

## ผลของความถี่และสนามโพลิงที่มีต่อสมบัติเชิงไฟฟ้า และปรากฏการณ์ PTC ของวัสดุ $\text{BaTiO}_3+0.9\text{ZrO}_2$

ธงชัย พันธุ์เมธาฤทธิ์<sup>1</sup> กิ่งกานต์ เปาะทอง<sup>2</sup> และ วราภรณ์ อนันตพรพาณิชย์<sup>3</sup>  
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ หาดใหญ่ 90112

### บทคัดย่อ

ก่อนสารรูปงานเตรียมขึ้นมาโดยวิธีเทคนิคเซรามิกมาตรฐาน สารที่เตรียมได้มีสูตร  $\text{BaTiO}_3+0.9\text{ZrO}_2$  และมีสีขาวเหลือง ผลการวัดสมบัติของสารในสนามไฟฟ้าสลับพบว่าค่าอิมพีแดนซ์ (Z) ความนำไฟฟ้า (G) ความจุไฟฟ้า (C) ตัวประกอบการสูญเสีย (D) และตัวประกอบคุณภาพ (Q) ที่ความถี่ (f) 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz มีค่าดังสมการ  $Z = 45.64f^{-0.9013}$ ;  $G = 0.004f^{0.5619}$ ;  $C = 3.3468f^{-0.0872}$ ;  $D = 0.1877f^{-0.3516}$  และ  $Q = 5.3587f^{0.3496}$  อิมพีแดนซ์ที่ความถี่ในช่วง 1 kHz ถึง 80 kHz มีค่าลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงความถี่ 1 kHz ถึง 20 kHz สารกรองแรงดันไฟฟ้าผ่านได้ดีในช่วงความถี่ 200 kHz ถึง 320 kHz การโพลิงสารจะใช้สนามไฟฟ้า 3.96 kV/mm เป็นเวลา 48 วินาที ความต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังโพลิงมีค่า 11,900 MΩ และ 24.075 kΩ ตามลำดับ ผลการทดสอบปรากฏการณ์ พีทีซี (PTC Effect) หลังโพลิงพบว่าความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มเร็วมากในช่วงอุณหภูมิ 80 °ซ ถึง 82 °ซ โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นของความต้านทานไฟฟ้า 1205.39 kΩ/°ซ อุณหภูมิคูรี (T<sub>c</sub>) มีค่าประมาณ 80 °ซ ก่อนโพลิงนั้นสารมีลักษณะเป็นตัวเก็บประจุและหลังโพลิงแล้วสารมีลักษณะเป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC

**คำสำคัญ** : สมบัติของสารในสนามไฟฟ้าสลับ / การกรองแรงดันความถี่สูงผ่านกระบวนการโพลิง / เทอร์มิสเตอร์แบบ PTC

<sup>1</sup> รองศาสตราจารย์ ภาควิชาฟิสิกส์

<sup>2</sup> นักศึกษา ภาควิชาฟิสิกส์

<sup>3</sup> นักศึกษา ภาควิชาวิทยาศาสตร์ทั่วไป

## Effect of Frequency and Poling Field on the Electrical Properties and PTC Effect of $\text{BaTiO}_3+0.9\text{ZrO}_2$ Material

Thongchai Panmatarith<sup>1</sup> Kingkan Poatong<sup>2</sup> and Varaporn Anuntapornpanich<sup>3</sup>

Prince of Songkla University, Hat Yai 90112

### Abstract

Disc-shaped pellet's samples were prepared by Standard ceramic techniques. Sample formular was  $\text{BaTiO}_3+0.9\text{ZrO}_2$  and had yellow-white color. When the sample was measured in ac electric field, impedance (Z), conductance (G), capacitance (C) dissipation factor (D) and quality factor (Q) at frequency (f) 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz and 100 kHz were in the following equations :  $Z = 45.64f^{0.9013}$  ;  $G = 0.004f^{0.5619}$ ;  $C = 3.3468f^{-0.0872}$  ;  $D = 0.1877f^{0.3516}$  and  $Q = 5.3587f^{0.3496}$ . Sample impedance decreased rapidly in 1 kHz to 20 kHz interval. Sample could filtered high frequency voltage in 200 kHz to 320 kHz interval. Sample was poled with electric field 3.96 kV/mm for 48 s , resistance before and after poling were 11.900 M $\Omega$  and 24.075 k $\Omega$ , respectively. Sample showed PTC effect after poling, resistance increased very rapidly in 80 °C to 82 °C interval with resistance increasing rate equal 1205.39 k $\Omega$ /°C. Curie temperature ( $T_c$ ) was about 80 °C. Sample was capacitor before poling and PTC thermistor after poling.

**Keywords** : Material Properties in AC Electric Field / High Pass Filtering / PTC Thermistor

<sup>1</sup> Associate Professor, Department of Physics.

<sup>2</sup> B.Sc. Student, Department of Physics.

<sup>3</sup> B.Sc. Student, Department of General Science.

## 1. บทนำ

สมบัติของสารในสนามไฟฟ้าสลับมีความสำคัญต่อการนำสารที่เตรียมได้ไปประยุกต์ใช้งานที่ความถี่ต่างๆ ไฟฟ้าเฟอร์โรสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นอุปกรณ์กรองแรงดันความถี่สูงผ่าน สนามไฟฟ้าแรงสูงมีผลต่อการเปลี่ยนสมบัติเชิงฟิสิกส์ของสารและปรากฏการณ์ PTC ที่เกิดขึ้นในเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC (PTC thermistor) มีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์

### ก. ไฟฟ้าเฟอร์โร (Ferroelectricity)

การค้นพบไฟฟ้าเฟอร์โรใน BaTiO<sub>3</sub> ในปี 1940 นำไปสู่การทำตัวเก็บประจุที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง [1] ไฟฟ้าเฟอร์โรเกิดจากโมเมนต์ขั้วคู่ไฟฟ้าที่มีทิศทางขนานกัน บริเวณที่มีโพลาริเซชันทิศทางเดียวเรียกว่าโดเมน (domain) BaTiO<sub>3</sub> มีโครงสร้างผลึกแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure) โดเมนจะโตขึ้นเมื่อสารได้รับสนามไฟฟ้าแรงสูงหรือทำการโพลิง (poling) หลังจากทีสารผ่านการโพลิงพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าเพิ่มขึ้น การมีโพลาริเซชันค้างในสารเนื่องจากผลของโพลิงสามารถพิจารณาได้จากวงจรล้าเฟอร์โรอิเล็กตริก ไฟฟ้าเฟอร์โรนี้มีความเกี่ยวข้องกับการกรองแรงดันไฟฟ้าความถี่สูงผ่าน

### ข. ปรากฏการณ์ PTC (PTC Effect)

เทอร์มิสเตอร์แบบ PTC (positive temperature coefficient thermistor) คือ ตัวต้านทานที่มีความต้านทานไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงในขณะที่ยุณหภูมิเปลี่ยนแปลง เทอร์มิสเตอร์แบบนี้จะมีค่า  $\alpha$  หรือ PTCR (positive temperature coefficient of resistance) สูง [2] ค่า  $\alpha$  มีความเกี่ยวข้องกับอุณหภูมิคูรี (Curie temperature,  $T_c$ ) ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สารเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กตริกไปเป็นพาราอิเล็กตริก อุณหภูมิคูรีเกี่ยวข้องกับโครงสร้างจุลภาค (microstructure) ความต้านทานไฟฟ้าของเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC ที่มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในขณะที่ยุณหภูมิเปลี่ยนแปลงเกิดจากผลของการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึกและการเปลี่ยนแปลงสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ (electronic properties) ที่ขอบเขตของเกรนซึ่งส่งผลทำให้สภาพต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้นในขณะที่ยุณหภูมิเพิ่มขึ้นในช่วงอุณหภูมิแคบๆ ปรากฏการณ์ PTC เป็นปรากฏการณ์ที่ความต้านทานไฟฟ้าในบริเวณขอบเขตของเกรน (grain boundary region) มีค่าเพิ่มขึ้นแบบเอกซ์โปเนนเชียลตามอุณหภูมิที่อุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคูรี

BaTiO<sub>3</sub> เป็นสารกึ่งตัวนำแบบเฟอร์โรอิเล็กตริก (ferroelectric semiconductor) และแสดงปรากฏการณ์ PTC อุณหภูมิคูรีของ BaTiO<sub>3</sub> มีค่า 120-130 °C ค่า  $\alpha$  สอดคล้องตามสมการ  $\alpha = (1/\rho)(d\rho/dT)$  เมื่อ  $\rho$  เป็นสภาพต้านทานไฟฟ้าของวัสดุและ  $d\rho/dT$  เป็นอัตราการเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานไฟฟ้าต่อหนึ่งหน่วยอุณหภูมิ สารที่ใช้ทำเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC ได้แก่ BaTiO<sub>3</sub>+0.01La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BaTiO<sub>3</sub>+0.01Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BaTiO<sub>3</sub>+0.01Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, BaTiO<sub>3</sub>+0.01Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> และ BaTiO<sub>3</sub>+0.01Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เทอร์มิสเตอร์แบบ PTC สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นหัววัดอุณหภูมิ (temperature sensor) ตัวทำความร้อนอุณหภูมิคงที่ (constant temperature heater หรือ PTC heater) และอุปกรณ์จำกัดกระแสไฟฟ้า (current limiter) [1]

### ได้ทำการตรวจเอกสารจากวารสารวิจัยในต่างประเทศดังต่อไปนี้

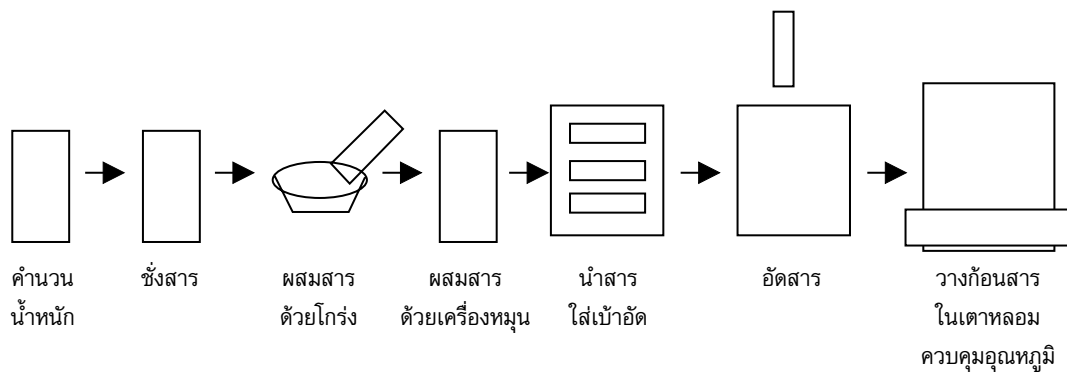
- J. L. Zhang ได้เตรียม  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$  และทดสอบการเก็บและคายประจุไฟฟ้า [3]
- Liqin Zhou ได้เตรียมตัวเก็บประจุแบบหลายชั้น  $Sr_{0.7}Ba_{0.3}TiO_3$  วัดสภาพต้านทานไฟฟ้า ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก และตัวประกอบการสูญเสียที่สัมพันธ์กับความถี่ [4]
- Cheng-Fu Yang ได้เตรียม  $(Ba_{1-x}Sr_x)(Ti_{0.9}Zr_{0.1})O_3$  และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ [5]
- Masalu Miyayama ได้เตรียม  $(Ba_{1-x}Sr_x)(Nb_{0.003}Ti_{0.997})O_3 + 1 \text{ mol\% } TiO_2 + 0.07 \text{ mol\% } MnO$  [6]
- B. M. Wanklyn ได้เตรียม  $Eu_2Ti_2O_7$  วัดสภาพการนำไฟฟ้าและค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ [7]
- Manling BaO ได้เตรียม  $Ba(Ti,Sn)O_3$  วัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและการสูญเสียไดอิเล็กตริก [8]
- S. Kazaoui ได้เตรียม  $Ba(Ti_{0.8}Zr_{0.2})O_3$  วัดความจุไฟฟ้าและตัวประกอบการสูญเสียที่สัมพันธ์กับอุณหภูมิ [9]
- E. Iguchi ได้เตรียม  $(Sr_{1-3x/2}La_x)(Ti_{1-y}Mn_y)O_3$  ทำซ้ำแล้ววัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ [10]
- Kazuhide Abe ได้เตรียมฟิล์มบาง  $(Ba_{0.24}Sr_{0.76})TiO_3$  และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ [11]
- Ho-Gi Kim ได้เตรียมฟิล์มบาง  $BaTiO_3$  โดยการเผาซินเตอร์แบบไมโครเวฟ(microwave sintering) [12]
- P. Padmini ได้เตรียม  $BaTiO_3 + 0.3 \text{ at\% } Nb_2O_5$ ;  $BaTiO_3 + 0.3 \text{ at\% } Nb_2O_5 + 0.2 \text{ at\% } Bi_2O_3$  วัดความสัมพันธ์ระหว่างสภาพต้านทานไฟฟ้าและค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิ [13]
- A.S. Bhalla ได้เตรียม  $Bi_4Ti_3O_{12}$  วัดความหนาและตรวจดูพื้นผิว [14]
- Aldo B. Alles ได้เตรียม  $BaTiO_3$  วัดสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ [15]
- Horng-Yi Chang ได้เตรียม  $(Sr_{0.2}Ba_{0.8})TiO_3$  ทดสอบปรากฏการณ์ PTC และวัดอุณหภูมิคูรี ( $T_c$ ) [16]
- O. Parkash ได้เตรียม  $(Sr_{1-x}La_x)(Sn_{1-x}Co_x)O_3$  วัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ [17]
- W. Zhu ได้เตรียมผง  $BaTiO_3$  และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ [18]
- C. Leach ได้เตรียมเทอร์มิสเตอร์ที่ทำมาจาก  $BaTiO_3$  แล้วศึกษากำแพงความต้านทาน [19]
- N. S. Hari ได้เตรียม n- $BaTiO_3$  ศึกษาปรากฏการณ์ PTC วัดสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ [20]
- A. Ramesh Babu ได้เตรียม  $Ba(Ti_{1-x}Cu_{2x})O_3$  และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ [21]
- N. Yasuda ได้เตรียม  $Ba(Ti_{1-x}Sn_x)O_3$  วัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆและอุณหภูมิคูรี [22]
- Shail Upadhyay ได้เตรียม  $BaSnO_3$  และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่และอุณหภูมิต่างๆ [23]
- D. J. Wang ได้เตรียม  $(Sr,Pb)TiO_3$  วัดสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆและ  $T_c$  แล้วหาค่า  $\alpha$  [24]
- S. Shibagaki ได้เตรียม Ca-doped  $SrTiO_3$  capacitor และวัดค่า  $\alpha$  เหล่านี้เป็นต้น [25]

รายงานฉบับนี้เป็นการเสนอการเตรียมก่อนสาร  $BaTiO_3+0.9ZrO_2$  จากวัสดุเริ่มต้นที่เป็นผง ศึกษาเฟสของสารวัดสมบัติไดอิเล็กตริกของสารในสนามไฟฟ้าสลับก่อนโพลิง เช่น อิมพีแดนซ์ (impedance, Z) ความนำไฟฟ้า (conductance, G) ความจุไฟฟ้า (capacitance, C) ตัวประกอบการสูญเสีย (dissipation factor, D) ตัวประกอบคุณภาพ (quality factor, Q) ทดสอบการกรองแรงดันความถี่สูงผ่านก่อนโพลิง ทดสอบผลของสนามไฟฟ้าแรงสูงที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าและทดสอบเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC หลังโพลิงของเซรามิกส์  $BaTiO_3+0.9ZrO_2$

## 2. วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

### 2.1 การเตรียมสาร $BaTiO_3 + 0.9ZrO_2$ และศึกษาเฟสของสาร

เตรียมก้อนสารโดยวิธีเทคนิคเซรามิกส์มาตรฐาน (standard ceramic techniques) เริ่มจากผง  $BaTiO_3$  และ  $ZrO_2$  ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 คำนวณน้ำหนักจากสูตร  $BaTiO_3 + 0.9ZrO_2$  ชั่งผงของสารด้วยเครื่องชั่งผสมสารด้วยโกร่ง นำผงของสารใส่กระป๋องพลาสติก หมุนผสมสารด้วยเครื่องหมุน หยอดโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ผสมน้ำกลั่น นำผงของสารใส่เบ้าอัด นำเบ้าอัดติดตั้งที่เครื่องอัดสาร (RIIK 25 tons) อัดเป็นก้อน วางไว้วันหนึ่ง แล้วนำก้อนสารวางในเตาหลอม (furnace) ที่ใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (FCR-13A-R/M) และใช้ลวดคู่ควบคุมความร้อนชนิด K (CA) (model JB-35) เผาสองครั้งที่  $1000^{\circ}\text{C}$  และ  $1200^{\circ}\text{C}$  โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$  และอุณหภูมิเย็นไฟ 1 ชั่วโมง ขั้นตอนการเตรียมก้อนสารแสดงในรูปที่ 1 นำก้อนสารที่ผ่านการเผาไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (PW3710) เพื่อดูเฟสของสาร



รูปที่ 1 ขั้นตอนการเตรียมก้อนสาร

### 2.2 การวัดสมบัติของสารในสนามไฟฟ้าสลับ

#### 2.2.1 การวัดสมบัติไดอิเล็กตริกในสนามไฟฟ้าสลับ

วัดความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของสารด้วยไมโครมิเตอร์แล้วใช้เครื่อง LCR Meter (HP 4263B) วัด Z, G, C, D, Q vs f ที่อุณหภูมิห้อง ( $24^{\circ}\text{C}$ ) ความถี่ที่ใช้วัดมี 5 ค่า คือ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz และแรงดันไฟฟ้าของเครื่องที่ส่งไปยังสาร 1,000 mV บันทึกผล

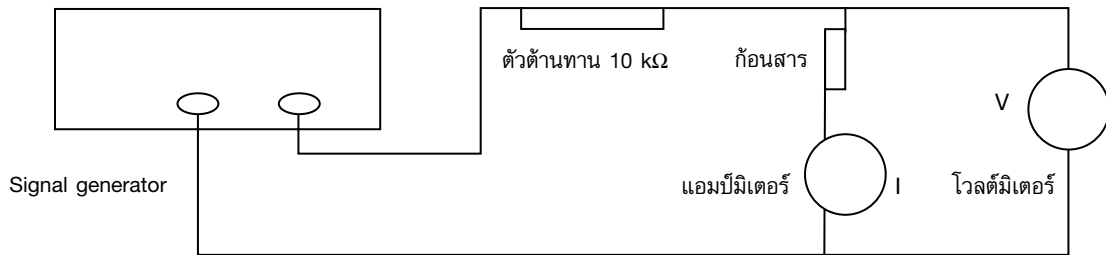
#### 2.2.2 การวัดการตอบสนองต่อแรงดันไฟฟ้าความถี่สูง

##### 2.2.2.1 การวัดอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ในช่วง 1 kHz ถึง 80 kHz

ทำขั้วไฟฟ้าด้วยกาวเงิน กาวเงินที่ใช้ประกอบด้วย 2 หลอด หลอดที่ 1 (part A) ประกอบด้วยส่วนผสม

ของเงิน (silver) อีพอกซีเรซิน (epoxy resin) และโมดิฟายด์อีพอกซีเอสเตอ์ (modified epoxy ester) หลอดที่ 2 (part B) ประกอบด้วยส่วนผสมของเงิน (silver) และโมดิฟายด์อัลฟาติกอะมีน (modified aliphatic amine) นำเงินกับกาวจากหลอดทั้งสองผสมกันด้วยปริมาณที่เท่ากันแล้วทาลงบนผิวหน้าของสารและอบด้วยเตาไฟฟ้าอุณหภูมิ 120 °ซ เป็นเวลา 10 นาที ใช้ลวดของสายโทรศัพท์ต่อขาของอุปกรณ์โดยการบัดกรี

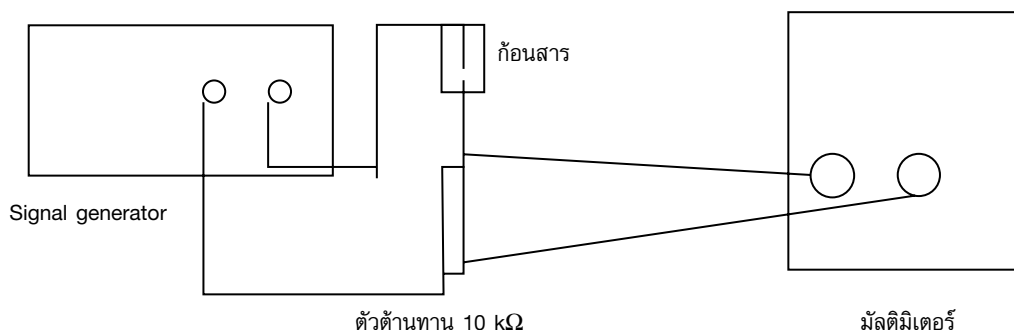
จัดชุดการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2 ปรับแรงดันไฟฟ้าเอาท์พุทของซิกแนลเจนเนอเรเตอร์ (0-5 MHz) เพื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านตัวต้านทาน 10 kΩ และสารที่เตรียมได้ ใช้มัลติมิเตอร์ (Fluke 45 Dual Display Multimeter) วัดกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านสาร (I) และแรงดันไฟฟ้า (V) ที่ตกคร่อมสารในช่วงความถี่ (f) ที่อุณหภูมิห้อง (24 °ซ) คำนวณอิมพีแดนซ์ของสารจากสูตร  $Z = V/I$  บันทึกผลลงในตารางแล้วเขียนกราฟอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ต่างๆ (Z vs f)



รูปที่ 2 การวัดอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ในช่วง 1 kHz ถึง 80 kHz

### 2.2.2.2 การทดสอบการกรองแรงดันความถี่สูงผ่าน

จัดชุดการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3 ปล่อยกระแสไฟฟ้าจากซิกแนลเจนเนอเรเตอร์ (5 kHz) ไหลผ่านสารและตัวต้านทาน 10 kΩ ใช้มัลติมิเตอร์ (Fluke 45 dual display multimeter) วัดแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสารที่ความถี่ในช่วง 20 kHz ถึง 320 kHz ที่อุณหภูมิห้อง (24 °ซ) ไม่ได้ทดลองที่ความถี่ในช่วง 320 kHz ถึง 5 MHz เนื่องจากแรงดันเอาท์พุทของซิกแนลเจนเนอเรเตอร์มีค่าลดลงมาก



รูปที่ 3 การทดสอบการกรองแรงดันความถี่สูงผ่านในช่วงความถี่ 20 kHz ถึง 320 kHz

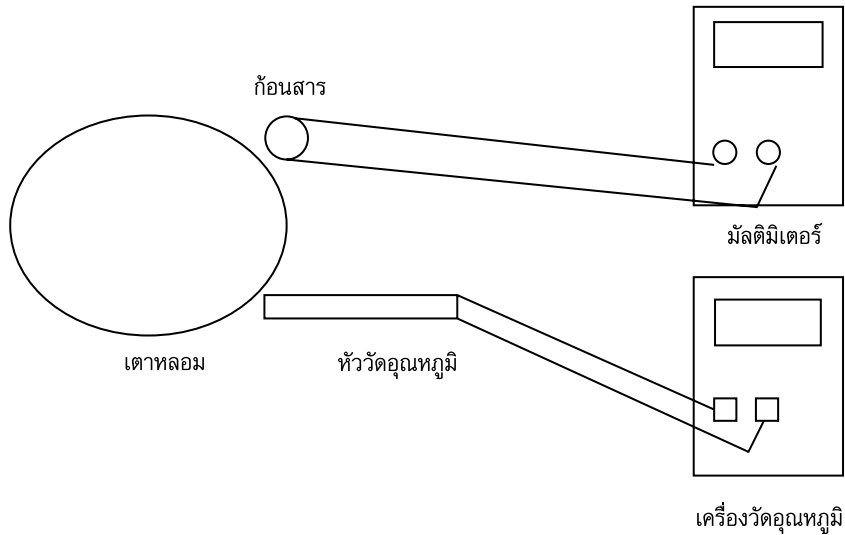
## 2.3 การทดสอบผลของสนามโพลิงที่มีต่อสมบัติของสาร

### 2.3.1 การทดสอบผลของสนามโพลิงที่มีต่อความต้านทานไฟฟ้าของสาร

วัดความต้านทานไฟฟ้า (R) ก่อนได้รับสนามไฟฟ้าแรงสูงหรือสนามโพลิงด้วยมิเตอร์ความต้านทานสูง (HP 4339B) จัดเตรียมแผงวงจรสำหรับโพลิง ทำการโพลิงโดยการป้อนสนามไฟฟ้าโดยใช้แรงดันไฟฟ้าตรง 10,000 V เป็นเวลา 48 วินาที ในน้ำมันไฮดรอลิกซึ่งใส่ในบีดเกอร์ที่อุณหภูมิห้อง (24 °C) การป้อนแรงดันไฟฟ้าเป็นแบบพัลส์ แล้ววัดความต้านทานไฟฟ้า หลังโพลิงด้วยเครื่องมัลติมิเตอร์ (Fluke 45 dual display multimeter) บันทึกผล

### 2.3.2 การทดสอบปรากฏการณ์ PTC หลังโพลิง

ไม่ได้ทดสอบปรากฏการณ์ PTC ก่อนที่สารได้รับสนามไฟฟ้าเนื่องจากความต้านทานไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงตามเวลาในขณะที่อุณหภูมิมีค่าคงที่ จึงทดสอบเฉพาะหลังจากที่สารได้รับสนามไฟฟ้า การทดสอบเริ่มจากใช้ตัวจับพร้อมขาตั้งยึดก่อนสารที่ทำด้วยกาวเงินและผ่านการรับสนามไฟฟ้าแรงสูงมาแล้วและห้ววัดอุณหภูมิให้อยู่เหนือเตาไฟฟ้าประมาณ 4 ซม. สาเหตุที่วางเหนือเตา 4 ซม. เพื่อให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิไม่สูงมากซึ่งสะดวกต่อการวัด วัดความต้านทานไฟฟ้าด้วยเครื่องมัลติมิเตอร์ (Fluke 45 Dual Display Multimeter) และอุณหภูมิ (T) ด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิ (AVD M890C<sup>+</sup>) โดยที่ก่อนสารกับห้ววัดอุณหภูมิอยู่ที่ระดับเดียวกันดังแสดงในรูปที่ 4 หลังจากนั้นให้เพิ่มอุณหภูมิของสารอย่างช้าๆ บันทึกความต้านทานไฟฟ้าและอุณหภูมิลงในตารางแล้วพลอตกราฟ R vs T



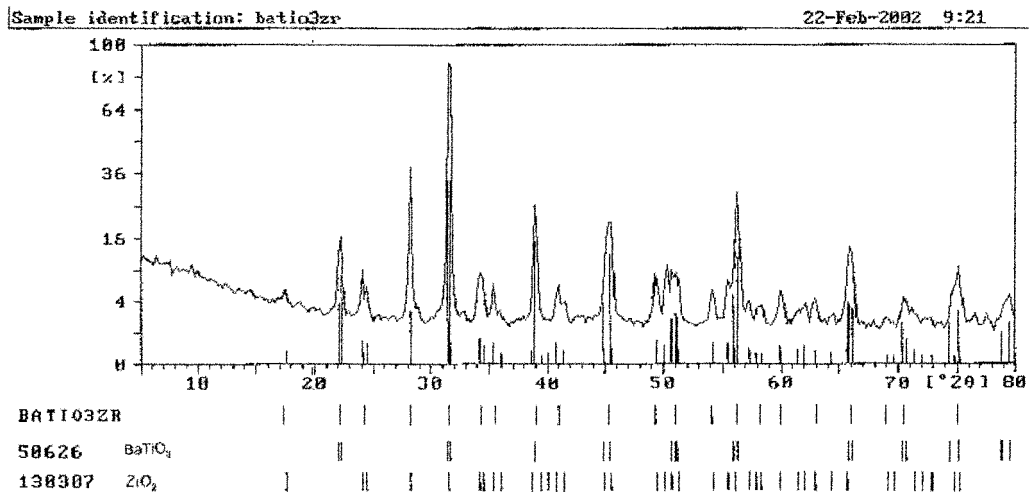
รูปที่ 4 การทดสอบปรากฏการณ์ PTC หลังโพลิง

### 3. ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

#### 3.1 ผลการเตรียมสาร $\text{BaTiO}_3 + 0.9\text{ZrO}_2$ และศึกษาเฟสของสาร

ได้ก้อนสารรูปจานที่มีสีขาวเหลือง การที่ได้นำสารไปเผา 2 ครั้ง ก็เพื่อให้อะตอมเกิดการจัดตำแหน่งอยู่ในสภาวะสมดุลมากขึ้น ภาพถ่าย XRD (X-ray diffraction) แสดงในรูปที่ 5 เฟสของสารที่พบประกอบด้วย  $\text{BaTiO}_3$  และ  $\text{ZrO}_2$  ผสมกันอยู่ สาร  $\text{BaTiO}_3$  ประกอบด้วยระนาบ (001), (101), (111), (002) และ (210) การเรียงตัวของอะตอมอยู่ในระบบเตตระโกนอลและมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอรอฟสไกต์ ส่วนสาร  $\text{ZrO}_2$  ประกอบด้วยระนาบ (100), (011), (-111), (002), (200) และ (021) การเรียงตัวของอะตอมอยู่ในระบบโมโนคลินิก



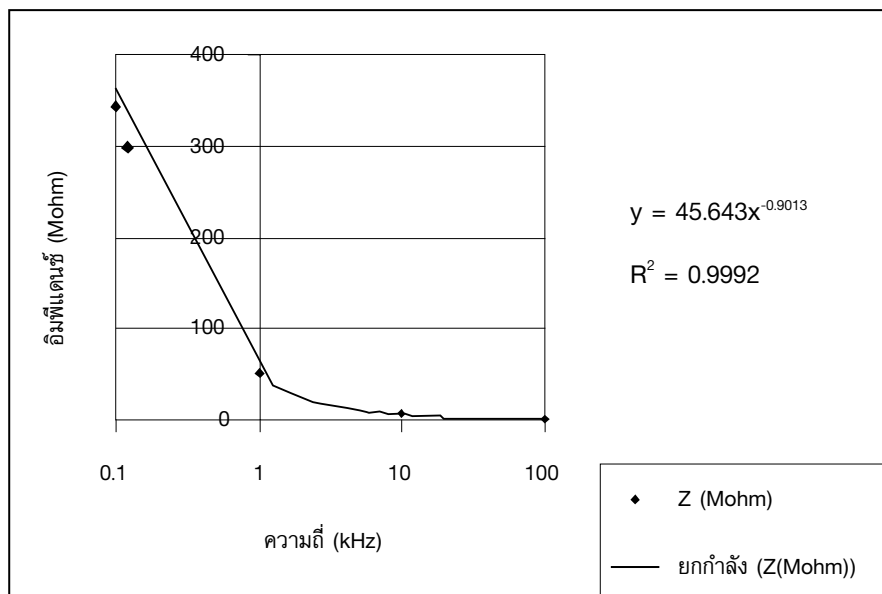


รูปที่ 5 ภาพถ่ายการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสาร BaTi<sub>0.9</sub>Zr<sub>0.1</sub>O<sub>3-x</sub>

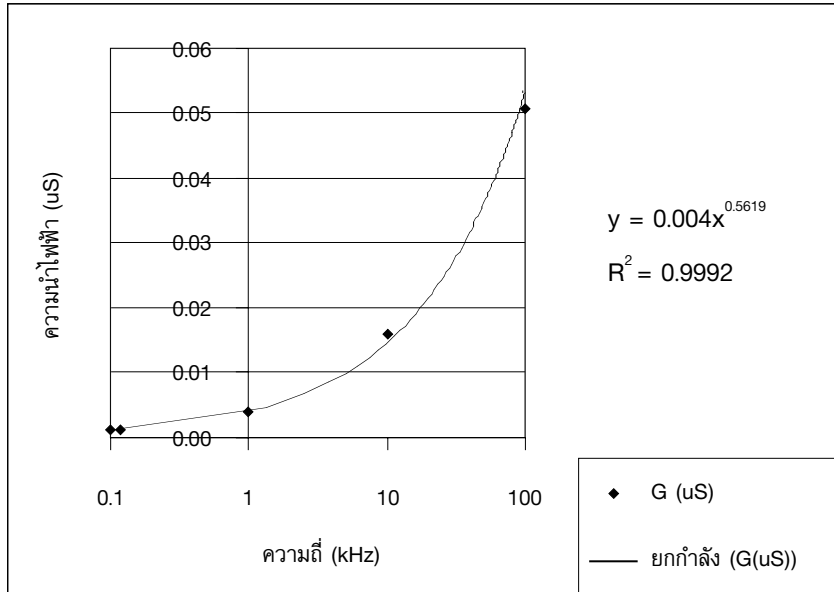
### 3.2 ผลการวัดสมบัติของสารในสนามไฟฟ้าสลับ

#### 3.2.1 ผลการวัดสมบัติไดอิเล็กตริกในสนามไฟฟ้าสลับ

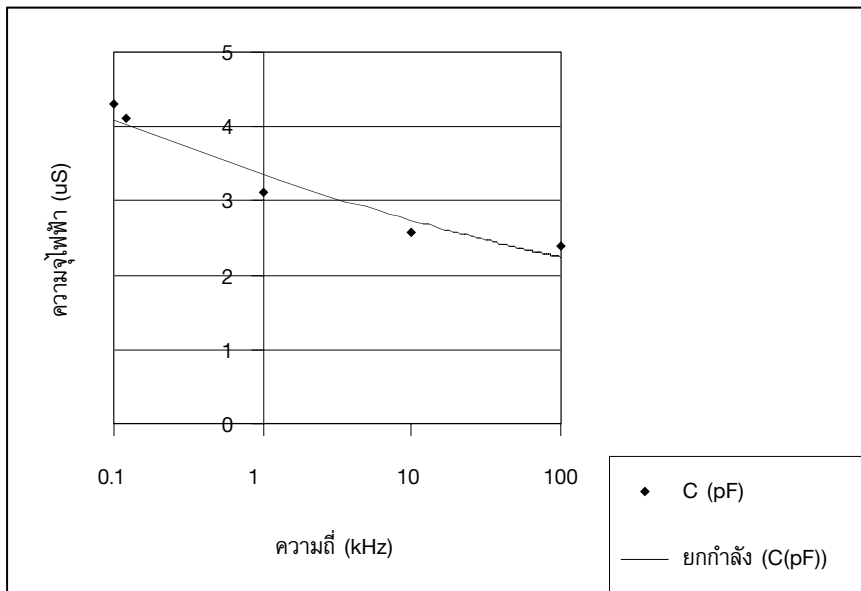
ความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของสารที่วัดได้มีค่า 2.527 มม. และ 13.707 มม. ตามลำดับ เมื่อป้อนแรงดันไฟฟ้าไปยังสาร 1000 mV พบว่าได้กราฟ Z, G, C, D, Q vs f มีลักษณะแสดงดังรูปที่ 6 ถึง 10



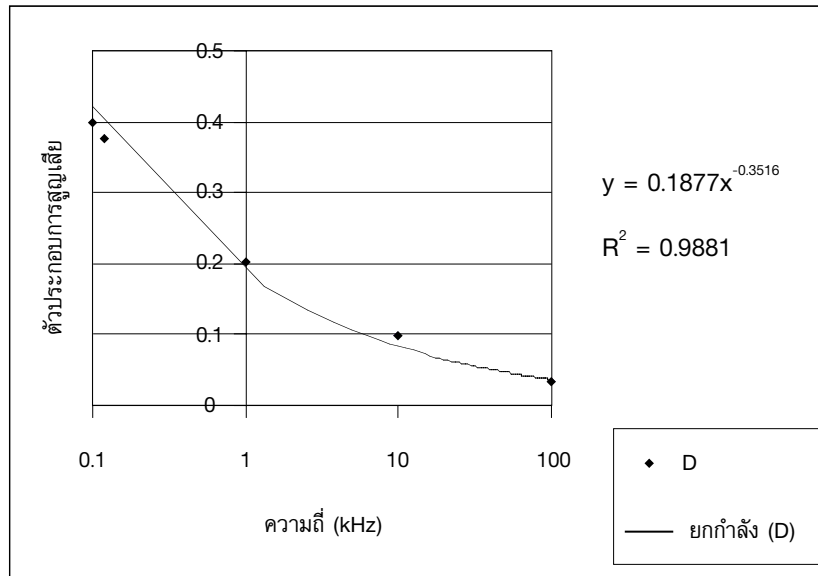
รูปที่ 6 อิมพีแดนซ์ที่ความถี่ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz



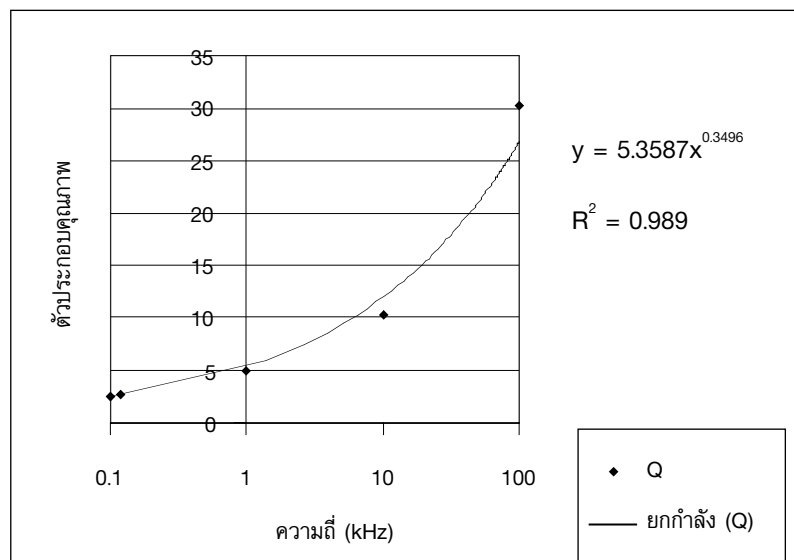
รูปที่ 7 ความนำไฟฟ้าที่ความถี่ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz



รูปที่ 8 ความจุไฟฟ้าที่ความถี่ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz



รูปที่ 9 ตัวประกอบการสูญเสียที่ความถี่ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz



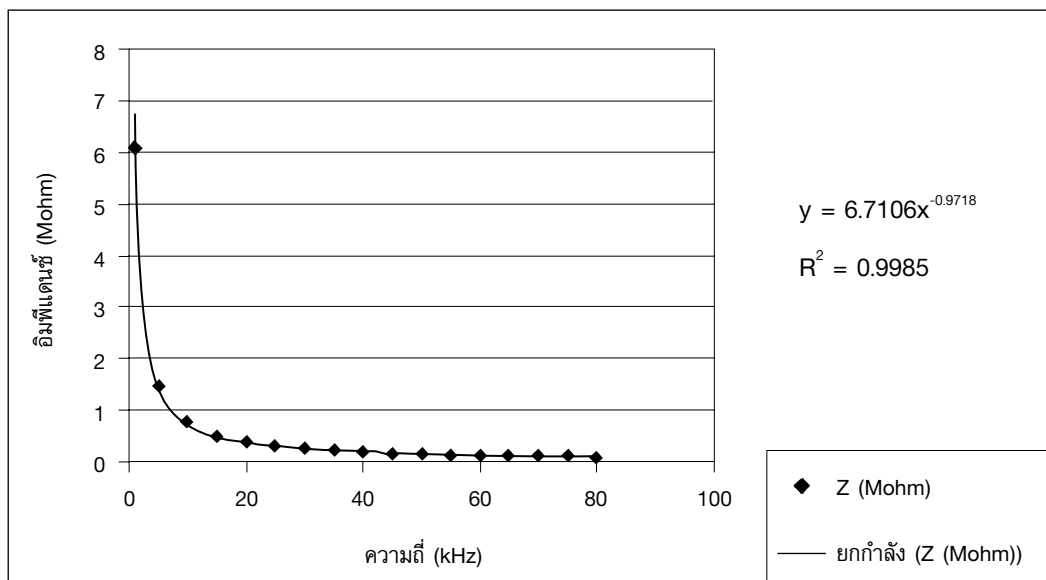
รูปที่ 10 ตัวประกอบคุณภาพที่ความถี่ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz

ผลการวัดที่ความถี่ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz (รูปที่ 6-10) พบว่าเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น อิมพีแดนซ์ ความจุไฟฟ้า และตัวประกอบการสูญเสีย มีค่าลดลง แต่ความนำไฟฟ้าและตัวประกอบคุณภาพมีค่าเพิ่มขึ้น การที่อิมพีแดนซ์ของสารลดลงในขณะที่ความถี่เพิ่มขึ้นเป็นการแสดงให้เห็นว่าสารแสดงสมบัติการกรองแรงดันไฟฟ้าความถี่สูง การที่ความนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นในขณะที่ความถี่เพิ่มขึ้นแสดงว่าสารยอมให้กระแสไฟฟ้าผ่านตัวมันได้มากที่ความถี่สูง ความจุไฟฟ้าของสารที่ความถี่แต่ละค่าสามารถนำไปใช้ออกแบบวงจรในกรณีที่น่าสารไปทำเป็นอุปกรณ์ใช้งานที่ความถี่เหล่านั้น เมื่อพิจารณาที่ความถี่ 100 kHz พบว่าตัวประกอบการสูญเสียมีค่าน้อยและตัวประกอบคุณภาพมีค่ามาก พลังงานไฟฟ้ามีการสูญเสียน้อยที่ความถี่สูง (100 kHz) เป็นการแสดงให้เห็นว่าสารมีแนวโน้มนำไปใช้งานได้ที่ความถี่ย่านนี้ ตัวประกอบคุณภาพใช้พิจารณาคุณภาพของสารที่ความถี่แต่ละค่า สมบัติไดอิเล็กทริกในสนามไฟฟ้าสลับนี้สามารถนำไปใช้ในการออกแบบสำหรับกรณีให้สารอยู่ในวงจรไฟสลับที่ความถี่ต่างๆ กราฟที่แสดงให้แกน f เป็นสเกลลอการิทึม เพื่อให้จุดของข้อมูลที่มีความถี่ 0.1 kHz กับ 0.12 kHz แยกจากกันชัดเจน ส่วนแกน Z, G, C, D และ Q เป็นแกนธรรมดา เพื่อให้กราฟเป็นเส้นโค้ง สามารถพิจารณาการตอบสนองของสารที่มีต่อความถี่ได้

### 3.2.2 ผลการวัดการตอบสนองต่อแรงดันไฟฟ้าความถี่สูง

#### 3.2.2.1 ผลการวัดอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ในช่วง 1 kHz ถึง 80 kHz

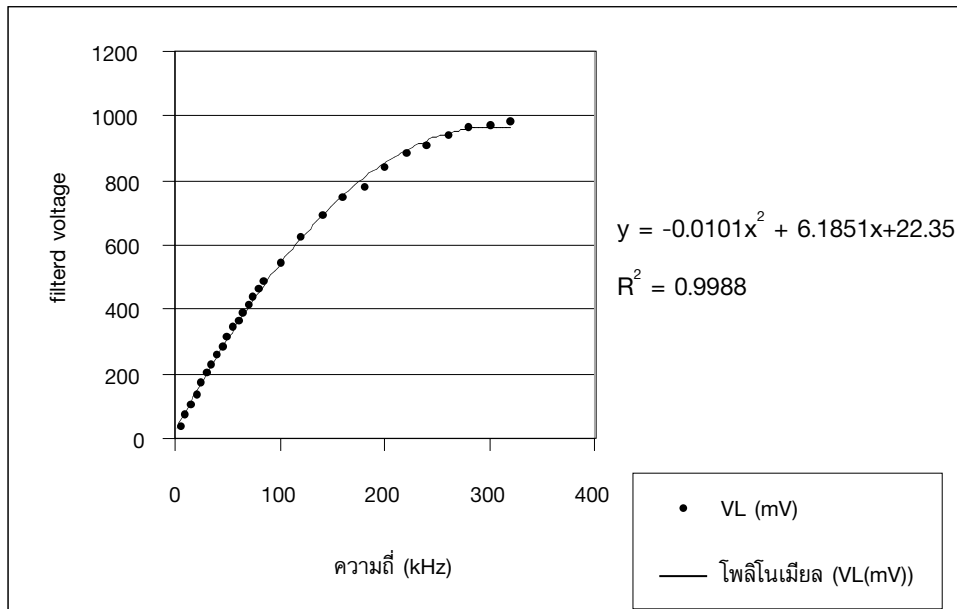
ผลการวัดแสดงในรูปที่ 11 อิมพีแดนซ์มีค่าลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงความถี่ 1 kHz ถึง 20 kHz



รูปที่ 11 อิมพีแดนซ์ในช่วงความถี่ 1 kHz ถึง 80 kHz

### 3.2.2.2 ผลการทดสอบการกรองแรงดันความถี่สูงผ่าน

สารสามารถกรองแรงดันไฟฟ้าที่มีความถี่ในช่วง 200 kHz ถึง 320 kHz ได้ดี แสดงในรูปที่ 12



รูปที่ 12 การกรองแรงดันความถี่สูงผ่านในช่วง 200 kHz ถึง 320 kHz

## 3.3 ผลการทดสอบผลของสนามโพลิงที่มีต่อสมบัติของสาร

### 3.3.1 ผลการทดสอบผลของสนามโพลิงที่มีต่อความต้านทานไฟฟ้าของสาร

ความต้านทานไฟฟ้าก่อนโพลิงและหลังโพลิงมีค่า 11,900 MΩ และ 24.075 kΩ ตามลำดับ ผลของการโพลิงทำให้ความต้านทานไฟฟ้าของสารลดลง 494,288.68 เท่า การทำโพลิงทำให้ความต้านทานไฟฟ้าของสารลดลงเกิดจากการมีโพลาริเซชันค้างในสาร การโพลิงสารที่ใช้สนามไฟฟ้าซึ่งมีค่า 3.96 kV/mm พบว่าทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงดังนี้

#### 1) ก่อนโพลิง

ความต้านทานไฟฟ้าของสารที่วัดได้ขณะอุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิห้อง (24 °C) มีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลา ในลักษณะเดียวกันกับความต้านทานไฟฟ้าของตัวเก็บประจุที่มีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่กำลังเก็บประจุไฟฟ้า ดังนั้นสารแสดงสมบัติเด่นเป็นตัวเก็บประจุ ไม่สามารถทดสอบสมบัติ PTC เนื่องจากความต้านทานไฟฟ้าของสารเพิ่มขึ้นตามเวลาในขณะที่อุณหภูมิคงที่

#### 2) หลังโพลิง

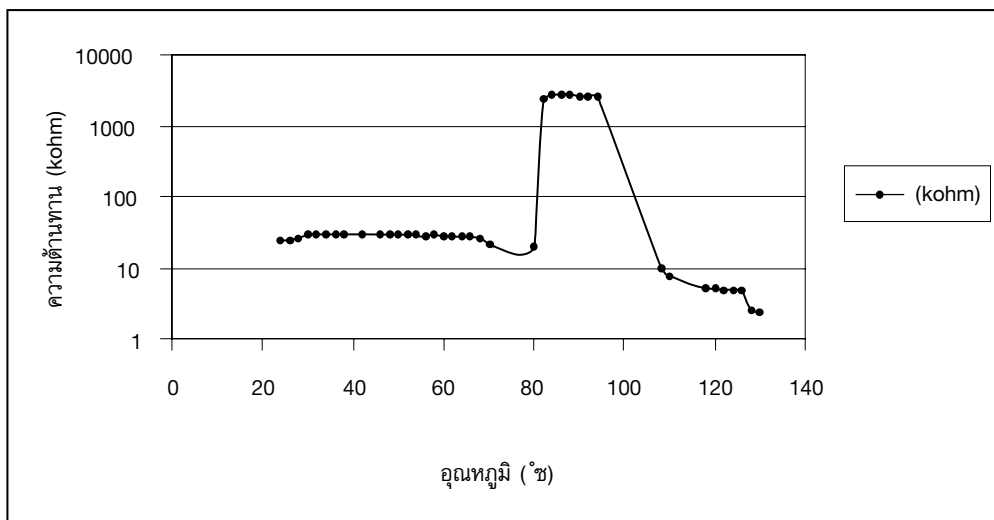
ความต้านทานไฟฟ้าของสารมีค่าคงที่ในขณะที่อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิห้อง ความต้านทานไฟฟ้าลด

ลงมาเป็น 24.075 k $\Omega$  เมื่อเพิ่มอุณหภูมิพบว่าความต้านทานไฟฟ้าของสารเพิ่มขึ้นซึ่งเป็นสมบัติของเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC

### 3.3.2 ผลการทดสอบปรากฏการณ์ PTC หลังโพลิง

ผลการทดสอบแสดงในรูปที่ 13 กล่าวคือ

- ช่วง 24 $^{\circ}$ C ถึง 80 $^{\circ}$ C ความต้านทานเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย
- ช่วง 80 $^{\circ}$ C ถึง 82 $^{\circ}$ C ความต้านทานเพิ่มเร็วมาก (อัตราการเพิ่มขึ้นของความต้านทานมีค่า 1205.39 k $\Omega$ / $^{\circ}$ C) ที่อุณหภูมิ 84 $^{\circ}$ C ความต้านทานมีค่าสูงสุด
- ช่วง 84 $^{\circ}$ C ถึง 90 $^{\circ}$ C ความต้านทานเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย
- ช่วง 90 $^{\circ}$ C ถึง 108 $^{\circ}$ C ความต้านทานลดลงเร็ว (อัตราการลดลงของความต้านทานมีค่า -137.23 k $\Omega$ / $^{\circ}$ C)
- ช่วง 108 $^{\circ}$ C ถึง 130 $^{\circ}$ C ความต้านทานลดลงเล็กน้อย



รูปที่ 13 ผลการทดสอบปรากฏการณ์ PTC หลังโพลิง

เมื่อพิจารณาจากกราฟพบว่าอุณหภูมิคูรีของสาร BaTiO<sub>3</sub>+0.9ZrO<sub>2</sub> มีค่าประมาณ 80 $^{\circ}$ C และจากเอกสารที่รายงาน [1] อุณหภูมิคูรีของ BaTiO<sub>3</sub> มีค่า 120-130 $^{\circ}$ C ผลของตัวเติม 0.9ZrO<sub>2</sub> ทำให้อุณหภูมิคูรีลดลง การเปลี่ยนอุณหภูมิเพื่อวัดความต้านทานไฟฟ้าจะใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิคงที่โดยประมาณ และจากการทดลองพบว่าถ้าวางสารใกล้เตามากเกินไป ความต้านทานของสารจะเปลี่ยนเร็วเกินไปจนบันทึกไม่ทัน ดังนั้นการทดลองนี้จึงได้เลือกวางสารและหัววัดอุณหภูมิที่ความสูงประมาณ 4 ซม. เมื่อพิจารณารายละเอียดจากเอกสาร [2] พบว่าความต้านทานไฟฟ้าในบริเวณขอบเขตของเกรนมีค่าเพิ่มขึ้นแบบเอกโปเนนเชียลตามอุณหภูมิที่อุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคูรี แต่จากผลการทดลองของสารสูตรนี้พบว่าความต้านทานไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วมากในช่วง 80 $^{\circ}$ C ถึง 82 $^{\circ}$ C การ

ที่ความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเกิดจากบริเวณขอบเขตของเกรนจับอิเล็กทรอนิกส์ที่เคลื่อนที่ผ่านทำให้กระแสไฟฟ้าลดลง [2] ความต้านทานไฟฟ้าของสารถึงเพิ่มขึ้น ความต้านทานไฟฟ้าของสารที่มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนถึงค่าสูงสุดแล้วเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยตามด้วยมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 80 °ซ ถึง 108 °ซ นี้ เป็นข้อมูลที่ได้จากการสังเกตเห็นหลายครั้งในห้องทดลอง

#### 4. สรุปผลการวิจัย

ก่อนสารรูปจานที่เตรียมได้มีสีขาวเหลืองโดยมีความหนาและเส้นผ่าศูนย์กลางของสารเท่ากับ 2.527 มม. และ 13.707 มม. ตามลำดับ ภาพถ่าย XRD ชี้บอกว่าก่อนสารประกอบด้วยสาร 2 เฟส ผสมกันอยู่ซึ่งเป็น BaTiO<sub>3</sub> และ ZrO<sub>2</sub> เมื่อวัดโดยใช้แรงดันไฟฟ้าสลับ 1000 mV ที่ความถี่ (f) 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz และ 100 kHz พบว่าค่าอิมพีแดนซ์ (Z) ความนำไฟฟ้า (G) ความจุไฟฟ้า (C) ตัวประกอบการสูญเสีย (D) และตัวประกอบคุณภาพ (Q) มีค่าสอดคล้องตามสมการ  $Z = 45.64f^{-0.9013}$ ;  $G = 0.004f^{0.5619}$ ;  $C = 3.3468f^{0.0872}$ ;  $D = 0.1877f^{-0.3516}$  และ  $Q = 5.3587f^{0.3496}$  โดยที่ Z, G, C และ f มีหน่วยเป็น MΩ, μS, pF และ kHz ตามลำดับ ส่วนค่า D และ Q ไม่มีหน่วย ผลการวัดอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ในช่วง 1 kHz ถึง 80 kHz พบว่ามีค่าสอดคล้องตามสมการ  $Z = 6.7106f^{-0.9718}$  โดยที่ Z และ f มีหน่วยเป็น MΩ และ kHz ตามลำดับ อิมพีแดนซ์มีค่าลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงความถี่ 1 kHz ถึง 20 kHz ผลการทดสอบการกรองแรงดันความถี่สูงผ่านพบว่าแรงดันไฟฟ้าที่สารกรองให้ผ่านได้ดีจะอยู่ในช่วงความถี่ 200 kHz ถึง 320 kHz ส่วนความถี่ในช่วง 320 kHz ถึง 5 MHz ไม่ได้ทดลองเนื่องจากแรงดันเอาต์พุตของซิกแนลเยเนอเรเตอร์มีค่าลดลงมาก แรงดันไฟฟ้าที่ผ่านสารแล้วไปตกคร่อมตัวต้านทานโหลดมีความสัมพันธ์ดังสมการ  $V_L = -0.0101f^2 + 6.1851f + 22.35$  โดยที่ V<sub>L</sub> และ f มีหน่วยเป็น mV และ kHz ตามลำดับ สนามไฟฟ้าโวลติ่งที่ใช้มีค่า 3.96 kV/มม. ความต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังโวลติ่งมีค่า 11,900 MΩ และ 24.075 kΩ ตามลำดับ ผลของการโวลติ่งทำให้ความต้านทานไฟฟ้าของสารลดลง 494,288.68 เท่า และเมื่อวัดปรากฏการณ์ PTC หลังโวลติ่งของสารพบว่าความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มเร็วมากในช่วง 80 °ซ ถึง 82 °ซ โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นของความต้านทานไฟฟ้าเท่ากับ +1205.39 kΩ/°ซ ความต้านทานไฟฟ้าลดลงเร็วในช่วง 90 °ซ ถึง 108 °ซ โดยมีอัตราการลดลงของความต้านทานไฟฟ้าเท่ากับ -137.23 kΩ/°ซ อุณหภูมิคูรีของสารมีค่าประมาณ 80 °ซ นอกจากนั้นก่อนโวลติ่งนั้นสารมีลักษณะเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า หลังโวลติ่งแล้วสารมีลักษณะเป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ PTC สาร BaTiO<sub>3</sub>+0.9ZrO<sub>2</sub> ที่เตรียมได้มีแนวโน้มนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นอุปกรณ์การกรองแรงดันไฟฟ้าความถี่สูงผ่านและสวิตช์ความร้อนได้

#### 5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากโครงการนักศึกษาของภาควิชาฟิสิกส์และทุนทำงานแลกเปลี่ยนของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ ประจำปี 2544-45 งานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องมือและอุปกรณ์จากห้องปฏิบัติการฟิสิกส์วัสดุ หน่วยเครื่องมือกลาง และทุน STDB (2531)

## 6. เอกสารอ้างอิง

1. Buchanan Relva, C., 1991, *Ceramic Materials for Electronics*, Second Edition, Marcel Dekker Inc., New York.
2. Moulson, A. J. and Herbert, J. M., 1990, *Electroceramics*, Chapman & Hall, London.
3. Zhang, J. L., 1992, "Electrical Conduction of  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  Ceramics under d.c. Voltage," *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 11, pp. 294-295.
4. Liqin Zhou, 1992, "Preparation and Properties of  $\text{Sr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{TiO}_3$ -Based Multilayer Boundary-Layer Capacitors," *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 11, pp. 1134-1136.
5. Cheng-Fu Yang., 1992, "Effect of CuO on Sintering and Dielectric Characteristics of  $(\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x)(\text{Ti}_{0.9}\text{Zr}_{0.1})\text{O}_3$ ," *Journal of Materials Science*, Vol. 27, pp. 6573-6578.
6. Miyayama, M., 1992, "Infrared Sensing Properties of Positive Temperature Coefficient Thermistors with Large Temperature Coefficients of Resistivity," *Journal of Materials Science*, Vol. 27, pp. 127-132.
7. Wanklyn, B. M., 1992, "Electrical Transport Properties of  $\text{Eu}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  Single Crystal," *Journal of Material Science*, Vol. 27, pp. 4080- 4084.
8. Manling BaO., 1993, "Study on the Dielectric Properties of  $\text{Ba}(\text{Ti},\text{Sn})\text{O}_3$  Ceramics Prepared from Ultrafine Powder," *Journal of Materials Science*, Vol. 28, pp. 6617-6621.
9. Kazaoui, S., 1993, "Dielectric Relaxation in  $(\text{BaTi}_{0.8}\text{Zr}_{0.2})\text{O}_3$  Ceramics Prepared from Sol-Gel and Solid State Reaction Powders," *Journal of Materials Science*, Vol. 28, pp. 1211-1219.
10. Iguchi, E., 1993, "Dielectric Relaxation in  $\text{SrTiO}_3$  Doped with  $\text{La}_2\text{O}_3$  and  $\text{MnO}_2$  at Low Temperatures," *Journal of Materials Science*, Vol. 28, pp. 5809-5813.
11. Kazuhide Abe, 1994, "Epitaxial Growth and Dielectric Properties of  $\text{Ba}_{0.24}\text{Sr}_{0.76}\text{TiO}_3$  Thin Film," *Journal of Applied Physics*, No. 33, pp. 5297-5300.
12. Ho-Gi Kim., 1994, "Microwave Sintering of  $\text{BaTiO}_3$  Thick Films," *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 13, pp. 806-809.
13. Padmini, P. and Kutty, T. R. N., 1994, "Influence of  $\text{Bi}^{3+}$  Ions in Enhancing the Magnitude of Positive Temperature Coefficients of Resistance in n- $\text{BaTiO}_3$  Ceramics," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 5, pp. 203-209.
14. Bhalla, A. S., 1994, "Surface Morphology of R.F. Sputtered Bismuth Titanate Thin Films," *Journal of Materials Science*, Vol. 29, pp. 4659-4662.



15. Alles, Aldo B., Murphy, Michael W., Symanski, Jesse J., Tremper, Christine L., and Schulze, Walter A., 1995, "Piezoresistivity Modeling of Grain-Boundary Junctions in Positive Temperature Coefficient of Resistivity BaTiO<sub>3</sub>," *Journal of Applied Physics*, Vol. 77, No. 10, pp. 5322-5334.
16. Horng-Yi Chang., Kuo-Shung Liu, and I-Nan Lin, 1995, "Electrical Characteristics of (Sr<sub>0.2</sub>Ba<sub>0.8</sub>)TiO<sub>3</sub> Positive Temperature Coefficient of Resistivity Materials Prepared by Microwave Sintering," *Journal of Applied Physics*, Vol. 78, No. 1, pp. 423-427.
17. Parkash, O., 1996, "Dielectric Properties of Sr<sub>1-x</sub>La<sub>x</sub>Sn<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>O<sub>3</sub> System," *Journal of Materials Science*, Vol 31, pp. 4705-4708.
18. Zhu, W., Wang, C. C., Akbar, S. A., and Asiaie, R. 1997, "Fast-Sintering of Hydrothermally Synthesized BaTiO<sub>3</sub> Powders and Their Dielectric Properties," *Journal of Materials Science*, Vol. 32, No. 16, pp. 4303-4307.
19. Leach, C., Russell, J. D., and Wood, G. I., 1997, "Direct Observation of Resistive Barriers in a BaTiO<sub>3</sub> Based Thermistor," *Journal of Materials Science*, No. 32, No. 17, pp. 4641-4643.
20. Hari, N. S., Padmini, P., and Kutty, T. R. N., 1997, "Complex Impedance Analyses of n-BaTiO<sub>3</sub> Ceramics Showing Positive Temperature Coefficient of Resistance," *Journal of Material : Materials in Electronics*, Vol. 8, pp. 15-22.
21. Ramesh Babu, A. and Prasadarao, A. V., 1997, "Effect of Copper Substitution on the Microstructure and Ferroelectric Properties of Barium titanate," *Journal of Materials Letters*, Vol. 16, pp. 313-315.
22. Yasuda, N., Ohwa, H., and Arai, K., 1997, "Effect of Hydrostatic Pressure in Barium Titanate Stannate Solid Solution Ba(Ti<sub>1-x</sub>Sn<sub>x</sub>)O<sub>3</sub>," *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 16, pp. 1315-1318.
23. Upadhyay, S. and Parkash, O., 1997, "Preparation and Characterization of Barium Stannate BaSnO<sub>3</sub>," *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 16, pp. 1330-1332.
24. Wang, D. J., Gui, Z. L., and Li, L. T., 1997, "Preparation and Electrical Properties of Semiconducting Strontium-lead-titanate PTCR Ceramics," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 8, pp. 271-276.
25. Shibagaki, S., Koga, A., and Tanaka, J., 1997, "Calcium-Doping Effect on Temperature Coefficients of Dielectric Constants in SrTiO<sub>3</sub> Capacitors," *Journal of Materials Science*, Vol. 32, No. 6, pp. 1449-1453.