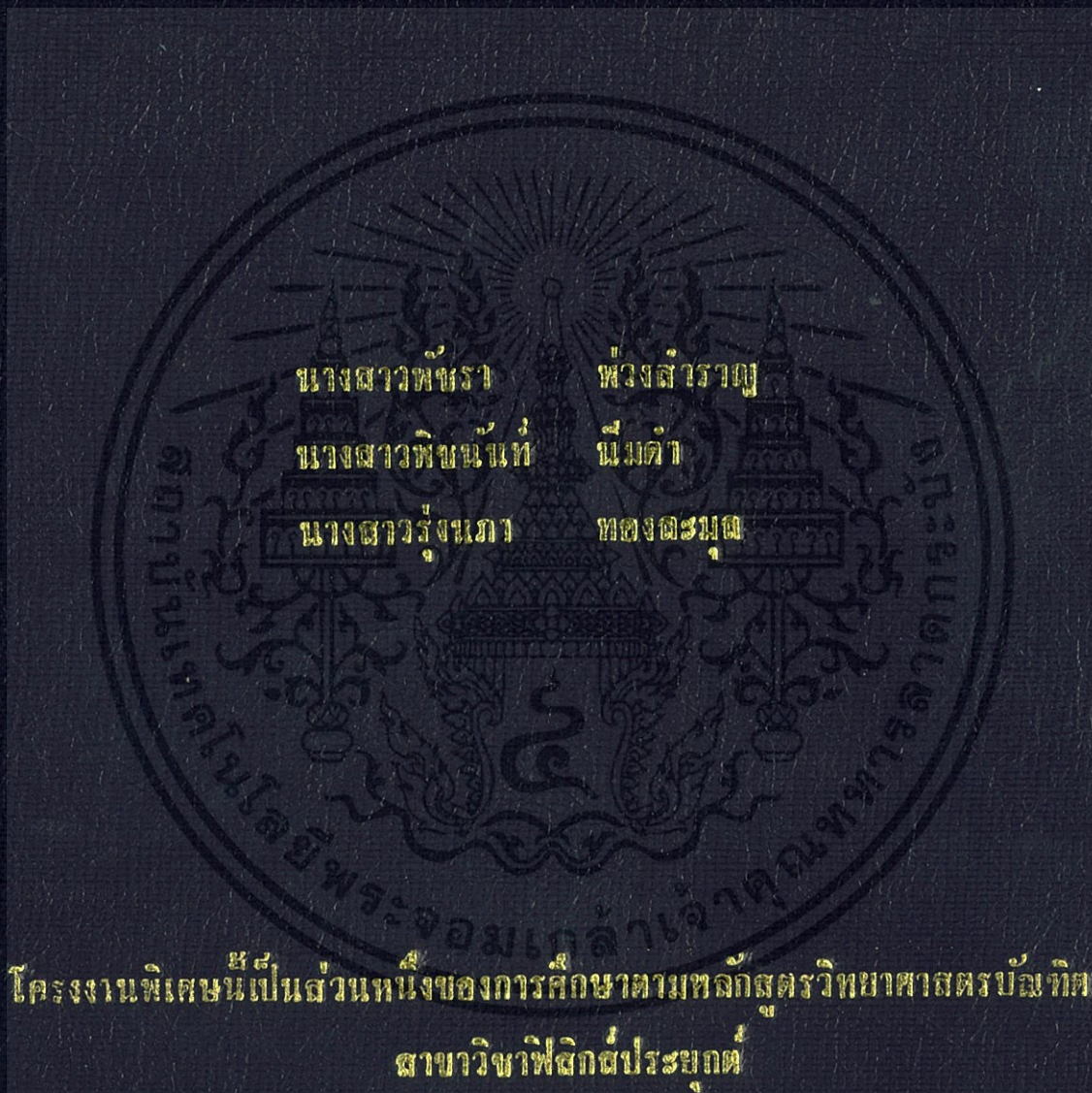


การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกซ์

ของสารประกอบเหล็กและซิลิกอน

SYNTHESIS AND STUDY THE THERMOELECTRIC PROPERTIES
OF Fe-Si COMPOUND



นางสาวพัชรา

พวงสำราญ

นางสาวพินันท์

นิมิตา

นางสาวรุ่งเภา

ทองฉะมณ

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2555

การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกส์

ของสารประกอบเหล็กและซิลิกอน

**SYNTHESIS AND STUDY THE THERMOELECTRIC PROPERTIES
OF Fe-Si COMPOUND**



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2555

**SYNTHESIS AND STUDY THE THERMOELECTRIC PROPERTIES
OF Fe-Si COMPOUND**



**MISS PATCHARA PUANGSAMRAN
MISS PITCHANAN NIMDAM
MISS RUNGNAPA THONGLAMOOL**

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN DEPARTMENT OF APPLIED PHYSICS**

FACULTY OF SCIENCE
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2012

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกส์ของสารประกอบ
เหล็กและซิลิกอน

SYNTHESIS AND STUDY THE THERMOELECTRIC PROPERTIES
OF Fe-Si COMPOUND

ชื่อนักศึกษา นางสาวพัชรา พวงสำราญ
นางสาวพิชณันท์ นิมคำ
นางสาวรุ่งนภา ทองละมุด

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา ฟิสิกส์ประยุกต์

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.อาภาภรณ์ สกุกการะเวก

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2555

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ณัฐพร พรหมรส	
ผศ.ดร. ภัทริยา กิตติเดชาชาญ	ณัฐพร พรหมรส
รศ. สาหรัย เล็กชะอุ่ม	
ดร.อาภาภรณ์ สกุกการะเวก	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกส์ของสารประกอบเหล็กและซิลิกอน

SYNTHESIS AND STUDY THE THERMOELECTRIC PROPERTIES OF Fe-Si COMPOUND

ชื่อนักศึกษา นางสาวพัชรา พ่วงสำราญ
นางสาวพิชณันท์ นิมคำ
นางสาวรุ่งนภา ทองละมุล

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต

สาขาวิชา ฟิสิกส์ประยุกต์

ปีการศึกษา 2555

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.อาภาภรณ์ สกฤตการะเวก

บทคัดย่อ

สารประกอบเทอร์โมอิเล็กทริกส์ของ Fe และ Si ถูกสังเคราะห์โดยกระบวนการปฏิกิริยาของแข็ง โครงสร้างระดับจุลภาคและการเปลี่ยนแปลงเฟส แต่ละขั้นตอนถูกวิเคราะห์โดยใช้ XRD , DTA , EDS และ SEM เราแบ่งกระบวนการสังเคราะห์ออกเป็น 3 กระบวนการ กระบวนการที่ 1 ผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน 1.0 : 2.0 จากนั้นนำไปบดและอัดก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมงในอากาศ สเปกตรัม XRD ของชิ้นงานที่แสดงพีคของ Si และ Fe₂O₃ เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันระหว่าง Fe และ O₂ กระบวนการที่ 2 เราควบคุมบรรยากาศของ O₂ โดยการใส่ N₂ และเติมผง Cu เพื่อเร่งให้เกิดโครงสร้าง β -FeSi₂ ผง Cu ปริมาณ 0-5% โดยมวล ถูกเติมในส่วนผสมของสารประกอบ Fe และ Si นำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ได้จะแสดงโครงสร้าง ϵ -FeSi และ Si สุดท้าย ผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน 1.0 : 2.5 จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงในบรรยากาศ N₂ พบโครงสร้าง α -Fe₂Si₅ ในชิ้นงานที่ได้ โครงสร้าง α -Fe₂Si₅ ค่อยๆเปลี่ยนไปเป็นโครงสร้าง β -FeSi₂ ซึ่งเป็นโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำโดยการอบที่อุณหภูมิ 950°C เกิดปฏิกิริยา ยูเทคทอย ($\alpha \rightarrow \beta + \text{Si}$) ที่อุณหภูมิ 950°C ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคที่อุณหภูมิถูกวัดด้วยวิธีหัววัดร้อน โดยใช้ความแตกต่างของอุณหภูมิประมาณ 10°C ระหว่างปลายร้อนและฐาน ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคมี 137.13 $\mu\text{V} / \text{K}$ และ 259.90 $\mu\text{V} / \text{K}$ สำหรับชิ้นงานที่นำไปอบเป็นเวลา 6 ชั่วโมงและ 12 ชั่วโมงตามลำดับ

คำสำคัญ : เทอร์โมอิเล็กทริกส์, β -FeSi₂, สัมประสิทธิ์ซีเบค

Title	SYNTHESIS AND STUDY THE THERMOELECTRIC PROPERTIES OF Fe-Si COMPOUND
Students	Miss Patchara Puangsamran Miss Pitchanan Nimdam Miss Rungnapa Thonglamool
Degree	Bachelor of Science
Major Program	Applied Physics
Academic Year	2012
Advisor	Dr.Aparporn Sakulkalavek

ABSTRACT

Thermoelectric Fe-Si compounds were synthesized by solid state reaction process. The microstructure and phase transitions during the processes were investigated using XRD, DTA, EDS, and SEM. We classified the methodology into three recipes. First, a mixture of Fe and Si powder with atomic ratio 1.0:2.0 were milled and pressed before sintered at 800 °C for 5 h in ambient. The XRD spectra of as-grown samples show Si and Fe₂O₃ peaks due to the oxidation reaction between Fe and O₂. Second, we control the O₂ ambient by flowing N₂ and add Cu power for accelerating the β-FeSi₂ phase. Cu powder with 0 to 5% mass were added in the mixture of Fe and Si compound. The samples were sintered at 800 °C for 5 h. As -grown sample present ε-FeSi and Si phases. Finally, a mixture of Fe and Si powder with atomic ratio 1.0:2.5 were sintered at 1050 °C for 3 h in N₂ atmosphere. α-Fe₂Si₅ present in the as-grown sample. α-Fe₂Si₅ phase was gradually transformed into a semiconducting β-FeSi₂ phase by subsequent isothermal annealing at 950 °C. The eutectoid reaction ($\alpha \rightarrow \beta + \text{Si}$) was occurred at this temperature. The Seebeck coefficient was measured by a hot-probe technique at room temperature using a temperature difference of about 10°C between the hot tip and the basement. The Seebeck coefficients are 137.13 μV/K and 259.90 μV/K for annealing samples for 6 h and 12 h, respectively.

Keywords : Thermoelectric , Semiconductor , Seebeck coefficient

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยความช่วยเหลือจาก ดร.อาภาภรณ์ สกุศลกระเวก อาจารย์ที่ปรึกษา ที่กรุณาให้ความรู้ คำปรึกษา คำแนะนำ และตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆตลอดระยะเวลาในการทำวิจัย

ขอขอบคุณคณาจารย์สาขาฟิสิกส์ประยุกต์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ตลอดระยะเวลาการศึกษา จนผู้วิจัยสามารถนำความรู้มาใช้ในการดำเนินงานวิจัยจนสำเร็จ

ขอขอบคุณเพื่อน นักศึกษาปริญญาตรี สาขาวิชาฟิสิกส์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่าน ที่ให้คำปรึกษา ช่วยเหลือ และเป็นกำลังใจในการทำวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ขอน้อมรำลึกถึงพระคุณของบิดา มารดา และทุกคนในครอบครัว ที่ให้กำลังใจ และสนับสนุนในการศึกษา จนสามารถทำวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

นางสาวพัชรา พ่วงสำราญ

นางสาวพิชานันท์ นิ่มคำ

นางสาวรุ่งนภา ทองละมุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญ (ต่อ)	V
สารบัญรูป	VI
สารบัญรูป (ต่อ)	VII
สารบัญตาราง	VIII
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ขั้นตอนของงานวิจัยและวิธีดำเนินงาน	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 สารประกอบ Fe และ Si	5
2.2 ทบทวนวรรณกรรม	6
2.3 ทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope)	7
2.4 ทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่อง XRD (X-ray Diffractometer)	12
2.5 การวัดซีเบคด้วยเทคนิคหัววัดร้อน (hot prob technique)	15
2.6 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน	17
บทที่ 3 ขั้นตอนและวิธีการทดลอง	
3.1 อุปกรณ์การทดลอง	19
3.2 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานและอุปกรณ์การทดลอง	22
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	
4.1 ลักษณะชิ้นงานที่เตรียมได้	24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น ยกเว้นกรณีมีเหตุจำเป็นอื่นที่ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2 ผลการวัด XRD	25
4.3 ผลการวัด DTA	31
4.4 XRD และ SEM ของชิ้นงาน Fe_2Si_5 เมื่อนำมาอบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมงและ 12 ชั่วโมง	32
4.5 ผลการวัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค	33
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	36
เอกสารอ้างอิง	



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1	โครงสร้างผลึกของ β -FeSi ₂ , α -Fe ₂ Si ₅ , และ ϵ -FeSi	5
2	เฟสไดอะแกรมของระบบ Fe-Si	5
3	ส่วนประกอบของเครื่อง SEM	8
4	ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Secondary Electron Image (SEI)	9
5	ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Backscattered Electron Image (BEI)	10
6	ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Transmission Electron Image (TEI)	10
7	ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Energy Dispersive X-Ray Spectrometer	11
8	การเลี้ยวเบนของ X-ray (X-ray diffraction)	13
9	เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	14
10	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	15
11	เครื่องมือวัดสัมประสิทธิ์ซีเบค	15
12	ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความต่างศักย์	16
13	ตำแหน่ง p1- p7 ที่ปลายหัววัดสัมผัสบนชิ้นงาน	17
14	ระบบการวัดสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA	17
15	สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ DTA แสดงถึงการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อน ที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน	18
16	เตาเผาซีหื้อ Vecstar Furnaces	19
17	เตาเผาซีหื้อ Thermolyne	19
18	เครื่องอัดไฮโดรลิก	20
19	อุปกรณ์อัดเม็ด	20
20	Aluminamortar	21
21	เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ซีหื้อ Sartorius รุ่น AZ Series	21
22	อุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้สำหรับเตรียมชิ้นงาน	22
23	ชิ้นงานที่เตรียมได้	24
24	โครงสร้าง XRD ของ Fe	25

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
25	โครงสร้าง XRD ของ Si	25
26	โครงสร้าง XRD ของ Cu	26
27	โครงสร้าง XRD ของชิ้นงานที่อบที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติ	26
28	โครงสร้าง XRD ของชิ้นงานที่อบ ที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศ N ₂	27
29	เฟสไดอะแกรมของระบบ Fe-Si	28
30	โครงสร้าง XRD ของชิ้นงาน Fe ₂ Si ₅ อบที่อุณหภูมิ 1050 °C นาน 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศ N ₂	28
31	ลักษณะพื้นผิว SEM ของชิ้นงาน Fe ₂ Si ₅ อบที่อุณหภูมิ 1050 °C นาน 3 ชั่วโมง	29
32	องค์ประกอบของชิ้นงานที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS	29
33	ผลการวิเคราะห์ DTA ของ Fe ₂ Si ₅	31
34	โครงสร้าง XRD ของชิ้นงาน Fe ₂ Si ₅ อบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมง	32
35	ลักษณะพื้นผิว SEM ของชิ้นงาน Fe ₂ Si ₅ อบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมง	33
36	ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความต่างศักย์	33
37	ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของชิ้นงาน Fe ₂ Si ₅ เมื่ออบที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 6 และ 12 ชั่วโมง	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	แนวทางการดำเนินงาน	3
2	แสดงเงื่อนไขเริ่มต้นสำหรับการเตรียมชิ้นงาน	21
3	อัตราส่วนอะตอมของชิ้นงานที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS	28
4	อุณหภูมิที่ใช้ในการอบชิ้นงาน เพื่อให้ได้โครงสร้าง β ของงานวิจัยต่างๆ	28
5	ผลการวัดสัมประสิทธิ์ซีเบคของ Fe_2Si_5	31
6	เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคจากงานวิจัยอื่นๆและงานวิจัยนี้	32



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานที่สำคัญอย่างมากในการดำเนินกิจกรรมต่างๆในชีวิตประจำวัน และการพัฒนาอุตสาหกรรมของประเทศ พลังงานไฟฟ้าในประเทศไทยได้มาจากการเผาไหม้ก๊าซธรรมชาติเป็นหลักและเสริมด้วยการเผาไหม้ถ่านหินและน้ำมัน โดยที่แหล่งพลังงานเหล่านี้เป็นแหล่งพลังงานสิ้นเปลืองและเป็นต้นเหตุให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อม ดังนั้น จึงมีการแก้ปัญหาด้วยการพัฒนาแหล่งพลังงานทดแทนที่สะอาด ปลอดภัย และไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม เช่น พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานลม พลังงานน้ำ พลังงานชีวมวล เป็นต้น โดยในแผนงานวิจัยด้านพลังงานทดแทนได้สนับสนุนให้มีการผลิตกระแสไฟฟ้าจากพลังงานแสงอาทิตย์ทั้งในรูปแบบของความร้อนและจากเซลล์แสงอาทิตย์ โดยการติดตั้งแผงรับความร้อนและแผงเซลล์แสงอาทิตย์บนหลังคาหรือที่โล่งแจ้ง หรืออาจจะใช้พลังงานลม โดยการติดตั้งกังหันลมในที่โล่ง ที่กระแสลมสามารถผ่านได้ดี แต่อย่างไรก็ตาม พบว่ายังมีพลังงานที่ถูกปล่อยออกมาในรูปแบบของพลังงานความร้อนที่เราละเลยและถูกทิ้งไปในทุกๆวัน เช่น สมร้อนจากเครื่องปรับอากาศและแผงระบายความร้อน หรือกิจกรรมภายในครัวเรือน เช่น การประกอบอาหารจากเตาแก๊ซหุงต้ม, เตาถ่าน และ การเผาขยะ เป็นต้น จึงเป็นที่มาของแนวคิดของงานวิจัยที่นำพลังงานความร้อนที่สูญเสียไปมาแปลงเป็นพลังงานไฟฟ้า โดยใช้เทอร์โมอิเล็กทริกส์โมดูล เริ่มต้นจากการนำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์ ซึ่งเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด N และชนิด P ขึ้นเล็กๆมาเชื่อมต่อเป็นคู่ๆ โดยวางสลับกันและมีโลหะขนาดเล็กเชื่อมต่อทั้งคู่เข้าด้วยกัน ซึ่งแต่ละคู่ที่ต่อกันจะมีการเชื่อมต่อกันแบบอนุกรมทางไฟฟ้า ตั้งแต่ตัวแรกจนถึงตัวสุดท้าย และถูกประกบด้วยแผ่นเซรามิก เมื่อทำให้อุณหภูมิของแผ่นเซรามิกด้านบนและด้านล่างต่างกัน และนำโมดูลต่อเข้ากับความต้านทานภายนอก จะทำให้เกิดการไหลของกระแสไฟฟ้า โดยที่ความต่างศักย์ที่โมดูลแต่ละชนิดผลิตได้ขึ้นกับความต่างอุณหภูมิที่แผ่น เซรามิกด้านบนและด้านล่าง และจำนวนคู่ P-N

เมื่อศึกษาลงลึกในรายละเอียด พบว่าวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์เป็นวัสดุที่สามารถเปลี่ยนแปลงความแตกต่างทางอุณหภูมิ (Temperature gradient) ไปสู่ความต่างศักย์ (Voltage) เมื่อปลายด้านหนึ่งของวัสดุตั้งกล่าวร้อนและอีกด้านหนึ่งเย็น ความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นสามารถนำไปสู่กำลังไฟฟ้าได้

ประสิทธิภาพของวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์ กำหนดโดยค่า ZT (Dimensionless figure of merit) สามารถคำนวณ โดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเฉพาะเท่านั้น ไม่ควรเผยแพร่ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งนี้ ผู้ใช้จำเป็นต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$ZT = \frac{s^2}{\rho K} T \quad (1)$$

โดยที่ S เป็นสัมประสิทธิ์ซีเบค (Seebeck coefficient) ซึ่งจะมีค่าสูงในกรณีที่วัสดุเป็น
ฉนวนและมีค่าต่ำในกรณีที่เป็นโลหะ

ρ สภาพต้านทานไฟฟ้า (Electrical resistivity)

K สภาพนำความร้อน (Thermal conductivity)

จากปริมาณเหล่านี้จะเห็นว่าวัสดุที่มีประสิทธิภาพที่ดีควรมีสัมประสิทธิ์ซีเบคที่สูงและมีสภาพ
ต้านทานไฟฟ้าและสภาพนำความร้อนที่ต่ำ เมื่อคำนวณค่า ZT พบว่าจะมีค่าสูงที่สุดในกรณีที่เป็น
วัสดุที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัว ที่มีควมหนาแน่นของพาหะ (Carrier concentration) อยู่ในช่วงของ 10^{19}
ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ ซึ่งมีประสิทธิภาพสูงในปัจจุบัน คือ สาร
ประกอบ ระหว่าง Bi และ Te อาจมีการเจือปนสารอื่น เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพเทอร์โมอิเล็กทริกส์
ข้อดีของสารประกอบระหว่าง Bi-Te คือ เป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์ที่มีประสิทธิภาพสูง มี
งานวิจัยระบุว่า Bi_2Te_3 มีค่า $ZT = 2.4$ ที่อุณหภูมิห้อง แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นประสิทธิภาพจะลดลง
ซึ่งเป็นข้อจำกัดของ Bi_2Te_3 นอกจากนี้ สารตั้งต้น คือ Bi และ Te มีราคาสูง และ Te จะเป็นพิษที่
อุณหภูมิสูง [1]

ดังนั้นในการเลือกศึกษาและสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์แต่ละประเภทขึ้นอยู่กับ
หลายปัจจัย เช่น ประสิทธิภาพ ต้นทุนในการสังเคราะห์ และอุณหภูมิที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน
เป็นต้น ในงานวิจัยนี้สนใจ จะสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์ จากสารประกอบของ Fe และ Si
เนื่องจาก

1. สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ คือ Fe และ Si มีราคาถูก
2. เป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์ที่สามารถนำไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ถึง 970°C
3. สารประกอบ Fe และ Si สามารถ dope ให้เป็นได้ทั้ง n-type โดยเจือด้วย Co และ p-type
โดยเจือด้วย Mn เพื่อนำมาประกอบเป็นโมดูล
4. สารประกอบ Fe และ Si เปิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ยาก [2]

แต่ปัญหาหลักของการสังเคราะห์สารประกอบ Fe-Si คือ การเกิดโครงสร้างที่ไม่ต้องการ
ขั้นตอนการเตรียม การกำจัดโครงสร้างที่ไม่ต้องการนี้ต้องนำชิ้นงานไปอบอ่อน (Annealed) ที่
อุณหภูมิประมาณ 800°C ถึง 950°C นานหลายชั่วโมง หรือบางครั้งต้องอาศัยกระบวนการอื่นๆ
เช่น การอัดร้อน (hot-pressed) เข้ามาช่วย ซึ่งเป็นการเตรียมที่สิ้นเปลืองพลังงานและเวลา นอกจากนี้
ชิ้นงานที่ได้ยังมีโครงสร้างที่ไม่สม่ำเสมอ เพราะ แดกหักง่าย ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงพยายามเตรียม
สารประกอบ Fe และ Si ที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อหลีกเลี่ยงโครงสร้างที่ไม่ต้องการ รวมถึงใช้พลังงานและ
ขั้นตอนในการเตรียมให้น้อยที่สุด

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์สารประกอบ Fe- Si
2. เพื่อวัดสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกส์ของสารประกอบ Fe- Si
3. เพื่อได้เงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ Fe- Si

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

สังเคราะห์สารประกอบ Fe-Si ในช่วงอุณหภูมิ 800 °C–1050 °C

1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

โครงการมีระยะเวลาในการจัดทำ รวมทั้งสิ้น 10 เดือน โดยเริ่มตั้งแต่เดือนพฤษภาคม 2555 ถึงเดือน กุมภาพันธ์ 2556 ซึ่งมีการดำเนินการดังนี้
จากแนวทางการดำเนินการข้างต้น สามารถแสดงระยะเวลาดำเนินงานได้ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แนวทางการดำเนินการ

แผนการดำเนินการ	พ.ค.	มิ.ย.	ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.
1. ศึกษาและรวบรวม ข้อมูล										
2. เตรียมชิ้นงาน										
3. การวัดสมบัติทางโครงสร้าง										
4. การวิเคราะห์ชิ้นงาน										
5. สรุป										

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. นำความรู้ที่ได้รับจากการวิจัยสารกึ่งตัวนำ ไปประยุกต์ใช้ในชีวิตประจำวันได้
2. นำความรู้ที่ได้จากการทำวิจัยสามารถนำไปเผยแพร่ให้แก่ผู้ที่มีความสนใจ

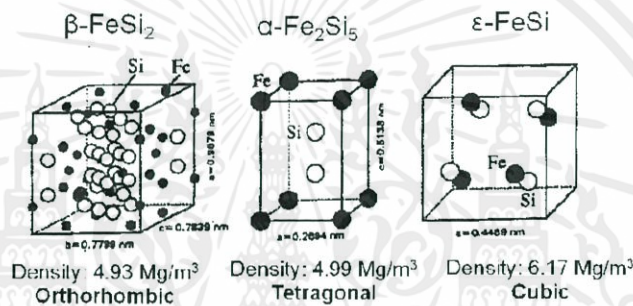
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการศึกษา ค้นคว้า ทฤษฎีเกี่ยวกับคุณสมบัติต่างๆของวัสดุ การคำนวณค่าต่างๆที่เกี่ยวข้องกับการคำนวณและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

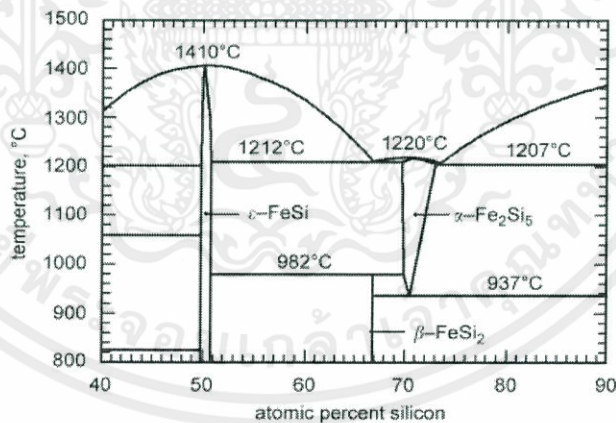
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1. สารประกอบ Fe และ Si

สารประกอบ Fe-Si มีโครงสร้างที่เสถียร 3 โครงสร้าง คือ ϵ -FeSi มีโครงสร้างแบบคิวบิก α -Fe₂Si₅ มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล และ β -FeSi₂ มีโครงสร้างแบบออร์ทอโรมบิกแสดงในรูป 1 โดยที่ α -Fe₂Si₅ และ ϵ -FeSi เป็นโครงสร้างที่แสดงสมบัติของโลหะ ในขณะที่ β -FeSi₂ เป็นโครงสร้างสารกึ่งตัวนำ ซึ่งมีค่า ZT สูง จึงเป็นโครงสร้างที่มีความเหมาะสมที่สุดที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกส์



รูปที่ 1 โครงสร้างผลึกของ β -FeSi₂, α -Fe₂Si₅ และ ϵ -FeSi



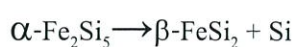
รูปที่ 2 เฟสไดอะแกรมของระบบ Fe-Si

จากรูปที่ 2 กระบวนการที่จะสังเคราะห์ β -FeSi₂ มี 3 กระบวนการ

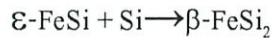
1. กระบวนการที่เกิดจากปฏิกิริยาเพอริเทคติก (Peritectic reaction) ที่อุณหภูมิ 982°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้... ϵ -FeSi + α -Fe₂Si₅ → β -FeSi₂

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น... 2. กระบวนการที่เกิดจากปฏิกิริยายูเทคติก (Eutectic reaction) ที่อุณหภูมิ 937 °C



3. กระบวนการที่เกิดจากปฏิกิริยาสืบเชื้อเอนต์ (subsequent reaction) ซึ่งเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 937 °C



2.2. ทบทวนวรรณกรรม (Literature Review)[3, 4, 5, 6, 7]

การสังเคราะห์ $\beta\text{-FeSi}_2$ ทำได้โดยการนำชิ้นงานไปอบ (Annealed) โดยใช้อุณหภูมิในช่วง 700°C ถึง 900 °C ใช้เวลาประมาณ 100 ชั่วโมง [3] จึงจะเกิดโครงสร้างของ $\beta\text{-FeSi}_2$ ซึ่งเป็นเวลาที่ค่อนข้างนานหรือใช้วิธี Hot-pressing ที่อุณหภูมิ 982 °C พบว่าชิ้นงานที่ได้มีโครงสร้างของ $\beta\text{-FeSi}_2$ เกือบทั้งหมด และความหนาแน่นของชิ้นงานจะมีค่าสูง อย่างไรก็ตามการใช้วิธี Hot-pressing มีต้นทุนในการผลิตสูง จึงไม่เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรม ดังนั้นจึงมีกลุ่มงานวิจัยหลายกลุ่มเลือกใช้วิธี Pressureless sintering ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้พลังงานและต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่า Hot-pressing แต่ข้อจำกัดของวิธี Pressureless sintering คือเกิด β ซ้ำ และชิ้นงานที่ได้มีความหนาแน่นต่ำ ดังนั้นการสังเคราะห์ $\beta\text{-FeSi}_2$ โดยใช้วิธี Pressureless sintering จึงต้องมีการปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ เพื่อให้ได้ β ได้เร็วและง่ายขึ้น รวมทั้งชิ้นงานที่ได้ต้องมีความหนาแน่นที่สูงขึ้น

กลุ่มงานวิจัยของ Mikio Ito และ Hiroshi Nagai [3] ได้เสนอวิธีการเตรียม โดยใช้หลักการของ Liquid phase sintering [4] ซึ่งเป็นวิธีที่ทำให้เกิดเฟสของของเหลวปนอยู่กับเฟสของแข็ง โดยของเหลวที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของอนุภาคให้ชิดกันมากขึ้น ชิ้นงานจึงมีความหนาแน่นที่สูงขึ้น

Mikio Ito และ Hiroshi Nagai [5] ได้สังเคราะห์ $\beta\text{-FeSi}_2$ โดยนำเหล็กและซิลิกอนไปหลอมในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน (Ar) จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวแล้วนำไปบด (Mechanical Alloying) เป็นเวลา 5 ชั่วโมงในขั้นตอนของการบดได้มีการเติมทองแดง (Cu) เพื่อให้เกิดเฟสของของเหลวเมื่อนำชิ้นงานไป sintered จากนั้นนำผงที่ได้ไปอัดขึ้นรูป โดยใช้ความดัน 98 MPa สุดท้ายนำไป sintered ในบรรยากาศของอาร์กอนที่อุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าชิ้นงานที่เติมทองแดงมีโครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$ มากเทียบเท่ากับวิธีการเตรียมแบบ Hot-pressing และความหนาแน่นของชิ้นงานมีค่าสูงเนื่องจากผลของของเหลวที่เกิดขึ้น ดังนั้นทองแดงจึงเป็นธาตุที่เหมาะสมที่จะช่วยเร่งการเกิดโครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$ ให้เร็วและง่ายขึ้น อีกทั้งข้อดีของการใช้วิธี Pressureless sintering คือ ชิ้นงานจะมีรูพรุน (Pore) เล็กน้อย ซึ่งส่งผลให้การนำความร้อนของชิ้นงานต่ำกว่าการใช้วิธี Hot-pressing เนื่องจากผลของการกระเจิงของโฟนอน (Phonon scattering)

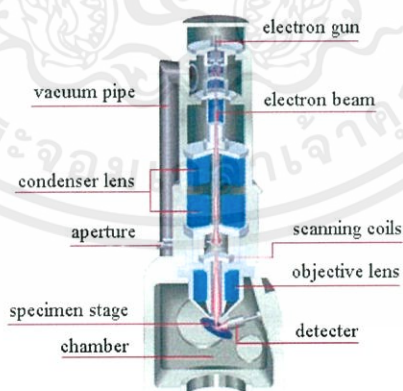
ทองแดงมีสมบัติที่เป็นโลหะ จึงทำให้ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของชิ้นงานมีค่าต่ำลง และทองแดงยังมีค่าสภาพการนำความร้อนที่สูง (400 W/m.K ที่ 300 K) ดังนั้นในงานวิจัยต่อมา จึงมีการปรับปรุงคุณสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานที่เตรียมโดยใช้วิธี Pressureless sintering และเติมทองแดง โดยการเติมสารชนิดอื่นลงไปเพื่อลดสภาพการนำความร้อนของชิ้นงาน

Mikio Ito และ Hiroshi Nagai, 2001 [6] ได้ศึกษาผลของ Si-C กับสภาพการนำความร้อนของ พบว่า การเติม 4 mass% $\text{Si}_{1.75}\text{C}$ จะทำให้ชิ้นงานมีสภาพการนำความร้อนที่ลดลง เนื่องจากมีการกระจายของอนุภาค Si และ C ขนาดประมาณ 20 นาโนเมตร อยู่อย่างสม่ำเสมอในชิ้นงาน ซึ่งทำให้เกิดการกระเจิงของโฟนอน แต่อย่างไรก็ตาม ค่าสภาพนำความร้อนของ $\text{Si}_{1.75}\text{C}$ มีค่าสูงกว่า $\beta\text{-FeSi}_2$ ประมาณ 400 - 800 เท่า [6] ดังนั้นการเติม Si - C เพื่อลดสภาพการนำความร้อนจึงไม่เหมาะสมเท่าที่ควร

MiKio Ito และ Tomoyuki Tada, 2003 ได้ศึกษาผลของการเติม ZrO_2 ลงใน เพื่อลดสภาพนำความร้อนของชิ้นงาน พบว่าในขั้นตอนการเตรียม ZrO_2 จะแตกออก และอะตอม Zr จะเข้าไปแทนที่ Fe ดังนั้นจึงต้องมีการเติมสารชนิดอื่นที่มีความเสถียรมากกว่า ZrO_2 ในปี 2006 MiKio Ito และ Tomoyuki Tada จึงเติม Y_2O_3 [7] ซึ่งเป็นสารที่มีสภาพการนำความร้อนที่ต่ำและเสถียรมากกว่า ZrO_2 พบว่า 2 mass% ZrO_2 ที่เติมลงไปจะทำให้ ชิ้นงานที่ได้จากการเตรียม มีสภาพการนำความร้อนที่ลดลง มี โครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$ เกิดขึ้นในปริมาณมาก

2.3. ทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope)

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ electron เป็นแหล่งกำเนิดแสง ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาลักษณะและองค์ประกอบของวัสดุชิ้นงานในระดับจุลภาคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีกำลังขยายมากกว่า 3000 เท่าถึงระดับ 100,000 เท่า และสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะของตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 100 นาโนเมตร นอกจากนี้ SEM ยังใช้ร่วมกับเทคนิคอื่น เช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) และ Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS) ที่เป็นข้อมูลทางเคมี

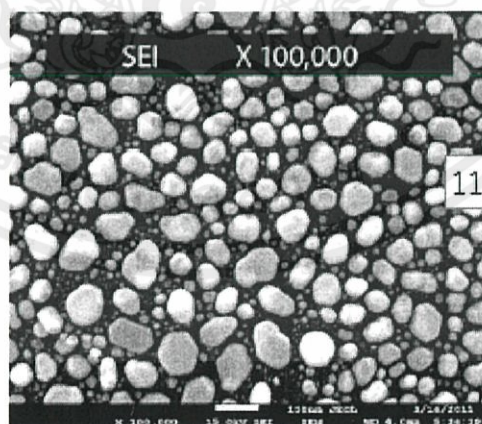


รูปที่ 3 ส่วนประกอบของเครื่อง SEM

การทำงานของเครื่อง SEM จะใช้อิเล็กตรอนแทนแสง โดยต้นกำเนิดอิเล็กตรอน ที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (electron gun) ถูกสร้างจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าสูงให้ขดลวดทั้งสแตน ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา แล้วจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่ลงมาตามลำกล้อง ซึ่งภายในลำกล้องต้องเป็นสภาพสุญญากาศ เพื่อที่จะให้อิเล็กตรอนเคลื่อนโดยไม่สูญเสียพลังงาน

ทิศทางเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะถูกควบคุมโดยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic lens) อย่างน้อย 2 ชุดและปริมาณอิเล็กตรอนถูกควบคุมโดยแอฟเพอร์เจอร์ (aperture) หรือช่องเปิดที่มีขนาดต่างๆกันตามลักษณะการใช้งาน เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าชุดแรกๆที่เรียกว่า เลนส์คอนเดนเซอร์ (condenser lens) เป็นอุปกรณ์ที่มีความสำคัญที่สุดต่อการควบคุมทัศนศาสตร์อิเล็กตรอน (electron optics) เพราะเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่บีบอิเล็กตรอนที่วิ่งลงมาจากรังสีจากแหล่งกำเนิดให้เป็นลำที่มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเล็กลง ส่วนเลนส์วัตถุ (Objective lens) เป็นเลนส์ชุดสุดท้ายจะทำหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้ไปตกกระทบบนผิวตัวอย่าง โดยมีสแกนคอยล์ (scan coil) ทำหน้าที่กวาดอิเล็กตรอนให้ไปบนผิวตัวอย่างภายในกรอบพื้นที่สี่เหลี่ยมเล็กๆ ซึ่งพื้นที่ผิวของตัวอย่างบริเวณที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนจะเกิดสัญญาณต่างๆ (Signal) ขึ้นหลายชนิดในเวลาเดียวกันและ SEM จะมีอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ (Detector) และส่งไปประมวลเป็นภาพแสดงบนจอภาพต่อไป สัญญาณภาพที่ได้ แบ่งออกเป็น 3 ประเภท ตามลักษณะของภาพที่ได้จากหัววัดที่ต่างกัน ได้แก่

1. Secondary Electron Image (SEI) เป็นสัญญาณภาพที่ได้จาก Secondary Electron Detector (SED) ที่รับเอาพลังงานจาก secondary electron เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากแถบนำ (conduction band) หรือแถบพลังงานเวเลนซ์ (valance band) ของสารตัวอย่าง ซึ่งจะมีช่วงพลังงาน 10 ถึง 50eV อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากพื้นผิวของชิ้นงานจะถูกประมวลผลภาพที่ได้แสดงให้เห็นลักษณะของพื้นผิวของตำแหน่งที่สนใจบนชิ้นงาน (Morphology) ศักย์เร่งอิเล็กตรอนปรับเปลี่ยนได้ในช่วง 0.5-30 kV ตามประเภทของชิ้นงาน สามารถเพิ่มกำลังขยายได้สูงถึงประมาณ 1,000,000 เท่า ภายใต้สภาวะการใช้งานที่เหมาะสม โดยทั่วไปการใช้งานปกติมักจะได้กำลังขยายถึงประมาณ 300,000 เท่า



รูปที่ 4 ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Secondary Electron Image (SEI)

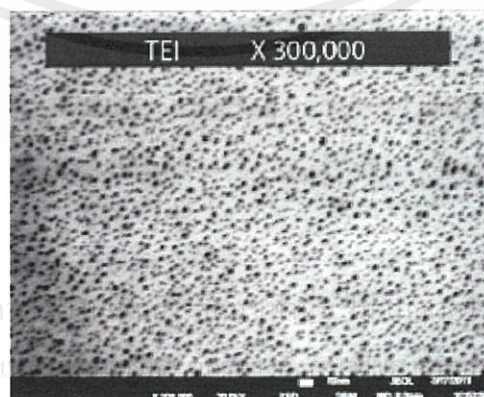
2. Backscattered Electron Image (BEI) Backscattered Electron คือ อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับเกิดจากลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่มาจากปืนอิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนกับชิ้นงาน โดยสูญเสียพลังงานให้กับอะตอมของธาตุในชิ้นงานเพียงบางส่วนแล้วเกิดการกระเจิงกลับออกจากชิ้นงานค่า

พลังงานต่างๆที่กระเจิงกลับจะขึ้นกับเลขมวลอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน สัญญาณภาพที่ได้จาก Backscattered Electron Detector (BED) ที่รับเอาพลังงานจากการสะท้อนที่พื้นผิวของชิ้นงานมาประมวลผล โดยสัญญาณที่ได้ในแต่ละบริเวณจะแปรตามเลขอะตอม (atomic number, Z) ในเนื้อสารบริเวณนั้นๆ ภาพที่ได้จึงมีความสว่าง เข้มหรืออ่อนตามเลขอะตอมของธาตุที่เป็นส่วนประกอบของเนื้อสาร (atomic contrast) BEI จึงสามารถแสดงภาพที่แยกแยะความแตกต่างของแต่ละบริเวณที่มีธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกันได้ หัววัด BEDเป็นแบบ retractable สั่งการให้เลื่อนเข้าไปยังตำแหน่งเหนือชิ้นงานในระหว่างใช้งานและเลื่อนออกเมื่อไม่ได้ใช้งานได้ เพื่อความปลอดภัยของหัววัด



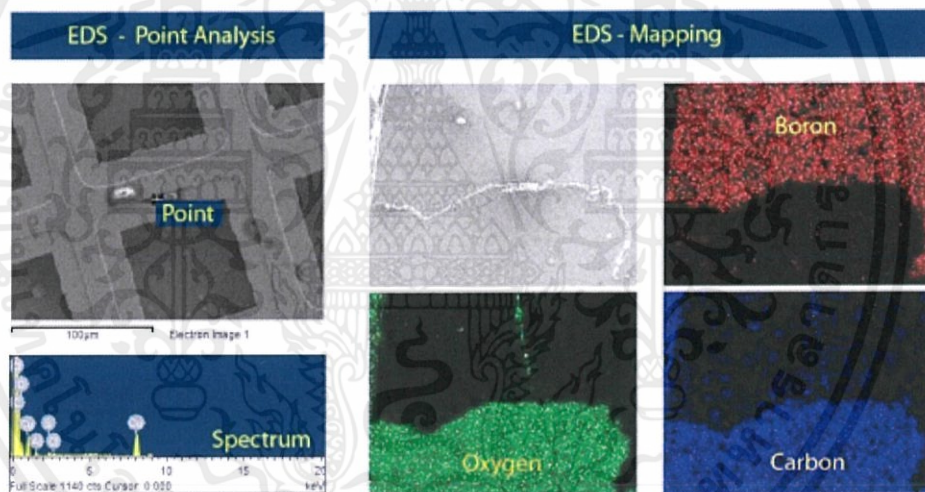
รูปที่ 5 ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Backscattered Electron Image (BEI)

3. Transmission Electron Image (TEI) เป็นสัญญาณภาพที่ได้จาก Transmission Electron Detector (TED) อาศัยหลักการของ Transmission Electron Microscope (TEM) ประยุกต์มาติดตั้งในระบบของ SEM โดย TED จะอยู่ในตำแหน่งใต้ชิ้นงานเพื่อรับพลังงานจาก transmission electron ที่ทะลุผ่านชิ้นงาน ศักย์เร่งอิเล็กตรอนที่ตั้งไว้สำหรับระบบนี้เป็นค่าสูงสุดคือ 30 kV และชิ้นงานจะต้องเตรียมด้วยเครื่องมือเฉพาะเพื่อให้ชิ้นงานมีขนาดบาง เพื่อให้อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านไปยัง TED ได้ ภาพที่ได้จะแสดงถึงรูปร่างโครงสร้างภายในของชิ้นงาน สามารถเพิ่มกำลังขยายได้ถึงประมาณ 300,000 เท่า



รูปที่ 6 ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Transmission Electron Image (TEI)

นอกจากนี้ยังมีการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS) ซึ่งการทำงานอาศัยหลักการ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ใช้การเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานสูงพอเหมาะพุ่งเข้าชนชิ้นงาน ซึ่งประกอบไปด้วยอะตอมของธาตุที่อยู่ในสถานะพื้นจนทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานวงในได้รับพลังงานจากการชนจนหลุดออกไปจากอะตอมแล้วอิเล็กตรอนจากวงนอก จึงคายพลังงานออกมาบางส่วนพร้อมกับเปลี่ยนชั้นพลังงานเข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกไป พลังงานที่อิเล็กตรอนคายออกมานี้จะอยู่ในรูปร่างสีเอ็กซ์และมีค่าเฉพาะตามธาตุนั้น เมื่อวัดค่าพลังงานรังสีเอ็กซ์นี้ด้วย EDS จะสามารถวิเคราะห์ได้ว่าชิ้นงานประกอบด้วยธาตุชนิดใดสามารถทำการวิเคราะห์ธาตุโดยกำหนดจุดหรือบริเวณที่สนใจบนชิ้นงานแล้วทำการวิเคราะห์ว่าจุดหรือบริเวณนั้นประกอบด้วยธาตุชนิดใดบ้าง โดยแสดงผลเป็นสเปกตรัมพลังงานของธาตุต่างๆพร้อมกับระบุสัดส่วนปริมาณของแต่ละส่วนประกอบ สามารถสร้างแผนที่ระบุได้ว่าแต่ละธาตุอยู่ในบริเวณใดบ้าง (Mapping) นอกจากนี้ยังสามารถจำลองสเปกตรัมได้ (Spectrum Synthesis) ชุดอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน



รูปที่ 7 ลักษณะของชิ้นงานที่ได้จากเครื่อง SEM ในโหมด Energy Dispersive X-Ray Spectrometer

ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง SEM วัดในโหมดของ Secondary Electron Image (SEI) เพื่อดูลักษณะพื้นผิวโหมด Backscattered Electron Image (BEI) เพื่อดูเนื้อสารในบริเวณนั้นๆ ซึ่งภาพที่แสดงออกมาจะมีความเข้มของสีที่แตกต่างกัน และวิเคราะห์ธาตุโดย Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS จะสามารถวิเคราะห์ได้ว่าชิ้นงานประกอบด้วยธาตุชนิดใด

ลักษณะตัวอย่าง

เครื่อง SEM สามารถทำการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างได้ทั้ง แบบของแข็ง แบบผง ฟิล์มเคลือบ ตัวอย่างทางชีวภาพตัวอย่างทางวัสดุและอิเล็กทรอนิกส์และตัวอย่างงานต้องนำไฟฟ้า หากตัวอย่างไม่นำไฟฟ้า จะต้องเคลือบทองหรือคาร์บอน โดยไม่ทำลายลักษณะผิวตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

ทดสอบ เพราะกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนต้องยิงอิเล็กตรอน เพื่อกระทบกับชิ้นงาน ถ้าชิ้นงานเป็นฉนวนอิเล็กตรอนจะไม่เคลื่อนที่ ถ้าเป็นตัวนำไฟฟ้าอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่

ปริมาณตัวอย่างที่ต้องเตรียมเพื่อทำการวิเคราะห์ หากเป็นแบบผง ใช้เพียงเล็กน้อยเท่านั้น หากเป็นของแข็ง ควรเตรียมมาอย่างน้อย 2 ชิ้น เพื่อป้องกันความผิดพลาดกรณีตัวอย่างเสียหาย โดยมีขนาดไม่เกิน 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร (มีขนาดเล็กจะดีกว่า เนื่องจากตัวอย่างจะสามารถถ่ายเทอิเล็กตรอนลงกรวดได้ดีกว่า ป้องกันการ charging effects)

2.4. ทฤษฎีและหลักการของระบบเครื่อง XRD (X-ray Diffractometer)

เอกซเรย์ ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffraction)

เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน หรือ เทคนิค XRD เป็นเทคนิคที่นำรังสี X มาใช้วิเคราะห์สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง

เทคนิค XRD อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ ที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีหัววัดเป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากองศาในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ใช้ศึกษา รายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้น ของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย

คุณสมบัติของ X-ray ได้ถูกนำมาใช้ ที่สำคัญมี 4 แบบ คือ

1. ใช้งานทางด้าน Radiography ซึ่งเป็นเทคนิคเกี่ยวกับการดูคลื่น X-ray ในทางอุตสาหกรรมได้นำมาใช้เป็นวิธีวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง โดยไม่มีการทำลายตัวอย่าง (non-destructive testing) วิธีที่ทำงานง่าย ๆ คือ ผ่านลำแสง X-ray เข้าไปในวัสดุที่จะทดสอบแล้วบันทึก รังสีที่ผ่านออกมาบนแผ่นฟิล์ม หรือ จอฟลูออเรสเซนซ์ หรือ กับทางการแพทย์ที่ตรวจหาระบาดของกระดูก

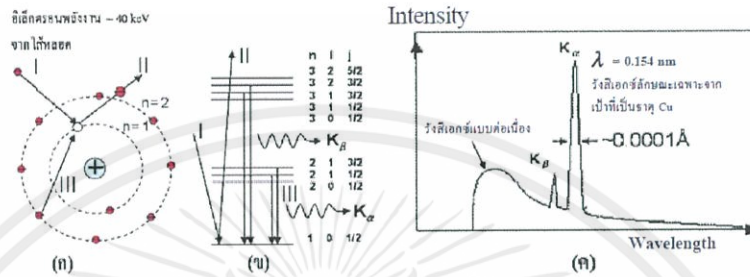
2. งานทางด้านผลึกวิทยา (X-ray Crystallography) เป็นเทคนิคที่ใช้สมบัติของ X-ray เกี่ยวกับความยาวคลื่น ตำแหน่งและความเข้มของ X-ray ที่เลี้ยวเบนไป (diffracted) ด้วยผลึกแข็งทำให้ทราบข้อมูลในโครงสร้างของผลึก องค์ประกอบของผลึก ขนาดของอนุภาค หลักฐานของการสลายตัวภาวะพหุสัณฐาน (polymorphism) การจัดตัวของอะตอมในผลึก เป็นต้น

3. การนำ X-ray มาใช้งานวิเคราะห์ธาตุได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ และเป็นแบบไม่ ต้องทำลายสารตัวอย่าง (non-destructive testing) X-ray beam ที่มีพลังงานสูงผ่านเข้าไปในสาร

ตัวอย่างจะทำให้เกิด X-ray (K-X-ray, L-X-ray) ซึ่งมีลักษณะเฉพาะตัวสามารถใช้วิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพได้และความเข้มของ X-ray ที่เกิดขึ้นให้หาปริมาณของสารได้

4. X-ray สามารถนำไปใช้เป็นรังสีบำบัด (Radiotherapy) ได้เพราะ X-ray สามารถทำลายเซลล์ได้หรือฆ่าสิ่งที่มีชีวิตได้จึงนำมาใช้รักษาโรคมะเร็ง

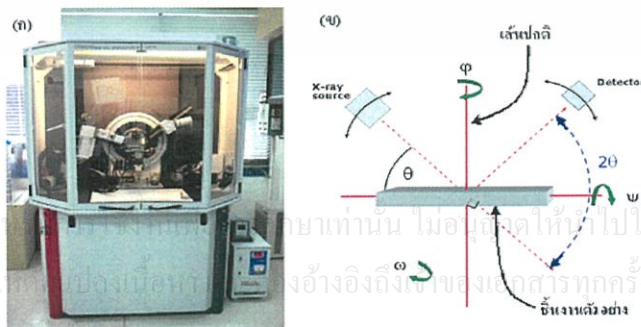
การเลี้ยวเบนของ X-ray (X-ray diffraction)



รูปที่ 8 การเลี้ยวเบนของ X-ray (X-ray diffraction)

ในงานวิจัยนี้นำ X-ray มาใช้ประโยชน์ในด้านผลึกวิทยาซึ่งแหล่งกำเนิดรังสี X-ray มาจากการใช้ความต่างศักย์สูงแรงให้อิเล็กตรอนของไส้หลอด จากแผนภาพแสดงกระบวนการเกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะในหลอดผลิตรังสีเอกซ์ ซึ่งประกอบด้วยขั้นตอนดังนี้: (I) การใช้ความต่างศักย์สูงแรงให้อิเล็กตรอนจากไส้หลอดให้มีพลังงานจลน์มากพอที่จะวิ่งเข้าชนอะตอมเป้าโลหะ แล้วทำให้ (II) อิเล็กตรอนที่อยู่ในวงโคจรชั้นในสุดของอะตอมเป้าโลหะหลุดออกมา (III) อิเล็กตรอนในอะตอมเป้าที่ระดับพลังงานสูงกว่าเข้าไปแทนที่ช่องว่างอิเล็กตรอนในระดับพลังงาน $n = 1$ (ชั้น K) และปลดปล่อยรังสีเอกซ์โดยรังสีเอกซ์ที่เปล่งออกมาจากการแทนที่ในชั้นนี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์ชั้น K” (K-shell X-ray) ซึ่งรังสีเอกซ์นี้เปล่งออกมาจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอนจากชั้น L ($n = 2$) หรือ M ($n = 3$) หรือ N ($n = 4$) ฯลฯ โดยกำหนดเรียกรังสีเอกซ์ชั้น K ที่เกิดจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอนจากชั้น L ว่ารังสีเอกซ์ชั้น K_{α} และกำหนดเรียกรังสีเอกซ์ชั้น K ที่เกิดจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอนจากชั้น M และ N ว่ารังสีเอกซ์ชั้น K_{β} และ K_{γ} ตามลำดับ

เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์



รูปที่ 9 เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ภายในเท่านั้น ไม่ควรเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ทำซ้ำหรือดัดแปลงในทางอื่นใด

จากรูปที่ 9 แสดงเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์กำลังแยกสูง ซึ่งเครื่องมือนี้ประกอบด้วยส่วนที่สำคัญคือ แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ที่วางชิ้นงาน และ Detector

หลักการการทำงานของเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ คือ ยิงรังสีเอกซ์ทำมุม θ กับชิ้นงานที่ไปวาง โดยชิ้นงานนั้นมีลักษณะแบบ เป็นผลึก เป็นแบบผง หรือแบบฟิล์มบาง ก็ได้ เมื่อรังสีเอกซ์ ตกกระทบกับชิ้นงานจะสะท้อนรังสีเอกซ์ไปยัง Detector ถ้ารังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมาเกิดการแทรกสอดแล้วเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law)

Bragg's law

$$2d\sin\theta = n\lambda$$

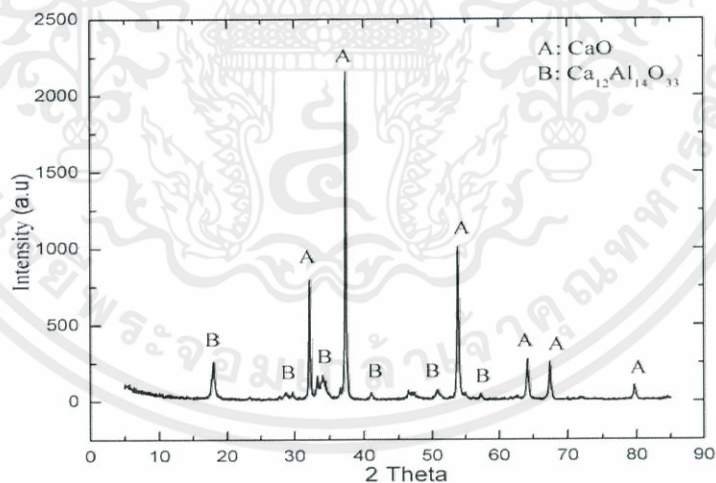
d = ระยะระหว่างระนาบของผลึก

θ = มุมตกกระทบระหว่างรังสีเอกซ์และชิ้นงาน

λ = ความยาวคลื่น รังสีเอกซ์

$n = 1, 2, 3, \dots$

เมื่อรังสีเอกซ์ที่สะท้อนเป็นไปตามกฎของแบรกก์ จะทำให้สัญญาณที่ได้มีความเข้มสูงซึ่งแสดงได้ดังรูป 10



รูปที่ 10 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แกน X คือมุม 2θ และแกน Y คือความเข้ม รูปแบบการเลี้ยวเบนจะเป็นสมบัติเฉพาะที่แสดงได้ถึงโครงสร้างและชนิดของสารตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

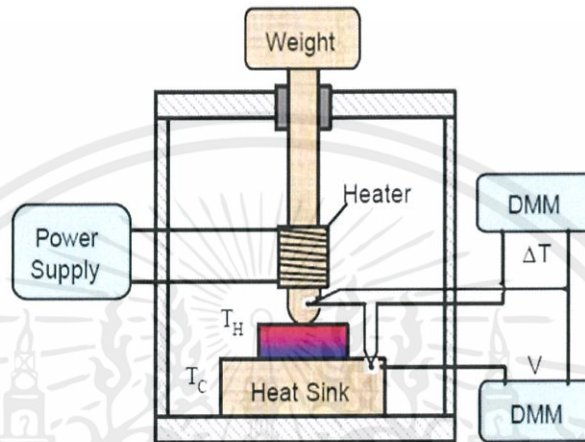
2.5 การวัดซีเบคด้วยเทคนิคหัววัดร้อน (hot probe technique)

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การวัดด้วยเทคนิคหัววัดร้อนนี้จะวัดที่อุณหภูมิห้องโดยใช้ความแตกต่างของอุณหภูมิที่

$5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ระหว่างปลายหัววัดร้อนและฐาน ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคหาได้จากอัตราส่วนระหว่างความ

ต่างศักย์ที่เกิดจากวงจรเปิดและความแตกต่างของอุณหภูมิ ความแตกต่างของอุณหภูมินี้วัดจากการใช้ chromel-alumel (K-type) เทอร์โมคัปเปิล และสายคอปเปอร์ 2 สายที่ใช้วัดความต่างศักย์ ดังรูปที่ 17 โดย heat sink มีอุณหภูมิใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้อง ความต่างศักย์จะถูกอ่านค่าโดย Keithley ดิจิตอลมัลติมิเตอร์โมเดล 2700 หัววัดต่อกับเทอร์โมคัปเปิล ซึ่งวัดอุณหภูมิ T_H ที่ปลายหัววัดอีกด้านของสารชิ้นงานต่ออยู่กับ heat sink ซึ่งมีอุณหภูมิ T_C ถูกวัดโดยเทอร์โมคัปเปิลอีกเส้น



รูปที่ 11 เครื่องมือวัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค

วิธีการวัดสัมประสิทธิ์ซีเบค

1. เปิดสวิตช์คอมพิวเตอร์ เครื่องวัดความต่างศักย์ โมเดล 2700 และเครื่องจ่ายแรงดันไฟฟ้า ใช้ปากคีบคีบสารชิ้นงานที่ต้องการวัดวางในเครื่องวัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคพยายามเอาด้านเรียบของสารชิ้นงานลง และวางหัววัดลงที่ตำแหน่ง p1 ดังรูปที่ 18 กดด้วยน้ำหนักเพื่อให้ปลายหัววัดสัมผัสกับชิ้นงานอย่างมั่นคง และปิดฝาครอบเครื่องมือวัด

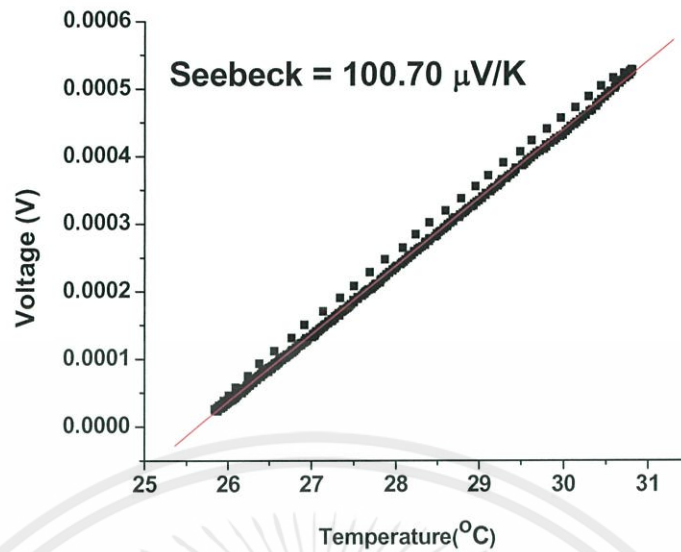
2. เปิดโปรแกรม excelINX_Seebeck คลิกที่ tab ExceLINX จากนั้นไปที่ DMM Scan และกด start ข้อมูลอุณหภูมิด้านเย็น (T_C) และด้านร้อน (T_H) และความต่างศักย์ (ΔV) จะถูกบันทึก

3. เมื่อข้อมูลเริ่มถูกเก็บอุณหภูมิด้านเย็น (T_C) และด้านร้อน (T_H) ยังใกล้เคียงกัน จากนั้นเริ่มปรับเครื่องจ่ายแรงดันทีละน้อยจนไปที่แรงดันประมาณ 1V สังเกตอุณหภูมิด้านร้อนจะค่อยๆ เพิ่มขึ้น

4. เมื่อความต่างอุณหภูมิ (ΔT) ทั้ง 2 ด้านมี ค่าประมาณ 5°C เราค่อยๆ ปรับแรงดันให้ลดลงจนเหลือ 0 โวลต์ อุณหภูมิของหัววัดด้านที่ร้อนจะลดลง

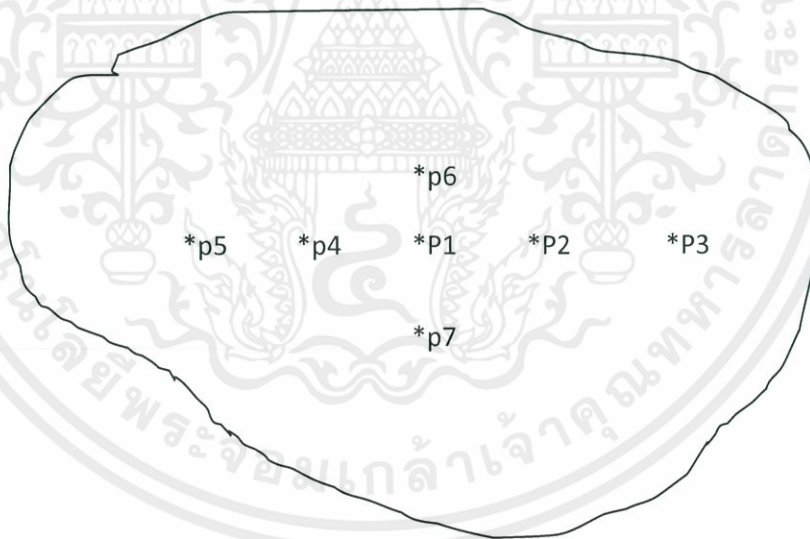
5. รอจนกระทั่งอุณหภูมิด้านที่ร้อนตกลงมาใกล้เคียงกับด้านที่เย็น จึงคลิก tab ExceLINX ไปที่ DMM Scan และ stop เพื่อหยุดการเก็บบันทึกข้อมูล

6. นำข้อมูลทั้งหมดไปวาดกราฟใน Origin Pro 7 โดยแกน X คืออุณหภูมิ แกน Y คือความต่างศักย์ ความชันที่ได้คือค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคดังรูป



รูปที่ 12 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความต่างศักย์

7. จากนั้นทำการเปลี่ยนตำแหน่งชิ้นงานให้หัววัดของเครื่องมือไปสัมผัสกับชิ้นงานที่ตำแหน่ง p2 ทำการวัดลักษณะเดิมทั้งหมด 7 ตำแหน่งในชิ้นงานชิ้นเดียวดังรูปที่ 20
8. บันทึกผลทั้ง 7 ตำแหน่ง แล้วหาค่าเฉลี่ย



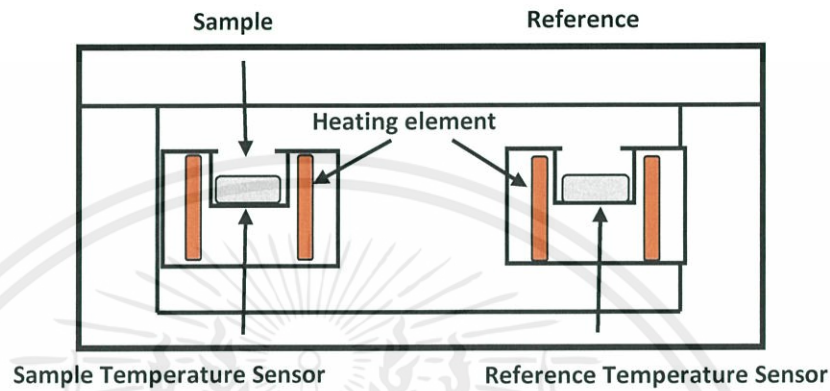
รูปที่ 13 ตำแหน่ง p1-p7 ที่ปลายหัววัดสัมผัสบนชิ้นงาน

2.6 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน

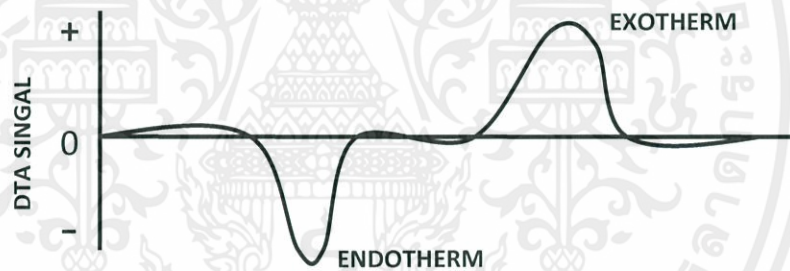
1. หลักการเทคนิคการวิเคราะห์ด้วย DTA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ โดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 DTA เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เชิงความร้อน โดยวัดออกมาในรูปของอุณหภูมิที่ต่างกันระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงในระหว่างให้ความร้อนอุณหภูมิของตัวอย่างเปลี่ยนแปลงในลักษณะการดูด (Endothermic) หรือการคายความร้อน (Exothermic) เนื่องจากการเปลี่ยนแปลง

ระดับพลังงานภายใน (Enthalpic transition) เช่น จากการเปลี่ยนเฟสการละลายการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกการเดือดการเผาไหม้การระเหยการคายน้ำการแตกตัวกระบวนการ Oxidation Reduction และปฏิกิริยาเคมีต่างๆการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะถูกตรวจวัด (ดังรูปที่ 14) ค่าความแตกต่างของอุณหภูมิของตัวอย่าง (T_s) และวัสดุอ้างอิง (T_r) จะถูกบันทึกเป็นกราฟดังตัวอย่างแสดงในรูปที่ 15



รูปที่ 14 ระบบการวัดสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA



รูปที่ 15 สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ DTA แสดงถึงการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อนที่เกิดขึ้นในช่วงงาน

DTA ประกอบด้วย

1. เครื่องวัดอุณหภูมิ (Thermocouple) นิยมใช้ Pt – Pt / Rh หรือ Ni – Ni / Cr เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.1 – 0.3 mm.
2. ถ้วยใส่ตัวอย่างและสารอ้างอิงทำจากวัสดุที่มีสมบัติเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิที่ทดลองและมีค่า Thermal Conductivity สูง เพื่อให้สามารถนำความร้อนสู่ตัวอย่างหรือสารอ้างอิงได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์การทดลอง



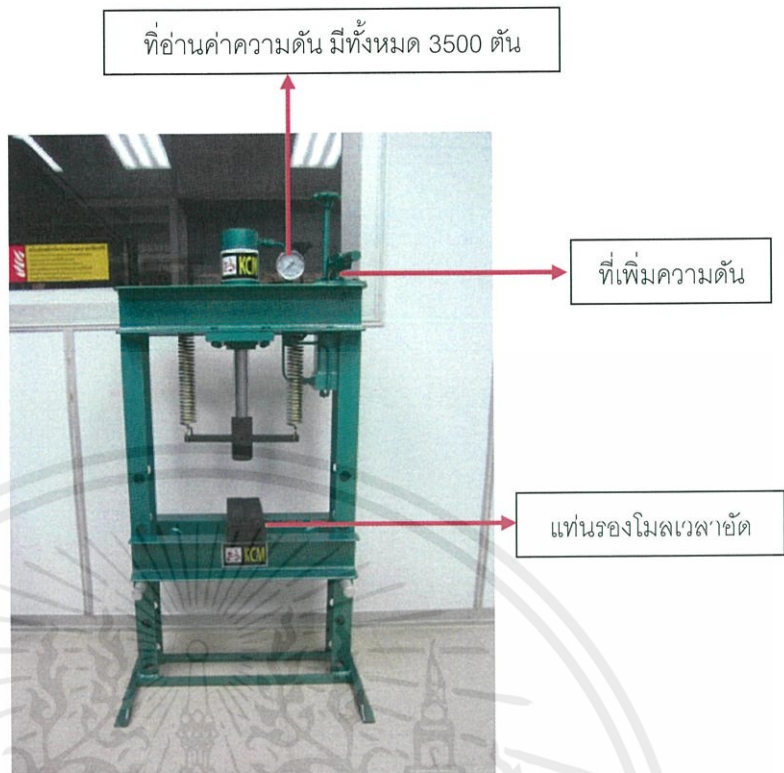
รูปที่ 16 เตาเผาหือ Vecstar Furnaces มีขนาดกว้าง 30 ซม. ยาว 50 ซม. และสูง 32 ซม.
มีอุณหภูมิสูงสุดที่ 1100°C ใช้นานต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 1050°C ในบรรยากาศปกติ



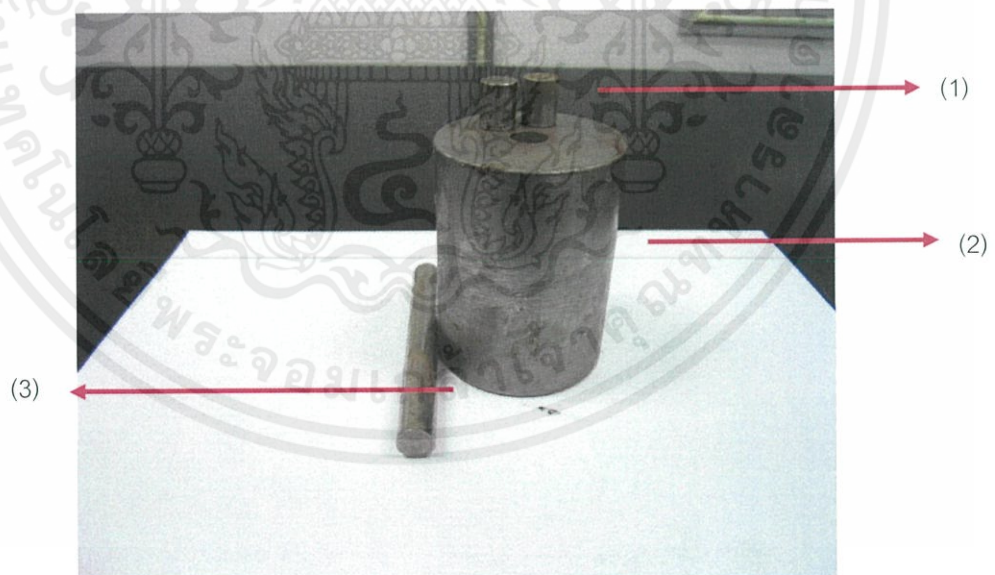
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเฉพาะเท่านั้น กรุณาอย่าเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้อัปโหลดเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 17 เตาเผาหือ Thermolyne มีขนาดกว้าง 13 ซม. ยาว 17 ซม. และสูง 10 ซม.

มีอุณหภูมิสูงสุดที่ 1200°C ใช้นานต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 1100°C



รูปที่ 18 เครื่องอัดไฮโดรลิก



รูปที่ 19 อุปกรณ์อัดเม็ด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ (1) มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 ซม. ความสูง 1.5 ซม. ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกไปใช้ในทางอื่นโดยไม่ได้รับความอนุเคราะห์จากการนำไปได้

(2) มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.0 ซม. ความสูง 8.0 ซม.

(3) มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 ซม. ความสูง 10.0 ซม.



รูปที่ 20 Aluminamortar



รูปที่ 21 เครื่องชั่งตวงวัด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Sartorius รุ่น AZ Series

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 นำไปใส่ในเตาเผา ยี่ห้อ Thermolyne โดยใช้อุณหภูมิไว้ที่ 800°C นาน 5 ชั่วโมง

3.5 ทำซ้ำขั้นตอน ที่ 3.2-3.4 จำนวน 3 ครั้ง

3.6 วิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ SEM

3.7 วัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคที่อุณหภูมิห้องโดยใช้เทคนิคหัวความร้อน (hot probe)

4. การเตรียมชิ้นงานในบรรยากาศ N_2 ด้วยอัตราส่วน Fe : Si = 1.0 : 2.5

4.1 ใส่เตาที่อุณหภูมิ 1050°C นาน 3 ชั่วโมง ทำซ้ำ 3 ครั้ง

4.2 บดให้เข้ากันโดยใช้ mortar นาน 3 ชั่วโมง

4.3 นำไปอัดให้เป็นเม็ดขนาด โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิก

4.4 นำไปใส่ในเตาเผา ยี่ห้อ Thermolyne โดยใช้อุณหภูมิไว้ที่ 900°C นาน 1

ชั่วโมง

4.5 ทำซ้ำขั้นตอน ที่ 4.2 - 4.4 จำนวน 3 ครั้ง

4.6 วิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ SEM

4.7 วัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคที่อุณหภูมิห้องโดยใช้เทคนิคหัวความร้อน (hot probe)

ตารางที่ 2 แสดงเงื่อนไขเริ่มต้นสำหรับการเตรียมชิ้นงาน

Sample Preparation	No.	Sample Name	Fe:Si (mole)	Copper (%)	Temperature (°C)	Time (h)
Process 1 ในบรรยากาศปกติ	1	Al	1.0:2.0	-	800	5
Process 2 ในบรรยากาศ N_2	1	N-Cu ₀	1.0:2.0	0	800	3
	2	N-Cu ₁	1.0:2.0	1	800	3
	3	N-Cu ₂	1.0:2.0	2	800	3
	4	N-Cu ₃	1.0:2.0	3	800	3
	5	N-Cu ₄	1.0:2.0	4	800	3
	6	N-Cu ₅	1.0:2.0	5	800	3
Process 3 ในบรรยากาศ N_2	1	N1	1.0:2.5	-	1050 และ 950	6,12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลอง และการวิเคราะห์ผล

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลองและการวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ SEM การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA สุดท้ายจะวัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคที่อุณหภูมิห้องของชิ้นงาน ซึ่งเป็นสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกพื้นฐาน และทำการเปรียบเทียบกับสัมประสิทธิ์ซีเบคกับงานวิจัยอื่นๆ

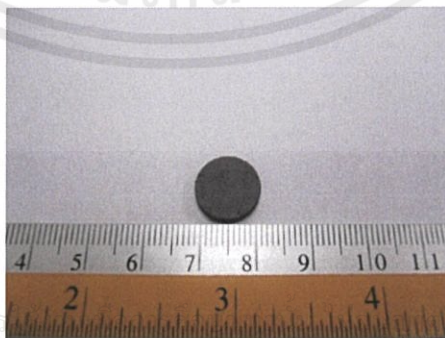
4.1 ลักษณะชิ้นงานที่เตรียมได้

จากรูป (ก) เป็นชิ้นงานรูปทรงกระบอก มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.00 เซนติเมตรและมีความหนา 0.35 เซนติเมตร ชิ้นงานนี้ผ่านการอัดอย่างเดียวกด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิก ซึ่งชิ้นงานมีความแน่นค่อนข้างน้อย

จากรูป (ข) เป็นชิ้นงานรูปทรงกระบอก มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.00 เซนติเมตรและมีความหนา 0.35 เซนติเมตร ชิ้นงานนี้ผ่านการอัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกและผ่านการอบ ซึ่งชิ้นงานมีความแน่นมากขึ้น



(ก)



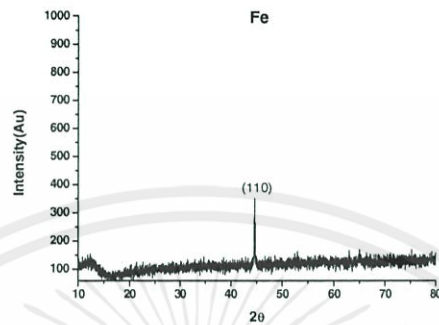
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการ... หน้าไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต(ข) ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 23 ชิ้นงานที่เตรียมได้ (ก) ก่อนอบ (ข) หลังอบ

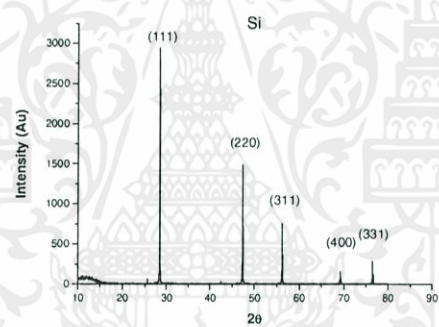
4.2 ผลการวัด XRD

4.2.1 XRD ของสารตั้งต้น

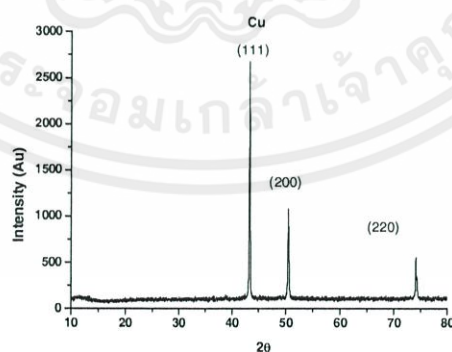
ในงานวิจัยนี้ได้วัดลักษณะโครงสร้างโดยเทคนิค XRD ของสารตั้งต้นที่ใช้ ซึ่งมีอยู่ 3 ประเภท คือ ผง Fe, Si และ Cu ซึ่งได้ผลแสดงดังรูปที่ 24, 25 และ 26 ตามลำดับ



รูปที่ 24 โครงสร้าง XRD ของ Fe



รูปที่ 25 โครงสร้าง XRD ของ Si



รูปที่ 26 โครงสร้าง XRD ของ Cu

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเฉพาะที่มอบหมายให้ดำเนินการต่อไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

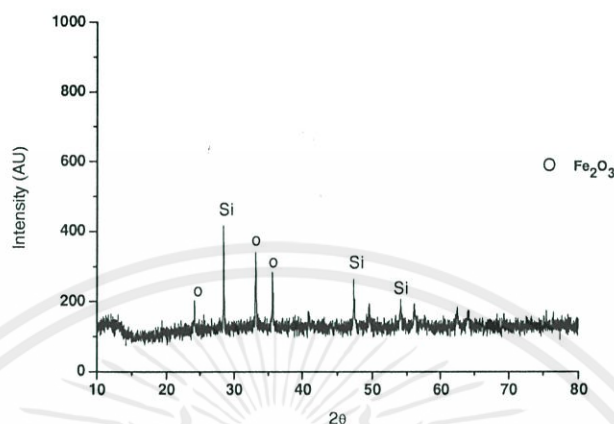
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาหรือข้อมูลอย่างใดของเอกสารชุดนี้ในการนำไปใช้

จากรูปที่ 24, 25, 26 พบว่าผงเหล็กที่ใช้เป็นสารตั้งต้น จะมีความเป็นผลึกค่อนข้างต่ำ เมื่อ

เทียบกับผงของ Si และผงของ Cu แต่อย่างไรก็ตาม ไม่พบพีคของสารอื่นปนอยู่ในผงของ Fe

4.2.2 XRD ของกระบวนการที่ 1

ในกระบวนการที่ 1 เป็นการผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน Fe : Si = 1.0 : 2.0 แล้วนำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 3 ชั่วโมง

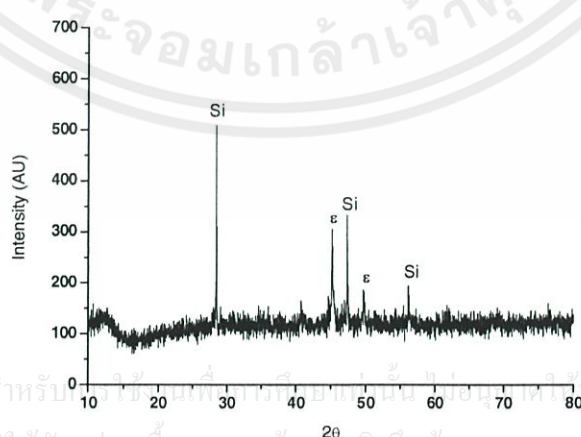


รูปที่ 27 โครงสร้าง XRD ของชิ้นงานที่อบ ที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติ

จากรูปที่ 27 พบว่า ชิ้นงานยังไม่เกิดโครงสร้าง β -FeSi₂ แต่จะพบโครงสร้างของ Si และ Fe₂O₃ โดยกระบวนการที่ 1 นี้เป็นการนำชิ้นงานไปอบในบรรยากาศปกติ ทำให้ผงของเหล็กเกิดปฏิกิริยากับ O₂ จึงเกิดเป็น Fe₂O₃ ดังนั้น สรุปได้ว่า การเตรียมแบบกระบวนการที่ 1 ไม่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ β -FeSi₂

4.2.3 XRD ของกระบวนการที่ 2 ในบรรยากาศ N₂

ในกระบวนการที่ 2 ผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน Fe : Si = 1.0 : 2.0 และเติมทองแดงในอัตราส่วน 0% , 1% , 2% , 3% , 4% , 5% โดยมวล แล้วนำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 3 ชั่วโมงในบรรยากาศ N₂



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ... ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

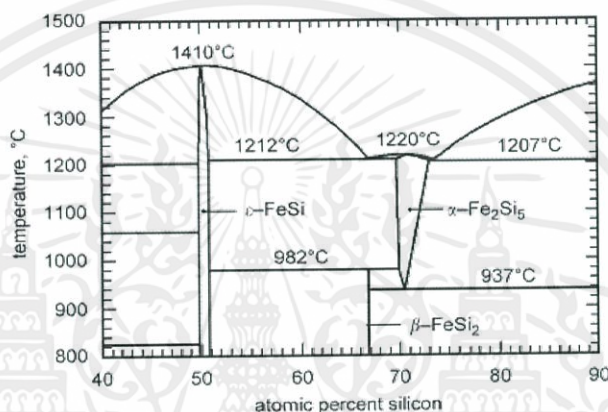
รูปที่ 28 โครงสร้าง XRD ของชิ้นงานที่อบ ที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศ N₂

จากรูปที่ 28 พบว่า เริ่มเกิดโครงสร้างของ ϵ และ Si ขึ้น ซึ่งคาดว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น คือ



ซึ่งในบรรยากาศ N_2 จะไม่เกิดโครงสร้างของ Fe_2O_3 แล้ว และจะได้เป็นโครงสร้างของ ϵ และ Si แต่เนื่องจากว่าอุณหภูมิที่ใช้มีค่าต่ำ คือ 800°C จึงไม่สามารถเกิดโครงสร้างของ β ได้ จากกราฟทำให้เราทราบว่าต้องใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นและเตรียมในบรรยากาศ N_2 นอกจากนี้พบว่าการเติมทองแดงในขั้นตอนนี้ไม่ช่วยเร่งการเกิดโครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$

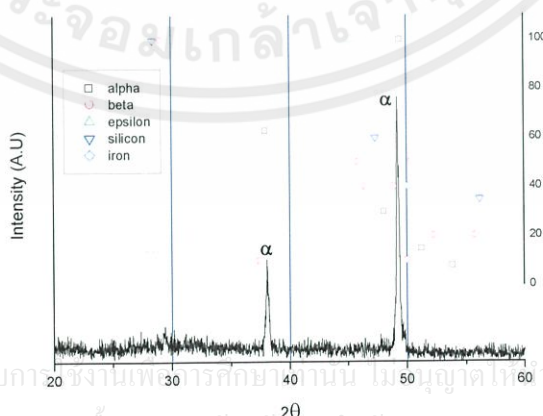
4.2.4 XRD และ SEM ของกระบวนการที่ 3 เผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



รูปที่ 29 เฟสไดอะแกรมของระบบ Fe-Si

จากกระบวนการที่ 1 และกระบวนการที่ 2 ทำให้เราทราบว่าต้องเพิ่มอุณหภูมิมากขึ้นหรือเวลาในการอบมากขึ้น จากเฟสไดอะแกรม พบว่าถ้าผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน Fe : Si = 1.0 : 2.5 แล้วใช้อุณหภูมิในการอบที่ 1050°C จะเกิดโครงสร้าง $\alpha\text{-Fe}_2\text{Si}_5$

ดังนั้น ในกระบวนการที่ 3 จึงผสมผง Fe : Si = 1.0 : 2.5 แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 1050°C ในบรรยากาศ N_2 นาน 3 ชั่วโมง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิได้มีจุดประสงค์ให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 30 โครงสร้าง XRD ของชิ้นงาน Fe_2Si_5 อบที่อุณหภูมิ 1050°C นาน 3 ชั่วโมงในบรรยากาศ N_2

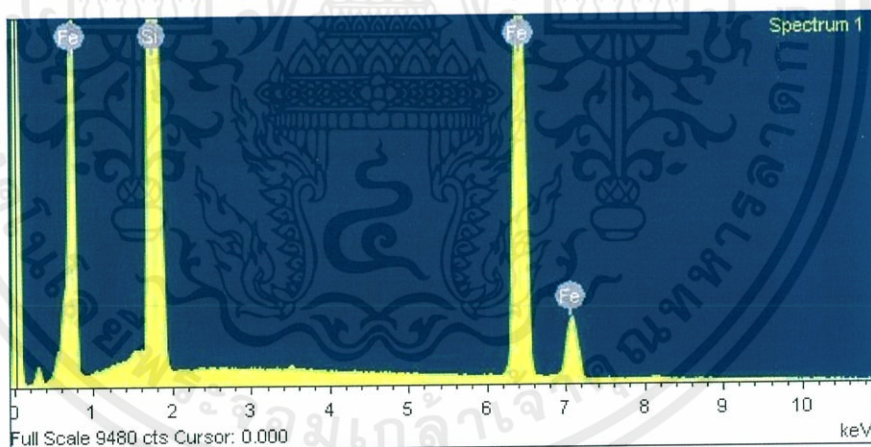
จากรูปที่ 30 ในกระบวนการที่ 3 พบว่า เกิดโครงสร้าง $\alpha\text{-Fe}_2\text{Si}_5$ ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น คือ



จากกราฟพบว่าไม่เกิดโครงสร้างของ ϵ และ β จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการนี้ไปวิเคราะห์ SEM ได้ผลดังรูปที่ 31 ก่อนนำไปวัด SEM ได้นำชิ้นงานไปขัดให้เรียบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 800 และ 1200 แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM และ EDS รูปที่ 31 แสดงลักษณะพื้นผิว SEM ของชิ้นงาน Fe_2Si_5 รอยขีด คือ รอยที่เกิดจากการขัดด้วยกระดาษทราย



รูปที่ 31 ลักษณะพื้นผิว SEM ของชิ้นงาน Fe_2Si_5 อบที่อุณหภูมิ 1050°C นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 32 องค์ประกอบของชิ้นงานที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS

ตารางที่ 3 อัตราส่วนอะตอมของชิ้นงานที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDS

Element	%Atomic
Fe	28.32
Si	71.68
Total	100

จากตารางที่ 3 แสดงอัตราส่วนของ Fe : Si = 1.0 : 2.53 เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของ Fe : Si มีอัตราส่วนที่ใกล้เคียง 1.0 : 2.5 เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของ Fe : Si พบว่าอัตราส่วนเป็น 2 : 5 จึงยืนยันได้ว่าเกิดโครงสร้าง α -Fe₂Si₅

จากรูปที่ 30 และ 31 ยังไม่เกิดโครงสร้าง β ซึ่งเป็นโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำที่เราต้องการ จากงานวิจัยอื่นๆ ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4 พบว่าการเกิดโครงสร้าง β จะต้องนำชิ้นงานที่เป็นโครงสร้าง α ไปอบที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งจะทำให้เกิดปฏิกิริยา



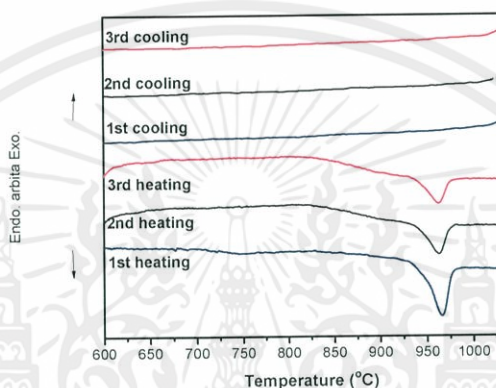
ตารางที่ 4 อุณหภูมิที่ใช้ในการอบชิ้นงาน เพื่อให้ได้โครงสร้าง β ของงานวิจัยต่างๆ

งานวิจัยอื่น	อุณหภูมิในการอบ	ผล
Sakata <i>et al.</i> [8]	มากกว่า 865°C	ϵ และ α increased, β decreased
	น้อยกว่า 860°C	ϵ และ α decreased, β increased
	ที่ 800°C	$\alpha \rightarrow \beta + \text{Si}$, $\epsilon + \text{Si} \rightarrow \beta$
	ที่ 986°C	$\alpha + \epsilon \rightarrow \beta$
Yamauchi <i>et al.</i> [9]	น้อยกว่า 870°C	$\alpha \rightarrow \beta + \text{Si}$, $\alpha + \epsilon \rightarrow \beta$
Yamauchi <i>et al.</i> [10]	1007 – 1027°C	$\beta \rightarrow \epsilon + \alpha$
Kojima <i>et al.</i> [11]	มากกว่า 855°C	$\alpha + \epsilon \rightarrow \beta$
	น้อยกว่า 855°C	$\alpha \rightarrow \beta + \text{Si}$, $\epsilon + \text{Si} \rightarrow \beta$
Ur. S.C. [12]	ที่ 830°C	$\alpha + \epsilon \rightarrow \beta$
	ที่ 1100°C	α และ ϵ formation

จากตารางที่ 4 แสดงอุณหภูมิที่ใช้ในการอบชิ้นงานของงานวิจัยอื่นๆ จากตารางพบว่าไม่สามารถสังเคราะห์โครงสร้าง β ได้โดยตรง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้ในการอบมีค่าแตกต่างกันตั้งแต่ 800°C – 1,100°C เมื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการอบสำหรับงานวิจัยนี้ จึงได้นำชิ้นงานที่มีโครงสร้าง α -Fe₂Si₅ ไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA ซึ่งข้อมูลที่ได้จะทำให้ทราบคุณสมบัติในการนำชิ้นงานไปอบในอุณหภูมิที่เหมาะสม

4.3 ผลการวัด DTA

เทคนิค DTA สำหรับการวิเคราะห์เชิงความร้อนของชิ้นงาน ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์ชิ้นงานที่อุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 1,100 °C ในบรรยากาศปกติ โดยกำหนดอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ (heating rate) และอัตราการลดลงของอุณหภูมิ (cooling rate) เท่ากับ 10°C / นาที โดยจะทำการวิเคราะห์ 3 ครั้ง โดยให้ผลที่เหมือนกันคือ เกิดพีคแสดงการดูดความร้อนที่อุณหภูมิ 950 °C ในกระบวนการให้ความร้อนแต่ไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆในกระบวนการลดอุณหภูมิซึ่งผลดังกล่าวแสดงดังรูปที่ 33

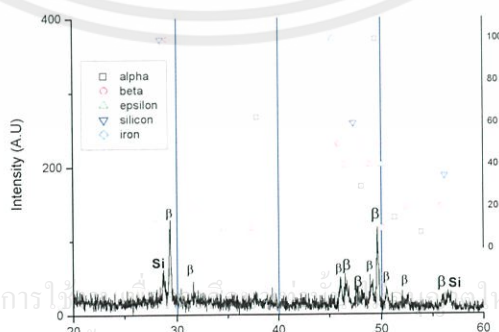


รูปที่ 33 ผลการวิเคราะห์ DTA ของ Fe_2Si_5

รูปที่ 33 ยังพบว่าการเกิดพีคของการให้ความร้อนในกระบวนการครั้งที่ 1 พีคที่ได้จะชัดเจนกว่าครั้งที่ 2 และครั้งที่ 3 ซึ่งผลดังกล่าวจะอธิบายดังหัวข้อถัดไป

4.4 XRD และ SEM ของชิ้นงาน Fe_2Si_5 เมื่อนำมาอบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง

จากการวิเคราะห์ DTA ของ Fe_2Si_5 ทำให้ทราบว่าต้องนำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 950 °C ในงานวิจัยนี้ได้นำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 และ 12 ชั่วโมง

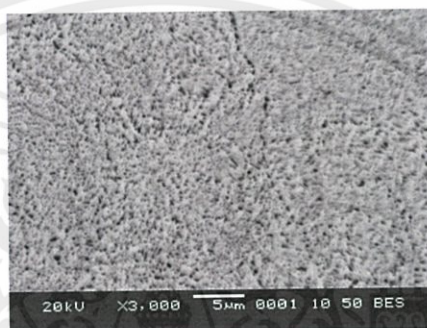


รูปที่ 34 โครงสร้าง XRD ของชิ้นงาน Fe_2Si_5 อบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมง

จากรูปที่ 34 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD ของชิ้นงานที่มีโครงสร้าง α -Fe₂Si₅ และนำไปอบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมง เกิดโครงสร้าง β ซึ่งเป็นโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำที่เราต้องการ และเกิด Si ปฏิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ



จากรูปที่ 33 พิกที่ได้อาจจากการวิเคราะห์ DTA 3 ครั้ง จะพบว่าครั้งที่ 1 พิกชัดเจนกว่าครั้งที่ 2 และครั้งที่ 3 เพราะปริมาณ α ของชิ้นงานจะลดลงเรื่อยๆ จึงทำให้เกิดปฏิริยาที่ α สลายตัวเป็น β + Si น้อยลง ดังนั้น ความชัดเจนของพิกน้อยลง จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการนี้ไปวิเคราะห์ SEM ได้ผลดังรูปที่ 34

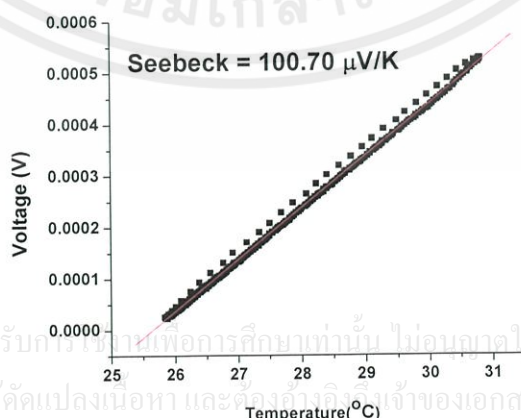


รูปที่ 35 ลักษณะพื้นผิว SEM ของชิ้นงาน Fe₂Si₅ อบที่อุณหภูมิ 950 °C นาน 6 ชั่วโมง

จากรูปที่ 35 ชิ้นงานที่ได้จากการวัด SEM ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า ภาพที่ได้จะเห็นเป็นสีเทา และสีดำกระจายอยู่ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ทำให้ทราบว่า สีเทาเป็นโครงสร้าง β สีดำเป็นโครงสร้างของ Si

4.5 ผลการวัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค

ในงานวิจัยนี้วัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค โดยใช้การวัดหัวร้อน (Hot prob) ซึ่งทำการวัดชิ้นงานทั้งหมด 7 จุดในชิ้นงานเดียวกัน ทำการวัดชิ้นงานทั้งก่อนอบและหลังอบเป็นเวลา 6 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง จากนั้นนำผลที่ได้มาพลอตกราฟสัมประสิทธิ์ซีเบค จะได้เป็นกราฟเส้นตรง ดังรูปที่ 36



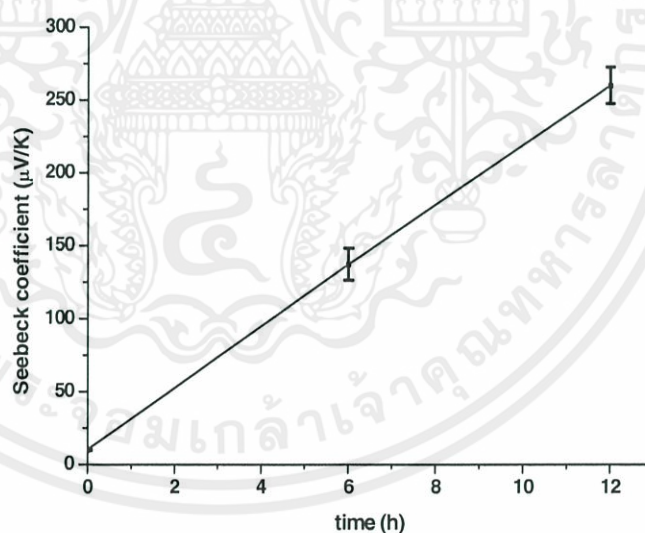
รูปที่ 36 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความต่างศักย์

จากรูปที่ 36 เป็นการนำข้อมูลทั้งหมดไปวาดกราฟใน Origin Pro 7 โดยแกน X คืออุณหภูมิ แกน Y คือความต่างศักย์ ความชันที่ได้คือค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค แสดงดังในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ผลการวัดสัมประสิทธิ์ซีเบคของ Fe_2Si_5

ชิ้นงาน	S_1 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S_2 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S_3 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S_4 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S_5 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S_6 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S_7 ($\mu\text{V}/\text{k}$)	เฉลี่ย ($\mu\text{V}/\text{k}$)	S.D
ชิ้นงาน ไม่ได้อบ	9.46	10.45	10.12	8.71	9.69	10.52	9.84	9.83	0.58
อบ 6 ชั่วโมง	124.35	150.46	146.89	120.97	145.12	130.95	141.17	137.13	10.80
อบ 12 ชั่วโมง	243.64	256.34	273.67	244.12	276.93	258.16	266.43	259.90	12.26

หมายเหตุ S_x คือ ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของการวัด เมื่อ $x = 1, 2, 3, \dots, 7$



รูปที่ 37 ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของชิ้นงาน Fe_2Si_5 เมื่อไม่ได้ผ่านการอบและอบที่อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลา 6 และ 12 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นจากรูปที่ 37 พบว่า เมื่อเวลาที่ใช้ในการอบมากขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคก็เพิ่มขึ้นด้วย จากนั้นนำค่าค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคจากงานวิจัยอื่นๆ มาเปรียบเทียบ พบว่าค่าที่ได้จากงานวิจัยของเราสอดคล้องหรืออยู่ในช่วงที่งานวิจัยอื่นทำได้ดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคจากงานวิจัยอื่นๆและงานวิจัยนี้

งานวิจัยอื่น	สารตั้งต้น	วิธีการทดลอง	ค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค ($\mu\text{V/K}$)
Yamauchi <i>et al.</i> [13]	FeSi_2	หลอมและปล่อยให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว / อบอุ่นที่อุณหภูมิ 890°C นาน 20 ชั่วโมง	80
Ur. S.C.[12]	FeSi_2	- การอัดร็อน / อบอุ่นที่อุณหภูมิ 830°C นาน 48 ชั่วโมง - Thermal-sprayed / อบอุ่นที่อุณหภูมิ 845°C นาน 200 ชั่วโมง	150 20
Tani, J. and Kido, H. [15]	$\text{FeSi}_{2.2}$	Melted in silica ampoules / Spark plasma sintering / อบอุ่นที่อุณหภูมิ 840°C นาน 168 ชั่วโมง	- 470
This work	Fe_2Si_5	วิธีการปฏิกิริยาของแข็ง / อบอุ่นที่อุณหภูมิ 950°C นาน 6 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง	137.13 และ 259.90

จากตารางที่ 6 เป็นการเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของงานวิจัยอื่นๆ พบว่าสารตั้งต้นของงานวิจัยนั้นเป็น FeSi_2 และใช้เวลานานในการอบค่าสัมประสิทธิ์สูงสุดที่ $150 \mu\text{v/k}$ แต่ในงานวิจัยของเราคาดว่าถ้าเปลี่ยนสารตั้งต้นเป็น Fe_2Si_5 จะใช้เวลาในการอบน้อยกว่าและมีค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคสูงกว่าเพราะ คาดว่ามีการกระจายตัวของ Si ทำให้มีค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคเพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งกระบวนการสังเคราะห์ออกเป็น 3 กระบวนการ เพื่อที่จะสังเคราะห์สารประกอบ Fe และ Si ให้มีโครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$

กระบวนการที่ 1 โดยเตรียมสาร Fe และ Si ในอัตราส่วน 1.0 : 2.0 บดนาน 3 ชั่วโมง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติ จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการที่ 1 ไปวัดโครงสร้าง XRD ผลที่ได้พบว่าชิ้นงานยังไม่เกิดโครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$ แต่จะพบโครงสร้างของ Si และ Fe_2O_3 ซึ่งกระบวนการที่ 1 เป็นการนำชิ้นงานไปอบในบรรยากาศปกติ ทำให้ผงของ Fe เกิดปฏิกิริยากับ O_2 จึงเกิดเป็น Fe_2O_3 ดังนั้น สรุปได้ว่า การเตรียมแบบกระบวนการที่ 1 ไม่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ $\beta\text{-FeSi}_2$

กระบวนการที่ 2 ผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน 1.0 : 2.0 และเติมทองแดงในอัตราส่วน 0% , 1% , 2% , 3% , 4% , 5% โดยมวล จากนั้นนำชิ้นงานไปบดนาน 3 ชั่วโมงและเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ในบรรยากาศ N_2 แล้วนำชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการที่ 2 ไปวิเคราะห์โครงสร้าง XRD แล้วพบว่าชิ้นงานที่เตรียมในบรรยากาศ N_2 จะไม่เกิดโครงสร้างของ Fe_2O_3 แล้ว และได้เป็นโครงสร้างของ ϵ และ Si แต่เนื่องจากว่าอุณหภูมิที่ใช้มีค่าต่ำ คือ 800 °C จึงไม่สามารถเกิดโครงสร้างของ β ได้จากกราฟ ทำให้เราทราบว่าต้องใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นและเตรียมในบรรยากาศ N_2 นอกจากนี้พบว่าการเติมทองแดงในขั้นตอนนี้ไม่ช่วยเร่งการเกิดโครงสร้าง $\beta\text{-FeSi}_2$

กระบวนการที่ 3 ผสมผง Fe และ Si ในอัตราส่วน 1.0 : 2.5 บดนาน 3 ชั่วโมง และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศ N_2 จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้จากกระบวนการที่ 3 ไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ SEM จะพบว่าเกิดโครงสร้างของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{Si}_5$ แต่ยังไม่เกิดโครงสร้าง β ซึ่งเป็นโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำที่เราต้องการ และนำชิ้นงานในกระบวนการที่ 3 ได้วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA ซึ่งผลที่ได้จากการวิเคราะห์เชิงความร้อน ได้เกิดพีคแสดงการดูดความร้อนที่อุณหภูมิ 950 °C ทำให้เราทราบว่าต้องนำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 950 °C จึงได้นำชิ้นงานที่เป็นโครงสร้าง α ไปอบที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมงและ 12 ชั่วโมง แล้วนำชิ้นงานที่ได้จากการอบที่อุณหภูมิ 950 °C ไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว SEM ภาพที่ได้จะเห็นเป็นสี่เหลี่ยมและสี่ด้ามกระจายอยู่ จากการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว SEM จึงพบว่าสี่เหลี่ยมเป็นโครงสร้าง β สี่ด้ามเป็นโครงสร้างของ Si จากนั้นได้นำชิ้นงานไปวัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบค โดยใช้วิธีการวัดหัว

ร้อน (Hot prob) โดยทำการวัดชิ้นงานทั้งก่อนอบและหลังอบ เป็นเวลา 6 ชั่วโมงและ 12 ชั่วโมง ซึ่งทำการวัดชิ้นงานทั้งหมด 7 จุดในชิ้นงานเดียวกัน จากนั้นนำผลที่ได้มาพลอตกราฟสัมประสิทธิ์ซีเบค และนำค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคที่ได้ไปเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของงานวิจัยอื่นๆ พบว่า สารตั้งต้นของงานวิจัยนั้นเป็น $FeSi_2$ และใช้เวลาในการอบค่าสัมประสิทธิ์สูงสุดที่ $150 \mu v/k$ แต่ในงานวิจัยของเราคาดว่าถ้าเปลี่ยนสารตั้งต้นเป็น Fe_2Si_5 จะใช้เวลาในการอบน้อยกว่าและมีค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคสูงกว่าเพราะ คาดว่ามีการกระจายตัวของ Si ทำให้มีค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคเพิ่มขึ้น ในงานวิจัยของเราได้วัดค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคชิ้นงานที่ยังไม่ได้อบกับชิ้นงานที่อบแล้ว จะพบว่าค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคของชิ้นงานที่ยังไม่ได้อบมีค่า $9.83 \mu v/k$ ชิ้นงานที่อบ 6 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง มีค่า $137.13 \mu v/k$ และ $259.90 \mu v/k$ ตามลำดับ ซึ่งจะสังเกตได้ว่าชิ้นงานที่ยังไม่ได้อบมีค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคน้อยกว่าชิ้นงานที่ผ่านการอบแล้ว และในงานวิจัยคาดว่าถ้าเพิ่มเวลาในการอบเพิ่มขึ้นค่าสัมประสิทธิ์ซีเบคจะเพิ่มขึ้นด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Kenfaui,D.: Chateigner,D.: Gomina,M.: Noudem,J.G. *Journal of Alloys and Compounds* ,Volume 490, issue 1-2 (February 4, 2010), p. 472-479.
- [2] I. Nishida : *Phys. Rev. B* 7 (1973) 2710-2713. And U. Birkholz and J. Schelm: *Phys. Status Solidi* 27 (1968) 413-425.
- [3] H.Nagai *et al.*, *Mater.Trans. JIM*, 39, No.4, (1998), 515.
- [4] R.M.German, *Liquid Phase Sintering*, Plenum Publishing Co. (New York, 1985), 65.
- [5] M. Ito, H. Nagai, D. Harimoto, S. Katsuyama, K. Majima *J. Allos and Compd*,2, 28 (2001), 226.
- [6] M. Ito, T. Tada and S. Katsuyama, *J. Alloy Compd.* 350 (2003), 296.
- [7] M Ito, T. Tada and S. Hara, *J. Alloy Compd.* 408 (2006), 363.
- [8] Sakata, T., et al. Studies on the formation of FeSi₂ from the FeSi-Fe₂Si₃ eutectic *J. Less Common Metals* 61 (October 1978): 301-308.
- [9] Yamauchi, I., et al. Effect of Cu addition on the β -phase formation rate in Fe₂Si₃ thermoelectric materials. *J. Mater. Sci.* 33 (1998): 385-394.
- [10] Yamauchi, I., et al. Effect of copper addition on the β -phase formation rate in FeSi₂ thermoelectric materials. *J. Mater. Sci.* 32 (1997): 4603-4611.
- [11] Kojima, T., et al. Formation of β -FeSi₂ from the sintered eutectic alloy FeSi-Fe₂Si₃ doped with cobalt. *J. Less-Comm.Met.* 159 159 (1990):299-305.
- [12] Ur, S.C., and Kim, I. H. Thermoelectric properties of mechanically alloyed iron disilicides consolidated by various processes. *Met. Mater. Int.* 11 (2005):301-308.
- [13] Yamauchi, I., et al. β -FeSi₂ phase formation from a unidirectionally solidified rod-type eutectic structure composed of both α -phases and ϵ - phases. *Mater.Sci. Eng. A* 208 (1996):108-115.
- [14] Tani, J. and Kido, H. Hall effect and thermoelectric properties of FeSi_x. *J.Appl. Phys.* 39 (2000) :1054-1057.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้