ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การประดิษฐ์แก้วเฟร์โรอิเล็กทริกเซรามิกไร้สารตะกั่วจากระบบที่มีโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตเป็นองค์ประกอบหลัก

ผู้เขียน นางสาวพลอยไพลิน ยงศิริ

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร. กมลพรรณ เพ็งพัด

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาแก้วเซรามิกที่มีคุณสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกจากระบบโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบตเป็นองค์ประกอบหลักโดยอาศัยกระบวนการอินคอร์ปอเรชั่น เนื่องจากโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ หรือ (KNN) เป็นสารที่มีคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่โดดเด่น อาทิ การมีคุณสมบัติเพียโซอิเล็กทริก และคุณสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริก เป็นต้น และสารชนิดนี้ยังเป็นสารที่ปราศจากสารตะกั่วที่เป็นพิษต่อร่างกายของมนุษย์ด้วยทำให้มีปลอดภัยต่อการใช้งานและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม กระบวนการอินคอร์ปอเรชั่นคือการเตรียมผงของสารตั้งต้น KNN โดยการแคลไซน์ก่อนแล้วจึงนำมาผสมกับสารประกอบที่ทำให้เกิดแก้ว โดยผงตั้งต้น KNN ที่แคลไซน์แล้วจะเป็นเสมือนสารที่เหนี่ยวนำให้แก้วเกิดผลึก ในการทดลองนี้ได้ศึกษาแก้วเซรามิกที่เตรียมจากสารตั้งต้น KNN ที่แตกต่างกัน 3 ชุดคือ จากชุด KNN ที่มีความบริสุทธิ์ต่ำ (ชุด A) ชุด KNN ที่มีเฟสอื่นปะปนอยู่เล็กน้อย (ชุด B) และชุด KNN ที่มีความบริสุทธิ์ (ชุด C) โดยเลือกใช้อัตราส่วนของ KNN: SiO_2 เท่ากับ 75:25 โมลเปอร์เซ็นต์ (จัดเป็นชุด A1, B1 และ C1) และ 80:20 โมลเปอร์เซ็นต์ (จัดเป็นชุด C2) ในขั้นตอนการเตรียมแก้ว นำผง KNN ที่เตรียมได้ไปผสมกับแก้วแล้วหลอมที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลานาน 15 นาที ในถ้วยหลอมทองคำขาว และทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็วลงบนแม่พิมพ์เหล็กกล้าไร้สนิมที่อุณหภูมิห้อง ทำให้ได้แก้วที่มีความโปร่งใสมีสีอมเหลือง จากนั้นจึงนำแก้วที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่ อุณหภูมิ 500 - 575 องศาเซลเซียสเพื่อให้เกิดการตกผลึก พบว่าความหนาแน่นและความขุ่นของแก้วแซรามิกที่

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เตรียมได้จะเพิ่มขึ้นตามลำดับ ผลการศึกษาทางความร้อนด้วย DTA และ TG-DSC พบว่าแก้วชุด A1, B1, C1 และ C2 จะมีช่วงอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสเป็นแก้วที่อุณหภูมิ 560, 530, 532 และ 520 องศาเซลเซียสและจะมีช่วงอุณหภูมิการตกผลึกอยู่ที่ 648, 648, 645 และ 620 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคพบว่าผลึกของ KNN มีลักษณะเป็นก้อนที่มีเหลี่ยมมุมกระจายทั่วในเนื้อแก้ว โดยความเป็นผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการปลูกผลึกเพิ่มสูงขึ้น ในแก้วเซรามิกชุด C2 จะพบการเกิดเฟสแปลกปลอมร่วมอยู่ด้วยโดยจะเห็นได้ชัดในแก้วที่ผ่านการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส จากการตรวจสอบสมบัติทางสเปกโทรสโกปี จะพบการทำพันธะ O-Nb-O ที่เลขคลื่น 3 ช่วงคือ ช่วง 230, 620 และ 890 cm^{-1} และพบการเกิดโครงสร้างที่ยังไม่สามารถระบุได้ในแก้วเซรามิกชุด C2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า พบว่าแก้วเซรามิกทุกชุดจะมีค่าไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการปลูกผลึกที่เพิ่มสูงขึ้น ชุดแก้วที่มีคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีที่สุดพบในแก้วชุด C1 คือมีค่าไดอิเล็กทริกและการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่เหมาะสม พร้อมทั้งยังมีความโปร่งใส นอกจากนี้แก้วเซรามิกจากชุด C1 ที่มีการปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 575 องศาเซลเซียสยังพบคุณสมบัติเฟร์โรอิเล็กทริกเกิดขึ้นเล็กน้อยในแก้วเซรามิกที่เตรียมได้ทั้งหมด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title Fabrication of Lead-free Ferroelectric Glass-ceramics from Potassium Sodium Niobate-based Systems

Author Ms. Ploypailin Yongsiri

Degree Master of Science (Materials Science)

Thesis Advisor Asst. Prof. Dr. Kamonpan Pengpat

Abstract

In this research, the fabrication of lead-free ferroelectric glass-ceramics from $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ based systems via incorporation method has been carried out. Potassium sodium niobate $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ (KNN) was recognized as a material with good electrical properties, for examples piezoelectric and ferroelectric properties. Besides, it is a lead free material which promotes environmental friendly. For incorporation method, the calcined potassium sodium niobate was added in glass batches as heterogeneous nucleating agent. Starting powders of K_2CO_3, Na_2CO_3 and Nb_2O_5 were used to prepare KNN powder by mixed oxide method. All compositions were mixed by wet ball milling method for 24 h then dried for 24 h. The dried powder was calcined at 600-900 ^oC for 2 h and then was mixed with SiO_2. In this, glass-ceramics KNN were prepared from three compositions of KNN-SiO_2 system; composition A with high impurity; B with low impurity KNN; and C with high purity KNN. The KNN-SiO_2 ratios were 75:25 for composition series A1, B1 and C1 and 80:20 for composition series C2. It was found that transparent glasses were successfully produced by using conventional melting-quenching method. The batches were melted at 1300 ^oC in an electric furnace. It was found that transparent glasses were successfully produced by using conventional melting-quenching method. Finally, the prepared glasses were heat treated in a range of 525-575 ^oC for crystallization. XRD results

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

showed that KNN phase occurred in most of the glass-ceramic samples excepted C2 which show unidentified phase together with KNN phase. Thermal property resulting from DTA and TG-DSC showed glass transition temperatures of samples A1, B1, C1 and C2 at 560, 530, 532 and 520 ^{o}C and crystallization temperature at 648, 648, 645 and 620 ^{o}C, respectively. From SEM observation, it was found that bulk crystals with equiaxed shape of KNN phase dispersed well in all glass-ceramic matrices. A crystal sizes increased with increasing heat treatment temperature. In C2 glass-ceramics, unidentified phase was found together with KNN phase. The result from Raman spectroscopy showed O-Nb-O bonding at wave number 230, 620 and 890 cm^{-1} and unidentified structure was found in C2 glass-ceramics. Dielectric result showed the values of dielectric constant (ε_r) and dielectric loss ($\tan\delta$) which were found to increase with increasing heat treatment temperature. The optimum condition of all glass-ceramic samples was C1, which possessed the appropriate values of ε_r, $\tan\delta$ and high transparency, and trace of the ferroelectric behavior.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved