



การประดิษฐ์เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกไร้ตะกั่วในระบบบิสมัทโซเดียม

โพแทสเซียมไททาเนตเป็นองค์ประกอบหลัก

Fabrication of Lead-Free Ferroelectric Ceramics from Bismuth Sodium
Potassium Titanate Based Systems

วิไลวรรณ สีนะกุล

ฉัตรชัย เครืออินทร์

สังเวย เสวกวิหารี

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณรายจ่าย ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. ๒๕๖๑

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร



การประดิษฐ์เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกไร้ตะกั่วในระบบบิสมัทโซเดียม

โพแทสเซียมไททาเนตเป็นองค์ประกอบหลัก

Fabrication of Lead-Free Ferroelectric Ceramics from Bismuth Sodium
Potassium Titanate Based Systems

วิไลวรรณ สีนะกุล

ฉัตรชัย เครืออินทร์

สังเวย เสวกวิหารี

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณรายจ่าย ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. ๒๕๖๑

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
งบประมาณแผ่นดินปีงบประมาณ พ.ศ.2561 โดยการสนับสนุนจากสำนักคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
(วช.)

คณะผู้วิจัย

มกราคม 2562

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยได้ทำการศึกษาผลของการเติมอนุภาคโคบอลต์ออกไซด์ต่อสมบัติทางไดอิเล็กทริก เพรโรอิเล็กทริก สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเทตที่ถูกปรับปรุง ทำการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิคปฏิกิริยาของแข็ง โดยทำการเผาแคลไซต์ผงที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และเผาผนึกเม็ดเซรามิกที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยการควบคุมอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 100, 300 และ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง เพื่อหาอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่เหมาะสม เซรามิก BNKT/x wt.% CoO มีการเติมโคบอลต์ออกไซด์ร้อยละโดยน้ำหนักที่ 0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.60 และ 0.90 โครงสร้างเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ผลจากเทคนิควิธีการนี้พบว่าทุกชิ้นงานตัวอย่างมีโครงสร้างเป็นแบบเพอรอฟสไกต์ และได้ศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกภายใต้อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิสูงพบว่า การเติมโคบอลต์ออกไซด์และการควบคุมอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเผาผนึกมีอิทธิพลต่อทั้งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและความสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ยิ่งไปกว่านั้นเมื่อทำการศึกษาสมบัติเพโรอิเล็กทริกพบว่าวงวนฮิสเทอรีซิสมีเปลี่ยนแปลงหลังจากการเติมโคบอลต์ออกไซด์

Abstract

The research project investigated the effects of CoO additive on dielectric, ferroelectric, physical and mechanical properties of modified $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.81},\text{K}_{0.19})_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics were investigated. The samples were synthesized by solid state reaction technique, where powders were calcined at 850 °C for 4 h and ceramics were sintered at 1,050 °C for 4 h which difference heating rate controlled i.e. 100, 300, and 600 °C/h for. The ceramics of BNKT/x wt.% CoO was added CoO by various $x=0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.60$ and 0.90 . Phase formation was determined by X-ray diffraction technique (XRD). The X-ray diffraction analysis of the ceramics suggests that all samples exhibited a perovskite structure. The dielectric properties under room temperature and various temperatures were also determined. Dielectric measurement data showed that the additive and heating rate controlled influenced dielectric constant and dielectric loss. Furthermore, the hysteresis loop behaviors slightly changed with increasing the CoO contents.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาของการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	3
บทที่ 2 แนวคิดทฤษฎีพื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 แนวคิดทฤษฎีพื้นฐาน	4
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	14
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	19
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย	19
3.2 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย	19
3.3 วิธีการสังเคราะห์เซรามิก	20
3.4 วิธีการตรวจสอบสมบัติเซรามิก	28
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการวิเคราะห์	32
4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก	32
4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก	54
4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึก	54
4.4 ผลการตรวจความหนาแน่น	54
4.5 ผลการตรวจโครงสร้างจุลภาค	54
4.6 ผลการตรวจสมบัติเชิงกล	54
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	68
บรรณานุกรม	71
ภาคผนวก	73
ประวัติผู้วิจัย	79

สารบัญตาราง

ตาราง		หน้า
4.1	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องของเซรามิกที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์	44
4.2	ค่าคงที่ที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง	59
4.3	ค่าคงที่ที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง	60
4.4	ค่าคงที่ที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง	60

สารบัญญภาพ

รูปที่		หน้า
2.1	การแบ่งกลุ่มของผลึกของวัสดุใน 32 กลุ่ม	5
2.2	ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในสารเพียโซอิเล็กทริก	6
2.3	ไดโพลภายในเนื้อสาร (a) ก่อนทำการโพลลิ่ง และ (b) หลังทำโพลลิ่ง	7
2.4	ความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้ากับโพลาริเซชันของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก	8
2.5	การกระจายในโพลาริเซชันของวัสดุไดอิเล็กทริก	9
2.6	การจัดเรียงไดโพลภายในเนื้อสารภายหลังและก่อนการให้สนามไฟฟ้า	10
2.7	ลักษณะตัวเก็บประจุแผ่นคู่ขนานเมื่อให้ประจุเข้าไป (a) ระหว่างแผ่นคู่ขนานเป็น สุญญากาศ และ (b) ระหว่างแผ่นคู่ขนานเป็นสารไดอิเล็กทริก	11
2.8	โครงสร้างผลึกแบบเพอร์รอฟสไกต์	13
2.9	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อเจือไนโอเบียมในเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททา เนตและบิสมาทโทแทสเซียมไททาเนต	15
2.10	รูปถ่าย SEM ของเซรามิก BNKT-BA ที่เติมโพแทสเซียมที่สัดส่วน x เท่ากับ 0.15, 0.20, 0.22 และ 0.25	16
2.11	ผลของ BCZ ที่ผสมใน BNKT เซรามิกต่อสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและสมบัติ ความเครียด	17
2.12	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าโพลาริเซชันกับสนามไฟฟ้าของเซรามิก BNKT/xZnO	17
2.13	สมบัติของความเครียดที่ถูกเหนี่ยวนำจากสนามไฟฟ้าของชิ้นงานตัวอย่างที่ถูก ปรับปรุงสมบัติโดยใช้สารเจือต่าง ๆ กัน	18
3.1	แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ (calcination)	21
3.2	แผนผังขั้นตอนกระบวนการเตรียมผง BNKT/xCoO	23
3.3	แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 100 องศา เซลเซียสต่อชั่วโมง	24
3.4	แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 300 องศา เซลเซียสต่อชั่วโมง	25
3.5	แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 600 องศา เซลเซียสต่อชั่วโมง	25
3.6	แผนผังขั้นตอนกระบวนการเตรียมเม็ดเซรามิก BNKT/xCoO	27
3.7	เครื่องวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก	28
3.8	เครื่องตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก	29

สารบัญญภาพ (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.27	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ	49
4.28	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ	50
4.29	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ	50
4.30	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.9 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ	51
4.31	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส	52
4.32	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส	52
4.33	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	53
4.34	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	54
4.35	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	55
4.36	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดโอดเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	55
4.37	วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.00 ถึง 0.90 โดย น้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์	56
4.38	วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.00 โดยน้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์	57
4.39	วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.10 ถึง 0.90 โดย น้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์	58

สารบัญญภาพ (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.40	วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.00 ถึง 0.90 โดย น้ำหนักอัตราการใช้ของ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์	59
4.41	รูปแบบการเลี้ยวเบนของ X ray ของชิ้นงานตัวอย่างที่ทำการเติม CoO ด้วยร้อยละ น้ำหนัก	61
4.42	ความหนาแน่นของชิ้นงานตัวอย่างที่ทำการเติม CoO ด้วยร้อยละน้ำหนัก	62
4.43	โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.00$ ที่ กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ	63
4.44	โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.30$ ที่ กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ	64
4.45	โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.60$ ที่ กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ	65
4.46	โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.90$ ที่ กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ	66
4.47	ความแข็งของเซรามิก BNKT/xCoO โดยการวัดความแข็งแบบนูน	67

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาของการวิจัย

ตั้งแต่ปี ค.ศ. 1944 เป็นต้นมา วัสดุที่มีโครงสร้างเพอร์รอฟสไกต์ประเภทเพอร์โรอิเล็กทริกได้รับความสนใจอย่างมากโดยเฉพาะนักวิทยาศาสตร์ทางด้านฟิสิกส์ประยุกต์และทางด้านวัสดุศาสตร์ มีความสำเร็จมากมายที่เกี่ยวกับงานวิจัยทางด้านนี้ดังจะเห็นได้จากผลงานที่มีการค้นพบวัสดุชนิดใหม่มากมายโดยการสังเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ การค้นพบสมบัติใหม่ๆ รวมไปถึงการพัฒนาเทคโนโลยีเพื่อการนำไปประยุกต์ใช้[1] ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในชีวิตประจำวันผ่านทางเทคโนโลยีที่ซับซ้อนในทางอุตสาหกรรม อุปกรณ์ทางการแพทย์ และการวิจัยระดับสูง ตัวอย่างของการประยุกต์ใช้นำมาสร้างเป็น ตัวกรองทางวิทยุและการสื่อสาร หม้อแปลงเพียร์โซอิเล็กทริก ตัวตรวจจับ ตัวเก็บประจุที่มีค่าสูง โซนาร์เพียร์โซ อิเล็กทริกและอุปกรณ์อัลตราโซนิกซ์ อุปกรณ์วินิจฉัยทางการแพทย์ และอื่นๆ[2-5] วัสดุที่นำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางในงานทางด้านนี้ได้แก่วัสดุประเภท เลดเซอร์โคเนตไททาเนต และวัสดุที่มีเลดเซอร์โคเนตไททาเนตเป็นองค์ประกอบหลัก[6] แต่มีข้อจำกัดที่ว่าไอตะกั่วที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิตเป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม ในปัจจุบันมีการตระหนักถึงผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและสิ่งแวดล้อมมากขึ้น จึงเริ่มมีแนวคิดที่จะลดการใช้สารเคมีที่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม โดยมีความพยายามของหลายประเทศและระหว่างประเทศที่จะทำการลดการใช้สารเคมีที่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อมอย่างจริงจังตัวอย่างเช่น สหภาพยุโรปได้ผ่านร่างกฎหมายที่เกี่ยวกับขยะทางอิเล็กทรอนิกส์และเครื่องมือทางอิเล็กทรอนิกส์ และการลดการใช้สารเคมีที่เป็นพิษในส่วนประกอบของอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์และเครื่องมือทางอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งกฎหมายนี้มีชื่อย่อว่า “WEEE” และ “RoHS” มีจุดประสงค์หลักเพื่อรักษาสิ่งแวดล้อมและสุขภาพของมนุษย์โดยการลดปริมาณของ สารตะกั่ว ปรอท แคดเมียม โครเมียมเฮกซะวาเลนต์ โพลีโบรมิเนตเต็ดโบไฟนิล และโพลีโบรมิเนตเต็ดไดฟนิลอีเทอร์ ที่อยู่ในเครื่องมือ เครื่องใช้และอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ต่างๆในท้องตลาดลง ดังนั้นนักวิจัยจึงให้ความสนใจที่ศึกษาและวิจัยค้นคว้าเกี่ยวกับวัสดุไร้ตะกั่วเพื่อใช้สำหรับแทนวัสดุที่มีองค์ประกอบเป็นตะกั่วอยู่ [7]

โดยทั่วไปแล้ววัสดุไร้ตะกั่วที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ที่มีการทำการวิจัยในปัจจุบันจะมีวัสดุดังต่อไปนี้ที่เป็นองค์ประกอบหลักได้แก่ วัสดุจำพวกแบเรียมไททาเนตและแบเรียมไททาเนตดัดแปลง [8] บิสมัทโซเดียมไททาเนต [9] โปแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต[10]และ แบเรียมไนโอเบต เป็นต้น บิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนตดัดแปลง modified-BNKT นั้นเป็นวัสดุหนึ่งที่น่าสนใจเป็นอย่างยิ่งเนื่องจากมี ค่าไดอิเล็กทริกสูง ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกต่ำ สมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกที่ดีโดยมีค่าโพลาไรเซชัน

อย่างไรก็ตามสำหรับในปรับปรุงเซรามิกจำพวกอิเล็กโทรเซรามิก การเจือสารต่างๆลงไปด้วยตัวเจือต่างๆ เช่น ไนโอเบียม แมงกานีส นิกเกิล และโบรอน [11-14] สามารถปรับปรุงสมบัติของวัสดุชนิดนี้ได้ ในการปรับปรุงกระบวนการผลิต การปรับปรุงทำได้หลากหลายวิธีการเช่น การเตรียมผงโดยวิธีบดแบบสั้นความถี่สูงเพื่อให้ได้ผงที่มีขนาดเล็ก [15,16] การปรับปรุงวิธีการเผาผนึกเช่น การเผาผนึกด้วยอัตราการเผาอย่างรวดเร็ว การควบคุมอัตราการเผาแบบต่างๆ และ การเผาผนึกสองขั้นตอน [17,18] และเมื่อไม่นานมานี้มีหลายกลุ่มวิจัยได้ทำการปรับปรุงสมบัติของเซรามิกที่มีบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเนตเป็นองค์ประกอบหลักพบว่ามีค่าความเครียดที่เหนียวน่าโดยสนามไฟฟ้า(electric field-induced strain) สูงมากมีค่ามากและมีค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่ต่ำสำหรับวัสดุที่ไร้ตะกั่วเป็นองค์ประกอบ [19-23] วัสดุชนิดนี้จึงมีศักยภาพสูงมากที่จะนำมาประยุกต์ใช้งาน ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะการประดิษฐ์และพัฒนาปรับปรุงสมบัติของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกไร้ตะกั่วในระบบบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเนตเป็นองค์ประกอบหลักเพื่อให้เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1) สังเคราะห์เซรามิกไร้ตะกั่วชนิดใหม่ที่มีบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเนตเป็นองค์ประกอบหลัก
- 2) วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุชนิดใหม่ที่เตรียมได้ทั้งสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติเชิงกล

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้มุ่งเน้นสังเคราะห์เซรามิกไร้ตะกั่วชนิดใหม่ที่มีบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานตเป็นองค์ประกอบหลักด้วยกระบวนการผลิตที่ไม่ซับซ้อนและใช้ต้นทุนที่ต่ำ แล้วทำการทดสอบสมบัติ ทางไฟฟ้า ทางกายภาพและเชิงกล หารลักษณะเฉพาะของวัสดุที่สังเคราะห์ได้ โดยมีการปรับเปลี่ยนตัวแปรการผลิตให้ได้เซรามิกที่ให้สมบัติที่ดี

บทที่ 2

ทฤษฎี สมมติฐาน และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้ของงานวิจัยการประดิษฐ์เซรามิกเพอร์โรอิเล็กทริกไร้ตะกั่วในระบบบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตเป็นองค์ประกอบหลัก ได้กล่าวถึงในส่วนของ แนวคิดทฤษฎีพื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ดังรายละเอียดต่อไปนี้

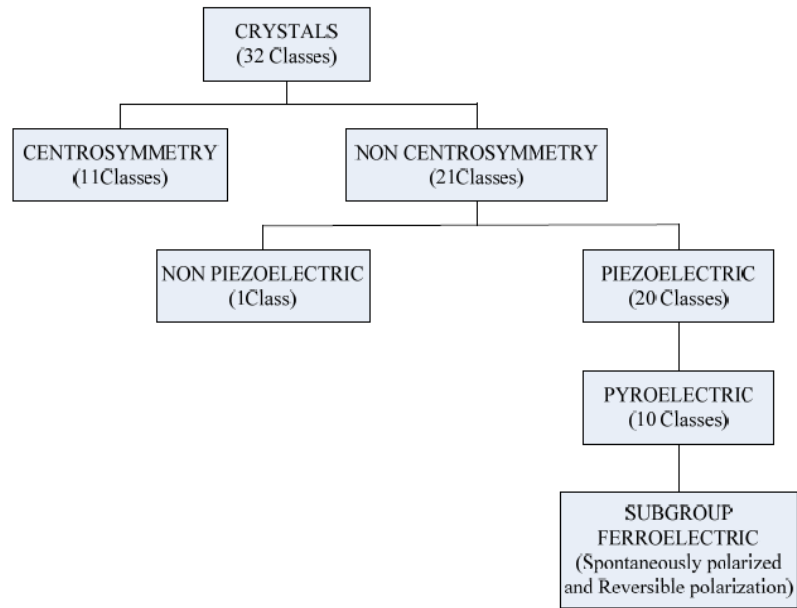
2.1 แนวคิดทฤษฎีพื้นฐาน

2.1.1 เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric)

ฌาคส์ และ ปีแอร์ คูรี (Jacques and Pierre Curie) ได้ค้นพบปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric effect) เป็นครั้งแรกในโลกในปี ค.ศ. 1880 ซึ่งพวกเขาค้นพบจากผลึกของสารประกอบเชิงเดี่ยว (single crystal compound) เช่น ควอตซ์ (quartz) ซิงค์เบลน (zinc blende) และ ทัวร์มาลีน (tourmaline) [24] โดยพบว่าเมื่อให้แรงกดกับวัสดุดังกล่าวแล้วทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าเกิดขึ้น ดังนั้นพวกเขาจึงเรียกปรากฏการณ์ที่พบนี้ว่าปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก ซึ่งคำว่า “เพียโซ” มาจากภาษากรีกที่แปลว่า “กด”

1) เพียโซอิเล็กทริกเซรามิก (piezoelectric ceramic)

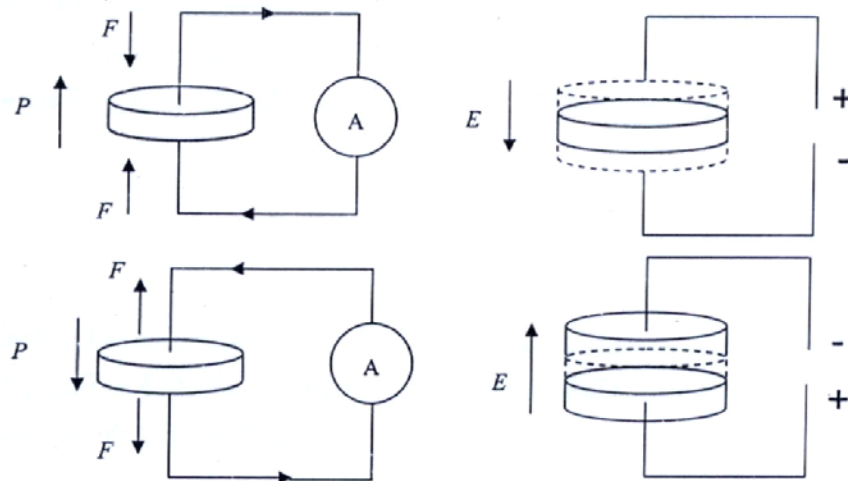
เซรามิกที่มีสมบัติที่สามารถทำให้เกิดปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก จะเกิดในสารบางชนิดเท่านั้น เช่น ในผลึกเชิงเดี่ยว (single crystal) และในสารประกอบประเภทเพอร์โรอิเล็กทริก สารเพียโซอิเล็กทริกจะมีสมบัติทำให้มีโพลาริเซชัน (polarization) นั่นคือเกิดกระแสไฟฟ้าที่เป็นผลเนื่องจากการได้รับแรงกดซึ่งเป็นแรงทางกลทำให้เกิดความเครียด (strain) ในผลึกซึ่งเกิดการจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันเรียกว่าโพลาริเซชัน (polarization) และให้กระแสไฟฟ้าออกมา ปริมาณและเครื่องหมายของการโพลาริเซชันจะแปรผันตามความเครียดที่ได้รับความเข้าใจในโครงสร้างภายในของวัสดุนั้น เป็นพื้นฐานที่สำคัญในการศึกษาสมบัติ เพียโซอิเล็กทริกของของแข็ง เมื่อทำการพิจารณาวัสดุที่มีผลึกเดี่ยวพบว่า ผลึกมีองค์ประกอบทางเคมีคงที่ และประกอบด้วยไอออน(อะตอมที่ประจุ) เรียงตัวกันซ้ำๆ ต่อกันเป็นเครือข่าย เกิดเป็นระนาบผลึก (lattice) หน่วยที่เล็กที่สุดที่มีความสมมาตรเรียกว่าหน่วยเซลล์ (unit cell) และเป็นตัวบอกความเป็นไปได้ของการมีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกในผลึก เนื่องจากความสามารถของโครงสร้างผลึกภายในถูกสะท้อนด้วยความสมมาตรของสมบัติที่วัสดุนั้นแสดงออกมา โดยนักผลึกศาสตร์แบ่งผลึกออกเป็น 32 กลุ่ม ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 การแบ่งกลุ่มของผลึกของวัสดุใน 32 กลุ่ม [1]

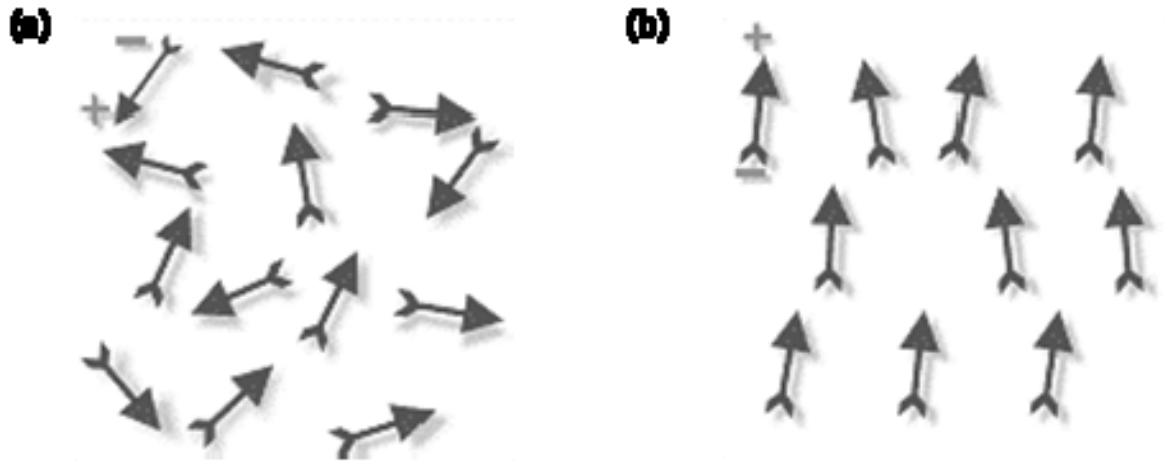
จากผลึก 32 กลุ่มดังกล่าว มี 21 กลุ่มที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง (non-centrosymmetric) ซึ่งเป็นลักษณะที่สำคัญที่ทำให้เกิดปรากฏการณ์ เพียโซอิเล็กทริกซึ่งพบถึง 20 กลุ่ม อีกกลุ่มหนึ่งที่เหลือไม่มีสภาพเป็นเพียโซอิเล็กทริกแม้จะอยู่ในกลุ่มที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางเพราะเกิดปรากฏการณ์พิเศษบางอย่าง การไม่มีสมมาตรของศูนย์กลางเป็นสภาวะที่สำคัญที่ทำให้เกิดสภาพเพียโซอิเล็กทริก เนื่องจากแรงกดที่ให้กับวัสดุเป็นแบบที่สมมาตรของศูนย์กลาง และไม่สามารถทำให้เกิดโพลาริเซชัน เช่น การเกิดโพลาริเซชันแบบเวกเตอร์ (vector-quality-like polarization) นอกจากนี้ว่าวัสดุนั้นจะมีลักษณะไม่สมมาตรของศูนย์กลางอยู่เอง ซึ่งจะทำให้ผลรวมของการเคลื่อนที่ของประจุบวกและลบสามารถสร้างได้โพลไฟฟ้าขึ้นมาหรือที่เรียกว่า การเกิดโพลาริเซชัน ความแตกต่างของวัสดุที่เป็นเพียโซอิเล็กทริกกับเพอร์โรอิเล็กทริก คือวัสดุเพียโซอิเล็กทริกไม่สามารถเกิดโพลาริเซชันด้วยตัวเอง แต่จะเกิดเมื่อให้แรงทางกลต่อผลึกเท่านั้น

สภาพเพียโซอิเล็กทริกเกิดขึ้นได้สองแบบคือ แบบที่เป็นทางตรง (direct effect) และแบบผกผัน (converse effect) ซึ่งก็คือ การเปลี่ยนแปลงพลังงานกลเป็นพลังงานไฟฟ้า เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงโพลาริเซชันเมื่อสารถูกแรงกลกระทำ หรือเกิดความเค้น (stress) เรียกปรากฏการณ์นี้ว่าปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกแบบทางตรง และการเปลี่ยนแปลงพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกลจะเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงไป หรือเกิดความเครียดในสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไป เรียกว่า



รูปที่ 2.2 ปรัชการณที่เกดขัันในสารเพียโซอิเล็กทริก [24]

กระบวนการโพล เป็นกระบวนการหนึ่งที่สำคัญที่จะทำให้เกิดสภาพเพียโซอิเล็กทริกในเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริก หากไม่มีการโพลเซรามิกจะไม่เปลี่ยนสภาพแม้ว่าแต่ละผลึกจะเป็นเพียโซอิเล็กทริกอยู่แล้วก็ตาม เซรามิกที่ผ่านการโพลมีประโยชน์มากเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิไม่เกินอุณหภูมิคูรี (curie temperature : T_c) เพราะเซรามิกจะเสียสภาพโพลาริเซชันที่เกิดจากการโพลที่อุณหภูมิสูงกว่า T_c

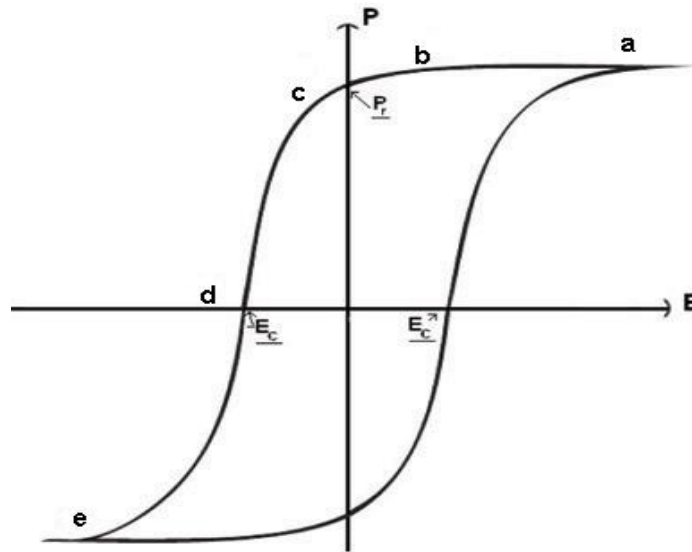


รูปที่ 2.3 ไดโพลภายในเนื้อสาร (a) ก่อนทำการโพลลิ่ง และ (b) หลังทำโพลลิ่ง [24]

2.1.2 เฟร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric)

สารเฟร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) [1,24-25] จัดอยู่ในผลึกประเภทพวกที่ไม่มีสมมาตรของศูนย์กลาง (noncentro-symmetric) โดยมี 21 กลุ่ม พบว่ามี 20 กลุ่มเป็นพวกเพียโซอิเล็กทริก ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่า วัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกจะเป็นสารเพียโซอิเล็กทริก แต่วัสดุเพียโซอิเล็กทริกจะไม่เป็นสารเฟร์โรอิเล็กทริก สามารถเกิดโพลาริเซชันขึ้นเองได้ (spontaneous polarization) ในวัสดุนั้นคือ ข้อไฟฟ้าที่มีการจัดเรียงไปในทิศทางเดียวกันถึงแม้จะไม่มีสนามมากระทำก็ตาม ทั้งนี้เนื่องจากข้อไฟฟ้าที่เกิดขึ้นภายในวัสดุสามารถส่งแรงที่มีขนาดสูงมากพอ ที่จะทำข้อไฟฟ้าที่อยู่ใกล้เคียงจัดเรียงในทิศทางเดียวกันและวัสดุสามารถกลับทิศ (reverse) โดยการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปได้ โดยที่สนามไฟฟ้านั้นต้องไม่มีค่าสูงกว่าค่า dielectric breakdown ซึ่งเป็นค่าสนามไฟฟ้าสูงสุดก่อนที่วัสดุนั้นจะกลายเป็นตัวนำไฟฟ้า (electric conductor)

วัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกที่มีการเปลี่ยนแปลงกับความถี่ของสนามไฟฟ้าและอุณหภูมิด้วย ถือว่าเป็นวัสดุไดอิเล็กทริกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมากกว่า 1000 เป็นวัสดุที่มีสมบัติพิเศษที่ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง ในที่นี้จะกล่าวถึงการนำวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกมาใช้ประโยชน์เฉพาะในมุมมองของการเป็นวัสดุไดอิเล็กทริก



รูปที่ 2.4 ความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้ากับโพลาริเซชันของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก

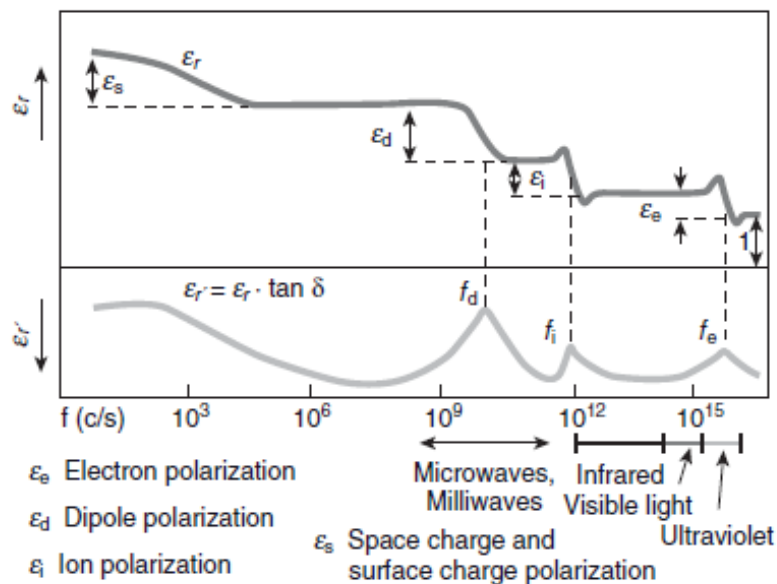
เมื่อมีการนำสารไดอิเล็กทริกมาวางในสนามไฟฟ้าจะเกิดการโพลาริเซชันขึ้นภายในสารนั้น และเมื่อลดสนามไฟฟ้าที่ให้จนกลายเป็นศูนย์ โพลาริเซชันในสารไดอิเล็กทริกก็จะกลายเป็นศูนย์ทันที แต่มีสารบางอย่างเมื่อเราให้สนามไฟฟ้าภายนอกเข้าไป ทำให้เกิดการโพลาริเซชันและเมื่อลดสนามไฟฟ้าลงจนเป็นศูนย์ โพลาริเซชันจะไม่เป็นศูนย์ในสารไดอิเล็กทริก แต่มักจะเป็นศูนย์เมื่อ $E_c = -E_c$ (เมื่อ $-E_c =$ ค่าสนามลบข้างโพลาริเซชัน) ทำให้เกิดวงวนของฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ซึ่งเป็นลักษณะของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก ดังรูปที่ 2.4 แสดงว่าในสารนั้นมีโมเมนต์คู่ขั้วถาวรอยู่ แม้ไม่มีการให้สนามไฟฟ้าทำให้มีการลดอุณหภูมิแทน โดยปกติสถานะเฟอร์โรอิเล็กทริกไม่ปรากฏที่อุณหภูมิสูงกว่าที่แน่นอนค่าหนึ่งที่เราเรียกว่า อุณหภูมิคูรี (T_c) ณ อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิคูรีนั้นผลึกจะอยู่สถานะพาราอิเล็กทริก (paraelectric)

2.1.3 อุณหภูมิคูรีและการเปลี่ยนเฟส (Curie temperature and phase transition) [26]

การเปลี่ยนแปลงของเฟสในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก จะสอดคล้องกับการเกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึก ซึ่งเป็นผลจากการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและการโพลาริเซชันทางไฟฟ้าของวัสดุ อุณหภูมิคูรี (Curie temperature, T_c) เป็นอุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเฟสจากพาราอิเล็กทริก (paraelectric phase) ที่อุณหภูมิ $T > T_c$ ซึ่งวัสดุจะไม่แสดงสมบัติการโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นเองได้ (spontaneous polarization) ไปยังเฟสเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric phase) ที่อุณหภูมิ $T < T_c$ วัสดุนี้จะแสดงสมบัติโพลาริเซชันแบบเกิดขึ้นเอง นอกจากนี้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity) ของวัสดุจะมีการเปลี่ยนแปลงและมีค่าเพิ่มขึ้นสูงสุดที่อุณหภูมิคูรีด้วย ที่อุณหภูมิสูงกว่า

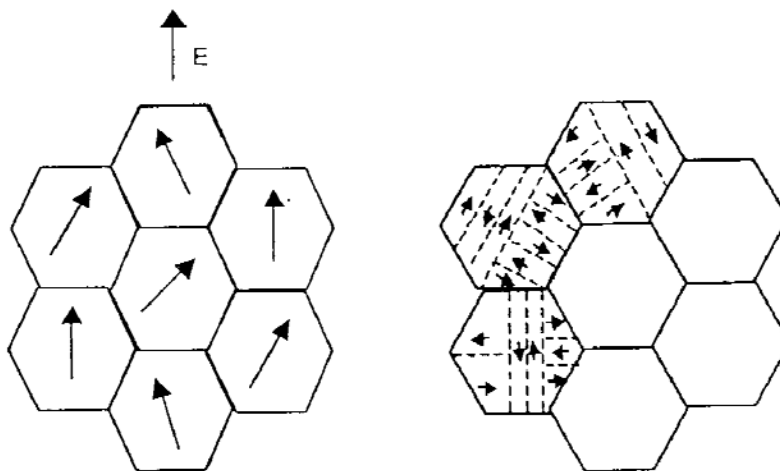
2.1.4 โพล่าไรเซชัน (polarization) [24, 27]

เมื่อให้สนามไฟฟ้ากับวัสดุเซรามิก ประจุไฟฟ้าภายในวัสดุจะเกิดการเลื่อนและการโพล่าไรเซชัน จะถูกเหนี่ยวนำให้เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนกับสนามไฟฟ้า ขึ้นอยู่กับขนาดของบริเวณที่ได้รับผลกระทบนั้น โดยประกอบไปด้วยโหมดที่ต่างกัน 4 โหมดของการเกิดโพล่าไรเซชันสามารถอธิบายได้คือ การเกิดโพล่าไรเซชันระดับอิเล็กทรอนิกส์ (electronic polarization) การโพล่าไรเซชันระดับไอออน (ionic polarization) การโพล่าไรเซชันแบบขั้วคู่ (dipole polarization) การโพล่าไรเซชันของประจุอากาศ และแบบประจุพื้นผิว (space and surface charge polarization) การโพล่าไรเซชันจะเกิดที่อุณหภูมิไม่มีการเปลี่ยนแปลง การโพล่าไรเซชันของวัสดุสามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงตามสนามไฟฟ้าทั้งหมดในช่วงของความถี่ต่ำมาก และเมื่อความถี่สูงขึ้นการโพล่าไรเซชันจะไม่เป็นแบบช่วงยาวตามการเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้า และในทางตรงกันข้ามการกระจายค่าของไดอิเล็กทริกจะเกิดขึ้นเมื่อความถี่มีค่าเพิ่มขึ้น (แสดงในรูปที่ 2.5)



รูปที่ 2.5 การกระจายในโพล่าไรเซชันของวัสดุไดอิเล็กทริก [27]

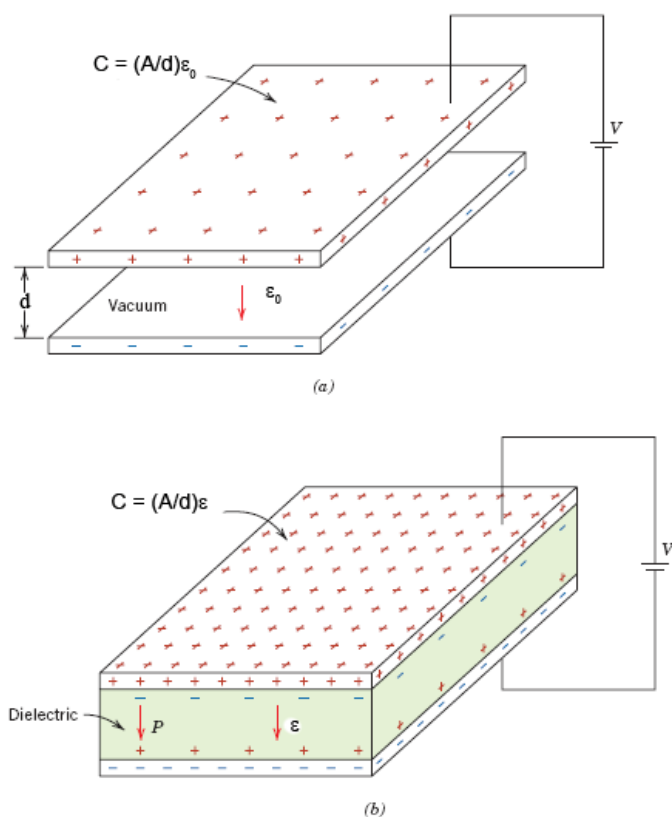
หากพิจารณาสารเซรามิก ที่ประกอบด้วยผลึกขนาดเล็กที่มีทิศทางของไดโพลต่างกัน การที่ไดโพลเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ มีผลทำให้เซรามิกไม่สามารถแสดงสมบัติ และวัดค่าเพียโซอิเล็กทริกได้ แต่เมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าเข้าไป จะเป็นการสร้างขั้วให้แก่สาร ซึ่งจะทำให้เกิดโพลาริเซชัน หรือไดโพลภายในเนื้อสารให้อยู่ในทิศทางใกล้เคียงกัน หรือทิศทางเดียวกับทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไป ดังรูปที่ 2.6 เพื่อเพิ่มสมบัติการเป็นเพียโซอิเล็กทริก และสมบัติทางไฟฟ้าด้วย



รูปที่ 2.6 การจัดเรียงไดโพลภายในเนื้อสารภายหลังและก่อนการให้สนามไฟฟ้า [24]

2.1.5 สมบัติไดอิเล็กทริก (dielectric properties)

สารทุกชนิดประกอบด้วยส่วนย่อยคือ โมเลกุลโดยปกติประกอบด้วยกลุ่มโปรตอนและอิเล็กตรอน มีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกัน และอยู่ภายใต้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลและแรงยึดเหนี่ยวของอะตอม [28] เมื่อมีแรงจากสนามไฟฟ้ามากระทำกับโมเลกุล จะทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักไปในทิศทางของสนาม และกลุ่มประจุลบจะเคลื่อนที่ไปในทิศทางตรงกันข้าม



รูปที่ 2.7 ลักษณะตัวเก็บประจุแผ่นคู่ขนานเมื่อให้ประจุเข้าไป (a) ระหว่างแผ่นคู่ขนานเป็นสุญญากาศ และ (b) ระหว่างแผ่นคู่ขนานเป็นสารไดอิเล็กทริก [28]

ดังนั้นโมเลกุลทุกโมเลกุลของสารต่างก็กลายเป็นโมเลกุลขั้วคู่ (dipole moment) โดยมีขั้วเล็กๆ เรียงต่อกันในทิศเดียวกันตามทิศของสนามไฟฟ้า อย่างไรก็ตามสารไดอิเล็กทริกประเภทนี้เป็นสารประเภทโมเลกุลไม่มีขั้ว (non-polar molecule) สารไดอิเล็กทริกบางชนิดที่มีโมเลกุลก่อตัวเป็นขั้วคู่ไฟฟ้า (dielectric dipole) ซึ่งในทิศทางไม่เป็นระเบียบ และเมื่อมีแรงจากสนามไฟฟ้าภายนอกกระทำต่อมัน จะทำให้ขั้วคู่เล็กๆ เหล่านี้เรียงตัวในทิศทางเดียวกันอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งเรียกโมเลกุลประเภทนี้ว่า ขั้วคู่ถาวร (permanent dipole) มีสารบางอย่างที่มีโมเลกุลเรียงตัวกันได้เองโดยไม่ต้องใช้สนามไฟฟ้าจากภายนอก เรียกสารชนิดนี้ว่า สารเฟอร์โรอิเล็กทริก โดยทั่วไปวัสดุไดอิเล็กทริกจะเป็นวัสดุที่มีค่าสภาพความต้านทานสูง ในการพิจารณาวัสดุไดอิเล็กทริกมักจะกล่าวถึงพจน์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียทางไดอิเล็กทริก โดยในกรณีแผ่นโลหะคู่ขนานที่มีสารไดอิเล็กทริกอยู่ระหว่างแผ่นโลหะคู่ขนาน พบว่ามีความสัมพันธ์ระหว่างค่าความจุไฟฟ้าและค่าคงที่ไดอิเล็กทริกดังนี้

$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 A}{d} \quad (2.1)$$

เมื่อ ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก C คือ ค่าความจุไฟฟ้า d คือ ความหนาของชั้นงาน A คือพื้นที่ของชั้นงาน ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมทางไฟฟ้าของสุญญากาศ ถ้าป้อนสัญญาณไฟฟ้ากระแสลับให้กับตัวเก็บประจุ กระแสที่ไหลผ่านตัวเก็บประจุมีเฟสนำหน้าความต่างศักย์เป็นมุม 90 องศา แต่ในทางปฏิบัติจะมีการสูญเสียเนื่องจากการที่ไดอิเล็กทริกมีความต้านทานไม่ถึงอนันต์ ทำให้เกิดเฟสของกระแสไฟฟ้านำหน้าความต่างศักย์น้อยกว่า 90 องศา เรียกว่า แผลงเตอร์การสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (dielectric loss tangent)

2.5.1 ค่าความสูญเสียไดอิเล็กทริก (Dielectric loss; $\tan \delta$)

ค่าความสูญเสียไดอิเล็กทริกสำหรับเซรามิกนั้นเป็นค่าความสูญเสียที่เกิดขึ้นจากการให้พลังงานไฟฟ้า

แล้วเกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานไปเป็นรูปแบบอื่นๆ เช่น เปลี่ยนแปลงเป็นพลังงานความร้อน เป็นต้น ซึ่งสามารถประมาณได้จากสัดส่วนของความได้เปรียบทางพลังงานของวงจรแผ่นตัวนำคู่ขนาน และสามารถวัดได้จากวงจรอิมพีแดนซ์ ซึ่งปริมาณของค่าความสูญเสียไดอิเล็กทริกนั้นสามารถประมาณได้ในช่วงความถี่ 1 กิโลเฮิรตซ์

2.1.6 บิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนต ($\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_y\text{K}_{1-y})_{0.5}\text{TiO}_3$)

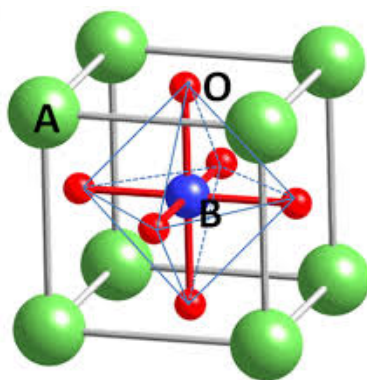
วัสดุเพียโซอิเล็กทริกเซรามิกที่ใช้กันอยู่แพร่หลายสำหรับทำอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ทำมาจากสารประกอบ 2 หรือ 3 องค์ประกอบ (binary and ternary system) ของสารเซรามิกซึ่งมีตะกั่วเป็นส่วนผสมที่สำคัญโดยเฉพาะอย่างยิ่งสารที่รู้จักกันดี คือ เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (lead zirconate titanate); PZT อย่างไรก็ตาม การที่ออกไซด์ของตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักของวัสดุประเภทนี้ ก่อให้เกิดปัญหาหลายประการ ทั้งในการผลิตและการใช้งานเนื่องจาก

1. ออกไซด์ของตะกั่วมีจุดระเหยต่ำ (ประมาณ 800 °C) ทำให้ต้องควบคุมบรรยากาศในการเผาอบผนึก (sintering) อย่างรัดกุมเพื่อให้อัตราส่วนของของส่วนผสมของวัสดุที่ถูกเผาถูกต้อง

2. ออกไซด์ของตะกั่วระเหยได้ง่ายทำให้ความสามารถในการผลิตซ้ำให้เหมือนเดิม (reproducibility) ทำได้ยาก
3. ออกไซด์ของตะกั่วเป็นพิษ ก่อให้เกิดปัญหามลภาวะทางอากาศ ซึ่งหลายประเทศโดยเฉพาะประเทศสหรัฐอเมริกาได้เพิ่มข้อจำกัดสำหรับปริมาณการใช้ของสารประเภทนี้มากขึ้น และในปัจจุบันสารชนิดนี้เป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 3 ตามระเบียบกระทรวงอุตสาหกรรมในประเทศไทย

ดังนั้นการวิจัยและพัฒนาส่วนของวัสดุเพียโซอิเล็กทริก ให้เป็นสารประกอบที่ปลอดจากออกไซด์ของตะกั่ว หรือให้มีสารประเภทนี้เป็นองค์ประกอบในปริมาณน้อยจึงเป็นเรื่องที่สำคัญและสามารถช่วยลดปัญหาทางมลภาวะจากการใช้ออกไซด์ของตะกั่วและอาจมีผลกระทบต่ออุตสาหกรรมอื่นได้

บิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตต ($\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_y\text{K}_{1-y})_{0.5}\text{TiO}_3$ หรือที่ใช้ตัวย่อว่า BNKT เป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite) ที่มีความซับซ้อน โดยทั่วไปสารประกอบซึ่งมีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์จะมีสูตรโครงสร้างเป็นแบบ ABO_3 ดังรูป 2.8



รูปที่ 2.8 โครงสร้างผลึกแบบเพอร์รอฟสไกต์

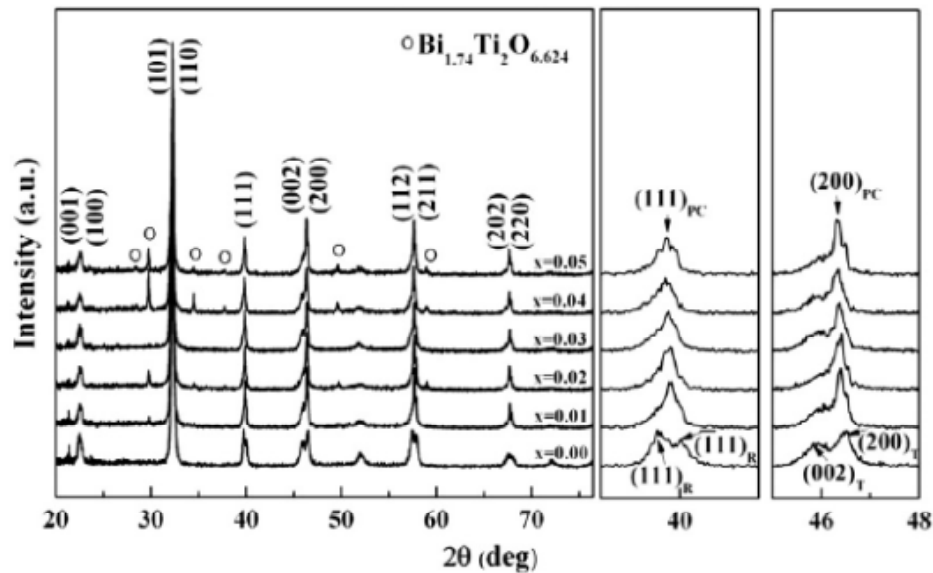
จากการศึกษาลักษณะผลึกที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ที่สูงพบว่าสารที่มีค่าความสามารถในการโพลาไรซ์เชิงไฟฟ้า (electronic polarizability) สูงมีสาเหตุมาจาก oxygen octahedral ของไอออนประจุบวกซึ่งอยู่ที่ B-site และ A-site ในกรณีไอออนของตะกั่ว (Pb^{2+}) เนื่องจากมีอิเล็กตรอนที่ไม่ได้ถูกแชร์อยู่ในชั้น 6s จึงทำให้มีค่าความสามารถในการโพลาไรซ์เชิงไฟฟ้าที่สูง ซึ่งมีผลต่อสารประกอบของไอออนชนิดนี้ และจากสมมติฐานที่ว่าความสามารถในการโพลาไรซ์เอง (spontaneous polarizability) ของสารประกอบที่มีโครงสร้างเพอร์รอฟสไกต์ที่ไอออนของ A-site ซึ่ง

เฟอร์โรอิเล็กทริก (bismuth sodium titanate ferroelectric) เนื่องจากสารประกอบระบบนี้มีความเป็นไปได้ที่จะมีสมบัติที่สามารถนำมาทดแทนการใช้สารประกอบที่มีออกไซด์ของตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

BNKT เป็นสารละลายของแข็งจากบิสมัทโซเดียมไททาเนตและบิสมัทโพแทสเซียมไททาเนต $y\text{BNT}-(1-y)\text{BKT}$ โดยลักษณะโครงสร้างผลึก ณ อุณหภูมิห้องจะเปลี่ยนแปลงตามปริมาณสัดส่วนของโพแทสเซียมสารประกอบ และพบว่า สัดส่วนผสมที่ใกล้เคียงกับบริเวณรอยต่อเฟสที่มีสัณฐานเหมือนกัน (morphotropic phase boundary; MPB) เมื่อ $0.16 < y < 0.20$ ให้ค่าสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม นอกจากนี้ยังมีการเปลี่ยนแปลงระบบผลึกตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ณ อุณหภูมิห้อง (25°C) ระบบผลึกของ BNKT เป็นรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระบบผลึกจะเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอล (tetragonal) และผลึกลูกบาศก์ (cubic) ตามลำดับ ซึ่งพบจะมีผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้าเช่นกันโดยที่จะเปลี่ยนไปเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) และ พาราอิเล็กทริก (paraferrroelectric) ตามลำดับ

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

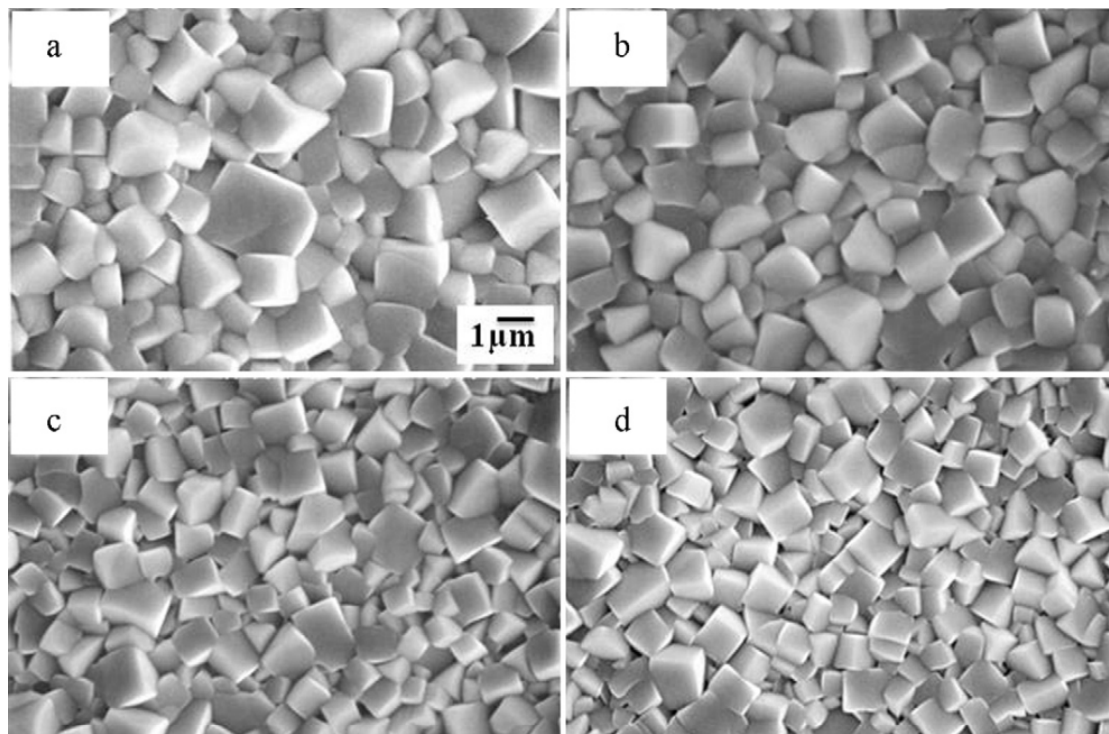
ในปี 2010 Ky-Nam Pham และคณะ [19] ได้ศึกษาผลการเจือไนโอเบียมในเซรามิกบิสมัทโซเดียมไททาเนตและบิสมัทโพแทสเซียมไททาเนต โดยเซรามิกบิสมัทโซเดียมไททาเนตและบิสมัทโพแทสเซียมไททาเนตในสัดส่วน $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.82}\text{K}_{0.18})_{0.5}\text{TiO}_3$ พบว่าชิ้นงานที่ไม่ได้เจืออยู่ในช่วง MBP โดยมีเฟสรอมโบฮีดรอลและเตตระโกนอลอยู่ จากนั้นมีการเปลี่ยนแปลงของเฟสไปเป็นคิวบิกเมื่อเจือไนโอเบียมที่ปริมาณมากขึ้นดังรูป 2.9



รูปที่ 2.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อเจือไนโอเบียมในเซรามิกบิสมาทโซเดียมไททานेट และบิสมาทโพแทสเซียมไททานेट [19]

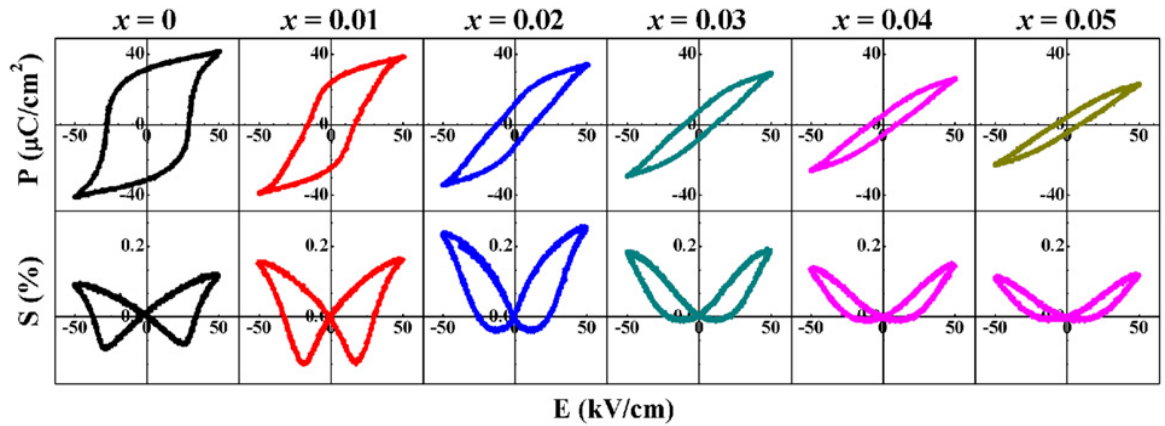
และยังพบอีกว่าที่การเจือไนโอเบียมร้อยละ 3 โดยโมลชิ้นงานตัวอย่างให้ค่าความเครียดที่เหนี่ยวนำจากสนามไฟฟ้าภายนอก สูงถึง 641 พิโกเมตรต่อโวลต์

ในปี 2011 Aman Ullah และคณะ [20] ได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของโพแทสเซียมต่อโครงสร้างและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานेट โดยสัดส่วนที่ทำการศึกษาคือ $0.975[\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)_{0.5}\text{TiO}_3]-0.025\text{BiAlO}_3$ โดยที่ x อยู่ในช่วง 0-0.25 พบว่าที่ x เท่ากับ 0.22 ให้ค่าความเครียดที่เหนี่ยวนำจากสนามไฟฟ้าภายนอก สูงถึง 533 พิโกเมตรต่อโวลต์ และความเข้มข้นของโพแทสเซียมที่มากขึ้นส่งผลให้ได้ขนาดเกรนที่เล็กลงดังแสดงในรูปที่ 2.10



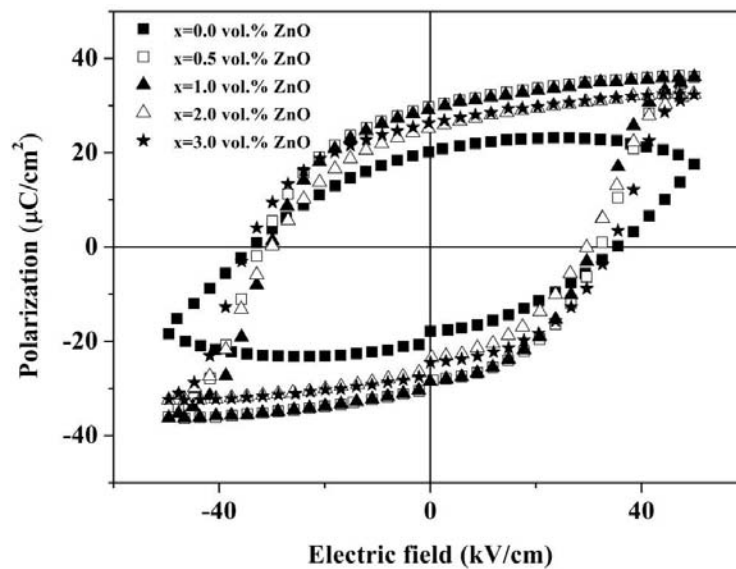
รูปที่ 2.10 รูปถ่าย SEM ของเซรามิก BNKT-BA ที่เติมโพแทสเซียมที่สัดส่วน x เท่ากับ 0.15, 0.20, 0.22 และ 0.25 [20]

ในปี 2013 Han Bak Lee และคณะ [21] ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของสารละลายของแข็งระหว่างระบบบิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททานตกับระบบแบเรียมแคลเซียมเซอร์โคเนตตามสัดส่วนดังนี้ $(1-x)\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.82}\text{K}_{0.18})_{0.5}\text{TiO}_3-x(\text{Ba}_{0.8}\text{Ca}_{0.2})\text{ZrO}_3$ ที่สัดส่วน x เท่ากับ 0.01-0.05 พบว่าผลของสัดส่วน x ทำให้ได้วงจรรีซิสที่แคบคงดังแสดงใน รูปที่ 2.11 อีกทั้งให้ค่าให้ค่าความเครียดที่เหนียวมาจากสนามไฟฟ้าภายนอก สูงสุดถึง 549 พิโกเมตรต่อโวลต์



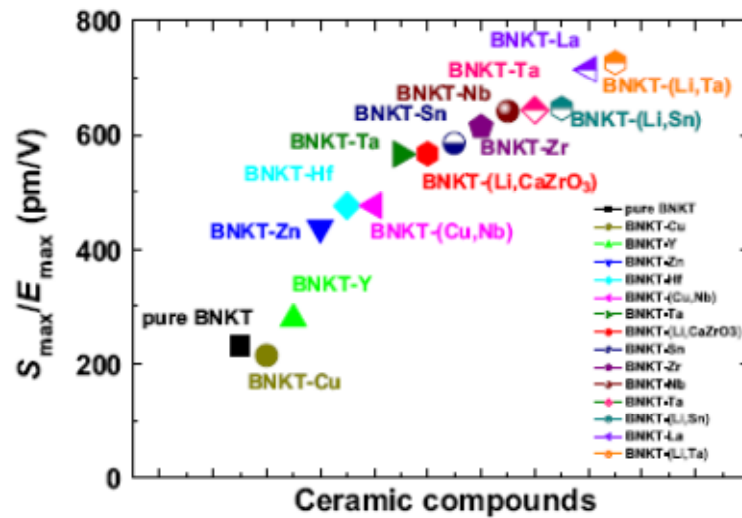
รูปที่ 2.11 ผลของ BCZ ที่ผสมใน BNKT เซรามิกต่อสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและสมบัติความเครียด [21]

ในปี 2014 Chanade Wichasilp และคณะ [22] ได้ทำการสังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเนตที่เติมด้วยซิงค์ออกไซด์นาโนพบว่าการเติมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์นี้สามารถปรับปรุงสมบัติความเป็นผลึก ไดอิเล็กทริก และเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิกระบบนี้ได้ และยังสามารถทำให้ค่าสูญเสียทางไดอิเล็กทริกลดลงในการเติมไปเพียงเล็กน้อย ซึ่งบ่งชี้ว่าค่าสูญเสียทางไดอิเล็กทริกสามารถปรับปรุงโดยการเติมอนุภาคนาโนนี้ ยิ่งไปกว่านั้นสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกก็ยังดีขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าของเซรามิก BNKT/xZnO [22]

ในปี 2015 Nguyen van Quyet และคณะ [23] ได้ทำการศึกษาผลการเจือลิเทียมในเซรามิกบิสมีทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตกับแคลเซียมเซอร์โคเนต ในสัดส่วน $0.97\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.4-x}\text{Li}_x\text{K}_{0.1}\text{TiO}_3-0.03\text{CaZrO}_3$ (BNKTCZ-xLi) ($x= 0.00,0.01,0.02,0.03,0.04$, และ 0.05) พบอีกว่าที่การเจือไนโอเบียมร้อยละ 5 โดยโมลชิ้นงานตัวอย่างให้ค่าความเครียดที่เหนี่ยวนำจากสนามไฟฟ้าภายนอก สูงถึง 567 พิโกเมตรต่อโวลต์ อย่างไรก็ตามงานวิจัยได้รวบรวมข้อมูลที่น่าสนใจเกี่ยวกับการเพิ่มของความเครียด (strain) เมื่อทำการปรับปรุงสมบัติของเซรามิกบิสมีทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตดังในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 สมบัติของความเครียดที่ถูกเหนี่ยวนำจากสนามไฟฟ้าของชิ้นงานตัวอย่างที่ถูกปรับปรุงสมบัติโดยใช้สารเจือต่าง ๆ กัน [23]

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดที่เกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์และกระบวนการการประดิษฐ์ เซรามิกเพอร์โรอิเล็กทริกไร้ตะกั่วในระบบบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเนตเป็นองค์ประกอบหลัก เพื่อนำไปตรวจสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้า ทางกายภาพและเชิงกล โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองได้แก่

1. บิสมาทออกไซด์
2. โซเดียมคาร์บอเนต
3. โพแทสเซียมคาร์บอเนต
4. ไทเทเนียมออกไซด์
5. โคบอลต์ออกไซด์
6. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์
7. ผงอลูมินาไดออกไซด์
8. เอทานอล
9. น้ำมันซิลิโคนออยล์
10. อะซิโตน
11. กาวเงิน
12. น้ำกลั่น

3.2 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีดังต่อไปนี้

1. เม็ดบดเซอริโคเนียร์ทรงกลม
2. แท่งแม่เหล็ก สำหรับหมุนผสมสาร
3. ปีกเกอร์ขนาด 100,500 และ 1,000 มิลลิลิตร
4. กระจกป้องกันพร้อมฝาปิด สำหรับทำการบดย่อยสาร
5. ซ้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส

6. เทปกาวพลาสติกสีขาวและสีดำ
7. สก็อตไบต์และน้ำยาล้างจาน
8. ถังซีปสำหรับใส่สาร
9. คีมคีบสาร
10. ตะแกรง สำหรับร่อนสาร
11. ครกหยกบดสารขนาดเล็ก
12. ถ้วยอลูมินา พร้อมฝาปิด
13. ผงขัดอะลูมินา
14. ผ้าร่อน
15. สติง สำหรับยึดผ้าร่อน
16. กระจกฟอยล์
17. กระจกทรายน้ำเบอร์ 800, 1,000 และ 1,200
18. ถังมือ
19. เตาแผ่นความร้อน สำหรับระเหยแห้ง
20. แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
21. เวอร์เนียร์ดิจิตอล ความละเอียด 0.001 มิลลิเมตร
22. เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง 1,200 องศาเซลเซียส
23. ตู้อบสารอุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส
24. เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก
25. เครื่องบดผสม
26. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม
27. จานหมุนสำหรับขัดสาร
28. เครื่องวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกประเทศอังกฤษ
29. เครื่องมือวัดสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก

3.3 วิธีการสังเคราะห์เซรามิก

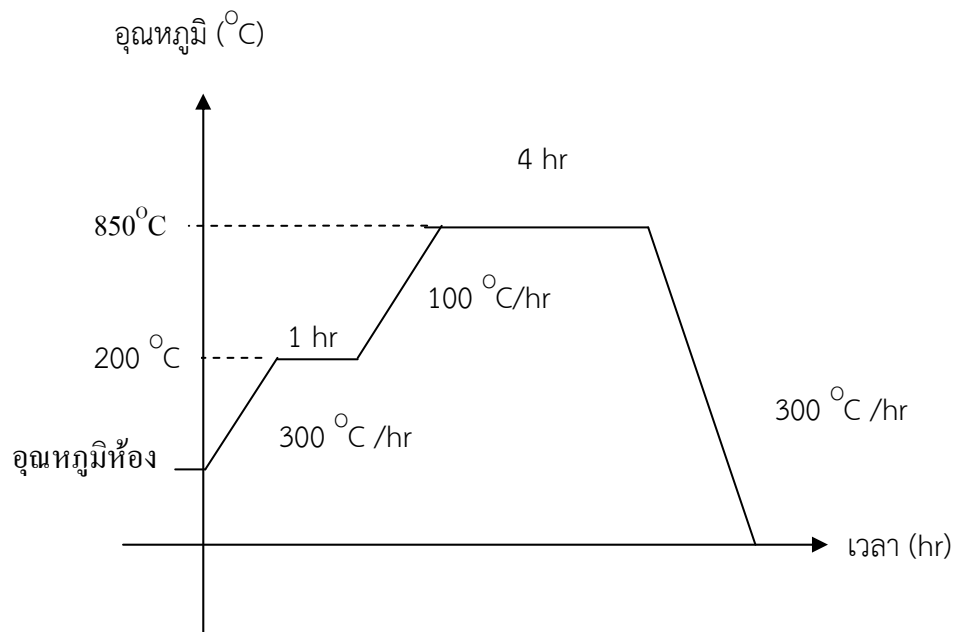
3.3.1 กระบวนการเตรียมผง BNKT -CoO

ในการเตรียมผง ในระบบ BNKT- $x\text{CoO}$ เมื่อ x เท่ากับ 0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.60 และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก โดยใช้วิธีการผสมแบบมิกซ์ออกไซด์ (mixed oxide) และใช้สารตั้งต้นตามปริมาณสารสัมพันธ์ มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1. เริ่มจากชั่งสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูงตามสัดส่วนที่ต้องการ ได้แก่ Bi_2O_3 Na_2CO_3 K_2CO_3 TiO_2 และ CoO แล้วนำมาบดผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีเม็ดบดเซอร์โคเนีย (zirconia mil ball) ด้วยเครื่องบดผสมสารแบบหมุนวน เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมงโดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง ดังรูปที่ 3.2

2. จากนั้นทำการแยกเม็ดบดออกจากของเหลว แล้วนำมาทำให้แห้ง โดยนำของเหลวผสมมาวางบนเตาแผ่นให้ความร้อน (Hot plate) ที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส และคนสารด้วยแท่งคนสาร

3. จากนั้นนำสารผสมที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาให้สนิทแล้วนำมาเผาแคลไซต์ (calcination) ด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคของสารตั้งต้นให้ได้เป็นสารประกอบ BNKT ดังรูปที่ 3.1 จากนั้นนำผง BNKT- xCoO มาบดด้วยครกหยดบดสาร (agate mortar)



รูปที่ 3.1 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซต์ (calcination)

ซังสาร $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3 + \text{TiO}_2 + \text{CoO}$



นำสารที่ซังแล้วไปใส่ขวดเตรียมบด และใส่เม็ดบดเซอร์โคเนีย
ลงไปประมาณ 3 ส่วน 4 ของขวด แล้วเติมเอทานอลลง
ไปให้เกือบเต็มขวด



นำไปบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง



นำสารออกจากขวด





รูปที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนกระบวนการเตรียมผง BNKT-CoO

3.3.2 กระบวนการเตรียมเม็ดเซรามิกBNKT -CoO

ขั้นตอนการเตรียมเซรามิก BNKT- CoOมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

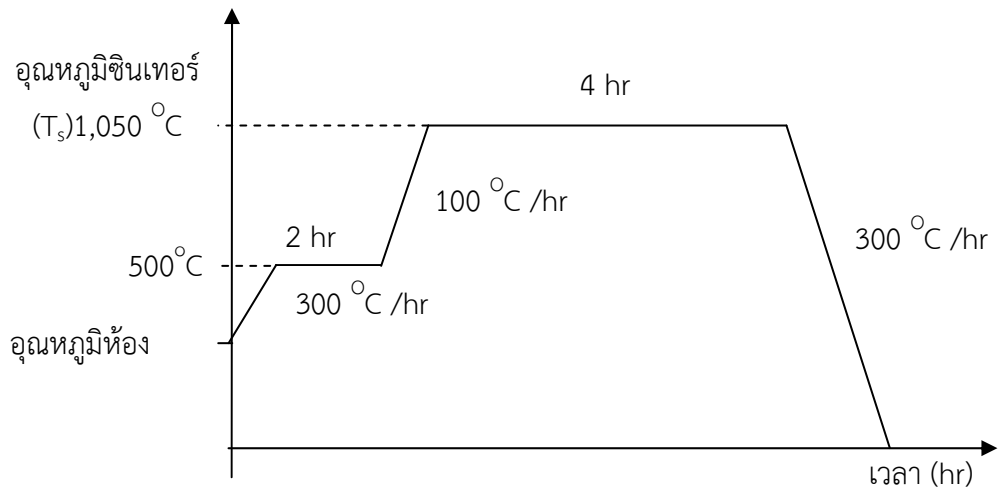
1. บดผง BNKT- CoOแล้วเติมสารยึดเหนี่ยว (binder) พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้นร้อยละ 3โดยน้ำหนัก เป็นตัวประสานเพื่อให้ผงเกาะกันได้ดีขึ้นในการขึ้นรูปให้ชิ้นงานประมาณ 1 หยดเป็นเวลา 5 นาที จนละเอียด

2. นำผงที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูปที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (Disc) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร มีความหนา 1 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิกและแม่พิมพ์โลหะด้วยแรงดัน 1 ตันป็น เวลา 20 วินาที รูปที่ 3.6

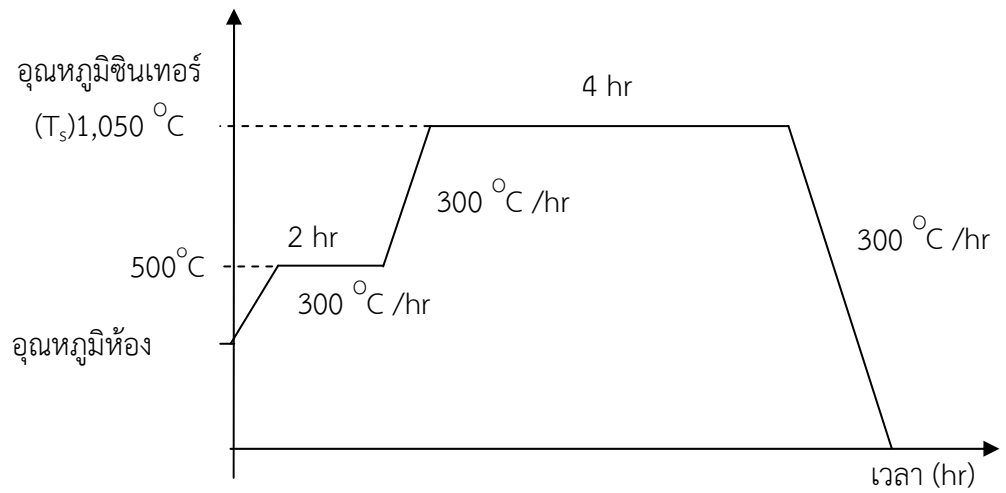
3. นำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว (Green body) นำมาจัดเรียงลงในถ้วยอลูมินาที่มีผงอลูมินาอยู่ชั้นแรก แล้วทำการกลบชิ้นงานด้วยผง BNKT-CoO ต่อด้วยผงอะลูมินาอีกครั้งแล้วปิดฝา เพื่อป้องกันสิ่งปนเปื้อนระหว่างการเผาและเพื่อช่วยให้ความร้อนสามารถกระจายเข้าสู่ชิ้นงานทุกทิศทางอย่างสม่ำเสมอ นอกจากรนนี้ยังช่วยลดการระเหยของสารออกจากชิ้นงาน

4. นำไปเผาซินเทอร์ (Sintering) ซึ่งในการทดลองนี้จะทำการซินเทอร์ด้วยเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิเท่ากับ 1,050 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 100, 300 และ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.3, 3.4 และ 3.5 ตามลำดับ

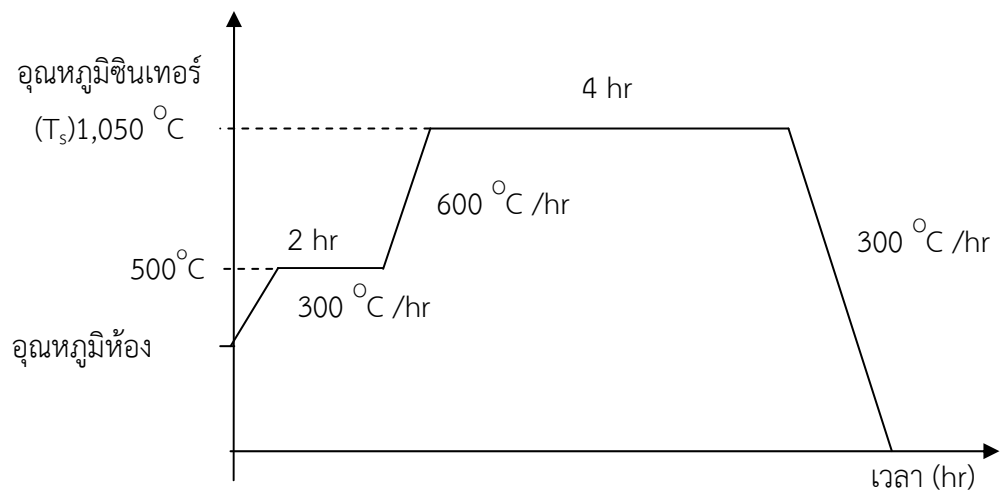
5. นำเม็ดเซรามิกไปตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าได้แก่ค่าไดอิเล็กทริก ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกและ เพรโรอิเล็กทริก



รูปที่ 3.3 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง



รูปที่ 3.4 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง



รูปที่ 3.5 แผนผังการใช้อุณหภูมิในการเผาซินเทอร์ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

เตรียมอุปกรณ์ที่ใช้อัดสาร



ผสมPVA 1 หยด



อัดสารให้เป็นเม็ดด้วยแรงดัน 1 ตัน เป็นเวลา 20 วินาที



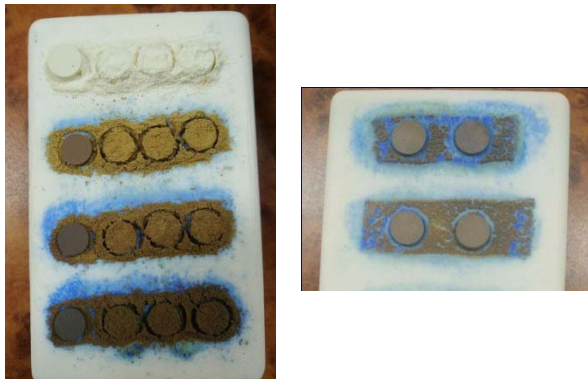
นำชิ้นงานมาเรียงบนถาดอะลูมินา



นำไปเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส



ได้เม็ดเซรามิก BNKT-CoO ที่ $x = 0.0, 0.10, 0.20, 0.30, 0.60$ และ 0.90



รูปที่ 3.6 แผนผังขั้นตอนกระบวนการเตรียมเม็ดเซรามิก BNKT-CoO

3.4 วิธีการตรวจสอบสมบัติเซรามิก

3.4.1 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก

การตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (relative permittivity, ϵ_r) และการสูญเสียในรูปของความร้อนของไดอิเล็กทริก (dissipation factor, $\tan \delta$) ในการทดลองนี้ได้ทำการตรวจวัดที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิสูง สามารถหาได้โดยอาศัยเครื่องวัดไดอิเล็กทริก ซึ่งวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ในช่วงความถี่ 1,000 เฮิรตซ์ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1. นำชิ้นงานเซรามิกไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000, และ 1200 ตามลำดับ ให้มีขนาด 1 มิลลิเมตรเพื่อให้ผิวของชิ้นงานเรียบและได้ระนาบ
2. วัดค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางหลังขัดด้วยกระดาษทราย
3. นำชิ้นงานเซรามิกไปทำขั้วไฟฟ้า โดยทากาวเงิน (silver paint) แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส นาน 15 นาที
4. นำชิ้นงานเซรามิกไปทำการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และ ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ด้วยเครื่องวัดในช่วงความถี่ 1,000 เฮิรตซ์ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ดังรูปที่ 3.7
5. บันทึกค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกตามช่วงความถี่ที่กำหนดแล้วนำค่าความจุไฟฟ้าไปคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังสมการที่ (2.1)



รูปที่ 3.7 เครื่องสำหรับวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก

3.4.2 การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

คุณสมบัติที่สำคัญที่สุดของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก คือการกลับทิศของสภาพการมีขั้ว โดยการใช้สนามไฟฟ้า และผลของการกลับทิศของโดเมนในวัสดุคือ การเกิดวงวนฮีสเทอรีซิส โดยการเกิดวงวนฮีส

1. นำชิ้นงานเซรามิกไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 800, 1000, และ 1200 ตามลำดับ ให้มีขนาด 1 มิลลิเมตรเพื่อให้ผิวของชิ้นงานเรียบและได้ระนาบ
2. นำชิ้นงานเซรามิกไปทำขั้วไฟฟ้า โดยทากาวเงิน (silver paint) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส นาน 15 นาที เพื่อให้กาวเงินแห้ง
3. ใช้ตัวจับซึ่งอยู่ในน้ำมันซิลิโคนจับชิ้นงาน แล้วให้สนามไฟฟ้าแก่ชิ้นงานเซรามิก โดยใช้เครื่องวัดสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ดังรูปที่ 3.8
4. นำค่าที่ได้มาเปรียบเทียบกับค่าสภาพคงเหลือโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้าลบล้าง



รูปที่ 3.8 เครื่องตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

3.4.3 การตรวจสอบเฟสและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ มาทำการตรวจสอบหาลักษณะโครงสร้างผลึกและชนิดของเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งเทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) โดยเมื่อรังสีตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึกและมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบ จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่

3.4.4 การตรวจสอบความหนาแน่น

การทดลองนี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการแทนที่ของอาร์คิมิดีส (Archimedes) ซึ่งทำการทดลองโดยการนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำ กลั่นเป็นเวลานาน 5 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของเม็ดเซรามิก หลังจากนั้นนำเซรามิกที่ผ่านการต้มมาชั่งน้ำหนักในอากาศ (W_2) แล้วจึงนำเซรามิกไปอบในตู้อบที่มีอุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ให้แห้งก่อนที่จะนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้งหนึ่ง (W_1) แล้วจึงทำการคำนวณหาความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกจากสมการ 3.1

$$\rho_s = \left[\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right] \times \rho_{st} \quad (3.1)$$

เมื่อ	ρ_s	คือ	ความหนาแน่นของเซรามิก
	ρ_{st}	คือ	ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทดลอง มีหน่วยเป็น กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (g/cm^3)
	W_1	คือ	น้ำหนักของเซรามิกหลังจากอบแห้ง มีหน่วยเป็น กรัม (g)
	W_2	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ มีหน่วยเป็น กรัม (g)
	W_3	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ มีหน่วยเป็น กรัม (g)

3.4.5 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

งานวิจัยนี้จะใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ในการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านกระบวนการเผาซินเทอร์ เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบการอธิบายถึงโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก ที่มีขนาดเกรนและรูปร่างของเกรนที่แตกต่างกัน รวมทั้งใช้ประกอบการอธิบายสมบัติทางกายภาพของเซรามิกได้ โดยจะทำการตรวจสอบพื้นผิว ซึ่งมีขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างชิ้นงาน ดังนี้

- 1) นำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เพื่อกำจัดสิ่งแปลกปลอมออกไปจากผิวของชิ้นงาน เป็นเวลา 10 นาที
- 2) นำชิ้นงานไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออกจากชิ้นงาน
- 3) นำชิ้นงานไปติดเทปคาร์บอน และนำไปเคลือบผิวด้วยทองคำ (Au) โดยใช้เครื่องสปัตเตอริง (sputtering)
- 4) นำชิ้นงานเซรามิกไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ทุกเงื่อนไขการประดิษฐ์

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์

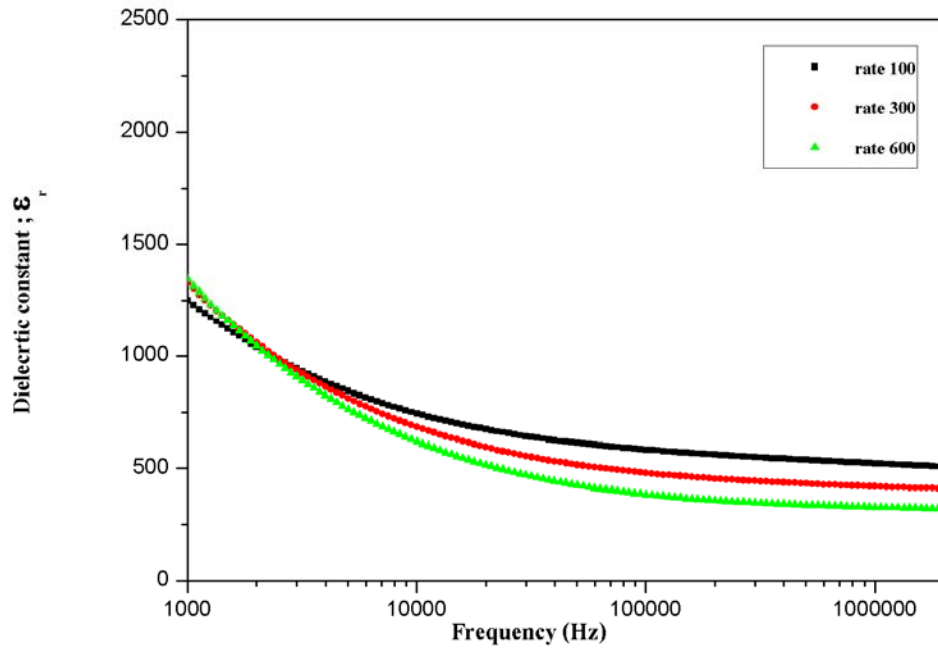
หลังจากทำการแคลไซต์ผง BNKT-xCoO ที่ปริมาณความเข้มข้นของสาร เท่ากับ 0.00, 0.01, 0.02, 0.03, 0.06 และ 0.09 เศษส่วนโดยน้ำหนักแล้ว จึงนำผง BNKT-xCoO ดังกล่าวมาอัดขึ้นรูป ด้วยแรงดัน 1 ตัน เป็นเวลา 20 วินาที เป็นเม็ดแผ่นกลม มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร โดยใช้ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นสารยึดเหนี่ยวในการขึ้นรูป จากนั้นนำชิ้นงานไปเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราเร็ว การขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง และ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง และนำไปใช้ในการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของเซรามิกต่อไป

4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก

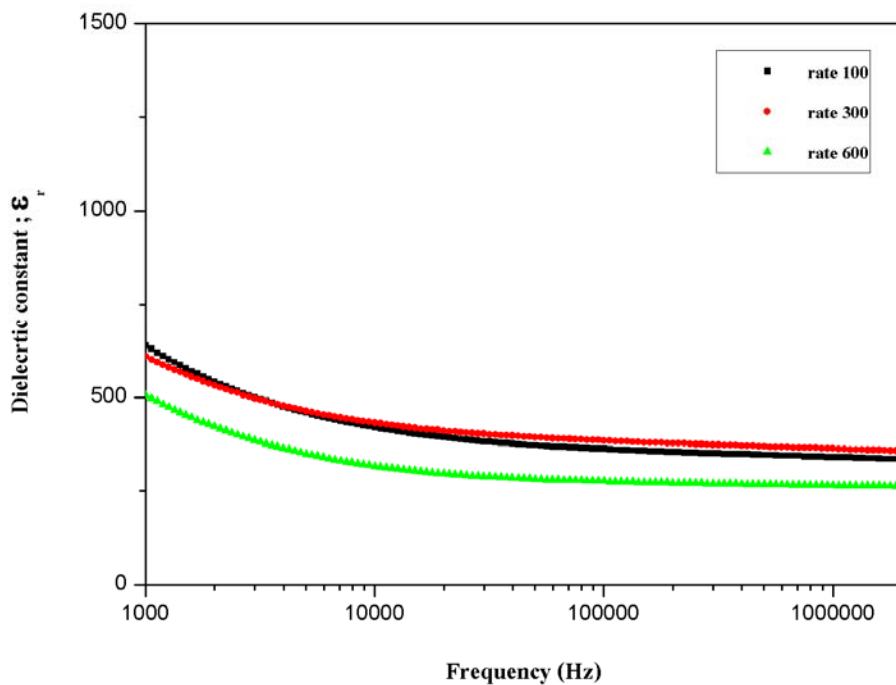
ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกมีดังต่อไปนี้

4.1.1 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่ ที่อุณหภูมิห้อง

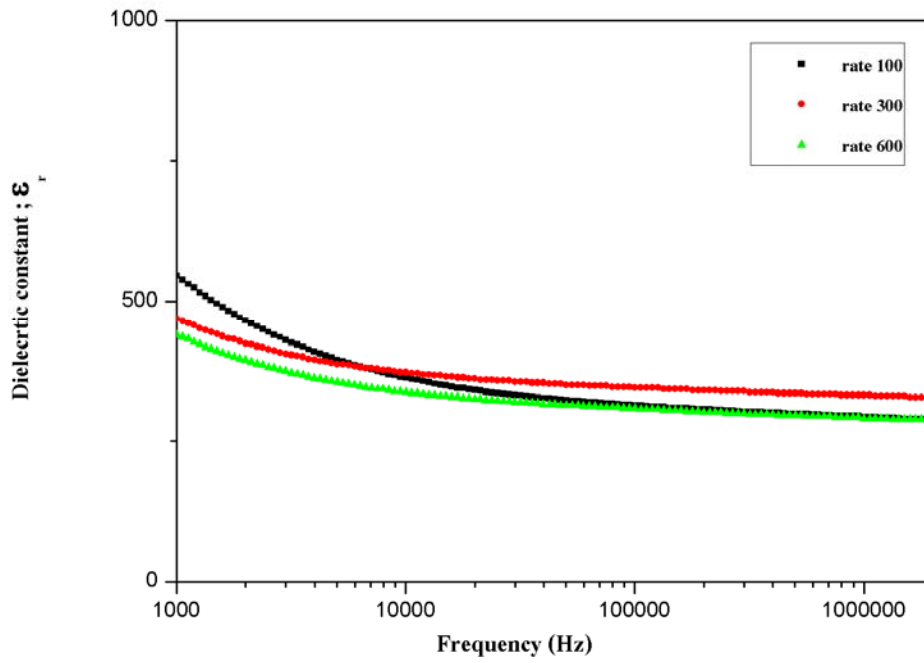
เมื่อนำเซรามิก BNKT-xCoO มาศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ที่ 1000 เฮิรตซ์ 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อพิจารณาผลของความถี่ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริก พบว่า สารเจือในทุกระดับการเติมสาร ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง เมื่อความถี่สูงขึ้น พิจารณา ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเปรียบเทียบอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง ที่ปริมาณการเติม CoO ตั้งแต่ 0.0-0.9 มาเปรียบเทียบกันในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO ได้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและ ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังกราฟค่าไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5 และ 4.6 และกราฟ ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกดังรูปที่ 4.7, 4.8, 4.9, 4.10, 4.11 และ 4.12 จากกราฟจะเห็นว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกส่วนใหญ่ที่ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะมีค่ามากที่สุด ยกเว้นที่ความเข้มข้นของ CoO 0.1 และ 0.2 ร้อยละโดยน้ำหนัก ส่วน ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพบว่าส่วนใหญ่ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะมีค่ามากที่สุด ยกเว้นที่ความเข้มข้นของ CoO เป็น 0.1 ร้อยละโดยน้ำหนัก ซึ่งชี้ให้เห็นว่าค่า ไดอิเล็กทริกที่สูงก็จะมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกสูงตามไปด้วย



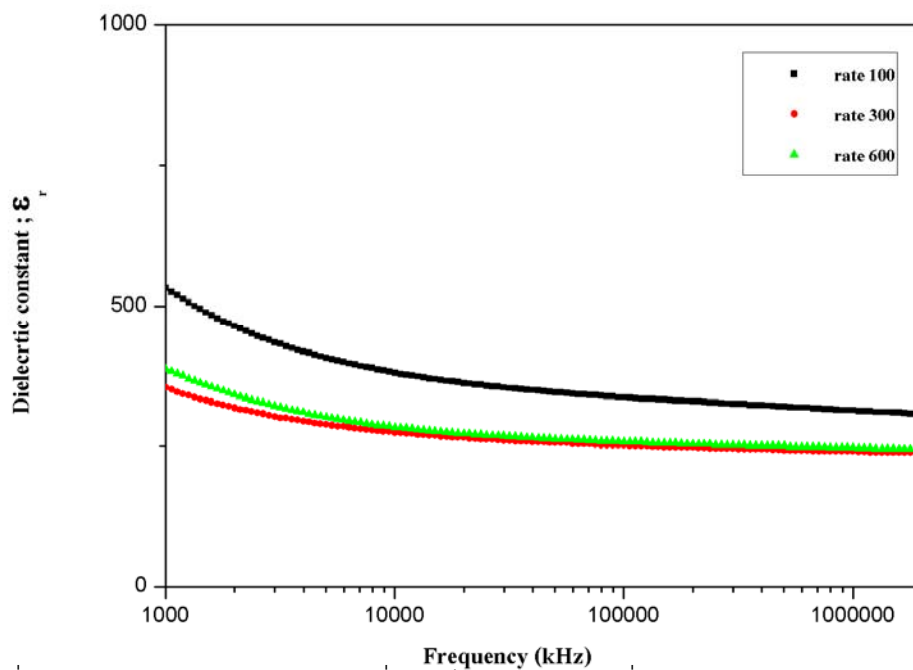
รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.00 โดยน้ำหนัก



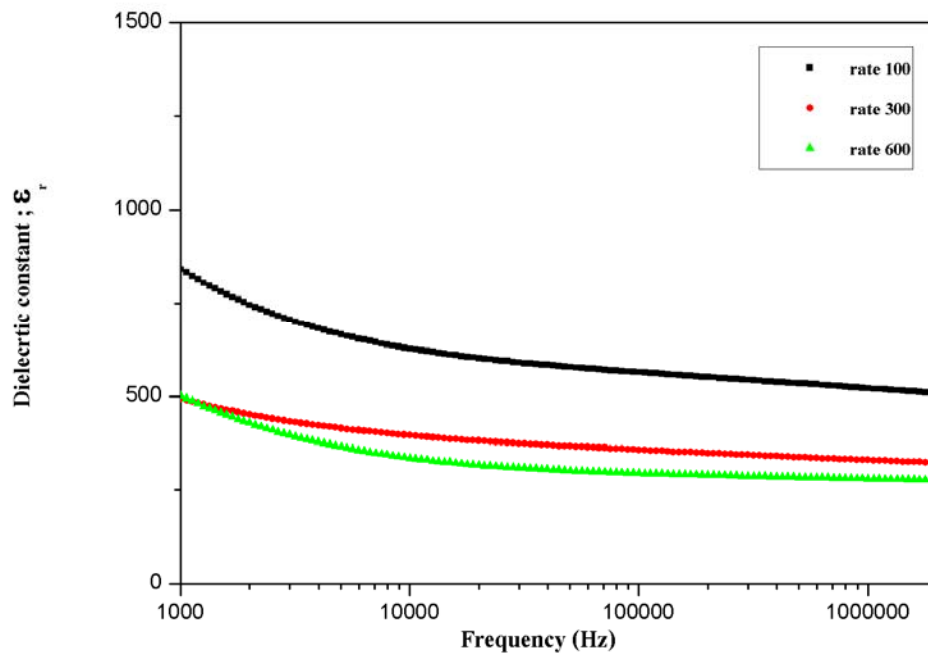
รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.10 โดยน้ำหนัก



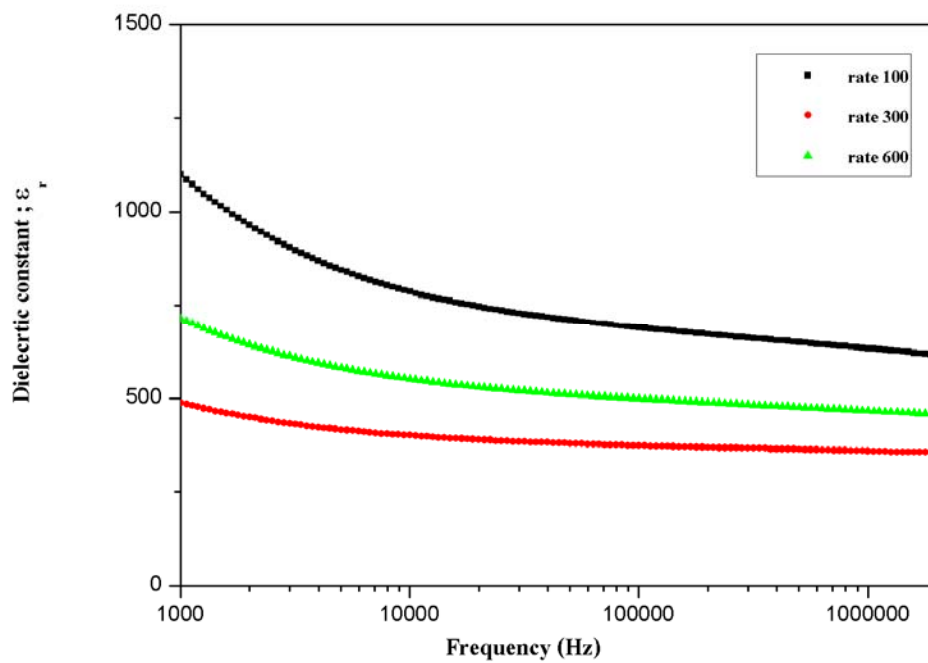
รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.20 โดยน้ำหนัก



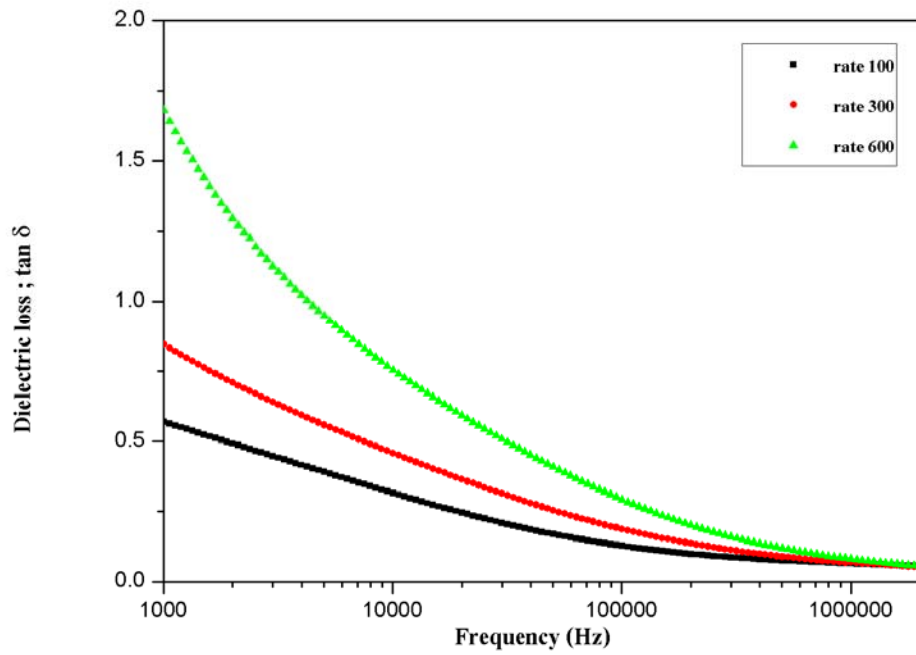
รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.30 โดยน้ำหนัก



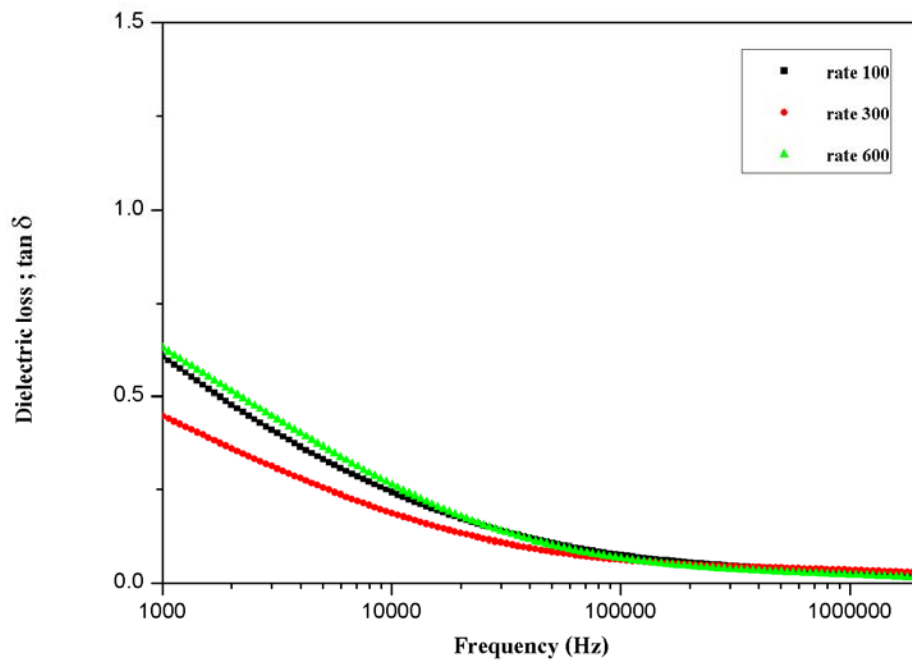
รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.60 โดยน้ำหนัก



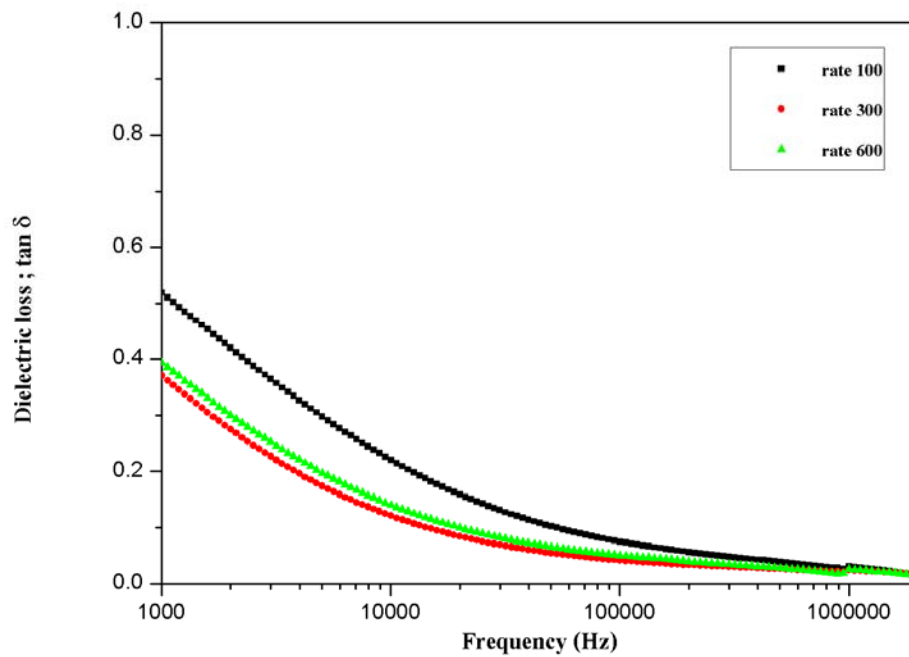
รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.90 โดยน้ำหนัก



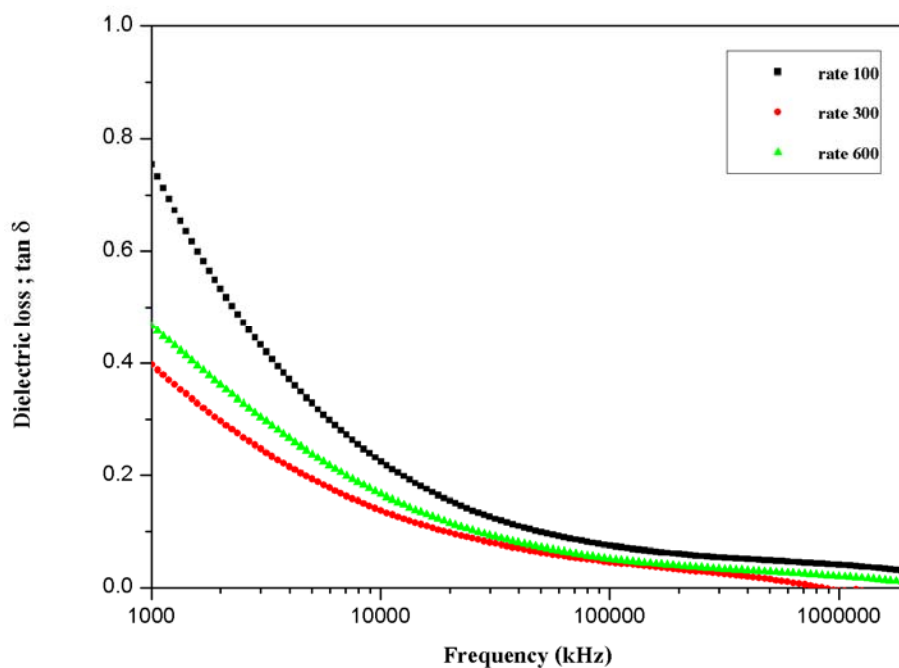
รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.00 โดยน้ำหนัก



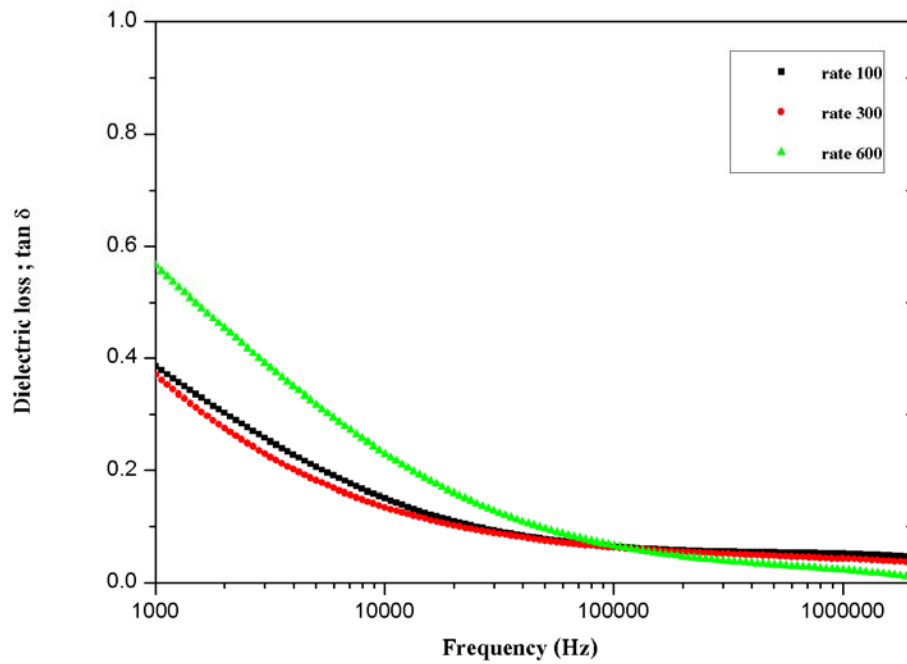
รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.10 โดยน้ำหนัก



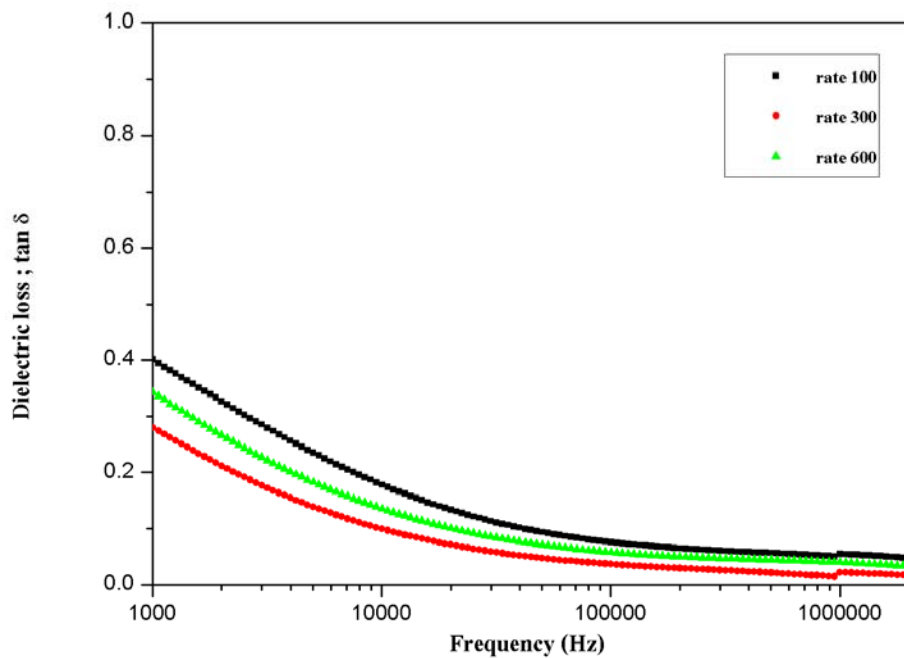
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.20 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.30 โดยน้ำหนัก



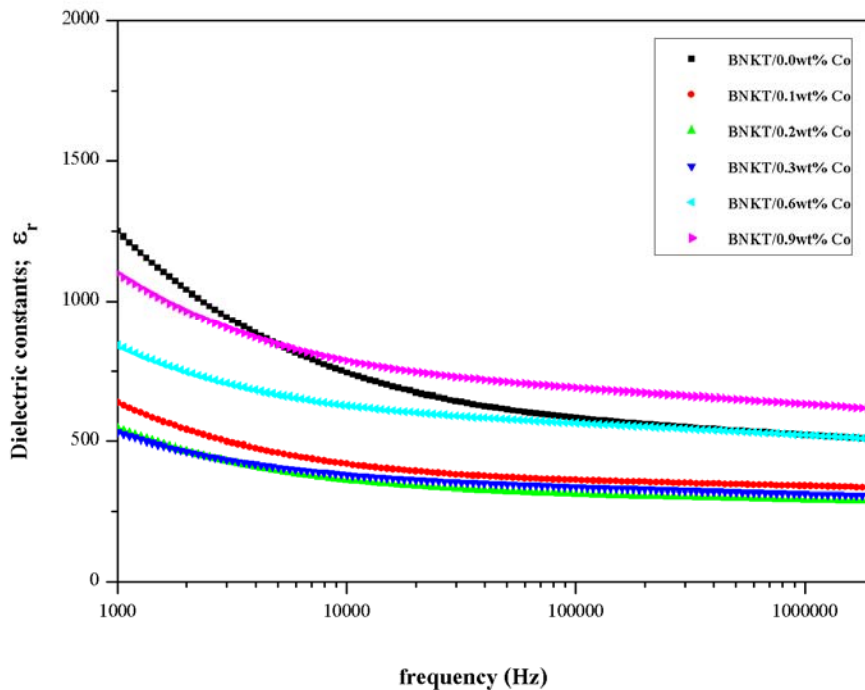
รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.60 โดยน้ำหนัก



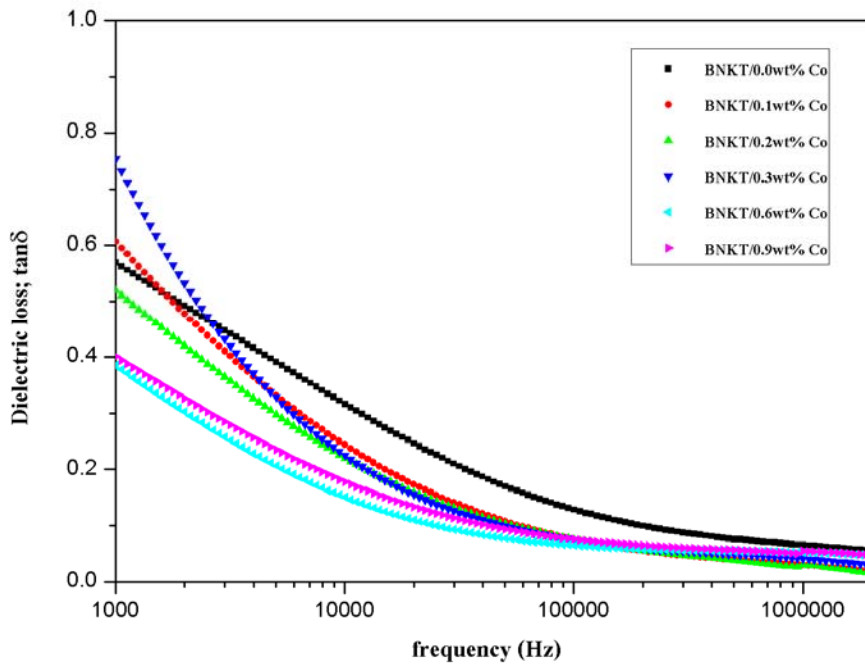
รูปที่ 4.12 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.90 โดยน้ำหนัก

4.1.2 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติมสาร CoO

ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในการพิจารณาผลของ เซรามิกบิสมาท์โซเดียมโพแทสเซียมไททานเนต(BNKT) เจือด้วยโคบอลต์ (CoO) ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง ที่ความถี่ 1000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์เมื่อนำแต่ละปริมาณการเติม CoO มาเปรียบเทียบกับกันซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องมีค่า ดังตารางที่ 4.1 และจะได้กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.13 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.14 พบว่าเมื่อเติม CoO ร้อยละ 0.1 ถึง 0.3 โดยน้ำหนัก ค่าไดอิเล็กทริกจะมีลดลงไปเรื่อย ๆ แต่เมื่อเติม CoO เพิ่มเป็นร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก จะทำให้ค่าเพิ่มขึ้น และมีค่ามากที่สุดที่ปริมาณการเติมร้อยละ 0.9 โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าเท่ากับ 644.85 ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงเมื่อมีการเติม CoO ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก และมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ ปริมาณการเติม CoOเพิ่ม จนมีค่ามากที่สุดที่การเติมร้อยละ 0.9 โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.05



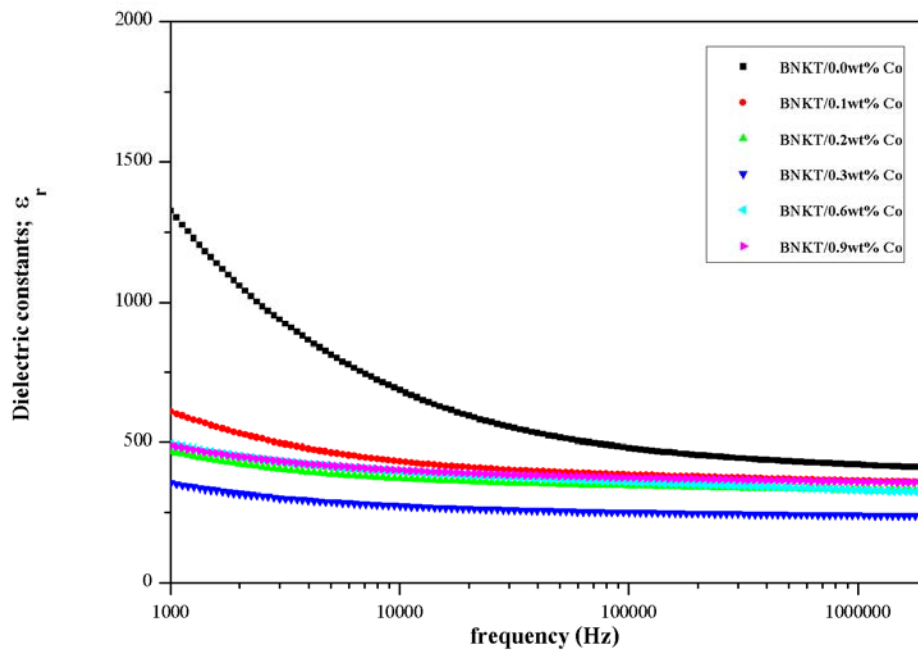
รูปที่ 4.13 ความสัมพันธ์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง



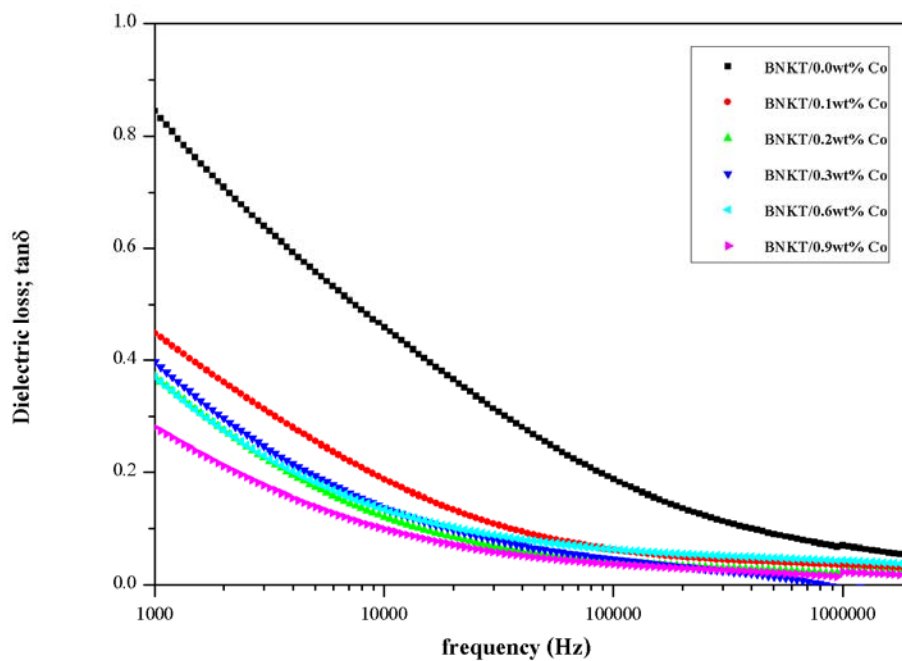
รูปที่ 4.14 ความสัมพันธ์ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

4.1.3 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงในทุก ๆ ปริมาณการเติมสาร CoO

ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงในการพิจารณาผลของเซอร์รามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนต (BNKT) เจือด้วยโคบอล (CoO) ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง ที่ความถี่ 1000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์เมื่อนำแต่ละความเข้มข้นของ CoO มาเปรียบเทียบกับกันซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องมีค่าดังตารางที่ 4.1 และจะได้กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กทริกดังรูปที่ 4.15 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกดังรูปที่ 4.16 พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าสูงสุดที่ปริมาณสารร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเติม CoO ร้อยละ 0.1 ถึง 0.9 โดยน้ำหนัก ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะมีลดลงไปเรื่อย ๆ มีค่าน้อยสุดที่ปริมาณการเติมสารเป็นร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าเท่ากับ 250.59 ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าสูงสุดที่ปริมาณสารร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนักแต่เมื่อมีการเติม CoO ร้อยละ 0.1 ถึง 0.9 โดยน้ำหนักค่าแนวโน้มลดลง จนมีค่าน้อยที่สุดที่การเติมร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก มีค่าเท่ากับ 0.05



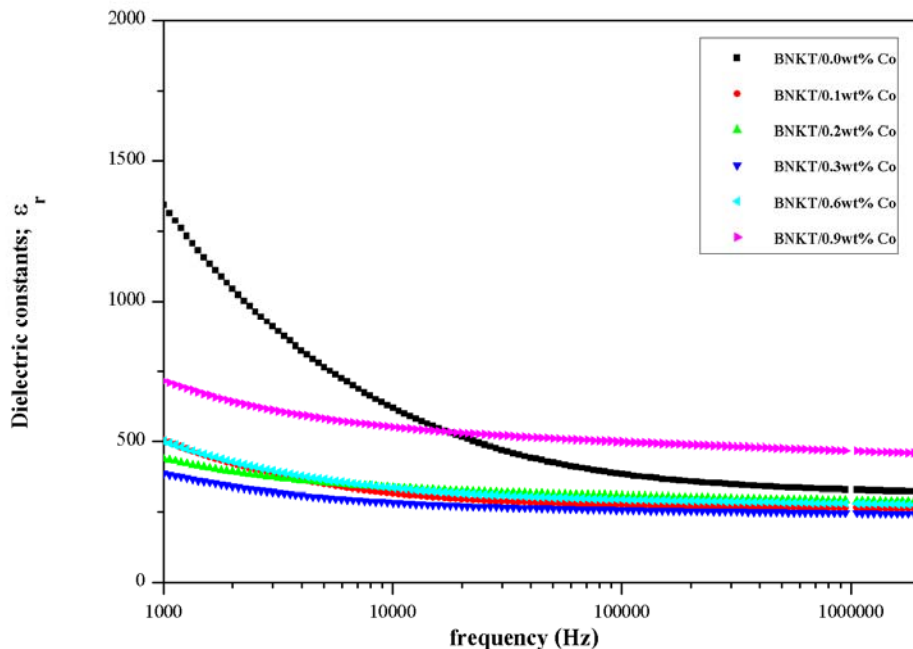
รูปที่ 4.15 ความสัมพันธ์ค่าคงที่ได้ไอเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง



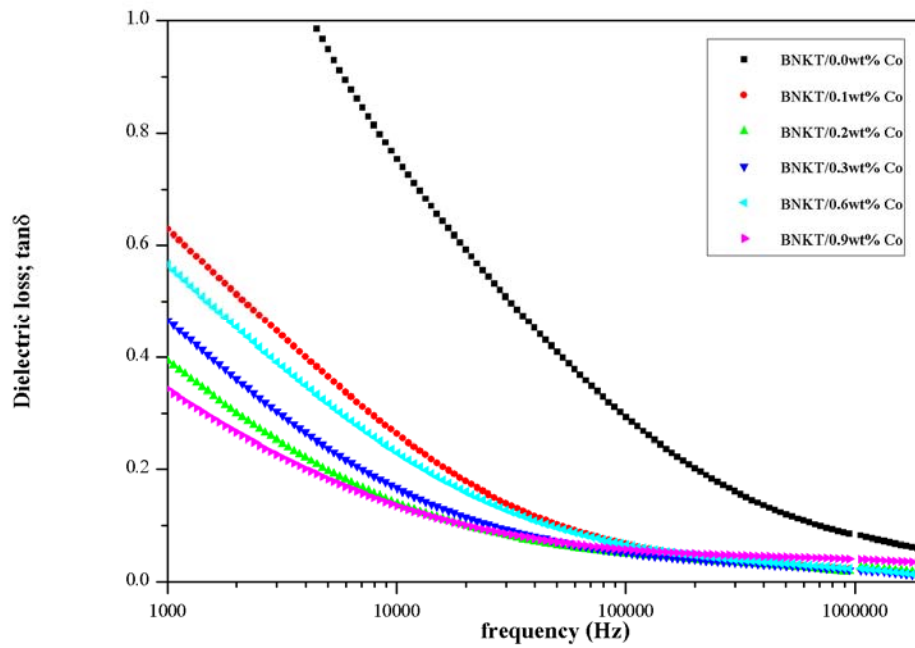
รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

4.1.4 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติมสาร CoO

ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงในการพิจารณาผลของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนต(BNKT) เจือโดยโคบอล (CoO) ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง ที่ความถี่ 1000 เฮิร์ตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิร์ตซ์เมื่อนำแต่ละความเข้มข้นของ CoO มาเปรียบเทียบกับซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องมีค่าดังตารางที่ 4.1 และจะได้กราฟค่าไดอิเล็กทริกดังรูปที่ 4.17 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.18 พบว่าเมื่อเติมปริมาณ CoO ร้อยละ 0.1 ถึง 0.9 โดยน้ำหนัก ค่าไดอิเล็กทริกจะมีลดลงไปเรื่อย ๆ ซึ่งมีค่าน้อยที่สุดที่ปริมาณการเติมร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าเท่ากับ 254.34 ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่ามากที่สุดที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก และมีค่าลดลงเมื่อมีการเติม CoO ร้อยละ 0.1ถึง 0.9โดยน้ำหนัก มีค่าน้อยที่สุดที่การเติมร้อยละ 0.3 โดยมวล มีค่าเท่ากับ -0.01



รูปที่ 4.17 แสดงความสัมพันธ์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิร์ตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง



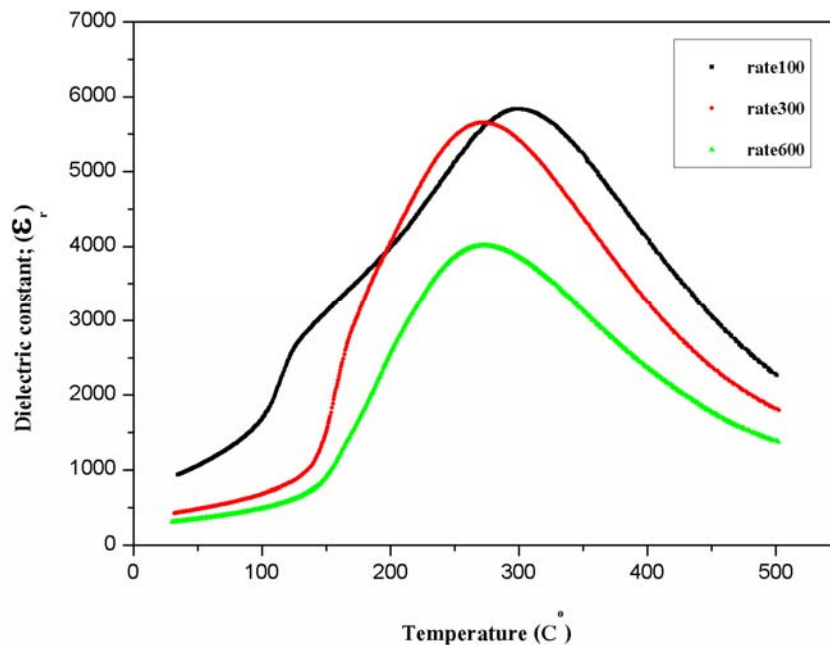
รูปที่ 4.18 ความสัมพันธ์ค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกกับความถี่ ในช่วง 1,000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

ตาราง 4.1 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องของเซรามิกที่ความถี่
1 เมกะเฮิร์ตซ์

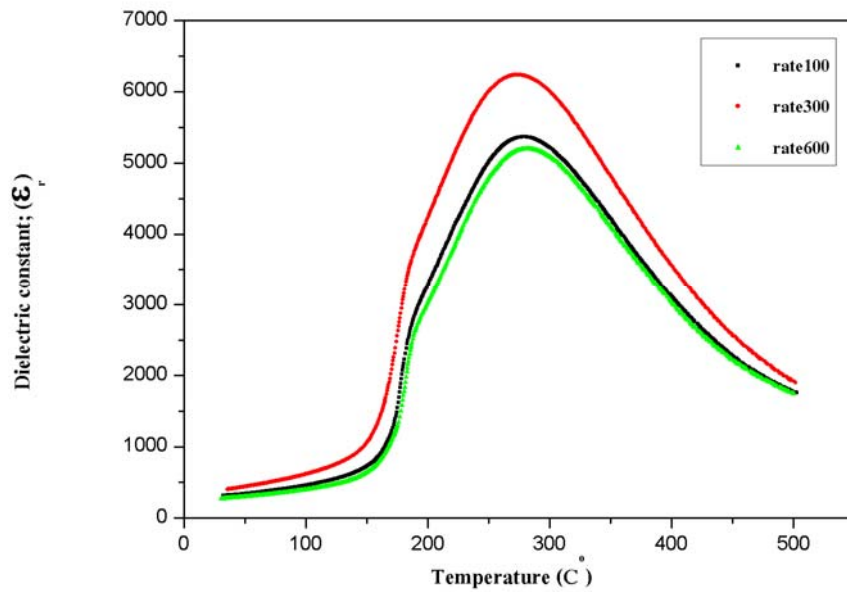
อัตราการขึ้นลง ของอุณหภูมิ	ความถี่ (เมกะเฮิร์ตซ์)	ปริมาณการเติม CoO ร้อยละโดยน้ำหนัก	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก	ค่าการสูญเสีย ไดอิเล็กทริก
100	1	0.00	521.52	0.06
		0.10	340.87	0.03
		0.20	254.97	0.03
		0.30	296.92	0.04
		0.60	523.22	0.05
		0.90	644.85	0.05
300	1	0.00	418.82	0.07
		0.10	357.58	0.03
		0.20	348.22	0.02
		0.30	250.59	0.01
		0.60	330.36	0.04
		0.90	366.38	0.02
600	1	0.00	328.81	0.08
		0.10	273.49	0.02
		0.20	305.10	0.02
		0.30	254.34	0.02
		0.60	285.69	0.02
		0.90	471.49	0.04

4.1.5 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเปรียบเทียบกับอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

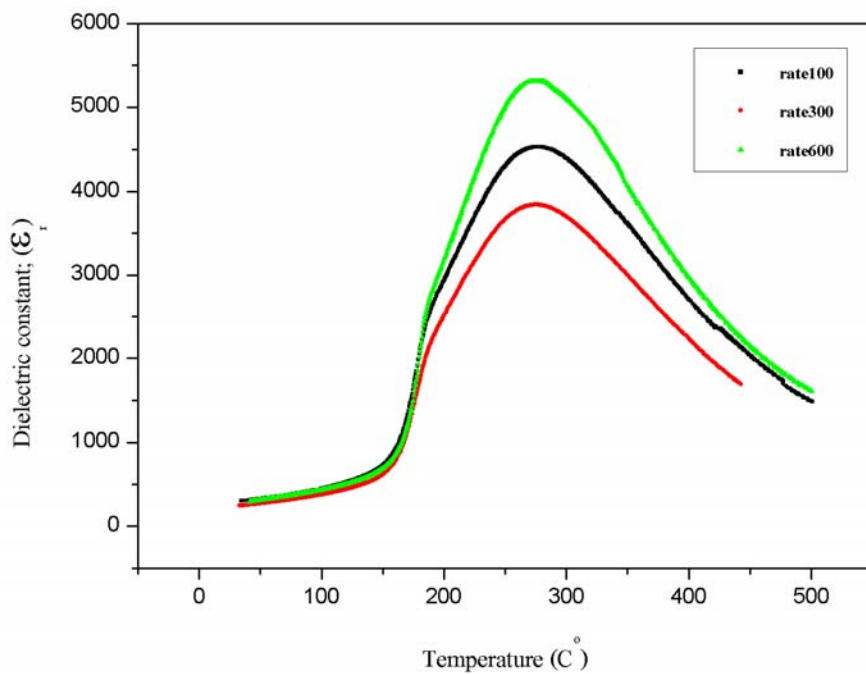
ในการพิจารณาผลของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตต(BNKT) เจือโดยโคบอลต์ (CoO) ที่ปริมาณการเติม CoO ต่าง ๆ มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิสูง ที่ความถี่ 1000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์เมื่อนำแต่ละอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิมาเปรียบเทียบกันของทุก ๆ ปริมาณ จะได้กราฟค่าไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.19, 4.20, 4.21, 4.22, 4.23 และ 4.24 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.25, 4.26, 4.27, 4.28, 4.29 และ 4.30 จากกราฟจะเห็นว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกส่วนใหญ่ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะมีค่ามากที่สุดที่อุณหภูมิคูรี ยกเว้นที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.1 และ 0.2 โดยน้ำหนัก ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพบว่าส่วนใหญ่ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงจะมีค่ามากที่สุด ยกเว้นที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.3 และ 0.9 โดยน้ำหนัก ซึ่งชี้ให้เห็นว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงก็จะมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกสูงตามไปด้วยจึงสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิสูงอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่ามากที่สุด



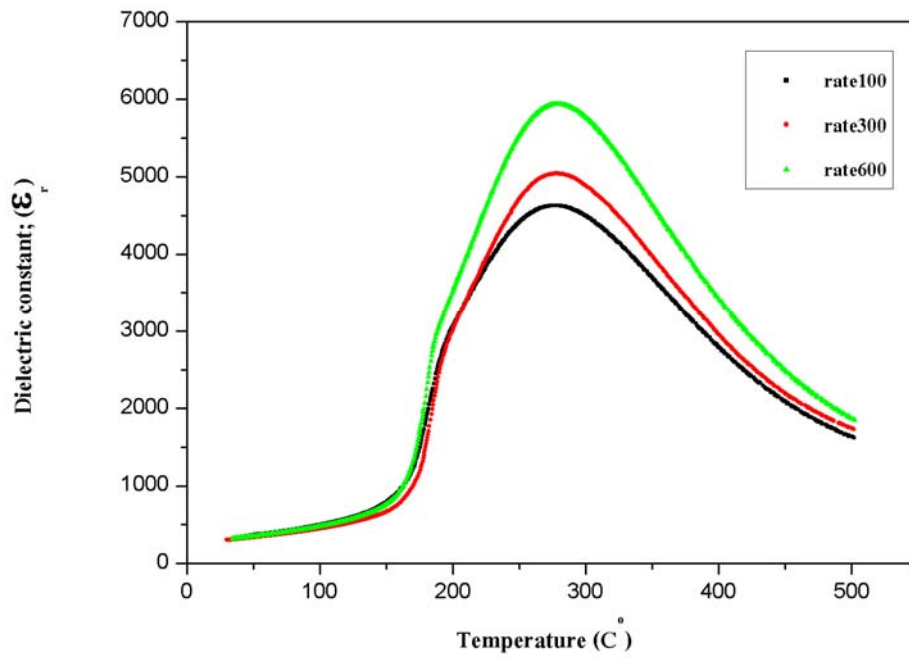
รูปที่ 4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



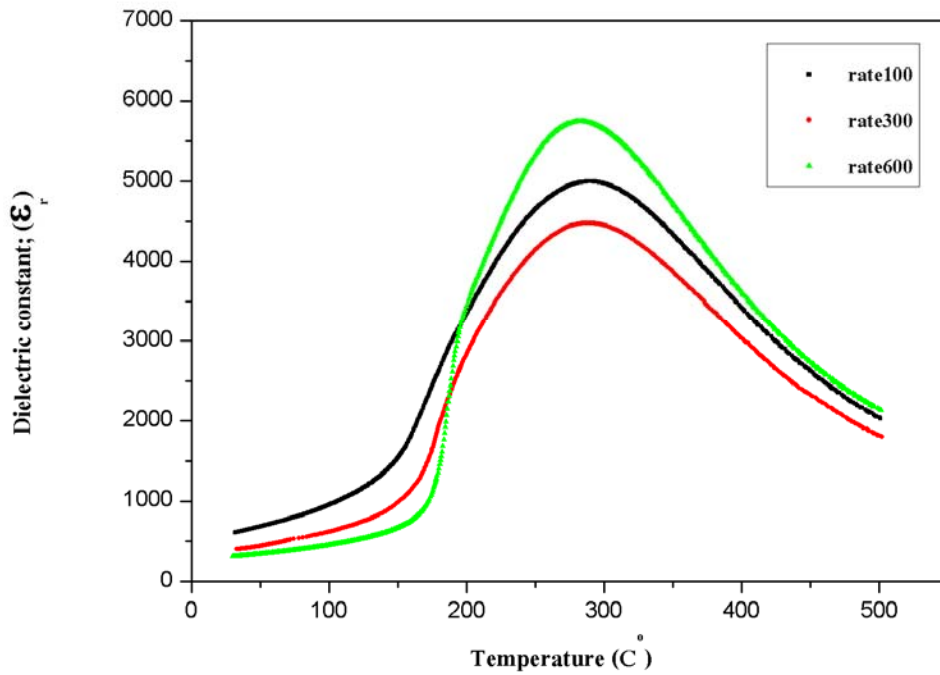
รูปที่ 4.20 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



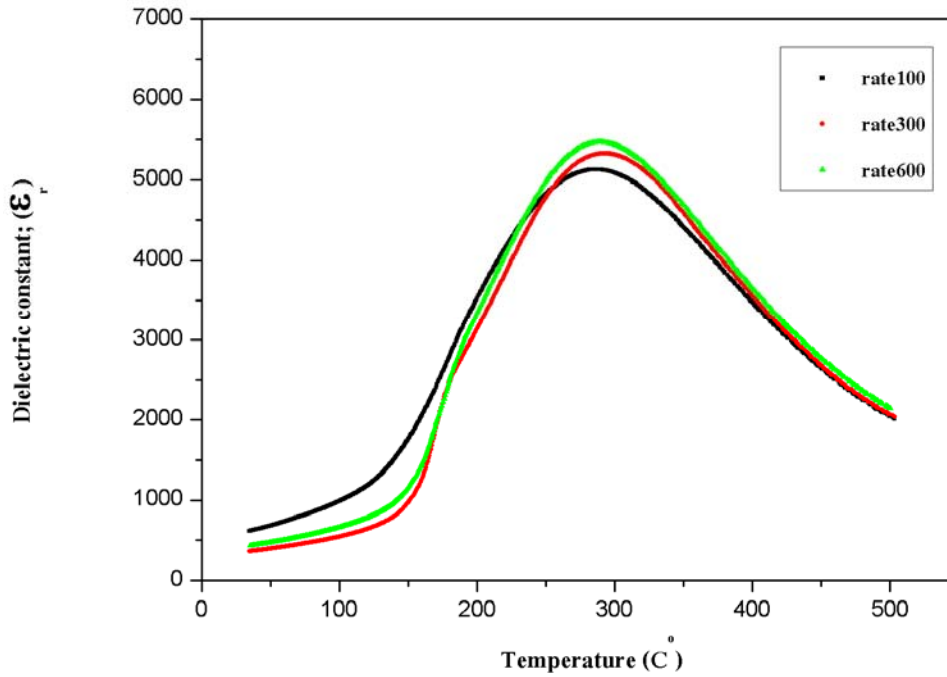
รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



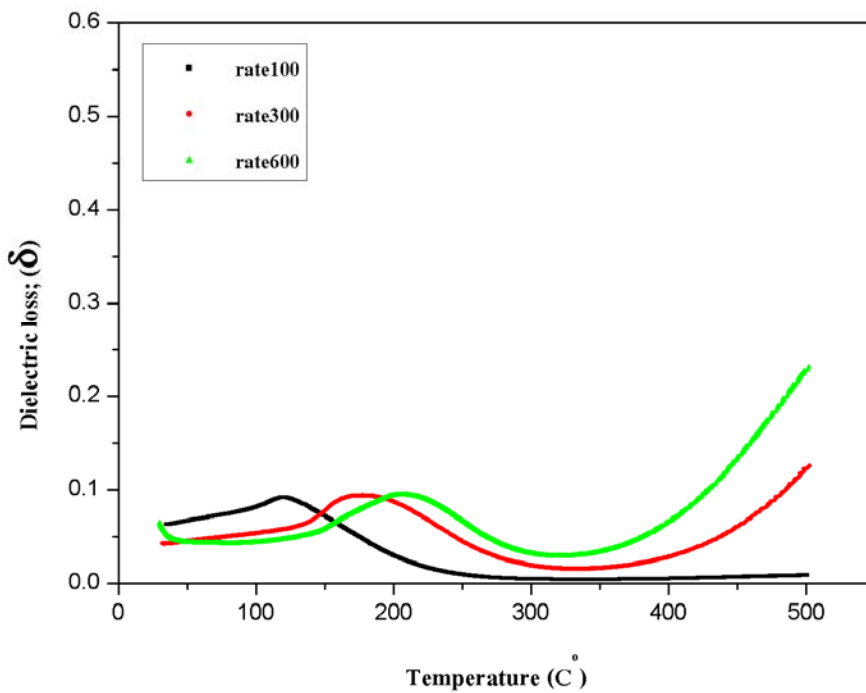
รูปที่ 4.22 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



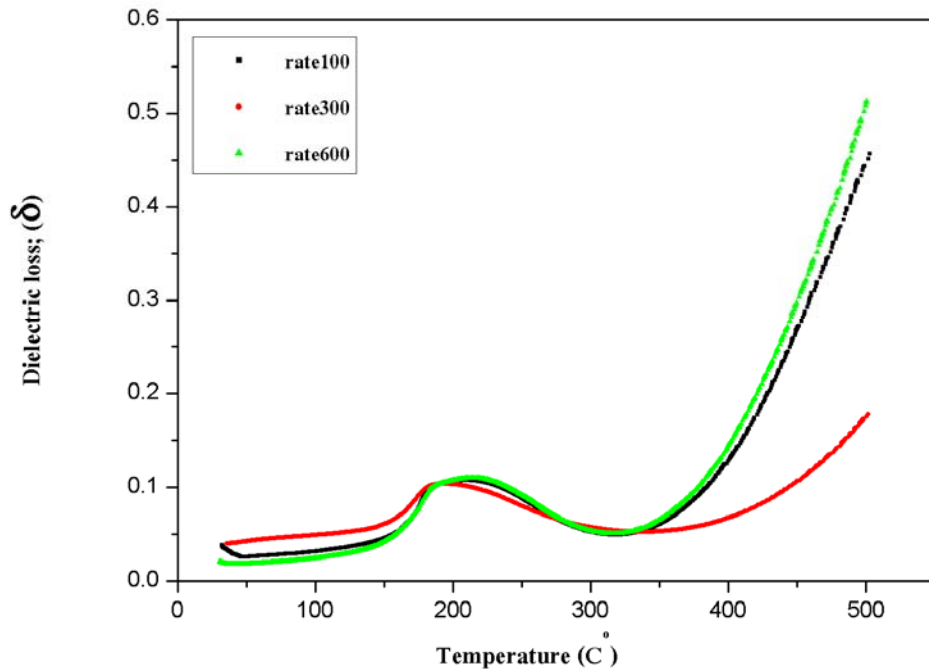
รูปที่ 4.23 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



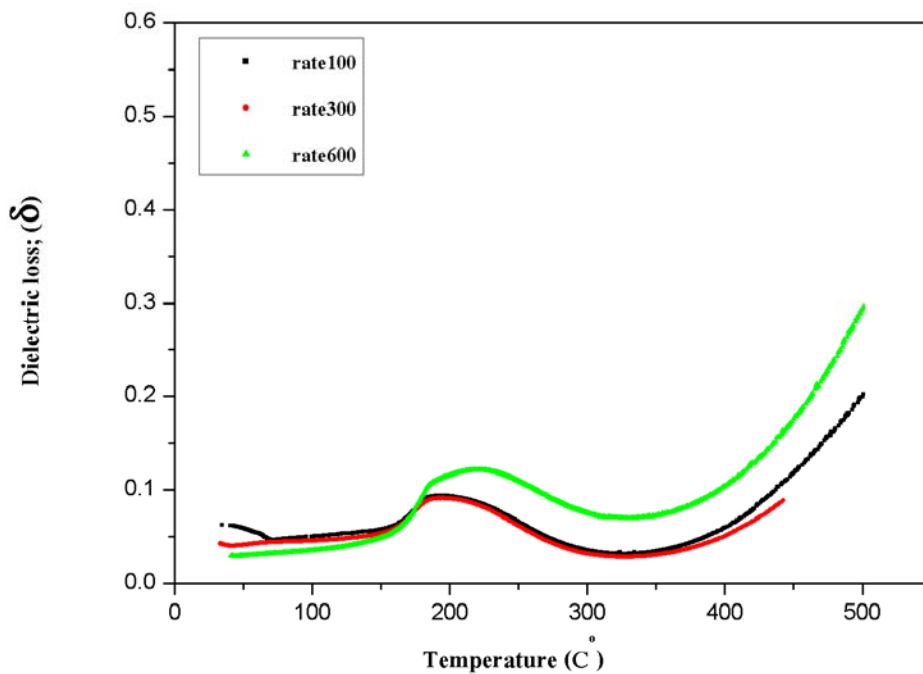
รูปที่ 4.24 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.9 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



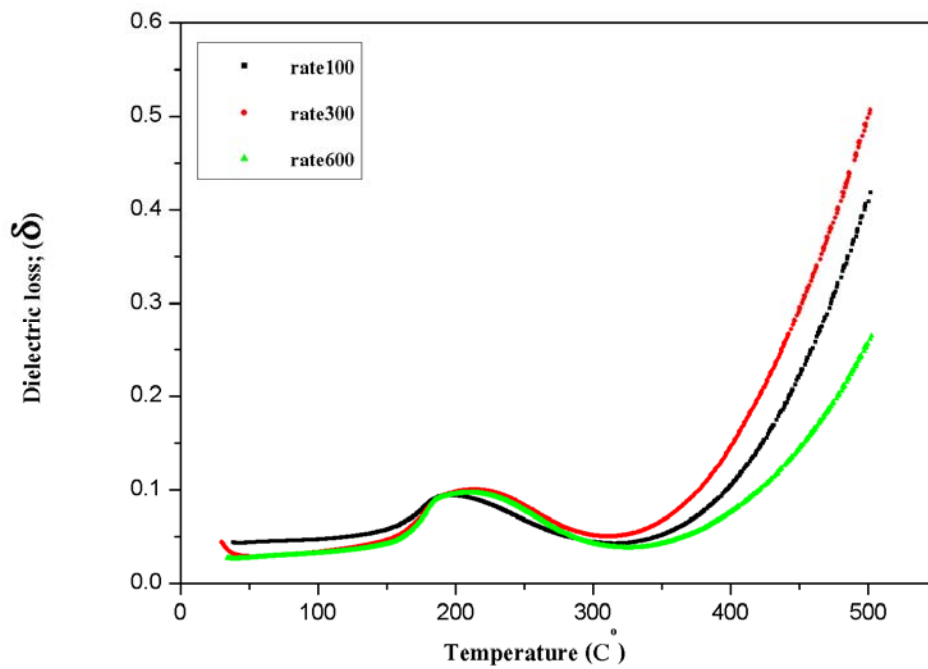
รูปที่ 4.25 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



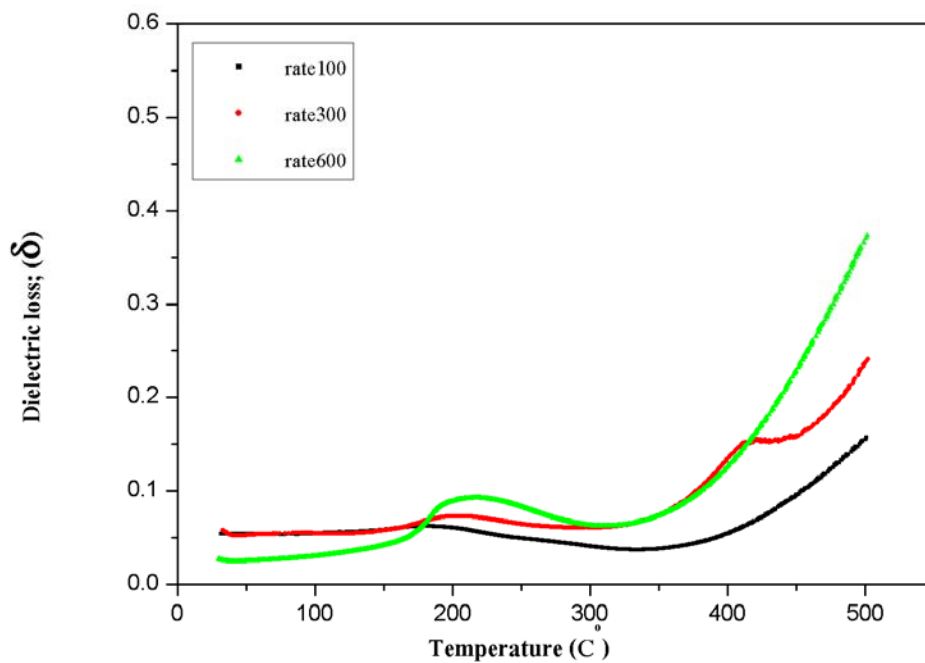
รูปที่ 4.26 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



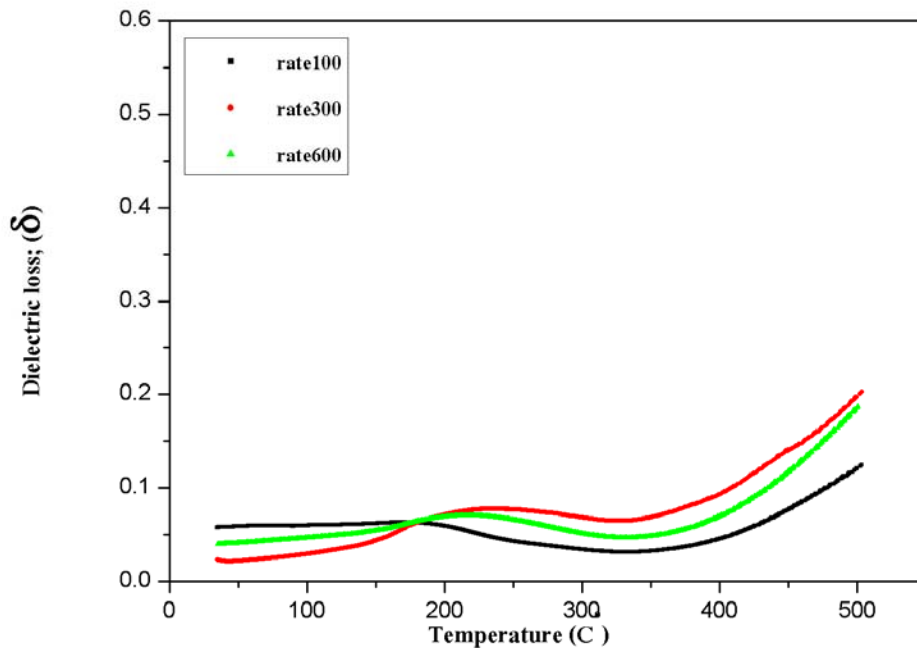
รูปที่ 4.27 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



รูปที่ 4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ



รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ

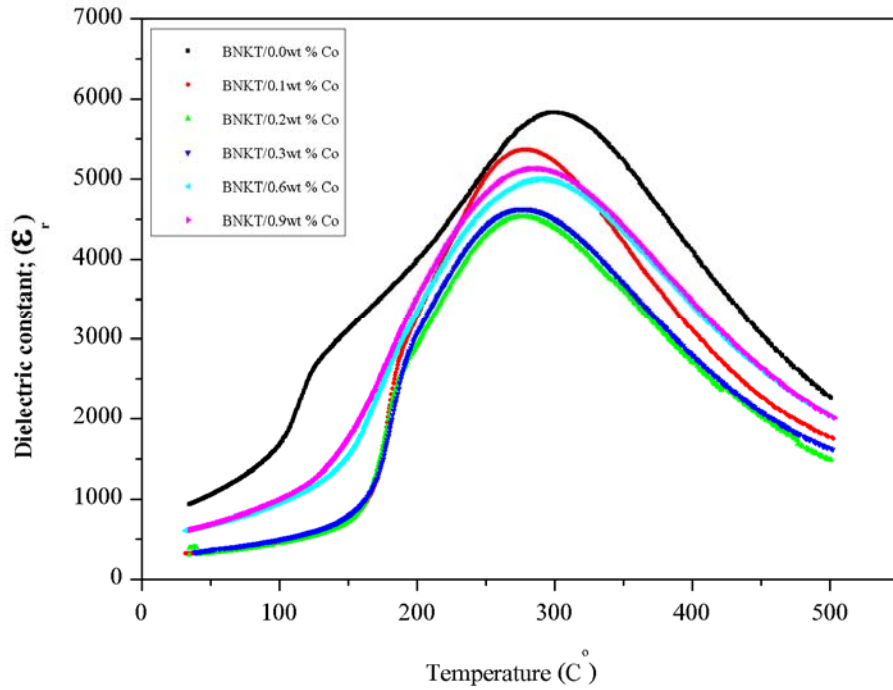


รูปที่ 4.30 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม

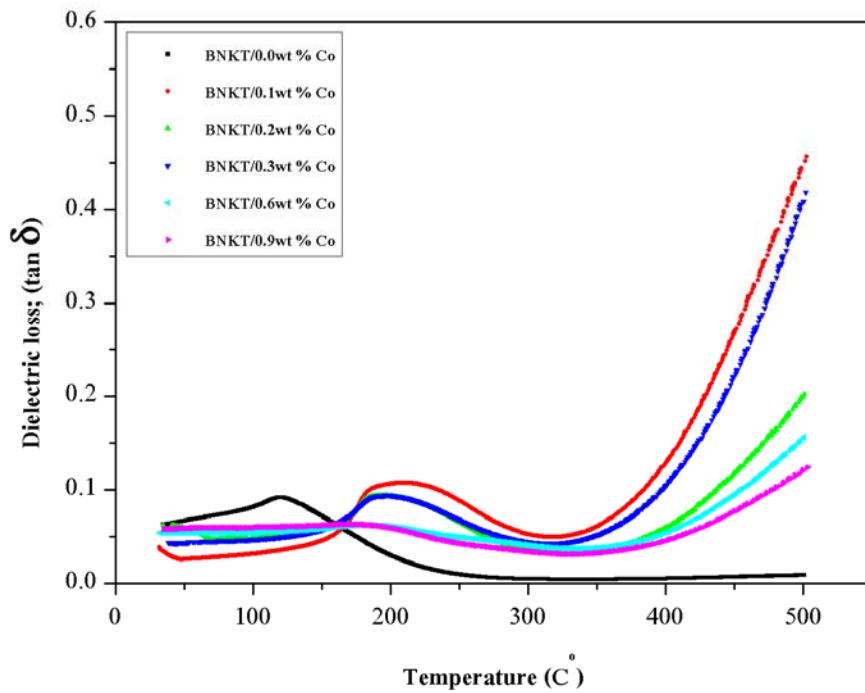
CoO ร้อยละ 0.9 โดยน้ำหนัก ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ ของ 3 อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ

4.1.6 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

พิจารณาผลของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตต(BNKT) เจือด้วยโคบอลต์ (CoO)ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิสูง ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ซึ่งจะได้กราฟค่าไดอิเล็กทริกดังรูปที่ 4.31 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.32 จากรูปที่4.31 พบว่าเมื่อมีการเติม CoOลงไปใน BNKT จะทำให้เกิดพีค 1 พีค คืออุณหภูมิคูรี(อุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนจากเฟอโรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก) ซึ่งเป็นบริเวณที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อมีการเติม CoO จะทำให้อุณหภูมิคูรีลดลง ซึ่งจะมีค่าน้อยสุดที่ปริมาณ CoO ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก และมีค่ามากที่สุดที่ปริมาณการเติมสาร CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก ส่วนค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกมากที่สุดที่การเติมสาร CoO ร้อยละ 0.1โดยน้ำหนัก และมีค่าน้อยสุดที่ปริมาณการเติมสาร CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก



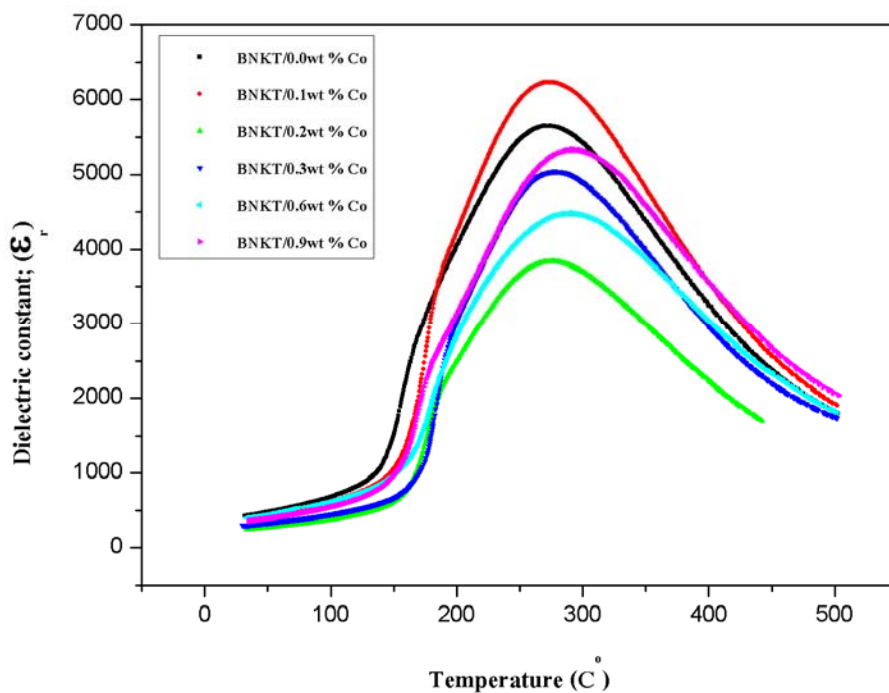
รูปที่ 4.31 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส



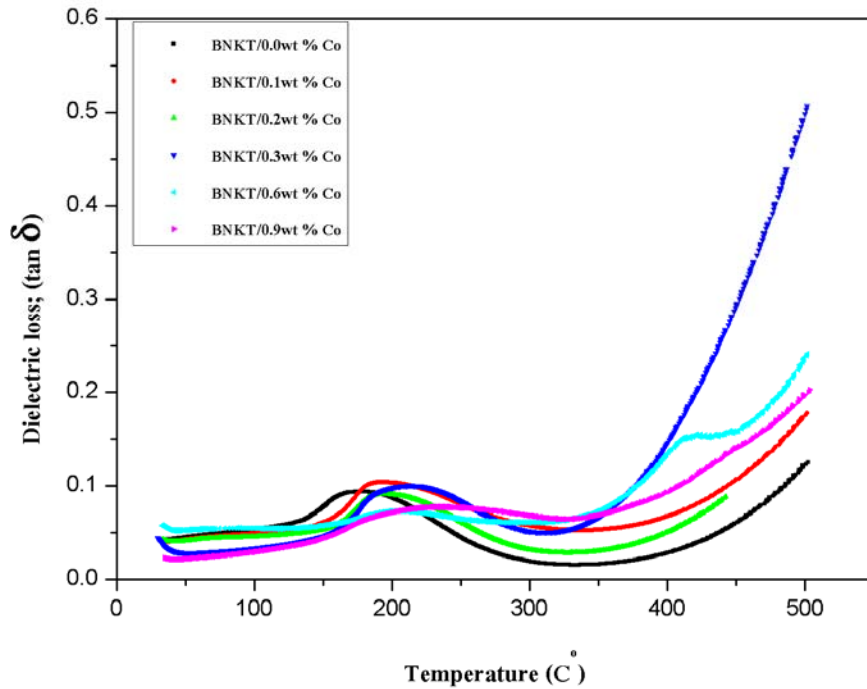
รูปที่ 4.32 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส

4.1.7 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

การพิจารณาผลของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททานเตต(BNKT) เจือด้วยโคบอลต์ (CoO) อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิสูง ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ซึ่งจะได้กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.33 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังรูปที่ 4.34 จากรูปที่ 4.33 พบว่าเมื่อมีการเติมปริมาณ CoO ลงไปใน BNKT จะทำให้เกิดพีค 1 พีค คืออุณหภูมิคูรี(อุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก) ซึ่งเป็นบริเวณที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อมีการเติม CoO จะทำให้อุณหภูมิคูรีลดลง ซึ่งจะมีค่าน้อยสุดที่ปริมาณ CoO ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก และมากที่สุดที่ การเติมสาร CoO ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกมากที่สุดที่ปริมาณการเติมสาร CoO ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และค่าน้อยสุดที่ปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก



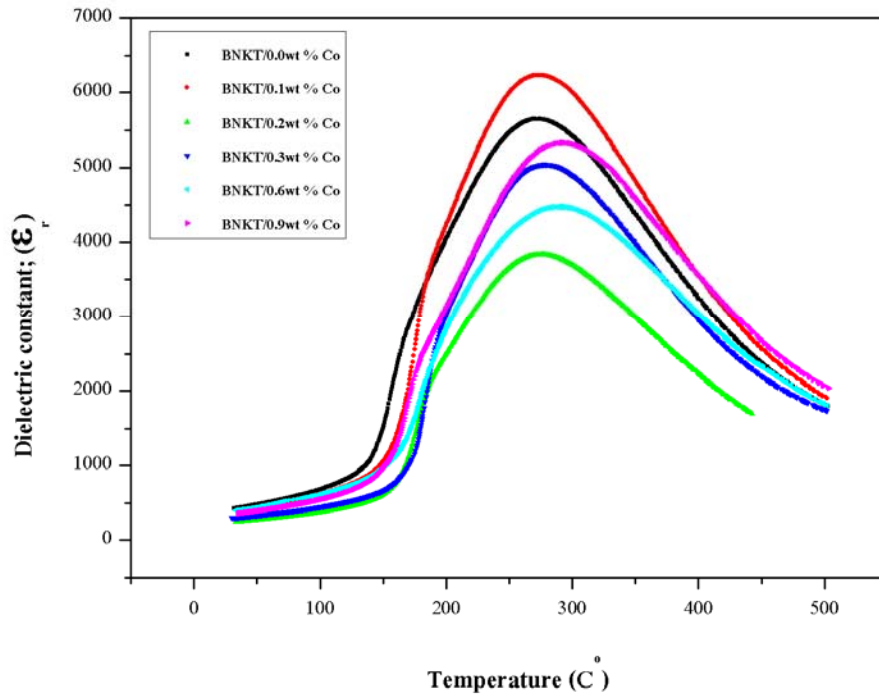
รูปที่ 4.33 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



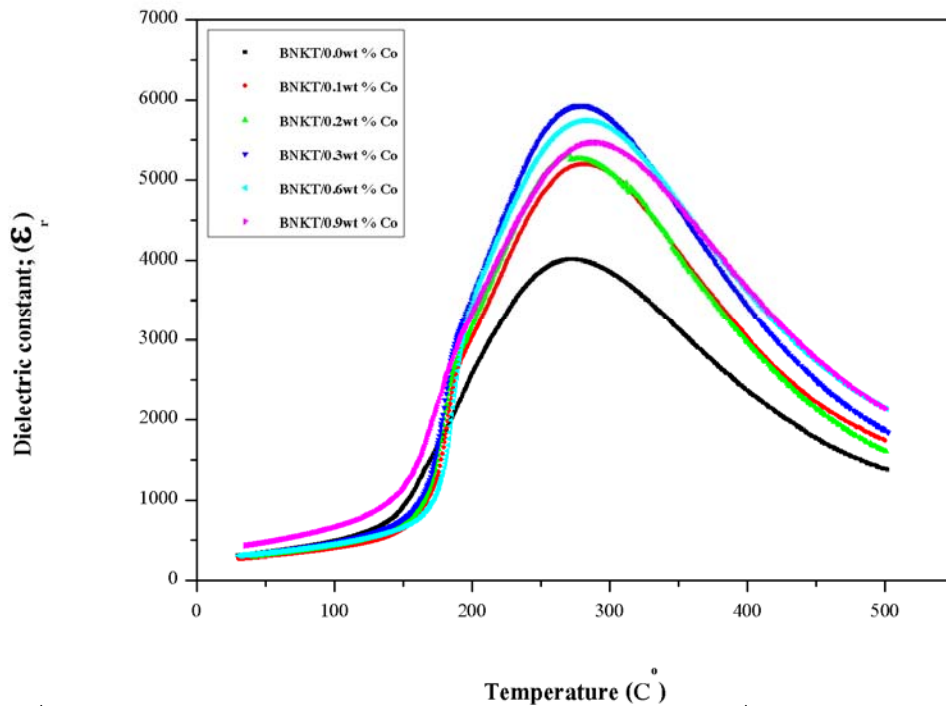
รูปที่ 4.34 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

4.1.8 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

พิจารณาผลของเซรามิกบิสมาทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนต (BNKT) เจือด้วยโคบอลต์ (CoO) ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิสูง ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิร์ตซ์ซึ่งจะได้กราฟค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังรูป 4.35 และกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกดังรูปที่ 4.36 จากรูปที่ 4.35 พบว่าเมื่อมีการเติม CoO ลงไปใน BNKT จะทำให้เกิดพีค 1 พีค คืออุณหภูมิคูรี (อุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนจากเฟร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก) ซึ่งเป็นบริเวณที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อมีการเติม CoO จะทำให้อุณหภูมิคูรีเพิ่มขึ้น ซึ่งจะมีค่าสูงสุดที่ปริมาณการเติมสาร CoO ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.35 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

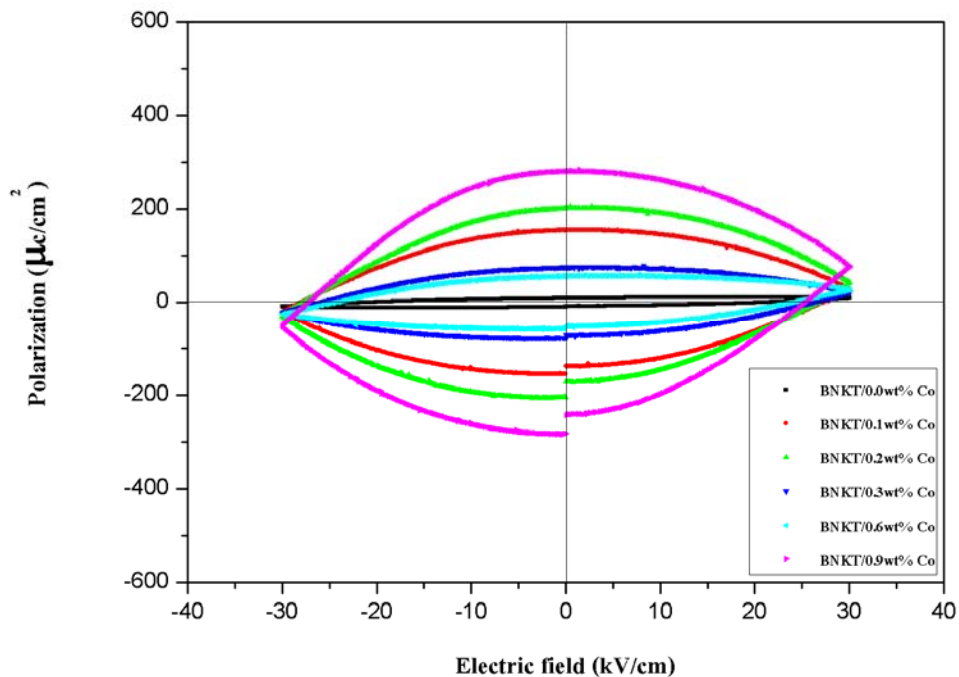


รูปที่ 4.36 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ ที่ปริมาณการเติม CoO ที่ความถี่ 1 เมกะเฮิรตซ์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

4.2.1 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

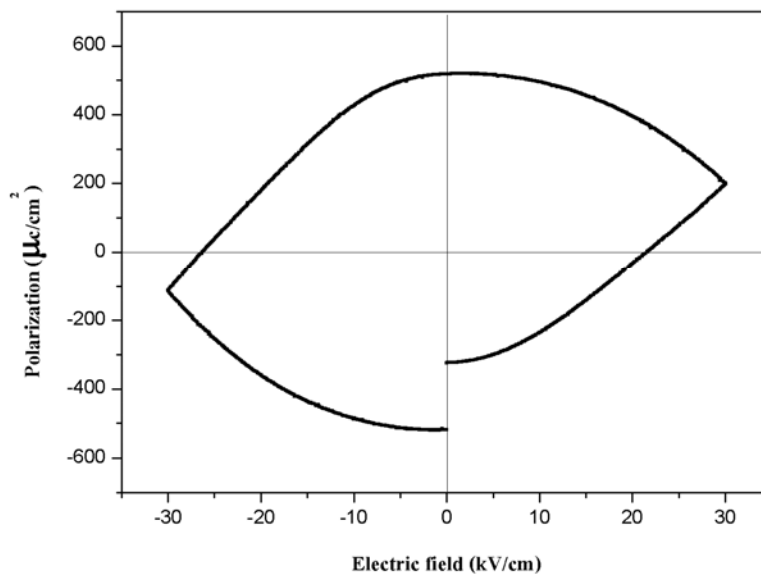
จากผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.37 และตารางที่ 4.2 พบว่า ลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติมปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก นั้นให้ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างประมาณ 9.67 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร และค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันประมาณ 9.54 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร แต่เมื่อ เติมปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.1-0.9 โดยน้ำหนัก พบว่า ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันของเซรามิกมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้น โดยมีค่ามากที่สุดที่การเติม CoO ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก ซึ่งวัดค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือโพลาริเซชันได้เท่ากับ 206.14 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร และ 202 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ



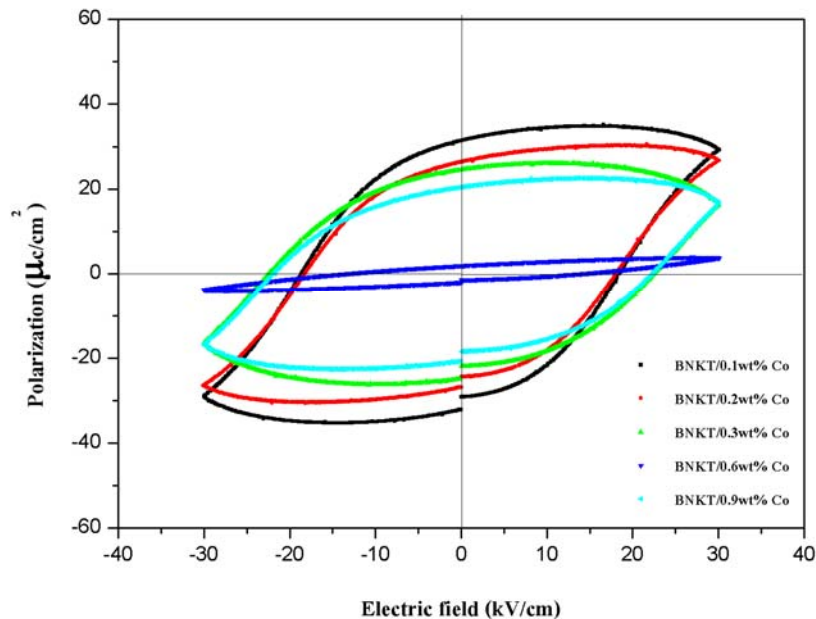
รูปที่ 4.37 วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.00 ถึง 0.90 โดยน้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์

4.2.2 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

จากผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.38 4.39 และตารางที่ 4.3 พบว่าลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติมปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก นั้นให้ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันมากที่สุด ประมาณ 518.85 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร และ 519 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตรตามลำดับ แต่เมื่อเติมปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.1-0.9 โดยน้ำหนัก ดังแสดงในรูปที่ 4.39 พบว่า ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันของเซรามิกมีแนวโน้มลดลง โดยมีค่าน้อยที่สุดที่การเติม CoO ร้อยละ 0.6 โดยน้ำหนัก ซึ่งวัดค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือโพลาริเซชันได้เท่ากับ 1.95 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร และ 1.95 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ



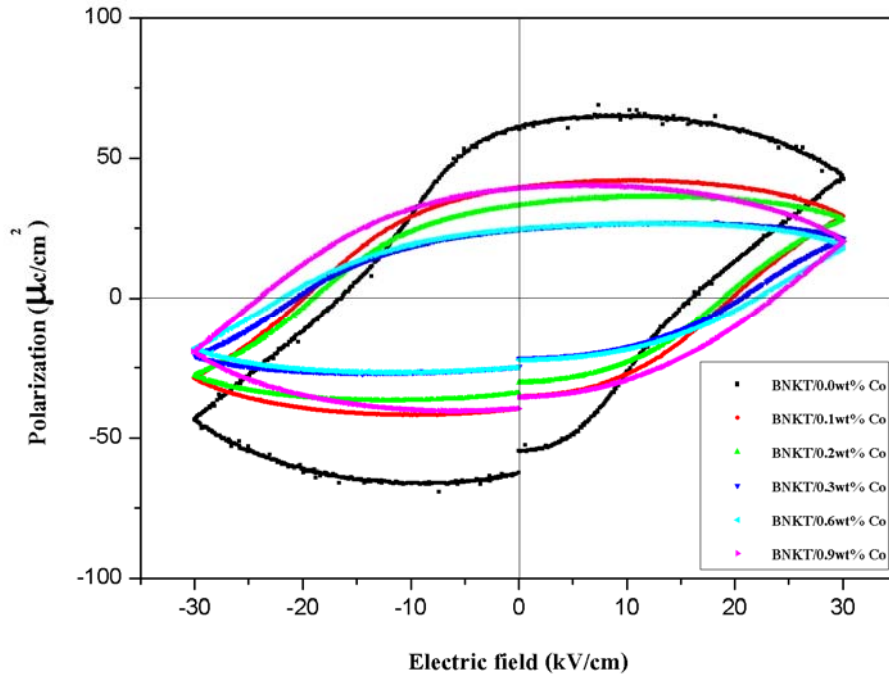
รูปที่ 4.38 วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.00 โดยน้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์



รูปที่ 4.39 วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.10 ถึง 0.90 โดยน้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์

4.2.3 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO

เทียบค่าสภาพคงเหลือโพลาริเซชันและค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง จากผลการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.40 และตารางที่ 4.4 พบว่า ลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติมปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.0 โดยน้ำหนัก นั้นให้ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันมากที่สุด ประมาณ 61.10 กิโลโวลต์ ต่อเซนติเมตร และ 61.12 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตรตามลำดับ แต่เมื่อ เติมปริมาณสาร CoO ร้อยละ 0.1-0.9 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าสนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชันของ เซรามิกมีแนวโน้มลดลง โดยมีค่าน้อยที่สุดที่การเติม CoO ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซึ่งวัดค่า สนามไฟฟ้าลบล้างและค่าสภาพคงเหลือโพลาริเซชันได้เท่ากับ 24.60 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร และ 24.64 ไมโครคูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ



รูปที่ 4.40 วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก BNKT ที่การเติม CoO ร้อยละ 0.00 ถึง 0.90 โดยน้ำหนัก อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์

ตารางที่ 4.2 ค่าคงที่ที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

ปริมาณ CoO ร้อยละโดยน้ำหนัก	ค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน	ค่าโพลาริเซชันอิ่มตัว	ค่าสนามไฟฟ้าลบ
0.00	9.54	9.47	9.67
0.10	155.00	28.40	154.97
0.20	202.00	42.30	206.14
0.30	75.50	21.30	75.91
0.60	77.50	35.60	74.91
0.90	65.40	18.80	64.97

ตารางที่ 4.3 ค่าคงที่ที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

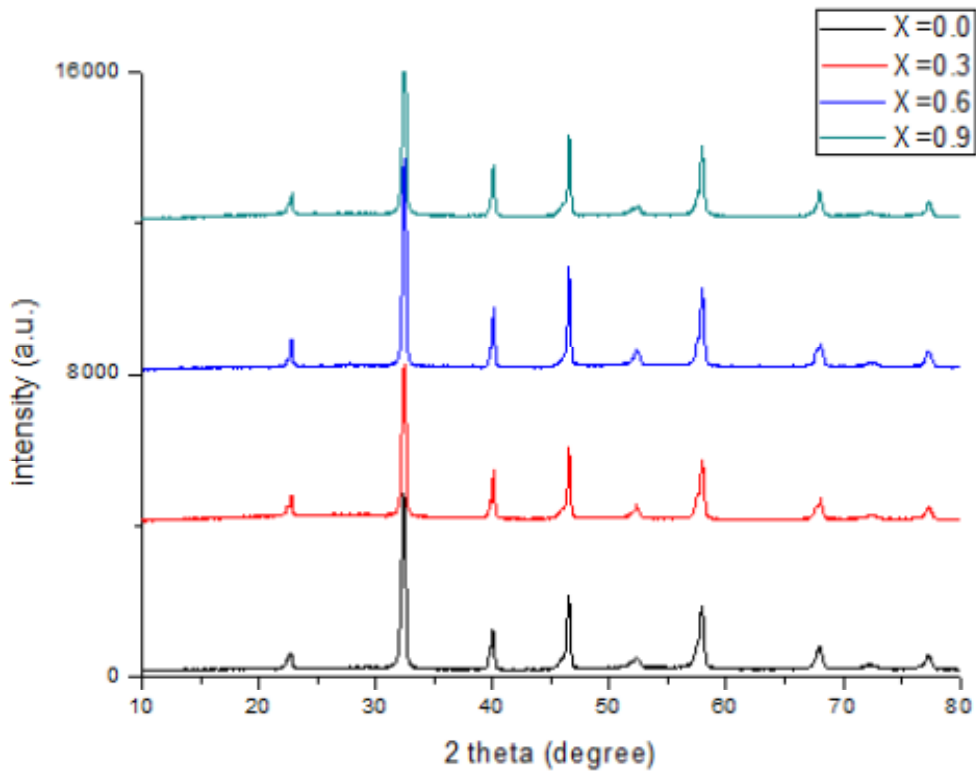
ปริมาณ CoO ร้อยละโดยน้ำหนัก	ค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน	ค่าโพลาริเซชันอิมิตัว	ค่าสนามไฟฟ้าลบ
0.00	519.00	199.00	518.85
0.10	31.50	29.30	31.71
0.20	2.56	26.80	26.69
0.30	24.60	16.50	24.84
0.60	1.95	3.78	1.95
0.90	20.60	16.60	20.54

ตารางที่ 4.4 ค่าคงที่ที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

ปริมาณ CoO ร้อยละโดยน้ำหนัก	ค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน	ค่าโพลาริเซชันอิมิตัว	ค่าสนามไฟฟ้าลบ
0.00	61.10	42.50	61.12
0.10	39.50	29.40	39.48
0.20	33.40	42.30	33.40
0.30	24.60	21.20	24.64
0.60	24.80	18.20	24.76
0.90	39.30	20.30	39.28

4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

จากการตรวจสอบสมบัติของเซรามิก BNKT-xCoO เมื่อ $x = 0.00$, 0.30 , 0.60 และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก หลังจากการเผาซินเตอร์ โดยอาศัยการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.41 พบว่าเมื่อทำการเติม CoO ในปริมาณที่ $x = 0.30$ และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก ส่งผลทำให้ค่าความเข้ม (intensity) ของพีค BNKT ลดลงเล็กน้อย แต่เมื่อเติม xCoO ในปริมาณที่ $x = 0.60$ ร้อยละโดยน้ำหนัก ความเข้ม (intensity) ของพีค BNKT เพิ่มขึ้นเล็กน้อย

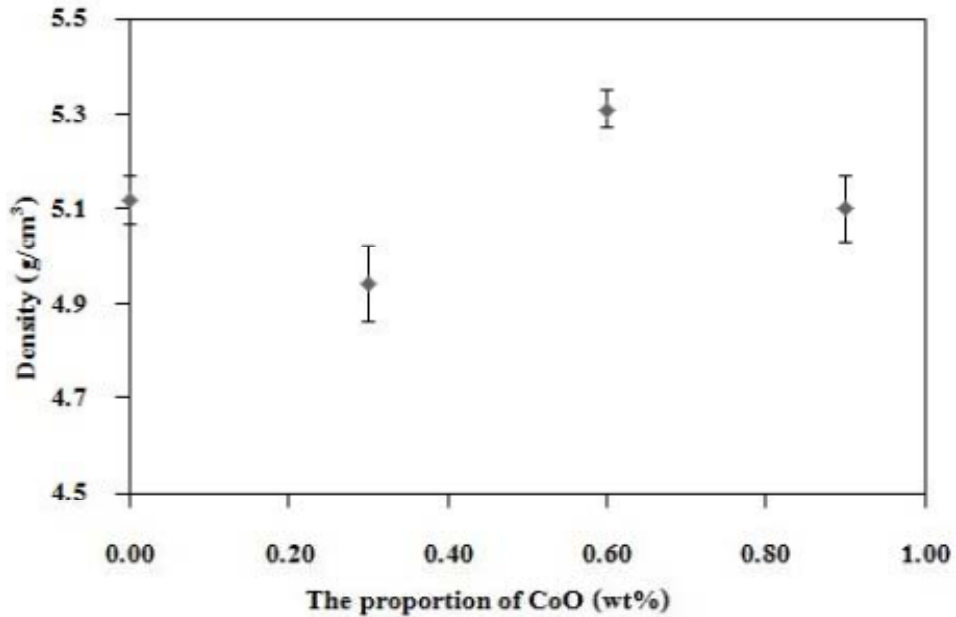


รูปที่ 4.41 รูปแบบการเลี้ยวเบนของ X ray ของชิ้นงานตัวอย่างที่ทำการเติม CoO ด้วยร้อยละ น้ำหนัก

4.4 ผลการตรวจสอบความหนาแน่น

เมื่อนำชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปเป็นเม็ดมาเผาซินเตอร์ในอุณหภูมิ 1050 เซลเซียส เป็น 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราเร็วการขึ้นลง 100 เซลเซียสต่อชั่วโมง ทำการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิกได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.42 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นเซรามิก BNKT/xCoO กับปริมาส์ตส่วน x (ร้อยละโดยน้ำหนัก) เมื่อ $x = 0.00$, 0.30 , 0.60 และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก จะใช้หลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes) ที่อาศัยหลักการแทนที่ด้วยน้ำในวัตถุ

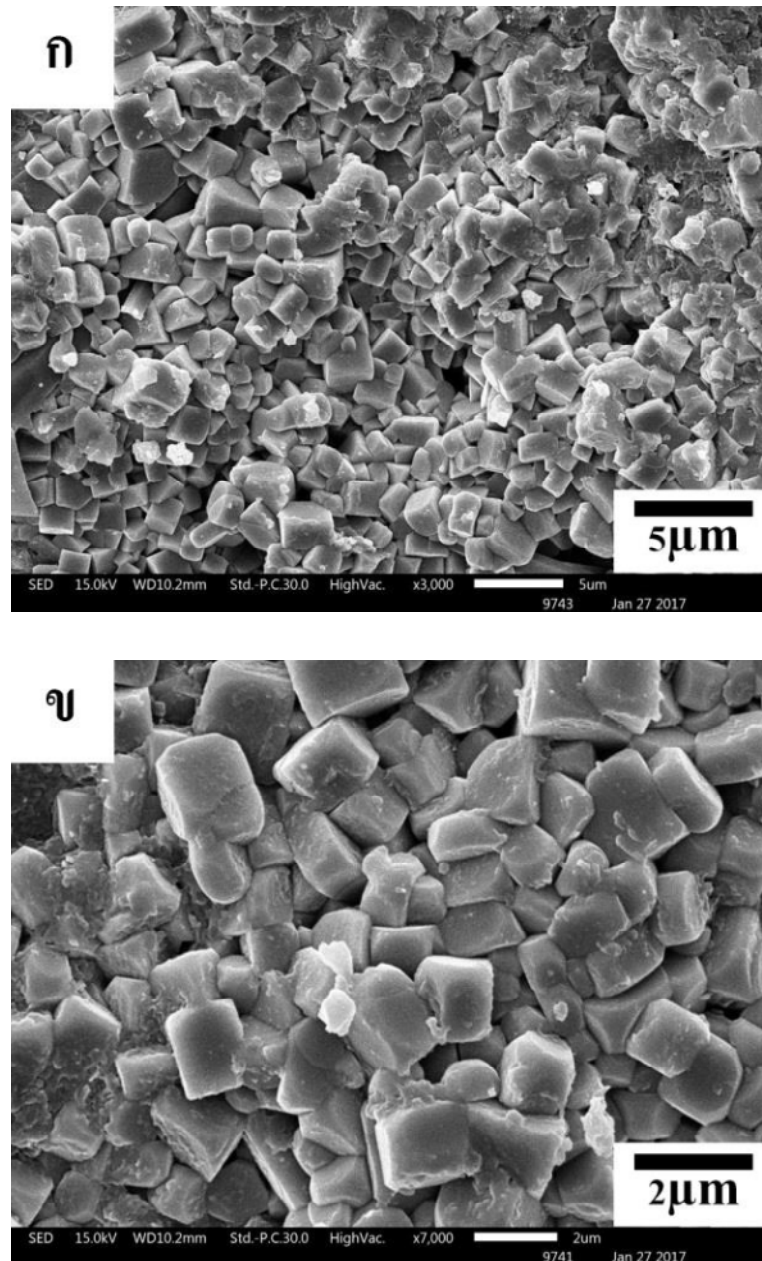
จากผลการทดลองพบว่าความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วน $x=0.30$ ร้อยละโดยน้ำหนัก แล้วเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วน $x=0.60$ ร้อยละโดยน้ำหนัก มีค่าความหนาแน่นสูงสุดและค่าความหนาแน่นต่ำสุดที่ปริมาณสัดส่วน $x=0.60$ และ $x=0.30$ ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งชิ้นงานส่วนใหญ่มีค่าความหนาแน่นในช่วง 4.94 – 5.31 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร



รูปที่ 4.42 ความหนาแน่นของชิ้นงานตัวอย่างที่ทำการเติม CoO ด้วยร้อยละน้ำหนัก

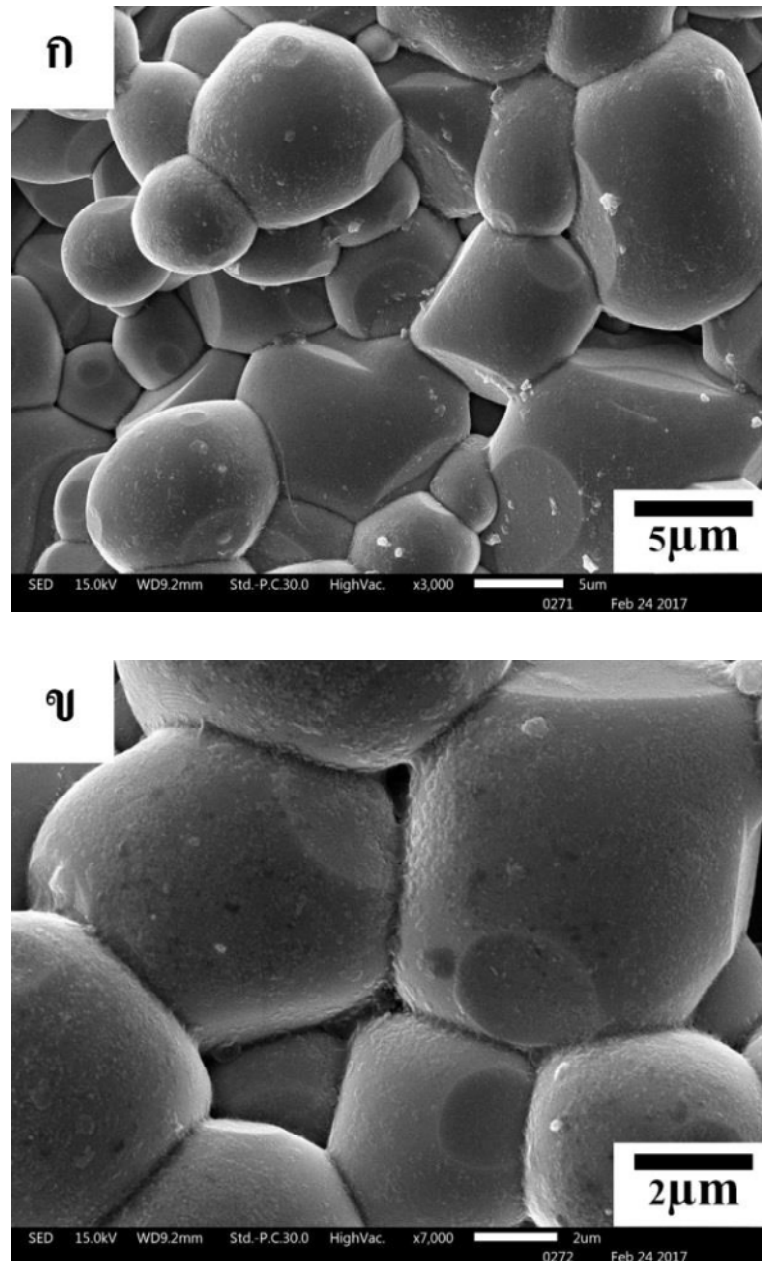
4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

ทำการเลือกชิ้นงานของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,050 เซนติเมตร นาน 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาอบเพื่อไล่ความชื้น เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำเซรามิกไปเคลือบด้วยทองด้วยวิธีการเคลือบ (Sputtering) แล้วนำไปตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่ปริมาณความเข้มข้นของสาร = 0.00 , 0.30 , 0.60 และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก ซึ่งในการทดลองนี้ใช้กำลังขยายกล้องประมาณ 3,000 เท่า และ 7,000 เท่าตามลำดับดังแสดงในรูปที่ 4.43-4.46



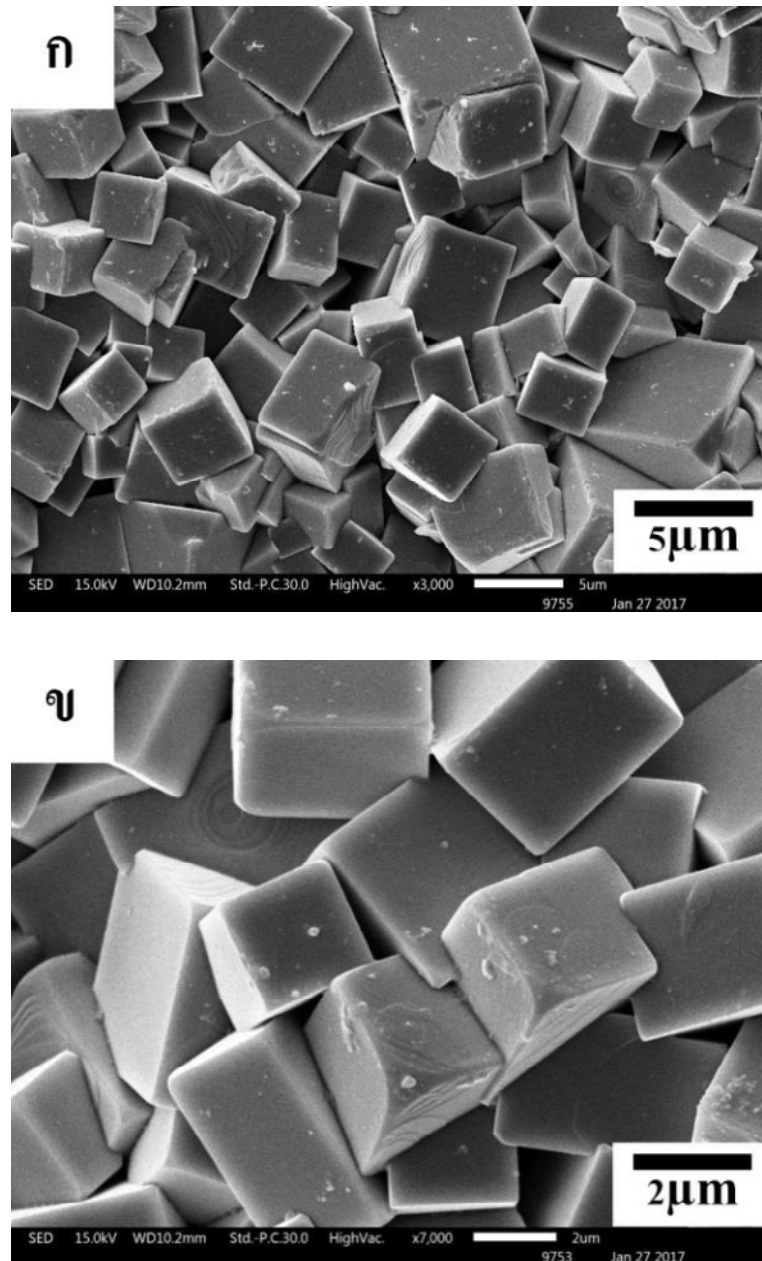
รูปที่ 4.43 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิกBNKT/xCoO ที่ $x = 0.00$ ที่กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.43 พบว่ารูปร่างของเกรนไม่สมมาตร มีบางส่วนที่เกิดการละลาย และที่กำลังขยาย 7000 เท่า เกรนมีขนาดเฉลี่ยเป็น 1.50 ไมโครเมตร



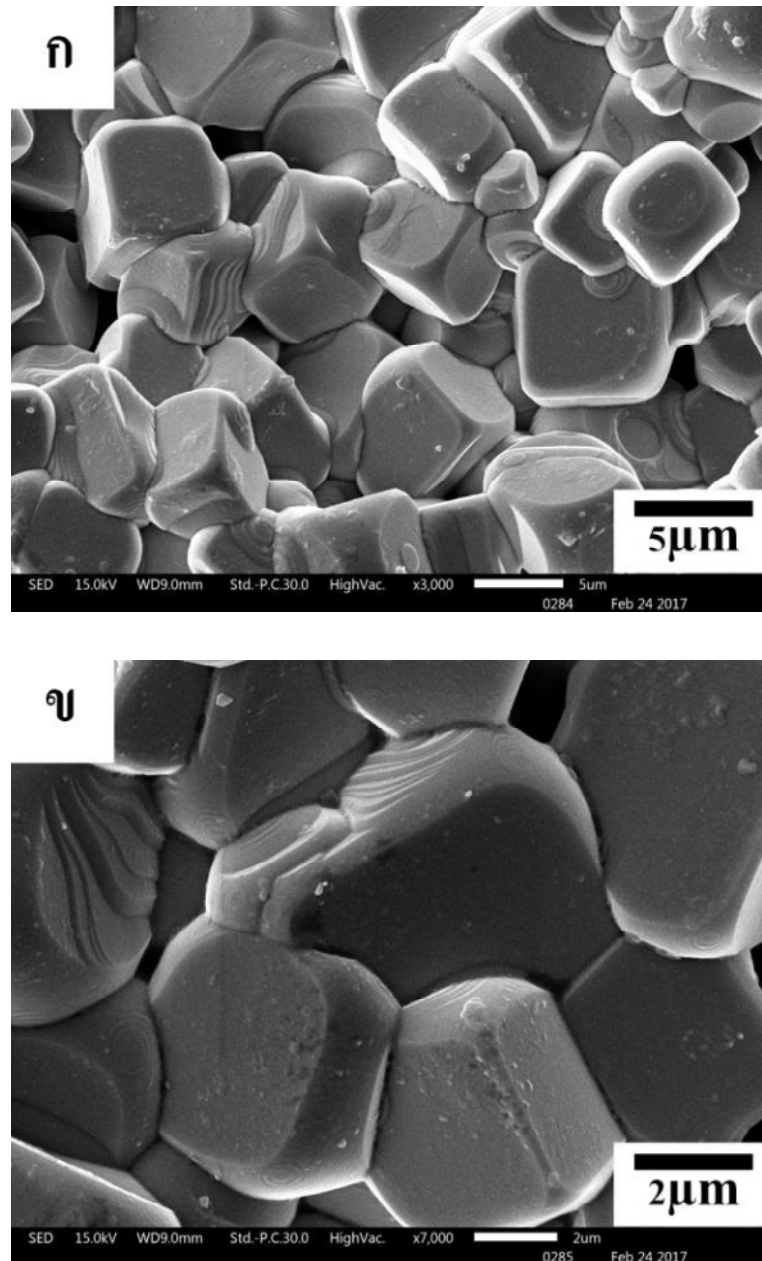
รูปที่ 4.44 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.30$ ที่กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.44 พบว่ารูปร่างเกรนไม่สมมาตร เกรนมีรูปร่างกลมๆ ไม่เท่ากัน และที่กำลังขยาย 7000 เท่า เกรนมีขนาดเฉลี่ยเป็น 7.55 ไมโครเมตร ซึ่งเกรนมีขนาดใหญ่ที่สุด เมื่อเทียบกับเซรามิก BNKT-xCoO ที่ $x = 0.00, 0.60$ และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.45 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.60$ ที่กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.45 พบว่ารูปร่างเกรนสมมาตร เกรนมีลักษณะเป็นเหลี่ยม และที่กำลังขยาย 7000 เท่า เกรนมีขนาดเฉลี่ยเป็น 3.32 ไมโครเมตร



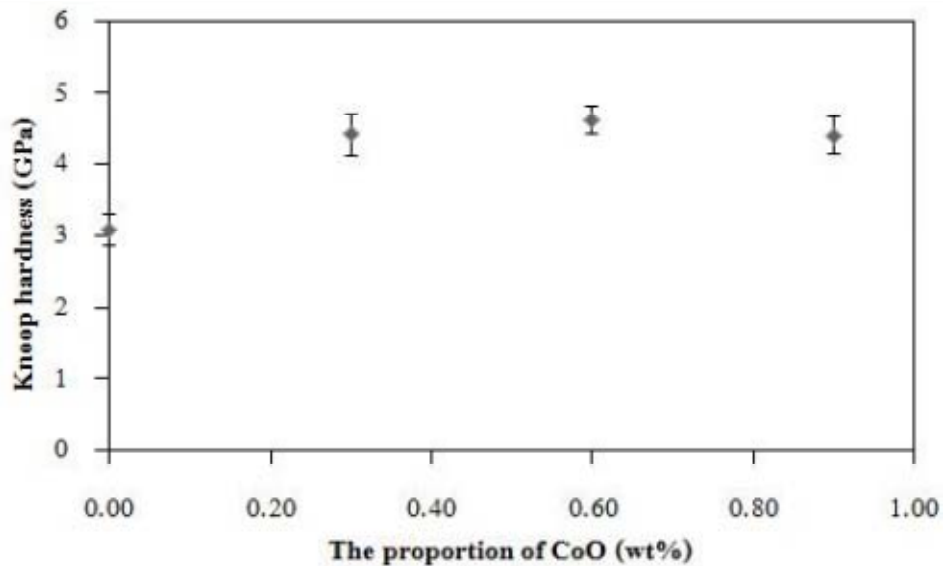
รูปที่ 4.46 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/xCoO ที่ $x = 0.90$ ที่กำลังขยาย (ก) 3,000 เท่า และ (ข) 7,000 เท่า ตามลำดับ

จากรูป 4.46 พบว่ารูปร่างเกรนไม่สมมาตร และที่กำลังขยาย 7000 เท่า เกรนมีขนาดเฉลี่ย 4.91 ไมโครเมตร

พบว่าขนาดของเกรนที่บริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT - xCoO ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยเพิ่มขึ้นที่ประมาณ 1.50 , 7.55 , 3.32 , และ 4.91 ไมโครเมตร ตามลำดับ มีลักษณะการกระจายตัวของเกรนที่มีขนาดแตกต่างกันและใหญ่ขึ้น เมื่อทำการเติม CoO

4.6 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกล

เมื่อนำชิ้นงานเซรามิกในระบบ BNKT/xCoO มาทดสอบความแข็งระดับจุลภาคแบบแบบนูนป โดยการใช้แรงกด 1.96 และ 0.98 นิวตัน ตามลำดับ กดเซไว้เป็นเวลา 10 วินาที แล้วทำการหาขนาดรอยกดจากกล้องจุลทรรศน์แสง (light microscope) ซึ่งพบว่ารอยกดของเซรามิก BNKT/xCoO ส่วนใหญ่ค่อนข้างสมบูรณ์ดังรูปร่างมาตรฐาน เนื่องจากการใช้แรงกดที่เหมาะสมในการทดสอบ ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.47 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งแบบนูนปกับปริมาณสัดส่วน x ร้อยละโดยน้ำหนักของเซรามิก ค่าความแข็งแบบนูนปมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วน x ร้อยละโดยน้ำหนัก แล้วลดลงเล็กน้อยที่ปริมาณสัดส่วน x = 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก และพบว่าค่าความแข็งแบบนูนปมีค่าอยู่ในช่วง 3.08 – 4.62 จิกะปาสกาล โดยมีค่าความแข็งสูงสุดและค่าความแข็งต่ำสุดที่ปริมาณสัดส่วน x = 0.60 และ 0.00 ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ



รูปที่ 4.47 ความแข็งของเซรามิก BNKT/xCoO โดยการใช้ความแข็งแบบนูนป

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของสารละลายของแข็งบิสมาทโทไซด์โพแทสเซียมไททานเนตที่เจือด้วยโคบอลต์ออกไซด์ ในระบบ BNKT/xCoO โดยที่ x มีค่า 0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.60, 0.90 ผลการวิจัยที่ได้มีดังนี้

1) ผลการตรวจสอบเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกเทียบกับความถี่ ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อนำเซรามิก BNKT-xCoO มาตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับความถี่ที่ 1000 เฮิรตซ์ 1 เมกะเฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อพิจารณาผลของความถี่ที่มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริก พบว่าสารเจือในทุกปริมาณการเติมสาร ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง เมื่อความถี่สูงขึ้น พิจารณา ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเปรียบเทียบกับอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง ที่ปริมาณการเติม CoO ตั้งแต่ 0.0-0.9 มาเปรียบเทียบกับกันในทุก ๆ ปริมาณการเติม CoO ได้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ดังกราฟค่าไดอิเล็กทริกและกราฟค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกจะเห็นว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกส่วนใหญ่ที่ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะมีค่ามากที่สุด ยกเว้นที่ความเข้มข้นของ CoO ร้อยละ 0.1 และ 0.2 โดยน้ำหนัก ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพบว่าส่วนใหญ่ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะมีค่ามากที่สุด ยกเว้นที่ความเข้มข้นของ CoO เป็นร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ซึ่งชี้ให้เห็นว่าค่าไดอิเล็กทริกที่สูงก็จะมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกสูงตามไปด้วย

2) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเปรียบเทียบกับอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูง ในทุกๆปริมาณการเติม CoO ในการพิจารณาผลของเซรามิกบิสมาทโทไซด์โพแทสเซียมไททานเนต(BNKT) เจือด้วยโคบอลต์ (CoO) ที่ปริมาณการเติม CoO ต่าง ๆ มีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิสูง ที่ความถี่ 1000 เฮิรตซ์ ถึง 1 เมกะเฮิรตซ์ เมื่อนำแต่ละอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิมาเปรียบเทียบกับกันของทุก ๆ ปริมาณ จะได้กราฟค่าไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก จะเห็นว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกส่วนใหญ่ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะมีค่ามากที่สุดที่อุณหภูมิคูรี ยกเว้นที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.0 และ 0.1 โดยน้ำหนัก ส่วนค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกพบว่าส่วนใหญ่ที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงจะมีค่ามากที่สุด ยกเว้นที่ปริมาณการเติม CoO ร้อยละ 0.3 และ 0.9 โดยน้ำหนัก ซึ่งชี้ให้เห็นว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงก็จะมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกสูงตามไปด้วยจึงสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิสูงอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่ามากที่สุด

3) การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกพบว่าค่าสภาพคงเหลือโพลาริเซชันคงเหลือที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเติม CoO ลงไปที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงและ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง มีแนวโน้มลดลง ซึ่งชี้ให้เห็นว่ายิ่งอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าโพลาริเซชันคงเหลือลดลง ส่วนค่าสนามไฟฟ้าลบข้างที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงมีแนวโน้มลดลงแต่ เมื่อมีการเติม CoO ลงไปที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงและ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ซึ่งชี้ให้เห็นว่าที่อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงทำให้ค่าโพลาริเซชันคงเหลือเพิ่มและค่าสนามไฟฟ้าลบข้างที่ลดลงเป็นผลดีต่อสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

4) ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึก พบว่าเมื่อทำการเติม CoO ในปริมาณที่ $x = 0.30$ และ 0.90 ร้อยละโดยน้ำหนัก ส่งผลทำให้ค่าความเข้ม (intensity) ของพีค BNKT ลดลงเล็กน้อย แต่เมื่อเติม $x\text{CoO}$ ในปริมาณที่ $x = 0.60$ ร้อยละโดยน้ำหนัก ความเข้ม (intensity) ของพีค BNKT เพิ่มขึ้นเล็กน้อย

5) ผลการตรวจสอบความหนาแน่น พบว่าความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วน $x = 0.30$ ร้อยละโดยน้ำหนัก แล้วเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วน $x = 0.60$ ร้อยละโดยน้ำหนัก ร้อยละโดยน้ำหนัก มีค่าความหนาแน่นสูงสุดและค่าความหนาแน่นต่ำสุดที่ปริมาณสัดส่วน $x = 0.60$ และ $x =$ ร้อยละโดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งขึ้นงานตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นใน ช่วง $4.94 - 5.31$ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

6) ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก ที่แสดงโครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่ $1,050$ °C ด้วยกำลังขยาย $3,000$ เท่าและ $7,000$ เท่า ตามลำดับ พบว่าขนาดของเกรนที่บริเวณพื้นผิวของเซรามิก BNKT/ $x\text{CoO}$ ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยเพิ่มขึ้นที่ประมาณ 1.50 , 7.55 , 3.32 , และ 4.91 ไมโครเมตร ตามลำดับ มีลักษณะการกระจายตัวของเกรนที่มีขนาดแตกต่างกันและโตขึ้นเรื่อย ๆ ตามปริมาณสัดส่วน x (ร้อยละโดยน้ำหนัก) ของ CoO และเกรนมีขนาดโตมากที่สุดที่ปริมาณ $x = 0.30$ ร้อยละโดยน้ำหนัก ส่งผลทำให้ค่าความแข็งของเซรามิก มีค่าต่ำลงอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับค่าความแข็ง เมื่อเซรามิกที่มีขนาดใหญ่ จะทำให้ค่าความแข็งลดลง

7) ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก ด้วยการนำมาทดสอบความแข็งระดับจุลภาคแบบนูน โดยการใส่แรงกด 0.98 นิวตัน กดแซ่ไว้เป็นเวลา 10 วินาที พบว่า มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสัดส่วน x (ร้อยละโดยน้ำหนัก) แล้วลดลงเล็กน้อยที่ปริมาณสัดส่วน $x = 0.90$ ร้อยละโดย

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของบิสมัทโซเดียมโพแทสเซียมไททาเนตที่เจือด้วยโคบอลต์

บรรณานุกรม

- [1] G. M. Haertling, J. Am. Ceram. Soc., vol 82, No. 4, pp. 797-818, 1999.
- [2] T. Rodig, A. Schonecker and G. Gerlach, J. Am. Ceram. Soc., vol. 93, pp.901-912, 2010.
- [3] P. Muralt, J. Am. Ceram. Soc., vol. 91, pp.1385-1396, 2008.
- [4] K.M. Nair, A. S. Bhalla, T. K. Gupta, S. I. Hirano, B. V. Hiremath, J. H. Jean and R. Pohanka, "Dielectric materials and devieces," The American Ceramics Society, Ohio, 2002.
- [5] T. Mitsui, I. TaTsuzaki and E. Nakamura, "An Introduction to the Physics of Ferroelectrics," Gordon and Breach Science Publishers, New York, 1979.
- [6] D. Damjanovic, J. Am. Ceram. Soc., vol. 88, pp.2663-2676, 2005.
- [7] J. Rodel, W. Jo, K. T. P. Seifert, E. M. Anton, T. Granzow and D. Damjanovic, J. Am. Ceram. Soc., vol. 92, pp. 1153-1177, 2009.
- [8] Z. Jing, C. Ang, Z. Yu, P. M. vilarinho and J. L. Baptista, J. Appl. Phys., vol. 84, pp.983-988, 1998.
- [9] R. J. Cava, T. Siegrist, W. F. Peck, Jr., J. J. Krajewski, B. Batlogg and J. Rosamilia, Appl. Rev.,vol. 44, pp. 9746-9750, 1991.
- [10] M. Matsubara, T. Yamaguchi, W. Sakamoto, K. Kikuta, T. Yogo and S. Hirano, J. Am. Ceram. Soc., vol. 88, pp. 1190-1196, 2005.
- [11] W. Cao, J. Xiong and J. Sun, Mater. Chem. Phys., vol. 106, pp. 338-342, 2007.
- [12] W. Cai, C. Fu, J Gao and X. Deng, J. Mater. Sci., vol. 21, pp. 317-325, 2010.
- [13] W. Cai, J. Gao, C. Fu and L. Tang, J. Alloys Compd., vol. 487, pp. 668-674, 2009.
- [14] X. Chou, J. Zhai, J. Sun and X. Yao, Ceram. Int., vol.34 , pp.911-915 , 2008.
- [15] C. Kruea-In, S. Eitssayeam, K. Pengpat, G. Rujijanagul, and T. Tunkasiri, Phase Trans., vol. 83, pp. 942-949, 2010
- [16] X. G. Tang, J. Wang, X. X Wang and H. L. W. Chan, Solid State Commun., vol. 131, pp. 163-168, 2004.
- [17] X. Wang, B. Li. X. Li, L Li and Z. Gui, Integrated Ferroelectrics, vol.61, pp. 173-178, 2004.
- [18] X. H. Wang, X. Y. Deng, H. Zhou, L. T. Li and I. W. Chen, J. Electroceram., vol.21, pp.230-236, 2008.

- [19] K.N. Pham, A. Hussain, C. W. Ahn, I. W. Kim, S. J. Jeong and J. S. Lee, *Mater. Lett.*, vol.64, pp.2219-2222, 2010.
- [20] A. Ullah, C. W. Ahn, A. Hussain, S. Y. Lee, J. S. Kim and I. W. Kim, *J. Alloy Compd.*, vol.509, pp. 3148-3154, 2011.
- [21] H. B. Lee, D. J. Heo, R. A. Malik, C. H. Yoon, H. S. Han and J. S. Lee, *Ceram. Int.*, vol. 39, pp. S705-S708, 2013.
- [22] C. Wichasilp, S. Inthong, W. Maithong, N. Kruea-In and C. Kruea-In, *Advan. Mater. Res.*, vol.979, pp. 232-235, 2014.
- [23] N. V. Quyet, L. H. Bac, D. Odkhuu and D. D. Dung, *J. Phys. Chem. Solids.*, vol.85, pp. 148-154, 2015.
- [24] A.J. Moulson and J.M. Herbert, *Electroceramics : Materials, Properties and Application*. 2nded. John Wiley & Sons, West Sussex, 2003.
- [25] G.A. Smolenskii, V. A., A. A. Isupo, and N.N. Krainik. *Sov. Phys. Solid State.*, vol.2, pp. 2651-2654, 1961.
- [26] C. Jullian "Investigation of Polarization Switching Over Broad Time and Field Domain in Various Ferroelectrics". Master's thesis, University of Compiègne, 2003.
- [27] R. B. Heimann, *Classic and Advanced Ceramics: from Fundamental to Application*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2010.
- [28] I.R. Henderson. *Piezoelectric Ceramics: Principle and Application*. USA ; APC international, Ltd, 2002.

ภาคผนวก

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

Chatchai Kruea-In, Suchitra Inthong, and Wilaiwan Leenakul. (2018) “Effect of rate controlled sintering on phase formation, dielectric and ferroelectric properties of Cobalt oxide doped BNKT ceramics” Applied Mechanics and Materials. Vol.879. pp. 57-61

Effects of Rate-Controlled Sintering on Phase Formation, Dielectric and Ferroelectric Properties of Cobalt Oxide Doped BNKT Ceramics

Chatchai Kruea-In^{1,a}, Suchittra Inthong^{2,b} and Wilaiwan Leenakul^{3,c*}

¹Faculty of Science and Technology, Chiang Mai Rajabhat University, Chiang Mai, 50300, Thailand

²Department of Physics and Materials science, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand

³Division of Industrial Materials Science, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Phra Nakhon, Bangkok 10800, Thailand

^achatchai.krue@gmail.com, ^bi.suchittra@gmail.com, ^cwilaiwan.l@rmutp.ac.th

Keywords: heating rate, dielectric, ferroelectric

Abstract. Lead-free powders of $\text{Bi}(\text{Na}_{0.81}\text{K}_{0.19})\text{O}_3$ doped 0.3 wt.% CoO were prepared using a simple conventional mixed oxide technique. The heating rate during sintering process was controlled with various rates up temperature. The samples were sintered at 1,050°C and the dwelling time for 4 h which difference heating rate controlled i.e. 100, 300, and 600°C/h. The XRD pattern analysis of all studied samples showed a single phase perovskite structure. Dielectric constant value at higher than 200°C of studied samples increased as a function of the rate controlled sintering temperature as well as ferroelectric properties at room temperature. The heating rate at 600°C/h sample showed maximum dielectric constant (~5961) at T_m . In addition, the ferroelectric properties were analyzed and discussed.

Introduction

Recently, the solid solution of $(1-x)\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-x\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$ ((1-y)BNT-xBKT) binary system has been consider attention due to their good ferroelectric, piezoelectric and environmental friendliness. Many solid solutions of ferroelectric materials show the enhancement of electrical properties at the two phase coexistent which is called morphotropic phase boundary (MPB) as well as the occurring of (1-x)BNT-xBKT solid solution. The previous researchers reported that the MPB of (1-x)BNT-xBKT solid solution is about $0.16 \leq x \leq 0.22$ [1-3] which consist of tetragonal and rhombohedral perovskite phases. This composition produces good electromechanical properties e.g. large strain behavior ($d_{33} > 500$ pm/V at electric field 60 kV/cm) [1]. Many reports have shown that properties of (1-x)BNT-xBKT can be modified further by dopants and solid solution [4-7]. However, it is known that the properties of many ceramics are also influenced by the techniques of sintering. Therefore, various techniques have been reported such as rapid-rate sintering, rate-controlled sintering, and two-step sintering [8-10]. Therefore, the heating rate sintering controlled is highly potential for determining physical and electrical properties of many electrical perovskite ceramics [9,11]. To our knowledge, a $\text{Bi}(\text{Na}_{0.81}\text{K}_{0.19})\text{O}_3$ doped 0.3 wt.% CoO and the effects of heating rate sintering have not been investigated. For these reasons, that is prompt us to synthesize and investigate their properties.

Material and Methods

The conventional solid state technique was used for synthesis $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.81}\text{K}_{0.19})_{0.5}\text{TiO}_3$; (BNKT) powders. The high purity grade oxide power of Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , K_2CO_3 and TiO_2 were weighed following stoichiometry and mixed for 24 h. Then, the blended powders were calcined at 850 °C for 4 h. The calcined powders were added 0.3 wt.% of CoO. The green pellets were sintered at 1,050 °C for 4 h and difference heating rate including 100, 300 and 600 °C/h. The phase formation

of sintered ceramics was determined using X-ray diffraction technique. After that, silver paint of the both side of ceramics, the dielectric constant and dielectric loss at room temperature to 500 °C were measured via LCR meter coupled to a furnace with the controlled heating rate at 5 °C/h. The ferroelectric response was determined by ferroelectric test station.

Results and Discussion

The X-ray diffraction (XRD) spectroscopy of all studied samples was shown in Fig. 1. The XRD pattern of all studied samples exhibited a pure phase perovskite structure without second phase such as $\text{Bi}_{1.74}\text{Ti}_2\text{O}_{6.64}$ and $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ [4]. It indicates that CoO can be diffused in BNKT structure. Moreover, it can be observed from XRD pattern that all studied samples show the overlap of multi peak in the range of 39.30-40.08 and 45.90-46.47 degree, respectively. It indicates that this state is MPB state which coexisted of tetragonal and rhombohedral phase. This result well agrees with previous works [12,13].

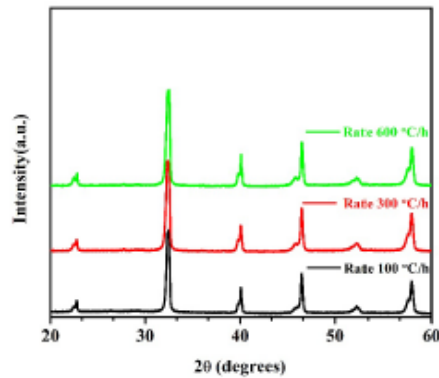


Fig. 1 XRD pattern of BNKT-0.3 wt.% CoO with various heating rate controlled sintering.

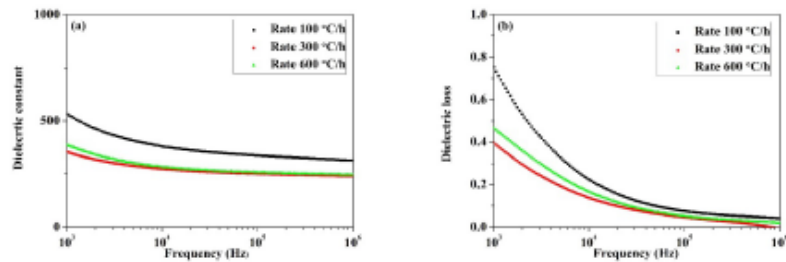


Fig. 2 Dielectric constant (a) and loss (b) of BNKT-0.3 wt.% CoO with the various heating rate at room temperature.

Figure 2 shows dielectric constant and dielectric loss value as a function of frequency for BNKT-0.3 wt.% CoO with the various heating rate which is measured at room temperature. The highest dielectric constant value was found for 100 °C/h heating rate sample as well as dielectric loss. Therefore, all of the samples show the decreasing of a dielectric constant which can explain by dielectric response behavior [14].

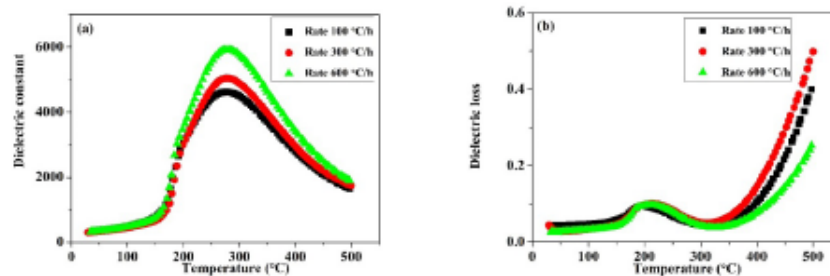


Fig. 3 Dielectric constant (a) and loss (b) of BNKT-0.3 wt.% CoO with the various heating rate at 1 MHz and temperature range 30-500 °C.

Figure 3 shows the dielectric constant and the dielectric loss of BNKT-0.3 wt.% CoO by heating rate sintering at 100, 300 and 600 °C/h with various temperatures. The dielectric constant and the dielectric loss behavior of all heating rate samples were measured in the temperature range 30 °C up to 500 °C at 1 MHz. The dielectric constants at T_m (~278 °C), the temperature that the sample shows the maximum dielectric constant, were displayed 5961, 5070 and 4625 for heating rate sintering at 100, 300 and 600 °C/h, respectively. The dielectric loss was also measured at the same temperature range and frequency. The trend and value of dielectric loss show similarly for all of the heating rate conditions at a temperature below 300 °C.

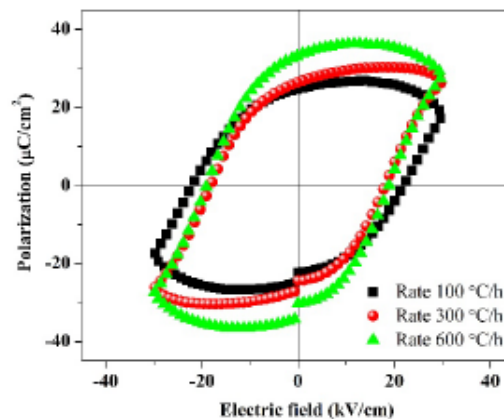


Fig. 4 Ferroelectric properties of BNKT-0.3 wt.% CoO with the various heating rate at room temperature and 1 MHz.

The ferroelectric hysteresis loop (P-E loop) was shown in Fig. 4. The P-E loop was investigated by Sawyer-Tower circuit at fields up to 30 kV/cm and 1 Hz. The hysteresis loops showed slightly increasing of remanent polarization for increasing heating rate which was shown the highest value (~33.37 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$) at 600 °C/h heating rate sample. It should be noted that the faster heating rate can produce higher remanent polarization.

Conclusion

Lead-free ceramics BNKT-0.3 wt.% CoO was prepared by conventional solid state reaction technique. The effects of heating rate sintering of BNKT-0.3 wt.% CoO were studied. The 600 °C/h heating rate sample can improved dielectric constant at high temperature and remanent polarization at room temperature. However, the strain property is the other interesting property of this ceramics that should be studied in the future. Based on this data suggests that the high heating rate sintering may be an effective factor for preparation of other BNKT based lead-free ceramics.

Acknowledgments

The financial support was from Chiang Mai Rajabhat University, Rajamangala University of Technology Phra Nakorn and National Research Council of Thailand (NRCT). The authors thank also to Faculty of Science Chiang Mai University for supporting facilities.

References

- [1] M. Acosta, N. Liu, M. Deluca, S. Heidt, I. Ringl, C. Dietz, R. W. Stark, W. Jo, Tailoring ergodicity through selective A-site doping in the $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3\text{-Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2}\text{TiO}_3$ system, *J. Appl. Phys.* 117 (2015) 134106-1-8.
- [2] R. A. Malik, A. Hussain, A. Maqbool, A. Zaman, T. K. Song, W. J. Kim, M. H. Kim, Giant strain, thermally-stable high energy storage properties and structural evolution of Bi-based lead-free piezoceramics, *J. Alloy. Comp.* 682 (2016) 302-310.
- [3] A. Ullah, C. W. Ahn, S. Y. Lee, J. S. Kim, I. W. Kim, Structure, ferroelectric properties, and electric field-induced large strain in lead-free $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na},\text{K})_{0.5}\text{TiO}_3\text{-(Bi}_{0.5}\text{La}_{0.5})\text{AlO}_3$ piezoelectric ceramics, *Ceram. Inter.* 10 (2010) 1174-1181.
- [4] C. Kruea-In, S. Inthong, W. Leenakul, Effects of NiO nanoparticles on physical and mechanical properties of BNKT lead-free ceramics, *Appl. Mech. Mater.* 866 (2017) 282-286
- [5] K-N. Pham, A. Hussain, C. W. Ahn, I. W. Kim, S. J. Jeong, J-S. Lee, Giant strain in Nb-doped $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.82}\text{K}_{0.18})_{0.5}\text{TiO}_3$ lead-free electromechanical ceramics, *Mater. Lett.* 64 (2010) 2219- 2222.
- [6] P. Jaita, P. Jarupoom, R. Yimmirun, G. Rujijanagul, D. P. Cann, Phase transition and tolerance factor relationship of lead-free $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-Bi}(\text{Mg}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$ piezoelectric ceramics, *Ceram. Int.* 42 (2016) 15940-15949.
- [7] A. Hussain, J. U. Rahman, A. Zaman, R. A. Malik, J. S. Kim, T. K. Song, W. J. Kim, M. H. Kim, *Mater. Chem. Phys.* 143 (2014) 1282-1288.
- [8] X. Wang, B. Li, X. Li, L. Li, and Z. Gui, The dielectric properties of ultrafine-grained $\text{BaTi}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_3$ based ceramics prepared by a novel Integrated Ferroelectrics. 61 (2004) 173-176.
- [9] J. Ryu, J. J. Choi, H. E. Kim, Effect of heating rate on the sintering behavior and the piezoelectric properties of lead zirconate titanate ceramics. 84 (2001) 902-904.
- [10] X. H. Wang, X. Y. Deng, H. Zhou, L. T. Li, and I. W. Chen, Bulk dense nanocrystalline BaTiO_3 ceramics prepared by novel pressureless two-step sintering method, *J. Electroceram.* 21, (2008) 230-233.
- [11] S. M. Rhim, H. Bak, S. Hong, and O. K. Kim, Effect of heating rate on the sintering behavior and the dielectric properties of $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ ceramics prepared by boron-containing liquid-phase sintering, *J. Am. Ceram. Soc.* 83, (2000) 3009-13.

-
- [12] N. D. Quan, N. V. Quyet, L. H. Bac, D. V. Thiet, V. N. Hung, and D. D. Dung, Structural, ferroelectric, optical properties of A-site modified $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.78}\text{K}_{0.22})_{0.5}\text{Ti}_{0.97}\text{Zr}_{0.03}\text{O}_3$ lead-free piezoceramics, *J. Phys. Chem. Solid.* 77, (2015) 62-67.
- [13] N. B. Do, H. D. Jang, I. Hong, H. S. Han, D. T. Le, W. P. Tai, and J. S. Lee, Low temperature sintering of lead-free $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.82}\text{K}_{0.18})_{0.5}\text{TiO}_3$ piezoelectric ceramics by co-doping with CuO and Nb_2O_5 , *Ceram. Inter.* 38S, (2012) S359-S362.
- [14] R.D. Levi, R. Clive, Solid solution trends that impact electrical design of submicron layers in dielectric capacitors, Pennsylvania State University (2009) 6-10.

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย)

ดร. วิไลวรรณ ลีนะกุล

(ภาษาอังกฤษ)

Dr. Wilaiwan Leenakul

ตำแหน่ง

ผู้ช่วยศาสตราจารย์

ประวัติการศึกษา

วท. บ. (วัสดุศาสตร์)

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

วศ. ม. (วิศวกรรมพลังงาน)

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ปร. ด. (วัสดุศาสตร์)

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

Glass and Glass-ceramics (Lead-free)

Glass and Glass-ceramics (Bioactive glass ceramics)