บทที่ 4
ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้เป็นการนำเสนอผลการทดลอง โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาถึงสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางจุลภาค สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางไฟฟ้าที่สำคัญๆ อันได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริก สมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก เป็นต้น โดยมีรายละเอียดของผลการทดลองดังนี้

4.1 การเตรียมสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตด้วยกระบวนการเกลือหลอมเหลว

การเตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ด้วยกระบวนการเกลือหลอมเหลวนั้น เป็นกระบวนการเตรียมสารที่ง่าย สะดวก และราคาถูก ใช้พลังงานในการเตรียมสารที่ต่ำ โดยช่วยลดปัญหาของการใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูง ซึ่งในการทดลองนี้ได้ทำการผสมสารตั้งต้นเข้าด้วยกัน โดยใช้เทคนิคการผสมแบบหมุนวนในขวดบดสารด้วยลูกบดเซอร์โคเนียเป็นเวลา 24 h หลังจากนั้นนำผงที่ได้มาทำการผสมกับเกลือของ NaCl และ KCl โดยผสมกันในอัตราส่วนของน้ำหนัก 1:1 โดยนำมาบดผสมในครกบดสารเป็นเวลา 30 min หลังจากนั้นนำผงที่ได้มาทำการตรวจสอบสมบัติทางความร้อน (DTA) เพื่อหาช่วงอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ ต่อด้วยการศึกษาเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ ด้วยการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ก่อนทำการตรวจสอบด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์นั้นจะต้องทำการล้างเกลือและไอออนของคลอไรด์ออกจากสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ให้หมดเสียก่อน ต่อด้วยการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค หลังจากนั้นก็เข้าสู่ขั้นตอนการอัดเม็ดขึ้นรูปชิ้นงาน ก่อนการอัดเม็ดขึ้นรูปชิ้นงานได้ทำการผสมสารยึดเหนี่ยว (binder) จำนวน 5 wt% แล้วจึงนำผงที่ได้มาทำการอัดเม็ดขึ้นรูปที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm และศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิก ภายหลังการเผาผนึกได้นำชิ้นงานไปทำการตรวจสอบความหนาแน่น ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เพื่อคำนวณหาความหนาแน่นทางทฤษฎี อีกทั้งยังได้ทำการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าต่างๆ ได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริก สมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกต่อไป

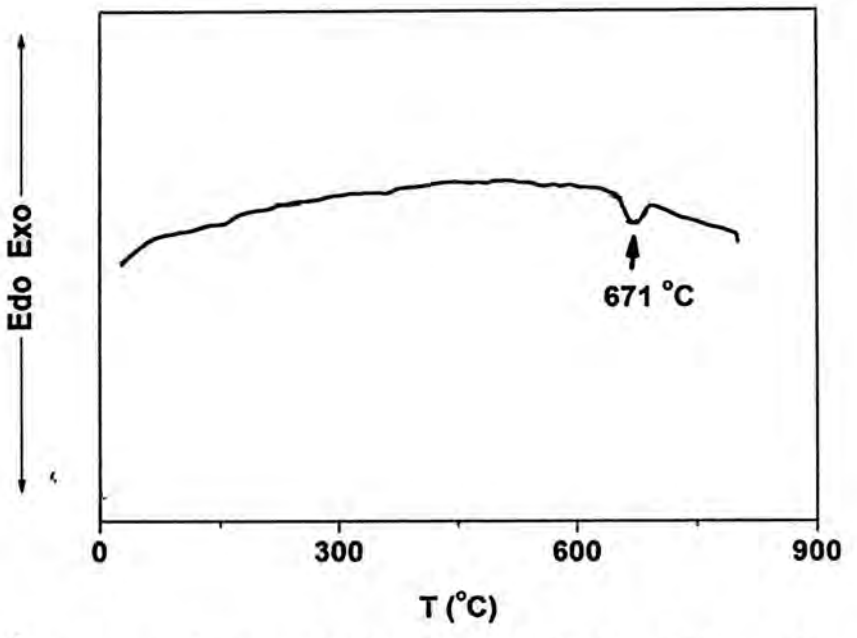
4.1.1 การเตรียมผงโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

ผลการทดลองในส่วนนี้ เป็นการตรวจสอบผลภายหลังการเตรียมสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านการบดผสมในขวดบดนาน 24 h และผสมกับเกลือด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนักเป็นที่เรียบร้อยแล้ว โดยได้ทำการวิเคราะห์ทางความร้อนเพื่อหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์ด้วยเทคนิค DTA พร้อมทั้งทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟสด้วยเทคนิค XRD เพื่อให้ได้อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) และศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคภายหลังการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่เหมาะสม

4.1.1.1 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค (DTA)

งานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) โดยได้ทำการตรวจสอบในช่วงอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 1000 °C ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิที่ 1 °C/min ในอากาศด้วยเทคนิค DTA ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จากรูปจะไม่พบพีคของการกลายเป็นไอที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 100 -120 °C [31] เพราะว่าก่อนที่เราจะนำผงของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) มาทำการวิเคราะห์ทางความร้อนนั้น เราได้นำผงไปอบให้แห้งก่อนนำมาทำการทดสอบ การดูดพลังงานเพื่อใช้ในการสลายตัวเนื่องจากความร้อนจะเริ่มขึ้นในช่วงอุณหภูมิประมาณตั้งแต่ 600 °C โดยมีการดูดพลังงานไปใช้มากที่สุดที่อุณหภูมิ 671 °C และไปสิ้นสุดลงที่อุณหภูมิประมาณ 700 °C โดยในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 600 – 700 °C นี้จะเป็นช่วงของการดูดพลังงานความร้อนเข้าไปเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นไปเป็นสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$)

ดังนั้นงานวิจัยนี้ จึงได้เลือกช่วงอุณหภูมิการแคลไซน์สารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) อยู่ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 400 °C จนถึง 700 °C และทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิระหว่าง 1,125 °C จนถึง 1,225 °C



รูปที่ 4.1 แสดงกราฟ DTA ของโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

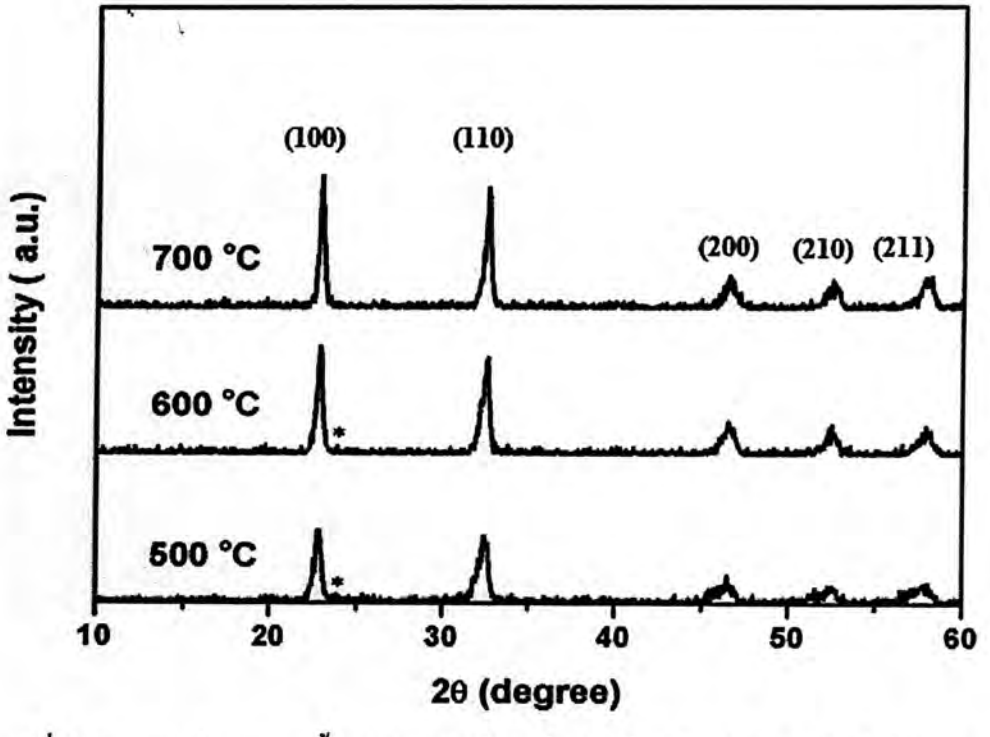
4.1.1.2 ผลการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟสด้วยเทคนิค (XRD)

จากผลการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ด้วยเทคนิค DTA เพื่อหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์ พบว่ามีช่วงอุณหภูมิอยู่ที่ 400-700 °C ดังนั้นในงานวิจัยจึงได้กำหนดอุณหภูมิเพื่อตรวจสอบความบริสุทธิ์ และเฟสองค์ประกอบที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400,500,600,700, °C ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ 100°C/h อัตราการลดลงของอุณหภูมิที่ 300°C/h เผาแช่นาน 2 h

จากรูปที่ 4.2 แสดงกราฟของการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ ผงสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 °C ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ 100°C/h อัตราการลดอุณหภูมิที่ 300°C/h เผาแช่นาน 2 h พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์เพิ่มขึ้น มีผลทำให้ความบริสุทธิ์ของเฟสองค์ประกอบเพิ่มขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 700 °C มีความบริสุทธิ์ของเฟสสูงที่สุด และยังพบว่ามีโครงสร้างเป็นแบบออร์โทรอมบิก (orthorhombic structure) ซึ่งโดยทั่วไปแล้วกระบวนการเตรียมแบบดั้งเดิมสามารถเตรียมสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ได้เฟสที่บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิประมาณ 900 °C [25] ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงแสดงให้เห็นว่ากระบวนการเกลือ

หลอมเหลวช่วยลดการใช้พลังงานในการเตรียมสารประกอบ ซึ่งในงานวิจัยนี้สารประกอบดังกล่าวคือโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ด้วยการลดอุณหภูมิในการแคลไซน์จากกระบวนการเตรียมแบบดั้งเดิมประมาณ 200 °C

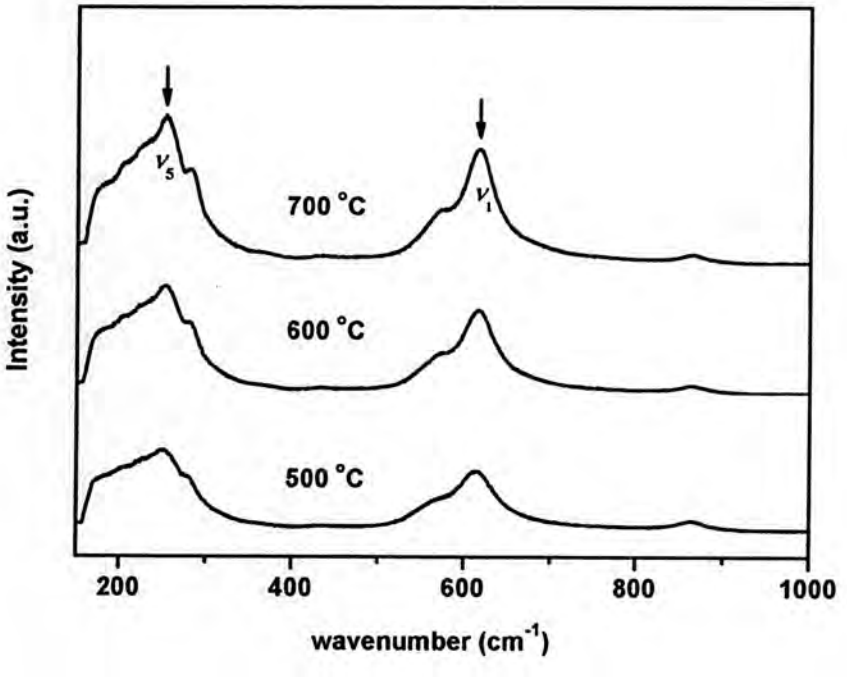
นอกจากนั้นแล้วยังพบว่าผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครูปแบบการเลี้ยวเบนแบบรังสีเอ็กซ์ (XRD) ยังคงสอดคล้องกับผลจากการวิเคราะห์ทางความร้อน (DTA) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกอุณหภูมิแคลไซน์ 700 °C มาใช้ในการเตรียมชิ้นงานเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$- $0.052LiSbO_3$) ต่อไป



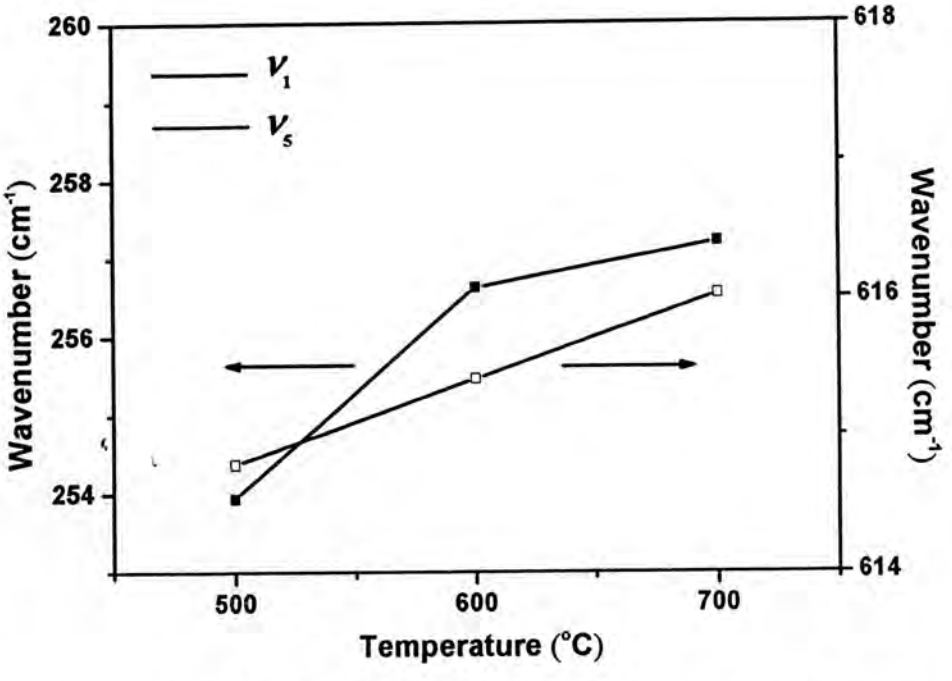
รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

4.1.1.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเทคนิครามานน์สเปกโตสโกปี

รูปที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยสเปกตราของรามานน์ที่อุณหภูมิห้องโดยใช้ความถี่ในช่วง 100 – 1000 cm^{-1} พบว่าผงของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700°C มีโครงสร้างคล้ายกับโพแทสเซียมไนโอเบต ($KNbO_3$) คือมีโครงสร้างแบบออร์โธรอมบิค (orthorhombic) ด้วยสเปซกรุ๊ป Amm2 [26] โดยแสดงพีคหลักอยู่ด้วยกันสองพีค คือ (ν_1 และ ν_5) โดย ν_1 อยู่ที่ความถี่ 610 cm^{-1} และ ν_5 อยู่ที่ความถี่ 245 cm^{-1} โดยจะพบว่าพีคของทั้ง ν_1 และ ν_5 จะเคลื่อนที่ไปข้างหน้าที่ความถี่สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์เพิ่มขึ้น การที่พีคของ ν_1 และ ν_5 เคลื่อนไปที่ความถี่สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้นนั้น (รูปที่ 4.4) สอดคล้องกับระยะห่างระหว่างตำแหน่ง B-site กับออกซิเจนนั้นลดลงจึงทำให้พันธะมีความแข็งแรงมากขึ้นนั่นเอง



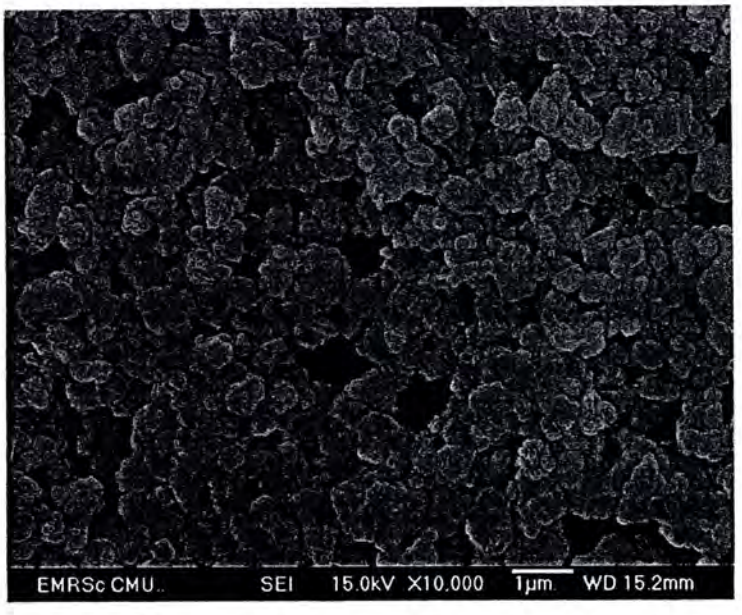
รูปที่ 4.3 แสดงรามานน์สเปกโตรสโกปีผงของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่างๆ



รูปที่ 4.4 แสดงรามานน์สเปกโตรสโกปีผงของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่างๆ

4.1.1.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค (SEM)

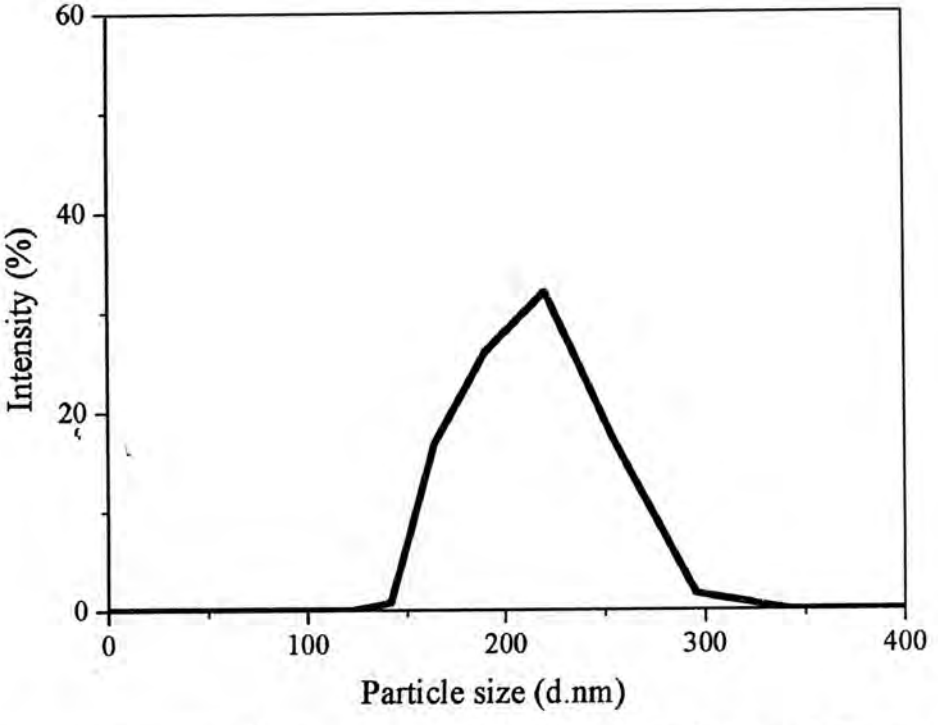
รูปที่ 4.5 แสดงผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของผงด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy) ในสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C พบว่าผงที่ได้มีการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนแข็งของอนุภาคขนาดเล็ก พบว่าลักษณะโดยทั่วไปของอนุภาคจะมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน ค่อนข้างรีและกลมผสมกันอยู่ โดยเมื่อนำไปหาขนาดอนุภาคพบว่าขนาดอนุภาคของผงโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) อยู่ในระดับนาโนเมตร โดยมีค่าประมาณ 200 nm



รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 700 °C

4.1.1.5 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (DLS)

ในด้านของการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคภายหลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C ของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) โดยใช้อะซิโตนเป็นตัวทำละลาย แล้วทำการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 min จากการวิเคราะห์พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) มีขนาดเล็กอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 200 nm ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM



รูปที่ 4.6 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของสารประกอบโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่อุณหภูมิแคลไซน์ 700 °C

4.2 การเตรียมสารเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

ในหัวข้อของการเตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) เป็นการนำสารประกอบที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเกลือหลอมเหลวมาทำการเผาผนึก เพื่อทำการหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิก จากนั้นทำการขึ้นรูป และทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟส ภายหลังการเผาผนึกเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาผนึกด้วยเทคนิค XRD ควบคู่ไปกับการตรวจสอบค่าความหนาแน่น และร้อยละของความหนาแน่นเทียบกับทางทฤษฎี จากนั้นทำการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค ตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าอันได้แก่ สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก ต่อไป

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

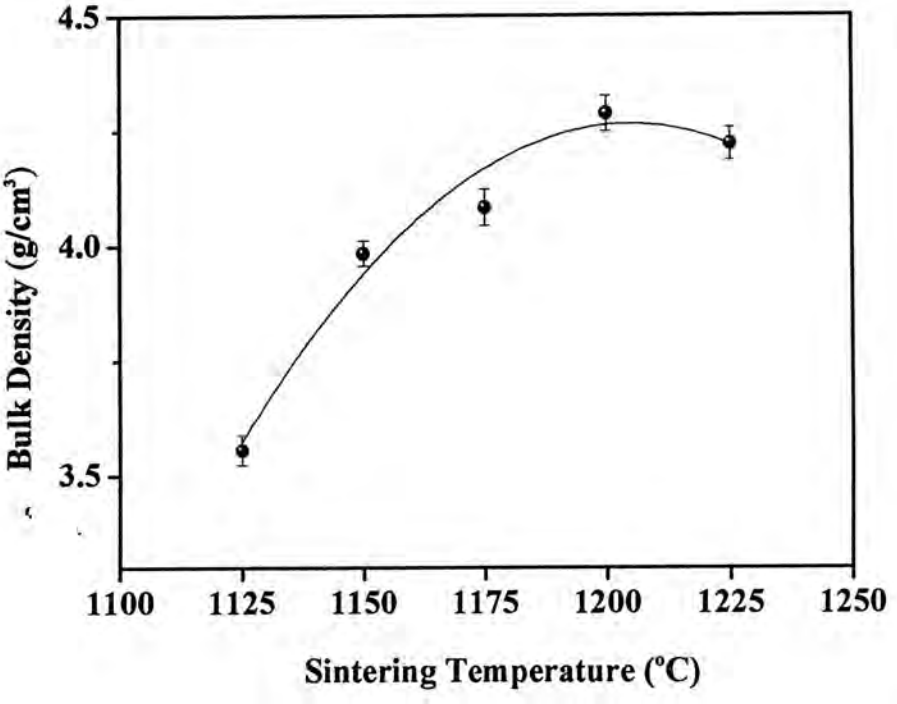
4.2.1 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่น และการหดตัว

ในขั้นตอนของการเผาซินเตอร์นั้นในงานทดลองนี้ได้แยกการเผาออกเป็น 2 ขั้นตอน ด้วยกัน โดยในขั้นตอนแรกได้ทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผาผนึกจาก 1125 - 1225 °C แช่เป็นเวลา 2 h โดยในขั้นแรกนี้จะได้ค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวตามลำดับดังต่อไปนี้

จากตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.7 พบว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านกระบวนการการเผาผนึกจากอุณหภูมิ 1125 – 1225 °C โดยแช่เป็นเวลา 2 h มีการเปลี่ยนแปลงโดยเมื่ออุณหภูมิการเผาผนึกเพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) มีค่าเพิ่มขึ้น จนกระทั้งสูงที่สุดที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1200 °C ค่าความหนาแน่นจึงลดลงในขณะที่อุณหภูมิการเผาผนึกยังคงสูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ตำแหน่งนี้ให้ค่าความหนาแน่นสูงที่สุดคือ 4.2869 g/cm^3

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิในการเผาผนึก (°C)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
1125	3.56 ± 0.053
1150	3.98 ± 0.032
1175	4.08 ± 0.037
1200	4.28 ± 0.035
1225	4.22 ± 0.048

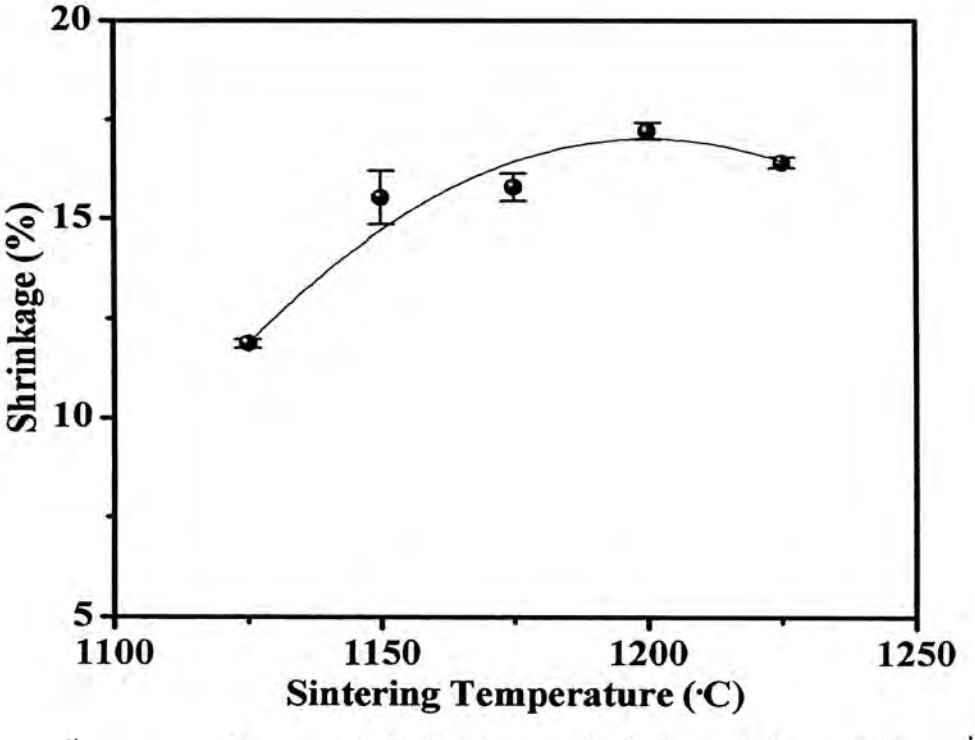


รูปที่ 4.7 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่อุณหภูมิต่างๆ

จากตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.8 พบว่าร้อยละการหดตัวของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านกระบวนการการเผาผนึกจากอุณหภูมิ 1125 – 1225 °C โดยแช่เป็นเวลา 2 h มีการเปลี่ยนแปลงในทำนองเดียวกันกับความหนาแน่น คือ เมื่ออุณหภูมิการเผาผนึกสูงขึ้น ร้อยละการหดตัวก็มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย จนกระทั่งมีค่าสูงที่สุดที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1200 °C ค่าร้อยละการหดตัวจึงลดลงในขณะที่อุณหภูมิการเผาผนึกยังคงสูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ตำแหน่งนี้ให้ร้อยละการหดตัวสูงที่สุดคือ 17.2094 %

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิในการเผาผนึก (°C)	ร้อยละการหดตัว (%)
1125	11.86 ± 0.036
1150	15.53 ± 0.153
1175	15.79 ± 0.087
1200	17.21 ± 0.043
1225	16.41 ± 0.032



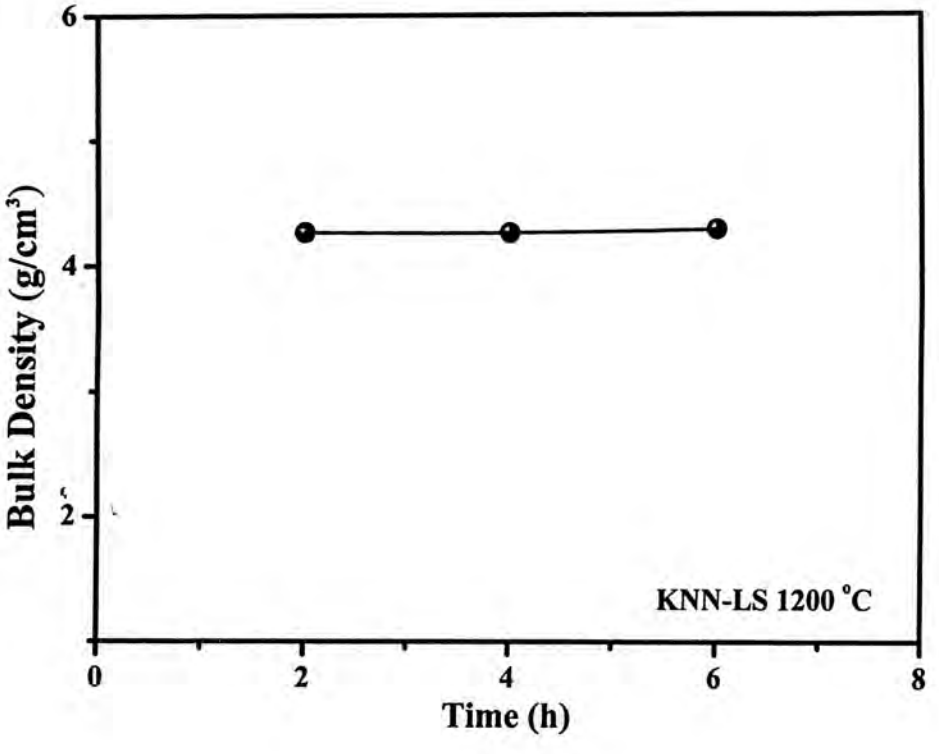
รูปที่ 4.8 แสดงร้อยละการหดตัวของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่อุณหภูมิต่างๆ

จากข้อมูลข้างต้นดังนั้นเราก็จะได้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผาผนึกที่เหมาะสมคือ อุณหภูมิ 1200 °C ในขั้นตอนที่สองเราจึงได้ทำการศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมในการเผานึก โดยเลือกใช้เวลาในการเผาแช่เป็น 2, 4 และ 6 h โดยผลการทดลองจะได้ค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวตามลำดับดังต่อไปนี้

จากตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.9 พบว่าพบว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านกระบวนการการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 °C โดยแช่เป็นเวลา 2, 4 และ 6 h มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย โดยพบว่าเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อย จนอาจกล่าวได้ว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงเลยซึ่งอาจจะเป็นไปได้ว่า ณ ที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1200 °C แช่ 2 h เป็นตำแหน่งอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ด้วยกระบวนการเกลือหลอมเหลว ดังกล่าวนี้

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่เวลาในการเผาแช่ต่างๆ

อุณหภูมิในการเผาผนึก (°C)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
2	4.28 ± 0.035
4	4.26 ± 0.032
6	4.27 ± 0.037

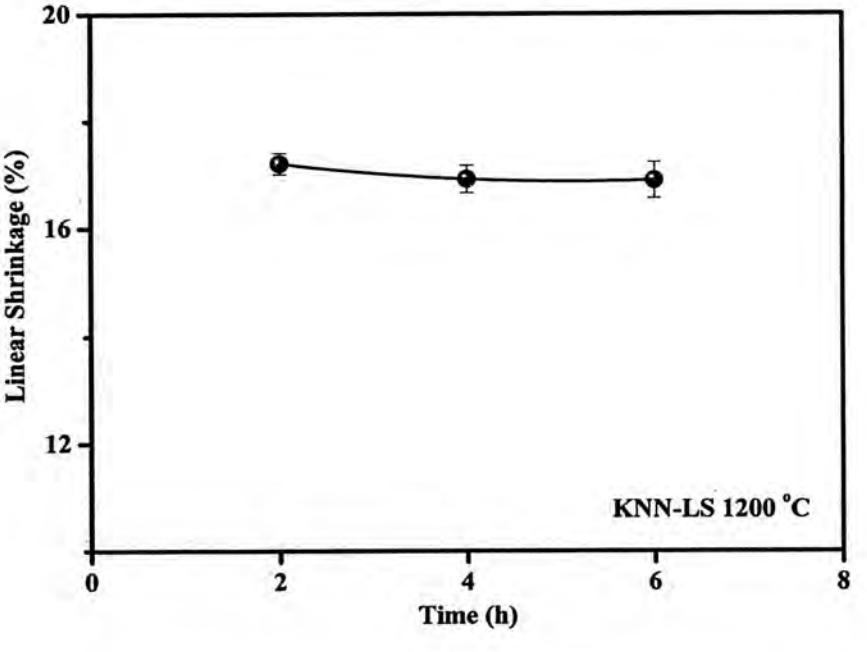


รูปที่ 4.9 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่เวลาเผาแช่ต่างๆ

จากตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.10 พบว่าค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านกระบวนการการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 °C โดยแช่เป็นเวลา 2, 4 และ 6 h มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย โดยพบว่าเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการหดตัวมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อย จนอาจกล่าวได้ว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงเลย

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่เวลาในการเผาแช่ต่างๆ

อุณหภูมิในการเผาผนึก (°C)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
2	17.21 ± 0.043
4	16.91± 0.052
6	16.89 ± 0.087



รูปที่ 4.10 แสดงร้อยละการหดตัวของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่เวลาเผาแช่ต่างๆ

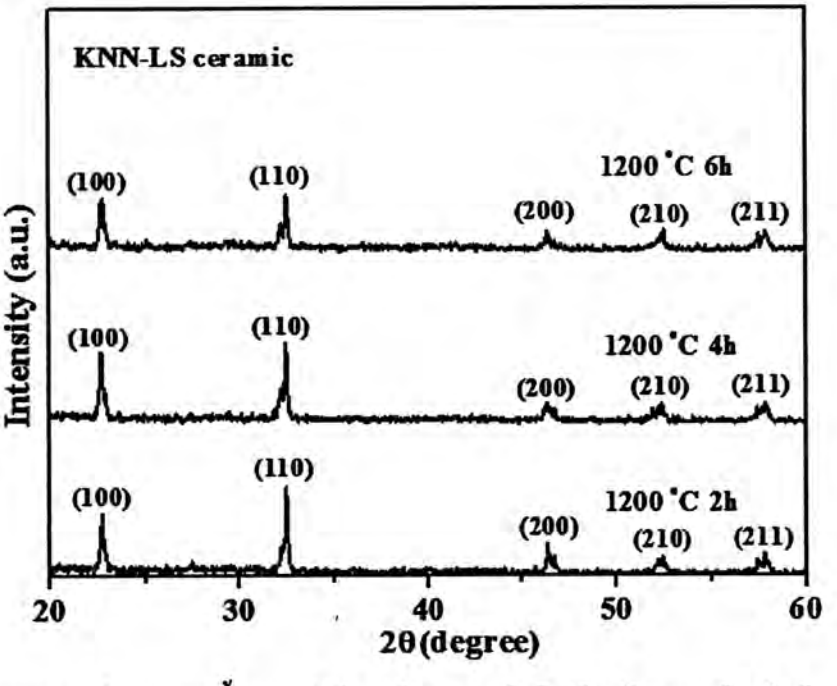
4.2.2 ผลการการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากข้อมูลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA และการตรวจสอบค่าความหนาแน่น ของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการเผาเผาผนึกเซรามิกอยู่ที่อุณหภูมิ 1200 °C ได้ทำการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ G.Z. Zang

และ คณะ [redacted] ที่สามารถเตรียมของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) โดยมีโครงสร้างเป็นแบบออโทรอมบิก (orthorhombic structure) ซึ่งมีพีคที่ตำแหน่งประมาณ, 22.879 , 32.451 องศา เพื่อทำการคำนวณหาค่าคงที่ของแลตทิซ (lattice constant) ดังในตารางที่ 4.1 อีกทั้งยังพบว่าเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้นจาก 2 h ไปเป็น 4 h และ 6 h ตามลำดับ ความเข้มของพีคจะค่อยๆลดลง ดังในรูปที่ 4.11

ตารางที่ 4.4 พารามิเตอร์ของแลตทิซในเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

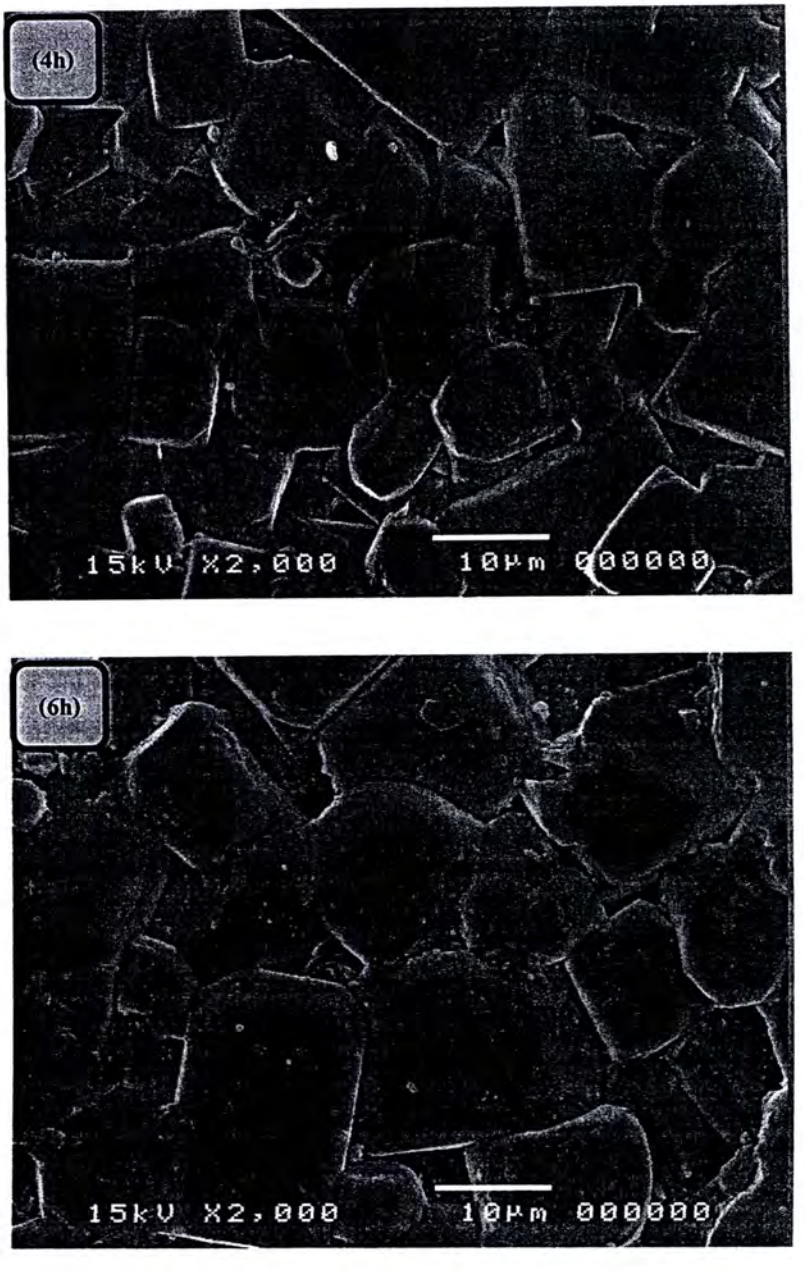
เวลาในการเผาแช่ (h)	โครงสร้างผลึก	พารามิเตอร์ของแลตทิซ		
		a	b	c
2	ออร์โทรอมบิก	3.9186±0.0028	3.8726±0.0053	3.8778±0.0021
4	ออร์โทรอมบิก	3.9382±0.0073	3.8811±0.0097	3.8808±0.0117
6	ออร์โทรอมบิก	3.9047±0.0133	3.8729±0/0075	3.8949±0.0225



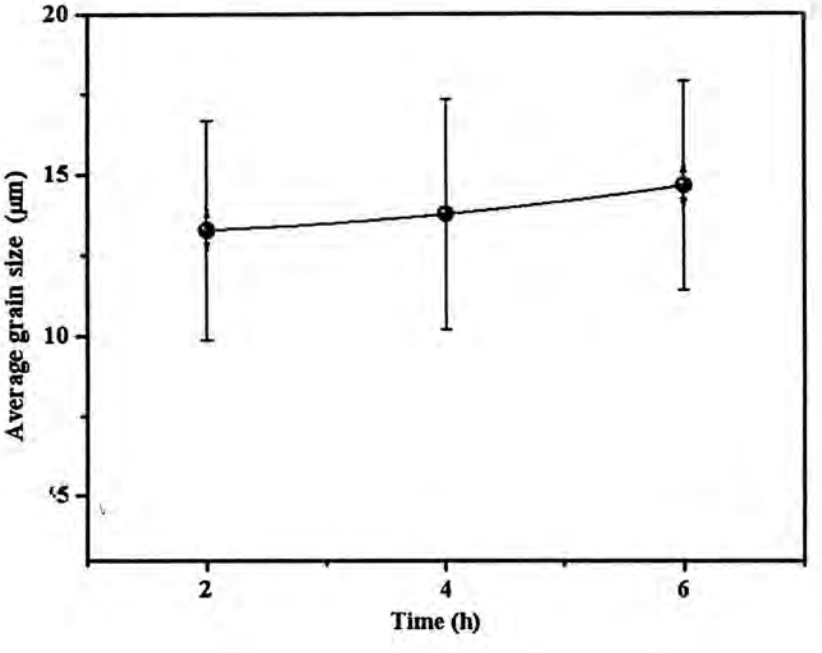
รูปที่ 4.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

4.2.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค SEM

เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค โซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุด คือ T = 1200 °C และเวลาต่างๆดังรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้นลักษณะของเกรนจะมีการเปลี่ยนแปลงโดยพบว่า ที่เวลาเผาแช่ 2 h เกรนจะมีลักษณะเป็นเหลี่ยมอย่างเห็นได้ชัด แต่เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 4 h และ 6 h ขอบเกรนจะมีลักษณะโค้งมนและมากที่สุดที่เวลาแช่เป็น 6 h นอกจากนั้นแล้วยังพบว่า ขนาดของเกรนเฉลี่ยมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้น โดยเกรนเฉลี่ยที่เวลาในการเผาแช่ 2 h จะมีค่าต่ำสุด และสูงสุดที่เวลาเผาแช่ 6 h เมื่อทำการคำนวณหาเกรนเฉลี่ยแล้วพบว่าเกรนเฉลี่ยอยู่ในช่วง 10 - 18 μm โดยการความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเผาแช่กับขนาดเกรนเฉลี่ยสามารถดูได้ในรูปที่ 4. 13



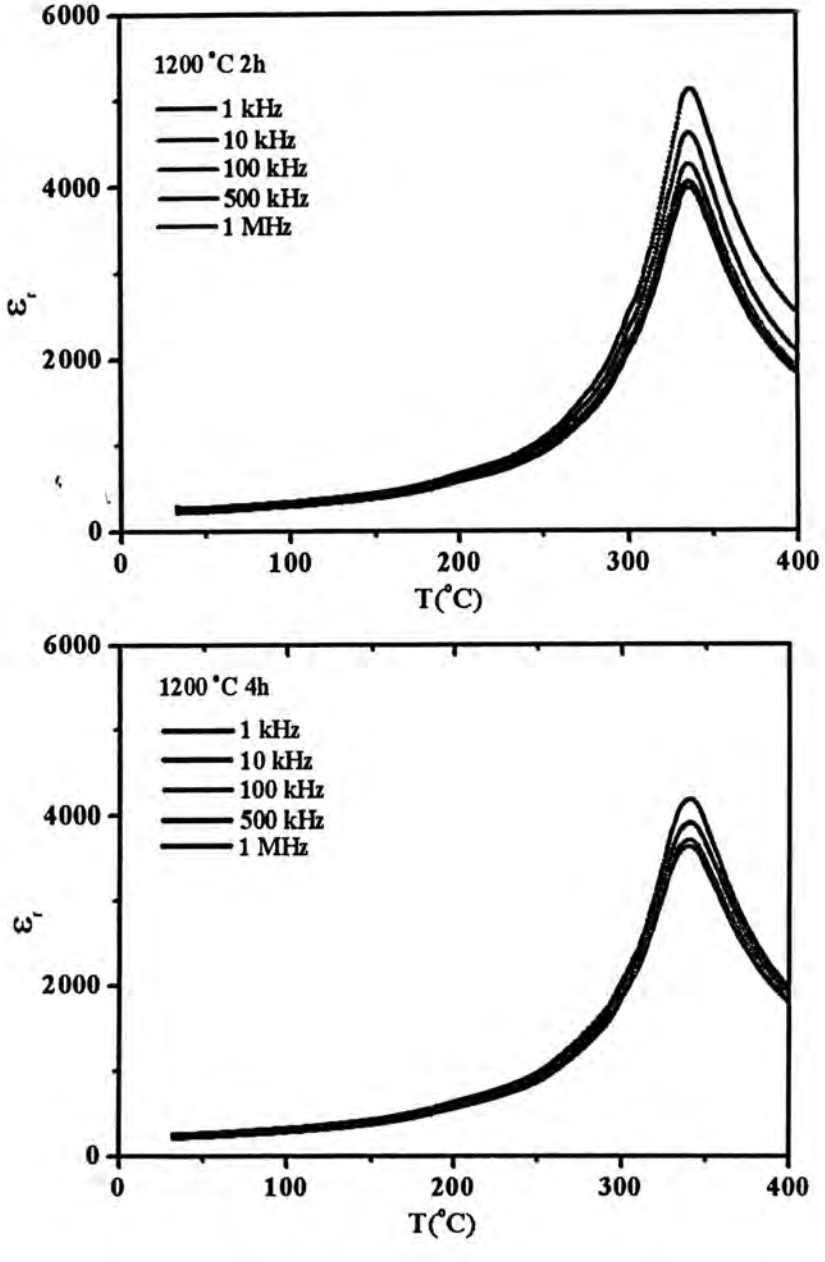
รูปที่ 4.12 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ที่เวลา 2 h, 4 h, และ 6 h ตามลำดับ

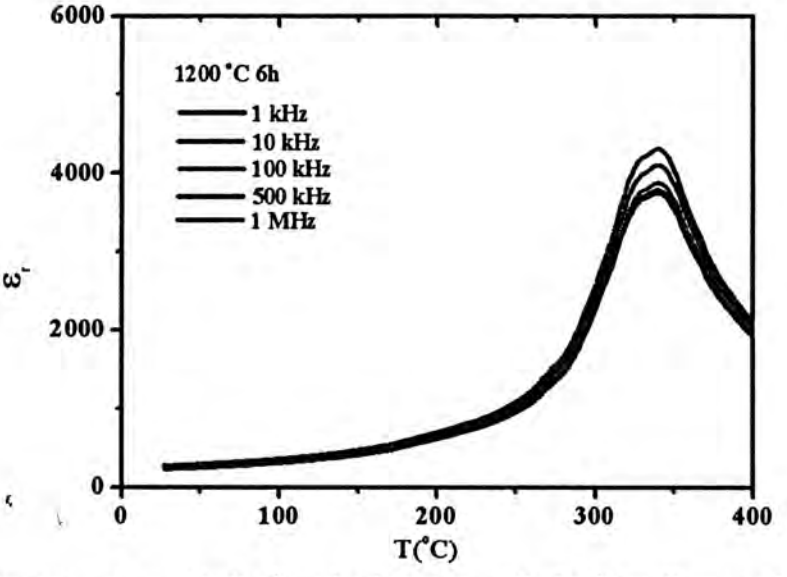


รูปที่ 4.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเผาแช่กับขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต

4.2.4 ผลการตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์กับอุณหภูมิ

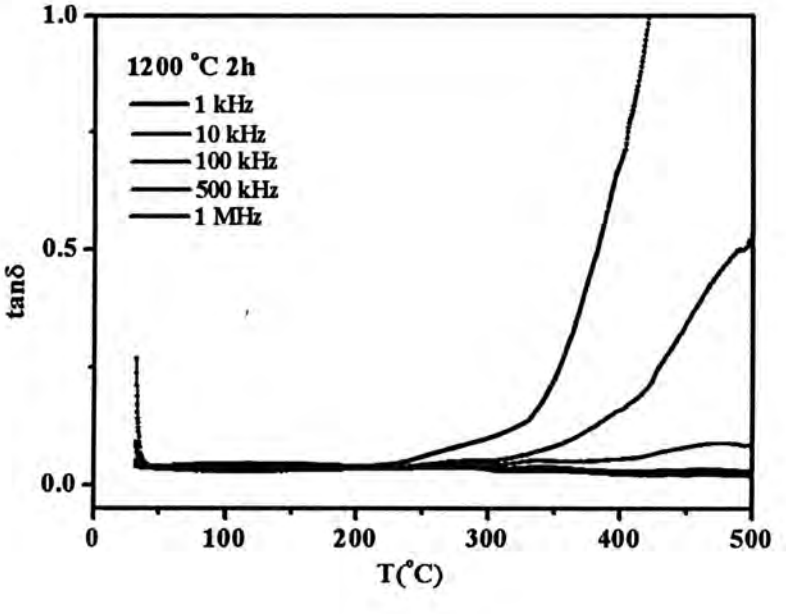
ภายหลังจากการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพในด้านต่างๆแล้ว ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์กับอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไปที่อุณหภูมิตั้งแต่ 30 °C จนถึง 500°C ด้วย 5 ช่วงความถี่ได้แก่ 1, 10,100,500 kHz และ 1 MHz ของโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) จากการทดสอบพบว่า ค่าสภาพยอมไฟฟ้าสัมพัทธ์ของเซรามิกที่เผาแช่ที่เวลาต่างๆ จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและสูงที่สุดที่อุณหภูมิจุดหนึ่ง จากนั้นจะลดลงอย่างรวดเร็ว เรียกอุณหภูมิ ณ จุดนี้ว่าอุณหภูมิคูรี (Curie temperature; T_c) อีกทั้งยังพบว่าค่าสภาพยอมไฟฟ้าสัมพัทธ์ลดลงตามการเพิ่มขึ้นของความถี่ที่ใช้ตรวจสอบในทุกช่วงของอุณหภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 4.14

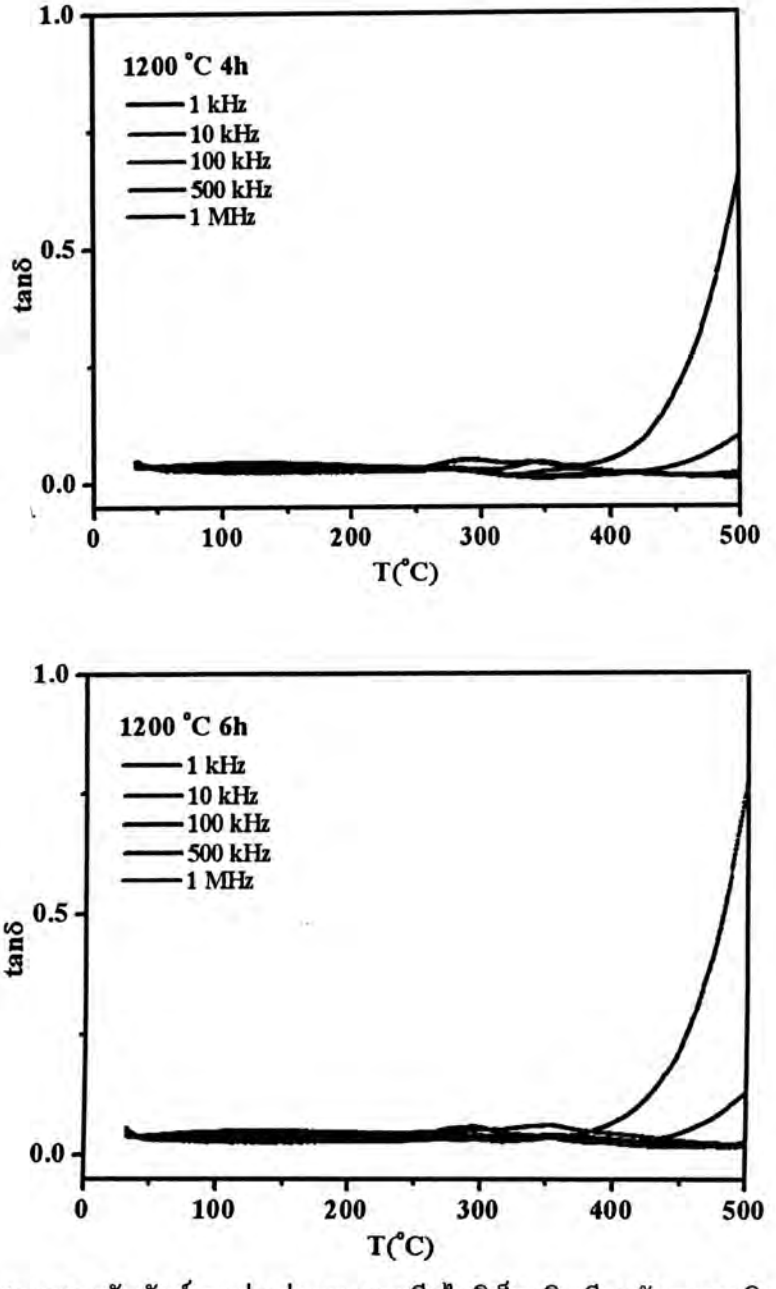

1200 °C 2h
1 kHz
10 kHz
100 kHz
500 kHz
1 MHz
ε'
T(°C)
1200 °C 4h
1 kHz
10 kHz
100 kHz
500 kHz
1 MHz
ε'
T(°C)



รูปที่ 4.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เทียบกับอุณหภูมิของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่ความถี่ต่างๆ

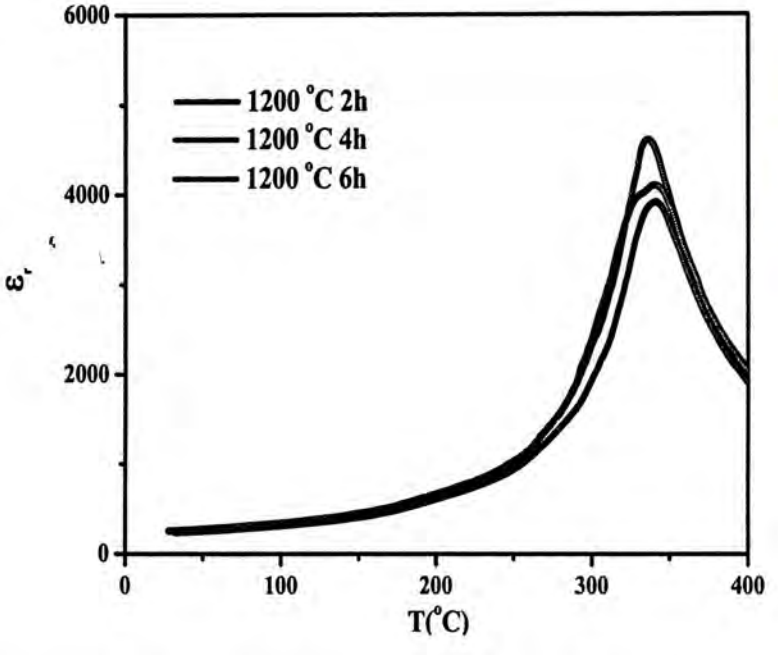
สำหรับค่าความสูญเสียทางไดอิเล็กทริกนั้น พบว่า เซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ที่เวลาเผาแช่เป็น 2, 4, และ 6 h ตามลำดับนั้น มีความสัมพันธ์กันโดยเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มมากขึ้นค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะเสถียรมากขึ้นตามลำดับเมื่อเทียบกับอุณหภูมิ โดยที่ค่าความสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่เวลาการเผาแช่ 2 h จะเสถียรน้อยที่สุดและที่เวลาการเผาแช่ 6 h จะเสถียรมากที่สุดเมื่ออุณภูมิเพิ่มขึ้น อีกทั้งยังพบว่า ค่าความสูญเสียทางไดอิเล็กทริกจะลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น โดยสามารถดูได้จากรูปที่ 4.15





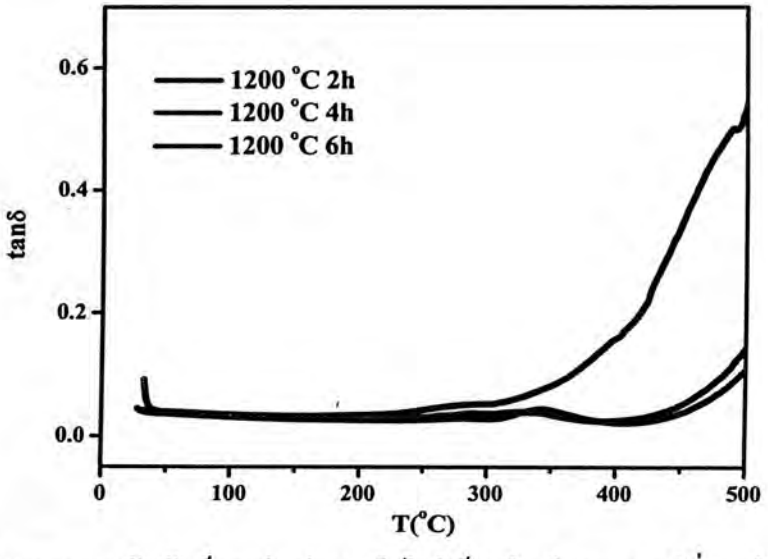
รูปที่ 4.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนตที่ความถี่ต่างๆ

นอกจากนั้นยังพบว่า ค่าสภาพยอมไฟฟ้าสัมพัทธ์ของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) มีค่าลดลงเมื่อเวลาในการเผาแช่มีค่าเพิ่มขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.16 ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.17



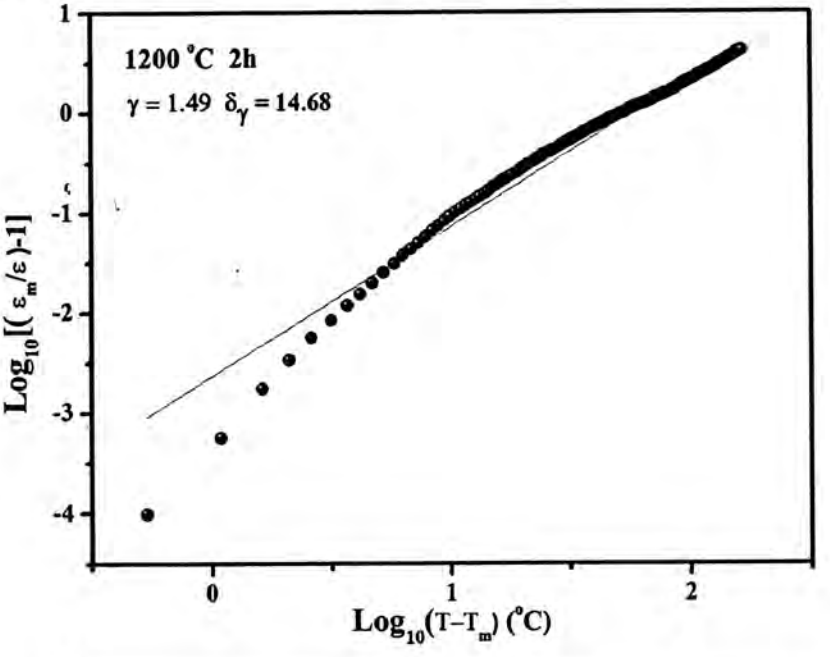
สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

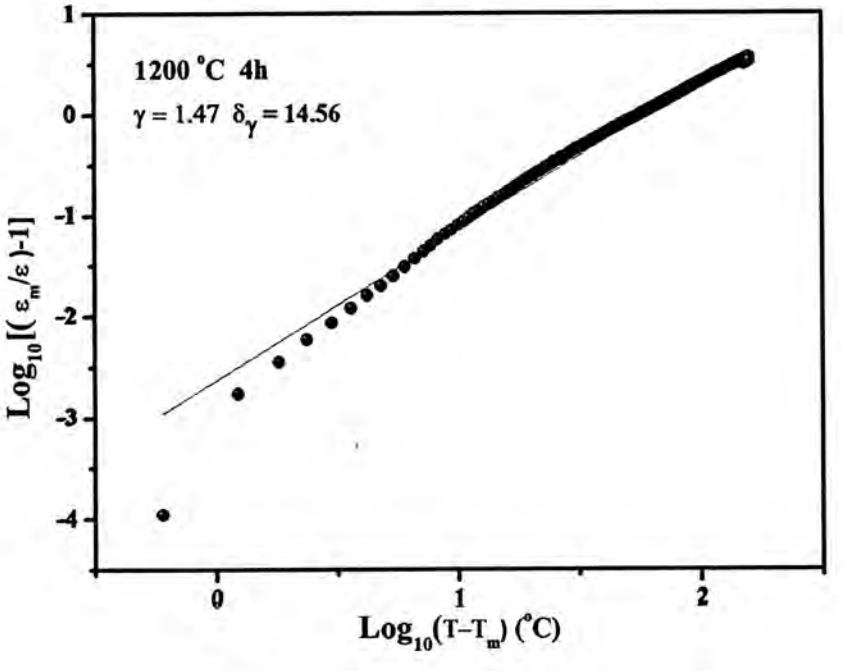
รูปที่ 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพยอมสัมพัทธ์เทียบอุณหภูมิที่เวลาในการเผาแช่ต่างๆ

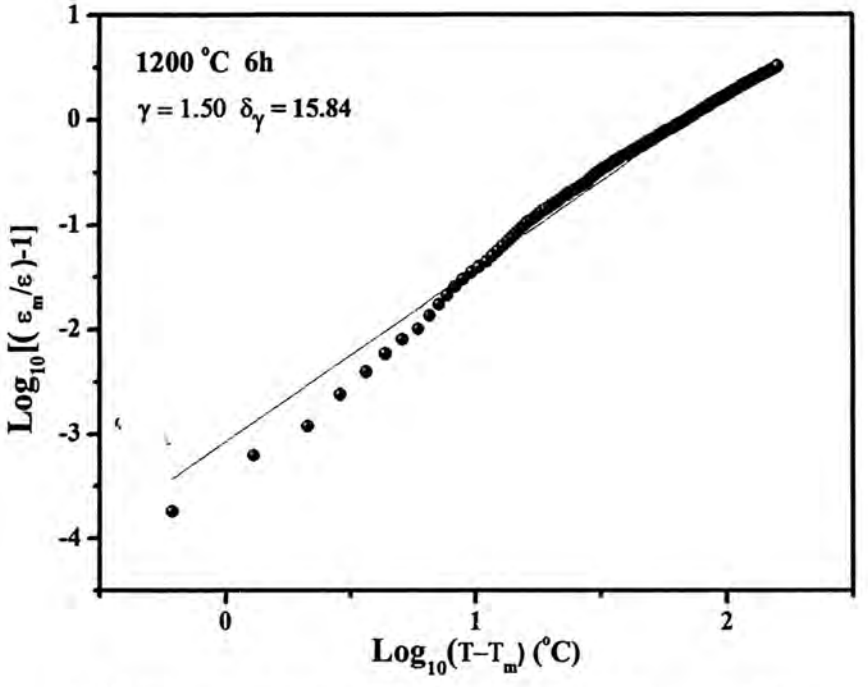


รูปที่ 4.17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบอุณหภูมิที่เวลาในการเผาแช่ต่างๆ

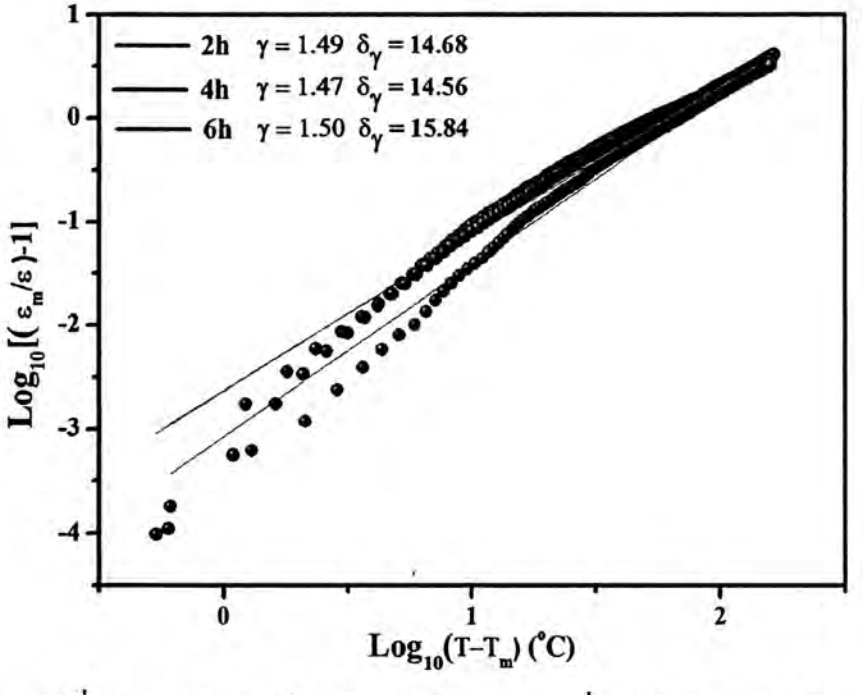
นอกจากนั้นแล้วยังได้ทำการศึกษาค่าสัมประสิทธิ์ Diffuseness เป็นการนำเอาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์กับค่าความสูญเสียไดอิเล็กทริก มาทำการคำนวณโดยใช้สมการ คูรี-ไวส์ จากการคำนวณพบว่า ค่าสัมประสิทธิ์ Diffuseness มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้นจาก 2h, 4h และ 6h ดังแสดงในรูปที่ 4.18 ตามลำดับ และ รูปที่ 4.19 แสดงการเปรียบเทียบสัมประสิทธิ์ Diffuseness ทั้งสามเงื่อนไขเงื่อน โดยพบว่าที่เวลาเผา 6 h ให้ค่ามากที่สุด





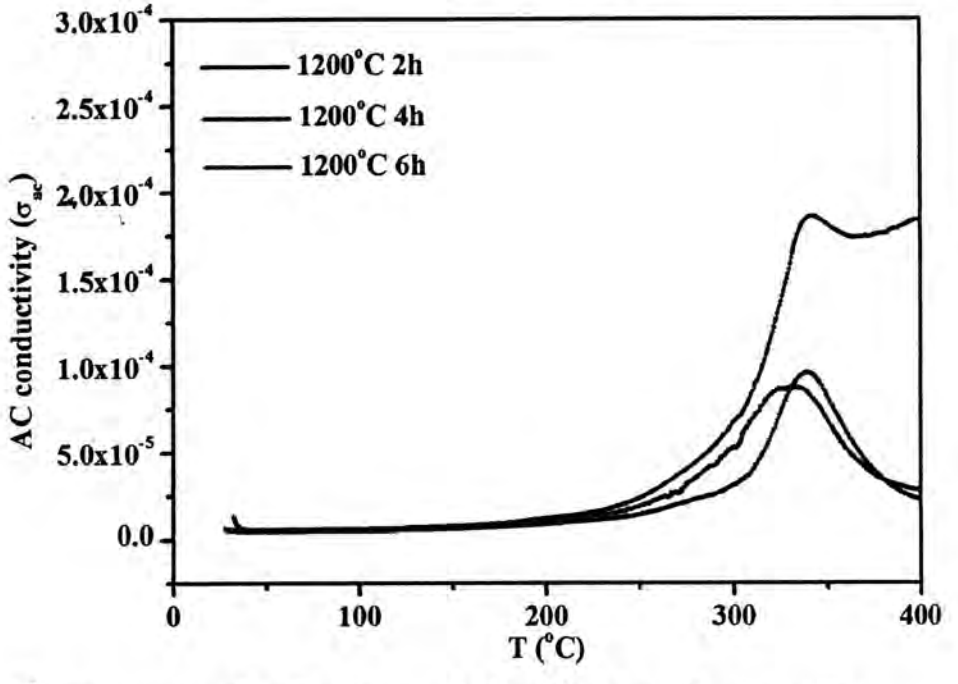


รูปที่ 4.18 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ Diffuseness ที่เวลาในการเผาแช่ต่างๆ



รูปที่ 4.19 แสดงการเปรียบเทียบค่า Diffuseness ที่เวลาในการเผาแช่ต่างๆ

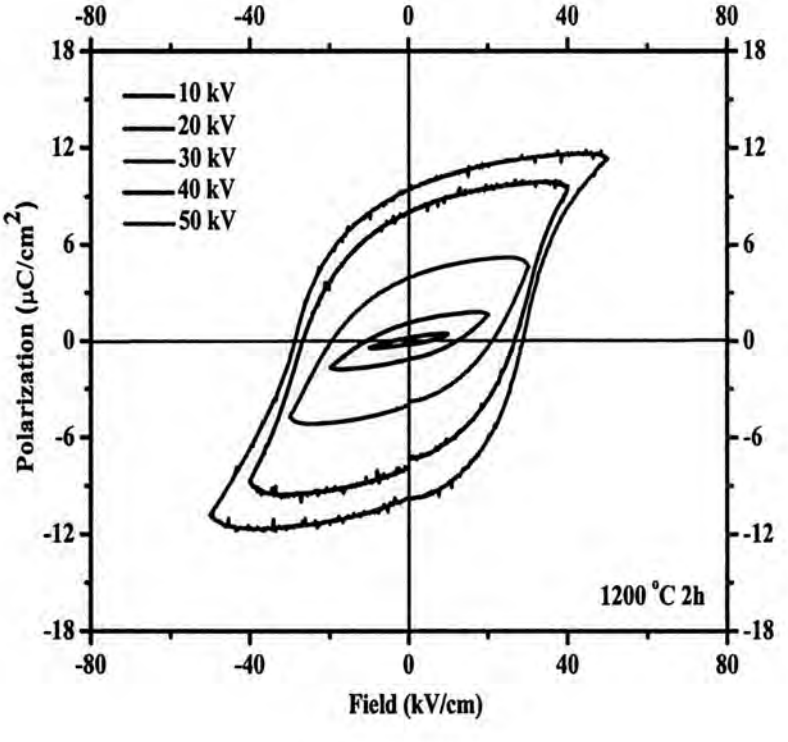
นอกจากนั้นแล้ว ยังได้ทำการศึกษาหาสภาพการนำไฟฟ้า (AC conductivity) ของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ผลของการศึกษา พบว่าสภาพการนำไฟฟ้ามีแนวโน้วเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น และสูงที่สุดที่จุดอุณหภูมิคูรี จากนั้นจึงลดลงอย่างรวดเร็ว โดยเกิดขึ้นกับทั้งสามเงื่อนไข และพบว่าที่จุดอุณหภูมิคูรี เวลาในการเผาแช่ 2 h ให้ค่าสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับเงื่อนไขอื่นๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.20

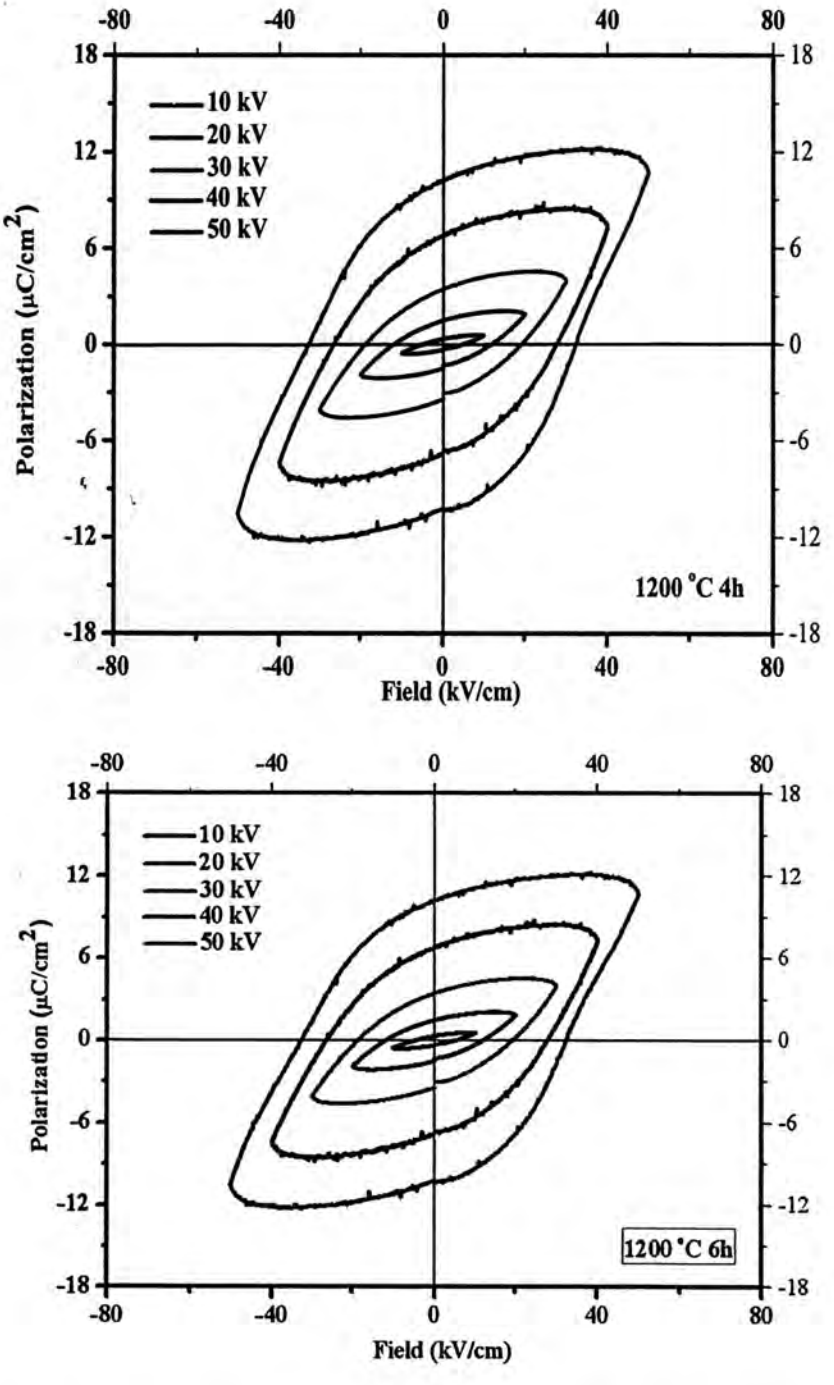


รูปที่ 4.20 แสดงการเปรียบเทียบค่าสภาพนำไฟฟ้า ที่เงื่อนไขเวลาในการเผาแช่ต่างๆ ที่ความถี่ 10 kHz

4.2.5 ผลการตรวจสอบสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก

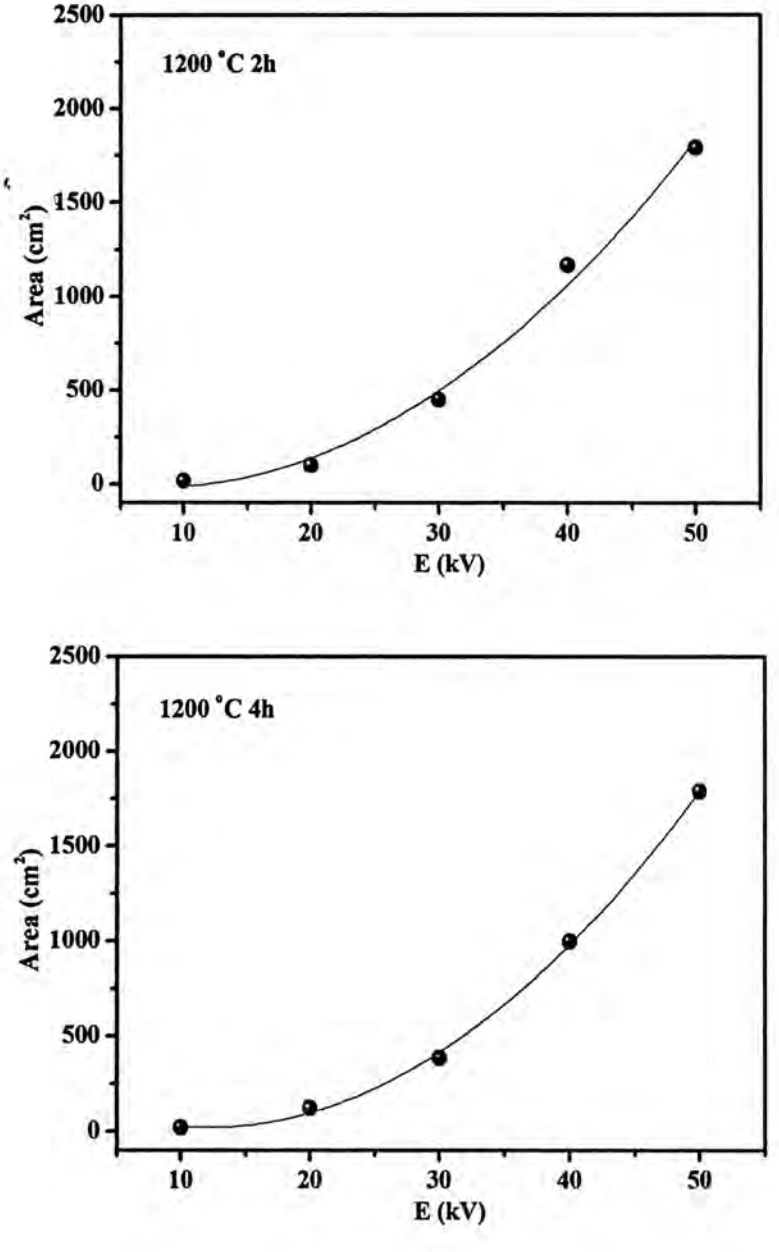
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) โดยการวิเคราะห์จากวงฮีสเทอรีซีส เพื่อทำการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า (P) และโพลาไรเซชัน (E) หรือ (P-E hysteresis loop) ของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) ซึ่งได้ทำการตรวจสอบที่อุณหภูมิห้อง พบว่าที่สนามไฟฟ้า 60 kV/cm มีค่าโพลาไรเซชันคงเหลือ (remanent polarization, P_r) ค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง (coercive electric field, E_c) และค่าโพลาไรเซชันอิ่มตัว (Saturated Polarization, P_s) จากการศึกษาพบว่าค่าโพลาไรเซชันมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อให้ค่าสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น โดยเซรามิกที่ทำการเผาแช่เป็นเวลา 2 h มีค่าโพลาไรเซชันมากที่สุดเมื่อเทียบกับเซรามิกที่เผาแช่เป็นเวลา 4 h และ 6 h ตามลำดับ ดังแสดงรูปที่ 4.21

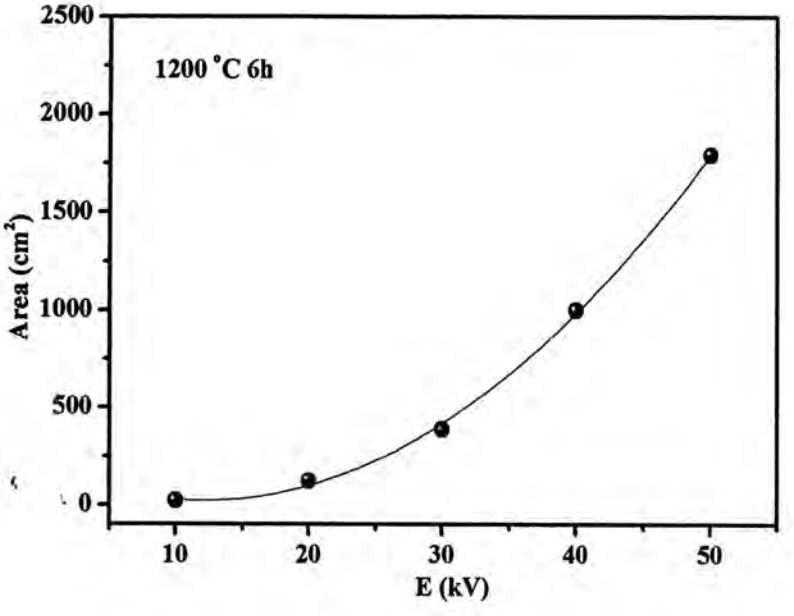




รูปที่ 4.21 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า และโพลาไรเซชัน (P-E loop) ของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ตรวจสอบที่อุณหภูมิห้อง

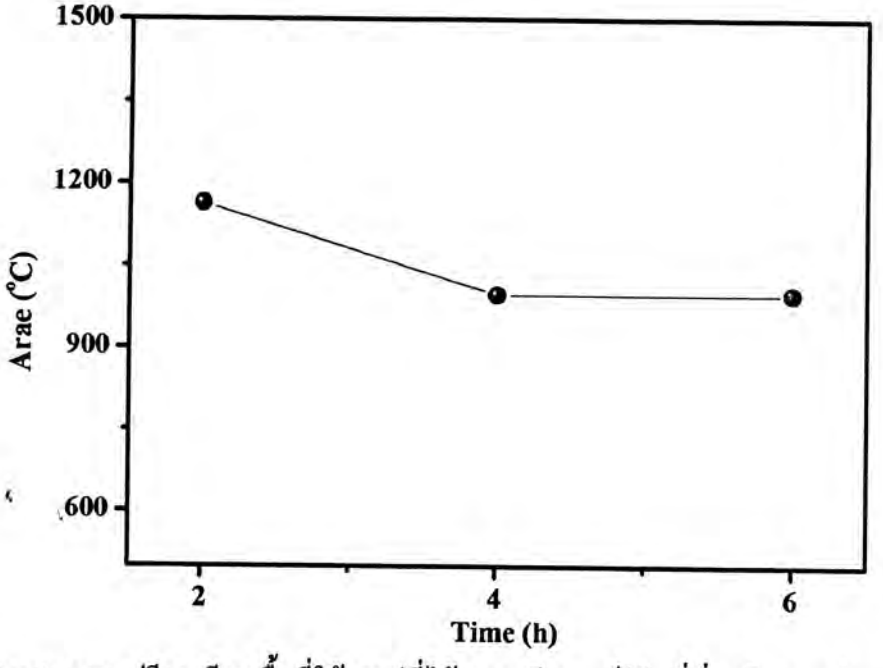
จากนั้นได้ทำการศึกษาพื้นที่ใต้กราฟจากวงฮีสเตอร์รีซีสของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ - $0.052LiSbO_3$) และเมื่อทำการคำนวณหาพื้นที่ใต้กราฟของวงฮีสเตอร์รีซีส พบว่าเมื่อให้สนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น พื้นที่ได้กราฟของวงฮีสเตอร์รีซีสของทั้งสามเงื่อนไขอุณหภูมิ มีขนาดมากขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของสนามไฟฟ้าดังแสดงในรูปที่ 4.22





รูปที่ 4.22 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้าและพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากวงฮีสเตอร์รีซีส ที่เงื่อนไขเวลาต่างๆ

และเมื่อทำการเปรียบเทียบขนาดพื้นที่ใต้กราฟจากวงฮีสเตอร์รีซีสของเซรามิกโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบตลิเทียมแอนติโมเนต ($0.948Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3 - 0.052LiSbO_3$) โดยเลือกที่สนามไฟฟ้า 40 kHz พบว่าพื้นที่ใต้กราฟที่เงื่อนไขเวลาเผาแช่ 2h ให้ค่ามากที่สุด ในขณะที่เงื่อนไขเวลาในการเผาแช่ 4h และ 6h น้อยกว่า โดยทั้งสองเงื่อนไขนี้มีขนากพื้นที่ใกล้เคียงกันดังแสดงในตารางที่ 4.23



รูปที่ 4.23 แสดงการเปรียบเทียบพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากวงฮีสเตอร์รีซีสที่เงื่อนไขเวลาต่างๆ