



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การเตรียมและการตรวจสอบสมบัติของสารพิโซอิเล็กทริกที่ไม่มี
ตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในระบบที่มีโซเดียม-โปแตสเซียมในโอเบตเป็นฐาน

**Processing and Properties Evaluation of $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ -
based Lead Free Piezoelectric Materials**

โดย

อาจารย์ ดร. พรสุดา บ่มไต้ และคณะ

พฤษภาคม 2550

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การเตรียมและการตรวจสอบสมบัติของสารไพโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่ว
เป็นองค์ประกอบ ในระบบที่มีโซเดียม-โปแตสเซียมไนโอเบตเป็นฐาน

**Processing and Properties Evaluation of $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ -
based Lead Free Piezoelectric Materials**

คณะผู้วิจัย

อาจารย์ ดร. พรสุดา บ่มไฉ่

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

รองศาสตราจารย์ ดร. ศุภสร หมีนสิทธิ์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

Dr. Steven J. Milne

University of Leeds, UK

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย
(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยใคร่ขอขอบพระคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) และสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) ที่ได้ให้การสนับสนุนงบประมาณในงานวิจัยผ่านทางทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ ประจำปี 2548

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ศุภสรโรช หมั่นสิทธิ และ Dr. Steven J. Milne ในฐานะนักวิจัยที่ปรึกษาที่ได้ให้การสนับสนุนและคำแนะนำที่เป็นประโยชน์ ตลอดจนการให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือในการวัดค่าสมบัติทางไฟฟ้า จนทำให้งานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี และทำให้ผู้วิจัยได้รับประสบการณ์จากการวิจัยเพื่อจะพัฒนางานวิจัยให้มีคุณภาพดียิ่งขึ้นในอนาคต

ขอขอบพระคุณ คุณ Thomas Skidmore นักศึกษาปริญญาเอกสาขา Materials Science and Engineering ของมหาวิทยาลัยลิคส์ เมืองลิคส์ ประเทศอังกฤษ ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการวัดค่าสัมประสิทธิ์ไพโซอิเล็กทริก (d_{33})

ขอขอบพระคุณ หลักสูตรวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ สำหรับสถานที่ ครุภัณฑ์ อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัย และขอขอบพระคุณนักศึกษาระดับปริญญาตรี คณาจารย์ เจ้าหน้าที่ประจำหลักสูตรวัสดุศาสตร์ทุกท่าน ที่ให้ความช่วยเหลือจนงานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณครอบครัวของผู้วิจัย และเพื่อนๆ ที่ได้ส่งเสริมสนับสนุนและเป็นกำลังใจให้ผู้วิจัยตลอดมาจนสามารถดำเนินชีวิตมาถึงวันนี้ได้

อาจารย์ ดร. พรสุดา บ่มไต้
(หัวหน้าโครงการวิจัยฯ)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG4880117
ชื่อโครงการ : การเตรียมและการตรวจสอบสมบัติของสารพิโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในระบบที่มีโซเดียม-โปแตสเซียมไนโอเบตเป็นฐาน
ชื่อนักวิจัย : ดร. พรสุดา บ่มไฉ่
E-mail Address : ppornsuda@yahoo.com และ pornsuda.b@psu.ac.th
ระยะเวลาโครงการ : 2 ปี (1 มิถุนายน 2548 – 31 พฤษภาคม 2550)

ในวิจัยนี้ได้ทำการศึกษา กระบวนการเตรียมและสมบัติของวัสดุพิโซอิเล็กทริกไร้สารตะกั่วเป็นองค์ประกอบในระบบที่มีโซเดียมโปแตสเซียมไนโอเบต ($(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$) เป็นฐาน โดยได้แบ่งงานวิจัยออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 ทำการเตรียมและตรวจสอบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ และส่วนที่ 2 เตรียมและตรวจสอบเซรามิก ($(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$) ที่เติมสารเจือชนิดต่างๆ

ส่วนที่ 1 ของโครงการได้ทำการเตรียม $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ $x = 0.2, 0.4, 0.5, 0.6$ และ 0.8 ด้วยเทคนิคผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป โดยใช้อุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์แตกต่างกัน และตรวจสอบด้วยเทคนิค TG-DTA, XRD และ SEM พบว่า เงื่อนไขการแคลไซน์และปริมาณ $\text{K}_2\text{CO}_3 (x)$ มีอิทธิพลต่อการเกิดเฟส ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค ซึ่งสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ บริสุทธิ์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 900°C แม้จะใช้เวลา 6 ชั่วโมง สำหรับ $x = 0.5$ และ 2 ชั่วโมง สำหรับ $x = 0.2$ และ 0.8 การเติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินในปริมาณ 0.05 โมล ในสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ จะสามารถทำให้แคลไซน์ได้ที่อุณหภูมิต่ำลง คือ 800°C แม้จะใช้เวลา 2 ชั่วโมง โดยอนุภาคที่ได้จะมีรูปร่างเป็นทรงสี่เหลี่ยมขนาดเล็กประมาณ $1\ \mu\text{m}$

ส่วนที่ 2 ของโครงการได้ทำการเตรียมเซรามิก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ $x = 0.2, 0.4, 0.5, 0.6$ และ 0.8 และ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมด้วยสารเจือชนิดต่าง ๆ คือ สารตั้งต้นประเภทส่วนเกินในปริมาณ $0.00 - 0.05$ โมล, LiTaO_3 ปริมาณ $0.00 - 0.10$ โมล, BaTiO_3 ปริมาณ $0.00 - 0.10$ โมล และ $0.05\text{LiTaO}_3\text{-LiSbO}_3$ ในปริมาณ $0.00 - 0.10$ โมล โดยเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ผลจากการทดลองพบว่า สมบัติทางกายภาพ การเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้า มีค่าขึ้นอยู่กับอุณหภูมิซินเตอร์ ปริมาณ $\text{K}_2\text{CO}_3 (x)$ ชนิดและปริมาณสารเจือที่เติมลงไปอย่างมีนัยสำคัญ

คำหลัก : วัสดุพิโซอิเล็กทริกไร้สารตะกั่ว โซเดียมโปแตสเซียมไนโอเบต สมบัติทางไฟฟ้า การเกิดเฟส ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

Abstract

Project Code : MRG4880117
Project Title : Processing and Properties Evaluation of $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ -based Lead Free Piezoelectric Materials
Investigator : Dr. Pornsuda Bomlai
E-mail Address : ppornsuda@yahoo.com and pornsuda.b@psu.ac.th
Project Period : 2 years (1 June 2005 – 31 May 2007)

In this research, the processing and properties of $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ -based lead free piezoelectric materials were studied. This project can be divided into 2 sections which are 1) preparation and characterization of $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ powders and 2) preparation and characterization of $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ceramics with different dopants.

The first part of the project, $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ powders with $x = 0.2, 0.4, 0.5, 0.6$ and 0.8 were prepared at different calcinations temperature and dwell time using conventional mixed oxide method and characterized by TG-DTA, XRD and SEM techniques. The calcination condition and K_2CO_3 content (x) were found to have a pronounced effect on the phase formation and powder morphology of the calcined sodium-potassium niobate powders. An orthorhombic XRD pattern, consistent with single-phase $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$, was obtained after calcination at $900\text{ }^\circ\text{C}$ for 6 h for $x = 0.5$ and 2 h for $x = 0.2$ and 0.8 . Introducing 5 mol % excess Na_2CO_3 and K_2CO_3 to the $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ starting mixture allowed milder calcination conditions to be used, for example $800\text{ }^\circ\text{C}$ for 2 h with a large cuboid shape around $1\text{ }\mu\text{m}$.

The second part of the project, $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ceramics with $x = 0.2, 0.4, 0.5, 0.6$ and 0.8 and $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ceramics with different dopants such as alkali carbonates – excess (0.00 – 0.05 mole), LiTaO_3 (0.00 – 0.10 mole), BaTiO_3 (0.00 – 0.10 mole) and $0.05\text{LiTaO}_3\text{-LiSbO}_3$ (0.00 – 0.10 mole) were prepared at different sintering temperature. It was noted that physical properties, phase formation, microstructure and electrical properties were found to depend significantly on sintering temperature, K_2CO_3 content (x), type and amount of dopants.

Keywords : Lead-free piezoelectric materials, Sodium-potassium niobate, Electrical properties, Phase formation, Morphology evolution.

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)

ชื่อโครงการ : การเตรียมและการตรวจสอบสมบัติของสารพิโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ในระบบที่มีโซเดียม-โปแตสเซียมในโอเบตเป็นฐาน

ชื่อนักวิจัย : ดร. พรสุดา บ่มไธ

หน่วยงาน : หลักสูตรวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ระยะเวลาโครงการ : 2 ปี (1 มิถุนายน 2548 – 31 พฤษภาคม 2550)

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ในปัจจุบันเซรามิกเพิซoelektrik โคเนตทิทาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$, PZT) เป็นสารพิโซอิเล็กทริกที่นิยมกันอย่างแพร่หลายมากที่สุด และได้รับการพัฒนาอย่างต่อเนื่องเพื่อนำมาประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ต่างๆ มากมาย เช่น ตัวเก็บประจุเซรามิกแบบหลายชั้น (multilayer ceramic capacitors) ทรานสดิวเซอร์ (transducers) เซ็นเซอร์ (sensors) ตัวบันทึกหน่วยความจำแบบเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric memories) เป็นต้น เนื่องจากสารชนิดนี้แสดงสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้อย่างดี

อย่างไรก็ตาม เนื่องจากตะกั่วเป็นสารที่เป็นอันตรายต่อสุขภาพของมนุษย์ เป็นปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมจากการแพร่ของไอตะกั่ว ปัญหาการกำจัดสารเคมีของเสีย และ ความยากในการขจัดตะกั่วออกจากกระบวนการรีไซเคิล สิ่งนี้นำไปสู่ความจำเป็นที่จะต้องพัฒนาสารจำพวกเฟอร์โรอิเล็กทริก ไพโรอิเล็กทริก พิโซ-อิเล็กทริก ชนิดใหม่ขึ้นมาแทนที่ (lead-free materials) ซึ่งสารชนิดนี้ต้องไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและชีวิตมนุษย์ และแสดงสมบัติทางไฟฟ้าได้ดีเทียบเท่ากับสารเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

สารที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (non-lead based materials) หลายชนิดด้วยกันได้รับความสนใจและทำการศึกษาโดยเฉพาะในประเทศญี่ปุ่น เช่น BaTiO_3 , $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$, $(\text{Na,Bi})\text{TiO}_3$ และ $(\text{Ba,Sr,Li})\text{NaNbO}_{15}$ ซึ่งสารเหล่านี้แสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและพิโซอิเล็กทริกได้ดี อย่างไรก็ตาม สารเหล่านี้ยังไม่ได้ทำการศึกษาและวิจัยมากเท่าที่ควร และยังไม่มีการค้นพบวัสดุที่สามารถแสดงสมบัติต่างๆ ได้ดีเพื่อแทนที่สารในระบบ PZT ได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาสารในระบบของ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ขึ้น ซึ่งสารตัวนี้เป็นสารพิโซอิเล็กทริกที่แสดงค่าสมบัติพิโซอิเล็กทริกได้ดี และมีคุณสมบัติอยู่ในช่วงเดียวกับ PZT แต่สมบัติของสารชนิดนี้ก็ขึ้นกับตัวแปรต่างๆ มากมาย เช่น อัตราส่วนระหว่างโซเดียมและโปแตสเซียม ตัวเติมชนิดต่างๆ และวิธีการเตรียมสาร ซึ่งจากรายงานการวิจัยที่ผ่านมาพบว่าสารชนิดนี้ยากที่จะสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซลิดสเตทหรือการขึ้นแบบดั้งเดิม (the

conventional solid-state reaction method) เป็นต้น ดังนั้นการศึกษาดังกล่าวถึงความสัมพันธ์ของตัวแปรต่างๆ จึงเป็นสิ่งจำเป็นต่อการสร้างความเข้าใจ การสร้างองค์ความรู้ใหม่ในการพัฒนาเซรามิกในระบบนี้ให้เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้งานต่อไป ในโครงการวิจัยนี้เขียนขึ้นเพื่อเริ่มการวิจัยไปสู่การพัฒนาและผลิตเซรามิกพิโซอิเล็กทริกชนิดที่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมให้น้อยที่สุด

2. วัตถุประสงค์

1. เตรียมสารพิโซอิเล็กทริกในระบบใหม่ที่ไม่มีส่วนประกอบเป็นองค์ประกอบ
2. ศึกษาสมบัติทางกายภาพและเงื่อนไขที่ใช้ในการขึ้นเตาของเซรามิกสารตัวอย่าง
3. เข้าใจความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติและโครงสร้างจุลภาคของสารในระบบ $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$
4. ศึกษาสมบัติต่างๆ ของเซรามิกที่เตรียมได้ เช่น สมบัติไดอิเล็กทริก สมบัติเพียโรอิเล็กทริกและสมบัติพิโซอิเล็กทริก

3. ระเบียบวิธีวิจัย

1. เตรียมเซรามิก $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$ โดยวิธีผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม
2. ศึกษา ปรับปรุง และพัฒนากระบวนการเตรียมสารตัวอย่าง
3. ศึกษาสัดส่วนของ Na : K
4. ศึกษาเงื่อนไขที่ใช้ในการแคลไซน์และขึ้นเตา
5. ศึกษาชนิดและปริมาณสารเจือที่ใส่
6. ศึกษาการก่อเกิดเฟสของเซรามิกในระบบที่มีโซเดียม-โปแตสเซียมในโอเบตเป็นฐาน โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)
7. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิกที่เตรียมได้ เช่น ความหนาแน่นโดยการแทนที่น้ำ น้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผาโดยการชั่งน้ำหนัก
8. ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าและพิโซอิเล็กทริก ของเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้เครื่อง LCR meter, เครื่องวัดค่า d_{33}
9. ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้เครื่อง SEM
10. สรุปผลการทดลองและเขียนรายงาน

4. แผนการดำเนินงานตลอดโครงการ

แผนการดำเนินงานวิจัยตลอดโครงการ ในแต่ละช่วง 6 เดือน	ระยะเวลา											
	เดือนที่ 1-6			เดือนที่ 7-12			เดือนที่ 13-18			เดือนที่ 19-24		
	เดือนที่ 1-2	เดือนที่ 3-4	เดือนที่ 5-6	เดือนที่ 7-8	เดือนที่ 9-10	เดือนที่ 11-12	เดือนที่ 13-14	เดือนที่ 15-16	เดือนที่ 17-18	เดือนที่ 19-20	เดือนที่ 21-22	เดือนที่ 23-24
1. ศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง		←										→
2. เตรียมเซรามิก ($\text{Na, K})\text{NbO}_3$ โดยวิธีผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม	←			→								
3. ศึกษา ปรับปรุง และพัฒนากระบวนการเตรียมสารตัวอย่าง		←			→							
4. ศึกษาสัดส่วนของ Na : K			←			→						
5. ศึกษาเงื่อนไขที่ใช้ในการแคลไซน์และซินเตอร์			←			→						
6. ศึกษาชนิดและปริมาณสารเจือที่ใส่			←						→			
7. รายงานความก้าวหน้าของงานวิจัยครั้งที่ 1			◇									
8. ทราบองค์ประกอบทางเคมีของระบบ เงื่อนไขที่ใช้ในการแคลไซน์และซินเตอร์ ชนิดและปริมาณสารเจือที่เหมาะสม					←			→				
9. ศึกษาการก่อเกิดเฟสของเซรามิกในระบบที่มีโซเดียม-โปแตสเซียมในโอเบตเป็นฐาน โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)				←						→		
10. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิกที่เตรียมได้ เช่น ความหนาแน่น โดยการแทนที่น้ำ น้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผาโดยการชั่งน้ำหนัก					←					→		
11. รายงานความก้าวหน้าของงานวิจัยครั้งที่ 2						◇						
12. เขียนผลงานการวิจัยเพื่อตีพิมพ์เรื่องที่ 1 เกี่ยวกับอิทธิพลของเงื่อนไขแคลไซน์และคาร์บอนส่วนเกินที่มีต่อการเกิดเฟสและสถานะวิทยาของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$							↔					
13. เสนอผลงานการวิจัยในที่ประชุมวิชาการ						◇			◇	◇		
14. ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าและพิโซอิเล็กทริก ของเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้เครื่อง LCR meter, เครื่องวัดค่า d_{33}						←					→	
15. ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้เครื่อง SEM								←			→	

แผนการดำเนินงานวิจัยตลอดโครงการ ในแต่ละช่วง 6 เดือน	ระยะเวลา											
	เดือนที่ 1-6			เดือนที่ 7-12			เดือนที่ 13-18			เดือนที่ 19-24		
	เดือนที่ 1-2	เดือนที่ 3-4	เดือนที่ 5-6	เดือนที่ 7-8	เดือนที่ 9-10	เดือนที่ 11-12	เดือนที่ 13-14	เดือนที่ 15-16	เดือนที่ 17-18	เดือนที่ 19-20	เดือนที่ 21-22	เดือนที่ 23-24
16. รายงานความก้าวหน้าของงานวิจัยครั้งที่ 3									↔			
17. วิเคราะห์ผลการทดลอง		←									→	
18. สรุปผลการทดลองและเขียนรายงานการวิจัย											↔	→
19. เขียนผลงานการวิจัยเพื่อตีพิมพ์เรื่องที่ 2 เกี่ยวกับการพัฒนาการของเฟส การแน่นตัวและสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิกฟิโซอิเล็กตริกไร้สารตะกั่ว $(0.95-x)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05\text{LiTaO}_3 - x \text{LiSbO}_3$												↔

5. ผลงาน/หัวข้อเรื่องที่คาดว่าจะตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติในแต่ละปี

ปีที่ 1: ชื่อเรื่องที่คาดว่าจะตีพิมพ์ : อิทธิพลของเงื่อนไขแคลไซน์และคาร์บอนส่วนเกินที่มีต่อการเกิดเฟสและสัณฐานวิทยาของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$

- ชื่อวารสารที่คาดว่าจะตีพิมพ์ :
1. Journal of the European Ceramic Society
 2. Journal of the American Ceramic Society
 3. Journal of Materials Science
 4. Materials Letters
 5. Sensors and Actuators A
 6. Materials Science and Engineering A

ปีที่ 2: ชื่อเรื่องที่คาดว่าจะตีพิมพ์ : การพัฒนาการของเฟส การแน่นตัวและสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิกฟิโซอิเล็กตริกไร้สารตะกั่ว $(0.95-x)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05\text{LiTaO}_3 - x \text{LiSbO}_3$

- ชื่อวารสารที่คาดว่าจะตีพิมพ์ :
1. Journal of the European Ceramic Society
 2. Journal of the American Ceramic Society
 3. Journal of Materials Science

4. Materials Letters
5. Sensors and Actuators A
6. Materials Science and Engineering B
7. Materials Research Bulletin

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
Executive Summary	ง
สารบัญ	ฅ
เนื้อหางานวิจัย	1
1. บทนำ	1
2. วิธีการทดลอง	6
2.1 สารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย	6
2.2 การเตรียมสารตัวอย่าง	7
2.2.1 การเตรียมผง ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x$) NbO_3	9
2.2.2 การเตรียมเซรามิก ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x$) NbO_3	11
2.3 การตรวจสอบสารตัวอย่าง	14
2.3.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมด้วยเทคนิค Thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA)	14
2.3.2 การตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารตัวอย่างด้วยเทคนิค การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray diffraction technique, XRD)	14
2.3.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและ โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)	16
2.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิก	17
2.3.4.1 การตรวจสอบปริมาณน้ำหนัที่หายไปหลังเผา	17
2.3.4.2 การหาค่าการหดตัวเชิงเส้นหลังเผา	17
2.3.4.3 การหาค่าความหนาแน่น	17
2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า	18
2.3.5.1 สมบัติไดอิเล็กตริก	19
2.3.5.2 สมบัติพิโซอิเล็กตริก	20

	หน้า
3. ผลการวิจัยและวิเคราะห์ผล	21
3.1 การเตรียมและตรวจสอบผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	21
3.1.1 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของสารตั้งต้น	21
3.1.2 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม ด้วยวิธี DT- TGA	22
3.1.3 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีต่อพฤติกรรมการเกิด เฟสของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ โดยใช้เทคนิค XRD	23
3.1.3.1 ผลการศึกษอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้แคลไซน์ของผงสาร ตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$	23
3.1.3.2 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเผาเซ้ที่เหมาะสมสำหรับผง สารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$	27
3.1.3.3 ผลการศึกษพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4 , 0.6 และ 0.8	29
3.1.3.4 ผลการศึกษอิทธิพลของ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่มีการเติมสาร ตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน	30
3.1.4 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่างโดยใช้เทคนิค SEM	32
3.1.4.1 ผลการศึกษอุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการเผาเซ้และการเติม ปริมาณสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน ที่มีต่อลักษณะ สัณฐานวิทยาของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$	32
3.1.4.2 ผลการศึกษอิทธิพลของอุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการเผาเซ้ และค่า x ที่มีต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของสารในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	36
3.2 การเตรียมและตรวจสอบสารตัวอย่างเซรามิก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	38
3.2.1 การตรวจสอบปริมาณน้ำหนัที่หายไปหลังเผา	38
3.2.2 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	39
3.2.2.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิก ในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	39

	หน้า
3.2.2.2 การตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของ เซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	40
3.2.2.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกใน ระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	42
3.2.2.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$	44
3.2.2.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	44
3.2.2.4.2 ค่า d_{33}	45
3.2.3 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้น ประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน	46
3.2.3.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิก ในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภท คาร์บอเนตส่วนเกิน	46
3.2.3.2 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัว ของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้น ประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน	47
3.2.3.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก ในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภท คาร์บอเนตส่วนเกิน	50
3.2.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนต ส่วนเกิน	52
3.2.3.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	53
3.2.3.4.2 ค่า d_{33}	54
3.2.4 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$	55
3.2.4.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิกใน ระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$	55
3.2.4.2 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของ เซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$	56

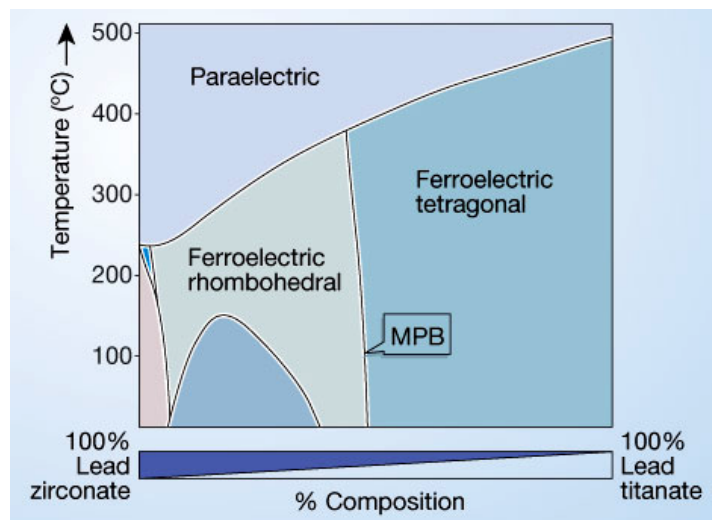
	หน้า
3.2.4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ (1-y)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ - y LiTaO ₃	58
3.2.4.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ (1-y)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ - y LiTaO ₃	60
3.2.4.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	60
3.2.4.4.2 ค่า d ₃₃	60
3.2.5 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ (1-z)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – z BaTiO ₃	62
3.2.5.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิก ในระบบ (1-z)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – z BaTiO ₃	62
3.2.5.2 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของ เซรามิกในระบบ (1-z)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ - z BaTiO ₃	63
3.2.5.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ (1-z)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ - z BaTiO ₃	65
3.2.5.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ (1-z)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ - z BaTiO ₃	66
3.2.5.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	66
3.2.6 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ (0.95-n)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – 0.05 LiTaO ₃ – n LiSbO ₃	68
3.2.6.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิกใน ระบบ (0.95-n)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – 0.05 LiTaO ₃ – n LiSbO ₃	68
3.2.6.2 การตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของ เซรามิกในระบบ (0.95-n)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – 0.05 LiTaO ₃ – n LiSbO ₃	71
3.2.6.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ (0.95-n)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – 0.05 LiTaO ₃ –n LiSbO ₃	73
3.2.6.4 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ (0.95-n)(Na _{0.5} K _{0.5})NbO ₃ – 0.05 LiTaO ₃ –n LiSbO ₃	77
3.2.6.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	77
3.2.6.4.2 ค่า d ₃₃	80

	หน้า
4. สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	81
4.1 สรุปผลการวิจัย	81
4.1.1 การเตรียมผง ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x\text{NbO}_3$)	81
4.1.2 การเตรียมเซรามิก ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x\text{NbO}_3$)	81
4.2 ข้อเสนอแนะ	83
เอกสารอ้างอิง	84
Output ที่ได้จากโครงการ	88
ภาคผนวก	91

เนื้อหางานวิจัย

1. บทนำ

ในปัจจุบันวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีเลดออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก เช่น $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ หรือเรียกย่อๆ ว่า PZT เป็นสารพิโซอิเล็กทริกที่นิยมกันอย่างแพร่หลายมากที่สุด และได้รับการพัฒนาอย่างต่อเนื่องเพื่อนำมาประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ต่างๆ มากมาย เช่น ตัวเก็บประจุเซรามิกแบบหลายชั้น (multilayer ceramic capacitors) ทรานสดิวเซอร์ (transducers) เซ็นเซอร์ (sensors) ตัวบันทึกหน่วยความจำแบบเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric memories) เป็นต้น เนื่องจากสารชนิดนี้แสดงสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้อย่างดี และการมีสมบัติพิโซอิเล็กทริกที่เด่นที่บริเวณรอยต่อเฟสที่มีสัณฐานร่วมกัน (morphotropic phase boundary, MPB) ดังแสดงในรูป 1.1 [1-4]



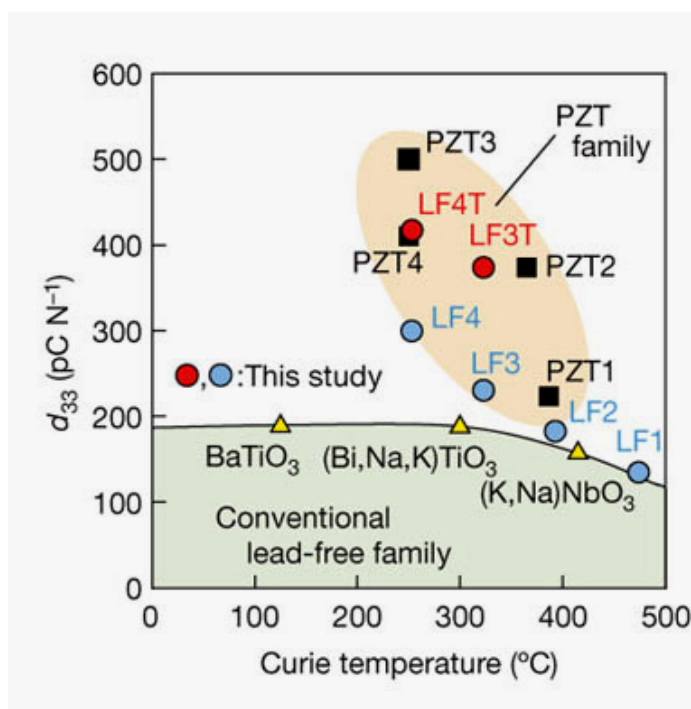
รูป 1.1 บริเวณรอยต่อเฟสที่มีสัณฐานร่วมกัน (morphotropic phase boundary, MPB) ของเซรามิก $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ [4]

อย่างไรก็ตาม เนื่องจากเซรามิกชนิดนี้มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักอยู่ในปริมาณสูง ซึ่งตะกั่วนี้เป็นสารที่เป็นอันตรายต่อสุขภาพของมนุษย์ เป็นปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมจากการแพร่ของไอตะกั่ว ปัญหาการกำจัดสารเคมีของเสีย และความยากในการจัดตะกั่วออกจากกระบวนการรีไซเคิล [3] ซึ่งปัญหาต่างๆ เหล่านี้จึงนำไปสู่ความจำเป็นที่จะต้องพัฒนาสารจำพวกเฟอร์โรอิเล็กทริก ไพโรอิเล็กทริก พิโซอิ-

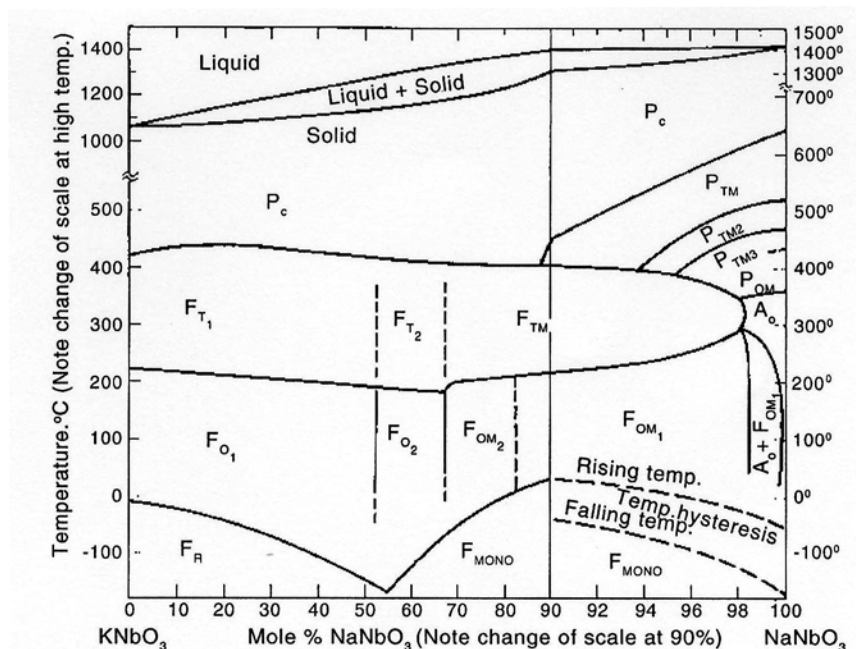
อิเล็กทรอนิกส์ใหม่ขึ้นมาแทนที่ (lead-free materials) โดยสารชนิดนี้ต้องไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและชีวิตมนุษย์ และแสดงสมบัติทางไฟฟ้าได้ดีเทียบเท่ากับสารพิกโซอิเล็กทริกที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

สารที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ (non-lead based materials) หลายชนิดด้วยกันกำลังได้รับความสนใจและทำการศึกษาวิจัยโดยเฉพาะในประเทศญี่ปุ่น เช่น BaTiO_3 [5], $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$ [6-23], $(\text{Na,Bi})\text{TiO}_3$ [24] และ $(\text{Ba,Sr,La})\text{NaNbO}_{15}$ [25] สารเหล่านี้แสดงสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกและพิกโซอิเล็กทริกได้ดี อย่างไรก็ตาม ยังไม่มีสารตัวใดที่สามารถแสดงสมบัติต่างๆ ได้ดีเพื่อแทนที่สารในระบบ PZT ได้ [14] ดังแสดงในรูป 1.2

ในงานวิจัยนี้สนใจศึกษา $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$ ซึ่งวัสดุชนิดนี้เกิดจากการผสมกันระหว่างวัสดุแอนติเพอร์โรอิเล็กทริก NaNbO_3 และ KNbO_3 ที่มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกทั้งสองชนิดที่อุณหภูมิห้อง [26] และมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ คือ $a = 5.506 \text{ \AA}$, $b = 15.520 \text{ \AA}$, และ $c = 5.566 \text{ \AA}$ [27] โดยโครงสร้างผลึกของระบบนี้จะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ คือ เปลี่ยนโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกไปสู่เฟสเตตระโกนอลที่อุณหภูมิ 200°C และ เปลี่ยนจากเตตระโกนอลไปสู่เฟสคิวบิกที่อุณหภูมิ 400°C [26, 28] ซึ่งเฟสโคเออร์เรนของระบบนี้ [1, 29] แสดงดังรูป 1.3 และอุณหภูมิคูรีของระบบจะแปรตามปริมาณ KNbO_3 ที่เติมลงไปใน NaNbO_3



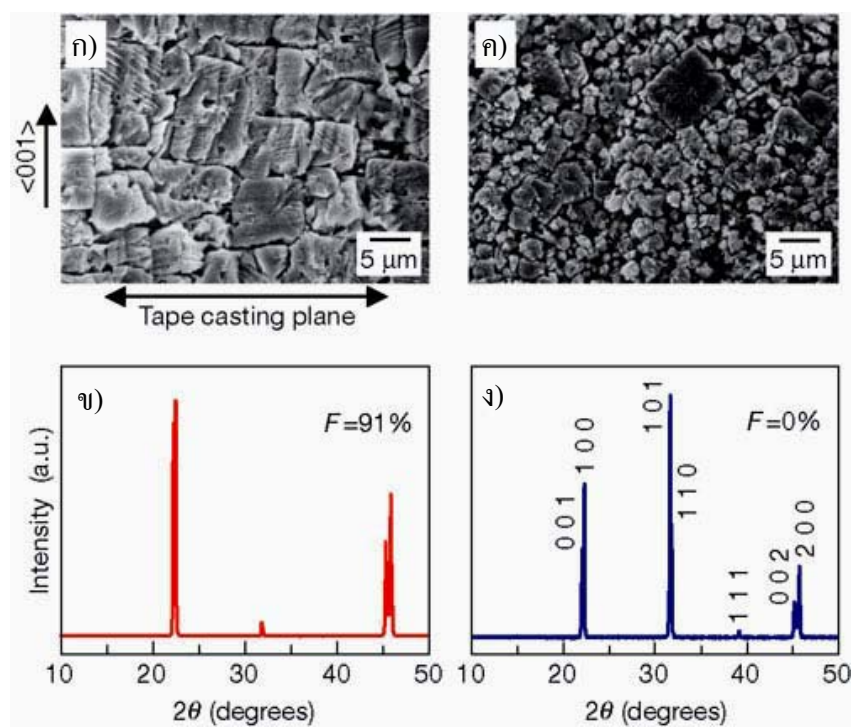
รูป 1.2 เปรียบเทียบค่า d_{33} ของวัสดุพิกโซอิเล็กทริก [14]



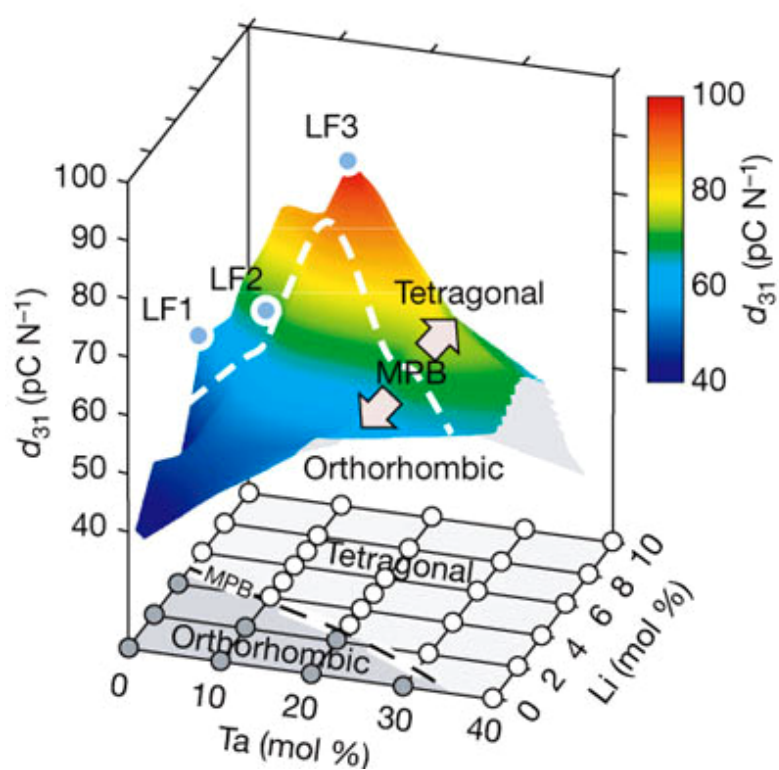
รูป 1.3 เฟสไดอะแกรมของวัสดุ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ [29]

อย่างไรก็ตาม การเตรียมเซรามิก $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$ ให้ได้ความหนาแน่นสูงนั้น จะทำได้ยากถ้าใช้วิธีการเตรียมแบบทั่วไปโดยวิธีการซินเตอร์ในอากาศ เนื่องจากมีความสามารถในการซินเตอร์ต่ำและอัตราการระเหยกลายเป็นไอของสารตั้งต้นสูง [27] ดังแสดงในเฟสไดอะแกรมในรูป 1.3 จะเห็นว่าเฟสของเหลวเกิดร่วมกับเฟสของแข็งที่อุณหภูมิประมาณ 1140°C อีกปัจจัยหนึ่งที่ทำให้สารในกลุ่มนี้มีค่าความหนาแน่นต่ำอาจมาจากการระเหยของสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนต (ได้แก่ โซเดียมคาร์บอเนต และ โพแทสเซียมคาร์บอเนต ซึ่งมีจุดหลอมเหลวต่ำประมาณ 851 และ 891°C ตามลำดับ) เมื่อเผาแคลไซน์หรือซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง สามารถนำไปสู่ความไม่สม่ำเสมอขององค์ประกอบทางเคมีและค่าความหนาแน่นของสารกลุ่มนี้ และจะส่งผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าต่อไป ดังนั้น จากรายงานวิจัยที่ผ่านมา จึงใช้การเตรียมแบบกดร้อน (hot pressing) [30-32] และวิธีการใช้พลาสมาในกระบวนการซินเตอร์ (Spark plasma sintering, SPS) [6, 27] เพื่อเตรียม $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$ ที่มีความหนาแน่นสูง อย่างไรก็ตาม สมบัติทางพิโซอิเล็กทริกของเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีที่กล่าวมานี้ยังมีค่าสูงไม่นักเมื่อเทียบกับ PZT ดังนั้น จึงมีนักวิจัยอีกกลุ่มหนึ่งทำการเตรียมเซรามิกชนิดนี้ด้วยกระบวนการที่เรียกว่า reactive-templated grain growth (RTGG) [14] ซึ่งเป็นวิธีที่จะพยายามจัดเรียงทิศทางการเติบโตของเกรนให้ไปทางเดียวกัน (รูป 1.4) และสามารถปรับปรุงและพัฒนาค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริกให้สูงขึ้น โดยในงานนี้สามารถเตรียมเซรามิกในระบบ $(\text{K}_{0.44}\text{Na}_{0.52}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{0.84}\text{Ta}_{0.10}\text{Sb}_{0.06})\text{O}_3$ ให้มีค่าสูงประมาณ 416 pC/N แต่วิธีการนี้

ค่อนข้างซับซ้อนจึงมีนักวิจัยอีกจำนวนหนึ่งที่ยังสนใจเตรียมเซรามิกในระบบนี้โดยวิธีการซินเตอร์แบบปกติ โดยมีการเติมสารเจือชนิดอื่นๆ เข้าไปเพื่อพัฒนาสารนี้ให้มีค่าความหนาแน่นสูงและมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีเท่าเทียมกับ PZT ได้ [15 -18] โดยสารเจือที่มีการนำมาเติมลงในระบบ $(\text{Na,K})\text{NbO}_3$ ได้แก่ BaTiO_3 [11], SrTiO_3 [9], LiTaO_3 [10], LiNbO_3 [33-34], $\text{K}_4\text{CuNb}_8\text{O}_{23}$ [13], CuO [15, 23] และ ZnO [11] และพบว่าสารในระบบของ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ นี้จะแสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกได้ดีที่จุด MPB เช่นเดียวกับ PZT จะเกิดขึ้นเมื่อ x มีค่าเท่ากับ 0.5 [9] ซึ่งเป็นบริเวณที่มีเฟสออร์โธโรมบิกและเตตระโกนอลอยู่ร่วมกัน และสามารถเกิดขึ้นในกรณีที่เติมสารเจือลงไปได้ด้วย ดังแสดงในรูป 1.5



รูป 1.4 ภาพ SEM ของภาคตัดขวางและรูปแบบการเลี้ยวเบนของเซรามิกแบบ textured และ non-textured ก) และ ข) $\langle 001 \rangle$ เซรามิกที่มีทิศทางการจัดเรียงตัว ค) และ ง) เซรามิกที่ไม่มีทิศทางการจัดเรียงตัว [14]



รูป 1.5 บริเวณรอยต่อเฟสที่มีสัณฐานร่วมกันของเซรามิกในระบบ $\{(K_{0.5}Na_{0.5})_{1-x}Li_x\}(Nb_{1-y}Ta_y)O_3$ เมื่อ LF1, LF2 และ LF3 มีค่า $(x, y) = (0.06, 0)$, $(x, y) = (0.04, 0.10)$ และ $(x, y) = (0.03, 0.20)$ ตามลำดับ [14]

2. วิธีการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนการวิจัยออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ๆ ได้แก่

1. การสังเคราะห์ผง ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x$) NbO_3 เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป (conventional mixed-oxide) โดยการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์และศึกษาผลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน (Na_2CO_3 และ K_2CO_3)

2. การเตรียมเซรามิกจากผงที่สังเคราะห์ได้ โดยการแปรค่าอุณหภูมิซินเตอร์ ชนิดและปริมาณของสารเจือ

โดยมีรายละเอียดของสารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ ตลอดจนวิธีการเตรียมและการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เตรียมได้ ดังต่อไปนี้

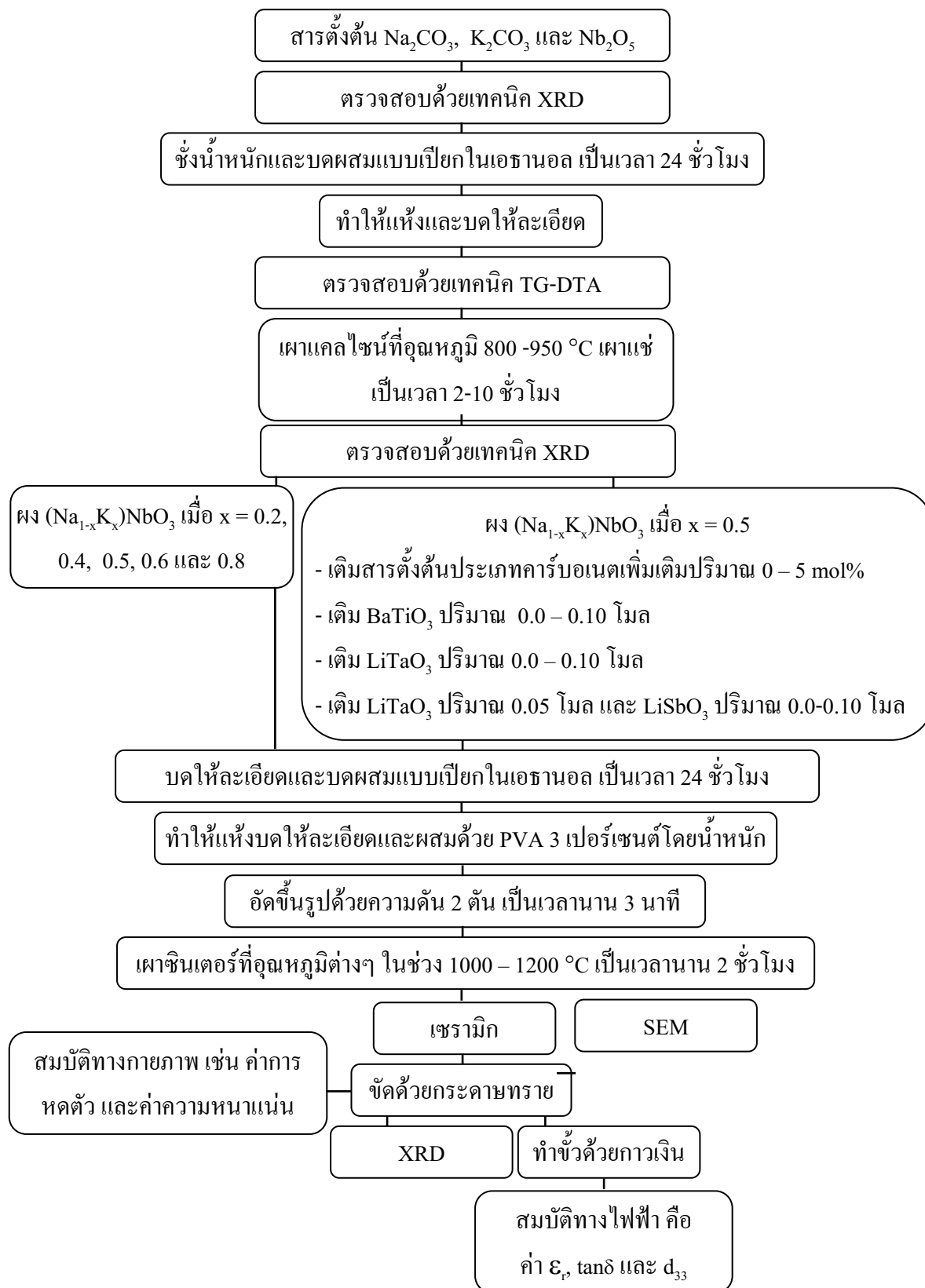
2.1 สารเคมี วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- 2.1.1 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.9+ % ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 2.1.2 โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.3 ไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (Nb_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.4 ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) มีความบริสุทธิ์ > 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 2.1.5 แทนทาลัมออกไซด์ (Ta_2O_5) มีความบริสุทธิ์ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.6 แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.7 ไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) มีความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.8 แอนติโมนีออกไซด์ (Sb_2O_3) มีความบริสุทธิ์ 99.995 % ผลิตโดยบริษัท Aldrich
- 2.1.9 เอทานอล มีความบริสุทธิ์ 95 % และ 99.99 % ผลิตโดยบริษัท J. T. Baker
- 2.1.10 โพลีไวนิลอะซิเตต (PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 2.1.11 กาวเงิน ผลิตโดยบริษัท Metech Inc.
- 2.1.12 อะลูมินา มีความบริสุทธิ์ 98 % ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Haën
- 2.1.13 กระดาษทรายเบอร์ 400, 600 และ 1,200
- 2.1.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5800LV ยี่ห้อ JEOL
- 2.1.15 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น X'Pert MPD ยี่ห้อ Philips
- 2.1.16 เครื่อง LCR Meter ยี่ห้อ Hewlett Packard รุ่น HP 4263B
- 2.1.17 เครื่องชั่งสารระบบดิจิทัล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S

- 2.1.18 เครื่องชั่งสารระบบดิจิทัล ทศนิยม 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S
- 2.1.19 เครื่องบดย่อยสาร (Ball milling)
- 2.1.20 เครื่องเป่าไฟฟ้า
- 2.1.21 เครื่องหมุนผสมสารแบบแม่เหล็กพร้อมตัวให้ความร้อน
- 2.1.22 เครื่องอัดไฮดรอลิก (Hydraulic press)
- 2.1.23 เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic)
- 2.1.24 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาชิ้นงาน (Muffle furnace) ยี่ห้อ Carbolite
- 2.1.25 เตาอบไฟฟ้า
- 2.1.26 กระดาษฟอยด์
- 2.1.27 ขวดพลาสติกสำหรับใส่สารตั้งต้นในการบดผสม
- 2.1.28 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร
- 2.1.29 กระจกบดสารทำด้วยพอร์ซเลน
- 2.1.30 ซ้อนตักสาร
- 2.1.31 ถ้วยครุฑเบลทำจากอะลูมินา
- 2.1.32 บีกเกอร์ขนาด 50, 100, 250, 600 และ 1000 ml ยี่ห้อ Pyrex
- 2.1.33 แท่งแม่เหล็กสำหรับหมุนผสมสาร (Magnetic bar)
- 2.1.34 ลูกบดอะลูมินา
- 2.1.35 โถดูดความชื้น
- 2.1.36 ซิลิกาเจล
- 2.1.37 ถังพลาสติกบรรจุสาร
- 2.1.38 เทปกาวยันต์เกลียว
- 2.1.39 พู่กันสำหรับทาภาวเงิน
- 2.1.40 เวอร์เนีย ยี่ห้อ KOVET (Electronic digital calipers)

2.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

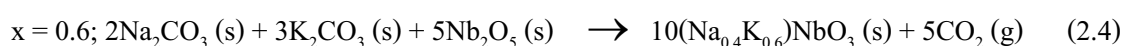
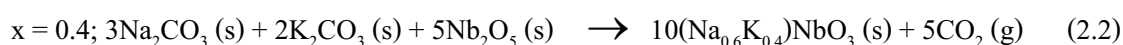
วิธีการวิจัยและการขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยสรุปในงานวิจัยนี้ดังแสดงในแผนภาพรูป 2.1



รูป 2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

2.2.1 การเตรียมผง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$

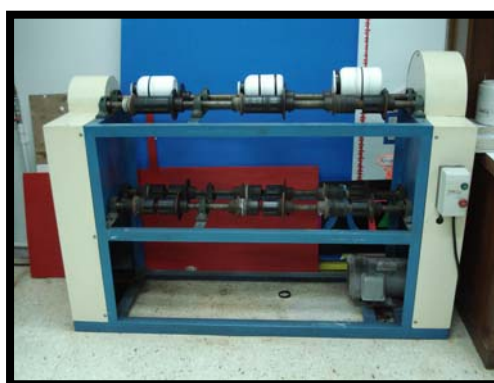
ทำการเตรียมผง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.5, 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบที่ใช้กันทั่วไป (conventional mixed-oxide) ตามขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูป 2.1 โดยได้เริ่มทำการศึกษาที่ x มีค่า 0.4 และ 0.5 เพื่อหาเงื่อนไขในการแคลไซน์ที่เหมาะสม จากนั้นทำการแปรค่าสัดส่วนของ x คือ 0.2, 0.6 และ 0.8 โดยใช้สารตั้งต้นซึ่งประกอบด้วย Na_2CO_3 , K_2CO_3 และ Nb_2O_5 มาตรวจสอบคุณภาพด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนักตามที่ได้คำนวณได้ตามสมการเคมีที่ 2.1- 2.5



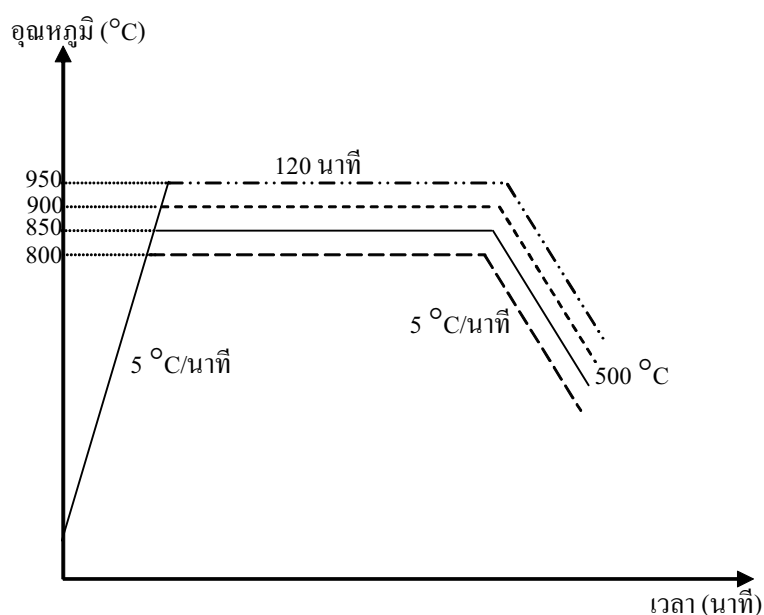
จากนั้นนำสารตั้งต้นมาผสมแบบเปียกโดยการเทใส่ในขวดพลาสติกที่มีลูกบดอะลูมินา และผสมเอธานอลที่มีความบริสุทธิ์ 99.99% ซึ่งใช้เป็นตัวที่ช่วยหล่อลื่นให้สารเกิดการผสมคลุกเคล้ากันได้ดี ปิดฝาให้สนิทพันด้วยเทปขาวและนำไปบดผสมสารด้วยเครื่องหมุนผสมสาร (ball-milling) เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 2.2 นำสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นของเหลวออกจากเครื่องหมุนผสมสาร และกรองผ่านตะแกรงเพื่อแยกเอาลูกบดออก จากนั้นนำไปประเหยแห้งโดยใช้ Hot plate โดยมีแท่งแม่เหล็กคนสารตัวอย่างไปด้วยเพื่อป้องกันสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักมากตกลงไปอยู่ด้านล่างของบีกเกอร์ หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งสนิทต่อในเตาอบที่ 120°C เป็นเวลานานประมาณ 24 ชั่วโมง เมื่อได้สารที่แห้งสนิท มักจับตัวเป็นกลุ่มก้อน นำมาบดให้ละเอียดด้วยครกบดและแบ่งสารที่เตรียมได้ ($x = 0.4$ และ 0.5) ส่วนหนึ่งประมาณ 5 กรัม ไปตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเครื่อง thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA) นำข้อมูล TG-DTA ที่ได้มาใช้ประกอบการเลือกช่วงอุณหภูมิสำหรับเผาแคลไซน์ จากนั้นแบ่งสารผสมส่วนละประมาณ 5 กรัมมาใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ โดยการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาในการแคลไซน์ โดยเลือกช่วงอุณหภูมิ $800 - 950^\circ\text{C}$ เผาแห้งเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 2.3 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เผาแห้งเพิ่มเป็นเวลานาน 6 และ 10 ชั่วโมง (โดยแผนผังการเผาแคลไซน์มีลักษณะเช่นเดียวกับรูป 2.3 เพียงแต่เปลี่ยนเวลาจาก 120 นาที เป็น 360 หรือ 600 นาที ตามลำดับ) เมื่อได้อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการแคลไซน์สำหรับ $x = 0.4$ และ 0.5 แล้ว จากนั้นทำการแคลไซน์สารผสมที่ค่า x อื่นๆ คือ 0.2, 0.6 และ 0.8 ที่เงื่อนไขนี้

สำหรับสารตัวอย่าง ($\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$ ($x = 0.5$)) ได้ศึกษาอิทธิพลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน (Na_2CO_3 และ K_2CO_3) ในปริมาณ 0, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยชั่งน้ำหนักสารตั้งต้นตามที่ได้คำนวณได้ตามสมการเคมีที่ 2.3 จากนั้นเพิ่มปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 อย่างละ 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล และแปรค่าอุณหภูมิแคลไซน์ในช่วง $600 - 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกันกับกรณีของสารตัวอย่างที่ไม่มีการเติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ดังที่กล่าวมาแล้ว

จากนั้นนำสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว ไปตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิค XRD และตรวจสอบลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) ซึ่งรายละเอียดจะกล่าวในหัวข้อ 2.3



รูป 2.2 การบดผสมแบบเปียกด้วยเครื่อง ball-milling



รูป 2.3 แผนผังการเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ $800 - 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

2.2.2 การเตรียมเซรามิก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$

ในขั้นตอนนี้ทำการวิจัยโดยการนำผงสารตัวอย่าง ที่ค่า x ต่างๆ และ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ คือ

- สารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น ในปริมาณ 0, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยคำนวณเพิ่มเติมจาก สมการ 2.3
- LiTaO_3 ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.05, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน $(1-y)$ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y\text{LiTaO}_3$ ($y = 0.0, 0.02, 0.05, 0.06$ และ 0.10)
- BaTiO_3 ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน $(1-z)$ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z\text{BaTiO}_3$ ($z = 0.0, 0.02, 0.04, 0.06$ และ 0.10)
- LiTaO_3 ปริมาณ 0.05 โมล และ LiSbO_3 ในปริมาณ 0.0, 0.02, 0.04, 0.06 และ 0.10 โมล โดยการชั่งสารด้วยอัตราส่วน $(0.95-n)$ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05\text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ ($n = 0.0, 0.02, 0.04, 0.06$ และ 0.10)

โดยการเตรียมเซรามิกจะเริ่มจากการเตรียมผง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ตามวิธีการที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 2.2.1 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ยกเว้น $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินปริมาณ 0.05 โมล และสารตัวอย่างที่เจือด้วย LiTaO_3 ปริมาณ 0.05 โมล และ LiSbO_3 ในปริมาณ 0.0-0.10 โมล จะเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) จากนั้นนำสาร $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปบดให้ละเอียดด้วยครก และชั่งน้ำหนัก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ และสารเจือชนิดต่างๆ ตามที่คำนวณได้จากสูตรที่กล่าวไว้ด้านบน นำไปบดผสมแบบเปียกด้วยวิธีเดียวกับการเตรียมผงเป็นเวลา 24 ชั่วโมงในเอธานอล ทำให้แห้งและบดให้ละเอียด ผสมด้วย PVA ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเป็นสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยให้อัดชิ้นงานได้ง่ายขึ้น จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 2 ตัน เป็นเวลานาน 3 นาที (รูป 2.4-2.5) เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) นำชิ้นงานไปวางเรียงในถ้วยอะลูมินาแล้วใช้ผงอะลูมินาวางด้านล่างและกลบด้านบนของชิ้นงาน ดังแสดงในรูป 2.6 (สำหรับสารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น และ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y\text{LiTaO}_3$ โดยในช่วงแรกใช้การเผาซินเตอร์แบบวางสารตัวอย่างบนผงอะลูมินา ปรากฏว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นสารตัวอย่างเกิดการโก่งงอเนื่องจากการระเหยการเป็นไอที่ผิวทั้งสองได้ไม่เท่ากัน จึงแก้ไขโดยการเผาแบบกลบสารตัวอย่างด้วยผงอะลูมินา) แล้วนำไปวางในเตาเผาสารและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง $1000 - 1200^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5°C ต่อนาที ดังแสดงในรูป 2.7 – 2.8 ซึ่งในช่วงแรกเผาแช่ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อไล่ PVA ที่เติมลงไป เมื่อจบโปรแกรมที่ตั้งไว้จะได้สารเซรามิก

$(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ จากนั้นนำเซรามิกที่ได้ส่วนหนึ่ง ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM และส่วนที่เหลือนำมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400, 800 และ 1200 เพื่อให้ผิวหน้าเรียบได้ระนาบและเหลือความหนาประมาณ 1 mm จากนั้นนำไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ เช่น ปริมาณน้ำหนัที่สูญหายไปหลังเผา การหดตัว (shrinkage) และความหนาแน่น (density) สำหรับสมบัติทางไฟฟ้า ชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านขัดแล้วจะถูกทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) ด้วยการทาสีด้วยกาวเงิน ที่ผิวทั้งสองด้านของเซรามิก แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลานาน 10 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที



รูป 2.4 แม่พิมพ์โลหะที่ใช้อัดชิ้นงาน



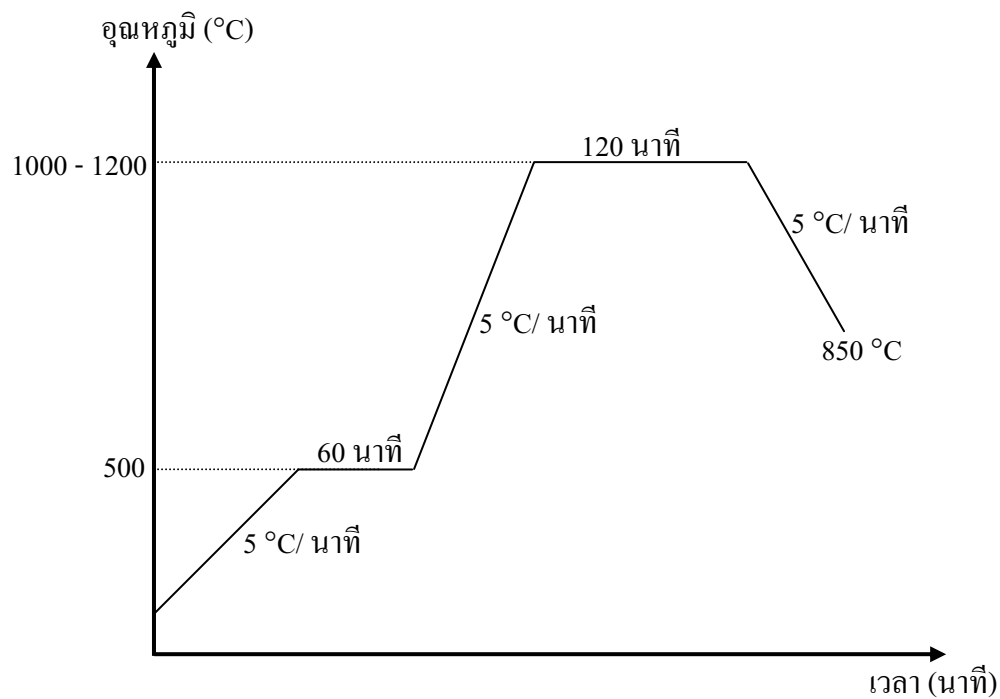
รูป 2.5 เครื่องอัดไฮดรอลิกสำหรับอัดชิ้นงานในแม่พิมพ์



รูป 2.6 การนำชิ้นงานไปวางเรียงในถ้วยอะลูมินาแล้วใช้ผงอะลูมินาวางด้านล่างและกลบด้านบนของชิ้นงาน



รูป 2.7 การวางถ้วยอะลูมินาในเตาเผาไฟฟ้าเพื่อเผาชิ้นที่อุณหภูมิต่างๆ



รูป 2.8 แผนผังการเผาชิ้นในช่วงอุณหภูมิ 1,000 – 1,200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

2.3 การตรวจสอบสารตัวอย่าง

2.3.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมด้วยเทคนิค Thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมก่อนแคลไซน์ที่ x มีค่า 0.4 และ 0.5 โดยใช้เทคนิค TG-DTA โดยมีรายละเอียดของขั้นตอนการตรวจสอบดังนี้

1. นำผงสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมมาแล้วกับผงอะลูมินาซึ่งใช้เป็นสารเปรียบเทียบ ในปริมาณอย่างละ 25 มิลลิกรัม มาใส่ลงในถ้วยอะลูมินาขนาดเล็กอย่างละถ้วย
2. ทำการเพิ่มอุณหภูมิของระบบด้วยอัตรา $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ จากอุณหภูมิห้องจนถึง 1200°C พร้อมทั้งทำการตรวจสอบความแตกต่างของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นหรือลดลงของสารตัวอย่าง เทียบกับสารอ้างอิงที่อาจเกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่าง ซึ่งถ้าเกิดปฏิกิริยาแบบดูดหรือคายความร้อนขึ้นในขณะทำการเพิ่มอุณหภูมิ จะทำให้มีศักย์ไฟฟ้าเกิดขึ้นที่ปลายของเทอร์โมคัพเปิล เครื่อง DTA จะแสดงผลดังกล่าวออกมาในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแตกต่างของอุณหภูมิสารกับอะลูมินาเทียบกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา ซึ่งสามารถนำไปเลือกช่วงอุณหภูมิสำหรับเผาแคลไซน์ได้
3. สำหรับเทคนิค TGA จะอาศัยหลักการตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของสารตัวอย่าง เทียบกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ โดยแสดงผลออกมาในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของสารตัวอย่างเทียบกับอุณหภูมิ

2.3.2 การตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray diffraction technique, XRD)

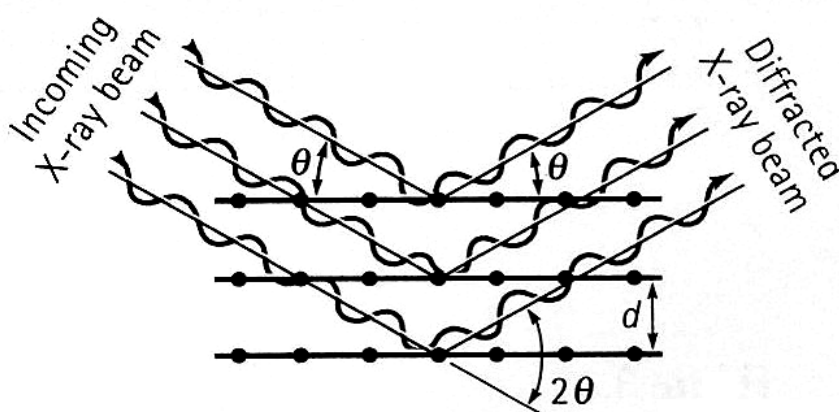
ในขั้นตอนนี้เป็นการตรวจวิเคราะห์ว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เป็นสารตัวอย่างตามที่ต้องการหรือไม่ และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด ตลอดจนทำการวิเคราะห์อิทธิพลของชนิดและปริมาณสารเจือที่เติมลงไปว่ามีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารเดิม หรือเกิดเฟสอื่นขึ้นมาหรือไม่ โดยใช้เทคนิค XRD ซึ่งเป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่น ไปกระทบชิ้นงานและเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีตัวรับสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับข้อมูล ดังรูป 2.9-2.10 เนื่องจากสารประกอบที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้างต่างกัน จะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆของปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึกและความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่างได้อีกด้วย โดยมีวิธีการดังนี้

1. นำผงสารตัวอย่าง หรือเซรามิกที่ผ่านการขัดผิวหน้าแล้ว บรรจุลงในแผ่นสำหรับใส่ตัวอย่าง (sample holder) โดยให้ผิวของสารตัวอย่างอยู่ในระนาบเดียวกันกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง
2. นำสารตัวอย่างไปตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD โดยใช้ความตํ่าศักย์ 30 kV และกระแสไฟฟ้า 20 mA แล้วทำการบันทึกมุม 2θ ออกมาในรูปของพีการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของรังสีเอกซ์กับมุม 2θ
3. นำมุม 2θ ที่ได้มาคำนวณหาค่า d -spacing จากกฎของแบรกก์ ตามสมการที่ 2.6

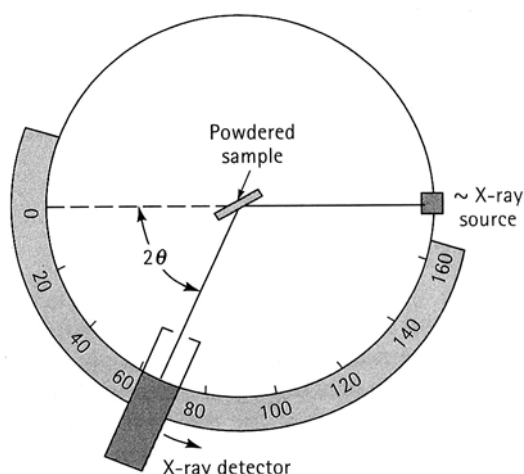
$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.6)$$

โดยที่ d	คือ	ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d -spacing)
λ	คือ	ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\sim 1.5406 \text{ \AA}$ สำหรับเป้าทองแดง)
θ	คือ	มุมของแบรกก์

4. นำค่า d -spacing หรือค่ามุม 2θ และค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ได้ไปเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS ซึ่งเป็นฐานข้อมูลมาตรฐานเกี่ยวกับข้อมูล XRD ของสารประกอบต่างๆ เพื่อตรวจสอบการเกิดเฟสของสารตัวอย่าง



รูป 2.9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ [35]



รูป 2.10 มุม 2θ ที่ได้จากการตรวจสอบสารตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD [35]

2.3.3 การตรวจสอบลักษณะรูปร่าง ขนาด การกระจายตัวของอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่

กราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

สำหรับลักษณะรูปร่าง ขนาด การกระจายตัวของอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ ถูกตรวจสอบโดยเทคนิค SEM ซึ่งหลักการของ SEM โดยย่อ คือ ภายในคอลัมน์ (column) ของเครื่องจะมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ซึ่งทำหน้าที่ปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกมา (primary electron) เราจะควบคุมจำนวนอิเล็กตรอนนั้นด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง ๆ (high voltage) และใช้เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic lens) โฟกัสให้อิเล็กตรอนนั้นตกกระทบบนชิ้นงาน และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบบนชิ้นงานจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ได้สัญญาณแบบต่าง ๆ เช่น สัญญาณจากอิเล็กตรอนในชิ้นงานที่หลุดออกมา (secondary electron) อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ (backscattered electron) หรือ X-ray สัญญาณแต่ละชนิดจะถูกจับโดย detector และแปลผลเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า และแปลเป็นภาพในที่สุด ซึ่งขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างมีดังนี้

1. สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นผง นำมาผสมกับเอธานอลแล้วนำไปอัลตราโซนิกส์เป็นเวลานานประมาณ 30 นาที เพื่อให้อนุภาคผงมีการกระจายตัวดีขึ้น จากนั้นนำมาหยดลงบนผิวของแท่งทองเหลือง (stub) ที่ไว้ในแห้ง
2. สำหรับชิ้นงานเซรามิกนำมาหักให้เป็นชิ้นเล็กๆ และเลือกตัวแทนมา 2 ชิ้น ต่อ 1 ตัวอย่าง โดยใช้ผิวหน้า (as-sintered surface) 1 ชิ้น และผิวรอยหัก (fractured surface) 1 ชิ้น จากนั้นนำมาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์เป็นเวลานานประมาณ 30 นาที เช่นเดียวกัน เพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวสารตัวอย่าง และอบไว้ในตู้อบไฟฟ้าเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อทำ

ให้เซรามิกแห้ง จากนั้นนำไปติดบนแท่งทองเหลืองด้วยเทปกาวยสองหน้าหรือเทปกาวยคาร์บอนให้อยู่ในลักษณะที่เหมาะสมแก่การตรวจสอบ

3. นำสารตัวอย่างทั้ง 2 ชนิด มาเคลือบผิวหน้าด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 2 นาที จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบด้วยกล้อง SEM และเลือกบริเวณที่สามารถเป็นตัวแทนของชิ้นงานได้ทั้งชิ้น พร้อมกับทำการถ่ายภาพบริเวณที่เลือก

2.3.4 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิก

2.3.4.1 การตรวจสอบปริมาณน้ำหนัที่หายไปหลังเผา

นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมาชั่งน้ำหนัก จากนั้นชั่งน้ำหนักอีกครั้งหลังการเผาที่อุณหภูมิ 1150 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ยกเว้นสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ เผาที่อุณหภูมิ 1075 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ซึ่งผลต่างของน้ำหนักก่อนและหลังเผา ก็คือ ปริมาณน้ำหนัที่หายไปหลังเผานั้นเอง

2.3.4.2 การหาค่าการหดตัวเชิงเส้นหลังเผา

นำชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิคมาวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงาน จากนั้นวัดเส้นผ่านศูนย์กลางอีกครั้งหลังการเผาซินเตอร์ ซึ่งค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage, S_L) ของสารตัวอย่าง เมื่อคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ สามารถคำนวณได้จากสมการ 2.7

$$S_L = 1 - \frac{D}{D_B} \times 100 \quad (2.7)$$

เมื่อ D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกหลังเผา
 D_B คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนเผา

2.3.4.3 การหาค่าความหนาแน่น

ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้หาได้โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของ Archimedes โดยนำเซรามิกที่ผ่านขัดผิวหน้าแล้วมาต้มในน้ำกลั่นที่เดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง แช่ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งในน้ำ (W_1) และชั่งขณะเปียก (W_2) แล้วนำไปอบในตู้อบสารเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักแห้งในอากาศ (W_3) ดังแสดงในรูป 2.11 แล้วคำนวณหาความหนาแน่นของเซรามิกดังสมการ 2.8

$$\rho = \frac{W_3}{W_2 - W_1} \quad (2.8)$$

เมื่อ	ρ	คือ	ความหนาแน่นของเซรามิก
	W_1	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ
	W_2	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก
	W_3	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศหลังอบแห้ง



รูป 2.11 ชุดที่ใช้สำหรับหาค่าความหนาแน่น

2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ก่อนที่จะนำเซรามิกมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้านั้น ชิ้นงานจะต้องผ่านการทำอิเล็กโตรด ด้วยการทาสีด้วยกาวเงินที่ผิวทั้งสองด้าน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลานาน 10 นาที เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าที่ผิวของเซรามิก จากนั้นจึงนำเซรามิกไปศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกและสมบัติพิโซอิเล็กตริก ดังนี้

2.3.5.1 สมบัติไดอิเล็กตริก

นำชิ้นงานหลังจากทากาวเงิน มาวัดค่าความจุไฟฟ้า นำมาคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียทางไฟฟ้าในรูปของความร้อน ($\tan \delta$) ด้วยเครื่อง LCR meter โดยวางสารตัวอย่างระหว่างโพรบ ปรับค่าความต่างศักย์ให้คงที่ 1000 mA และกดปุ่ม DC bias อ่านค่า C_p และ D ที่ความถี่ต่างๆ คือ 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz และ 10 kHz ก่อนการวัดค่าทุกครั้งต้องตั้งค่าต้องผ่านการทำ “open correction” และ “short correction” เพื่อรีเซ็ตค่าใหม่ ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.9

$$\epsilon_r = \frac{C_p d}{\epsilon_o A} \quad (2.9)$$

เมื่อ	ϵ_r	=	ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก
	C_p	=	ค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า (F)
	d	=	ความหนาของชิ้นงาน (m)
	ϵ_o	=	ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของอากาศ = 8.85×10^{-12} (F/m)
	A	=	พื้นที่หน้าตัดของบริเวณที่ทำขั้วไฟฟ้า (m^2)

โดยค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ที่ได้ มีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้นในทุกสารตัวอย่าง ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงขอนำเสนอค่าที่ได้จากการวัดที่ความถี่ 1 kHz เท่านั้น



รูป 2.12 เครื่อง LCZ ที่ใช้สำหรับวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$)

2.3.5.2 สมบัติพิโซอิเล็กทริก

ในการที่จะศึกษาสมบัติพิโซอิเล็กทริกของชิ้นงานเซรามิกนั้น สารเซรามิกจะต้องผ่านการทำขั้ว (poling) โดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงขนาด 3 kV/mm แก่สารตัวอย่างที่แช่อยู่ในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 15 นาที เพื่อให้ไดโพลโมเมนต์ที่อยู่ภายในเนื้อสารจัดเรียงตัวไปตามทิศของสนามไฟฟ้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการโพลลิงแล้วไปวัดค่าสัมประสิทธิ์ พิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric Coefficient, d_{ij} [C/N]) ซึ่งในที่นี้วัดค่า d_{33} ด้วยเครื่อง piezo d_{33} meter โดยการให้แรงกดและวัดค่าความต่างศักย์ที่ได้จากเซรามิกในทิศเดียวกับทิศของแรงที่ให้

3. ผลการวิจัยและวิเคราะห์ผล

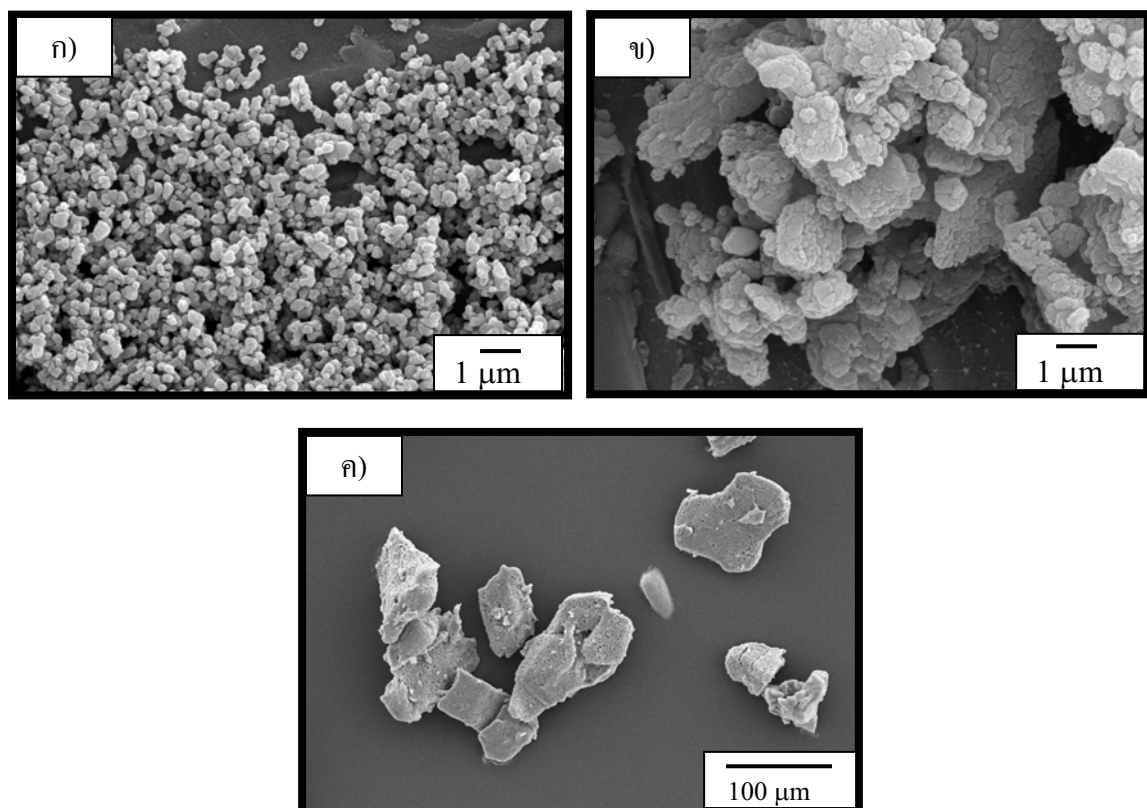
3.1 การเตรียมและตรวจสอบผงสารตัวอย่าง ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x$) NbO_3

3.1.1 ผลการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารตั้งต้น

การศึกษานาโนและรูปร่างของสารตั้งต้นที่ใช้สำหรับสังเคราะห์สารตัวอย่าง $\text{Na}_{1-x}\text{K}_x\text{NbO}_3$ กระทำโดยการตรวจสอบด้วยเทคนิค SEM แสดงดังรูป 3.1 พบว่า สาร Nb_2O_5 มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลมโดยมีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอโดยมีขนาดประมาณ $0.38 \pm 0.05 \mu\text{m}$

สาร Na_2CO_3 มีลักษณะเป็นแผ่นที่เกิดจากการเกาะกันกลุ่มของอนุภาคนาโนขนาดเล็กจำนวนมากโดยมีทั้งขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกัน ซึ่งขนาดอนุภาคเริ่มต้น (primary particle) มีค่า $0.46 \pm 0.09 \mu\text{m}$

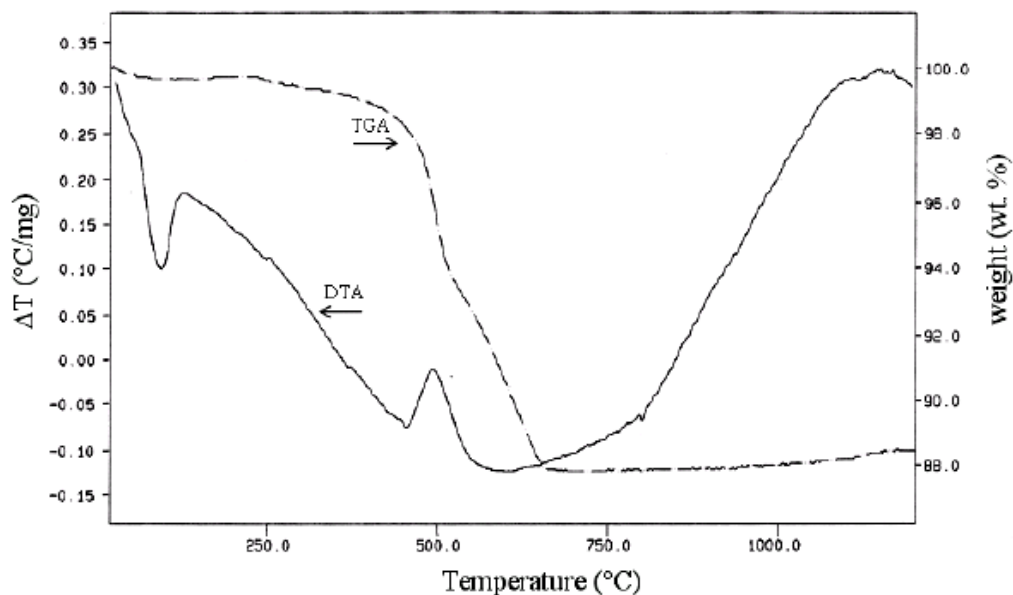
สำหรับสาร K_2CO_3 มีลักษณะรูปร่างเป็นเกล็ดขนาดใหญ่ที่ไวต่อความชื้นในอากาศเป็นอย่างมาก โดย 1 เกล็ด จะมีหลายอนุภาครวมกัน แต่ละเกล็ดมีขนาดประมาณ $67.92 \pm 18.83 \mu\text{m}$



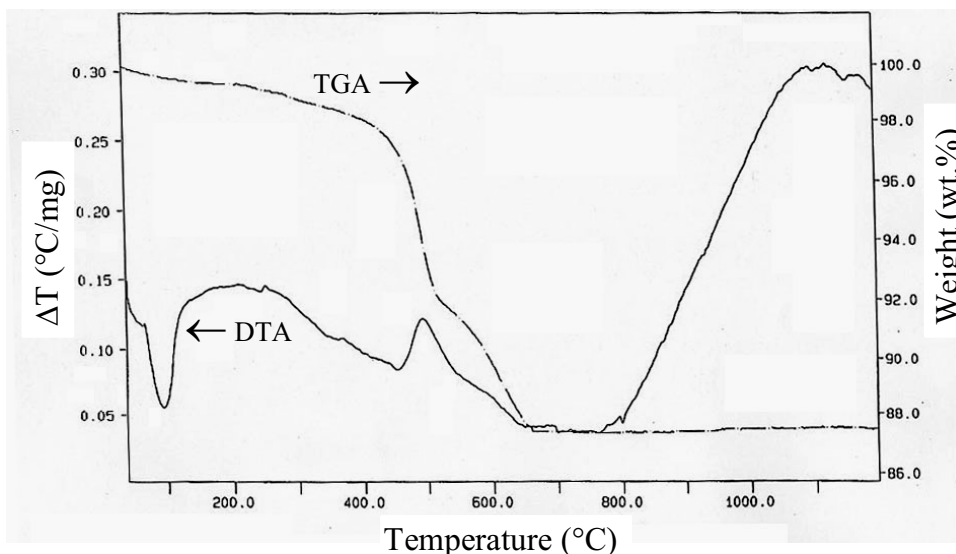
รูป 3.1 ภาพถ่าย SEM ของสารตั้งต้น ก) Nb_2O_5 ข) Na_2CO_3 และ ค) K_2CO_3

3.1.2 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมด้วยวิธี DT-TGA

จากการวิเคราะห์ผลด้วย DTA และ TGA (รูป 3.2-3.3) ซึ่งเป็นการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมเมื่อ $x = 0.4$ และ 0.5 ตั้งแต่อุณหภูมิ $50 - 1200^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ พบว่าสารตัวอย่างทั้งสองสูตรให้กราฟที่มีลักษณะเหมือนกัน และเกิดการเปลี่ยนแปลงของกราฟในช่วงอุณหภูมิเดียวกัน จากกราฟ DTA จะเห็นได้ว่าช่วงอุณหภูมิที่สารเกิดการเปลี่ยนแปลงโดยมีพีคเกิดขึ้นอย่างชัดเจนอยู่ 2 ช่วง คือ ที่อุณหภูมิประมาณ $60 - 120^{\circ}\text{C}$ และที่อุณหภูมิประมาณ $460 - 560^{\circ}\text{C}$ ซึ่งช่วงอุณหภูมิแรกน่าจะเกิดจากการระเหยของน้ำ เพราะสารตั้งต้นที่ใช้มีความไวต่อการดูดความชื้นมากพอสมควร ส่วนอุณหภูมิช่วงหลังที่อุณหภูมิประมาณ 495°C น่าจะเป็นช่วงที่สารผสมเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง กราฟ DTA ที่ได้นี้มีความสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA คือ ที่ช่วงอุณหภูมิแรกพบว่ามีน้ำหนักของสารหายไปเพียง 0.5% เท่านั้น ส่วนอุณหภูมิช่วงที่ 2 พบว่าน้ำหนักหายไป ประมาณ 10% จนกระทั่งที่อุณหภูมิประมาณ 650°C เป็นต้นไป จะสังเกตพบว่าการสูญเสียของน้ำหนักเริ่มคงที่เรื่อยๆเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งจากข้อมูลของ TGA และ DTA สามารถนำไปวิเคราะห์ออกแบบช่วงอุณหภูมิการเผาที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์



รูป 3.2 พฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{K}_2\text{CO}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5$ เมื่อใช้อัตราส่วน $\text{Na}_2\text{CO}_3 : \text{K}_2\text{CO}_3 : \text{Nb}_2\text{O}_5$ เป็น $0.6 : 0.4 : 1$ โมล ด้วยวิธี TG-DTA



รูป 3.3 พฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม Na_2CO_3 - K_2CO_3 - Nb_2O_5 เมื่อใช้อัตราส่วน Na_2CO_3 : K_2CO_3 : Nb_2O_5 เป็น 0.5 : 0.5 : 1 โมล ด้วยวิธี TG-DTA

3.1.3 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของผงสารตัวอย่าง

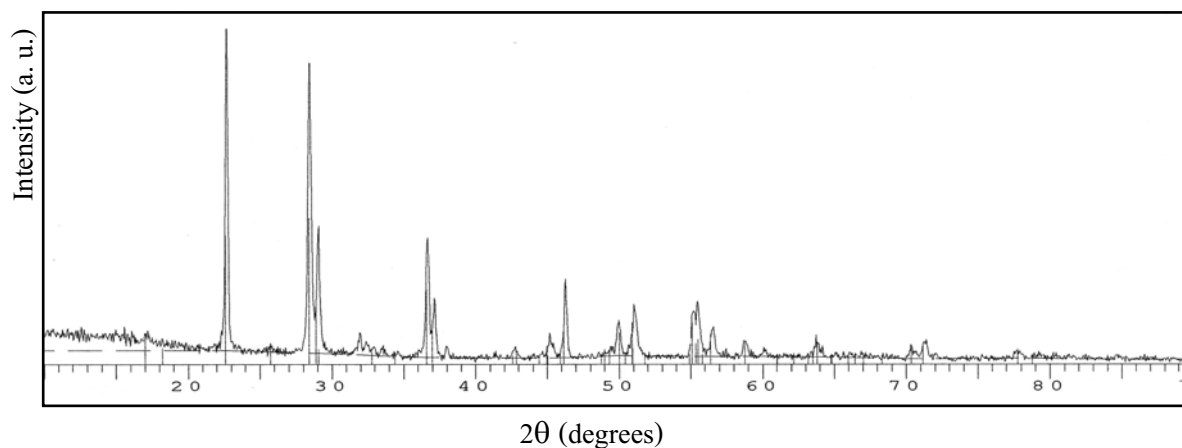
$(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ โดยใช้เทคนิค XRD

ในช่วงแรกของการศึกษาในขั้นตอนนี้ได้เลือกค่า $x = 0.4$ และ 0.5 มาทำการเผาโดยแปรค่าอุณหภูมิและเวลา เมื่อได้เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สารตัวอย่างสามารถเกิดเฟส $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่มีความบริสุทธิ์สูงตามต้องการแล้ว จึงทำการเผาที่ค่า x อื่นๆ คือ 0.2 , 0.6 และ 0.8 สำหรับค่า $x = 0.5$ นั้นได้ศึกษาการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มเติมด้วย ซึ่งได้ผลการทดลองดังนี้

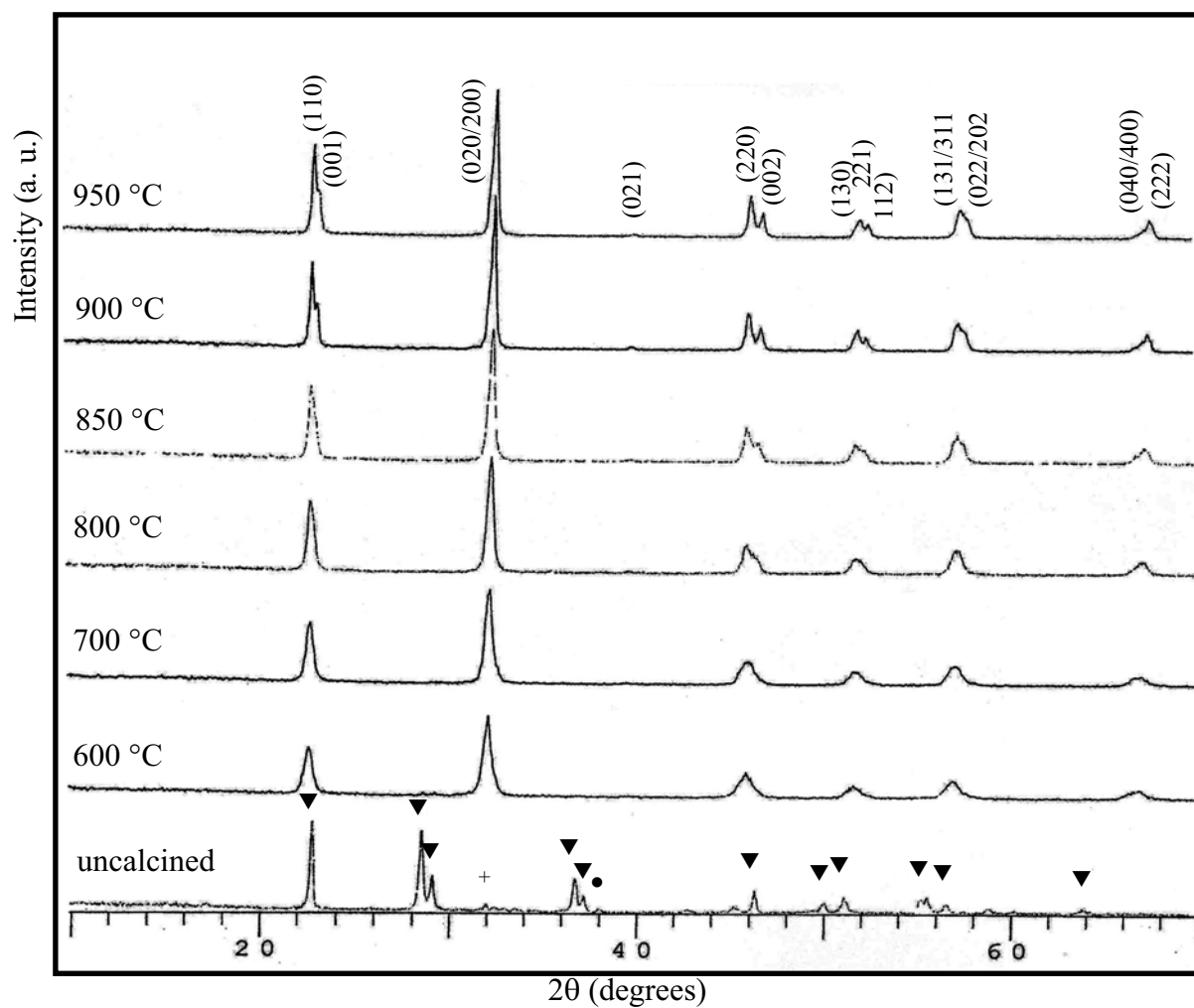
3.1.3.1 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้แคลไซน์ของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$

จากการวิเคราะห์ด้วย TG-DTA สามารถเลือกอุณหภูมิเริ่มต้นในการเผาแคลไซน์ได้ คือ 600°C และผลของการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารผสมก่อนแคลไซน์ แสดงในรูป 3.4 และสารตัวอย่างเมื่อ x มีค่า 0.5 และ 0.4 เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน แสดงดังรูป 3.5-3.7 พบว่าการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 600°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เป็นต้นไป เริ่มเกิด crystalline phase ของ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ขึ้น (รูป 3.5) เนื่องจากพีกหลักของ XRD ที่ได้เปลี่ยนแปลงไปจากพีกของสารตั้งต้น แต่ในการตรวจสอบนี้ไม่สามารถเปรียบเทียบกับข้อมูลที่อยู่ใน JCPDS ได้ เนื่องจากยังไม่มีการบันทึกข้อมูลของสารตัวนี้ อย่างไรก็ตาม พีกของสารตัวอย่างที่เตรียมได้นี้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของคณะวิจัยอื่นๆ ที่ได้รายงานไว้

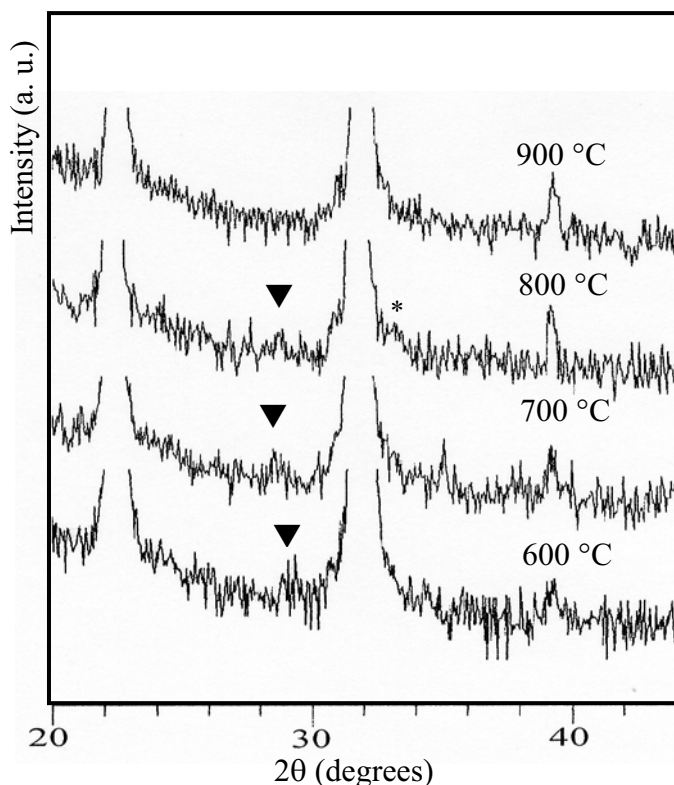
ก่อนหน้านี้ [36-38] เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 800 °C ปรากฏว่าที่อุณหภูมินี้ยังมีฟีกของเฟสอื่นปะปนอยู่ ที่มุม 28.4 และ 32-33 องศา เมื่อนำฟีกนี้ไปตรวจสอบกับข้อมูลใน JCPDS – file แล้วพบว่าฟีกที่หลงเหลืออยู่นี้เป็นฟีกของ Nb_2O_5 (▼) และ K_2CO_3 (*) ซึ่งเป็นสารตั้งต้น (รูป 3.6) และเมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นต้นไป ปรากฏว่าไม่มีฟีกของ Nb_2O_5 และ K_2CO_3 เหลืออยู่ และไม่มีการฟอร์มตัวเป็นเฟสอื่นๆ แต่เมื่อสังเกตที่อุณหภูมิ 900 °C จะสังเกตเห็นมีการแยกของฟีกที่มุมประมาณ 22°, 45-46° และ 51-52° เริ่มชัดเจนขึ้น ซึ่งแสดงว่าที่อุณหภูมินี้เกิด crystalline phase ของสารตัวอย่างที่มีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic) อย่างสมบูรณ์ [10, 36-38] โดยค่าแลตทิซพารามิเตอร์เฉลี่ยมีค่าดังนี้ คือ $a = 5.59 \text{ \AA}$, $b = 15.73 \text{ \AA}$ และ $c = 5.67 \text{ \AA}$ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 950 °C ปรากฏว่าเกิด crystalline phase ของเฟสออร์โธโรมบิกได้ดีเช่นกัน ซึ่งการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ (intensity) ของกราฟสูงขึ้นด้วย



รูป 3.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงสารผสม $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{K}_2\text{CO}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5$ ก่อนการเผาแคลไซน์



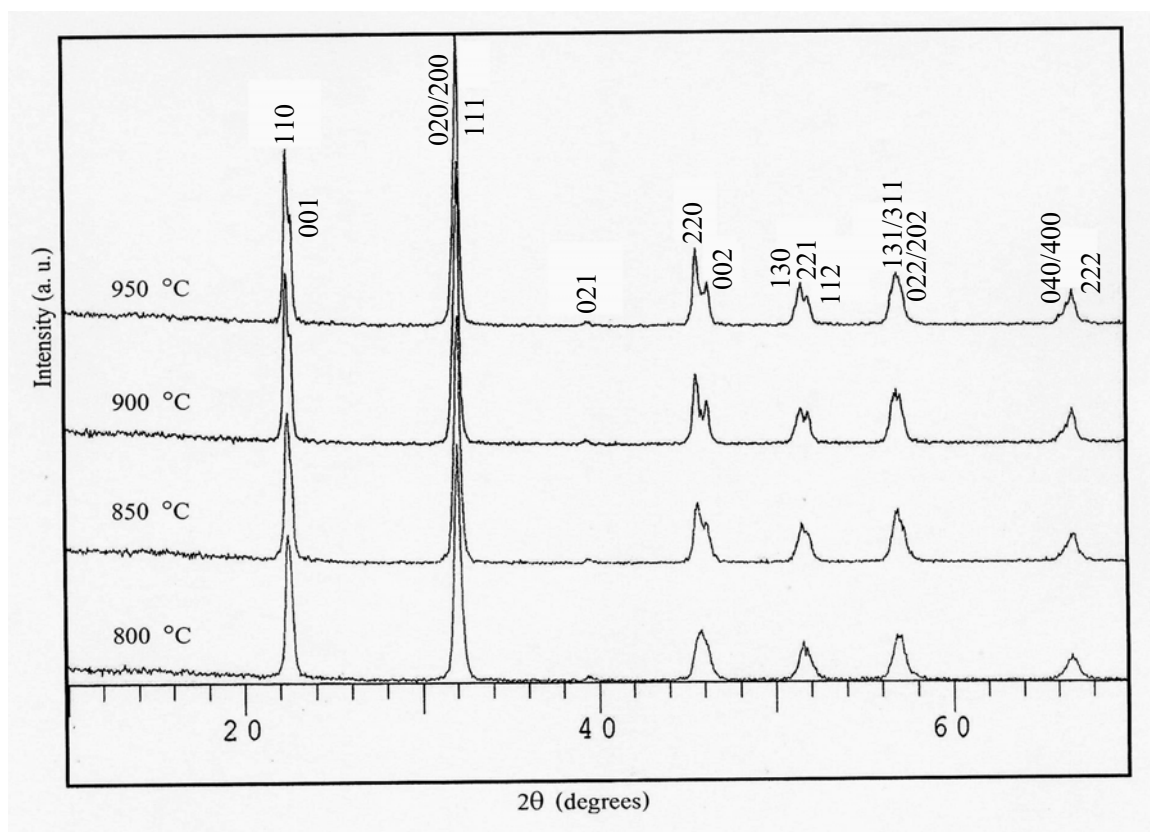
รูป 3.5 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ($\blacktriangledown = \text{Nb}_2\text{O}_5$, $+$ = K_2CO_3 , $\bullet$ = Na_2CO_3) ซึ่งค่า hkl ระบุตาม JCPDS หมายเลข 32-0822 [39]



รูป 3.6 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ที่มุม 20 – 40 องศา ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 - 800 เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (▼ = Nb_2O_5 , * = K_2CO_3)

ในทำนองเดียวกัน จากผลของการวิเคราะห์ด้วย XRD ของผง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน (รูป 3.7) พบว่า สารตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ยังปรากฏฟีกของสารตั้งต้น Nb_2O_5 และ K_2CO_3 เหลืออยู่ นั้นหมายความว่าปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ระหว่างสารตั้งต้นทั้งหมดยังเกิดไม่สมบูรณ์เช่นเดียวกันกับ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ แต่เมื่อเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เป็นต้นไป พบว่าเริ่มเกิดเฟสของผลึกของ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ขึ้นและไม่มีฟีกของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่หรือเกิดการฟอร์มตัวเป็นสารอื่นเกิดขึ้น ฟีก XRD ที่ได้นี้เมื่อนำไปตรวจสอบกับฐานข้อมูล JCPDS – file หมายเลข 32-0842 [40] ซึ่งเป็นข้อมูลของสาร $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ พบว่าไม่สอดคล้องกัน แต่เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่น ๆ ที่ผ่านมา [38] พบว่าฟีกที่ได้จากการวิจัยมีความสอดคล้องกัน โดยเฉพาะเมื่อพิจารณากราฟที่อุณหภูมิ 900 - 950 °C จะสังเกตเห็นว่าการแยกของฟีกที่มุม 45 – 47 องศา เริ่มชัดเจนขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิ 900 °C นี้เกิดเฟสของผลึกของสารตัวอย่างอย่างสมบูรณ์ และมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic) โดยค่าแลตทิซพารามิเตอร์เฉลี่ยมีค่าดังนี้ คือ $a = 5.59 \text{ \AA}$, $b = 15.73 \text{ \AA}$ และ $c = 5.67 \text{ \AA}$ เช่นเดียวกับ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่กล่าวมาแล้วก่อนหน้านี้

ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 900 °C จึงเป็นเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ดีที่สุดในการแคลไซน์เพื่อให้เกิดเฟสของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่บริสุทธิ์และมีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิก

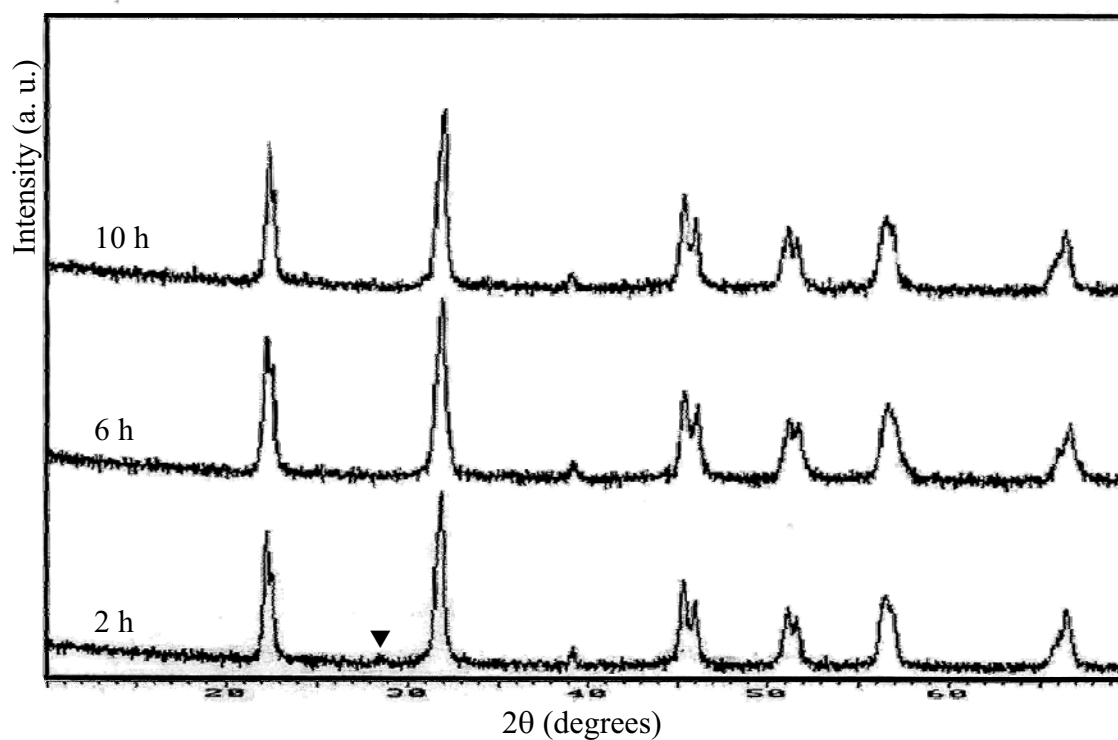


รูป 3.7 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

3.1.3.2 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่ที่เหมาะสมสำหรับผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$

หลังจากได้เงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์แล้ว ก็นำสารตัวอย่างมาศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่ ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่อุณหภูมิการเผา 900 °C ที่เวลาเผาแซ่ 2 , 6 และ 10 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 3.8 – 3.9 ปรากฏว่าจะเกิด crystalline phase ที่มีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิกชัดเจนมากขึ้นที่เวลาเพิ่มขึ้น โดยฟีกของกราฟที่มุม 45-47 องศา เริ่มมีการแยกของฟีกอย่างชัดเจนตั้งแต่ 2 ชั่วโมง และเมื่อเพิ่มเวลาในการ

เผาจะทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์เพิ่มมากขึ้นด้วย แต่ความแตกต่างของทั้งสามเงื่อนไขจากการสังเกตจากกราฟมีความแตกต่างกันไม่มากนัก ทำให้เวลาที่เหมาะสมที่สุดในการเผาแคลไซน์ คือ 2 ชั่วโมง เพราะเมื่อเพิ่มเวลาการเผาแคลไซน์มากยิ่งขึ้นจะเป็นการสิ้นเปลืองพลังงานมากเกินไป



รูป 3.8 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลานาน 2-10 ชั่วโมง (▼ = Nb_2O_5)