

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ อิทธิพลสารเจือระดับนาโนต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและค่าความแข็ง ระดับจุลภาคเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช พืชมาก และคณะ

พฤศจิกายน 2554

สัญญาเลขที่ R2554B079

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ อิทธิพลสารเจือระดับนาโนต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและ ค่าความแข็งระดับจุลภาคเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต

คณะผู้วิจัย

- ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช พืชมาก สังกัดภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก
- นางสาวณัฐยา ต๊ะวิไชย (นักศึกษาปริญญาเอก) สังกัดภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่

สนับสนุนโดยงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยนเรศวร

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนันสนุนจากงบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร ประจำปี งบประมาณ 2554 ทำให้การทำงานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี ผู้ทำวิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างสูงยิ่ง ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.กอบวุฒิ รุจิจนากุล ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ให้คำปรึกษาแนะนำทักษะในการทำงานวิจัย และ ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร.ทวี ตันฆศิริ ที่เอื้ออำนวยความสะดวกในด้านสถานที่ อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัย ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กโทรเซรามิก คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ พร้อมให้การสนับสนุนในทุกด้าน จึงทำให้โครงการวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ทุกท่าน ทั้งบุคคลที่มีส่วนเกี่ยวข้องกับโครงการวิจัยนี้ในห้องปฏิบัติการ วิจัยอิเล็กโทรเซรามิก มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาฟิสิกส์ ในสำนักงาน เลขานุการคณะของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในด้านต่างๆ หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยขออภัย และขอรับคำแนะนำ เพื่อนำไปปรับปรุงการ

ทำงานวิจัยต่อไป

ชมพูนุช พืชมาก ณัฐยา ต๊ะวิไชย พฤศจิกายน 2554

รหัสโครงการ : R2554B079

ชื่อโครงการ : อิทธิพลสารเจือระดับนาโนต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและค่าความแข็งระดับจุลภาค เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชมพูนุช พืชมาก ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก

E-mail Address : kungmic2002@yahoo.com, chompoonuchp@nu.ac.th

ชื่อนักวิจัยร่วม : นางสาวณัฐยา ต๊ะวิไชย (นักศึกษาระดับปริญญาเอก) ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่

E-mail Address : ari_amaru@hotmail.com

ระยะเวลาโครงการ : 1 ปี (1 ธันวาคม 2553 – 30 พฤศจิกายน 2554)

งานวิจัยนี้ ได้ทำการเตรียมเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต: Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ซึ่งทำการ เตรียมผงผลึกโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำผงผลึกที่เผาแคลไซน์แล้วเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO₂) ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ทำการขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C นาน 2 ชั่วโมง ตรวจสอบ โครงสร้างเฟสและโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราดตามลำดับ หาความหนาแน่นโดยวิธีอาร์คิมิดีส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่า การสูญเสียทางไดอิเล็กทริกทำการวัดด้วยเครื่อง LCR ที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ค่าความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์ด้วยเครื่องวัดความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ พบว่าเมื่อเติม สารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ MgO และของ ZrO₂ ทำให้โครงสร้างเฟสของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีการผสมกันระหว่างโครงสร้างแบบเตตระโกนอลและรอมฮีดรอล ขนาดของเกรน เฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เล็กลง ความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงขึ้น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลง ค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กสิกตริกลดลง ค่าความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์สูงขึ้น

คำหลัก : เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃, อนุภาคระดับนาโน, โครงสร้างเฟส, โครงสร้างจุลภาค, ค่าความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์

Project Code: R2554B079

Project Title: Influence of additive nanoparticles on dielectric property and microhardness of lead zirconate titanate ceramics

Researcher: Assistant Professor Dr. Chompoonuch Puchmark

Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok

E-mail Address: kungmic2002@yahoo.com, chompoonuchp@nu.ac.th

Co-researcher: Miss Nattaya Tawichai (Ph.D program)

Department of Physics and Materials Science, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai

E-mail Address: ari_amaru@hotmail.com

Project Period: 1 Year (1 December 2010 – 30 November 2011)

In this research, preparation Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ceramics. These powders were prepared by the conventional mixed oxide method and calcined at 800 °C for 2 h. The calcined powders were mixed with (0 – 2) vol% MgO nanoparticles and (0 – 2) vol% ZrO₂ nanoparticles. The mixed powders were uniaxially pressed into pellets and sintered at 1200 °C for 2h. The phase structure and microstructural of the varied ceramics was examined by X-ray diffraction technique (XRD) and scanning electron microscopy (SEM), respectively. Density of the sintered samples was measured by Archimedes method. Dielectric constant and dielectric loss of Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ceramics were investigated using LCR meter at 1, 10, 100, 500 kHz and 1 MHz. The Vickers microhardness was studied by Vickers microhardness tester. It was found that, the phase structure of the Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0–2) vol% additive have mixed phase with tetragonal and rhombohedral phase, average grain sizes tend to decrease, the relative density tend to increased, the dielectric constant and dielectric loss were decreased, the Vickers microhardness was increased.

Keywords : Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ceramics, Nanoparticles, Phase structure, Microstructure, Vickers microhardness

Executive Summary

ในงานวิจัยเรื่องอิทธิพลสารเจือระดับนาโนต่อสมบัติไดอิเล็กทริก และค่าความแข็งระดับ จุลภาคเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O3) นี้ ได้ทำการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ โดยวิธีมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม แปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ผงผลึกตั้งแต่ 500 – 900 °C แล้วตรวจสอบโครงสร้างเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และนำพืคที่ได้ ้จากการรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มาคำนวณหาค่าความบริสุทธิ์ของผงผลึก ประสานกับ การพิจารณาจากโครงสร้างจุลภาคที่ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบ เงื่อนไขในการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ให้มีความบริสุทธิ์ได้ ณ อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 800 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเมื่อนำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มาเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับ นาโนของ MgO และของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร มาขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C แล้ว พบว่าเซรามิกที่ได้มีโครงสร้างผสมระหว่างระบบเตตระโกนอล และรอมโบฮี ดรอล ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิกที่เติมสารเจือทั้งสองชนิดมีขนาดลดลงอย่างเห็นได้ชัด ความ หนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิกที่เติมสารเจือทั้งสองชนิดมีค่าเพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดเมื่อเติมสารเจือที่มี อนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น ของเซรามิกที่เติมสารเจือมีค่าลดลงเล็กน้อย ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียความร้อนทาง ้ไดอิเล็กทริกของเซรามิกที่เติมสารเจือทั้งสองชนิดมีค่าลดลง ค่าความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์ของ เซรามิกที่เติมสารเจือมีค่าสูงขึ้นตั้งแต่ปริมาณในการเติมสารเจือเป็นร้อยละ 0.5 โดยปริมาตร

สารบัญเรื่อง

	0110001000	
บทที่		หน้า
	กิตติกรรมประกาศ	ก
	บทคัดย่อภาษาไทย	ข
	บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ዖ
	Executive Summary	ঀ
	สารบัญเรื่อง	ন
	สารบัญตาราง	ซ
	สารบัญภาพ	ฦ
	คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย	ព
1	บทน้ำ	1
	วัตถุประสงค์ของโครงการโครงการวิจัย	2
	ขอบเขตโครงการวิจัย	2
	ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
2	ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
	2.1 สมบัติไดอิเล็กทริก	4
	2.2 สมบัติเชิงกลของเซรามิก	5
	2.3 เลดเซอร์โคเนตไททาเนต	9
	2.4 เซอร์โคเนียมออกไซด์	10
	2.5 แมกนี้เซี่ยมออกไซด์	11
	2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	11
3	วิธีการวิจัย	19
	3.1 สารเคมี	19
	3.2 อุปกรณ์	20
	3.3 กระบวนการเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททาเนต	22
	3.4 กระบวนการเตรียมผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมสารเจือที่มีอนุภาค	25
	ระดับนาโนของ MgO และ ZrO ₂	
	3.5 กระบวนการเตรียมเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})0 ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	27
	นาโนของ MgO และ ZrO ₂	
	3.6 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	31

สารบัญเรื่อง (ต่อ)

บทที่		หน้า
	3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ , ผงผลึก	33
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO, ZrO ₂ และ	
	เซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO, ZrO ₂	
	3.8 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น และความหนาแน่นสัมพัทธ์	34
	3.9 การศึกษาค่าร้อยละการหดตัวหลังการเผา	36
	3.10 การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทาง	36
	ไดอิเล็กทริก	
	3.11 การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์	38
4	ผลการวิจัย และอภิปรายผลการวิจัย	40
	4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต	40
	4.2 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต	43
	4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	45
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	46
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	48
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	
	4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	49
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	
	4.7 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	50
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.8 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	51
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.9 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	53
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	
	4.10 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	54
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	

สารบัญเรื่อง (ต่อ)

บทที่		หน้า
	4.11 ผลการศึกษาความหนาแน่นของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	57
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.12 ผลการศึกษาความหนาแน่นของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	58
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	
	4.13 ผลการศึกษาค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก	60
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.14 ผลการศึกษาค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก	61
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	
	4.15 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อน	63
	ทางไดอิเล็ก ทริกของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	
	นาโนของ MgO	
	4.16 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อน	71
	ทางไดอิเล็ก ทริกของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	
	นาโนของ ZrO ₂	
	4.17 ผลการศึกษาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก	79
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO	
	4.18 ผลการศึกษาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก	81
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂	
5	สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ	84
	5.1 สรุปผลการทดลอง	84
	5.2 ข้อเสนอแนะ	86
	2 A	
	เอกสารอางอิง อ.ศ. สี่ระ	87
	Output ทเดจากเครงการ	90
	ภาคผนวก	91

สารบัญตาราง

ตาราง		หน้า
2.1	ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทาง	5
	ไดอิเล็กทริกของเซรามิกเฟร์โรอิเล็กทริกบางชนิด	
2.2	สมบัติเชิงกลของเซรามิกบางชนิด	6
4.1	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500–900 [°] C	41
4.2	ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน	52
	ของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.3	ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน	55
	ของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.4	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	57
	นาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่	
	อุณหภูมิ 1200 $^\circ$ C	
4.5	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	58
	นาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่	
	อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.6	ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาค	60
	ระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่	
	อุณหภูมิ 1200 $^\circ $ C	
4.7	ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาค	61
	ระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่	
	อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.8	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	64
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง		หน้า
4.9	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	65
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 $^\circ \! C$	
	วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.10	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	66
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0–2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.11	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	67
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.12	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	68
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.13	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	70
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง	
4.14	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	72
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.15	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	73
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง		หน้า
4.16	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	74
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.17	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	75
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.18	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	76
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.19	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	78
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง	
4.20	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ เมื่อ	80
	เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.21	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ เมื่อ	82
	เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	

สารบัญรูปภาพ

รูปที่		หน้า
2.1	ลำดับความแข็งของวัสดุตามสเกล Mohs	7
2.2	ลักษณะหัวกดและรอยกดแบบวิกเกอร์	8
2.3	ลักษณะหัวกดและรอยกดแบบนูป	9
2.4	เฟสไดอะแกรมของสารในระบบ PZT	10
2.5	ความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนเทียบกับปริมาณ PMMA	12
2.6	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนเทียบกับความถื่	13
2.7	ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนเทียบกับ ความถื่	13
2.8	ภาพถ่าย SEM บริเวณรอยหักของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนต่างกันของ	14
	(ก) PZT/10PMMA, (ข) PZT/30PMMA และ (ค) PZT/50PMMA	
2.9	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก PMS-PZT ที่ผ่านการเผา	15
	แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 [°] C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	
2.10	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMS-PZT ที่ผ่านการเผา	15
	ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	
2.11	ภาพถ่าย SEM บริเวณรอยหักของเซรามิก PMSZT2 ที่แปรค่าอุณหภูมิใน	16
	การเผาซินเตอร์ (ก) 1100 $^\circ$ C, (ข) 1150 $^\circ$ C, (ค) 1200 $^\circ$ C, (ง) 1250 $^\circ$ C และ	
	(จ) 1300 [°] C	
2.12	ค่า K _p และ Q _m เทียบกับปริมาณการเติม PMS ของเซรามิก PMS-PZT	16
2.13	ค่า d₃₃ เทียบกับปริมาณการเติม PMS ของเซรามิก PMS-PZT	17
2.14	ค่า $m{arepsilon}_{ m r}$ และ tan δ เทียบกับปริมาณการเติม PMS ของเซรามิก PMS–PZT	17
2.15	(ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PZT บริสุทธิ์ ผง ZnO ในระดับ	18
	นาโน และผงPZT/ZnO (ข) ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก ZnO/PZT เมื่อเติม	
	ZnO ระดับนาโนในปริมาณ 20 vol%	
2.16	ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของไดอิเล็กทริก ɛ เทียบกับปริมาณการเติม ZnO	18
	ระดับนาโนของเซรามิก ZnO/PZT คอมโพสิต (a) ที่ความถี่ 10 ³ และ 10 ⁶ Hz	
	(25 °C) และ (b) ที่ -100 และ 10 °C (10 ³ Hz)	

รูปที่		หน้า
3.1	เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001 กรัม	22
3.2	แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋อง เพื่อบดย่อยผสมสารแบบ	22
	Ball milling	
3.3	เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก	23
3.4	เตาไฟฟ้าสำหรับเผาแคลไซน์และเผาซินเตอร์	23
3.5	แผนภาพการเผาแคลไซน์	23
3.6	แผนผังการเตรียมผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	24
3.7	เครื่อง Ultrasonic Processor ที่ใช้ในการกระจายอนุภาคของสารเจือ MgO	26
	และ ZrO ₂	
3.8	แผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่ผสมสารเจือระดับ	26
	นาโนของ MgO และ ZrO ₂	
3.9	แม่พิมพ์โลหะ	27
3.10	เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก	27
3.11	การจัดเรียงชิ้นงานบนถาดอะลูมินา	27
3.12	แผนผังการเผาเพื่อกำจัด PVA	28
3.13	การจัดเรียงชิ้นงานในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์	28
3.14	แผนภาพการเผาซินเตอร์	29
3.15	เครื่องอัลตราโซนิก	29
3.16	เตาอบไฟฟ้า	29
3.17	แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	30
	ที่มีสารเจืออนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO ₂	
3.18	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	31
3.19	หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบน	32
	ของรังสีเอกซ์	
3.20	เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์	32
3.21	เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620	33
3.22	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP	34

รูปที่		หน้า
3.23	เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม สำหรับหาค่าความหนาแน่น	35
	ของชิ้นงาน	
3.24	จานหมุนสำหรับขัดสารตัวอย่าง	37
3.26	ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์	38
3.22	LCR meter รุ่น E 4980 A 20Hz–2 MHz	31
3.27	เครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค	39
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่ยังไม่เผา	40
	แคลไซน์และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 900 [°] C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	
	ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที	
4.2	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ ที่เผาแคลไซน์ ณ	41
	อุณหภูมิ 500 - 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน	
	5 [°] C/นาที	
4.3	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่เผา	42
	แคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เทียบกับข้อมูลมาตราฐาน	
	ในแฟ้มหมายเลข 33-0784	
4.4	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	43
	ที่ยังไม่ได้เผาแคลไซน์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 – 900 [°] C เป็นเวลา	
	2 ชั่วโมง	
4.5	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่เผา	45
	แคลไซน์แล้ว เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2	
	โดยปริมาตร	
4.6	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่	46
	เผาแคลไซน์แล้ว เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2	
	โดยปริมาตร	
4.7	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่เผา	48
	แคลไซน์แล้ว เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2	
	โดยปริมาตร	

รูปที		หน้า
4.8	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ ที่	49
	เผาแคลไซน์แล้ว เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2	
	โดยปริมาตร	
4.9	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติม	50
	อนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.10	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	51
	เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.11	ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	52
	นาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 - 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ	
	อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.12	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติม	53
	อนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.13	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	54
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.14	ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	55
	นาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 - 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ	
	อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.15	ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	56
	นาโนของ MgO และ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.16	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	57
	นาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ	
	อุณหภูมิ 1200 [°] C	

รูปที่		หน้า
4.17	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ มวโมของ Zro ในปริมวณร้อยอะ 0 2 โดยปริมวตร เยาซิมเตอร์ ณ	58
	ดกเหกบิ 1200 $^{\circ}$ C	
4.18	นุ <i>เฉก</i> รูเฉ 1200 C ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO และ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	59
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.19	ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	60
4.20	้ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	61
4.21	้ ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อณหภมิ 1200 [°] C	62
4.22	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C วัดที่ ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	63
4.23	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	65
4.24	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	66

รูปที่		หน้า
4.25	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	67
	ของเซรามิก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.26	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	68
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.27	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนา	69
	โนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ	
	1200 °C	
4.28	ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก	69
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ	
	0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.29	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	72
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.30	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	73
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.31	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	74
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	

ณ

<u>بط</u>		ع
รูปที		หนิา
4.32	ค่าคงที่ใดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางใดอิเล็กทริก 	75
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
	วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.33	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก	76
	ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ใน	
	ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
	วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง	
4.34	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ	77
	นาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ	
	อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.35	ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก	77
	- Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ	
	0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.36	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	79
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.37	รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของรอยกดระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของ	80
	เซรามิก Pb(Zr _{o.52} Ti _{o.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณ	
	ร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C	
4.38	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	81
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร	
	เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	
4.39	รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของรอยกดระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของ	82
	- เซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณ	
	ร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อณหภมิ 1200 °C	
	૧ ૧	

୭

รูปที่		หน้า
4.40	ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	83
	เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของMgO หรือ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2	
	โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C	

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย

Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ คือ สารประกอบเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead zirconate titanate) ที่มี อัตราส่วนของ Zr:Ti เป็น 52:48

vol% คือ ร้อยละโดยปริมาตร

MgO คือ แมกนี่เซี่ยมออกไซด์

ZrO2 คือ เซอร์โคเนียมออกไซด์

Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0–2) vol% MgO nanoparticles คือ สารประกอบเลดเซอร์โคเนต ไททาเนตที่เติมสารเจือที่มีอนุภาคในระดับนาโนของแมกนีเซียมออกไซด์ ในปริมาณตั้งแต่ร้อยละ 0 ถึง 2 โดยปริมาตร

Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0–2) vol% ZrO₂ nanoparticles คือ สารประกอบเลดเซอร์โคเนต ไททาเนตที่เติมสารเจือที่มีอนุภาคในระดับนาโนของเซอร์โคเนียมออกไซด์ ในปริมาณตั้งแต่ร้อยละ 0 ถึง 2 โดยปริมาตร

ρ คือ ความหนาแน่น

ε, หรือ K คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

tan δ คือ ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก

H_v คือ ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์

บทที่ 1 บทน้ำ

เป็นสารเฟร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ (Normal เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) ferroelectric) ที่ถูกค้นพบและพัฒนาเพื่อประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์มากมาย [1, 2] เนื่องจาก PZT เป็นสารที่แสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกที่โดดเด่น สามารถเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็น พลังงานไฟฟ้าได้สูงถึงร้อยละ 45 - 55 ขึ้นกับสารที่เจือ ยิ่งไปกว่านั้น PZT ยังมีอุณหภูมิคูรีที่สูง จาก 230 – 490 [°]C ขึ้นกับอัตราส่วน Zr:Ti โดยอัตราส่วนที่แสดงคุณสมบัติพิโซอิเล็กตริกที่โดด เด่นได้แก่ อัตราส่วน Zr:Ti มีค่าเท่ากับ 0.52:0.48 ซึ่งเป็นบริเวณรอยต่อเฟส (morphotropic MPB) โดย ณ อัตราส่วนนี้มีองค์ประกอบระหว่างเฟสรอมโบฮีดรอล boundary: phase และเตตระโกนอล (tetragonal) ผสมกันอยู่อย่างสมดุล และเนื่องจาก (rhombohedral) ความสามารถในการเรียงตัวของไดโพลในโครงสร้างรอมโบฮีดรอล มีเท่ากับ 8 และ 6 สำหรับ เตตระโกนอล ส่งผลให้ความสามารถในการเรียงตัวของไดโพลในองค์ประกอบนี้ (Zr:Ti ~ 1:1) จึงมีค่าเท่ากับ 14 และด้วยเหตุผลนี้เองที่ทำให้อัตราส่วนนี้แสดงสมบัติพิโซอิเล็กตริกสูง [3] ด้วย เหตุผลที่ PZT มีอุณหภูมิคูรีสูงจึงสามารถนำไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ มีค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบพิ โซอิเล็กทริก (piezoelectric coupling factor) ที่สูงมาก และมีค่าไดอิเล็กทริก (ɛ_r) อยู่ในช่วงกว้าง ทำให้เซรามิกชนิดนี้มีความเหมาะสมในการประยุกต์ทำเป็นตัวขับเร้า (actuator) หรือ ตัวกักเก็บ พลังงาน (energy storage) ถึงแม้ว่าเซรามิก PZT จะมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี แต่จากรายงานที่ผ่าน มาพบว่าสมบัติเชิงกลของสารดังกล่าวมีค่าค่อนข้างต่ำ เช่น ความทนต่อการแตกหัก (fracture strength) และความต้านทานต่อรอยแยก (fracture toughness) [4, 5] ซึ่งสมบัติเชิงกลของวัสดุ จะมีผลอย่างมากเมื่อนำไปประยุกต์ใช้ในงานที่ต้องใช้กำลัง หรือกรณีที่ใช้แรงกดสูง เมื่อไม่นาน มานี้ได้มีการรายงานการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเซรามิกที่ใช้งานทางด้านโครงสร้าง โดยการ เติมอนุภาคระดับนาโนของซิลิคอนคาร์ไบด์ และอะลูมินาออกไซด์ [6] ซึ่งเรียกวัสดุนี้ว่าวัสดุผสม ขนาดนาโน (nanocomposites) จากการศึกษาวัสดุผสมขนาดนาโน PZT เจือด้วย Al₂O3 (PZT/Al₂O₃) พบว่าเซรามิกดังกล่าวมีสมบัติเชิงกลดีที่สุดเมื่อเติมผงอะลูมินาออกไซด์ร้อยละ 1 โดยปริมาตร (1 vol% Al₂O₃) [5, 7, 8] อย่างไรก็ตามยังไม่มีรายงานถึงผลทางโครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมนี้เมื่อเติมผงอะลูมินามากกว่า 1 vol%

ถึงแม้ว่าเซรามิก PZT จะมีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ และมีการรณรงค์ให้หลีกเลี่ยงการใช้ ตะกั่วเป็นองค์ประกอบในผลิตภัณฑ์ต่างๆ แต่ในความเป็นจริง อุตสาหกรรมต่างๆ ยังหลีกไม่พ้น การผสมของสารตะกั่ว ดังนั้นเราจึงควรพัฒนาหาองค์ความรู้ในการยืดอายุการใช้งาน ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของตะกั่วนี้ เพื่อให้ความต้องการในการผลิตชิ้นใหม่ขึ้นมาแทนที่ ลดลง และลดปริมาณขยะที่เกิดจากสารประเภทนี้ เป็นการพยายามใช้งานชิ้นงานเหล่านี้ให้มี ประสิทธิภาพสูงสุด จึงทำให้เกิดแนวคิดในการทำวิจัยครั้งนี้ โดยการเติมสารเจือที่มีค่าความ แข็งสูง ทำการเจือแบบเจือภายนอก ลงในผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมโดยวิธีมิกซ์ ออกไซด์ ในปริมาณต่างๆ กัน แล้วทำการศึกษาผลของสารเจือที่มีต่อโครงสร้างเฟส โครงสร้าง จุลภาคและค่าความแข็งในระดับจุลภาค ของเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต โดยมุ่งหวังให้ค่า ความแข็งของเซรามิก PZT ที่เติมสารเจือนี้มีค่าสูงขึ้น และยังคงมีค่าไดอิเล็กทริกที่เหมาะสมอยู่ ในช่วงของการใช้งานได้

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- เพื่อศึกษาและพัฒนาองค์ความรู้ในกระบวนการเตรียมผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททา เนตโดยวิธีมิกซ์ออกไซด์ ให้มีความบริสุทธิ์สูง
- เพื่อศึกษาผลของสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโน ต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและสมบัติ เชิงกลของเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนตไททาเนต
- เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ รวมทั้งการเสนอ ผลงานแก่นักวิชาการทั้งในและต่างประเทศ

ขอบเขตของโครงการวิจัย

- ศึกษาวิธีการเตรียมผงผลึก และทำการเตรียมผงผลึกในระบบเลดเซอร์โคเนตไททา เนต และหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์
- 2. ศึกษาโครงสร้างเฟส และร้อยละเฟสบริสุทธิ์
- เติมสารเจือในผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ทำการขึ้นรูป และทำการเผาซิน เตอร์โดยแปรชนิดและปริมาณของสารเจือ
- 4. ศึกษาและวิเคราะห์โครงสร้างเฟสของเซรามิกระบบเลดเซอร์โคเนตไททาเนต
- ศึกษาสมบัติของเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่เติมสารเจือ เช่น สมบัติ กายภาค โครงสร้างจุลภาค สมบัติไดอเล็กทริก ความแข็งระดับจุลภาค
- หาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วน และโครงสร้าง และหาเงื่อนไขที่เหมาะสม ระหว่างสมบัติไดอิเล็กทริกและความแข็งระดับจุลภาคของเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่เติมสารเจือแต่ละชนิด

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- สามารถพัฒนาความรู้และเทคโนโลยีในการเตรียมสารเซรามิกในระบบเลดเซอร์โค เนตไททาเนต ที่มีสมบัติไดอิเล็กทริกและค่าความแข็งระดับจุลภาคที่เหมาะสม เพื่อ ใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับอุตสาหกรรมชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ เพื่อลดการนำเข้าจาก ต่างประเทศ
- 2. เครือข่ายด้านการวิจัยระหว่างนักวิจัยในประเทศที่เป็นเมธีวิจัย นักวิจัยรุ่นกลางและ นักวิจัยรุ่นใหม่ ทั้งนี้ในการวิจัยนี้จะได้รับคำปรึกษากับนักวิทยาศาสตร์หลายท่านที่ มีความเชี่ยวชาญทางด้านการเตรียมและวิเคราะห์สารอิเล็กโทรเซรามิก อาทิเช่น ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร.ทวี ตันฆศิริ ศาสตราจารย์ ดร.กอบวุฒิ รุจิจนากุล จากภาควิชาฟิสิกส์ และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ช่วย ให้คำปรึกษาด้านงานวิจัยได้เป็นอย่างดี มีผลทำให้การดำเนินงานวิจัยมีความ สะดวกมากขึ้น
- ได้สร้างองค์ความรู้พื้นฐานให้กับหน่วยงานและบุคลากรของหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งจะได้เตรียมความพร้อมและพัฒนาทั้งบุคลากรและหน่วยงานให้คุ้นเคยและ เข้าใจงานวิจัยนี้และปรับระดับคุณภาพให้เป็นที่ยอมรับทั้งในระดับชาติและ นานาชาติได้ โดยโครงการวิจัยนี้จะมุ่งเน้นในการตีพิมพ์ผลงานในระดับชาติ และ ระดับนานาชาติ

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะกล่าวถึงสมบัติไดอิเล็กทริก ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิกเลดเซอร์ โคเนตไททาเนต (PZT) และงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับ PZT ดังรายละเอียดต่อไปนี้

2.1 สมบัติไดอิเล็กทริก

สมบัติไดอิเล็กทริก คือสมบัติการเป็นฉนวนไฟฟ้าในวัสดุที่เมื่อวัสดุนี้อยู่ในสภาวะปกติ จะประกอบไปด้วยโมเลกุลที่มีจุดศูนย์กลางมวลร่วมกันระหว่างโปรตอนและอิเล็กตรอนที่อยู่ ภายใต้แรงยึดของโมเลกุล และแรงยึดของอะตอมภายในเนื้อสารจึงไม่มีประจุไฟฟ้าอิสระ แต่ เมื่อสารได้รับกระแสไฟฟ้าจะทำให้โมเลกุลเกิดแรงทางไฟฟ้า ทำให้กลุ่มประจุบวกถูกผลักไปใน ทิศของสนาม ส่วนกลุ่มประจุลบถูกผลักไปในทิศทางตรงกันข้าม ทำให้โมเลกุลของสารเกิดได โพลโมเมนต์ขึ้นมา

สารไดอิเล็กทริกถูกค้นพบในช่วงปี ค.ศ. 1921 โดยวัสดุตัวแรกที่ค้นพบ คือแบเรียม ไททาเนต (BT) นิยมนำมาใช้ในการเก็บประจุไฟฟ้า เนื่องจากมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูง จากนั้น ก็ได้ค้นพบสารไดอิเล็กทริกใหม่ๆ เช่นเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) แมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) เลดแลนทานัมเซอร์โคเนตไททาเนต (PLZT) เป็นต้น ซึ่งสารเหล่านี้มีสภาพยอมสัมพัทธ์ที่ สูงเช่นกัน สารไดอิเล็กทริกมีสมบัติที่น่าสนใจ คือสามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้ โดยความสามารถ ในการเก็บประจุของสารไดอิเล็กทริกนั้นจะเปรียบเทียบกับการเก็บประจุไฟฟ้าของสุญญากาศ ว่าสามารถเก็บประจุได้เพิ่มขึ้นกี่เท่า ดังสมการ (2.1)

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r = \frac{A}{d}$$
(2.1)

เมื่อ C คือ ค่าความสามารถในการกักเก็บประจุของสาร (F)

- ϵ_{0} คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าเท่ากับ 8.854×10⁻¹² (F/m)
- A คือ พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าบนผิวของสารไดอิเล็กทริก (m²)
- d คือ ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า (m)

โดยค่า ɛ_r จะเป็นตัวบ่งบอกถึงประสิทธิภาพและความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า ของสารไดอิเล็กทริกนั้นๆ ว่ามีค่าเป็นกี่เท่าของสุญญากาศ ดังตาราง 2.1 และสมการ (2.1) จะ เห็นว่าความสามารถในการเก็บประจุจะแปรผันตรงกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และรูปทรงของตัว เก็บประจุ การเก็บประจุไฟฟ้าที่สมบูรณ์ที่สุดจะต้องไม่นำไฟฟ้าเลยถ้าหากได้รับกระแสไฟฟ้า ตรง นั่นคือ จะต้องไม่มีสภาพนำไฟฟ้าอยู่เลย หรือมีความต้านทานสูงเป็นอนันต์ ทำให้มี กระแสไฟฟ้าไหลผ่านในบริเวณน้อยๆ ที่เรียกว่า กระแสรั่ว เกิดขึ้น

ตาราง 2.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของ เซรามิกเฟร์โรอิเล็กทริกบางชนิด [9]

ชนิดของเซรามิก	ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ɛ _r)	ค่าการสูญเสียเนื่องจากความ ร้อนทางไดอิเล็กทริก (tan δ)	
BaTiO ₃	1,700	1.0	
Pb(Zr _{0.53} Ti _{0.47})O ₃	544	0.5	
Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃	1,060	-	
Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3})O ₃	20,000	0.1	
Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ -PbTiO ₃ -PbZrO ₃	550-9,000	0.2–2.5	

2.2 สมบัติทางกลของเซรามิก

โดยทั่วไปสมบัติของเซรามิกจะเปราะ และค่าความด้านทานแรงดึง (tensile strength) แตกต่างกันมาก นั่นคือมีค่าตั้งแต่ต่ำกว่า 100 psi (0.69 MPa) จนถึงค่าสูงประมาณ 106 psi (7x10³ MPa) เช่นอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ถูกเตรียมในสภาวะที่ควบคุมอย่างระมัดระวัง นอกจากนี้ วัสดุเซรามิกยังมีค่าความด้านทานแรงอัด (compressive strength) แตกต่างกับค่าความ ด้านทานแรงดึงอย่างมาก คือมีค่าสูงกว่าความด้านทางแรงดึงประมาณ 5-10 เท่า ดังแสดงใน ตาราง 2.2 และเนื่องจากพันธะระหว่างอะตอมหรือไอออนภายในโครงสร้างของเซรามิกเป็น พันธะแบบไอออนิก-โคเวเลนต์ ดังนั้นวัสดุเซรามิกหลายชนิดมักจะแข็งและมีค่าความด้านทาน ต่อการขยายตัวของรอยแตก (fracture toughness) ที่ต่ำ อย่างไรก็ตามก็มีวัสดุเซรามิกบางชนิด ที่มีความอ่อนง่ายต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง เช่นพลาสติกเคลย์ เนื่องจากพันธะระหว่างชั้นเป็น พันธะแบบอ่อน

	Density (g/cm ³)	Compressive	Tensile	Flexural	Fracture
Ceramics		Strength	Strength	Strength	Strength
		(MPa)	(MPa)	(MPa)	(MPa)
Al ₂ O ₃ (99%)	3.85	2585	207	345	4
Si_3N_4	3 19	3450		690	66
(hot-pressed)	0.19	0400		030	0.0
Si_3N_4 (reaction–	2 80	80 770	_	255	3.6
bonded)	2.00	110			
SiC (sintered)	3.10	3860	170	550	4
ZrO ₂ -9%MgO					
(partially	5.50	1860	-	690	8+
stabilized)					

ตาราง 2.2 สมบัติเชิงกลของเซรามิกบางชนิด [10]

ความแข็ง (Hardness)

ความแข็ง คือความสามารถในการต้านทานการทะลุของวัสดุจากการกระทำของวัสดุที่ แข็งกว่า [11] จุดมุ่งหมายของการทดสอบความแข็งเพื่อกำหนดความเหมาะสมของวัสดุสำหรับ กำหนดรูปแบบ และเพื่อตรวจสอบสมบัติพิเศษภายในวัสดุ ซึ่งค่าความแข็งของวัสดุเป็นดัชนีที่ สามารถบ่งบอกถึงความสามารถในการต้านทานต่อการขีดข่วนที่บริเวณผิวของวัสดุด้วย โดย ปกติแล้วเซรามิกจัดอยู่ในวัสดุประเภทที่มีความแข็งสูงมาก หรือเซรามิกเป็นวัสดุที่สามารถทน ต่อการขีดข่วนได้ดี โดยวิธีการวัดความแข็งนั้นสามารถแบ่งออกเป็น 2 รูปแบบ ตามลักษณะ การวัดดังนี้

1. ค่าความแข็งเชิงเปรียบเทียบ

เป็นวิธีการบ่งบอกถึงความแข็งแรงของวัสดุโดยอาศัยการเปรียบเทียบกับค่าความแข็ง ของวัสดุมาตรฐานซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 10 ระดับในสเกลของ Mohs (รูป 2.1) โดยวัสดุ มาตรฐานที่ความแข็งในระดับต่ำสุดคือ ทาร์ค (talc) ซึ่งมีค่าความแข็งเป็นอันดับ 1 และวัสดุที่มี ความแข็งมากสุดคือ เพชร ซึ่งมีค่าความแข็งเป็นอันดับ 10 จากนั้นนำวัสดุที่ต้องการทราบค่า ความแข็งมาขีดกับวัสดุมาตรฐาน แล้วทำการเปรียบเทียบดูว่าอยู่ในระดับใด ซึ่งค่าที่ได้จะเป็น ค่าที่เปรียบเทียบคร่าวๆ เท่านั้น จึงไม่มีความแน่นอนและไม่มีหน่วย



รูป 2.1 ลำดับความแข็งของวัสดุตามสเกล Mohs [11]

2. ค่าความแข็งที่ได้จากการกดด้วยวัสดุที่แข็งกว่า

เป็นวิธีที่นิยมในการหาค่าความแข็งของวัสดุมากที่สุดเนื่องจากให้ค่าตัวเลขที่แน่นอน โดยอาศัยหลักการกดวัสดุที่มีปลายหัวกดขนาดเล็กลงไปบนผิวหน้าด้วยแรงขณะหนึ่งที่ทราบค่า สามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ การทดสอบระดับมาโคร (macrohardness testing) จะทดสอบ ด้วยน้ำหนักกดมากกว่า 1,000 กรัม ตัวอย่างคือ บริเนลล์และรอคเวลล์ (Brinell and Rockwell indentation) และการทดสอบระดับจุลภาค (microhardness testing) จะทดสอบด้วยน้ำหนักกด น้อยกว่า 1,000 กรัม ตัวอย่างคือ วิกเกอร์และนูป (Vickers and Knoop indentation) จากนั้นจึง ทำการตรวจสอบลักษณะของรอยกดที่เกิดบนผิวของชิ้นงานซึ่งค่าความแข็งที่ได้จะเป็นการ คำนวณจากแรงที่ให้เปรียบเทียบกับพื้นที่ของรอยกดที่เกิดขึ้น และอาจจะพิจารณาโดย เปรียบเทียบจากลักษณะของรอยกดได้ว่า ถ้าหากรอยกดมีขนาดใหญ่ลึกกว่าแสดงว่าชิ้นงานนั้น มีความแข็งต่ำกว่า สำหรับลักษณะของหัวกดนั้นมีอยู่หลายแบบด้วยกันแต่แบบที่นิยมใช้ในการ ตรวจสอบความแข็งของเซรามิก ก็คือ

แบบวิกเกอร์ (Vickers indentation)

การทดสอบแบบวิกเกอร์จะใช้หัวกดที่ทำมาจากเพชร ที่ฐานเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสมีมุม ระหว่างกัน 136 [°] ความลึกของรอยกดมีค่าประมาณ 1/7 เท่าของความยาวของเส้นทแยงมุม และต้องทำการวัดเส้นทแยงมุมทั้ง 2 ด้านแล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย (รูป 2.2) ค่าที่ได้จะอยู่ในรูป Vickers hardness number ซึ่งก็คือ อัตราส่วนของน้ำหนักที่ใช้ในการกดกับพื้นผิวที่เกิดรอยดัง สมการ (2.2) [12]



รูป 2.2 ลักษณะหัวกดและรอยกดแบบวิกเกอร์ [13]

$$H_v = (1.854) \frac{F}{d^2}$$
 (2.2)

- เมื่อ H_v คือ ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (kg/mm²)
 - F คือ น้ำหนักที่ให้แก่หัวกด (kg)
 - d คือ ค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (μm)

แบบนูป (Knoop indentation)

การทดสอบแบบนูปจะใช้หัวกดที่ทำมาจากเพชรที่มีฐานเป็นรูปปีรามิดฐานสี่เหลี่ยมขนม เปียกปูน ที่มีความยาวของด้านหนึ่งยาวกว่าอีกด้านหนึ่ง 7 เท่า มีมุมทางยาว 170 ° 30 ′ และ มุมตรงข้าม 130 ° รูปแบบของรอยกดเป็นสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูนที่มีด้านขนานกัน 2 ด้าน แต่จะ ทำการวัดเฉพาะด้านแกนยาวเท่านั้น สำหรับความลึกของรอยกดจะมีค่าอยู่ในช่วงประมาณ 1:30 ของเส้นทแยงมุมด้านที่ยาว (รูป 2.3) ผลการทดลองจะอยู่ในรูปของ Knoop hardness number ซึ่งก็คือ อัตราส่วนน้ำหนักกดกับพื้นที่ที่ถูกกดลงไป ดังสมการ (2.3)



รูป 2.3 ลักษณะหัวกดและรอยกดแบบนูป [14]

$$H_{\rm K} = (14.23) \frac{F}{d^2}$$
 (2.3)

เมื่อ H_K คือ ค่าความแข็งในหน่วยของนูป (kg/mm²)

- F คือ น้ำหนักที่ให้แก่หัวกด (kg)
- d คือ ค่าความยาวของเส้นทแยงมุมด้านยาวของรอยกด (μm)

2.3 เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead zirconate titanate)

เลดเซอร์โคเนตไททาเนต เป็นสารพิโซอิเล็กทริกที่มีการนิยมทำมาใช้อย่างแพร่หลายใน วงการอุตสาหกรรม เนื่องจากแสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกได้ดี [1] มีค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบไฟฟ้า เชิงกลสูง มีอุณหภูมิคูรีที่สูงส่งผลให้สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงสุดได้ดี ที่สำคัญสามารถ เตรียมได้ง่ายและหลากหลายองค์ประกอบ อุณหภูมิที่ใช้ก็ไม่สูงมากนัก จึงทำให้เซรามิกเลด เซอร์โคเนตไททาเนตเป็นที่นิยม

เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) มีอุณหภูมิคูรีอยู่ที่ประมาณ 390 °C [15] ซึ่ง อุณหภูมิคูรีนี้ จะเปลี่ยนแปลงเมื่อองค์ประกอบของสารเปลี่ยนแปลงไปโดย ณ ที่อุณหภูมิสูงกว่า อุณหภูมิคูรี เลดเซอร์โคเนตไททาเนตจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอรอพสไกด์ ที่มีหน่วยเซลล์ แบบคิวบิกซึ่งส่งผลให้แสดงสมบัติเป็นพาราอิเล็กตริก เมื่อทำการลดอุณหภูมิให้ต่ำลงกว่า อุณหภูมิคูรี ลักษณะของหน่วยเซลล์จะเปลี่ยนแปลงไปเป็นแบบเตตระโกนอล (tetragonal) หรือ รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ซึ่งผลให้สมบัติของเซรามิกเป็นเฟร์โรอิเล็กทริก โดยในกรณีของ เฟสเตตระโกนอลนั้นจะเกิดกระบวนการ โพลาไรเซชั่นขึ้นได้เองในทิศทาง (100) ส่วนในกรณี ของเฟสรอมโบฮีดรอล กระบวนการโพลาไรเซชั่นจะเกิดขึ้นเองในทิศทาง (111) และยังพบอีกว่า สมบัติทางด้านไฟฟ้าของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตนั้น แสดงสมบัติที่โดดเด่นมากในสัดส่วนของ Zr:Ti อยู่ที่ 52:48 หรือ 53:47 ซึ่งอยู่ ณ บริเวณที่เรียกว่า รอยต่อเฟสที่มีสัณฐานเหมือนกัน (Morphotropic Phase Boundary : MPB) [16] ดังเฟสไดอะแกรมในรูป 2.4



รูป 2.4 เฟสไดอะแกรมของสารในระบบ PZT [17]

2.4 เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO₂)

เซอร์โคเนียมออกไซด์ มีลักษณะเป็นผงสีขาว หนัก ไม่มีกลิ่น มีจุดหลอมเหลวสูง ประมาณ 2685-2745 °C มีจุดเดือดประมาณ 4300 °C มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 123.22 ค่า ความแข็งอยู่ในช่วง 6.5-7 ตามสเกลของ Mohs [18] โครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนียมออกไซด์มี อยู่ 3 แบบซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมินั้นคือ คิวบิก (cubic) เตตระโกนอล (tetragonal) และโมโนคลีนิก (monoclinic) ซึ่งที่อุณหภูมิสูงตั้งแต่ 2370 °C ขึ้นไป โครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก อุณหภูมิปาน กลาง ในช่วง 1170-2370 °C มีโครงสร้างผลึกเป็นเตตระโกนอล และอุณหภูมิต่ำกว่า 1170 °C มีโครงสร้างเป็นโมโนคลีนิก การเปลี่ยนโครงสร้างจากเตตระโกนอลเป็นโมโนคลีนิก เป็นสาเหตุ ทำให้เกิดการแตกหักของวัสดุได้ พฤติกรรมนี้ทำให้สมบัติเชิงกลของเซอร์โคเนียมออกไซด์ไม่ สามารถนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรมได้ จึงได้ทำการเติมสารประกอบออกไซด์ลงไปใน เซอร์โคเนียมออกไซด์ เช่นอิตเทรียมออกไซด์ (Y₂O₃) เติมลงในเซอร์โคเนียมออกไซด์จำนวน เล็กน้อย จะทำให้โครงสร้างของเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เผาแล้ว คงรูปเป็นผลึกรูปเตตระโกนอล แม้จะเย็นตัวลงถึงอุณหภูมิห้องแล้ว ซึ่งเรียกว่าเตตระโกนอลเซอร์โคเนียโพลิศริสตัล (tetragonal zirconia polycrystal) หรือ TZP ซึ่งเซอร์โคเนียมออกไซด์ชนิด TZP นี้มีความเหนียวดีมาก ไม่ แตกหักง่าย แม้จะทำหล่นพื้นก็ตาม สมบัติของเซอร์โคเนียมออกไซด์ คือ เป็นวัสดุทนไฟเหมาะ สำหรับการใช้งานที่อุณหภูมิสูง สามารถนำไฟฟ้าได้ มีความหนาแน่นสูง เหนียวทนต่อการ แตกหักและมีความแข็งสูง เป็นต้น เซอร์โคเนียมออกไซด์ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางทางด้าน งานวิจัยและอุตสาหกรรม เช่นใช้เป็นผงสำหรับขัด ใช้เป็นเยื่อหุ้มเซลล์เชื้อเพลิง เป็นลูกบอล ความหนาแน่นสูงและลูกบดย่อยพลอยเพราะมีความแข็งสูง เป็นต้น [19]

2.5 แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)

แมกนีเซียมออกไซด์ คือแร่ที่เป็นของแข็งสีขาว มีอยู่ตามธรรมชาติ มีสูตรเอมพิริคัล เป็น MgO มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 2800 °C และจุดเดือดเท่ากับ 3600 °C โครงสร้างผลึกเป็น แบบคิวบิกซึ่งมีโครงสร้างเหมือนกับโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 40.32 และมีค่าความแข็งแบบนูปเท่ากับ 6.79 GPa [20]

ประโยชน์ของแมกนีเซียมออกไซด์ [21] ได้แก่ ใช้เป็นฉนวนในอุตสาหกรรมสายเคเบิล ใช้เป็นตัวพื้นในวัสดุทนความร้อน เป็นองค์ประกอบของพลุไฟและหัวไม้ขีดไฟ ใช้ผลิตเซลล์สะสม ไฟฟ้าที่มีขนาดเล็กและเบาบาง ใช้ในงานโครงสร้าง ซึ่งทั้งหมดใช้ในรูปของโลหะเจือ เช่นทำ กระจกชิ้นส่วนรถยนต์กระเป๋า ภาชนะบรรจุของ เครื่องยนต์ เฟอร์นิเจอร์ ฯลฯ

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ.1999 Kenji Tajima และคณะ [5] ทำการทดลองเติมสาร MgO ที่มีขนาด อนุภาคระดับนาโนลงในสารประกอบ PZT ได้ศึกษาถึงสมบัติเชิงกลและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก ของเซรามิก PZT ที่เติมอนุภาคเหล่านี้ พบว่าค่าความแข็งของเซรามิก PZT ที่เติม MgO ใน ปริมาณ 0.1 vol% ให้ค่าความแข็งของเซรามิก PZT ที่ดีขึ้น เมื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของ เซรามิกพบว่าเมื่อเติม MgO ในปริมาณ 0.1 vol% พบว่ารอยหักมีการเปลี่ยนจาก intergranular ไปเป็น intragranular และขนาดเกรนเล็กลงซึ่งเซรามิก PZT มีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 8 μm แต่เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนลงไปพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยมีค่าลดลงเหลือเพียงประมาณ 1 μm สมบัติเชิงกลและสมบัติเพียโซอิเล็กทริกแสดงค่าที่ดีเมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ที่ ปริมาณ 0.1 vol%

ในปี ค.ศ. 2006 Praveen Kumar และคณะ [22] ได้ทำการศึกษาผลของรูพรุนต่อสมบัติ ไดอิเล็กทริกและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT ที่มีความพรุน ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้เซรามิก PZT เป็นวัสดุหลัก โดยเริ่มจากการนำมาชั่งและบดผสมเปียกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้เม็ด บอลเซอร์ โคเนีย เมื่อได้ผงผสมแล้วนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำ ผง PZT ที่แคลไซน์แล้วมาผสม polymethyl methacrylate (PMMA) ในปริมาณร้อยละ 10, 20, 30, 40 และ 50 โดยปริมาตร และบดโดยใช้ครกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำมาอัดขึ้นรูป จากนั้นนำไป เผาที่อุณหภูมิ 500–600 °C เป็นเวลา 10 นาที เพื่อไล่ PMMA ออก เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1280 °C เผาแช่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

รูป 2.5 แสดงความหนาแน่นของตัวอย่างกับปริมาณของ PMMA พบว่าความหนาแน่นมี ค่าลดลงเมื่อปริมาณ PMMA เพิ่มขึ้น คือการลดความต้านทานเสียง (z) ของวัสดุ เนื่องจาก ความต้านทานเสียงเป็นผลของความหนาแน่น (*p*) และความเร็วเสียง (c) ในวัสดุ คือ z = *p*c ใน ทำนองเดียวกันการเพิ่มขึ้นของความพรุนเป็นการลดความเร็วเสียงในวัสดุ ความหนาแน่นของ วัสดุที่ลดลง ความพรุนที่มากขึ้น มีผลต่อสมบัติความเป็นฉนวนและสัมประสิทธิ์ไฮโดรสแตติกค์ สอดคล้องกับสมการ (4)

Porosity (P) =
$$\left(\frac{1-\rho}{\rho_0}\right) \times 100 \,(\%)$$
 (4)

เมื่อ ho_o คือ ความหนาแน่นในทฤษฎีของ PZT มีค่าเท่ากับ 7.82 g/cm 3 ho คือ ความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่มีรูพรุน



รูป 2.5 ความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนเทียบกับปริมาณ PMMA

รูป 2.6 และ 2.7 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของเซรา มิก PZT ที่มีรูพรุน วัดที่ความถี่ต่างกัน พบว่าที่ความถี่เพิ่มขึ้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลง แต่ค่า การสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้น ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการที่มีรูพรุนมากในเซรามิก PZT ที่มีความพรุนส่งผลให้มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ต่ำและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่สูง [23]



รูป 2.6 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนเทียบกับความถึ่



รูป 2.7 ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนเทียบกับความถึ่

รูป 2.8 (ก-ค) แสดงภาพถ่าย SEM ของรอยหักของเซรามิก PZT ที่มีความพรุน ในรูป 2.8 (ก) จะแสดงให้เห็นว่ามีรูพรุนต่ำเป็นเพราะมีการเติม PMMA ในปริมาณที่น้อย (10 vol%) และสิ่งนี้ที่ทำให้มีผลทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง ความต้านทานเสียงและค่าการสูญเสียทาง ไดอิเล็กทริกลดลง ตามลำดับ รูป 2.8 (ข) แสดงการมีรูพรุนในปริมาณปานกลางซึ่งเป็น โครงสร้างในลักษณะเชื่อมกันแบบ 3-3 ในทางตรงกันข้าม ในรูป 2.8 (ค) แสดงการมีรูพรุนที่สูง ซึ่งเป็นโครงสร้างการเชื่อมต่อกันแบบ 3-3 ที่ครอบทั่วบริเวณรอยหัก ซึ่งให้ค่าความต้านทาน เสียงและค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่ต่ำ นอกจากนี้ยังพบว่า รอยหักมีลักษณะตั้งฉากกับทิศทางแรงอัด สาเหตุน่าจะมาจากแรงอัดบีบผง PZT มากกว่าบีบ โพลิเมอร์ PMMA ผลข้างต้นแสดงผลของความพรุนและการเชื่อมกันของโครงสร้างแบบ 3-3



รูป 2.8 ภาพถ่าย SEM บริเวณรอยหักของเซรามิก PZT ที่มีความพรุนต่างกันของ (ก) PZT/10PMMA, (ข) PZT/30PMMA และ (ค) PZT/50PMMA

ในปี ค.ศ. 2006 Du Hong-liang และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาถึงอุณหภูมิซินเตอร์ และวัตถุผสมที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของเซรามิก PMS-PZT โดยมีสูตรคือ xPb(Mn_{1/3}Sb_{2/3})O₃-(1-x)Pb-(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃ ซึ่ง x = 0.06, 0.07, 0.08 และ 0.09 (เรียกเซรา มิกเหล่านี้ว่า PMSZT1, PMSZT2, PMSZT3 และ PMSZT4 ตามลำดับ) ซึ่งถูกเตรียมโดยวิธีการ เตรียมเซรามิกแบบคั้งเดิม นำสารตั้งต้น ได้แก่ Pb₃O₄, ZrO₂, TiO₂, MnO₂ และ Sb₂O₃ มาผสม กันแล้วบดผสมเปียกด้วยเม็ดบดเซอร์โคเนีย เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำไปอัดขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างกัน (ตั้งแต่ 1100-1300 °C) เป็น เวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงเซรามิก PMS-PZT ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์พบว่า เมื่อปริมาณการเติม PMS น้อยกว่า 0.08 โมล โครงสร้างเฟสเป็นเพอรอพส ไกด์บริสุทธิ์เท่านั้นไม่พบโครงสร้างของไพโรคลอร์ แต่เมื่อปริมาณ PMS มากกว่า 0.8 โมล พบ เฟสของโครงสร้างไพโรคลอร์เกิดขึ้น ซึ่งจะพบมากขึ้นเมื่อปริมาณ PMS มากขึ้น ที่เป็นเช่นนี้ เพราะว่า PMS ไม่สามารถแยกออกเป็นเฟสเดี่ยวได้ [25] ดังรูป 2.9 จากการตรวจสอบ โครงสร้างเฟสของเซรามิก PMS-PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 °C (รูป 2.10) พบว่า โครงสร้างเฟสของเซรามิกทั้งหมดเป็นเพอรอพสไกด์บริสุทธิ์ ซึ่งจะเห็นว่าการที่อุณหภูมิซินเตอร์ เพิ่มขึ้นทำให้เฟสของไพโรคลอร์หายไป นอกจากนี้จะเห็นว่าจะมีการแยกพืคที่ตำแหน่ง (200) และเริ่มเป็นพืคเดี่ยวเมื่อปริมาณ PMS มากขึ้น ซึ่งจะบอกให้รู้ถึงเฟสเตตระโกนอลและเฟสรอม โบฮีดรอล โดยการวิเคราะห์โดยพีค (002) และ (200) ในช่วง 20 มีค่า 45 ° การแยกของพีค (002) และ (200) ชี้ให้เห็นถึงว่า PMS-PZTเป็นเฟร์โรอิเล็กทริกเตตระโกนอล (F_T) ในขณะที่ถ้า เป็นเฟสเดี่ยวพีค (200) แสดงเฟสเป็นเฟร์โร อิเล็กทริกรอมโบฮีดรอล (F_R) [26, 27] ดังนั้นเฟส ของเซรามิก PMS-PZT เปลี่ยนจากเฟสเตตระโกนอลไปเป็นเฟสรอมโบฮีดรอลเมื่อปริมาณ PMS เพิ่มขึ้น



รูป 2.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก PMS-PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 2.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMS-PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคพบว่าขนาดเกรนมีขนาดและลักษณะการเชื่อมต่อกัน เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิชินเตอร์สูงในเซรามิก PMSZT2 จากรูป 2.11 (ง) ลักษณะของเกรนเป็นเนื้อ เดียวกันและไม่มีรูพรุน สามารถหาขนาดเกรนเฉลี่ยได้ประมาณ 3.4 μm และยังพบว่าถ้าหาก อุณหภูมิในการเผาชินเตอร์ที่มากกว่า 1250 °C ลักษณะเกรนจะไม่เป็นเนื้อเดียวกันเพราะ ลักษณะของเกรนที่ใหญ่มากกว่าปกติ ดังรูป 2.11 (จ)


รูป 2.11 ภาพถ่าย SEM บริเวณรอยหักของเซรามิก PMSZT2 ที่แปรค่าอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ (ก) 1100 [°]C, (ข) 1150 [°]C, (ค) 1200 [°]C, (ง) 1250 [°]C และ (จ) 1300 [°]C



รูป 2.12 ค่า K_p และ Q_m เทียบกับปริมาณการเติม PMS ของเซรามิก PMS-PZT



รูป 2.13 ค่า d₃₃ เทียบกับปริมาณการเดิม PMS ของเซรามิก PMS-PZT



รูป 2.14 ค่า $\epsilon_{\rm r}$ และ tan δ เทียบกับปริมาณการเติม PMS ของเซรามิก PMS-PZT

จากรูป 2.12 และ 2.13 จะเห็นว่าค่า K_p และ d₃₃ มีค่าลดลงเมื่อปริมาณการเติม PMS มากขึ้นแต่ในขณะที่ค่า Q_m มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ PMS มากขึ้นด้วยเช่นกัน จากนั้นทำการวัด ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าเมื่อเติมปริมาณ PMS มากขึ้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกนั้นลดลงแต่ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้น ดังรูป 2.14

ในปี ค.ศ. 2008 Zhi-Min Dang และคณะ [28] ได้ทำการศึกษาถึงการเพิ่ม ประสิทธิภาพของสภาพยอมสัมพัทธ์ของไดอิเล็กทริกในเซรามิก ZnO/PZT เมทริกซ์นาโนคอมโพ สิต ถูกเตรียมด้วยวิธีการเตรียมเซรามิกแบบดั้งเดิม เมื่อตรวจสอบโครงสร้างเฟสพบว่าเฟสของ PZT/ZnO ที่เติม ZnO = 20 vol% มีเฟสของ PZT และเฟสของ ZnO ในระดับนาโนแสดงในรูป 2.15 (ก) และแสดงลักษณะของรูปร่างทั่วไปพบว่ามีรูพรุนเกิดขึ้นเนื่องจากการกัดด้วยกรด HF นอกจากนี้ยังสามารถเห็นอนุภาค PZT ที่มาก ซึ่งเป็นกระบวนการพัฒนาเป็นผลึกของเซรามิก PZT ดังรูป 2.15 (ข) ศึกษาสภาพยอมสัมพัทธ์ทางไดอิเล็กทริก พบว่าสภาพยอมสัมพัทธ์ทางไดอิ เล็กทริกของเซรามิกนี้มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติม ZnO ระดับนาโนที่มากขึ้นจะเห็นได้ชัดจากรูป 2.16 (ก-ข)



ร**ูป 2.15** (ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PZT บริสุทธิ์ ผง ZnO ในระดับนาโน และผงPZT/ZnO (ข) ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก ZnO/PZT เมื่อเติม ZnO ระดับนาโนในปริมาณ 20 vol%



รูป 2.16 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของไดอิเล็กทริก ε เทียบกับปริมาณการเติม ZnO ระดับนาโนของเซรามิก ZnO/PZT คอมโพสิต (α) ที่ความถี่ 10³ และ 10⁶ Hz (25 °C) และ (b) ที่ –100 และ 10 °C (10³ Hz)

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศ เยอรมัน
- 3.1.2 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO₂) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Sigma-Aldrich
 ประเทศเยอรมัน
- 3.1.3 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Riedel-de Haen ประเทศเยอรมัน
- 3.1.4 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO₂) nanopowder < 100 nm บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.5 แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) nanopowder < 50 nm บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศ สหรัฐอเมริกา
- 3.1.6 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 บริษัท Fluka ประเทศ สวิทเซอร์แลนด์
- 3.1.7 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 บริษัท Liquor
 Distillery Organization Excise Department ประเทศไทย
- 3.1.8 โพลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA) บริษัท Fluka ประเทศสวิชเซอร์ แลนด์
- 3.1.9 กาวเงิน บริษัท SPI Supplies Division of STRUCTURE PROBE ประเทศ สหรัฐอเมริกา
- 3.1.10 อะซีโตน
- 3.1.11 น้ำกลั่น
- 3.1.12 น้ำยาล้างจาน

3.2 อุปกรณ์

- 3.2.1 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม บริษัท Sartorious รุ่น MC1 Analytic AC210S ประเทศเยอรมัน
- 3.2.2 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม บริษัท AND รุ่น HM-300 ประเทศ ญี่ปุ่น สำหรับชั่งเพื่อคำนวณหาค่าความหนาแน่น
- 3.2.3 กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด
- 3.2.4 ลูกบดเซอร์โคเนีย (ZrO₂)
- 3.2.5 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 3.2.6 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling
- 3.2.7 บึกเกอร์ขนาด 250, 600 และ 1000 มิลลิลิตร
- 3.2.8 กระดาษฟอยล์ (foil)
- 3.2.9 กระดาษรองชั่งสาร (weighing paper) บริษัท Whiteman
- 3.2.10 ตะแกรงร่อนสาร
- 3.2.11 คีมจับชิ้นงาน
- 3.2.12 ครกบดสาร (agate)
- 3.2.12 ช้อนตักสาร
- 3.2.13 ไดร์เป่าผม สำหรับเป่าอุปกรณ์หรือชิ้นงานหลังทำความสะอาด
- 3.2.14 แปรงล้างขวด
- 3.2.15 ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)
- 3.2.16 เทปกาวคาร์บอน
- 3.2.17 เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (hot plate & magneticstir) ยี่ห้อ Cimarec ปรับอุณหภูมิได้สูงสุด 400 [°]C และปรับความเร็วในการคนสารด้วย แม่เหล็กได้ 12 ระดับ
- 3.2.18 ตู้อบสารปรับอุณหภูมิได้สูงสุดประมาณ 200 [°]C บริษัท Griffin Grundy
- 3.2.19 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ Electrolux ประเทศไทย
- 3.2.20 เตาอบไฟฟ้า ยี่ห้อ HOUSE WORTH รุ่น HW-8085 ประเทศจีน
- 3.2.21 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร ยี่ห้อ Lenton Furnances รุ่น 4279
- 3.2.22 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
- 3.2.23 เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก ยี่ห้อ Carvert รุ่น C #3912
- 3.2.24 ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์ ยี่ห้อ ZIMM ZEEM ประเทศจีน

- 3.2.25 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ ยี่ห้อ YUGO รุ่น M920 ประเทศไทย
- 3.2.26 ดิจิตอลเทอร์โมมิเตอร์ ยี่ห้อ OAKTON ประเทศจีน
- 3.2.27 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น X'Pert บริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์
- 3.2.28 เครื่อง Sputter Coater บริษัท The Polaron รุ่น SC7620 ประเทศอังกฤษ
- 3.2.29 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) บริษัทLEO รุ่น 1455VP ประเทศอังกฤษ
- 3.2.30 จานหมุนสำหรับขัดสาร ยี่ห้อ Struers รุ่น LaboPol –1 ประเทศเดนมาร์ก
- 3.2.31 กระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800 และ 1000 ตรานกนางแอ่น
- 3.2.32 เครื่อง Precision LCR meter รุ่น E 4980 A, 20 Hz 2 MHz บริษัท Agilent ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.33 ผงขัดเพชรแบบสเปรย์ขนาดอนุภาค 1, 3 และ 6 μm บริษัท Kemet Internation ประเทศอังกฤษ
- 3.2.34 กระดาษขัด DP-Dac, DP-Pan บริษัท Struers ประเทศเนเธอร์แลนด์
- 3.2.35 กระดาษขัด Microcloth บริษัท Buehler ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.36 ผงขัดเพชร ขนาด 6, 3 และ 1 μm
- 3.2.37 เครื่อง UP2005 ultrasonic Processor บริษัท Hielscher Ultrasond Technology ประเทศเยอรมัน
- 3.2.38 เครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester) บริษัท Buehler รุ่น1600-6100 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.39 กล้องดิจิตอลต่อกับเลนส์ตา (Digital Camera for Microscope) บริษัท I.P.O. Instrument Co. Ltd. รุ่น DCM 130 (USB 2.0) Resolution 1.3 Mpixels ต่อพ่วงกับ คอมพิวเตอร์ โดยทาง USB ใช้กับโปรแกรม Scope Photo 3.0 Digital Camera for Microscope & Telescope
- 3.2.40 กล้องจุลทรรศน์แบบแสง บริษัท Wuzhou New Found Instrument รุ่น XJL-101 Reflected Light Metallurgical Microscope ประเทศจีน
- 3.2.41 กล้องดิจิตอลต่อกับเลนส์ตา (Digital Camera Eyepiece) บริษัท Pro•Way Optics & Electronics รุ่น DCE-PW1 ประเทศเยอรมัน ต่อพ่วงกับคอมพิวเตอร์ โดยใช้ USB PC Camera 301 P ใช้กับโปรแกรม T. DN-2 Microscopy Image Processing System
- 3.2.42 กล้องจุลทรรศน์ OPTIPHOT-2 ผลิตโดยบริษัท Nikon ประเทศญี่ปุ่น

3.3 กระบวนการเตรียมผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃)

เตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททาเนตสูตร Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ด้วยวิธีมิกซ์ออกไซด์ เริ่ม จากการชั่งสารตั้งต้น PbO, TiO₂ และ ZrO₂ ตามสัดส่วนจำนวนโมล Pb : Zr : Ti เป็น 1 : 0.52 : 0.48 ด้วยการดุลสมการเคมีตามสมการ (3.1) จากนั้นชั่งสารตามปริมาณที่คำนวณ โดยใช้เครื่องชั่งสารที่มีความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.1) สมการการดุลสมการเคมีเป็นดัง สมการข้างล่างนี้

PbO (s) + 0.52(ZrO₂) (s) + 0.48(TiO₂) (s) \rightarrow Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ (s) (3.1)

นำสารตั้งต้นมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนียแล้วเติม เอทิลแอลกอฮอล์ลงไปด้วยเพื่อเป็นตัวช่วยในการหล่อลื่นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปวางบนแท่น หมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋องเพื่อบดย่อยผสมสารแบบ boll-milling ตามรูป 3.2 ทำ การบดย่อยผสมการเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วกรองเอาของเหลวที่ผสมแล้วใส่บีกเกอร์ นำไปทำ ให้แห้งโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (รูป 3.3) ใช้ความร้อน ประมาณ 120-130 °C เมื่อของเหลวนั้นแห้งแล้ว นำไปอบอีกครั้งเพื่อให้แห้งสนิทเป็นเวลาอย่าง น้อย 2 ชั่วโมง ทำการร่อนผงผสมด้วยตะแกรงร่อน นำผงที่ได้ใส่ถ้วยอะลูมินาปิดฝาแล้วนำไป เผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า (รูป 3.4) โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 500 ถึง 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที แผนภาพการเผาแคลไซน์ แสดงดังรูป 3.5



รูป 3.1 เครื่องชั่งสารความละเอียด 0.0001

รูป 3.2 แท่นหมุนพร้อมมอเตอร์สำหรับหมุนกระป๋อง เพื่อบดย่อยผสมสารแบบ Ball milling





รูป 3.3 เตาแผ่นให้ความร้อนแบบมีเครื่อง คนสารด้วยแม่เหล็ก

รูป 3.4 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาแคลไซน์และเผา ซินเตอร์



รูป 3.5 แผนภาพการเผาแคลไซน์ (โดย T_c คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์)

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟส ที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกที่ ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมและ ตรวจสอบผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ แสดงดังแผนผังในรูป 3.6



ขั้นตอนการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃

รูป 3.6 แผนผังการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃

ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทั้งหมดที่เตรียมได้จากการเผา แคลไซน์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และคำนวณหาความบริสุทธิ์จากสมการ ที่ (3.2)

ร้อยละความบริสุทธิ์ (%) =
$$\frac{I_p}{(I_p + I_1)} \times 100$$
 (3.2)

โดยที่ I_p แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสหลัก I_i แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-ray ของเฟสแปลกปลอม

3.4 กระบวนการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโน ของ MgO และ ZrO₂

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ได้จาก หัวข้อ 3.3 คือ Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาทำ การเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ เป็นปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร โดยคำนวณให้เป็นปริมาณมวลของสารที่จะใช้ตามสมการที่ (3.3) และสมการ (3.4)

%Mass of additive(g) =
$$\left(\frac{\frac{\text{vol%Additive}}{100} \times \rho_{\text{Additive}}}{\frac{\text{vol%Additive}}{100} \times \rho_{\text{Additive}} + \left(1 - \frac{\text{vol%Additive}}{100}\right)\rho_{\text{Main}}\right) \times 100$$
(3.3)

vol%Additive เป็นร้อยละโดยปริมาตรของสารเจือที่ต้องการแปลงค่า

 $ho_{_{Main}}$ เป็นความหนาแน่นของสารที่เป็นเฟสหลัก ในงานวิจัยนี้ใช้ Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3

ρ_{Additive} เป็นความหนาแน่นของสารเจือที่เป็นเฟสรอง ในงานวิจัยนี้ใช้ อนุภาคระดับนา โนของ MgO และ ZrO₂

หรือ %Mass of main(g) = 100 - %Mass of additive(g)

เมื่อ %Mass of main เป็นร้อยละของมวลของสารที่เป็นเฟสหลัก

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่แคลไซน์แล้ว สารเจือที่มีอนุภาคในระดับนาโนที่ทำการ กระจายอนุภาคด้วยเครื่อง Utrasonic Processor ดังรูป 3.7 โดยใช้ Cycle 0.5 ใช้ Amplitude 35% นาน 3 นาที และ PVA ความเข้มข้น 3% โดยน้ำหนัก มาทำการบดผสมเปียกอีกครั้ง เป็น เวลา 12 ชั่วโมง แล้วทำแห้ง คัดขนาดอีกครั้ง แผนผังการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + สารเจือ แสดงดังรูป 3.8



รูป 3.7 เครื่อง Ultrasonic Processor ที่ใช้ในการกระจายอนุภาคของสารเจือ MgO และ ZrO₂



รูป 3.8 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ผสมสารเจือระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂

จากนั้นนำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ผสมสารเจือเรียบร้อยแล้วมาตรวจสอบ โครงสร้างเฟสของผงผลึกอีกครั้งด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และตรวจสอบ ลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ผสมสารเจือเรียบร้อยแล้ว ด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.5 กระบวนการเตรียมเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0-2 โดยปริมาตร มาอัดขึ้นรูปครั้งละ 1 กรัม ซึ่งชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะเป็น แผ่นกลม (Disk) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร โดยทำการอัดในแม่พิมพ์ โลหะ ดังรูป 3.9 ด้วยเครื่องอัดระบบไฮโดรลิก (รูป 3.10) ด้วยความดัน 0.6 ตัน เป็นเวลานาน 25-30 วินาที เมื่อได้ชิ้นงานที่ผ่านการอัดขึ้นรูป (green body) แล้วจึงนำมาจัดเรียงในถาด อะลูมินา ดังรูป 3.11 นำไปเผากำจัดตัวประสานออกที่อุณหภูมิ 550 °C โดยให้อัตราความร้อน อย่างช้าๆ 1 °C/นาที ดังแผนภาพในรูป 3.12



รูป 3.9 แม่พิมพ์โลหะ



รูป 3.10เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก



รูป 3.11 การจัดเรียงชิ้นงานบนถาดอะลูมินา



รูป 3.12 แผนผังการเผาเพื่อกำจัด PVA

หลังจากทำการกำจัด PVA แล้ว นำเม็ดชิ้นงานมาเรียงลงในถ้วยอะลูมินาที่รองกันและ กลบด้วยผงอะลูมินาโดยทำการกลบชิ้นงานด้วยผงผลึก PbZrO₃ ดังรูป 3.13 เพื่อป้องกันการ ระเหยของตะกั่วออกจากชิ้นงานในระหว่างที่ทำการเผาซินเตอร์ ซึ่งเป็นการทำให้การเผาซิน เตอร์อยู่ในบรรยากาศของตะกั่วนั่นเอง จากนั้นปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปเผาซินเตอร์โดยใช้เตา ไฟฟ้า (รูป 3.4) ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการให้ความร้อน 5 °C/ นาที แผนภาพการเผาซินเตอร์เป็นดังรูป 3.14 เมื่อเผาซินเตอร์แล้วนำเซรามิกที่ได้ไปล้างและทำ ความสะอาดชิ้นงานอีกครั้งด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ดังรูป 3.15 นำเซรามิกที่ได้ไปล้างและทำ สะอาดแล้วอบด้วยเตาอบไฟฟ้าดังรูป 3.16 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการเตรียมและ ตรวจสอบสมบัติของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0-2) vol% MgO, ZrO₂ แสดงดังแผนผังใน รูป 3.17



รูป 3.13 การจัดเรียงชิ้นงานในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์



รูป 3.14 แผนภาพการเผาซินเตอร์



รูป 3.15 เครื่องอัลตราโซนิก



รูป 3.16 เตาอบไฟฟ้า



รูป 3.17 แผนผังการเตรียมและตรวจสอบสมบัติของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่มีสารเจืออนุภาคระดับนาโน ของ MgO และ ZrO₂



3.6 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รูป 3.18 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม [29]

ผลึกที่มีการวางเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบเป็นชั้นๆ บนชุดระนาบ (hkl) ดังรูป 3.18 เมื่อเกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชั้นอะตอมเหล่านี้ ณ มุม θ ถ้าคลื่นที่เลี้ยวเบน ออกมานี้มีเฟสเดียวกัน จะเกิดการรวมกันแบบเสริมกันได้นั้นจะต้องมีระยะทางเดินของคลื่น ต่างกันอยู่เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น ซึ่งสามารถเขียนได้ดังสมการ (3.5) โดยเรียก สมการนี้ว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law)

$$2d \sin \theta = n\lambda \tag{3.5}$$

เมื่อ d เป็นระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (h k l)

- θ เป็นมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก
- n เป็นเลขจำนวนเต็มใดๆ = 1,2,3,...
- λ เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

ผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดและการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในที่แตกต่างกัน เมื่อนำมา ตรวจสอบด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะได้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน โดยที่ รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีความเฉพาะเจาะจงสำหรับ วัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมา จากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดย พิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้ม ของพีครังสีเอกซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูป 3.19) ซึ่งดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบ ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำ ผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแพคใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวาง ชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (รูป 3.20) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง (Cuk_x) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.540562 Å ออกมาด้วย step ประมาณ 0.01 องศา ต่อวินาที จากค่ามุม 20 ที่ 10 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 20 ที่ 60 องศา



รูป 3.19 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูป 3.20 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น X'Pert บริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์

3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃, ผงผลึก
 Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO, ZrO₂ และเซรามิก
 Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO, ZrO₂

<u>ผงผลึก</u>

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 – 900 °C มาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาค เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบใน การอธิบายลักษณะรูปร่างและการเกาะตัวของผงเซรามิก โดยนำผงเซรามิกที่ต้องการ ตรวจสอบมาโรยบนฐานวางสาร (sample holder) ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอน (carbon tape) แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering ด้วยเครื่อง Sputter Coater ดังรูป 3.21 จากนั้นจึงนำไปทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราด (SEM) ดังรูป 3.22

ทำเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนเป็นผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือ MgO และ ZrO₂ ที่มีอนุภาคระดับนาโน

<u>เม็ดเซรามิก</u>

นำชิ้นงานเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ที่ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C มาทำความสะอาดผิวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลานาน 15–30 นาที เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออกไปจากผิวหน้าชิ้นงาน จากนั้นนำไปอบให้แห้ง แล้วจึงหัก ชิ้นงานออกเป็นชิ้นเล็กๆ นำแต่ละชิ้นไปติดบนฐานวางสารตัวอย่าง ที่ติดด้วยเทปกาวคาร์บอน เช่นกัน โดยจัดให้ผิวหน้า (surface) วางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมต่อการสำรวจด้วยเทคนิค SEM แล้วทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering จากนั้นจึงนำไปทำการ ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค ของชิ้นงานต่อไป



รูป 3.21 เครื่อง Sputter coater รุ่น SC7620



รูป 3.22 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท LEO รุ่น 1455VP

3.8 การตรวจสอบค่าความหนาแน่น (Density) และความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density)

การหาความหนาแน่น (Density)

การหาค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คีมี ดีส (Archimedes) [30] เริ่มจากนำเซรามิกที่ต้องการทราบค่ามาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ และทิ้งให้อิ่มตัวด้วยน้ำเป็นเวลา 1 คืนจากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (W₃) ชั่งขณะเปียก (W₂) และนำไปอบในเตาอบไฟฟ้าเป็นเวลา 1 คืน เพื่อนำมาชั่งมวลขณะแห้ง (W₁) โดยใช้เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม (รูป 3.23) แล้วจึงนำค่าที่ได้มา คำนวณหาความหนาแน่น ดังสมการ (3.6)

$$\rho_{c} = \left(\frac{W_{1}}{W_{2} - W_{3}}\right) \times \rho_{H_{2}0}$$
(3.6)

เมื่อ

 ho_{c} คือ ความหนาแน่นของเซรามิก

W₁ คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง (มวลแห้ง)

W2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะเปียก (มวลหมาด)



W₃ คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะอยู่ในน้ำ (มวลเปียก)

รูป 3.23 เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม สำหรับหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน

การหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative density)

เมื่อได้ความหนาแน่นเชิงทฤษฎีของเซรามิกที่ผสมผงของสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโน ในปริมาณต่างๆ กันแล้ว จึงนำมาคำนวณหาความหนาแน่นสัมพัทธ์เพื่อใช้เปรียบเทียบค่าความ หนาแน่นของชิ้นงานที่มีสารเจือปนได้โดยใช้สมการ (3.7)

ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%) =
$$\left(\frac{\rho_{th} - \rho_s}{\rho_{th}}\right) \times 100$$
 (3.7)

เมื่อ $ho_{_{th}}$ และ $ho_{_s}$ คือความหนาแน่นเชิงทฤษฎีและความหนาแน่นของเซรามิกที่ได้จากการ ทดลองตามลำดับ

3.9 การศึกษาค่าร้อยละการหดตัวหลังการเผา (Percent shrinkage)

นำเซรามิกที่ได้มาตรวจสอบหาค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิกภายหลังการเผาซิน เตอร์ในรูปของการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ ชิ้นงานก่อนและหลังการเผาซินเตอร์ จากนั้นจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาร้อยละการหดตัวของ เซรามิกดังสมการ (3.8) ดังนี้

การหดตัวเชิงเส้น (%) =
$$\left(\frac{d_1 - d_2}{d_1}\right) \times 100$$
 (3.8)

เมื่อ d₁ และ d₂ เป็น เส้นผ่านศูนย์กลางของเซรามิกก่อนและหลังการเผาซินเตอร์ ตามลำดับ

3.10 การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก

ทำการเตรียมชิ้นงานเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO และ ZrO2 สำหรับการทดสอบวัดหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิ เล้กทริก โดยการขัดผิวหน้าของชิ้นงานเซรามิกด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร (รูป 3.24) เพื่อให้ผิวทั้งสองด้านของเซรา มิกอยู่ในแนวระนาบและเรียบสม่ำเสมอ นำชิ้นงานไปล้างทำความสะอาดผิวด้วยน้ำที่มีส่วนผสม น้ำยาล้างจานเพียงเล็กน้อยเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่หลุดออกมาในขณะที่ทำการขัดผิวหน้าของ เซรามิก จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 120 °C โดยใช้เตาอบ นำมาวัดขนาดความ หนาและเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนการทำขั้วด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์แบบดิจิตอล (รูป 3.25) ทำการทากาวเงินเพื่อทำขั้วโดยทากาวเงินทีละด้านของชิ้นงานแล้วนำชิ้นงานไปอบเพื่อให้ กาวเงินแห้งจนครบทั้งสองด้าน เมื่อชิ้นงานแห้งนำไปทำความสะอาดขอบข้างของชิ้นงานด้วยอะ ซิโตนเพื่อป้องกันการซ็อตถึงกันของผิวหน้า จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปเผาให้กาวเงินที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 15 นาที ใช้อัตราการขึ้น/ลง อุณหภูมิเป็น 5 °C/นาที ตรวจสอบขั้วที่ทำได้ว่า ติดกันตลอดทั้งหน้าของชิ้นงานหรือไม่ด้วยโอห์มมิเตอร์ ระวังอย่าให้ทั้งสองด้านของผิวหน้าช็อ ตถึงกัน นำชิ้นงานที่ได้มาทำการวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อน ทางไดอิเล็กทริก (tan δ) โดยใช้เครื่อง LCZ meter ดังรูป 3.26 วัดที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ซึ่งค่าความจุที่วัดได้นั้นสามารถนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ค่าสภาพ ยอมสัมพัทธ์) ได้จากสมการ (3.9)

$$\varepsilon_{r} = \frac{tC}{\varepsilon_{0}A}$$
(3.9)

- เมื่อ **ɛ**, คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก หรือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของชิ้นงาน
 - ${f \epsilon}_0$ คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศมีค่าประมาณ 8.854x10 $^{-15}$ F/mm
 - C คือ ค่าความจุไฟฟ้า
 - t คือ ความหนาของชิ้นงาน
 - A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน



รูป 3.24 จานหมุนสำหรับขัดสารตัวอย่าง



รูป 3.25 ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์



รูป 3.26 LCR meter รุ่น E 4980 A 20Hz-2 MHz

3.11 การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness)

ทำการเตรียมชิ้นงานนำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C มาทำการขัดเพื่อให้ได้ระนาบ และทำการขัดให้เงา เป็นกระจก โดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และใช้สเปรย์ผงขัดเพชรขนาด อนุภาค 6, 3 และ 1 µm พ่นบนกระดาษขัด DP-Dac, DP-Pan, Microcloth เพื่อขัดเงาเม็ดเซรา มิก โดยใช้จานหมุนสำหรับขัดสาร ดังรูป 3.23 ช่วยในการขัดผิวหน้าของชิ้นงาน เมื่อผิวหน้าเงา เป็นกระจกแล้ว นำชิ้นงานมาล้างทำความสะอาด อบให้แห้ง แล้วนำไปทดสอบค่าความแข็งแบบ วิกเกอร์ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งระดับจุลภาค ที่ใช้ทำการทดสอบด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ ดังรูป 3.27 โดยการกดด้วยโหลดขนาด 300 และ 500 กรัม เป็นเวลา 15 วินาที ตัวอย่างละ 6 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย



รูป 3.27 เครื่องวัดค่าความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester)

การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.10) [31]

$$H_v = 1854.4 \left(\frac{P}{d^2} \right)$$
 (3.10)
คือค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (GPa)

เมื่อ

 H_V

P คือโหลดที่ให้แก่หัวกด (N)

d ดือค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (μm)

บทที่ 4 ผลการวิจัย และการอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃) จากการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ตั้งแต่
500 – 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที นำมาวิเคราะห์ การก่อเกิดเฟสโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการ เผาแคลไซน์แล้วให้ได้เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงได้ดังรูป 4.1



รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์และที่เผา แคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 900 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 [°]C/นาที

จากรูป 4.1 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ทำ การเผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 700 °C นั้น ยังพบเฟสของสารตั้งต้นเหลืออยู่โดยเทียบกับ รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงผสมที่ยังไม่ได้ทำการเผาแคลไซน์ และเมื่ออุณหภูมิใน การเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นเป็น 800–900 °C พบเฟสบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ซึ่ง สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ในแฟ้มข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33–0784 [32] เมื่อทำการคำนวณหาร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ตั้งแต่ 500 – 900 [°]C ตามสมการ (3.2) จะได้ผลดังตาราง 4.1 และดังกราฟในรูป 4.2

อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ ([°] C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก (%)
500	19.52
600	24.52
700	78.01
800	100
900	100

ตาราง 4.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500– 900 [°]C



รูป 4.2 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 900 [°]C เป็น เวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 [°]C/นาที

นำรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{o.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 800 [°]C มาเขียนกราฟเทียบกับข้อมูลมาตราฐานของผงผลึก Pb(Zr_{o.52}Ti_{0.48})O₃ ใน แฟ้มข้อมูลมาตราฐาน JCPDS หมายเลข 33–0784 [32] ดังรูป 4.3 พบว่าทุกพืคตรงตามข้อมูล ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ในฐานข้อมูลมาตราฐาน ส่วนพีคที่ 20 ประมาณ 28 องศา มา จากการเพิ่มจำนวน PbO จำนวน 3 mol% ลงในสารตั้งต้น เพื่อชดเชยการสูญเสียของ PbO เมื่อ ทำการเผาแคลไซน์ และเผาซินเตอร์



รูป 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 800 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เทียบกับข้อมูลมาตราฐานในแฟ้มหมายเลข 33–0784

4.2 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃)

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500– 900 °C ไปทำการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อดูลักษณะ รูปร่างของผงผลึกที่ได้ ประกอบกันกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ผลจากการ XRD เพื่อนำไป เลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ต่อไป ผลการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบ ส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ นี้ เป็นดังรูป 4.4



รูป 4.4 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ยังไม่ได้เผาแคลไซน์ และ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 – 900 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ยังไม่ได้เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 – 900 °C เป็น เวลา 2 ชั่วโมง ดังรูป 4.4 พบว่าเมื่อยังไม่เผาแคลไซน์นั้น จะเห็นรูปร่างของผงผสมหลายๆ อย่างผสมคลุกเคล้ากันอยู่ทั้งก้อนเล็กและใหญ่ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 – 600 °C ยัง เห็นเป็นรูปร่างของผงผสมหลายๆ อย่างคลุกเคล้ากันอยู่เช่นกัน และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C ผงผลึกจะเริ่มมีความเป็นเนื้อเดียวกัน เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 800 °C จะ พบว่าผงผลึกมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีขนาดของอนุภาคเล็กใหญ่ผสมกันอยู่แต่ก็มีขนาด ใกล้เคียงกัน และเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เป็น 900 °C พบว่าผงผลึกมีรูปร่างคล้ายคลึง กันทั้งหมด มีลักษณะค่อนข้างกลม ขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้นพร้อมจะเป็นเกรน

จากข้อมูลที่ได้จากภาพถ่าย SEM และจากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า กราฟที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ และภาพถ่าย SEM นี้ มี ความสอดคล้องกัน นั่นคือที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C นั้น กราฟที่ได้ยังไม่เป็นรูปแบบของผงผลึกที่สมบูรณ์ แต่เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C กราฟที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ฟอร์มตัวเป็นผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ตรง กับข้อมูลในแฟ้มข้อมูลมาตราฐาน JCPDS หมายเลข 33-0784 [32] แล้ว และภาพถ่ายจาก SEM ก็ได้ผงผลึกที่มีเนื้อสม่ำเสมอแล้วเช่นกัน ดังนั้นจึงได้เลือกอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ผง ผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ 800 °C

4.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO

นำสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) มาทำการเจือลงในผง ผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร พร้อมทั้งเติม PVA ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในปริมาณ 1 หยดต่อผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ 1 กรัม ทำการบดผสมเปียกอีกครั้งเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทำ แห้ง และคัดขนาดอีกครั้ง แล้วนำไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสี เอกซ์ ดังรูป 4.5



รูป 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์แล้ว เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร

จากกราฟรูป 4.5 จะเห็นว่า ผงผลึกของ Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือในระดับนาโน ของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ยังคงสอดคล้องกับเฟสของ Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ในฐานข้อมูลมาตรฐานหมายเลข 33–0784 [32] ทั้งหมด

4.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ MgO

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ เติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร พร้อมทั้งเติม PVA ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในปริมาณ 1 หยดต่อผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ 1 กรัม ทำการบดผสมเปียกอีกครั้งเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทำแห้ง และคัดขนาด อีกครั้ง แล้วนำไปมาศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูป 4.6



รูป 4.6 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์แล้ว เติม อนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร

จากภาพถ่าย SEM ในรูป 4.6 จะเห็นว่าลักษณะของอนุภาคในระดับนาโนของ MgO เกาะกันเป็นก้อนมีขนาดของอนุภาคเล็กกว่า 50 นาโนเมตร ส่วนผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผา แคลไซน์แล้วผสมกับตัวประสาน (PVA) แต่ยังไม่เติมอนุภาคในระดับนาโนของ MgO จะมี ลักษณะเป็นก้อนและมีริ้วๆ ของตัวประสานเกาะอยู่ และที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ตั้งแต่ร้อยละ 0.5 - 2 โดยปริมาตร จะเห็นว่าผงผลึกมีการเกาะของตัวประสานและอนุภาคของ MgO ปะปนอยู่ แต่ลักษณะคล้ายๆ กัน เนื่องจากอนุภาคของ MgO เล็กมากๆ จึงดูกลมกลืนกับ ตัวประสานนั่นเอง

4.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ ZrO₂

นำสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO₂) มาทำการเจือลง ในผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในปริมาณ ร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร พร้อมทั้งเติม PVA ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ใน ปริมาณ 1 หยดต่อผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ 1 กรัม ทำการบดผสมเปียกอีกครั้งเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทำแห้ง และคัดขนาดอีกครั้ง แล้วนำไปวิเคราะห์การก่อเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์ ดังรูป 4.7



รูป 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์แล้ว เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร

จากกราฟรูป 4.7 จะเห็นว่า ผงผลึกของ Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมสารเจือในระดับนาโน ของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ยังคงสอดคล้องกับเฟสของ Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ในฐานข้อมูลมาตรฐานหมายเลข 33–0784 [32] ทั้งหมด

4.6 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ ZrO₂

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 [°]C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ เติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร พร้อมทั้งเติม PVA ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในปริมาณ 1 หยดต่อผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ 1 กรัม ทำการบดผสมเปียกอีกครั้งเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทำแห้ง และคัดขนาด อีกครั้ง แล้วนำไปมาศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูป 4.8



รูป 4.8 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เผาแคลไซน์แล้ว เติม อนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร

จากภาพถ่าย SEM ในรูป 4.8 จะเห็นว่าลักษณะของอนุภาคในระดับนาโนของ ZrO₂ เกาะกันเป็นก้อนมีขนาดของอนุภาคเล็กกว่า 100 นาโนเมตร ส่วนผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ เผาแคลไซน์แล้วผสมกับตัวประสาน (PVA) แต่ยังไม่เติมอนุภาคในระดับนาโนของ ZrO₂ จะมี ลักษณะเป็นก้อนและมีริ้วๆ ของตัวประสานเกาะอยู่ และที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ตั้งแต่ร้อยละ 0.5 - 2 โดยปริมาตร จะเห็นว่าผงผลึกมีการเกาะของตัวประสานและอนุภาคของ ZrO₂ ปะปนอยู่ เช่นกันกับผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาค MgO

4.7 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0–2) vol% MgO เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C เป็น เวลา 2 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบรูปแบบการ เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นดังรูป 4.9



รูป 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากรูป 4.9 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อ เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร [Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0-2) vol% MgO] เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C พบว่าเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0-2)
 vol% MgO ทั้งหมดมีโครงสร้างอยู่ระหว่างระบบเตตระโกนอล และรอมโบฮีดรอล สังเกตจาก
 พีคหลักในมุมการเลี้ยวเบน 20 = 21-22°, 30-31°, 43-45° และ 54-55° พีคเหล่านี้มีแนวโน้ม
 ในการเข้ามารวมกันเป็นโครงสร้างในระบบรอมโบฮีดรอล แต่ยังมีร่องรอยให้เห็นการแยกกันอยู่
 บ้าง [32]

4.8 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ MgO

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ O – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C ไปถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่อง กราด (SEM) เพื่อศึกษาลักษณะรูปร่างของเกรนที่แปรค่าปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ MgO เป็นดังรูป 4.10



รูป 4.10 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C ดังรูป 4.10 พบว่าเมื่อเติมอนุภาคในระดับนาโนของ MgO ใน
ปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร ทำให้ขนาดเกรนเฉลี่ยมีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด ทำ การหาขนาดของเกรนเฉลี่ยโดยวิธีจุดตัดบนเส้นตรง [33] ได้ค่าดังรูป 4.11 และดังตาราง 4.2 ซึ่ง เมื่อยังไม่ได้เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ประมาณ 3 μm แต่เมื่อเติม อนุภาคระดับนาโนของ MgO ในสัดส่วนร้อยละ 0-2 โดยปริมาตร มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ในช่วง 1.2-1.4 μm ดังรูป 4.11 และดังตาราง 4.2



รูป 4.11 ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณ ร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

ตาราง 4.2 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles		
ร้อยละโดยปริมาตรของ MgO (vol%)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (µm)	
0	2.52 ± 0.123	
0.5	1.20 ± 0.016	
1	1.40 ± 0.014	
2	1.23 ± 0.010	

4.9 ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ ZrO₂

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (O–2) vol% ZrO₂ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C เป็น เวลา 2 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบรูปแบบการ เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นดังรูป 4.12



รูป 4.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากรูป 4.12 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อ เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร [Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0-2) vol% ZrO₂] เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C พบว่าเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0-2) vol% ZrO₂ ทั้งหมดมีโครงสร้างอยู่ระหว่างระบบเตตระโกนอล และรอมโบฮีดรอล สังเกตจาก พีคหลักในมุมการเลี้ยวเบน 20 = 21-22[°], 30-31[°], 43-45[°] และ 54-55[°] พีคเหล่านี้มีแนวโน้ม ในการเข้ามารวมกันเป็นโครงสร้างในระบบรอมโบฮีดรอล แต่ยังมีร่องรอยให้เห็นการแยกกันอยู่ บ้าง [32]

4.10 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ ZrO₂

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ O – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C ไปถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่อง กราด (SEM) เพื่อศึกษาลักษณะรูปร่างของเกรนที่แปรค่าปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ เป็นดังรูป 4.13



รูป 4.13 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C ดังรูป 4.13 พบว่าเมื่อเติมอนุภาคในระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0.5, 1 และ 2 โดยปริมาตร ทำให้ขนาดเกรนเฉลี่ยมีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด ทำ การหาขนาดของเกรนเฉลี่ยโดยวิธีจุดตัดบนเส้นตรง [33] ได้ค่าดังรูป 4.14 และดังตาราง 4.3 ซึ่งเมื่อยังไม่ได้เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ประมาณ 3 μm แต่เมื่อ เติมผอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในสัดส่วนร้อยละ 0-2 โดยปริมาตร มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ ในช่วง 1.4-1.7 μm



- **รูป 4.14** ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณ ร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C
- **ตาราง 4.3** ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles		
ร้อยละโดยปริมาตรของ ZrO ₂ (vol%)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	
0	2.52 ± 0.123	
0.5	1.52 ± 0.042	
1	1.71 ± 0.046	
2	1.36 ± 0.029	

น้ำขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร มาเขียนเป็นกราฟรวมได้ดังรูป 4.15



รูป 4.15 ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากข้อมูลขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนา โนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ O – 2 โดยปริมาตร พบว่าอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ที่เติมเข้าไปในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทำให้ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีขนาดลดลงอย่างเห็นได้ชัด แสดงว่าอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ไปยับยั้งการเติบโตของเกรนของ เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ นั่นเอง

4.11 ผลการศึกษาความหนาแน่นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C มาทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่นด้วย วิธีอาร์คีมีดีส และนำมาคำนวณหาค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ตามสมการที่ (3.7) ได้ผลดังรูป 4.16 และดังตาราง 4.4



รูป 4.16 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

ตาราง 4.4 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% Mg0 nanoparticles		
ร้อยละโดยปริมาตรของ MgO (vol%)	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)	
0	97.01 ± 0.65	
0.5	97.46 ± 0.14	
1	98.06 ± 0.11	
2	97.83 ± 0.44	

4.12 ผลการศึกษาความหนาแน่นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ ZrO₂

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C มาทำการทดสอบหาค่าความหนาแน่นด้วย วิธีอาร์คีมีดีส และนำมาคำนวณหาค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ตามสมการที่ (3.7) ได้ผลดังรูป 4.17 และดังตาราง 4.5



รูป 4.17 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

ตาราง 4.5 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles		
ร้อยละโดยปริมาตรของ ZrO ₂ (vol%)	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)	
0	97.01 ± 0.65	
0.5	97.47 ± 1.01	
1	97.83 ± 0.35	
2	97.72 ± 0.27	

น้ำค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร มาเขียนเป็นกราฟรวมได้ดังรูป 4.18



รูป 4.18 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากข้อมูลความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร พบว่าอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ที่เติมเข้าไปในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรา มิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีค่าเพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดเมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตรทั้งคู่ ซึ่งความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + 1 vol% MgO มีค่า 98.06% และความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + 1 vol% ZrO₂ มีค่า 97.83%

4.13 ผลการศึกษาค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อ เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ที่อัดขึ้นรูปแล้ว วัดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนและหลังเผาซินเตอร์ คำนวณหาค่า ร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C ดังสมการ (3.8) ค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0-2) vol% MgO ที่คำนวณได้ และค่าความคลาดเคลื่อน แสดงได้ดังกราฟในรูป 4.19 และดังตาราง 4.6



รูป 4.19 ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

ตาราง 4.6 ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% Mg0 nanoparticles		
ร้อยละโดยปริมาตรของ MgO(vol%)	ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น (%)	
0	14.99 ± 0.15	
0.5	14.57 ± 0.19	
1	14.57 ± 0.18	
2	14.57 ± 0.20	

4.14 ผลการศึกษาค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อ เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂

นำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ที่อัดขึ้นรูปแล้ว วัดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนและหลังเผาซินเตอร์ คำนวณหาค่า ร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C ดังสมการ (3.8) ค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + (0–2) vol% ZrO₂ ที่คำนวณได้ และค่าความคลาดเคลื่อน แสดงได้ดังกราฟในรูป 4.20 และดังตาราง 4.7



รูป 4.20 ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

ตาราง 4.7 ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles		
ร้อยละโดยปริมาตรของ ZrO ₂ (vol%)	ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น (%)	
0	14.99 ± 0.15	
0.5	14.11 ± 0.32	
1	14.22 ± 0.17	
2	13.84 ± 0.45	

น้ำค่าร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนา โนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร มาเขียนเป็นกราฟรวมได้ดังรูป 4.21



รูป 4.21 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากข้อมูลร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร พบว่าอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ที่เติมเข้าไปในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทำให้ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของ เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีค่าลดลง โดยค่าร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นอยู่ในช่วง 13 – 15 % ซึ่งเป็นปกติของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกทั่วไป

4.15 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็ก ทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})0₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C มาขัดผิวหน้าของเซรามิกทั้งสองข้างให้ได้ ระนาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ ล้างและอบให้แห้ง วัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของเซรามิกที่ขัดแล้ว จากนั้นทำขั้วด้วยกาวเงิน นำไปวัดค่าความจุไฟฟ้า และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง แล้วทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกตาม สมการ (3.9)

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.22 และดังตาราง 4.8



รูป 4.22 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.8	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย
	ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles		
vol% MgO	ε _r	tan δ
0	803	0.005
0.5	677	0.005
1	611	0.003
2	760	0.003

จะเห็นว่าเมื่อทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง จะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO มีค่าลดลง แต่เมื่อเติม อนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 2 โดยปริมาตร ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเริ่มเพิ่มขึ้น อีกครั้ง ส่วนค่าการสูญเสียทางความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO นั้นมีค่าลดลงจาก 0.005 เป็น 0.003 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.23 และดังตาราง 4.9



ร**ูป 4.23** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.9 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles		
vol% MgO	ε _r	tan δ
0	800	0.003
0.5	674	0.004
1	609	0.003
2	758	0.003

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.24 และดังตาราง 4.10



ร**ูป 4.24** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.10 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของ เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles		
vol% Mg0	ε _r	tan δ
0	797	0.004
0.5	671	0.004
1	607	0.004
2	755	0.004

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.25 และดังตาราง 4.11



รูป 4.25 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.11 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles		
vol% MgO	ε _r	tan δ
0	795	0.008
0.5	670	0.008
1	605	0.008
2	753	0.008

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.26 และดังตาราง 4.12



รูป 4.26 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.12 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles		
vol% MgO	ε _r	tan δ
0	796	0.014
0.5	670	0.012
1	606	0.012
2	754	0.013

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.27-4.28 และดังตาราง 4.13



รูป 4.27 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณ ร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C



รูป 4.28 ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% Mg0 nanoparticles								
60014d	0 vol%		0.5 vol%		1 vol%		2 vol%	
FI 8 109161	E _r	tan δ	8 _r	tan δ	8 _r	tan δ	8 _r	tan δ
1 kHz	803	0.005	677	0.005	611	0.003	760	0.003
10 kHz	800	0.003	674	0.004	609	0.003	758	0.003
100 kHz	797	0.004	671	0.004	607	0.004	755	0.004
500 kHz	795	0.008	670	0.008	605	0.008	753	0.008
1 MHz	796	0.014	670	0.012	606	0.012	754	0.013

ตาราง 4.13 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง

จากข้อมูลในตาราง 4.13 และกราฟค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียความร้อน เนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 605 – 803 และการสูญเสียเนื่องจากความ ร้อนทางไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.003 – 0.13 ซึ่งเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้นคงที่ไดอิเล็กทริก ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร นี้ยิ่งมีค่าลดลง ส่วนค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร นี้ยิ่งมีค่าลดลง ส่วนค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0.5 และ 1 โดย ปริมาตร ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกก์ลดลง แต่เมื่อปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ MgO เพิ่มเป็นร้อย ละ 2 โดยปริมาตร ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกก์สูงขึ้นอีก

4.16 ผลการศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็ก ทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})0₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C มาขัดผิวหน้าของเซรามิกทั้งสองข้างให้ได้ ระนาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 200, 400, 600, 800 และ 1000 ตามลำดับ ล้างและอบให้แห้ง วัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของเซรามิกที่ขัดแล้ว จากนั้นทำขั้วด้วยกาวเงิน นำไปวัดค่าความจุไฟฟ้า และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริก ที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง แล้วทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกตาม สมการ (3.9)

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.29 และดังตาราง 4.14



ร**ูป 4.29** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.14	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก
	Pb(Zr _{0.52} Ti _{0.48})O ₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO ₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย
	ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°] C วัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles					
vol% ZrO ₂	ε _r	tan δ			
0	803	0.005			
0.5	765	0.003			
1	763	0.003			
2	657	0.008			

จะเห็นว่าเมื่อทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง จะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ มีค่าลดลง จาก 803 เป็น 657 และค่าการสูญเสียทางความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่ เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ นั้นมีค่าลดลงจาก 0.05 เป็น 0.03 เมื่อปริมาณอนุภาคระดับ นาโนของ ZrO₂ เป็นร้อยละ 0.5 และ 1 โดยปริมาตร แต่เมื่อปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ เป็นร้อยละ 2 โดยปริมาตร ค่าการสูญเสียทางความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรา มิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีค่าสูงขึ้นเป็น 0.008 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.30 และดังตาราง 4.15



ร**ูป 4.30** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.15 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 10 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles					
vol% ZrO ₂	ε _r	tan δ			
0	800	0.003			
0.5	762	0.003			
1	761	0.003			
2	652	0.005			

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.31 และดังตาราง 4.16



ร**ูป 4.31** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.16 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 100 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles					
vol% ZrO ₂	ε _r	tan δ			
0	797	0.004			
0.5	758	0.005			
1	758	0.004			
2	648	0.006			

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.32 และดังตาราง 4.17



ร**ูป 4.32** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.17 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 500 kHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles					
vol% ZrO ₂	ε _r	tan δ			
0	795	0.008			
0.5	756	0.009			
1	756	0.008			
2	645	0.009			

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.33 และดังตาราง 4.18



ร**ูป 4.33** ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง

ตาราง 4.18 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles					
vol% ZrO ₂	ε _r	tan δ			
0	796	0.014			
0.5	756	0.014			
1	757	0.013			
2	645	0.014			

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ 1, 10, 100, 500 kHz และ 1 MHz ณ อุณหภูมิห้อง แสดงดังกราฟในรูป 4.34–4.35 และดังตาราง 4.19



รูป 4.34 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณ ร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C



รูป 4.35 ค่าการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาค ระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles								
600140	0 vol%		0.5 vol%		1 vol%		2 vol%	
F1 8 109161	E _r	tan δ	8 _r	tan δ	E _r	tan δ	8 _r	tan δ
1 kHz	803	0.005	765	0.003	763	0.003	657	0.008
10 kHz	800	0.003	762	0.003	761	0.003	652	0.005
100 kHz	797	0.004	758	0.005	758	0.004	648	0.006
500 kHz	795	0.008	756	0.009	756	0.008	645	0.009
1 MHz	796	0.014	756	0.014	757	0.013	645	0.014

ตาราง 4.19 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดย ปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง

จากข้อมูลในตาราง 4.19 และกราฟค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และกราฟการสูญเสียความ ร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 645 – 803 และการสูญเสียเนื่องจากความ ร้อนทางไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.003 – 0.14 ซึ่งเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้นทั้งค่าคงที่ไดอิ เล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร นี้ยิ่งมีค่าลดลง ส่วนค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ จะมีค่าน้อยที่สุดที่ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz

4.17 ผลการศึกษาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C แล้ว มาทำการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 150, 240, 360, 600, 800 และ 1000 เพื่อให้มีผิวหน้าเรียบได้ระนาบ และขัดเงาด้วยสเปรย์ผง ขัดเพชรที่มีอนุภาค 6 µm, 3 µm และ 1 µm จนผิวหน้าของชิ้นงานมีความเงาเป็นกระจก จึงนำ ชิ้นงานนี้ล้าง อบ และทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ ด้วยเครื่องทดสอบค่าความแข็งระดับ จุลภาคแบบวิกเกอร์ นำรอยกดที่ได้ไปวัดค่ารอยกดและคำนวณค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบ วิกเกอร์ตามสมการ (3.10) ค่าที่ได้จากการวัดค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นดังกราฟในรูป 4.36 และดังตาราง 4.20



รูป 4.36 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากรูป 4.36 และตาราง 4.20 พบว่าค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C นั้น มีค่าสูงขึ้นเมื่อปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ MgO มีค่า สูงขึ้น ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ในช่วง 3.64 – 4.51 GPa รูปรอยกดระดับจุลภาค แบบวิกเกอร์ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร แสดงดังรูป 4.37 **ตาราง 4.20** ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติม อนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% MgO nanoparticles				
vol% MgO	Vickers hardness (GPa)			
0	3.64 ± 0.25			
0.5	4.38 ± 0.15			
1	4.34 ± 0.27			
2	4.51 ± 0.09			



ร**ูป 4.37** รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของรอยกดระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

4.18 ผลการศึกษาค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂

นำเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C แล้ว มาทำการขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 150, 240, 360, 600, 800 และ 1000 เพื่อให้มีผิวหน้าเรียบได้ระนาบ และขัดเงาด้วยสเปรย์ผง ขัดเพชรที่มีอนุภาค 6 µm, 3 µm และ 1 µm จนผิวหน้าของชิ้นงานมีความเงาเป็นกระจก จึงนำ ชิ้นงานนี้ล้าง อบ และทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ ด้วยเครื่องทดสอบค่าความแข็งระดับ จุลภาคแบบวิกเกอร์ นำรอยกดที่ได้ไปวัดค่ารอยกดและคำนวณค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบ วิกเกอร์ตามสมการ (3.10) ค่าที่ได้จากการวัดค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นดังกราฟในรูป 4.38 และดังตาราง 4.21



รูป 4.38 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากรูป 4.38 และตาราง 4.21 พบว่าค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C นั้น มีค่าสูงขึ้นเมื่อปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ มีค่า สูงขึ้น ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ในช่วง 3.64 – 4.59 GPa รูปรอยกดระดับจุลภาค แบบวิกเกอร์ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับ นาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร แสดงดังรูป 4.39 **ตาราง 4.21** ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติม อนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

PZT + (0–2) vol% ZrO ₂ nanoparticles				
vol% ZrO ₂	Vickers hardness (GPa)			
0	3.64 ± 0.25			
0.5	4.57 ± 0.20			
1	4.22 ± 0.09			
2	4.59 ± 0.05			



ร**ูป 4.39** รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงของรอยกดระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

น้ำค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติม อนุภาคระดับนาโนของ MgO หรือ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร มาเขียนเป็น กราฟรวมได้ดังรูป 4.40



รูป 4.40 ค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO หรือ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 [°]C

จากรูป 4.40 พบว่าเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO หรือ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C จะมีค่าความ แข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์สูงขึ้นเมื่อเติมปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ MgO หรือ ZrO₂ เนื่องจาก MgO และ ZrO₂ มีค่าความแข็งสูง จึงช่วยในการทำให้เซรามิกมีค่าความแข็งสูงขึ้นได้ โดยไม่ว่าจะเติมในปริมาณร้อย 0.5, 1 หรือ 2 โดยปริมาตร ก็ทำให้ค่าความแข็งระดับจุลภาค ของวิกเกอร์สูงขึ้นมี่ค่าใกล้เคียงกันคือประมาณ 4.5 GPa นั่นคือทำให้มีค่าความแข็งระดับ จุลภาคแบบวิกเกอร์สูงขึ้นประมาณร้อยละ 25

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยเรื่องอิทธิพลสารเจือระดับนาโนต่อสมบัติไดอิเล็กทริก และค่าความแข็ง ระดับจุลภาคเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนตนี้ได้ทำการหาเงื่อนไขในการเตรียมผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ให้มีความบริสุทธิ์ได้ที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเมื่อนำผงผลึก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มาเติมสารเจือที่มีอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร มาขึ้นรูป และเผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C แล้วตรวจสอบโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่น ร้อยละการหดตัวเชิงเส้น สมบัติไดอิเล็กทริก และค่าความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์ สรุปผลได้ดังนี้

- Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO หรือ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ
 0 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C ทั้งหมดมีโครงสร้างอยู่ระหว่าง
 ระบบเตตระโกนอล และรอมโบฮีดรอล สังเกตจากพีคหลักในมุมการเลี้ยวเบน 20
 = 21–22°, 30–31°, 43–45° และ 54–55° พีคเหล่านี้มีแนวโน้มในการเข้ามารวมกัน
 เป็นโครงสร้างในระบบรอมโบฮีดรอล แต่ยังมีร่องรอยให้เห็นการแยกกันอยู่บ้าง
- ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร พบว่าอนุภาคระดับนาโน ของ MgO และ ZrO₂ ที่เติมเข้าไปในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทำให้ขนาดเกรน เฉลี่ยของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีขนาดลดลงอย่างเห็นได้ชัด จาก 2.5 µm เหลือ 1.2 µm และ 1.3 µm เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ตามลำดับ แสดงว่าอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ไปยับยั้งการเติบโตของ เกรนของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ นั่นเอง
- ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร พบว่าอนุภาคระดับนา โนของ MgO และ ZrO₂ ที่เติมเข้าไปในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทำให้ความ หนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีค่าเพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดเมื่อเติม อนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตรทั้งคู่ ซึ่ง ความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + 1 vol% MgO มีค่า

บทที่ 5

98.06% และความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ + 1 vol% ZrO₂ มีค่า 97.83%

- ร้อยละการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโน ของ MgO และ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร พบว่าอนุภาคระดับนา โนของ MgO และ ZrO₂ ที่เติมเข้าไปในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ทำให้ร้อยละการ หดตัวเชิงเส้นของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีค่าลดลง โดยค่าร้อยละของการหด ตัวเชิงเส้นอยู่ในช่วง 13 – 15 % ซึ่งเป็นปกติของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกทั่วไป
- 5. ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร วัดที่ความถี่ต่างๆ ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอยู่ ในช่วง 605 – 803 และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.003 – 0.13 ในขณะที่เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ ที่เติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 645 – 803 และการสูญเสียเนื่องจากความร้อนทางไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.14 ซึ่งเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้นทั้งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.003 – 0.14 ซึ่งเมื่อความถี่ของการวัดสูงขึ้นทั้งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอยู่ในช่วง 0.003 – 2 โดยปริมาตร นี้ยิ่งมีค่าลดลง ส่วนค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกของเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร นี้ยิ่งมีค่าลดลง ส่วนค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกของ เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตรนี้จะมีค่าน้อยที่สุดที่ความถี่ของการวัดเป็น 10 kHz
- เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ เมื่อเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO หรือ ZrO₂ ใน ปริมาณร้อยละ 0 – 2 โดยปริมาตร เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C จะมีค่าความ แข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์สูงขึ้นเมื่อเติมปริมาณอนุภาคระดับนาโนของ MgO หรือ ZrO₂ เนื่องจาก MgO และ ZrO₂ มีค่าความแข็งสูง จึงช่วยในการทำให้เซรามิก มีค่าความแข็งสูงขึ้นได้ โดยไม่ว่าจะเติมในปริมาณร้อย 0.5, 1 หรือ 2 โดยปริมาตร ก็ทำให้ค่าความแข็งระดับจุลภาคของวิกเกอร์สูงขึ้นมี่ค่าใกล้เคียงกันคือประมาณ 4.5 GPa นั่นคือทำให้มีค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์สูงขึ้นประมาณ 25 %

ภาพรวมของการเติมอนุภาคระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ ในเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ พบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูง มีโครงสร้างอยู่ในระบบเตตระโกนอล และรอมโบฮีดรอล มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกลดลงเล็กน้อยที่สูง และค่าการสูญเสียความร้อนทาง ้ ไดอิเล็กทริกที่ต่ำลง และมีค่าความแข็งจุลภาคแบบวิกเกอร์สูงขึ้น โดยปริมาณที่เติม จะอยู่ ในช่วงร้อยละ 0.5 – 1 โดยปริมาตร เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการเตรียมเซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ โดยการแปรค่าปริมาณสารเจือที่มีอนุภาค ระดับนาโนของ MgO และ ZrO₂ นี้ ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิเดียวคือ 1200 [°]C ซึ่งผู้วิจัยได้ นำเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด คือเป็นอุณหภูมิที่เซรามิก Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ มีความหนาแน่นมาก ที่สุดมาใช้ แต่การเติมสารเจือตัวอื่นลงไปนั้น มีผลทำให้จุดหลอมเหลวเปลี่ยน ดังนั้นจะมีผลต่อ ค่าความหนาแน่นของเซรามิก ซึ่งถ้ามีการแปรค่าอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ก็อาจได้ค่าอื่นที่ เหมาะสมได้อีก

เอกสารอ้างอิง

- G.H. Hearting, "Ferroelectric Ceramics: History and Technology", J. Am. Ceram. Soc., 82: 797–818, 1999.
- [2] B. Jaffe, W.R. Cook and H. Jaffe, *Piezoelectric Ceramics*, Academic Press, London, 1971.
- [3] K. Uchino, *Ferroelectric Devices*. New York: Marcel Dekker, Inc., 2000.
- [4] W.D. Callister, Jr., Materials science and engineering an introduction, 6th ed., USA: John Wiley & Sons, 2003.
- [5] K. Tajima, H.J. Hwang, M. Sando and K. Niihara., "PZT nanocomposites reinforced by small amount of oxides" J. Eur. Ceram. Soc., 19: 1179–1182, 1999.
- [6] M. Sternitzke, "Review: structural ceramic nanocomposites," J. Eur. Ceram. Soc., 17: 1061–1082, 1997.
- [7] K. Tajima, H.J. Hwang and M. Sando, "Electric-field-induced crack growth behavior in PZT/Al₂O₃ composites" *J. Am. Ceram. Soc.*, 83: 651–653, 2000.
- [8] K. Tajima, H.J. Hwang, M. Sando and K. Niihara, "Mechanical and electrical properties change for PZT by an addition of small amount of oxide" *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 108: 607–610, 2000.
- Y. Xu, Ferroelectric materials and their applications. North–Holland, Elsevier Science Pubblishers B.V., 1328, 1990.
- [10] สมบัติทางกลของเซรามิก, 2010. Retrieved August 22, 2010 from http://www.mtec.or.th
- [11] Engineered materials-Hardness, 2010. Retrieved August 22, 2010 from http://invsee.asu.edu/nmodules
- [12] Instructure Manual, Microhardness Tester MXT– α 3, MXT– α 7, MXT– α 3e, MXT– α 7e, Matsuzawa Seiki Co., LTD.
- [13] Vickers hardness test, 2010. Retrieved February 4, 2010 from http://www.gordonengland.co.uk/hardness
- [14] Microhardness test, 2010. Retrieved February 4, 2010 from http:// www.gordonengland.co.uk/hardness.
- [15] A.J. Moulson and J.M. Herbert, *Electroceramics: Material, Properties and Applications,* (2nd ed.), Chapman& Hall, London, 2003.
- [16] K.R. Han, H.J. Koo, M.J. Hong and C.S. Lim, "Simple Synthesis of Submicrometer Lead Titanate Powder by Precipitation of TiO₂ Precusor on PbO Particulates", J. Am. Ceram. Soc., 83: 971–973, 2000.
- [17] Phase diagram of PZT, 2011. Retrieved July 1, 2011 from http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/piezoelectrics/pzt.php
- [18] Zirconium Oxide, 2010. Retrieved August 22, 2010 from http://www.cezus-consult.com
- [19] Zirconium Oxide, 2010. Retrieved July 24, 2010 from http://www.accuratus.com
- [20] Magnesium Oxide, 2010. Retrieved February 3, 2010, from http://en.wikipedia.org
- [21] Magnesium Oxide, 2010. Retrieved July 14, 2010, from http://www.nectec.or.th
- [22] B. Praveen Kumar, H.H. Kumar and D.K. Kharat, "Effect of porosity on dielectric properties and microstructure of porous PZT ceramics" *Mater. Sci. Eng. B.*, **127**: 130– 133, 2006.
- [23] E. Roncari, C. Galassi, F. Cracium, C. Capiani and A. Piancastelli, "A microstructural study of porous piezoelectric ceramics obtained by different methods", *J. Eur.Ceram. Soc.*, 21: 409–417, 2001.
- [24] D. Hong-liang, P. Zhi-bin, L. Zhi-min, L. Fa, Z. Dong-mei, Z. Wan-Cheng and Q. Sha-bo, "Effect of sintering temperature and composition on microstructure and properties of PMS-PZT ceramics", *Trans. Nonferrous Met. Soc.*, China. **16**: 65–69, 2006.
- [25] K. Gao, Y.H. Chen, J. Ryu, K. Uchino and D. Viehland, "Eu and Yb substituent effects on the properties of Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃-Pb(Mn_{1/3}Sb_{2/3})O₃ ceramics: development of a new high-power piezoelectric with enhanced vibrational velocity", *Jpn. J. Appl.*, 40: 687–693, 2001.

- [26] C.Y. Chen and H.L. Lin, "Piezoelectric properties of Pb(Mn_{1/2}Nb_{2/3})O₃-PbZrO₃- PbTiO₃ ceramics with sintering aid of 2CaO-Fe₂O₃ compound", *Ceramics International*, **30**: 2075–2079, 2004.
- [27] Y.D. Hou, M.K. Zhu, H. Wang, B. Wang, C.S. Tian and H. Yan, "Effects of atmospheric powder on microstructure and piezoelectric properties of PMZN–PZT quaternary ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 24: 3731–3737, 2004.
- [28] D. Zhi-Min, X. Dan, Y. Yan-Fei, X. Hai-Ping and H. Yu-Dong, "Enhancement of dielectric permittivity in the ZnO/PZT ceramic matrix", *Nanocomposites Materials Chemistry and Physics*, **109**: 1–4, 2008.
- [29] E.J. Kramer, P. Haasen and R. Cahn, *Materials Science and Technology*. New York: VCH, 1992.
- [30] รศ.ดร.วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ, เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและ หลักการทำงานเปื้องต้น,_กรุงเทพฯ, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
- [31] Instructure Manual, Microhardness Tester MXT– α 3, MXT– α 7, MXT– α 3e, MXT– α 7e, Matsuzawa Seiki Co.,LTD.
- [32] Powder Diffraction File, Card No. 33–0784. Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF–4, Internation Centre for Diffraction Data (ICDD), 2000.
- [33] W.E. Lee and W.M. Rainforth, Ceramic Microstructures: Property Control by Processing, Chapman&Hall, London, 1994.

Output ที่ได้จากโครงการ

1. ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

Kachaporn Sanjoom and Chompoonuch Puchmark. Effect of MgO Nanoparticles on Properties of PZT Ceramics. Ferroelectrics, 2011; 416: 47–52.

2. ตีพิมพ์ในวารสารระดับประเทศ

Kachaporn Sanjoom and Chompoonuch Puchmark. Effect of zirconium oxide nanoparticles on microstructure, Vickers hardness and dielectric properties of PZT ceramics. NU Science Journal 2011; 9(1): impress.

3. นำเสนอในการประชุมวิชาการ ที่มีการตีพิมพ์บทความบน Proceedings

K. Sanjoom, W. Chomchai, C. Puchmark. Effect of ZrO₂ nanoparticles on dielectric loss of PZT ceramics. The 28th MST Annual Conference of the Microscopy Society of Thailand, Chiang Rai, Thailand 2011; 210–211.

4. น้ำเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ ที่มีการตีพิมพ์เฉพาะ Abstract

C.Puchmark and G. Rujijanagul. Mechanical property of PZT/MgO nanocomposites. Siam Physics Congress SPC2011 (Physics for all, all for physics), Pattaya, Chonburi, Thailand 2011; 216. ภาคผนวก

This article was downloaded by: [Naresuan University], [Chompoonuch Puchmark] On: 28 June 2011, At: 07:20 Publisher: Taylor & Francis

Informa Ltd Registered in England and Wales Registered Number: 1072954 Registered office: Mortimer House, 37-41 Mortimer Street, London W1T 3JH, UK



Ferroelectrics

Publication details, including instructions for authors and subscription information: http://www.tandfonline.com/loi/gfer20

Effect of MgO Nanoparticles on Properties of PZT Ceramics

Kachaporn Sanjoom ^a & Chompoonuch Puchmark ^a ^a Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand

Available online: 27 Jun 2011

To cite this article: Kachaporn Sanjoom & Chompoonuch Puchmark (2011): Effect of MgO Nanoparticles on Properties of PZT Ceramics, Ferroelectrics, 416:1, 47-52

To link to this article: <u>http://dx.doi.org/10.1080/00150193.2011.577665</u>

PLEASE SCROLL DOWN FOR ARTICLE

Full terms and conditions of use: <u>http://www.tandfonline.com/page/terms-and-conditions</u>

This article may be used for research, teaching and private study purposes. Any substantial or systematic reproduction, re-distribution, re-selling, loan, sub-licensing, systematic supply or distribution in any form to anyone is expressly forbidden.

The publisher does not give any warranty express or implied or make any representation that the contents will be complete or accurate or up to date. The accuracy of any instructions, formulae and drug doses should be independently verified with primary sources. The publisher shall not be liable for any loss, actions, claims, proceedings, demand or costs or damages whatsoever or howsoever caused arising directly or indirectly in connection with or arising out of the use of this material.

Taylor & Francis

Ferroelectrics, 416:47–52, 2011 Copyright © Taylor & Francis Group, LLC ISSN: 0015-0193 print / 1563-5112 online DOI: 10.1080/00150193.2011.577665

Effect of MgO Nanoparticles on Properties of PZT Ceramics

KACHAPORN SANJOOM AND CHOMPOONUCH PUCHMARK*

Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok 65000, Thailand

In this research, the effect of MgO nanoparticles doping on electrical and mechanical properties of PZT ceramics were studies. PZT/MgO doped (0–2 vol%) ceramics were prepared by conventional mixed oxide method and sintered at 1200°C for 2 h. Phase formation and microstructure were examined by X-ray diffraction technique (XRD) and scanning electron microscope (SEM). An impedance analyzer was also used to measure the dielectric constant (ε_r) at room temperature. The microhardness was determined using a Vickers indentation technique. The results found that the average grain size decrease with the addition of MgO nanoparticles. The dielectric constant and microhardness is only improved at 0.1 vol% MgO doping.

Keywords MgO nanoparticles; Lead Zirconate Titanate; Dielectric constant; Vickers hardness

Introduction

Lead zirconate titanate (PZT) ceramics have been extensively studied during the last few decades since they are used for a variety of applications such as piezoelectric transducers, pyroelectric sensors, and high dielectric constant capacitors [1-4]. The maximum properties in both of dielectric and piezoelectric can be found with almost near $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ composition which corresponding to the morphotropic rhombohedral-tetragonal phase transition [5]. Pb(Zr,Ti)O₃ (PZT) nanocomposites were prepared from high purity PZT powder and small amount $(0.1\pm1.0 \text{ vol}\%)$ of oxides such as Al₂O₃. Effects of the additives on mechanical and piezoelectric properties of the nanocomposites were investigated. The mechanical properties of ceramics can be significantly improved by introducing nanosized ceramic particles into the ceramic-matrix grains or grain boundaries. The most significant achievements with this approach have been reported by Niihara and Nakahira [6-8], In this work, effect of magnesium oxide nanoparticles on microstructure, density and dielectric constant (various frequencies at room temperature) of PZT ceramics were studied. At room temperature, the solid solution between lead titanate, PbTiO₃ (PT), and lead zirconate, PbZrO₃ (PZ), presents two ferroelectric phases, a tetragonal phase in the titanium rich side of the pseudobinary system, and a rhombohedral one in the zirconium rich side [9].

[435]/47

Received June 20, 2010; in final form July 9, 2010. *Corresponding author. E-mail: kungmic2002@yahoo.com

48/[436]



Figure 1. XRD patterns of PZT ceramics with 0-2 vol% MgO nanoparticles sinter at 1200°C.

Experimental

PZT/MgO nanoparticles ceramics in this research were prepared by mixed oxide method. The starting materials of PbO (99.0%, Riedel de Haën), ZrO₂ (99.0%, Riedel de Haën) and TiO₂ (99.0%, Riedel de Haën) were mixed in ethanol medium for 24 h and calcined at 800°C for 2h. The MgO nanopowders (Aldrich USA, 50 nm) was blended with the calcined PZT powder in ratios of between 0–2 vol%. PZT-MgO mixture was ball-milled for 12 h. Then, the slurry was dried, sieved and pressed into pellets. The sintering procedure was carried out at 1200°C for 2 h. Phases formation and microstructure were examined by X-ray diffractometer (XRD) and Scanning electron microscope (SEM). Average grain size was measurement by linear interception method. An impedance analyzer was also used to measure the dielectric constant (ε_r) at room temperature. Vickers microhardness of samples was investigated by Vickers microhardness tester.

Results and Discussion

The X-ray diffraction patterns of sintered PZT ceramics with the addition range of 0–2 vol% MgO nanoparticles were shown in Fig. 1. All the patterns correlated to JCPDS file number 33–0784 represented the tetragonal structure [10]. Lattice parameter were calculated by X-ray program to be a = 4.036 Å, b = 4.036 Å and c = 4.146 Å. The maximum intensity of peak was $2\theta \sim 30.94^{\circ}$. No trace of MgO nanoparticles phase was detected. The amount of MgO in the samples may have been too small to be detected by XRD.

Figure 2 showed SEM micrograph of surface and fracture of PZT ceramics with 0, 0.1, 0.3 and 2 vol% MgO nanoparticles. Intergranular fracture was found for PZT sample (Fig. 2 (b)). The fracture mode changed to intergranular with partial intragranular fracture



Figure 2. SEM photographs of surface and fracture of PZT ceramics with: (a, b) 0, (c, d) 0.1, (e, f) 0.3 and (g, h) 2 vol% MgO nanoparticles.

for the sample with 0.1 vol% MgO addition (Fig. 2 (d)), indicating that the MgO particles reinforced the PZT grain boundaries [11]. However, the fracture mode became to mainly intergranular for the samples with 0.3–2 vol% MgO (Fig. 2 (f, h)). The average grain sizes of the samples were found to decrease with the addition of MgO nanoparticles, indicating

50/[438] (U) 2.0 - (U) 92/5 UED 90/64 1.5 - 1.0 - 0.0 0.5 1.0 1.5 2.0 Volume fraction of MgO (%)

Figure 3. Average grain size of PZT ceramics as a function of MgO addition.

that the MgO nanoparticles inhibited grain growth (Fig. 2 (a, c, e and g)). The range of selected MgO doping, the grain size $(1 \ \mu m)$ is almost the same as shown in Fig. 3. However, MgO is not effective in changing the morphology of grain. Those grains exhibited equiax shape in all doping conditions.

Figure 4 showed the volume fraction of the relative dielectric constant for PZT doped MgO with the different frequencies. As shown, PZT ceramic with 0.1 vol% of MgO doping can reach the dielectric constant at the maximum value for all frequencies (1, 10, 100, 500 kHz and 1 MHz, at room temperature). Moreover, the dielectric constant is slightly decreased with increasing MgO content to more than 0.1 vol%.



Figure 4. Dielectric constant of PZT ceramics as a function of MgO addition.



Figure 5. Vickers hardness of PZT ceramics as a function of MgO addition.

The results of Vickers microhardness are shown in Fig. 5. The maximum value of microhardness of 4.2 GPa was found for sample containing 0.1 vol% MgO. The value is close to the reported by Tajima et al [12]. The improved hardness is proposed to be due to MgO reinforcing the grain boundaries (Fig. 2 (d)). The slight decrease in microhardness on moving from 0.1 to 2 vol% may be due to the lower sinterability of the PZT for 0.3–2 vol% MgO [11].

Conclusions

In conclusion, PZT ceramics with the addition of MgO nanoparticles were fabricated by mixed oxide route with the sintering temperature at 1200°C for 2 h. The crystal structure is tetragonal with no secondary phase detected. Dielectric constant and microhardness is only improved at 0.1 vol% MgO doping. The average grain sizes of the samples were found to decrease with the addition of MgO nanoparticles. However MgO is not effective in changing the morphology of grain.

Acknowledgments

This work financially supported by The Thailand Research Fund (TRF), Commission on Higher Education (CHE) and Faculty of Scienec Naresuan University. The authors would like to thank Prof. Dr. Tawee Tunkasiri and Prof. Dr. Gobwute Rujijanagul for their help in many facilities.

References

- C. T. Lin, B. W. Scanlan, J. D. Mcneill, J. S. Webb, L. Li, R. A. Lipeles, P. M. Adams, and M. S. Leung, *J. Mater. Res.* 7, 2546 (1992).
- 2. G. H. Haertling, J. Am. Ceram. Soc. 82, 797 (1999).
- 3. Q. Tan, Z. Xu, and D. Viehland, J. Mater. Res. 14, 465 (1999).

[439]/51

52/[440]

K. Sanjoom et al.

- 4. R. E. Newnham and G. R. Ruschau, Am. Ceram. Soc. Bull. 75, 51 (1996).
- B. Jaffe, W. R. Cook and H. Jaffe, Piezoelectric Ceramics, Academic Press, London, (1971) pp. 135–136.
- 6. R. Morena, K. Niihara, and D. P. H. Hasselman, J. Am. Ceram. Soc. 66, 673 (1983).
- A. Okada, H. Kawamoto, and H. Usami, *Ceramic Engineering & Science Proceedings*, 18, 183 (1997).
- 8. K. Niihara, R.Morena, and D. P. H. Hasselman, J. Mater. Sci. Lett. 1, 13 (1982).
- 9. M. R. Soares, A. M. R. Senos, and P. Q. Mantas, J. Eur. Ceram. Soc. 20, 321 (2000).
- Powder Diffraction File, Card No. 33-0784. Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4, International Centre for Diffraction Data (ICDD) (2000).
- C. Puchmark, G. Rujijanagul, S. Jiansirisomboon, T. Tunkasiri, N. Vittayakorn, T. Comyn, and S. J. Milne, *Curr. Appl. Phys.* 6, 323 (2006).
- 12. K. Tajima, H. Hwang, M. Sando, and K. Niihara, J. Am. Ceram. Soc. 83, 651 (2000).



บันทึกข้อความ

ส่วนราชการ มหาวิทยาลัยนเรศวร	คณะวิทยาศาสตร์ งานนโยบายและแผน โทร. ๓๑๓๑
ମାଁ ୩୦୦ ଅନ୍ତର	วันที่ ๑๐ พฤษภาคม ๒๕๕๔
เรื่อง ผลการพิจารณาบทความวิจัย	

เรียน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชมพูนุช พืชมาก

ตามที่ ท่านได้ให้ความสนใจส่งบทความวิจัย เรื่อง ผลของอนุภาคระดับนาโนของ เซอร์โคเนียมออกไซด์แต่โครงสร้างจุลภาค ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT เพื่อตีพิมพ์ในวารสารวิทยาศาสตร์ ความทราบแล้วนั้น กองบรรณาธิการวารสารวิทยาศาสตร์ได้ ดำเนินการส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาเป็นที่เรียบร้อยแล้ว โดยมีข้อแก้ไขตามเอกสารที่แนบมาพร้อมนี้และ ถ้าท่านได้ดำเนินการแก้ไขเป็นที่เรียบร้อยแล้วให้ส่งกลับมายังคณะวิทยาศาสตร์อีกครั้งหนึ่งเพื่อดำเนินการ ดีพิมพ์ในวารสารวิทยาศาสตร์ ปีที่ ๙ ฉ^{ู่}บับที่ ๑ (เมษายน ๒๕๕๕ – กันยายน ๒๕๕๕) ต่อไป

จึงเรียนมาเพื่อโปรดพิจารณาอนุมัติ

ap the

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรสา เตติวัฒน์) รองคณบดีฝ่ายบริหาร ปฏิบัติราชการแทน คณบดีคณะวิทยาศาสตร์ NU Science Journal 2011; X(x): xx - xx

ผลของอนุภากระดับนาโนของเซอร์โกเนียมออกไซด์ต่อโกรงสร้างจุลภาก ก่ากวามแข็ง แบบวิกเกอร์ และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT คชาภรณ์ แสนจุ้ม และ ชมพูนุช พืชมาก*

Effect of zirconium oxide nanoparticles on microstructure, Vickers hardness and dielectric properties of PZT ceramics

Kachaporn Sanjoom and Chompoonuch Puchmark

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก 65000 Corresponding author. E-mail: kungmic2002@yahoo.com

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ ได้ศึกษาผลของผงเซอร์ โคเนียมออกไซด์ (ZrO₂)ในระดับนาโนที่มีค่อโครงสร้าง จุลภาค ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกเลดเซอร์ โคเนตไททาเนต (PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O₃: PZT) จากการวิเคราะห์ผงผลึก PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ กัน ด้วยเทคนิค การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง เมื่อเติมผงเซอร์ โคเนียมออกไซด์ในระดับนาโนลงในผงผลึก PZT ที่เผาแคลไซน์เตื่อนหภูมิ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง เมื่อเติมผงเซอร์ โคเนียมออกไซด์ในระดับนาโนลงในผงผลึก PZT ที่เผาแคลไซน์แล้วในสัคส่วนโดย ปริมาตรร้อยละ 0 ถึง 2 เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หาขนาดของเกรนเฉลี่ยโดยวิธีจุดตัดบนเส้นตรง ทดสอบค่าความแข็งด้วยเทคนิคการวิเคราะห์กวามแข็งแบบวิกเกอร์ สมบัติไดอิเล็กทริกทำการวัดด้วย เครื่อง LCR ที่ความถี่ 1 kHz พบว่าเซรามิก PZT ที่เติมสารเจือในระดับนาโนของ ZrO₂ มีขนาดของ เกรนลดลง มีค่าความแข็งสูงขึ้นตามปริมาณของสารเจือ ZrO₂ แต่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการ สูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกมีค่าลดลง

กำสำกัญ: อนุภาคระดับนาโนของเซอร์โคเนียมออกไซด์ เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ความแข็งแบบวิกเกอร์ สมบัติไดอิเล็กทริก

Abstract

101

In this research, the effect of zirconium oxide (ZrO_2) nanoparticles on microstructure, Vickers hardness and dielectric properties of lead zirconate titanate (PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O₃: PZT) ceramics were investigated. The optimum calcinations temperature of PZT powders was found at 800 °C for 2 h with X-ray diffraction technique. The ZrO₂ nanoparticles were blended with the calcined PZT powder in ratios of between 0 and 2 vol% and sinter at 1200 °C for 2 h. Microstructure was examined by Scanning Electron Microscope (SEM). Vickers hardness was determined using a Vickers indentation technique. The dielectric properties were verified by LCR meter at 1 kHz. It was found that, the addition of ZrO₂ nanoparticles could significantly reduce the average grain size of PZT ceramics. The Vickers hardness of the composites tended to improve with the addition of the ZrO₂ nanoparticles but the dielectric constant and dielectric loss tend to decreased.

Keywords: ZrO, nanoparticles, PZT ceramics, Vickers hardness, dielectric properties

บทนำ

เลดเซอร์ โคเนต ไททาเนต (PZT) เป็นวัสดุที่ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขว้าง เช่น แอกทูเอเตอร์ (actuators) เครื่องสะท้อนเสียง (resonators) เครื่องตรวจจับ (sensors) ไมโคร โฟน (microphone) และ ตัวเก็บประจุ (capacitors) เป็นค้น เพราะ PZT มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริกที่ดีเยี่ยม มีโครงสร้างแบบเพอร์ รอฟสไกต์ (perovskite) เป็นสารที่เกิดจากสารเลดเซอร์ โคเนต (PbZrO₃) แสดงสมบัติเป็นแอนติเฟร์ โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบออทอรอมบิก (orthorhombic) กับสารเลดไท ทาเนต (PbTiO₃) ซึ่งแสดงสมบัติเป็นเตตระ โกนอล (tetragonal) สมบัติทางค้านไฟฟ้าของเลดเซอร์ โค เนตไททาเนตนั้น แสดงสมบัติที่โดดเด่นมากในสัดส่วนของ Zr:Ti อยู่ที่ 52:48 หรือ 53:47 ซึ่งอยู่ ณ บริเวณที่เรียกว่ารอยต่อเฟสที่มีสัณฐานเหมือนกัน (morphotropic phase boundaries: MPB) (Han *et al.*, 2000) สาร PZT ให้ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric coefficient; d₃₃) และค่าสภาพยอม สัมพัทธ์หรือค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (relative permittivity or dielectric constant; ɛ) ที่สูง มีอุณหภูมิคูรีอยู่ ที่ 390 °C ทำให้สามารถใช้งานได้ดีที่อุณหภูมิสูง (Moulson and Herbert, 2003; Haertling, 1999) แต่ เซรามิกเพียโซ อิเล็กทริกที่เป็น PZT มีความทนทานต่อรอยแตกหัก และความเหนียวน้อย ทำให้อายุ การใช้งานของเซรามิกลดลง

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงหาวิธีเพิ่มค่าความแข็งให้กับเซรามิก PZT เพื่อยืดอายุการใช้งานวัสดุที่ ทำจากเซรามิกนี้ โดยเลือกการเติมสารเจือของ ZrO, ที่มีอนุภาคระดับนาโน เข้าไปในเซรามิก PZT (Tajima et al., 1999) ในปริมาณต่างๆ กัน โดยมุ่งหวังให้มีการพัฒนาค่าความแข็งสูงขึ้น ขณะที่ค่าทาง ใฟฟ้าอย่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะไม่ลดลงมากนัก และยังคงมีค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิ เล็กทริกต่ำอยู่ โดยใช้วิธีการเตรียมแบบมิกซ์ออกไซด์แบบดั้งเดิม (Buchanan, 1986) ซึ่งเป็นวิธีการ หนึ่งที่มีค่าใช้จ่ายไม่สูงมากนัก เมื่อเทียบกับวิธีอื่นๆ จึงทำให้เป็นที่นิยมใช้กันมาจนถึงปัจจุบัน

ระเบียบวิธีการวิจัย

ในการทคลองนี้ได้เตรียมเซรามิกเลคเซอร์โคเนตไททาเนต (PbZr_{ost}Ti_{ous}O_s: PZT) โคยใช้ ้สารตั้งต้นเลดออกไซด์ (PbO) เซอร์ โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO2) และไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO2) ทำ การบคผสมเปียกโคยใช้ลูกบคเซอร์โคเนียเป็นตัวบค และใช้เอทานอลเป็นตัวช่วยกระจายตัวของ ้อนุภาค เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำสารผสมที่บุคละเอียดแล้วมาทำให้แห้งแล้วคัดขนาคโดยการ ร่อนผ่านตะแกง นำผงผสมที่ได้ทำการเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้า ผลิตโดยบริษัท Lenton Furnances ้รุ่น 4279 ที่อุณหภูมิ 500 - 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที วิเคราะห์ การก่อเกิดเฟส โดยใช้เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD) รุ่น X'Pert ้ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์ เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ นำผง ้ผลึก PZT ที่เผาแคลไซน์แล้วมาผสมกับสารเจือ ZrO, ที่มีอนุภาคในระดับนาโน ในปริมาณร้อยละโดย ปริมาตรเป็น 0.5, 1 และ 2 (หรือเขียนแทนเป็น PZT + 0.5, 1, 2 vol.%ZrO,) และผสมกับโพลิไวนิล แอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA) ซึ่งเป็นสารยึดเหนี่ยว ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก นำไปอัดขึ้นรูปให้ เป็นทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 mm และหนาประมาณ 1.5 mm โดยใช้ เครื่องอัดระบบไฮโครลิก (SPACAC) ด้วยความคันขนาด 40 MPa เป็นเวลานาน 25 - 30 วินาที แล้วเผา ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์การก่อเกิดเฟสอีกครั้งด้วยเครื่อง XRD ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM รุ่น LEO-1455VP จากประเทศอังกฤษ คำนวณหาขนาด ้ของเกรนเฉลี่ยด้วยวิธีจุดตัดบนเส้นตรง ทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ โดยใช้เครื่องวัดค่าความแข็ง ในระดับจุลภาค โดยการนำเซรามิกที่ต้องการทดสอบมาขัดผิวหน้าให้มันวาวเป็นกระจก กดด้วยโหลด ขนาด 300 กรัม เป็นเวลา 15 วินาที ทั่วผิวหน้าของสารตัวอย่าง นำมาหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ใน หน่วย GPa ตามสมการที่ (1) (Instructure Manual, Matsuzawa Seiki Co.,LTD.) แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย

$$H_v = (1854.4) \frac{P}{d^2}$$
 (1)

H., คือ ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ (GPa)

เมื่อ

P คือ โหลดที่ให้แก่หัวกด (N)

d คือ ค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (μm)

สำหรับสมบัติใดอิเล็กทริกนั้น ทำการวัดโดยนำเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้วมาขัด ผิวหน้าให้เรียบและทำขั้วไฟฟ้าด้วยกาวเงิน มาวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิ เล็กทริกของเซรามิก ด้วยเครื่อง LCR (Precision LCR meter) รุ่น E 4980 A, 20 Hz – 2 MHz บริษัท Agilent ประเทศญี่ปุ่น ที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง เพื่อคำนวณหาค่าคงที่ใดอิเล็กทริกตามสมการ (2)

103

$$\mathcal{E}_{r} = \frac{tC}{\mathcal{E}_{o}A}$$
(2)

โดยที่ 8_. เป็นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของชิ้นงาน

E₀ เป็นค่าคงที่ไคอิเล็กทริกของสุญญากาศมีค่าประมาณ 8.854 × 10⁻¹⁵ F/mm C เป็นค่าความจุไฟฟ้า, t เป็นความหนาของชิ้นงาน และ A เป็นพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน

ผลการทดลองและการอภิปรายผล



รูป 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PZT ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และผงผลึก PZT ที่เผา แคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 - 900 °C นาน 2 ชั่วโมง

จากรูป 1 เป็นการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PZT ที่ยังไม่เผาแคล ไซน์ และผงผลึก PZT ที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 500 - 900 °C นาน 2 ชั่วโมง จะเห็นว่าผงผลึก PZT ที่ เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิ 800 °C และ 900 °C มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สอดคล้องกับข้อมูล มาตรฐาน PZT ในฐานข้อมูล 33-0784 (Powder Diffraction File, 2000) ส่วนผงผลึกที่เผาแคลไซน์ ณ อุณหภูมิค่ำกว่า 800 °C นั้น การฟอร์มคัวเป็นผงผลึก PZT ยังไม่สมบูรณ์ จึงยังมีเฟสแปลกปลอม และ เฟสของสารตั้งค้นอยู่ ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C



รูป 2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากรูป 2 จะเห็นว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PZT ทั้งที่ไม่เติมสารเจือ ในระดับนาโน ZrO₂ และที่เติมสารเจือนี้ในปริมาณ 0.5, 1 และ 2 vol.% ให้รูปแบบเช่นเดียวกัน ยังคง สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานของ PZT ในฐานข้อมูลหมายเลข 33-0784 (Powder Diffraction File, 2000) และไม่พบเฟสของ ZrO₂ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของสารเจือ ZrO₂ นั้นน้อยเกินกว่าที่เครื่อง XRD จะตรวจสอบได้ เช่นเดียวกับผงผลึก PZT เป็นผลการวิเคราะห์สารด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ เซรามิก PZT ที่ไม่เติมสารเจือ แต่เมื่อนำเซรามิก PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ ที่เผาซินเตอร์ได้ทั้งหมดมา ตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าขนาดเกรนเฉลี่ย ของเซรามิก PZT ที่เดิมสารเจือนี้ในปริมาณเพียงเล็กน้อยกีทำให้มีขนาดของเกรนเล็กลงอย่างเห็นได้ ชัดดังรูป 3 ซึ่งเป็นภาพถ่าย SEM บริเวณผิวหน้าของเซรามิก PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ โดยขนาดของ เกรนเฉลี่ยจะลดลงจากประมาณ 3 µm เหลือประมาณ 1.5 µm ดังกราฟกวามสัมพันธ์ระหว่างขนาด

5

ของเกรนเฉลี่ยกับปริมาณสารเจือ ZrO₂ ที่เติมลงในเซรามิก PZT ในรูป 4 จึงได้ว่าสารเจือในระดับนา โนของ ZrO₂ นั้น ไปทำการยับยั้งหรือขัดขวางการเติบโตของเกรนของในเซรามิก PZT นั่นเอง สอดคล้องกับผลงานวิจัยของกลุ่ม Tajima และกลุ่มของ Puchmark (Tajima *et al.*, 2000; Puchmark *et al.*, 2006) ซึ่งทั้งสองกลุ่ม ได้ศึกษาการเติมสารเจือในระดับนาโนของ Al₂O₃ ลงในเซรามิก PZT แล้วทำ ให้ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PZT มีการลดลงเช่นกัน

105



รูป 3 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราคที่บริเวณผิวหน้าของเซรามิก PZT ที่เติม สารเจือในระดับนาโน ZrO₂ ในปริมาณต่างๆ กัน เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง: (ก) PZT ไม่เติมสารเจือ, (ข) PZT+0.5 vol.% ZrO₂, (ค) PZT+1 vol.% ZrO₂ และ (ง) PZT+2 vol.% ZrO₂



รูป 4 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อนำเซรามิก PZT ที่เติมสารเจือระดับนาโนของ ZrO₂ ในปริมาณต่างๆ กัน มาหาค่าความ แข็งแบบวิกเกอร์ พบว่าค่าความแข็งของเซรามิก PZT นี้ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารเจือ ZrO₂ ดังรูป 5 ที่เป็นเช่นนี้เนื่องมาจาก สารเจือ ZrO₂ มีสมบัติความแข็งที่ดี เมื่อเทียบกับขนาดของเกรนเฉลี่ย พบว่าขนาดของเกรนเฉลี่ยเล็กลงในขณะที่ค่าความแข็งเพิ่มขึ้น ความสัมพันธ์นี้อธิบายได้ว่า ขนาด เกรนที่เล็กลงส่งผลให้มีจำนวนขอบเกรนขึ้น ซึ่งขอบเกรนจะทำหน้าที่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของการ เปลี่ยนตำแหน่ง (dislocation) ถ้าหากในผลึกมีทิศทางที่ต่างกันมาก จะทำให้ขอบเกรนมีความสามารถ ในการขวางการเคลื่อนที่ได้ดี ส่งผลให้เซรามิกมีความแข็งมากขึ้น (Meyers and Chawla, 1999)



107

รูป 5 ความแข็งแบบวิกเกอร์ของเซรามิก PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ เผาซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

วัดสมบัติไดอิเล็กทริก โดยการวัดค่าความจุไฟฟ้าของเซรามิก PZT ที่เติมสารเจือ ZrO₂ ใน ปริมาณต่างๆ กัน ที่ความถี่ 1 kHz ณ อุณหภูมิห้อง แล้วนำมาคำนวณเป็นค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังสมการ (2) และวัดค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิกในคราวเดียวกัน นำมาเขียนกราฟ ตามรูป 6 ซึ่งพบว่าเมื่อเติมสารเจือ ZrO₂ ลงในเซรามิกเพียง 0.5 และ 1 vol.% ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ของเซรามิก PZT ลดลงประมาณ 4.7% และค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกลดลงอย่าง มากถึง 40% เมื่อเทียบกับเซรามิกที่ไม่เติมสารเจือ แต่เมื่อปริมาณของสารเจือ ZrO₂ ในเซรามิก PZT เพิ่มขึ้นเป็น 2 vol.% ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ได้ลดลงไปมาก ค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริก กลับเพิ่มมาก



รูป 6 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียความร้อนเนื่องจากไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ที่เติม สารเจือในปริมาณต่างๆ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

สรุปผลการทดลอง

จากผลของการเติมสารเจือในระดับนาโนของ ZrO₂ ลงในเซรามิก PZT นี้ จะพบว่าเมื่อเติม สารเจือ ZrO₂ ในปริมาณน้อยๆ เพียง 0.5 ถึง 1 vol.% ทำให้โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT เปลี่ยนแปลงขนาดของเกรนให้เล็กลง และเพิ่มค่าความแข็งได้ดีขึ้น ขณะเดียวกันค่าการสูญเสียความ ร้อนทางไดอิเล็กทริกก็ลดลง ถึงแม้ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะลดลงตามแต่ลดลงไม่เกิน 5% แต่เมื่อเพิ่ม ปริมาณสารเจือเป็น 2 vol.% จะทำให้เซรามิก PZT มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อย แต่ค่าคงที่ไดอิ เล็กทริกลดลงมาก ส่วนค่าการสูญเสียความร้อนทางไดอิเล็กทริกกลับเพิ่มขึ้น ดังนั้นปริมาณสารเจือใน ระดับนาโนของ ZrO, ที่เหมาะสมสำหรับเซรามิก PZT นี้ จึงไม่เกิน 1 vol.%

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยนเรศวร งบประมาณแผ่นดิน ปีงบประมาณ 2554 ได้รับความสะดวกในการใช้เครื่องมือทดการทดลอง ณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะ วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร และผู้วิจัยขอกราบขอบพระกุณศาสตราจารย์เกียรติกุณ ดร.ทวี ตันมศิริ และศาสตราจารย์ คร.กอบวุฒิ รูจิจนากุล ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือวัด ใน ห้องปฏิบัติการอิเล็ก โทรเซรามิก ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

9

เอกสารอ้างอิง

Chandatreya, S.S., Fulath, R.M. and Pask, J.A. (1981). Reaction mechanisms in the formation of PZT solid solution. *Journal of the American Ceramic Society*, 64, 422-425.

109

- Haertling, G.H. (1999). Ferroelectric ceramics: history and technology. J. Am. Ceram. Soc., 82, 797-818.
- Han, K.R., Koo, H.J., Hong, M.J. and Lim, C.S. (2000). Simple synthesis of submicrometer lead titanate powder by precipitation of TiO₂ precusor on PbO particulates. J. Am. Ceram. Soc., 83, 971-973.
- Instructure Manual, Microhardness Tester MXT- α3, MXT- α7, MXT- α3e, MXT- α7e, Matsuzawa Seiki Co.,LTD.
- Meyers, M.A. and Chawla, K.K. (1999), *Mechanical Behaviors of Materials*, Prentice-Hall International, Inc.
- Moulson, A.J. and Herbert, J.M. (2003). *Electroceramics: Material, Properties and Applications*, (2nd ed.), Chapman & Hall, London.
- Powder Diffraction File, Card No. 33-0784. Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4. (2000). International Centre for Diffraction Data (ICDD).
- Puchmark, C., Rujijanagul, G., Jiansirisomboon, S., Tunkasiri, T., Vittayakorn, N., Comyn, T. and Milne, S.J. (2006). Mechanical property evaluation of PZT/Al₂O₃ composites prepared by a simple solid-state mixed oxide method. *Current Applied Physics*, 6, 323–326.
- Tajima, K., Hwang, H.J., Sando, M. and Niihara, K. (1999). PZT Nanocomposites reinforced by small amount of oxides. J. Eur. Ceram. Soc., 19, 1179-1182.
- Tajima, K., Hwang, H.J., Sando, M. and Niihara, K. (2000). Electric-Field-Induced Crack Growth Behavior in PZT/Al₂O₃ Composites. J. Am. Ceram. Soc., 83, 651-653.

Poster Presentation

Effect of ZrO₂ Nanoparticles on Dielectric Loss of PZT Ceramics

K. Sanjoom, W. Chomchai, C. Puchmark

Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand *Corresponding author, e-mail: kungmic2002@yahoo.com

Abstract

Lead zirconate titanate (PZT) ceramics are known as some of the most useful piezoelectric materials [1-2]. Their properties are strongly influenced by the density and microstructure, which in turn depend on the synthesis procedure [3]. Dielectric and piezoelectric maximum properties can be found as a composition near Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ which corresponds to the morphotropic rhombohedral-tetragonal phase transition [1]. In this work, effect of ZrO₂ nanoparticles on microstructure and dielectric loss at room temperature of PZT ceramics were investigated.

Reagent grade PbO, ZrO_2 , and TiO_2 powders were used as starting materials and mixed in ethanol medium for 24 h. The mixture were dried and sieved and calcined at 800 °C for 2 h. The calcined PZT powders and ZrO_2 nanoparticles (0.5, 1 and 2 vol.%) were ball milled with 1% PVA in ethalnol for 12 h using the same method as mentioned earlier. Then, the slurry was dried, sieved and pressed into pellets. The sintering procedure was carried out at 1200 °C for 2 h. Phases formation and microstructure were examined by X-ray diffractometer (XRD) and Scanning electron microscope (SEM). Average grain size was measurement by linear interception method. Dielectric constant (ε_r) and dielectric loss were measured using by a LCR meter at room temperature.

X-ray diffraction patterns of sintered PZT+ (0-2) vol.% ZrO₂ nanoparticles ceramics are illustrated in Figure 1. All XRD patterns display a rhombohedral-tetragonal phase structure. These patterns could be matched with a JCPDS file number 33-0784 [4]. Figures 2(a)-(d) show SEM micrograph of PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ nanoparticles ceramics sintered at 1200 °C. PZT non-additive ceramic showed large grains with the average grain size of 2.8 μ m. It was clear that the addition of ZrO₂ nanoparticles could significantly reduce the average grain size within the range of 1.3-1.7 μ m. The dielectric constant and dielectric loss versus volume fraction of ZrO₂ nanoparticles sintered at 1200 °C were shown in figure 3. It was found that, the dielectric constant of PZT + 0.5 vol.% ZrO₂ nanoparticles were decreased by 4.7% and dielectric loss of PZT + 0.5 vol.% ZrO₂ nanoparticles were decreased by 40% compared with PZT non-additive ceramics.

Acknowledgements

The authors would like to thank the Thailand Research Fund (TRF), Commission on Higher Education (CHE), National Research Council of Thailand (NRCT), Faculty of Science Naresuan University and Materials Science Research Laboratory (MSRL), Department of Physics and Materials Science, Chiang Mai University, for financial support during this project.

References

- 1. B. Jaffe, W.R. Cook and H. Jaffe, Piezoelectric Ceramics. Academic Press. New York, 1971.
- J. Ryu, J-J. Choi and H-E. Kim, Effect of Heating Rate on the Sintering Behavior and the Piezoelectric Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics, J. Am. Ceram. Soc., 84 [4], 902–904 (2001).
- Z. Zhang and R. Raj, "Influence of Grain Size on Ferroclastic Toughening and Piezoelectric Behavior of Lead Zirconate Titanate," J. Am. Ceram. Soc., 78 [12], 3363–3368 (1995).
- Powder Diffraction File, Card No.33-0784. Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) PDF-4, International Centre for Diffraction Data (ICDD), (2000).



Proceedings of the 28th MST Annual Conference, 5-7 January 2011, Chiang Rai, Thailand

Figure 1 XRD pattern of PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ nanoparticles ceramics sintered at 1200 $^{\circ}$ C



Figure 2 SEM photographs of surface of PZT + (0-2) vol.% ZrO₂ nanoparticles ceramics sintered at 1200 °C: (a) 0, (b) 0.5, (c) 1 and (d) 2 vol.% ZrO₂ nanoparticles ceramics.



Figure 3 Dielectric constant and dielectric loss (tan δ) of PZT + (0-2) vol.% ZrO2 nanoparticles ceramics sintered at 1200 °C measured at 1 kHz room temperature.

111

PM



Siam Physics Congress SPC2011 Physics for all, all for physics 23-26 March 2011 Cond-Mat P55

Mechanical Property of PZT/MgO Nanocomposites

C. Puchmark¹ and G. Rujijanagul^{2*}

¹Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand ²Department of Physics and Materials Science, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand ^{*}Corresponding author. E-mail: rujijanagul@yahoo.com

Abstract

In the present study, PZT/MgO nanocomposites were prepared by the conventional mixed oxide method. The starting powders of PbO, ZrO₂ and TiO₂ were mixed in ethanol using zirconia balls as the grinding media. After drying, the powders were calcined at 800°C for 2 hours with a heating rate of 5°C/min. The calcined PZT powders were mixed with MgO nanoparticles (50 nm average particle size) and 1%PVA binder, and ball milled in ethanol for 12 hours using the same method as mentioned earlier. The slurry was then dried and sieved to a fine powder. The mixed powders were uniaxially pressed into pellets at a pressure of 40 MPa. The pellets were sintered at 1200 °C for 2 hours with a heating rate of 5 °C/min. The microstructures of the sintered samples were examined using scanning electron microscopy (SEM). The mechanical property of the monolithic PZT and PZT/MgO nanocomposites were studied using a Vickers microhardness tester. Indentations were applied on the polished surfaces with loads in the range of 0.3 kg, and an indentation period of 15 s. It was found that, monolithic PZT ceramic showed large grains with the mean grain size of 3 µm. It was clear that the addition of MgO nanoparticles could significantly reduce the mean grain size within the range of 1-1.4 µm. The PZT/MgO nanocomposites displayed ~20% higher hardness than the monolithic PZT. The maximum value of hardness of 4.5 GPa was found for the samples containing 2 vol.% MgO.

Keywords: Mechanical property, Monolithic, PZT/MgO nanocomposites