

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง

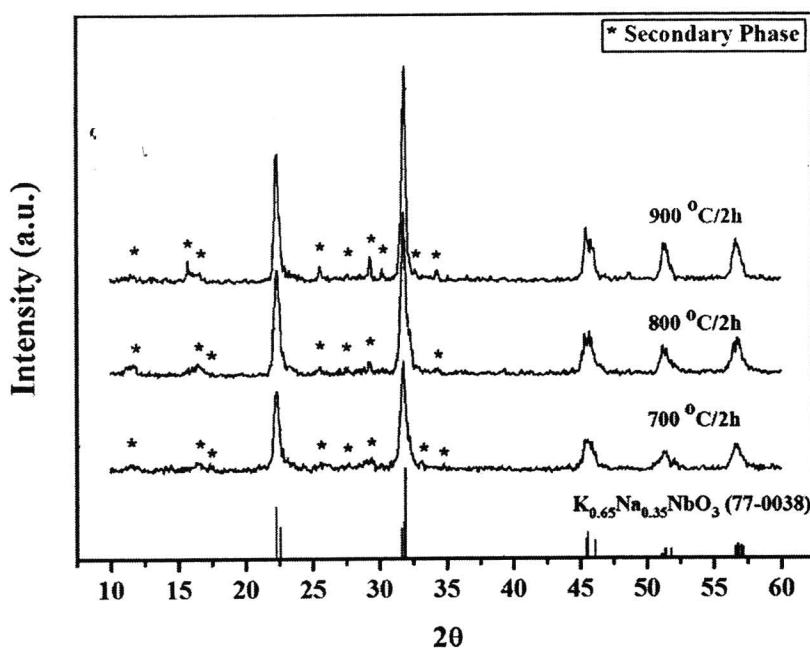
สำหรับในงานวิจัยนี้ได้แสดงผลการทดลองเป็นสามส่วนใหญ่ๆ คือ การเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม (conventional mixed oxide method) การเตรียมแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตในระบบซิลิเกตด้วยวิธีการอินคอร์ปอเรชัน (incorporation) และการปลูกผลึกของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตโดยกระบวนการทางความร้อน (heat treatment) จากนั้นจึงนำชิ้นงานไปวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางสเปกโทรสโกปี โครงสร้างทางจุลภาค ตลอดจนศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า อาทิเช่น สมบัติทางไดอิเล็กทริก และสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นต้น

4.1 การเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

การเตรียมสารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตหรือ KNN ทำได้โดยกระบวนการผสมแบบออกไซด์แบบดั้งเดิม (conventional mixed oxide method) โดยการเลือกใช้สารตั้งต้นดังต่อไปนี้คือ 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%) มาผสมกันเป็นสัดส่วนที่ได้คำนวณไว้ในบทที่ 3 จากนั้นจึงนำผงของสารตั้งต้นที่ซึ่งผสมกันด้วยเทคนิคการบดเปียกด้วยลูกบดเชอร์โคเนีย (ball milling) เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ในสารละลายอะซีโตน โดยใช้พาชนะบรรจุคือขวดโพลีเอทิลีน หมุนนานเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยการคนด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic bar) พร้อมให้ความร้อนเพื่อกำจัดสารละลายอะซีโตนออก แล้วจึงนำมาอบให้แห้งเป็นระยะเวลานาน 24 ชั่วโมง นำผงที่แห้งดีแล้วมาบดด้วยโกร่งบดสารโดยระมัดระวังเรื่องของความชื้นเป็นพิเศษ จากนั้นจึงนำไปเคลือบที่อุณหภูมิ 600 - 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 2 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มและลดของอุณหภูมิเท่ากับ 100 และ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงตามลำดับ แล้วจึงนำไปตรวจสอบองค์ประกอบของเฟสด้วยเทคนิคการกระจายของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) และโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดที่อาศัยการปลดปล่อยอิเล็กตรอนเนื่องจากสนาม (Field emission scanning electron microscope, FESEM) โดยจะได้กล่าวรายละเอียดในส่วนถัดไป

4.1.1. ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD

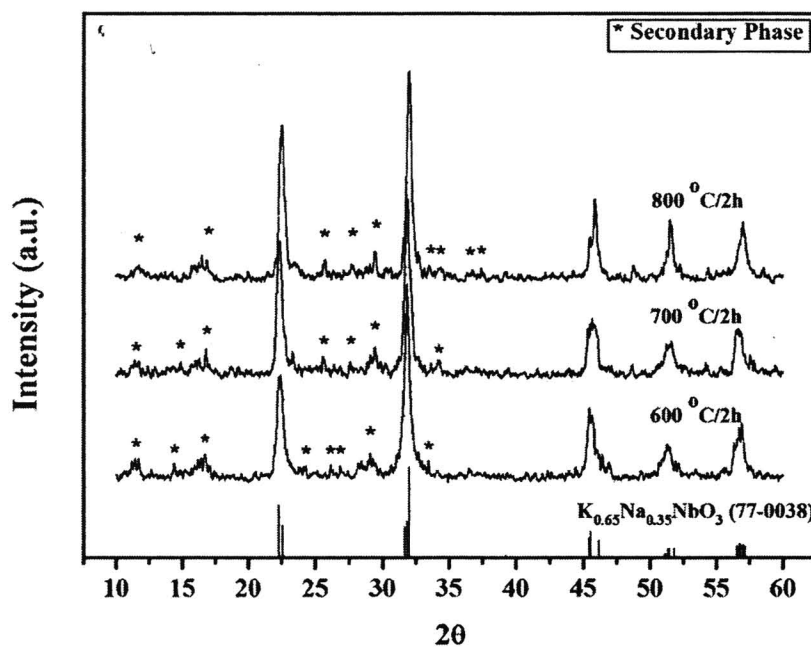
จากการวิเคราะห์ผงที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) ทำให้ทราบว่าการควบคุมความชื้นและอัตราส่วนของสารจะส่งผลอย่างมากต่อความบริสุทธิ์ของสารที่ได้ ในช่วงแรกของการทดลองนั้นการเตรียมผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตหรือ KNN มักจะเกิดเฟสที่ไม่ต้องการแทรกในโครงสร้างค่อนข้างมาก ผลการทดลองที่ได้เป็นดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน (*) แสดงเฟสลำดับที่สอง

กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ของผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับมาตรฐาน JCPDF หมายเลข 77-0038 ซึ่งเป็นเฟสองค์ประกอบของ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$ พบว่าสารตั้งต้นที่เตรียมได้นั้นเกิดเฟสหลักคือเฟสของ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$ แทรกกับเฟสลำดับที่สอง (เฟสปนเปื้อน) อยู่ ทั้งนี้การเกิดเฟสลำดับที่สองหรือลักษณะที่ไม่เป็นปริมาณสัมพันธ์ (non-stoichiometry) ในขณะที่ทำการเผาแคลไซน์มีสาเหตุเนื่องมาจากการสูญเสียของโซเดียมหรือโพแทสเซียมที่ทำปฏิกิริยากับความชื้นได้ง่ายในขณะเตรียม นอกจากนี้ยังพบว่าความเป็นผลึกและเฟสปนเปื้อนเหล่านี้จะชัดเจนขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้น ดังเช่นชิ้นงานที่แคลไซน์อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ในรูป 4.1 เป็นต้น

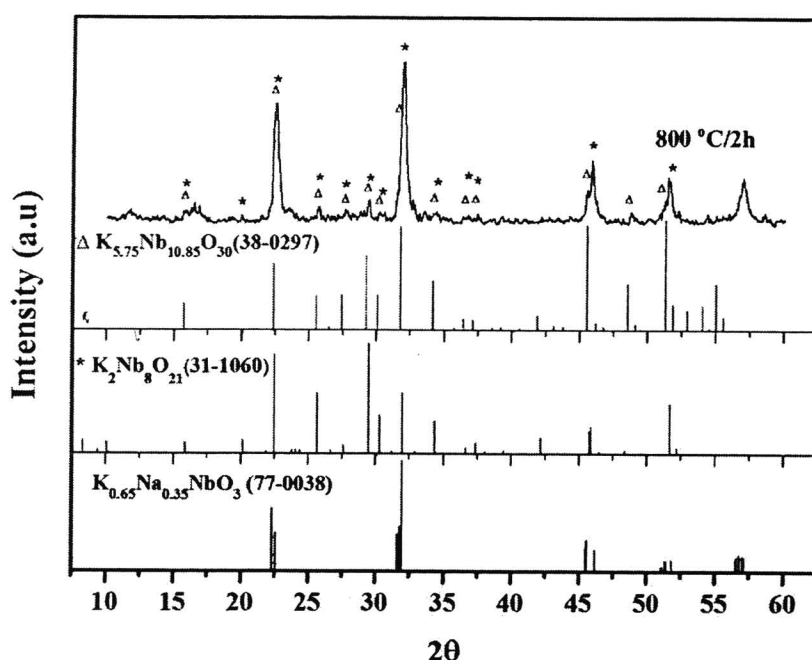
จากนั้นจึงทำการเตรียมสารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตใหม่ ซึ่งเพิ่มความรอบคอบในกระบวนการเตรียมสาร โดยเฉพาะอย่างยิ่งการระมัดระวังเรื่องการควบคุมความชื้นในสาร และเนื่องจากผลที่ได้จากการศึกษาองค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD ดังในรูปที่ 4.1 พบว่าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสสามารถเกิดโครงสร้างของเฟสโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตได้ จึงทำให้การทดลองต่อมาเลือกที่จะใช้ช่วงของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ต่ำลงได้ ซึ่งช่วงอุณหภูมิที่จะเลือกทำการศึกษาต่อไปก็คือ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส อันเป็นช่วงอุณหภูมิที่มีความน่าจะเป็นของการเกิดสารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตมากที่สุด และผล XRD ที่ได้จากการเผาแคลไซน์สารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ทำการเตรียมใหม่นี้เป็นไปดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (*) แสดงเฟสลำดับที่สองเทียบกับ JCPDF หมายเลข 77-0038 ซึ่งเป็นเฟสองค์ประกอบของ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าฟิสิกส์ที่ได้อีกยังมีลักษณะคล้ายกับฟิสิกส์ของรูปที่ 1 คือเกิดเฟสแปลกปลอมอยู่และอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นก็ทำให้ความเป็นผลึกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเช่นกัน ทำให้ทราบว่าความชื้นของสารตั้งต้นที่ทำให้การสังเคราะห์ไม่ตรงกับผลคำนวณปริมาณสารจากสมการ (non-stoichiometry) ไม่ได้เป็นสาเหตุหลักของการเกิดเฟสลำดับที่สอง จากการเปรียบเทียบกับมาตรฐาน

JCPDF ทำให้ทราบว่าเฟสลำดับที่สองที่เกิดขึ้นเป็นเฟสของโพแทสเซียมไนโอเบต คือ $K_{5.75}Nb_{10.85}O_{30}$, $K_2Nb_8O_{21}$ และ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$ ที่เกิดขึ้นพร้อมกับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ดังที่ปรากฏในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ($K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$) ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบกับ $K_{5.75}Nb_{10.85}O_{30}$, $K_2Nb_8O_{21}$ และ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$

จากปัญหาที่เกิดขึ้นจึงทำให้มีความพยายามทำการศึกษาเพิ่มเติมจากรายงานต่างๆ [42,43] ทำให้ทราบว่าจากความคลาดเคลื่อนทางด้านปริมาณสารสัมพันธ์ (non-stoichiometry) เพียงเล็กน้อยก็สามารถทำให้เกิดเฟสลำดับที่สองได้ง่าย เฟสลำดับที่สองนี้ได้แก่ เฟสของโพแทสเซียมไนโอเบต ($KNbO_3$) ที่เกิดได้ง่ายกว่าเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต เนื่องจากเฟสนี้มีความเสถียรกว่า และสามารถเกิดได้หลายอัตราส่วน การสรุปสาเหตุของการคลาดเคลื่อนทางด้านปริมาณสารสัมพันธ์ ที่ทำให้โพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตไม่เป็นปริมาณสารสัมพันธ์มีดังนี้

1. สารตั้งต้นที่เป็นสารประกอบอัลคาไลน์คาร์บอเนตได้แก่ K_2CO_3 และ Na_2CO_3 เป็นสารที่มีความไวต่อความชื้นในอากาศสูงทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนของปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry)

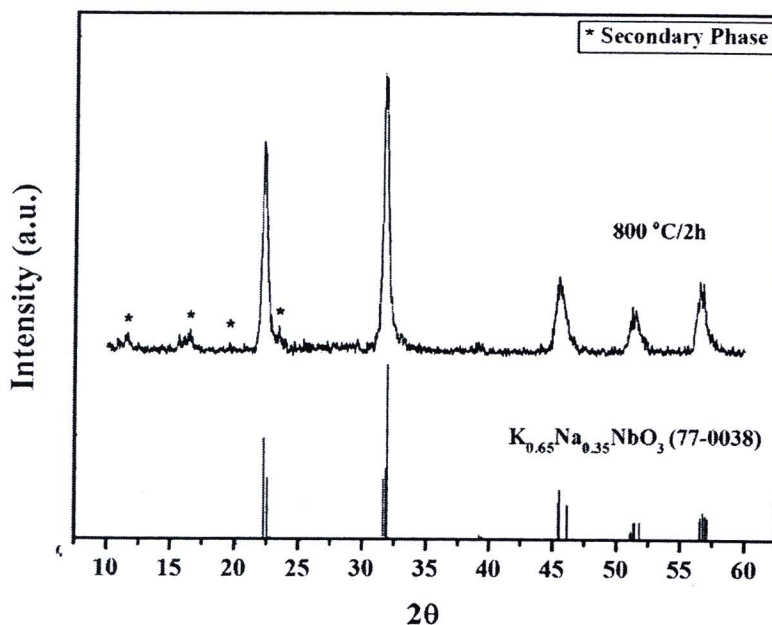
2. การระเหยของสารประกอบอัลคาไลน์คาร์บอเนตในกระบวนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนของปริมาณสารสัมพันธ์ได้เช่นกัน

จากทั้งสองสาเหตุทำให้การเตรียมสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตด้วยกรรมวิธีการเผาแบบปฏิกิริยาสถานะของแข็งแบบดั้งเดิมหรือแคลไซน์ให้มีความบริสุทธิ์สูงนั้นทำได้ยาก อย่างไรก็ตามยังมีรายงานหลายรายงานที่เลือกทำการเติมสารประกอบอัลคาไลน์คาร์บอเนตเกิน (excess) ในสัดส่วนร้อยละ 0.1 – 5 โดยโมล ก่อนการเผาแคลไซน์ ก็สามารถเตรียมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์ได้ ดังที่ได้รายงานไว้ใน Egerton และคณะ [15] กับ Bomlai และคณะ [42]

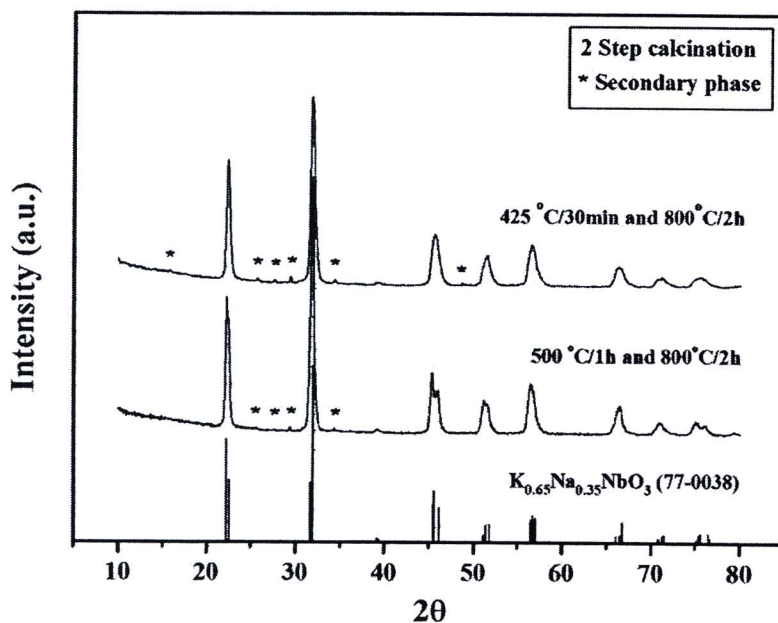
จากรายงานของ ภาคภูมิ และคณะ [6] ได้ศึกษาการเตรียมสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตด้วยเผาแคลไซน์ พบว่าสามารถเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์ได้เช่นกัน โดยที่ไม่ต้องทำการเติมสารประกอบอัลคาไลน์คาร์บอเนตเกิน อย่างไรก็ตาม จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องมีการควบคุมเรื่องความชื้นในทุกขั้นตอนของการเตรียม และอุณหภูมิที่ใช้เผาแคลไซน์ก็คือ 700-800 องศาเซลเซียส จากข้อมูลดังกล่าวจึงได้พยายามเตรียมสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตอีกครั้ง โดยในครั้งนี้การเตรียมสารตั้งต้นทั้งในขั้นตอนก่อนการชั่งและก่อนการเผาแคลไซน์จะผ่านการอบในตู้อบเพื่อกำจัดความชื้นทุกครั้ง จากการเตรียมพบว่าสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่เตรียมได้นั้นมีความบริสุทธิ์เพิ่มสูงขึ้น แต่ถึงอย่างไรก็ตาม ก็ยังเกิดเฟสลำดับสองอยู่เล็กน้อย ดังกราฟในรูปที่ 4.4

สำหรับการเผาแคลไซน์แบบสองขั้นตอน ได้เลือกเผาที่อุณหภูมิที่ 425 และ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที และ 1 ชั่วโมงตามลำดับ อุณหภูมิสุดท้ายที่เลือกใช้คือ 800 องศาเซลเซียสแช่นาน 2 ชั่วโมง ผลที่ปรากฏคือกราฟที่ได้มีความเรียบขึ้น และเกิดลักษณะขององค์ประกอบโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบต ดังรูป 4.5 อย่างไรก็ตาม ยังพบฟิสิกส์ของเฟสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตแทรกอยู่แต่มีปริมาณที่ลดน้อยลง

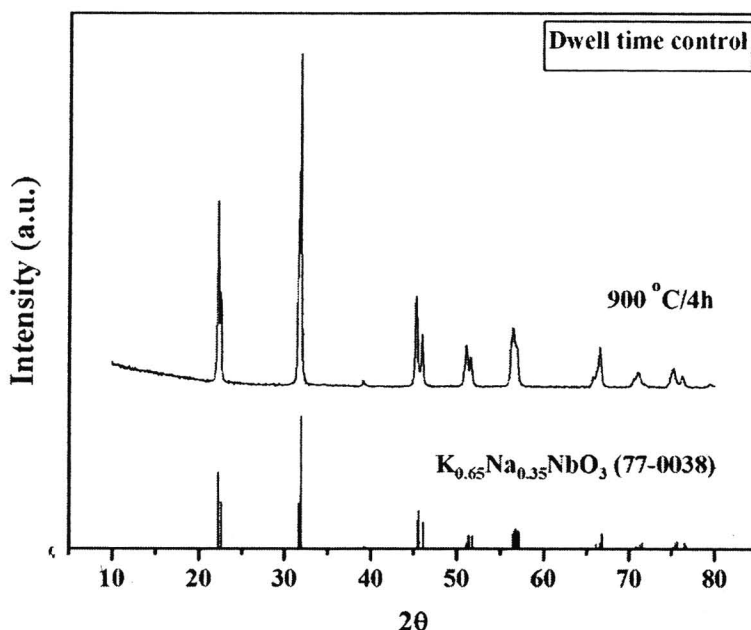
ผลของการเพิ่มระยะในการเผาโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตนั้น เป็นที่น่าพอใจ โดยการเลือกใช้อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสแช่เป็นระยะเวลานาน 4 ชั่วโมง จะให้กราฟของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์และมีความเป็นผลึกสูง ผลที่ได้แสดงได้ดังรูป 4.6



รูปที่ 4.4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมโซเดียม-ไนโอเบตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เทียบกับ JCPDF หมายเลข 77-0038 ซึ่งเป็นเฟสองค์ประกอบของ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$



รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมโซเดียม-ไนโอเบตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 425 และ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที และ 1 ชั่วโมงตามลำดับ และ อุณหภูมิสุดท้ายที่เลือกใช้คือ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเทียบกับ JCPDF หมายเลข 77-0038 หรือเฟสองค์ประกอบของ $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$



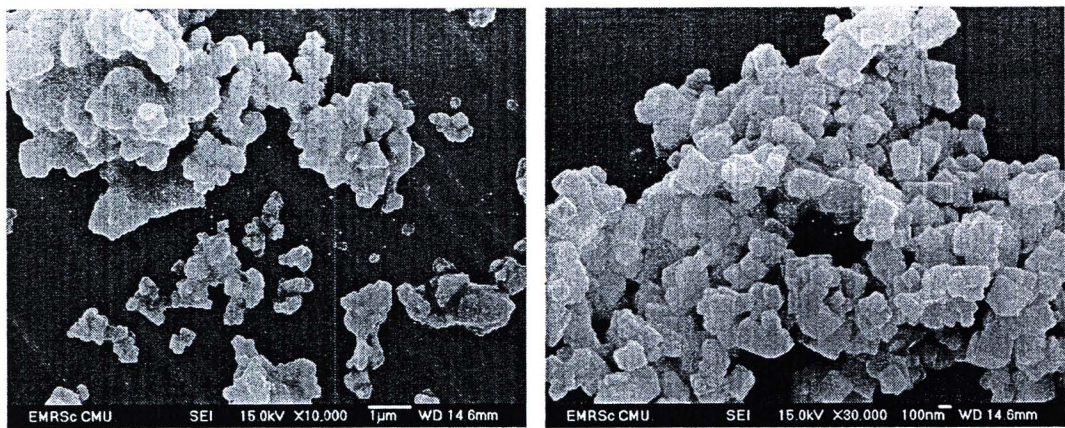
รูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารประกอบออกไซด์โพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ผลจากภาพจะพบว่ากราฟของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ได้มีความบริสุทธิ์ และจะเกิดขึ้นได้ดีหากมีการควบคุมระยะเวลาในการเผาแซ่ อุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่จะเลือกใช้ในการเตรียมแก้วเซรามิกในรายงานนี้คือการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสแซ่เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ผลการทดลองที่ได้นี้สอดคล้องกับงานวิจัยของของ Hongliang Du (2006) [49] ที่ได้เลือกศึกษาการเตรียมโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตโดยควบคุมอุณหภูมิและความดันในการเผานี้ที่มีต่อสมบัติทางเพียโซอิเล็กทริก บางส่วนของการทดลองกล่าวว่า สามารถเตรียมโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์ได้ด้วยการเผาที่ อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ซึ่งจากการทดลองที่ได้เพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลาในการแคลไซน์ พบว่าสามารถเตรียมโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์ได้โดยอุณหภูมิที่ 900 องศาเซลเซียสนานระยะเวลา 4 ชั่วโมงก็สามารถเตรียมโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์ได้เช่นกัน

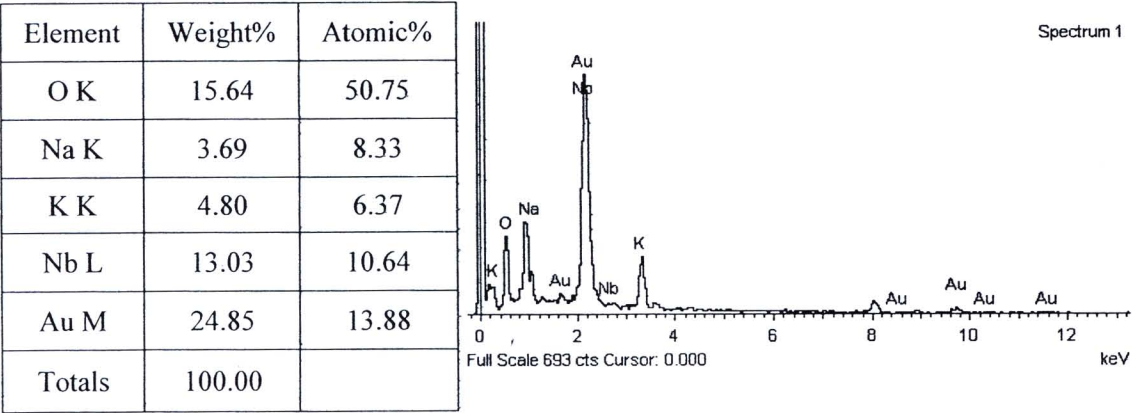
สำหรับการนำผงดังกล่าวไปใช้ในการเตรียมแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต นอกจากจะทำการศึกษาผดที่มีความบริสุทธิ์ดีแล้ว ก็ยังได้เลือกชุดผดที่ไม่บริสุทธิ์ไปใช้ในการศึกษาเปรียบเทียบผลกัน เพื่อตรวจสอบว่าชุดแก้วที่มีความแตกต่างกันดังกล่าวจะให้คุณสมบัติที่แตกต่างกันอย่างไร

4.1.2 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาของผงด้วยเทคนิค SEM- EDS

ผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 4 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในรูปที่ 4.7 พบว่าอนุภาคผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยม มีขนาดของผงอยู่ในระดับ 0.5 ไมโครเมตรเล็กไปจนถึงระดับ 200 นาโนเมตร และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS สามารถตรวจพบธาตุองค์ประกอบของผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต คือธาตุ K, Na, Nb และO ในปริมาณร้อยละ 4.8, 3.69, 13.03 และ 50.75 โดยน้ำหนักตามลำดับ ดังที่แสดงในรูป 4.8



รูปที่ 4.7 รูปแสดงสัณฐานวิทยาของผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสนาน 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.8 ข้อมูลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ในผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 4 ชั่วโมง

4.2 ผลการศึกษาเตรียมแก้วโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต

ในการเตรียมแก้วเซรามิกนั้น ทำได้โดยการนำผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์และไม่บริสุทธิ์มาใช้ในการสร้างแก้วฐาน โดยผงที่ได้จะถูกนำไปผสมกับซิลิกาในอัตราส่วนร้อยละ 75 โดยโมลของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตต่อร้อยละ 25 โดยโมลของซิลิกา และอัตราส่วนร้อยละ 80 โดยโมลของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตต่อร้อยละ 20 โดยโมลของซิลิกา สัดส่วนของการเตรียมแสดงให้เห็นดังตารางที่ 4.1 จากนั้นนำไปหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 15 นาที ด้วยอัตราขึ้นของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ในเบ้าหลอมทองคำขาวหรือถ้วยแพลตินัม (platinum crucible) และทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว ด้วยการเทลงบนแม่พิมพ์โลหะสแตนเลสและทับทันทีที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเมื่อได้ชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ต้องการแล้วจึงนำไปบดเป็นผงเพื่อนำไป วิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วย XRD หาความหนาแน่นของชิ้นงานด้วยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส การตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเครื่องวิเคราะห์รามาน (Raman spectroscopy) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมแก้วเซรามิก $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$ ต่อไป

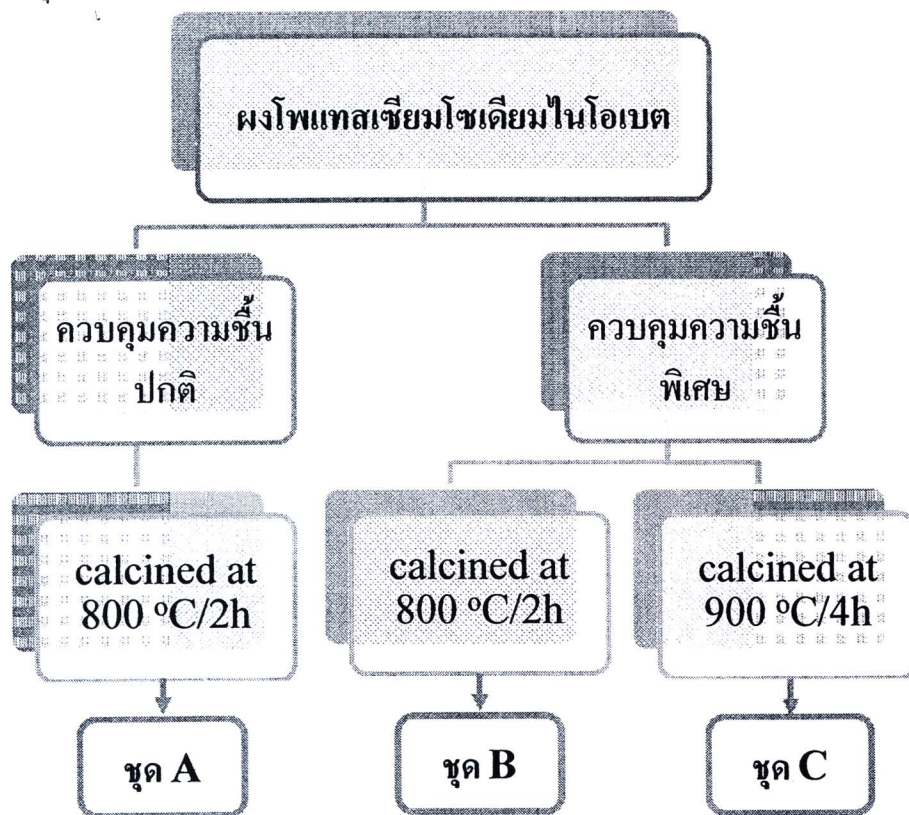
ตารางที่ 4.1 ปริมาณอัตราส่วนระหว่าง KNN และ SiO_2 ที่ใช้ในการเตรียมแก้วแต่ละชุด

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

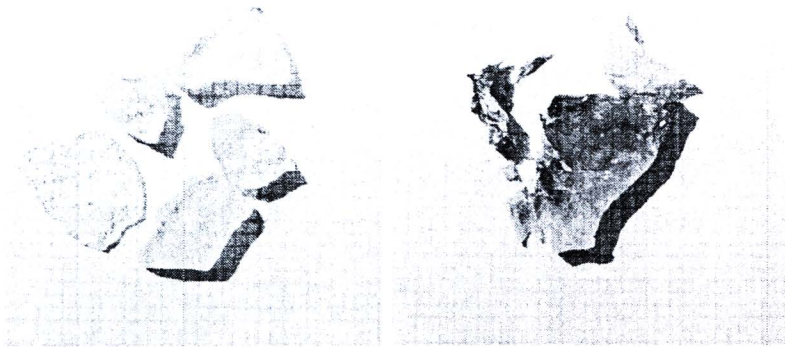
4.2.1 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ

สำหรับชุดของแก้วที่เลือกศึกษาสามารถแบ่งได้เป็น 3 ชุดเงื่อนไขหลักแบ่งตามการเตรียมผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต โดยชุดที่ 1 (A) คือชุดแก้วที่ได้จากผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง ชุดที่ 2 (B) คือชุดแก้วที่ได้จากผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย และชุดที่ 3 (C) คือชุดแก้วที่ได้จากผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูง แสดงผังแผนภาพในรูป 4.9 จากภาพชุดการทดลองทั้งสามที่แตกต่างกันในเรื่องการเตรียมสารตั้งต้นและกระบวนการทางความร้อน จะให้ระบบแก้วที่มีความแตกต่างกันนั้น

คือ ชุด A ชุด B และชุด C อย่างไรก็ตาม ในการเตรียมแก้วแต่ละครั้งนอกจากจะเกิดเฟสที่แตกต่างกันเนื่องจากความบริสุทธิ์ที่แตกต่างกันแล้ว การหลอมเหลวในแต่ละครั้งก็มีความแตกต่างกัน แม้สารตั้งต้นจะมาจากชุดเดียวกัน การเตรียมแก้วจึงได้ทดลองเตรียมแก้วหลายครั้งโดยทำให้ได้แก้วที่มีความแตกต่างกัน เช่น แก้วที่มีองค์ประกอบคือ $75\text{KNN}:25\text{SiO}_2$ จะให้แก้วแตกต่างกันดังรูปที่ 4.10 พบว่าการที่แก้วที่ได้มีความใสหรือขุ่นแตกต่างกัน นอกเหนือจากจะมีปัจจัยของสภาพแวดล้อมเช่นความชื้นหรือระยะเวลาในการทำให้แก้วเย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว เข้ามาเกี่ยวข้องแล้ว ก็ยังอาจจะมีสาเหตุมาจากน้ำแก้วหลอมมีความเสถียรต่ำทำให้ควบคุมลักษณะแก้วที่ต้องการได้ยาก ดังนั้นในการเตรียมแก้วแต่ละครั้งจึงต้องทำด้วยความรวดเร็วทั้งส่วนของการเทน้ำแก้วและทบน้ำแก้ว และไม่เลือกหลอมแก้วในช่วงที่มีความชื้นสูง



รูปที่ 4.9 แสดงแผนภาพชุดของผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ใช้ในการเตรียมแก้ว



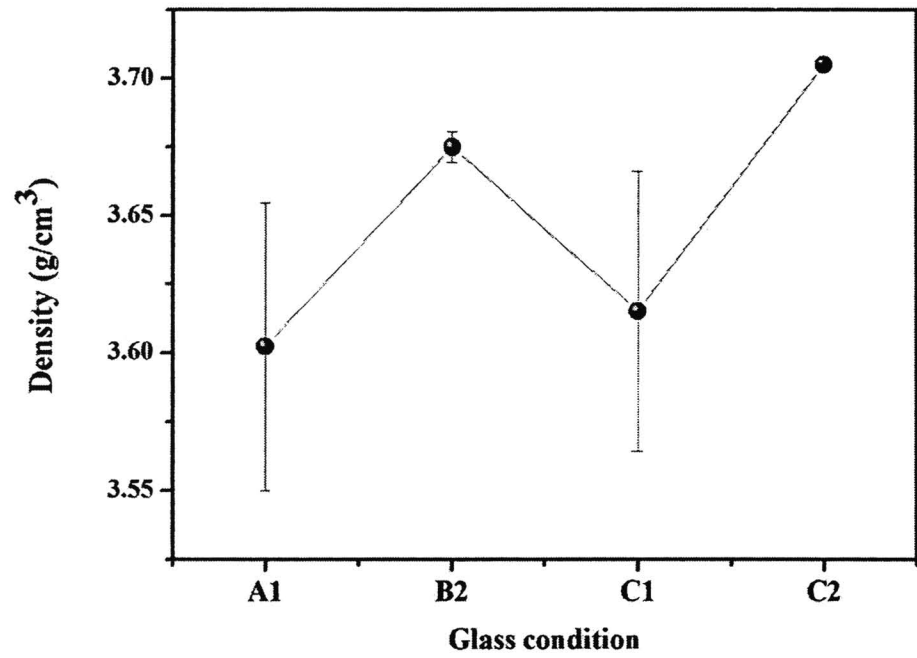
รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะชิ้นงานแก้วที่ได้จากการทดลองหลอม เพื่อหาช่วงเวลาการเทแก้วที่เหมาะสมสำหรับการสร้างแก้วที่มีความโปร่งใส โดยเลือกศึกษาที่องค์ประกอบของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตต่อซิลิกาที่ร้อยละ 75:25 โดยโมล

ลักษณะของแก้วที่แตกต่างกันโดยปกตินั้นเป็นผลมาจากระยะเวลาที่ใช้ในการทำให้เย็นตัวของน้ำแก้วหลอมและความชื้นของบรรยากาศ ซึ่งจะส่งผลต่อการเกิดผลึกภายในเนื้อแก้ว และส่งผลต่อคุณสมบัติแสง เช่นความใสของชิ้นงาน เนื่องจากว่าผลึกภายในเนื้อแก้วจะทำให้แสงที่ส่องผ่านเข้ามาเกิดการกระเจิงออกทุกทิศทาง แก้วจึงมีลักษณะโปร่งแสงหรือทึบแสงนั่นเอง

สำหรับการเลือกศึกษาชิ้นงานแก้ว จะใช้แก้วตัวอย่างที่มีความโปร่งใส และแตกต่างกันในเรื่องขององค์ประกอบและเงื่อนไขของการเตรียมผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่ต่างกันเป็นจำนวน 5 ชิ้นงานตัวอย่าง ดังรายละเอียดในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.11 การวิเคราะห์ความหนาแน่นของชิ้นงานพบว่าไม่แตกต่างกันมากนักในชิ้นงานแก้วแต่ละชุด

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะที่แตกต่างกันของชิ้นงานแต่ละชนิด

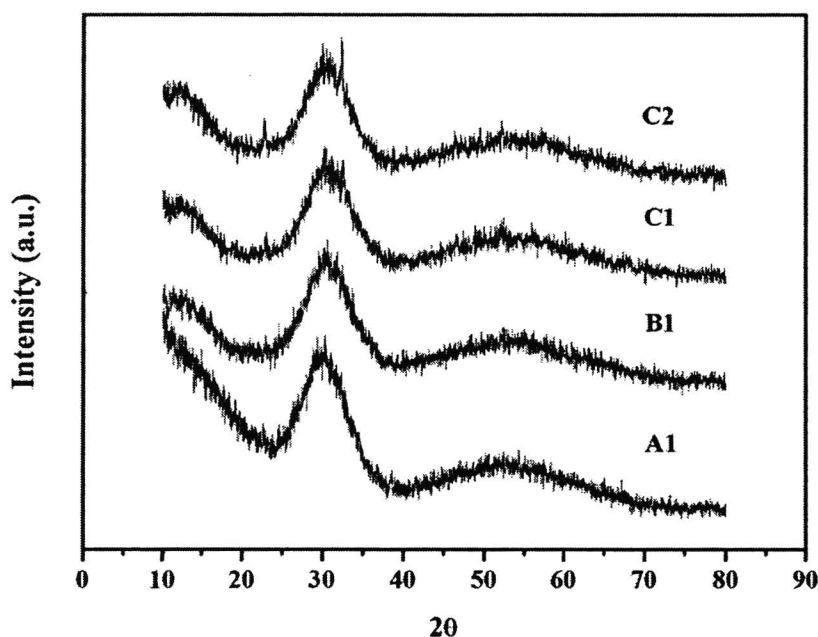
องค์ประกอบ	เงื่อนไขการเผา (อุณหภูมิ/ระยะเผาแซ่)	สัญลักษณ์	ความหนาแน่น (g/cm ³)
ผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A)			
75KNN : 25SiO ₂	800°C/ 2h	A1	3.6021
ผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย (B)			
75KNN : 25SiO ₂	800°C/ 2h	B1	-
75KNN : 25SiO ₂	800°C/ 2h	B2	3.6748
ผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูง (C)			
75KNN : 25SiO ₂	900°C/ 4h	C1	3.6151
80KNN : 20SiO ₂	900°C/ 4h	C2	3.7047



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความหนาแน่นของชิ้นงานแก้ว

4.2.2 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD

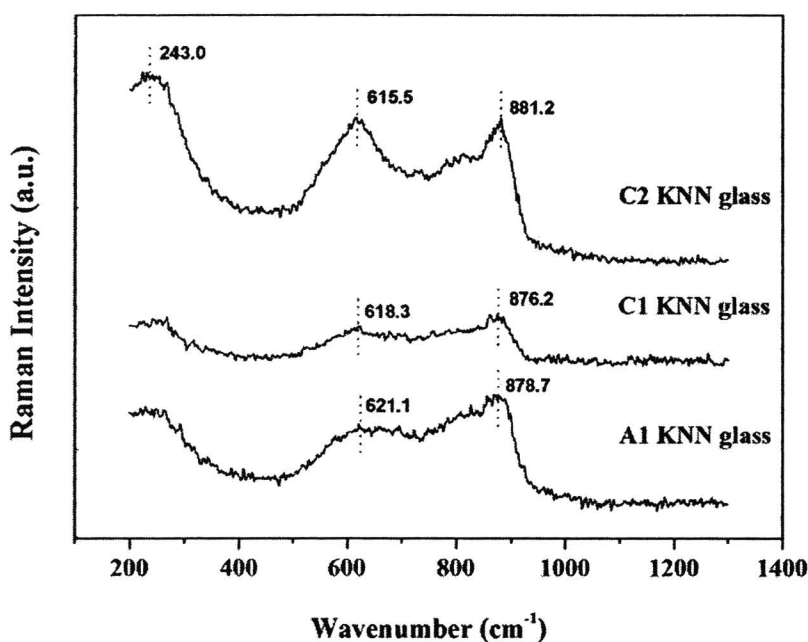
จากการศึกษาพบว่าแก้วโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตจะมีลักษณะที่เป็นอสัณฐาน (amorphous) คือเป็นฟิคกว้าง (broad) แต่จะเกิดกราฟที่มีฟิคให้เห็นบ้างเล็กน้อยที่ประมาณมุม 32 องศา โดยฟิคที่ได้มีความเข้มแสง (intensity) ที่ไม่สูงมากเมื่อเทียบกับผงโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่อยู่ในกลุ่มเซรามิก ฟิคของแก้วโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตอีกหลายๆ เงื่อนไขจะมีลักษณะที่คล้ายกันดังในรูปที่ 4.12 อย่างไรก็ตามยังไม่พบผลึกเกิดขึ้นชัดเจนในแก้วที่ยังไม่ผ่านกระบวนการทางความร้อน ในแก้วที่ใช้สารตั้งต้นที่มีบริสุทธิ์โดยมีอัตราส่วนของ KNN : SiO₂ คือ ร้อยละ 75 : 25 โดยโมล (C1) และร้อยละ 80 : 20 โดยโมล (C2) จะพบว่าเกิดฟิคที่ 2θ เท่ากับ 23 และ 32 ขึ้น จากการนำไปตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยการเปรียบเทียบข้อมูลจาก JCPDS พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นมีความสอดคล้องกับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต (K_{0.65}Na_{0.35}NbO₃) หรือหมายเลข JCPDS คือ 77-0038 โดยมีโครงสร้างผลึกแบบมอโนคลินิก (monoclinic structure)



รูป 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแก้วโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตของแก้วเซรามิกที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์ต่างกันโดยมีอัตราส่วนของ KNN:SiO₂ เท่ากับร้อยละ 75:25 โดยโมล (A1, B1 และ C1) และ KNN:SiO₂ เท่ากับร้อยละ 80:20 โดยโมล (C2)

4.2.3 ผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปี

ผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเครื่องรามานของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกันโดยจะพบแถบของการสั่น (vibration band) ตั้งแต่ $200 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ และพบว่าแก้วที่เตรียมได้จะมีพีคของรามานสเปกตรัมเกิดขึ้นในหลายช่วงเลขคลื่น (wavenumber) และมีลักษณะที่ไม่แตกต่างกันมากนักดังที่แสดงในรูปที่ 4.13 พีคของรามานที่เกิดขึ้นในช่วงระหว่าง $800 - 900 \text{ cm}^{-1}$ นี้แสดงถึงการที่ในโอเบียมมีการจับกันแบบออกตระฮิดรอล (NbO_6) โดยมีออกซิเจนที่ไม่ได้ทำพันธะเหลืออยู่ ส่วนพีคที่เกิดขึ้นในช่วง $600 - 800 \text{ cm}^{-1}$ จะไม่มีออกซิเจนที่ไม่ได้ทำพันธะเหลืออยู่ในโครงสร้าง จึงไม่มีการบิดเบี้ยว สำหรับความเข้มแสงที่มีความต่างกัน เป็นผลมาความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตและอัตราส่วนของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตกับซิลิกาที่แตกต่างกัน



รูป 4.13 แสดงรูปแบบของรามานสเปกตรัมของแก้วเซรามิกที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์ต่างกันชุด A1 คือ แก้วที่ใช้สารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์สูง, ชุด C1 คือแก้วที่ใช้สารตั้งต้นที่บริสุทธิ์โดยมีอัตราส่วนของ KNN : SiO_2 คือร้อยละ 75 : 25 โดยโมลและชุด C2 คือแก้วที่ใช้สารตั้งต้นที่บริสุทธิ์โดยมีอัตราส่วนของ KNN : SiO_2 คือร้อยละ 80 : 20 โดยโมล



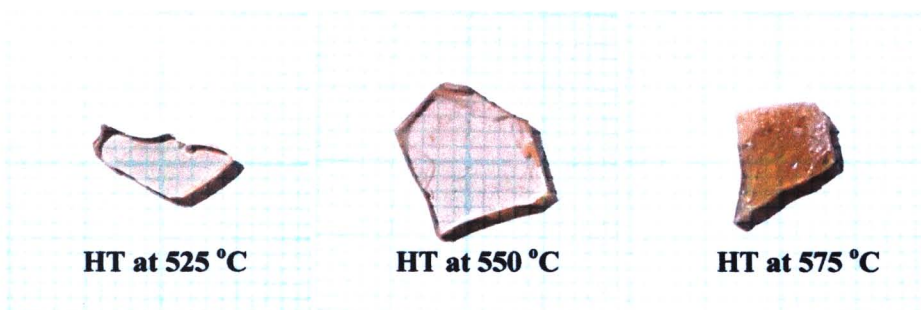
4.3 ผลการศึกษาการเตรียมแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ได้หลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อน (Heat treatment)

ในขั้นตอนของการทดลองนี้เป็นส่วนของการปลูกผลึกภายในเนื้อแก้วที่ได้จากการเตรียมในหัวข้อที่ 4.2 โดยการผ่านกระบวนการปลูกผลึกด้วยความร้อน (heat treatment) เพื่อให้ได้เกิดผลึกภายในเนื้อแก้วและเผาแซ่เพื่อให้ผลึกเกิดการเติบโต การทดลองนี้ได้เลือกทดลองปลูกผลึกแก้วในช่วงอุณหภูมิที่ทำให้แก้วใสเปลี่ยนเป็นแก้วขุ่นเพื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติต่างๆของแก้วที่ใสและไม่ใส อย่างไรก็ตาม การทดลองยังได้ทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนหรือ DTA เพื่อทำการศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเกิดผลึกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตอย่างสมบูรณ์ โดยไม่มีเฟสอื่นแปลกปลอมภายใน เงื่อนไขที่ใช้ในการปลูกผลึกคือ อุณหภูมิช่วง 500 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 650 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียส ต่อนาทีและอัตราการลดลงของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่คือ 4 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำชิ้นงานแก้วที่ปลูกผลึกไปทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนและพลังงานด้วย DTA และ TG-DSC วิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วยรังสีเอกซ์หรือ XRD การตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเครื่อง Raman spectroscopy การศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค FESEM-EDS จากนั้นจึงนำแก้วเซรามิกที่ได้ไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริก เป็นต้น

4.3.1 ผลของการเตรียมแก้วเซรามิกที่ได้จากผงตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A)

4.3.1.1 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ

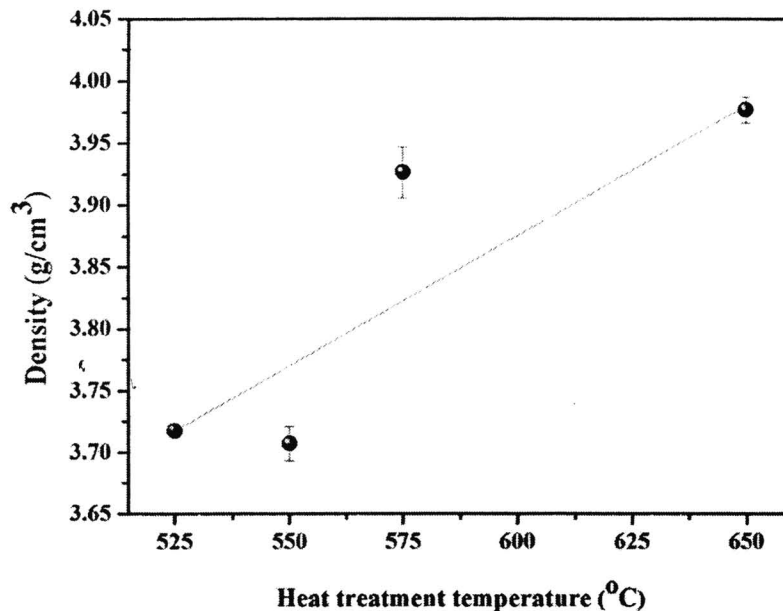
จากการเลือกทดลองใช้สารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (ชุด A) ในการเตรียมแก้วเซรามิก โดยขอใช้สัญลักษณ์คือ A1 พบว่าสามารถสร้างแก้วที่มีความใสและออกสีเหลืองเล็กน้อยได้ หลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อน หรือ heat treatment เพื่อทำการปลูกผลึกในเนื้อแก้วที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และ อัตราการลดลงของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่คือ 4 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ได้มีความโปร่งแสงที่ลดลง จนกระทั่งทึบในที่สุด สาเหตุที่ความโปร่งแสงของชิ้นงานแก้วลดลงนั้นเป็นผลมาจากผลึกที่เกิดขึ้นมีการเติบโตขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง การกระเจิงของแสงจึงเกิดขึ้นได้มากจนกระทั่งแสงไม่สามารถทะลุผ่านชิ้นงานได้ในที่สุด ลักษณะของชิ้นงานเป็นไปดังรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 แสดงลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

นำชิ้นงานที่ได้มาหาความหนาแน่น โดยเทคนิคการแทนที่น้ำหรืออาร์คิมิดีส (Archimedes) พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีแนวโน้มของความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการทางความร้อนเพื่อปลูกผลึกเพิ่มสูงขึ้น ดังรูปที่ 4.15 ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นที่สูงที่สุดคือชิ้นงานที่ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส โดยมีความหนาแน่นเท่ากับ 3.98 g/cm^3 ส่วนชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการทางความร้อนและชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าคือ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส จะมีความหนาแน่นที่น้อยกว่าคือ 3.60, 3.72, 3.71 และ 3.93 g/cm^3 สาเหตุของความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นคือการที่ผลึกในเนื้อแก้วเติบโตขึ้น

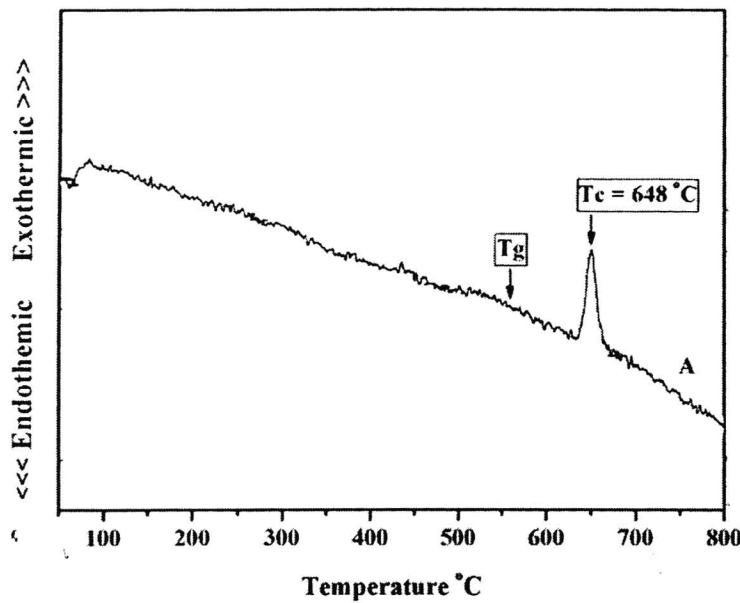
ตามอุณหภูมิการปลูกผลึก จำนวนและขนาดของผลึกที่เพิ่มขึ้น ทำให้โครงสร้างภายในแก้วเซรามิกเกิดเรียงตัวชิดกันจนทำให้แก้วเซรามิกมีความหนาแน่นที่เปลี่ยนแปลงไป



รูปที่ 4.15 แสดงความหนาแน่นของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

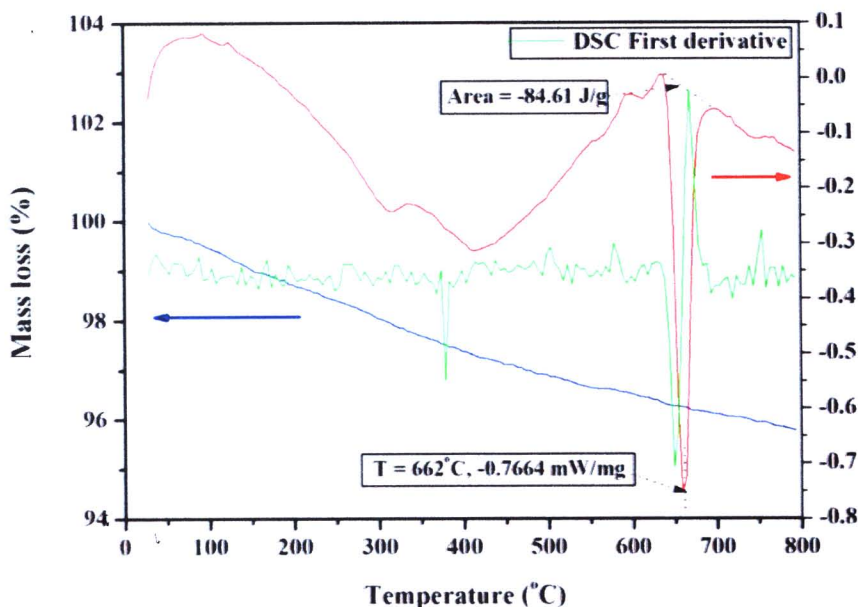
4.3.1.2 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ TG-DSC

จากการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA โดยมีเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษาคือช่วงอุณหภูมิห้องคือประมาณ 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และใช้ซิลิกา (SiO_2) เป็นตัวเทียบมาตรฐาน ทำให้ทราบถึงรูปแบบการเปลี่ยนแปลงเฟสของแก้วเซรามิกดังรูปที่ 4.16 พบว่าที่อุณหภูมิที่ 648 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่แสดงการคายพลังงานของแก้วเซรามิก พิกที่เกิดขึ้นนี้จะแสดงถึงช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการตกผลึก (crystallization temperature, T_c) จะสังเกตเห็นว่าผล XRD ของแก้วนั้นจะแสดงความเป็นผลึกที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส ซึ่งใกล้เคียงกับจุดที่เกิดพีคของกราฟ DTA ส่วนแก้วที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 525 -575 องศาเซลเซียสจะมีลักษณะที่ขุ่น อาจเนื่องมาจากการเกิดการแยกเฟส (phase separation) ในเนื้อแก้วนั่นเอง



รูปที่ 4.16 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1)

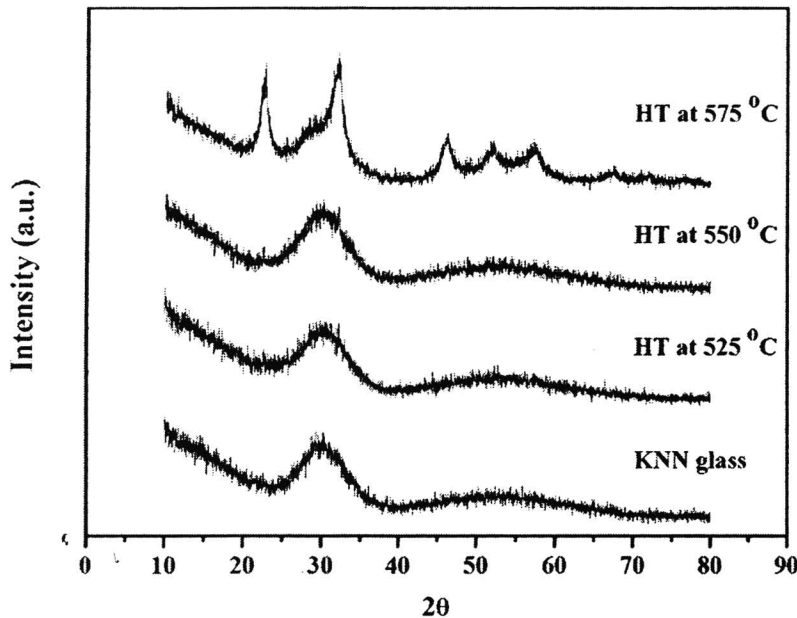
จากการวิเคราะห์ทางความร้อนเชิงพลังงาน TG-DSC เพื่อยืนยันกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค DTA เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของแก้วเซรามิกโดยมีเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษาคือช่วงอุณหภูมิห้องคือประมาณ 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที พบลักษณะการเปลี่ยนแปลงของพลังงานได้ดังรูป จากรูป 4.17 ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากชุด A1 พบว่าที่อุณหภูมิเท่ากับ 662 องศาเซลเซียส ชิ้นงานจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นและเกิดการคายความร้อนเท่ากับ 0.07664 mW/mg จากกราฟจะบอกถึงการสูญเสียของมวลที่เกิดขึ้นซึ่งจะช่วยอธิบายถึงการสลายตัวของชิ้นงานอันเนื่องมาจากความร้อน พบว่าการสูญเสียของมวลจะเกิดขึ้นแบบค่อยเป็นค่อยไป โดยที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสพบการสูญเสียของมวลเหลือเพียง 95.8 % จะพบว่าการสูญเสียที่เกิดขึ้นเกิดเป็นจำนวนที่ต่ำเนื่องจากแก้วเซรามิกมีความเสถียรของโครงสร้างสูง แต่การที่ยังเกิดการสูญเสียของมวลเกิดขึ้นเล็กน้อยนี้อาจเป็นผลมาจากความร้อนที่ให้เข้าไปในอัตราเพิ่มที่สม่ำเสมอจะทำให้เกิดการสั่น (vibrate) ของอะตอม และอะตอมบางส่วนได้หลุดออกไปในสัดส่วนที่เท่ากัน ทำให้การสูญเสียยังเกิดขึ้นเล็กน้อย



รูปที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค TG-DSC ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1)

4.3.1.3 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD

จากการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของผงแก้วที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง หรือชุด A1 นี้ด้วยเทคนิค XRD เป็นดังรูปที่ 4.18 พบว่าชิ้นงานแก้วที่ยังไม่ผ่านกระบวนการทางความร้อน และชิ้นงานที่ผ่านการใช้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียส จะแสดงลักษณะความเป็นอสัณฐานส่วนใหญ่ คือไม่มีความเป็นผลึกเกิดขึ้นภายในเนื้อแก้ว ในช่วงอุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียส จะตรวจพบฟลักของเฟสองค์ประกอบเล็กน้อยปรากฏที่มุม 2 θ เท่ากับ 23 และ 32 องศา ที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียสปรากฏเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตอย่างชัดเจน โดยตรวจสอบได้จากการเทียบกับข้อมูล JCPDS พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นมีความสอดคล้องกับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ($K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$) หรือหมายเลข JCPDS คือ 77-0038 โดยมีโครงสร้างผลึกแบบมอโนคลินิก (monoclinic structure)

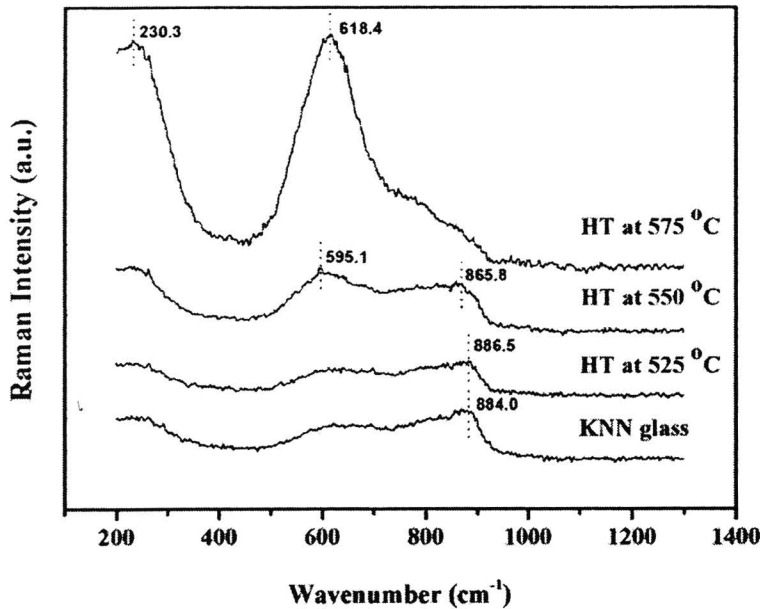


รูปที่ 4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

4.3.1.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปี

ผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman spectroscopy) ของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยจะพบแถบของการสั่น (vibration band) ตั้งแต่ $200 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ พบว่าแก้วที่เตรียมได้จะมีฟลักของรามานสเปกตรัมเกิดขึ้นในหลายช่วงเลขคลื่น (wavenumber) และมีลักษณะที่ไม่แตกต่างกันมากนักดังที่แสดงในรูป 4.19 จากการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีพบว่าฟลักของรามานที่เกิดขึ้นในช่วงระหว่าง $800 - 900 \text{ cm}^{-1}$ นี้เป็นผลมาจากการที่ไนโอเบียมมีการจับกันแบบออกตระฮิดรอล (NbO_6) โดยมีออกซิเจนที่ไม่ได้ทำพันธะเหลืออยู่ โครงสร้าง ณ บริเวณนี้จึงเกิดการบิดเบี้ยวได้มาก ส่วนฟลักที่เกิดขึ้นในช่วง $600 - 800 \text{ cm}^{-1}$ จะไม่มีออกซิเจนที่ไม่ได้ทำพันธะเหลืออยู่ในโครงสร้าง จึงไม่มีการบิดเบี้ยว จากกราฟจะเห็นได้ว่าการบิดเบี้ยวของโครงสร้างเกิดมากเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึกต่ำ แก้วจะมีความเป็นอสัณฐานสูง แต่เมื่ออุณหภูมิในการปลูกผลึกสูงขึ้นการบิดเบี้ยวของโครงสร้างจะเกิดน้อยลง และมีความเป็นผลึกเพิ่มสูงขึ้น จากกราฟฟลักที่เกิดขึ้นที่เลขคลื่นเท่ากับ 230 cm^{-1} จะเกิดการตัดโค้งของพันธะ O-Nb-O และจะมีการขยายตัวของพันธะ O-Nb-O ภายในโครงสร้างของไนโอเบียมออกตระฮิดรอลแสดงออกมามีฟลักในช่วง 618 cm^{-1} อย่างไรก็ตาม ช่วงบริเวณ $700 - 800 \text{ cm}^{-1}$ จะ

เกิดการขยายออกของพันธะอย่างสมมาตรของ Si-O-Si เช่นกัน สูดท้ายช่วงบริเวณ $800 - 900 \text{ cm}^{-1}$ ก็จะทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันของไนโอเบียมออกตรอะไซด์



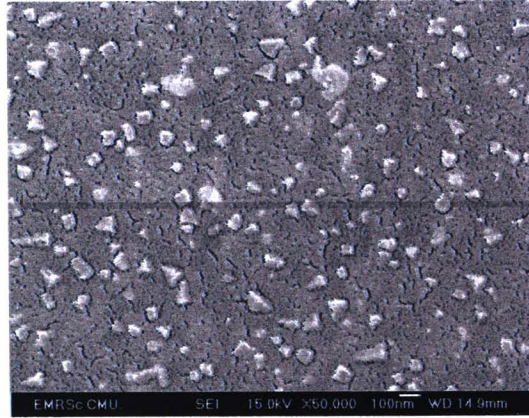
รูปที่ 4.19 แสดงรูปแบบของรามานสเปกตรัมของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

4.3.1.5 ผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค FESEM-EDS

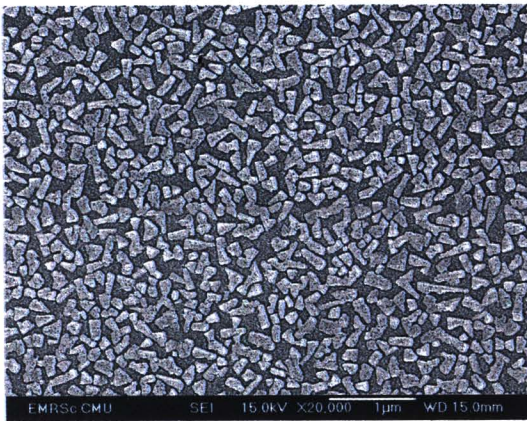
ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดในโหมด scanning electron (SEI) ได้ผลดังที่แสดงในรูปที่ 4.20 ซึ่งจากการถ่ายภาพชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ผ่านอุณหภูมิปลูกผลึกในช่วง 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส ด้วยกำลังขยาย 20,000 เท่า พบว่าเกิดผลึกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตในระดับนาโนเมตรจำนวนมากกระจายอยู่ทั่ว ซึ่งเป็น การแยกเฟสของโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตกับซิลิกา และเมื่อทำการขยายภาพไปที่กำลังขยาย 50,000 พบว่าผลึกที่เกิดขึ้นเหล่านี้มีรูปทรงเป็นเหลี่ยมมุม (equiaxed crystal) ผลึกที่เกิดขึ้นจะมีขนาดที่โตขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ที่อุณหภูมิการปลูกผลึก 525 องศาเซลเซียส จะพบว่าการกระจายตัวของผลึกอย่างไม่หนาแน่น และขึ้นหนาแน่นไม่เท่ากันดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.20 (จ) ที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส ผลการศึกษาราคาองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS ตรวจพบ ราคาองค์ประกอบของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต คือธาตุ K, Na, Nb, O และ Si ใน ปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักตามลำดับ ดังที่แสดงในรูป 4.21



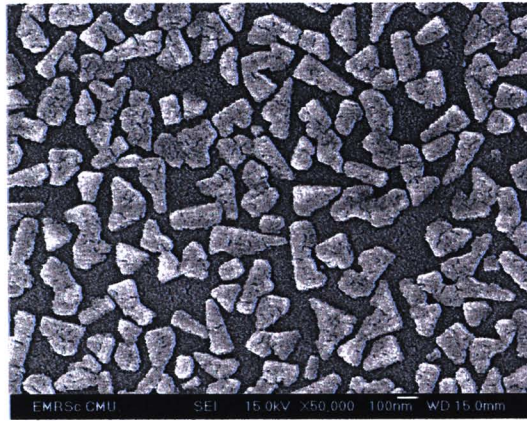
ก. 525 °C (20,000x)



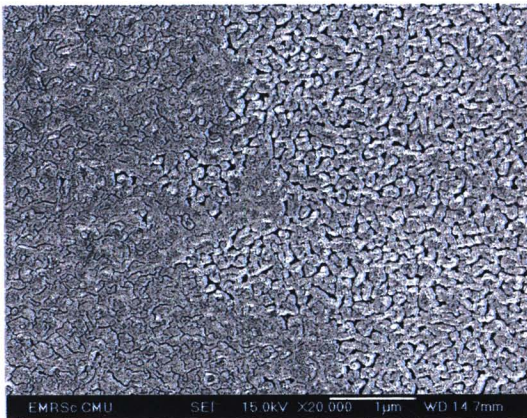
ข. 525 °C (50,000x)



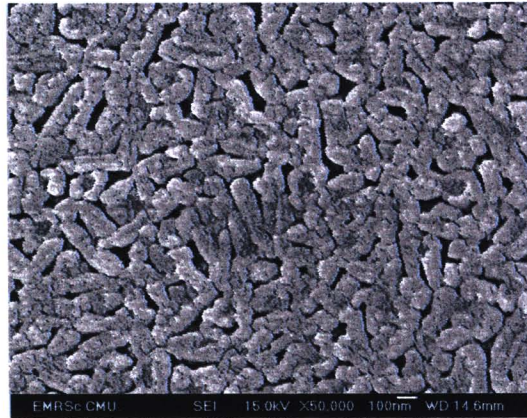
ค. 550 °C (20,000x)



ง. 550 °C (50,000x)

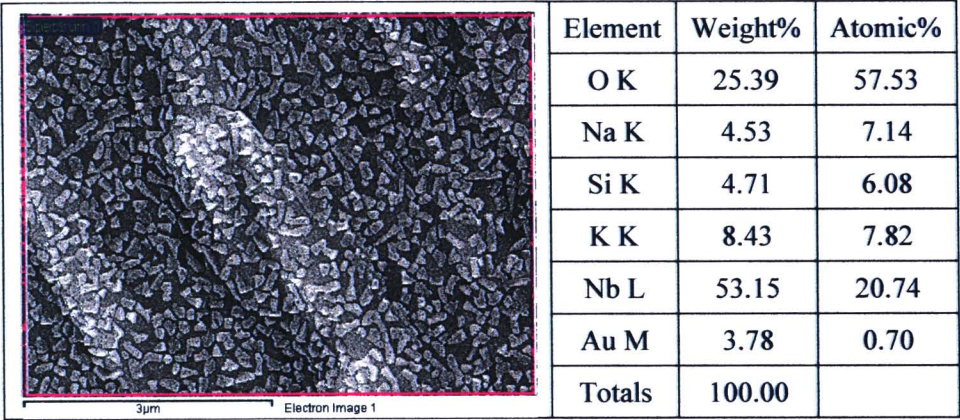


จ. 575 °C (20,000x)

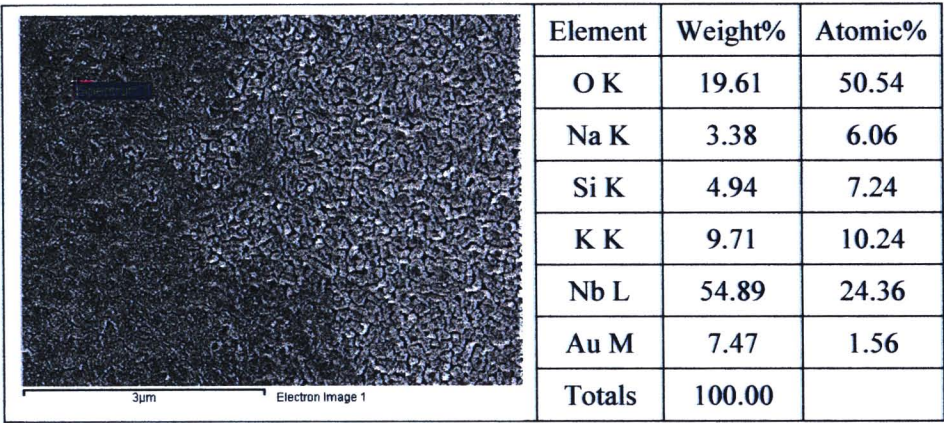


ฉ. 575 °C (50,000x)

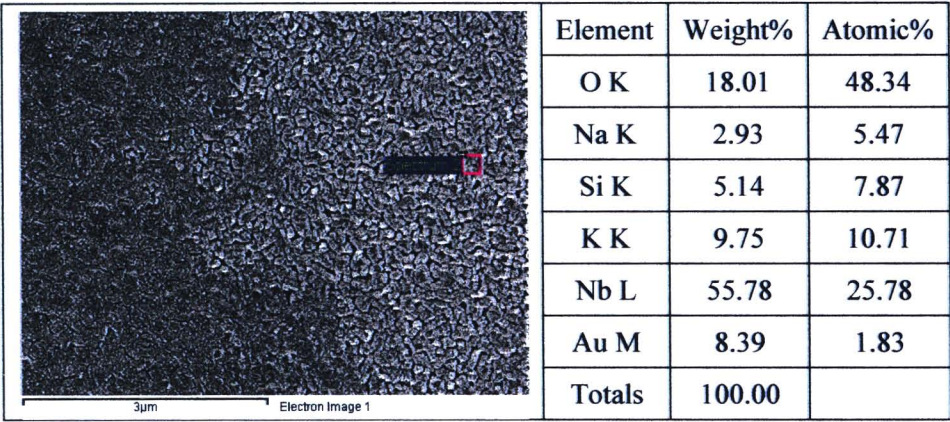
รูปที่ 4.20 แสดงการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ด้วยกำลังขยาย 20,000 และ 50,000 เท่า



(ก)



(ข)

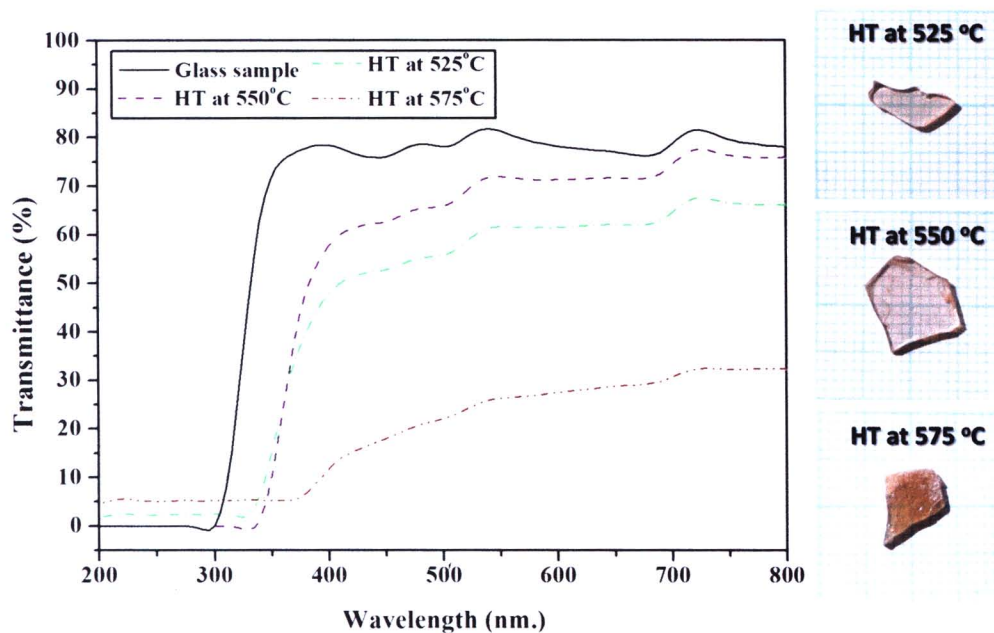


(ค)

รูปที่ 4.21 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของชิ้นงานแก้วเซรามิกได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อน (ก) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส (ข) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส (ค) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส

4.3.1.6 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงแสงด้วยเครื่องมือ UV-Vis และ refractometer

ผลที่ได้จากทดลองหาร้อยละการส่องผ่าน (% Transmittance) ของชิ้นงานแก้วเซรามิก โพลีเอทเซียมโซเดียมในโอเบตของสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) โดยผ่านการหลอมเหลว ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการ หลอมผลึกในแต่ละช่วงอุณหภูมิ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.22 จากรูปจะเห็นว่าชิ้นงาน ที่ผ่านความร้อนเพื่อหลอมผลึกที่อุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียส จะมีลักษณะที่โปร่งใส ร้อย ละการส่องผ่านของแสงก็จะสูงกว่าชิ้นงานที่ทึบแสง โดยสามารถมีร้อยละการส่องผ่านคือร้อยละ 60 และ 70 ช่วงความยาวคลื่นที่แสงสามารถทะลุผ่านคือแสงขาว (visible light, 300 - 800 nm.) และทั้งสองชุดยังมีดัชนีหักเหของแสง (refraction index) ที่เท่ากันคือ 1.650 ส่วนชิ้นงานที่ทึบนั้น เกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการหลอมผลึกสูงขึ้น สืบเนื่องมาจากผลึกภายใน มีขนาดใหญ่ทำให้เกิดการ กระเจิงของแสงมากจนการทะลุผ่านของแสงเกิดขึ้นได้น้อย ดังผลที่ปรากฏจากการวิเคราะห์ด้วย SEM ชิ้นงานที่มีขนาดของผลึกที่เล็กในช่วงนาโนเมตร จะยอมให้แสงผ่านได้โดยการกระเจิงแสง จะเกิดขึ้นน้อย ผลจึงทำให้ร้อยละการส่องผ่านมีค่าที่สูงตามไปด้วย สำหรับร้อยละการส่องผ่านของ ชิ้นงานที่ทึบแสงนั้น จะมีค่าอยู่ประมาณร้อยละ 30 หรือต่ำกว่า และมีช่วงความยาวคลื่นที่แสง สามารถทะลุผ่านได้คือ 375 – 800 นาโนเมตรเป็นต้นไป และมีดัชนีหักเหแสงคือ 1.655

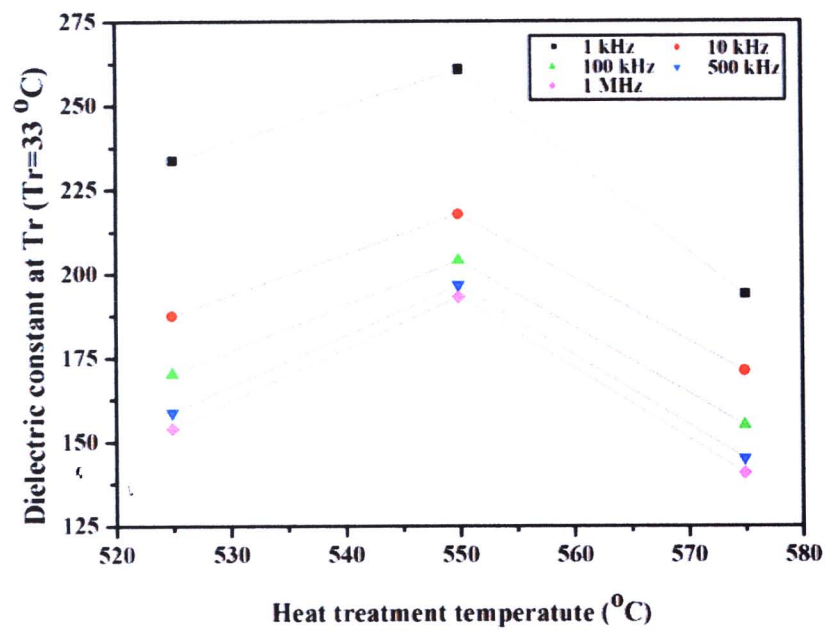


รูปที่ 4.22 แสดงร้อยละการส่องผ่านและดัชนีหักเหแสงของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อน

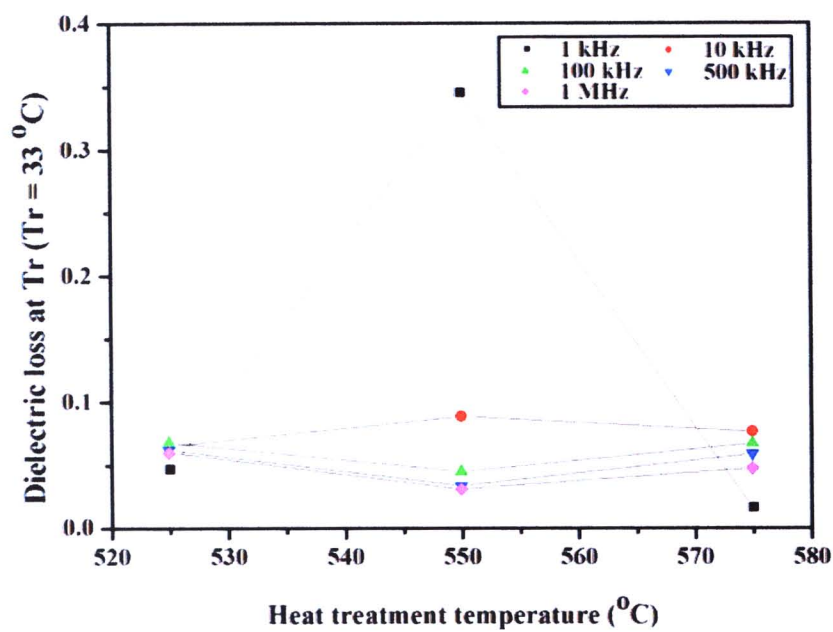
4.3.1.7 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

1. สมบัติไดอิเล็กทริก

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้องของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง แสดงให้เห็นดังรูป 4.23 โดยเลือกความถี่ที่ต่างกันมาใช้ในการวิเคราะห์คือ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ตามลำดับพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ที่อุณหภูมิ 525 ถึง 550 องศาเซลเซียส ชิ้นงานแก้วเซรามิกมีแนวโน้มของค่าไดอิเล็กทริกที่เพิ่มขึ้น และจะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นไปที่ 575 องศาเซลเซียส เช่นกันกับค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่ลดลงในช่วงอุณหภูมิ 525 ถึง 550 องศาเซลเซียสและจะเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส ในรูปที่ 4.23 (ข) จะพบว่าที่ความถี่ 1 kHz ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส จะพบว่ามีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่สูง ซึ่งไม่เป็นไปในทิศทางเดียวกันกับผลอื่นๆ ที่ความถี่เดียวกัน ทั้งนี้อาจเป็นผลจากการคลาดเคลื่อนของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ และจากการวัดค่าไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่ พบว่าค่าทั้งสองจะลดลงตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น จากนั้นได้ลองทำการวัดค่าค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิของชิ้นงานเปลี่ยนแปลงไป ดังที่แสดงในรูปที่ 4.24 จะเห็นได้ว่าในชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันจะมีค่าไดอิเล็กทริกที่สูงเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้น โดยค่าไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่สูงที่สุดในชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส จากรูปพอจะสรุปคร่าวๆ ได้ว่าอุณหภูมิที่จะเกิดการเปลี่ยนเฟสของแก้ว (glass transition temperature, T_g) ในแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) นี้จะอยู่ในช่วง 450 จนกระทั่ง 500 องศาเซลเซียส

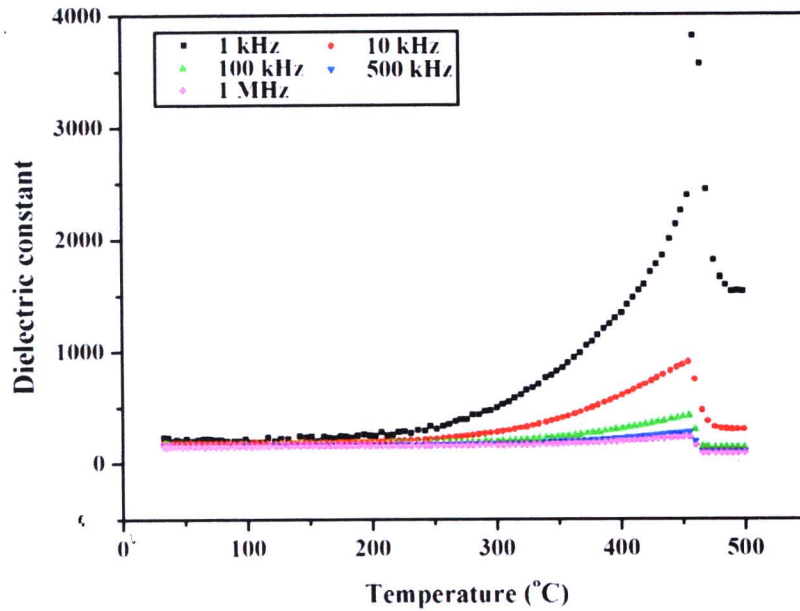


(ก)

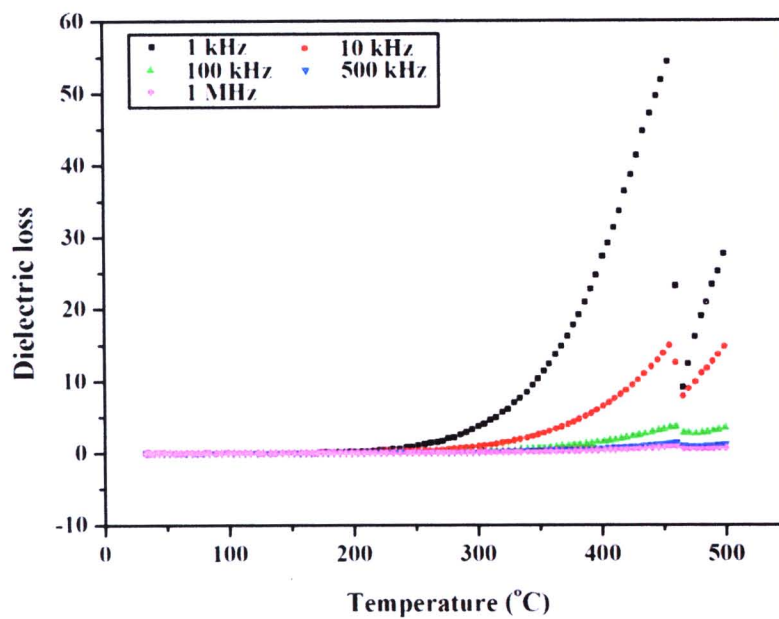


(ข)

รูปที่ 4.23 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) ณ อุณหภูมิห้องของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อน

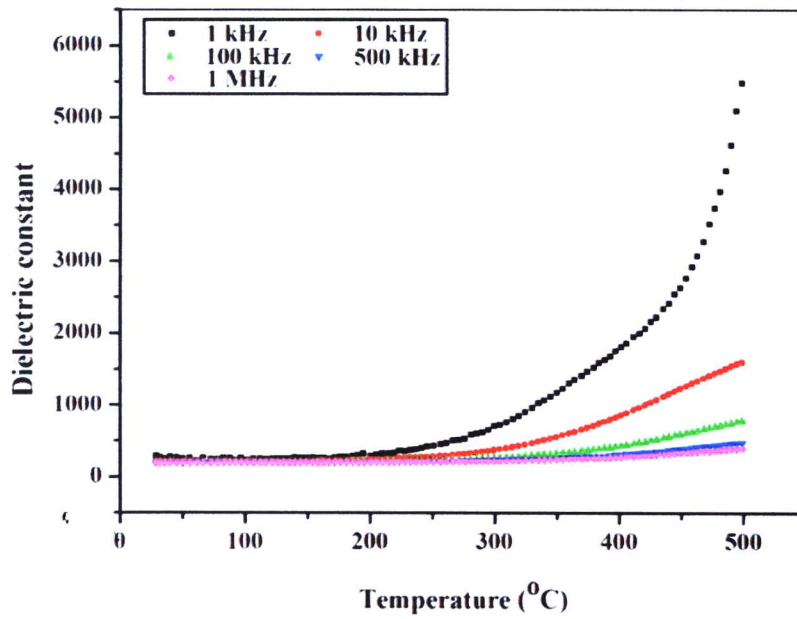


(ก)

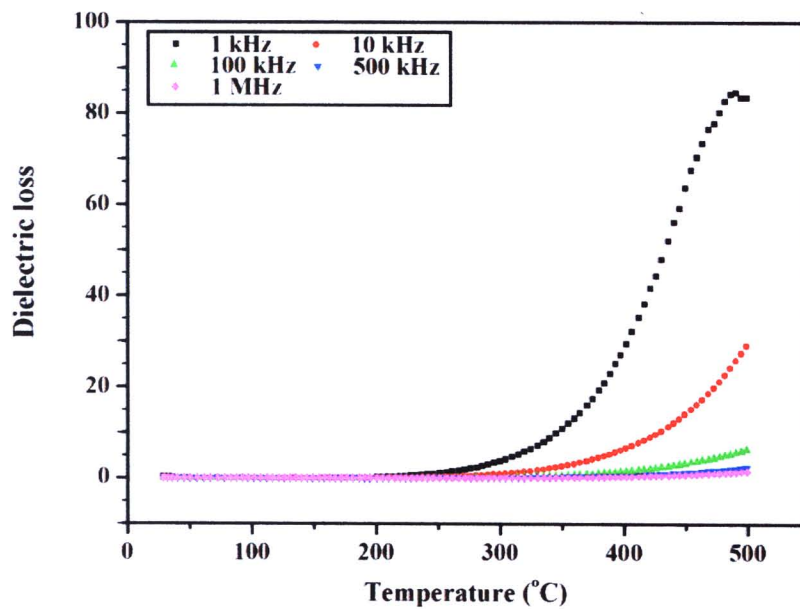


(ข)

รูปที่ 4.24 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส

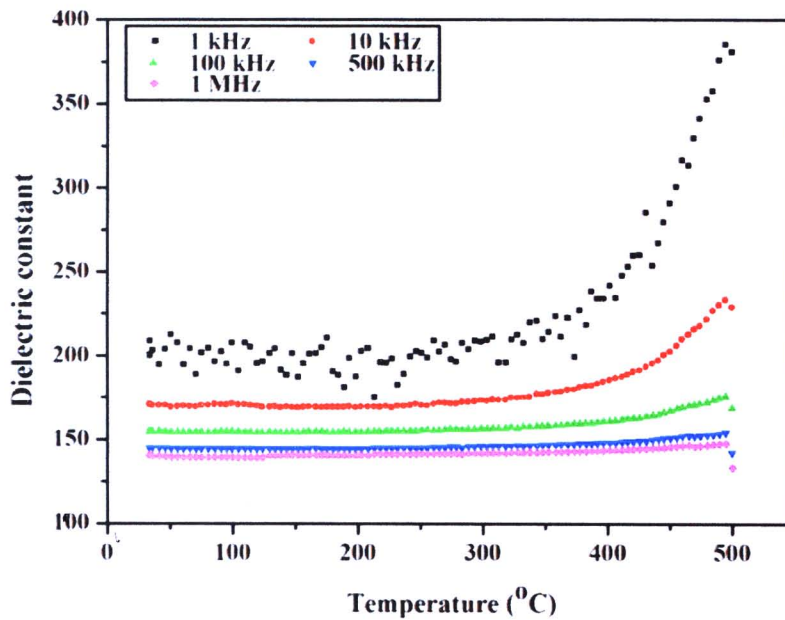


(ก)

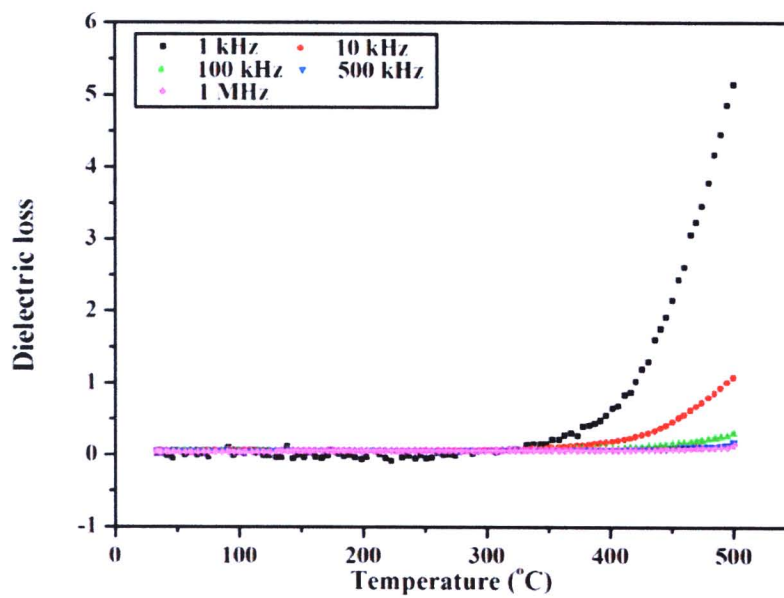


(ข)

รูปที่ 4.24 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส



(ก)

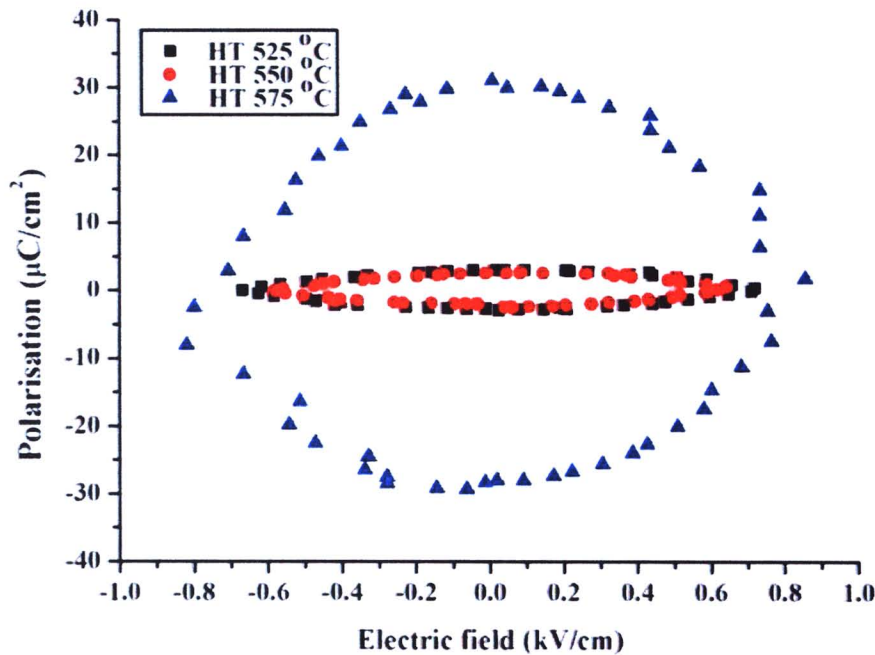


(ข)

รูปที่ 4.24 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส

2. สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง ของชิ้นงานแก้วเซรามิก โพลีเทสเซียมโซเดียมในโอเบคที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) ซึ่งผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 15 นาที และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยให้สนามไฟฟ้าเข้าไป 300 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร (kV/cm) เป็นเวลานาน 1000 วินาที แสดงให้เห็นดังรูป 4.25 จากรูปวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) แสดงให้เห็นว่าสารชนิดนี้มีค่าการสูญเสีย (lossy capacitor) ที่สูงและไม่พบความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกที่เด่นชัด

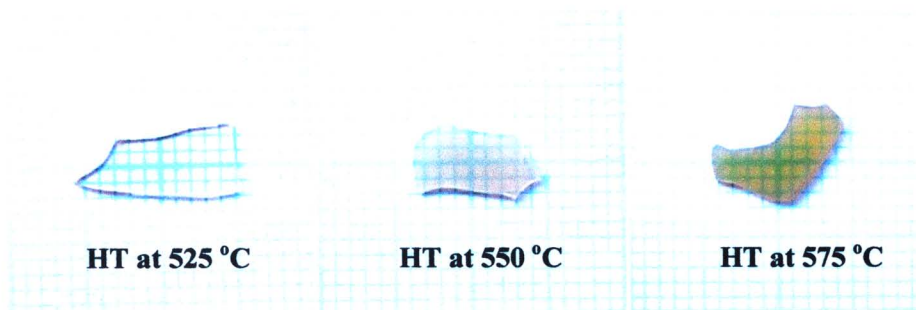


รูปที่ 4.25 แสดงวงฮิสเทอรีซิสของแก้วเซรามิกที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีความไม่บริสุทธิ์สูง (A1) และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง

4.3.2 ผลของการเตรียมแก้วเซรามิกที่ได้จากผงตั้งต้นที่มีฟลักของสิ่งเจือปนเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย (B1)

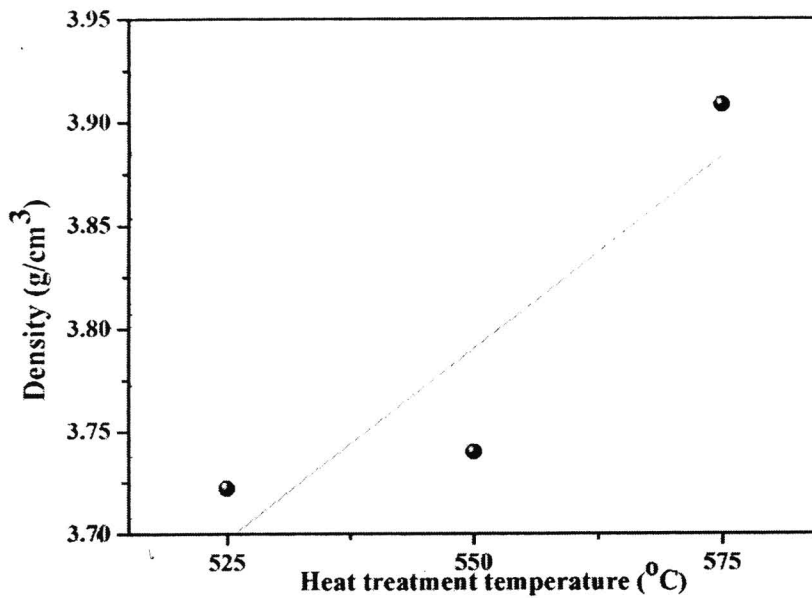
4.3.2.1 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ

จากการเลือกทดลองใช้สารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย (ชุด B) ในการเตรียมแก้วเซรามิกโดยขอใช้สัญลักษณ์คือ B1 พบว่าสามารถสร้างแก้วที่มีความใสและออกสีเหลืองเล็กน้อยได้คล้ายกับชิ้นงานที่เกิดในชุด A หลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อน หรือ heat treatment เพื่อทำการปลูกผลึกในเนื้อแก้วที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และ อัตราการลดลงของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่คือ 4 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ได้มีความโปร่งแสงที่ลดลง จนกระทั่งทึบในที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.26 สาเหตุที่ความโปร่งแสงของชิ้นงานแก้วลดลงนั้นเป็นผลมาจากผลึกที่เกิดขึ้นมีการเติบโตขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง การกระเจิงของแสงจึงเกิดขึ้นได้มากจนกระทั่งแสงไม่สามารถทะลุผ่านชิ้นงานได้ในที่สุด



รูปที่ 4.26 แสดงลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

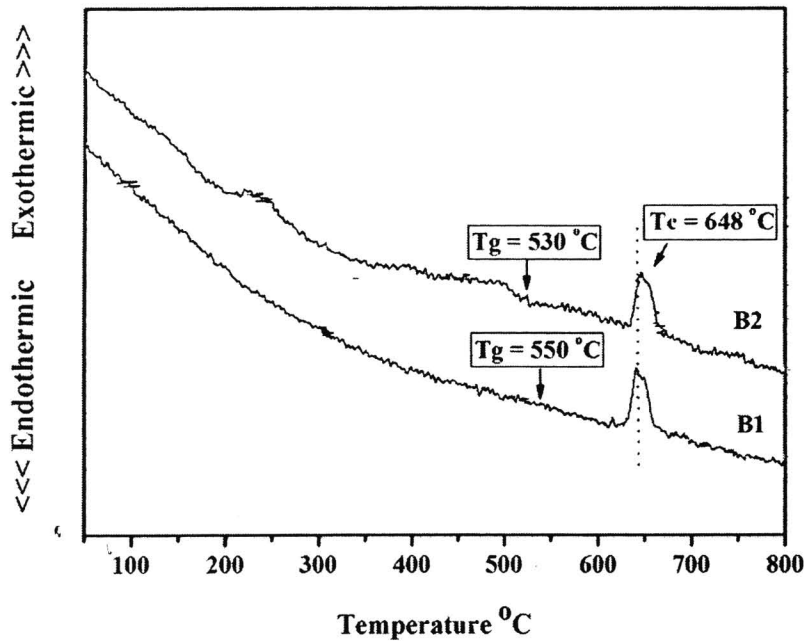
จากการนำชิ้นงานที่ได้มาหาความหนาแน่น โดยเทคนิคการแทนที่น้ำหรือที่เรียกว่าอาร์คิมิดีส (Archimedes) พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีแนวโน้มของความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการทางความร้อนเพื่อปลูกผลึกเพิ่มสูงขึ้น ดังรูปที่ 4.27 ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นที่สูงที่สุดคือชิ้นงานที่ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส โดยมีความหนาแน่นเท่ากับ 3.91 g/cm^3 และความหนาแน่นที่รองลงมาคือชิ้นงานที่ผ่านการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส คือ 3.74 g/cm^3 และต่ำที่สุดที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส โดยมีความหนาแน่นเท่ากับ 3.72 g/cm^3



รูปที่ 4.27 แสดงความหนาแน่นของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

4.3.2.2 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA

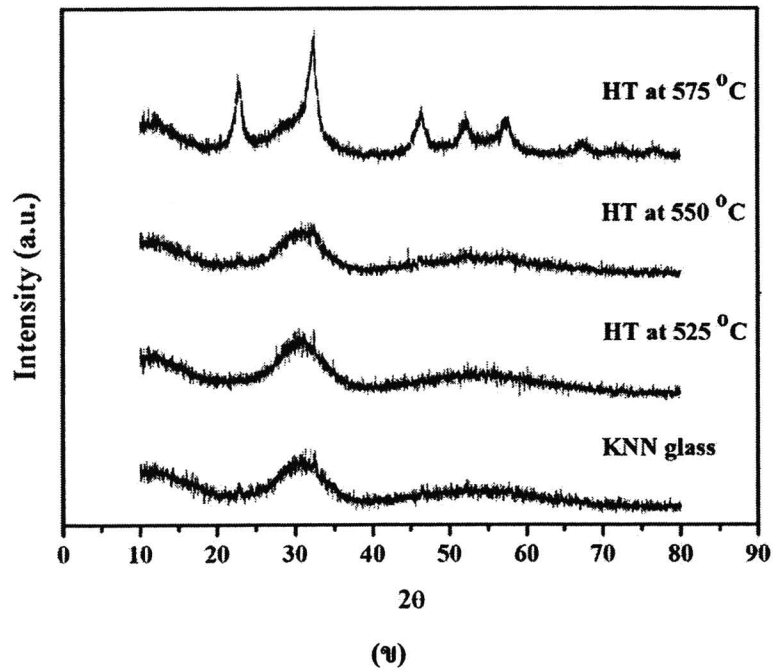
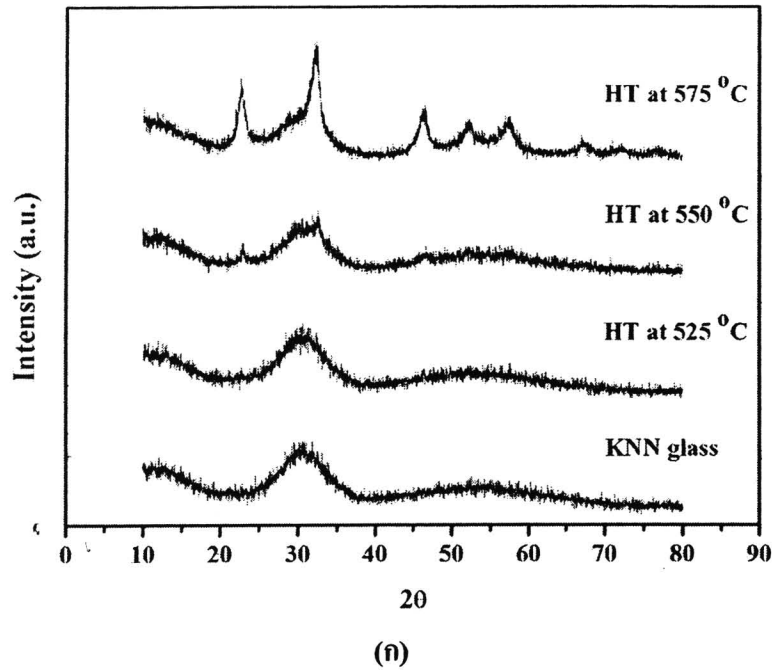
ผลการทดลองโดยการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA โดยมีเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษาคือช่วงอุณหภูมิห้องคือประมาณ 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และใช้ซิลิกา (SiO_2) เป็นตัวเทียบมาตรฐาน ทำให้ทราบถึงรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของแก้วเซรามิกดังรูปที่ 4.28 พบว่าที่อุณหภูมิที่ 648 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่แสดงการคายพลังงานของแก้วเซรามิก พิกที่เกิดขึ้นนี้จะแสดงถึงช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการตกผลึก (T_c) จากกราฟอุณหภูมิที่แก้วเซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงเฟส (T_g) ก็คือที่ช่วงอุณหภูมิเท่ากับ 530 องศาเซลเซียส แก้วเซรามิกที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส จะพบว่าแก้วจะเริ่มขุ่นขึ้นเล็กน้อยเนื่องจากการแยกเฟส นอกจากในการทดลองนี้ยังได้ลองเตรียมแก้วขึ้นมาสองชุดจากสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีสิ่งแปลกปลอมเล็กน้อยซึ่งเป็นสารชุดเดียวกันแต่แตกต่างกันเพียงแค่การหลอมแก้ว ซึ่งจะหลอมคนละชุด เพื่อความสะดวกต่อการอธิบายโดยขอใช้สัญลักษณ์คือ B1 และ B2 โดยเงื่อนไขของการหลอมยังเหมือนเดิม เพื่อทดสอบว่าชิ้นงานมีความแตกต่างกันหรือไม่ และผลที่ได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อนไม่พบความแตกต่างกันในชิ้นงานทั้งสองตัว



รูปที่ 4.28 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA ของแก้วเซรามิกที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและหลอมเหลวกันคนละชุด โดยที่ B1 คือชุดการหลอมครั้งที่ 1 B2 คือชุดการหลอมครั้งที่ 2

4.3.2.3 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD

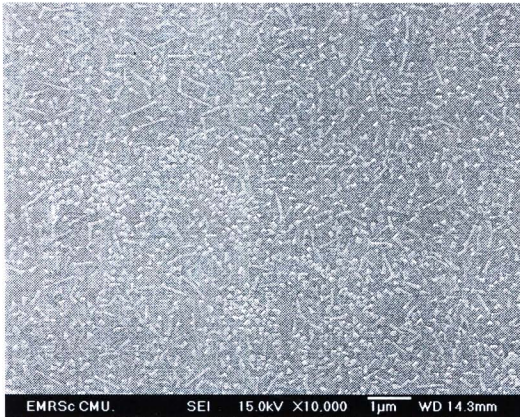
จากการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของผงแก้วที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยเกิดขึ้นในชุด B1 และชุด B2 นี้ด้วยเทคนิค XRD เป็นดังรูป 4.29 พบว่าชิ้นงานแก้วที่ยังไม่ผ่านกระบวนการทางความร้อน และชิ้นงานที่ผ่านการใช้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียส จะแสดงลักษณะความเป็นออสัญฐานส่วนใหญ่ คือไม่มีความเป็นผลึกเกิดขึ้นภายในเนื้อแก้ว และในช่วงอุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียสจะตรวจพบฟลักของเฟสองค์ประกอบเล็กน้อยปรากฏที่มุม 2θ เท่ากับ 23 และ 32 องศา ที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียสปรากฏเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตอย่างชัดเจน โดยตรวจสอบได้จากการเทียบกับข้อมูล JCPDS พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นมีความสอดคล้องกับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$ หรือหมายเลข JCPDS คือ 77-0038 โดยมีโครงสร้างผลึกแบบมอโนคลินิก (monoclinic structure)



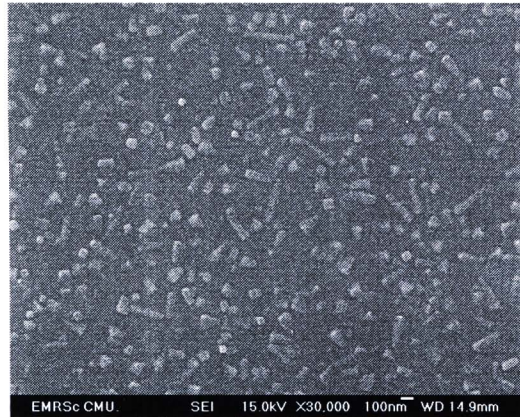
รูปที่ 4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแก้วเซรามิกที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยโดย
 หลอมเหลวกันคนละชุด และผ่านการปลูกผลึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน (ก) คือชุดการ
 หลอมครั้งที่ 1 ; B1 (ข) คือชุดการหลอมครั้งที่ 2 ; B2

4.3.2.4 ผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค FESEM-EDS

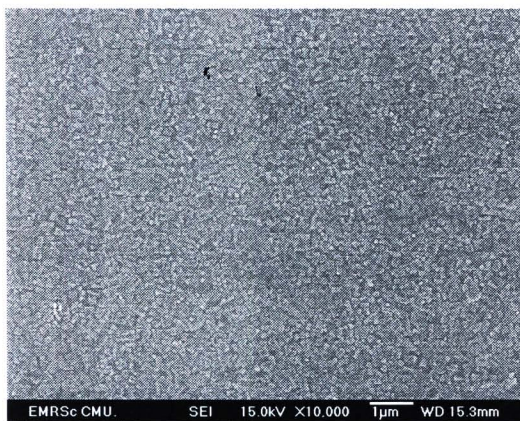
ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียม-โซเดียมไนโอเบตที่สารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย และผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกในแต่ละช่วงอุณหภูมิ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในโหมด scanning electron (SEI) ได้ผลดังที่แสดงในรูปที่ 4.30 ซึ่งจากการถ่ายภาพชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ผ่านอุณหภูมิปลูกผลึกในช่วง 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่าเกิดผลึกเล็กๆจำนวนมากกระจายอยู่ทั่วบริเวณเนื้อแก้ว มีทั้งรูปทรงที่เป็นก้อนและทรงกระบอก และเมื่อทำการขยายภาพไปที่กำลังขยาย 30,000 พบว่าผลึกที่เกิดขึ้นเหล่านี้มีรูปทรงเป็นเหลี่ยมมุม (equiaxed crystal) โดยมีความเป็นไปได้ที่ผลึกที่เกิดขึ้นจะเป็นทรงกระบอกสี่เหลี่ยม ที่มีการวางตัวทั้งแบบแนวนอนและแบบแนวตั้งทำให้เกิดผลึกที่มีลักษณะคล้ายคิวบิกอยู่ นอกจากนี้ผลึกที่เกิดขึ้นจะมีขนาดที่โตขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ผลึกที่เกิดในชิ้นงานที่ผ่านอุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส จะพบว่าการกระจายตัวไม่หนาแน่นและผลึกมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร ที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส พบว่าผลึกที่เกิดจะมีการเติบโตเต็มทั่วบริเวณชิ้นงาน และผลการศึกษาธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS ตรวจพบธาตุองค์ประกอบของแก้วเซรามิกโพแทสเซียม-โซเดียมไนโอเบต คือธาตุ K, Na, Nb, O และ Si ดังที่แสดงในรูปที่ 4.31



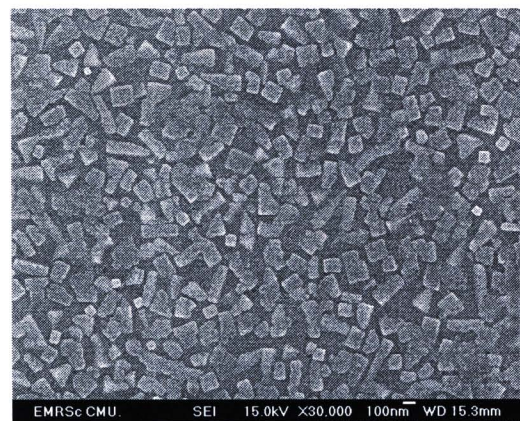
ก. 525 °C (10,000x)



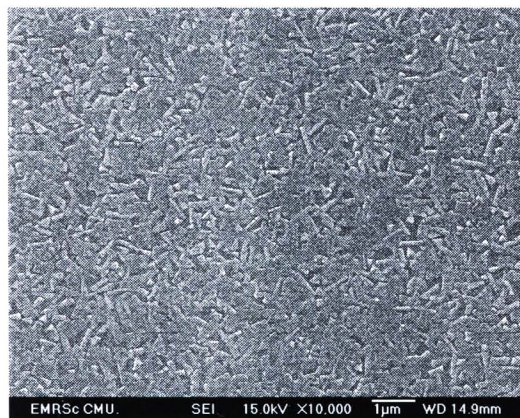
ข. 525 °C (30,000x)



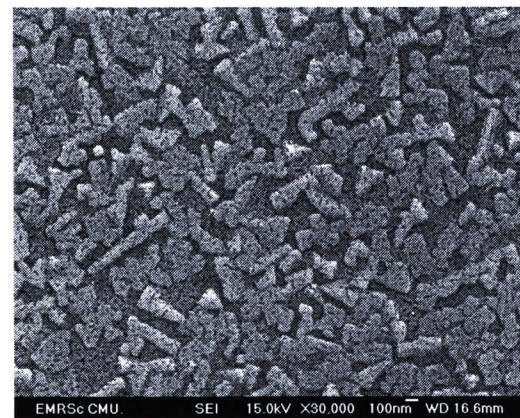
ค. 550 °C (10,000x)



ง. 550 °C (30,000x)

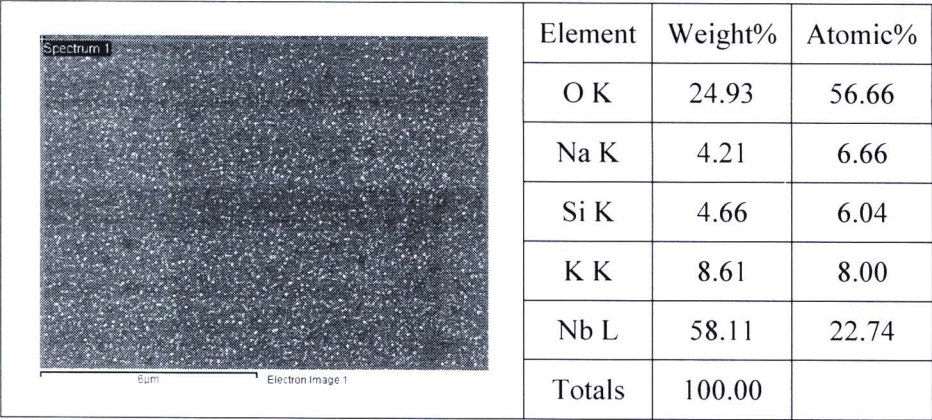


จ. 575 °C (10,000x)

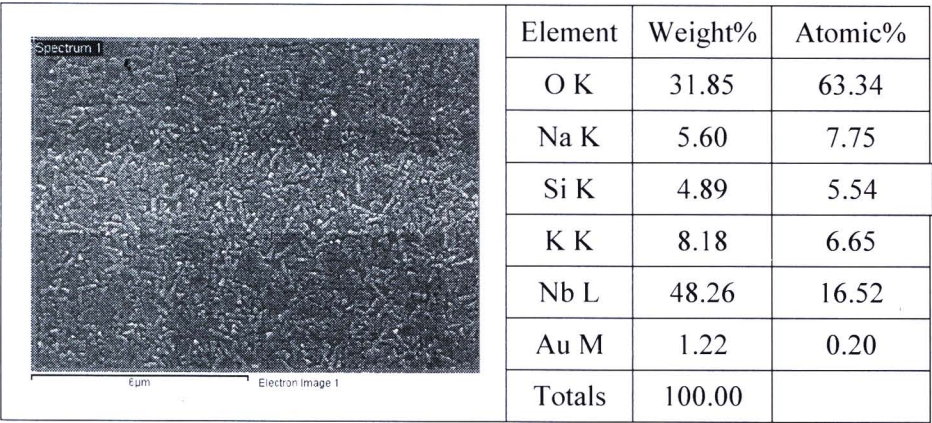


ฉ. 575 °C (30,000x)

รูปที่ 4.30 แสดงการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ด้วยกำลังขยาย 10,000 และ 30,000 เท่า



(ก)



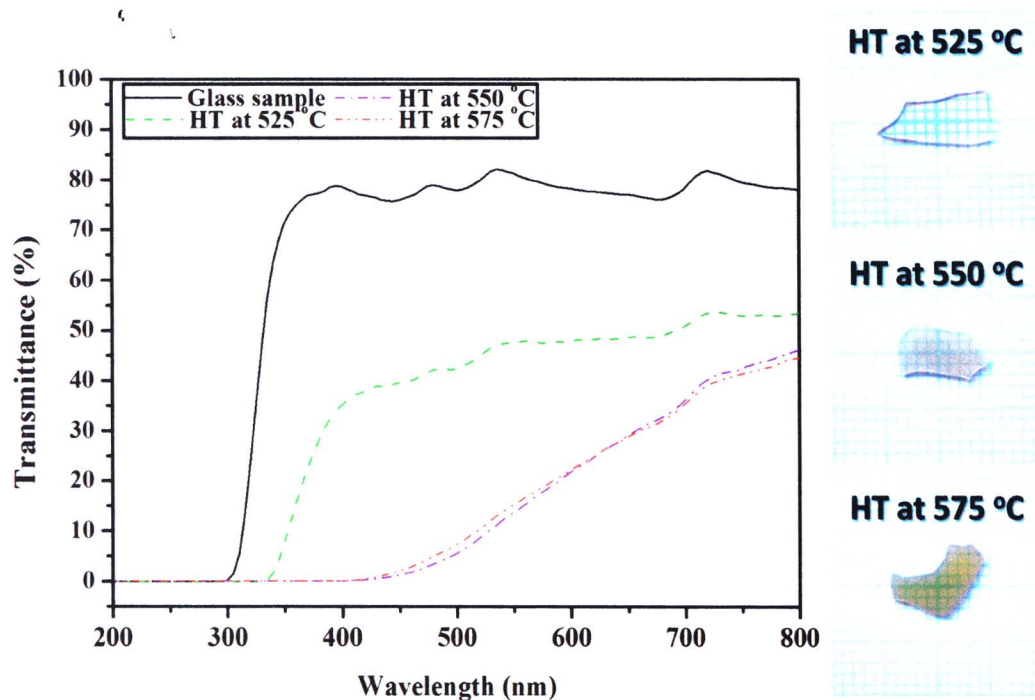
(ข)

รูปที่ 4.31 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของชิ้นงานแก้วเซรามิกได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อน (ก) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส (ข) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส

4.3.2.5 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงแสงด้วยเครื่องมือ UV-Vis และ refractometer

ผลที่ได้จากทดลองหาร้อยละการส่องผ่าน (% Transmittance) ของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่สารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกในแต่ละช่วงอุณหภูมิ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง จากรูปที่ 4.32 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานที่ผ่านความร้อนเพื่อปลูกผลึกตั้งแต่อุณหภูมิ 550 และ 575 องศาเซลเซียส จะมีลักษณะขุ่นขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ผ่านความร้อนเพื่อปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียสที่จะโปร่งใสมากกว่า สำหรับร้อยละการส่องผ่านของชิ้นงานที่เริ่มขุ่นแสงนั้น จะมีค่าอยู่ประมาณร้อยละ 30-40 และมีช่วงความยาวคลื่นที่แสงสามารถทะลุผ่านได้คือ 450 – 800 นาโนเมตรเป็นต้นไป ในขณะที่แก้วที่ยังใสจะมีร้อยละการส่องผ่านที่เยอะกว่าคือร้อยละ 40-50 และมีช่วงความยาวคลื่นที่แสงสามารถทะลุผ่านได้ตั้งแต่ 350 –

800 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงที่แสงขาว (visible light, 300 - 800 nm.) สามารถผ่านได้ ร้อยละการส่องผ่านของแสงของชิ้นงานจะลดลงเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เพิ่มขึ้น ชิ้นงานที่เริ่มขุ่นนั้นมีสาเหตุมาจากผลึกภายในชิ้นงานที่มีขนาดที่ใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดการกระเจิงของแสงมากจนการทะลุผ่านของแสงเกิดขึ้นได้น้อย สอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย SEM ชิ้นงานที่มีขนาดของผลึกที่เล็กในช่วงนาโนเมตร จะยอมให้แสงผ่านได้โดยการกระเจิงแสงเกิดได้น้อย ผลจึงทำให้ร้อยละการส่องผ่านมีค่าที่สูงตามไปด้วย สำหรับการผลการศึกษาค่าดัชนีการหักเหแสงของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่สารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านความร้อนในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิต่างๆ นี้พบว่ามีความไม่แตกต่างกัน โดยมีค่าเท่ากับ 1.650

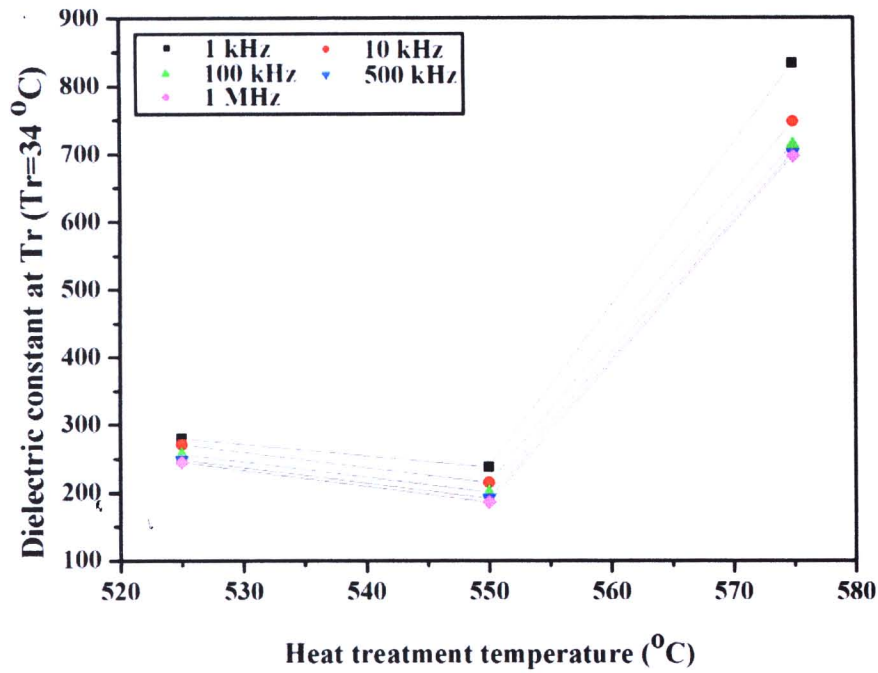


รูปที่ 4.32 แสดงร้อยละการส่องผ่านและดัชนีหักเหแสงของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย (B2) และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

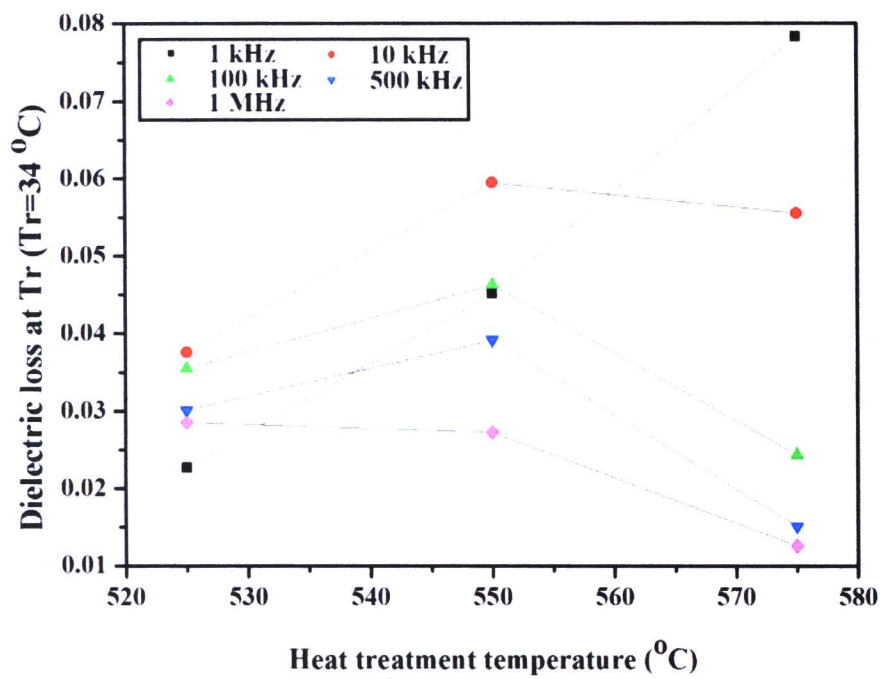
4.3.2.6 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

1. สมบัติไดอิเล็กทริก

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้องของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง แสดงให้เห็นดังรูป 4.33 โดยเลือกความถี่ที่ต่างกันมาใช้ในการวิเคราะห์คือ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ตามลำดับพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ที่อุณหภูมิ 525 ถึง 550 องศาเซลเซียส ชิ้นงานแก้วเซรามิกมีแนวโน้มของค่าไดอิเล็กทริกที่ลดลง แต่จะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นไปที่ 575 องศาเซลเซียส ในขณะที่ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่เพิ่มขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 525 ถึง 550 องศาเซลเซียสและจะลดลงที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส โดยยังได้ทำการวัดค่าไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่ค่า พบว่าค่าทั้งสองจะลดลงตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น จากนั้นได้ลองทำการวัดค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิของชิ้นงานเปลี่ยนแปลงไป ดังจะเห็นในรูปที่ 4.34 จะเห็นได้ว่าในชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันจะมีค่าไดอิเล็กทริกที่สูงเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้น โดยค่าไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่สูงที่สุดในชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส โดยมีค่าประมาณ 8,000 จากรูปพอจะสรุปคร่าวๆ ได้ว่าอุณหภูมิที่จะเกิดการเปลี่ยนเฟสของแก้ว (glass transition temperature, T_g) ในแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย (B1) นี้จะอยู่ในช่วง 450 จนกระทั่ง 500 องศาเซลเซียส ไปซึ่งผลที่ได้ก็สอดคล้องกับช่วงอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงเฟส (T_g) ที่ได้ศึกษาไว้ด้วยเทคนิค DTA คล้ายคลึงกับผลที่ศึกษาได้จากแก้วชุด A1

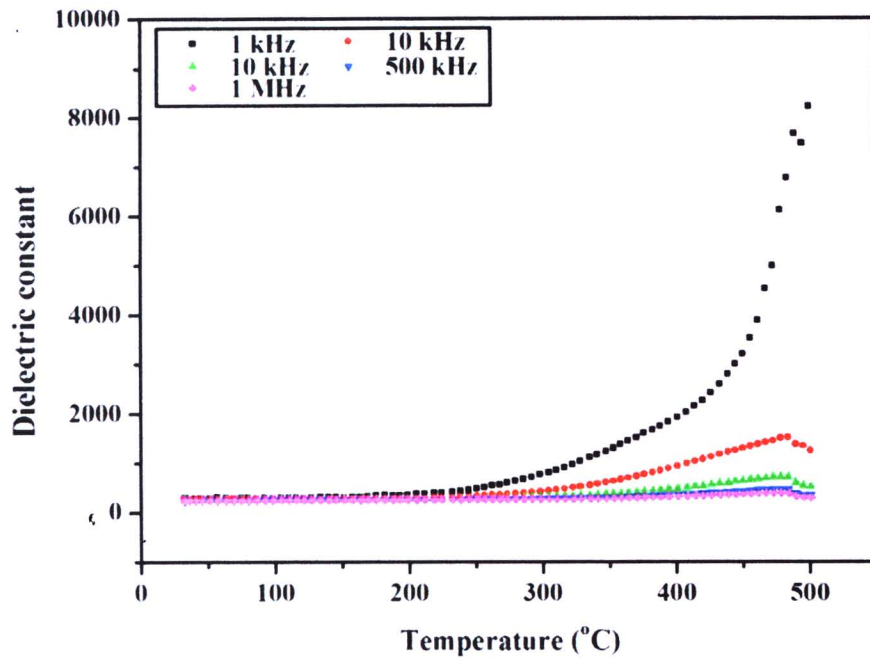


(ก)

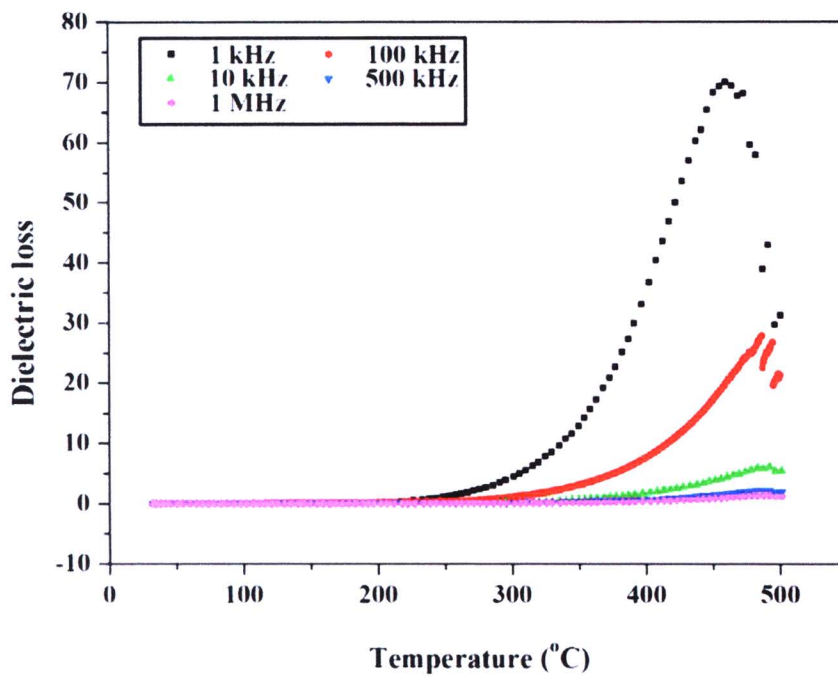


(ข)

รูปที่ 4.33 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) ณ อุณหภูมิห้องของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อน

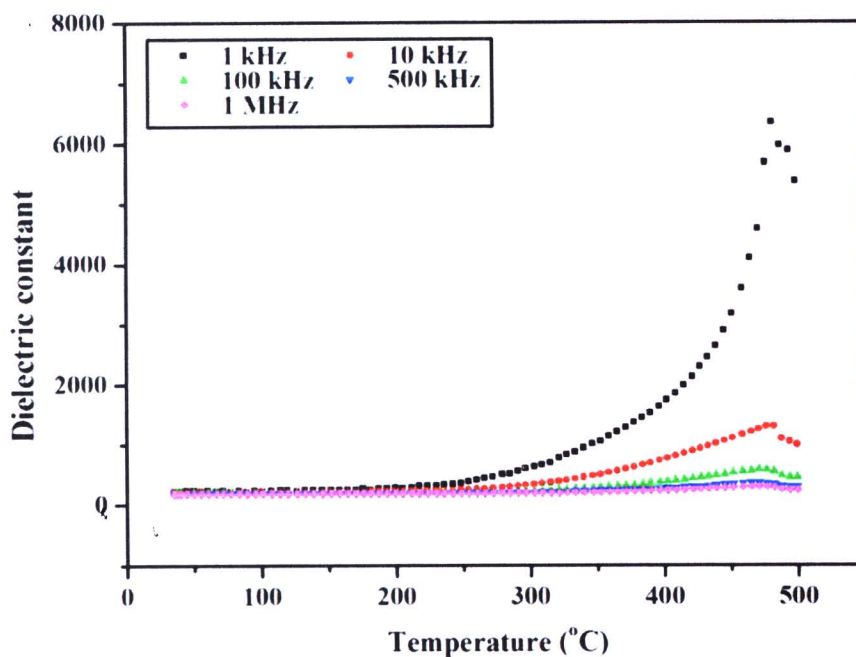


(ก)

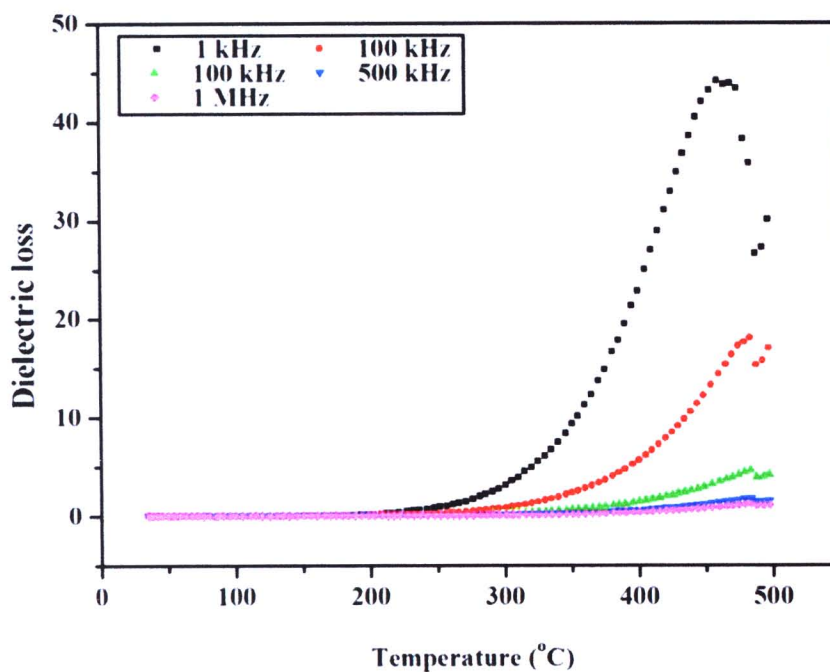


(ข)

รูปที่ 4.34 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส

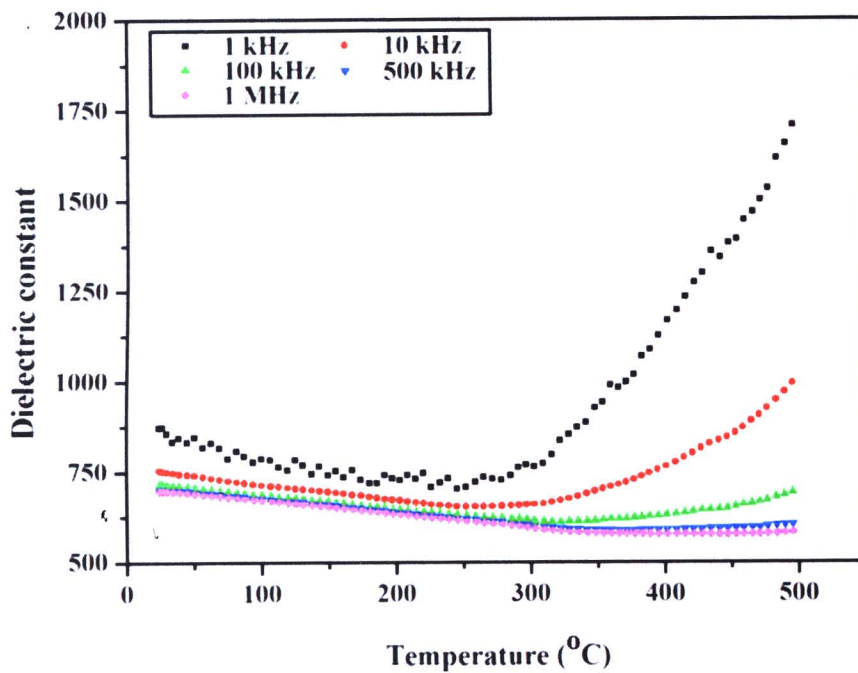


(ก)

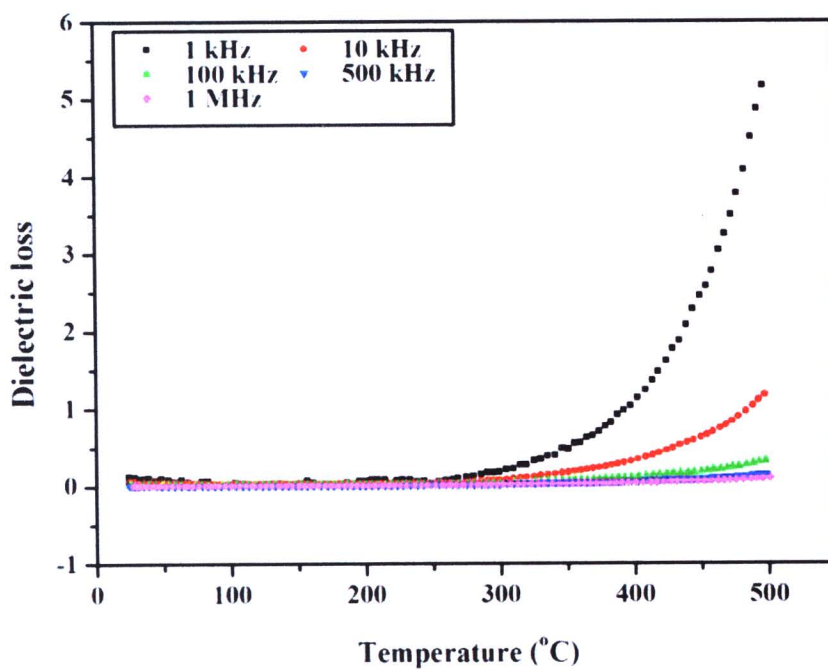


(ข)

รูปที่ 4.34 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อยและผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส



(ก)

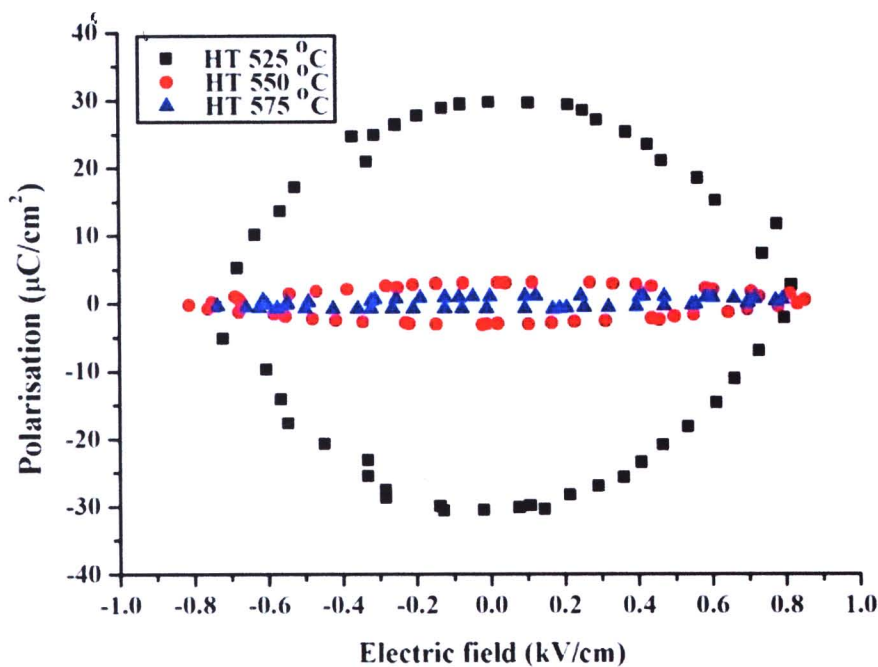


(ข)

รูปที่ 4.34 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส

2. สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง ของชิ้นงานแก้วเซรามิก โพลีเทสซิซึมโซเดียมในโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์ ซึ่งผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่ อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยให้สนามไฟฟ้าเข้าไป 300 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร (kV/cm) เป็นเวลานาน 1000 วินาที แสดงให้เห็นดังรูป 4.35 จากรูป วงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) แสดงให้เห็นว่าสารชนิดนี้มีค่าการสูญเสีย (lossy capacitor) ที่สูง และไม่พบความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกที่เด่นชัด คล้ายคลึงกับผลการทดลองที่ได้จากชุด A1



รูปที่ 4.35 แสดงวงฮิสเทอรีซิสของแก้วเซรามิกที่สร้างจากสารตั้งต้นที่มีสิ่งเจือปนเพียงเล็กน้อย และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง

4.3.3 ผลของการเตรียมแก้วเซรามิกที่ได้จากผงตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง (C)

4.3.3.1 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ

จากการทดลองทั้งในชุด A และ B ที่ผ่านมา จะเห็นได้ว่าในสารตั้งต้นโพแทสเซียม-โซเดียมในโอเบตที่มีสิ่งเจือปนนั้นก็สามารถสร้างระบบแก้วที่สามารถให้ความโปร่งใสและมีสมบัติทางไดอิเล็กทริกที่น่าสนใจได้ ในการทดลองต่อมา เมื่อสามารถเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูงได้แล้ว จึงนำสารตั้งต้นดังกล่าวมาสร้างระบบแก้วซิลิเกต (แทนสัญลักษณ์ด้วย C) โดยศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงปริมาณของโพแทสเซียม-โซเดียมในโอเบต โดยสามารถแบ่งระบบในการทดลองนี้ออกเป็นสองระบบคือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตร้อยละ 75 โดยโมล (ชุด C1) และระบบแก้วที่มีโพแทสเซียม-โซเดียมในโอเบตร้อยละ 80 โดยโมล (ชุด C2) ดังรูปที่ 4.36 ในการเตรียมแก้วเซรามิกพบว่าสามารถสร้างแก้วที่มีความใสและออกสีเหลืองเล็กน้อยได้ หลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนหรือ heat treatment เพื่อทำการปลูกผลึกในเนื้อแก้วที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีและอัตราการลดลงของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่คือ 4 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ได้มีความโปร่งแสงที่ลดลง จนกระทั่งทึบในที่สุด สาเหตุเพราะผลึกที่เกิดขึ้นมีการเติบโตขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง การกระเจิงของแสงจึงเกิดขึ้นได้มากจนกระทั่งแสงไม่สามารถทะลุผ่านชิ้นงานได้ อันเป็นเหตุผลเช่นเดียวกันกับชิ้นงานชุด A และชุด B

เมื่อนำชิ้นงานมาหาความหนาแน่น โดยเทคนิคการแทนที่น้ำหรือที่เรียกว่าอาร์คิมิดีส (Archimedes) พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีแนวโน้มของความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการทางความร้อนเพื่อปลูกผลึกเพิ่มสูงขึ้น ดังรูปที่ 4.37 ชุด C1 (ก) ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นที่สูงที่สุดคือชิ้นงานที่ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 645 องศาเซลเซียส โดยมีความหนาแน่นเท่ากับ 3.96 g/cm^3 ส่วนชิ้นงานที่ผ่านความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 575, 550 และ 525 องศาเซลเซียส จะมีความหนาแน่นที่ลดลั่นกันตามลำดับคือ 3.91, 3.77 และ 3.62 g/cm^3 และชุด C2 (ข) ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นที่สูงที่สุดคือชิ้นงานที่ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 620 องศาเซลเซียส โดยมีความหนาแน่นเท่ากับ 4.01 g/cm^3 ส่วนชิ้นงานที่ผ่านความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 550, 525 และ 500 องศาเซลเซียส จะมีความหนาแน่นที่ลดลงคือ 3.90, 3.77 และ 3.74 g/cm^3 ตามลำดับ



HT at 525 °C



HT at 550 °C



HT at 575 °C

ชุด C1



HT at 500 °C



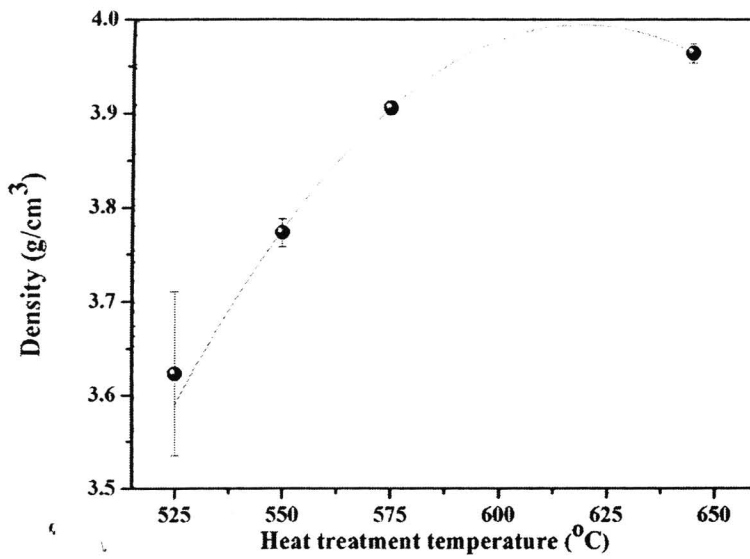
HT at 525 °C



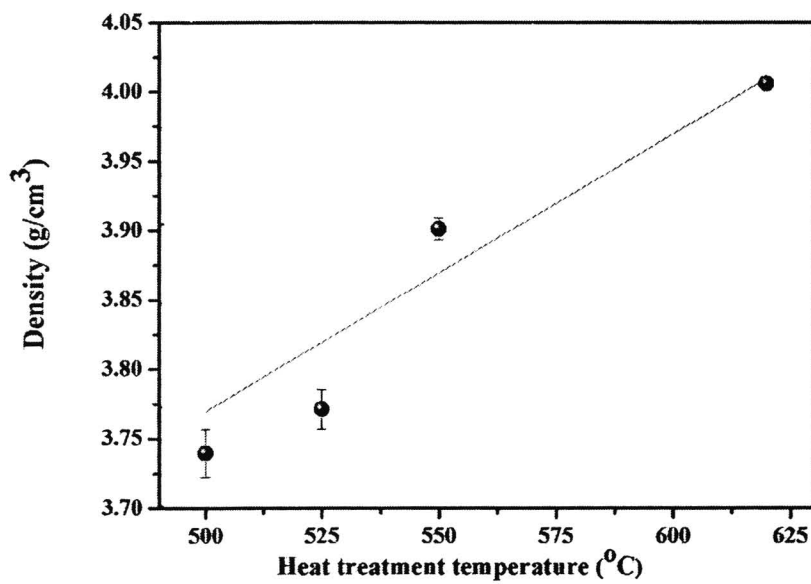
HT at 550 °C

ชุด C2

รูปที่ 4.36 แสดงลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ชุด C1 คือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตร้อยละ 75 โดยโมล และชุด C2 คือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตร้อยละ 80 โดยโมล



(ก)

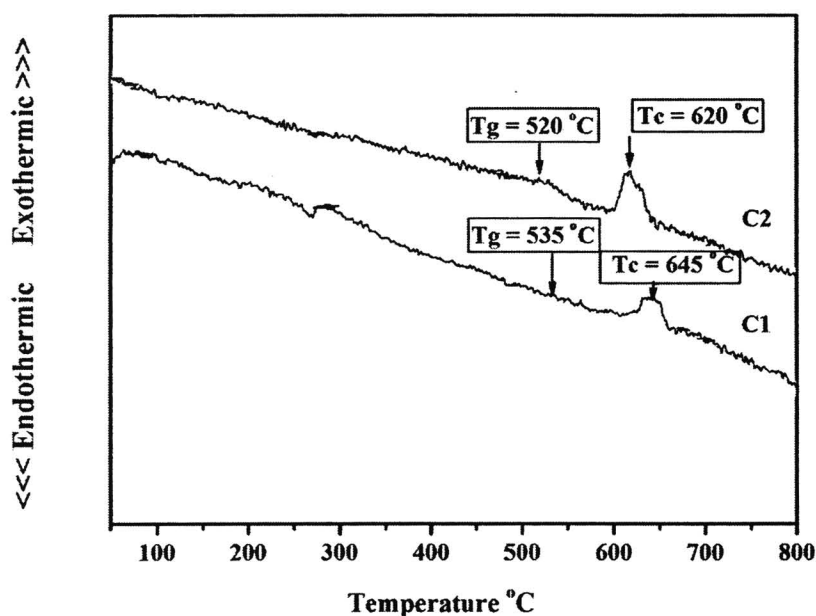


(ข)

รูปที่ 4.37 แสดงความหนาแน่นของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน (ก) ระบบแก้วที่มีโพแทสเซียม-โซเดียมไนโอเบตร้อยละ 75 โดยโมล (C1) (ข) ระบบแก้วที่มีโพแทสเซียม-โซเดียมไนโอเบต ร้อยละ 80 โดยโมล (C2)

4.3.3.2 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ TG-DSC

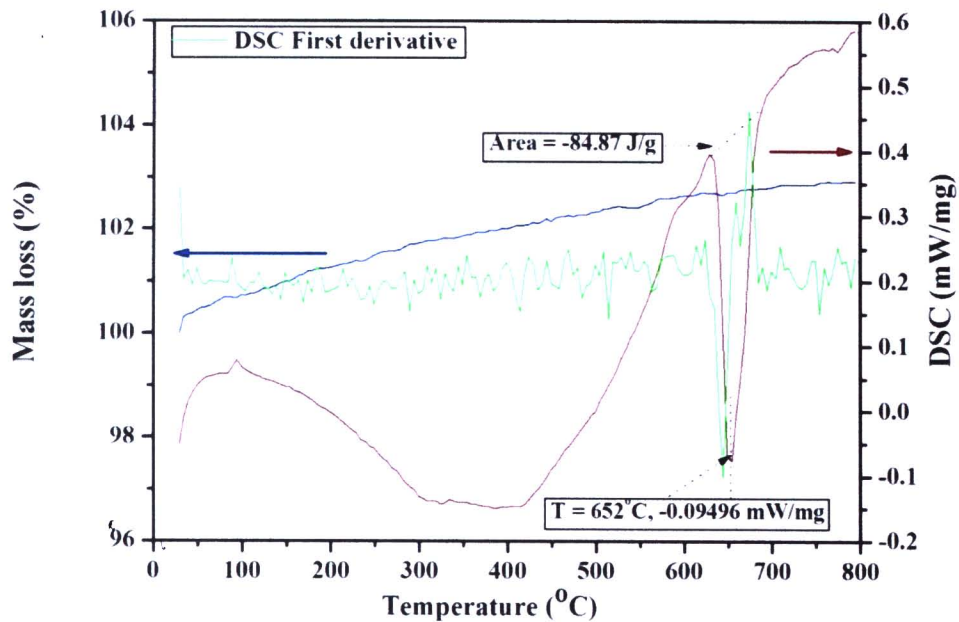
จากการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA โดยมีเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษาคือช่วงอุณหภูมิห้องคือประมาณ 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และใช้ซิลิกา (SiO_2) เป็นตัวเทียบมาตรฐาน ทำให้ทราบถึงรูปแบบการเปลี่ยนแปลงเฟสของแก้วเซรามิกดังรูปที่ 4.38 ในแก้วเซรามิกชุด C1 และ C2 จะมีจุดที่แสดงการคายพลังงานของแก้วเซรามิกอยู่ที่อุณหภูมิที่ 645 และ 620 องศาเซลเซียสตามลำดับ พีกที่เกิดขึ้นแสดงถึงช่วงอุณหภูมิที่แก้วเกิดการตกผลึก (T_c) จากกราฟ อุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนเฟสภายในแก้วเซรามิก ชุด C1 และ C2 ก็คือในช่วงอุณหภูมิเท่ากับ 535 และ 520 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับลักษณะชิ้นงานแก้วเซรามิกทั้งชุด C1 และ C2 คือจะเริ่มขุ่นเมื่อให้ความร้อนเพื่อปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 550 และ 525 องศาเซลเซียส เนื่องจากมีผลึกเกิดขึ้นภายในชิ้นงานแล้วนั่นเอง



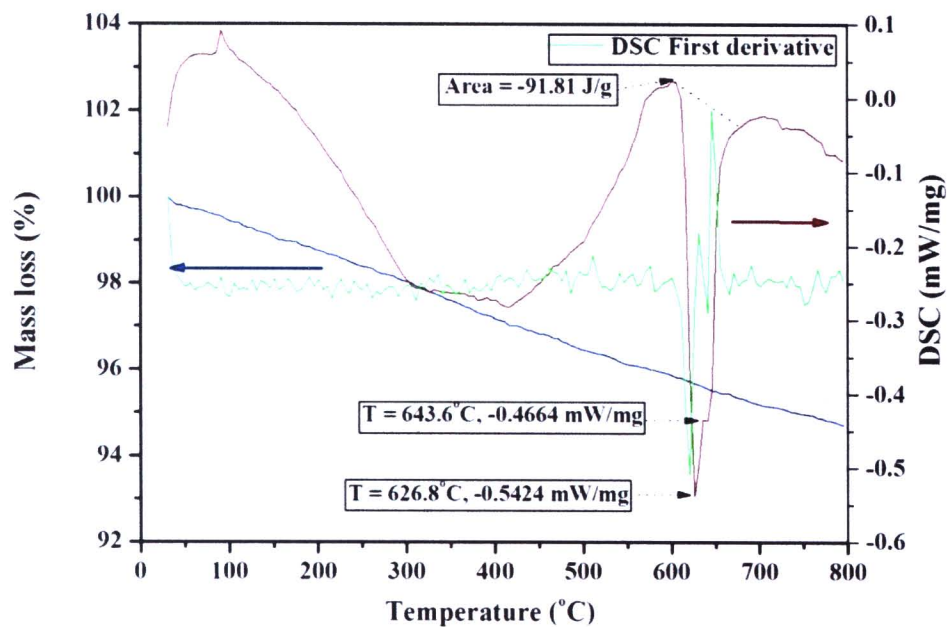
รูปที่ 4.38 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA ของแก้วเซรามิกชุด C1 และชุด C2 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์สูง

จากการวิเคราะห์ทางความร้อนเชิงพลังงาน TG-DSC เพื่อยืนยันกับผลการศึกษาดูด้วยเทคนิค DTA เป็นการดูการเปลี่ยนแปลงเฟสของแก้วเซรามิก โดยมีเงื่อนไขของอุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษาคือช่วงอุณหภูมิห้องคือประมาณ 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 800

องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที พบลักษณะการเปลี่ยนแปลงของพลังงานได้ดังรูป 4.39 (ก) และ (ข) จากรูปที่ 4.39 (ก) เป็นผลการวิเคราะห์ที่ได้จากชุด C1 หรือระบบแก้วเซรามิกที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตรียอล 75 โดยโมล จากกราฟพบว่าที่อุณหภูมิเท่ากับ 652 องศาเซลเซียส ชิ้นงานจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นและเกิดการคายความร้อนเท่ากับ 0.09496 mW/mg ผลการสูญเสียของมวลมีลักษณะที่เพิ่มขึ้นอาจเกิดจากความผิดพลาดของเครื่อง เนื่องจากมวลไม่สามารถเพิ่มขึ้นได้ ส่วนรูปที่ 4.40 (ข) เป็นผลการวิเคราะห์ที่ได้จากชุด C2 หรือระบบแก้วเซรามิกที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในโอเบตรียอล 80 โดยโมล พบว่ามีการเปลี่ยนเฟสเป็นสองชนิดดังจะเห็นได้จากกราฟว่าจุดแรกที่ชิ้นงานเกิดการเปลี่ยนเฟสคือที่อุณหภูมิเท่ากับ 626.8 องศาเซลเซียส และจุดที่สองคือที่ 643.6 องศา โดยเกิดลักษณะของการดูดความร้อนเท่ากับ 0.5424 และ 0.4664 mW/mg ตามลำดับ สำหรับฟลักที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียสนั้นเกิดขึ้นมาจากชิ้นงานมีการดูดความร้อนเนื่องมาจากความชื้นภายใน จากกราฟการสูญเสียของมวล มวลของชิ้นงานในชุด C2 จะเกิดแบบค่อยเป็นค่อยไป เมื่อถึงอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสจะพบว่าการสูญเสียของมวลเพียง 94.5 % ลดลงเพียงเล็กน้อยเนื่องจากอะตอมบางส่วนได้หลุดออกไปในสัดส่วนที่เท่าๆ กัน



(ก)

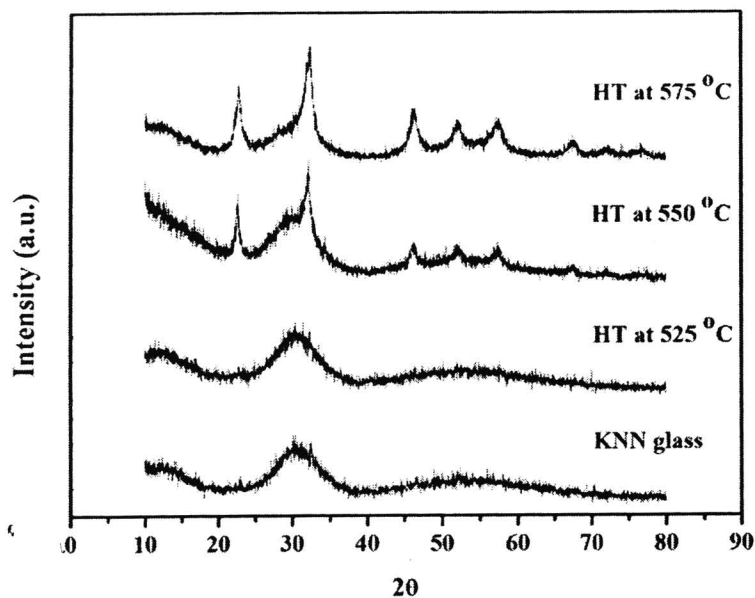


(ข)

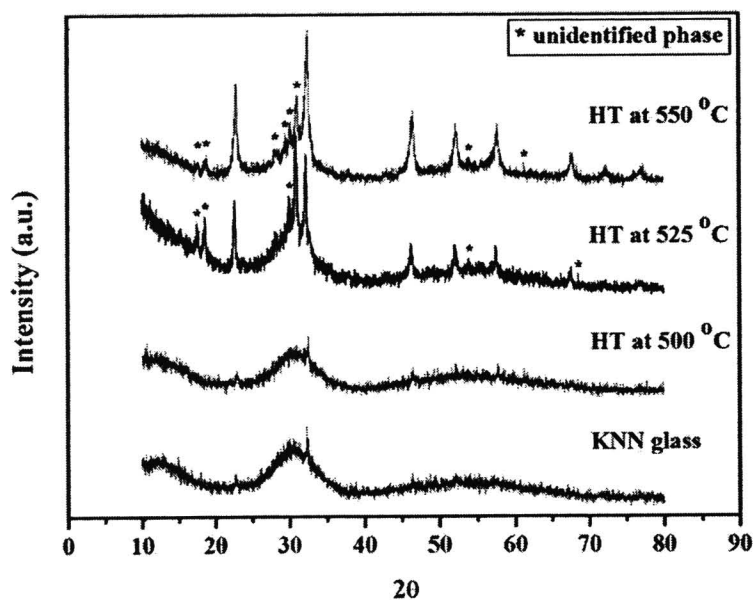
รูปที่ 4.39 (ก) แสดงผลการวิเคราะห์เชิงพลังงานด้วยเทคนิค TG-DSC ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นบริสุทธิ์ชุด C1 (ข) แสดงผลการวิเคราะห์เชิงพลังงานด้วยเทคนิค TG-DSC ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นบริสุทธิ์ชุด C2

4.3.3.3 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD

จากการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของผงแก้วที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ หรือชุด C1 และ C2 นี้ด้วยเทคนิค XRD เป็นดังรูป 4.40 ในชุด C1 (ก) หรือระบบแก้วเซรามิกที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ร้อยละ 75 โดยโมลนั้นพบว่ามีความคล้ายคลึงกับชิ้นงานแก้วเซรามิกชุด A1 และ B1 คือชิ้นงานแก้วที่ยังไม่ผ่านกระบวนการทางความร้อน และชิ้นงานที่ผ่านการใช้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียส จะแสดงลักษณะความเป็นออสัณฐานส่วนใหญ่ คือไม่มีความเป็นผลึกเกิดขึ้นภายในเนื้อแก้ว ในช่วงอุณหภูมิ 525 และ 550 องศาเซลเซียส จะตรวจพบฟลักของเฟสองค์ประกอบเล็กน้อยปรากฏที่มุม 2θ เท่ากับ 23 และ 32 องศา ที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส ปรากฏเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตอย่างชัดเจน โดยตรวจสอบได้จากการเทียบกับข้อมูล JCPDS พบว่าเฟสที่เกิดขึ้นมีความสอดคล้องกับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต $K_{0.65}Na_{0.35}NbO_3$ หรือ หมายเลข JCPDS คือ 77-0038 โดยมีโครงสร้างผลึกแบบอโนคลินิก (monoclinic structure) ในชุด C2 (ข) หรือระบบแก้วเซรามิกที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ร้อยละ 80 โดยโมลนั้นพบว่าเกิดฟลักที่ไม่สามารถระบุได้ (unidentified phase) เกิดขึ้นตั้งแต่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียสเป็นต้นมา ซึ่งเกิดพร้อมกับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ซึ่งอาจเกิดจากการทำพันธะของเฟสอื่น อาทิ Na – Si หรือ K – Si ที่จับกัน



(ก)

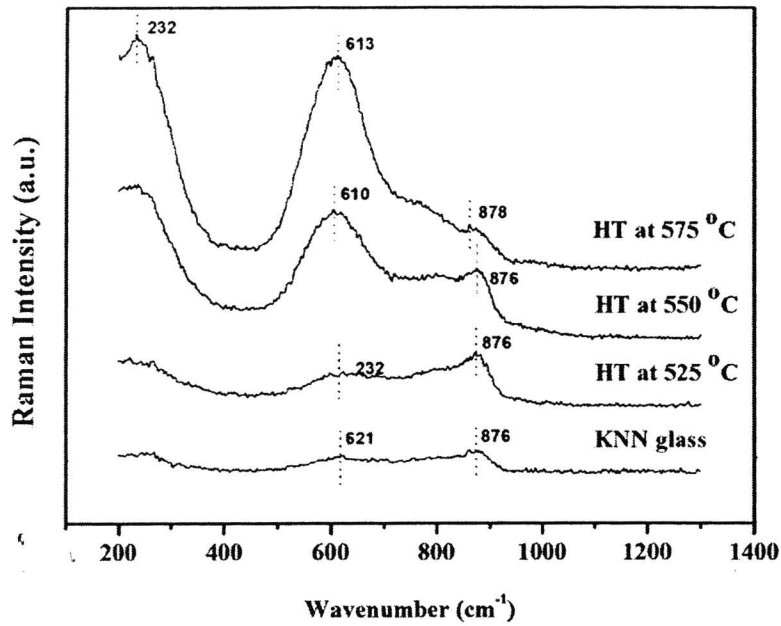


(ข)

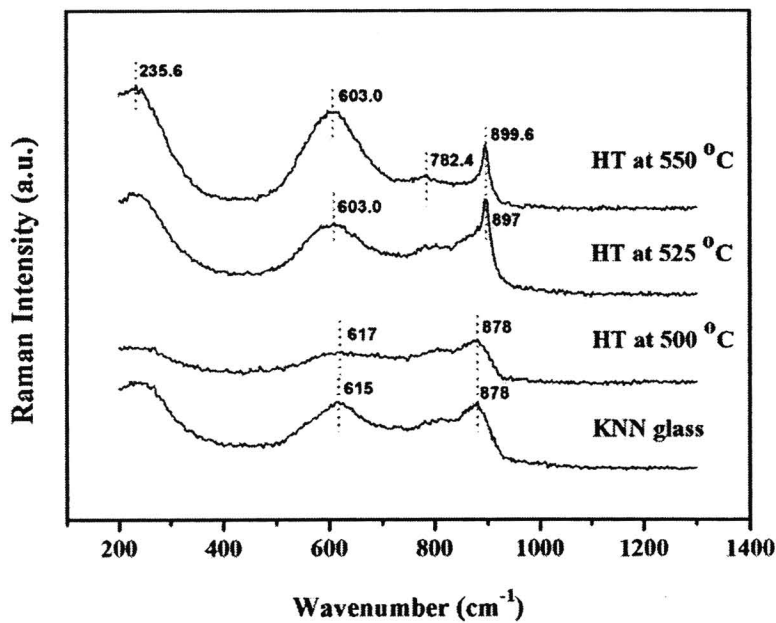
รูปที่ 4.40 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ชุด C1 (ก) คือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ร้อยละ 75 โดยโมล และชุด C2 (ข) คือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต ร้อยละ 80 โดยโมล

4.3.3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปี

ผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีด้วยเครื่องรามาน (Raman spectroscopy) ของชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยจะพบแถบของการสั่น (vibration band) ตั้งแต่ $200 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ พบว่าแก้วที่เตรียมได้จะมีพีคของรามานสเปกตรัมเกิดขึ้นในหลายช่วงเลขคลื่น (wavenumber) และมีลักษณะที่ไม่แตกต่างกันมากนักดังที่แสดงในรูปที่ 4.41 ในรูป 4.41 (ก) แสดงผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีของแก้วชุด C1 พบว่าที่เลขคลื่นเท่ากับ 230 cm^{-1} จะเกิดการดัดโค้งของพันธะ O-Nb-O ในช่วง 618 cm^{-1} แสดงถึงการทำพันธะระหว่างโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตภายในโครงสร้างของไนโอเบียมออกไซด์รอลที่มีการจับกันของพันธะซึ่งจะเกิดการยึดตัวของ O-Nb-O อย่างไรก็ตาม ช่วงบริเวณ $700 - 800 \text{ cm}^{-1}$ จะแสดงการยึดตัวอย่างสมมาตรของ Si-O-Si เช่นกัน สุดท้ายช่วงบริเวณ $800 - 900 \text{ cm}^{-1}$ จะแสดงให้เห็นการเชื่อมต่อกันของไนโอเบียมออกไซด์รอล การเกิดพีคของรามานในช่วงระหว่าง $800 - 900 \text{ cm}^{-1}$ จะแสดงถึงพันธะของไนโอเบียมออกไซด์รอล (NbO_6) ที่มีออกซิเจน (non-bridging oxygen) ที่ไม่ได้ทำพันธะอยู่ จึงเกิดบิดเบี้ยวของโครงสร้างมาก ส่วนพีคที่เกิดขึ้น ณ $600 - 800 \text{ cm}^{-1}$ จะไม่มีออกซิเจนที่ ไม่ได้ทำพันธะเหลืออยู่ในโครงสร้าง จึงไม่มีการบิดเบี้ยว จากกราฟจะเห็นได้ว่าการบิดเบี้ยวของโครงสร้างเกิดมากเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึกต่ำ แก้วจะมีความเป็นอสัณฐานสูง แต่เมื่ออุณหภูมิในการปลูกผลึกสูงขึ้นการบิดเบี้ยวของโครงสร้างจะเกิดน้อยลงและมีความเป็นผลึกเพิ่มสูงขึ้น สำหรับรูปที่ 4.41 (ข) จะแสดงผลการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีของแก้วชุด C2 พบว่าในชุด C2 ไม่มีความแตกต่างกับชุด C1 มากนัก แต่ในช่วงเลขคลื่นเท่ากับ 890 cm^{-1} จะพบการเกิดพันธะใหม่สอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิค XRD ซึ่งพบเฟสที่ยังไม่สามารถระบุได้ จากการวิเคราะห์พีคที่สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นนี้อาจเป็นผลมาจากการบิดเบี้ยวของโครงสร้างไนโอเบียมออกไซด์รอล เพราะเกิดออกซิเจนที่ ไม่ได้ทำพันธะด้วยจำนวนมาก เกิดเป็นเฟสใหม่ภายในแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต



(ก)



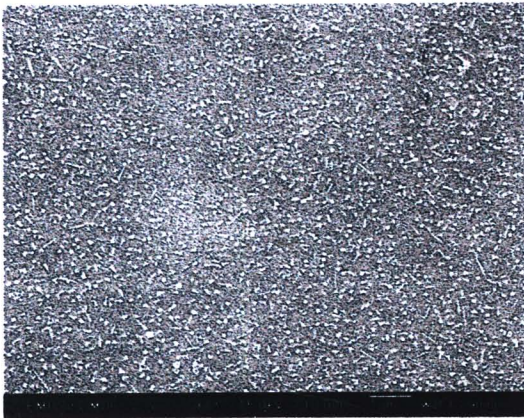
(ข)

รูปที่ 4.41 แสดงรูปแบบของรามานสเปกตรัมของแก้วเซรามิกชุด C1 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ชุด C1 (ก) คือระบบ แก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตร้อยละ 75 โดยโมล และชุด C2 (ข) คือระบบ แก้วที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตร้อยละ 80 โดยโมล



4.3.3.5 ผลการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค FESEM-EDS

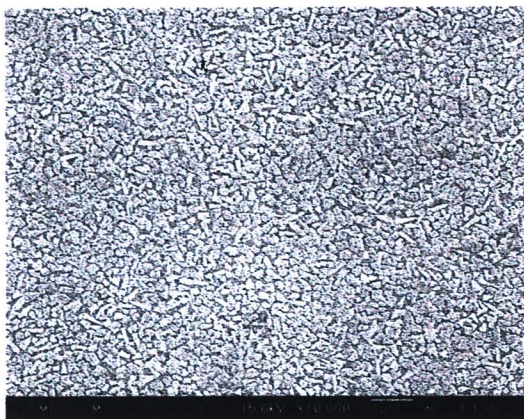
ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียม-โซเดียมไนโอเบตที่สารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์ และผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกในแต่ละช่วงอุณหภูมิ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดในโหมด scanning electron (SEI) ได้ผลดังที่แสดงในรูปที่ 4.42 (ก) และ (ข) ซึ่งจากการถ่ายภาพชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ผ่านอุณหภูมิปลูกผลึกต่างๆ ทั้งสองชุด ด้วยกำลังขยาย 20,000 เท่า พบว่าเกิดผลึกเล็กๆ จำนวนมากกระจายอยู่ทั่วบริเวณเนื้อแก้ว และเมื่อทำการขยายภาพไปที่กำลังขยาย 50,000 พบว่าผลึกที่เกิดขึ้นเหล่านี้มีรูปทรงเป็นเหลี่ยมมุม (equiaxed crystal) ผลึกที่เกิดขึ้นจะมีขนาดที่โตขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ผลึกที่เกิดในชิ้นงานที่ผ่านอุณหภูมิปลูกผลึกต่ำที่สุดจะพบว่าการกระจายตัวไม่หนาแน่นและผลึกมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร ที่อุณหภูมิปลูกผลึกที่สูงที่สุดจะพบว่าผลึกที่เกิดเติบโตเต็มทั่วบริเวณชิ้นงาน ผลการศึกษาราคูองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS ตรวจพบธาตุองค์ประกอบของแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต คือธาตุ K, Na, Nb, O และ Si ในปริมาณร้อยละที่ไม่แตกต่างกันมากนักในแต่ละชุดการให้ความร้อนเพื่อปลูกผลึกตามลำดับ ดังที่แสดงในรูป 4.43



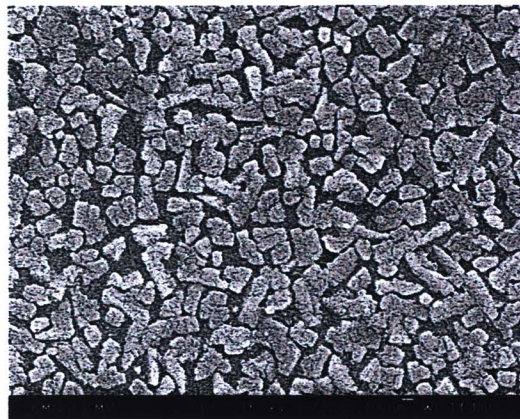
ก. 525 °C (10,000x)



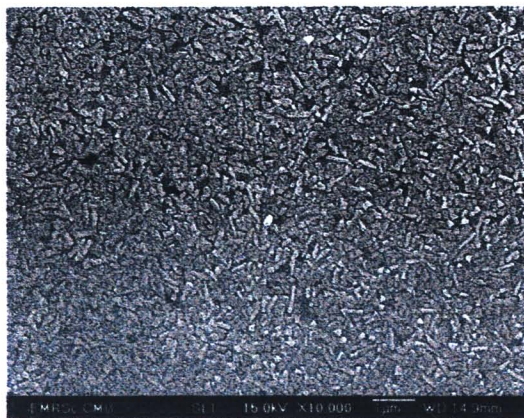
ข. 525 °C (30,000x)



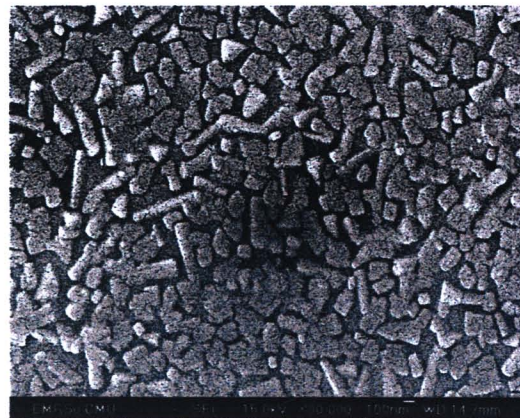
ค. 550 °C (10,000x)



ง. 550 °C (30,000x)

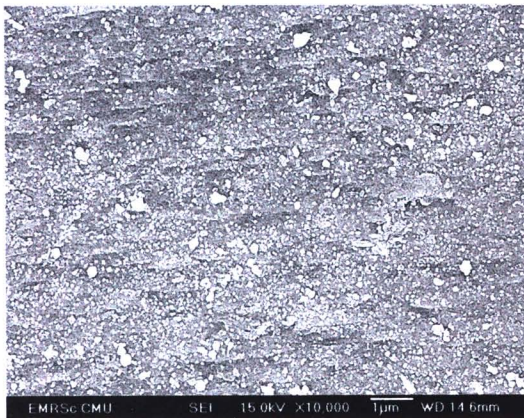


จ. 575 °C (10,000x)

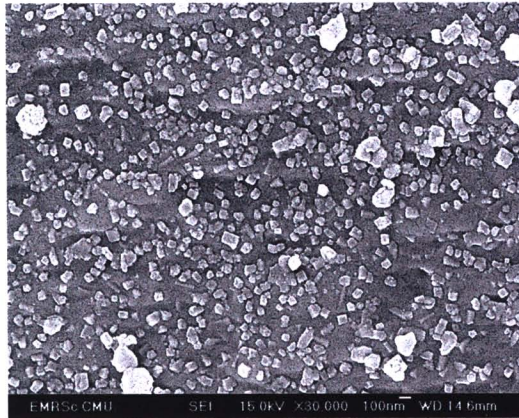


ฉ. 575 °C (30,000x)

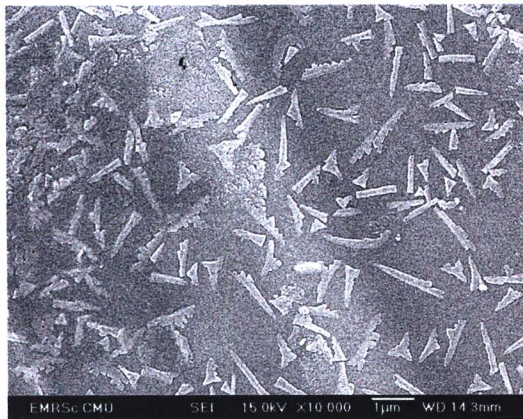
รูปที่ 4.42 แสดงการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกชุด C1 ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ด้วยกำลังขยาย 10,000 และ 30,000 เท่า



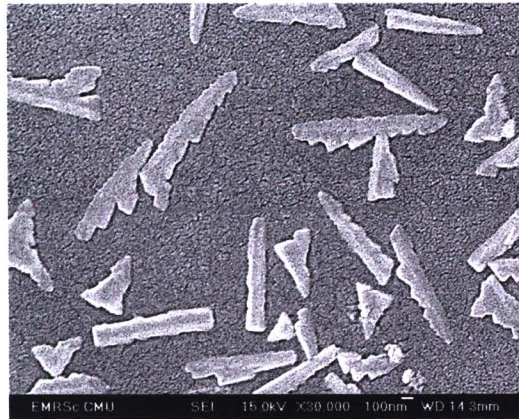
ก. 525 °C (10,000x)



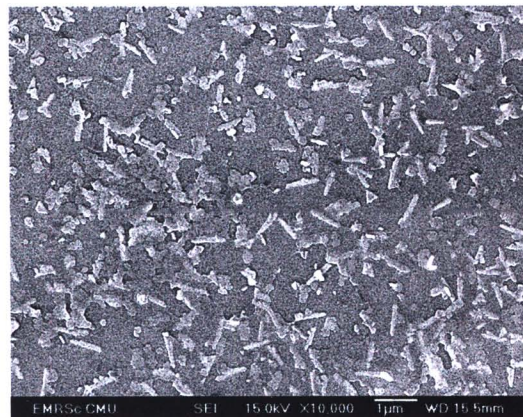
ข. 525 °C (30,000x)



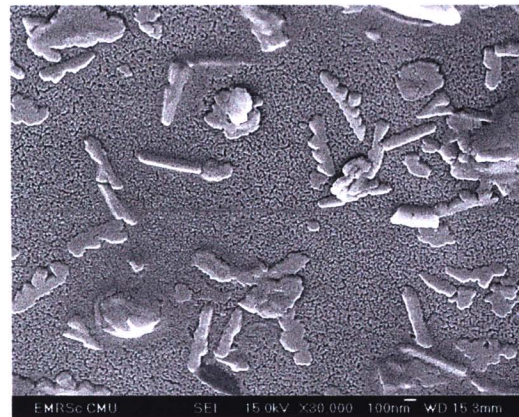
ค. 550 °C (10,000x)



ง. 550 °C (30,000x)

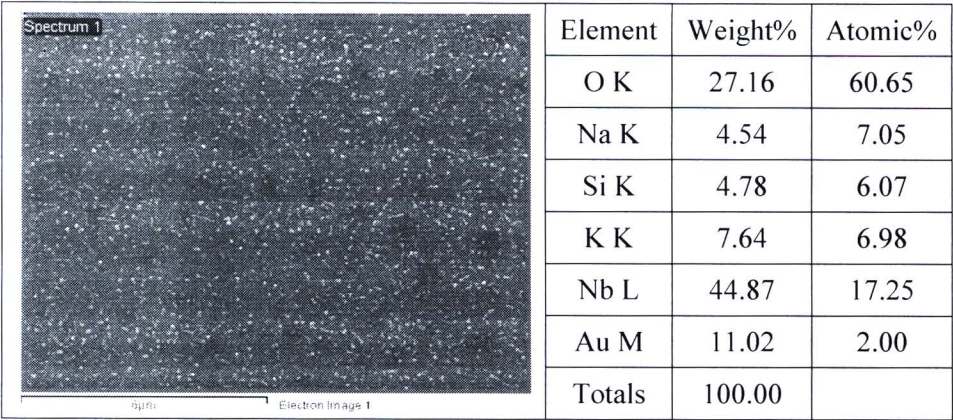


จ. 575 °C (10,000x)

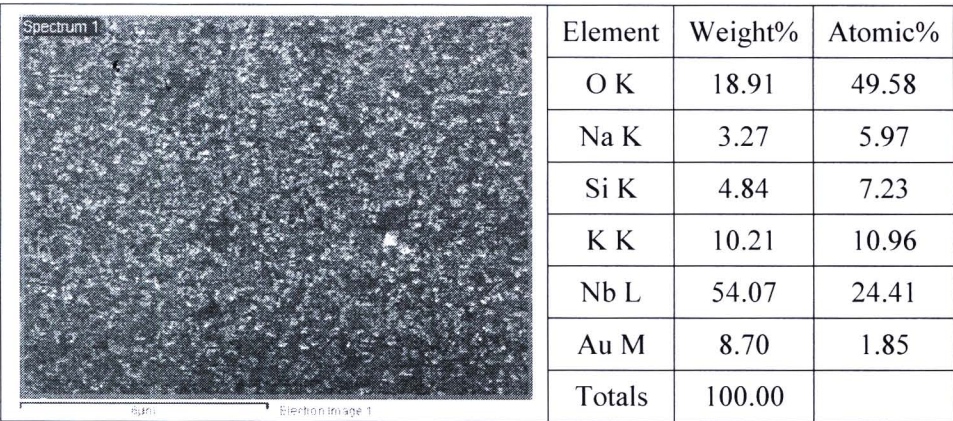


ฉ. 575 °C (30,000x)

รูปที่ 4.42 (ต่อ) แสดงการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแก้วเซรามิกชุด C2 ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ด้วยกำลังขยาย 10,000 และ 30,000 เท่า

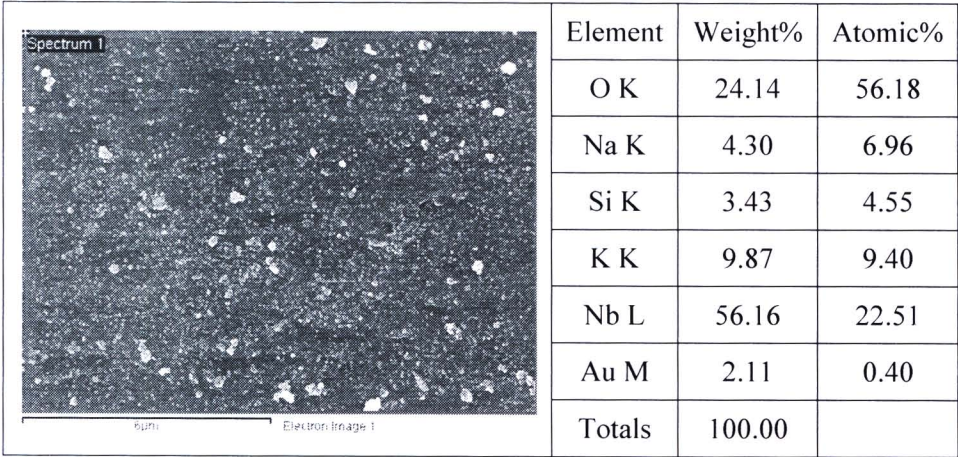


(ก)

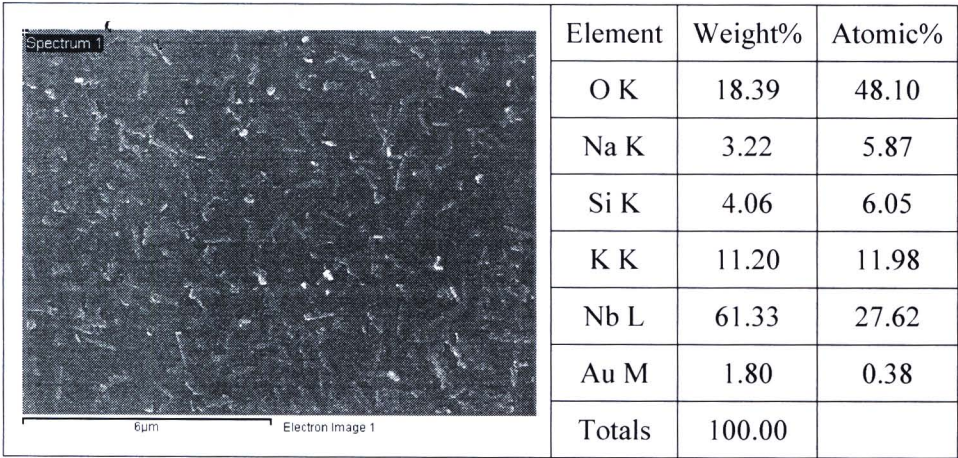


(ข)

รูปที่ 4.43 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของชิ้นงานแก้วเซรามิกชุด C1 ได้จากสารตั้งต้นบริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อน (ก) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส (ข) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส



(ก)



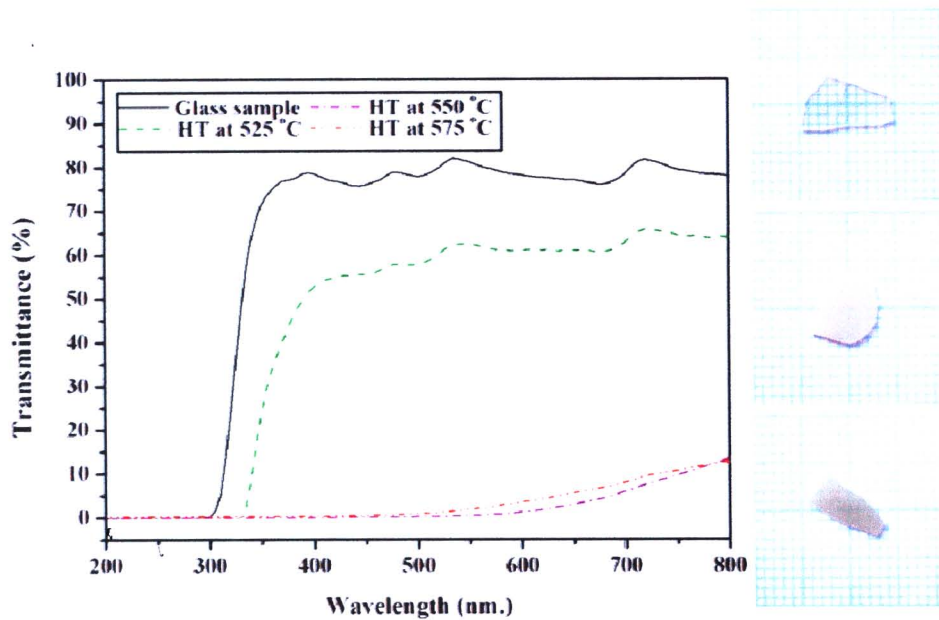
(ข)

รูปที่ 4.43 (ต่อ) แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ของชิ้นงานแก้วเซรามิกชุด C2 ได้จากสารตั้งต้นบริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อน (ก) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ข) ผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส

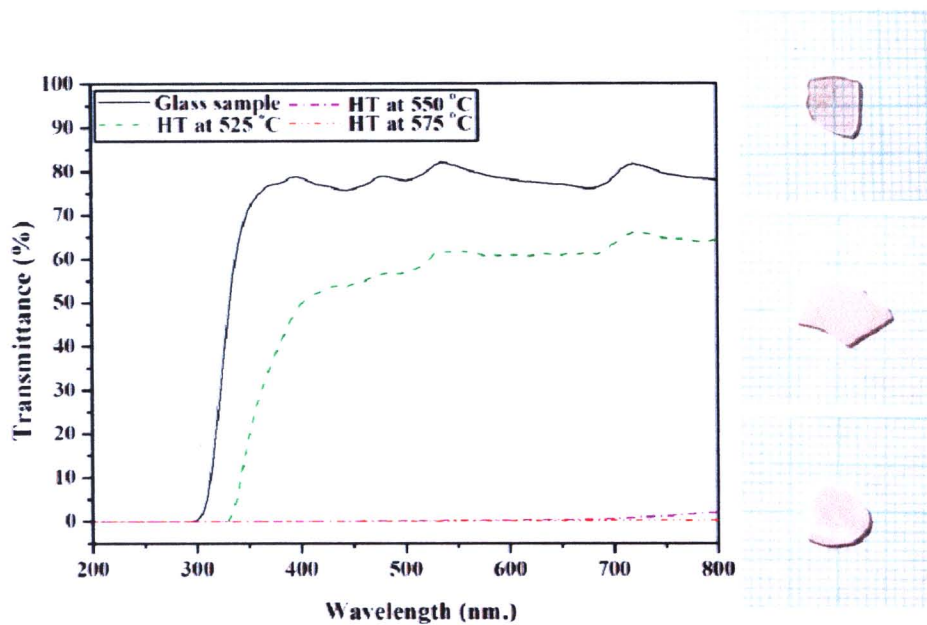
4.3.3.6 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงแสงด้วยเครื่องมือ UV-Vis และ Refractometer

ผลที่ได้จากทดลองหาเปอร์เซ็นต์การส่องผ่าน (% Transmittance) ของชิ้นงานแก้วเซรามิก โฟแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์ และผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 15 นาที โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกในแต่ละช่วง อุณหภูมิ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง จากรูปที่ 4.44 ทั้งชุด C1 และ C2 จะเห็นว่าชิ้นงานที่ผ่านความร้อน เพื่อปลูกผลึกที่อุณหภูมิต่ำจะมีลักษณะที่โปร่งใสกว่าที่อุณหภูมิสูง ทำให้มีเปอร์เซ็นต์การส่องผ่าน ของแสงก็จะสูงกว่าชิ้นงานที่ทึบแสง โดยสามารถมีเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านคือ 60 เปอร์เซ็นต์ ช่วง ความยาวคลื่นที่แสงสามารถทะลุผ่านคือแสงขาว (visible light, 300 - 800 nm.) ตั้งแต่ 330 นาโน-เมตร ส่วนชิ้นงานที่ทึบนั่นเกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการปลูกผลึกสูงขึ้น ที่เป็นเช่นนี้สืบเนื่องมาจาก ผลึกภายในชิ้นงานมีขนาดใหญ่ทำให้เกิดการกระเจิงของแสงมากจนการทะลุผ่านของแสงเกิดขึ้น ได้น้อย ดังผลที่ปรากฏจากการวิเคราะห์ด้วย SEM ชิ้นงานที่มีขนาดของผลึกที่เล็กในช่วงนาโน-เมตร จะยอมให้แสงผ่านได้โดยการกระเจิงแสงเกิดได้น้อย ผลจึงทำให้เปอร์เซ็นต์การส่องผ่านมี ค่าที่สูงตามไปด้วย สำหรับเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของชิ้นงานที่ทึบแสงนั้น จะมีค่าเพียง 10 เปอร์เซ็นต์ และมีช่วงความยาวคลื่นที่แสงสามารถทะลุผ่านได้ที่ 500 - 600 นาโนเมตรเป็นต้นไป

สำหรับค่าดัชนีการหักเหของแสงในแก้วทั้งสองชุดมีค่าที่ไม่แตกต่างกันมากนัก ในแก้วชุด C1 ที่ผ่านการให้ความร้อนเพื่อปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียสนั้น มีค่าดัชนี หักเหเท่ากับ 1.655, 1.655 และ 1.64 และในแก้วชุด C2 ที่ผ่านการให้ความร้อนเพื่อปลูกผลึกที่ อุณหภูมิ 500, 525 และ 550 องศาเซลเซียสนั้น มีค่าดัชนีหักเหเท่ากับ 1.66, 1.66 และ 1.65 ตามลำดับ



(ก)



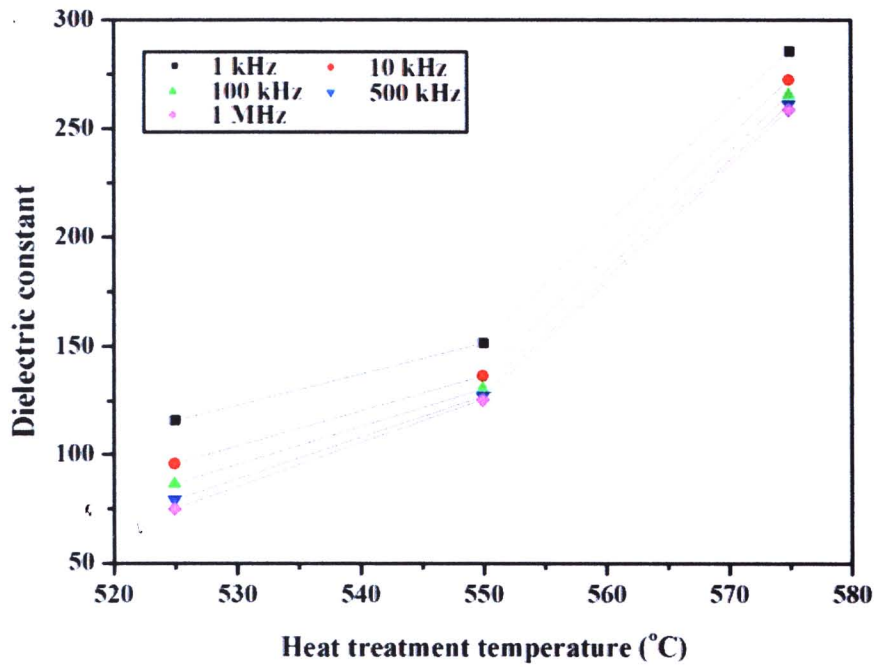
(ข)

รูปที่ 4.44 แสดงลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานแก้วเซรามิกเปรียบเทียบค่าความสามารถในการส่งผ่านที่ได้จากสารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อน ชุด C1 (ก) คือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 75 โมล และชุด C2 (ข) คือระบบแก้วที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 80 โมล

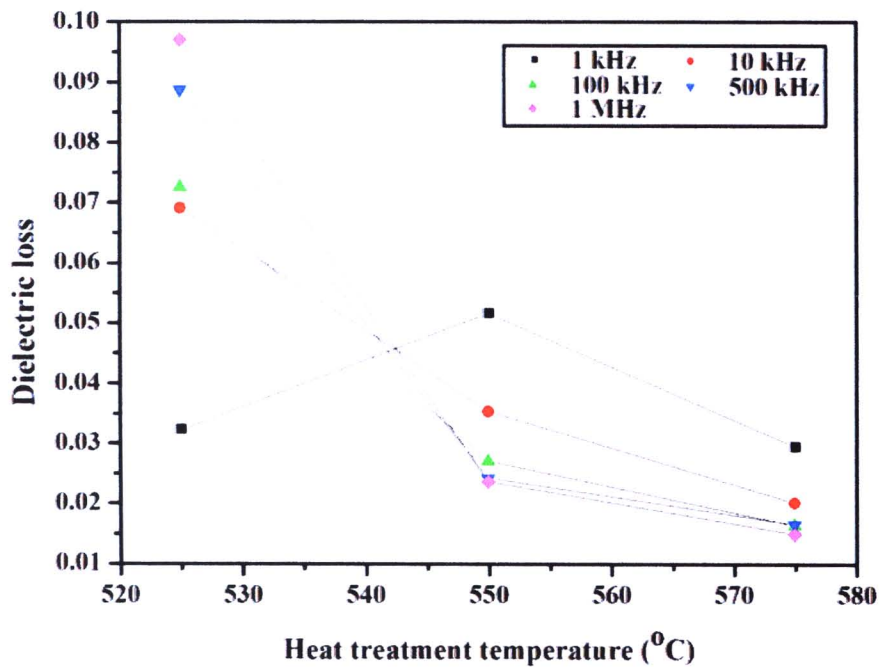
4.3.3.7 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

1. สมบัติไดอิเล็กทริก

ผลการตรวจสอบค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้องของชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์ และผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 1 ชั่วโมง โดยผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 525, 550 และ 575 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง แสดงให้เห็นดังรูป 4.45 โดยเลือกความถี่ที่ต่างกันมาใช้ในการวิเคราะห์คือ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ตามลำดับพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ชิ้นงานแก้วเซรามิกมีแนวโน้มของค่าไดอิเล็กทริกที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น กลับกันกับค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่ลดลง โดยยังได้ทำการวัดค่าไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่ค่า พบว่าค่าทั้งสองจะลดลงตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น จากนั้นได้ลองทำการวัดค่าค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิของชิ้นงานเปลี่ยนแปลงไป ดังจะเห็นในรูป 4.46 จะเห็นได้ว่าในชิ้นงานแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันจะมีค่าไดอิเล็กทริกที่สูงเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้น โดยค่าไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่สูงที่สุดในชิ้นงานแก้วเซรามิกชุด C2 ที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส โดยมีค่าที่สูงถึง 300,000 และแต่ละชุดการทดลองจะมีค่าของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่สูงประมาณ 15 - 20

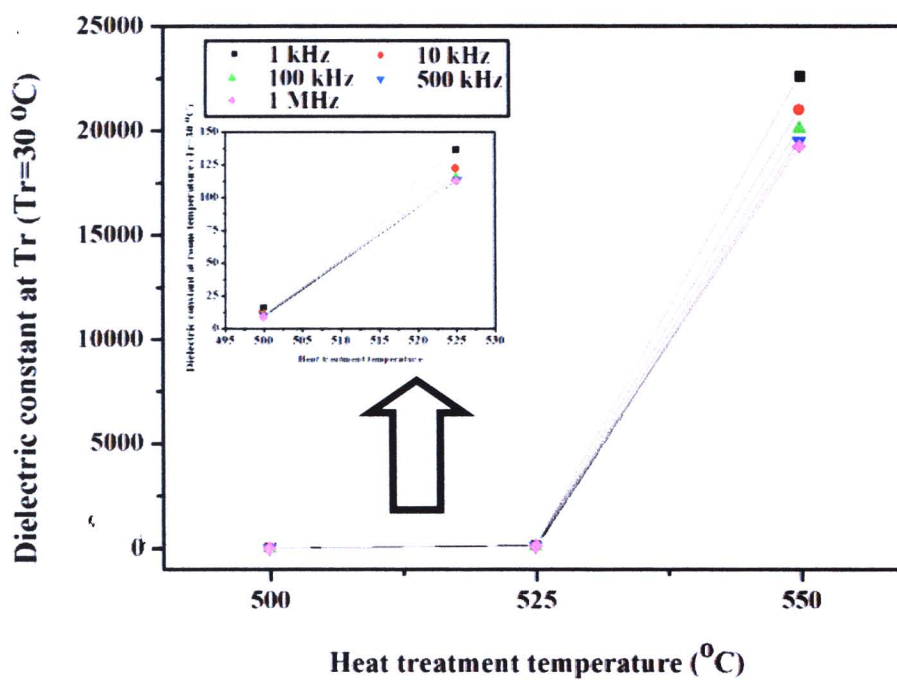


(ก)

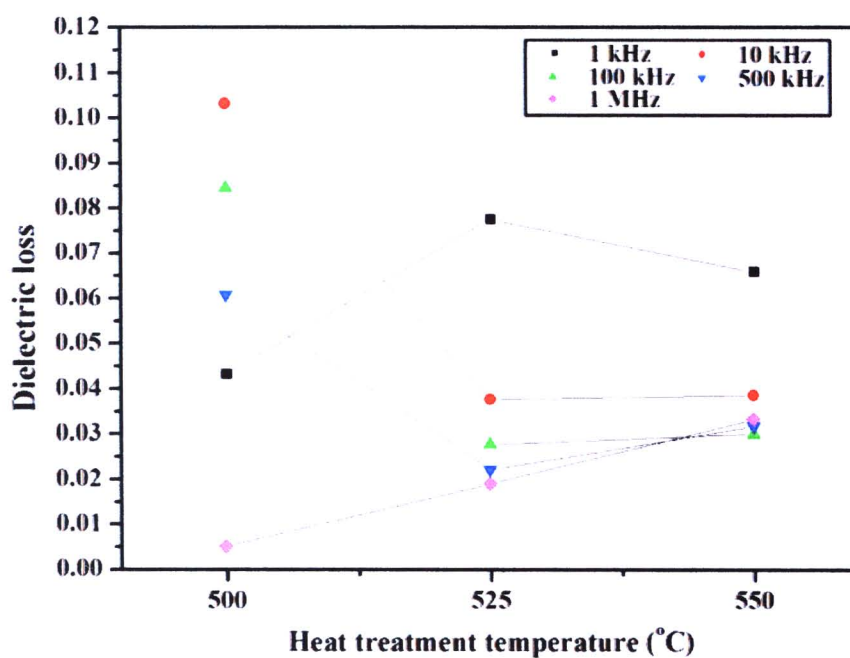


(ข)

รูปที่ 4.45 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) ณ อุณหภูมิห้องของแก้วเซรามิกชุด C1 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อน

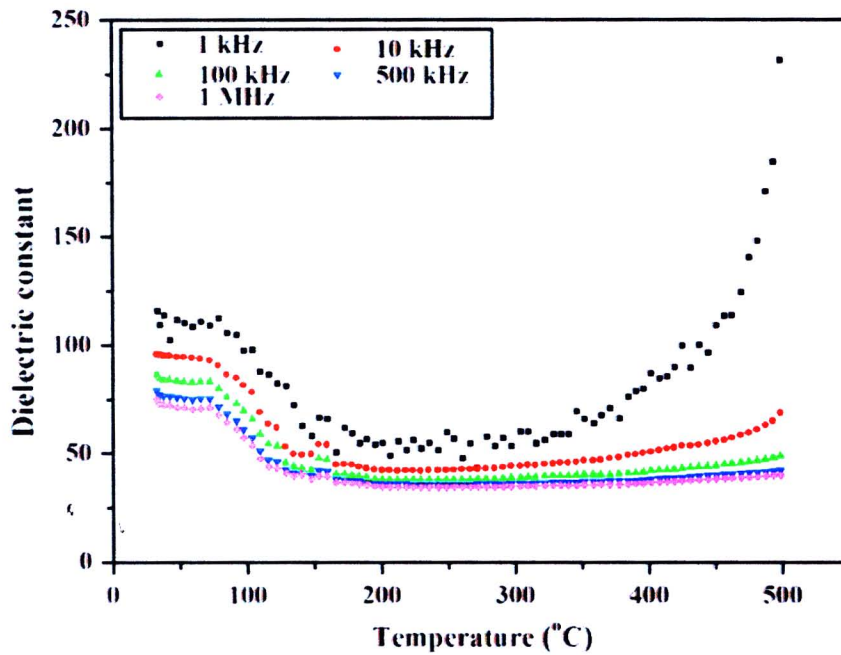


(ก)

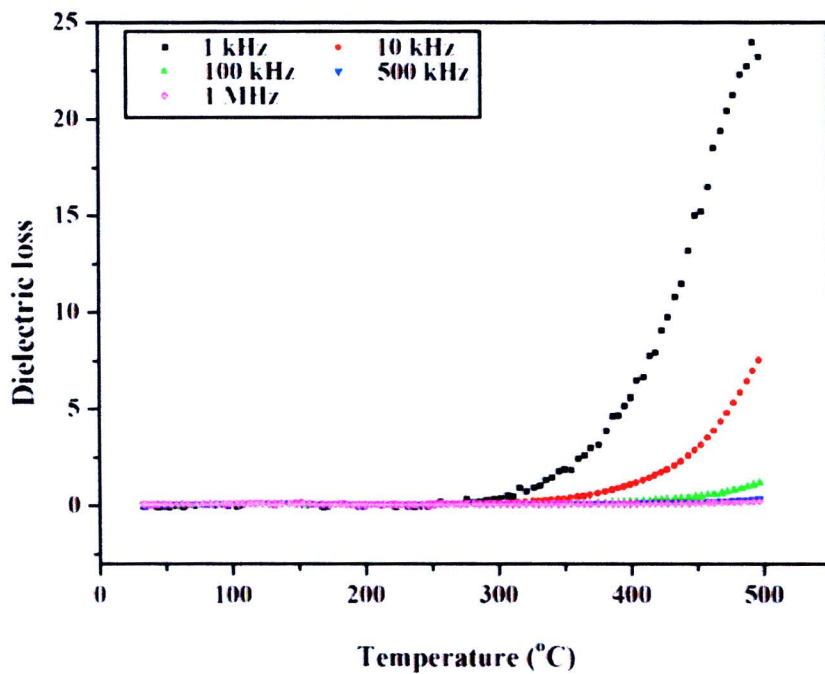


(ข)

รูปที่ 4.45 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) ณ อุณหภูมิห้อง ของแก้วเซรามิกชุด C2 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อน

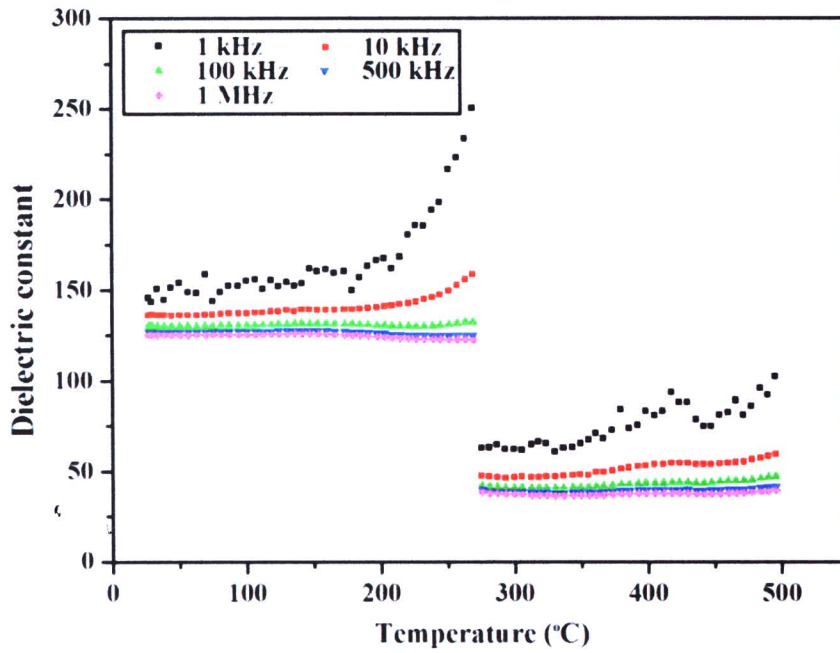


(ก)

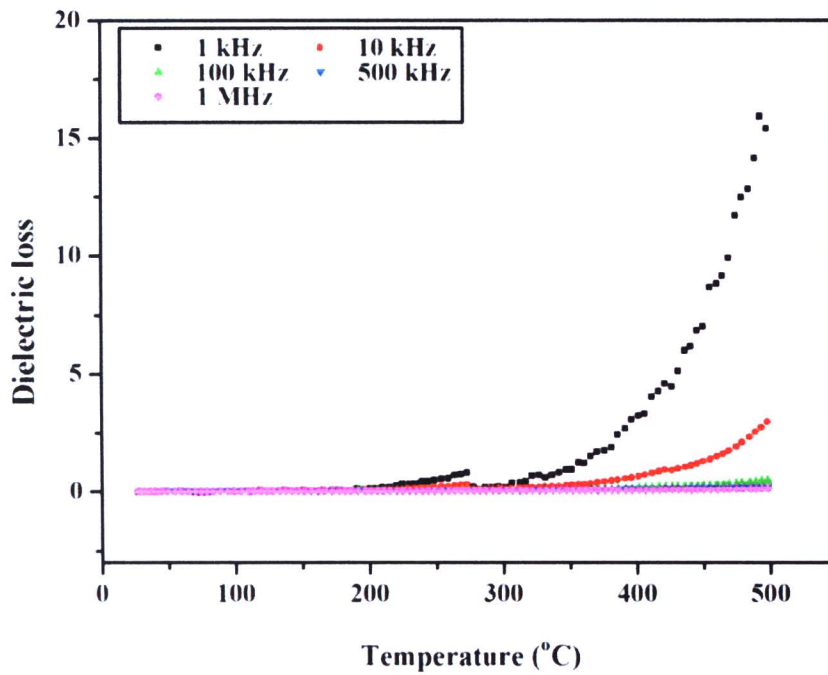


(ข)

รูปที่ 4.46 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกชุด C1 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส

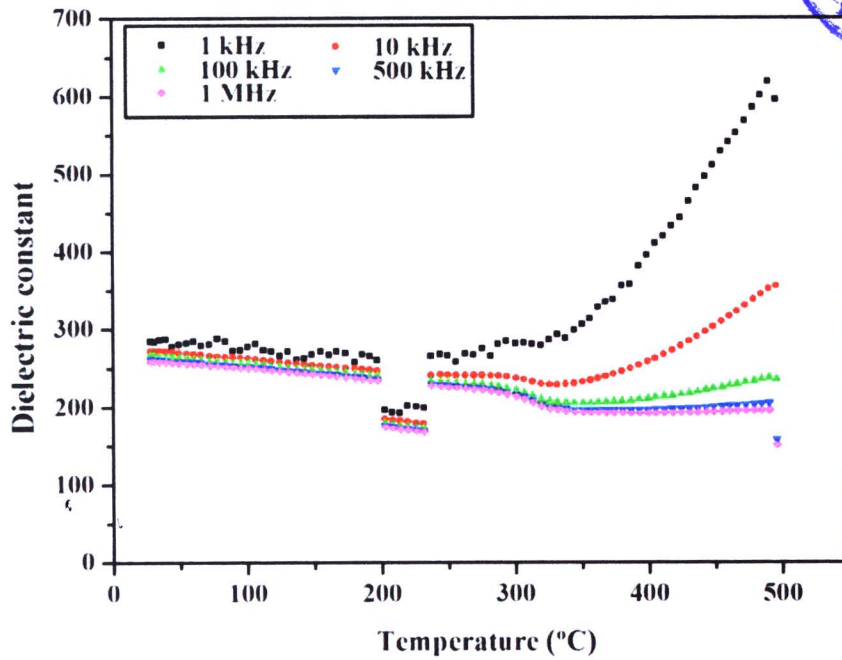


(ก)

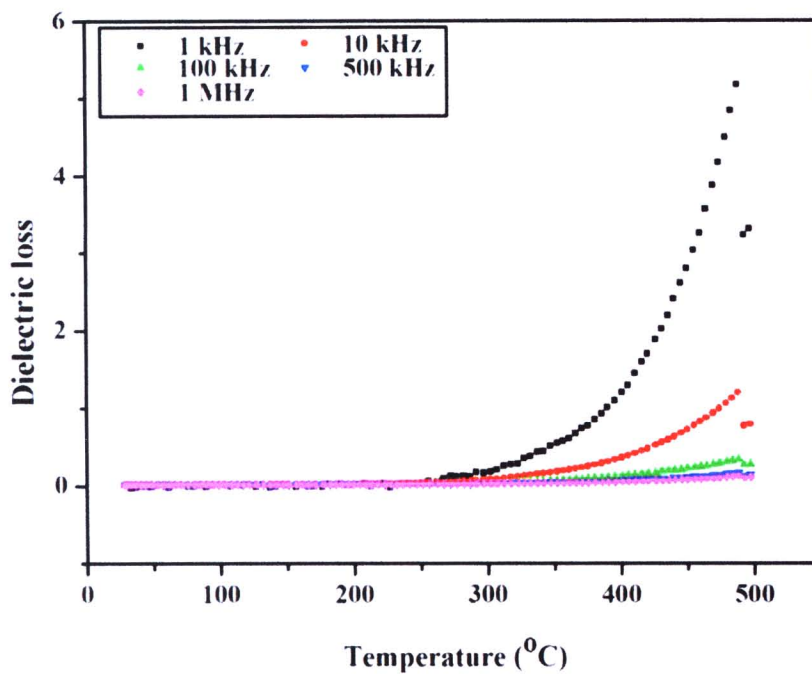


(ข)

รูปที่ 4.46 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกชุด C1 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส

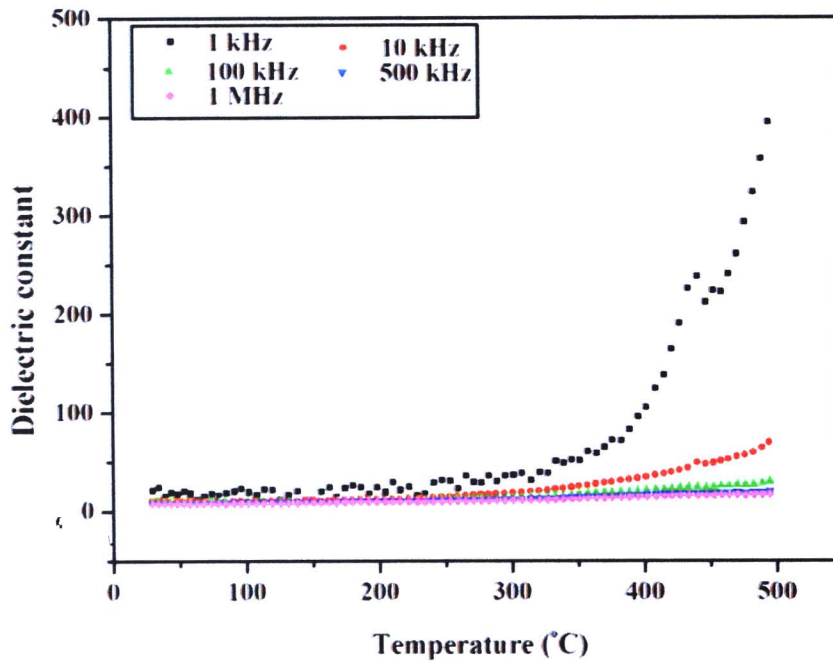


(ก)

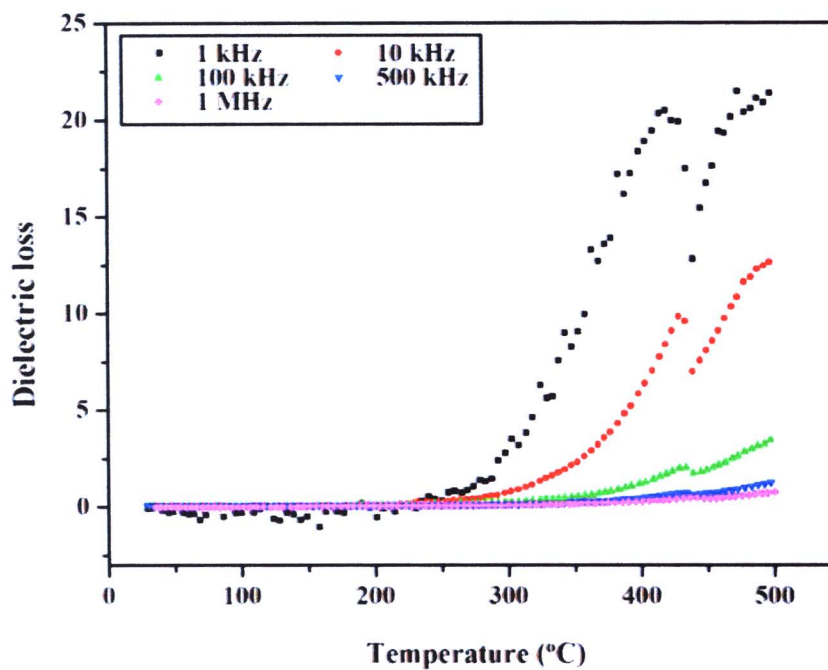


(ข)

รูปที่ 4.46 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกชุด C1 ที่ได้จากสารตั้งต้นไมบริสุทธิและผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียส

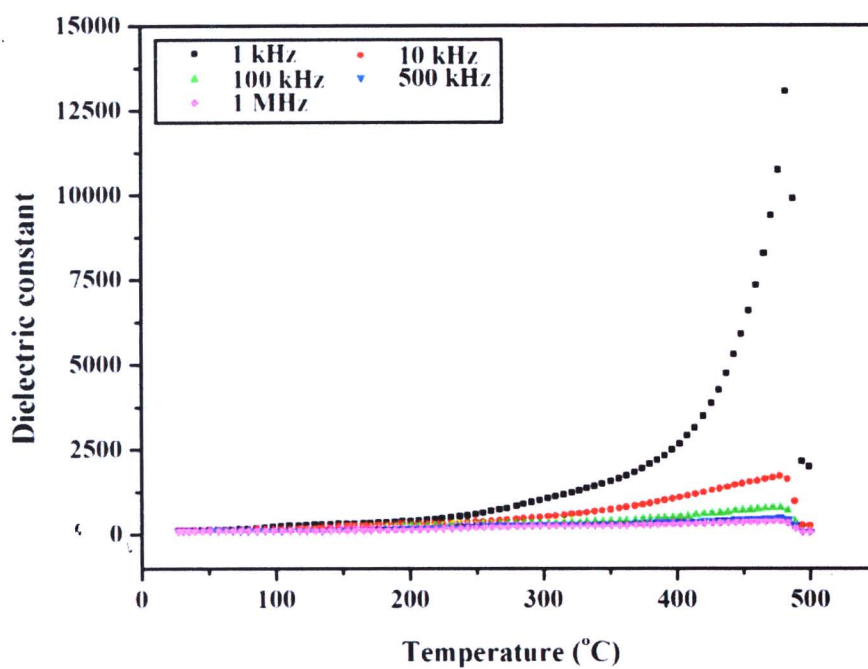


(ก)

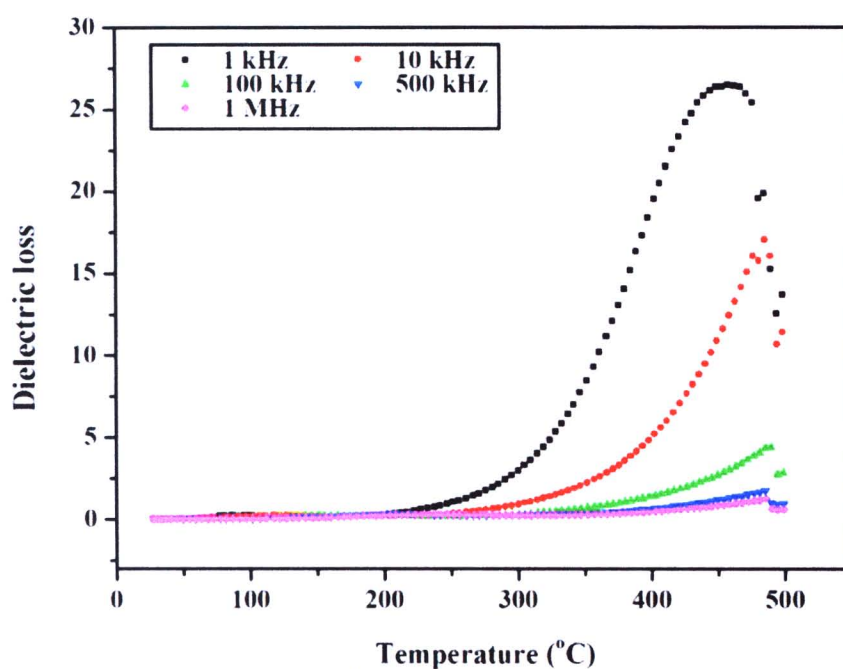


(ข)

รูปที่ 4.46 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกชุด C2 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

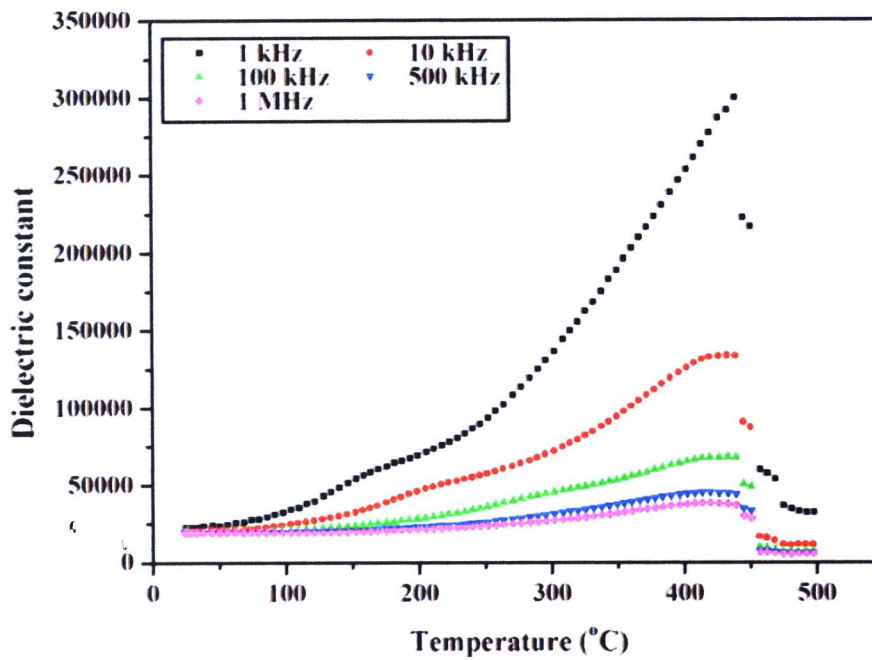


(ก)

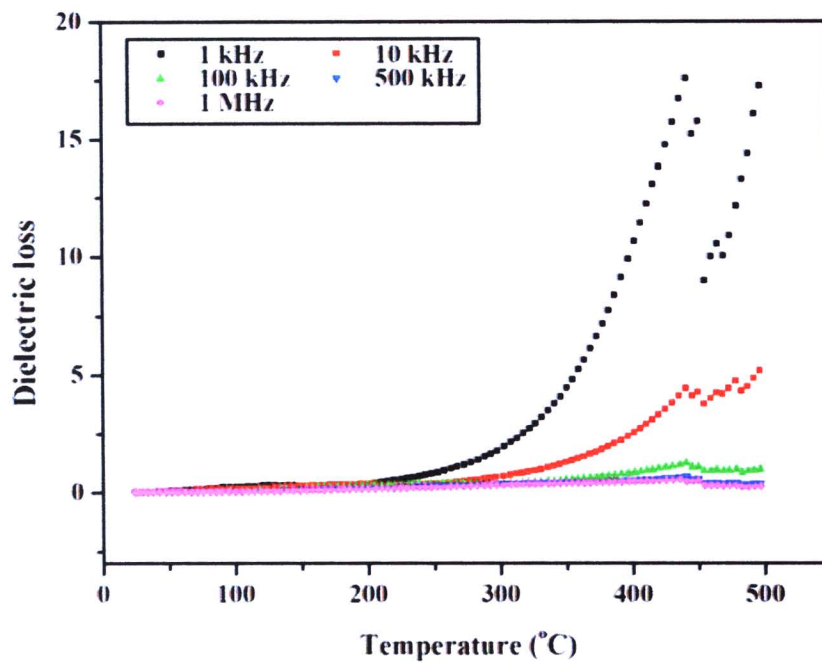


(ข)

รูปที่ 4.46 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกชุด C2 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 525 องศาเซลเซียส



(ก)

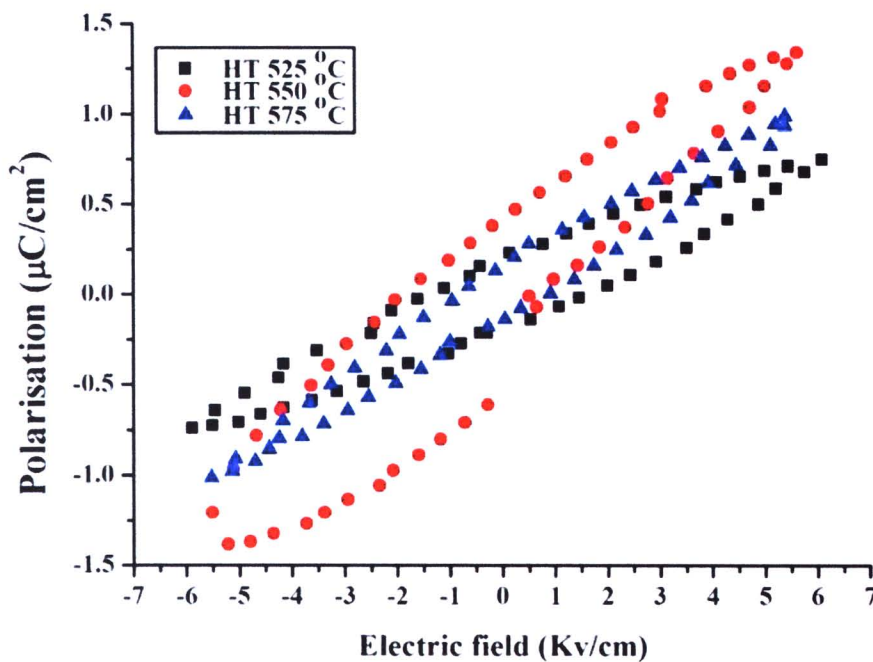


(ข)

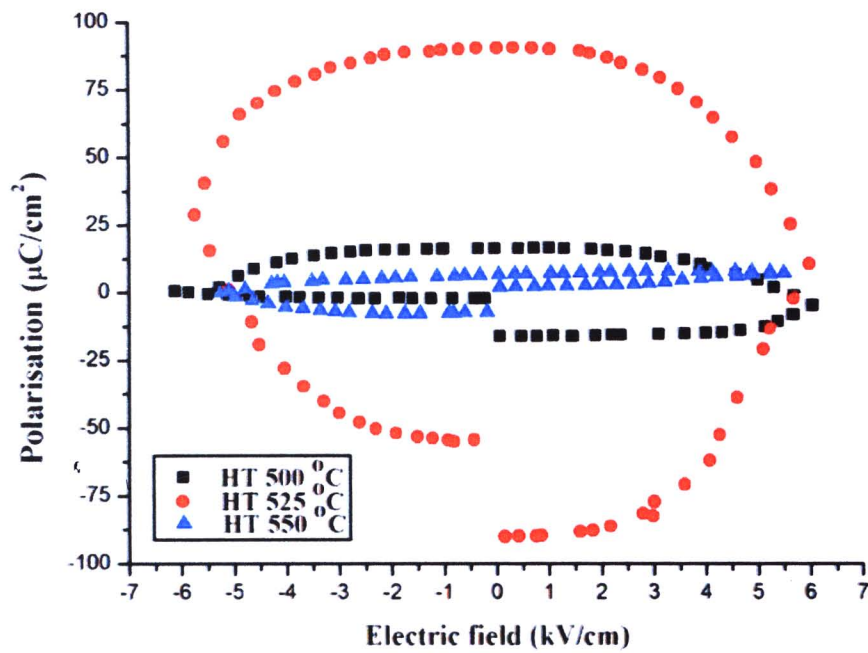
รูปที่ 4.46 (ต่อ) แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ก) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (ข) เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ของแก้วเซรามิกชุด C2 ที่ได้จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์และผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส

2. สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง ของชิ้นงานแก้วเซรามิก โพลีเอทเซียมโซเดียมในโอเบตที่สร้างจากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ ซึ่งผ่านการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 15 นาที และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยให้สนามไฟฟ้าเข้าไป 300 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร (kV/cm) เป็นระยะเวลานาน 1000 วินาที แสดงให้เห็นดังรูปที่ 4.47 จากรูปวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ของแก้วเซรามิกทั้งสองชุด พบว่าค่าโพลาริเซชันที่ได้มีค่าที่ไม่สูง ในชุด C1 มีค่าโพลาริเซชันสูงสุดในชุดที่ให้อุณหภูมิปลูกผลึกเข้าไปเท่ากับ 550 องศาเซลเซียส โดยมีค่าเพียง $1.3 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ในชุด C2 มีค่าโพลาริเซชันสูงสุดในชุดที่ให้อุณหภูมิปลูกผลึกเข้าไปเท่ากับ 525 องศาเซลเซียส จากลักษณะวงฮิสเทอรีซิสแสดงให้เห็นว่าแก้วชุดนี้ยังคงมีการสูญเสีย (lossy capacitor) ที่สูงและไม่พบความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกที่เด่นชัด



รูปที่ 4.47 แสดงวงฮิสเทอรีซิสของแก้วเซรามิกที่สร้างจากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ชุด C1 และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.47 (ต่อ) แสดงวงฮิสเทอรีซิสของแก้วเซรามิกที่สร้างจากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ชุด C2 และผ่านความร้อนเพื่อใช้ในการปลูกผลึกที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง