

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

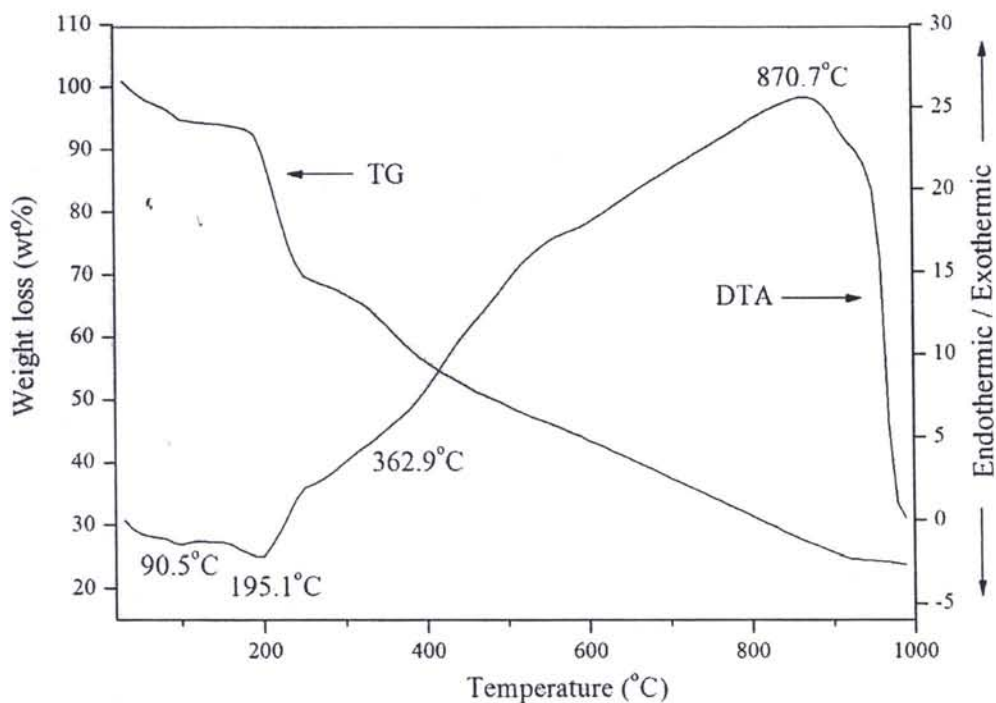
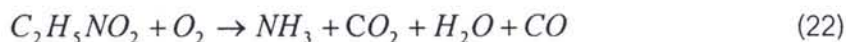
บทนี้จะเป็นการนำเสนอในส่วนของผลการทดลองการเตรียมผงผลึกและเซรามิกในระบบ PMN-PT PMN-PZ PMN-PZ-PT และ PMN-PZT ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ของผงผลึกเหล่านี้ ภายใต้เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ต่างๆ และแสดงผลการตรวจสอบพฤติกรรมของโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางกายภาพของเซรามิกเหล่านี้ ได้แก่ ความหนาแน่น การหดตัวเชิงปริมาตร หลังการเผาซินเตอร์ และวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าซึ่งได้แก่ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กตริก ค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กตริก และค่าสมบัติเพโรอิเล็กตริกของเซรามิกที่เตรียมได้ พร้อมอภิปรายผลการทดลองตามลำดับ ดังต่อไปนี้

ผลการเตรียมเซรามิก PMN-PT ด้วยวิธีการเผาไหม้

1. การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อนของสารผสม PMN-PT กับ ไกลซีน ด้วยเทคนิค TG และ DTA

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการวิเคราะห์เชิงความร้อนของสาร เพื่อเลือกช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ของผงตัวอย่าง PMN-PT ซึ่งแสดงในภาพ 45 จากผลการตรวจสอบสารผสมของ PMN-PT ที่ประกอบด้วยสารตั้งต้น PbO , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Nb_2O_5 และ TiO_2 ผสมกับไกลซีน ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$) ที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการเผาไหม้ในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 จากการพิจารณากราฟ TG ที่แสดงร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของสาร พบว่าเส้นกราฟมีการเปลี่ยนแปลงความชันเป็น 4 ช่วง โดยช่วงแรกเกิดการเปลี่ยนแปลงที่ช่วงอุณหภูมิ 30-100 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการระเหยของน้ำเนื่องจากความชื้นในสารผสม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 90.5 องศาเซลเซียส ของกราฟ DTA การเปลี่ยนแปลงความชันในช่วงที่สองและช่วงที่สามของกราฟ TG เกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิ 100-200 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิมากกว่า 200 แต่น้อยกว่า 400 องศาเซลเซียส เกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการหลอมเหลวของไกลซีนและการระเหยของน้ำและก๊าซที่เกิดจากการสลายตัวของไกลซีน แสดงในสมการที่ 22 ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 195 และ 362 องศาเซลเซียส และการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟ TG ในช่วงสุดท้ายที่ช่วงอุณหภูมิมากกว่า 400 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงการสูญเสียน้ำหนักอย่างต่อเนื่อง พบว่าสอดคล้องกับกระบวนการคายความร้อน (exothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ

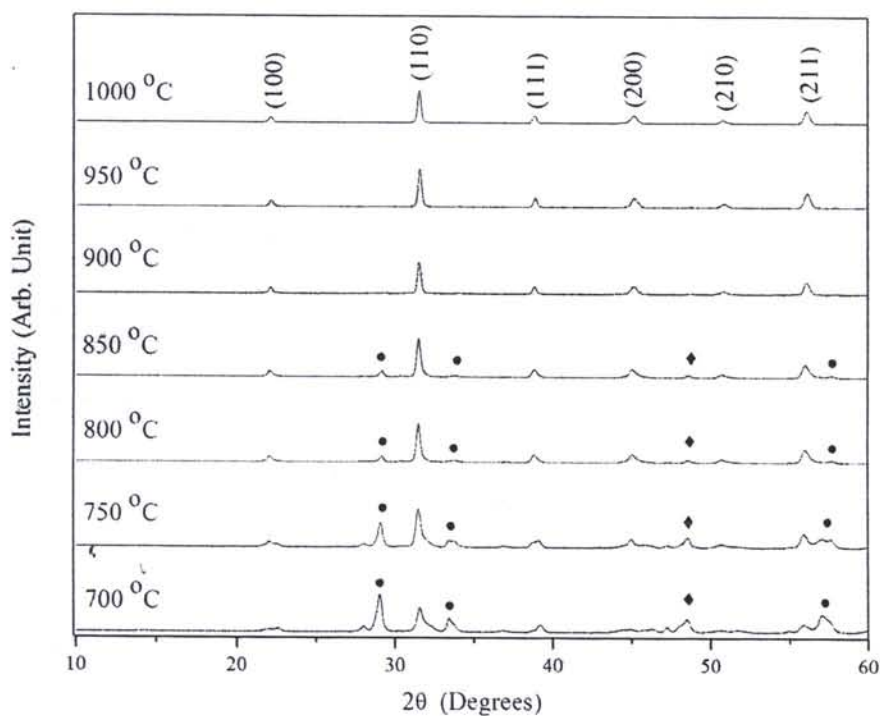
ประมาณ 870 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจเกิดจากการเปลี่ยนเฟส หรือ การเกิดปฏิกิริยาเคมีของสารผสม ดังนั้นเพื่อตรวจสอบสาเหตุดังกล่าวนี้จึงนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



ภาพ 45 กราฟ DTA และ TG ของสารผสม PMN-PT กับไกลซีนที่ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิในการวิเคราะห์ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

2. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผง PMN-PT

จากการเตรียมผงผลึก PMN-PT ด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) ซึ่งใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่ออนาที ได้ผลการทดลองดังต่อไปนี้ เมื่อทำการตรวจสอบผงผลึกด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ได้ผลดังแสดงดังภาพ 46 จะเห็นได้ว่าผงผลึก PMN-PT แสดงโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบอีดรอล (rhombohedral) [7, 47] และเมื่อพิจารณาพีคของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่า 900 องศาเซลเซียส พบว่ามีพีคแปลกปลอมเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 29 33 และ 57 องศา ซึ่งพีคแปลกปลอมเหล่านี้สอดคล้องกับพีคของผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) ที่มีสูตรทางเคมีเป็น $Pb_2Nb_2O_7$ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 30-711 มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 48 องศา ซึ่งพีคแปลกปลอมนี้สอดคล้องกับพีคของผลึก MgO ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-1235 มีโครงสร้างแบบคิวบิก (cubic) จากการคำนวณหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PT โดยคำนวณจากข้อมูลที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณของเฟสแปลกปลอมของ $Pb_2Nb_2O_7$ และ MgO มีปริมาณลดลง เนื่องจากผงผลึก PMN-PT มีค่าความบริสุทธิ์ที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 3 จากนั้นพบว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงผลึก PMN-PT คือ ใช้อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการเผา 2 ชั่วโมง และใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่ออนาที เนื่องจากเงื่อนไขดังกล่าวผงผลึกมีค่าร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุด คือ 100 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์เชิงความร้อน



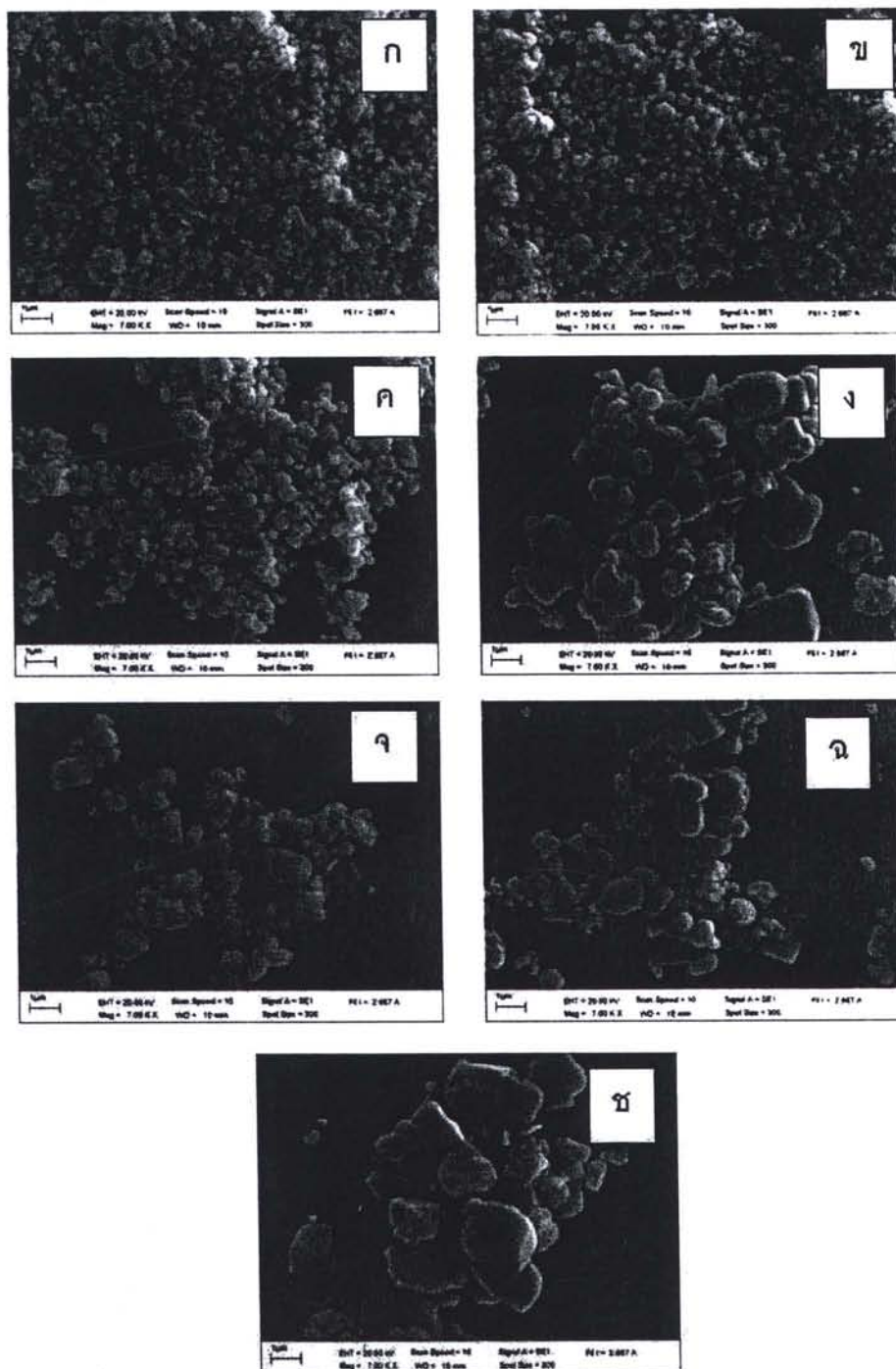
ภาพ 46 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก PMN-PT เเผเคลไซน์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดย (●) $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ and (◆) MgO

ตาราง 3 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผลึก PMN-PT ที่เเผเคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิเคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
700	49.7
750	92.2
800	95.6
850	98.5
900	100.0
950	100.0
1000	100.0



3. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PT



ภาพ 47 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของผงผลึก PMN-PT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 700 (ข) 750 (ค) 850 (ง) 900 (จ) 950 และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

จากการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PT ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ได้ผลดังแสดงดังภาพ 47 พบว่าผงผลึก PMN-PT มีลักษณะค่อนข้างกลมและอนุภาคของผงผลึกมีการรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น จากภาพจะเห็นได้ว่าขนาดของผงผลึก PMN-PT มีขนาดไม่ค้อยสมำเสมอและจากการหาขนาดเฉลี่ยของอนุภาคพบว่ามีความค่าประมาณ 0.19-1.25 ไมโครเมตร ขนาดเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PT มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 4

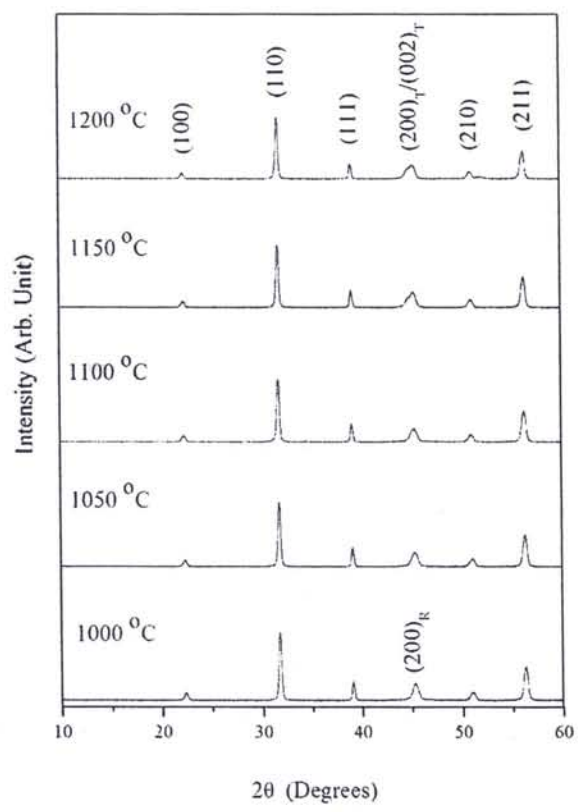
ตาราง 4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
700	0.19
750	0.27
800	0.49
850	0.65
900	0.86
950	0.97
1000	1.25

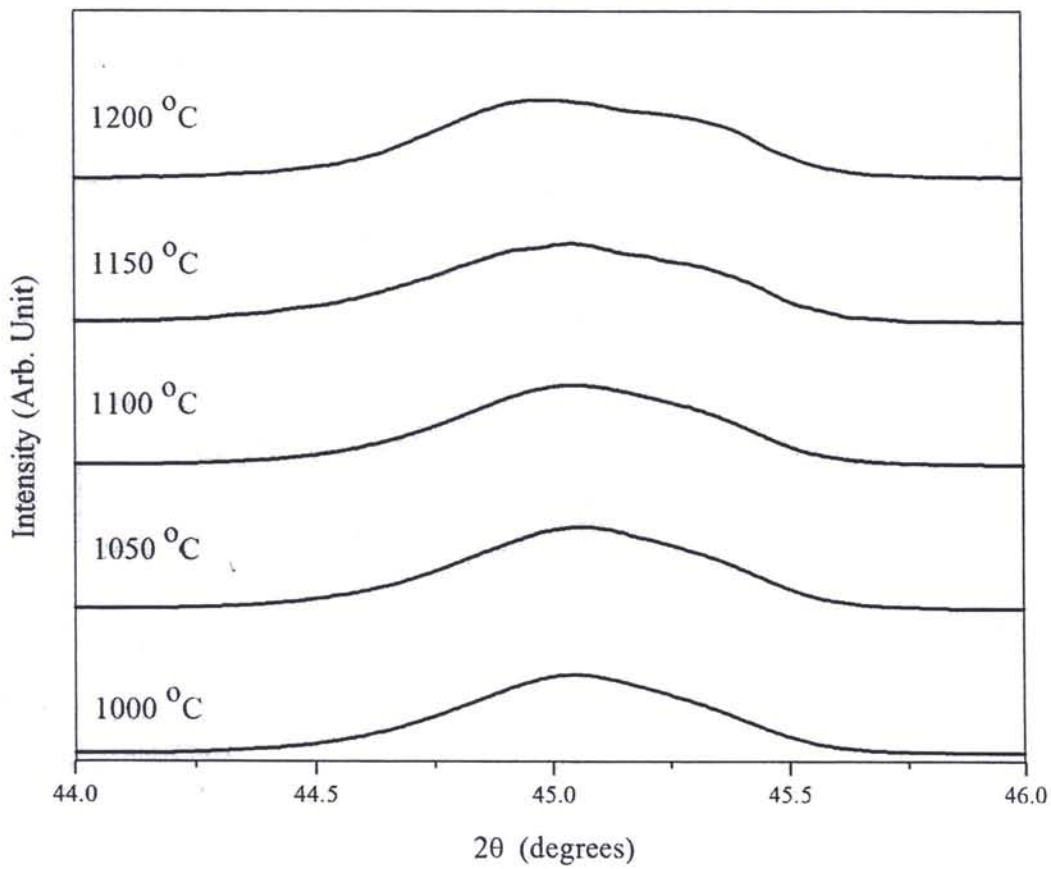
4. ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิก PMN-PT

หลังจากเตรียมผงผลึก PMN-PT ใช้เงื่อนไขในการเตรียมโดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจากนั้นนำผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์ทำการขึ้นรูปผงดังกล่าวด้วยการอัดขึ้นรูปเป็นเม็ดและทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) แสดงผลดังภาพ 48 พบว่าเซรามิกมีโครงสร้างเฟสเพอโรฟสไกต์แบบผสมระหว่างโครงสร้างแบบรอมโบอีดรอลกับโครงสร้างแบบเทตระ

โกนอล โดยที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1000-1100 องศาเซลเซียส เซรามิกแสดงโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์สูงกว่า 1100 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกได้มีการเปลี่ยนโครงสร้างจากรอมโบฮีดรอลเปลี่ยนเป็นเทตระโกนอล (tetragonal) โดยจะเห็นได้จากพีคกราฟที่ตำแหน่ง 2 θ ประมาณ 44-46 องศา พบว่าที่อุณหภูมิซินเผาเตอร์ 1000-1100 องศาเซลเซียส พีคกราฟแสดงพีคเดียวของระนาบการเลี้ยวเบน (200) และเมื่ออุณหภูมิซินเผาเตอร์สูงกว่า 1100 องศาเซลเซียส พบว่าพีคที่ระนาบ(200) ได้มีการแยกออกเป็นสองพีค คือ ระนาบ (200) และ (002) ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างเทตระโกนอล ดังแสดงในภาพ 49 ซึ่งการเปลี่ยนโครงสร้างดังที่กล่าวมานั้น เกิดเนื่องจากการระเหยของตะกั่วและแมงกานีสซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำ ส่งผลให้เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงทำให้สารเหล่านี้ระเหย ทำให้อัตราส่วนของสารประกอบในเซรามิกเกิดการผิดเพี้ยนจึงทำให้โครงสร้างของเซรามิกเปลี่ยนไป [50-52]



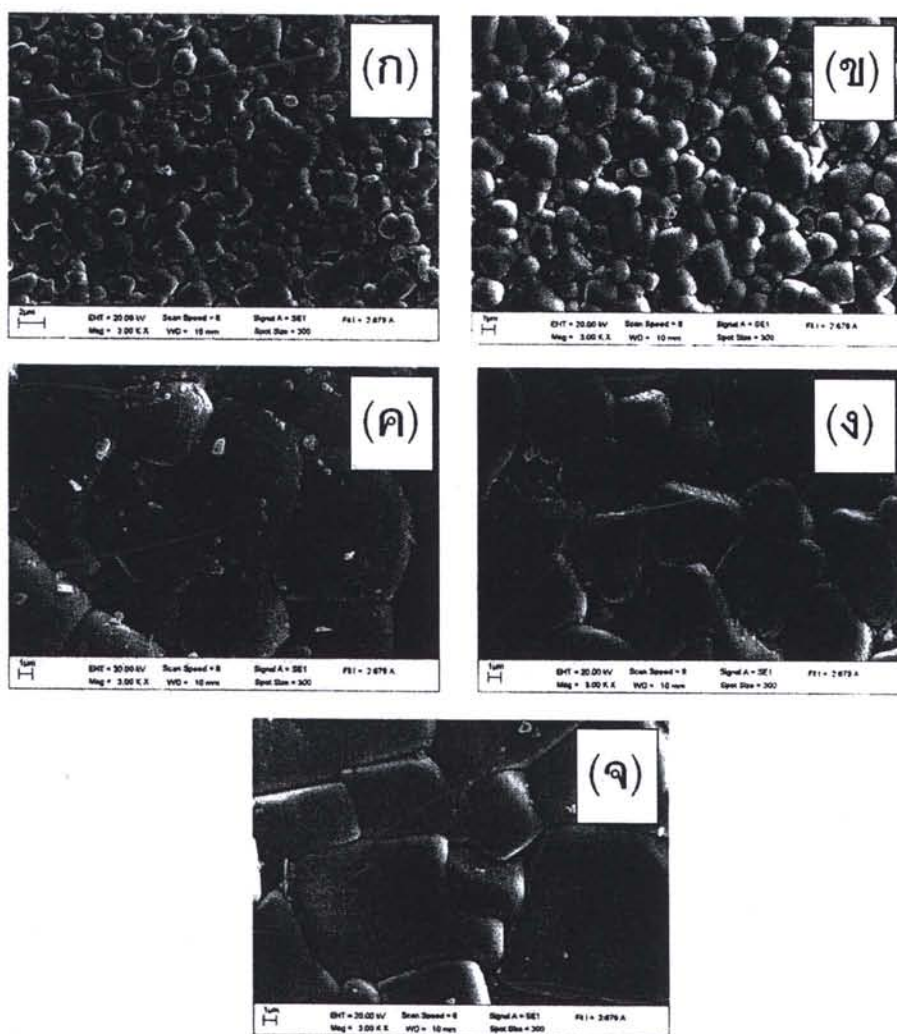
ภาพ 48 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที



ภาพ 49 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม 44-46 องศา ของเซรามิก PMN-PT ที่เผา
ซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตรา
การขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

5. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PT

การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PT ที่เผาซินเตอร์ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) พบว่าเกรนของเซรามิกแสดงลักษณะออกเป็นสองลักษณะ คือ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำเกรนมีลักษณะค่อนข้างกลมและที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงเกรนเซรามิกมีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม และพบว่าขนาดเกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้น และจากการคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยพบว่าเซรามิกมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.87-10.54 ไมโครเมตร โดยขนาดเกรนเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้นดังแสดงในตารางที่ 5 จากภาพถ่าย SEM ที่แสดงบริเวณผิวของเซรามิก PMN-PT แสดงในภาพ 50 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำ (ภาพ 50 (ก)) พบว่าที่ผิวของเซรามิกประกอบไปด้วยรูพรุนจำนวนมาก เนื่องจากอนุภาคของผงผลึกภายในเนื้อเซรามิกยังแพคตัวกันไม่หนาแน่นมากนักและจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคยังมีน้อย ส่งผลให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคมาก เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้นพบว่ารูพรุนบนผิวของเซรามิกลดลงและเกรนมีขนาดใหญ่มากขึ้น (ภาพ 50 (ข)(ค)) ซึ่งเกรนลักษณะดังกล่าวนี้ อยู่ระหว่างการเจริญเติบโต ซึ่งเป็นกระบวนการที่ขนาดเกรนมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องในระหว่างที่มีการให้ความร้อน ในการเติบโตของเกรนนั้น เกิดจากการเคลื่อนตัวของขอบเกรนที่ได้รับแรงขับเคลื่อนจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของเกรนที่อยู่ระหว่างขอบเกรนทั้งสองข้าง ขอบเกรนจะมีการเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางความโค้งและอาศัยการแพร่ผ่านแนวความโค้งเข้ามา ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้า ซึ่งเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรนลงด้วยการเติบโตของเกรนเพื่อให้ระบบมีพลังงานลดลงและมีความเสถียรมากขึ้น และจากภาพ (ภาพ 50 (ง)) จะเห็นว่ามีเกรนบางเกรนที่มีการเติบโตผิดปกติซึ่งเกิดจากการที่ขอบเกรนส่วนใหญ่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้โดยจะมีเพียงเกรนที่โตที่สุดที่มีขอบเกรนโค้งมากที่สุดเท่านั้นที่เกิดการเคลื่อนที่ การเกิดการเติบโตแบบผิดปกตินี้จะส่งผลให้ขอบเกรนถูกแยกออกจากรูพรุน ส่งผลให้เกิดรูพรุนตกค้างทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งจะส่งผลทางลบต่อสมบัติของเซรามิกได้ [46, 50] เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูง พบว่าเกรนของเซรามิกมีหลุมเกิดขึ้นบริเวณกึ่งกลางของเกรนและขอบเกรนเริ่มมีช่องว่างเกิดขึ้น (ภาพ 50 (จ)) สาเหตุดังกล่าวเกิดจากการอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงเกินไปทำให้เกิดการระเหยของตะกั่วและแมงกานีสซึ่งมีจุดหลอมเหลวต่ำ ทำให้เกิดหลุมและช่องว่างเกิดขึ้นบนผิวหน้าของเกรนเซรามิก



ภาพ 50 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของเซรามิก PMN-PT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 (ข) 1050 (ค) 1100 (ง) 1150 และ (จ) 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

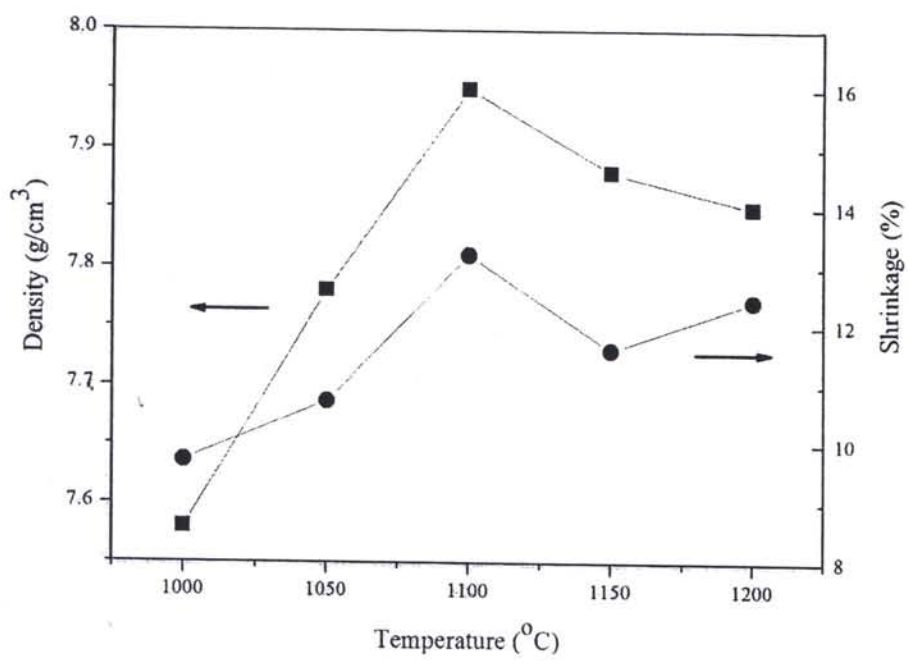
ตาราง 5 ขนาดเกรนเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)
1000	1.87
1050	2.68
1100	8.56
1150	9.95
1200	10.54

6. สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PT

เมื่อนำเซรามิก PMN-PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ มาทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ค่าความหนาแน่น ความหนาแน่นสัมพัทธ์ และการหดตัวเชิงเส้น ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 6 จากการวิเคราะห์พบว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นค่าความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคของผงผลึกเริ่มต้นถูกกำจัด โดยกระบวนการซินเตอร์ในช่วงแรกจะเกิดการอัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคและมีการเกิดคอ (neck) บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคของผงผลึก ส่งผลให้อนุภาคผงผลึกมีการแพดตัวกันแน่นมากยิ่งขึ้นเพื่อลดพื้นที่ผิวและพลังงานของพื้นผิว จากนั้นจะมีการเคลื่อนที่ของเกรนและขอบเกรนก่อให้เกิดการการเติบโตของเกรนและทำให้ช่องว่างที่เกิดจากรูพรุนเริ่มเกิดการเชื่อมติดกัน และในช่วงสุดท้ายรูพรุนจะเริ่มถูกปิดและค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากเนื้อเซรามิก โดยอาศัยการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาตามขอบเกรนแล้วหลุดออกไปจากเนื้อเซรามิก โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1100 องศาเซลเซียส เซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดมีค่าประมาณ 7.95 กรัม/ลบ. ซม. และสอดคล้องกับค่าความหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกที่มีค่ามากที่สุดเช่นกัน ดังแสดงในภาพ 51 เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้น พบว่าค่าความหนาแน่นมีค่าลดลงซึ่งมีสาเหตุเนื่องมาจากการระเหยของตะกั่วและแมงกานีสในเซรามิกทำให้เกิดรูพรุนในเนื้อเซรามิกมากขึ้น จากการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN-PT ที่เตรียมได้กับความหนาแน่นทางทฤษฎีพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก PMN-PT ที่มีค่าสูงสุคนั้น ใช้เงื่อนไขในการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงประมาณ โดยมีค่าประมาณ 97.7% ค่าที่ได้นั้นมี

ค่าอยู่ช่วงที่ดีและมีความมากกว่าเมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 96-97% [7, 46]



ภาพ 51 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกับค่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก PMN-PT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ตาราง 6 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

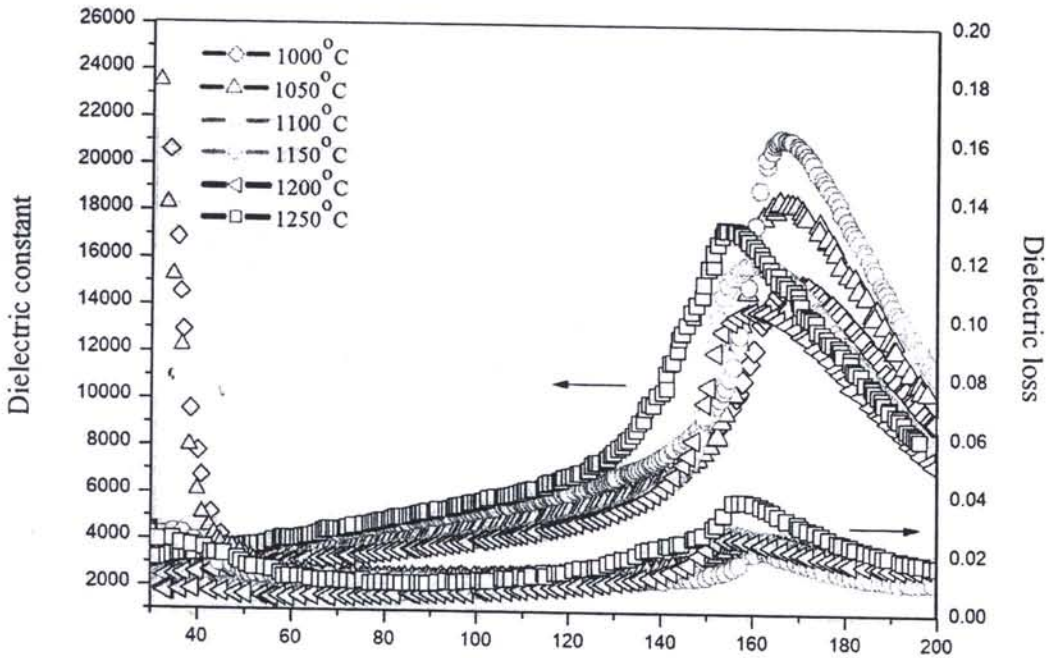
อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ค่าความหนาแน่น (g/cm³)	ค่าความหนาแน่น สัมพัทธ์ (%)	ร้อยละการหดตัวเชิง เส้น (%)
1000	7.58	93.3	9.73
1050	7.78	95.8	10.73
1100	7.95	97.7	13.20
1150	7.88	97.0	11.60
1200	7.85	96.6	12.42

7. สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT

ผลจากการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT ชินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส โดยใช้ความถี่ในการวัด 1 กิโลเฮิร์ต ดังแสดงในภาพ 52 จากภาพจะเห็นว่าเส้นกราฟระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิมีลักษณะเป็นพีคที่มีค่าสูงสุดเพียงค่าเดียว จากการวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ) ที่อุณหภูมิห้องพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เพิ่มขึ้นจนถึงที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์สูงกว่า 1100 องศาเซลเซียส พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าลดลง ในขณะที่ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) มีค่าลดลงดังแสดงในตาราง 7 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องมีค่าสูงสุดประมาณ 3385 ที่ตัวอย่างชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น จากการวิเคราะห์อุณหภูมิคูรี (T_c) คือ อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT พบว่าเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เพิ่มขึ้นอุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงจาก 168.77 ถึง 152.69 ในส่วนของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรี พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นจาก 15118 ถึง 21277 เมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เพิ่มขึ้น 1000 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์สูงกว่า 1100 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง ในขณะที่ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์เพิ่มขึ้นจนถึง 1100 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นพบว่าค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 7

จากการวิเคราะห์ผลการทดลองในส่วนของคุณสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิกมีค่าสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น ดังจะเห็นได้จากตัวอย่างที่มีค่าความหนาแน่นสูงนั้นมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำ ซึ่งค่าความหนาแน่นและสมบัติไดอิเล็กทริกมีความสัมพันธ์เนื่องจากปริมาณของ space charge ที่เกิดขึ้นในเซรามิก ซึ่งปริมาณของ space charge นั้นขึ้นอยู่กับระยะห่างของช่องว่างในผลึก (lattice vacancies) หรือความบริสุทธิ์ของพันธะในอะตอมที่เกิดขึ้นภายในเกรน (impurity atoms bounding inside grain boundary) และการก่อรูปของผนังโดเมน (domain wall) โดยการเกิดของ space charge จะไปยับยั้งการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนซึ่งจะขัดขวางการเกิดโพลาริเซชัน ด้วยเหตุนี้ตัวอย่างเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นสูงจะมี space charge ในปริมาณน้อย เนื่องจาก space charge ที่อยู่บริเวณขอบเกรนถูกกำจัดออกไปเพราะเกรนมีการเติบโตทำให้เกรนชิดกันมากขึ้นที่อุณหภูมิในการชินเตอร์ที่เหมาะสมและเมื่ออุณหภูมิการชินเตอร์สูงเกินไป ส่งผลทำให้สารตั้งต้นที่มีจุดหลอมเหลวต่ำเกิดการระเหย ทำให้เซรามิกเกิดรูพรุนและทำให้ค่าความหนาแน่นลดลง ส่งผลให้สมบัติไดอิเล็กทริกแย่ลง [51] จากการ

เตรียมเซรามิก PMN-PT ด้วยวิธีการเผาไหม้ พบว่าเซรามิกที่เตรียมได้มีสมบัติทางกายภาพและสมบัติไดอิเล็กทริกค่อนข้างดีกว่าการเตรียมด้วยวิธีอื่นๆ ดังแสดงในตาราง 8



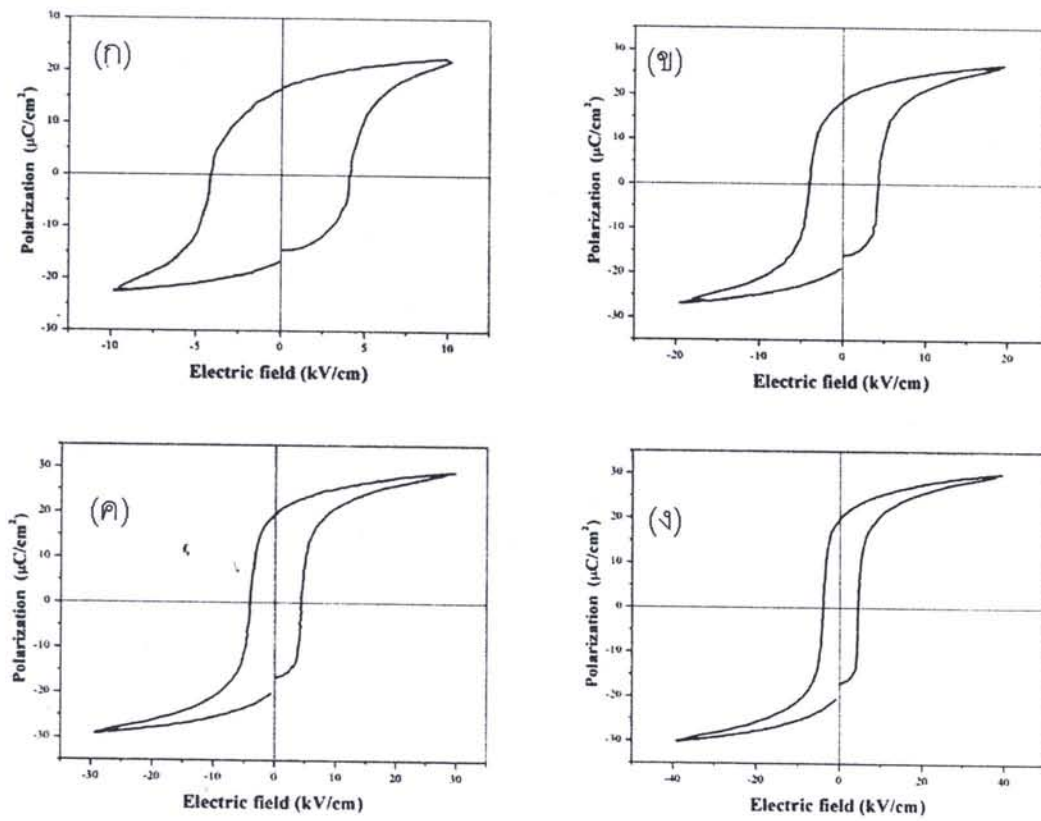
ภาพ 52 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

ตาราง 7 สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ ซินเตอร์ (°C)	ϵ_r อุณหภูมิห้อง	$\tan \delta$ อุณหภูมิห้อง	T_c (°C)	ϵ_r อุณหภูมิคูรี	$\tan \delta$ อุณหภูมิคูรี
1000	3118	0.3712	168.77	15118	0.0236
1050	3175	0.3377	165.61	18584	0.0233
1100	3385	0.0266	165.96	21277	0.0196
1150	2230	0.0082	163.32	15809	0.0255
1200	2430	0.0063	160.18	13921	0.0242

8. สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและสมบัติพิโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT

จากการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT ที่มีค่าความหนาแน่นสูงสุด ซึ่งใช้เงื่อนไขในการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และใช้สนามไฟฟ้าในการตรวจวัดที่ 10-40 กิโลโวลต์ ดังแสดงในภาพ 53 จากภาพจะเห็นได้ว่าลักษณะของวงวน ฮิสเทอรีซิสของเซรามิกมีลักษณะที่ต่างกัน โดยวงวนมีลักษณะที่แคบลงเมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้น และจากการวิเคราะห์ค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน (remanent polarization; P_r) และค่าสนามลบกลับ (coercive field; E_c) ของเซรามิก พบว่าค่า P_r มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 16.83 ถึง 20.54 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ เมื่อสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 10 ถึง 40 kV และค่า E_c มีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าประมาณ 3.88-3.14 kV โดยที่สนามไฟฟ้าไม่ส่งผลต่อค่า E_c ดังแสดงในตารางที่ 9 จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าโพลาริเซชันกับสนามไฟฟ้าสามารถการคำนวณหาค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวน ฮิสเทอรีซิส (loop squareness; R_{sq}) ได้จากสมการ $R_{sq} = (P_r/P_s) + (P_{1.1E_c}/P_s)$ โดยที่ค่า P_s คือ ค่าโพลาริเซชันอิมิตัว (spontaneous Polarization) และค่า $P_{1.1E_c}$ คือ ค่าโพลาริเซชันที่ตำแหน่ง $1.1E_c$ [53] โดยค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสในอุดมคติมีค่าเท่ากับ 2 [54] และจากการคำนวณพบว่าค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PT ที่ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ มีค่าอยู่ที่ประมาณ 0.78-1.2 ดังแสดงในตาราง 9 จากการวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก d_{33} ของเซรามิกที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C พบว่าเซรามิก PMN-PT แสดงค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก d_{33} เท่ากับ 244 pC/N จากการเปรียบเทียบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและพิโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้กับงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าค่าโพลาริเซชันคงค้าง (P_r) และค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิส (R_{sq}) ของเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ ($P_r=19.1 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $R_{sq} = 0.96$ ที่ $E = 20 \text{ kV}/\text{cm}$) มีค่าใกล้เคียงกับการเตรียมโดยวิธีผสมเกลือหลอมเหลว (molten salt method) ($P_r=21 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $R_{sq} = 0.95$ ที่ $E = 20 \text{ kV}/\text{cm}$) ในส่วนของค่าสนามลบกลับ (E_c) พบว่าการเตรียมเซรามิกด้วยวิธีการเผาไหม้ ($E_c=3.96 \text{ kV}/\text{cm}$) มีค่าต่ำกว่าการเตรียมด้วยวิธีผสมเกลือหลอมเหลว ($E_c = 6 \text{ kV}/\text{cm}$) [7]



ภาพ 53 ลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส โดยใช้ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าที่ (ก) 10 (ข) 20 (ค) 30 และ (ง) 40 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร

ตาราง 8 สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT ที่เตรียมด้วยวิธีอื่น ๆ

กระบวนการเตรียมเซรามิก PMN-PT	สมบัติไดอิเล็กทริก			
	ϵ_r	$\tan \delta$	ϵ_r	$\tan \delta$
	ที่อุณหภูมิห้อง	ที่อุณหภูมิห้อง	ที่อุณหภูมิคูรี	ที่อุณหภูมิคูรี
Combustion method	3385	0.026	21277	0.019
Molten salt method [7]	2000	0.015	19700	0.020
Columbite route [46]	1500	0.02	10000	0.040
Corundum precursor [53]	2320	0.02	-	-

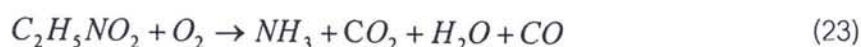
ตาราง 9 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสโดยตรวจสอบด้วยความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ

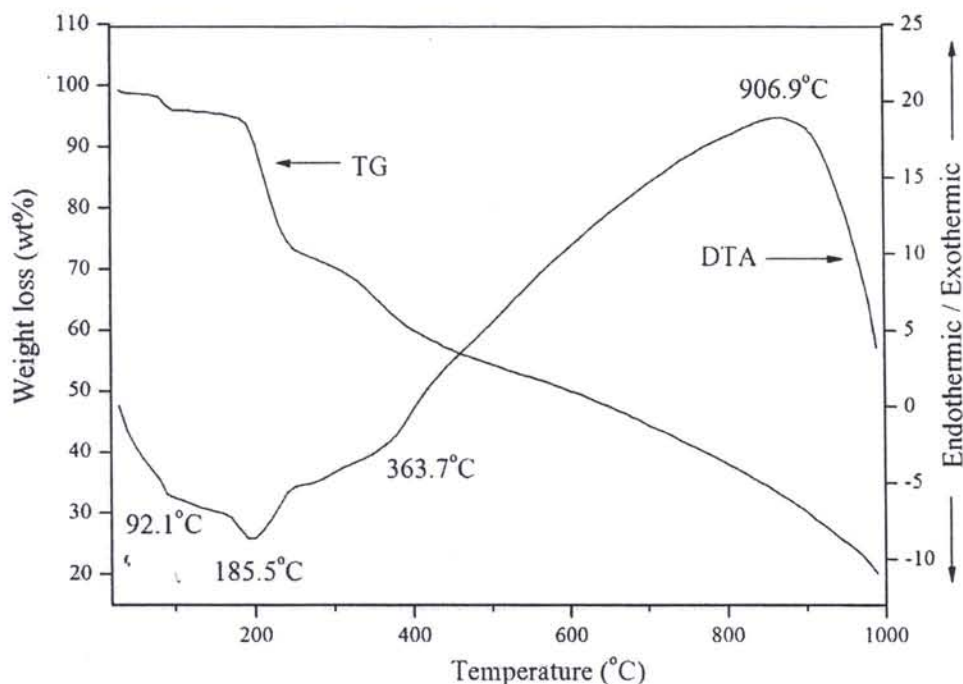
ค่าสนามไฟฟ้า	P_r	E_c	P_s	R_{sq}
kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	
10	16.83	4.14	21.95	1.20
20	19.10	3.96	26.82	0.96
30	20.17	4.01	29.06	0.78
40	20.54	3.88	30.17	1.09

ผลการเตรียมเซรามิก PMN-PZ ด้วยวิธีการเผาไหม้

1. การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อนของสารผสม PMN-PZ ด้วยเทคนิค DTA และ TG

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการวิเคราะห์เชิงความร้อนของสาร เพื่อเลือกช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ของผงตัวอย่าง PMN-PZ ซึ่งแสดงในภาพ 54 จากการตรวจสอบผลของสารผสมของ PMN-PZ ที่ประกอบด้วยสารตั้งต้น PbO , $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Nb_2O_5 และ ZrO_2 ผสมกับไกลซีน ($C_2H_5NO_2$) ที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการเผาไหม้ โดยมีอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 จากการพิจารณากราฟ TG ซึ่งแสดงร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของสาร พบว่าเส้นกราฟมีการเปลี่ยนแปลงความชันเป็น 4 ช่วง โดยช่วงแรกเกิดการเปลี่ยนแปลงที่ช่วงอุณหภูมิ 30-100 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการระเหยของน้ำเนื่องจากความชื้นในสารผสม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 92.1 องศาเซลเซียส ของกราฟ DTA การเปลี่ยนแปลงความชันในช่วงที่สองและช่วงที่สามของกราฟ TG เกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิ 100-200 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิมากกว่า 200 แต่น้อยกว่า 400 องศาเซลเซียส เกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการหลอมเหลวของไกลซีนและการระเหยของน้ำและก๊าซที่เกิดจากการสลายตัวของไกลซีนแสดงในสมการที่ 4.2 ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 185.5 และ 363.7 องศาเซลเซียส และการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟ TG ในช่วงสุดท้ายที่ช่วงอุณหภูมิมากกว่า 400 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงการสูญเสียน้ำหนักอย่างต่อเนื่อง พบว่าสอดคล้องกับกระบวนการคายความร้อน (exothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ ประมาณ 906.9 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจเกิดจากการเปลี่ยนเฟสหรือการเกิดปฏิกิริยาเคมีของสารผสม ดังนั้นเพื่อตรวจสอบสาเหตุดังกล่าวนี้จึงนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



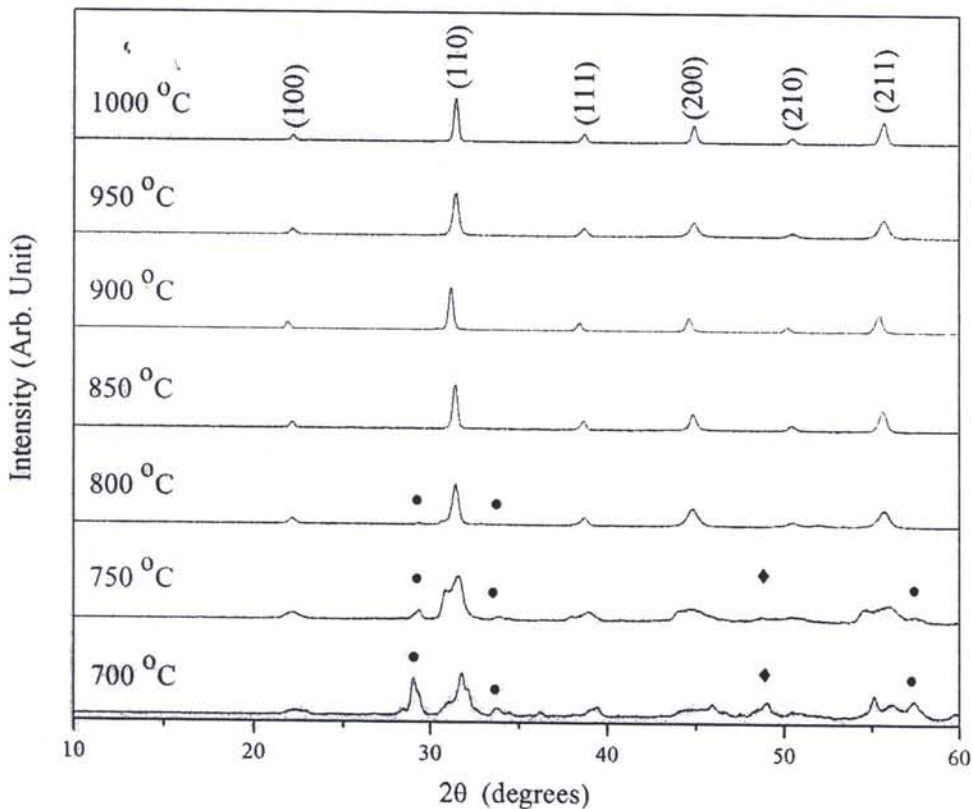


ภาพ 54 กราฟ DTA และ TG ของสารผสม PMN-PZ กับไกลซีนที่ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิในการวิเคราะห์ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

2. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึก PMN-PZ

การเตรียมผงผลึก PMN-PZ ด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส จากการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของผงผลึก PMN-PZ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ผลการวิเคราะห์แสดงดังภาพ 55 จากภาพจะเห็นว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PZ แสดงโครงสร้างผลึกเป็นแบบซูโดคิวบิก (pseudo-cubic) [55] และเมื่อพิจารณาพีคกราฟของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่า 850 องศาเซลเซียส พบว่ามีพีคแปลกปลอมเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 29 33 และ 57 องศา ซึ่งพีคแปลกปลอมเหล่านี้สอดคล้องกับพีคของผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) ที่มีสูตรทางเคมีคือ $Pb_2Nb_2O_7$ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 30-711 ซึ่งแสดงโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 48 องศา พบว่าพีคแปลกปลอมที่ตำแหน่งนี้สอดคล้องกับพีคของผลึก MgO ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-1235 ที่มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก (cubic) จากการคำนวณหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PZ โดยคำนวณจากข้อมูลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ

ต่างๆ และจากผลการคำนวณพบว่า เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณของเฟสแปลกปลอมของ $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ และ MgO มีปริมาณลดลง เนื่องจากผงผลึก PMN-PZ มีค่าความบริสุทธิ์ที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 10 จากผลการวิเคราะห์จะเห็นได้ว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงผลึก PMN-PZ คือ ใช้อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส ใช้เวลาเผาแซ่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งผงผลึก PMN-PZ ที่เตรียมด้วยเงื่อนไขดังกล่าวนี้ ผงผลึกแสดงค่าร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุด คือ 100 เปอร์เซ็นต์ จากการวิเคราะห์ผลโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าเงื่อนไขในการเตรียมผงผลึก PMN-PZ ที่บริสุทธิ์สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย DTA-TG



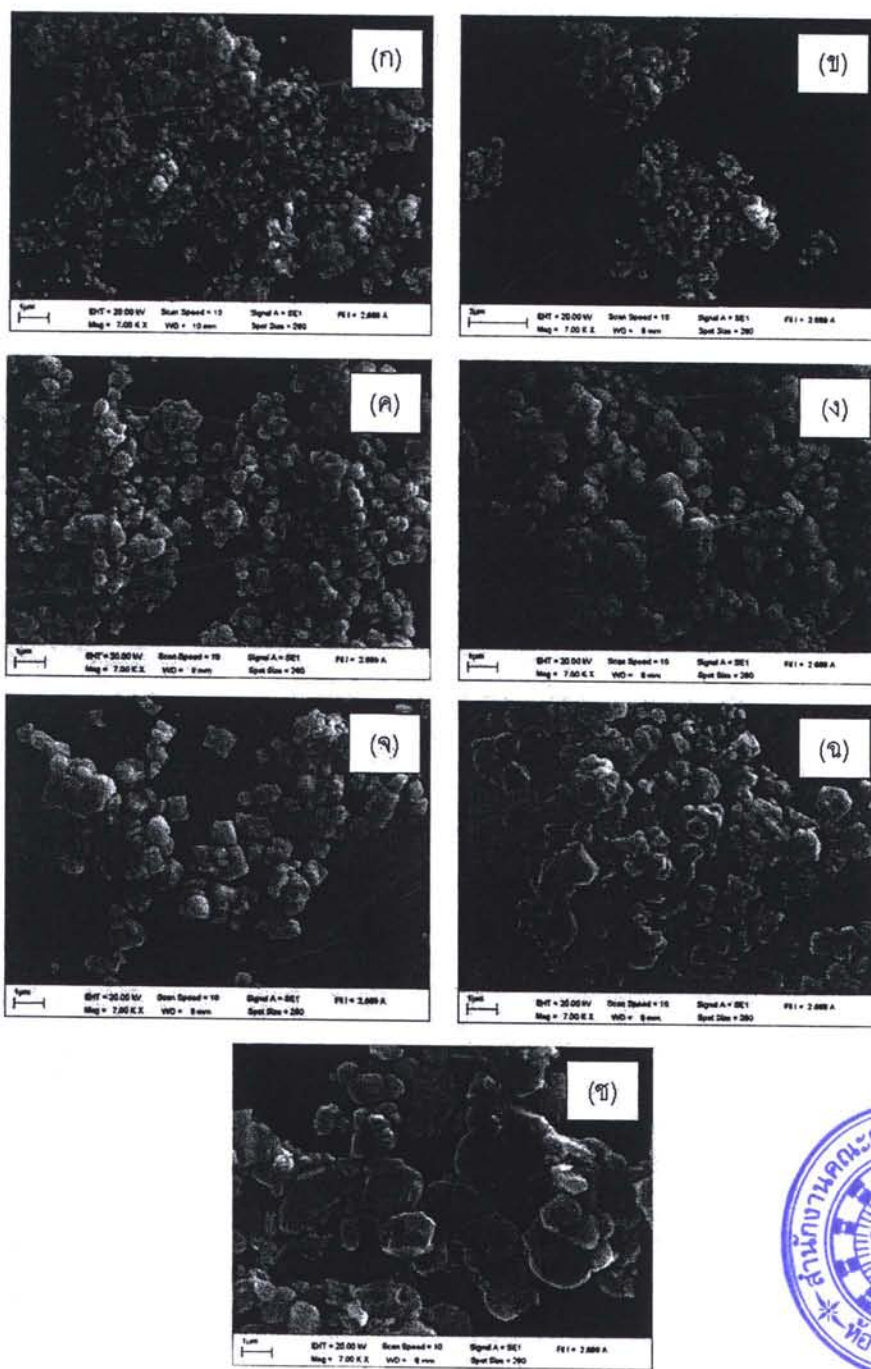
ภาพ 55 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PZ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดย (●) $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ and (◆) MgO

ตาราง 10 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์	ร้อยละความบริสุทธิ์
(°C)	(%)
700	52.70
750	80.20
800	98.40
850	100.0
900	100.0
950	100.0
1000	100.0

3. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PZ

การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PZ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการเผาแ่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) แสดงในภาพ 56 จากการวิเคราะห์พบว่าผงผลึก PMN-PZ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำ ผงผลึกมีลักษณะค่อนข้างกลมและอนุภาคของผงผลึกมีการรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้นพบว่าผงผลึกมีลักษณะที่เป็นเหลี่ยมเกิดขึ้นและอนุภาคของผงผลึกเริ่มมีการเชื่อมติดกันกับอนุภาคข้างเคียง และจากภาพจะเห็นได้ว่าขนาดของผงผลึก PMN-PZ มีขนาดไม่ค่อยสม่ำเสมอโดยมีขนาดเฉลี่ยของอนุภาคประมาณ 0.16-1.62 ไมโครเมตร โดยขนาดเฉลี่ยของอนุภาคผงผลึก PMN-PZ มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 11



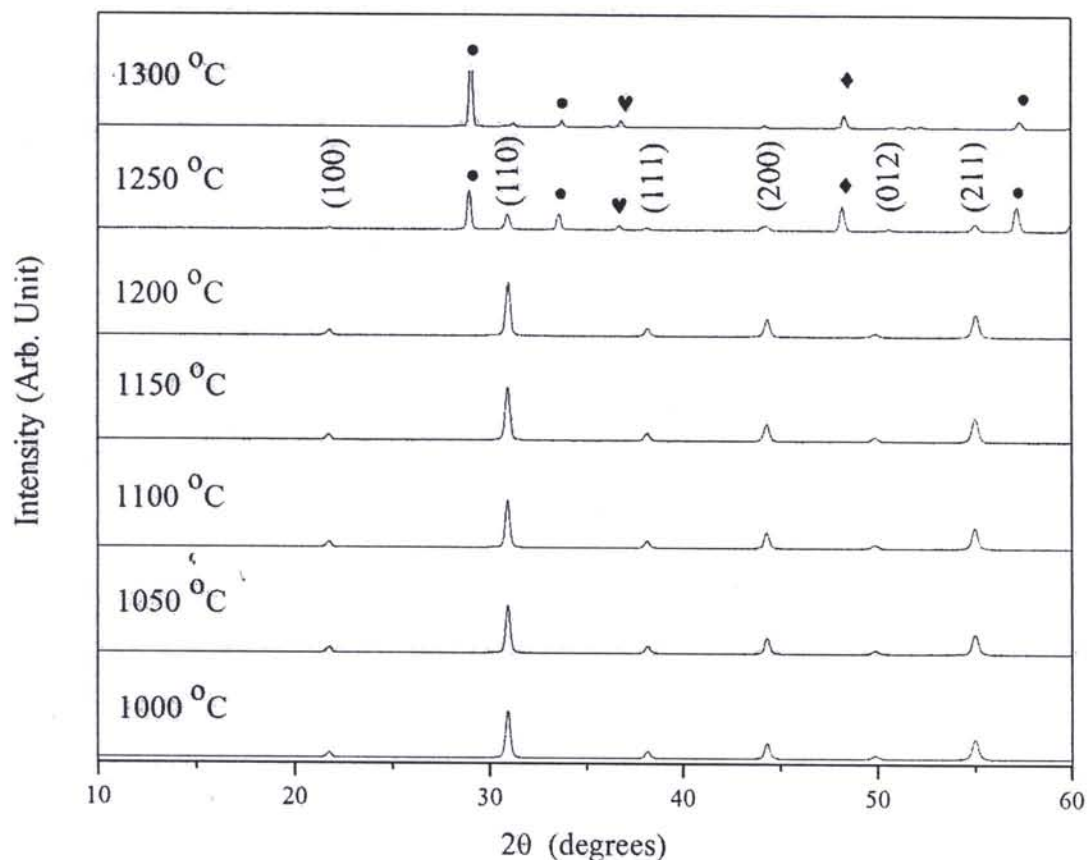
ภาพ 56 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของผงผลึก PMN-PZ ที่เฟาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 700 (ข) 750 (ค) 850 (ง) 900 (จ) 950 และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ตาราง 11 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
700	0.16
750	0.27
800	0.50
850	0.67
900	0.97
950	1.52
1000	1.62

4. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิก PMN-PZ

เมื่อเตรียมผงผลึก PMN-PZ ที่มีความบริสุทธิ์โดยใช้เงื่อนไขการเตรียมแคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการขึ้นรูปด้วยอัดเป็นเม็ดและทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาการเผา 2 ชั่วโมง เมื่อได้เม็ดเซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์แล้ว ทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเซรามิก PMN-PZ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ที่แสดงผลดังภาพ 57 พบว่าเซรามิกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1200 องศาเซลเซียส แสดงโครงสร้างเฟสเพอโรฟ สไกต์แบบซูโดคิวบิกที่บริสุทธิ์ และเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกแสดงโครงสร้างเฟสที่ไม่บริสุทธิ์เนื่องจากเกิดฟีดแบล็กพลอมจำนวนมาก ซึ่งฟีดแบล็กพลอมเกิดขึ้นที่มุมประมาณ 29 31 และ 57 องศา นั้นสอดคล้องกับฟีดของผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) ที่มีสูตรทางเคมี คือ $Pb_2Nb_2O_7$ ส่วนฟีดแบล็กพลอมที่มุมประมาณ 36 องศา ไม่สามารถระบุได้ว่าเป็นโครงสร้างชนิดใด และที่มุมประมาณ 48 องศาพบว่าฟีดแบล็กพลอมสอดคล้องกับฟีดของผลึก MgO ซึ่งการเกิดเฟสแบล็กพลอมดังที่กล่าวมานั้น สาเหตุเนื่องมาจากการระเหยของตะกั่วและแมกนีเซียมซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำ ส่งผลให้เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงทำให้สารเหล่านี้ระเหย ทำให้อัตราส่วนของสารประกอบในเซรามิกเกิดการผิดเพี้ยนจึงทำให้โครงสร้างของเซรามิกเปลี่ยนไป และจากการคำนวณหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของเซรามิก พบว่าค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของเซรามิกที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงมีค่าต่ำมากดังแสดงในตาราง 12 [55]

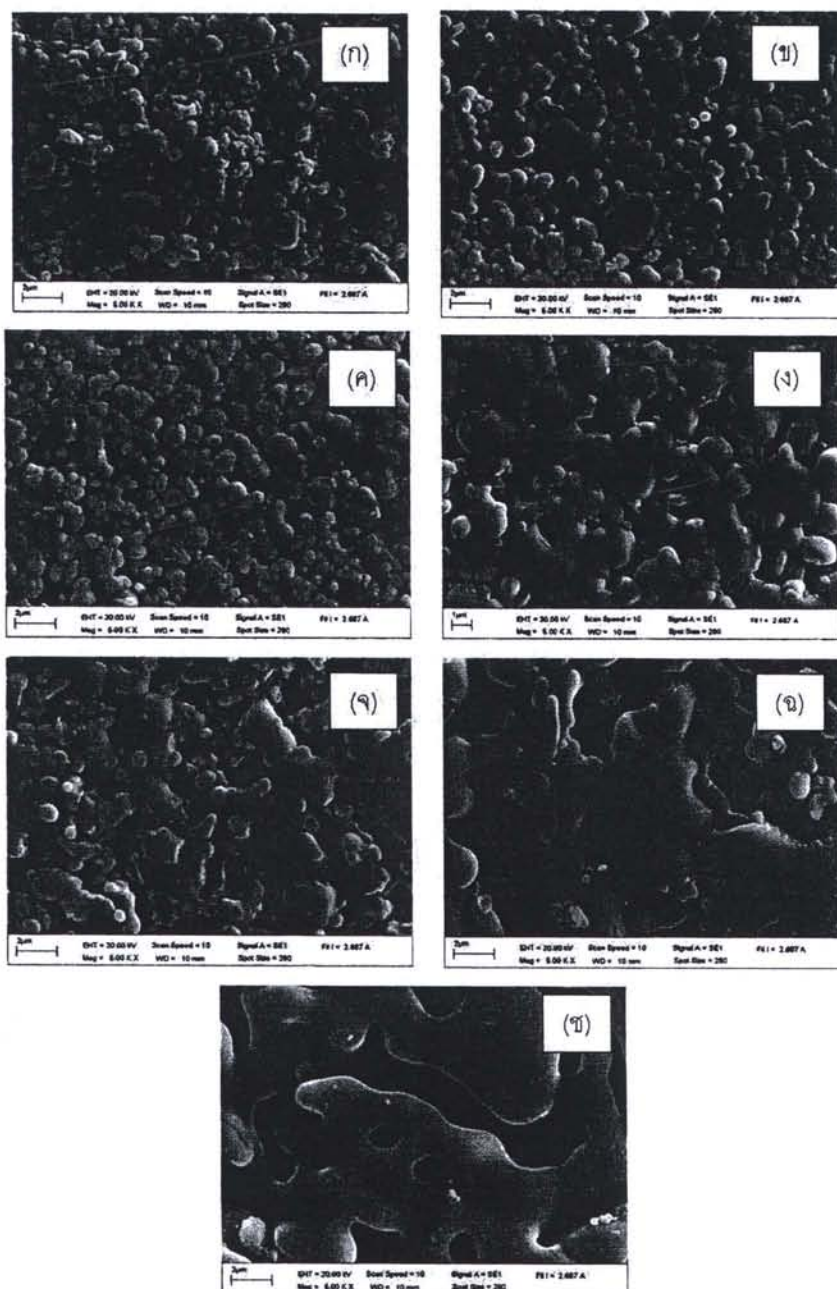


ภาพ 57 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PZ เฝ้าซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดย (●) $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ (♥) unknown และ (◆) MgO .

5. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PZ

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PZ เฝ้าซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการเผา 2 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะค่อนข้างกลมดังแสดงในภาพ 58 และพบว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1000 องศาเซลเซียส อนุภาคผงผลึกมีการผิวกว้างน้อยมาก อนุภาคผงผลึกยังคงเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนและมีรูพรุนจำนวนมาก (ภาพ 58(ก)) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการซินเตอร์ที่ระหว่าง 1050-1100 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคของผงผลึกภายในเนื้อเซรามิกยังแตกตัวกันไม่หนาแน่นมากนักเพราะจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคยังมีน้อยส่งผลให้เซรามิกประกอบไปด้วยรูพรุนจำนวนมากและเกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคจำนวนมาก (ภาพ 58

(ข)(ค)) ที่อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ 1150 องศาเซลเซียส พบว่ารูพรุนบนผิวของเซรามิกลดลง และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่เล็กปนกันขึ้น (ภาพ 58(ค)) ลักษณะที่เกิดขึ้นดังกล่าวนั้นอยู่ในระหว่างการเจริญเติบโตของเกรน ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องในระหว่างการให้ความร้อน การเติบโตของเกรนนั้นเกิดจากการเคลื่อนตัวของขอบเกรนที่รับแรงขับเคลื่อนที่เกิดจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของเกรนที่อยู่ระหว่างขอบเกรนทั้งสองข้าง ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางความโค้ง โดยอาศัยหลักการแพร่ผ่านแนวความโค้งเข้ามา ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้า ซึ่งเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรนลงด้วยการเติบโตของเกรนเพื่อให้ระบบมีพลังงานลดลงและมีความเสถียรมากขึ้น จากภาพ 58(ง) พบว่าเกรนบางเกรนที่มีการเติบโตผิดปกติ ซึ่งเกิดจากการที่ขอบเกรนส่วนใหญ่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้โดยจะมีเพียงเกรนที่โตที่มีขอบเกรนโค้งมากที่สุดเท่านั้นที่เกิดการเคลื่อนที่และจะเห็นว่าเกรนเริ่มมีการหลอมตัวบริเวณขอบเกรนทำให้เกรนเกิดการรวมตัวกับเกรนข้างเคียง อีกทั้งยังเริ่มเกิดหลุมเล็กที่บริเวณผิวเกรนและรูพรุนที่ผิวหน้าเซรามิกมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น (ภาพ 58(จ)) เนื่องจากการที่ใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงทำให้เกิดการระเหยของตะกั่วที่ผิวเซรามิก [22,23] เมื่อเผาซินเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิ 1250-1300 องศาเซลเซียส พบว่าเกรนของเซรามิกได้มีหลอมตัวรวมเป็นเนื้อเดียวกันโดยไม่สามารถแยกออกในแต่ละเกรน (ภาพ 58(ฉ)(ซ)) เนื่องจากการที่ใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงมากกว่าจุดหลอมเหลวของสารตั้งต้นจึงส่งผลให้มีเฟสที่หลอมเหลวมากทำให้เกิดการรวมกันของเกรนและทำให้เกิดหลุมและช่องว่างเกิดขึ้นบนผิวหน้าของเกรนเซรามิกซึ่งจะส่งผลทางลบต่อสมบัติของเซรามิกได้ [51] จากภาพถ่าย SEM ที่แสดงบริเวณผิวของเซรามิก PMN-PZ สามารถคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PMN-PZ พบว่าเซรามิกมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 0.46-2.36 ไมโครเมตร โดยขนาดเกรนเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้นดังแสดงในตารางที่ 12 โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1200 องศา เกรนของเซรามิกได้หลอมละลายรวมเป็นเนื้อเดียวกันจึงทำให้ไม่สามารถที่จะคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยได้



ภาพ 58 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของเซรามิก PMN-PZ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก)1000 (ข) 1050 (ค) 1100 (ง) 1150 (จ) 1200 (ฉ) 1250 และ (ช) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ตาราง 12 ขนาดเกรนเฉลี่ยและร้อยละความบริสุทธิ์ของเซรามิก PMN-PZ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิเผาซินเตอร์	ขนาดเกรนเฉลี่ย	ร้อยละความบริสุทธิ์
(°C)	(μm)	(%)
1000	0.46	100
1050	0.97	100
1100	1.11	100
1150	2.14	100
1200	2.36	100
1250	-	31.04
1300	-	28.28

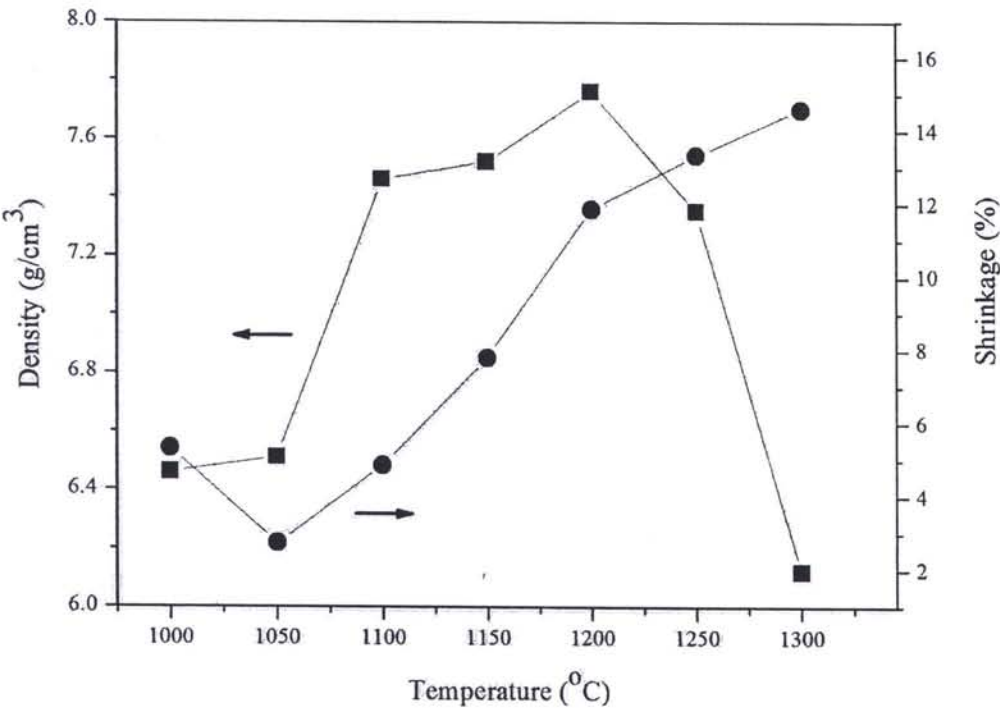
6. สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PZ

หลังจากการเผาซินเตอร์เซรามิก PMN-PZ จากนั้นตัวอย่างทั้งหมดนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพในส่วนของคุณค่าความหนาแน่นและการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 13 พบว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นค่าความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าสูงขึ้นเนื่องจากรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคผงผลึกเริ่มถูกกำจัดออกไป ซึ่งกระบวนการซินเตอร์ในระยะแรกนั้นก่อให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคและมีการเกิดคอ (neck) บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาค ทำให้อนุภาคผงผลึกมีการผนึกตัวกันแน่นมากขึ้น เพื่อลดพื้นที่และพลังงานของพื้นผิว จากนั้นเกรนและขอบเกรนจะมีการเคลื่อนที่ก่อให้เกิดการการเติบโตของเกรน ส่งผลให้ช่องว่างที่เกิดจากรูพรุนเริ่มเกิดการเชื่อมติดกัน ในช่วงระยะสุดท้ายรูพรุนจะเริ่มถูกปิดลงและค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากเนื้อเซรามิก โดยอาศัยในการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาที่ขอบเกรนเซรามิกเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์ 1200 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงสุดโดยมีค่าประมาณ 7.76 กรัม/ลบ. ซม. และพบว่าค่าความหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก PMN-PZ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นดังภาพ 59 และเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้น พบว่าค่าความหนาแน่นมีค่าลดลง ซึ่งมีสาเหตุเนื่องมาจากการระเหยของตะกั่วในเซรามิกที่ส่งผลให้เกิดรูพรุนในเนื้อเซรามิกมากขึ้น [22, 23] จากการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN-PZ

ที่เตรียมได้กับความหนาแน่นทางทฤษฎีพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มีค่าอยู่ในช่วง 79.1-95.2%

ตาราง 13 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PZ ชินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

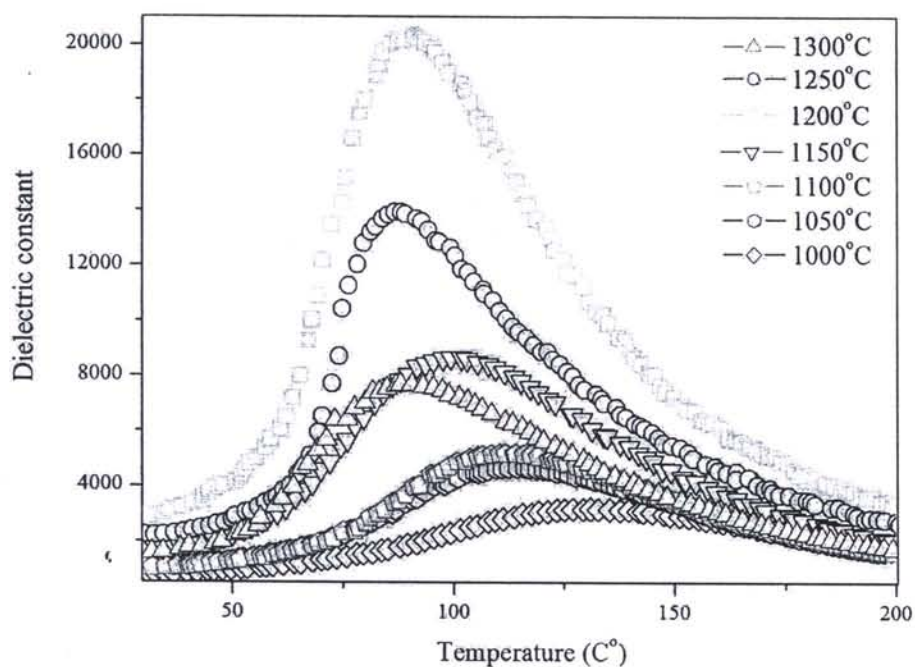
อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ค่าความหนาแน่น (g/cm ³)	ค่าความหนาแน่น สัมพัทธ์ (%)	ร้อยละของการ หดตัว (%)
1000	6.46	79.1	5.33
1050	6.51	79.7	2.73
1100	7.46	91.4	4.86
1150	7.52	92.1	7.80
1200	7.76	95.2	11.86
1250	7.35	90.1	13.33
1300	6.12	75.0	14.60



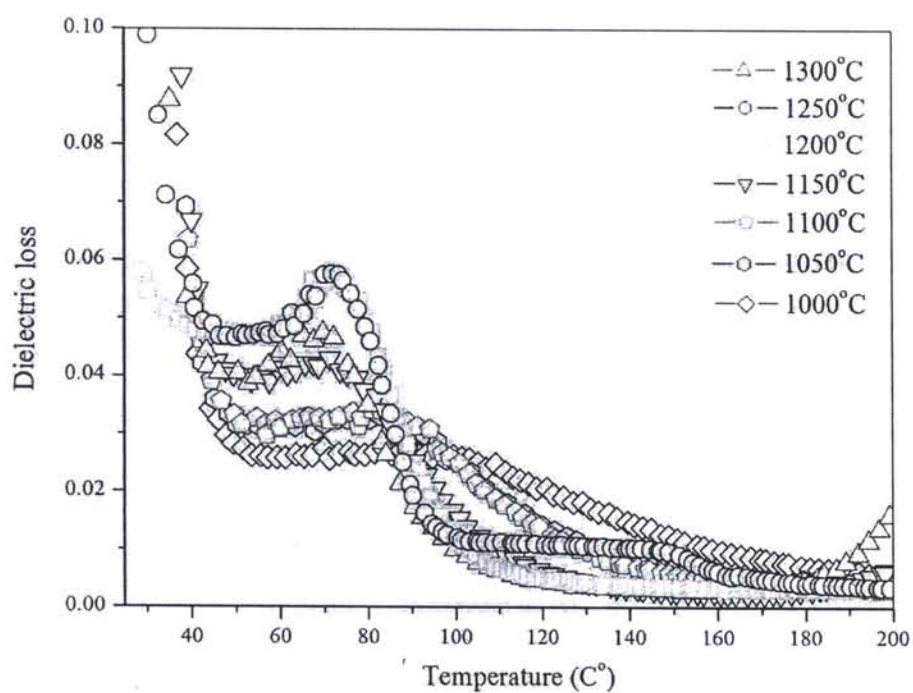
ภาพ 59 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นและการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก PMN-PZ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

7. สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ

ผลการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส ความถี่ที่ใช้ในการวัด 1 กิโลเฮิร์ต แสดงในภาพ 60 และ 61 จากภาพจะเห็นว่าความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิ แสดงลักษณะเป็นเส้นกราฟที่มีค่าสูงสุดเพียงค่าเดียว จากการวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ อุณหภูมิห้อง (ϵ) พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์เพิ่มขึ้นจนถึงที่ อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมี ค่ามีค่าลดลง ในส่วนของค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่อุณหภูมิห้องมีค่าลดลง เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์ลดลงจนถึง 1200 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิ เล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 14 โดยค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องมีค่าสูงสุด ประมาณ 2772.24 ที่ตัวอย่างซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับค่าความ หนาแน่น ผลของการวิเคราะห์อุณหภูมิคูรี (T_c) ของเซรามิก PMN-PZ ซึ่งเป็นอุณหภูมิในการเปลี่ยน เฟสจากเฟโรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ และพบว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์ เพิ่มขึ้นอุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงจาก 135.34 ถึง 86.29 และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและประกอบการ สูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 3169.98 ถึง 20052.19 และ 0.027-0.058 ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นจนถึง 1200 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า อุณหภูมิดังกล่าว ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและสูญเสียไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง ดังแสดงในตาราง 13 จากผลการทดลองสามารถวิเคราะห์ผลของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสีย ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ มีค่าสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น ดังจะเห็นได้จากตัวอย่างที่ มีค่าความหนาแน่นสูงซึ่งส่งผลให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กท ริกต่ำ ซึ่งค่าความหนาแน่นและสมบัติไดอิเล็กทริกมีความสัมพันธ์ เนื่องจาก space charge ที่ เกิดขึ้นในเซรามิก ซึ่งปริมาณของ space charge ขึ้นอยู่กับระยะห่างของช่องว่างในผลึก (lattice vacancies) หรือความบริสุทธิ์ของพันธะในอะตอมที่เกิดขึ้นภายในเกรน (impurity atoms bounding inside grain boundary) และการก่อรูปของผนังโดเมน (domain wall) โดยการเกิดของ space charge จะไปยับยั้งการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนซึ่งจะขัดขวางการเกิดโพลาไรเซชัน ด้วยเหตุ นี้ตัวอย่างเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นสูงจะมีปริมาณของ space charge ในปริมาณน้อย เนื่องจาก space charge ที่อยู่บริเวณขอบเกรนถูกกำจัดออกไปเพราะเกรนมีการเติบโตทำให้เกรน ขีดกันมากขึ้นที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ที่เหมาะสมและเมื่ออุณหภูมิการซินเตอร์สูงเกินไป ส่งผลทำ ให้ตะกั่วเกิดการระเหยทำให้เซรามิกเกิดรูพรุนและพบว่าค่าความหนาแน่นลดลง ทำให้สมบัติได อิเล็กทริกแย่ลง [51]



ภาพ 60 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ



ภาพ 61 ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

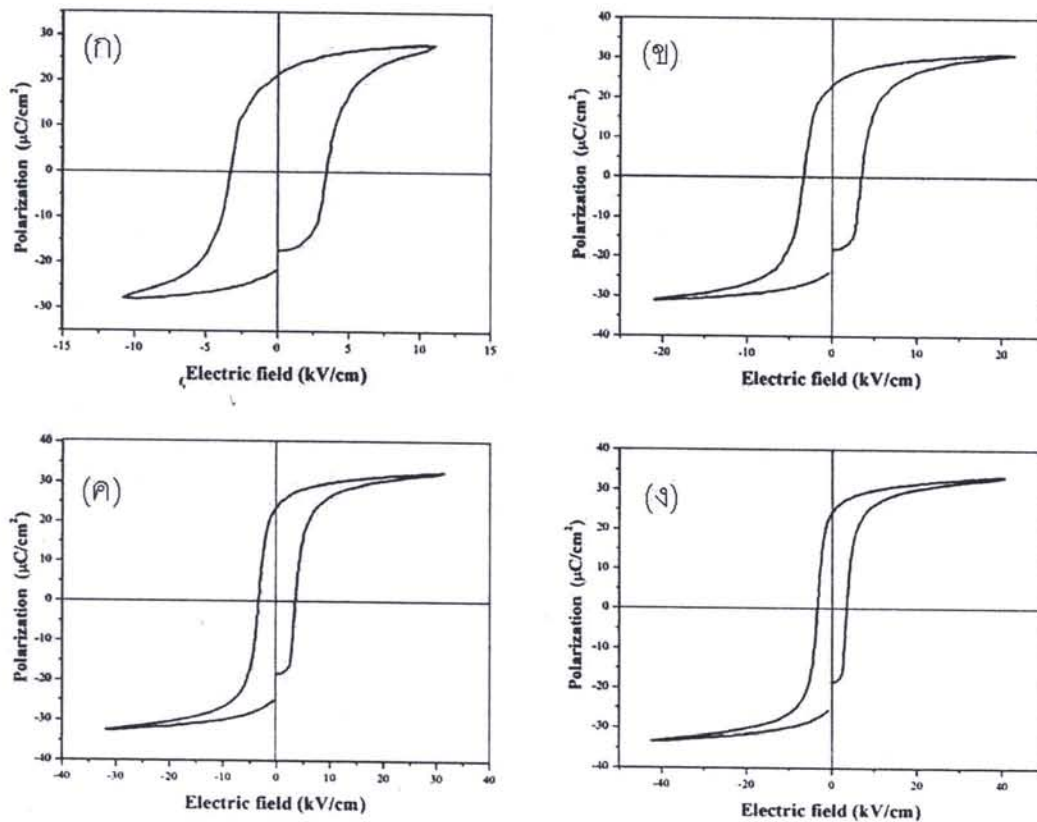
ตาราง 14 สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิเผา ซินเตอร์(°C)	ϵ_r อุณหภูมิห้อง	$\tan \delta$ อุณหภูมิห้อง	T_c (°C)	ϵ_r อุณหภูมิคูรี	$\tan \delta$ อุณหภูมิคูรี
1000	802.21	1.178820	135.34	3169.98	0.0272
1050	1241.95	0.116573	132.87	4191.90	0.0329
1100	1274.54	0.920245	131.33	4559.14	0.0373
1150	2220.60	0.867590	96.79	8612.83	0.0441
1200	2772.24	0.054757	89.83	20052.19	0.0584
1250	2355.08	0.264629	87.59	13933.10	0.0518
1300	1684.21	0.333235	86.29	7672.21	0.0407

8. สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและสมบัติพิโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ

จากการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ โดยเงื่อนไขในการเตรียม คือ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เนื่องจากเซรามิกที่เงื่อนไขดังกล่าวแสดงค่าความหนาแน่นสูงสุด โดยใช้สนามไฟฟ้าในการตรวจวัดที่ 10-40 กิโลโวลต์ ดังแสดงในภาพ 62 จากภาพจะเห็นได้ว่าลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิกมีลักษณะที่ต่างกันโดยวงวนมีลักษณะที่แคบลงเมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้น และจากการวิเคราะห์ค่าสภาพคงเหลือของ โพลาริเซชัน (remanent polarization; P_r) และค่าสนามลบกลับ (coercive field; E_c) พบว่าค่า P_r มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 21.37 ถึง 24.27 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ เมื่อสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 10 ถึง 40 kV และพบว่าค่า E_c มีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าประมาณ 3.45-3.49 kV โดยที่สนามไฟฟ้าไม่ส่งผลต่อค่า E_c ดังแสดงในตารางที่ 15 จากการคำนวณหาค่าความเป็นเหลี่ยมของของวงวนฮิสเทอรีซิส (loop squareness; R_{sq}) ซึ่งคำนวณจากสมการ $R_{sq} = (P_r/P_s) + (P_{1.1E_c}/P_s)$ โดยที่ค่า P_s คือ ค่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (spontaneous Polarization) และค่า $P_{1.1E_c}$ คือ ค่าโพลาริเซชันที่ตำแหน่ง $1.1E_c$ [54] และค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสในอุดมคติมีค่าเท่ากับ 2 [55] จากการคำนวณพบว่าค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PZ ที่ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ พบว่าค่า R_{sq} มีค่าลดลงจาก 1.11-0.9 เมื่อความศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 10 ถึง 40 กิโลโวลต์ ดังแสดงในตาราง 15 จากการวัดค่าสัมประสิทธิ์ พิโซอิเล็กทริก d_{33} ของเซรามิก

PMN-PZ ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200°C พบว่าเซรามิกแสดงค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก d_{33} เท่ากับ 95 pC/N



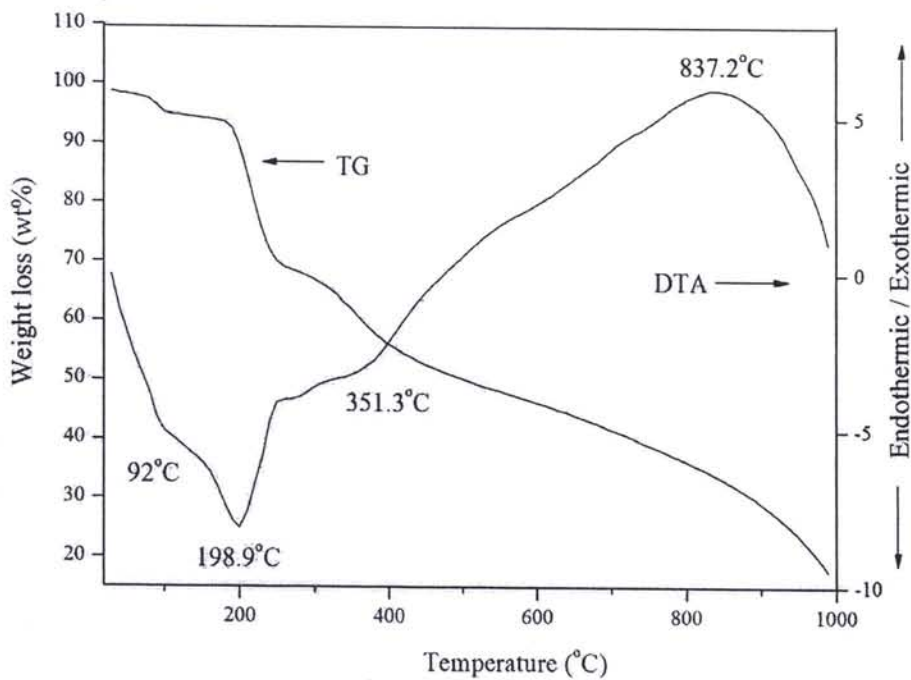
ภาพ 62 ลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PZ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200°C และใช้ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าในการตรวจวัดที่ (ก) 10 (ข) 20 (ค) 30 และ (ง) 40 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร

ตาราง 15 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200°C
ตรวจสอบด้วยความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ

ค่าสนามไฟฟ้า	P_r	E_c	P_s	R_{sq}
kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	
10	21.37	3.45	27.76	1.11
20	23.19	3.40	30.94	0.98
30	23.69	3.49	32.48	0.96
40	24.27	3.49	33.16	0.90

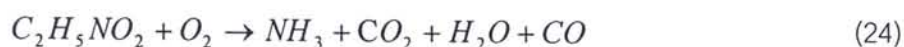
ผลการเตรียมเซรามิก PMN-PZT ด้วยวิธีการเผาไหม้

1. การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารผสม PMN-PZT ด้วยเทคนิค DTA และ TG



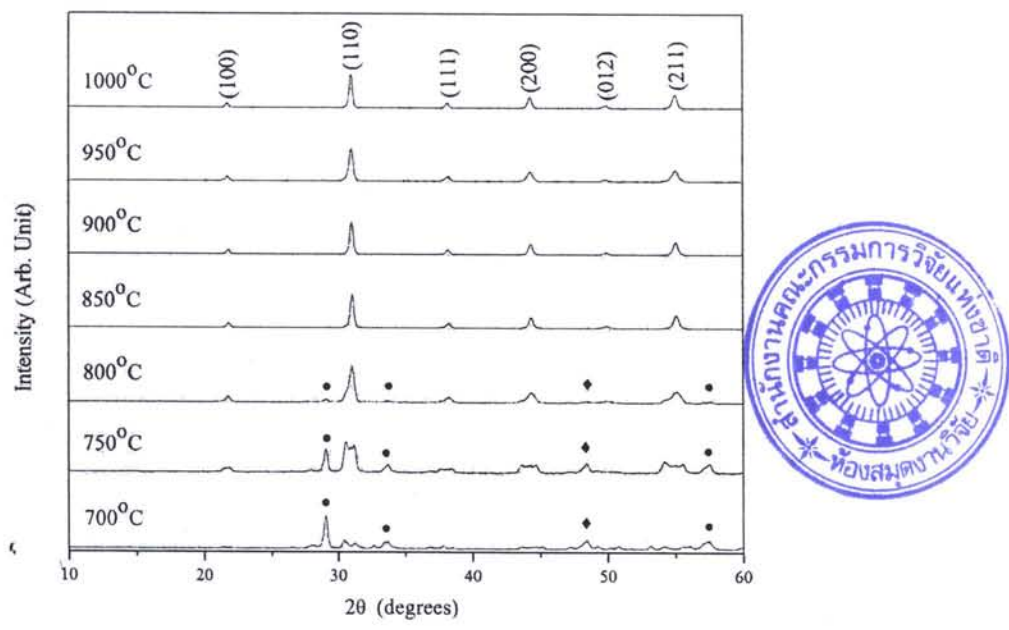
ภาพ 63 กราฟ DTA และ TG ของสารผสม PMN-PZT ที่ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการวิเคราะห์เชิงความร้อนของสาร เพื่อเลือกช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ของผงตัวอย่าง PMN-PZT ซึ่งแสดงในภาพ 63 จากผลการตรวจสอบสารผสมของ PMN-PZT ที่ประกอบด้วยสารตั้งต้น PbO , $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Nb_2O_5 , TiO_2 และ ZrO_2 ผสมกับไกลซีน ($C_2H_5NO_2$) ที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการเผาไหม้ในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 จากการพิจารณากราฟ TG ซึ่งแสดงร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของสาร พบว่าเส้นกราฟมีการเปลี่ยนแปลงความชันเป็น 4 ช่วง โดยช่วงแรกเกิดการเปลี่ยนแปลงที่ช่วงอุณหภูมิ 30-100 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการระเหยของน้ำเนื่องจากความชื้นในสารผสม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 92 องศาเซลเซียส ของกราฟ DTA การเปลี่ยนแปลงความชันในช่วงที่สองและช่วงที่สามของกราฟ TG เกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิ 100-220 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิมากกว่า 220 แต่น้อยกว่า 400 องศาเซลเซียส เกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการหลอมเหลวของไกลซีนและการระเหยของน้ำและก๊าซที่เกิดจากการสลายตัวของไกลซีนแสดงในสมการที่ 4.3 ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 198.9 และ 351.3 องศาเซลเซียส และการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟ TG ในช่วงสุดท้ายที่ช่วงอุณหภูมิมากกว่า 400 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงการสูญเสียน้ำหนักอย่างต่อเนื่อง พบว่าสอดคล้องกับกระบวนการคายความร้อน (exothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ ประมาณ 837.2 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจเกิดจากการเปลี่ยนเฟส หรือ การเกิดปฏิกิริยาเคมีของสารผสม ดังนั้นเพื่อตรวจสอบสาเหตุดังกล่าวนี้จึงนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



2. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของ PMN-PZT

การเตรียมผงผลึก PMN-PZT ด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส หลังจากการเตรียมผงผลึก PMN-PZT จากนั้นทำการตรวจสอบผลการทดลอง โดยการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ได้ผลดังแสดงดังภาพ 64 ซึ่งจะเห็นได้ว่าผลผลึก PMN-PZT แสดงโครงสร้างผลึกเป็นแบบซูโดคิวบิก (pseudo-cubic) [11, 49, 57] จากการพิจารณาพีคของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PZT ที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่า 850 องศาเซลเซียส พบว่ากราฟมีพีคแปลกปลอมเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 29, 33 และ 57 องศา ซึ่งพีคแปลกปลอมนี้สอดคล้องกับพีคของผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) ซึ่งสูตรทางเคมีเป็น $Pb_2Nb_2O_7$ โดยสอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 30-711 ที่มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และที่มุม 2θ ประมาณ 48 องศา แสดงพีคแปลกปลอมซึ่งสอดคล้องกับพีคของผลึก MgO ที่สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-1235 ที่แสดงโครงสร้างแบบคิวบิก (cubic) ซึ่งจากข้อมูลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PZT สามารถคำนวณหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ผลการคำนวณพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นผงผลึก PMN-PZT มีค่าความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นเนื่องจากปริมาณของเฟสแปลกปลอมของ $Pb_2Nb_2O_7$ และ MgO มีปริมาณลดลง ดังแสดงในตารางที่ 14 ดังนั้นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงผลึก PMN-PZT จะประกอบด้วยอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลาเผาแซ่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เนื่องจากผงผลึก PMN-PZT ที่เตรียมด้วยเงื่อนไขดังกล่าวแสดงค่าร้อยละความบริสุทธิ์สูงที่สุดเท่ากับ 100 เปอร์เซ็นต์ จากการวิเคราะห์ผลโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าเงื่อนไขในการเตรียมผงผลึก PMN-PZT ที่บริสุทธิ์สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย DTA-TG

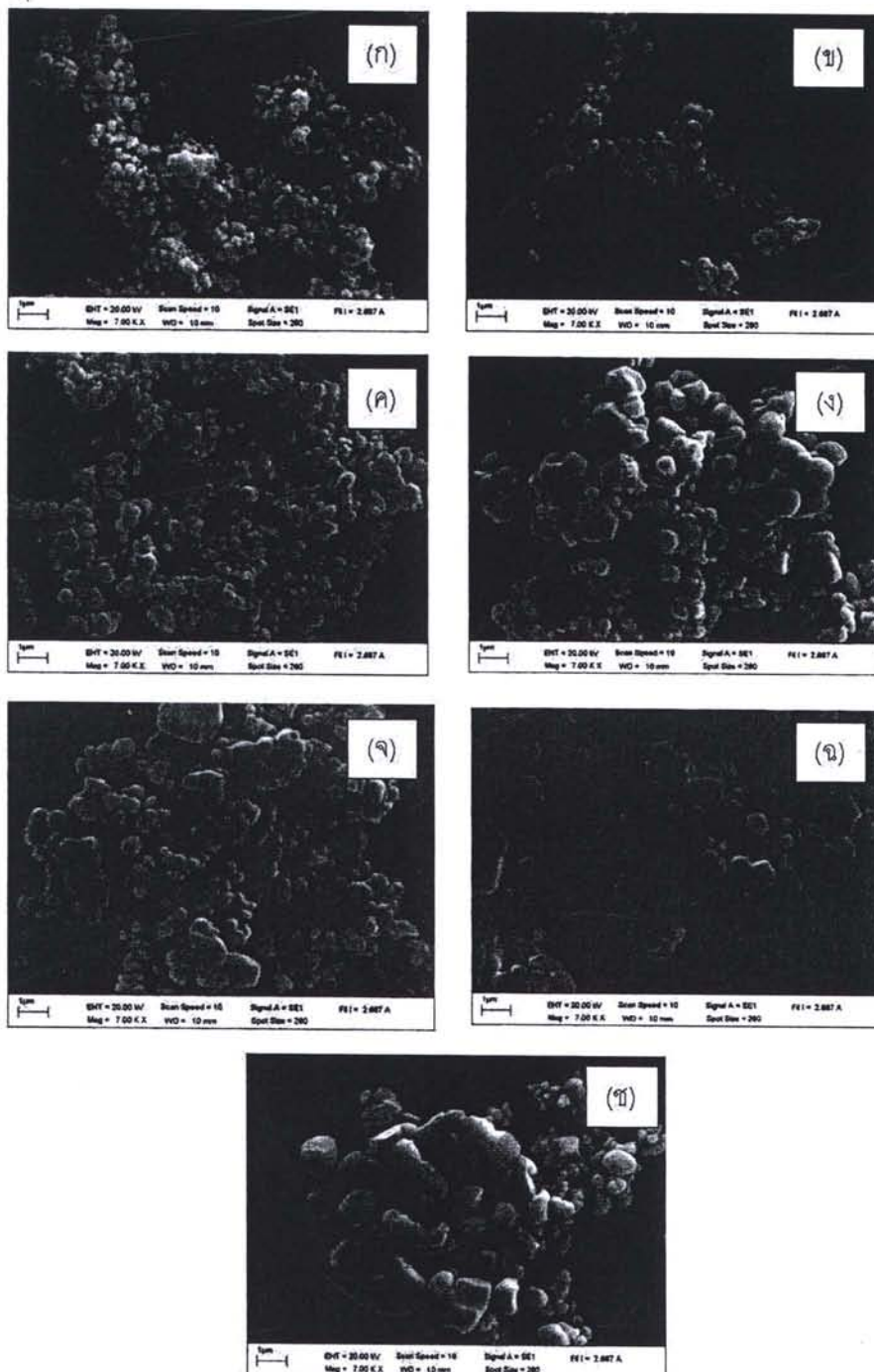


ภาพ 64 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ตาราง 16 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PZT เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
700	38.2
750	55.6
800	97.3
850	100.0
900	100.0
950	100.0
1000	100.0

2. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างภาคของผงผลึก PMN-PZT



ภาพ 65 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของผงผลึก PMN-PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 700 (ข) 750 (ค) 850 (ง) 900 (จ) 950 และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

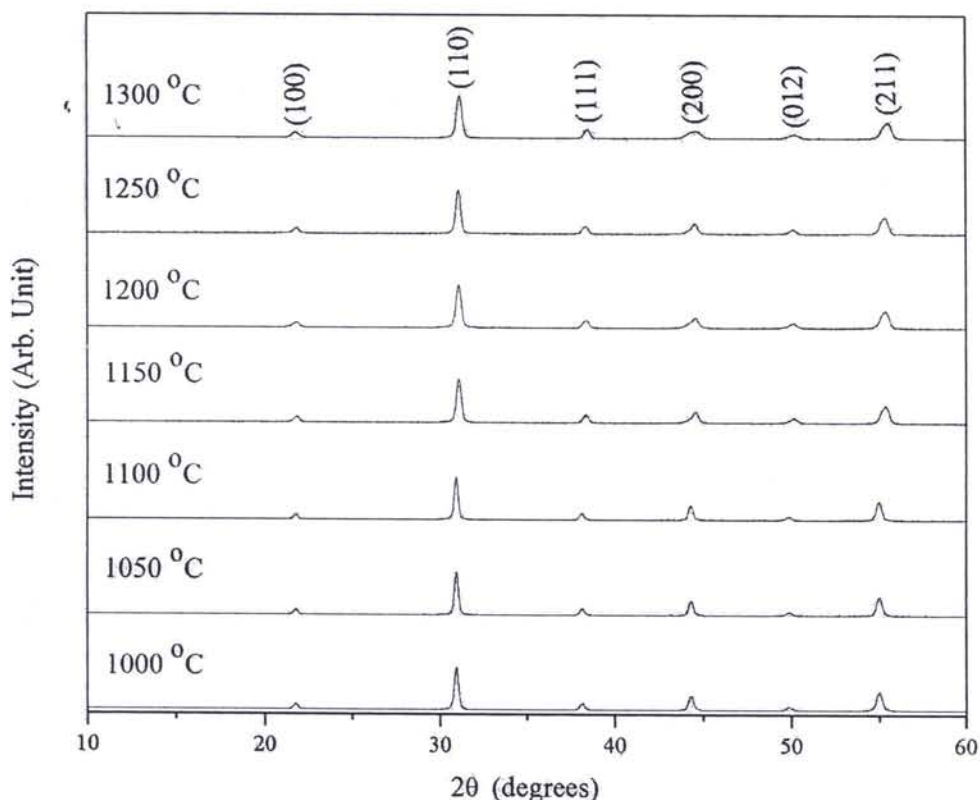
หลังจากการเตรียมผงผลึก PMN-PZT ด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) ซึ่งใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ ตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อ นาที จากนั้นทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PZT ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ผลการวิเคราะห์แสดงดังภาพ 65 พบว่าผงผลึก PMN-PZT มีลักษณะเป็นสองรูปทรงผลมกัน โดยมีผงผลึกที่มีลักษณะค่อนข้างกลม โดยอนุภาคของผงผลึกมีการรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่นและจากภาพจะเห็นได้ว่าขนาดของผงผลึก PMN-PZT มีขนาดไม่ค่อยสม่ำเสมอโดยมีขนาดเล็กและใหญ่เกาะกลุ่มรวมกัน จากการหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีค่าประมาณ 0.20-1.23 ไมโครเมตร โดยที่ขนาดเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PZT มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 17

ตาราง 17 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 700-1000องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
700	0.20
750	0.30
800	0.44
850	0.66
900	0.87
950	0.95
1000	1.23

4. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิก PMN-PZT

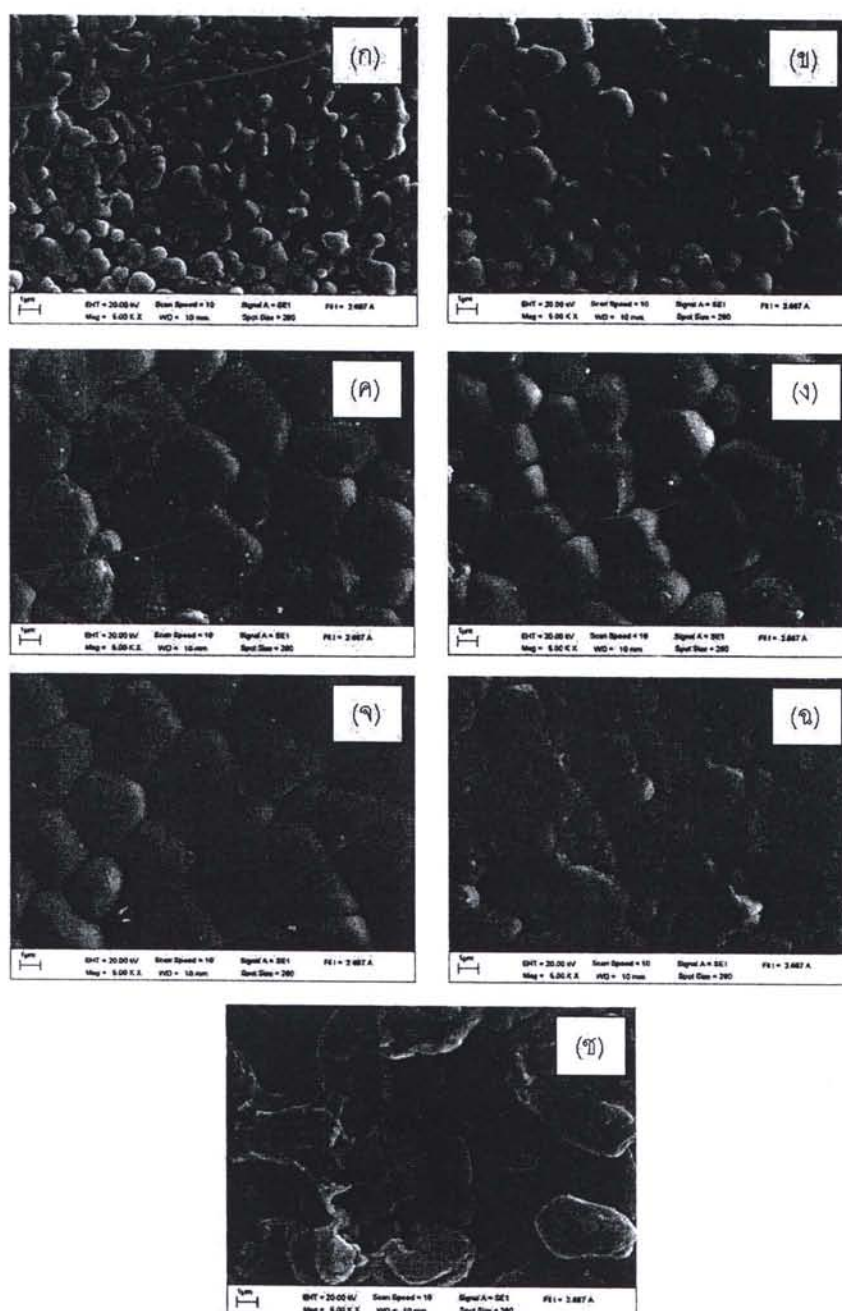
หลังจากการเตรียมผงผลึก PMN-PT ที่มีความบริสุทธิ์โดยใช้เงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 เซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจะทำการอัดขึ้นรูปผงผลึกดังกล่าวและทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการเผา 2 ชั่วโมง แล้วทำการตรวจสอบเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) พบว่าเซรามิกแสดงโครงสร้างเฟสเพอโรฟสไกต์แบบซูโดคิวบิก (pseudo-cubic) ที่บริสุทธิ์ในทุกอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ดังแสดงในรูป 66



ภาพ 66 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

5. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PZT

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PZT เฝ้าชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 ถึง 1300 องศาเซลเซียส ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) พบว่าลักษณะเกรนของเซรามิกแบ่งออกเป็นสองลักษณะ โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำเกรนมีลักษณะค่อนข้างกลมและที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงเกรนมีลักษณะเป็นรูปหลายเหลี่ยม ดังแสดงในภาพ 67 จากภาพถ่าย SEM ที่บริเวณผิวของเซรามิก PMN-PZT จะสังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำ (ภาพ 67(ก)) ผิวของเซรามิกมีรูพรุนจำนวนมากซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคของผงผลึกภายในเนื้อเซรามิกยังแพะตัวกันไม่หนาแน่นทำให้จุดสัมผัสระหว่างอนุภาคยังมีน้อย ส่งผลให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคมาก เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้น พบว่ารูพรุนบนผิวของเซรามิกลดลงและขนาดของเกรนมีขนาดใหญ่เล็กปนกัน (ภาพ 67(ข)(ค) (ง)) ซึ่งการเกิดในลักษณะแบบนี้ นั้นจะเกิดขึ้นในระหว่างการเจริญเติบโตของเกรน ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องในระหว่างที่มีการให้ความร้อน การเติบโตของเกรนนั่นเกิดขึ้นจากการเคลื่อนตัวของขอบเกรนที่ได้รับแรงดันที่เกิดจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของเกรนที่อยู่ระหว่างขอบเกรนทั้งสองข้าง ขอบเกรนจะมีการเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางความโค้งและอาศัยการแพร่ผ่านแนวความโค้งเข้ามา ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้า ซึ่งเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรนลงด้วยการเติบโตของเกรนเพื่อให้ระบบมีพลังงานลดลงและมีความเสถียรมากขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูง พบว่าเกรนของเซรามิกได้มีการเกิดหลุมและเริ่มมีความขรุขระบริเวณผิวหน้าของเกรน อีกทั้งบริเวณขอบเกรนเริ่มมีช่องว่างเกิดขึ้น (67(ฉ)) และเมื่ออุณหภูมิสูงถึง 1300 องศาเซลเซียส พบว่าผิวหน้าเซรามิกเกิดความขรุขระและมีหลุมขนาดใหญ่และเกรนของเซรามิกหลอมรวมกันจะไม่เห็นขอบเกรนดังแสดงในภาพ 67(ซ) ซึ่งเกิดเนื่องจากการที่ใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงทำให้เกิดการระเหยของตะกั่วที่ผิวเซรามิก จากภาพ SEM จะเห็นว่าขนาดเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ 1000 ถึง 1200 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดเกรนมีขนาดขนาดลดลง จากการคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยของเกรนเซรามิกแล้วพบว่าเซรามิกมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.07-4.40 ไมโครเมตร โดยขนาดเกรนเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้นดังแสดงในตาราง 18



ภาพ 67 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของเซรามิก PMN-PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 (ข) 1050 (ค) 1100 (ง) 1150 (จ) 1200 (ฉ) 1250 และ (ช) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ตาราง 18 ขนาดเกรนเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ ระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)
1000	1.07
1050	2.21
1100	3.71
1150	3.86
1200	4.40
1250	4. 20
1300	-

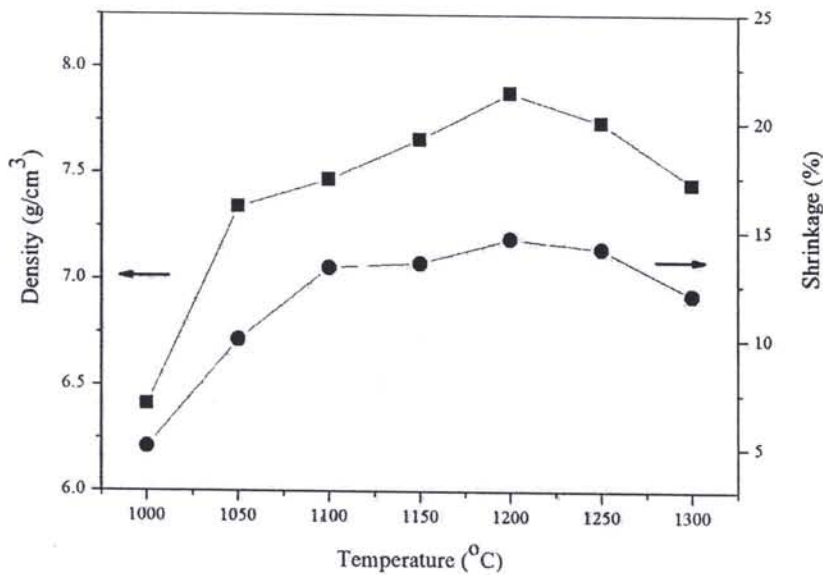
6. สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PZT

หลังจากเผาซินเตอร์เซรามิก PMN-PZT แล้วจากนั้นทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PZT ได้แก่ ค่าความหนาแน่น ความหนาแน่นสมพัทธ์ และการหดตัวเชิงปริมาตร หลังจากการเผาซินเตอร์ ผลตรวจวิเคราะห์แสดงในตาราง 19 พบว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN-PZT มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคของผงผลึกเริ่มต้นถูกกำจัดโดยกระบวนการซินเตอร์ ซึ่งในช่วงแรกจะเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคและมีการเกิดคอ (neck) บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคของผงผลึก ส่งผลให้อนุภาคผงผลึกมีการแพคตัวกันแน่นมากยิ่งขึ้นเพื่อลดพื้นที่ผิวและพลังงานของพื้นผิว และหลังจากนั้นจะมีการเคลื่อนที่ของเกรนและขอบเกรนซึ่งจะก่อให้เกิดการการเติบโตของเกรน ส่งผลให้ช่องว่างที่เกิดจากรูพรุนเริ่มเกิดการเชื่อมติดกัน ก็จะเข้าสู่ช่วงสุดท้ายที่รูพรุนในเซรามิกจะเริ่มถูกปิดและค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากเนื้อเซรามิก โดยอาศัยหลักการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาตามขอบเกรนจนหลุดออกไปจากเนื้อเซรามิก และจากการคำนวณหาค่าความหนาแน่นของเซรามิก พบว่าที่ตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดโดยมีค่าประมาณ 7.88 กรัม/ลบ.ซม. ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิกที่มีค่ามากที่สุดเช่นเดียวกัน ดังภาพ 68 และเมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์สูงขึ้น พบว่าค่าความหนาแน่นมีค่าลดลง ซึ่งมีสาเหตุเนื่องมาจากการระเหยของตะกั่วในเซรามิก ส่งผลให้เกิดรูพรุนในเนื้อเซรามิกมากขึ้น [22, 23] จาก

การเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN-PZT ที่เตรียมได้กับความหนาแน่นทางทฤษฎีพบว่าค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์มีค่าสูงสุด 97% ที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1200 องศาเซลเซียส เซรามิกมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด ซึ่งมีค่ามากกว่าเมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ ที่มีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 83-96% [49, 57]

ตาราง 19 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PZT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ค่าความหนาแน่น (g/cm ³)	ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)	ร้อยละของการหดตัว(%)
1000	6.41	78.55	5.06
1050	7.34	89.95	10.0
1100	7.47	91.99	13.53
1150	7.66	94.33	13.33
1200	7.88	97.04	14.66
1250	7.74	95.32	14.20
1300	7.45	91.74	12.06

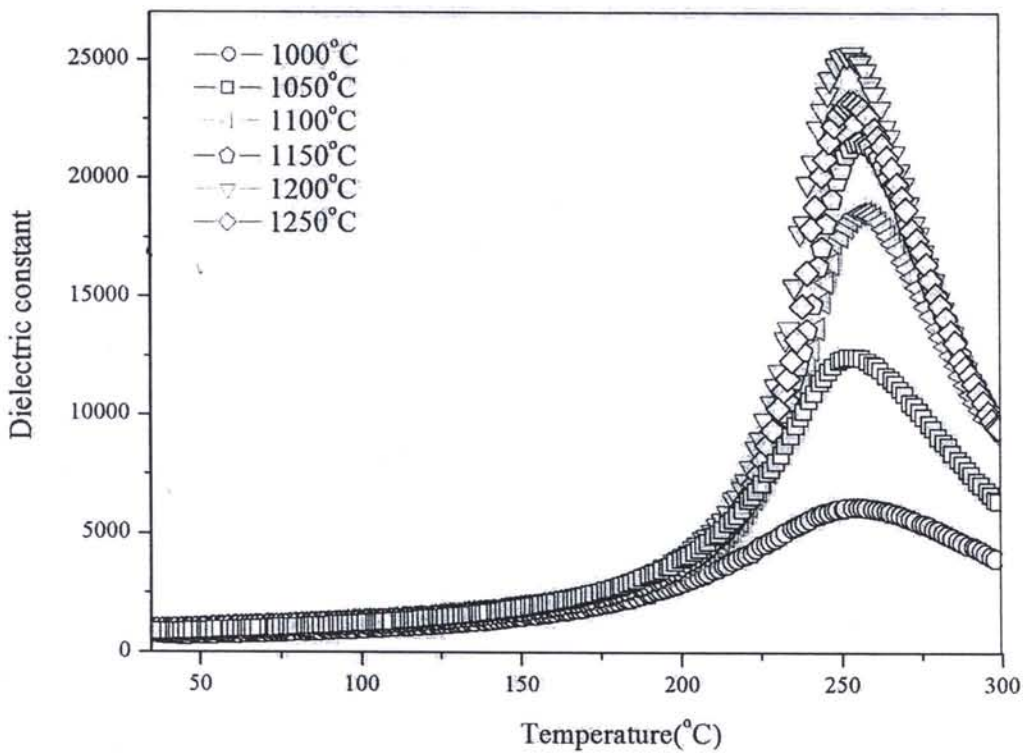


ภาพ 68 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นและการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก PMN-PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

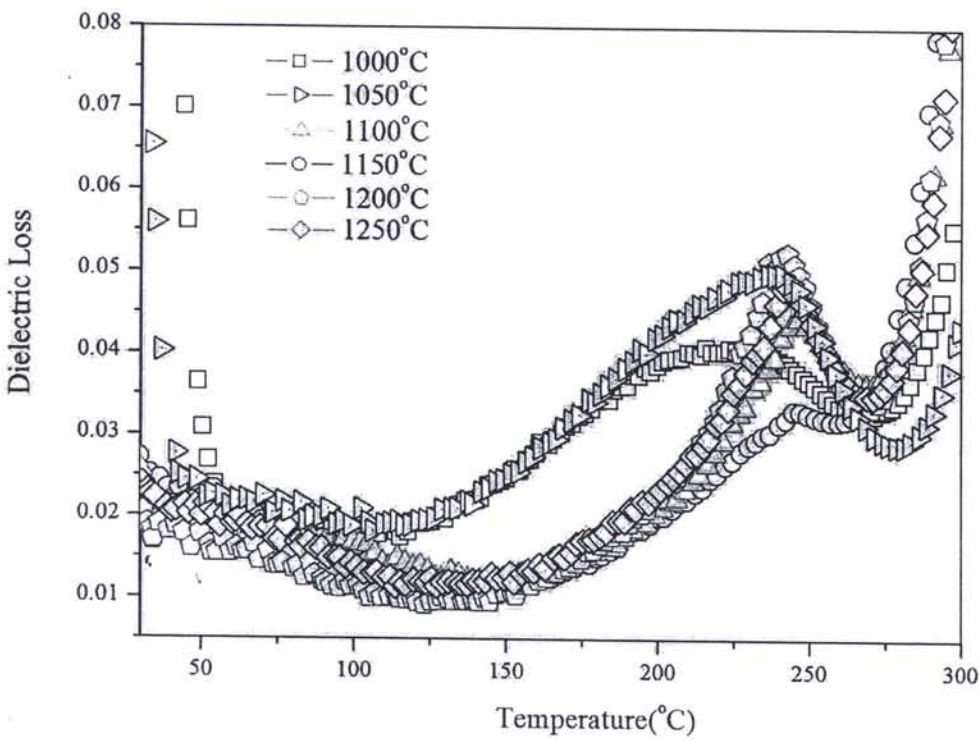
7. สมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT

ผลจากการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกซึ่งใช้ความถี่ในการวัด 1 กิโลเฮิร์ต ของเซรามิก PMN-PZT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส ดังแสดงในภาพ 69 และ 70 จากภาพพบว่าเส้นกราฟระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิมีลักษณะเป็นพีกที่มีค่าสูงสุดเพียงค่าเดียว จากการวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง(ϵ_r) พบว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นจนถึงที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่ามีค่าลดลง และในทางกลับกันค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่อุณหภูมิห้องมีค่าลดลงจนถึงที่อุณหภูมิ 1200 หลังจากนั้นค่าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตาราง 18 ในขณะที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1300 ไม่สามารถวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกได้ เนื่องจากตัวอย่างมีการหลอมจนเกิดการบิดงอของตัวอย่าง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องมีค่าสูงสุดประมาณ 923.92 ที่ตัวอย่างซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น จากการวิเคราะห์อุณหภูมิคูรี (T_c) ของเซรามิก PMN-PZT คือ อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริกของเซรามิก พบว่าอุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงจาก 256.87 ถึง 251.34 เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นจนถึง 1200 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส อุณหภูมิคูรีมีค่าเพิ่มขึ้น ในส่วนของการวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 6092.26 ถึง 25301.20 เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น 1000 ถึง 1200 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลง ในขณะที่ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรี มีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0.034-0.044 ซึ่งอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ไม่ส่งผลต่อค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรี ดังแสดงในตาราง 20 จากการวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT พบว่ามีค่าสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น ดังจะเห็นได้จากตัวอย่างที่มีค่าความหนาแน่นสูง ส่งผลให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำ ซึ่งค่าความหนาแน่นและสมบัติไดอิเล็กทริกมีความสัมพันธ์ เนื่องจากปริมาณของ space charge ที่เกิดขึ้นในเซรามิก ซึ่งปริมาณของ space charge ขึ้นอยู่กับระยะห่างของช่องว่างในผลึก (lattice vacancies) หรือความบริสุทธิ์ของพันธะในอะตอมที่เกิดขึ้นภายในเกรน (impurity atoms bounding inside grain boundary) และการก่อรูปของผนังโดเมน (domain wall) โดยการเกิดของ space charge จะไปยับยั้งการเคลื่อนที่ของผนังโดเมน ซึ่งจะขัดขวางการเกิดโพลาไรเซชัน ด้วยเหตุนี้ตัวอย่างเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นสูงจะมีประมาณของ space charge ในปริมาณน้อย เนื่องจาก space charge ที่อยู่บริเวณขอบเกรนถูกกำจัดออกไปเพราะเกรนมีการเติบโตทำให้

เกรนชิดกันมากขึ้นที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ที่เหมาะสมและเมื่ออุณหภูมิการซินเตอร์สูงเกินไป ส่งผลทำให้ตะกั่วเกิดการระเหยทำให้เซรามิกเกิดรูพรุนและพบว่าค่าความหนาแน่นลดลง ทำให้สมบัติไดอิเล็กทริกแยลง [11, 51, 57] จากการเตรียมเซรามิก PMN-PZT ด้วยวิธีการเผาไหม้พบว่า เซรามิกที่เตรียมได้มีสมบัติไดอิเล็กทริกค่อนข้างดีว่าการเตรียมด้วยวิธีอื่นๆ ดังแสดงในตาราง 21



ภาพ 69 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ



ภาพ 70 ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กตริกของเซรามิก PMN-PZ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

ตาราง 20 สมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PMN-PZT ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิเผา ซินเตอร์(°C)	ϵ_r อุณหภูมิห้อง	$\tan \delta$ อุณหภูมิห้อง	T_c (°C)	ϵ_m อุณหภูมิคูรี	$\tan \delta$ อุณหภูมิคูรี
1000	1154.67	1.389	256.87	6092.26	0.034
1050	675.08	0.171	255.86	12465.34	0.041
1100	874.69	0.032	255.20	18579.30	0.031
1150	909.30	0.026	253.86	21559.30	0.040
1200	923.93	0.019	251.34	25301.20	0.044
1250	879.57	0.024	253.86	23200.70	0.042
1300	-	-	-	-	-

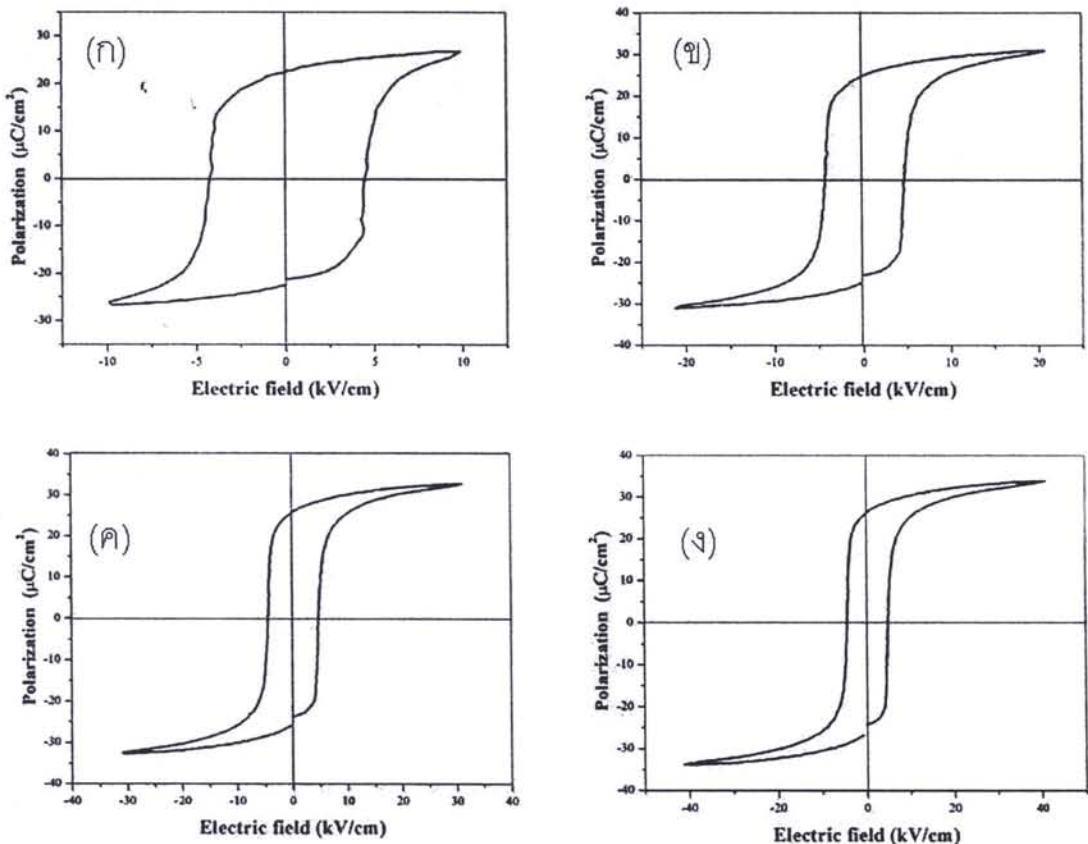
ตาราง 21 สมบัติต่างๆ ของเซรามิก PMN-PZT ที่เตรียมด้วยวิธีอื่นๆ

กระบวนการเตรียมเซรามิก	ความหนาแน่น สัมพัทธ์(%)	ϵ_r at T_r	$\tan \delta$ at T_r	T_c ($^{\circ}\text{C}$)	ϵ_m at T_c	$\tan \delta$ at T_m
PMN-PZT						
Combustion method	97.00	913	0.026	~ 250	25300	0.044
Seeding method [57]	83.77	1200	0.025	~ 250	4800	0.06
Mixed oxide [49]	96.13	1400	0.03	~ 160	3800	0.03

7. ค่าสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและสมบัติพิโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT

จากการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT ที่ใช้เงื่อนไขในการเตรียม คือ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งเงื่อนไขดังกล่าวเซรามิกแสดงค่าความหนาแน่นสูงสุด โดยใช้สนามไฟฟ้าในการวัดที่ 10-40 กิโลโวลต์ แสดงดังภาพ 71 จากภาพจะเห็นได้ว่าลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิกมีลักษณะที่ต่างกันโดยวงวนมีลักษณะที่แคบลงเมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้น และจากการวิเคราะห์ค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน (remanent polarization; P_r) และค่าสนามลบกลับ (coercive field; E_c) พบว่าค่า P_r มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 22.42 ถึง 26.13 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ เมื่อสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจาก 10 ถึง 40 kV และพบว่าค่า E_c มีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าประมาณ 3.51-3.84 kV โดยที่สนามไฟฟ้าไม่ส่งผลต่อค่า E_c ดังแสดงในตารางที่ 22 จากการคำนวณหาค่าความเป็นเหลี่ยมของของวงวนฮิสเทอรีซิส (loop squareness; R_{sq}) ซึ่งคำนวณจากสมการ $R_{sq} = (P_r/P_s) + (P_{1.1Ec}/P_s)$ โดยที่ค่า P_s คือ ค่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (spontaneous Polarization) และค่า $P_{1.1Ec}$ คือ ค่าโพลาริเซชันที่ตำแหน่ง $1.1E_c$ [54] และค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสในอุดมคติมีค่าเท่ากับ 2 [55] จากการคำนวณพบว่าค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PZT ที่ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ มีค่าอยู่ที่ประมาณ 1.33-0.90 และพบว่าค่าความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ไม่ส่งผลต่อค่าความเป็นเหลี่ยมของ วงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PZT ดังแสดงในตาราง 22 จากการวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก d_{33} ของเซรามิก PMN-PZT ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 $^{\circ}\text{C}$ พบว่าเซรามิกแสดงค่าสัมประสิทธิ์พิโซ อิเล็กทริก d_{33} เท่ากับ 310 pC/N

จากการเปรียบเทียบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและพิโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้กับงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าค่าโพลาไรเซชันคงค้าง (P_r) และค่าความเป็นเหลื่อมของวงวนฮิสเทอรีซิส (R_{sq}) ของเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ ($P_r = 24.8 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ $R_{sq} = 1.27$ ที่ $E = 20 \text{ kV}/\text{cm}$) มีค่าสูงกว่าการเตรียมโดยวิธีผสมออกไซด์ (mixed oxide method) ($P_r = 20 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ $R_{sq} = 0.95$ ที่ $E = 20 \text{ kV}/\text{cm}$) ในส่วนของค่าสนามลบกลับ (E_c) พบว่าการเตรียมเซรามิกด้วยวิธีการเผาไหม้ ($E_c = 3.96 \text{ kV}/\text{cm}$) มีค่าต่ำกว่าการเตรียมด้วยวิธีผสมเกลือหลอมเหลว ($E_c = 6 \text{ kV}/\text{cm}$)



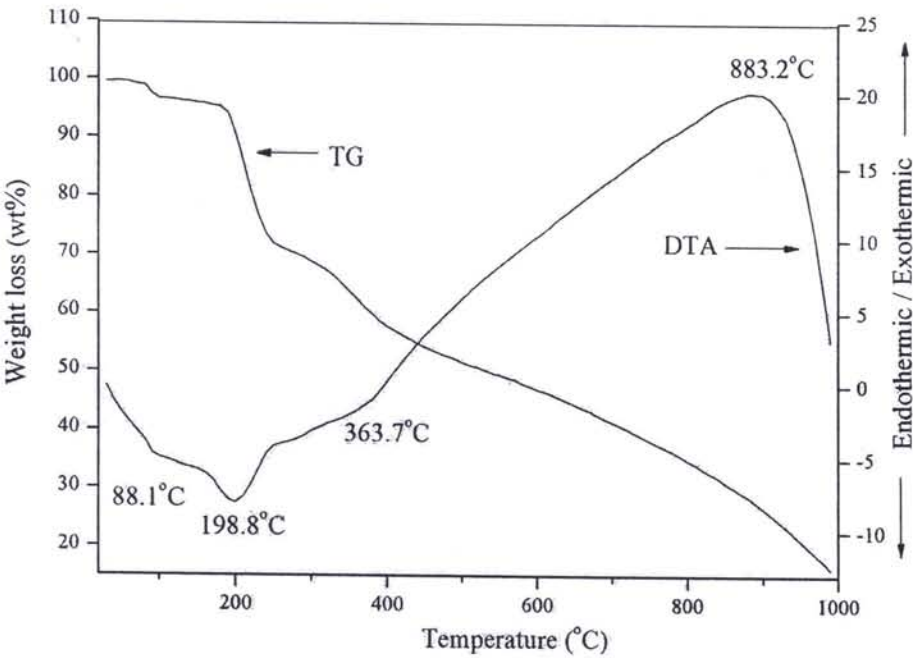
ภาพ 71 ลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PZT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสและใช้ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าในการตรวจวัดที่ (ก) 10 (ข) 20 (ค) 30 และ (ง) 40 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร

ตาราง 22 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PZT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C
ตรวจสอบด้วยใช้ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ

ค่าสนามไฟฟ้า	P_r	E_c	P_s	R_{sq}
kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	
10	22.42	4.51	26.54	1.33
20	24.88	4.73	30.72	1.27
30	25.62	4.69	32.67	1.11
40	26.13	4.84	33.72	0.90

ผลการเตรียมเซรามิก PMN-PT-PZ ด้วยวิธีการเผาไหม้

1. การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารผสม PMN-PT-PZ ด้วยเทคนิค DTA-TG



ภาพ 72 กราฟ DTA และ TG ของสารผสม PMN-PT-PZ กับไกลซีนที่ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิในการวิเคราะห์ 10 องศาเซลเซียสต่ออนาที

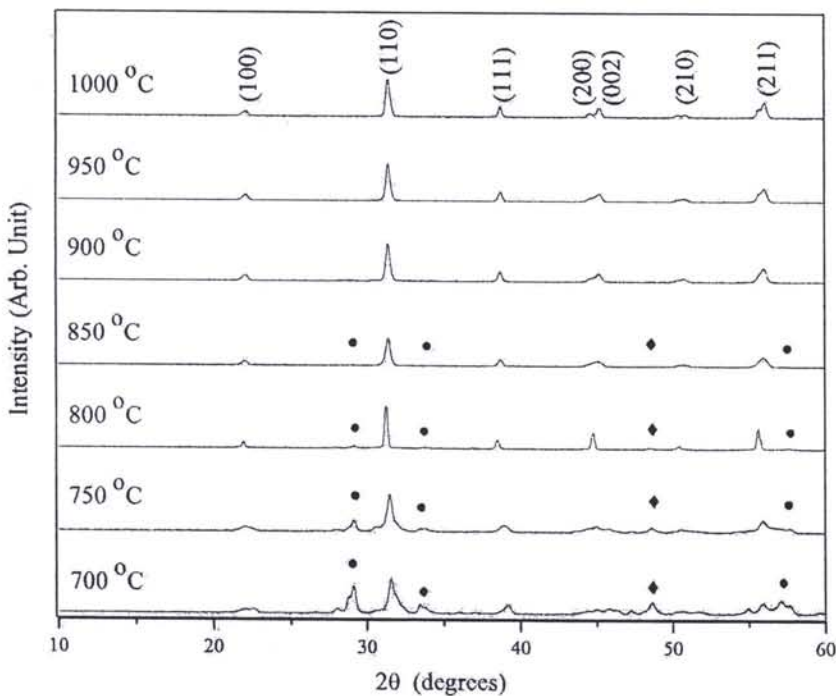
การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการวิเคราะห์เชิงความร้อนของสาร เพื่อเลือกช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ของผงตัวอย่าง PMN-PT-PZ ซึ่งแสดงในภาพ 72 จากผลการตรวจทดสอบสารผสมของ PMN-PT-PZ ที่ประกอบด้วยสารตั้งต้น PbO , $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Nb_2O_5 , TiO_2 และ ZrO_2 ผสมกับไกลซีน ($C_2H_5NO_2$) ที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการเผาไหม้ในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 จากการพิจารณากราฟ TG ซึ่งแสดงร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของสารพบว่าเส้นกราฟมีการเปลี่ยนแปลงความชันเป็น 4 ช่วง โดยช่วงแรกเกิดการเปลี่ยนแปลงที่ช่วงอุณหภูมิ 30-90 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการระเหยของน้ำเนื่องจากความชื้นในสารผสม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 88.1 องศาเซลเซียส ของกราฟ DTA การเปลี่ยนแปลงความชันในช่วงที่สองและช่วงที่สามของกราฟ TG เกิดขึ้นที่ช่วงอุณหภูมิ 100-200 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิมากกว่า 200 แต่น้อยกว่า 400 องศาเซลเซียส เกิดการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการหลอมเหลวของไกลซีนและการระเหยของน้ำและก๊าซที่เกิดจากการสลายตัวของไกลซีนแสดงในสมการที่ 4.4 ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 198.8 และ 363.7 องศาเซลเซียส และการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟ TG ในช่วงสุดท้ายที่ช่วงอุณหภูมิมากกว่า 400 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงการสูญเสียน้ำหนักอย่างต่อเนื่อง พบว่าสอดคล้องกับกระบวนการคายความร้อน (exothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ ประมาณ 883.2 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจเกิดจากการเปลี่ยนเฟส หรือ การเกิดปฏิกิริยาเคมีของสารผสม ดังนั้นเพื่อตรวจสอบสาเหตุดังกล่าวนี้จึงนำสารผสมไปเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 700-1000 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำการตรวจสอบการก่อเกิดเฟสที่ปรากฏด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



2. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของ PMN-PT-PZ

การเตรียมผงผลึก PMN-PT-PZ ด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ตั้งแต่ 700-1000 องศาเซลเซียส จากการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของผงผลึก PMN-PT-PZ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ได้ผลแสดงดังภาพ 73 ซึ่งจะเห็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของผงผลึก PMN-PT-PZ แสดงโครงสร้างผลึกเป็นแบบเทตระโกนอล (tetragonal) [9] และเมื่อพิจารณาพีคของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่า 900 องศาเซลเซียส พบว่ามีพีคแปลกปลอมเกิดขึ้นบริเวณตำแหน่ง 2θ ประมาณ 29 33 48 และ 57 องศา ซึ่งจากการตรวจ

วิเคราะห์พีคแปลกปลอมเหล่านี้ พบว่าที่มุม 29 33 และ 57 พีคสอดคล้องกับพีคของผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 30-711 ที่มีสูตรทางเคมีคือ $Pb_2Nb_2O_7$ และมีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และที่มุมประมาณ 48 องศา พีคกราฟแสดงพีคของผลึก MgO ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 01-1235 ที่มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก (cubic) จากข้อมูลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PT-PZ สามารถคำนวณหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PT-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ จากผลการคำนวณพบว่า เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณของเฟสแปลกปลอมของ $Pb_2Nb_2O_7$ และ MgO มีปริมาณลดลง ส่งผลให้ผงผลึก PMN-PT-PZ มีค่าความบริสุทธิ์ที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 23 ดังนั้นพบว่าที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ใช้เวลาเผาแซ่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงผลึก PMN-PT-PZ เนื่องจากเงื่อนไขดังกล่าวผงผลึกแสดงค่าร้อยละความบริสุทธิ์สูงสุด คือ 100 เปอร์เซ็นต์



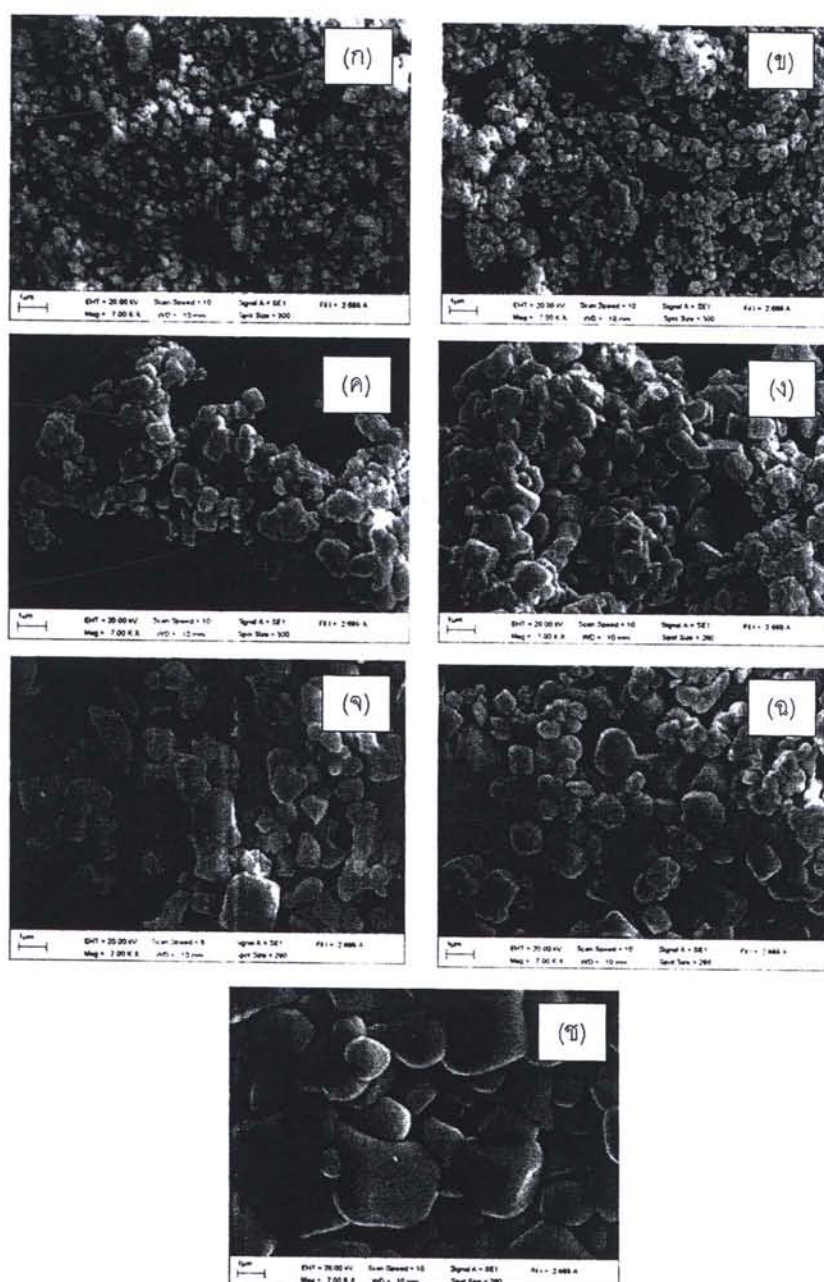
ภาพ 73 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก PMN-PT-PZ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดย (●) $Pb_2Nb_2O_7$ and (◆) MgO

ตาราง 23 ค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก PMN-PT-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
700	67.8
750	85.4
800	94.8
850	98.8
900	100.0
950	100.0
1000	100.0

3. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PT-PZ

หลังจากการเตรียมผงผลึก PMN-PT-PZ ด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PT-PZ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ดังแสดงภาพ 74 พบว่าผงผลึก PMN-PT-PZ ที่ใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่ำนั้น ผงผลึกมีลักษณะค่อนข้างกลมและอนุภาคของผงผลึกมีการรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น และเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้น พบว่าผงผลึกเริ่มมีลักษณะที่เป็นเหลี่ยมมากขึ้นและขนาดที่ใหญ่ขึ้น โดยที่อุณหภูมิแคลไซน์ 1000 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ว่าอนุภาคของผงผลึกเริ่มมีการเชื่อมติดกันกับอนุภาคข้างเคียง จากภาพ SEM จะเห็นได้ว่าขนาดของผงผลึก PMN-PT-PZ มีขนาดไม่ค่อนข่มสม่ำเสมอโดยมีขนาดเฉลี่ยของอนุภาคประมาณ 0.12-2.51 ไมโครเมตร ขนาดเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PT-PZ มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นดังแสดงในตาราง 24



ภาพ 74 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของผลึก PMN-PT-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 700 (ข) 750 (ค) 850 (ง) 900 (จ) 950 และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

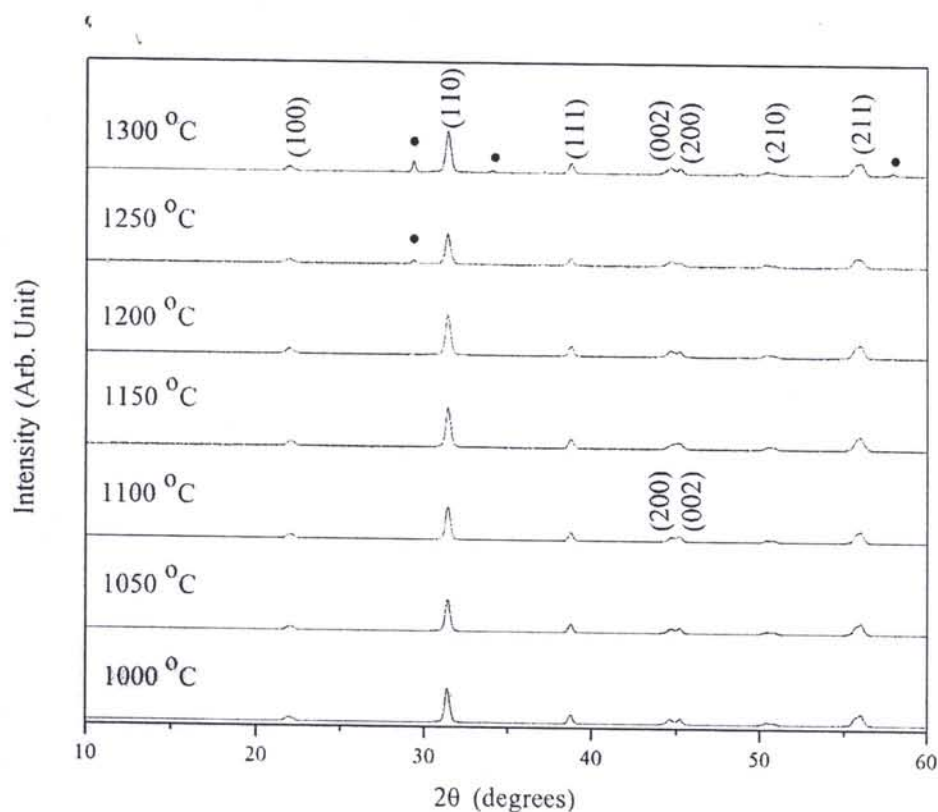
ตาราง 24 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก PMN-PT-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ
ระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
700	0.12
750	0.32
800	0.83
850	1.03
900	1.12
950	1.35
1000	2.51

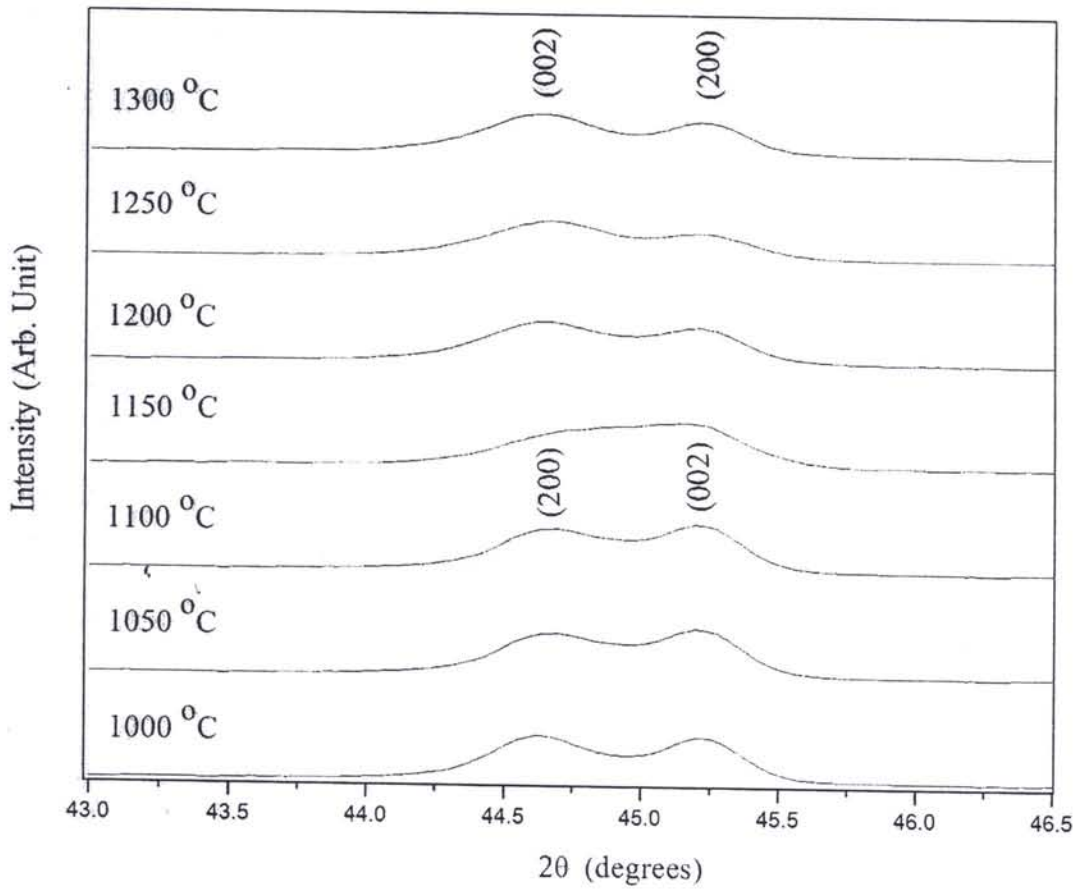
4. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิก PMN-PT-PZ

เมื่อเตรียมผงผลึก PMN-PT-PZ ที่บริสุทธิ์จากนั้นทำการขึ้นรูปด้วยอัดเป็นเม็ดและทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส เมื่อได้เม็ดเซรามิกที่ผ่านการซินเตอร์แล้วทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ดังแสดงผลดังภาพ 75 พบว่าเซรามิกแสดงโครงสร้างเฟสเพอโรฟสไกต์เป็นแบบผลมระหว่างโครงสร้างเทระโกนอล (tetragonal) กับรอมโบฮีดรอล[9] ที่บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิซินเตอร์ ระหว่าง 1000-1100 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากเทระโกนอลเป็นรอมโบฮีดรอล ซึ่งจากการตรวจวิเคราะห์เซรามิกด้วยรังสีเอกซ์ที่มุม 43-46.5 องศาแสดงในภาพ 76 จากภาพจะเห็นว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำพีคกราฟแสดงระนาบการเลี้ยวเบนคือ (200)(002) โดยค่าความสูงของพีคที่ระนาบ (002) จะสูงกว่าพีคที่ระนาบ (200) ซึ่งแสดงระนาบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแบบเทระโกนอล และที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1150 องศาเซลเซียส พบว่าพีคกราฟมีการบวมเกิดขึ้นซึ่งเกิดการรวมกันของพีคกราฟและเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1150 องศาเซลเซียส พบว่าพีคกราฟได้มีการแยกกันและมีการเปลี่ยนแปลงระนาบการเลี้ยวเบนเกิดโดย พีคที่ระนาบ (002) จะต่ำกว่าพีคที่ระนาบ (200) ซึ่งการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวเนื่องจากเซรามิก PMN-PT-PZ มีอัตราส่วนของอยู่บริเวณรอยต่อโครงสร้างเฟสระหว่างเทระโกนอลกับรอมโบฮีดรอลทำให้เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูง พบว่าเซรามิกแสดงโครงสร้างผลึกของเซรามิกแสดงโครงสร้างเฟสรอมโบฮีดรอลมากขึ้นและยัง

พบว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1200 องศาเซลเซียส เซรามิกแสดงโครงสร้างเฟสเพอร์รอฟสไกต์ที่ไม่บริสุทธิ์ เนื่องจากมีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นบริเวณตำแหน่ง 2 θ ประมาณ 29 33 และ 57 องศา ซึ่งจากการตรวจวิเคราะห์ฟีดแบ็กแปลกปลอมเหล่านี้ สอดคล้องกับฟีดของผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐานหมายเลข JCPDS 30-711 ที่มีสูตรทางเคมีคือ $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ และมีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก (monoclinic) การเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและเกิดเฟสแปลกปลอมดังที่กล่าวมานั้น เนื่องจากการระเหยของตะกั่วซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำ ส่งผลให้เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงทำให้สารเหล่านี้เกิดการระเหย ทำให้อัตราส่วนของสารประกอบในเซรามิกเกิดการผิดเพี้ยนจึงทำให้โครงสร้างของเซรามิกเปลี่ยนไป จากการหาค่าร้อยละความบริสุทธิ์พบว่ามีความต่ำมากดังแสดงในตาราง 25 [9, 22, 23]



ภาพ 75 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PT-PZ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดย (●) $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$

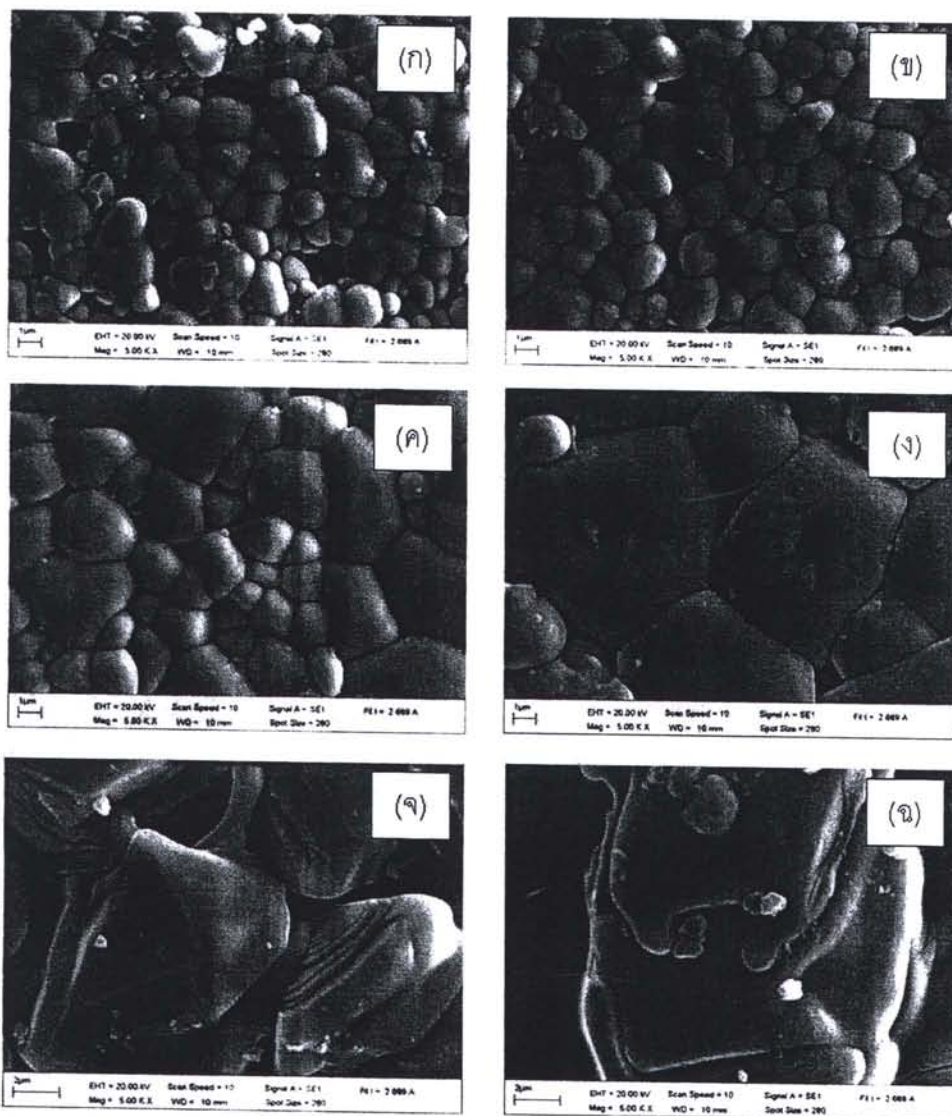


ภาพ 76 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ระหว่างมุม 43-46.5 องศา ของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงอัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่ออนาที

5. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PT-PZ

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่เผาซินเตอร์ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 1000-1250 องศาเซลเซียส ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะทางกายภาพสองแบบ คือ เกรนมีลักษณะค่อนข้างกลมซึ่งจะพบในตัวอย่างของเซรามิกที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ และเกรนที่มีลักษณะเป็นทรงหลายเหลี่ยมจะพบในตัวอย่างของเซรามิกที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงดังแสดงในภาพ 77 และที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1000 องศาเซลเซียส พบว่าเกรนมีการผ่นึกตัวน้อย เนื่องจากจุดสัมผัสระหว่างเกรนยังมีน้อยทำให้เซรามิกมีรูพรุนจำนวนมาก (ภาพ 77(ก)) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการซินเตอร์ที่ระหว่าง 1050-1100 องศาเซลเซียส พบว่าเกรนของเซรามิกมีการแพคตัวกันหนาแน่นมากยิ่งขึ้น โดยจะเห็นว่าจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคยังมีมากขึ้นและรูพรุนและช่องว่างระหว่างเกรนลดลง และ

พบว่าเกรนมีขนาดเล็กใหญ่ปะปนกัน ซึ่งลักษณะที่เกิดขึ้นนี้อยู่ในระหว่างการเจริญเติบโตของเกรน ซึ่งเป็นกระบวนการที่ขนาดของเกรนมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องในระหว่างที่มีการให้ความร้อน การเติบโตของเกรนนั้นเกิดจากการเคลื่อนตัวของขอบเกรนที่ได้รับแรงขับเคลื่อนจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของเกรนที่อยู่ระหว่างขอบเกรนทั้งสองข้าง ทำให้ขอบเกรนมีการเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางความโค้ง โดยอาศัยการแพร่ผ่านแนวความโค้งเข้ามาทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้า ซึ่งเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรนลงด้วยการเติบโตของเกรนเพื่อให้ระบบมีพลังงานลดลงและมีความเสถียรมากขึ้น (ภาพ 77(ข)(ค)) และที่อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ 1150 องศาเซลเซียส พบว่าเกรนมีการเติบโตมากและเกรนบางเกรนมีการเติบโตผิดปกติ (ภาพ 77(ง)) ซึ่งการเติบโตผิดปกติ นั้นเกิดจากขอบเกรนส่วนใหญ่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้จะมีเพียงเกรนที่โตที่มีขอบเกรนโค้งมากที่สุดเท่านั้นที่เกิดการเคลื่อนที่และจากภาพจะเห็นว่าเกรนเริ่มมีหลุมบริเวณกึ่งกลางของเกรนและมีช่องว่างเกิดขึ้นที่รอยต่อระหว่างขอบเกรน เนื่องจากอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงทำให้เกิดการระเหยของตะกั่วที่ผิวเซรามิก [22, 23] เมื่อเผาซินเตอร์เซรามิกที่อุณหภูมิ 1200-1250 องศาเซลเซียส พบว่าเกรนของเซรามิกได้มีหลุมตัวรวมและขอบเกรนช่องว่างจำนวนมาก (ภาพ 77(จ)(ฉ)) เนื่องจากการที่ใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงมากกว่าจุดหลอมเหลวของสารตั้งต้นจึงส่งผลเกรนและทำให้เกิดหลอมตัวของเกรนและมีการระเหยของสารตั้งต้นจำนวนมากทำให้ขอบเกรนเกิดช่องว่างขนาดใหญ่ ทำให้อัตราส่วนทางเคมีของสารตั้งต้นในเซรามิกผิดเพี้ยนไป ส่งผลทางด้านสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก [9, 22, 23] ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดย XRD และจากภาพถ่าย SEM ที่แสดงบริเวณผิวของเซรามิก PMN-PT-PZ สามารถคำนวณหาขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1150 องศาเซลเซียส เท่านั้น เนื่องจากอุณหภูมิสูงกว่านี้ไม่สามารถวัดขนาดของเกรนได้ พบว่าเซรามิกมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.77-6.02 ไมโครเมตร โดยขนาดเกรนเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้นดังแสดงในตาราง 25



ภาพ 77 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 (ข) 1050 (ค) 1100 (ง) 1150 (จ) 1200 และ (ฉ) 1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตาราง 25 ขนาดเกรนเฉลี่ยและร้อยละความบริสุทธิ์ของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่เผา
ซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	ร้อยละความบริสุทธิ์ (%)
1000	1.77	100
1050	2.21	100
1100	2.97	100
1150	6.02	100
1200	-	100
1250	-	85.58
1300	-	82.36

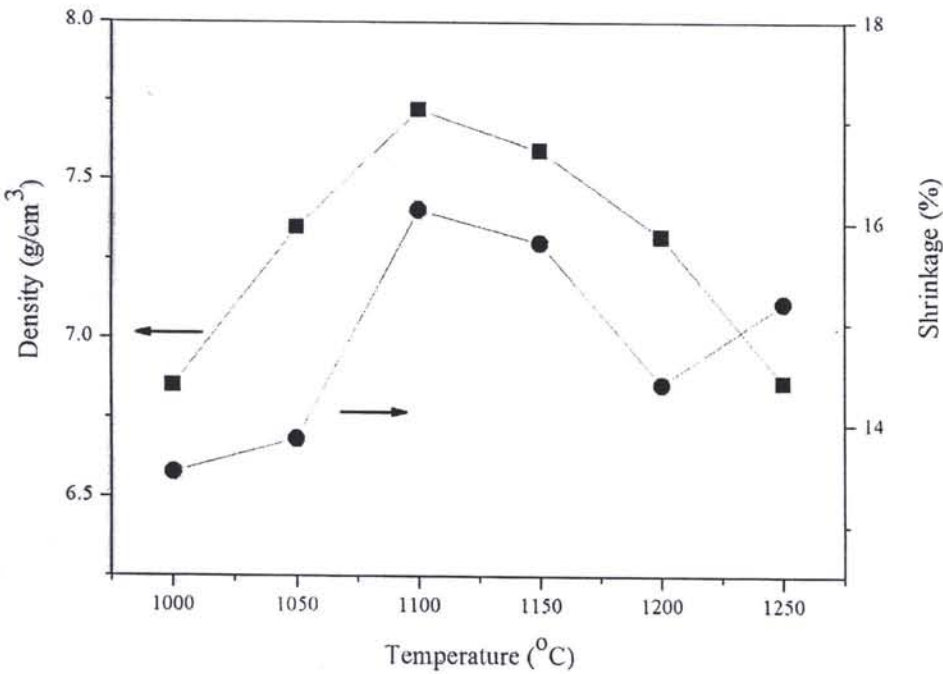


6. สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PT-PZ

ภายหลังจากการเผาซินเตอร์เซรามิก PMN-PT-PZ เสร็จเรียบร้อยแล้วก็นำเซรามิกที่ได้มาศึกษาสมบัติทางกายภาพในส่วนของคุณสมบัติความหนาแน่นและการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก โดยผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 26 พบว่าได้ว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นค่าความหนาแน่นของเซรามิกและการหดตัวเชิงปริมาตรมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่อยูระหว่างอุณหภูมิของผงผลึกเริ่มถูกกำจัดออกไป ซึ่งกระบวนการซินเตอร์ในระยะแรกนั้นก่อให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคและมีการเกิดคอ (neck) ที่เกิดขึ้นบริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาค ทำให้อนุภาคผงผลึกมีการผนึกตัวกันแน่นมากขึ้น เพื่อลดพื้นที่และพลังงานของพื้นผิว จากนั้นเกรนและขอบเกรนจะมีการเคลื่อนที่ก่อให้เกิดการการเติบโตของเกรนและส่งผลให้ช่องว่างที่เกิดจากอุณหภูมิเริ่มเกิดการเชื่อมติดกัน ช่วงระยะสุดท้ายอุณหภูมิจะเริ่มถูกปิดลงและค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากเนื้อเซรามิก ซึ่งอาศัยหลักในการแพร่ของอากาศจากอุณหภูมิออกมาที่ขอบเกรนเซรามิก และพบว่าอุณหภูมิซินเตอร์ 1100 องศาเซลเซียส เซรามิก PMN-PT-PZ มีค่าความหนาแน่นและค่าความหดตัวเชิงเส้นสูงที่สุดโดยมีค่าประมาณ 7.72 กรัม/ลบ. ซม. และ 16.13, % ดังภาพ 78 เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงขึ้นพบว่าค่าความหนาแน่นและค่าความหดตัวเชิงเส้นมีแนวโน้มลดลง ซึ่งมีสาเหตุเนื่องมาจากการระเหยของตะกั่วในเซรามิกที่ส่งผลให้เกิดอุณหภูมิในเนื้อเซรามิกมากขึ้น [22, 23]

ตาราง 26 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PT-PZ ชินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิเผาซินเตอร์ (°C)	ค่าความหนาแน่น (g/cm ³)	ร้อยละของการหดตัว (%)
1000	6.85	13.53
1050	7.35	13.86
1100	7.72	16.13
1150	7.59	15.80
1200	7.32	14.4
1250	6.86	15.2
1300	-	-

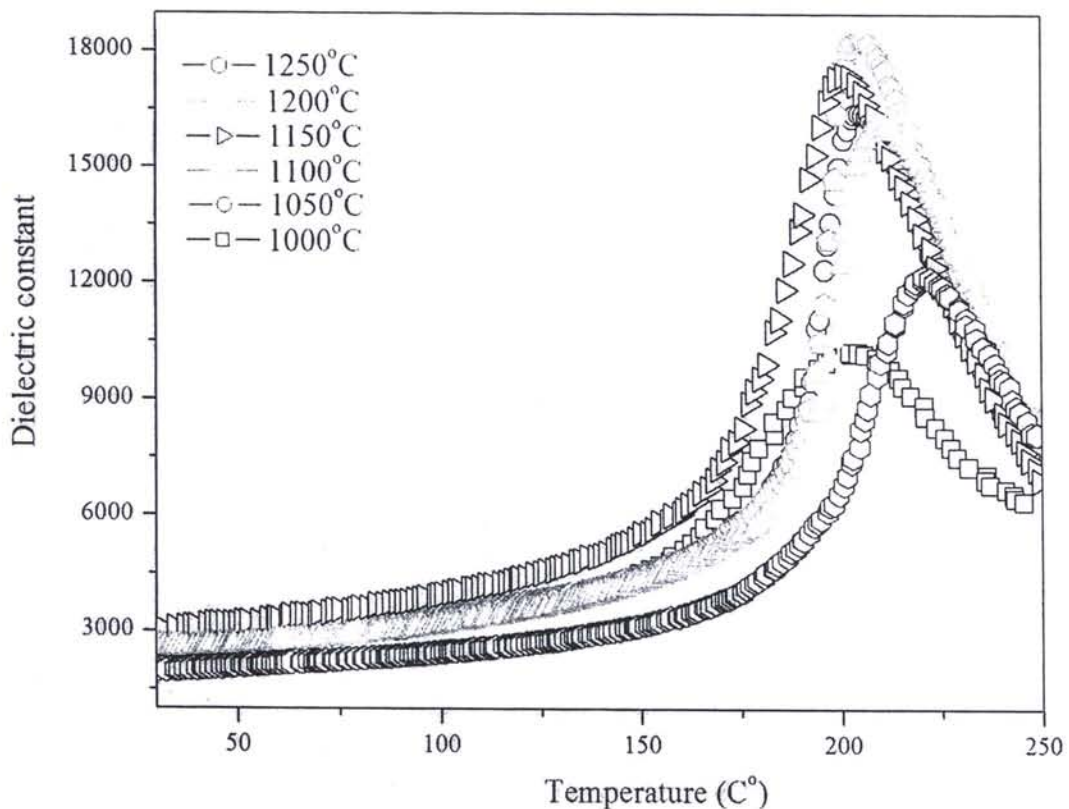


ภาพ 78 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นและการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก PMN-PT-PZ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

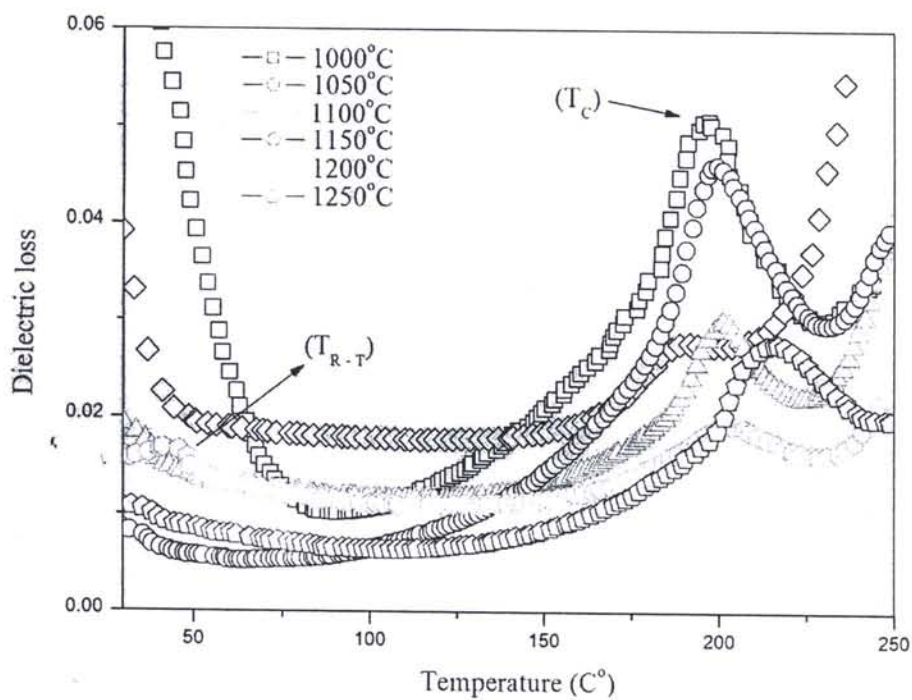
7. สมบัติค่าคงที่ไดอิเล็กทริกทางไฟฟ้าของเซรามิก PMN-PT-PZ

ผลการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT-PZ เเผาะซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ให้ความถี่ในการวัด 1 กิโลเฮิร์ต แสดงดังภาพ 79 และ 80 จากภาพ 79 จะเห็นว่าเส้นกราฟแสดงความสัมพันธ์ของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิแสดงลักษณะของเส้นกราฟที่มีค่าสูงสุดเพียงค่าเดียว และจากภาพ 80 จะเห็นได้ว่าเส้นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิมียลักษณะของเส้นกราฟเป็นสองลักษณะ คือ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ที่ 1000-1150 องศาเซลเซียส เส้นกราฟมีลักษณะเป็นพีกที่มีค่าสูงสุดเพียงค่าเดียวซึ่งลักษณะดังกล่าวนี้เซรามิกจะมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเพียงช่วงเดียว และที่อุณหภูมิที่อุณหภูมิซินเตอร์ที่ 1200 และ 1250 องศาเซลเซียส เส้นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิมียแปลงความชันเป็นสองช่วง ซึ่งเส้นกราฟลักษณะนี้จะแสดงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเซรามิกเป็นสองช่วงซึ่งจะกล่าวในรายละเอียดในภายหลัง การวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง (ϵ) ของเซรามิก PMN-PT-PZ พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์เพิ่มขึ้น จนถึงที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1150 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าลดลง ในส่วนของค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ที่อุณหภูมิห้องมีค่าประมาณ 0.01-0.08 โดยพบว่าอุณหภูมิในการเผาะซินเตอร์ไม่มีผลต่อค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในตารางที่ 27 จากการวิเคราะห์กราฟค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกจะพบว่าเซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสองช่วง คือ ช่วงที่หนึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิน้อยกว่า 50 องศาเซลเซียส โดยอุณหภูมิดังกล่าวเรียกว่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส (T_{R-T}) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากระบบโรไทโทโรลเป็นเททรากอนอล การเปลี่ยนแปลงดังที่กล่าวมานี้จะพบในเซรามิกซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง ซึ่งสอดคล้องกับการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และช่วงที่สองเป็นการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากเททรากอนอลเป็นคิวบิก ซึ่งระหว่างการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจะมีการเปลี่ยนแปลงสมบัติจากเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นพาราอิเล็กทริก ซึ่งอุณหภูมิในช่วงการเปลี่ยนดังกล่าว คือ อุณหภูมิคูรี (T_c) จากการวิเคราะห์ T_c ของเซรามิก PMN-PT-PZ พบว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นอุณหภูมิคูรีมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยมีค่าเพิ่มจาก 200 ถึง 221 จากการวิเคราะห์ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 11124.96 ถึง 18337.20 เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 1000 ถึง 1100 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่าอุณหภูมิดังกล่าวค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าลดลง ในขณะที่ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0.019-0.049 โดยพบว่าอุณหภูมิซินเตอร์ไม่ส่งผลต่อค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีดังแสดงในตาราง 27

จากผลการทดลองสามารถวิเคราะห์ผลของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT-PZ มีค่าสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น ดังจะเห็นได้จากตัวอย่างที่มีค่าความหนาแน่นสูงซึ่งส่งผลให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงและค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำ ซึ่งค่าความหนาแน่นและสมบัติไดอิเล็กทริกมีความสัมพันธ์ เนื่องจากปริมาณของ space charge ที่เกิดขึ้นในเซรามิก ซึ่งปริมาณของ space charge ขึ้นอยู่กับระยะห่างของช่องว่างในผลึก (lattice vacancies) หรือความบริสุทธิ์ของพันธะในอะตอมที่เกิดขึ้นภายในเกรน (impurity atoms bounding inside grain boundary) และการก่อรูปของผนังโดเมน (domain wall) โดยการเกิดของ space charge จะไปยับยั้งการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนซึ่งจะขัดขวางการเกิดโพลาไรเซชัน ด้วยเหตุนี้ตัวอย่างเซรามิกที่มีค่าความหนาแน่นสูงจะมีปริมาณของ space charge ในปริมาณน้อย เนื่องจาก space charge ที่อยู่บริเวณขอบเกรนถูกกำจัดออกไปเพราะเกรนมีการเติบโตทำให้เกรนชิดกันมากขึ้นที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ที่เหมาะสมและเมื่ออุณหภูมิการซินเตอร์สูงเกินไป ส่งผลทำให้ตะกั่วเกิดการระเหยทำให้เซรามิกเกิดรูพรุนและพบว่าค่าความหนาแน่นลดลง ทำให้สมบัติไดอิเล็กทริกแยลง [51]



ภาพ 79 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ



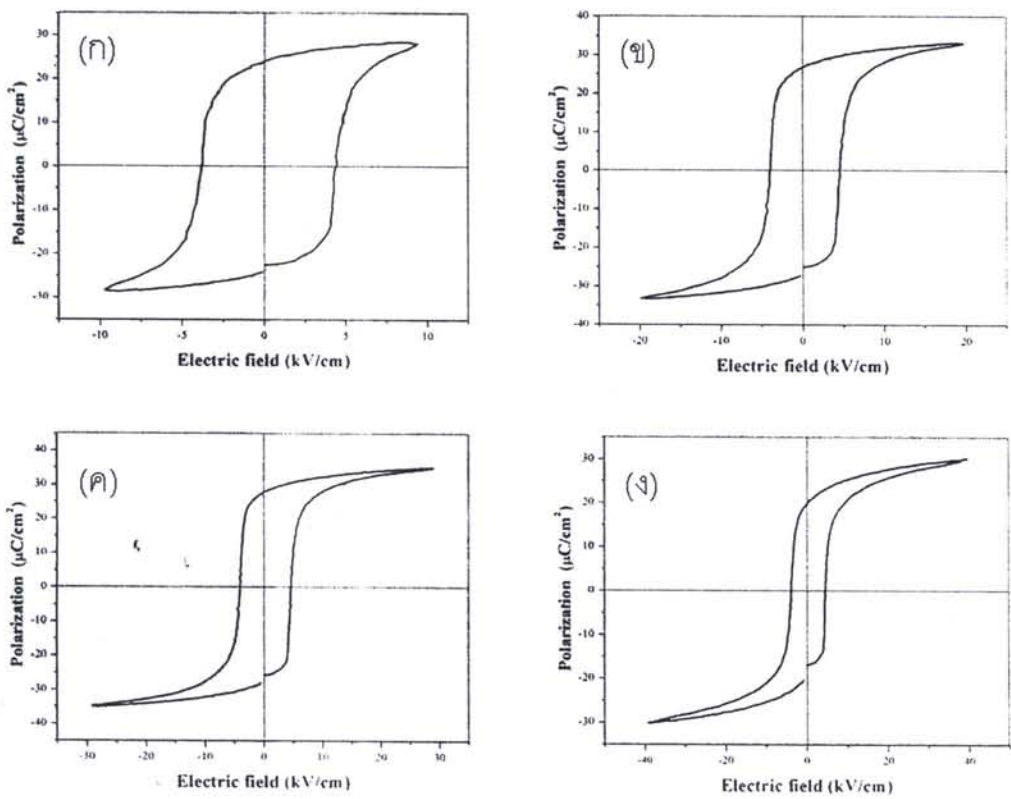
ภาพ 80 ค่าตัวประกอบการสูญเสียไดอิเล็กตริกของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

ตาราง 27 สมบัติไดอิเล็กตริกของเซรามิก PMN-PT-PZ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิเผา ซินเตอร์(°C)	ϵ_r อุณหภูมิห้อง	$\tan \delta$ อุณหภูมิห้อง	T_c (°C)	ϵ_r อุณหภูมิคูรี	$\tan \delta$ อุณหภูมิคูรี
1000	2497.73	0.084	200.8	11124.96	0.049
1050	2563.45	0.064	202.9	16436.36	0.043
1100	2766.70	0.021	205.0	18337.20	0.028
1150	2935.83	0.010	204.4	17429.55	0.027
1200	2600.31	0.016	207.6	16103.74	0.019
1250	1940.91	0.011	221.7	12198.83	0.026

8. ค่าสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและสมบัติพิโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT-PZ

จากการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่มีค่าความหนาแน่นสูงสุด ซึ่งได้จากการซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 และใช้สนามไฟฟ้าในการตรวจวัดที่ 10-40 กิโลโวลต์ ดังแสดงในภาพ 81 จากภาพจะเห็นได้ว่าลักษณะของวงวนฮิสเทรีซิสของเซรามิกมีลักษณะที่ต่างกัน โดยวงวนมีลักษณะที่แคบลงเมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้น และจากการวิเคราะห์ค่าสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน (remanent polarization; P_r) และค่าสนามลบกลับ (coercive field; E_c) พบว่าค่า P_r และค่า E_c มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจาก 26.91 ถึง 28.14 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ 4.48-4.42 kV ตามลำดับ เมื่อค่าความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 29 จากการคำนวณหาค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทรีซิส (loop squarness; R_{sq}) ซึ่งคำนวณจากสมการ $R_{sq} = (P_r/P_s) + (P_{1.1E_c}/P_s)$ โดยที่ค่า P_s คือ ค่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (spontaneous Polarization) และค่า $P_{1.1E_c}$ คือ ค่าโพลาริเซชันที่ตำแหน่ง $1.1E_c$ [54] และค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทรีซิสในอุดมคติมีค่าเท่ากับ 2 [55] จากการคำนวณพบว่าค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทรีซิสของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ มีค่าอยู่ที่ประมาณ 1.13-1.6 และพบว่าเมื่อความศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นไม่ส่งผลต่อค่าความเป็นเหลี่ยมของวงวนฮิสเทรีซิส ดังแสดงในตาราง 28 จากการวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก d_{33} ของเซรามิก PMN-PT-PZ ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C พบว่าเซรามิกแสดงค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก d_{33} เท่ากับ 266 pC/N



รูป 81 ลักษณะวงวนฮิสเทอริซิสของเซรามิก PMN-PT-PZ ชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสและใช้ความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าในการตรวจวัดที่ (ก) 10 (ข) 20 (ค) 30 และ (ง) 40 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร

ตาราง 28 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PT-PZ ชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C ตรวจสอบด้วยความต่างศักย์ของสนามไฟฟ้าต่างๆ

ค่าสนามไฟฟ้า	P_r	E_c	P_s	R_{sq}
kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	kV/cm	$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	
10	28.02	4.48	24.10	1.60
20	26.91	4.52	33.04	1.17
30	27.84	4.60	34.92	1.20
40	28.14	4.72	36.11	1.13