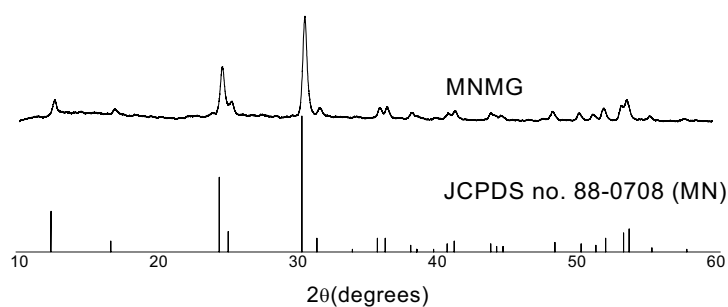


พฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง MNMG

จากการนำสารผสมระหว่าง แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) กับไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ที่ผ่านการบดย่อยแบบ Ball-milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ แล้วนำศึกษาพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วยเทคนิค XRD พบว่า สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูล (JCPDS) หมายเลข 88-0708 ซึ่งเป็นของ แมกนีเซียมไนโอเบต (MN) มีโครงสร้างผลึกเป็น Orthorhombic ดังรูป 4.4



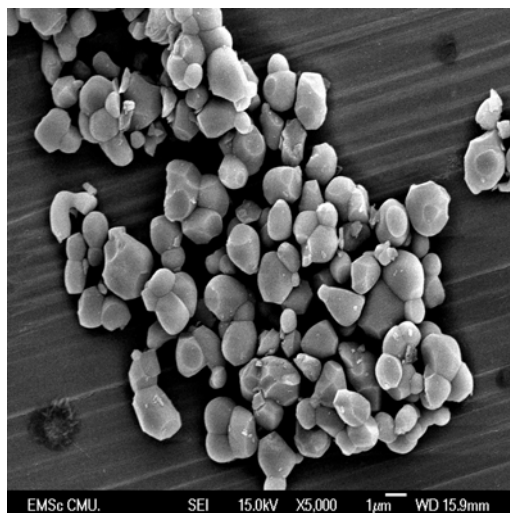
รูป 4.4 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ในผง MNMG

4.2.2 ลักษณะเฉพาะของผง MNMC

ลักษณะพื้นฐานวิทยา

จากการนำสารผสมระหว่าง แมกนีเซียมคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรต ($(\text{MgCO}_3)_4\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$) กับไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ที่ผ่านการบดย่อยแบบ Ball-milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1150 °ซ โดยมีระยะเวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ แล้วนำไปศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า ลักษณะอนุภาคมีการเชื่อมติดกันเล็กน้อย มีขนาดประมาณ 1- 2 μm พื้นผิวของอนุภาคมีลักษณะค่อนข้างโค้งมน ดังรูป 4.5

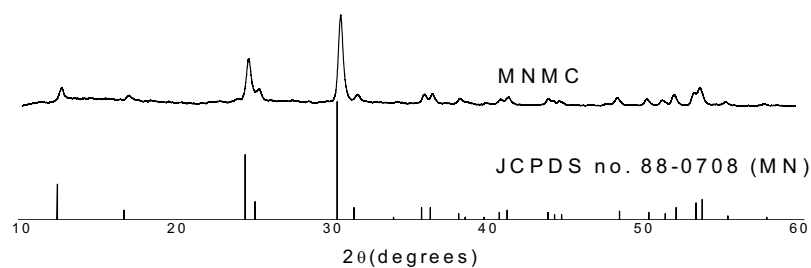
MRG4580041



รูป 4.5 ภาพถ่าย SEM ของผงแมกนีเซียมไนโอเบต (MNMC)

พฤติกรรมผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง MNMC

จากการนำสารผสมระหว่าง แมกนีเซียมคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรต ($(\text{MgCO}_3)_4\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$) กับไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ที่ผ่านการบดย่อยแบบ Ball-milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1150°C โดยมีระยะเวลาเผาแชนาน 4 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที}$ แล้วนำศึกษาพฤติกรรมผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วยเทคนิค XRD พบว่า สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูล (JCPDS) หมายเลข 88-0708 ซึ่งเป็นของแมกนีเซียมไนโอเบต (MN) ที่มีโครงสร้างผลึกเป็น Orthorhombic ดังรูป 4.6



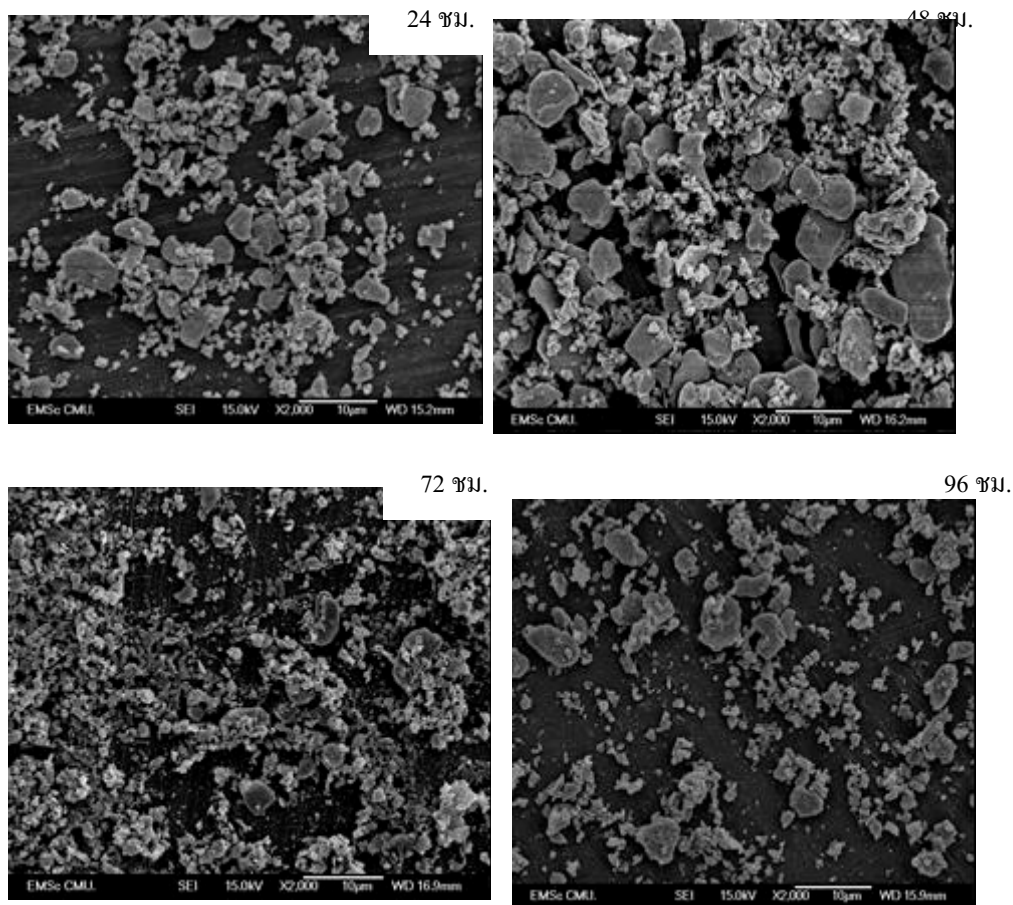
รูป 4.6 แสดงพฤติกรรมผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ในผง MNMC

4.3 ผลการศึกษาลักษณะการแจกแจงขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานวิทยาของสารผสม แมกนีเซียมไนโอเบต (MN) กับ เลดออกไซด์ (PbO) ด้วยเทคนิค SEM

ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์หลักคือ ศึกษาพฤติกรรมการแจกแจงขนาดอนุภาคต่อสมบัติของเซรามิก PMN โดยการแจกแจงของขนาดอนุภาค นั้นได้มาจากสารผสมระหว่าง MN กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน โดยใช้เทคนิคการบดย่อยแบบ Ball-milling จากการทบทวนเอกสารทางวิชาการ[5] พบว่า การแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารเริ่มต้นก่อนที่จะมีการทำปฏิกิริยากัน กลายเป็นสารผลิตภัณฑ์นั้น มีบทบาทมากต่อประสิทธิภาพการทำปฏิกิริยาเพื่อให้ได้สารผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์ ฉะนั้นการศึกษาลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานวิทยาของสารผสมนี้ ถือว่าเป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่ง เพื่อการบรรลุวัตถุประสงค์ในการทำวิจัยนี้ ซึ่งผลการทดลอง เป็นดังนี้

4.3.1 ลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานวิทยาของผงของผสม MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน

จากการนำของผสม MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาทำการศึกษาลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานวิทยา โดยใช้เทคนิค SEM พบว่าการแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของผสมมีแนวโน้มลดลงเรื่อย ๆ เมื่อเวลานานขึ้น ตามลำดับ โดยเฉพาะอนุภาคหลักของ PbO มีแนวโน้มลดลงอย่างเห็นได้ชัด และมีความโค้งมนมากขึ้น ซึ่งมีขนาดอนุภาคโดยประมาณเป็น 3-5 μm , 2-3 μm , 2-3 μm และ 1-2 μm ตามลำดับ ส่วนขนาดอนุภาคของ MNMG โดยประมาณเป็น 1 μm , 0.5-1 μm , 0.5-1 μm และ 0.5 μm ตามลำดับ ดังรูป 4.7

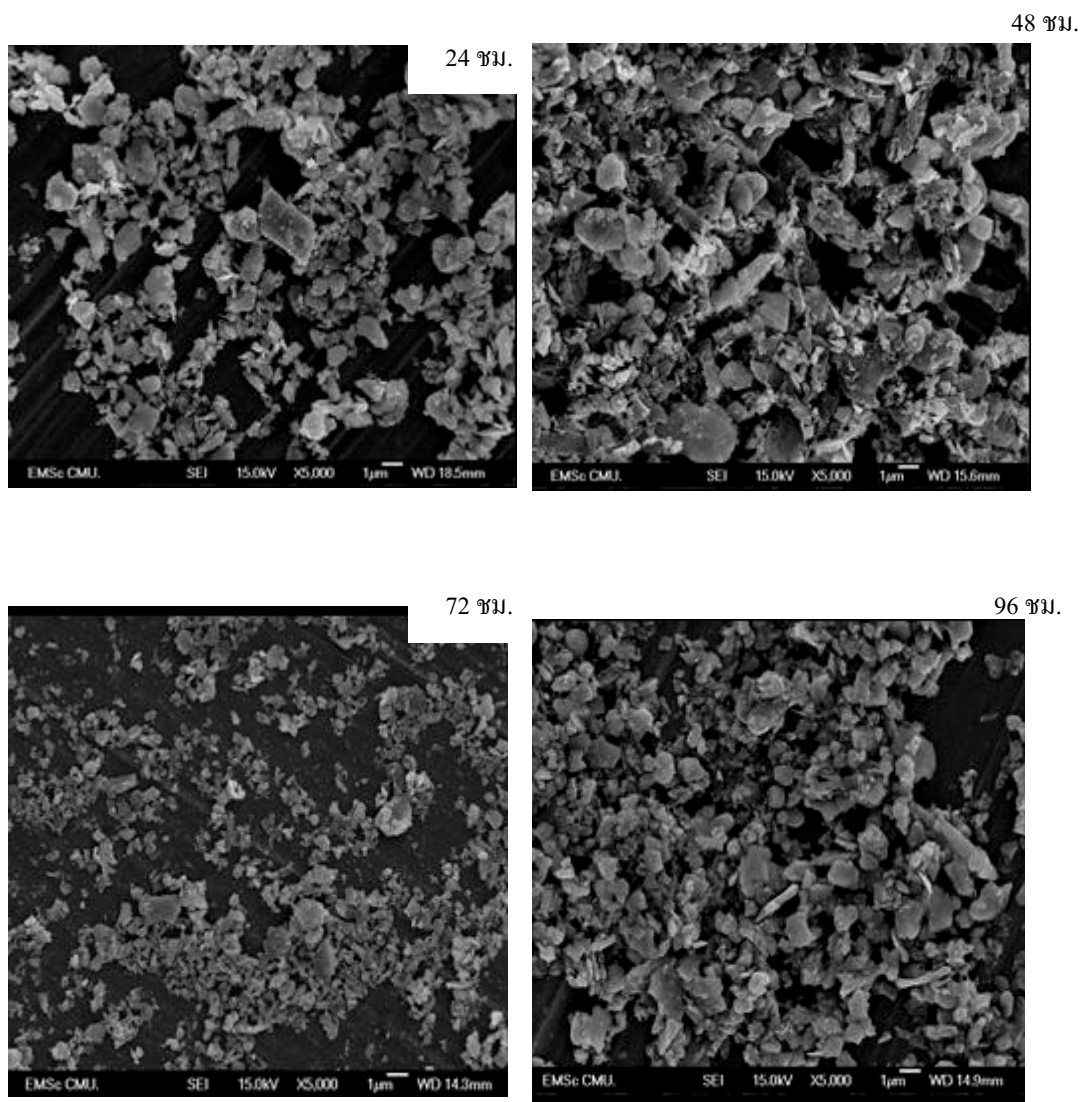


รูป 4.7 ภาพถ่าย SEM ของผสม MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่างๆ กัน
ก. 24 ชั่วโมง ข. 48 ชั่วโมง ค. 72 ชั่วโมง ง. 96 ชั่วโมง

4.3.2 ลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานวิทยาของผงของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่างๆ กัน

จากการนำของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาทำการศึกษาลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาค และลักษณะสัณฐานวิทยา โดยใช้เทคนิค SEM พบว่าการแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของผสมมีแนวโน้มเล็กลงเรื่อยๆ เมื่ออบคานขึ้น ตามลำดับ โดยเฉพาะอนุภาคผลึกของ PbO มีแนวโน้มลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งมีขนาดอนุภาคโดยประมาณเป็น 3-5 μm , 2-3 μm , 1-2 μm และ 0.5-1 μm ตาม

ลำดับ ส่วนขนาดอนุภาคของ MNMC โดยประมาณเป็น $1\mu\text{m}$, $0.5-1\mu\text{m}$, $0.5-1\mu\text{m}$ และ $0.1-0.5\mu\text{m}$ ดังรูป 4.8



รูป 4.8 ภาพถ่าย SEM ของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่าน การบดย่อย ด้วยเวลาต่างๆ กัน ก. 24 ชั่วโมง ข. 48 ชั่วโมง ค. 72 ชั่วโมง ง. 96 ชั่วโมง

4.4 การตรวจสอบการแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของผสม MN กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ด้วยเทคนิค Laser diffraction

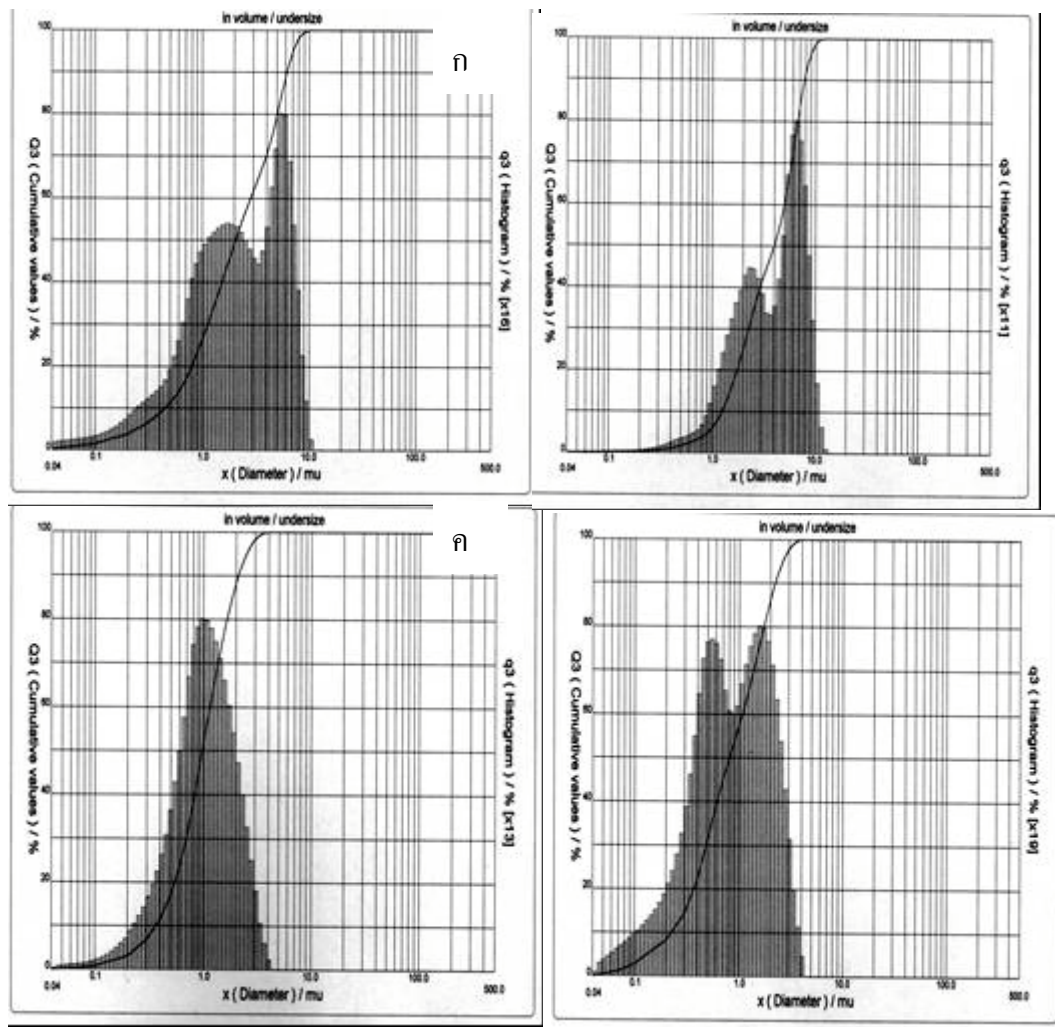
เพื่อให้ทราบถึงลักษณะการแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารผสมระหว่าง MN กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน และมองเห็นภาพรวมของการแจกแจงได้ดียิ่งขึ้น จึงได้ใช้เทคนิค Laser diffraction ในการตรวจสอบอีกเทคนิค ร่วมกับเทคนิค SEM ผลที่ได้จะแสดงให้เห็นถึง ร้อยละของความถี่สะสมของขนาดอนุภาค ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค และช่วงของขนาดอนุภาคที่มีการแจกแจงหรือพิสัย (range) ซึ่งได้ผล ดังนี้

4.4.1 การแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของผสม MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยด้วยเวลาต่าง ๆ กัน

จากการนำสารผสม MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาตรวจสอบการแจกแจงของขนาดอนุภาค โดยใช้เทคนิค Laser diffraction พบว่า การแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของสารผสมมีแนวโน้มเล็กลง เมื่อบดนานขึ้น โดยการบดด้วยระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มีขนาดเฉลี่ยประมาณ $4.26\ \mu\text{m}$, $2.80\ \mu\text{m}$, $1.12\ \mu\text{m}$ และ $1.05\ \mu\text{m}$ ตามลำดับ มีการแจกแจงอยู่ในช่วง $0.10\text{-}13.00\ \mu\text{m}$, $0.04\text{-}11.00\ \mu\text{m}$, $0.04\text{-}4.20\ \mu\text{m}$ และ $0.04\text{-}4.20\ \mu\text{m}$ ตามลำดับ ดัง ตาราง 4.1 และรูป 4.9

ตาราง 4.1 แสดงข้อมูลการแจกแจงขนาดอนุภาคของผสม PbO กับ MNMG

สารตัวอย่าง PbO+MNMG	การแจกแจงของขนาดอนุภาค				
	10% (μm)	50% (μm)	90% (μm)	เฉลี่ย(mean) (μm)	พิสัย(range) (μm)
บด 24 ชั่วโมง	1.25	3.99	7.76	4.26	0.10 -13.00
บด 48 ชั่วโมง	0.45	2.05	6.16	2.80	0.04 -11.00
บด 72 ชั่วโมง	0.22	0.81	2.21	1.12	0.04 - 4.20
บด 96 ชั่วโมง	0.36	0.98	2.10	1.05	0.04 - 4.20



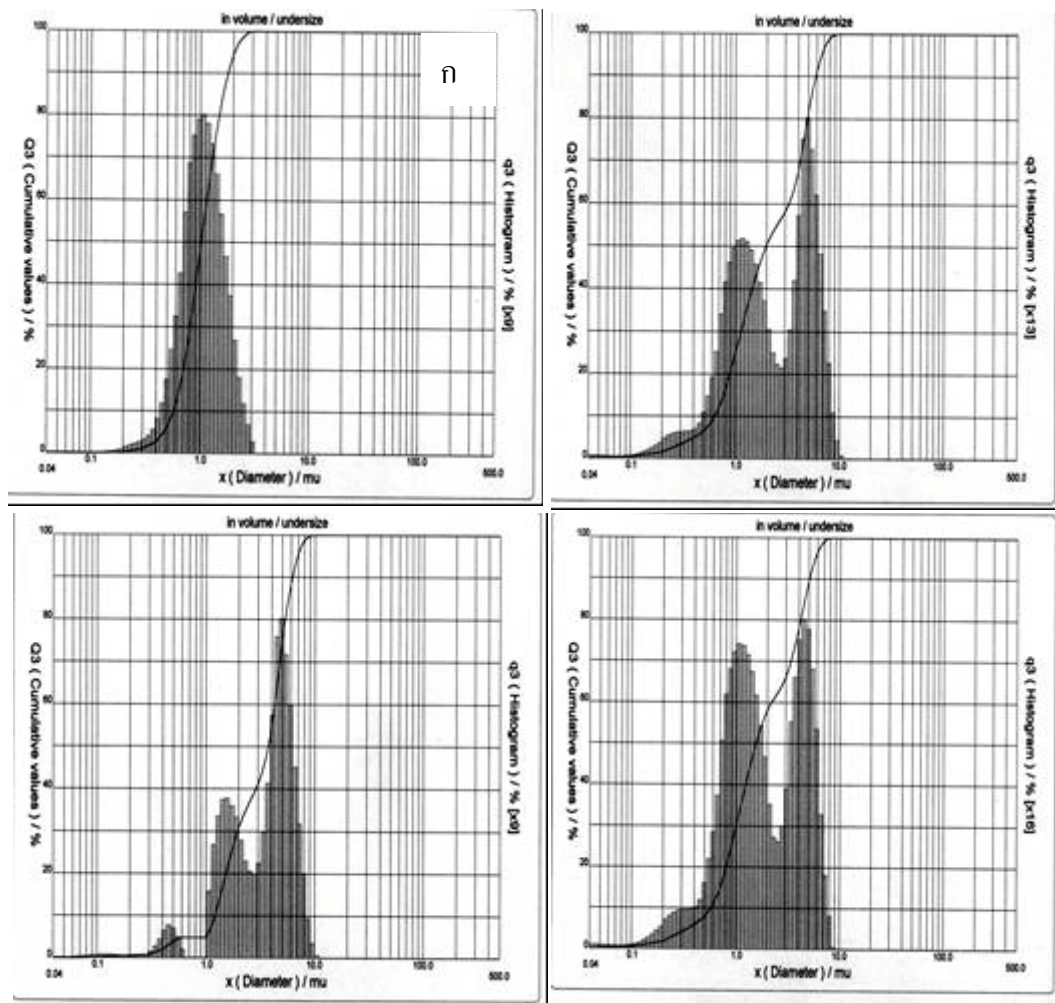
รูป 4.9 กราฟแสดงการแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่าน
การบด ด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน ด้วยเทคนิค Laser diffraction
ก. บด 24 ชั่วโมง ข. บด 48 ชั่วโมง ค. บด 72 ชั่วโมง ง. บด 96 ชั่วโมง

4.4.2 การแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่างๆ กัน

จากการนำของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาตรวจสอบการแจกแจงของขนาดอนุภาค โดยใช้เทคนิค Laser diffraction พบว่าการแจกแจงของขนาดอนุภาคผงของผสมมีแนวโน้มเล็กลง เมื่อบดนานขึ้น โดยการบดด้วยระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 3.59 μm , 2.82 μm , 2.33 μm และ 1.11 μm ตามลำดับ มีการแจกแจงอยู่ในช่วง 0.06-11.00 μm , 0.04-11.00 μm , 0.04-9.00 μm และ 0.04-3.10 μm ดัง ตาราง 4.2 และรูป 4.10

ตาราง 4.2 แสดงข้อมูลการแจกแจงขนาดอนุภาคของผสม PbO กับ MNMC

สารตัวอย่าง PbO+MNMC	การแจกแจงของขนาดอนุภาค				
	10% (μm)	50% (μm)	90% (μm)	เฉลี่ย(mean) (μm)	พิสัย(range) (μm)
บด 24 ชั่วโมง	1.21	3.72	6.18	3.59	0.06 -11.00
บด 48 ชั่วโมง	0.64	1.97	5.85	2.82	0.04 -11.00
บด 72 ชั่วโมง	0.58	1.56	5.04	2.33	0.04 – 9.00
บด 96 ชั่วโมง	0.57	1.03	1.78	1.11	0.04 - 3.10



รูป 4.10 กราฟแสดงการแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่าน
การบด ด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน ด้วยเทคนิค Laser diffraction
ก. บด 24 ชั่วโมง ข. บด 48 ชั่วโมง ค. บด 72 ชั่วโมง ง. บด 96 ชั่วโมง

4.4.3 อิทธิพลของการบดโดยวิธี vibro milling ต่อขนาดของอนุภาค

สำหรับการ vibro milling นั้นได้ทำการทดลองกับสารตั้งต้น PMNMC และได้นำผลการทดลองนั้นมาเปรียบเทียบกับวิธี ball milling ดังแสดงในตาราง 4.3 พบว่าเมื่อบดนานขึ้นโดยวิธี vibro milling ขนาดของอนุภาคจะเล็กลงเหลือ ~ 3.76 μm เมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการบดโดยวิธี ball milling เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แสดงให้เห็นว่าการบดโดยใช้วิธี vibro milling นั้นจะทำให้บดสารได้เร็วขึ้น อย่างไรก็ตามการบดด้วยวิธี vibro milling นั้นสามารถเตรียมสารได้น้อยกว่า 50 g เมื่อเทียบกับวิธี ball milling ซึ่งสามารถเตรียมมากได้กว่า 500 g หรือตามขนาดของหม้อบด

ตาราง 4.3 แสดงข้อมูลการแจกแจงขนาดอนุภาคของผสม PbO กับ MNMC
ระหว่างวิธี Ball milling และวิธี Vibro milling

ก) Ball milling)

เวลาบดย่อย (ชั่วโมง)	การแจกแจงของขนาดอนุภาค					ขนาด อนุภาคจาก SEM (μm)
	10% (μm)	50% (μm)	90% (μm)	เฉลี่ย (mean) (μm)	พิสัย(range) (μm)	
24	1.21	3.72	6.18	3.59	0.06 -11.00	1-3
48	0.64	1.97	5.85	2.82	0.04 -11.00	0.5-2
72	0.58	1.56	5.04	2.33	0.04 – 9.00	0.5-2
96	0.57	1.03	1.78	1.11	0.04 - 3.10	0.5-1

ข) Vibro milling)

เวลา	การแจกแจงของขนาดอนุภาค				
	10% (μm)	50% (μm)	90% (μm)	เฉลี่ย(mean) (μm)	พิสัย(range) (μm)
บด 0.5 ชั่วโมง	2.29	4.80	8.40	5.10	0.50 -13.00
บด 1 ชั่วโมง	1.64	4.14	6.97	4.21	0.35 -11.00
บด 1.5 ชั่วโมง	1.47	3.59	6.31	3.76	0.30 – 11.00

4.5 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential thermal analysis (DTA)

ในการวิจัยได้ใช้เทคนิค DTA เพื่อทำนายพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงเฟสที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิหนึ่งๆ แล้วนำข้อมูลที่ได้ไปใช้กำหนดอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ นอกจากนี้ยังทราบถึงประสิทธิภาพการเปลี่ยนแปลงเฟสในช่วงอุณหภูมิต่างๆ กันของสารผสมที่มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคต่างกันด้วย ซึ่งผลการทดลองเป็นดังนี้

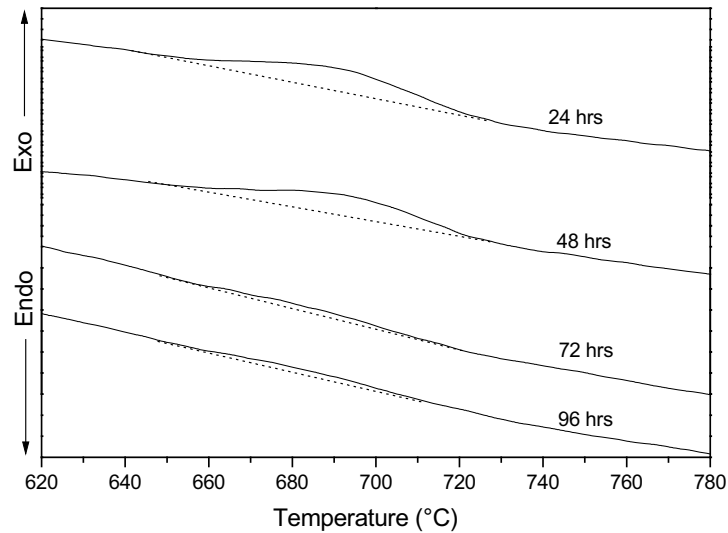
4.5.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงของผสม MNMG กับ PbO

จากการนำผงของ MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่างๆ กัน ตั้งแต่ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน พบว่า มีการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมการดูด และคายพลังงานความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 630°C ถึง 740°C จากการทบทวนเอกสารทางวิชาการ [11] พบว่า เป็นช่วงที่มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมเกิดเป็นเฟส PMN นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพในการเกิดเฟส โดยสารผสมที่ผ่านการบดย่อยโดยใช้เวลานาน ซึ่งมีขนาดเล็กลง มีการแจกแจงที่แคบลง (จากเทคนิค SEM และ laser diffraction) จะใช้พลังงานในการเกิดเฟสน้อยกว่าสารผสมที่ผ่านการบดย่อยโดยใช้เวลาน้อยกว่า โดยสังเกตจากพื้นที่ใต้โค้ง คือ ถ้ามีพื้นที่น้อย พลังงานที่ใช้ในการเกิดเฟสจะน้อย นั้นแสดงว่าเกิดเฟสได้มากแต่ใช้พลังงานน้อย ดังรูป 4.11

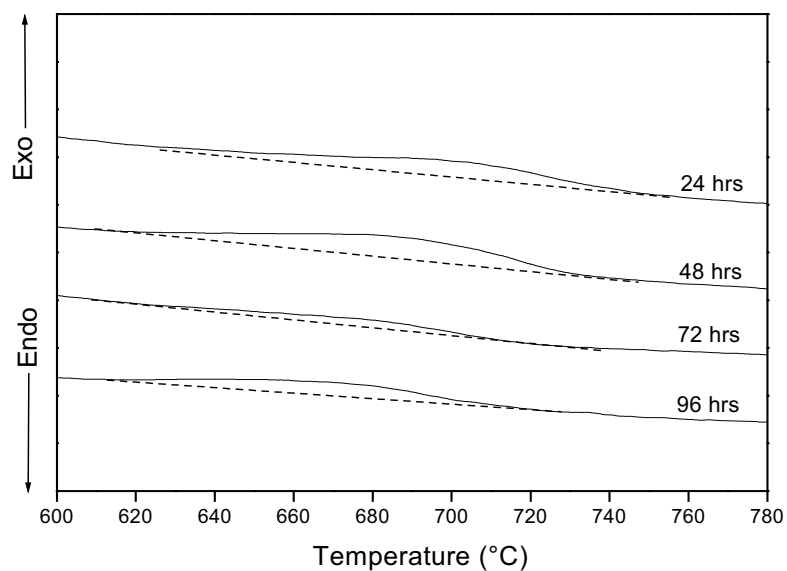
4.5.2 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงของผสม MNMC กับ PbO

จากการนำผงของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน พบว่า มีการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมการดูด และคายพลังงานความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 620°C ถึง 750°C จากการทบทวนเอกสารทางวิชาการ [11] พบว่า เป็นช่วงที่มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมเกิดเป็นเฟส PMN นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพในการเกิดเฟส โดยสังเกตจากพื้นที่ใต้โค้ง คือ ถ้ามีพื้นที่น้อย พลังงานที่ใช้ในการเกิดเฟสจะน้อย นั้นแสดงว่าเกิดเฟสได้มากแต่ใช้พลังงานน้อย จากรูป 4.12 พบว่า ที่ระยะเวลาการบดย่อย 72 และ 96 ชั่วโมง มีพื้นที่ใต้โค้งน้อยกว่า 24 และ 48 ชั่วโมง แสดงว่า เมื่ออนุภาคสารผสมมีการแจกแจงที่เล็ก และแคบลง จะใช้พลังงานในการเกิด

เฟสน้อยกว่า อย่างไรก็ตามจะต้องอาศัยข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสในช่วงอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสที่ได้จากเทคนิค DTA และหาข้อสรุปที่สมเหตุสมผลต่อไป



รูป 4.11 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของผงของผสม MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อย เป็นเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง



รูป 4.12 กราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของผงของผสม MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง

4.6 การตรวจสอบ

4.7 อปพฤติกรรมการเกิดเฟสของผงสาร PMN

จากการศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของสารผสมระหว่าง MN กับ PbO สามารถนำช่วงอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงความร้อน มาใช้ทำนายอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเป็น PMN หรือ เฟสเพอร์อฟสไกต์ (perovskite) โดยเลือกเผาแคลไซน์ที่ช่วงอุณหภูมิ 650 - 750 °C จากนั้นนำสารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วไปศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟส แล้วคำนวณหาปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ หลังจากนั้นนำผลที่ได้ไปหาข้อสรุปเกี่ยวกับเงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมต่อการเตรียมสาร PMN และผลของการแฉะของขนาดอนุภาคต่อการเกิดเฟส PMN หรือเฟสเพอร์อฟสไกต์ต่อไป ดังนี้

4.6.1 พฤติกรรมการเกิดเฟสของผง PMNMG

เมื่อนำสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค Ball-milling แล้วนำไปผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °C สอดคล้องกับผล DTA ทุกอุณหภูมิ เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที เท่ากัน เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ ของผง PMNMG ที่เตรียมจากสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสโดยใช้เทคนิค XRD เพื่อตรวจสอบพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อทราบผลแล้ว นำไปสอบเทียบกับข้อมูลสารมาตรฐาน PMN ที่บันทึกไว้ในแฟ้มข้อมูล JCPDS จากนั้นนำค่าความเข้มของพีคสูงที่ได้จากการตรวจสอบไปคำนวณหาปริมาณเฟส ที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่าง โดยใช้ทฤษฎีของ Swartz, S. L. และ Shrout, T. R. [11,17-18] เป็นพื้นฐานในการคำนวณ คือ

$$\text{ปริมาณของเฟสหลักที่ปรากฏ (wt \%)} = \frac{I_p \times 100}{I_p + \sum_{i=1}^n I_i} \quad (4.1)$$

โดยที่ I_p แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-Ray ของเฟสหลัก
 I_i แทนค่าความเข้มสูงสุดของพีค X-Ray ของเฟสอื่นชนิดที่
 $i = 1$ ถึง n ซึ่ง n = จำนวนเฟสอื่นที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง
ผลที่ได้เป็นดังนี้

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.4 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.14 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ผ่าน

การเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่าวมาแล้วข้างต้น (PMNMG24) พบว่า ปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น เมื่อนำข้อมูล XRD ที่ได้ไปสอบเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS พบว่า เฟสเพอโรฟสไกต์ (เป็นสารที่ภายในโครงสร้างผลึกมีการจัดเรียงตัวของไอออนบวก และลบคล้ายกับเกลือ CaTiO_3) ของ PMNMG24 มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สอดคล้องกับ PMN ในแฟ้มข้อมูลหมายเลข 27-1199 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอร์ มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สอดคล้องกับ $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ ในแฟ้มข้อมูลหมายเลข 40-0828 มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก (cubic) เฟส ZrO_2 คาดว่าเกิดจากเม็ดบดที่ทำจาก ZrO_2 มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลหมายเลข 83-0939 และเฟส PbO คาดว่าเหลือจากการไม่เข้าทำปฏิกิริยาเพื่อเกิดเป็นสารใหม่ ซึ่งมีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูล หมายเลข 77-1971 ดังรูป 4.13

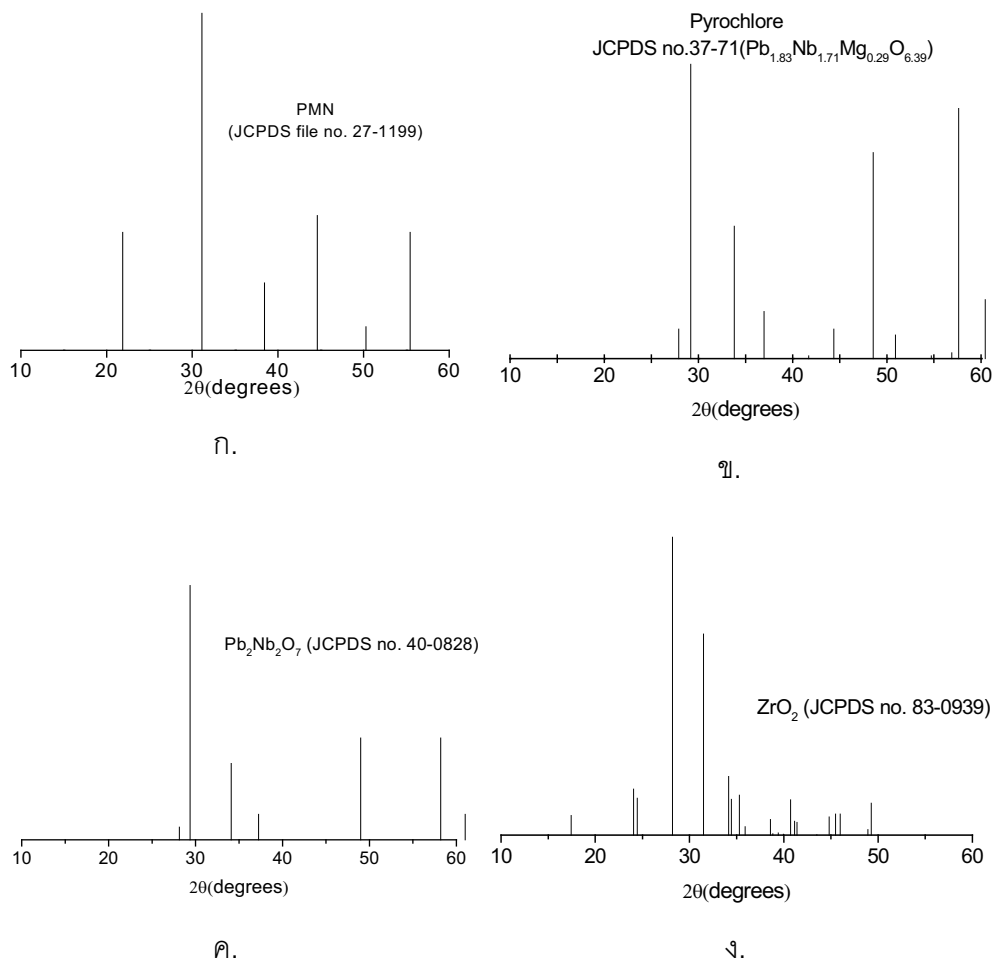
จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMG24 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ พบว่า ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 750°C เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่าที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า

นอกจากนี้ยังสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์กับปริมาณเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.14 และ 4.15

ตาราง 4.4 แสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ในผง PMNMG24 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไข ต่าง ๆ กัน

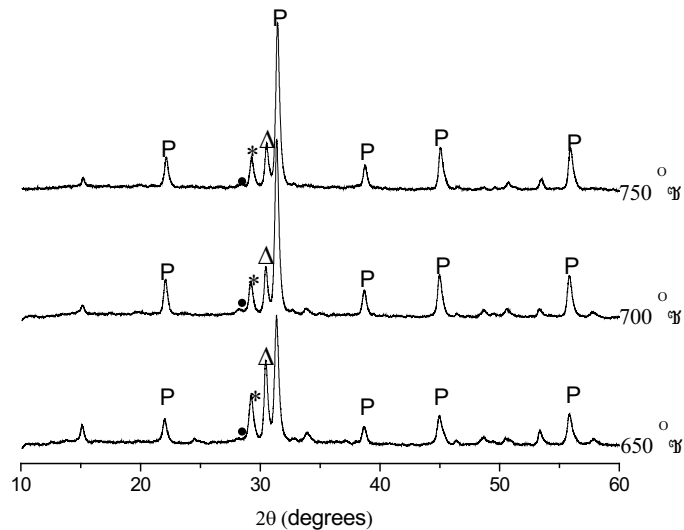
เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)				
อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ ($^\circ\text{C}/\text{นาที}$)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO_2 ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
650	2	10	48.77	18.02	1.67	31.54	73.02
700	2	10	66.70	12.50	2.37	18.43	84.22
750	2	10	67.67	18.27	1.52	12.54	78.74

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1

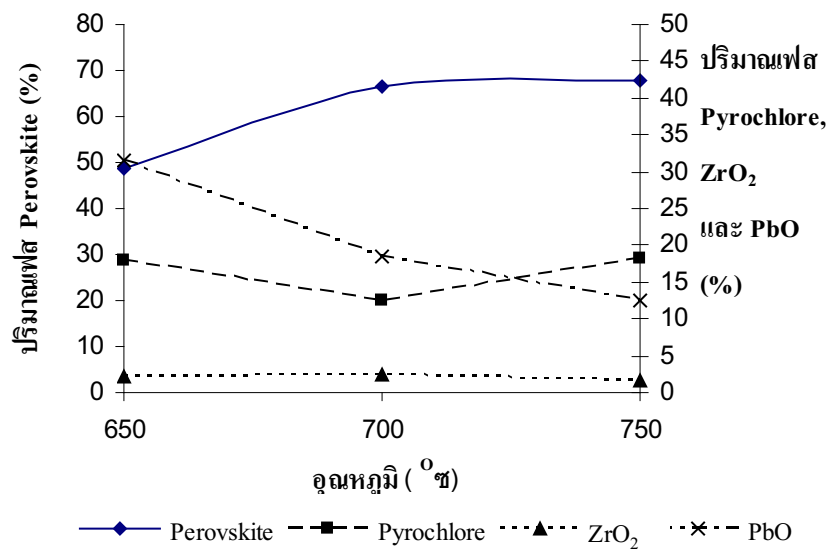


รูป 4.13 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผลึกสารมาตรฐาน

- ก. PMN (JCPDS no. 27-1199) ข. ไพโรคลอ (JCPDS file no. 37-71)
 ค. ไพโรคลอ (JCPDS file no. 40-0828) ง. ZrO_2 (JCODS file no. 83-0939)



รูป 4.14 แสดงพฤติกรรมการณ์เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMG24 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650 , 700 และ 750 °ซ ด้วยระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที (Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO₂)



รูป 4.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMG24 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650 , 700 และ 750 °ซ ด้วยระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.5 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.16 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 48 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่าวมาแล้วข้างต้น (PMNMG48) พบว่า พบว่า ปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มีแนวโน้ม

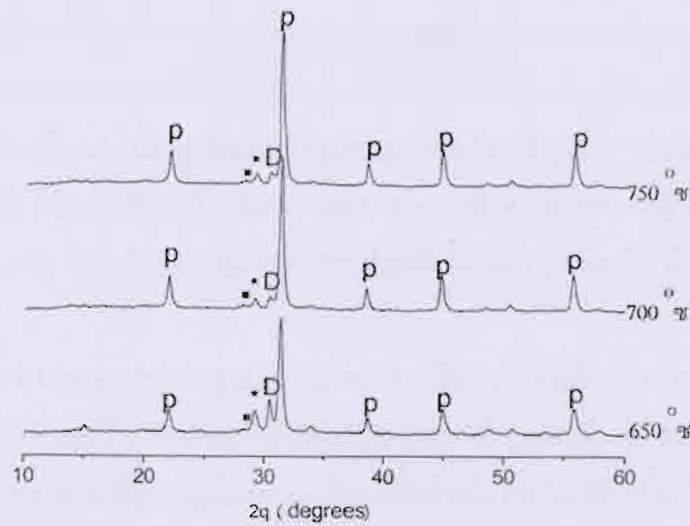
สูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอร์ เฟส ZrO_2 และเฟส PbO พบว่ามีปริมาณน้อยกว่า PMNMG24 คาดว่าเกิดจากการบดย่อยทำให้ขนาดลดลง ส่งผลให้มีพลังงานพื้นผิวที่สูงเมื่อเทียบกับการบด 24 ชั่วโมง ความสามารถในการเข้าทำปฏิกิริยาจึงมากกว่า

แสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMG48 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ พบว่า ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า และสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับ ปริมาณเฟสต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.17

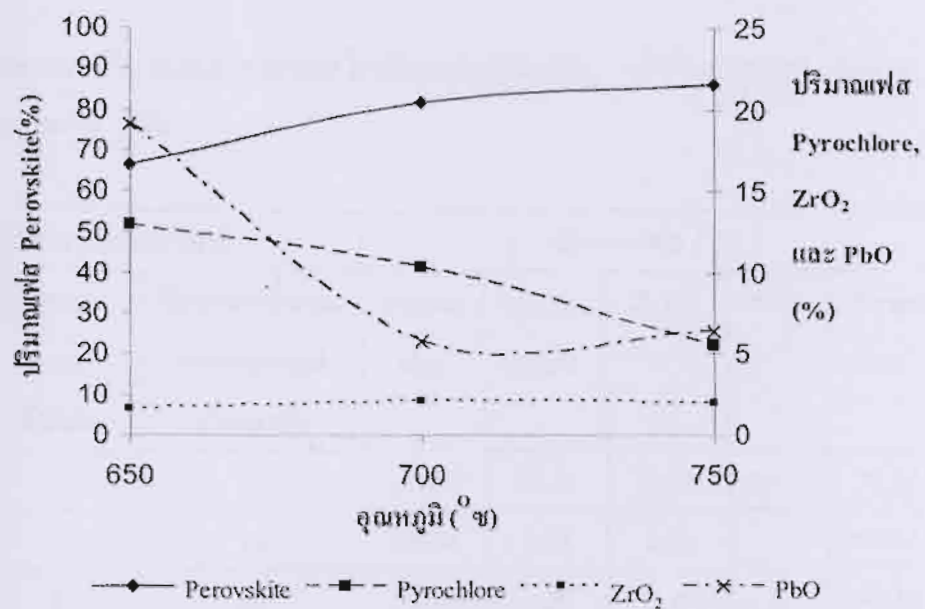
ตาราง 4.5 แสดงปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ในผง PMNMG48 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ กัน

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)				
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลา เผา (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาท)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO_2 ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
650	2	10	66.36	12.87	1.62	19.15	83.75
700	2	10	81.82	10.33	2.12	5.73	88.79
750	2	10	86.12	5.53	1.95	6.40	93.95

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.16 แสดงพฤติกรรมการณ์เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผง PMNMG48 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °ซ/นาที (Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO₂)



รูป 4.17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMG48 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.6 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่ามาแล้วข้างต้น (PMNMG72) พบว่าปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอรั เฟส ZrO_2 ซึ่งพบทุกอุณหภูมิ และเฟส PbO พบเฉพาะที่อุณหภูมิ 650 °ซ เนื่องจากพลังงานกระตุ้นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไม่เพียงพอ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิที่สูงกว่า

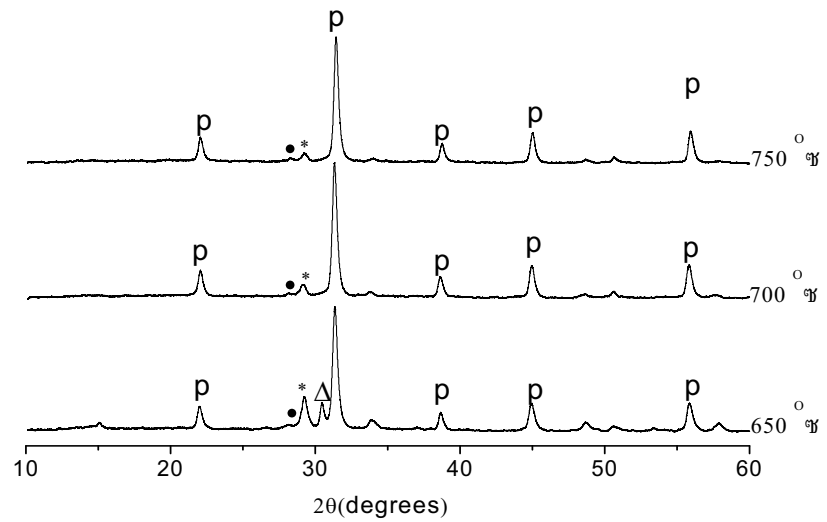
จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMG72 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ พบว่า ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า

และสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับ ปริมาณเฟสต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.19

ตาราง 4.6 แสดงแสดงปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ในผงPMNMG72 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ กัน

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)				
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาท)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
650	2	10	66.03	17.31	2.38	14.28	79.23
700	2	10	88.84	8.34	2.82	-	91.41
750	2	10	91.76	6.06	2.18	-	93.80

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.18 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMG72 หลังผ่านการแคลไซน์ ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °C/นาที (Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO₂)

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.6 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 96 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่ามาแล้วข้างต้น (PMNMG96) พบว่าปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอไรด์ เฟส ZrO_2 ซึ่งพบทุกอุณหภูมิ และเฟส PbO พบเฉพาะที่อุณหภูมิ 650 °ซ

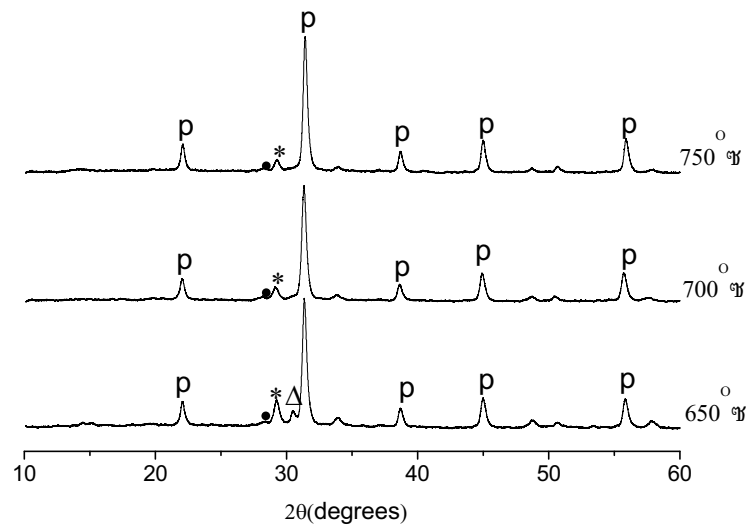
จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMG96 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ พบว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า

และสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับ ปริมาณเฟสต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.21

ตาราง 4.7 แสดงปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ในผง PMNMG96 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ กัน

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)				
อุณหภูมิ (°ซ)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาท)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
650	2	10	73.84	12.12	3.85	10.17	85.89
700	2	10	87.63	9.85	2.52	-	92.06
750	2	10	89.65	7.86	2.49	-	91.93

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.20 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMG96 หลังผ่านการแคลไซน์ ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °C ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °C/นาที่ (Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase)

รูป 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMG96 หลังผ่านการเคลือบ
ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °C ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง
และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่

ผลการทดลองที่กล่าวมาทั้งหมดเกี่ยวกับผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเคลือบต่อ
พฤติกรรมของการเกิดเฟสของสาร PMNMG24, PMNMG48, PMNMG72 และ PMNMG96 พบว่า
อุณหภูมิเคลือบมีผลต่อการเกิดเฟส โดยมีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิเคลือบ
เพิ่มขึ้น และสูงสุดที่อุณหภูมิ 750 °C และช่วงอุณหภูมิการเกิดเฟสมีความสอดคล้องกับผลที่ได้
จากเทคนิค DTA

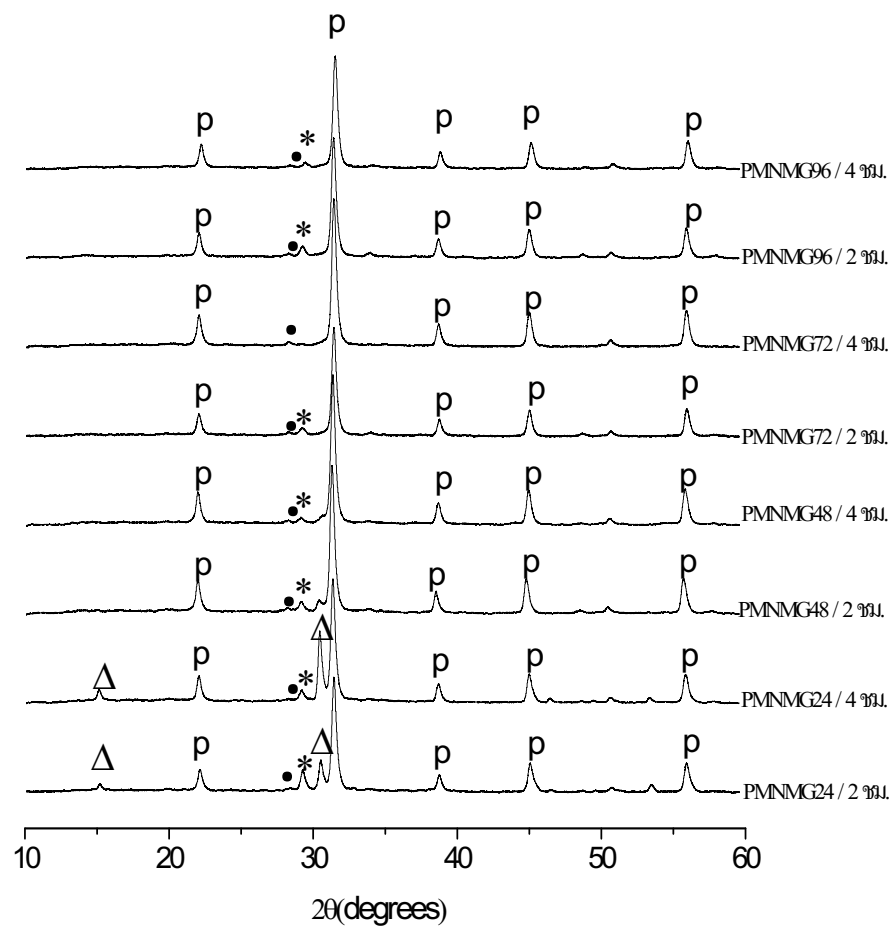
หลังจากศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเคลือบต่อพฤติกรรมของการเกิดเฟสของผง
PMNMG แล้ว จึงได้ทำการศึกษาผลของระยะเวลาการเผาแช่ต่อพฤติกรรมของการเกิดเฟสของสาร
PMNMG ซึ่งเลือกศึกษาที่อุณหภูมิ 750 °C เปรียบเทียบระหว่างการเผาแช่นาน 2 และ 4 ชั่วโมง
โดยการนำสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นเวลา 24 , 48, 72 และ 96
ชั่วโมง ใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C / นาที่ ได้ผลดังนี้

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.7 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.22 แสดงรูปแบบ
การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่า PMNMG48, PMNMG72 และ PMNMG96 ที่ ผ่านการเผาแช่ที่
นาน 4 ชั่วโมง จะมีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มากกว่า การเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง สาเหตุเกิดจาก
การทำปฏิกิริยาของสารผสมมีความสมบูรณ์มากขึ้น แสดงว่าการเผาแช่ที่นานขึ้นช่วยส่งเสริมให้มี
การเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์ ยกเว้น PMNMG24 มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ที่เกิดจากการเผาแช่
นาน 4 ชั่วโมง ต่ำกว่า 2 ชั่วโมง เนื่องจาก ที่ระยะเวลาเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง มีปริมาณ PbO ที่ไม่ได้
ทำปฏิกิริยามากกว่าที่ระยะเวลาเผาแช่ 2 ชั่วโมง แสดงว่าการเผาแช่นาน 4 ชั่วโมง ไม่ส่งเสริมการ
เข้าทำปฏิกิริยาของสารผสมเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์

ตาราง 4.8 แสดงปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ในผง PMNMG ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ 750 °ซ เเผา
 แชน้ 2 และ 4 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ ที่ระยะเวลาการบด
 ต่างๆ

ระยะเวลา ในการบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ ที่ 750 °ซ		ปริมาณเฟส (%)				
	ระยะเวลา เผาแชน้ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ ลงของอุณหภูมิ (°C/นาที่)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
24	2	10	67.67	18.27	1.52	12.54	78.74
24	4	10	58.97	5.55	1.43	34.04	91.40
48	2	10	86.12	5.53	1.95	6.40	93.95
48	4	10	95.21	3.27	1.50	-	96.67
72	2	10	91.76	6.06	2.18	-	93.80
72	4	10	96.23	1.22	2.55	-	93.39
96	2	10	89.65	7.86	2.49	-	91.93
96	4	10	93.77	4.41	1.80	-	95.50

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.22 แสดงพฤติกรรมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMG หลังผ่านการเคลือบด้วยอุณหภูมิ 750 °C ระยะเวลาเผาเซ่นาน 2 ชั่วโมง และ 4 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่างๆ กัน (Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase, $\bullet$ = ZrO₂)

ได้ทำการศึกษาผลของการแจกแจงของขนาดอนุภาคต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง โดยเปรียบเทียบที่อุณหภูมิแคลไซน์ 650 °ซ ด้วยระยะเวลาเผาแซ่ 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาทึ ซึ่งได้ผลการทดลองดัง ตาราง 4.8

พบว่า สารผสมที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 650 °ซ เผาแซ่ นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาทึ (PMNMG24) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกท์ประมาณร้อยละ 48.77 ไพโรคลอรัประมาณร้อยละ 18.02 PbO ประมาณร้อยละ 31.54 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 1.67 % (ดังแสดงในตาราง 4.9 และ รูป 4.23-4.24) สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 24 ชั่วโมง ทำให้อนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 4.26 μm มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.10 -13.00 μm (ตาราง 4.1) ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวน้อย พลังงานกระตุ้นรวมไม่เพียงพอสำหรับการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเฟสเพอโรฟสไกท์ได้ สมบูรณ์ ทำให้มีเฟสไพโรคลอรัเกิดขึ้นสูง ที่อุณหภูมินี้ นอกจากนี่ยังพบ เฟส PbO ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์อีกด้วย ส่วน ZrO₂ คาดว่าจะเกิดจากการหลุดออกมาจากเม็ดบดที่ทำจาก ZrO₂

ส่วนสารผสมที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 650 °ซ เผาแซ่ นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาทึ (PMNMG48) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกท์ประมาณร้อยละ 66.35 ไพโรคลอรัประมาณร้อยละ 12.87 PbO ประมาณร้อยละ 19.15 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 1.62 สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 48 ชั่วโมง ทำให้อนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 2.80 μm มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.04 -11.00 μm (ตาราง 4.1) ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมากขึ้น พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้นทำให้ประสิทธิภาพในการเข้าทำปฏิกิริยากันของสารตั้งเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟสไกท์สูงขึ้น ส่วนเฟส ปนเปื้อนก็ลดปริมาณลงเมื่อเทียบกับผลของสารตัวอย่าง PMNMG24 สาเหตุเกิดจากการแจกแจงของขนาดที่ลดลงช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟสเพอโรฟสไกท์ได้ดี

ส่วนสารผสมที่ผ่านการบดย่อยนาน 72 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 650 °ซ เผาแซ่ นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาทึ (PMNMG72) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกท์ประมาณร้อยละ 66.03 ไพโรคลอรัประมาณร้อยละ 17.31 PbO ประมาณร้อยละ 14.28 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 2.38 สังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง พบว่า มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกท์ลดลง ส่วนไพโรคลอรัเพิ่มขึ้น เนื่องจากระยะเวลาการบดนาน 72 ชั่วโมง ทำให้อนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 1.12 μm การแจกแจง

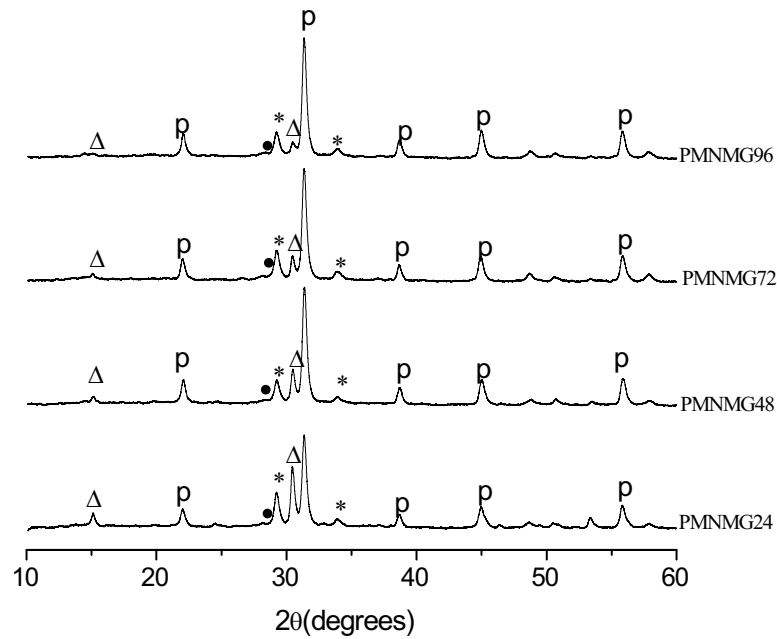
ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 4.20 \mu\text{m}$ (ตาราง 4.1) และมี ZrO_2 ปนเปื้อนมาด้วยในปริมาณที่มาก เนื่องจาก ZrO_2 มีจุดหลอมเหลวค่อนข้างสูง (2678°C) [24] มีความเหนียวต่อการทำปฏิกิริยาเมื่อปนเปื้อนอยู่ในสารตัวอย่างอาจจะไปกีดขวางการเข้าทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอรอฟสไกต์

และ สารผสมที่ผ่านการบดนาน 96 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 650°C เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที}$ (PMNMG96) มีปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ประมาณร้อยละ 73.84 ไพโรคลอร์ ประมาณร้อยละ 12.13 PbO ประมาณร้อยละ 10.17 และ ZrO_2 ประมาณร้อยละ 3.86 สังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง พบว่ามีปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์มาก ส่วนไพโรคลอร์ลดลง เนื่องจากระยะเวลาการบดนาน 96 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น $1.05 \mu\text{m}$ การแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 4.20 \mu\text{m}$ (ตาราง 4.1) จะเห็นว่ามีขนาดเล็กกว่า สารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง ซึ่งก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมาก พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น พลังงานกระตุ้นที่มากขึ้นนี้เองเป็นตัวช่วยส่งเสริมประสิทธิภาพการเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์ ส่วน ZrO_2 ที่ปนเปื้อนมาด้วยในปริมาณที่มาก อาจมีผลต่อการเกิดเฟส แต่ด้วยการแจกแจงที่ลดลงระดับ $1.05 \mu\text{m}$ เฟส ZrO_2 อาจมีผลน้อยต่อการกีดขวางการเข้าทำปฏิกิริยาเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอรอฟสไกต์

ตาราง 4.9 แสดงปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ในผง PMNMG ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ 650°C เผาแช่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาที}$ ที่ระยะเวลาการบดต่างๆ กัน

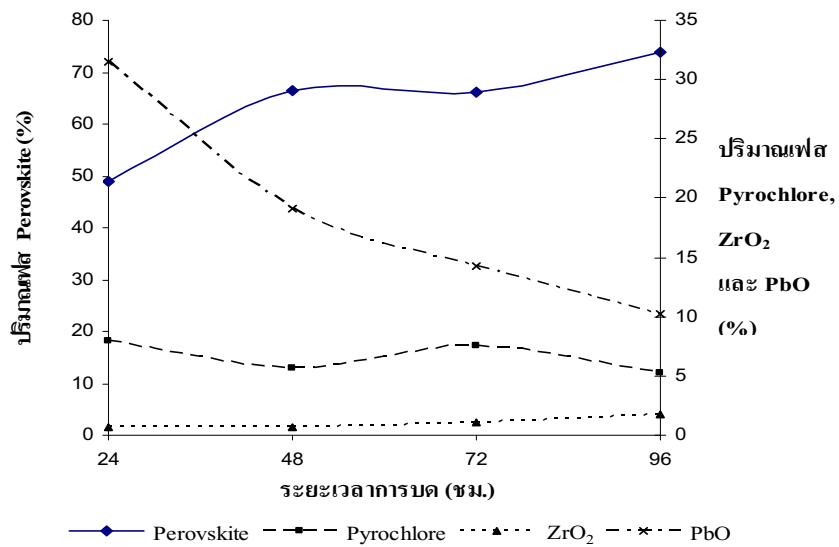
ระยะเวลาในการบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่ 650°C		ปริมาณเฟส (%)				
	ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ	Perovskite ¹	Pyrochlore ¹	ZrO_2 ¹	PbO ¹	Perovskite ²
24	2	10	48.77	18.02	1.67	31.54	73.02
48	2	10	66.36	12.87	1.62	19.15	83.75
72	2	10	66.03	17.31	2.38	14.28	78.83
96	2	10	73.84	12.13	3.86	10.17	86.45

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.23 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผง PMNMG หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 650 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °ซ/นาที ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน

(Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase, $\bullet$ = ZrO₂)



รูป 4.24 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMG หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิแคลไซน์ 650 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °ซ/นาที ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน

ต่อไปได้นำ สารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดนาน 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาเผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ เพื่อศึกษาผลของการແก່ແຈງຂອງຂະໜາດອຸນຸພາກປຽບທຽບກັບອຸນຸພາກ 650 °ซ ซึ่งได้ผลการทดลอง ดังนี้

จากผลการทดลอง พบว่า สารผสมที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ (PMNMG24) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 59.86 ไพโรคลอร์ประมาณร้อยละ 9.14 PbO ประมาณร้อยละ 29.16 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 1.84 (ดังแสดงในตาราง 4.10 และ รูป 4.25-4.26) สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 24 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 4.26 μm มีการແກ່ແຈງຂອງຂະໜາດອຸນຸພາກຢູ່ໃນຮ່ວງ 0.10 -13.00 μm (ตาราง 4.1) ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวน้อย พลังงานกระตุ้นรวมไม่เพียงพอสำหรับการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์ได้สมบูรณ์ ทำให้มีเฟสไพโรคลอร์เกิดขึ้นสูง ที่อุณหภูมินี้ แต่เมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ 650 °ซ พบว่ามีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มากกว่าเนื่องจากได้รับพลังงานกระตุ้นที่มากกว่า

สารผสมที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ (PMNMG48) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 86.11 ไพโรคลอร์ประมาณร้อยละ 5.53 PbO ประมาณร้อยละ 6.40 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 1.96 สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 48 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 2.80 μm มีการແກ່ແຈງຂອງຂະໜາດອຸນຸພາກຢູ່ໃນຮ່ວງ 0.04 -11.00 μm (ตาราง 4.1) ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมากขึ้น พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น ทำให้ประสิทธิภาพในการเข้าทำปฏิกิริยากันของสารตั้งเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์สูงขึ้น ส่วนเฟสปนเปื้อนก็ลดปริมาณลงเมื่อเทียบกับผลของสารตัวอย่าง PMNMG24 สาเหตุเกิดจากการແກ່ແຈງຂອງຂະໜາດທີ່ลดลงช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์ได้ดี เมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ 650 °ซ พบว่ามีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มากกว่าเนื่องจากได้รับพลังงานกระตุ้นที่มากกว่า

ส่วนสารผสมที่ผ่านการบดน้อยนาน 72 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ (PMNMG72) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 91.75 ไพโรคลอร์ประมาณร้อยละ 6.06 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 2.18 สังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง พบว่า มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์เพิ่มขึ้น เนื่องจากระยะเวลาการบดนาน 72 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสาร

ตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น $1.12\ \mu\text{m}$ การแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 4.20\ \mu\text{m}$ (ตาราง 4.1) ทำให้ประสิทธิภาพในการเข้าทำปฏิกิริยากันของสารตั้งเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์สูงขึ้น ส่วนเฟสปนเปื้อนก็ลดลงปริมาณลงเมื่อเทียบกับผลของสารตัวอย่าง PMNMG48 สาเหตุเกิดจากการแจกแจงของขนาดที่ลดลงช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้ดี เมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ $650\ ^{\circ}\text{C}$ พบว่ามีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มากกว่าเนื่องจากได้รับพลังงานกระตุ้นที่มากกว่า

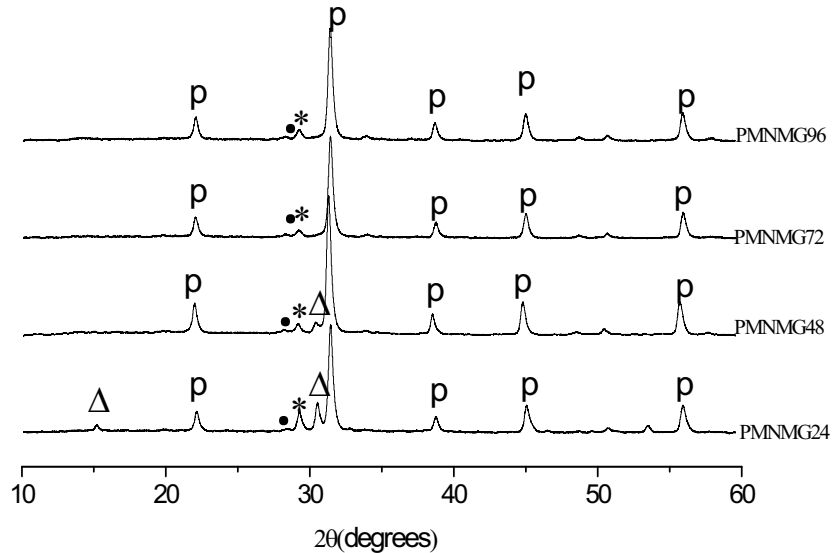
และสารผสมที่ผ่านการบดนาน 96 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิ $750\ ^{\circ}\text{C}$ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10\ ^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ (PMNMG96) มีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ประมาณร้อยละ 89.65 ไพโรคลออร์ ประมาณร้อยละ 7.86 และ ZrO_2 ประมาณร้อยละ 2.49 สังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง พบว่า มีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ลดลงเนื่องจากระยะเวลาการบดนาน 96 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น $1.05\ \mu\text{m}$ การแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 4.20\ \mu\text{m}$ (ตาราง 4.1) จะเห็นว่ามีขนาดเล็กกว่าสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง ซึ่งก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมาก พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น แต่กลับมีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ต่ำกว่า สาเหตุน่าจะเกิดจาก ZrO_2 ที่ปนเปื้อนมาด้วยในปริมาณที่มาก อาจไปกีดขวางการเข้าทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเกิดเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์

ตาราง 4.10 แสดงปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ในผง PMNMG ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ $750\ ^{\circ}\text{C}$ เเผาแช่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10\ ^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ ที่ระยะเวลาการบดต่างๆ

ระยะเวลาในการบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่ $750\ ^{\circ}\text{C}$		ปริมาณเฟส (%)				
	ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ	Perovskite ¹	Pyrochlore ¹	ZrO_2 ¹	PbO ¹	Perovskite ²
24	2	10	67.67	18.27	1.52	12.54	78.74
48	2	10	86.11	5.53	1.96	6.40	93.95
72	2	10	91.75	6.06	2.18	-	93.80
96	2	10	89.64	7.86	2.49	-	91.93

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1

จากผลการทดลองที่กล่าวมาทั้งหมด ในการศึกษาผลของการแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMG พบว่าการแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารผสมมีผลต่อการเกิดเฟสของ PMNMG ซึ่งการบดที่นานขึ้นส่งผลทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลง และมีการแจกแจงที่แคบลง ส่งผลให้ประสิทธิภาพการเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์มีมากขึ้น โดยที่ การแจกแจงของขนาดอนุภาคที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลา 96 ชั่วโมง จะให้ปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ที่สูงสุด ที่เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650 °ซ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ /นาที่ และการแจกแจงของขนาดอนุภาคที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลา 72 ชั่วโมง จะให้ปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ที่สูงสุด ที่เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ /นาที่ นั้น แสดงให้เห็นว่า ระยะเวลาการบดที่ต่างกันทำให้อนุภาคมีการแจกแจงของขนาดที่ต่างกัน และยังทำให้มีการปนเปื้อนของสารที่ใช้ทำแม่ดินซึ่งปัจจัยทั้งสองมีผลต่อประสิทธิภาพการเข้าปฏิกิริยาของสารตั้งต้น และพบว่าพฤติกรรมการเกิดเฟสมีแนวโน้มสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากเทคนิค DTA คือ สารผสมที่ผ่านการบดนานจะใช้พลังงานในการเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์ต่ำ หมายความว่า มีประสิทธิภาพในการเกิดเฟสที่สูง เมื่อเทียบกับสารผสมที่บดด้วยระยะเวลาที่น้อยกว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์เดียวกัน



รูป 4.26 แสดงพฤติกรรมการณ์เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMG หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ ตั้งแต่ 750°C ด้วยระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน
(Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase, $\bullet$ = ZrO_2)

4.6.2 พฤติกรรมการณ์เกิดเฟสของผง PMNMC

เมื่อนำสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค Ball-milling แล้วนำไปผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 700 และ 750°C สอดคล้องกับผล DTA เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ เพื่อศึกษาพฤติกรรมการณ์เกิดเฟสที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ ของผง PMNMC ที่เตรียมจากสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบพฤติกรรมการณ์เกิดเฟสโดยใช้เทคนิค XRD เพื่อตรวจสอบพฤติกรรมการณ์เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อทราบผลแล้ว นำไปสอบเทียบกับข้อมูลสารมาตรฐาน PMN ที่บันทึกไว้ในแฟ้มข้อมูล JCPDS จากนั้นนำค่าความเข้มของพีกสูงที่ได้จากการตรวจสอบ ไปคำนวณหาปริมาณเฟส ที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่าง โดยใช้ทฤษฎีของ Swartz, S. L. และ Shrout, T. R. [8, 14-15] เป็นพื้นฐานในการคำนวณ ดังสมการ 4.1 พบว่าผลที่ได้เป็น ดังนี้

MRG4580041

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.11 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่าวมาแล้วข้างต้น (PMNMC24) พบว่า ปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น เมื่อนำข้อมูล XRD ที่ได้ไปสอบเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS พบว่า เฟสเพอร์อฟสไกต์ของ PMNMC24 มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับ PMN ในแฟ้มข้อมูลหมายเลข 27-1199 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอร์ มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับ $Pb_2Nb_2O_7$ ในแฟ้มข้อมูลหมายเลข 40-0828 มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก (cubic) เฟส ZrO_2 คาดว่าเกิดจากเมล็ดบดที่ทำจาก ZrO_2 มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลหมายเลข 83-0939 และเฟส PbO คาดว่าเหลือจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ มีพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูลหมายเลข 77-1971

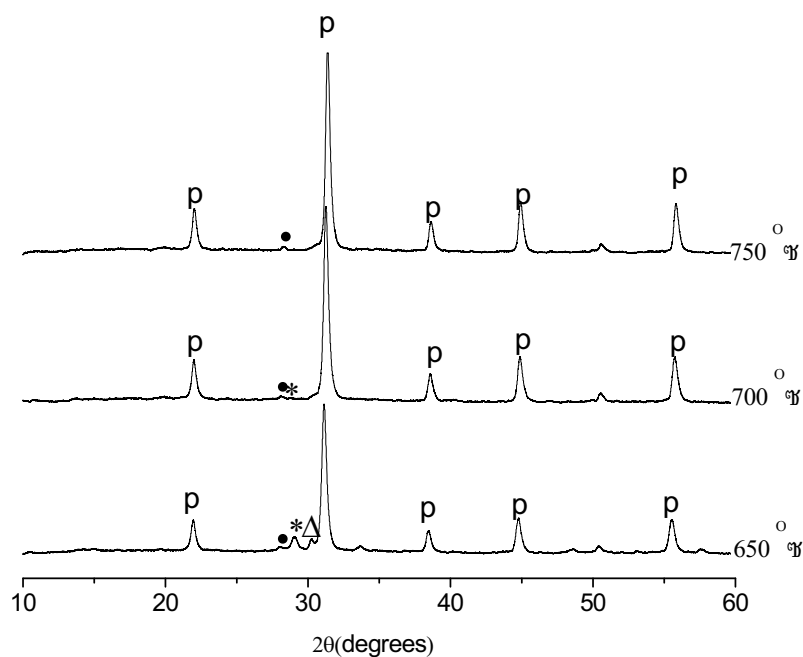
จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMC24 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ พบว่า ที่ อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า

นอกจากนี้ยังสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับ ปริมาณเฟสต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.28

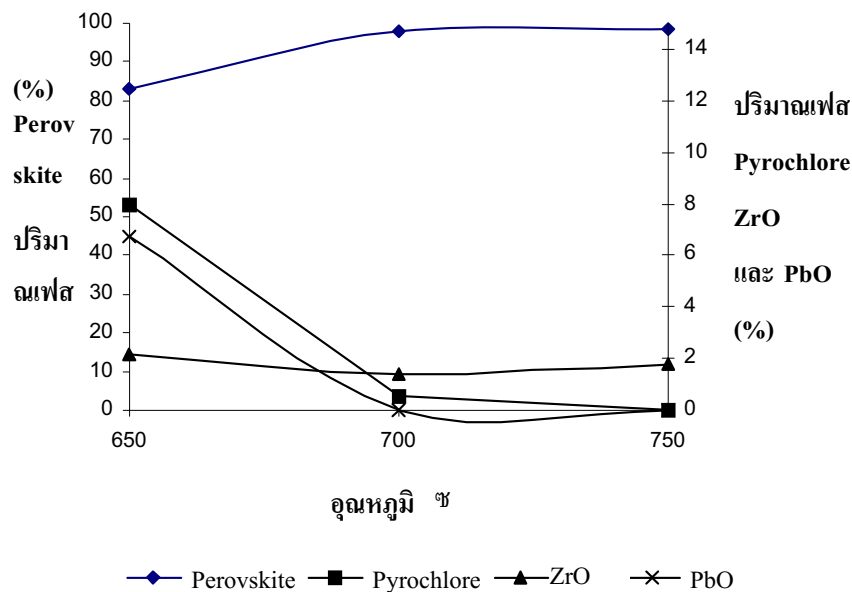
ตาราง 4.11 แสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ในผง PMNMC24 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย
เงื่อนไข ต่าง ๆ กัน

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)				
อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
650	2	10	83.17	8.01	2.13	6.69	91.22
700	2	10	98.04	0.55	1.41	-	99.44
750	2	10	98.25	0	1.75	-	100.00

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.27 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMC24 หลังผ่านการแคลไซน์
ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 $^{\circ}\text{C}$ ระยะเวลาเผาแซ่ 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ
อุณหภูมิ 10 $^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ (Δ = PbO, P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ $\bullet$ = ZrO₂)



รูป 4.28 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMC24 หลังผ่านการแคลไซน์ ด้วยอุณหภูมิ 650 , 700 และ 750 °C ด้วยระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.12 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 48 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่าวมาแล้วข้างต้น (PMNMC48) พบว่า พบว่า ปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอร์ และเฟส ZrO_2 แต่ไม่พบว่ามี PbO คาดว่าขนาดที่เล็กลงทำให้พลังงานพื้นผิวมาก ส่งเสริมให้มีการทำปฏิกิริยาจนหมด

จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMC48 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ พบว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °C เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า

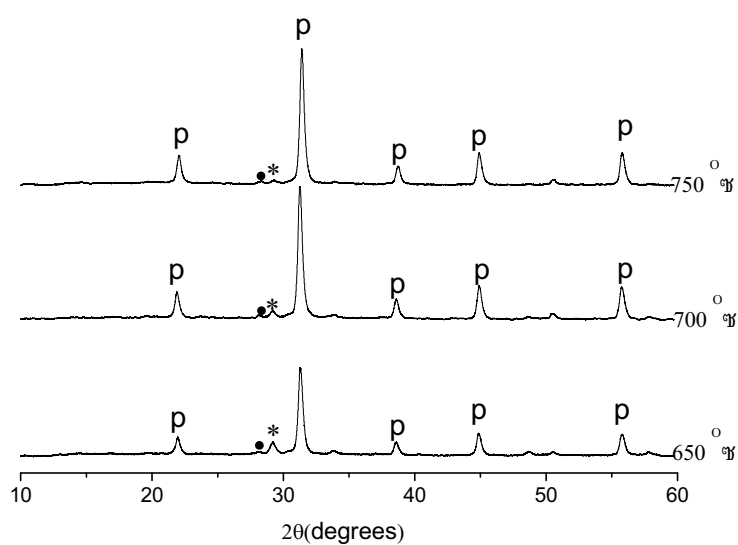
และสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับ ปริมาณเฟสต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.30

MRG4580041

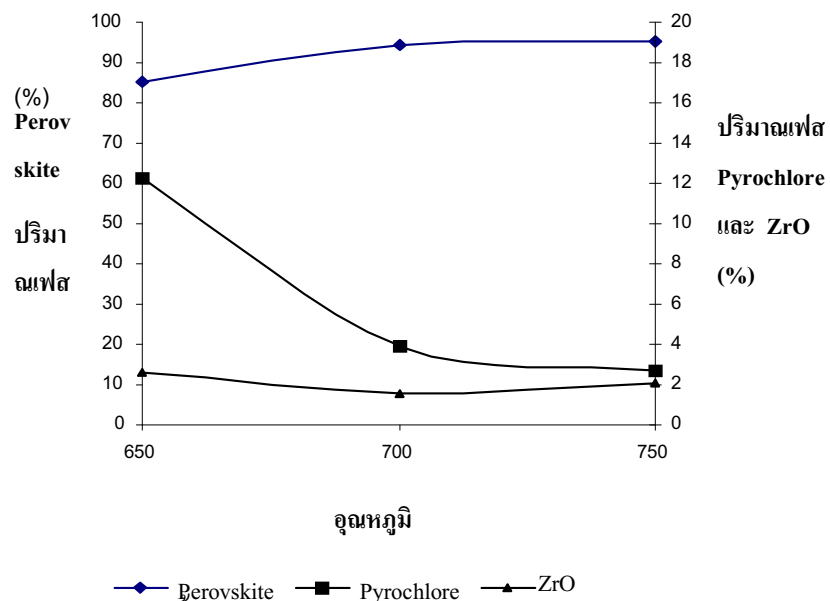
ตาราง 4.12 แสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ในผง PMNMC48 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย
เงื่อนไขต่าง ๆ กัน

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)			
อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovs kite ²
650	2	10	85.13	12.24	2.63	87.43
700	2	10	94.56	3.88	1.56	96.06
750	2	10	95.21	2.73	2.06	97.21

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.29 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMC48 หลังผ่านการแคล
ไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 $^{\circ}\text{C}$ ระยะเวลาเผาแซ่นาน 2 ชั่วโมง
และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 $^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$



รูป 4.30 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผง PMNMC48 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °C ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °C/นาที่ (P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ ● = ZrO₂)

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.13 แสดงปริมาณเฟสต่างๆ และรูป 4.31 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่าวมาแล้วข้างต้น (PMNMC72) พบว่า ปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอร์ และเฟส ZrO₂

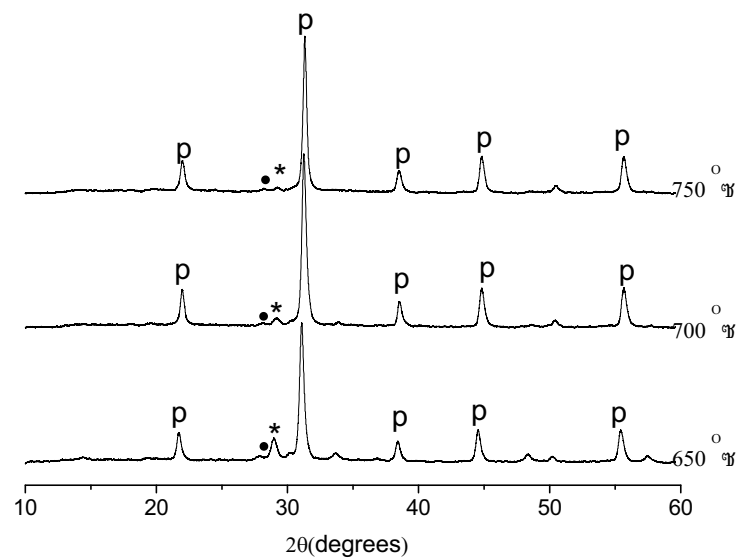
จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMC72 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ พบว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °C เป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุด สาเหตุคาดว่า ที่อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำนั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะไปกระตุ้นให้มีการทำปฏิกิริยากันของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO กลายเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เมื่อเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงกว่า

สามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับปริมาณเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.32

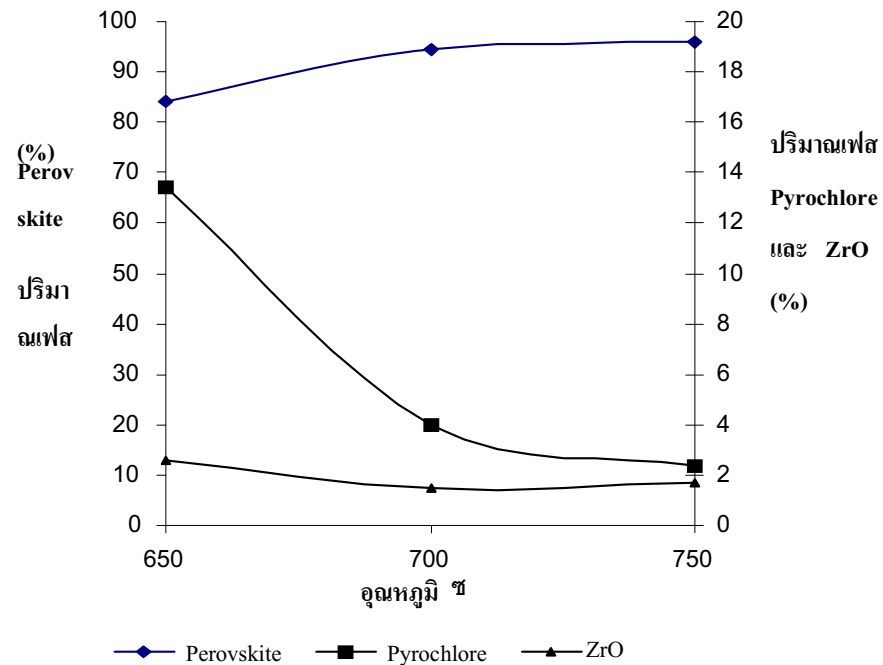
ตาราง 4.13 แสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ PMNMC72 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)			
อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovs kite ²
650	2	10	84.00	13.44	2.56	86.21
700	2	10	94.53	3.96	1.51	95.98
750	2	10	95.95	2.33	1.72	97.63

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.31 แสดงพฤติกรรมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMC72 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 $^{\circ}\text{C}$ ระยะเวลาเผาแซ่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 $^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$ (P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO₂)



รูป 4.32 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMC72 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °C ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาท

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.14 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.33 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 96 ชั่วโมง ผ่านการเผาแคลไซน์ที่สภาวะกล่าวมาแล้วข้างต้น (PMNMC96) พบว่า พบว่า ปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์สูงสุดที่อุณหภูมิแคลไซน์ 700 °C นอกจากนี้ยังพบว่ามีเฟสปนเปื้อนเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ เฟสไพโรคลอร์ และเฟส ZrO_2

จากผลการทดลองแสดงว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของ PMNMC96 ซึ่งสามารถเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ กับ ปริมาณเฟสต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ดังรูป 4.34

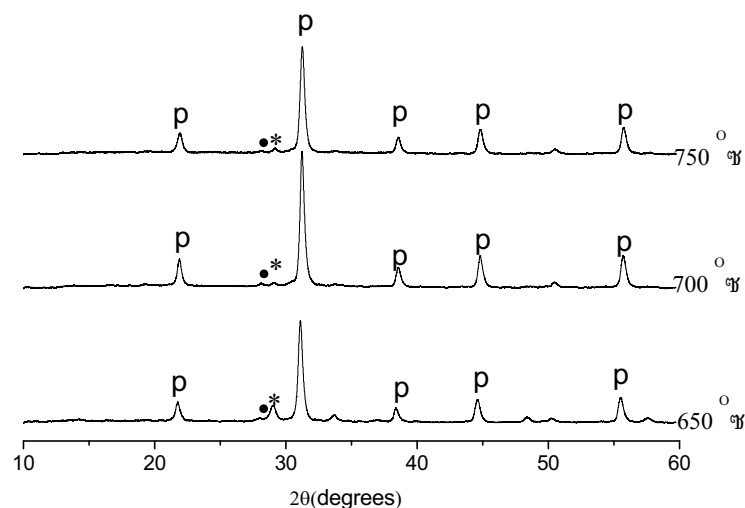
จากผลการทดลองที่เกิดขึ้นแสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อการเกิดเฟสเพอร์อฟสไกต์ของ PMNMC96 โดยที่อุณหภูมิ 700 °C ให้ปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์สูงสุด จากการทบทวนเอกสารทางวิชาการ [5] พบว่า ประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาสารในสภาวะ

ของแข็ง ถูกกำหนดโดยพลังงานงานกระตุ้นที่ได้รับ พลังงานกระตุ้นได้มาจากความร้อนที่ได้รับจากการเผา และพลังงานพื้นผิว ซึ่งกำหนดโดยขนาดอนุภาค เนื่องจาก PMNMC96 สังเคราะห์มาจากการผสมที่ผ่านการบดย่อยด้วยระยะเวลา 96 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลงมาก จากการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Laser Diffraction พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ย $1.11 \mu\text{m}$ มีการแจกแจงอยู่ในช่วง $0.04\text{-}3.10 \mu\text{m}$ ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าสารผสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ PMNMC24, PMNMC48 และ PMNMC72 ดังข้อมูลใน ตาราง 4.2 การลดลงของขนาดในระดับนี้นอกจากจะช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์อาจจะไปช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟสของไพโรคลอร์ได้ดีด้วย เมื่อมีพลังงานเข้าไปกระตุ้นที่สูงได้แก่ การเผาที่อุณหภูมิ 750°C ส่วนที่ 700°C พลังงานที่ได้รับระดับนี้อาจจะช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์มากกว่าไพโรคลอร์ส่วนที่ 650°C พลังงานมีน้อยเกินไปไม่เพียงพอที่จะกระตุ้นให้มีการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์ที่สูงขึ้นได้

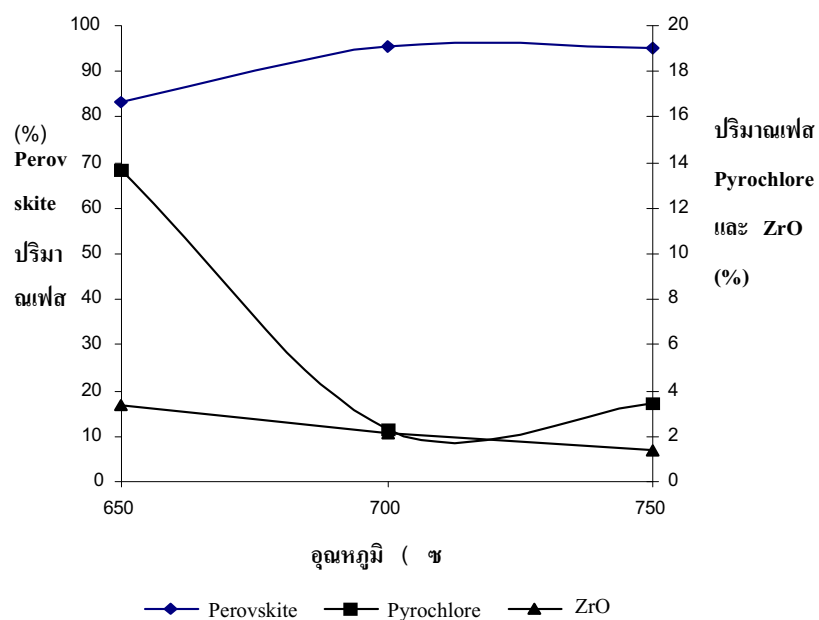
ตาราง 4.13 แสดงแสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ในผง PMNMC96 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ กัน

เงื่อนไขการเผาแคลไซน์			ปริมาณเฟส (%)			
อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	ระยะเวลา เผาแซ่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}/\text{นาท}$)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovs kite ²
650	2	10	83.04	13.64	3.32	85.89
700	2	10	95.58	2.28	2.14	97.67
750	2	10	95.19	3.44	1.37	96.52

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.33 แสดงพฤติกรรมของการเปลี่ยนแปลงของรังสีเอกซ์ในผง PMNMC96 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 650, 700 และ 750 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °ซ/นาที (P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO_2)



รูป 4.34 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMC96 หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650 , 700 และ 750 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง

และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาท

จากผลการทดลองที่กล่าวมาทั้งหมดเกี่ยวกับผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของผง PMNMC24, PMNMC48, PMNMC72 และ PMNMC96 พบว่าอุณหภูมิแคลไซน์มีผลต่อการเกิดเฟส โดย PMNMC24, PMNMC48 และ PMNMC72 มีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น และสูงสุดที่อุณหภูมิ 750 °ซ ส่วน PMNMC96 มีปริมาณเฟสเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 650 และ 700 °ซ ตามลำดับ แต่กลับลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 750 °ซ โดยมีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์สูงสุดที่ 700 °ซ สาเหตุได้อธิบายแล้วก่อนหน้านี้ ส่วนเฟส ZrO_2 ที่พบน่าจะเกิดจากลูกบดที่ทำจาก ZrO_2 หลุดออกมาระหว่างการบดและเกิดการปนเปื้อนซึ่งมีผลต่อการเกิดเฟสของสารผสมที่ผ่านการบดเป็นเวลานาน โดยการไปกีดขวางการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ ทำให้มีเฟสไพโรคลอไรต์เกิดขึ้น

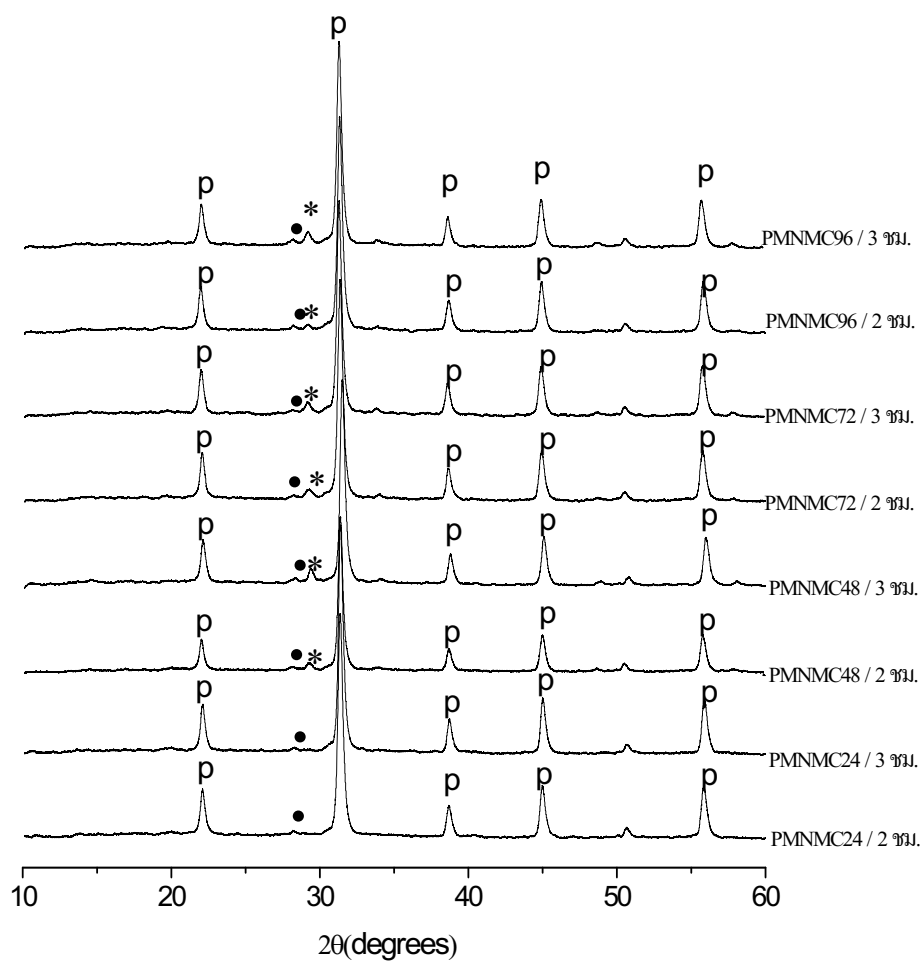
หลังจากศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของผง PMNMC แล้ว จึงได้ทำการศึกษาผลของระยะเวลาการเผาต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร PMNMC โดยเลือกทำการทดลองที่อุณหภูมิ 700 และ 750 °ซ โดยศึกษาเปรียบเทียบระหว่างการเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง โดยการนำสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง มาเผาแคลไซน์ที่เงื่อนไขดังกล่าว ได้ผลดังนี้

จากผลการทดลอง ในตาราง 4.15 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.35 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ซึ่งผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °ซ เผาเป็นเวลา 2 และ 3 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาท พบว่า สาร PMNMC24 ที่ผ่านการเผาแช่ที่นาน 3 ชั่วโมง จะมีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มากกว่า การเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง โดยมีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ประมาณร้อยละ 98.62 พบว่ามีเฟส ZrO_2 ประมาณร้อยละ 1.38 สาเหตุเกิดจากการแตกแยกของขนาด จากตาราง 4.2 พบว่ามีขนาดเฉลี่ยเป็น $3.59 \mu m$ ช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดเฟส เพอร์อฟสไกต์ นอกเหนือจากอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา และอีกส่วนหนึ่งที่ช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดเป็นเฟสเพอร์อฟสไกต์ได้ดีก็คือ การเผาแช่ที่นานขึ้น ส่วน PMNMC48, PMNMC72 และ PMNMC96 พบว่า ปริมาณเฟสลดลงเมื่อเผาแช่นานขึ้น สาเหตุน่าจะเกิดจากการแตกแยกของขนาดอนุภาคที่เล็กลงของสารผสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งโดยธรรมชาติของ MNMC มีความไวในการเข้าทำปฏิกิริยาอยู่แล้ว [11] เมื่อบดนานขึ้นทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลงพลังงานพื้นผิวมากอาจจะไปช่วยส่งเสริมให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเฟสไพโรคลอไรต์ด้วย พบว่า มีขนาดเฉลี่ยเป็น $2.82 \mu m$, $2.33 \mu m$ และ $1.11 \mu m$ (จากตาราง 4.2)

ตาราง 4.15 แสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ในผง PMNMC ที่ผ่านการเผาเคลือบที่ 700 °C เผา
 แชน์ 2 และ 3 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที

ระยะเวลาในการ การบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาเคลือบ ที่ 700 (°C)		ปริมาณเฟส (%)			
	ระยะเวลาเผา (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°C/นาที)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovs kite ²
24	2	10	98.04	0.55	1.41	99.44
24	3	10	98.62	-	1.38	100.00
48	2	10	94.55	3.87	1.56	96.06
48	3	10	91.98	6.15	1.87	93.74
72	2	10	94.53	3.96	1.51	95.98
72	3	10	94.39	4.59	1.02	95.37
96	2	10	95.58	2.28	2.13	97.67
96	3	10	92.89	5.31	1.80	94.59

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.35 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 700 °ซ ด้วยระยะเวลาเผาแช่นาน 2 และ 3 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที (P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO_2)

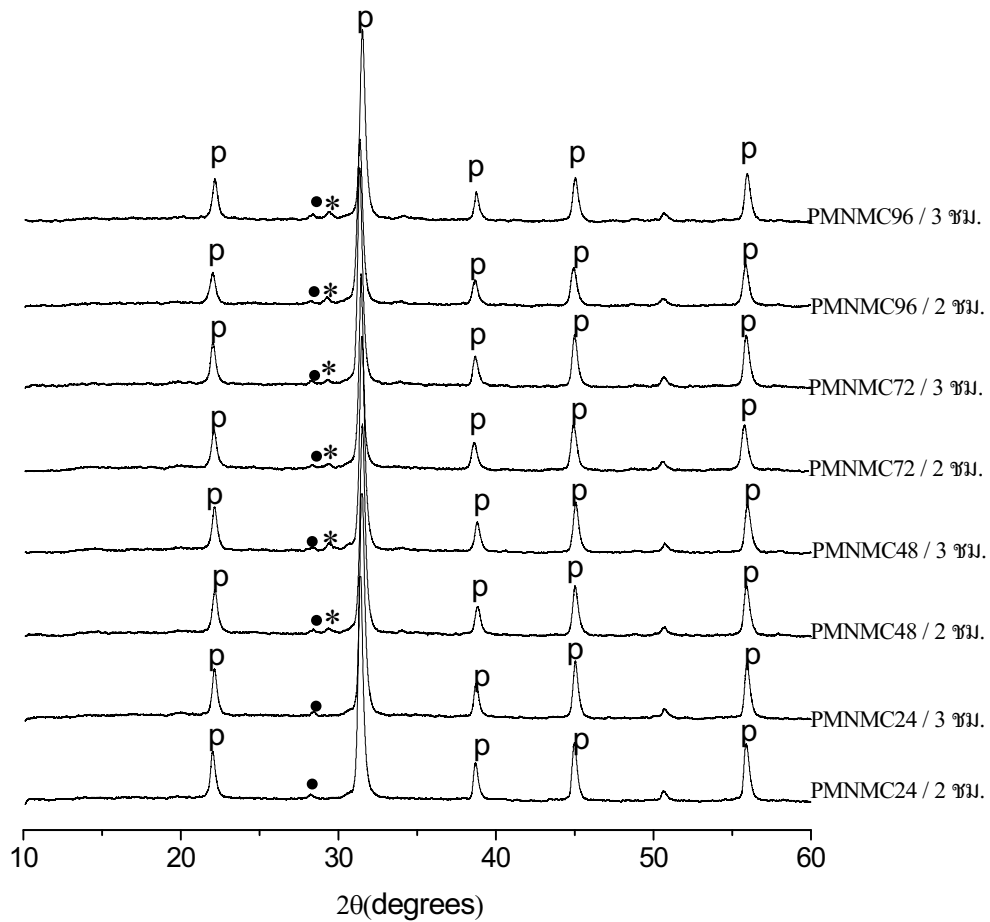
และจากผลการทดลอง ในตาราง 4.16 แสดงปริมาณเฟสต่าง ๆ และรูป 4.36 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดขึ้นในสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ซึ่งผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เเผาแช่นาน 2 และ 3 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ พบว่า สาร PMNMC24, PMNMC48 และ PMNMC72 ที่ผ่านการเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง จะมีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์มากกว่า การเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง โดย PMNMC24 มีปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์สูงสุดประมาณร้อยละ 98.57 และพบว่ามีเฟส ZrO_2 ประมาณร้อยละ 1.43 สาเหตุที่เฟสเพอร์อฟสไกต์เพิ่มขึ้นนี้ จากการศึกษาดูเอกสารทางวิชาการ [5] และผลจาก DTA พบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 750 °ซ มีการทำปฏิกิริยากันระหว่าง MNMC กับ PbO สมบูรณ์มากขึ้น การเผาแช่นานขึ้นที่อุณหภูมิดังกล่าวจะช่วยให้ส่งเสริมการเกิดเฟสเพอร์อฟสไกต์ด้วย ส่วน PMNMC96 พบว่า ปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ลดลง เมื่อเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง สาเหตุน่าจะมาจากการแจกแจงขนาดอนุภาคที่เล็กลงของสารผสม(ตาราง 4.2) ที่ใช้สังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 750 °ซ เมื่อมีการเผาแช่นานขึ้นจะช่วยให้ส่งเสริมให้เกิดเฟสไพโรคลอร์เพิ่มขึ้นด้วยคล้ายกับที่อุณหภูมิ 700 °ซ

ตาราง 4.16 แสดงปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ในผง PMNMC ที่ผ่านการเผาเคล้าขึ้นที่ 750 °ซ เเผา
 แช่ 2 และ 3 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที

ระยะเวลาในการ การบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาเคล้าขึ้น ที่ 750 (°ซ)		ปริมาณเฟส (%)			
	ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovs kite ²
24	2	10	98.25	-	1.75	100.00
24	3	10	98.57	-	1.43	100.00
48	2	10	95.20	2.74	2.06	97.51
48	3	10	95.61	3.03	1.36	96.93
72	2	10	95.95	2.33	1.72	97.63
72	3	10	95.99	2.22	1.79	97.74
96	2	10	95.19	3.44	1.37	96.52
96	3	10	93.59	3.86	2.55	96.04

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1

จากผลการทดลองเพื่อศึกษาผลของระยะเวลาการเผาแช่ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง พบว่า ระยะเวลาการเผาแช่มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส โดยที่อุณหภูมิ 700 °ซ PMNMC24 มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์สูงขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง เมื่อเทียบกับการเผาแช่ 2 ชั่วโมง ส่วน PMNMC48, PMNMC72 และ PMNMC96 มีปริมาณลดลงเมื่อเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 750 °ซ PMNMC24 PMNMC48 และ PMNMC72 มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์สูงขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง เมื่อเทียบกับการเผาแช่ 2 ชั่วโมง ส่วน PMNMC96 มีปริมาณลดลงเมื่อเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง



รูป 4.36 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 และ 3 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10°ซ/นาที่ (P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ ● = ZrO₂)

จากผลการทดลองเพื่อศึกษาผลของระยะเวลาการเผาแช่ต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง พบว่า ระยะเวลาการเผาแช่มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส โดยที่อุณหภูมิ 700 °ซ PMNMC24 มีปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์สูงขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง เมื่อเทียบกับการเผาแช่ 2 ชั่วโมง ส่วน PMNMC48, PMNMC72 และ PMNMC96 มีปริมาณลดลงเมื่อเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง เมื่อเทียบกับการเผาแช่ 2 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 750 °ซ PMNMC24, PMNMC48 และ PMNMC72 มีปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์สูงขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาเผาแช่นาน 3 ชั่วโมง เมื่อเทียบกับ

การเผา 2 ชั่วโมง ส่วน PMNMC96 มีปริมาณลดลงเมื่อเผา 3 ชั่วโมง เมื่อเทียบกับ การเผา 2 ชั่วโมง

ได้ทำการศึกษาผลของการแจกแจงของขนาดอนุภาคต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยเป็นเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง โดยเปรียบเทียบกับอุณหภูมิแคลไซน์ 650, 700 และ 750 °C ด้วยระยะเวลาเผา 2 ชั่วโมง โดยใช้ อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ ซึ่งได้ผลการทดลอง ดังนี้

พบว่า สารผสมที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิแคลไซน์ 650 °C เผา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ (PMNMC24) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 85.17 ไพโรคลอรัประมาณร้อยละ 8.00 PbO ประมาณร้อยละ 6.70 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 2.13 (ดังแสดงในตาราง 4.17 และ รูป 4.37-4.38) สาเหตุเนื่องจาก ระยะเวลาที่ใช้ในการบด 24 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 3.59 μm มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 0.06 -11.00 μm (ตาราง 4.2) ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวน้อย ประสิทธิภาพการเข้าทำปฏิกิริยาน้อย ทำให้มีเฟสที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยา ได้แก่ PbO ส่วน ZrO₂ คาดว่าจะเกิดจากการหลุดออกมาจากเม็ดบดที่ทำจาก ZrO₂

สารผสมที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่เงื่อนไขเดียวกัน (PMNMC48) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 85.13 ไพโรคลอรัประมาณร้อยละ 12.24 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 2.63 สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 48 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 2.80 μm มีการแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.04 -11.00 μm (ตาราง 4.2) ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมากขึ้น พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น ทำให้ประสิทธิภาพในการเข้าทำปฏิกิริยากันของสารตั้งเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์สูงขึ้น ส่วนเฟสปนเปื้อนก็ลดลงเมื่อเทียบผลของสารตัวอย่างที่ผ่านการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยเฉพาะ PbO ไม่พบว่าเกิดขึ้น แต่พบว่าเฟสไพโรคลอรัเพิ่มขึ้น สาเหตุคาดว่ามาจากปริมาณ PbO ที่ไม่พบในสารตัวอย่างนี้ได้เข้าทำปฏิกิริยากลายเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์และไพโรคลอรัหมด แต่สัดส่วนการเกิดเป็น เพอโรฟสไกต์มีมากกว่า ไพโรคลอรั

ส่วนสารผสมที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่เงื่อนไขเดียวกัน (PMNMC72) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 83.99 ไพโรคลอรัประมาณร้อยละ 13.44 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 2.56 สังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง พบว่า มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ลดลง ส่วนไพโรคลอรัเพิ่มขึ้น เนื่องจากระยะเวลาการบดนาน 72 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น 2.33 μm การ

แสงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 9.00 \mu\text{m}$ (ตาราง 4.2) จะเห็นว่ามีขนาดเล็กกว่าสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมาก พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น พลังงานกระตุ้นที่มากขึ้นนี้เอง นอกจากจะช่วยส่งเสริมประสิทธิภาพการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์แล้วยังมีโอกาที่จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดเฟสไพโรคลอร์ และอีกสาเหตุหนึ่ง ก็คือ ZrO_2 ที่ปนเปื้อนมาด้วยในปริมาณที่มาก เนื่องจาก ZrO_2 มีจุดหลอมเหลวค่อนข้างสูง (2678°C) [25] มีความเฉื่อยต่อการทำปฏิกิริยา เมื่อปนเปื้อนอยู่ในสารตัวอย่างอาจจะไปกีดขวางการเข้าทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์

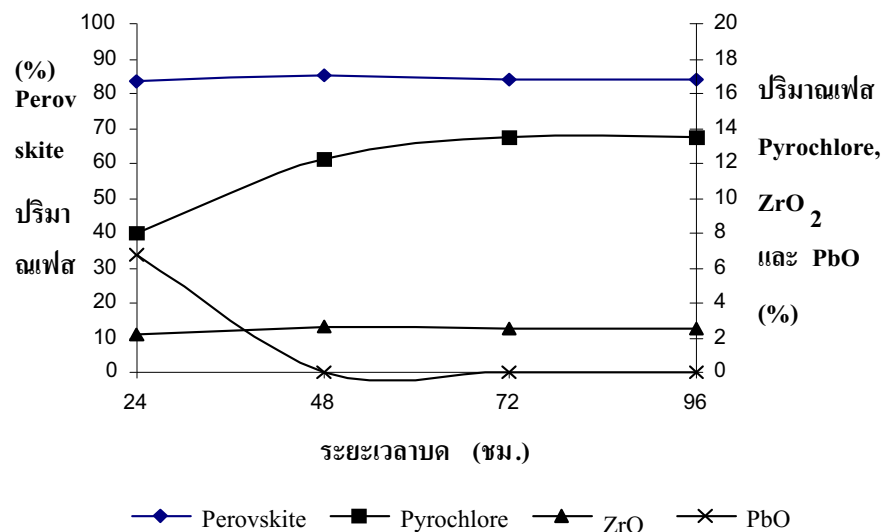
และสารผสมที่ผ่านการบดนาน 96 ชั่วโมง เพาแคลไซน์ที่เงื่อนไขเดียวกัน (PMNMC96) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 83.04 ไพโรคลอร์ประมาณร้อยละ 13.64 และ ZrO_2 ประมาณร้อยละ 3.33 มีสังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง พบว่า มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ลดลง ส่วนไพโรคลอร์เพิ่มขึ้น เนื่องจากระยะเวลาการบดนาน 96 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีค่าเฉลี่ยเป็น $2.33 \mu\text{m}$ การแสงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 3.10 \mu\text{m}$ (ตาราง 4.2) จะเห็นว่ามีขนาดเล็กกว่า สารตัวอย่างที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมาก พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น พลังงานกระตุ้นที่มากขึ้นนี้เอง นอกจากจะช่วยส่งเสริมประสิทธิภาพการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์แล้วยังมีโอกาที่จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดเฟสไพโรคลอร์ และอีกสาเหตุหนึ่ง ก็คือ ZrO_2 ที่ปนเปื้อนมาด้วยในปริมาณที่มาก กว่าจะไปกีดขวางการเข้าทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์

จากผลการทดลองทั้งหมดเกี่ยวกับการแจกแจงของขนาดอนุภาคต่อการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์ของผง PMNMC ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 650°C แชนาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{นาท}$ พบว่า การแจกแจงของขนาดอนุภาคมีผลต่อการเกิดเฟสเพอโรฟสไกต์ โดยการแจกแจงที่ทำให้ได้ปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มากที่สุด คือ ขนาดอนุภาคเฉลี่ย $2.80 \mu\text{m}$ มีการแสงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง $0.04 - 11.00 \mu\text{m}$ (PMNMC48)

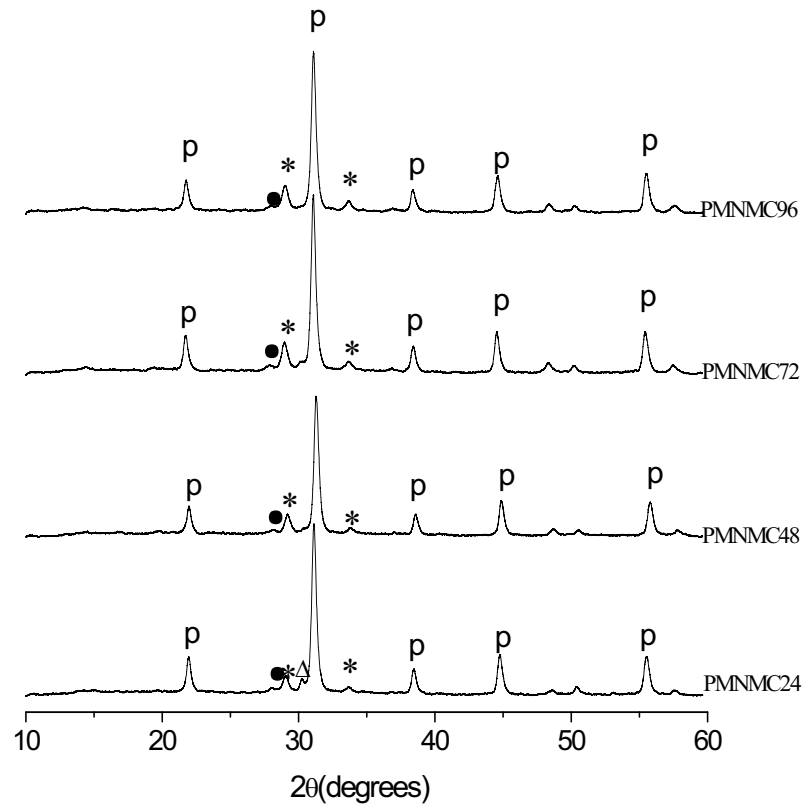
ตาราง 4.17 แสดงปริมาณเฟสเพอร์อฟสไกต์ในผง PMNMC ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 650 °ซ เผา
 แชน์ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที ที่ระยะเวลาการบดต่างๆ กัน

ระยะเวลา ในการบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่ 650 °ซ		ปริมาณเฟส (%)				
	ระยะเวลาเผา แชน์ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	PbO ¹	Perovs kite ²
24	2	10	83.17	8.01	2.13	6.69	91.22
48	2	10	85.13	12.24	2.62	-	87.43
72	2	10	83.99	13.43	2.56	-	86.21
96	2	10	83.04	13.64	3.32	-	85.89

หมายเหตุ ¹ หมายถึง จำนวนโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง จำนวนโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.37 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย
 อุณหภูมิ 650 °ซ ระยะเวลาเผาแชน์นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที
 ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน



รูป 4.38 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 650 °ซ ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน
(P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ ● = ZrO₂)

สารผสมที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 700 °ซ เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ ระยะเวลาบด 24 ชั่วโมง (PMNMC24) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 98.04 ไพโรคลอร์ประมาณร้อยละ 0.55 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 1.41 (ดังแสดงในตาราง 4.18 และ รูป 4.39 - 4.40) เมื่อเปรียบเทียบกับผลที่เกิดขึ้นในผงสารตัวอย่าง PMNMC24 ที่อุณหภูมิ 650 °ซ พบว่าปริมาณของเฟสเพอโรฟสไกต์สูงกว่า ไพโร

คลอรีนน้อยกว่า และ PbO ไม่พบหลงเหลืออยู่ สาเหตุเนื่องจากเวลาที่อุณหภูมิ 700 °ซ ซึ่งสูงขึ้น ก่อให้เกิดพลังงานกระตุ้นมากขึ้น ซึ่งก็เป็นตัวช่วยเสริมประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยา

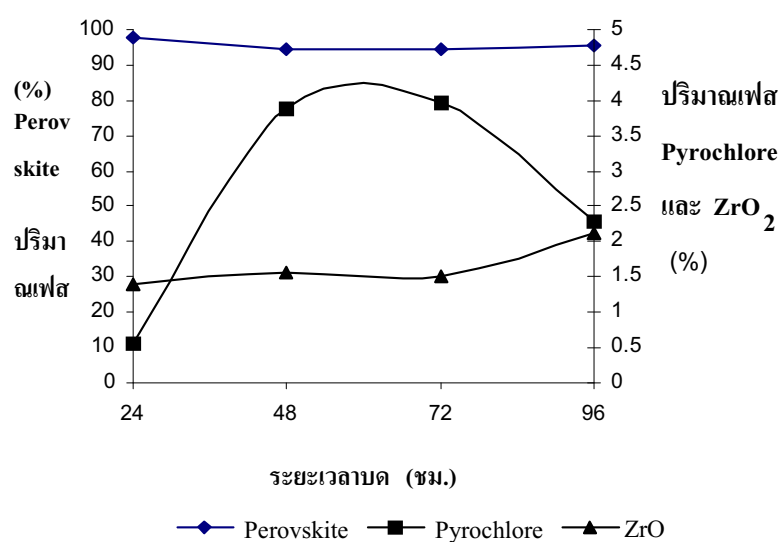
ส่วนสารผสมที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง (PMNMC48) สารผสมที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง (PMNMC72) และสารผสมที่ผ่านการบดนาน 96 ชั่วโมง (PMNMC96) พบว่ามีปริมาณเฟสเพอโรฟไกต์ใกล้เคียงกัน ซึ่งทั้งหมดมีปริมาณเฟสเพอโรฟไกต์ น้อยกว่า PMNMC24 สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ทำให้ขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างมีขนาดเล็กลง ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมากขึ้น พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น ทำให้ประสิทธิภาพในการเข้าทำปฏิกิริยากันของสารตั้งเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอโรฟไกต์สูงขึ้น ในขณะเดียวกันก็ไปกระตุ้นให้มีการเกิดเฟสเปลี่ยนเป็นไฟโรคลอร์เพิ่มขึ้นด้วย ทำให้สัดส่วนของปริมาณเฟสเพอโรฟไกต์กับไฟโรคลอร์มีค่าต่ำกว่า PMNMC24 ที่อุณหภูมิดังกล่าว แต่เมื่อเทียบกับ สารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 °ซ พบว่า มีปริมาณ เพอโรฟไกต์มากกว่า เพราะได้รับพลังงานกระตุ้นมากกว่า

จากผลการทดลองทั้งหมดเกี่ยวกับการแจกแจงของขนาดอนุภาคต่อการเกิดเฟสเพอโรฟไกต์ของผง PMNMC ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 700 °ซ แชนาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ พบว่า การแจกแจงของขนาดอนุภาคมีผลต่อการเกิดเฟสเพอโรฟไกต์ โดยการแจกแจงที่ทำให้ได้ปริมาณเฟสเพอโรฟไกต์มากที่สุด คือ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเป็น 3.59 μm การแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 0.06 -11.00 μm (PMNMC24)

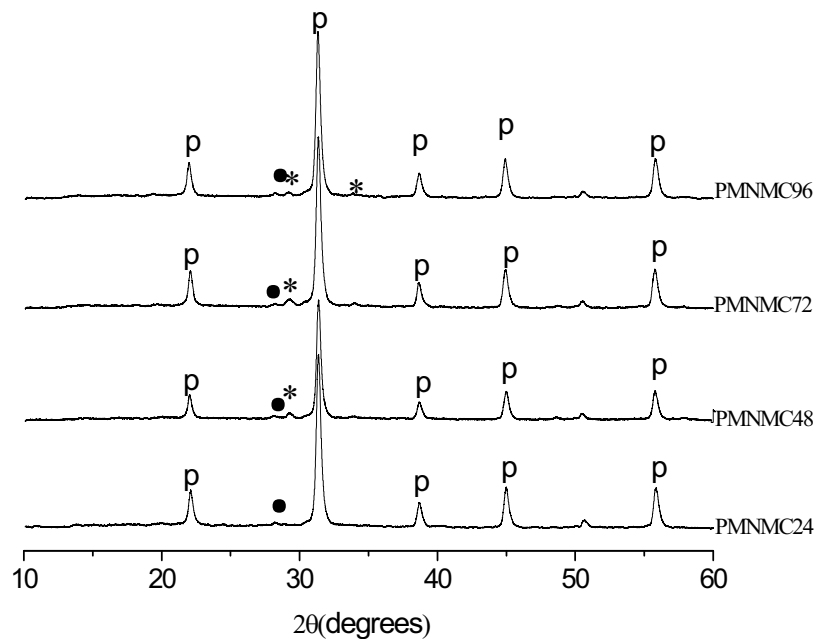
ตาราง 4.18 แสดงปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ในผง PMNMC ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ 700 °ซ เเผา
 แห่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที ที่ระยะเวลาการบดต่างๆ กัน

ระยะเวลา ในการบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่ 700 °ซ		ปริมาณเฟส (%)			
	ระยะเวลาเผา แห่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ	Perovs kite ¹	Pyro chlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovs kite ²
24	2	10	98.04	0.55	1.41	99.44
48	2	10	94.55	3.87	1.56	96.06
72	2	10	94.53	3.96	1.51	95.98
96	2	10	95.58	2.28	2.13	97.67

หมายเหตุ ¹ หมายถึง จำนวนโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง จำนวนโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.39 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเฟสต่างๆ ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย
 อุณหภูมิ 700 °ซ ระยะเวลาเผาแห่ 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที
 ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน



รูป 4.40 แสดงพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ ตั้งแต่ 700 °ซ ด้วยระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของ อุณหภูมิ 10 °ซ/นาท ที่ผ่านการบดด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน
(P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ ● = ZrO₂)

สารผสมที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750 °C เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาท (PMNMC24) มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ประมาณร้อยละ 98.25 และ ZrO₂ ประมาณร้อยละ 1.75 (ดังแสดงในตาราง 4.18 และ รูป 4.41 - 4.42) สังเกตว่าผลที่ได้เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างที่ผ่านบดนาน 24 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °ซ เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงเดียวกัน พบว่า มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์มากกว่า เนื่องจากได้รับพลังงานกระตุ้นที่เพิ่มขึ้น

ส่วนสารผสมที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง (PMNMC48) สารผสมที่ผ่านการบดนาน 72 ชั่วโมง (PMNMC72) และสารผสมที่ผ่านการบดนาน 96 ชั่วโมง (PMNMC96) พบว่า มีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ใกล้เคียงกัน ซึ่งทั้งหมดมีปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ น้อยกว่า PMNMC24 สาเหตุเนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการบด 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ทำให้อำนาจของสารตัวอย่างมีขนาดเล็กลง ก่อให้เกิดพลังงานพื้นผิวมากขึ้น พลังงานกระตุ้นรวมเพิ่มขึ้น ทำให้

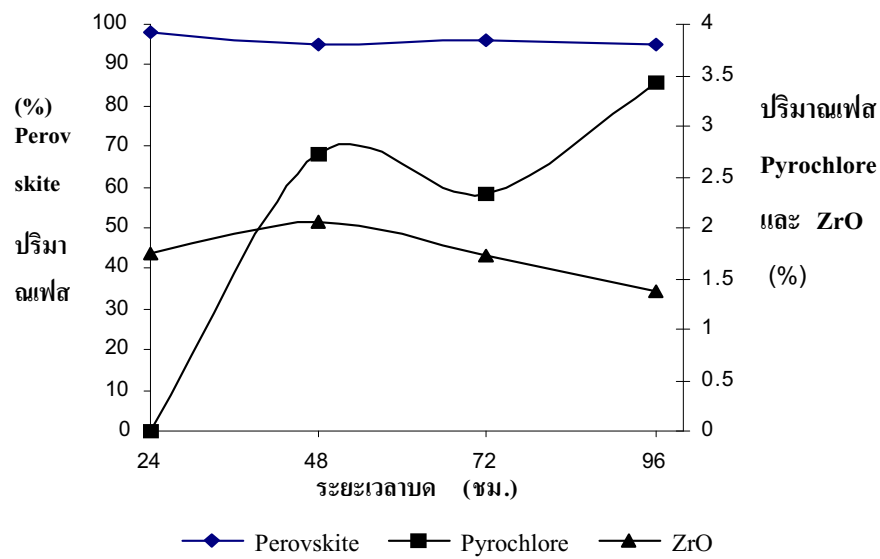
ประสิทธิภาพในการเข้าทำปฏิกิริยากันของสารตั้งเพื่อเกิดเป็นเฟสเพอรอฟสไกต์สูงขึ้น ในขณะที่เดียวกันก็ไปกระตุ้นให้มีการเกิดเฟสเปลี่ยนโพโรคลอร์เพิ่มขึ้นด้วย ทำให้สัดส่วนของปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์กับโพโรคลอร์มีค่าต่ำกว่า PMNMC24 ที่อุณหภูมิดังกล่าว แต่เมื่อเทียบกับ สารตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °ซ พบว่า มีปริมาณ เพอรอฟสไกต์สูงกว่า เพราะได้รับพลังงานกระตุ้นเนื่องจากอุณหภูมิที่สูงกว่า

จากผลการทดลองทั้งหมดเกี่ยวกับการแจกแจงของขนาดอนุภาคต่อการเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์ของผง PMNMC ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 750 °ซ แช่นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ พบว่า การแจกแจงของขนาดอนุภาคมีผลต่อการเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์ โดยการแจกแจงที่ทำให้ได้ปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์มากที่สุด คือ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเป็น 3.59 μm การแจกแจงของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 0.06 -11.00 μm (PMNMC24)

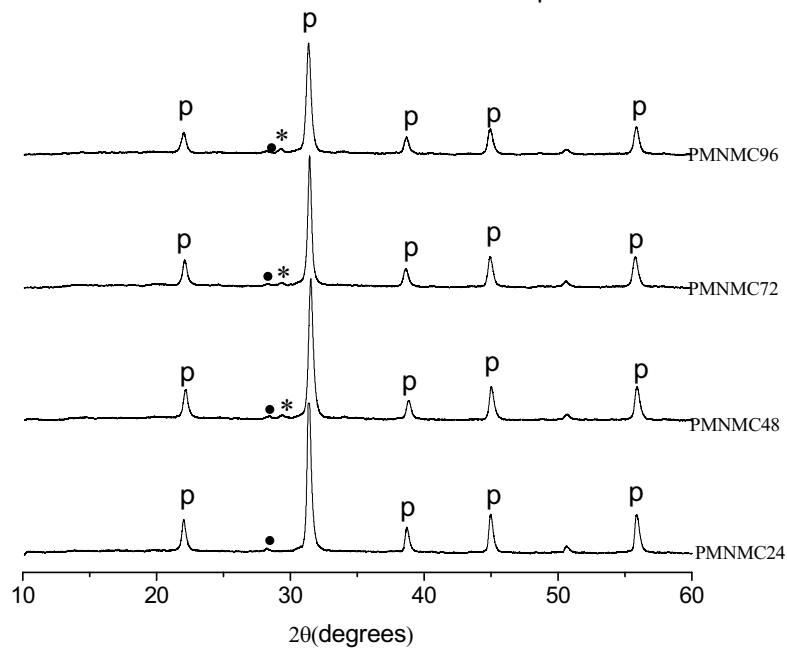
ตาราง 4.19 แสดงปริมาณเฟสเพอรอฟสไกต์ในผง PMNMC ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ 750 °ซ เผาแช่ 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที่ ที่ระยะเวลาการบดต่างๆ กัน

ระยะเวลาในการบด (ชั่วโมง)	เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่ 700 °ซ		ปริมาณเฟส (%)			
	ระยะเวลาเผาแช่ (ชั่วโมง)	อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ	Perovskite ¹	Pyrochlore ¹	ZrO ₂ ¹	Perovskite ²
24	2	10	98.25	-	1.74	100.00
48	2	10	95.20	2.73	2.06	97.21
72	2	10	95.94	2.33	1.72	97.63
96	2	10	95.19	3.44	1.37	96.52

หมายเหตุ ¹ หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 4.1 และ ² หมายถึง คำนวณโดยใช้สมการ 3.1



รูป 4.41 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเฟสต่าง ๆ ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °C ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ ที่ผ่านการอบด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน



รูป 4.42 แสดงพฤติกรรมการณ์เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผง PMNMC หลังผ่านการแคลไซน์ด้วย อุณหภูมิ 750 °C ระยะเวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง และอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ ที่ผ่านการอบด้วยระยะเวลาต่าง ๆ กัน

(P = perovskite phase, * = pyrochlore phase และ • = ZrO₂)

จากผลการทดลองข้างต้น เพื่อศึกษาผลของการแจกแจงขนาดอนุภาคของสารผสมต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร PMNMC ที่เงื่อนไขการเผาแคลไซน์เดียวกัน พบว่า การแจกแจงของขนาดอนุภาคมีผลต่อพฤติกรรมการเกิดเฟสของสาร PMNMC โดย การแจกแจงของขนาดอนุภาคของสารผสมระหว่าง MNMC กับ PbO ที่ผ่านการบดย่อยด้วยระยะเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย เป็น $3.59\ \mu\text{m}$ มีการแจกแจงอยู่ในช่วง $0.06 - 11.00\ \mu\text{m}$ (PMNMC24) นั้นเป็นการแจกแจงที่เหมาะสมต่อการเตรียมสาร PMNMC เพื่อให้ได้ความบริสุทธิ์สูงสุด

4.7 ลักษณะสัณฐานวิทยา และการแจกแจงของขนาดอนุภาคผง PMN

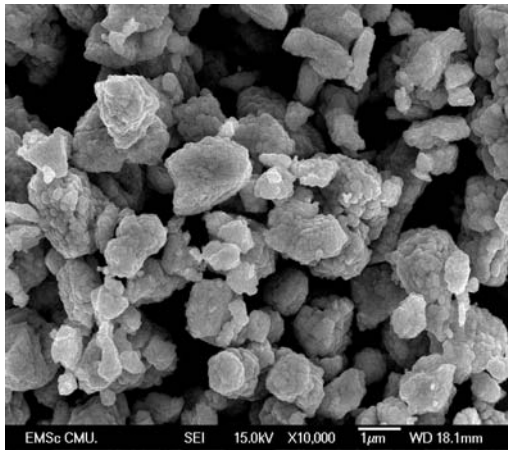
4.7.1 ลักษณะสัณฐานวิทยา และการแจกแจงขนาดอนุภาคผง PMNMG

จากการนำสารผสมระหว่าง MNMG กับ PbO ที่ผ่านการบดเป็นระยะเวลา 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ทำการเผาแคลไซน์ตามที่กล่าวมาแล้วข้างต้น แล้วนำไปตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา และการแจกแจงของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค SEM ซึ่งได้ผลการทดลอง ดังรูป 4.43 พบว่า ขนาดอนุภาคผง PMNMG มีแนวโน้มลดลงจาก PMNMG24, PMNMG48, PMNMG72 และ PMNMG96 ตามลำดับ ทั้งหมดมีลักษณะอนุภาคค่อนข้างกลม และมีการเกาะกลุ่มกัน (agglomerate) และพบว่า มีการแจกแจงของขนาดกลุ่มอนุภาคประมาณ 0.5 – 2, 0.2 – 2, 0.1 – 0.8 และ 0.1 – 0.5 μm ตามลำดับ

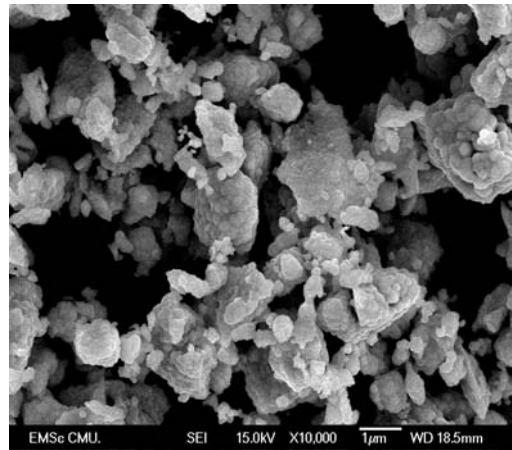
จากนั้นนำไปตรวจสอบการแจกแจงของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Laser diffraction ได้ผลดังตาราง 4.20 และรูป 4.44 พบว่า PMNMG24, PMNMG48, PMNMG72 และ PMNMG96 มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยแนวโน้มลดลง ตามลำดับ

ตาราง 4.20 แสดงข้อมูลการแจกแจงขนาดอนุภาคของผง PMNMG จากเทคนิค Laser Diffraction

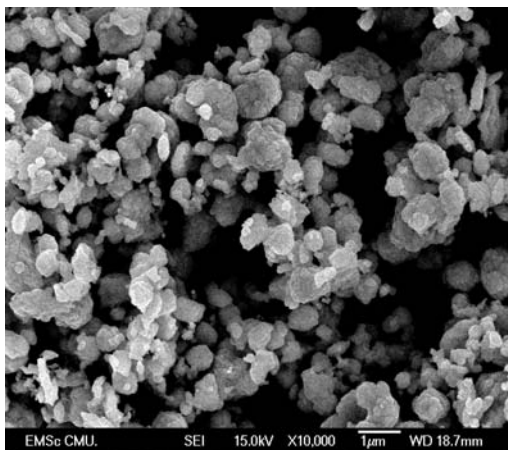
สารตัวอย่าง	การแจกแจงของขนาดอนุภาค					ขนาดอนุภาค จากSEM (μm)
	10% (μm)	50% (μm)	90% (μm)	เฉลี่ย (mean) (μm)	พิสัย (range) (μm)	
PMNMG24	2.03	4.09	5.84	4.04	1.50 -9.00	0.5 – 2
PMNMG48	1.78	3.21	4.49	3.19	1.00 -7.00	0.2 – 2
PMNMG72	0.16	2.18	6.51	2.76	0.04 –13.00	0.1 – 0.8
PMNMG96	0.16	2.08	6.26	2.64	0.04 – 13.00	0.1 – 0.5



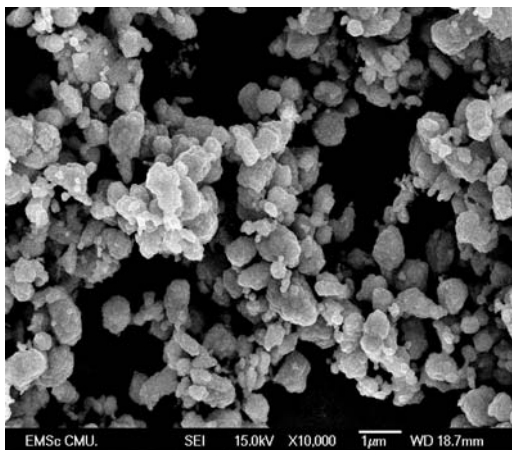
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูป 4.43 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาและการแจกแจงขนาดอนุภาคผง PMNMG
ก. PMNMG24 ข. PMNMG48 ค. PMNMG72 ง. PMNMG96