

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะแสดงรายละเอียดที่เกี่ยวข้องกับวัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง รวมถึงขั้นตอนต่างๆ ที่ใช้ในการตรวจสอบและวิเคราะห์ชิ้นงานซึ่งได้แก่ แก้ว แก้วเซรามิก และเซรามิกที่เตรียมได้ทั้งทางด้านการศึกษาเฟส การวิเคราะห์ทางความร้อน สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางแสง สมบัติทางสเปกโทรสโกปี โครงสร้างทางจุลภาค ตลอดจนศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า อาทิเช่น สมบัติทางไดอิเล็กทริก และสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 โซเดียมคาร์บอเนต (NaCO_3) ความบริสุทธิ์ 99.8% บริษัท Riedel-de Haen
- 3.1.2 โพแทสเซียมคาร์บอเนต (KCO_3) ความบริสุทธิ์ 90+% บริษัท Aldrich
- 3.1.3 ไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ 99.95% บริษัท Cerac
- 3.1.4 ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ความบริสุทธิ์ >99% บริษัท Riedel-de Haen
- 3.1.5 เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ 95% บริษัท Merck
- 3.1.6 อะซีโตน (acetone)
- 3.1.7 น้ำมันซิลิโคน (silicone oil)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 ช้อนตักสารโลหะขนาดต่างๆ
- 3.2.2 บีกเกอร์ขนาดต่างๆ
- 3.2.3 เตาหลอมทองคำขาวหรือถ้วยแพลทินัม (platinum crucible) พร้อมฝาปิด
- 3.2.4 ขวดบรรจุสารชนิด Polyethylene
- 3.2.5 แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel plate)
- 3.2.6 เครื่องชั่งระบบดิจิทัล (ความละเอียด 0.0001 กรัม) ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300
- 3.2.7 โกร่งบดสารขนาดเล็ก (agate mortar)

- 3.2.8 แผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์ (aluminium foil)
- 3.2.9 เตาไฟฟ้า (furnace)
- 3.2.10 โถดูดความชื้น (desiccator)
- 3.2.11 เวอร์เนียร์คาลิเปอร์ระบบดิจิตอล ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร
- 3.2.12 กระดาษทรายเบอร์ 600, 800, 1000, 1200
- 3.2.13 ผงขัดอะลูมินา 0.3 ไมครอน
- 3.2.14 ลูกบดเซอร์โคเนีย (Zirconia ball)
- 3.2.15 แท่งทองเหลือง (stub)
- 3.2.16 เทปคาร์บอน (carbon tape)
- 3.2.17 เครื่องบดผสมสารแบบลูกบด (ball-milling)
- 3.2.18 ตะแกรงกรองสารพลาสติก
- 3.2.19 เตาอบไฟฟ้าอุณหภูมิ 120 °C
- 3.2.20 แท่งแม่เหล็กสำหรับหมุนผสมสาร (magnetic bar)
- 3.2.21 แผ่นให้ความร้อน (hot plate)
- 3.2.22 ผ้าคัดขนาดผง (nylon sieve) ขนาด 120 ไมโครเมตร
- 3.2.23 เครื่องขัดไฟฟ้า
- 3.2.24 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer) รุ่น D5000 ผลิตโดยบริษัท Siemens ประเทศไทย
- 3.2.25 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy: SEM) ชนิด Field emission
- 3.2.26 เครื่อง sputtering รุ่น JFC-1100E ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศไทย
- 3.2.27 เครื่อง LCZ มิเตอร์ รุ่น Agilent E4980A ใช้วัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก (dielectric loss) ในช่วงความถี่ 20 Hz ถึง 2 MHz
- 3.2.28 เครื่อง LCR มิเตอร์ รุ่น Agilent E4970A ใช้วัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก (dielectric loss) ในช่วงความถี่ 20 Hz ถึง 2 MHz ช่วงอุณหภูมิ 0 – 500 องศาเซลเซียส
- 3.2.29 เครื่อง High Temperature DTA Cell Adaptor ใช้สำหรับวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน
- 3.2.30 เครื่อง Raman spectrometer (JOBIN YVON HORIBA, T6400 triplemonochromator)

3.2.31 เครื่อง Hysteresis analyzer ผลิตโดยบริษัท RADIANT (Technologie, inc.) model 6093

3.2.32 เครื่อง Differential scanning calorimeter, DSC รุ่น STA 409 PC LUXX^R NETZSCH

3.2.33 เครื่อง UV-Visible spectrophotometer รุ่น VARIAN Cary 50 Conc

3.2.34 เครื่อง Digital ABBE Refractometer รุ่น D-22976 Hamburg

3.3 วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้ จะแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนหลักๆ ดังนี้ คือขั้นตอนแรกจะกล่าวถึงการเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งได้แก่ การเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต การเตรียมแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตในระบบซิลิเกต และการปลูกผลึกของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตโดยกระบวนการทางความร้อน (heat treatment) ส่วนในขั้นตอนที่สองจะเป็นวิธีการตรวจสอบวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของชิ้นงานตัวอย่าง เช่น ลักษณะทางกายภาพ สมบัติทางสเปกโทรสโกปี สมบัติทางความร้อน โครงสร้างจุลภาค ตลอดจนศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า อาทิ สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก

3.3.1 การเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง

3.3.1.1 การเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

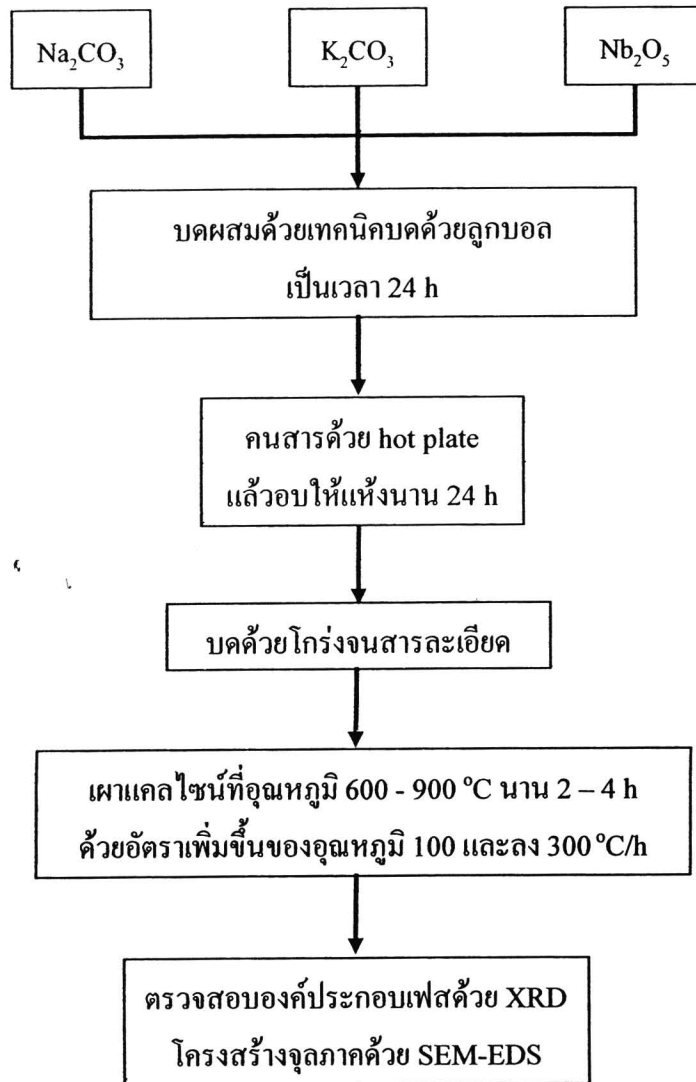
ในการเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต จะอาศัยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิมช่วยในการผสมสารตั้งต้นเข้าด้วยกัน และใช้เทคนิคการบดผสมแบบลูกบอลหมุนวนในขวดบดสารด้วยลูกบดเซอร์โคเนียเป็นระยะเวลานาน 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงนำผงที่ได้มาทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ และศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการแคลไซน์ด้วยการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค

สำหรับการเตรียมสารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตทำได้โดยเลือกใช้สารตั้งต้นดังต่อไปนี้คือ โซเดียมคาร์บอเนตหรือ Na_2CO_3 (Riedel-de Haën, 99.9%) โพแทสเซียมคาร์บอเนตหรือ K_2CO_3 (Sigma-Aldrich, 99.9%) และไนโอเบียมออกไซด์หรือ Nb_2O_5 (Sigma-Aldrich, 99.9%) มาผสมกันเป็นสัดส่วนดังตารางที่ 3.1 จากนั้นจึงนำผงตั้งต้นที่ซังผสมกันด้วยเทคนิคการบดเปียกด้วยลูกบดเซอร์โคเนีย (ball milling) เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ในสารละลายอะซิโตน โดยใช้ภาชนะบรรจุคือโพลีเอทิลีน หมุนวนเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาอบให้แห้งด้วยการคน

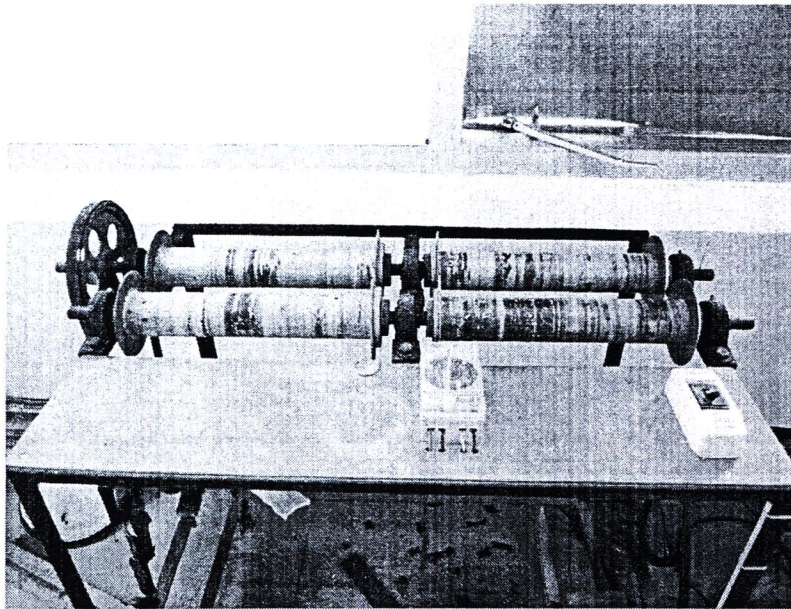
ด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic bar) พร้อมให้ความร้อน เพื่อกำจัดสารละลายอะซีโตนออก จากนั้นอบผงให้แห้งสนิทในเตาอบไฟฟ้า แล้วจึงนำผงที่ได้มาบดด้วยโกร้งบดสาร โดยระมัดระวังเรื่องของการขึ้นเป็นพิษ จากนั้นจึงนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 – 900 องศาเซลเซียสนาน 2 และ 4 ชั่วโมงด้วยอัตราการเพิ่มและลดของอุณหภูมิเท่ากับ 100 และ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงตามลำดับ แล้วจึงนำไป ตรวจสอบองค์ประกอบของเฟสด้วยเทคนิคการกระจายของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) โครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิค SEM-EDS ขั้นตอนการเตรียมแสดงดังในรูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น โพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

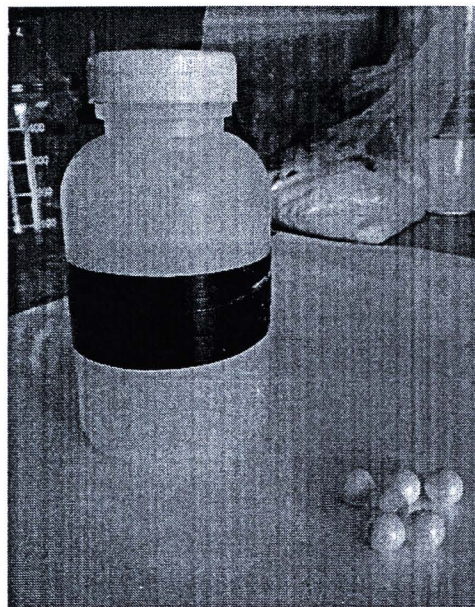
	Weight of powder (g)			
	50	100	150	200
Na ₂ CO ₃	6.8307	13.6614	20.4921	27.3228
K ₂ CO ₃	8.9069	17.8139	26.7208	35.6278
Nb ₂ O ₅	34.2624	68.5247	102.7871	137.0495
Total weight	50.0000	100.0000	150.0000	200.0000



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมผงฟอสเฟตเซียมโซเดียมไนโอเบต



รูปที่ 3.2 เครื่องบดผสมด้วยลูกบด



รูปที่ 3.3 ขวดบดสารชนิดโพลีเอทิลีนและลูกบดเซอร์โคเนีย

3.3.1.2 การเตรียมแก้วโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต

สำหรับในงานวิจัยนี้ การเตรียมแก้วโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตจะสนใจศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตให้มีความโปร่งใสและคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่เหมาะสม แต่ด้วยขั้นตอนของการเตรียมผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตทำให้การเตรียมผงที่มีความบริสุทธิ์เป็นไปได้ยาก การเตรียมผงในช่วงแรกนั้น หลายครั้งที่การเตรียมสารตั้งต้นไม่สามารถทำให้ได้สารที่มีความบริสุทธิ์ สารตั้งต้นในระบบที่ไม่บริสุทธิ์จึงมีปริมาณมาก จึงได้ทำการเตรียมแก้วจากระบบที่ไม่บริสุทธิ์นี้เพื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงแสงและทางไฟฟ้ากับเซรามิกที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ การทดลองในรายงานนี้จึงเลือกเตรียมแก้วจากสารตั้งต้นสามชนิดด้วยกันดังนี้คือ

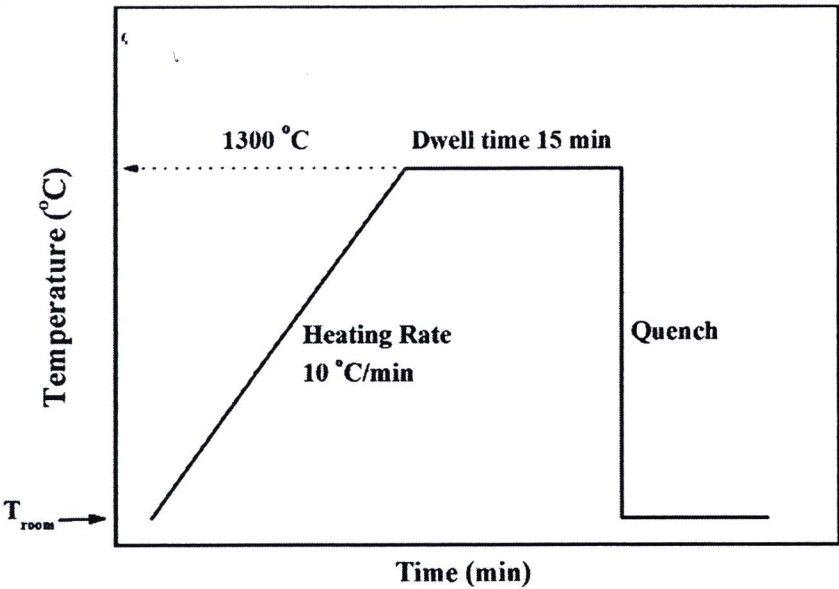
1. ชุดแก้วที่ได้จากผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A)
2. ชุดแก้วที่ได้จากผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย (B)
3. ชุดแก้วที่ได้จากผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูง (C)

ในการเตรียมแก้วเซรามิกนั้น ทำได้โดยการนำผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์และไม่บริสุทธิ์มาใช้ในการสร้างแก้ว โดยผงที่ได้จะถูกนำไปผสมกับซิลิกาในอัตราส่วน 75 โมลเปอร์เซ็นต์ของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตต่อ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ของซิลิกา และอัตราส่วน 80 โมลเปอร์เซ็นต์ของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตต่อ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ของซิลิกา สัดส่วนของการเตรียมแสดงให้เห็นดังตารางที่ 3.2 จากนั้นนำไปหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 15 นาที ด้วยอัตราขึ้นของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามแผนผังแสดงเงื่อนไขการหลอมดังรูปที่ 3.2 ในเบ้าหลอมทองคำขาวหรือถ้วยแพลตินัม และทำให้น้ำแก้วเย็นตัวลงอย่างรวดเร็วด้วยการเทลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel plate) แล้วกดทับทันที จากนั้นเมื่อได้ชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ต้องการแล้วจึงนำไปบดเป็นผงเพื่อนำไป วิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วย XRD หาคความหนาแน่นของชิ้นงานด้วยหลักการแทนที่น้ำของ Archimedes การตรวจสอบสมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ DSC และตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคและวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเทคนิค SEM-EDS เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตต่อไป ขั้นตอนการเตรียมแก้วแสดงให้เห็นดังรูปที่ 3.5



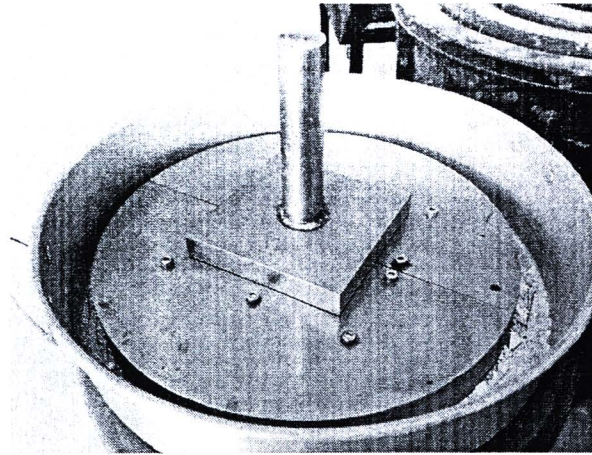
ตารางที่ 3.2 ปริมาณอัตราส่วนระหว่าง KNN และ SiO₂ ที่ใช้ในการเตรียมแก้วแต่ละชุด

อัตราส่วนระหว่าง KNN : SiO ₂ (mole%) จำนวน 15 กรัม	75 : 25	80 : 20
KNN	13.4355	13.7955
SiO ₂	1.5645	1.2045
รวม	15	15

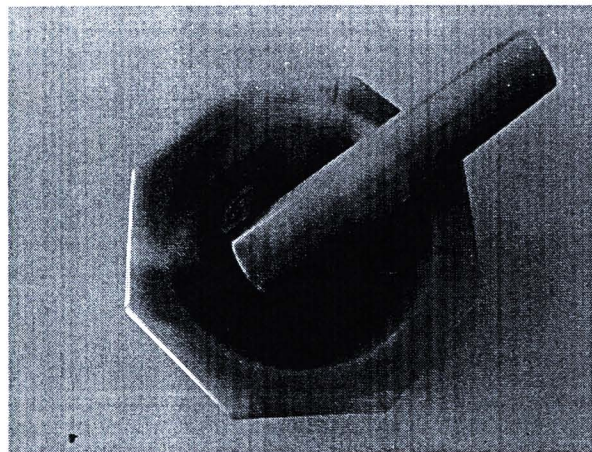


รูปที่ 3.4 แผนผังแสดงเงื่อนไขของการหลอมแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

รูปที่ 3.6 ถ้วยหลอมทองคำขาวหรือถ้วยหลอมแพลตตินั่ม (Platinum crucible)



รูปที่ 3.7 แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel plate) สำหรับกดทับแก้ว

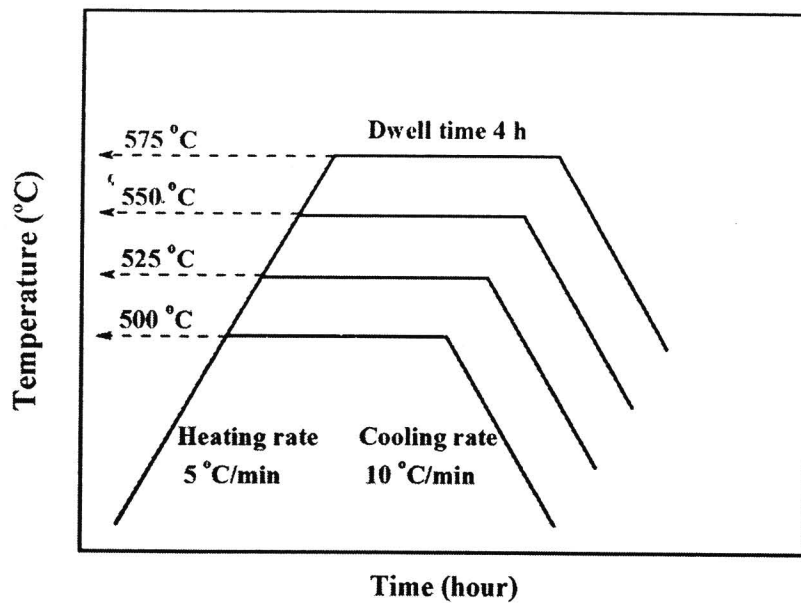


รูปที่ 3.8 โกร่งบดสารขนาดเล็ก (agate mortar)

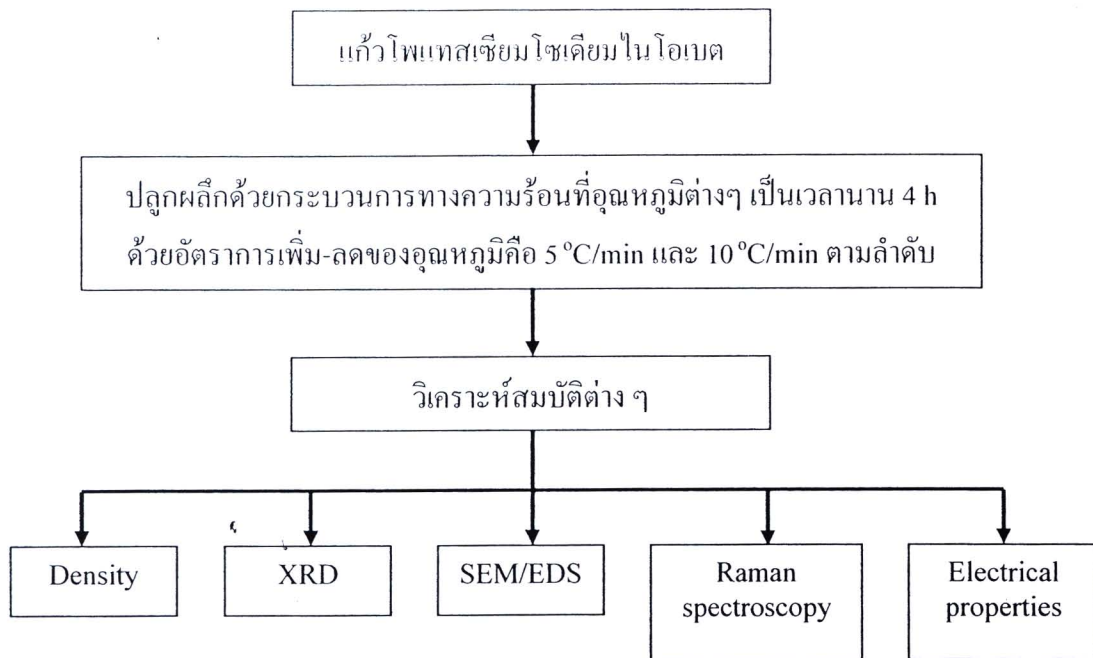
3.3.1.3 การเตรียมแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

สำหรับการเตรียมแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต จะเริ่มจากการนำแผ่นแก้วที่ผ่านการหลอมที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที โดยมีอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ คือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที นั้นมาทำการปลุกผลึกลงแก้ว ด้วยวิธีทางความร้อน (heat treatment) ตามอุณหภูมิเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการปลุกผลึก โดยใช้ข้อมูลการวิเคราะห์ทางความร้อนมาเป็นพื้นฐานในการกำหนดเงื่อนไขต่างๆ ชิ้นงานแก้วที่ผ่านการหลอมด้วยถ้วยอะลูมินาจะถูกนำมาปลุกผลึกที่อุณหภูมิ 500, 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียสตามลำดับ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีและ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีตามแผนผังเงื่อนไขการปลุกผลึกดังรูปที่ 3.9 จากนั้นนำชิ้นงานแก้วซึ่งผ่านการปลุกผลึกด้วยวิธีทางความร้อนที่

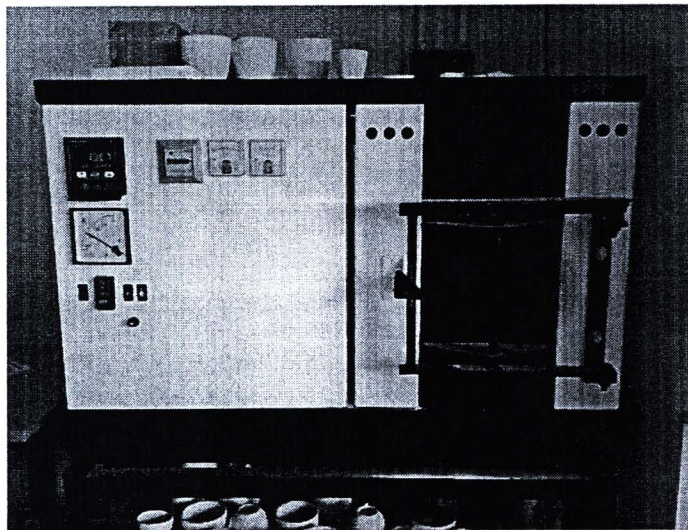
อุณหภูมิต่างๆ กัน มาทำการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ วิวัฒนาการของเฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้น ด้วยเทคนิค XRD โครงสร้างทางจุลภาคและองค์ประกอบด้วยเทคนิค SEM-EDS สมบัติทางสเปกโตรสโกปีด้วยเครื่อง Raman spectroscopy ตลอดจนสมบัติทางไฟฟ้า อาทิ สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ตามลำดับ โดยการเตรียมไปจนการวิเคราะห์แก้วเซรามิกมีขั้นตอนดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แผนผังแสดงขั้นตอนการปลูกผลึกของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต



รูปที่ 3.10 แผนผังเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึกแก้วโพลีเอทิลีนในโอบิต



รูปที่ 3.11 เตาเผาไฟฟ้า (electric furnace)

3.3.2 วิธีการวัดและตรวจวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของสารตัวอย่าง

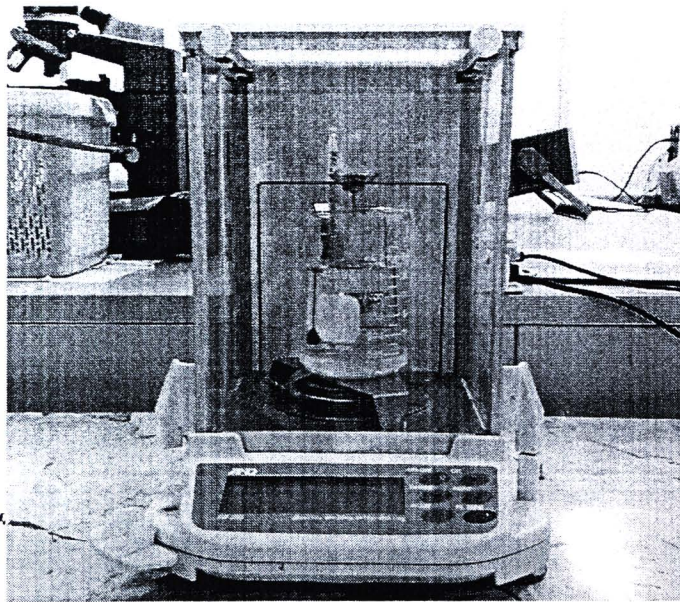
หลังจากที่ได้ทำการเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง แก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต ด้วยเงื่อนไขต่างๆแล้ว จึงนำชิ้นงานที่เตรียมได้มาทำการหาลักษณะเฉพาะ โดยกระบวนการวิเคราะห์ต่างๆ ที่เลือกใช้ในการวิเคราะห์เริ่มจาก การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ เช่น การวัดความหนาแน่นด้วยเทคนิคอาร์คิมิดีส (Archimedes) การตรวจสอบชนิดของเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิค SEM-EDS การวัดหาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ DSC การตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วย Raman spectroscopy และสมบัติทางไฟฟ้า อาทิ สมบัติทางไดอิเล็กทริก และสมบัติทางเพอร์โรอิเล็กทริก เป็นต้น ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3.2.1 การหาความหนาแน่น

การทดลองนี้ ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่เตรียมได้โดยการใช้หลักการแทนที่ของ Archimedes ซึ่งทำการทดลองโดยนำชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่น เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทั้งไว้ให้เย็นในอากาศ แล้วจึงนำชิ้นงานตัวอย่างมาชั่งในน้ำ (W_3) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการต้มมาชั่งน้ำหนัก ในอากาศ (W_2) แล้วจึงนำไปไว้ตู้อบอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้แห้ง ก่อนนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้ง (W_1) แล้วจึงทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการที่ 3.2

$$\rho_s = \frac{W_1}{W_2 - W_3} \times \rho_{st} \quad (3.1)$$

เมื่อ ρ_s และ ρ_{st} คือ ความหนาแน่นของชิ้นงานและของน้ำตามลำดับ
 W_1 คือ น้ำหนักของชิ้นงานหลังจากอบแห้ง
 W_2 คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในอากาศหลังจากต้มในน้ำ
 W_3 คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่ชั่งในน้ำหลังจากต้มในน้ำ



รูปที่ 3.12 เครื่องชั่งระบบดิจิทัล สำหรับวัดค่าความหนาแน่นผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300

3.3.2.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค (XRD)

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของสาร โดยอาศัยหลักการของการเลี้ยวของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) เมื่อรังสีตกกระทบบนผิวของวัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึกและมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบที่ลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์ก็จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั่นๆ ดังนั้น เมื่อนำเครื่องสำหรับการตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือเป็นสารประเภทใด นอกจากนี้รังสีที่ตรวจจับได้นั้นยังสามารถบอกได้ว่ามาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใดอีกด้วย โดยดูจากค่ามุม (Bragg's angle) และความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะของโครงสร้าง

สำหรับการตรวจสอบนั้นจะมีขั้นตอนในการเตรียมสารตัวอย่างดังต่อไปนี้

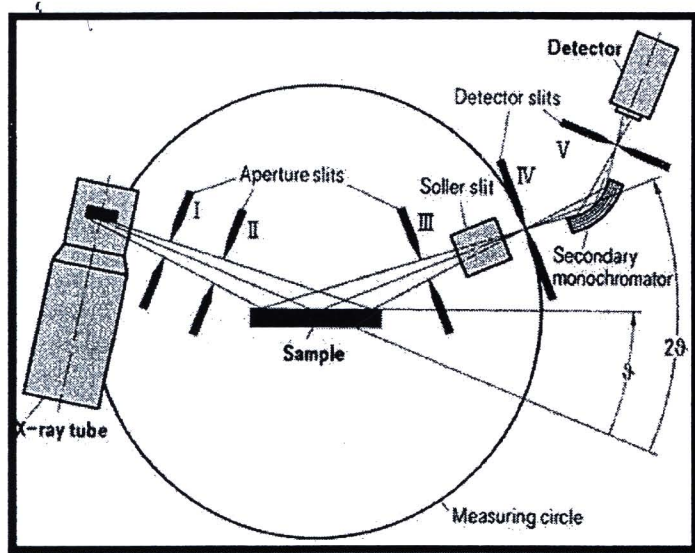
1. นำผงและชิ้นงานที่ได้มาบรรจุใส่ในแผ่นบรรจุชิ้นงาน (sample holder) จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (ในกรณีที่สารตัวอย่างเป็นผงให้นำมาบดให้ละเอียดแล้วบรรจุในแผ่นบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่างก่อน จากนั้นเกลี่ยผงตัวอย่างให้เรียบโดยใช้กระจกสไลด์)
2. เริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เท่ากับ 10° และมุมสุดท้าย 2θ เท่ากับ 60°

3. ผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสที่องค์ประกอบและความบริสุทธิ์ของชิ้นงานที่เกิดขึ้นโดยนำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรค ดังสมการที่ 3.1

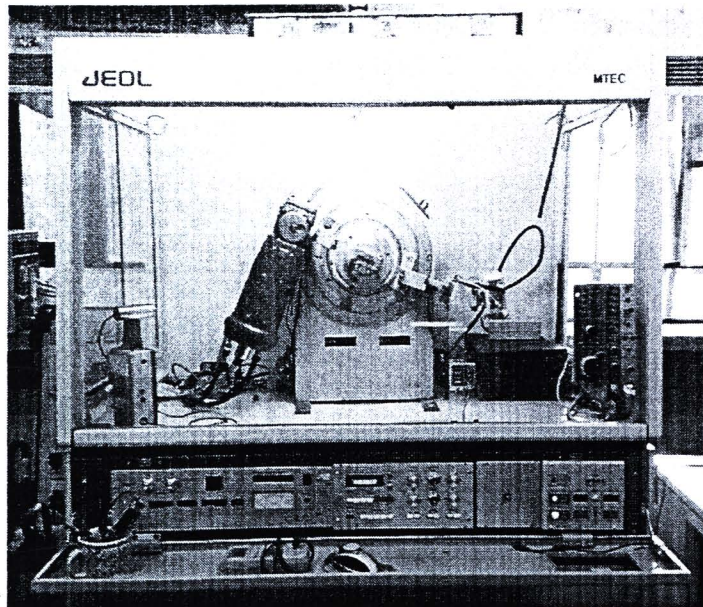
$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.2)$$

โดยที่ d คือระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

λ คือความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ในกรณีนี้ ($\lambda = 1.54439 \text{ \AA}$)



รูปที่ 3.13 การทำงานของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) [11]



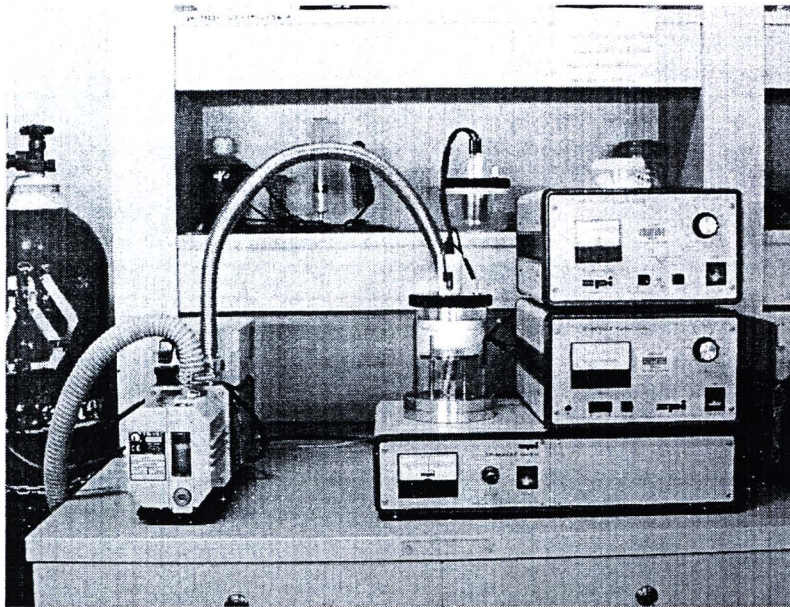
รูปที่ 3.14 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer), JEOL

3.3.2.3 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้เทคนิค FESEM-EDS

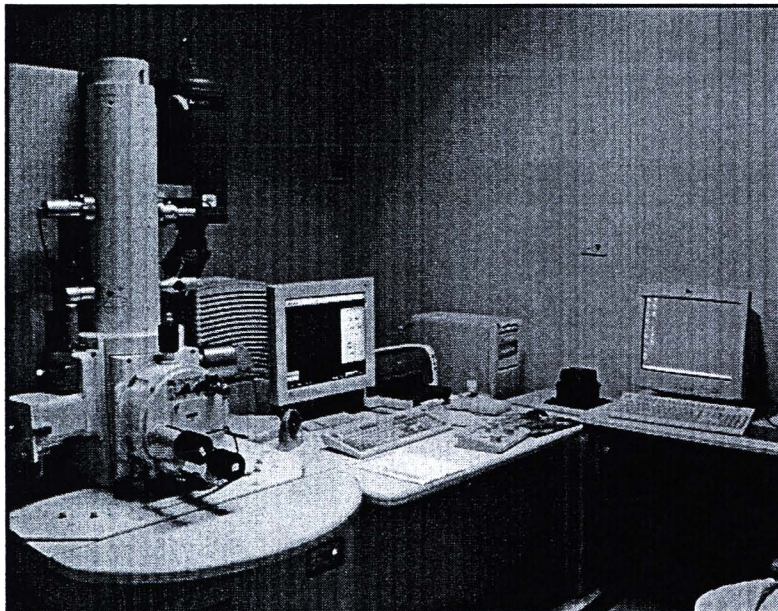
ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาค จะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของแก้วเซรามิก $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$ ที่เตรียมได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) โดยชิ้นงานแก้วเซรามิก $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$ จะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคในโหมดอิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (back scattered electron) นอกจากนี้ยังได้ทำการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการกระจายพลังงาน (energy dispersive spectroscopy) EDS อีกด้วย โดยขั้นตอนของการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างมีดังนี้

1. นำชิ้นงานแก้วเซรามิกที่เตรียมได้มาทำการขัดผิวชิ้นงานด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600, 800, 1200 ตามลำดับ แล้วนำไปขัดต่อด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.1 ไมครอน จนผิวหน้าของชิ้นงานมีความมันวาวคล้ายกระจก จากนั้นทำความสะอาดด้วยการใช้เครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 15 นาที เพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวของชิ้นงาน แล้วนำชิ้นงานไปอบ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดความชื้นออกไปจากชิ้นงาน
2. นำชิ้นงานไปติดบนแท่งทองแดง (stub) ด้วยเทปคาร์บอน โดยจัดชิ้นงานให้วางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมสำหรับการตรวจสอบ
3. ทำการเคลือบผิวของชิ้นงานที่เตรียมได้ด้วยทองคำ โดยใช้เทคนิคการพ่น (sputtering) เป็นเวลานาน 1 นาที ก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง

เกรดในโหมดต่างๆตามความเหมาะสม เพื่อทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ
ชิ้นงานต่อไป



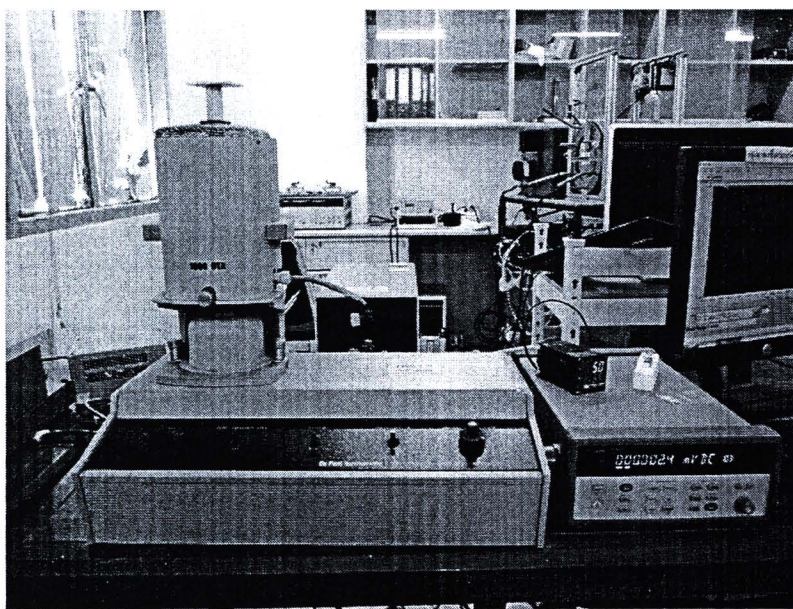
รูปที่ 3.15 เครื่อง sputtering รุ่น JFC-1100E



รูปที่ 3.16 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด FE-SEM (JEOL JSM 5910LV) รุ่น
7274

3.3.2.4 การตรวจสอบสมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาในรายละเอียดของพฤติกรรมทางความร้อน ของแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ($\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$) เพื่อทำการตรวจสอบหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการปลูกผลึก (หรือ heat treatment) และทำการเกิดเป็นแก้วเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต จากนั้นจึงวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (thermal analysis) หรือ DTA (differential thermal analysis) ซึ่งเป็นเทคนิคที่เหมาะสมในการใช้ตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของวัสดุที่มีลักษณะเป็นผง โดยเงื่อนไขในการทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 800°C ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ในด้วยอะลูมินา โดยใช้สารที่เป็นมาตรฐานคือ Al_2O_3 ซึ่งค่าที่ได้สามารถนำไปใช้ในการประมาณช่วงของอุณหภูมิที่เหมาะสมของการปลูกผลึกของสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

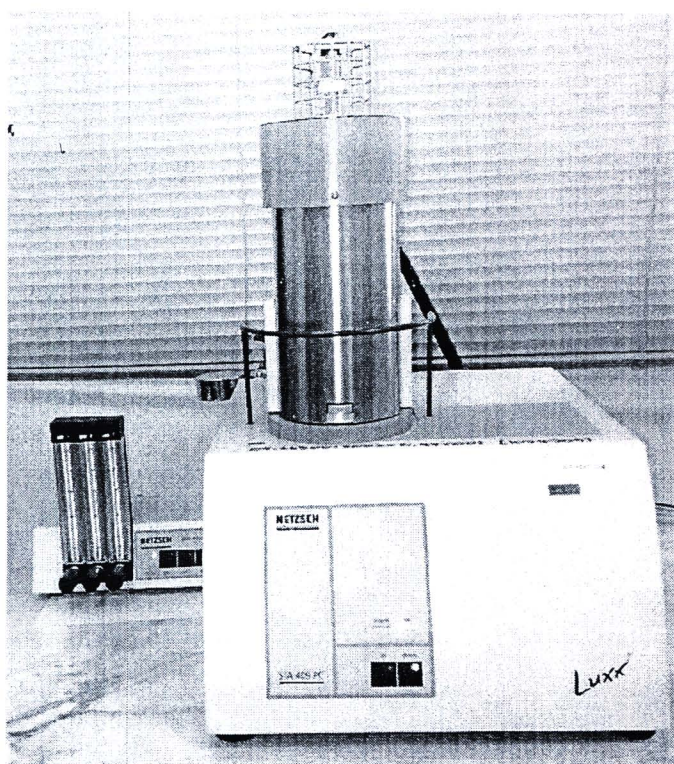


รูปที่ 3.17 แสดงเครื่อง High Temperature DTA Cell Adaptor

3.3.2.5 การตรวจสอบสมบัติเชิงพลังงานด้วยเทคนิค DSC

ในการทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อน DSC (differential scanning calorimetry) ด้วยเครื่อง NETZSCH รุ่น STA 409 PC LUXX^R ดังแสดงในรูปที่ 3.18 ด้วยเงื่อนไขในการทดลองที่อุณหภูมิห้อง จนถึง 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยใช้สารที่เป็นมาตรฐานดังนี้คือ In, Sn, Bi, Zn, Al, Ag, Au และ Ni ซึ่ง

สามารถทำการตรวจสอบได้ทั้งข้อมูล DSC และ TGA ในครั้งเดียวกัน ชิ้นงานที่จะนำมาใช้ทดสอบนี้จะใช้ชิ้นงานแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่บดให้ละเอียด ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค DSC นี้จะสามารถทราบถึงช่วงของอุณหภูมิที่แก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานความร้อนอันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ซึ่งค่าที่ได้สามารถนำไปใช้ในการประมาณช่วงของอุณหภูมิที่เหมาะสมของการปลูกผลึกของสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

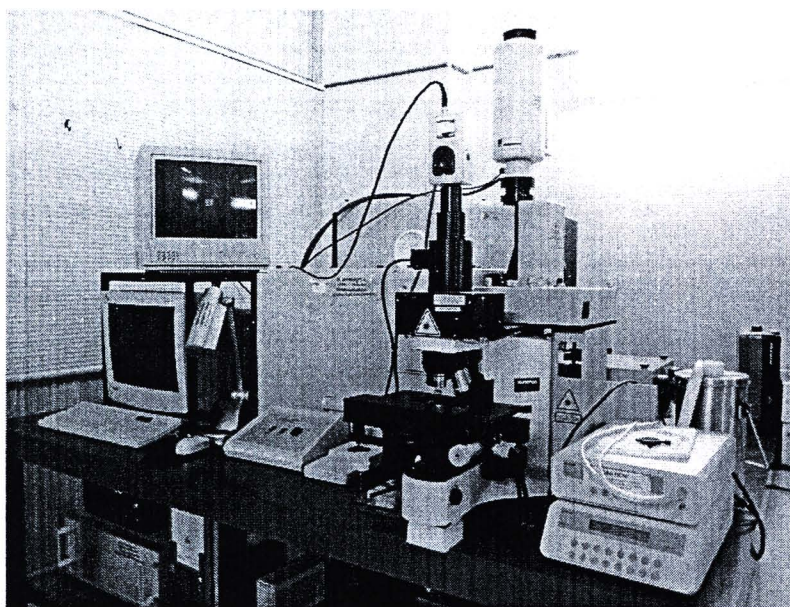


รูปที่ 3.18 แสดงเครื่อง DSC รุ่น STA 409 PC LUXX^R NETZSCH

3.3.2.6 การตรวจสอบสมบัติเชิงสเปกโทรสโกปีด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

สเปกโทรสโกปี (spectroscopy) เป็นศาสตร์ที่เกี่ยวข้องกับเรื่องของการทำอันตรกิริยาระหว่างคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic wave) กับสสาร (matter) ในที่นี้อาจจะเป็นไปได้ทั้งการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอน การเปลี่ยนระดับพลังงานของการหมุน (rotation) และการสั่น (vibration) ของโมเลกุล ซึ่งสเปกตรัมที่ได้จะสามารถนำไปวิเคราะห์หาข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของสสารที่ทำการทดสอบได้ อาทิ ความยาวพันธะ (bond length) มุมพันธะ (bond angle) ความแข็งแรงพันธะ การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายในและระหว่างโมเลกุล เป็นต้น การ

กระเจิงแบบรามาน (Raman scattering) เกิดขึ้นโดยใช้ลำแสงสีเดียว (monochromatic radiation) ที่มีความเข้มขึ้น (intensity) สูงผ่านเข้าไปในสารตัวอย่าง แสงบางส่วนจะทะลุผ่าน แสงบางส่วนจะถูกดูดกลืน และจะมีส่วนน้อยที่จะกระเจิงไปทุกทิศทุกทาง ด้วยการชนแบบยืดหยุ่นและไม่ยืดหยุ่น โดยการกระเจิงแบบรามานจะเกิดขึ้นเมื่อมีการชนแบบไม่ยืดหยุ่นเกิดขึ้นเท่านั้น และมักจะเกิดกับโมเลกุลที่มีความสมมาตร ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบทางสเปกโทรสโกปีที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะของโครงสร้างของสาร



รูปที่ 3.19 เครื่อง Raman spectrometer (JOBIN YVON HORIBA, T6400 triplemonochromator)

3.3.2.7 การตรวจสอบสมบัติเชิงแสง

1. การตรวจสอบร้อยละการส่องผ่าน (Transmittance, %T)

ในการทดลองนี้ทำการเตรียมชิ้นงานแก้วและแก้วเซรามิกโดยการขัดละเอียดดังเช่นการเตรียมผิวก่อนการนำไปศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค โดยต้องทำให้ผิวมีความเรียบและมันวาว เพื่อลดการกระเจิงของแสงขณะส่องผ่าน โดยการทดลองจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่ายูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer, UV-Vis) รุ่น VARIAN Cary 50 Conc แสดงในรูปที่ 3.20 UV-Vis เป็นการวัดพลังงานที่ดูดกลืนเข้าไปเมื่ออิเล็กตรอนถูกเลื่อนไปอยู่ในระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น (electronic transition) เนื่องจากเป็นปรากฏการณ์กระตุ้นอิเล็กตรอน บางครั้งจึงเรียก UV-Vis ว่า Electronic Spectroscopy โดยปกติช่วง UV จะมีความยาวคลื่นประมาณ 10 - 380



นาโนเมตร แต่การวิเคราะห์โดย UV Spectrum จะใช้ความยาวคลื่นในช่วง 200-780 นาโนเมตร ซึ่งเรียกว่า "Near-Ultraviolet Region" ในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 200 นาโนเมตร อากาศจะดูดกลืนรังสีในช่วงนี้ จึงต้องวัดสเปกตรัมภายใต้สุญญากาศ จึงเรียกความยาวคลื่นของ UV ในช่วงนี้ว่า "Vacuum-Ultraviolet Region" ส่วนความยาวคลื่นที่เราสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า หรือเรียกว่า "Visible Region" จะเป็นสเปกตรัมของในช่วงประมาณ 380-780 นาโนเมตร ซึ่งจะปรากฏให้เห็นเป็นสีต่างๆ ในการวัดร้อยละการส่องผ่านของชิ้นงาน จะวัดในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 200 – 800 นาโนเมตร หลักการทำงานของเครื่องมือชนิดนี้คือการให้แสงในช่วงความยาวคลื่นแสงที่สนใจจะศึกษาผ่านยังชิ้น บางส่วนของแสงจะถูกดูดกลืนเข้าไปในชิ้นงานและบางส่วนจะทะลุผ่านชิ้นงาน แสงบางส่วนที่ทะลุผ่านไปโดนไม่ถูกดูดกลืนเรียกว่า แสงส่องผ่าน (transmitted light) ร้อยละการส่องผ่านสามารถคำนวณได้จากสมการ

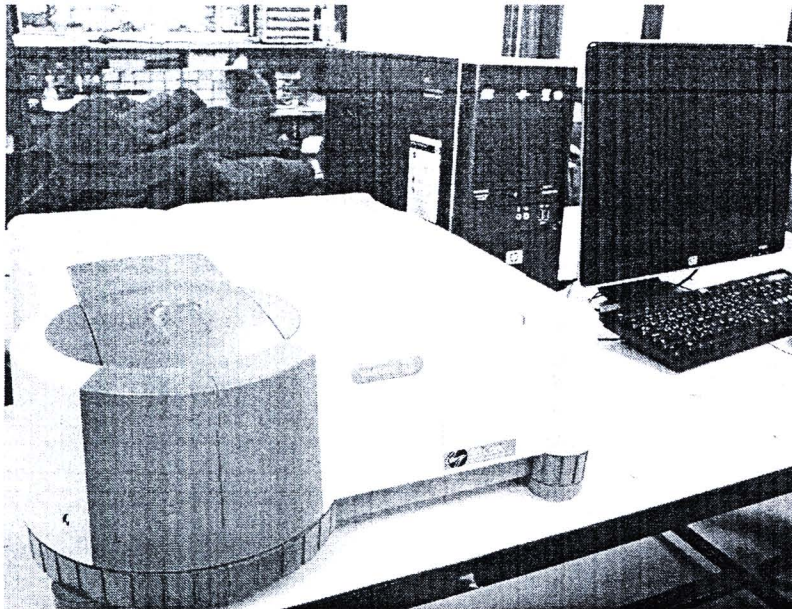
$$\frac{\text{แสงที่ส่องผ่านชิ้นงาน}}{\text{แสงที่ส่องผ่านสารละลายอ้างอิง}} = \text{ค่าการส่องผ่าน} = t \quad (3.3)$$

สารละลายอ้างอิงจะใช้เปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบ ซึ่งเป็นส่วนประกอบภายในเครื่อง และร้อยละการส่องผ่านก็คือเวลาที่ใช้ในการส่องผ่าน (transmittance time) คิดเป็น 100% ดังสมการ

$$\%T = t \times 100\% \quad (3.4)$$

อย่างไรก็ตาม นอกจากการวัดร้อยละการส่องผ่านได้แล้ว เครื่องมือชนิดนี้ก็สามารถวัดร้อยละการดูดกลืนของชิ้นงานได้ โดยหาได้จากสมการ

$$A = -\log(\text{Transmittance}) \quad (3.5)$$



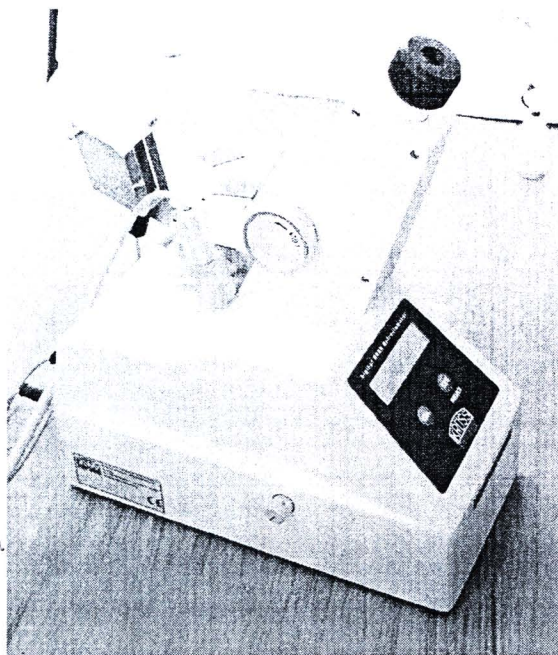
รูปที่ 3.20 แสดงเครื่อง UV-Visible spectrophotometer รุ่น VARIAN Cary 50 Conc

2. การหาค่าดัชนีการหักเหแสงของชิ้นงานแก้วเซรามิก (refractive index)

สำหรับการหาค่าดัชนีหักเหแสงนั้นจะใช้เครื่อง Digital ABBE Refractometer รุ่น D-22976 Hamburg โดยชิ้นงานที่ใช้ทดสอบจะต้องมีความเรียบและผ่านการขัดละเอียดมาเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ดัชนีการหักเหของแสงใช้บ่งบอกถึงความเร็วของแสงที่ลดลงเมื่อผ่านตัวกลางที่ศึกษา ยกตัวอย่าง เช่น ค่าดัชนีการหักเหของแสงในแก้วโซดาไลม์มีค่าเท่ากับ 1.5 หมายถึงแสงที่เดินทางผ่านแก้วชนิดนี้จะมีความเร็วประมาณ $1/1.5 = 0.67$ เท่าของแสงที่เดินทางผ่านสุญญากาศ ค่าดัชนีหักเหได้จาก

$$n = \frac{c}{v_p} \quad (3.6)$$

เมื่อ n คือค่าดัชนีหักเหแสงของชิ้นงานที่เราต้องการตรวจสอบ c คือความเร็วของแสงหรือเสียงในตัวกลางอ้างอิง (reference medium) และ v_p คือความเร็วแสงของชิ้นงาน



รูปที่ 3.21 เครื่องมือ Digital ABBE Refractometer รุ่น D-22976 Hamburg

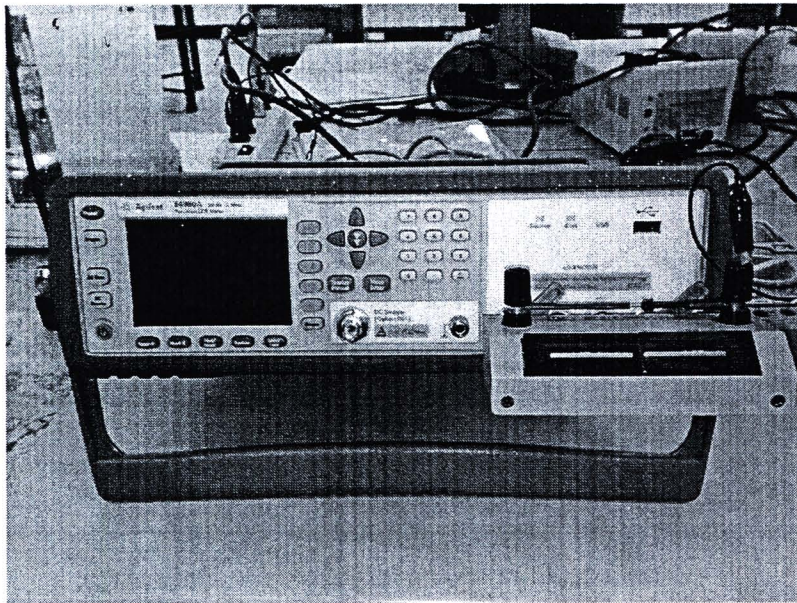
3.3.2.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

1. การตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity, ϵ_r) และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Dielectric loss, $\tan \delta$) ที่อุณหภูมิห้อง

ในการตรวจสอบค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกนี้ ในการทดลองนี้ ได้ทำการตรวจสอบเบื้องต้นที่อุณหภูมิห้อง คือ ประมาณ 20 องศาเซลเซียส สามารถหาค่าได้โดยใช้เครื่อง LCZ มิเตอร์ รุ่น Agilent E4980A ดังรูปที่ 3.15 ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ในช่วงความถี่ 20 Hz - 2 MHz โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานตัวอย่าง แก้วเซรามิก $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$ ที่ผ่านการเตรียมด้วยเงื่อนไขต่างๆ มาแล้ว มาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800 เพื่อให้ผิวหน้าของทั้งสองด้านขนานกัน จากนั้นวัดค่าความหนาและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานทดสอบ แล้วไปทำขั้วไฟฟ้าโดยการทาฉนวนเงินแบบแห้งได้ในอากาศ (air-dry silver paint) ทั้งสองด้านของชิ้นงาน จากนั้นนำชิ้นงานมาหาค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ที่ความถี่ 1, 10, 20, 50, 100 kHz ตามลำดับ แล้วนำค่าความจุไฟฟ้าที่ได้มาทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก จากสมการที่ 3.3

$$\varepsilon_r = \frac{Cd}{\varepsilon_0 A} \quad (3.7)$$

เมื่อ ε_r คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของชิ้นงานตัวอย่าง
 C คือ ค่าความจุไฟฟ้ามีหน่วยเป็นฟารัด (F)
 d คือ ความหนาของสาร ไดอิเล็กทริกมีหน่วยเป็นเมตร (m)
 A คือ พื้นที่ของไดอิเล็กทริกมีหน่วยเป็นตารางเมตร (m²)
 ε_0 คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสุญญากาศมีค่าเท่ากับ 8.854×10^{-12} F/m

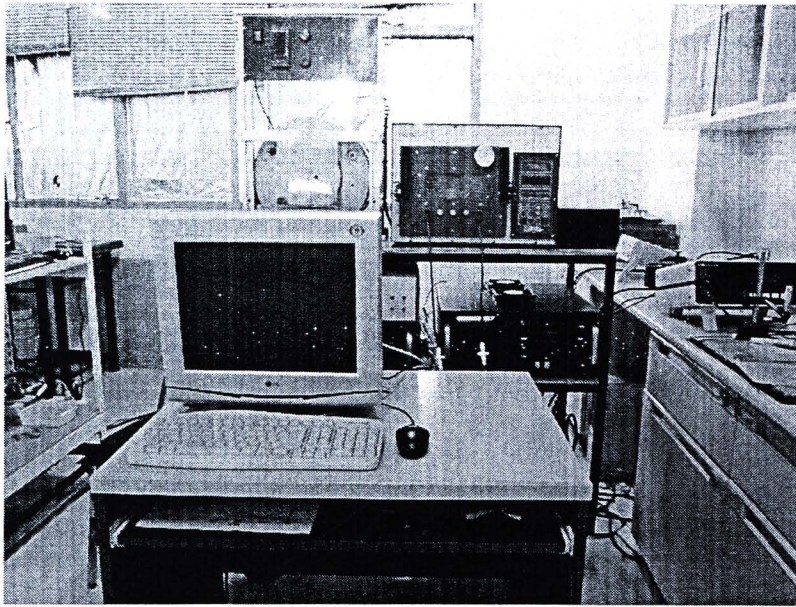


รูปที่ 3.22 แสดงเครื่อง LCZ มิเตอร์ รุ่น Agilent E4980A

2. การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric measurement)

ในงานทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของแก้วเซรามิกโพแทสเซียม-โซเดียมไนโอเบตที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าด้วยทองคำ (Gold sputtering) แล้วมาทำการตรวจสอบสมบัติของเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการวิเคราะห์จากวงฮิสเทอรีซิส เพื่อการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า และโพลาริเซชันของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตอีกทั้งยังได้ทำการศึกษาถึงสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน (remanent polarization; P_r) และค่าสนามไฟฟ้าคงเหลือของโพลาริเซชัน (coercive electric field; E_c) ของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ซึ่งจะสามารถประมาณสนามไฟฟ้าสูงสุดที่สามารถให้แก่ชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียม-

โซเดียมไนโอเบตได้ที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อไม่ให้เกิดการลัดวงจรของกระแสไฟฟ้า (breakdown) ซึ่งเป็นผลให้ชิ้นงานเกิดความเสียหายได้ โดยใช้เครื่องวัดวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis analyzer) model 6093 ผลิตโดยบริษัท RADIANT ซึ่งสามารถให้สนามไฟฟ้าได้สูงสุดที่ 20 kV/cm โดยเริ่มจากการนำชิ้นทดสอบมาใส่ในชุดทดสอบ จากนั้นทำการจุ่มชุดทดสอบลงในพาชนะบรรจุน้ำมันซิลิโคนอยู่ภายใน จากนั้นทำการทดสอบโดยค่อยๆ เพิ่มสนามไฟฟ้าเข้าไป แล้วจึงทำการเก็บข้อมูล



รูปที่ 3.23 เครื่อง Hysteresis analyzer ผลิตโดยบริษัท RADIANT (Technologie, inc.) model 6093