

3. ผลการวิจัยและวิเคราะห์ผล

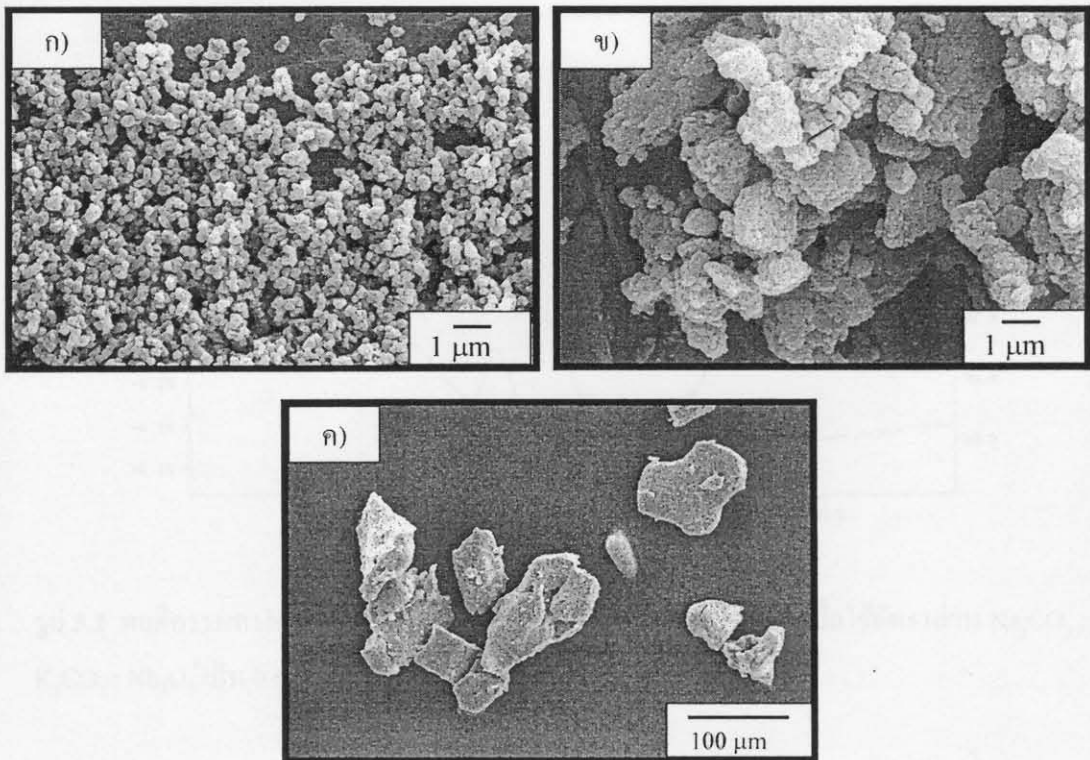
3.1 การเตรียมและตรวจสอบผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$

3.1.1 ผลการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารตั้งต้น

การศึกษารูปร่างและขนาดของสารตั้งต้นที่ใช้สำหรับสังเคราะห์สารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ กระทำโดยการตรวจสอบด้วยเทคนิค SEM แสดงดังรูป 3.1 พบว่า สาร Nb_2O_5 มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลม โดยมีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ โดยมีขนาดประมาณ $0.38 \pm 0.05 \mu\text{m}$

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

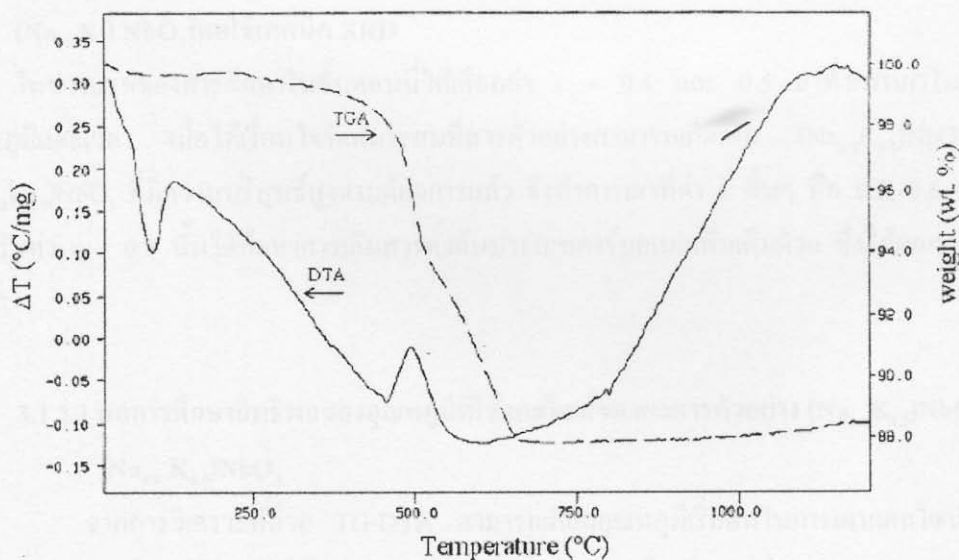
สำหรับสาร K_2CO_3 มีลักษณะรูปร่างเป็นเกล็ดขนาดใหญ่ที่ไวต่อความชื้นในอากาศเป็นอย่างมาก โดย 1 เกล็ด จะมีหลายอนุภาครวมกัน แต่ละเกร็ดมีขนาดประมาณ $67.92 \pm 18.83 \mu\text{m}$



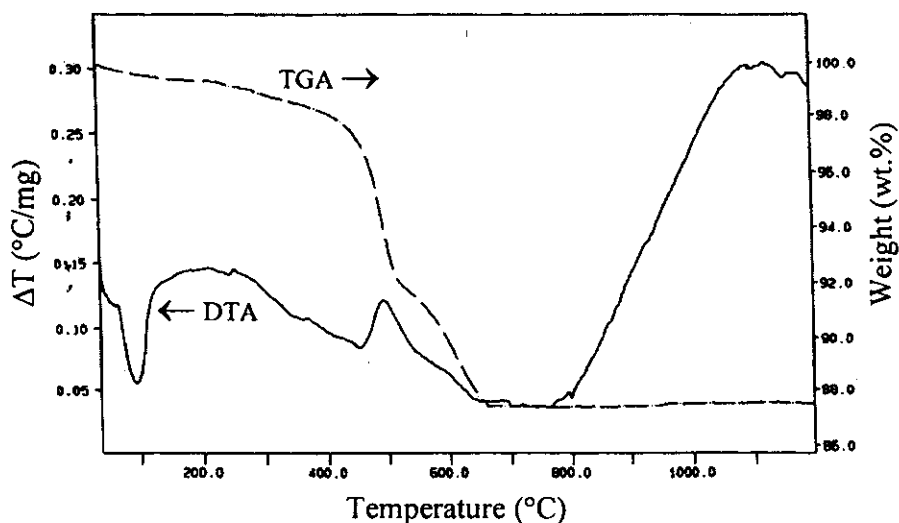
รูป 3.1 ภาพถ่าย SEM ของสารตั้งต้น ก) Nb_2O_5 ข) Na_2CO_3 และ ค) K_2CO_3

3.1.2 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมด้วยวิธี DT- TGA

จากการวิเคราะห์ผลด้วย DTA และ TGA (รูป 3.2-3.3) ซึ่งเป็นการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมเมื่อ $x = 0.4$ และ 0.5 ตั้งแต่อุณหภูมิ $50 - 1200$ °C ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 °C/นาที พบว่าสารตัวอย่างทั้งสองสูตรให้กราฟที่มีลักษณะเหมือนกัน และเกิดการเปลี่ยนแปลงของกราฟในช่วงอุณหภูมิเดียวกัน จากกราฟ DTA จะเห็นได้ว่าช่วงอุณหภูมิที่สารเกิดการเปลี่ยนแปลงโดยมีพีคเกิดขึ้นอย่างชัดเจนอยู่ 2 ช่วง คือ ที่อุณหภูมิประมาณ $60 - 120$ °C และที่อุณหภูมิประมาณ $460 - 560$ °C ซึ่งช่วงอุณหภูมิแรกน่าจะเป็นการระเหยของน้ำ เพราะสารตั้งต้นที่ใช้มีความไวต่อการดูดความชื้นมากพอสมควร ส่วนอุณหภูมิช่วงหลังที่อุณหภูมิประมาณ 495 °C น่าจะเป็นช่วงที่สารผสมเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง กราฟ DTA ที่ได้นี้มีคุณสมบัติสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA คือ ที่ช่วงอุณหภูมิแรกพบว่ามีน้ำหนักของสารหายไปเพียง 0.5 % เท่านั้น ส่วนอุณหภูมิช่วงที่ 2 พบว่าน้ำหนักหายไป ประมาณ 10 % จนกระทั่งที่อุณหภูมิประมาณ 650 °C เป็นต้นไป จะสังเกตเห็นว่าการสูญเสียของน้ำหนักเริ่มคงที่เรื่อยๆเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งจากข้อมูลของ TGA และ DTA สามารถนำไปวิเคราะห์ห่ออกแบบช่วงอุณหภูมิการเผาที่เหมาะสมสำหรับการเผาเคลือบ



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 $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{K}_2\text{CO}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5$ เมื่อใช้อัตราส่วน $\text{Na}_2\text{CO}_3 : \text{K}_2\text{CO}_3 : \text{Nb}_2\text{O}_5$ เป็น 0.5 : 0.5 : 1 โมล ด้วยวิธี TG-DTA

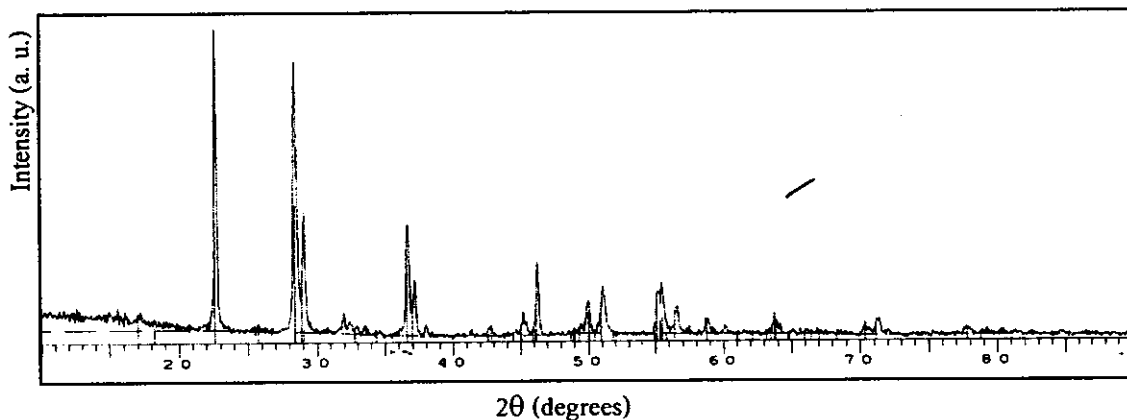
3.1.3 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ โดยใช้เทคนิค XRD

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

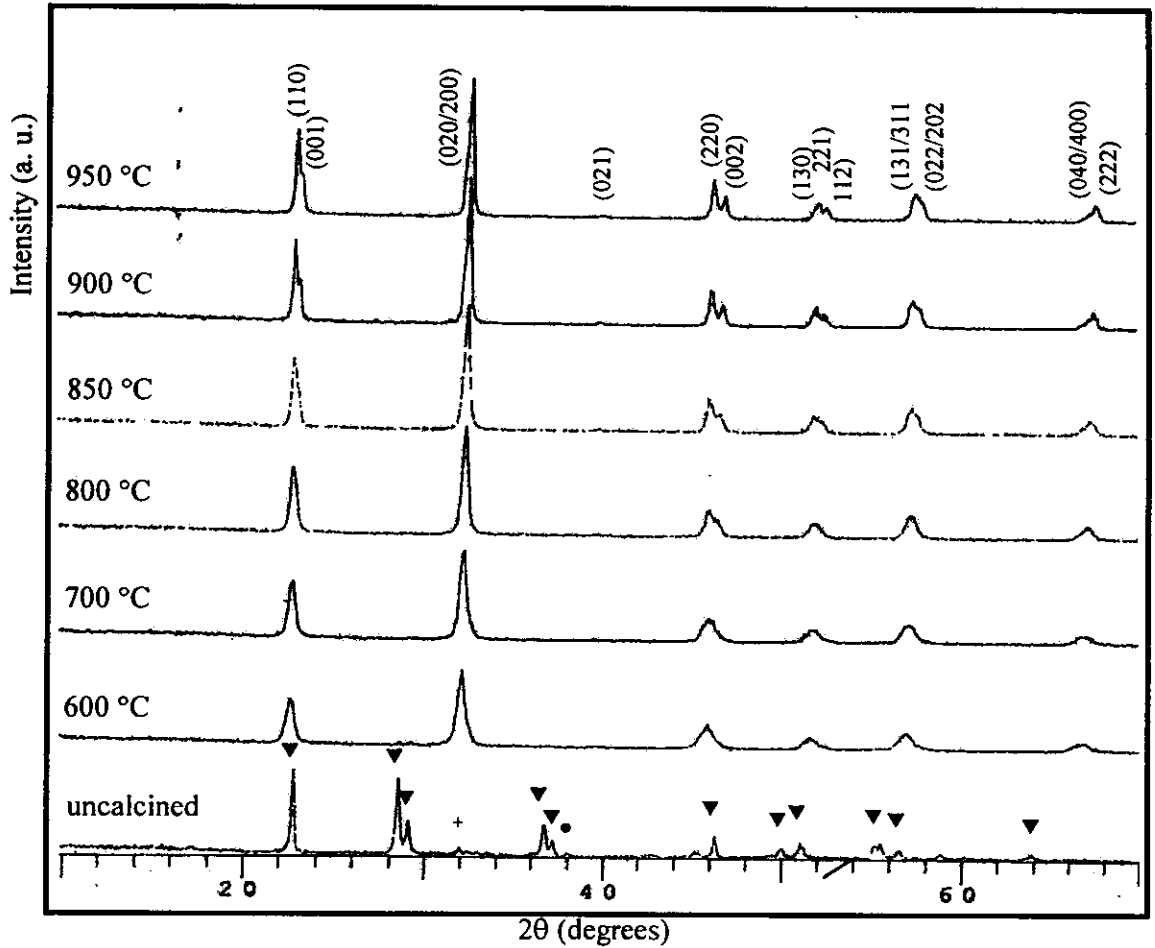
3.1.3.1 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้แคลไซน์ของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$

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 เนื่องจากยังไม่มีกรบันทึกข้อมูลของสารตัวนี้ อย่างไรก็ตาม พีกของสารตัวอย่างที่เตรียมได้นี้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของคณะวิจัยอื่นๆ ที่ได้รายงานไว้

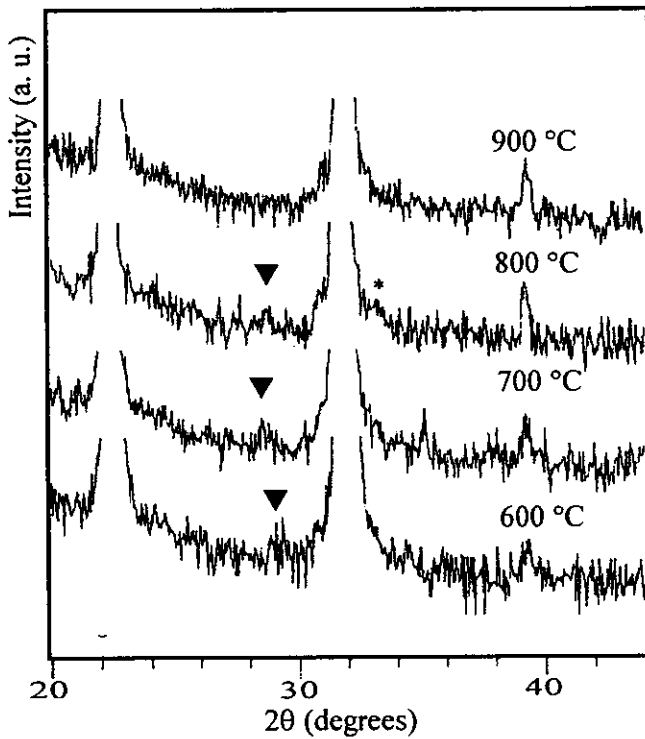
ก่อนหน้านี [36-38] เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 800 °C ปรากฏว่าที่อุณหภูมินี้ยังมีพีคของเฟสอื่นปะปนอยู่ ที่มุม 28.4 และ 32-33 องศา เมื่อนำพีคนี้ไปตรวจสอบกับข้อมูลใน JCPDS – file แล้วพบว่าพีคที่หลงเหลืออยู่นี้เป็นพีคของ Nb_2O_5 (▼) และ K_2CO_3 (*) ซึ่งเป็นสารตั้งต้น (รูป 3.6) และเมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นต้นไป ปรากฏว่าไม่มีพีคของ Nb_2O_5 และ K_2CO_3 เหลืออยู่ และไม่มีการฟอร์มตัวเป็นเฟสอื่นๆ แต่เมื่อสังเกตที่อุณหภูมิ 900 °C จะสังเกตเห็นมีการแยกของพีคที่มุมประมาณ 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 ของเฟสออร์โธโรมบิกได้ชัดเจนขึ้น ซึ่งการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์ (intensity) ของกราฟสูงขึ้นด้วย



รูป 3.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงสารผสม Na_2CO_3 - K_2CO_3 - Nb_2O_5 ก่อนการเผาแคลไซน์



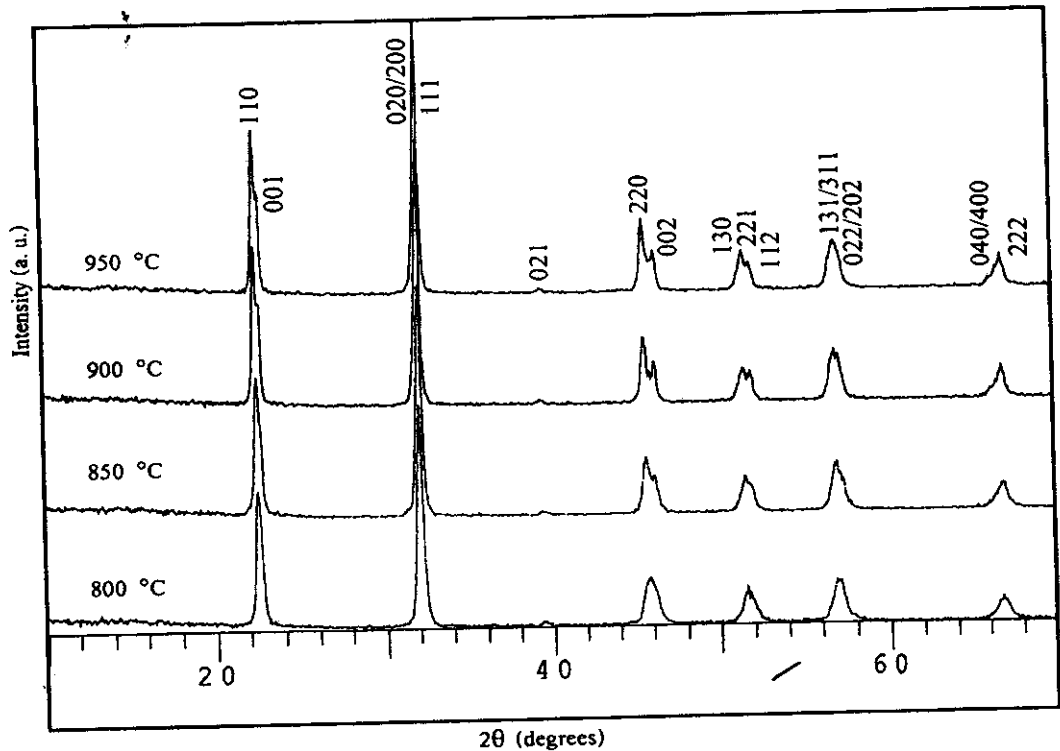
รูป 3.5 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (▼ = Nb_2O_5 , + = K_2CO_3 , • = Na_2CO_3) ซึ่งค่า hkl ระบุตาม JCPDS หมายเลข 32-0822 [39]



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 ($\blacktriangledown = \text{Nb}_2\text{O}_5$, $*$ = 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 นั่นหมายความว่าปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ระหว่างสารตั้งต้นทั้งหมดยังคงเกิดไม่สมบูรณ์เช่นเดียวกับ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ แต่เมื่อเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 800 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เป็นต้นไป พบว่าเริ่มเกิดเฟสของผลึกของ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ขึ้นและไม่มีฟีกของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่หรือเกิดการฟอร์มตัวเป็นสารอื่นเกิดขึ้น ฟีก XRD ที่ได้เมื่อนำไปตรวจสอบกับฐานข้อมูล 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 จะสังเกตเห็นว่ามีการแยกของฟีกที่มุม 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 $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่มีบริสุทธิ์และมีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิก

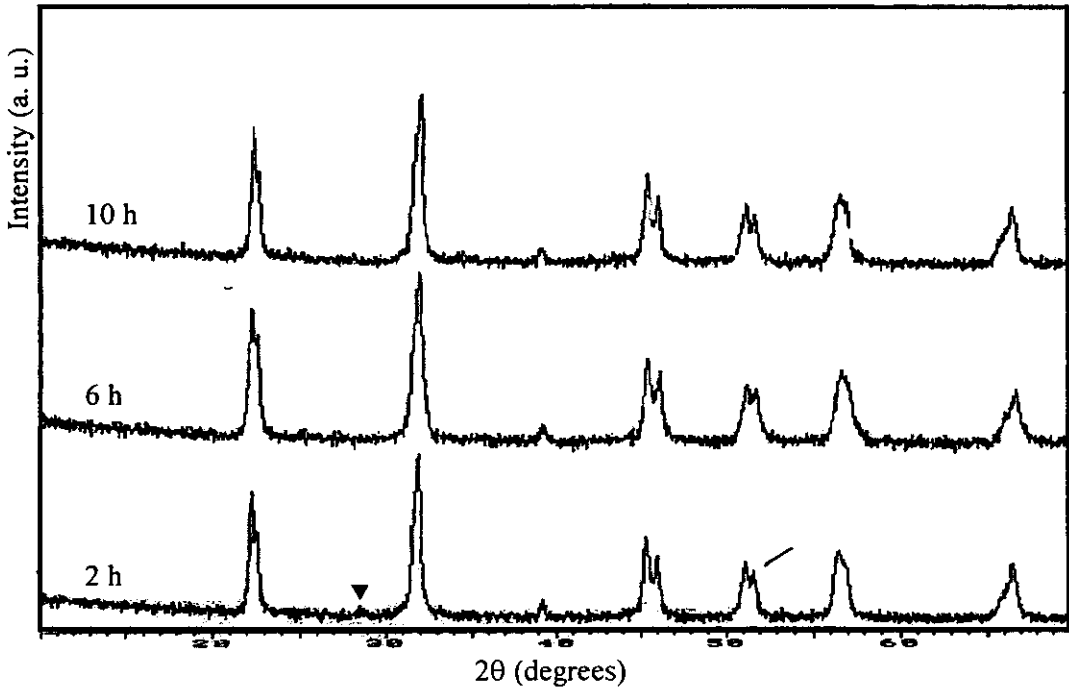


รูป 3.7 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

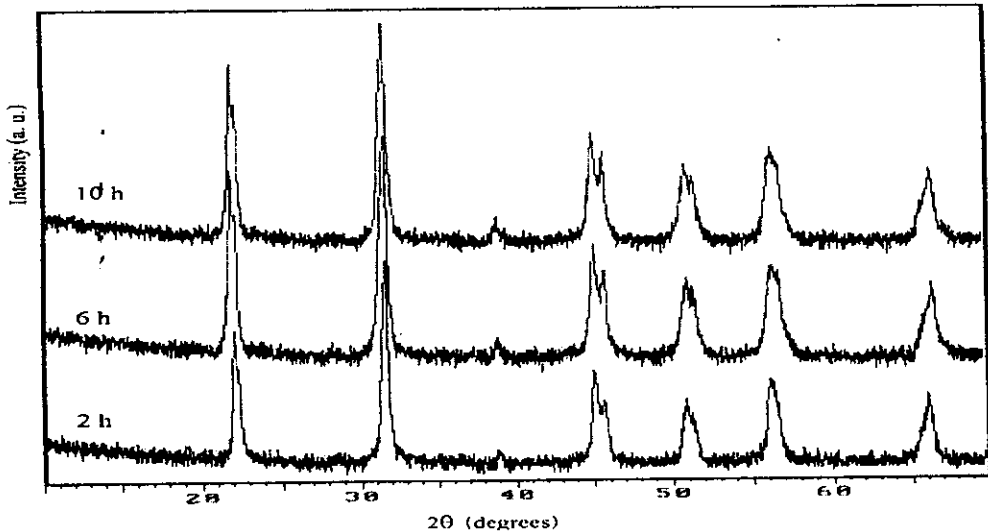
3.1.3.2 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเผาแห้งที่เหมาะสมสำหรับผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$

หลังจากได้เงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์แล้ว ก็นำสารตัวอย่างมาศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการเผาแห้ง 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 ที่เวลาเผาแห้ง 2, 6 และ 10 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 3.8 – 3.9 ปรากฏว่าจะเกิด crystalline phase ที่มีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิกชัดเจนมากขึ้นที่เวลาเพิ่มขึ้น โดยพิกของกราฟที่มุม 45-47 องศา เริ่มมีการแยกของพิกอย่างชัดเจนตั้งแต่ 2 ชั่วโมง และเมื่อเพิ่มเวลาในการ

จะทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์เพิ่มมากขึ้นด้วย แต่ความแตกต่างของทั้งสามเงื่อนไขนี้จากการสังเกตจากกราฟมีความแตกต่างกันไม่มากนัก ทำให้เวลาที่เหมาะสมที่สุดในการเผาเคลือบคือ 2 ชั่วโมง เพราะเมื่อเพิ่มเวลาการเผาเคลือบมากขึ้นจะเป็นการสิ้นเปลืองพลังงานมากเกินไป



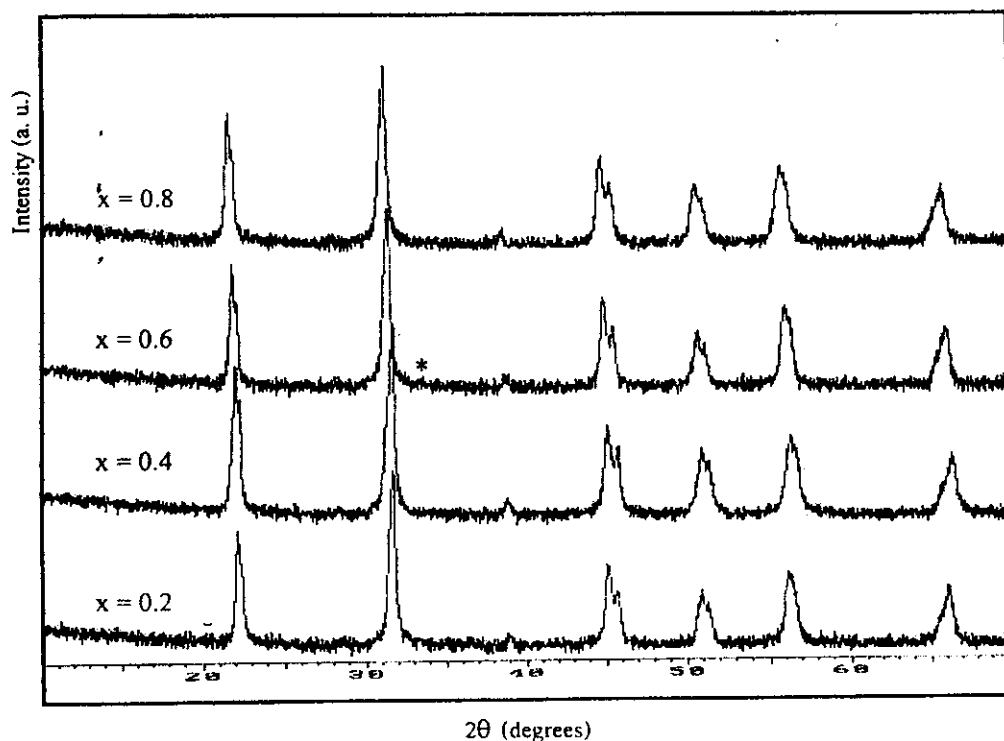
รูป 3.8 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาเคลือบที่อุณหภูมิ $900\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2-10 ชั่วโมง ($\blacktriangledown = \text{Nb}_2\text{O}_5$)



รูป 3.9 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 2-10 ชั่วโมง

3.1.3.3 ผลการศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8

สำหรับพฤติกรรมการเกิดเฟสในสารตัวอย่างเมื่อ $x = 0.2, 0.6$ และ 0.8 ได้ขีดเอาเงื่อนงำที่ดีที่สุดของ $x = 0.4$ มาทำการเผา โดยผลการวิเคราะห์ ดังรูป 3.10 สามารถอธิบายได้ว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เผาแค่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารทุกตัวสามารถแสดงการเกิดเฟสของผลึกที่ชัดเจนใกล้เคียงกัน ยกเว้นสารตัวอย่างเมื่อ $x = 0.6$ ยังปรากฏฟิสิกของสารตั้งต้น K_2CO_3 เหลืออยู่ นั่นหมายความว่า สารในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ $x = 0.2, 0.4$ และ 0.8 สามารถเตรียมผงสารตัวอย่างที่มีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิกได้ที่อุณหภูมิแคลไซน์เดียวกัน คือ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และพบว่าไม่มีฟิสิกของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่เลยและไม่มีการฟอร์มตัวของสารตั้งต้นเป็นเฟสอื่น ๆ และรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ยังคงใกล้เคียงกับที่ $x = 0.4$ แต่ค่า d -spacing มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อค่า x เพิ่มขึ้น โดยจะเพิ่มจากค่า d -spacing ของ NaNbO_3 ไปสู่ KNbO_3 สำหรับสารตัวอย่าง เมื่อ $x = 0.6$ คาดว่าจำเป็นต้องใช้อุณหภูมิหรือเวลามากกว่านี้ จึงจะสามารถเตรียมสารบริสุทธิ์ได้

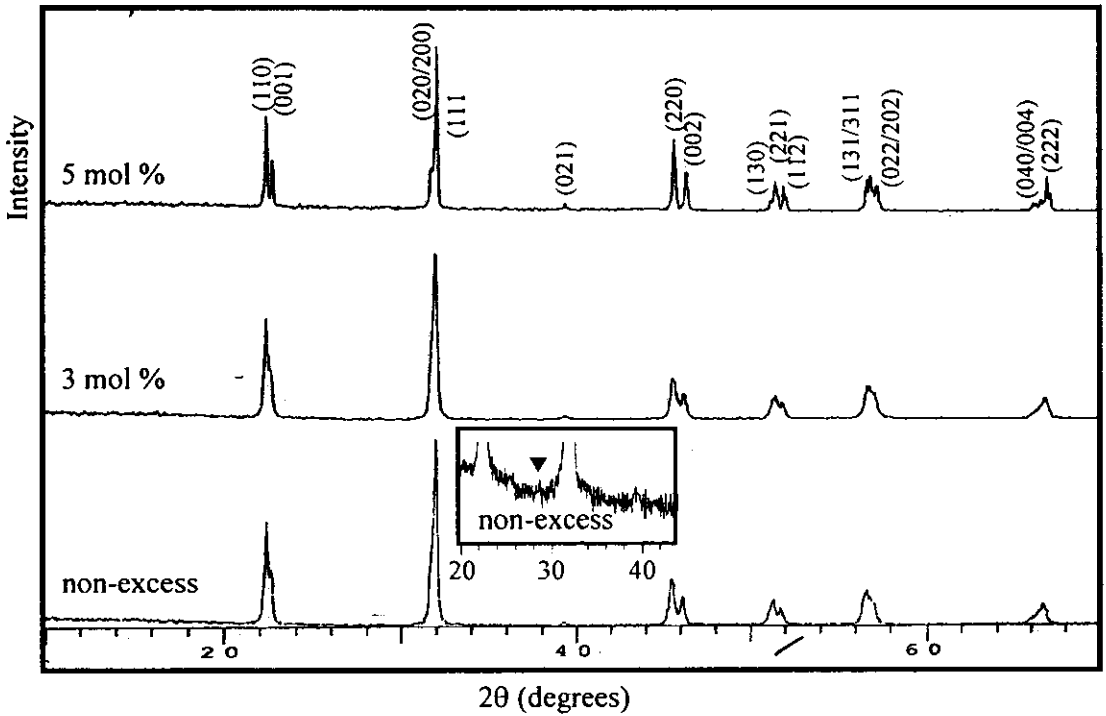


รูป 3.10 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อ x มีค่า 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8 โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (* = K_2CO_3)

3.1.3.4 ผลการศึกษาอิทธิพลของ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่มีกรดเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนต ส่วนเกิน

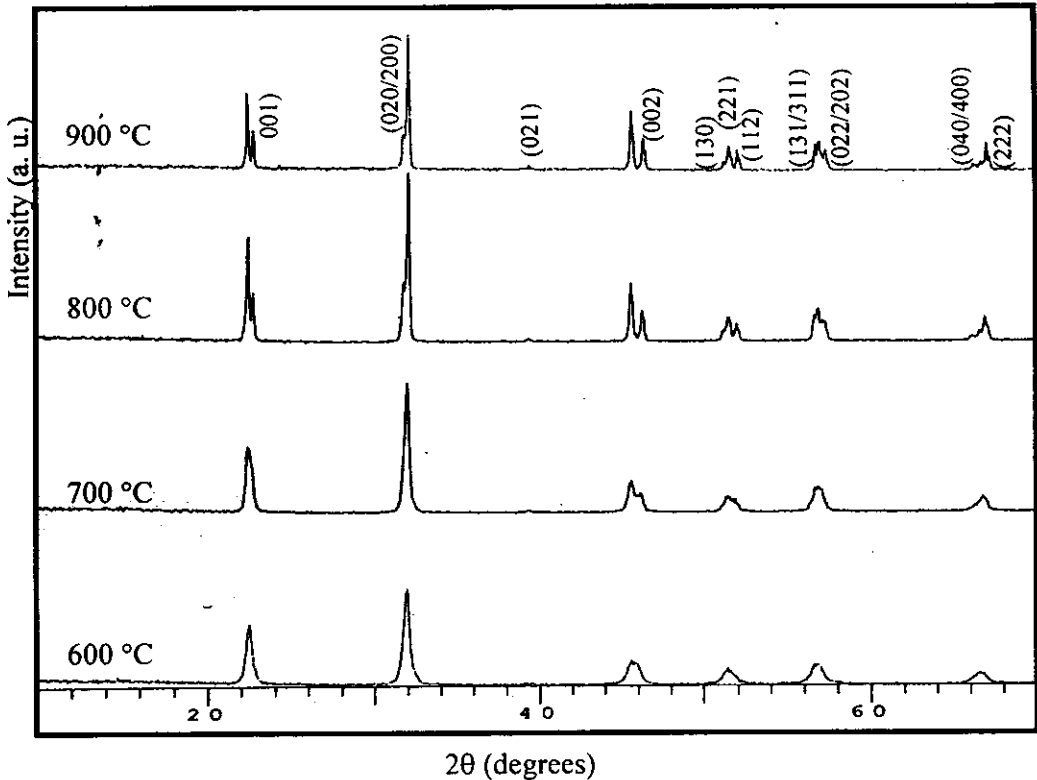
จากการวิเคราะห์ผลด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกินในปริมาณ 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C ดังแสดงในรูป 3.11 พบว่า สารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกินสามารถแสดงการเกิดเฟสของผลึกที่สมบูรณ์ได้ดีใกล้เคียงกันโดยไม่มีพีคของ Nb_2O_5 เหลือปรากฏอยู่เหมือนในสารตัวอย่างที่ไม่มีการเติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน และยังคงมีสมมาตรแบบออร์โธโรมบิก โดยการแยกของเส้นกราฟที่มุม 45-47 องศา ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสออร์โธโรมบิกมีความชัดเจนเพิ่มขึ้น และมีค่า intensity มากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเติมสารตั้งต้น โดยพีคของ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.05 โมล จะมีความคมชัดและแยกออกจากกันอย่างชัดเจน ซึ่งแสดงว่าเกิดเฟสของผลึกแบบออร์โธโรมบิกสูงขึ้นนั่นเอง ดังนั้น จึงทำการลดอุณหภูมิเผาแคลไซน์ให้ต่ำลงอีกในสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.05 โมล และผลปรากฏว่าสามารถเกิดเฟสของผลึก

$(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$, บริสุทธิ์แบบออร์โทโรมบิกได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 °C เป็นต้นไป และจะแสดงเฟสนี้ อย่างชัดเจนเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C ดังแสดงในรูป 3.12



รูป 3.11 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ในปริมาณต่างๆ กัน เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (▼ = Nb_2O_5)

ดังนั้น สามารถสรุปได้ว่า สารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นในปริมาณที่เพิ่มขึ้นประมาณ 0.05 โมล จะสามารถลดอุณหภูมิในการแคลไซน์เพื่อให้เกิดเฟสออร์โทโรมบิกอย่างสมบูรณ์ให้ต่ำลงได้ ประมาณ 200 °C และใช้เวลาเผาแค่เพียง 2 ชั่วโมง เท่านั้น



รูป 3.12 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.05 โมล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

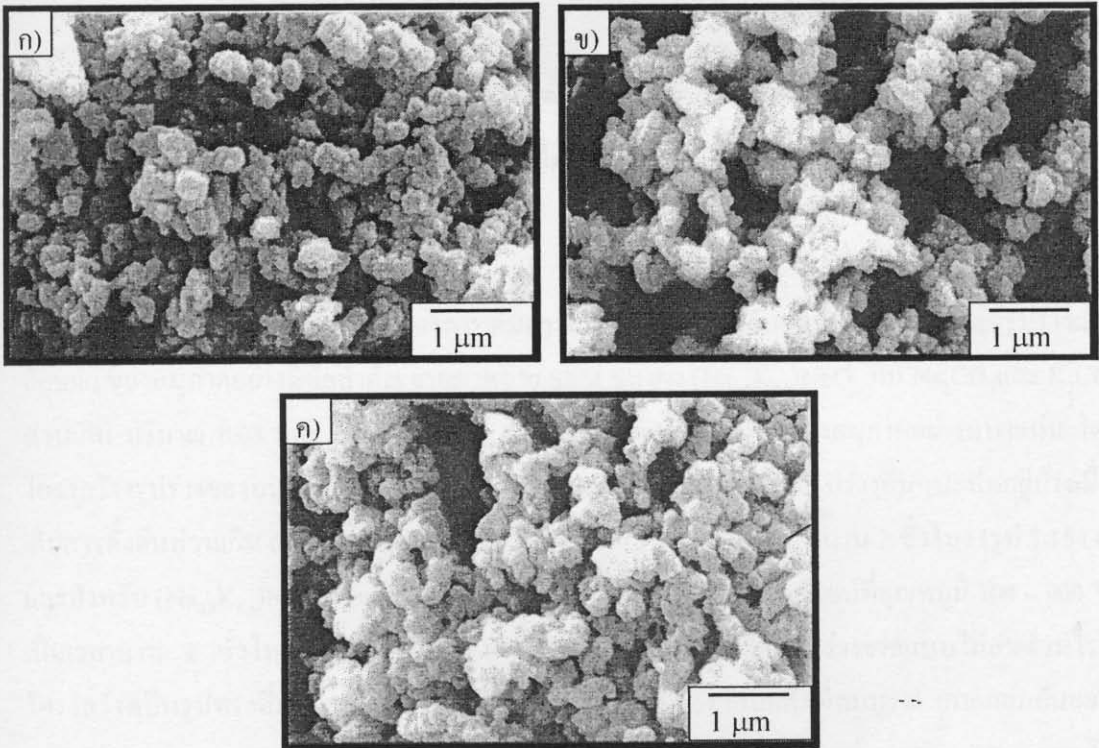
3.1.4 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่างโดยใช้เทคนิค SEM

3.1.4.1 ผลการศึกษาอุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการเผาและการเติมปริมาณสารตั้งต้นประเภท

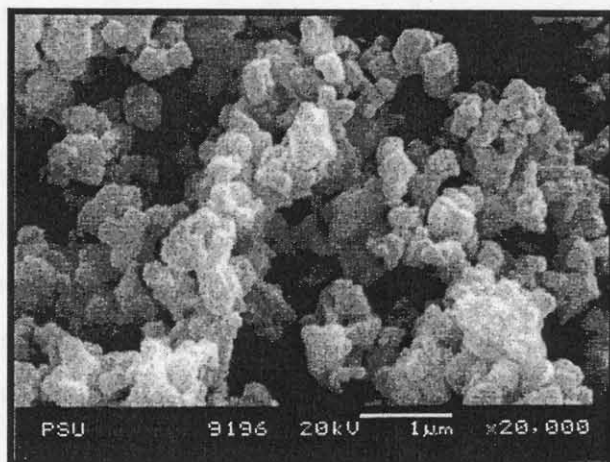
คาร์บอเนตส่วนเกิน ที่มีต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$

จากภาพถ่าย SEM ของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เฝ้าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (รูป 3.13) และที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลานาน 10 ชั่วโมง (รูป 3.14) พบว่า ลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและเวลาในการเผา แคลไซน์ ซึ่งลักษณะรูปร่างโดยทั่วไปมีลักษณะใกล้เคียงกันคือจะมีรูปร่างไม่แน่นอน เกาะกลุ่มกันแบบอ่อนปะปนกันอยู่ทั่วไป และเมื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเฉลี่ยพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการเผาเพิ่มมากขึ้น ขนาดอนุภาคมีค่าสูงขึ้น ดังแสดงในตาราง 3.1 โดยขนาดอนุภาค มีค่า 0.10- 0.15, 0.10- 0.20 และ 0.15 - 0.30 μm เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ตามลำดับ และเมื่อเผาที่เวลาเพิ่มสูงขึ้นทำให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นและมีรูปร่างเป็นเหลี่ยมที่สม

ส่วนมากขึ้น โดยที่เมื่อเพิ่มเวลาในการเผาเป็น 10 ชั่วโมง ขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีค่าประมาณ 0.30 - 0.40 μm



รูป 3.13 ภาพถ่าย SEM ของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ก) $700 \text{ }^\circ\text{C}$ ข) $800 \text{ }^\circ\text{C}$ และ ค) $900 \text{ }^\circ\text{C}$

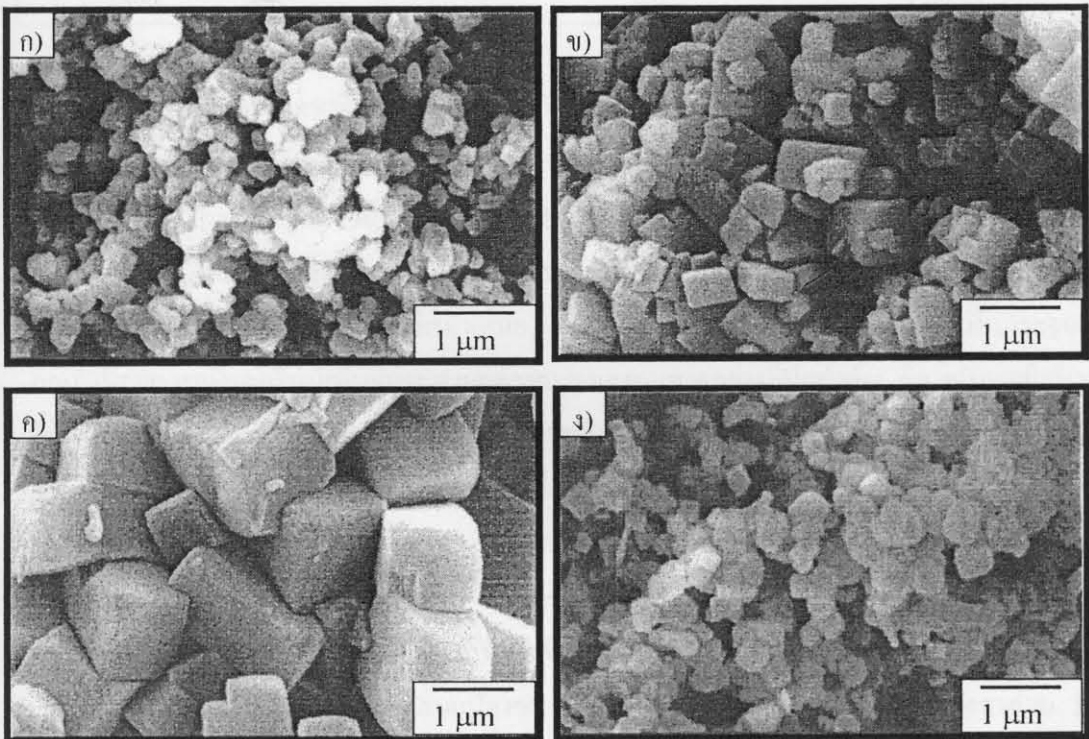


รูป 3.14 ภาพถ่าย SEM ของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลานาน 10 ชั่วโมง

เมื่อพิจารณาอิทธิพลของการเติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอนेट พบว่ามีผลต่อรูปร่างและลักษณะของอนุภาคอย่างมีนัยสำคัญ จากภาพถ่าย SEM ของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่มี Na_2CO_3 และ K_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.03 และ 0.05 โมล (รูป 3.15) พบว่ามีการเกาะกลุ่มของอนุภาคอย่างหนาแน่น โดยโครงสร้างรูปร่างของอนุภาคส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมและมีรูปร่างอื่นๆปะปนอยู่บ้างเมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.03 โมล และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (รูป 3.15 (ง)) และสำหรับ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.05 โมล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $700 - 900^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (รูป 3.15 (ก)-(ค)) พบว่าอนุภาคจะเปลี่ยนรูปร่างจากแบบไม่สมส่วนไปสู่โครงสร้างเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมอย่างเห็นได้ชัด และมีลักษณะของก้อนผลึกที่สมบูรณ์ เกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น สามารถมองเห็นลักษณะผลึกอย่างเห็นได้ชัดเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์ 900°C และเมื่อเปรียบเทียบขนาดและรูปร่างของอนุภาคเมื่อเผาที่อุณหภูมิเดียวกัน พบว่า เมื่อปริมาณสารตั้งต้นเพิ่มขึ้นจะทำให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มสูงขึ้นเช่นกัน โดยขนาดอนุภาคของ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.03 และ 0.05 โมล มีค่า $0.25 - 0.50\ \mu\text{m}$ และ $1.0 - 2.5\ \mu\text{m}$ ตามลำดับ ดังแสดงในตาราง 3.1

ในกรณีที่ผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.05 โมล มีขนาดอนุภาคโตกว่าและมีลักษณะเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมอย่างชัดเจนเมื่อเปรียบเทียบกับผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.03 โมล สามารถอธิบายได้ดังนี้ คือ จุดหลอมเหลวของสารตั้งต้น Na_2CO_3 คือ 851°C และ K_2CO_3 คือ 890°C ซึ่งสารตั้งต้นทั้งสองมีจุดหลอมเหลวที่ค่อนข้างต่ำเมื่อเติมปริมาณสารตั้งต้นปริมาณมากขึ้นทำให้แนวโน้มของระบบของสารตัวอย่างมีจุดหลอมเหลวต่ำลง การที่จะได้ขนาดอนุภาคขนาดใหญ่ จะต้องใช้อุณหภูมิที่สูงและเวลานาน แต่เนื่องจากการกำหนดอุณหภูมิการเผาและเวลาการเผาที่

เท่ากัน ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าการเพิ่มปริมาณสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนต 0.05 โมล ทำให้จุดหลอมเหลวของระบบมีค่าต่ำกว่าการเติมปริมาณ 0.03 โมล ส่งผลให้เกิดการฟอร์มเฟสของเหลวขึ้นในระบบมากกว่า ทำให้อนุภาคมีขนาดโต เป็นผลึกที่สมบูรณ์ และที่อุณหภูมิ 900 °C นี้ลักษณะโครงสร้างของสารตัวอย่างมีลักษณะแข็งมากไม่เหมาะต่อการนำไปอัดขึ้นรูปเป็นเซรามิก และเมื่อพิจารณาการเผาที่ 800 °C (รูป 3.15 ข)) ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จาก XRD คือ มีการฟอร์มเป็นผลึกอย่างสมบูรณ์ และมีขนาดเล็กกว่าและเกาะกันอย่างอ่อนเมื่อเทียบกับกรณีที่เผาที่ 900 °C โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.3 – 1.0 μm ดังนั้นจึงเลือกที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นอุณหภูมิแคลไซน์ที่เหมาะสมสำหรับสารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน ปริมาณ 0.05 โมล



รูป 3.15 ภาพถ่าย SEM ของผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.05 โมล ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ก) 700 °C ข) 800 °C ค) 900 °C และ ง) ผง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.03 โมล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

ตาราง 3.1 ขนาดอนุภาคของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์โดยใช้เงื่อนไขต่างๆ กัน

| เงื่อนไขการแคลไซน์ | | ปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน (โมล) | ขนาดอนุภาค (μm) |
|---------------------------------|----------------|---|------------------------------|
| อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$) | เวลาเผาแซ่ (h) | | |
| 700 | 2 | 0.00 | 0.10 - 0.15 |
| 800 | 2 | 0.00 | 0.10 - 0.2 |
| 900 | 2 | 0.00 | 0.15 - 0.30 |
| 900 | 10 | 0.00 | 0.30 - 0.40 |
| 900 | 2 | 0.03 | 0.25 - 0.50 |
| 700 | 2 | 0.05 | 0.18 - 0.22 |
| 800 | 2 | 0.05 | 0.30 - 1.0 |
| 900 | 2 | 0.05 | 1.00 - 2.50 |

3.1.4.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการเผาแซ่และค่า x ที่มีต่อลักษณะ

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

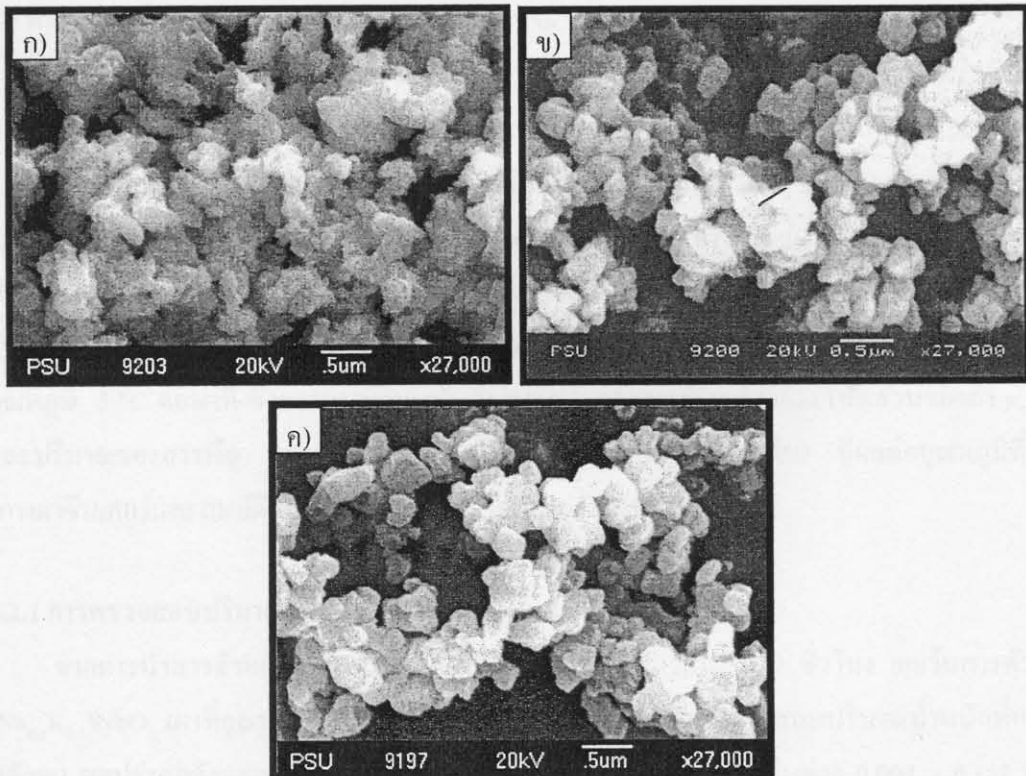
สำหรับสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 $^{\circ}\text{C}$ และ 900 $^{\circ}\text{C}$ โดยใช้เวลาในการเผาแซ่เท่ากัน คือ 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 3.16 พบว่าอนุภาคที่ได้จากการแคลไซน์มีขนาดเล็ก รูปร่างไม่แน่นอนและไม่สม่ำเสมอ เกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนหรือจับตัวกันเป็นกระจุกอย่างอ่อน เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นจะส่งผลกระทบต่อขนาดของอนุภาคอย่างมีนัยสำคัญ คือ อนุภาคมีขนาดโตขึ้น และมีการจับตัวกันเป็นกระจุกเล็กๆ แยกจากกันชัดเจนขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่ม โดยขนาดอนุภาคมีค่าประมาณ 140-180 nm และ 160 – 270 nm เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 และ 900 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ตามลำดับ ดังแสดงในตาราง 3.2 และเมื่อใช้เวลากการเผาแซ่เพิ่มขึ้น (2 กับ 10 ชั่วโมง) อนุภาคที่ได้มีขนาดเพิ่มสูงขึ้น โดยมีค่าเท่ากับ 170-420 nm เมื่อใช้เวลาในการเผา 10 ชั่วโมง และทำให้รูปร่างของอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยมที่สมส่วนมากขึ้น (รูป 3.16 (ค))

แนวโน้มของการเปลี่ยนแปลงขนาดและรูปร่างอนุภาคเมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน Na : K ที่เวลาและอุณหภูมิเท่ากัน (รูป 3.17) คือ ทำให้อนุภาคมีแนวโน้มเล็กลง เมื่ออัตราส่วนของ K (หรือ ค่า x) เพิ่มขึ้น โดยมีขนาดประมาณ 170-310 nm และมีรูปลักษณะค่อนข้างจะเป็นก้อนสี่เหลี่ยมและจับตัวกันเป็นกลุ่มแบบแข็ง (hard agglomerate) สำหรับ $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ และ 150-200 nm และมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอมีการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนแบบอ่อน (soft agglomerate) สำหรับ $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ ซึ่ง

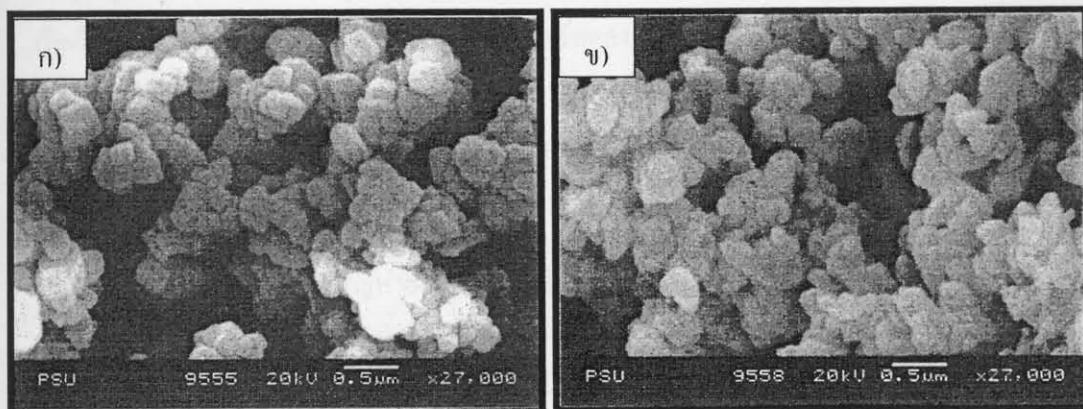
สามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิแคลไซน์ของสาร $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ มีค่าขึ้นอยู่กับค่า x คือ สามารถแคลไซน์ได้ที่อุณหภูมิต่ำลง เมื่อ x มีค่าน้อย ($x = 0.2$)

ตาราง 3.2 ขนาดอนุภาคของผงสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์โดยใช้เงื่อนไขต่างๆ กัน

| เงื่อนไขการแคลไซน์ | | ปริมาณ K_2CO_3 (x) (โมล) | ขนาดอนุภาค (± 10 nm) |
|---------------------------------|----------------|---|---------------------------|
| อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$) | เวลาเผาแซ่ (h) | | |
| 800 | 2 | 0.4 | 140-180 |
| 900 | 2 | 0.4 | 160-270 |
| 900 | 10 | 0.4 | 170-420 |
| 900 | 2 | 0.2 | 170-310 |
| 900 | 2 | 0.8 | 150-200 |



รูป 3.16 ภาพถ่าย SEM ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ ก) 800°C ข) 900°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง และ ค) 900°C เป็นเวลานาน 10 ชั่วโมง



รูป 3.17 ภาพถ่าย SEM ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $900\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ก) $x = 0.2$ และ ข) $x = 0.8$

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

ในขั้นตอนนี้ทำการวิจัยโดยการนำผงสารตัวอย่าง ที่ค่า x ต่างๆ และ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ คือ สารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน LiTaO_3 , BaTiO_3 และ LiTaO_3 ปริมาณ 0.05 โมล ผสมกับ LiSbO_3 ในปริมาณต่างๆ กัน โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $900\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ยกเว้น $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.05 โมล และเติม LiTaO_3 ปริมาณ 0.05 โมล ผสมกับ LiSbO_3 ในปริมาณต่างๆ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $800\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง $1000 - 1200\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $5\text{ }^\circ\text{C}$ ต่อนาที ซึ่งผลการทดลองพบว่า องค์ประกอบของสารตัวอย่าง (สัดส่วนของค่า x , ชนิดและปริมาณของสารเจือ และปริมาณสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน) มีผลต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์และสมบัติของเซรามิกที่เตรียมได้เป็นอย่างมาก ดังนี้

3.2.1 การตรวจสอบปริมาณน้ำหนัที่หายไปหลังเผา

จากการนำสารตัวอย่างหลังเผาที่อุณหภูมิ $1150\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ยกเว้นสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ เผาที่อุณหภูมิ $1075\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง มาตรวจสอบปริมาณน้ำหนัที่หายไปหลังเผา ผลปรากฏดังแสดงในตาราง 3.3 คือ ปริมาณน้ำหนัที่หายไปอยู่ในช่วง $0.004 - 0.152\%$ ซึ่งสารที่หายไป คือ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 เนื่องจากมีจุดหลอมเหลวค่าประมาณ $890\text{ }^\circ\text{C}$ และ $851\text{ }^\circ\text{C}$ ตามลำดับโดยที่สาร $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน ปริมาณ 0.05 โมล และ 0.9

$(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.1 \text{LiTaO}_3$ มีปริมาณน้ำหนักที่หายไปมากกว่าสารตัวอย่างอื่น ๆ ทั้งนี้เนื่องจากการเจือด้วย LiTaO_3 แนวโน้มของอุณหภูมิซินเตอร์ลดลง จึงส่งผลให้น้ำหนักของสารที่หายไปมากกว่า $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาที่อุณหภูมิเดียวกัน สำหรับสารที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มนั้น คาดว่ามาจากระบบที่มีจุดหลอมเหลวต่ำลงเมื่อมีปริมาณของสารตั้งต้นทั้ง 2 ชนิดนี้เพิ่มขึ้น จึงส่งผลให้มีปริมาณน้ำหนักที่หายไปหลังเผาเมื่อเทียบกับ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$

ตาราง 3.3 ปริมาณน้ำหนักที่สูญหายไปของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือชนิดต่างๆ กัน

| สารตัวอย่าง | ปริมาณน้ำหนักที่หายไปหลังเผา (%) |
|---|----------------------------------|
| 1. $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ | 0.008 |
| 2. $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 + 0.05 \text{K}_2\text{CO}_3 + 0.05 \text{Na}_2\text{CO}_3$ | 0.152 |
| 3. $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ | 0.005 |
| 4. $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ | 0.004 |
| 5. $0.9 (\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.1 \text{LiTaO}_3$ | 0.028 |
| 6. $0.9 (\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.1 \text{BaTiO}_3$ | 0.009 |

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

เมื่อซินเตอร์สารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ พบว่า อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ทำให้สารตัวอย่างฟอร์มตัวเป็นเซรามิกและมีความหนาแน่นสูงมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อ x เพิ่มขึ้น สำหรับช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เป็นดังนี้ คือ

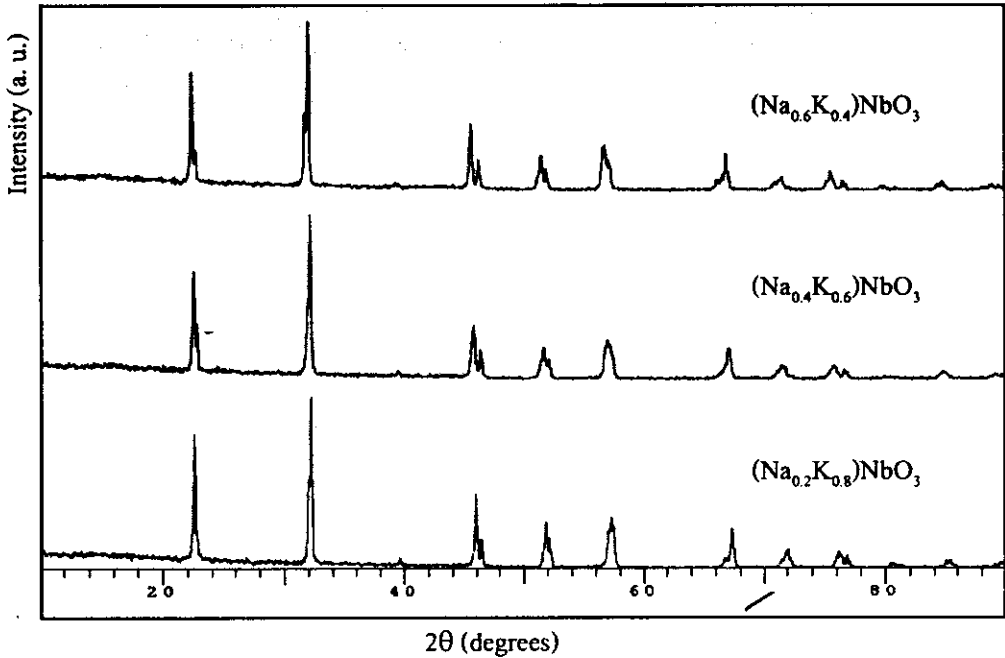
- อุณหภูมิ 1075 °C - 1100 °C สำหรับ $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$
- อุณหภูมิ 1100 °C - 1150 °C สำหรับ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$
- อุณหภูมิ 1125 °C - 1150 °C สำหรับ $(\text{Na}_{0.4}\text{K}_{0.6})\text{NbO}_3$
- อุณหภูมิ 1125 °C - 1175 °C สำหรับ $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$

ซึ่งเมื่อได้สารตัวอย่างเซรามิกแล้ว จึงนำมาตรวจสอบสมบัติต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

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

จากรูป 3.18 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกที่เตรียมจากผงที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C สำหรับ $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.4}\text{K}_{0.6})\text{NbO}_3$ และ 1100 °C สำหรับ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ผลการทดลองปรากฏว่ารูปแบบการ

เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ได้หลังจากการเผาซินเตอร์มีความใกล้เคียงกับรูปแบบที่ได้จากการวิเคราะห์ผงหลังการเผาแคลไซน์มาก โดยแทบจะไม่มี ความแตกต่างกันเลย ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ทำให้สารตัวอย่างมีความหนาแน่นสูงสุด ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึก และพบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก [5, 36]



รูป 3.18 ผลการวิเคราะห์สารด้วย XRD ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$, $(\text{Na}_{0.4}\text{K}_{0.6})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C, 1150 °C และ 1100 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ตามลำดับ

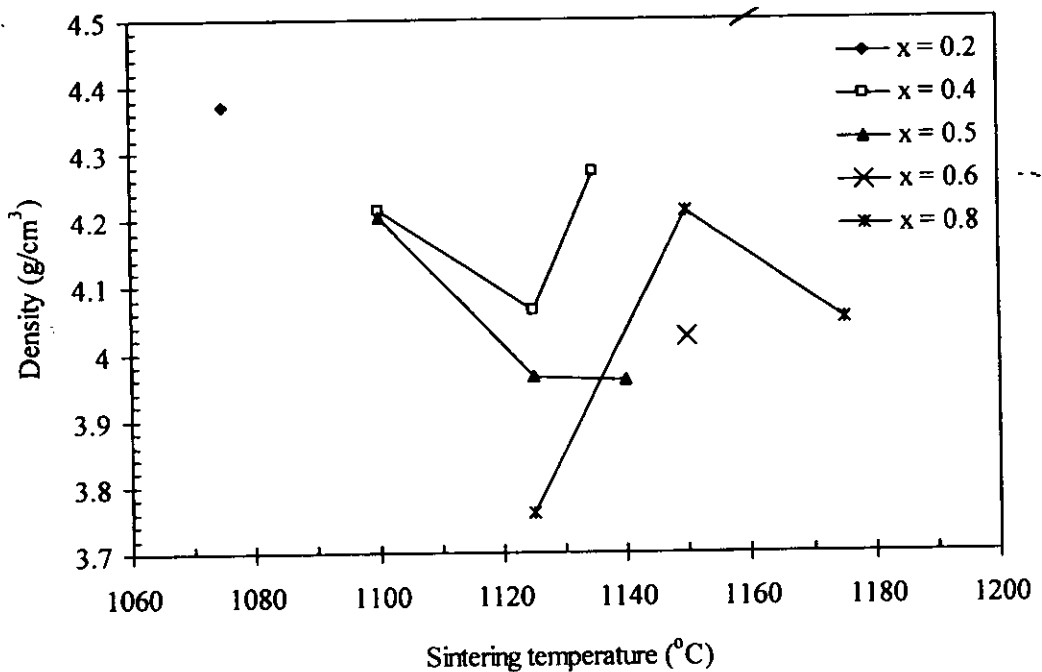
3.2.2.2 การตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$

จากรูป 3.19 แสดงค่าความหนาแน่นกับอุณหภูมิซินเตอร์ของเซรามิก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ทำให้ทราบว่าสัดส่วนค่า x และอุณหภูมิที่ใช้เผาซินเตอร์มีผลต่อค่าความหนาแน่นของสารตัวอย่างเป็นอย่างมาก คือ $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ ความหนาแน่นจะเพิ่มตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิประมาณ 1150 °C ความหนาแน่นก็จะลดลงอย่างต่อเนื่อง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ความหนาแน่นจะลดลงตามอุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่เพิ่มขึ้น จนมาถึงอุณหภูมิประมาณ 1125 °C หลังจากนั้นความหนาแน่นจะมีค่าเพิ่มขึ้นอีก สำหรับ $(\text{Na}_{0.4}\text{K}_{0.6})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ ซึ่งงานสามารถเผาซินเตอร์ได้ที่อุณหภูมิเดียว จึงไม่สามารถบอกถึงแนวโน้มของค่าความหนาแน่นได้

จากค่านี้นำมาพิจารณาจนถึงความสัมพันธ์ของตัวแปร x ใน $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ กับค่าความหนาแน่นเมื่อพิจารณาอุณหภูมิที่ให้ค่าความหนาแน่นสูงสุดได้ คือ เมื่อค่า x เพิ่มขึ้น (ในที่นี้หมายถึงโพแทสเซียม, (K) ที่เพิ่มขึ้น) จะทำให้ค่าความหนาแน่นหลังเผาซินเตอร์มีค่าที่ต่ำลง จนถึงอัตราส่วน $x = 0.6$ และเมื่อ $x = 0.8$ ความหนาแน่นกลับเพิ่มขึ้นอีกครั้ง โดยที่ความหนาแน่นของตัวอย่างเป็นดังนี้

- $x \neq 0.2$ หรือ $(Na_{0.8}K_{0.2})NbO_3$ มีค่าความหนาแน่นโดยเฉลี่ยเท่ากับ $4.372 \pm 0.004 \text{ g/cm}^3$
- $x = 0.4$ หรือ $(Na_{0.6}K_{0.4})NbO_3$ มีค่าความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิซินเตอร์ $1135 \text{ }^\circ\text{C}$ โดยเฉลี่ยเท่ากับ $4.272 \pm 0.020 \text{ g/cm}^3$
- $x = 0.6$ หรือ $(Na_{0.4}K_{0.6})NbO_3$ มีค่าความหนาแน่นโดยเฉลี่ยเท่ากับ $4.022 \pm 0.010 \text{ g/cm}^3$
- $x = 0.8$ หรือ $(Na_{0.2}K_{0.8})NbO_3$ มีค่าความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิซินเตอร์ $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ โดยเฉลี่ยเท่ากับ $4.213 \pm 0.030 \text{ g/cm}^3$

สาเหตุที่ความหนาแน่นมีค่าลดลงเมื่อค่า x เพิ่มขึ้น อาจจะเนื่องมาจากโพแทสเซียม มีความหนาแน่นเท่ากับ 0.86 g/cm^3 ซึ่งต่ำกว่า โซเดียม ที่มีความหนาแน่นเท่ากับ 0.97 g/cm^3 เมื่อเพิ่มโพแทสเซียมเข้าไปในอัตราส่วนที่มากกว่าโซเดียม จึงทำให้ค่าความหนาแน่นที่ได้มีค่าต่ำลง สำหรับสารตัวอย่างที่ $x = 0.8$ ค่าความหนาแน่นกลับมีค่าเพิ่มขึ้นอีก ทั้งนี้เนื่องจากสารตัวอย่างเกิดการฟอร์มตัวเป็นเซรามิกส์ที่สมบูรณ์ได้ง่ายและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงกว่า



รูป 3.19 ค่าความหนาแน่นของเซรามิก $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

สำหรับค่าการหดตัวเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน พบว่า ค่าการหดตัวของสารตัวอย่างมีค่าขึ้นอยู่กับค่า x และอุณหภูมิซินเตอร์ เช่นเดียวกับค่าความหนาแน่น ดังแสดงในตาราง 3.4

ตาราง 3.4 ค่าของเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

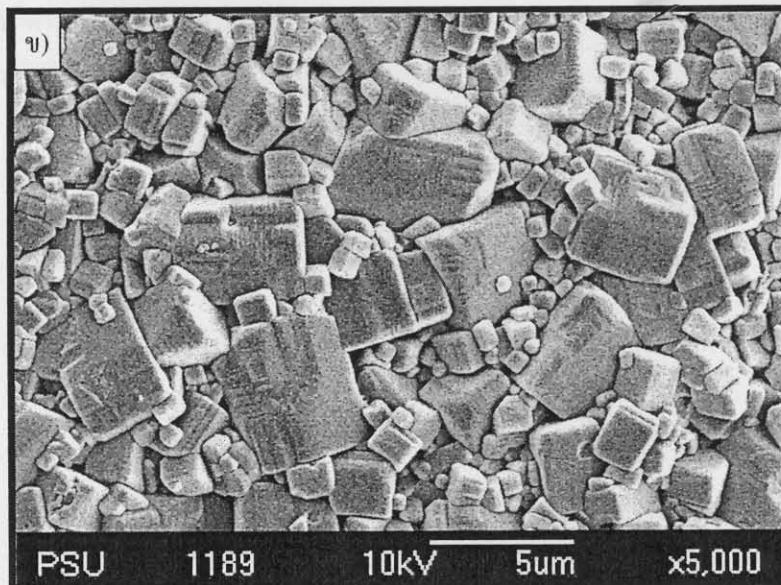
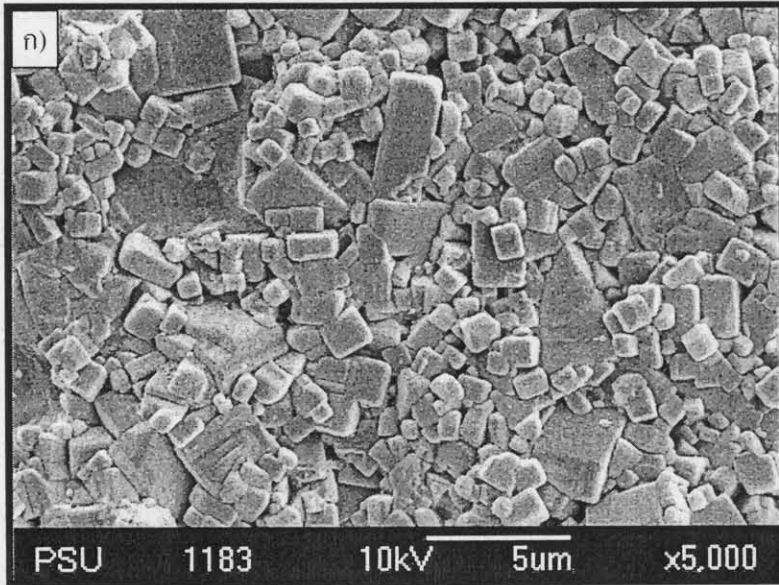
| สัดส่วนค่า x | อุณหภูมิซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$) | การหดตัว (%) |
|---|---|------------------|
| 0.2; $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ | 1075 | 21.79 ± 0.38 |
| 0.4; $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ | 1100 | 23.09 ± 0.03 |
| | 1125 | 22.17 ± 0.21 |
| | 1135 | 21.48 ± 0.47 |
| 0.5; $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ | 1100 | 23.99 ± 0.08 |
| | 1125 | 24.41 ± 0.65 |
| | 1140 | 24.13 ± 0.08 |
| 0.6; $(\text{Na}_{0.4}\text{K}_{0.6})\text{NbO}_3$ | 1150 | 23.40 ± 0.18 |
| 0.8; $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ | 1125 | 18.58 ± 0.74 |
| | 1150 | 22.26 ± 0.07 |
| | 1175 | 21.48 ± 0.47 |

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

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM สำหรับสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ และ $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 $^{\circ}\text{C}$ และ 1100 $^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 3.20 พบว่าลักษณะเกรนส่วนใหญ่มีรูปร่างเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม รูปร่างค่อนข้างสมส่วน โดยที่ค่า x จะมีผลต่อความสม่ำเสมอของโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างอย่างเห็นได้ชัด คือ ลักษณะเกรนของ $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ โดยทั่วไปแล้วขนาดของเกรนมีอยู่ 2 ขนาด กระจายกันอยู่ทั่วไปทั้งพื้นผิวหน้า ซึ่งเกรนขนาดเล็กมีค่าประมาณ 0.5 μm และเกรนขนาดใหญ่โดยเฉลี่ยมีค่าประมาณ 1 - 2 μm และสำหรับสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ พบว่าพื้นผิวส่วนมากจะประกอบไปด้วยเกรนขนาดใหญ่และแทรกด้วยเกรนที่

มีขนาดเล็กกว่าและกระจายตัวอยู่จำนวนมาก ซึ่งเกรนขนาดเล็กมีค่าประมาณ 0.3 -0.5 μm และเกรนขนาดใหญ่โดยเฉลี่ยมีค่าประมาณ 2 - 3 μm

ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าเมื่อค่า x เพิ่มขึ้น ทำให้โครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างมีแนวโน้มสม่ำเสมอมากขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงกว่า



รูป 3.20 ภาพถ่าย SEM ของของเซรามิก ก) $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C และ ข) $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C

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

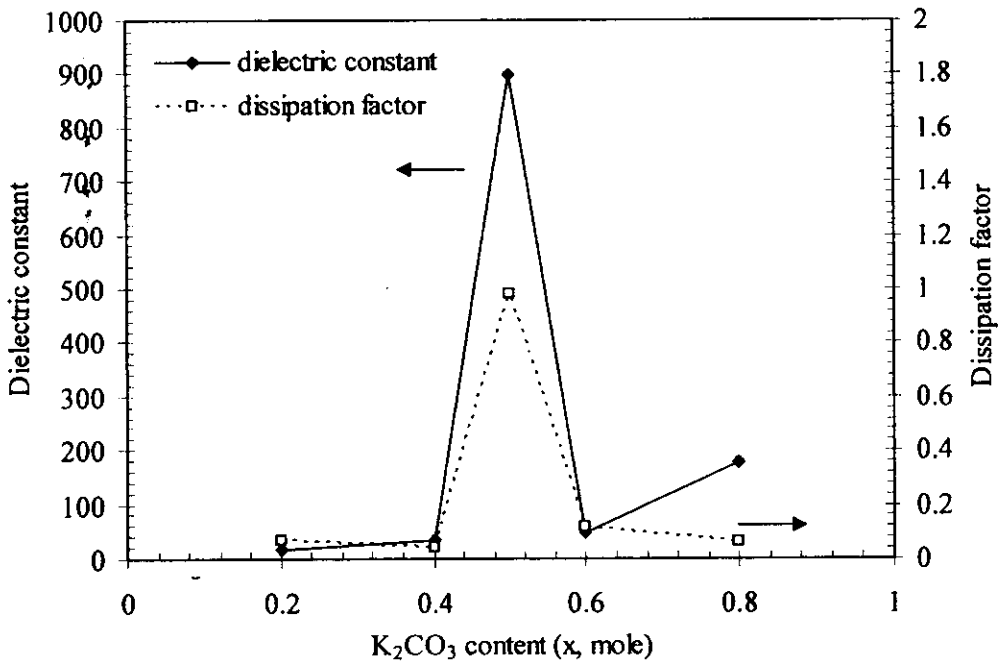
สำหรับการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของชั้นงานเซรามิก $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ จะเลือกชั้นงานที่มีค่าความหนาแน่นสูงสุดของทุกค่า x มาสุตรละ 2 ชั้น โดยอุณหภูมิซินเตอร์ที่เลือกสำหรับแต่ละตัวอย่างคือ

- $(\text{Na}_{0.2}\text{K}_{0.8})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C
- $(\text{Na}_{0.4}\text{K}_{0.6})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C
- $(\text{Na}_{0.6}\text{K}_{0.4})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C
- $(\text{Na}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 °C

เมื่อผ่านการทำอิเล็กโทรดแล้ว นำมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

3.2.2.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)\text{NbO}_3$ ดังแสดงในรูป 3.21 พบว่าทั้ง ϵ_r และ $\tan \delta$ มีค่าขึ้นอยู่กับสัดส่วนค่า x เป็นอย่างมาก โดย $x = 0.5$ ให้ค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ สูงสุด คือ 896 และ 0.983 ตามลำดับ ซึ่งค่าที่ได้นี้เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Du [20], Zu [22] และ คณะพบว่า มีค่าสูงกว่าประมาณ 400 สำหรับที่ค่า x อื่นๆ คือ 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8 นั้น ค่า ϵ_r ที่ได้มีค่าต่ำกว่า 200 อย่างไรก็ตาม ค่าที่ได้นี้มีค่าใกล้เคียงกับงานของ [5, 36] ดังนั้น จึงเป็นเหตุผลสำหรับการเลือก $x = 0.5$ มาศึกษาตัวแปรอื่นๆ ต่อไป



รูป 3.21 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อนของเซรามิก $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$

3.2.2.4.2 ค่า d_{33}

นำสารเงื่อนไขเดียวกับ 3.2.2.4.1 มาวัดค่า d_{33} หลังจากที่ผ่านมากระบวนการโพลลิงแล้ว พบว่า ค่า d_{33} ของเซรามิก $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$ ที่เตรียมได้ มีค่าขึ้นอยู่กับสัดส่วนค่า x ดังแสดงในตาราง 3.5 โดย $x = 0.5$ จะให้ค่า d_{33} สูงสุด ทั้งนี้คาดว่าเนื่องมาจากองค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่าง เพราะมีรายงานว่า ที่ $x = 0.5$ เป็นจุดที่มีรอยต่อสัณฐานเฟสร่วมกัน (Morphotropic phase boundary, MPB) [38] จึงทำให้ค่า d_{33} สูงกว่าที่ค่า x อื่นๆ อย่างไรก็ตามค่า d_{33} ที่วัดได้ยังมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง 120-148 pC/N [20, 38] ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากค่าความหนาแน่นที่ไม่สูงนัก ส่งผลให้การโพลลิงเพื่อให้ได้โพลโมเมนต์ภายในเนื้อสารเรียงตัวตามทิศของสนามที่ให้อย่างไม่ดีพอ จึงส่งผลให้ค่า d_{33} ที่วัดได้มีค่าน้อย

ตาราง 3.5 ค่า d_{33} ของเซรามิก $(Na_{1-x}K_x)NbO_3$

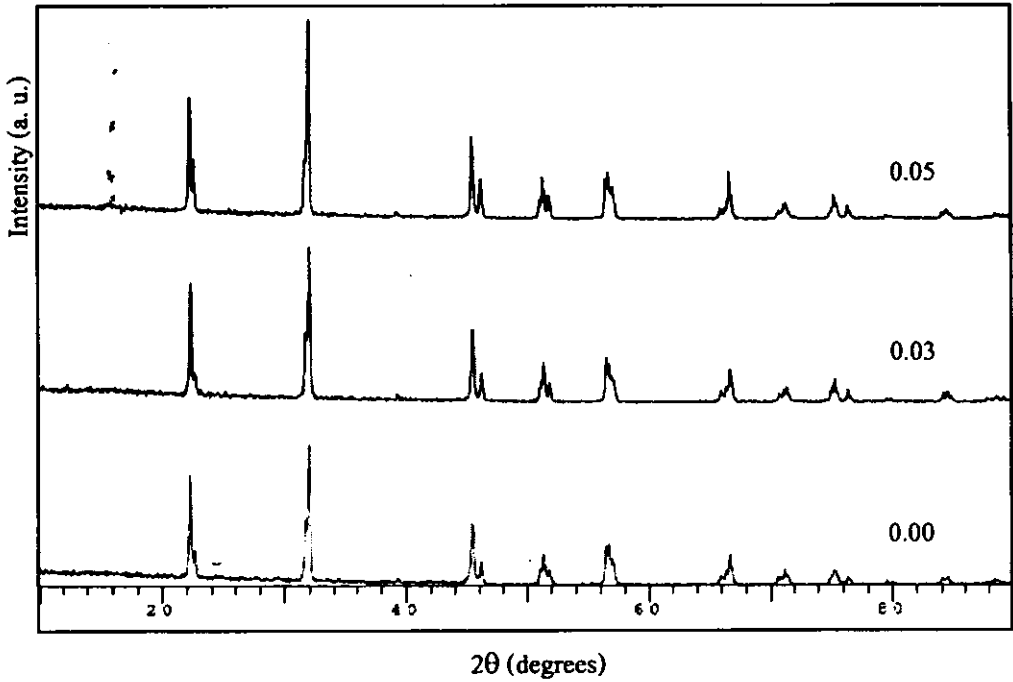
| สัดส่วนค่า x | ค่า d_{33} (pC/N) |
|--------------|---------------------|
| 0.2 | 36 |
| 0.4 | 36 |
| 0.5 | 87 |
| 0.6 | 60 |
| 0.8 | 35 |

3.2.3 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน

เมื่อซินเตอร์สารตัวอย่างในระบบนี้ พบว่า อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ทำให้สารตัวอย่างฟอร์มตัวเป็นเซรามิกและมีค่าความหนาแน่นสูงมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินเพิ่มขึ้น สำหรับช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ คือ $1100\text{ }^{\circ}C - 1160\text{ }^{\circ}C$ โดยในช่วงแรกใช้การเผาซินเตอร์แบบวางสารตัวอย่างบนผงอะลูมินา ปรากฏว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นสารตัวอย่างเกิดการโค้งงอเนื่องจากภาระหยาบการเป็นไอที่ผิวทั้งสองได้ไม่เท่ากัน จึงแก้ไขโดยการเผาแบบกลบสารตัวอย่างด้วยผงอะลูมินา ซึ่งเมื่อได้สารตัวอย่างเซรามิกแล้ว จึงนำมาตรวจสอบสมบัติต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

3.2.3.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมเกิดการเกิดเฟสของเซรามิกในระบบ $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน

เมื่อพิจารณาจากรูป 3.22 พบว่าเซรามิก $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ ไม่มีการเปลี่ยนแปลงของพีค XRD เมื่อเติมปริมาณสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น โดยลักษณะของพีคยังคงเหมือนเดิม และค่า d-spacing ก็มีค่าใกล้เคียงกัน ไม่มีเฟสอื่นมาปนเปื้อน และการเติมสารตั้งต้นเพิ่มเข้าไปในปริมาณ 0.00 - 0.05 โมล ไม่มีผลทำให้สารเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกแต่อย่างใด และพบว่าสารตัวอย่างมีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกที่อุณหภูมิห้อง



รูป 3.22 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นเพิ่มปริมาณ 0, 0.03 และ 0.05 โมล เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1140\text{ }^{\circ}\text{C}$

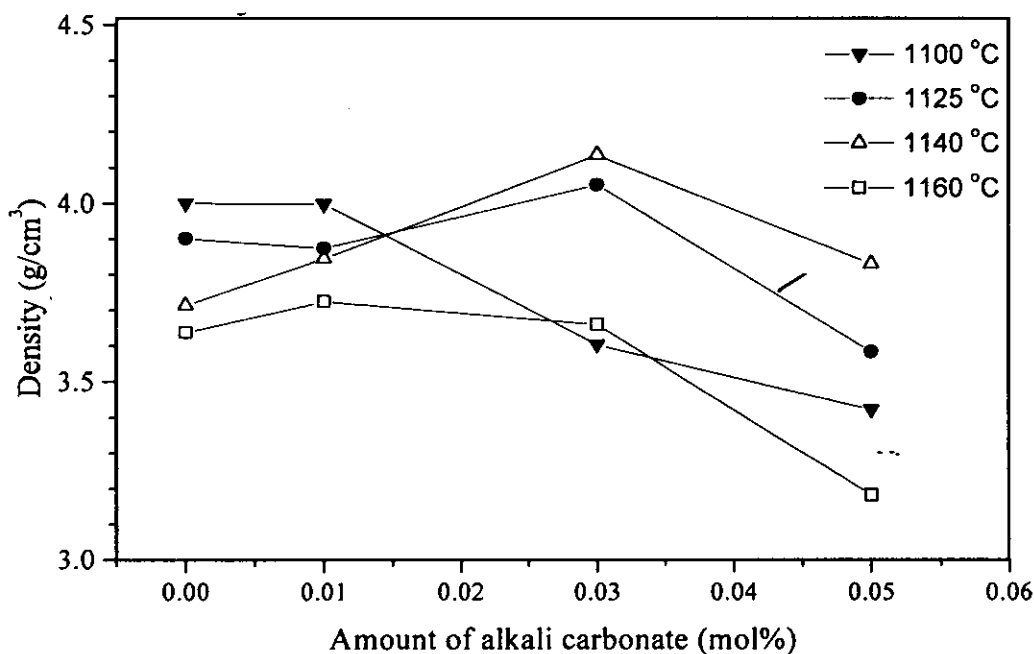
3.2.3.2 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของเซรามิกในระบบ

$(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอนเป็นส่วนเกิน

จากรูป 3.23 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอน ปริมาณ 0.00, 0.01, 0.03 และ 0.05 โมล โดยเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ แบบวางบนผงอะลูมินา และที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1140\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $1160\text{ }^{\circ}\text{C}$ แบบกดด้วยผงอะลูมินา ผลปรากฏว่า ปริมาณของสารตั้งต้นที่เติมลงไปและอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ มีผลต่อค่าความหนาแน่นอย่างมีนัยสำคัญ คือ ที่อุณหภูมิ $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ เซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่เติมสารตั้งต้นเพิ่มมีค่าความหนาแน่นสูงสุด คือ $4.205 \pm 0.068\text{ g/cm}^3$ และเมื่อเติมสารตั้งต้นปริมาณ 0.01 โมล มีค่า $4.004 \pm 0.077\text{ g/cm}^3$ ส่วนที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.03 โมล มีค่าความหนาแน่นน้อยสุด คือ $3.639 \pm 0.018\text{ g/cm}^3$ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ $1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ เซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่เติมสารตั้งต้นเพิ่มและที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.01 โมล ค่าความหนาแน่นมีค่าลดลง ตรงข้ามกับที่ 0.03 โมล ค่าความหนาแน่นมีค่าเพิ่มสูงขึ้น คือ $4.064 \pm 0.009\text{ g/cm}^3$ นั้นหมายความว่า การเติมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณ 0.01 โมล ไม่เพียงพอต่อการชดเชยสารตั้งต้นที่สูญเสียไปที่อุณหภูมินี้ โดยต้องเติมปริมาณ 0.03 โมล จึง

จะเหมาะสมเพราะให้ค่าความหนาแน่นสูงสุดที่ปริมาณนี้ และเมื่อเติมปริมาณในปริมาณ 0.05 โมล ค่าความหนาแน่นกลับลดลงอีก เนื่องจากปริมาณที่เติมมากเกินไปที่ต้องการ จึงทำให้เกิดความไม่สมดุลในการฟอร์มตัวเป็นเซรามิก

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาซินเตอร์ให้สูงขึ้น คือ 1140 °C และเผาชิ้นงานแบบกลมด้วยผงอะลูมินา ปรากฏว่าลักษณะของกราฟเหมือนกับที่อุณหภูมิ 1125 °C โดยสารตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น ซึ่งที่ 0.03 โมล มีค่าความหนาแน่นสูงสุด คือ $4.156 \pm 0.014 \text{ g/cm}^3$, 0.01 โมล มีค่า $4.071 \pm 0.064 \text{ g/cm}^3$, 0 โมล มีค่า $3.958 \pm 0.045 \text{ g/cm}^3$ และ 0.05 โมล มีค่าน้อยสุด $3.474 \pm 0.019 \text{ g/cm}^3$ และสำหรับการเผาซินเตอร์ที่ 1160 °C สารตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นลดลงอย่างต่อเนื่องเนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่ใกล้กับจุดหลอมเหลวของระบบนี้ (~1200 °C)



รูป 3.23 ค่าความหนาแน่นของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน ปริมาณต่างๆ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

สำหรับค่าการหดตัวของสารในระบบนี้ (ตาราง 3.6) พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น และค่าความหนาแน่นมีค่าลดลงเมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการเติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินปริมาณ 0.01 – 0.05 โมล ลงไปในระบบของ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อชดเชย

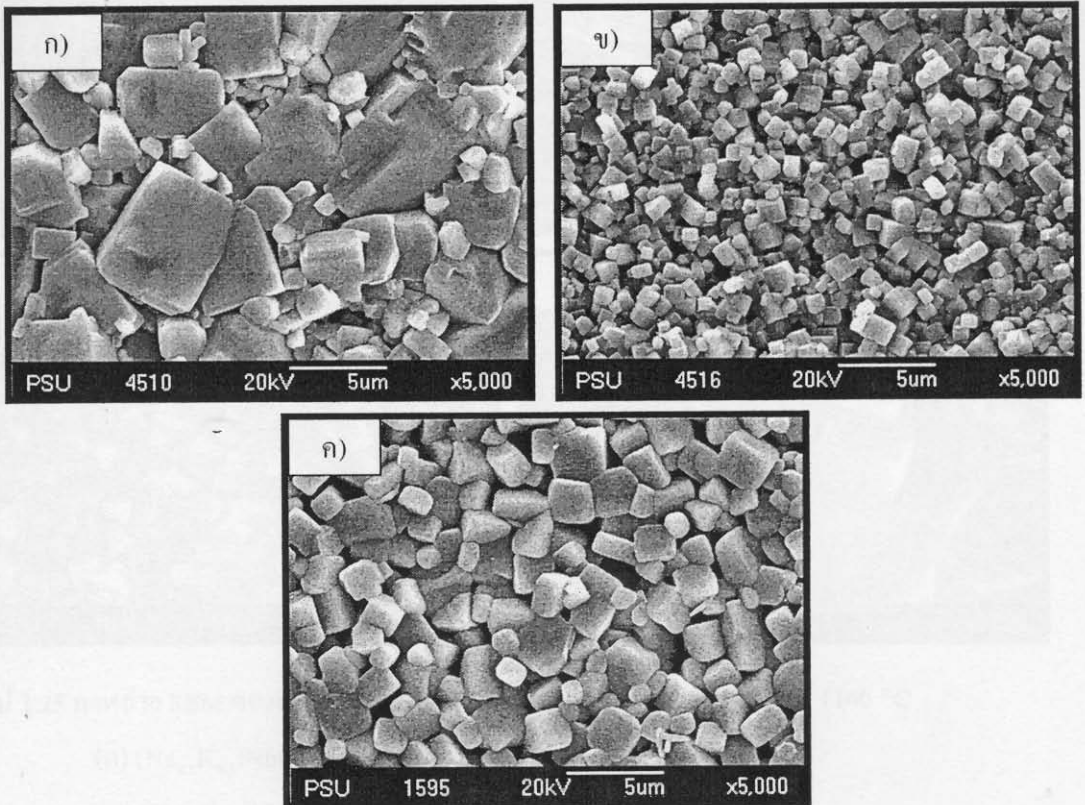
น้ำหนักส่วนที่สูญเสียออกไปเพียงพอแล้ว ส่วนที่เหลือจะไปทำให้เกิดระบบของสารใหม่ขึ้น คือ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่มี K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินอยู่ปริมาณหนึ่ง ซึ่งระบบนี้จะมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่า $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่มี K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน ทำให้อนุภาคของผงสารตัวอย่างที่เดิมสารตั้งต้น ส่วนเกินมากกว่าเกาะกันแบบแข็งเมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิเดียวกัน ส่งผลให้มีค่าการหดตัวหลังเผา ซินเตอร์น้อยเมื่อเดิมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณเพิ่มขึ้น

ตาราง 3.6 ค่าของเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเติม K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินในปริมาณต่างๆ และซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

| ปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน (โมล) | อุณหภูมิซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$) | การหดตัว (%) |
|--|---|------------------|
| 0.00 | 1100 | 23.99 ± 0.08 |
| | 1125 | 24.41 ± 0.65 |
| | 1140 | 24.13 ± 0.08 |
| | 1160 | 26.46 ± 0.95 |
| 0.01 | 1100 | 20.24 ± 0.05 |
| | 1125 | 21.86 ± 0.28 |
| | 1140 | 20.41 ± 0.26 |
| | 1160 | 25.25 ± 0.15 |
| 0.03 | 1100 | 18.78 ± 0.04 |
| | 1125 | 23.25 ± 0.46 |
| | 1140 | 21.97 ± 0.50 |
| | 1160 | 23.60 ± 0.55 |
| 0.05 | 1100 | 12.05 ± 0.17 |
| | 1125 | 13.49 ± 0.13 |
| | 1140 | 15.21 ± 0.55 |
| | 1160 | 14.31 ± 0.34 |

3.2.3.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกินในปริมาณต่างๆ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ดังแสดงในรูป 3.24 พบว่าเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่เติมสารตั้งต้นเพิ่ม (รูป 3.24 (ก)) มีลักษณะการโคของเกรนแบบไม่ปกติคือ ประกอบด้วยเกรนเล็กที่มีขนาดประมาณ $1.5\text{ }\mu\text{m}$ และเกรนใหญ่ที่มีขนาดประมาณ $6\text{ }\mu\text{m}$ หลังจากเติมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณ $0.01 - 0.03$ โมล (รูป 3.24 (ข)-(ค)) พบว่า เกรนมีลักษณะสม่ำเสมอ นั่นหมายความว่า สารตั้งต้นส่วนเกินที่เติมลงไป สามารถลดหรือยับยั้งการโคของเกรนแบบไม่ปกติได้ โดยเกรนมีขนาดเฉลี่ยประมาณ $1.2\text{ }\mu\text{m}$ และ $2.4\text{ }\mu\text{m}$ เมื่อเติมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณ 0.01 และ 0.03 โมล ตามลำดับ เมื่อพิจารณาอุณหภูมิซินเตอร์ที่สูงขึ้น คือ $1140\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่า รูปร่างของผลึกส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม เกรนมีขนาดโตขึ้นและมีลักษณะสม่ำเสมอมากขึ้น สำหรับเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่เติมสารตั้งต้นเพิ่ม (รูป 3.25 (ก)) โดยมีขนาดเฉลี่ยประมาณ $4.0\text{ }\mu\text{m}$ และเมื่อเพิ่มปริมาณสารตั้งต้น $0.01 - 0.05$ โมล (รูป 3.25 (ข)-(ง)) มีขนาดเฉลี่ย $3.3, 2.6$ และ $7.9\text{ }\mu\text{m}$ เมื่อเติม $0.01, 0.03$ และ 0.05 โมล ตามลำดับ ทำให้สรุปได้ว่า เมื่อเติมสารตั้งต้นเพิ่มเติมลงไปในสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ จะทำให้เกรนที่ได้มีลักษณะสม่ำเสมอมากขึ้น โดยขนาดของเกรนจะขึ้นอยู่กับปริมาณของสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกินที่เติมลงไปและอุณหภูมิซินเตอร์

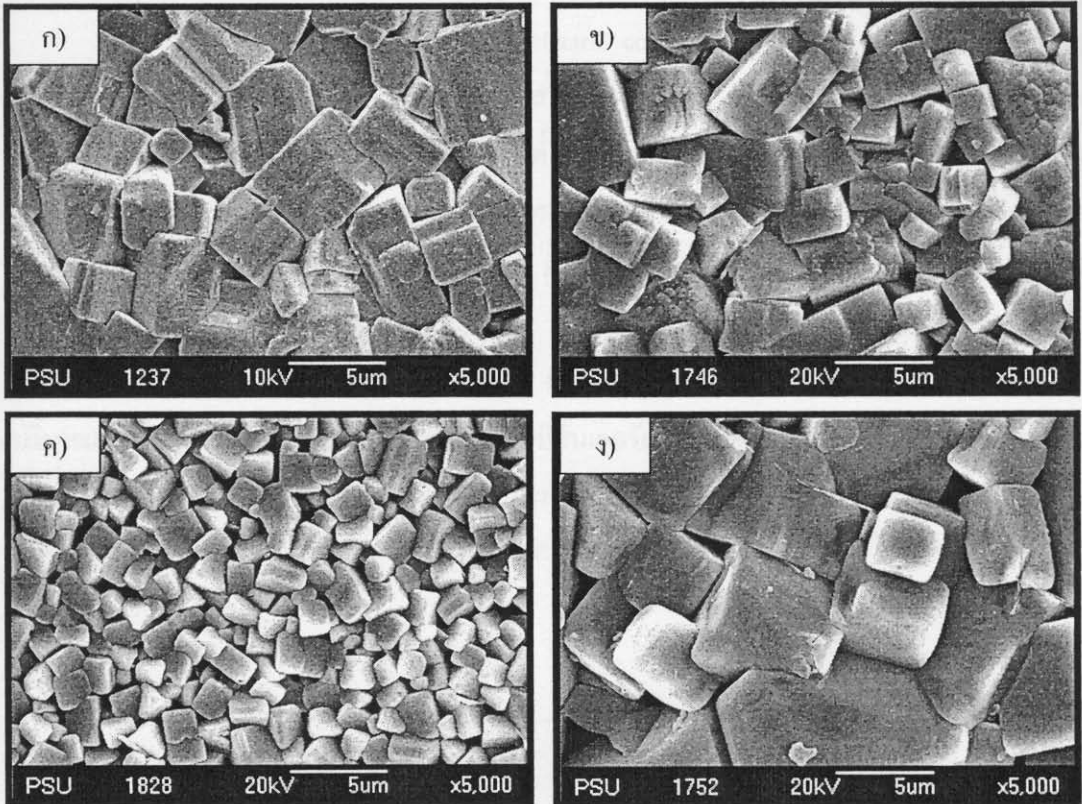


รูป 3.24 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1100\text{ }^\circ\text{C}$

(ก) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่เติมสารตั้งต้นเพิ่ม

(ข) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.01 โมล

(ค) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.03 โมล



รูป 3.25 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1140 °C

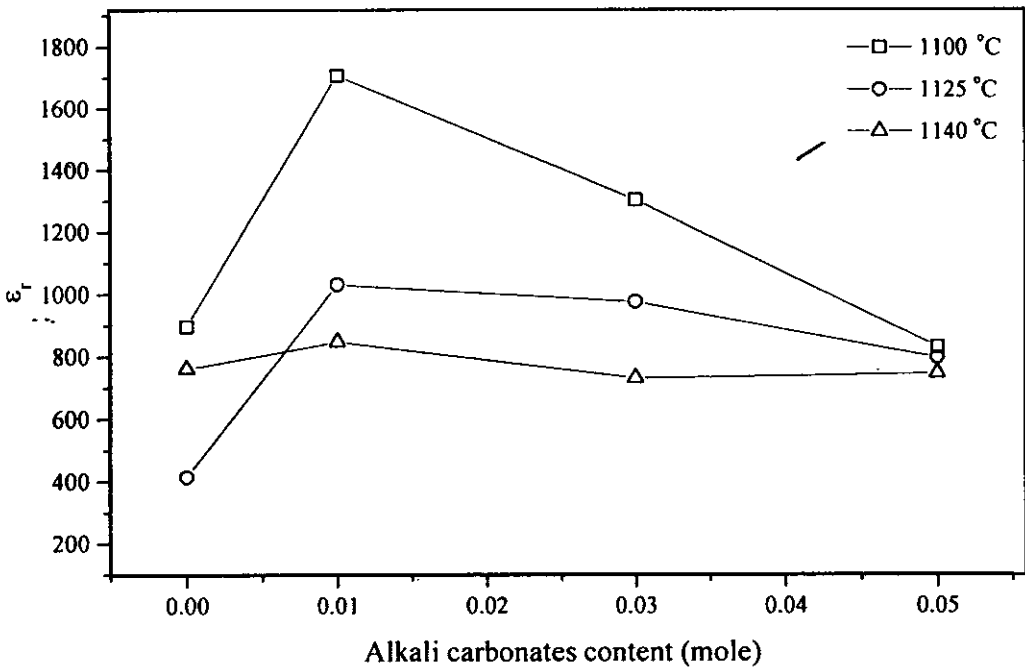
- (ก) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่เติมสารตั้งต้นเพิ่ม
- (ข) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.01 โมล
- (ค) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.03 โมล
- (ง) $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เพิ่มปริมาณสารตั้งต้น 0.05 โมล

3.2.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอนส่วนเกิน

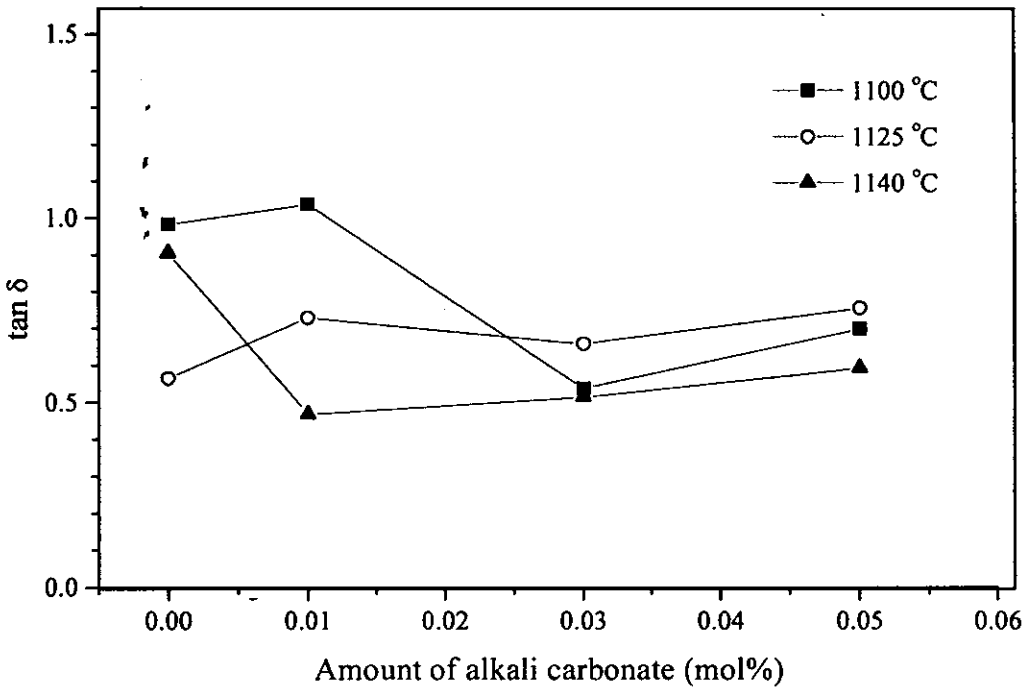
สำหรับการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงานเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอนส่วนเกิน จะเลือกชิ้นงานที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 – 1140 °C มาเงื่อนไขละ 2 ชิ้น เมื่อผ่านการทำอิเล็กโทรดแล้ว นำมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

3.2.3.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปแบบของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ของสารตัวอย่าง ($\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$) ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน ดังแสดงในรูป 3.26 พบว่า ทั้ง ϵ_r และ $\tan \delta$ มีค่าขึ้นอยู่กับปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกินและอุณหภูมิซินเตอร์เป็นอย่างมาก โดยสารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นส่วนเกิน 0.01 โมล เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C ให้ค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ สูงสุด คือ 1707 และ 1.037 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากเกรนที่มีขนาดเล็กและมีความสม่ำเสมอ ซึ่งค่าที่ได้นี้เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ พบว่า ยังไม่มีรายงานเกี่ยวกับสารในระบบนี้ และเมื่อพิจารณาสารตัวอย่างที่เติมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณเพิ่มขึ้น 0.03 – 0.05 โมล และเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น พบว่า ค่า ϵ_r มีค่าลดลง นอกจากนี้พบว่า การเติมสารตั้งต้นส่วนเกินปริมาณ 0.03 โมล ให้ค่า $\tan \delta$ ต่ำที่สุด และการเติมสารตั้งต้นส่วนเกินส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขึ้นและค่า $\tan \delta$ ลดลงในทุกอุณหภูมิซินเตอร์



รูป 3.26 ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก ($\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$) ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน



รูป 3.26 ข) ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปแบบของความร้อนของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน

3.2.3.4.2 ค่า d_{33}

นำเซรามิกที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1140 °C มาวัดค่า d_{33} หลังจากที่ผ่านมากระบวนการโพลลิ่งแล้ว พบว่า ค่า d_{33} ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากค่าความหนาแน่นที่ไม่สูงนัก ส่งผลให้การโพลลิ่งเพื่อให้ได้โพลโมเมนต์ภายในเนื้อสารเรียงตัวตามที่ขของสนามที่ให้อย่างไม่ดีพอ จึงส่งผลให้ค่า d_{33} ที่วัดได้มีค่าน้อยดังแสดงในตาราง 3.7 โดยสารตัวอย่างที่ไม่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตเพิ่ม จะให้ค่า d_{33} สูงสุด อย่างไรก็ตาม มีรายงานว่า การเติม Na_2O ลงในระบบ $95(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 5\text{LiTaO}_3$ จะช่วยปรับปรุงให้ค่า d_{33} สูงขึ้นเมื่อเติมในปริมาณไม่เกินร้อยละ 1 โดยโมล [41]

ตาราง 3.7 ค่า d_{33} ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เติมสารตั้งต้นประเภทคาร์บอเนตส่วนเกิน

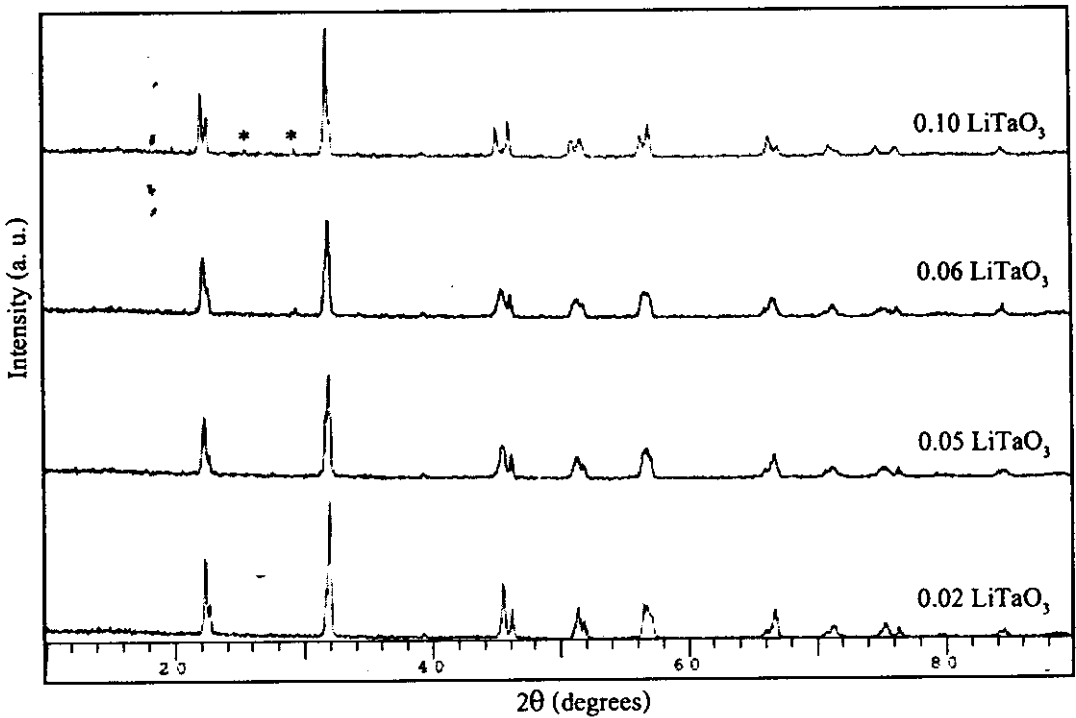
| ปริมาณ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ส่วนเกิน (โมล) | ค่า d_{33} (pC/N) |
|--|---------------------|
| 0.00 | 87 |
| 0.01 | 65 |
| 0.03 | 60 |
| 0.05 | 76 |

3.2.4 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$

เมื่อซินเตอร์สารตัวอย่างในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วย LiTaO_3 พบว่า อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ทำให้สารตัวอย่างฟอร์มตัวเป็นเซรามิกและมีค่าความหนาแน่นสูงมีค่าลดลง เมื่อเติม LiTaO_3 ในปริมาณเพิ่มขึ้น สำหรับช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ คือ $1075\text{ }^\circ\text{C} - 1150\text{ }^\circ\text{C}$ โดยในช่วงแรกใช้การเผาซินเตอร์แบบวางสารตัวอย่างบนผงอะลูมินา ปรากฏว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นสารตัวอย่างเกิดการโค้งงอ จึงแก้ไขโดยการเผาแบบกลบสารตัวอย่างด้วยผงอะลูมินา ซึ่งเมื่อได้สารตัวอย่างเซรามิกแล้วจึงนำมาตรวจสอบสมบัติต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

3.2.4.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$

จากรูป 3.27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y\text{LiTaO}_3$ พบว่า การเติมสาร LiTaO_3 ปริมาณ 0.02 - 0.1 โมล จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของพีคสอดคล้องกับงานวิจัยอื่นที่ผ่านมา [10, 18] ดังนี้ คือ มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกท์ เมื่อเติม LiTaO_3 ปริมาณ 0.02 - 0.06 โมล จะมีโครงสร้างผลึกเป็นเฟสออร์โธโรมบิกที่อุณหภูมิห้อง แต่เมื่อพิจารณาสารเจือปริมาณ 0.1 โมล จะเกิดการเปลี่ยนแปลงของพีค XRD อย่างเห็นได้ชัด นั่นคือสารตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกไปเป็นเฟสเตตระโกนอล [10, 18] และนอกจากนี้ยังพบว่าภายในสารตัวอย่างเกิดเฟสอื่นร่วมด้วย (แสดงด้วยเครื่องหมาย *) นั่นคือ $\text{K}_3\text{Li}_2\text{Nb}_3\text{O}_{15}$ [42] ซึ่งมีโครงสร้างเป็นทั้งสแตนบรอนซ์แบบเตตระโกนอล (tetragonal tungsten bronze structure) โดยจะปรากฏขึ้นอย่างชัดเจนเมื่อเติมสารเจือปริมาณ 0.06 โมล ขึ้นไป



รูป 3.27 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075°C ยกเว้นสารตัวอย่างที่เจือ LiTaO_3 ปริมาณ 0.02 โมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (* = $\text{K}_3\text{Li}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$)

3.2.4.2 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของเซรามิกในระบบ

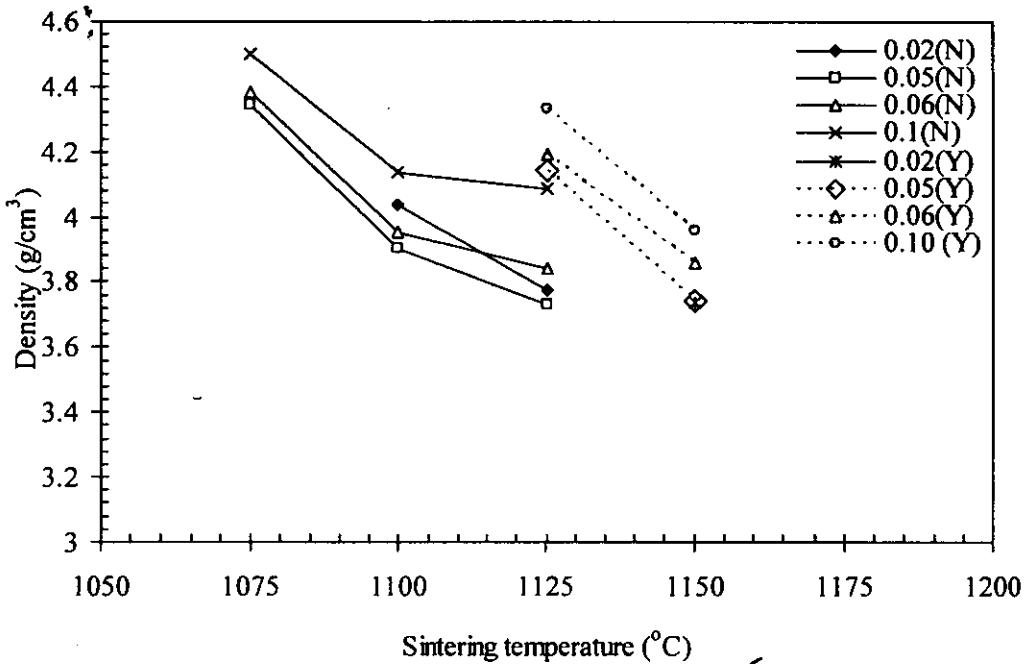


เมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่นของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$ (รูป 3.28) พบว่า มีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้นทั้งการเผาแบบวางบนผงอะลูมินา (1075°C , 1100°C และ 1125°C) และกลบด้วยผงอะลูมินา (1125°C , 1150°C) และเมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิเดียวกันพบว่าค่าความหนาแน่นมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณของ LiTaO_3 เพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้

- สารตัวอย่างที่เติมสารเจือ LiTaO_3 ปริมาณ 0.02 โมล มีค่าความหนาแน่นสูงสุด $4.037 \pm 0.020 \text{ g/cm}^3$ ที่อุณหภูมิ 1100°C

- สารตัวอย่างที่เติมสารเจือ LiTaO_3 ปริมาณ 0.05, 0.06 และ 0.1 โมล มีค่าความหนาแน่นสูงสุด $4.344 \pm 0.019 \text{ g/cm}^3$, $4.381 \pm 0.012 \text{ g/cm}^3$ และ $4.467 \pm 0.002 \text{ g/cm}^3$ ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 1075°C

และเมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ บริสุทธิ์ (ไม่เติม LiTaO_3) เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C ซึ่งมีค่าความหนาแน่น $4.205 \pm 0.068 \text{ g/cm}^3$ พบว่า การเติม LiTaO_3 ในปริมาณ 0.05 โมลขึ้นไป จะส่งผลให้สารในระบบนี้มีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น



รูป 3.28 ค่าความหนาแน่นของเซรามิก $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y\text{LiTaO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง (N = เผาซินเตอร์แบบวางบนผงอะลูมินา, Y = เผาซินเตอร์แบบกบด้วยผงอะลูมินา)

สำหรับค่าการหดตัวของสารในระบบนี้ (ตาราง 3.8) พบว่า มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงขึ้นอนุภาคของสารตัวอย่างเคลื่อนที่มาเชื่อมต่อกันมากขึ้นแต่ไม่สอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่ได้กล่าวมาแล้ว เนื่องจากที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น สารตัวอย่างเกิดการสูญเสียน้ำหนักมากขึ้นส่งผลทำให้ค่าความหนาแน่นลดลง และเมื่อเติม LiTaO_3 ปริมาณเพิ่มขึ้น พบว่าค่าการหดตัวมีค่าใกล้เคียงกัน เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกัน ทำให้สามารถสรุปได้ว่าค่าการหดตัวของระบบนี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิซินเตอร์มากกว่าปริมาณของ LiTaO_3

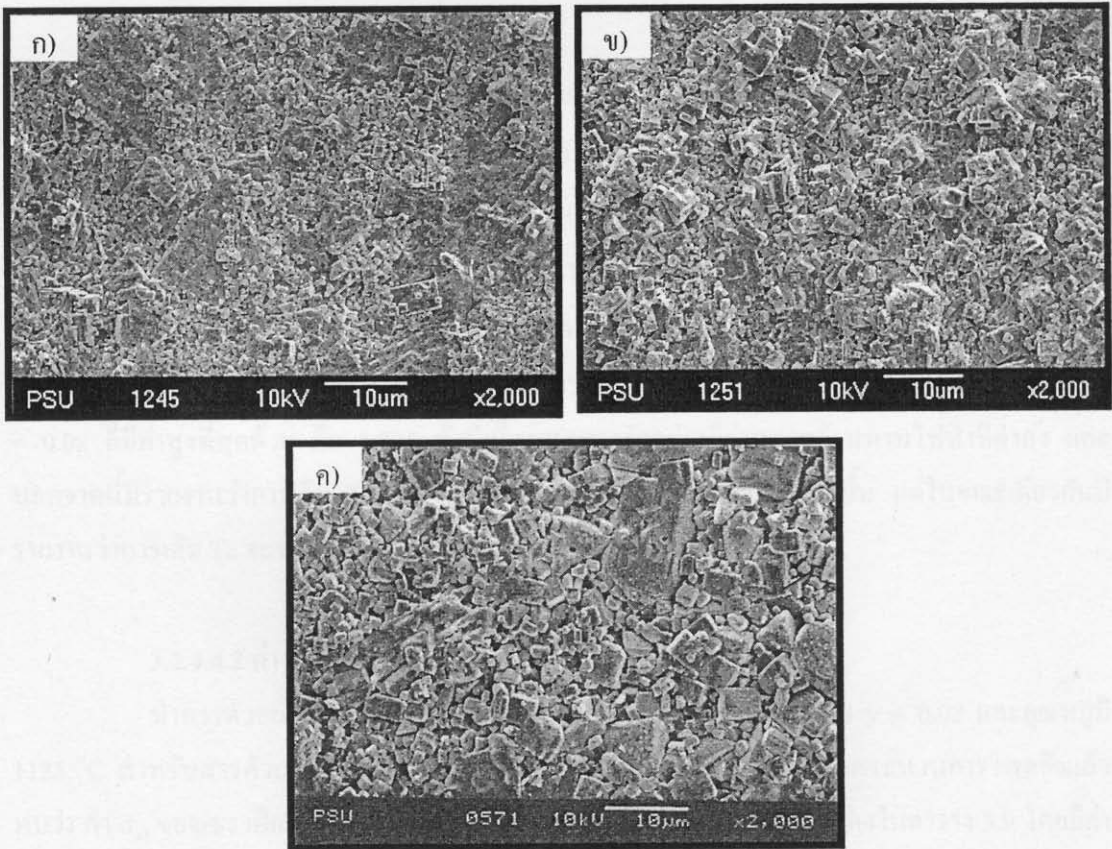
ตาราง 3.8 ค่าของเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเจือด้วย LiTaO_3 ในปริมาณต่างๆ และซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

| ปริมาณ LiTaO_3 (โมล) | อุณหภูมิซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$) | การหดตัว (%) |
|-------------------------------|---|------------------|
| 0.02 | 1100 | 19.89 ± 0.92 |
| | 1125 | 21.07 ± 0.62 |
| | 1150 | 21.85 ± 0.77 |
| 0.05 | 1075 | 21.28 ± 0.30 |
| | 1100 | 19.45 ± 0.34 |
| | 1125 | 21.73 ± 0.77 |
| | 1150 | 24.35 ± 0.75 |
| 0.06 | 1075 | 22.18 ± 0.76 |
| | 1100 | 19.86 ± 0.26 |
| | 1125 | 22.21 ± 0.33 |
| | 1150 | 27.01 ± 0.86 |
| 0.10 | 1075 | 22.24 ± 1.09 |
| | 1100 | 20.51 ± 0.54 |
| | 1125 | 21.14 ± 0.28 |
| | 1150 | 27.21 ± 0.57 |

3.2.4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ - $y \text{LiTaO}_3$

จากภาพถ่าย SEM ในรูป 3.29 ของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ - LiTaO_3 เมื่อเติมสารเจือปริมาณ 0.05 และ 0.1 โมล โดยเผาซินเตอร์แบบวางบนผงอะลูมินา ที่อุณหภูมิ 1075°C พบว่ารูปร่างของผลึกโดยส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมและเกรนของสารตัวอย่างมีลักษณะเป็นการโตที่ไม่ปกติ (secondary recrystallisation) แต่เมื่อเติมสารเจือปริมาณ 0.1 โมล ลักษณะของเกรนมีแนวโน้มสม่ำเสมอมากขึ้น แสดงว่าสารตัวอย่างที่เติม LiTaO_3 ปริมาณมากขึ้นจะส่งผลให้เกรนสม่ำเสมอมากขึ้น และเป็นผลให้ชิ้นงานเซรามิกมีความหนาแน่นสูงกว่า และชิ้นงานเซรามิกมีความแข็งแรงมากขึ้นด้วย โดยขนาดเกรนมีค่า $1 - 10 \mu\text{m}$ และ $1 - 4 \mu\text{m}$ สำหรับสารตัวอย่างที่เติมเติมสารเจือปริมาณ 0.05 และ 0.1 โมล ตามลำดับ (รูป 3.29 (ก)-(ข)) และเมื่อเปรียบเทียบกับจากภาพถ่าย SEM รูป 3.29 (ค)

ของเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่ไม่มีสารเจือ จะเห็นว่าสาร $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ - LiTaO_3 มีขนาดเกรนเฉลี่ยเล็กกว่า $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการเติม LiTaO_3 ส่งผลให้สารตัวอย่างสามารถขึ้นเตอร์ได้ที่อุณหภูมิต่ำลงและมีเกรนที่สม่ำเสมอมากขึ้นเมื่อ LiTaO_3 เพิ่มขึ้น



รูป 3.29 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิกในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ - LiTaO_3 เมื่อเติมสารเจือปริมาณ ก) 0.05 โมล ข) 0.1 โมล เผาขึ้นเตอร์แบบวางบนผงอะลูมินาที่อุณหภูมิ 1075°C และ ค) เซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเผาขึ้นเตอร์แบบวางบนผงอะลูมินาที่อุณหภูมิ 1100°C

3.2.4.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$

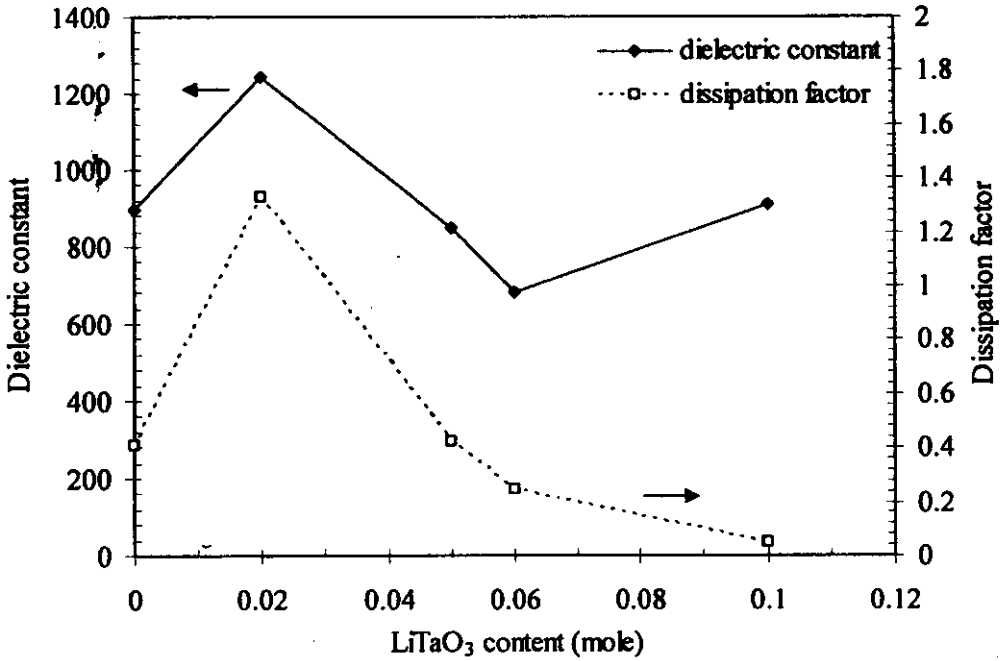
สำหรับการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงานเซรามิก $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$ จะเลือกชิ้นงานที่มีหนาแน่นสูงสุดของทุกค่า y มาเงื่อนไขละ 2 ชิ้น คือ เสาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $y = 0.00 - 0.02$ และอุณหภูมิ 1075°C สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $y = 0.05 - 0.10$ เมื่อผ่านการทำอิเล็กโทรดแล้ว นำมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

3.2.4.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ของสารตัวอย่าง ดังแสดงในรูป 3.30 พบว่า ทั้ง ϵ_r และ $\tan \delta$ มีค่าขึ้นอยู่กับสัดส่วนค่า y เป็นอย่างมาก โดย $y = 0.02$ ให้ค่า ϵ_r สูงสุด คือ 1241 ซึ่งค่าที่ได้นี้เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ [10] พบว่า มีค่าสูงกว่า และเมื่อเพิ่มปริมาณ y ในช่วง $0.04 - 0.10$ นั้น พบว่า ค่า ϵ_r ที่ได้มีค่าลดลงจนกระทั่ง $y = 0.06$ หลังจากนั้น ค่า ϵ_r มีค่าเพิ่มขึ้นอีกครั้งหนึ่ง ทั้งนี้เนื่องมาจากการมีโครงสร้างจุลภาคที่สม่ำเสมอมากกว่าสารตัวอย่างอื่นๆ และในเดียวกัน ค่า $\tan \delta$ เมื่อ $y = 0.02$ ก็มีค่าสูงที่สุดด้วย คือ 1.325 ทั้งนี้เนื่องจากสารตัวอย่างมีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าที่ต่ำลง และนอกจากนี้มีรายงานว่า การเติม Li เพียงอย่างเดียวจะทำให้ค่า $\tan \delta$ มีค่าสูงขึ้น แต่ในขณะเดียวกันมีรายงานว่า การเติม Ta จะช่วยลด $\tan \delta$ ให้มีค่าต่ำลงได้ [18]

3.2.4.4.2 ค่า d_{33}

นำสารตัวอย่างเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1100°C สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $y = 0.02$ และอุณหภูมิ 1125°C สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $y = 0.05 - 0.10$ มาวัดค่า d_{33} หลังจากที่ผ่านมากระบวนการโพลลิงแล้ว พบว่า ค่า d_{33} ของเซรามิกที่เตรียมได้ มีค่าใกล้เคียงกันในทุกสารตัวอย่าง ดังแสดงในตาราง 3.9 โดยมีค่าอยู่ในช่วง $71-87 \text{ pC/N}$ อย่างไรก็ตามค่า d_{33} ที่วัดได้ยังมีค่าน้อยเมื่อเทียบกับงานวิจัยในระบบ NKN-LT อื่นๆ ซึ่งมีค่า $200-300 \text{ pC/N}$ [10, 16, 18] ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากค่าความหนาแน่นที่ไม่สูงนัก ส่งผลให้การโพลลิงเพื่อให้ไดโพลโมเมนต์ภายในเนื้อสารเรียงตัวตามทิศของสนามที่ให้อย่างไม่ดีพอ จึงทำให้ค่า d_{33} ที่วัดได้มีค่าน้อย



รูป 3.30 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปความร้อนของเซรามิก $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$ เมื่อจูนเรเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 -1125 °C

ตาราง 3.9 ค่า d_{33} ของเซรามิกในระบบ $(1-y)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - y \text{LiTaO}_3$

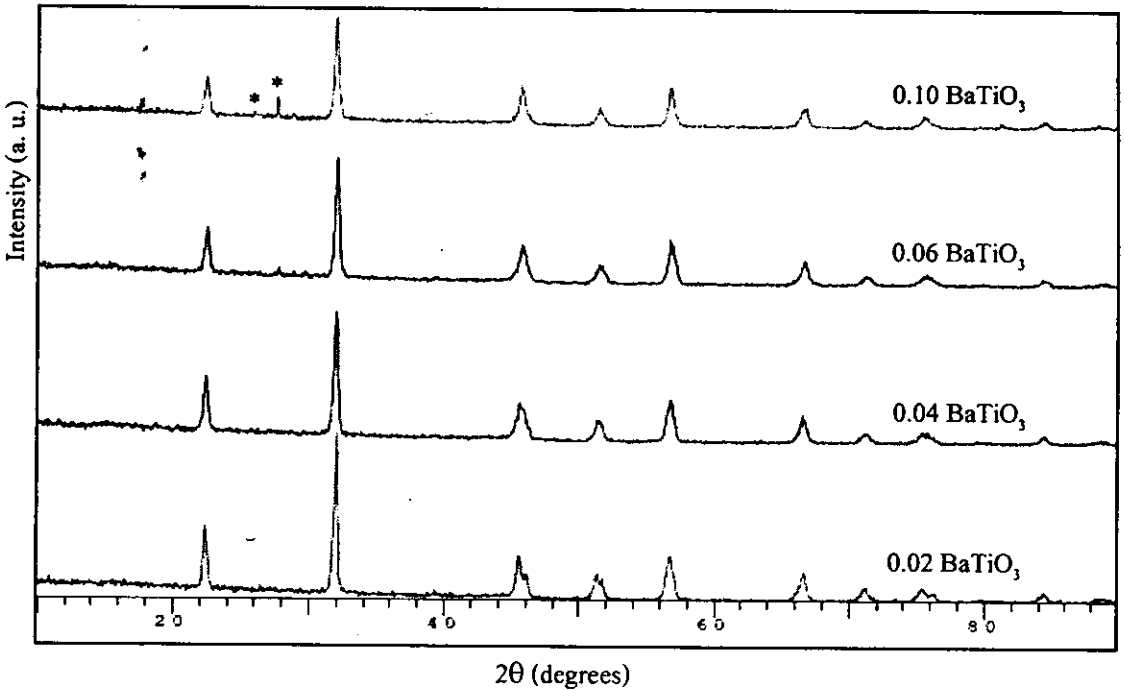
| ปริมาณ LiTaO_3, y (โมล) | ค่า d_{33} (pC/N) |
|----------------------------------|---------------------|
| 0.00 | 87 |
| 0.02 | 82 |
| 0.05 | 80 |
| 0.06 | 84 |
| 0.10 | 71 |

3.2.5 ผลการศึกษาเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$

เมื่อซินเตอร์สารตัวอย่างในระบบ $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วย BaTiO_3 พบว่า อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ทำให้สารตัวอย่างฟอร์มตัวเป็นเซรามิกและมีค่าความหนาแน่นสูงมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเติม BaTiO_3 ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น สำหรับช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ คือ $1125\text{ }^{\circ}\text{C} - 1175\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งเมื่อได้สารตัวอย่างเซรามิกแล้ว จึงนำมาตรวจสอบสมบัติต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

3.2.5.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$

เมื่อพิจารณาพฤติกรรมการเกิดเฟสเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z\text{BaTiO}_3$ ในรูป 3.31 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มีรูปแบบที่แตกต่างจาก เซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่เจือด้วยสารเจือตัวอื่น ๆ คือ รูปแบบการเลี้ยวเบนมีลักษณะของโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก [12] เนื่องจากการแยกของฟิสิกที่มุม $45 - 47$ องศา ซึ่งเป็นมุมที่แสดงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรรมบิกหรือเตตระโกนอล ซึ่งเมื่อนำไปเตรียมเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Guo และคณะ [12] พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้มีความแตกต่างกัน คือ จากรายงานของ Guo และคณะ นั้น เมื่อ z มีค่าน้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.04 สารตัวอย่างยังแสดงโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรรมบิก ซึ่งการมีโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกสำหรับสารตัวอย่างในงานวิจัยนี้ คาดว่าเนื่องจากการมีเกรนขนาดเล็กกว่า $1\text{ }\mu\text{m}$ (ซึ่งจะกล่าวต่อไปในหัวข้อ 3.2.5.3) และในขณะเดียวกันได้เกิดเฟสของสารอื่นปะปนอยู่ด้วย (แสดงด้วยเครื่องหมาย *) โดยจะสังเกตเห็นได้ชัดเจนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้เมื่อเติมปริมาณ 0.06 โมล ขึ้นไปโดยมีค่า d -spacing ประมาณ 3.23 และ 2.47 เมื่อนำค่านี้ไปตรวจสอบด้วยฐานข้อมูล JCPDS คาดว่าน่าจะเป็นเฟสของ $\text{Ba}_{1.31}\text{Ti}_8\text{O}_{16}$ [43] หรือเกิดเป็นเฟสของ $\text{Ba}_{1.07}\text{Ti}_8\text{O}_{16}$ [44] แต่ทั้งนี้ยังไม่สามารถระบุได้อย่างชัดเจนว่าเป็นเฟสใด



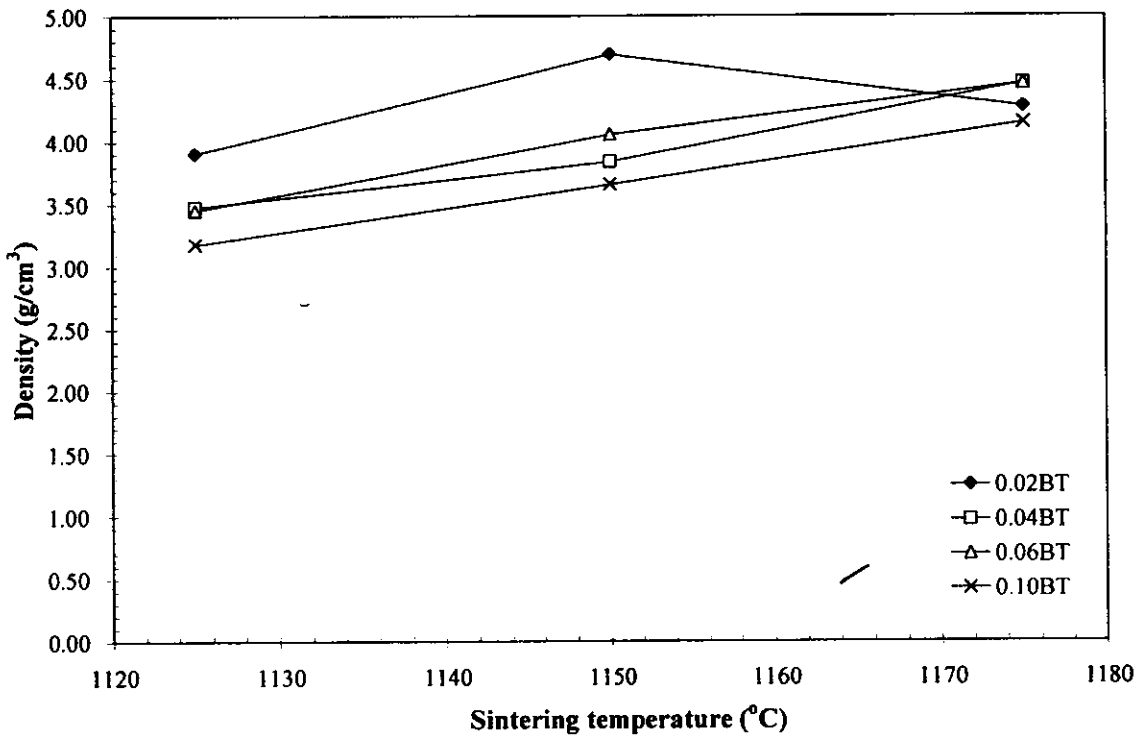
รูป 3.31 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์แบบกลบด้วยผงอะลูมินา (ที่อุณหภูมิ 1150°C สำหรับสารที่เจือ BaTiO_3 ปริมาณ 0.02 โมล และ 1175°C สำหรับสารที่เจือ BaTiO_3 ปริมาณ 0.04-0.1 โมล เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

3.2.5.2 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของเซรามิกในระบบ



เมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่นของสารในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1125 , 1150 และ 1175°C แบบกลบด้วยผงอะลูมินา (รูป 3.32) พบว่า ค่าความหนาแน่นของระบบนี้จะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเติม BaTiO_3 ในปริมาณ $0.02 - 0.06$ โมล และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น โดยเมื่อเติม BaTiO_3 ปริมาณ 0.02 โมล จะมีความหนาแน่นสูงที่สุดที่อุณหภูมิ 1150°C โดยมีความหนาแน่นประมาณ $4.695 \pm 0.013 \text{ g/cm}^3$ และในกรณีที่เติม BaTiO_3 ปริมาณ 0.04 , 0.06 และ 0.10 โมล ความหนาแน่นจะเพิ่มสูงขึ้นตามอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจะทำให้ความหนาแน่นสูงที่สุดที่อุณหภูมิ 1175°C โดยที่ $x = 0.04$, 0.06 และ 0.10 จะให้ค่าความหนาแน่นสูงที่สุดดังนี้คือ 4.464 ± 0.021 , 4.462 ± 0.026 และ $4.148 \pm 0.046 \text{ g/cm}^3$ ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ บริสุทธิ์ที่มีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C โดยมีความ

หนาแน่น $4.205 \pm 0.068 \text{ g/cm}^3$ ทำให้สามารถสรุปได้ว่า การเติม BaTiO_3 ปริมาณ 0.02 - 0.06 โมล ลงไป ในระบบ จะส่งผลให้สารตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น สำหรับสารตัวอย่างที่เติมสารเจือปริมาณ 0.10 โมล มีค่าความหนาแน่นลดลง ทั้งนี้เนื่องมาจากการเกิดการแทนที่กันอย่างไม่สมบูรณ์ระหว่าง Ba และ Na หรือ K ที่ตำแหน่ง A ในแลตทิซ



รูป 3.32 ค่าความหนาแน่นของเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3-z \text{BaTiO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์แบบกลบด้วยผงอะลูมินาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

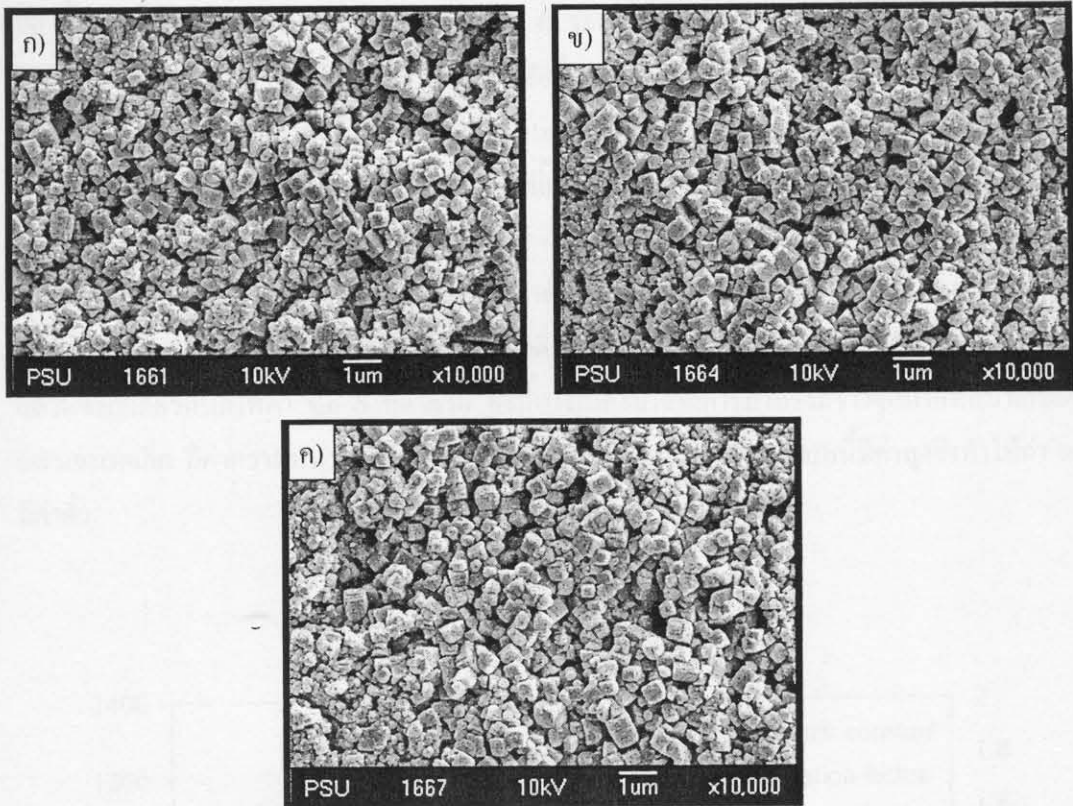
สำหรับค่าการหดตัวของสารตัวอย่างในระบบนี้ ดังแสดงในตาราง 3.10 พบว่ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น แต่จะมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณ BaTiO_3 และซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกัน โดยมีค่าสูงสุดประมาณ 22.2% ในสารตัวอย่างเมื่อ $z = 0.06$ และซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1175 \text{ }^\circ\text{C}$ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับค่าความหนาแน่นของระบบนี้ พบว่ามีทิศทางไปทางเดียวกัน แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิซินเตอร์ให้สูงขึ้นอีก ($1200 \text{ }^\circ\text{C}$) ปรากฏว่าสารตัวอย่างเกิดการหลอม

ตาราง 3.10 ค่าของเปอร์เซ็นต์การหดตัวของสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ เมื่อเจือด้วย BaTiO_3 ในปริมาณต่างๆ และอุณหภูมิที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

| ปริมาณ BaTiO_3 (โมล) | อุณหภูมิซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$) | การหดตัว (%) |
|-------------------------------|---|------------------|
| 0.02 | 1125 | 21.60 ± 0.07 |
| | 1150 | 23.18 ± 0.11 |
| | 1175 | 22.02 ± 0.57 |
| 0.04 | 1125 | 14.77 ± 0.14 |
| | 1150 | 16.75 ± 0.04 |
| | 1175 | 20.41 ± 0.33 |
| 0.06 | 1125 | 15.41 ± 0.17 |
| | 1150 | 19.37 ± 0.08 |
| | 1175 | 22.21 ± 0.33 |
| 0.10 | 1125 | 13.19 ± 0.08 |
| | 1150 | 17.17 ± 0.78 |
| | 1175 | 20.92 ± 0.72 |

3.2.5.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$ พบว่า การเจือด้วย BaTiO_3 มีผลทำให้ขนาดเกรนของสารตัวอย่างมีค่าลดลง (เมื่อเปรียบเทียบกับรูป 3.25 (ก)) หรืออาจกล่าวได้ว่า BaTiO_3 ที่เติมลงไปมีผลทำให้เกิดการยับยั้งการโตของเกรน แต่การเติม BaTiO_3 ในปริมาณที่แตกต่างกันในช่วง 0.0 - 0.10 โมล ไม่มีทำให้โครงสร้างจุลภาคของระบบนี้เปลี่ยนแปลง โดยขนาดเกรนของทุกสารตัวอย่างมีค่าอยู่ในช่วง 0.2 - 0.4 μm ดังแสดงในรูป 3.33



รูป 3.33 ภาพถ่าย SEM ของชิ้นงานเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z\text{BaTiO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1175°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ก) $z = 0.04$ ข) $z = 0.06$ และ ค) $z = 0.10$

3.2.5.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z\text{BaTiO}_3$

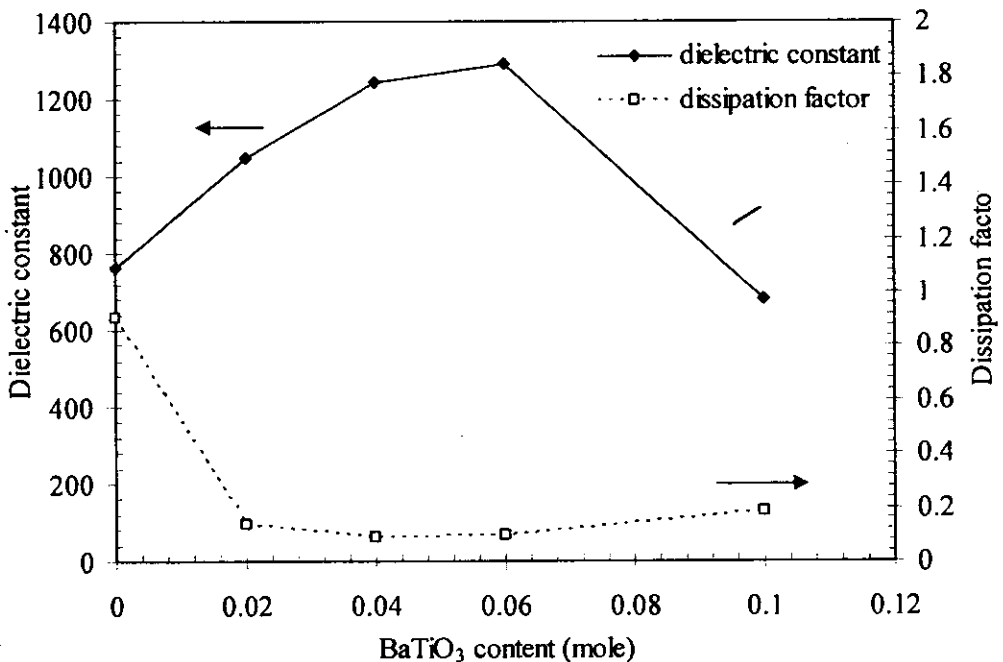
สำหรับการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงานเซรามิก $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z\text{BaTiO}_3$ จะเลือกชิ้นงานที่มีค่าความหนาแน่นสูงสุดของทุกค่า x มาเงื่อนไขละ 2 ชิ้น โดยอุณหภูมิซินเตอร์ที่เลือกสำหรับแต่ละตัวอย่าง คือ อุณหภูมิ 1150°C สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $z = 0.02$ และอุณหภูมิ 1175°C สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $z = 0.04 - 0.10$ เมื่อผ่านการทำอิเล็กโทรดแล้ว นำมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

3.2.5.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปแบบของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ของสารตัวอย่าง ดังแสดงในรูป 3.34 พบว่า ทั้ง ϵ_r และ $\tan \delta$

มีค่าขึ้นอยู่กับสัดส่วนค่า z เป็นอย่างมาก โดยค่า ϵ_r จะเพิ่มขึ้นกระทั่ง $z = 0.06$ ซึ่งให้ค่า ϵ_r สูงสุด คือ 1293 ซึ่งค่าที่ได้นี้เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ พบว่า อยู่ในช่วงเดียวกับงานของ Guo และคณะ [12] แต่มีค่าสูงกว่างานของ Ann และ Schulze มากซึ่งมีค่าสูงสุดประมาณ 540 [45] หลังจากนั้นค่านี้จะลดลงเมื่อปริมาณ z เพิ่มขึ้น ($z = 0.10$) ทั้งนี้เนื่องมาจากการมีเฟสอื่น (BaTiO) ร่วมด้วย และมีค่าความหนาแน่นที่ต่ำกว่าสารตัวอย่างเมื่อ $z = 0.02 - 0.06$

สำหรับค่า $\tan \delta$ ของระบบนี้ พบว่ามีค่าต่ำมากและต่ำกว่าทุกระบบที่ทำการศึกษา โดยมีค่าอยู่ในช่วง 0.088 - 0.137 ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า การเติม BaTiO₃ จะส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้นและแต่ในขณะเดียวกันก็ให้ค่า $\tan \delta$ ที่ต่ำด้วย ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการมีโครงสร้างจุลภาคที่สม่ำเสมอและเกรนขนาดเล็ก มีค่าความหนาแน่นสูง และค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของระบบนี้มีค่าสูงจึงทำให้ค่า $\tan \delta$ มีค่าต่ำ



รูป 3.34 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปแบบความร้อนของเซรามิก $(1-z)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - z \text{BaTiO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 - 1175 °C

3.2.6 ผลการศึกษาขรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$

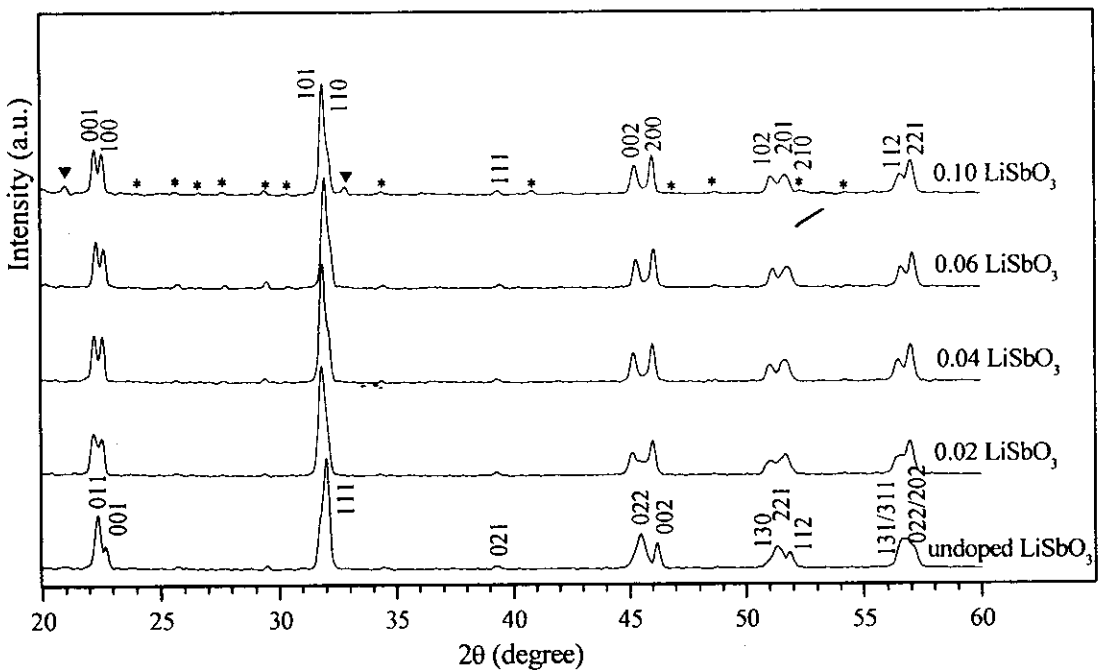
3.2.6.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของขรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$

เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของขรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ ดังแสดงในรูป 3.35 พบว่า รูปแบบโครงสร้างผลึกขึ้นอยู่กับการเติม LiSbO_3 โดยสารตัวอย่างที่ไม่เติม LiSbO_3 ($n = 0.00$) มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก ในขณะที่สารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 ($n = 0.02 - 0.10$) พบว่า โครงสร้างผลึกมีแนวโน้มที่จะเปลี่ยนไปเป็นแบบเตตระโกนอล ซึ่งเฟสเพอร์รอฟสไกต์เกิดขึ้นในปริมาณสูง แต่ยังมีเฟสอื่นเกิดร่วมด้วย ซึ่งก็คือ $\text{K}_6\text{Li}_4\text{Nb}_{10}\text{O}_{30}$ [46] เกิดขึ้นในทุกสารตัวอย่าง และ LiSbO_3 ที่ยังทำปฏิกิริยาไม่หมดเหลืออยู่ในสารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 ($n = 0.10$ โมล [47] เมื่อตรวจสอบค่า d -spacing ของสารตัวอย่าง พบว่า ค่า d -spacing มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเติม LiSbO_3 (มุมเลี้ยวเบน 2θ เลื่อนไปยังมุมที่ต่ำกว่าเล็กน้อย) คือ 1.994 \AA และ 2.010 \AA สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.00$ และ 0.02 ตามลำดับ และค่า d -spacing ไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อค่า n เพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิซินเตอร์ให้สูงขึ้น คือ $1075 \text{ }^\circ\text{C}$ ปรากฏว่า ค่า d -spacing ของสารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 ไม่เปลี่ยนแปลงจากที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ โดยได้แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.00$ และ 0.04 ในรูป 3.36 และแสดงค่า d -spacing และอัตราส่วนของ I_{022}/I_{002} และ I_{002}/I_{200} ที่แสดงความเป็นโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกหรือเตตระโกนอล ดังตาราง 3.11

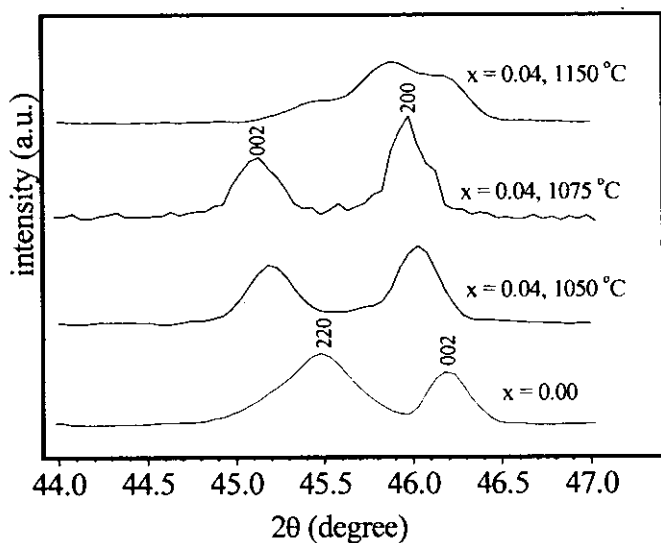
เพื่อตรวจสอบว่าสารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลหรือออร์โธโรมบิกและเตตระโกนอลร่วมกัน จึงได้คำนวณอัตราส่วนของค่าความเข้มรังสีเอกซ์ที่ระนาบที่แสดงลักษณะเฉพาะของแต่ละโครงสร้างผลึก คือ (022) และ (002) สำหรับโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก จะได้ I_{022}/I_{002} หรือ (002) และ (200) สำหรับเตตระโกนอล ซึ่งจะได้ I_{002}/I_{200} ดังแสดงในตาราง 3.11 จะเห็นว่าสารตัวอย่างที่ไม่เติม LiSbO_3 ให้ค่า I_{022}/I_{002} ประมาณ 1.4 ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอย่าง $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (จากที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.2.2-3.2.3) จะให้ค่า ประมาณ 1.3 พบว่ามีค่าอยู่ในช่วงเดียวกัน และเมื่อพิจารณาสารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 ปรากฏว่าจะให้ค่า I_{002}/I_{200} อยู่ในช่วง $0.6 - 0.8$ ซึ่งค่านี้เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับสารตัวอย่างที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล [48] ซึ่งมีค่า 0.5 ดังนั้นสารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ จะมีโครงสร้างผลึกทั้งแบบออร์โธโรมบิกและเตตระโกนอลร่วมกัน เนื่องจากมีค่า I_{002}/I_{200} สูงกว่าค่า 0.5

สำหรับสารตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1075 \text{ }^\circ\text{C}$ นั้น พบว่า ค่า I_{002}/I_{200} มีค่า $0.48 - 0.56$ ดังแสดงในตาราง 3.11 ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับค่า I_{002}/I_{200} (~ 0.5) ของสารที่มีโครงสร้างผลึกแบบ

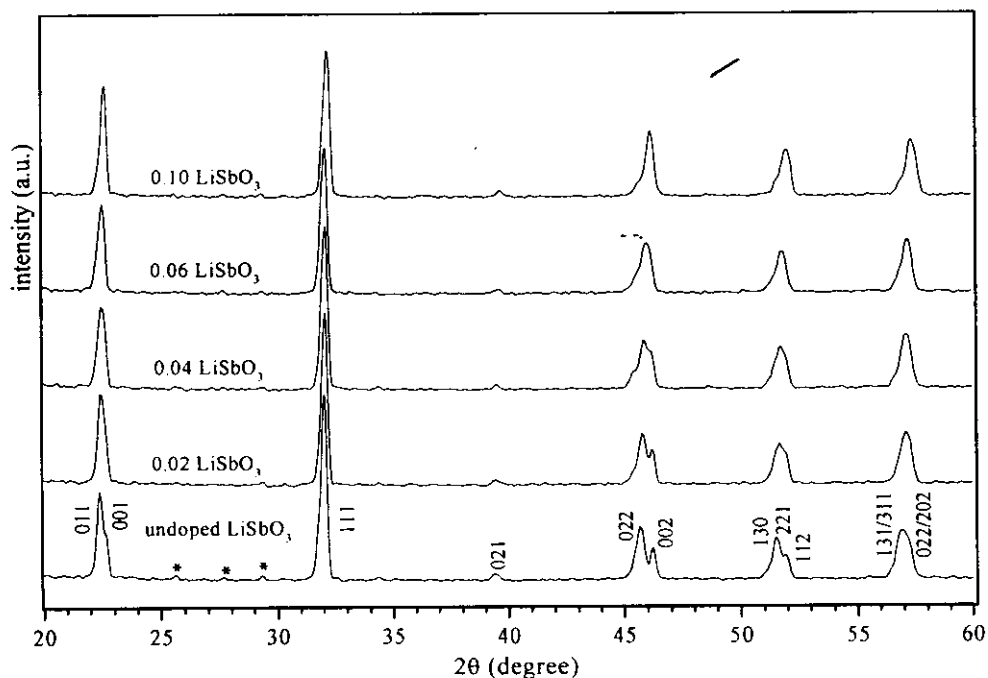
เตตระโกนอลที่ใช้อ้างอิง [48] ดังนั้น สารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 ในปริมาณ 0.02 – 0.10 โมล มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล โดยที่ยังมีฟิสิกของสารอื่น คือ $\text{K}_6\text{Li}_4\text{Nb}_{10}\text{O}_{30}$ [46] เกิดขึ้นในทุกสารตัวอย่าง และ LiSbO_3 [47] ที่ยังเข้ากับปฏิกิริยาไม่หมดเหลืออยู่ในสารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 (n) = 0.10 เหมือนกับที่อุณหภูมิ 1050 °C โมล และเมื่อพิจารณาสารตัวอย่างเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C พบว่า จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนแตกต่างจากอุณหภูมิอื่นๆ คือ ไม่มีการแยกของพีคที่มุม 45 -47 องศาหรือที่มุมอื่นๆ ดังแสดงในรูป 3.37 ดังนั้นที่อุณหภูมินี้สารตัวอย่างที่เติม LiSbO_3 มีโครงสร้างแบบคิวบิก [49] และฟิสิกของมุมเลี้ยวเบนเลื่อนไปยังมุมที่สูงขึ้นเล็กน้อย (รูป 3.36) ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากสารตัวอย่างเกิดการหลอมบางส่วนเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1150 °C



รูป 3.35 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง



รูป 3.36 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ที่มุมระหว่าง 44- 47 องศา ของเซรามิกในระบบ 0.95 $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1050\text{ }^\circ\text{C}$ และ $(0.91)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - 0.04 \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

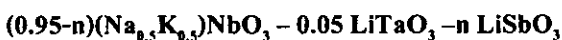


รูป 3.37 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ $1150\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

ตาราง 3.11 ค่า d - spacings และ อัตราส่วนของความเข้มรังสีเอกซ์ (I_{022}/I_{002} และ I_{002}/I_{200}) ของ เซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 -1075 °C

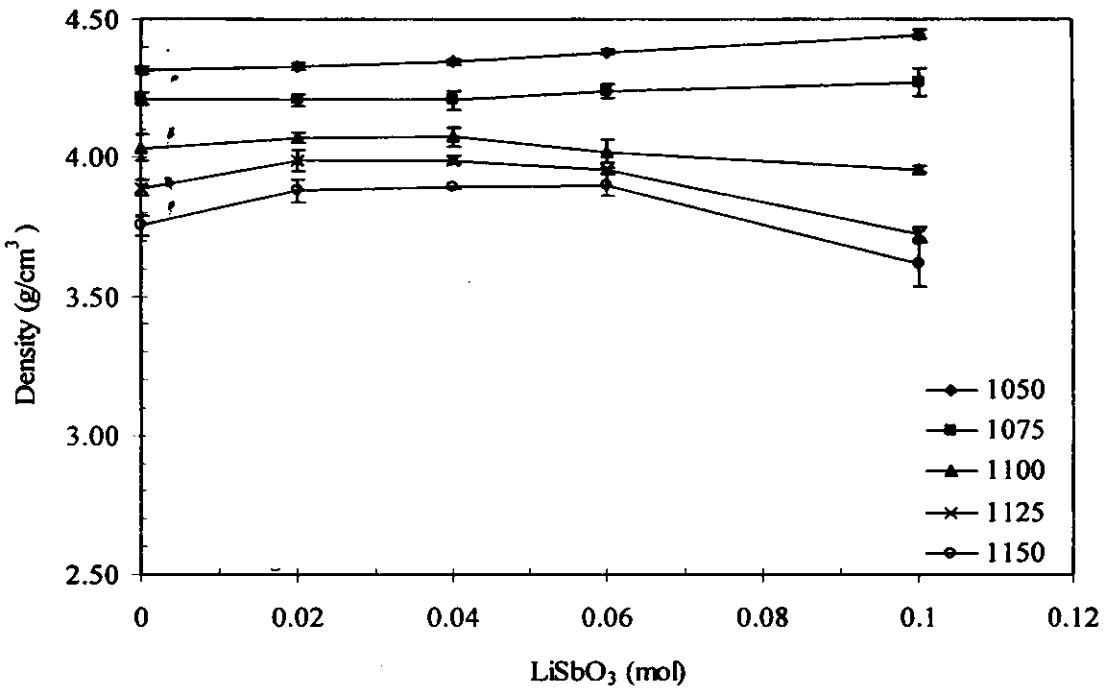
| ปริมาณ LiSbO_3 , n (โมล) | อุณหภูมิซินเตอร์ (°C) | d -spacings (Å) | | I_{022}/I_{002} | I_{002}/I_{200} |
|--------------------------------------|--------------------------|-------------------|---------|-------------------|-------------------|
| | | 022/002 | 002/200 | | |
| 0.00 | 1050 | 1.994 | 1.966 | 1.38 | - |
| | 1075 | 2.003 | 1.971 | 1.69 | - |
| 0.02 | 1050 | 2.010 | 1.972 | - | 0.62 |
| | 1075 | 2.014 | 1.975 | - | 0.56 |
| 0.04 | 1050 | 2.006 | 1.972 | - | 0.78 |
| | 1075 | 2.011 | 1.974 | - | 0.58 |
| 0.06 | 1050 | 2.002 | 1.969 | - | 0.71 |
| | 1075 | 2.005 | 1.973 | - | 0.56 |
| 0.10 | 1050 | 2.004 | 1.972 | - | 0.72 |
| | 1075 | 2.004 | 1.973 | - | 0.48 |

3.2.6.2 การตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัวของเซรามิกในระบบ



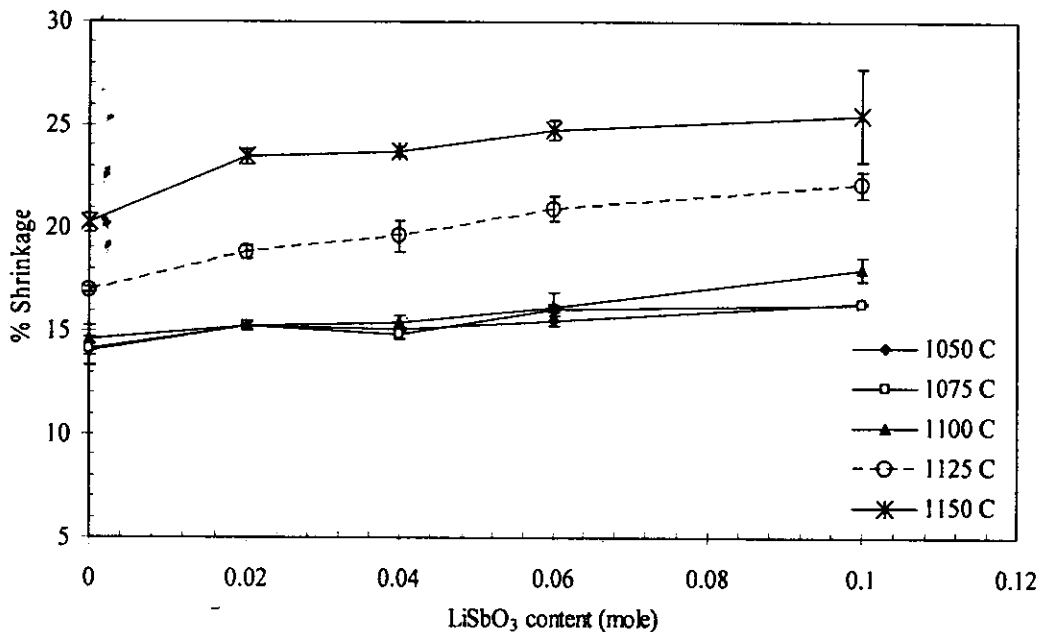
เมื่อตรวจสอบค่าความหนาแน่นของระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน พบว่า ค่าความหนาแน่นเปลี่ยนแปลงขึ้นอยู่กัอุณหภูมิซินเตอร์อย่างมีนัยสำคัญ ดังแสดงในรูป 3.38 โดยที่อุณหภูมิ 1050 °C จะให้ค่าความหนาแน่นสูงสุด ซึ่งมีค่า $4.32 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ จากนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ LiSbO_3 เพิ่มขึ้น โดยมีค่า $4.44 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ เมื่อเติม LiSbO_3 ปริมาณ 0.10 โมล ทั้งนี้เนื่องมาจากการเติม Sb ที่มีน้ำหนักอะตอมสูงในปริมาณที่มากขึ้น และการมีความหนาแน่นที่สูงของ LiSbO_3 (5.45 g/cm^3) [47]

เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นในช่วง 1075 – 1150 °C พบว่า ความหนาแน่นมีค่าลดลง โดยเฉพาะที่ $n = 0.10$ ค่าความหนาแน่นจะลดลงอย่างรวดเร็ว ทั้งนี้เนื่องมาจากการสูญเสีย Li และ K [48] เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 1050 °C และเซรามิกเริ่มเกิดการหลอมขึ้นบางส่วน



รูป 3.38 ค่าความหนาแน่นของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

เมื่อพิจารณาค่าการหดตัวของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูป 3.39 พบว่า ค่าการหดตัวมีค่าขึ้นอยู่กับอุณหภูมิซินเตอร์เช่นเดียวกับค่าความหนาแน่น แต่ผลตรงข้ามกัน คือ ค่าการหดตัวมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น โดยมีค่าสูงสุดประมาณ 25% ในสารตัวอย่างเมื่อค่า $n = 0.10$ และซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1125 - 1150 °C สารตัวอย่างเริ่มเกิดการหลอมทำให้เกิดการหดมากกว่าปกติ เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิซินเตอร์เดียวกันและเติม LiSbO_3 ในปริมาณต่างๆ กัน พบว่า ค่าการหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ไม่มีการเติม LiSbO_3 และหดตัวเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อยเมื่อปริมาณ LiSbO_3 เพิ่มขึ้น ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการเติม LiSbO_3 ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ช่วยให้สารตัวอย่างเกิด densification ได้ที่อุณหภูมิ 1050 °C



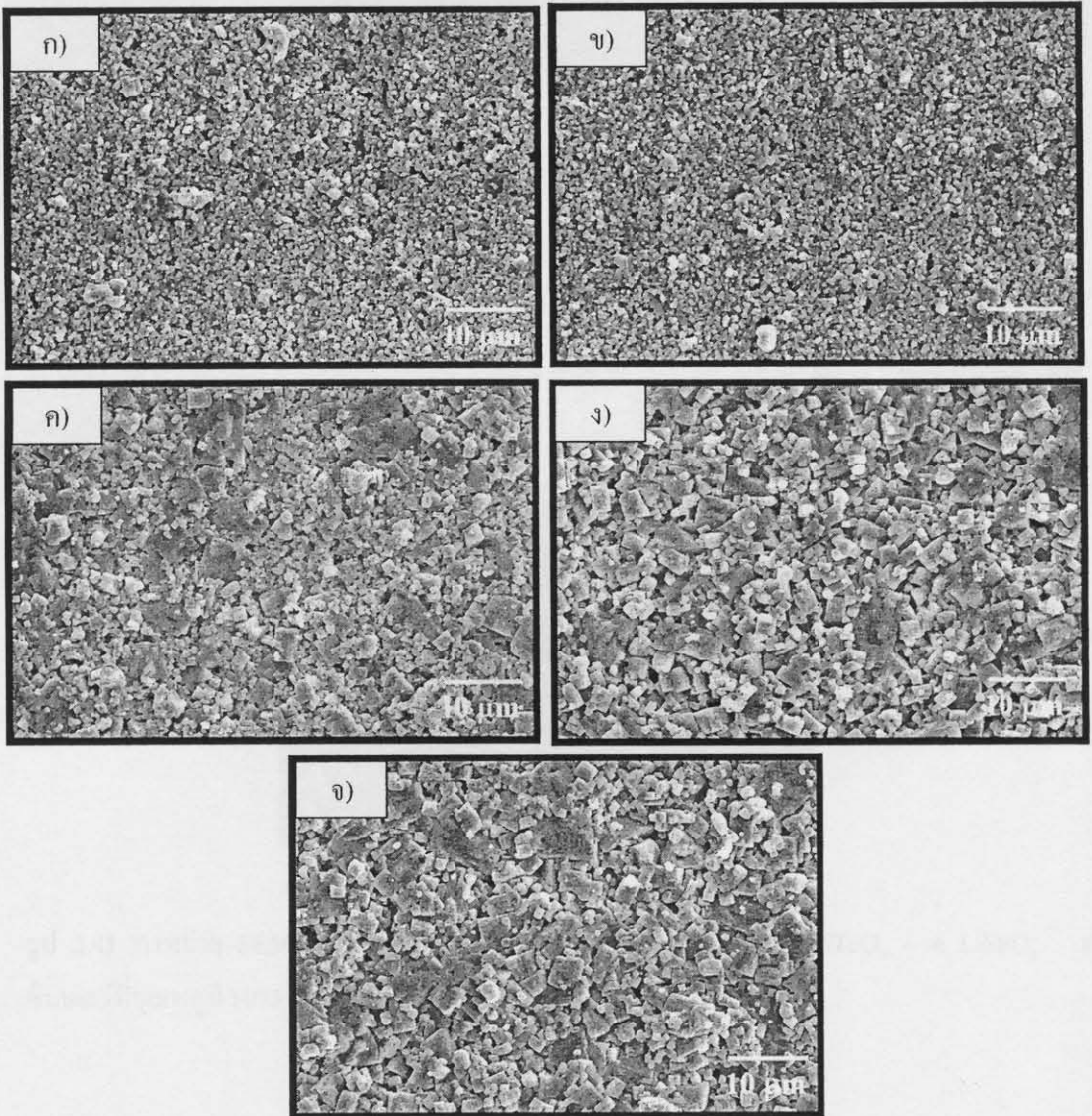
รูป 3.39 ค่าการหดตัวของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

3.2.6.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$

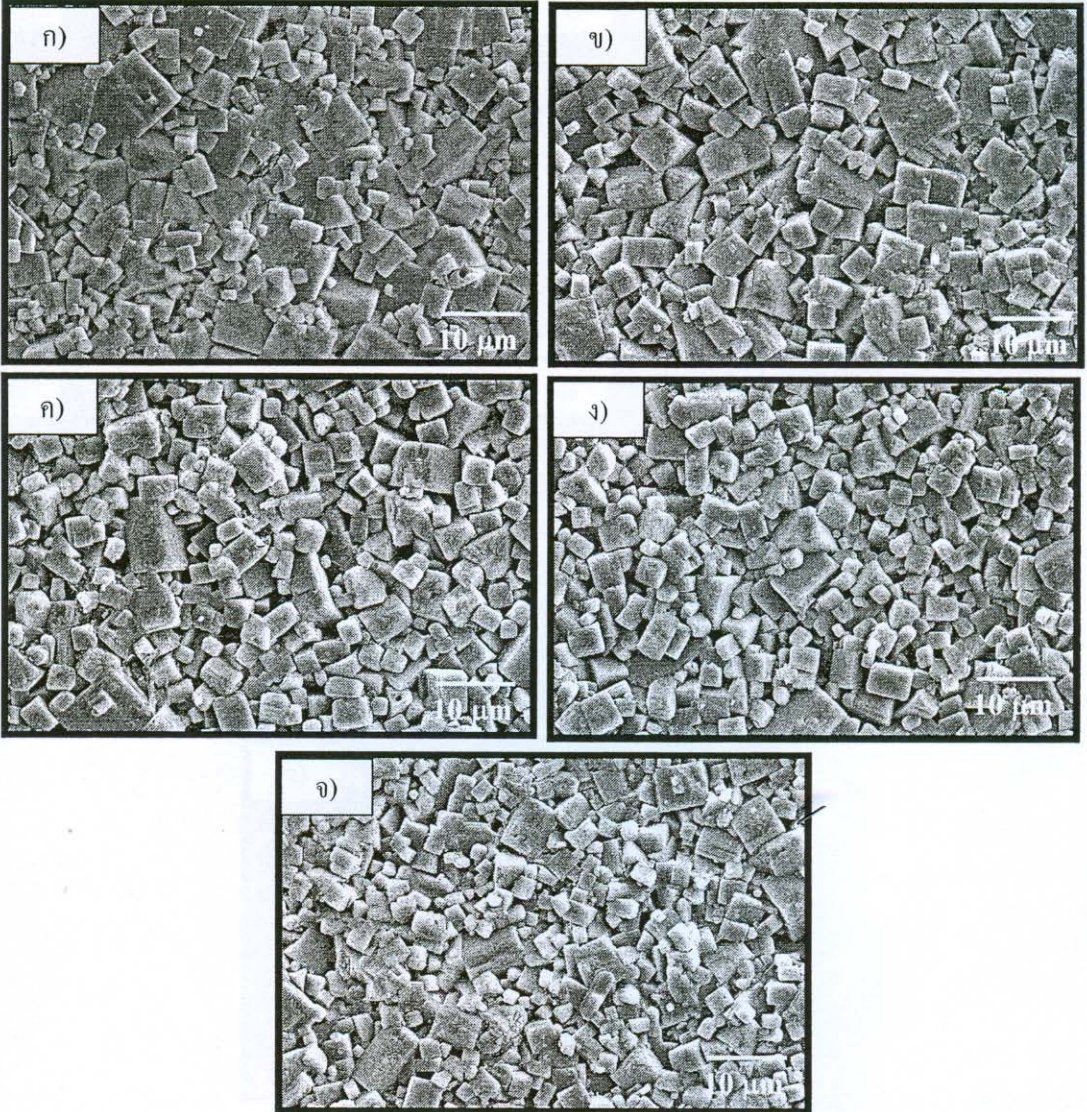
สำหรับลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 – 1100 °C แสดงดังรูป 3.40 – 3.42 พบว่า รูปร่างและขนาดของเกรนมีค่าขึ้นอยู่กับอุณหภูมิซินเตอร์และปริมาณ LiSbO_3 เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิ 1050 °C (รูป 3.40) สารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.00$ และ 0.02 แสดงเกรนลักษณะสม่ำเสมอ และขนาดเล็กน้อยกว่า $1 \mu\text{m}$ ในขณะที่สารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.40-0.10$ ลักษณะเกรนเปลี่ยนไปเป็นการโตแบบไม่ปกติ (secondary recrystallisation) และมีรูปร่างแบบทรงสี่เหลี่ยม โดยขนาดโตมีค่าประมาณ $5 \mu\text{m}$

เมื่อพิจารณาการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 °C ในสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.00 - 0.10$ (รูป 3.41) พบว่าลักษณะเกรนเกิดการโตแบบไม่ปกติ (secondary recrystallisation) ในทุกสารตัวอย่าง โดยเกรนขนาดโตที่สุดมีค่าประมาณ $8 \mu\text{m}$ เกิดในสารตัวอย่างที่ไม่เติม LiSbO_3 ($n = 0.0$) หลังจากนั้นเกรนมีขนาดเล็กลงเมื่อเติม LiSbO_3 ในปริมาณเพิ่มขึ้น ซึ่งลักษณะของเกรนที่มีแบบไม่ปกตินี้เกิดขึ้นอยู่ทั่วไปในเซรามิก BaTiO_3 ที่มีเฟสของเหลวร่วมด้วย ดังนั้นในสารตัวอย่าง $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ ก็คาดว่าจะน่าเกิดกลไกเดียวกัน

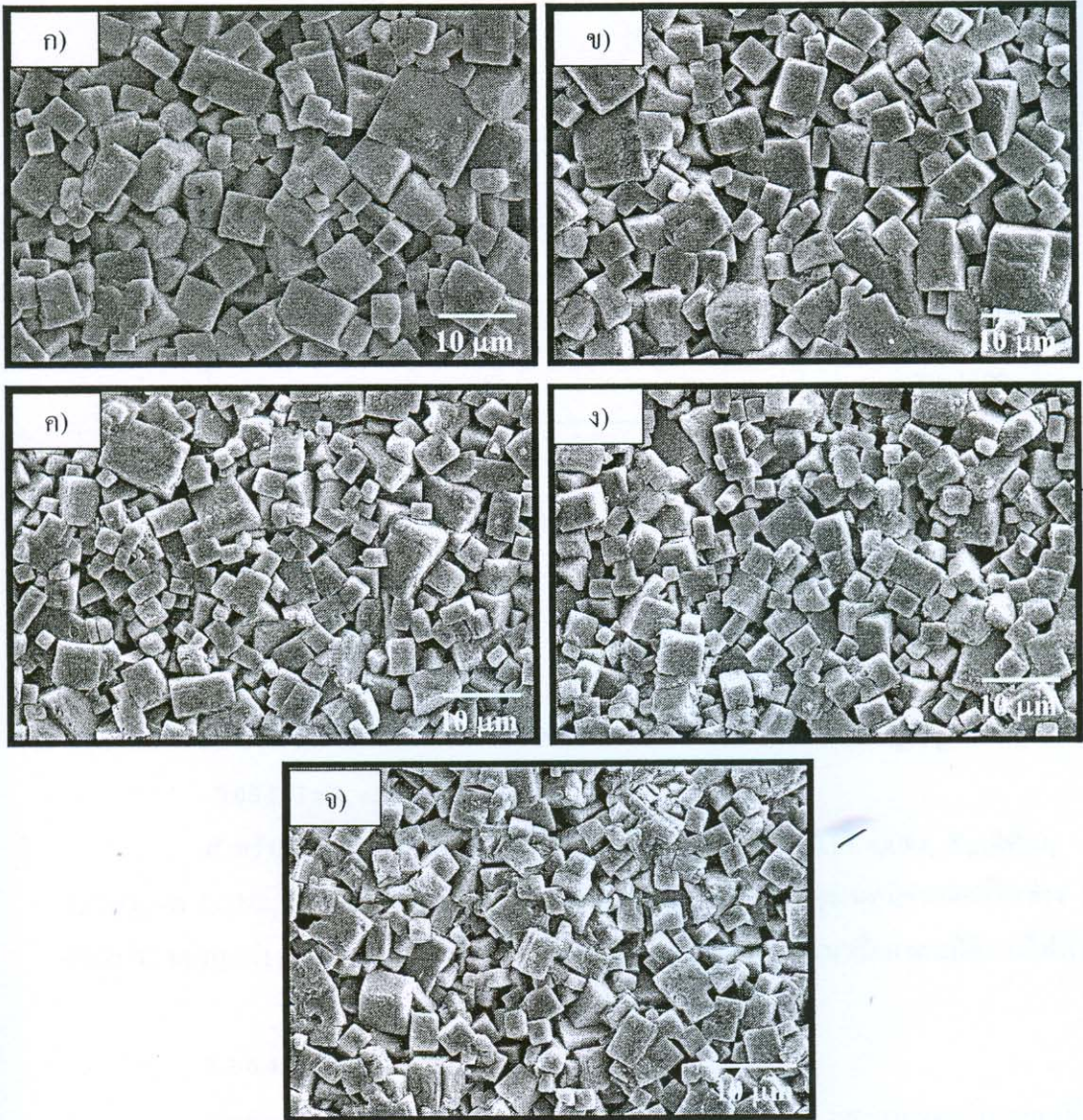
เมื่อพิจารณาการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C ในสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.00 - 0.10$ (รูป 3.42) พบว่า ขนาดเกรนมีค่าเพิ่มขึ้นจากการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 °C แต่มีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ LiSbO_3 ทั้งนี้เนื่องจากการมีปริมาณของเฟสของเหลวเพิ่มขึ้นในสารตัวอย่าง ซึ่งขนาดเฉลี่ยของเกรนของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 – 1100 °C ดังแสดงในรูป 3.43



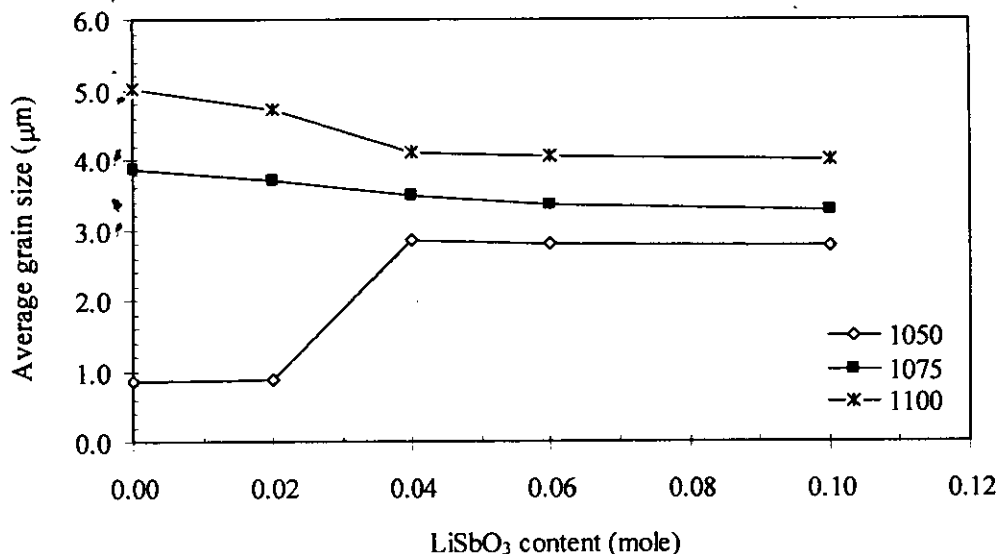
รูป 3.40 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C



รูป 3.41 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อ
ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 °C



รูป 3.42 ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อ
ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C



รูป 3.43 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

3.2.6.4 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$

สำหรับการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงานเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ จะเลือกชิ้นงานที่มีค่าความหนาแน่นใกล้เคียงกันที่อุณหภูมิซินเตอร์ในช่วง 1050 – 1100 °C ของทุกค่า n มาสุตรละ 2 ชิ้น เมื่อผ่านการทำอิเล็กโทรดแล้ว นำมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

3.2.6.4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

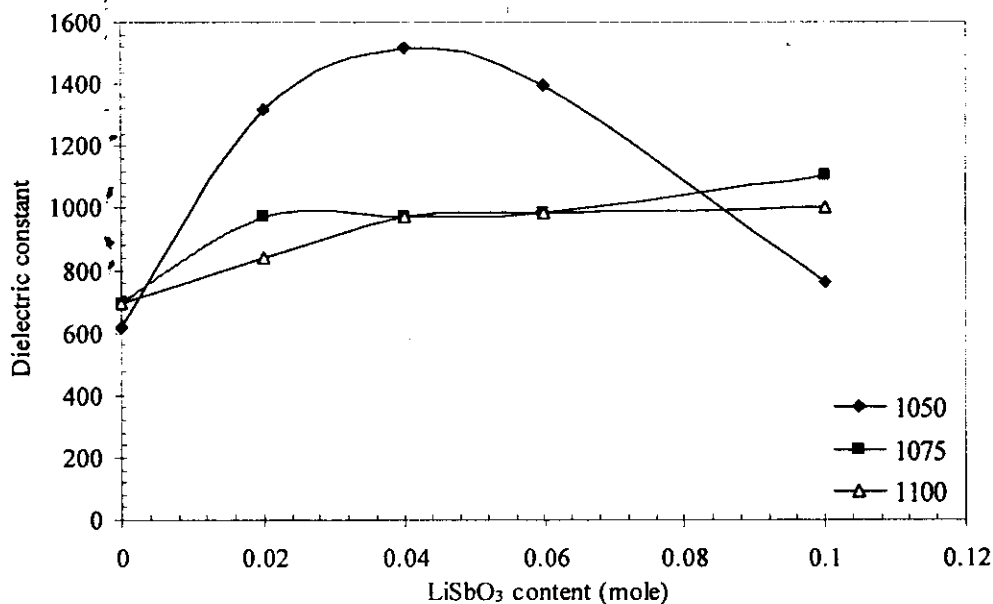
เมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, ϵ_r) และแฟกเตอร์การสูญเสียในรูปแบบของความร้อน (dissipation factor, $\tan \delta$) ของสารตัวอย่าง ดังแสดงในรูป 3.44 – 3.45 พบว่า ทั้ง ϵ_r และ $\tan \delta$ มีค่าขึ้นอยู่กับสัดส่วนค่า n และอุณหภูมิซินเตอร์เป็นอย่างมาก โดยสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.0$ (NKN-LT) ให้ค่า ϵ_r อยู่ในช่วง 600 – 700 สำหรับการซินเตอร์ในช่วง 1050 – 1100 °C ซึ่งค่าที่ได้นี้เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ [41] พบว่า มีค่าสูงกว่าเล็กน้อยและเมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ในงานวิจัยนี้ พบว่า NKN-LT ให้ค่าต่ำกว่าเล็กน้อย อย่างไรก็ตาม ค่า ϵ_r ที่ได้จากระบบนี้มีค่าสูงกว่าเซรามิก $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3$ ในงานวิจัยของ Guo, และคณะ [10] มาก ซึ่งมีค่าประมาณ 400

สำหรับสารตัวอย่างที่เติม LiTaO_3 , ($n = 0.02-0.10$) พบว่า ค่า ϵ_r มีค่าสูงขึ้น โดยสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.04$ ให้ค่า ϵ_r สูงสุดประมาณ 1510 เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C และสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.02$ และ 0.06 ก็ให้ค่าสูงเช่นกัน โดยอยู่ในช่วง 1300 – 1350 แต่สำหรับสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.10$ ค่าที่ได้กลับมีค่าลดลงและใกล้เคียงกับสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.0$ (รูป 3.44) ทั้งนี้เนื่องจากการมี LiSbO_3 ที่ยังทำปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์หลงเหลืออยู่ (รูป 3.35)

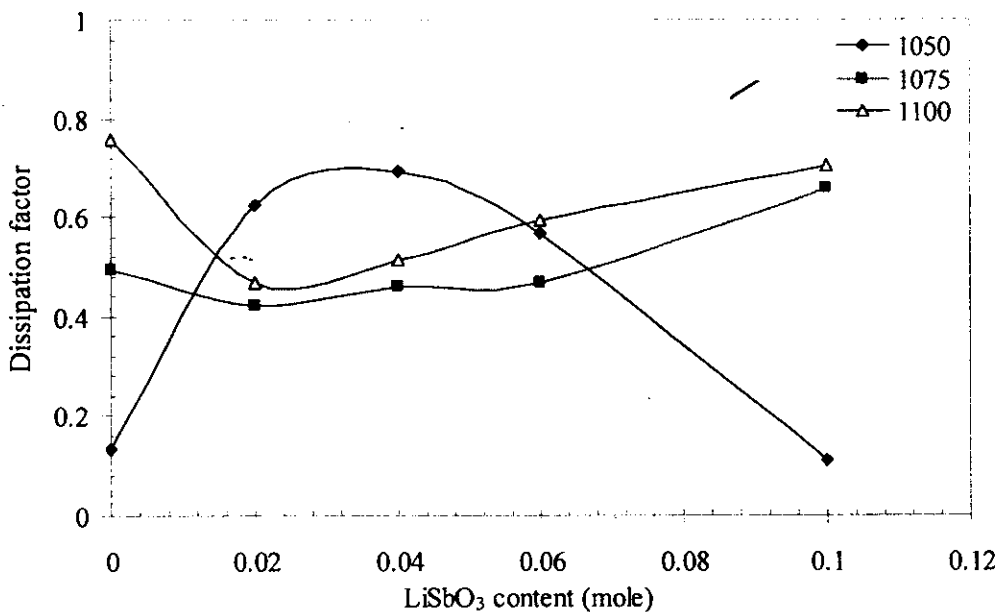
การมีค่า ϵ_r สูงประมาณ 1510 ในสารตัวอย่างเมื่อ $n = 0.04$ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานของ Saito และคณะ ซึ่งเตรียมสาร $(\text{K}_{0.44}\text{Na}_{0.52}\text{Li}_{0.04})(\text{Nb}_{0.86}\text{Ta}_{0.10}\text{Sb}_{0.04})\text{O}_3$ ด้วยวิธี reactive grain growth (RTGG) ซึ่งมีลักษณะเกรนแบบเทกเจอร์ (textured) [14] และเป็นลักษณะที่มีรายงานว่าจะให้ค่าสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี พบว่า มีค่าอยู่ในช่วงเดียวกัน ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า การเติมสารเจือทั้ง LiTaO_3 และ LiSbO_3 ร่วมกัน และเตรียมด้วยวิธีซินเตอร์แบบปกติ ส่งผลให้สารตัวอย่างมีสมบัติไดอิเล็กตริกที่ดี เทียบเท่ากับการเตรียมด้วยวิธี RTGG

เมื่อพิจารณาการซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น (1075 หรือ 1100 °C) พบว่า ค่า ϵ_r ที่ได้มีค่าลดลง และต่ำกว่าสารตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C โดยมีค่าอยู่ในช่วง 800 -1000 สำหรับทุกตัวอย่าง

สำหรับค่า $\tan \delta$ ของสารตัวอย่างเมื่อเติม LiSbO_3 , พบว่ามีค่าสูงประมาณ 0.1 – 0.7 โดยค่าสูงสุดพบในสารตัวอย่างที่ให้ค่า ϵ_r สูงสุด และสำหรับสารตัวอย่างที่ไม่เติม LiSbO_3 , ค่า $\tan \delta$ มีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิซินเตอร์ที่เพิ่มขึ้น (รูป 3.45) ซึ่งค่า $\tan \delta$ ที่สูงนี้อาจเนื่องมาจากการมีสภาพนำไฟฟ้าที่สูงของสารตัวอย่างซึ่งเกิดมาจากการสูญเสียออกไซด์พวกอัลคาไลในระหว่างการซินเตอร์



รูป 3.44 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน



รูป 3.45 แฟกเตอร์การสูญเสียในรูปของความร้อนของเซรามิก $(0.95-n)(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{NbO}_3 - 0.05 \text{LiTaO}_3 - n \text{LiSbO}_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน

3.2.6.4.2 ค่า d_{33}

สำหรับสารตัวอย่างในระบบนี้ได้เลือกสารตัวอย่างที่มีค่าไดอิเล็กตริกสูงสุดมาวัดค่า d_{33} พบว่า มีค่าประมาณ 170 pC/N ซึ่งเป็นค่าที่สูงพอสมควรและสามารถนำไปประยุกต์งานทางด้านอัลตราโซนิกส์ อย่างไรก็ตาม ค่าที่ได้ยังมีค่าน้อยกว่าในงานวิจัยของ Saito และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ 300 pC/N เมื่อศึกษาวัสดุ $(K_{0.44}Na_{0.52}Li_{0.04})(Nb_{0.86}Ta_{0.10}Sb_{0.04})O_3$ ด้วยวิธีการเตรียมแบบเดียวกัน และค่า d_{33} มีค่าประมาณ 416 pC/N เมื่อเตรียมด้วยวิธี reactive grain growth (RTGG) [14]