

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้เป็นการนำเสนอผลการทดลอง โดยเริ่มจากการวิเคราะห์สารตั้งต้นที่จะนำมาใช้เตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต/นิกเกิลออกไซด์ ( $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  /NiO หรือ NKN/NiO โดยแบ่งหัวข้อเพื่ออธิบายผลการทดลองไว้ 2 หัวข้อด้วยกันตามขั้นตอนและวิธีการทดลอง ได้แก่

1. การเตรียมผงแคลไซน์โซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต
2. การเตรียมเม็ดเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต/นิกเกิลออกไซด์

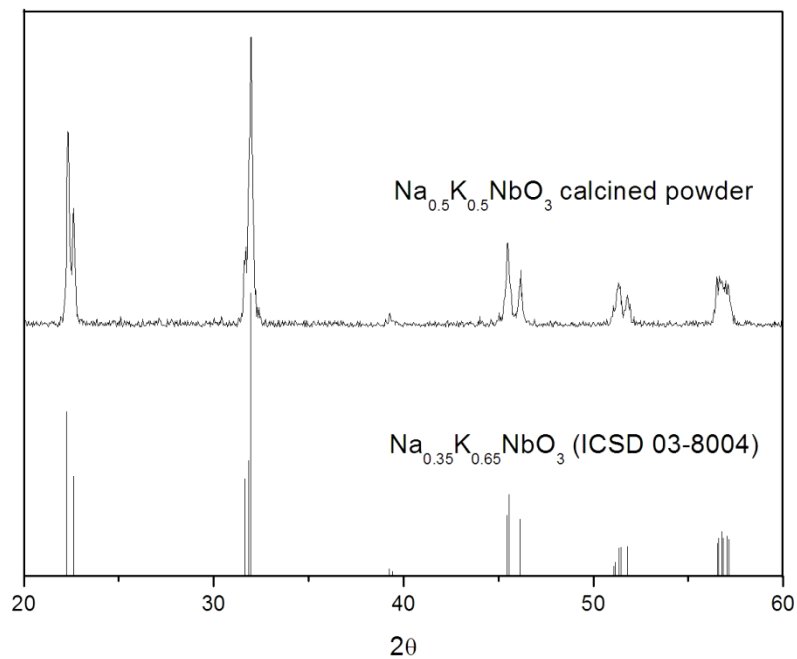
ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาถึงสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางจุลภาค สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้าที่สำคัญๆ ได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริก สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก สมบัติเพียโซอิเล็กทริก โดยมีรายละเอียดของผลการทดลองดังนี้

#### 4.1 การเตรียมผงแคลไซน์ NKN

ในการเตรียมผงแคลไซน์โซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิมนั้นเป็นเทคนิคที่ทำการผสมสารตั้งต้นระหว่างผง  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$  และ  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  ใช้เทคนิคการบดผสมแบบหมุนวนในขวดบดสารด้วยลูกบดเซอร์โคเนียนาน 24 h ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที อัตราการลงของอุณหภูมิ  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค XRD โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM และตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

#### 4.1.1 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD

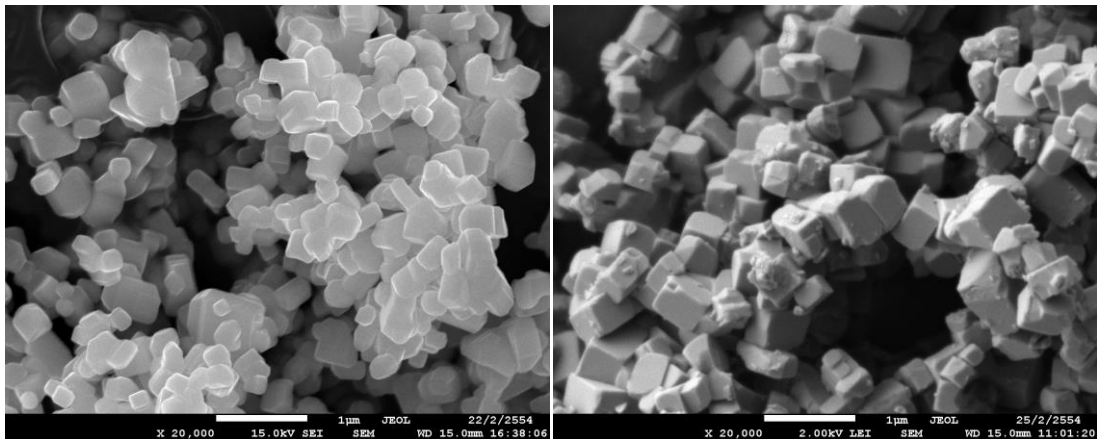
รูปที่ 4.1 แสดงกราฟของการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ ผงสารประกอบ  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$  ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่  $5^\circ\text{C}$  ต่อนาที เฝ้าแช่นาน 5 ชั่วโมง พบว่ามีความสอดคล้องกับฐานข้อมูล  $\text{Na}_{0.35}\text{K}_{0.65}\text{NbO}_3$  ICSD No. 03-8004 ที่มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก (monoclinic structure) โดยผงแคลไซน์ที่ได้มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกและไม่พบเฟสแปลกปลอมปรากฏขึ้นมาแต่อย่างใด ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Hongliang Du และคณะ ที่สามารถเตรียมผงแคลไซน์ NKN ได้ที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$  โดยเผาแช่ด้วยเวลา 5 ชั่วโมงเช่นกัน



รูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของผง  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  ณ อุณหภูมิแคลไซน์ที่  $900^\circ\text{C}$

#### 4.1.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค SEM

รูปที่ 4.2 แสดงผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของผงด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy) ในสารประกอบ  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$  ผลการพิจารณาจากภาพที่ได้พบว่าผงแคลไซน์มีลักษณะเป็นเหลี่ยมเป็นมุมชัดเจนและมีขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยประมาณ 0.2-1 ไมโครเมตร และเมื่อเปลี่ยนเทคนิคการถ่ายภาพจากแบบ SEI (secondary electron image) มาเป็นแบบ LEI (low electron image) ซึ่งเป็นการเปลี่ยนความต่างศักย์เร่ง (accelerating voltage) จากความต่างศักย์ที่ใช้ในการถ่ายภาพ SEM ทั่วไปที่ 15 kV ลดลงเหลือ 2-5 kV เพื่อให้ได้สัญญาณอิเล็กทรอนิกส์จากพื้นผิวที่แท้จริง โดยไม่สัญญาณที่ได้จะไม่ไปซ้อนทับกับสัญญาณที่มาจากภายในสารประกอบซึ่งอยู่ลึกลงไปมากกว่า โดยพบว่าภาพที่ได้มีความคมชัดของพื้นผิวเพิ่มมากขึ้น จนสามารถเห็นรายละเอียดรูปร่างที่แท้จริงของผงแคลไซน์ได้อย่างชัดเจน



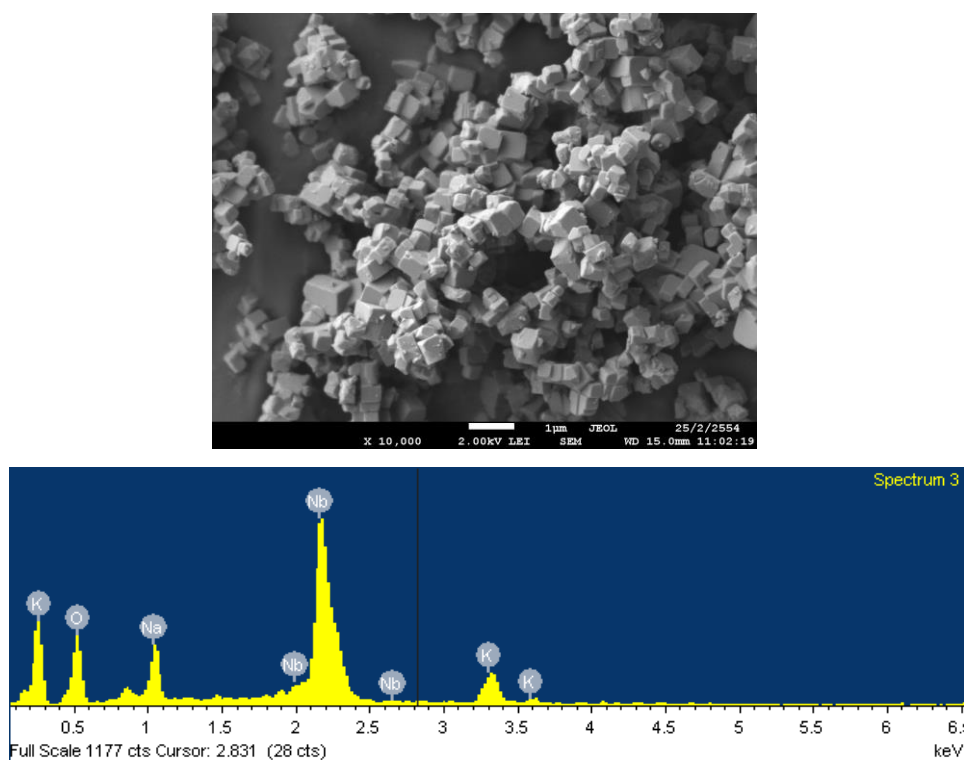
(ก)

(ข)

รูปที่ 4.2 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของผงแคลไซน์  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  ในชุดที่ผ่านการแคลไซน์ที่  $900^\circ\text{C}$  ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า (ก) ภาพถ่ายแบบ SEI ที่ความต่างศักย์ 15 kV (ข) ภาพถ่ายแบบ LEI ที่ความต่างศักย์ 2 kV

#### 4.1.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

จากรูปที่เป็นภาพถ่ายของผงแคลไซน์ NKN ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุแล้วจะได้สเปกตรัมที่ 1 โดยพบว่าประกอบไปด้วยธาตุโซเดียม โพแทสเซียม ออกซิเจนและไนโอเบียม ด้วยปริมาณต่างกัันดังตารางที่ 4.1 ซึ่งสัดส่วนของธาตุโซเดียมและโพแทสเซียมที่พบมีค่าใกล้เคียงกัน



ตารางที่ 4.1 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคEDS ของผงแคลไซน์ NKN

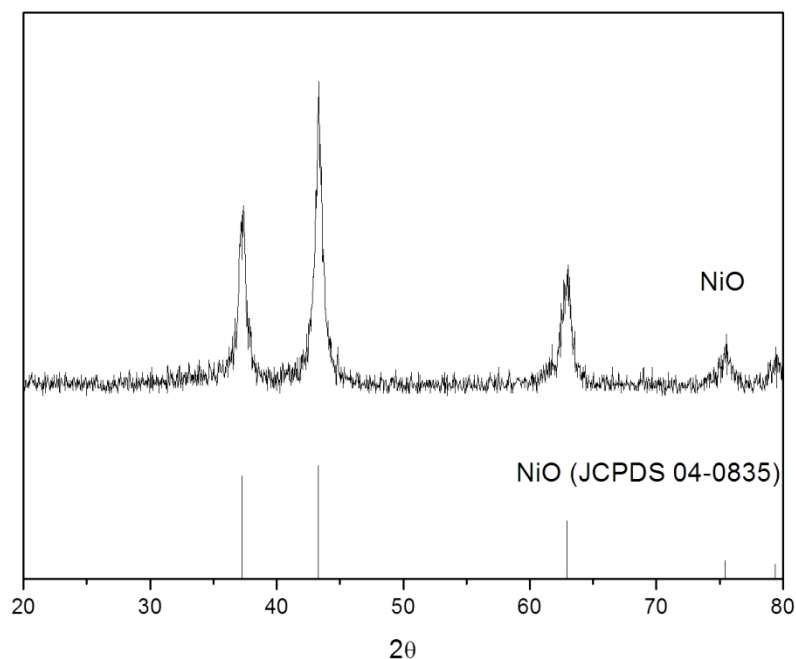
| Element      | Weight (%) |
|--------------|------------|
| O            | 34.02      |
| Na           | 7.81       |
| K            | 6.54       |
| Nb           | 51.63      |
| Total weight | 100        |

#### 4.2 การเตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต/นิกเกิลออกไซด์ ( $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3/\text{NiO}$ )

การเตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต/นิกเกิลออกไซด์ (NKN/NiO) จากผงแคลไซน์ที่เผา ณ อุณหภูมิ  $900^{\circ}\text{C}$  และผงนาโนนิกเกิลออกไซด์ เพื่อหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการซินเตอร์ชิ้นงานเซรามิก จากนั้นทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟส ภายหลังการซินเตอร์เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการซินเตอร์ด้วยเทคนิค XRD ควบคู่ไปกับการตรวจสอบค่าความหนาแน่น สมบัติเชิงกล พร้อมทั้งทำการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค ตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าอันได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริก สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก สมบัติเพียโซอิเล็กทริกต่อไป

##### 4.2.1 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD ของผงอนุภาคนาโน NiO

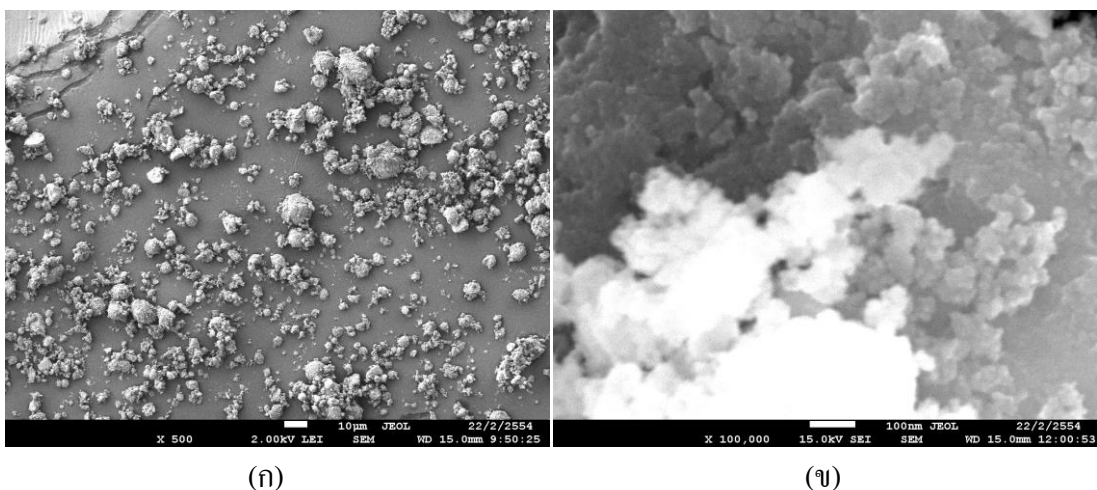
รูปที่ 4.3 แสดงกราฟของการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ ผงอนุภาคนาโน พบว่ามีความสอดคล้องกับฐานข้อมูล Nickel Oxide JCPDS No. 04-0835 มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก (cubic structure) โดยไม่พบเฟสแปลกปลอมปรากฏขึ้นมาแต่อย่างใด



รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของผงอนุภาคนาโน NiO

#### 4.2.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของอนุภาคนาโน NiO

จากรูปที่ 4.4 แสดงผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของผงด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy) ในอนุภาคนาโน NiO ที่ผ่านการสั่นกระจายตัวของผงอนุภาคด้วยคลื่นอัลตราซาวด์เพื่อให้อนุภาคกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ผลการพิจารณาจากภาพที่ได้ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า พบว่าผง NiO มีลักษณะคล้ายเป็นเม็ดกลมและมีขนาดของอนุภาคที่เล็กกว่า 100 นาโนเมตรมาก ทำให้ภาพที่ถ่ายด้วยเทคนิค SEM ไม่สามารถยืนยันขนาดและรูปร่างที่แท้จริงของผงที่มีขนาดอนุภาคนาโนได้ ดังนั้นหากต้องการทราบถึงขนาดรูปร่างของผงอนุภาคนาโนจึงควรใช้การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM แทนเทคนิค SEM ทั้งนี้จากข้อสังเกตที่ได้จากการวิเคราะห์ภาพที่กำลังขยาย 500 เท่าพบว่า ถึงแม้จะทำการสั่นกระจายตัวอนุภาคด้วยคลื่นอัลตราซาวด์แล้วก็ตาม ก็ยังตรวจพบการรวมตัวกันเป็นก้อนกลมขนาดเล็กสลับใหญ่ของอนุภาคนาโน NiO โดยกระจายตัวอย่างไม่สม่ำเสมอทั่วฐานรองชิ้นงานที่ใช้สำหรับการถ่ายภาพ สันนิษฐานได้ว่าเนื่องจากผงอนุภาคนาโน NiO นั้น มีสมบัติความเป็นแม่เหล็ก จึงทำให้อนุภาคที่อยู่ใกล้เคียงกันดึงดูดซึ่งกันและรวมตัวกันจนมีขนาดใหญ่มากขึ้นนั่นเอง อีกทั้งพื้นที่ผิวสัมผัสที่มากขึ้นด้วยขนาดอนุภาคที่เป็นนาโน ยิ่งทำให้อนุภาคเกาะกลุ่มกันได้อย่างรวดเร็วมากขึ้น



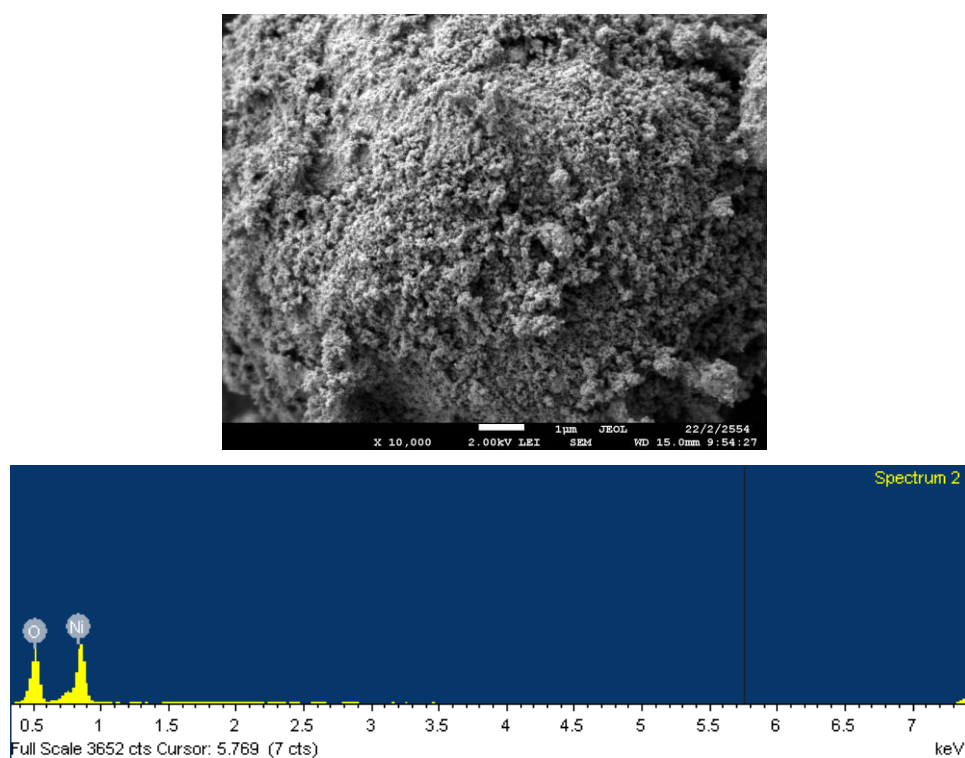
(ก)

(ข)

รูปที่ 4.4 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของผงอนุภาคนาโน NiO (ก) ภาพถ่ายแบบ LEI ที่ความต่างศักย์ 2 kV กำลังขยาย 500 เท่า (ข) ภาพถ่ายแบบ SEI ที่ความต่างศักย์ 15 kV กำลังขยาย 100,000 เท่า

#### 4.2.3 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์พวงอนุภาคนาโน NiO

จากรูป เป็นภาพถ่ายของพวงอนุภาคนาโน NiO เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุแล้วได้สเปกตรัมที่ 2 โดยพบว่าประกอบไปด้วยธาตุникเกิดและออกซิเจนด้วยปริมาณต่าง ๆ กัน ดังตารางที่ 4.2



ตารางที่ 4.2 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิคEDS ของพวงแคลไซน์ NiO

| Element             | Weight(%)  |
|---------------------|------------|
| O                   | 32.89      |
| Ni                  | 67.11      |
| <b>Total weight</b> | <b>100</b> |

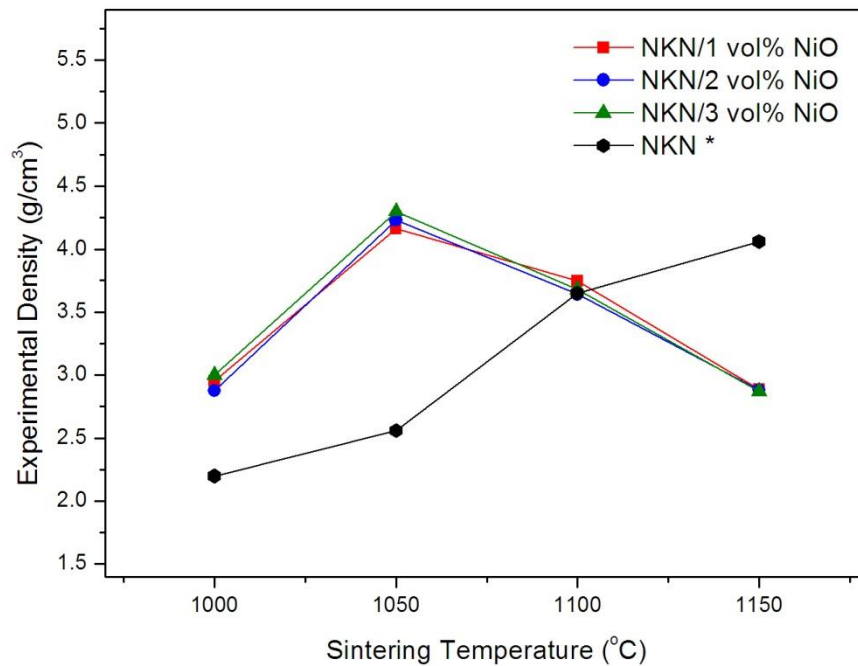
#### 4.2.4 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิก NKN/NiO

งานวิจัยนี้ได้กำหนดเงื่อนไขในการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 1050 1100 และ 1150°C ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ 300°C ต่อชั่วโมง อัตราการลดลงของอุณหภูมิที่ 300°C ต่อชั่วโมง เผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และได้ทำการตรวจสอบเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเผาซินเตอร์ โดยดูจากความหนาแน่น และร้อยละของความหนาแน่นเทียบกับทางทฤษฎี (ความหนาแน่นทางทฤษฎีจากการคำนวณอยู่ที่ 4.20 g/cm<sup>3</sup>) ทั้งนี้เนื่องจากผลการวิจัยเซรามิก NKN ของ ภาควิชา วัสดุ [30] ซึ่งทำการเผาแคลไซน์ผงที่อุณหภูมิ 800°C และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1150°C พบว่าค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีและค่าความหนาแน่นจากการคำนวณมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1150°C มีค่าเท่ากับ 97.17 % และ 4.06 กรัม/ลบ.ซม. ตามลำดับ

**ตารางที่ 4.3** แสดงผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นที่ได้จากการทดลองของเซรามิก NKN/NiO ในชุดที่ผ่านการซินเตอร์ที่ 1000 1050 1100 และ 1150°C เปรียบเทียบกับเซรามิก NKN\* [30]

| อุณหภูมิ       | ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> ) |        |        |        |
|----------------|----------------------------------|--------|--------|--------|
|                | 1000°C                           | 1050°C | 1100°C | 1150°C |
| NKN *          | 2.20                             | 2.56   | 3.65   | 4.06   |
| NKN/1 vol% NiO | 2.95                             | 4.16   | 3.75   | 2.89   |
| NKN/2 vol% NiO | 2.88                             | 4.23   | 3.64   | 2.88   |
| NKN/3 vol% NiO | 3.00                             | 4.30   | 3.68   | 2.87   |



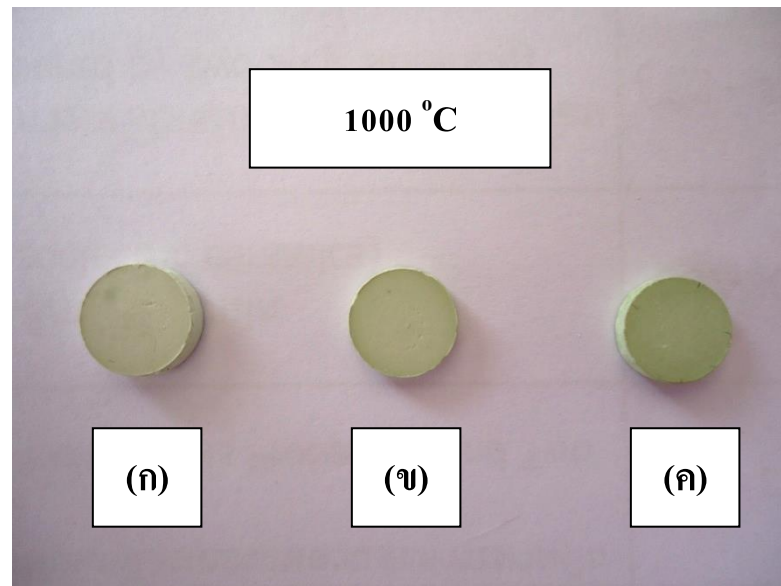


รูปที่ 4.5 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการซินเตอร์กับความหนาแน่นที่ได้จากการทดลองของเซรามิก NKN\* และ NKN/NiO

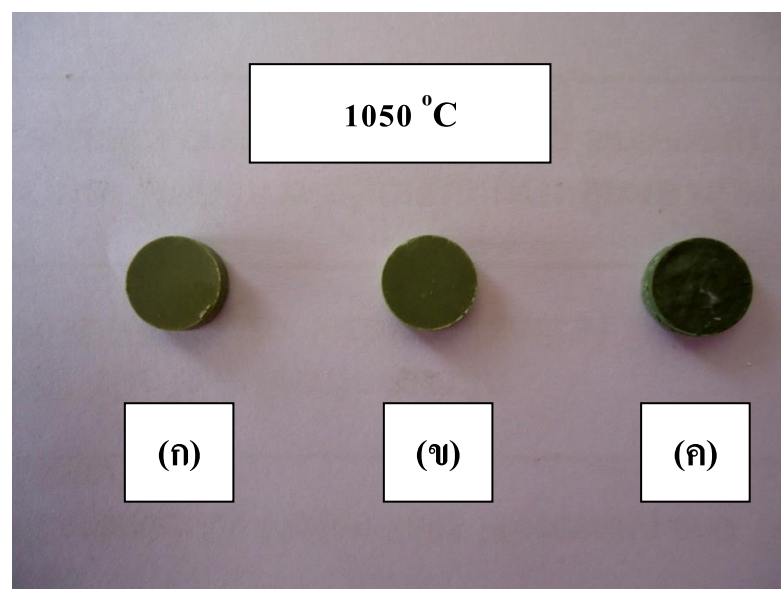
จากผลการทดลองพบว่าชิ้นงาน NKN/NiO มีความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการซินเตอร์ โดยมีค่ามากที่สุดที่อุณหภูมิ 1050°C และจะลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เกินกว่า 1050°C ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.5 สำหรับการเติมอนุภาค NiO ลงไปใน NKN จะช่วยให้เกิดการซินเตอร์แบบเฟสของเหลว (liquid phase sintering) ซึ่งจะช่วยลดอุณหภูมิซินเตอร์ลงจากอุณหภูมิที่ใช้ในการทำให้เซรามิกบริสุทธิ์ NKN แน่นตัวได้อีกด้วย แต่เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเติม NiO ลงไปมากขึ้น ค่าความหนาแน่นมีค่าเปลี่ยนแปลงที่เพิ่มขึ้นไม่มากนัก ทั้งนี้เนื่องจากมีอนุภาค NiO ปริมาณมากเข้าไปแทรกอยู่ระหว่างเกรนของ NKN ทำให้อัตราการแพร่ผ่านขอบเกรนลดลง ส่งผลให้อัตราการแน่นตัวลดลงตามไป

จากรูปที่ 4.6-4.9 แสดงภาพเม็ดเซรามิก NKN/NiO หลังการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1150 °C พบว่าสอดคล้องกับผลค่าความหนาแน่น โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1000 °C นั้น ชิ้นงานมีสีเขียวอ่อนใกล้เคียงกับผงแคลไซต์และมีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับชิ้นงานก่อนการเผา แสดงว่าชิ้นงานยังไม่ผ่านกระบวนการแน่นตัวที่อุณหภูมิที่เหมาะสม ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1050°C ซึ่งเป็น

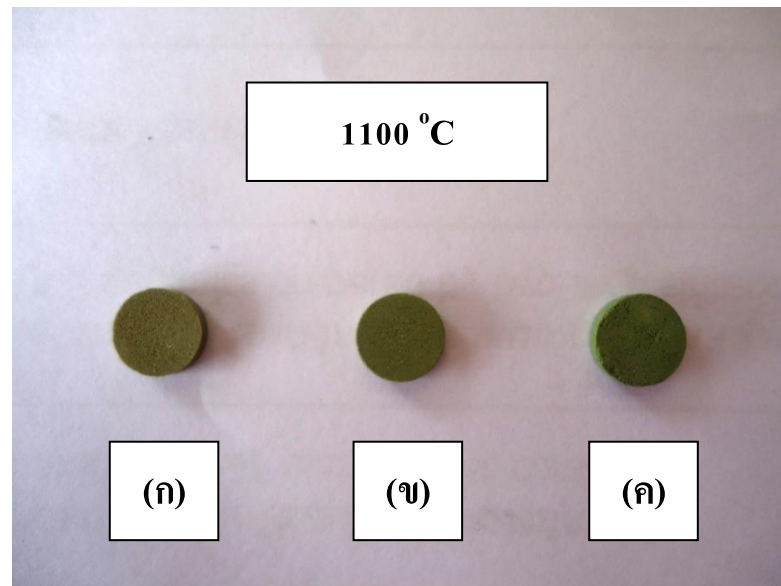
อุณหภูมิที่มีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดนั้น เม็ดเซรามิก NKN/NiO มีสีเขียวเข้มและมีความเข้มมากขึ้นตามปริมาณผง NiO ที่เติมลงไป อย่างไรก็ตามที่ 3 vol.% นั้น เม็ดเซรามิกมีลักษณะไม่สมบูรณ์ผิดรูปไป ซึ่งคาดว่าจะเกิดจาก NiO ที่เติมลงไปปริมาณที่มากขึ้น เกาะกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ขึ้น และไปขัดขวางการเจริญเติบโตของเกรน ทำให้เกิดการหดตัวของเม็ดเซรามิกในแต่ละทิศทางที่ไม่เท่ากัน อีกทั้งยังตรวจพบในชิ้นงานเซรามิก NKN/3 vol.% NiO ที่เผาซินเตอร์อุณหภูมิ 1100 °C และ 1150 °C อีกด้วย พร้อมกับรูพรุนที่สามารถตรวจพบได้ด้วยตาเปล่าดังแสดงในภาพที่ 4.10-4.11 จะเห็นว่ารูพรุนที่ตรวจพบสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่ลดลงเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้นมากกว่า 1050 °C อีกด้วย โดยรูพรุนที่ปรากฏนั้นคาดว่าจะเกิดจากการระเหยของธาตุโซเดียมและโพแทสเซียม (sodium potassium loss) เนื่องมาจากอุณหภูมิซินเตอร์ที่สูงกว่าจุดหลอมเหลวของทั้งสองธาตุนั่นเอง



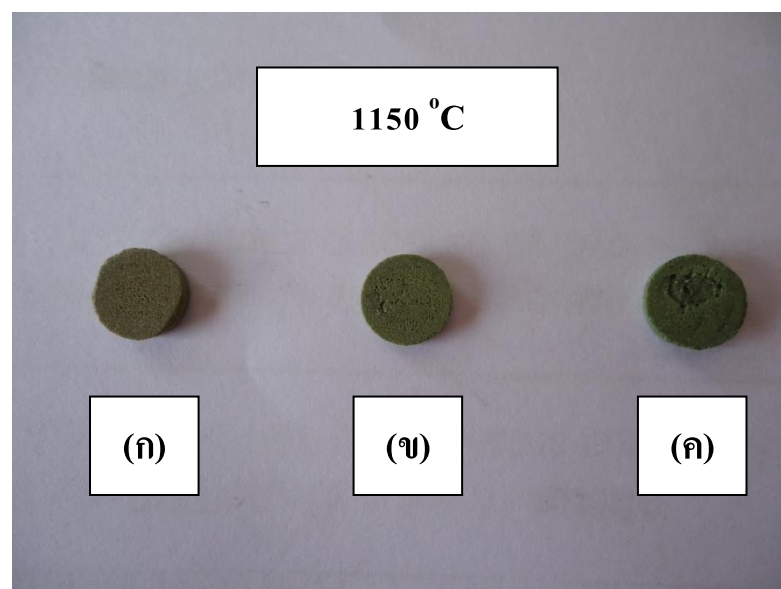
รูปที่ 4.6 แสดงชิ้นงานเซรามิก NKN/NiO หลังการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C (ก) 1 vol. %  
(ข) 2 vol. % (ค) 3 vol. %



รูปที่ 4.7 แสดงชิ้นงานเซรามิก NKN/NiO หลังการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C (ก) 1 vol. %  
(ข) 2 vol. % (ค) 3 vol. %



รูปที่ 4.8 แสดงชิ้นงานเซรามิก NKN/NiO หลังการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °C (ก) 1 vol. %  
(ข) 2 vol. % (ค) 3 vol. %

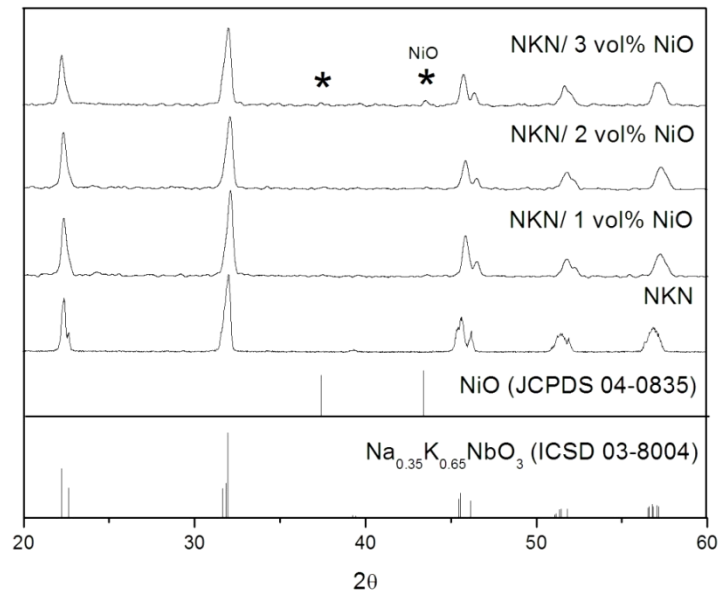


รูปที่ 4.9 แสดงชิ้นงานเซรามิก NKN/NiO หลังการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C (ก) 1 vol. %  
(ข) 2 vol. % (ค) 3 vol. %

#### 4.2.5 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของเซรามิก NKN/NiO ด้วยเทคนิค XRD

ในงานวิจัยนี้จึงได้เลือกเซรามิกในชุดที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1050 °C มาวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD โครงสร้างจุลภาค สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้าอื่นๆ เนื่องจากมีค่าความหนาแน่นสูงที่สุด จึงคาดว่าสมบัติทางไฟฟ้าน่าจะดีกว่าเซรามิกที่มีความหนาแน่นต่ำกว่า

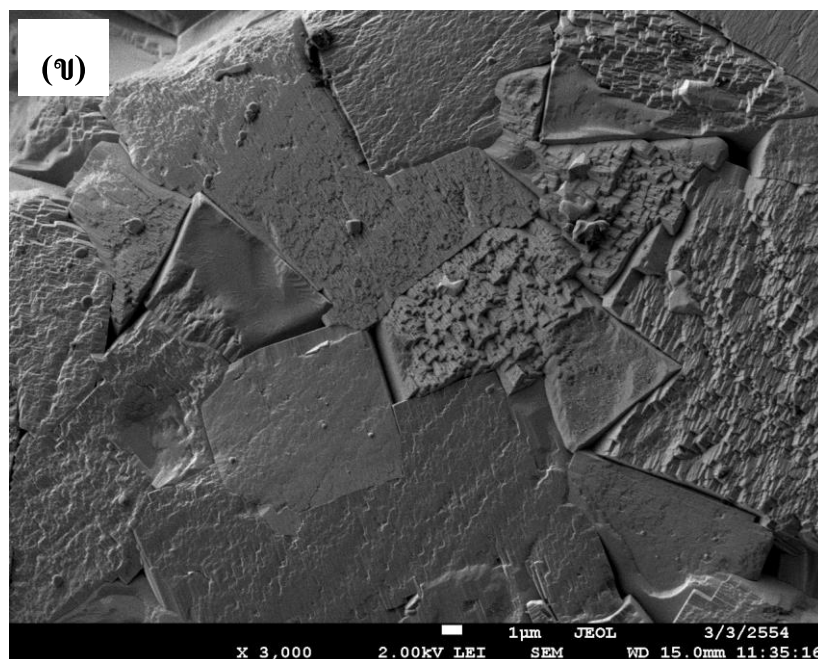
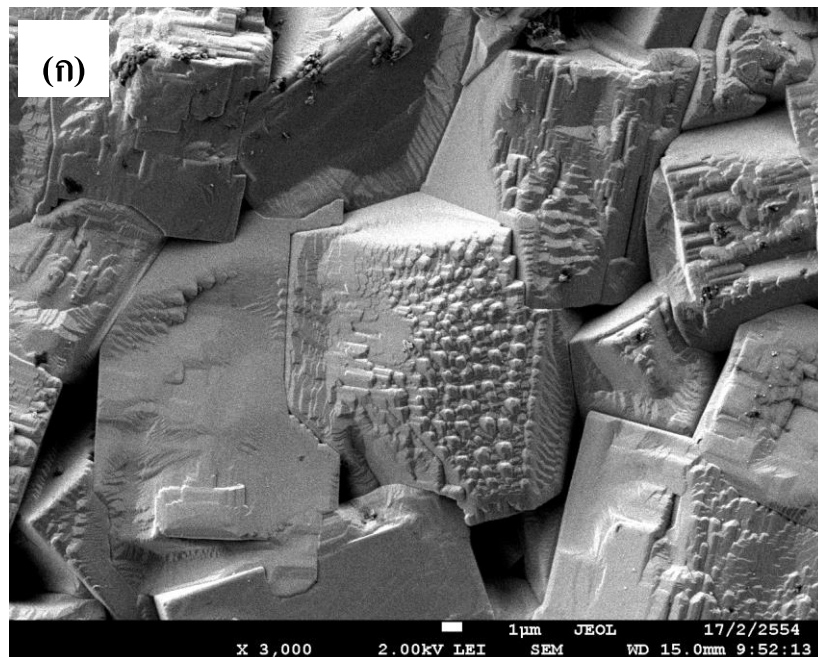
โดยพบว่าจากการตรวจสอบเฟสของเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ที่มีอัตราส่วนของ NiO เป็น 1, 2 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร (vol.%) เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที โดยพบว่าที่อัตราส่วนของ NiO 1-3 vol.% มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับข้อมูลของเซรามิก  $\text{Na}_{0.35}\text{K}_{0.65}\text{NbO}_3$  ในแฟ้มข้อมูล JCPDS No. 03-8004 และยังพบอีกว่ามีเฟสของ NiO ที่ปริมาณ 3 vol.% เกิดขึ้นอีกด้วย แสดงในรูปที่ 4.10 ด้วยปริมาณที่เติมลงไปดังกล่าวของ NiO ทำให้การละลายของธาตุ Ni ในโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ ( $\text{ABO}_3$ ) ของ NKN มีมากขึ้นตามไปด้วย ที่ตำแหน่ง A ของโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์นั้น จะถูกครอบครองโดยไอออน  $\text{Na}^+$  มีรัศมีไอออนเท่ากับ 1.02 Å° และ  $\text{K}^+$  มีรัศมีไอออนเท่ากับ 1.38 Å° และตำแหน่ง B นั้นถูกครอบครองโดยไอออน  $\text{Nb}^{4+}$  มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.69 Å° ซึ่งคาดว่า  $\text{Ni}^{2+}$  ที่มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.69 Å° นั้นจะเข้าไปแทนที่ในตำแหน่ง B มากกว่าเนื่องจากมีรัศมีไอออนใกล้เคียงกับ  $\text{Nb}^{4+}$  โดย  $\text{Ni}^{2+}$  จะเข้าไปชดเชยช่องว่างออกซิเจน (oxygen octrahedral) ซึ่งจะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเตตระโกนอลอีกด้วย



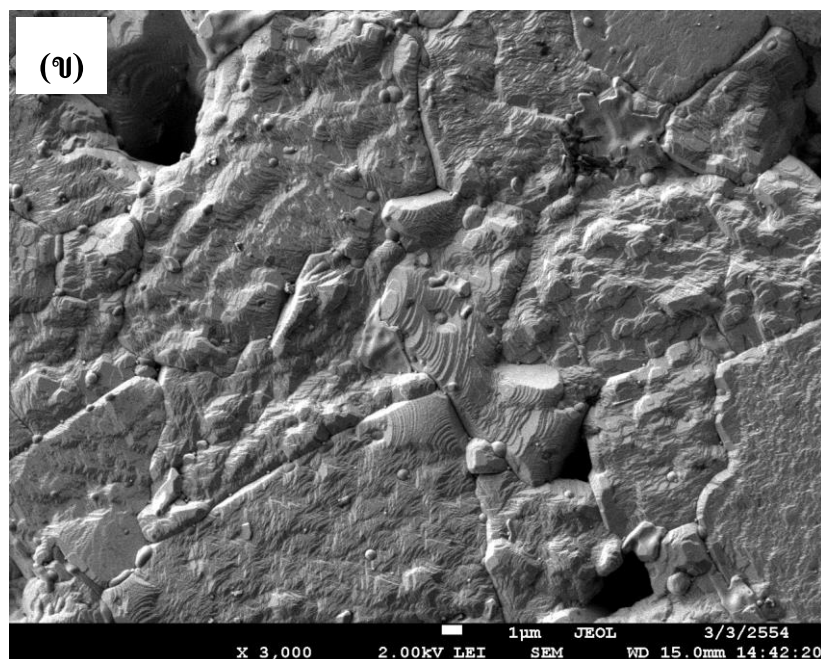
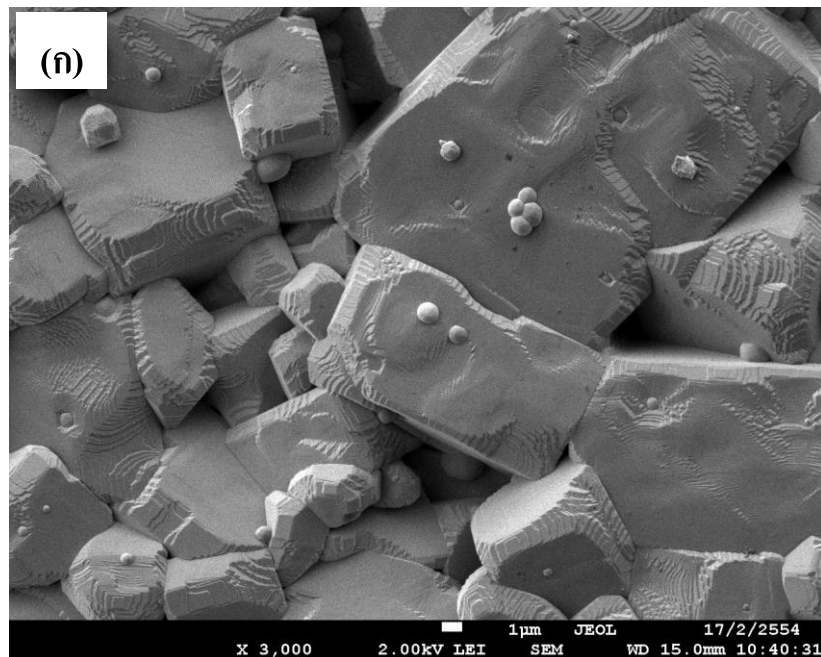
รูปที่ 4.10 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของผง  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3/\text{NiO}$  ที่อุณหภูมิซินเตอร์ ที่  $1050^\circ\text{C}$

#### 4.2.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของ NKN/NiO ด้วยเทคนิค SEM

ผลภาพถ่ายจากกล้อง SEM ของพื้นผิวเซรามิก NKN และ NKN/NiO ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ  $1050^\circ\text{C}$  ทั้งแบบ as-sintered และผ่านการกัดผิวหน้าด้วยความร้อน (Thermal etching) ทั้งชนิดของภาพแบบ LEI และ BEI Composition mode ดังแสดงในรูปที่ 4.11-4.14 และรูปที่ 4.16-4.18 ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ภาพที่ได้พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะเป็นเหลี่ยมเป็นมุมที่มีขนาดแตกต่างกันไปโดยที่เซรามิกบริสุทธิ์ NKN จะมีขนาดเกรนที่ใหญ่ที่สุดและมีขนาดสม่ำเสมอ มีรูพรุนปรากฏอยู่ทั่วไปและมีการชิดตัวกันของเกรนไม่มากนัก แต่เซรามิก NKN/NiO นั้นลักษณะเกรนโดยเฉลี่ยลดลงและมีการชิดตัวกันมากขึ้นและยังมีรูพรุนอยู่บ้างในปริมาณที่ลดลง อีกทั้งลักษณะของเกรน NKN ที่เติม NiO ลงไปมีลักษณะเป็นเหลี่ยมเป็นมุมที่น้อยลงเมื่อเทียบกับที่พบในเซรามิกบริสุทธิ์ NKN ซึ่งจากภาพถ่ายที่ 4.12-4.13 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคนาโน NiO ที่เติมลงไปนั้น เข้าไปขัดขวางการเจริญเติบโตของเกรนทำให้ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยลดลงและความหนาแน่นที่ได้เพิ่มมากขึ้น

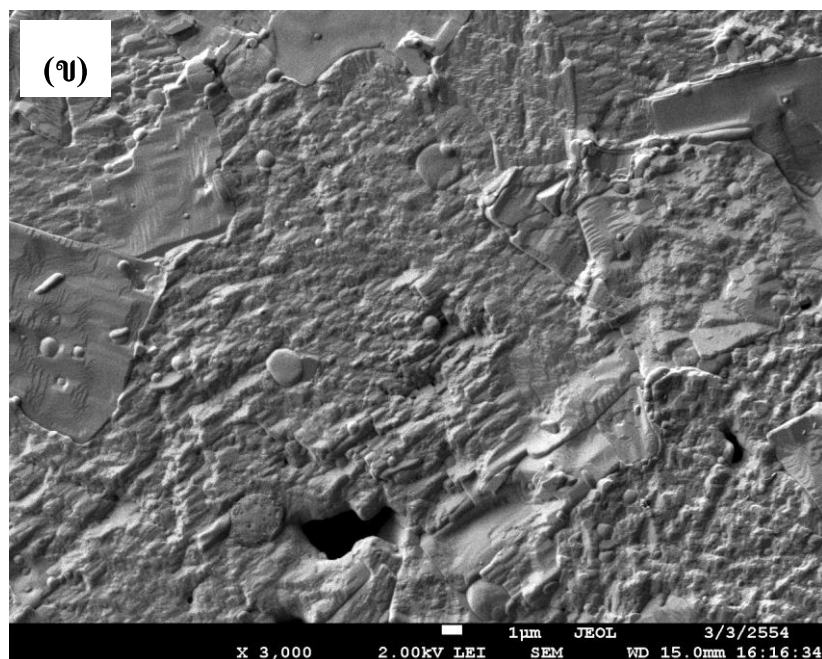
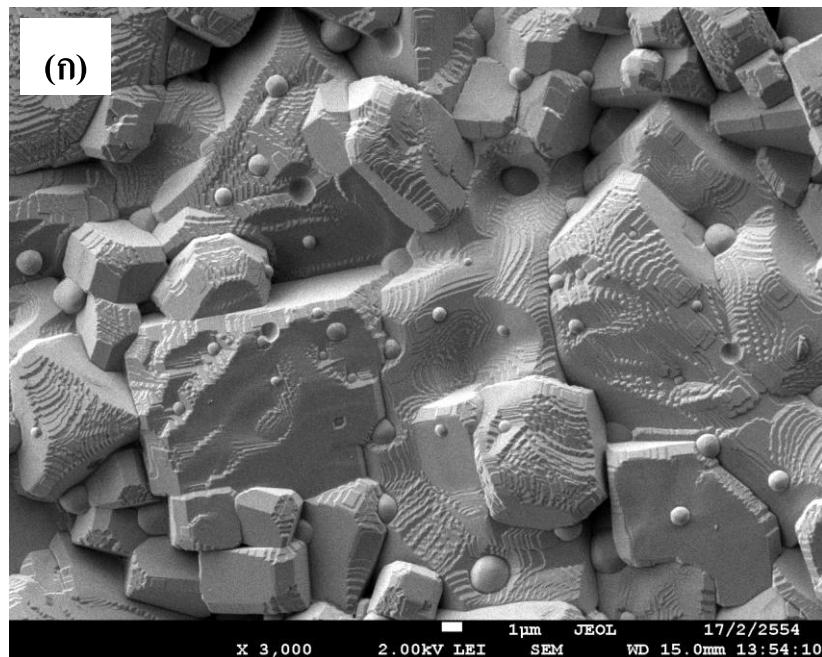


รูปที่ 4.11 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก NKN ที่อุณหภูมิ 1100 °C แบบ (ก) As-sintered และ (ข) Thermal etching ที่กำลังขยาย 3000 เท่า

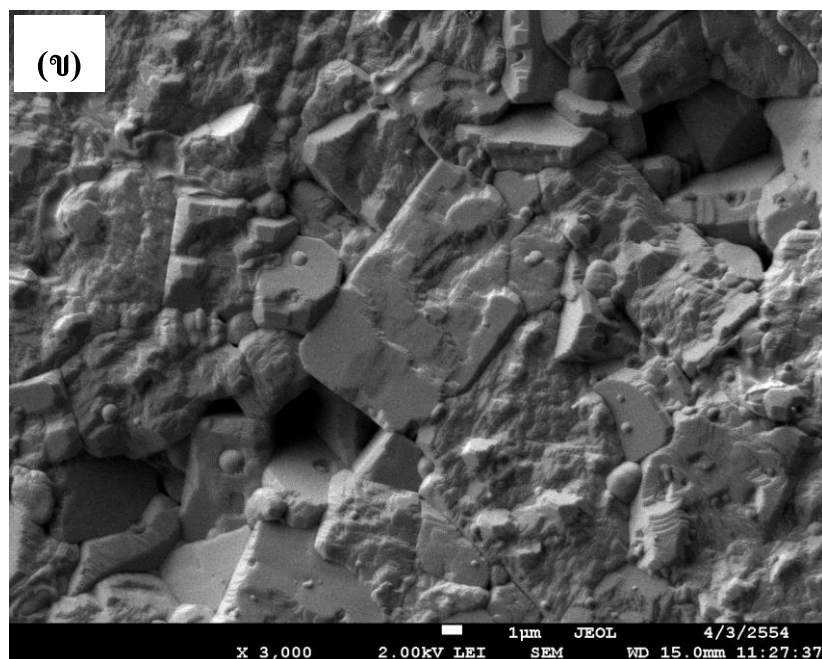
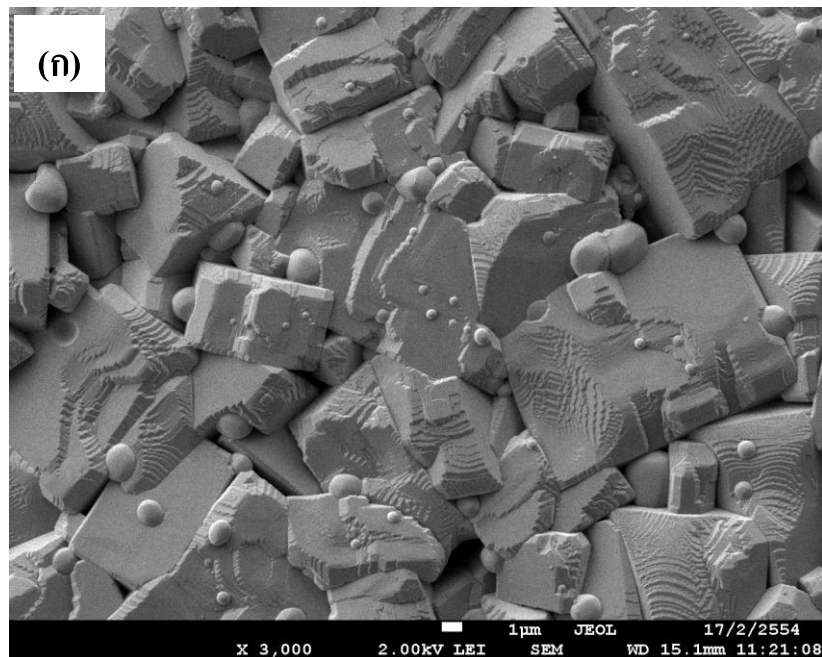


รูปที่ 4.12 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก NKN/ 1 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C แบบ  
(ก) As-sintered และ (ข) Thermal etching ที่กำลังขยาย 3000 เท่า

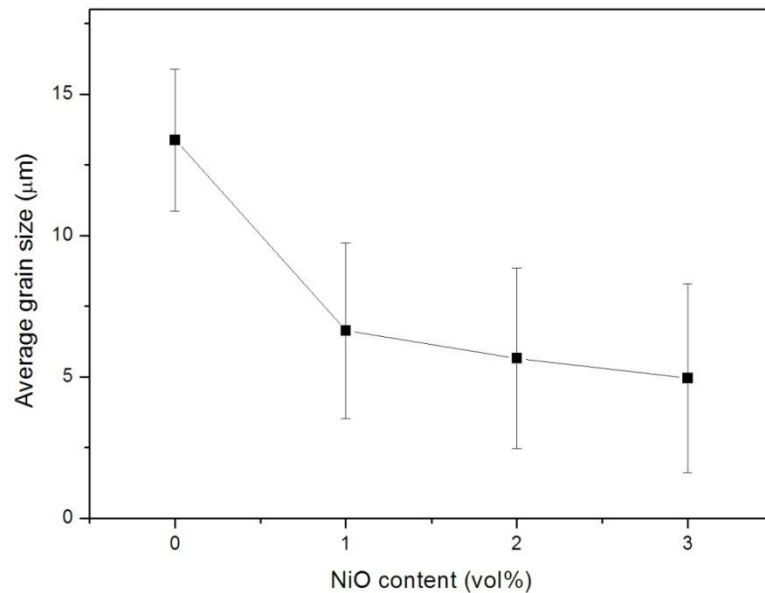




รูปที่ 4.13 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก NKN/ 2 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C แบบ (ก) As-sintered และ (ข) Thermal etching ที่กำลังขยาย 3000 เท่า

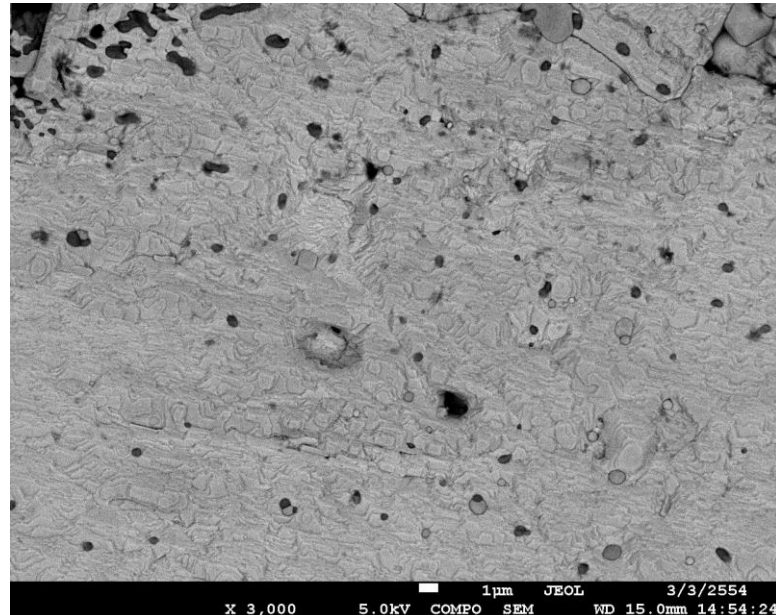


รูปที่ 4.14 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก NKN/ 3 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C แบบ (ก) As-sintered และ (ข) Thermal etching ที่กำลังขยาย 3000 เท่า

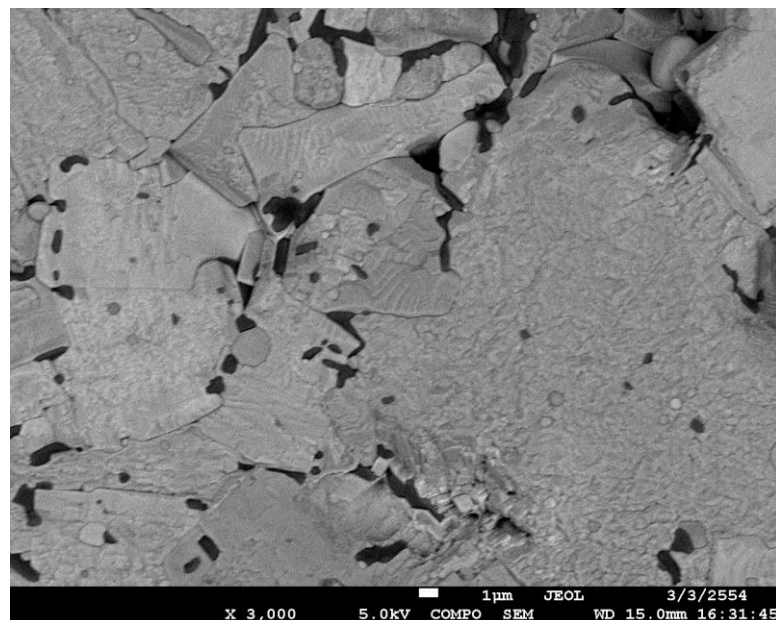


รูปที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน โดยเฉลี่ยของเซรามิก NKN และ NKN/NiO

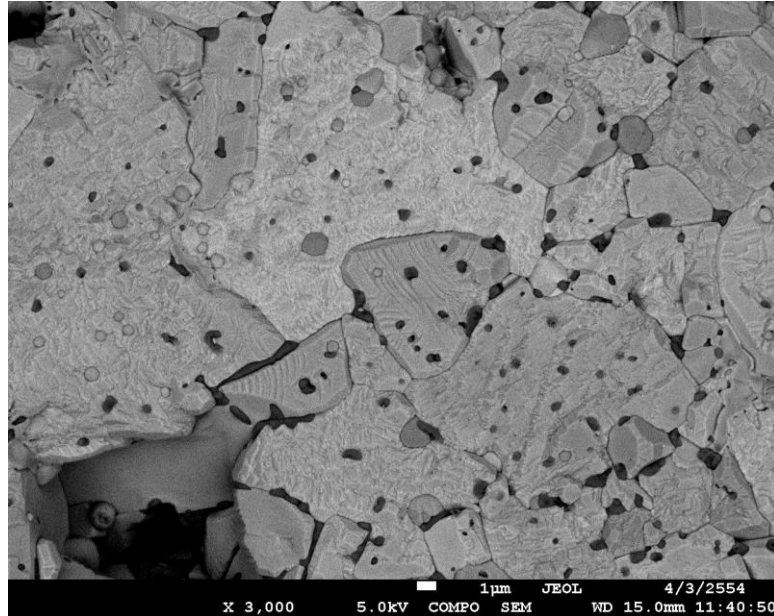
เมื่อทำการวิเคราะห์ห้ขนาดเกรนของ NKN/NiO ด้วยเทคนิค mean linear interception จะแสดงผลดังกราฟที่ 4.15 ซึ่งพบว่ามีความสัมพันธ์กับขนาดของเกรนที่ตรวจพบในภาพถ่าย SEM ชนิด LEI ที่กำลังขยาย 3000 เท่า เมื่อเติม NiO ลงไปเพียงแค่ 1 vol% ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับเซรามิกบริสุทธิ์ NKN ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคของ NiO เข้าไปขัดขวางการเจริญเติบโตของเกรน ดังได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.19 อีกทั้งอุณหภูมิซินเตอร์ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่ควบคุมขนาดของเกรนนั้นลดลงโดยที่เซรามิก NKN/1 vol% NiO ทำการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C ซึ่งลดลงจากเซรามิกบริสุทธิ์ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 °C และเมื่อเติมอนุภาค NiO ลงไปมากขึ้นขนาดเกรนโดยเฉลี่ยมีค่าลดลงไม่มากนัก



รูปที่ 4.16 แสดงภาพโครงสร้างทางจุลภาคชนิด BEI composition mode ของเซรามิก NKN/1 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C โดยผ่านการ Thermal etching ถ่ายที่กำลังขยาย 3000 เท่า

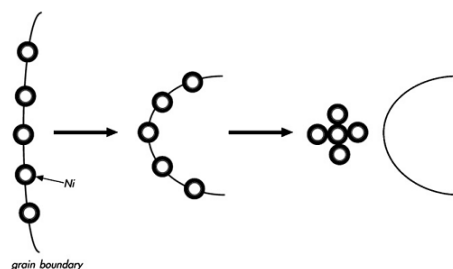


รูปที่ 4.17 แสดงภาพโครงสร้างทางจุลภาคชนิด BEI composition mode ของเซรามิก NKN/2 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C โดยผ่านการ Thermal etching ถ่ายที่กำลังขยาย 3000 เท่า



รูปที่ 4.18 แสดงภาพโครงสร้างทางจุลภาคชนิด BEI composition mode ของเซรามิก NKN/3 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C โดยผ่านการ Thermal etching ถ่ายที่กำลังขยาย 3000 เท่า

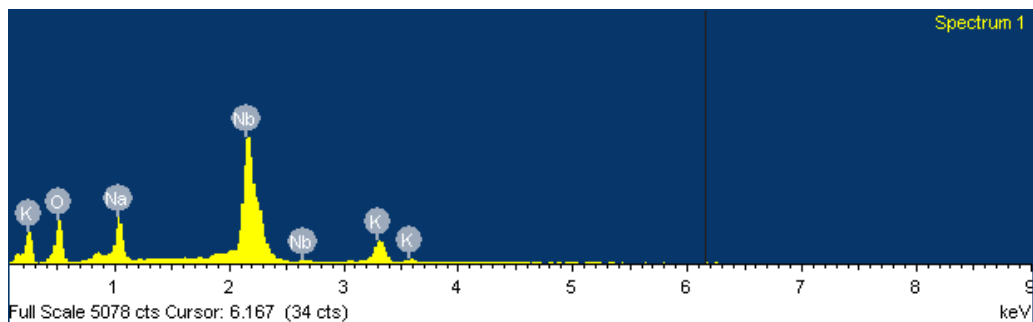
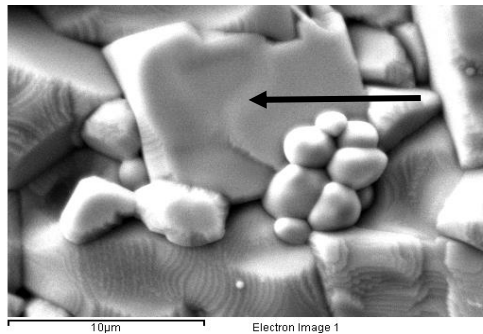
จากภาพ BEI Composition mode รูปที่ 4.16-4.18 พบการปรากฏของอนุภาค NiO ที่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนทรงกลมและทรงรีกระจายตัวอยู่ทั่วไปที่ผิวหน้าของเกรน NKN ซึ่งมีขนาดเล็กประมาณ 0.5-1 ไมโครเมตรและตามบริเวณขอบของเกรนซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าที่บริเวณผิวหน้าโดยมีขนาดประมาณ 1-5 ไมโครเมตรซึ่งพบในภาพถ่ายชนิด LEI ด้วยเช่นกัน ซึ่ง Tuan และคณะ [29] ได้อธิบายการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของ NiO ไว้ โดยในระหว่างที่เกรนเจริญเติบโตขึ้น อนุภาคของ NiO ที่แทรกตัวอยู่ตามบริเวณขอบเกรน ได้เคลื่อนตัวเข้ามาใกล้ชิดกันมากขึ้นจนรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน และกลุ่มก้อนของอนุภาคนั้นได้ไปขัดขวางการเจริญเติบโตของเกรนที่อยู่ข้างเคียง ทำให้ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยมีค่าลดลง ดังที่แสดงไว้ในรูป 4.19



รูปที่ 4.19 แสดงขั้นตอนการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนของอนุภาค NiO [29]

#### 4.2.7 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเกรน NKN ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

จากรูปที่เป็นภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก NKN/ 1 vol% NiO โดย point EDS ตำแหน่งเกรนของ NKN และ สเปกตรัม 3 ใช้วิเคราะห์ EDS ผลแสดงดังตารางที่ 4.4 เกรน NKN ตรวจพบเป็นสีจางในภาพ BEI composition ซึ่งเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุแล้วจะได้สเปกตรัมที่ 3 โดยพบว่าประกอบไปด้วยธาตุโซเดียม โพแทสเซียม ออกซิเจนและไนโอเบียม ด้วยปริมาณต่างกัน ซึ่งสัดส่วนของธาตุโซเดียมและโพแทสเซียมที่พบมีค่าใกล้เคียงกัน

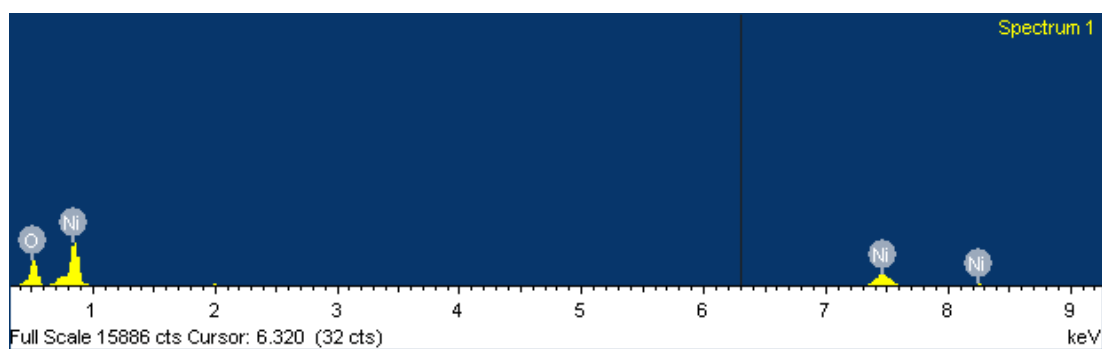
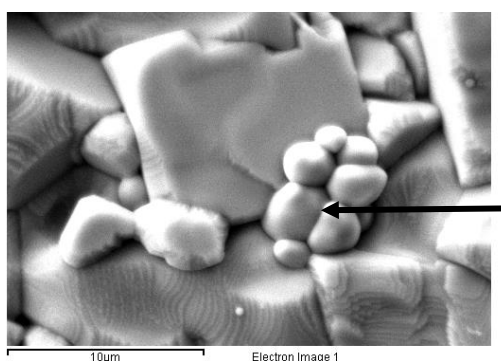


ตารางที่ 4.4 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS ของเซรามิก NKN/1 vol% NiO

| Element             | Weight(%)  |
|---------------------|------------|
| O                   | 31.42      |
| Na                  | 8.84       |
| K                   | 6.63       |
| Nb                  | 53.51      |
| <b>Total weight</b> | <b>100</b> |

#### 4.2.8 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของอนุภาค NiO ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

จากรูปเป็นภาพถ่ายของโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก NKN/ 1 vol% NiO โดย point EDS บริเวณตำแหน่งของอนุภาคที่เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนบริเวณผิวหน้าเกรน NKN ตรวจพบเป็นสีเข้มที่สุดในภาพ BEI composition เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุแล้วได้สเปกตรัมที่ 4 ซึ่งประกอบไปด้วยธาตุ निकิลและออกซิเจนด้วยปริมาณต่างกัน ดังตารางที่ 4.5

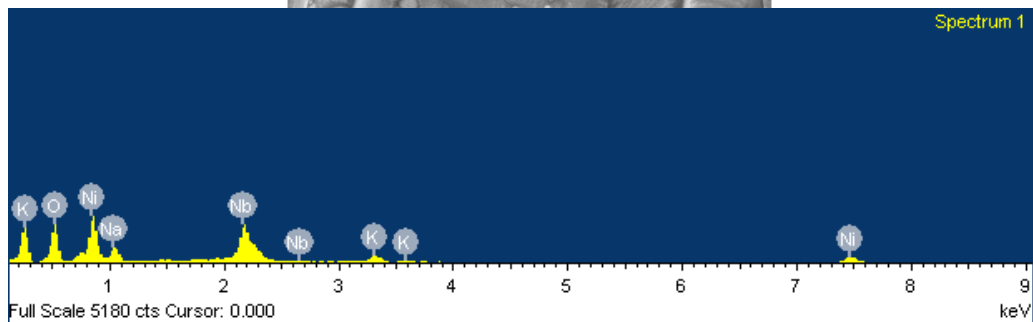
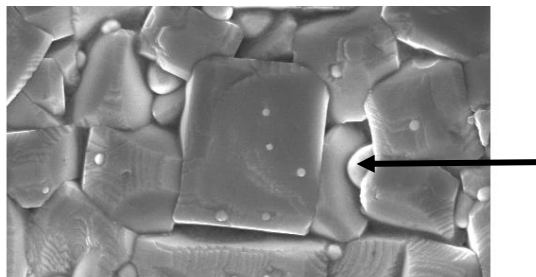


ตารางที่ 4.5 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS ของเซรามิก NKN/1 vol% NiO

| Element      | Weight(%) |
|--------------|-----------|
| O            | 22.76     |
| Ni           | 77.24     |
| Total weight | 100       |

#### 4.2.9 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเกรนที่ยังไม่สามารถระบุชนิดได้ ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

จากรูปที่เป็นภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก NKN/ 2 vol% NiO บริเวณตำแหน่งของเกรนที่ไม่สามารถระบุชนิดได้ ตรวจพบได้ในภาพ BEI composition ซึ่งมีสีเข้มกว่าเกรน NKN แต่มีสีจางกว่า NiO เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุแล้วจะได้สเปกตรัมที่ 5 พบว่าประกอบไปด้วยธาตุโซเดียม โพแทสเซียม ออกซิเจน นิกเกิลและไนโอเบียมด้วยปริมาณต่าง ๆ กัน ดังตารางที่ 4.6 คาดว่าน่าจะเป็นเฟสของเซรามิกที่เกิดการรวมตัวเป็นโครงสร้างใหม่ที่ประกอบไปด้วยธาตุดังที่ได้กล่าวมาข้างต้น หรืออาจจะเป็นสารละลายของแข็ง (solid solution) ระหว่าง NiO และ NKN ซึ่งไม่สามารถตรวจพบได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD



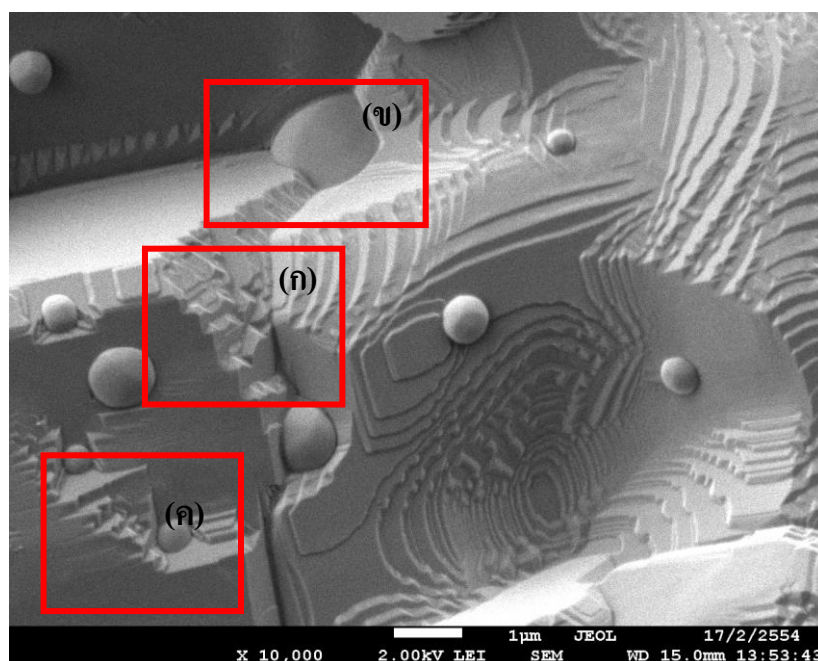
ตารางที่ 4.6 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS ของเซรามิก NKN/1 vol% NiO

| Element      | Weight(%) |
|--------------|-----------|
| O            | 35.94     |
| Na           | 7.14      |
| K            | 3.36      |
| Nb           | 20.82     |
| Ni           | 37.49     |
| Total weight | 100       |



#### 4.2.10 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก NKN/NiO ด้วยเทคนิคการกดแบบวิกเกอร์

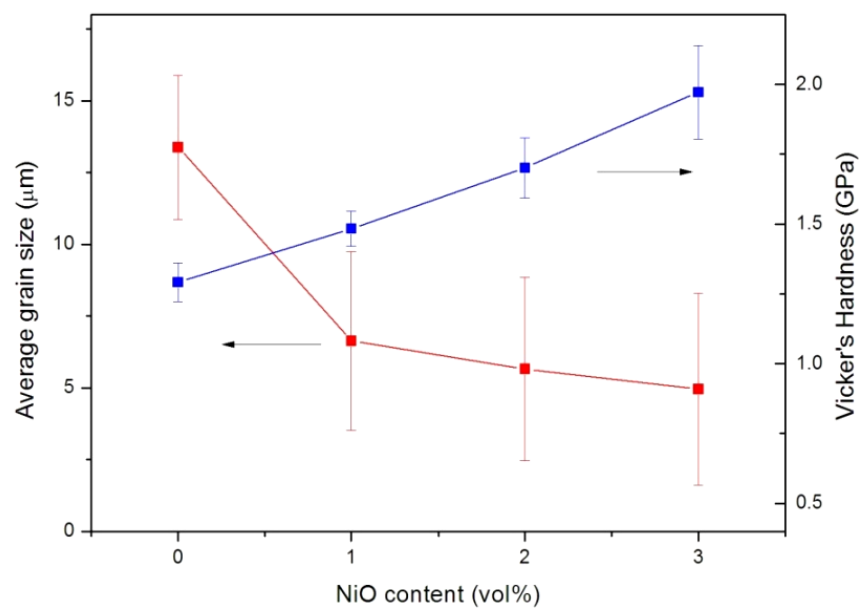
หลังจากทำการวัดสมบัติทางกายภาพ และการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก NKN ที่อุณหภูมิเผา 1100 °C และ NKN/NiO ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1050 °C แล้วนำมาทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยการหาค่าความแข็งด้วยเทคนิคการกดแบบวิกเกอร์ โดยใช้แรงในการกด 200 กรัม จะได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.5 จะเห็นได้ว่าการเติมอนุภาค NiO ส่งผลให้ค่าความแข็งโดยเฉลี่ยมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณที่เติมลงไป ซึ่งพบว่าค่าความแข็งที่เพิ่มขึ้นนั้นได้รับผลมาจากปริมาณการเติม NiO ค่าความหนาแน่นที่เพิ่มมากขึ้นและขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยที่ลดลง ซึ่งเป็นทราบกันดีว่าบริเวณขอบเกรนนั้น เป็นแหล่งรวมของความเค้นและความไม่สมบูรณ์ของผลึก ซึ่งส่งผลให้ดิสโลเคชันเคลื่อนที่ผ่านบริเวณนี้ได้ยาก ดังนั้นเซรามิกที่มีเกรนเล็กจะมีขอบเกรนมาก จึงส่งผลให้เซรามิกมีความแข็งมากกว่าเซรามิกที่มีเกรนใหญ่นั้นเอง อีกทั้งยังมีอิทธิพลของ NiO และเฟสที่ยังไม่สามารถระบุได้ที่ตรวจพบอยู่ภายในเกรนและบริเวณขอบเกรนดังรูป ที่ 4.20 ซึ่งมีอิทธิพลต่อการเคลื่อนที่ของดิสโลเคชันได้ยากขึ้นด้วยเช่นกัน



รูปที่ 4.20 แสดงภาพโครงสร้างทางจุลภาคชนิด LEI ของเซรามิก NKN/2 vol% NiO ที่อุณหภูมิ 1050 °C ถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ก) ความไม่สมบูรณ์ของผลึกบริเวณขอบเกรน (ข) เฟสที่ยังไม่สามารถระบุได้บริเวณขอบเกรน (ค) NiO ภายในเกรน (เมื่อมีการเจริญเติบโตอย่างสมบูรณ์)

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าความแข็งเทียบกับความหนาแน่นและขนาดเกรนโดยเฉลี่ยของเซรามิก NKN ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1100 °C และ NKN/NiO ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1050 °C

| ปริมาณ NiO ( vol% ) | ความหนาแน่น<br>(g/cm <sup>3</sup> ) | ขนาดเกรนโดยเฉลี่ย<br>( $\mu\text{m}$ ) | ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (GPa) |
|---------------------|-------------------------------------|----------------------------------------|------------------------------|
| 0 vol%              | 4.06                                | 13.375 $\pm$ 2.5                       | 1.29 $\pm$ 0.07              |
| 1 vol%              | 4.16                                | 6.63 $\pm$ 3.1                         | 1.48 $\pm$ 0.06              |
| 2 vol%              | 4.23                                | 5.66 $\pm$ 3.2                         | 1.70 $\pm$ 0.11              |
| 3 vol%              | 4.30                                | 4.95 $\pm$ 3.3                         | 1.97 $\pm$ 0.17              |



รูปที่ 4.21 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนโดยเฉลี่ยกับค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก NKN/NiO

#### 4.2.11 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก

ผลการทดลองส่วนนี้จะรายงานผลการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก NKN และ NKN/NiO ที่เตรียมได้ ในที่นี้ได้เลือกเซรามิก NKN/NiO ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C เนื่องจากเซรามิกที่ได้มีค่าความหนาแน่นมากที่สุด ซึ่งคาดว่าจะได้ค่าทางไฟฟ้าที่ดีกว่าเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นต่ำกว่า

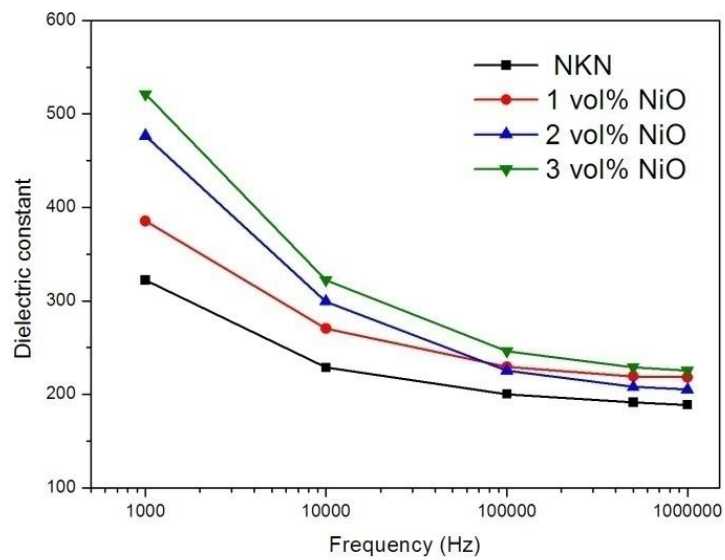
##### 4.2.11.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก

เมื่อนำเซรามิก NKN และ NKN/NiO มาศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิ ณ อุณหภูมิห้อง และตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 500 °C ที่ความถี่ 1 10 100 500 กิโลเฮิร์ตซ์และ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ตามลำดับ ซึ่งเปรียบเทียบกับสัดส่วนของ NiO ที่เติมลงไป ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.22 และ 4.16 และตารางที่ 4.6

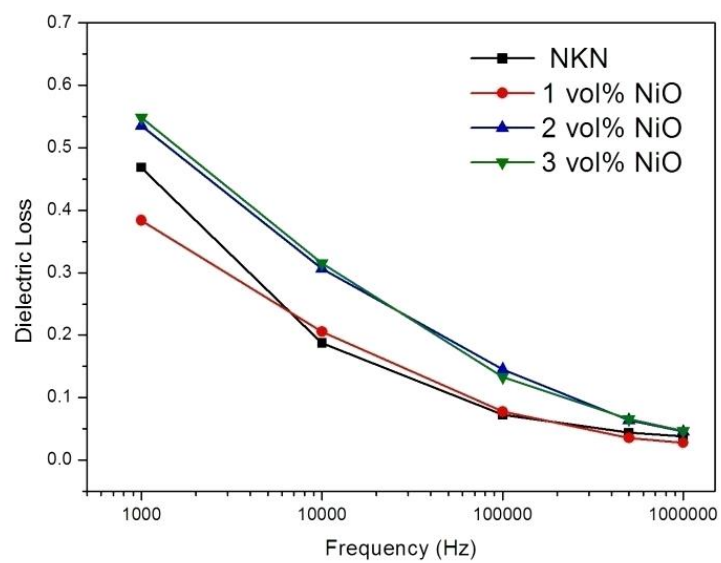
พบว่า ณ อุณหภูมิห้อง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณที่เติมลงไป แต่จะมีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มมากขึ้น เมื่อพิจารณาถึงค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่ 1 กิโลเฮิร์ตซ์พบว่า เมื่อเติม NiO ลงไป 1 vol% จะมีค่าที่ลดลง แต่จะมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อเติมลงไป จนถึง 3 vol% โดย Hyuga และคณะ [BT-Ni] ได้อธิบายไว้ว่าสาเหตุการเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมาจาก 3 ปัจจัยด้วยกัน ได้แก่

1. ขนาดเกรนที่ลดลงหลังจากการเติมอนุภาค Ni ขนาดนาโนลงไปในตัวกลาง
2. การเพิ่มขึ้นของพื้นที่ขั้วไฟฟ้า (electrode area) จากอนุภาคของ Ni ที่กระจายตัว (disperse) บริเวณผิวหน้าเกรนของเซรามิก
3. ผลกระทบจากการก่อตัวของสนามไดอิเล็กทริกท้องถิ่น (local dielectric field) รอบๆ บริเวณที่มีการกระจายตัวของอนุภาค Ni

เมื่อพิจารณาจากโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากการถ่ายภาพ SEM ของเซรามิก NKN/NiO พบว่า ขนาดเกรนที่ได้ลดลงเมื่อเติม NiO มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเป็นอย่างมาก สอดคล้องกับการวิเคราะห์ในข้อที่ 1 เป็นอย่างดี และจากการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ขั้วไฟฟ้าภายในเซรามิกที่เกิดจากการเติม NiO นั้น ทำให้เซรามิก NKN/NiO มีสภาพคล้ายตัวเก็บประจุแบบหลายชั้น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้จึงเพิ่มขึ้น

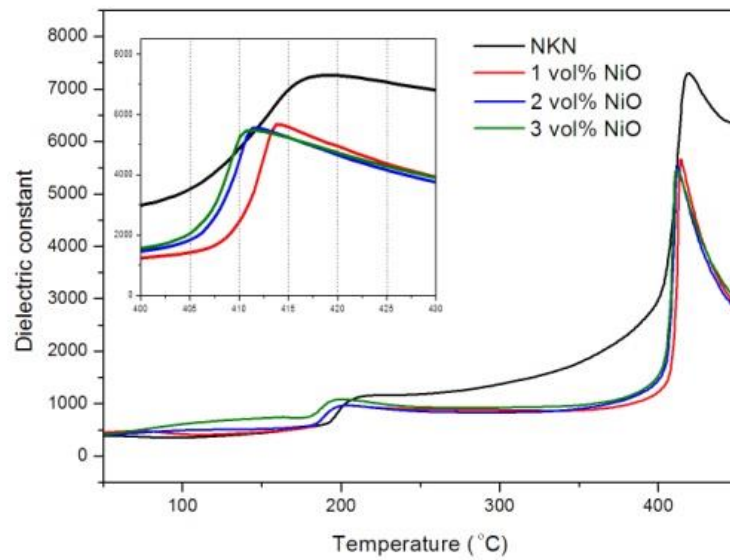


(ก)

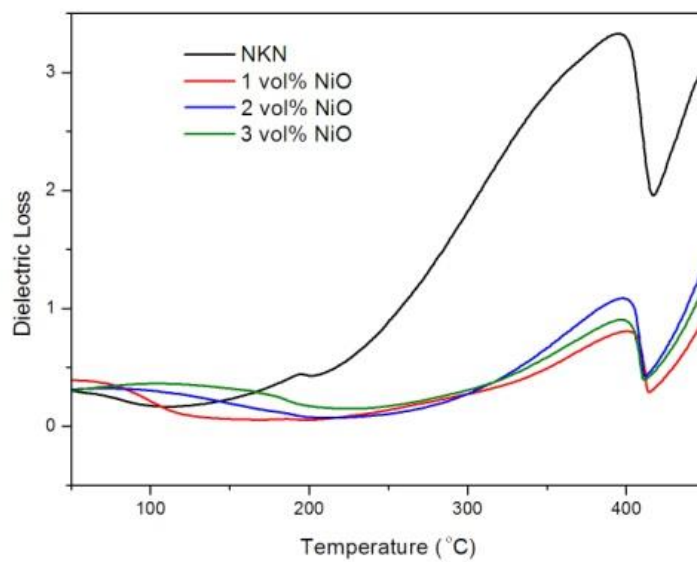


(ข)

รูปที่ 4.22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง (ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง ของเซรามิก NKN/NiO เทียบกับความถี่และสัดส่วนของ NiO ที่เติมลงไป

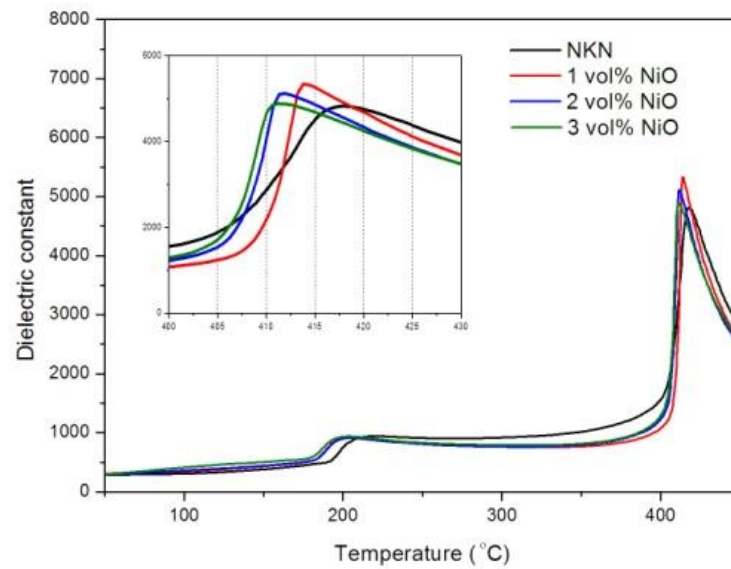


(ก)

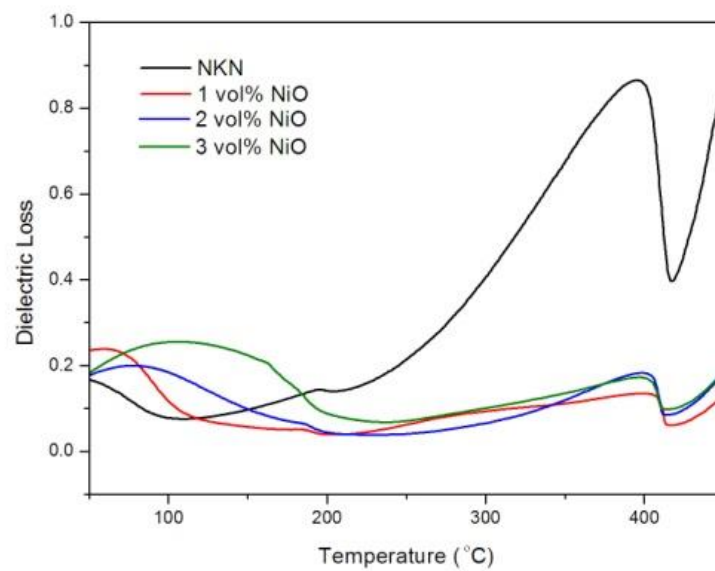


(ข)

รูปที่ 4.23 แสดงค่า (ก) คงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิกและ (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก NKN/NiO ที่ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ตซ์ เทียบกับสัดส่วน NiO ที่เติมลงไป โดยที่ภาพเล็กแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิคูรี ( $T_C$ )

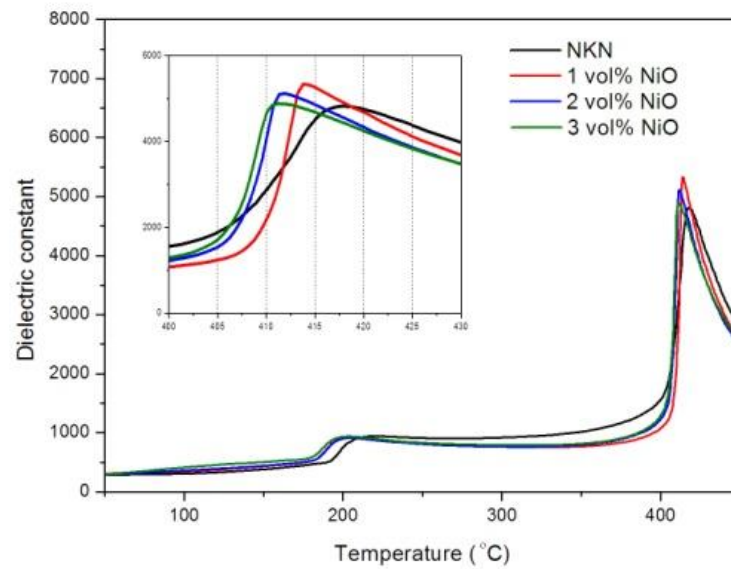


(ก)

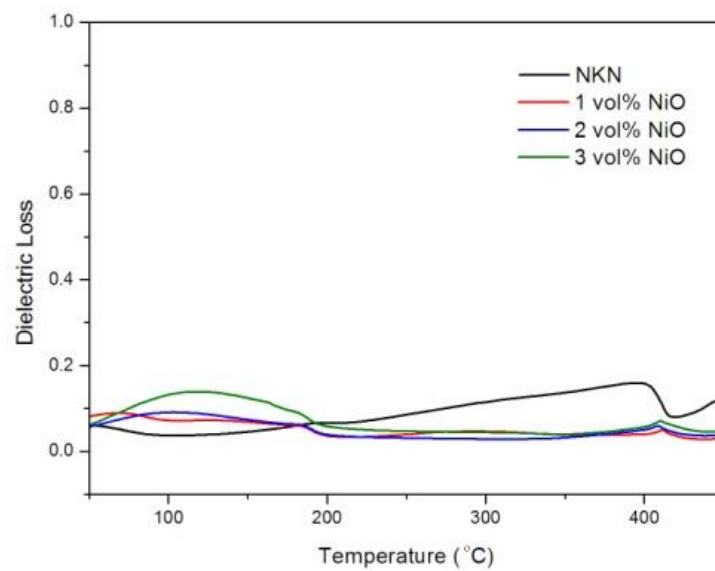


(ข)

รูปที่ 4.24 แสดงค่า (ก) คงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิกและ (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริก NKN/NiO ที่ความถี่ 10 กิโลเฮิร์ตซ์ เทียบกับสัดส่วน NiO ที่เติมลงไป โดยที่ภาพเล็กแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิคูรี ( $T_C$ )

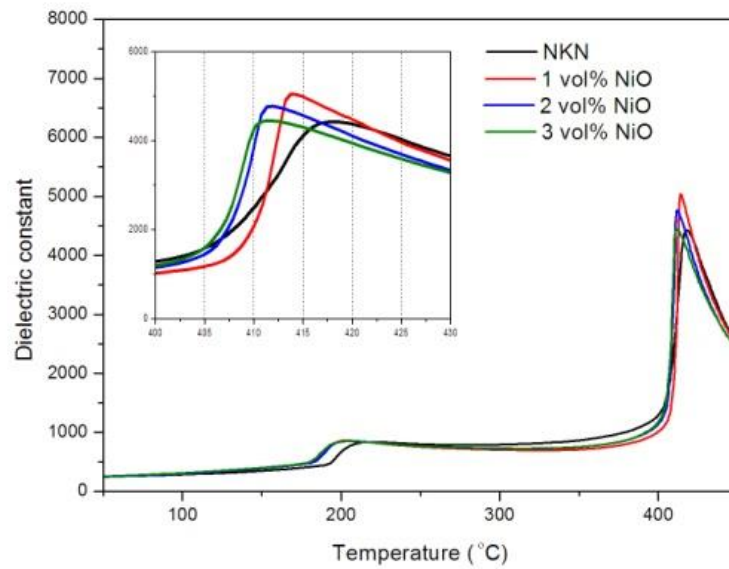


(ก)

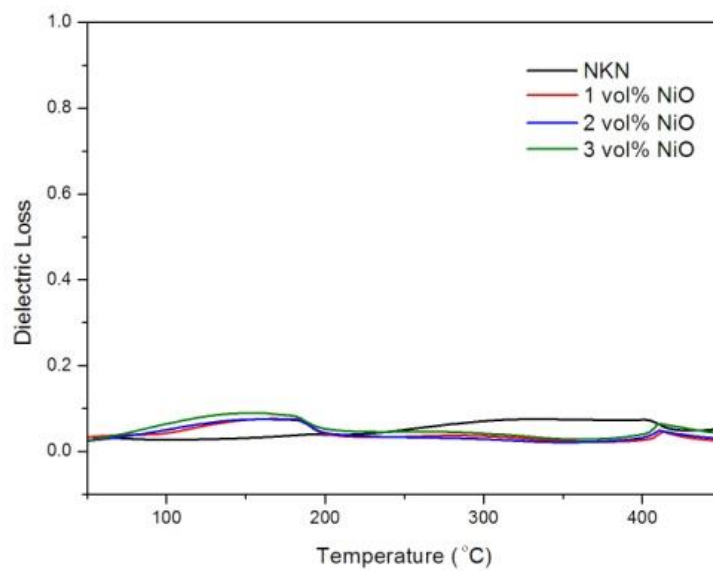


(ข)

รูปที่ 4.25 แสดงค่า (ก) คงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิกและ (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก NKN/NiO ที่ความถี่ 100 กิโลเฮิร์ตซ์ เทียบกับสัดส่วน NiO ที่เติมลงไป โดยที่ภาพเล็กแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิคูรี ( $T_C$ )



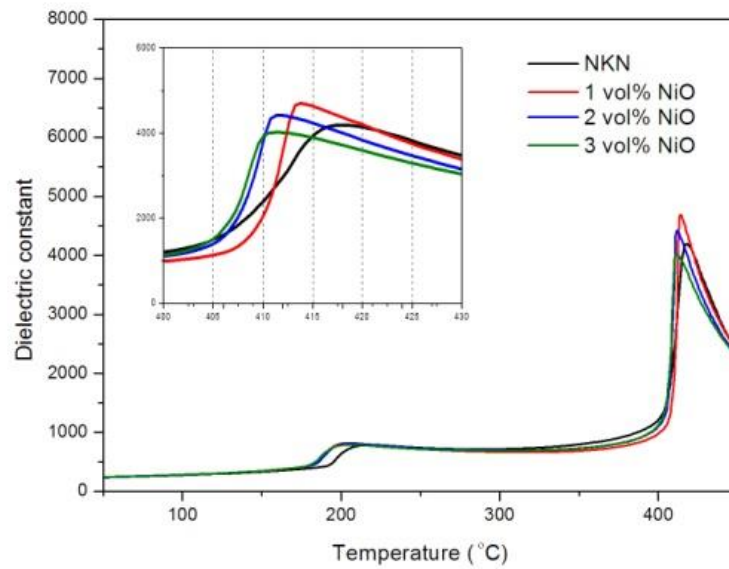
(ก)



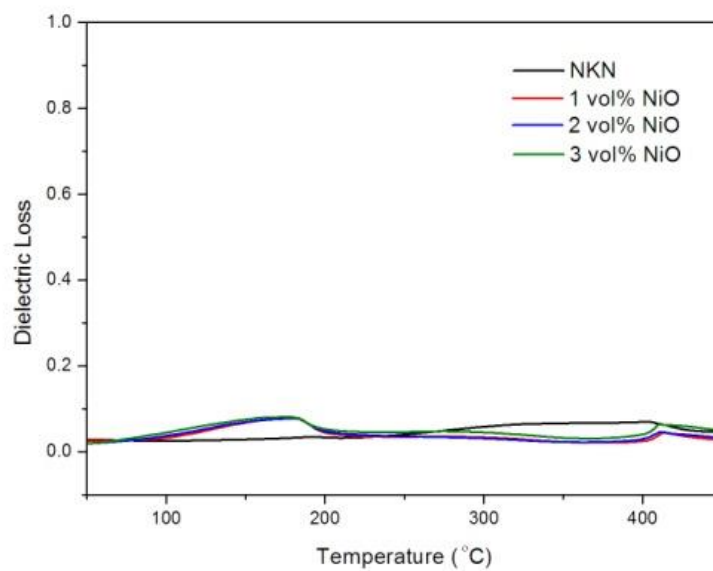
(ข)

รูปที่ 4.26 แสดงค่า (ก) คงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิกและ (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก NKN/NiO ที่ความถี่ 500 กิโลเฮิร์ตซ์ เทียบกับสัดส่วน NiO ที่เติมลงไป โดยที่ภาพเล็กแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิคูรี ( $T_C$ )





(ก)



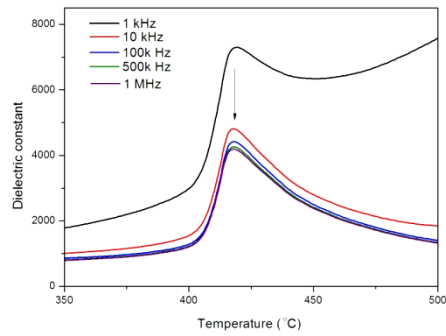
(ข)

รูปที่ 4.27 แสดงค่า (ก) คงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิกและ (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก NKN/NiO ที่ความถี่ 1 เมกกะเฮิรตซ์ เทียบกับสัดส่วน NiO ที่เติมลงไป โดยที่ภาพเล็กแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิคูรี ( $T_C$ )

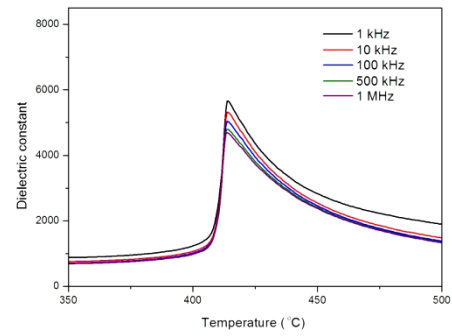
จากรูปที่ 4.23-4.27 พบว่าเมื่อพิจารณาค่าไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิ จะมีช่วงที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าไดอิเล็กทริกที่รวดเร็วที่อุณหภูมิใกล้เคียงกันอยู่ 2 ช่วงอุณหภูมิด้วยกัน โดยช่วงแรกอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ  $200^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเป็นช่วงที่เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากโครงสร้างออร์โธโรมบิกไปเป็นโครงสร้างเตตระโกนอล และช่วงที่สองอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ  $420^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเป็นช่วงที่เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก เตตระโกนอล ไปเป็นโครงสร้างคิวบิก สำหรับค่าไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีนั้นจะเห็นว่าเมื่อเติมลงไปมากขึ้นอุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงอย่างชัดเจนดังจะสังเกตได้จากภาพเล็กในแต่ละกราฟและตารางที่ 4.6 และ เซรามิก NKN/ $\text{NiO}$  ในทุกๆความถี่ที่ทำการวิเคราะห์นั้น มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสแรก ( $25-200^{\circ}\text{C}$ ) ที่สูงกว่าเซรามิกบริสุทธิ์ NKN แต่ในทางกลับกันค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกตั้งแต่อุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสแรกจนถึงอุณหภูมิคูรี ( $200-420^{\circ}\text{C}$ ) นั้นมีค่าต่ำกว่าเซรามิกบริสุทธิ์ NKN แต่อย่างไรก็ตาม หากพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกพร้อมกับค่าการสูญเสียจะพบว่า ถ้าเซรามิกที่มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกสูง จะส่งผลให้ความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าลดลงตามไปด้วย

#### 4.2.11.2 ผลของความถี่ที่มีต่อสมบัติไดอิเล็กทริก

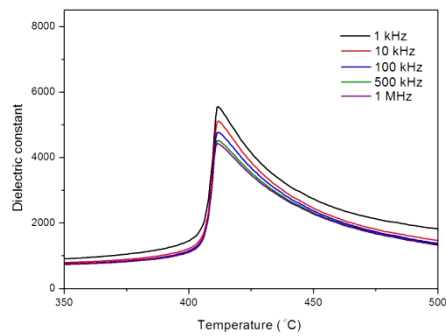
โดยทั่วไปแล้วเมื่อความถี่สูงขึ้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะมีค่าลดลงเนื่องมาจากผลของไดโพลที่อยู่ภายใต้สนามไฟฟ้าที่ความถี่สูง โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก NKN จะลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อความถี่สูงขึ้น แต่จะค่อยๆ ลดลงในเซรามิก NKN/NiO ซึ่งสามารถอธิบายปรากฏการณ์นี้ได้จากรูปที่ 4.28 จะเห็นได้ว่าความถี่ที่เปลี่ยนไปมีอิทธิพลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ เซรามิกบริสุทธิ์ NKN เป็นอย่างมาก โดยจะแสดงสมบัติสมบัติรีแลกเซอร์ของเซรามิก แต่อย่างไรก็ตามเมื่อเติม NiO ลงไป อิทธิพลของความถี่ที่มีต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก NKN/NiO ลดลงเมื่อเทียบกับเซรามิกบริสุทธิ์ NKN สังเกตได้จากความกว้างของฐานกราฟที่น้อยลงนั่นเอง



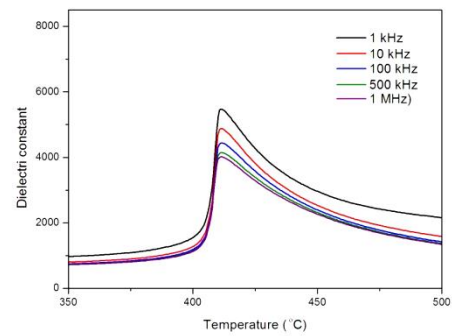
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

**รูปที่ 4.28** แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของเซรามิก (ก) NKN (ข) 1 vol% (ค) 2 vol% และ (ง) 3 vol% NiO ที่ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ตซ์จนถึง เมกกะเฮิร์ตซ์ โดย แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเปลี่ยนแปลงที่ อุณหภูมิคูรี ( $T_C$ )

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิคูรีของเซรามิก NKN และเซรามิก NKN/NiO

| Frequency<br>(Hz) | NiO<br>content<br>(vol%) | Dielectric Prop. ( RT) |              | Dielectric Prop. ( T <sub>c</sub> ) |              | T <sub>c</sub><br>(°C) |
|-------------------|--------------------------|------------------------|--------------|-------------------------------------|--------------|------------------------|
|                   |                          | $\epsilon_r$           | $\tan\delta$ | $\epsilon_r$                        | $\tan\delta$ |                        |
| 1 k               | 0                        | 322.25                 | 0.468        | 7298.75                             | 1.996        | 419.35                 |
|                   | 1                        | 385.29                 | 0.384        | 5665.32                             | 0.290        | 413.78                 |
|                   | 2                        | 476.56                 | 0.536        | 5553.41                             | 0.425        | 411.92                 |
|                   | 3                        | 521.36                 | 0.548        | 4573.93                             | 0.398        | 411.24                 |
| 10k               | 0                        | 228.64                 | 0.187        | 4818.02                             | 0.398        | 418.16                 |
|                   | 1                        | 270.47                 | 0.206        | 5332.48                             | 0.063        | 413.78                 |
|                   | 2                        | 299.45                 | 0.306        | 5114.81                             | 0.087        | 411.92                 |
|                   | 3                        | 322.42                 | 0.315        | 4880.47                             | 0.101        | 411.24                 |
| 100k              | 0                        | 200.34                 | 0.072        | 4426.19                             | 0.080        | 418.16                 |
|                   | 1                        | 229.09                 | 0.077        | 5047.95                             | 0.046        | 413.78                 |
|                   | 2                        | 225.15                 | 0.145        | 4772.31                             | 0.054        | 411.92                 |
|                   | 3                        | 246.23                 | 0.133        | 4444.69                             | 0.070        | 411.24                 |
| 500k              | 0                        | 191.29                 | 0.043        | 4266.26                             | 0.052        | 418.16                 |
|                   | 1                        | 219.49                 | 0.035        | 4807.81                             | 0.047        | 413.78                 |
|                   | 2                        | 207.97                 | 0.064        | 4520.41                             | 0.049        | 411.92                 |
|                   | 3                        | 228.83                 | 0.065        | 4150.36                             | 0.064        | 411.24                 |
| 1M                | 0                        | 188.87                 | 0.038        | 4194.93                             | 0.058        | 418.16                 |
|                   | 1                        | 218.25                 | 0.027        | 4699.31                             | 0.046        | 413.78                 |
|                   | 2                        | 204.99                 | 0.045        | 4418.67                             | 0.045        | 411.92                 |
|                   | 3                        | 225.31                 | 0.046        | 4020.72                             | 0.062        | 411.24                 |

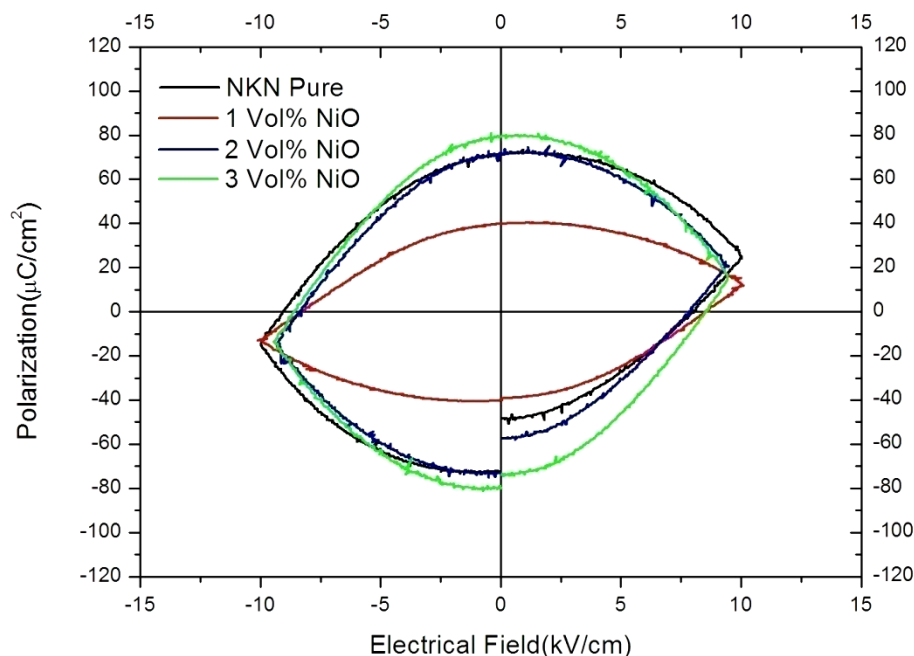
หมายเหตุ: RT = room temperature, T<sub>c</sub> = curie temperature,  $\epsilon_r$  = dielectric constant,  $\tan\delta$  = dielectric loss

#### 4.2.11.3 ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก NKN/NiO ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C โดยอาศัยการวิเคราะห์จากวงฮิสเทอรีซิส เพื่อการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า (P) และโพลาริเซชัน (E) หรือ (P-E hysteresis loop) ซึ่งได้ทำการตรวจสอบที่อุณหภูมิ 26°C จากผลการทดลองพบว่า ค่าโพลาริเซชันคงเหลือ (remanent polarization,  $P_r$ ) และค่าสนามไฟฟ้าลบด้าง (coercive electric field,  $E_c$ ) ของเซรามิก NKN/1 vol% NiO มีค่าลดลงเมื่อเทียบกับเซรามิก NKN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่ 1100 °C และจะมีค่าเพิ่มเมื่อเติม NiO ลงไปมากขึ้นที่ 2 และ 3 vol% ตามลำดับ และเนื่องจากผลอันเนื่องมาจากรูพรุนภายในที่ตรวจพบได้ จะส่งผลให้ P-E loop มีลักษณะที่บวม หรือเกิด lossy hysteresis loop ดังรูปที่ 4.29 ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าเซรามิก NKN/NiO ไม่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งานเป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกได้

**ตารางที่ 4.9** แสดงผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก NKN และ NKN/NiO ในชุดการทดลองที่ผ่านการซินเตอร์ ที่อุณหภูมิ 1050°C ที่สนามไฟฟ้าประมาณ 10 kV/cm

| NiO content<br>(vol%) | $P_{max}$<br>( $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ ) | $P_r$<br>( $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ ) | $E_c$<br>(kV) |
|-----------------------|--------------------------------------------|----------------------------------------|---------------|
| 0 vol%                | 24.1                                       | 71.4                                   | 1.23          |
| 1 Vol%                | 11.9                                       | 39.9                                   | 0.697         |
| 2 Vol%                | 20.8                                       | 71.9                                   | 0.834         |
| 3 Vol%                | 16.3                                       | 79.6                                   | 0.903         |



รูปที่ 4.29 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า และโพลาริเซชัน (P-E loop) ของเซรามิก NKN/NiO

#### 4.2.11.3 ผลการตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก

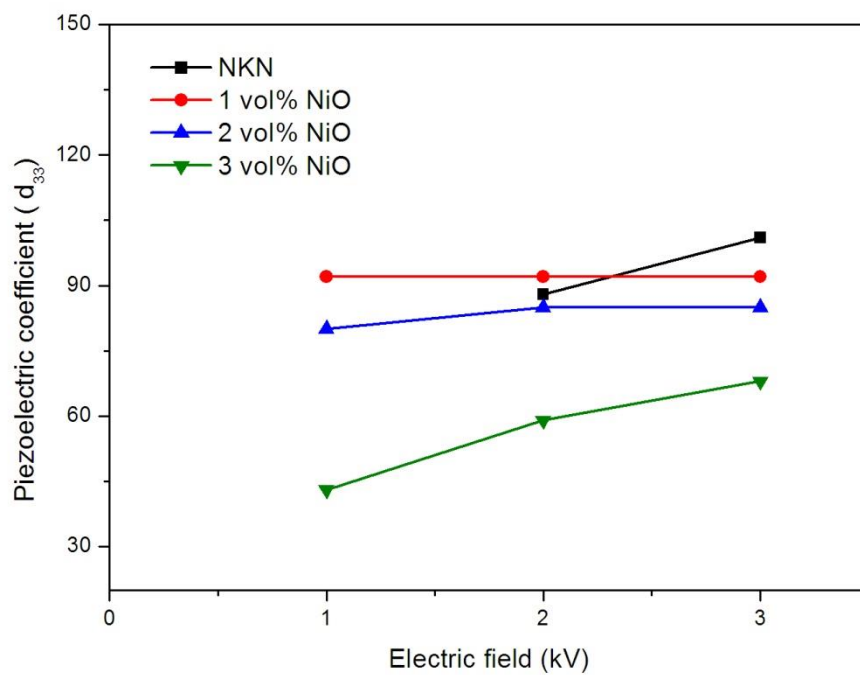
ในส่วนของการตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric coefficient,  $d_{33}$ ) ในทิศทาง 33 หรือในทิศทางเดียวกันกับทิศทางของการโพลิงเซรามิกของเซรามิก  $\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{NbO}_3$  โดยใช้เงื่อนไขของการโพลิงในน้ำมันซิลิโคน (silicone oil) ภายใต้สนามไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 3 kV/mm ที่อุณหภูมิ  $120^\circ\text{C}$  และแช่ทิ้งไว้ที่สนามไฟฟ้าคงที่นาน 30 min โดยงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการโพลิงแบบขั้นตอน (step poling) ผลแสดงดังตารางที่ 4.7

ในส่วนของการตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก ( $d_{33}$ ) ที่ผ่านการโพลิงด้วยเทคนิคแบบขั้นตอน สำหรับชุดการทดลองที่ผ่านการเตรียมด้วยวิธีแบบสองขั้นตอน ภายใต้สนามไฟฟ้าตั้งแต่ 1 - 3 kV/mm ที่อุณหภูมิ  $120^\circ\text{C}$  พบว่าสามารถทำการโพลิงได้ใน 3 ขั้นตอนด้วยกันที่ 1.00 2.00 และ 3.00 kV/mm ผลการทดลองพบว่า เมื่อเติม NiO ลงไปมากขึ้นค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่ได้ มีค่าลดลง เนื่องจากปริมาณเฟสของ NiO ซึ่งไม่มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกมีมากขึ้นนั่นเอง ดังรูปที่ 4.30

ตารางที่ 4.10 แสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก NKN\* และ NKN/NiO โดยใช้เทคนิคการโพลลิงแบบขั้นตอน

| NiO content<br>(vol%) | สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก ( $d_{33}$ ) (pC/N) |                             |                             |
|-----------------------|--------------------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|                       | 1 <sup>st</sup> Step (1 kV)                      | 2 <sup>nd</sup> Step (2 kV) | 3 <sup>rd</sup> Step (3 kV) |
| 0*                    | -                                                | 88                          | 101                         |
| 1                     | 92                                               | 92                          | 92                          |
| 2                     | 80                                               | 85                          | 85                          |
| 3                     | 43                                               | 59                          | 68                          |

หมายเหตุ: \*อ้างอิงจากงานวิจัยของ ภาควิชา ภาควิชา [30]



รูปที่ 4.30 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกกับสนามไฟฟ้า ด้วยเทคนิคการโพลลิงแบบขั้นตอนของเซรามิก NKN/NiO