

**ภาคผนวก ข. รายงานการวิจัยในรูปของโปสเตอร์**  
(report for poster presentation)

11. PTC effect of holmium oxide-copper holmium oxide ceramics before and after poling. (2545)

# ปรากฏการณ์พีทีซีของเซรามิกส์โฮลไมยมออกไซด์-คอปเปอร์โฮลไมยมออกไซด์ ก่อนและหลังโพลิง

PTC effect of  $\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  ceramics before and after poling

องชัย พันธุ์เมธาฤทธิ์ และ กิ่งกานต์ เปาะทอง

ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์วัสดุ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

บทนำ

มีผู้ศึกษาเทอร์มิสเตอร์แบบพีทีซี(PTC thermistor)ซึ่งมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เซรามิกส์เทอร์มิสเตอร์แบบพีทีซี คือ ตัวต้านทานที่มีความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้นในขณะที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้น สารที่ใช้ทำเทอร์มิสเตอร์แบบพีทีซี ได้แก่  $\text{BaTiO}_3$  + ตัวเติม ตัวอย่างงานวิจัยเกี่ยวกับเทอร์มิสเตอร์แบบพีทีซีในต่างประเทศ อาทิเช่น HORNG-YI CHANG ได้เตรียม  $(\text{Sr}_{0.2}\text{Ba}_{0.8})\text{TiO}_3$  ทดสอบสารเพื่อแสดง PTC effect<sup>(3)</sup> และ วัดอุณหภูมิคูรี(Tc) C. LEACH ได้เตรียม  $\text{BaTiO}_3$  based thermistor แล้วศึกษากำแพงความต้านทาน (resistive barriers)<sup>(4)</sup> N. S. HARI ได้เตรียม n- $\text{BaTiO}_3$  ศึกษา PTCR effect และวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ<sup>(2)</sup> A. RAMESH BABU ได้เตรียม  $\text{Ba}(\text{Ti}_{1-x}\text{Cu}_x)\text{O}_3$  และวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่อุณหภูมิต่างๆ<sup>(6)</sup> D. J. WANG ได้เตรียม  $(\text{Sr,Pb})\text{TiO}_3$  และวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ วัดอุณหภูมิคูรี<sup>(7)</sup>

ผู้วิจัยได้พบปรากฏการณ์พีทีซีในสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  โดยบังเอิญในห้องปฏิบัติการและคิดว่ายังไม่ มีใครเคยวัดปรากฏการณ์นี้ในสารนี้มาก่อน จึงมีความสนใจที่จะศึกษาสมบัติของสารโดยเริ่มจากการเตรียมก้อน สารจากวัสดุเริ่มต้นที่เป็นผงแล้วทดสอบปรากฏการณ์พีทีซีในสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3\text{-Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  ก่อนและหลังโพลิง

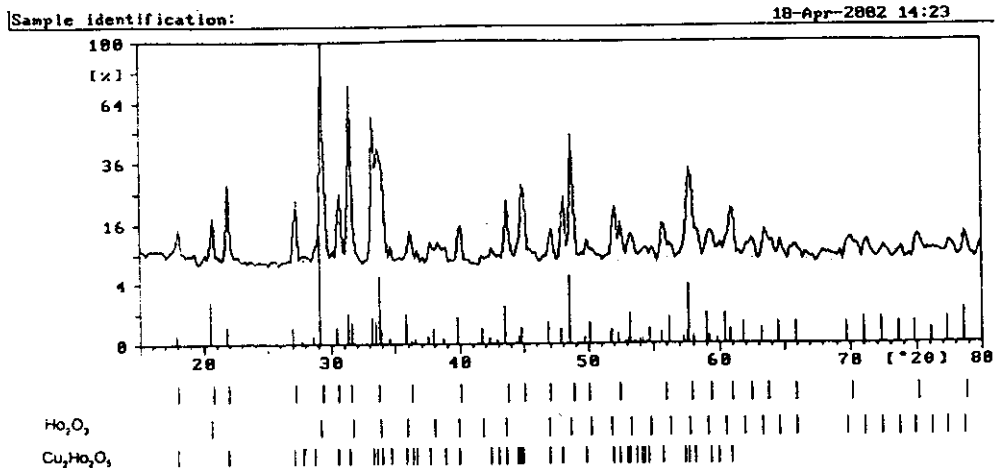
## อุปกรณ์และวิธีการ

เตรียมสารโดยวิธีเทคนิคเซรามิกส์มาตรฐาน เริ่มจากเลือกสูตรของสารที่จะเตรียม เตรียมวัสดุ เริ่มต้นซึ่งเป็นผงที่มีสูตร  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  และ  $\text{CuO}$  และมีความบริสุทธิ์ 95.5 % คำนวณน้ำหนัก ซึ่งผงของสารในอัตรา ส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 นำผงใส่ครกแล้วคนผสม โส้ผงในประป่องพลาสติก หมุนผสมสารด้วยเครื่องหมุน เป็นเวลา 5 นาที หยดพิวเอผสมน้ำกลั่นในครก คนผสมแล้วใส่เบ้าอัด อัดเป็นก้อนด้วยเครื่องอัดด้วยความดัน 420.168 MPa เผาครั้งเดียวที่ 1100 °C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 °C/min และเวลาเผาแช่ 1 h นำก้อนสารที่ผ่านการเผาไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD (X-ray diffraction) เพื่อดูเฟสของสาร

วัดความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของสาร ทำซ้ำด้วยกาเวนซึ่งทำได้ทางเม็วของสารแล้วอบด้วย เตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 10 นาที โพลิงสารโดยใช้แรงดันไฟฟ้า 10,000 Vdc เป็นเวลา 1 min 23 s ที่อุณหภูมิห้อง ทดสอบปรากฏการณ์พีทีซี ก่อนโพลิงในช่วงอุณหภูมิ 27 °C ถึง 74 °C และหลังโพลิงในช่วง อุณหภูมิ 24 °C ถึง 116 °C โดยใช้เตาไฟฟ้าเป็นแหล่งให้ความร้อน ใช้มัลติมิเตอร์วัดความต้านทานไฟฟ้าและ วัดอุณหภูมิของสารด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิ

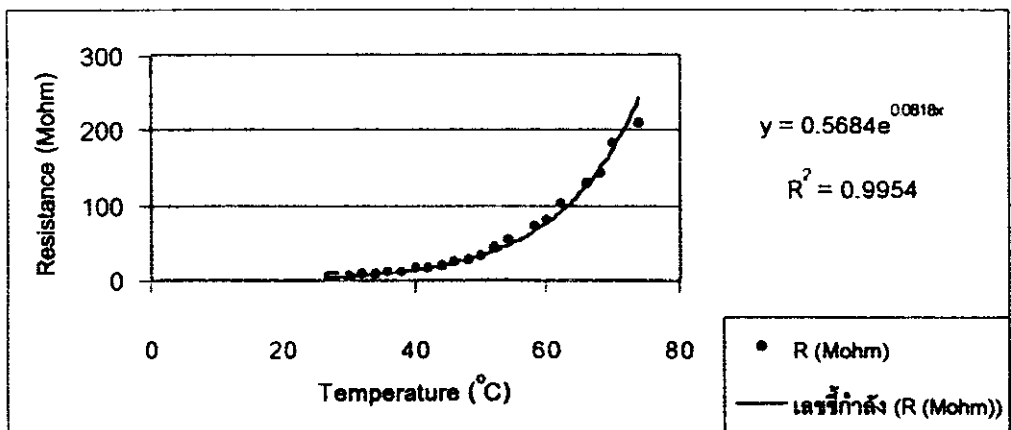
## ผลการทดลองและวิจารณ์

ได้ก่อนสารรูปงานที่มีสีเขียวอ่อน ภาพถ่าย XRD แสดงในรูปที่ 1

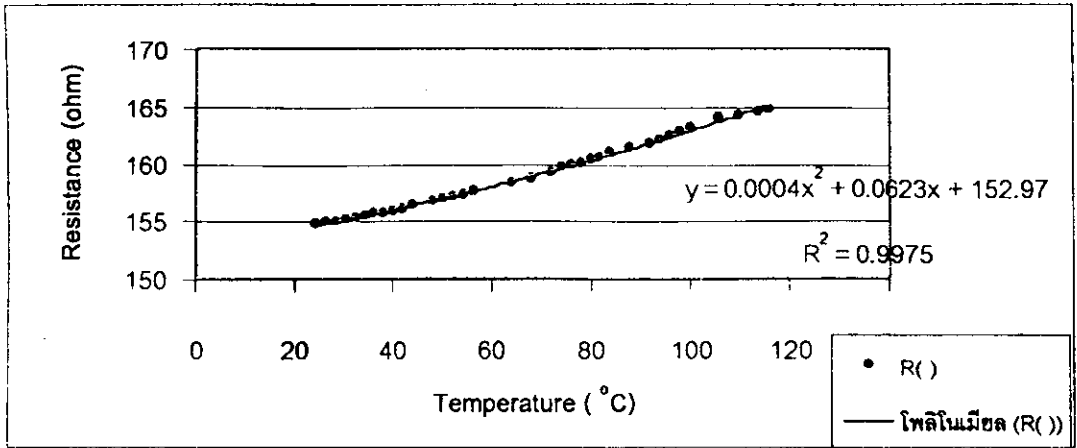


รูปที่ 1. แสดงภาพถ่ายการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ - $\text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$

ความหนาและเส้นผ่าศูนย์กลางของสารที่วัดได้มีค่า 1.95 mm และ 12.324 mm ตามลำดับ ภาพถ่าย XRD พบสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  ผสมกันอยู่ ความต้านทานก่อนโหลงและหลังโหลงที่อุณหภูมิห้อง ( $28^\circ\text{C}$ ) มีค่า  $6.12\text{ M}\Omega$  และ  $155.08\ \Omega$  ตามลำดับ ผลการทดสอบปรากฏการณ์พีซีทีก่อนโหลงและหลังโหลงแสดงดังรูปที่ 2 และรูปที่ 3 ตามลำดับ ปรากฏการณ์พีซีทีที่พบในสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ - $\text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  มีลักษณะเดียวกันกับที่พบใน  $\text{BaTiO}_3$  ความต้านทานไฟฟ้าของสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ - $\text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  แบบพีซีทีที่มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในขณะที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นน่าจะเกิดจากผลของการเปลี่ยนแปลงสมบัติอิเล็กทรอนิกส์ (electronic properties) ที่ขอบเขตของเกรน<sup>(5)</sup> ในลักษณะเดียวกันกับที่พบใน  $\text{BaTiO}_3$



รูปที่ 2. แสดงผลการทดสอบปรากฏการณ์พีซีทีก่อนโหลงที่เกิดขึ้นในสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ - $\text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$



รูปที่ 3. แสดงผลการทดสอบปรากฏการณ์พีทีซีหลังโพลิงที่เกิดขึ้นในสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3 - \text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$

### สรุปผลการทดลอง

สาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3 - \text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  เป็นเซรามิกส์ผสมที่มีสองโครงสร้างและมีสีเขียวอ่อน การโพลิงมีผลต่อความต้านทานไฟฟ้าของสาร สนามโพลิงที่ใช้ 5.128 kV/mm สามารถทำให้ความต้านทานไฟฟ้าของสารที่อุณหภูมิห้อง (28 °C) มีค่าลดลงจาก 6.12 MΩ ไปเป็น 155.08 Ω สารแสดงสมบัติพีทีซี (PTC property) ก่อนและหลังโพลิง ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้า (R) กับอุณหภูมิ (T) ก่อนและหลังโพลิงมีค่า  $R = 0.5684\exp(0.0818T)$  และ  $R = 0.0004T^2 + 0.0623T + 152.97$  ตามลำดับ ปรากฏการณ์พีทีซีที่พบในสาร  $\text{Ho}_2\text{O}_3 - \text{Cu}_2\text{Ho}_2\text{O}_5$  มีแนวโน้มนำไปประยุกต์เป็นหัววัดอุณหภูมิและอุปกรณ์จำกัดกระแสไฟฟ้าซึ่งจะทำการทดลองต่อไปในอนาคต

### กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากโครงการนักศึกษาระดับปริญญาโทของภาควิชาฟิสิกส์และทุนทำงานแลกเปลี่ยนของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ ประจำปี 2544-45 งานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องมือและอุปกรณ์จากห้องปฏิบัติการฟิสิกส์วัสดุ หน่วยเครื่องมือกลาง และเครื่องมือจากทุน STDB ปี 2531

### เอกสารอ้างอิง

1. Buchanan Relva, C., Ceramic materials for electronics, second edition, Marcel Dekker Inc., New York, 1991.
2. N.S. HARI, J. Mater. Sci. : Mater. in Elec., 8, pp15-22, 1997.
3. HORNG-YI CHANG., J. Appl. Phys., 78 (1), pp423-427, 1995.
4. C. LEACH, J. Mater. Sci., 32, pp4641-4643, 1997.
5. A.J. Moulson and J.M. Herbert, Electroceramics, Chapman & Hall, London., 1990.
6. A. RAMESH BABU, J. Mater. Sci. Lett., 1997, 16, pp313-315, 1997.
7. D.J. WANG, J. Mater. Sci. : Mater. in Elec., 8, pp271-276, 1997.

12. การเตรียมวัสดุ  $\text{SnO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  ,  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  และ  $\text{ZnO} + 0.1\text{Ag}_2\text{O}$  และ  
การประยุกต์ใช้สำหรับการควบคุมอุณหภูมิ การรับรู้การหมุนและการ  
ทดสอบปรากฏการณ์ฮอลล์ (2547)

# Fabrication of the $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ and $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ materials and their application for temperature control, rotation sense and Hall effect test

**Thongchai Panmatarith\***, Chiraporn Sriprom\*, Nanthida Sutthirawuth\*\*, Preeyanan Thepnuan\* and Sirirat Rugwech\*  
Department of Physics, Materials Science Field\*\*, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat Yai 90112  
Phone 01-9693081, E-Mail : pthongch@ratree.psu.ac.th

## Abstract

This paper examines the fabrication and some application of selected oxide materials in computer interfaced measurement devices. The  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  material could be used for temperature measurement and control at 24-200 °C. The  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  was magnetically induced with a self constructed magnetic field generator to produce a magnet which could be use as a rotation sensor. The magnetic field of a commercial permanent magnet measured by the self constructed apparatus was found to be  $8.66 \times 10^{-2}$  Wb/m<sup>2</sup>. The Hall effect in  $(\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O})$  material was examined. The measured Hall voltage ( $V_H$ ) is about  $3.31 \times 10^{-3}$  V, the calculated electric carrier concentration is about  $2.8 \times 10^{17}$  electrons/m<sup>3</sup> and Hall coefficient ( $R_H$ ) is about 21.62. In each case fabricated ceramics have been characterized by phase analysis using XRD.

**Key word** : temperature sensor, rotation sensor, Hall effect

## 1. Introduction

In recent years progress has been in the field of physical sensors.  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  material behaves as a negative temperature coefficient (NTC) thermistor enabling its use for temperature measurement sensor (1-5).  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  is a ferromagnetic material which can be used as permanent magnet and rotation sensor (6,7). The combination of  $(\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O})$  is a varistor which can be used as electrical carrier with Hall effect. The aim of this study was to prepare samples of each of these oxide materials by standard ceramic pressing techniques and to examine the application of :

- : NTC effect in  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  in temperature control
- :  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  as a magnetic material for rotation sensor
- : The Hall effect  $(\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O})$

## 2. Experimental procedures

### 2.1 Sample fabrication, phase identification and electroding for $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ and $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$

Mixtures of  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ,  $(\text{CoO}+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  and  $(\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O})$  were weighed. Each powder mixture was mixed with polyvinyl alcohol (PVA) and distilled water as a binder and was then mechanically pressed into small discs. Samples were fired at 1100 °C for 1 h with a heating rate of 5 °C/min in air. After complete firing, the furnace (HEYTECH 25P) was closed and the sample removed from furnace after cooling to room temperature. Phase identification of the ceramics was carried out by X-ray powder diffraction (XRD), using a Philips PW3710 diffractometer with Cu K $\alpha$  radiation. The size of each sample disc was measured with a micrometer. Before use in measurement, the samples were electrodes with fired-on silver paste (120 °C for 10 min) to produce ohmic contact.

### 2.2 Application of $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ for temperature measurement and control

Resistance-temperature (R-T) characteristics of the sample was measured with multimeter (Fluke45), temperature apparatus (Union 305) and K-type thermocouple. The temperature measurement and control system designed and constructed for this experiment is shown in Fig.1. The system is a closed-loop control and composed of the prepared  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  sample, the interfacing circuit, ET-PC8255 Card and computer for automatic data acquisition and analysis over the temperature range 25 °C to 100 °C. The prepared  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  sample in series with a resistor was used as the temperature sensor. This system was operated using Turbo Pascal Program for controlling the output data via port A and input data via port B.

The sample was tested for temperature measurement by calibration with commercial temperature apparatus. The data acquisition system recorded the temperature measured with commercial apparatus and the voltage drop across the resistor as the sample temperature. The equation for the temperature versus voltage relation was determined. Computer reads and displays the temperature by using this equation. For temperature control, the low voltage (6V) relay switch was opened and closed and solid state relay will on-off control the electrical power applying to the electric furnace for temperature from 25 to 200 °C. This system can control the temperature at a constant value at a setting temperature.

### 2.3 Application of $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ for rotation sensor

The high magnetic field generator was designed and constructed in this laboratory for magnetization of the prepared sample. The used coil voltage was 53 V at coil current 4 A. The sample became permanent magnet after performing magnetic induction. Details of the experimental setup for microcomputer-based rotation measurement using I/O interface is shown in Fig. 2. The movement of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  magnet through the relay coil causes the electrical voltage according to Faraday law. This voltage was amplified with Op amp and sent to ADC 0809 for analog to digital conversion, 74LS244 for buffering, ET-PC8255 Card and computer. After writing the operating program, rotation radius (r) was measured and the rotation frequency vs electric voltage relation (f vs AV) was measured for calibration. Then, the  $f=f_n(\text{AV})$  was included in the program. When the computer was run, it can measure and display the rotation frequency. As a result, angular frequency ( $\omega$ ) and linear velocity (v) were calculated and displayed on the TV monitor screen.

### 2.4 Electrical carrier measurement of $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$

The experimental interfacing circuit for magnetic field measurement was designed and constructed as in Fig. 2. Faraday law was used for magnetic field measurement of commercial permanent magnet from the equation,  $B=V_E/L(2\pi fr)$ . The radius of relay coil (r), the length of the relay coil wire (L), relay coil resistance (R), rotation frequency (f) and self induced electromotive force ( $V_E$ ) were measured. This magnetic field (B) was calculated and displayed by computer. This magnetic bar can be used to study the Hall effect. Hall-effect principle says that when a magnet is placed perpendicular to one face of a current-carrying conductor, a voltage will appear at the opposite sides of the conductor. The generated voltage is proportional to the current flowing through the conductor and the flux density of the magnetic field. The Hall effect experiment was performed with a d.c. power supply, multimeter (Fluke 45 and Fluke 87) and self constructed electromagnet as shown in Fig 3. The electric current (I) through the  $(\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O})$  sample was measured, the magnetic field direction was perpendicular to this current. The Hall voltage ( $V_H$ ) were measured. Hall coefficient ( $R_H$ ) and the electrical carrier concentration (n) were then calculated using the equation,  $R_H = tV_H/I_x B_z$  and  $n = I_x B_z / etV_H$

## 3. Results

### 3.1 Sample fabrication, phase identification and electroding for $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ and $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ results

The three samples were hard and brittle.  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ,  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  and  $(\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O})$  were coloured brown, black and white-yellow, respectively. The XRD patterns of the starting materials  $(\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3)$  showed  $\text{SnO}_2$  and  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  phases. This sample was two phase. The XRD patterns of the starting

materials ( $\text{CoO}+\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) showed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  phase. This sample was single phase. The XRD patterns of the starting materials ( $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ ) showed ZnO and Ag phases. This sample was two phase.

### 3.2 Application of $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ for temperature measurement and control result

The resistance of the sample decreases as temperature increases. The comparison between true temperature ( $T_{\text{true}}$ ) and measured temperature ( $T_{\text{measure}}$ ) over the temperature range 25 °C to 100 °C was recorded. The ( $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) prepared sample can be used as temperature sensor over the temperature range 25 °C to 100 °C with computer display of results. The difference between true temperature from commercial apparatus and measured temperature from the results trial temperature sensor was about 6%. Example for temperature control in this experiment such as when the setting temperature was 180°C, computer can control and display temperature of the oven at 176.6 °C. The result is the low-cost microcomputer oven controller. So, this sample can be used as temperature measurement and control in research laboratory.

### 3.3 Application of $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ for rotation sensor result

This self constructed high magnetic field can induce this  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  sample for making the magnet. Application of magnetic field increases the magnetization of the sample. The measured rotation radius ( $r$ ) = 0.016 m. The relation between rotation frequency and electric voltage ( $f$  vs  $AV$ ) from computer corresponds to  $f = 1.2601(AV)(AV)^2 + 9.721(AV)$ . The example that was measured with computer such as, linear frequency ( $f$ ) = 49.64 Hz, angular frequency ( $\omega$ ) =  $2\pi f = 312.03$  rad/s and linear velocity ( $v$ ) =  $\omega r = 4.99$  m/s

### 3.4 Electrical carrier measurement of $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ result

The measured magnetic field ( $B$ ) of this commercial permanent magnet was about  $8.66 \times 10^{-2}$  Wb/m<sup>2</sup>. Electric carrier ( $n$ ) of ( $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ ) was about  $2.8 \times 10^{17}$  /m<sup>3</sup> and Hall coefficient ( $R_H$ ) was about 21.62.

## 4. Discussion and conclusion

The ( $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ ),  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  and ( $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ ) samples were fabricated using a standard ceramic technique, heat of firing causes the diffusion of the atom forming the sample phase. PVA was loss during firing. The samples sizes were decreased after firing because of water and humidity losses from heat.

The ( $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sample responded to change in temperature and exhibits the NTC effect. The electrical conductivity of this sample increases with increasing temperature. The NTC effect is believed to be associated with the energy band structure. When the sample was heated, valence electron was removed to conduction band. The electric current from electron-hole pairs cause the decreasing of the resistance. The ( $\text{SnO}_2+\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) is sensitive to temperature. The resistance-temperature characteristics were investigated to study the application for temperature sensors. The self constructed

computer interfacing 's temperature measurement and control apparatus is low cost and suitable for laboratory scale work in temperature field.

The  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  sample behaves as a ferromagnetic material because it had remanent magnetization after induction with high magnetic field. The magnetic properties of the samples are related to the magnetic moment orientation at the unit cell. This magnet is similar to  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (6) and  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (7). This prepared ceramic magnet can be used as permanent magnet for physics student and other persons. The effect of magnetic bar rotation on the electricity generation which was observed can be used as rotation sensor. This is low cost rotation sensor for measuring linear frequency, angular frequency and linear velocity. The rotational speed of the ceramic rotor can be used as an indication of fluid flow rate in the future.

The ( $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ ) sample is varistor and semiconducting ceramics. The magnetic fields are distributed spatially around magnetic bar as lines of forces. The self constructed magnetic field measurement system that detects the strength of magnetic fields is used in Hall effect test and is an inexpensive apparatus. The Hall effect was studied successfully in ( $\text{ZnO}+0.1\text{Ag}_2\text{O}$ ) sample because the carrier of sample can easy moving.

## Acknowledgement

We gratefully acknowledge from Prince of Songkla University (PSU) and The National Research Council of Thailand (nrct) for financial supporting this research work.

## References

1. Adalbert Feltz. Spinel forming ceramics of the system  $\text{Fe}_x\text{Ni}_y\text{Mn}_{1-x-y}\text{O}_4$  for high temperature NTC thermistor applications, *Journal of European Ceramic Society.*, 20, 2000, 2353-2366.
2. Lawton, K.M. A high-stability air temperature control system, *Precision Engineering.*, 24, 2000, 74-182.
3. Jansak, L. Capacitance temperature sensor for the liquid nitrogen region, *Cryogenics.*, 41, 2001, 607-608.
4. Reznikov, Y. A. Programmable temperature control in an electric furnace for laboratory coking based on a microprocessor controller, *Fuel and Energy Abstracts.*, 38, 1997, 219.
5. Kaliyugavaraden, S. Microcontroller-based programmable temperature controller, *IECON Preceedings (industrial Electronics Conference).*, 1, 1997, 155-158.
6. Pullar, R.C., Novel aqueous sol-gel preparation and characterization of barium M ferrite,  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  fibres, *J. Mater. Sci.*, 32, 1997, 349-352, 365-368.
7. Elwin, G. Self propagating high-temperature synthesis of  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  from reactions of strontium superoxide, iron metal and iron oxide powders, *J. Mater. Sci. Lett.*, 16, 1997, 1237-1239.

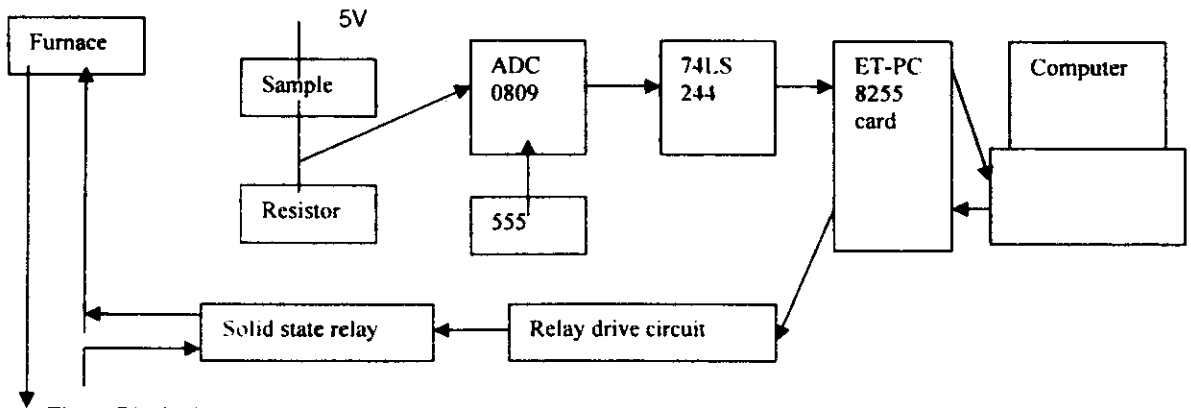


Fig. 1 Block diagram of experimental apparatus for temperature measurement and control using  $(\text{SnO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$  as temperature sensor.

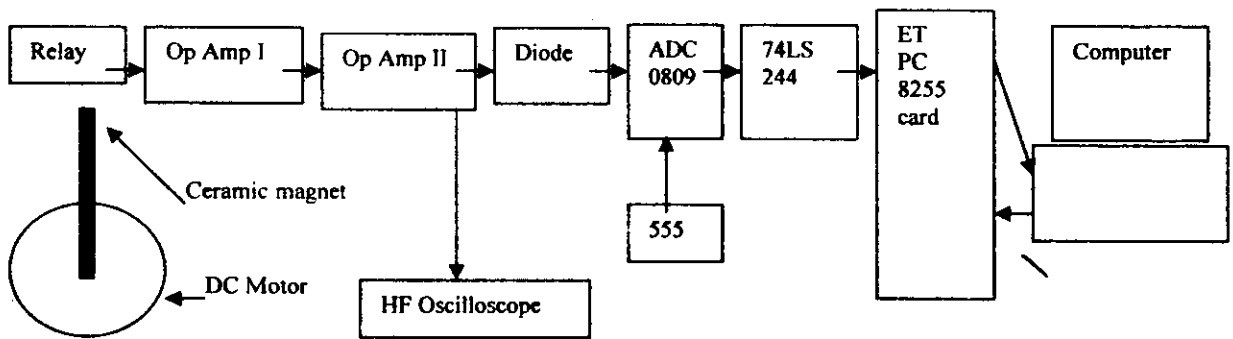


Fig. 2 Block diagram of computer interfacing for rotational test.

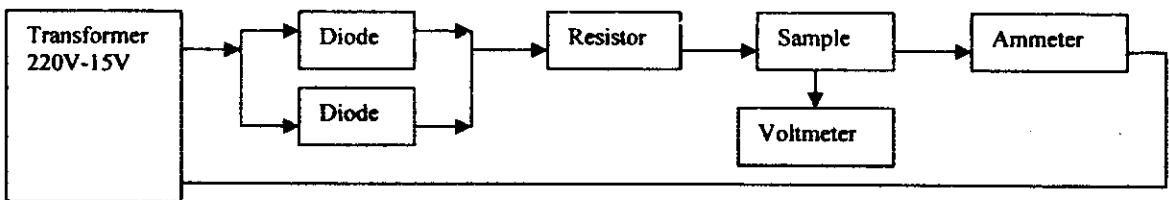


Fig. 3 Experimental setup for Hall effect.

```

Program Rotation_Sensor_With-CoFe2O4_Magnet;
uses crt;
var i, DV : integer;
    AV, f : real;
const PA    = $0304;
    Pcontrol = $0307;
begin
  clrscr;
  gotoxy(25,2); writeln('ROTATION TEST');
  gotoxy(25,3); writeln('#####');
  gotoxy(30,8); writeln(' "Thongchai Panmatarith" ');
  port[Pcontrol] := $90;
  r := 0.016;
  for l := 1 to 9999 do
  begin
    DV := port[PA];

```

```

    gotoxy(27,12); writeln('Digital Voltage (DV) = ', DV:3);
    AV := (5/255)*DV;
    gotoxy(25,14); writeln('Analog Voltage = ', AV:3:2, 'V');
    f := 1.5447*AV - 1.6855;
    gotoxy(23,20); writeln('linear frequency (f) = ', f:3:2);
    gotoxy(54,20); writeln('Hz');
    w := 2*pi*f;
    gotoxy(23,20); writeln('angular frequency (w) = ', w:3:2);
    gotoxy(54,20); writeln('rad/s');
    v := w*r;
    gotoxy(23,20); writeln('linear velocity (v) = ', v:3:2);
    gotoxy(54,20); writeln('m/s');
    delay(400);
  end;
end.

```



13. การเตรียมและทดสอบสมบัติเอินทิซีของ  $Mn_xNi_yFe_2O_4$  เพื่อประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอุณหภูมิ (2547)

## ภาคผนวกที่ 1

# การเตรียมและทดสอบสมบัติเอ็นทีซีของ $Mn_xNi_yFe_2O_4$ เพื่อประยุกต์ใช้เป็น หัววัดอุณหภูมิ

## Sample Preparation and NTC Property Testing of $Mn_xNi_yFe_2O_4$ for Temperature sensor

ธงชัย พันธุ์เมธาฤทธิ์ และ วาสนา ทรัพย์มาก

ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์วัสดุ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ หาดใหญ่ สงขลา

### บทคัดย่อ

ได้เตรียมสารตัวอย่างรูปจานที่มีสูตรของส่วนผสมเป็น  $Mn_{0.2}Ni_{0.8}Fe_2O_4$ ,  $Mn_{0.5}Ni_{0.5}Fe_2O_4$  และ  $Mn_{0.8}Ni_{0.2}Fe_2O_4$  โดยวิธีเซรามิกส์มาตรฐานโดยการเผา 2 ครั้ง ที่  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  และ  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ตามลำดับ วัดสมบัติเชิงฟิสิกส์ ได้แก่ เสถียรภาพทางไฟฟ้าและปรากฏการณ์เอ็นทีซี ได้สร้างระบบการวัดความต้านทานไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิด้วยคอมพิวเตอร์สำหรับทดสอบปรากฏการณ์เอ็นทีซี ค่าสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานที่เป็นลบของสารตัวอย่างทั้ง 3 สูตรในช่วงอุณหภูมิ  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  ถึง  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  ที่คำนวณได้ มีค่าเป็น  $-0.0145\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $-0.0136\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ , และ  $-0.0100\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  ตามลำดับ สาร  $Mn_{0.2}Ni_{0.8}Fe_2O_4$  มีความไวต่อการตอบสนองอุณหภูมิมากที่สุด ได้ทดสอบนำไปประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอุณหภูมิโดยใช้ระบบการวัดอุณหภูมิที่เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ที่สร้างขึ้นเองโดยใช้สารที่เตรียมได้เป็นหัววัด ปรากฏว่าสามารถวัดอุณหภูมิได้ในช่วง  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  ถึง  $170\text{ }^{\circ}\text{C}$

### บทนำ

ในปี 1833 ฟาราเดย์ (Faraday) ได้ค้นพบและรายงานเกี่ยวกับพฤติกรรมกึ่งการนำไฟฟ้า (semiconducting behaviour) ของ  $Ag_2S$  หัววัดอุณหภูมิ (temperature sensor) ที่ทำมาจากเซรามิกส์ (ceramics) เริ่มใช้ในทางการค้าในปี 1940 และมีการผลิตเป็นอุตสาหกรรมกันอย่างกว้างขวางในระหว่างปี 1950-1960 (Buchanan, 1991)

เทอร์มิสเตอร์ (thermistor) คือ อุปกรณ์สารกึ่งตัวนำ (semiconductor device) ที่นิยมนำมาใช้เป็นหัววัดอุณหภูมิ เนื่องจากคุณสมบัติของค่าความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงในขณะอุณหภูมิเปลี่ยน เทอร์มิสเตอร์เป็นตัวต้านทานที่ไวต่อความร้อน (thermally sensitive resistor) ซึ่งมีชื่อย่อเป็น TSR เทอร์มิสเตอร์มี 2 ประเภท คือ แบบ PTC (positive temperature of coefficient) และ NTC (negative temperature of coefficient) เทอร์มิสเตอร์ที่จะศึกษานี้เป็นแบบ NTC ค่า NTCR ของเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC นี้มีค่ามาก NTCR ซึ่งย่อมาจากสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานที่เป็นลบ (negative temperature coefficient of resistance,  $\alpha$ ) เป็นค่าที่กำหนดความไวต่อการตอบสนองต่ออุณหภูมิของเทอร์มิสเตอร์ (Moulson และ Herbert, 1990) สาเหตุที่ค่าความต้านทานไฟฟ้า (resistivity) ของเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC มีค่าลดลงในขณะอุณหภูมิเพิ่มขึ้นเกี่ยวข้องกับโครงสร้างของแถบพลังงาน (energy band structure) อิเล็กตรอน (electron) ย้ายจากแถบวาเลนซ์ (valence band) ไปยังแถบการนำ (conduction band) ทำให้แถบวาเลนซ์เกิดช่องว่างที่เรียกว่า โฮล (hole) เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล (electron-hole pair) มากขึ้น ดังนั้นกระแสไฟฟ้า (electric current)

ที่เกิดจากอิเล็กตรอนกับโฮลเคลื่อนที่จะมีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงในขณะที่อุณหภูมิสูงขึ้น (Moulson และ Herbert, 1990 )

สารที่ใช้ทำเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC เป็นสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) ซึ่งลักษณะสมบัติเชิงไฟฟ้าของวัสดุที่สอดคล้องตามสมการ

$$R = \frac{\rho L}{A} \dots \dots \dots (1)$$

เมื่อ R เป็นความต้านทานไฟฟ้า (resistance)  $\rho$  เป็นสภาพต้านทานไฟฟ้าของวัสดุ (material resistivity) A เป็นพื้นที่ขั้วผล (effective area ) และ L เป็นความหนาของสาร ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิ T มีค่า  $\rho(T)$  ดังสมการ

$$\rho(T) = \rho_\alpha \exp (B/T) \dots \dots \dots (2)$$

เมื่อ  $\rho_\alpha$  เป็นค่าคงที่ที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิโดยประมาณ และ B เป็นค่าคงที่ที่มีความเกี่ยวข้องกับพลังงานที่ใช้ไปเพื่อให้ อิเล็กตรอนนำกระแส เมื่อทำการหาอนุพันธ์ของสมการบนจะได้  $\alpha$  ดังสมการ

$$\alpha = \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dT} = \frac{1}{\rho_1} \left( \frac{\rho_2 - \rho_1}{T_2 - T_1} \right) \dots \dots \dots (3)$$

สภาพการนำไฟฟ้าของสาร (material conductivity) เกี่ยวข้องกับอิเล็กตรอนและอิออนบวก-ลบของอะตอมและช่องว่างแถบพลังงานของสาร (Moulson และ Herbert, 1990 )

ตัวอย่างสารที่ใช้ทำเป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC ได้แก่  $Fe_3O_4-ZnCr_2O_4$ ,  $Fe_3O_4-MgCr_2O_4$ ,  $(NiMn)_3O_4$ ,  $(NiMnCo)_3O_4$ ,  $(NiMnFeCo)_3O_4$ ,  $(Fe,Ti)_2O_3$  และ  $Mn_xCo_{3-x}O_4$  (Buchanan ,1991) เทอร์มิสเตอร์แบบ NTC สามารถนำมาประยุกต์เป็นหัววัดอุณหภูมิ (temperature sensor), หัววัดการไหลของความร้อน (heat flow sensor) , หัววัดการแผ่รังสี (radiation sensing sensor) , หัววัดสูญญากาศ (vacuum gauge), หัววัดความดัน (pressure gauge) และหัววัดการชดเชยอุณหภูมิ (temperature compensation sensor) (Buchanan,1991)

การศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC ได้รับการศึกษาโดยนักวิจัยกลุ่มต่างๆ ดังนี้

Soliman (1993) ในประเทศอียิปต์ ได้ทำการเตรียมสารตัวอย่างจากส่วนผสม  $NiO$  ,  $Mn_2O_3$  และ  $Co_2O_3$  พบว่า สารตัวอย่างชนิดนี้มีคุณสมบัติแบบเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC และวัดค่าความต้านทานของสารที่อุณหภูมิต่างๆเนื่องจากผลของรังสีแกมมา สารตัวอย่างทุกสารที่เตรียมได้จะมีค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงในขณะที่อุณหภูมิสูงขึ้น

Martinez Serrion (1995) ในประเทศสเปน ได้เตรียม  $Fe_{2.18}Mn_{0.21}Ni_{0.61}O_4$  ซึ่งเป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC สารสูตรนี้อยู่ในกลุ่มเฟอร์ไรต์ (ferrites) วัดสภาพต้านทานไฟฟ้าที่สัดส่วนผสมต่างๆ พบว่า ค่าความต้านทานไฟฟ้าจะมีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่ปริมาณของ Ni เพิ่มขึ้น และวัดเสถียรภาพทางไฟฟ้า (electrical stability) ของสารตัวอย่างโดยการวัดการแปรค่าความต้านทานกับเวลา ( $\Delta R/\Delta t$ ) ผลปรากฏว่าไม่ว่าเวลาจะผ่านไปเท่าใดก็ตามค่าเสถียรภาพทางไฟฟ้าของสารตัวอย่างไม่ค่อยเปลี่ยนแปลงแสดงว่าสารตัวอย่างมีเสถียรภาพทางไฟฟ้าดี

Adalibert Feltz (2000) ในประเทศออสเตรเลียได้เตรียมสารตัวอย่างชนิด  $Fe_xNi_yMn_{1-x-y}O_4$  ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC และวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิ ผลปรากฏว่าสารตัวอย่างสามารถนำมาใช้งานในช่วงอุณหภูมิสูงได้

Chanel (2000) ในประเทศฝรั่งเศส ได้เตรียมสาร  $Mn_{2-23x}Ni_{0.66}Zn_xO_4$  โดยที่  $0 \leq x \leq 1.02$  เพื่อศึกษาสมบัติของเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC สำหรับประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม

Dipika Saha (2002) ในประเทศอินเดีย ได้เตรียมสารสูตร  $(Mn_{0.37}Fe_{0.63})_2O_3 \cdot (Mn_{0.66}Fe_{0.34})_2O_3$  และ  $(Mn_{0.66}Fe_{0.34})_2O_3$  โดยใช้วิธีซีเตรต-ไนเตรต เจล (citrate-nitrate gel method) และวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของสารทั้ง 3 สูตร ผลปรากฏว่าสารสูตร  $(Mn_{0.37}Fe_{0.63})_2O_3$  เหมาะที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC เนื่องจากเฟสสาร

สูตร  $(\text{Mn}_{0.37}\text{Fe}_{0.63})_2\text{O}_3$  มีความเสถียรมากที่สุดเมื่อเทียบกับสารสูตร  $(\text{Mn}_{0.66}\text{Fe}_{0.34})_2\text{O}_3$  และ  $(\text{Mn}_{0.98}\text{Fe}_{0.02})_2\text{O}_3$  กล่าวคือ  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  ไม่เกิดการสลายตัวเป็น  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  หลังจากผ่านการเผาในเตาที่อุณหภูมิ  $1,500^\circ\text{C}$  และการลดลงของความต้านทาน ในขณะที่อุณหภูมิเปลี่ยนไปสำหรับสารสูตรนี้  $(\text{Mn}_{0.37}\text{Fe}_{0.63})_2\text{O}_3$  มีค่าใกล้เคียงกับสารตัวอย่างที่ใช้ในทางการค้า และค่าดัชนีความไว (sensitivity index,  $\beta$ ) มีค่า 6,000 K ในช่วงอุณหภูมิ  $50-150^\circ\text{C}$

Gutierrez (2002) ในประเทศสเปน ได้เตรียมสาร  $\text{YNi}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$  พบว่าสารแสดงพฤติกรรมกึ่งการนำไฟฟ้าและมีสภาพต้านทานไฟฟ้าที่ลดลงในขณะที่อุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC ได้

จากการตรวจเอกสารพบว่า มีผู้ทำการศึกษาเกี่ยวกับเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC กันน้อย ผู้วิจัยได้ทดลองในห้องปฏิบัติการฟิสิกส์วัสดุ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ พบว่าสาร  $\text{Mn}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_2\text{O}_4$  มีความไวต่อการตอบสนองต่ออุณหภูมิมาก ดังนั้นจึงสนใจที่จะศึกษาสมบัติเชิงฟิสิกส์และการประยุกต์ใช้งานสารนี้

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้เป็นการเตรียมก้อนสารรูปจานที่มีสูตรเป็น  $\text{Mn}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_2\text{O}_4$  โดยวิธีเทคนิคเซรามิกส์มาตรฐาน (standard ceramic techniques) ตรวจสอบเฟสของก้อนสารที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง XRD วัดสมบัติเชิงฟิสิกส์ ได้แก่ เสถียรภาพทางไฟฟ้าและปรากฏการณ์ NTC แล้วแสดงตัวอย่างการนำไปประยุกต์ใช้งานให้ทำหน้าที่เป็นหัววัดอุณหภูมิ

## วัสดุอุปกรณ์และวิธีการวิจัย

### 1. การเตรียมก้อนสารตัวอย่าง $\text{Mn}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_2\text{O}_4$ จากวัสดุเริ่มต้นที่เป็นผง

การเตรียมก้อนสารตัวอย่าง  $\text{Mn}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_2\text{O}_4$  โดยวิธีเทคนิคเซรามิกส์มาตรฐานซึ่งเป็นวิธีการที่รายงานโดยบุชานัน (Buchanan, 1991) ขั้นตอนการเตรียมก้อนสารมีรายละเอียดดังนี้

- 1) เริ่มต้นจากผง  $x\text{MnO}_2$ ,  $y\text{NiO}$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  โดยที่  $x$  และ  $y$  จะเป็นอัตราส่วนผสม 3 แบบ คือ สารที่ 1 :  $x = 0.2$  และ  $y = 0.8$  ; สารที่ 2 :  $x = 0.5$  และ  $y = 0.5$  ; สารที่ 3 :  $x = 0.8$  และ  $y = 0.2$
- 2) คำนวณน้ำหนัก (weight calculation) จากสูตร  $\text{Mn}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_2\text{O}_4 = x\text{MnO}_2 + y\text{NiO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$
- 3) ชั่งผงของสารด้วยเครื่องชั่ง
- 4) ผสมสารด้วยโกร่ง (mortar) นำผงของสารใส่กระป๋องพลาสติก (plastic can) หมุนผสมสารด้วยเครื่องหมุน (mixer) เพื่อให้ผงของสาร (sample powder) เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน หยดโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ที่ผสมน้ำกลั่นลงในผงของสารแล้วบดให้เปียกสม่ำเสมอ นำผงของสารใส่แม่พิมพ์ (press mold) นำแม่พิมพ์ติดตั้งที่เครื่องอัดสาร (RIIK 25 tons) อัดเป็นก้อนด้วยแรง 5 ตัน แล้วถอดสารออกจากแม่พิมพ์ นำไปผึ่งแห้ง (dry) หนึ่งคืน

4) นำก้อนสารวางในเตาหลอม (furnace) ที่ใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (FCR-13A-R/M) และใช้คู่ควบคุมความร้อน (thermocouple) ชนิด K (CA) (model JB-35) เผาสาร 2 ครั้ง ครั้งแรกเผาที่อุณหภูมิ  $500^\circ\text{C}$  ปิดเตา ปล่อยให้เย็นแล้วเผาครั้งที่ 2 เผาที่อุณหภูมิ  $1200^\circ\text{C}$  เนื่องจาก  $\text{MnO}_2$  มีจุดหลอมเหลว (melting point)  $535^\circ\text{C}$ ,  $\text{NiO}$  มีจุดหลอมเหลว  $x^\circ\text{C}$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  มีจุดหลอมเหลว  $1565^\circ\text{C}$  โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ (temperature increasing rate)  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  และเวลายืนไฟ (soaking time) 1 ชั่วโมง

### 2. การศึกษาลักษณะของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้เครื่อง XRD

นำก้อนสารที่ผ่านการเผาไปถ่ายด้วยเครื่อง XRD (X-ray diffractometer) (Philips PW3710) เพื่อดูเฟส (phase) ของสาร แอนโนดของหลอดรังสีเอกซ์ทำมาจากทองแดง (Cu) ความต่างศักย์ไฟฟ้าระหว่างแอนโนดกับแคโทด 40 kV กระแสไฟฟ้าในหลอดรังสีเอกซ์ 30 mA มุมแบรกก์ (Bragg angle) ที่ให้ถ่ายภาพ 2 $\theta$  อยู่ในช่วง  $x^\circ$  ถึง  $y^\circ$  และความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้ ( $\lambda$ ) มีค่า  $1.54056 \text{ \AA}$

### 3. การทดสอบสาร $Mn_xNi_yFe_zO_4$ เบื้องต้น

วัดความหนา (L) และเส้นผ่านศูนย์กลาง (d) ของสารทั้ง 3 สูตรโดยใช้ไมโครมิเตอร์ (micrometer) ทำซ้ำของสารทั้ง 3 สูตรด้วยกาเวน (CW2400, ITW Chemtronics) โดยทาบบนผิวหน้าของสาร วางสายไฟแล้วทาบบีกชั้น นำไปอบด้วยเตาไฟฟ้าอุณหภูมิประมาณ  $120^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลาประมาณ 10 นาที หลังจากนั้นวัดความต้านทานของสาร (R) ที่อุณหภูมิห้อง ( $25^{\circ}\text{C}$ ) ด้วยมัลติมิเตอร์ (multimeter) และคำนวณสภาพต้านทานไฟฟ้า ( $\rho$ ) โดยใช้สูตร  $R = \rho L/A$  โดยที่  $A = \pi d^2/4$  และคำนวณสภาพการนำไฟฟ้า ( $\sigma$ ) โดยใช้สูตร  $\sigma = 1/\rho$  ของสารทั้ง 3 สูตร

### 4. การทดสอบสมบัติเชิงฟิสิกส์

#### 4.1 การวัดเสถียรภาพทางไฟฟ้าของสารทั้ง 3 สูตร

การวัดเสถียรภาพทางไฟฟ้า ( $\Delta R/\Delta t$ ) ของสารทั้ง 3 สูตร ทำได้โดยวัดความต้านทานไฟฟ้าของสาร (R) ที่เวลา (t) ต่างๆ ในขณะที่อุณหภูมิของสารคงที่ สาเหตุที่ต้องทำการวัดเพราะว่าความต้านทานของสารตัวอย่างที่นำมาประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอุณหภูมินั้นจะต้องไม่เปลี่ยนแปลงในขณะที่อุณหภูมิคงที่ เมื่อได้ผลแล้วก็นำมาเขียนกราฟ R vs t ด้วย EXCEL

#### 4.2 การทดสอบปรากฏการณ์เอ็นทีซีของสารทั้ง 3 สูตร

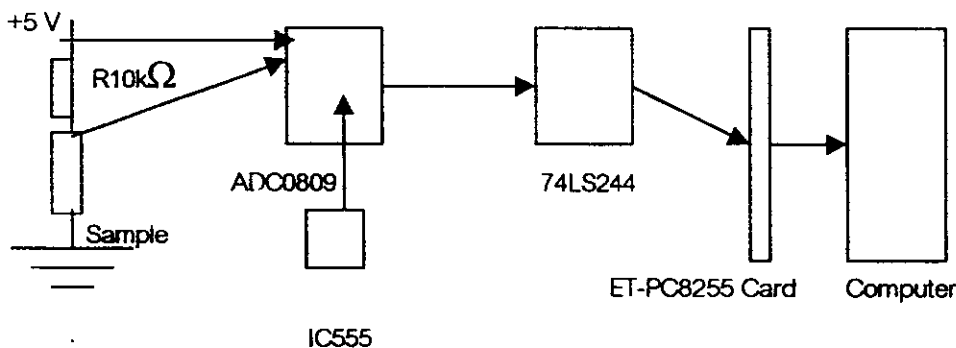
การทดสอบปรากฏการณ์เอ็นทีซีจะเป็นการให้คอมพิวเตอร์แสดงกราฟความต้านทานของสารที่ขึ้นกับอุณหภูมิ โดยมีขั้นตอนดังนี้

##### ขั้นตอนที่ 1

ศึกษาโครงสร้างและการทำงานของคอมพิวเตอร์ โครงสร้างของคอมพิวเตอร์ประกอบด้วย CPU, ROM, RAM, Key board และ TV monitor CPU ทำหน้าที่ทำงานตามคำสั่ง คำนวณค่า แสดงค่าและเส้นกราฟบนจอ ROM ทำหน้าที่เก็บโปรแกรมควบคุมระบบของเครื่อง RAM ทำหน้าที่เก็บข้อมูลซึ่งได้แก่ ตัวเลข และแรงดันไฟฟ้าเป็นต้น Key board ทำหน้าที่ป้อนข้อมูลและคำสั่งต่างๆเข้าเครื่อง ส่วน TV monitor ทำหน้าที่แสดงค่าและกราฟบนจอ

##### ขั้นตอนที่ 2

จัดเตรียมบล็อกไดอะแกรมสำหรับการให้คอมพิวเตอร์แสดงความต้านทานของสารที่ขึ้นกับอุณหภูมิ ดังรูปที่ 1



รูปที่ 1. บล็อกไดอะแกรมสำหรับการให้คอมพิวเตอร์แสดงความต้านทานของสารที่ขึ้นกับอุณหภูมิ

การทำงานของวงจรเริ่มจากกระแสไฟฟ้าแรงดันไฟฟ้าตรง 5 V ไหลผ่าน R และสาร มีแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสาร แรงดันไฟฟ้าที่ป้อนไปยัง ADC 0809 มี 3 ชนิด คือ แรงดันตกคร่อมสาร ( $V_s$ ) แรงดันตกคร่อมตัวต้านทานกับสาร สำหรับคำนวณหากระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านสาร ( $V_L$ ) และแรงดันไฟฟ้าที่ออกจากหัววัดอุณหภูมิ ( $V_T$ ) ป้อนแรงดันไฟฟ้า  $V_s$ ,  $V_L$  และ  $V_T$  เข้าทางอินพุต  $I_0$ ,  $I_1$  และ  $I_2$  ตามลำดับ แรงดันทั้งสามค่าเป็นแรงดันอนาล็อก (AV) ส่งแรงดัน AV เข้า ADC

0809 เพื่อแปลงให้เป็นแรงดันดิจิตอล (DV) แรงดันดิจิตอลที่ได้เป็นแรงดันขนาด 8 บิต ซึ่งก็คือ D7, D6, D5, D4, D3, D2, D1, D0 ให้แรงดัน DV นี้ผ่านบัฟเฟอร์ 74LS244 ใ้ LED 8 ตัวที่บอกแรงดันดิจิตอลนี้ ให้แรงดัน DV ผ่าน ET-PC9255 Card ทางพอร์ท A แล้วเข้าไปใน RAM โดยเก็บไว้ในตัวแปร DV ทำการแปลงแรงดัน DV เป็น AV แรงดัน AV ที่เข้าไปในเครื่อง ก็คือ Vs, VLs และ VT ใ้คำสั่งแปลง VT ให้เป็น T

### ขั้นตอนที่ 3

ศึกษารายละเอียดของวงจรเชื่อมต่อกอมพิวเตอรื แล้วก็ประกอบวงจรลงบนโปรโตบอร์ด หลังจากนั้นก็ทดสอบจนวงจรทำงานได้โดยมีการป้อนแรงดันจาก VR10  $k\Omega$  และปรับแล้วสังเกตการติดดับของ LED นำวงจรที่ต่อแล้วเชื่อมกับคอมพิวเตอร์โดยผ่าน ET-PC8155 Card

### ขั้นตอนที่ 4

4.1 เขียนโปรแกรมเพื่อให้คอมพิวเตอร์อ่านแรงดันไฟฟ้าโดยให้ทางอินพุท Io เพื่อตรวจสอบการทำงานของวงจรเชื่อมต่อกอมพิวเตอรื

4.2 ตรวจสอบการทำงานของวงจรเชื่อมต่อกโดยการนำแรงดันไฟฟ้าภายในคอมพิวเตอร์ออกนอกคอมพิวเตอร์

4.3 เขียนโปรแกรมให้คอมพิวเตอร์อ่านความต้านทาน (R) ที่ขึ้นกับอุณหภูมิ (T) ดังข้างล่าง สั่ง RUN แล้วเพิ่มอุณหภูมิของเตาไฟฟ้า คอมพิวเตอร์จะอ่านค่าความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ หลังจากนั้นสั่งให้พิมพ์ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำผลมาเขียนกราฟ R vs T ด้วย ด้วย EXCEL ในการทดลองในครั้งนี้ได้ทำการวัดความต้านทานไฟฟ้าที่ช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 100 °C เนื่องจากว่า LM335 เป็นหัววัดอุณหภูมิที่ทำมาจากสารกึ่งตัวนำสามารถวัดอุณหภูมิได้ในช่วง -10 °C ถึง 100 °C

```

Program Resistance_Temperature_data;
uses crt, printer ;
var i, j, DV1, DV2, DV3 : integer;
    AV1, AV2, AV3, R, RL, Vs, VLs, VL, VT, IL, Is, T : real ;
    ch : char;
const PA2 = $0304;
    PB2 = $0305;
    Pcontrol2 = $0307;
begin
    port[PA2]:=255;
    port[Pcontrol2]:=$90;
    RL :=1000;
    DV1:=0; DV2:=0; DV3:=0; AV1:=0; AV2:=0; AV3:=0; R:=0; RL:=0; Vs:=0;
    VLs:=0; VL:=0; IL:=0; VL:=0; Is:=0; T:=0;
    begin
        clrscr ;
        gotoxy(24,2); writeln ('RESISTANCE VS TEMPERATURE DATA');
        gotoxy(24,3); writeln ('-----');
    end
end

```

```

repeat
  j := 0;
  repeat
    port[PB2] := 255 ;
    delay(100);
    gotoxy(38,10); writein ('0');
    port[PB2] := 0 ;
    delay(100);
    gotoxy(38,10); writein ('1');
    port[PB] := 0;                               {10}
    delay(100);
    DV1 := port[PA];
    AV1 := (5/255)*DV1;
    Vs := AV1;
    port[PB] := 1;                               {11}
    delay(100);
    DV2 := port[PA];
    AV2 := (5/255)*DV2;
    VLs := (VLs - Vs);
    IL := VL/RL;
    Is := IL;
    R := (Vs/Is);
    gotoxy(7,20); writein ('Resistance =', R:3:3,ohm);
    port[PB] := 2;                               {12}
    delay(100);
    DV3 := port[PA];
    AV3 := (5/255)*DV3;
    VT := AV3;
    T := (VT - 2.73)/(0.01);
    gotoxy(7,20); writein ('Temperature =', T:3:2,C);
    writein ( lst, 'RESISTANCE          TEMPERATURE');
    writein ( lst, '-----');
    writein ( lst, 'Resistance =', R:3:2,ohm, 'Temperature =', T:3:2,C);
    delay(100);
    j := j + 1 ;
  until j = 255;
  ch := readkey;

```

```
until ord(ch) = 27 ;
```

```
end;
```

```
end.
```

4.4 เขียนโปรแกรมให้คอมพิวเตอร์แสดงกราฟของความต้านทานไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิในลักษณะเดียวกันกับขั้นตอนที่ 4.3 ได้โดยวัดในช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 100 °C ใช้คำสั่งให้คอมพิวเตอร์พิมพ์กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้ากับอุณหภูมิ

```
Program Resistance_Temperature_Graph;
uses crt, graph;
var grdrv, grmode, gerror : integer;
    ch : char;
const PA = $0304;
      PB = $0305;
      Pcontrol = $0307;

Procedure axis;
var p,q : integer;
    tex : string;

begin
    grdrv := detect; initgraph(grdrv,grmode,'C:\tp\bgi');
    setgraphmode(grmode);
    setcolor(15); line(50,50,50,305); line(50,305,300,305);
                line(50,50,300,50); line(300,50,300,305);
    settextstyle(defaultfont,vertdir,0);
    for p:=1 to 25 do
        begin
            line((305-10*p),295,(305-10*p),305);str(4*p,tex);
            outtextby(10*p+50,310,tex);
        end;
    setcolor(15) ; settextstyle(defaultfont,horizdir,0);
    for q:=50 to 305 do
        begin
            if q mod 51 = 0 then
                begin
                    line(45,q,55,q); str(((305-q) mod 51)+1)*40,tex);
                    outtextby(20,q,tex);
                end;
        end;
end;
```



```
end;
```

```
end;
```

```
procedure plot;
```

```
var i,j,x,y,DV1,DV2,DV3 : integer;
```

```
AV1, AV2, AV3,R,Vs,VLs,VL,IL,Is,VT,T : real;
```

```
begin
```

```
setcolor(3) ; outtextxy(205,11,'Resistance vs Temperature Curve');
```

```
setcolor(3) ; outtextxy(205,18,'-----');
```

```
setcolor(5) ; outtextxy(50,30,'Ceramic Resistance (kohm)');
```

```
setcolor(5) ; outtextxy(310,320,'Temperature (deg C)');
```

```
setcolor(5) ; outtextxy(48,303,'');
```

```
DV1:=0; DV2:=0; DV3:=0; AV1:=0; AV2:=0; AV3:=0; R:=0; RL:=0; Vs:=0; VLs:=0;
```

```
VL:=0; IL:=0; VL:=0; Is:=0; T:=0;
```

```
port[Pcontrol]:=90;
```

```
begin
```

```
for i:=1 to 100 do
```

```
begin
```

```
for j:=0 to 550 do
```

```
begin
```

```
port[PB]:=0; {I0}
```

```
delay(100);
```

```
DV1:=port[PA];
```

```
AV1 :=(5/255)*DV1;
```

```
Vs:=AV1;
```

```
port[PB]:=1; {I1}
```

```
delay(100);
```

```
DV2:=port[PA];
```

```
AV2 :=(5/255)*DV2;
```

```
VLs:=(VLs-Vs);
```

```
IL:=VL/RL;
```

```
Is:=IL;
```

```
R:=(Vs/Is);
```

```
port[PB]:=2; {I2}
```

```
delay(100);
```

```
DV3:=port[PA];
```

```
AV3 :=(5/255)*DV3;
```

```

VT:=AV3;
T:=(VT-2.73)/(0.01);
x:=round((255/100)*T(100/255*50));
y:=round(305-(R/1000)*(255/200));
setcolor(15) ; lineto(x,y);
delay(700);
end;
end;
end;
begin (main)
repeat
axis;
plot;
ch:=readkey;
until ord(ch) = 27 ;
end.

```

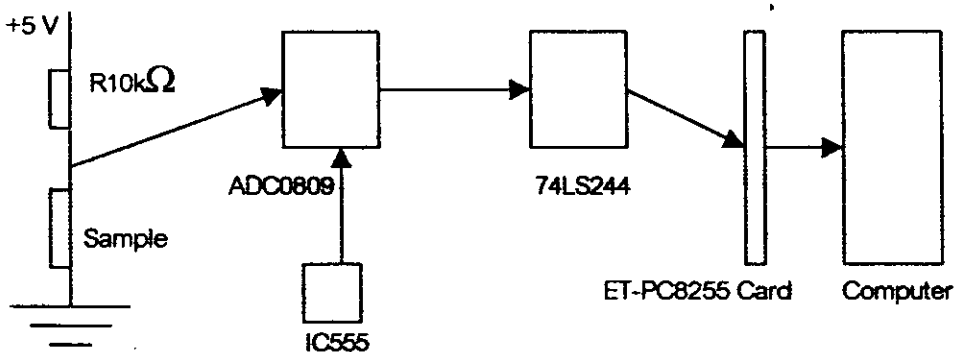
### ขั้นตอนที่ 5

เพื่อคำนวณหาสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานไฟฟ้าที่เป็นลบหรือค่าความไวของเทอร์มิสเตอร์จากสูตร โดยอาศัยข้อมูลของความชันของกราฟ

#### 4.3 การทดสอบคุณสมบัติของสารเพื่อประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอุณหภูมิ

นำสารที่ผ่านการวัดความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานกับอุณหภูมิมาทดสอบให้ทำหน้าที่เป็นหัววัดอุณหภูมิซึ่งทำตามขั้นตอนดังนี้

1. จัดเตรียมระบบการวัดอุณหภูมิที่แสดงผลด้วยคอมพิวเตอร์โดยใช้สารที่เตรียมได้เป็นเป็นหัววัดตามรูปที่ 2 ระบบการวัดนี้ใช้วงจรเชื่อมต่อกับ ADC0809, 74LS244, ET-PT8255 Card และคอมพิวเตอร์เหมือนกันกับการทดสอบปรากฏการณ์ NTC หลังจากนั้นก็ทดสอบการทำงานของวงจรงานใช้ได้



รูปที่ 2 บล็อกไดอะแกรมแสดงระบบการวัดอุณหภูมิที่แสดงผลด้วยคอมพิวเตอร์ โดยใช้สารที่เตรียมได้เป็นเป็นหัววัด

2. เขียนโปรแกรมควบคุมการวัดค่าข้างล่างแล้วปรับเทียบเพื่อให้คอมพิวเตอร์อ่านอุณหภูมิที่แสดงผลตัวคอมพิวเตอร์ โดยใช้สารที่เตรียมได้เป็นเป็นหัววัด

```

Program Temperature_Sensor_Testing;
uses crt ;
var i, j, x, y, DV : integer;
    AV, Ttrue : real;
const PA = $0304;
    Pcontrol = $0307;
begin
    clrscr;
    port[Pcontrol]:=$90;
    gotoxy(25,2); writeln('TEMPERATURE MEASUREMENT');
    gotoxy(25,3); writeln('.....');
    DV := 0 ; AV := 0 ; Ttrue := 0 ;
    for i := 1 to 255 do
    begin
        DV := port[PA];
        gotoxy(27,15); writeln('Digital Voltage =', DV := 3);
        AV := (5/225)*DV;
        gotoxy(27,20); writeln('Analog Voltage =', AV:3:2,'V');
        delay(100);
        Ttrue := (39.919*AV+5.5948);
        gotoxy(27,22); writeln('Measure Temperature =', Ttrue:3,'deg C');
        delay(200);
    end;
end.

```

3. การปรับเทียบเครื่องมือ (instrument calibration) ทำได้โดยจ่ายกระแสไฟฟ้าจากแรงดันไฟฟ้าตรง 5V ผ่านสารและตัวต้านทาน มีแรงดันตกคร่อมตัวต้านทาน (V) ป้อนแรงดันตกคร่อม V เข้าสู่ไอซี ADC 0809 เพื่อแปลงแรงดันอนาล็อก (AV) ให้เป็นแรงดันดิจิทัล (DV) ไอซี 74LS244 จะทำหน้าที่เป็นบัฟเฟอร์ (buffer) แรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสารซึ่งเป็นแรงดันดิจิทัลจะเคลื่อนที่ผ่าน ET-PC8255 Card ทางพอร์ท A แล้วผ่านสล็อต (slot) เข้าไปใน แรม (RAM) ใช้คำสั่งให้คอมพิวเตอร์ (80386SX) แสดงแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสาร (DV) บนจอ แปลงให้แปลงแรงดัน DV เป็น AV เพิ่มอุณหภูมิของสารโดยใช้เตาไฟฟ้า อ่านอุณหภูมิจากเครื่องวัดจริง (Ttrue) ด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิ (Union 305) ซึ่งใช้เทอร์มิคอปเปิลชนิด K เป็นหัววัดและแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสาร (AV) บนจอคอมพิวเตอร์ ในช่วง 25 °C ถึง 170 °C แล้วบันทึกผลลงในตาราง และแสดงความสัมพันธ์ของ Ttrue และ AV ด้วยโปรแกรม EXCEL เพื่อหาสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Ttrue และ AV ทิมท์สมการลงในโปรแกรม สั่ง RUN คอมพิวเตอร์ก็จะอ่านอุณหภูมิ อ่านอุณหภูมิที่ได้จากเครื่องวัดอุณหภูมิที่ชื่อมา

(Union 305) ได้ค่า True และอุณหภูมิที่ได้จากเครื่องวัดอุณหภูมิที่สร้างขึ้น (คอมพิวเตอร์) โดยใช้ตัวอย่างเป็นหิวัดได้ค่า Tmeasure แล้วนำผลที่ได้มาเขียนกราฟแท่งเพื่อแสดงการเปรียบเทียบอุณหภูมิทั้งสอง

4. เราจะได้เครื่องวัดอุณหภูมิที่แสดงผลด้วยคอมพิวเตอร์โดยใช้สารที่เตรียมได้เป็นหิวัดซึ่งสามารถนำไปใช้วัดอุณหภูมิตามต้องการ

### ผลการทดลอง

1. ผลการเตรียมก้อนสารจากวัสดุเริ่มต้นที่เป็นผง

สูตรทั่วไปของส่วนผสมของสารที่ใช้เตรียม คือ  $Mn_xNi_yFe_3O_4$  สารตัวอย่างที่ 1, 2, 3 มีอัตราส่วนผสมเป็น

$x = 0.2, y = 0.8$ ;  $x = 0.5, y = 0.5$ ;  $x = 0.8, y = 0.2$  ตามลำดับ สีของสารทั้งสามสูตรแสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สีของสารทั้งตัวอย่างที่ 1, 2 และ 3

สารตัวอย่าง	สารที่ 1	สารที่ 2	สารที่ 3
ก่อนเผา	สีน้ำตาลแดง	สีน้ำตาลแดง	สีน้ำตาลแดง
หลังเผา	สีดำ	สีดำ	สีดำ

ความร้อนจากการเผาทำให้น้ำและสารอินทรีย์ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำหายไป มีรูพรุนเกิดขึ้นบ้าง อะตอมเกิดการเคลื่อนที่เนื่องจากผลของความร้อนจนกระทั่งเกิดการหลอมรวมตัวของสาร 3 ชนิด กลายเป็นก้อนสารสูตรใหม่ที่มีเนื้อแน่น ลักษณะของสารจะแข็ง แต่เปราะ การผสมผงของสารให้กระจายสม่ำเสมอและอุณหภูมิการเผาที่มีผลต่อสมบัติเชิงไฟฟ้าของสาร ก้อนสารมีการหดตัวหลังจากผ่านการเผาส่งเกตได้จากเส้นผ่าศูนย์กลางของสารที่ลดลง สารที่เตรียมได้เป็นก้อนรูปจาน มีสีดำ ทั้ง 3 สูตร

2. ผลการศึกษาลักษณะของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้เครื่อง XRD

เมื่อพิจารณาแพทเทิร์นการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารทั้ง 3 สูตร สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 แสดงรายละเอียดที่ได้จากการถ่ายภาพ XRD

สารตัวอย่าง	สารที่ 1	สารที่ 2	สารที่ 3
เฟสของสาร	พบ $Fe_3O_4$ , $NiFe_2O_4$ และ $NiMn_2O_4$ แต่ไม่พบ $Mn_3O_4$	พบ $Fe_3O_4$ , $NiFe_2O_4$ , $NiMn_2O_4$ และ $Mn_3O_4$	พบ $Fe_3O_4$ , $NiFe_2O_4$ , $NiMn_2O_4$ และ $Mn_3O_4$

### 3. ผลการทดสอบสาร $Mn_xNi_yFe_zO_4$ เบื้องต้น

3.1 ผลจากการวัดความหนา (L) และเส้นผ่านศูนย์กลาง (d) ของสารทั้ง 3 สูตรโดยใช้ไมโครมิเตอร์ได้ผลดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงผลจากการวัดความหนา (L) และเส้นผ่านศูนย์กลาง (d) ของสารทั้ง 3 สูตร

สารตัวอย่าง	สารที่ 1	สารที่ 2	สารที่ 3
ความหนา (L)	$1.88 \pm 0.01$ mm	$2.74 \pm 0.01$ mm	$3.72 \pm 0.01$ mm
เส้นผ่านศูนย์กลาง (d)	$12.98 \pm 0.01$ mm	$12.98 \pm 0.01$ mm	$12.98 \pm 0.01$ mm

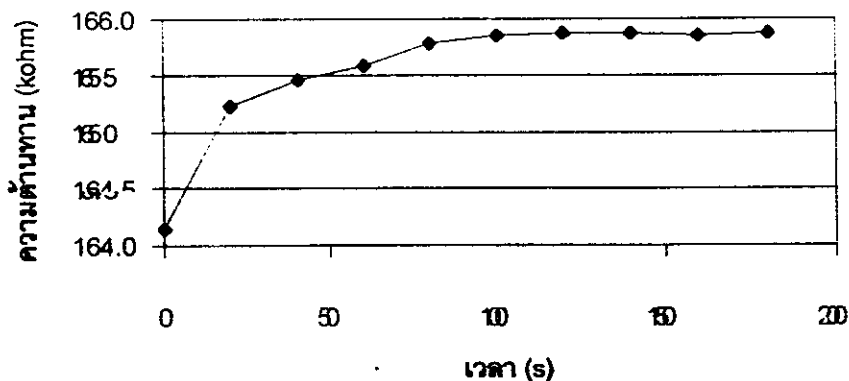
3.2 ผลจากการวัดความต้านทาน (R) ที่อุณหภูมิห้อง ( $25^\circ\text{C}$ ) ด้วยเครื่องมัลติมิเตอร์และคำนวณสภาพต้านทานไฟฟ้า ( $\rho$ ) และสภาพการนำไฟฟ้า ( $\sigma$ ) ของสารทั้ง 3 สูตร ดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 แสดงผลของการวัดความต้านทาน (R) สภาพต้านทานไฟฟ้า ( $\rho$ ) และสภาพการนำไฟฟ้า ( $\sigma$ ) ที่อุณหภูมิห้อง ( $25^\circ\text{C}$ )

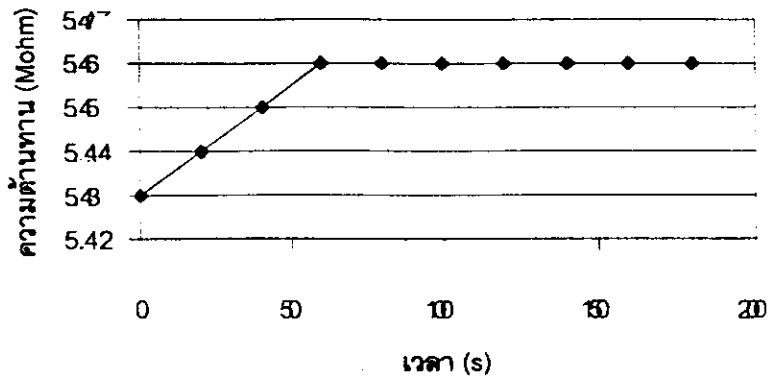
สารตัวอย่าง	สารที่ 1	สารที่ 2	สารที่ 3
ความต้านทาน (R)	167 $\text{k}\Omega$	5.44 $\text{M}\Omega$	17.44 $\text{M}\Omega$
สภาพต้านทานไฟฟ้า ( $\rho$ )	$1.17 \times 10^4 \Omega\text{m}$	$2.62 \times 10^5 \Omega\text{m}$	$6.19 \times 10^5 \Omega\text{m}$
สภาพการนำไฟฟ้า ( $\sigma$ )	$8.54 \times 10^{-5} (\Omega\text{m})^{-1}$	$3.81 \times 10^{-6} (\Omega\text{m})^{-1}$	$1.62 \times 10^{-6} (\Omega\text{m})^{-1}$

### 4. ผลการทดสอบสมบัติเชิงฟิสิกส์

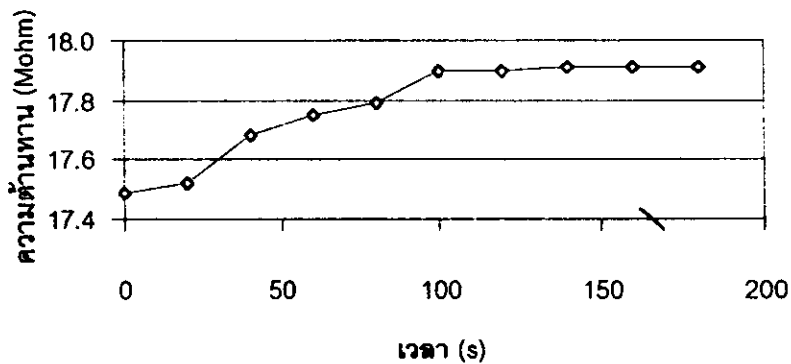
4.1 ผลการวัดเสถียรภาพทางไฟฟ้า ( $\Delta R$  vs  $\Delta t$ ) ของสารทั้ง 3 สูตร แสดงดังรูปที่ 3, 4 และ 5 ตามลำดับ



รูปที่ 3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (R) และเวลา (t) ของสารที่ 1



รูปที่ 4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (R) และ เวลา (t) ของสารที่ 2



รูปที่ 5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (R) และเวลา (t) ของสารที่ 3

ผลการวัดเสถียรภาพทางไฟฟ้าพบว่าสารทั้ง 3 สูตร มีความต้านทานเพิ่มขึ้นเล็กน้อยในช่วงแรกประมาณ 50-100 วินาที หลังจากนั้นความต้านทานของสารค่อนข้างคงที่ ในขณะที่อุณหภูมิคงที่ซึ่งเป็นการแสดงว่าสารมีเสถียรภาพทางไฟฟ้า

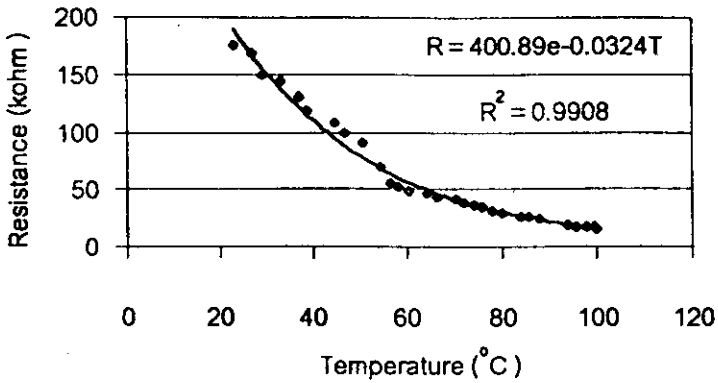
#### 4.2 ผลการทดสอบปรากฏการณ์เอ็นทีซีของสารทั้ง 3 สูตร โดยใช้วิธีต่างๆ ดังนี้

ผลการทดสอบปรากฏการณ์เอ็นทีซีของสารทั้ง 3 สูตร โดยการสร้างระบบการอ่านด้วยคอมพิวเตอร์ ความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ ของสารทั้ง 3 สูตร จากรูปพบว่าความต้านทานไฟฟ้าของสารที่เตรียมได้ลดลงค่อนข้างเร็วในขณะที่อุณหภูมิสูงขึ้น สารที่เตรียมได้แสดงสมบัติของเซรามิกกึ่งตัวนำ (semiconducting ceramics) และมีความเกี่ยวข้องกับ

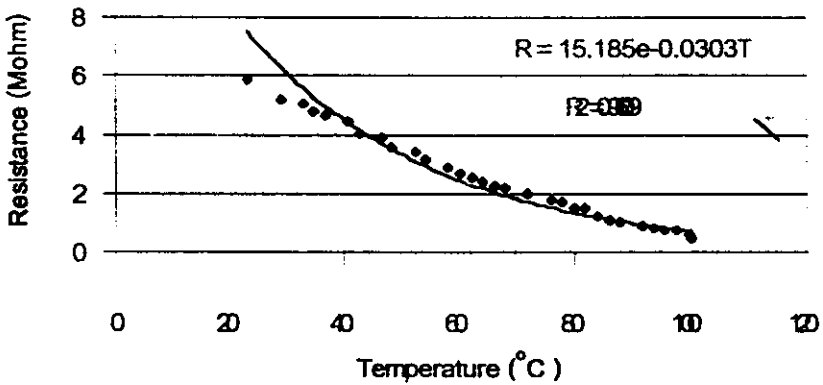
สาเหตุที่ความต้านทานไฟฟ้าลดลงใน

Moulson และ Herbert, 1990) ดังนี้

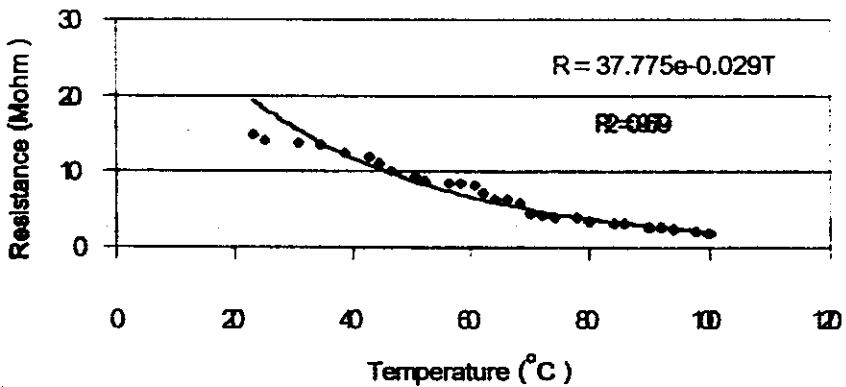
แสดงกราฟคอมพิวเตอร์ให้อ่านความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานที่อุณหภูมิต่างๆ ดังรูปที่ 6, 7 และ 8



รูปที่ 6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (R) และอุณหภูมิ (T) ของสารที่ 1



รูปที่ 7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (R) และอุณหภูมิ (T) ของสารที่ 2



รูปที่ 8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (R) และอุณหภูมิ (T) ของสารที่ 3

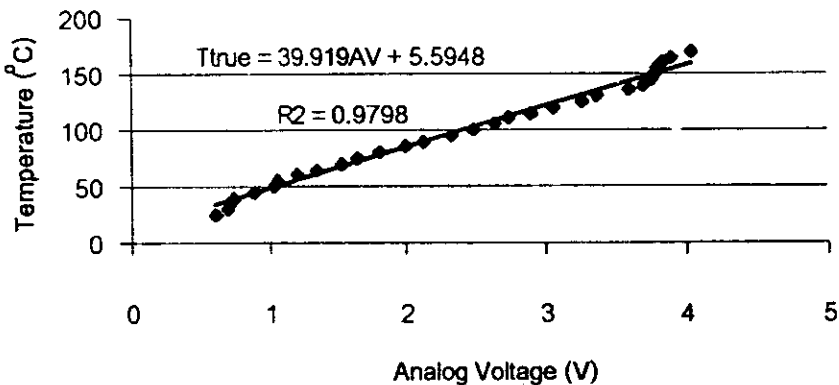
4.2.2.3 ผลการคำนวณค่า  $\alpha$  ของเทอร์มิสเตอร์ที่ทำมาจากสาร  $Mn_xNi_{1-x}Fe_2O_4$  และเทอร์มิสเตอร์ที่มีผู้รายงานในหนังสือ (Buchanan, 1991) มาเปรียบเทียบก็ได้ผลใกล้เคียงกันดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ผลการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานที่เป็นลบ

ปรากฏการณ์ NTC	ผลการคำนวณค่า $\alpha$		
	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2	
		R vs T-data	R vs T-graph
สารที่ 1	$-0.0308\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	$-0.0324\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	$-0.0145\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
สารที่ 2	$-0.0161\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	$-0.0303\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	$-0.0136\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
สารที่ 3	$-0.0303\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	$-0.0290\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	$-0.0100\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
Buchanan, 1991	$-0.01$ ถึง $-0.06\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$		

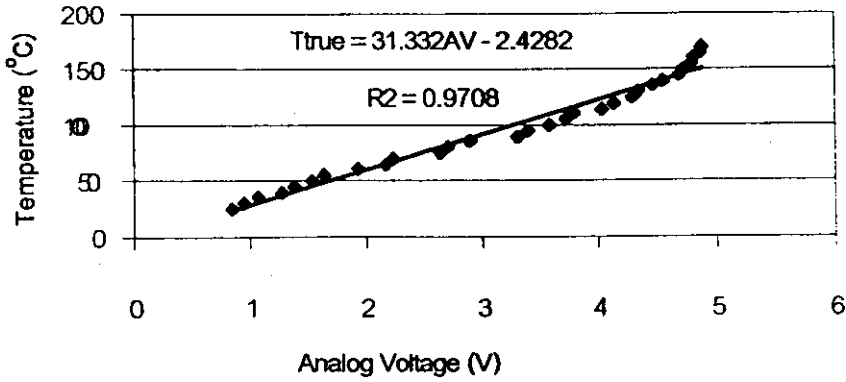
#### 4.3 ผลการทดสอบคุณสมบัติของสารเพื่อประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอุณหภูมิ ในช่วงอุณหภูมิ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $170\text{ }^{\circ}\text{C}$

ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิจากเครื่องจริง (True) กับแรงดันไฟฟ้าที่ตกคร่อมสาร (AV) ทั้ง 3 สูตรแสดงในรูปที่ 9, 10 และ 11 ตามลำดับ

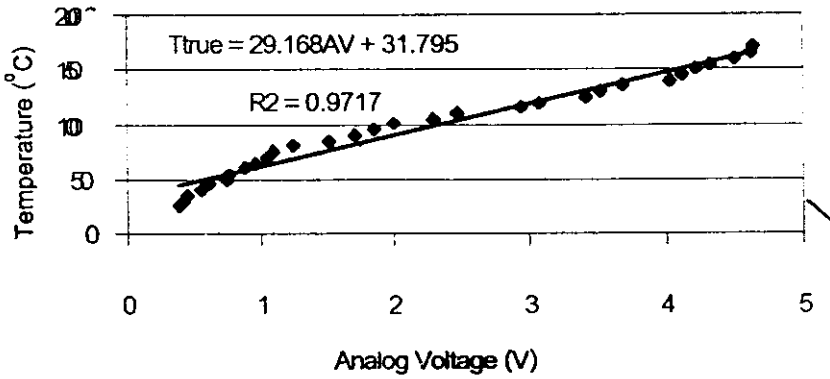


รูปที่ 9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องวัดจริง (True) ด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิกับแรงดันไฟฟ้าที่ตกคร่อมสาร (AV) ในช่วงอุณหภูมิ  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  ถึง  $170\text{ }^{\circ}\text{C}$  ของสารที่ 1





รูปที่ 10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องวัดจริง (T<sub>true</sub>) ด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิ กับแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสาร (AV) ในช่วงอุณหภูมิ 25 °C ถึง 170 °C ของสารที่ 2



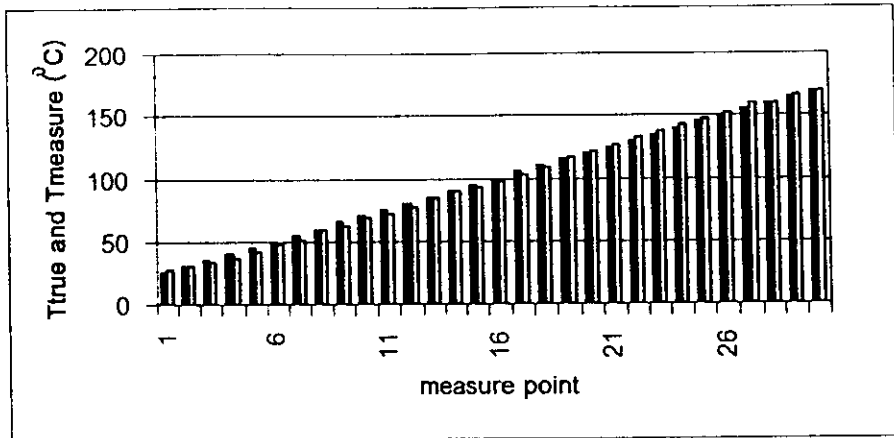
รูปที่ 11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องวัดจริง (T<sub>true</sub>) ด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิ กับแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมสาร (AV) ในช่วงอุณหภูมิ 25 °C ถึง 170 °C ของสารที่ 3

จากรูปที่ 24 , 25 และ 26 สามารถหาสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิจากเครื่องจริง (T<sub>true</sub>) กับแรง (AV) ได้แสดงดังตารางที่ 6

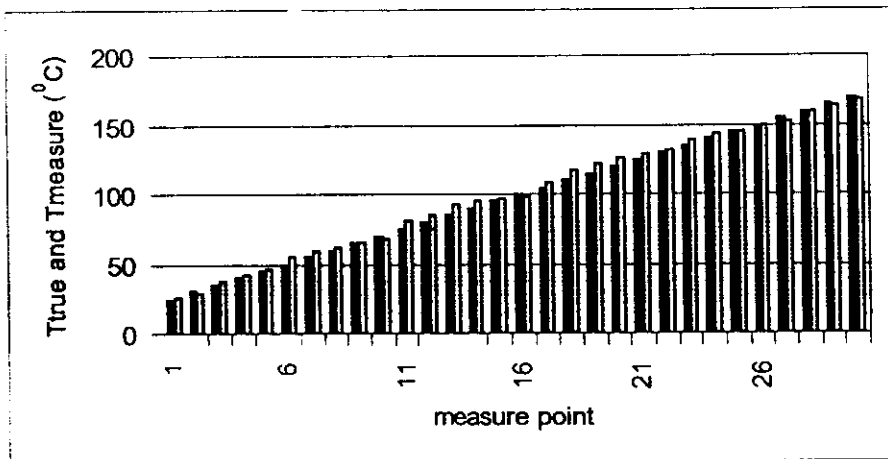
ตาราง 6 แสดงสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิจากเครื่องจริง (T<sub>true</sub>) กับแรงดันไฟฟ้าที่ตกคร่อมสาร (AV)

สูตรของสาร	สม : $T = f(X)$
สารที่ 1	$T_{true} = 39.919 \cdot AV + 5.5948$
สารที่ 2	
สารที่ 3	

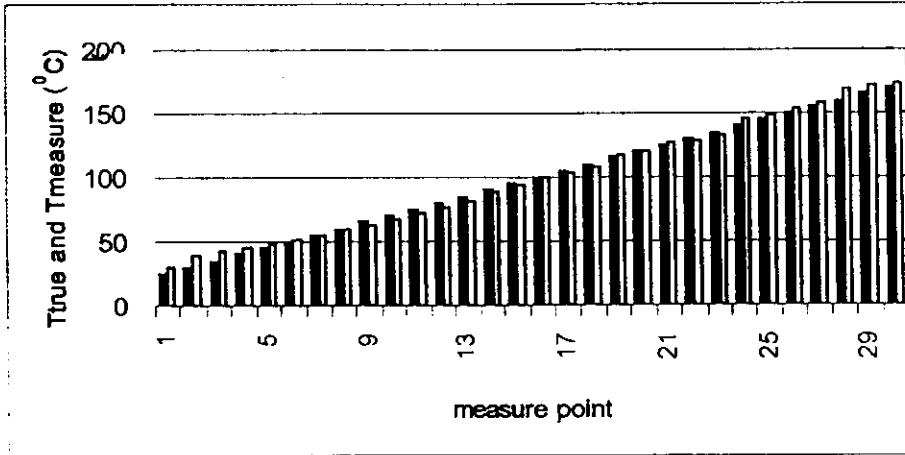
สมการในตารางนี้ใช้สำหรับการปรับเทียบสารที่เตรียมได้ทั้ง 3 สูตร เพื่อให้ทำหน้าที่เป็นหัววัดอุณหภูมิที่แสดงในรูปที่ 24, 25 และ 26 เมื่อเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิจากเครื่องจริง (True) กับ อุณหภูมิจากเครื่องสร้าง (Tmeasure) ดังแสดงในรูปที่ 27, 28 และ 29 สารพบว่าสารทั้ง 3 สูตรมีสมบัติเชิงฟิสิกส์เป็นเทอร์มิสเตอร์แบบ NTC และสามารถนำไปทำเป็นหัววัดอุณหภูมิในช่วง  $25^{\circ}\text{C}$  ถึง  $170^{\circ}\text{C}$  ได้



รูปที่ 12 แสดงการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องจริง (True) กับอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องวัดอุณหภูมิที่สร้างขึ้น (Tmeasure) ในช่วง  $25^{\circ}\text{C}$  ถึง  $170^{\circ}\text{C}$  ของสารที่ 1



รูปที่ 13 แสดงการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องจริง (True) กับอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องวัดอุณหภูมิที่สร้างขึ้น (Tmeasure) ในช่วง  $25^{\circ}\text{C}$  ถึง  $170^{\circ}\text{C}$  ของสารที่ 2



รูปที่ 14 แสดงการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องจริง ( กับอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องวัดอุณหภูมิที่สร้างขึ้น ( ในช่วง 25 °C ถึง 170 °C ของสารที่ 3

**วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง**

ได้เตรียมสารตัวอย่างรูปจานที่มีสูตรเป็นสูตรทั่วไปของส่วนผสมของสารที่ใช้เตรียมเป็น  $Mn_xNi_yFe_2O_4$  ได้สารตัว 1, 2, 3 มีอัตราส่วนผสมเป็น  $x = 0.2, 0, 8, 5, 5, 8, 2$  ตามลำดับ ทำการเผา 2 ครั้ง ที่ 500 °C และ 1200 °C ตามลำดับ สาเหตุที่เผาครั้งแรกที่ 500 °C เพราะ  $MnO_2$  มีจุดหลอมเหลว 535 °C ส่วนการเผาครั้งที่ 2 ที่ 1200 °C เพื่อให้อะตอมเคลื่อนที่รวมตัวกันเป็นโครงสร้างผลึกชนิดใหม่

1 เป็น  $Fe_3O_4, NiFe_2O_4$  และ  $NiMn_2O_4$  เฟสของสารที่ถ่ายพบในสารที่ 2 เป็น  $Fe_3O_4, NiFe_2O_4, NiMn_2O_4$  และ  $Mn_3O_4$  เฟสของสารที่ถ่ายพบในสารที่ 3 เป็น  $Fe_3O_4, NiFe_2O_4, NiMn_2O_4$  และ  $Mn_3O_4$  ความร้อนจากการเผาทำให้น้ำและสารอินทรีย์ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำหายไป มีรูปทรงแท่งบ้าง อะตอมเกิดการเคลื่อนที่เนื่องจากผลของ ..... 3 ชนิด กลายเป็นก้อนสารสูตรใหม่ที่มีเนื้อแน่น ลักษณะของสารจะ

การหดตัวหลังจากผ่านการเผาซึ่งสังเกตได้จากเส้นผ่านศูนย์กลางของสารที่ลดลง สารที่เตรียมได้ทั้ง 3 สูตรเป็นก้อนรูปจานมดตัว เมฆขดคมบดแข็งทกตล เดเม เทยรภพทพทงเพทพของสารทง 3 สูตร ทบวราสารทง 3 สูตร มควรมทานทานเพชชชช 50-100 วินาที หลังจากนั้นความต้านทานของสารค่อนข้างคงที่ในขณะที่อุณหภูมิ

สนองต่ออุณหภูมิได้ดี สารตัวอย่างที่ 1, 2 และ 3 แสดงปรากฏการณ์เอ็นทีซี ได้สร้างระบบการวัดความต้านทานไฟฟ้าที่

semiconducting ceramics) เนื่อง

ทความต้านทานไฟฟ้าลดลง ในขณะที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นเกิดจากอเล็กตรอนย้ายจากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบการนำ มไซ

Moulson และ Herbert, 1990)

ค่าสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานที่เป็นลบ ( $\alpha$ ) ของ

1, 2 และ 3 ในช่วงอุณหภูมิ

25 °C ถึง 100 °C ที่คำนวณได้ มีค่าเป็น  $-0.0145\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $-0.0136\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  และ  $-0.0100\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบกับค่าสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานที่เป็นลบที่มีผู้รายงานในหนังสือของบุชานัน (Buchanan, 1991) ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง  $-0.01$  ถึง  $-0.06\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  ผลปรากฏว่ามีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทานที่เป็นลบของสารทั้ง 3 สูตร พบว่าสารที่ 1 มีความไวต่อการตอบสนองอุณหภูมิมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสารอีก 2 สูตรที่เหลือ สารทั้ง 3 สูตรมีแนวโน้มนำไปประยุกต์ใช้เป็นหัววัดอุณหภูมิ ระบบการวัดอุณหภูมิที่เชื่อมต่อกอมพิวเตอร์ โดยใช้สารที่เตรียมได้เป็นหัววัดสามารถวัดอุณหภูมิได้ในช่วง 25 °C ถึง 170 °C

ลักษณะเฉพาะของเทอร์มิสเตอร์ที่ทำมาจากสาร  $\text{Mn}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  มีดังนี้

- 1) อุณหภูมิการเผ่าก้อนสารไม่สูงมาก ซึ่งจะประหยัดค่าใช้จ่ายในการสร้างหรือซื้อเตาหลอม
- 2) มีเสถียรภาพทางไฟฟ้า ( $\Delta R/\Delta t$ ) ดี
- 3) ไม่แสดงสมบัติของไดโอดีเล็กตริก
- 4) ไม่ตอบสนองต่อแสง
- 5) มีความไวต่อการตอบสนองความร้อน
- 6) สามารถทำเป็นหัววัดอุณหภูมิที่ใช้คอมพิวเตอร์อ่านอุณหภูมิได้ในช่วง 25-200 °C

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากวิทยานิพนธ์ทางฟิสิกส์ของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ ประจำปี 2546-47 และทุนอุดหนุนการวิจัยจากงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2547 และได้ใช้เครื่องมือจากห้องปฏิบัติการฟิสิกส์วัสดุและหน่วยเครื่องมือกลางคณะวิทยาศาสตร์

## เอกสารอ้างอิง

Moulson, A.J. and Herbert, J.M., 1990. *Electroceramics*, Chapman & Hall, London.

Buchanan Relva, C. 1991. *Ceramic materials for electronics*, Second Edition, Mercel Dekker Inc., New York.

Dipika Saha, A. 2002. Preparation of bixbyite phase  $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})_2\text{O}_3$  for NTC thermistor applications, *Materials Letters.*, 55, 403-406.

Gutierrez, D. 2002. Crystal structure, electrical conductivity and Seebeck coefficient of  $\text{Y}(\text{Mn,Ni})\text{O}_3$  solid solution, *J of European Ceramic Society.*, 22, 567-572.

14. การเตรียมและทดสอบสมบัติเอินทีซีของ  $\text{Mn}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{Fe}_2\text{O}_4$  เพื่อประยุกต์ใช้เป็นหัววัดและควบคุมอุณหภูมิ (2547)



## บทคัดย่อ ABSTRACTS

การประชุมวิชาการ  
วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 30  
19-21 ตุลาคม 2547  
ณ ศูนย์แสดงสินค้าและการประชุมอิมแพ็ค เมืองทองธานี

**30<sup>th</sup> Congress on Science and Technology of Thailand**  
19-21 October 2004  
Impact Exhibition and Convention Center , Muang Thong Thani



สมาคมวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทยในพระบรมราชูปถัมภ์  
THE SCIENCE SOCIETY OF THAILAND  
UNDER THE PATRONAGE OF HIS MAJESTY THE KING



คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ  
FACULTY OF SCIENCE  
SRINAKARINWIROT UNIVERSITY

## E

Phone (053) 943376, Fax. (053) 357512, E-mail address: Athipong@chiangmai.ac.th

**Abstract:** Lead zirconate titanate ceramic ( $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$  or PZT) is a ferroelectric ceramic, that has been widely used in actuators and transducers applications. However, in these applications the ceramic is often under the influence of the compressive stress. Therefore, this study is carried out to investigate the uniaxial stress dependence of hysteresis properties of PZT ceramic by measuring the ferroelectric parameters, i.e. remanent polarization ( $P_r$ ), spontaneous polarization ( $P_s$ ) and coercive field ( $E_c$ ) as a function of stress. It is found that the uniaxial stress shows marked effects on the hysteresis properties of PZT by significantly reducing the values of remanent polarization ( $P_r$ ), spontaneous polarization ( $P_s$ ) when the uniaxial stress increases, while the coercive field is decreased only slightly.

### E0010-SAMPLE PREPARATION AND NTC PROPERTY TESTING OF $\text{Mn}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{Fe}_2\text{O}_4$ FOR TEMPERATURE MEASUREMENT AND CONTROL SENSOR

Thongchai Panmatarith and Wassana Supmark

Department of Physics, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat Yai 90112, Thailand.

E-Mail address: [pthongch@ratree.psu.ac.th](mailto:pthongch@ratree.psu.ac.th)

**Abstract:** The built sample with the composition of  $\text{Mn}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{Fe}_2\text{O}_4$  were prepared. The negative of temperature coefficient of the resistance of the sample was measured. The system with computer was designed and constructed for showing the application of temperature measurement and control of the prepared sample in the range of 25 to 900 °C and 0 to -50 °C, successfully.

### E0011-Fabrication and Characterization of Dental Porcelain Nanocomposite from Thailand's Raw Materials

Attavit Pisit-anusorn<sup>1</sup>, Supon Ananta<sup>1</sup>, Rattikorn Yimnirun<sup>1</sup> and Sukdipown Thiansem<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, Faculty of Science, Chiangmai University, Chiangmai, Thailand

<sup>2</sup>Department of Industrial Chemistry, Faculty of Science, Chiangmai University, Chiangmai, Thailand

E-mail address: [attavit@chiangmai.ac.th](mailto:attavit@chiangmai.ac.th)

**Abstract:** Composition, microstructure and mechanical properties relationships of dental porcelain have been investigated. Appropriated composition, frit-firing and sintering conditions for the fabrication of low-fusing dental porcelain were determined. It is seen that the most promising composition ratio of feldspar/quartz/borax/kaolinite/soda ash for dental porcelain fritting applications is 65/17/12/4/2 (wt%). The optimum firing temperature of 1350°C is identified for frit preparation and appropriated sintering temperature of 980°C in vacuum furnace. By employing a scanning electron microscopy (SEM) together with an energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) techniques, a continuous glassy matrix phase together with dispersed mullite and leucite crystalline phases, particle size 50-200 nm were found. Moreover, measured values of hardness and flexural strength were also higher than those of the dental porcelain specification.

### E0012-SILICON PURIFICATION BY ZONE REFINING TECHNIQUE

Prajuk Tamee and Ekaphan Swatsitang

Department of Physics, Faculty of Science, Khon Kaen University, Khon Kaen, Thailand,

**Abstract:** Zone Refining Technique is an effective method used to purify a material by slowly pull a vessel containing the melting material through the temperature gradient. Most of the impurities will diffuse to the melting part leaving the solidified part more purifier. In this research, the MG-grade silicon powder of purity 97 % was melt at 1420 °C in a graphite crucible (1x1x8 cm<sup>3</sup>) which was slowly pulled with different pulling rate of 20, 10 and 7 mm/h. The structure and impurities of the obtained samples were analyzed by X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF) and ICP-AES respectively. From the experiment SiO<sub>2</sub> was found on the surface of sample. The results from XRD showed that the main structure of Si did not change and SiC peaks were found due to the diffusion of C from the graphite container into the silicon matrix. Fe, Ca, Ti, Zn, Ni, As, Mn and Cr were found to be the majority impurities in the sample by using XRF. The results from ICP-AES showed that most of the impurities were reduced in the zone refined region and it was obvious that these impurities diffused to the melting part which was solidified latter.

### E0013-Study the Properties of Concentrated Latex Sludge for using as a Fertilization

Saovance Kovvutikulrangsie<sup>1\*</sup>, Nattawut Nithi-U-thai<sup>1</sup>, Wilirat Cheowasetcham<sup>2</sup>,

<sup>1</sup>Department of Rubber Technology and Polymer Science, <sup>2</sup> Department of Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani, 90400 Thailand; e-mail address : [ksaovanc@bunga.pu.psu.ac.th](mailto:ksaovanc@bunga.pu.psu.ac.th)

**Abstract:** The sludged samples were collected from three rubber concentrated factories in Songkhla and Pattani, Thailand. Measure the physical properties of sludged samples such as pH, Density, Total Solids Content, Volatile Solids Content, Moisture content. The nutrient elements component in sludge, for instance N, P, K, Mg, Zn and Ca. were also analysed. The sludge was extracted with de-ionized water. Some elements could be leached and dissolved

16. สมบัติไดอิเล็กตริก การกรองแรงดันไฟฟ้า ความจุที่ขึ้นกับแรงดัน การแปลงแรงดันไฟฟ้าเป็นความถี่ การเก็บและคายประจุไฟฟ้า ของ เซรามิกส์  $\text{Ba}_{0.9}\text{La}_{0.1}\text{TiO}_3$  และ  $(\text{Ba}_{0.5}\text{Zn}_{0.5})\text{TiO}_3$  (2548)



**สมบัติไดอิเล็กทริก การกรองแรงดันไฟฟ้า ความจุที่ขึ้นกับแรงดัน การแปลงแรงดันไฟฟ้าเป็นความถี่ การเก็บและคายประจุไฟฟ้าของเซรามิก  $Ba_{0.9}La_{0.1}TiO_3$  และ  $(Ba_{0.5}Zn_{0.5})TiO_3$**   
Dielectric Property, Voltage Filtering, Capacitance-Voltage Dependence, Voltage-to-Frequency Conversion, Charge and Discharge of  $Ba_{0.9}La_{0.1}TiO_3$  and  $(Ba_{0.5}Zn_{0.5})TiO_3$  Ceramics

**ธงชัย พันธุ์เมธาภรณ์ นิบรอลฮุดา หะยิมะเย็ง และ นิพุซานี บากาอาลี**

**Thongchai Panmatariith, Nibrosulhuda Hayeemayang, and Nipusanee Baka-ice**

**บทคัดย่อ**

สารตัวอย่างที่เตรียมมีส่วนผสม คือ  $Ba_{0.9}La_{0.1}TiO_3$  (สารที่ 1) และ  $(Ba_{0.5}Zn_{0.5})TiO_3$  (สารที่ 2) เมื่อวัดสมบัติไดอิเล็กทริกในสารทั้งสองที่อุณหภูมิห้องพบว่าอิมพีแดนซ์ ความจุไฟฟ้าและตัวประกอบการสูญเสียมีค่าลดลงในขณะที่ความถี่เพิ่มขึ้น ความนำไฟฟ้าและตัวประกอบคุณภาพมีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่ความถี่เพิ่มขึ้น สารที่ 1 และ 2 สามารถกรองแรงดันไฟฟ้าความถี่สูงผ่านได้ดีในช่วง 40-140 kHz ความถี่ต่ำผ่านได้ดีในช่วง 0.5-10 kHz และสารที่ 1 และ 2 สามารถกรองแรงดันไฟฟ้าแถบความถี่ผ่านได้ดีในช่วง 20-500 kHz และ 20-200 kHz ตามลำดับ ความจุไฟฟ้าของสารที่ 1 และ 2 ค่าก็มีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่แรงดันไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาผลของอิมพีแดนซ์ของสารที่ขึ้นความถี่พบว่าสารแสดงการแปลงความถี่เป็นแรงดันไฟฟ้าและการแปลงแรงดันไฟฟ้าเป็นความถี่ ดังนั้นสารจึงสามารถนำประยุกต์ใช้เป็นหัววัดความถี่ ได้สร้างเครื่องมือสำหรับแสดงการเก็บและคายประจุด้วยคอมพิวเตอร์เป็นผลสำเร็จ

**ABSTRACT**

The prepared samples were  $Ba_{0.9}La_{0.1}TiO_3$  (sample 1) and  $(Ba_{0.5}Zn_{0.5})TiO_3$  (sample 2) ceramics. When the dielectrics properties of both samples were measured at room temperature, it was found that impedance, capacitance and dissipation factor decreased as frequency increasing, whereas conductance and quality factor increased as frequency increased. Sample 1 and 2 can filter high frequency voltage in 40-140 kHz range and low frequency voltage in 0.5-10 kHz. Sample 1 and 2 can filter band frequency in 20-500 kHz and 20-200 kHz range, respectively. Capacitance of both samples increased as voltage increased. When considered the impedance-frequency dependence, all samples showed frequency-to-voltage conversion and voltage-to-frequency conversion. Property, samples can be used as frequency sensors. The apparatus for charge and discharge displaying with computer was constructed successfully. Key words: dielectric property, voltage filtering, capacitance-voltage dependence, voltage-to-frequency conversion, charge and discharge

email address : pthongch@atree.psu.ac.th

Department of Physics, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat Yai 90112, Thailand.

## INTRODUCTION

The discovery of ferroelectricity in barium titanate in the 1940 made available for ceramic capacitor design dielectric constants (Moulson, A.J. and Herbert, J.M. 1990). In barium titanate, the crystal structure is the perovskite structure. Barium titanate has become the basic ceramic capacitor dielectric material in use today. Pure crystalline  $\text{BaTiO}_3$  has a peak permittivity at about  $130^\circ\text{C}$  (Moulson, 1990). Dielectrics can be defined as materials with high electrical resistivities which show capacitive property and can be used as capacitors. These materials satisfy the following properties: dielectric conductivity, permittivity, dissipation factor and dielectric strength. The capacitors can fulfil various functions in electrical circuits including blocking, coupling and decoupling, AC-DC separation, filtering and energy storage.

Zhang (1992) in China had prepared  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  and tested the charge and discharge characteristics. Cheng-Fu Yang (1992) in Taiwan had prepared  $(\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x)(\text{Ti}_{0.9}\text{Zr}_{0.1})\text{O}_3$  and measured the dependence of dielectric constant on the temperature. Manling BaO (1993) in China had prepared  $\text{Ba}(\text{Ti},\text{Sn})\text{O}_3$  and measured the dielectric constant and dissipation factor at different temperature. Kazaoui (1993) in France had prepared  $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.8}\text{Zr}_{0.2})\text{O}_3$  and measured the dependence of capacitance, dissipation factor and electric susceptibility on temperature and frequency. Dimos (1998) in USA had studied  $(\text{Ba},\text{Sr})\text{TiO}_3$  at high frequency for decoupling capacitors and tunable microwave capacitors applications. Seon Yong (1999) in Korea had studied the dielectric constant of  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  material for capacitor fabrication. Henneth (2002) in Hong Kong had studied band pass filter with center frequency at 44 MHz and bandwidth of 6 MHz for digital video application.

The authors have been studying dielectric materials. The applications of these materials were studied very little. The development of experimental setup is important for application work. The construction of the materials instrument have been long the subject of much research. The goal of this study was to investigate and develop application details for the dielectric property, voltage filtering, capacitance-voltage dependence, voltage-to-frequency conversion, charge and discharge phenomena.

## MATERIALS AND METHODS

### 2.1 Sample preparation, phase identification, dimension measurement and electroding

Samples studied in this work were prepared by standard ceramic techniques (Buchanan, 1991). The composition of the prepared ceramics were  $0.9\text{BaCO}_3 + 0.1\text{La}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$  and  $0.5\text{BaCO}_3 + 0.5\text{ZnO} + \text{TiO}_2$ . The starting materials were the reagent-grade of  $(\text{BaCO}_3, \text{La}_2\text{O}_3, \text{ZnO}, \text{TiO}_2)$  powders having purity 99.5%. The weighed amounts of raw materials were mixed in agate mortar, then place in a plastic can and mixed

with mixing apparatus for 5 min. The powder was mixed with polyvinyl alcohol (~3 wt) as the binder. The powder was pressed into small discs with a diameter of ~12.9 mm and a thickness of ~2-3 mm under pressure of about 38.17 MPa to obtain green ceramics. Samples were fired in air at 1200 °C for 4 h in an electrical furnace with a heating rate of 5 °C/min with a soaking time for 1 h and followed by slow cooling to ambient temperature naturally (the binder was burnt off at ~452 °C). The fired bodies were obtained. Finally, fired pellets were ground to a powder. Phase identifications of the ceramics are carried out by X-ray power diffraction using Philips PW1730 diffractometer with a step-scan facility. This apparatus was operated at 40 kV and 30 mA with Ni filtered  $\text{CuK}_\alpha$  radiation. The various phases obtained in this study were identified using the reference files in a computer. The X-ray diffraction (XRD) patterns of the powder of fired pellets were recorded. The sample was electroded with silver paste by firing at 120 °C for 5 min.

## 2.2 A d.c. electrical resistance and dielectric properties in a.c. field measurement

A d.c. resistance of sample 1 and 2 were measured at room temperature with high resistance meter (HP 4339B). For dielectric measurements in a.c. field, fired pellets of the sample 1 and 2 were polished using sand paper. Impedance (Z), conductance (G), capacitance (C), dissipation factor (D) and quality factor (Q) were measured with an LCR meter (HP 4263B) as a function of frequency (100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz) at room temperature (25°C).

## 2.3 Electrical voltage filtering measurement

### 2.3.1 High pass filtering measurement

Experiment setup for high pass filtering measurement was treated. The electric current was generated by a 5 MHz Function Generator through the sample and resistor 120 k $\Omega$  in series connection. The frequency was adjusted and voltage was measured with Fluke 45 Dual Display Multimeter in the frequency range from 40 kHz to 140 kHz at room temperature (25°C) for the sample 1 and 2. The voltage and frequency were recorded.

### 2.3.2 Low pass filtering measurement

Experiment setup for low pass filtering measurement was treated. The electric current was generated by a 5 MHz Function Generator through the resistor 120 k $\Omega$  and sample in series connection. The frequency was adjusted and voltage was measured with Fluke 45 Dual Display Multimeter in the frequency range from 0.5 kHz to 10 kHz at room temperature (25°C) for the sample 1 and 2. The voltage and frequency were recorded.

### 2.3.3 Band pass filtering measurement

Experiment setup for band pass filtering measurement was treated. The electric current was generated by a 5 MHz Function Generator through the sample, resistor 120 k $\Omega$ , resistor 200  $\Omega$  sample.

The frequency was adjusted and voltage was measured with Fluke 45 Dual Display Multimeter at room temperature (25°C) in the frequency range from 20 kHz to 500 kHz for sample 1 and from 20 kHz to 200 kHz for sample 2. The voltage and frequency were recorded.

#### 2.4 The capacitance-voltage measurement

The 4140  $\mu$ PA Meter / DC Voltage Source was used for the capacitance-voltage measurement. Turn the power switch to on position, select C-V and  $V_A$ . Parameter was set as follow: Start V = 0.0 V , Stop V = 5 V ~~and~~ Step V = 0.2 V,  $dv/dt = 0.1$  V/s, Step delay time = 5 s. When this apparatus was run, a d.c. voltage that flowed to the samples could be varied throughout the range from 0.0 V to 5 V with an accuracy of  $\pm 0.01$  V. The voltage dependence of the capacitance of the sample 1 and 2 at room temperature were recorded.

#### 2.5 Frequency-to-voltage and voltage-to-frequency conversion measurement

After the invention of computer, it has been proven experimentally that computer interfacing techniques can be used for measurement and control for material testing. So, a circuit was designed and constructed to measure the voltage and frequency. From dielectric properties in a.c. field measurement (section 2.2), we found the effect of frequency on the impedance of the dielectric samples. So, the samples exhibit frequency-to-voltage and voltage-to-frequency conversion behavior. To test the frequency-to-voltage and voltage-to-frequency, a computer interfacing circuit was prepared and connected to the computer via ET-PC 8255 card for automatic data acquisition and analysis over the given frequency range.

The experimental steps for frequency-to-voltage and voltage-to-frequency conversion measurement as follow:

- 1) The experimental setup for this test was done and shown in Figure 1.
- 2) Interfacing circuit was tested for reading the voltage. The electric voltage was applied to the circuit for testing. The testing results were shown with LED and then tested for output the electric voltage out of port B. If the circuit operated completely, the LED can bright up and bright down for 5 V and 0 V, alternately.
- 3) The operating program was written in Turbo Pascal Language and saved in hard disk.
- 4) To initiate the measurement, open the computer to DOS, goto C:\>cd tp and then Enter, goto C:\TP>turbo and then Enter, goto Turbo Pascal Program, open the program for frequency sensor test with computer, press Ctrl+F9 for run program (press Ctrl + Break for Exit program)
- 5) Turn on the Signal Generator, the current flowed through the sample and resistor. The voltage drop was sent to input of Op amp 741 amplifier for amplification. The amplified voltage was sent to diode (1N4001) for rectification with capacitor for filtering. The d.c. output voltage from the diode was analog

voltage (AV). This AV voltage was sent to pin 26 ( $I_o$ ) of ADC0809 for AV to digital voltage (DV) conversion. The IC555 circuit will generate square shape electric voltage and sent to pin 10 of ADC0809 for operating. The 8 bits digital voltage (D7,D6,D5,D4,D2,D1,D0) was sent through 74LS244 for buffering. The 8 LED will indicate the DV at output of 74LS244. The DV from 74LS244 was sent through port A of 8255 in ET-PC8255 card and then into the RAM. The DV was displayed on the screen. The DV was converted to AV with  $AV:=(5/255)*DV$ . The analog voltage (AV) was displayed on the screen. When the frequency of Signal Generator was adjusted, the analog voltage increased as frequency increased. The true frequency ( $f_{true}$ ) was read from the Signal Generator screen and the AV was read on the computer screen (AV) for calibration from 0.396 kHz to 14.65 kHz for the sample 1 and 0.4 kHz to 24.41 kHz for the sample 2. The  $f_{true}$  versus AV was plotted and displayed this graph and showed the equation,  $T_{true} = f(AV)$  with EXCEL. The relation of  $T_{true}$  versus AV was written into control and measure program. Then, this program was RUN and read the true frequency ( $f_{true}$ ) on the Signal Generator screen and measure frequency from the computer with the prepared sample as a frequency sensor ( $f_{measure}$ ). The both frequency was plotted for calibration. This is finishing the calibration.

6) We obtain frequency apparatus that display with computer and the prepared sample used as a frequency sensor.

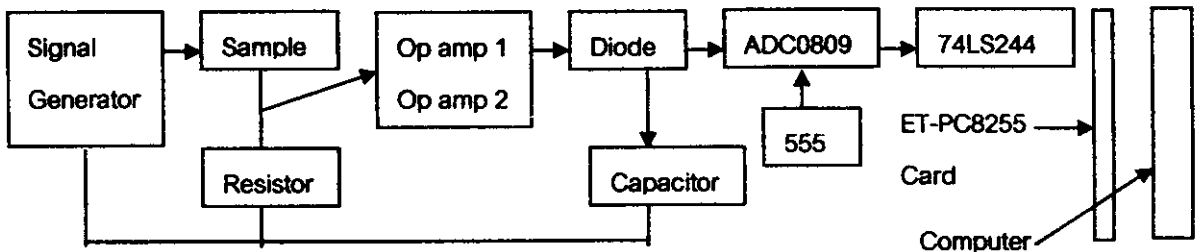


Figure 1. The experimental setup for the frequency sensor test.

## 2.6 Charge and discharge of the samples with computer displaying

The experimental steps was as follow :

- 1) The experimental setup for charge and discharge displaying with commercial computer was shown in Figure 2.
- 2) Turbo Pascal Program was written for controlling electrical voltage reading and testing for good working.
- 3) To calibration, the d.c. voltage was supplied through switch and the sample. When the switch was opened, charging voltage was sent to pin26 of ADC0809 for analog to digital conversion. The DV was

sent through 74LS244 for buffering. Then, the DV was sent through ET-PC8255 card to computer and displayed on the charging voltage versus time on the screen.

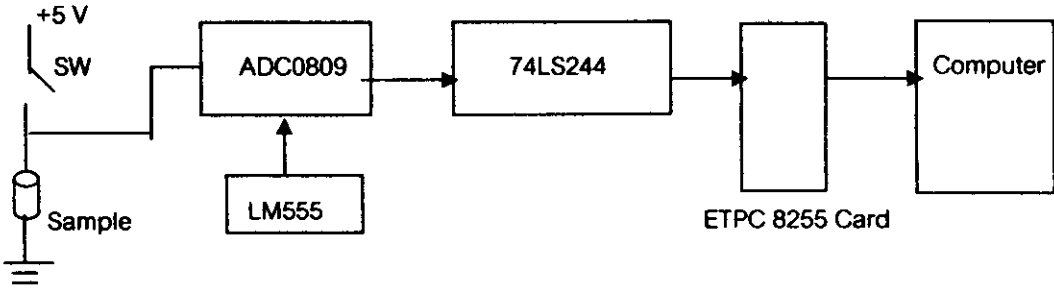


Figure 2. The experimental setup for charge and discharge displaying with commercial computer.

## RESULTS

Table 1 summarizes the composition, sample phase, sample colour, thickness (L) and diameter (d) for the sample 1 and 2. Typical XRD patterns for the samples are determined. X-ray diffraction (XRD) confirmed that the specimen 1 was a single phase  $(\text{Ba}_{0.9}\text{La}_{0.1}\text{TiO}_3)$  and specimen 2 was two phase  $[(\text{Ba}_{0.5}\text{Zn}_{0.5})\text{TiO}_3$  and  $\text{ZnO}]$ .

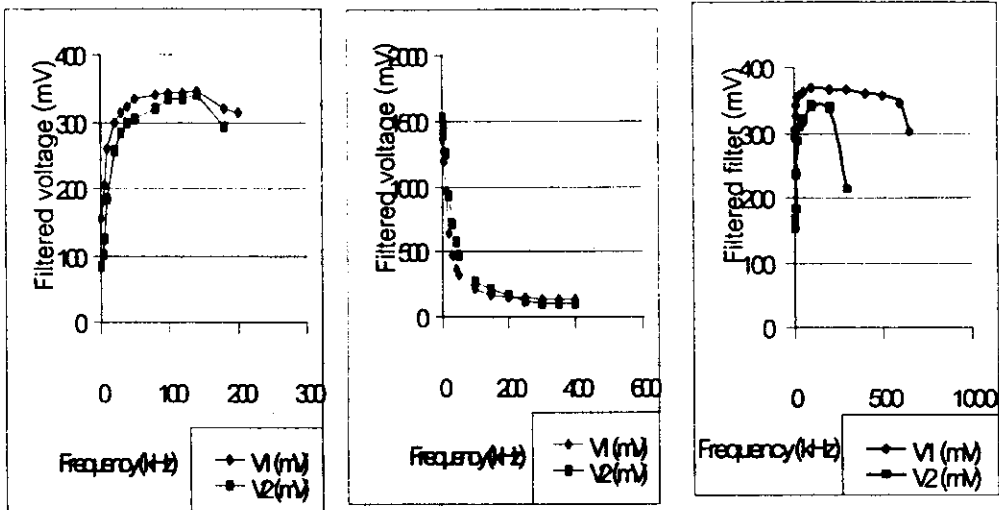
Table 1. The composition, phase, colour, thickness (L) and diameter (d) for the sample 1 and 2.

No.	composition	Phase from XRD	colour	L (mm)	d (mm)
1	$0.9\text{BaCO}_3 + 0.05\text{La}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_3$	$\text{Ba}_{0.9}\text{La}_{0.1}\text{TiO}_3$	white	13.14	3.31
2	$0.5\text{BaCO}_3 + 0.5\text{ZnO} + \text{TiO}_2$	$(\text{Ba}_{0.5}\text{Zn}_{0.5})\text{TiO}_3, \text{ZnO}$	white	12.81	3.01

The electrical resistance of the sample 1 and 2 in dc field are about  $1.0505 \times 10^{11} \Omega$  and  $255.6 \text{ M}\Omega$ , respectively. Both samples were not stable because of resistance increasing slowly at constant temperature (room temperature). The impedance (Z), capacitance (C) and dissipation factor (D) decreased as frequency increased for sample 1 and 2. The conductance (G) and quality factor (Q) increased as frequency increased for sample 1 and 2.

Figure 3(a) indicates high pass filtering. As shown in this picture, sample 1 and 2 can filter the electrical voltage frequency in the 40-140 kHz range. Figure 3(b) indicates low pass filtering. As shown in this picture, sample 1 and 2 can filter the electrical voltage frequency in the 0.5-10 kHz range. Figure 3(c)

indicates band pass filtering. As shown in this picture, sample 1 can filter the electrical voltage frequency in the 20-500 kHz range. The sample 2 can filter the electrical voltage frequency in the 20-200 kHz range. V1 and V2 in the three pictures were filtered voltage for the sample 1 and 2, respectively.



a) high pass filtering

b) low pass filtering

c) band pass filtering

Figure 3. Voltage filtering measurement for the sample 1 and 2.

### 3.4 Capacitance-voltage

The voltage dependence of the capacitance of the sample 1 and 2 at room temperature are shown in Figure 4. From the curve of the sample 1, capacitance increased as voltage increased and the C vs V relation correspond to  $C = 21.294x + 188.81$  which was the linear relation. From the curve of the sample 2, capacitance increased as voltage increased and the C vs V relation correspond to  $C = 10.691V + 104.34$  which was the linear relation.

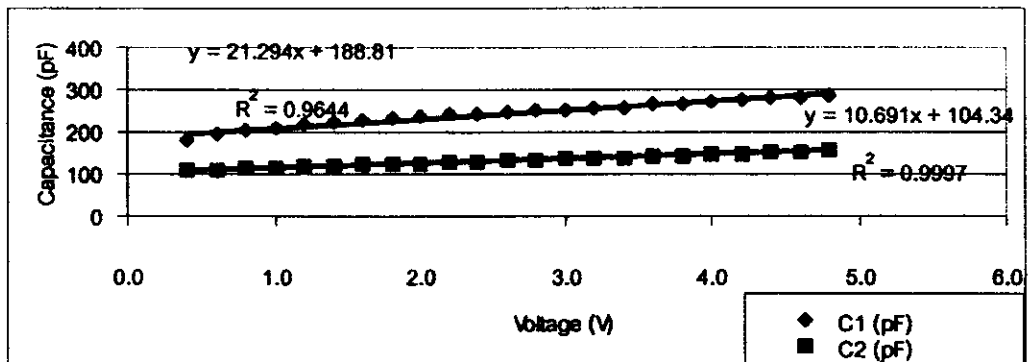


Figure 4. The capacitance-voltage characteristics of the sample 1 and 2.

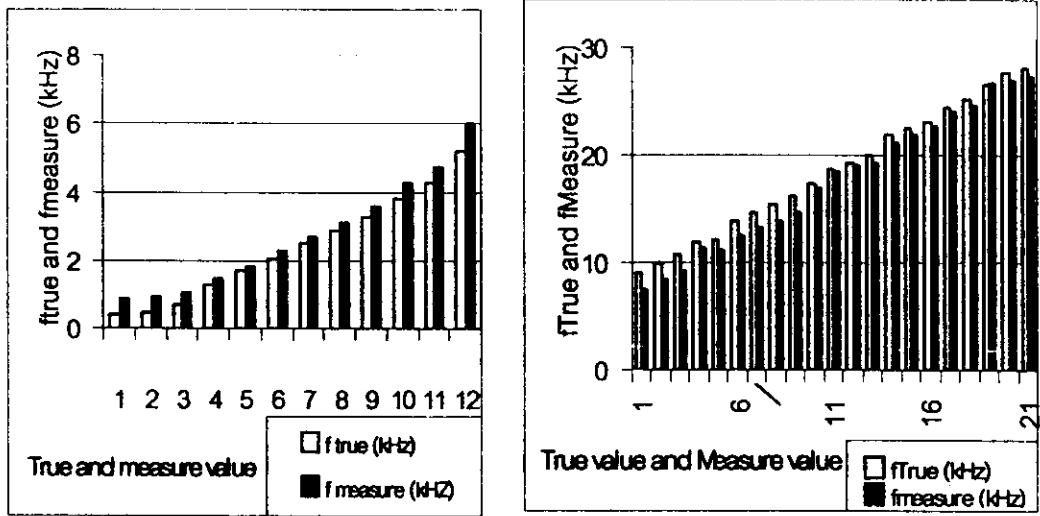
### 3.5 Frequency-to-voltage and voltage-to-frequency

The relationships between true frequency ( $f_{true}$ ) and dropped voltage (AV) for the sample 1 and 2 were performed and correspond to the equation as follow:

$$\text{Sample 1 : } f = 0.7511(AV)^2 + 0.3472(AV) - 0.4102 \quad (0.396 \text{ kHz} - 14.65 \text{ kHz}) \quad (1)$$

$$\text{Sample 2 : } f = 0.4602(AV)^2 + 5.5168(AV) - 11.136 \quad (0.400 \text{ kHz} - 24.41 \text{ kHz}) \quad (2)$$

After calibration, the true frequency ( $f_{true}$ ) and measured frequency ( $f_{measure}$ ) for the sample 1 and 2 were measured as shown in Figure 5.



a) Sample 1

b) Sample 2

Figure 5. Comparison of true frequency ( $f_{true}$ ) with measured frequency ( $f_{measure}$ ) for a) sample 1 and b) sample 2.

### 3.8 Charge and discharge of the samples with computer

The effort mainly directed towards designing data acquisition system for charge and discharge displaying on a computer. The charge and discharge image was recorded on a computer via interfacing circuit. A charge-discharge picture can be seen for the sample 1 and 2 at room temperature by using commercial capacitor for calibration.

## DISCUSSION AND CONCLUSION

The studied samples were  $0.9\text{BaCO}_3 + 0.05\text{La}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$  and  $0.5\text{BaCO}_3 + 0.5\text{ZnO} + \text{TiO}_2$ . The resistance of the sample 1 in d.c. field is higher than that of the sample 2 at room temperature.



The dependence of impedance on the frequency can be used for voltage filtering test, frequency-to-voltage conversion and voltage-to-frequency conversion. The dependence of conductance on the frequency showed that that samples could be electrical conducted very well at high frequency. The dependence of capacitance on the frequency could be used for selection and designing the component in the circuit. The dependence of dissipation factor and quality factor on the frequency showed that the samples exhibit a good quality at high frequency. The impedance-frequency characteristics showed that the samples had dielectric behavior that correspond to the works of Ligin –Zhou (Liqin Zhou, 1992) and Kazaoui (Kazuoui, 1993). They measured the dependence of capacitance on the frequency which was a dielectric property. The capacitance value is frequency dependent, decreasing with increasing frequency (Fiske, 1997). This is the result of polarization of surface charges induced on the materials (Fiske, 1997). The dissipation factor is defined as the ratio of energy dissipated to that of the energy stored during the reversal of electrical polarization in response to an externally applied alternating electric field (Fiske, 1997). The capacitance and dissipation factor are true material properties and can therefore be understood in terms of composition and structure, which define material behavior in a dielectric field. The sample 1 and 2 showed the dielectric properties. The both samples are polycrystalline materials with capacitive property.

The sample 1 and 2 can filter high frequency voltage in the 40-140 kHz range and low frequency voltage in the 0.5-10 kHz range. The sample 1 and 2 can filter band frequency voltage in the 20-500 kHz range and 20-200 kHz, respectively. Results obtained have shown that both samples can be used as high pass filter (HPF), low pass filter (LPF) and band pass filter (BPF).

From the capacitance-voltage result, the capacitance dependence on the voltage was involved charge and discharge of the materials which correspond to Zhang. They measured the change of electric current with time as charge and discharge characteristics.

The samples showed frequency-to-voltage conversion and voltage-to-frequency conversion. So, both samples can be used as frequency sensor. The operating frequency range for the sample 1 and 2 were 0.88 kHz-6.03 kHz and 7.48 kHz-27.25 kHz, respectively. The both samples were successfully made into dielectrics exhibiting typical frequency-to-voltage and voltage-to-frequency characteristics. This frequency sensor is not reported by other workers. It want to develop further.

The voltage versus time curve as charge and discharge showed that both samples showed capacitive property and this can be shown with computer via interfacing circuit and program. This apparatus is inexpensive for charge and discharge demonstration.

Both samples are attractive materials for capacitor fabrication because they exhibit a good dielectric property. For the improvement of the instrumentation, the computer interfacing techniques was designed and constructed in this research laboratory room. It should be noted that the computer interfacing system and program can be use to design for some experiments in the future work. In addition, the studying of the physical properties of the ceramics, such as dielectric property, voltage filtering, capacitance-voltage dependence, voltage-to-frequency conversion, charge and discharge phenomena have been developed and used for further research.

### Acknowledgements

The authors would like to thank the National Research Council of Thailand (NRCT) and Prince of Songkla University (PSU) for the financial support of this research work (2003-2004). The authors wish to thank Miss Putsadee Muhamud for XRD analysis.

### References

- Cha, Seon Yong. 1999. Reliability of high dielectric  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  capacitors using iridium electrode. *Integrated Ferroelectrics.*, 24: 44-55.
- Dimos, D. 1998. Perovskite thin films for high-frequency capacitor applications. *Annual Review of Materials Science.*, 28:397-419.
- Fiske, T. J. 1997. percolation in magnetic composites. *J. Mater. Sci.* 32:5551-5560.
- Henneth W. H. 2002. A 3 V 44 MHz switched-capacitor bandpass filter for digital video application. *Preceddings – IEEE International Symposium on Circuits and Systems.*, 4:627-630.
- Kazuhide Abe. 1994. Epitaxial growth and dielectric properties of  $(\text{Ba}_{0.24}\text{Sr}_{0.76})\text{TiO}_3$  thin film. *J. Appl. Phys.*, 33:5297-5300.
- Kazuoui, S. 1993. Dielectric relaxation in  $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.8}\text{Zr}_{0.2})\text{TiO}_3$  ceramics prepared from sol-gel and solid state reaction powders. *J. Mater. Sci.*, 28, 1211-1219.
- Liqin Zhou. 1992.  $\text{Sr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{TiO}_3$  -based multilayer boundary-layer capacitors. *J. Mater. Sci. Lett.*, 11, 1134-1136.
- Manling BaO. 1993. Study on the dielectric properties of  $\text{Ba}(\text{Ti},\text{Sn})\text{O}_3$  ceramics prepared from ultrafine powder. *J. Mater. Sci.*, 28:6617-6621.
- Moulson, A.J. and Herbert, J.M. 1990. *Electroceramics*. Chapman & Hall. London.
- Zhang J. L. 1992. Electrical conduction of  $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$  ceramics under d.c. voltage. *J. Mater. Sci. Lett.*, 11:294-295.