัตราการขึ้นลงของเตาที่ใช้ในการเผาสารที่อุณหภูมิต่างๆ

2.2 การสร้างตัวเก็บประจุ (Capacitor)

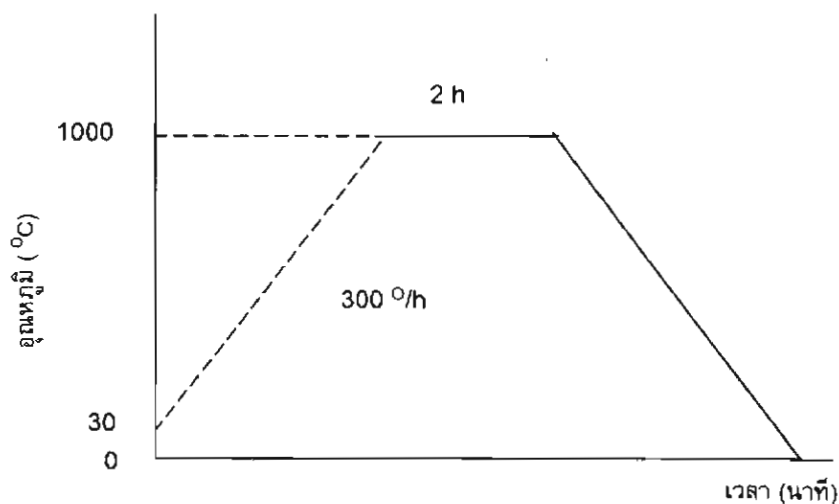
การสร้างตัวเก็บประจุ ในการทดลองนี้ทำโดยการเติมสารเจือเข้าไปขณะที่ตกตะกอนร่วม มีขั้นตอนดังนี้

2.2.1 การเตรียมสารละลายดิฟโพเซียมไอออน (Dy^{3+} solution)

ชั่งสารดิฟโพเซียมคลอไรด์ ($DyCl_3 \cdot 6H_2O$) ตามปริมาณที่คำนวณได้ แล้วนำมาทำการละลายในน้ำกลั่น คนจนเข้ากัน สารละลายที่ได้เรียกว่า Dy^{3+} solution

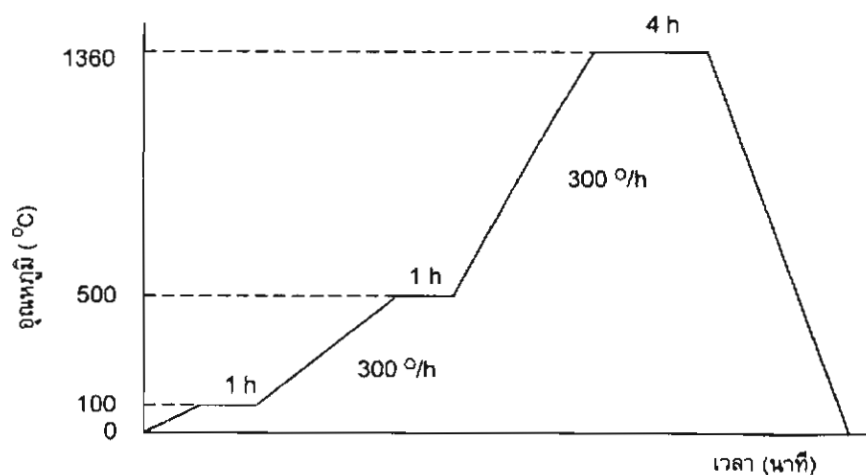
2.2.2 การเติมสารเจือ

นำสาร Ti^{4+} solution, สาร Ba^{2+} solution, สาร Diethyl Oxalate และสาร Dy^{3+} solution ที่เตรียมได้แล้ว นำสารทั้งหมดมาตามปริมาณที่คำนวณไว้มาเทรวมกัน แล้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นจึงให้ความร้อนกับสาร จนถึงอุณหภูมิ $80\text{ }^{\circ}C$ และคงความร้อนที่อุณหภูมิ $80\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำตะกอนที่ได้มาล้างและกรอง พร้อมทั้งอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $50\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วนำมาเผา calcine ที่อุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}C$ ในขั้นตอนการเผา calcine สามารถแสดงอัตราการขึ้น-ลงของการเผาดังรูปที่ 2.6



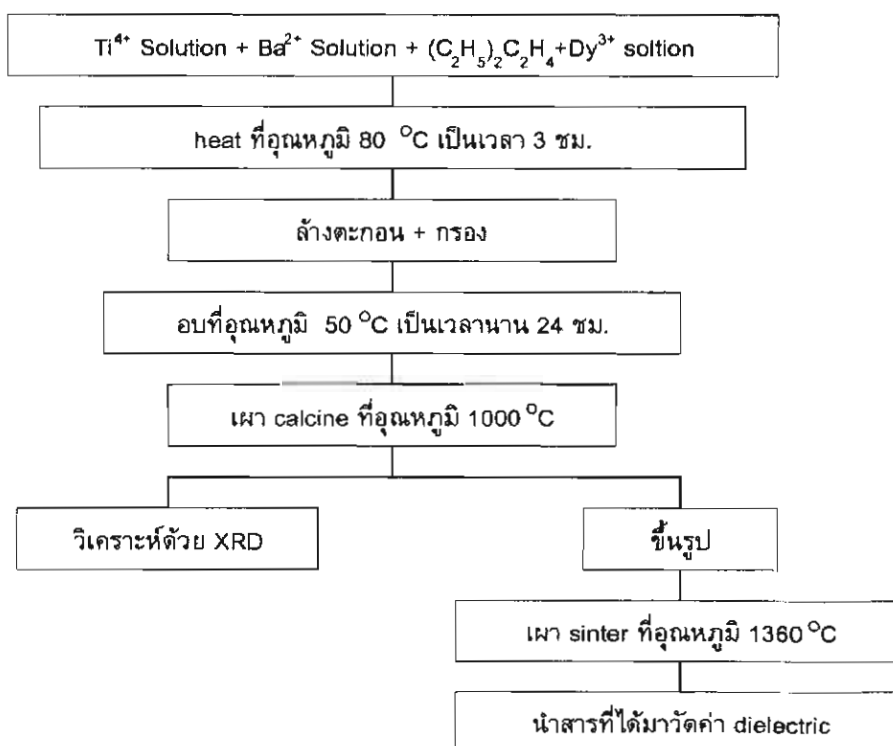
รูปที่ 2.6 รูปแสดงอัตราการขึ้น-ลง ของเตาเผาในการ calcine สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมด้วยการเติมสารเจือ

เมื่อได้สารที่ calcine แล้วจึงนำมาวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction หลังจากวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction แล้ว จึงนำสารที่ได้มาขึ้นรูปเป็นรูปเหรียญ เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร และหนาประมาณ 1.5 มิลลิเมตร และเผา sinter ที่อุณหภูมิ $1360\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยกำหนดให้มีอัตราการขึ้น-ลงของเตาเผาดังแสดงในรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 รูปแสดงอัตราการขึ้น-ลง ของเตาเผา ในการเผา sinter สารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมด้วยการเติมสารเจือ

เมื่อเผา sinter ตามอัตราการขึ้น-ลง ของเตาเผา ตามรูปที่ 2.7 แล้วจึงทำขั้วแล้ววัดค่า dielectric ของสารหลังการ sintering ซึ่งขั้นตอนการเตรียมตัวเก็บประจุสามารถแสดงเป็นแผนผังได้ดังรูปที่ 2.8

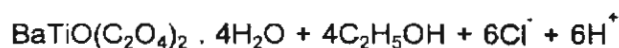
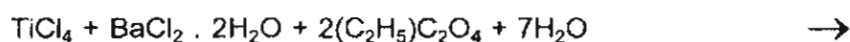


รูปที่ 2.8 รูปแสดงขั้นตอนการเตรียมตัวเก็บประจุ

2.3 ผลการทดลอง

2.3.1 ผลการทดลองการเตรียม BaTiO₃ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

เมื่อเตรียมสารตั้งต้นโดยนำเอา Ba²⁺ solution ที่เตรียมจาก BaCl₂·2H₂O, Ti⁴⁺ solution ที่เตรียมจาก TiCl₄ และ Diethyl Oxalate มาผสมกันเพื่อให้ได้อัตราส่วน [Ti⁴⁺] : [Ba²⁺] : [C₂O₄²⁻] เป็น 1.0 : 1.05 : 2.2 แล้วจึงตกตะกอนที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง พบว่าเกิดตะกอนสีขาว ตะกอนสีขาวนี้มีชื่อว่า Barium Titanyl Oxalate (BTO) ซึ่ง BTO ที่เกิดขึ้นเป็นไปตามปฏิกิริยา



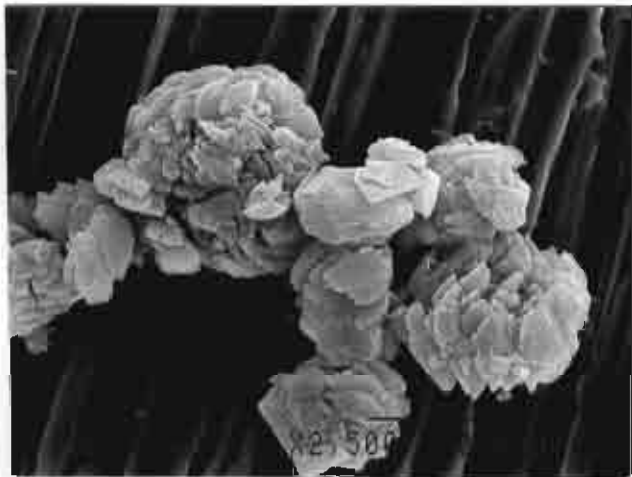
จากนั้นจึงกรองตะกอนที่เกิดขึ้นแล้วจึงนำมาศึกษา และวิเคราะห์ทางด้านความร้อน, X - ray diffraction และ SEM

2.3.2 ผลของอุณหภูมิในขณะตกตะกอน

นำสารที่ตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทุกๆ 10 °C เริ่มจากอุณหภูมิ 60 °C จนถึง 90 °C หลังจากนั้นจึงนำสารที่ตกตะกอนได้ มาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารนั้นมาวิเคราะห์ด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) ซึ่งสามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 2.9

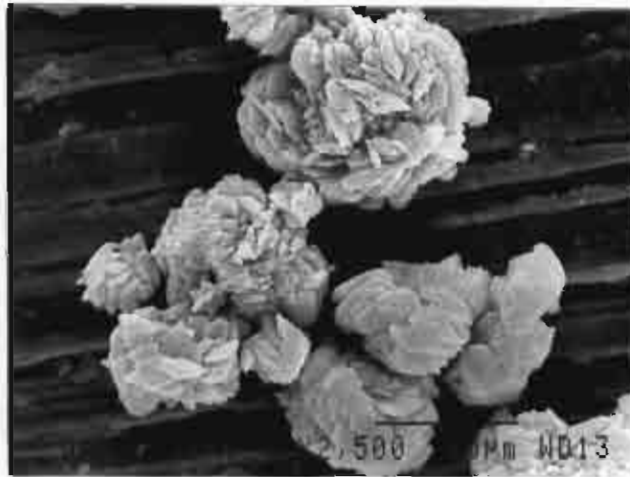


(a)



(b)

รูปที่ 2.9 รูปแสดงผลการวิเคราะห์สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำมา calcine ที่ 1000 °C ด้วย SEM (a) 60 °C (b) 70 °C



(c)



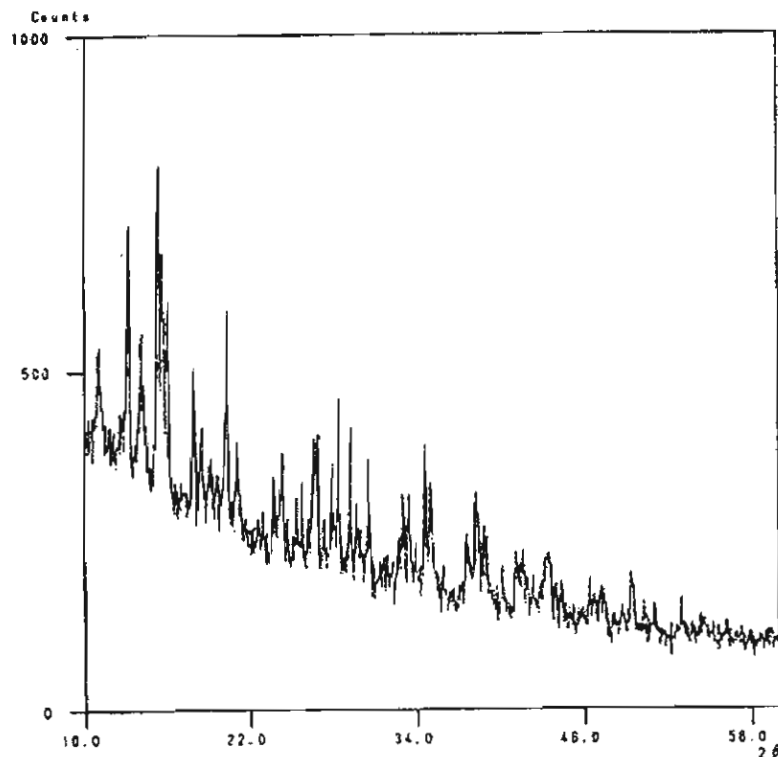
(d)

รูปที่ 2.9 รูปแสดงผลการวิเคราะห์สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ
แล้วนำมา calcine ที่ 1000°C ด้วย SEM (c) 80 °C (d) 90 °C

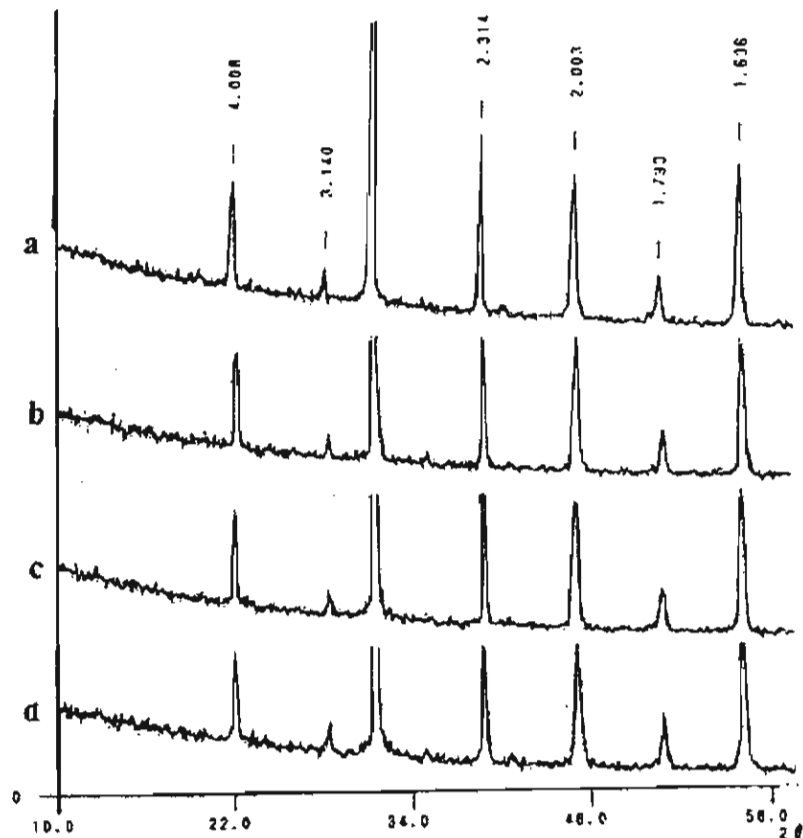
จากรูปจะเห็นว่าที่อุณหภูมิการตกตะกอนสูง การเกาะกันของอนุภาคจะมีมากทำให้กลุ่มของอนุภาคมีขนาดใหญ่ นอกจากนั้นแล้วที่อุณหภูมิสูงการตกตะกอนจะรวดเร็วและเมื่อนำมาอบพบว่าแห้งเร็วกว่าที่อุณหภูมิต่ำ แต่ถ้าอุณหภูมิสูงมากเช่น ที่ 90 °C สารจะเกาะที่ผิวแก้ว ทำให้ล้างยาก และเปลืองพลังงานไฟฟ้า

2.3.3 ผลการศึกษา BaTiO_3 ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่าง ๆ ด้วย X-ray diffraction

เมื่อนำสารที่ตกตะกอนได้มา X-ray จะได้ผลดังรูปที่ 2.10 และเมื่อนำสารที่ตกตะกอน ณ อุณหภูมิต่าง ๆ มาเผาที่ 1000 °C แล้วนำมา X-ray จะได้ผลดังรูปที่ 2.11 ซึ่งพบว่าหลังการเผาสารเป็น BaTiO_3 แล้ว



รูปที่ 2.10 X-ray ของสารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนหลังการอบ 50 °C



รูปที่ 2.11 รูปแสดงผลการวิเคราะห์สารที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ การตกตะกอนต่างๆ แล้วนำมา calcine ที่ 1000 °C ด้วยวิธี X-ray
(a) 60 °C (b) 70 °C (c) 80 °C (d) 90 °C

2.3.4 ผลการศึกษาขนาดอนุภาคจากการเตรียมสาร BaTiO_3

ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิตกตะกอนต่างๆ กัน

จากการเตรียมสาร BaTiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 60 , 70, 80 และ 90 °C หลังจากนั้นจึงนำมาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C แล้วจึงนำสารมาวิเคราะห์ด้วย X - ray diffraction จากนั้นจึงนำเอา X - ray diffraction pattern มาคำนวณหาขนาดอนุภาคที่ (111) peak แล้วจึงนำมาเปรียบเทียบกับขนาดของอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย SEM ซึ่งสามารถแสดงการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วย X - ray diffraction และ SEM ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตารางแสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของสาร BaTiO_3 ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ

สาร BaTiO_3 ที่ตกตะกอนที่อุณหภูมิ (°C)	ขนาดอนุภาคที่คำนวณได้จาก X - ray diffraction (μm)
40	0.241
60	0.241
70	0.241
80	0.241
90	0.241

จากการศึกษาควบคุมขนาดอนุภาคของสารโดย การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการตกตะกอนของสาร ที่อุณหภูมิ 60 °C จนถึงอุณหภูมิ 90 °C แล้วนำมา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C พบว่าสามารถหาขนาดอนุภาคได้จากการคำนวณ X- ray diffraction pattern จะได้ว่าขนาดอนุภาคของสาร ที่เตรียมโดยการตกตะกอนที่อุณหภูมิต่างๆ มีขนาดอนุภาคเท่ากัน นั่นคือมีขนาดเท่ากับ 0.241 μm ซึ่งจะเห็นว่าอุณหภูมิการตกตะกอนไม่มีผลต่อขนาดอนุภาคหลัง calcine แล้ว

2.3.5 ผลการหาค่า c/a ของ BaTiO_3 ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่าง ๆ

นำสาร BaTiO_3 ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 60, 70, 80 และ 90 °C มาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C หลังจากนั้นจึงนำมาวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction จะได้ X-ray diffraction pattern จากนั้นจึงนำมาคำนวณหาค่า c/a ของสาร โดยใช้ peak (202) และ (220) ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ตารางแสดงผลการหาค่า c/a ของสารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ

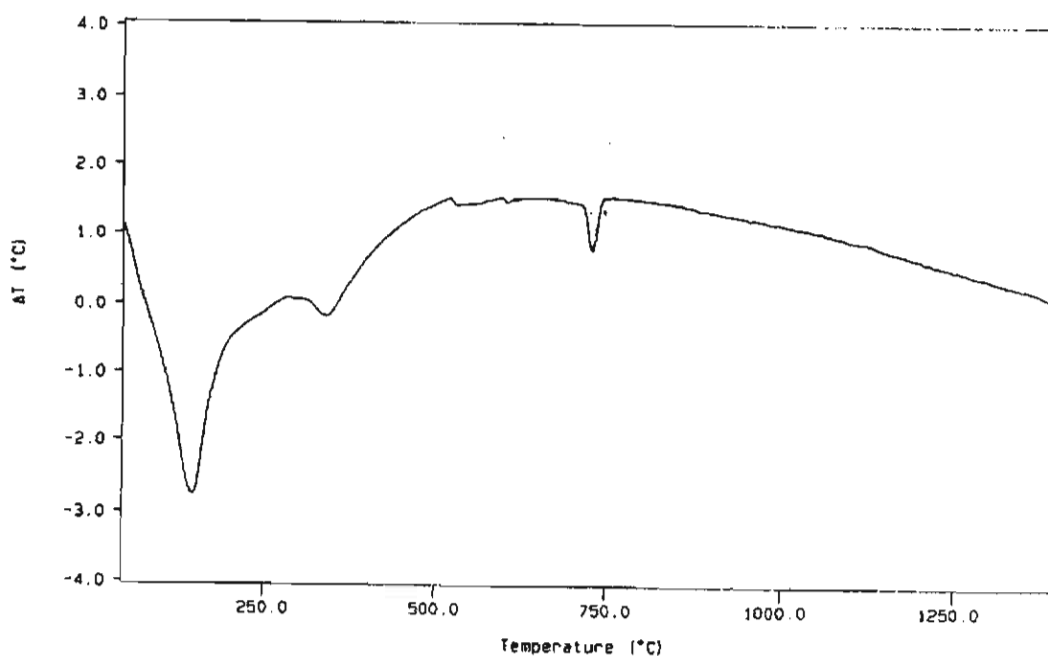
สาร BaTiO_3 ที่เตรียมโดยการ ตกตะกอนที่อุณหภูมิ (°C)	c/a ratio
40	1.004
60	1.004
70	1.004
80	1.004
90	1.004

จากตารางที่ 2.2 แสดงให้เห็นเช่นเดียวกันว่าอุณหภูมิการตกตะกอนไม่มีผลต่อ c/a หลังจาก calcine แล้ว

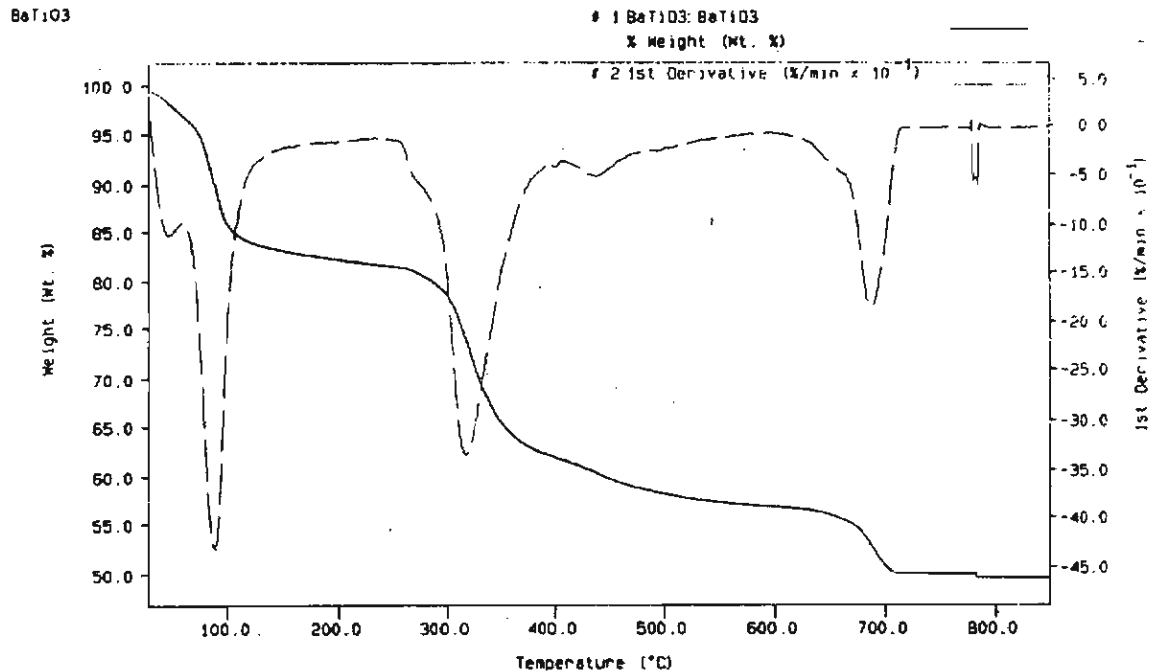
ซึ่งจากข้อมูลข้างต้นและการสังเกตพบว่าการตกตะกอนที่อุณหภูมิ 80 °C น่าจะเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการทดลองขั้นต่อไป

2.3.6 ผลการศึกษาทางด้านความร้อน

นำ BTO ที่ได้จากการตกตะกอนรวมที่อุณหภูมิ 80 °C มาศึกษาดูการเปลี่ยนแปลงทางด้านความร้อน พบว่าเมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ Differential Thermal Analysis (DTA) ซึ่งเป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารตัวอย่าง จากความแตกต่างของอุณหภูมิของสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงที่อุณหภูมิ หรือเวลาที่แตกต่างกัน สามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 2.12 และเมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ Thermogravimetry (TG) ซึ่งเป็นเทคนิคการวิเคราะห์สาร จากความแตกต่างของมวลหรือน้ำหนักขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ สามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.12 รูปแสดงผลการวิเคราะห์ BTO ด้วยเครื่อง Differential Thermal Analysis (DTA)



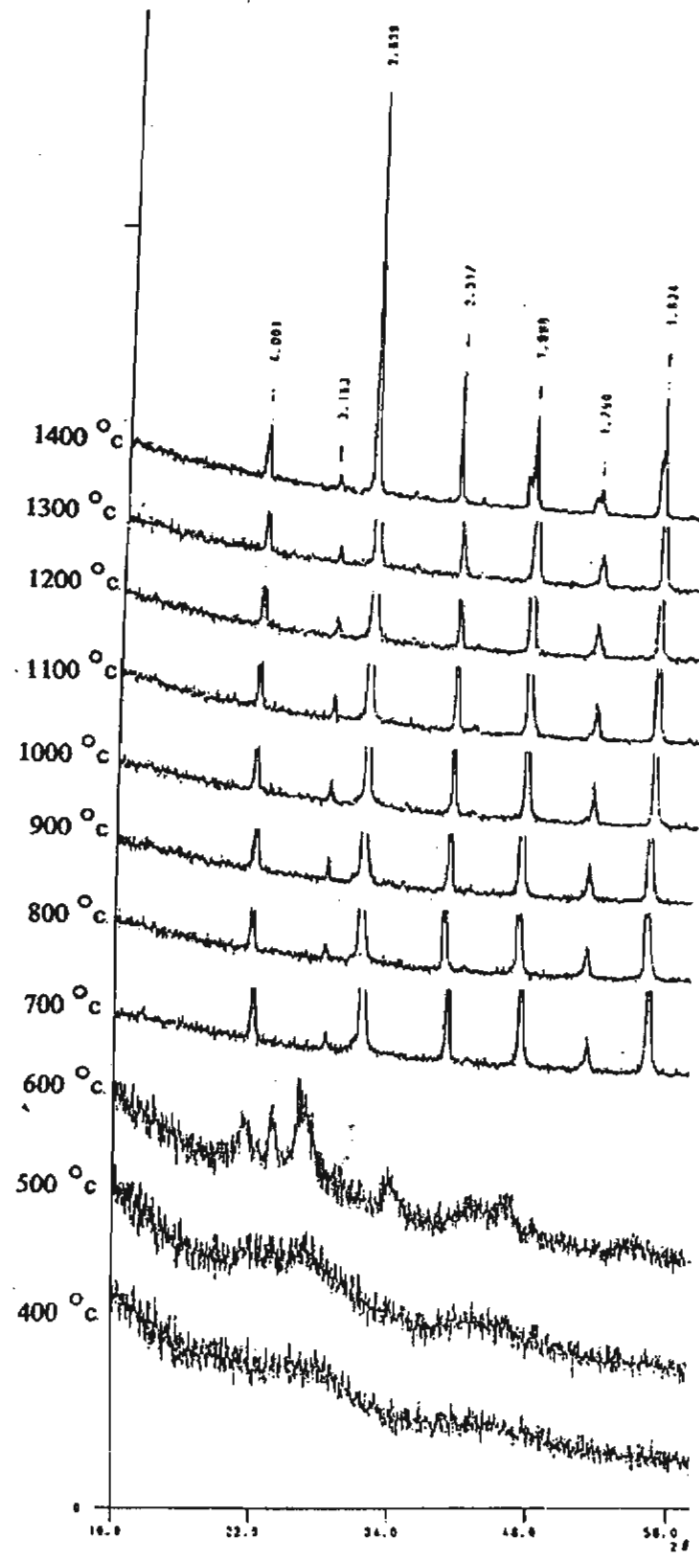
รูปที่ 2.13 รูปแสดงการวิเคราะห์ BTO ด้วย Thermogravimetry (TG)

ในการศึกษาทางความร้อนโดยใช้ DTA และ TG ของสาร BaTiO₃ ที่ได้จากการดกตะกอนร่วมของสาร TiCl₄, BaCl₂ และ Diethyl Oxalate พบว่าสารจะมีการเปลี่ยนแปลงแบบ endothermic และพบว่า BaTiO₃ จะมีการเปลี่ยนแปลงอยู่ 3 ช่วงคือที่ช่วงอุณหภูมิ 148 °C, 346 °C และ 729 °C พบว่า ที่อุณหภูมิ 148 °C เป็นการระเหยของน้ำและสารอินทรีย์บางชนิดออกไป, ที่อุณหภูมิ 346 °C มีการเปลี่ยนแปลงเนื่องจาก CO₂ ที่แทรกอยู่ในเนื้อสารถูกกำจัดออกไป ส่วนที่อุณหภูมิ 729 °C มีการเปลี่ยนแปลงบางอย่างภายในเนื้อสาร คาดว่าน่าจะเป็นการเกิด BaTiO₃ ณ อุณหภูมินี้แล้ว

2.3.7 ผลการศึกษาและวิเคราะห์สารที่เผา calcine อุณหภูมิต่าง ๆ

ด้วย X - ray diffraction

จากการวิเคราะห์ทางความร้อนของสารดังในหัวข้อข้างต้น แล้วจึงทำการศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อสาร ที่เตรียมโดยวิธีการดกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80 °C แล้วทำการเผาสาร BTO ที่อุณหภูมิ 400 - 1400 °C โดยทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทุกๆ 100 °C จากนั้นจึงนำมาวิเคราะห์ด้วย X - ray diffraction ซึ่งสามารถแสดงผลของ X - ray diffraction pattern ที่อุณหภูมิ 400 , 500, 600, 700 , 800, 900, 1000, 1100, 1200, 1300 และ 1400 °C ได้ดังรูปที่ 2.14

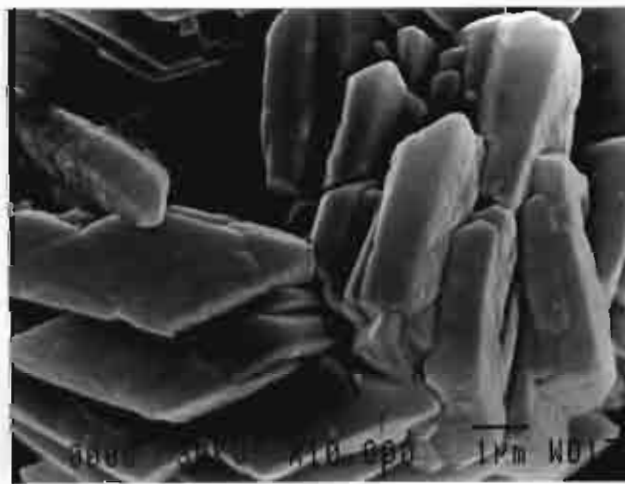


รูปที่ 2.14 รูปแสดงการวิเคราะห์ BTO ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย X - ray diffraction

จากการนำสารที่เตรียมได้มาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 400 °C ถึง 1400 °C โดยให้มีการเปลี่ยนแปลงทุกๆ 100 °C แล้วนำผลลัพธ์ที่ได้มาศึกษาวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction พบว่าลักษณะสารที่ได้มีความแตกต่างกันออกไป นั่นคืออุณหภูมิ 400 °C ถึง 600 °C สารไม่มีการเปลี่ยนแปลง แสดงว่าสารยังคงสมบัติเป็น BTO อยู่ และที่อุณหภูมิ 700 °C ถึง 1400 °C ลักษณะของสารเมื่อวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction แล้วพบว่าสารที่ได้คือ BaTiO_3 ซึ่งสามารถเปรียบเทียบจาก JCPDS card No. 5-0626

2.3.8 ผลการศึกษาผง BaTiO_3 ที่อุณหภูมิ calcine ต่าง ๆ ด้วย SEM

หลังจากการวิเคราะห์ทางด้านความร้อน และการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสารที่เตรียมโดยการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย X - ray diffraction แล้วจึงได้ทำการศึกษาต่อ โดยการนำเอา BTO ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80 °C มาเผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทุกๆ 100 °C จากอุณหภูมิ 400 °C ถึง 1400 °C แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย Scanning Electron Microscopy (SEM) ซึ่งสามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 2.15



(a)

รูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM

(a) 400 °C

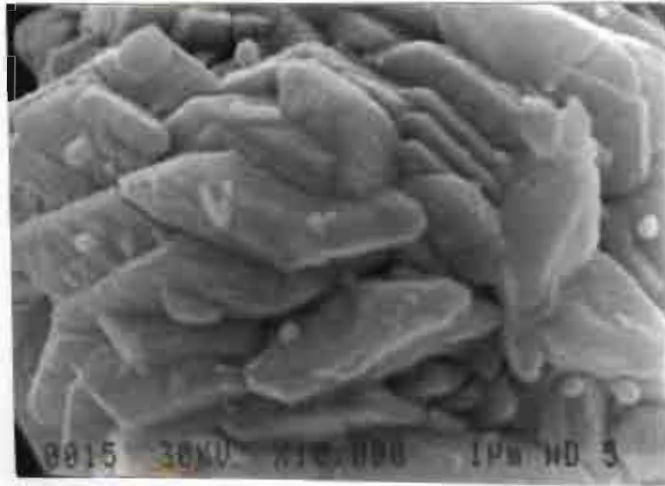


(b)



(c)

รูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM
 (b) 500 °C (c) 600 °C

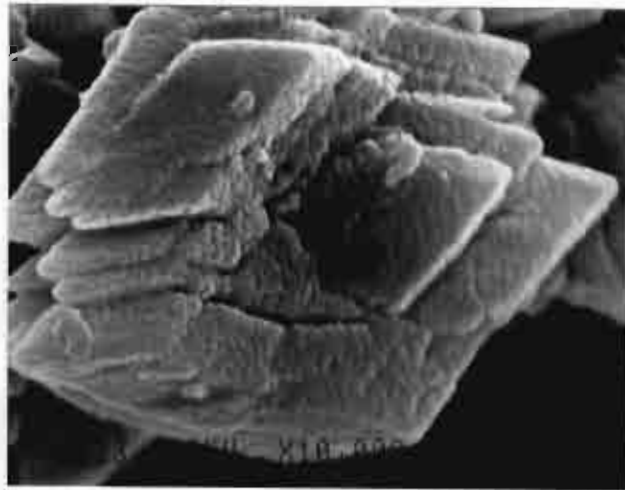


(d)

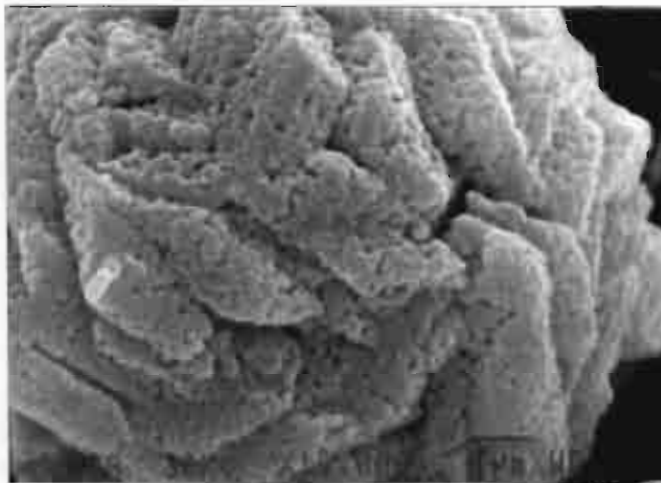


(e)

รูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM
 (d) 700 °C (e) 800 °C

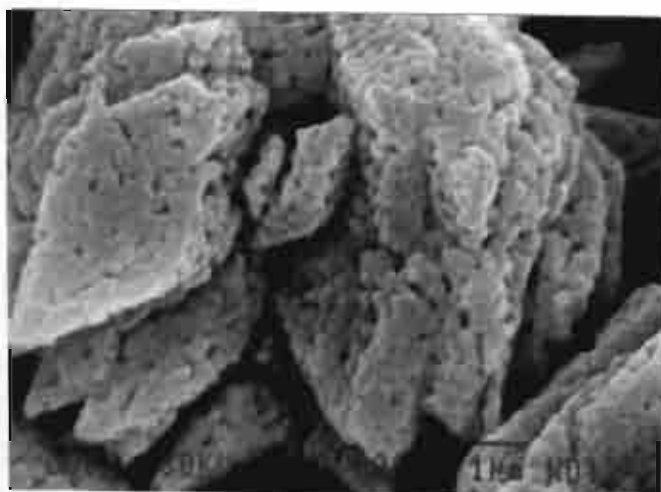


(f)

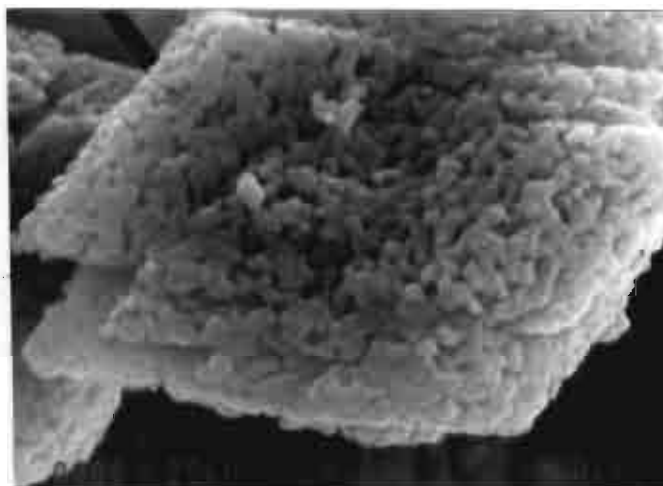


(g)

รูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM
 (f) 900 °C (g) 1000 °C

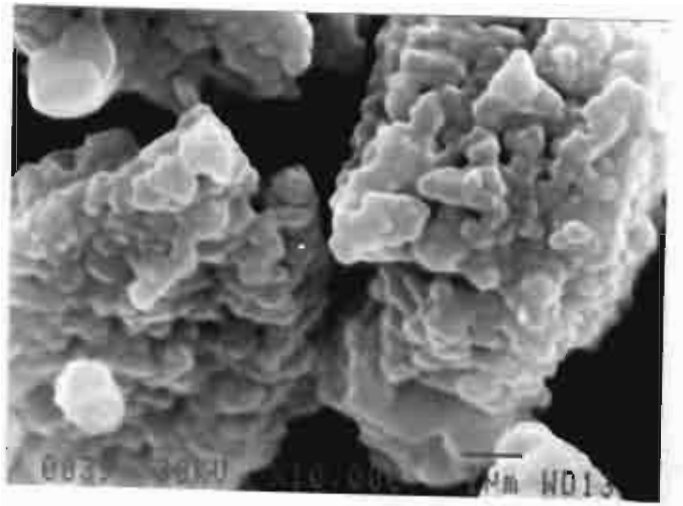


(h)

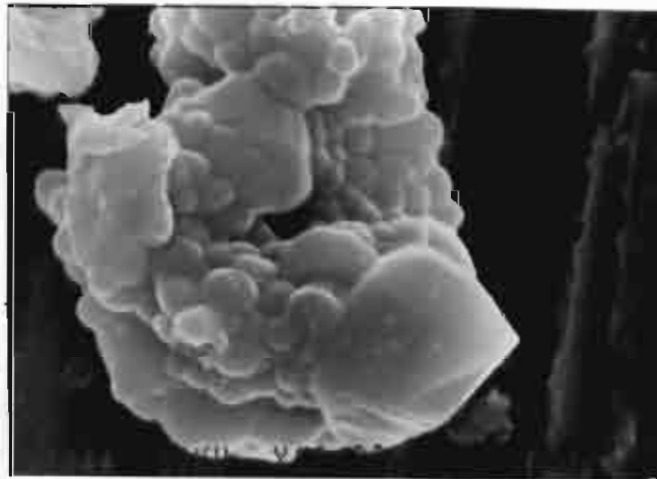


(i)

รูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM
(h) 1100 °C (i) 1200 °C



(j)



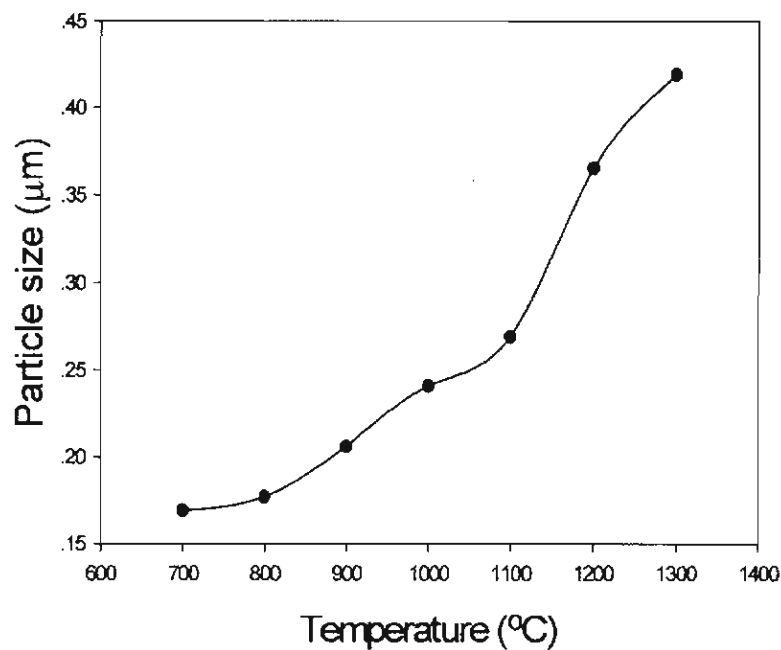
(k)

รูปที่ 2.15 แสดงผลการวิเคราะห์สารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วย SEM
 (j) 1300 °C (k) 1400 °C

และเมื่อนำสารที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ มาวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าสารจะมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายใน ที่อุณหภูมิ 700 °C ดังแสดงในรูปที่ 2.15 จากรูปสารที่เตรียมได้ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมจะมีรูปร่างเฉพาะ ซึ่งรูปร่างที่เฉพาะที่แสดงในรูปจะเป็น pattern ที่แน่นอนของสารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมเป็นส่วนใหญ่

2.3.9 ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากการเผา calcine สาร BTO โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทุกๆ 100 °C โดยเริ่มจากอุณหภูมิ 400 °C จนถึงอุณหภูมิ 1400 °C แล้วนำสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ มาวิเคราะห์ด้วย X - ray diffraction จากนั้นจึงคำนวณหาขนาดอนุภาคของสารที่ (111) peak พบว่าขนาดอนุภาคที่ได้ สามารถแสดงเปรียบเทียบดังรูปที่ 2.16

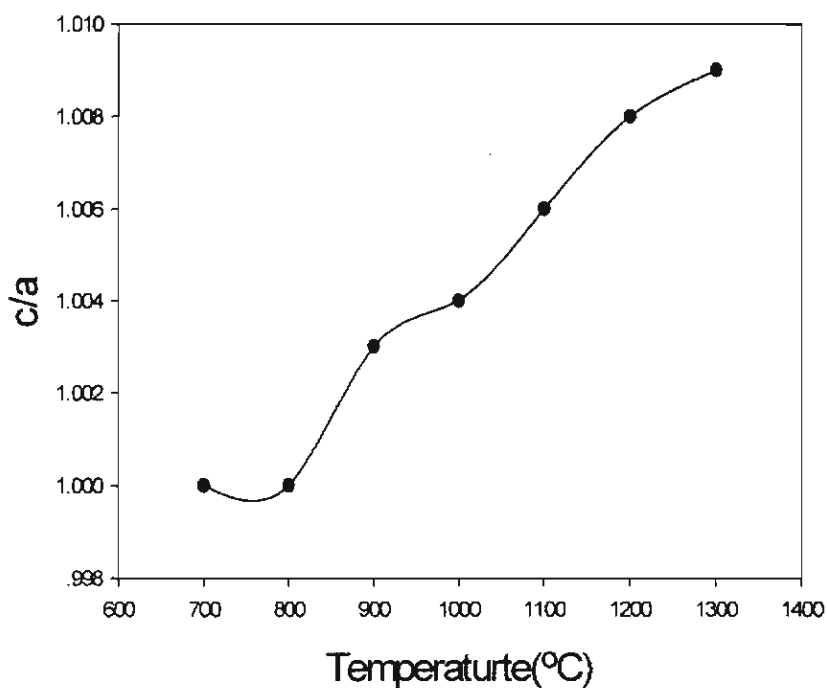


รูปที่ 2.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคและอุณหภูมิ calcine ของ BaTiO₃

จากการทดลองสามารถหาขนาดอนุภาคได้จากการคำนวณ X-ray diffraction pattern ของสารที่ได้จากการ calcine ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 °C - 1300 °C พบว่าเมื่ออุณหภูมิการ calcine เพิ่มขึ้นขนาดอนุภาคของสารจะเพิ่มขึ้นด้วย และจากการสังเกตภาพ SEM และขนาด particle size ที่คำนวณได้จากวิธีการ X-ray พบว่าขนาดที่คำนวณได้มีค่าเล็กกว่าขนาดของอนุภาคที่ได้จากภาพ SEM

2.3.10 ผลการศึกษาหาค่า c/a ratio ของสารที่ได้จากการเผา calcine ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

นำสาร BTO ที่เตรียมได้จากการตกตะกอนร่วม มาเผาที่อุณหภูมิต่างๆ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทุกๆ 100 °C ตั้งแต่อุณหภูมิ 400 °C จนถึงอุณหภูมิ 1400 °C แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย X - ray diffraction จากนั้นจึงนำมาคำนวณหาค่า c/a โดยใช้ X - ray diffraction pattern ที่ peak (202) ค่า c/a ratio ที่ได้สามารถแสดงได้ดังในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แสดงค่า c/a ของสาร ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมแล้วนำมาเผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากการทดลองศึกษาโครงสร้างผลึกของสารที่ได้จากการ calcine ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 - 1300 °C พบว่าสารที่ได้จากการ calcine ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 - 800 °C จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ cubic และสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิ 900 °C จนถึงอุณหภูมิ 1300 °C จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ tetragonal ซึ่งสามารถกล่าวได้อีกนัยหนึ่งว่าเมื่อขนาดอนุภาคของสาร BaTiO_3 ใหญ่ขึ้น สาร BaTiO_3 จะแสดงคุณสมบัติเป็น tetragonal มากขึ้น

2.3.11 ผลการศึกษาสารที่เตรียมได้ จากการเผา calcine ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

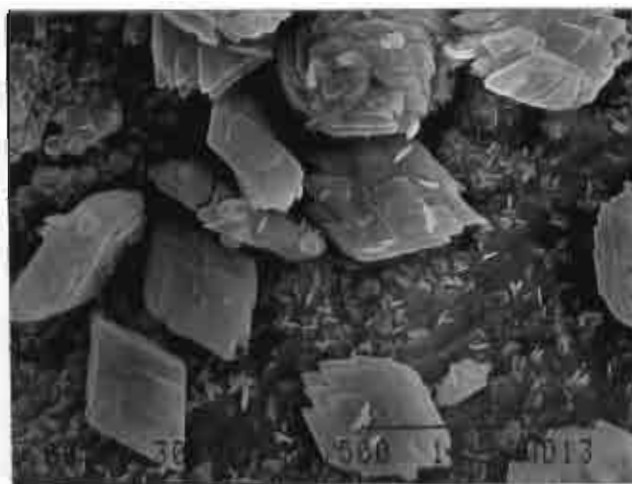
แล้วนำมาแตกตัว

เนื่องจากการศึกษา วิเคราะห์ด้วย SEM พบว่า สาร BaTiO_3 ที่ได้จะจับรวมกันเป็นกลุ่ม เพื่อที่จะทำให้สารแตกตัวเป็นอนุภาคเดี่ยว ดังนั้น จึงนำไปแตกตัวโดยการสั่นด้วยเครื่อง ultrasonic เป็นเวลานาน 30 นาที สามารถแสดงได้ดัง รูปที่ 2.18

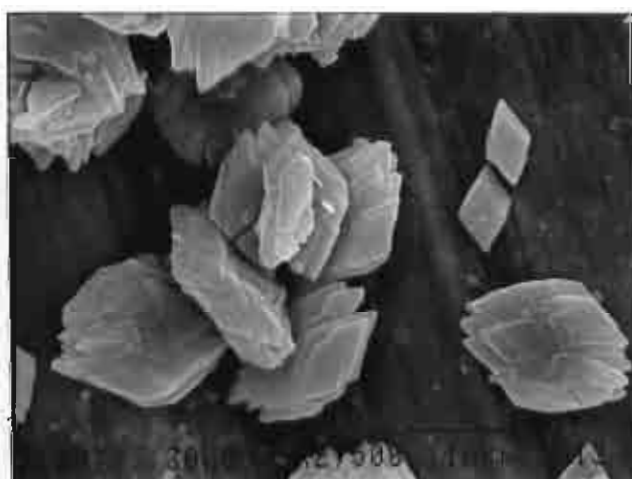


(a)

รูปที่ 2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ
แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM
(a) 400 °C



(b)

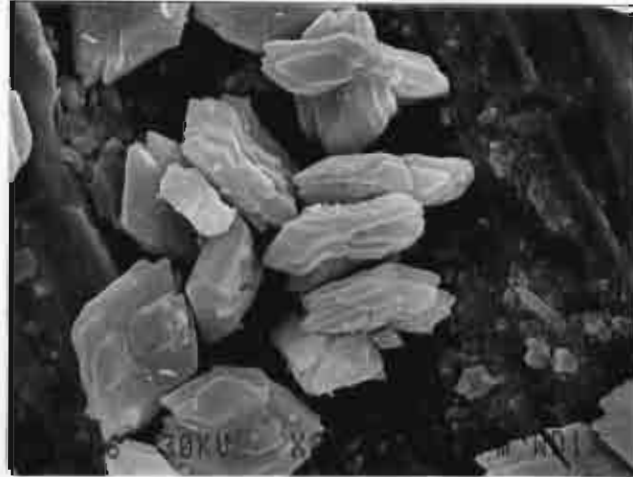


(c)

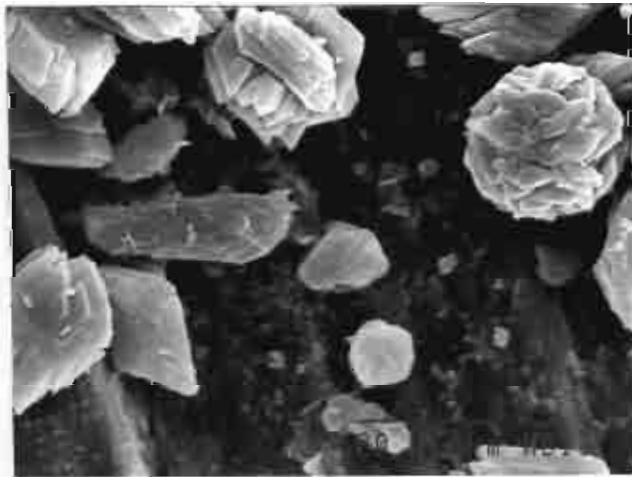
รูปที่ 2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่างๆ
แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM

(b) 500 °C

(c) 600 °C

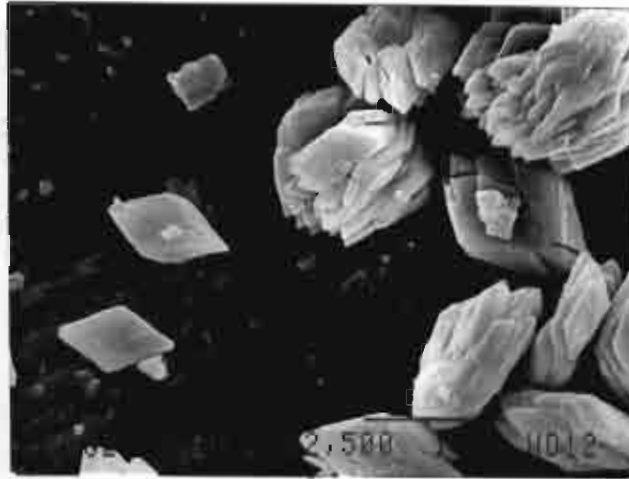


(d)

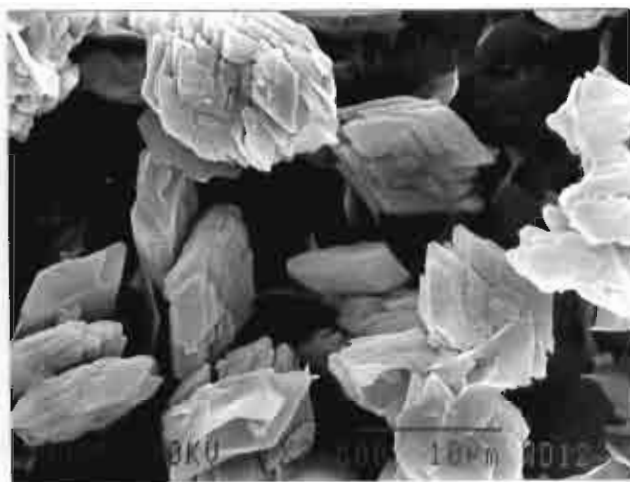


(e)

รูปที่ 2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่างๆ
แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM
(d) 700 °C (e) 800 °C



(f)



(g)

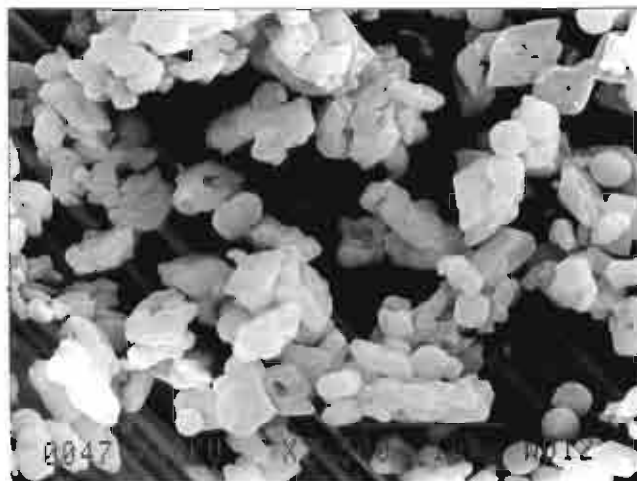
รูปที่ 2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่างๆ
แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM

(f) 900 °C

(g) 1000 °C



(h)



(i)

รูปที่ 2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่างๆ
แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM
(h) 1100 °C (i) 1200 °C



(j)



(k)

รูปที่ 2.18 แสดงผลการวิเคราะห์สาร ที่เผา calcined ที่อุณหภูมิต่างๆ
แล้วนำมาทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic ด้วย SEM

(j) 1300 °C

(k) 1400 °C

2.3.12 ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของสาร ที่ตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่าง ๆ

หลังจากนำไปทำให้สารแตกตัวด้วย Ultrasonic

นำสาร BaTiO_3 ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 60, 70, 80 และ 90 °C มาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C หลังจากนั้นจึงทำให้สาร BaTiO_3 ที่รวมกัน (agglomerate) เกิดการแตกตัวโดยการนำไปสั่นด้วย เครื่อง ultrasonic เป็นเวลานาน 30 นาที หลังจากนั้นจึงอบสารให้แห้ง แล้วจึงนำมาวิเคราะห์ด้วย เครื่อง X - ray diffraction จากนั้นจึงนำเอา X - ray diffraction pattern ที่ได้มาคำนวณหาอนุภาคที่ (111) peak ซึ่งสามารถแสดงได้ดังในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ตารางแสดงผลการวิเคราะห์ BaTiO_3 ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิต่างๆ หลังจากให้นำไปทำให้แตกตัว ด้วย ultrasonic

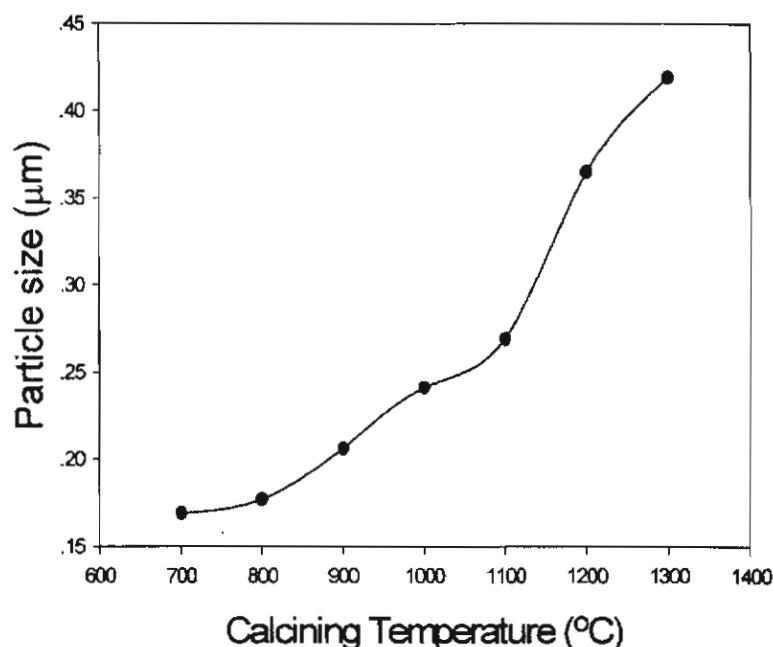
สาร BaTiO_3 ที่ตกตะกอนที่อุณหภูมิ (°C)	ขนาดอนุภาคของสาร (μm)
60	0.241
70	0.241
80	0.241
90	0.241

จากตารางแสดงให้เห็นว่าแม้จะผ่านการ ultrasonic สารแล้ว ขนาดอนุภาคยังคงเดิม ซึ่งจากภาพ SEM ทำให้เห็นว่าอนุภาคที่เกาะกลุ่มแตกตัวออกหลังการ ultrasonic ซึ่งสามารถสรุปว่าอนุภาคที่เห็นจากภาพ SEM ประกอบด้วยอนุภาคเล็กๆ ที่เกาะรวมตัวกันเข้าเป็นกลุ่มก้อน โดยอนุภาคเล็กๆ นี้จะมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.241 μm

2.3.13 ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของสารที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

หลังจากการให้นำไปทำให้สารแตกตัวด้วย ultrasonic

เมื่อนำสาร BTO ที่ได้จากการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิ 80 °C มาเผา calcine โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทุกๆ 100 °C ตั้งแต่อุณหภูมิ 400 °C จนถึงอุณหภูมิ 1400 °C พบว่าสาร BTO ที่ได้หลังจากการ calcine แล้วจะแสดงคุณสมบัติการเป็น BaTiO_3 ที่อุณหภูมิ 700 °C และที่อุณหภูมิ 700 °C นี้เองสารจะแสดงการเรียงตัวกันเป็นก้อน ซึ่งเรียกลักษณะการเรียงตัวเป็นก้อนนี้ว่า agglomerate เพื่อให้สารแตกตัวออกเป็นอนุภาคเดี่ยวๆ ดังนั้นจึงนำสารไปสั่นด้วยเครื่อง ultrasonic เป็นเวลานาน 30 นาที จากนั้นจึงนำสารมาอบให้แห้ง แล้วจึงนำมาวิเคราะห์ด้วย X - ray diffraction จากนั้นจึงนำมาคำนวณหาขนาดอนุภาคที่ (111) peak ซึ่งสามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 2.19



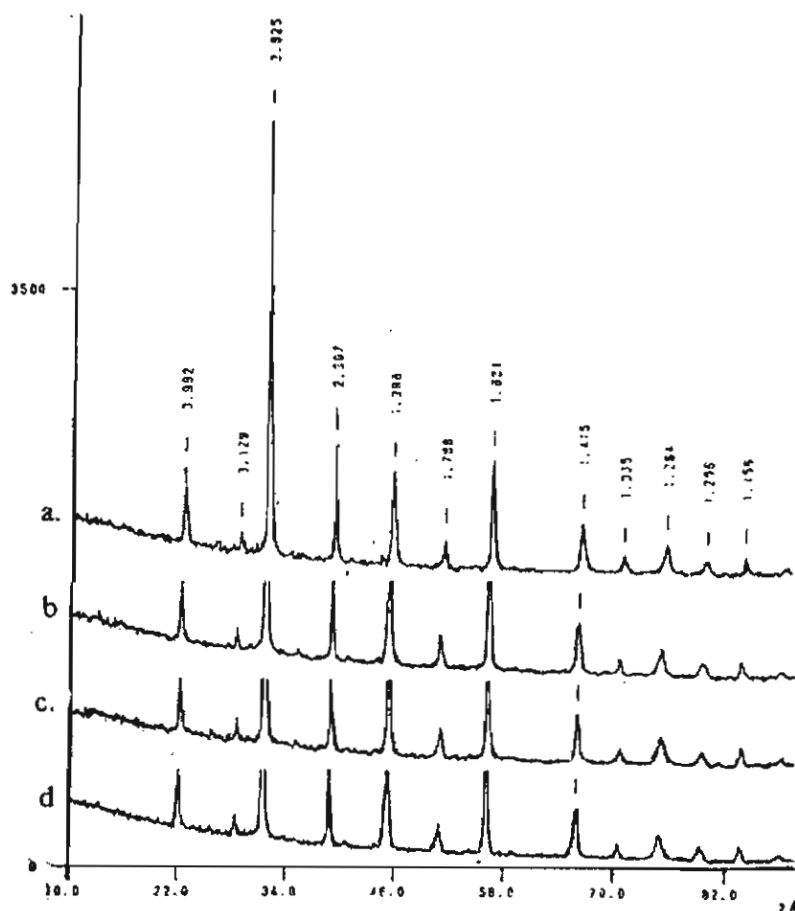
รูปที่ 2.19 ขนาดอนุภาคของ BaTiO₃ ที่เผา calcine ที่อุณหภูมิต่างๆ
หลังจากที่ทำให้แตกตัวด้วย ultrasonic

ดังแสดงในรูปที่ 2.19 จะเห็นได้ว่าการเตรียม BaTiO₃ จากการตกตะกอนร่วม สารจะจับตัวรวมกันเป็นกลุ่ม (agglomerate) ดังนั้นเมื่อทดลองทำให้สารแตกตัวเป็นอนุภาคเดี่ยวๆ แล้วนำมาหาขนาดอนุภาค โดยใช้ X-ray diffraction ซึ่งเมื่อนำเอา X-ray diffraction pattern มาคำนวณหาขนาดอนุภาค พบว่า ขนาดของอนุภาคที่คำนวณได้ไม่เปลี่ยนแปลง เมื่อเปรียบเทียบกับขนาดอนุภาคของสารที่ยังไม่ได้ทำให้แตกตัว นั่นคือ อนุภาคที่เห็นจากการเตรียมสารเป็นกลุ่มของอนุภาคเล็กๆ ที่เกาะตัวกันนั่นเอง

2.3.14 ผลศึกษาการเจือสารด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้ X-ray diffraction

ในขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่เติมสารเจือลงไปขณะที่ตกตะกอนร่วม นั่นคือนำเอา Ba²⁺ solution, Ti⁴⁺ solution, Dy³⁺ solution และ Diethyl Oxalate ตามอัตราส่วนต่างๆ โดยที่มีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน ของ Dy³⁺ เป็น 0.0, 0.8, 2.0 และ 5.0 mol% มาตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารที่ได้มาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C หลังจากนั้นจึงนำสารมาวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction หลังจากนั้น จึงขึ้นรูปสาร แล้วจึงนำไปเผา sinter ที่อุณหภูมิ 1360 °C แล้ว จึงวัดค่าความหดตัว (shrinkage) และวัดค่า dielectric ของสาร

เมื่อเตรียมสารโดยการตกตะกอนร่วมโดยการเติมสารเจือ 0.0, 0.8, 2.0 และ 5.0 mol% แล้วจึงตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 80 °C หลังจากนั้นจึงนำมาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C เสร็จแล้วจึงทำการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffraction ซึ่งจะได้ X - ray diffraction pattern ดังแสดงผลการวิเคราะห์ได้ดังรูปที่ 2.20



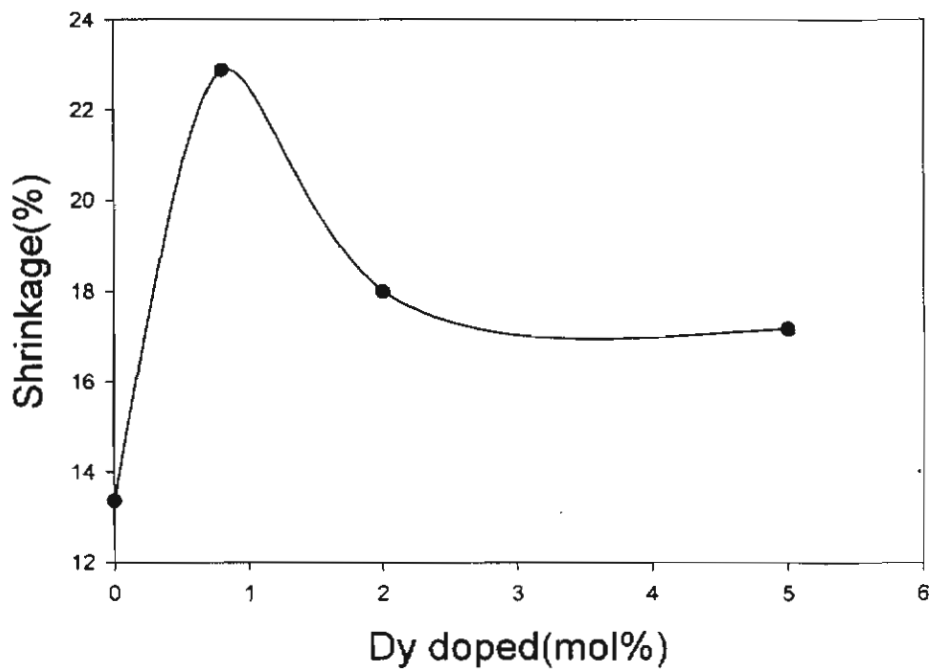
รูปที่ 2.20 แสดง X - ray diffraction Pattern ของสารที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วม

- | | |
|-------------|-------------|
| (a) 0.0mol% | (b) 0.8mol% |
| (c) 2.0mol% | (d) 5.0mol% |

หมายเหตุ สาเหตุที่ต้องได้ป Dy ด้วยปริมาณมากเป็นเพราะว่าจากรายงานที่ผ่านมาพบว่าการได้ปด้วยปริมาณน้อย จะทำให้ BaTiO_3 เป็น Semiconductor ซึ่งมีสภาพความต้านทานต่ำไม่เหมาะที่จะใช้เป็น capacitor

2.3.15 ผลศึกษาการหดตัวของสาร

นำสาร BTO ที่ได้มาเผา calcine ที่อุณหภูมิ 1000 °C เสร็จแล้วจึงนำมาขึ้นรูปแล้วเผา sintering ที่อุณหภูมิ 1360 °C เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง แล้วจึงทำการวัดการหดตัวพบว่าสามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 2.21

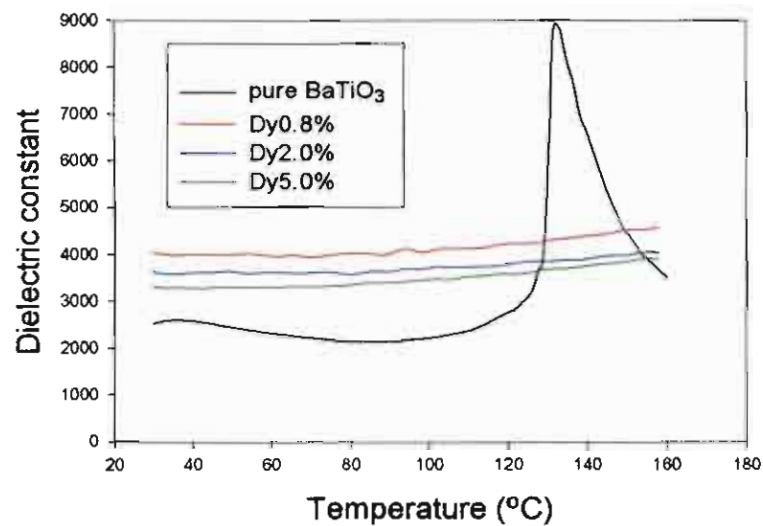


รูปที่ 2.21 แสดงเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารที่ได้จากการดกตะกอนร่วมโดยการเติมสารเจือ Dy^{3+} solution

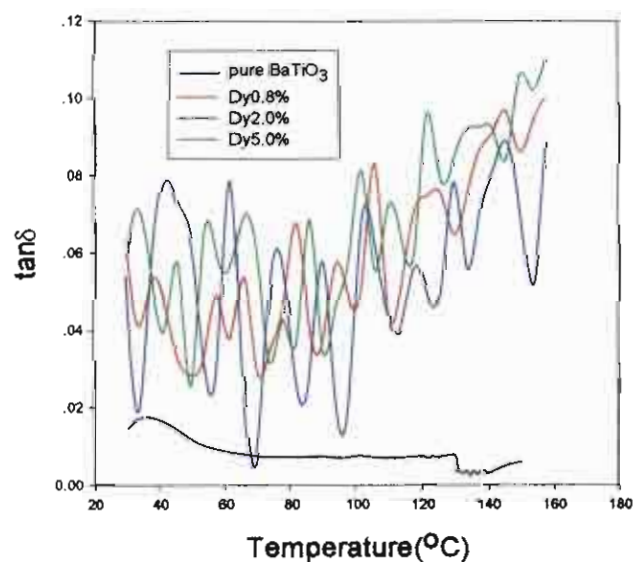
จากรูปที่ 2.21 พบว่าการหดตัวมากที่สุดที่การโด๊ป Dy 0.8 mol% คือหดตัวเท่ากับ 22.89%

2.3.16 ผลการศึกษาหาค่า dielectric

เมื่อนำสารมาขึ้นรูปแล้ว นำมาทำขั้ว แล้วจึงวัดค่า Dielectric constant และค่า Dissipation Factor ที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งสามารถแสดงได้ดังรูป ที่ 2.22 และ 2.23



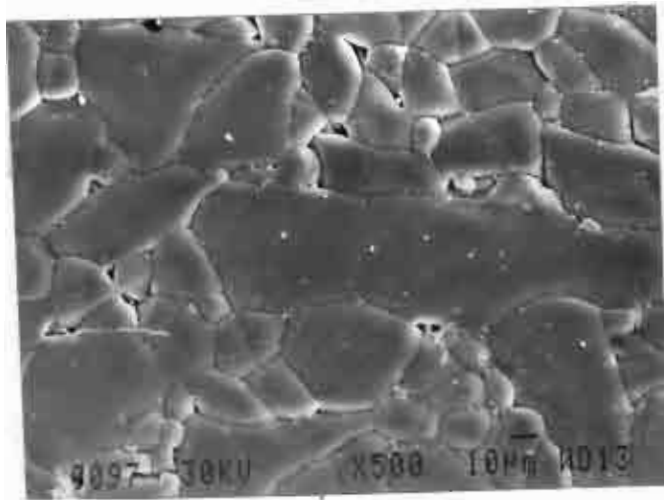
รูปที่ 2.22 แสดง ค่า Dielectric constant ที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิ ของสาร BaTiO_3 ที่เติมสารเจือ 0.0, 0.8, 2.0 และ 5.0 mol%



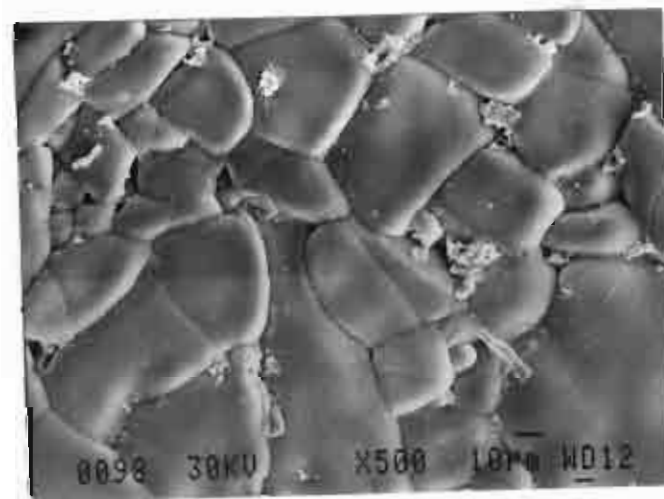
รูปที่ 2.23 แสดงค่า Dissipation Factor ที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิ ของสาร BaTiO_3 ที่เติมสารเจือ 0.0, 0.8, 2.0 และ 5.0 mol%

2.3.17 ผลศึกษา Microstructure ของสารเซรามิกที่โด๊ปด้วย Dy

เมื่อนำสารที่ขึ้นรูปแล้วมาขัดแล้วตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.24



(a)

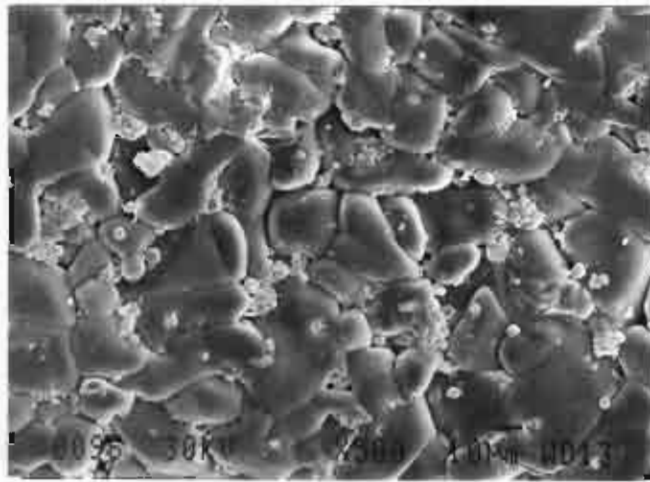


(b)

รูปที่ 2.24 รูปแสดง Microstructure ของสาร

(a) 0.8 mol%

(b) 2.0 mol%



(c)

รูปที่ 2.24 แสดง Microstructure ของสาร
(c) 5.0mol%

จากรูปที่ 2.24 พบว่าขนาดของ grain จะอยู่ในระดับ 25-40 ไมโครเมตร โดยพบว่ายิ่งปริมาณโด๊ปมากจะทำให้เกรนเล็กลง

2.4 สรุปผลการทดลองการสร้าง BaTiO_3 capacitor โดยวิธีการตกตะกอน

1. ในการทดลองสามารถที่จะเตรียมสาร BaTiO_3 โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ด้วยการใส่สารตั้งต้น คือ BaCl_2 , TiCl_4 และ Diethyl Oxalate ซึ่งพบว่าตะกอนที่ได้จะมีคุณสมบัติเป็น BaTiO_3 เมื่อนำตะกอนที่ได้มาเผา calcine ตั้งแต่อุณหภูมิ 700°C ขึ้นไป

2. เมื่อวัดขนาดอนุภาคของสาร BaTiO_3 ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ตั้งแต่อุณหภูมิ $700 - 1300^\circ\text{C}$ พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการ calcine เพิ่มขึ้น สาร BaTiO_3 จะแสดงคุณสมบัติการเป็น tetragonal เพิ่มขึ้น

3. จากการศึกษาสมบัติทาง dielectric ของสารโดยการสร้าง capacitor จากการตกตะกอนร่วม ของสาร BaCl_2 , TiCl_4 และ Diethyl Oxalate พร้อมทั้งสารเจือ Dy^{3+} ที่อัตราส่วนต่างๆ พบว่าค่า dielectric ของสารที่มากที่สุดจะมีขนาดอยู่ในช่วง 4000 เมื่อโด๊ป Dy^{3+} ปริมาณ 0.8 mol% และสารที่ได้จะไม่แสดงอุณหภูมิคูรีได้ และจากค่า $\tan\delta$ แสดงว่าสารที่เตรียมนี้สามารถทำเป็น capacitor ได้

4. BaTiO_3 ที่เตรียมได้มีลักษณะเกาะกันเป็นกลุ่มโดยขนาดอนุภาคขึ้นกับอุณหภูมิ calcine

หมายเหตุ

1. ในการทดลองนี้ไม่ได้ใช้ตัวได้ป Nb แต่กลับมาใช้ตัวได้ป Dy เพราะไม่สามารถหาตัวได้ป Nb ที่ละลายน้ำได้ในขณะที่ทำการทดลอง

2. เนื่องจากการเตรียม BaTiO_3 โดยวิธีการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องใช้ TiCl_4 เป็นสารตั้งต้น ซึ่งสารนี้มีความเป็นกรดแก่ โดยมี $\text{pH} < 1$ ซึ่งในการเตรียมต้องเตรียมในระบบที่มีการดูดควันออกจาก lab พบว่าสารนี้ค่อนข้างอันตรายมากและทำให้ผู้ทำการทดลองมีอาการแพ้อย่างมาก ซึ่งในการเตรียมให้ปลอดภัยควรทำในกล่องที่ปิดและสามารถควบคุมบรรยากาศ หรือใช้ glove box ที่มีการควบคุมการเตรียมในบรรยากาศไนโตรเจน แต่หลังจากผู้ทำการทดลองได้ทำการทดลองผ่านมา 1 ปีกว่า ปรากฏว่าเครื่องดูดควันที่ใช้เกิดชำรุดเนื่องมาจากความเป็นกรดของสารที่ปล่อยออกมา ในขณะที่กำลังเขียนรายงานนี้ตัวควันยังไม่ได้รับการซ่อมแซมเนื่องจากการติดตั้งอยู่บริเวณที่เข้าไปทำการซ่อมได้ยาก

จากเหตุผลดังกล่าว ในการอีกเกือบปีที่ถัดมานี้จะได้รายงานการทดลองการสร้าง capacitor โดยวิธี solid state reaction โดยยังพยายามสร้าง capacitor ให้มีค่า ϵ_r สูง และการใช้งานในย่านอุณหภูมิช่วงกว้าง

บทที่ 3

การสร้าง BaTiO₃ capacitor โดยวิธี mixed oxide

ในบทนี้จะได้รายงานการสร้าง capacitor โดยใช้สาร BaTiO₃ เป็นฐานโดยวิธี mixed oxide ซึ่งจะมีการเจือสารเจือชนิดต่างๆ เพื่อเพิ่มค่า ϵ_r ของ capacitor โดยการทดลองนี้มีบางขั้นตอนจะทำในลักษณะคู่ขนานกัน

3.1 การสร้าง BaTiO₃ capacitor ที่เจือด้วย Sn

ในการทดลองนี้จะสร้าง capacitor โดยเตรียมจาก BaTiO₃ ในชุดต่างๆ โดยเจือสารเจือดังนี้คือ Sn, La, Nb และ Ta

3.1.1 การทดลอง

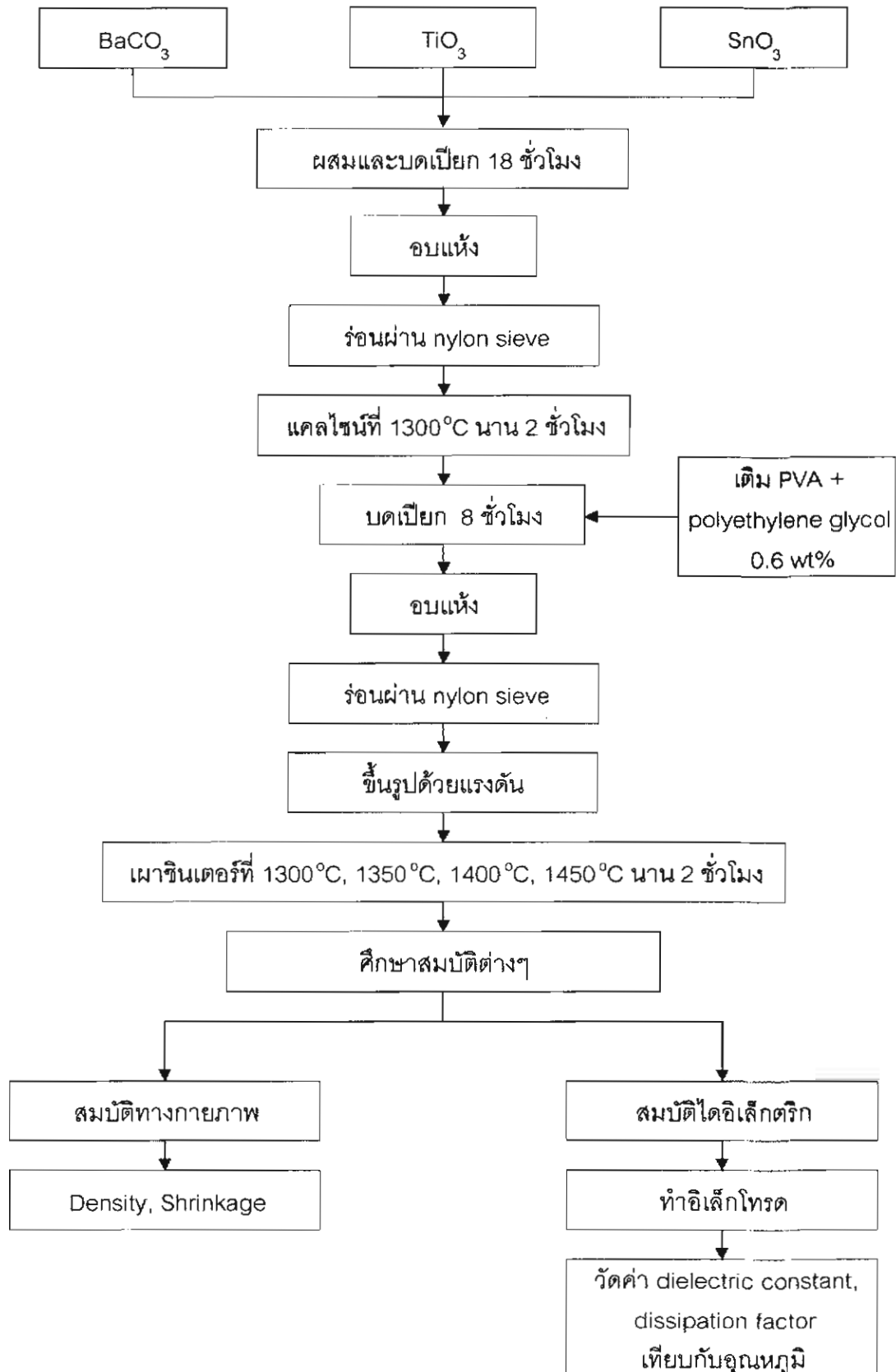
3.1.1.1 การเตรียม BaTiO₃ ที่เจือด้วย Sn

ในการทดลองตอนนี้ได้ทำการเตรียมสารแบเรียมทิตาเนต (BaTiO₃) ที่เจือด้วยสารทินออกไซด์ (SnO₂) เตรียมโดยใช้แบเรียมทิตาเนต (BaCO₃) ผสมกับสารทิตาเนียมออกไซด์ (TiO₂) และทินออกไซด์ (SnO₂) โดยวิธีการ Solid State Reaction ด้วยสัดส่วน

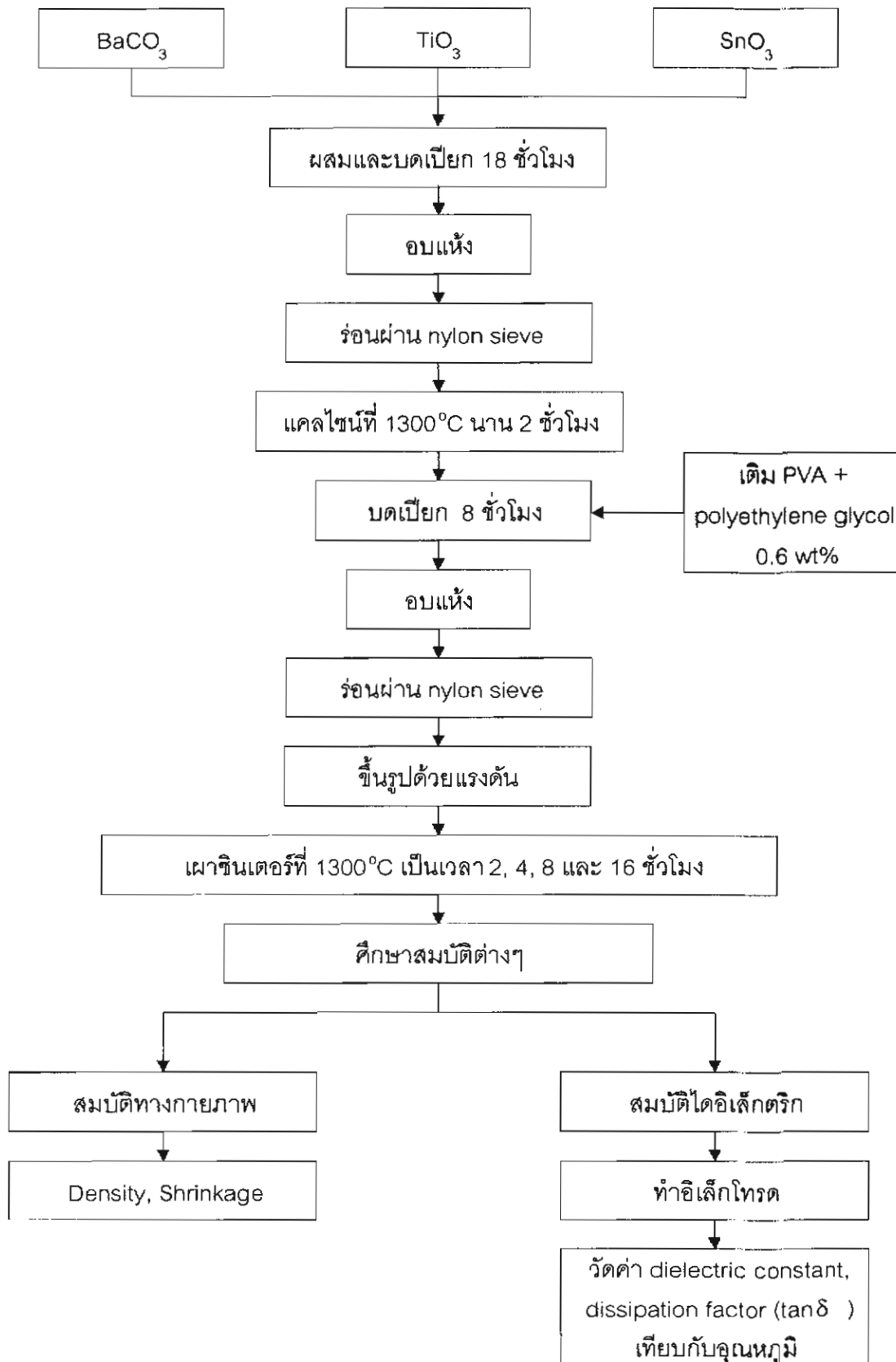
$$\text{BaCO}_3 : \text{TiO}_2 : \text{SnO}_2 = 1 : 0.9 : 0.1 \text{ โมลเปอร์เซ็นต์}$$

นำสารผสมมาผ่านกระบวนการซินเตอร์ (sintering) ที่อุณหภูมิ 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C และ 1450 °C แล้ว นำสารที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บประจุ เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิซินเตอร์ต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียพลังงานทางไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิ พร้อมทั้งศึกษาถึงโครงสร้างระดับจุลภาค

นอกจากนั้นแล้วนำสารมาผ่านกระบวนการซินเตอร์ (sintering) ที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 2, 4, 8, 16 ชั่วโมงตามลำดับ แล้วนำสารที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บประจุ เพื่อศึกษาผลของเวลาซินเตอร์ที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียพลังงานทางไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิ พร้อมทั้งศึกษาถึงโครงสร้างระดับจุลภาค ซึ่งขั้นตอนการเตรียมสารแสดงดังรูป 3.1 และรูป 3.2



รูปที่ 3.1 แผนภูมิการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิซินเตอร์ที่มีต่อ $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$



รูปที่ 3.2 แผนภูมิการทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาซินเตอร์ที่มีต่อ $(\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3)$

3.1.1.2 การหาการหดตัว (Shrinkage)

หาการหดตัวของสาร จากสูตร

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

เมื่อ	S	คือ ค่าการหดตัว คิดเป็นเปอร์เซ็นต์
	D	คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารหลังการเผาซินเตอร์
	D _B	คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของเม็ดสารก่อนเผาซินเตอร์ ซึ่งมีขนาดเท่ากับ เส้นผ่าศูนย์กลางของแม่พิมพ์ คือ 2.00 เซนติเมตร

3.1.1.3 การหาความหนาแน่น (Density)

หาความหนาแน่นของสารได้จากสูตร

$$\rho = \frac{M}{M_2 - M_3} \times \rho_{st}$$

โดยที่	ρ	คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง
	ρ_{st}	คือ ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทดลอง
	M ₁	คือ มวลในอากาศของชิ้นสารหลังอบ
	M ₂	คือ มวลในอากาศของชิ้นสารก่อนอบ
	M ₃	คือ มวลในน้ำของชิ้นสาร
	โดยมีการต้มสารตัวอย่างเป็นเวลา 6 ชั่วโมง	

3.1.1.4 การศึกษาโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของสาร

1. นำสารที่ผ่านการซินเตอร์แล้วมาขัดบนเครื่องขัดสารให้เรียบร้อยด้วยกระดาษทรายเบอร์หยาบ 800 และ 1000 ตามลำดับ แล้วนำสารมาขัดด้วยผง diamond ขนาด 1 μm และ 0.25 μm บนผ้าสักหลาดให้ขึ้นเงา ถ้ามองในกล้อง Polarization Microscope จะเห็นรอยของเกรนบ้างแล้ว

2. นำสารที่ขัดเงาเรียบร้อยแล้วมาทำการกัดผิวหน้าด้วยกรด ซึ่งมีอัตราส่วน HCl : น้ำ : HF เป็น 1 : 100 : 5 cm^3 โดยจุ่มผิวหน้าของเม็ดสารลงในกรดที่เตรียมไว้นานประมาณ 10 วินาที แล้วล้างออกด้วยน้ำสะอาด นำไปส่องดูด้วยกล้อง Polarization microscope จะเห็นลักษณะเกรนชัดเจน

3. นำไปถ่ายรูป microstructure ด้วยกล้อง Scanning Electron Microscope (SEM)

4. ในบาง sample จะใช้วิธีหักสารเซรามิกแล้วส่องดูผิวเนื้อเป็นการเปรียบเทียบกับวิธีข้างต้น

3.1.1.5 การทำตัวเก็บประจุ (Capacitor)

ในการทำทดลองนี้ เรานำสารไดอิเล็กทริกที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บประจุเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิขึ้นต่อสมบัติทางไฟฟ้าของตัวเก็บประจุ ซึ่งมีวิธีการดังต่อไปนี้

1. นำสารที่เผาซินเตอร์แล้วมาขัดให้เรียบร้อยด้วยกระดาษทรายบนเครื่องขัดสาร แล้วล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น พร้อมทั้งอบให้แห้ง

2. ทากาวเงิน (silver paste) บนผิวหน้าทั้งสองด้านของเม็ดยา เพื่อเป็นอิเล็กโทรดของตัวเก็บประจุ

3. นำเม็ดยาที่ทากาวเงินเรียบร้อยแล้วไปเผา โดยเผาที่ 600 °C เป็นเวลา 10 นาที โดยมีอัตราการขึ้น-ลง ของอุณหภูมิเป็น 5 °C ต่อนาที หลังจากนั้นนำสารที่ทากาวเงินแล้วมาติดตั้งกับชุดการทดลอง โดยตั้งเครื่อง LCZ meter ให้มีความถี่เท่ากับ 1 kHz

นำค่าความจุไฟฟ้ามาทำการคำนวณเพื่อหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก จากสูตร

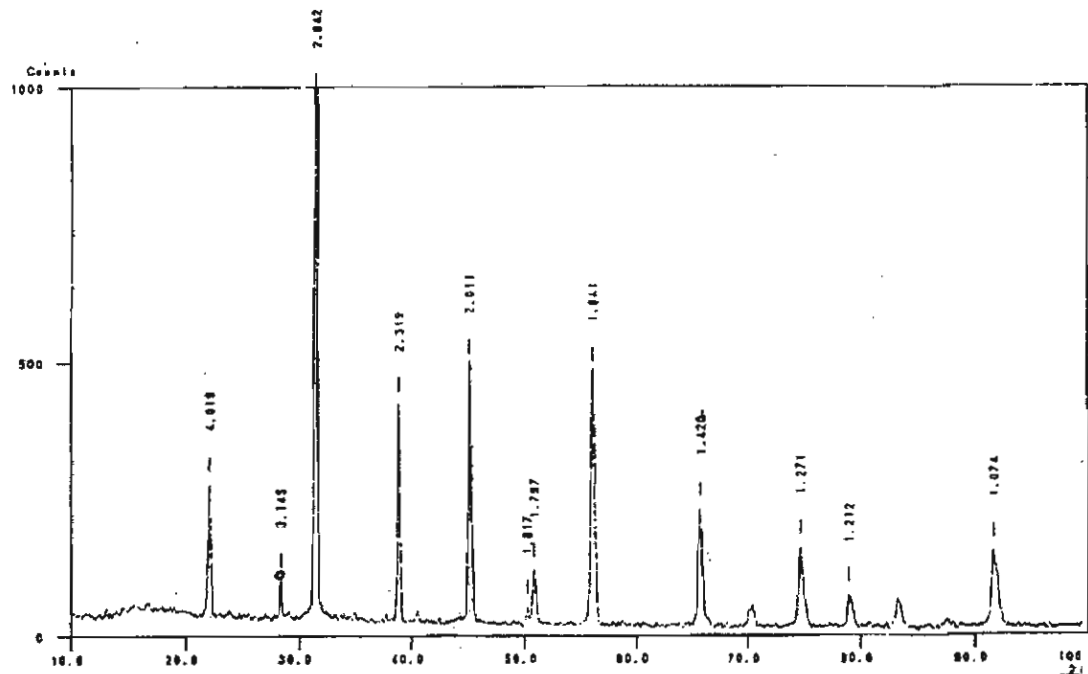
$$\epsilon_r = \frac{C \cdot d}{\epsilon_0 \cdot A}$$

โดยที่	ϵ_r	คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric Constant)
	C	คือ ค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance)
	d	คือ ความหนาของสารไดอิเล็กทริก
	A	คือ พื้นที่ของไดอิเล็กโทรด
	ϵ_0	คือ ค่าเพอร์มิตติวิตี (Permittivity) ของสุญญากาศ มีค่าเท่ากับ 8.854×10^{-12} F/m

3.1.2 ผลการทดลอง

3.1.2.1 ผลการเตรียมสารตัวอย่าง

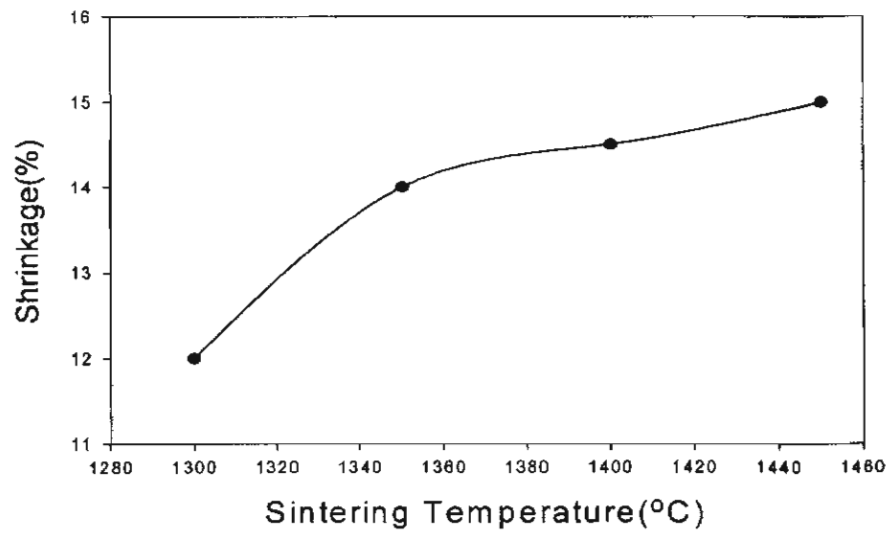
สารที่ผ่านการผสมก่อนการเผาแคลไซน์จะมีสีขาวขุ่นและเป็นเม็ดละเอียด เมื่อนำสารผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว สารที่ได้จะมีสีขาวขุ่นเช่นเดิม นำสารไปวิเคราะห์ด้วยวิธี X-ray diffraction แล้วพบว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1300 °C นาน 2 ชั่วโมง จะมีโครงสร้าง Tetragonal แต่จาก diffraction pattern จะปรากฏ peak แปลกปลอมที่ $2\theta \sim 28.3^\circ$ เกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 3.3 ซึ่งเป็น diffraction pattern ของสารหลังการเผาแคลไซน์ที่ 1300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารผ่านการเผาซินเตอร์จะได้สารที่มีสีเหลืองโดยสารที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงจะมีสีเหลืองมากกว่า



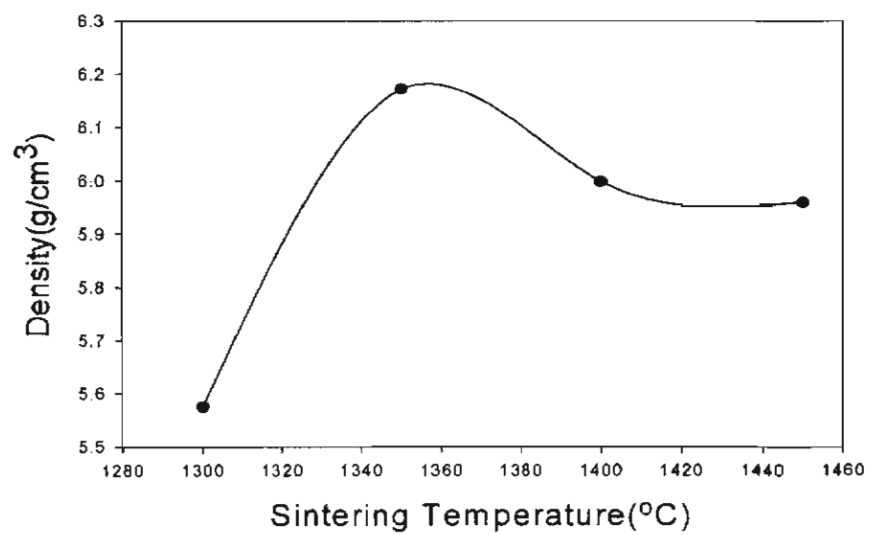
รูปที่ 3.3 X-ray diffraction ของ BaTiO_3 หลังการเผาแคลไซน์ที่ $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.1.2.2 ผลการศึกษาการหดตัว (Shrinkage) และความหนาแน่น (Density) ของสาร

การศึกษสมบัติทางกายภาพของสารในการทดลองนี้ เป็นการศึกษผลของอุณหภูมิซินเตอร์ (Sintering temperature) ต่อความหนาแน่น (density) และค่าการหดตัว (shrinkage) ของแบเรียมดีดานาเนตที่เจือด้วยทินออกไซด์ ($\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$) ซึ่งผลการทดลองแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวกับอุณหภูมิซินเตอร์ พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิซินเตอร์สารจะมีการหดตัวมากขึ้น โดยจะอยู่ในช่วง 12-15% และรูปที่ 3.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและอุณหภูมิซินเตอร์ ซึ่งจะเห็นได้ว่าการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นเงื่อนไขซึ่งสารมีความหนาแน่นสูงสุด คือ 6.171 g/cm^3 และหลังจากนั้นความหนาแน่นจะลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น



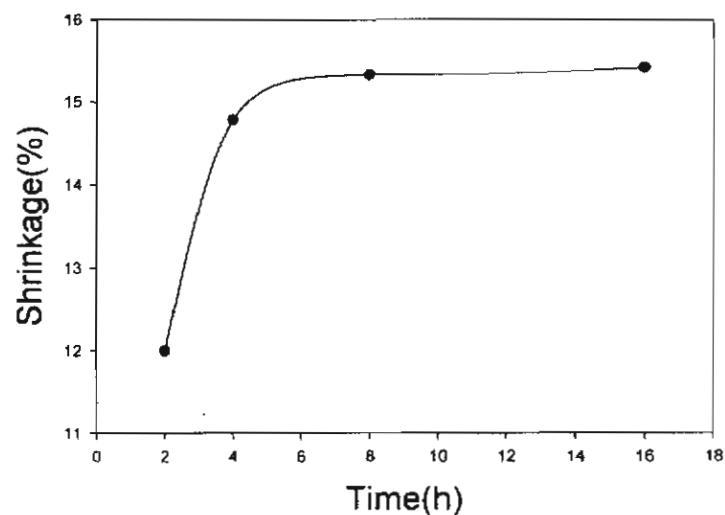
รูปที่ 3.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวกับอุณหภูมิซินเตอร์



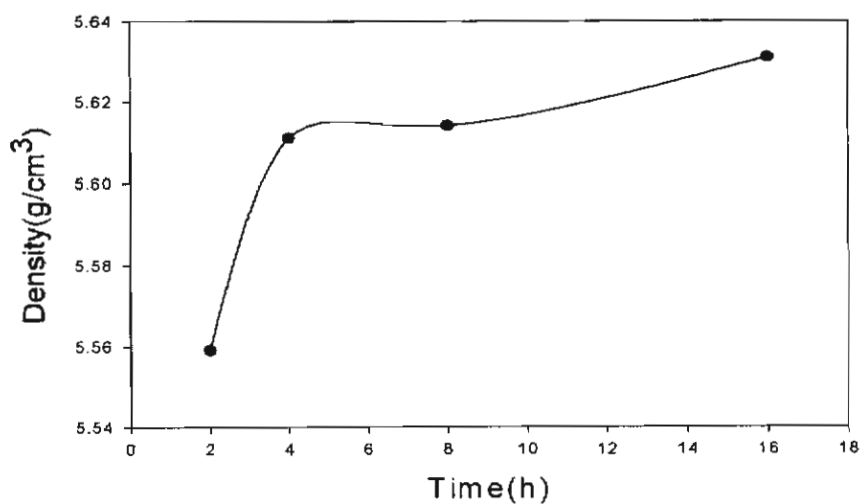
รูปที่ 3.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและอุณหภูมิซินเตอร์

นอกจากนั้นแล้ว ผลของเวลาซินเตอร์ (Sintering temperature) ต่อความหนาแน่น (density) และการหดตัว (shrinkage) ของแบเรียมดีดานเนตที่เจือด้วยทินออกไซด์ ($\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$) แสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวกับอุณหภูมิซินเตอร์ พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาซินเตอร์มากขึ้นจะมีการหดตัวมากขึ้น และรูปที่ 3.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและเวลาซินเตอร์ ซึ่งจะเห็นได้ว่าการซินเตอร์เวลา 16 ชั่วโมง จะทำให้สารมีความหนาแน่นสูงสุด คือ 5.631 g/cm^3

2D Graph 8



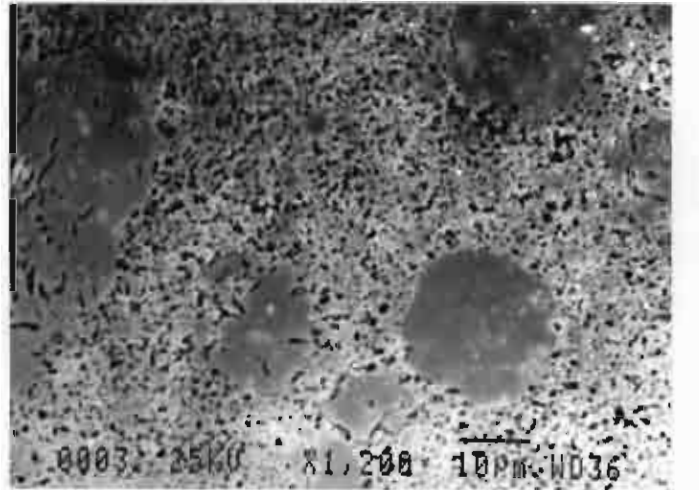
รูปที่ 3.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวกับเวลาการซินเตอร์



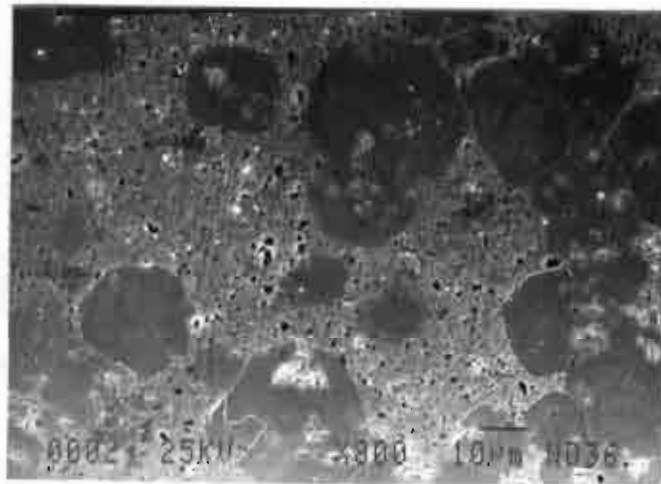
รูปที่ 3.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นและเวลาการซินเตอร์

3.1.2.3 ผลการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค (Microstructure) ของสาร

การศึกษาในตอนนี้เป็นการดูผลของอุณหภูมิซินเตอร์ต่อลักษณะเกรน (grain) ของ $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$ ดังแสดงในรูปที่ 3.8



(a)

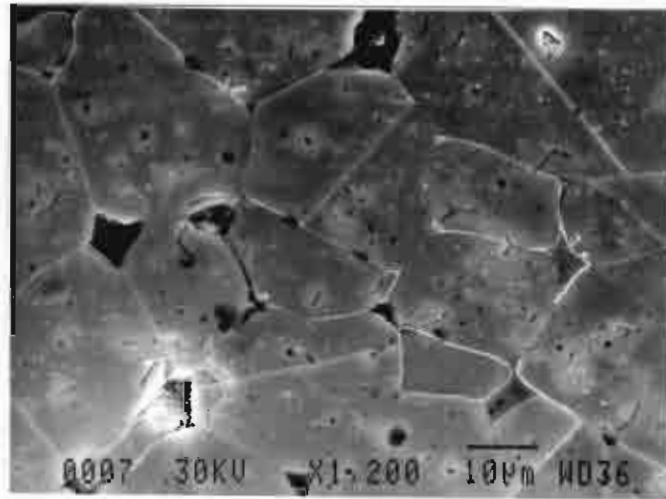


(b)

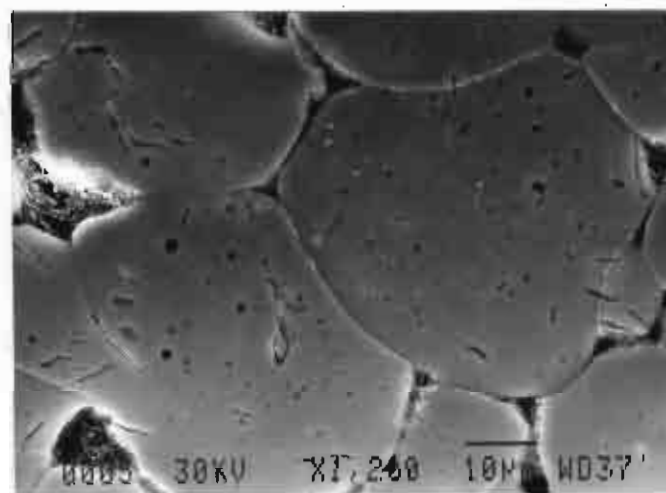
รูปที่ 3.8 แสดงภาพ SEM ของ ผิวน $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

(a) 1300 °C

(b) 1350 °C



(c)



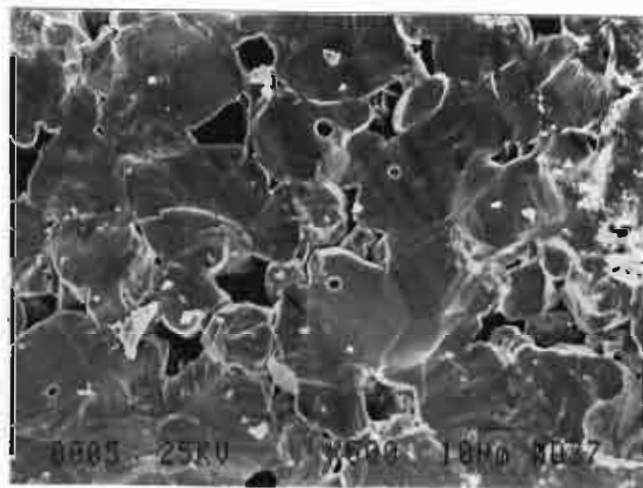
(d)

รูปที่ 3.8 แสดงภาพ SEM ของ ผิวนิเวศ Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O₃ ที่อุณหภูมิที่อุณหภูมิต่างๆ
 (c) 1400 °C (d) 1450 °C

และการศึกษาผลของเวลาซินเตอร์ต่อลักษณะเกรน (grain) ของ $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$ แสดงในรูปที่ 3.9



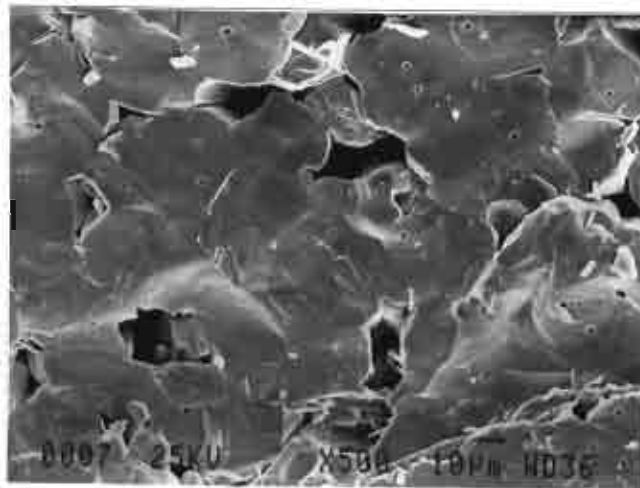
(a)



(b)

รูปที่ 3.9 แสดงภาพ SEM ของ ผิวน $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$ ซินเตอร์ที่ 1300 °C และช่วงเวลาการซินเตอร์ต่างๆ

(a) 4 ชั่วโมง (b) 8 ชั่วโมง (ผิวที่สังเกตมาจากการหักสารตัวอย่าง)



(c)

รูปที่ 3.9 แสดงภาพ SEM ของ ผิวน $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$ ซินเตอร์ที่ $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$
และช่วงเวลาการซินเตอร์ต่างๆ
(c) 16 ชั่วโมง (ผิวที่สังเกตมาจากการหักสารตัวอย่าง)

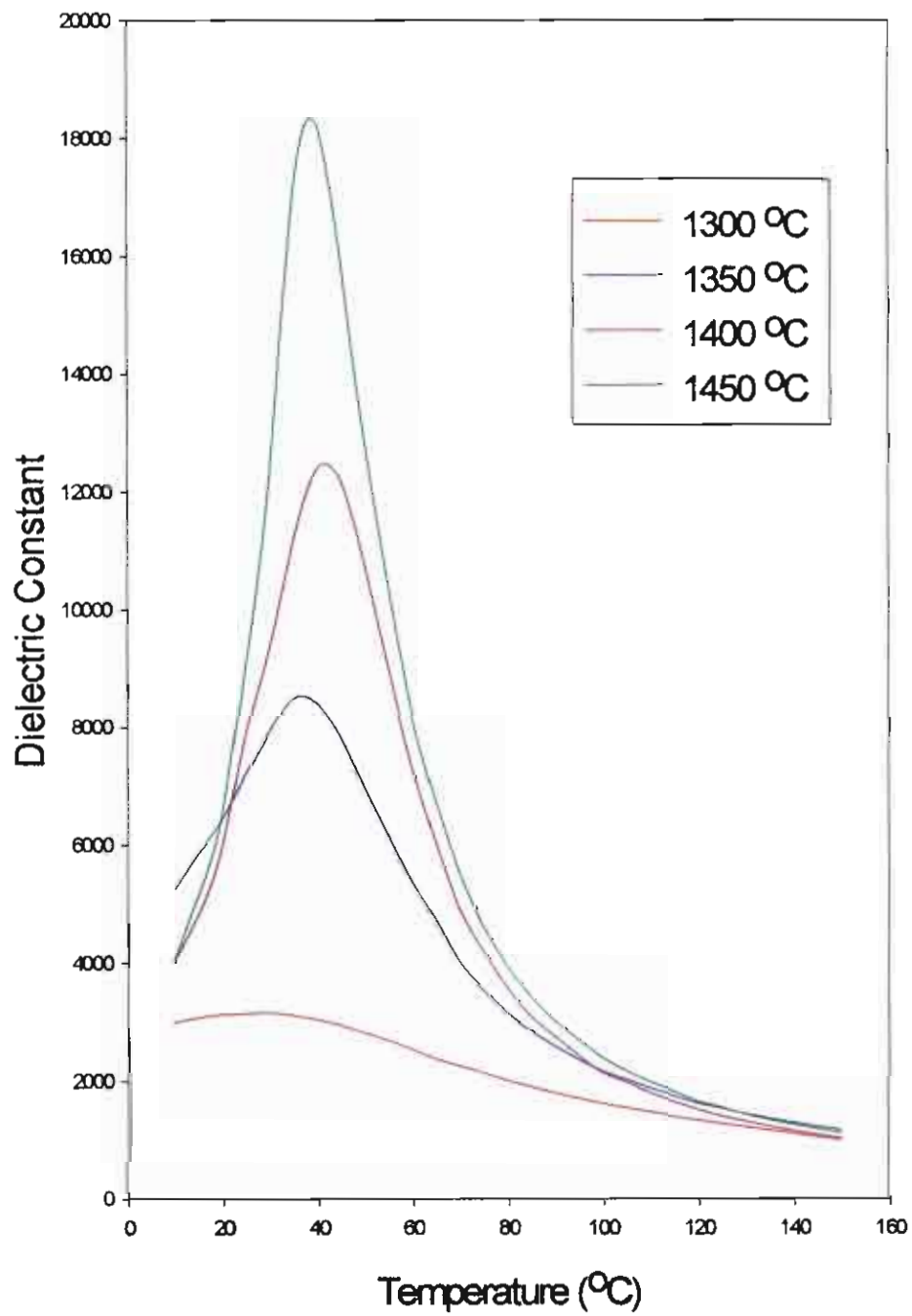
การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค (Microstructure) ของสารที่เตรียมได้จากลักษณะเกรนที่ผ่านการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่เวลาการซินเตอร์ 2 ชั่วโมง ซึ่งจะเห็นได้ว่าเกรนมีขนาดเล็กมาก และมีเกรนขนาดใหญ่ปะปน แต่สารที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ขนาดของเกรนจะอยู่ในช่วงมากกว่า $15\text{ }\mu\text{m}$ แต่เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เกรนจะขยายใหญ่ขึ้นถึง $30\text{ }\mu\text{m}$ ซึ่งผลจากการทดลองแสดงให้เห็นว่าการเจือ SnO_2 ไม่สามารถยับยั้งการเติบโตของเกรนที่อุณหภูมิสูงได้ ทั้งนี้คาดว่าเป็นเพราะเกิด intermediate phase เช่นเกิด $(\text{Ba}_4\text{Ti}_{13}\text{O}_{30})$ ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่า $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ดังนั้นจึงประพฤติตัวเป็น flux ในระหว่างการซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง ส่งผลให้เกิดเกรนขนาดใหญ่ขึ้นได้ นอกจากนั้นแล้วเวลาการซินเตอร์มีผลต่อขนาดเกรนเล็กน้อยซึ่งขนาดเกรนจะอยู่ในช่วง $25\text{--}30\text{ }\mu\text{m}$

3.1.2.4 ผลของอุณหภูมิซินเตอร์ต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) กับแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เมื่อเทียบกับอุณหภูมิ

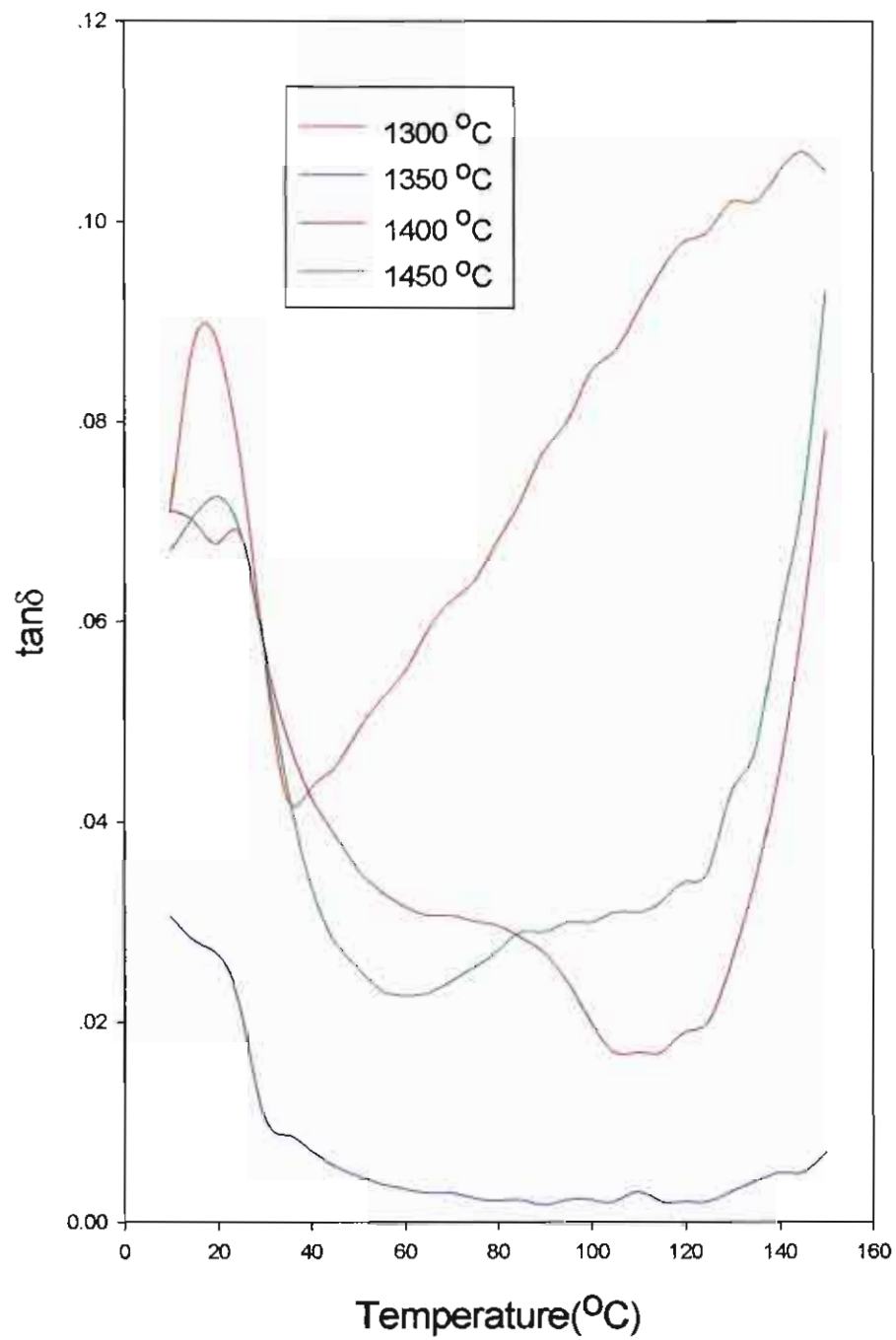
ในผลการทดลองตอนนี้ เป็นการศึกษาผลของอุณหภูมิซินเตอร์ต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป ให้ความถี่คงที่ที่ 1 kHz และสามารถเขียนเป็นกราฟได้ดังรูปที่ 3.10 และรูปที่ 3.11 ซึ่งจะแสดงการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆซึ่งอุณหภูมิที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดก็คืออุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนจาก ferroelectric tetragonal ไปเป็น paraelectric cubic และบันทึกเป็นอุณหภูมิวิกฤต (T_c) และสามารถหาอุณหภูมิคูรี (Curie temperature : T_0) ได้โดยการ extrapolate กราฟของส่วนกลับของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิไปตัดแกนอุณหภูมิได้ เป็นค่า T_0 อุณหภูมิซินเตอร์ต่อ T_c และ T_0 แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การเปรียบเทียบค่า T_0 และ T_c ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

อุณหภูมิซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$)	T_c ($^{\circ}\text{C}$)	T_0 ($^{\circ}\text{C}$)
1300	29	26
1350	37	36
1400	41	46
1450	38	47



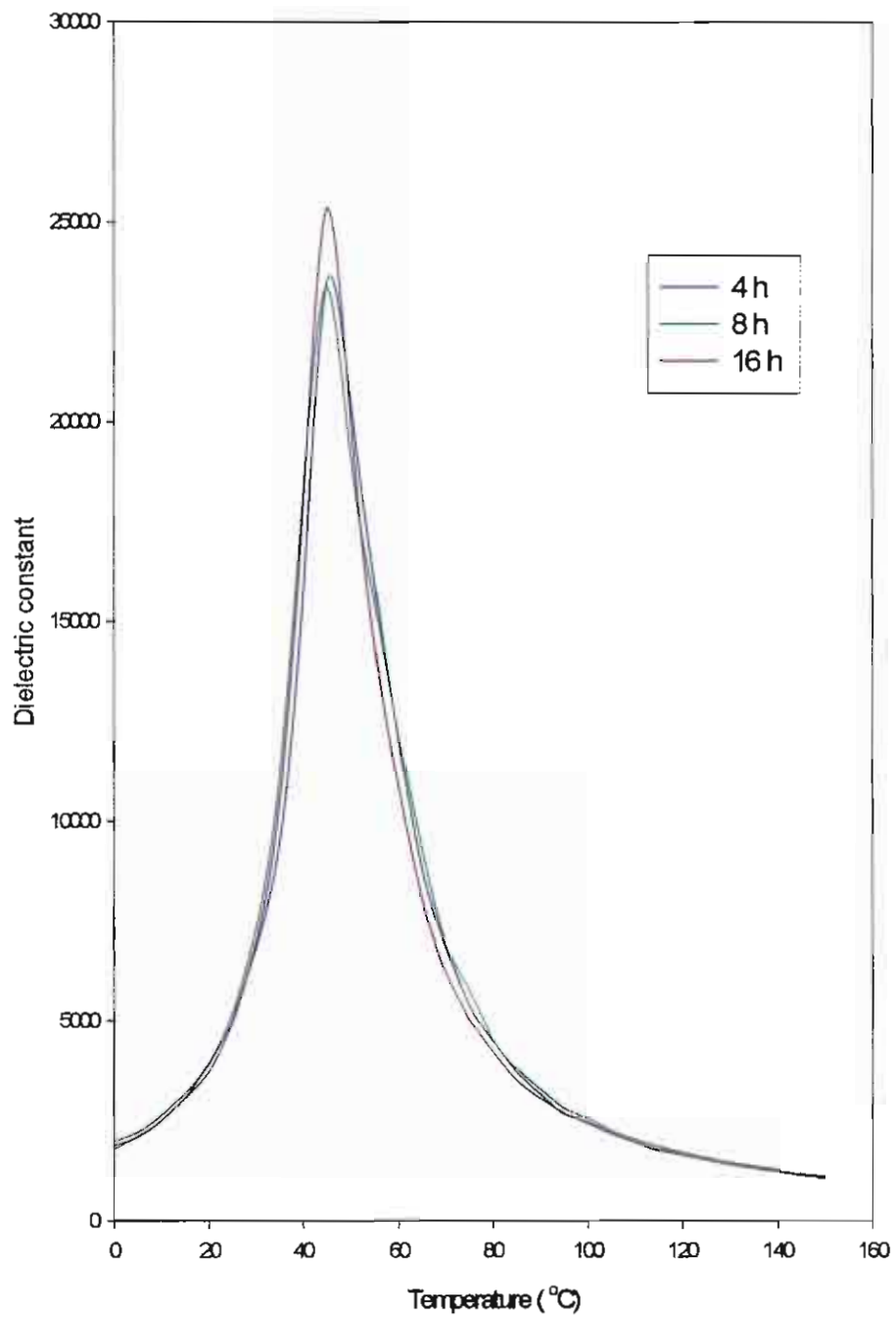
รูปที่ 3.10 แสดงการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ



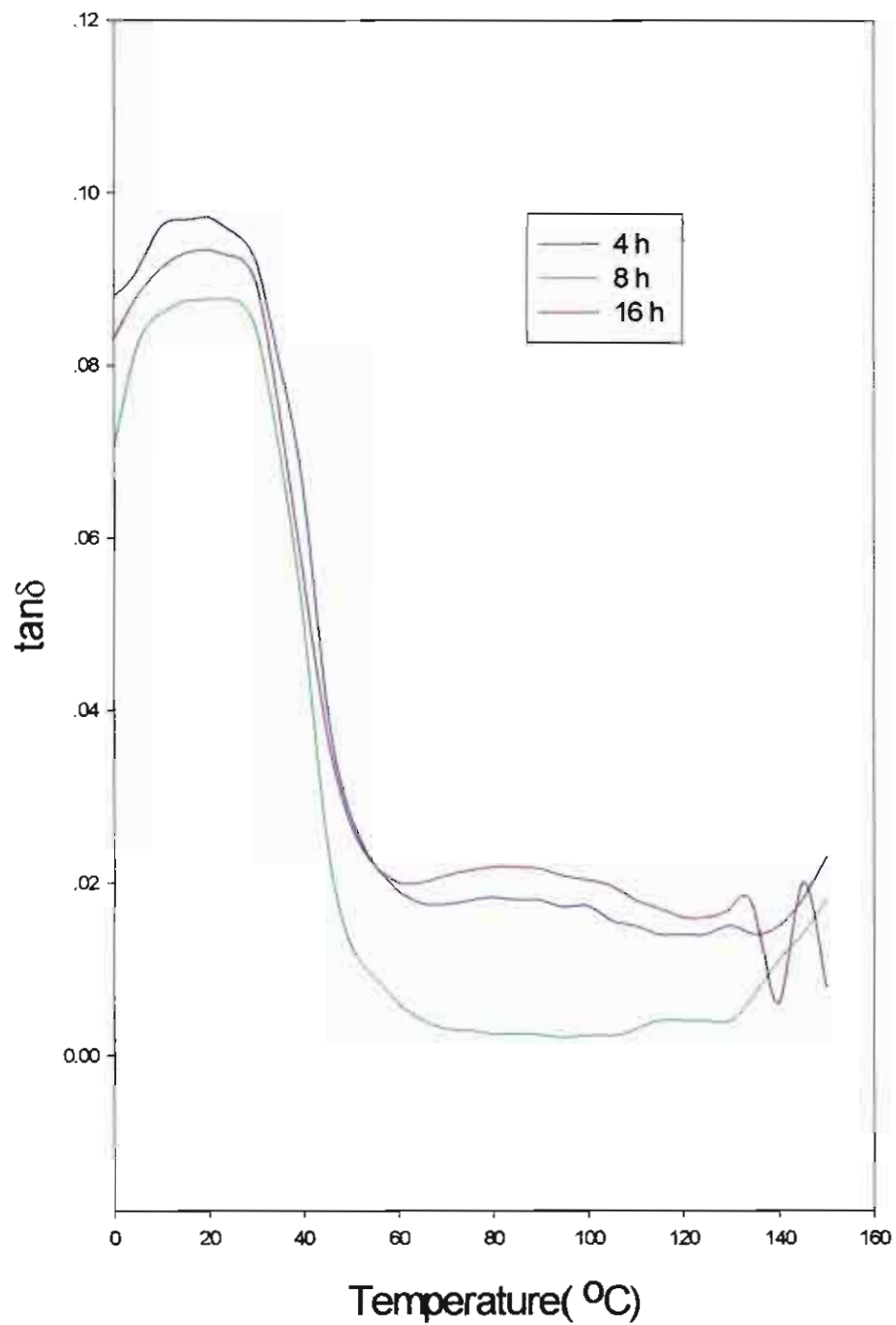
รูปที่ 3.11 แสดงการเปรียบเทียบค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก
เทียบกับอุณหภูมิที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

จากการทดลองพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิซินเตอร์มีผลทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดเพิ่มขึ้น โดยที่ 1300 °C จะได้ค่า maximum $\epsilon_r \sim 3,150$ และที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1450 °C มี maximum $\epsilon_r \sim 18,500$ โดย dielectric peak ของ $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.9}\text{Sn}_{0.1})\text{O}_3$ ที่ได้จะมีค่าสูงกว่าใน pure BaTiO_3 มาก เนื่องจากน่าจะเป็นเพราะการเจือ SnO_2 ลงไป จะทำให้เกิดสารที่ประกอบด้วยหลายองค์ประกอบ จึงเกิด broadening ขึ้น จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า $\tan\delta$ จะมีค่าต่ำ ในขณะที่ ϵ_r มีค่าสูง เพราะการเจือ SnO_2 จะส่งผลให้ domain wall ลดการสั่นลง และ $\tan\delta$ จะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วเมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็น paraelectric แต่ที่อุณหภูมิสูง ค่า $\tan\delta$ จะไม่เป็นไปตามความสัมพันธ์นี้เพราะจะเกิดการสูญเสียเนื่องจาก dipole relaxation และการนำไฟฟ้า เมื่อพิจารณาอุณหภูมิวิกฤต (Critical temperature) ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า T_c และ T_0 มีค่าต่ำใกล้เคียงอุณหภูมิห้อง และไม่มีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิซินเตอร์ จากรายงานที่ผ่านมา พบว่าการเจือ Sn หรือ Zr จะทำให้อุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงของ cubic – tetragonal phase (T_c) ของ BaTiO_3 ที่ 130 °C ลดลงไปยังอุณหภูมิที่ต่ำกว่า และอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงของ tetragonal – orthorhombic phase (T_1), rhombohedral – orthorhombic phase (T_2) เพิ่มขึ้น และจากการสังเกตค่า $\tan\delta$ ซึ่งมีค่าต่ำซึ่งแสดงว่าสารตัวอย่างนี้น่าจะนำมาใช้งานเป็น Capacitor ได้

นอกจากนั้นแล้วได้ทำการศึกษาผลของเวลาซินเตอร์ต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป โดยให้ความถี่คงที่ที่ 1 kHz จะสามารถเขียนเป็นกราฟได้ดังรูปที่ 3.12 และ รูปที่ 3.13 ซึ่งจะแสดงการเปรียบเทียบแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกที่เวลาซินเตอร์ต่างๆ และค่า T_c และ T_0 ที่เวลาซินเตอร์ต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.12 แสดงการเปรียบเทียบค่าคงที่ได้อิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิที่เวลาของการซินเตอร์ต่างๆ



รูปที่ 3.13 แสดงการเปรียบเทียบค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก
เทียบกับอุณหภูมิที่เวลาซินเตอร์ต่างๆ

ตารางที่ 3.2 การเปรียบเทียบค่า T_0 และ T_c ที่เวลาการซินเตอร์ต่างๆ

เวลาซินเตอร์ (h)	T_c (°C)	T_0 (°C)
2	47	68
4	45	61
8	44	61
16	44	61

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่า ถ้าเวลาการซินเตอร์มากค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะยิ่งสูง และกราฟจะแหลมโดยค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดที่ได้คือ ~ 25000 ณ เวลาการเผา 16 ชั่วโมง แต่อย่างไรก็ตามการเพิ่มเวลาการเผาก็คือการเพิ่มต้นทุนในการผลิต นอกจากนั้นแล้วพบว่าค่า $\tan\delta$ ไม่มีความสัมพันธ์กับเวลาการเผาแต่ขนาดของมันมีค่าน้อยซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารนี้สามารถนำไปพัฒนาเป็น Capacitor ได้ และ จากผลการหาค่า T_c และ T_0 พบว่าเมื่อเวลาซินเตอร์เพิ่ม T_c และ T_0 มีแนวโน้มจะลดลง

3.1.3 สรุปผลการทดลองการสร้าง BaTiO₃ capacitor ที่เจือด้วย Sn

1. สารที่เตรียมได้แสดงคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกที่เหมาะสม สำหรับการนำไปพัฒนาทำเป็นตัวเก็บประจุ โดยมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่าใน pure BaTiO₃ มาก และมีแพกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกต่ำ ซึ่งเป็นผลจากการเจือสารทินออกไซด์ (SnO₂) นอกจากนี้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกยังมีความสัมพันธ์โดยตรงกับอุณหภูมิซินเตอร์ กล่าวคือ ถ้าเพิ่มอุณหภูมิซินเตอร์ให้สูงขึ้น จะส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย นอกจากนั้นแล้ว เวลาการซินเตอร์มากจะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะยิ่งสูง และ $\tan\delta$ จะมีค่าน้อย ซึ่งแสดงว่าสารที่เตรียมได้สามารถนำไปพัฒนาเป็น capacitor ได้

2. สารที่เตรียมขึ้นนี้จะมีอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงทางเฟอร์โรอิเล็กตริกลดลงใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้อง โดยอยู่ในช่วง 30-40 °C ซึ่งเป็นผลจากการเจือสารทินออกไซด์ (SnO₂) โดยอุณหภูมินี้ไม่มีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิซินเตอร์ แต่ถ้าวเวลาซินเตอร์เพิ่ม T_c และ T_0 มีแนวโน้มจะลดลง

3. ลักษณะการเปลี่ยนแปลงเฟสเป็นไปอย่างช้าๆ ดังจะเห็นได้จากกราฟระหว่างไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิจะบวมออก

4. สารเจือ (SnO₂) ไม่มีผลต่อการยับยั้งการเติบโตของเกรน ซึ่งคาดว่าเป็นเพราะมี intermediate phase เช่น (Ba₄Ti₁₃O₃₀) เกิดขึ้น โดยจะมีการหลอมตัวที่อุณหภูมิต่ำ ดังนั้นจึงประพฤติตัวเป็น flux ในระหว่างการซินเตอร์ ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ได้ หรืออาจเกิดจากมี Zr ปะปนอยู่ในสารตัวอย่างในปริมาณสูง

3.2 การสร้าง BaTiO₃ capacitor ที่เจือด้วยสารเจือ Nb และ Ta

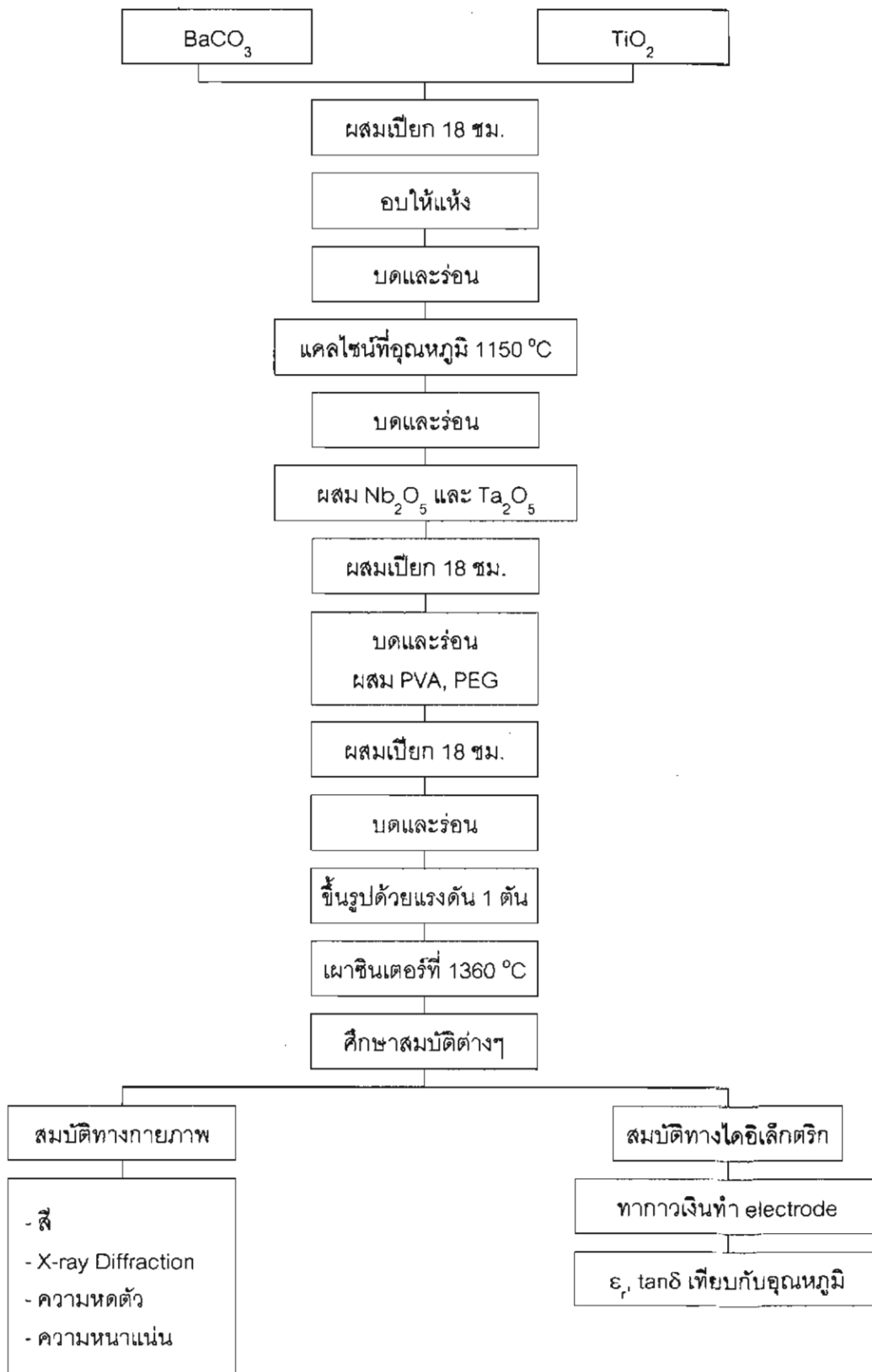
3.2.1 การทดลอง

3.2.1.1 การเตรียม BaTiO₃ ที่เจือด้วย Nb และ Ta

ในตอนนี้ทำการเตรียมสารแบบเรียมิตาเนต (BaTiO₃) ที่เจือสารด้วยสารไนโอเบียมออกไซด์ และแทนทาลัมออกไซด์ เตรียมโดยใช้แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO₃) ผสมกับสาริตาเนียมออกไซด์ (TiO₂) โดยมีสัดส่วน



แล้วนำสารแบบเรียมิตาเนต (BaTiO₃) ที่ได้มาเจือด้วยสารไนโอเบียมออกไซด์ และแทนทาลัมออกไซด์ โดยใช้สารไนโอเบียมออกไซด์ 0.8 mol% คงที่ แล้วแปรค่าแทนทาลัมออกไซด์ที่ค่า 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol%, 1.0 mol% และ 1.2 mol% หลังจากนั้นนำสารผสมไปเผาแคลไซน์แล้วทำการขึ้นรูป จากนั้นนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1360 °C เพื่อให้เกิดความแกร่ง แล้วนำสารที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บประจุเพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ และคุณสมบัติทางไดอิเล็กตริกของสาร โดยแผนภูมิการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 แผนภูมิการทดลอง

หมายเหตุ สำหรับการ X-ray, การหาค่าความหดตัว, การหาค่าความหนาแน่น การศึกษาผิว และการศึกษาค่า dielectric ได้ทำตามขั้นตอนในหัวข้อที่ 3.1.1.2 – 3.1.1.5 ซึ่งได้แสดงไว้แล้ว ในรายงานข้างต้น

3.2.2 ผลการทดลอง

3.2.2.1 ผลการเตรียมสารตัวอย่าง

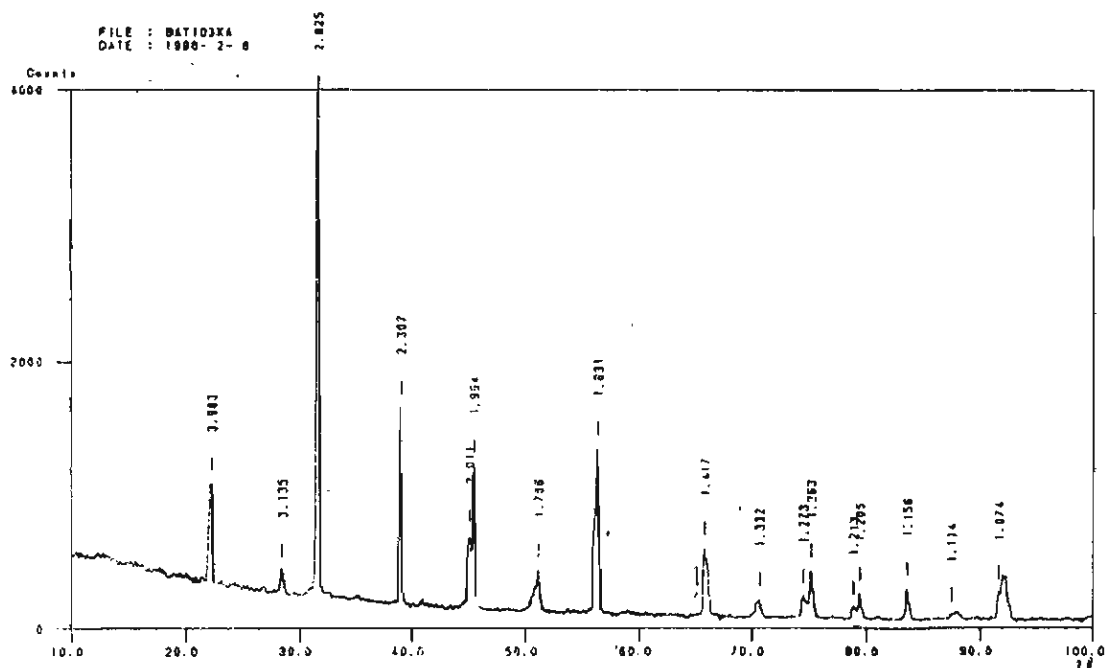
ในการทดลองนี้การเตรียมสารใช้วิธีการ Solid State Reaction ซึ่งสารที่ได้จากการผสมจะต้องผ่านกระบวนการเผา 2 กระบวนการ คือ การเผาแคลไซน์และการเผาซินเตอร์ ซึ่งในการทดลองพบว่า สารที่ผสมก่อนทำการเผาจะมีสีขาวเหลือง และหลังจากที่นำมาเผาแคลไซน์แล้วจะพบว่าสารที่ได้ก็จะมีสีขาวเหลืองเช่นเดิม และเมื่อนำมาทำการเผาซินเตอร์จะพบว่า สารที่ได้จะแบ่งออกเป็นสีเหลืองอ่อน และสีเทา ดังตารางที่ 3.3 โดยที่ pure BaTiO_3 จะมีสีเหลือง ซึ่งสีที่ได้แตกต่างกันนี้น่าจะมีผลมาจากปริมาณของตัว dope ที่เข้าไปแทรกในเนื้อสาร โดยเฉพาะ sample ที่ dope ด้วย Ta_2O_5 1.2 mol% แล้วจะมีสีเทา

ตารางที่ 3.3 แสดงผลการสังเกตสีของ sample BaTiO_3 dope ด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ Ta_2O_5 ในปริมาณต่างๆ และ pure BaTiO_3

เปอร์เซ็นต์การเจือ Ta_2O_5	สีของ sample
0	เหลืองอ่อน
0.2	เหลืองอ่อน
0.4	เหลืองอ่อน
0.6	เหลืองอ่อน
0.8	เหลืองอ่อน
1.0	เหลืองอ่อน
1.2	เทา

3.2.2.2 ผลการตรวจสอบสารที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)

ขั้นตอนนี้ทำการตรวจสอบสารที่ได้เป็นแบเรียมติตาเนต (BaTiO_3) หรือไม่ โดยนำสาร BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปวิเคราะห์ด้วยวิธี X-ray diffraction แล้วพบว่าสารที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 1150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะมีโครงสร้าง tetragonal เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับค่า d-spacing ของ BaTiO_3 จาก JCPDS card no. 5-0626 กับ BaTiO_3 sample ที่เตรียมได้ จะเห็นว่าจาก diffraction pattern ของสารที่เตรียมได้ จะปรากฏ peak แปลงปลอมที่ $2\theta \sim 28.4^\circ$ เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.15 ซึ่งโดยทั่วไปค่า d-spacing ของสารตัวอย่างจะใกล้เคียงและสอดคล้องกับ JCPDS card no. 5-0626 ของ BaTiO_3 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารที่เตรียมได้น่าจะเป็น BaTiO_3 แล้ว

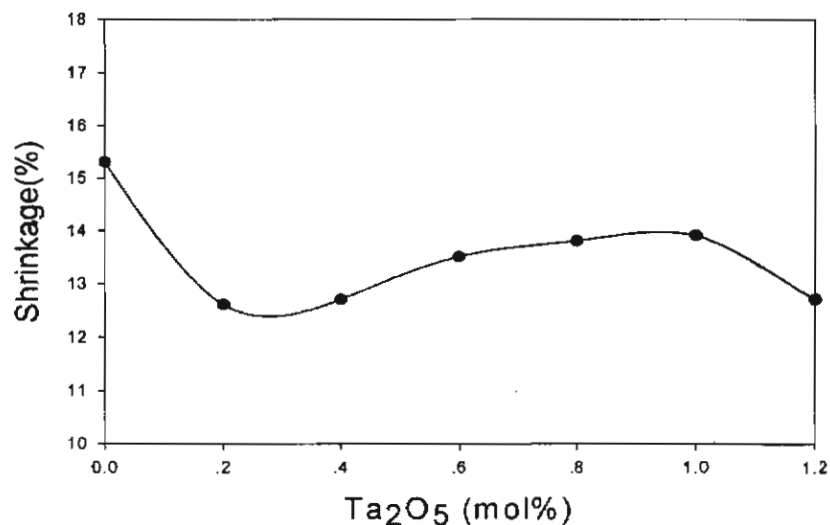


รูปที่ 3.15 แสดง X-ray diffraction ของ BaTiO_3 ที่เตรียมได้

3.2.2.3 ผลการหาค่าความหดตัว (Shrinkage) และค่าความหนาแน่น (Density)

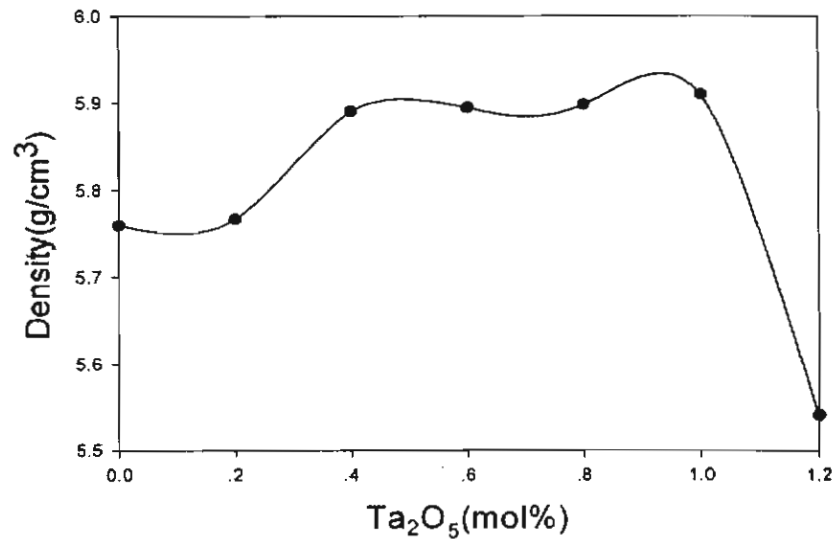
ของ sample

การศึกษาสมบัติทางกายภาพของสารในขั้นตอนนี้ เป็นการศึกษาผลของสารโด๊ปที่มีต่อค่าการหดตัว (shrinkage) และความหนาแน่น (density) ของแบเรียมทิตาเนตที่โด๊ปด้วยสารโด๊ป ซึ่งผลการทดลองแสดงในรูปที่ 3.16 และรูปที่ 3.17 ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวกับปริมาณสารโด๊ป และความหนาแน่นกับปริมาณสารโด๊ปตามลำดับ



รูปที่ 3.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวและปริมาณการโด๊ป Ta₂O₅

จากผลการทดลอง พบว่า pure BaTiO₃ จะมีเปอร์เซ็นต์การหดตัวสูงสุดคือ 15.3% และเมื่อโด๊ป Nb₂O₅ 0.8 mol% จะมี การหดตัว 12.6% และเมื่อเปอร์เซ็นต์การโด๊ป Ta₂O₅ เพิ่มขึ้นคือ 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol% และ 1.0 mol% และ จะพบว่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวมีแนวโน้มค่อยๆ เพิ่มขึ้น แต่ที่การโด๊ป 1.2 mol% Ta₂O₅ จะมีค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวต่ำลง

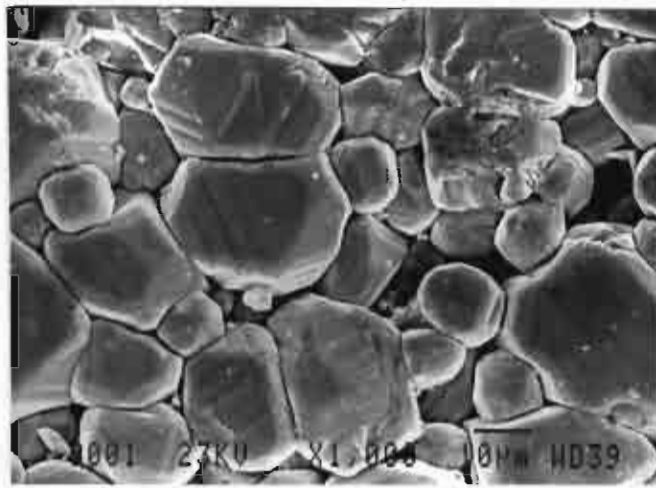


รูปที่ 3.17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นและปริมาณการโด๊ป Ta₂O₅

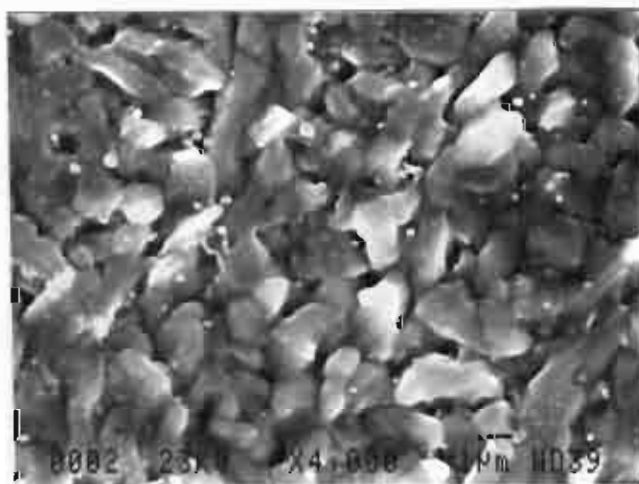
จากผลการทดลอง พบว่าที่ mol% การโด๊ป Ta₂O₅ เพิ่มขึ้น สารจะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นตามลำดับ แต่ที่การโด๊ป 1.2 mol% จะมีค่าความหนาแน่นลดลงต่ำที่สุดที่ 1.2 mol% Ta₂O₅ จะมีความหนาแน่นลดลงและจะมีค่าต่ำสุดเมื่อเทียบกับตัวอื่น ซึ่งน่าจะเกี่ยวข้องกับการที่มีปริมาณ Ta₂O₅ มากเกินไป

3.2.2.4 ผลของการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคโดยการดูลักษณะผิวซินเตอร์

การทดลองขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาผลของโครงสร้างทางจุลภาค (Microstructure) โดยการดูลักษณะผิวของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ หลังจากผ่านกระบวนการซินเตอร์มาแล้วโดยการตรวจสอบ ซึ่งผลการทดลองแสดงในรูปที่ 3.18



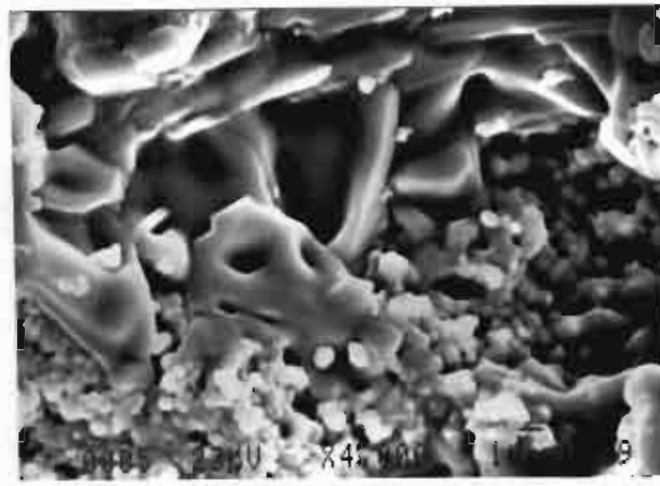
(a)



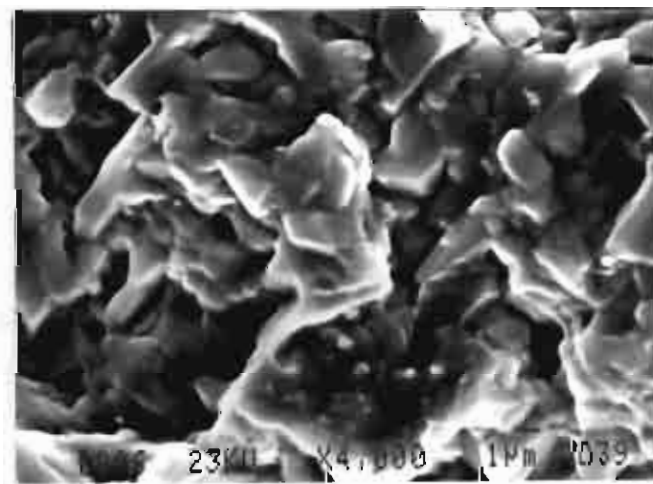
(b)

รูปที่ 3.18 แสดงผิวของ BaTiO₃ ceramics ที่ได้ไปด้วย Nb₂O₅ 0.8 mol% และ Ta₂O₅ ปริมาณต่างๆ

(a) Pure BaTiO₃ (b) Ta₂O₅ 0 %



(c)

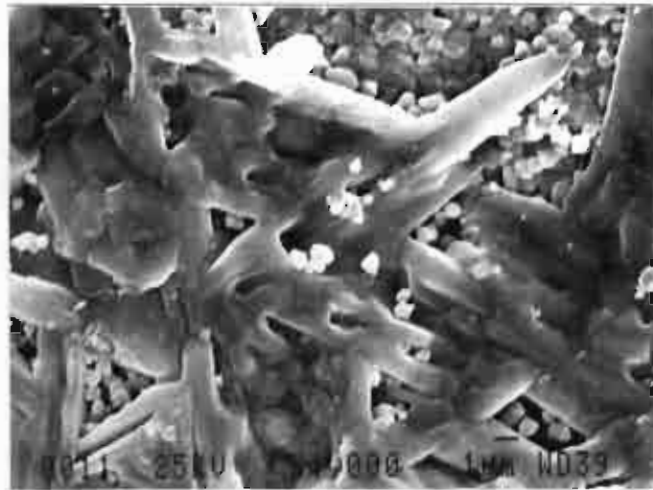


(d)

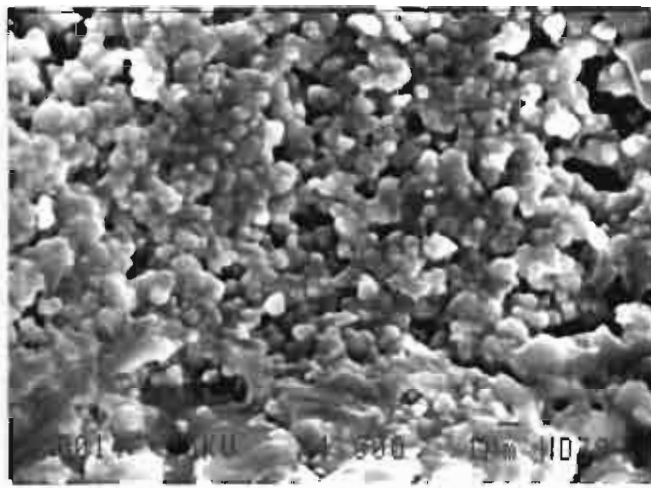
รูปที่ 3.18 แสดงผิวของ BaTiO₃ ceramics ที่ได้ไปด้วย Nb₂O₅ 0.8 mol% และ Ta₂O₅ ปริมาณต่างๆ

(c) 0.2 %

(d) 0.4 %

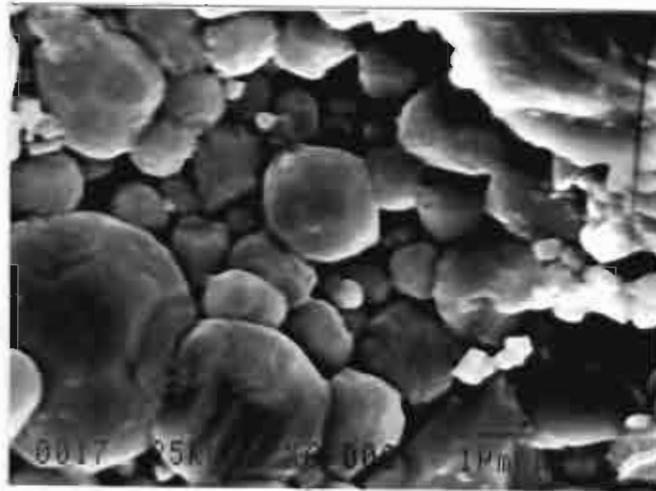


(e)



(f)

รูปที่ 3.18 แสดงผิวของ BaTiO_3 ceramics ที่ได้ไปด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ Ta_2O_5 ปริมาณต่างๆ
 (e) 0.8 % (f) 1.0 %



(g)

รูปที่ 3.18 แสดงผิวของ BaTiO₃ ceramics ที่โด๊ปด้วย Nb₂O₅ 0.8 mol% และ Ta₂O₅ ปริมาณต่างๆ
(g) 1.2 %

จากภาพถ่ายโครงสร้างทางจุลภาคของสารโดยดูลักษณะผิวซินเตอร์ที่ pure BaTiO₃ จะมีลักษณะเป็นเกรนให้เห็นอย่างชัดเจน แต่เมื่อทำการ dope ด้วย Nb₂O₅ 0.8 mol% คงที่ และ Ta₂O₅ ในปริมาณต่างๆ พบว่าโครงสร้างของผิวจะเปลี่ยนไปโดยที่ 0.6 mol% ของ Ta₂O₅ จะเริ่มเห็นว่าจะมีลักษณะคล้ายดอกเล็กๆ และเมื่อเพิ่มปริมาณ Ta₂O₅ ขึ้นไปอีก จะเห็นว่าขนาดของดอกจะเริ่มใหญ่ขึ้นๆ และเมื่อ dope 1.2 mol% Ta₂O₅ ลักษณะโครงสร้างจะเปลี่ยนแปลงไปอีกโดย เป็นเกรนให้เห็นอย่างชัดเจนอีกครั้ง ณ จุดนี้น่าจะเป็นไปได้ว่ามีการเกิดโครงสร้างใหม่ของสารและสอดคล้องกับผลการทดลองอื่นๆ

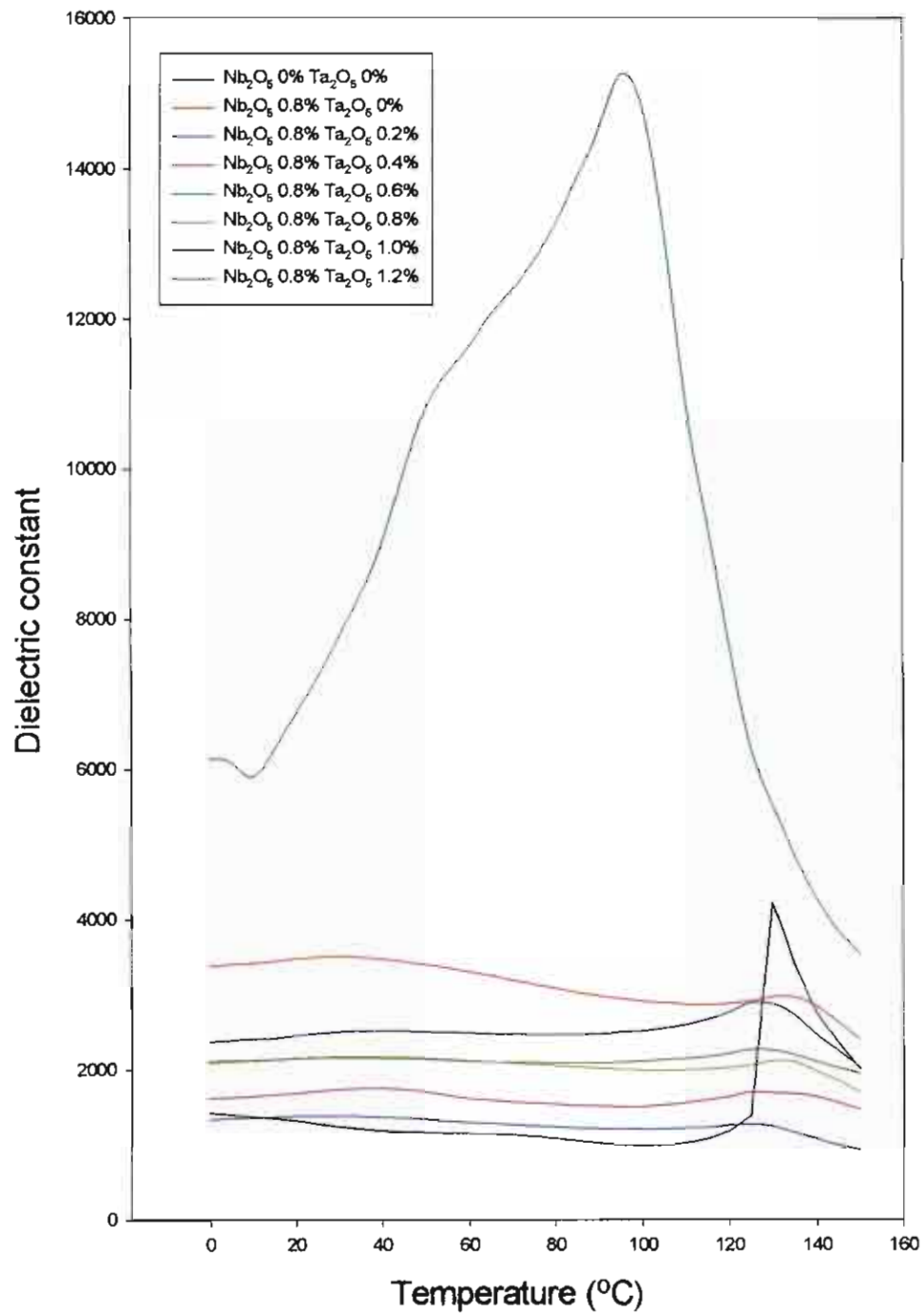
3.2.2.5 ผลการวัดค่า Dielectric constant (ϵ_r) และค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทาง

ไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เทียบกับอุณหภูมิ ณ ความถี่ 1 kHz

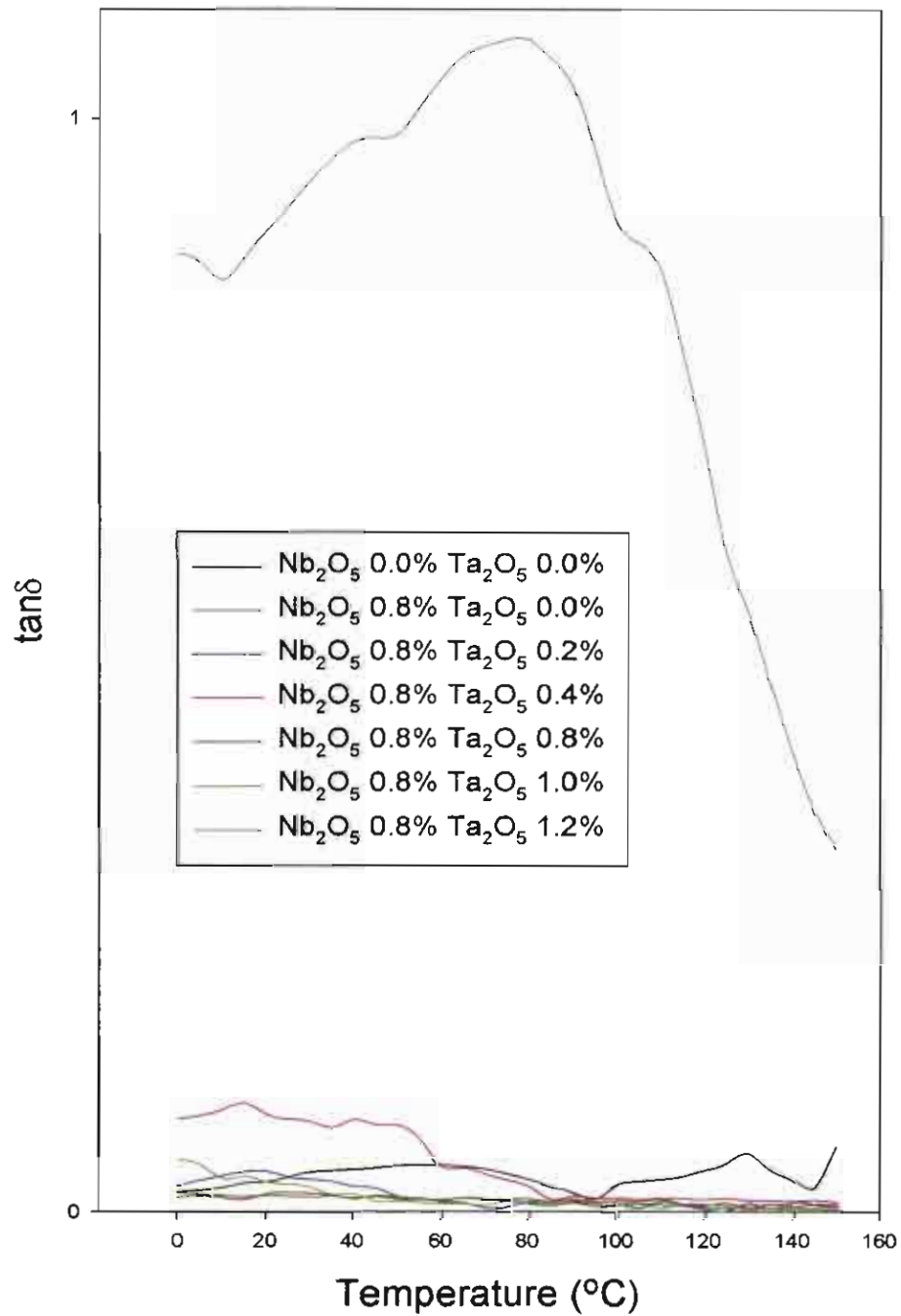
ค่า ϵ_r และค่า $\tan\delta$ เทียบกับอุณหภูมิของสารตัวอย่างเตรียมได้ ณ ความถี่ 1 kHz โดยการทดลองเริ่มตั้งแต่อุณหภูมิ 0-150 °C สามารถเขียนกราฟได้ดังรูปที่ 3.19 สำหรับรูปที่ 3.20 จะแสดงการเปรียบเทียบค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ ของสารตัวอย่างทั้ง 8 ชุด เปรียบเทียบกันตามลำดับ และค่า T_c จะแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 การเปรียบเทียบค่า T_c ที่ปริมาณ Ta_2O_5 (%) ต่างๆ

ปริมาณ Ta_2O_5 (%)	$T_c(^{\circ}C)$
Pure $BaTiO_3$	129
0	132
0.2	126
0.4	127
0.6	127
0.8	133
1.0	127
1.2	96



รูปที่ 3.19 แสดงค่าไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อเติมด้วย Ta₂O₅ ด้วยปริมาณต่างๆ



รูปที่ 3.20 แสดงค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อได้ Ta_2O_5 ด้วยปริมาณต่างๆ

จากการวัดค่า Dielectric constant (ϵ_r) และค่า Dissipation factor ($\tan\delta$) เทียบกับอุณหภูมิ ณ ความถี่ 1 kHz ของ sample ทั้ง 8 ชุด พบว่า pure BaTiO₃ จะมีค่า ϵ_r ลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และค่า ϵ_r จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่ออุณหภูมิเข้าใกล้อุณหภูมิคูรี (T_c) และเมื่อเลยอุณหภูมิคูรีนี้ไปแล้วสารจะมีค่า ϵ_r ลดลง โดยมี peak สูงสุดที่ $T_c = 129^\circ\text{C}$ แต่เมื่อพิจารณาถึงผลการ dope ด้วย Nb₂O₅ 0.8 mol% คงที่โดยการเพิ่มการ dope Ta₂O₅ จะพบว่ากราฟที่ได้จะมีลักษณะต่างจาก pure BaTiO₃ โดยสังเกตได้จากค่า ϵ_r ซึ่งจะปรากฏเป็น peak ขึ้นมา 2 peak เมื่อ dope 0 mol%, 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol% Ta₂O₅ ซึ่ง peak แรกจะมีค่า ϵ_r สูงสุดอยู่ที่อุณหภูมิ 32 °C, 29 °C, 31 °C และ 34 °C ส่วนใน peak ที่สองจะมีค่า ϵ_r สูงสุดอยู่ที่อุณหภูมิ 132 °C, 126 °C, 127 °C ตามลำดับ ซึ่งคาดว่าอุณหภูมิที่ทำให้ ϵ_r มีค่าสูงสุดใน peak ที่สองนี้ก็คืออุณหภูมิคูรี (T_c) ของสาร ส่วนการ dope 0.8 และ 1.0 mol% Ta₂O₅ จะพบว่า peak แรกจะหายไป และค่า ϵ_r จะค่อนข้างคงที่ในช่วงอุณหภูมิก่อนถึงอุณหภูมิคูรี โดยจะมี $T_c = 133^\circ\text{C}$ และ 127°C ตามลำดับ ส่วนการ dope Ta₂O₅ 1.2 mol% นั้น จะเห็นว่าค่า ϵ_r จะมีค่าสูงมากที่สุด โดยมี $T_c = 96^\circ\text{C}$ และลักษณะกราฟจะเพิ่มตามอุณหภูมิ เมื่อผ่านจุด T_c ก็จะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว ซึ่งจากการเปรียบเทียบความแตกต่างของกราฟของ ทั้ง sample 7 ชุด จะเห็นได้ว่าเมื่อ dope Ta₂O₅ เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า ϵ_r มีค่าสูงขึ้นด้วย และนอกจากนี้ค่า Dissipation factor ($\tan\delta$) ของ pure BaTiO₃ ซึ่งมีค่าขึ้นลงไม่แน่นอนแต่เมื่อทำการ dope ด้วย Ta₂O₅ จะพบว่าจะมีแนวโน้มมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและมีค่าต่ำแต่ค่าไม่ค่อยนิ่ง ดังนั้นการที่ dope Nb₂O₅ และ Ta₂O₅ ลงไปใน BaTiO₃ แล้วทำให้ค่า ϵ_r สูงขึ้นเมื่อเปอร์เซ็นต์ของสารที่ dope เพิ่มขึ้นน่าจะมาจากการเจือสารทำให้เกิดสารที่มีโครงสร้างใหม่ขึ้นนอกจากนั้นแล้วกรณีการได้ปด้วย Ta₂O₅ 1.2% จะทำให้ค่า $\tan\delta$ มีค่าสูงมากซึ่งไม่เหมาะต่อการใช้เป็น Capacitor ซึ่งตรงนี้จะเกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า Insulator-semiconductor transition ขึ้น

3.2.3 สรุปผลการทดลองการสร้าง BaTiO₃ capacitor ที่เจือด้วย Nb และ Ta

1. ใน pure BaTiO₃ และ BaTiO₃ ที่ dope Nb₂O₅ 0.8 mol% คงที่ และ Ta₂O₅ ในปริมาณต่าง ๆ สีของ sample จะมีสีเหลืองอ่อนเป็นหลัก แต่เมื่อ dope ด้วย 1.2 mol% Ta₂O₅ สีของ sample จะเป็นสีเทา
2. การตรวจสอบ diffraction pattern ของ BaTiO₃ หลังจากการแคลไซน์ พบว่ามีค่า d-spacing สอดคล้องกับค่า d-spacing ของ JCPDS card no. 5-0626 ซึ่งเป็นของ BaTiO₃
3. จากการวัดค่าความหนาแน่น (Density) ของสาร พบว่าจาก pure BaTiO₃ เมื่อเพิ่มปริมาณตัว dope Ta₂O₅ จาก 0 mol%, 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol% และ 1.0 mol% จะพบว่ามีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณ Ta₂O₅ เพิ่มขึ้น คือมีค่า 5.7520, 5.7670, 5.8900, 5.8450, 5.8975 และ 5.9090 g/cm³ ตามลำดับ แต่ที่ 1.2 mol% Ta₂O₅ จะมีความหนาแน่นลดลงและมีค่าต่ำเมื่อเทียบกับตัวอื่นคือ 5.5402 g/cm³

4. จากการหาค่าเปอร์เซ็นต์ความหดตัว (shrinkage) พบว่า pure BaTiO_3 มีค่าเท่ากับ 15.3% ซึ่งมีค่ามากที่สุด แต่เมื่อ dope Ta_2O_5 ในปริมาณ 0 mol%, 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol% และ 1.0 mol% จะพบว่ามีเปอร์เซ็นต์ความหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ Ta_2O_5 เพิ่มขึ้น โดยมีค่าเท่ากับ 12.7%, 13.5%, 13.6%, 13.8% และ 13.9% ตามลำดับ และที่ 1.2 mol% ของการโด๊ป Ta_2O_5 จะมีเปอร์เซ็นต์ความหดตัวเท่ากับ 12.7 % โดยจะเห็นว่ามีการหดตัวลดลง

5. จากภาพถ่ายโครงสร้างผิวซินเตอร์ของสารจะเห็นว่าเมื่อ dope Ta_2O_5 0.2 mol% ลงไปใน BaTiO_3 ที่มี Nb_2O_5 0.8 mol% คงที่ ทำให้ผิวมีลักษณะโครงสร้างเล็กๆ ที่คล้ายดอกเมื่อเพิ่มปริมาณตัว Ta_2O_5 ขึ้นไปอีกเป็น 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol% และ 1.0 mol% จะเห็นว่าลักษณะของดอกจะขยายใหญ่ขึ้นตามลำดับ โดยที่ 1.2 mol% Ta_2O_5 สารจะมีโครงสร้างผิวเปลี่ยนไปโดยจะไม่มีลักษณะเป็นดอกให้เห็นแต่จะเห็นเป็นเกรนชัดเจน

6. การวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) เทียบกับอุณหภูมิพบว่าในกรณี pure BaTiO_3 และที่ dope Ta_2O_5 0 mol%, 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol% และ 1.0 mol% จะพบว่ากราฟจะมี T_c ใกล้เคียงกันคือ 129 °C, 132 °C, 126 °C, 127 °C, 127 °C, 133 °C และ 127 °C ตามลำดับ โดยมีค่า ϵ_r อยู่ในช่วง 1000-3000 และปริมาณสารเจือ Ta_2O_5 จะมีความสัมพันธ์กับค่า ϵ_r โดยเมื่อ dope Ta_2O_5 เพิ่มขึ้นจะมีแนวโน้มค่อนข้างนิ่งเมื่อเทียบกับอุณหภูมิมากขึ้น แต่ในขณะที่ dope 1.2 mol% Ta_2O_5 พบว่ากราฟจะมีลักษณะต่างจาก 6 sample แรก คือมีการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น มีค่า $T_c = 96$ °C และมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงมาก โดยอยู่ในช่วง 3500-15500

7. การวัดค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) ของสาร pure BaTiO_3 พบว่ามีค่าขึ้นลงไม่แน่นอน และเมื่อทำการ dope Nb_2O_5 0.8 mol% คงที่ แล้วเพิ่มปริมาณ Ta_2O_5 พบว่า ที่ 0 mol%, 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol% และ 1.0 mol% Ta_2O_5 ลักษณะกราฟส่วนใหญ่จะมีแนวโน้มลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าอยู่ในช่วง 0.005 - 0.1 ซึ่งจะเห็นว่าค่าต่ำ และที่การ dope 1.2 mol% Ta_2O_5 พบว่าจะมีค่า $\tan\delta$ อยู่ในช่วง 0.4 - 0.9 โดยเมื่อผ่านอุณหภูมิประมาณ 80 °C ค่า $\tan\delta$ จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดปรากฏการณ์ Insulator-semiconductor transition ขึ้น

3.3 การสร้าง BaTiO₃ capacitor ที่เจือด้วยสารเจือ Nb และ Ni

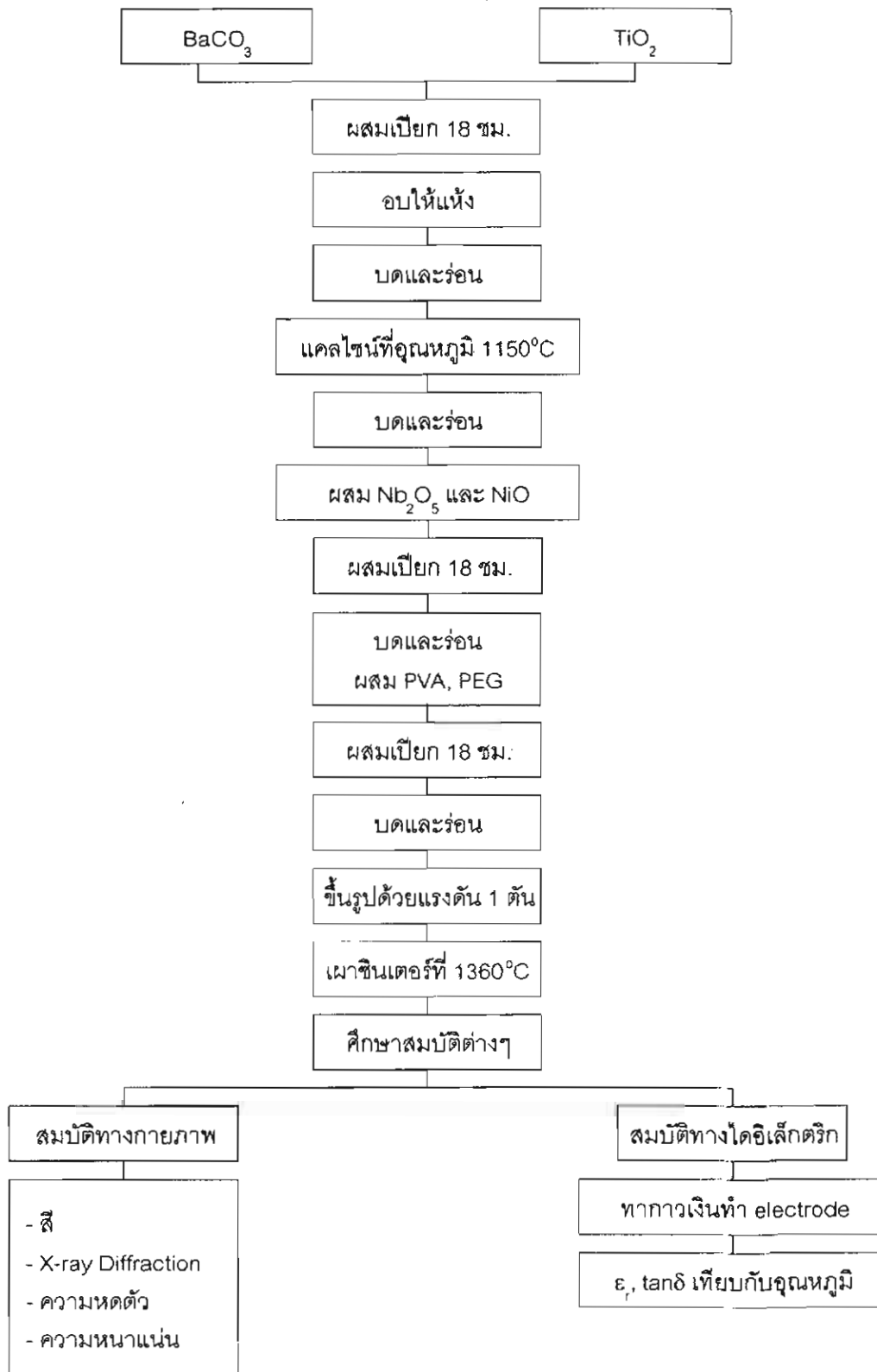
3.3.1 การทดลอง

3.3.1.1 การเตรียม BaTiO₃ ที่เจือด้วย สารเจือ Nb และ Ni

ในตอนนี้จะรายงานการเตรียมสารแบเรียมติตาเนต (BaTiO₃) ที่เจือสารด้วยสารไนโอเบียมออกไซด์ และนิกเกิลออกไซด์ เตรียมโดยใช้แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO₃) ผสมกับสารติตาเนียมออกไซด์ (TiO₂) โดยมีสัดส่วน



แล้วนำสารแบเรียมติตาเนต (BaTiO₃) ที่ได้มาเจือด้วยสารไนโอเบียมออกไซด์ และนิกเกิลออกไซด์ โดยใช้สารไนโอเบียมออกไซด์ 0.8 mol% คงที่ แล้วแปรค่านิกเกิลออกไซด์ที่ค่า 0.2 mol%, 0.4 mol%, 0.6 mol%, 0.8 mol%, 1.0 mol% และ 1.2 mol% หลังจากนั้นนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ แล้วทำการขึ้นรูปไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1360 °C เพื่อให้เกิดความแกร่ง แล้วนำสารที่ได้ไปทำเป็นตัวเก็บประจุเพื่อศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และค่า Dissipation factor เทียบกับอุณหภูมิ ขั้นตอนการเตรียมสารและการวิเคราะห์สารจะเป็นตามแผนภูมิดังนี้



รูปที่ 3.21 แผนภูมิในการทดลอง

หมายเหตุ รายละเอียดการทดลองได้แสดงไว้แล้วในรายงานข้างต้นแล้ว

3.3.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่าง

ในการทดลองนี้การเตรียมสารใช้วิธีการ Solid State Reaction ซึ่งสารที่ได้จากการผสมจะต้องผ่านกระบวนการเผา 2 กระบวนการ คือ การเผาแคลไซน์และการเผาซินเตอร์ ซึ่งในการทดลองพบว่า สารที่ผสมก่อนทำการเผาจะมีสีขาวเหลือง และหลังจากที่นำมาเผาแคลไซน์แล้วจะพบว่าสารที่ได้ก็จะมีสีขาวเหลืองเช่นเดิม และเมื่อนำมาทำการเผาซินเตอร์จะพบว่า สารที่ได้จะแบ่งออกเป็นสีเหลืองอ่อน และน้ำเงินแกมเขียวดังตารางที่ 3.5 โดยที่ pure BaTiO_3 จะมีสีเหลืองอ่อน ซึ่งสีที่ได้แตกต่างกันนี้แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างหรือสมบัติบางประการในเนื้อสาร

ตารางที่ 3.5 แสดงผลการสังเกตสีของ sample BaTiO_3 dope ด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ NiO ในปริมาณต่างๆ และ pure BaTiO_3

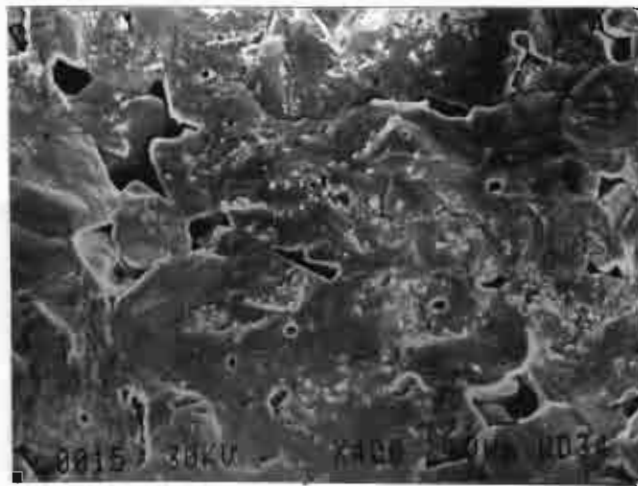
เปอร์เซ็นต์การเจือ NiO	สีของ sample
0	เหลืองอ่อน
0.2	เหลืองอ่อน
0.4	เหลืองอ่อน
0.6	เหลืองอ่อน
0.8	น้ำเงินแกมเขียว
1.0	น้ำเงินแกมเขียว
1.2	น้ำเงินแกมเขียว

3.3.2.1 ผลการตรวจสอบสารที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)

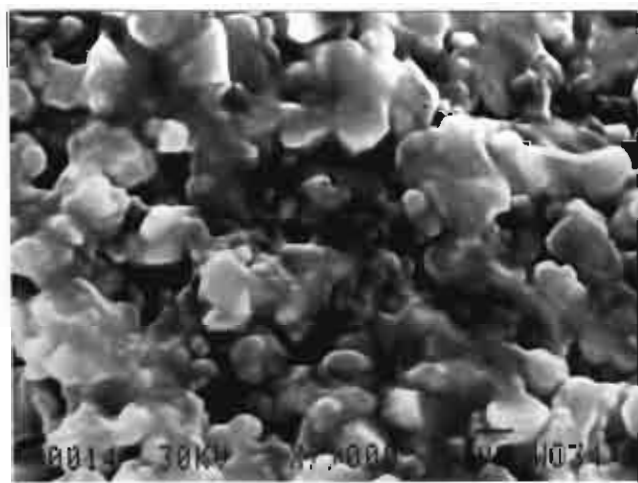
ขั้นตอนนี้ทำการตรวจสอบสารที่ได้เป็นแบบเรียมิตาเนด (BaTiO_3) หรือไม่ โดยนำสาร BaTiO_3 ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปวิเคราะห์ด้วยวิธี X-ray diffraction แล้วพบว่าสารที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 1150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะมีโครงสร้าง tetragonal เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับค่า d-spacing ของ BaTiO_3 จาก JCPDS card no. 5-0626 กับ BaTiO_3 sample ที่เตรียมได้ จะเห็นว่าจาก diffraction pattern ของสารที่เตรียมได้ จะปรากฏ peak แปลกปลอมที่ $2\theta \sim 28.4^\circ$ เกิดขึ้น ซึ่งโดยทั่วไปค่า d-spacing ของสารตัวอย่างจะใกล้เคียงและสอดคล้องกับ JCPDS card no. 5-6026 ของ BaTiO_3 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารที่เตรียมได้น่าจะเป็น BaTiO_3 แล้ว

3.3.2.2 ผลของการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคโดยการดูลักษณะผิวซินเตอร์

การทดลองขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาผลของโครงสร้างทางจุลภาค (Microstructure) โดยการดูลักษณะผิวของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ หลังจากผ่านกระบวนการซินเตอร์มาแล้วโดยการตรวจสอบ ซึ่งผลการทดลองแสดงในรูปที่ 3.22



(a)

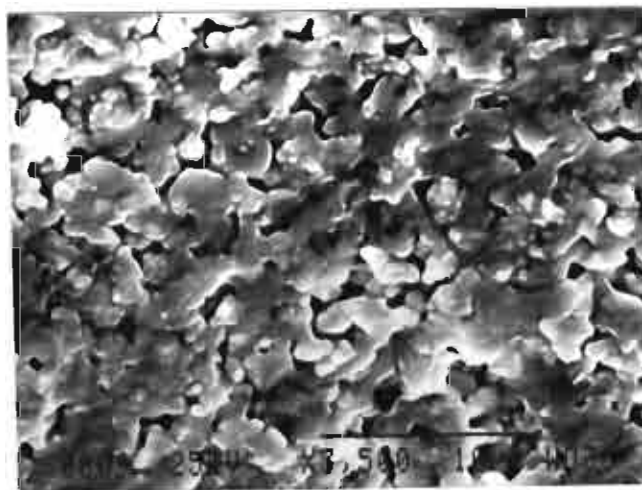


(b)

รูปที่ 3.22 แสดงผิวของ BaTiO_3 ceramics ที่ได้ปด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ NiO ปริมาณต่างๆ

(a) 0.2 %

(b) 0.4 %



(c)

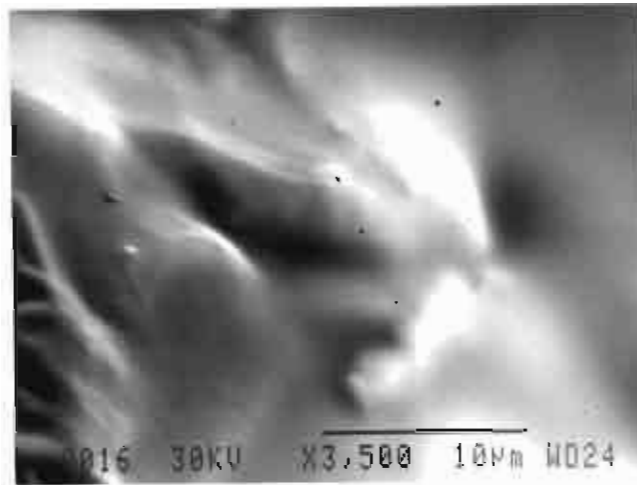


(d)

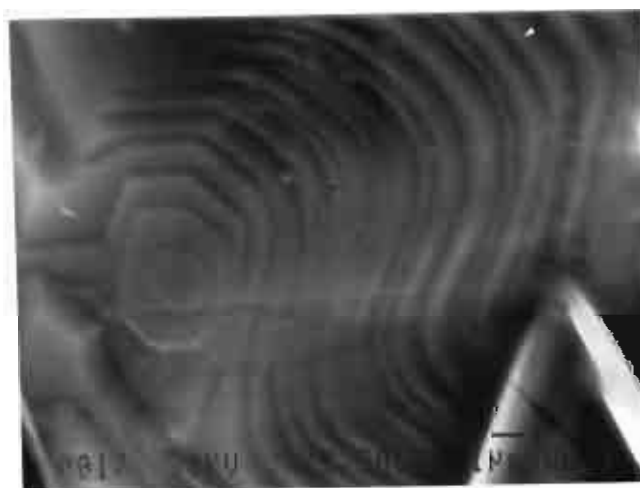
รูปที่ 3.22 แสดงผิวของ BaTiO_3 ceramics ที่ได้ปด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% และ NiO ปริมาณต่างๆ

(c) 0.6 %

(d) 0.8 %



(e)



(f)

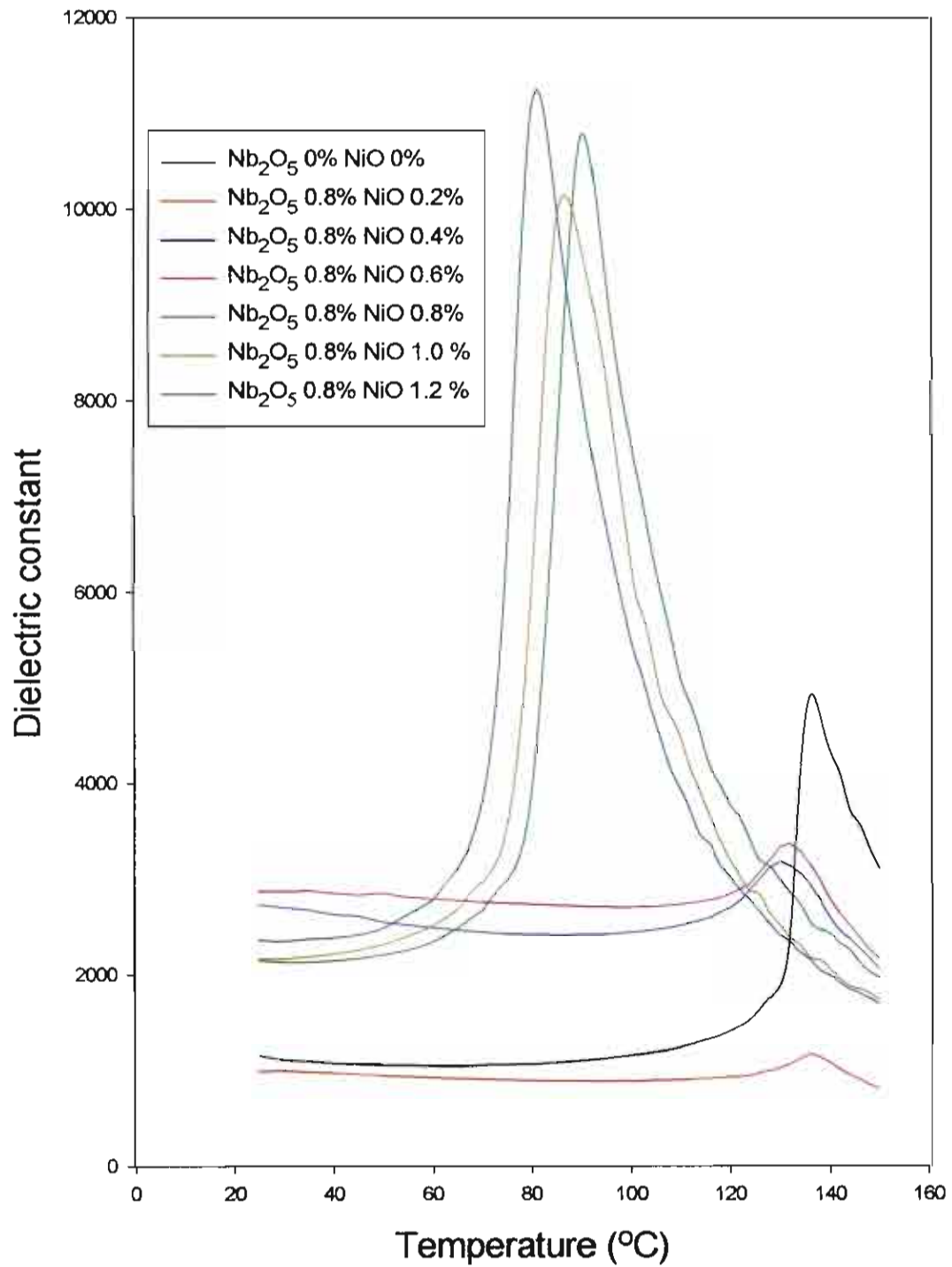
รูปที่ 3.22 แสดงผิวของ BaTiO₃ ceramics ที่ได้ปด้วย Nb₂O₅ 0.8 mol% และ NiO ปริมาณต่างๆ
 (e) 1.0 % (f) 1.2 %

จากภาพถ่ายโครงสร้างทางจุลภาคของสารโดยดูลักษณะผิวซินเตอร์ที่ pure BaTiO_3 จะมีลักษณะเป็นเกรนให้เห็นอย่างชัดเจน แต่เมื่อทำการ dope ด้วย Nb_2O_5 0.8 mol% คงที่ และ NiO ในปริมาณต่างๆ พบว่าโครงสร้างของผิวจะเปลี่ยนไปโดยโดยถ้าได้ NiO ที่ 0% ถึง 0.6% จะเริ่มเห็นว่าจะมีลักษณะของเกรน และเมื่อเพิ่มปริมาณ NiO ขึ้นไปอีกคือตั้งแต่ 0.8% จะเห็นว่าสภาพความเป็นเกรนหายไป แต่จะเกิด screw dislocation ตามจุดต่างๆ ซึ่งน่าจะมีการเปลี่ยนแปลงลักษณะโครงสร้างไป อีกและผลนี้จะสอดคล้องกับคุณสมบัติอื่นๆ

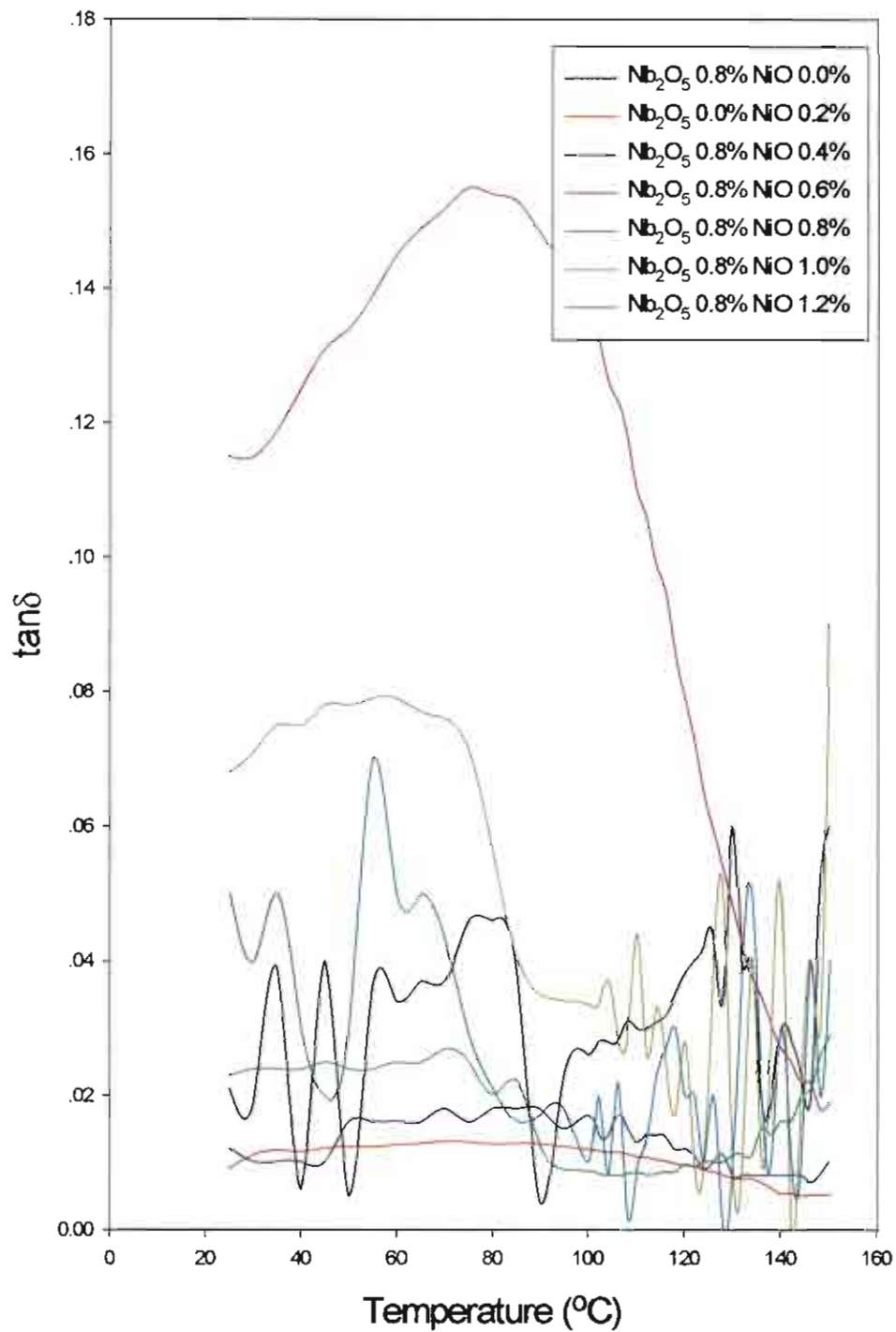
3.3.2.3 ผลการวัดค่า Dielectric constant (ϵ_r) และค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทาง

ไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เทียบกับอุณหภูมิ ณ ความถี่ 1 kHz

ค่า ϵ_r และค่า $\tan\delta$ เทียบกับอุณหภูมิของสารตัวอย่างเตรียมได้ ณ ความถี่ 1 kHz โดยการทดลองเริ่มตั้งแต่อุณหภูมิ 0-150 °C สามารถเขียนกราฟได้ดังรูปที่ 3.23 สำหรับรูปที่ 3.24 แสดงค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิ ณ ความถี่ 1 kHz ของสารตัวอย่างทั้ง 8 ชุด เปรียบเทียบกันตามลำดับ



รูปที่ 3.23 แสดงค่าไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อมีตัวเติม NiO ปริมาณต่างๆ



รูปที่ 3.24 ค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ที่อุณหภูมิต่างๆ
เมื่อมีตัวเติม NiO ปริมาณต่างๆ

ตารางที่ 3.6 การเปรียบเทียบค่า T_c ที่ปริมาณ NiO (%) ต่างๆ

ปริมาณ NiO(%)	T_c (°C)
0.2	136
0.4	130
0.6	132
0.8	90
1.0	85
1.2	80

จากกราฟที่ 3.23 จะเห็นได้ว่าสามารถแบ่งสารตัวอย่างเป็น 2 ชุดคือชุดที่โด๊ป NiO ต่ำกว่า 0.6 mol% พบว่าค่า Dielectric constant ค่อนข้างต่ำแต่จะเปลี่ยนแปลงน้อยเมื่อเทียบกับอุณหภูมิ และจากการหาค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกพบว่าสารตัวอย่างชุดที่โด๊ป NiO ต่ำกว่า 0.6 mol% จะมีค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกต่ำ ในขณะที่สารตัวอย่างที่ชุดที่โด๊ป NiO มากกว่า 0.6 mol% พบว่าค่า Dielectric constant ค่อนข้างสูงแต่และจะเห็นการเปลี่ยนแปลงมากเมื่อเทียบกับอุณหภูมิ อย่างไรก็ตามพบว่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกพบว่าสารตัวอย่างชุดที่โด๊ป NiO มากกว่า 0.6 mol% จะมีค่าแฟกเตอร์ความสูญเสียทางไดอิเล็กตริกต่ำเช่นกันยกเว้นชุดที่โด๊ป NiO เท่ากับ 0.8 mol% จะมีค่าสูง

และจากการสังเกต T_c จะเห็นว่าสารตัวอย่างโด๊ป NiO ต่ำกว่า 0.6 mol% T_c ไม่ขึ้นกับปริมาณการโด๊ป แต่สารตัวอย่างที่โด๊ป NiO มากกว่า 0.6 mol% T_c มีแนวโน้มจะลดลงเมื่อปริมาณการโด๊ปมากขึ้น ซึ่งจากผลดังกล่าวจะนำไปได้ว่าการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารตัวอย่างเมื่อโด๊ป NiO มากกว่า 0.6 mol%

3.3.3 สรุปผลการทดลอง

1. จากสีของเม็ดสารจะสังเกตเห็นว่าสารแบ่งเป็น 2 กลุ่ม คือ กลุ่มที่ dope NiO 0.2 mol%, 0.4 mol% และ 0.6 mol% จะมีสีเหลือง และกลุ่มที่ dope NiO 0.8 mol%, 1.0 mol% และ 1.2 mol% จะมีสีน้ำเงินแกมเขียว
2. จากกราฟรูปที่ 3.23 ที่แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) จะพบว่าเมื่อ dope NiO ในเปอร์เซ็นต์ที่มากขึ้น (>0.6 mol%) อุณหภูมิคูรี (T_c) จะมีค่าลดลง
3. จากผลการทดลองพบว่าในกรณีที่ dope NiO 0.2 mol%, 0.4 mol% และ 0.6 mol% จะพบว่ากราฟจะมีลักษณะคล้ายกันคือ T_c จะอยู่ในช่วง 130-140 °C ค่า ϵ_r จะอยู่ในช่วง