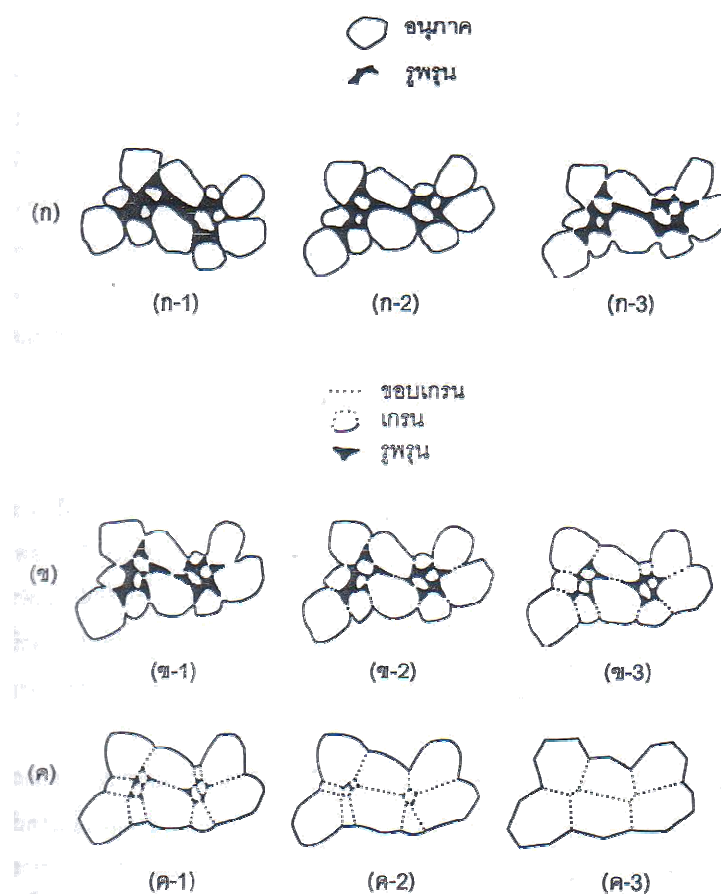




รูป 2.30 (ก) การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (ข) การซินเตอร์ช่วงกลาง (ค) การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย เมื่อ (ก-1) อนุภาคผงเริ่มต้น (ก-2) มีการจัดเรียงตัวใหม่ (ก-3) การเกิดคอ (ข-1) มีการเติบโตของคอและเกิดการหดตัวเชิงปริมาตร (ข-2) ขอบของเกรนยาวขึ้น (ข-3) คอโตมากขึ้น ขอบของเกรนยาวยิ่งขึ้น มีการหดตัวและขยายขนาดของเกรน (ค-1) เกรนโตขึ้นพร้อมทั้งมีรูพรุนเกิดขึ้น (ค-2) เกรนโตขึ้นแต่ความพรุนลดลง (ค-3) เกรนโตพร้อมทั้งรูพรุนถูกกำจัดออกไป [31]

2.12 การปรับปรุงประสิทธิภาพเซรามิกด้วยการอบอ่อน (annealing)

การอบอ่อน (annealing) เป็นกรรมวิธีในการคลายความเครียด อันเนื่องมาจากความเค้นตกค้างที่คงเหลือแม้ไม่ถูกแรงภายนอกมากระทำ นิยมใช้ปรับปรุงสมบัติของโลหะหรืออัลลอยด์ต่างๆ ซึ่งวัสดุเหล่านี้มีความเค้นตกค้างซึ่งคงเหลือจากกระบวนการขึ้นรูป การอบอ่อนทำได้โดยการนำวัสดุไปอบที่อุณหภูมิสูงเป็นระยะเวลาหนึ่ง จากนั้นทำให้เย็นตัวลงอย่างช้าๆ ซึ่งนอกเหนือจากการคลายความเครียดแล้ว ยังเป็นการทำให้เกิดโครงสร้างจุลภาคเฉพาะขึ้น อันเป็นผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติต่างๆ ของวัสดุ

กระบวนการอบอ่อนแบ่งเป็น 3 ช่วง คือ

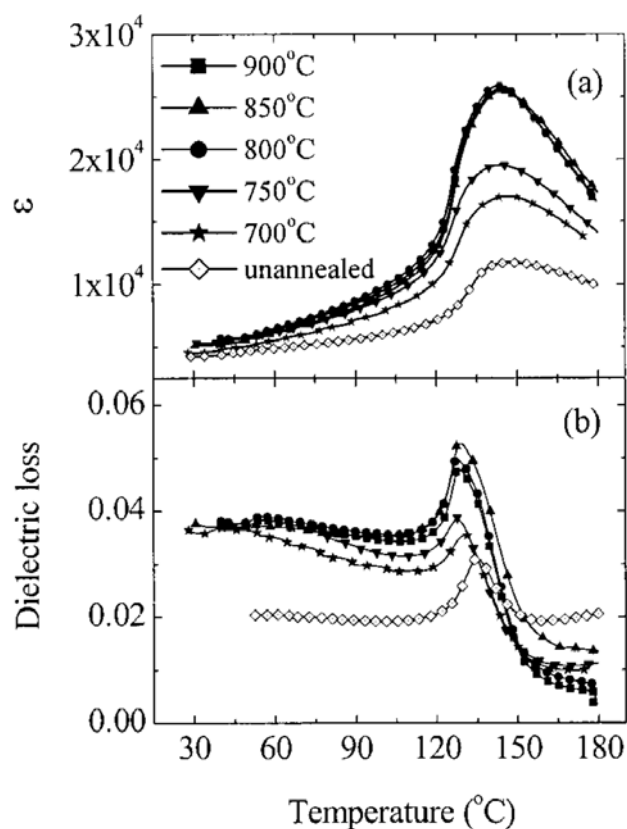
- การให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ
- การที่อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิที่ต้องการเป็นระยะเวลาหนึ่ง
- การเย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องโดยมีเวลาเป็นตัวแปรสำคัญ

อัตราในการขึ้น-ลงของอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อนนั้นมีความสำคัญ เนื่องจากเมื่อเกิดความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างผิวหน้าของชิ้นงานและภายในชิ้นงานมากเกินไป จะทำให้เกิดการแตกหักได้ เนื่องจากที่ผิวหน้าของชิ้นงานจะมีอุณหภูมิที่ต่ำกว่าภายในเมื่อมีการลดอุณหภูมิลง ทำให้เกิดความเครียดได้ ดังนั้นในอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิต้องอยู่ในช่วงที่เหมาะสม และเวลาที่ใช้ในการอบอ่อนต้องเป็นเวลานานพอที่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาค เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของสมบัติของวัสดุอย่างสมบูรณ์

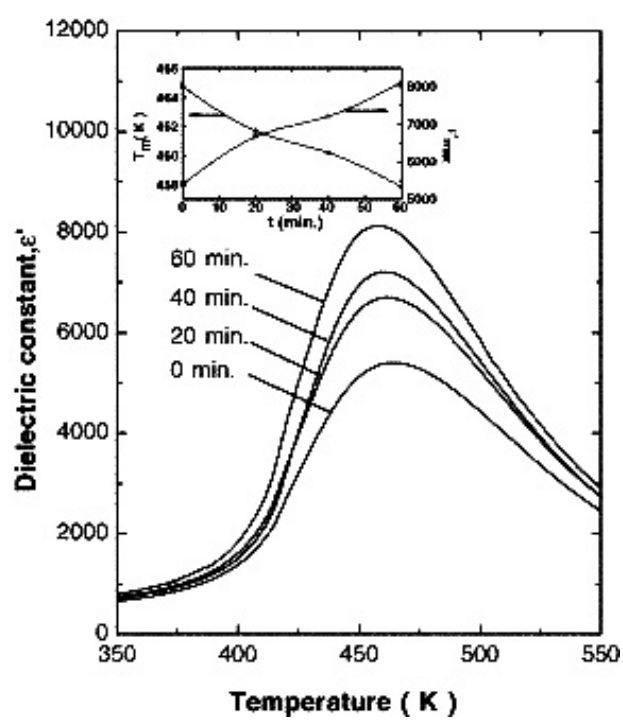
เนื่องจากเทคนิคการอบอ่อนนั้นสามารถลดความเค้นคงเหลือ และทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคได้ ทำให้มีการนำเทคนิคนี้มาประยุกต์ใช้ทางด้านวัสดุศาสตร์อย่างแพร่หลาย เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของเซรามิก ที่เกิดขึ้นหลังจากการอบอ่อน และเป็นแนวทางในการปรับปรุงสมบัติของวัสดุต่างๆ ให้ดีขึ้นอีกด้วย

ในปี ค.ศ.2001 Huiqing Fan และคณะ [32] ได้ทำการเตรียมเซรามิกในระบบ PZN-PZT พบว่าที่อัตราส่วน 0.5PZN-0.5PZT มีสมบัติไพโซอิเล็กทริกที่ดีที่สุด เป็นบริเวณแนวรอยต่อเฟส (MPB) และทำการอบอ่อน (annealing) ในบรรยากาศออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 960 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ซึ่งทำให้สมบัติของเซรามิกนั้นดีขึ้นมากกว่าเดิม มีค่าสัมประสิทธิ์ทางไฟฟ้าเชิงกล (electromechanical coupling coefficient) สูงถึง 0.73 ในปีต่อมา Feng Xia และคณะ [33] ได้ทำการอบอ่อนเซรามิกในระบบ PZN-BT-PT โดยศึกษาถึงปัจจัยที่มีผลต่อการอบอ่อน คือ อุณหภูมิ เวลา และบรรยากาศในการอบอ่อน พบว่า เมื่อทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-8 ชั่วโมง เซรามิกจะมีสมบัติไดอิเล็กทริกที่ดีขึ้น ดังแสดงในรูป 2.31 อีกทั้งนักวิทยาศาสตร์ชาวจีนอีกกลุ่มหนึ่ง [34] ก็พบว่าเมื่อเซรามิกดังกล่าวผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติด้วยการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 880 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16 ชั่วโมงแล้ว จะแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติมากกว่าแสดงสมบัติรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก จากนั้น M. Adamczyk และคณะ [35] ได้ศึกษาอิทธิพลของการอบอ่อนต่อสมบัติของ PBZT ที่อัตราส่วน Ba/Zr/Ti เท่ากับ 25/70/30 โดยพบว่าเมื่อทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ในอากาศ ที่เวลา 20 40 และ 60 นาที พบว่าจะมีการเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ดังแสดงในรูป 2.32 เมื่อปี ค.ศ. 2006 N.Vittayakorn [36] ได้ศึกษาการอบอ่อนที่มีอิทธิพลต่อเซรามิกในระบบ PZT-PZN โดยเตรียมสารด้วยวิธีโคลัมไบต์ โดยเตรียม ZnNb_2O_6 ก่อน พบว่าเซรามิกที่มีอัตราส่วน 0.9PZT-0.1PZN ที่ไม่ผ่านการอบอ่อนแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเท่ากับ 14000 ที่ความถี่ 1 kHz เมื่อเซรามิกผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ

900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 สัปดาห์แล้ว เซรามิกจะแสดงสมบัติรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก อุณหภูมิที่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดเปลี่ยนจากที่ 360 องศาเซลเซียส เป็น 350 องศาเซลเซียส และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าเพิ่มขึ้นมากจนเท่ากับ 35000



รูป 2.31 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าตัวประกอบสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (dielectric loss) กับอุณหภูมิ ของ PZN-BT-PT ก่อนการอบอ่อน และหลังการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ [33]



รูป 2.32 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิของ PBZT เมื่อเวลาในการอบอ่อนต่างกัน [35]

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 เลดออกไซด์ (lead oxide ; PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ ≥ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.2 เซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide ; ZrO₂) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (titanium dioxide ; TiO₂) ความบริสุทธิ์ร้อยละ ≥ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.4 โคบอลต์ออกไซด์ (cobalt oxide ; CoO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.5 ไนโอเบียมออกไซด์ (niobium oxide ; Nb₂O₅) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.6 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinylalcohol ; PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.7 อะลูมินา (Alumina; Al₂O₃)
- 3.1.8 ผงขัดอะลูมินาขนาดอนุภาค 1 ไมโครเมตร
- 3.1.9 เอทานอล (ethanol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- 3.1.10 กาวเงิน (silver paste)
- 3.1.10 น้ำกลั่น

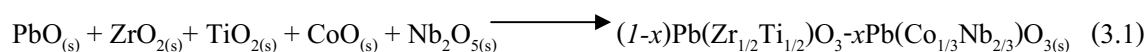
3.2 อุปกรณ์

- 3.2.1 เครื่องชั่งดิจิทัลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท Sartorius
- 3.2.2 กระดาษฟอยล์
- 3.2.3 ซ็อนต์กาสารทำด้วยสแตนเลส
- 3.2.4 กระจกพลาสติกพร้อมฝาปิด ใช้สำหรับบดย่อย
- 3.2.5 เทปพันท่อ

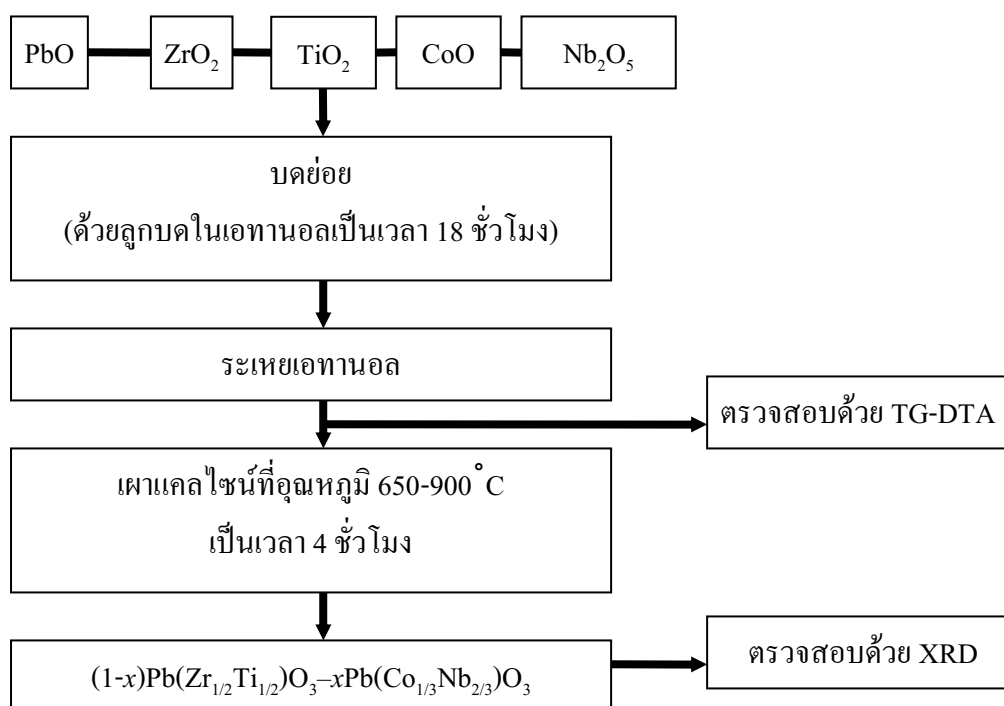
- 3.2.6 ยางไนรยอนต์
- 3.2.7 ลูกบดเซอร์โคเนีย (zirconia)
- 3.2.8 เครื่องบดย่อย
- 3.2.9 เตาแผ่นความร้อน (hot plate) พร้อมตัวผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer)
- 3.2.10 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 3.2.11 ตู้อบสารอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Memmert
- 3.2.12 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง ผลิตโดยบริษัท Nabertherm
- 3.2.13 เป้าเผา (crucible) พร้อมฝาปิด
- 3.2.14 ครกบดสาร
- 3.2.15 แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป
- 3.2.16 เครื่องอัด
- 3.2.17 คีมหนีบ
- 3.2.18 ปีกเกอร์ขนาดต่าง ๆ
- 3.2.19 กระดาษทรายน้ำ เบอร์ 400 600 800 1000 และ 1200
- 3.2.20 กระชอน
- 3.2.21 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอะนาไลซิส (differential thermal analysis ; DTA) ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer รุ่น DTA 7
- 3.2.22 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น D8 Advance
- 3.2.23 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope ; SEM) ผลิตโดยบริษัท LEO รุ่น LEO 1455 VP
- 3.2.24 เครื่อง LCR meter

3.3 การเตรียมผงเลเซอร์โคเนตไทเทเนต-เลดโคบอลต์ในโอเบต

เตรียมผงในระบบ $(1-x)\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3-x\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ที่อัตราส่วนผสมโดย $x = 0.0 - 0.5$ ซึ่งสามารถเตรียมได้ดังสมการที่ 3.1 โดยวิธีการผสมออกไซด์



- 3.3.1 ชั่งสารตั้งต้นทั้งหมดใส่กระดาษฟอยล์ในปริมาณที่ได้จากการคำนวณ
- 3.3.2 ผสมสารตั้งต้นที่ชั่งไว้เข้าด้วยกันในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนียแล้วเติมเอทานอลลงไปจนท่วมลูกบด จากนั้นปิดฝาให้แน่นพร้อมกับพันเทปเพื่อป้องกันการรั่ว
- 3.3.3 นำไปทำการบดย่อยด้วยเครื่องบดย่อยเป็นเวลา 18 ชั่วโมง
- 3.3.4 แยกสารตั้งต้นที่ผ่านการบดย่อยแล้วออกจากลูกบดลงในบีกเกอร์ด้วยกระชอน แล้วล้างด้วยเอทานอล
- 3.3.5 นำสารตั้งต้นที่ได้ไปประเหยเอทานอลออก โดยการให้ความร้อนด้วยเตาแผ่นความร้อนพร้อมกับการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กตลอดเวลา ทิ้งไว้จนเอทานอลระเหยออกหมด แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16 ชั่วโมง
- 3.3.6 นำสารที่อบแล้วมาบดด้วยครกบดสาร
- 3.3.7 แบ่งสารที่บดแล้วไปวิเคราะห์อุณหภูมิที่เหมาะสมแก่การเผาแคลไซน์ผงสารตัวอย่างด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกและดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอะนาไลซิส (TG-DTA)
- 3.3.8 นำข้อมูล TG-DTA ที่ได้มาประกอบการออกแบบการทดลองในขั้นตอนการเผาแคลไซน์
- 3.3.9 นำสารจากข้อ 3.3.6 ใส่ลงในเบ้าเผาพร้อมปิดฝาแล้วนำไปเผาแคลไซน์ โดยแบ่งเผาที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 650-900 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอุณหภูมิทุก 50 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแซ้ไว้ 4 ชั่วโมง
- 3.3.10 แบ่งสารที่เผาแคลไซน์แล้วไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผงสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และคำนวณหาความบริสุทธิ์ โดยจะกล่าวในรายละเอียดต่อไป

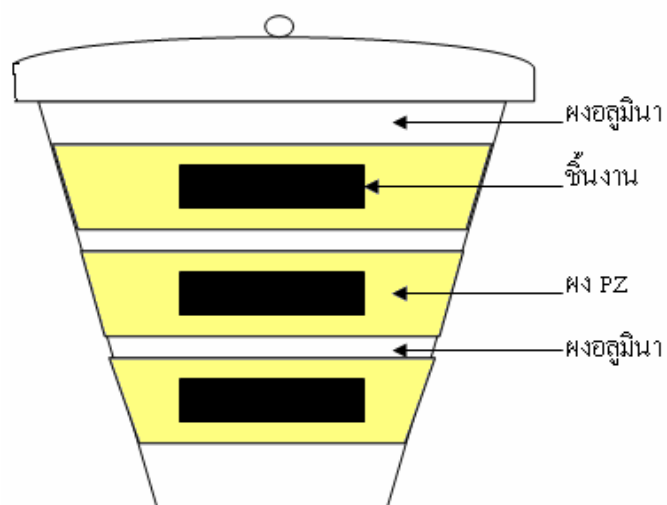


รูป 3.1 แผนผังการเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต-เลดโคลเบตในโอเบต

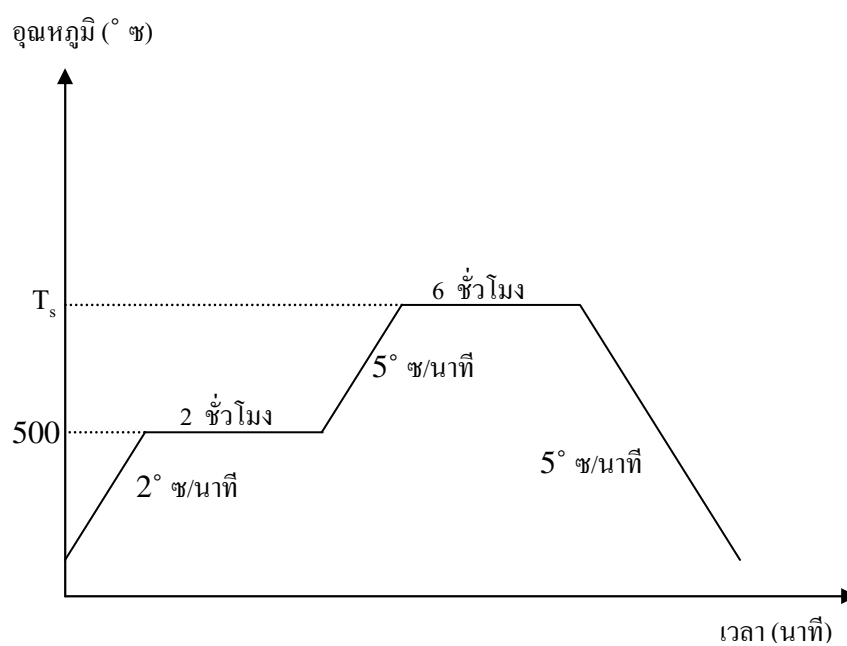
3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก

เมื่อได้ผงที่ผ่านการแคลไซน์และตรวจสอบความบริสุทธิ์แล้ว นำผงดังกล่าวมาขึ้นรูปเพื่อทำการเตรียมเป็นเซรามิก

- 3.4.1 ชั่งผงสารตัวอย่างประมาณ 1.5 กรัม ลงในกระดาษฟอยล์
- 3.4.2 นำผงสารที่ชั่งแล้วมาบดให้ละเอียดด้วยครกบดสาร แล้วหยด PVA 5 เปอร์เซ็นต์โดยโมลลงไปประมาณ 1 หยด เพื่อเป็นตัวช่วยประสาน จากนั้นบดให้เข้ากันแล้วเทลงในแม่พิมพ์โลหะ
- 3.4.3 นำสารตัวอย่างที่ผสมกับ PVA แล้วไปขึ้นรูปเป็นแผ่นกลม โดยใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ด้วยแรงดัน 3 ตัน
- 3.4.4 จัดเรียงชิ้นงานลงในเบ้าเผาดังรูปที่ 3.2 โดยรองพื้นด้วยอะลูมินาและกลบด้วย PZ แล้วปิดฝา จากนั้นแบ่งไปทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ จาก 1100-1250 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มขึ้นทุกๆ 50 องศาเซลเซียส และจะต้องทำการเผาแซ่ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมงก่อน เพื่อกำจัด PVA ออกไป ดังแผนผังการเผาซินเตอร์ที่แสดงในรูป 3.3



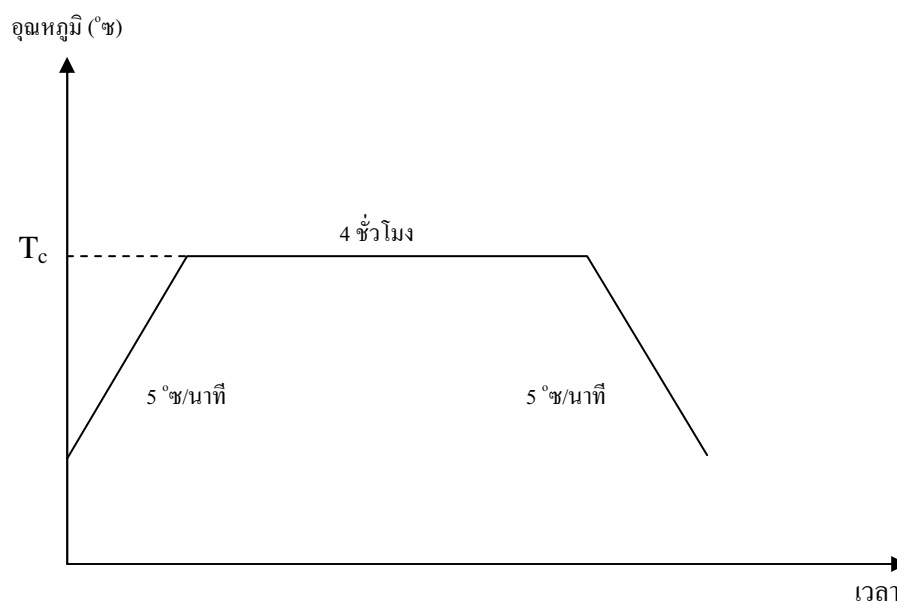
รูป 3.2 การจัดเรียงชิ้นงานลงในครุฑิเบิล



รูป 3.3 แผนผังการเผาซินเตอร์
(โดย T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์)

3.5 การอบอ่อน (annealing)

- 3.1.1 นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาขึ้นเตอร์แล้ว มาจัดเรียงในถ้วยอลูมินาดังรูปที่ 3.2
- 3.1.2 ทำการเผาอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ ดังนี้ 800 850 900 950 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ดังแผนผังที่แสดงในรูปที่ 3.4
- 3.1.3 แบ่งชิ้นงานที่ได้ไปตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะตัวของผงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
- 3.1.4 นำชิ้นงานไปตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริกเพื่อหาอุณหภูมิที่ทำให้ได้สมบัติที่ดีที่สุด



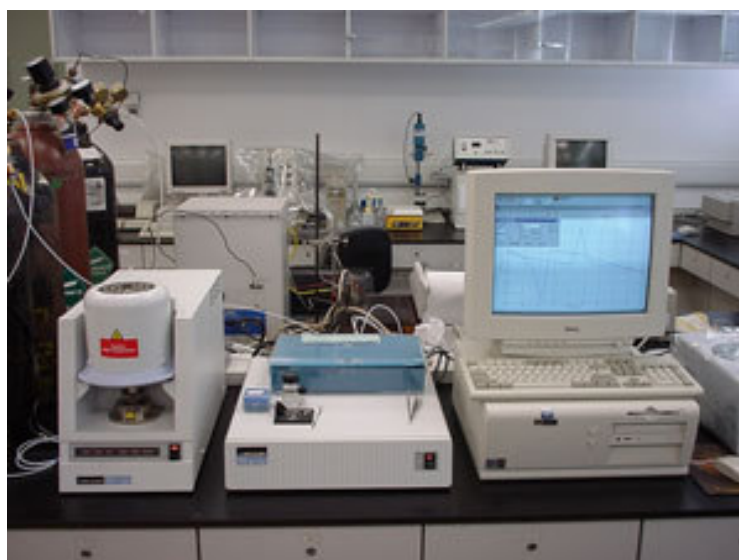
รูป 3.4 แผนภูมิแสดงการอบอ่อน (โดย T_c คืออุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อน)

3.6 การตรวจสอบผงสารตัวอย่าง

3.6.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงสารตัวอย่างนั้นสามารถทำได้โดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอะนาไลซิส หรือ DTA ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สารจากการเปรียบเทียบความแตกต่างของอุณหภูมิของสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง โดยที่สารอ้างอิงนี้ต้องมีความเกี่ยวข้องต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิในย่านที่จะทำการศึกษา ในขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยมีการควบคุมสารตัวอย่างและสารอ้างอิงให้อยู่ในสิ่งแวดล้อมเดียวกัน เช่น การเพิ่มอุณหภูมิของสารด้วยการใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่แน่นอนแล้วคอยตรวจสอบความแตกต่างของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นหรือลดลงของสารตัวอย่างเทียบกับสารอ้างอิงที่อาจจะเกิดขึ้นได้จากการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่าง โดยปรากฏออกมาในรูปของการดูดหรือคายความร้อนที่เป็นผลของการเปลี่ยนเฟสหรือการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี แต่อย่างไรก็ตาม การตรวจสอบด้วยวิธี DTA เพียงอย่างเดียว นั้นไม่สามารถบอกถึงรายละเอียดได้ว่าการเปลี่ยนแปลงที่ปรากฏขึ้นนั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงเนื่องมาจากสาเหตุใดอย่างชัดเจน

เครื่อง DTA จะแสดงผลดังกล่าวออกมาเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแตกต่างของอุณหภูมิกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา และอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา



รูป 3.5 เครื่อง Perkin Elmer Differential Thermal Analyzer DTA 7 [37]

3.6.2 การตรวจสอบองค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ผงสารตัวอย่างที่เงื่อนไขต่าง ๆ ดังที่ได้กล่าวมาแล้วนั้น นำผงที่ได้มาทำการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) โดยแสดงผลออกมาเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD pattern)

โดยปกติผลึกจะมีลักษณะการเรียงตัวของอะตอมเป็นชั้น ซึ่งลักษณะการเรียงตัวนี้จะแตกต่างกันไปในผลึกแต่ละชนิดซึ่งเป็นค่าเฉพาะตัว เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบผลึกจะทำให้เกิดการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์จากชุดระนาบเหล่านี้ โดยเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ซึ่งจะสามารถหาระยะห่างระหว่างระนาบได้

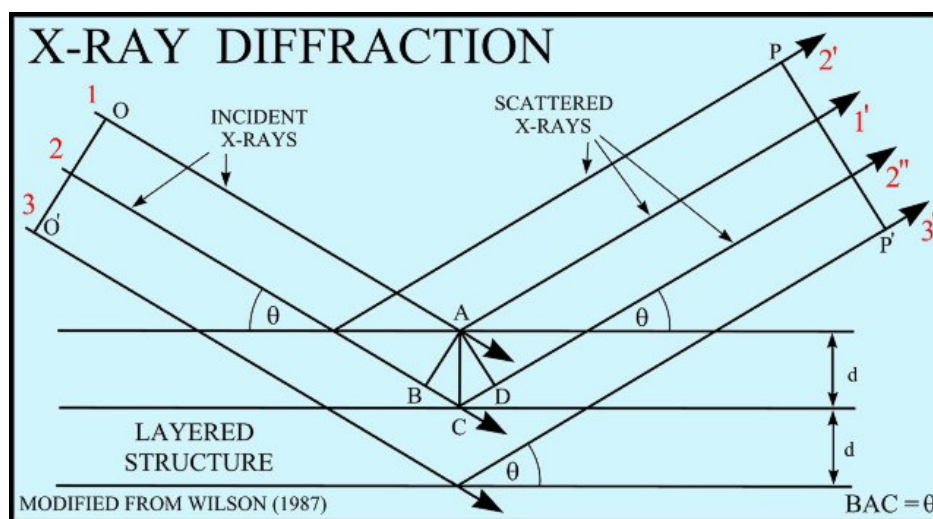
$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.2)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (hkl)

θ คือ มุมตกกระทบ

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ($\lambda=1.54\text{\AA}$)

n คือ เลขใด ๆ $n = 1, 2, 3, \dots$



รูป 3.6 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [38]

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง สามารถทำได้โดยการนำข้อมูลที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ไปเทียบกับข้อมูลในไฟล์ JCPDS ซึ่งเป็นฐานข้อมูล XRD โดยจะทำการคู่ไปกับการเปรียบเทียบเชิงปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยการใช้สมการที่ดัดแปลงมาจากสมการดั้งเดิมที่เสนอโดย Swartz และ Shrout ในการคำนวณหาปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นในกรณีที่มีเฟสปรากฏไม่เกิน 2 เฟส ซึ่งจะทำให้ได้ความสัมพันธ์ของเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาแคลไซน์กับพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารตัวอย่างได้ โดยสมการดังกล่าว คือ

$$\text{เปอร์เซ็นต์เพอร์อฟสไกต์ (\%)} = \frac{I_{\text{perov.}} \times 100}{I_{\text{perov.}} + I_{\text{pyro.}}} \quad (3.3)$$

เมื่อ $I_{\text{perov.}}$ คือ ความเข้มสูงสุดของพีครังสีเอ็กซ์ของเฟสเพอร์อฟสไกต์
 $I_{\text{pyro.}}$ คือ ความเข้มสูงสุดของพีครังสีเอ็กซ์ของเฟสไพโรคลอร์



รูป 3.7 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D8 Advance [39]

3.7 การตรวจสอบเซรามิก

3.7.1 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก

เมื่อทำการเผาซินเตอร์ผงสารตัวอย่างที่ทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นกลมแล้วตามเงื่อนไขที่กำหนด นำเซรามิกที่ได้มาทำการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งมีหลักการเช่นเดียวกันกับข้อ 3.6.2 โดยทำการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้เช่นเดียวกัน จากนั้นจึงนำข้อมูลที่ได้มาทำการเปรียบเทียบกับข้อมูลในไฟล์ JCPDS และทำควบคู่ไปกับการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์เฟรอเฟสไกต์ด้วยสมการที่ 3.3 เช่นกัน

3.7.2 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

3.7.2.1 การหาค่าความหนาแน่น (density)

ในการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกตัวอย่างนั้น อาศัยหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) ทำได้โดยการนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศแล้วจึงนำมาชั่ง โดยชั่งในน้ำและชั่งในอากาศขณะเปียก หลังจากนั้นนำเซรามิกดังกล่าวไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงให้แห้ง ก่อนนำมาชั่งในอากาศอีกครั้งหนึ่ง คำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการที่ 3.4

$$\rho_c = \frac{w_1}{(w_2 - w_3)} \times \rho_{H_2O} \quad (3.4)$$

เมื่อ	ρ_c	คือ ความหนาแน่นของเซรามิกที่อุณหภูมิขณะทดลอง
	ρ_{H_2O}	คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิขณะทดลอง
	w_1	คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ
	w_2	คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก
	w_3	คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

3.7.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก ทำได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ข้อมูลที่ได้จะบอกถึงลักษณะรูปร่างและขนาดของเกรน (grain) ของเซรามิกได้ นอกจากนี้ยังสามารถบอกถึงขนาดและรูปร่างของสิ่งแปลกปลอมที่เกิดขึ้นได้ด้วย ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างมากสำหรับการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะโครงสร้างจุลภาคกับเงื่อนไขในการเผาซินเตอร์ เช่น ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์กับขนาดของเกรนที่ปรากฏ เป็นต้น



รูป 3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลิตโดยบริษัท LEO รุ่น LEO 1455 VP [40]

3.7.4 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

3.7.4.1 สมบัติไดอิเล็กทริก

ในการตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกด้วยการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ของสารตัวอย่าง ใช้วิธีการวัดค่าความสามารถในการเก็บกักประจุของเซรามิกแล้วคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ดังสมการ 3.5 โดยเริ่มการนำเซรามิกที่เตรียมได้มาทำการขัดผิวของชิ้นงานให้เรียบขนานกันทั้งสองหน้าด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400 600 800 1000 และ 1200 ตามลำดับ แล้วทำการขัดด้วยผงอลูมินาอีกครั้ง นำชิ้นงานที่ทำการขัดเสร็จแล้วไปอบในเตาอบเพื่อไล่น้ำออกจากชิ้นงานให้หมด จากนั้นนำเซรามิกมาทำขั้วไฟฟ้า โดยเคลือบด้วยทองคำด้วยเทคนิค sputtering แล้วจึงนำชิ้นงานไปตรวจวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก

$$\epsilon_r = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (3.5)$$

เมื่อ ϵ_r คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง

ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าประมาณ 8.854×10^{-15} F/mm

t คือ ความหนาของสารตัวอย่าง

C คือ ค่าที่ได้จากการวัดค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance) ของสารตัวอย่าง

A คือ พื้นที่ขั้วไฟฟ้าบนผิวของสารตัวอย่าง



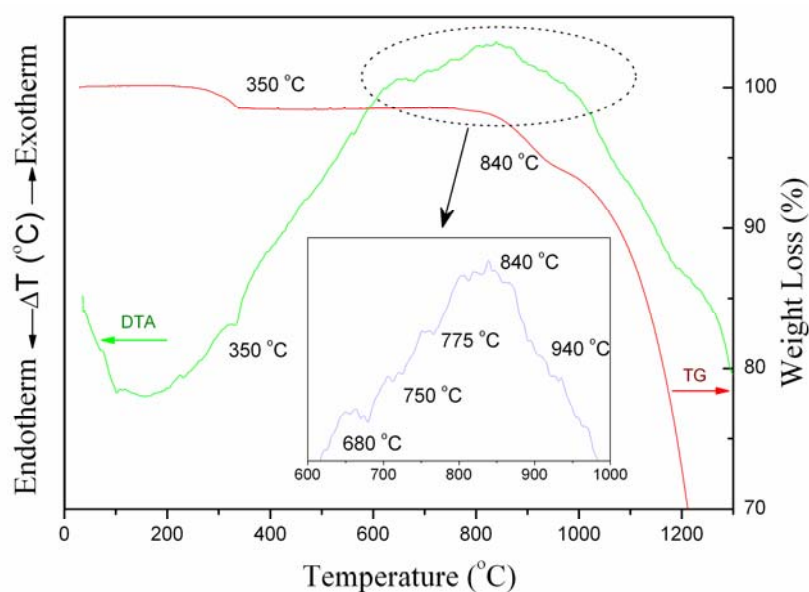
รูป 3.9 เครื่อง LCR meter [41]

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 การตรวจสอบผงสารตัวอย่าง

4.1.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

รูป 4.1 แสดงการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงสารตัวอย่างในสัดส่วนของ PZT-PCoN



รูป 4.1 กราฟ DTA-TG ของผงสารตัวอย่าง PZT-PCoN

ช่วงของอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องจนถึง 350 องศาเซลเซียส สารตัวอย่างจะแสดงพีคในกราฟ DTA ทั้งแบบคายความร้อนและดูดความร้อน รวมถึงการลดลงเล็กน้อยของน้ำหนักที่หายไปในช่วงอุณหภูมิเดียวกัน พฤติกรรมนี้สามารถอ้างได้ว่าเป็นการสลายตัวของสารอินทรีย์จากกระบวนการบดย่อย ซึ่งอุณหภูมิที่แตกต่างกัน, ความเข้ม และรูปร่างของพีคจะสัมพันธ์กันกับธรรมชาติที่แตกต่างกันของสารอินทรีย์แต่ละตัว โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บดย่อย หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น โดยสารอินทรีย์ที่เป็นพลาสติกเหล่านี้ จะมีอุณหภูมิในการสลายตัวอยู่ในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว [42]

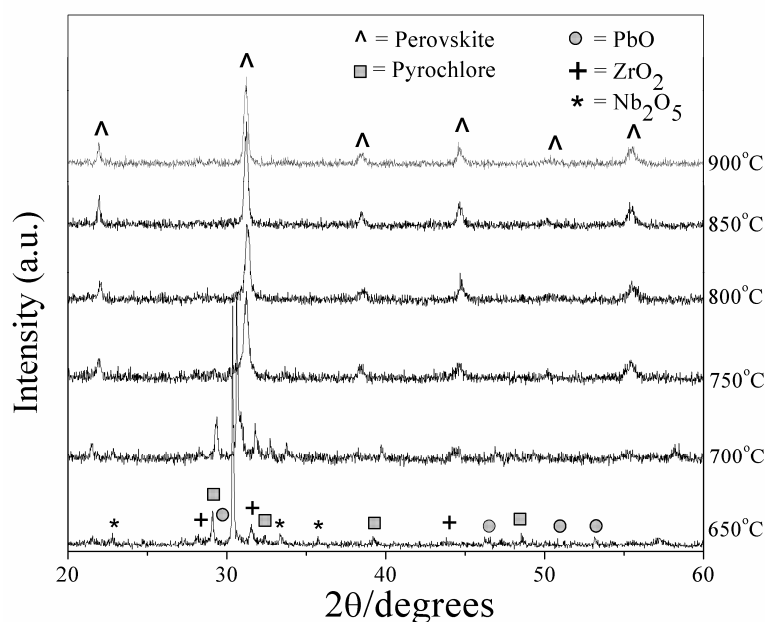
ในช่วงอุณหภูมิ 650-900 องศาเซลเซียส จะพบทั้งพีคการคายความร้อนและดูดความร้อนในกราฟ DTA จากรูป 4.1 ในส่วนขยายของกราฟ DTA นั้นแสดงให้เห็นถึงพีคการดูดความร้อนที่ประมาณ 750 องศาเซลเซียส ซึ่งไม่พบการหายไปของน้ำหนักในกราฟ TG ดังนั้นน่าจะเป็นช่วงที่สาร

ตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยากัน เกิดเป็นโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ แสดงว่าช่วงอุณหภูมิดังกล่าวเกี่ยวข้องกับ การเปลี่ยนเฟสของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ ซึ่งจะอธิบายเพิ่มเติมในส่วนของการวิเคราะห์ด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สำหรับผลการคายความร้อนสุดท้ายนั้นอยู่ที่ 840 องศาเซลเซียส โดยอาจจะมีสาเหตุมาจากการสลายตัวของเลด-ออกไซด์ [43] ความเป็นผลึกของผง PZT-PCoN นั้น เกิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 750 องศาเซลเซียส การเพิ่มอุณหภูมิหรือเวลาในการให้ความร้อนจะช่วยในการ เกิดผลึกของผงสารตัวอย่าง

ข้อมูลจากการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนนี้ ใช้ในการประมาณการช่วงอุณหภูมิที่ใช้ ในการเผาแคลไซน์เพื่อตรวจสอบองค์ประกอบและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์ การศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์นั้นทุกสัปดาห์ จะต้องเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาที [44] เพื่อป้องกันการสูญเสียของเลดออกไซด์มากเกินไป ตามด้วยการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน ของรังสีเอ็กซ์

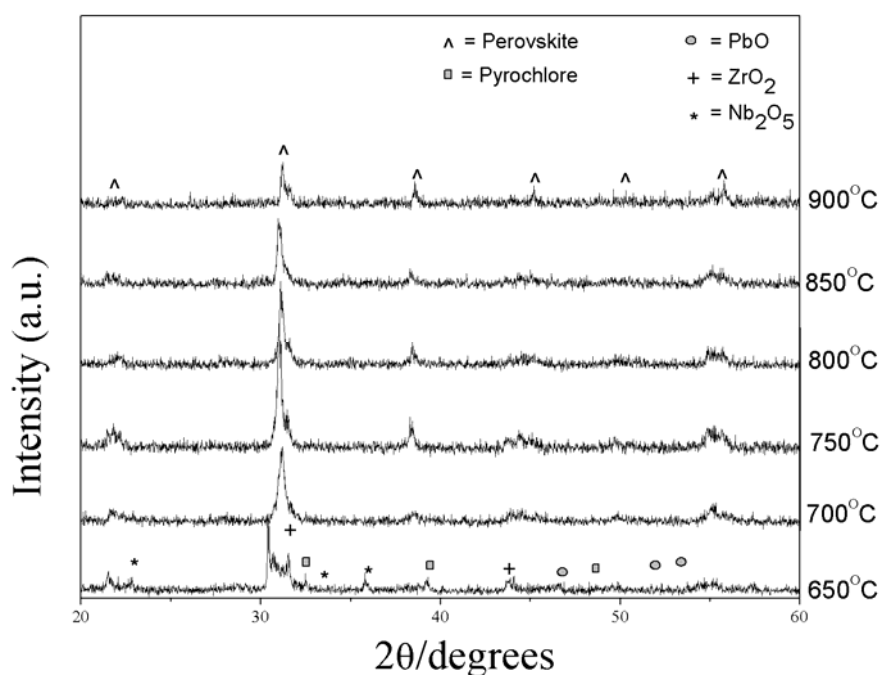
4.1.2 การตรวจสอบองค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

รูป 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆกัน

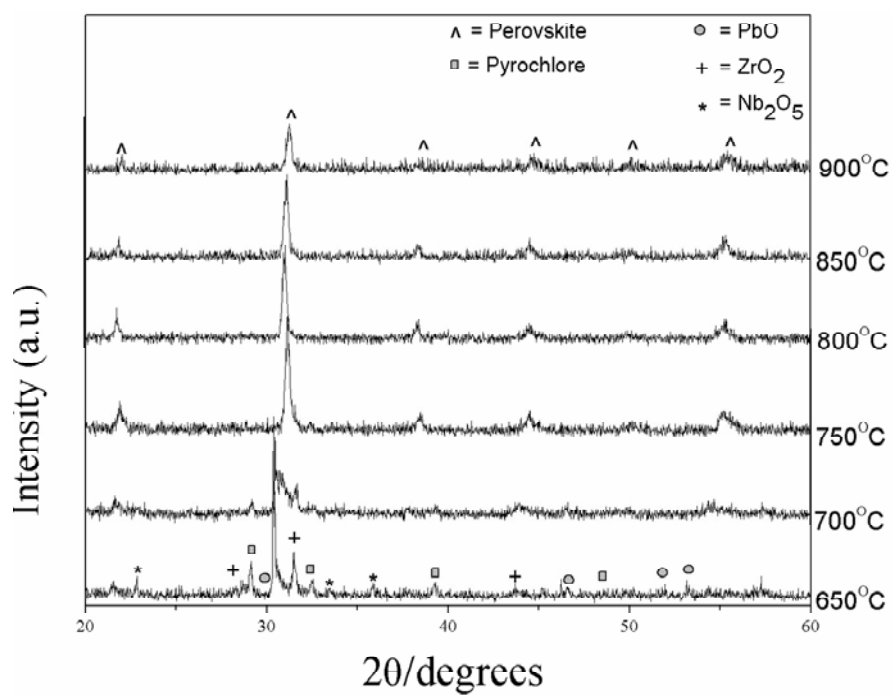


รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการเผาแคล-
ไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

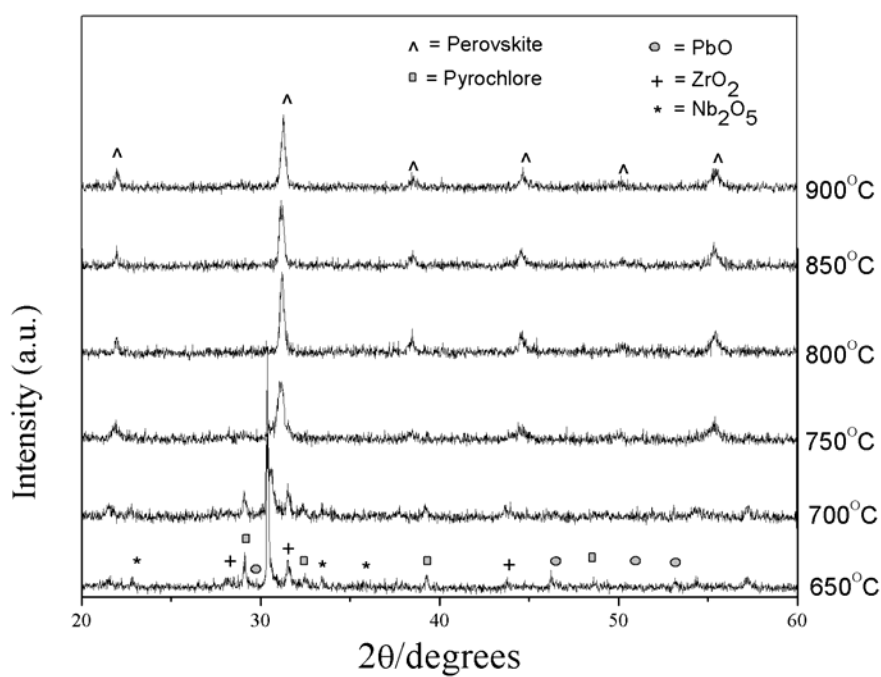
จากรูป 4.2 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงให้เห็นว่า ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส พบปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ ได้แก่ PbO , ZrO_2 และ Nb_2O_5 โดยไม่พบการเกิดของเฟสเพอรอฟสไกต์ นอกจากนี้ยังพบเฟสไพโรคลอร์เกิดขึ้นด้วย โดยที่ 700 องศาเซลเซียส เฟสไพโรคลอร์จะเริ่มลดลงและหายไปอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส ปริมาณของเฟสเพอรอฟสไกต์จะเพิ่มขึ้นจนถึง 750 องศาเซลเซียส เฟสเดียวของเฟสเพอรอฟสไกต์จะเกิดขึ้น การศึกษานี้ยังแสดงให้เห็นถึงการเจริญเติบโตของผลึกในผงสารตัวอย่างเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิ ผลจากการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นั้นสัมพันธ์กับผลจากกราฟ DTA (รูป 4.1) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเฟสเพอรอฟสไกต์จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 750 องศาเซลเซียส สำหรับรูป 4.3-4.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่างที่ $x = 0.0$, 0.1 , 0.2 , 0.4 และ 0.5 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน



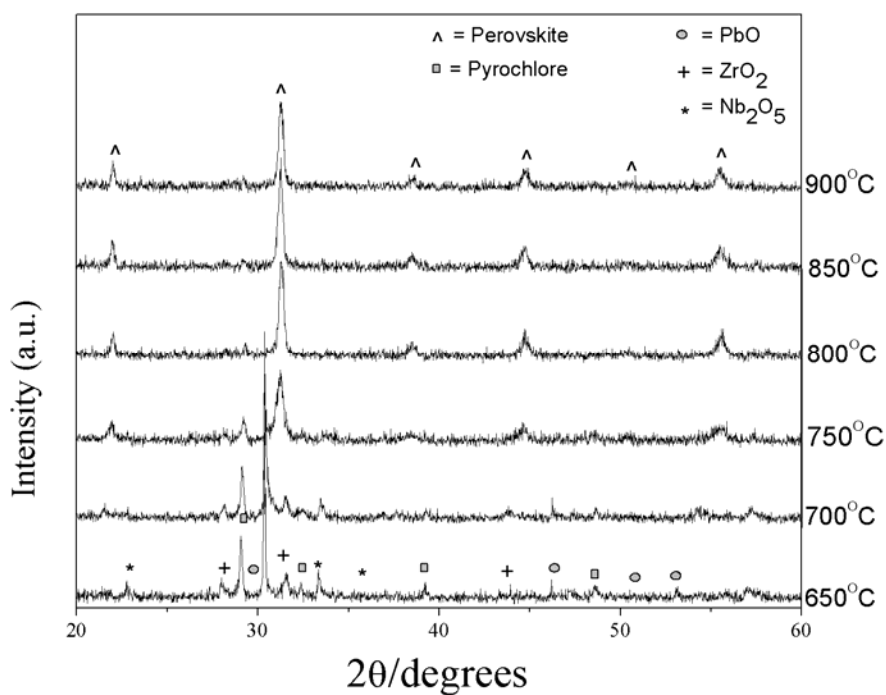
รูป 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง PZT ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



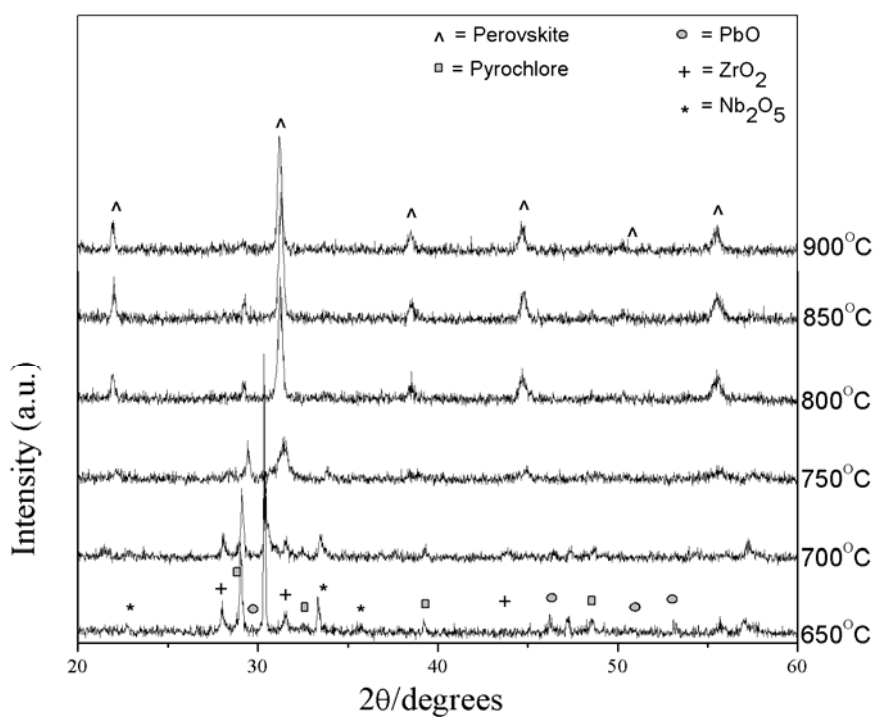
รูป 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง 0.9PZT-0.1PCoN ที่ผ่านการเผาแคล-
ไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูป 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง 0.8PZT-0.2PCoN ที่ผ่านการเผาแคล-
ไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



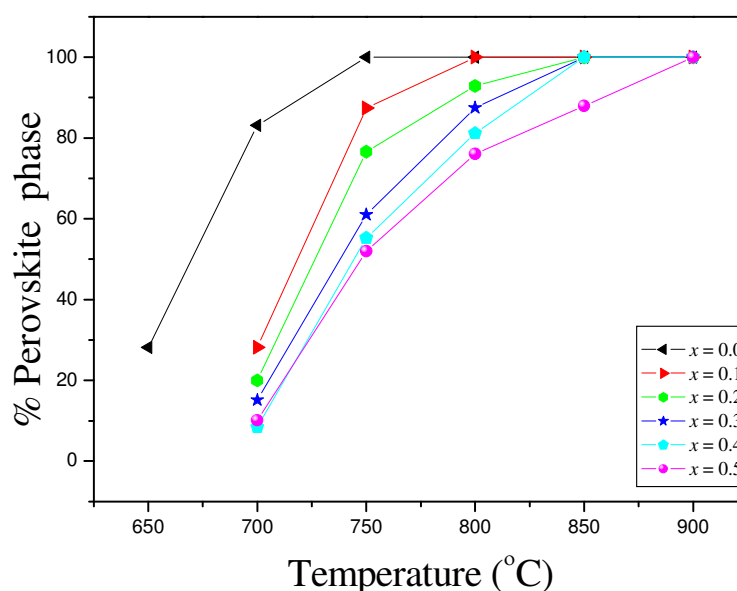
รูป 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง 0.6PZT-0.4PCoN ที่ผ่านการเผาแคล-
ไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



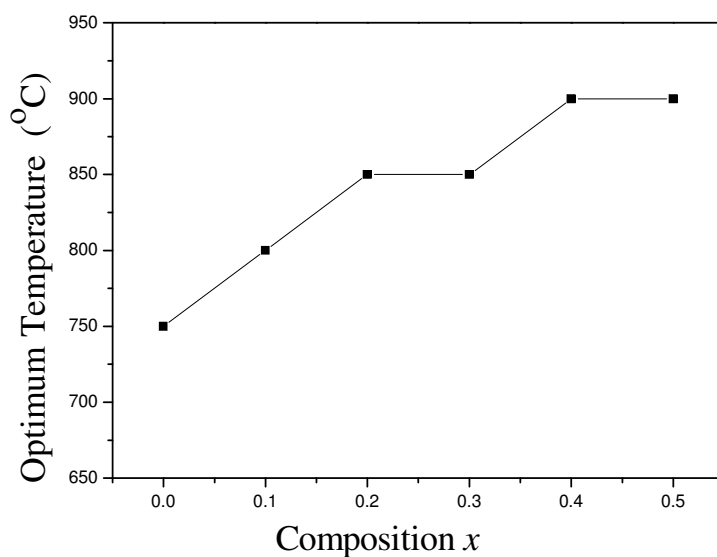
รูป 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่าง 0.5PZT-0.5PCoN ที่ผ่านการเผาแคล-
ไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆกัน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากรูป 4.3-4.7 ผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นในลักษณะเดียวกันกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงสารตัวอย่างที่สัดส่วน $x = 0.3$ (รูป 4.2) คือ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เฟสไพโรคลอรัลจะลดลงและหายไปอย่างสมบูรณ์ โดยมีเฟสเพอโรฟสไกต์เกิดขึ้น แต่สิ่งที่สังเกตได้ คือ เฟสไพโรคลอรัลจะหายไปอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น เมื่อสัดส่วนของ PCoN เพิ่มขึ้น ที่สัดส่วน PCoN (x) เท่ากับ 0.0-0.3 เฟสไพโรคลอรัลจะหายไปอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิประมาณ 750 องศาเซลเซียส แต่ที่ $x = 0.4$ (รูป 4.6) เฟสไพโรคลอรัลจะหายไปอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิประมาณ 850 องศาเซลเซียสและที่อุณหภูมิประมาณ 900 องศาเซลเซียส สำหรับผงสารตัวอย่างที่สัดส่วน $x = 0.5$ (รูป 4.7)

รูป 4.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟสเพอโรฟสไกต์และอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์



รูป 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟสเพอโรฟสไกต์และอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ของ $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$



รูป 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่เหมาะสมกับสัดส่วน

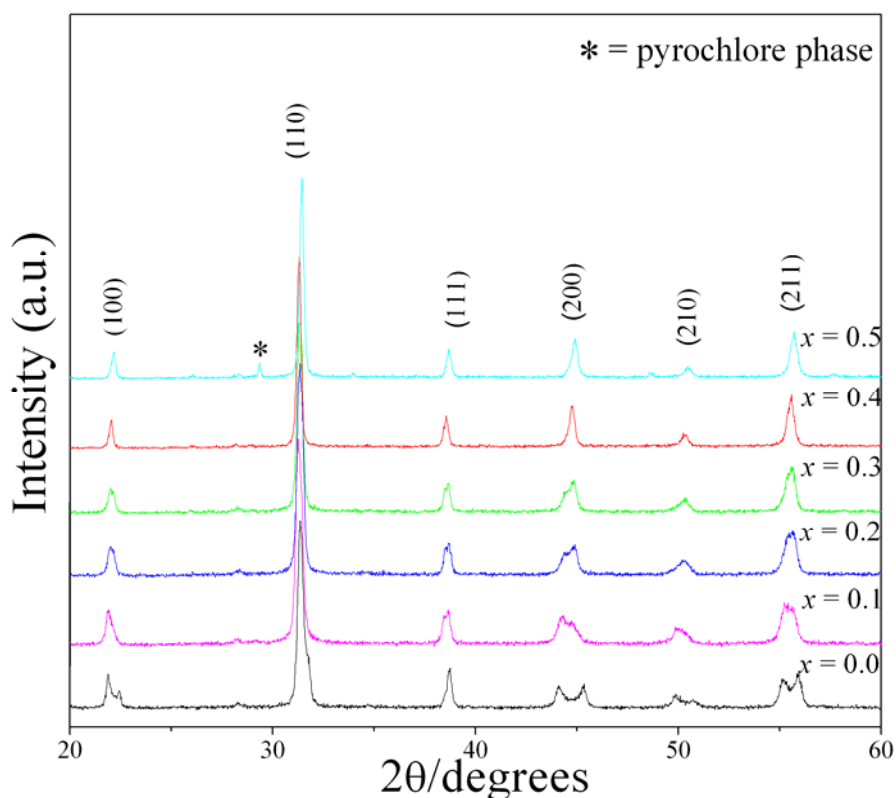
สืบเนื่องจากข้อมูลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะได้ปริมาณเฟสเพอโรฟสไกต์ (รูป 4.8) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์มีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับปริมาณ PCoN ในช่วง $x = 0.0-0.5$ ด้วยการเพิ่มของ x อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์จะเพิ่มสูงขึ้น ดังรูป 4.9 ซึ่งพบว่า การเพิ่มปริมาณของ PCoN (x) ทำให้อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้น เนื่องจาก PZT ใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ประมาณ 750-800 องศาเซลเซียส [45] และ PCoN ซึ่งเป็นสารรีแอ็กเตอร์ จะใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ประมาณ 900 องศาเซลเซียส ดังนั้น เมื่อเพิ่มปริมาณ PCoN เข้าไปในสารละลายของแข็ง PZT จะทำให้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ของระบบเพิ่มสูงขึ้น

4.2 การตรวจสอบเซรามิก

4.2.1 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ผงสารตัวอย่างแล้ว ขั้นตอนต่อไป คือ การอัดขึ้นรูปและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100–1250 องศาเซลเซียส จะได้เซรามิก $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ จากนั้นทำการตรวจสอบองค์ประกอบและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

รูป 4.10 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ ที่ค่า x ต่างๆ

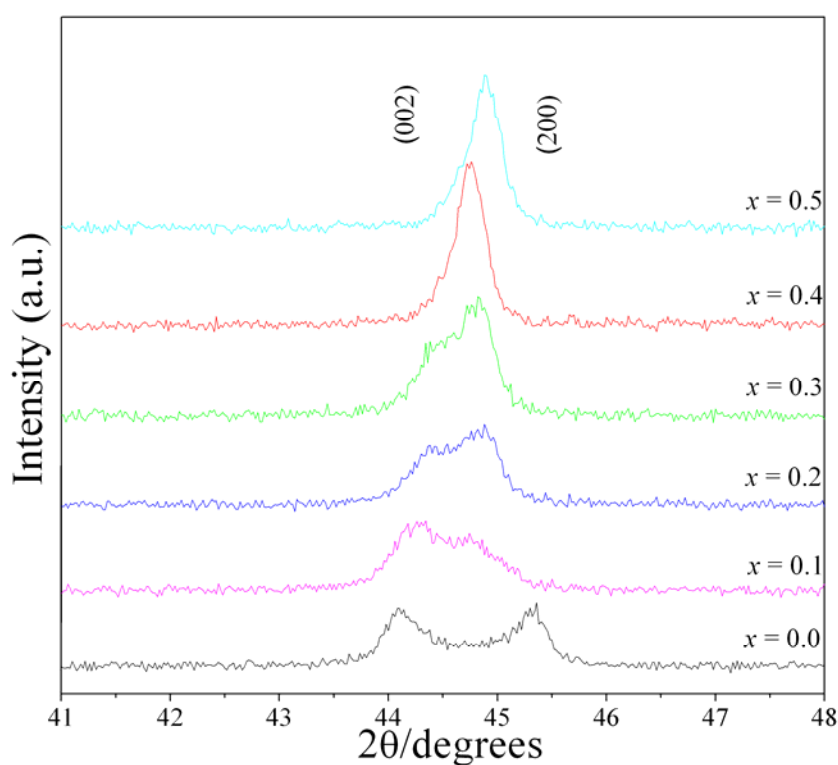


รูป 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ ที่ค่า x ต่างๆ

จากรูป 4.10 จะเห็นเฟสเดี่ยวของโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ของเซรามิก ที่ $x \leq 0.4$ ซึ่งจะไม่พบเฟสไพโรคลอรัหรือเฟสอื่นๆ สำหรับพีคของไพโรคลอรัแสดงด้วยเครื่องหมาย “*” โดยพบในตัวอย่างที่ $x = 0.5$ ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการเพิ่มปริมาณของ PCoN ลงในสารละลายของแข็ง PZT เนื่องจาก PCoN เป็นสารรีแลกเซอร์ มีปัญหาอย่างมากในการเตรียมเนื่องจากเกิดเฟสไพโรคลอรัขึ้นจากการเข้าทำปฏิกิริยากันก่อนของ PbO และ Nb_2O_5 เป็นผลให้ที่สัดส่วนของ PCoN สูงขึ้น โอกาสที่จะพบเฟสไพโรคลอรันั้นมากขึ้นด้วย ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าการเติม PCoN ลงในสารละลายของแข็งจะลดความเสถียรทางโครงสร้างของ PZT ด้วยค่าทอလာเรนซ์แฟกเตอร์และค่าความสามารถในการดึงอิเล็กตรอน เนื่องจาก PCoN มีค่าทอလာเรนซ์แฟกเตอร์และค่าความสามารถในการดึงอิเล็กตรอนต่ำ ซึ่งทั้ง 2 ค่านี้เป็นปัจจัยที่บ่งบอกถึงความสามารถในการเกิดเฟสเพอร์อฟสไกต์ ดังนั้นเมื่อเติม PCoN ลงใน PZT ทำให้ไปลดความเสถียรทางโครงสร้างของ PZT ลง

จากแผนภาพวัฏภาคของ $\text{PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3$ พบว่าที่อุณหภูมิห้อง $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ จะเป็นเฟสเทตระโกนอล สมมาตรของผลึกของ PCoN เป็นคิวบิกที่อุณหภูมิห้อง ที่อุณหภูมิต่ำกว่า -70 องศาเซลเซียส สมมาตรจะเปลี่ยนไปเป็นรอมโบฮีดรอล ดังนั้น ด้วยการเพิ่ม x สมมาตรของผลึกควรมีการเปลี่ยนแปลง เนื่องจากผลของการเพิ่มสัดส่วน PCoN และการลดลงของ T_c

รูป 4.11 แสดงการเปลี่ยนแปลงของพีค (2 0 0) เทียบกับสัดส่วน รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ความเข้มข้นของ PCoN เท่ากับ 0.0 นั้น พบว่ามีการแยกของพีค (2 0 0) อย่างมาก ซึ่งแสดงว่าเป็นเฟสเทอร์โกนอล เนื่องจากเฟสเทอร์โกนอลมีระนาบ (2 0 0) และ (0 0 2) ไม่เท่ากัน จึงเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ได้ไม่เท่ากัน เกิดเป็น 2 พีค ในขณะที่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ PCoN พีค (2 0 0) จะเปลี่ยนเป็นพีคเดี่ยว ซึ่งคาดเดาได้ว่าเป็นสมมาตรแบบคิวบิกเหมือน เนื่องจากทุกระนาบของ [46] ของเฟสคิวบิกเหมือนมีเลตทิซพารามิเตอร์เท่ากัน จึงเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ได้เท่ากัน เกิดเป็นพีคเดี่ยว สรุปได้ว่าการเพิ่ม PCoN มีอิทธิพลในการเปลี่ยนเฟสของระบบ PZT โดยบริเวณสัดส่วน $x = 0.2$ หรือ $x = 0.3$ น่าจะเป็นบริเวณที่มีทั้งเฟสเทอร์โกนอลและเฟสคิวบิกเหมือนกัน 2 เฟส อยู่ร่วมกัน ซึ่งนั่นคือมอร์โฟทรอปิกเฟสบาแดรี (Morphotropic phase boundary; MPB) โดยสามารถสรุปได้ชัดเจนขึ้นเมื่อนำสารตัวอย่างไปตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า ซึ่งจะกล่าวต่อไป



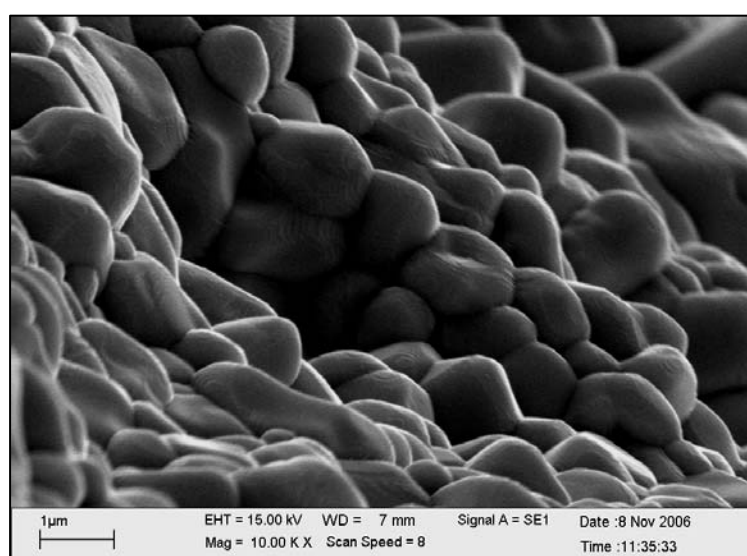
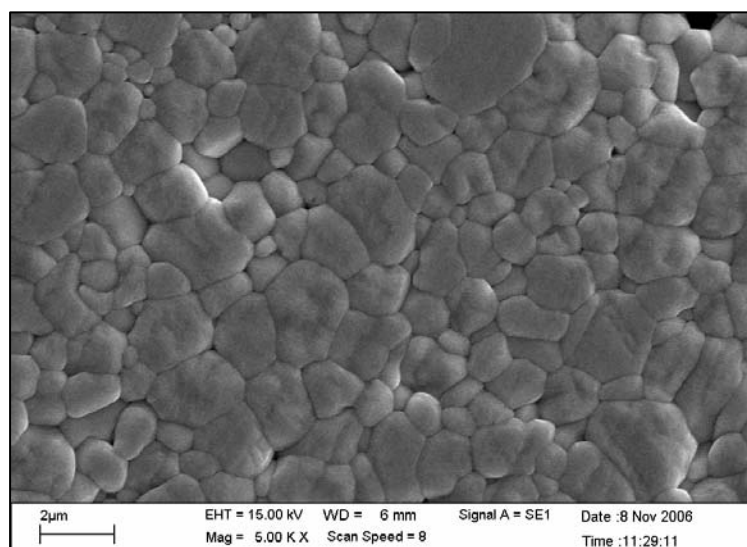
รูป 4.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของพีค (2 0 0) ของเซรามิก $(1-x)\text{PZT} - x\text{PCoN}$ โดยที่ $x = 0.0-0.5$

4.2.2 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยา

รูป 4.12 แสดงโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพื้นผิวของเม็ดตัวอย่างที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้ว พบว่าเซรามิกมีโครงสร้างจุลภาคที่มีรูพรุนต่ำ และลักษณะของเกรนมีขนาดใกล้เคียงกัน เรียงตัวชิดกัน โดยขนาดของเกรนอยู่ในช่วง 0.5-4 ไมครอน ซึ่งจากการที่โครงสร้างมีรูพรุนต่ำ และขนาดของเกรนใกล้เคียงกันทำให้ตัวอย่างมีความหนาแน่นสูง โดยมีค่าประมาณ 7.3-7.7 ดังตารางที่ 4.1

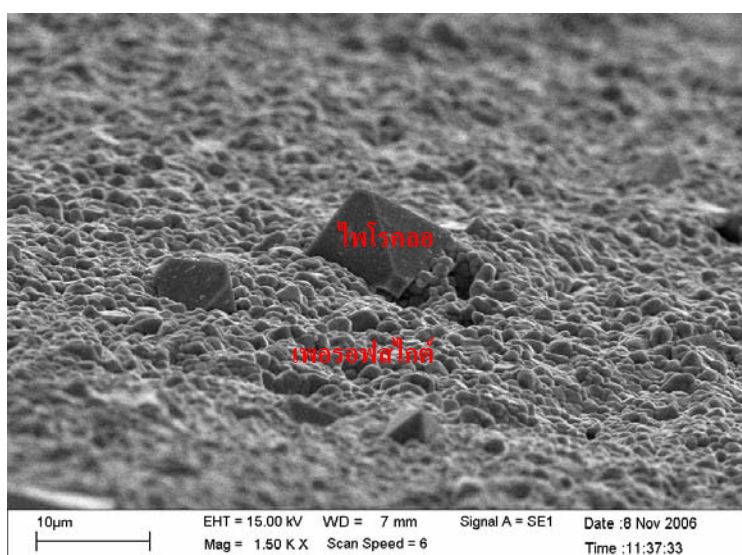
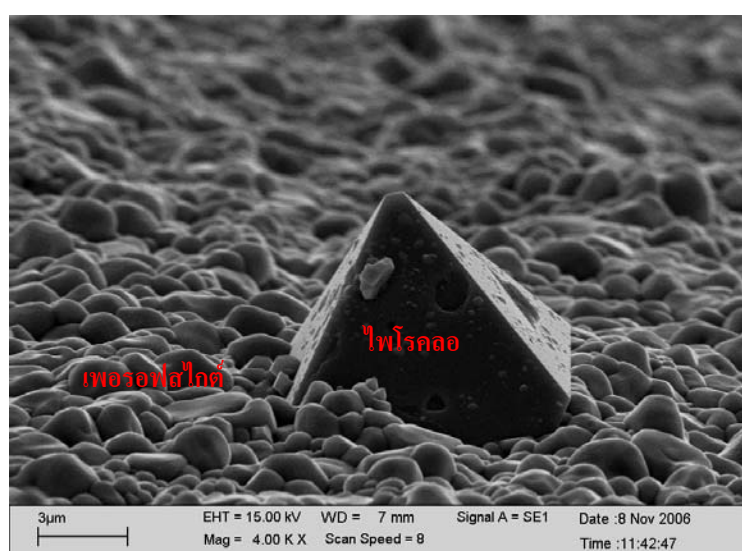
ตาราง 4.1 แสดงค่าความหนาแน่นของเซรามิก $(1-x)\text{PZT} - x\text{PCoN}$

สัดส่วน (x)	ค่าความหนาแน่น
$x = 0.1$	7.3
$x = 0.2$	7.3
$x = 0.3$	7.5
$x = 0.4$	7.6
$x = 0.5$	7.5



รูป 4.12 โครงสร้างจุลภาคจาก SEM ของพื้นผิวของตัวอย่างที่ $x = 0.1$

สิ่งที่น่าสนใจ คือ พบเฟสไพโรคลอรับพื้นผิวของตัวอย่างที่ $x = 0.5$ ดังแสดงในรูป 4.13 โดยเฟสไพโรคลอที่พบนั้นมีลักษณะรูปทรงเป็นปิรามิด อยู่ท่ามกลางเฟสเพรอฟสไกต์ โดยมีขนาดที่ใหญ่กว่าเมื่อเทียบกับเฟสเพรอฟสไกต์ข้างเคียง โดยมีขนาดประมาณ 9 ไมครอน

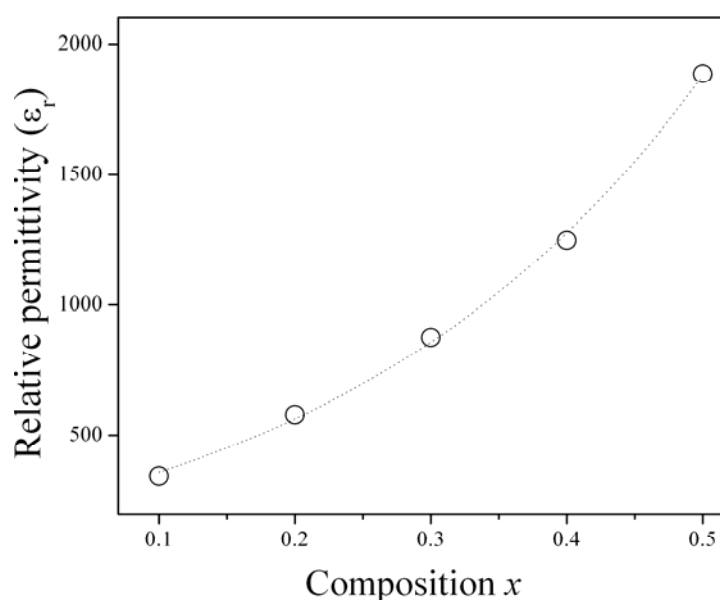


รูป 4.13 เฟสไพโรคลอที่พบบนพื้นผิวของตัวอย่างที่สัดส่วน $x = 0.5$

4.2.3 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

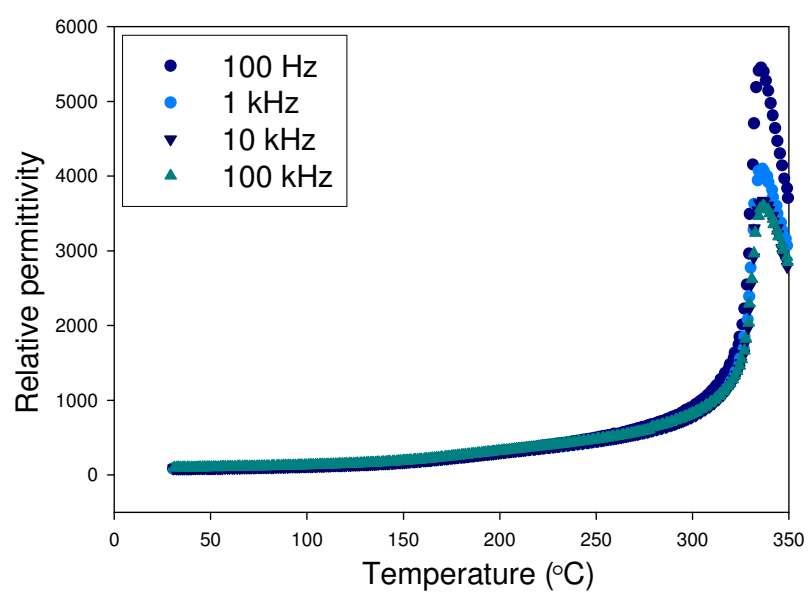
4.2.3.1 สมบัติไดอิเล็กทริก

รูป 4.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ กับสัดส่วนพบว่าเมื่อสัดส่วนของ PCoN (x) เพิ่มขึ้น ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ผลของการเพิ่มของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องด้วยการเพิ่มปริมาณ PCoN นั้นสามารถชี้แจงได้ว่า เนื่องมาจากการลดลงของอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมาใกล้อุณหภูมิห้อง เนื่องจากเมื่อเติม PCoN ลงใน PZT อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZT-PCoN จะเคลื่อนเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ดังนั้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่วัดที่อุณหภูมิห้องจึงเพิ่มขึ้น

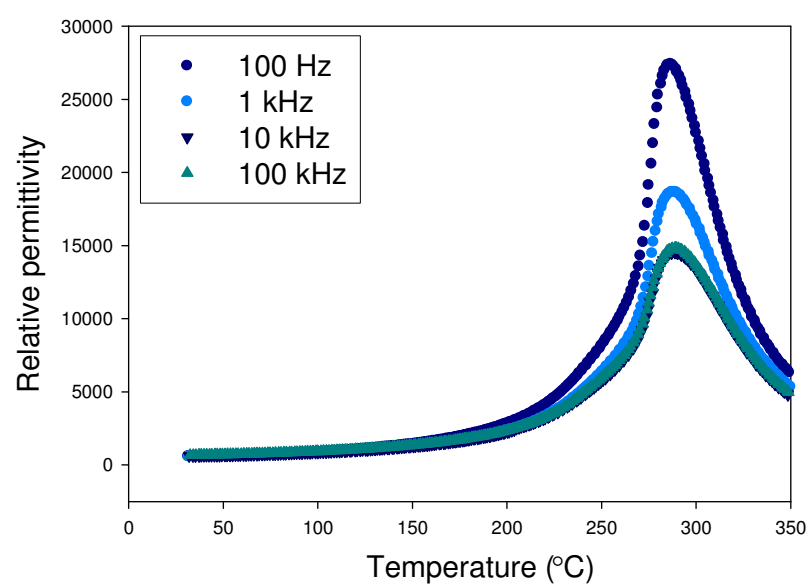


รูป 4.14 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ กับสัดส่วน

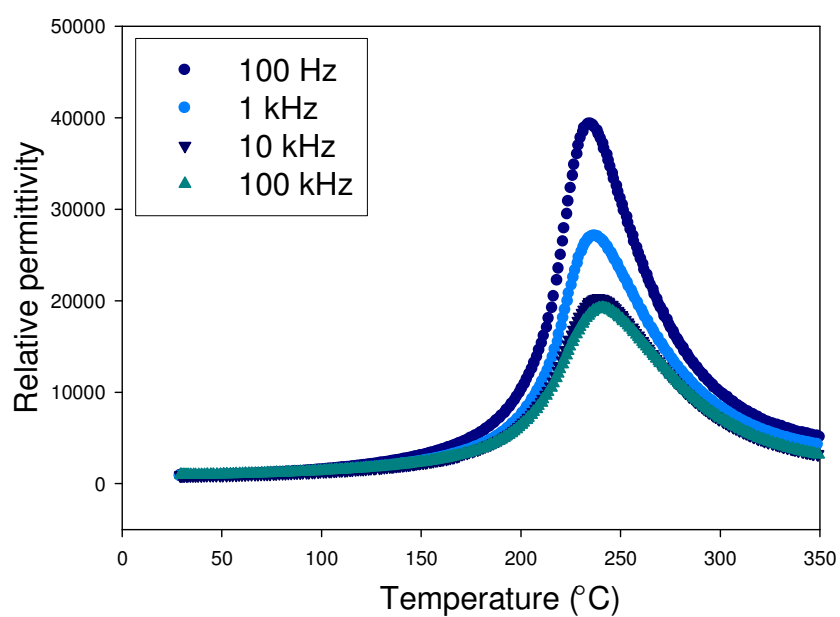
รูป 4.15-4.19 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของ $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ ที่ $x = 0.1-0.5$ เทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ต่างๆ จากรูป 4.15 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สัดส่วน $x = 0.1$ จะเห็นได้ว่าที่อุณหภูมิห้องจนถึง 300 องศาเซลเซียส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกไม่เปลี่ยนแปลงมากนัก เมื่ออุณหภูมิมากกว่า 300 องศาเซลเซียส พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นอย่างฉับพลัน และจะลดลงทันทีเมื่ออุณหภูมิมากกว่า 330 องศาเซลเซียส โดยที่สัดส่วนอื่นจะแสดงลักษณะการเปลี่ยนแปลงในลักษณะเดียวกันนี้ ดังนั้น บริเวณของอุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกอย่างฉับพลัน แสดงว่าเป็นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส ในที่นี้เป็นการเปลี่ยนสมบัติจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก



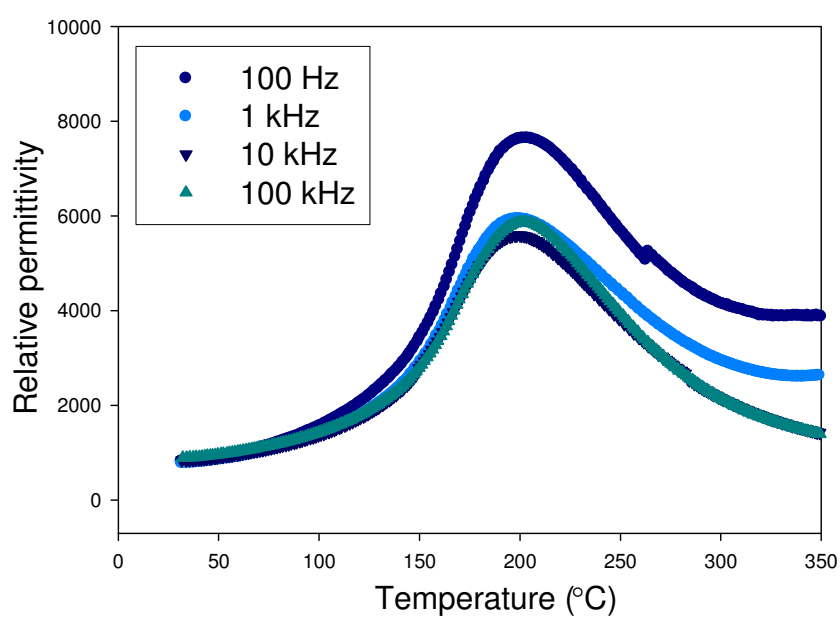
รูป 4.15 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ $x = 0.1$ เทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ระหว่าง 100 Hz-100 kHz



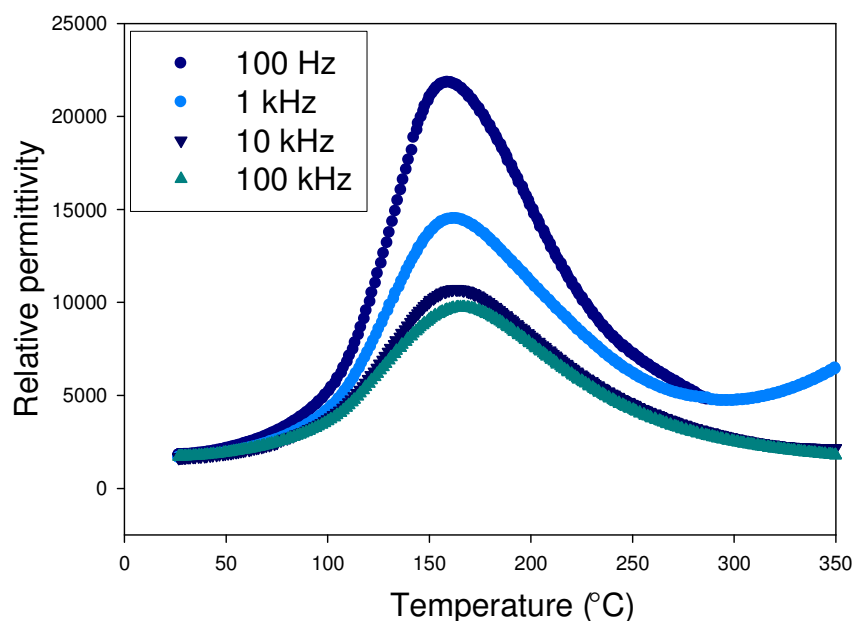
รูป 4.16 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ $x = 0.2$ เทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ระหว่าง 100 Hz-100 kHz



รูป 4.17 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ $x = 0.3$ เทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ระหว่าง 100 Hz-100 kHz



รูป 4.18 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ $x = 0.4$ เทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ระหว่าง 100 Hz-100 kHz



รูป 4.19 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ $x = 0.5$ เทียบกับอุณหภูมิที่ความถี่ระหว่าง 100 Hz-100 kHz

จากค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สัดส่วน $x = 0.1-0.3$ (รูป 4.15-4.17) พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT-PCoN จะเปลี่ยนตามอุณหภูมิ แต่เป็นอิสระต่อความถี่ ยกเว้นบริเวณใกล้เคียงกับอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะเปลี่ยนแปลงโดยขึ้นกับความถี่ แต่เป็นที่น่าสังเกตว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สัดส่วน $x = 0.4$ และ $x = 0.5$ (รูป 4.18-4.19) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะเปลี่ยนแปลงโดยขึ้นกับความถี่ตั้งแต่บริเวณใกล้เคียงกับอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสขึ้นไป ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการที่ Co เป็นโลหะทรานซิชัน ซึ่งมีประจุ $2+$ และ $3+$ จึงเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก Co^{2+} เปลี่ยนไปเป็น Co^{3+} ดังนั้น ที่สัดส่วนของ PCoN (x) เพิ่มขึ้นซึ่งมีจำนวนประจุอิสระเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย ทำให้ที่สัดส่วนของ PCoN (x) สูง เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกขึ้นกับความถี่ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส ซึ่งการควบคุมจำนวนประจุอิสระและอิทธิพลของประจุอิสระนี้จำเป็นต้องทำการศึกษาให้ละเอียดต่อไป

นอกจากนี้ยังพบว่า ในระบบสององค์ประกอบของ PZT-PCoN เมื่อเพิ่ม PCoN จะเกิดการเคลื่อนที่ของอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสไปในทิศทางของอุณหภูมิที่ต่ำลง ซึ่งค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดจะลดลงเมื่อค่า x เพิ่มขึ้น นอกจากนั้นพิกัดไดอิเล็กทริกจะกว้างขึ้นเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นที่น่าสนใจว่าทุกสัดส่วนแสดงการกระจายของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกโดยสัมพันธ์กับความถี่ การเปลี่ยนสมบัติจากเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติเป็นแบบรีแลกเซอร์นั้น สามารถพบได้เมื่อเพิ่มเปอร์เซ็นต์โดยโมลของ PZT จาก $x = 0.1-0.5$

ตาราง 4.2 แสดงอุณหภูมิที่ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด (T_m) และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง และที่ T_m สำหรับทุกสัดส่วน

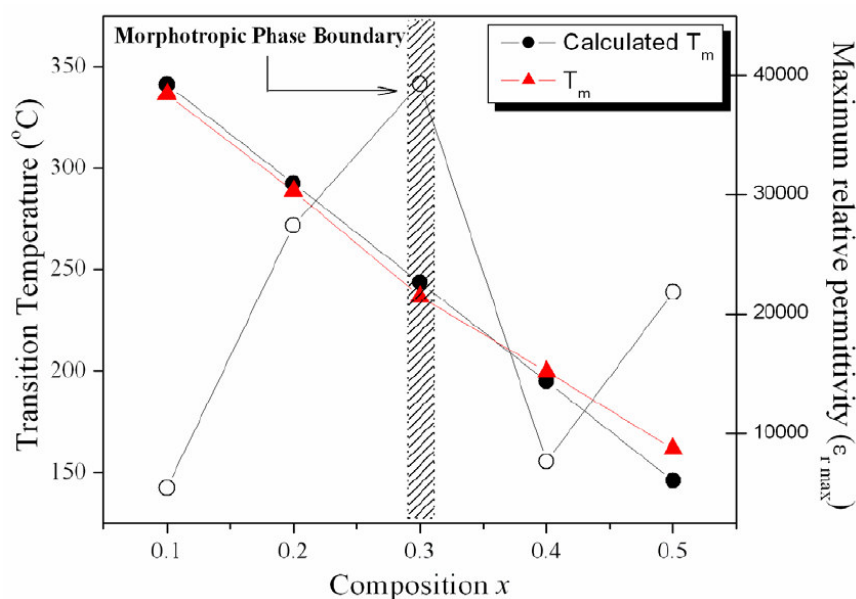
สัดส่วน (x)	โครงสร้างผลึก	T_m (°C)	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ 25°C	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ T_m
$x = 0.1$	T	336	350	5500
$x = 0.2$	T	288	580	27500
$x = 0.3$	PC+T	236	875	39500
$x = 0.4$	PC	199	1250	7700
$x = 0.5$	PC	161	1900	22000

T = เฟสเทอร์โกโนล, PC = เฟสคิวบิกเสมือน

จากรูป 4.15-4.19 และจากตาราง 4.2 แสดงให้เห็นว่าที่สัดส่วน 0.7PZT-0.3PCoN แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดประมาณ 39,000 (ที่ 1 kHz) ด้วย T_m ประมาณ 236 องศาเซลเซียส ดังนั้น MPB ซึ่งแยกแยะระหว่างเฟสเทอร์โกโนลกับเฟสคิวบิกเสมือนนั้นอยู่ที่สัดส่วน $x = 0.3$ เนื่องจากที่สัดส่วนนี้แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงที่สุด และจากข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{PZT}-x\text{PCoN}$ (รูป 4.11)

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดและอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเทียบกับสัดส่วนโมลของ PCoN (x) แสดงดังรูป 4.20 พบว่ามีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงระหว่างค่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสกับค่า x ซึ่งแสดงให้เห็นว่าระบบนี้เป็นสารละลายของแข็งที่สมบูรณ์ เนื่องจากเกิดการเข้ากันได้ดีระหว่าง PCoN ในสารละลายของแข็ง PZT ค่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของสารประกอบ PCoN และ PZT เท่ากับ -70 องศาเซลเซียส และ 390 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ซึ่งสามารถใช้คำนวณหาอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสทางทฤษฎีได้ดังสมการ

$$T_m = x(-70) + (1-x)(390) \quad (4.1)$$



รูป 4.20 ค่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสที่วัดได้ (T_m), ค่า T_m ทางทฤษฎี และค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด เทียบกับสัดส่วน (x)

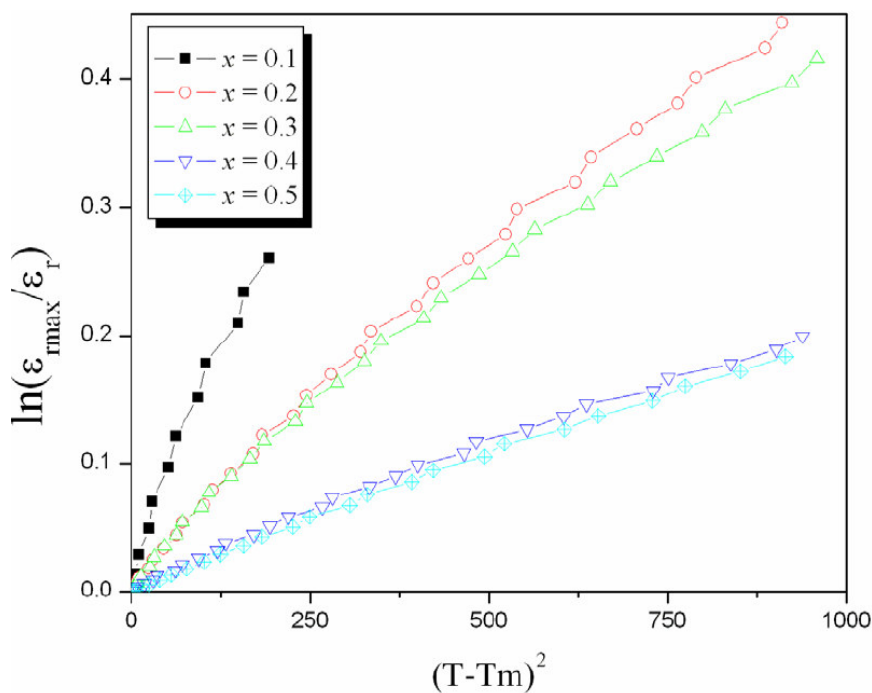
จากรูป 4.20 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดที่มีค่ามากที่สุดอยู่ที่ 39,000 ที่ 236 องศาเซลเซียส ที่ 1 kHz ซึ่งคาดว่าจะจะเป็นบริเวณของ MPB ที่สัดส่วน 0.7PZT-0.3PCoN จากผลที่ได้นี้คาดได้ว่าโดยการควบคุมปริมาณของ PCoN ในระบบ จะทำให้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของระบบ (1-x)PZT-xPCoN สามารถเปลี่ยนแปลงภายในช่วงจาก -70 -390 องศาเซลเซียส ได้

จากรูป 4.15-4.19 พบว่าสารตัวอย่างที่สัดส่วนของ PCoN (x) มีค่าน้อย พิกของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะมีลักษณะแคบ และพิกของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะมีลักษณะกว้าง เมื่อสัดส่วนของ PCoN (x) มีค่าสูง ซึ่งจากการสังเกตพบว่าพิกที่ได้มีความกว้างมากขึ้นตามสัดส่วนของ PCoN ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งตัวแปรที่บอกความกว้างของพิกคือ พารามิเตอร์ของการกระจาย (diffusiveness parameter ; δ) โดยสามารถคำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\frac{K_m}{K(f, T)} = \exp\left(\frac{(T - T_m(f))^2}{2\delta^2}\right) \quad (4.2)$$

เมื่อ K_m คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดที่ $T = T_m(f)$
 $K(f, T)$ คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่แท้จริงของตัวอย่าง

จากรูป 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(K_m/K_{(T)})$ กับ $(T-T_m)^2$ ภายใต้สถานะของ $K_m/K_{(T)} < 1.5$ โดยที่ $1/(2\delta^2)$ คือ ความชันของกราฟ ซึ่งจะหาค่าพารามิเตอร์ของการกระจาย



รูป 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(K_m/K_{(T)})$ กับ $(T-T_m)^2$

ค่าพารามิเตอร์ของการกระจายมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ PCoN เพิ่มขึ้น ดังตาราง 4.3 แสดงว่าเมื่อสัดส่วนโมลของ PCoN เพิ่มมากขึ้น สารละลายของแข็งนี้จะแสดงลักษณะการเปลี่ยนเฟสเพิ่มขึ้น

ตาราง 4.3 ค่าพารามิเตอร์ของการกระจายเทียบกับสัดส่วนของ PCoN

สัดส่วน (x)	พารามิเตอร์ของการกระจาย (δ)
$x = 0.1$	10.1
$x = 0.2$	32.4
$x = 0.3$	33.9
$x = 0.4$	48.6
$x = 0.5$	49.6

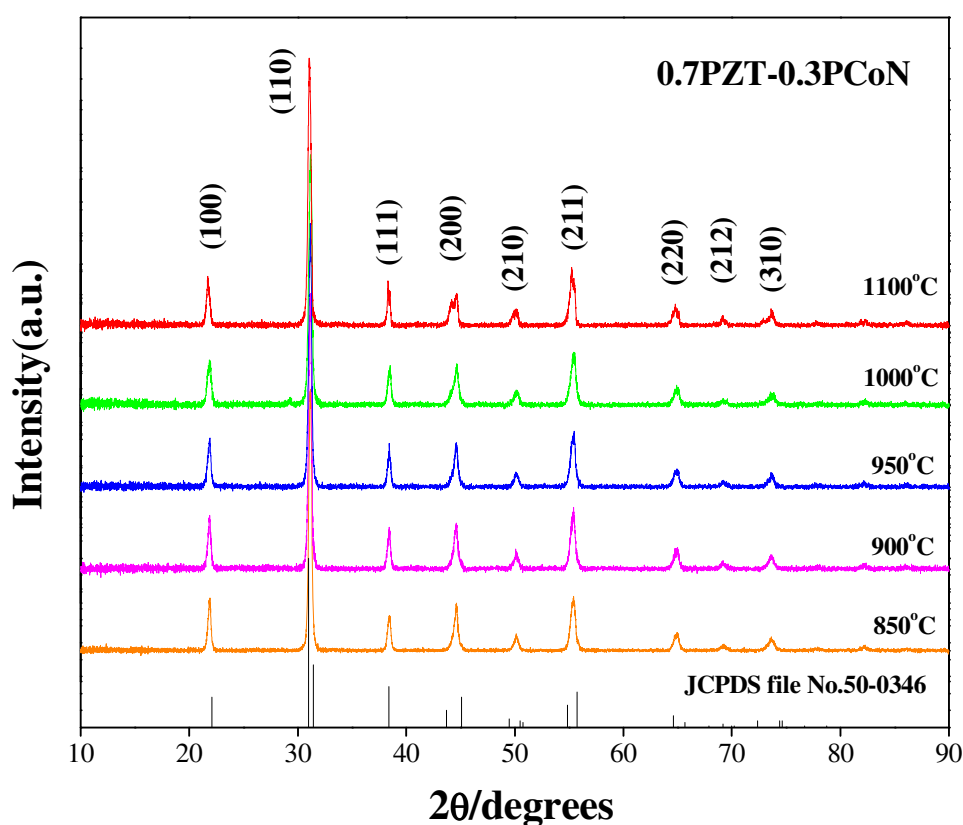
นอกจากนี้ ยังพบว่าค่าพารามิเตอร์ของการกระจายนั้น ไม่เพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรง ทั้งนี้อาจมีสาเหตุมาจากการเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก Co^{2+} ไปเป็น Co^{3+} ซึ่งยังต้องทำการศึกษาในรายละเอียดต่อไป

4.3 การตรวจสอบเซรามิกหลังผ่านการอบอ่อน

4.3.1 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก

เมื่อทำการอัดขึ้นรูปและเผาซินเตอร์สารตัวอย่างในอัตราส่วนบริเวณแนวรอยต่อเฟส (MPB) และทำการอบอ่อนเซรามิกที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 850-1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงโดยใช้ อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นทำการตรวจสอบองค์ประกอบ และโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รูปที่ 4.22 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



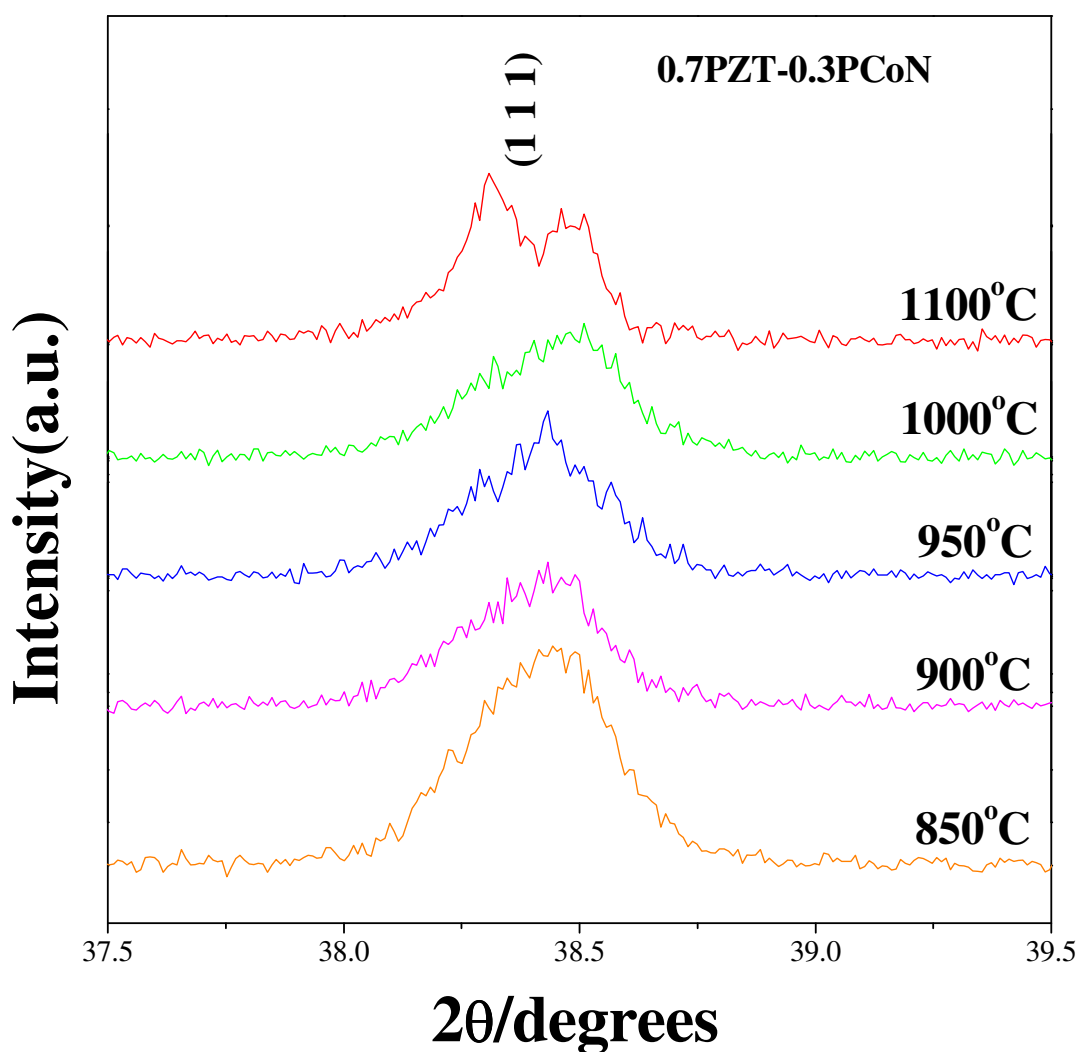
รูป 4.22 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.22 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่ามีลักษณะใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ของระบบ $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.44}\text{Ti}_{0.56})\text{O}_3$ ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS file No.50-0346 โดยผลการทดลองแสดงถึงเฟสเชิงเดี่ยว ไม่พบเฟสไพโรคลอรัหรือเฟสอื่นๆ ไม่ว่าเซรามิกนั้นจะผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิใดๆ ซึ่งจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า เฟสไพโรคลอรัมักจะถูกพบบริเวณ มุม 2θ มีค่าระหว่าง 20-30 องศา ซึ่งปรากฏอยู่ระหว่างพีก (1 0 0) และ (1 1 0) ซึ่งพบว่าเมื่อสัดส่วนของ PCoN ในระบบ (1-x)PZT-xPCoN มากขึ้นเท่ากับ 0.5 จะพบเฟสไพโรคลอรัของ $\text{Pb}_3\text{Nb}_4\text{O}_{13}$ เนื่องจากการเพิ่มสัดส่วน PCoN ในสารละลายของแข็งนั้น เป็นการลดความเสถียรในโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ ของ PZT เพราะ PCoN มีค่าทอลาแรนซ์แฟกเตอร์ (tolerance factor) และค่าความสามารถในการดึงอิเล็กตรอน (electron affinity) ที่ต่ำ ซึ่งปัจจัย 2 ปัจจัยนี้จะบ่งบอกถึงความสามารถในการเกิดเฟสเพอร์อฟสไกต์ นอกจากนั้นยังพบว่า อุณหภูมิ เวลาและบรรยากาศในการอบอ่อนก็มีผลต่อการเกิดเฟสไพโรคลอรั จากงานวิจัยของ Feng Xia และคณะ [33] พบว่าเมื่อเซรามิกในระบบ PZN-BT-PT ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสเป็นเวลามากกว่า 4 ชั่วโมง จะพบเฟสไพโรคลอรั โดยปริมาณเฟสไพโรคลอรันี้จะเพิ่มมากขึ้นตามเวลาการอบอ่อนที่มากขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งการอบอ่อนในบรรยากาศที่มีการไหลผ่านของแก๊สออกซิเจน พบปริมาณเฟสไพโรคลอรัถึงร้อยละ 5 เนื่องการแก๊สออกซิเจนมีผลทำให้อัตราการระเหยของ PbO ออกจากระบบมีมากยิ่งขึ้น

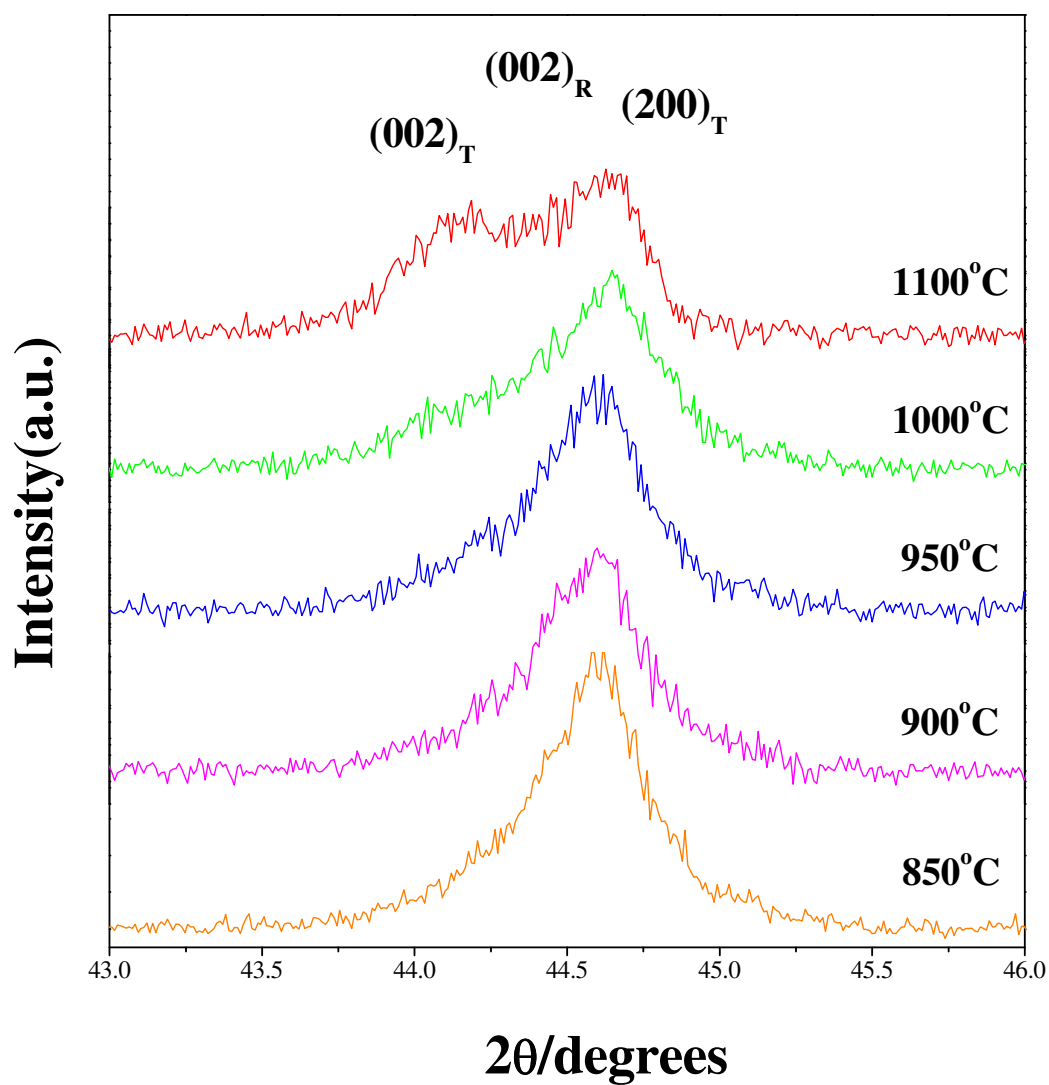
ทั้งนี้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่แสดงเฟสเชิงเดี่ยวดังกล่าว จึงเป็นการยืนยันความเหมาะสมของสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงและเซรามิกของสารตัวอย่างในระบบ 0.7PZT-0.3PCoN ว่าเป็นสถานะที่สามารถเตรียมตัวอย่างให้มีความบริสุทธิ์ได้เป็นอย่างดี อีกทั้งกระบวนการอบอ่อนที่ช่วงอุณหภูมิ 850-1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมงนั้นไม่ก่อให้เกิดการสูญเสียของ PbO ออกจากระบบ เนื่องจากไม่พบเฟสไพโรคลอรันั่นเอง [36]

รูปที่ 4.23 และ 4.24 แสดงการเปลี่ยนแปลงของพีก (1 1 1) และพีก (2 0 0) เทียบกับอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อน เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส พบว่าพีก (1 1 1) และพีก (2 0 0) มีลักษณะเป็นพีกเดี่ยว ซึ่งคาดเดาว่าเป็นเฟสคิวบิกเหมือน เนื่องจากเมื่อพิจารณาพีก (2 0 0) ทุกระนาบของ [46] ของเฟสคิวบิกเหมือนกันมีเลตทิซพารามิเตอร์เท่ากัน มีการเบี่ยงเบนรังสีเอกซ์ได้เท่ากัน จึงแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของพีก (2 0 0) เป็นพีกเดี่ยว ซึ่งในขณะที่อุณหภูมิในการอบอ่อนเพิ่มมากขึ้น พบว่าเกิดการแยกของพีกมากขึ้น ทั้งพีก (1 1 1) และ พีก (2 0 0) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงเฟสจากเฟสคิวบิกเหมือนกันกลายเป็นเฟสทรงแปดหน้าและเฟสเททระโกนอลพร้อมๆกัน โดยเฟสทรงแปดหน้าจะแสดงพีก (1 1 1) ที่มีลักษณะแยกเป็น 2 พีก และเฟสเททระโกนอลจะแสดงพีก (2 0 0) ที่มีลักษณะแยกเป็น 2 พีก เนื่องจากระนาบ

(2 0 0) และ (0 0 2) ของเฟสเทอร์โกนอลไม่เท่ากัน จึงเบี่ยงเบนรังสีเอกซ์ได้ไม่เท่ากัน ทำให้เกิดการแยกของพีก [3, 33-36, 47, 48] ซึ่งการแยกของพีกทั้ง 2 พีก เห็นได้ชัดในเซรามิกที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส อันเป็นการแสดงว่าน่าจะมีเฟสรวมโบฮีตรอลอยู่ร่วมกับเฟสเทอร์โกนอลในระบบ ซึ่งนั่นคือ มอร์โฟทรอปิกเฟสบาแดรี (morphotropic phase boundary; MPB) จากผลการตรวจสอบการเบี่ยงเบนของรังสีเอกซ์สามารถสรุปได้ว่า การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ใช้ในการอบอ่อน มีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนเฟสของสารในระบบ 0.7PZT-0.3PCoN ซึ่งเกิดการเปลี่ยนเฟสจากเฟสคิวบิกเสมือนกลายเป็นเฟสเทอร์โกนอล และรวมโบฮีตรอล และการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นสภาวะที่ทำให้ได้เซรามิกที่ใกล้เคียงกับ MPB มากที่สุด ซึ่งจะสามารถสรุปได้ชัดเจนมากยิ่งขึ้นเมื่อพิจารณาพร้อมกับผลจากการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า



รูป 4.23 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของพีก (1 1 1) ของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูป 4.24 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟีก (2 0 0) ของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN ที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

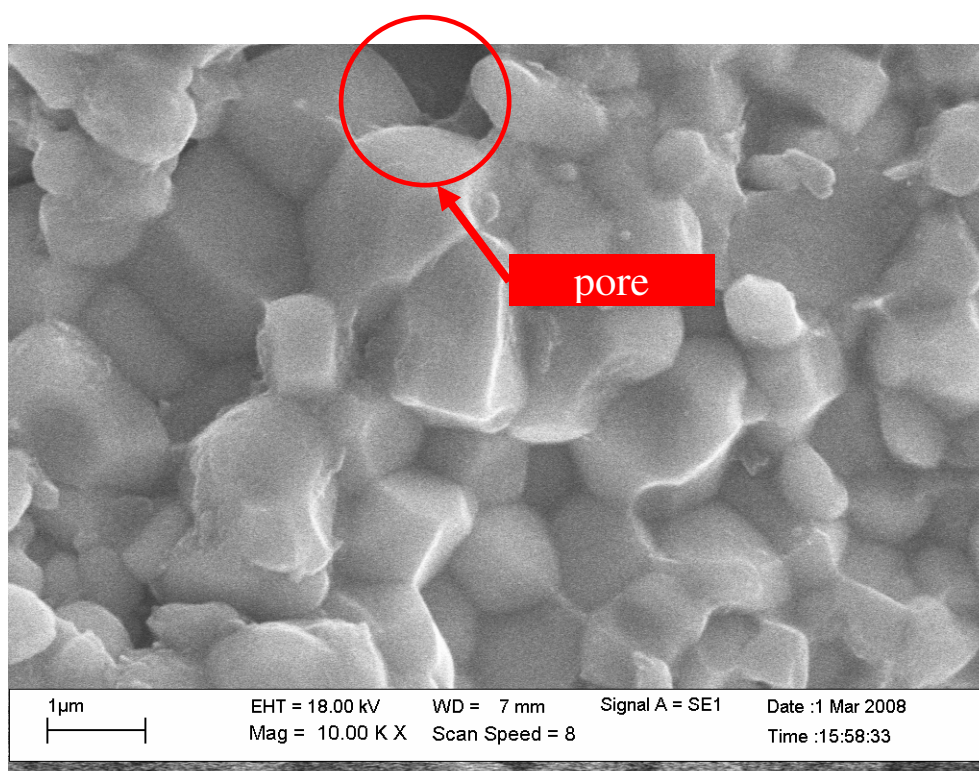
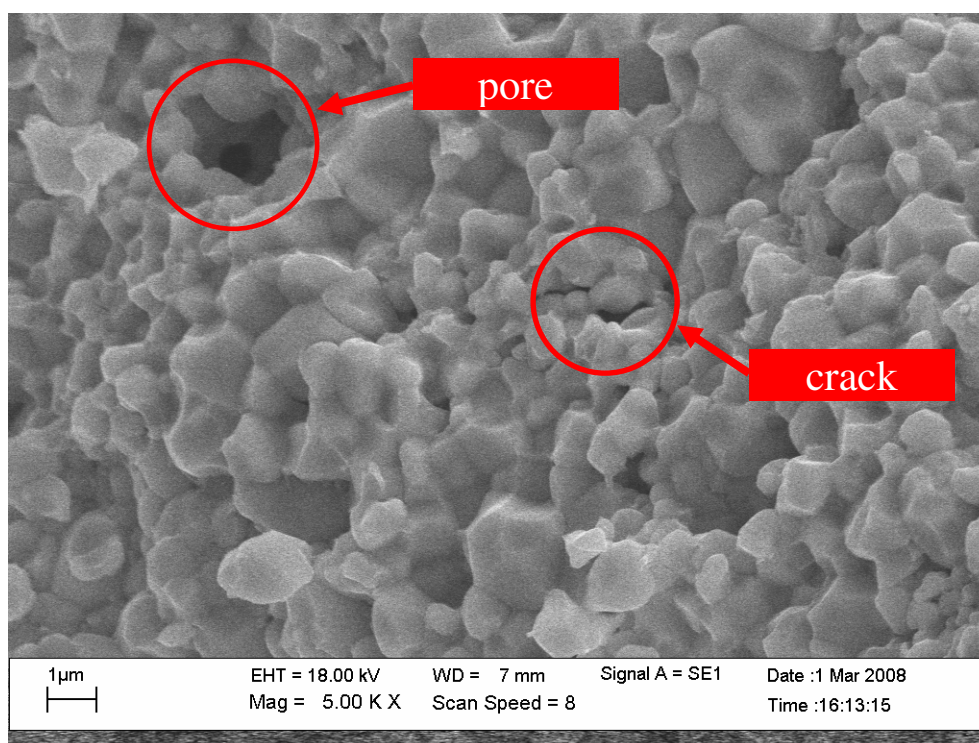
4.3.2 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยา

ขนาดเกรนและความหนาแน่นของเซรามิกเป็นปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก ซึ่งการเปลี่ยนแปลงขนาดเกรนและความหนาแน่นของเซรามิกนั้น อาจเป็นผลอันเนื่องมาจากการอบอ่อนได้ ดังนั้น ต้องมีการศึกษาผลของขนาดเกรนและความหนาแน่นของเซรามิกที่มีต่อสมบัติไดอิเล็กทริกด้วย เพื่อเป็นการลดปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติไดอิเล็กทริกให้น้อยลง เพื่อจะศึกษาอิทธิพลจากการอบอ่อนที่สนใจเท่านั้น [33, 35]

รูปที่ 4.25-4.26 แสดงโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของรอยหักของเม็ดเซรามิกที่ยังไม่ผ่านการอบอ่อนและเม็ดเซรามิกที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่า ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยมีค่าระหว่าง 1.45-2.05 ไมครอน และเกรนมีลักษณะใกล้เคียงกัน ไม่พบเกรนที่มีลักษณะแตกต่างซึ่งคาดว่าเป็นของเฟสอื่น โดยเกรนมีการเรียงตัวชิดติดกัน แต่โครงสร้างเซรามิกยังคงมีรูพรุน ความหนาแน่นของเซรามิกมีค่าประมาณ 6.2-7.8 g/cm³ ตาราง 4.1 แสดงค่าความหนาแน่นและขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN จากการเปรียบเทียบขนาดเกรนและค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่ยังไม่ผ่านการอบอ่อนกับเซรามิกที่ผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 850-1100 องศาเซลเซียส แล้วพบว่าไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญจนเป็นผลให้เกิดความแตกต่างของสมบัติทางไฟฟ้า ดังนั้น จึงสามารถคาดการณ์ได้ว่าการเปลี่ยนแปลงและความแตกต่างของสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกที่ผ่านการอบอ่อนนั้นไม่ได้เป็นผลอันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนและความหนาแน่นของเซรามิก

ตาราง 4.4 แสดงค่าความหนาแน่นและขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก 0.7PZT-0.3PCoN

อุณหภูมิการอบอ่อน (°C)	ค่าความหนาแน่น (g/cm ³)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (10 ⁻⁶ m)
As-sintered	7.8	1.95 ± 0.35
850	6.6	1.68 ± 0.41
900	7.0	1.74 ± 0.26
950	6.5	1.61 ± 0.29
1000	6.2	1.47 ± 0.20
1050	6.8	1.75 ± 0.21
1100	6.9	2.02 ± 0.37



รูป 4.25 โครงสร้างจุลภาคจาก SEM ของรอยหักของเซรามิกที่ไม่ผ่านการอบอ่อน