

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาวิธีการเตรียมแก้วเซรามิกที่ประกอบไปด้วยผลึกเฟรโรอิเล็กทริกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตไร้สารตะกั่วในระบบซิลิเกตด้วยวิธีการอินคอร์ปอเรชัน (Incorporation) โดยเริ่มจากการเตรียมสารประกอบตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตจากโพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3), โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) และ ไนโอเบียม (Nb_2O_5) ตามอัตราส่วนที่ได้คำนวณไว้ แล้วจึงนำไปเผาแคลไซน์ นำสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่เหมาะสมแล้วไปผสมกับแก้วเบสคือซิลิกา ก่อนแล้วจึงนำไปหลอมเหลวและทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว สุดท้ายนำแก้วที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนหรือ heat treatment เพื่อทำการปลูกผลึกในเนื้อแก้ว จากนั้นจึงนำชิ้นงานไปวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางสเปกโทรสโกปี โครงสร้างทางจุลภาค ตลอดจนศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า อาทิเช่น สมบัติทางไดอิเล็กทริก และสมบัติเฟรโรอิเล็กทริก ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

5.1.1 ผลการเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

การดำเนินงานเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตพบปัญหาเรื่องความไม่บริสุทธิ์ในสารที่เตรียมได้ แม้ว่าองค์ประกอบหลักที่ได้จะมีโครงสร้างของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตก็ตาม การคาดคะเนถึงสาเหตุของการเกิดความไม่บริสุทธิ์ไว้คือ ในขั้นตอนการเผาแคลไซน์จากสารตั้งต้น Na_2CO_3 , K_2CO_3 และ Nb_2O_5 เพื่อให้ได้สารประกอบ $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ หรือ NKN เกิดการทำปฏิกิริยาแบบไม่สมบูรณ์เนื่องมาจากความคลาดเคลื่อนของปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ของสารตั้งต้นและการระเหยของสารประกอบคาร์บอเนตในกระบวนการเผาแคลไซน์ ทำให้เกิดเฟสไนโอเบตจำนวนมาก เฟสไนโอเบตจำนวนมากนี้ (niobium rich phase) จะก่อควมรบกวนระบบในระหว่างการเผาแคลไซน์แบบปฏิกิริยาสถานะของแข็งดั้งเดิม ทำให้เกิดเฟสแปลกปลอมขึ้น สำหรับการแก้ไขปัญหาดังกล่าว จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องระมัดระวังเรื่องของความชื้นที่มีผลต่อการเปลี่ยนปริมาณสัมพันธ์ของสารตั้งต้นเป็นสำคัญ และเพื่อไม่ให้การทดลองล่าช้า จึงได้นำสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ดีที่สุดที่เตรียมได้ (ยังไม่บริสุทธิ์) มา

เตรียมแก้วเพื่อทดลองหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมแก้ว และเริ่มทำการทดลองในขั้นต่อไป

ในการเตรียมสารตั้งต้นโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูง ในขั้นต่อมาคือการเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์รวมไปจนถึงระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ โดยการทดลองเลือกการแคลไซน์แบบสองขั้นตอน (two step calcination) และการเพิ่มระยะเวลาในการแคลไซน์ให้นานขึ้น พบว่าสามารถเตรียมผงโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูงได้จากการเพิ่มระยะเวลาในการเผาแคลไซน์ ซึ่งเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาคืออุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลานาน 4 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิคือ 1.7 องศาเซลเซียสต่อนาที และอัตราการลงของอุณหภูมิคือ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีเป็นเงื่อนไขที่ใช้ในการเตรียมผงเพื่อนำไปสร้างแก้วต่อไป

5.1.2 ผลการศึกษาแก้วโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต

- การเตรียมแก้วระบบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตสามารถเตรียมได้จากการหลอมด้วยถ้วยแพลตินัม ด้วยเงื่อนไขการหลอมที่ 1300 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลานาน 15 นาที ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วจึงทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วบนโลหะเหล็กกล้าไร้สนิม ซึ่งแก้วที่เตรียมได้จะโปร่งใสและมีสีออกเหลืองเล็กน้อย และอาจพบว่ามีบางส่วนของบางชิ้นงานที่เกิดการแตกหักเกิดขึ้นได้ ขณะที่ทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว ที่เป็นเช่นนี้อาจมีผลมาจากระยะเวลาที่ใช้ในการทำให้แก้วเย็นตัวอย่างรวดเร็วอาจไม่เพียงพอ นอกจากนี้แก้วยังมีลักษณะเปราะและแตกง่าย เนื่องจากเนื้อแก้วมีความเค้นสะสมเกิดขึ้นเนื่องมาจากการทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว
- การหลอมแก้วในแต่ละครั้งอาจให้แก้วที่มีลักษณะที่แตกต่างกันได้ทั้งนี้ขึ้นกับปัจจัยหลายๆ อย่าง อาทิ ความชื้นในบรรยากาศ ระยะเวลาที่ใช้ในการทำให้แก้วเย็นตัวอย่างรวดเร็ว
- จากการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของแก้วคเป็นผงละเอียดที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค XRD พบว่าแก้วเซรามิกที่ผ่านการหลอมที่ 1300 °C และเผาแช่นาน 15 นาที ที่ได้มีลักษณะการเลี้ยวเบนแบบออสฐาน คือไม่พบองค์ประกอบใดๆ ในเนื้อแก้ว
- จากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนพบว่าแก้วที่มีอัตราส่วนของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตต่อซิลิกา คือ 75 : 25 ร้อยละโดยโมลจะพบว่ามี T_g อยู่ในช่วง 650 องศาเซลเซียส และมี T_c อยู่ในช่วง 550 องศาเซลเซียส และแก้วที่มีอัตราส่วนของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตต่อซิลิกา คือ 80 : 20 ร้อยละโดยโมลจะพบว่ามี T_c อยู่

ในช่วง 620 องศาเซลเซียส และมี T_g อยู่ในช่วง 520 องศาเซลเซียส โดยทั้งการศึกษาด้วย DTA และ DSC ให้ผลการการทดลองที่ไม่แตกต่างกันมากนัก

- e) จากการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีพบว่าชิ้นงานแก้วที่ใช้สารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์จะไม่พบการทำพันธะของโครงสร้างที่แตกต่างกับชิ้นงานแก้วที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ แต่พบว่าลักษณะโครงสร้างและการทำพันธะที่แตกต่างกันจะพบในชิ้นงานที่มีอัตราส่วนระหว่างโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตและซิลิกาต่างกันโดยในชิ้นงานแก้วที่มีร้อยละของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตเท่ากับ 80 จะพบการทำพันธะใหม่ที่ยังไม่สามารถระบุได้ประกอบในโครงสร้างของในโอเบียมออกทระฮีดรอล ผลที่ได้ยังแสดงถึงการทำพันธะ O-Nb-O ที่ช่วงเลขคลื่น 3 ช่วงคือ ช่วง 230, 620 และ 890 cm^{-1} และพบว่าโครงสร้างของแก้วที่เตรียมได้มีผลึกของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตอยู่

5.1.3 ผลการศึกษาแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต

- a) เมื่อนำแก้วเซรามิกใสและแก้วเซรามิกที่ได้จากการผ่านความร้อนเพื่อปลูกผลึก (heat treatment) ที่อุณหภูมิต่างๆมาทำการตรวจสอบเพื่อหาเฟสองค์ประกอบด้วย XRD พบว่า ในแก้วเซรามิกใสที่ยังไม่ผ่านการ heat treatment จะมีรูปแบบขององค์ประกอบเฟสเป็นแบบอสัณฐาน (amorphous phase) ในทุกเงื่อนไข ส่วนในชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ผ่านความร้อนเพื่อปลูกผลึก จะพบว่าเริ่มมีฟีกที่แสดงถึงองค์ประกอบในเนื้อแก้วเกิดขึ้น ความเป็นผลึกจะเกิดมากหรือน้อยขึ้นกับอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก อุณหภูมิสูงความเป็นผลึกก็จะมีเพิ่มมากขึ้น ในชิ้นงานแก้วเซรามิกที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่ไม่บริสุทธิ์จะมีองค์ประกอบเฟสของสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบต ($\text{Na}_{0.35}\text{K}_{0.65}\text{NbO}_3$) เช่นเดียวกับผลที่ตรวจพบในแก้วเซรามิกที่ใช้สารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ ซึ่งพบว่าเป็นการตกผลึกของสารประกอบโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตที่มีโครงสร้างผลึกแบบมอนอคลินิก (monoclinic structure) และสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 77-0038 ในชิ้นงานที่มีอัตราส่วนของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตเท่ากับ 80 ร้อยละโดยโมลจะพบเฟสที่ไม่สามารถระบุได้เกิดขึ้นพร้อมๆ กับเฟสของโพแทสเซียมโซเดียมในโอเบตเมื่อปลูกผลึกที่อุณหภูมิสูง
- b) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการปลูกผลึก ชิ้นงานแก้วก็就会有ความหนาแน่นที่เพิ่มสูงขึ้น เพราะผลึกที่มีการเติบโตมีผลต่อโครงสร้างแก้วทำให้ความหนาแน่นมีค่าที่เพิ่มสูงขึ้น
- c) จากการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปีพบว่าชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ใช้อุณหภูมิในการปลูกผลึกที่ต่างกันจะให้ผลที่ต่างกันคือ ในชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ทำการ

ปลูกผลึกที่อุณหภูมิต่ำจะมีความเข้มของรามานที่ต่ำกว่าชิ้นงานที่ใช้อุณหภูมิสูง และความเข้มรามานจะเพิ่มมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ปลูกผลึกเพิ่มสูงขึ้นตามลำดับ ผลที่ได้ยังแสดงถึงการทำพันธะ O-Nb-O ที่ช่วงเลขคลื่น 3 ช่วงคือ ช่วง 230, 620 และ 890 cm^{-1} และพบว่าโครงสร้างของแก้วที่เตรียมได้มีผลึกของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตสูง ซึ่งจะเห็นได้ชัดในชิ้นงานแก้วเซรามิกที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิสูง และการทำพันธะจะมีลักษณะ โครงสร้างที่บิดเบี้ยวเล็กน้อย ในชิ้นงานแก้วที่มีร้อยละของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตเท่ากับ 80 จะพบการทำพันธะใหม่ที่ยังไม่สามารถระบุได้ประกอบในโครงสร้างของไนโอเบียมออกไซด์ระเหิด ซึ่งเมื่อทำการผ่านความร้อนเพื่อปลูกผลึกในช่วงอุณหภูมิต่างๆ ความชัดของเฟสที่ไม่สามารถระบุได้ก็จะยิ่งชัดขึ้นตามลำดับ

- d) จากการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคพบว่าผลึกภายในแก้วเซรามิกจะมีลักษณะเป็นก้อนทั้งทรงกระบอกและทรงกลมที่มีเหลี่ยมมุม (equiaxed crystal) ขนาดของผลึกจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก และการเกิดผลึกจะเกิดอย่างสมบูรณ์เมื่อทำการให้ความร้อนชิ้นงานไปที่อุณหภูมิที่แก้วจะเกิดการเปลี่ยนเฟส ยืนยันอุณหภูมิที่เปลี่ยนเฟสด้วย DTA และ TG-DSC
- e) ผลจากการทดลองวัดสมบัติทางไฟฟ้า เช่นค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก และค่าแฟร์โรอิเล็กทริก พบว่าค่าเหล่านี้จะมีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึก ชิ้นงานแก้วเซรามิกมีแนวโน้มของค่าไดอิเล็กทริกที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น กลับกันกับค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่ลดลง โดยยังได้ทำการวัดค่าไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่ค่า พบว่าค่าทั้งสองจะลดลงตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น จากนั้นได้ลองทำการวัดค่าค่าคงที่ทางไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิของชิ้นงานเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งจะพบว่าแก้วเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตที่ปลูกผลึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันจะมีค่าไดอิเล็กทริกที่สูงเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการปลูกผลึกที่เพิ่มสูงขึ้น สำหรับการทดลองวัดค่าแฟร์โรอิเล็กทริกในแก้วทั้งสามชุดนั้น พบว่าแก้วเซรามิกทุกชุดมีค่าการสูญเสีย (lossy capacitor) ที่สูงและไม่พบความเป็นแฟร์โรอิเล็กทริกที่เด่นชัด

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การทดลองนี้ควรมีผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณซิลิกา (SiO_2) เพื่อดูผลที่แตกต่างกันของแก้วที่มีปริมาณที่แตกต่างกัน
2. การทดลองนี้ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับเงื่อนไขของอุณหภูมิในการเกิดแก้ว และปลูกผลึก
3. เพื่อพัฒนาผลทางไฟฟ้าให้ดีขึ้นจึงควรทดลองเจือสารอื่นลงไปเพื่อศึกษาผลของสารตัวเติมที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติทางไฟฟ้าของแก้วเซรามิก
4. ในการทดลองนี้ควรมีการทดลองซ้ำเพื่อตรวจสอบและยืนยันผลให้มีความชัดเจน
5. นอกจากการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริกและ ควรมีการศึกษาค่า เพียโซอิเล็กทริกและผลอื่นๆทางด้านไฟฟ้าให้มากขึ้นเพื่อนำไปประยุกต์ใช้หรือศึกษาดูไปในอนาคต