บทที่ 2

การทบทวนทฤษฎี และ งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

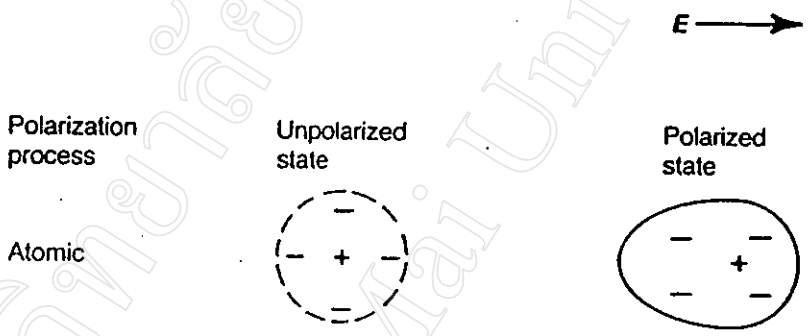
2.1 สารไดอิเล็กตริก (Dielectric Materials)

จากการค้นพบสารไดอิเล็กตริกเป็นครั้งแรกในช่วงปี ค.ศ. 1921 [2,3,9] โดยวัสดุตัวแรกที่ถูกค้นพบสมบัตินี้คือ แบเรียมติตาเนต (Barium Titanate หรือ $BaTiO_3$) ซึ่งนิยมนำมาใช้ในการทำตัวเก็บประจุไฟฟ้า (capacitor)[2,3,4,9] เนื่องจากมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูง (high relative permittivity) หลังจากนั้นเป็นต้นมา จึงเกิดการตื่นตัว และได้มีการวิจัยอย่างกว้างขวาง เพื่อค้นหาวัสดุตัวใหม่ๆ ที่สามารถแสดงสมบัตินี้ นอกจากแบเรียมติตาเนตแล้วยังพบว่า เลดติตาเนต (Lead Titanate หรือ $PbTiO_3$) เลดเซอร์โคเนตติตาเนต (Lead Zirconate Titanate หรือ PZT), เลดแลนทานัมเซอร์โคเนตติตาเนต (Lead Lanthanum Zirconate Titanate หรือ PLZT) และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (Lead Magnesium Niobate หรือ PMN) ก็เป็นสารประกอบที่มีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูง เช่นกัน

ในช่วงทศวรรษที่ผ่านมาได้มีการพัฒนา สารไดอิเล็กตริกอย่างต่อเนื่อง เพื่อใช้ประโยชน์ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ให้เหมาะสมเช่น การปรับปรุงกระบวนการผลิตโดยใช้เทคนิคฟิล์มบาง (thin film technique) [9] กระบวนการทางเคมี (chemical route) [9,10] เพื่อให้ได้สารไดอิเล็กตริกที่มีความบริสุทธิ์สูง นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการเติมสารเจือต่างๆ เพื่อกำหนดสมบัติไดอิเล็กตริกที่ต้องการอาทิเช่น การเปลี่ยนแปลงค่าอุณหภูมิคูรี (curie temperature หรือ T_c) เพื่อควบคุมค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงสุดให้อยู่ในบริเวณที่ต้องการ ให้เหมาะสมกับช่วงอุณหภูมิที่จะใช้งาน หรือควบคุมขนาดของเกรนให้เหมาะสม เป็นต้น [9,11,12]

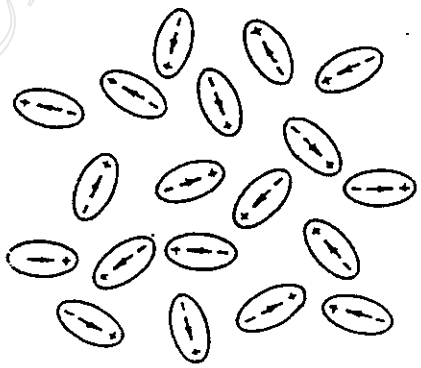
2.1.1 **สมบัติไดอิเล็กตริก** (dielectric properties)

สมบัติไดอิเล็กตริก คือ สมบัติของการเป็นฉนวนไฟฟ้า ในวัสดุที่เมื่ออยู่ในสภาวะปกติจะประกอบไปด้วยโมเลกุลที่มีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกันระหว่างโปรตอน และ กลุ่มอิเล็กตรอน ที่อยู่ภายใต้แรงยึดของโมเลกุล และแรงยึดของอะตอม ภายในเนื้อสารจึงไม่มีประจุไฟฟ้าอิสระ แต่เมื่อมีสนามไฟฟ้าผ่านเข้าไปในสารดังกล่าวจะทำให้โมเลกุลเกิดแรงทางไฟฟ้า เนื่องจากสนามไฟฟ้ากระทำกับโมเลกุลจะทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักไปในทิศทางของสนาม และกลุ่มประจุลบจะเคลื่อนที่ไปในทิศทางตรงกันข้าม ทำให้โมเลกุลของสารเกิดเป็นโมเมนต์ขั้วคู่ (dipole moment) ขึ้นมา ดังแสดงด้วยรูปที่ 2.1



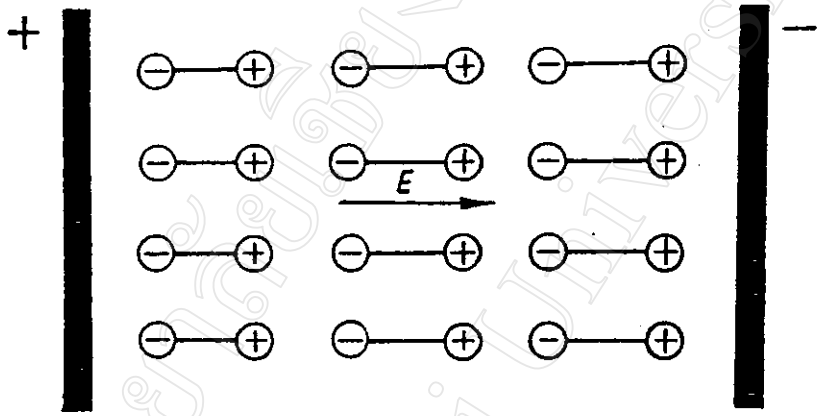
รูปที่ 2.1 แสดงการเกิดโพลาไรซ์ของอะตอม [12]

นอกจากนี้ยังมีกรณีของสารไดอิเล็กตริกที่โมเลกุลมีความเป็นขั้วคู่อยู่ก่อนแล้ว เพียงแต่ทิศทางของขั้วคู่มีความไม่เป็นระเบียบดังแสดงด้วย รูปที่ 2.2



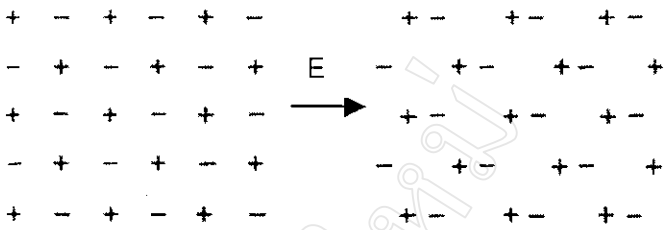
รูปที่ 2.2 ลักษณะของขั้วคู่ที่วางทิศทางอย่างไม่เป็นระเบียบ [13]

เมื่อมีสนามไฟฟ้าภายนอกมากระทำ จะทำให้ขั้วคู่เล็กๆ เหล่านี้เกิดการเรียงตัวในทิศทางเดียวกันอย่างเป็นระเบียบ เมื่อพิจารณามวลสารทั้งหมดของสารไดอิเล็กตริก จะเห็นว่าประจุบวกทั้งหมดย้ายห่างออกจากประจุลบ ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า สารไดอิเล็กตริกนั้นถูกโพลาไรซ์ (polarized) ดังแสดงด้วยรูปที่ 2.3

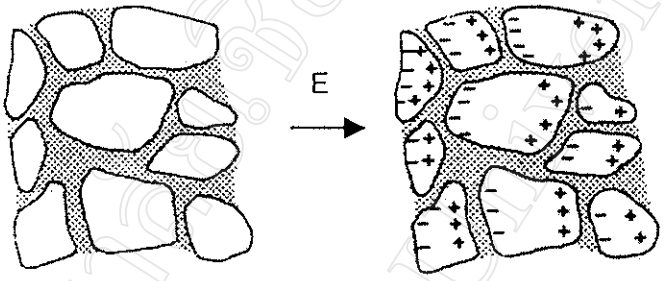


รูปที่ 2.3 แสดงการเกิดโพลาไรซ์ของสารไดอิเล็กตริก [14]

นอกจากกระบวนการ atomic และ dipole polarisations ที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น ยังมีกระบวนการ ionic และ space charge polarisations ที่สามารถทำให้เกิดโมเมนต์ขั้วคู่ได้เช่นกัน โดยกระบวนการ ionic polarisation นั้น จะเกิดขึ้นกับวัสดุที่มีพันธะไอออนิก ที่เกิดการเลื่อนตำแหน่งของไอออนบวก และไอออนลบไปจากสมดุลแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างผลึก เนื่องจากมีสนามไฟฟ้าภายนอกเข้ามาเหนี่ยวนำ จึงทำให้เกิดมีขั้วคู่ สำหรับกรณีกระบวนการ space charge polarisation นั้น จะเกิดขึ้นกับวัสดุที่มีขอบเกรน เนื่องจากสนามไฟฟ้าภายนอกมาเหนี่ยวนำทำให้ประจุที่อยู่ในสภาวะสมดุล เกิดการเคลื่อนที่จากตำแหน่งเดิมไปออกันอยู่ที่บริเวณขอบเกรน ทำให้เกิดมีขั้วคู่ขึ้น ดังแสดงด้วยรูปที่ 2.4



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.4 แสดงกระบวนการเกิดโพลาไรเซชันแบบ (ก) ionic และ (ข) space charge[12]

โดยการกำหนดให้ค่าโพลาไรเซชัน (polarisation) เป็นจำนวนโมเมนต์ขั้วคู่ ต่อหนึ่งหน่วยปริมาตร ดังแสดงด้วยสมการที่ 2.1

$$\vec{P} = n\vec{p} = \varepsilon_o \chi \vec{E} \qquad (2.1)$$

เมื่อ $\vec{P}$ แทน ขนาดและทิศทางของการเกิดโพลาไรเซชัน

ε_o แทน ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} F/m

$\vec{E}$ แทน ขนาดและทิศทางของสนามไฟฟ้าในตัวกลาง

n แทน จำนวนโมเลกุลต่อหน่วยปริมาตร และทุกๆ โมเลกุลมีโมเมนต์ขั้วคู่เป็น p

χ แทน ค่าซึมซาบทางไฟฟ้า (electric susceptibility)

เมื่อค่าคงที่ χ นี้เป็นสมบัติอีกประการหนึ่งของสารไดอิเล็กตริก ซึ่งเป็นค่าคงที่สำหรับสารแต่ละชนิดที่บอกถึงความสามารถในการเกิดโพลาไรซ์ของสารไดอิเล็กตริกแต่ละตัว ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่า ε_r ในลักษณะแปรผันตามดังแสดงด้วยสมการที่ 2.2

$$\varepsilon_r = \chi + 1 \qquad (2.2)$$

โดยค่า ε_r นี้จะเป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญต่อการบ่งบอกถึงประสิทธิภาพ และความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้าของสารไดอิเล็กตริกชนิดนั้นๆ ว่ามีค่าเพิ่มขึ้นเป็นกี่เท่าของในกรณีที่เป็นสุญญากาศ ดังแสดงด้วยสมการที่ 2.3

$$C = \varepsilon_o \varepsilon_r \frac{A}{d} \qquad (2.3)$$

เมื่อ A แทน พื้นที่ของขั้วไฟฟ้าบนผิวสารไดอิเล็กตริก

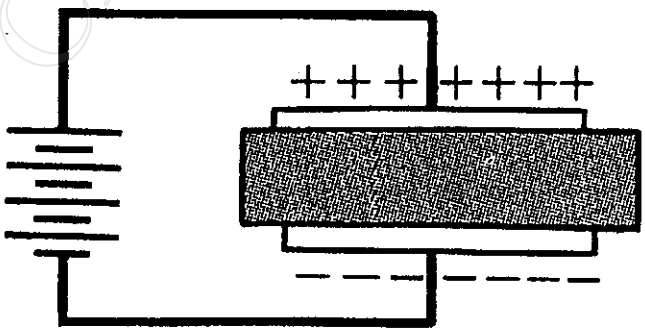
d แทน ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า (ความหนาของตัวเก็บประจุ)

ε_o แทน ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} F/m

ε_r แทน ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารไดอิเล็กตริกนั้น และ

C แทน ค่าความสามารถในการกักเก็บประจุ

ซึ่งการหาค่า ε_r ของสารแต่ละชนิดนั้น สามารถทำได้โดยการวัดค่าความจุไฟฟ้าของสารดังกล่าว แล้วใช้สมการที่ 2.3 ในการคำนวณดังแสดงในรูปของการทดลองอย่างง่ายในรูปที่ 2.5

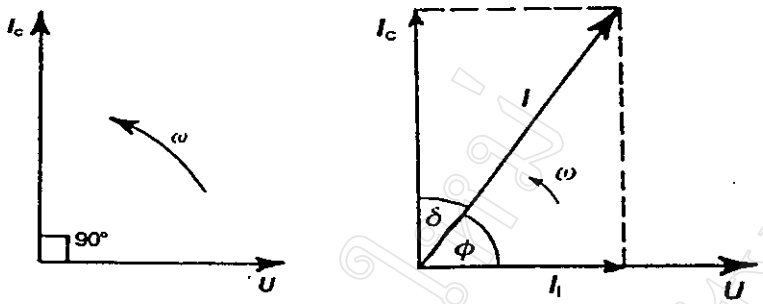


รูปที่ 2.5 แสดงการวัดค่าความจุไฟฟ้าของวัสดุอย่างง่าย [15]

ซึ่งจะเห็นได้ว่า ความสามารถในการกักเก็บประจุจะแปรผันตรงกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และรูปทรงของตัวเก็บประจุ อย่างไรก็ตาม สิ่งที่ได้กล่าวมาตั้งแต่ต้นนั้น เป็นเพียงการพิจารณาวัสดุในกรณีที่มีการใช้สนามไฟฟ้ากระแสตรงเท่านั้น สำหรับในกรณีของการใช้ไฟฟ้ากระแสสลับกับสารไดอิเล็กตริกนั้นจะทำให้โมเมนต์ขั้วคู่ที่เกิดในเนื้อสารมีการเปลี่ยนแปลงกลับไปมา ซึ่งจะช้า หรือเร็วเพียงใดนั้น ขึ้นอยู่กับความถี่ของสนามไฟฟ้าที่ให้ ถ้าสนามมีการเปลี่ยนแปลงเร็วเกินไปก็อาจจะทำให้โมเมนต์ขั้วคู่ไม่สามารถปรับตัวตามสนามไฟฟ้าได้ทัน ทำให้เกิดการหยุดนิ่งของโมเมนต์ขั้วคู่เนื่องจากความเฉื่อย และเมื่อเกิดการหยุดนิ่งเพราะขยับไม่ได้นานๆ ก็จะทำให้เกิดความร้อนขึ้น ส่งผลให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของความร้อน (loss) ซึ่งเป็นที่มาของค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นรูปความร้อน (dissipation factor หรือ tan δ) และเป็นตัวบ่งชี้ถึง ความไม่สมบูรณ์ของกระบวนการเกิดโพลาไรเซชันในสารไดอิเล็กตริกภายใต้สนามไฟฟ้ากระแสสลับ

สารไดอิเล็กตริกที่สมบูรณ์แบบที่สุดสำหรับการนำมาทำเป็นตัวเก็บประจุ จะต้องไม่นำกระแสไฟฟ้าได้เลย ถ้าหากได้รับไฟฟ้ากระแสตรงนั่นคือ จะต้องไม่มีสภาพนำไฟฟ้าอยู่เลยหรือกล่าวอีกนัยหนึ่งก็คือ มีค่าความต้านทานสูงเป็นอนันต์ แต่ในทางปฏิบัติ แล้วสารไดอิเล็กตริกที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบันจะสามารถนำกระแสไฟฟ้าได้เพียงแต่ว่ามีค่าน้อยมากเท่านั้น แสดงว่าสารไดอิเล็กตริกมีความต้านทานไฟฟ้าที่สูงแต่ไม่เป็นค่าอนันต์ จึงทำให้มีกระแสที่ไหลผ่านในปริมาณน้อยๆ ที่เรียกว่า กระแสรั่ว (leakage current) เกิดขึ้นนั่นเอง

ถ้าป้อนไฟฟ้ากระแสสลับ ให้กับตัวเก็บประจุที่ทำด้วยสารไดอิเล็กตริกแบบอุดมคติ กระแสที่ไหลผ่านตัวเก็บประจุจะมีเฟสนำหน้าความต่างศักย์เป็นมุม 90 องศาพอดี เมื่อมีการเขียนเวกเตอร์แสดงไดอะแกรมระหว่างเฟสของกระแสกับค่าความต่างศักย์ แต่ในทางปฏิบัตินั้นจะมีการสูญเสียพลังงานเนื่องจากการที่สารไดอิเล็กตริกมีความต้านทานไม่ถึงอนันต์ ทำให้เสมือนมีกระแสไหลผ่านตัวต้านทานเกิดขึ้น จึงทำให้กระแสผลรวมมีเฟสนำหน้าความต่างศักย์ น้อยกว่า 90 องศา ดังแสดงด้วยรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 ไดอะแกรมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเฟสของกระแสไฟฟ้ากับเฟสของความต่างศักย์ไฟฟ้าในสารไดอิเล็กตริกแบบ [12] (ก) อุดมคติ (ข) ที่มีอยู่จริง

จากรูปที่ 2.6 (ข) สามารถหาค่าของ tan δ ของวัสดุได้โดยการใช้สมการ

$$\tan \delta = \frac{I_c}{I_l} \qquad (2.4)$$

เมื่อ I_c และ I_l แทนค่า กระแสของตัวเก็บประจุ และกระแสที่ถูกเปลี่ยนแปลงไปเป็นความร้อนตามลำดับ

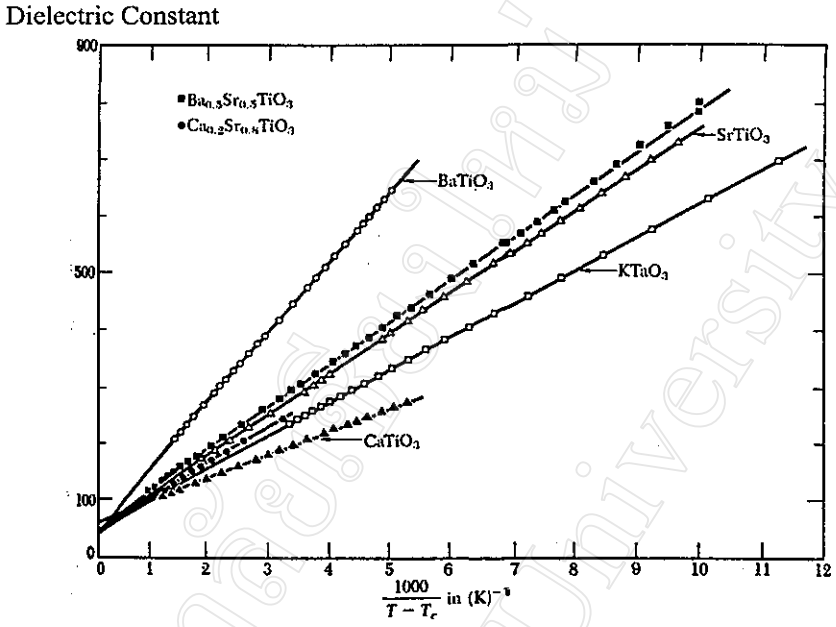
2.1.1.1 ผลของอุณหภูมิที่มีต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และ ค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของสารไดอิเล็กตริก

ในสารเฟร์โรอิเล็กตริกนั้น จะมีการเกิดโพลาไรซ์ขึ้นได้เองแม้จะไม่มีการให้สนามไฟฟ้าจากภายนอกเข้ามาก็ตาม ดังนั้นเมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าภายนอกเข้าไปอีกเพียงเล็กน้อยก็สามารถที่จะทำให้เกิดโพลาไรซ์ขึ้นมาอย่างมากมายได้ ที่สภาวะวิกฤตทำให้โพลาไรซ์มีค่ามากขึ้น ทั้งนี้เพราะมีสนามไฟฟ้าเฉพาะที่ทำให้โพลาไรซ์เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และมีขนาดที่มากกว่าแรงระหว่างไอออนในผลึก เป็นผลทำให้ไอออนเลื่อนตำแหน่งไปจากสมดุล โดยมีสมการที่ใช้ในการอธิบายผลของอุณหภูมิที่มีต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ได้ดี ในสภาวะพาราอิเล็กตริก (paraelectric) ก็คือ Curie – Weiss law ดังแสดงด้วยสมการที่ 2.5 และ รูปที่ 2.7

$$\varepsilon_r = \frac{C}{T - T_C} \qquad (2.5)$$

เมื่อ C แทน ค่าคงที่ และ

T_c แทน อุณหภูมิคูรี



รูปที่ 2.7 แสดงความสัมพันธ์ของค่า ε_r กับ $1/(T-T_c)$ ในสภาวะพาราอิเล็กตริกของสารที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ [16]

สำหรับเรื่องของอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนนั้น โดยทั่วแล้วค่า tanδ จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิ ซึ่งสาเหตุเกิดมาจากอุณหภูมิที่สูงจะทำให้สารไดอิเล็กตริกมีค่าความต้านทานไฟฟ้าต่ำลง ทำให้สามารถนำไฟฟ้าได้มากขึ้น นอกจากสาเหตุดังกล่าวแล้ว ยังมีปัจจัยอื่นเข้ามาเกี่ยวข้องด้วยเช่น การเกิดกระบวนการผ่อนคลาย (relaxation) เนื่องจากโมเมนต์ขั้วคู่เกิดการปรับเปลี่ยนตามการเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าไม่ทัน สาเหตุมาจากความเฉื่อย และการสั่นของไอออนในสารไดอิเล็กตริกทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานแบบหน่วง (damping) เป็นต้น

2.1.1.2 ผลของความถี่ที่มีต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และ ตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของสารไดอิเล็กตริก

เมื่อสารไดอิเล็กตริกได้รับสนามไฟฟ้าแบบ กระแสสลับ (oscillating field) เข้าไปจะทำให้โมเมนต์ขั้วคู่ภายในสารพยายามตอบสนองต่อสนามไฟฟ้าที่ให้ โดยจะหมุนตัวสลับไปมาตามทิศทางของสนามไฟฟ้าจนเกิดมีความเฉื่อยของโมเมนต์ขั้วคู่ และทำให้เกิดกระบวนการผ่อนคลายขึ้น ซึ่งกระบวนการดังกล่าวนี้จะขึ้นกับความถี่ของสนามไฟฟ้าที่ให้ ด้วยโดยมีฟังก์ชันของเวลาเข้ามาเกี่ยวข้องในรูปของค่า τ ซึ่งแทนช่วงเวลาที่ทำให้ค่าโพลาไรเซชันลดลง ซึ่งเมื่อใช้สมการทางคณิตศาสตร์ที่มีการนำผลของการแปลงฟูเรียร์ (fourier transform) มาคำนวณพบว่าเมื่อความถี่มีค่าสูงขึ้นจะทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารไดอิเล็กตริกมีค่าลดลง และ มีแนวโน้มที่จะทำให้ค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนมีค่าสูงขึ้น

โดยในกรณีที่กล่าวถึงผ่านมานี้ จะเกี่ยวข้องกับสารไดอิเล็กตริกที่มีค่าโพลาไรเซชันเกิดจากกลไกการจัดเรียงตัวของโมเมนต์ขั้วคู่แบบ dipolar (orientation polarizability) เป็นสำคัญ แต่ถ้าเป็นสารไดอิเล็กตริกที่เกี่ยวข้องกับกลไกการเกิดโพลาไรเซชันแบบไอออนิก และ อะตอมมิก (ionic and atomic polarizabilities) ซึ่งมีการตอบสนองที่ดีในช่วงความถี่ที่สูงกว่า จะมีกระบวนการดูดกลืนแบบสั่นพ้อง (resonance absorption) เข้ามาเกี่ยวข้อง โดยจะมีการเลื่อนของเฟสในการสั่นของโมเมนต์ขั้วคู่ด้วย

จะเห็นได้ว่าในการอธิบายถึงอิทธิพลของความถี่ที่มีต่อสมบัติไดอิเล็กตริกนั้น จะต้องพิจารณาที่แต่ละช่วงของความถี่ แยกออกจากกันโดยอาศัยกระบวนการโพลาไรเซชัน และการผ่อนคลาย (polarization relaxation) เป็นหลักสำคัญ

2.1.2 ผลของโครงสร้างจุลภาคที่มีต่อสมบัติไดอิเล็กตริก

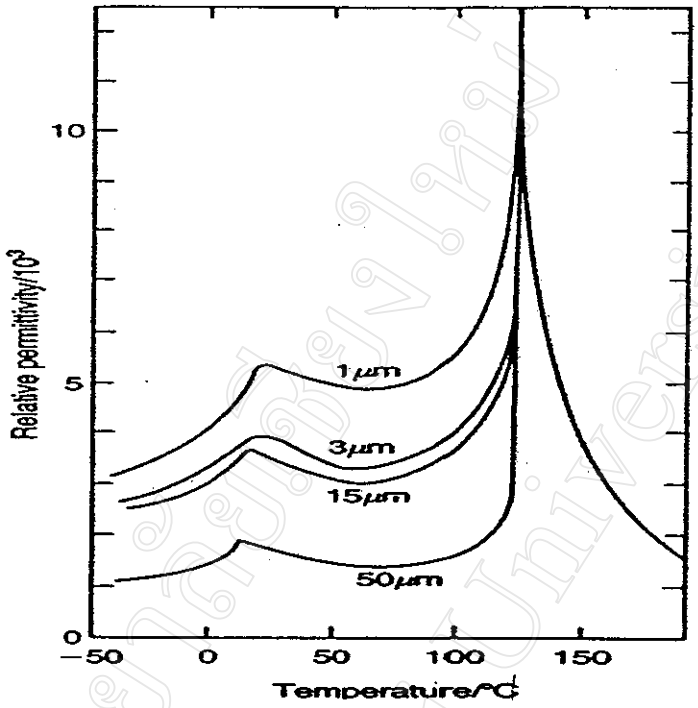
ภายในเนื้อของวัสดุพวกเซรามิกออกไซด์ส่วนใหญ่จะประกอบไปด้วย ผลึกที่มีโครงสร้างที่แน่นอนโดยมีอะตอมเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบตลอดทั่วทั้งเนื้อของวัสดุ ซึ่งเกิดขึ้นมาภายหลังจากที่ได้มีการให้ความร้อนที่เหมาะสมแก่วัสดุแล้วปล่อยให้เย็นตัวลง โดยเมื่อผลึกที่อยู่ภายเนื้อสารได้รับความร้อนก็จะเกิดการเติบโต ทำให้มีรูปทรงเปลี่ยนแปลงไปเนื่องจากเกิดมีการเคลื่อนที่ชนกันของขอบผลึกอื่นๆ จนเกิดเป็นโครงสร้างทางจุลภาคที่มีลักษณะเฉพาะและประกอบไปด้วยหน่วยย่อยที่เรียกว่า เกรน (grain) เรียงตัวเกาะติดกันตลอดทั่วทั้งวัสดุ ซึ่งสามารถตรวจสอบได้ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์เข้ามาช่วย และเรียกบริเวณขอบหรือรอยต่อที่เกิดจากการเคลื่อนที่เข้ามาชนกันเหล่านี้ว่า ขอบเกรน (grain boundaries) ซึ่งจะเป็นบริเวณที่มีการจัดเรียงอะตอมอย่างไม่เป็น

ระเบียบสูง เมื่อเทียบกับการจัดเรียงอะตอมภายในเกรน ทำให้อะตอมที่อยู่บริเวณขอบเกรนมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าและ เนื่องจากอะตอมบริเวณนี้จะอยู่กันอย่างค่อนข้างอิสระ จึงทำให้บริเวณนี้ มักจะมีสิ่งปนเปื้อนรวมอยู่ด้วยเสมอ

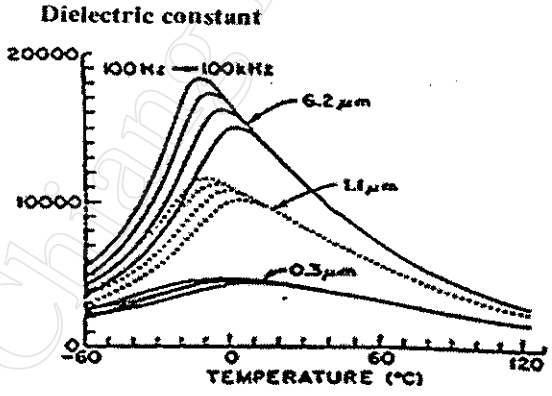
ขนาดเกรนของสารเฟร์โรอิเล็กตริกเซรามิก จะมีผลอย่างมากกับค่า ε_r ของเซรามิกจากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าค่า ε_r สามารถเปลี่ยนไปตามขนาดของเกรนและอุณหภูมิซินเตอร์ที่เปลี่ยนแปลง สำหรับสารเฟร์โรอิเล็กตริกแบบธรรมดา เช่น แบเรียมติตาเนต ซึ่งมีขนาดของเกรนประมาณ 1-50 μm นั้น มีรายงานผลการวิจัยจำนวนมากที่แสดงให้เห็นว่าเซรามิกที่ประกอบด้วยเกรนที่มีขนาดเล็กจะมีค่า ε_r ที่สูงมากกว่าเซรามิกที่ประกอบด้วยเกรนที่มีขนาดใหญ่ แต่อย่างไรก็ตามถ้าขนาดของเกรนมีค่าต่ำกว่า 1 ไมครอนแล้วค่า ε_r ของเซรามิกเหล่านี้กลับมีแนวโน้มที่ลดลง จากรูปที่ 2.8 (ก) จะเห็นได้ว่าที่สภาวะพาราอิเล็กตริกนั้นค่า ε_r จะเป็นไปตามกฎของ Curie – Weiss (สมการที่ 2.5) จากที่ได้กล่าวมานี้จะเห็นได้ว่าขนาดเกรนของเซรามิกนั้นมีอิทธิพลต่อค่า ε_r ซึ่งจะส่งผลโดยตรงต่อการนำเซรามิกไปใช้งาน ดังนั้นจึงได้มีความพยายามที่จะควบคุมขนาดของเกรน เพื่อกำหนดลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกให้มีความเหมาะสมต่อการแสดงสมบัติทางไดอิเล็กตริกตามที่ต้องการเกิดขึ้นอย่างมากมาย ซึ่งในปัจจุบันมีวิธีการที่นิยมใช้กันอยู่ 2 วิธีหลัก คือ

1. การควบคุมขนาดของเกรนด้วยการเลือกใช้เงื่อนไขในการเตรียมที่เหมาะสม
2. การเจือสารอื่นเข้าไปในสารหลักเพื่อปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าและโครงสร้างทางจุลภาคของสารให้เหมาะสม

ส่วนในกรณีของ สารเฟร์โรอิเล็กตริกแบบรีแลกเซอร์ เช่น PMN นั้น พบว่า ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนกับค่า ε_r จะตรงกันข้ามกับกรณีของแบเรียมติตาเนต กล่าวคือ เมื่อเกรนมีขนาดเพิ่มขึ้น ค่า ε_r จะมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย [10,18,19] ดังแสดงในรูปที่ 2.8 (ข) นอกจากนี้ยังพบอีกว่าค่า ε_r ยังขึ้นอยู่กับปัจจัยอื่นๆ อีก เช่น ปริมาณเฟสไพโรคลอร์ (pyrochlore) ที่มักเกิดขึ้นปะปนกับเฟสของ PMN ซึ่งพวกเฟสปนเปื้อนเหล่านี้จะมีค่า ε_r ที่ต่ำมาก เนื่องจากไม่ได้เป็นสารพวกเฟร์โรอิเล็กตริก ทำให้เซรามิกมีค่า ε_r ลัพธ์ (สุทธิ) ลดลงจากที่ควรจะเป็น นอกจากนี้ค่าความหนาแน่น (density) ก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีอิทธิพลต่อค่า ε_r เป็นอย่างมาก เนื่องจากเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นต่ำจะมีช่องว่างหรือรูพรุนอยู่มาก จึงมีค่า ε_o ของอากาศหรือรูพรุนภายในเซรามิกที่ส่งผลกระทบต่อค่า ε_r ของเซรามิกดังกล่าวทำให้ค่า ε_r สุทธิของเซรามิกที่มีความหนาแน่นต่ำมีค่าลดลง ดังนั้นการเตรียมเซรามิกเพื่อให้ได้สมบัติที่เหมาะสมต่อการนำไปใช้งานตามที่ต้องการ จึงต้องมีการพิจารณาถึงปัจจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้องเหล่านี้ด้วย



(ก)



(ข)

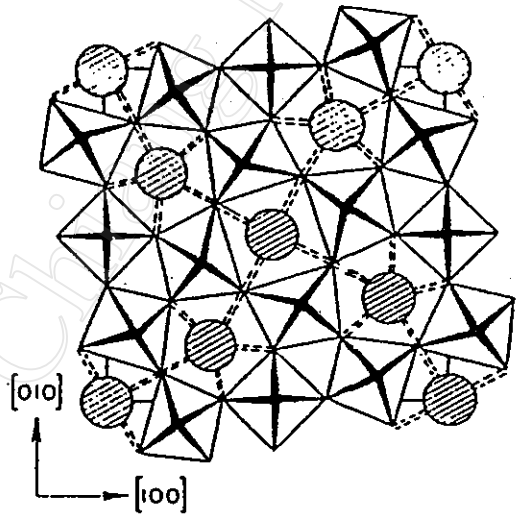
รูปที่ 2.8 แสดงผลของขนาดเกรนที่มีต่อค่า ε_r ของเซรามิกเฟร์โรอิเล็กตริก
(ก) แบบธรรมดา เช่น $BaTiO_3$ [12] และ (ข) แบบรีแลกเซอร์ เช่น PMN[19]

2.1.3 เลดแมกนีเซียมออกไซด์ (Lead Magnesium oxide)

เลดแมกนีเซียมออกไซด์ ที่มีสูตรโมเลกุล Pb_2MgO_3 หรือ PM เป็นสารประกอบที่มีตะกั่ว และ แมกนีเซียม เป็นองค์ประกอบหลักในอัตราส่วนสองต่อหนึ่ง แต่จากการตรวจสอบเอกสารทางวิชาการที่ผ่านมาพบว่า ยังไม่มีหลักฐานที่เกี่ยวข้องกับการศึกษา PM ในรูปแบบใดๆ ปรากฏออกมาเลย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทดลองเตรียมสาร PM ขึ้นมา เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ของกระบวนการที่ใช้ ศึกษาลักษณะทั่วไปของสารที่เตรียมได้ และเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นร่วมกับเลดเมตาไนโอเบต ($PbNb_2O_6$ หรือ PN) สำหรับการเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบดัดแปลง เพื่อเป็นแนวทางในการศึกษา และทำความเข้าใจสารในระบบเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ให้ดียิ่งขึ้น

2.1.4 เลดเมตาไนโอเบต (Lead Metaniobate)

เลดเมตาไนโอเบต มีสูตรโมเลกุล $PbNb_2O_6$ ค้นพบครั้งแรกโดย Goodman ในปี ค.ศ. 1953 [20] เป็นสารเฟร์โรอิเล็กตริกที่มีโครงสร้างผลึกแบบ โพแทสเซียม ทังสเตรน บรอนด์ (potassium tungsten bronze structure) ดังแสดงด้วยรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) หรือโครงสร้างแบบโพแทสเซียม ทังสเตน บรอนด์ ของเลดเมตาไนโอเบต [21] เมื่ออะตอมที่แรเงาแทนอะตอมของตะกั่ว(Pb)

จากภาพสองมิติที่แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกของเลดเมตาไนโอเบต จะเห็นได้ว่ามีอะตอมกลุ่ม NbO_6 ที่เกาะกันอยู่เป็นแบบออกตระฮีดรอล (octahedral) ที่มีการเชื่อมต่อกันผ่านมุมที่ทำให้เกิดเป็นวงปิดรูปสี่เหลี่ยม และ ห้าเหลี่ยม ซึ่งเป็นตำแหน่งที่อยู่ของตะกั่ว [21] เลดเมตาไนโอเบต มีอุณหภูมิคูรีอยู่ที่ประมาณ 570 °ซ [22] จุดหลอมเหลวสูงประมาณ 1343 °ซ สามารถมีเฟสที่มีความเสถียร ณ อุณหภูมิห้องได้สองเฟสคือ รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) และออโธรอมบิก (orthorhombic) [17,23] มีค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีเท่ากับ 6.62 และ 6.64 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ และสามารถแสดงสมบัติทางเฟร์โรอิเล็กตริกได้ดีเหมือนกับพวกสารประกอบที่อยู่ในตระกูลเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite) เนื่องจาก PN เป็นสารที่มีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ค่อนข้างสูง (ประมาณ 4700) [24] ทำให้มีสมบัติในการกักเก็บประจุไฟฟ้าที่ดี จึงนิยมนำมาทำเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า ยิ่งไปกว่านั้น PN ยังมีค่าความแม่นยำในการยืดหดตัวสูง (electrostrictive) จึงเหมาะกับการนำมาประยุกต์ใช้เป็นพวกอิเล็กโทรแอคูสติก (electroacoustic application) และในอุปกรณ์อัลทราโซนิกส์ (ultrasonic) เป็นต้น [9]

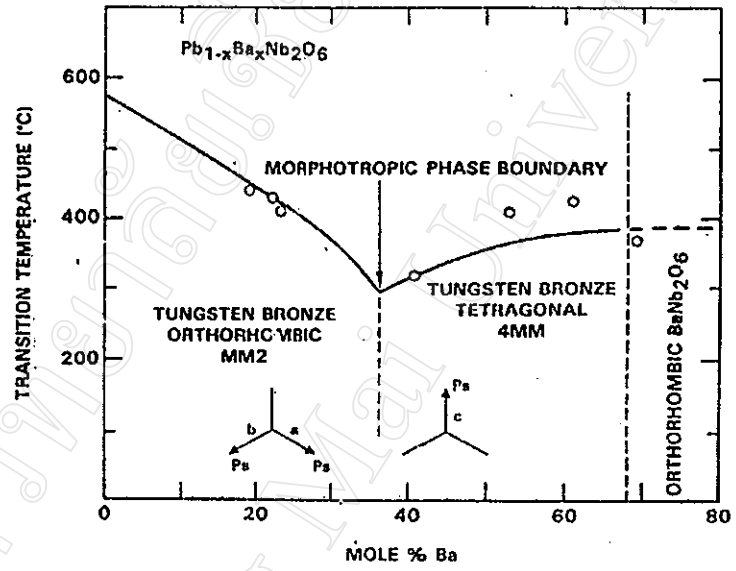
นับตั้งแต่ปี ค.ศ. 1953 เป็นต้นมากลุ่มนักวิจัยจำนวนหนึ่งได้เริ่มหันมาสนใจศึกษาสารพวกเลดเมตาไนโอเบตอย่างจริงจังมากขึ้น เนื่องจากมีรายงานผลการวิจัยจำนวนหนึ่งที่แสดงให้เห็นว่าในการเตรียมสารพวกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตนั้น มักจะพบสารพวกเลดไนโอเบตเกิดขึ้นปะปนมาด้วย ดังนั้นเพื่อเป็นการสร้างความเข้าใจและจะได้ทำการควบคุมการเกิดของสารเหล่านี้ให้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น Goodman [20] จึงได้ทำการศึกษาโดยละเอียดและค้นพบสารเฟร์โรอิเล็กตริกที่มีสูตรโมเลกุล AB_2O_6 ที่มีสมบัติทางเฟร์โรอิเล็กตริกดีเหมือนกับพวกสารประกอบในกลุ่มเพอร์รอฟสไกต์

ถัดมาในปี ค.ศ. 1956 Francombe [23] ได้ทำการศึกษาเลดเมตาไนโอเบตที่อยู่ในรูปของออโธรอมบิก และรอมโบฮีดรอล โดยได้ทำการเตรียมเซรามิก PN ด้วยการเผาซินเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิ 1200 °ซ และ 1250 °ซ จากนั้นจึงทำการคำนวณหาค่าพารามิเตอร์แลตทิซของทั้งสองเฟสและพบว่า ในกรณีของเฟสออโธรอมบิกจะมีค่า a = 17.51 Å, b = 17.81 Å และ c = 7.73 Å ส่วนในกรณีของเฟสรอมโบฮีดรอล จะมีค่า a = 6.206 Å, α_R = 58°18 และมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงสุดเท่ากับ 15000 ที่อุณหภูมิคูรี

หลังจากนั้นในปี ค.ศ. 1962 Subbarao และ Hrizo [21] ได้ทำการศึกษาโครงสร้างผลึกของเลดเมตาไนโอเบตอย่างละเอียดและพบว่ามีโครงสร้างผลึกแบบ โพแทสเซียม ทังสเตน บรอนด์ และเมื่อทำการทดลองใส่อะตอมที่มีประจุ +2 ตัวอื่นๆ เข้าไปแทนที่ตำแหน่งของตะกั่ว (Pb^{2+}) ด้วย หรือใส่อะตอมของไทเทเนียม (Ti^{+4}) เข้าไปแทนที่ของอะตอมไนโอเบียม (Nb^{+5}) พบว่า

สามารถทำให้เฟสที่มีสมบัติเป็นเฟร์โรอิเล็กตริกมีความเสถียรมากยิ่งขึ้น และไม่ทำให้อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลง

ต่อมาในปี ค.ศ. 1989 Oliver และ Neurgaonkor [25] ได้ทำการศึกษาสมบัติทางเฟร์โรอิเล็กตริกของเลดเมตาไนโอเบต ที่มีการเจือด้วยแบเรียม (Ba^{+2}) เข้าไปแทนที่อะตอมของตะกั่วในโครงสร้างของ PN ตามเฟสไดอะแกรมข้างล่างนี้



รูปที่ 2.10 เฟสไดอะแกรมของสารประกอบในระบบ $Pb_{1-x}Ba_xNb_2O_6$ (BPN) [25]

และพบว่าสารประกอบที่มีสัดส่วนทางเคมีอยู่ที่บริเวณรอยต่อของเฟสมอฟอร์โทรบิก (morphotropic phase boundary หรือ MPB) นี้จะสามารถแสดงสมบัติพิโซอิเล็กตริก และสมบัติทางไฟฟ้าเชิงแสง (electro-optic properties) ได้ดี และมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูง เนื่องจากว่าที่บริเวณ MPB นี้ผลึกของสารประกอบจะมีองค์ประกอบของแบเรียมอยู่ร้อยละ 0.37 โดยโมล ทำให้สามารถเกิดเฟสที่มีสมบัติเฟร์โรอิเล็กตริกได้ทั้งสองโครงสร้างคือ แบบออโธรอมบิก และ แบบเตตระโกนอล ซึ่งทั้งสองโครงสร้างนี้จะมีการเกิดโพลาไรซ์แบบอิ่มตัว (saturated polarization) ทั้งคู่ทำให้มีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่สูงกว่าบริเวณอื่นๆ

ในปี ค.ศ. 1997 Lee และ Kimura [17] ได้รายงานว่าการเผาแคลไซน์ เลดเมตาไนโอเบตที่อุณหภูมิต่ำ (900 °ซ นาน 2 ชั่วโมง) จะได้เฟสที่เป็นรอมโบฮีดรอล และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูง (1250 °ซ นาน 1 ชั่วโมง) จะได้เฟสที่เป็นเตตระโกนอลแทน และเมื่อนำผงที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ทั้งสองอุณหภูมิมาขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ พบว่า เซรามิกที่ได้จากการใช้ผงที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า จะมีความหนาแน่นสูงกว่า และแสดงสมบัติทางเฟร์โรอิเล็กตริกได้ดีกว่า โดย Lee และ Kimura ได้อธิบายว่าผงเลดเมตาไนโอเบตที่เผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่ำจะเกิดการเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิ 1230 °ซ เมื่อนำไปทำการเผาซินเตอร์เซรามิกที่ได้จึงมีการเติบโตของเกรน (grain growth) บางเกรนขึ้นมาทำให้ความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้มีค่าน้อย และนอกจากนี้ยังพบอีกว่า การลดขนาดอนุภาคของสารตั้งต้น โดยทำการบดย่อยให้นานขึ้น ก็สามารถทำให้เซรามิกเลดเมตาไนโอเบต ที่เตรียมได้มีความหนาแน่นสูงขึ้นได้เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวกัน

ในปี ค.ศ. 1998 Lee และ Kimura [24] ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเลดเมตาไนโอเบตกับอุณหภูมิ ซึ่งจากผลการทดลอง พบว่าเลดเมตาไนโอเบตที่เตรียมได้จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบฮีดรอลที่อุณหภูมิต่ำ จากนั้นจะกลายเป็นแบบเตตระโกนอลที่อุณหภูมิสูง และกลายเป็นแบบออโธรอมบิกเมื่อถูกทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว (quenching) โดยพวกเขาได้สรุปว่าสามารถทำการเตรียมผงเลดเมตาไนโอเบตที่บริสุทธิ์ได้ด้วยการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

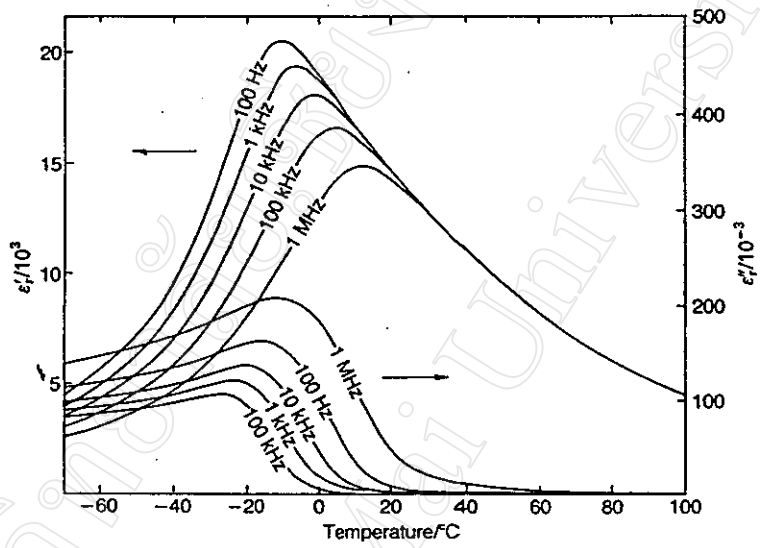
2.1.5 เลดแมกนีเซียมไนโอเบต (Lead Magnesium Niobate)

เลดแมกนีเซียมไนโอเบต ซึ่งมีสูตรโมเลกุลเป็น $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ ถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1950 โดย Smolenskii และ Agranovskaya [5] เป็นสารประเภทรีแลกเซอร์เฟร์โรอิเล็กตริก (relaxor ferroelectric) ที่มีโครงสร้างผลึกจัดอยู่ในกลุ่มของพวกเพอร์รอฟสไกด์เชิงซ้อน (complex perovskites หรือ $A(B_1B_2)O_3$) เมื่อ B_1 คือ ไอออนบวกที่มีเลขออกซิเดชั่นสเตรท (oxidation state) ต่ำ และ B_2 เป็นไอออนบวกที่มีเลขออกซิเดชั่นสเตรทสูง ซึ่งประเด็นของความแตกต่างระหว่างสารเฟร์โรอิเล็กตริกแบบธรรมดาและแบบรีแลกเซอร์นั้นสามารถแสดงได้ดังในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงข้อแตกต่างระหว่างสมบัติของสารเฟร์โรอิเล็กตริกแบบธรรมดาและแบบรีแลกเซอร์ [9]

สมบัติของสารเฟร์โรอิเล็กตริก	แบบธรรมดา	แบบรีแลกเซอร์
1. ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์กับอุณหภูมิ	มีพีคลำดับที่ 1 และ 2 ที่มีลักษณะเป็นพีคแหลม ฐานแคบ	มีพีคที่มีลักษณะฐานกว้างเกิดขึ้นที่อุณหภูมิคูรี
2. ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์กับความถี่	ขึ้นกับความถี่เพียงเล็กน้อย	ขึ้นกับความถี่มาก
3. พฤติกรรมไดอิเล็กตริกในสภาวะพาราอิเล็กตริกช่วง $T > T_C$	เป็นไปตามกฎของคูรี-ไวส์	เป็นไปตามกฎของคูรี-ไวส์กำลังสอง
4. ค่าโพลาไรเซชันหลงเหลือ	มีค่าโพลาไรเซชันหลงเหลือมาก	มีค่าโพลาไรเซชันหลงเหลือน้อย
5. การกระเจิงของแสง	มีการกระเจิงของแสงที่แตกต่างกันมากในแต่ละทิศทาง	มีการกระเจิงของแสงในแต่ละทิศทางที่แตกต่างกันเพียงเล็กน้อย
6. การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	พบการแยกออกของสเปกตรัมรังสีเอกซ์เกิดขึ้นเมื่อเกิดมีการเปลี่ยนเฟสจากพาราอิเล็กตริกไปเป็นเฟร์โรอิเล็กตริก	ไม่สามารถตรวจพบการแยกออกของสเปกตรัมรังสีเอกซ์เกิดขึ้นเมื่อเกิดมีการเปลี่ยนเฟสจากพาราอิเล็กตริกไปเป็นเฟร์โรอิเล็กตริก
7. ค่าอุณหภูมิคูรี (T_C)	มีได้ค่าเดียว	มีได้หลายค่า ขึ้นกับความถี่ที่ใช้

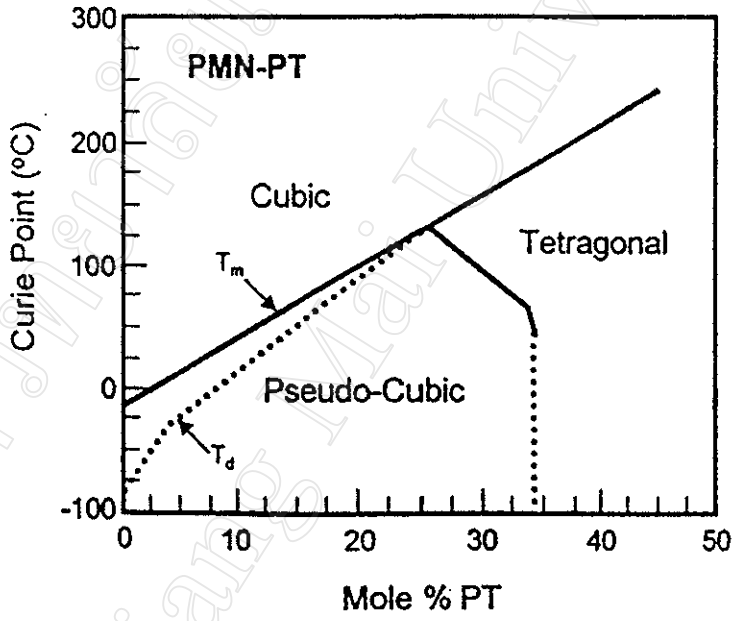
โดยปกติอุณหภูมิคูรีของ PMN ณ ความถี่ที่ 1 kHz จะอยู่ที่ประมาณ –10 °ซ โดย PMN จะเป็นสารที่มีค่า $T_{C(\varepsilon_{r,max})}$ อยู่หลายค่าขึ้นกับค่าความถี่ที่ใช้ โดยปกติจะมีค่าสูงขึ้นเมื่อมีการเพิ่มความถี่ ในขณะที่ค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนจะมีค่า $T_{C(\tan\delta,max)}$ ที่ไม่ตรงกับค่า $T_{C(\varepsilon_{r,max})}$ และจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ความถี่ที่สูงขึ้นและที่สำคัญ ณ ที่ความถี่ค่าเดียวกัน ค่า $T_{C(\varepsilon_{r,max})} > T_{C(\tan\delta,max)}$ เสมอ ดังแสดงด้วยรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ε'_r) และค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อน (ε''_r) ของ PMNกับอุณหภูมิและความถี่ [12]

เมื่อพิจารณาที่กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ กับอุณหภูมิของเลดแมกนีเซียมไนโอเบตจะพบว่ามีลักษณะเป็นกราฟรูประฆังคว่ำที่มีฐานกว้างมาก (broadens dielectric peak) แสดงให้เห็นถึงลักษณะของการเกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะของเฟสที่แพร่กระจาย (Diffused phase transition) ที่มีหลายกลุ่มวิจัยเชื่อกันว่ามีสาเหตุเนื่องมาจากการมีองค์ประกอบทางเคมีที่ไม่สม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน (Compositional heterogeneity) ในระดับจุลภาคที่อาจเกิดจากความไม่เป็นระเบียบของอะตอม Mg กับ Nb ที่ตำแหน่ง B site โดยมีสาเหตุมาจากองค์ประกอบของแมกนีเซียม และไนโอเบียมที่เติมไม่เป็นสัดส่วนจำนวนโมลต่อกัน (1:2) (non stoichiometric) อาจจะเกิดบริเวณที่ได้สัดส่วนแบบ 1:1 ขึ้นปะปนมาในระดับจุลภาค จากการที่กราฟ 2.11 มีลักษณะฐานกว้างนั้นแสดงถึงการมีช่วงของการแปรค่า ε_r ตามอุณหภูมิในไดอิเล็กตริกกว้าง แต่เนื่องจากค่า T_c ของเลดแมกนีเซียมไนโอเบตที่ความถี่ 1 kHz มีค่าต่ำกว่า

อุณหภูมิห้องมาก จึงทำให้สามารถนำ PMN ไปใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิที่จำกัด ต่อมาจึงได้เกิดมีการพัฒนาวิธีการที่จะนำเลดแมกนีเซียมไนโอเบตมาใช้ที่อุณหภูมิสูง โดยการทำเป็นสารละลายของแข็ง (Solid Solution) กับเลดติตาเนต ($PbTiO_3$) ซึ่งมี T_c อยู่ที่ประมาณ 490 °ซ และพบว่านอกจากจะสามารถทำการปรับเลื่อนค่า T_c ของ PMN ให้สูงขึ้นมาได้แล้วยังสามารถเพิ่มค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ได้อีกด้วย โดยสัดส่วนของ PMN:PT ที่ทำให้เกิดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงที่สุดเท่าที่มีรายงานผลการวิจัยออกมาคือที่สัดส่วน 0.9 PMN - 0.1 PT ซึ่งเป็นสัดส่วนที่สามารถให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงสุดได้สูงถึง ประมาณ 25000 โดยมีค่า $T_c \approx 40$ °ซ [2] ดังเฟสไดอะแกรมในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 แสดงเฟสไดอะแกรมของสารประกอบในระบบ $PMN_x - PT_{1-x}$

นอกจากนี้เลดแมกนีเซียมไนโอเบตยังมีสมบัติที่น่าสนใจอีกหลายประการ เช่น มีค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบพิโซอิเล็กตริก (piezoelectric coupling coefficient) สูง มีวงฮีสเทอรีซิส (hyteresis loop) ขนาดเล็ก ทำให้มีการสูญเสียพลังงานในขณะใช้งานต่ำ มีความสามารถในการยืดและหดได้แม่นยำ ยิ่งไปกว่านั้นการเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ยังสามารถทำการเผาซินเตอร์ได้ที่อุณหภูมิต่ำประมาณ 900 – 1200 °ซ [26] จึงสามารถนำไปใช้งานกับพวกสารทำขั้วไฟฟ้า (electrodes) ราคาถูกได้ ทำให้ประหยัดค่าใช้จ่ายในการเตรียมลงได้มาก เมื่อเทียบกับในกรณีของสารเฟร์โรอิเล็กตริกทั่วๆ ไป จากการที่มีข้อดีต่างๆ มากมายดังที่กล่าวมานี้ ทำให้มีการนำสารเลดแมกนีเซียมไนโอเบตมาประยุกต์ใช้ในการทำโซนาร์ทรานสดิวเซอร์ (sonar transducers)

ตัวขับเร้าด้วยความเครียด (strain actuator) ตัวขับเร้าด้วยการอัดตัวด้วยไฟฟ้า (electrostrictive actuator) อุปกรณ์ทำความสะอาดทางการแพทย์ด้วยคลื่นความถี่เหนือเสียง (medical ultrasonic cleaning) และตัวเก็บประจุแบบหลายชั้น (multilayer capacitor) เป็นต้น

หลังจากที่มีการค้นพบเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ในปี ค.ศ. 1950 ก็ได้มีการศึกษาและพัฒนาการเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบตมากยิ่งขึ้นเป็นลำดับ แต่ปัญหาที่สำคัญในการเตรียมสารพวกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตก็คือ สามารถเตรียมให้มีความบริสุทธิ์สูงได้ยากมาก เพราะต้องพบกับปัญหาการเกิดเฟสปนเปื้อนต่างๆ โดยเฉพาะพวกเฟสที่มีโครงสร้างแบบไพโรคลอร์ประเภทต่างๆ [27] ในปัจจุบันนี้จึงได้มีการพยายามคิดค้นหาวิธีการเตรียมแบบใหม่ๆ ที่มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้นมาทดลองใช้ โดยเริ่มจาก Swartz และคณะ [6,18,28] ได้ทดลองเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบตโดยใช้วิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบสองขั้นตอนขึ้นในปี ค.ศ. 1984 และพบว่าสามารถเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบตบริสุทธิ์ได้เป็นผลสำเร็จจากการใช้แมกนีเซียมไนโอเบต ($MgNb_2O_6$) กับเลดออกไซด์เป็นสารตั้งต้น โดยเซรามิกที่เตรียมได้สามารถแสดงสมบัติทางไดอิเล็กตริกได้ดี มีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงสุดที่ประมาณ 18000 และนอกจากนี้ยังพบอีกว่าการใช้แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ในปริมาณที่มากเกินพอดีจะมีผลทำให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเลดแมกนีเซียมไนโอเบตที่เตรียมได้เพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามประเด็นของการใช้ MgO ที่มากเกินพอในการเตรียม PMN นั้นยังเป็นเรื่องที่มีการถกเถียงกันอยู่

ถัดมาในปี ค.ศ. 1996 Lu และ Fu [7] ได้รายงานว่าสามารถเตรียมเลดแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบขั้นตอนเดียวได้เป็นผลสำเร็จ ด้วยการใช้วิธีเติม MgO และ PbO เข้าไปในปริมาณที่มากเกินพอดี กล่าวคือจะเพิ่มปริมาณของสารตั้งต้นเหล่านี้ขึ้นไปอีกประมาณร้อยละ 5 ถึงร้อยละ 20 โดยโมล จากปริมาณที่คำนวณได้ตามปกติแล้วเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง แต่อย่างไรก็ตามข้อมูลดังกล่าวนี้เป็นผลการทดลองที่ยังไม่มีการเสนอคำอธิบายที่ชัดเจนว่า ทำไมต้องเพิ่มสารตั้งต้นบางตัวในปริมาณที่มากเกินกว่าปกติเข้าไป เกิดกลไกอะไรขึ้นบ้าง และปริมาณเท่าไรที่เหมาะสมต่อการเตรียมที่สุด เพราะเหตุผลใด

หลังจากนั้นในปี ค.ศ. 1999 Ananta และ Thomas[6] ได้รายงานว่าสามารถเตรียม PMN ได้ความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 100 ด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบสองขั้นตอน โดยมีการดัดแปลงใช้ $(MgCO_3)_4.Mg(OH)_2.5H_2O$ เป็นสารตั้งต้นแทน MgO เนื่องจาก $(MgCO_3)_4.Mg(OH)_2.5H_2O$ มีความเสถียรและว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับ PbO และ Nb_2O_5 สูงกว่า ทำให้สามารถเตรียมผง PMN ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้ด้วยการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ

800 °ซ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 3 หรือ 4 ชั่วโมง โดยไม่ต้องใช้เทคนิคการเติม MgO หรือ PbO ในปริมาณที่มากเกินพอดี เข้าไปช่วย

และในปีเดียวกันนั้น Ananta และ Thomas[10] ก็ได้ทำการเตรียมเซรามิก PMN จากผงที่เตรียมได้จากงานวิจัยที่ได้กล่าวไปแล้วในข้างต้น โดยทำการเผาซินเตอร์ที่ช่วงอุณหภูมิ 1200-1300 °ซ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศของ PMN และพบว่า เซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225, 1250 และ 1275 °ซ จะมีความบริสุทธิ์ถึงร้อยละ 100 และมีความหนาแน่นสูงที่สุด เมื่อทำการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1275 °ซ โดยมีโครงสร้างจุลภาคที่ประกอบไปด้วยการยึดเกาะกันของเกรนอย่างหนาแน่น และยังพบอีกว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ที่สูงขึ้น เซรามิกที่ได้จะมีเกรนขนาดโตขึ้นอีกด้วย นอกจากนี้ยังพบว่าเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นสูงจะแสดงสมบัติไดอิเล็กตริกที่ดี โดยมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงสุดถึงประมาณ 26000

และในปี ค.ศ. 2000 Han และ Kim [29] สามารถเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบตที่มีความบริสุทธิ์สูงถึงประมาณร้อยละ 99 ด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์ และเผาแคลไซน์เพียงขั้นตอนเดียว โดยใช้ PbO, Nb_2O_5 และสารละลาย $Mg(NO_3)_2$ ที่ใช้แทนแอลกอฮอล์ในการบดย่อย (ball-milling) เป็นสารตั้งต้น และเผาแคลไซน์ที่ 950 °ซ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง หลังจากเผาซินเตอร์แล้ววัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ได้ 13800 ที่ 1 kHz