

## บทที่ 4

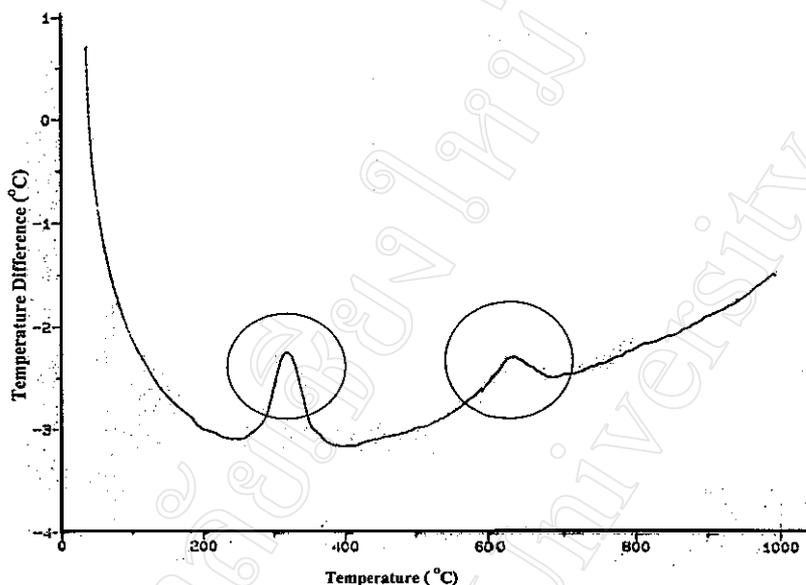
### ผลการทดลองและการอภิปรายผล

ในบทนี้จะนำเสนอผลการศึกษาค้นคว้าความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาค กับสมบัติทางไดอิเล็กตริกของเซรามิกเลดเมตาไนโอเบต (PN) เลดแมกนีเซียมออกไซด์ (PM) และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) โดยจะเริ่มจากการนำเสนอผลการศึกษาเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมผงและเซรามิกสารตัวอย่าง จากนั้นจึงนำเสนอผลการตรวจสอบสารตัวอย่างที่เตรียมได้ ตามลำดับดังต่อไปนี้

#### 4.1 ผลการตรวจสอบสารตัวอย่าง PN

##### 4.1.1 ผลการตรวจสอบผง PN ด้วยเทคนิค DTA

จากการศึกษา เพื่อเลือกหาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาแคลไซน์ผงสารผสมระหว่าง  $PbO$  กับ  $Nb_2O_5$  ด้วยเทคนิค DTA ดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าเส้นกราฟในรูปจะเกิดการเปลี่ยนแปลงได้เป็นพีคขึ้นมา 2 บริเวณ คือที่ช่วงอุณหภูมิ  $300-350$  °ซ และที่ช่วงอุณหภูมิ  $600-650$  °ซ ซึ่งคาดว่า การเปลี่ยนแปลงของกราฟในช่วงแรกนั้น น่าจะเกิดจากการสันดาปของสารอินทรีย์ที่ปะปนอยู่ในสารผสม ส่วนการเปลี่ยนแปลงในช่วงที่สองนั้นคาดว่าน่าจะเกิดมาจากการเกิดเฟส เนื่องจากได้ทำการตรวจสอบโดยนำสารผสมไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $600$  °ซ เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ  $3$  °ซ/นาที แล้วทำการตรวจสอบด้วยวิธี XRD พบว่ามีชุดค่า d-spacing ตรงกับแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 25-443 ของ  $Pb_3Nb_4O_{13}$  ส่วนบริเวณที่คาดว่าน่าจะเกิดเฟส PN ซึ่งควรจะอยู่แถวบริเวณ  $850$  °ซ นั้นไม่สามารถตรวจพบได้จากผล DTA ดังกล่าว



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม PbO กับ  $Nb_2O_5$

#### 4.1.2 ผลการตรวจสอบผง PN ด้วยเทคนิค XRD

จากการวิเคราะห์สารที่เตรียมได้ด้วยการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD patterns) เปรียบเทียบกับข้อมูลของ PN ที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล JCPDS ควบคู่กันไปกับการคำนวณหาปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นโดยใช้สมการที่ 2.3 ที่กล่าวมาแล้วในข้างต้น ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.2-4.4

จากรูปที่ 4.2 ซึ่งแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผสมระหว่าง PbO กับ  $Nb_2O_5$  ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$  พบว่าเฟสของ PN จะเริ่มปรากฏในสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่  $850^{\circ}\text{C}$  ขึ้นไป ซึ่งเมื่อนำชุดของค่า d-spacing ที่ได้มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS พบว่ามีความสอดคล้องเป็นอย่างดีกับข้อมูลของสาร PN ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 29-780 และจากรูปที่ 4.2 ยังพบอีกว่าอุณหภูมิแคลไซน์ที่  $900^{\circ}\text{C}$  เป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปริมาณเฟส PN ได้สูงที่สุด และเมื่อทำการศึกษาถึงอิทธิพลของระยะเวลาเผาแช่ที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ โดยการนำผง PN มาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $900^{\circ}\text{C}$  ด้วยการใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2, 3, 4, 5 และ 6 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$  ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.3

จากรูปจะเห็นได้ว่า ไม่ว่าจะเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขใดก็ตาม จะยังคงพบเฟสของสิ่งปนเปื้อนหลงเหลือปะปนอยู่กับเฟสหลักของ PN ในทุกกรณี ซึ่งจากการคำนวณหาปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นพบว่า เมื่อใช้ระยะเวลาในการเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง จะเกิดปริมาณเฟส PN สูงที่สุด (ตารางที่ 2) ดังนั้นการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ ที่มีระยะเวลาเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง จึงเป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมผง PN เมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิคงที่เป็น 10 °ซ/นาท

จากนั้นจึงได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ ที่มีต่อพฤติกรรมของการเกิดเฟสของ PN โดยเลือกทำการเผาสารที่อุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 3, 5 และ 10 °ซ/นาท ตามลำดับ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.4

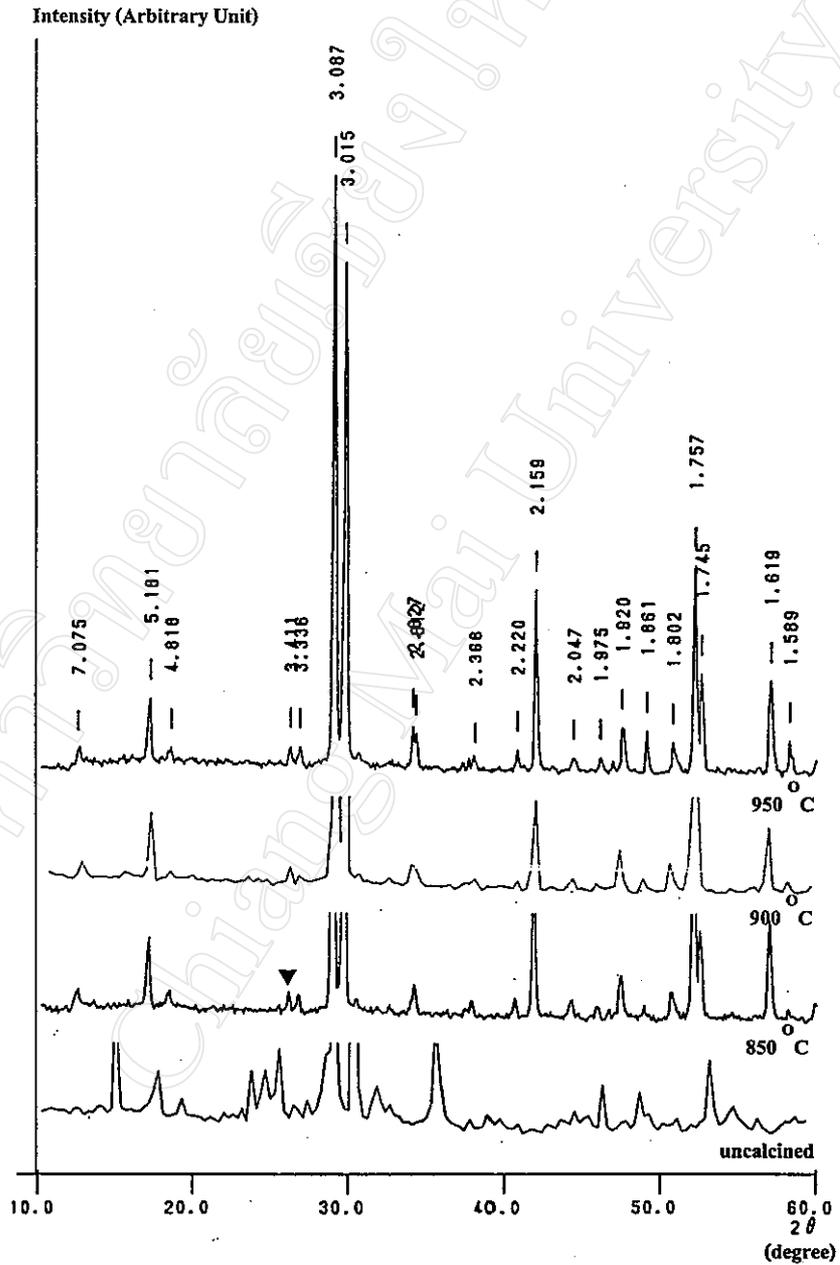
จากผลการทดลองที่ได้พบว่า ไม่สามารถทำการเตรียมเฟสเชิงเดี่ยว (single phase) ของ PN ได้ในทุกกรณีของการเผาแคลไซน์ที่ใช้ โดยพบว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 °ซ/นาท จะมีปริมาณของเฟส PN สูงที่สุด (ร้อยละ 93.3 โดยน้ำหนัก) ดังรายละเอียดแสดงไว้ในตารางที่ 2

จากตารางที่ 2 จะเห็นได้ว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบรวดเร็ว (ที่ 5 และ 10 °ซ/นาท) จะให้ปริมาณเฟสของ PN มากกว่าในกรณีของสารที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่ำๆ ซึ่งจากผลการทดลองที่ผ่านมาทั้งหมด พบว่า เงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมผง PN สำหรับงานวิจัยนี้คือการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาท

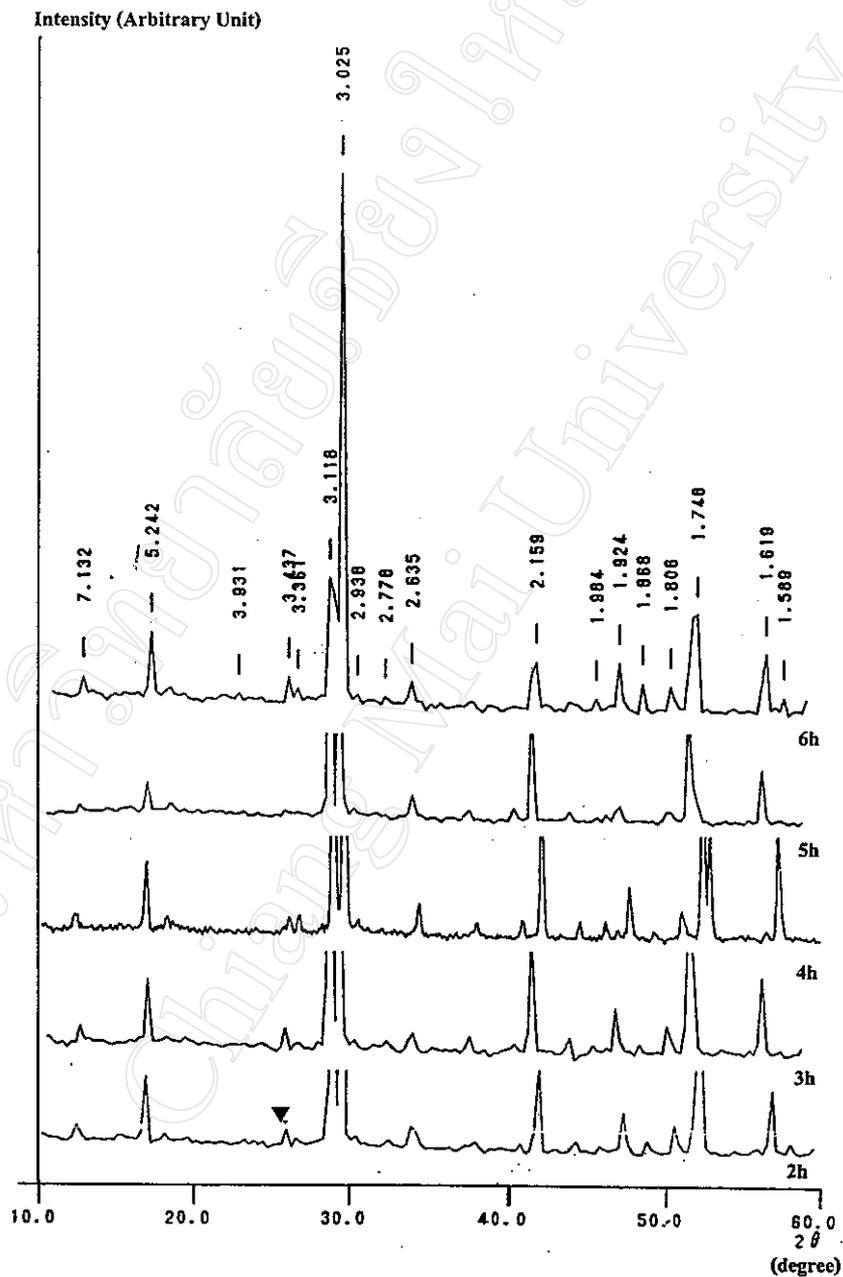
ตารางที่ 2 แสดงปริมาณเฟสของผง PN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ กัน

เงื่อนไขในการเผาแคลไซน์			
อุณหภูมิ (°C)	ระยะเวลาเผา (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°C/นาที)	ปริมาณเฟส PN ที่ได้ (wt%)
850	2	10	90.28
850	4	3	88.27
		5	88.35
		10	90.91
900	2	3	90.53
		5	90.84
		10	91.24
900	3	3	90.89
		5	90.90
		10	90.04
900	4	3	90.89
		5	90.89
		10	90.46
900	5	3	89.84
		5	89.98
		10	93.30
900	6	3	88.09
		5	89.41
		10	89.01
950	2	3	88.48
		5	88.48
		10	90.81

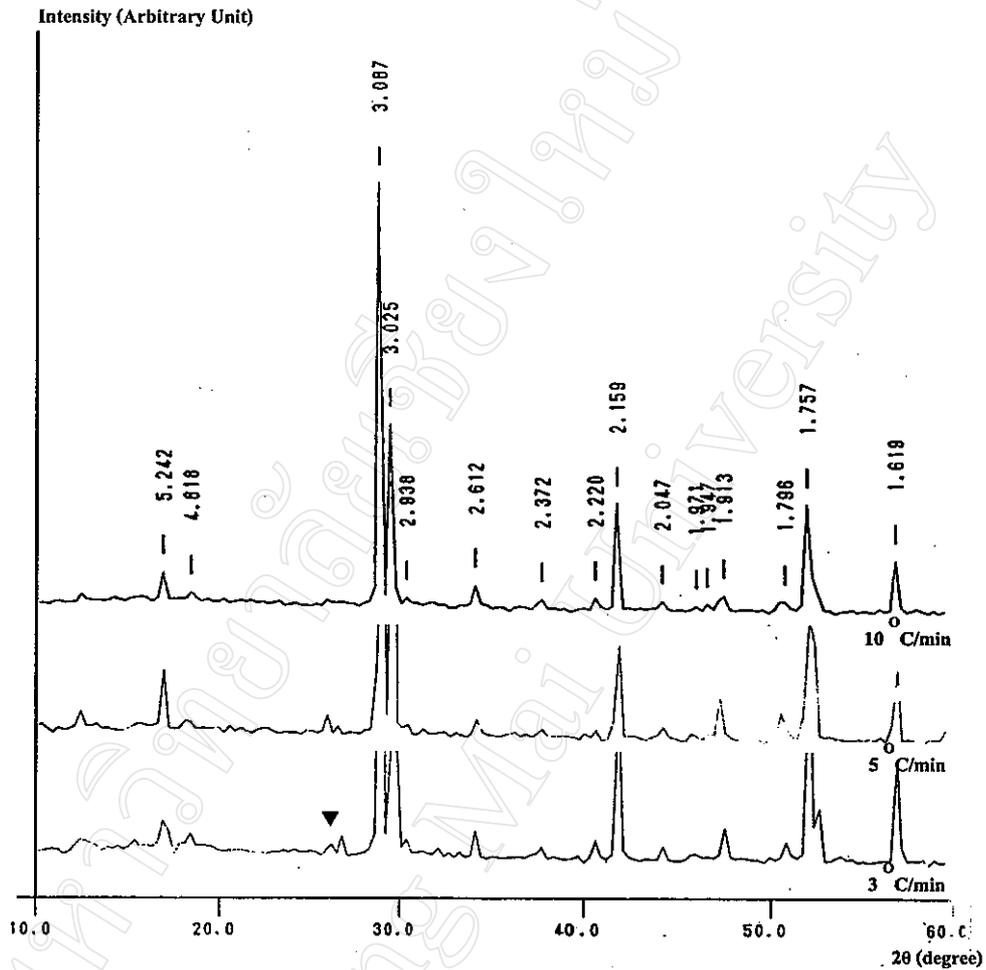
หมายเหตุ : ค่าปริมาณเฟส PN ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ  
ค่าต่างๆ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที  
(▼ หมายถึง impurity)



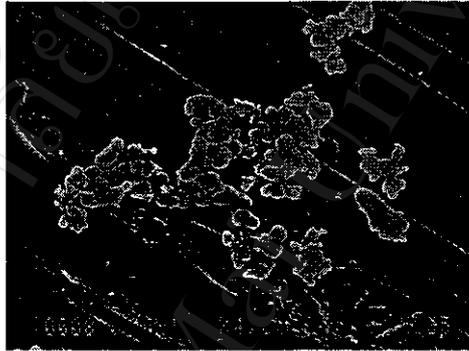
รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาเช่นกันต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PN ที่ผ่านการเคลือบด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างๆ กัน (▼ หมายถึง impurity)

#### 4.1.3 ผลการตรวจสอบผง PN ด้วยกล้อง SEM

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงสารตัวอย่าง PN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาเท่านั้น 5 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.5 ซึ่งจากรูปจะสังเกตเห็นได้ว่าอนุภาคของผง PN ที่เตรียมได้มีรูปร่างไม่แน่นอน แต่ส่วนใหญ่ค่อนข้างกลม มีขนาดของอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.82  $\mu\text{m}$  และเกาะติดกันอยู่เป็นกลุ่มก้อน

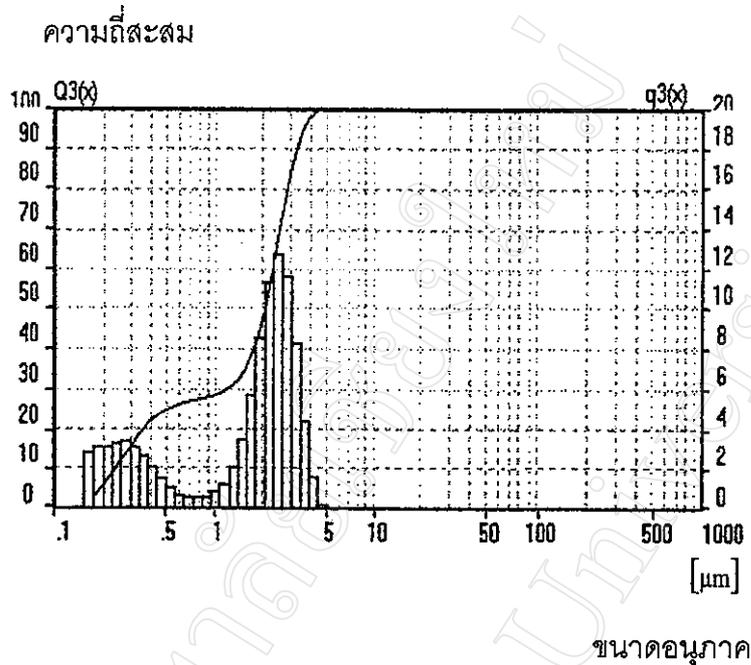


รูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาเท่านั้น 5 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที

#### 4.1.4 ผลการตรวจสอบผง PN ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

จากการนำผง PN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาเท่านั้น 5 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมกระจายตัวของขนาดอนุภาคพบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.6

จากรูป พบว่าผง PN ดังกล่าวมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-5.0  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.93  $\mu\text{m}$  ซึ่งพบว่ามีความแตกต่างจากค่าที่ได้จากภาพถ่าย SEM ในลักษณะที่มากกว่าอยู่พอสมควร ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคอย่างหนาแน่น จึงทำให้ขนาดที่วัดได้ เป็นขนาดของกลุ่มอนุภาคเหล่านี้



รูปที่ 4.6 แสดงพฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผง PN

#### 4.1.5 ผลการตรวจสอบเซรามิก PN ด้วยเทคนิค XRD

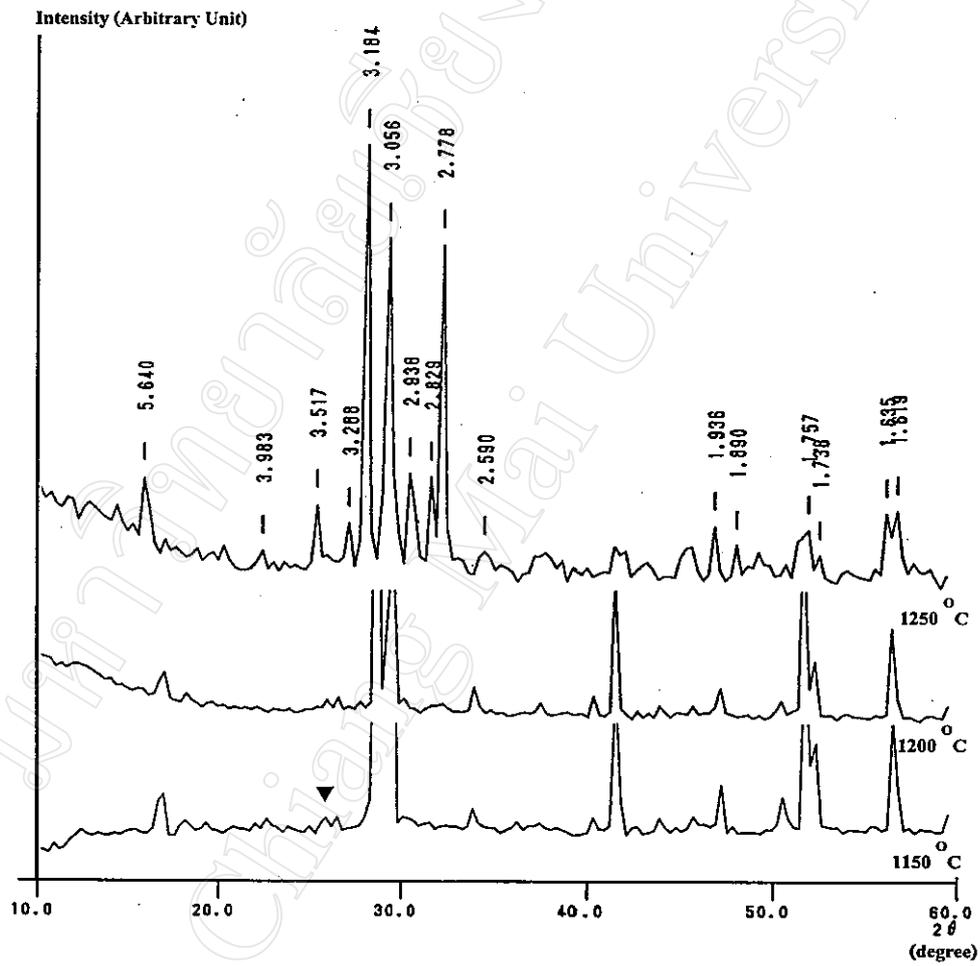
จากการนำผง PN ที่เตรียมได้ไปทำการขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วนำมาตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.7 ซึ่งจะสังเกตเห็นได้ว่าเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิต่ำ (1150 และ 1200 °ซ) จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบรวมโบฮีตโรลที่ตรงกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS หมายเลข 29-780 ในขณะที่เซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิสูง (1250 °ซ) จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออโรโรมบิกที่ตรงกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS หมายเลข 11-122 ซึ่งทั้งสองเฟสที่กล่าวมานี้สามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกได้ดี สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lee และ Kimura [17,24] เมื่อทำการคำนวณหาปริมาณเฟส PN ที่เกิดขึ้นในเซรามิกที่เตรียมได้ทั้งหมดด้วยสมการที่ 2.3 พบว่าได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3

จากตารางพบว่าเมื่อเผาซินเตอร์เซรามิก PN ที่อุณหภูมิ 1200 °ซ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่เป็น 2, 3, 4, 5 และ 6 ชั่วโมง จะเกิดปริมาณเฟส PN ที่ใกล้เคียงกัน และยังพบอีกว่า ถ้าใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 10 °ซ/นาที จะทำให้เซรามิกมีปริมาณเฟส PN ที่เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย จนอาจถือได้ว่าปริมาณเฟส PN ที่เกิดขึ้นนั้นมีปริมาณไม่แตกต่างกัน

ตารางที่ 3 แสดงปริมาณเฟสของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ

ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ปริมาณเฟส PN ที่ได้ (wt%)
2	3	86.25
3	3	89.62
4	3	90.01
5	3	87.37
	5	89.13
	10	92.59
6	3	87.88
	5	88.41
	10	91.74

หมายเหตุ : ค่าปริมาณเฟส PN ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง impurity)

#### 4.1.6 ผลการตรวจสอบค่าความหดรัดตัวของเซรามิก PN

ผลการตรวจสอบพฤติกรรมการหดตัวของเซรามิก PN หลังการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ นั้น สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 4 และ 5 และสามารถนำเสนอในรูปของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการซินเตอร์ กับค่าการหดตัวของเซรามิก PN ได้ ดังรูปที่ 4.8

จากรูปที่ 4.8 พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์จะทำให้ค่าการหดตัวเชิงปริมาตรมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น และค่าการหดตัวเชิงเส้นตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลางจะมีค่าเพิ่มขึ้นในช่วงแรกและมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1200 °ซ หลังจากนั้นจะมีค่าลดลง และเมื่อทำการศึกษาถึงอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาซึ่งมีต่อค่าการหดตัวของเซรามิก พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.9 โดยเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ จะมีค่าการหดตัวทั้งเชิงเส้นและเชิงปริมาตรเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นานขึ้น ส่วนเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1250 °ซ นั้น จะมีค่าการหดตัวเชิงเส้นและเชิงปริมาตรลดลงเมื่อใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นานขึ้น ซึ่งในงานวิจัยนี้พบว่าการใช้ระยะเวลาในการเผาซึ่งที่ 3 ชั่วโมง จะทำให้ได้เซรามิก PN ที่มีค่าการหดตัวสูงสุด นอกจากนี้เมื่อทำการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่มีต่อค่าการหดตัวของเซรามิก PN (รูปที่ 4.10) พบว่าเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ จะมีค่าการหดตัวเชิงปริมาตรเพิ่มขึ้น เมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่เร็วขึ้น ส่วนเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1250 °ซ จะมีค่าการหดตัวลดลงเมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่เร็วขึ้น

ตารางที่ 4 แสดงค่าการหดตัวของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ

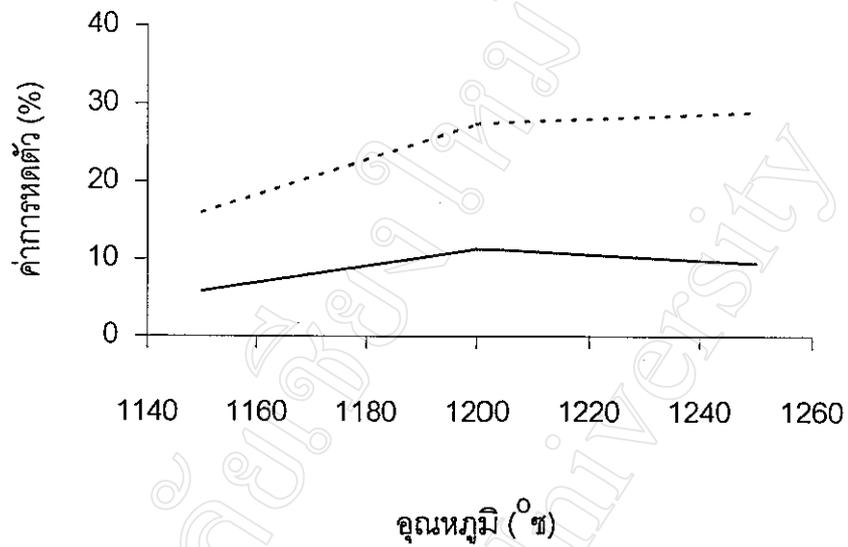
เงื่อนไขในการเผาซินเตอร์		ค่าการหดตัวในแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง (%)	ค่าการหดตัวเชิงปริมาตร (%)
ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)		
2	3	10.13	27.02
3	3	11.30	27.47
4	3	11.60	28.67
5	3	11.69	26.57
	5	12.51	31.43
	10	12.95	32.55
	3	11.48	28.89
6	5	12.73	32.09
	10	13.66	33.57

หมายเหตุ : ค่าการหดตัวของเซรามิก PN ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$

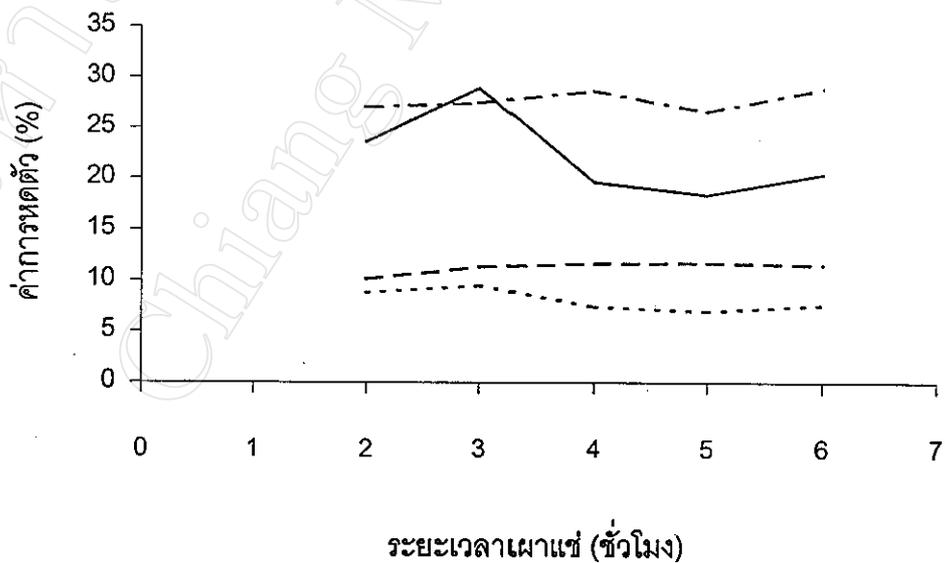
ตารางที่ 5 แสดงค่าการหดตัวของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1250 °ซ

เงื่อนไขในการเผาซินเตอร์		ค่าการหดตัวในแนว เส้นผ่านศูนย์กลาง (%)	ค่าการหดตัวเชิงปริมาตร (%)
ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ (°ซ/นาที)		
2	3	8.81	23.65
3	3	9.45	28.96
4	3	7.38	19.62
	5	6.02	16.25
	10	4.45	10.92
5	3	6.92	18.36
6	3	7.58	20.42

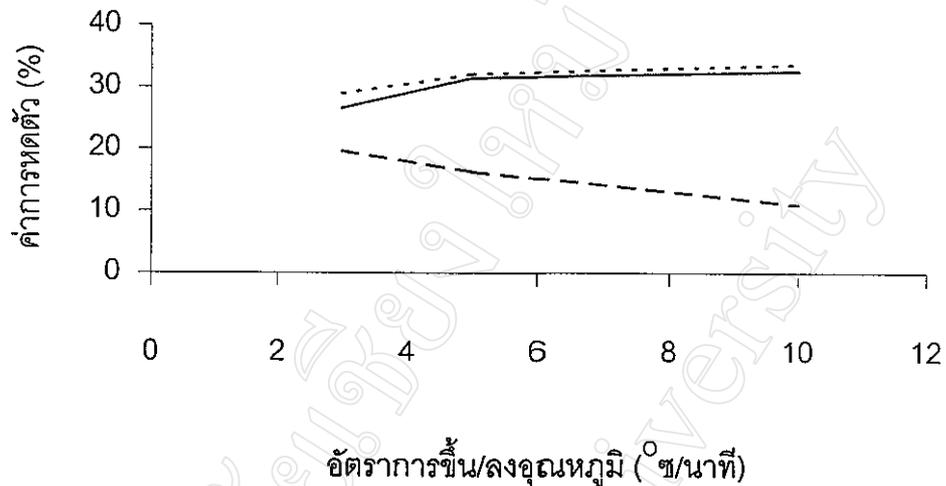
หมายเหตุ : ค่าการหดตัวของเซรามิก PN ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัว (—) เชิงเส้นและ (---) เชิงปริมาตรของเซรามิก PN กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ เมื่อเผาด้วยอัตราการขึ้น/ลงเป็น  $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวกับระยะเวลาในการเผาเซรามิก PN โดยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิเป็น  $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$  ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$  (---) เชิงเส้น, (---) เชิงปริมาตร และที่อุณหภูมิ  $1250^{\circ}\text{C}$  (—) เชิงเส้น และ (—) เชิงปริมาตร



รูปที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหัดตัวกับอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิของเซรามิก PN เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไข (—) 1200 °C/5 ชั่วโมง, (.....) 1200 °C/6 ชั่วโมง และ (---) 1250 °C/4 ชั่วโมง

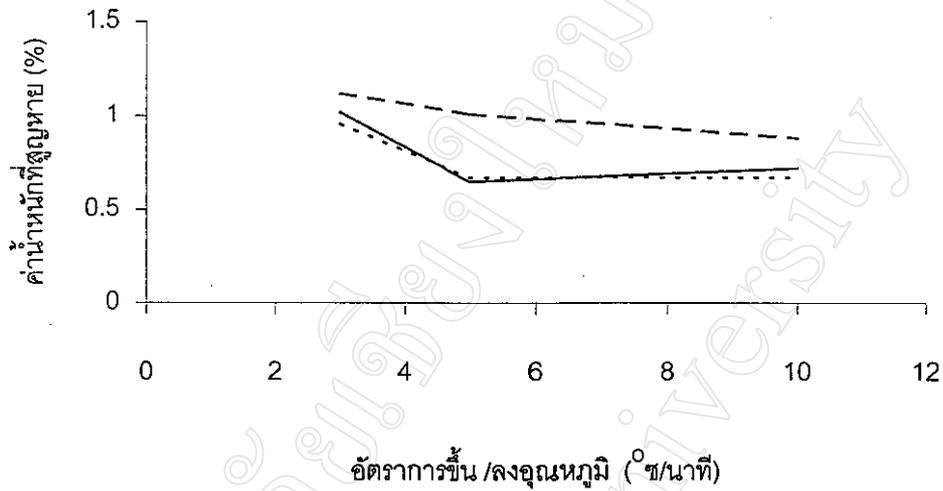
#### 4.1.7 ผลการตรวจสอบค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PN

ผลการตรวจสอบค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PN หลังการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ สามารถแสดงได้ดังในตารางที่ 6 และสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับร้อยละของน้ำหนักที่สูญหาย ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.11 และ 4.12 ซึ่งจากตารางที่ 6 พบว่าเซรามิก PN ที่เผาด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า (รูปที่ 4.12) และใช้ระยะเวลาในการเผาแซ่นานกว่า จะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายมากกว่า (รูปที่ 4.11) ส่วนเซรามิก PN ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเร็วกว่า จะพบว่ามี การสูญหายของน้ำหนักที่น้อยลง

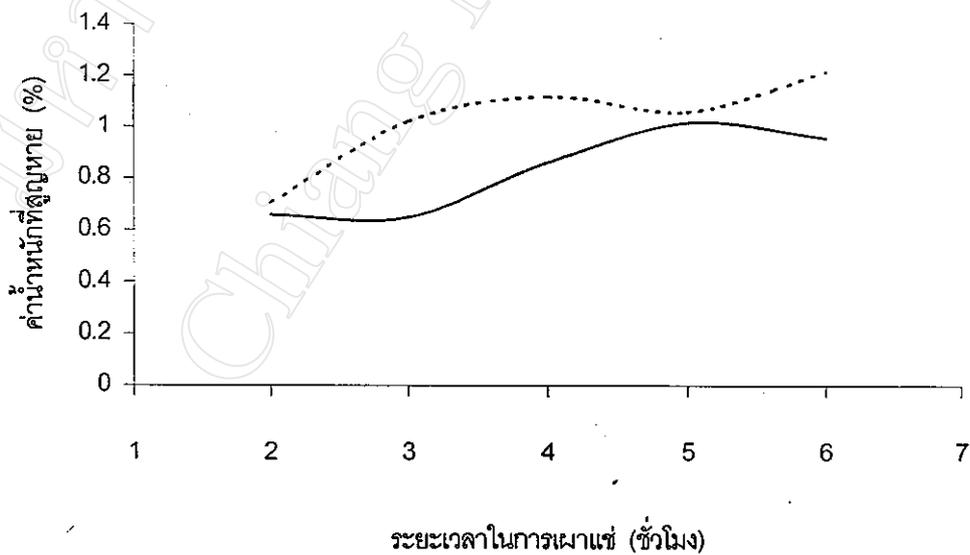
ตารางที่ 6 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ

เงื่อนไขในการเผาซินเตอร์			
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลาเผา (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	น้ำหนักที่สูญหาย (wt%)
1150	3	3	0.69
1200	2	3	0.66
1200	3	3	0.65
1200	4	3	0.86
1200	5	3	1.02
		5	0.65
		10	0.72
1200	6	3	0.96
		5	0.67
		10	0.67
1250	2	3	0.70
1250	3	3	1.02
1250	4	3	1.12
		5	1.01
		10	0.88
1250	5	3	1.06
1250	6	3	1.22

หมายเหตุ : ค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PN ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายกับอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิของเซรามิก PN เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไข (—) 1200 °ซ/5 ชั่วโมง, (.....) 1200 °ซ/6 ชั่วโมง และ (---) 1250 °ซ/4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายกับระยะเวลาในการเผาเซของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °ซ และ (.....) 1250 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

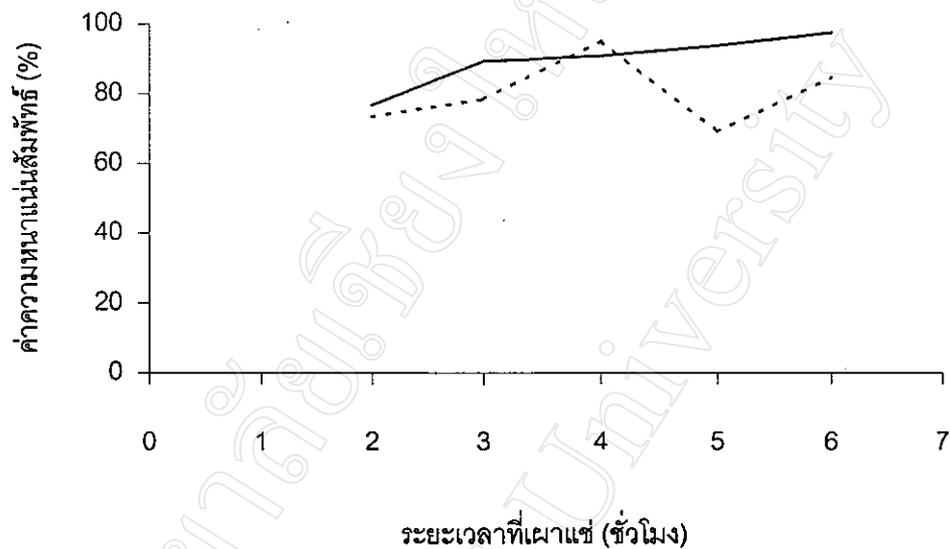
#### 4.1.8 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PN

ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PN หลังการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 7 และสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นสัมพัทธ์กับระยะเวลาที่เผาเซรามิกในการเผาซินเตอร์ ได้ดังรูปที่ 4.13 ซึ่งจากกราฟ พบว่าเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ จะให้เซรามิกที่มีเฟสแบบรอมโบอีดรอลมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาในการเผานานขึ้น ส่วนเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1250 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง จะให้เซรามิกที่มีเฟสแบบออโรรมบิกที่มีค่าความหนาแน่นสูงสุด นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อค่าความหนาแน่นของเซรามิก PN ที่เตรียมได้ ซึ่งจากข้อมูลที่ได้พบว่าเซรามิก PN ที่เตรียมจากการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ช้ากว่า (3 °ซ/นาท) จะมีค่าความหนาแน่นสูงกว่ากรณีที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว

ตารางที่ 7 แสดงค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก PN ที่เตรียมด้วยเงื่อนไขต่างๆ

เงื่อนไขในการเผาซินเตอร์			
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลาเผา (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)
1150	3	3	68.76
1200	2	3	76.77
1200	3	3	89.29
1200	4	3	90.71
1200	5	3	93.64
		5	82.90
		10	84.93
1200	6	3	97.35
		5	82.43
		10	85.53
1250	2	3	73.44
1250	3	3	78.50
1250	4	3	94.66
		5	66.33
		10	68.05
1250	5	3	68.88
1250	6	3	84.61

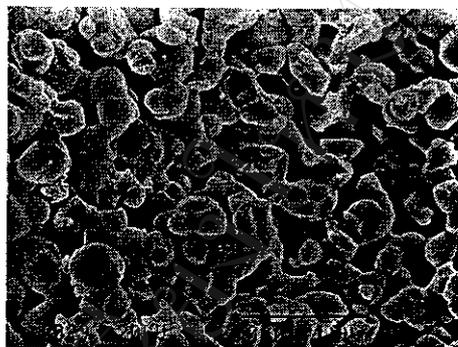
หมายเหตุ : ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก PN ที่แสดงในตารางนี้มีความคลาดเคลื่อน  
ประมาณ  $\pm 0.01\%$



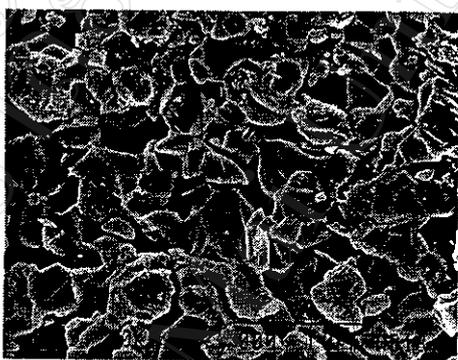
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์กับระยะเวลาในเผาแช่ของเซรามิก PN เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °C และ (---) 1250 °C ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที

#### 4.1.9 ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PN

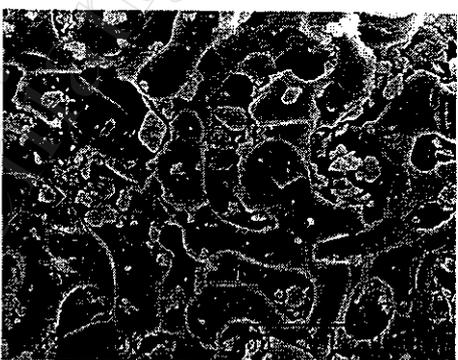
ในขั้นตอนนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ ด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.14 และ 4.15 จากรูปที่ 4.14 พบว่าเซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่าจะมีขนาดเกรนโตกว่า และเมื่อทำการศึกษาถึงอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแช่ ที่มีต่อลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PN (รูปที่ 4.15) พบว่า เซรามิก PN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่ที่นานกว่าจะมีเกรนขนาดโตกว่า และยึดเกาะกันแน่นกว่า ในกรณีของเซรามิกที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิ 1250 °C เนื่องจากจะเกิดพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงจากรวมไบฮีดรอลไปเป็นอโรมมิก ซึ่งสามารถดูได้จากผลการตรวจสอบปริมาณเฟสด้วยวิธี XRD พร้อมกับเกิดการโตขึ้นของเกรนไปด้วย โดยเกรนจะมีลักษณะที่เชื่อมต่อกันมากขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้รูพรุนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นด้วย ปรากฏการณ์เช่นนี้เรียกว่า coarsening ซึ่งรูพรุนที่เกิดขึ้นนี้เป็นรูพรุนแบบปิดที่อยู่ภายในเกรน



(ก)

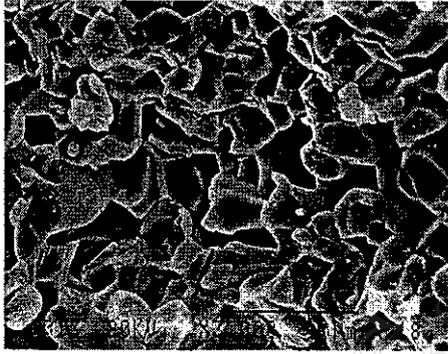


(ข)

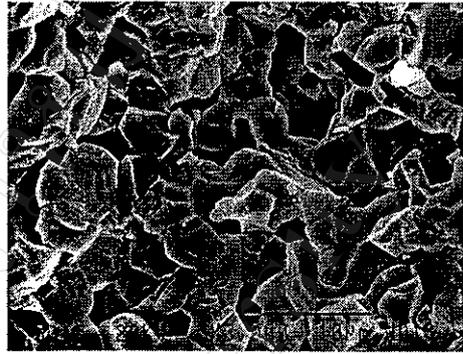


(ค)

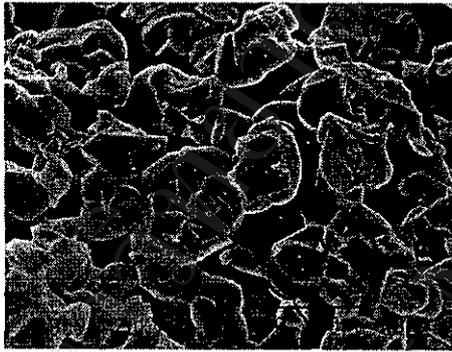
รูปที่ 4.14 แสดงภาพถ่าย SEM ของบริเวณผิวแตกหักของเซรามิก PN ที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (ก) 1150 °ซ (ข) 1200 °ซ และ (ค) 1250 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแซ่่นาน 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



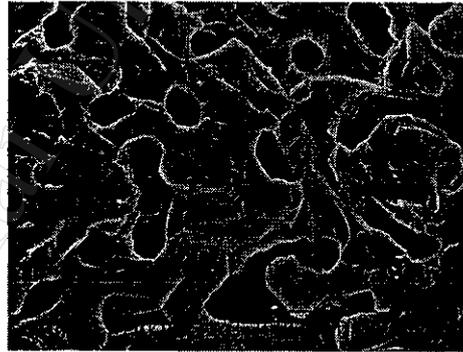
(ก) 1200 °C/4 ชั่วโมง



(ข) 1200 °C/5 ชั่วโมง



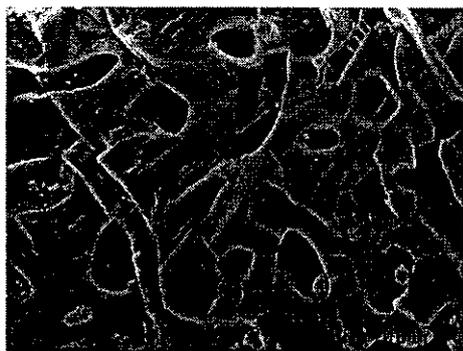
(ค) 1200 °C/6 ชั่วโมง



(ง) 1250 °C/4 ชั่วโมง



(ฉ) 1250 °C/5 ชั่วโมง



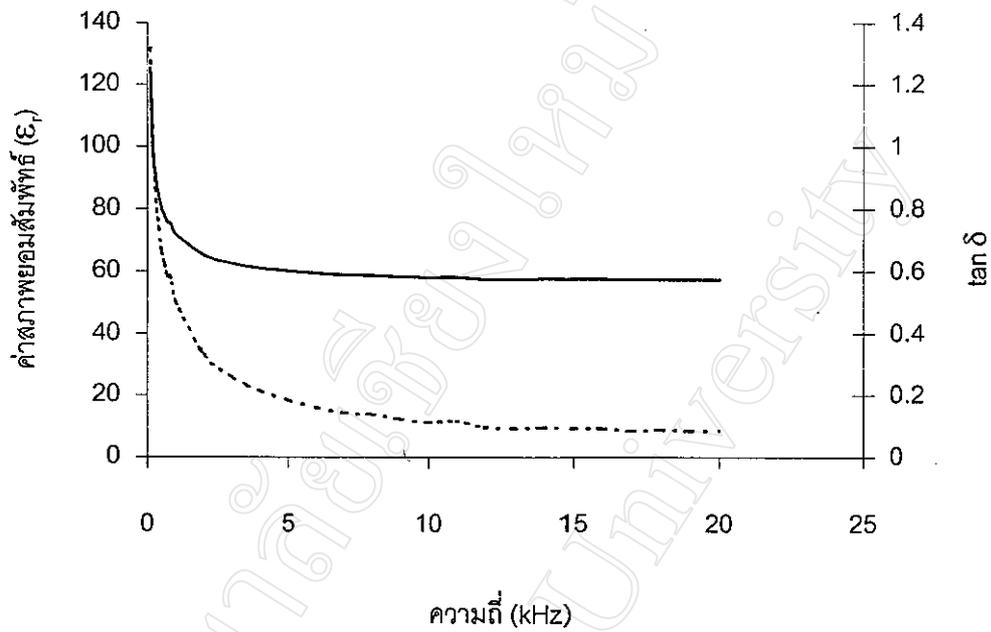
(จ) 1250 °C/6 ชั่วโมง

รูปที่ 4.15 แสดงภาพถ่าย SEM ของบริเวณผิวแตกหักของเซรามิก PN ที่ผ่านการซินเตอร์ด้วย อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที ที่อุณหภูมิ และระยะเวลาเผาเช่นานต่างกัน

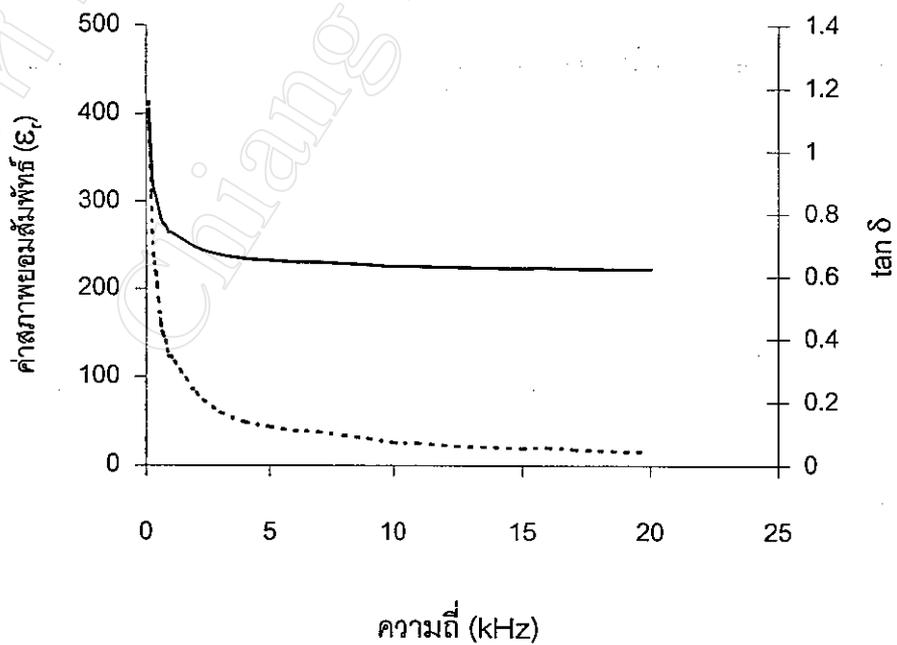
#### 4.1.10 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PN

ในขั้นตอนนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ( $\epsilon_r$ ) และค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก ( $\tan\delta$ ) ของเซรามิก PN เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 4.16-4.19 ซึ่งจากการทดลองที่ได้พบว่า เมื่อเพิ่มความถี่ให้สูงขึ้นค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PN จะเกิดการเปลี่ยนแปลงแบ่งออกได้เป็น 3 ช่วงด้วยกัน โดยในช่วงค่าความถี่ประมาณ 100 Hz – 1 kHz พบว่า ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะเกิดการลดลงอย่างรวดเร็วแบบ exponential ในช่วงที่สองที่ค่าความถี่ประมาณ 1-3 kHz ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะเกิดการลดลงอย่างช้าๆ และในช่วงค่าความถี่มากกว่า 3 kHz ขึ้นไป พบว่าความถี่จะไม่มีอิทธิพลต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เลย เนื่องจากเส้นกราฟมีลักษณะลดลงเพียงเล็กน้อยจนถึงได้ว่าคงที่ ในกรณีที่ทำการศึกษาเปรียบเทียบกับอุณหภูมินั้น พบว่า ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PN จะมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น โดยลักษณะกราฟจะเกิดการเปลี่ยนแปลงที่แตกต่างกันอยู่ 2 ช่วง ในช่วงแรกที่อุณหภูมิห้องจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 220 °C การเปลี่ยนแปลงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ โดยค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงกว่า 220 °C ปรากฏว่าจะเกิดการเปลี่ยนแปลงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์อย่างรวดเร็ว เนื่องจากอุณหภูมิคูรีของ PN อยู่ที่ 560 °C จึงไม่สามารถทำการตรวจวัดจนถึงจุดเปลี่ยนเฟสได้

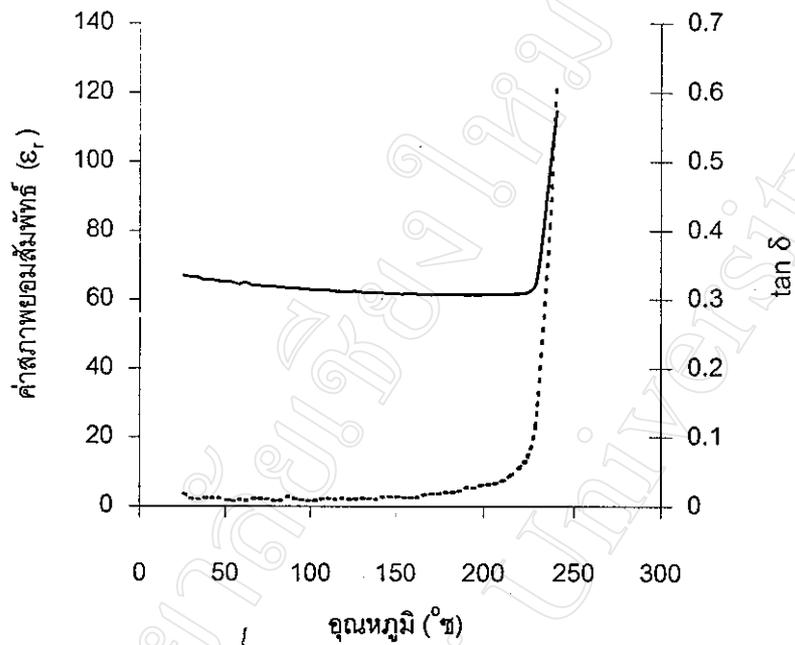
ในทำนองเดียวกัน เมื่อทำการสอบเทียบค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนกับอุณหภูมิและความถี่ จะได้กราฟที่มีลักษณะที่คล้ายคลึงกับพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และนอกจากนี้ยังพบอีกว่าเซรามิก PN ที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1250 °C จะมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูงกว่าเซรามิก PN ที่เผาด้วยอุณหภูมิ 1200 °C ประมาณ 3 เท่า เนื่องจากที่อุณหภูมิสูง เซรามิก PN จะเกิดเฟสอโรรวมบิกที่สามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กตริกได้ดี



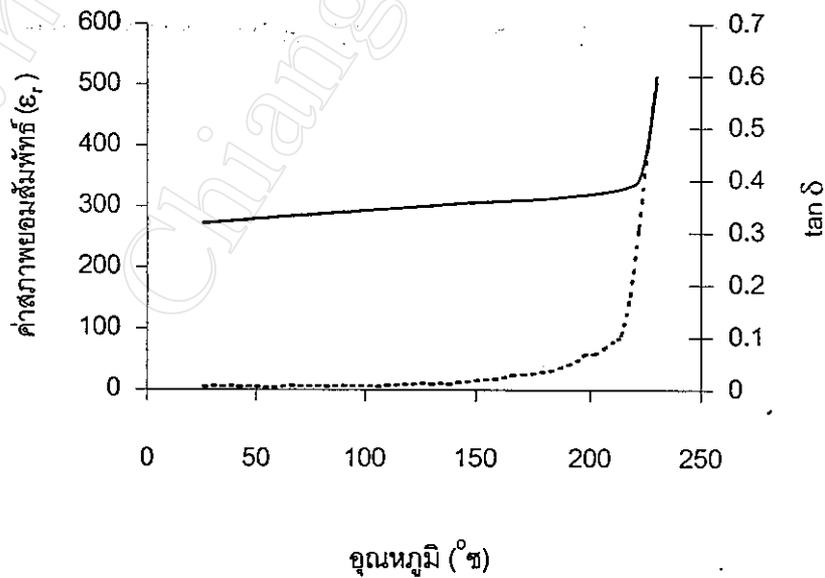
รูปที่ 4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง (—) ค่าสภาพยอมสัมพันธ์ และ (-----) ค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับความถี่ของเซรามิก PN เมื่อเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °ซ



รูปที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง (—) ค่าสภาพยอมสัมพันธ์ และ (-----) ค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับความถี่ของเซรามิก PN เมื่อเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 °ซ



รูปที่ 4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง (—) ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และ (---) ค่าตัวประกอบ การสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิของเซรามิก PN เมื่อเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °ซ

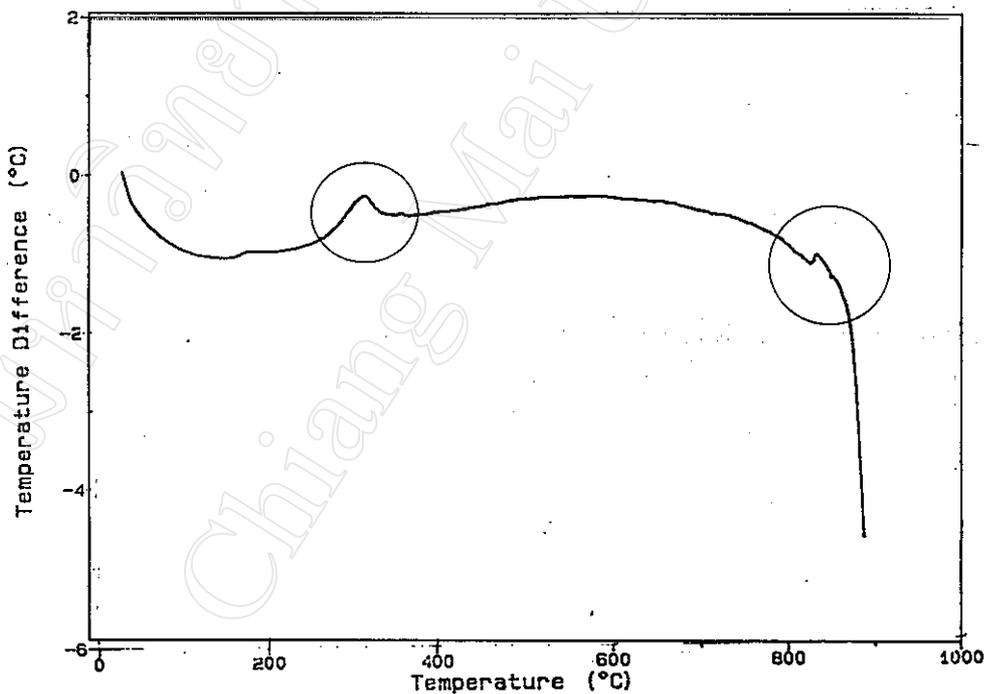


รูปที่ 4.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง (—) ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และ (---) ค่าตัวประกอบ การสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริกกับอุณหภูมิของเซรามิก PN เมื่อเผาขึ้นเตอร์ ที่อุณหภูมิ 1250 °ซ

## 4.2 ผลการตรวจสอบสารตัวอย่าง PM

### 4.2.1 ผลการตรวจสอบผง PM ด้วยเทคนิค DTA

จากการตรวจวิเคราะห์หาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาแคลไซต์สารผสม PbO กับ MgO ด้วยเทคนิค DTA พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.20 ซึ่งมีบริเวณที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของเส้นกราฟอยู่ 2 บริเวณ คือ ที่ช่วงอุณหภูมิ 300-400 °ซ ซึ่งคาดว่าเกิดจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ที่ปะปนเข้ามาในขั้นตอนการเตรียมสาร และที่ช่วงอุณหภูมิ 850-900 °ซ ซึ่งในประเด็นสันนิษฐานแรก คาดว่าน่าจะเป็นการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่เกิดจากการก่อเกิดเป็นเฟส PM แต่เมื่อพิจารณาการทดลองในหัวข้อ 4.2.4 ที่มีการเผาซินเตอร์ PM ที่อุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมงนั้น พบว่า PM จะเกิดการหลอมขึ้น ดังนั้นพีคที่ 2 ของกราฟ DTA นี้ อาจจะต้องแสดงถึงการหลอมของตะกั่วในระบบมากกว่า



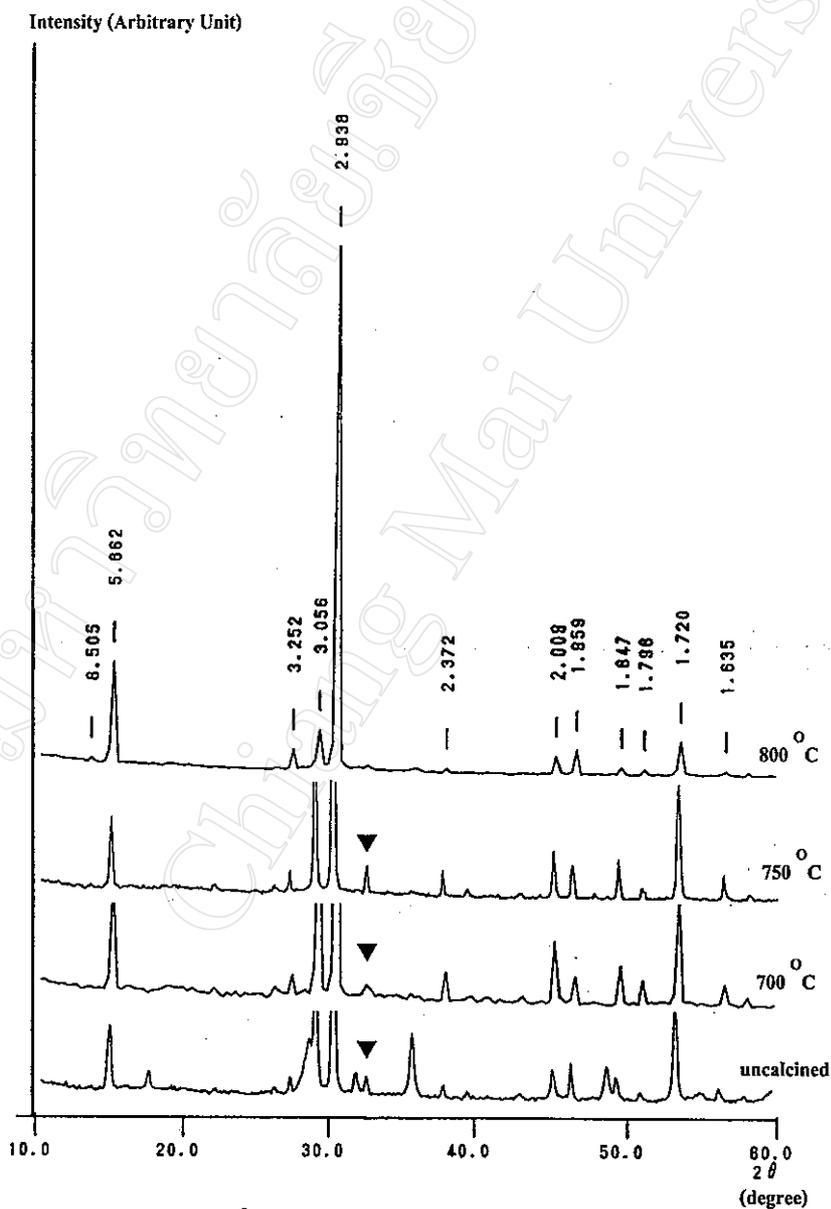
รูปที่ 4.20 แสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม PbO กับ MgO

#### 4.2.2 ผลการตรวจสอบผง PM ด้วยเทคนิค XRD

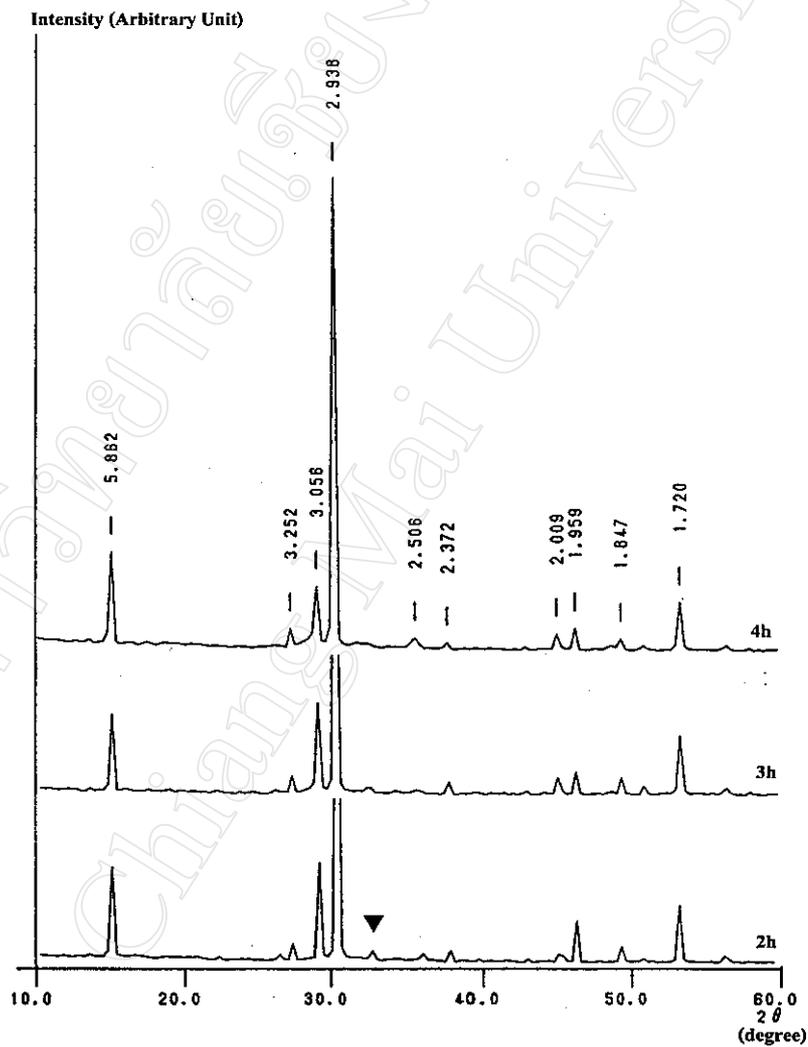
จากการนำสารผสมของ PbO กับ MgO ไปทำการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วทำการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยการใช้เทคนิค XRD พบว่า ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.21-4.23

จากการค้นคว้าเอกสารทางวิชาการที่ผ่านมา พบว่า ยังไม่เคยมีรายงานเรื่องการสังเคราะห์สาร PM ปรากฏอยู่ในเอกสารใดๆ มาก่อน และที่สำคัญไม่มีปรากฏในแฟ้มข้อมูล JCPDS ด้วย ดังนั้นค่า d-spacing ที่อ่านได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จึงถูกนำมาใช้ในการสอบเทียบกับค่า d-spacing ของสารตั้งต้นที่ใช้ จากฐานข้อมูล JCPDS ก่อน เพื่อให้แน่ใจว่าสารที่ได้ไม่ใช่สารตั้งต้นที่หลงเหลือหรือมีอยู่เดิมแน่นอน แต่เป็นสารประกอบของ Mg กับ Pb ในรูปของออกไซด์ที่มีสูตรโครงสร้างเช่นเดียวกับสารในกลุ่มเพอร์รอฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลัก ( $ABO_3$ ) ซึ่งสารในกลุ่มนี้จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่คล้ายคลึงกันอยู่บ้าง เมื่อพิจารณาจาก profile ทั้งหมด ซึ่งจากรูปที่ 4.21-4.23 นั้น ได้แสดง profile ที่มีลักษณะเหมือนกัน และคล้ายคลึงกับ profile ของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในสารประกอบเพอร์รอฟสไกต์ที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบหลักชนิดอื่นๆ ที่เป็นที่ยอมรับกันดี เช่น PN, PMN หรือ PT [24] ตามที่ได้คาดเอาไว้โดยมีพีค X-ray ที่น่าจะเป็นของสารแปลกปลอมปะปนเข้ามาเกิดอยู่ตรงบริเวณด้านหน้าของพีค X-ray ที่มีความเข้มสูงสุด ในทำนองเดียวกับกรณีที่มีมักจะพบอยู่เสมอในการเตรียมสารเพอร์รอฟสไกต์ตัวอื่นๆ [30,31] ซึ่งจากการทดลองเผาแคลไซน์ด้วยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิระยะเวลาเผาแช่ และอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิในลักษณะต่างๆ กัน ดังที่แสดงในรูปที่ 4.21-4.23 จะพบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที่ มีลักษณะของ profile ที่เหมาะสมที่สุด เนื่องจากมีลักษณะของ profile ที่ชัดเจน มีพีคเล็กพีคน้อยไม่มาก และมีความเข้มของพีคเล็กพีคน้อยที่อยู่ใกล้กับพีคสูงสุดในปริมาณที่น้อยที่สุด นั่นเอง นอกจากนี้สิ่งหนึ่งที่พบอยู่เสมอในการเตรียม PM ด้วยการใช้อุณหภูมิสูง หรือใช้เวลาในการเผาแช่ที่นานๆ เช่น การเตรียม PM ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ ที่มีการเผาแช่นาน 6 ชั่วโมงโดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ หรือการเผาด้วยอุณหภูมิ 850 °ซ ที่มีการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ จะพบการหลอมของ PM ติดอยู่ตามขอบของถ้วยเผาสารเสมอ ซึ่งคาดว่าเกิดจากการหลอมของ PbO นั่นเอง เพราะ PbO เป็นสารที่มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่า MgO [32] และ ลักษณะทางธรรมชาติของ PbO นั้นจะมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยากับสารอื่นสูงกว่า MgO [5] ดังนั้น การเลือกใช้อุณหภูมิในการเผาสารที่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบจึงไม่ควร

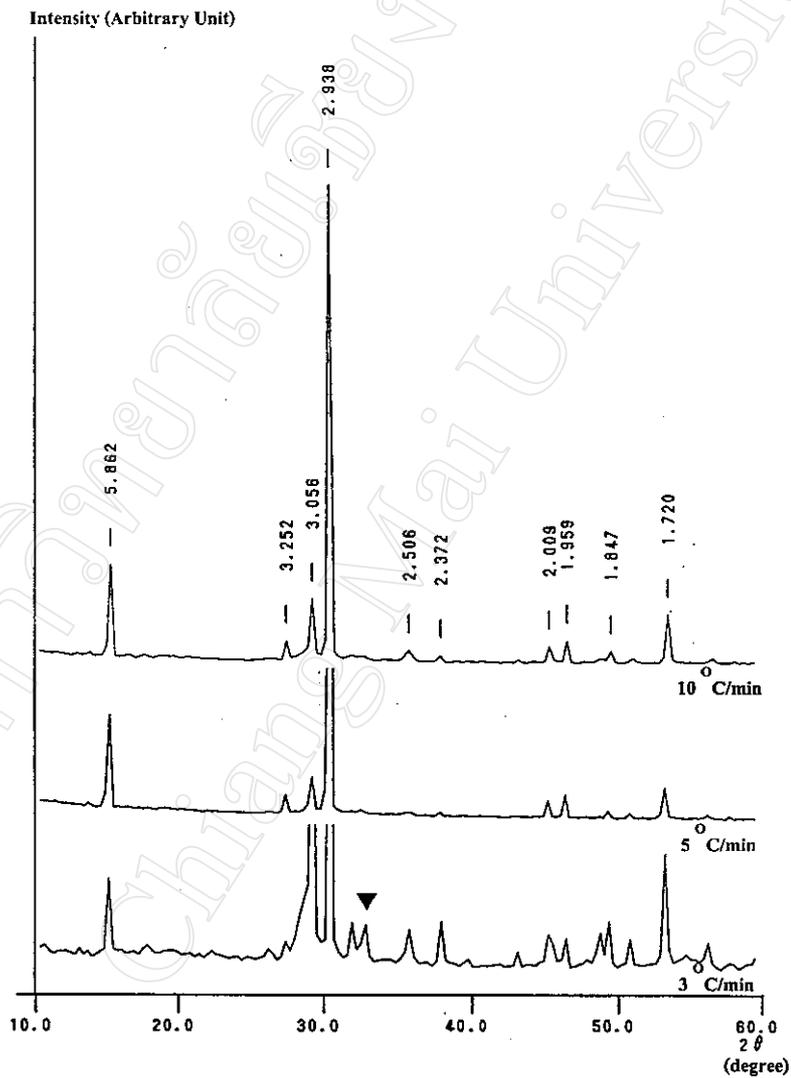
ใช้อุณหภูมิที่สูงมากเกินไป และนอกจากนี้การเลือกใช้อัตราความร้อน/ลงอุณหภูมิในการเผาที่รวดเร็วเพียงพอที่จะทำให้สารเกิดการก่อเกิดเป็นเฟสที่ต้องการโดยไม่เกิดการหลอมตัว และระเหยหลุดออกไปของตะกั่ว เพราะมีเวลาไม่เพียงพอจึงเป็นสิ่งที่ต้องพิจารณา ดังนั้นในการวิจัยนี้ จึงได้เลือกเงื่อนไขในการเผาแคลไซน์ที่ 800 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราความร้อน/ลงของอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที สำหรับเตรียมผง PM เพื่อนำไปเตรียมเป็นเซรามิก PM ต่อไป



รูปที่ 4.21 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ กันโดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราความร้อน/ลงของอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที (▼ แทน PbO เฟส)



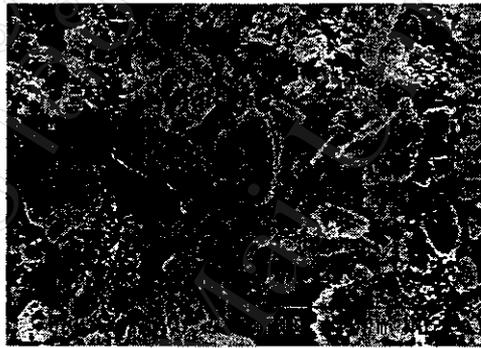
รูปที่ 4.22 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ  $800^{\circ}\text{C}$  โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$  ที่มีระยะเวลาในการเผาแช่ นานต่างกัน (▼ แทน PbO เฟส)



รูปที่ 4.23 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ ที่มีระยะเวลาเผาเช่นกันาน 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน (▼ แทน PbO เฟส)

#### 4.2.3 ผลการตรวจสอบผง PM ด้วยกล้อง SEM

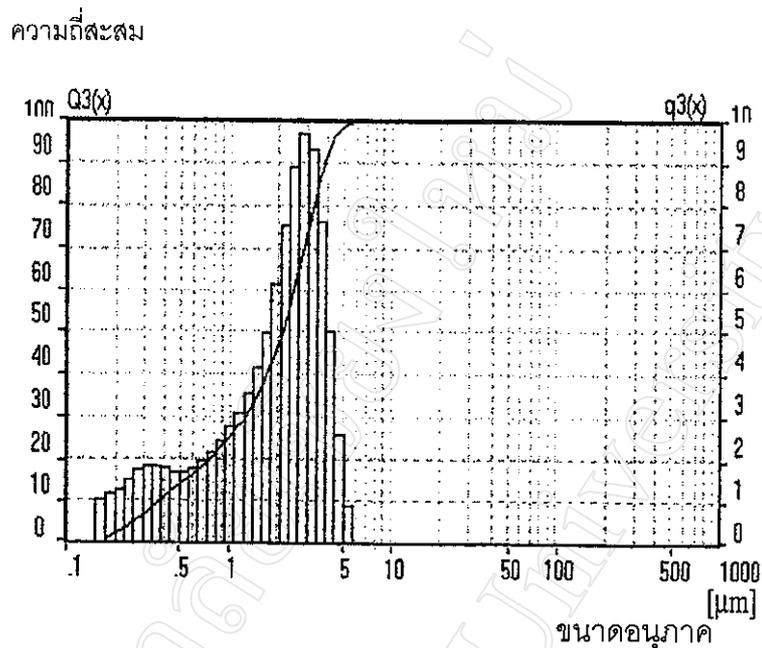
จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงสารตัวอย่าง PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที ด้วยกล้อง SEM ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.24 จากรูป พบว่า อนุภาคของผง PM ที่ได้นั้นจะประกอบไปด้วยอนุภาค 2 กลุ่มด้วยกัน คือ กลุ่มที่มีขนาดอนุภาคเล็ก (<0.2  $\mu\text{m}$ ) และ กลุ่มที่มีขนาดอนุภาคใหญ่ (>5  $\mu\text{m}$ ) ซึ่งมีรูปร่างที่ไม่แน่นอนเกาะติดกันอยู่เป็นกลุ่มก้อน โดยผงอนุภาคที่มีขนาดเล็กนั้นจะเกาะอยู่ตามบริเวณผิวของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่าอย่างเห็นได้ชัด



รูปที่ 4.24 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 800 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ/นาที

#### 4.2.4 ผลการตรวจสอบผง PM ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

เมื่อนำผง PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมกระจายตัวของขนาดอนุภาคได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.25 ซึ่งจากข้อมูลที่ได้พบว่า ผง PM จะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-5.0  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 2.1  $\mu\text{m}$  ซึ่งพบว่ามีค่าแตกต่างกับผลที่ได้จากภาพถ่าย SEM อย่างมาก ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการเกาะกลุ่มรวมตัวกันของอนุภาคเล็กและใหญ่ จึงทำให้ผลที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคนั้นเป็นค่าเฉลี่ยที่เกิดมาจากอนุภาคทั้ง 2 กลุ่ม

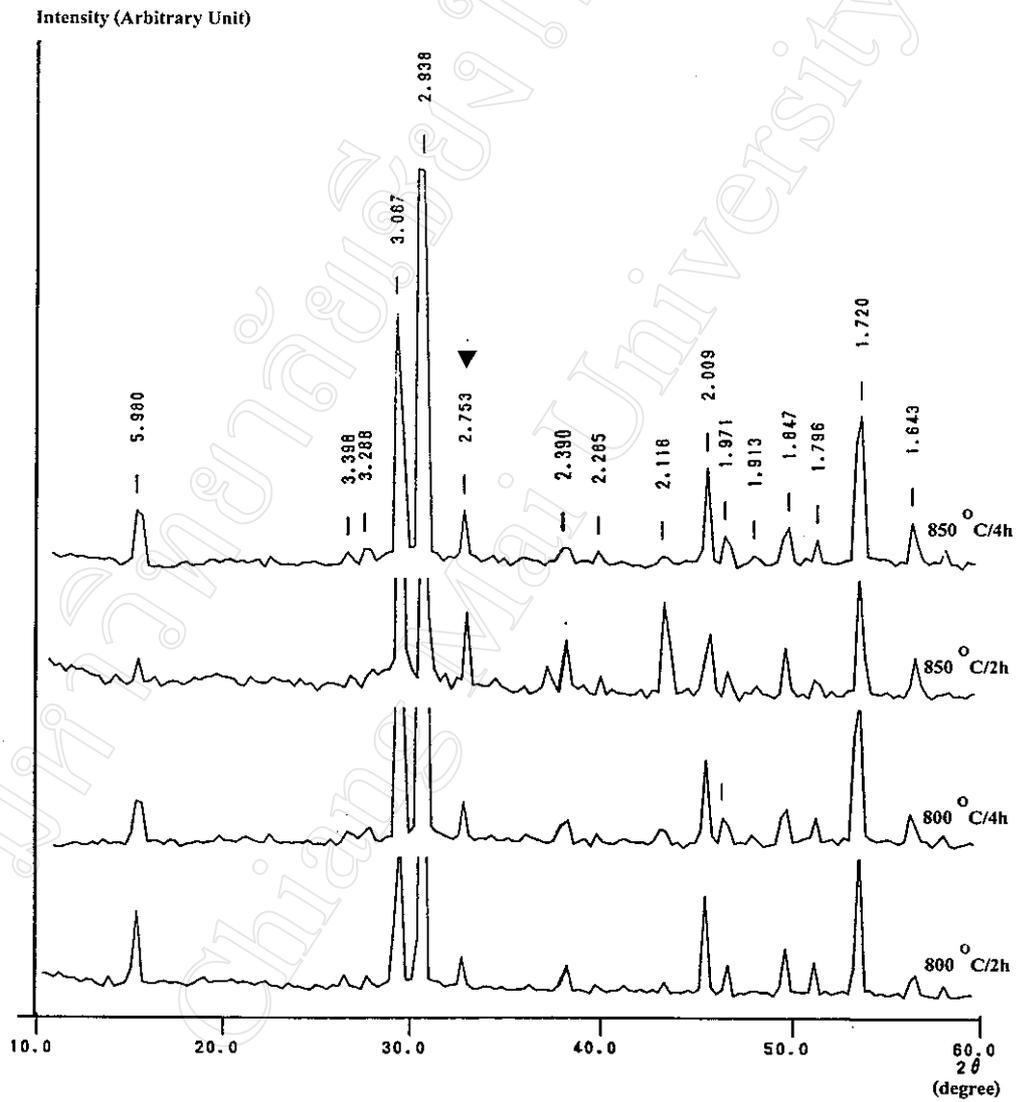


รูปที่ 4.25 แสดงพฤติกรรมกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผง PM

#### 4.2.5 ผลการตรวจสอบเซรามิก PM ด้วยเทคนิค XRD

จากการนำผง PM มาทำการขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.26 พบว่า จะทำให้เกิดการหลอมของ PM ขึ้น เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงประมาณ 900 °C และนอกจากนี้ยังพบอีกว่า ลักษณะของเซรามิกที่เตรียมได้จะมีลักษณะที่เปราะบางและแตกหักได้ง่ายมาก ซึ่งสามารถสังเกตได้จากการที่สารตัวอย่างนั้นจะหลุดติดมือได้ง่ายมากเมื่อทดลองจับต้องขึ้นสารตัวอย่าง นอกจากนี้ยังพบว่า สารตัวอย่างที่เตรียมได้นั้นมีค่าน้ำหนักที่สูญหายอยู่ในช่วงร้อยละ 1-4 เท่านั้น และที่สำคัญยังเกิดการขยายตัวหลังเผาถึงร้อยละ 12 โดยปริมาตร คาดว่าสารต้องมีการดูดจับเอาไอน้ำในอากาศเข้ามาอยู่ด้วยอย่างแน่นอน

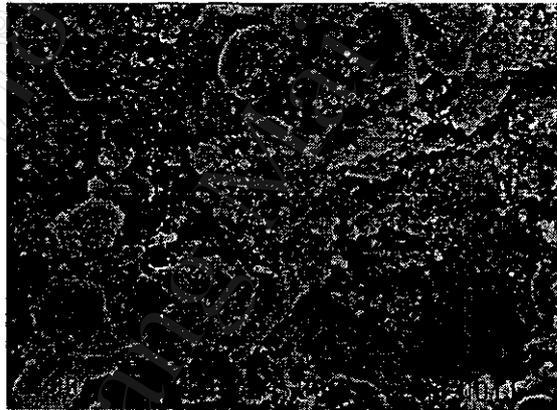
การที่เซรามิก PM มีลักษณะเปราะบาง ไม่แข็งแรงนี้ น่าจะมีสาเหตุมาจากการสร้างพันธะของอะตอม Pb กับอะตอม Mg โดยมีอะตอมของออกซิเจนมาเชื่อมต่อกับนั้นไม่ใช่สภาวะที่มีความเสถียรที่แข็งแรงพอ เพราะอะตอมของ Mg กับออกซิเจนสามารถจะดึงเอาโมเลกุลของไอน้ำในอากาศมารวมอยู่ด้วย เพื่อจะได้อยู่ในรูปของ  $Mg(OH)_2 \cdot 5H_2O$  ซึ่งเป็นรูปที่มีความเสถียรมากกว่าการที่อะตอมของ Mg จะเข้าไปแย่งอะตอมของ Pb เพื่ออยู่ที่ตำแหน่ง A site นั้นเอง จึงทำให้เซรามิกที่เตรียมได้มีลักษณะเปราะบาง เปื่อยยุ่ย และสามารถแตกออกเป็นชิ้นเล็กชิ้นน้อยได้ง่ายนั่นเอง ซึ่งทำให้ไม่สามารถนำเซรามิก PM ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ไปทำขั้วไฟฟ้า เพื่อตรวจสอบสมบัติไดโอดเล็กทรอนิกส์ต่อไปได้



รูปที่ 4.26 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PM ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วย อุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาที่แตกต่างกัน (▼ แทน PbO เฟส)

#### 4.2.6 ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PM

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PM ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร้ด้วยอุณหภูมิ 850 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแชนาน 4 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ /นาที่ ด้วยกล้อง SEM ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.27 จากรูปพบว่า เซรามิกที่เตรียมได้มีลักษณะโดยทั่วไปที่คล้ายคลึงกับลักษณะที่พบในกรณีของอนุภาคผง PM (ดังแสดงในรูปที่ 4.24) ซึ่งประกอบไปด้วยอนุภาค 2 กลุ่มอยู่ด้วยกัน โดยกลุ่มอนุภาคขนาดใหญ่จะมีขนาดอนุภาคประมาณ  $> 0.5 \mu\text{m}$  ที่เกาะกันอยู่อย่างหลวมๆ ซึ่งสันนิษฐานว่าน่าจะเป็นเกรนของ PbO ที่เกิดการหลอมรวมตัวกันจนเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้นโดยมีกลุ่มของอนุภาคขนาดเล็กที่น่าจะเป็นพวก MgO แยกกระจายตัวอยู่ทั่วไป

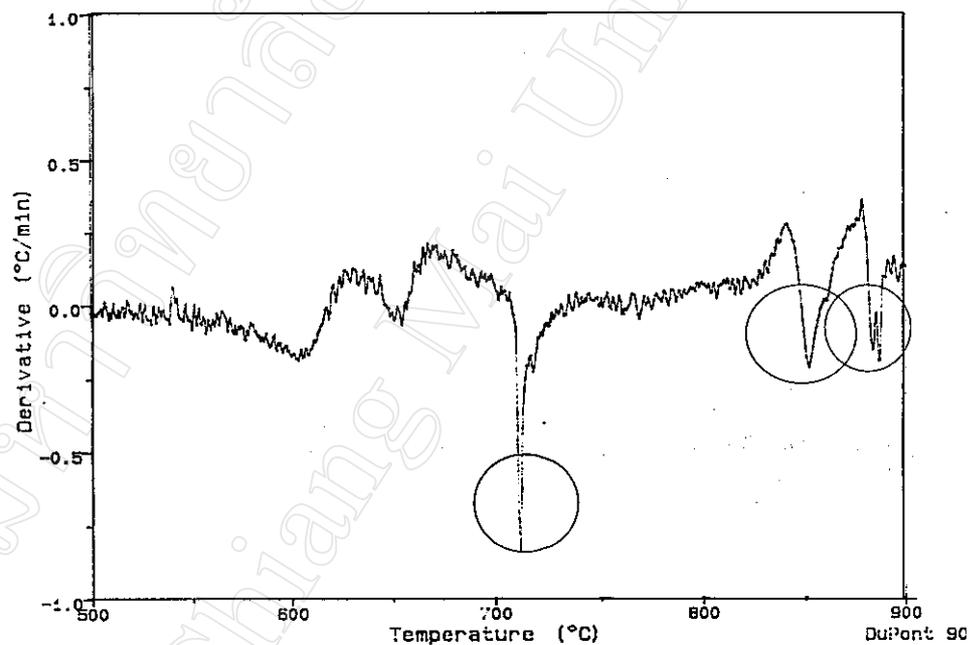


รูปที่ 4.27 แสดงภาพถ่าย SEM ของบริเวณผิวแตกหักของเซรามิก PM ที่ผ่านการขึ้นเตอร้ด้วยอุณหภูมิ 850 °ซ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแชนาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ /นาที่

### 4.3 ผลการตรวจสอบสารตัวอย่าง PMN ที่เตรียมจากวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม

#### 4.3.1 ผลการตรวจสอบผง PMN ด้วยเทคนิค DTA

จากผลการตรวจสอบสารผสมระหว่าง PbO, MgO กับ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ด้วยเทคนิค DTA พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.28 ซึ่งจะเห็นได้ว่ามีบริเวณที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของเส้นกราฟอยู่ 3 บริเวณ คือ ที่ช่วงอุณหภูมิ 710-720 °ซ และ 840-860 °ซ ซึ่งจากการทบทวนเอกสารทางวิชาการพบว่าน่าจะเป็นบริเวณที่มีเฟสของไพโรคลอไรด์เกิดขึ้น [5] ส่วนที่ช่วงอุณหภูมิ 875-900 °ซ นั้น คาดว่าน่าจะเป็นการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่เกิดจากการก่อเกิดเป็นเฟสของ PMN ขึ้น



รูปที่ 4.28 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสม PbO, MgO กับ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

#### 4.3.2 ผลการตรวจสอบผง PMN ด้วยเทคนิค XRD

จากการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิด และการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ เพื่อหาเงื่อนไขในการเตรียมผง PMN ที่เหมาะสมที่สุด โดยการนำข้อมูล XRD ที่ได้มาทำการสอบเทียบกับข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS พร้อมทั้งทำการคำนวณหาปริมาณเฟสของ PMN ที่เกิดขึ้นในกรณีที่มีเฟสปรากฏไม่เกิน 2 เฟส ควบคู่กันไปด้วย พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.29-4.31 และสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN กับ

เงื่อนไขต่างๆ ในการเผาแคลไซน์ ดังแสดงในรูปที่ 4.32-4.34 และตารางที่ 8 ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า สารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 850 °C ยังคงมีเฟสของ PbO ซึ่งเป็นสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่ และสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้น จะมีเฟสของ PMN ปรากฏเพิ่มมากขึ้นด้วย แต่ก็ไม่สามารถเตรียม PMN ให้มีเพียงเฟสเดียวได้ เพราะยังคงมีเฟสของสารกลุ่มไพโรคลอรัปรากฏปะปนอยู่ในทุกเงื่อนไขของการเผาแคลไซน์ที่ใช้ และจากการนำข้อมูล XRD ที่ได้ไปสอบเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS พบว่า เฟส PMN ที่เกิดขึ้นมีความสอดคล้องกับ PMN ในแฟ้มข้อมูลหมายเลข 27-1199 ส่วนเฟสที่เป็นไพโรคลอรัที่เกิดขึ้นปะปนมานั้น มีชุดข้อมูลค่า d-spacing ตรงกับแฟ้มข้อมูลหมายเลข 37-71 ซึ่งมีสูตรโมเลกุลเป็น  $Pb_{1.83}Nb_{1.71}Mg_{0.29}O_{6.39}$  จากการพิจารณารูปที่ 4.32 พบว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °C จะให้ปริมาณเฟสของ PMN สูงสุดโดยมีค่าประมาณร้อยละ 60.93 และจากการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาต่อพฤติกรรมกการเกิดเฟส PMN เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °C โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที่ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.33 และตารางที่ 8 ซึ่งจะเห็นได้ว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยการใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นานกว่าจะมีปริมาณเฟส PMN ที่พบมากกว่า แต่ถึงอย่างไรก็ยังไม่สามารถกำจัดเฟสปะปนเปื้อนให้หมดไปได้ โดยพบว่าการใช้ระยะเวลาเผาเช่นาน 5 ชั่วโมง จะให้ผลดีที่สุด

จากนั้น จึงได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่มีต่อพฤติกรรมกการเกิดเฟสของ PMN ด้วยการเผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 900 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นาน 5 ชั่วโมง ที่มีการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.34 และตารางที่ 8 ซึ่งจะเห็นได้ว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกันแบบรวดเร็ว (ที่ 10 °C/นาที่) จะมีปริมาณเฟส PMN เกิดขึ้นมากกว่ากรณีอื่นๆ เหตุที่เป็นเช่นนี้ คาดว่าน่าจะมาจากการที่สารไม่มีเวลาพอที่จะเกิดการระเหยของ PbO ออกไป ทำให้มีองค์ประกอบของ PbO, MgO และ  $Nb_2O_5$  อยู่ในปริมาณที่เหมาะสมต่อการเกิดเฟส PMN ได้พอดี

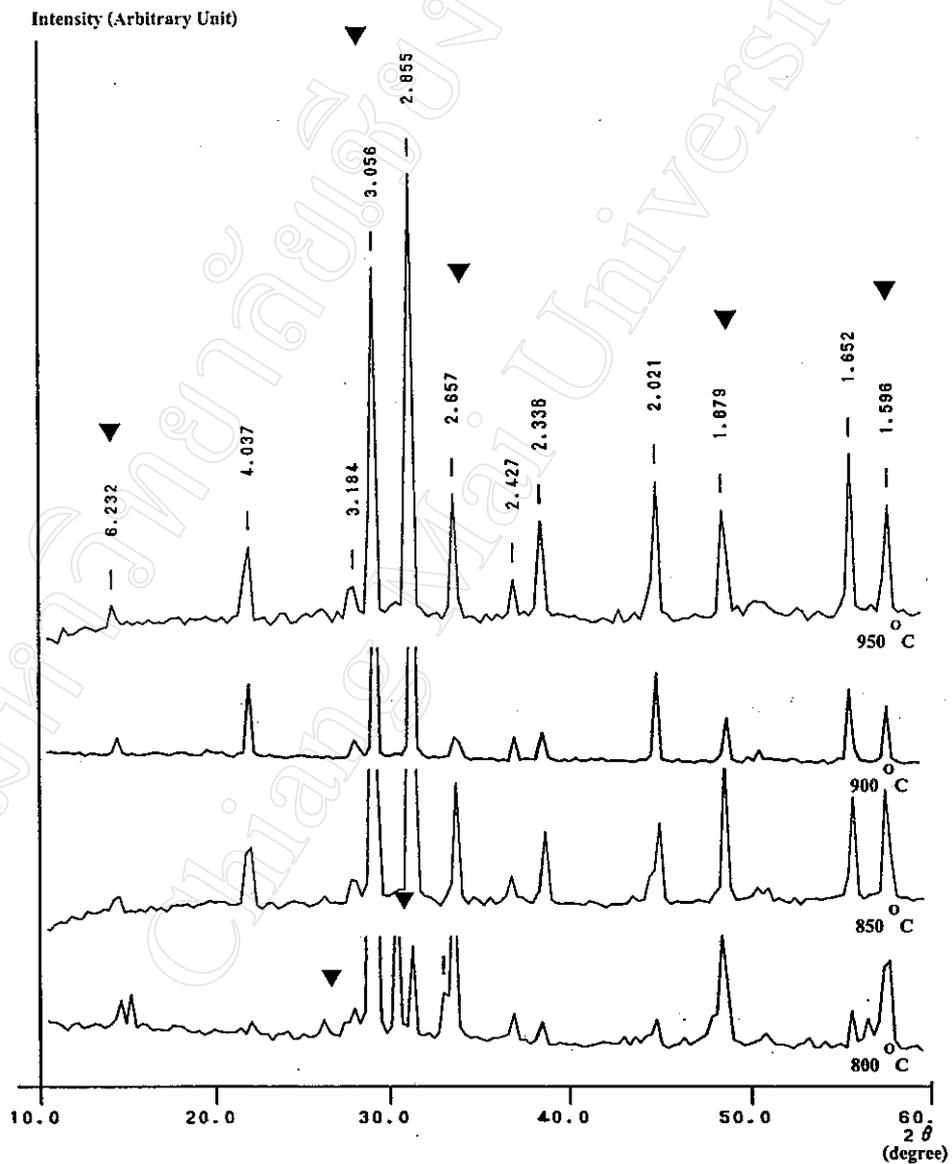
จากผลการทดลองทั้งหมดที่ได้กล่าวมาในข้างต้น พบว่า การเตรียมผง PMN ด้วยการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C โดยมีระยะเวลาในการเผาเช่นาน 5 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดและในงานวิจัยนี้จะใช้เงื่อนไขดังกล่าวในการเตรียมผง PMN เพื่อเตรียมเป็นเซรามิก PMN ต่อไป

ตารางที่ 8 แสดงปริมาณเฟสของผง PMN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ กัน

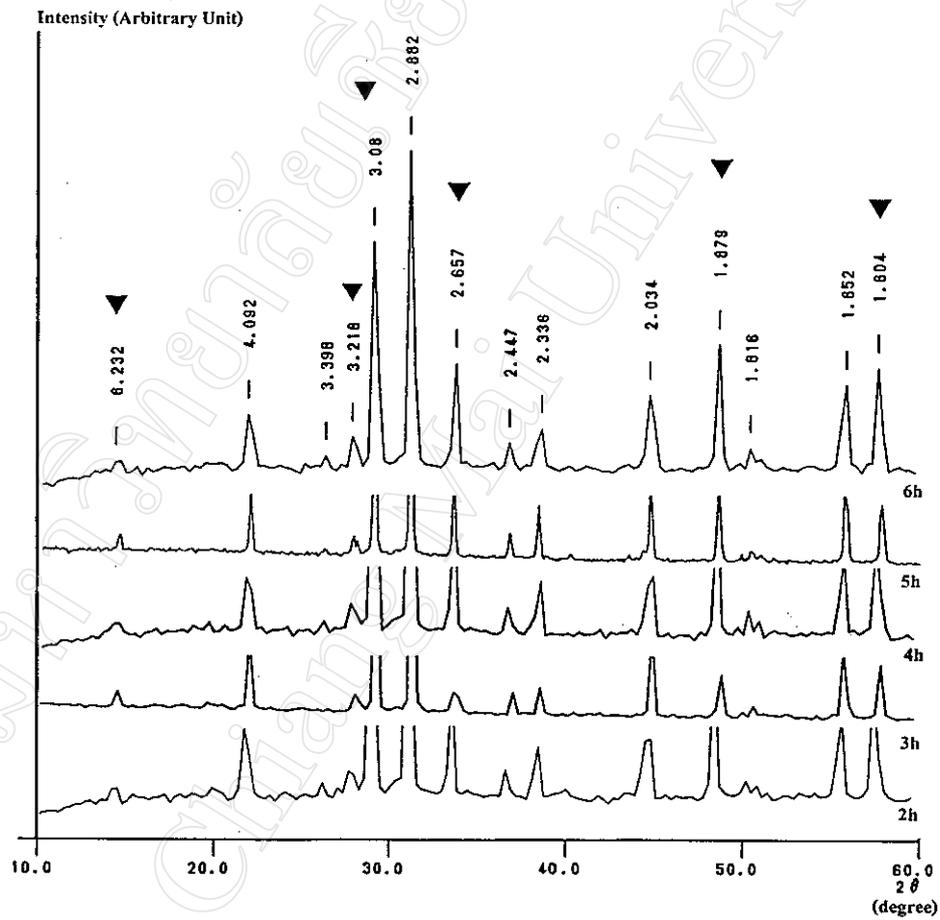
เงื่อนไขในการเผาแคลไซน์			
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ปริมาณเฟส PMN ที่ได้ (wt%)
850	2	3	-
		5	52.99
		10	57.58
850	3	3	51.49
		5	51.51
		10	51.28
850	4	3	55.23
		5	55.66
		10	53.62
900	2	3	58.01
900	3	3	60.93
		5	62.14
		10	59.63
900	4	3	56.16
		5	57.03
		10	52.78
900	5	3	61.65
		5	51.35
		10	65.86
900	6	3	57.32
		5	58.62
		10	62.11
950	2	3	61.77
		5	57.41
		10	63.31
950	3	3	55.21
		5	61.33
		10	61.41
950	4	3	58.21

หมายเหตุ : ค่าปริมาณเฟส PMN ที่แสดงในตารางนี้มีค่าความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

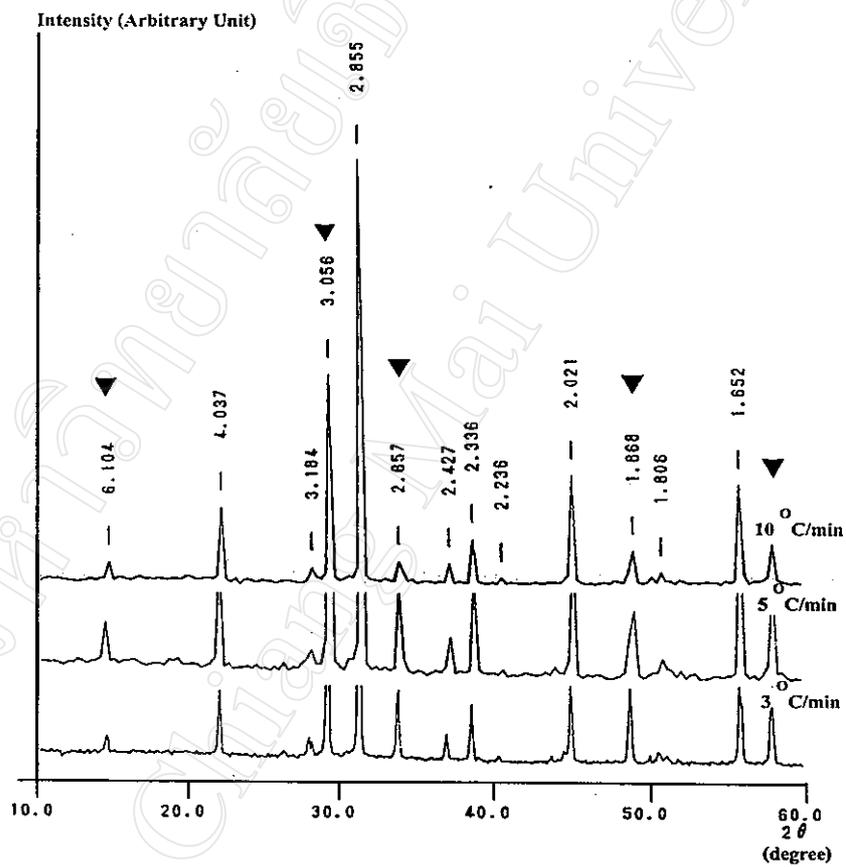
- หมายถึง กรณีที่มีเฟสปรากฏมากกว่า 2 เฟส



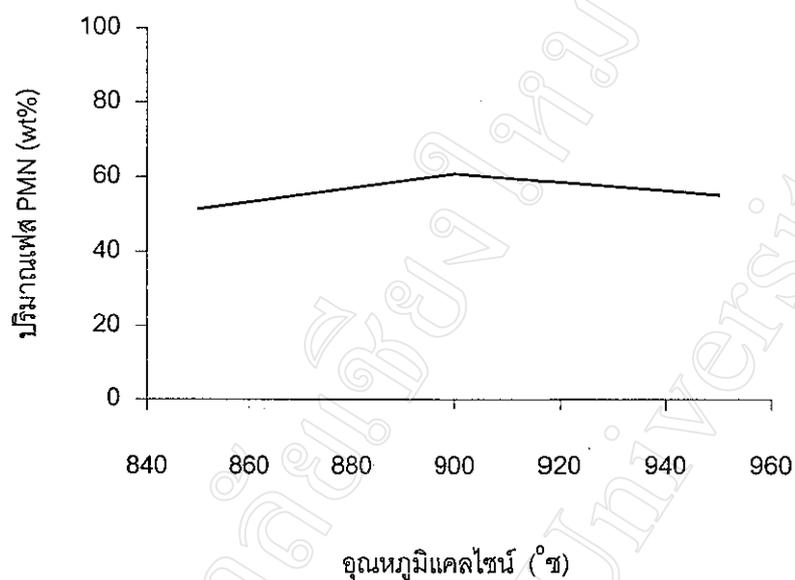
รูปที่ 4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PMN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ  
ค่าต่างๆ โดยมีระยะเวลาเผาเช่นกัน 3 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ  
3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง impurity)



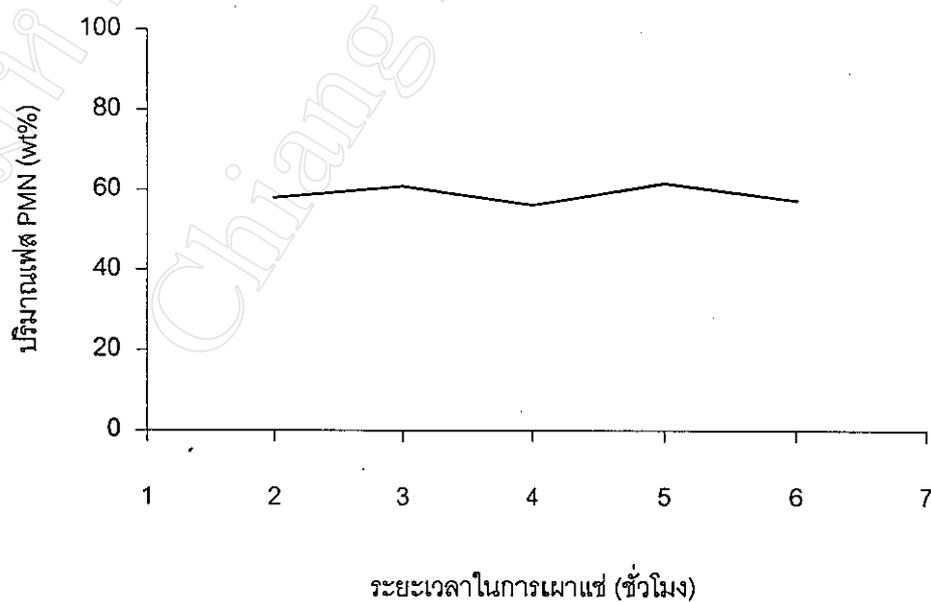
รูปที่ 4.30 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PMN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาในการเผาเซานานต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง impurity)



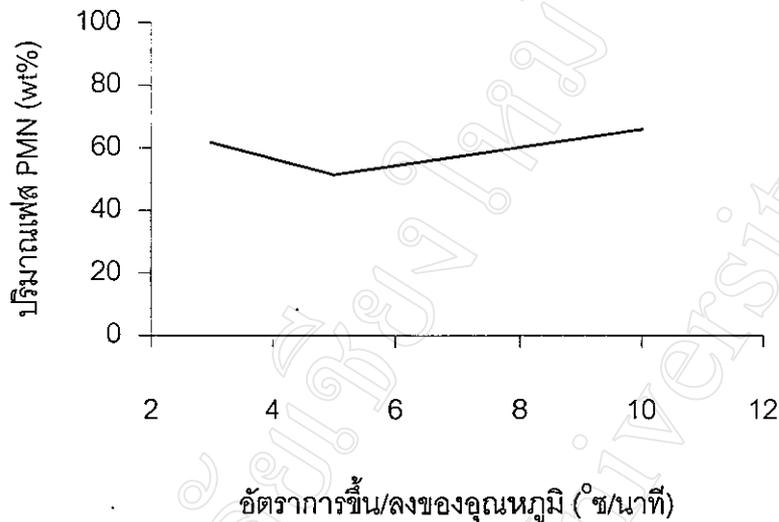
รูปที่ 4.31 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด PMN ที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาเช่นกัน 5 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ ต่างๆ กัน (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.32 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับอุณหภูมิเผาแคลไซต์ที่ใช้ โดยมีระยะเวลาในการเผาเท่านั้น 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



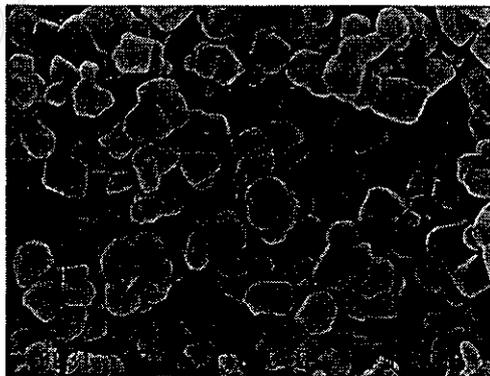
รูปที่ 4.33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับระยะเวลาที่ใช้ในการเผา แลเมื่อเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ 900 °C ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.34 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้เมื่อเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาในการเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง

#### 4.3.3 ผลการตรวจสอบผง PMN ด้วยกล้อง SEM

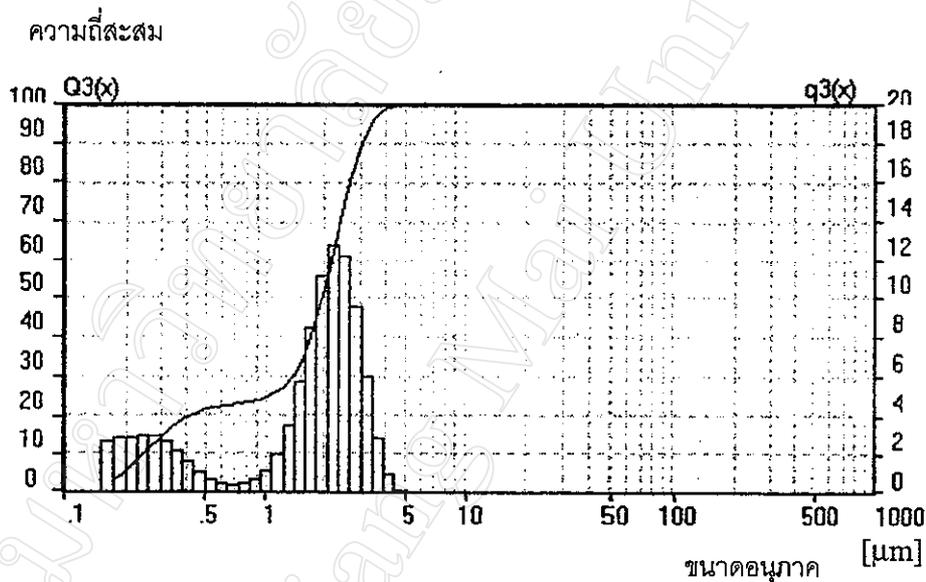
จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงสารตัวอย่าง PMN ที่ผ่านการเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ ด้วยกล้อง SEM พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.35 ซึ่งเมื่อพิจารณาลักษณะโดยทั่วไปจะเห็นได้ว่า อนุภาคของผง PMN มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน แต่ส่วนใหญ่มีรูปร่างเป็นเหลี่ยม และมีขนาดของอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.88  $\mu\text{m}$  ยึดเกาะติดกันอยู่เป็นกลุ่มก้อน



รูปที่ 4.35 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง PMN ที่ผ่านการเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่

#### 4.3.4 ผลการตรวจสอบผง PMN ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

จากการนำผง PMN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 5 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดอนุภาคพบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.36 จากรูป จะสังเกตเห็นได้ว่า ผง PMN ที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-5.0  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.85  $\mu\text{m}$  ซึ่งพบว่าค่าที่ได้นี้มีค่าสูงกว่าค่าที่ได้จากภาพถ่าย SEM ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค ทำให้ขนาดอนุภาคที่วัดได้เป็นขนาดของกลุ่มอนุภาค ซึ่งมีค่าสูงเกินความเป็นจริง เช่นเดียวกับที่พบในกรณีของผง PN และ PM



รูปที่ 4.36 แสดงพฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผง PMN

#### 4.3.5 ผลการตรวจสอบเซรามิก PMN ด้วยเทคนิค XRD

จากการนำผง PMN ที่เตรียมได้ไปทำการขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วนำมาตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD พร้อมกับทำการคำนวณหาปริมาณเฟส PMN ที่เกิดขึ้นในเชิงเปรียบเทียบควบคู่กันไปด้วย พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.37-4.38 ซึ่งสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับเงื่อนไขในการเผาซินเตอร์ที่ใช้ แสดงดังในรูปที่ 4.39 และ 4.40 จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถทำการเตรียมเซรามิก PMN ที่มีเพียงเฟสเดียวได้ เนื่องจากยังคงมีเฟสของสารไพโรคลอไรต์เกิดปะปนอยู่ในทุกเงื่อนไขของการเผาซินเตอร์ที่ใช้ โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่าจะมีปริมาณเฟสของ PMN ปรากฏน้อยลง

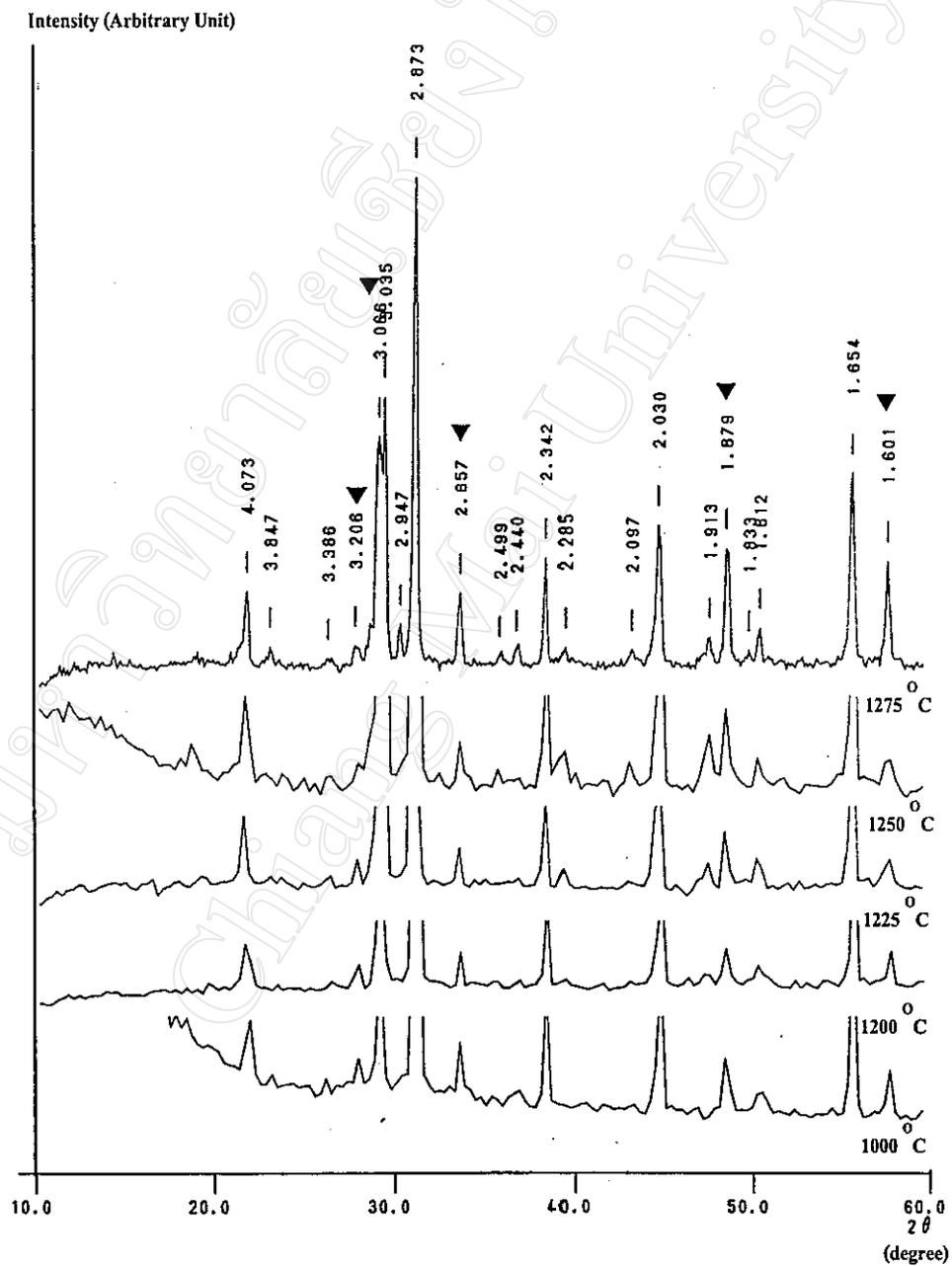
คาดว่าน่าจะเกิดจากการสูญเสีย PbO ออกไปที่อุณหภูมิสูงๆ นั้นเอง และเมื่อนำเซรามิกเหล่านี้มาหาค่าความหนาแน่น พบว่า เซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °ซ และ 1225 °ซ จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด (ร้อยละ 94.75 และ 94.74 ตามลำดับ ) ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองเผาซินเตอร์สารต่อที่อุณหภูมิและเวลาเดียวกัน ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ต่างกัน พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.40 และตารางที่ 9 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที มีปริมาณเฟส PMN ปรากฏมากที่สุด ซึ่งคาดว่าเนื่องมาจากความเฉื่อยของ MgO ที่ต้องการระยะเวลาที่เหมาะสมในการเข้าทำปฏิกิริยากับ PbO และ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

ตารางที่ 9 แสดงปริมาณเฟส PMN ของเซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ กัน

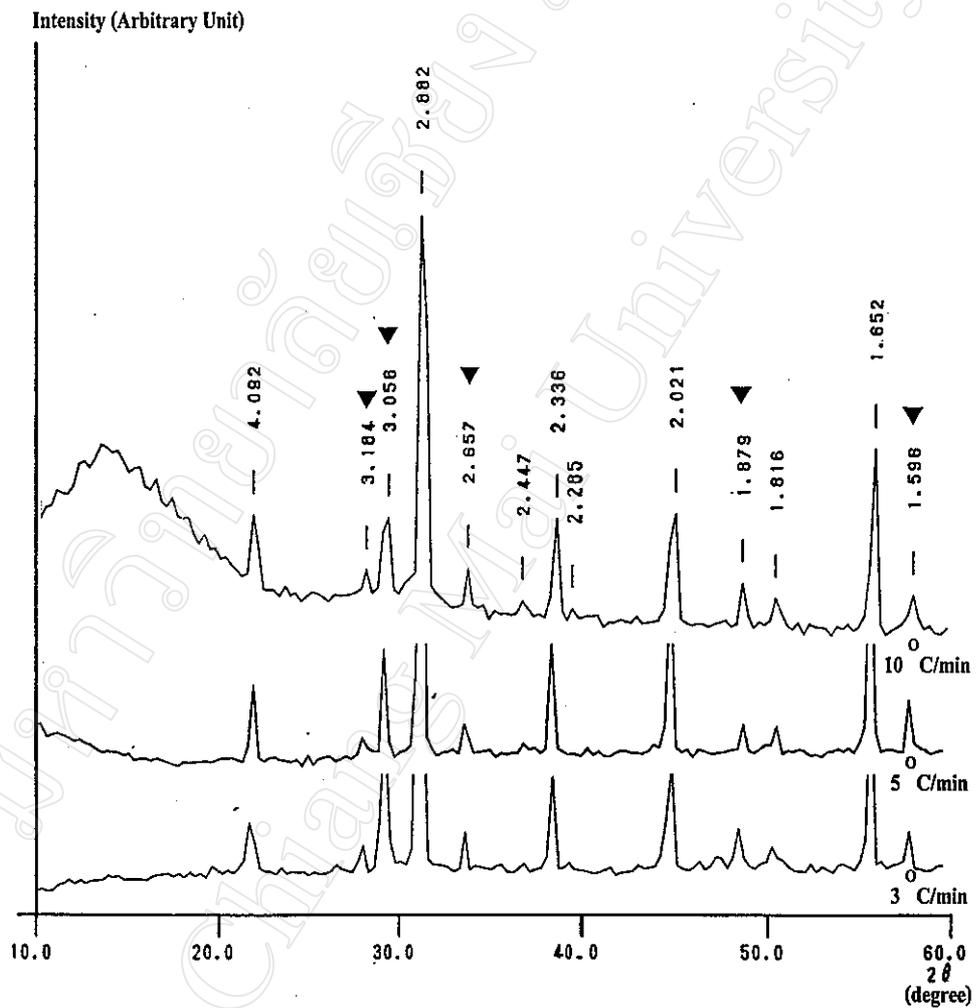
เงื่อนไขในการเผาซินเตอร์			
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลาเผา (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	ปริมาณเฟส PMN ที่ได้ (wt%)
1000	2	3	70.06
1200	2	3	64.50
		5	81.87
		10	73.25
1200	4	3	77.16
1200	6	3	73.15
1225	2	3	63.68
		5	84.03
		10	61.40
1225	4	3	72.66
1225	6	3	56.79
1250	2	3	60.78
1275	2	3	-

หมายเหตุ : ปริมาณเฟส PMN ที่แสดงในตารางนี้มีค่าคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

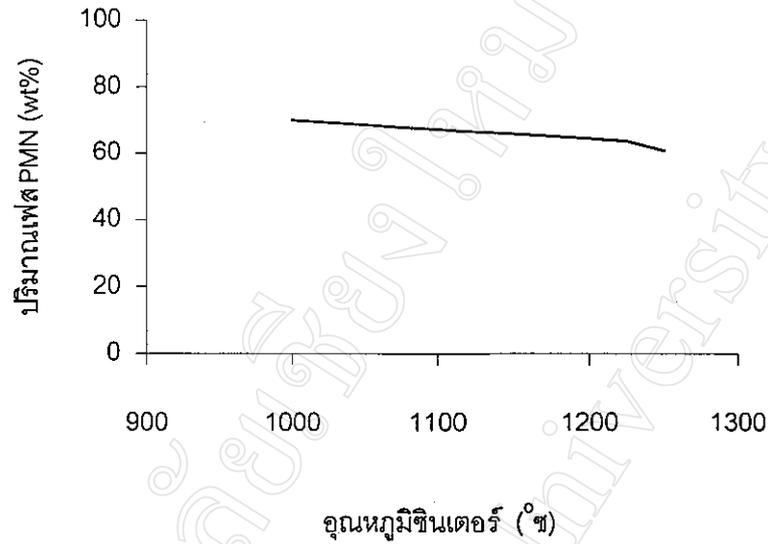
- หมายถึงกรณีที่มีเฟสปรากฏ มากกว่า 2 เฟส



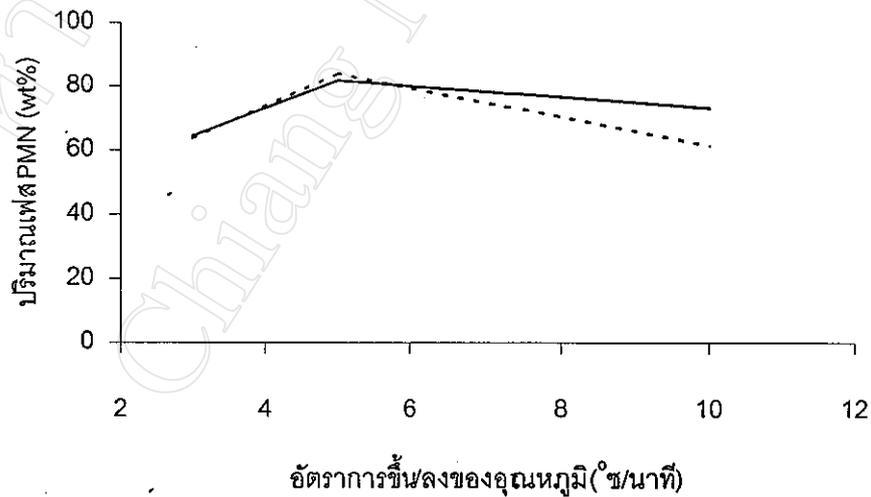
รูปที่ 4.37 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.38 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.39 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับอุณหภูมิซินเตอร์ที่ใช้ของเซรามิกที่เผาด้วยการใช้ระยะเวลาเผาเท่านั้น 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.40 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้ของเซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °C และ (---) 1225 °C โดยมีระยะเวลาเผาเท่านั้น 2 ชั่วโมง

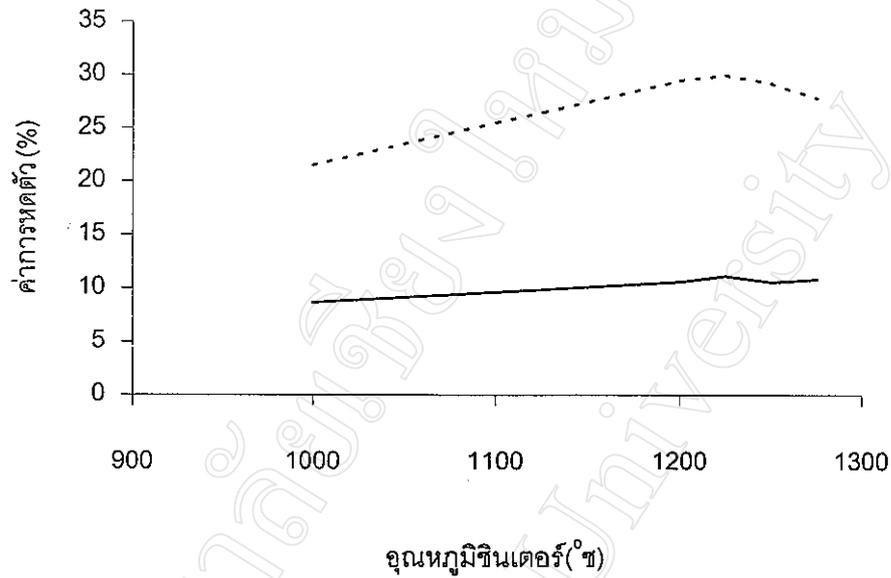
#### 4.3.6 ผลการตรวจสอบค่าความหดรตัวของเซรามิก PMN

ผลการหาค่าความหดรตัวของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 10 และสามารถนำเสนอในรูปของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดรตัวกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.41-4.43 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะมีค่าการหดรตัวเชิงเส้นเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แต่จะมีค่าการหดรตัวเชิงปริมาตรเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเซรามิก PMN ที่เตรียมได้นี้ มีการหดรตัวในแต่ละแนวที่ไม่เท่ากันทำให้ค่าการหดรตัวในแนวเชิงเส้นไม่สัมพันธ์กับพฤติกรรมของค่าการหดรตัวเชิงปริมาตร (รูปที่ 4.41) และเมื่อพิจารณาในกรณีของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้ระยะเวลาเผาแช่ (รูปที่ 4.42) และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิซินเตอร์ (รูปที่ 4.43) ต่างกัน พบว่า ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแช่และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิไม่ค่อยมีผลต่อค่าการหดรตัวของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ เมื่อเทียบกับอิทธิพลของอุณหภูมิซินเตอร์

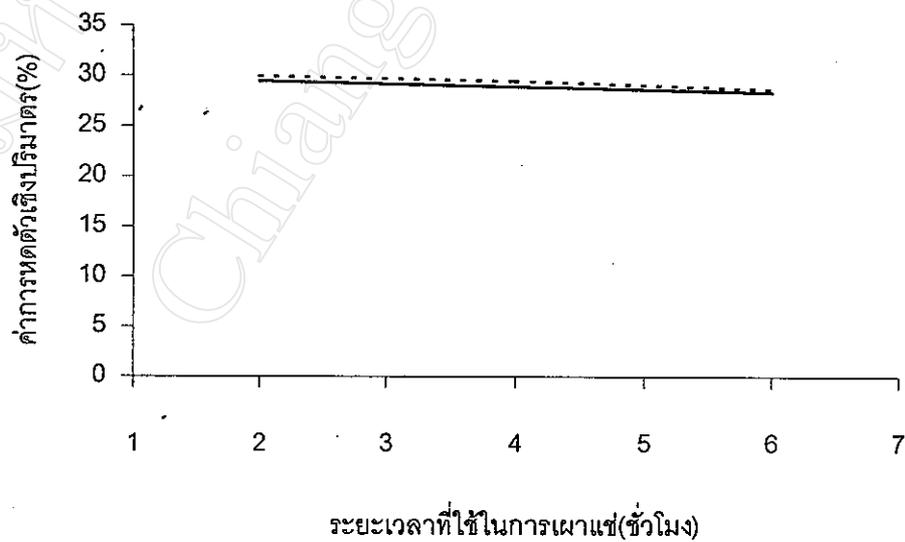
ตารางที่ 10 แสดงสมบัติกายภาพของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ

เงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์			ค่าการหดตัว		ค่าน้ำหนัก	ค่าความ
อุณหภูมิ (°C)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°C/นาที)	เชิงเส้น (%)	เชิงปริมาตร (%)	สูญหาย (wt%)	หนาแน่น สัมพัทธ์ (%)
1000	2	3	8.67	21.46	2.94	90.89
1200	2	3	10.57	29.45	4.58	94.75
		5	11.21	30.53	3.54	93.43
		10	11.43	30.56	3.65	93.26
1200	4	3	10.81	28.91	4.72	92.25
1200	6	3	10.47	28.34	5.82	91.87
1225	2	3	11.12	29.93	4.43	94.74
		5	10.84	28.50	4.15	94.41
		10	10.92	28.47	4.81	94.06
1225	4	3	11.07	29.48	5.77	92.45
1225	6	3	10.52	28.63	8.13	90.75
1250	2	3	10.56	29.16	5.65	94.17
1275	2	3	10.81	27.74	9.33	91.36

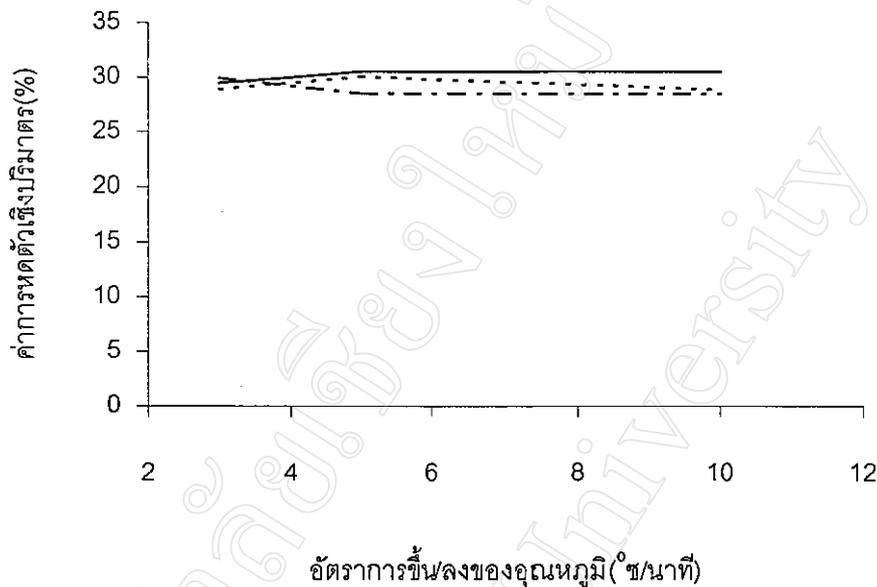
หมายเหตุ : ค่าสมบัติทางกายภาพที่แสดงนี้มีความคลาดเคลื่อนประมาณ  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.41 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัว (—) เชิงเส้น และ (-----) เชิงปริมาตรของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



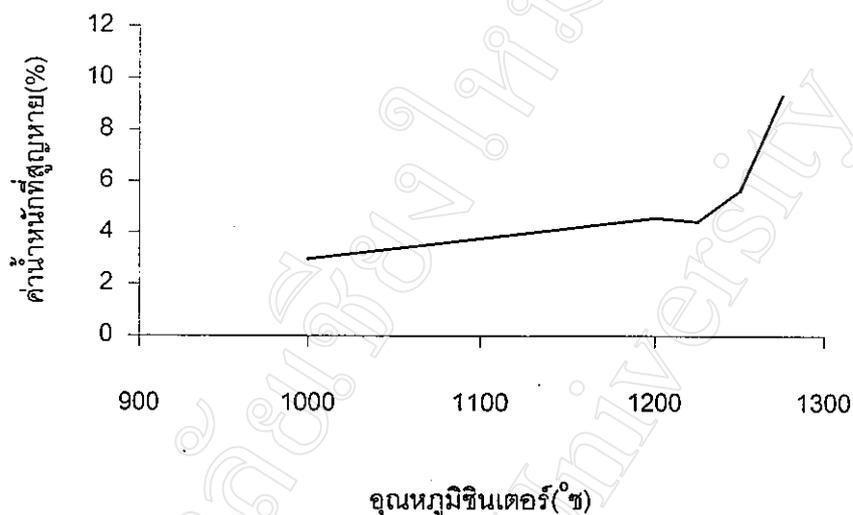
รูปที่ 4.42 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (—) 1200 °C และ (-----) 1225 °C เป็นเวลานานต่างๆ กัน โดยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



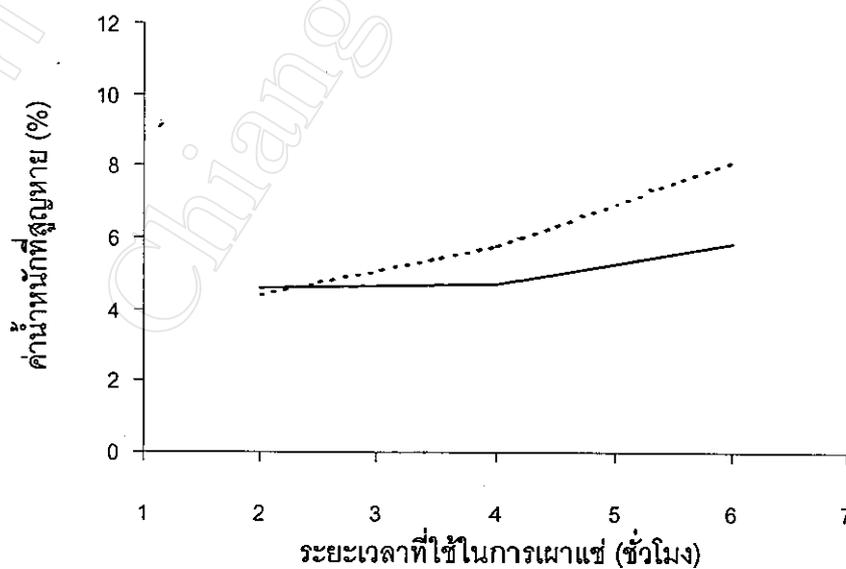
รูปที่ 4.43 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการหดตัวของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไข (—) 1200 °ซ/2 ชั่วโมง, (---) 1200 °ซ/4 ชั่วโมง และ (-.-) 1225 °ซ/2 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิต่างๆ กัน

#### 4.3.7 ผลการตรวจสอบค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN

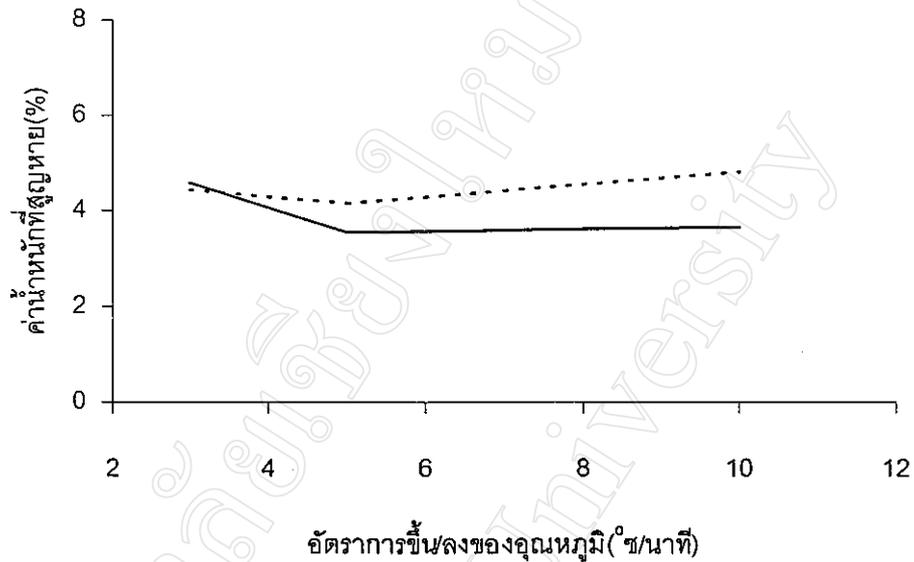
ผลการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ นั้นได้แสดงไว้ในตารางที่ 10 และสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 4.44-4.46 ซึ่งจากการพิจารณาผลการทดลองที่ได้ จะเห็นได้ว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้น หรือใช้ระยะเวลาในการเผาแช่เพิ่มขึ้นจะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายเพิ่มสูงขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า 1225 °ซ จะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายมากถึงร้อยละ 10 (รูปที่ 4.44-4.45) คาดว่าเกิดจากการสูญเสีย PbO ออกไปอย่างมากในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว เพราะเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบรวดเร็ว และใช้อุณหภูมิซินเตอร์ที่ไม่สูงมากนัก (รูปที่ 4.46) จะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายน้อยกว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบช้าๆ หรือที่ใช้อุณหภูมิซินเตอร์สูง



รูปที่ 4.44 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



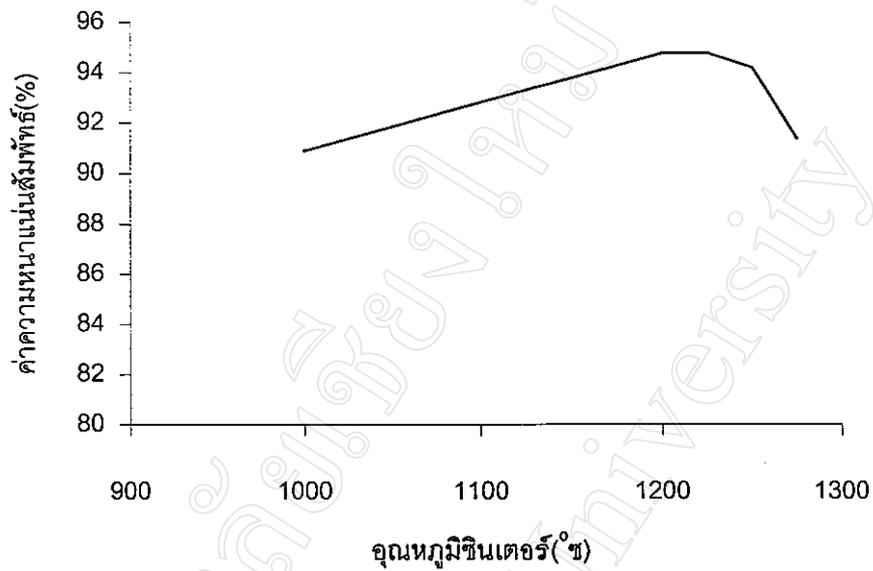
รูปที่ 4.45 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °C และ (.....) 1225 °C ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่นานต่างกัน



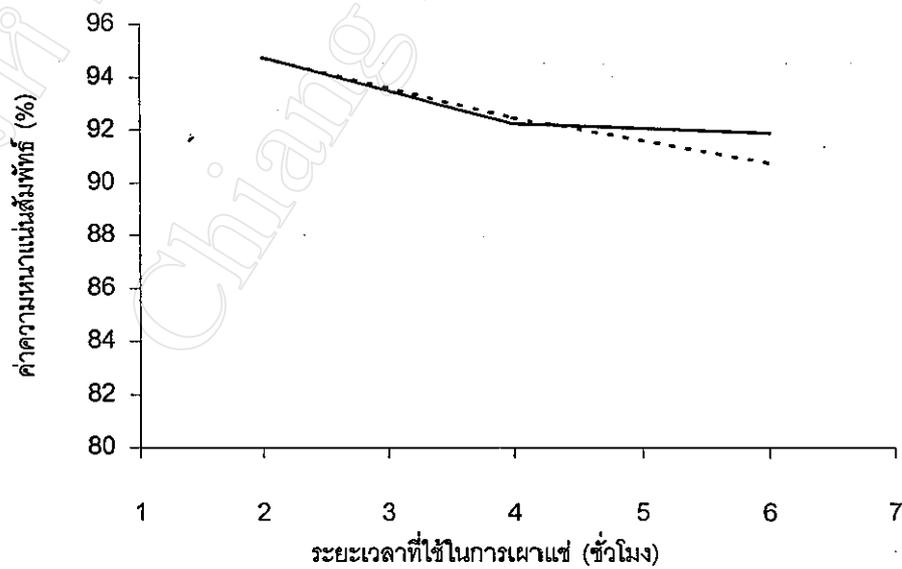
รูปที่ 4.46 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °C และ (-----) 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเซรามิก 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน

#### 4.3.8 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN

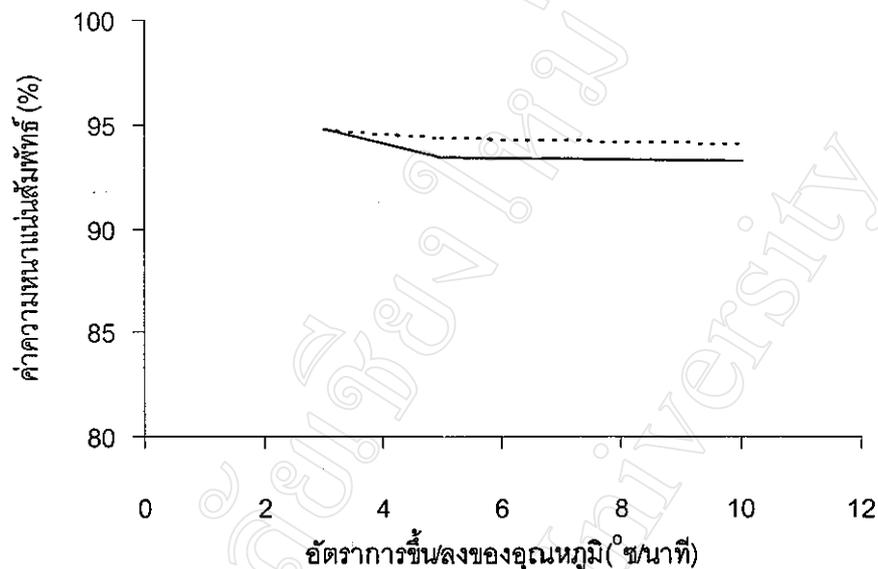
ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 10 และสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของเซรามิกกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.47-4.49 ซึ่งจากการพิจารณา รูปที่ 4.47 พบว่า เซรามิก PMN ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์อยู่ในช่วงร้อยละ 91-95 โดยเซรามิกที่เผาด้วยอุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น จะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงขึ้น และเริ่มคงที่ ณ ช่วงอุณหภูมิซินเตอร์ 1200-1225 °C ในขณะที่เซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1275 °C จะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเกิดจากการใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูงเกินไป จนอาจเกิดการหลอม และทำให้ตะกั่วระเหยออกไปในรูปของ PbO ส่งผลให้มีรูพรุนเกิดขึ้น เมื่อพิจารณาถึงอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ (รูปที่ 4.48) ที่มีต่อค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN พบว่า เซรามิกที่เผาซินเตอร์โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเซรามิกกว่าจะมีค่าความหนาแน่นต่ำกว่า ในขณะที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิไม่ค่อยมีผลต่อค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN มากนัก (รูปที่ 4.49)



รูปที่ 4.47 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเท่านั้น 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



รูปที่ 4.48 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °ซ และ (---) 1225 °ซ ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยใช้ระยะเวลาในการเผาที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.49 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ (—) 1200 °C และ (---) 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน

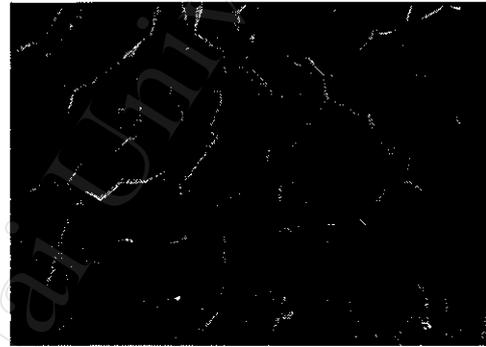
#### 4.3.9 ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ ด้วยการถ่ายภาพจากบริเวณรอยแตกหักของสารตัวอย่างด้วยกล้อง SEM เพื่อศึกษาลักษณะรูปร่างและการยึดเกาะกันของเกรนที่อยู่ภายในชิ้นงาน ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.50-4.51 ซึ่งพบว่าเซรามิกที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้แสดงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก PMN ที่สอดคล้องเป็นอย่างดีกับผลงานวิจัยที่มีรายงานออกมาจำนวนมาก [10,18,33] กล่าวคือ จะมีลักษณะของโครงสร้างที่ประกอบไปด้วยเกรนที่มีรูปร่างหลายเหลี่ยมเกาะยึดกันอยู่ โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่าจะประกอบไปด้วยเกรนที่มีขนาดเล็ก ส่วนใหญ่โดยที่มองเห็นได้ชัด ดังเช่นตัวอย่างที่แสดงในภาพถ่าย SEM รูปที่ 4.50 จากการตรวจสอบพบว่าเซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1200 °C 1225 °C 1250 °C และ 1275 °C จะมีเกรนขนาดเล็กประมาณ 2.5  $\mu\text{m}$  3.5  $\mu\text{m}$  3.07  $\mu\text{m}$  และ 7.9  $\mu\text{m}$  ตามลำดับ นอกจากนี้ยังสามารถสังเกตเห็นเฟสแปลกปลอมที่มีขนาดประมาณ 0.5-1.0  $\mu\text{m}$  กระจายอยู่ทั่วไป โดยเฉพาะในรูปที่ 4.50 (ค) และ (ง) ซึ่งถ้าสามารถทำการตรวจสอบด้วยการใช้เทคนิค EDX เข้ามาช่วยก็น่าจะสามารถบอกได้ว่าเฟสดังกล่าวนี้เป็นอะไร สำหรับรูปที่ 4.51 นั้นเป็นการแสดงผลการตรวจสอบอิทธิพลของอัตรา

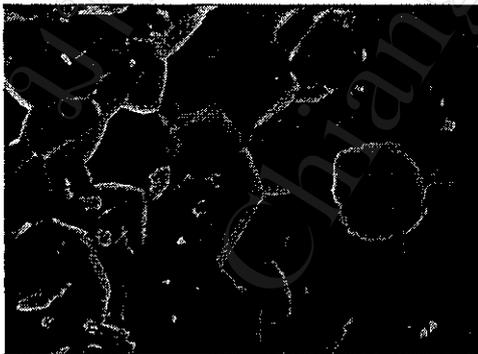
การขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่มีต่อลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก PMN ซึ่งจะเห็นได้ว่าการเลือกใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่แตกต่างกัน สามารถส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกที่ได้ โดยเฉพาะในกรณีที่มีการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบรวดเร็ว ( $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ ) พบว่ามีเกรนสองกลุ่มที่มีขนาดแตกต่างกันยึดเกาะกันอยู่แบบหลวมๆ เมื่อเทียบกับลักษณะการยึดเกาะกันของเกรนที่พบในเซรามิกที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ช้ากว่า



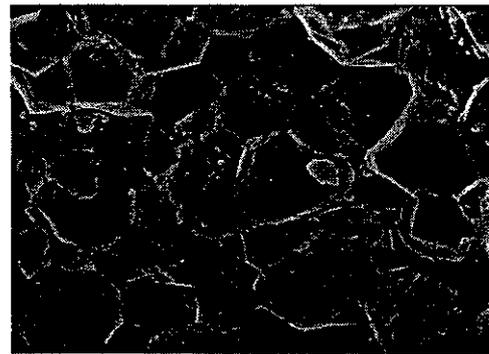
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

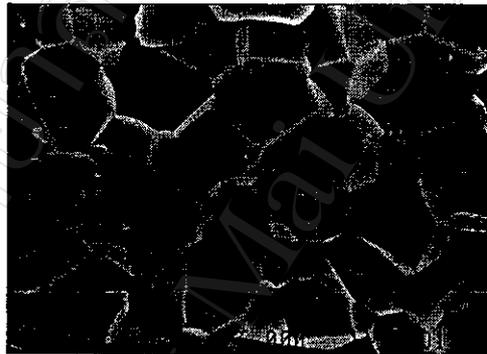
รูปที่ 4.50 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PMN ที่ผ่านการซินเตอร์

ด้วยอุณหภูมิ (ก)  $1200^{\circ}\text{C}$  (ข)  $1225^{\circ}\text{C}$  (ค)  $1250^{\circ}\text{C}$  และ (ง)  $1275^{\circ}\text{C}$

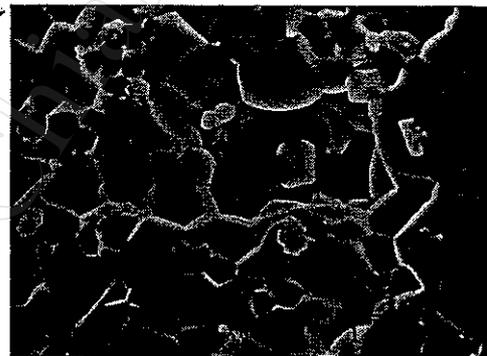
โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ  $3^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$



(ก)



(ข)

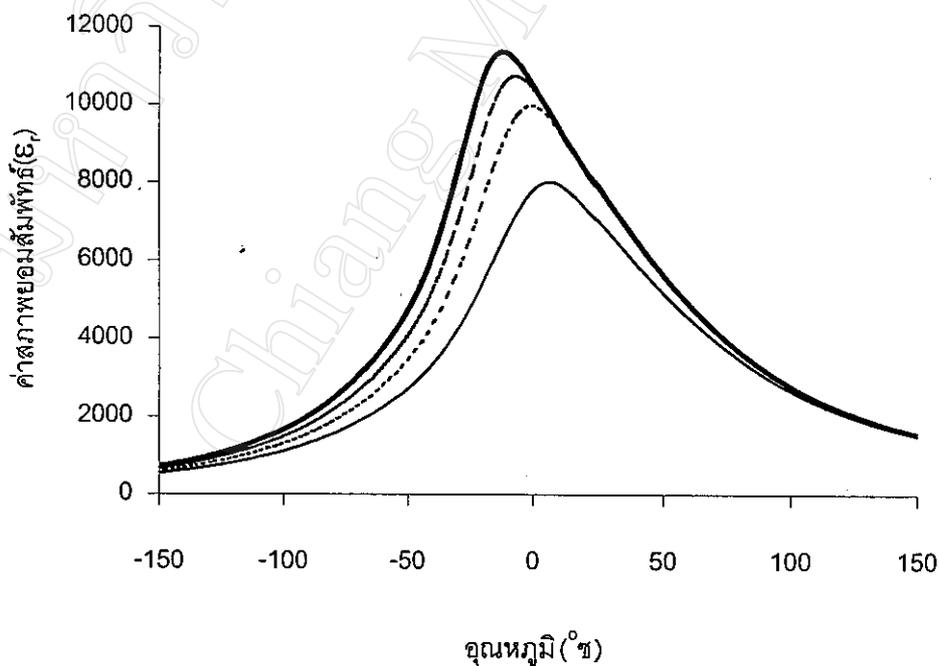


(ค)

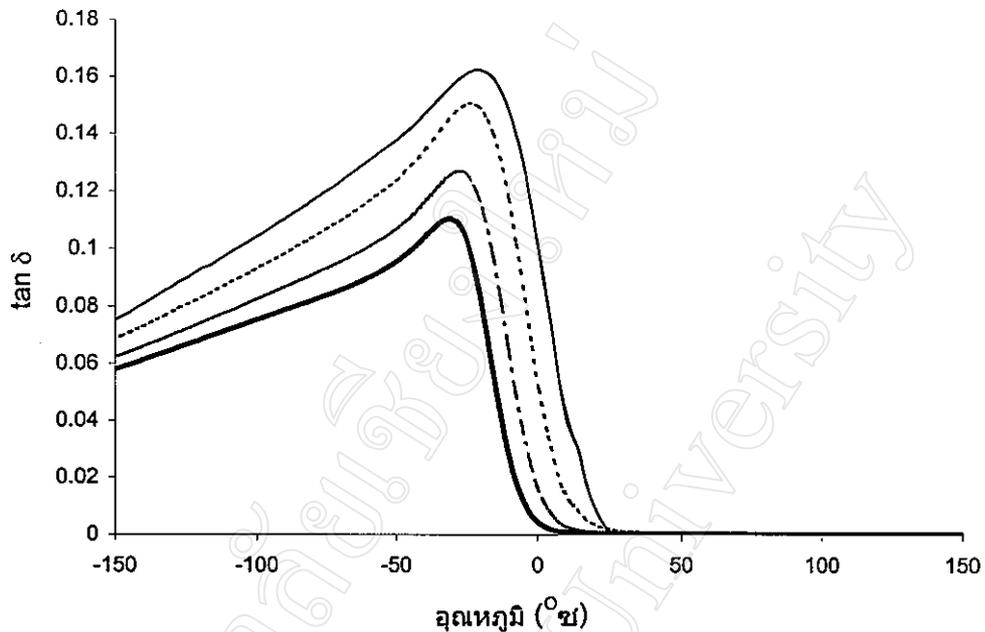
รูปที่ 4.51 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PMN ที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาเผาเซรามิก 2 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ (ก) 3 °C/นาที (ข) 5 °C/นาที และ (ค) 10 °C/นาที

#### 4.3.10 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PMN

จากการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพันธ์ ( $\epsilon_r$ ) และค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อน ( $\tan\delta$ ) ของเซรามิก PMN เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ โดยได้เลือกทำการตรวจสอบเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นสูงที่สุด ซึ่งได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.52-4.53 จากการพิจารณาผลการทดลองที่ได้พบว่า เซรามิก PMN ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้สามารถแสดงพฤติกรรมของสารเฟอร์โรอิเล็กตริกแบบรีแลกเซอร์อย่างชัดเจน ทั้งพฤติกรรมของค่า  $\epsilon_r$  และค่า  $\tan\delta$  ที่มีความสอดคล้องเป็นอย่างดีกับผลการวิจัยที่มีรายงานออกมาจำนวนมาก [10,18,19,33] ในงานวิจัยนี้พบว่า เซรามิก PMN ที่เตรียมได้มีค่า  $T_C$  ที่ความถี่ 1 kHz อยู่ที่ประมาณ  $-12^\circ\text{C}$  พอดี โดยมีค่า  $\epsilon_r$  สูงสุดอยู่ที่ประมาณ 11,400 ซึ่งเป็นค่าที่อยู่ในช่วงระดับปานกลางถึงค่อนข้างต่ำสำหรับเซรามิก PMN โดยทั่วไป ทั้งนี้คาดว่าสาเหตุมาจากเซรามิก PMN ที่เตรียมจากวิธีการมิกซ์ออกไซด์นี้มีเฟสที่เป็นสารพวกไพโรคลอไรด์ ซึ่งมีค่า  $\epsilon_r$  ต่ำมาก ปนเปื้อนอยู่นั่นเอง และนอกจากนี้ค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้ก็มีค่าไม่สูงมากนัก ทำให้มีอิทธิพลของค่า  $\epsilon_r$  ของช่องว่างซึ่งเป็นอากาศเข้ามาเกี่ยวข้องอีกปัจจัยหนึ่ง



รูปที่ 4.52 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพันธ์ของเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นสัมพันธ์ร้อยละ 94.75 กับอุณหภูมิ ณ ความถี่ (—) 1, (---) 10, (.....) 100 และ (-.-) 1000 kHz ตามลำดับ



รูปที่ 4.53 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ร้อยละ 94.75 กับอุณหภูมิ ณ ความถี่ (—) 1, (---) 10, (.....) 100 และ (-·-) 1000 kHz ตามลำดับ

#### 4.4 ผลการตรวจสอบสารตัวอย่าง PMN ที่เตรียมจากวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดัดแปลง

##### 4.4.1 ผลการตรวจสอบผง PMN ด้วยเทคนิค XRD

จากการนำผงที่เตรียมจากสารผสม PN และ PM ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดและการเปลี่ยนแปลงเฟสของสาร เพื่อหาเงื่อนไขการเตรียมผง PMN ที่เหมาะสมที่สุด โดยการนำข้อมูล XRD ที่ได้มาทำการสอบเทียบกับข้อมูลในฐานข้อมูล JCPDS พร้อมทั้งทำการคำนวณหาปริมาณเฟสของ PMN ที่เกิดขึ้นในกรณีที่มีเฟสที่ปรากฏไม่เกิน 2 เฟสควบคู่ไปด้วย พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.54-4.55 และตารางที่ 11 ซึ่งจากการทดลองพบว่า เฟสของ PMN ที่ได้นี้มีชุดข้อมูล XRD ที่มีความสอดคล้องกับแฟ้มข้อมูล JCPDS ของสาร PMN หมายเลข 37-71 ซึ่งมีสูตรโมเลกุล  $Pb_{1.83}Nb_{1.71}Mg_{0.29}O_{6.39}$  (CPMN) และมีโครงสร้างผลึกเป็น Cubic ที่มีสมบัติเป็นสารพาราอิเล็กตริกที่มักเกิดขึ้นปะปนกับเฟสของ PMN เสมอ และจากการวิจัยนี้พบว่าสามารถเตรียมเฟสเชิงเดี่ยวของ  $Pb_{1.83}Nb_{1.71}Mg_{0.29}O_{6.39}$  ได้จากรูปที่ 4.56 พบว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °C จะให้เฟสของ  $Pb_{1.83}Nb_{1.71}Mg_{0.29}O_{6.39}$  สูงสุด โดยมีค่าประมาณร้อยละ 95.70 และจากการศึกษาอิทธิพลของ

ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  เมื่อทำการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.57 ซึ่งจะเห็นได้ว่า สารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยระยะเวลาในการเผาแซ่นานกว่าจะมีปริมาณเฟส  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  ที่พบมากกว่า โดยพบว่าการใช้ระยะเวลาเผาแซ่ที่นาน 6 ชั่วโมงจะให้ผลดีที่สุด สำหรับในกรณีที่เผาแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขอื่นๆ ไม่สามารถเตรียมให้มีเฟสเชิงเดี่ยวได้ เนื่องจากจะพบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นปะปนอยู่ในทุกสารตัวอย่าง โดยเฟสแปลกปลอมที่พบนี้ จะมีชุดข้อมูล XRD ที่มีค่า d-spacing อยู่ที่ประมาณ 3.39 Å และ 1.92 Å เมื่อทำการสอบเทียบกับแฟ้มข้อมูลของสารตั้งต้นพบว่าตรงกับชุดข้อมูล d-spacing ของ PbO หมายเลข 5-0570

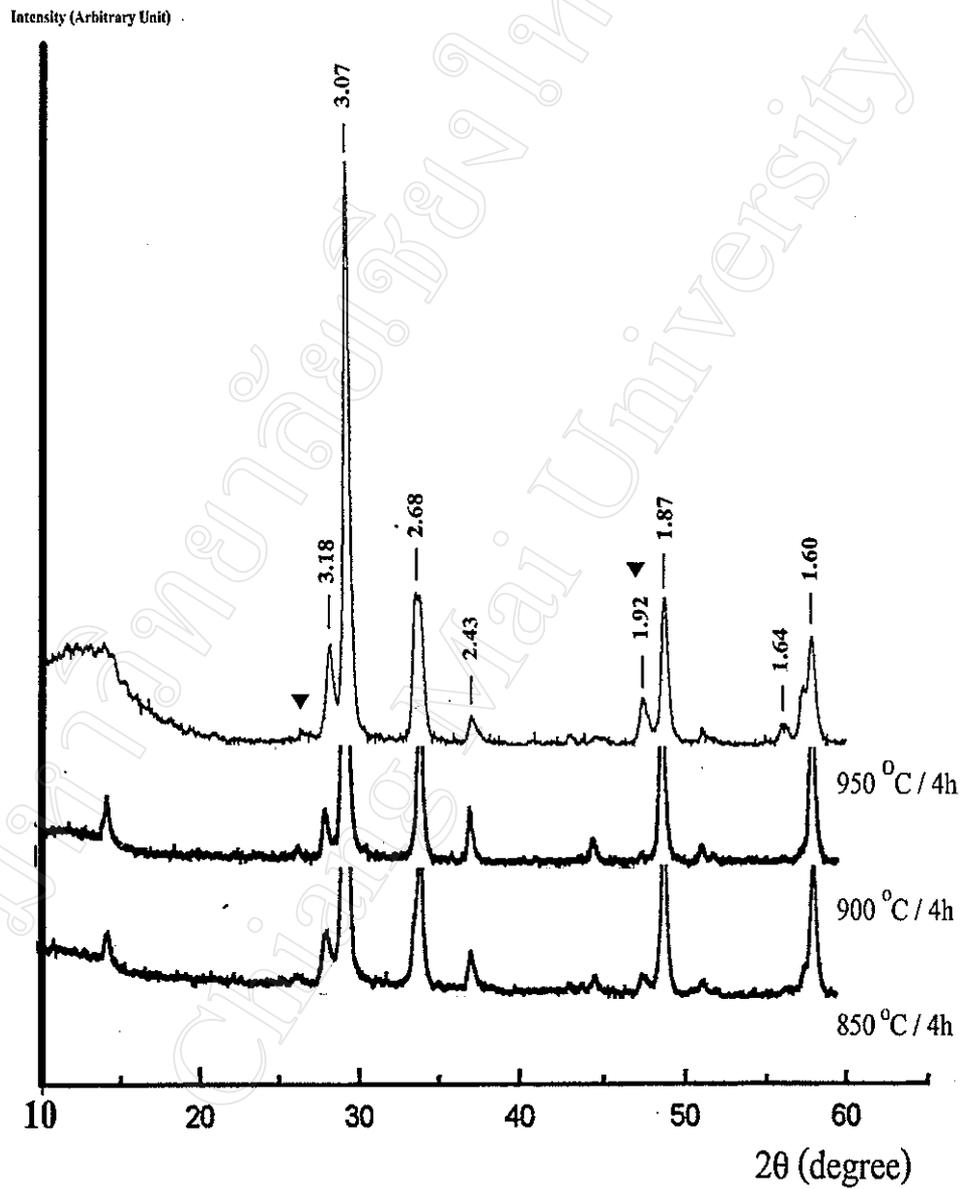
จากนั้น จึงได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  ด้วยการเผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 850 °ซ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแซ่ 2 และ 3 ชั่วโมง ที่มีการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน พบว่าได้ผลดังแสดงในตารางที่ 11 ซึ่งจะเห็นได้ว่าอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิไม่ค่อยมีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  มากนัก

จากการทดลองที่ได้พบว่า ไม่สามารถทำการเตรียมผง PMN บริสุทธิ์จากการใช้สาร PN และ PM เป็นสารตั้งต้น แต่จะเกิดเฟสของไพโรคลออร์  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  แทน ซึ่งสามารถเตรียมให้มีความบริสุทธิ์ถึงร้อยละ 100 ได้ ด้วยการนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ ที่มีระยะเวลาเผาแซ่นาน 6 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ / นาที่

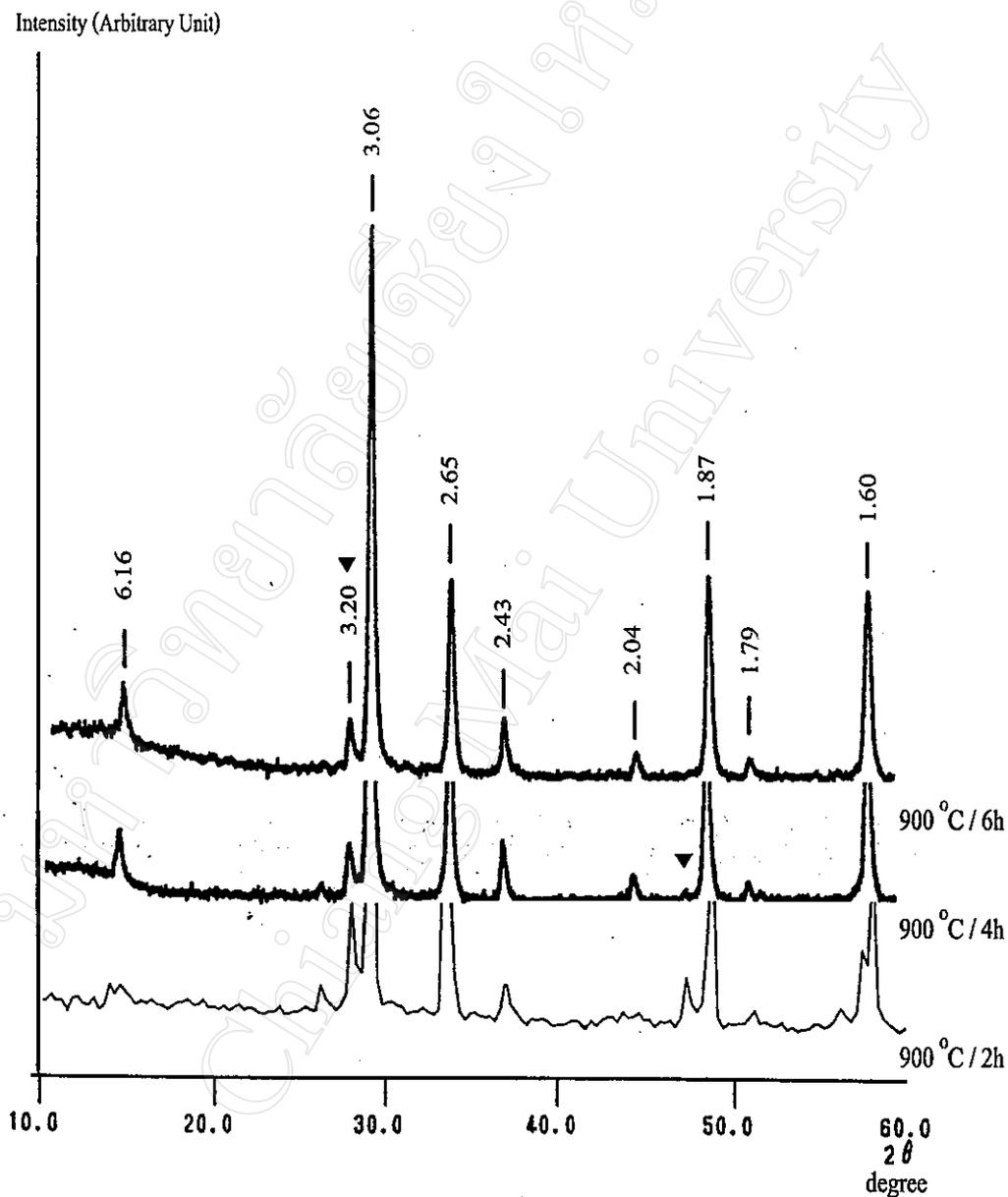
ตารางที่ 11 แสดงปริมาณเฟส CPMN ของผงที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ กัน

อุณหภูมิ (°ซ)	เงื่อนไขในการเผาแคลไซน์		ปริมาณเฟส CPMN ที่ได้ (wt%)
	ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ / นาที)	
850	2	3	92.54
		5	92.38
		10	93.38
850	3	3	93.66
		5	93.76
		10	95.10
850	4	3	94.14
900	2	3	91.97
900	4	3	95.70
900	6	3	100
950	2	3	92.87
950	4	3	91.52

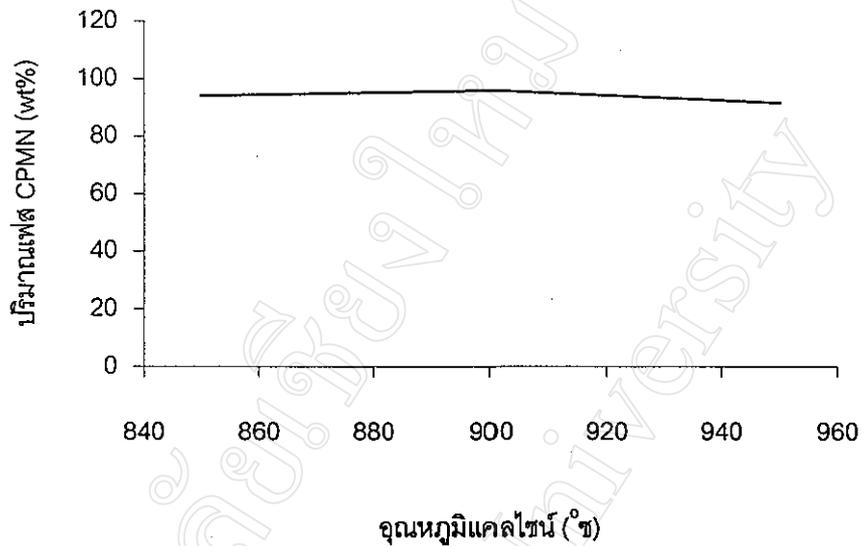
หมายเหตุ : ค่าปริมาณเฟส CPMN ที่แสดงในตารางนี้มีค่าความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$



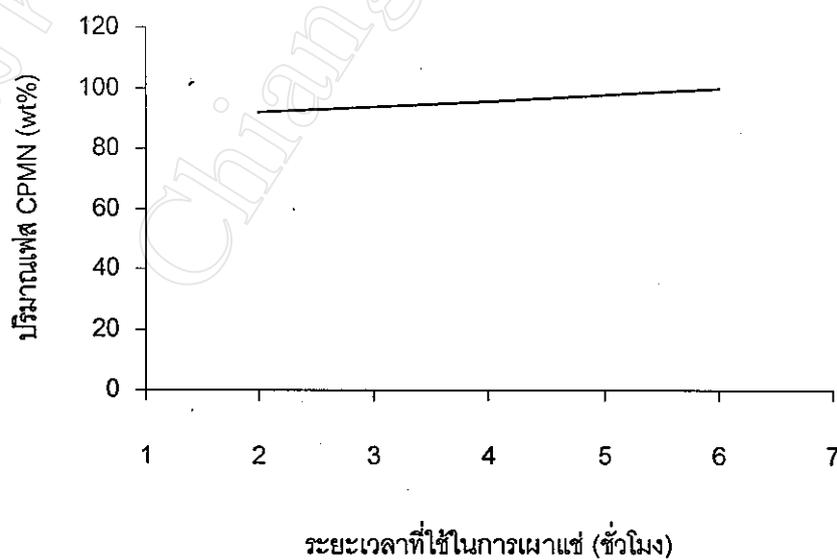
รูปที่ 4.54 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง CPMN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิค่าต่างๆ โดยมีระยะเวลาเผาเท่านั้น 4 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ  $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$  (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.55 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงด CPMN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่ต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 3 °ซ/นาที (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.56 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส CPMN ที่ได้กับอุณหภูมิเผาเคลือบที่ใช้ โดยมีระยะเวลาในการเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.57 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส CPMN ที่ได้กับระยะเวลาที่ใช้ เมื่อเผาเคลือบด้วยอุณหภูมิ 900 °C ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที

#### 4.4.2 ผลการตรวจสอบผง CPMN ด้วยกล้อง SEM

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผง  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 6 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที ด้วยกล้อง SEM พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.58 ซึ่งเมื่อพิจารณาลักษณะโดยทั่วไปจะเห็นได้ว่า อนุภาคของผง CPMN มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน แต่ส่วนใหญ่มีรูปร่างเป็นแผ่นเนื่องจากเกิดการหลอมเชื่อมติดกันทำให้ไม่สามารถทำการวัดขนาดอนุภาคได้

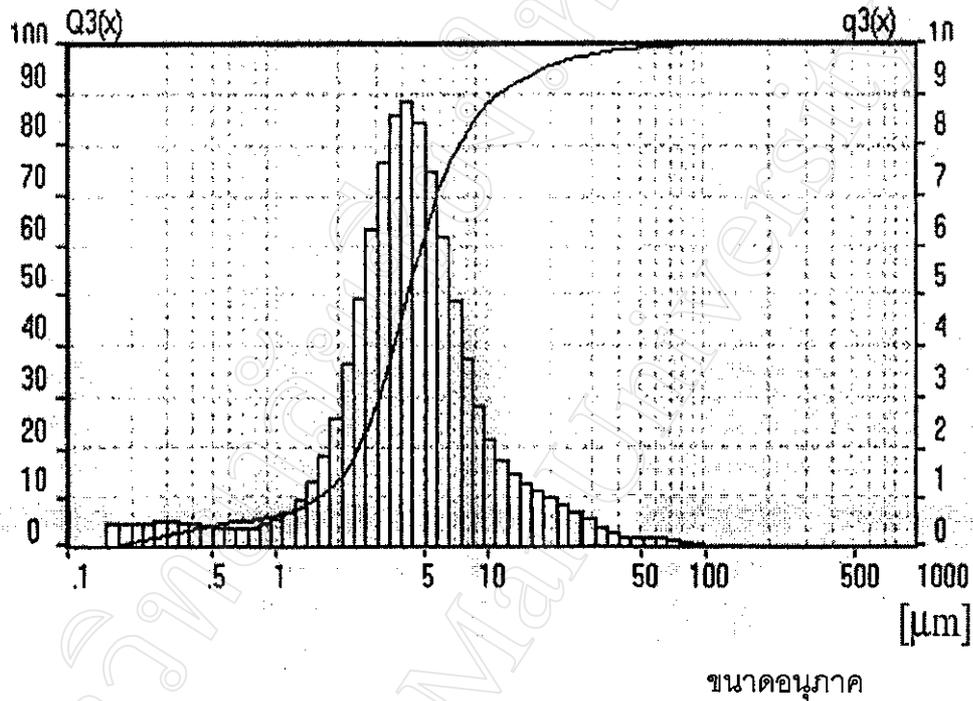


รูปที่ 4.58 แสดงภาพถ่าย SEM ของผง CPMN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 6 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที

#### 4.4.3 ผลการตรวจสอบผง CPMN ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

จากการนำผง CPMN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 900 °ซ โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 6 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคพบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.59 ซึ่งจากรูป จะสังเกตเห็นได้ว่า ผง  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  ที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-100  $\mu\text{m}$  โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 6.13  $\mu\text{m}$  ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค ทำให้ขนาดอนุภาคที่วัดได้เป็นขนาดของกลุ่มอนุภาค ซึ่งมีค่าสูงเกินความเป็นจริง เช่นเดียวกับที่พบในกรณีของผง PN และ PM

ความถี่สะสม



รูปที่ 4.59 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผง CPN

#### 4.4.4 ผลการตรวจสอบเซรามิก PMN ด้วยเทคนิค XRD

จากการนำผง  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  ที่เตรียมได้ไปทำการขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วนำมาตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD พร้อมกับทำการคำนวณหาปริมาณเฟส PMN ที่เกิดขึ้นในเชิงเปรียบเทียบควบคุมกันไปด้วย พบว่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.60 และตารางที่ 12 ซึ่งสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับเงื่อนไขในการเผาซินเตอร์ที่ใช้ แสดงดังในรูปที่ 4.61-4.63 จากผลการทดลองพบว่าเมื่อทำการเผาซินเตอร์เซรามิกที่เตรียมจากผง  $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$  ที่อุณหภูมิสูงจะสามารถเกิดการเปลี่ยนเฟสไปเป็น PMN ได้ แต่ก็ไม่สามารถเตรียมเซรามิก PMN ที่มีเพียงเฟสเดียวได้ เนื่องจากยังคงมีเฟสของสารพวกไพโรคลอไรต์เกิดปะปนอยู่ในทุกเงื่อนไขของการเผาซินเตอร์ที่ใช้ โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C จะมีปริมาณเฟส PMN เกิดขึ้นสูงที่สุด (รูปที่ 4.61)

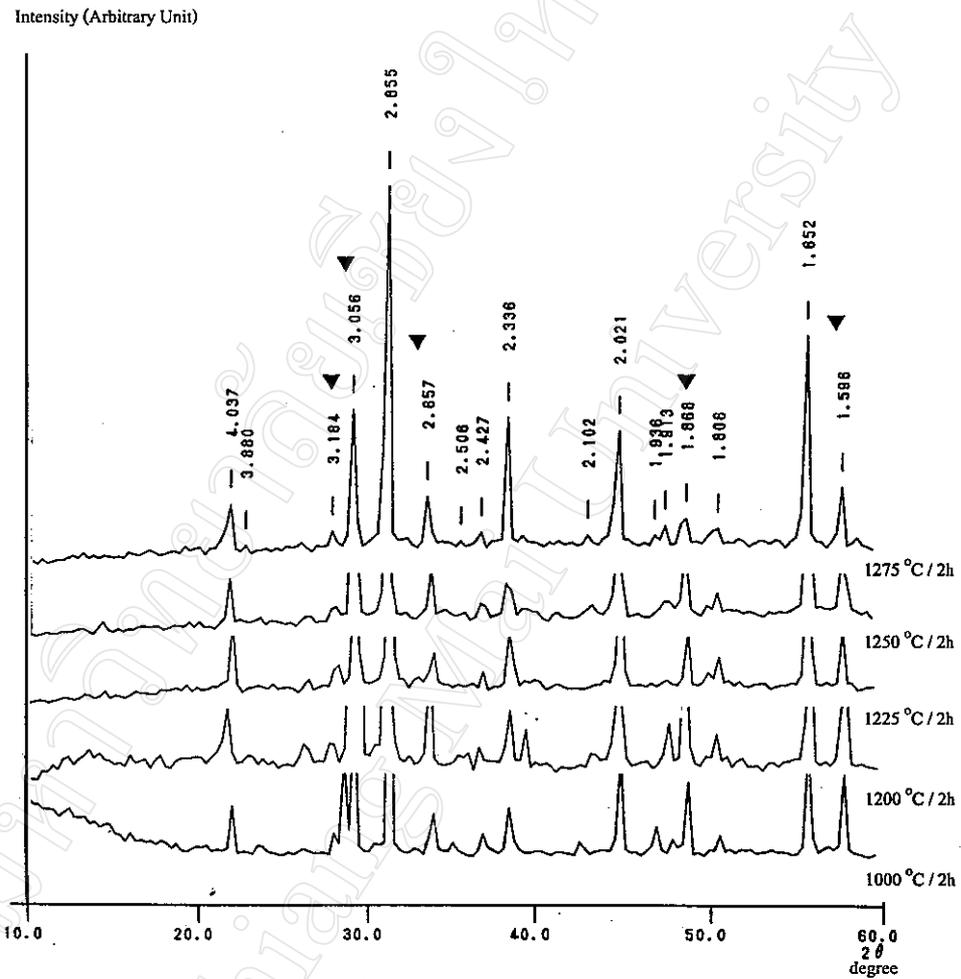
และจากการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่ ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส PMN เมื่อเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที ได้ผล ดังแสดงในรูปที่ 4.62 และตารางที่ 12 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยการใช้ระยะเวลาเผาแซ่ที่น้อยกว่าจะมีปริมาณเฟสของ PMN ปรากฏมากกว่า คาดว่าน่าจะเกิดจากการสูญเสีย PbO ออกไป เมื่อใช้เวลานานนั่นเอง และเมื่อนำเซรามิกเหล่านี้มาหาค่าความหนาแน่น พบว่า เซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ เป็นระยะเวลาสั้น 2 และ 4 ชั่วโมง จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด (ร้อยละ 94.16 และ 93.95 ) ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองเผาซินเตอร์สารต่อที่อุณหภูมิและเวลาเดียวกัน ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ต่างกัน พบว่าได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.63 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ต่างกัน ไม่ค่อยมีผลต่อปริมาณการเกิดเฟสของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้

ตารางที่ 12 แสดงปริมาณเฟส PMN ของเซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ

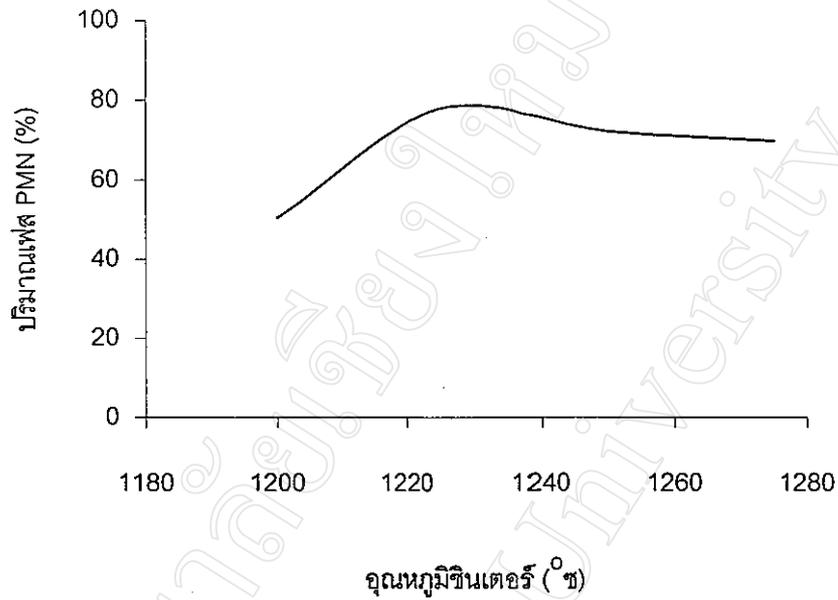
เงื่อนไขในการเผาซินเตอร์			ปริมาณเฟส
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลาเผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	PMN ที่ได้ (wt%)
1000	2	3	-
1200	2	3	50.46
1225	2	3	77.78
		5	75.80
		10	78.02
1225	4	3	72.30
		5	71.65
		10	72.92
1225	6	3	25.53
1250	2	3	72.07
1275	2	3	69.83

หมายเหตุ : ค่าปริมาณเฟส PMN ที่แสดงในตารางนี้มีค่าความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$

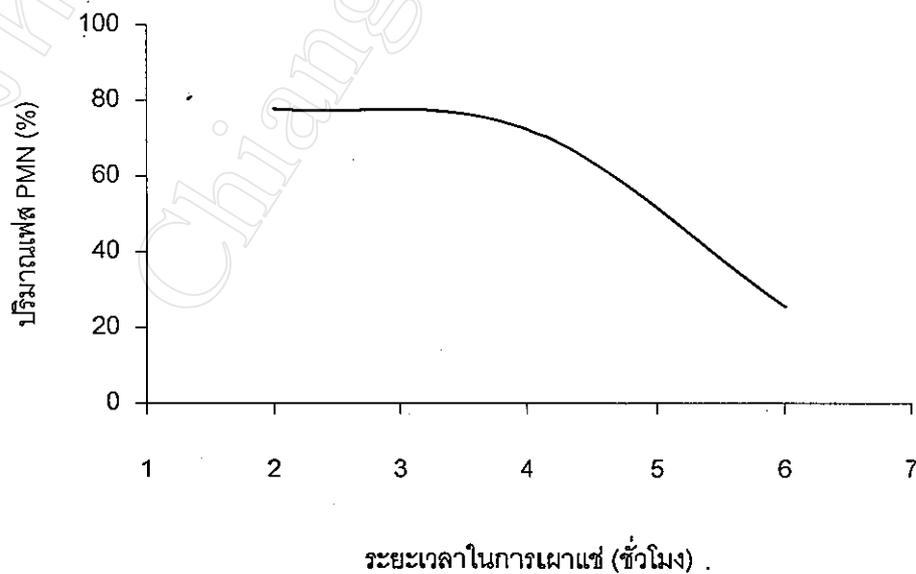
- หมายถึง กรณีที่มีเฟสปรากฏมากกว่า 2 เฟส



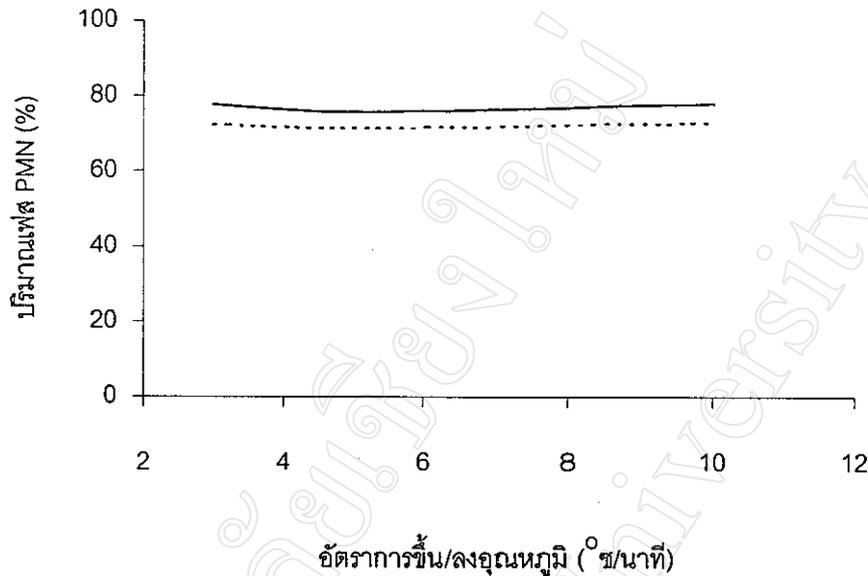
รูปที่ 4.60 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที (▼ หมายถึง impurity)



รูปที่ 4.61 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับอุณหภูมิซินเตอร์ที่ใช้ของ เซรามิกที่เผาด้วยการใช้ระยะเวลาเผานาน 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.62 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับระยะเวลาที่ใช้ ในการเผา เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1225 °C ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



รูปที่ 4.63 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟส PMN ที่ได้กับอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้ของเซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C โดยมีระยะเวลาเผาเช่นกัน (—) 2 และ (---) 4 ชั่วโมง

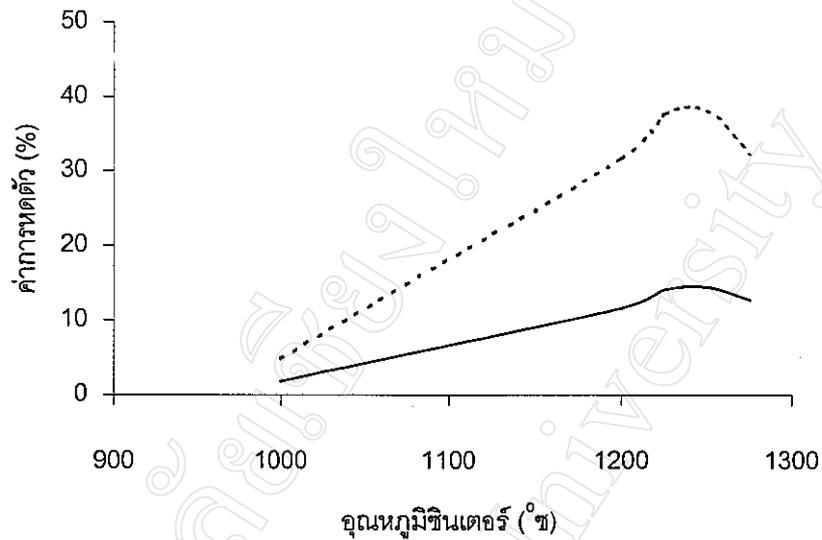
#### 4.4.5 ผลการตรวจสอบค่าความหดตัวของเซรามิก PMN

ผลการหาค่าความหดตัวของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 13 และสามารถนำเสนอในรูปแบบของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัวกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.64-4.66 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะมีค่าการหดตัวเชิงเส้นและเชิงปริมาตรเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และจะมีค่าลดลงที่อุณหภูมิมากกว่า 1225 °C (รูปที่ 4.64) และเมื่อพิจารณาในกรณีของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยระยะเวลาเผาที่แตกต่างกัน (รูปที่ 4.65) พบว่าระยะเวลาที่ใช้ในการเผาไม่ค่อยมีผลต่อค่าการหดตัวของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ และเมื่อพิจารณาในกรณีของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C เป็นระยะเวลานาน 2 และ 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิซินเตอร์ต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.66 พบว่าเซรามิกที่เผาซินเตอร์โดยมีระยะเวลาในการเผาเช่นกัน 2 ชั่วโมง จะมีค่าการหดตัวเชิงปริมาตรลดลงเมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบรวดเร็วกว่า แต่เซรามิกที่เผาซินเตอร์โดยมีระยะเวลาในการเผาเช่นกัน 4 ชั่วโมง กลับพบว่ามีการหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบรวดเร็วกว่า แต่ถึงอย่างไรระยะเวลาในการเผาและอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิก็ไม่ค่อยมีผลต่อค่าการหดตัวของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ เมื่อเทียบกับอิทธิพลของอุณหภูมิซินเตอร์

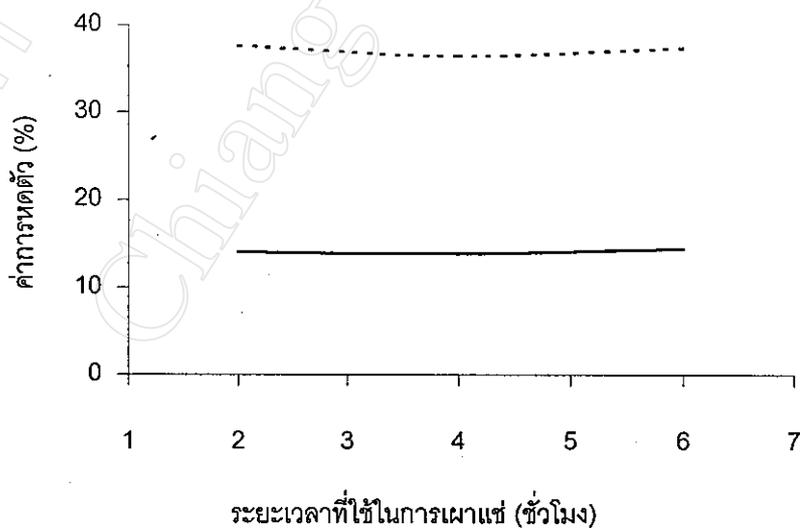
ตารางที่ 13 แสดงสมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ

เงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์			ค่าการหดตัว		ค่าน้ำหนัก	ค่าความ
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	เชิงเส้น (%)	เชิงปริมาตร (%)	สูญหาย (wt%)	หนาแน่น สัมพัทธ์ (%)
1000	2	3	1.77	4.80	2.50	68.37
1200	2	3	11.51	31.70	4.99	88.99
1200	4	3	12.01	31.03	5.33	88.33
1200	6	3	14.39	36.84	8.18	93.19
1225	2	3	14.03	37.64	5.01	94.00
		5	13.84	36.14	4.42	94.16
		10	13.82	35.73	5.34	93.96
1225	4	3	13.85	36.43	6.84	93.12
		5	13.45	34.09	6.25	92.02
		10	14.48	37.50	5.52	92.47
1225	6	3	14.41	37.36	8.54	92.46
1250	2	3	14.35	38.12	6.40	92.72
1275	2	3	13.13	32.34	8.48	91.15

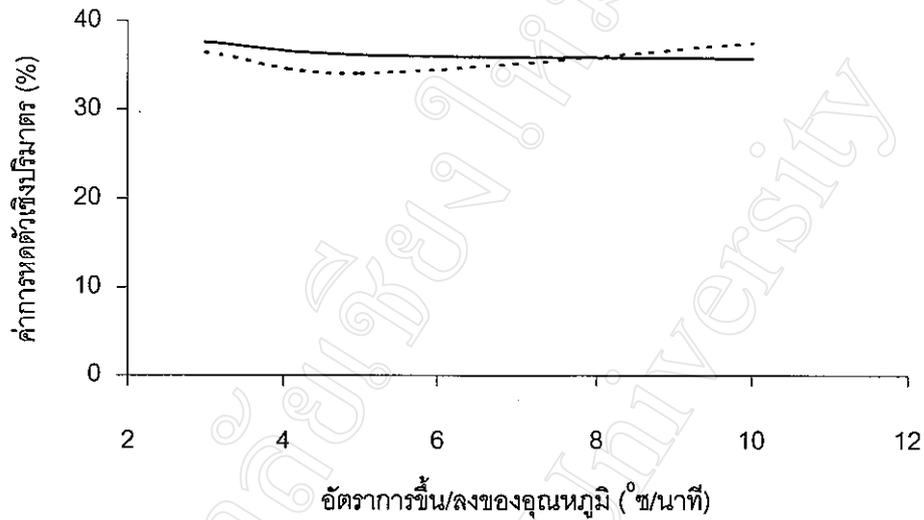
หมายเหตุ : ค่าสมบัติทางกายภาพ ที่แสดงในตารางนี้มีค่าความคลาดเคลื่อน  $\pm 0.01\%$



รูปที่ 4.64 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (—) เชิงเส้น และ (-----) เชิงปริมาตรของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาเผาเช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



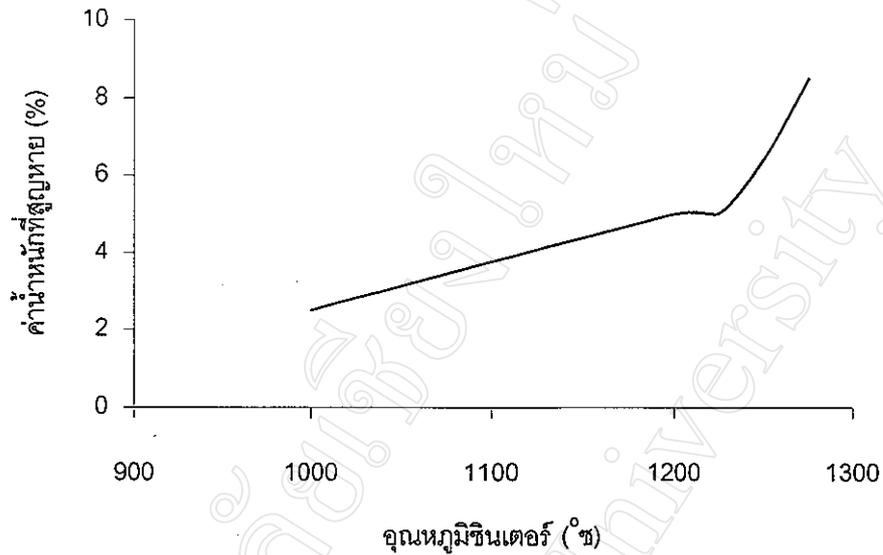
รูปที่ 4.65 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัว (—) เชิงเส้น และ (-----) เชิงปริมาตรของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นานต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 3 °C/นาที



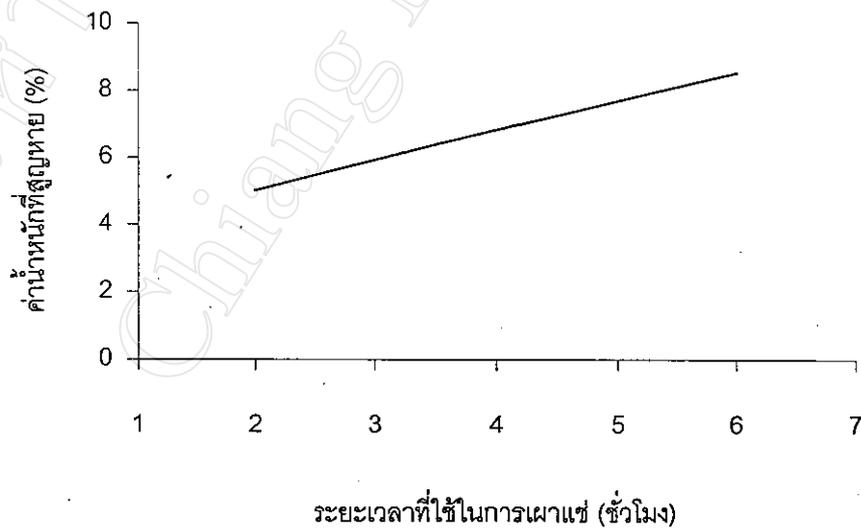
รูปที่ 4.66 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C เป็นระยะเวลาสั้น (—) 2 และ (-----) 4 ชั่วโมง ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน

#### 4.4.6 ผลการตรวจสอบค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN

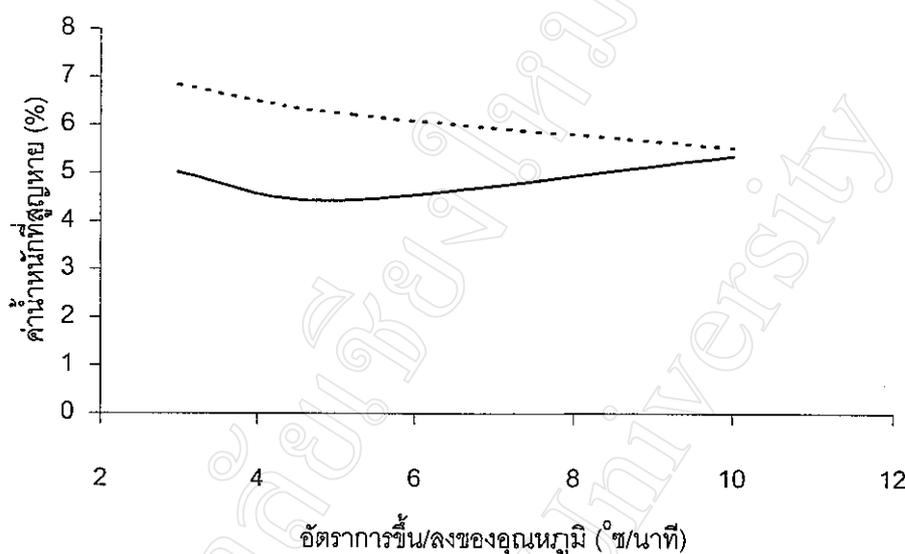
ผลการหาค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ นั้นได้แสดงไว้ในตารางที่ 13 และสามารถเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 4.67-4.69 ซึ่งจากการพิจารณาผลการทดลองที่ได้ จะเห็นได้ว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้น หรือใช้ระยะเวลาในการเผาแซ่นานขึ้นจะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายเพิ่มสูงขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่า 1225 °C จะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายมากถึงร้อยละ 9 (รูปที่ 4.67-4.68) คาดว่าเกิดจากการสูญเสียของ PbO ออกไปอย่างมากในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว เพราะเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยการใช้อัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิแบบช้าๆ และใช้ระยะเวลาเผาแซ่ไม่นานนัก (รูปที่ 4.69) จะมีค่าน้ำหนักที่สูญหายน้อยกว่าเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยระยะเวลาในการเผาแซ่นานๆ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบรวดเร็ว เหตุที่เป็นเช่นนี้ คาดว่าน่าจะเกิดจากการขึ้น/ลงของอุณหภูมิแบบช้าๆ จะช่วยให้พฤติกรรมของการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดได้ดีขึ้น



รูปที่ 4.67 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



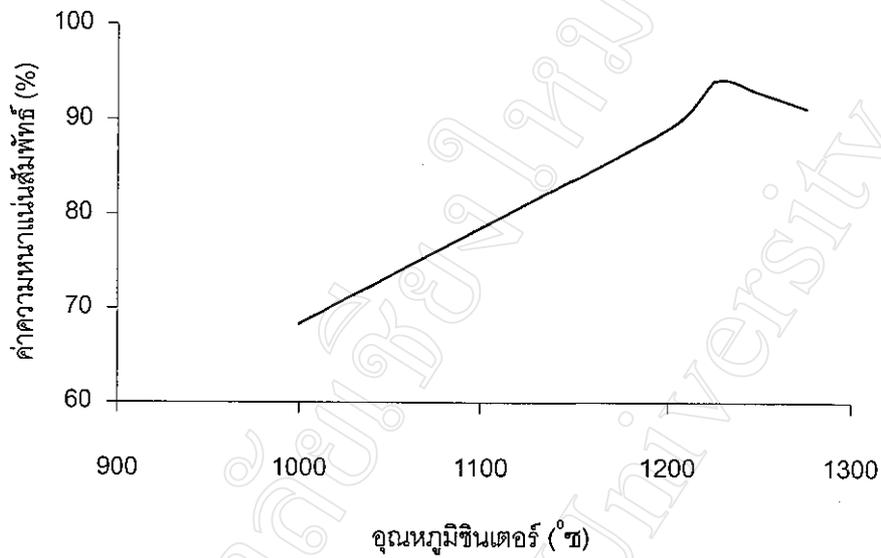
รูปที่ 4.68 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาแตกต่างกัน ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °C/นาที



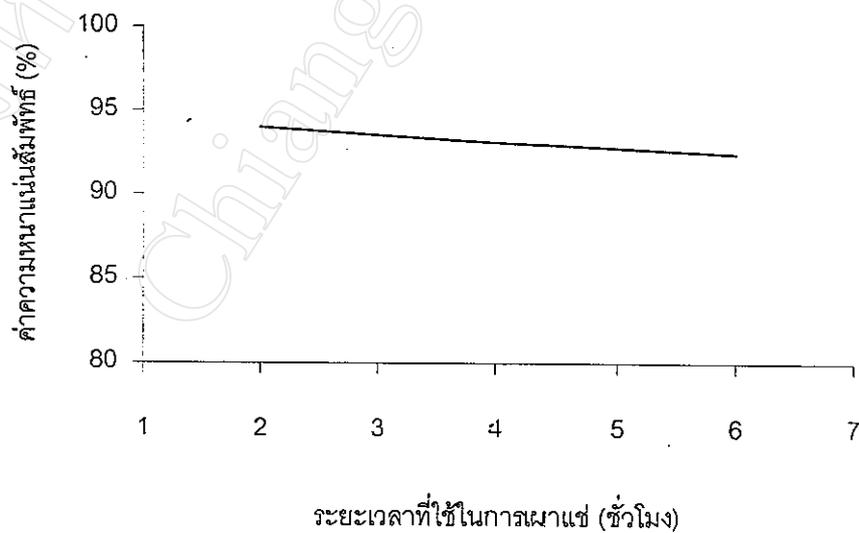
รูปที่ 4.69 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักที่สูญหายของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นาน (—) 2 และ (-----) 4 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน

#### 4.4.7 ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN

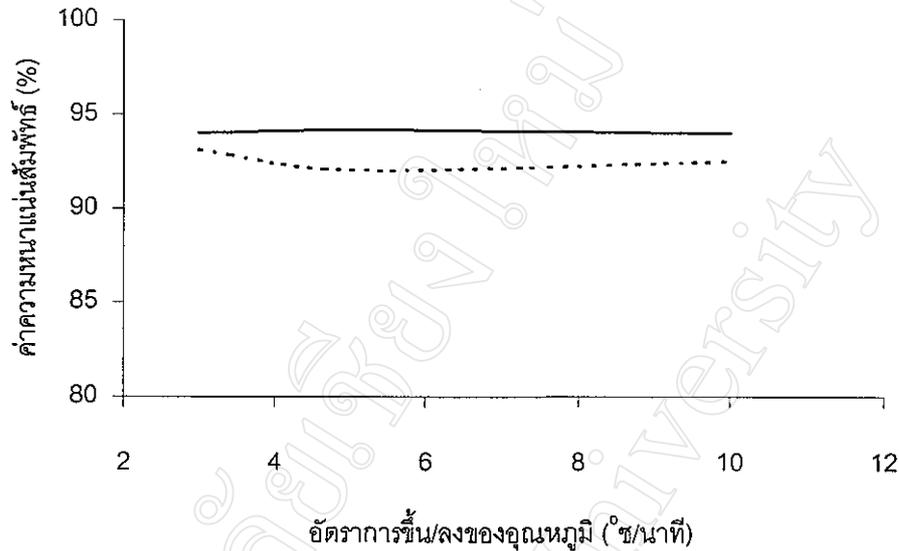
ผลการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 13 และสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิกกับเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาขึ้นเตอร์ ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.70-4.72 ซึ่งจากการพิจารณารูปที่ 4.70 พบว่า เซรามิก PMN ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์อยู่ในช่วงร้อยละ 68-95 โดยเซรามิกที่เผาด้วยอุณหภูมิขึ้นเตอร์สูงขึ้น จะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงขึ้น และมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิ 1225 °C ในขณะที่เซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1275 °C จะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเกิดจากการใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูงเกินไป จนอาจเกิดการหลอม และทำให้ตะกั่วระเหยออกไปในรูปของ PbO ส่งผลให้มีรูพรุนเกิดขึ้น เมื่อพิจารณาถึงอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาขึ้นเตอร์ (รูปที่ 4.71) ที่มีต่อค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN พบว่า เซรามิกที่เผาขึ้นเตอร์โดยใช้ระยะเวลาในการเผาเช่นานกว่าจะมีค่าความหนาแน่นต่ำกว่า ในขณะที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิไม่ค่อยมีผลต่อค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN มากนัก (รูปที่ 4.72)



รูปที่ 4.70 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิค่าต่างๆ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



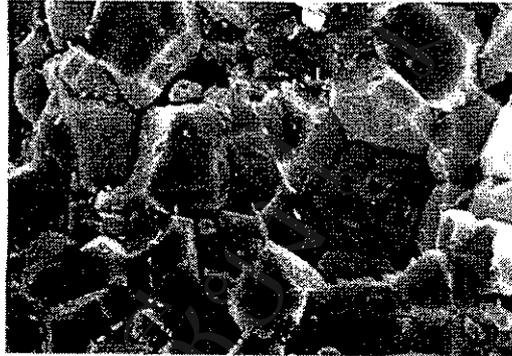
รูปที่ 4.71 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นานต่างกัน ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที



รูปที่ 4.72 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °C โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่ (—) 2 และ (---) 4 ชั่วโมง ที่อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน

#### 4.4.8 ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN

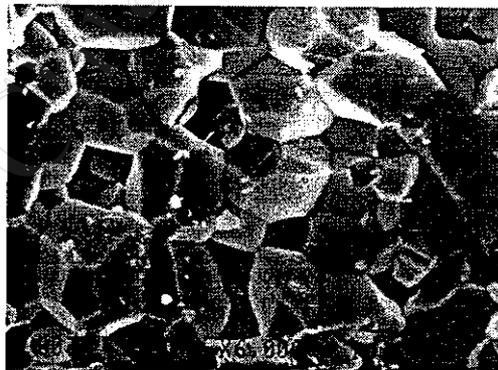
จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ ด้วยการถ่ายภาพจากบริเวณรอยแตกหักของสารตัวอย่างด้วยกล้อง SEM เพื่อศึกษาลักษณะรูปร่างและการยึดเกาะกันของเกรนที่อยู่ภายในชิ้นงาน ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.73-4.75 ซึ่งพบว่าเซรามิกที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ แสดงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างที่ประกอบไปด้วยเกรนที่มีรูปร่างหลายเหลี่ยมเกาะยึดกันอยู่ โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์ด้วยอุณหภูมิที่สูงกว่าและระยะเวลาในการเผาแช่นานกว่า จะประกอบไปด้วยเกรนที่มีขนาดเฉลี่ยส่วนใหญ่โตกว่าอย่างเห็นได้ชัด ดังเช่นตัวอย่างที่แสดงในภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 4.74 และ 4.75 นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นเฟสแปลกปลอมที่มีขนาดประมาณ 0.2-0.5  $\mu\text{m}$  กระจายอยู่ทั่วไป โดยเฉพาะในรูปที่ 4.74 (ข) และ (ง) เช่นเดียวกันกับที่มีปรากฏอยู่ใน PMN ที่เตรียมด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม สำหรับรูปที่ 4.73 นั้นเป็นการแสดงผลการตรวจสอบอิทธิพลของอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ ที่มีต่อลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก PMN ซึ่งจะเห็นได้ว่าการเลือกใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่แตกต่างกันสามารถส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกที่ได้ โดยพบว่าเมื่อเลือกใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 °C/นาทีก จะทำให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงที่สุดและมีขนาดของเกรนที่สม่ำเสมอ เมื่อเทียบกับลักษณะการยึดเกาะกันของเกรนที่พบในเซรามิกที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิต่างกัน



(ก)



(ข)

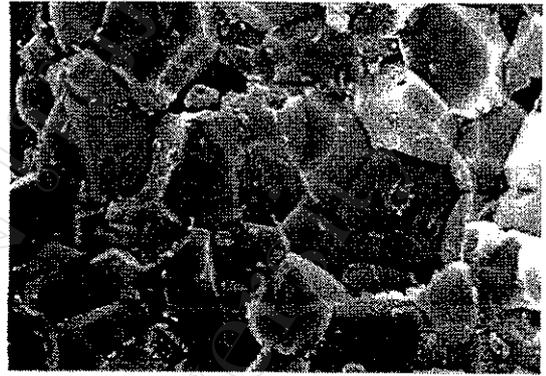


(ค)

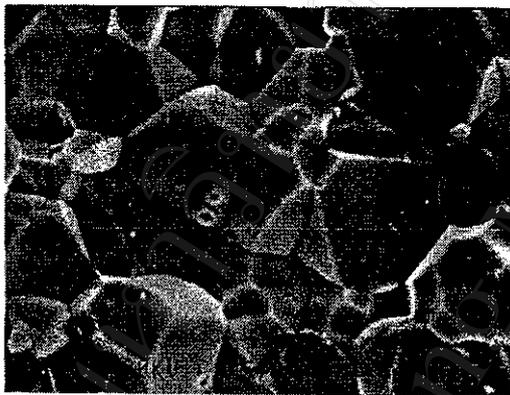
รูปที่ 4.73 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PMN ที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ โดยใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลง (ก) 3 °ซ/นาที (ข) 5 °ซ/นาที และ (ค) 10 °ซ/นาที



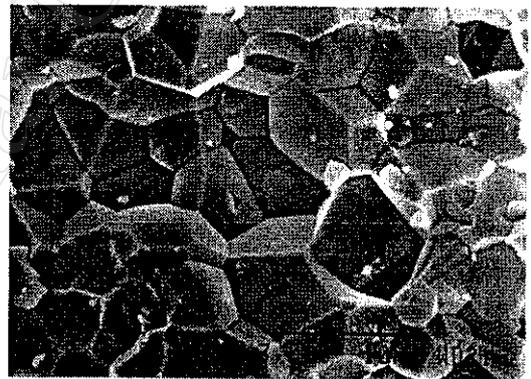
(ก)



(ข)

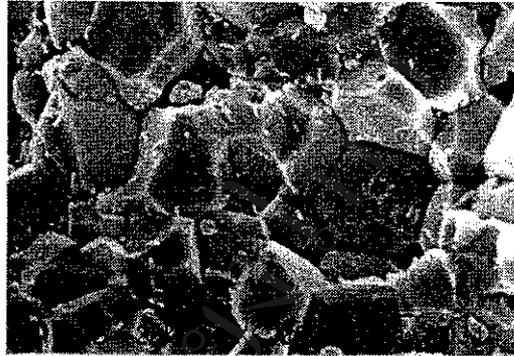


(ค)

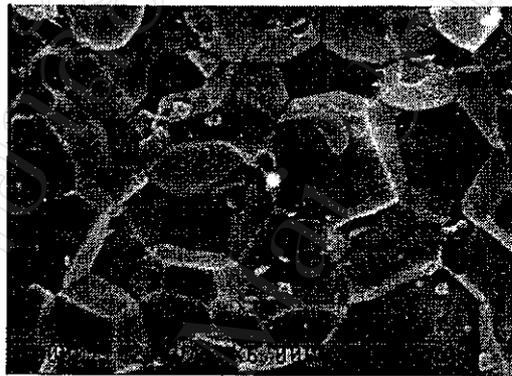


(ง)

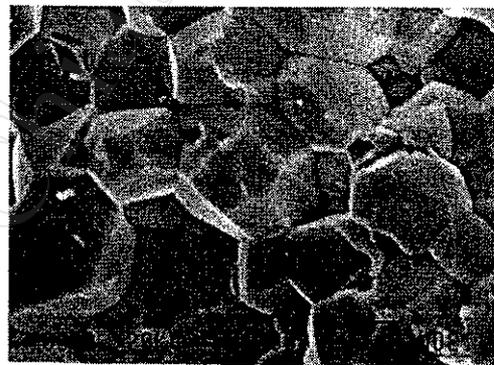
รูปที่ 4.74 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PMN เมื่อผ่านการซินเตอร์ โดยให้ระยะเวลาเผาเท่านั้นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที่ ที่อุณหภูมิ (ก) 1200 °ซ (ข) 1225 °ซ (ค) 1250 °ซ และ (ง) 1275 °ซ



(ก)



(ข)

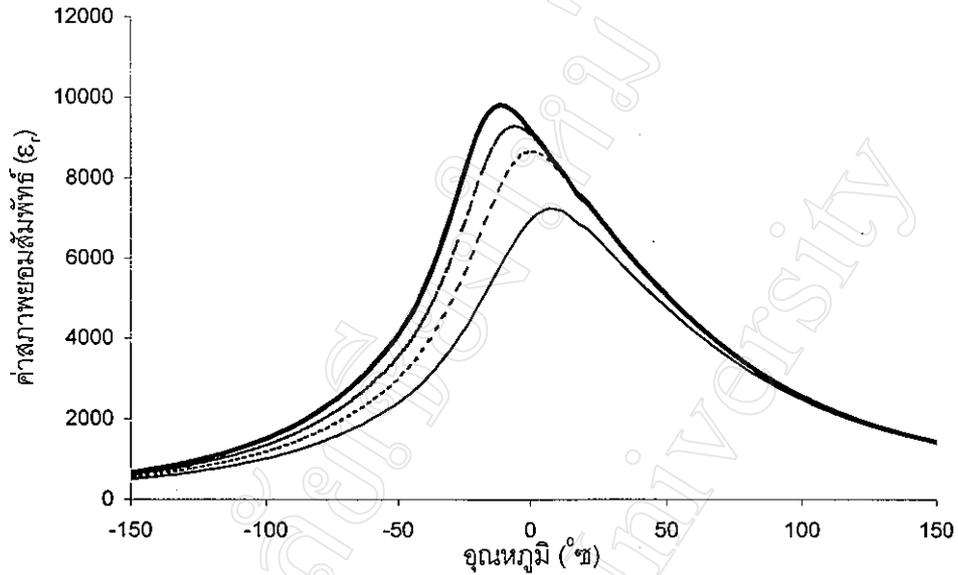


(ค)

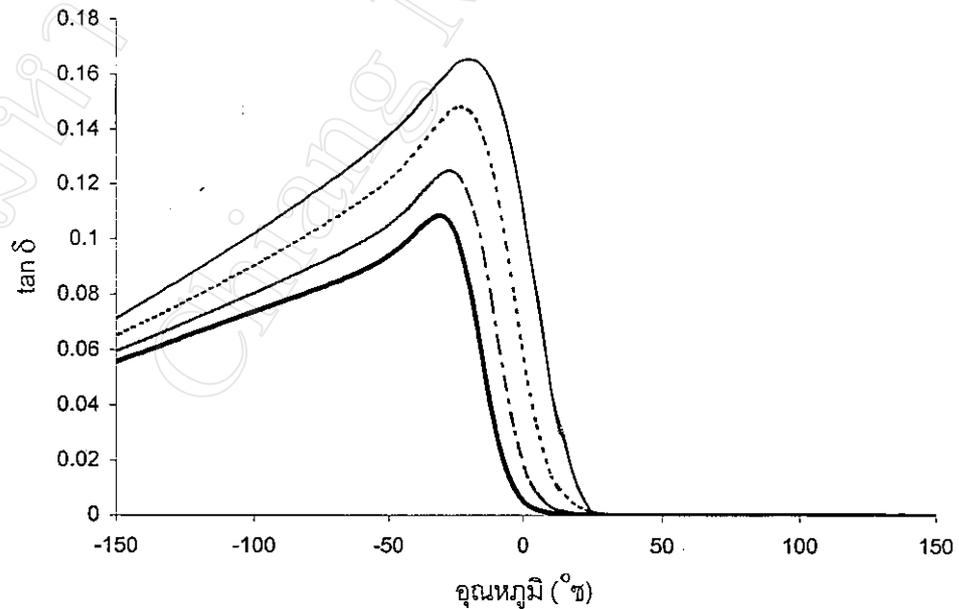
รูปที่ 4.75 แสดงภาพถ่ายของผิวที่แตกหักของเซรามิก PMN ที่ผ่านการซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1225 °ซ ที่ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 3 °ซ/นาที โดยมีระยะเวลาเผาเช่นกัน (ก) 2 ชั่วโมง (ข) 4 ชั่วโมง และ (ค) 6 ชั่วโมง

#### 4.4.9 ผลการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PMN

จากการตรวจสอบพฤติกรรมของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ( $\epsilon_r$ ) และค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อน ( $\tan\delta$ ) ของเซรามิก PMN เทียบกับความถี่และอุณหภูมิ โดยได้เลือกทำการตรวจสอบเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นสูงที่สุด ซึ่งได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.76-4.77 จากการพิจารณาผลการทดลองที่ได้พบว่า เซรามิก PMN ที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้สามารถแสดงพฤติกรรมของสารเฟอร์โรอิเล็กตริกแบบรีแลกเซอร์อย่างชัดเจน เนื่องจากพฤติกรรมของค่า  $\epsilon_r$  และค่า  $\tan\delta$  จะมีค่าเปลี่ยนแปลงขึ้นอยู่กับความถี่ที่ใช้เช่นเดียวกับเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ด้วยวิธีมิกรีท์ ออกไซด์แบบดั้งเดิม ในงานวิจัยนี้พบว่า เซรามิก PMN ที่เตรียมได้มีค่า  $T_c$  ที่ความถี่ 1 kHz อยู่ที่ประมาณ  $-11$  °ซ พอดี โดยมีค่า  $\epsilon_r$  สูงสุดอยู่ที่ประมาณ 9810 ซึ่งน้อยกว่าค่า  $\epsilon_r$  สูงสุดของเซรามิก PMN ที่เตรียมได้จากวิธีแรก ทั้งนี้คาดว่ามีส่วนสาเหตุมาจากเซรามิก PMN ที่เตรียมจากวิธีการมิกรีท์ ออกไซด์แบบดัดแปลง โดยใช้ PN และ PM เป็นสารตั้งต้นนี้ จะมีสารตั้งต้น Mg หลงเหลืออยู่ในปริมาณมากเพราะไม่สามารถเตรียม PM ที่มีความเสถียรตามต้องการมาใช้ในการเตรียม PMN ได้ โดย Mg นี้จะเกิดการรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอยู่ปะปนที่บริเวณขอบเกรนของเซรามิก PMN ดังที่ปรากฏอยู่ในภาพถ่าย SEM ดังรูปที่ 4.74 และ 4.75 ทำให้เซรามิก PMN ที่เตรียมได้มีความไม่สม่ำเสมอ (heterogeneous) ขององค์ประกอบทางเคมี ส่งผลให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกลดลงต่ำกว่าที่ควรจะเป็น นอกจากนี้อาจจะมีปัจจัยอื่นเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย เช่น ไพโรคลอร์ที่หลงเหลืออยู่ เนื่องจากไม่สามารถเปลี่ยนเฟสไปเป็น PMN ได้หมด และค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่มีค่าค่อนข้างต่ำ ก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่สามารถทำให้ส่วนที่เป็นรูพรุนหรืออากาศเข้ามามีอิทธิพลต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกที่เตรียมได้ ซึ่งจะส่งผลให้มีค่าลดต่ำลงได้เช่นกัน



รูปที่ 4.76 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมดัดพัทธ์ของเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นดัดพัทธ์ร้อยละ 94.16 กับอุณหภูมิ ณ ความถี่ (—) 1, (---) 10, (— · —) 100 และ (— · — · —) 1000 kHz ตามลำดับ



รูปที่ 4.77 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของเซรามิก PMN ที่มีความหนาแน่นดัดพัทธ์ร้อยละ 94.75 กับอุณหภูมิ ณ ความถี่ (—) 1, (---) 10, (— · —) 100 และ (— · — · —) 1000 kHz ตามลำดับ