

**ผลของอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิที่มีต่อสมบัติเซรามิกแบบรียมไททานेट  
ที่เจือด้วยสารทินออกไซด์**

กมลพรรณ เฟื่องพัด<sup>1</sup>, นิภาพร เจริญไทย<sup>2</sup>, อุไรวรรณ อินตะธา<sup>1</sup>,  
สุขุม อีสรัมย์<sup>1</sup>, กอบวุฒิ รุจิจานากุล<sup>1\*</sup>

**Effect of Heating – Cooling Rate on Properties of SnO<sub>2</sub> – Doped  
Barium Titanate Ceramics**

Kamonpan Pengpat<sup>1</sup>, Nipaphat Charoenthai<sup>2</sup>, Uraiwan Intatha<sup>1</sup>,  
Sukum Eitssayeam<sup>1</sup>, Gobwute Rujijanagul<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ 50200

<sup>2</sup>ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก 65000

\*Corresponding author. E-mail: [rujijanagul@yahoo.com](mailto:rujijanagul@yahoo.com)

**บทคัดย่อ**

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิในการเผาผลาญ (sintering temperature) ที่มีต่อสมบัติต่างๆ อาทิเช่น สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางไดอิเล็กตริก ของเซรามิกแบบรียมไททานेटที่เจือด้วยสารทินออกไซด์ ผงแบบรียมทิน-ไททานेट Ba(Ti<sub>0.9</sub>Sn<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> ถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม โดยใช้อุณหภูมิในการเผาผลาญที่ 1450 °C และใช้อัตราการขึ้น-ลงในการเผาผลาญสารเซรามิกด้วยอัตราต่างๆ กันตั้งแต่ 1, 3, 5 และ 10 °C/นาที โดยแช่ทิ้งไว้ 2 ชั่วโมงจากการทดลองพบว่าอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ มีผลกระทบต่อสมบัติทางกายภาพและค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสารแบบรียมทินไททานेट ซึ่งพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะลดลงเมื่ออัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดที่วัดได้มีค่าเท่ากับ 25600 ซึ่งวัดได้จากสารเซรามิกที่ผ่านการเผาผลาญด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 1 °C /นาที อย่างไรก็ตามอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาผลาญไม่มีผลต่อค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนวัฏภาคของสาร

**คำสำคัญ:** แบบรียมไททานेटเซรามิก ทินออกไซด์ อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

### Abstract

The effect of heating/cooling rate on various properties, such as physical and dielectric properties, of Sn-doped BaTiO<sub>3</sub> ceramics has been studied. The Ba(Ti<sub>0.9</sub>Sn<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> ceramics were prepared by conventional mixed oxide method using the sintering temperature of 1450 °C with different heating/cooling rates of 1, 3, 5 and 10 °C/min and 2 hours dwell time. It was found that the heating/cooling rate has an effect on the physical properties and dielectric constant of the Ba(Ti<sub>0.9</sub>Sn<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> ceramics. Hence the dielectric constant decreased with increasing heating/cooling rate. The maximum dielectric constant of about 25600 could be measured from the Ba(Ti<sub>0.9</sub>Sn<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> ceramic with 1°C/min of heating/cooling rate. However, the heating/cooling rate has no effect on the phase transition temperature of the Ba(Ti<sub>0.9</sub>Sn<sub>0.1</sub>)O<sub>3</sub> ceramics.

*Key words:* BaTiO<sub>3</sub> ceramics, tin oxide, heating/cooling rate, dielectric constant

### บทนำ

ในปัจจุบันเทคโนโลยีด้านอิเล็กทรอนิกส์กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งได้มีการนำเซรามิกมาใช้ในด้านอิเล็กทรอนิกส์ เช่น นำมาทำเป็นตัวเก็บประจุ (capacitor) ตัวแปรสัญญาณ (transducer) และตัวรับรู้ (sensor) เป็นต้น สำหรับกรณีตัวเก็บประจุนั้นได้มีการพัฒนาให้มีขนาดเล็กและทำเป็นหลายชั้นที่เรียกว่า ตัวเก็บประจุหลายชั้น (multilayer capacitor) เพื่อเพิ่มความสามารถในการเก็บประจุ ซึ่งในบรรดาสารที่ใช้ทำตัวเก็บประจุนั้นพบว่าแบเรียมไททานेट (BaTiO<sub>3</sub>) เป็นสารที่ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง เนื่องจากเป็นสารที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant) สูง (Moulson and Herbert, 1990) และยิ่งช่วงอุณหภูมิใกล้อุณหภูมิคูรี (curie temperature: T<sub>c</sub>) ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะสูงขึ้นมาก โดยที่อุณหภูมินี้มีค่าประมาณ 130 °C ซึ่งจะเป็นอุณหภูมิที่สารแบเรียมไททานेटมีการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากโครงสร้างแบบเตตระโกนอล (tetragonal) ที่มีสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กตริกไปเป็นโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก (cubic) ซึ่งจะแสดงสมบัติเป็นพาราอิเล็กตริก (paraelectrics)

การพัฒนาสมบัติของสารแบเรียมไททานेटนั้น พบว่ามีส่วนเกี่ยวข้องโดยตรงกับกระบวนการผลิต หรือกรรมวิธีในการเตรียมสารเป็นอย่างมาก เช่น การควบคุมเงื่อนไขการเผาผนึก ทวีและคณะ (Tunkasiri and Rujijanagul, 1994, 1996) ได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาต่อขนาดของอนุภาค (particle size) และขนาดเกรน (grain size) ของสารเซรามิกแบเรียมไททานेट พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผา ขนาดของอนุภาคและขนาดของเกรนของสารนี้จะมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งจากการศึกษา

พบว่าขนาดของเกรนในแบเรียมไททานเตมีผลต่อสมบัติไดอิเล็กตริก โดยในกรณีเซรามิกแบเรียมไททานเตที่มีขนาดของเกรนเล็ก จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง (Kinoshita and Yamaji, 1976) นอกจากนั้นแล้วขนาดของอนุภาคก็มีผลต่อการเปลี่ยนเฟส (phase transition) ของสารนี้ด้วย โดยถ้าแบเรียมไททานเตยังมีขนาดของอนุภาคเล็ก อุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสจะยิ่งต่ำ (Uchino *et al.* 1989) อย่างไรก็ตามถ้าขนาดของอนุภาคยังเล็กต่อไปจนถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่ง สารแบเรียมไททานเตจะไม่แสดงสมบัติของสารเฟอร์โรอิเล็กตริกที่อุณหภูมิห้องอีก Rhim และคณะ (Rhim *et al.*, 2000) ได้ทำการวิจัยถึงอิทธิพลของอัตราการจัดเรียง-ลงของอนุภาคในการเผาในสาร  $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$  นอกจากนั้นแล้ว Ryu และคณะ (Ryu *et al.*, 2001) ยังได้วิจัยถึงอิทธิพลของอัตราการจัดเรียง-ลงของอนุภาคในการเผาของสาร  $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$  ผลจากงานวิจัยของทั้งสองคณะมีความสอดคล้องกัน คือพบว่าอัตราการจัดเรียง-ลงของอนุภาคในการเผามีผลต่อสมบัติของสารดังกล่าว ซึ่งนอกจากการปรับปรุงคุณสมบัติของแบเรียมไททานเตโดยวิธีปรับปรุงกระบวนการผลิตแล้ว การเจือสารบางชนิดก็สามารถทำให้คุณภาพของแบเรียมไททานเตดีขึ้นมาได้ เช่น การเจือ Ca Sr Zr หรือ Sn (Lin and Wu, 1990; Tu *et al.*, 1994)

ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะปรับปรุงคุณภาพของสารแบเรียมไททานเตที่เจือด้วย Sn นอกจากนั้นแล้ว ยังใช้วิธีกระบวนการทางความร้อนช่วยปรับปรุงคุณภาพของสารที่เตรียมได้โดยการเปลี่ยนค่าอัตราการจัดเรียง-ลงของอนุภาคในการเผา ซึ่งจะมีการทดสอบสมบัติต่างๆ ของสารเซรามิกที่เตรียมได้ตั้งแต่สมบัติทางกายภาพ เฟส โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกที่เตรียมด้วยอัตราการจัดเรียง-ลงของอนุภาคต่างๆ กัน

### วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

ในการทดลองครั้งนี้ได้ทำการเตรียมผงแบเรียมไททานเตที่เจือด้วยสารทินออกไซด์ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม สารตั้งต้นที่ใช้คือ แบเรียมคาร์บอเนต ( $BaCO_3$ ) ไททานเนียมออกไซด์ ( $TiO_2$ ) ทินออกไซด์ ( $SnO_2$ ) และ เซอร์โคเนียมออกไซด์ ( $ZrO_2$ ) เริ่มต้นโดยการนำสารออกไซด์ดังกล่าวมาผสมกันด้วยกระบวนการบดย่อยด้วยลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตามอัตราส่วน โดยโมลคือ  $BaCO_3:TiO_2:SnO_2$  เท่ากับ 1:0.9:0.1 หรือ  $Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O_3$  หลังจากนั้นทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการจัดเรียงลงของอนุภาคคือ 5 °C /นาที่ ในบรรยากาศออกซิเจนและเตาไฟฟ้า (EUROTHERM รุ่น UCF 1600/A) และทำการตรวจสอบเฟสของผงที่ได้โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction) จากนั้นจึงนำสารที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปบดให้ละเอียดอีกครั้ง เพื่อให้สารมีขนาดอนุภาคเล็กลงและทำการใส่สารยึดเหนี่ยว (binder) ซึ่งใช้ โพลีวินิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA) และ โพลีเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycon) ลงไปร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก เพื่อให้สามารถขึ้นรูปได้ง่ายขึ้น แล้วนำไปบดย่อยผสมด้วยลูกบอลอีกครั้งเป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยใช้

เอริลแอลกอฮอล์เป็นตัวกลาง หลังจากนั้นนำสารที่บดละเอียดแล้วมาทำให้แห้งแล้วนำมาบดให้เล็กลงด้วยครกบดสารที่ทำจากหินโมรา (agate mortar) แล้วนำผงที่ละเอียดแล้วมาทำการแยกขนาดของอนุภาคเพื่อให้ได้อนุภาคที่มีขนาดสม่ำเสมอ ด้วยวิธีการร่อนผ่านตะแกรง (sieving) หลังจากนั้นนำผงที่ผ่านการคัดแยกอนุภาคแล้วไปทำการขึ้นรูปสารตัวอย่าง ให้มีลักษณะเหมือนเหรียญกลมแบนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง  $10.00 \pm 0.05$  mmหนา  $3.00 \pm 0.05$  mm โดยใช้เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก (SPACAC) ด้วยแรงอัดขนาด  $1000 \text{ kg/cm}^2$  เป็นเวลา 20 วินาที จากนั้นนำสารที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วไปทำการเผาผนึกด้วยเตาเผาไฟฟ้า (EUROTHERM รุ่น UCF 1600/A) โดยเริ่มจากการเพิ่มอุณหภูมิขึ้นจากอุณหภูมิห้อง ( $\approx 30$  °C) ด้วยการใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิต่างๆ กัน โดยในการทดลองครั้งนี้จะเปลี่ยนแปลงค่าอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิตั้งแต่ 1, 3, 5 และ 10 °C/นาทิจึงก่อนที่จะเพิ่มอุณหภูมิไปที่อุณหภูมิการเผาผนึก ( $1450$  °ซ) จะต้องมีการแช่อุณหภูมิไว้ที่  $500$  °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อเป็นการกำจัด PVA ออกไปจากสารตัวอย่าง จากนั้นจึงเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปจนถึงอุณหภูมิการเผาผนึกแล้วแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเมื่อได้สารเซรามิกแล้ว จึงทำการการตรวจวิเคราะห์เซรามิกแบบเรียบไททานตที่ผ่านการเผาผนึก โดยการหาค่าร้อยละความหดรัดและความหนาแน่น หลังจากนั้นจึงทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่บริเวณผิวของสารเซรามิกแบบเรียบไททานต โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รุ่น JSM-840A จากประเทศญี่ปุ่น) ซึ่งจะสามารถบอกได้ถึงปริมาณของรูพรุน ลักษณะ รูปร่าง และ ขนาดเกรนของสารเซรามิกที่เตรียมได้ ในการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกนั้น จะทำการนำเซรามิกที่เตรียมได้มาทำขั้วไฟฟ้า ด้วยการนำเซรามิกมาทำการขัดด้วยกระดาษทรายละเอียด จากนั้นนำไปอบให้แห้ง โดยใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาทำขั้วไฟฟ้าโดยการ ใช้กาวเงินทาที่ผิวหน้าทั้งสองของสารตัวอย่าง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ  $600$  °C โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ  $5$  °C/นาทิจึงแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 12 นาทิจึงให้กาวเงินที่เป็นขั้วไฟฟ้าแห้งแบบสนิทกับผิวหน้าทั้งสองของสารตัวอย่าง แล้วนำสารตัวอย่างไปทำการตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริก โดยการวัดค่าความจุไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCZ meter (HP 4276A) ตามการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิตั้งแต่  $5$  ถึง  $10$  °ซ จนถึงอุณหภูมิ  $150$  °C โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ  $3$  °C/นาทิจึงแล้วทำการวัดค่าความจุไฟฟ้าที่ความถี่ของสัญญาณไฟฟ้า  $1$  KHz เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนทุกๆ  $1$  °C ค่าความจุไฟฟ้านี้จะมีความสัมพันธ์กับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกโดยค่าความจุไฟฟ้าและค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีความสัมพันธ์ดังสมการ

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

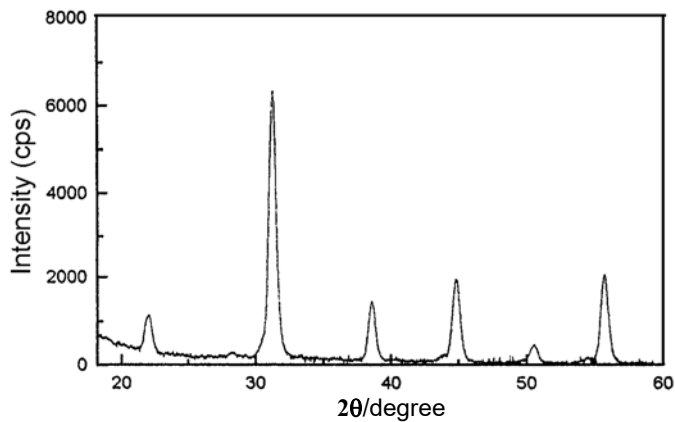
โดย  $\epsilon_0$  คือค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสุญญากาศ  $= 8.8542 \times 10^{-12} \text{ C}^2/\text{N} \cdot \text{m}^2$

$\epsilon_r$  คือค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

$A$  คือ พื้นที่ และ  $d$  คือ ความหนาเฉลี่ยของสาร

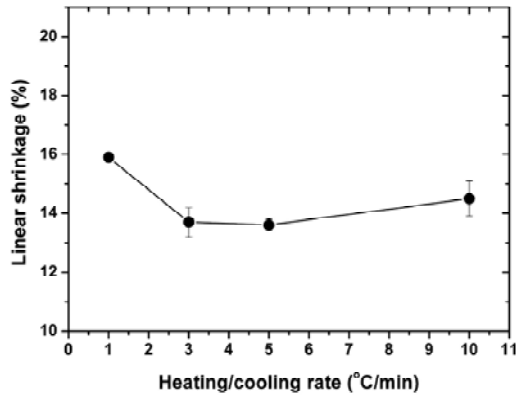
**ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง**

รูป 1 เป็นผลการวิเคราะห์สารด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงเซรามิกแบเรียมทินไททาเนตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าพิกที่เกิดขึ้นทั้งหมดสอดคล้องกับเฟส  $Ba(Ti_{0.9}Sn_{0.1})O_3$  และไม่พบพิกที่บ่งบอกถึงสารเจือใดๆ จึงสามารถสรุปได้ว่าผงที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมินี้มีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากเกิดการทำปฏิกิริยาแบบสารละลายของแข็ง(solid state reaction) ได้สมบูรณ์นั่นเอง ซึ่งผลการทดลองของงานวิจัยนี้สอดคล้องกับผลการทดลองของ Tu และคณะ (Tu *et al.*, 1994) และจากรายงานของ Tu และคณะพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าของสาร  $Ba(Ti_{0.86}Sn_{0.13}Zr_{0.01})O_3$  มีค่าทางไฟฟ้าดีขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1450 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างสูง โดยหลังจากการนำผงที่ได้นี้ไปทำการอัดขึ้นรูปและเผาผนึกและทำการเปลี่ยนอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิด้วยค่าต่างๆ



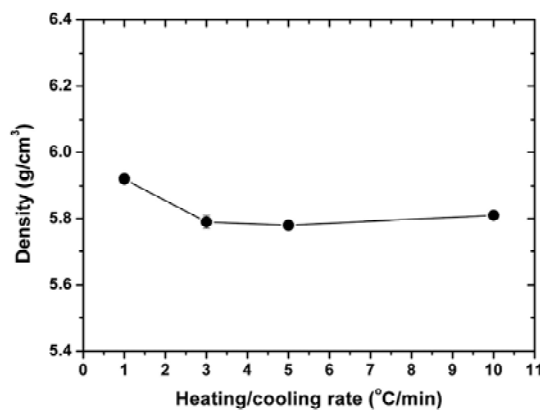
**รูป 1** รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงแบเรียมทินไททาเนต ( $Ba(Sn_{0.1}Ti_{0.9})O_3$ ) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิที่ 5 °C/นาที

จากผลการทดลองพบว่าอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิมิผลต่อค่าการหดตัวของสารเซรามิก โดยพบว่าที่อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิต่ำกว่า 1 °C/นาที จะมีค่าร้อยละของการหดตัวสูงที่สุด ดังแสดงให้เห็นในรูป 2 ซึ่งโดยทั่วไปแล้วเมื่อเพิ่มเวลาการเผาผนึกนั้น จะทำให้การหดตัวมีค่าเพิ่มขึ้น จนถึงค่าหนึ่งและหลังจากนั้นแล้วเวลาในการเผาผนึกจะไม่มีผลต่อค่าการหดตัว (Barsoum, 1997) สำหรับการทดลองนี้การลดอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาผนึกที่ต่ำจะเป็นการเพิ่มเวลาในการเผา ดังนั้นค่าการหดตัวที่สูงขึ้นนี้ก็สอดคล้องกับทฤษฎีการหดตัวของเซรามิกขณะเผาผนึก



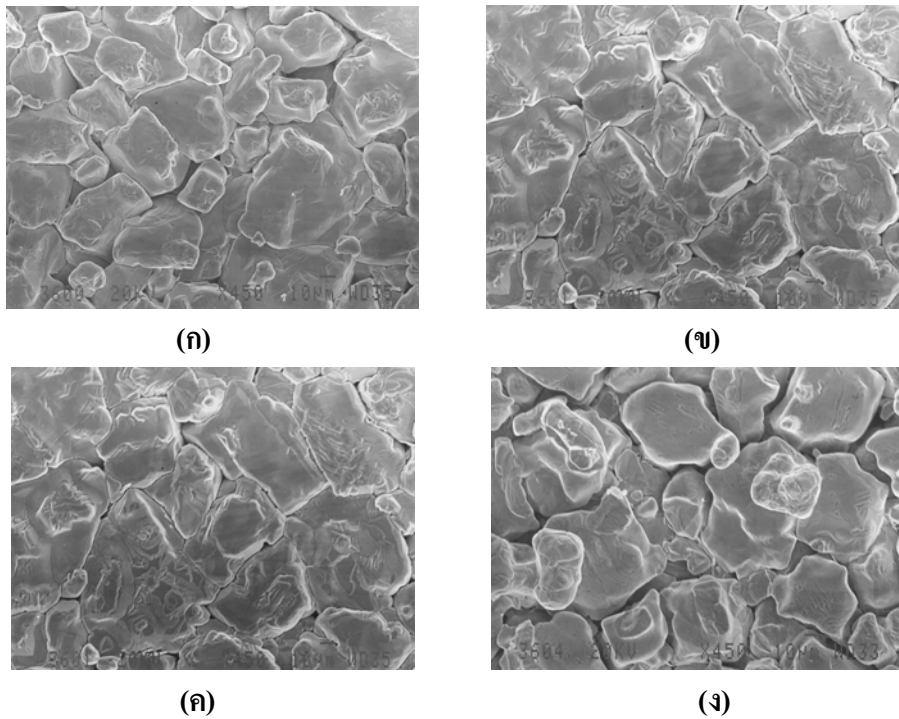
รูป 2 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการหดตัวเชิงเส้นเทียบกับอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาของเซรามิกแบเรียมทินไททานเนต ( $\text{Ba}(\text{Sn}_{0.1}\text{Ti}_{0.9})\text{O}_3$ ) ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ส่วนค่าความหนาแน่นของสารเซรามิกแบเรียมทินไททานเนตที่เปลี่ยนไปตามอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิได้แสดงไว้ในรูป 3 พบว่าอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิมิมีผลต่อค่าความหนาแน่นของสารแบเรียมทินไททานเนตอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งจะสังเกตได้ว่าอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิต่ำกว่า 1 °C/นาที จะมีค่าความหนาแน่นสูงสุดโดยมีค่าเท่ากับ  $5.92 \text{ g/cm}^3$  ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการที่สารได้รับความร้อนเป็นเวลานานๆ จะเป็นการเพิ่มระยะเวลาในการเผาซึ่งจะทำให้สารจะมีการหดตัวเกิดขึ้น และจะมีการเชื่อมติดกันของอนุภาคมากขึ้นซึ่งเรียกปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนี้ว่าปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



รูป 3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นเทียบกับอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาของเซรามิกแบเรียมทินไททานเนต ( $\text{Ba}(\text{Sn}_{0.1}\text{Ti}_{0.9})\text{O}_3$ ) ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

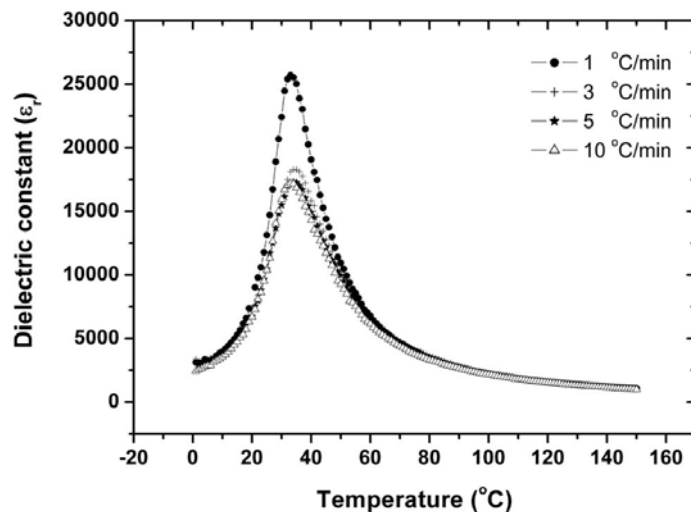
หลังจากทำการตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคที่บริเวณผิวของสารเซรามิกแบเรียมทินไททาเนตที่เตรียมได้ ด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่ารูปร่างของเกรนที่ได้ของทุกอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิมีความคล้ายคลึงกันคือมีลักษณะค่อนข้างเป็นเหลี่ยมเป็นมุมที่มีความสมมาตร (equiaxed grain) ขนาดเกรนเฉลี่ยมีค่าใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง 35-45 ไมโครเมตร ดังแสดงไว้ในรูป 4 ซึ่งโดยปกติแล้วในการเจือ Sn ด้วยปริมาณต่างๆ พบว่า ปริมาณการเจือมีผลต่อขนาดของเกรนเป็นอย่างมาก (Tu *et al.*, 1994) อย่างไรก็ตามในการทดลองนี้ได้ทำการเจือสาร Sn เพียง 1 อัตราส่วนคือ 0.1 โมล ดังนั้นขนาดเกรนจึงมีขนาดใกล้เคียงกัน



**รูป 4** ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 450 เท่า ที่บริเวณผิวหน้าของเซรามิกแบเรียมทินไททาเนต ( $Ba(Sn_{0.1}Ti_{0.9})O_3$ ) ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาที่เท่ากับ (ก) 1 °C/นาที (ข) 3 °C/นาที (ค) 5 °C/นาที (ง) 10 °C/นาที

จากผลการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของสารแบเรียมทินไททาเนต โดยมีอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิต่างๆ กัน ตั้งแต่ 1, 3, 5 และ 10 °C/นาที ที่ความถี่ 1 kHz ดังแสดงไว้ในรูป 5

พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกแบเรียมทินไททานेटที่ผ่านการเผาผนึกด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิเท่ากับ  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$  มีค่าสูงสุดเท่ากับ 25600 ณ อุณหภูมิการเปลี่ยนวัฏภาคของสารเซรามิก นอกจากนั้นแล้วจะพบว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนวัฏภาคมีค่าใกล้เคียงกันที่ประมาณ  $33\text{-}34\text{ }^{\circ}\text{C}$  โดยที่อุณหภูมิจะมีการเปลี่ยนวัฏภาคของสารจากเฟอร์โรอิเล็กตริกไปเป็นพาราอิเล็กตริก ดังนั้นอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ จึงไม่มีผลต่ออุณหภูมิการเปลี่ยนวัฏภาคแต่จะมีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ทั้งนี้เนื่องจากสารเจือ Sn สามารถแพร่เข้าไปในสารเซรามิก แบเรียมไททานेटได้ดีขึ้น เนื่องจากได้รับความร้อนเป็นระยะเวลานานขึ้น ทำให้สารละลายของแข็งมีการกระจายตัวของสารเจือได้อย่างสม่ำเสมอ (homogenization) นอกจากนั้นแล้วค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ได้ก็ยังคงคล้อยกับค่าความหนาแน่นของสารซึ่งจะเห็นได้ว่าสารที่มีความหนาแน่นสูงก็จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงตามไปด้วย ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองในกรณีของสารแบเรียมไททานेटบริสุทธิ์ (Fang *et al.*, 1993)



รูป 5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเทียบกับอุณหภูมิของสารแบเรียมทินไททานेट โดยมีอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาผนึกต่างๆ กัน ตั้งแต่  $1, 3, 5$  และ  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$  ที่ความถี่  $1\text{ kHz}$

### สรุปผลการศึกษา

จากการวิจัยครั้งนี้พบว่าอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาผนึกมีผลต่อคุณสมบัติต่างๆ ได้แก่ การหดตัว ความหนาแน่น ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ของสารเซรามิกแบเรียมทินไททานेट โดยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาผนึกที่ต่ำจะทำให้ค่าเหล่านี้สูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากกระบวนการทางความร้อนดังกล่าวจะเป็นการเพิ่มเวลาของการเผาผนึก ซึ่งทำให้สารละลายของแข็งนี้มีความสม่ำเสมอและ



ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิการเผาผนึกไม่มีผลต่ออุณหภูมิการเปลี่ยนวัฏภาคของสาร

### กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้นิพนธ์ขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ต้นฉกริ ที่ได้ให้คำปรึกษาแนะนำ ตลอดจนงานวิจัยนี้ และขอขอบคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่ได้สนับสนุนเงินทุนวิจัยให้งานนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

### เอกสารอ้างอิง

- Barsoum, M.W. (1997). *Fundamentals of Ceramics*: The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Fang, T., Hsieh, H. and Shiau, F. (1993). Effect of Pore Morphology and Grain size on the Dielectric Properties and Tetragonal-Cubic Phase Transition of High-Purity Barium Titanate. *J.Am.Cerm.Soc.* **76**,1205-1210.
- Kinoshita, K. & Yamaji, A. (1976). Grain-Size Effect on Dielectric Properties in Barium Titanate Ceramics. *J. Appl. Phys.* **47**, 371.
- Lin, J.N. & Wu, T.B. (1990). Effects of Isovalent Substitutions on a lattice softening and transition character of BaTiO<sub>3</sub> solid solutions. *J. Appl. Phys.* **68**, 985-993.
- Moulson, A.J., & Herbert, J.M. (1990) *Electroceramics*: Chapman and Hall.
- Rhim.,S., Bak, H., Hong, S. and Kim, O. (2000). Effect of Heating Rate on the Sintering Behavior and the Dielectric Properties Of Ba<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>TiO<sub>3</sub> Ceramics prepared by Boron-Containing Liquid- Phase Sintering. *J.Am.Cerm.Soc.* **83**, 3009-13.
- Ryu, J., Choi, J.J. and Kim, H. (2001). Effect of Heating Rate on the Sintering Behavior and the Piezoelectric Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics. *J.Am.Cerm.Soc.* **84**, 902-904.
- Tu, Y.L., Herbert, J.M. & Milne, S.J. (1994) Fabrication and Characterization of High Permittivity Ceramics in the Ba(Ti<sub>1-x-y</sub>Sn<sub>x</sub>Zr<sub>y</sub>)O<sub>3</sub> system, *J. Mater. Sci.* **29**, 4152-4556.
- Tunkasiri, T. and Rujijanagul, G. (1994). Characterization of Barium Titanate Prepared by Precipitation Technique., *J. Mater. Sci. Letters.* **13**,165-169.
- Tunkasiri, T. and Rujijanagul, G. 1996. Dielectric Strength of Fine Grained Barium Titanate Ceramics. *J. Mater. Sci. Letters.* **15**, 1767-1769.

Uchino, K., Sadanaga, E. and Hirose, T. 1989. Dependence of the Crystal Structure on Particle Size in Barium Titanate. *J. Am. Ceram. Soc.* **72**, 1555-58.