

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงวัสดุ อุปกรณ์ และ วิธีการทดลองที่ใช้ในการเตรียม และการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่าง ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 เลดออกไซด์ (PbO: purity $\geq 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.2 ไนโอเบียมเพนตาออกไซด์ (Nb_2O_5 : $\geq 99.9\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.3 แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO : $\geq 98\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.4 เอทิลแอลกอฮอล์ ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: $\geq 99\%$ ผลิตโดยบริษัท Merk)
- 3.1.5 โพลีไวนิล แอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.6 น้ำกลั่น
- 3.1.7 กาวเงิน (Silver paste)
- 3.1.8 ทินเนอร์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.2.1 ครกบดสารที่ทำจาก Agate
- 3.2.2 ลูกบดเซอร์โคเนีย (zirconia)
- 3.2.3 ถ้วยเผาอลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.4 ข้อนตักสารและปิเกตอร์ขนาดต่างๆ
- 3.2.5 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer) รุ่น JDX-8030 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.6 เครื่องวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยแสงเลเซอร์ (Laser Diffraction Spectrometer) ผลิตโดยบริษัท FRITSH รุ่น analysette 22 ประเทศเยอรมัน
- 3.2.7 กระดาษทรายน้ำเบอร์ 400, 600, 800 และ 1200
- 3.2.8 LCZ meter (Hewlett Packard 4276 A)

- 3.2.9 เครื่องติฟเฟอเรนเชียล เทอร์มอล อนาไลซิส (Differential Thermal Analysis : DTA) รุ่น 1600 TA system ผลิตโดยบริษัท Du Pont ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.10 เวอร์เนียร์คาลิเปอร์
- 3.2.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM) รุ่น JSM-840A ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.12 เครื่อง Microfich ผลิตโดย International Center for Diffraction data JCPDS
- 3.2.13 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง (1400 °ซ)
- 3.2.14 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 3.2.15 เครื่องผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมตัวให้ความร้อน (heater)

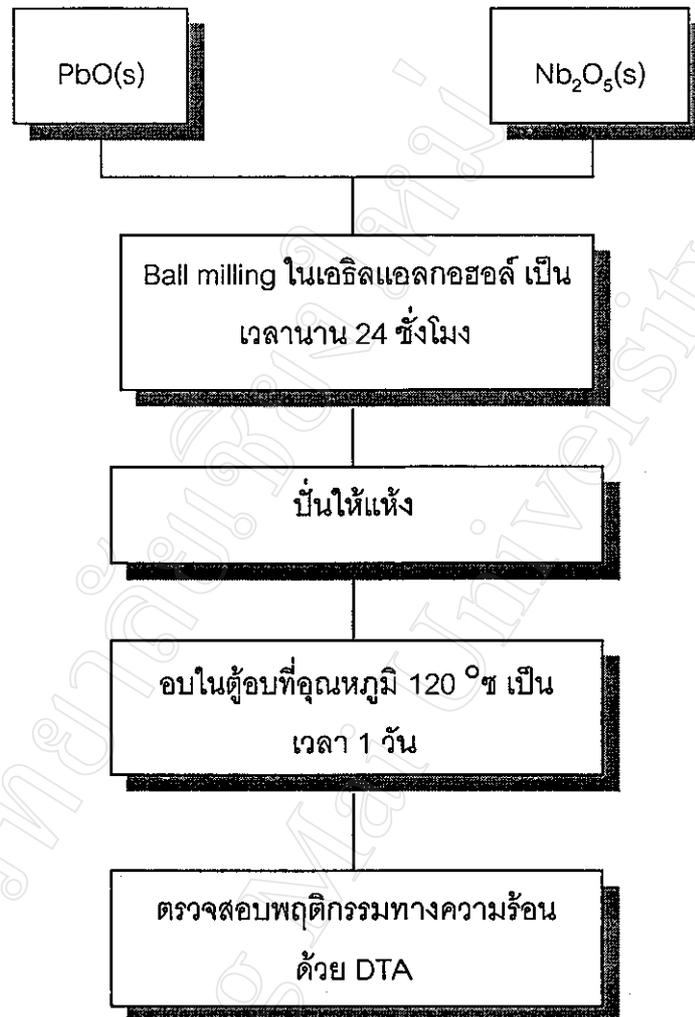
3.3 การเตรียมสารตัวอย่าง

3.3.1 การเตรียมสารเลดเมตาไนโอเบต

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการทดลองเตรียมสารเลดเมตาไนโอเบต (PbNb_2O_6 หรือ PN) ซึ่งสามารถทำได้โดยการใช้สมการที่ 3.1 โดยเริ่มจากการนำเลดออกไซด์ และ ไนโอเบียมเพนตาออกไซด์ ในอัตราส่วนหนึ่งต่อหนึ่งโดยโมล

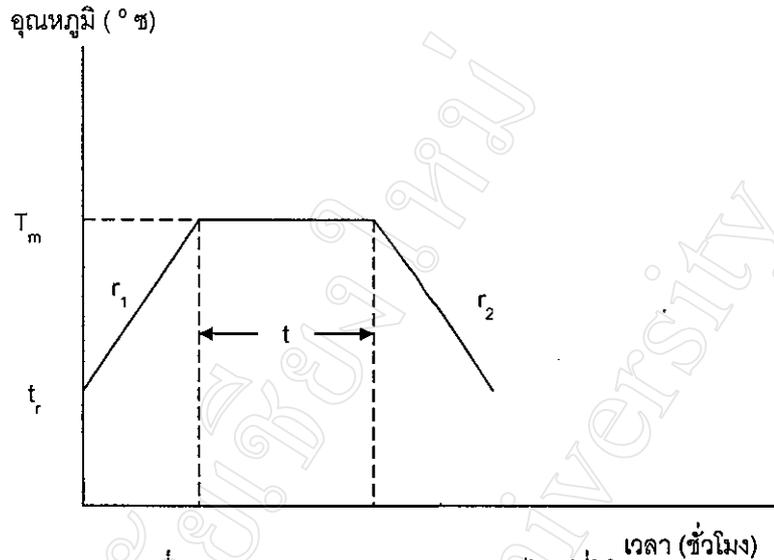


มาผสมกันด้วยวิธีการบดย่อยแบบ ball milling โดยใช้ เอซิลแอลกอฮอล์ เป็นตัวหล่อลื่นในการช่วยผสมสาร เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดการกระจายตัวและการคลุกเคล้าที่ดี หลังจากนั้น จึงนำของเหลวที่ได้จากการบดย่อยมาปั่นด้วยเครื่องผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมกับให้ความร้อน เพื่อกำจัดตัวทำละลาย จนกระทั่งของเหลวที่ได้มีความหนืดมากจนไม่สามารถปั่นอีกต่อไปได้ จึงนำสารที่ได้ เข้าตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 120 °ซ เป็นเวลา 1 วันเพื่อให้มั่นใจว่า สารที่เตรียมได้นั้นแห้งสนิท แล้วนำมาบดให้ละเอียดด้วยครกบด เมื่อได้สารผสมแล้วจึงนำไปตรวจสอบพฤติกรรมทางด้านความร้อนเพื่อทดสอบหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ด้วยวิธีการติฟเฟอเรนเชียล เทอร์มอล อนาไลซิส (Differential Thermal Analysis หรือ DTA) ซึ่งเป็นตัวช่วยในการตัดสินใจเลือกอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้มีช่วงที่แคบลงได้ โดยสามารถเขียนขั้นตอน การเตรียมสารผสมของเลดเมตาไนโอเบตที่ใช้ได้ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงแผนผังการเตรียมสารผสมเลดเมตาไนโอเบตด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม

เมื่อได้สารผสมแล้วจึงทำการเตรียมผงสารตัวอย่างเพื่อทำการเผาแคลไซน์ ทำได้โดยนำสารผสมใส่ลงในถ้วยอลูมินาที่มีฝาปิดแล้วทำการเผาแคลไซน์ด้วยการใช้อุณหภูมิ ระยะเวลาเผา แชน์ และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่แตกต่างกัน ซึ่งสามารถแสดงเป็นแผนผังของการเผาแคลไซน์ได้ด้วยรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงแผนผังการเผาแคลไซน์ที่ใช้

เมื่อ T_m แทน อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ (calcining temperature)

T_r แทน อุณหภูมิห้อง (room temperature)

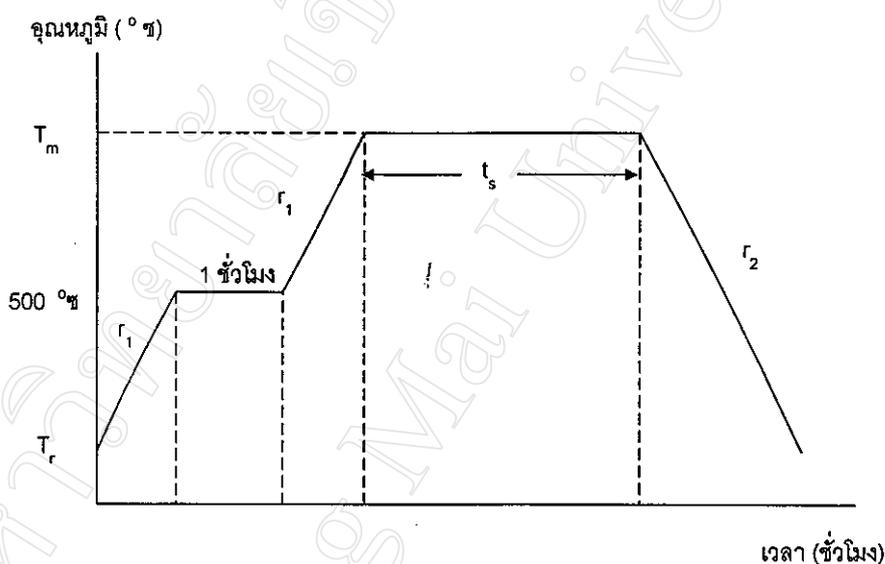
t แทน ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแช่ (dwell time)

r_1/r_2 แทน อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้ (heating/cooling rates)

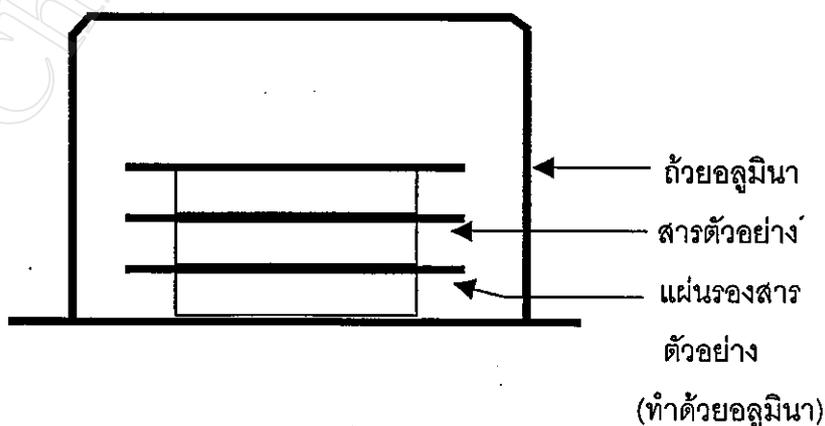
โดยในการเผาแคลไซน์จะทดลองปรับค่าตัวแปรทั้ง 3 นี้ เพื่อหาเงื่อนไขในการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมต่อการเตรียมผงเลดเมตาไนโอเบต โดยจะทำการตรวจสอบพฤติกรรม การเปลี่ยนแปลงเฟสของสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แล้วทำการสอบเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS และเมื่อได้เงื่อนไขที่ดีที่สุดในการเตรียมผงเลดเมตาไนโอเบตแล้ว จึงนำผงที่เตรียมได้มาทำการอัดขึ้นรูปให้เป็นเหรียญด้วยวิธีการ dry pressing โดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร ซึ่งในการขึ้นรูปนั้นจะมีการใช้ PVA เป็นตัวช่วยประสานในการขึ้นรูปด้วย โดยใช้อัตราส่วน PVA ต่อน้ำหนักสารเป็นร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก จากนั้นใช้แรงอัดประมาณ 1 ตันเป็นเวลานาน 10 วินาที จะได้ green body ออกมา แล้วจึงทำการเผาซินเตอร์ ที่อุณหภูมิ เวลา และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างๆ กัน เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมเซรามิกเฟสเดียวที่มีความหนาแน่นสูงที่สุด โดยมีแผนผังการเผาซินเตอร์แสดงในรูปที่ 3.3 ซึ่งจะเริ่มจากอุณหภูมิห้องขึ้นไปจนถึงอุณหภูมิประมาณ 500 °ซ แล้วทำการเผาแช่ที่อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่ปะปนเข้ามาอันได้แก่ PVA และสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ ให้หลุดออกไปก่อน จากนั้นจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปจนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่

ใช้ในการเผาซินเตอร์ (T_m) โดยใช้อัตราการขึ้นของอุณหภูมิ r_1 แล้วจึงทำการเผาแช่เป็นระยะเวลา t_s จากนั้นจึงทำการลดอุณหภูมิลงโดยใช้อัตราการลดลงของอุณหภูมิ r_2

ขั้นตอนในการเผาซินเตอร์นี้ เป็นขั้นตอนที่สำคัญมากสำหรับสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ เนื่องจากตะกั่วเป็นสารที่มีจุดหลอมเหลวต่ำและจะเกิดการระเหยออกมาเป็น PbO ได้ที่อุณหภูมิ ~ 830 °ซ ดังนั้นจึงได้ทำการออกแบบลักษณะในการวางสารตัวอย่างในขณะเผา โดยจัดให้สารตัวอย่างมีบริเวณพื้นผิวที่สัมผัสกับอากาศน้อยๆ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ใช้แผ่นอลูมินา วางคั่นสารตัวอย่าง และ ใช้ถ้วยอลูมินาปิดครอบสารตัวอย่างทั้งหมดอีกครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.4



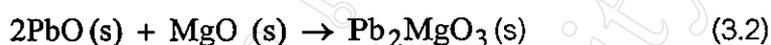
รูปที่ 3.3 แสดงแผนผังการเผาซินเตอร์ที่ใช้



รูปที่ 3.4 แสดงลักษณะการจัดวางตัวของสารตัวอย่างสำหรับการเผาซินเตอร์

3.3.2 การเตรียมเลดแมกนีเซียมออกไซด์

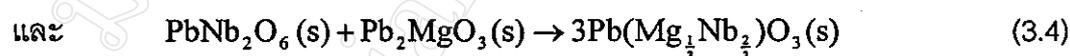
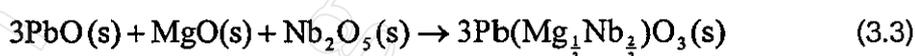
สามารถเตรียมได้เช่นเดียวกันกับเลดเมตาไนโอเบต โดยเปลี่ยนสารตั้งต้นจากไนโอเบียมเพนตาออกไซด์ เป็นแมกนีเซียมออกไซด์ และปรับอัตราส่วนโดยโมล ระหว่างตะกั่วออกไซด์ กับแมกนีเซียมออกไซด์ให้เป็น 2 ต่อ 1 ดังสมการที่ 3.2



หลังจากนั้นก็ทำตามขั้นตอนการเตรียมเหมือนกับการเตรียมเลดเมตาไนโอเบตดังกล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.3.1

3.3.3 การเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบต

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียม PMN ด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิมที่มีความคล้ายคลึงกับการเตรียม PN และ PM โดยใช้เลดออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ และไนโอเบียมเพนตาออกไซด์ ในอัตราส่วน 3 ต่อ 1 ต่อ 1 โมล ดังสมการที่ 3.3 และนอกจากนี้ยังได้ทำการเตรียม PMN ด้วยวิธีการมิกซ์ออกไซด์แบบดัดแปลง ซึ่งทำโดยการใช้เลดเมตาไนโอเบต และเลดแมกนีเซียมออกไซด์ ที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.3.1 และ 3.3.2 มาเป็นสารตั้งต้น ด้วยอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โมล ดังสมการที่ 3.4



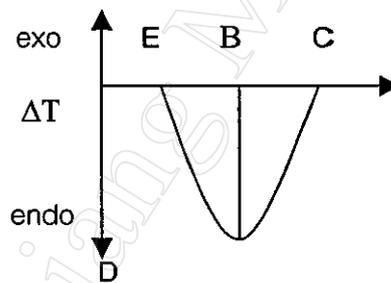
โดยมีรายละเอียดของขั้นตอนในการเตรียมคล้ายกับการเตรียมเลดเมตาไนโอเบตที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.3.1

เมื่อเสร็จสิ้นขั้นตอนการเตรียมแล้ว จึงนำสารตัวอย่างทั้งหมดมาทำการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ ลักษณะทางโครงสร้าง องค์ประกอบทางเคมีและพฤติกรรมทางไดอิเล็กตริกตามลำดับดังต่อไปนี้

3.4 การตรวจสอบสารตัวอย่าง

3.4.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

ในงานวิจัยได้ใช้วิธีการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของผงสารตัวอย่าง ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียล เทอร์มอล อนาไลซิส หรือที่เรียกว่า DTA ซึ่งเป็นเทคนิคที่เกิดจากการนำเทคนิคเทอร์มิเมทรี (thermometry) และแคลอริเมทรี (Calorimetry) มาใช้ร่วมกันเทอร์มิเมทรี เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการวัดอุณหภูมิของสารที่เปลี่ยนแปลงไปตามเวลาที่เรียกว่า heating curve หรือ cooling curve ในขณะที่แคลอริเมทรีเป็นเทคนิคที่ใช้วัดปริมาณความร้อนที่เกี่ยวข้อง เช่น การดูดกลืน หรือการคายพลังงาน ส่วนวิธีการ DTA นั้นจะใช้หลักการและทฤษฎีเช่นเดิม คือวิเคราะห์ความแตกต่างของอุณหภูมิของสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงที่อยู่ในสภาวะเดียวกัน เมื่อได้รับพลังงานความร้อนเท่ากัน โดยจัดตำแหน่งภาชนะที่ใส่สารทั้งสองวางอยู่ในตำแหน่งที่สมมาตรกัน เพื่อให้สารทั้งสองได้รับปริมาณความร้อนเท่ากัน สัญญาณที่ได้จากเครื่อง DTA จะแสดงผลในรูปของกราฟ โดยที่สัญญาณอุณหภูมิ หรือเวลาของสารตัวอย่าง จะแสดงในแนวแกนอน (x) และสัญญาณความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิของสารอ้างอิง และสารตัวอย่างจะแสดงในแนวแกนตั้ง (y) ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงกราฟสัญญาณที่ได้จาก DTA

- ถ้า $\Delta T > 0$ จะเกิดปฏิกิริยาแบบคายความร้อน (exothermal) และ $\Delta T < 0$ จะเกิดปฏิกิริยาแบบดูดความร้อน (endothermal).
- โดยที่
- A คือ บริเวณที่สารตัวอย่างและสารอ้างอิงมีอุณหภูมิเท่ากัน
 - E คือ จุดเริ่มต้นของการหลอมเหลว
 - C คือ จุดสุดท้ายของการเกิดปฏิกิริยาหรือหลอมเหลว
 - BD คือ อุณหภูมิที่แตกต่างกันของสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง

สารตัวหนึ่งอาจเกิดได้ทั้งแบบดูดความร้อนและคายความร้อน ซึ่งสามารถอธิบายสาเหตุของการเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ดังนี้

1. เอ็นโดเทอร์มิก พีค (endothermic peak) อาจเกิดจาก
 - น้ำที่เป็นส่วนประกอบภายในสารแตกตัวออกไป
 - โครงสร้างของสารเกิดการแตกสลาย
 - เกิดการหลอมเหลว หรือกลายเป็นไอ (ระเหิด)
 - เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายใน (รูปร่างโครงสร้าง)
 - การเปลี่ยนแปลงทางแม่เหล็ก (การหมดสภาพความเป็นแม่เหล็กของสารเฟอร์โรแมกเนติก) หรือ
 - เกิดปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) ขึ้น
2. เอกโซเทอร์มิก พีค (exothermic peak) อาจเกิดจาก
 - การเกิดผลึก
 - มีปฏิกิริยาออกซิเดชัน รวมทั้งปฏิกิริยาการสันดาป
 - กระบวนการแข็งตัว หรือ
 - การเปลี่ยนแปลงรูปทางโครงสร้างเมื่อได้รับความเย็น

นับว่า DTA นี้มีประโยชน์มากในการหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์สารตัวอย่าง โดยเฉพาะอย่างยิ่งถ้าเป็นสารตัวอย่างที่เราไม่ทราบข้อมูลมาก่อน ลักษณะของเส้นกราฟที่ได้ก็จะช่วยเพิ่มข้อมูลเกี่ยวกับช่วงอุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะของสาร (Phase Transition) ซึ่งเป็นข้อมูลที่ช่วยในการเลือกออกแบบช่วงอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ให้แคบลงได้

3.4.2 การตรวจสอบพฤติกรรมเกิดการเกิดเฟส

นำสารตัวอย่างที่ได้จากการเผาแคลไซน์ และเผาซินเตอร์มาบรรจุใส่กระจกสไลด์ แล้วนำไปทำการศึกษากฎการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer จะได้พีคที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยมีค่าของชุด d-spacing เป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ที่ว่า

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.5)$$

เมื่อ λ แทนความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ได้จากเป้าทองแดงมีค่าประมาณ 1.5405 Å
 θ แทนมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน (diffraction angle) ของรังสีเอกซ์ และ
 d แทนระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) ของอะตอมในวัสดุ

ซึ่งข้อมูลที่ได้จากผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้ สามารถนำมาใช้หาค่าประกอบทางเคมี หรือโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง ได้โดยการนำชุดของค่าระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมที่คำนวณได้ไปเปรียบเทียบกับค่าระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมของสาร ที่อยู่ในฐานข้อมูล JCPDS และนอกจากนี้ยังสามารถทำการคำนวณหาปริมาณของเฟสหลักที่เกิดขึ้นในเชิงเปรียบเทียบกับเฟสปลอมปนในกรณีที่มีเฟสปรากฏเพียง 2 เฟสได้ โดยอาศัยสมการที่ดัดแปลงมาจากสมการดั้งเดิมของ Swartz และ Shroud [8] ที่ว่า

$$\text{ปริมาณของเฟสหลักที่ปรากฏ (wt\%)} = \frac{I_p}{I_p + I_i} \times 100 \quad (3.6)$$

โดยที่ I_p แทน ค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก
 I_i แทน ค่าความเข้ม สูงสุดของพีค X-ray ของเฟสปลอมปน

3.4.3 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

3.4.3.1 การหาค่าความหนาแน่น (Density)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของ Archimedes ซึ่งสามารถทำได้โดยการนำสารตัวอย่างที่ผ่านการซินเตอร์แล้วมาชั่งด้วยกระดาษทรายน้ำหนักได้ในแนวระดับให้ขนานกัน โดยทำการตรวจสอบได้ด้วยการวัดค่าความหนาของเซรามิกที่ผ่านการชั่งแล้วให้มีค่าใกล้เคียงกัน แล้วนำมาต้มในภาชนะที่มีน้ำกลั่นอยู่ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยให้น้ำกลั่นท่วมเม็ดสารอยู่ตลอดเวลาที่ต้ม เพื่อให้ น้ำเข้าไปแทนที่อากาศที่

อยู่ในรูปพูนของสารตัวอย่าง จากนั้นจึงเม็ดเซรามิกให้เย็นจนถึงที่อุณหภูมิห้อง แล้วทำการชั่งน้ำหนักเซรามิกที่อมน้ำโดยการแทนที่น้ำ บันทึกค่าเฉลี่ยเป็น W_1 จากนั้นนำเซรามิกไปอบให้แห้งในตู้อบอุณหภูมิ 120 °ซ เป็นเวลา 16 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักในอากาศ บันทึกค่าเฉลี่ยเป็น W_2 แล้วจึงทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นด้วยสมการที่ 3.7 ดังนี้

$$\rho_s = \frac{W_2}{W_2 - W_1} \times \rho_{st} \quad (3.7)$$

เมื่อ	ρ_s	คือ	ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง
	ρ_{st}	คือ	ความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการวัด มีหน่วยเป็น g/cm^3
	W_1	คือ	น้ำหนักของสารตัวอย่างในน้ำ และ
	W_2	คือ	น้ำหนักแห้งของสารตัวอย่าง

3.4.3.2 การหาค่าการหดตัวเชิงปริมาตร (Shrinkage)

หลังจากทำการอัดรูปแล้วจะได้ green body ของชิ้นงานออกมา นำไปทำการตรวจวัดความหนา และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงาน จากนั้นจึงนำไปทำการเผาซินเตอร์ที่เงื่อนไขต่างๆ แล้ว จึงทำการวัดค่าเหล่านี้ของเซรามิกที่ได้หลังจากการเผาซินเตอร์อีกครั้งหนึ่ง พร้อมทั้งทำการคำนวณหาปริมาตรของสารตัวอย่างก่อนการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้สมการที่ 3.8 คือ

$$V = \pi r^2 h \quad (3.8)$$

เมื่อ V แทน ปริมาตรทั้งหมดของสารตัวอย่าง

r แทน รัศมีของสารตัวอย่าง

h แทน ความหนาของสารตัวอย่าง

แล้วจึงนำมาคำนวณหาร้อยละของการหดตัวด้วยการใช้สมการที่ 3.9 ข้างล่างนี้

$$\text{ร้อยละของการหดตัวเชิงปริมาตร} = \frac{\Delta V}{V_{เดิม}} \times 100 \quad (3.9)$$

3.4.3.3 การหาน้ำหนักที่สูญหาย (weight loss)

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการศึกษาเกี่ยวกับค่าน้ำหนักของสารตัวอย่างที่มีการสูญหายไปในขณะที่ทำการเผาซินเตอร์ เนื่องจากสารตัวอย่างที่ทำการศึกษานั้น เป็นสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งตะกั่วนี้จะสามารถสูญหายไปได้เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผานั้นสูงกว่าจุดหลอมเหลวของตะกั่ว โดยในทางปฏิบัติแล้วจะเลือกใช้เงื่อนไขในการเผาที่ทำให้ตะกั่วนั้นมีการสูญหายน้อยที่สุด ดังนั้นการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายจึงนับว่าเป็นสิ่งที่สำคัญ ที่จะนำมาเป็นข้อมูลเพื่อช่วยในการพิจารณาผลการตรวจสอบสารตัวอย่างในประเด็นอื่นๆ ต่อไป ทั้งนี้ การหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของสารตัวอย่างนี้ สามารถหาได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{น้ำหนักที่สูญหาย (\%)} = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100 \quad (3.10)$$

เมื่อ w_1 และ w_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างก่อน และ หลังเผาซินเตอร์

3.4.4 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) และค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) ของเซรามิกที่เตรียมได้เทียบกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและความถี่ โดยการนำเซรามิกที่ต้องการตรวจสอบมาทำการขัดด้วยกระดาษทรายน้ำตั้งแต่เบอร์หยาบไปจนถึงละเอียด จนกระทั่งผิวของเซรามิกมีลักษณะเรียบขนานกันทั้งสองด้านแล้ว จากนั้นจึงนำมาอบไล่ไอน้ำในตู้อบอุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงนำมาทำขั้วไฟฟ้า (electrode) โดยในงานวิจัยนี้จะแบ่งการหาค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ ออกเป็น 2 ทาง สำหรับเซรามิกแต่ละตัว ในกรณีแรก สำหรับเซรามิก PN นั้นจะทำขั้ว โดยใช้กาวเงินแบบเผาที่ผิวหน้าของชิ้นงานทั้งสองด้านแล้วจึงนำไปเผาด้วยอุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลานาน 12 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °C/นาที เพื่อให้กาวเงินแห้งเกาะติดกับผิวเซรามิกได้ดี จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริก โดยใช้เครื่อง LCZ meter ที่สามารถปรับค่าความถี่ได้ 100 Hz - 20 kHz หลังจากนั้นนำเซรามิก PN มาทำการสอบเทียบกับอุณหภูมิ จากช่วงอุณหภูมิห้องไปจนถึง 240 °C โดยจะใช้น้ำมันซิลิโคนเป็นสารสื่อกลางในการให้ความร้อน โดยกรณีที่สอบเทียบกับอุณหภูมินั้นจะทำการสอบเทียบ ณ ความถี่ 1 kHz และในขณะเดียวกันก็สามารถหาค่า $\tan \delta$ ได้ โดยการอ่านค่าจากเครื่อง LCZ meter ได้พร้อมกับค่าความจุไฟฟ้า ส่วนในกรณีของเซรามิก PMN นั้น ได้ทำการส่งไปตรวจสอบพฤติกรรมทางไดอิเล็กตริกที่ Materials Research Laboratory (MRL) ณ The Pennsylvania State University ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยมีการทำขั้วไฟฟ้าด้วย

ทองที่มีความหนาในระดับไมครอน จากนั้นจึงนำมาตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริก โดยใช้ชุดอุปกรณ์ที่ประกอบด้วยเครื่อง LCZ meter รุ่น HP 42849A (สามารถวัดได้ในช่วงความถี่ 20 Hz – 1 MHz) กล้องวางสารตัวอย่าง(cell)ที่มีเทอร์มิสเตอร์ต่ออยู่เพื่ออ่านค่าอุณหภูมิภายในกล้อง เตาอุณหภูมิสูงที่ต่อชุดพ่นไนโตรเจนเหลวและชุดคอมพิวเตอร์ควบคุมการทำงานของระบบ โดยจะทำการตรวจสอบจากช่วงอุณหภูมิ -150 ถึง 150 °C ณ ความถี่ 1, 10, 100, และ 1000 kHz ด้วยการลดอุณหภูมิลงในอัตราเร็ว 2 °C/นาที แล้วจึงนำค่าความจุไฟฟ้าที่ได้มาคำนวณหาค่า ϵ_r ด้วยการใช้สมการที่ 2.3 (ดังรายละเอียดแสดงในบทที่ 2)