

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เงื่อนไขที่เหมาะสมในการประดิษฐ์เซรามิก KNN-LS-BF ที่มีความหนาแน่นสูงด้วยวิธีการเผาไหม้

Optimum Conditions for Fabrication High-Density KNN-LS-BF Ceramics by
Combustion Method



รองศาสตราจารย์ อาทิตย์ เหล่าวาณิชวัฒนา
ผศ. ดร. ชีระชัย บงการณ
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

สนับสนุนโดยกองทุนวิจัยมหาวิทยาลัยนเรศวร

หัวข้อวิจัย เงื่อนไขที่เหมาะสมในการประดิษฐ์เซรามิก KNN-LS-BF ที่มีความหนาแน่นสูงด้วย
วิธีการเผาใหม่

นักวิจัย รศ. อาทิตย์ เหล่าวาณิชวัฒนา
ผศ. ดร.ธีระชัย บงการณ

บทคัดย่อ

เตรียมเซรามิก $0.996(0.95K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3-0.05LiSbO_3)-0.004BiFeO_3$ (KNN-LS-BF) ด้วยวิธีการเผาใหม่โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิง ผสมสารตั้งต้นแล้วแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ (650-750 องศาเซลเซียส) ด้วยเวลาเผาแตกต่างกัน (0.5-3 ชั่วโมง) อัดผงผลึกแล้วซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ (1000-1100 องศาเซลเซียส) ด้วยเวลาเผา 0.5-4 ชั่วโมง เฟสออร์โธโรมบิกสูงสุดพบในผงผลึกที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกในเซรามิกที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคมีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยม ขนาดเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาในการเผาเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นสูงสุด (4.47 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีสูงสุด (6180) และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีต่ำสุด (0.1) ได้จากตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตัวอย่างที่มีความหนาแน่นสูงสุดแสดงค่า $P_r = 14.3$ ไมโครคูอมป์ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และมีค่า $E_c = 20.68$ กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร วัดที่ 40 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร

**Research Topic: Optimum Conditions for Fabrication High-Density KNN-LS-BF
Ceramics by Combustion Method**

Researcher: Assoc. Prof. Artid Laowanidwatana
Assist. Prof. Dr.Theerachai Bongkarn

ABSTRACT

The $0.996(0.95\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3-0.05\text{LiSbO}_3)-0.004\text{BiFeO}_3$ (KNN-LS-BF) ceramics were prepared by the combustion method using glycine as a fuel. The raw materials were mixed and calcined at various calcination temperatures (650–750°C) with different dwell time (0.5–3 h). Then, the calcined powders were pressed and sintered at various temperatures (1000–1100°C) with 0.5–4 h dwell time. The highest % perovskite orthorhombic phase was found in powder calcined at 700°C for 1 h. For the sintered pellets, the orthorhombic structure was found in ceramic sintered at 1075°C for 2 h using heating and cooling rate of 10°C/min. The SEM photographs showed square or rectangular morphology. The average grain size increased with the increasing of soak time. The highest density (4.47 g/cm³), maximum dielectric constant ($\epsilon_r = 6180$) and lowest dielectric loss ($\tan\delta = 0.1$) at T_c were obtained in the sample sintered at 1075°C for 3 h. The densest sample showed the $P_r = 14.3 \mu\text{C}/\text{cm}^3$ and $E_c = 20.68 \text{ kV}/\text{cm}$ at 40 kV/cm.

สัมประสิทธิ์เชิงกลเชิงระนาบ (k_p) สูงสุดคือ ~5600, 260 พิโคคูลอมบ์/นิวตัน และ 0.52 ตามลำดับ อย่างไรก็ตามเป็นที่ทราบกันดีว่า การสังเคราะห์เซรามิกด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งต้องใช้ อุณหภูมิในการเตรียมสูงซึ่งทำให้ Na^+ , K^+ , Bi^{3+} และ Ni^{2+} เกิดการระเหย ส่งผลให้สมบัติต่างๆของ เซรามิกเปลี่ยนไป ทำให้ไม่เหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้จริงในอุตสาหกรรม

เมื่อไม่นานมานี้ วิธีการเผาไหม้ (combustion) เป็นวิธีหนึ่งที่กำลังได้รับความนิยมในการสังเคราะห์เซรามิก เนื่องจากเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยาก ได้ผลผลิตที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดเล็ก เซรามิกมีความหนาแน่นสูง และมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี [30-32] อีกทั้งยังใช้อุณหภูมิต่ำและระยะเวลาในการเผา น้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีอื่น [33-34] วิธีการเผาไหม้อาศัยพลังงานความร้อนจากการจุดระเบิดของเชื้อเพลิง ทำให้สารตั้งต้นได้รับพลังงานความร้อนและเกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น [35] อย่างไรก็ตาม ยังไม่มีการศึกษารายละเอียดของการสังเคราะห์เซรามิกที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนเบตเป็นองค์ประกอบหลักด้วยวิธีการเผาไหม้ ดังนั้นงานวิจัยนี้ จึงมุ่งศึกษาการสังเคราะห์เซรามิก $0.992(0.95\text{KNN}-0.05\text{LiSbO}_3)-0.008\text{BiScO}_3$ และ $0.996(0.95\text{KNN}-0.05\text{LiSbO}_3)-0.004\text{BiFeO}_3$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ ใช้นิวเรียและไกลซีนเป็นเชื้อเพลิง แล้วศึกษาผลของชนิดเชื้อเพลิง เงื่อนไขการแคลไซน์และซินเตอร์ที่มีต่อการเกิดเฟส โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่สังเคราะห์ได้พร้อมทั้งเปรียบเทียบผลที่ได้จากงานวิจัยนี้กับงานวิจัยในอดีต

จุดมุ่งหมายของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เซรามิก $0.992(0.95\text{KNN}-0.05\text{LiSbO}_3)-0.008\text{BiScO}_3$ และ $0.996(0.95\text{KNN}-0.05\text{LiSbO}_3)-0.004\text{BiFeO}_3$ ด้วยวิธีการเผาไหม้
2. เพื่อศึกษาผลของสารเจือ BiMeO_3 ($\text{Me} = \text{Fe}, \text{Sc}$) ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้
3. เพื่อศึกษาผลของเงื่อนไขการแคลไซน์และซินเตอร์ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมผงผลึกโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในไอเบตและผงผลึกที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในไอเบตเป็นองค์ประกอบหลัก ด้วยวิธีการเผาไหม้ โดยแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-3 ชั่วโมง
2. เตรียมเซรามิกโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในไอเบตและเซรามิกที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในไอเบตเป็นองค์ประกอบหลัก โดยซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-4 ชั่วโมง
3. ศึกษาสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

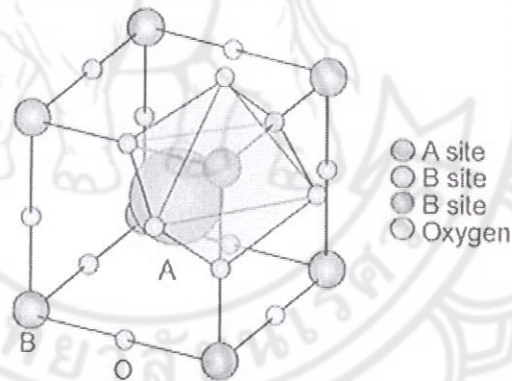


บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure) [36-37]

โครงสร้างเพอโรฟสไกต์มีสูตรทางเคมีคือ ABO_3 ประกอบด้วยอะตอมของไอออนบวกที่มีรัศมีอะตอมขนาดใหญ่วางตัวอยู่ที่ตำแหน่ง A (A-site) ซึ่งอยู่ที่มุมทุกมุมของหน่วยเซลล์ (unit cell) และมีค่าความเป็นประจุไฟฟ้าต่ำกว่า อาทิเช่น K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} และ Pb^{2+} ส่วนที่ตำแหน่ง B (B-site) ซึ่งอยู่ตรงกลางของหน่วยเซลล์จะมีอะตอมของไอออนบวกที่มีรัศมีอะตอมขนาดเล็กและมีค่าความเป็นประจุไฟฟ้าสูงกว่าวางตัวอยู่ อาทิเช่น Ta^{5+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} และ Sn^{4+} โดยไอออนบวกนี้จะถูกล้อมรอบด้วยไอออนลบของออกซิเจน 6 ตัว จับตัวกันเป็นรูปออกทระฮีดรอล (octahedral) ดังแสดงในภาพ 1



ภาพ 1 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (ABO_3) [36]

2.2 เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) [36, 38-40]

ในปี พ.ศ. 2423 มีการค้นพบวัสดุบางกลุ่มที่มีสภาพเพียโซอิเล็กทริกโดย Pierre Curie และ Jacques ขณะที่ได้ทำการศึกษาผลของความดันต่อประจุไฟฟ้าในผลึกของสารประกอบเชิงเดี่ยวบางประเภท เช่น ควออตซ์ (quartz) ซิงค์เบลน (zincblende) และทัวร์มาลีน (tourmaline)

คำว่า “เพียโซ” มาจากภาษากรีก แปลว่า “กด” ดังนั้นสมบัติเพียโซอิเล็กทริก คือการเกิดกระแสไฟฟ้าที่เป็นผลมาจากการได้รับแรงกดทางกล หรือทำให้เกิดความเครียด (strain) ในผลึกซึ่ง

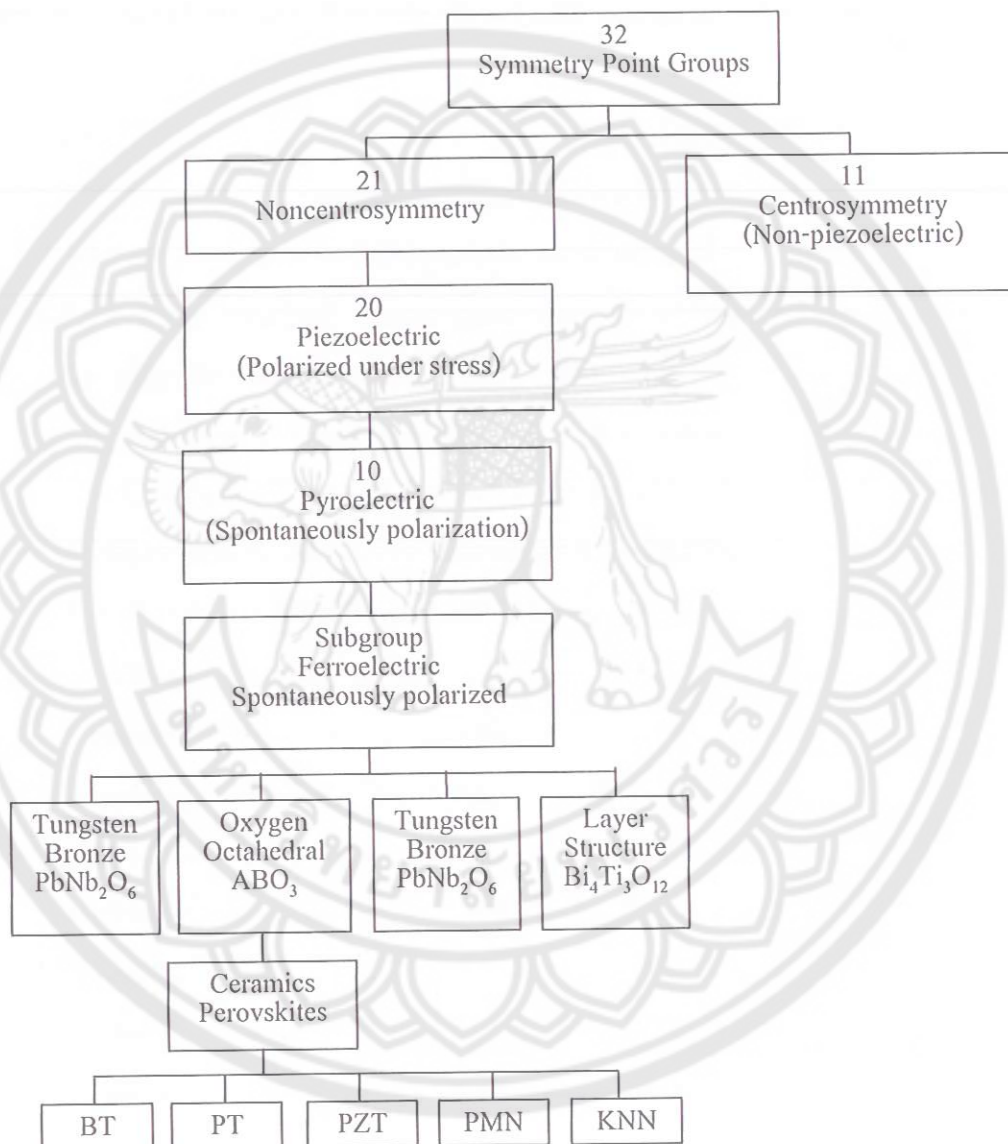
เกิดจากการจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกับโพลาไรเซชัน (polarization) และขณะที่ให้กระแสไฟฟ้าออกมา ปริมาณและเครื่องหมายของการโพลาไรเซชันจะแปรผันตามความเครียดที่ได้รับนั้น

ความเข้าใจในโครงสร้างภายในของวัสดุนั้นเป็นพื้นฐานสำคัญในการศึกษาสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของของแข็ง เมื่อทำการพิจารณาวัสดุที่มีผลึกเดี่ยวพบว่า ผลึกมีองค์ประกอบทางเคมีคงที่และประกอบด้วยไอออน (อะตอมที่มีประจุ) เรียงตัวซ้ำๆกันต่อกันเป็นโครงข่าย เกิดเป็นระนาบผลึก (lattice) หน่วยที่เล็กที่สุดที่มีความสมมาตรกับหน่วยเซลล์ (unit cell) และเป็นตัวบอกความเป็นไปได้ของการมีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกในผลึก เนื่องจากความสมมาตรของโครงสร้างผลึกภายในถูกสะท้อนด้วยความสมมาตรของสมบัติที่วัสดุนั้นแสดงออกมา

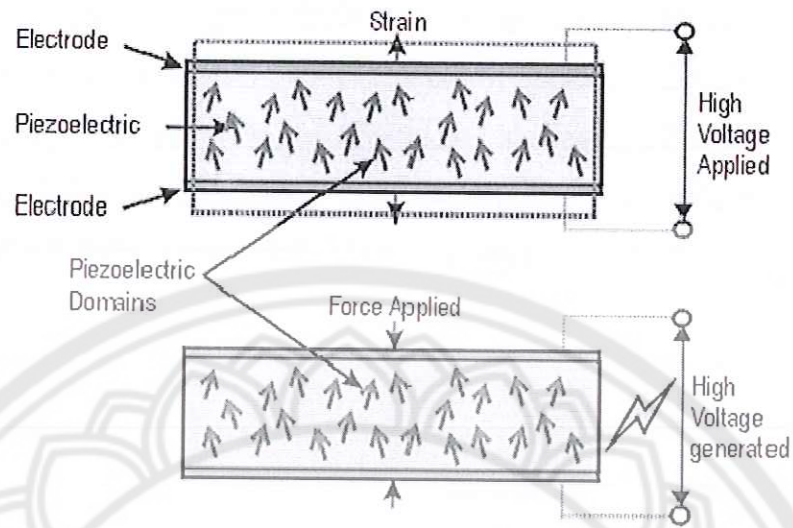
นักผลึกแบ่งผลึกออกเป็น 32 กลุ่ม แสดงดังภาพ 2 จากผลึก 32 กลุ่ม มี 21 กลุ่มที่ไม่มีความสมมาตรของศูนย์กลาง (noncentrosymmetric) ซึ่งเป็นลักษณะสำคัญที่ทำให้เกิดปรากฏการเพียโซอิเล็กทริกซึ่งพบถึง 20 กลุ่ม อีกหนึ่งกลุ่มที่เหลือไม่มีสภาพเป็นเพียโซอิเล็กทริกแม้จะไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางเพราะเกิดปรากฏการพิเศษบางอย่าง การไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางเป็นสภาวะที่ทำให้เกิดสภาพเพียโซอิเล็กทริก เนื่องจากแรงกดที่ให้กับวัสดุเป็นแบบที่มีสมมาตรของศูนย์กลาง จึงทำให้ผลรวมของการเคลื่อนที่ของประจุบวกและลบสามารถสร้างไดโพลขึ้นมา หรือที่เรียกว่าการเกิดโพลาไรเซชัน ความแตกต่างของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกกับเฟอร์โรอิเล็กทริกคือ วัสดุเพียโซอิเล็กทริกไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตัวเองแต่จะเกิดเมื่อให้แรงกลต่อผลึกเท่านั้น สภาพเพียโซอิเล็กทริกเกิดขึ้นได้สองแบบคือ แบบตรง (direct effect) และแบบผกผัน (converse effect) ซึ่งก็คือ การเปลี่ยนแปลงพลังงานกลเป็นพลังงานไฟฟ้า โดยการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นนี้เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงโพลาไรเซชันเมื่อมีแรงกลหรือแรงเค้น (stress) มากกระทำ เรียกปรากฏการณ์นี้ว่าปรากฏการเพียโซอิเล็กทริกแบบตรง และการเปลี่ยนแปลงพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกลจะเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงขนาดหรือ เกิดความเครียดในสนามไฟฟ้าที่ใส่เข้าไป เรียกว่าปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกแบบผกผัน แสดงดังภาพ 3 และระดับการเกิดโพลาไรเซชันจะขึ้นกับระดับความเครียดที่เกิดจากแรงที่ได้รับ

กระบวนการโพลิง (poling) เป็นกระบวนการที่สำคัญที่ทำให้เกิดสภาพเพียโซอิเล็กทริกในเซรามิกชนิดเฟอร์โรอิเล็กทริก ในระหว่างกระบวนการโพลิงวัสดุจะเกิดการขยายตัวตามแนวแกนสนามไฟฟ้าเล็กน้อย และเกิดการหดตัวในทิศทางที่ตั้งฉากทั้งสองทิศทางเล็กน้อยเช่นกัน ระดับความแรงของสนามไฟฟ้า และอุณหภูมิในการโพลิงเป็นปัจจัยสำคัญในการกำหนดการจัดทิศทางและสมบัติที่ได้ของวัสดุ เซรามิกทุกชนิดที่ผ่านการซินเตอร์แล้วจะมีสมบัติโดยรวมที่เหมือนกันในทุกทิศทาง (isotropic) หากไม่มีการโพลิง เซรามิกจะไม่มีเปลี่ยนสภาพแม้ว่าแต่ละผลึกจะมีสมบัติเพีย

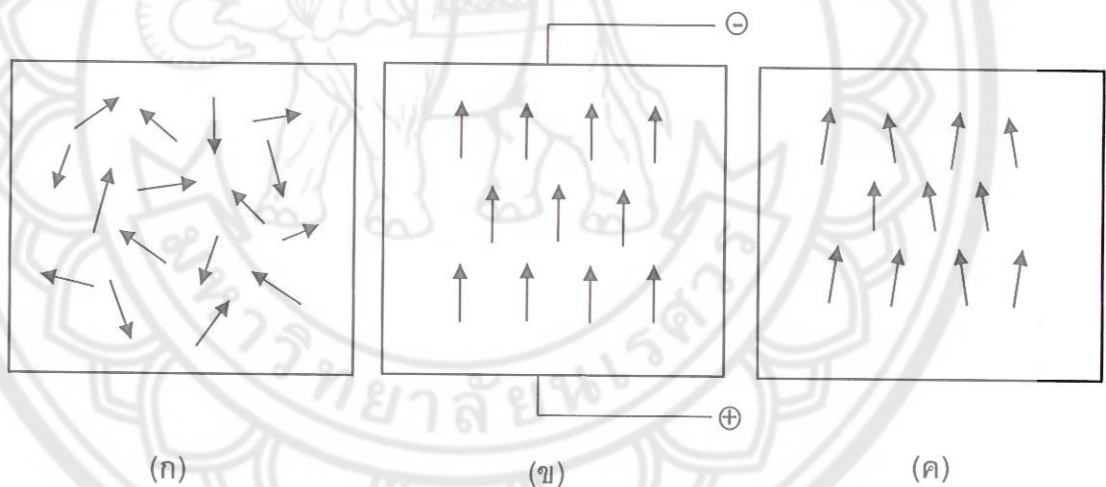
โซลิดเล็ทริกอยู่ก็ตาม แสดงดังภาพ 4 เซรามิกที่ผ่านการโพลลิงมีประโยชน์มากมายเมื่อใช้งานไม่
เกินอุณหภูมิคูรี (Curie temperature; T_c) เพราะเซรามิกจะเสียสภาพโพลารไรเซชันที่เกิดจากการ
โพลลิงที่อุณหภูมิคูรี (T_c)



ภาพ 2 แผนภาพแสดงการแบ่งกลุ่มของผลึกของวัสดุ [36]



ภาพ 3 ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกในวัสดุแบบตรงและแบบผันกลับ [38]



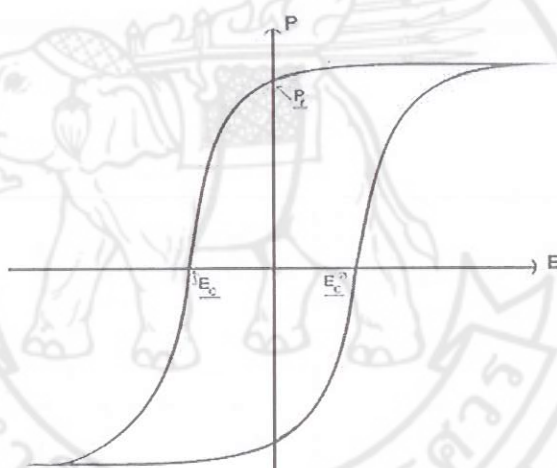
ภาพ 4 ไดโพลภายในเนื้อสาร โดยที่ (ก) ก่อนทำการโพลลิง (ข) ขณะทำการโพลลิง และ (ค) ภายหลังกการโพล [38]

2.3 เฟร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) [38-40]

จาก 20 กลุ่มของผลึกที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางที่เป็นวัสดุเพียโซอิเล็กทริกจะมีอยู่ 10 กลุ่มที่มีขั้ว (polar) และเกิดไดโพลได้ด้วยตัวเองแม้ว่าไม่ได้รับสนามไฟฟ้ามากระทำ เรียกสารกลุ่มพวกนี้ว่าโพลาริเซชันแบบเกิดขึ้นเอง (spontaneous polarization) โดยที่ผลึกมีขั้วเหล่านี้จะมีสภาพเป็นเพียโซอิเล็กทริกที่ดี ในกรณีที่ให้สนามไฟฟ้าแรงพอที่ทำให้ทิศทางของเวกเตอร์โพลาริเซชัน

ชั้นเปลี่ยนแปลงได้ ซึ่งสารในกลุ่มนี้เรียกว่า เฟอร์โรอิเล็กทริก กล่าวคือสารเฟอร์โรอิเล็กทริกทุกชนิดมีสภาพเป็นเพียโซอิเล็กทริกแต่สารเพียโซอิเล็กทริกไม่จำเป็นต้องมีสภาพเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก

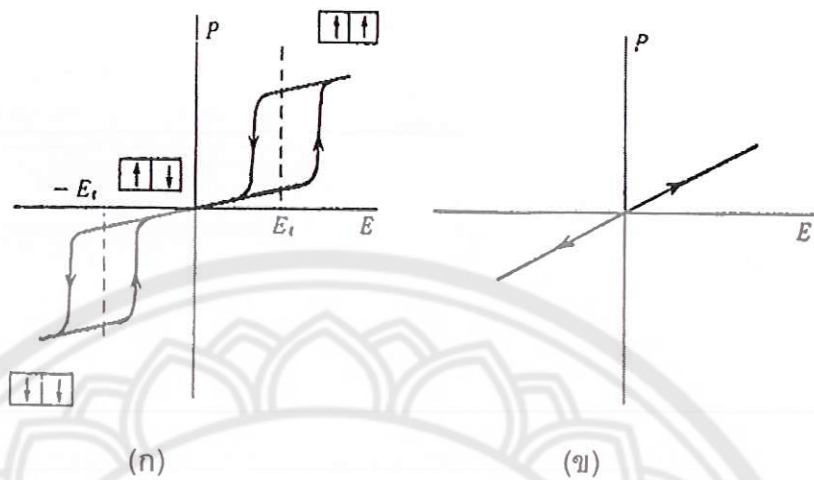
ผลึกเฟอร์โรอิเล็กทริกจะแสดงสมบัติโมเมนต์ขั้วคู่ (dipole moment) ถึงแม้ว่าจะไม่มีสนามไฟฟ้าแล้วก็ตาม จากเหตุผลที่จุดศูนย์กลางของประจุบวกของผลึกไม่ได้อยู่ตำแหน่งเดียวกับประจุลบมีผลทำให้เกิดโมเมนต์คู่ควบถาวรอยู่ในผลึกในสถานะเฟอร์โรอิเล็กทริก และเมื่อนำสารเฟอร์โรอิเล็กทริกมาอยู่ในสนามไฟฟ้าพร้อมทั้งลดสนามไฟฟ้าลงจนเป็นศูนย์ จะพบว่าโพลาริเซชันภายในสารเฟอร์โรอิเล็กทริกจะไม่เป็นศูนย์ แต่มักจะมีค่าเป็นศูนย์เมื่อ $E = E_c$ แสดงดังภาพ 5 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารนี้มีโมเมนต์คู่ควบถาวรอยู่แล้ว หรือแสดงให้เห็นว่าสารนั้นยังคงมีสภาพเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยไม่ต้องใช้สนามไฟฟ้าเลย



ภาพ 5 ความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า (E) กับโพลาริเซชัน (P) ของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก [38]

2.4 พาราอิเล็กทริก (paraelectric) [41]

เฟสพาราอิเล็กทริกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิเฟสเฟอร์โรอิเล็กทริกและเฟสแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก ซึ่งสารพาราอิเล็กทริกจะประพฤติตัวเป็นฉนวนตามปกติ มีโครงสร้างที่สมมาตร จึงไม่สามารถเกิดโพลาริเซชันได้ด้วยตนเอง เมื่อมีการป้อนสนามไฟฟ้าให้กับสารพาราอิเล็กทริก ทำให้เกิดโพลาริเซชันขึ้น แต่เมื่อหยุดป้อนสนามไฟฟ้าเข้าไปผลก็คือไม่มีการเกิดโพลาริเซชันขึ้นอีก ซึ่งเขียนความสัมพันธ์ได้ดังภาพ 6



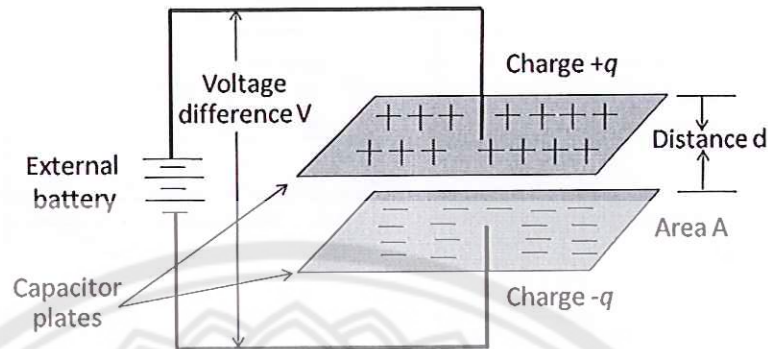
ภาพ 6 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าใน (ก) สารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (ข) สารพาราอิเล็กทริก [41]

2.5 สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก (Electric Properties) [40, 42]

วัสดุเซรามิกได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิศวกรรมทางไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์เป็นจำนวนมาก กล่าวคือ มีวัสดุเซรามิกหลายชนิดที่ถูกใช้เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ทางไฟฟ้าทั้งต่ำและสูงและยังได้นำมาใช้เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า (capacitors) ชนิดต่างๆ ที่มีขนาดเล็ก นอกจากนี้เซรามิกบางชนิดยังมีสมบัติพิเศษที่สามารถเปลี่ยนสัญญาณแรงดันทางกลไปเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า หรือในทางกลับกันก็สามารถเปลี่ยนสัญญาณทางไฟฟ้าเป็นสัญญาณแรงดันทางกลได้เช่นกัน ซึ่งวัสดุเซรามิกที่มีสมบัติเช่นนี้จะถูกเรียกว่าวัสดุเพียโซอิเล็กทริก

ก่อนที่จะกล่าวถึงสมบัติทางไฟฟ้า ของวัสดุเซรามิกชนิดต่างๆ จะกล่าวถึงสมบัติพื้นฐานบางชนิดของฉนวน หรือวัสดุไดอิเล็กทริก ดังนี้คือ

1. ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) เราลองพิจารณาตัวเก็บประจุชนิดแผ่นขนาน (parallel-plate capacitor) ที่ประกอบด้วยแผ่นโลหะที่มีพื้นที่ A และแยกห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในภาพ 7



ภาพ 7 ตัวเก็บประจุชนิดแผ่นขนาน (parallel-plate capacitor) แบบธรรมดา [42]

ในกรณีที่ช่องว่างระหว่างแผ่นโลหะเป็นสุญญากาศ เมื่อใส่ความต่างศักย์ v ให้กับแผ่นโลหะที่แผ่นโลหะแผ่นหนึ่งจะมีประจุสุทธิเป็น $+q$ และอีกแผ่นโลหะแผ่นหนึ่งจะมีประจุสุทธิเป็น $-q$ จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความต่างศักย์ v ดังนี้คือ

$$q = cv \quad \text{หรือ} \quad q = \frac{c}{v} \quad (2.1)$$

เมื่อ c เป็นค่าคงที่ซึ่งถูกเรียกว่าความจุ (capacitance) ของตัวเก็บประจุ หน่วยในระบบ SI ของความจุคือ coulomb/volt (C/V) หรือ farad (F) ดังนั้น $1 \text{ farad} = 1 \text{ coulomb/volt}$

เนื่องจากหน่วยของความจุจะมีค่าน้อยมาก เพราะฉะนั้นจึงมักจะใช้เป็น picofarad ($1 \text{ pF} = 10^{-12} \text{ F}$) หรือ microfarad ($1 \text{ }\mu\text{F} = 10^{-6} \text{ F}$)

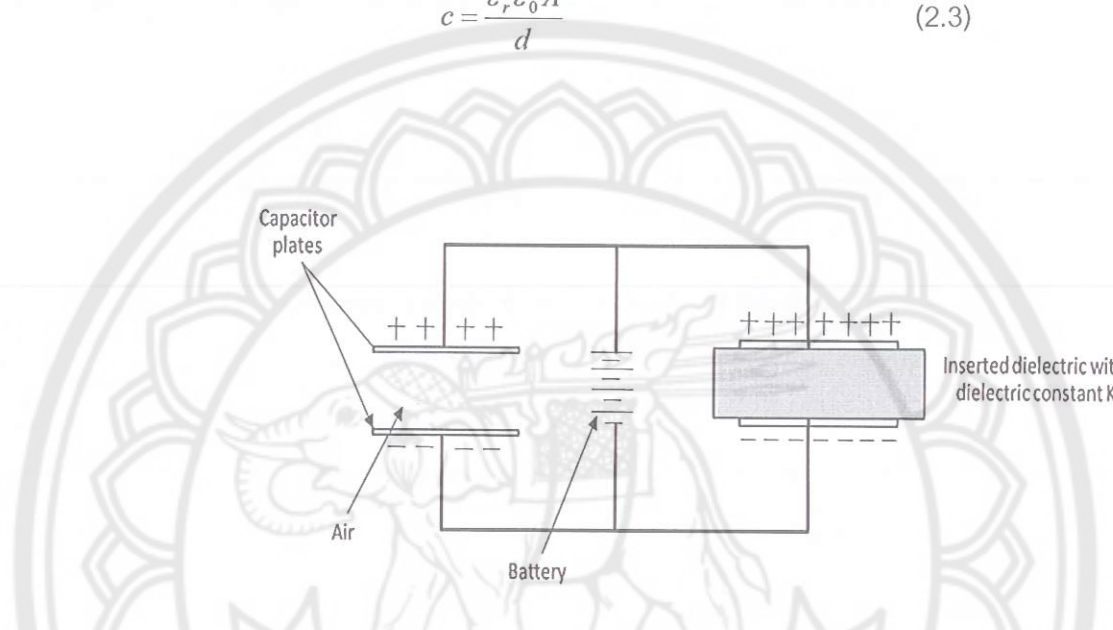
ค่าความจุของตัวเก็บประจุเป็นค่าวัดความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า กล่าวคือ ถ้าค่าความจุมีค่าสูงประจุที่ถูกเก็บไว้ในแผ่นโลหะก็จะมากด้วย ค่าความจุ c จะสัมพันธ์กับพื้นที่ของแผ่นโลหะและระยะห่างระหว่างแผ่นโลหะดังนี้

$$c = \frac{\epsilon_0 A}{d} \quad (2.2)$$

เมื่อ ϵ_0 คือ สภาพยอมของสุญญากาศ $8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$

ถ้าช่องว่างระหว่างแผ่นโลหะถูกโลหะถูกใส่ด้วยวัสดุไดอิเล็กทริก (ดังแสดงในภาพ 8) ค่าความจุของตัวเก็บประจุจะมีค่าเพิ่มขึ้นด้วยตัวคูณ ϵ_r , ซึ่งเรียกว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ของวัสดุไดอิเล็กทริกดังนี้

$$c = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 A}{d} \tag{2.3}$$



ภาพ 8 ตัวเก็บประจุชนิดแผ่นขนาน (parallel-plate capacitors) 2 ตัว ที่ถูกให้ความต่างศักย์เหมือนกัน [42]

พลังงานที่ถูกเก็บสะสมในตัวเก็บประจุในปริมาตรที่กำหนดที่ค่าความต่างศักย์ค่าหนึ่ง จะเพิ่มขึ้นโดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเมื่อมีวัสดุไดอิเล็กทริกอยู่ และถ้าใช้วัสดุที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง จะสามารถผลิตตัวเก็บประจุที่มีขนาดเล็กลงได้

2. ค่าความแข็งแรงต่อการพังทลายของไดอิเล็กทริก (dielectric breakdown strength) เป็นปริมาณที่บอกถึงความสามารถของวัสดุในการที่จะเก็บพลังงานไว้ได้ที่ความต่างศักย์สูงๆ ซึ่งถูกนิยามไว้เป็นโวลต์ต่อหน่วยความยาว หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งได้ว่าเป็นค่าที่บอกปริมาณสนามไฟฟ้าสูงสุดที่วัสดุยังคงรักษาความเป็นฉนวนไว้ได้

โดยทั่วไป ค่าความแข็งแรงของไดอิเล็กทริก จะมีหน่วยเป็น V/mil ($1\ mil = 0.001\ นิ้ว$) หรือ kV/mm ถ้าวัสดุไดอิเล็กทริกถูกป้อนด้วยความศักย์ที่สูงๆ มากอาจทำให้ความเข้มของอิเล็กตรอนหรือไอออน ที่จะพยายามไหลผ่านวัสดุไดอิเล็กทริกมีค่าเกินกว่าค่า

ความแข็งแรงแรงของไดอิเล็กทริก และถ้ามีค่าเกินกว่าค่าความแข็งแรงแรงของไดอิเล็กทริก วัสดุไดอิเล็กทริกจะถูกทำลายและทำให้เกิดการไหลของกระแสไฟฟ้าขึ้น

3. ค่าการสูญเสีย (loss factor) โดยปกติถ้าความต่างศักย์ที่ใช้ในการรักษาประจุบนตัวเก็บประจุมีรูปร่างสัญญาณเป็นลักษณะรูปซายน์ (sinusoidal) เช่นความต่างศักย์จากกระแสไฟฟ้าสลับ กระแสไฟฟ้าจะอยู่นำหน้าความต่างศักย์ 90° เสมอ เมื่อไม่มีการสูญเสียพลังงานระหว่างแผ่นโลหะ แต่โดยความเป็นจริงแล้ว กระแสไฟฟ้าจะนำหน้าความต่างศักย์ $90^\circ - \delta$ ซึ่ง δ คือ dielectric loss angle และผลคูณของ $\epsilon, \tan \delta$ คือ ปัจจัยที่ทำให้เกิดการสูญเสีย ซึ่งเป็นค่าปริมาณที่บอกถึงพลังงานที่สูญเสียไปในรูปแบบพลังงานความร้อนของตัวเก็บประจุในวงจรกระแสไฟสลับ

2.6 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer) [43-45]

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลาย (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงสร้างผลึก

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจการทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1-100 อังสตรอม การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิด ซึ่งหลักการดังกล่าวเหล่านี้เราจึงสามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้

1. ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ
2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสธาตุกัมมันตรังสีและที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชนอะตอม ทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่าง ๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้นเกิดภาวะเข้าสู่ปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลงปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นกระบวนการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกิน ในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนออกมาในลักษณะพัลส์ (pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า "รังสีเอกซ์" ซึ่งแบ่งได้ 2 ชนิด ตามกระบวนการของการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินจากอะตอมบริเวณชั้นโคจรอิเล็กตรอน คือ

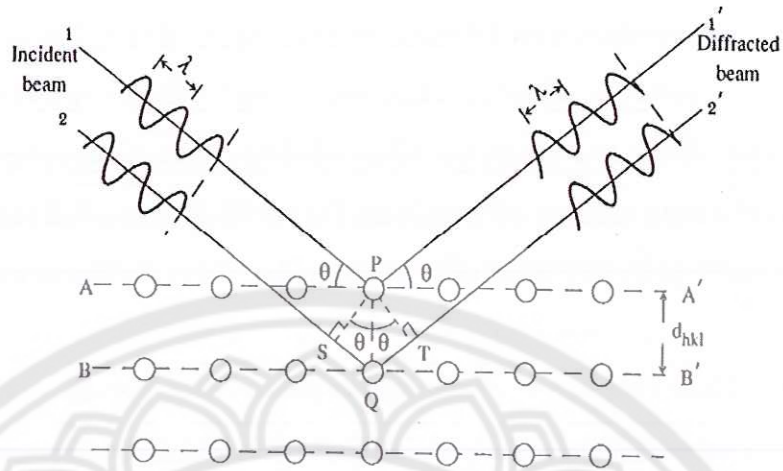
รังสีเอกซ์เฉพาะตัว มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเดียว (monochromatic X-ray) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอน ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่นๆ หรือโฟตอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม แล้วถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนชั้นในวงโคจรได้รับพลังงานเพิ่มสูงขึ้นกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นวงโคจร ทำให้หลุดจากวงโคจรเกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรชั้นใน ทำให้อะตอมอยู่ในภาวะที่ถูกกระตุ้นและจะลดระดับพลังงานลงสู่ภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้นโดยอิเล็กตรอนของวงโคจรในชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นในด้วยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปรังสีเอกซ์ แล้วเข้ามาแทนที่ช่องว่างของวงโคจรชั้นใน พลังงานส่วนเกินนี้จะมีค่าเท่ากับความต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะวงโคจรของอิเล็กตรอน และชนิดของธาตุนั้นๆ จึงมีพลังงานเฉพาะค่า

รังสีแบบต่อเนื่องมีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุดถึงสูงสุด ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องเกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่สนามคูลอมบ์ (coulomb field) บริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตย์บริเวณดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา

ก่อนที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับสนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียสที่เกิดจากประจุของอะตอม อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานบางส่วน อันเนื่องจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ดังนั้นพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น จึงมีค่ากระจายต่อเนื่องจากพลังงานต่ำสุดถึงสูงสุดของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ถ้าอิเล็กตรอนปฐมภูมิมีพลังงานสูงพอที่จะกระตุ้นให้อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมหลุดออกได้ก็จะเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะค่าปะปนซ้อนอยู่กับสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องด้วยเสมอ

การปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาที่ความยาวคลื่นใดๆ ขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่คายออกมา ซึ่งความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดเกิดจากการที่อิเล็กตรอนคายพลังงานที่ได้รับมาทั้งหมดจากแหล่งกำเนิดโดยไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าหมายที่ใช้

เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนจะกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอมดังภาพ 9



ภาพ 9 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์ [43]

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กันลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เมื่อปี ค.ศ. 1912 แบรกก์ได้ยิงลำรังสีเอกซ์แคบๆ กระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิงเมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอม O, P และ R ถ้า

$$SQ + QT = n\lambda \quad (2.4)$$

เมื่อ n คือ จำนวนเต็ม รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในเฟสที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

$$SQ = QT = d \sin\theta \quad (2.5)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก เขียนสมการใหม่ได้ว่า

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.6)$$

เรียกสมการนี้ว่า สมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ซึ่งมีประโยชน์มาก สำหรับการศึกษามีโครงสร้างเป็นระเบียบ เช่น สารที่มีโครงสร้างเป็นผลึกเดี่ยว (single crystal) และผลึกเชิงซ้อน (polycrystalline) เพราะในสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเรียงตัวของอะตอมเป็นลักษณะเฉพาะ เมื่อเราทราบถึงค่ามุมที่เกิดการเลี้ยวเบนไปของรังสีเอกซ์เมื่อชนกับอะตอมของสาร เราจะทราบถึงระยะห่างระหว่างแต่ละอะตอมของสารนั้นๆ จึงเป็นประโยชน์อย่างมากในการวิเคราะห์หาชนิดของสาร (qualitative analysis) รวมไปถึงสมบัติทางกายภาพของสารนั้นๆ อีกด้วย

การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ c , a และค่าอัตราส่วน c/a สามารถกระทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และจากสมการที่ (2.6) จะได้ว่า

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.7)$$

ในระบบเทตระโกนัลนั้นค่าแลตทิซ a มีค่าเท่ากับแลตทิซ b แต่ไม่เท่ากับแลตทิซ c ($a = b \neq c$) ดังนั้น จากสมการที่ (2.7) เขียนใหม่ได้เป็น

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.8)$$

หรือ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = (h^2 + k^2) + \frac{l^2}{(c/a)^2} \quad (2.9)$$

สำหรับโครงสร้างแบบเทตระโกนอลสามารถคำนวณหาค่าอัตราส่วน c/a ได้โดยนำค่า d -spacing d_{002} และ d_{200} มาคำนวณตามสมการ (2.9)

$$c/a = \frac{d_{002}}{d_{200}} \quad (2.10)$$

2.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) [42]

เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบทั้งแบบใช้แสงธรรมดาและใช้รังสีแบบอื่น ๆ มีข้อจำกัดในการขยายภาพ เพราะกำลังขยายและกำลังแยกนอกจากจะขึ้นกับลักษณะของเลนส์แล้วยังขึ้นอยู่กับความยาวคลื่นของแสงที่ใช้อีกด้วย กล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบสามารถมีกำลังแยกขณะส่องดูวัตถุขนาดเล็กสุดได้เพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น ส่วนกำลังขยายรวมก็ไม่เกิน 2,000 เท่า จึงยังมองเห็นวัตถุภายในเซลล์ที่มีขนาดเล็กเป็นจุด ไม่สามารถแยกรายละเอียดได้ว่าส่วนนั้นเป็นอะไร ต่อมาได้มีการนำเอาอิเล็กตรอนซึ่งมีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นของแสงมาก เข้ามาใช้ในกล้องจุลทรรศน์แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์แม่เหล็กแทนเลนส์กระจก เรียกกล้องดังกล่าวว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องที่ใช้ศึกษาโครงสร้างหรือองค์ประกอบพื้นผิวของเซลล์เนื้อเยื่อและวัตถุได้ โดยทำให้องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซลล์หรือวัตถุที่มีความเข้มของเงาแตกต่างกัน

2.7.1 หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

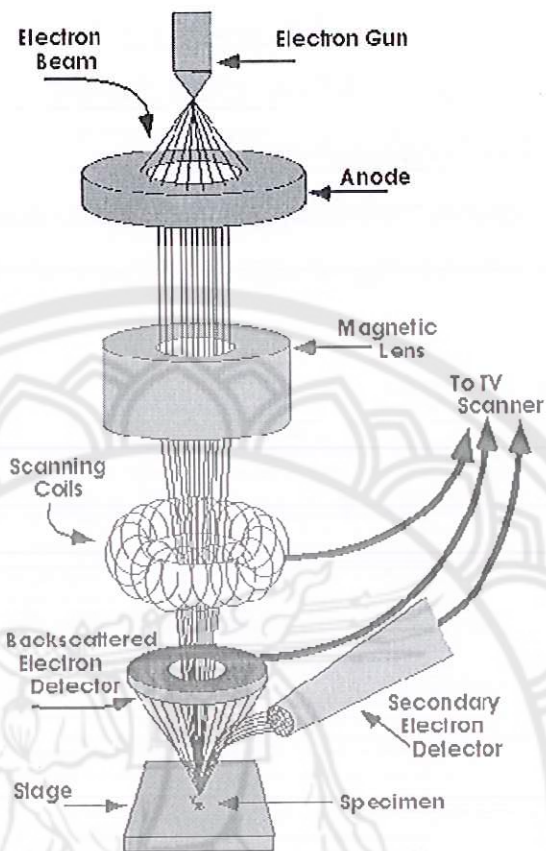
อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูงประมาณ 1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลท์หรือมากกว่า ซึ่งสามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นแอนโนด (anode plate) ดังภาพ 10 ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ $10^{-5} - 10^{-7}$ ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (scan coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal) ชนิดต่างๆ ออกมา ซึ่งให้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ที่เกิดขึ้น คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image, SEI) หรือเป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่พื้นผิวระดับไม้อลิค (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ

2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image, BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M,...) ถูกกระตุ้น (excited) หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสถิตของโครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นวงโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่แทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (Plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดรอยต่อพีเอ็น (PN junction detector) หรือตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และในสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภทซิลิคอนลิเทียม (lithium drifted silicon, Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งอุปกรณ์วิเคราะห์นั้นมีทั้งแบบช่องเดี่ยว (Single Channel Analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multi Channel Analyzer, MCA)



ภาพ 10 ส่วนประกอบและหลักการทำงานเบื้องต้นของกล้อง SEM [42]

2.8 ความหนาแน่น (Density) [46]

ความหนาแน่น หมายถึง ค่ามวลต่อปริมาตรของวัสดุ ณ อุณหภูมิหนึ่งๆ หน่วยของค่าความหนาแน่นสามารถเป็นกรัมต่อมิลลิลิตร, กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร, ปอนด์ต่อลูกบาศก์ฟุต, กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร เป็นต้น สำหรับส่วนที่จะได้กล่าวถึงต่อไปนี้จะใช้ในหน่วยของกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีความสำคัญทางด้านเซรามิกอย่างยิ่งคือ การอาศัยค่าความหนาแน่นเป็นตัวชี้วัดถึงประสิทธิภาพในการอัดแน่นตัวของวัสดุในระหว่างขั้นตอนการขึ้นรูป ซึ่งสูตรที่ใช้ในการคำนวณนั้นยังสามารถนำไปสู่การหาค่าความพรุนของวัสดุได้อีกด้วย

การหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานนั้นอาศัยหลักการของอาร์คิมิดีสที่กล่าวไว้ว่า "เมื่อจุ่มของแข็งลงในของเหลวจะมีแรงพยุงเกิดขึ้นบนของแข็งนั้น โดยแรงพยุงที่เกิดขึ้นจะมีค่าเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ด้วยปริมาตรของของแข็ง" วิธีการนี้ทำได้โดยการหาค่ามวลของวัตถุในอากาศและขณะที่จุ่มอยู่ในน้ำ

$$\text{ความหนาแน่น } \rho = \frac{W_a}{W_a - W_f} \cdot \rho_f \quad (2.11)$$

เมื่อ ρ คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ρ_f คือ ค่าความหนาแน่นของของเหลว มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

W_a คือ น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัม

W_f คือ น้ำหนักแห้งของชิ้นงานในของเหลว มีหน่วยเป็นกรัม

ส่วนการหาความหนาแน่นของของเหลวในกรณีที่ทราบปริมาตรที่แน่นอนของของแข็งลงไป สามารถหาได้จาก

$$\rho_f = G / V \quad (2.12)$$

โดยที่ G คือ แรงพยุงที่เกิดขึ้นกับของแข็ง (หน่วยเป็นกรัม) หาได้จากน้ำหนักของชิ้นงานในอากาศลบด้วยน้ำหนักของชิ้นงานในของเหลว

V คือ ปริมาตรของของแข็งที่จุ่มลงในของเหลว มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับการหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density : ρ_r) นั้นสามารถคำนวณหาได้ตามสมการที่ (2.13)

$$\rho_r(\%) = \left(\frac{\rho_b}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad (2.13)$$

เมื่อ ρ_r คือ ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ มีหน่วยเป็นเปอร์เซ็นต์

ρ_b คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ρ_{th} คือ ค่าความหนาแน่นในทฤษฎีของสาร มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

2.9 ร้อยละความหดตัวเชิงเส้นของสาร (Percentage Linear Shrinkage) [46]

ค่าร้อยละการหดตัวในแนวเชิงเส้นตามเส้นผ่านศูนย์กลางชิ้นงานหลังการเผาขึ้นเตอร์โดยการ ใช้สมการที่ (2.14)

$$A = \frac{\phi_i - \phi_f}{\phi_i} \times 100\% \quad (2.14)$$

เมื่อ	A	คือ ร้อยละการหดตัวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง
	Φ_i	คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยก่อนการเผาซินเตอร์
	Φ_f	คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหลังการเผาซินเตอร์

2.10 การซินเตอร์ [47]

2.10.1 การซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง

การซินเตอร์ (sintering) คือกระบวนการทางความร้อนที่ทำให้อนุภาคเกิดการสร้างพันธะกันอย่างสมดุล โดยมีโครงสร้างหลักเป็นของแข็งที่พัฒนามาจากการเคลื่อนย้ายมวลลักษณะต่างๆ ที่มักจะเกิดขึ้นในระดับของอะตอม การเกิดพันธะเชื่อมต่อกันดังกล่าวทำให้ระบบมีความแข็งแรงสูงขึ้นและมีพลังงานลดลง นอกจากนี้ยังอาจจะกล่าวได้ว่าการซินเตอร์นั้นหมายถึงการกำจัดรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคผงเริ่มต้น โดยอาศัยการหดตัวขององค์ประกอบที่เชื่อมอยู่ติดกันแล้วเกิดการเติบโตไปด้วยกัน โดยมีการสร้างพันธะที่แข็งแรงระหว่างอนุภาคที่อยู่ติดกันขึ้นมาทุกขั้นตอนที่อยู่ระหว่างการเปลี่ยนสภาพชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูปไปเป็นโครงสร้างจุลภาคที่ประกอบด้วยการยึดเกาะกันของเกรนต่างๆ ล้วนแต่เป็นส่วนหนึ่งของขั้นตอนการซินเตอร์ทั้งสิ้น

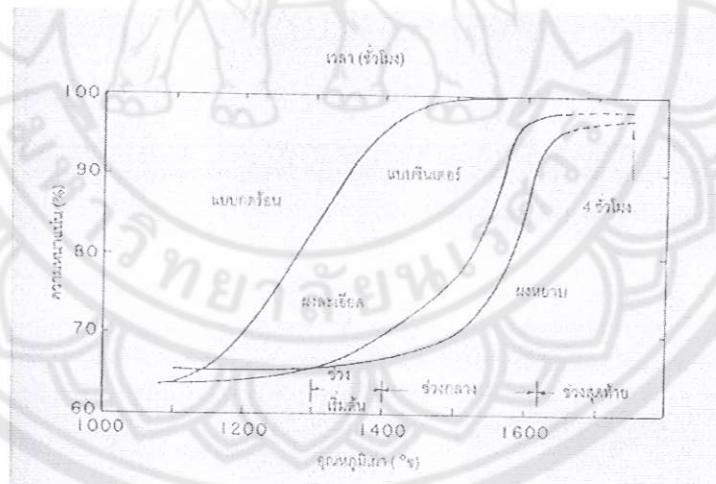
แรงขับเคลื่อนสำหรับการซินเตอร์นั้นได้มาจากการลดพื้นที่ผิวและพลังงานของพื้นผิวด้วยการใช้ของแข็งที่เชื่อมยึดกันโดยมีพลังงานขอบเกรนแบบของแข็ง-ของแข็ง (γ_{gb}) ที่ค่อนข้างต่ำเข้าไปแทนที่กลุ่มอนุภาคผงที่ยึดกันอยู่อย่างหลวมๆ ซึ่งจะมีพลังงานพื้นผิวแบบของแข็ง-ไอ (γ_{sv}) ที่สูงมากด้วยเหตุนี้เองการผลิตเซรามิกส่วนใหญ่จึงนิยมเลือกใช้อุณหภูมิตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กเนื่องจากอนุภาคผงที่มีขนาดยิ่งเล็กลงเท่าไรก็จะมีพื้นที่ผิวมากขึ้นเท่านั้นจึงทำให้ระบบมีแรงขับเคลื่อนสำหรับการซินเตอร์ที่สูงขึ้นตามไปด้วยทำให้ชิ้นงานสามารถเกิดการแน่นตัวได้ดี จึงมีความหนาแน่นสูงหรือทำให้สามารถใช้อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำลงได้

การหดตัวของชิ้นงานเซรามิกขณะที่ทำการซินเตอร์สามารถตรวจสอบได้จากการวัดขนาดหรือหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ และเวลาในการเผาดังเช่น ตัวอย่างของพฤติกรรมของการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง (solid - state sintering) ทั่วๆไปที่แสดงดังภาพ 11 ซึ่งประกอบไปด้วย 3 ขั้นตอนหลักที่มีความคาบเกี่ยวต่อเนื่องกันอยู่คือ

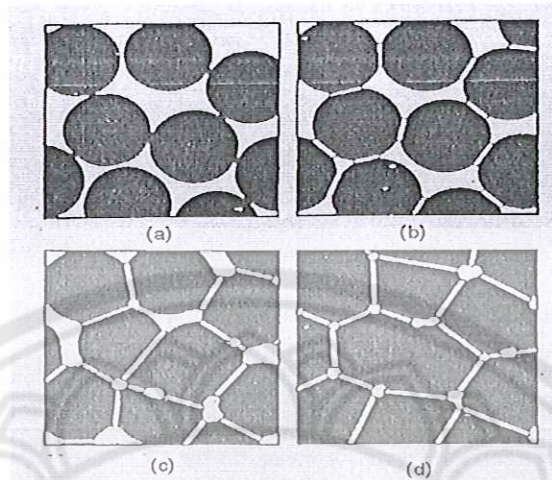
1. การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial sintering) จะเกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัวกันใหม่อีกครั้งหนึ่งของอนุภาคผงภายในชิ้นงานและการเกิดพันธะที่แข็งแรงหรือคอ (neck) ขึ้นมาที่บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคผง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานในช่วงนี้อาจจะเพิ่มขึ้นจาก 0.5 ไปถึง 0.6 ได้ ส่วนใหญ่ก็เนื่องมาจากการที่อนุภาคผงมีการแพ็คตัวกันมากยิ่งขึ้นนั่นเอง (ภาพ 12 (b))

2. การซินเตอร์ช่วงกลาง (intermediate sintering) เป็นช่วงที่ขนาดของคอเริ่มโตขึ้นและปริมาณของความพรุนในชิ้นงานจะเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอนุภาคเริ่มเข้ามาใกล้ชิดติดกันมากยิ่งขึ้นทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวอย่างชัดเจนเริ่มมีเกรนและขอบเกรนเกิดขึ้นพร้อมกับมีการเคลื่อนที่ของสิ่งเหล่านี้ ทำให้เกิดการเติบโตของเกรนบางเกรนขึ้น ขั้นตอนนี้จะดำเนินไปเรื่อยๆ อย่างต่อเนื่องในขณะที่ช่องว่างของรูพรุนจะเริ่มเกิดการเชื่อมต่อกัน (พวงรูพรุนเปิด) และจะสิ้นสุดพฤติกรรมนี้ในทันทีเมื่อรูพรุนเกิดการแยกตัวหลุดออกไปอยู่ต่างหาก (พวงรูพรุนปิด) การหดตัวของชิ้นงานจะเกิดขึ้นมากที่สุดในการซินเตอร์ช่วงกลางนี้ และอาจจะทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานมีค่าสูงถึงประมาณ 0.9 ได้ (ภาพ 12 (c))

3. การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย (final stage sintering) เป็นช่วงที่รูพรุนในชิ้นงานเริ่มปิดตัวเองลงและค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากชิ้นงานอย่างช้าๆ โดยอาศัยกลไกการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาตามแนวของขอบเกรนแล้วหลุดออกไปจากผิวของชิ้นงานซึ่งจะทำให้ชิ้นงานเกิดการแน่นตัวเพิ่มขึ้นจากเดิมอีกเพียงเล็กน้อยขนาดของเกรนจะเพิ่มขึ้นในการซินเตอร์ช่วงสุดท้ายนี้ (ภาพ 12 (d))



ภาพ 11 พฤติกรรมการซินเตอร์แบบสถานะของแข็งทั่วๆ ไปในรูปข้อความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา



ภาพ 12 พัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง (a) อนุภาคผงยึดกันอยู่แบบหลวม ๆ หลังการอัดขึ้นรูป (b) การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (c) การซินเตอร์ช่วงกลาง และ (d) การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย

2.10.2 การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว

การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว (liquid phase sintering) เป็นกระบวนการเผาซินเตอร์ที่มีองค์ประกอบหนึ่งของวัสดุเกิดการหลอมเหลวขึ้นจนกลายเป็นของเหลวในระหว่างที่มีการซินเตอร์ ซึ่งเป็นกระบวนการอันหนึ่งที่นิยมใช้ในการผลิตเซรามิกด้วยการใช้อุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่ต่ำลง เนื่องจากโดยปกติแล้ววัสดุพวกเซรามิกส่วนใหญ่จะมีจุดหลอมเหลวที่สูงมากบางชนิดอาจสูงถึงประมาณ 3000 องศาเซลเซียส ทำให้ต้องมีการใช้พลังงานที่สูงมากในการเผาซินเตอร์ผลิตภัณฑ์เหล่านี้และมีเตาไฟอยู่ไม่กี่ประเภทที่สามารถภาชนะใช้งานภายใต้เงื่อนไขได้นอกจากนี้ยังเป็นการเสี่ยงต่อการเกิดปัญหาเรื่องปฏิกิริยาระหว่างสารในที่หลอมตัวกับภาชนะเองได้ง่ายอีกด้วย ดังนั้นจึงมีการพัฒนาเทคนิคการผลิตเซรามิกเหล่านี้ที่อุณหภูมิต่ำลงด้วยการใช้สารช่วยหลอมหรือฟลักซ์ (fluxes) ซึ่งเป็นอนุภาคผงที่เติมลงไปเพื่อทำหน้าที่ช่วยให้ชิ้นงานเกิดการหลอมเหลวที่ต่ำกว่าสารองค์ประกอบหลักของผลิตภัณฑ์มากจึงเกิดเป็นเฟสที่เป็นของเหลวให้เคลื่อนย้ายที่ในระหว่างการซินเตอร์ได้รวดเร็วยิ่งขึ้น

กระบวนการซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลวมีอยู่สองระบบคือ

1. ระบบที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อชิ้นงานได้รับความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิของการซินเตอร์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นและคงสภาพอยู่ตลอดช่วงของการซินเตอร์และเมื่อชิ้นงานเริ่ม เย็นตัวลงเฟสที่เป็นของเหลวนี้จะเกิดการแข็ง ตัวแยกเฟสอยู่ในชิ้นงาน

2. ระบบที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันเมื่อขึ้นงานได้รับความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิของการซินเตอร์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นแล้วค่อยๆ หายไปช้าๆ ด้วยการละลายลงไปอยู่ในเมทริกซ์ของขึ้นงาน

กระบวนการซินเตอร์ที่มีเฟสของเหลวประกอบด้วย 4 ระยะหลักดังนี้

1. ระยะที่อนุภาคมีการจัดเรียงตัวกันใหม่ (particle rearrangement stage) หลังจากที่มีการหลอมเหลวเกิดขึ้นอนุภาคของแข็งจะถูกแรงดันรูเล็กจากของเหลวดึงเข้าหากันทำให้ขึ้นงานเกิดการหดตัวอย่างรวดเร็วและมีการกำจัดรูพรุนออกไปจากขึ้นงาน

2. ระยะที่อนุภาคมีการแยกออกจากกันแล้วเกิดการตกตะกอนซ้ำ (dissolution reprecipitation stage) มีหลายกรณีที่อนุภาคของแข็งสามารถละลายในเฟสที่เป็นของเหลวได้ในระดับหนึ่ง ซึ่งความโค้งของอนุภาคของแข็งและความดัน ณ จุดสัมผัสระหว่างอนุภาคของแข็งจะช่วยให้เกิดการแยกออกจากกันของอนุภาคได้ เมื่อเกิดการละลายขึ้น ตัวถูกละลายจะแพร่เข้าสู่จุดที่มีความโค้งตรงกันข้ามภายในโครงสร้างจุลภาคและเกิดการตกตะกอนจนทำให้เกรนบริเวณดังกล่าวมีขนาดโตขึ้นซึ่งตัวที่ตกตะกอนอาจจะเป็นตัวเดียวกันกับอนุภาคของแข็งเริ่มต้นก็ได้ แต่อาจจะเป็นตัวใหม่ที่มีองค์ประกอบของทั้งที่ได้จากเฟสที่เป็นของแข็งและที่เป็นของเหลวอยู่รวมกันซึ่งการตกตะกอนในลักษณะดังกล่าวนี้จะทำให้ปริมาณเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นในระบบลดลงขณะที่มีการตกตะกอน

3. ระยะที่ของเหลวมีการสมานลักษณะ (liquid assimilation) ในบางกรณีของเหลวจะเข้าไปปะปนอยู่ร่วมกับเฟสที่เป็นของแข็งได้โดยตรงด้วยการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีหรืออาจจะเข้าไปแทรกอยู่ด้วยแรงกลจนทำให้เกิดการเป็นของแข็งที่อยู่ในรูปของสารละลายของแข็งที่เกิดจากการดูดซับของเหลวหรือเกิดเฟสใหม่ที่ตกผลึกมาจากสารที่เกิดการหลอม

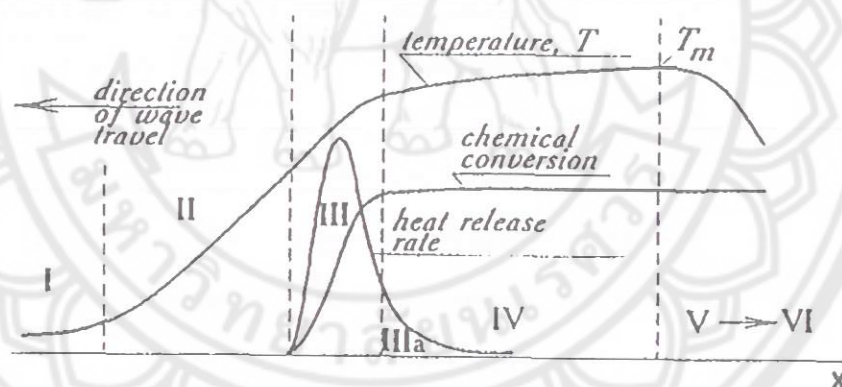
4. ระยะที่มีการเติบโตของเกรนในสถานะของแข็ง (solid state grain growth stage) เมื่อของเหลวถูกรีดออกมาจากอนุภาคที่อัดกันแน่น หรือมีการแพร่ซึมเข้าไปอยู่ภายในของแข็งจะทำให้เกิดมีขอบเกรนปรากฏขึ้นมา ซึ่งถ้าหากระบบยังมีการซินเตอร์อยู่ก็จะมีพฤติกรรมการเติบโตของเกรนเป็นขั้นตอนหลักที่คอยควบคุมพฤติกรรมของการซินเตอร์ต่อไป

2.11 การเตรียมเซรามิกด้วยวิธีการเผาไหม้ [48-52]

การใช้ประโยชน์จากการปลดปล่อยพลังงานความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีในขั้นตอนการผลิต มีการใช้กันมานานแล้วตั้งแต่ศตวรรษที่ผ่านมา เมื่อ Beketov และ Goldshmidt ได้ค้นพบ self-sustaining thermite reaction ซึ่งต่อมาได้ใช้หลักการจุดระเบิดของปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการผลิตอย่างมากมาย เช่น ในกระบวนการผลิตเตาหลอมเหล็ก การผลิตเฟอร์โรอัลลอย

พลๆ อย่างไรก็ตามการพัฒนาทฤษฎีการเผาไหม้ (combustion) ยุคใหม่ไม่ได้มีรูปแบบอย่างที่เคยปฏิบัติมา ในปี ค.ศ.1930-1940 สำหรับแก๊ส และปี ค.ศ.1950-1960 สำหรับของเหลว ในปี ค.ศ. 1967 ได้มีการค้นพบปรากฏการณ์จุดระเบิดของของแข็ง ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะได้ผลผลิตในสถานะของแข็ง และการพัฒนาวิธีการเผาไหม้บนพื้นฐานของ self-propagation high-temperature (SHS) ได้กระตุ้นให้เกิดการทดลองและการศึกษาทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเผาไหม้ของสารประกอบอนินทรีย์และวัสดุอย่างกว้างขวาง ซึ่งผลของข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้กลายเป็นพื้นฐานของเทคโนโลยีการเผาไหม้และการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม

กระบวนการเผาไหม้มีการใช้งานกันอย่างกว้างขวาง สำหรับวัสดุขั้นสูงและกระบวนการผลิตเพื่อการประหยัดพลังงาน ในปัจจุบันการควบคุมความเร็วของการจุดระเบิด อุณหภูมิ สัดส่วนและโครงสร้างของผลผลิตทำได้โดยการประยุกต์แนวคิดแผนใหม่ของทฤษฎีการเผาไหม้และโครงสร้างจลนพลศาสตร์มหันภาค ของปฏิกิริยาเคมี ซึ่งสามารถอธิบายกระบวนการทั่วไปของการเผาไหม้ ได้ดังภาพ 13



ภาพ 13 การเปลี่ยนแปลงของกระบวนการการเผาไหม้ [51]

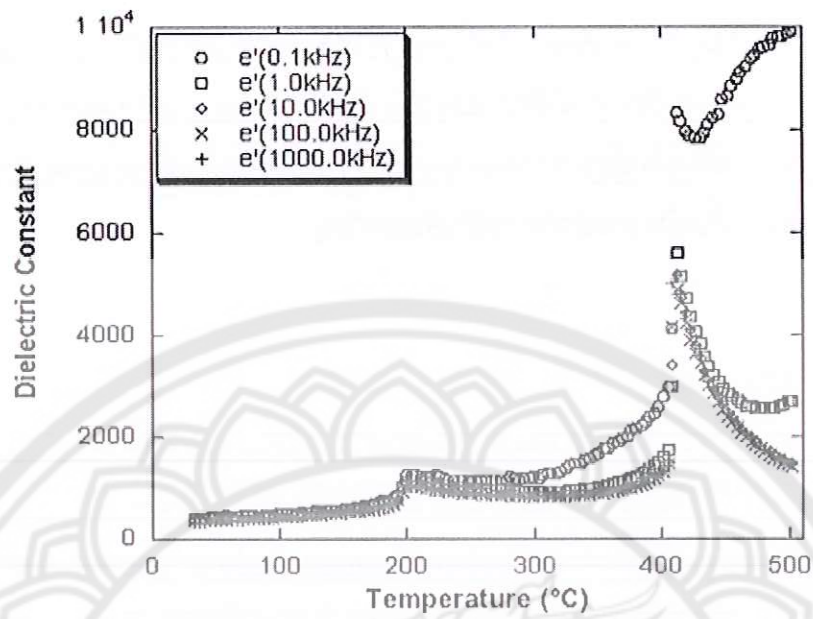
ช่วงที่หนึ่ง เป็นช่วงเริ่มต้นของปฏิกิริยา ช่วงที่สอง เป็นช่วงก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยา ซึ่งช่วงนี้จะไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้น แต่จะมีการถ่ายเทความร้อนเพิ่มมากขึ้น ช่วงที่สาม เป็นช่วงที่มีความสำคัญต่อโครงสร้างของวัสดุ โดยจะมีการปลดปล่อยพลังงานความร้อนออกมาเมื่อเกิดการจุดระเบิด และความร้อนที่ปลดปล่อยออกมานี้จะแพร่ไปสู่ช่วงต้นของช่วงที่สี่ คือ ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี (chemical conversion) ส่วนที่กว้างที่สุดของช่วงนี้ คือ ส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสและโครงสร้างของวัสดุ ซึ่งขั้นตอนนี้จะเป็นตัวกำหนดโครงสร้างสุดท้ายและมีบทบาทสำคัญต่อสมบัติของวัสดุ ในช่วงที่ห้าของกระบวนการ เป็นช่วงที่วัสดุเกิดการเย็นตัว และในช่วงนี้อาจมีผลกระทบต่อ



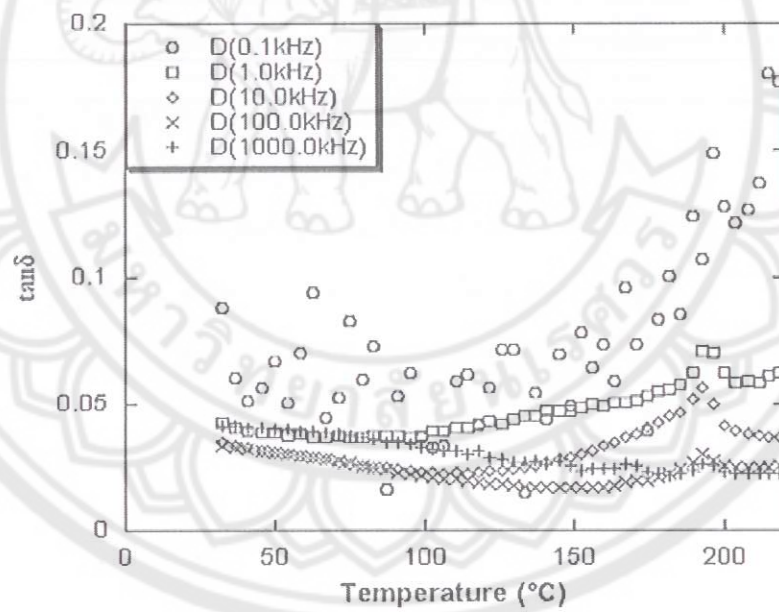
โครงสร้างของวัสดุ ถ้าการเย็นตัวเกิดขึ้นอย่างช้าๆจะทำให้ได้โครงสร้างของวัสดุที่สมดุล ดังนั้นในกระบวนการเผาไหม้ อัตราการให้ความร้อนจะเป็นตัวกำหนดรูปแบบของการปลดปล่อยความร้อน และถ่ายเทความร้อนไปสู่ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ส่วนคุณลักษณะของวัสดุที่ได้จะขึ้นอยู่กับเฟส โครงสร้าง เนื้อไอ และอัตราการเย็นตัวของวัสดุ

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 2006 H. Birrol และคณะ [11] เตรียมและศึกษาสมบัติของเซรามิก KNN ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง แคลไซต์สารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 825 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิเป็น 3 และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีตามลำดับ และซินเตอร์ภายใต้สภาวะที่มีก๊าซออกซิเจนสูงที่อุณหภูมิ 1114 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิเป็น 5 และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีตามลำดับ พบว่าเซรามิกที่เตรียมได้มีโครงสร้างแบบออโรอิมบิคเพอรอฟไกต์บริสุทธิ์ มีค่าความหนาแน่น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิคูรีและค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริกสูงสุด คือ 95.9%, ~5800 (แสดงดังภาพ 14) และ 100 พีโคคูลอมบ์ต่อลูกบาศก์เมตร ตามลำดับ เมื่อวัดวงรอบฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ของเซรามิก KNN ที่อุณหภูมิห้องโดยใช้ความถี่ต่างๆ แสดงดังภาพ 15 พบว่าวงรอบฮิสเทอรีซิสมีขนาดเล็กและแคบจนเกือบเป็นเส้นตรงเมื่อใช้สนามไฟฟ้า 10 kV/cm และวงรอบเริ่มมีขนาดใหญ่และกว้างขึ้นเมื่อสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น โดยเซรามิกมีค่าสนามไฟฟ้าบับบิ่งคัปและค่าโพลาริเซชันเหลือค้างสูงสุดคือ 20 kV/cm และ 0.20 C/m² ตามลำดับ เมื่อใช้สนามไฟฟ้าสนามไฟฟ้าเท่ากับ 90 kV/cm

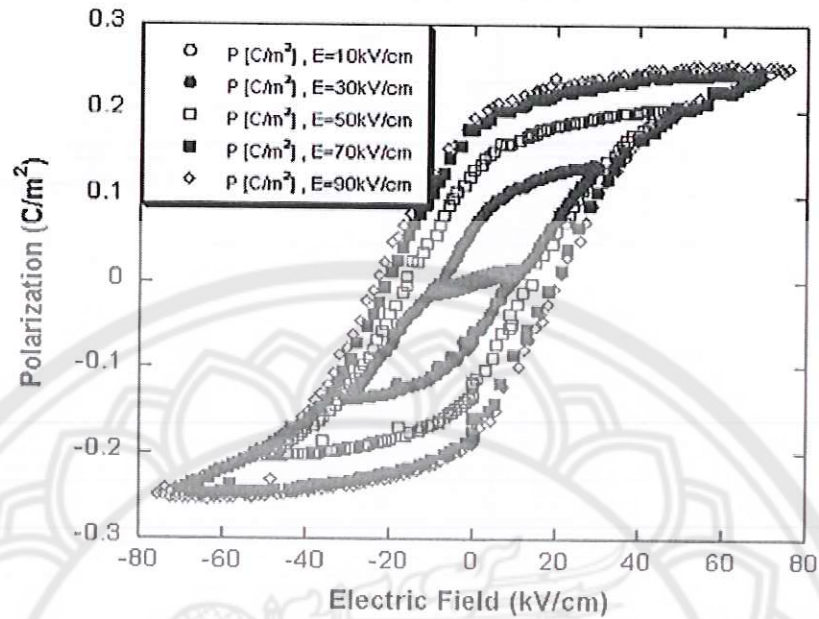


(n)



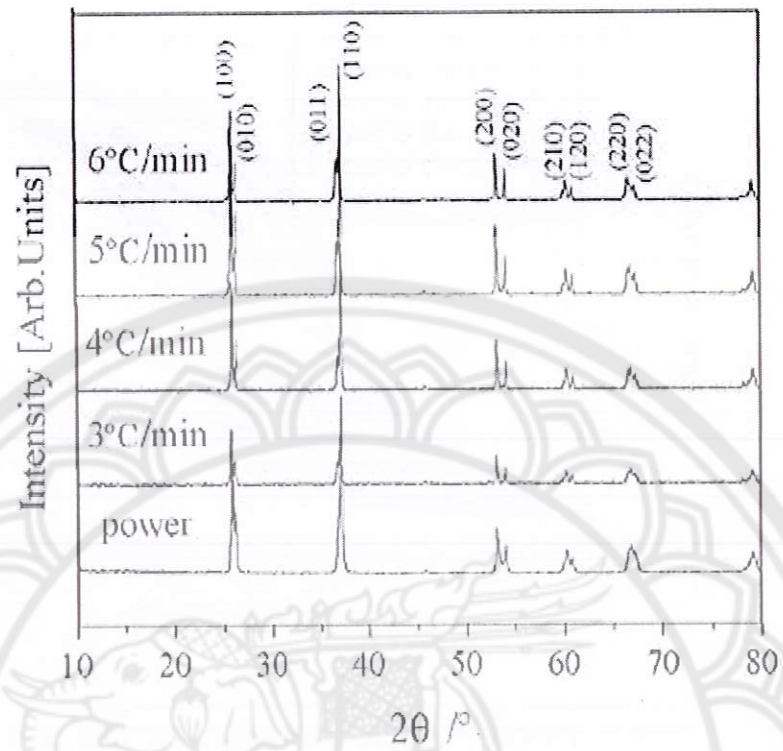
(ข)

ภาพ 14 (ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ของเซรามิก KNN ที่ความถี่ต่างๆ [11]



ภาพ 15 วงรอบฮิสเทอรีซิสของเซรามิก KNN ที่ความถี่ต่างๆ [11]

ต่อมาไม่นาน H. Du และคณะ [12] เตรียมเซรามิก KNN ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และซินเตอร์ที่ความดันบรรยากาศต่ำ แล้วศึกษาผลของอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติเพียโซอิเล็กทริก โดยแคลไซน์สองครั้งที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมงโดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิเป็น 3-10 องศาเซลเซียส/นาที่ และซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100-1120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเซรามิกมีโครงสร้างแบบออโรอโรมบิคเพอรอฟสไกต์บริสุทธิ์ เมื่อแคลไซน์โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาต่อนาที่ แสดงดังภาพ 16 เกรนมีรูปร่างเป็นสี่เหลี่ยมมุมฉากและมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 18 ไมโครเมตร ดังภาพ 17 เมื่อศึกษาค่าความหนาแน่นและสมบัติทางไฟฟ้าพบว่าเซรามิกที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1120 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ϵ_r และค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริกสูงสุด คือ 97.6%, ~5600 และ 120 พิโคคูลอมบ์ต่อนิวตัน ตามลำดับ



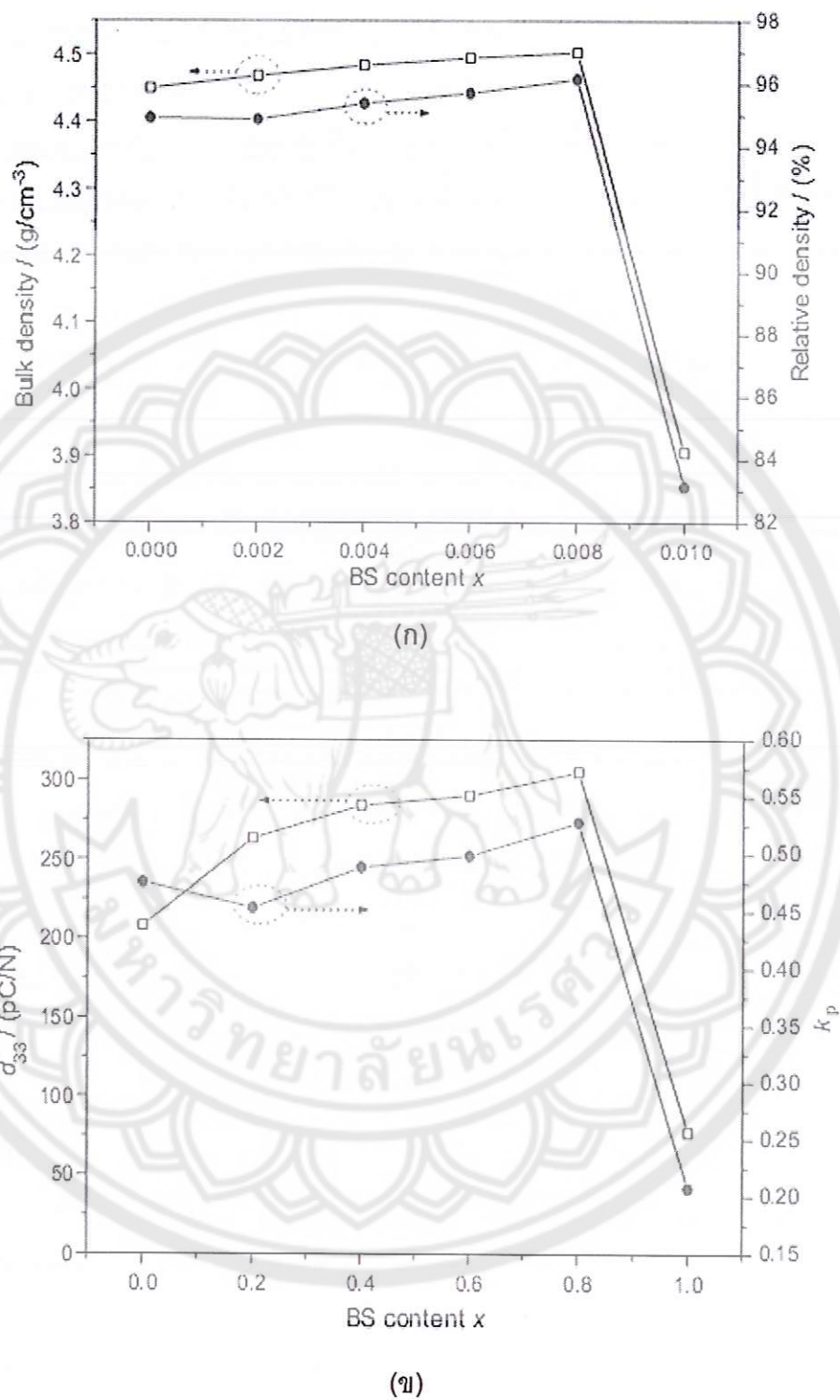
ภาพ 16 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกและเซรามิก KNN ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1120 องศาเซลเซียสโดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิต่างๆ [12]



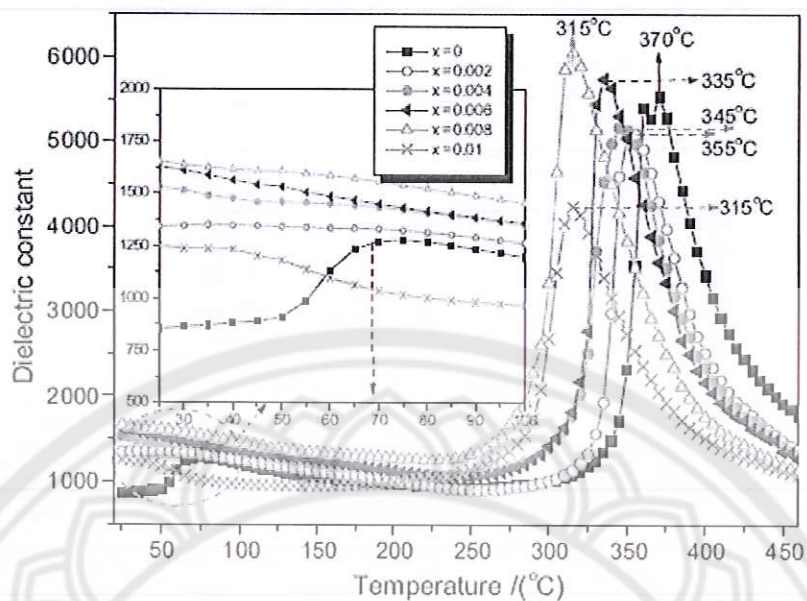
ภาพ 17 ภาพถ่ายพื้นผิวของเซรามิก KNN ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง [12]

หลังจากนั้น H. Bo และคณะ [13] เตรียมและศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก KNN โดยวิธี Polymerized complex โดยละลายสารตั้งต้น K_2CO_3 และ Na_2CO_3 ในสารละลายซีเตรตที่มีค่า pH=7 แล้วค่อยๆหยด ethylene glycol ลงในสารละลายเพื่อให้ได้เป็น polymeric sol จากนั้นนำไปทำให้แห้ง แล้วนำไปแคลไซน์และซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 800 และ 1100 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกที่ได้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องคือ 407 ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก $d_{33} = 125$ พิโคคูลอมบ์ต่อนิวตัน สัมประสิทธิ์คูบเชิงกลเชิงระนาบ $k_p = 0.4$ ค่าโพลาไรเซชันเหลือค้าง $P_r = 4.1$ ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร ค่าสนามไฟฟ้าบีบบังคับ $E_c = 13.2$ กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร

ในช่วงปี ค.ศ. 2009-2010 J. Minhong [26-29] และคณะได้พยายามปรับปรุงและพัฒนาเซรามิกเพียโซอิเล็กทริกที่มี KNN เป็นองค์ประกอบหลักโดยการสังเคราะห์เซรามิก $(1-x)(K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3-LiSbO_3-xBiMeO_3$ (Me คือ Sc Fe และ Ni) [25-26] เมื่อ $0 \leq x \leq 0.01$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 850-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1090-1105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง แล้วศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก พบว่าแลตทิซของ LS, BN, BS และ BF สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ในแลตทิซของ KNN ได้อย่างสมบูรณ์ทำให้ได้เซรามิกเพอรอฟสไกต์ที่มีความบริสุทธิ์และมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นด้วย นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณสารเจือปนนั้นมีผลต่อโครงสร้างและสมบัติทางไฟฟ้าอย่างเห็นได้ชัด โดยเซรามิก KNN-LS-BS มีโครงสร้างแบบออโรอโรมบิคเมื่อ $x=0$ และมีโครงสร้างแบบเทระโกนอลเมื่อปริมาณ $x>0$ เซรามิกมีความหนาแน่น เซรามิกมีค่าความหนาแน่น ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก และสัมประสิทธิ์คูบเชิงกลเชิงระนาบ (k_p) เพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณ x เพิ่มขึ้นจนถึง 0.008 และหลังจากนั้นมีค่าลดลง เมื่อปริมาณ x เพิ่มถึง 0.01 แสดงดังภาพ 18 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิกที่ปริมาณ x ต่างๆแสดงดังภาพ 19 พบว่าที่ปริมาณ $x=0$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกแสดงพีค 2 พีค ที่อุณหภูมิประมาณ 70 และ 370 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงถึงการเปลี่ยนเฟสจากออโรอโรมบิคเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นเทระโกนอลเฟร์โรอิเล็กทริก และจากเทระโกนอลเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นคิวบิกพาราอิเล็กทริกตามลำดับ ส่วนที่ปริมาณ $x=0.002-0.01$ นั้นเกิดการเปลี่ยนเฟสจากเทระโกนอลเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นคิวบิกพาราอิเล็กทริกเท่านั้น โดยอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสหรืออุณหภูมิคูรี (T_c) มีค่าลดลงเมื่อปริมาณ x เพิ่มขึ้น แสดงดังตาราง 1



ภาพ 18 (ก) ความหนาแน่นและ (ข) ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} และ k_p ของเซรามิก KNN-LS-BS [26]

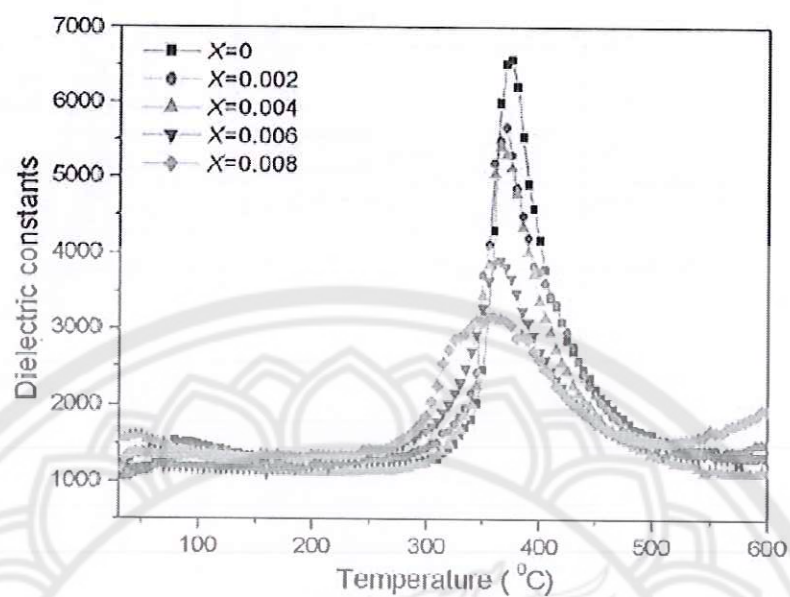


ภาพ 19 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BF [26]

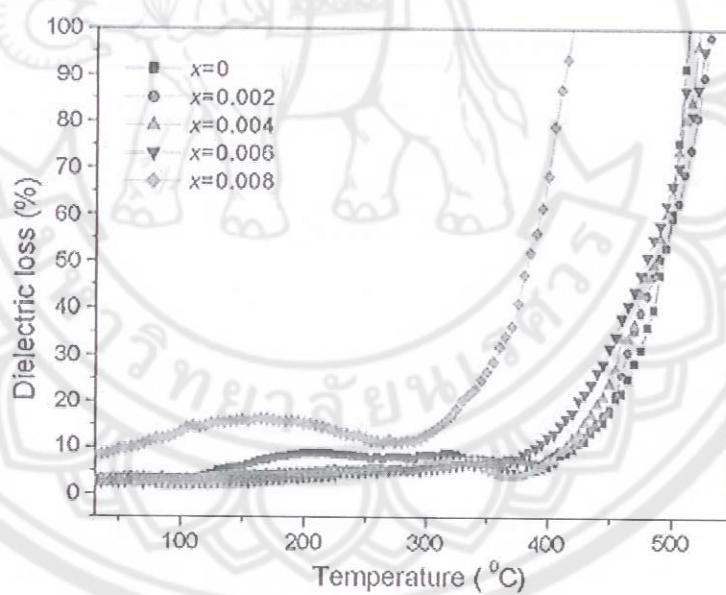
เซรามิก KNN-LS-BF [27-28] มีโครงสร้างแบบอโรโรมบิกเมื่อปริมาณ $x < 0.04$ และมีโครงสร้างแบบเทระโกนอลเมื่อปริมาณ $x \geq 0.04$ ค่าความหนาแน่น, d_{33} , k_p , Q_m , $\tan \delta$, ϵ_r , และ T_c ที่ปริมาณ $0 \leq x \leq 0.01$ แสดงดังตารางที่ 1 โดยเซรามิกมีค่าความหนาแน่น ค่า d_{33} ค่า k_p และค่า ϵ_r สูงสุดเมื่อปริมาณ $x=0.004$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและการสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ T_c ของเซรามิกแสดงดังภาพ 20 โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในทุกสัดส่วนของ x แสดงพีค 1 พีค ที่อุณหภูมิประมาณ 380 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงเฟสจากเทระโกนอลเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกคิวบิก โดยอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงเฟสมีค่าลดลงเมื่อปริมาณของ x เพิ่มขึ้น

ตาราง 1 ความหนาแน่นและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก KNN-LS-BF [27]

X	0	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01
Bulk density (g/cm ³)	4.47	4.49	4.51	4.37	4.34	4.29
d_{33} (pC/N)	202	231	260	193	89	55
k_p	0.476	0.489	0.515	0.395	0.200	0.198
Q_m	48.25	46.51	44.48	68.96	59.26	57.19
$\tan \delta$ (1 kHz)	3.00	3.15	2.00	2.30	8.26	12.80
ϵ_r	1257	1041	1561	1173	1124	1182
T_c (C)	375	370	365	365	360	355



(ก)



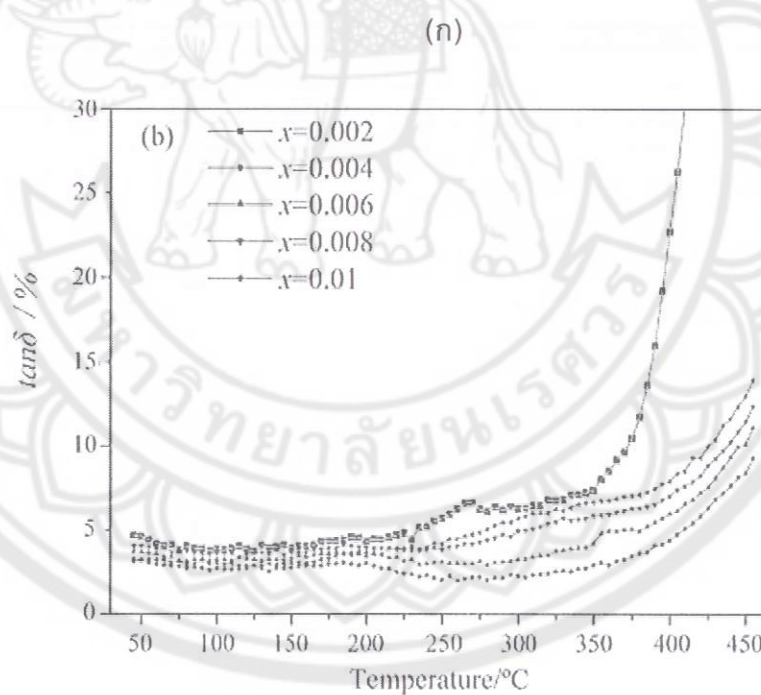
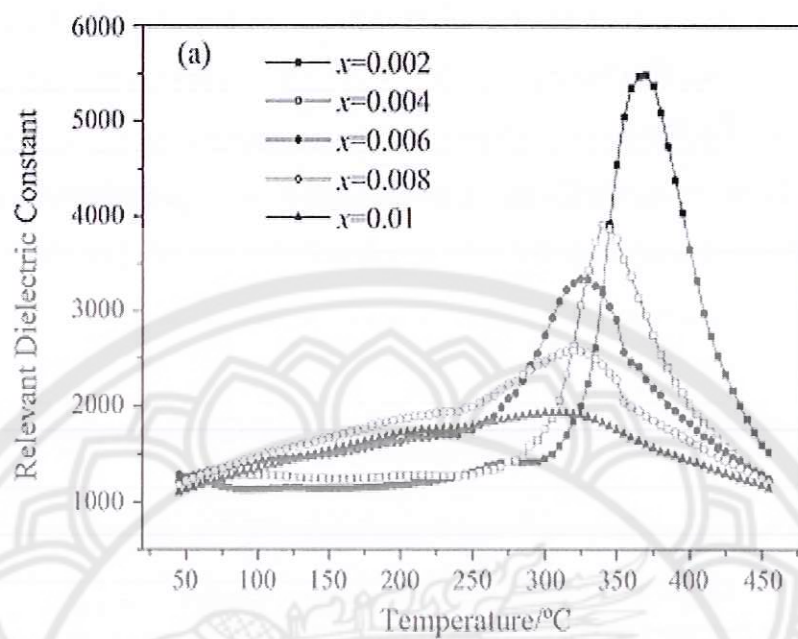
(ข)

ภาพ 20 (ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและ (ข) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BF [27]

เซรามิก KNN-LS-BN [29] มีโครงสร้างแบบอโรทอมบิคเมื่อปริมาณ $x=0$ มีโครงสร้างแบบเทอร์โกนอลเมื่อปริมาณ $x>0.004$ ในขณะที่มีโครงสร้างร่วมระหว่างอโรทอมบิคและเทอร์โกนอลเมื่อปริมาณ $x=0.002$ และ 0.004 ค่าความหนาแน่น, d_{33} , k_p , Q_m และ T_c แสดงดังตาราง 2 โดยพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นและค่า d_{33} สูงสุดที่ปริมาณ $x=0.002$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและการสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิคูรีของเซรามิกแสดงดังภาพ 21 โดยที่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดและอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณ x เพิ่มขึ้น

ตาราง 2 ความหนาแน่นและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก KNN-LS-BN [29]

	X					
	0	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01
Bulk density (g/cm^3)	4.40	4.43	4.39	4.31	4.33	4.26
Poling electric field (kV/mm)	-	3.987	4.663	4.717	7.445	8.796
d_{33} (pC/N)	212	240	195	185	105	60
k_p	0.46	0.44	0.42	0.38	0.24	0.15
Q_m	40	37	55	75	80	96
T_c (C)	358	360	340	330	325	305



(ข)

ภาพ 21 (ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและ (ข) การสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BN

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99%
2. โซเดียมคาร์บอเนต ($NaCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99%
3. ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99%
4. ไนโอเบียมเพนตะออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ 99%
5. แอนติโมนิ (III) ออกไซด์ (Sb_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.9%
6. บิสมัทออกไซด์ (Bi_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.9%
7. สแกนเดียมออกไซด์ (Sc_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.9%
8. ไอรอน (III) ออกไซด์ (Fe_2O_3) ความบริสุทธิ์ 99.9%
9. เอทิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ (Ethanol absolute) ความบริสุทธิ์ 99.7%
10. ไกลซีน (Glycine)

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. เครื่องชั่งสารแบบละเอียด satorius AG GOTTINGEN type Fabr-Nr (ควบคุมการทำงานด้วยวงจรวจรอิเล็กทรอนิกส์) ใช้ชั่งมวลได้มากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียดถึง 0.001 กรัม
2. ตู้อบสารของยี่ห้อ memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิที่สูงที่สุดในการอบสาร 200 องศาเซลเซียส
3. ครอบป้องกันพลาสติกที่ใช้ผสมสารทำด้วยพอลิเมออร์มีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 เซนติเมตร ความสูงประมาณ 10.7 เซนติเมตร
4. ลูกบดรูปทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิเมตร (จำนวน 200 ลูก)
5. เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบอล (Ball milling) มีลักษณะเป็นแกนเหล็ก 2 แกน วางตามแนวราบใช้มอเตอร์ประเภท single phase induction motor
6. เตาให้ความร้อนสำหรับทำให้สารระเหยออก
7. แท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) สำหรับกวนให้สารระเหยออก

8. ซ้อนตักสาร

9. ครกหยก สำหรับบดสาร

10. ปีกเกอร์ขนาด 200, 500 และ 1000 ซีซี

11. แม่พิมพ์ (Punch and die) ใช้ในการอัดสาร

12. กระดาษฟอยล์

13. เครื่องอัดไฮดรอลิก ใช้สำหรับขึ้นรูปสารอัดแรงดันได้สูงสุด 1000 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์

เซนติเมตร

14. เตาเผาสาร Eurotherm อุณหภูมิสูงที่สุดในการเผา 1200 องศาเซลเซียส

15. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer)

16. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

17. เครื่องวัดค่าไดอิเล็กทริก (Aligent LCR Meter)

18. เครื่องวัดวงฮีสเทอรีซิส

19. เครื่องวัดสมบัติเพียโซอิเล็กทริก quasi-static piezoelectric d_{33}

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมเซรามิก KNN-LS-BS

1. คำนวณและชั่งสารตั้งต้น K_2CO_3 , $NaCO_3$, Nb_2O_5 , $LiCO_3$, Sb_2O_3 , Bi_2O_3 และ Sc_2O_3 โดยใช้หลักปริมาณสารสัมพันธ์

2. นำสารที่ชั่งมาผสมกันในกระป๋องบอลลพลาสติกที่บรรจุเม็ดบอลลแล้วเติมเอทานอลลง
ไปปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารตั้งต้นเข้ากันได้ดี จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วจะไปวางบน
เครื่องบดย่อยแบบลูกบอลลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วนำไปเทลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนปีกเกอร์เพื่อล้างสาร
ออกจากเม็ดบอลล จากนั้นใส่แท่งแม่เหล็กลงไปและปิดฝาด้วยกระดาษฟอยล์โดยเจาะรูระบาย
ความร้อนที่ด้านบน แล้วนำไปตั้งบนเตาที่มีอุณหภูมิประมาณ 250-280 องศาเซลเซียสเพื่อให้เอทา
นอลระเหย

4. เมื่อเอทานอลระเหยออกหมดแล้วนำไปอบในตู้อบ โดยใช้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดด้วยครกหยกเพื่อคัดขนาดของอนุภาคให้มีความสม่ำเสมอ

5. นำผงผสมมาบดผสมกับเชื้อเพลิงคือไกลซีนในอัตราส่วน 1:2 จากนั้นนำสารมาคัต
ขนาดอีกครั้งหนึ่ง

6. นำสารที่คัดขนาดเรียบร้อยแล้วใส่ในถ้วยอลูมินา แล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5-3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาทิจากนั้นนำผงผลึกที่เผาได้ไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

7. นำผงผลึก KNN-LS-BS ที่ได้จากการแคลไซน์มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุเม็ดบอลลแล้วเติมเอทานอลลงไปปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสมตัวประสานลงไป 3% โดยน้ำหนัก จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปบดย่อยแบบลูกบอลลเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

8. เมื่อครบ 12 ชั่วโมงแล้ว เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อล้างสารออกจากเม็ดบอลล จากนั้นใส่แท่งแม่เหล็กลงไปและปิดฝาด้วยกระดาษฟอยล์โดยเจาะรูระบายความร้อนที่ด้านบน แล้วนำไปตั้งบนเตาที่มีอุณหภูมิประมาณ 250-280 องศาเซลเซียสเพื่อให้เอทานอลระเหย

9. เมื่อเอทานอลระเหยออกหมดแล้วนำไปอบในตู้อบ โดยใช้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดด้วยครกหยกเพื่อคัดขนาดของอนุภาคให้มีความสม่ำเสมอ

10. นำสารที่อบเสร็จแล้วมาบดโดยใช้ครกหยกจากนั้นนำผงที่ได้มาทำการคัดขนาดเพื่อให้ได้ผงที่มีความละเอียดและมีขนาดสม่ำเสมอ

11. นำผงผลึกที่คัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปให้เป็นรูปเหรียญทรงกระบอกโดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึก 1.4 กรัมต่อการอัดขึ้นรูป 1 ครั้ง ซึ่งใช้แรงดันในการอัดประมาณ 80 เมกะปาสคาล

12. นำชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเสร็จแล้วมาเรียงในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิด โดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ซึ่งแต่ละชั้นจะใส่ผงอลูมินา แล้วทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาทิจากนั้นนำผงผลึกที่เผาได้ไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หาความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำโดยอาศัยหลักการของอเคมีดิส ศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR (ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 500 องศาเซลเซียส) วัดวงรอบฮิสเทอรีซิสและวัดค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} โดยเครื่อง quasi-static piezoelectric d_{33}

13. นำเซรามิกที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หาความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำโดยอาศัยหลักการของอเคมีดิส ศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR (ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 500 องศาเซลเซียส) วัดวงรอบฮิสเทอรีซิสและวัดค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} โดยเครื่อง quasi-static piezoelectric d_{33}

3.3.2 การเตรียมเซรามิก KNN-LS-BF

1. คำนวณและชั่งสารตั้งต้น K_2CO_3 , $NaCO_3$, Nb_2O_5 , $LiCO_3$, Sb_2O_3 , Bi_2O_3 และ Fe_2O_3 โดยใช้หลักปริมาณสารสัมพันธ์

2. นำสารที่ซึ่งมาผสมกันในกระป๋องบอลลพลาสติกที่บรรจุเม็ดบอลลแล้วเติมเอทานอลลงไปปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารตั้งต้นเข้ากันได้ดี จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วจะไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วนำไปเทลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อล้างสารออกจากเม็ดบอลล จากนั้นใส่แท่งแม่เหล็กลงไปและปิดฝาด้วยกระดาษฟอยล์โดยเจาะรูระบายความร้อนที่ด้านบน แล้วนำไปตั้งบนเตาที่มีอุณหภูมิประมาณ 250-280 องศาเซลเซียสเพื่อให้เอทานอลระเหย

4. เมื่อเอทานอลระเหยออกหมดแล้วนำไปอบในตู้อบ โดยใช้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดด้วยครกหยกเพื่อคัดขนาดของอนุภาคให้มีความสม่ำเสมอ

5. นำผงผสมมาบดผสมกับเชื้อเพลิงคือไกลซินในอัตราส่วน 1:2 จากนั้นนำสารมาคัดขนาดอีกครั้งหนึ่ง

6. นำสารที่คัดขนาดเรียบร้อยแล้วใส่ในถ้วยอลูมินา แล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาที่ จากนั้นนำผงผลึกที่เผาได้ไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

7. นำผงผลึก KNN-LS-BF ที่ได้จากการแคลไซน์มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุเม็ดบอลลแล้วเติมเอทานอลลงไปปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสมตัวประสานลงไป 3% โดยน้ำหนัก จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปบดย่อยแบบลูกบอลลเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

8. เมื่อครบ 12 ชั่วโมงแล้ว เทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อล้างสารออกจากเม็ดบอลล จากนั้นใส่แท่งแม่เหล็กลงไปและปิดฝาด้วยกระดาษฟอยล์โดยเจาะรูระบายความร้อนที่ด้านบน แล้วนำไปตั้งบนเตาที่มีอุณหภูมิประมาณ 250-280 องศาเซลเซียสเพื่อให้เอทานอลระเหย

9. เมื่อเอทานอลระเหยออกหมดแล้วนำไปอบในตู้อบ โดยใช้อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดด้วยครกหยกเพื่อคัดขนาดของอนุภาคให้มีความสม่ำเสมอ

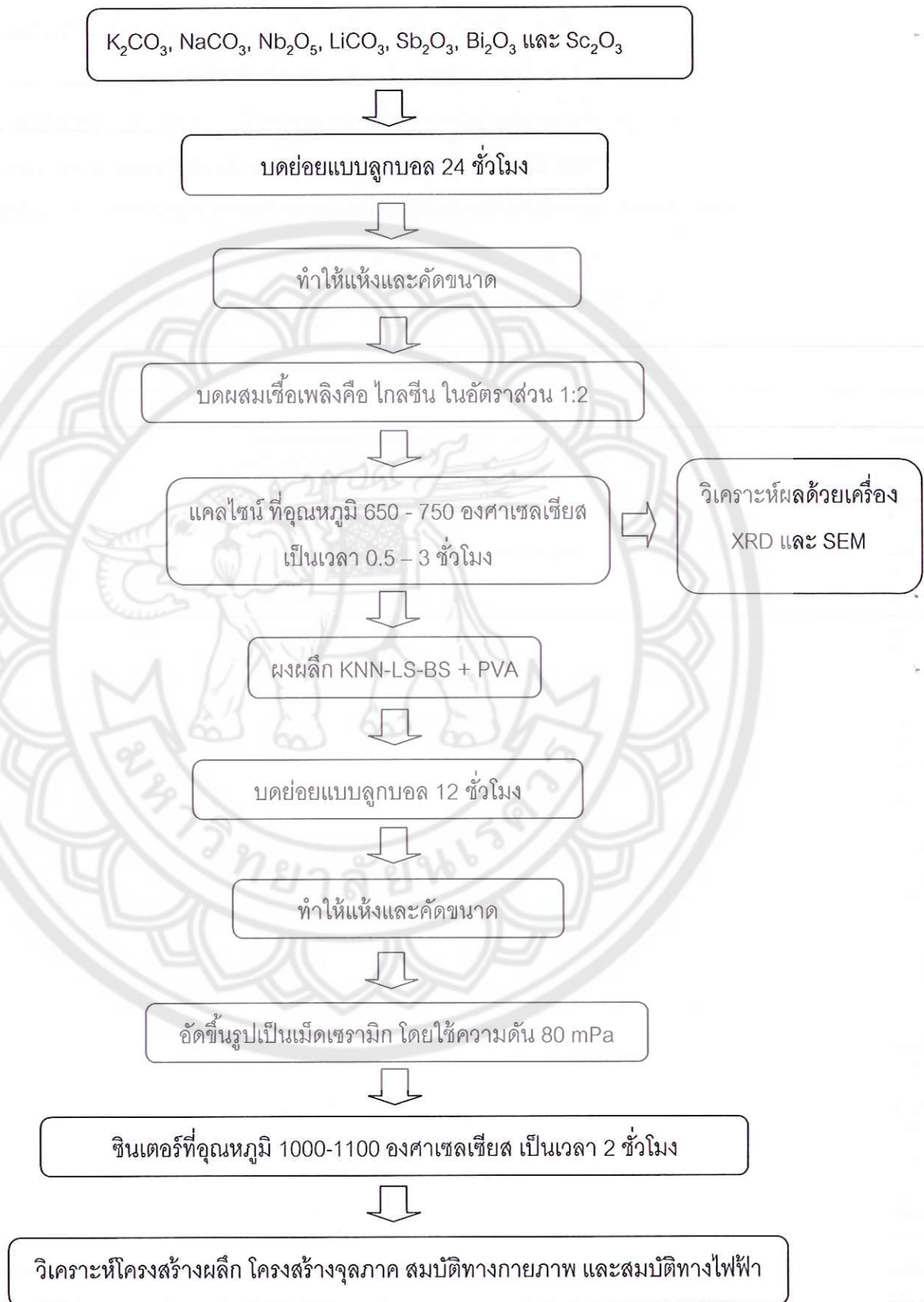
10. นำสารที่อบเสร็จแล้วมาบดโดยใช้ครกหยกจากนั้นนำผงที่ได้มาทำการคัดขนาดเพื่อให้ได้ผงที่มีความละเอียดและมีขนาดสม่ำเสมอ

11. นำผงผลึกที่คัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปให้เป็นรูปเหรียญทรงกระบอกโดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึก 1.4 กรัมต่อการอัดขึ้นรูป 1 ครั้ง ซึ่งใช้แรงดันในการอัดประมาณ 80 เมกะปาสคาล

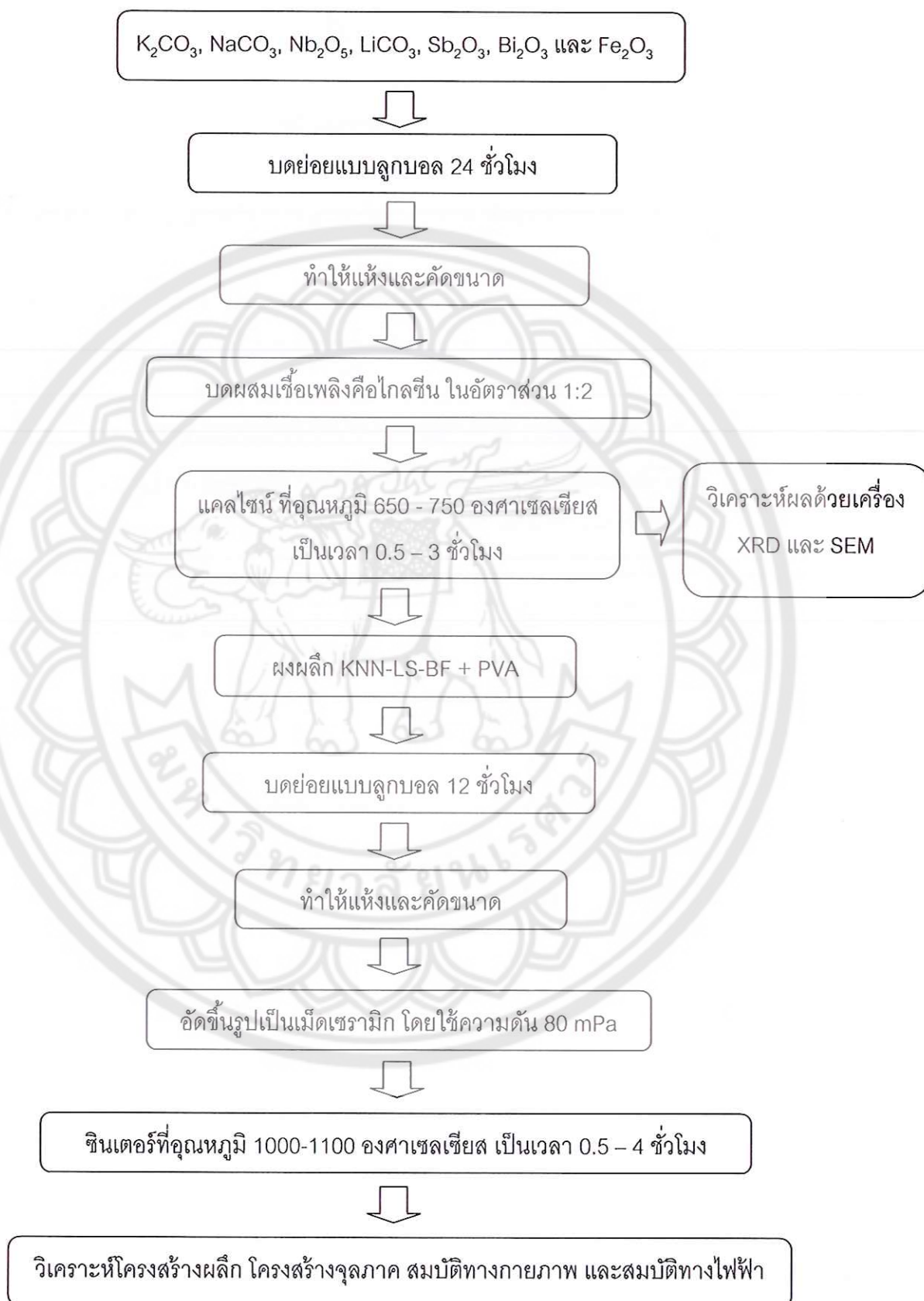
12. นำชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเสร็จแล้วมาเรียงในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิด โดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆซึ่งแต่ละชั้นจะใส่ผงอลูมินา แล้วทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5-4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 และ 10 องศาเซลเซียส/นาที่

13. นำเซรามิกที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หาคความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำโดยอาศัยหลักการของอเคมีดิส ศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR (ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 500 องศาเซลเซียส) วัดวงรอบฮิสเทอรีซิสและวัดค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} โดยเครื่อง quasi-static piezoelectric d_{33}





ภาพ 22 แผนผังการเตรียมเซรามิก KNN-LS-BS



ภาพ 23 แผนผังการเตรียมเซรามิก KNN-LS-BF

บทที่ 4

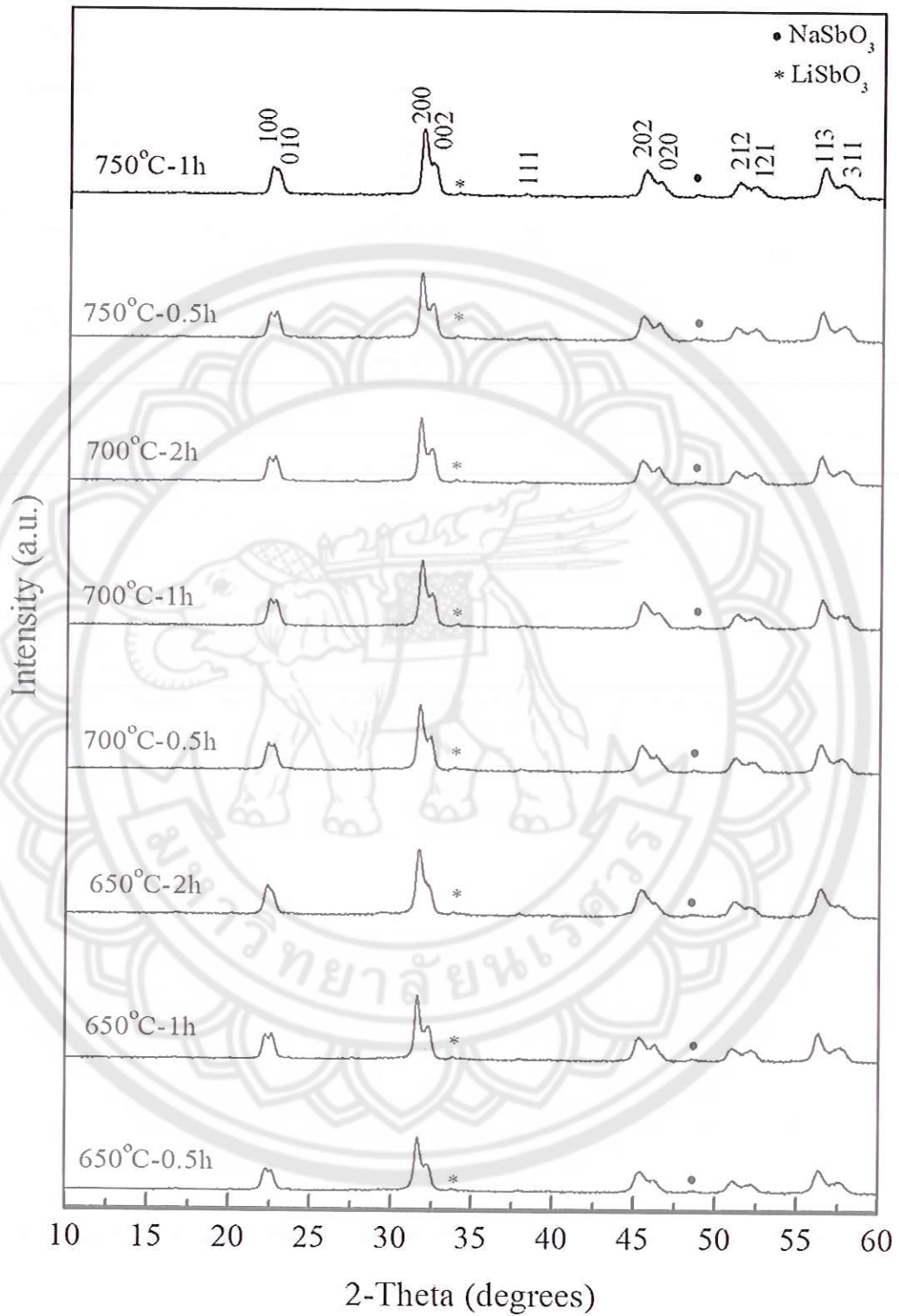
ผลการวิจัย

4.1. ผลการตรวจวิเคราะห์ผงผลึกและเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต-ลิเทียมแอนติโมนิ-บิสมัทสแกนเดียม (KNN-LS-BS)

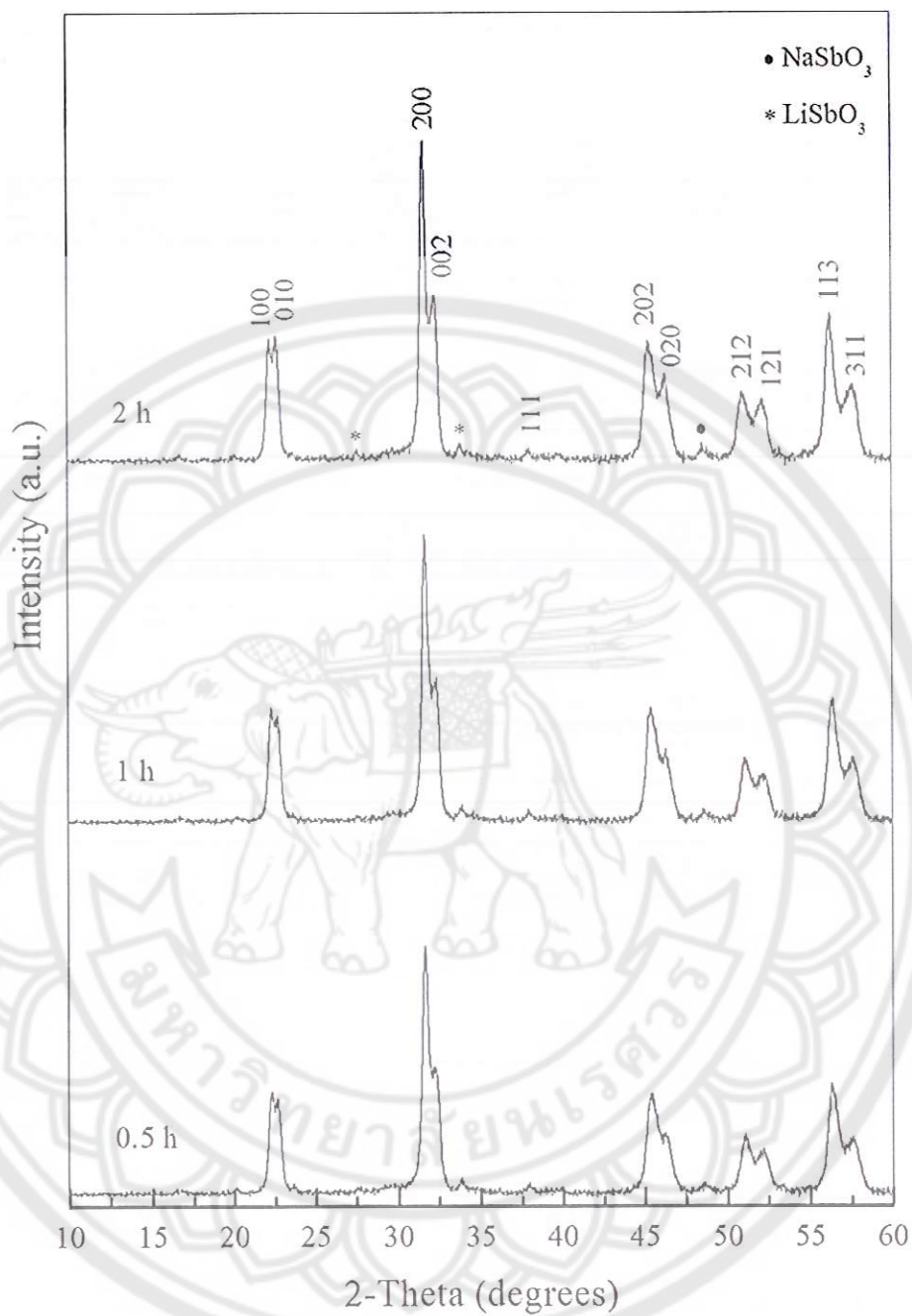
4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคผงผลึก KNN-LS-BS

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BS แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 24 พบว่าปรากฏเฟสแปลกปลอมของ LiSbO_3 และ NaSbO_3 ในทุกเงื่อนไขการแคลไซต์ โดยมีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นจำนวนมาก เมื่อแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 25 พีคของเฟสแปลกปลอมเริ่มลดลงเล็กน้อย เมื่อแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 26 และเฟสแปลกปลอมเริ่มมากขึ้นอีกครั้งเมื่ออุณหภูมิแคลไซต์เพิ่มเป็น 750 องศาเซลเซียส เมื่อคำนวณหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกในทุกเงื่อนไขการแคลไซต์พบว่ามีค่าอยู่ในช่วง 90.24-94.29% แสดงดังตาราง 3 โดยผงผลึกมีร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุดเมื่อแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ดังนั้นเงื่อนไขนี้จึงมีความเหมาะสมที่สุดสำหรับสังเคราะห์เซรามิก KNN-LS-BS

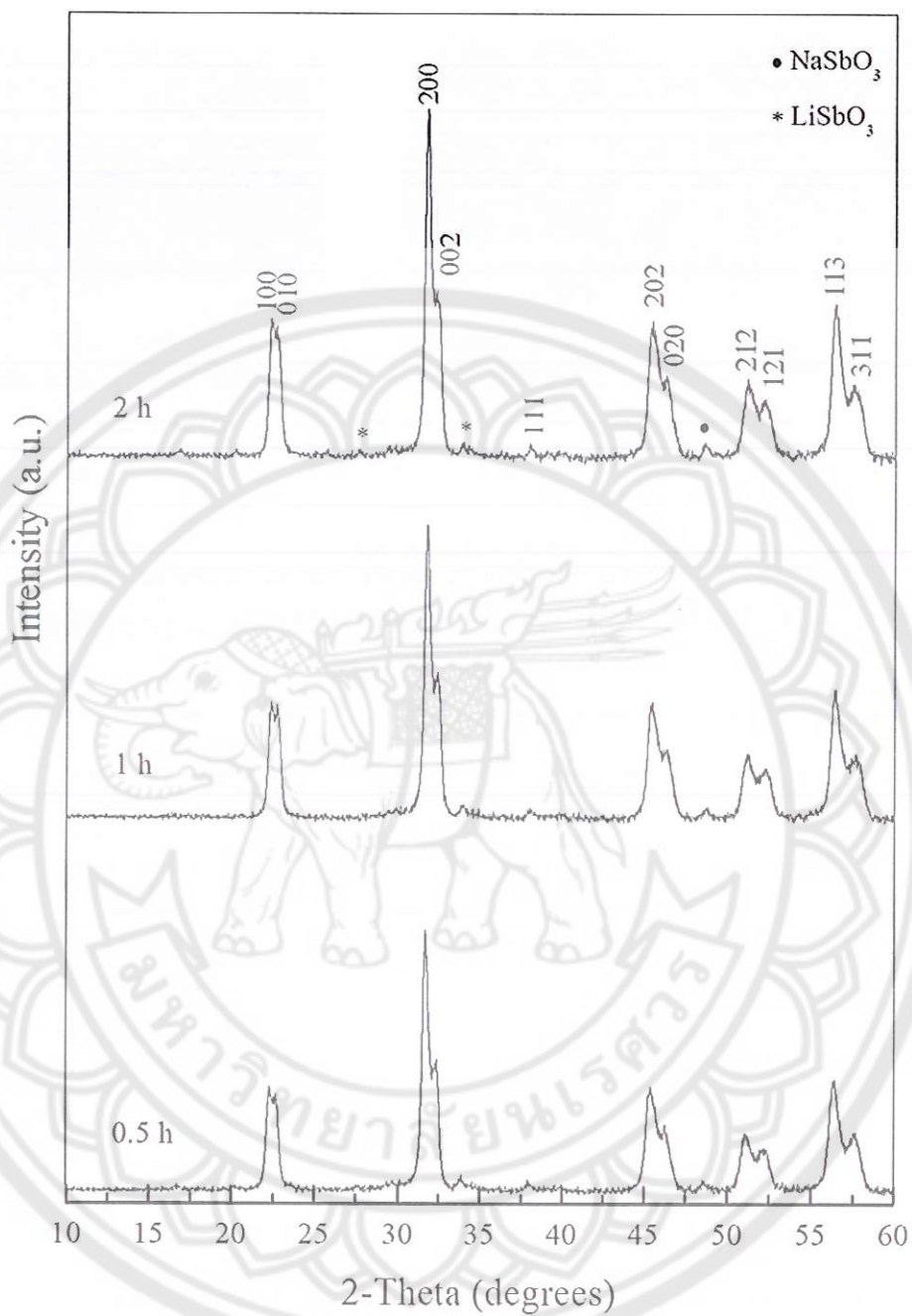
ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก KNN-LS-BS แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-1 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 27 พบว่าอนุภาคของผงผลึกมีลักษณะเกาะรวมตัวกันอยู่เป็นจำนวนมาก เมื่อใช้เวลาในการซินเตอร์เป็น 0.5 ชั่วโมง ในขณะที่ เริ่มเห็นอนุภาคชัดเจนขึ้นแต่ยังคงเกาะตัวเป็นกลุ่มก้อนอยู่ เมื่อเวลาในการซินเตอร์เพิ่มเป็น 1 ชั่วโมง เมื่อคำนวณหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยพบว่ามีค่าประมาณ 0.41-0.46 ไมโครเมตร



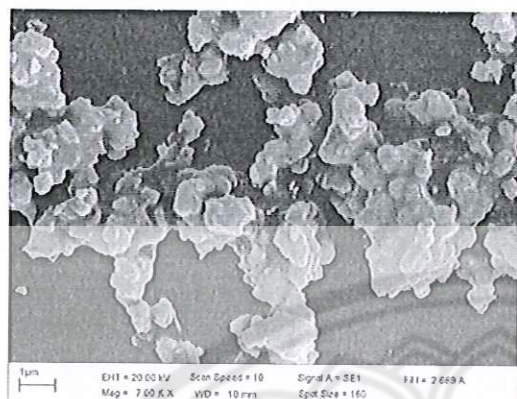
ภาพ 24 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BS ที่อุณหภูมิ 650 – 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง



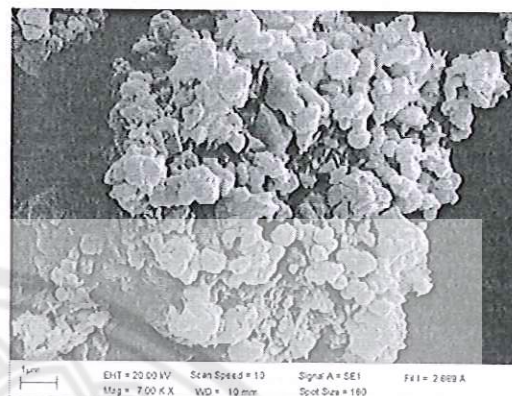
ภาพ 25 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก KNN-LS-BS ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง



ภาพ 26 รูปแบบการเลี้ยวเบนของผลึก KNN-LS-BS ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง



(ก)



(ข)

ภาพ 27 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก KNN-LS-BS แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 0.5 ชั่วโมง และ (ข) 1 ชั่วโมง

ตาราง 3 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก KNN-LS-BS ที่เงื่อนไขการแคลไซน์ต่างๆ

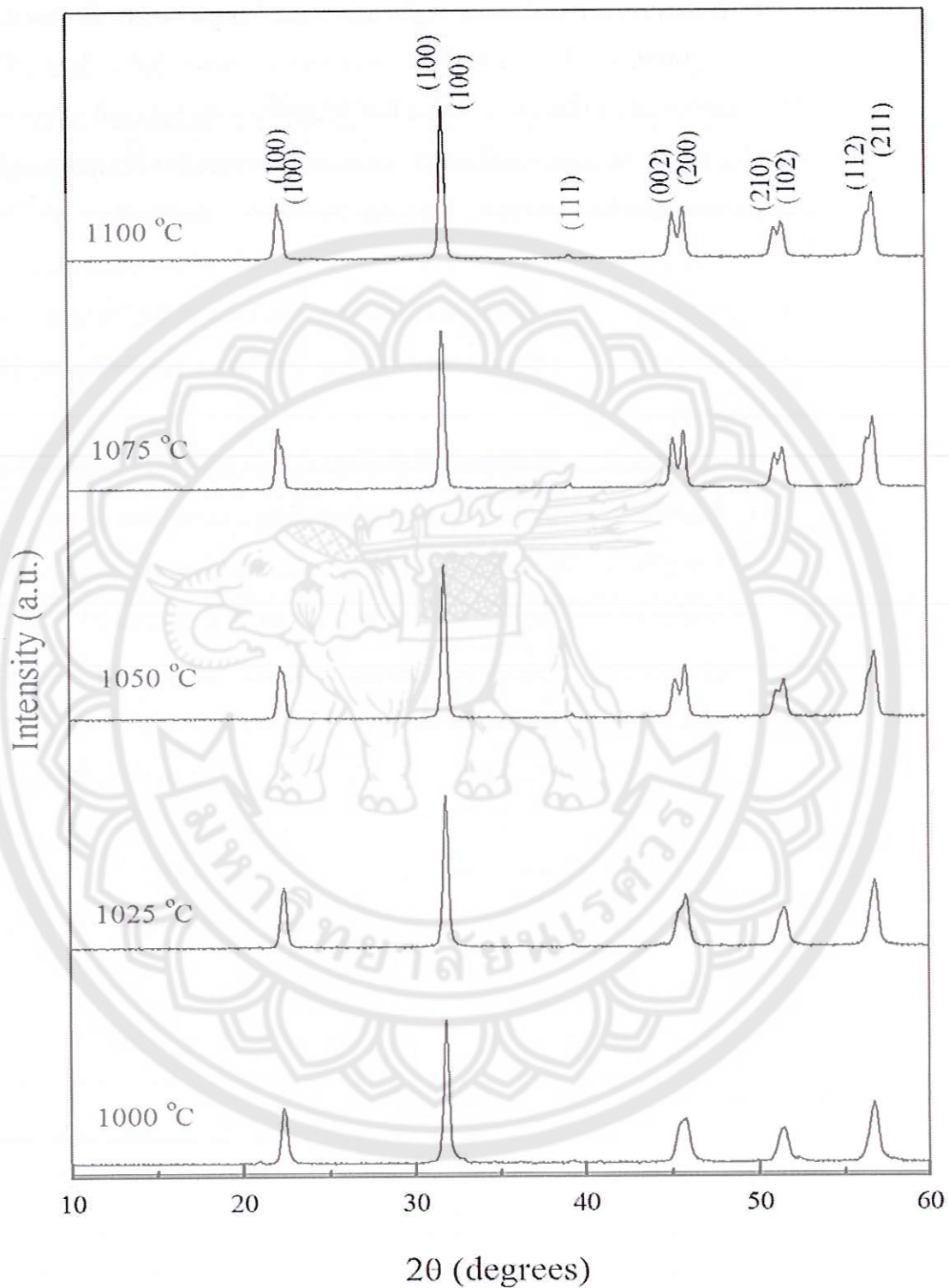
อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	เวลาในการแคลไซน์ (h)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
650	0.5	90.24
	1	91.83
	2	92.11
700	0.5	93.15
	1	94.29
	2	93.01
750	0.5	92.33
	1	92.24

4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคเซรามิก KNN-LS-BS

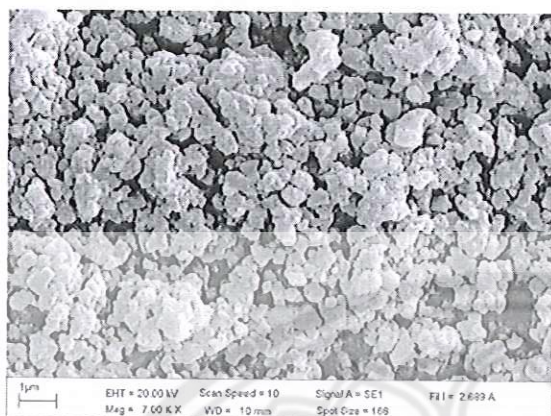
รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BS ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาที่ แสดงดังภาพ 28 พบว่าเซรามิกมีโครงสร้างแบบเทอร์โกโนลบริสุทธิในทุกอุณหภูมิซินเตอร์ ซึ่งสังเกตได้จากการเกิดพีคคู่ 002/200 ในช่วงมุม $2\theta=45-48^\circ$ และพีคเดี่ยว 111 ในช่วงมุม $2\theta=38-40^\circ$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ 1000-1025 องศาเซลเซียสนั้น การแยกของพีค XRD เช่น พีคของระนาบ 002 และ 200 ยังไม่ชัดเจน ในขณะที่อุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มเป็น 1050-1100 องศาเซลเซียส การแยกของพีคมีความชัดเจนมากมากขึ้นซึ่งแสดงให้เห็นว่าเซรามิกที่อุณหภูมิซินเตอร์นี้ มีความเป็นผลึกสูงกว่า

ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณผิวหน้าของเซรามิก KNN-LS-BS ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียส แสดงดังภาพ 29 พบว่าเกรนของเซรามิกในทุกอุณหภูมิซินเตอร์มีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าและสี่เหลี่ยมมุมฉาก คล้ายกับงานวิจัยที่ผ่านมา [26] เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ 1000-1050 องศาเซลเซียส (ดังภาพ 29 (ก-ค)) พบว่ามีรูพรุนเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก อาจเนื่องมาจากเป็นช่วงเริ่มต้นของการซินเตอร์ อนุภาคยังไม่รวมตัวกันแน่นพอและมีบริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคน้อย เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มเป็น 1075 องศาเซลเซียส (ดังภาพ 29 (ง)) รูพรุนหายไป เกรนมีการเจริญเติบโตและมีขนาดใหญ่ขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่อุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มถึง 1100 องศาเซลเซียส (ดังภาพ 29 (จ)) บริเวณขอบเกรนเริ่มเกิดการหลอมละลายติดกับเกรนข้างเคียงและเกรนมีขนาดเล็ก-ใหญ่ไม่สม่ำเสมอ เมื่อคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยพบว่าค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.32 ถึง 1.32 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น แสดงดังตาราง 4

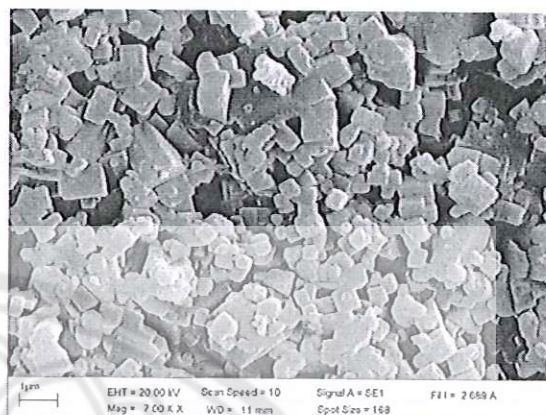
ร้อยละความหดตัวเชิงเส้น ความหนาแน่นจากการทดลอง และความหนาแน่นทางทฤษฎีของเซรามิก KNN-LS-BS แสดงดังตาราง 4 โดยร้อยละการหดตัวของเซรามิกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจาก 4.0-15.9% เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่วนความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มจนถึง 1075 องศาเซลเซียส โดยมีค่า 4.46 g/cm^3 หรือ 98.8% เมื่อเทียบกับทางทฤษฎี หลังจากนั้นมามีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มเป็น 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจเกิดจากการขยายตัวของแก๊สภายในรูพรุนและรูพรุนเกิดการรวมกันจนมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากการเจริญเติบโตของเกรนที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิที่เหมาะสม โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้มีความสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



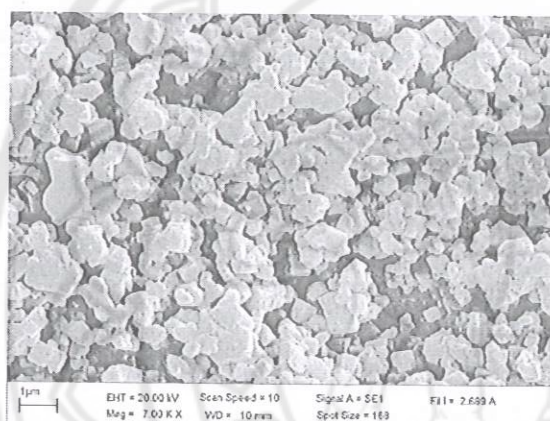
ภาพ 28 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BS ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



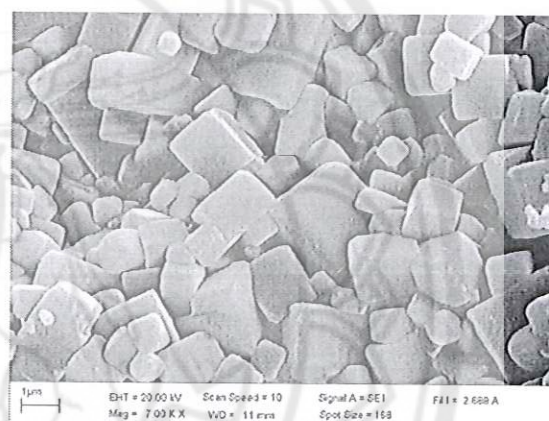
(ก)



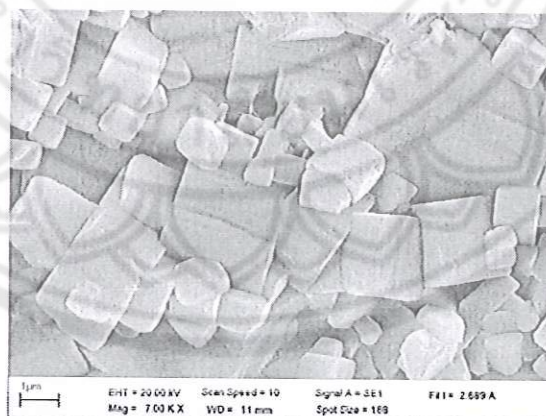
(ข)



(ค)



(ง)

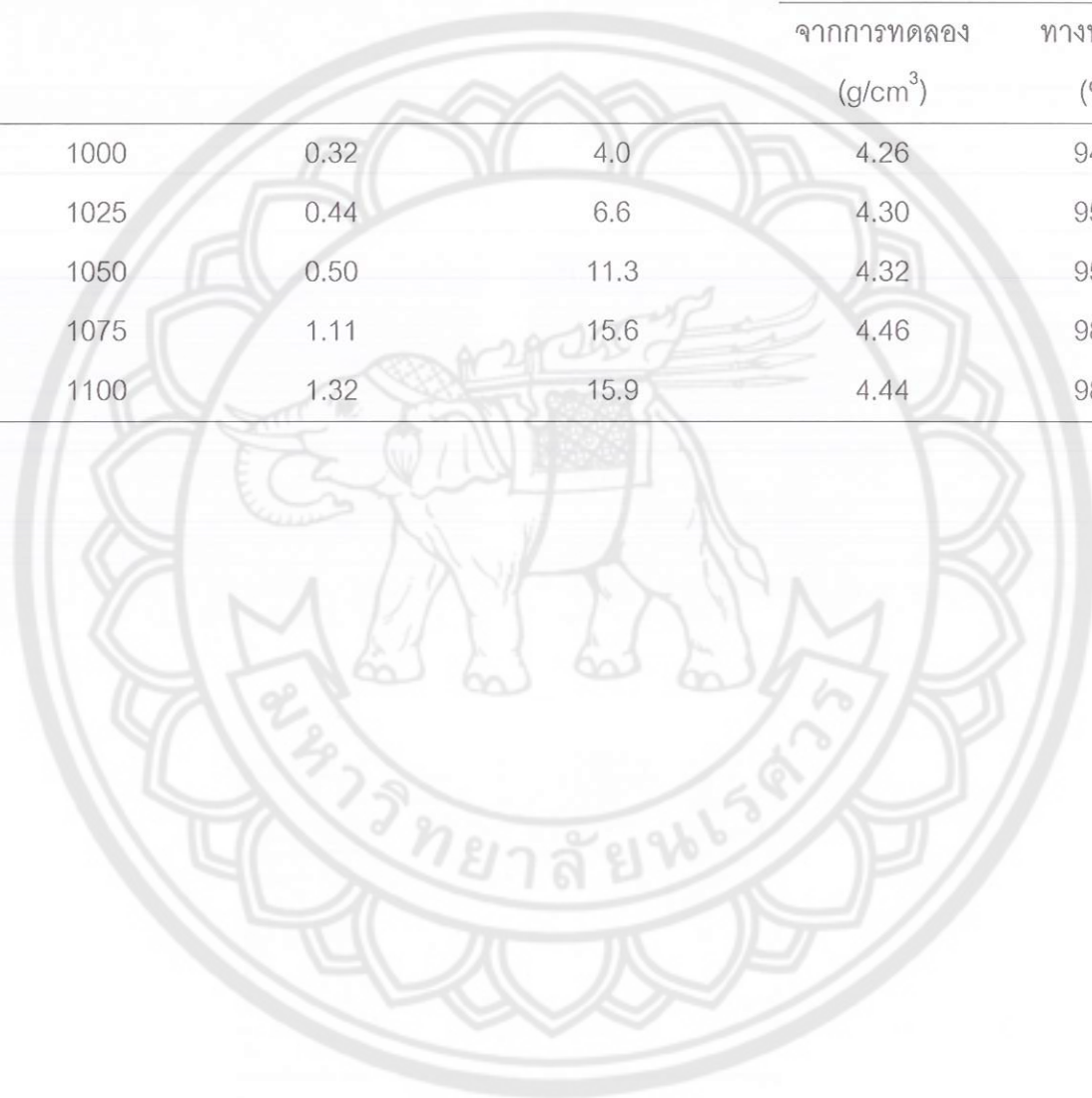


(จ)

ภาพ 29 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก KNN-LS-BS
 ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 °C (ข) 1025 °C (ค) 1050 °C (ง) 1075 °C และ (จ)
 1100 °C

ตาราง 4 ขนาดเกรนเฉลี่ย ร้อยละความหดรตัวเชิงเส้น และความหนาแน่นของเซรามิก
KNN-LS-BS ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	ร้อยละความหดรตัวเชิงเส้น (%)	ความหนาแน่น	
			จากการทดลอง (g/cm^3)	ทางทฤษฎี (%)
1000	0.32	4.0	4.26	94.5
1025	0.44	6.6	4.30	95.3
1050	0.50	11.3	4.32	95.7
1075	1.11	15.6	4.46	98.8
1100	1.32	15.9	4.44	98.3

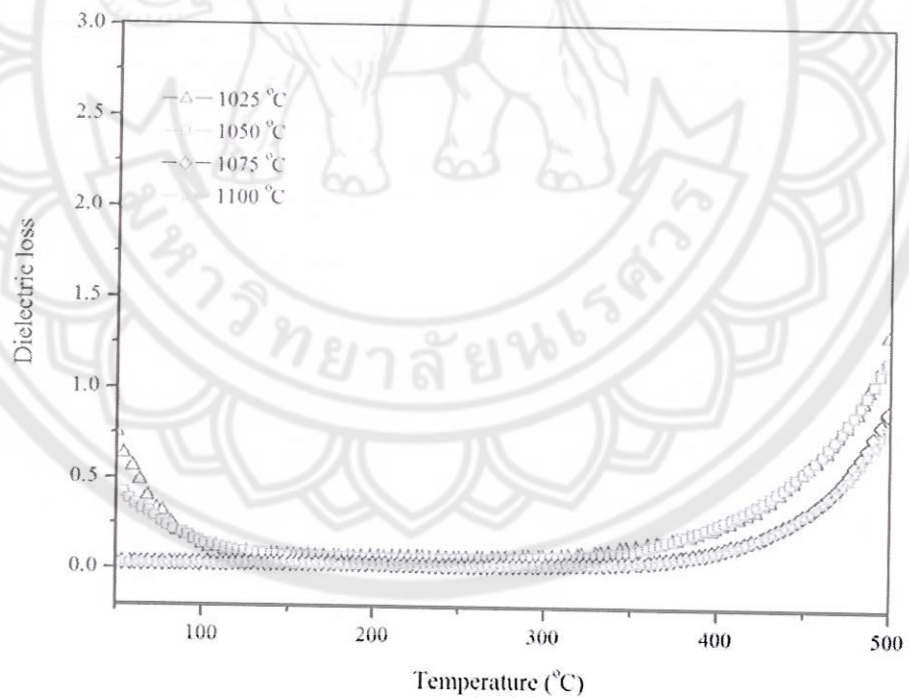
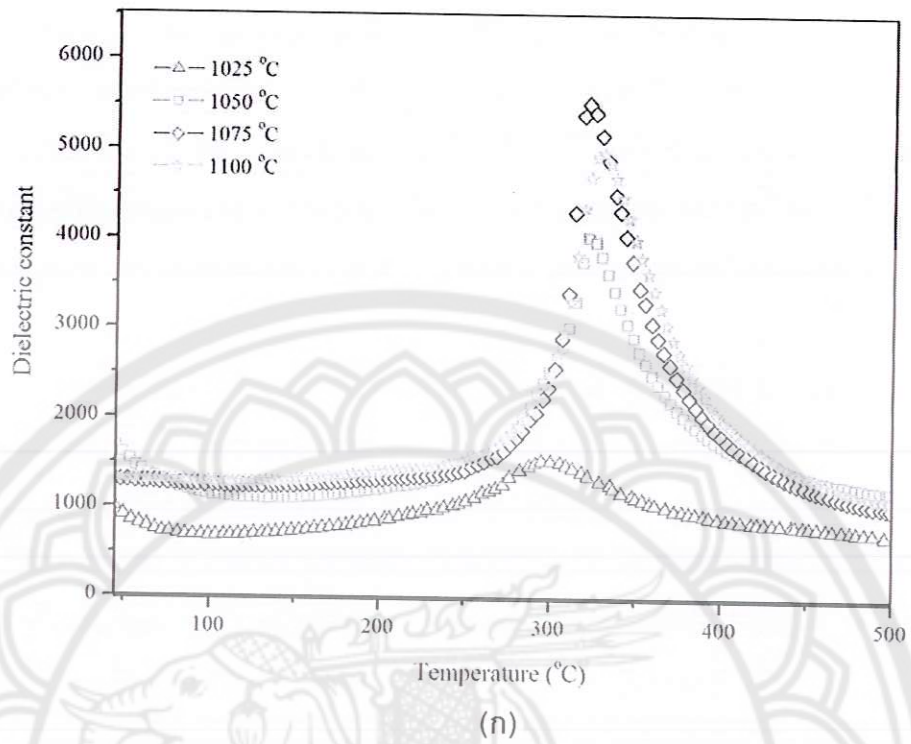


4.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก KNN-LS-BS

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BS แสดงดังภาพ 30 พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกแสดงค่าสูงสุด 1 พีค ที่อุณหภูมิประมาณ 320 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสจากเทอร์โกนอลเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นควิบิคพาราอิเล็กทริกซึ่งได้ผลคล้ายกับงานวิจัยของ J. Minhong และคณะ [26] โดยอุณหภูมิคูรี (T_c) ของเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 289-328 องศาเซลเซียส แสดงดังตาราง 5 นอกจากนี้ยังพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิคูรี มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นและการสูญเสียไดอิเล็กทริกลดลงเมื่ออุณหภูมิขึ้นเตอร์เพิ่มถึง 1075 องศาเซลเซียส คือมีค่าเท่ากับ 5521 และ 0.04 ตามลำดับ หลังจากนั้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลงและการสูญเสียไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิขึ้นเตอร์เป็น 1100 องศาเซลเซียส ทั้งนี้การเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอาจเกิดจากการเกรนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงในภาพ 29 และเริ่มมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิขึ้นเตอร์เพิ่มเป็น 1100 องศาเซลเซียส ในขณะที่ขนาดเกรนยังคงโตขึ้น ซึ่งอาจเป็นสาเหตุมาจากที่อุณหภูมิเริ่มเกิดรูพรุนขึ้นภายในเซรามิก ผลการวิเคราะห์สมบัติไดอิเล็กทริกมีความสอดคล้องกับการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

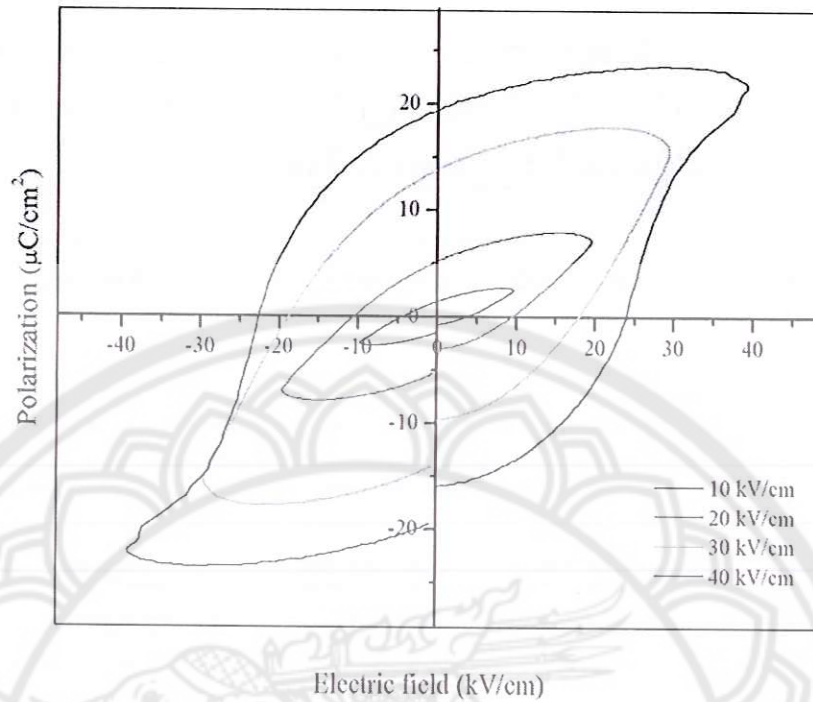
จากการศึกษาสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกเซรามิก KNN-LS-BS ของเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุด โดยวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสที่สนามไฟฟ้าต่างๆ แสดงดังภาพ 31 พบว่าสนามไฟฟ้ามีผลทำให้รูปร่างของวงรอบฮิสเทอรีซิสมีความแตกต่างกัน โดยที่สนามไฟฟ้า 10 kV/cm นั้น วงรอบฮิสเทอรีซิสมีลักษณะแคบและเกือบเป็นเส้นตรง ซึ่งอาจเกิดจากสนามไฟฟ้ามีค่าไม่สูงพอที่จะบังคับให้โดเมนจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันได้ และเมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นส่งผลให้วงรอบฮิสเทอรีซิสมีขนาดใหญ่และกว้างขึ้น อาจเป็นเพราะสนามไฟฟ้าบีบบังคับมีค่าพอที่จะทำให้โดเมนมีการจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกับสนามไฟฟ้านั้น นอกจากนี้ยังพบว่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (P_s), โพลาริเซชันคงค้าง (P_r) และค่าสนามไฟฟ้าบีบบังคับ (E_c) ของเซรามิกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อสนามไฟฟ้าที่ให้แก่เซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้น แสดงดังตาราง 6 โดยมีค่า P_s , P_r และ E_c สูงสุดเท่ากับ $21.55 \mu\text{C cm}^{-2}$, $19.41 \mu\text{C cm}^{-2}$ และ 24.11 kV/cm ตามลำดับ เมื่อใช้สนามไฟฟ้า 40 kV cm^{-1} เมื่อคำนวณหาความเป็นเฟร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric squareness; R_{sq}) ของเซรามิกพบว่าเมื่อค่าเพิ่มขึ้นเมื่อสนามไฟฟ้าที่ให้แก่เซรามิกเพิ่มขึ้น แสดงดังตาราง 6 โดยมีค่าสูงสุดคือ 1.28 เมื่อใช้สนามไฟฟ้า 40 kV cm^{-1}

การศึกษาสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BS ที่มีความหนาแน่นสูงสุดโดยการวัดค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} ทำการโพลลิง (polling) ภายใต้สนามไฟฟ้า $15 \text{ kV}_{\text{DC}}$ ใน silicone oil ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที เท่ากับ 272 พิโคคูลอมบ์/นิวตัน แสดงดังตาราง 5



(ข)

ภาพ 30 (ก) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและ (ข) การสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BS



ภาพ 31 วงรอบฮิสเทอรีซิสของเซรามิก KNN-LS-BS ที่สนามไฟฟ้าต่างๆ

ตาราง 5 อุณหภูมิคูรี (T_c) สมบัติไดอิเล็กทริก และค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก (d_{33}) ของเซรามิก KNN-LS-BS

อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	อุณหภูมิคูรี (°C)	สมบัติไดอิเล็กทริก		ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} (pC/N)
		ϵ_r	$\tan\delta$	
1025	289	1050	0.08	-
1050	322	4032	0.08	-
1075	320	5521	0.04	273
1100	328	4975	0.05	-

ตาราง 6 โพลาริเซชันอิมิตัว (P_s) โพลาริเซชันคงค้าง (P_r) สนามไฟฟ้าบีบบังคับ (E_c) และค่าความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (R_{90}) ที่สนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิก KNN-LS-BS ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส

สนามไฟฟ้า (kV/cm)	โพลาริเซชัน อิมิตัว ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	โพลาริเซชันคงค้าง ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	สนามไฟฟ้า ลบล้าง (kV/cm)	ความเป็นเฟอร์โร อิเล็กทริก
10	2.45	1.42	3.82	0.60
20	6.98	5.20	9.44	0.84
30	15.12	13.80	18.28	1.10
40	21.55	19.41	24.11	1.28

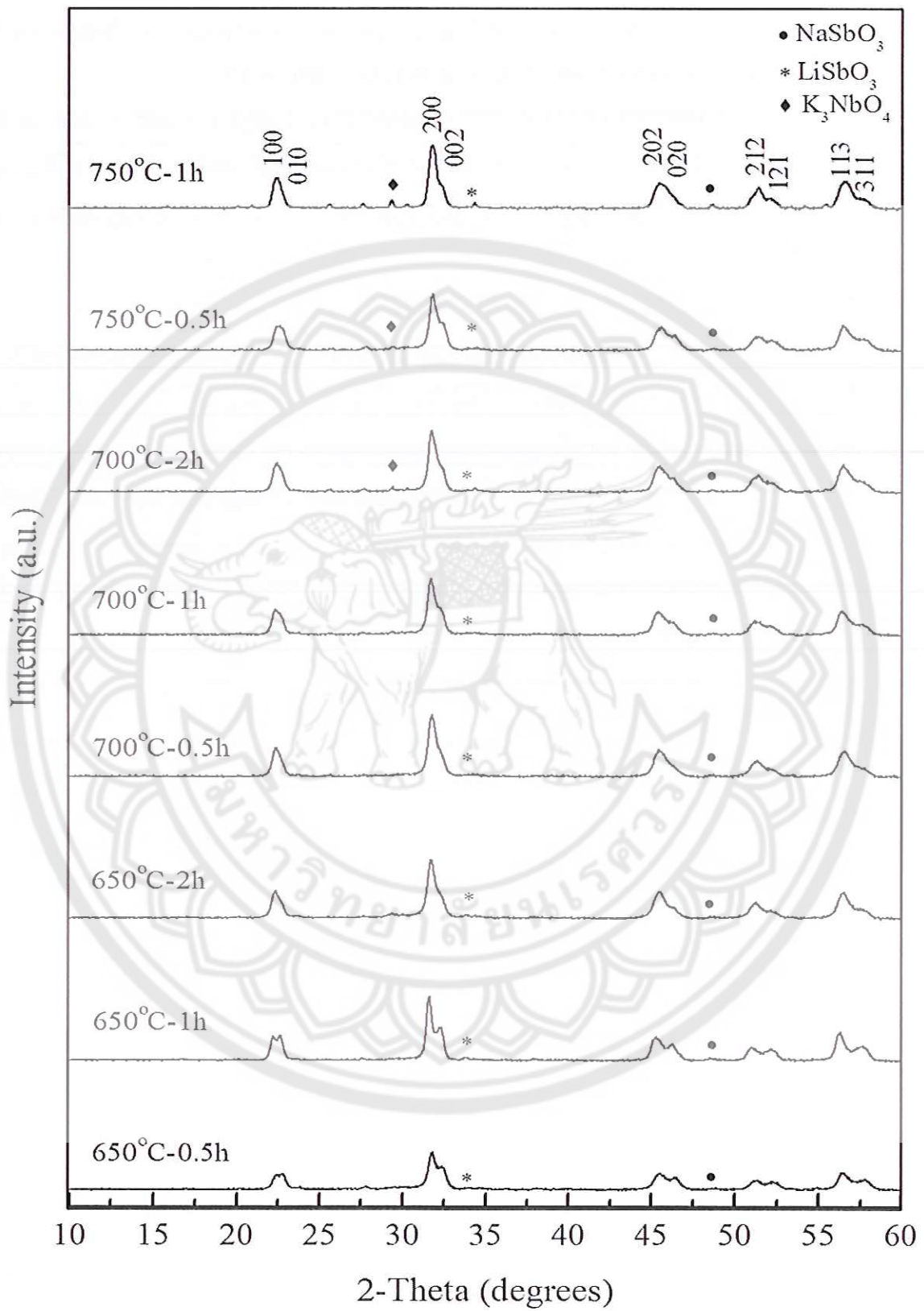


4.2 ผลการตรวจวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงผลึกและเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนเบต-ลิเทียมแอนติโมนิ-บิธม์สเฟอไรต์ (KNN-LS-BF)

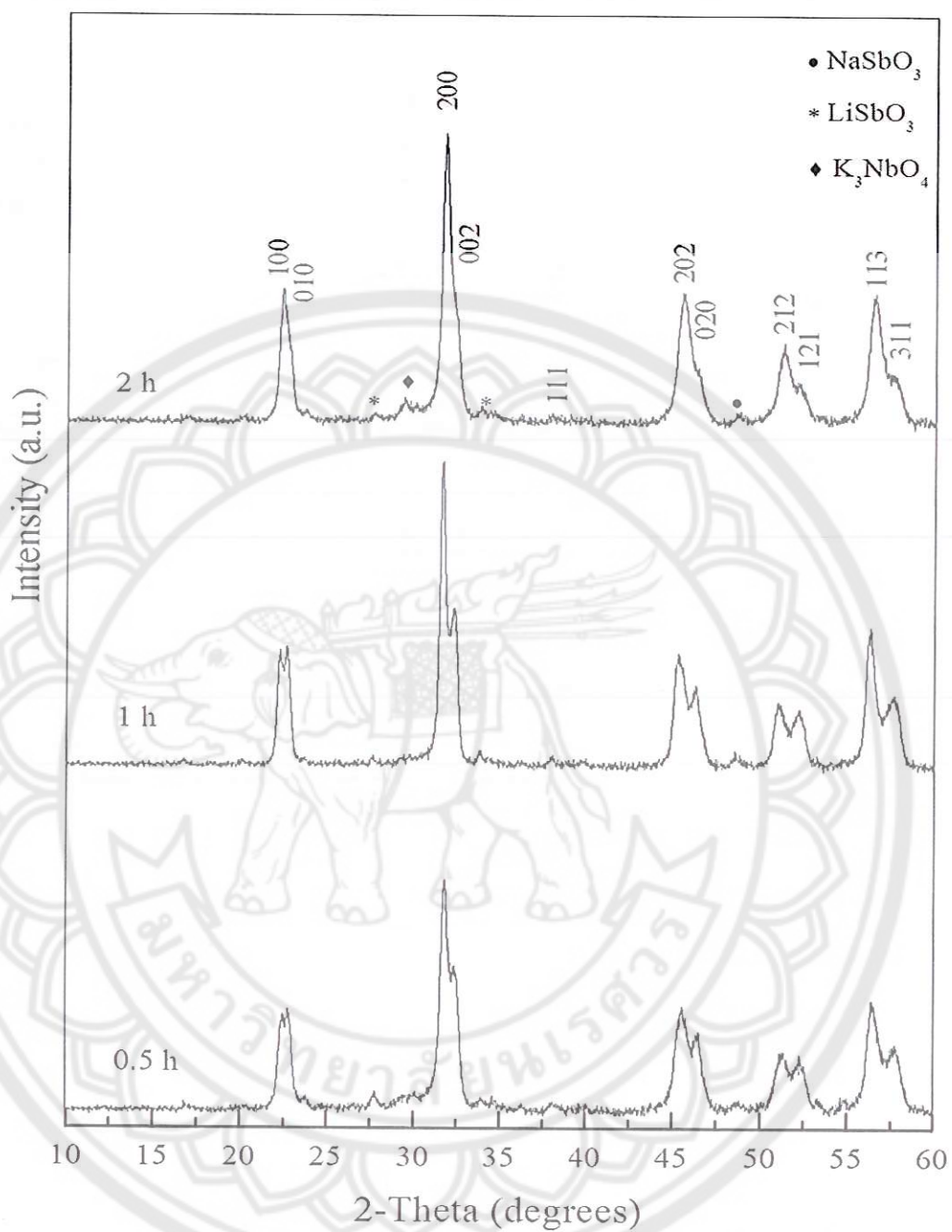
4.2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก KNN-LS-BF

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BF แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 32 พบว่าปรากฏเฟสแปลกปลอมของ NaSbO_3 , LiSbO_3 และ K_3NbO_4 ในทุกเงื่อนไขการแคลไซน์ โดยเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมงนั้นเกิดเฟสแปลกปลอมจำนวนมาก แสดงดังภาพ 33 เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง พบว่าเฟสแปลกปลอมลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่เพิ่มเวลาในการเผาแคลไซน์เป็น 1-2 ชั่วโมง จะเห็นว่าเริ่มเกิดเฟสแปลกปลอมขึ้นอีกครั้ง แสดงดังภาพ 34 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์เป็น 750 องศาเซลเซียส ปรากฏว่าเฟสแปลกปลอมยังมีจำนวนมากขึ้น เมื่อคำนวณหาร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกในทุกเงื่อนไขการแคลไซน์พบว่ามีความอยู่ในช่วง 80.47-95.84% แสดงดังตาราง 7 โดยค่าร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุดพบในตัวอย่างที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง ดังนั้นเงื่อนไขนี้จึงมีความเหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์เซรามิก KNN-LS-BF

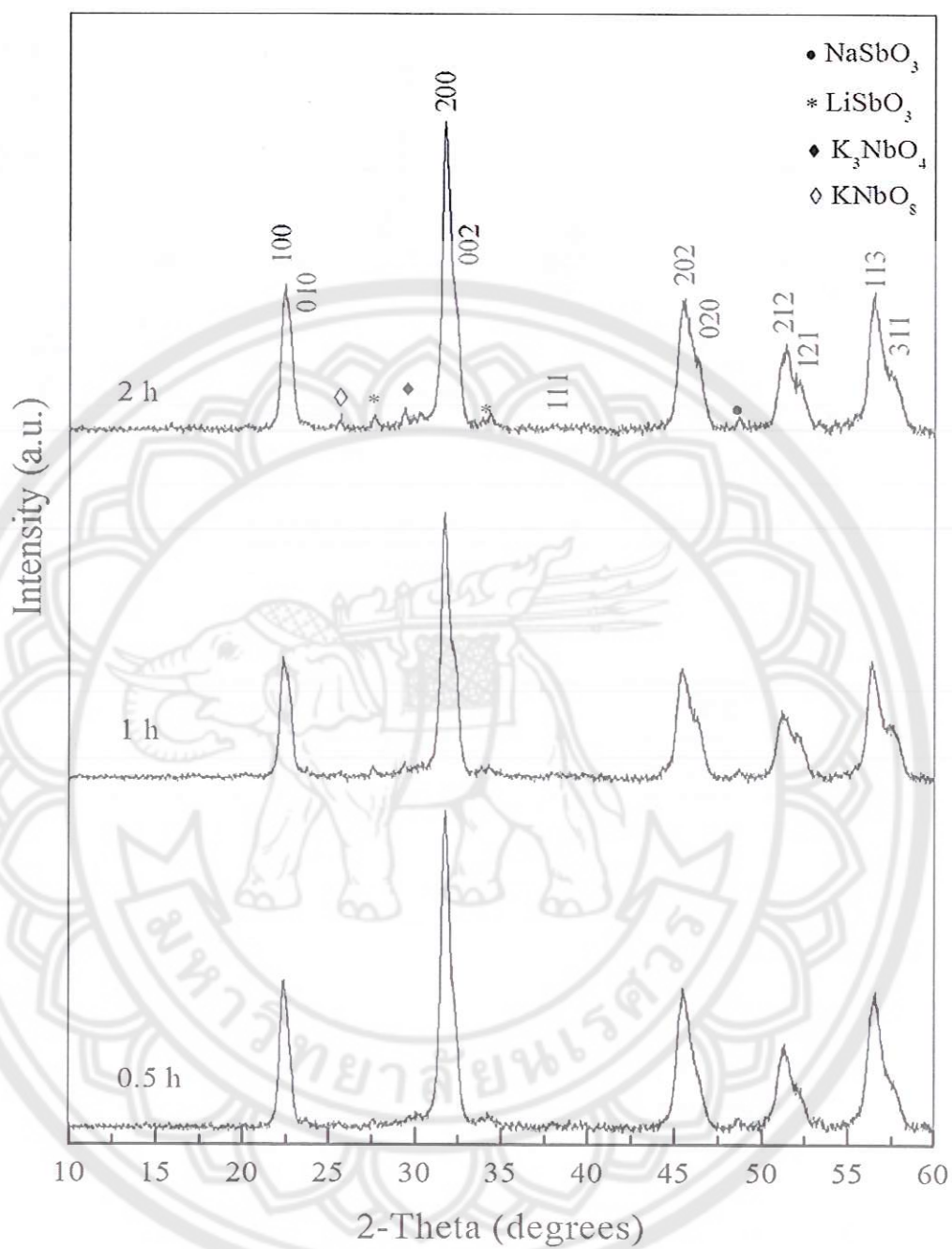
ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก KNN-LS-BF แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 และ 1 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 35 พบว่าผงผลึกมีลักษณะค่อนข้างกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.38-0.40 ไมโครเมตร



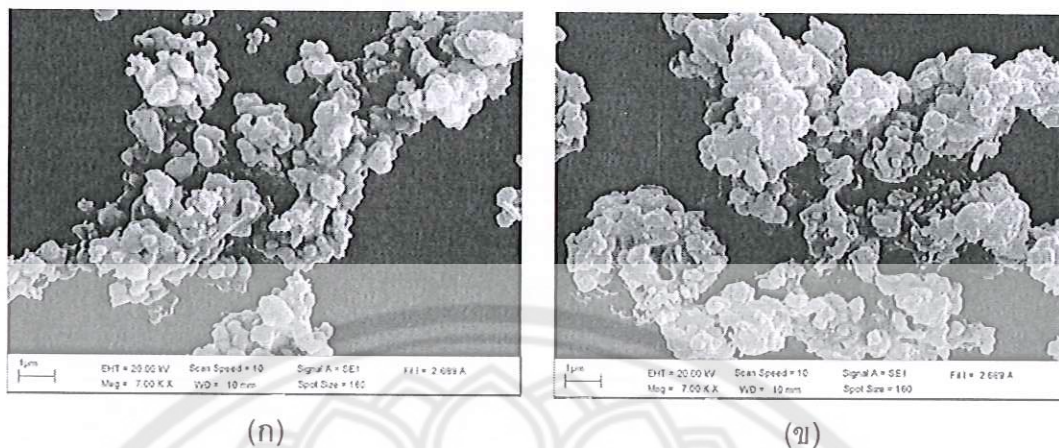
ภาพ 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BF ที่อุณหภูมิ 650 –750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง



ภาพ 33 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BF ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง



ภาพ 34 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ผงผลึก KNN-LS-BF ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง



ภาพ 35 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก KNN-LS-BF แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 0.5 ชั่วโมง และ (ข) 1 ชั่วโมง

ตาราง 7 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก KNN-LS-BF ที่เงื่อนไขการแคลไซน์ต่างๆ

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	เวลาในการแคลไซน์ (h)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
650	0.5	80.47
	1	92.82
	2	92.75
700	0.5	95.84
	1	90.17
	2	84.21
750	0.5	82.74
	1	78.09

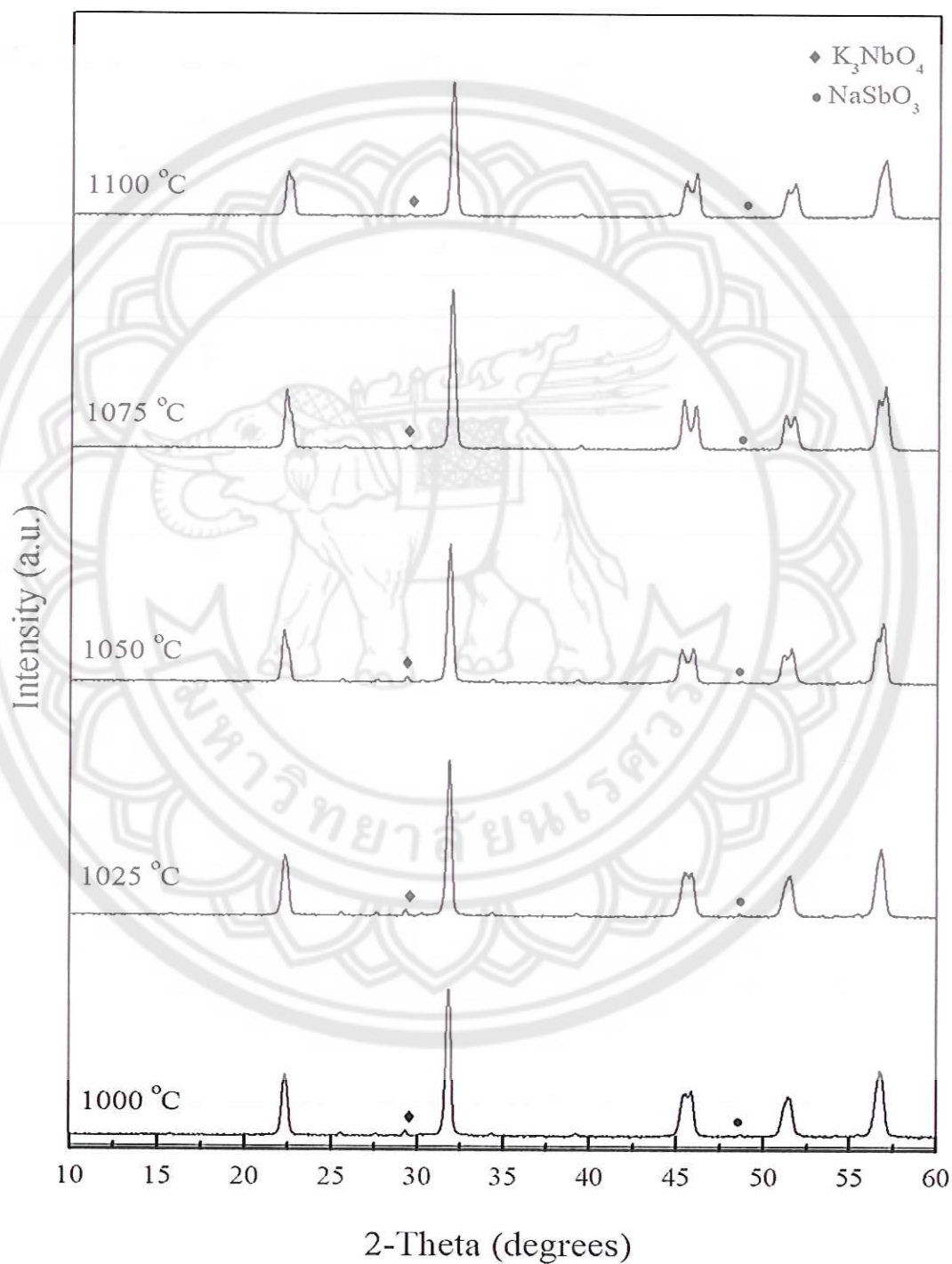
4.2.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก KNN-LS-BF

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาที่ แสดงดังภาพ 36 พบว่าปรากฏฟีดแบลคปลอมของสาร K_3NbO_4 และ $NaSbO_3$ เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีค่าร้อยละความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นในช่วง 89.41-97.11% เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มจาก 1000 ถึง 1100 องศาเซลเซียส แสดงดังตาราง 8 โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1100 องศาเซลเซียสนั้นเซรามิกมีค่าร้อยละความบริสุทธิ์สูงที่สุดแต่เม็ดเซรามิกเริ่มเกิดการบิดเบี้ยวและมีการหลอมละลายบริเวณขอบ ซึ่งอาจเกิดจากเซรามิกได้รับอุณหภูมิสูงและนานเกินไป ส่วนเซรามิกซินเตอร์ อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เซรามิกมีร้อยละความบริสุทธิ์รองลงมาและเม็ดเซรามิกมียังคงมีสภาพสมบูรณ์ ดังนั้นจึงเลือกเซรามิกที่อุณหภูมิซินเตอร์นี้เพื่อทำการศึกษาต่อ โดยเพิ่มอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิให้เร็วขึ้นเป็น 10 องศาเซลเซียส/นาที่ และใช้เวลาในการซินเตอร์ 0.5-4 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 37 พบว่ามีเฟสแบลคปลอมปรากฏอยู่เมื่อเผาแซ่เป็นเวลา 0.5 และ 1 ชั่วโมง ในขณะที่พบเฟสอโรธอมบิคบริสุทธิ์โดยปราศจากเฟสแบลคปลอม เมื่อใช้เวลาในการซินเตอร์ 2-4 ชั่วโมง

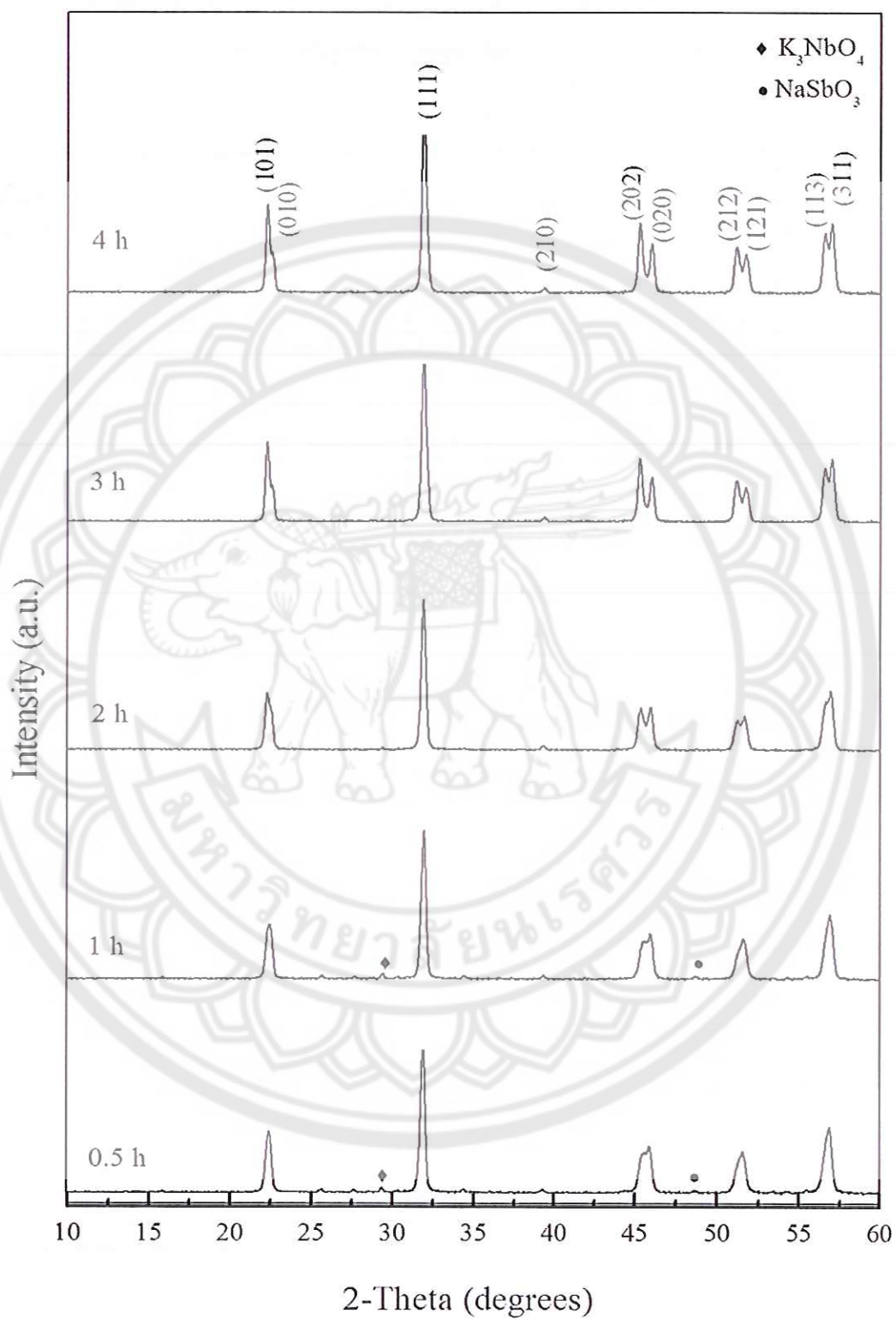
ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณผิวหน้าของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที่ แสดงดังภาพ 38 พบว่า จะสังเกตเห็นว่าเกรนของเซรามิกส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมมุมฉากและมีขนาดเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นซึ่งได้ผลคล้ายกับงานวิจัยของ J. Minhong [27-28] นอกจากนี้ยังพบว่าเกรนมีขนาดไม่สม่ำเสมอ มีทั้งขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกันอีกทั้งยังเริ่มเกิดการหลอมละลายบริเวณขอบเกรน เมื่อใช้เวลาในการซินเตอร์เป็น 4 ชั่วโมง เมื่อคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยพบว่ามีความยาวอยู่ในช่วง 0.68-1.23 ไมโครเมตร แสดงดังตาราง 9

ร้อยละความหดตัวเชิงเส้น ความหนาแน่นจากการทดลอง และความหนาแน่นเชิงทฤษฎีของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที่ แสดงดังตาราง 9 ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจาก 10.2-17.5% เมื่อเวลาในการซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่วนค่าความหนาแน่นของเซรามิกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการซินเตอร์เพิ่มถึง 3 ชั่วโมง โดยมีค่าสูงสุด 4.45 g/cm^3 หรือ 98.4% เมื่อเปรียบเทียบกับทางทฤษฎี และหลังจากนั้นมีค่าลดลงเมื่อเวลาในการซินเตอร์เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเกิดจากการขยายตัวของแก๊สภายในรูพรุนทำให้รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากเซรามิก

ได้รับพลังงานความร้อนเกินกว่าช่วงพลังงานที่เหมาะสม ซึ่งผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นมีความสอดคล้องกับผลจากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้อง SEM



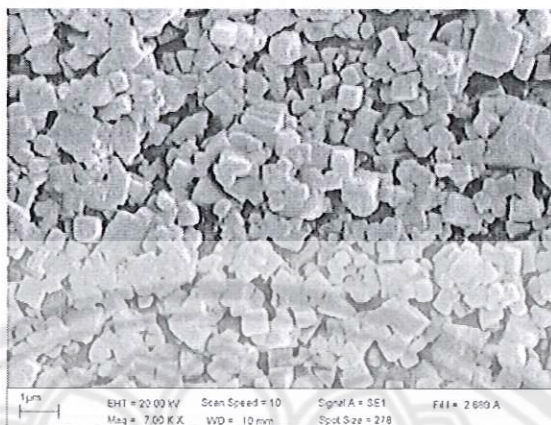
ภาพ 36 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



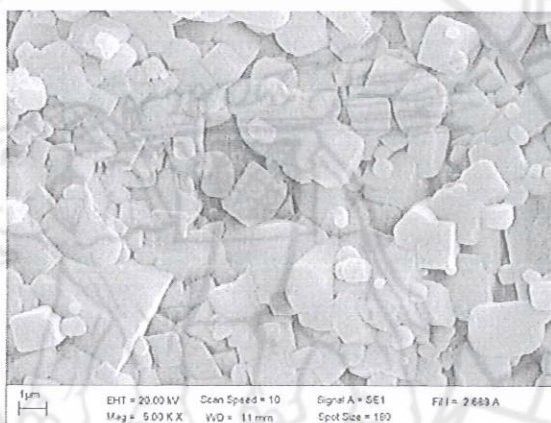
ภาพ 37 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-4 ชั่วโมง

ตาราง 8 ร้อยละความบริสุทธิ์ของเซรามิก KNN-LS-BF ที่เงื่อนไขการซินเตอร์ต่างๆ

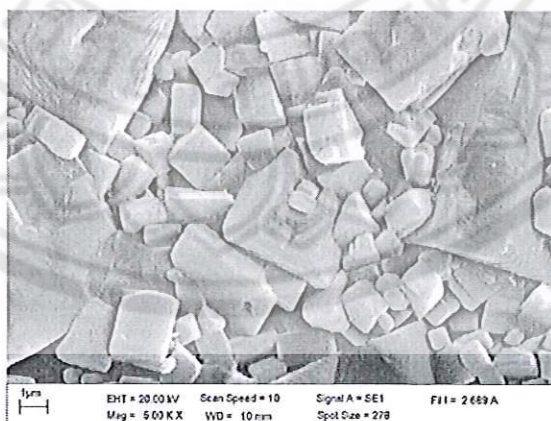
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	อัตราการขึ้น-ลงของ อุณหภูมิ (°C)	เวลาในการซินเตอร์ (h)	ร้อยละความบริสุทธิ์
1000	5	2	90.41
1025	5	2	91.55
1050	5	2	92.63
1075	5	2	95.75
1100	5	2	98.01
1075	10	0.5	90.74
1075	10	1	92.22
1075	10	2	100
1075	10	3	100
1075	10	4	100



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพ 38 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก KNN-LS-BF ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 °C/min โดยที่ (ก) 2 ชั่วโมง (ข) 3 ชั่วโมง และ (ค) 4 ชั่วโมง

ตาราง 9 ขนาดเกรนเฉลี่ย ร้อยละความหดตัวเชิงเส้น ความหนาแน่นจากการทดลอง และ ความหนาแน่นทางทฤษฎีของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 °C/min

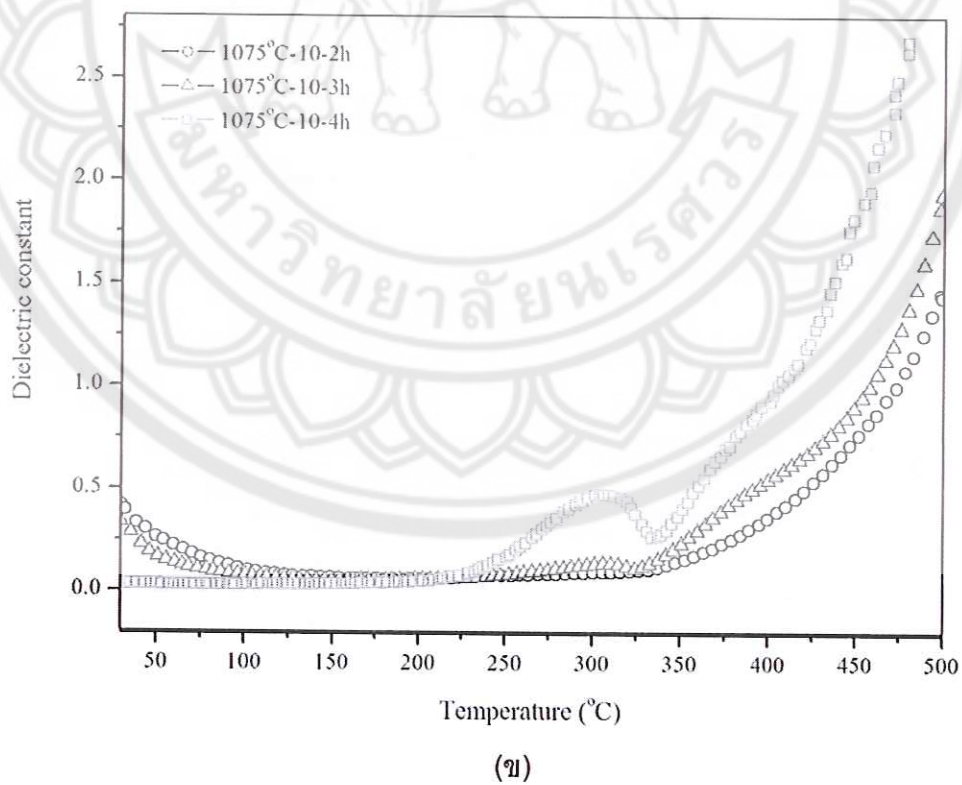
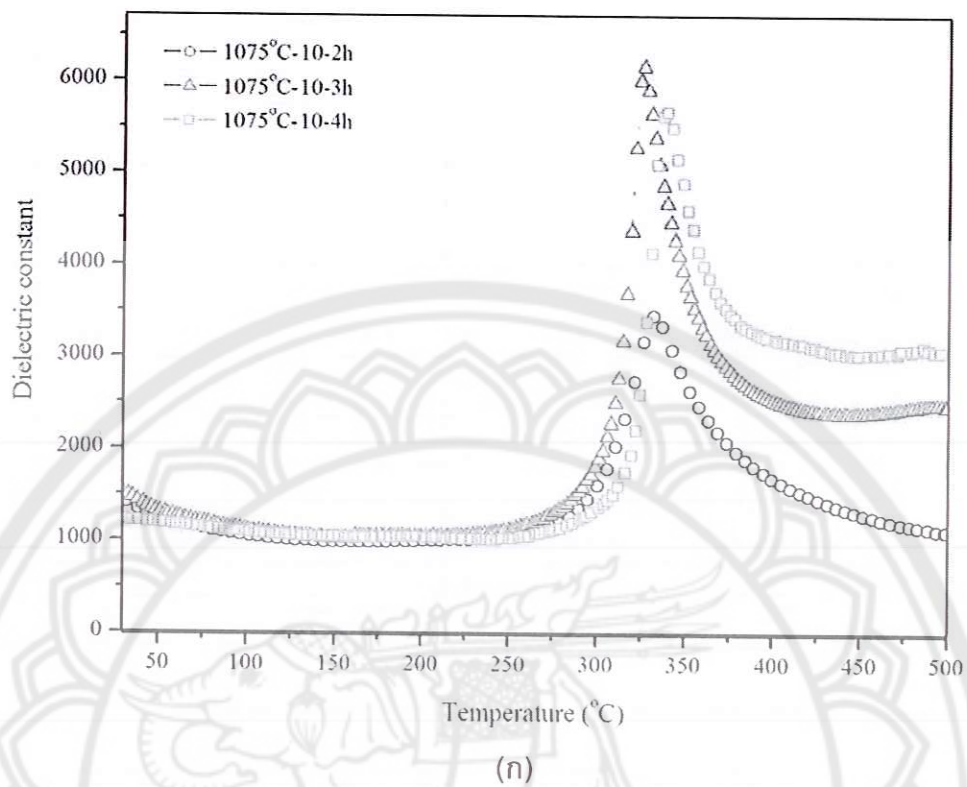
อุณหภูมิ ซินเตอร์ (°C)	เวลาในการ ซินเตอร์ (h)	ขนาดเกรน เฉลี่ย (μm)	ร้อยละความ หดตัวเชิงเส้น (%)	ความหนาแน่น	
				การทดลอง (g/cm^3)	ทางทฤษฎี (%)
1075	0.5	-	10.2	4.21	93.3
	1	-	12.2	4.32	95.7
	2	0.68	15.8	4.36	96.6
	3	1.12	16.5	4.45	98.4
	4	1.23	17.5	4.40	97.7

4.2.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก KNN-LS-BF

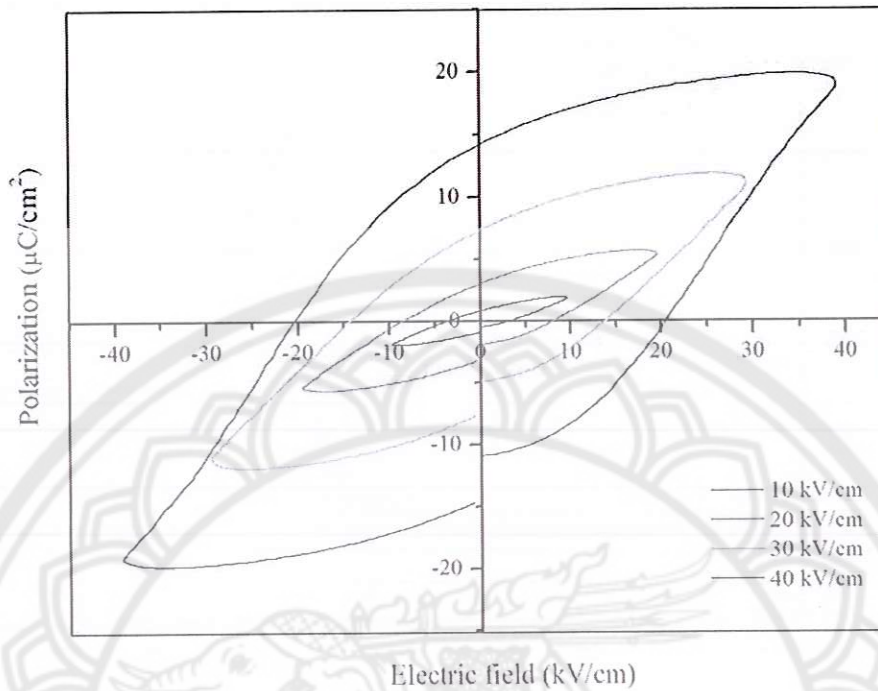
ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BF วัดที่ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ต แสดงดังภาพ 39 พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกแสดงค่าสูงสุด 1 พีค ที่อุณหภูมิประมาณ 330 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสจากเทอร์โกนอลเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นควิบิคพาราอิเล็กทริก [27-28] โดยอุณหภูมิคูรีของเซรามิกมีค่าอยู่ในช่วง 325-341 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำสุด ณ อุณหภูมิคูรี พบในตัวอย่างที่ใช้เวลาในการซินเตอร์ 3 ชั่วโมง โดยมีค่า 6180 และ 0.1 ตามลำดับ แสดงดังตาราง 10 ซึ่งสอดคล้องกับการการศึกษาค่าความหนาแน่นและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก

จากการศึกษาสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก KNN-LS-BF ของเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุด โดยวัดวงรอบฮิสเทอรีซิสที่สนามไฟฟ้าต่างๆ แสดงดังภาพ 40 พบว่าสนามไฟฟ้ามีผลทำให้รูปร่างของวงรอบฮิสเทอรีซิสมีความแตกต่างกัน โดยที่สนามไฟฟ้า 10 kV/cm นั้น วงรอบฮิสเทอรีซิสมีลักษณะแคบและเกือบเป็นเส้นตรง ซึ่งอาจเกิดจากสนามไฟฟ้ามีค่าไม่มากพอที่จะบังคับให้โดเมนภายในเซรามิกจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันได้ และเมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นส่งผลให้ขนาดของวงรอบฮิสเทอรีซิสใหญ่และกว้างขึ้น อาจเป็นเพราะสนามไฟฟ้าบีบบังคับเริ่มสูงพอที่จะทำให้โดเมนมีการจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกับสนามไฟฟ้านั้น นอกจากนี้ยังพบว่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (P_s), โพลาริเซชันคงค้าง (P_r) และค่าสนามไฟฟ้าบีบบังคับ (E_c) ของเซรามิกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อสนามไฟฟ้าที่ให้แก่เซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้น โดยมีค่า P_s , P_r และ E_c สูงสุดเท่ากับ $18.72 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, $14.30 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $20.68 \text{ kV}/\text{cm}$ ตามลำดับ เมื่อใช้สนามไฟฟ้า 40 kV/cm แสดงดังตาราง 11 คำนวณหาค่าความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (R_{90}) พบว่ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุดคือ 0.90 เมื่อใช้สนามไฟฟ้า 40 kV/cm แสดงดังตาราง 11

การศึกษาสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BF ที่มีความหนาแน่นสูงสุดโดยการวัดค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} ซึ่งทำการโพลลิง (polling) ภายใต้สนามไฟฟ้า 15 kV_{DC} ใน silicone oil ที่มีอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที เท่ากับ 203 พิโคคูลอมบ์/นิวตัน



ภาพ 39 (ก) ค่าคงที่ได้ไอเล็กทริกและ (ข) การสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก KNN-LS-BF



ภาพ 40 วงรอบฮิสเทอรีซิสของเซรามิก KNN-LS-BF ที่สนามไฟฟ้าต่างๆ

ตาราง 10 อุณหภูมิคูรี (T_c) สมบัติไดอิเล็กทริก โพลาริเซชัน (P_r) สนามไฟฟ้าปับบังคับ (E_c) และค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก (d_{33}) ของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที

อุณหภูมิซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$)	เวลาในการซินเตอร์ (h)	อุณหภูมิคูรี ($^{\circ}\text{C}$)	สมบัติไดอิเล็กทริก		ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} (pC/N)
			ϵ_r	$\tan\delta$	
	2	332	3465	0.11	-
1075	3	325	6180	0.11	203
	4	341	5639	0.20	-

ตาราง 11 โพลาริเซชันคงค้าง (P_r) สนามไฟฟ้าบีบบังคับ (E_0) และค่าความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (R_{sq}) ที่สนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิก KNN-LS-BF ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส

สนามไฟฟ้า (kV/cm)	โพลาริเซชัน อิมิตัว ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	โพลาริเซชันคงค้าง ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	สนามไฟฟ้า ลบกลับ (kV/cm)	ความเป็นเฟอร์โร อิเล็กทริก
10	1.82	0.82	3.31	0.55
20	5.43	3.02	8.30	0.70
30	11.15	7.36	13.92	0.79
40	18.72	14.30	20.68	0.90

บทที่ 5

บทสรุป

สรุปผลการวิจัย

5.1 สรุปผลการตรวจสอบผงผลึกและเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต-ลิเทียมแอนติโมนิ-บิธม์สแกนเดียม (KNN-LS-BS)

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BS พบว่ามีโครงสร้างเฟสแบบออโรอิมบิคเพอรอฟสไกต์และปรากฏเฟสแปลกปลอมของสารตั้งต้นขึ้นในทุกเงื่อนไขการแคลไซน์ โดยที่ร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุดของผงผลึกพบในตัวอย่างแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าผงผลึกมีลักษณะเป็นก้อนกลมและมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนจำนวนมาก ขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเวลาในการแคลไซน์เพิ่มขึ้น

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BS พบว่ามีโครงสร้างแบบเทอร์โกนอลเพอรอฟสไกต์บริสุทธิ์เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส/นาที่ และผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมมุมฉาก ขนาดเกรนเฉลี่ยมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น โดยเซรามิกมีรูพรุนเกิดขึ้นเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1050 องศาเซลเซียส และรูพรุนหายไปเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส ค่าความหนาแน่นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มถึง 1075 องศาเซลเซียส และหลังจากนั้นมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มเป็น 1100 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดของเซรามิกแสดงพีค 1 พีค ที่อุณหภูมิประมาณ 320 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเฟสจากเทอร์โกนอลเพอริอ์เล็กทริกเป็นคิวบิกพาราอ์เล็กทริก ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำสุด ณ อุณหภูมิคูรีได้จากตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุดแสดงค่า R_{sq} , P_s , P_r และ E_c สูงสุดเท่ากับ 1.28, $21.55 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, $19.41 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $24.11 \text{ kV}/\text{cm}$ ตามลำดับ เมื่อใช้สนามไฟฟ้า $40 \text{ kV}/\text{cm}$ ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก d_{33} ของเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุดมีค่า $272 \text{ pC}/\text{N}$

5.2 สรุปผลการตรวจสอบผงผลึกและเซรามิกโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต-ลิเทียมแอนติโมนิ-บิธรมส์เฟอร์ไรต์ (KNN-LS-BF)

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก KNN-LS-BF พบว่ามีโครงสร้างเฟสแบบอโรธอมบิคเพอรอฟสไกต์และปรากฏเฟสแปลกปลอมของสารตั้งต้นขึ้นในทุกเงื่อนไขการแคลไซน์ โดยที่ร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุดของผงผลึกพบในตัวอย่างแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง และผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของพบว่าผงผลึกมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อน

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก KNN-LS-BF พบว่ามีโครงสร้างแบบอโรธอมบิคเพอรอฟสไกต์บริสุทธิ์เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1075 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที และผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมมุมฉาก ขนาดเกรนเฉลี่ยมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการซินเตอร์สูงขึ้น เซรามิกมีความหนาแน่นสูงสุดเมื่อใช้เวลาในการซินเตอร์ 3 ชั่วโมง ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกแสดงพีค 1 ซึ่งเป็นการเปลี่ยนเฟสจาก tetragonal ferroelectric เป็นควิบิคพาราอเล็กตริก ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด และค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกต่ำสุด ณ อุณหภูมิคูรี พบในตัวอย่างใช้เวลาเผาแช่เป็น 3 ชั่วโมง โดยมีค่า 5521 และ 0.04 เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุดแสดงค่า R_{sq} , P_s , P_r และ E_c สูงสุดเท่ากับ 0.90, 18.72 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$, 14.30 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ 20.68 kV/cm ตามลำดับ เมื่อใช้สนามไฟฟ้า 40 kV/cm ค่าคงที่เพียโซอิเล็กตริก d_{33} ของเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุดมีค่า 203 พิโคคูลอมบ์/นิวตัน

บรรณานุกรม

- [1] Jaffe, B., Cook, W. R. and Jaffe, H. (1971). Piezoelectric Ceramics. Academic Press, 3, 221-224.
- [2] Yang, Z., Zong, X., Li, H. and Chang, Y. (2005). Structure and electrical properties of new $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Fe}_{2/3}\text{W}_{1/3})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Mn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})$ ceramics. *Materials Letters*, 55, 3476-3480.
- [3] Hou, Y. Zhu, M., Gao F., Wang, H., Yan, H. and Tiam, C.S. (2004). Effect of MnO_2 addition on the structure and electrical properties of $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.2}(\text{Zr}_{0.50}\text{Ti}_{0.5})_{0.80}\text{O}_3$ ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 87, 847-854.
- [4] Cross, E. (2004). Materials science-lead-free at last. *Nature*, 432,24-25.
- [5] Meader, M. D., Damjanovic, D. and Setter, N. (2004). Lead free piezoelectric materials. *Journal of Electroceramic*, 13, 385-392.
- [6] Li, Y., Moon, K. and C. Wong, P. (2005). Electronic without lead. *J. Science*, 308, 1419.
- [7] L. Egerton, D. M. Dillon. (1956). Micorstructure and piezoelectric properties of $\text{Na}_0.5\text{K}_0.5\text{NbO}_3\text{-BiNiO}_3\text{-LiSbO}_3$ lead-free ceramics. *Journal of American Ceramic Society*, 42, 438-422.
- [8] Satio, Y., Takao, H., Tani, T., Nonoyama, T., Takatori, K., Homma, T., Nagaya, T. and M. Nagamura. (2004). Lead-free piezoceramics. *Nature*, 432, 84-87
- [9] Ringgaard, E. and wurlizer, T. (2005). Lead-free piezoceramics based on alkali niobium. *Journal of the European Ceramics Society*, 25, 2701-2706.
- [10] Wolny, W. W. (2004). European approach to development of new mentally sustainable electroceramics. *Ceramics International*, 30, 1079-1083.
- [11] Birol, H., Damjanovic, D. and Setter, N. (2006). Preparation and characterization of $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ ceramics. *Journal of the European Ceramics Society*, 26, 861-866.

- [12] Wang, R., Xie, R.J., Hanada, K., Matsusaki, K., Bando, H., Sekiya, T. and Itoh, M. (2006). *Ferroelectrics*, 336, 39.
- [13] Yang, H., Lin, Y., Wang, F. and H. Luo. (2008). Chemical Synthesis of $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ ceramics and their electrical properties. *Materials and Manufacturing Processes*, 23, 489-498.
- [14] Guo, Y., Kakimoto, K. and Ohsato, H. (2004). Phase transitional behavior and piezoelectric properties of $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ - $LiNbO_3$ ceramics. *Apply Physics Letters*, 85, 4121-4123.
- [15] Y. Guo, K.I. Kakimoto and H. Ohsato. (2005). $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ - $LiTaO_3$ lead-free piezoelectric ceramics. *Materials Letters*, 59, 241-244.
- [16] Zang, G.Z., Wang, J.F., Chen, H.C., Su, W.B., Wang, C.M., Qi, P., Ming, B.Q., Du, J., Zheng, L.M., Zhang, S. and ShROUT. T.R. (2006). Perovskite $(Na_{0.5}K_{0.5})_{1-x}(LiSb)_xNb_{1-x}O_3$ lead-free piezoceramics. *Apply Physics Letters*, 66, 212908-212911.
- [17] Wang, R., Xie, R.J., Hanada, K., Matsusaki, K., Bando, H., Sekiya, T. and Itoh, M. (2006). Phase diagram of the $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ - $ATiO_3$ solid solution. *Ferroelectrics*, 336, 39-46.
- [18] Lin, D., Kwok, K.W. and Chan, H.L. (2007). Microstructure, dielectric and piezoelectric properties of $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ - $Ba(Ti_{0.95}Zr_{0.05})O_3$ lead-free ceramics with CuO sintering aid. *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 88, 359-363.
- [19] Wu, J.G., Xiao, D.Q., Wang, Y.Y., Wu, W.J., Zhang, B., Zhu, J.G., Pu, Z.H. and Li, Q.S. (2008). Microstructure and electrical properties of (Li, Ag, Ta, Sb) modified $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ lead-free ceramics with good temperature stability. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41, 125405.
- [20] Zuo, R.Z., Lv, D.Y., Fu, J., Liu, Y. and Li, L.T. (2009). Phase transition and electrical properties of lead free $(Na_{0.5}K_{0.5})NbO_3$ - $BiAlO_3$ ceramics. *Journal of Alloys and Compound*, 476, 836-839.

- [21] Wu, J.G., Xiao, D.Q., Zhu, J.G., Yu, P. and Jiang, Y.H. (2007). Compositional dependence of phase structure and electrical properties in $(K_{0.42}Na_{0.58})NbO_3$ - $LiSbO_3$ lead-free ceramics. *Journal of Applied Physics*, 102, 114113-114121.
- [22] Zhang, S., Xia, R., Shront, R.T., Zang, G. and Wang, J. (2007). Characterization of lead free $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ - $LiSbO_3$ piezoceramic. *Solid State Communications*, 141, 675-679.
- [23] Du, H, Tang, F., Lui, D., Zhu, D., Zhou, W. and Qu, S. (2007). The microstructure and ferroelectric properties of $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ - $LiNbO_3$ lead free piezoelectric ceramics. *Materials Science and Engineering B*, 136, 165-169.
- [24] Liu, J., Zhu, J., Li, X., Wang, M., Zhu, X., Zhu, J. and Xiao, D. (2011). Effects of CuO doping on the electrical properties of $0.98K0.5Na0.5NbO_3$ - $0.02BiScO_3$ lead-free piezoelectric ceramics. *Materials Letters*, 65, 948-950.
- [25] Jin Soo Kim, Chang Won Ahn, Sun Young Lee, Aman Ullah, Ill Won Kim. (2011). Effects of $LiNbO_3$ substitution on lead-free $(K0.5Na0.5)NbO_3$ ceramics: Enhanced ferroelectric and electrical properties. *Current Applied Physics*, 11, s149-s153.
- [26] Minhong, J., Manjiao, D. Lu, H., Wang, S. and Lui, X. (2011). Piezoelectric and dielectric properties of $K0.5Na0.5NbO_3$ - $LiSbO_3$ - $BiScO_3$ lead-free piezoceramics. *Material Science and Engineering B*, 176, 167-170.
- [27] M.H. Jiang, X.Y. Liu, G.H. Chen. (2009). Phase structures and electrical properties of new lead-free $Na0.5K0.5NbO_3$ - $LiSbO_3$ - $BiFeO_3$ ceramics. *Scripta Materialia*, 60, 909-912.
- [28] Minhong, J., Xinyu, L., Guohua, C. and Changrong, Z. (2009). Dielectric properties of $LiSbO_3$ doped $0.995K0.5Na0.5NbO_3$ - $0.005BiFeO_3$ piezoelectric ceramics. *Materials Letters*, 63, 1262-1265.

- [29] Liu, C., Liu, X., Minhong, J. and Ma, M. (2010). Microstructure and piezoelectric properties of $\text{Na}_0.5\text{K}_0.5\text{NbO}_3\text{-BiNiO}_3\text{-LiSbO}_3$ lead-free ceramics. *Journal of Alloy and compound*, 503, 209-212.
- [30] George, C. N., Thomas, J. K., Kumar, H. P., Surech, M. K., Kumar, V. R., Wariar, R. S., Jose, R. and Koshy, J. (2009). Characterization, sintering and dielectric properties of nanocrystalline barium titanate synthesized through a modified combustion process. *Materials Characterization*, 60, 322-326.
- [31] Feng, Q., Ma, X.H., Yan, Q. Z. and Ge, C. C. (2009). Preparation of self-agglomerated nanosized ceramics powders by sol-gel combustion process. *Materials Science and Engineering B-Solid*, 162, 53-58.
- [32] Thongtha, A. and Bongkarn, T. (2009). Phase formation and microstructure of barium zirconate ceramic prepared using the combustion technique. *Ferroelectrics*, 383, 33-39.
- [33] Phungjit, N., Panya, P., Bongkarn, T. and Vittayakarn, N. (2009). The structure phase and microstructure of perovskite $\text{Ba}(\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x)\text{O}_3$ ceramics using a combustion route. *Functional Materials Letters*, 4, 169-174.
- [34] Wattanawikkam, C. and Bongkarn, T. (2009). The influence of calcinations temperature on phase and morphology of BST poeders synthesis via solid state reaction method and combustion technique. *Ferroelectrics*, 282, 42-48.
- [35] Xu, J., Xue, D. and Yan, C. (2005). Chemical synthesis of NaTaO_3 powders at low-temperature. *Materials Letters*, 59, 2920-2922.
- [36] Haerting, G.H. (1999). Ferroelectric ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 82, 797-818.

- [37] Li, C., Soh, K.C. and Wu, P. (2004). Formability of ABO₃ perovskites. *Journal of Alloys and Compound*, 372, 40-48.
- [38] Buchanan, R.C. (1986). *Ceramic material for Electronic, Processing, Properties and Application*. USA: Marcel Dekker.
- [39] Moulson, A.J. and Herbert, J.M. (2003). *Electroceramics: Materials, properties and applications*. England: West Sussex.
- [40] Henderson, I.R. (2002). *Piezoelectric ceramics: Principle and applications*. USA: APC international.
- [41] Comyn, T. (1998). *Piezoelectric PZT-based ceramics for shear mode applications*. Thesis Ph.D., University of Leeds, Leeds.
- [42] สุรินทร์ ลิ้มปนาท และศรีใจล ขุนทน. (2543). เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน. ใน *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น*, (หน้า 309-322). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [43] บัญชา ธนสมบัติ. (2544). การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดิฟแฟรกชัน, (หน้า 19-26). กรุงเทพฯ: สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี.
- [44] Cullity, B.C. (1956). *X-ray diffraction*. USA: Addison-Wesley Publishing Company.
- [45] กฤษณา ศิวเลิศมุกด. (2545). กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุรังสีเอกซ์. ใน *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการทำงานเบื้องต้น*, (หน้า 289-305). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [46] ปราณี รัตนวลิตินรจน์. (2543). การหาความหนาแน่นด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้า. ใน *เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการทำงานเบื้องต้น*. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

- [47] สุกานดา เจียรศิริสมบุญ. (1992). กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกขั้นสูง. ใน เอกสาร
ประกอบการสอนรายวิชา ว.วศ. 210443. เชียงใหม่: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [48] Merzhanov, A.G. and Klaikin, B.I. (1998). Theory of combustion waves in homogeneous
media. *Progress in Energy and Combustion Science*, 14,1-98.
- [49] Merzhanov, A.G., Borovinskaya, I.P. and Shkio, V.M. (1967). *Synthesis of refractory
Inorganic Compounds*, N.P.: n.p.
- [50] Naiborodenko, Y.S. and Itin, V.I. (1975). Glassless combustion of metal-powder mixtures.
Combustion, Explosion and Shock Wave, 11, 293-300.
- [51] Merzhanov, A.G., Borovinskaya, I.P. and Nauk, D.A. (1972). Self-propagating high-
temperature synthesis. *Combustion science and technology*, 43, 127-165.
- [52] Merzhanov, A.G. (1996). Chemical conversion. *Journal of Materials Processing Technique*,
56, 222-214.

