



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

สมบัติทางโครงสร้างและทางไฟฟ้าของเฟอร์โรอิเล็กทริกแบเรียมไททานเตเจือด้วย
แลนทานัมออกไซด์
Structures and Electrical Properties of BaTiO₃ Based Ferroelectric Doped
Lanthanum Oxide

ธนพงศ์ สารอินทร์

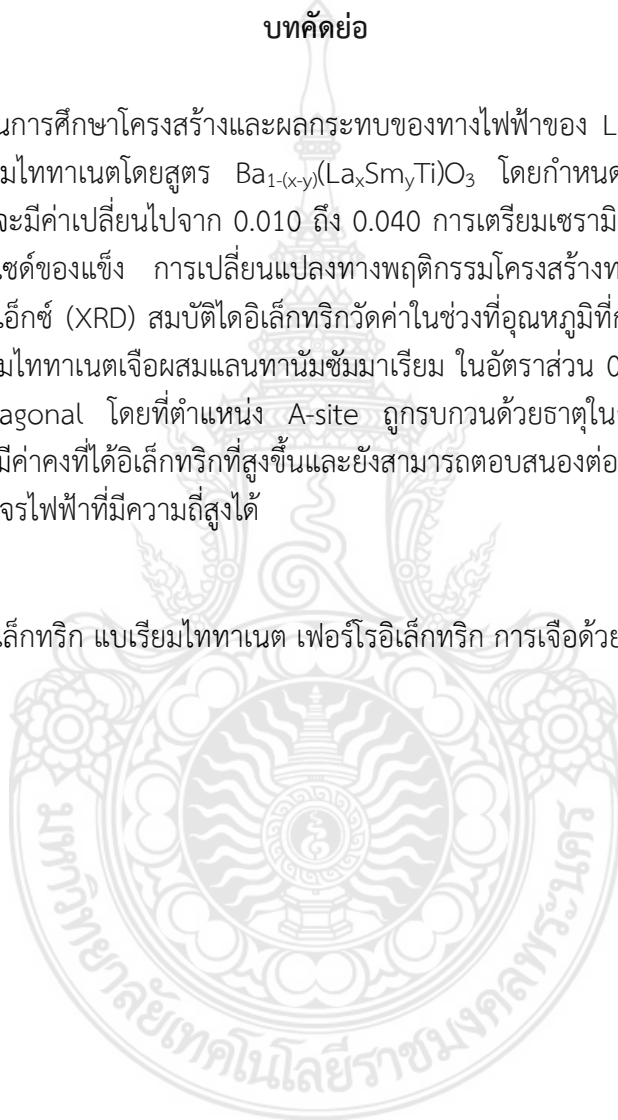
งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณเงินรายได้
ประจำปีงบประมาณ 2558 คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

หัวข้อวิจัย สมบัติทางโครงสร้างและทางไฟฟ้าของเฟอร์โรอิเล็กทริกแบเรียมไททานตเจือด้วยแลนทานัมออกไซด์
ชื่อผู้วิจัย ดร.ธนพงศ์ สารอินทร์
หน่วยงาน คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ปีงบประมาณ 2558

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาโครงสร้างและผลกระทบบของทางไฟฟ้าของ La^{3+} และ Sm^{3+} เจือร่วมกับเซรามิกแบเรียมไททานตโดยสูตร $\text{Ba}_{1-(x-y)}(\text{La}_x\text{Sm}_y\text{Ti})\text{O}_3$ โดยกำหนดให้ความหมายของ x คงที่ 0.010 โดยขณะที่ y จะมีค่าเปลี่ยนไปจาก 0.010 ถึง 0.040 การเตรียมเซรามิกนี้ใช้วิธีการเตรียมด้วยเทคนิคผสมแบบออกไซด์ของแข็ง การเปลี่ยนแปลงทางพฤติกรรมโครงสร้างทางจุลภาคอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) สมบัติไดอิเล็กทริกวัดค่าในช่วงที่อุณหภูมิที่กว้าง จากผลการศึกษาพบว่า เซรามิกแบเรียมไททานตเจือผสมแลนทานัมซึมาเรียม ในอัตราส่วน 0.010 ต่อ 0.020 ยังคงโครงสร้างแบบ Tetragonal โดยที่ตำแหน่ง A-site ถูกครอบด้วยธาตุในกลุ่มหายากที่เจือเข้าไป นอกจากนี้ยังส่งผลให้มีค่าคงที่ได้อิเล็กทริกที่สูงขึ้นและยังสามารถตอบสนองต่อความถี่ที่สูงขึ้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในวงจรไฟฟ้าที่มีความถี่สูงได้

คำสำคัญ: สมบัติไดอิเล็กทริก แบเรียมไททานต เฟอร์โรอิเล็กทริก การเจือด้วยแลนทานัม



Title Structures and Electrical Properties of BaTiO₃ Based Ferroelectric Doped Lanthanum Oxide
Researcher Dr. Thanapong Sareein
Year 2017

Abstract

This research study investigated the structure and electrical effect of the La³⁺ and Sm³⁺ co-modified BaTiO₃ ceramics, with formula Ba_{1-(x-y)}(La_xSm_yTi)O₃. The concentration of x was fixed at 0.010 while that of y varied from 0.010 to 0.040. The ceramics are prepared by a solid-state mixed-oxide technique. The phase formation behavior is studied using x-ray diffraction (XRD), The dielectric properties with temperature are broad as wide temperature rang. Results showed that co-modified BaTiO₃ ceramic ratio of 0.010 to 0.020, still tetragonal structure where the A-site is disturbed by a group of rare-earth doped. In addition, we also found that the dielectric constant increases with ratio of 0.010 to 0.020 and respond to higher frequencies, that can be used in the application's circuit with high frequency.

Keywords: Dielectric properties, BaTiO₃, Ferroelectric, Lanthanum doping



กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดี คณะผู้วิจัยต้องขอบคุณ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร ที่สนับสนุนเงินทุนวิจัย ทำให้งานวิจัยสามารถเกิดขึ้นและดำเนินงานเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่เอื้อเฟื้อ สถานที่และเครื่องมือในการทำงานวิจัย

คณะผู้วิจัย



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญรูป	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	12
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและอภิปรายผล	17
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	22
บรรณานุกรม	24
ภาคผนวก	26



สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 4.1 แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าอุณหภูมิของการเปลี่ยนสถานะ (T _c) ของเซรามิกแบเรียมไททานเตจือผสมแลนทานัม ซึ่มมาเรียม	19



สารบัญรูป

	หน้า
รูป 2.1 ลักษณะโครงสร้างแบบเพรอฟสไกต์ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO ₃)	3
รูป 2.2 การเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง BaTiO ₃ เทียบกับอุณหภูมิ	4
รูป 2.3 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของแบเรียมไททาเนตเทียบกับกับอุณหภูมิ	5
รูป 2.4 โครงสร้างของแบเรียมไททาเนต (ก) เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี (ข) เมื่ออุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิคูรี Ba ²⁺ และ Ti ⁴⁺ เลื่อนที่ขึ้นเล็กน้อย	5
รูป 2.5 ผลของขนาดเกรนที่มีต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริก	6
รูป 2.6 การเกิดโพลาไรซ์แบบต่างๆ	8
รูป 2.7 แสดงพฤติกรรมของสารไดอิเล็กทริกในตัวเก็บประจุ	10
รูป 2.8 ค่า loss tangent ที่เกิดขึ้นในวัสดุไดอิเล็กทริก	11
รูป 3.1 แผนผังแสดงการเผาแคลไซน์	13
รูป 3.2 แผนผังแสดงการเผาซินเตอร์	14
รูป 4.1 ผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกแบเรียมไททาเนต เจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม Ba _{1-(x-y)} (La _x Sm _y Ti)O ₃	17
รูป 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป ของเซรามิกแบเรียมไททาเนตเจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม Ba _{1-(x-y)} (La _x Sm _y Ti)O ₃ (ก) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.010 (ข) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.020 (ค) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.040	20
รูป 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป ของเซรามิกแบเรียมไททาเนตเจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม Ba _{1-(x-y)} (La _x Sm _y Ti)O ₃ (ก) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.010 (ข) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.020 (ค) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.040	21

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

การวิจัยพัฒนาวัสดุชนิดใหม่ๆในปัจจุบันมีความหลากหลายในการทำงานหรือประยุกต์ใช้งานเพิ่มมากขึ้น สามารถนำมาทดแทนหรือใช้งานร่วมกับวัสดุชนิดเดิมๆที่มีขีดจำกัด หรือมีอายุการใช้งานน้อย ตลอดจนถึงการปรับปรุงประสิทธิภาพของวิธีการผลิตที่ใช้กันอยู่ให้ดียิ่งขึ้น ต่างก็ล้วนแล้วแต่เป็นหัวใจสำคัญของการพัฒนาคุณภาพผลิตภัณฑ์ทางด้านชิ้นส่วนและอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ทั้งสิ้น และก็ยังคงเป็นหนึ่งในประเด็นสำคัญที่มีความท้าทายต่อบรรดานักวิจัยในวงการนี้มาโดยตลอด ซึ่งการศึกษาวิจัยเพื่อนำไปสู่การพัฒนาคุณภาพในชิ้นส่วนนี้มีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องอาศัยความรู้ความเข้าใจในธรรมชาติหรือศาสตร์ของตัววัสดุ กระบวนการผลิตที่เลือกใช้ และความสัมพันธ์ระหว่างปัจจัยในกระบวนการผลิตที่มีผลต่อการเกิดเฟส โครงสร้าง และสมบัติสำคัญของวัสดุที่ได้ วัสดุในกลุ่มเพอโรฟสไกต์ ยกตัวอย่างเช่น เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead zirconate titanate) หรือ PZT จัดได้ว่าเป็นวัสดุในกลุ่มเพียโซอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ที่มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกอย่างโดดเด่นมากเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอื่นๆ ในกลุ่มเดียวกัน ที่ได้รับความสนใจในการศึกษาค้นคว้าวิจัยกันอย่างกว้างขวางทั้งในเชิงวิชาการและในเชิงพาณิชย์ เพื่อสนับสนุนงานทางด้านอุตสาหกรรม การพาณิชย์ การผลิตแบบ mass production ที่ต้องอาศัยเครื่องจักรกลอัตโนมัติที่ทันสมัยและมีความแม่นยำสูง ตลอดจนถึงเรื่องของการอำนวยความสะดวกให้แก่มนุษย์ในการดำรงชีวิตประจำวันในรูปแบบต่างๆ ที่ครอบคลุมไปแทบทุกด้าน ไม่ว่าจะ เป็นอุปกรณ์ภายในบ้าน ในที่ทำงาน อุปกรณ์ทางการแพทย์ การการกีฬาและบันเทิง ทางการคมนาคมติดต่อสื่อสาร ทางการศึกษาและทางเศรษฐกิจ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การใช้งานในแถบเอเชียดังตัวอย่างที่ปรากฏอยู่ตามนิคมอุตสาหกรรมต่างๆ เป็นต้น สำหรับตัวอย่างของการนำวัสดุเหล่านี้มาประยุกต์ใช้เป็นชิ้นส่วนและอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ประเภทต่างๆได้แก่ ตัวเก็บประจุไฟฟ้า (capacitors) เซนเซอร์ (sensors) ทรานสดิวเซอร์ (transducers) หม้อแปลงไฟฟ้า (transformers) อุปกรณ์ตรวจสอบตำหนิหรือรอยแตกร้าวในวัสดุแบบไม่ทำลาย (non-destructive testing detectors) และอุปกรณ์ทางการแพทย์ชนิดต่างๆ เช่น หัวตรวจวัดอัลตราซาวด์ (ultrasonic probe) หัวตรวจวัดความดันโลหิต (blood pressure probes) และหุ่นยนต์ขนาดจิ๋ว (microrobots) สำหรับใช้ในการตรวจวินิจฉัยอวัยวะภายในร่างกาย แบบไร้สาย เป็นต้น เนื่องจากตะกั่วเป็นสารที่มีอันตรายต่อมนุษย์ รวมถึงมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม จึงกลายเป็นข้อจำกัดในการใช้สารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ดังนั้นจึงทำให้มีการวิจัยและพัฒนาสารวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่ว หรือให้มีสารประเภทนี้เป็นองค์ประกอบในปริมาณที่น้อยลงเพื่อลดมลภาวะที่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม อย่างไรก็ตามสารเพียโซอิเล็กทริกที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่วได้มีการพัฒนามา

อย่างต่อเนื่องโดยเน้นในเรื่องของการเพิ่มสมบัติให้กับวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่ปลอดภัยจากออกไซด์ของตะกั่วโดยให้มีสมบัติเทียบเท่ากับสารเพียโซอิเล็กทริกที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบัน นอกจากนี้ปัญหาเรื่องพลังงานเชื้อเพลิงเป็นปัญหาที่สำคัญที่ต้องได้รับการแก้ไข ซึ่งในวัสดุในกลุ่มเพียโซอิเล็กทริกมีสมบัติที่สามารถเปลี่ยนจากพลังงานกลเป็นพลังงานไฟฟ้าได้ สารกลุ่มนี้จึงเหมาะที่จะสามารถเพื่อการประยุกต์ในการเก็บเกี่ยวพลังงาน (energy harvesting) จากแหล่งพลังงานที่มาจากแหล่งพลังงานที่มาจากแหล่งพลังงาน ซึ่งสามารถนำไปผลิตไฟฟ้าในระดับที่สามารถนำมาใช้ในการเก็บประจุของแบตเตอรี่ได้ สำหรับงานวิจัยนี้ทางผู้วิจัยได้เห็นว่ายังมีประเด็นให้ทำการศึกษาวิจัยในการพัฒนาสารเพียโซอิเล็กทริกที่ไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมยังมีไม่มากและยังต้องอาศัยกลไกการปรับปรุงและพัฒนาเพื่อให้เกิดวัสดุที่สามารถใช้ในการเก็บพลังงานในอนาคต

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาอิทธิพลของปัจจัยในกระบวนการสังเคราะห์สารระบบแบเรียมไททานเตจือด้วยแลนทานัม ด้วยเทคนิค mixed oxide ที่มีต่อพฤติกรรมการก่อเกิดเฟส สัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมีระดับจุลภาค
2. เพื่อศึกษาพฤติกรรมการก่อเกิดเฟสและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก สารระบบแบเรียมไททานเตจือด้วยแลนทานัม

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

ศึกษาและพัฒนากระบวนการเตรียมสารในระบบ BT-La ด้วยการเติมสารออกไซด์ La_2O_3 , Sm_2O_3 และพฤติกรรมการก่อเกิดเฟสโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่มี BT เป็นองค์ประกอบ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ เช่น การเผยแพร่ในวารสาร จดสิทธิบัตร ฯลฯ และหน่วยงานที่นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. เป็นข้อมูลเบื้องต้นสำหรับการนำเอาความรู้ที่ได้ไปประยุกต์ใช้ประกอบการเรียนการสอนในสาขาวัสดุศาสตร์อุตสาหกรรม เพื่อให้เกิดการพัฒนาต่อยอดขึ้นไป
2. ผลงานวิจัยได้เผยแพร่ในการประชุมวิชาการระดับชาติ

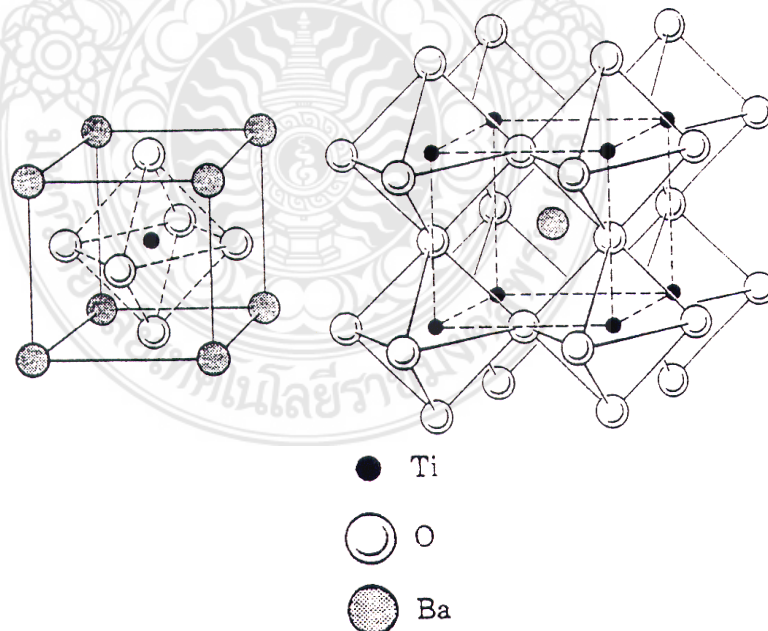
บทที่ 2

ทฤษฎีและผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

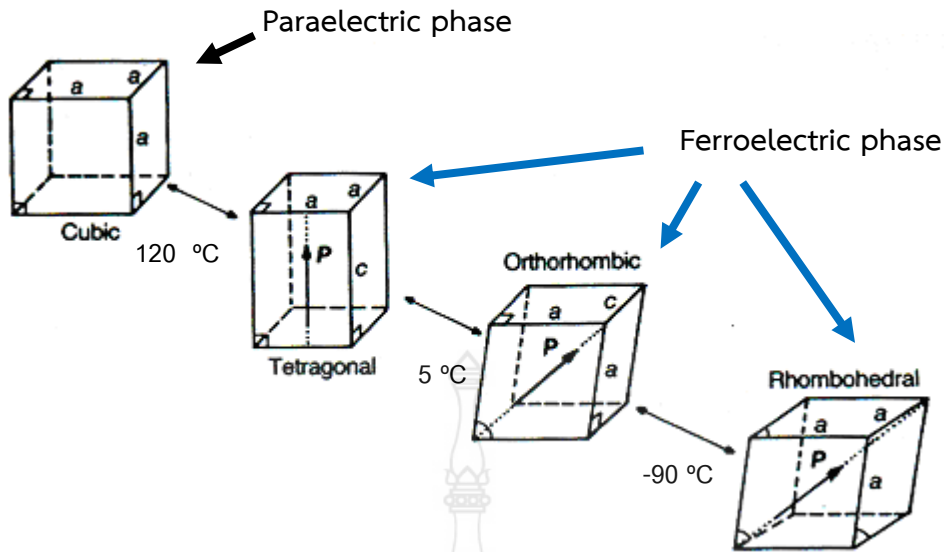
ข้อมูลเบื้องต้นของสารแบเรียมไทเทเนต (BT)

หลังจากที่มีการค้นพบปรากฏการณ์เฟอร์โรอิเล็กตริก (Ferroelectricity) ขึ้นเป็นครั้งแรกในผลึกที่ชื่อว่า “Rochelle Salt” ในปี ค.ศ. 1920 โดย Joseph Valasek [1] ทำให้มีนักวิทยาศาสตร์จำนวนมากหันมาศึกษาค้นคว้าและทำการวิจัยเกี่ยวกับสารตัวนี้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากวัสดุดังกล่าวสามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กตริกได้อย่างโดดเด่น นอกจากนี้ Rochelle Salt ยังสามารถเตรียมเป็นผลึกขนาดใหญ่ได้ง่ายและมีสมบัติเชิงแสงที่ยืดหยุ่นอีกด้วย อย่างไรก็ตาม Rochelle Salt ก็มีข้อเสียอยู่คือการมีความสามารถในการละลายน้ำได้ง่ายและมีขนาดใหญ่จึงไม่เหมาะกับการใช้งานในบางประเภท จนกระทั่งราวปี ค.ศ. 1940 ซึ่งเป็นช่วงสงครามโลกครั้งที่ 2 ได้มีการค้นพบเซรามิกที่สามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กตริกได้เป็นตัวแรกนั่นก็คือแบเรียมไททานเนต โดยการค้นพบครั้งนี้ถือว่าเป็นก้าวสำคัญของวงการเฟอร์โรอิเล็กตริกเนื่องจากการเตรียมเซรามิกสามารถทำได้ง่ายกว่าการปลูกผลึก และเซรามิกยังให้ค่าทางพีโซอิเล็กตริกและเฟอร์โรอิเล็กตริกที่สูงมากเมื่อเทียบกับขนาดของตัววัสดุจึงส่งผลให้มีการนำเซรามิกไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น

แบเรียมไททานเนต ($BaTiO_3$) มีโครงสร้างเป็นแบบเพรอฟสไกท์ที่อุณหภูมิห้องดังรูปที่ 2.1 โดยเตรียมได้จากแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ผสมกับไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) หรือแบเรียมออกไซด์ (BaO) ผสมกับไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) ด้วยอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โมล แล้วเผาตั้งปฏิกิริยา



รูป 2.1 ลักษณะโครงสร้างแบบเพรอฟสไกท์ของแบเรียมไททานเนต ($BaTiO_3$) [2]



รูป 2.2 การเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง BaTiO₃ เทียบกับอุณหภูมิ [3]

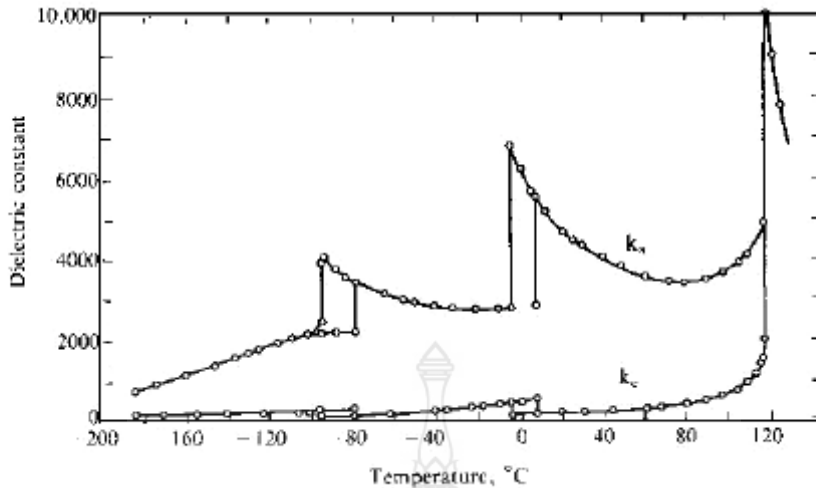
โครงสร้างของผลึกแบเรียมไททาเนต มีอยู่สี่รูปแบบ ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรีแบเรียมไททาเนตจะมีโครงสร้างแบบเพรอฟสไกท์ กล่าวคือ มีโครงสร้างผลึกเป็นสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ (Cubic) ดังรูปที่ 2.4 (ก) หากพิจารณาใน Unit Cell จะพบว่า มี Ba²⁺ เป็นไอออนอยู่ตามมุม มี O²⁻ อยู่ที่ Face Center และ Ti⁴⁺ อยู่ Body Center ซึ่งลักษณะแบบนี้จะทำให้ Spontaneous Polarization เป็นศูนย์ จึงไม่แสดงลักษณะของเฟอร์โรอิเล็กทริก แต่ผลึกจะอยู่ในสภาวะพาราอิเล็กทริก [4] และที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรีนี้แบเรียมไททาเนตจะมีค่าไดอิเล็กทริกเป็นไปตาม Curie-Weiss law โดยจะมีค่าลดลงดังสมการที่ 2.3

$$\epsilon_r = \frac{A}{T - T_c} \quad (2.3)$$

เมื่อ A = ค่าคงที่

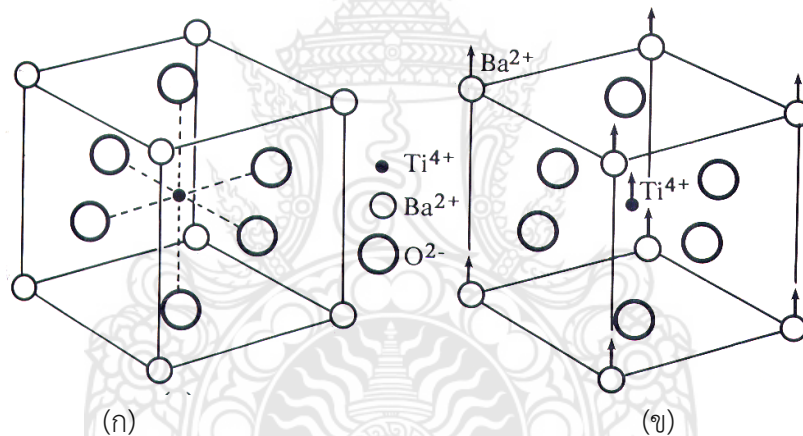
ϵ_r = ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิ T ใด ๆ

T_c = อุณหภูมิคูรี (Curie Temperature)



รูป 2.3 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของแบเรียมไททาเนตเทียบกับกับอุณหภูมิ [9]

ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิคูรี โครงสร้างผลึกจะเปลี่ยนไปโดยมี Ba^{2+} และ Ti^{4+} เคลื่อนที่ไปเล็กน้อยเมื่อเทียบกับ O^{2-} หรืออาจกล่าวได้ว่าอะตอมของออกซิเจนทั้งหมดเคลื่อนที่ลง ดังรูปที่ 2.4 (ข)



รูป 2.4 โครงสร้างของแบเรียมไททาเนต (ก) เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี (ข) เมื่ออุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิคูรี Ba^{2+} และ Ti^{4+} เคลื่อนที่ขึ้นเล็กน้อย [3]

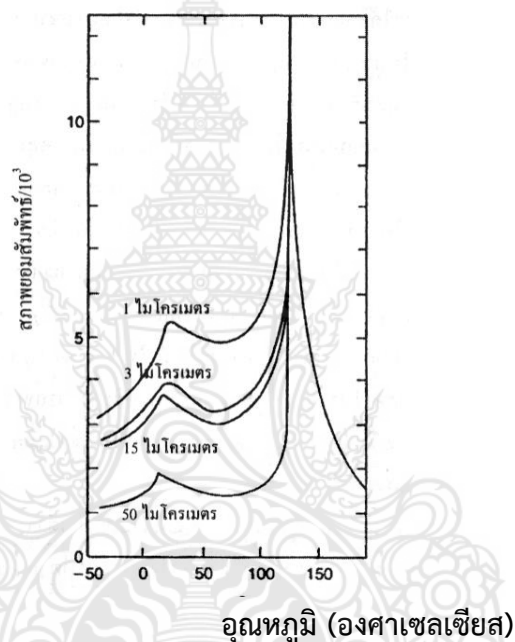
2.2 อิทธิพลของการเจือ (Doping) ประเภทต่างๆ ที่มีต่อสมบัติของแบเรียมไททาเนต

การเจือ (Doping) สารเข้าไปในแบเรียมไททาเนตนั้นก็เพื่อที่จะปรับปรุงคุณลักษณะทางสมบัติไดอิเล็กทริกของสาร เพื่อให้เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้งานที่แตกต่างกัน ซึ่งในที่นี้จะกล่าวถึงการเจือ 2 ประเภท คือ

2.2.1. การเจือด้วยตัวรับ (Acceptor Doping) คือ การเจือสารแบเรียมไททาเนตด้วยไอออนที่มีจำนวนประจุน้อยกว่าตัวที่ถูกแทนที่ เช่น การเติม Fe^{3+} , Co^{3+} , Mn^{3+} , Sc^{3+} แทนที่ตำแหน่ง B (Ti^{4+}) ในอะตอม ซึ่งจะมีการชดเชยประจุที่ขาดไปในผลึกโดยการเกิดช่องว่างออกซิเจน และเนื่องจากการเติมสารเจือซึ่งโดยทั่วไปจะมีปริมาณ 0.05-5 เปอร์เซ็นต์โดยโมล มักจะก่อให้เกิดข้อคู่ไดโพลระหว่างไอออนของสารเจือกับช่องว่าง เช่น $2Fe'_B - V_O$ ซึ่งข้อคู่ระหว่างตัวรับกับช่องว่างออกซิเจนจะเคลื่อนที่ได้ง่ายกว่าข้อคู่ระหว่างตัวให้กับช่องว่างแคตไอออน ทำให้อาจจะถูกจัดเรียงตัว

ใหม่ได้ง่ายกว่าภายใต้สนามไฟฟ้า และมีผลช่วยในการทำให้โครงสร้างโดเมนเสถียรขึ้น ด้วยลักษณะเช่นนี้การเคลื่อนที่ของผนังโดเมนก็จะถูกจำกัด ส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) ลดลง แต่การที่ช่องว่างออกซิเจนเพิ่มขึ้นจะทำให้สมบัติการเสื่อมตามอายุ (Aging Effect) เพิ่มขึ้น [4]

2.2.2. การเจือด้วยตัวให้ (Donor Doping) คือ การเจือสารแบบเตรียมไททานเตดด้วยไอออนที่มีจำนวนประจุมากกว่าตัวที่ถูกแทนที่ จะมีการชดเชยประจุตรงข้ามกับการเจือแบบตัวรับ กล่าวคือ จะมีการเกิดชดเชยประจุส่วนเกินด้วยการเกิดช่องว่างแบบแคตไอออน เช่น Nb^{5+} ที่เข้าไปแทนที่ตำแหน่ง Ti^{4+} หากสารเจือแบบตัวให้สูงเกินกว่า 0.5 cat.% จะมีผลไปยังการเติบโตของเกรน ซึ่งทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) ที่อยู่ต่ำกว่าจุดคูรีเพิ่มขึ้นได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 นอกจากนี้การเจือแบบตัวให้ยังมีผลทำให้การเสื่อมตามอายุ (Aging Effect) ลดลงอีกด้วย



รูป 2.5 ผลของขนาดเกรนที่มีต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริก [3]

2.3 สมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties)

สมบัติไดอิเล็กทริก คือ การประพุดิตัวเป็นฉนวนไฟฟ้าในวัสดุโดยเมื่อวัสดุอยู่ในสภาวะปกติจะประกอบไปด้วยโมเลกุลที่มีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกันระหว่างโปรตอนและอิเล็กตรอน โดยอยู่ภายใต้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลกับแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอม แต่เมื่อวัสดุได้รับกระแสไฟฟ้าภายนอกมากกระตุ้นจะทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักให้เคลื่อนที่ไปในทิศทางเดียวกันกับสนามไฟฟ้า ส่วนกลุ่มประจุลบจะถูกผลักไปในทิศทางตรงกันข้ามของทิศทางสนามไฟฟ้า ทำให้โมเลกุลเกิดไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) ในสารไดอิเล็กทริกบางตัวมีโมเลกุลที่มีขั้วอยู่แล้วเพียงแต่ทิศทางของไดโพลโมเมนต์เป็นระเบียบตั้งนั้นเมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่สารไดอิเล็กทริกจะทำให้ไดโพลเล็กๆ นี้เกิดการจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกันอย่างเป็นระเบียบ เมื่อพิจารณามวลสารทั้งหมดจะเห็นว่ามวลสารทั้งหมดจะเห็นว่าประจุบวกทั้งหมดย้ายออกจากประจุลบ ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่า สารไดอิเล็กทริกนั้นถูกโพลาริซ์ (polarized) ทิศทางของไดโพลจะตรงข้ามกับทิศของสนามไฟฟ้าที่ให้[3,4] ดังแสดงในรูปที่ 2.6

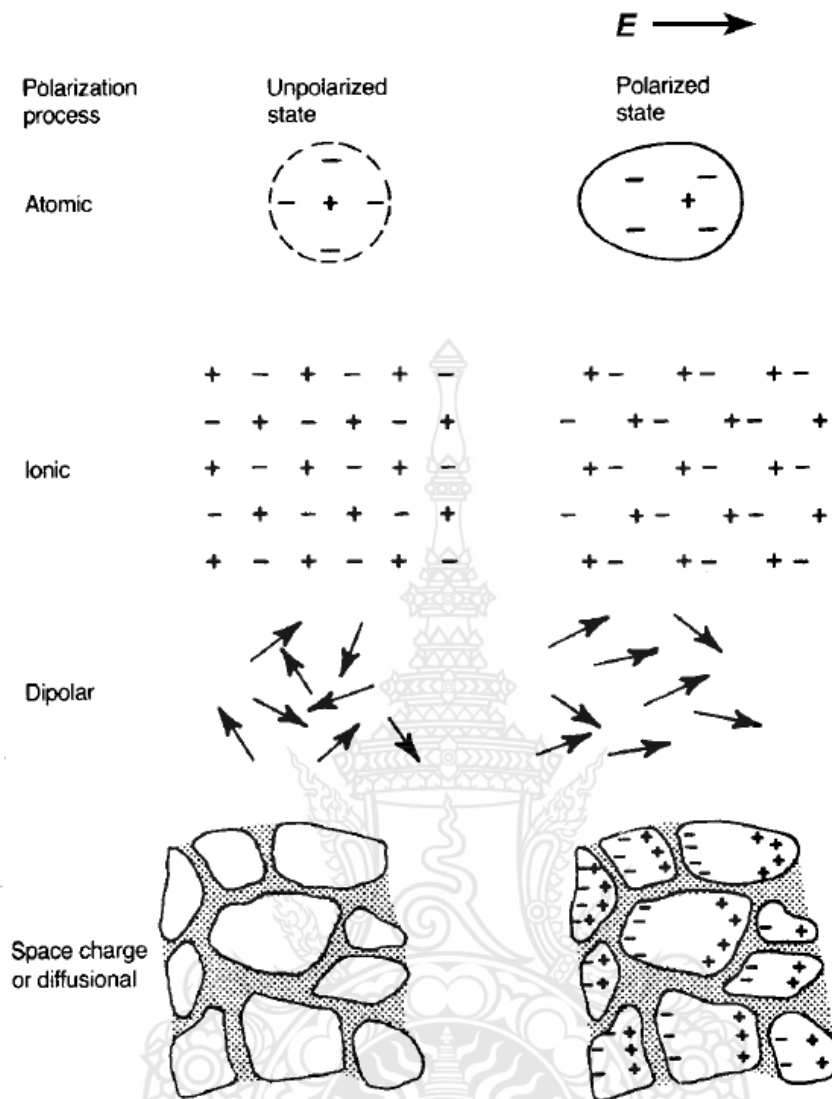
2.3.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant)

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก เป็นสมบัติไดอิเล็กทริกในสนามไฟฟ้าสถิต (Dielectrics in static electric fields) กล่าวคือ เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่สารไดอิเล็กทริกในอุดมคติจะไม่มี การนำพาของประจุในช่วงระยะอนันต์เกิดขึ้นจะมีก็แต่เพียงการจัดเรียงประจุกันใหม่อย่างจำกัดเท่านั้นจึงต้องอาศัยโมเมนต์ขั้ว (dipole moment) และเรียกว่าการเกิดขั้วหรือการโพลาไรเซชัน (polarization) การเกิดโพลาไรเซชันในระดับอะตอมนั้นเป็นการกระจัดของอิเล็กตรอนในอะตอมที่สัมพันธ์กับตำแหน่งของนิวเคลียส โดยสนามไฟฟ้าที่ใช้จะไปทำการจัดวางทิศทางของโมเลกุลภายในวัสดุเสียใหม่ ส่วนการเกิดโพลาไรเซชันแบบประจุอวกาศ (space charge polarization) นั้นจะเกี่ยวข้องกับการขนส่งของพาหะนำประจุที่เป็นไปอย่างจำกัดจนกระทั่งพาหะเหล่านั้นมาหยุดอยู่ที่บริเวณกำแพงพลังงานศักย์ ซึ่งอาจจะเป็นขอบเกรนหรือขอบเฟส (phase boundary) ก็ได้ [3] เมื่อพิจารณาถึงอิทธิพลของการนำสารไดอิเล็กทริกที่นำมาใส่เข้าไปในช่องว่างที่อยู่ระหว่างแผ่นระนาบคู่ขนานของตัวเก็บประจุแสดงในรูป 2.7 จากทฤษฎีของเกาส์ (Gauss's theorem) นั้นสนามไฟฟ้า E ที่อยู่ระหว่างและที่ตั้งฉากอยู่กับแผ่นระนาบคู่ขนานที่มีความหนาแน่นประจุบนพื้นผิวเป็น σ และมีสุญญากาศกั้นอยู่จะมีค่าเป็น

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon_0} \quad (2.4)$$

เนื่องด้วยมีการให้ความต่างศักย์ขนาดเท่ากันแก่ทั้งสภาวะ (ก) และ(ข) ดังนั้น E จึงเป็นเช่นเดิมแต่ในกรณี (ข) นั้นความหนาแน่นประจุ มาจากการเกิดโพลาไรเซชัน σ_p บนผิวหน้าของสารไดอิเล็กทริกไปหักล้างกันกับความหนาแน่นประจรวม σ_T บางส่วนที่อยู่บนแผ่นระนาบ ด้วยเหตุนี้ความหนาแน่นประจุยังผลที่ทำให้เกิด E ในกรณี (ข) จึงลดลงเหลือเพียง $\sigma_T - \sigma_p$ ดังความสัมพันธ์





รูป 2.6 การเกิดโพลาไรซ์แบบต่างๆ [3]

$$E = \frac{\sigma_T - \sigma_P}{\epsilon_0} \quad (2.5)$$

ความหนาแน่นประจุโดยรวม σ_T จะสมมูลกันกับขนาดของเวกเตอร์การกระจัดทางไดอิเล็กทริก D จึงได้ว่า

$$D = \epsilon_0 E + P \quad (2.6)$$

ถ้าสารไดอิเล็กทริกที่พิจารณาอยู่นั้นมีพฤติกรรมเป็นแบบเชิงเส้น การเกิดโพลาไรเซชันก็จะเป็นสัดส่วนกับค่าสนามไฟฟ้าที่อยู่ภายในตัวของวัสดุ ซึ่งถือว่าเป็นกรณีแบบปรกติทั่วไปของความสัมพันธ์

$$P = \chi_e \epsilon_0 E \quad (2.7)$$

เมื่อค่าคงที่ไร้หน่วยอย่างใด (χ_e) เป็นสภาพรับไว้ได้ทางไฟฟ้า (electric susceptibility) โดยปรกติแล้ว χ_e เป็นเทนเซอร์ (tensor) ลำดับที่สอง ถ้าสมมติว่า P และ E นั้นร่วมอยู่เส้นตรงเดียวกัน χ_e จะเป็น สเกลาร์ (scalar) อย่างง่ายซึ่งจากสมการ (2.6) และ (2.7) จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$D = \epsilon_0 E + \chi_e \epsilon_0 E = (1 + \chi_e) \epsilon_0 E \quad (2.8)$$

เนื่องจาก $D = \sigma_T$,

$$\frac{Q_T}{A} = (1 + \chi_e) \epsilon_0 \frac{U}{h} \quad (2.9)$$

เมื่อ Q_T เป็นค่าประจรรวมบนแผ่นตัวเก็บประจุ ดังนั้นจึงได้ค่าความจุ (C) เป็น

$$C = \frac{Q_T}{U} = (1 + \chi_e) \epsilon_0 \frac{A}{h} \quad (2.10)$$

เนื่องจากสุญญากาศนั้นมีค่าสภาพรับไว้ได้เป็นศูนย์ ตัวเก็บประจุที่เป็นเพียงแผ่นคู่ขนานอันว่างเปล่าจึงมีค่าความจุ (C_0) เป็น

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{A}{h} \quad (2.11)$$

ถ้านำสารไดอิเล็กทริกที่มีค่าสภาพรับไว้ได้ χ_e มาบรรจุเข้าไปในช่องว่างระหว่างแผ่นคู่ขนาน ก็จะทำให้ค่าความจุเพิ่มขึ้นด้วยค่าตัวประกอบ $1 + \chi_e$ ซึ่งสภาพยอม (permittivity) หรือ ϵ ของสารไดอิเล็กทริกนั้นสามารถหาได้จากความสัมพันธ์

$$\epsilon = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \quad \text{เมื่อ} \quad \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = (1 + \chi_e) \epsilon_r \quad (2.12)$$

ดังนั้นความสามารถในการเก็บประจุของสารไดอิเล็กทริกนั้น จะมีความสัมพันธ์ดังสมการ (2.13) ซึ่งอาจมีความหมายได้ว่าเป็นการเปรียบเทียบกับค่าการเก็บประจุไฟฟ้าของสุญญากาศที่สามารถเก็บประจุได้เพิ่มขึ้นเท่า

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{h} \quad (2.13)$$

โดยที่ ϵ_r คือ relative permittivity (dielectric constant)

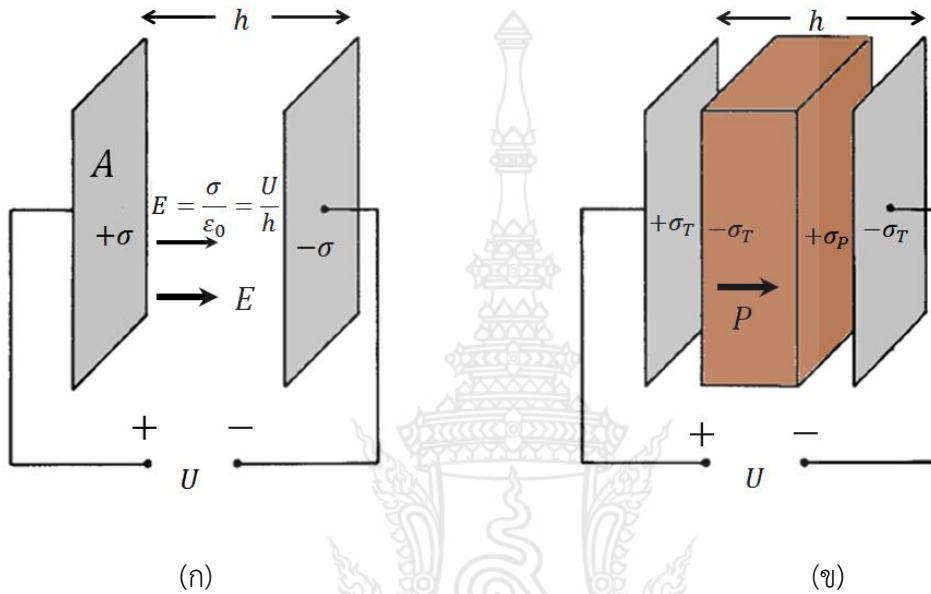
ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่า 8.854×10^{-12} F/m

C คือ ค่าความจุ มีหน่วยเป็นฟารัด (F)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของแผ่นโลหะตัวนำ (m^2)

h คือ ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า (m)

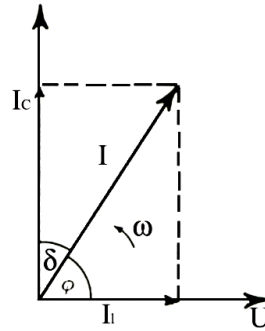
โดยค่า ϵ_r เป็นตัวบ่งบอกถึงประสิทธิภาพและความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าของสารไดอิเล็กทริกนั้นๆ มีค่าเป็นกึ่งเท่าของสุญญากาศ ความสามารถในการเก็บประจุจะแปรผันตรงกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และรูปทรงของตัวเก็บประจุ ดังนั้นการเก็บประจุไฟฟ้าที่สมบูรณ์ที่สุดจะต้องไม่นำไฟฟ้าเลยถ้าหากได้รับกระแสไฟฟ้าตรง นั่นคือ จะต้องไม่มีสภาพนำไฟฟ้าอยู่เลยหรือความต้านทานสูงเป็นอนันต์ แต่ในทางปฏิบัติแล้วสารไดอิเล็กทริกที่ใช้งานจะมีค่าความต้านทานไม่เป็นอนันต์ จะมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านในปริมาณเล็กน้อยที่เรียกว่า กระแสรั่ว (leakage current) เกิดขึ้น



รูป 2.7 แสดงพฤติกรรมของสารไดอิเล็กทริกในตัวเก็บประจุ [3]

2.3.2 การสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (Dielectric loss tangent)

เมื่อวัสดุไดอิเล็กทริกอยู่ในสนามไฟฟ้ากระแสสลับ พฤติกรรมวัสดุจะแตกต่างออกไป เมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้ากระแสตรงซึ่งเมื่อพิจารณาสนามไฟฟ้ากระแสสลับ สนามไฟฟ้าจะสลับตามรูปแบบของคลื่นไซน์ ดังนั้นเมื่อให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับแก่วัสดุไดอิเล็กทริก ไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริกจะเกิดการเปลี่ยนแปลงกลับไปมาตามความถี่ของสนามไฟฟ้ากระแสสลับที่ให้ ณ ที่ความถี่สูง ไดโพลจะกลับตัวไม่ทันกับสนามที่ให้ ส่งผลให้เกิด relaxation ขึ้นหรืออาจกล่าวได้ว่าเมื่อใส่สนามไฟฟ้าแก่วัสดุสารไดอิเล็กทริก ไดโพลในสารวัสดุไดอิเล็กทริกจะใช้พลังงานที่ใช้ในการกลับตัวไปมา แต่เมื่อความถี่สูง ไดโพลกลับไม่ทัน เมื่อกลับไม่ทันไดโพลจึงไม่กลับตัว เมื่อไม่กลับตัวแต่ยังคงรับพลังงานจากสนามไฟฟ้าอยู่ พลังงานที่สารได้รับจะค่อยๆ สะสมเกิดเป็นความร้อนขึ้น เป็นการสูญเสียในวัสดุสารไดอิเล็กทริก เนื่องจากตัวเก็บประจุไม่มีความต้านทานเป็นอนันต์ (infinity) ดังนั้นจึงทำให้เกิดการรั่วของกระแส และทำให้เกิดการสูญเสียขึ้นในวัสดุสารไดอิเล็กทริก โดยปกติตัวเก็บประจุจะมีกระแส I_C ที่นำศักย์ไฟฟ้าอยู่ 90° แต่ถ้ามีความต้านทานเพิ่มเข้ามาจะทำให้เกิดการสูญเสียเป็นความร้อนเกิดขึ้นในตัวเก็บประจุ



รูป 2.8 ค่า loss tangent ที่เกิดขึ้นในวัสดุไดอิเล็กทริก [3]

$$\sigma_{AC} = \omega \epsilon_0 \epsilon_r \tan \delta \quad (2.14)$$

$$\text{Loss factor} = \epsilon_r \tan \delta$$

เมื่อ σ_{AC} = dielectric(or AC) conductivity
 $\epsilon_r \tan \delta$ = loss factor
 $\tan \delta$ = dissipation factor

เมื่อพิจารณาถึงผลของอุณหภูมิต่อค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก โดยทั่วไปแล้วค่านี้ควร จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ ซึ่งการที่เพิ่มขึ้นของค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกนี้ มีสาเหตุมา จากการเพิ่มขึ้นของกระแสรั่ว (leakage current : I_l) นั่นคือ เกิดการลดลงของค่าความต้านทานทาง ไฟฟ้าของสารไดอิเล็กทริก แต่ยังมีสาเหตุอื่น ๆ อีกที่ต้องนำมาพิจารณาด้วยกันคือ[3]

1. การสูญเสียเนื่องจากความต้านทานไม่ถึงอนันต์
2. การสูญเสียเนื่องจาก dipole relaxation
3. การสูญเสียเนื่องจาก electron polarization
4. การสูญเสียเนื่องจากการสั่นของไอออน

สาเหตุในข้อ 3 และ 4 นั้น จะเกิดในย่านความถี่สูง ๆ เท่านั้น และสาเหตุสำคัญที่เกิดความสูญเสีย ในช่วงความถี่ต่างๆ จะมาจากสาเหตุในข้อ 1 และ 2 เป็นส่วนใหญ่ นอกจากนี้การเปลี่ยนแปลงของ ค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ จะขึ้นกับประเภทของสาร ไดอิเล็กทริก ในสารประเภทมีขั้วนั้น จะมีการสูญเสียเนื่องจาก dipole relaxation และการนำไฟฟ้า ซึ่งจะมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงวิธีดำเนินการวิจัยโดยอาศัยวัสดุอุปกรณ์สารเคมี ขั้นตอนวิธีการเตรียมผงแบเรียมไททาเนตแบบเจือด้วยแลนทานัมออกไซด์ ไปจนถึงการขึ้นรูปเป็นเซรามิกพร้อมทั้งการตรวจสอบเฟสและการวัดสมบัติทางไฟฟ้า

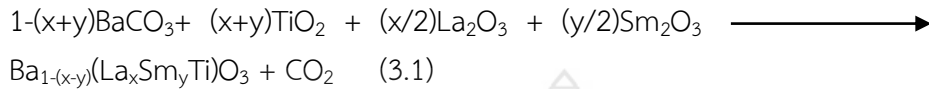
3.1 วัสดุอุปกรณ์สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม
- 3.1.2 ช้อนตักสาร ทำด้วยสแตนเลส
- 3.1.3 ปีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร
- 3.1.4 ปีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
- 3.1.5 ปีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 3.1.6 อะลูมิเนียมฟอยล์ (foil)
- 3.1.7 กระดาษทรายน้ำเบอร์ 500 800 และ 1000
- 3.1.8 โกรงบดสาร (agate)
- 3.1.9 ครุชีเบอร์อลูมินา (alumina crucible)
- 3.1.10 แม่พิมพ์ขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร
- 3.1.11 เครื่องบดผสมแบบ vibro-milling
- 3.1.12 เครื่องผสมสารแบบให้ความร้อนและมีแม่เหล็กในตัว (Magnetic stirrer)
- 3.1.13 เครื่องอัดสารระบบไฮดรอลิก
- 3.1.14 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)
- 3.1.15 เครื่อง LCR
- 3.1.16 เตาเผาสาร อุณหภูมิสูงสุด 1,500 องศาเซลเซียส
- 3.1.17 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0
- 3.1.18 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0
- 3.1.19 แลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.98
- 3.1.20 ซัมมาเรียมออกไซด์ (Sm_2O_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999
- 3.1.21 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98
- 3.1.22 กาวเงิน (silver paint)

3.2 กระบวนการเตรียมสารตัวอย่าง

3.2.1 กระบวนการเตรียมผงแบเรียมไททานตเจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม

1) ทำการเตรียมผงแบเรียมไททานตเจือแบบผสมเหล็กและไนโอเบียมด้วยวิธีมิคส์ ออกไซด์ ดังนี้

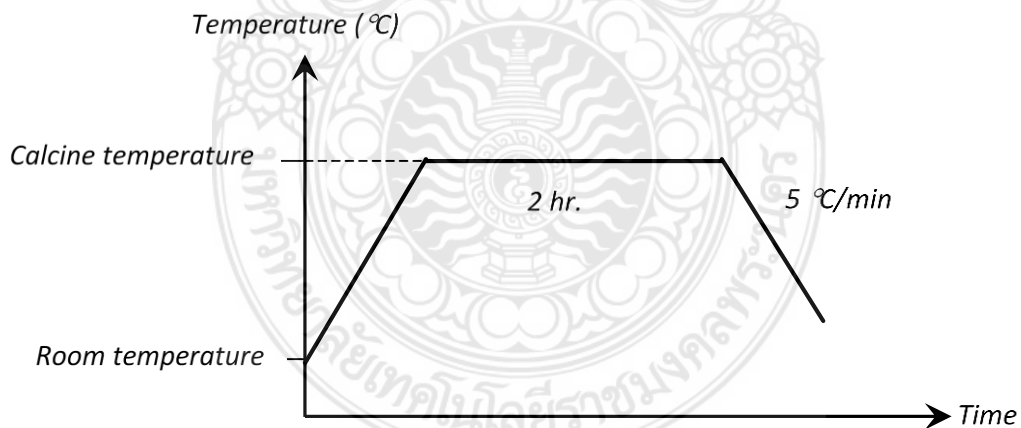


โดยในการทดลองนี้ x จะมีค่าตั้งแต่ 0.010 และ y ที่ 0.010-0.040 จากนั้นนำมาใส่กระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบิด (agate) แล้วเติมเอทานอลลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นให้สารตั้งต้นผสมกัน ปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปทำการผสมสารด้วยเครื่อง vibro-milling เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง

2) หลังจากสารที่ได้ผสมที่ได้อาจในบีกเกอร์ โดยใช้เอทานอลช่วยในการล้างสารที่ติดอยู่กับลูกบิดและนำสารผสมที่ได้มาทำการกวนพร้อมกับให้ความร้อนโดยใช้เครื่องผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมให้ความร้อน (Heater) จนกระทั่งเอทานอลระเหยออกไปเกือบหมด

3) จากนั้นนำไปใส่ในเตาอบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เอทานอลจะระเหยไปจนหมดนำสารออกจากเตาอบแล้วบดด้วยครกบดสาร

4) นำผงสารที่ได้เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นและลดลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส/นาที่ ดังแผนภาพ

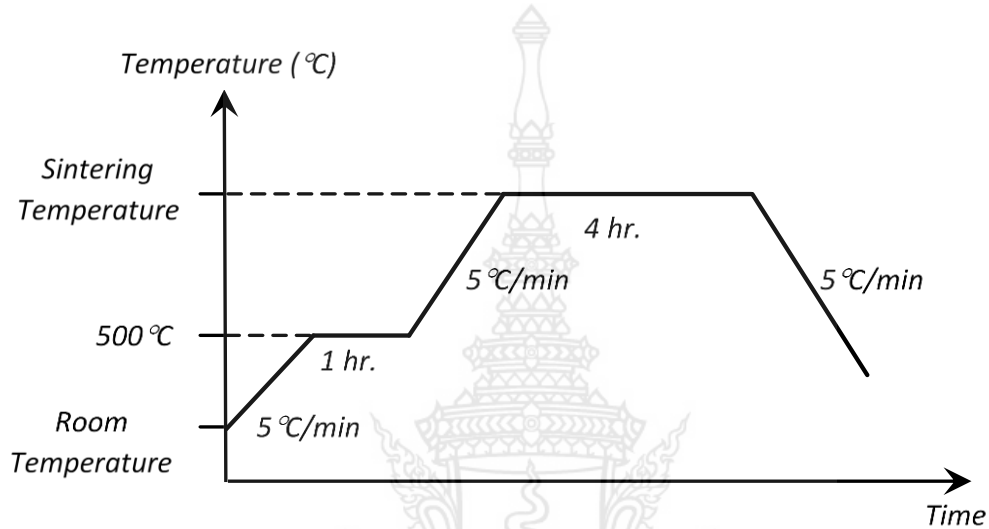


รูป 3.1 แผนผังแสดงการเผาแคลไซน์

3.2.2 กระบวนการเตรียมเซรามิกแบบเรียบมีไททานเตจือผสมแลนทานัมซั้มมาเรียม

1. นำผงที่เตรียมได้จากข้อ 3.2.1 ใส่แม่พิมพ์โลหะเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร แล้วอัดด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิกด้วยความดัน 200 MP เป็นเวลานาน 20 วินาที

2. นำชิ้นงานเซรามิกที่ได้จัดเรียงลงในถ้วยอลูมินา (Alumina Crucible) จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 °C โดยในกระบวนการเผาซินเตอร์จะต้องทำการเผาแช่ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมงก่อน เพื่อกำจัด PVA ออกไป จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการเผาซินเตอร์ ดังแผนภาพ



รูป 3.2 แผนผังแสดงการเผาซินเตอร์

การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

การตรวจสอบสารตัวอย่างที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบน (Diffraction) ของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบนสารตัวอย่าง คำนวณค่า D-spacing จากสมการ (3.2) ข้อมูลที่ได้ซึ่งหลักการคำนวณจะเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) กล่าวคือ

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.2)$$

โดย d คือ ผลต่างของระนาบการเรียงตัวของผลึก (ค่า d-spacing)

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

θ คือ มุมของแบรกก์

n คือ อันดับการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์

ด้วยโครงสร้างผลึกแต่ละชนิดจะมีระนาบผลึก (hkl) ที่แตกต่างกันไป ดังนั้นรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในสารแต่ละชนิดก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับสารชนิดนั้น ๆ ผลของการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ที่ออกมาจากสารในตำแหน่งต่าง ๆ จะสามารถตรวจสอบได้ว่าสารนั้นเป็นสารที่มีโครงสร้างชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ และความเข้มของพีครังสีเอ็กซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ จากนั้นเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น มีวิธีการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อตรวจสอบมีดังนี้

1. นำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาใส่ใน sample holder
2. นำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray Diffractometer แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้ด้วย step ของการส่งข้อมูลประมาณ 5 องศาต่อนาที โดยเริ่มจากค่ามุม 2θ ที่ 20 องศาจนถึงที่ค่ามุม 80 องศา

การวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric Constant : ϵ_r)

1. ทิ้งขั้วด้วยการทากาวเงินชนิดแบบเผาทั้งสองด้าน และนำชิ้นงานเซรามิกเข้าเตาเผาเป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อให้ขั้วติดแน่น
2. จากนั้นตรวจสอบว่าพื้นผิวของชิ้นงานมีการนำไฟฟ้าตลอดทั่วพื้นผิวหรือไม่
3. ทิ้งชิ้นงานไว้ที่อุณหภูมิห้องแล้วทำการวัดค่าความจุตัวเก็บประจุ (Capacitance) และค่าค่าความสูญเสียของไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) โดยใช้เครื่อง LCR meter ปรับโหมดการวัดไปที่ Capacitance และ Dielectric loss และในการวัดแต่ละครั้งจะใช้ค่าความถี่ 1 10 100 และ 100 MHz ตามลำดับ
4. นำค่าความจุตัวเก็บประจุ (Capacitance) ที่ได้มาทำการคำนวณเพื่อหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric constant : ϵ_r) อาศัยสมการ (3.3) ดังนี้

$$\epsilon_r = \frac{C \times d}{\epsilon_0 \times A} \quad (3.3)$$

โดยที่

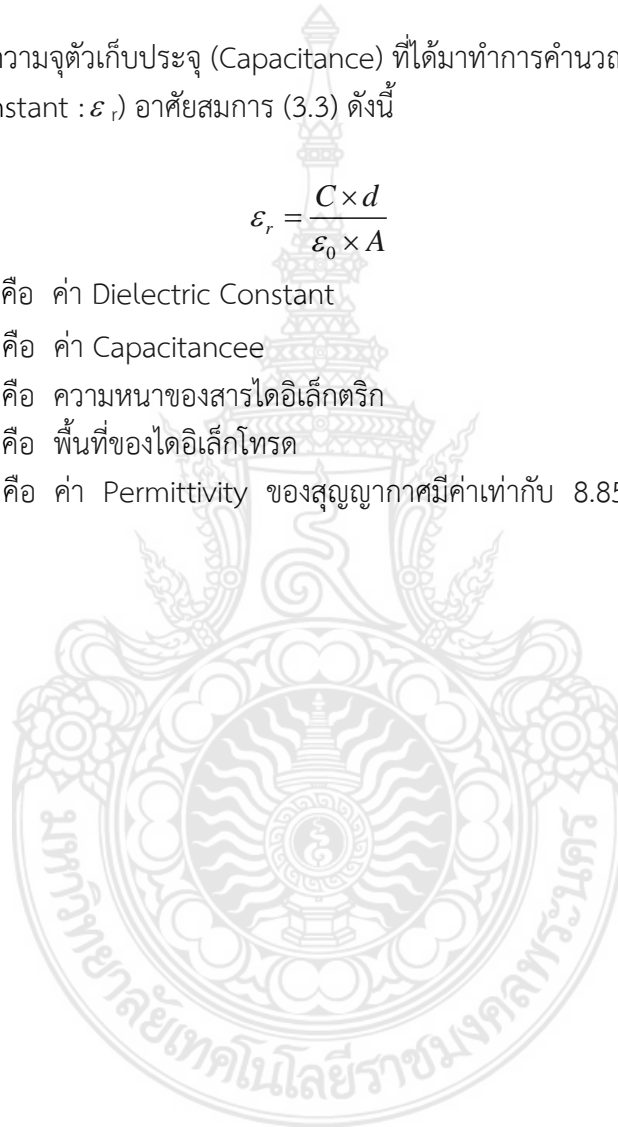
ϵ_r คือ ค่า Dielectric Constant

C คือ ค่า Capacitance

d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กตริก

A คือ พื้นที่ของไดอิเล็กโตรด

ϵ_0 คือ ค่า Permittivity ของสุญญากาศมีค่าเท่ากับ $8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$



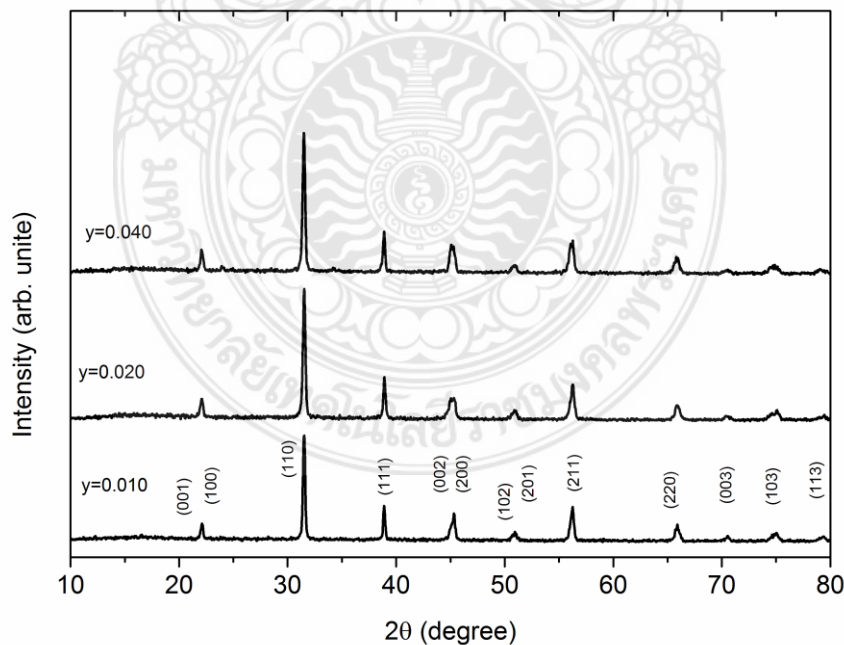
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในโครงการศึกษาวิจัยนี้ผู้วิจัย จะแบ่งผลการทดลองเป็นสี่หัวข้อหลัก คือ (1) การตรวจสอบเฟสของผงและเซรามิกที่สังเคราะห์ได้โดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าด้วยสมบัติไดอิเล็กตริก (Dielectric Properties)

4.1 ผลการตรวจสอบเฟสของแบเรียมไททานตเจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม

จากการตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แล้วเปรียบเทียบกับข้อมูลจาก JCPDS พบว่าได้ผลดังรูปที่ 4.1 (ก) เห็นว่าเฟสของผงสารที่เตรียมได้ยังคงโครงสร้างของแบเรียมไททานต สังเกตจากพีคที่มุม 2θ ที่ 30 องศาจะมีค่าระนาบ 110 พีคหลักมีค่าความเข้มที่ชัดเจน และค่าระนาบค่าต่าง ๆ โดยกลุ่มระนาบนี้แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอลดังเช่นผลที่เกิดขึ้นในการการเจือสารเข้าไปในโครงสร้างของแบเรียมไททานต [5] การเพิ่มสารเจือเข้าไปในระบบจะทำให้โครงสร้างเกิดการเปลี่ยนแปลงโดยสังเกตที่มุม 2θ ที่ตำแหน่ง 45 จะเกิดการซ้อนทับกันของระนาบ (002) กับ (200) เมื่อ $y=0.020$ และ 0.040 แต่อย่างไรก็ตามพีคหลักของเซรามิกยังแสดงโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงนี้เป็นผลจากการแทนที่ของ La^{3+} และ Sm^{3+} ในตำแหน่ง A-site ของโครงสร้างแบบเตตระโกนอล โดยที่พยายามจะเข้าไปแทนที่หรือแทรกตัวในตำแหน่งของแบเรียมไททานตโดยที่อะตอมของธาตุหายากหรือธาตุแรร์เอิร์ททรานซิชันจะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงในโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล [6] ซึ่งผลการเจือเข้าไปแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างอย่างเห็นได้ชัด



รูป 4.1 ผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกแบเรียมไททานตเจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม $Ba_{1-(x-y)}(La_xSm_yTi)O_3$

4.2 ผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric Constant) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก (Dielectric Loss or Loss Tangent)

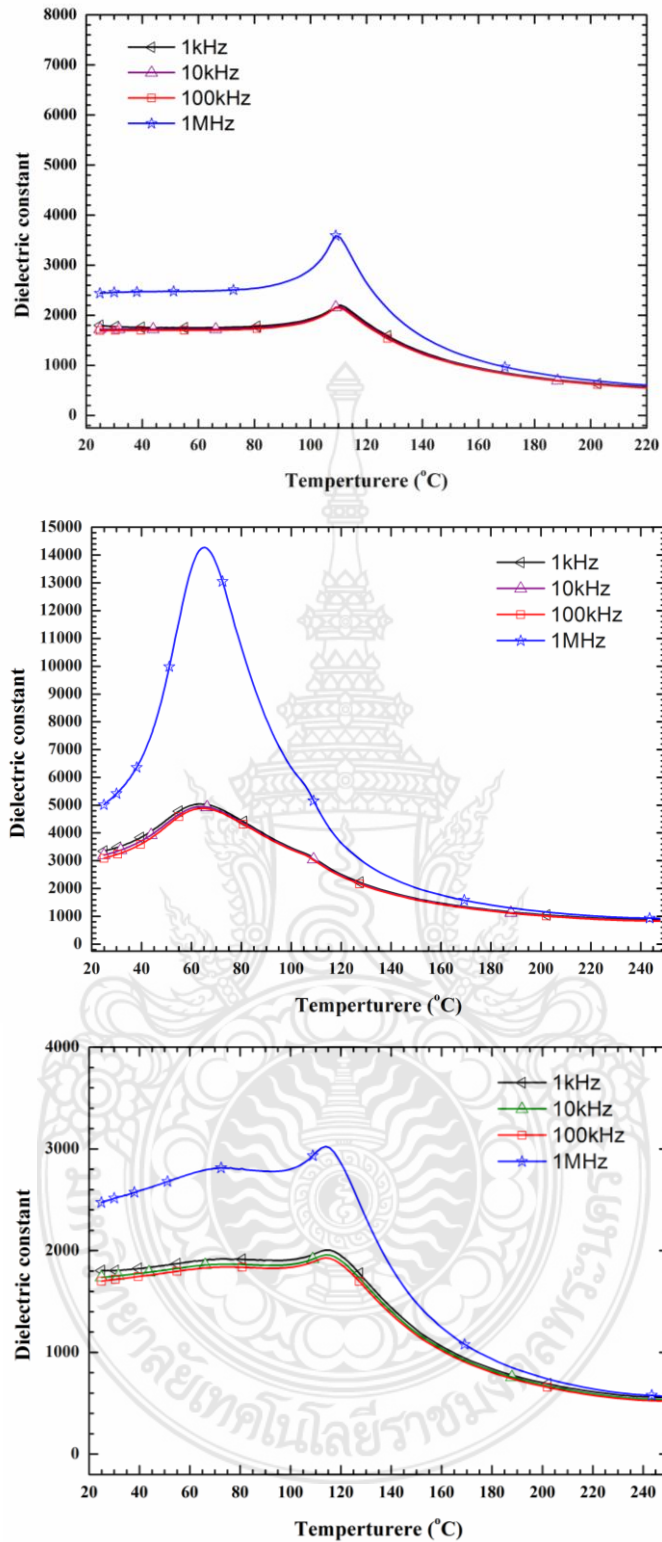
เมื่อนำชิ้นงานตัวอย่างของเซรามิกแบเรียมไททาเนตเจือผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม $Ba_{1-x}y(La_xSm_yTi)O_3$ มาตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกเปรียบเทียบกับ การเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ โดยมีการเปลี่ยนแปลงความถี่เท่ากับ 1kHz 10 kHz 100 kHz และ 1 MHz จากการทดลองได้ผลดังรูป พบว่าเมื่อมีปริมาณ แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.020 มีผลทำให้ มีค่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 4.1 เมื่อมีการเจือไอออนผสมของแลนทานัมซึ่มมาเรียมลงไป ใน $BaTiO_3$ อะตอมของซึ่มมาเรียม อย่างไรก็ตามที่อัตราส่วนผสมของการเจือไอออนผสมของแลนทานัมซึ่มมาเรียมอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.040 จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ดี และมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกอยู่ในระดับที่ต่ำ ถึงแม้ว่าที่อัตราส่วนผสมของแลนทานัมซึ่มมาเรียมในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.020 จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่สูงที่สุดก็ตามแต่ก็จะมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกที่สูงมากด้วย ซึ่งค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกที่สูงนี้อาจเกิดจากกระบวนการกระโดดของไอออน (ion-jump process) ที่เกิดขึ้นในเซรามิกที่เพิ่มมากขึ้น [7-8]

จากรูป 4.2 สังเกตได้ว่าอุณหภูมิคูรี (Curie temperature : T_c) ของสารเซรามิกในระบบ BT-แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ลงไปในอัตราส่วนที่ต่างกันซึ่งแสดงไว้ในตารางที่ 4.1 โดย T_c เมื่อมีการเจือแลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ลงไป 0.010 และ 0.040 พบว่า T_c มีค่าสูงขึ้น แต่ เมื่อเจือแลนทานัมต่อซึ่มมาเรียมในสัดส่วน 0.01 และ 0.020 ค่า T_c ที่ได้จะมีค่าลดลงที่ต่ำสุดเมื่อเทียบในกลุ่มของการเปลี่ยนแปลงการเจือ ซึ่งอาจสามารถกล่าวได้ว่า เจือแลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม มีผลต่อโครงสร้างผลึกในระบบ[9] และยังสามารถเห็นได้อีกว่า ที่ปริมาณการเจือแลนทานัมต่อซึ่มมาเรียมในสัดส่วน 0.01 และ 0.040 ในรูปที่ 4.2 (ค) แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงเฟสอยู่ 2 ตำแหน่งอุณหภูมิ คือ ตำแหน่งที่แรก อยู่ที่ T_c (Curie temperature) ที่ยังโครงสร้าง Tetragonal และในตำแหน่งที่ 2 เมื่อลดอุณหภูมิลง การเปลี่ยนเฟสซึ่งอยู่ประมาณที่ 70 °C โดยเปลี่ยนจาก Tetragonal ไปเป็น Rhombohedral ซึ่งจากผลของการเปลี่ยนแปลงทางสมบัติไดอิเล็กตริกก็มีความสัมพันธ์กับผลของการตรวจสอบด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แสดงในรูป 4.1 แสดงให้เห็นว่ามีการถูกรบกวนของโครงสร้าง Tetragonal ในผลของค่าสูญเสียทางความร้อนดังแสดงในรูป 4.3 จากผลแสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ของการเพิ่มขึ้นตามค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและจะตอบสนองกับค่าความถี่สูงค่าการสูญเสียทางความร้อนจะมีค่ามากตาม

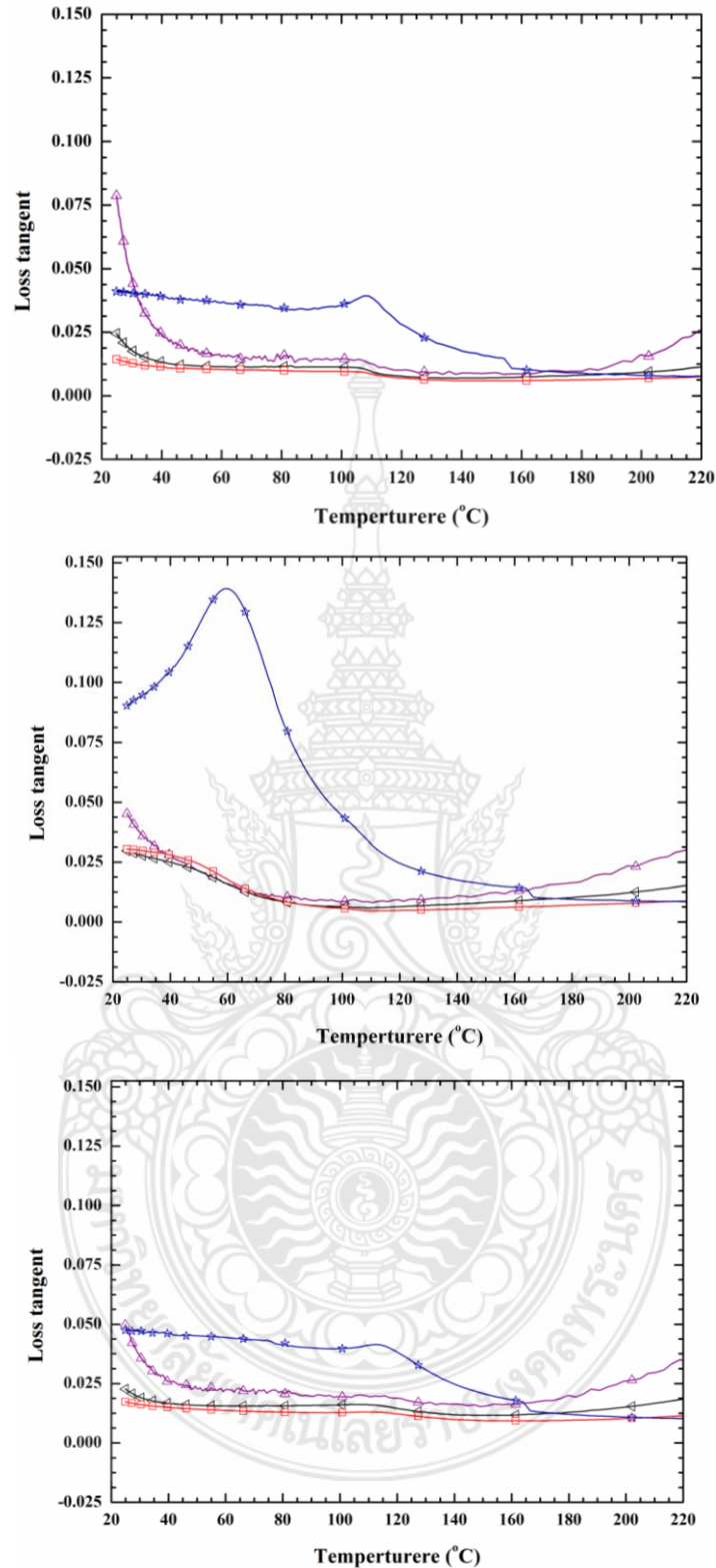
ตาราง 4.1 แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าอุณหภูมิของการเปลี่ยนสถานะ (T_c) ของเซรามิกแบเรียมไททานเตจือผสมแลนทานัม ซัมมาเรียม

y	ความถี่ (kHz)	Curie temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Dielectric at room Temperature	Maximum Dielectric
0.010	1	110	1795	2201
	10	110	1719	2166
	100	110	1690	2145
	1000	110	2439	3591
0.020	1	65	3351	5039
	10	65	3204	4943
	100	65	3091	4882
	1000	65	5025	14272
0.040	1	115	1804	2006
	10	115	1738	1959
	100	115	1701	1928
	1000	115	2474	3024





รูป 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิที่เปลี่ยนไปของเซรามิก แบเรียมไททานเตเจ็ดผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม $Ba_{1-(x-y)}(La_xSm_yTi)O_3$ (ก) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.010 (ข) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.020 (ค) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.040



รูป 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิที่เปลี่ยนไปของ เซรามิกแบเรียมไททานเต็พอสผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม $Ba_{1-(x-y)}(La_xSm_yTi)O_3$ (ก) แลนทานัมต่อซึ่ม มาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.010 (ข) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.020 (ค) แลนทานัมต่อซึ่มมาเรียม ในอัตราส่วนที่ 0.010 ต่อ 0.040

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

การศึกษาวิจัยเพื่อศึกษาอิทธิพลของปัจจัยในกระบวนการสังเคราะห์สารระบบแบเรียมไททานเตเจ็ดด้วยแลนทานัม ด้วยเทคนิค mixed oxide ที่มีต่อพฤติกรรมการก่อเกิดเฟส สัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมีระดับจุลภาค รวมทั้งการศึกษาพฤติกรรมการก่อเกิดเฟสและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก สารระบบแบเรียมไททานเตเจ็ดด้วยแลนทานัมผู้วิจัยสามารถสรุปผลการศึกษาวิจัยได้ดังนี้ เซรามิกแบเรียมไททานเตเจ็ดผสมแลนทานัมซึ่มมาเรียม $Ba_{1-(x-y)}(La_xSm_yTi)O_3$ ในอัตราส่วน 0.010 ต่อ 0.020 ยังคงโครงสร้างแบบ Tetragonal โดยที่ตำแหน่ง A-site ถูกครอบงวนด้วยธาตุในกลุ่มหายากที่เจือเข้าไป นอกจากนี้ยังส่งผลให้มีค่าคงที่ได้อิเล็กทริกที่สูงขึ้นและยังสามารถตอบสนองต่อความถี่ที่สูงขึ้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในวงจรไฟฟ้าที่มีความถี่สูงได้

ด้วยผลการวิจัยดังกล่าวนี้ สามารถ นำเข้าสู่การพัฒนาเป็นข้อมูลพื้นฐาน สำหรับการพัฒนาระบบการปรับปรุงเพื่อนำมาใช้ในการพัฒนาสมบัติของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกและยังสามารถที่จะมาใช้ในการพัฒนาศาสตร์ของการเรียนเพื่อพัฒนาองค์ความรู้ด้านวัสดุศาสตร์ต่อไป



บรรณานุกรม



บรรณานุกรม

1. Haertling, G.H., Ferroelectric Ceramics: History and Technology, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1999; 82: 797-818.
2. Kingery, W.D., Bowen, H. K. , and Uhlmann, D.R. *Introduction to Ceramics 2* and ed. John Wiley & Sons. , 1976.
3. Moulson A. J. and Herbert J. M., *Electroceramics 2nd edn*, New York: Wiley-Interscience, 2003.
4. Jaffe B., Cook W. R., Jaffe H., *Piezoelectric Ceramics*, New York: Academic, 1971.
5. Battisha I.K., Badr Y., Shash N.M., El-shaarawy M.G., Darwish A.G.A., Detection of up-conversion in nano-structure BaTiO₃ co-doped with Er³⁺ and Yb³⁺ ions. *J. Sol-gel. Sci. Technol.* 2010; 53: 543-550.
6. Tsur Y., Hitomi A., Scrymgeour I., Randall C. A., Site Occupancy of Rare-Earth Cations in BaTiO₃. *Jpn. J. Appl. Phys.* 2001;40(1R):255-258.
7. Sharma S., Kumar P., Palei P., Dielectric and piezoelectric properties of low temperature synthesized iso-valent modified BT ceramics. *Ceram. Int.* 2012; 38:5597–5603.
8. Morrison F.D., Sinclair D.C., Skakle J.M.S., West A.R., Novel Doping Mechanism for Very-High-Permittivity Barium-Titanate ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* 1998;81(7):1957-1960.
9. Vijatovic´ M.M., Stojanovic´ B.D., Bobic´ J.D., Ramoska T., Bowen P., Properties of lanthanum doped BaTiO₃ produced from nanopowders. *Ceram. Int.* 2010;36:1817–1824.

ภาคผนวก



ภาคผนวก
การนำเสนอผลงานวิจัย



เผยแพร่ที่ การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 41
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา

