

## บทที่ 4

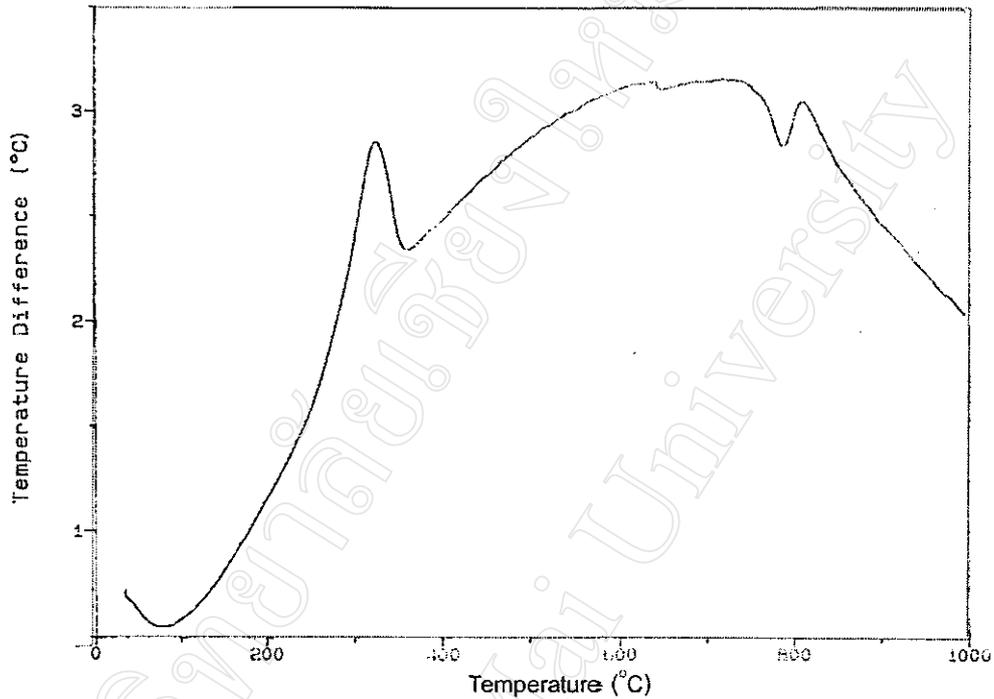
### ผลการทดลองและการอภิปรายผล

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างทางจุลภาคกับสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกในระบบพีแซดที โดยในขั้นตอนนี้จะนำเสนอผลการศึกษาเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมผงสารตัวอย่าง ตลอดจนถึงผลการตรวจสอบผงสารตัวอย่างที่เตรียมได้ จากนั้นจะนำเสนอผลการศึกษาเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมเซรามิกสารตัวอย่าง และการตรวจสอบเซรามิกที่เตรียมได้ โดยมีรายละเอียดผลการทดลองและการอภิปรายผลตามลำดับดังต่อไปนี้

#### 4.1 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่าง PZ

##### 4.1.1 ผลการวิเคราะห์ผง PZ ด้วยเทคนิค DTA

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการวิเคราะห์เพื่อเลือกหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสม ที่จะใช้ในการเผาแคลไซน์ผงสารตัวอย่าง (ดังแสดงในรูปที่ 4.1) จากผลการตรวจสอบสารผสม  $PbO$  กับ  $ZrO_2$  ด้วยเทคนิค DTA พบว่า มีการเปลี่ยนแปลงของกราฟเกิดขึ้นอยู่ 2 ตำแหน่ง คือ ในช่วงอุณหภูมิ 300-400 °ซ กับช่วง 700-800 °ซ ซึ่งคาดว่า การเปลี่ยนแปลงของกราฟในช่วงแรกนั้น น่าจะเกิดมาจากการหลุดออกไปของสารอินทรีย์ที่ปะปนอยู่ ส่วนการเปลี่ยนแปลงในตำแหน่งที่สองนั้น คาดว่าน่าจะเกิดมาจากการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม PbO กับ ZrO<sub>2</sub>

#### 4.1.2 ผลการวิเคราะห์ผง PZ ด้วยวิธีการ XRD

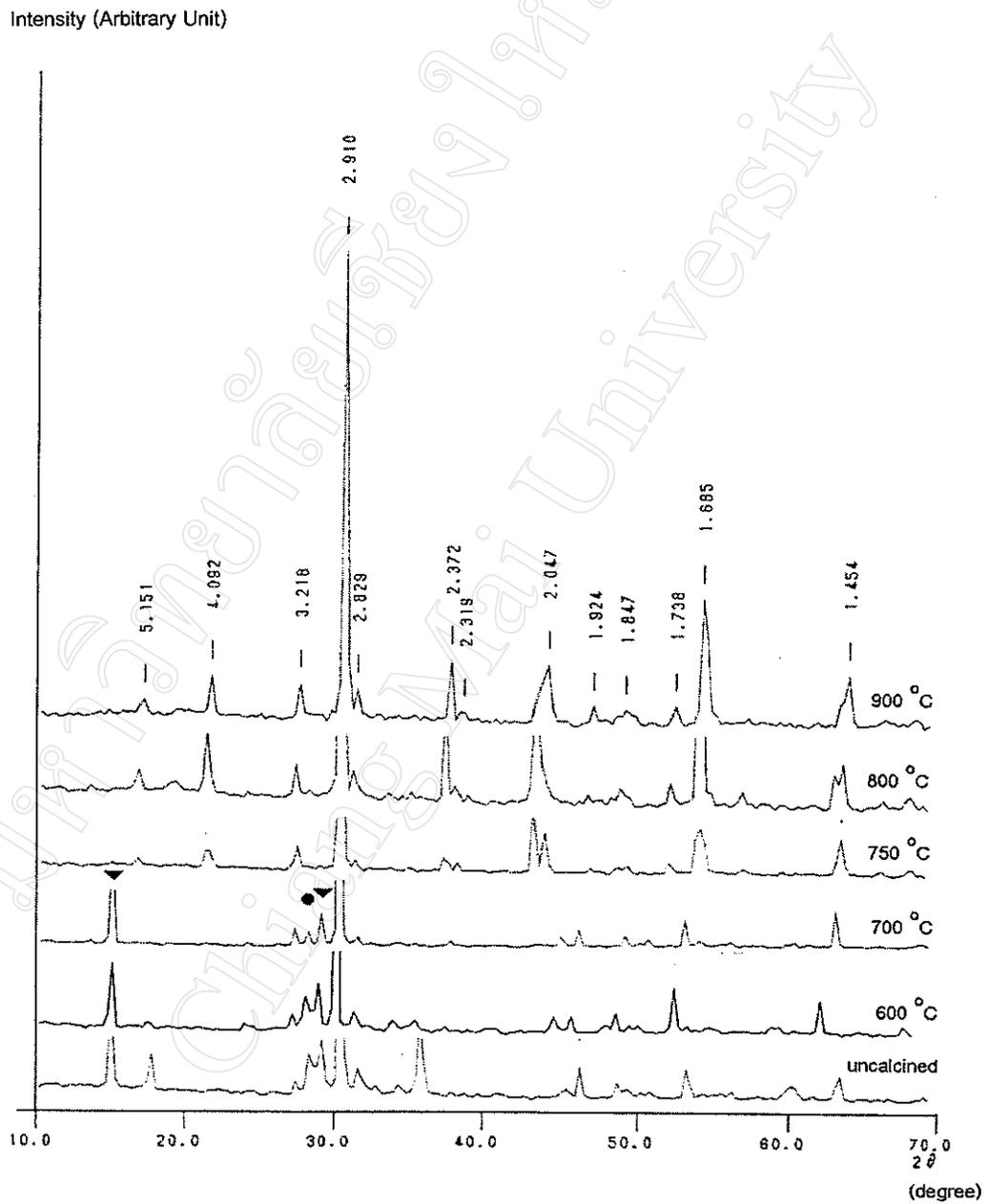
การศึกษาในขั้นตอนนี้เป็นการวิเคราะห์ตรวจสอบว่าสารที่เตรียมได้นั้นเป็นสารตามที่ต้องการหรือไม่ และทำการตรวจสอบควบคู่ไปกับการเปรียบเทียบเชิงปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.6) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.2-4.9 จากรูปที่ 4.2 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ผง PZ ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที พบว่า เฟสของ PZ เริ่มปรากฏที่อุณหภูมิ 600 °ซ เป็นต้นไป โดยในช่วงอุณหภูมิ 600-700 °ซ นั้นยังคงมีเฟสของสารตั้งต้น อันได้แก่ PbO และ ZrO<sub>2</sub> หลงเหลืออยู่ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์เป็นที่ 750, 800

และ 900 °ซ พบว่า มีแต่เฟสของ PZ เท่านั้นที่ปรากฏ และเมื่อพิจารณาถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาแคลไซน์ผง PZ พบว่าที่ 750 °ซ เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดเนื่องจากใช้พลังงานในการเผาต่ำสุด จากนั้นเมื่อนำมาศึกษาถึงผลของเวลาที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ โดยนำผง PZ มาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °ซ ด้วยเวลาแช่ที่ต่างกัน คือที่ 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่า สารที่ผ่านการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะยังคงมีเฟสของสารตั้งต้น คือ PbO หลงเหลืออยู่ในขณะที่สารที่ผ่านการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีเฟสของ PbO และ ZrO<sub>2</sub> ปะปนอยู่กับเฟสของ PZ ส่วนในกรณีที่ทำการเผาแคลไซน์เป็นเวลานาน 2 และ 4 ชั่วโมงนั้น พบว่า ไม่มีเฟสของสารตั้งต้นหรือสารแปลกปลอมเกิดขึ้นเลย โดยจะมีเพียงเฟสเชิงเดี่ยว (single phase) ของ PZ เท่านั้นที่ปรากฏและสอดคล้องกับข้อมูลของสาร PZ ใน JCPDS file no. 35-739 ทั้งนี้ จะเห็นได้ว่า เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเผาแคลไซน์ผง PZ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาทึ คือ ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เนื่องจากเป็นเงื่อนไขที่ใช้พลังงานต่ำที่สุดในการเตรียมผง PZ บริสุทธิ์

และเมื่อนำข้อมูลดังกล่าวนี้ มาเปรียบเทียบกับข้อมูลที่ได้จากการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PZ โดยวรรณวิสัย [22] ที่ได้นำสารผสมระหว่าง PbO กับ ZrO<sub>2</sub> มาทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 700, 750 และ 800 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5, 10 และ 20 °ซ/นาทึ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.4-4.9 ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า เมื่อทำการเผาแคลไซน์ผง PZ ด้วยอุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลา 2 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ นั้น ไม่สามารถคำนวณหาปริมาณเฟสของ PZ ที่เกิดขึ้นได้ เนื่องจากยังคงมีเฟสของสารตั้งต้นอันได้แก่ PbO และ ZrO<sub>2</sub> หลงเหลือปะปนกับเฟสของ PZ และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงพบว่า การแคลไซน์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาทึ นั้นจะทำให้ได้เฟสเชิงเดี่ยวของ PZ แต่ในกรณีที่เผาด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่ำอื่นๆ จะยังคงพบเฟสของสารตั้งต้นเกิดขึ้นปะปนกับเฟสของ PZ อยู่ และเมื่อเพิ่มเวลาเผาแช่เป็น 4 ชั่วโมง พบว่า สารที่ผ่านการเผา

แคลไซต์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3, 5 และ 20 °ซ/นาทิจ จะมีเพียงเฟสของ PZ เท่านั้นที่ปรากฏ ในขณะที่สารที่ผ่านการเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลง 10 °ซ/นาทิจ นั้นพบว่า ยังคงมีเฟสของ ZrO<sub>2</sub> ปะปนอยู่กับเฟสของ PZ และเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิในการเผาแคลไซต์เป็น 800 °ซ พบว่าไม่ว่าจะเผาด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิกำไต่ก็ตาม สารที่ได้จะเป็นเฟสเชิงเดี่ยวของ PZ เสมอ ทั้งในกรณีที่เผาแค่เป็นเวลานาน 2 และ 4 ชั่วโมง

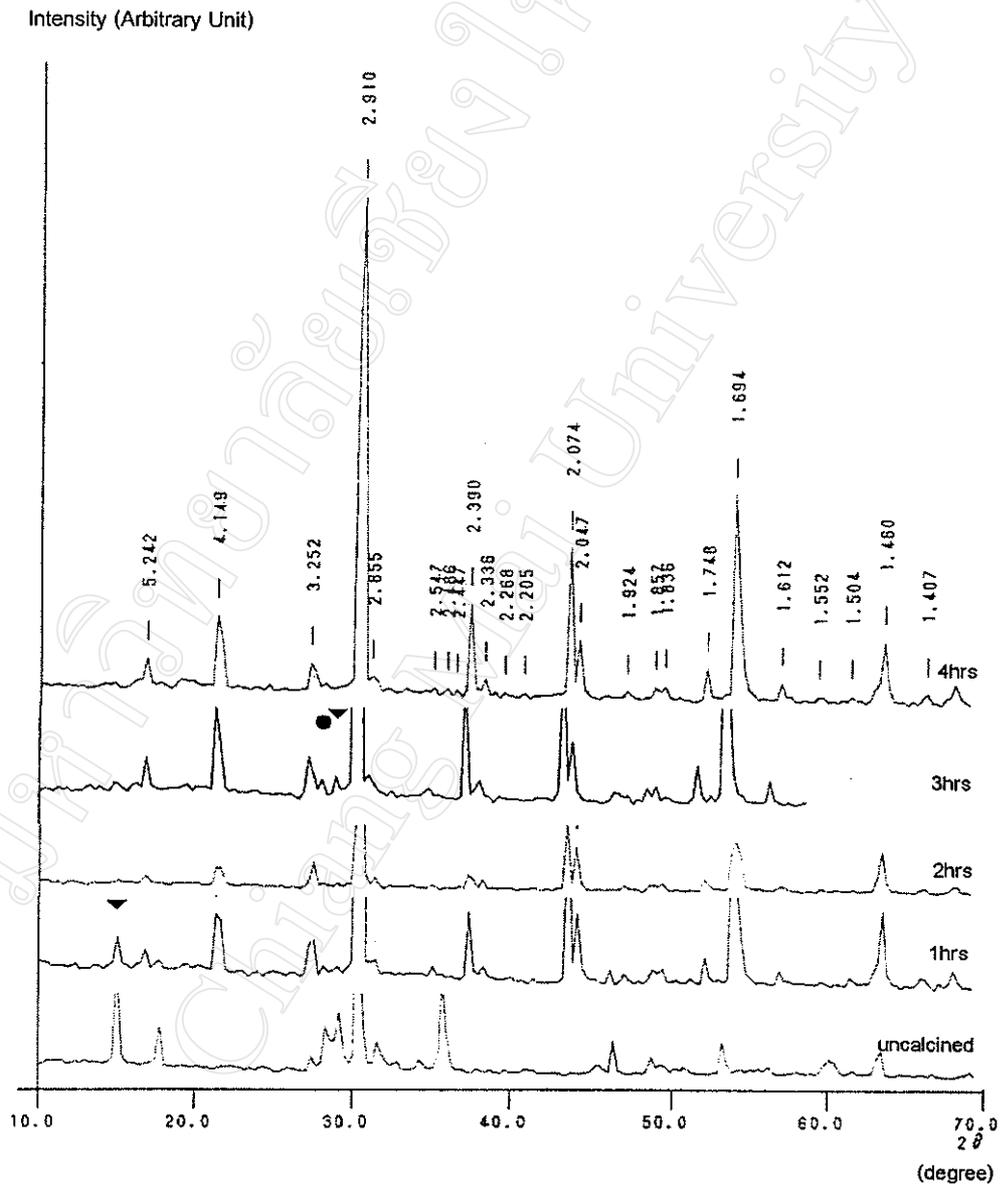
จากข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ข้างต้นทำให้สามารถคำนวณหาปริมาณของเฟส PZ ที่ปรากฏในแต่ละกรณีของการเผาแคลไซต์ได้ด้วยการใช้สมการที่ (3.6) และเขียนเป็นกราฟเปรียบเทียบปริมาณเฟสที่พบ ได้ดังรูปที่ 4.10-4.15



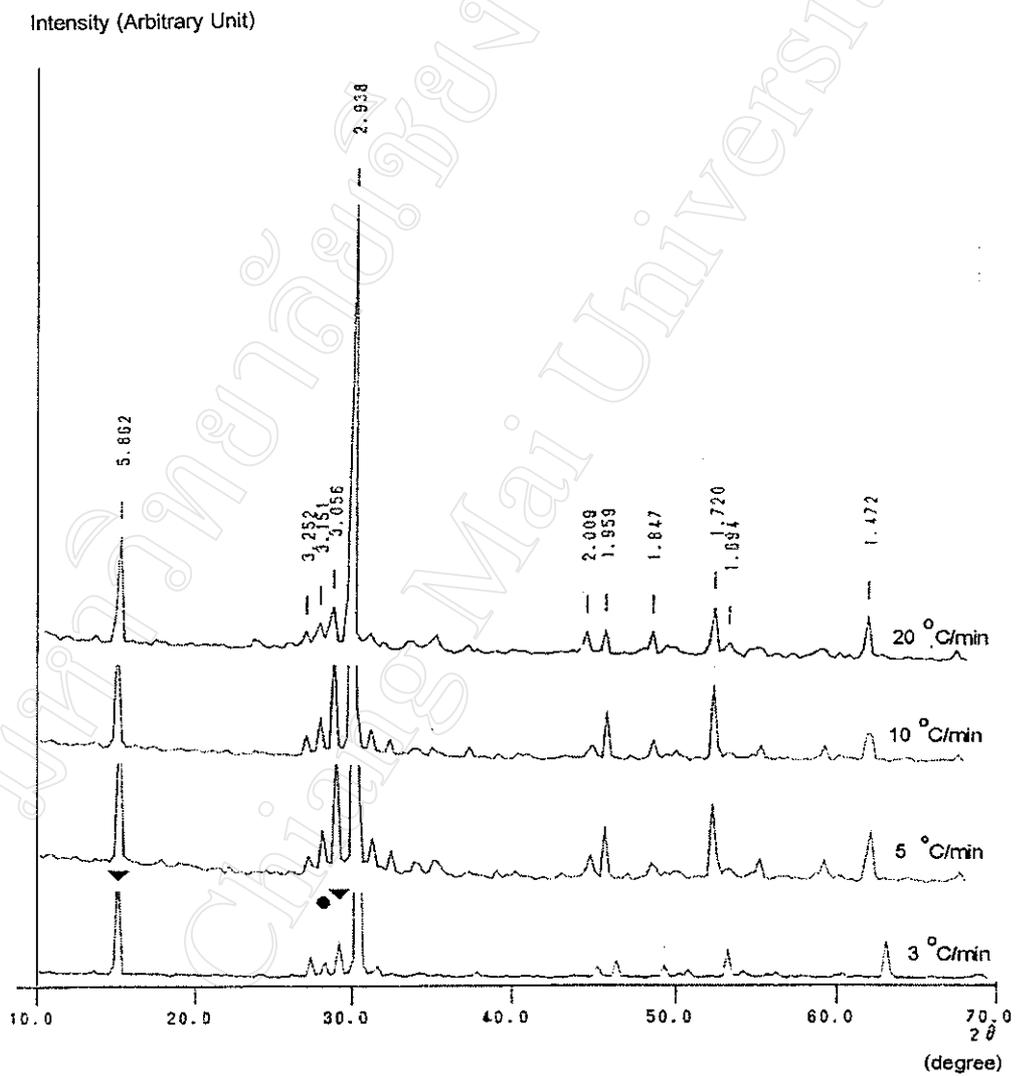
รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผอง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ

ค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

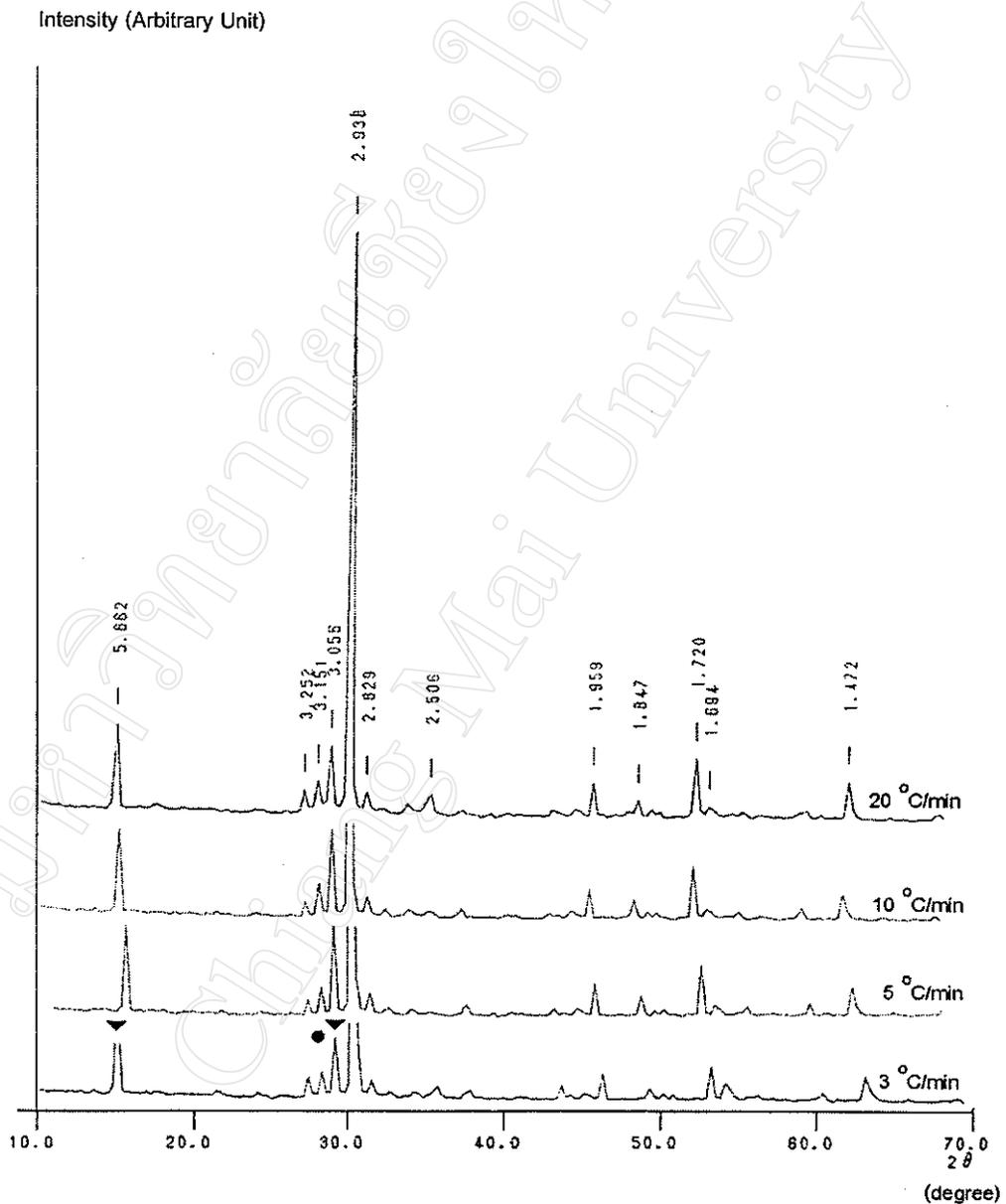
(▼ หมายถึง PbO และ ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub>)



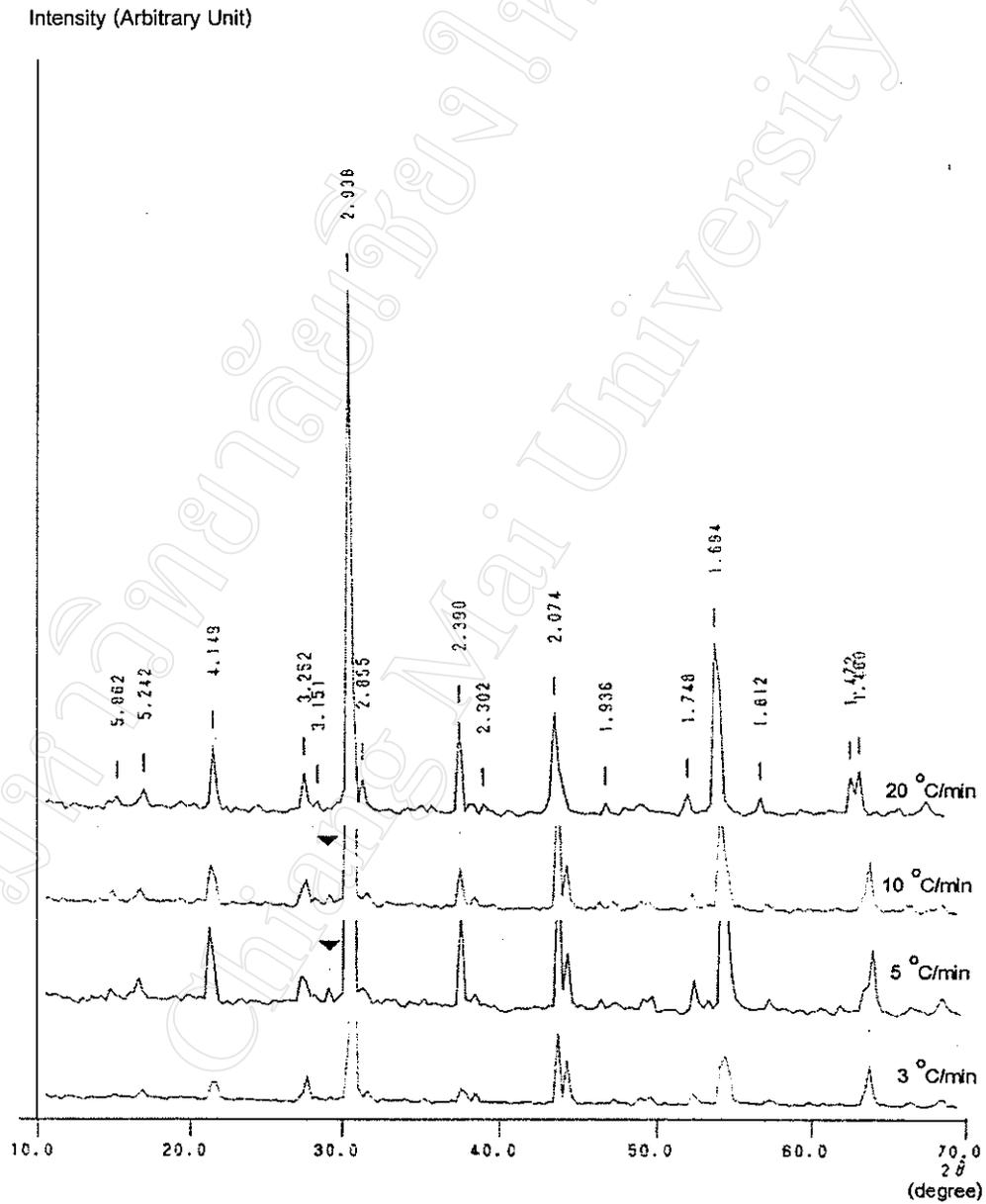
รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นานต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO และ ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub>)



รูปที่ 4.4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 700 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่หวนต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3, 5, 10 และ 20 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO และ ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub>)

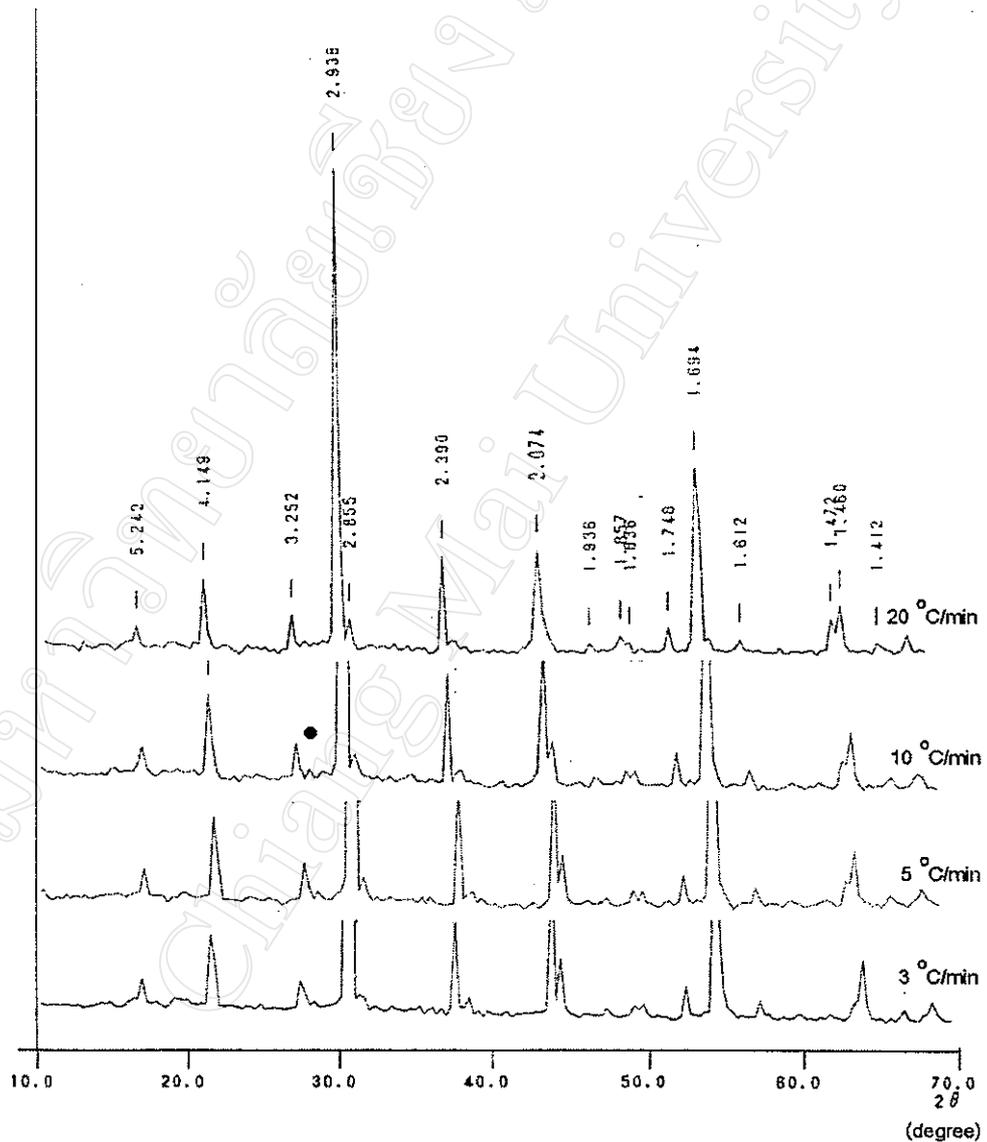


รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผิวนำ PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3, 5, 10 และ 20 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO และ ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub>)

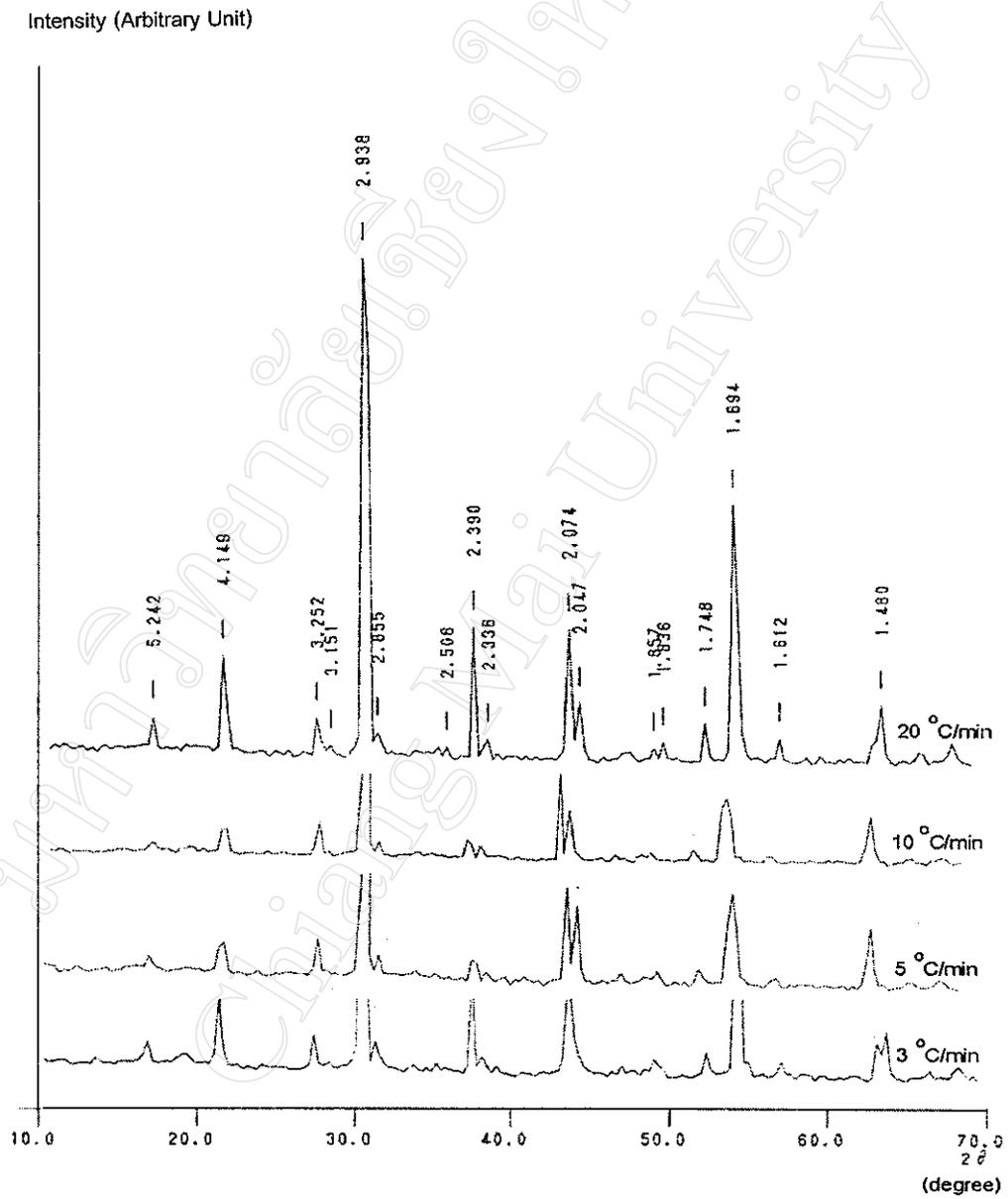


รูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3, 5, 10 และ 20 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO)

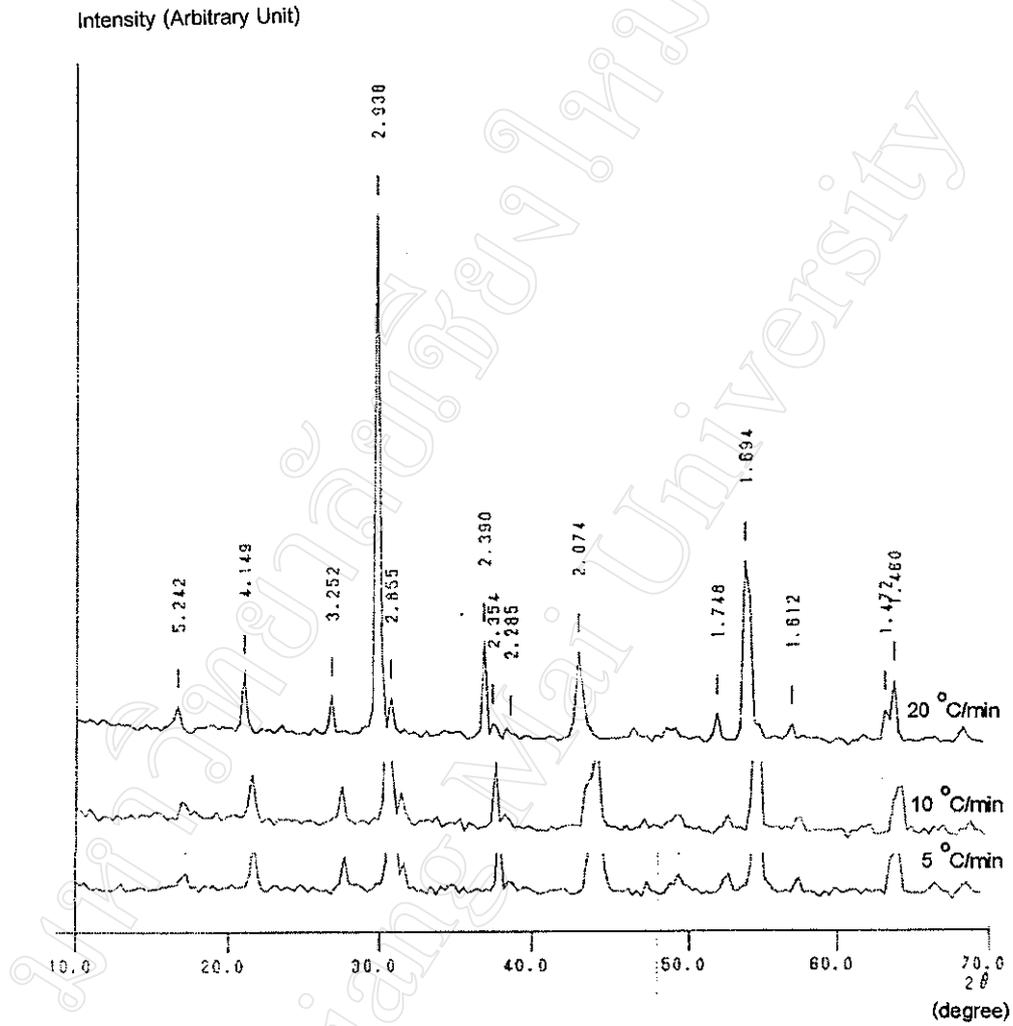
Intensity (Arbitrary Unit)



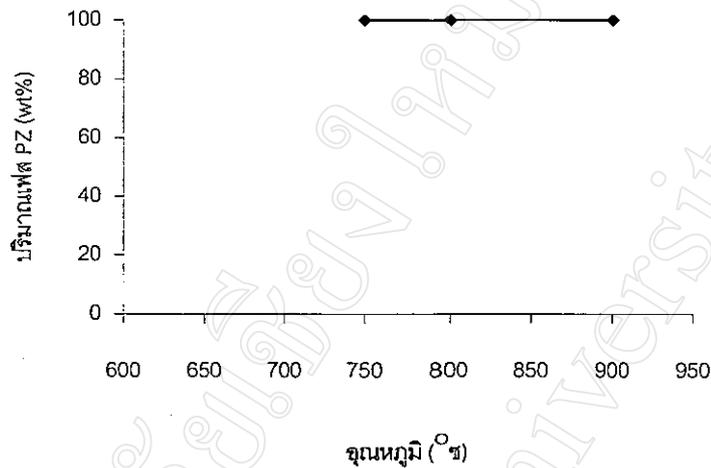
รูปที่ 4.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3, 5, 10 และ 20 °ซ/นาที (● หมายถึง  $ZrO_2$ )



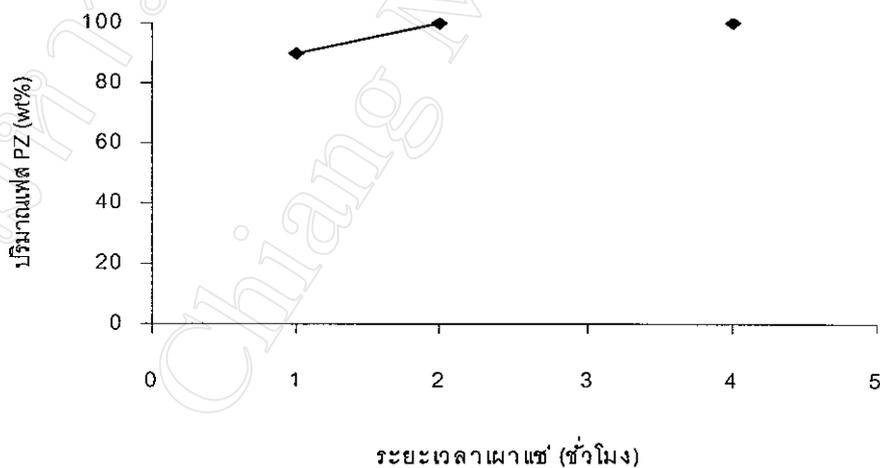
รูปที่ 4.8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3, 5, 10 และ 20 °ซ/นาที



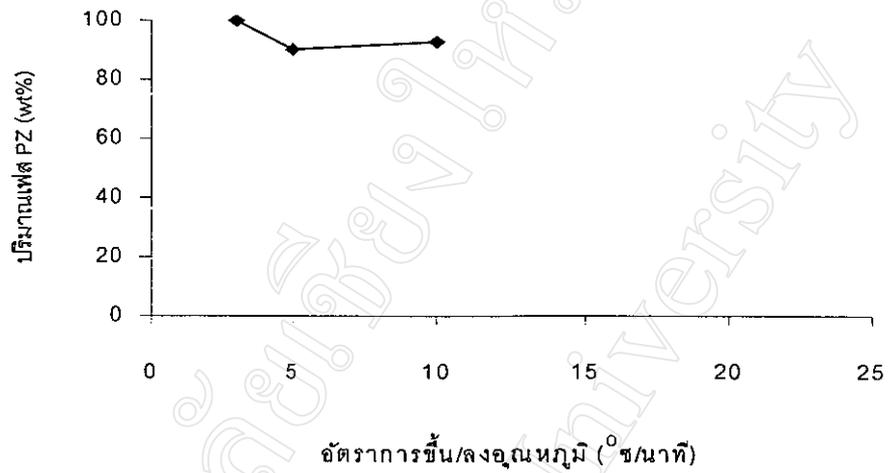
รูปที่ 4.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5, 10 และ 20 °ซ/นาที



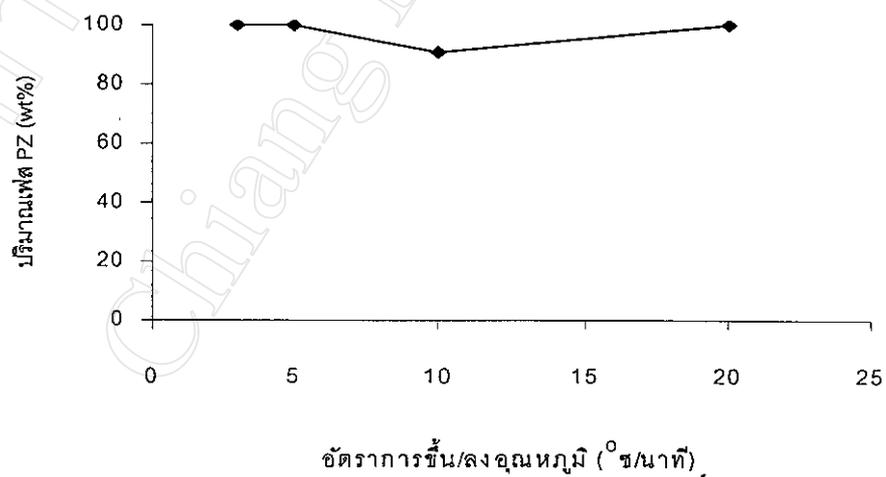
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้เมื่อทำการเผาแซ่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที ที่มีการใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่างกัน



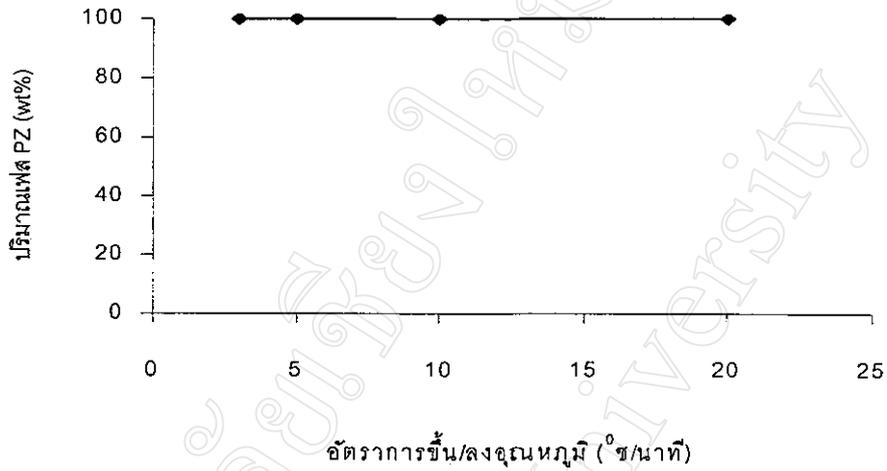
รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที ที่มีการใช้ระยะเวลาในการเผาแซ่นานต่างกัน



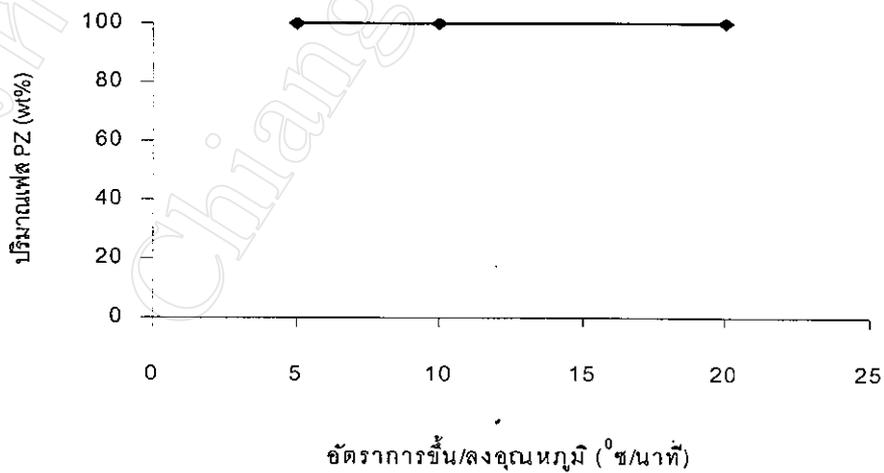
รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน



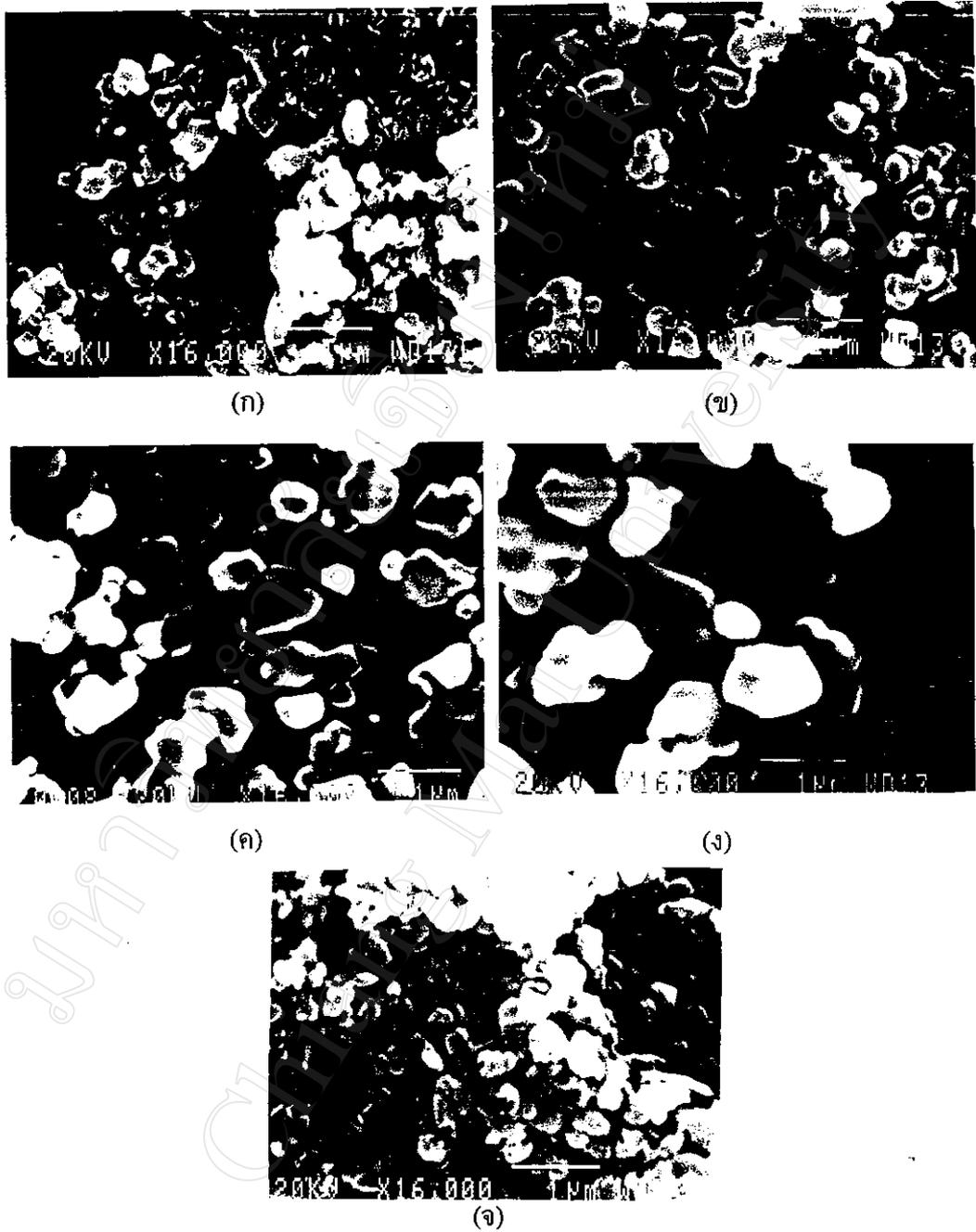
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน

#### 4.1.3 ผลการวิเคราะห์ผง PZ ด้วยกล้อง SEM

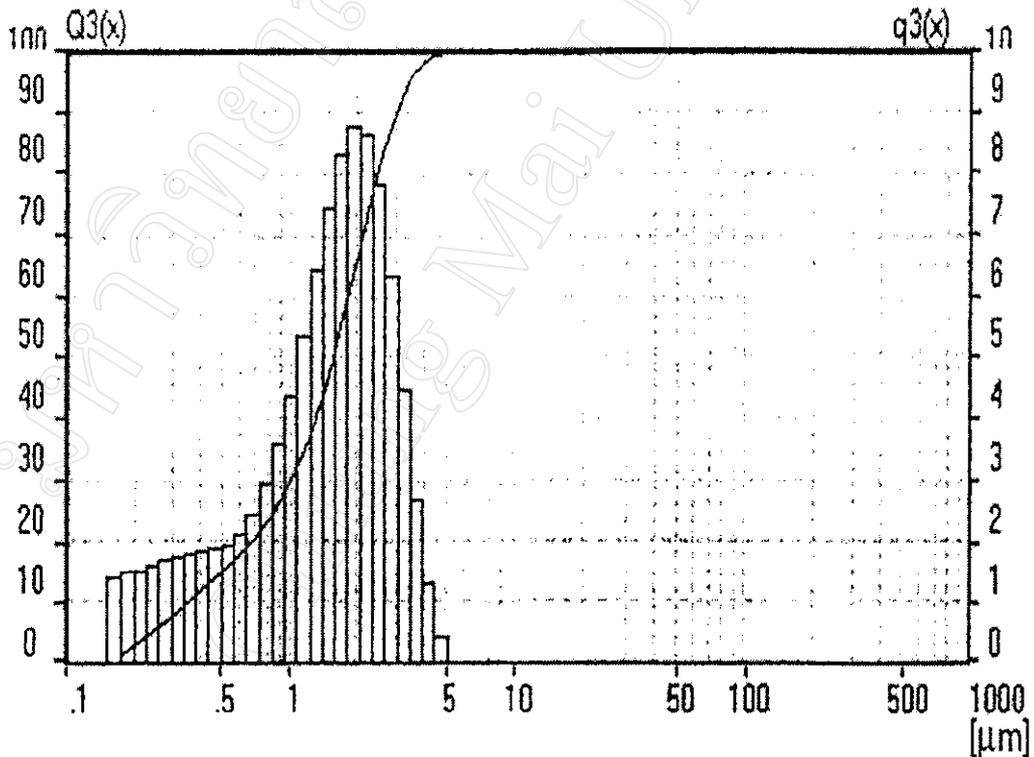
ในขั้นตอนนี้ได้เลือกเอาผงสารตัวอย่าง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ มาวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยกล้อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.16 จากรูปพบว่า อนุภาคของผง PZ จะเกิดการเกาะกลุ่มกันและเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์นั้นเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของผง PZ เพิ่มขึ้น โดยขนาดอนุภาคผง PZ จะมีค่าอยู่ในช่วง 0.3-1.1  $\mu\text{m}$  และเมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคของผง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที พบว่า มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.35  $\mu\text{m}$



รูปที่ 4.16 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PZ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ (ก) 700 °ซ (ข) 750 °ซ (ค) 800 °ซ (ง) 900 °ซ และ (จ) กรณีที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์ ตามลำดับ

#### 4.1.4 ผลการวิเคราะห์ผง PZ ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

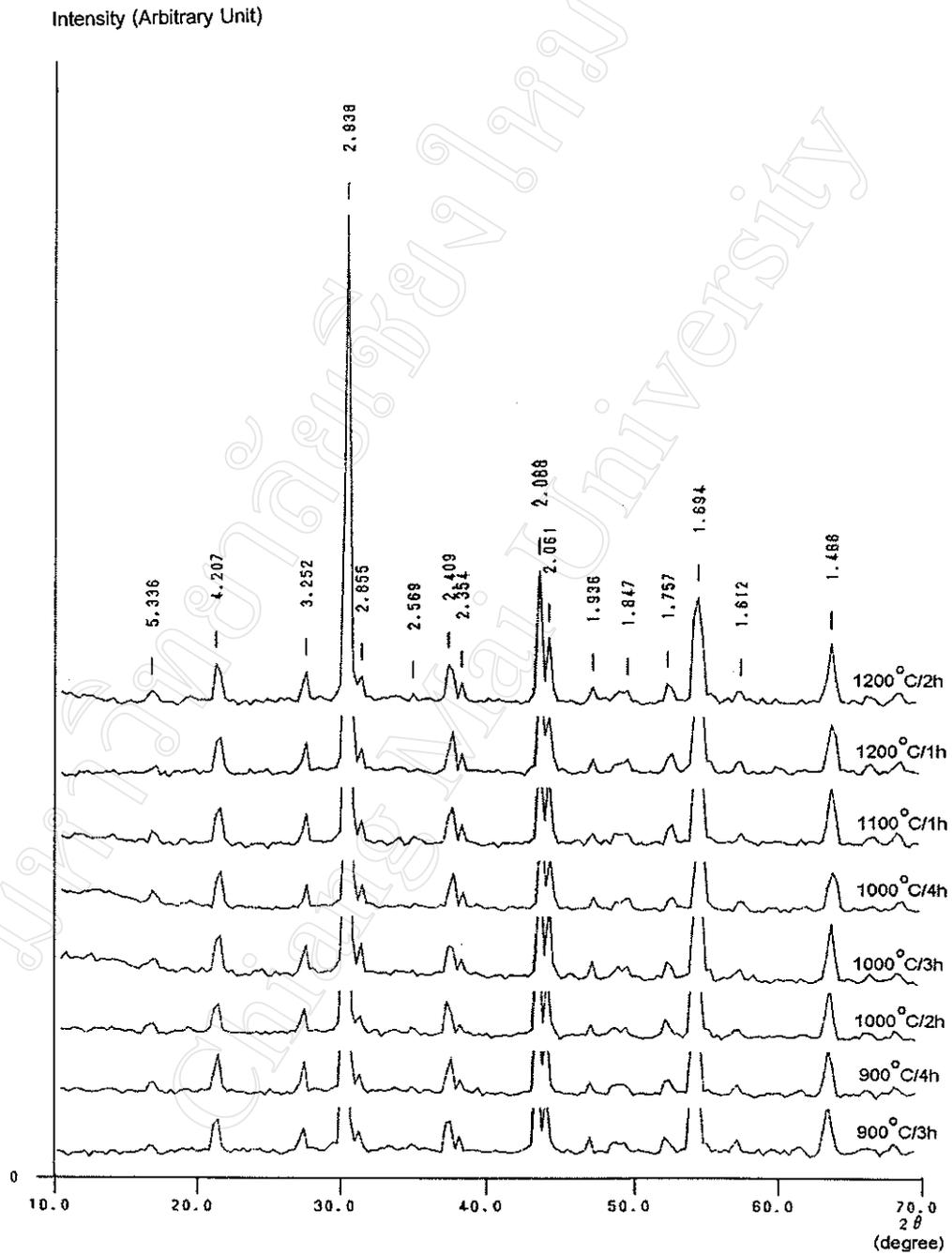
จากการนำผง PZ บริสุทธิ์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมกระจายตัวของขนาดอนุภาค ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.17 ซึ่งจากข้อมูลที่ได้พบว่า ผง PZ ดังกล่าวมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 0.2-5.0  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.6  $\mu\text{m}$  ซึ่งพบว่ามีค่ามากกว่าผลที่ได้จากภาพถ่าย SEM ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการเกาะกลุ่มรวมตัวกันของอนุภาค จึงทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคนั้นมีค่ามากเกินไปกว่าความเป็นจริง



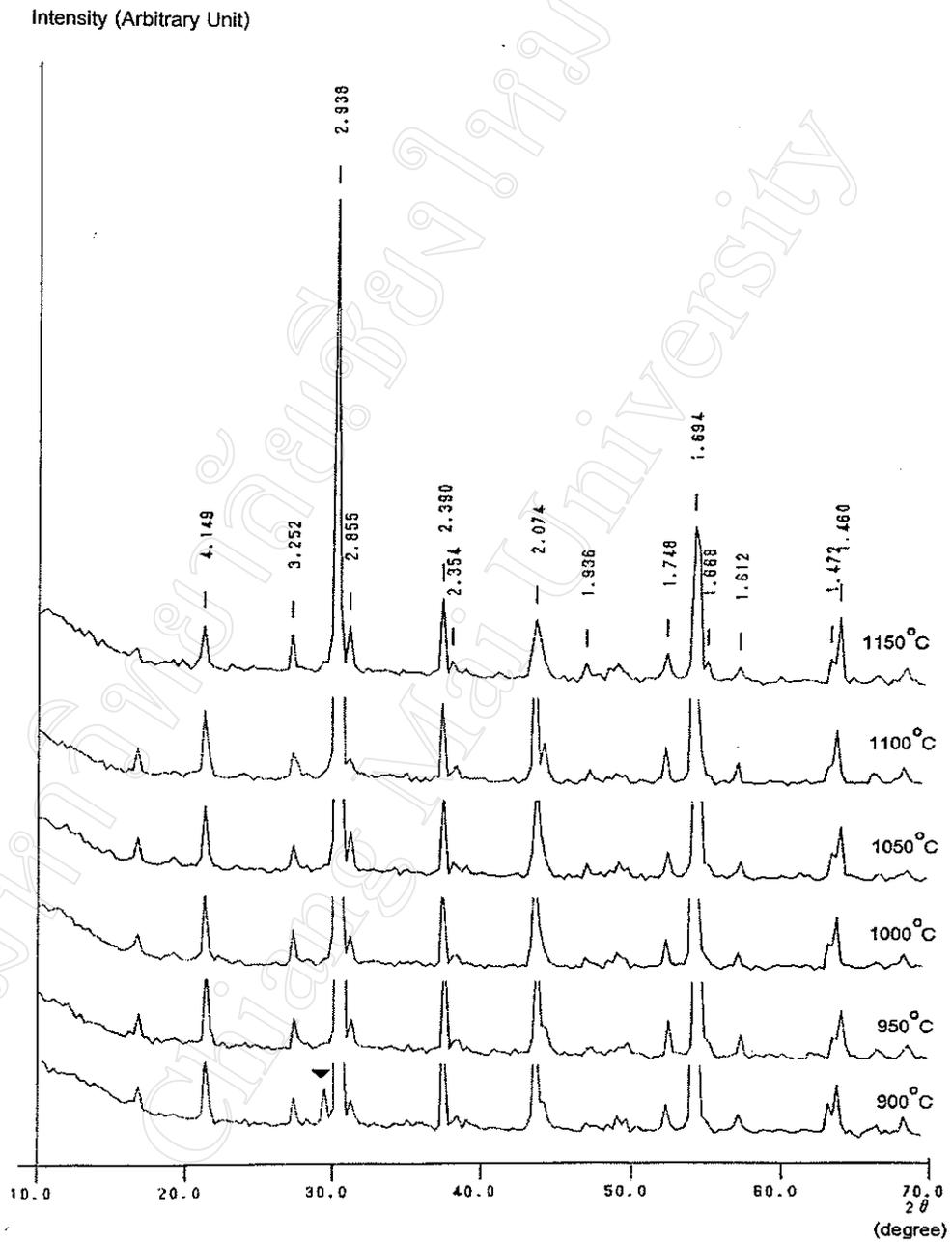
รูปที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PZ

#### 4.1.5 ผลการวิเคราะห์เซรามิก PZ ด้วยวิธีการ XRD

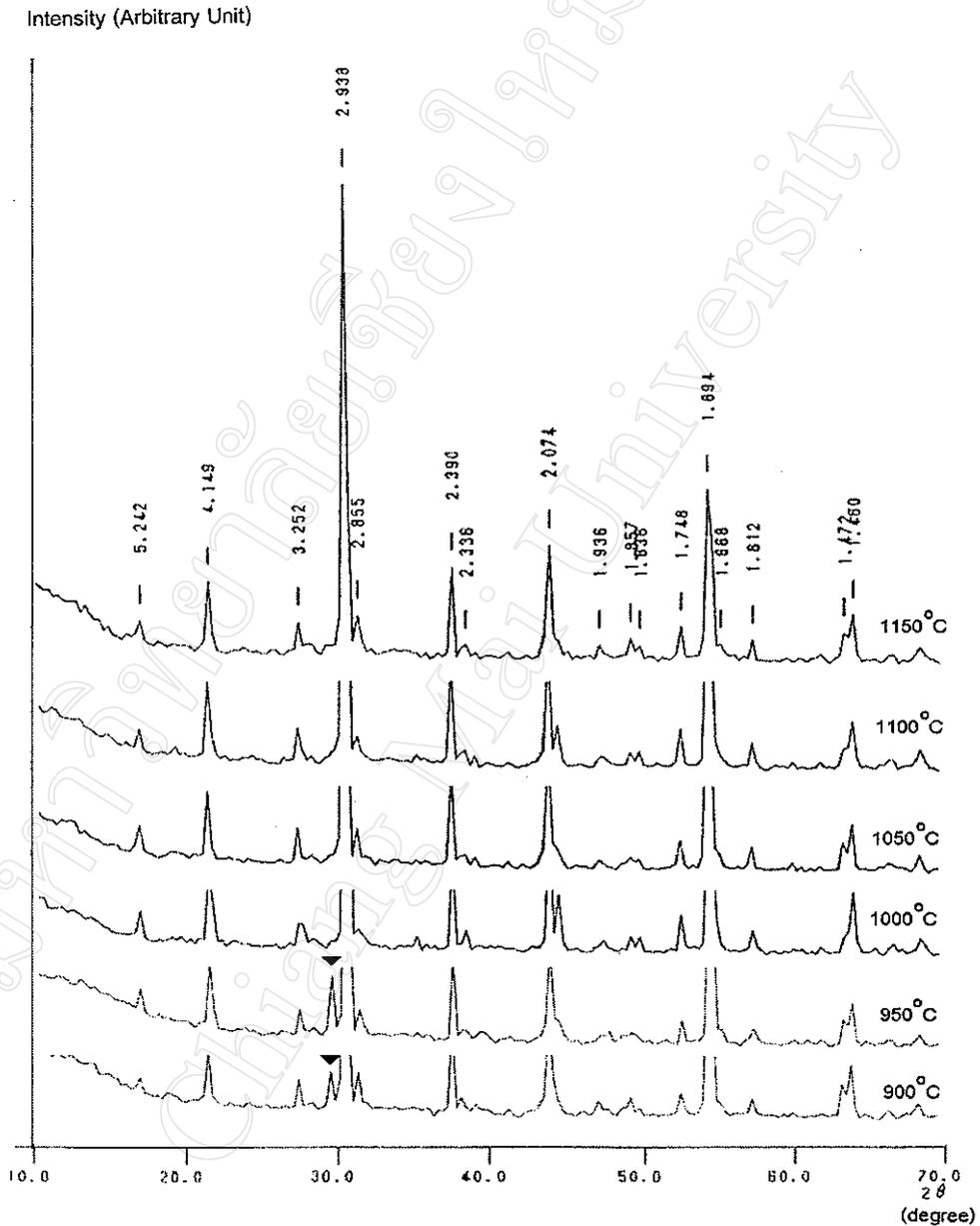
จากการนำผงของ PZ มาทำการขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.18-4.20 และกราฟแสดงปริมาณเฟส PZ ดังแสดงในรูปที่ 4.21-4.22 ซึ่งจากรูป พบว่า ในทุกเงื่อนไขของการเผาซินเตอร์ ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที ในงานวิจัยนี้ จะพบเฟสเชิงเดี่ยวของ PZ เสมอ (รูปที่ 4.18) และเมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที (รูปที่ 4.19) พบว่าเฟสเชิงเดี่ยวของ PZ จะเริ่มปรากฏ เมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 950 °ซ เป็นต้นไป ส่วนในกรณีที่เผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 10 °ซ/นาที (รูปที่ 4.20) จะพบเฟสเชิงเดี่ยวของ PZ ในสารที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 1000 °ซ ขึ้นไป



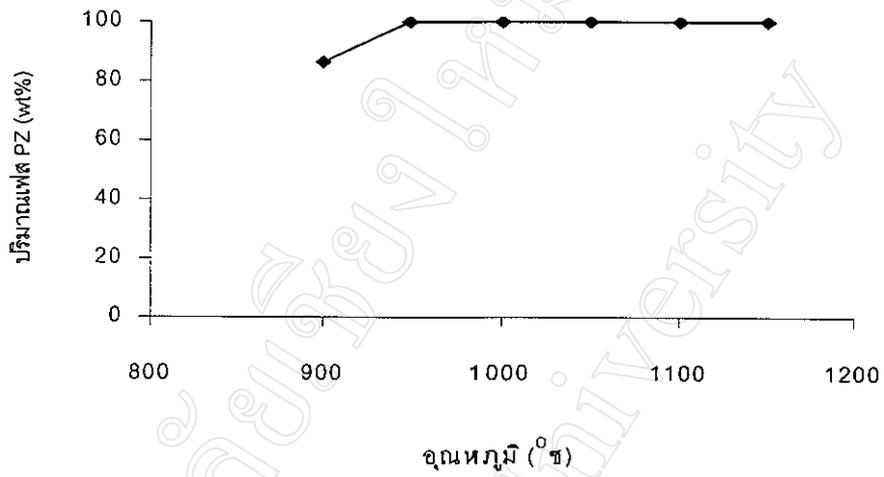
รูปที่ 4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที ที่มีการใช้อุณหภูมิซินเตอร์และเวลาเผาแช่ค่าต่างๆ



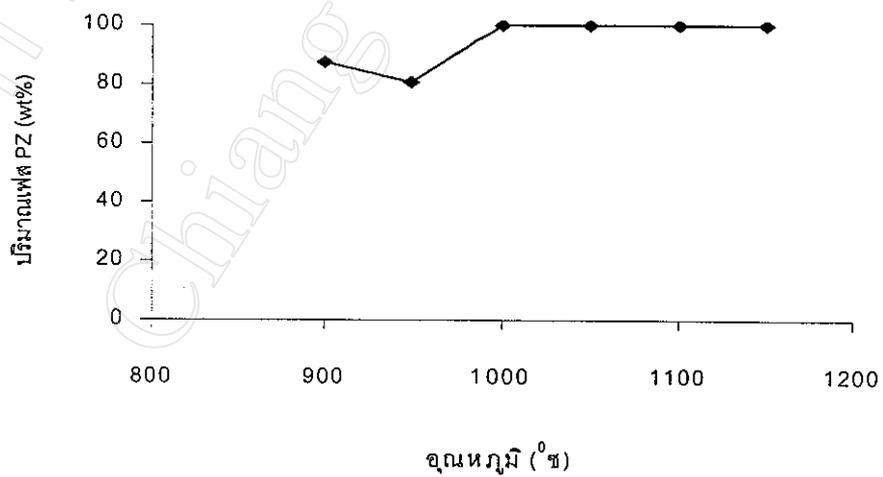
รูปที่ 4.19 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO)



รูปที่ 4.20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO)



รูปที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้ กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °C/นาที



รูปที่ 4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZ ที่ได้ กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 °C/นาที

#### 4.1.6 ผลการหาค่าความหดรัดตัวของเซรามิก PZ

ผลของการหาค่าความหดรัดตัวที่แสดงในตารางที่ 1 และ 2 และสามารถนำเสนอในรูปแบบของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการซินเตอร์และค่าความหดรัดตัวได้ดังในรูปที่ 4.23 และ 4.24 ซึ่งจากรูปจะเห็นได้ว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการซินเตอร์เพิ่มขึ้น ค่าความหดรัดตัวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางจะเพิ่มขึ้น ส่วนค่าความหดรัดตัวตามความหนา และเชิงปริมาตรนั้น จะมีค่าไม่แน่นอนและไม่สอดคล้องกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นแบบเชิงเส้น โดยในแต่ละกรณีจะมีค่าของอุณหภูมิที่ทำให้ค่าความหดรัดตัวมากที่สุด ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเกิดมาจากลักษณะของการจัดเรียงอนุภาคผง PZ หลังการขึ้นรูปและในระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกัน นอกจากนี้ยังพบอีกว่าเปอร์เซ็นต์ของการหดรัดตัวในแนวเชิงเส้นจะมีค่าน้อยกว่าเปอร์เซ็นต์ของการหดรัดตัวเชิงปริมาตรประมาณ 3 เท่า ทั้งนี้เนื่องจากเซรามิก PZ ที่เตรียมได้มีการหดรัดตัวในแต่ละแนว แต่ละทิศทางที่ไม่เท่ากันนั่นเอง ในงานวิจัยนี้ พบว่า เซรามิก PZ จะมีการหดรัดตัวมากที่สุด เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิซินเตอร์ 1150 °ซ และนอกจากนี้ยังพบอีกว่า อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่ำๆ จะทำให้เซรามิก PZ มีความหดรัดตัวสูงกว่าเมื่อเผาด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าสูงๆ

ตารางที่ 1 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที ที่มีการใช้อุณหภูมิซินเตอร์ และเวลาในการเผาแช่ค่าต่างๆ

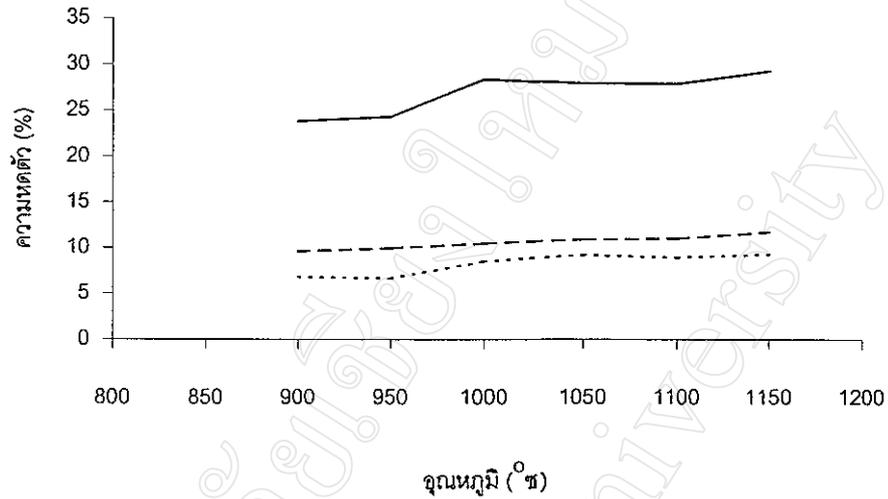
อุณหภูมิ (°ซ)	เวลา (ชั่วโมง)	ค่าการหดตัวตามแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง (%)	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา (%)	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร (%)
900	3	10.26	7.34	25.38
900	4	10.83	8.55	27.28
1000	2	11.75	7.40	27.88
1000	3	14.56	10.85	34.93
1000	4	11.49	9.66	29.22
1100	1	11.96	9.92	30.18
1200	1	-	-	-
1200	2	-	-	-

หมายเหตุ: - หมายถึง กรณีที่ไม่สามารถวัดค่าการหดตัวได้เนื่องจากสารตัวอย่างเกิดการแตกหัก  
หลังผ่านการเผาซินเตอร์ และค่าความหดตัวที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  
 $\pm 0.01\%$

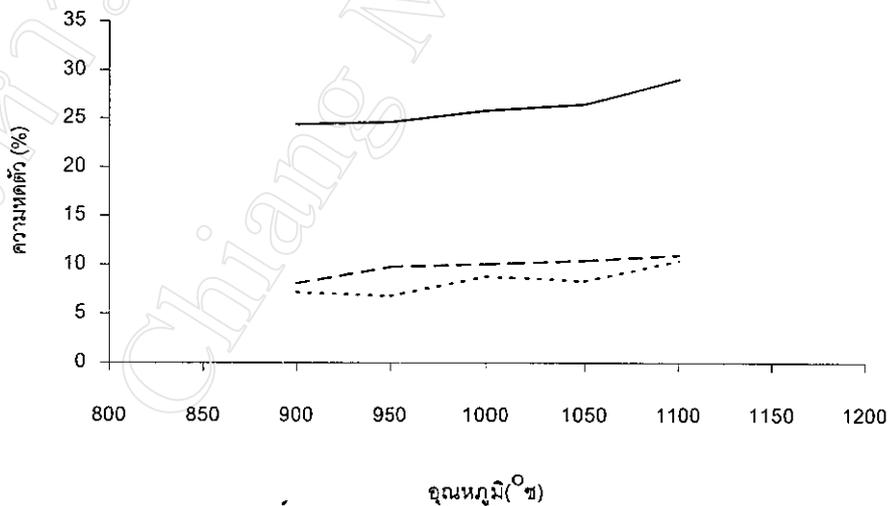
ตารางที่ 2 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่าง ๆ โดยใช้เวลาแช่ห่าน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 และ 10 °ซ/นาที่

อุณหภูมิ (°ซ)	เวลา (ชั่วโมง)	ค่าการหดตัวตามแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง (%)	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา (%)	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร (%)
900	5	9.58	6.81	23.81
950		9.95	6.65	24.30
1000		10.49	8.52	28.39
1050		10.90	9.20	27.92
1100		11.00	8.93	27.86
1150		11.70	9.27	29.26
900	10	8.11	7.19	24.41
950		9.81	6.83	24.65
1000		10.07	8.83	25.83
1050		10.43	8.35	26.47
1100		10.98	10.44	29.03
1150		-	-	-

หมายเหตุ: - หมายถึง กรณีที่ไม่สามารถวัดค่าการหดตัวได้เนื่องจากสารตัวอย่างเกิดการแตกหัก  
หลังผ่านการเผาซินเตอร์ และค่าความหดตัวที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  
 $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (-----) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนาและ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZ กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลง 5 °ซ/นาที



รูปที่ 4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (-----) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนาและ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZ กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลง 10 °ซ/นาที

#### 4.1.7 ผลการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZ

ผลของการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZ นั้นได้แสดงไว้ดังตารางที่ 3-4 และเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ กับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญหายได้ดังแสดงในรูปที่ 4.25 จากรูปพบว่า เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZ นั้นไม่สอดคล้องกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ทั้งนี้คาดว่าอาจจะเป็นอิทธิพลที่เกิดจากการใช้แผ่นอลูมินา คั้นสารตัวอย่างซ้ำหลายครั้ง โดยในการเผาสารครั้งแรกอาจมีน้ำหนักที่สูญหายมากเนื่องจากการสูญเสีย PbO ซึ่งส่วนหนึ่งอาจจะไปติดอยู่บนแผ่นรองอลูมินา และเมื่อนำมาใช้ซ้ำอีกก็อาจจะทำให้สารตัวอย่างที่ถูกเผาในครั้งต่อมา อยู่ในบรรยากาศของตะกั่วจึงทำให้เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญหายนั้นลดลง และนอกจากนี้ยังพบอีกว่า เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที พบว่า เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่สูญหายจะมีค่าเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 3 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ ที่มีการใช้อุณหภูมิซินเตอร์และเวลาในการเผาแช่ค่าต่างๆ

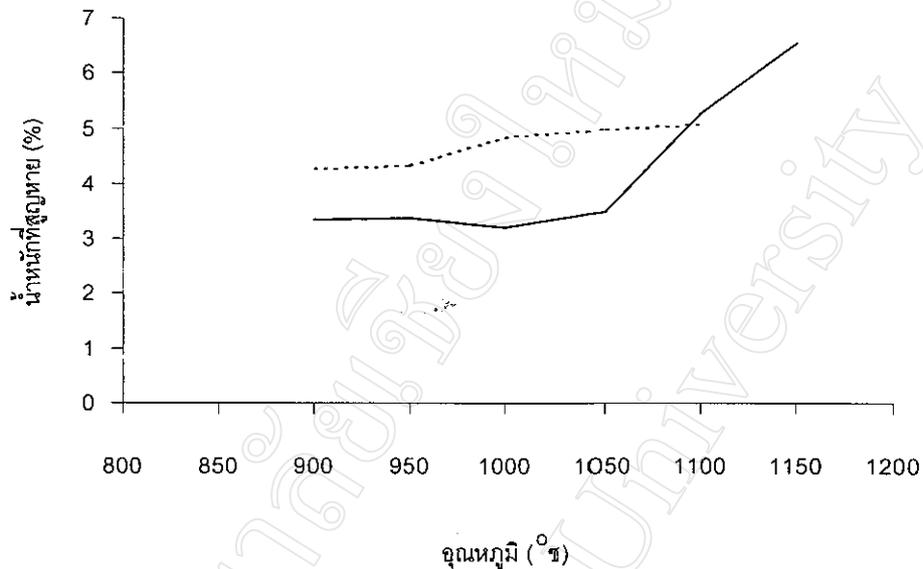
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	น้ำหนักที่สูญหาย (%)
900	3	5.45
900	4	4.78
1000	2	4.24
1000	3	4.33
1000	4	4.08
1100	1	4.36
1200	1	-
1200	2	-

หมายเหตุ: - หมายถึง กรณีที่ไม่สามารถวัดค่าน้ำหนักที่สูญหายได้เนื่องจากสารตัวอย่างเกิดการแตกหักหลังผ่านการเผาซินเตอร์ และค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

ตารางที่ 4 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่าง ๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 และ 10 °ซ/นาที

อุณหภูมิ (°ซ)	อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	น้ำหนักที่สูญหาย (%)
900	5	3.34
950		3.36
1000		3.20
1050		3.49
1100		5.27
1150		6.54
900	10	4.27
950		4.35
1000		4.86
1050		4.99
1100		5.08
1150		-

หมายเหตุ: - หมายถึง กรณีที่ไม่สามารถวัดค่าน้ำหนักที่สูญหายได้เนื่องจากสารตัวอย่างเกิดการแตกหักหลังผ่านการเผาซินเตอร์และค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญหายกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (—) 5 และ (-----) 10 °C/นาที

#### 4.1.8 ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ

ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 5 และ 6 ส่วนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.26 และ 4.27 โดยค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่คำนวณได้นี้เป็นค่าที่ได้จากการเปรียบเทียบกับค่าความหนาแน่นของ PZ ที่อยู่ใน JCPDS file no. 35-739 เมื่อพิจารณาจากรูปพบว่า ในกรณีที่เผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที นั้นเซรามิก ที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มีความหนาแน่นมากที่สุด ส่วนในกรณีที่เผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 5 และ 10 °C/นาที นั้นพบว่า เซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1150 °C มีความหนาแน่นสูงที่สุดอยู่ที่ 90.94% และ 90.39% ตามลำดับ

ตารางที่ 5 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ ที่ทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิและเวลา  
ค่าต่างๆ ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที

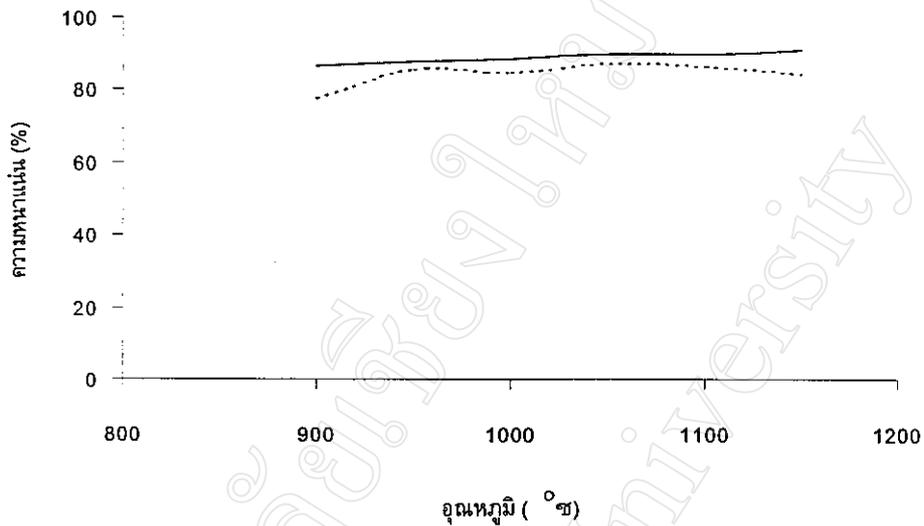
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	ความ หนาแน่นจาก การแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (%)	ความ หนาแน่นจาก การวัดสัด ส่วนทาง เรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (%)
900	3	6.95	86.11	7.06	87.42
900	4	7.06	87.47	7.06	87.52
1000	2	7.11	88.09	6.90	85.48
1000	3	7.55	93.54	7.53	93.31
1000	4	7.22	89.46	7.06	87.47
1100	1	7.14	88.46	7.35	91.08
1200	1	7.80	96.64	7.67	94.99
1200	2	7.76	96.15	7.68	95.14

ค่าความหนาแน่นที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

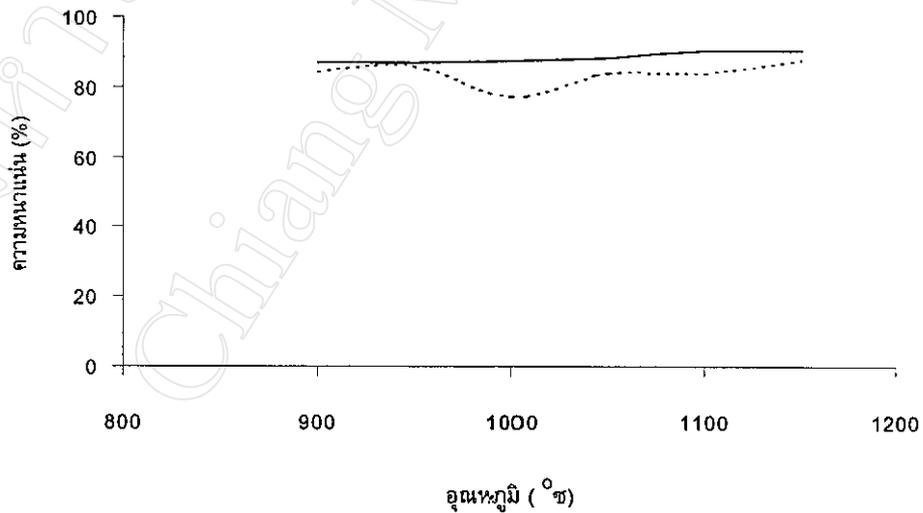
ตารางที่ 6 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ ที่ทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิและเวลา  
ต่างๆ ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 5 และ 10 °ซ/นาที

อุณหภูมิ (°ซ)	อัตราการขึ้น/ ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ความ หนาแน่นจาก การแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (%)	ความ หนาแน่นจาก การวัดตัด ส่วนทาง เรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความ หนาแน่น สัมพัทธ์ (%)
900	5	6.98	86.48	6.29	77.90
950		7.08	87.82	6.94	85.98
1000		7.16	88.71	6.86	85.01
1050		7.27	90.08	7.07	87.56
1100		7.21	89.93	6.99	86.62
1150		7.34	90.94	6.84	84.77
900	10	7.01	86.85	6.83	84.65
950		7.04	87.21	6.96	86.24
1000		7.06	87.49	6.23	77.22
1050		7.12	88.22	6.78	84.05
1100		7.29	90.37	6.78	83.96
1150		7.29	90.39	7.08	87.72

ค่าความหนาแน่นที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



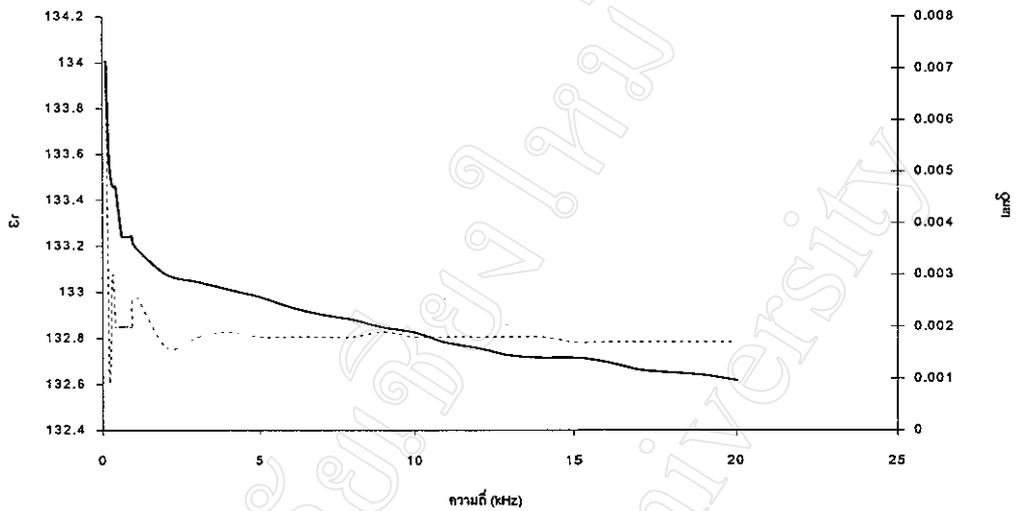
รูปที่ 4.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำ และ (-----) จากการวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °C/นาที



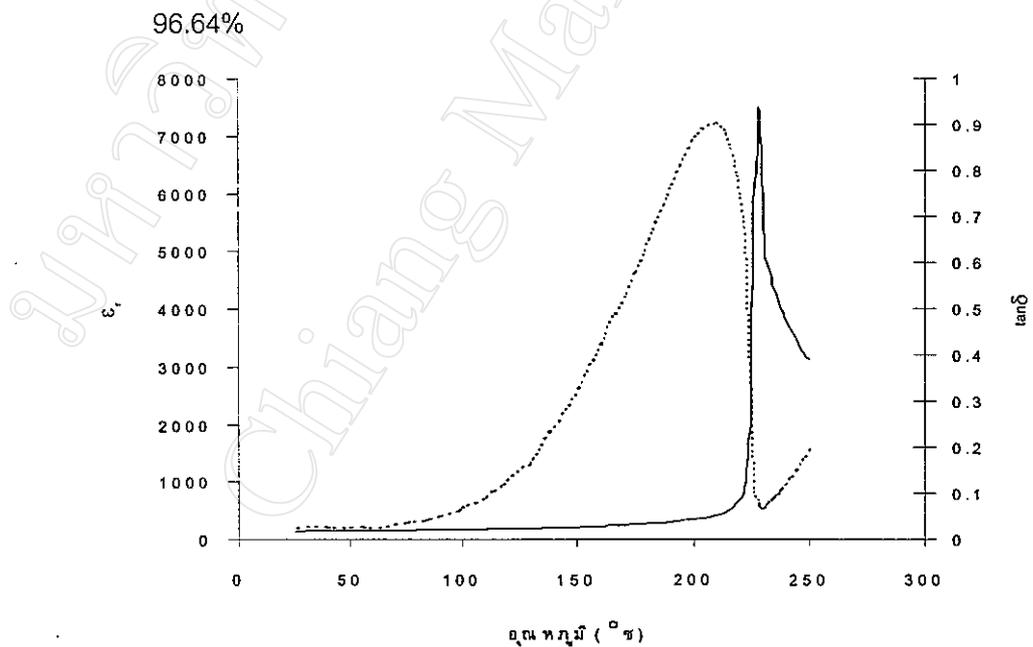
รูปที่ 4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZ ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำ และ (-----) จากการวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 °C/นาที

#### 4.1.9 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZ

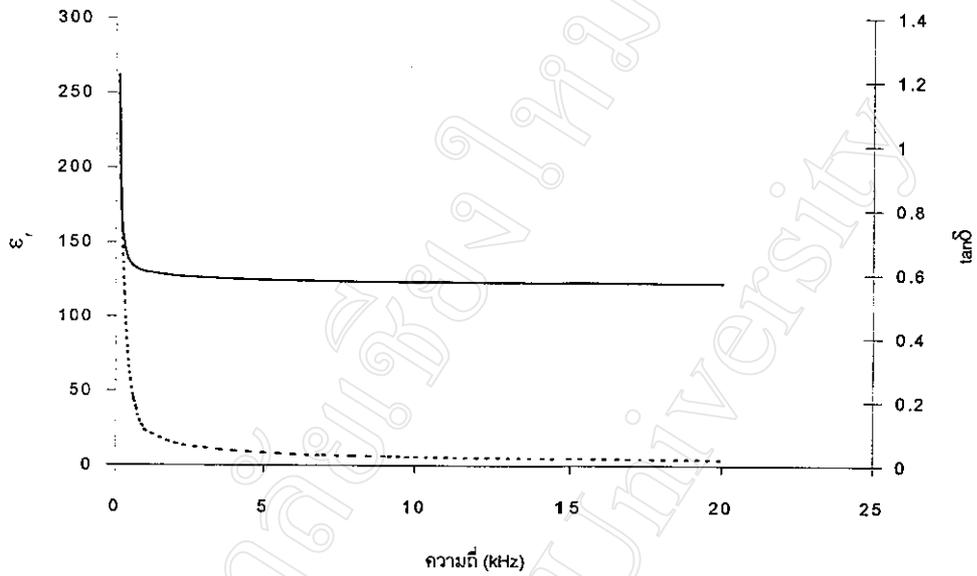
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ( $\epsilon$ ) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก ( $\tan\delta$ ) ของเซรามิก PZ เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ โดยในกรณีที่วัดเทียบกับอุณหภูมินั้นจะทำการศึกษาถึงอิทธิพลของความหนาแน่นที่มีต่อพฤติกรรมของค่าไดอิเล็กตริกด้วย ดังผลแสดงในรูปที่ 4.28-4.37 ซึ่งจากผลการทดลองที่ได้พบว่า ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZ จะมีค่าลดลง เมื่อความถี่ที่ใช้ในการตรวจสอบนั้นมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนในกรณีที่ทำการตรวจสอบเทียบกับอุณหภูมินั้นพบว่า ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของเซรามิกจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิไปจนถึงประมาณ  $230^{\circ}\text{C}$  พบว่าค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกจะมีค่าสูงที่สุด แล้วจะค่อยๆ ลดลงเมื่ออุณหภูมินั้นเกิน  $230^{\circ}\text{C}$  นอกจากนี้ยังพบว่า เซรามิกที่มีความหนาแน่นแตกต่างกัน จะมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่แตกต่างกันด้วย โดยที่เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงจะมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่สูงกว่าเซรามิกที่มีความหนาแน่นต่ำกว่า ทั้งนี้เนื่องจากค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่วัดได้จากเซรามิกที่มีความหนาแน่นต่ำนั้น จะมีค่าสภาพยอมของอากาศรวมอยู่ด้วย จึงทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์รวมที่วัดได้มีค่าต่ำ



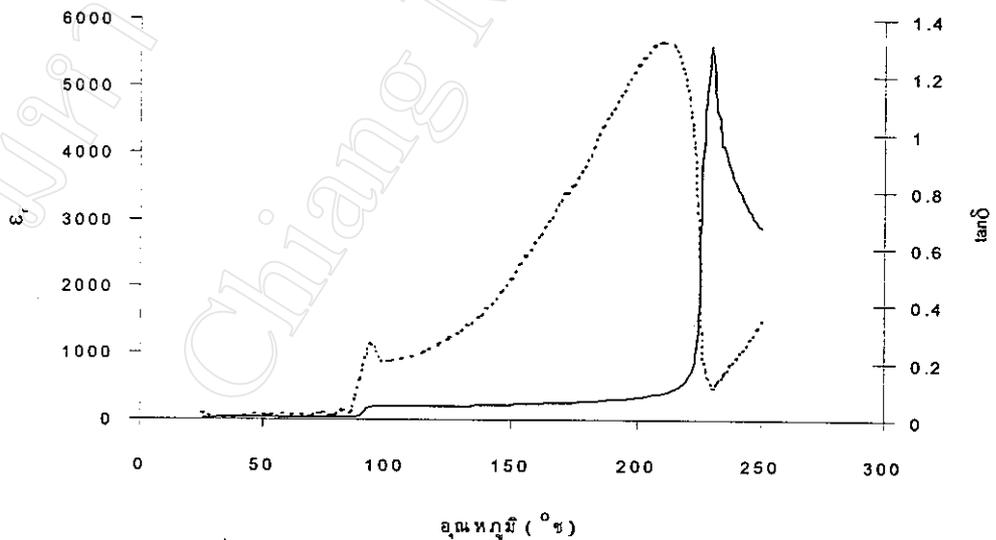
รูปที่ 4.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น



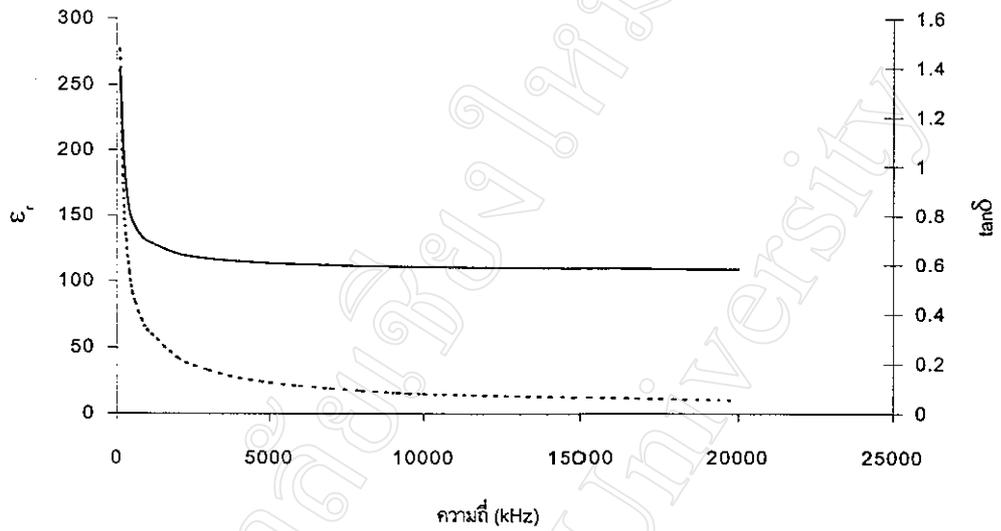
รูปที่ 4.29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น 96.64%



รูปที่ 4.30 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (.....) กับความถี่ของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น 90.94%

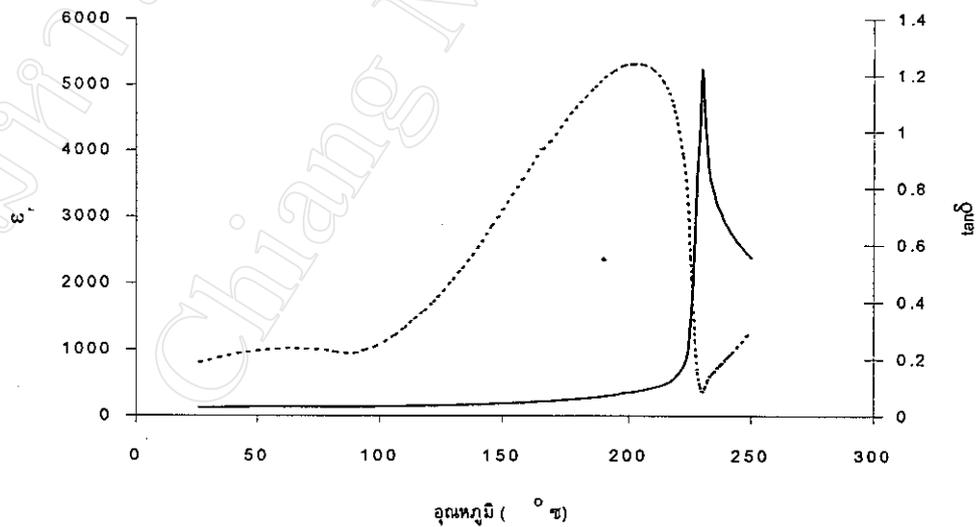


รูปที่ 4.31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (.....) กับมุมทงูมิของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น 90.94%



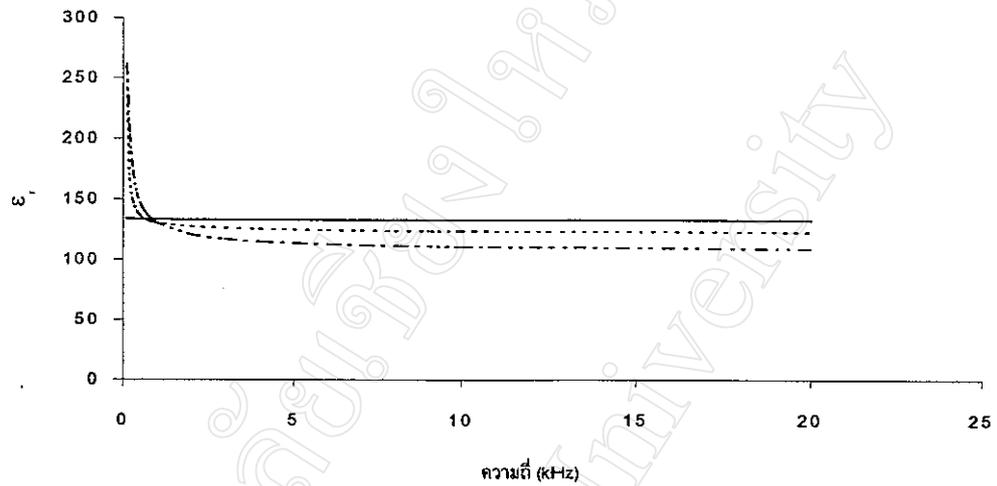
รูปที่ 4.32 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น

86.48%

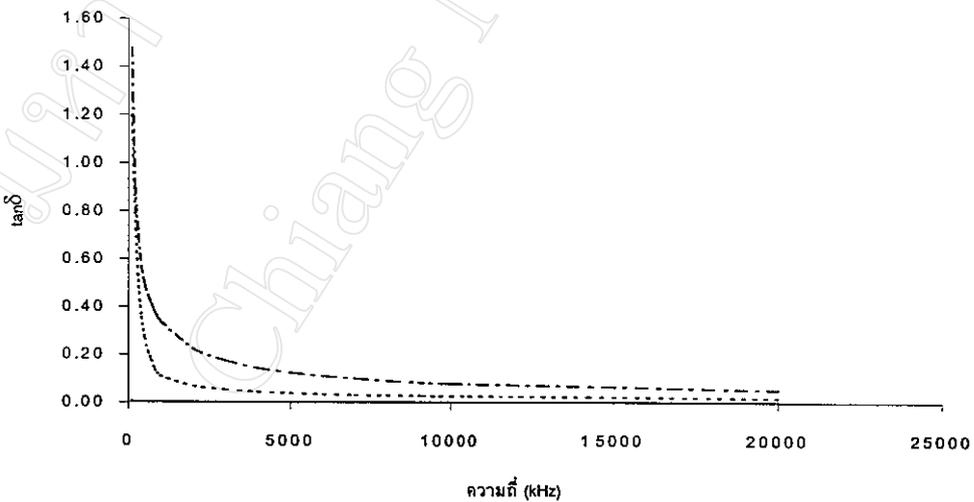


รูปที่ 4.33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น

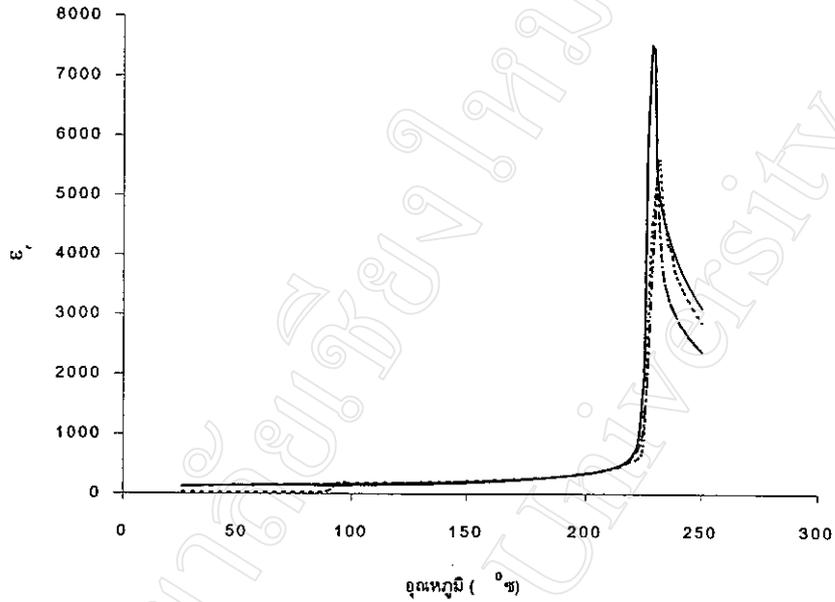
86.48%



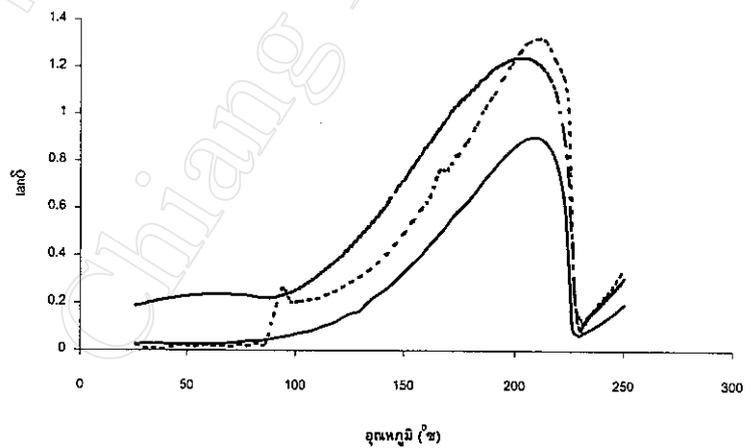
รูปที่ 4.34 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาวะยอมสัมพันธ์กับความถี่ของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น (—) 96.64 %, (-----) 90.94 % และ (---) 86.48 % ตามลำดับ



รูปที่ 4.35 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับความถี่ของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น (—) 96.64 %, (-----) 90.94 % และ (---) 86.48 % ตามลำดับ



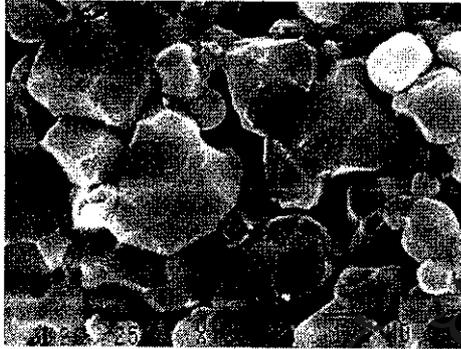
รูปที่ 4.36 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาวะยอมสัมพันธ์กับอุณหภูมิของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น (—) 96.64% (.....) 90.94% และ (----) 86.48% ตามลำดับ



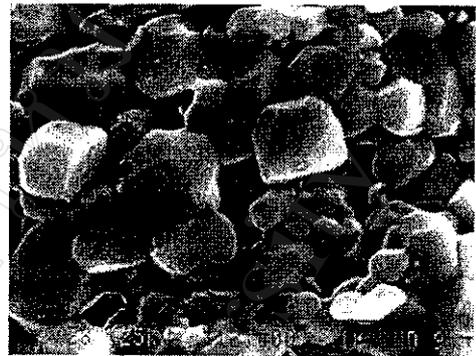
รูปที่ 4.37 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น (—) 96.64% (.....) 90.94% และ (----) 86.48% ตามลำดับ

#### 4.1.10 โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZ

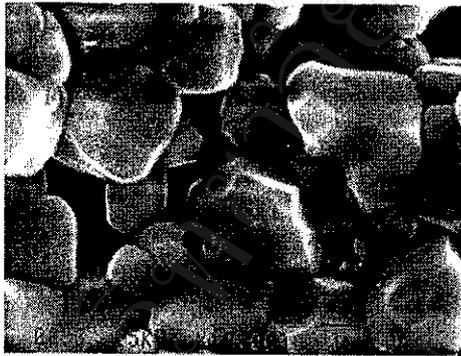
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZ โดยได้เลือกถ่ายภาพที่ผิวของเซรามิกที่ผ่านการขัดแล้วกับบริเวณผิวที่เป็นรอยแตกหัก (fractured surface) ดังภาพถ่าย SEM แสดงในรูปที่ 4.38-4.40 ซึ่งจากรูปที่ 4.38 และ 4.39 จะเห็นได้ว่า เซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะมีลักษณะการยึดเกาะกันของเกรนที่แน่นขึ้น และมีขนาดเกรนโตขึ้น และยังพบว่าการเกิดหรือการฟอร์มตัวของเกรนนั้นเป็นแบบผิดปกติ ทั้งนี้สังเกตได้จากการที่ขนาดของเกรนนั้นจะมีขนาดเล็กและใหญ่ที่แตกต่างกัน นอกจากนี้ยังพบว่า เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$  จะทำให้เกรนของเซรามิกนั้นมีขนาดใหญ่กว่าเมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$



(ก) 900 °ซ



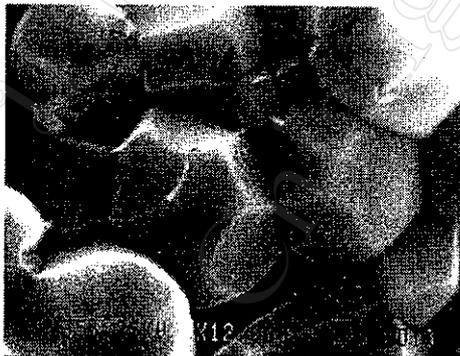
(ข) 950 °ซ



(ค) 1000 °ซ



(ง) 1050 °ซ

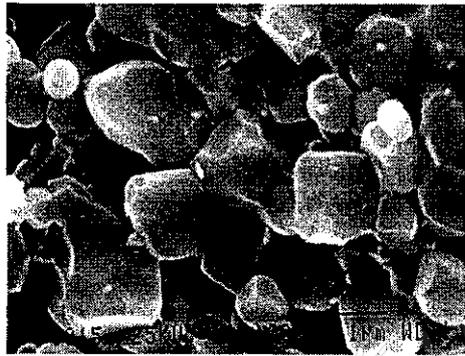


(จ) 1100 °ซ

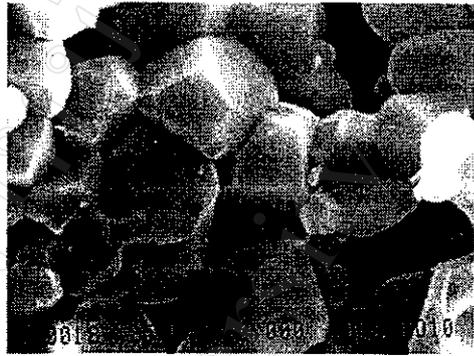


(ฉ) 1150 °ซ

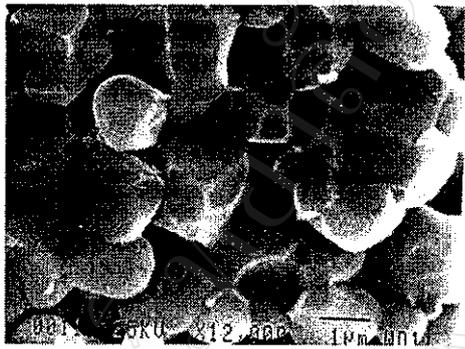
รูปที่ 4.38 แสดงภาพถ่าย SEM ของผิวเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที



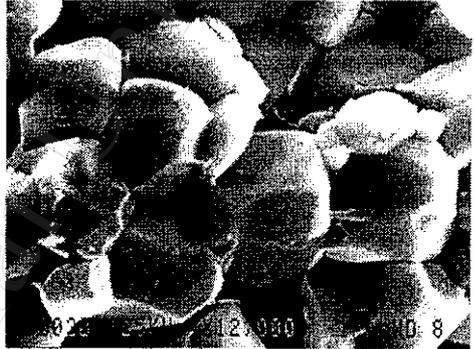
(ก) 900 °ซ



(ข) 950 °ซ



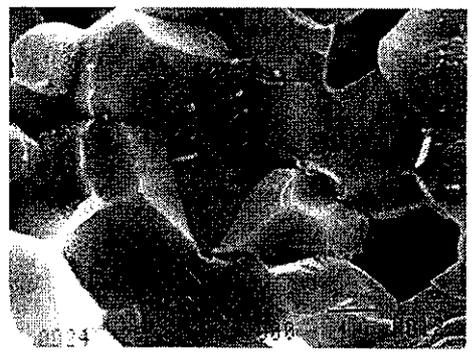
(ค) 1000 °ซ



(ง) 1050 °ซ



(ฉ) 1100 °ซ



(ฉ) 1150 °ซ

รูปที่ 4.39 แสดงภาพถ่าย SEM ของผิวที่แตกหักของเซรามิก PZ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที



(ก)



(ข)



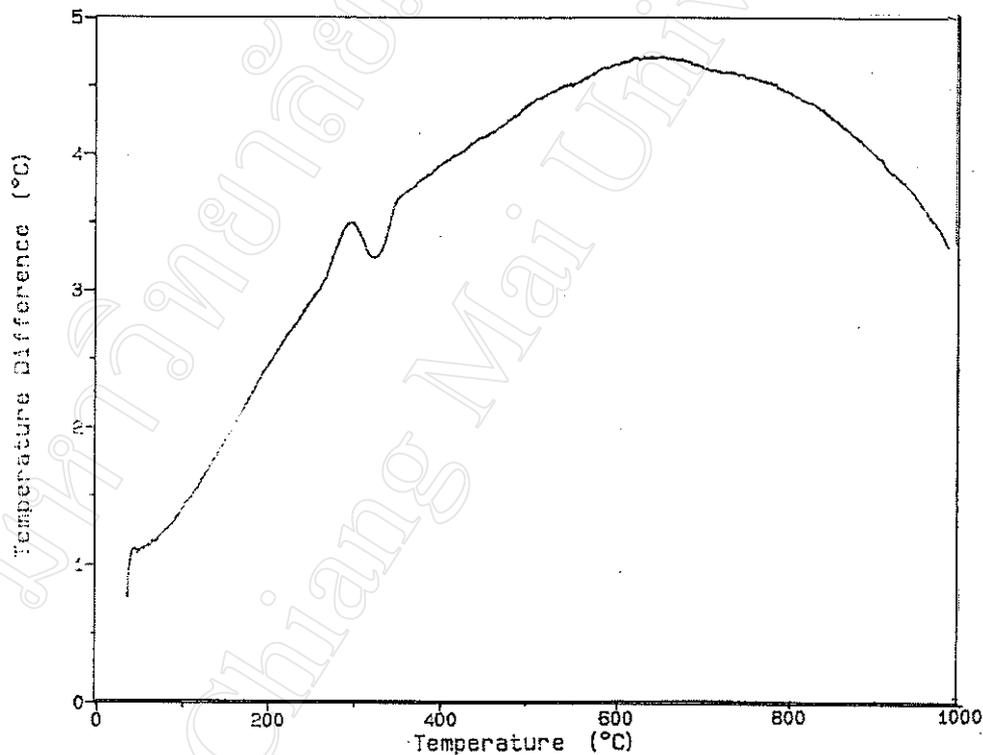
(ค)

รูปที่ 4.40 แสดงภาพถ่าย SEM ของบริเวณผิวที่แตกหักของเซรามิก PZ ที่มีความหนาแน่น  
(ก) 96.64% (ข) 90.94% และ (ค) 86.48 %

## 4.2 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่าง PT

### 4.2.1 ผลการวิเคราะห์ผง PT ด้วยเทคนิค DTA

จากการพิจารณาผลการวิเคราะห์ผง PT ด้วยเทคนิค DTA ดังแสดงในรูปที่ 4.41 นั้น พบว่า มีการเปลี่ยนแปลงของพีคอย่างเด่นชัดเกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 300-400 °ซ ซึ่งคาดว่าน่า จะเกิดจากการหลุดออกไปของสารอินทรีย์เช่นเดียวกับในกรณีของ PZ โดยในกรณีของ PT นั้น ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 400 °ซ ขึ้นไปจนถึง 1000 °ซ ไม่ปรากฏการเปลี่ยนแปลงของพีคอีกเลย ทั้งนี้ คาดว่าอาจเกิดจากขีดจำกัดในการตรวจสอบของเครื่องมือ ที่ไม่สามารถตรวจวัดตำแหน่งที่เกิด การเปลี่ยนแปลงปริมาณน้อยๆ ได้



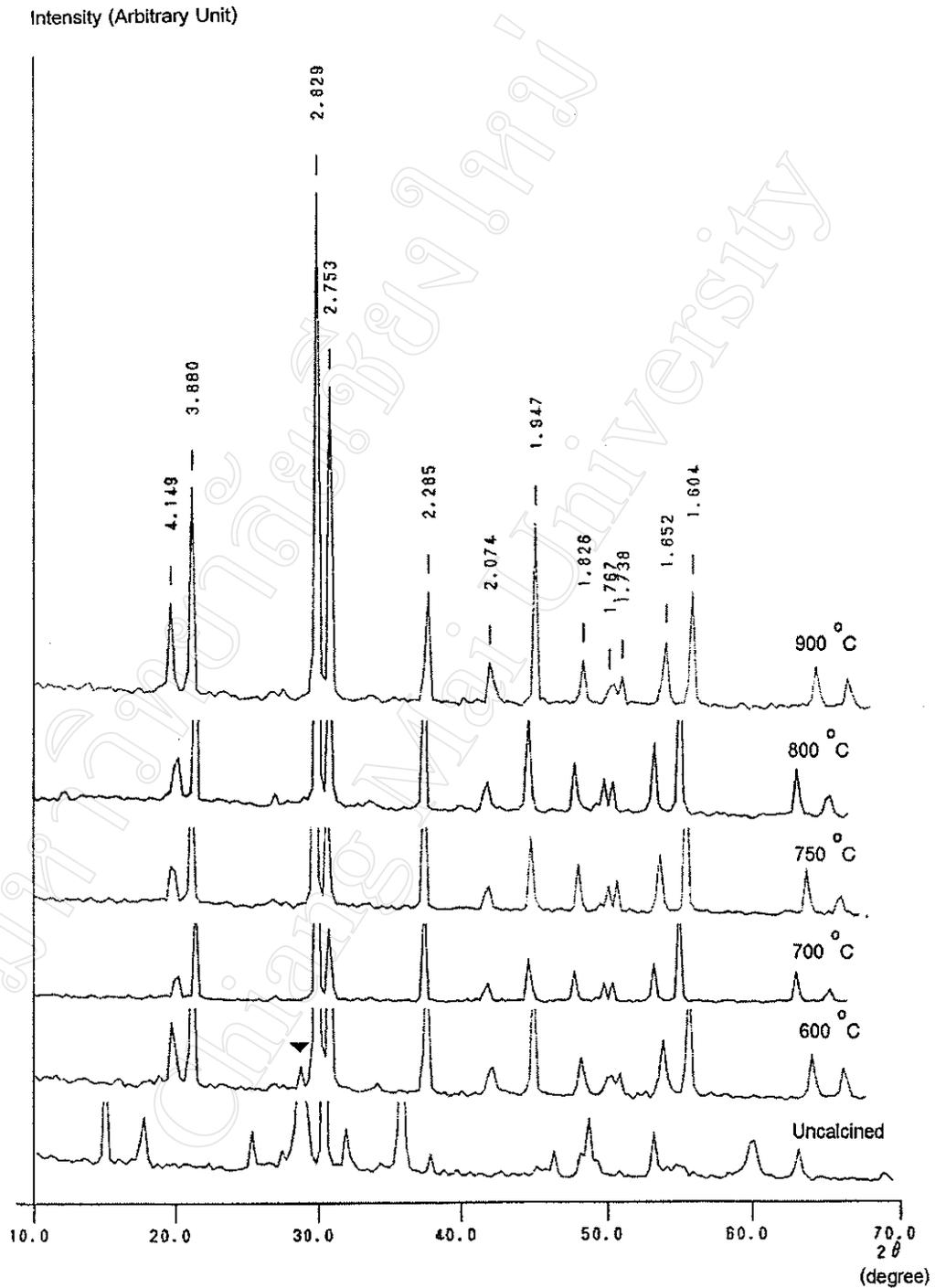
รูปที่ 4.41 แสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม PbO กับ  $\text{TiO}_2$

### 4.2.2 ผลการวิเคราะห์ผง PT ด้วยวิธีการ XRD

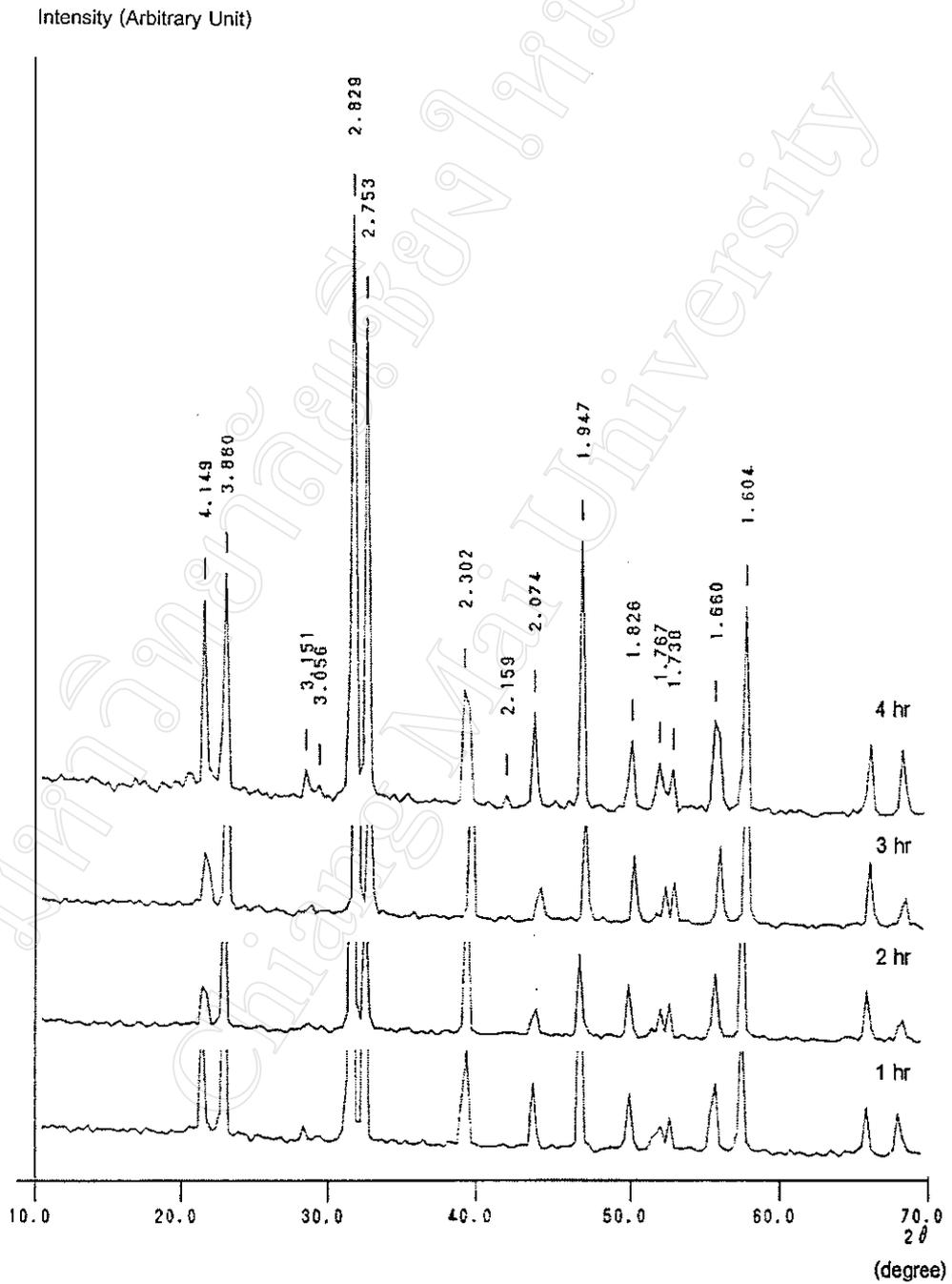
เมื่อนำสารผสมระหว่าง PbO กับ  $\text{TiO}_2$  ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ มาตรวจสอบด้วยวิธี XRD พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.42 และ 4.43 และสามารถเขียนเป็น กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาแคลไซน์กับปริมาณเฟส PT ที่ได้ ดัง แสดงในรูปที่ 4.47 และ 4.48 ซึ่งจากรูปพบว่า เฟส PT จะเริ่มปรากฏเมื่อทำการเผาแคลไซน์

ด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 600 °ซ เป็นต้นไป โดยสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 600 °ซ นั้นยังคงมีเฟสของเลตออกไซด์หลงเหลืออยู่ ส่วนสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 700-900 °ซ จะเป็นเฟสเชิงเดี่ยวของ PT ทั้งหมด จากนั้นได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการเผาแช่ต่อพฤติกรรมก่อกำเนิดเฟสด้วยการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานานต่าง ๆ กันคือที่ 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง แล้วนำสารที่ได้มาตรวจสอบพฤติกรรมก่อกำเนิดเฟส ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าได้เฟสเชิงเดี่ยวของ PT ในทุกเงื่อนไขที่ทำการทดลอง (รูปที่ 4.43)

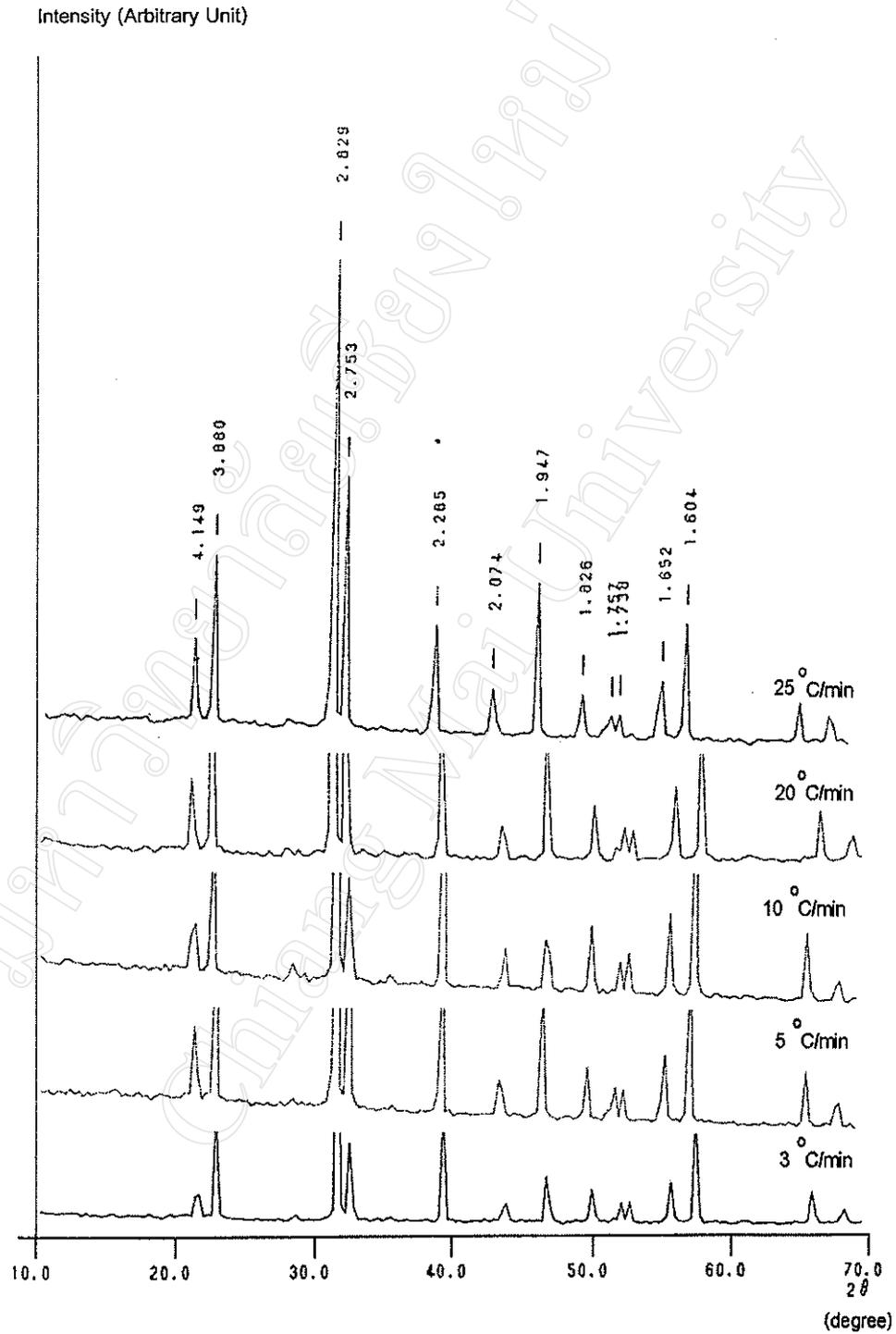
และจากการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ ที่มีต่อพฤติกรรมก่อกำเนิดเฟสของ PT โดยการนำสารผสมมาเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 700-800 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที่ แล้วนำมาตรวจสอบพฤติกรรมก่อกำเนิดเฟสควบคู่ไปกับการคำนวณหาปริมาณเฟส PT ที่เกิด ซึ่งรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาแคลไซน์กับปริมาณเฟส PT ที่ได้ แสดงดังในรูปที่ 4.44-4.46 และ 4.49-4.51 ตามลำดับ โดยเมื่อทำการพิจารณาจากข้อมูลที่ได้เหล่านี้ พบว่าทุกเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองนี้สามารถทำให้เกิดเฟสเชิงเดี่ยวของ PT ได้ ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวนี้ได้แสดงให้เห็นว่าอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ ในช่วงที่ใช้ไม่มีผลต่อพฤติกรรมก่อกำเนิดเฟสของ PT อย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งเมื่อนำข้อมูล XRD ของเฟส PT ที่ได้มาเทียบกับข้อมูลใน JCPDS file พบว่า เฟสของ PT ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีความคาบเกี่ยวกันอยู่ระหว่าง JCPDS file no 2-804 กับ 6-452 ซึ่งคาดว่า PT ที่เตรียมได้นั้น ประกอบไปด้วยเฟสของเตตระโกนอลและออโรธอมบิกร่วมกัน โดยไม่สามารถที่จะบอกปริมาณของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นอย่างละเอียดได้ ทั้งนี้เนื่องจากตำแหน่งของพีคสูงสุดของทั้งสองเฟสนั้น มีความใกล้เคียงกันมาก กล่าวคือ เฟสเตตระโกนอลมีค่าความเข้มสูงสุดที่ค่า d-spacing ประมาณ 2.842 Å ส่วนเฟสออโรธอมบิกมีค่า d-spacing อยู่ที่ประมาณ 2.83 Å ซึ่งเกินขีดความสามารถของเครื่อง XRD ที่ใช้อยู่ในงานวิจัยนี้จะบอกถึงความแตกต่างดังกล่าวนี้ได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้เงื่อนไขในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ สำหรับการเตรียมผง PT เพื่อที่จะนำไปทำเป็นเซรามิกต่อไป เนื่องจากเป็นช่วงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้พลังงานน้อยและเพียงพอต่อการทำให้เกิดเฟส PT ที่สมบูรณ์ นอกจากนี้ยังเป็นการเลือกใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (3 °ซ/นาที่) ที่สอดคล้อง และเป็นไปในทางเดียวกันกับการศึกษาพฤติกรรมก่อกำเนิดเฟสในกรณีของ PZ อีกด้วย



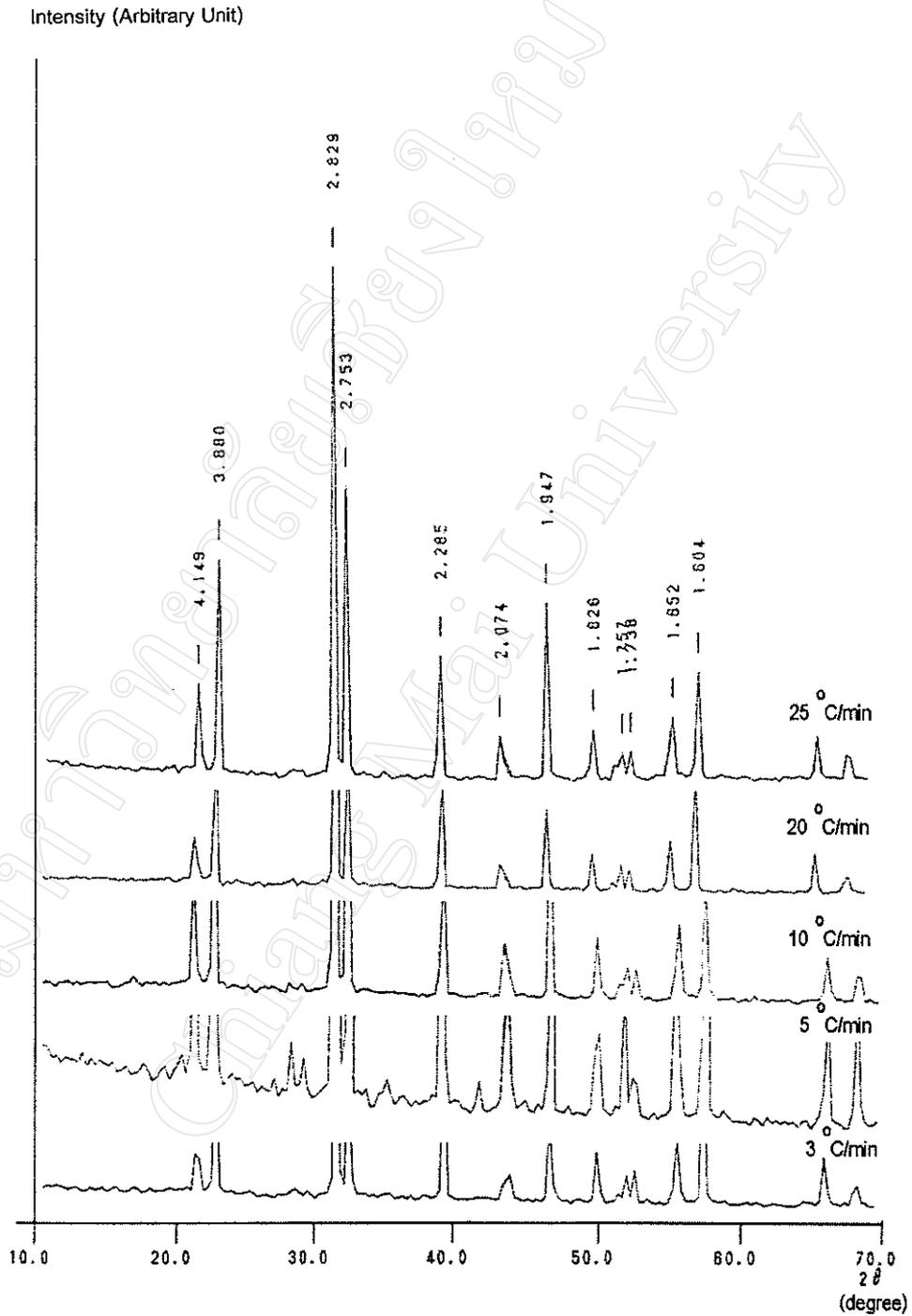
รูปที่ 4.42 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO)



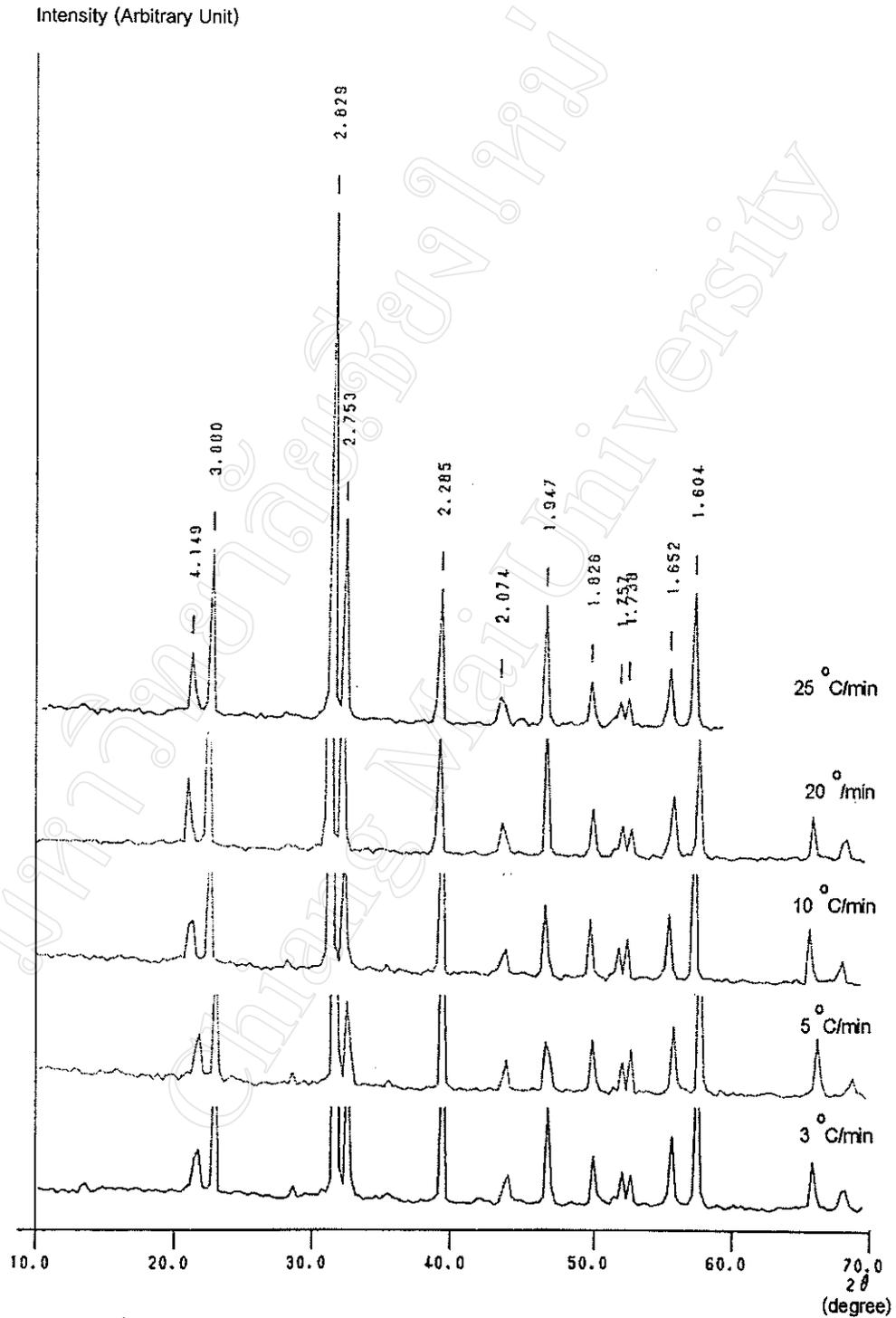
รูปที่ 4.43 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ/นาที่ โดยใช้เวลาเผาแช่นานต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่



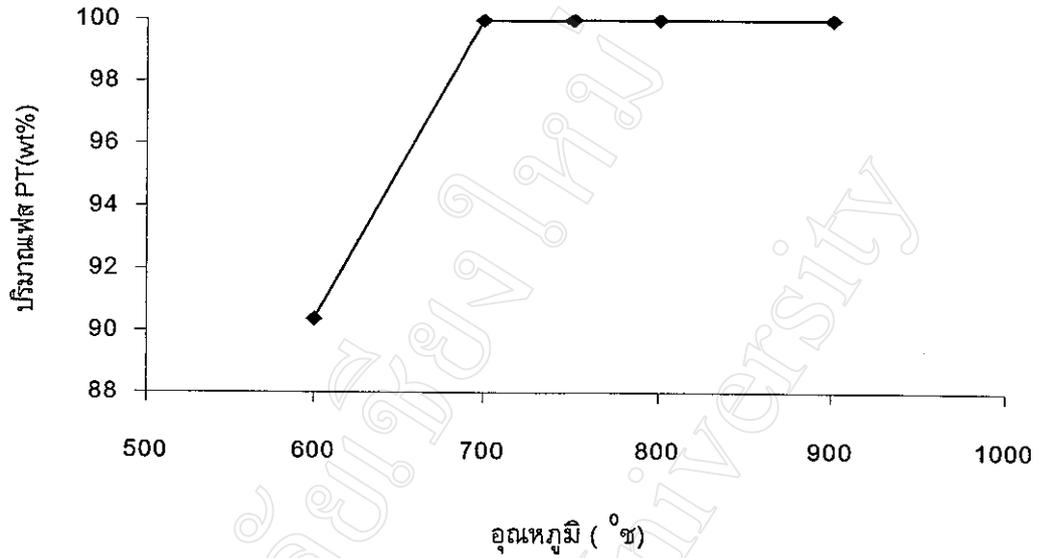
รูปที่ 4.44 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ด้วยอุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3, 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที



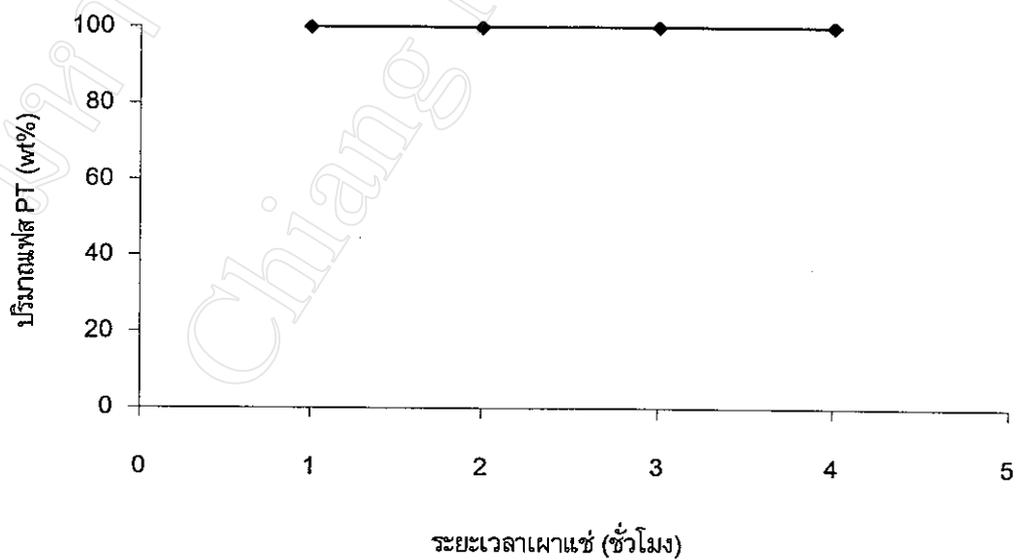
รูปที่ 4.45 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3, 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที



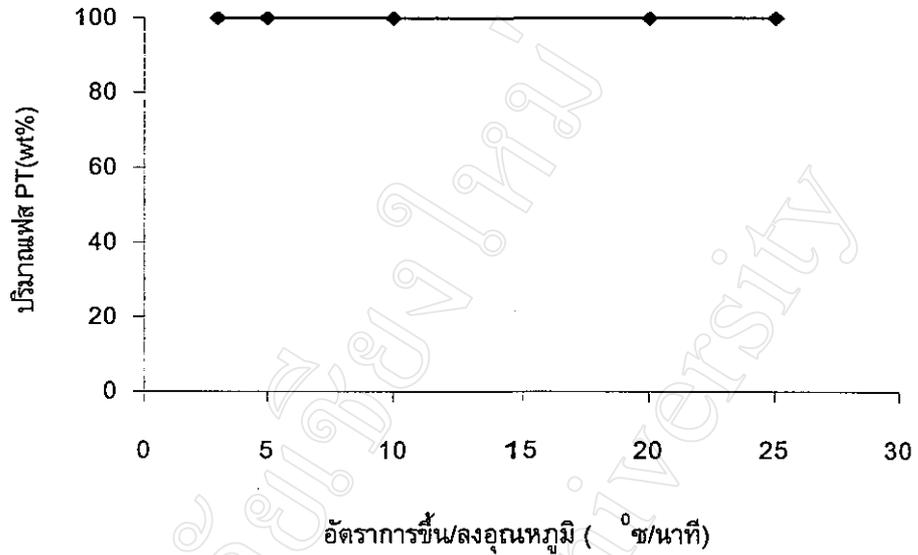
รูปที่ 4.46 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3, 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที



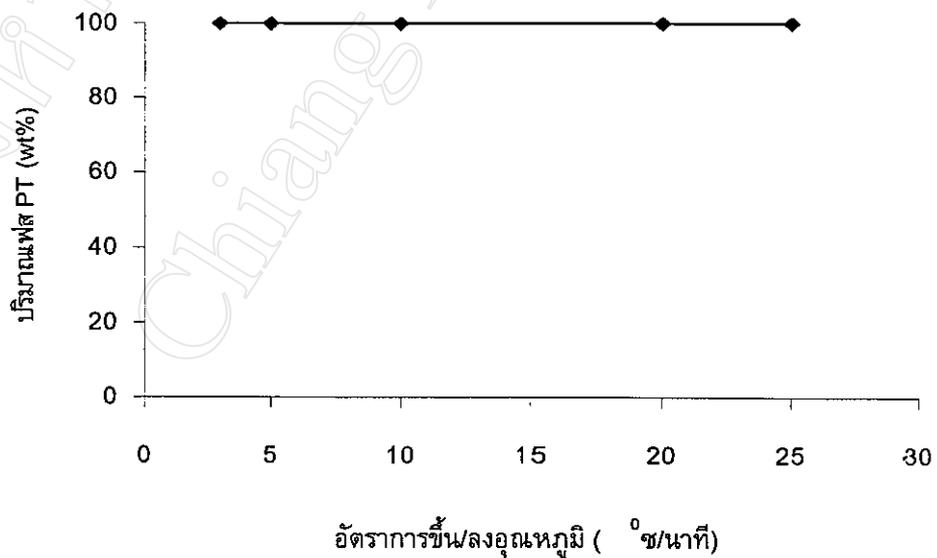
รูปที่ 4.47 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที



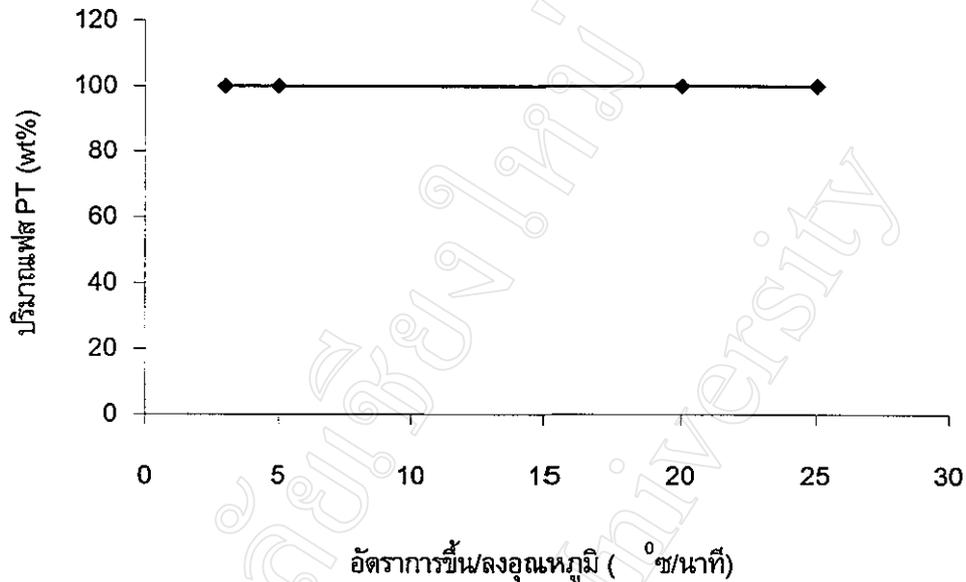
รูปที่ 4.48 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °ซ/นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที ที่มีการใช้เวลาในการเผา แชนนานต่างกัน



รูปที่ 4.49 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3, 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที



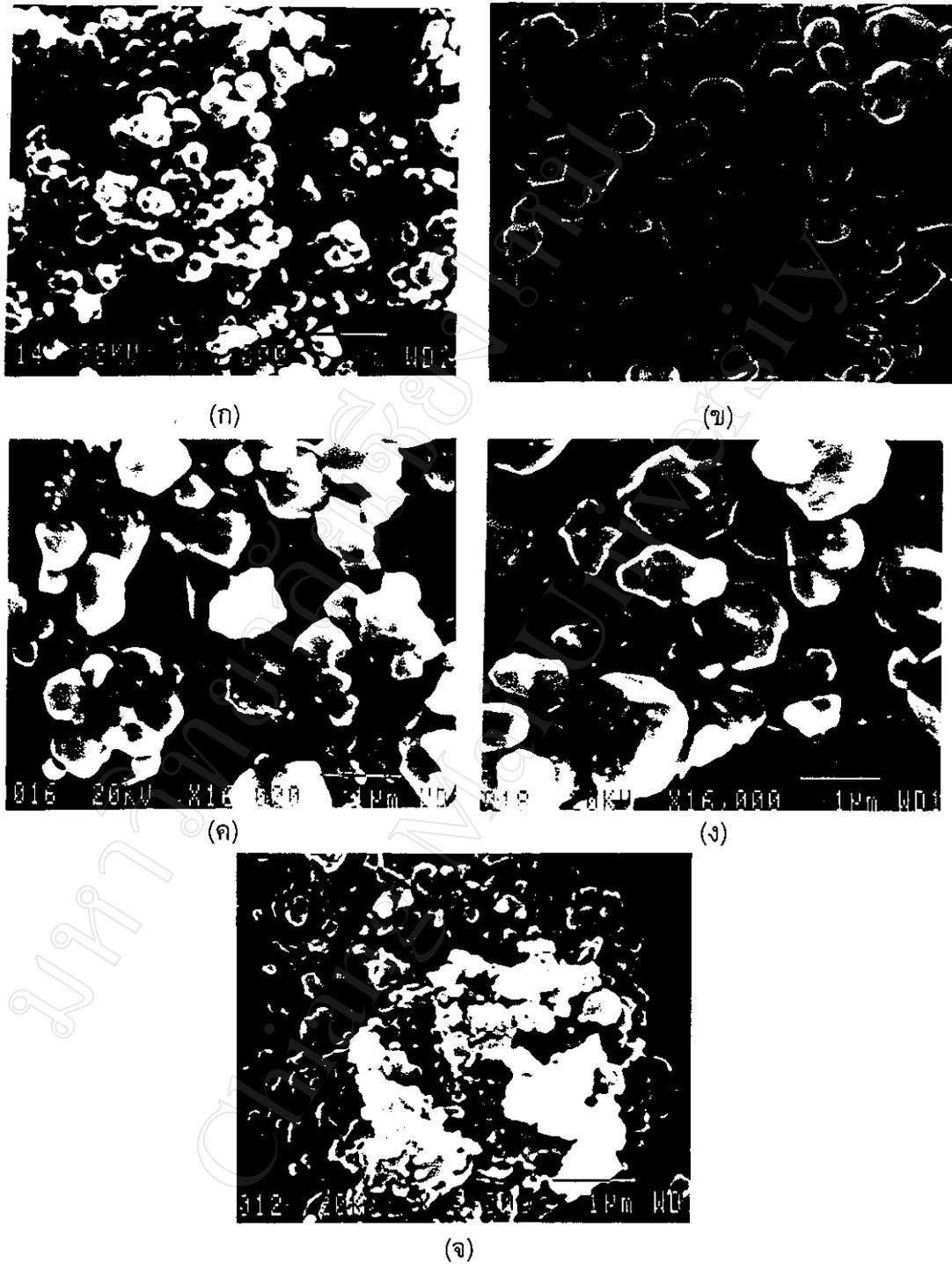
รูปที่ 4.50 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3, 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที



รูปที่ 4.51 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3, 5, 10, 20 และ 25 °ซ/นาที

#### 4.2.3 ผลการวิเคราะห์ผง PT ด้วยกล้อง SEM

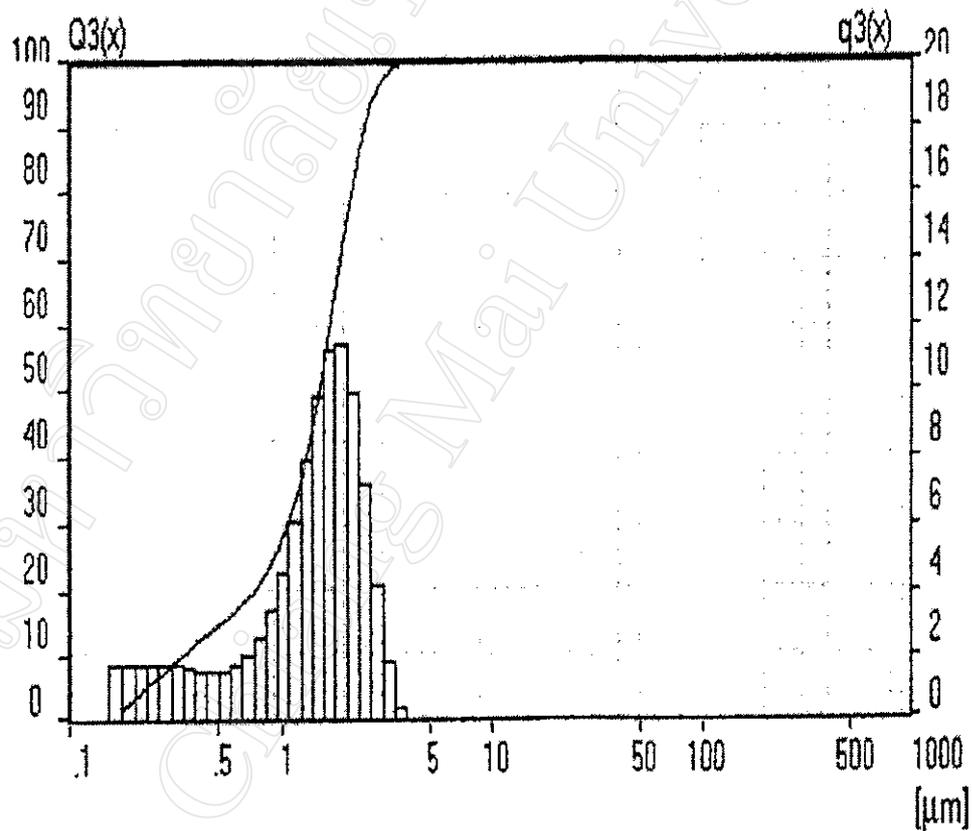
ในขั้นตอนนี้ได้เลือกเอาผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ มาวิเคราะห์ ขนาดอนุภาคด้วยกล้อง SEM เช่นเดียวกับในกรณีของผง PZ ดังแสดงในรูปที่ 4.52 ซึ่งผลที่ได้มี ลักษณะสอดคล้องกับในกรณีของผง PZ กล่าวคือ ขนาดอนุภาคของผง PT จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น โดยผง PT จะมีขนาดอยู่ในช่วง 0.3-1.2  $\mu\text{m}$  และเมื่อ พิจารณาผง PT ที่แคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ 3 °ซ/นาที พบว่ามีขนาดอนุภาคประมาณ 0.3  $\mu\text{m}$



รูปที่ 4.52 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ (ก) 700 °ซ (ข) 750 °ซ (ค) 800 °ซ (ง) 900 °ซ และ (จ) กรณีที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์

#### 4.2.4 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PT

จากการนำผง PT บริสุทธิ์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมกระจายตัวของขนาดอนุภาค ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.53 นั้น พบว่า ผง PT มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 0.2-4.0  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.5  $\mu\text{m}$  ซึ่งผลที่ได้นี้ไม่สอดคล้องกับผลที่ได้จากภาพถ่าย SEM เช่นเดียวกับในกรณีของผง PZ ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากการจับกลุ่มรวมตัวกันเป็นก้อนของอนุภาค

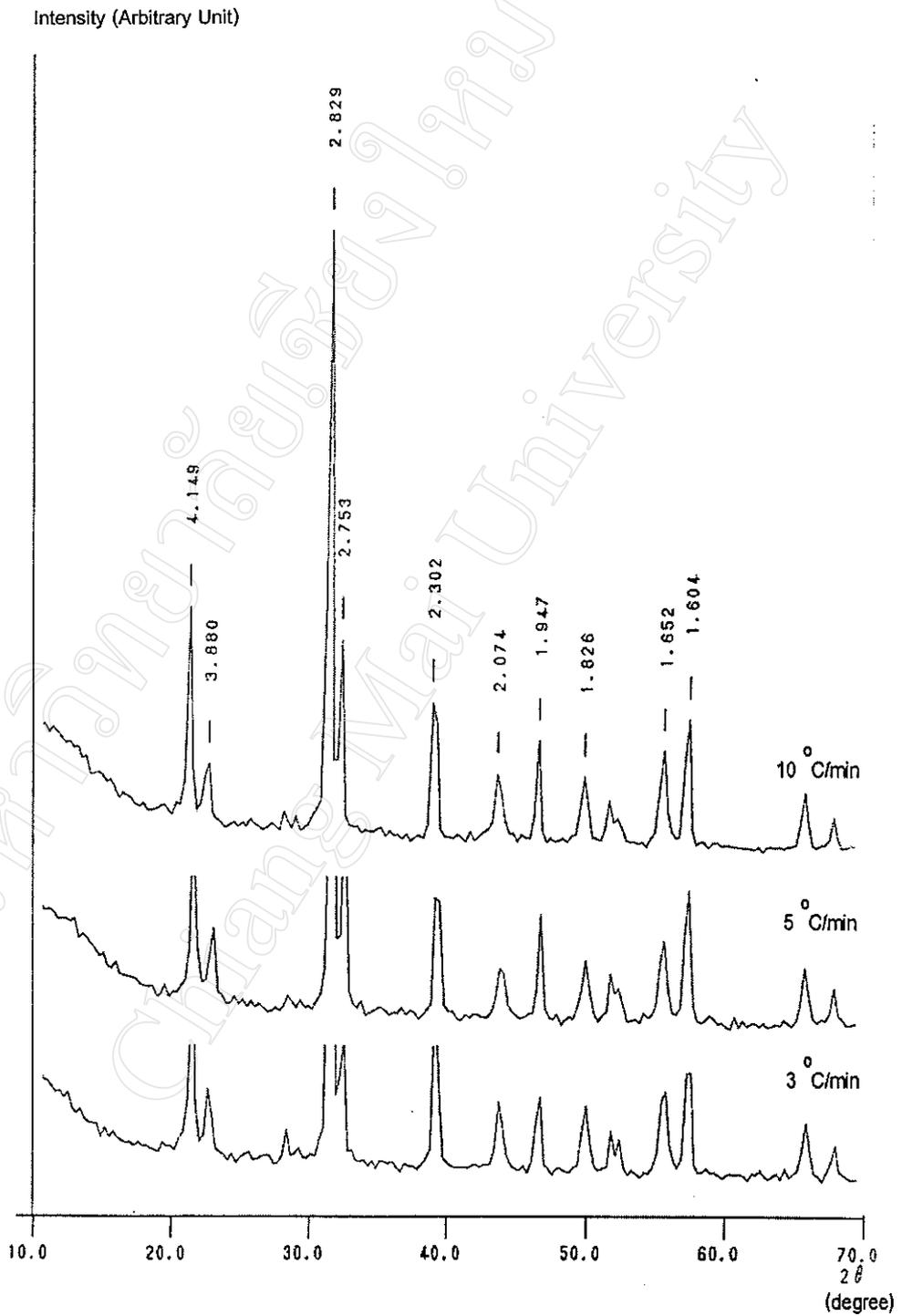


รูปที่ 4.53 แสดงพฤติกรรมกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผง PT

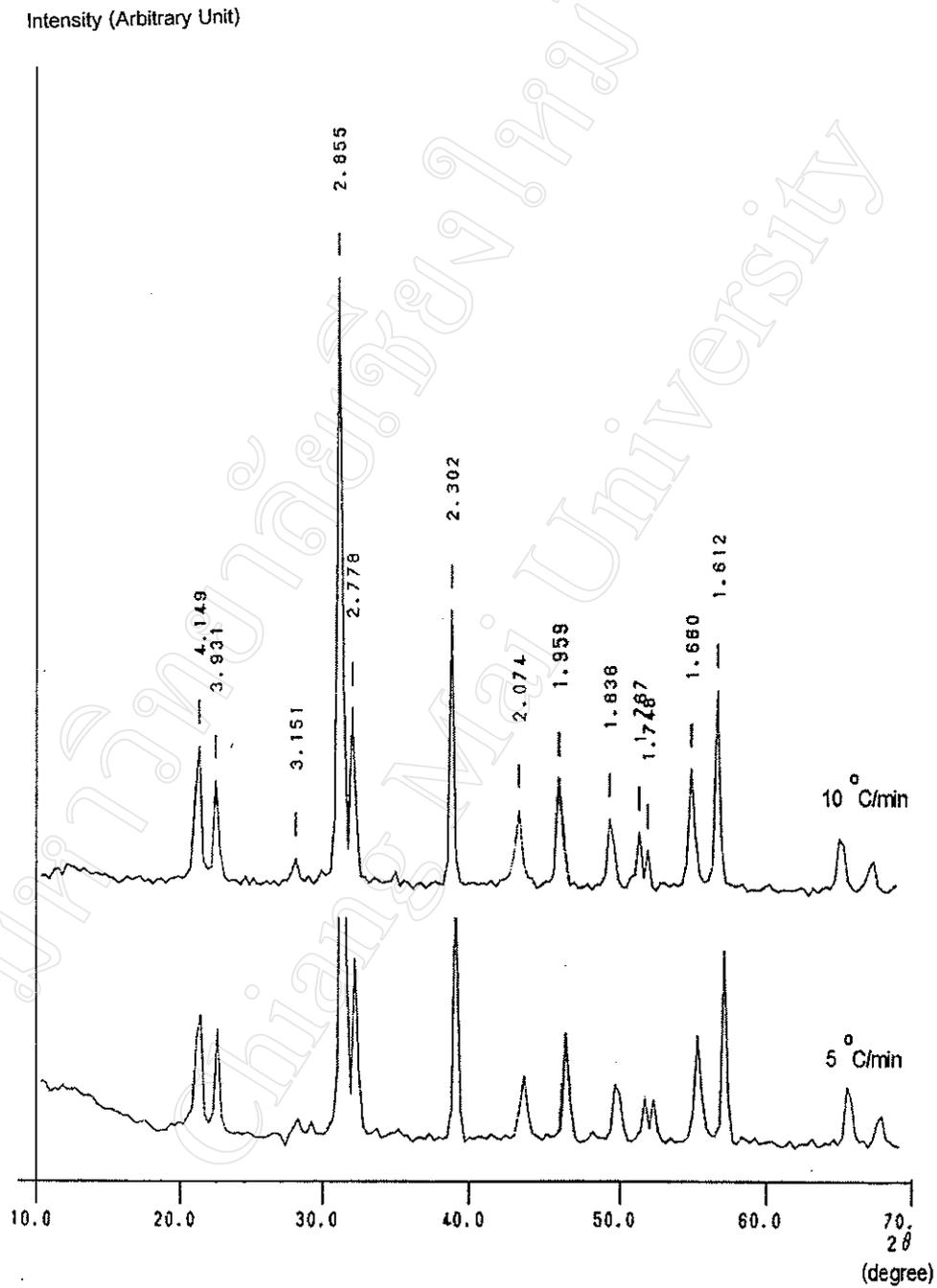
#### 4.2.5 ผลการวิเคราะห์เซรามิก PT ด้วยวิธีการ XRD

จากการทดลองเตรียมเซรามิก PT พบว่าเซรามิก PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์มักจะแตกเป็นชิ้นเล็กชิ้นน้อยเสมอ แต่อย่างไรก็ตามจากการทดลองใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ค่าต่างๆ กันพบว่า สามารถทำการเตรียมเซรามิกของ PT ได้เป็นผลสำเร็จ โดยการใช้อุณหภูมิซินเตอร์อยู่ระหว่าง 1225-1230 °ซ ซึ่งจากการทดลองพบว่า หากใช้อุณหภูมิที่สูงกว่านี้จะทำให้สารตัวอย่างหลอม และถ้าใช้อุณหภูมิต่ำกว่านี้ก็ทำให้สารตัวอย่างไม่เกิดการแข็งตัวเป็นเซรามิก และถึงแม้ว่าจะพบช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เซรามิก PT ได้ แต่เซรามิก PT ที่ได้นั้นก็ยังมีลักษณะที่เปราะบางมาก ทั้งนี้สังเกตได้จากการที่เซรามิก PT ที่เตรียมได้นั้นจะเกิดการแตกหักเป็นชิ้นเล็กชิ้นน้อยได้ง่ายมาก ซึ่งเมื่อนำเซรามิกที่ได้มาทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยวิธีการ XRD ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.54-4.57 และกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเฟส PT ที่ปรากฏกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูป 4.58

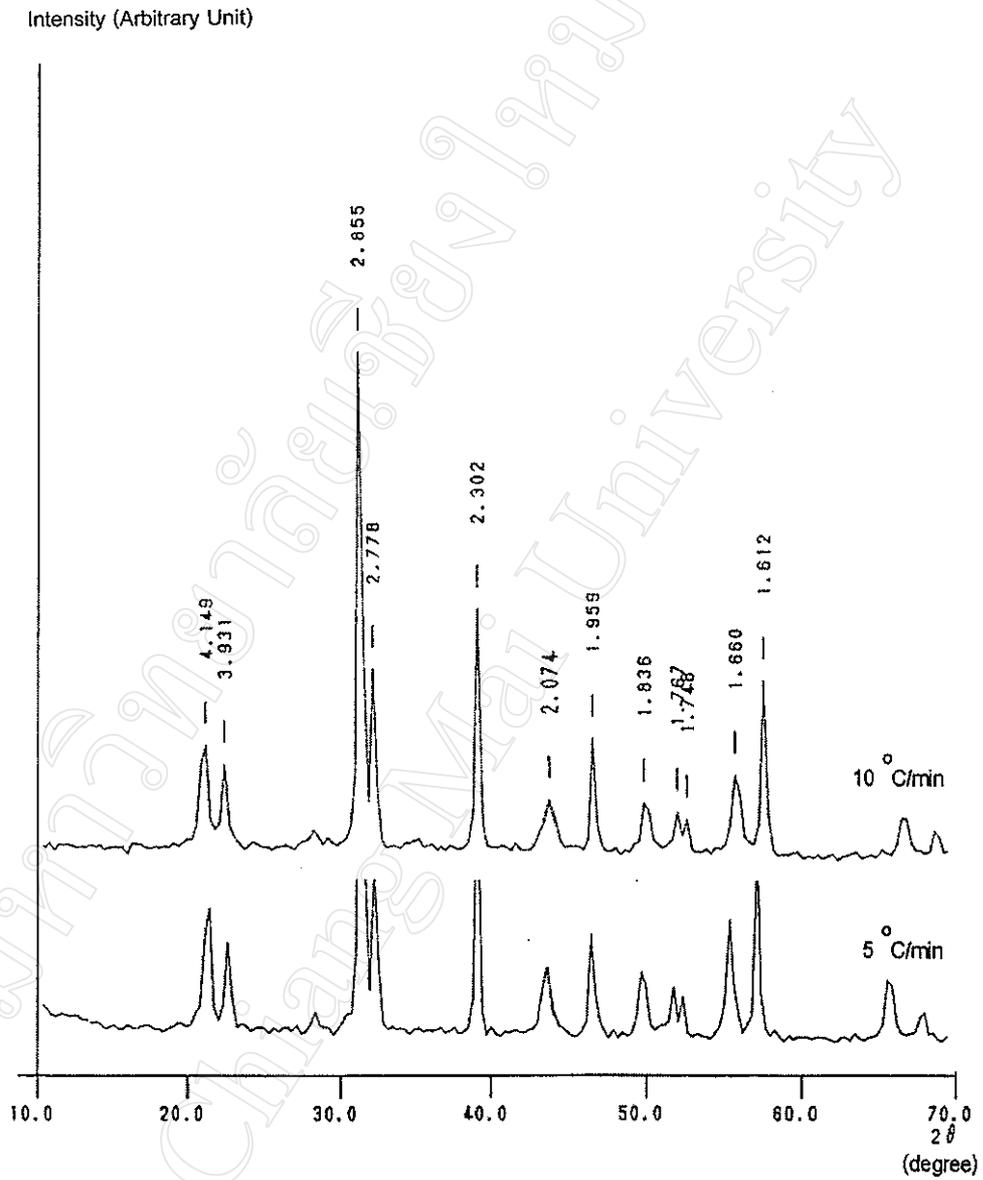
ซึ่งจากรูปเหล่านี้จะเห็นได้ว่า ทุกเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองนั้นเป็นเงื่อนไขที่ให้เฟสเชิงเดี่ยว PT ทั้งสิ้น โดยเฟสที่ปรากฏนี้จะเป็นเฟสที่เกิดร่วมกันระหว่างเตตระโกนอลและออโรมบิกเช่นเดียวกันกับในกรณีของผง PT



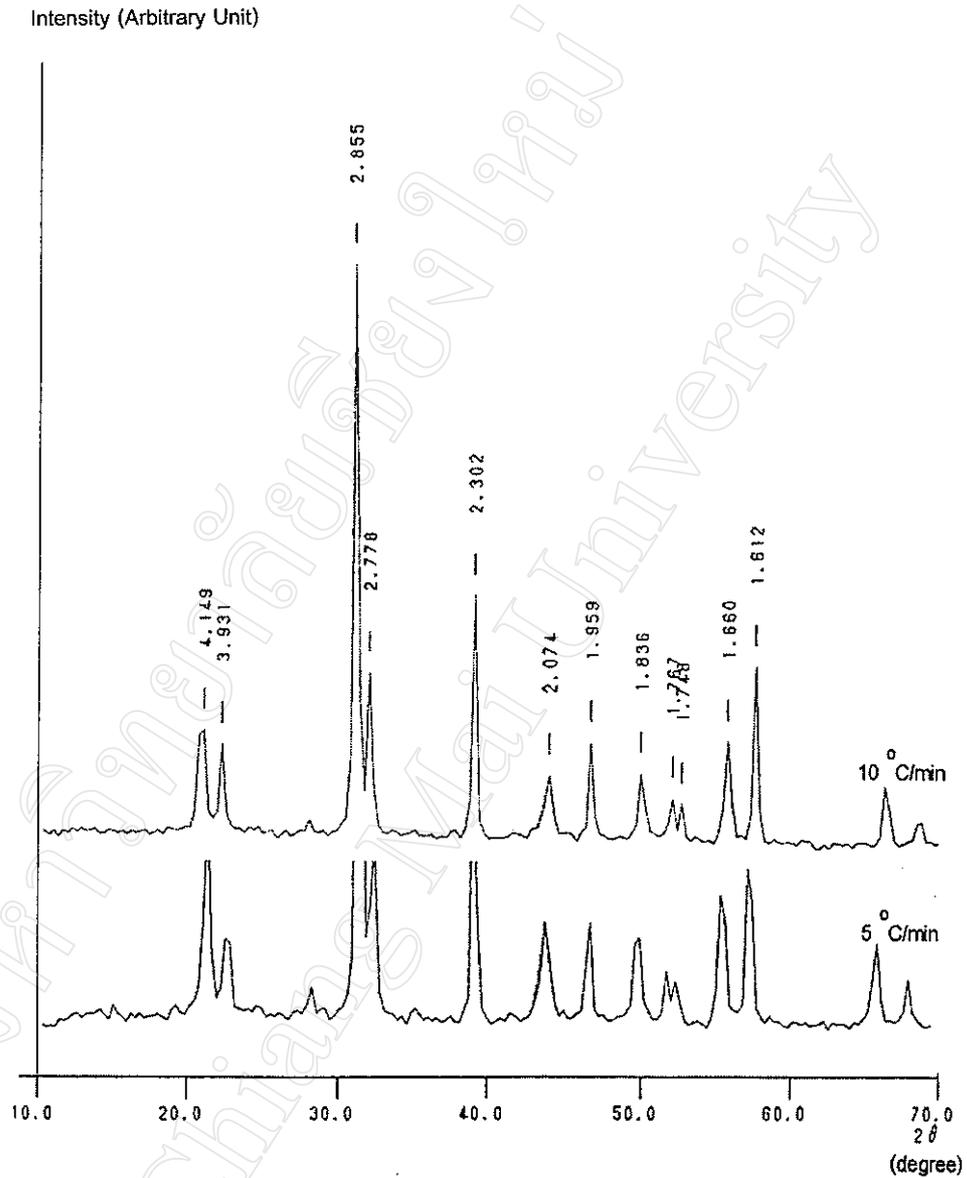
รูปที่ 4.54 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PT ที่ผ่านเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



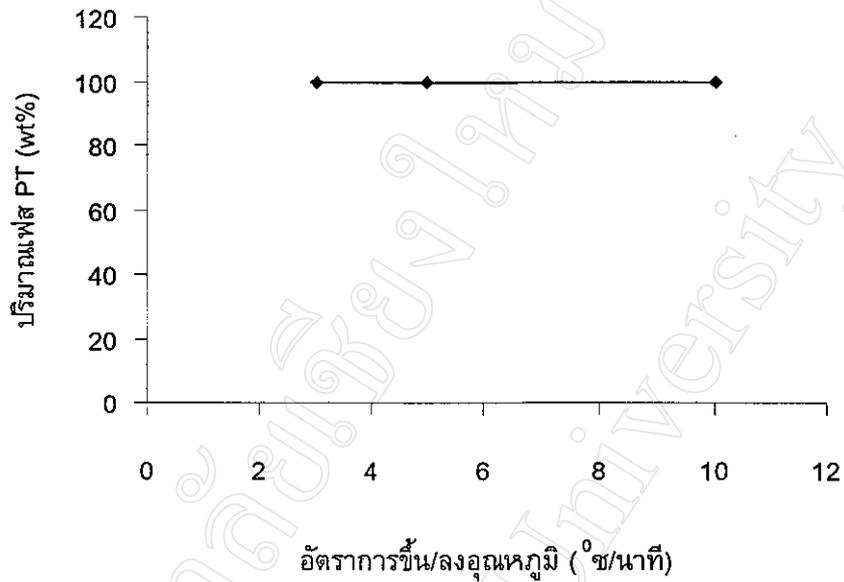
รูปที่ 4.55 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ เป็นเวลานาน 2.15 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 และ 10 °ซ/นาที



รูปที่ 4.56 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ เป็นเวลานาน 2.30 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.57 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิ 1230 °ซ เป็นเวลานาน 2.30 ชั่วโมง ด้วยเวลาและอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.58 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ

#### 4.2.6 ผลการหาค่าความหดตัวของเซรามิก PT

จากการพิจารณาผลการหาค่าความหดตัวดังแสดงในตารางที่ 7-9 พบว่า ค่าความหดตัวของเซรามิก PT ที่ได้นั้นมีการเปลี่ยนแปลงแบบไม่เป็นเชิงเส้นกับเงื่อนไขใดๆ ของการเผาซินเตอร์เลย แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาการหดตัวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางของสารตัวอย่าง PT ทั้งหมด จะเห็นได้ว่า มีค่าของการหดตัวอยู่ที่ประมาณ 10-12%

ตารางที่ 7 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PT ที่ทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ ที่มีการใช้เวลาและอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ

ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	การหดตัวตามแนวเส้นผ่าน ศูนย์กลาง (%)
2	3	11.78
	5	12.20
	10	10.93
2.15	5	11.10
	10	11.08
2.30	3	10.32
	5	11.35
	10	11.67

ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

ตารางที่ 8 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PT ที่ทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1230 °ซ ที่มีการใช้เวลาและอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ

ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ (°ซ/นาที)	การหดตัวตามแนวเส้นผ่าน ศูนย์กลาง (%)
2	3	9.98
	5	10.85
2.30	3	11.00
	5	11.93
	10	11.03

ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

ตารางที่ 9 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PT ที่ทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1240 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ

อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	การหดตัวตามแนวเส้นผ่าน ศูนย์กลาง (%)
3	11.70
5	12.05
10	10.53

ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

#### 4.2.7 ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PT

จากการพิจารณาผลของค่าความหนาแน่น และเปอร์เซ็นต์ของค่าความหนาแน่นของเซรามิก PT ดังแสดงในตารางที่ 10 พบว่า เซรามิก PT ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ส่วนใหญ่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ประมาณ 90-97% ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี (โดยการใช้ค่าความหนาแน่นของ PT ที่มีเฟสเตตระโกนอลเป็นตัวเปรียบเทียบ) และนอกจากนี้ยังพบอีกว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาซินเตอร์นั้น ค่าความหนาแน่นของเซรามิก PT ที่ได้มีแนวโน้มลดลงเป็นลำดับ ในขณะที่การเปลี่ยนแปลงอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิซินเตอร์ไม่ค่อยมีผลต่อค่าความหนาแน่นอย่างมีนัยสำคัญ

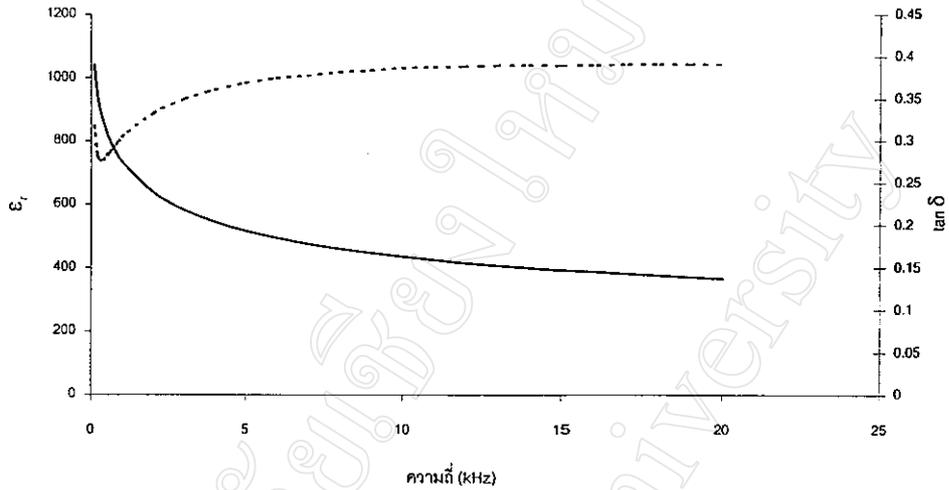
ตารางที่ 10 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PT เมื่อผ่านการเผาด้วยซินเตอร์ด้วย  
เงื่อนไขที่แตกต่างกัน

อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ความหนาแน่นจาก การแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่น สัมพัทธ์ (%)
1225	2	3	7.78	97.65
		5	7.76	97.44
		10	7.75	97.27
1225	2.15	5	7.74	97.18
		10	7.73	97.08
1225	2.30	3	7.56	94.84
		5	7.57	95.02
		10	7.66	96.08
1230	2	3	7.60	95.30
		5	7.71	96.73
1230	2.30	3	-	-
		5	7.37	92.50
		10	7.20	90.35
1240	2	3	-	-
		5	-	-
		10	-	-

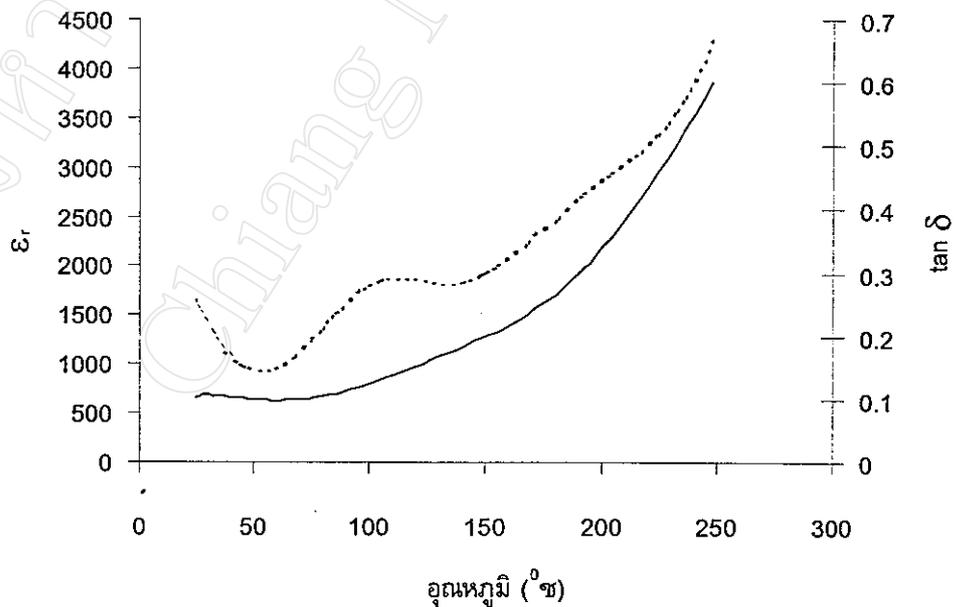
หมายเหตุ :- หมายถึงกรณีที่ไม่สามารถวัดค่าความหนาแน่นของเซรามิก PT ได้ เนื่องจากสาร  
ตัวอย่างเกิดการแตกหักในขณะที่ทำการชั่ง และ ค่าความหนาแน่นที่แสดงใน  
ตารางนี้มีความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

#### 4.2.8 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PT

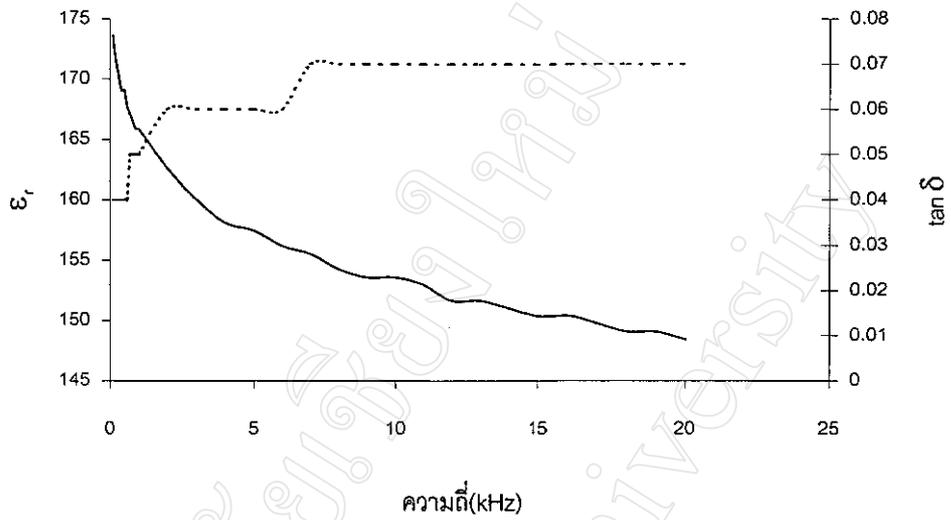
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิก PT เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ โดยในกรณีที่วัดเทียบกับอุณหภูมินั้น ได้ศึกษาถึงอิทธิพลของความหนาแน่นที่มีต่อพฤติกรรมของค่าไดอิเล็กตริกเช่นเดียวกับในกรณีของเซรามิก PZ โดยได้แสดงผลดังในรูปที่ 4.59-4.66 จากรูปจะเห็นว่า ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกนั้นมีแนวโน้มลดลง เมื่อเพิ่มความถี่ขึ้น และเมื่อนำไปตรวจสอบเทียบกับอุณหภูมิพบว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิก PT นั้นมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย นอกจากนี้ยังพบอีกว่าเซรามิกที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่สูงกว่าจะมีสมบัติไดอิเล็กตริกที่ดีกว่าด้วย กล่าวคือ มีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงกว่า



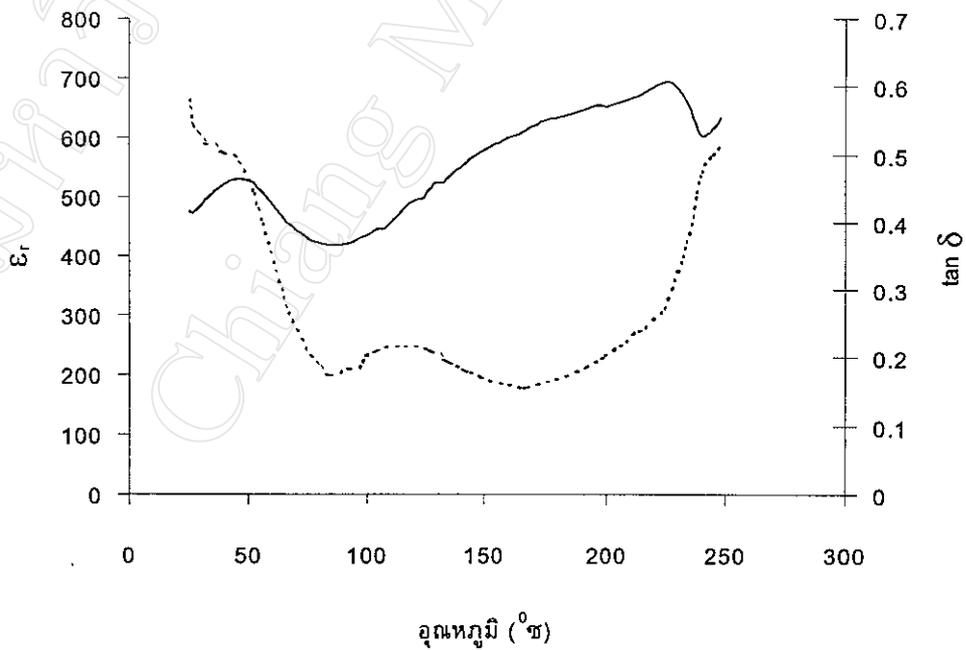
รูปที่ 4.59 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และ ความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น 97.18%



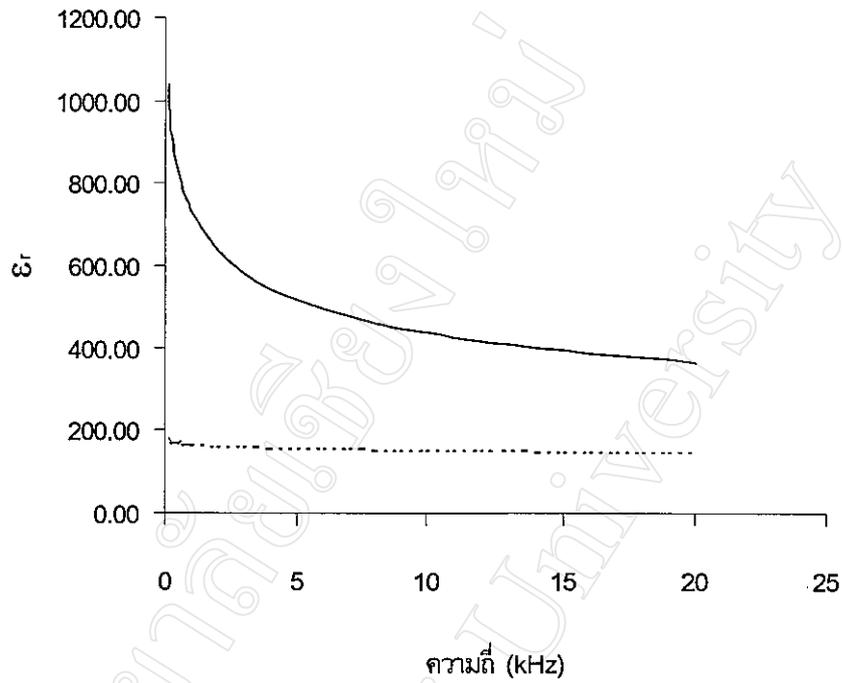
รูปที่ 4.60 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และ ความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุนหภูมิของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น 97.18%



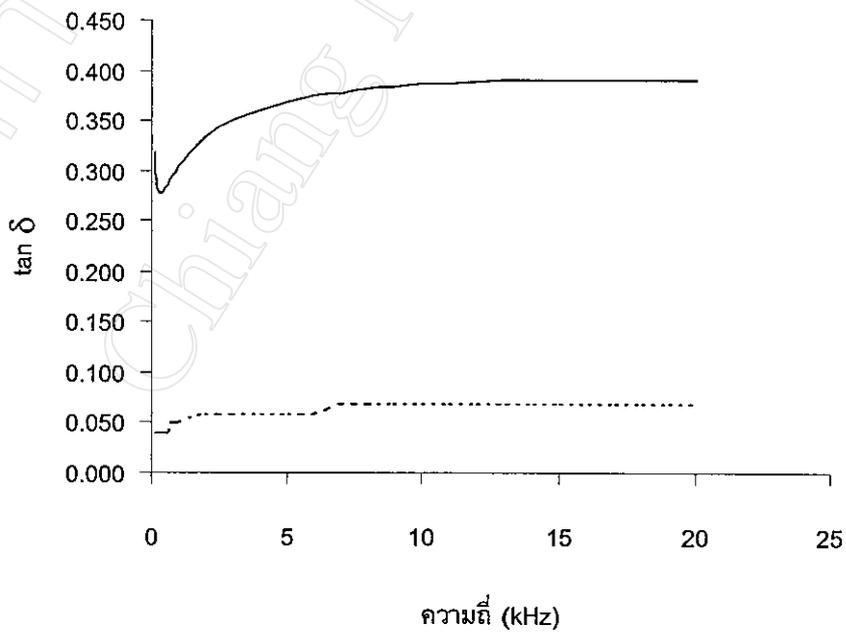
รูปที่ 4.61 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และ ความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (---) กับความถี่ของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น 57.13%



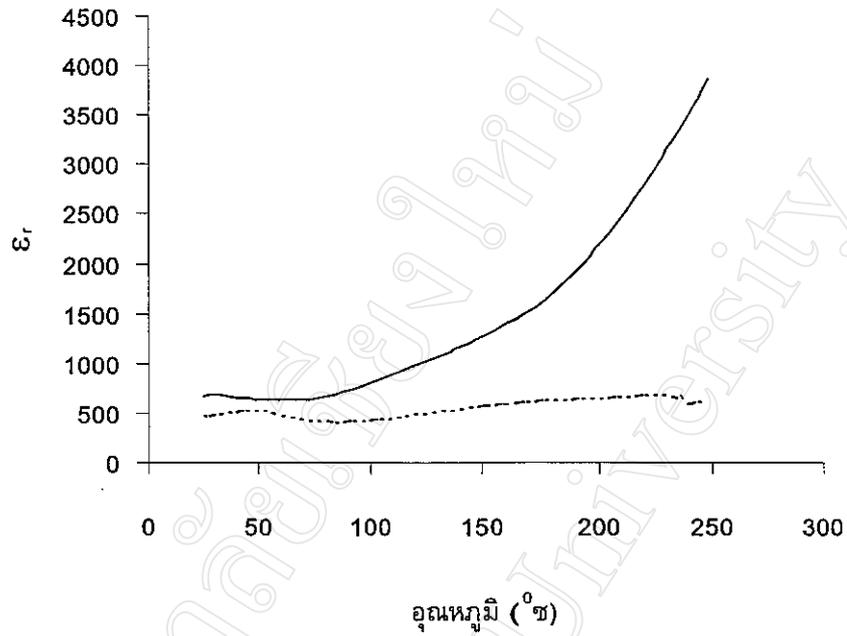
รูปที่ 4.62 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และ ความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (---) กับอุณหภูมิของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น 57.13%



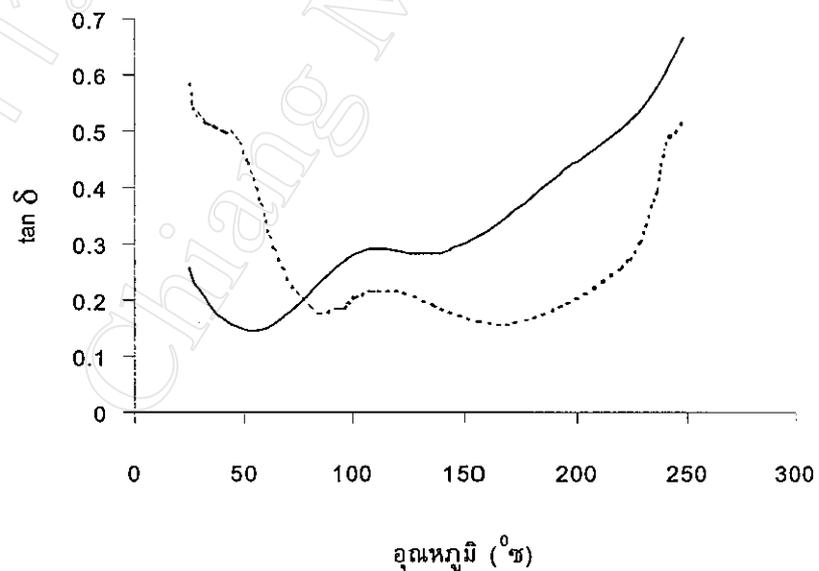
รูปที่ 4.63 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์กับความถี่ของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น (—) 97.18% และ (-----) 57.13%



รูปที่ 4.64 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับความถี่ของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น (—) 97.18% และ (-----) 57.13%



รูปที่ 4.65 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์กับอุณหภูมิของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น (—) 97.18% และ (-----) 57.13%



รูปที่ 4.66 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น (—) 97.18% และ (-----) 57.13%

#### 4.2.9 โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PT

ในขั้นตอนนี้ได้ทำการศึกษาถึงโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PT โดยได้เลือกถ่ายภาพ SEM บริเวณผิวที่หัก (fracture surface) ของเซรามิก PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขที่แตกต่างกัน ซึ่งจะมีความหนาแน่นแตกต่างกันด้วยดังแสดงในรูปที่ 4.67 (ก) และ (ข) จากรูปพบว่า เซรามิก PT ที่มีความหนาแน่นสูงกว่า (ก) จะมีเกรนที่เกาะตัวกันแน่นหนา มากกว่าเซรามิกที่มีความหนาแน่นน้อย (ข) แต่ถึงแม้ว่าเซรามิก PT เหล่านี้จะมีการเกาะตัวกันของเกรนอย่างแน่นหนา เซรามิก PT เหล่านี้ก็กลับมีลักษณะที่ค่อนข้างเปราะบาง ไม่แกร่งเท่าที่ควร ทั้งนี้คาดว่าอาจเกิดจากระนาบของเกรนในแต่ละชั้นนั้นไม่เกาะตัวกัน ซึ่งจะสังเกตได้จากเกรนที่ยังมีลักษณะเป็นรูปทรงกลมอยู่ตรงบริเวณระนาบของเกรนชั้นถัดไปด้านใน



(ก)



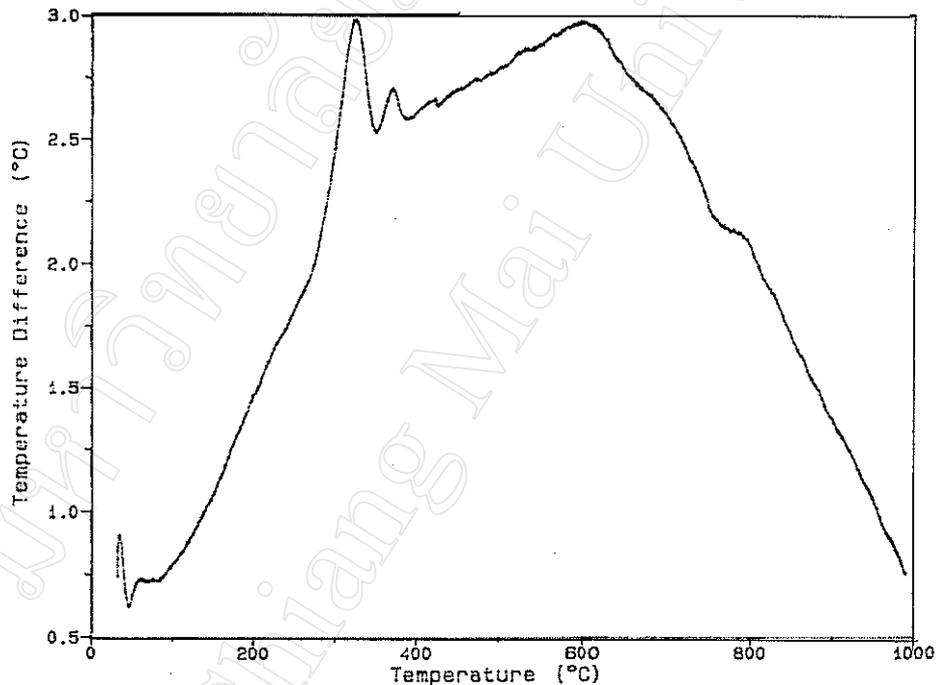
(ข)

รูปที่ 4.67 แสดงภาพถ่าย SEM ของเซรามิก PT ที่มีความหนาแน่น  
(ก) 97.18% และ (ข) 57.13%

#### 4.3 ผล การวิเคราะห์ผงของสารตัวอย่าง PZT ที่เตรียมด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม

##### 4.3.1 ผลการวิเคราะห์ผง PZT ด้วยเทคนิค DTA

จากการพิจารณาผลการวิเคราะห์ผงของสารผสม PbO, ZrO<sub>2</sub> และ TiO<sub>2</sub> ที่ผ่านการบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling ดังแสดงในรูปที่ 4.68 ด้วยเทคนิค DTA พบว่ามีช่วงการเปลี่ยนแปลงของพีค 2 ช่วงด้วยกัน ช่วงแรกอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 450 °ซ ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากการหลุดออกไปของสารอินทรีย์ และในช่วงที่สองนั้นอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 700-800 °ซ ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง



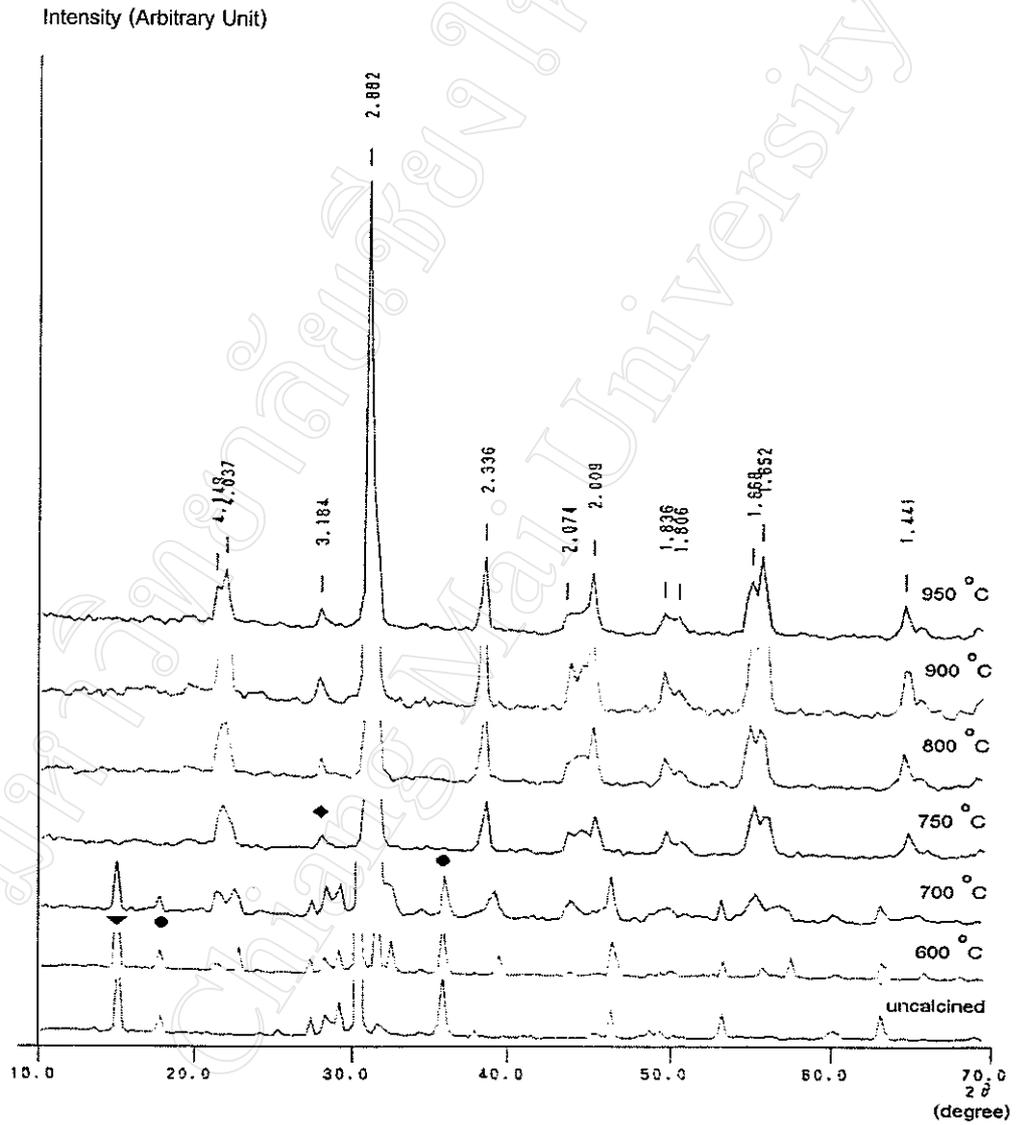
รูปที่ 4.68 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม PbO, ZrO<sub>2</sub> และ TiO<sub>2</sub>

#### 4.3.2 ผลการวิเคราะห์ผง PZT ด้วยวิธีการ XRD

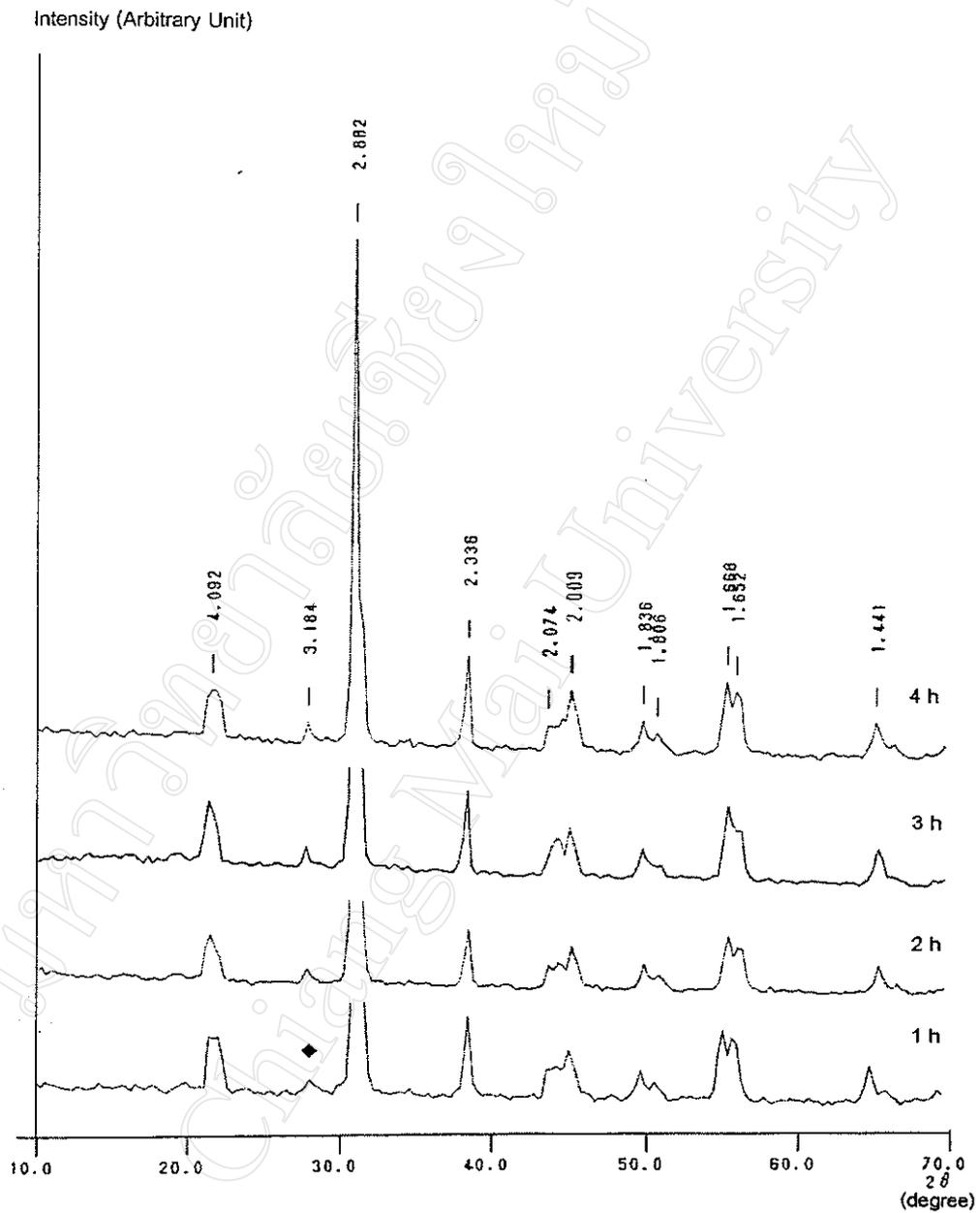
ในขั้นต้นนั้นจะทำการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการเผาแคลไซน์ โดยนำสารผสมมาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ แล้วจึงนำมาตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสของผง PZT ด้วยวิธีการ XRD ซึ่งได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.69 จากรูปพบว่า เฟสของ PZT จะเริ่มปรากฏในสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 750 °ซ ขึ้นไป โดยเฟสของ PZT ที่ได้นี้ มีความสอดคล้องกับข้อมูลของสาร PZT ใน JCPDS file no. 33-784 แต่อย่างไรก็ตาม จากการวิจัยนี้พบว่า ไม่สามารถทำการเตรียมเฟสเชิงเดี่ยวของ PZT ได้ในทุกกรณีการแคลไซน์ที่ใช้ เนื่องจากจะพบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นปะปนกับเฟส PZT ในทุกสารตัวอย่าง โดยเฟสแปลกปลอมที่พบนี้จะมีค่า d-spacing อยู่ที่ประมาณ 3.184 Å ซึ่งในที่นี้ไม่สามารถยืนยันชนิดของเฟสแปลกปลอมนี้ได้ เนื่องจากพีคของสารแปลกปลอมนั้นมีเพียงพีคเดียวและไม่สอดคล้องกับสารตั้งต้นตัวใดเลย และเมื่อนำมาคำนวณหาปริมาณเฟสของ PZT ที่เกิดขึ้นในเชิงเปรียบเทียบกับเฟสแปลกปลอมที่พบด้วยการใช้สมการที่ดัดแปลงมาจากสมการของ Swartz และ Shroud [21] พบว่า สารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ จะให้มีปริมาณเฟสของ PZT อยู่มากที่สุด (ประมาณ 90.49%) จึงได้ทำการศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการเผา (soaking time) ด้วยการเผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานานต่างๆ กัน ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.70 จากรูปจะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการเผาแซเป็น 3 และ 4 ชั่วโมง สารตัวอย่างที่ได้ก็ยังคงมีเฟสแปลกปลอมปรากฏอยู่

ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาถึง อิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ที่มีต่อการเกิดเฟสของ PZT ต่อไป โดยทำการเผาสารที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 1, 5 และ 10 °ซ/นาที่ แล้วจึงนำข้อมูลที่ได้มาเปรียบเทียบกับในกรณีของอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.71-4.75 จากรูป จะเห็นได้ว่า เมื่อทำการเผาแคลไซน์สารผสมของ PZT ที่อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ นั้น ไม่สามารถเตรียมเฟสเชิงเดี่ยวของ PZT ได้ โดยยังคงมีเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลือปะปนอยู่กับเฟสของ PZT และถึงแม้ว่าจะเพิ่มเวลาในการเผาแซเป็น 4 ชั่วโมงก็ยังคงให้ผลที่เหมือนกับในกรณีของสารที่ผ่านการเผาแซเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง และเมื่อทำการทดลองเผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงค่าต่างๆ กัน พบว่า มีเฟสแปลกปลอมที่ไม่ใช่เฟสของสารตั้งต้นเกิดขึ้นมาปะปนกับเฟส

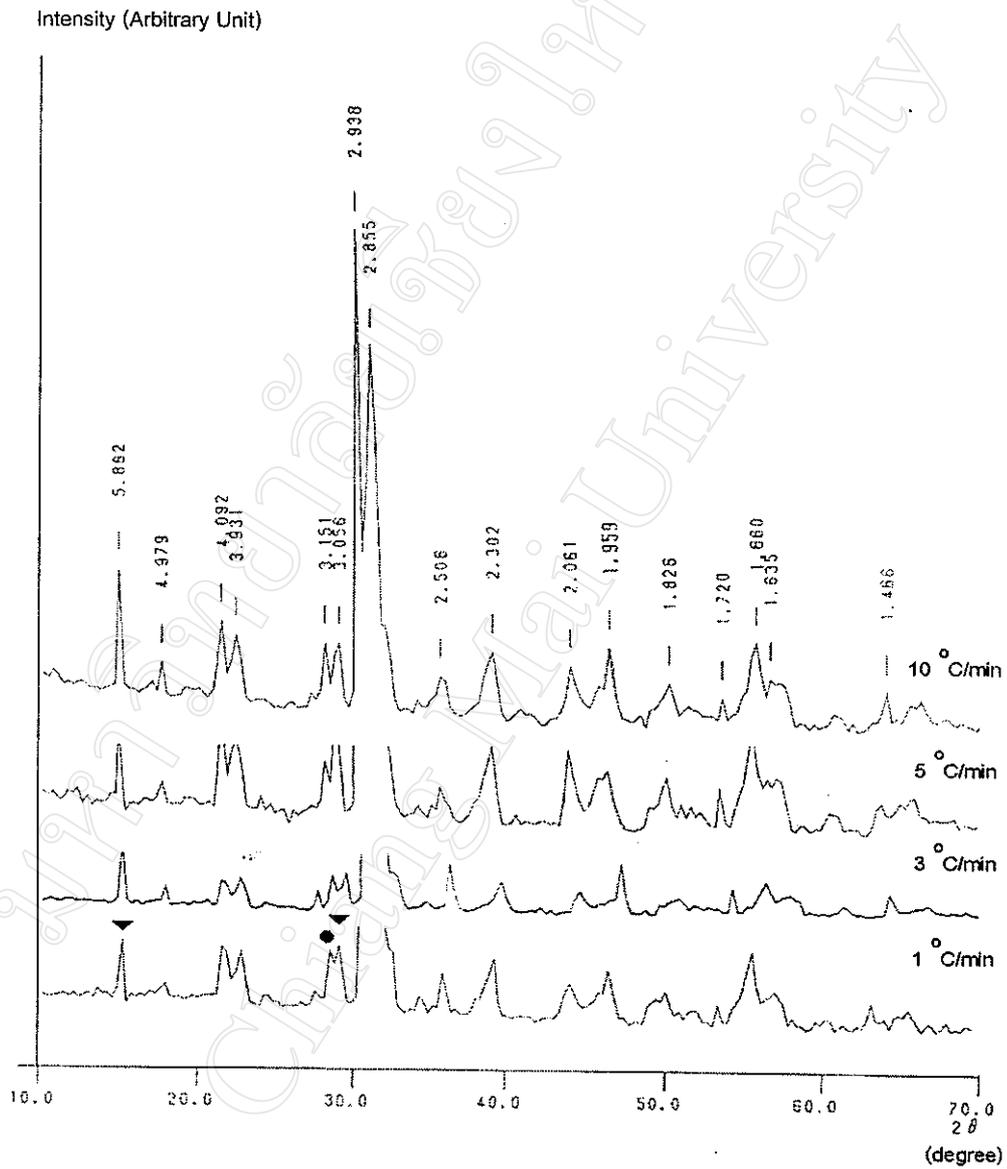
ของ PZT ซึ่งเมื่อนำมาคำนวณหาปริมาณเฟสของ PZT ที่ปรากฏด้วยสมการ (3.6) พบว่า จากการทดลองใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 1, 3 และ 5 °ซ/นาที่ ปริมาณเฟส PZT ที่เตรียมได้ จะเพิ่มขึ้นตามอัตราการขึ้น/ลงที่ใช้ แต่เมื่อทำการเผาแคลไซน์สารตัวอย่างด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 10 °ซ/นาที่ พบว่า ปริมาณเฟส PZT ที่ได้กลับมีปริมาณลดลง เช่นเดียวกับในกรณีของสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ ซึ่งการลดลงของปริมาณเฟส PZT ที่เตรียมได้ในกรณีที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 10 °ซ/นาที่ นี้ น่าจะเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผาที่รวดเร็วเกินไป จนทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีของสารตั้งต้นไม่สมบูรณ์เท่ากับในกรณีของการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่ำๆ และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า เมื่ออัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 5 และ 10 °ซ/นาที่ จะทำให้ปริมาณเฟส PZT ที่ได้นั้นลดลง



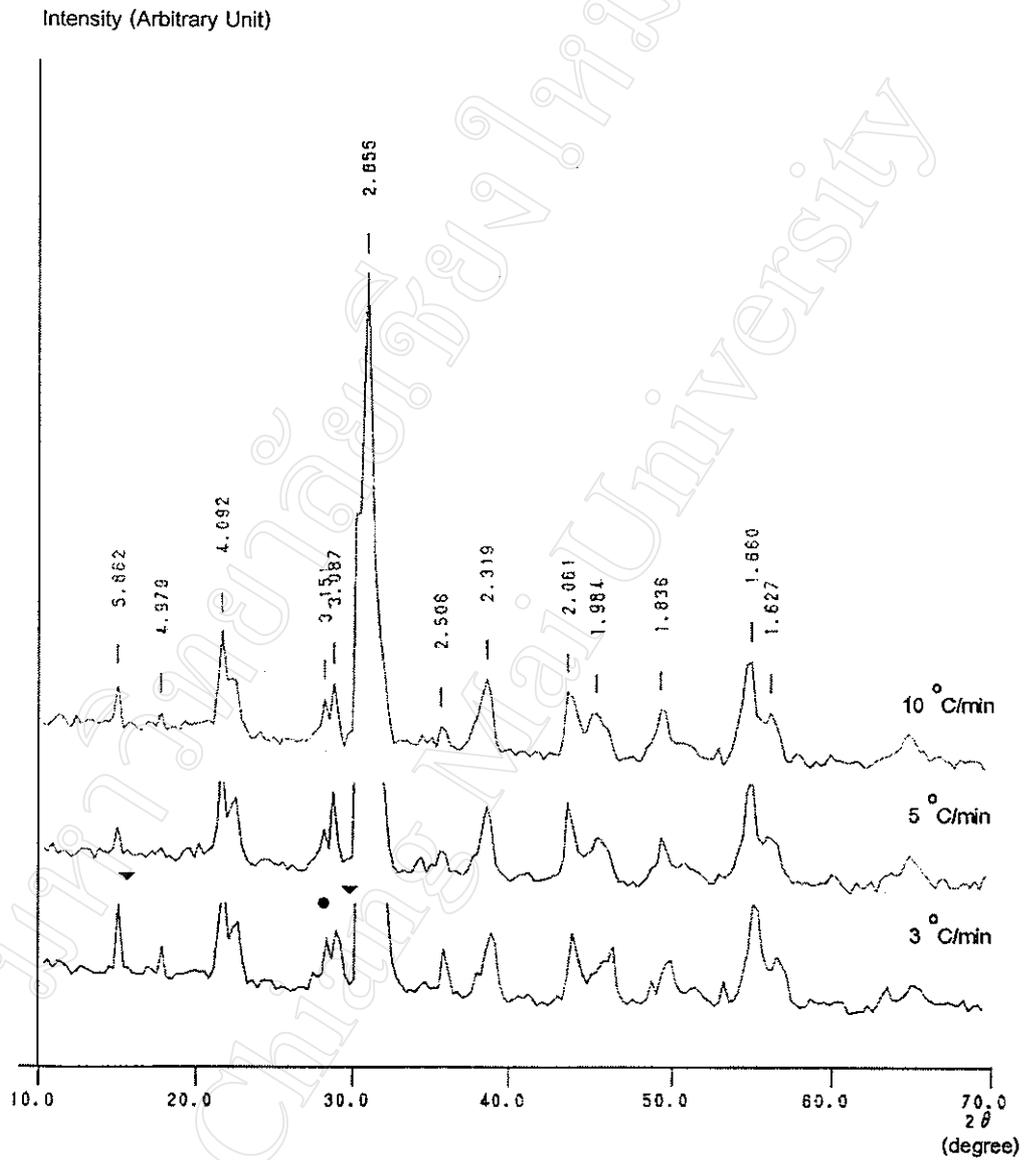
รูปที่ 4.69 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub> ◆ หมายถึง unknown)



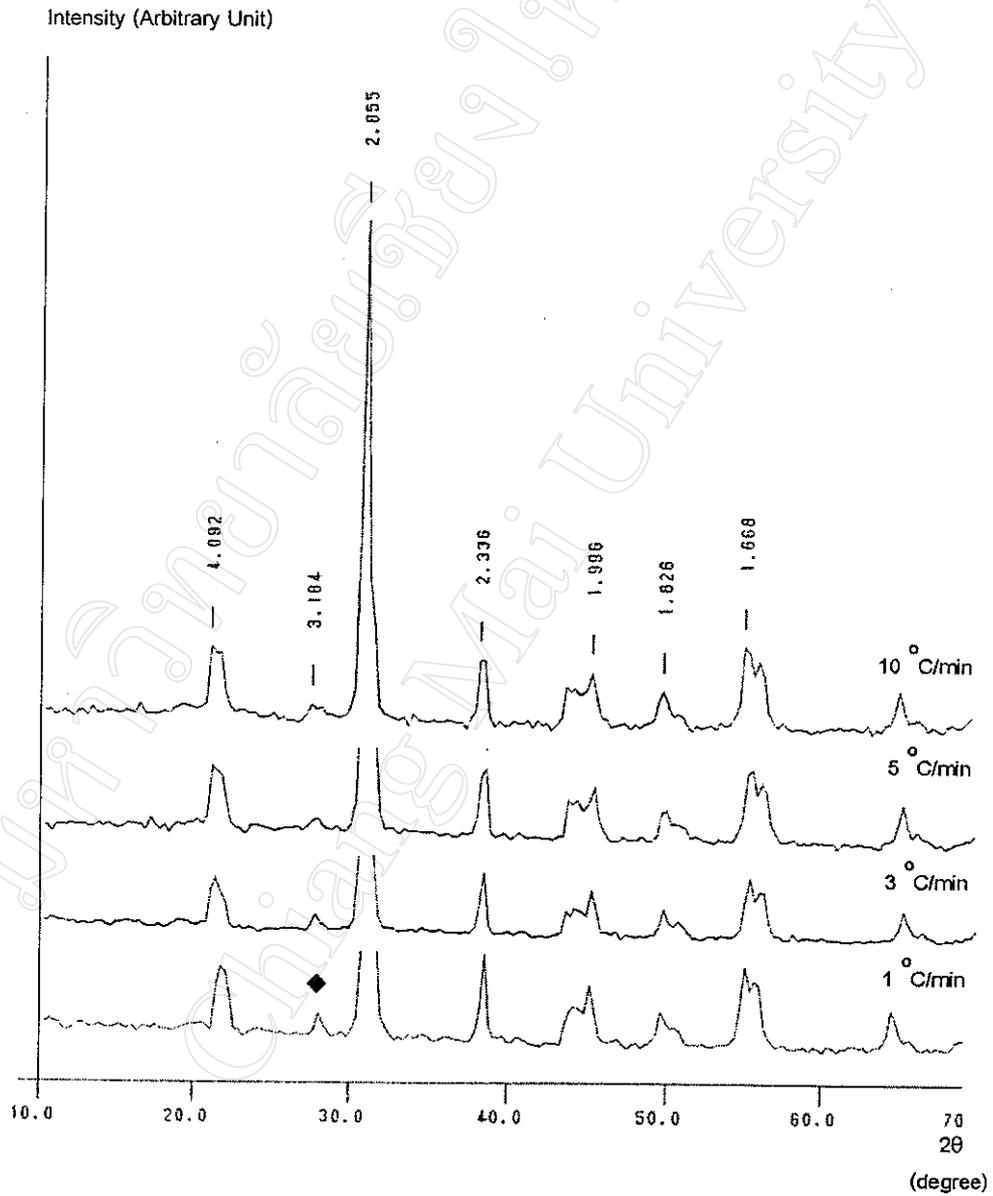
รูปที่ 4.70 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้เวลาในการเผาแซ่ นานต่างกัน (◆ หมายถึง unknown)



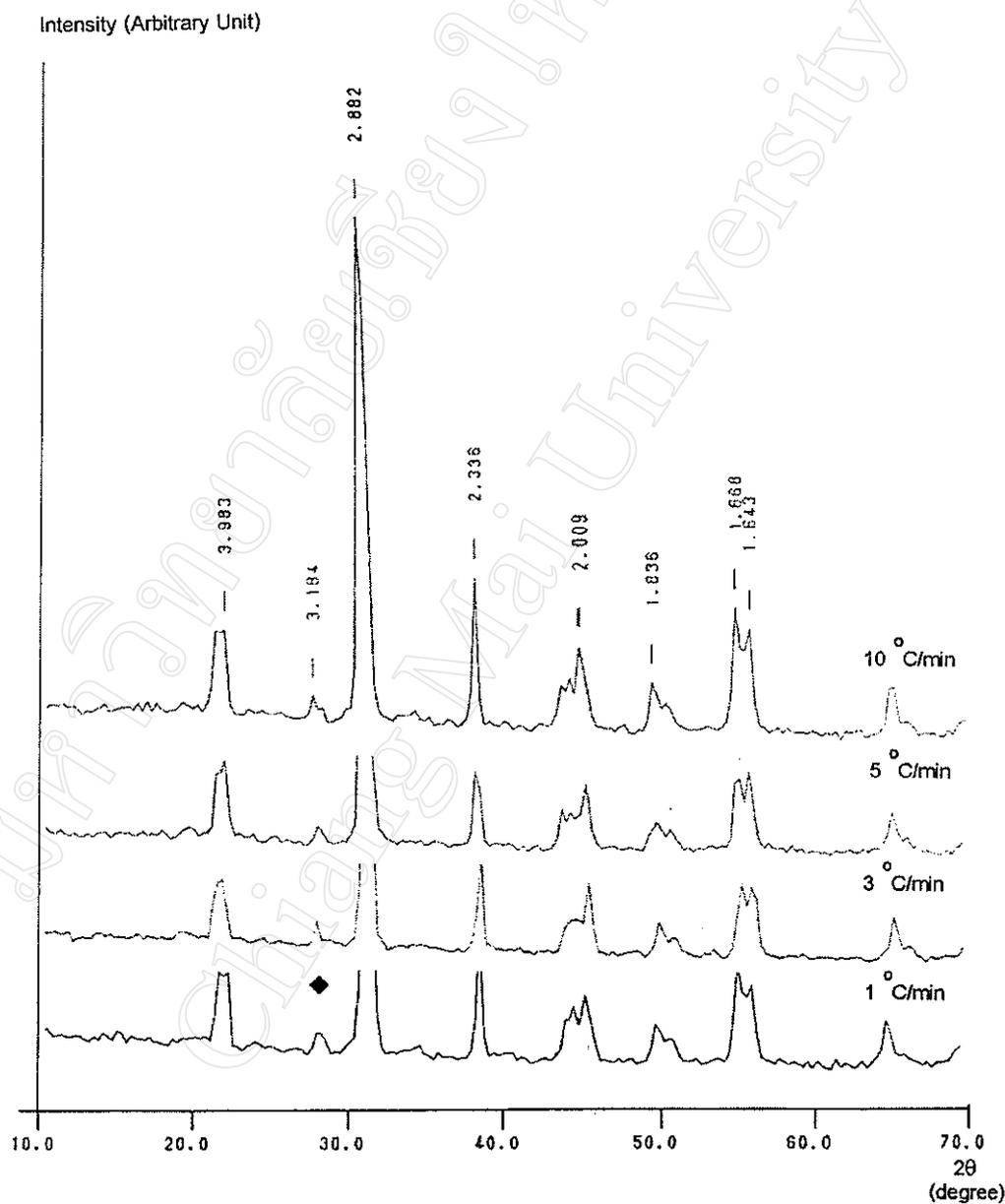
รูปที่ 4.71 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผิวนำ PZT ที่ผ่านการเผาเคลือบด้วยอุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 1, 3, 5 และ 10 °C/นาที (▼ หมายถึง PbO ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub>)



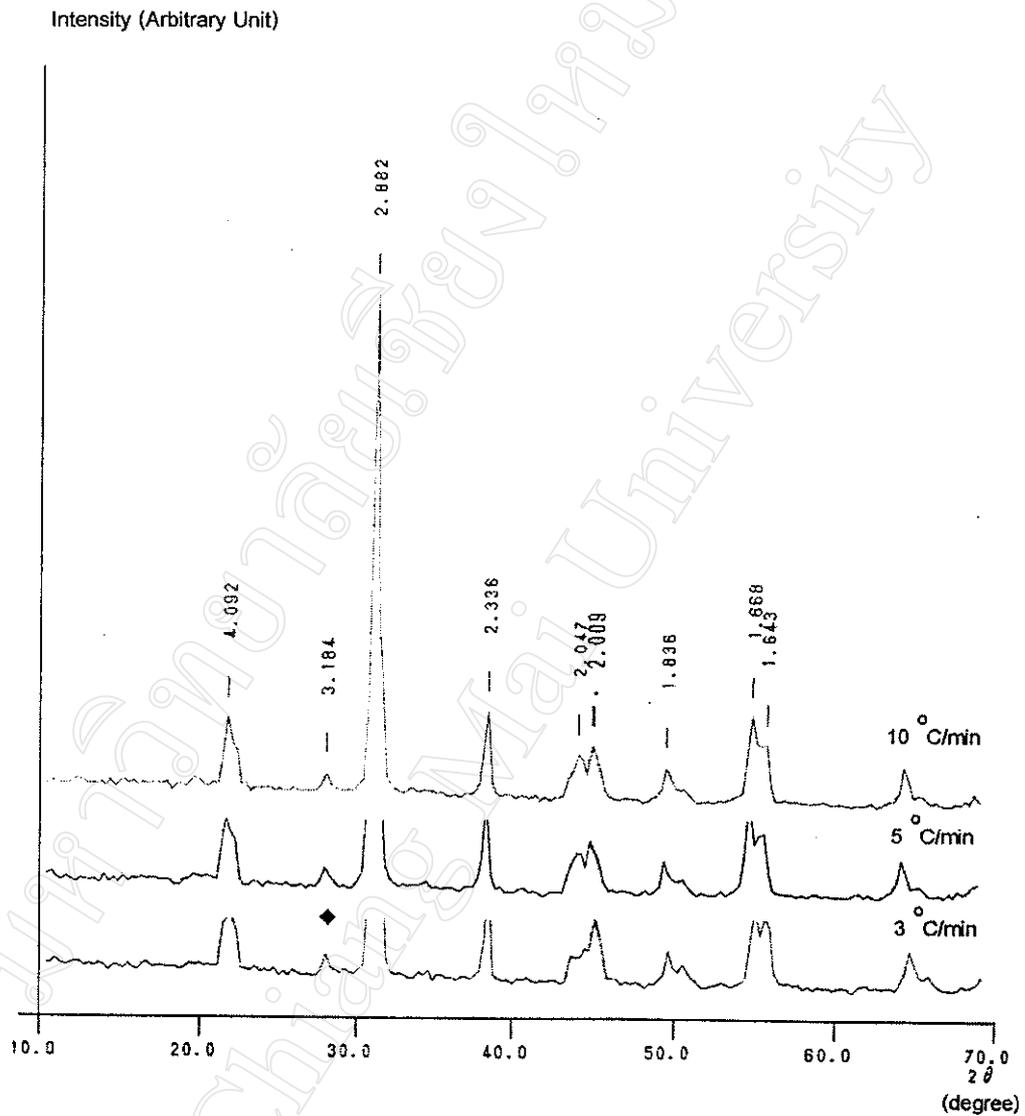
รูปที่ 4.72 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิอุณหภูมิตั้งที่ 3, 5 และ 10 °ซ/นาที (▼ หมายถึง PbO ● หมายถึง ZrO<sub>2</sub>)



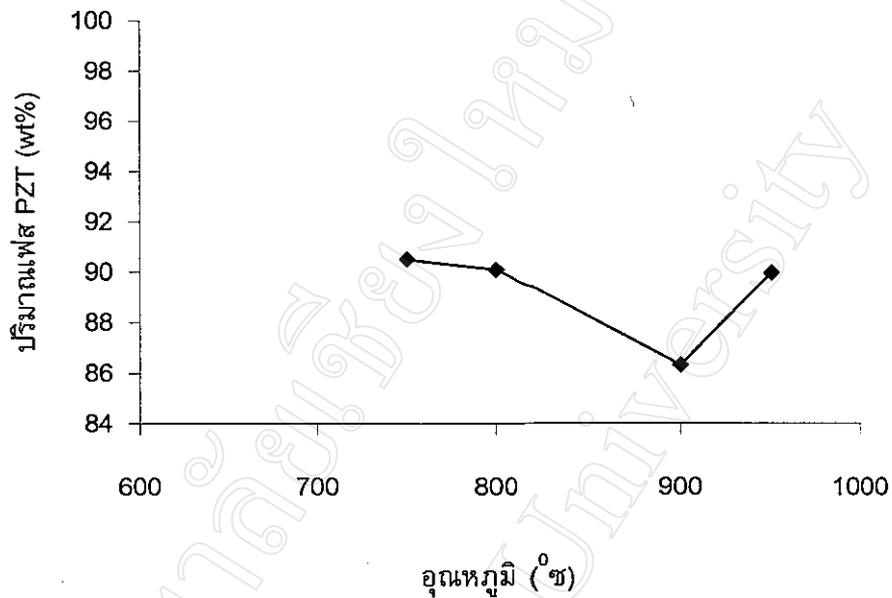
รูปที่ 4.73 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิอุณหภูมิ 1, 3, 5 และ 10 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



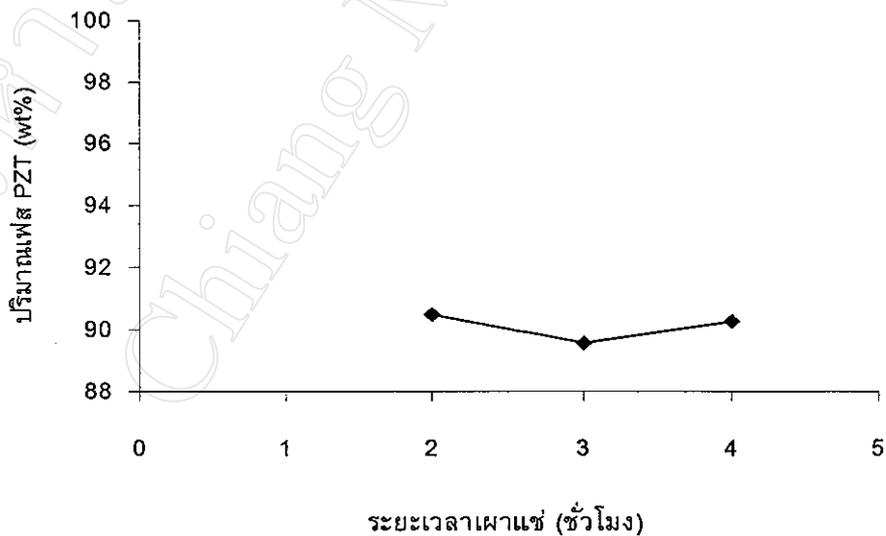
รูปที่ 4.74 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิอุณหภูมิตั้ง 1, 3, 5 และ 10 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



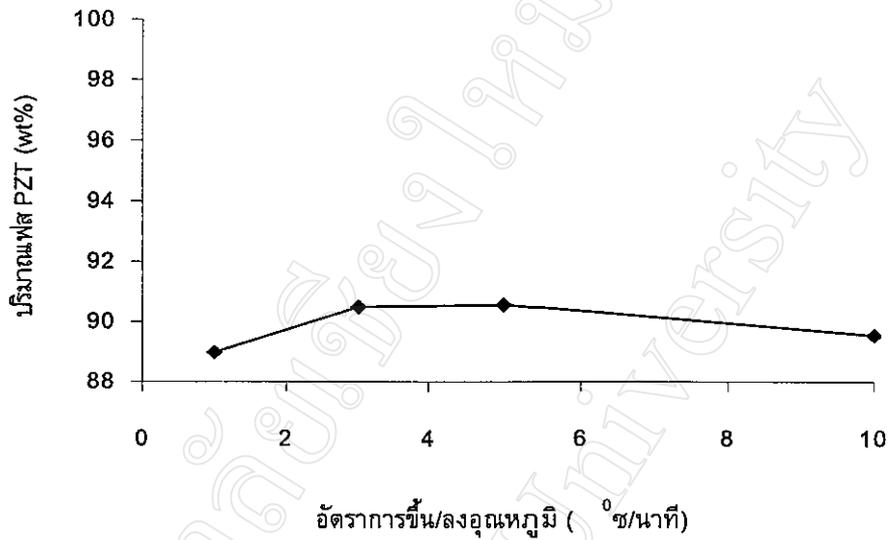
รูปที่ 4.75 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิอุณหภูมิ 3, 5 และ 10 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



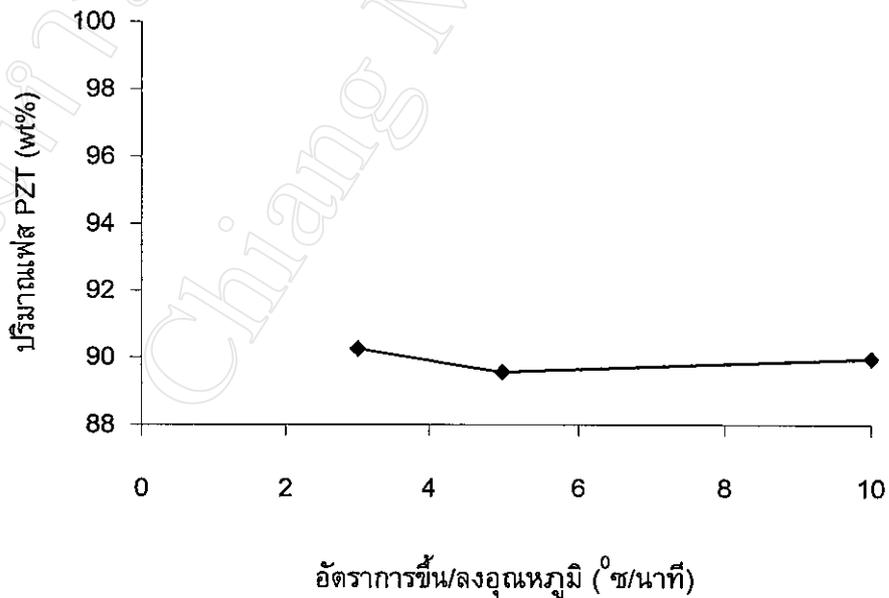
รูปที่ 4.76 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที



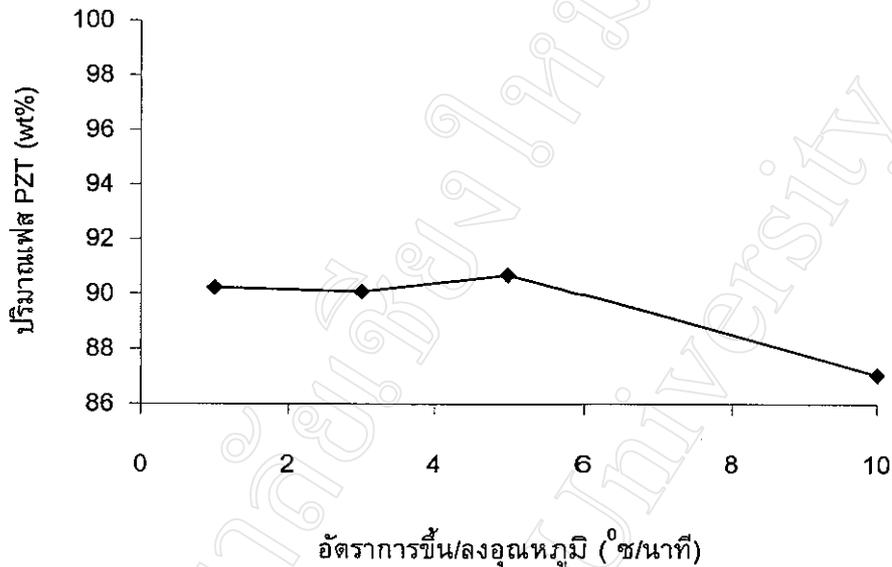
รูปที่ 4.77 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °C ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแตกต่างกัน



รูปที่ 4.78 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



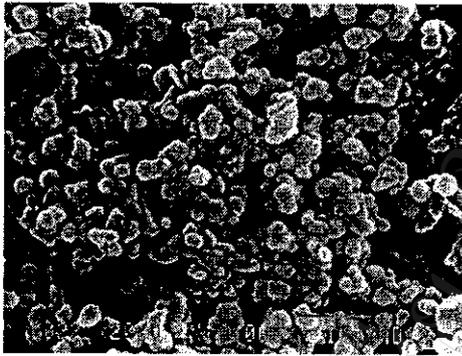
รูปที่ 4.79 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



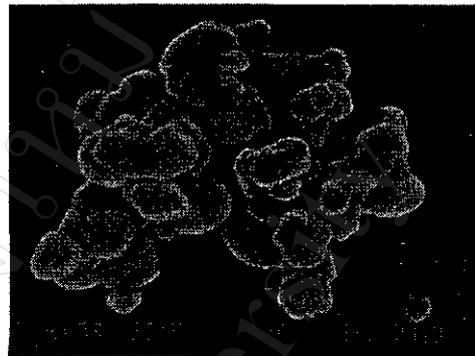
รูปที่ 4.80 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ

#### 4.3.3 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PZT ด้วยกล้อง SEM

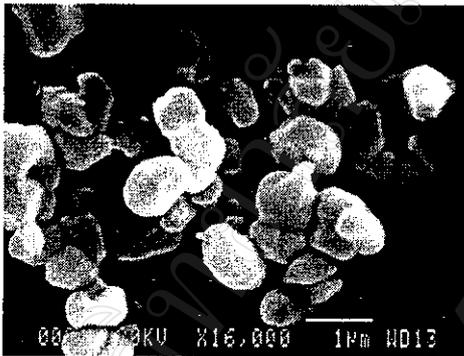
ในขั้นตอนนี้ได้นำผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ มาวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยกล้อง SEM เช่นเดียวกับในกรณีของผง PZ และ PT ดังที่กล่าวไว้ข้างต้น โดยภาพถ่าย SEM ของผง PZT ได้แสดงไว้ดังรูปที่ 4.81(ก-จ) จากรูปจะเห็นได้ว่า ขนาดอนุภาคของผง PZT มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อใช้อุณหภูมิเผาแคลไซน์ที่สูงขึ้น โดยขนาดอนุภาคจะมีค่าอยู่ในช่วง 0.3-1.2  $\mu\text{m}$  เมื่อพิจารณาผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไข อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ ซึ่งเป็นเงื่อนไขที่สามารถเตรียมผง PZT ได้ดีที่สุดในงานวิจัยนี้ พบว่า ผง PZT ที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.6  $\mu\text{m}$



(ก)



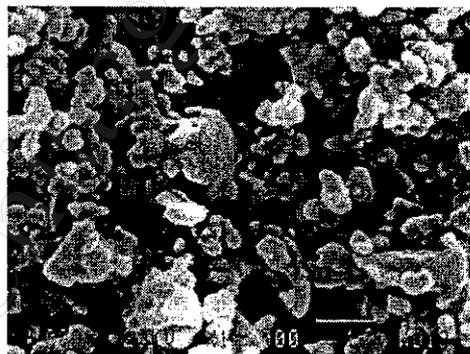
(ข)



(ค)



(ง)

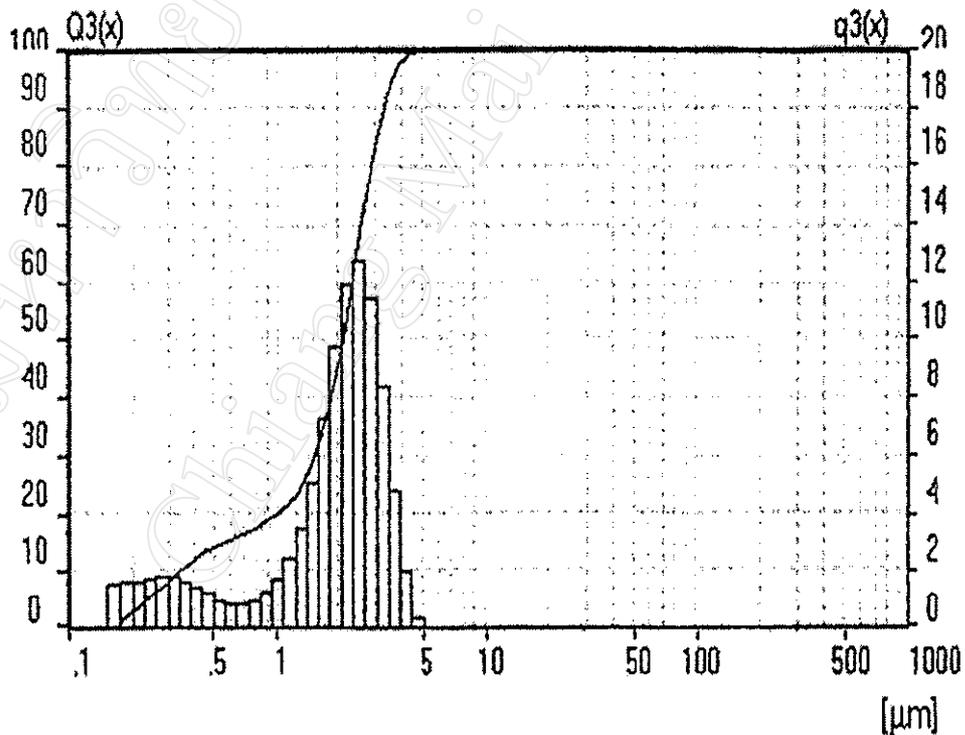


(จ)

รูปที่ 4.81 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ (ก) 600 °ซ (ข) 750 °ซ (ค) 800 °ซ (ง) 900 °ซ และ (จ) กรณีที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์

#### 4.3.4 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PZT

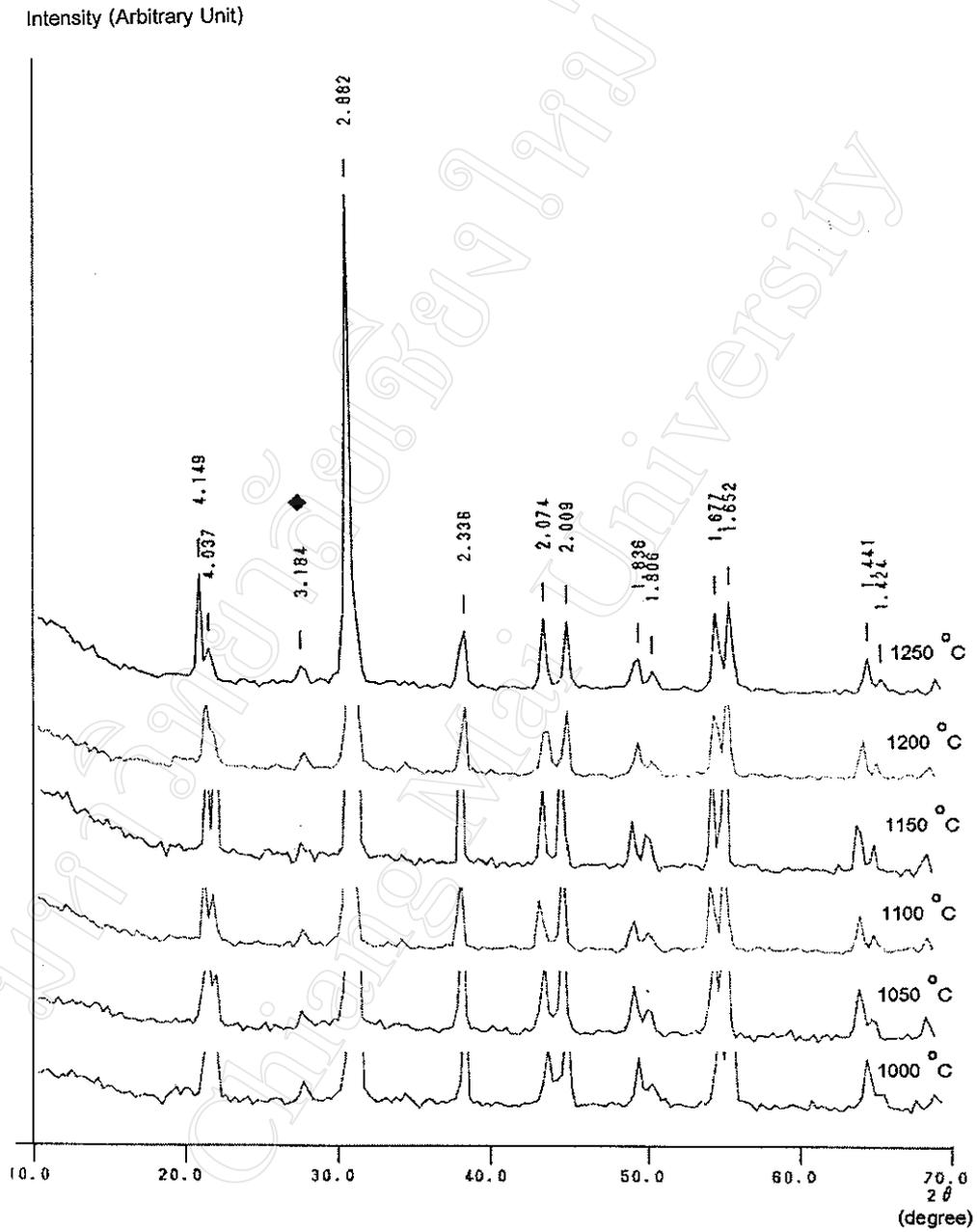
จากการนำผง PZT มาทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง particle size analyzer พบว่า ผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที นั้นมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 0.2-5.0  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 2.0  $\mu\text{m}$  ดังแสดงในรูปที่ 4.82 ซึ่งผลที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคนี้ มีลักษณะที่ไม่สอดคล้องกับผลที่ได้จากภาพถ่าย SEM เช่นเดียวกับในกรณีของผง PZ และ PT ซึ่งเมื่อพิจารณาจากภาพถ่าย SEM (รูปที่ 4.81(ซ)) จะสังเกตได้ว่าอนุภาคของผง PZT นั้นมีการเกาะกลุ่มรวมตัวกันจนทำให้อนุภาคนั้นมีขนาดใหญ่กว่าปกติ



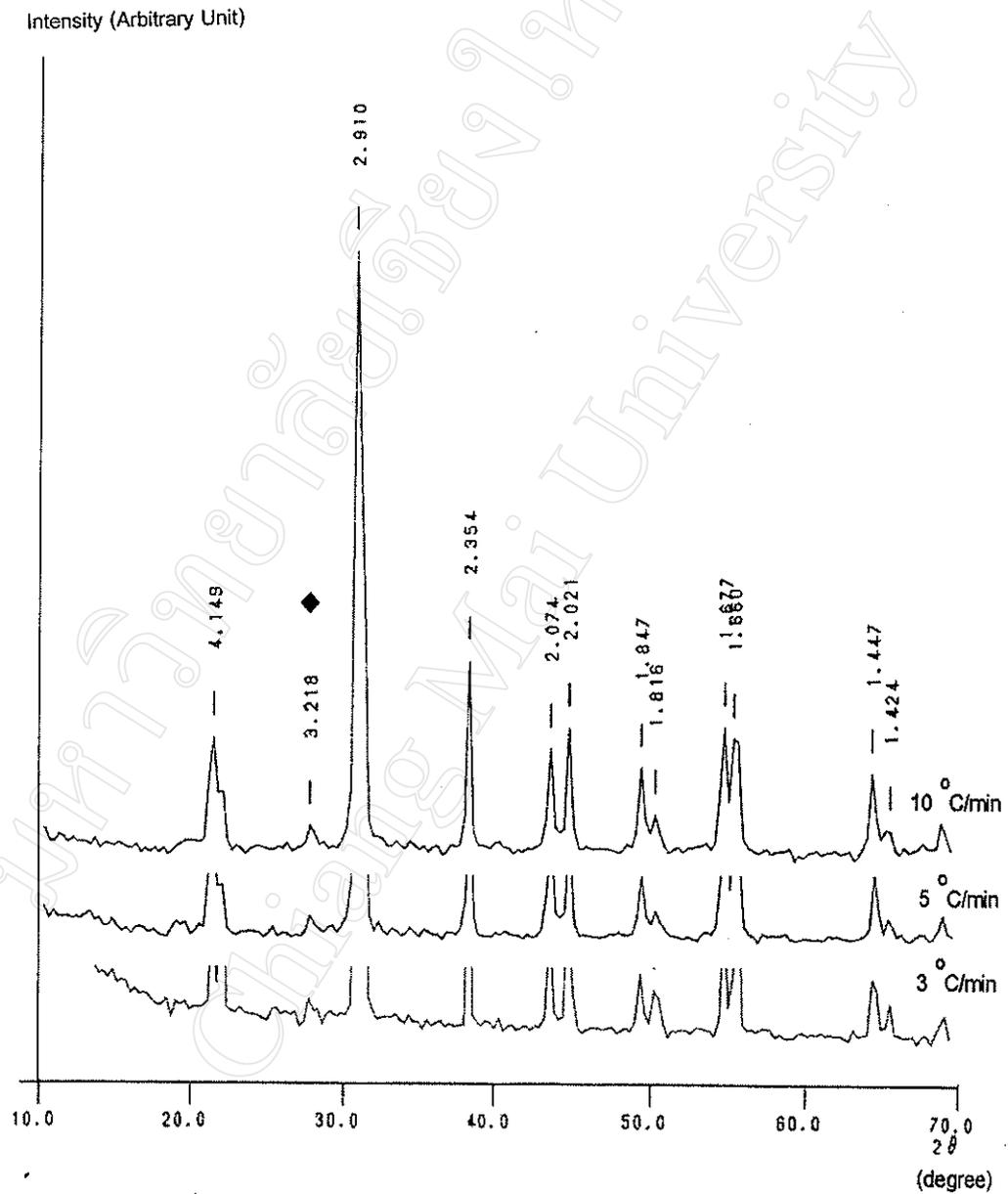
รูปที่ 4.82 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PZT

#### 4.3.5 ผลการวิเคราะห์เซรามิก PZT ด้วยวิธีการ XRD

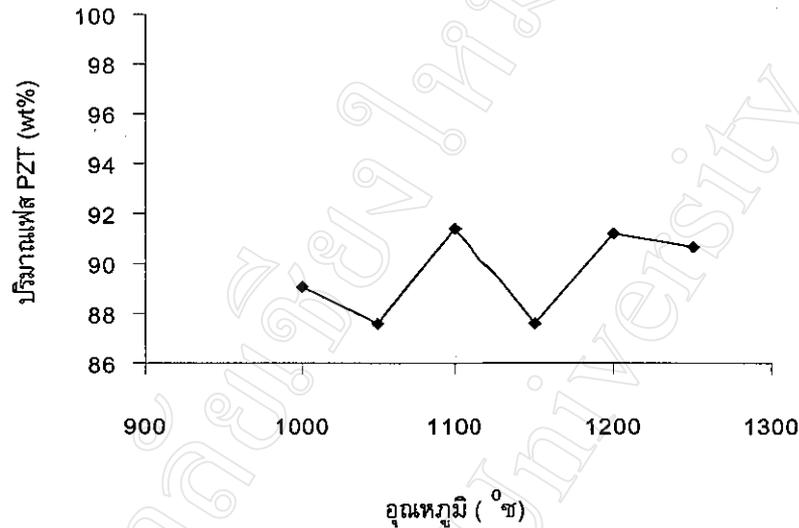
ในขั้นตอนนี้ได้นำเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิซินเตอร์ค่าต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที มาตรวจสอบเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิค XRD ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.83 ซึ่งเมื่อนำเซรามิกเหล่านี้มาหาค่าความหนาแน่น พบว่า เซรามิกที่เผาด้วยอุณหภูมิซินเตอร์ 1150 °ซ มีความหนาแน่นสูงที่สุด ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองเผาซินเตอร์สารต่อที่อุณหภูมิและเวลาเดียวกันนี้ โดยได้ทดลองใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 และ 10 °ซ/นาที แล้วนำมาตรวจสอบเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิค XRD ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.84 จากรูปพบว่า จะมีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นมาปะปนกับเฟสของ PZT ในเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยทุกเงื่อนไขของการเผาที่ใช้ในงานวิจัยนี้ โดยพบปริมาณเฟสของ PZT เกิดขึ้นมากที่สุดในเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1100 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



รูปที่ 4.83 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



รูปที่ 4.84 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1150 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ (◆ หมายถึง unknown)



รูปที่ 4.85 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °C/นาที

#### 4.3.6 ผลการหาค่าความหดตัวของเซรามิก PZT

จากการพิจารณาค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ดังแสดงในตารางที่ 11-13 ซึ่งได้นำเสนอในรูปของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัวกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ (รูปที่ 4.86-4.88) พบว่า ค่าเปอร์เซ็นต์ของการหดตัวทั้ง 3 แบบของเซรามิก PZT มีลักษณะพฤติกรรมที่คล้ายคลึงกันคือ มีค่าเพิ่มขึ้นและลดลง แบบไม่แน่นอนและไม่สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และพบว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1150 °C มีการหดตัวมากที่สุด และเมื่อพิจารณาในกรณีของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเวลาแช่ต่างกัน (รูปที่ 4.87) พบว่า ในกรณีที่พิจารณาตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางและเชิงปริมาตรของเซรามิกนั้น เปอร์เซ็นต์ความหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาในการเผาแช่มากขึ้น ส่วนในกรณีที่พิจารณาตามแนวความหนาพบว่า เปอร์เซ็นต์ความหดตัวกลับมีค่าลดลงเมื่อใช้ระยะเวลาในการเผาแช่มากขึ้น ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเกิดจากการหดตัวในแต่ละทิศทางที่ไม่เท่ากันของเซรามิก และเมื่อพิจารณาในกรณีที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่แตกต่างกัน พบว่า ค่าความหดตัวของเซรามิกมีแนวโน้มลดลงไปในทิศทางเดียวกัน เมื่อใช้อัตราในการขึ้น/ลงอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ค่าสูงขึ้น ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการลดลงของเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแก่เซรามิกโดยรวม จึงทำให้ค่าความหดตัวของเซรามิก PZT นั้นมีค่าลดลง

ตารางที่ 11 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่า  
ต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาที

อุณหภูมิ (°ซ)	ค่าการหดตัวตามแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง* (%)	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา* (%)	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร* (%)
1000	9.92	5.52	23.34
1050	10.15	6.90	24.84
1100	9.69	5.78	23.15
1150	11.33	8.32	27.19
1200	10.20	3.46	22.14
1250	9.64	3.16	18.72

\*ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

ตารางที่ 12 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1100 °ซ  
เป็นเวลาต่างๆ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาที

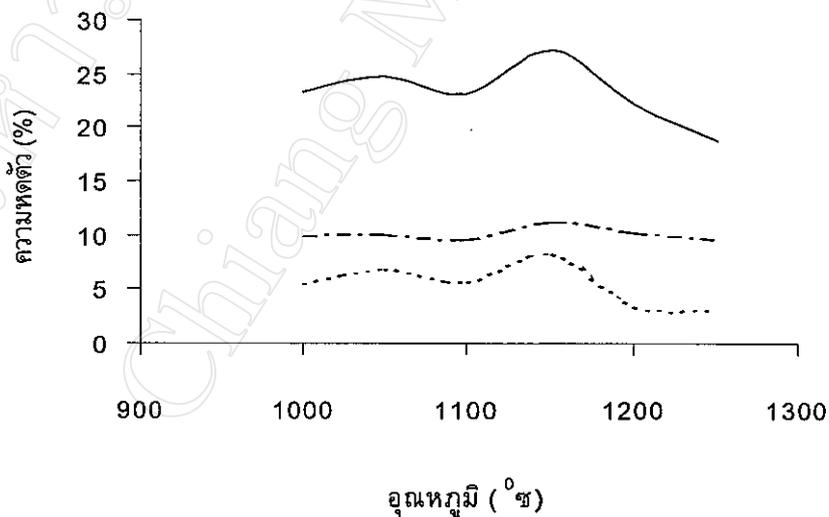
ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	ค่าการหดตัวตามแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง* (%)	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา* (%)	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร* (%)
2	9.69	5.78	23.15
4	10.46	5.07	23.90
6	11.52	4.97	25.60

\*ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

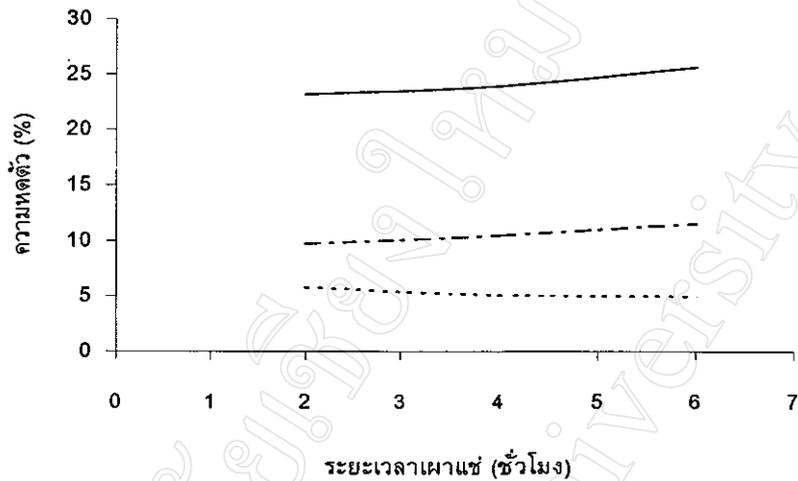
ตารางที่ 13 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ที่ทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1150 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ

อัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ค่าการหดตัวตามแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง*	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา*	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร*
	(%)	(%)	(%)
3	11.33	8.32	27.91
5	11.26	7.17	26.89
10	10.83	4.21	23.11

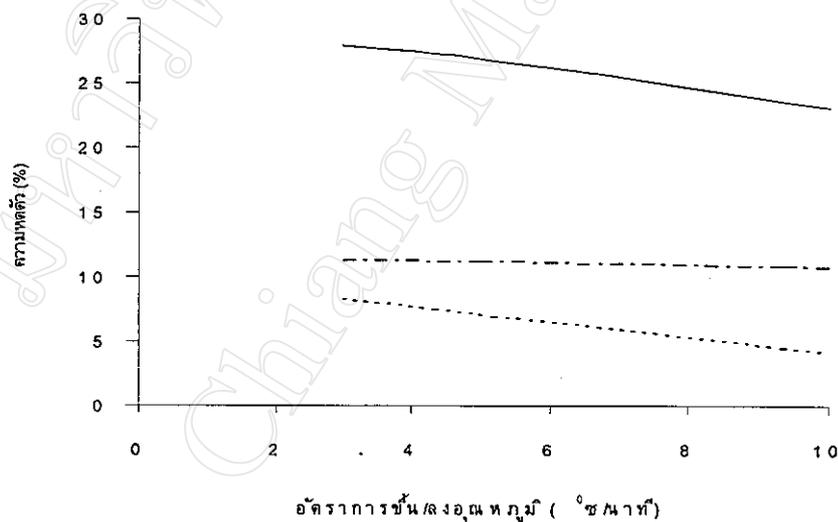
\*ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.86 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (---) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนา และ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZT กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง 3 °ซ/นาที



รูปที่ 4.87 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (.....) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (---) ตามความหนา และ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZT กับระยะเวลาเผาแห้ง เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ  $1100^{\circ}\text{C}$  ด้วยอัตราการขึ้น/ลง  $3^{\circ}\text{C/นาท}$



รูปที่ 4.88 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (.....) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (---) ตามความหนา และ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZT กับอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ  $1150^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

#### 4.3.7 ผลการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT

ผลของการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT นั้นได้แสดงไว้ดังตารางที่ 14-16 และเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 4.89-4.91 จากผลที่ได้จะเห็นได้ว่า เปอร์เซนต์น้ำหนักที่สูญหายของเซรามิกมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่สูงขึ้น และเมื่อพิจารณาในกรณีที่เผาแซ่เป็นเวลานานต่างกัน (รูปที่ 4.90) พบว่า เปอร์เซนต์น้ำหนักที่สูญหายมีค่าลดลงเมื่อใช้ระยะเวลาที่ใช้ในการเผานานขึ้น ส่วนในกรณีที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิในการเผาต่างกัน (รูปที่ 4.91) นั้น พบว่า ผลที่ได้นั้นมีค่าไม่แน่นอน ซึ่งจากการทดลองที่ได้ จะเห็นได้ว่า เซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ /นาทึ มีการสูญเสียน้ำหนักมากกว่า ซึ่งในสองกรณีนี้คาดว่าน่าจะเป็นอิทธิพลที่มาจากการใช้แผ่นอลูมินารองขึ้นสารตัวอย่างในกระบวนการเผาซ้ำหลายครั้งเช่นเดียวกับในกรณีของการเตรียมเซรามิก PZ และ PT ดังที่กล่าวมา

ตารางที่ 14 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาทึ

อุณหภูมิ (°ซ)	ค่าน้ำหนักที่สูญหาย (%)
1000	2.84
1050	3.77
1100	5.63
1150	4.25
1200	7.72
1250	12.52

ค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

ตารางที่ 15 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1100°C ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3°C/นาที โดยมีระยะเวลาเผาแช่นานต่างกัน

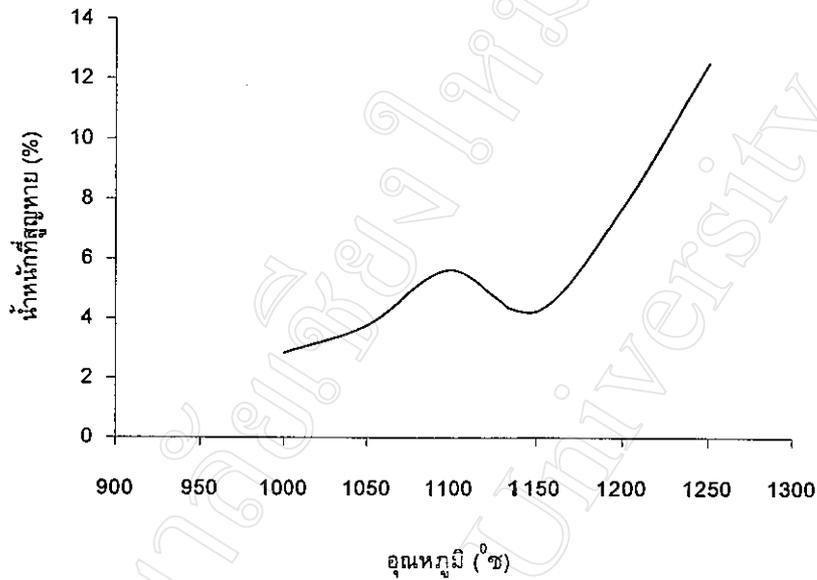
ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	ค่าน้ำหนักที่สูญหาย (%)
2	5.63
4	5.36
6	4.89

ค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

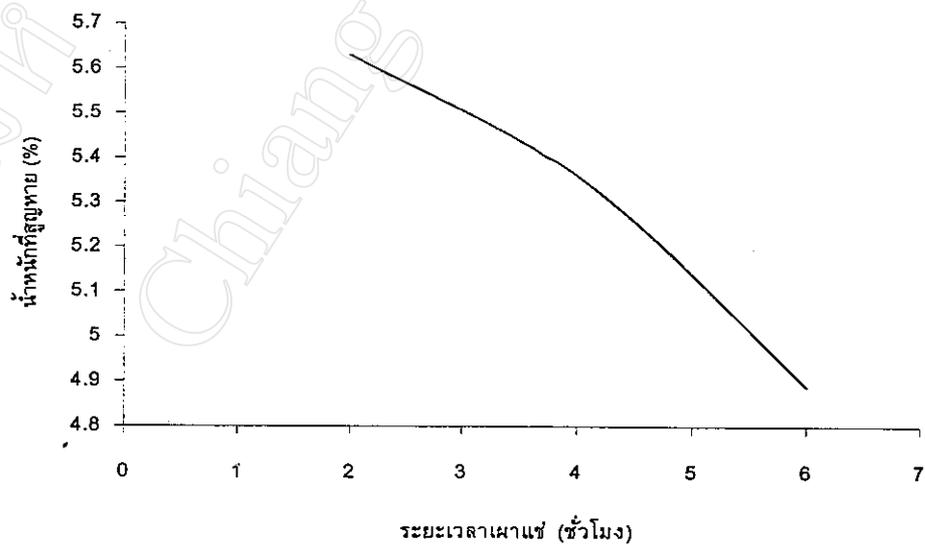
ตารางที่ 16 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1150°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างกัน

อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (°C/นาที)	ค่าน้ำหนักที่สูญหาย (%)
3	4.25
5	5.31
10	4.95

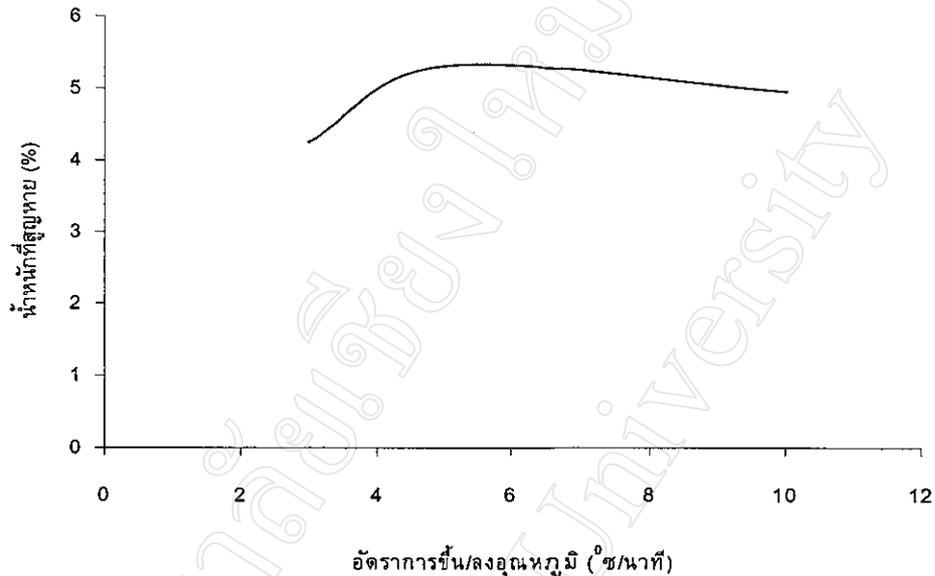
ค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.89 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญหายกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ PZT เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.90 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญหายกับเวลาเผาที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ PZT ด้วยอุณหภูมิ 1100°C ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.91 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญหายกับอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิจที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ PZT ด้วยอุณหภูมิจ 1150°ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

#### 4.3.8 ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT

ผลของค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ได้แสดงไว้ดังตารางที่ 17-19 และสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก กับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.92-4.94 ซึ่งจากรูป 4.92 จะเห็นได้ว่า เมื่ออุณหภูมิจที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เปลี่ยนแปลงไป จะส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT นั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงด้วย โดยการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นนั้นมีความไม่แน่นอนและเมื่ออุณหภูมิจที่ใช้ในการเผาสูงขึ้น จะทำให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิกนั้นมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้คาดว่าอาจจะเกิดจากการที่ใช้อุณหภูมิจในการเผาสูงเกินไป จนอาจทำให้เกิดการหลอมรวมกันของอนุภาค ซึ่งหากอนุภาคที่เกิดหลอมรวมกันนั้นไม่ได้เข้าไปแทรกในโพรงจนเต็ม ก็จะทำให้เซรามิกมีรูพรุนหลงเหลืออยู่และอาจทำให้มีความหนาแน่นลดลง เมื่อพิจารณาถึงอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ (รูปที่ 4.93) ที่มีต่อค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT พบว่า เมื่อใช้เวลาในการเผาซินเตอร์นานขึ้นจะทำให้เซรามิกที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบอีกว่า ค่าความหนาแน่นของเซรามิกจะมีแนวโน้มลดลงเมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิจที่สูงขึ้น (รูปที่ 4.94)

ตารางที่ 17 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่าง ๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

อุณหภูมิ (°ซ)	ความหนาแน่นจากการแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (%)	ความหนาแน่นจากการวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (%)
1000	6.85	85.56	6.72	83.94
1050	6.92	86.44	6.83	85.28
1100	6.70	83.69	6.43	80.35
1150	7.15	89.31	6.95	86.79
1200	6.82	85.19	6.70	83.69
1250	6.40	79.94	6.04	75.48

\*ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

ตารางที่ 18 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1100 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้เวลาในการเผาเซรามิกต่างกัน

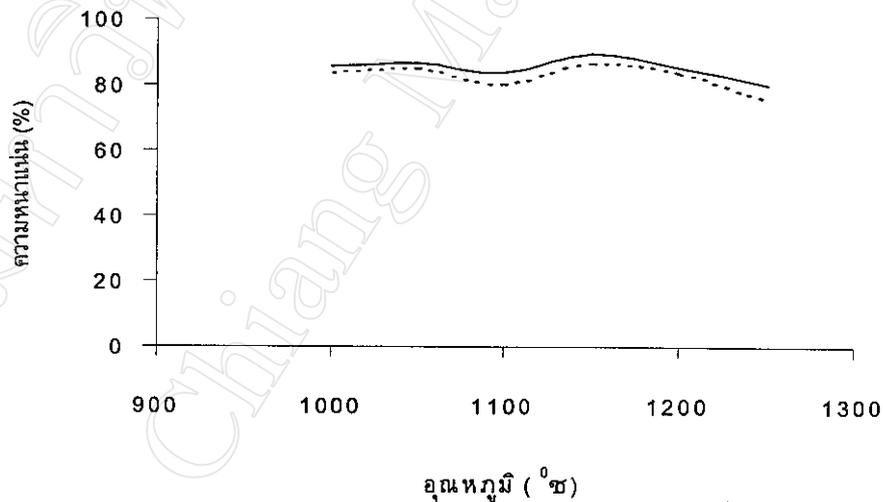
ระยะเวลาเผา (ชั่วโมง)	ความหนาแน่นจากการแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (%)	ความหนาแน่นจากการวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (%)
2	6.70	83.69	6.43	80.35
4	6.94	86.68	6.75	84.28
6	7.02	87.68	7.03	87.70

\*ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

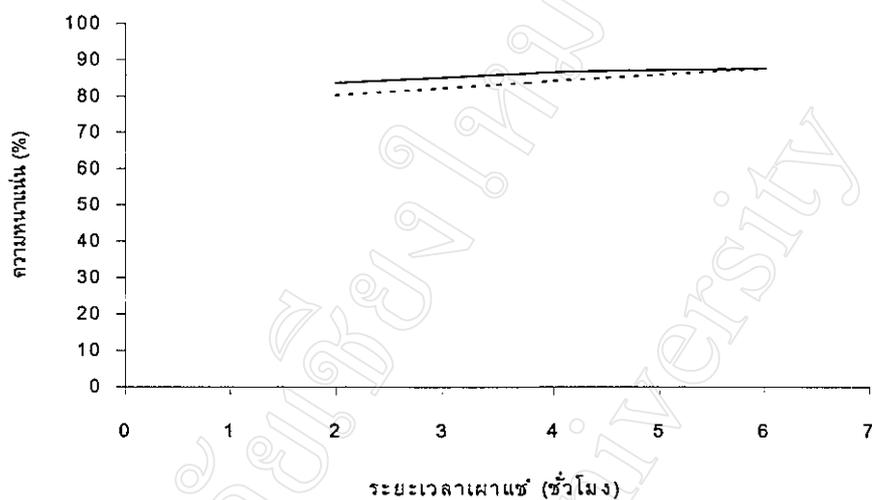
ตารางที่ 19 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1150 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ

อัตราการขึ้น/ ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ความหนาแน่น จากการแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนา แน่นสัมพัทธ์* (%)	ความหนาแน่นจาก การวัดสัดส่วนทาง เรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนา แน่นสัมพัทธ์*
3	7.15	89.31	6.95	86.79
5	7.16	89.43	7.10	88.69
10	7.09	88.56	6.96	86.90

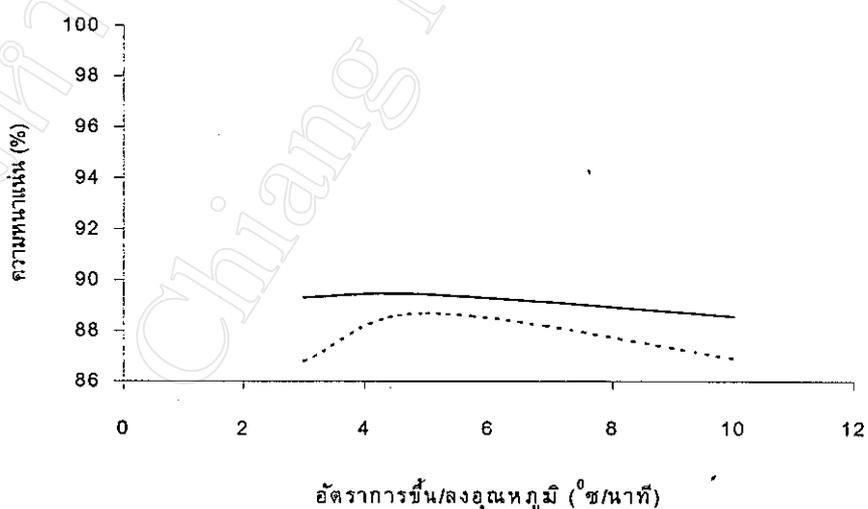
\*ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.92 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำและ (-----) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมงด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



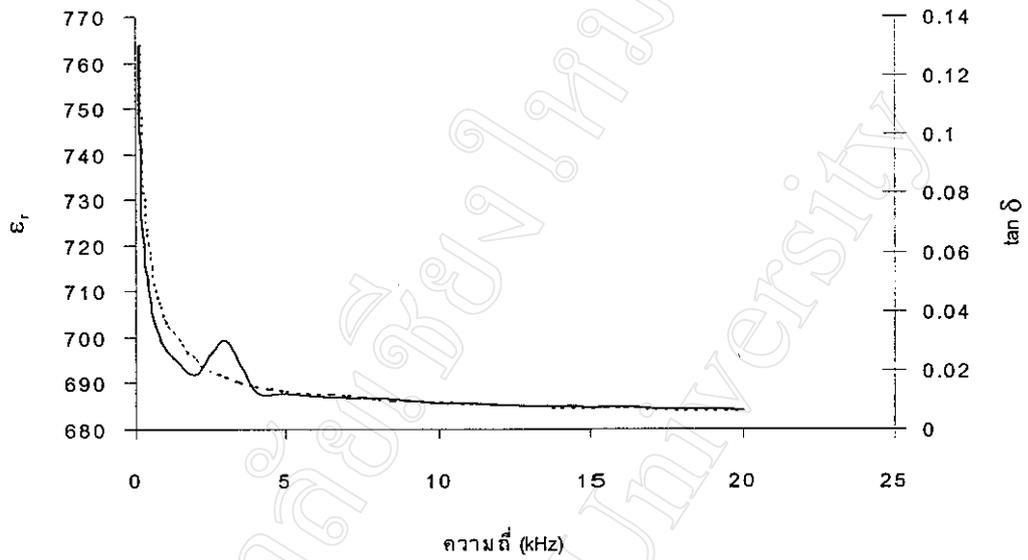
รูปที่ 4.93 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำและ (---) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต กับระยะเวลาเผาแซ่ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1100 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้เวลาในการเผาแซ่ต่างกัน



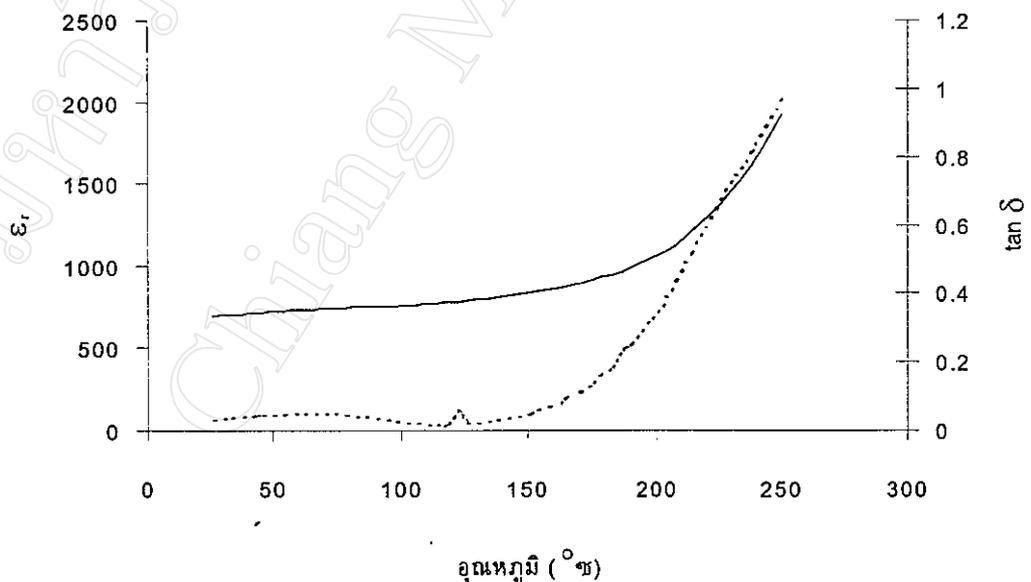
รูปที่ 4.94 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำและ (---) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต กับอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ใช้ เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 1150 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

#### 4.3.9 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZT

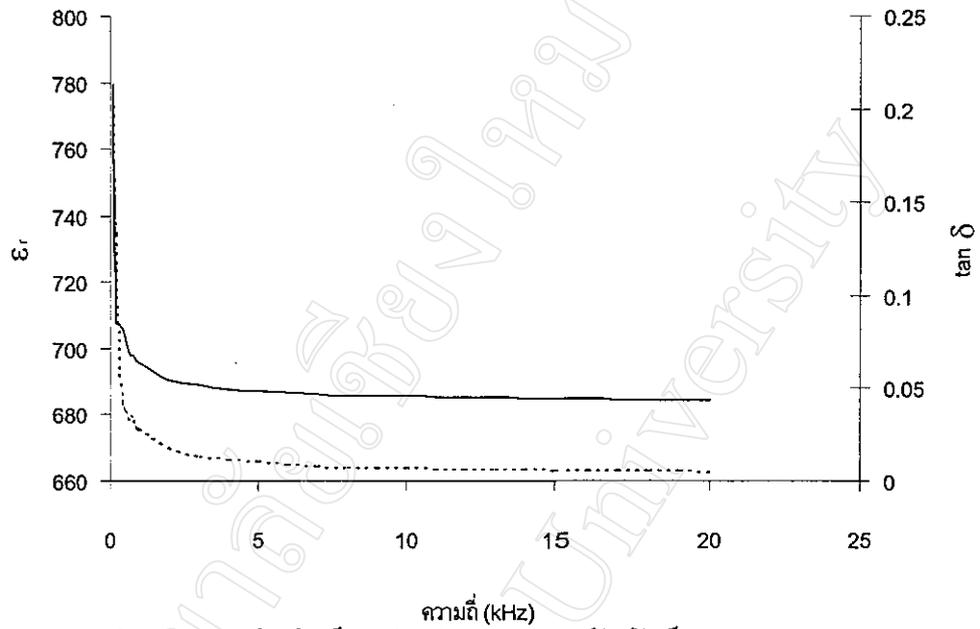
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZT เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ โดยในกรณีที่วัดเทียบกับอุณหภูมินั้น จะทำการศึกษาถึงอิทธิพลของค่าความหนาแน่นที่มีต่อพฤติกรรมของค่าไดอิเล็กตริก เช่นเดียวกับในกรณีของเซรามิก PZ และ PT ดังที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 4.1.8 และ 4.2.7 ตามลำดับ โดยได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.95-4.104 จากรูปจะเห็นได้ว่า ผลที่ได้นั้นมีความสอดคล้องกับในกรณีของเซรามิก PZ และ PT กล่าวคือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกนั้นมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มความถี่ให้สูงขึ้น และเมื่อตรวจสอบพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงเทียบกับอุณหภูมิพบว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZT มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย นอกจากนี้เมื่อทำการตรวจสอบสมบัติดังกล่าวโดยเปรียบเทียบจากเซรามิกที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์แตกต่างกัน พบว่า เซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่าจะมีสมบัติทางไดอิเล็กตริกที่ดีกว่า โดยมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่สูงกว่า



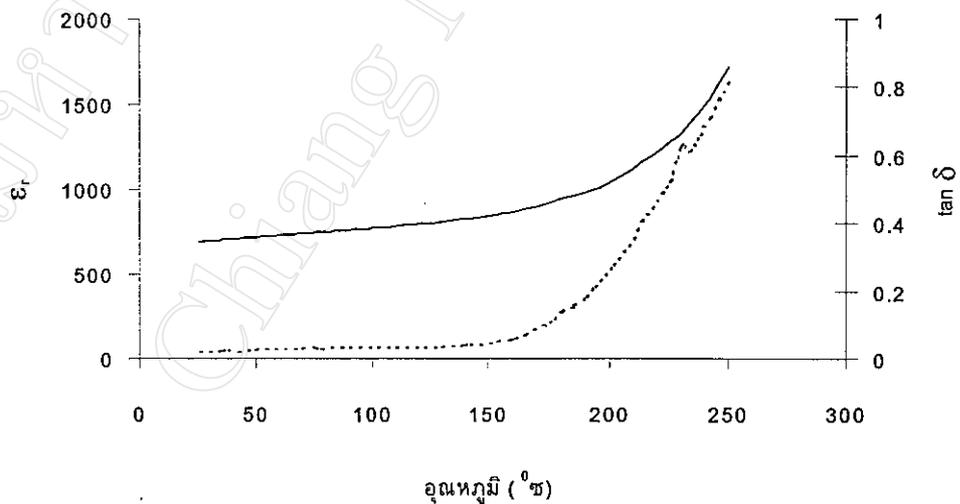
รูปที่ 4.95 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 89.43%



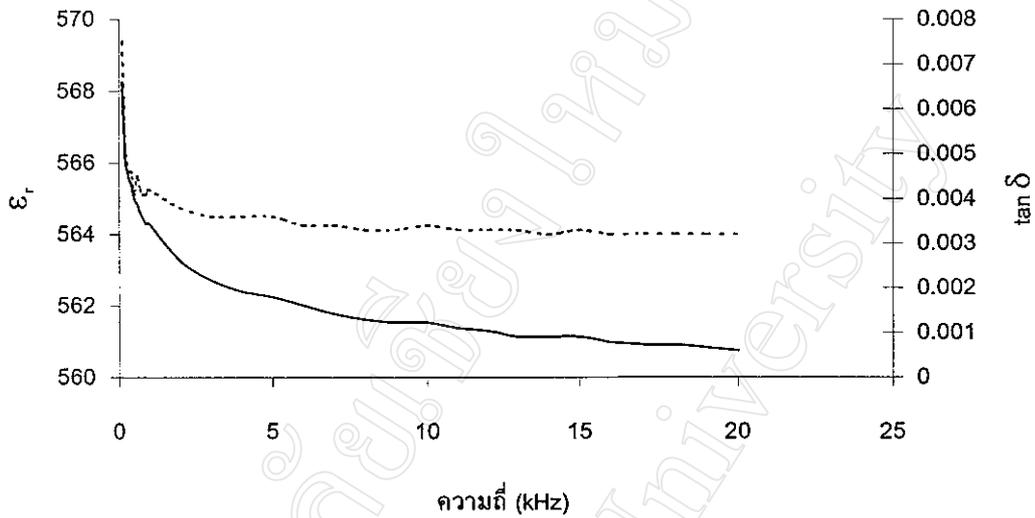
รูปที่ 4.96 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 89.43%



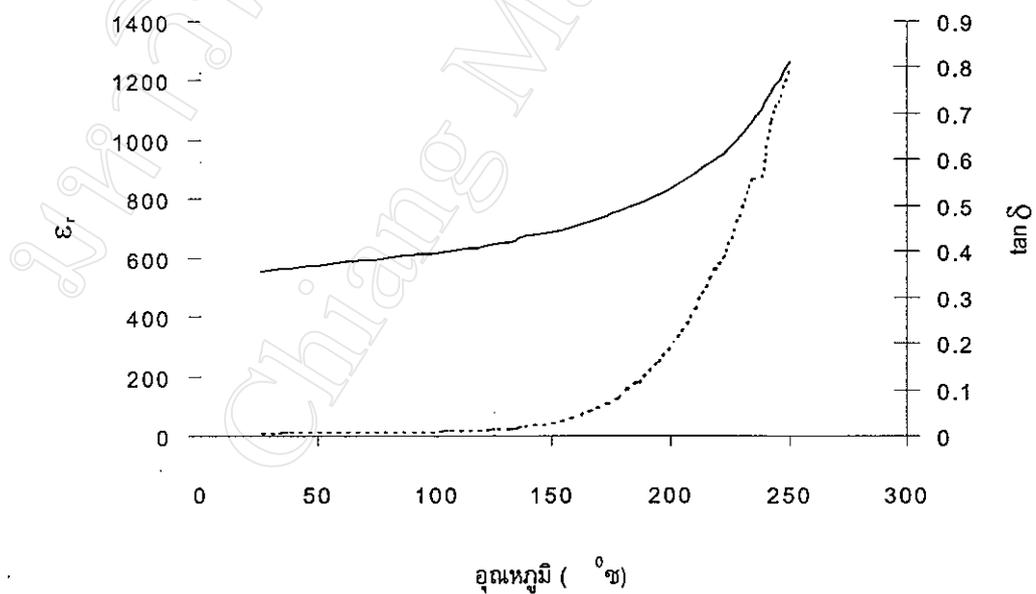
รูปที่ 4.97 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ( — ) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 87.68%



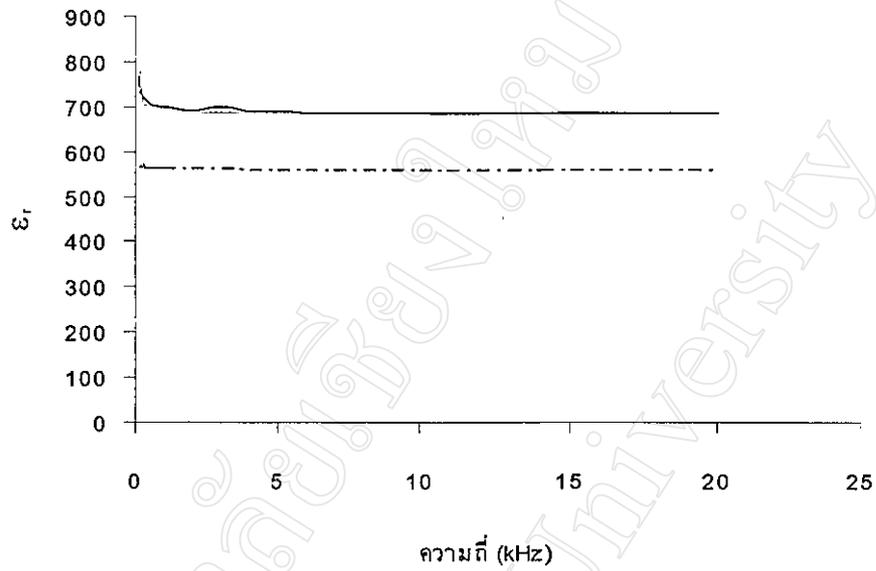
รูปที่ 4.98 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ( — ) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอณุมุมของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 87.68%



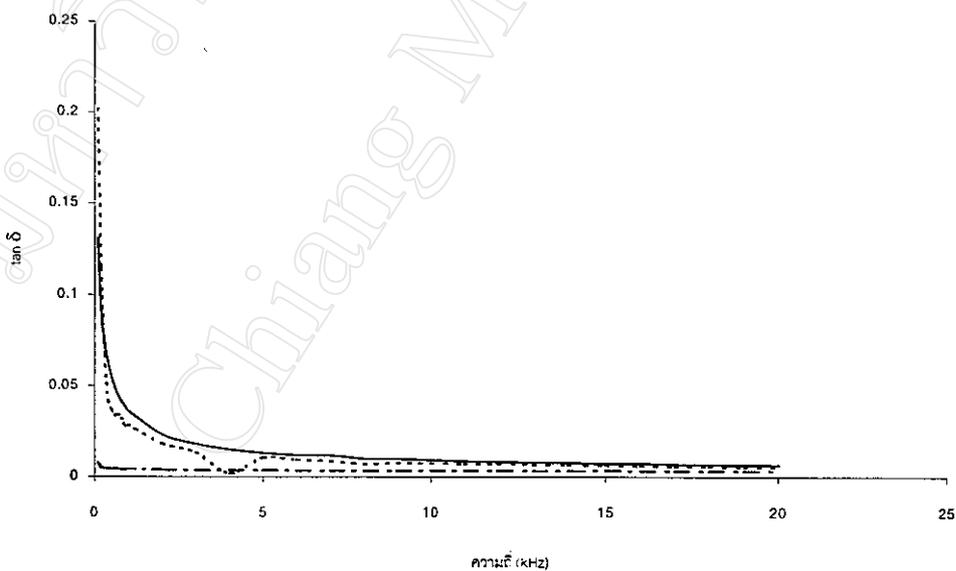
รูปที่ 4.99 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (---) กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 79.94%



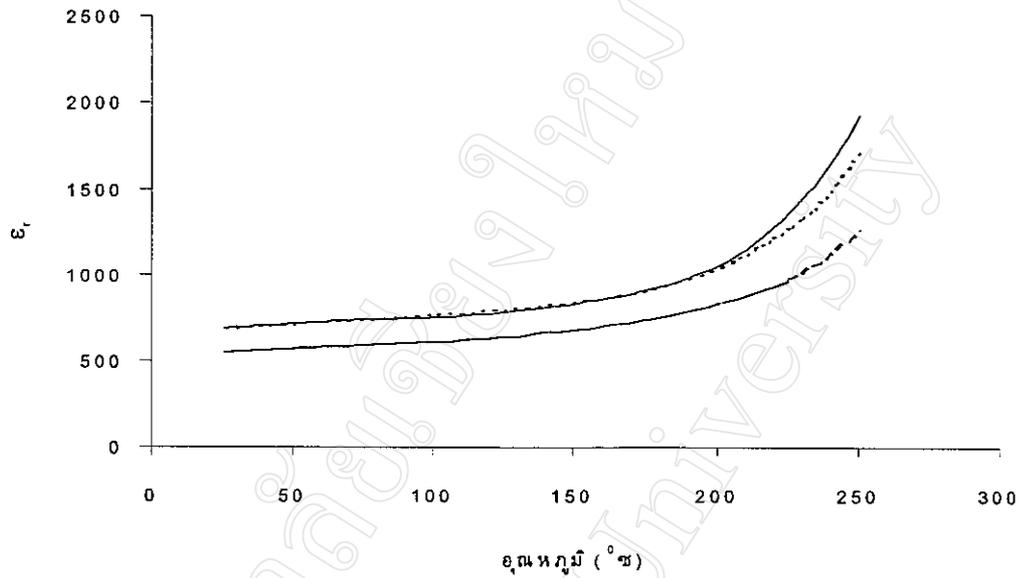
รูปที่ 4.100 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (---) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 79.94%



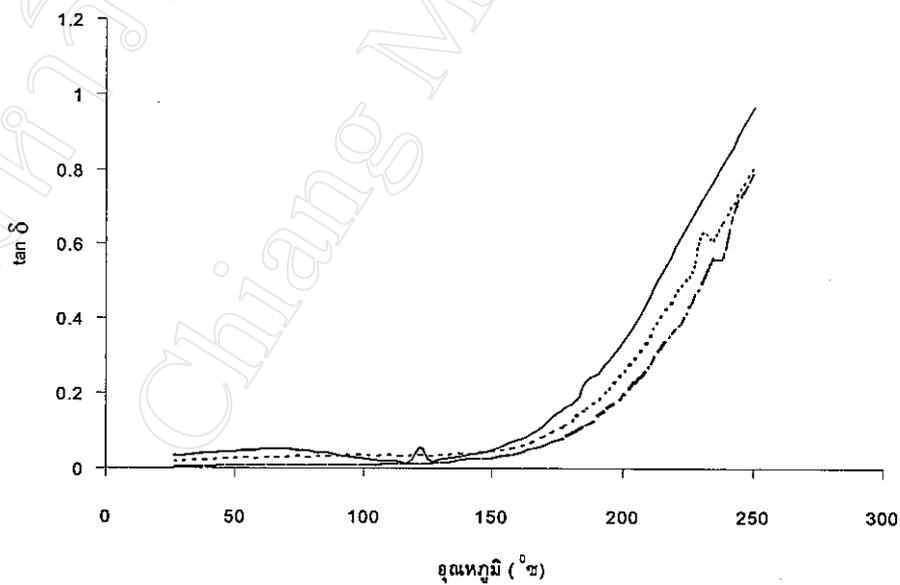
รูปที่ 4.101 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพันธ์ (—) 89.43% (-----) 87.68% และ (.....) 79.94%



รูปที่ 4.102 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพันธ์ (—) 89.43% (-----) 87.68% และ (.....) 79.94%



รูปที่ 4.103 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์กับอุณหภูมิจากเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (—) 89.43% (-----) 87.68% และ (.....) 79.94%



รูปที่ 4.104 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิจากเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (—) 89.43% (-----) 87.68% และ (.....) 79.94%

#### 4.3.10 โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT

ในขั้นตอนนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT โดยได้เลือกถ่ายที่ผิวของเซรามิกที่ผ่านการขัดแล้วกับบริเวณที่เป็นรอยแตกหัก ดังภาพถ่าย SEM แสดงในรูปที่ 4.105(ก-ค) ซึ่งจากรูปจะเห็นได้ว่า เซรามิกที่มีความหนาแน่นที่แตกต่างกันจะมีลักษณะการยึดเกาะของเกรนที่แตกต่างกัน โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า จะมีลักษณะของการยึดเกาะกันของเกรนที่แน่นกว่า และมีขนาดของเกรนที่โตกว่า ส่วนในกรณีของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงมาก ๆ นั้น จะพบว่าเกิดการหลอมรวมตัวของเกรนภายในเซรามิกขึ้น (รูปที่ 4.105(ง)) นอกจากนี้ยังพบการเกิดเกรนโตแบบผิดปกติเช่นเดียวกับในกรณีของเซรามิก PZ อีกด้วย



(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

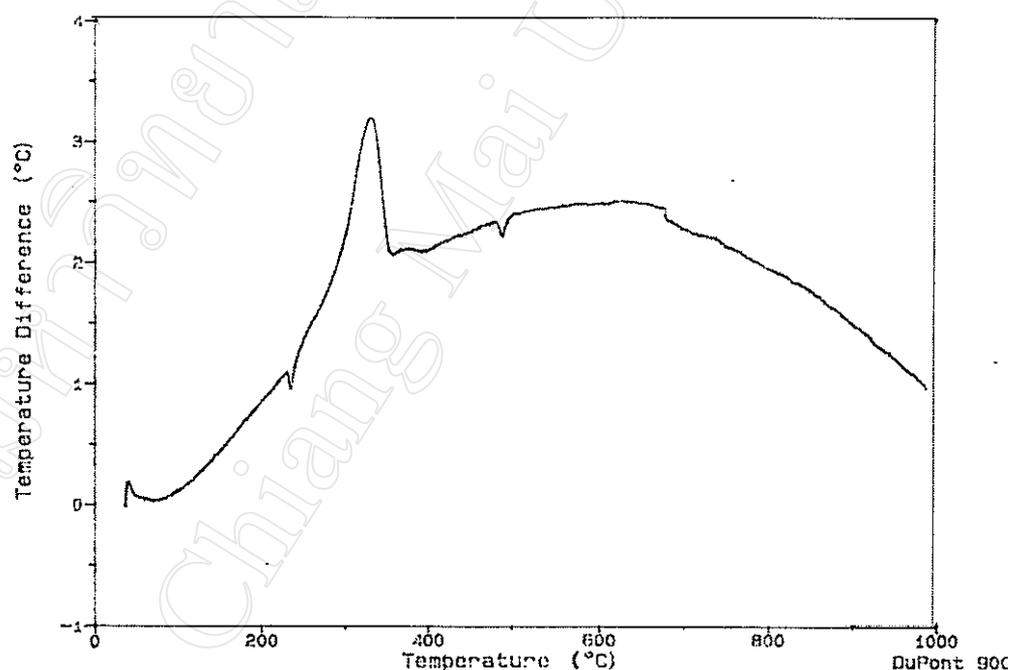
รูปที่ 4.105 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์

(ก) 89.43% (ข) 87.68% (ค) และ (ง) 79.94%

#### 4.4 ผลการวิเคราะห์ผงของสารตัวอย่าง PZT ที่เตรียมด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบตัดแปลง

##### 4.4.1 ผลการวิเคราะห์ผง PZT ด้วยเทคนิค DTA

ผลการวิเคราะห์ผงของสารผสมที่เตรียมด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบตัดแปลงโดยการใช้สาร PZ และ PT เป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิค DTA พบว่ามีช่วงการเปลี่ยนแปลงของพีคเกิดขึ้นสองช่วง เช่นเดียวกับในกรณี PZT ที่เตรียมโดยวิธีแบบดั้งเดิม โดยพีคแรกอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 450 °ซ ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากการหลุดออกไปของสารอินทรีย์ และพีคที่สองอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 700-800 °ซ ซึ่งคาดว่าน่าจะเกิดจากการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่าง ซึ่งผลการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมระหว่างผง PZ และ PT ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.106



รูปที่ 4.106 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมระหว่าง PZ และ PT

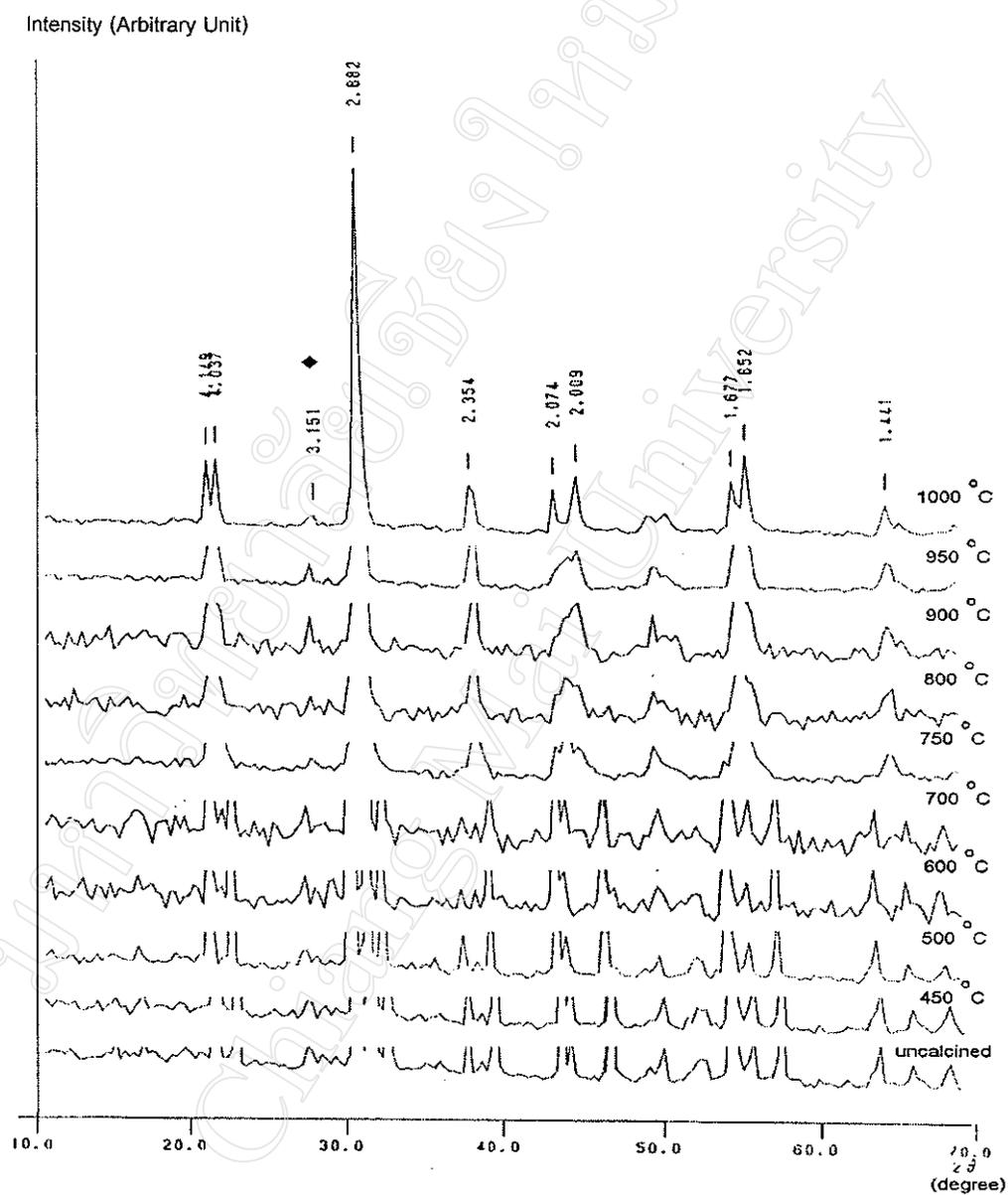
#### 4.4.2 ผลการวิเคราะห์ผง PZT ด้วยวิธีการ XRD

ในขั้นตอนนี้ ได้นำผง PZ และ PT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาที จากตอนที่ 4.1.2 และ 4.2.2 มาผสมบดย่อยแบบ ball-milling จากนั้นจึงนำส่วนผสมที่ได้มาทำการเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 450-1000 °ซ ซึ่งจากการตรวจวิเคราะห์การเกิดเฟสด้วยวิธีการ XRD ได้ผลดังแสดงในรูป 4.107-4.4.112

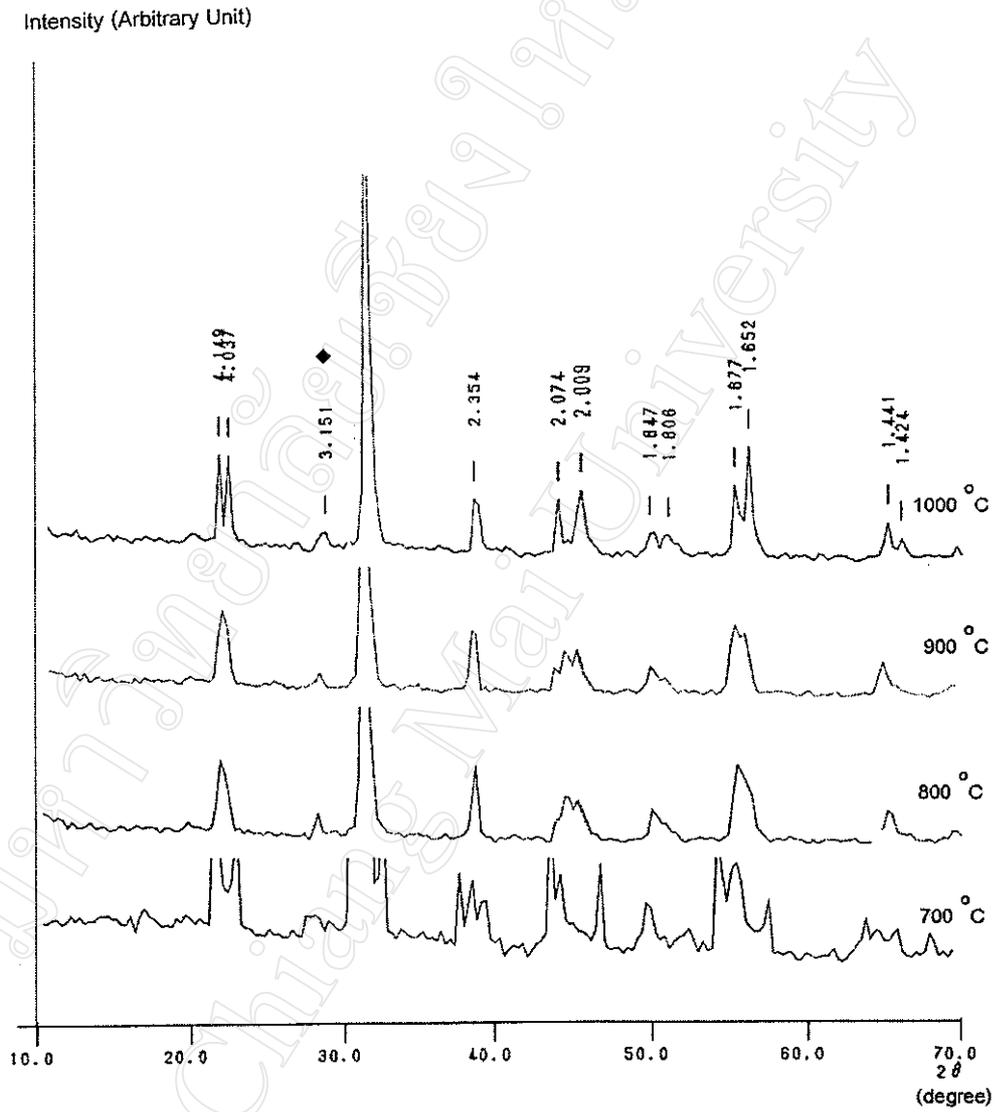
จากรูป พบว่า เฟส PZT จะเริ่มปรากฏในสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 750 °ซ ขึ้นไป โดยจะมีเฟสแปลกปลอมปะปนอยู่ด้วย จากนั้นจึงทดลองเพิ่มเวลาที่ใช้ในการเผาแคลไซน์เป็น 4 ชั่วโมง แล้วทำการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD พบว่า มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.108

จากการคำนวณปริมาณเฟส PZT ที่เกิดขึ้นด้วยสมการ (3.6) พบว่า สารที่เผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 700 และ 1000 °ซ นั้น ไม่สามารถนำข้อมูล XRD มาคำนวณหาปริมาณเฟส PZT ที่เกิดขึ้นได้ เนื่องจากยังมีเฟสแปลกปลอมจำนวนมากปะปนอยู่กับเฟสของ PZT ส่วนสารที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิ 800 และ 900 °ซ นั้น จะมีปริมาณเฟส PZT เกิดขึ้นประมาณ 89.60% และ 91.47% ตามลำดับ เนื่องจากอุณหภูมิแคลไซน์ 900 °ซ เป็นเงื่อนไขที่ให้ปริมาณเฟส PZT ที่สูงที่สุดในงานวิจัยนี้ จึงได้ทำการทดลองเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการเผาแคลไซน์และตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD ได้ผลดังแสดงในรูป 4.109 ซึ่งจากรูปพบว่า ในทุกเงื่อนไขที่ใช้ทำการทดลองจะพบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นปะปนกับเฟสของ PZT เสมอโดยสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะมีปริมาณเฟสของ PZT เกิดขึ้นมากที่สุด

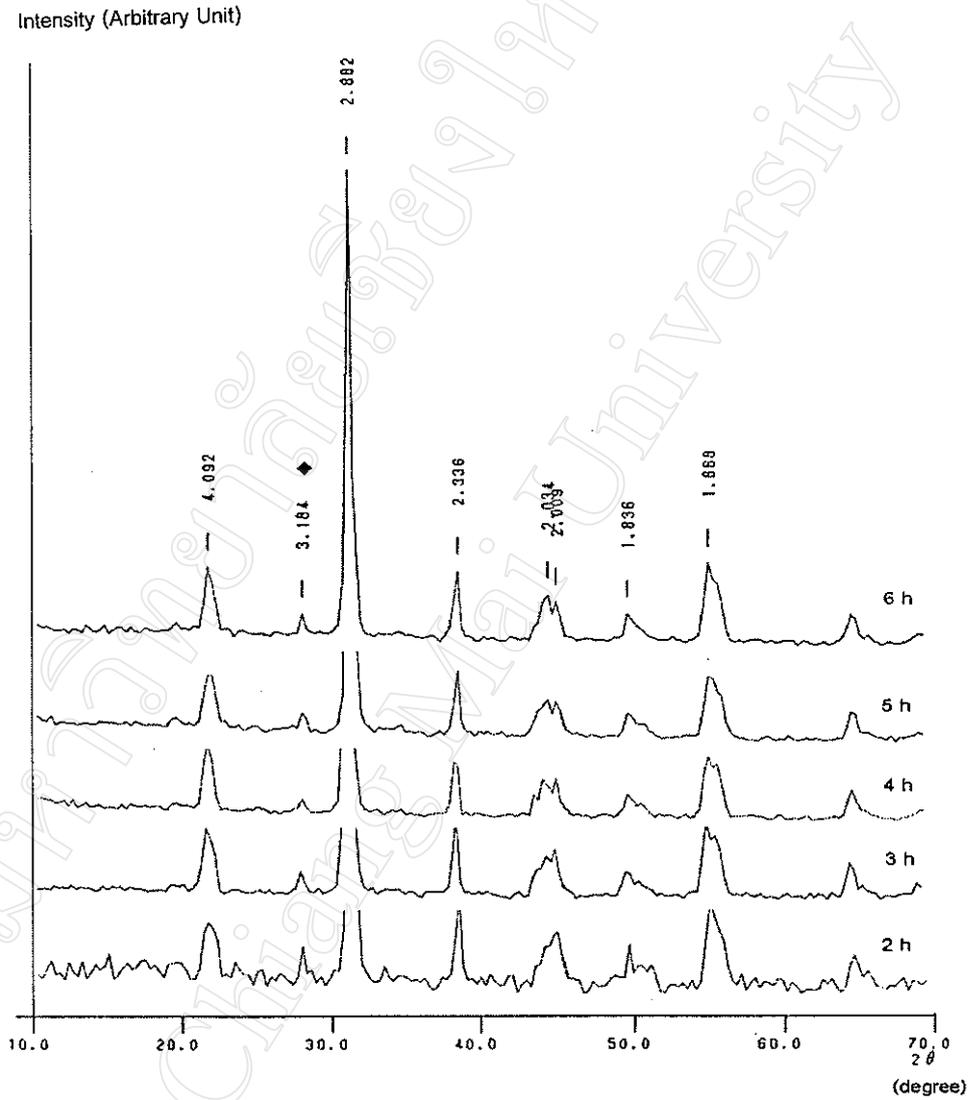
และเมื่อทำการศึกษาถึง อิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PZT โดยทำการเผาแคลไซน์สารผสมในช่วงอุณหภูมิ 800-1000 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 5 และ 10 °ซ/นาที สามารถแสดงผลได้ดังรูปที่ 4.110-4.112 จากรูปพบว่า เมื่อทำการเผาแคลไซน์สารผสม PZT ที่อุณหภูมิ 800 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ นั้น พบว่า ปริมาณเฟสของ PZT ที่เกิดขึ้นมีค่าใกล้เคียงกันมาก โดยในกรณีของสารที่เผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ นั้น การเปลี่ยนแปลงอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแทบจะไม่มีผลต่อปริมาณการเกิดเฟสของ PZT เลย ส่วนในกรณีที่เผาด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ พบว่า เมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างๆ สารที่ได้จะมีปริมาณเฟสของ PZT ลดลง ซึ่งคาดว่าอาจจะเกิดจากช่วงเวลาในการเผานั้นเร็วเกินไป จนทำให้ช่วงเวลาที่ใช้ในการเกิดเฟส PZT นั้นน้อยไปด้วย ทำให้เกิดปริมาณเฟส PZT น้อยกว่า และในกรณีที่เผาที่ 1000 °ซ เมื่อให้อัตราการขึ้น/ลงเป็น 3 °ซ/นาที นั้น ไม่สามารถคำนวณหาปริมาณเฟส PZT ที่เกิดขึ้นได้ เนื่องจากมีเฟสที่เกิดขึ้นมากกว่า 2 ชนิด และเมื่อเพิ่มอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 5 และ 10 °ซ/นาที พบว่าปริมาณเฟส PZT ที่ได้ นั้นมีค่าลดลงจาก 89.27% เป็น 87.54% ตามลำดับ



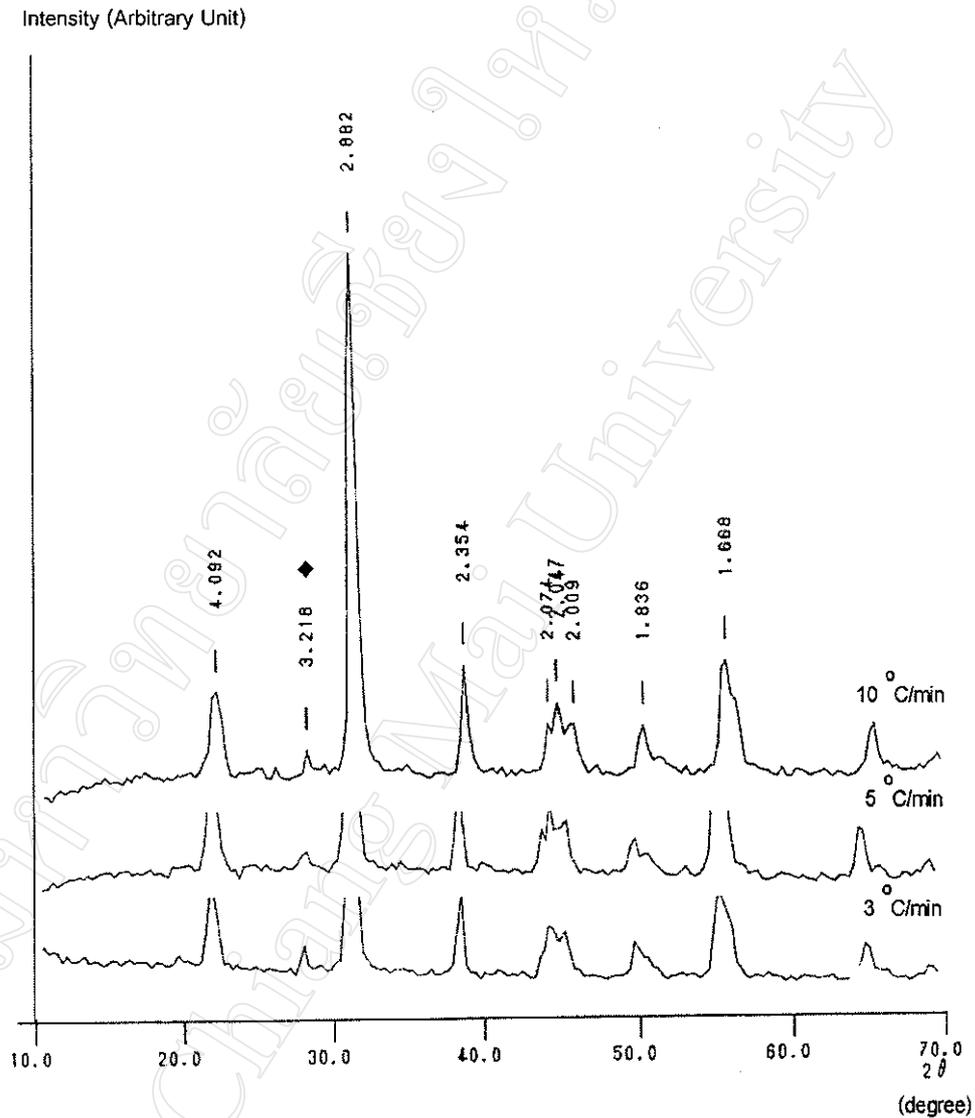
รูปที่ 4.107 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผิวนำ PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



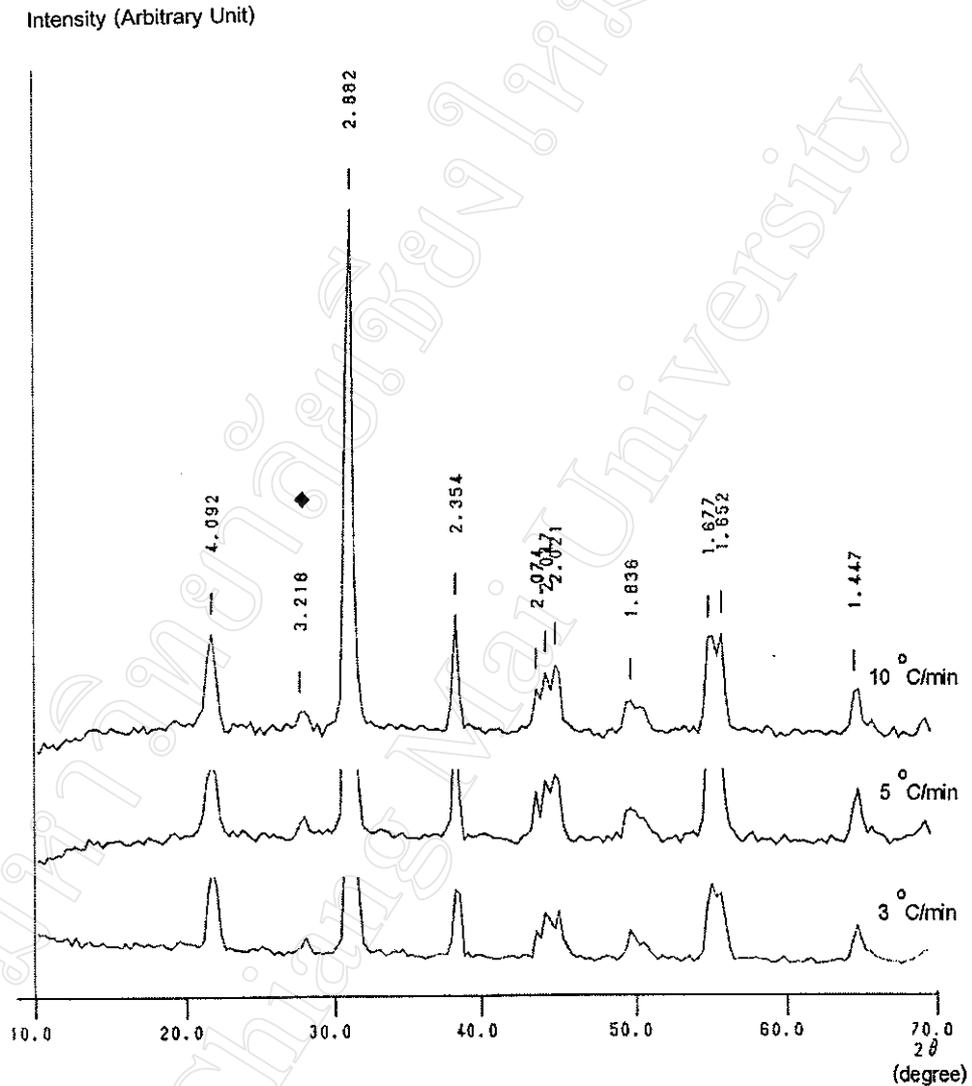
รูปที่ 4.108 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผิวนำ PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



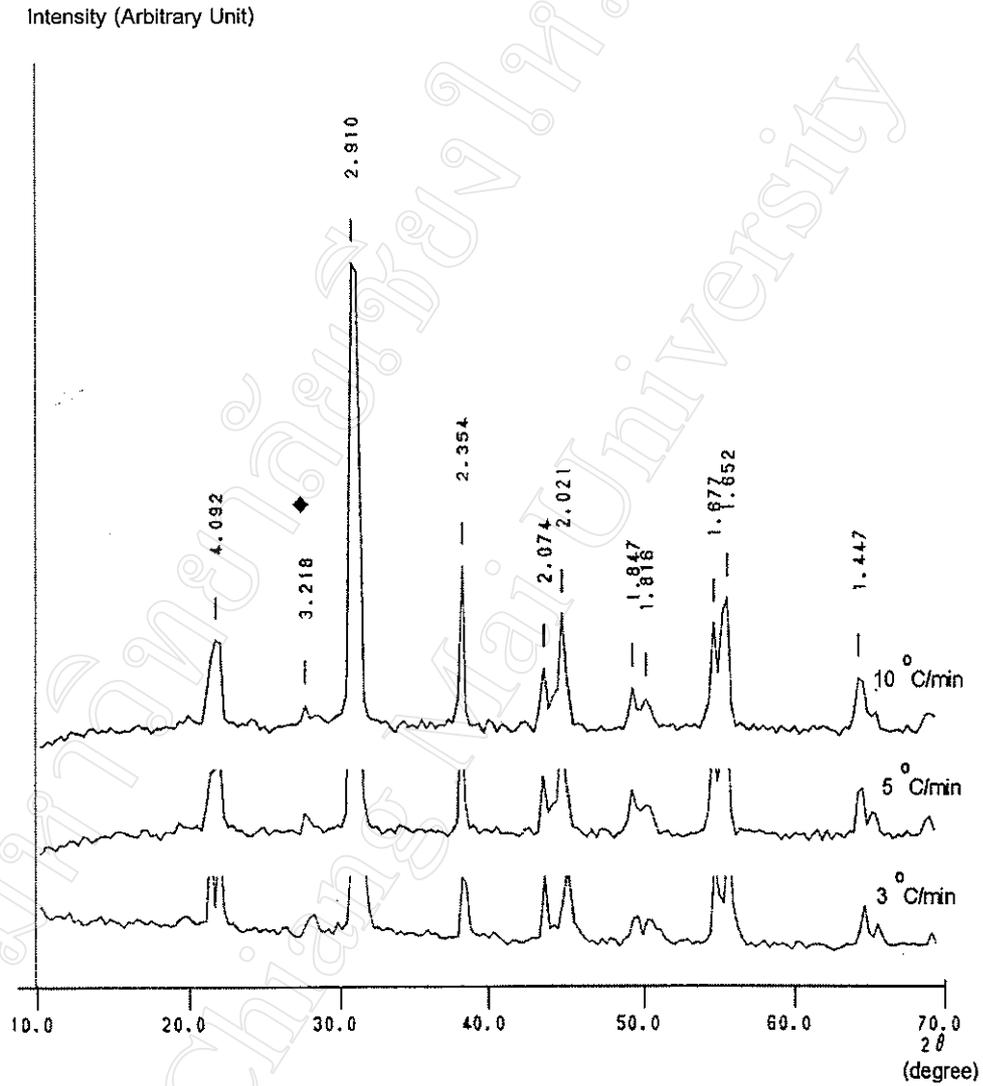
รูปที่ 4.109 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 900 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาที โดยใช้เวลาในการเผาแตกต่างกัน (◆ หมายถึง unknown)



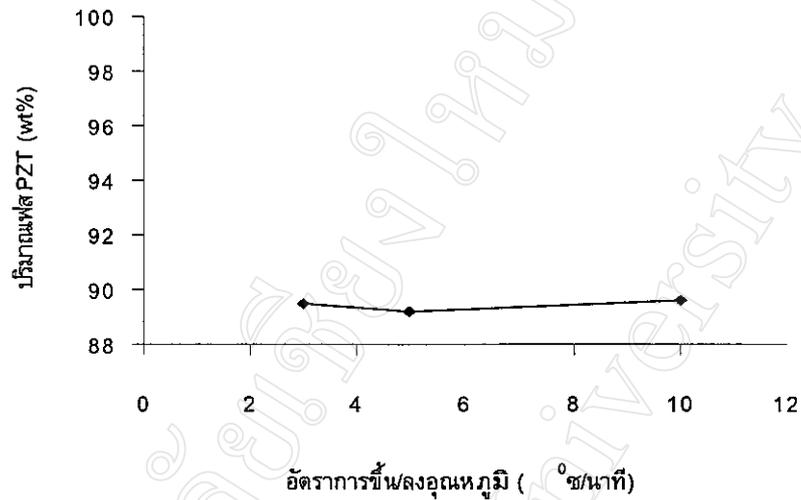
รูปที่ 4.110 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่าง กัน (◆ หมายถึง unknown)



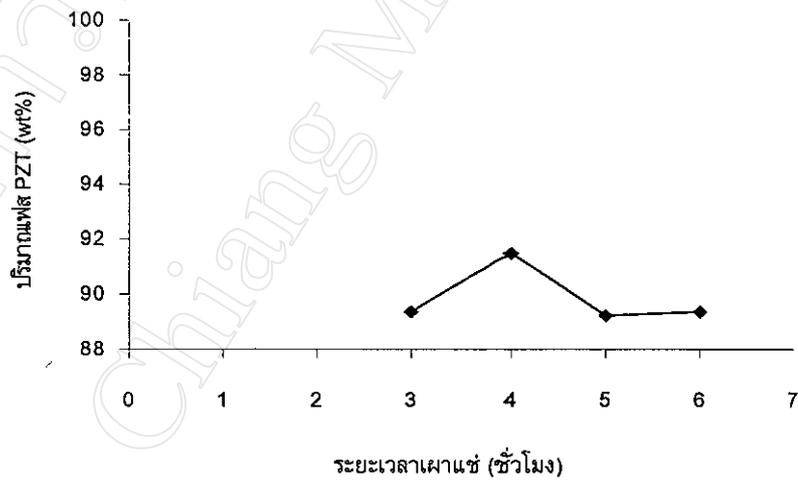
รูปที่ 4.111 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่าง กัน (◆ หมายถึง unknown)



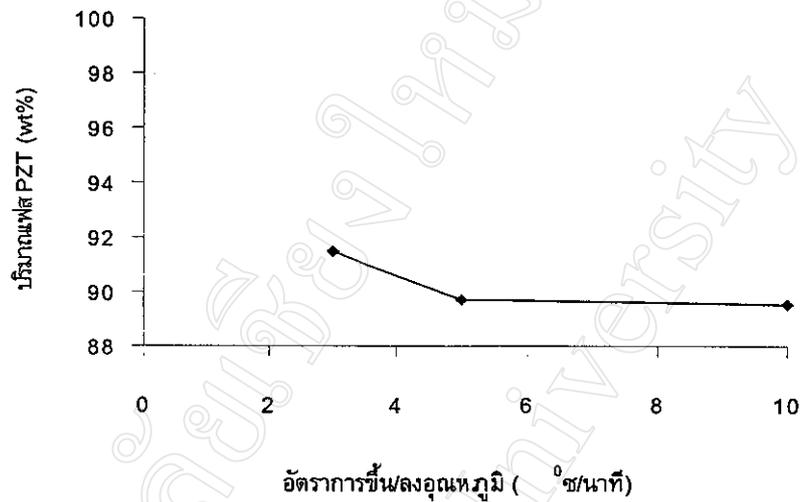
รูปที่ 4.112 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผิวนำ PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 1000 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน (◆ หมายถึง unknown)



รูปที่ 4.113 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน



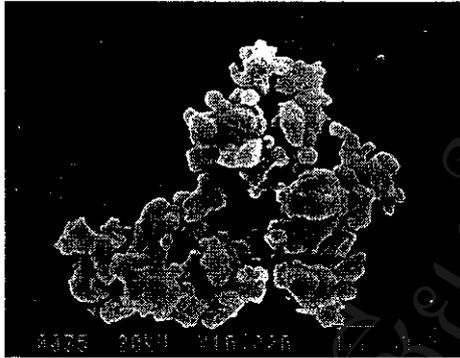
รูปที่ 4.114 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 900 °ซ ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้เวลาในการเผาแซ่ต่างกัน



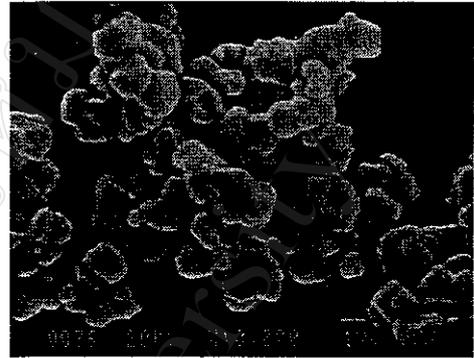
รูปที่ 4.115 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ต่างกัน

#### 4.4.3 ผลการวิเคราะห์ผง PZT ด้วยกล้อง SEM

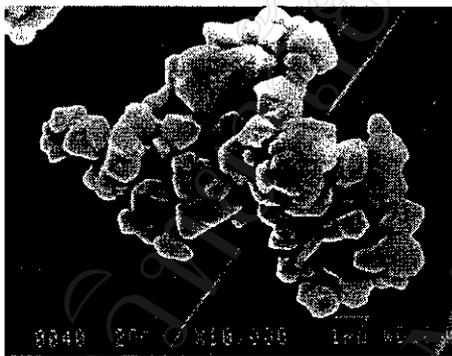
ในขั้นตอนนี้ได้นำผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ มาวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยกล้อง SEM เช่นเดียวกับในกรณีอื่นๆ ดังที่กล่าวมาแล้วในข้างต้น โดยภาพถ่าย SEM ของผง PZT ได้แสดงไว้ดังรูปที่ 4.116(ก-จ) จากรูปจะเห็นได้ว่า ผง PZT ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีแบบดัดแปลงนั้นมีลักษณะเหมือนกับผง PZT ที่ได้จากการเตรียมแบบดั้งเดิม คือ ผง PZT นั้นจะมีลักษณะจับตัวเกาะกันเป็นกลุ่ม และจะมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์นั้นสูงขึ้น ซึ่งผง PZT ที่เตรียมได้จะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5-2.9  $\mu\text{m}$  และเมื่อพิจารณาผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาท. ซึ่งเป็นเงื่อนไขที่สามารถเตรียมผง PZT ได้ดีที่สุดในงานวิจัยนี้ พบว่า ผง PZT ที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.9  $\mu\text{m}$



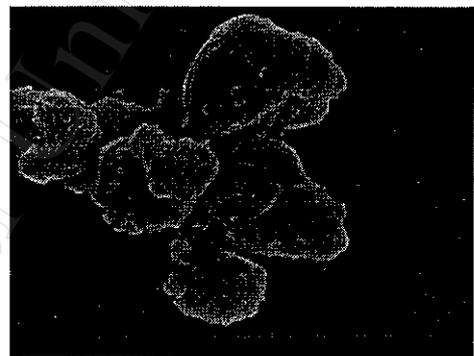
(ก)



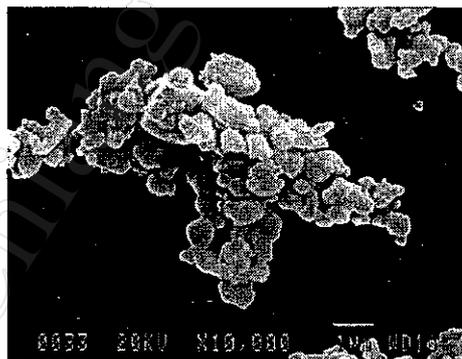
(ข)



(ค)



(ง)

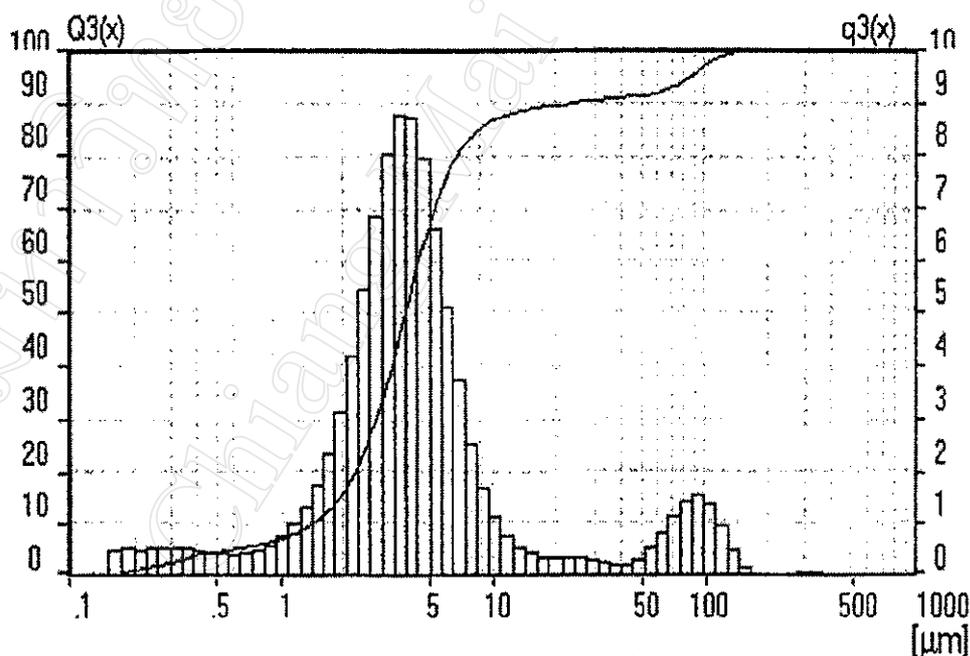


(จ)

รูปที่ 4.116 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ (ก) 700 °ซ (ข) 800 °ซ (ค) 900 °ซ (ง) 1000 °ซ และ (จ) กรณีที่ไม่ได้ผ่านการเผาแคลไซน์

#### 4.4.4 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PZT

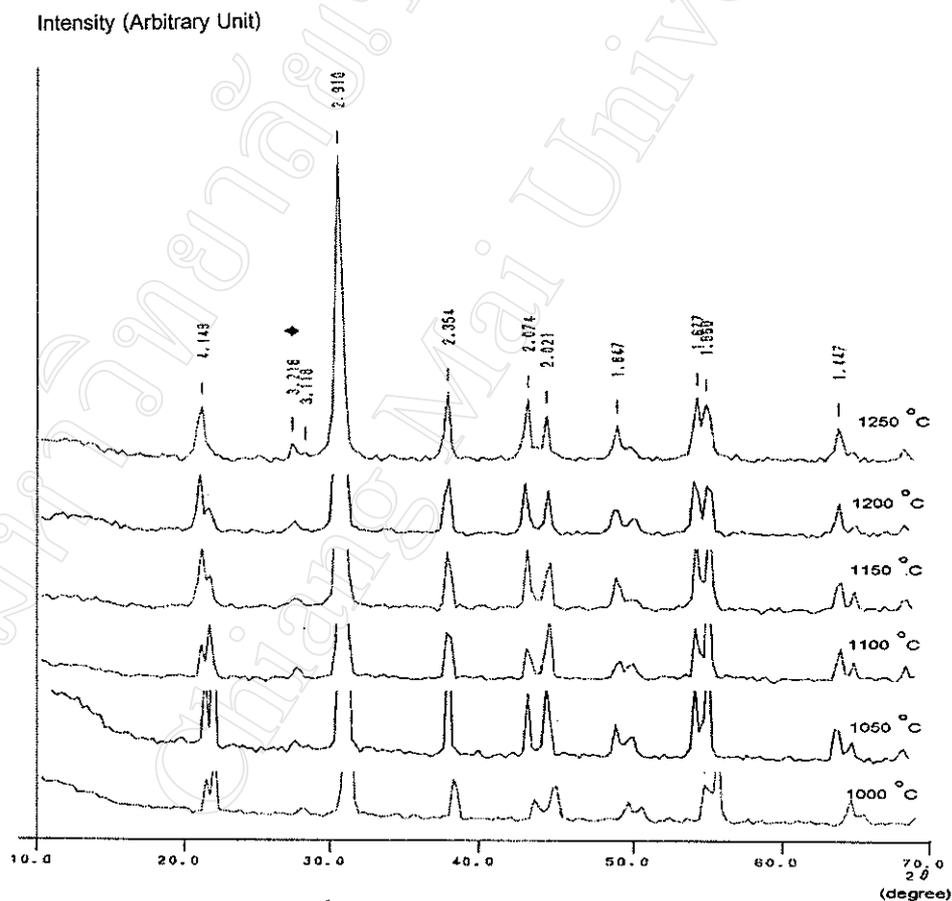
จากการนำผง PZT แบบดัดแปลงมาทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง particle size analyzer ดังแสดงในรูปที่ 4.117 จากรูป พบว่า ผง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที นั้นจะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 0.2-180  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 11.9  $\mu\text{m}$  อย่างไรก็ตาม จากรูปจะเห็นได้ว่ามีพีคการกระจายตัวของอนุภาคปรากฏเป็น 2 พีค คือ อยู่ในช่วง 0.2-10.0  $\mu\text{m}$  และ 50-180  $\mu\text{m}$  ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเป็นผลจากการที่ผง PZT ที่เตรียมด้วยวิธีแบบดัดแปลงนี้จะต้องผ่านการผสมแบบเปียกถึง 2 ครั้ง และเตรียมจากสารตั้งต้นที่ผ่านการแคลไซน์มาแล้ว ทำให้สารตั้งต้นไม่ค่อยมีความไวในการทำปฏิกิริยาต่อกัน จึงทำให้มีอนุภาคขนาดใหญ่และเล็กอยู่ปะปนกันนั่นเอง นอกจากนี้ยังพบอีกว่า ผลที่ได้นั้นไม่สอดคล้องกับผลที่ได้จากภาพถ่าย SEM เช่นเดียวกับในกรณีของผง PZ, PT และ PZT ที่เตรียมด้วยวิธีแบบดั้งเดิม ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น



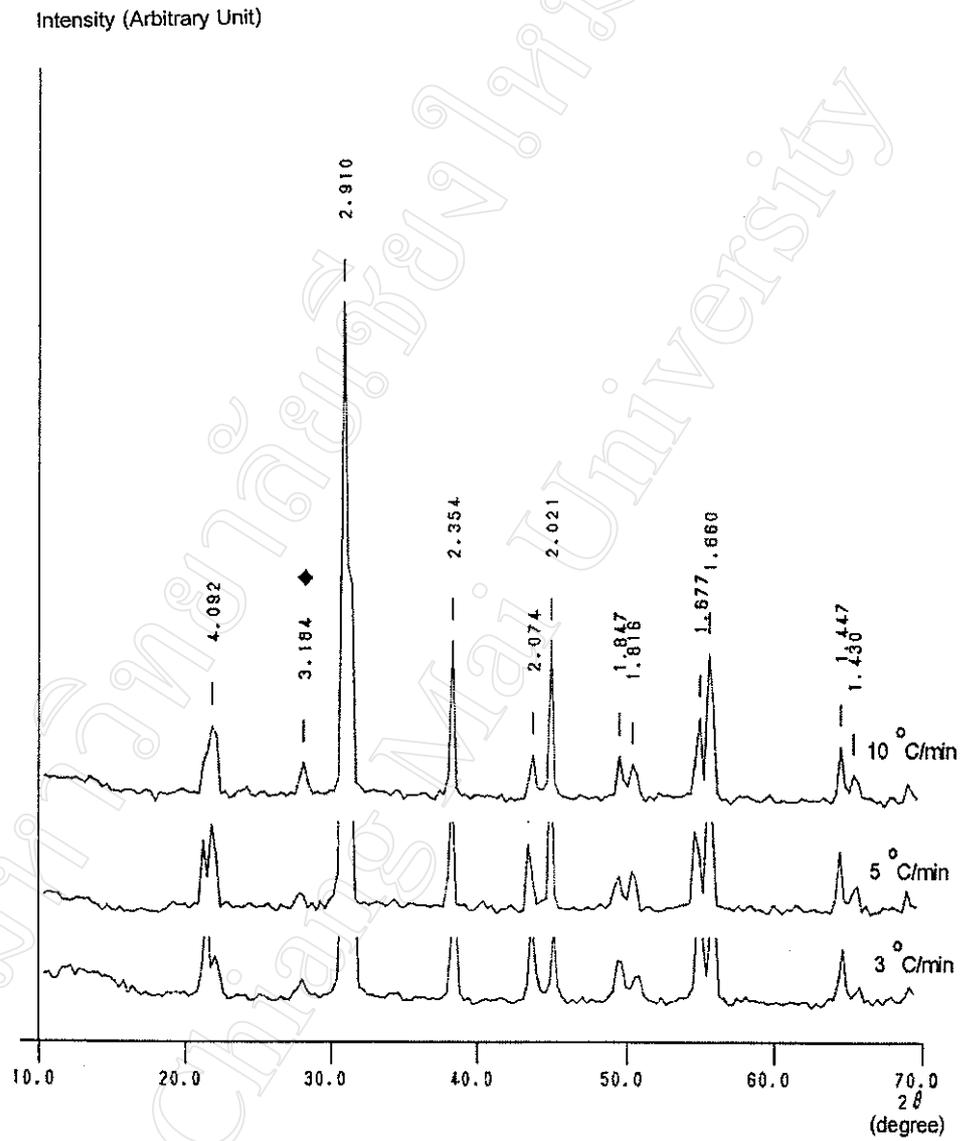
รูปที่ 4.117 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง PZT

#### 4.4.5 ผลการวิเคราะห์เซรามิก PZT ด้วยวิธีการ XRD

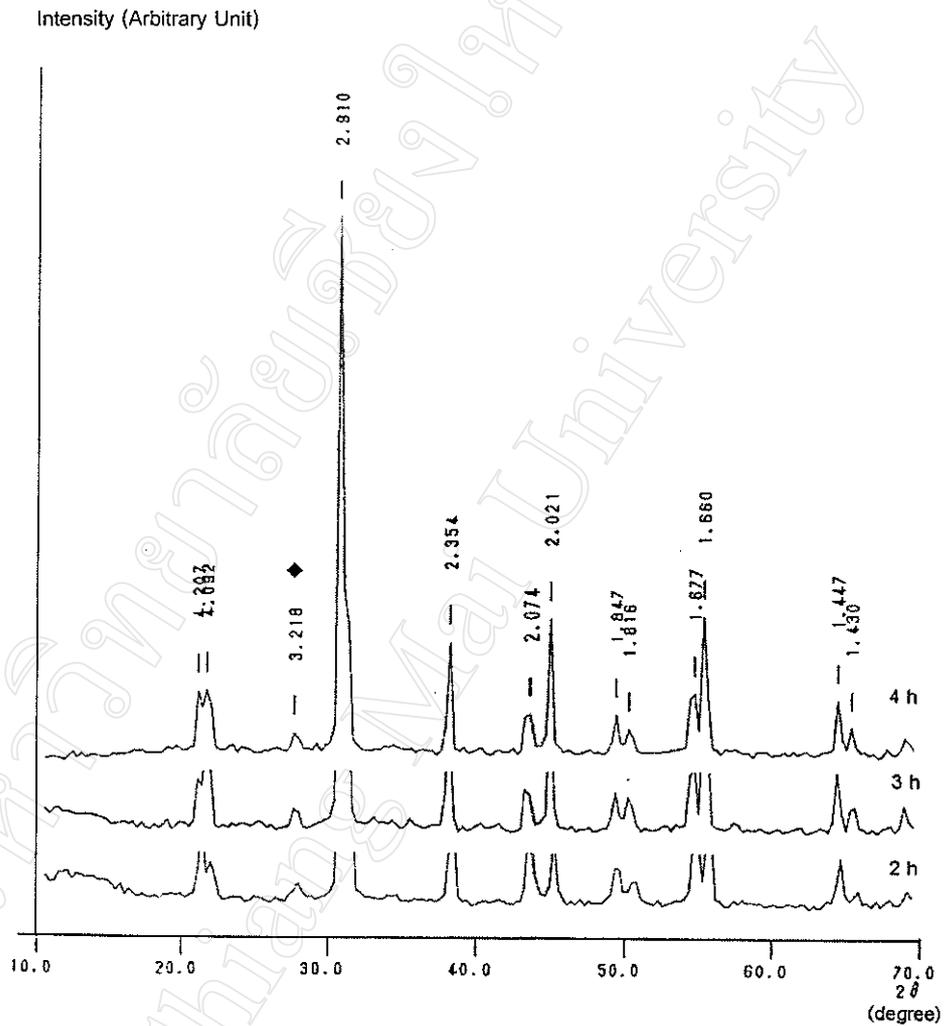
จากการตรวจวิเคราะห์การเกิดเฟสของเซรามิก PZT ด้วยวิธีการ XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.118-4.122 พบว่า ไม่มีเงื่อนไขใดเลยที่จะให้เฟสเชิงเดี่ยวของ PZT แต่จะพบเฟสปลอมปนซึ่งไม่สามารถตรวจสอบได้ว่า คือ ฟิสิกของสารใด โดยจะพบว่าในบางเงื่อนไข ฟิสิกของเฟสปลอมปนจะมีค่า d-spacing ประมาณ 3.184 Å บางเงื่อนไขจะมีค่าประมาณ 3.151 และ 3.218 Å ซึ่งจากปริมาณเฟสที่คำนวณได้ด้วยสมการที่ (3.6) จะสามารถเขียนอยู่ในรูปกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นได้ดังแสดงในรูปที่ 4.125 และ 4.126 ตามลำดับ



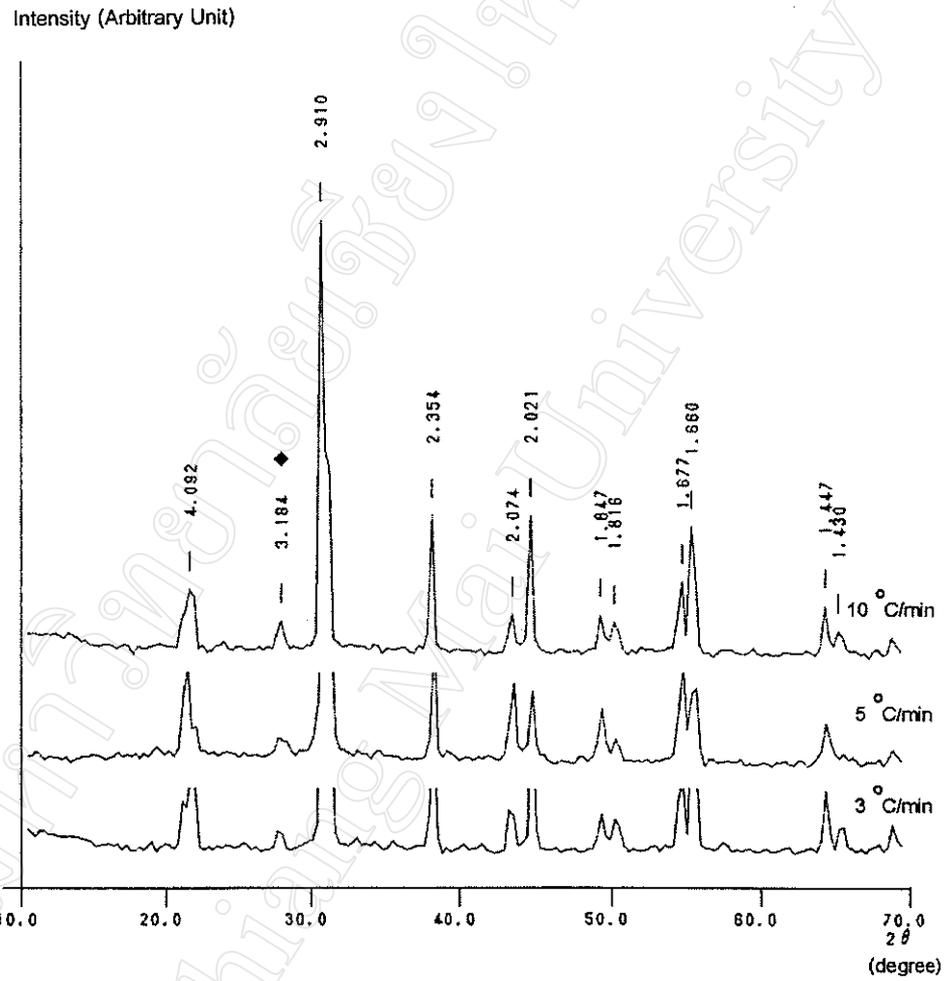
รูปที่ 4.118 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (◆ หมายถึง unknown)



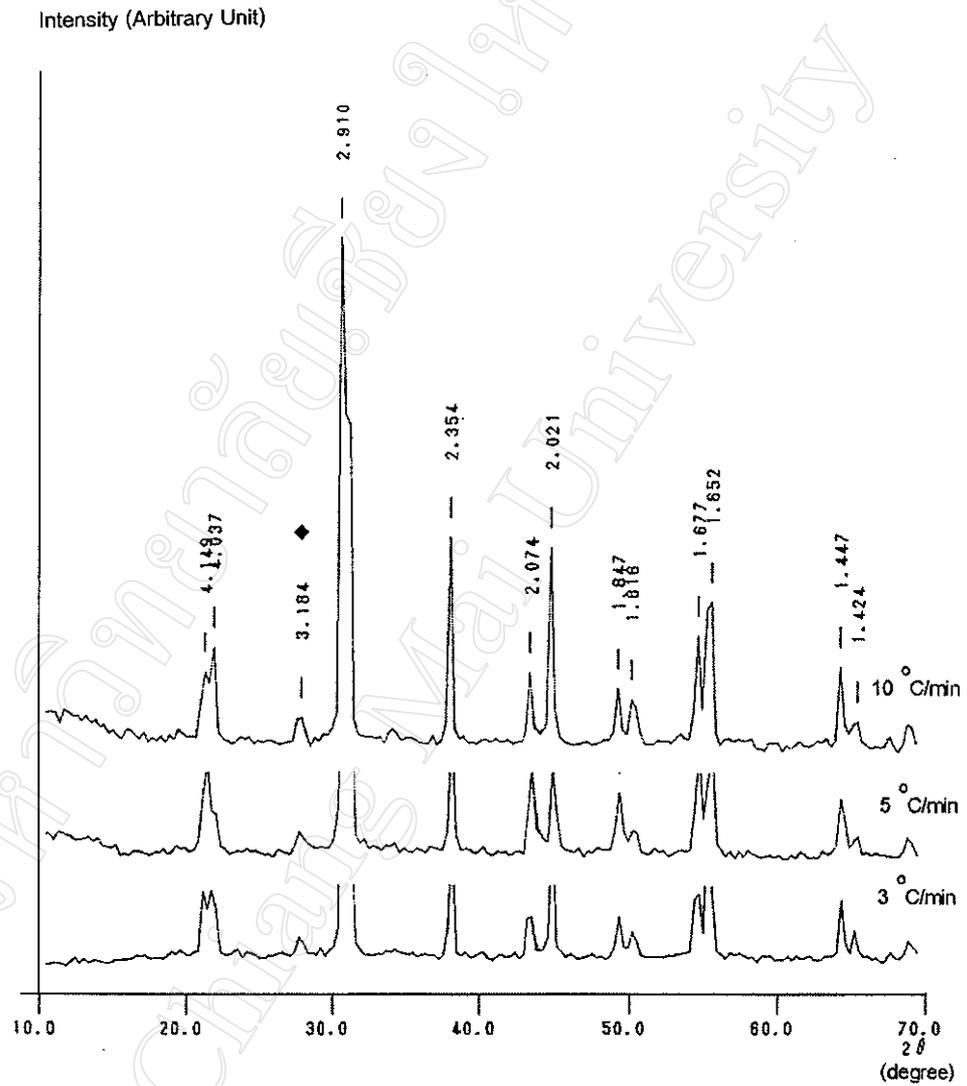
รูปที่ 4.119 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ (◆ หมายถึง unknown)



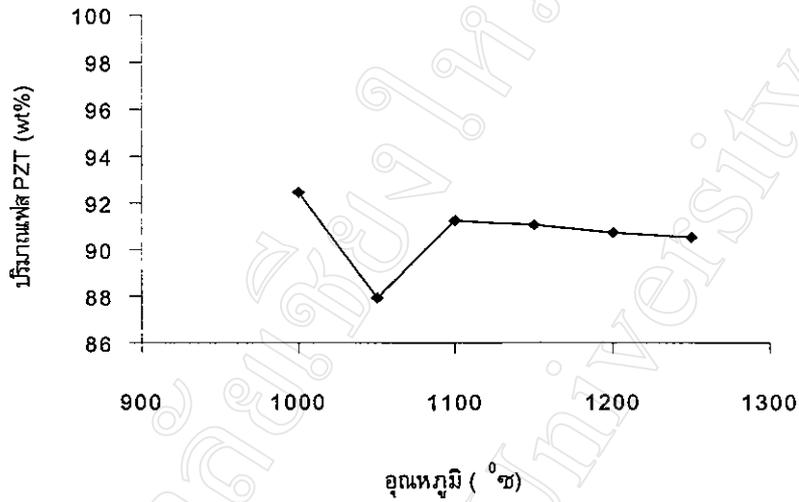
รูปที่ 4.120 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้เวลาในการเผาแช่นานต่างกัน (◆ หมายถึง unknown)



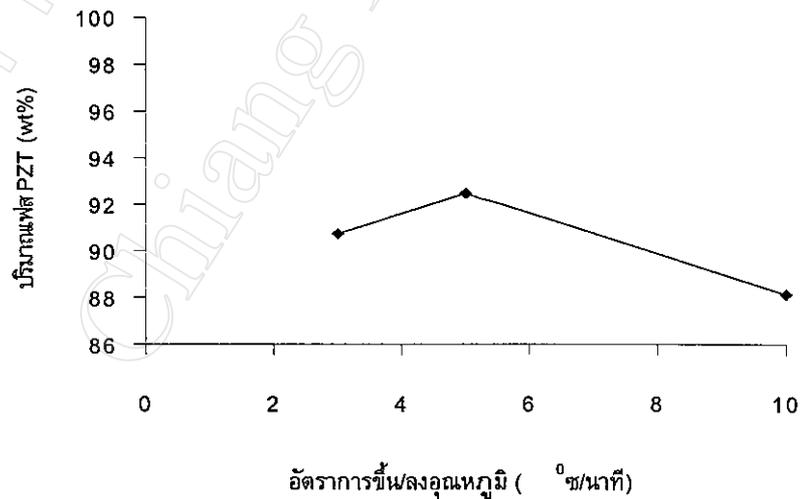
รูปที่ 4.121 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ (◆ หมายถึง unknown)



รูปที่ 4.122 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ (◆ หมายถึง unknown)



รูปที่ 4.123 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.124 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างกัน

#### 4.4.6 ผลการหาค่าความหดตัวของเซรามิก PZT

จากการพิจารณาค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ดังแสดงในตารางที่ 20 และ 21 ซึ่งได้นำเสนอในรูปของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัวกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ (รูปที่ 4.125-4.128) เมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ พบว่า เซรามิก PZT มีค่าความหดตัวเพิ่มขึ้นและลดลงแบบไม่แน่นอน และไม่สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และพบว่า เมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 2 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ เซรามิก PZT จะมีแนวโน้มของค่าความหดตัวลดลงเมื่ออัตราที่ใช้ในการขึ้น/ลงอุณหภูมิสูงขึ้น ส่วนในกรณีที่เผาแซ่เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง พบว่า เซรามิกมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราในการขึ้น/ลงอุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลงที่เกิดแบบสวนทางกันนี้คาดว่าน่าจะเกิดมาจากการหดตัวของเซรามิกในแต่ละทิศทางที่ไม่เท่ากัน

ตารางที่ 20 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

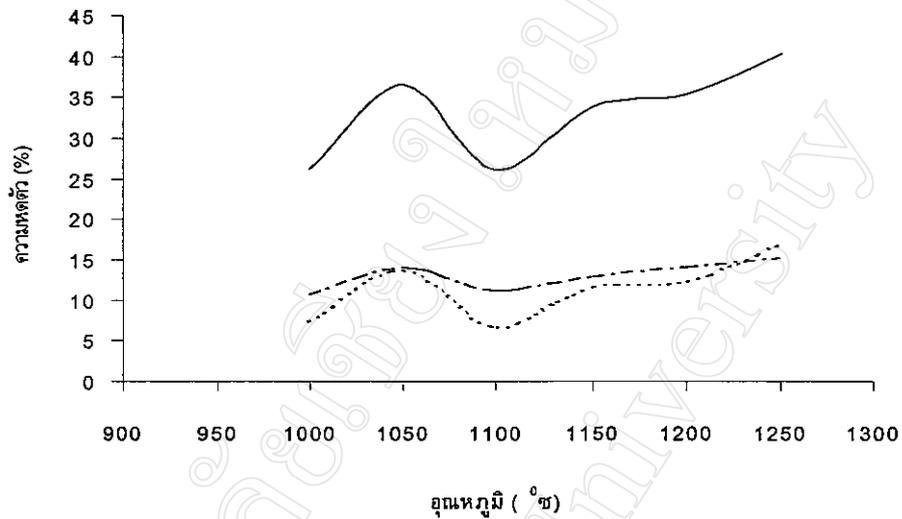
อุณหภูมิ (°ซ)	ค่าการหดตัวตามแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง*	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา*	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร*
	(%)	(%)	(%)
1000	10.83	7.44	26.29
1050	14.17	13.89	36.55
1100	11.29	6.78	26.12
1150	12.90	11.57	33.93
1200	14.14	12.37	35.39
1250	15.27	16.87	40.32

\*ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

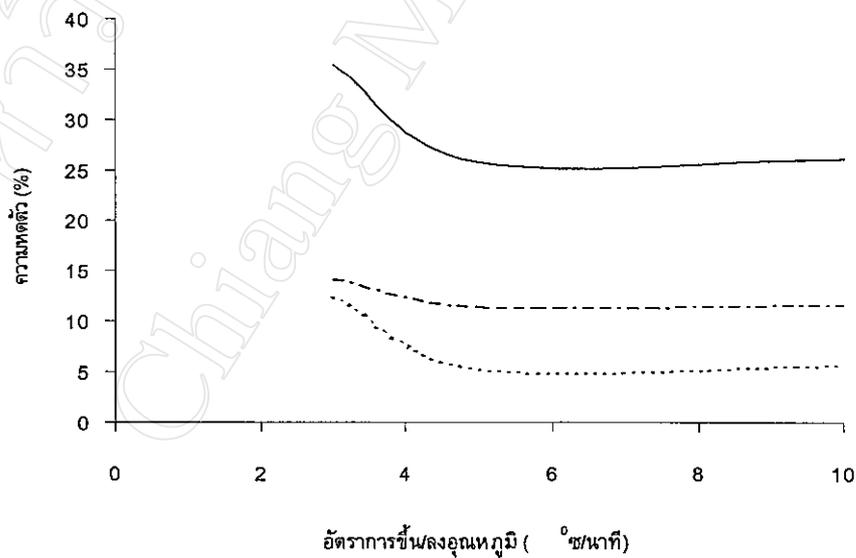
ตารางที่ 21 แสดงค่าความหดตัวของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ

ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ ลงอุณหภูมิ (°ซ)	ค่าการหดตัวตาม แนวเส้นผ่านศูนย์กลาง* (%)	ค่าการหดตัวตาม แนวความหนา* (%)	ค่าการหดตัวเชิง ปริมาตร* (%)
2	3	14.14	12.37	35.39
	5	11.49	5.33	25.84
	10	11.68	5.65	26.14
3	3	10.95	4.49	24.24
	5	12.66	7.37	29.34
	10	12.83	8.06	30.13
4	3	12.96	7.13	29.63
	5	11.01	5.79	25.36
	10	13.25	7.45	30.31

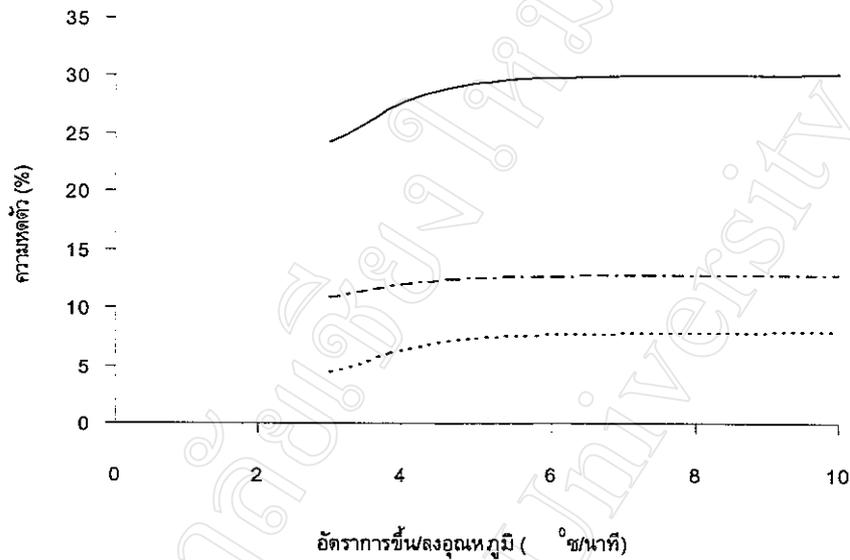
\*ค่าความหดตัวที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



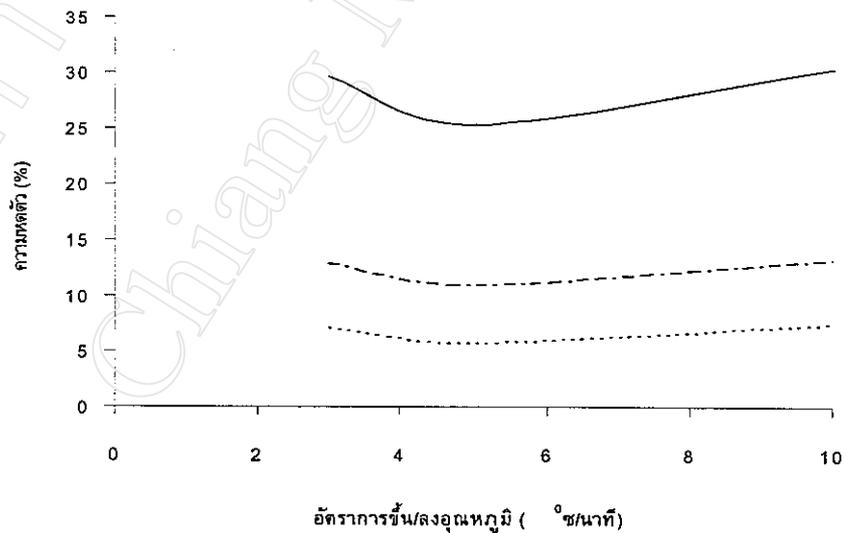
รูปที่ 4.125 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (-----) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนาและ (—) ซึ่งปริมาตรของเซรามิก PZT เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ช/นาที



รูปที่ 4.126 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (-----) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนาและ (—) ซึ่งปริมาตรของเซรามิก PZT เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 1200 °ช เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.127 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (-----) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนาและ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZT เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.128 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (-----) ตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (-----) ตามความหนาและ (—) เชิงปริมาตรของเซรามิก PZT เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่าง ๆ

#### 4.4.7 ผลการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT

ผลของการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT นั้นได้แสดงไว้ดังตารางที่ 22 และ 23 ซึ่งเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.129-4.130 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เปอร์เซนต์น้ำหนักที่สูญหายของเซรามิกนั้นมีการเปลี่ยนแปลงไม่สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และเมื่อพิจารณาในกรณีที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ พบว่า ค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิกมีแนวโน้มลดลง เมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่สูงขึ้น คาดว่าน่าจะเกิดจากการลดลงของระยะเวลาในการเผา จึงส่งผลให้น้ำหนักที่สูญหายของเซรามิกลดลง

ตารางที่ 22 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT ที่ซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

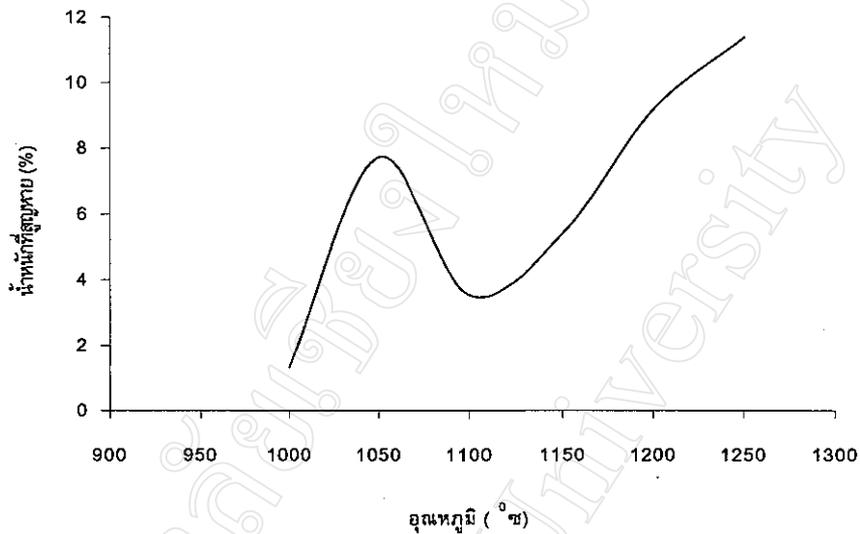
อุณหภูมิ (°ซ)	ค่าน้ำหนักที่สูญหาย (%)
1000	1.33
1050	7.73
1100	3.54
1150	5.41
1200	9.19
1250	11.39

ค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

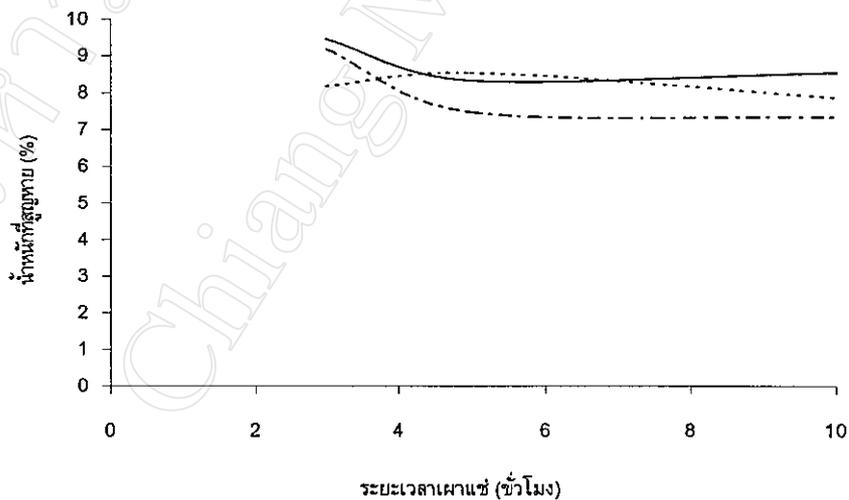
ตารางที่ 23 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ

ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ค่าน้ำหนักที่สูญหาย (%)
2	3	9.19
	5	7.48
	10	7.33
3	3	8.17
	5	8.54
	10	7.86
4	3	9.46
	5	8.33
	10	8.54

ค่าน้ำหนักที่สูญหายที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.129 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญหายกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ PZT ด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



รูปที่ 4.130 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PZT ที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลา (---) 2 ชั่วโมง (.....) 3 ชั่วโมง และ (—) 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

#### 4.4.8 ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT

ผลของค่าความหนาแน่นและเปอร์เซ็นต์ของค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ได้แสดงไว้ดังตารางที่ 24 และ 25 ซึ่งสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิกกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.131-4.134 ซึ่งจากรูปที่ 4.131 พบว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เปลี่ยนแปลงไป จะส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT นั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบไม่แน่นอน และยังพบอีกว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT นั้นมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้น เมื่ออัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์นั้นมีค่าสูงขึ้น เมื่อเผาเซรามิกเป็นเวลา 3 และ 4 ชั่วโมง ส่วนในกรณีที่เผา 2 ชั่วโมงนั้นมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้คาดว่าอาจจะเกิดมาจากเวลาที่ใช้ในการเผาซินเตอร์นั้นไม่เพียงพอ จึงทำให้เซรามิกนั้นมีความหนาแน่นลดลง

ตารางที่ 24 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

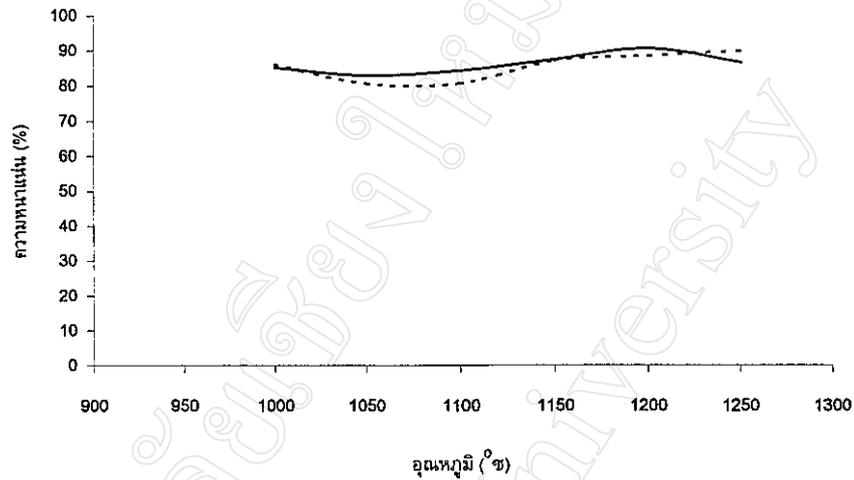
อุณหภูมิ (°ซ)	ความหนาแน่นจากการแทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (%)	ความหนาแน่นจากการวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนาแน่นสัมพัทธ์* (%)
1000	6.82	85.19	6.89	86.09
1050	6.64	82.94	6.45	80.64
1100	6.76	84.44	6.46	80.72
1150	7.00	87.43	6.98	87.19
1200	7.25	90.55	7.08	88.42
1250	6.93	86.56	7.19	89.86

\*ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

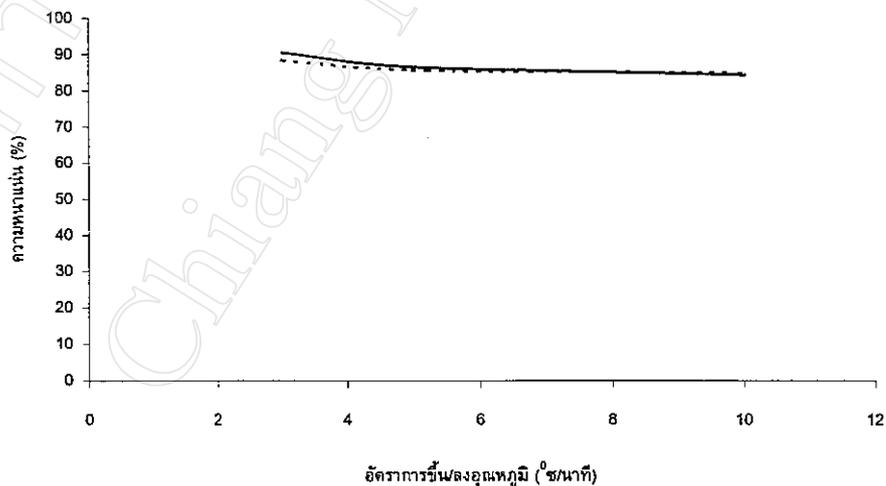
ตารางที่ 25 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิค่าต่างๆ

ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ ลงอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ความหนา แน่นจากการ แทนที่น้ำ (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนา แน่นสัมพัทธ์* (%)	ความหนา แน่นจากการ วัดสัดส่วนทาง เรขาคณิต (g/cm <sup>3</sup> )	ความหนา แน่นสัมพัทธ์* (%)
2	3	7.25	90.55	7.08	88.42
	5	6.94	86.68	6.87	85.77
	10	6.75	84.31	6.80	84.88
3	3	6.71	83.81	6.64	82.91
	5	7.12	88.93	6.83	85.31
	10	7.14	89.18	6.99	87.29
4	3	7.20	89.93	7.06	88.22
	5	6.69	83.31	6.55	81.82
	10	7.22	90.18	7.28	90.95

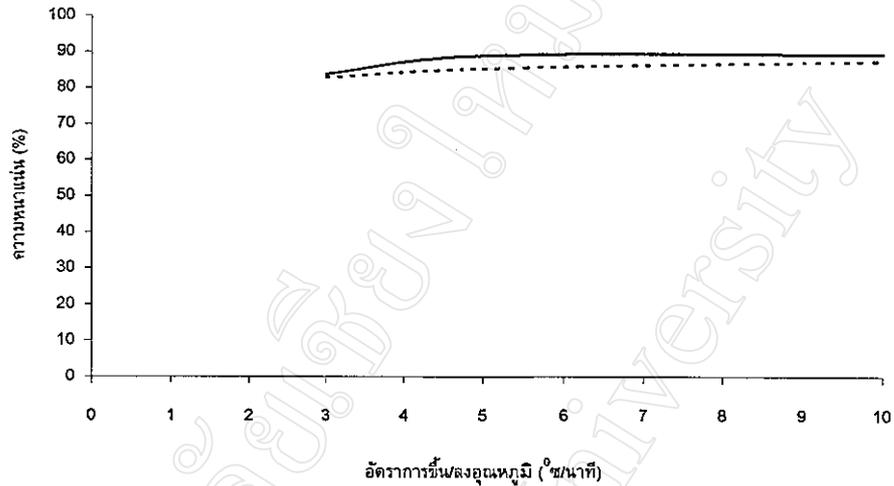
\*ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



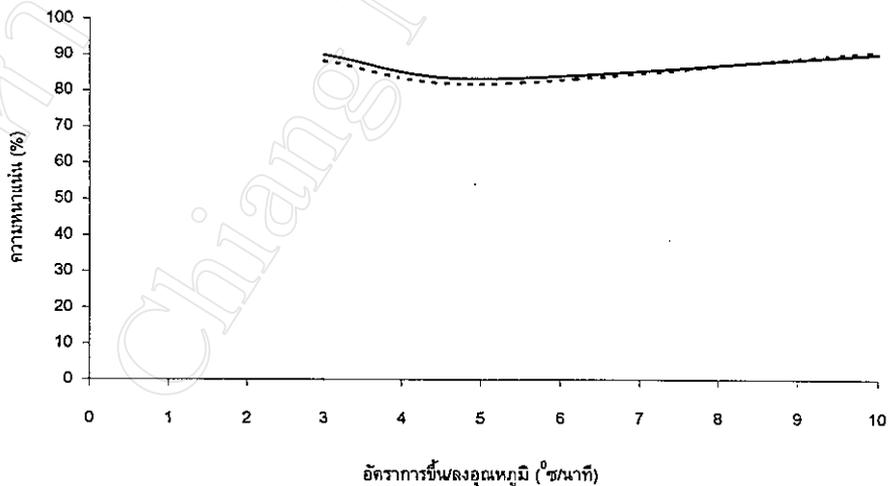
รูปที่ 4.131 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำ และ (-----) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



รูปที่ 4.132 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิตกับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก (—) การแทนที่น้ำ และ (-----) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่าง ๆ



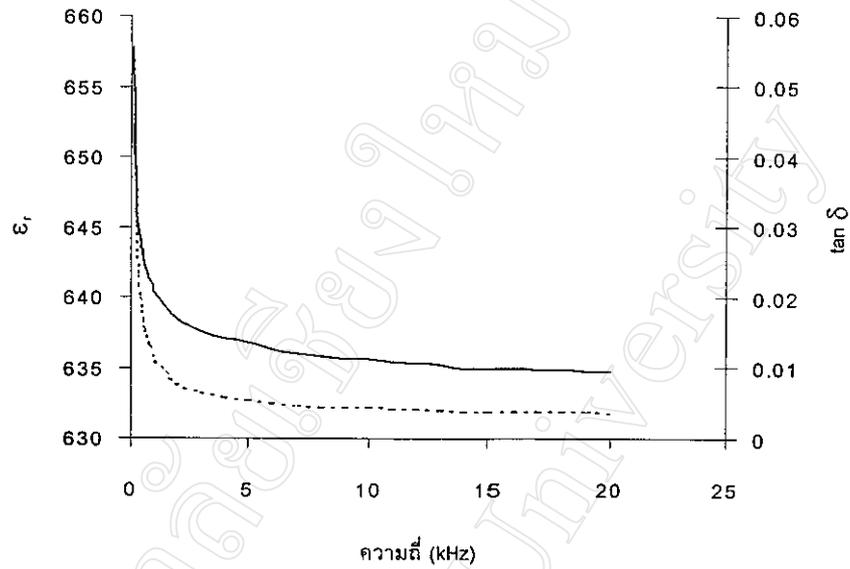
รูปที่ 4.133 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิกับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก ( — ) การแทนที่น้ำ และ (-----) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ



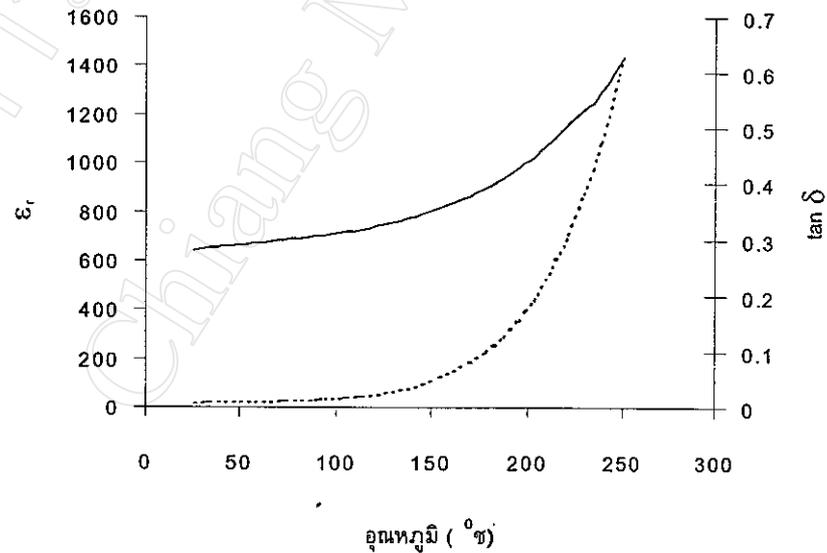
รูปที่ 4.134 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิกับค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้จาก ( — ) การแทนที่น้ำ และ (-----) การวัดสัดส่วนทางเรขาคณิต เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ

#### 4.4.9 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZT

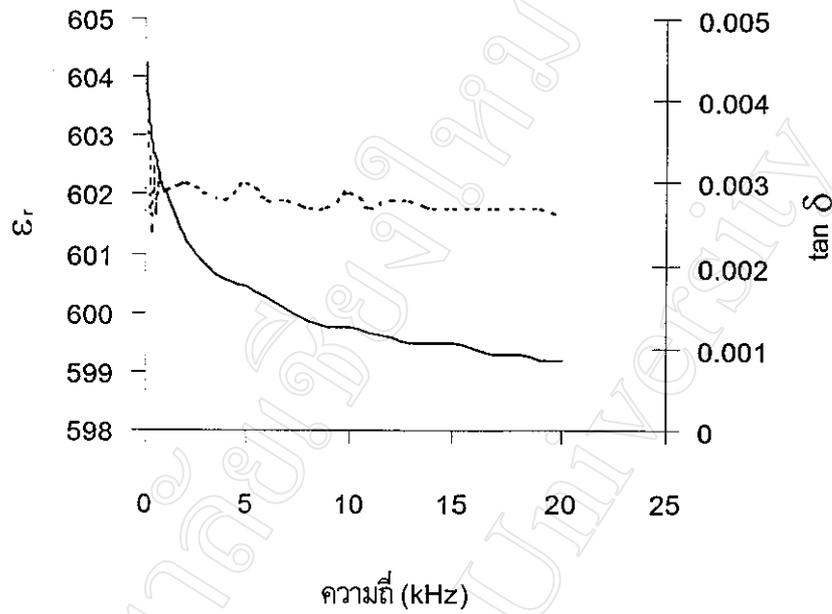
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสีย เป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิก PZT เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ เช่นเดียวกับสารตัวอื่นที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น โดยในกรณีที่วัดเทียบกับอุณหภูมินั้นจะทำการศึกษาถึงอิทธิพลของความหนาแน่นที่มีต่อพฤติกรรมของค่าไดอิเล็กตริก โดยได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.135-4.144 จากรูปจะเห็นได้ว่า ผลที่ได้นั้นมีความสอดคล้องกับเซรามิก PZT ที่เตรียมด้วยวิธีแบบดั้งเดิม กล่าวคือ ค่า สภาพยอมสัมพัทธ์และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกของเซรามิกจะมีแนวโน้มลดลงเมื่อความถี่ที่ใช้ในการตรวจสอบนั้นมีค่าเพิ่มขึ้น และเมื่อนำไปสอบเทียบกับอุณหภูมิ พบว่า ทั้งค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนทางไดอิเล็กตริกของเซรามิกนั้นมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่า เซรามิกที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แตกต่างกันจะมีสมบัติทางไดอิเล็กตริกที่แตกต่างกันด้วย กล่าวคือ เซรามิกที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงกว่าจะมีสมบัติไดอิเล็กตริกที่ดีกว่าโดยมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่สูงกว่า ซึ่งสอดคล้องกับพฤติกรรมของค่าไดอิเล็กตริกในเซรามิก PZT ที่เตรียมด้วยวิธีการแบบดั้งเดิม



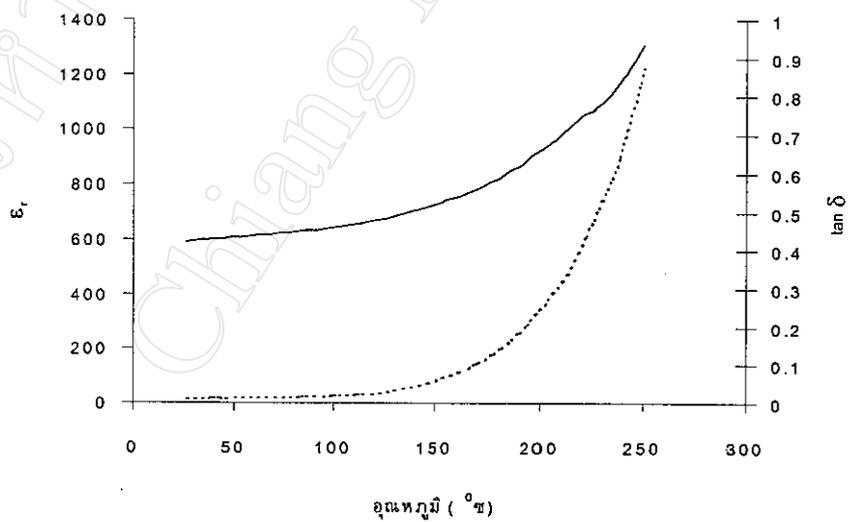
รูปที่ 4.135 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 90.55%



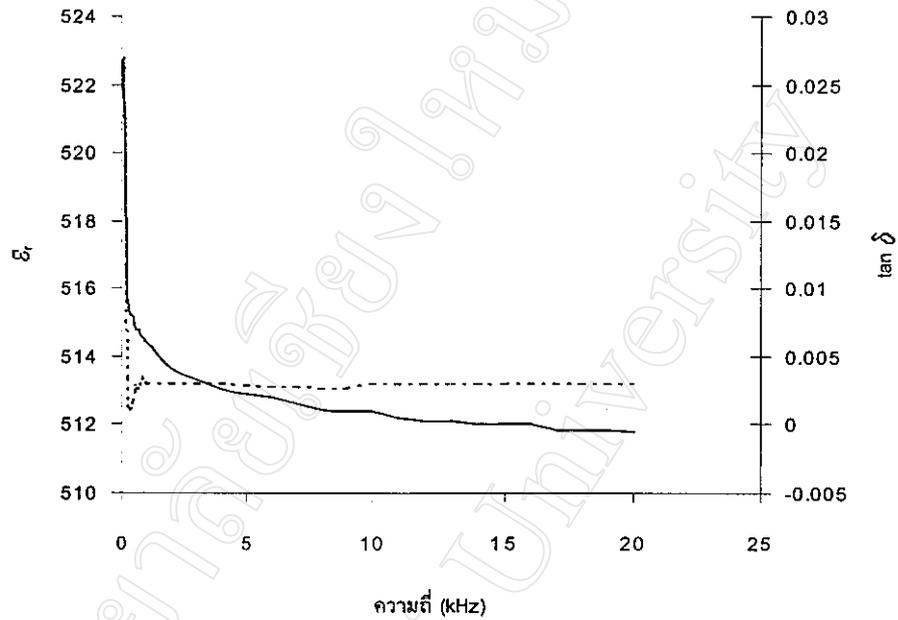
รูปที่ 4.136 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 90.55%



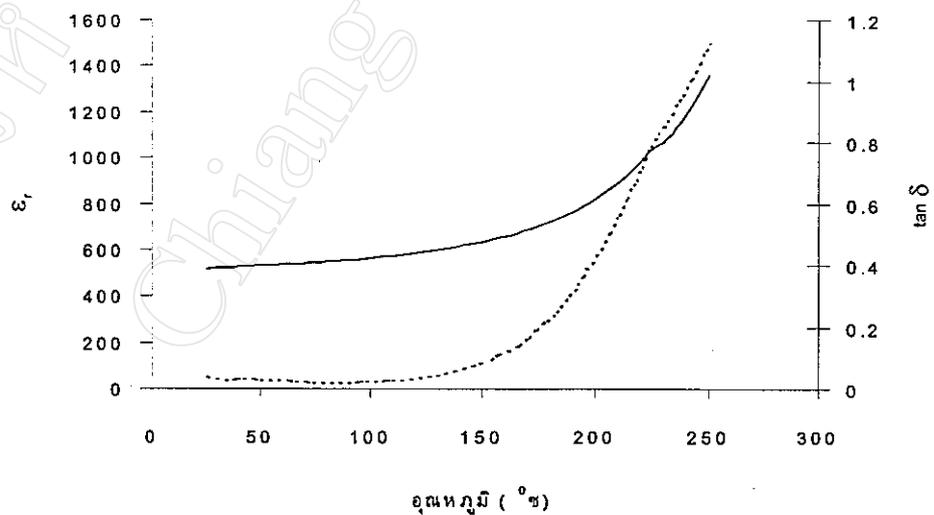
รูปที่ 4.137 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 88.93%



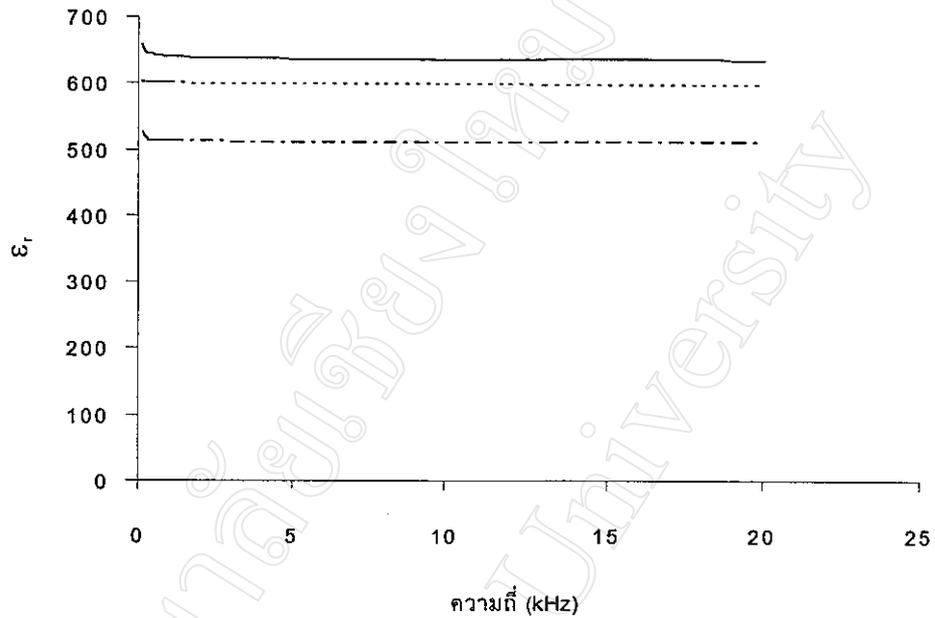
รูปที่ 4.138 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 88.93%



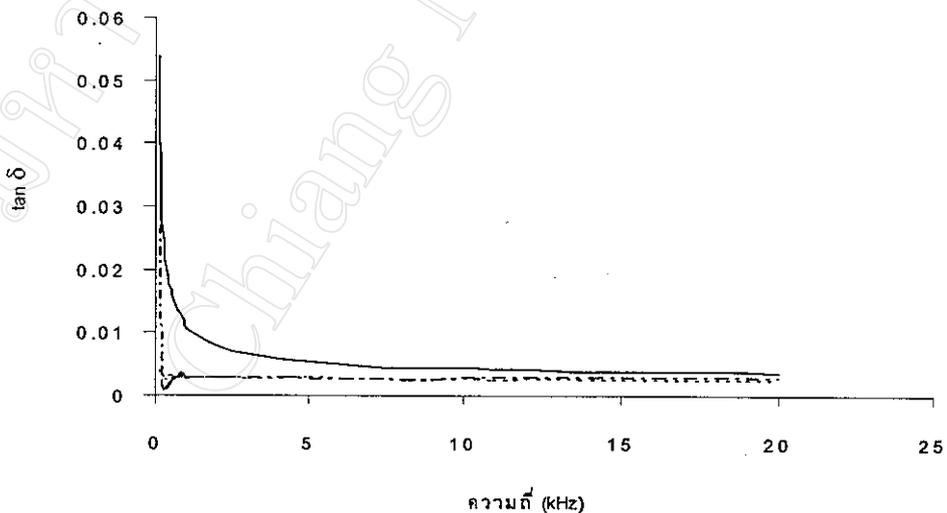
รูปที่ 4.139 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 83.31%



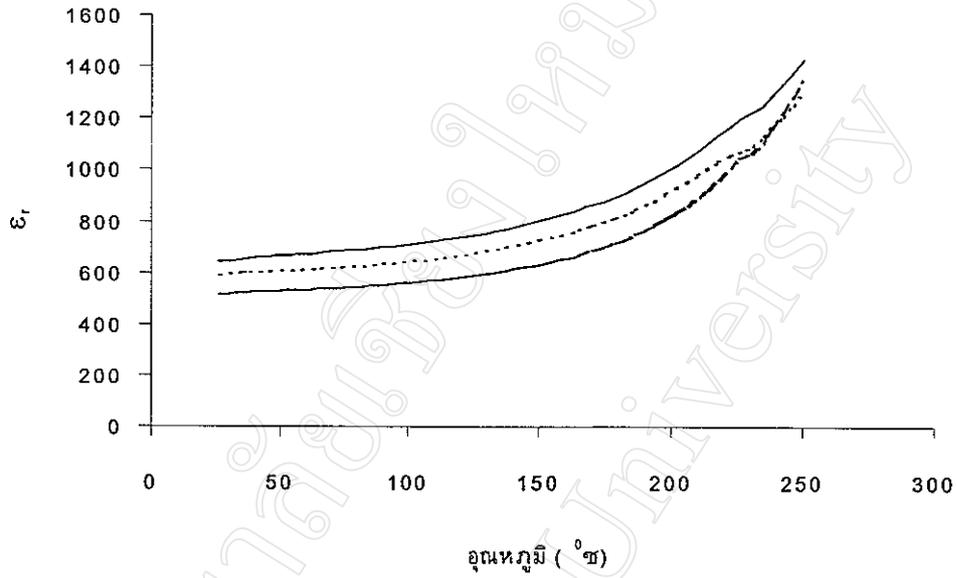
รูปที่ 4.140 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ (—) และค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก (-----) กับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่น 83.31%



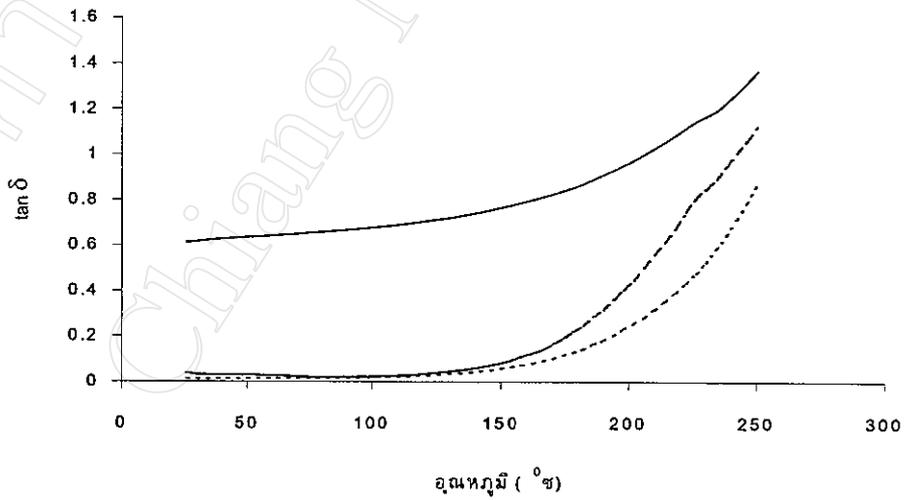
รูปที่ 4.141 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์กับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพันธ์ (—) 90.55% (-----) 88.93% และ (-·-·-) 83.31%



รูปที่ 4.142 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับความถี่ของเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพันธ์ (—) 90.55% (-----) 88.93% และ (-·-·-) 83.31%



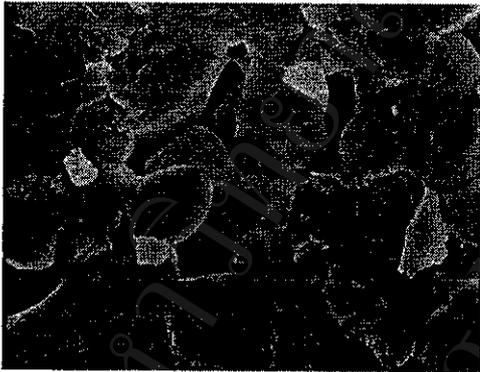
รูปที่ 4.143 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์กับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพันธ์ (—) 90.55% (-----) 88.93% และ (-·-·-) 83.31%



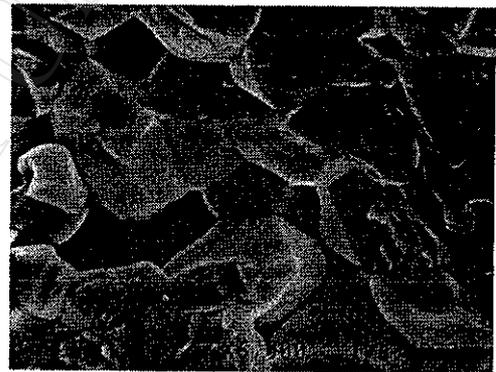
รูปที่ 4.144 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิของเซรามิก PZT ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพันธ์ (—) 90.55% (-----) 88.93% และ (-·-·-) 83.31%

#### 4.4.10 โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT

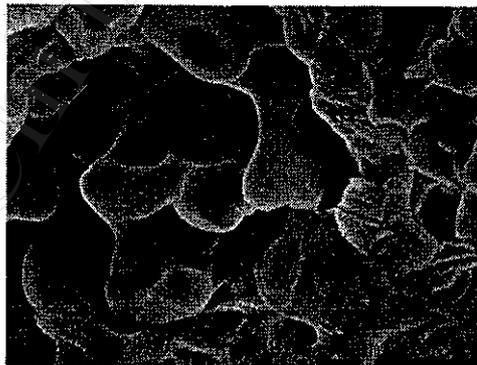
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT ที่เตรียมได้จาก PZ และ PT เป็นสารตั้งต้น โดยได้เลือกถ่ายที่ผิวของเซรามิกที่ผ่านการขัดแล้วกับบริเวณที่เป็นรอยแตกหัก ดังภาพถ่าย SEM แสดงในรูปที่ 4.145(ก-ค) ซึ่งจากรูปจะเห็นได้ว่า เซรามิกที่มีความหนาแน่นที่แตกต่างกันจะมีลักษณะการยึดเกาะของเกรนที่แตกต่างกัน โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า จะมีลักษณะของการยึดเกาะกันของเกรนที่แน่นกว่า และมีขนาดของเกรนที่ใหญ่กว่า ส่วนในกรณีของเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงมากๆ นั้น จะพบว่าเกิดการหลอมรวมตัวของเกรนภายในเซรามิกขึ้น นอกจากนี้ยังพบการเกิดเกรนโดแบบผิดปกติเช่นเดียวกับในกรณีของเซรามิก PZ และ PZT แบบดั้งเดิมอีกด้วย



(ก)



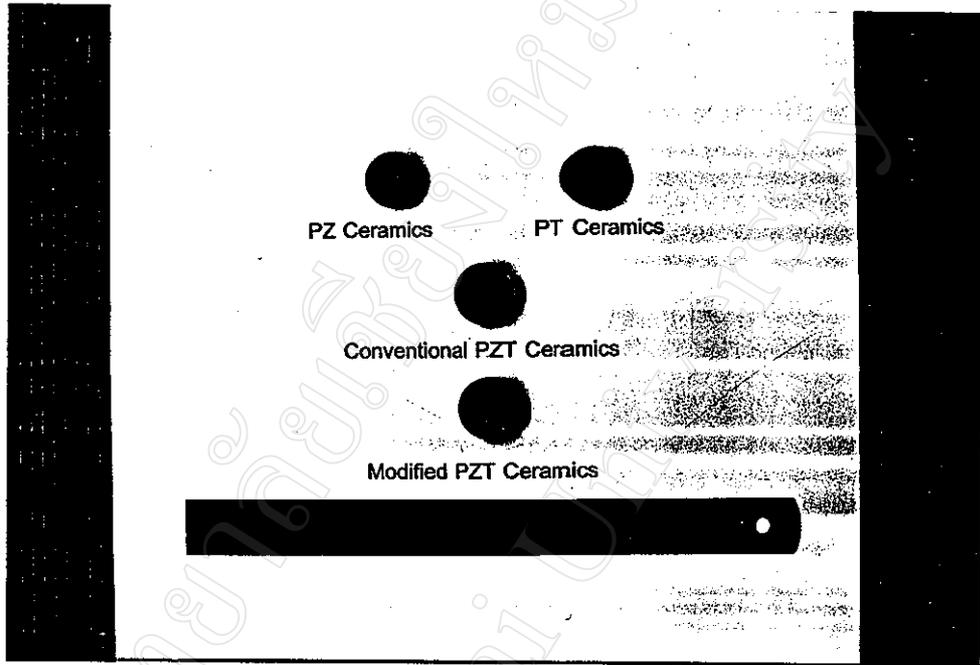
(ข)



(ค)

รูปที่ 4.145 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PZT ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์

(ก) 90.58% (ข) 88.93% และ (ค) 83.31%



รูปที่ 4.146 แสดงเซรามิกของสารตัวอย่างที่เตรียมได้