



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

อิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กทริก
และไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกส์ในระบบ PMN-PZT

โดย ดร. รัตติกกร ยิ้มนิรัญ และคณะ

มิถุนายน 2547

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

อิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กทริก
และไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกส์ในระบบ PMN-PZT

คณะผู้วิจัย

สังกัด

1. ดร. รัตติกกร ยิ้มนิรัญ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

2. ศ. ดร. ทวี ตันขศิริ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยใคร่ขอขอบพระคุณ สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่ได้ให้การสนับสนุนงานวิจัยและพัฒนาครั้งนี้ ผ่านทางทุนส่งเสริมนักวิจัยรุ่นใหม่ ประจำปี พ.ศ. 2545 ขอขอบพระคุณศาสตราจารย์ ดร. ทวี ตันมศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่ได้ให้การสนับสนุนและคำแนะนำในทุกด้านเพื่อช่วยให้อาชีพนักวิจัยของผู้วิจัยเริ่มต้นได้อย่างไม่ยากลำบากเกินไป นัก ขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ และบุคลากรของห้องปฏิบัติการวิจัยอิเล็กทรอนิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ อุปกรณ์ และสถานที่ รวมทั้งคำชี้แนะและความช่วยเหลือจนทำให้งานวิจัยเรื่องนี้สามารถดำเนินการจนสำเร็จผลได้ด้วยดี ขอขอบคุณผู้ร่วมงานและนักศึกษาทุกท่าน ที่มีส่วนช่วยเหลือผู้วิจัยให้ดำเนินงานชิ้นนี้สำเร็จลุล่วงได้ดี โดยเฉพาะ คุณสุพัตรา วงศ์แสนใหม่ คุณเอกรัฐ มีชูวาศ และคุณอิทธิพงศ์ งามจาร์โรจน์ ขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุพล อนันตา ที่ได้ให้ความช่วยเหลือส่งเสริมเกื้อกูลในการทำงานเสมอมานับตั้งแต่วันเริ่มต้น ตลอดจนเป็นกำลังใจให้กันเสมอที่จะสู้และอยู่รอดในการทำวิจัย ท้ายที่สุดนี้ขอมอบความดีทั้งหมดให้แทนคำขอบคุณสำหรับ คุณวิภา ยัมนิรัญ ภรรยา และลูกชายที่กำลังจะเกิด สำหรับความรักและความเข้าใจ ตลอดจนกำลังใจที่มอบให้ผู้วิจัยตลอดมาจนสามารถมาถึง ณ วันนี้ได้

(ดร. รัตติกร ยัมนิรัญ)

หัวหน้าโครงการ

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : TRG4580054

ชื่อโครงการ : อิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้า

เชิงกลของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT

ชื่อนักวิจัย : ดร. รัตติกกร ยิ้มนิรันดร์ และ ศ. ดร. ทวี ตันขศิริ

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

E-mail Address : rattikornyimnirun@yahoo.com

ระยะเวลาโครงการ : 1 กรกฎาคม 2545 ถึง 30 มิถุนายน 2547

ในการวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT โดยได้เตรียมสารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสูตรเป็น $(1-x)\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - (x)\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ เมื่อ x มีค่าเท่ากับ 0.0 0.1 0.3 0.5 0.7 0.9 และ 1.0 โดยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม และนำสารเซรามิกที่เตรียมได้ไปทดสอบสมบัติกายภาพ พฤติกรรมการเกิดเฟส ลักษณะโครงสร้างจุลภาค โดยพบว่าสารเซรามิกที่เตรียมได้เป็นสารเซรามิกที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอรอฟสไกต์โดยมีโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกายภาพที่เปลี่ยนแปลงไปตามสัดส่วนองค์ประกอบระหว่างเฟส PMN และ PZT และเมื่อทำการศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PMN-PZT ที่ถูกทำขึ้นแล้ว พบว่าภายใต้สภาวะความเค้นสูง 0-5 MPa นั้น สารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสาร PMN เป็นองค์ประกอบหลักพบว่าจะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลงเมื่อมีความเค้นเพิ่มขึ้น ในขณะที่สารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสาร PZT เป็นองค์ประกอบหลักจะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้นเมื่อความเค้นเพิ่มขึ้น แต่ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกจะมีการเปลี่ยนแปลงที่ไม่ขึ้นกับองค์ประกอบหลัก สำหรับผลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไฟฟ้าเชิงกลนั้น พบว่าการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสสำหรับสารเซรามิก PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้น พบว่าขนาดของวงวนนั้นเล็กลงอย่างมากเมื่อความเค้นมากขึ้น โดยที่เมื่อพิจารณา P_r , P_s และ E_c พบว่า เมื่อความเค้นเพิ่มขึ้น ค่า P_r และ P_s จะมีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่ ค่า E_c จะมีการลดลงเพียงเล็กน้อย แต่สำหรับสารเซรามิก PMN-PZT ส่วนผสมอื่นๆนั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงของค่า P_r , P_s และ E_c กับความเค้นในระดับที่ค่อนข้างน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับสารเซรามิก PZT จากผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่าการเคลื่อนที่ของผนังโดเมน การเสื่อมและการหมดสภาพชั่วคราวมีผลอย่างชัดเจนต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิก PMN-PZT ภายใต้อิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียว

คำหลัก : ความเค้นแบบแกนเดียว, สมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกล, PMN-PZT

Abstract

Project Code : TRG4580054

Project Title : Effects of Uniaxial Stress on Dielectric and Electromechanical Properties of Ceramics in PMN-PZT System

Investigators : Dr. Rattikorn Yimnirun and Prof. Dr. Tawee Tunkasiri
Department of Physics, Faculty of Science, Chiang Mai University

E-mail Address : rattikornyimnirun@yahoo.com

Project Period : July 1, 2002 to June 30, 2004

In this study, effects of uniaxial stress on the dielectric and electromechanical properties of ceramics in PMN-PZT system are investigated. The ceramics with the formula $(1-x)\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - (x)\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ when $x=0.0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.9$ and 1.0 are prepared by a conventional mixed-oxides method. The physical properties, phase formation behavior, and microstructure studies indicate that the ceramics obtained are perovskite materials. Their physical properties and microstructures are proportionally dependent of the PMN and PZT contents in the composite. The dielectric properties under the uniaxial stress of the PMN-PZT ceramics are observed at stress levels up to 5 MPa. It is found that with increasing applied stress the dielectric constant of the PZT-rich compositions increases slightly, while that of the PMN-rich compositions decreases. On the other hand, changes in the dielectric loss tangent with stress are found to be compositional independent. For the study of effects of uniaxial stress on the electromechanical properties, it is found that while the stress level is being increased the size of the hysteresis loop of PZT ceramic decreases drastically. When considering P_r , P_s , and E_C it is clear that P_r and P_s decrease significantly with increasing stress, while E_C only drops slightly. In other PMN-PZT compositions, changes in P_r , P_s , and E_C with stress are relatively small when compared to PZT. This study clearly shows the influences of the domain wall motion, degradation and depoling mechanisms on the variation of the dielectric and electromechanical properties of PMN-PZT ceramics under the uniaxial stress.

Keywords : Uniaxial Stress, Dielectric and Electromechanical Properties, PMN-PZT

เนื้อหางานวิจัย

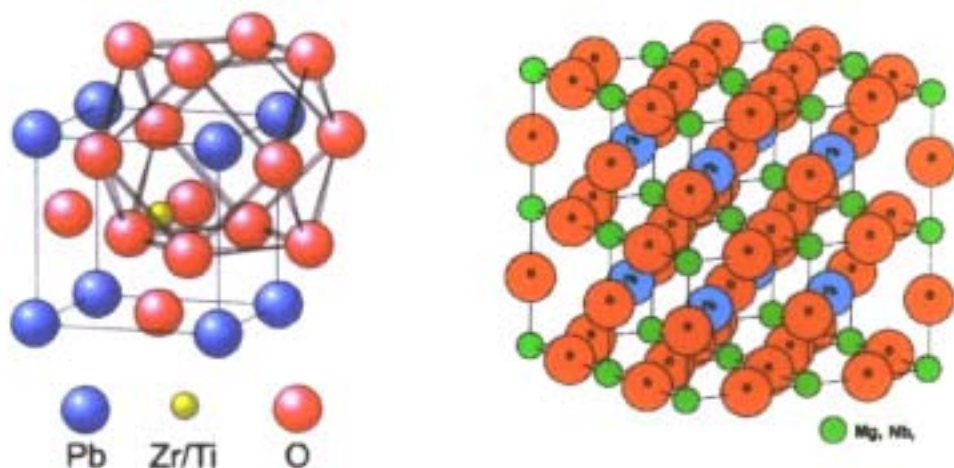
1. บทนำ

ในปี ค.ศ. 1880 ได้มีการค้นพบปรากฏการณ์พิโซอิเล็กตริก (piezoelectric effect) โดย ซองส์ และ ปีแอร์ คูรี¹ ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่วัสดุสามารถเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้าหรือเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าไปเป็นพลังงานกลในผลึกเชิงเดี่ยว (single crystal compounds) และในสารประเภทเฟอร์โรอิเล็กตริก

ความเป็นเฟอร์โรอิเล็กตริกของวัสดุจะขึ้นอยู่กับสมบัติของหน่วยเซลล์ (unit cell) พื้นฐานของโครงสร้างพื้นฐานของวัสดุ จากการแบ่งกลุ่มผลึกเป็น 32 คลาส (class) ตามสมมาตร (symmetry) มี 21 คลาสเป็นประเภทที่ไม่มีศูนย์กลางสมมาตร (Non-centrosymmetry) แต่มีเพียง 20 คลาส ที่มีสมบัติพิโซอิเล็กตริก และมี 10 คลาสที่เป็นเฟอร์โรอิเล็กตริก²

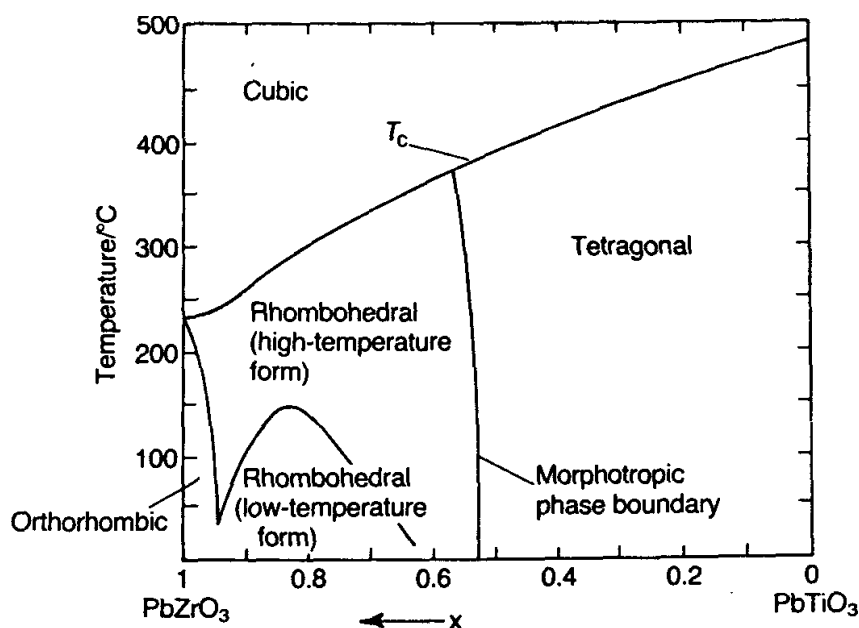
เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) ซึ่งเป็นสารเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กตริกที่จัดอยู่ในกลุ่มของเซรามิกที่มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite) ซึ่งเป็นชื่อของกลุ่มที่มีโครงสร้างผลึกคล้ายคลึงกับโครงสร้างของแร่แคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ที่มีสูตรทั่วไปเป็น ABO_3 แต่แคลเซียมไททาเนตไม่ได้แสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กตริก แต่สารที่ถูกค้นพบภายหลังที่มีสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กตริกหลายชนิดมีโครงสร้างอยู่ในกลุ่มนี้เช่น แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) เลดไททาเนต (PbTiO_3 , PT) เลดเซอร์โคเนตไททาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$, PZT) และ เลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$, PMN) เป็นต้น³ ซึ่งลักษณะโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์จะมีลักษณะเป็นโครงสร้างแบบ cubic closed-pack ดังแสดงในรูป

1.1



รูป 1.1 ลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเพอโรฟสไกต์ของเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต

เลตเซอร์โคเนตไททาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$: PZT) เป็นสารละลายของแข็งระหว่างเลตเซอร์โคเนต (PbZrO_3) กับเลตไททาเนต (PbTiO_3) ซึ่งอัตราส่วนระหว่าง Zr/Ti จะมีความสำคัญอย่างมากในการทำให้เซรามิกมีสมบัติพิโซอิเล็กทริกที่ดี สูตรที่นิยมเตรียมกันมากคือ ผงที่มีสัดส่วนองค์ประกอบระหว่างเลตเซอร์โคเนตต่อเลตไททาเนต (Zr:Ti) เป็น 0.52:0.48 ซึ่งเป็นสัดส่วนองค์ประกอบที่อยู่ในบริเวณรอยต่อเฟส (morphotropic phase boundary (MPB)) ระหว่างเฟสเตตระกอนอล (tetragonal) และเฟสรอมโบอีดรอล (rhombohedral) ทำให้ง่ายต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่มีขั้วเมื่อได้รับพลังงานจากภายนอกและเป็นสัดส่วนองค์ประกอบที่แสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกได้ดีที่สุดซึ่งมีเฟสไดอะแกรมแสดงดังรูป 1.2³



รูป 1.2 แผนภูมิวิวัฒนาการของระบบ $\text{Pb}(\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x)\text{O}_3$

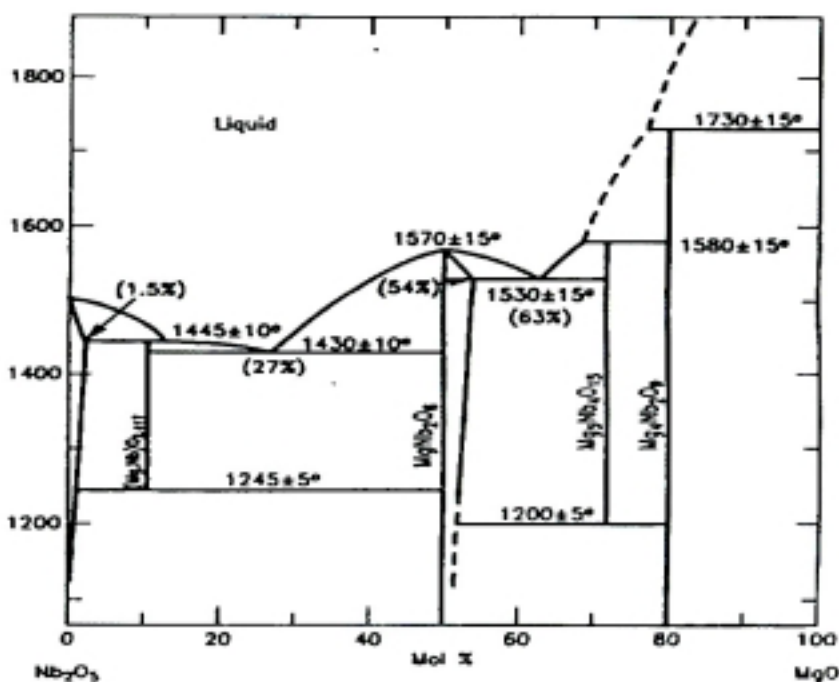
เลตเซอร์โคเนต (PbZrO_3) มีจุดคูรีอยู่ที่ 234°C โดยมีโครงสร้างแบบออร์โทโรมบิกคล้ายคลึงกับ แบเรียมไทเทเนตแบบออร์โทโรมบิก แต่มีสมบัติเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) อันเนื่องมาจากไดโพลซึ่งเกิดจากการจัดของไอออน Zr^{4+} เมื่อเทียบกับไอออน O^{2-} ที่อยู่รอบทั้ง 6 นั้นจะมีการจัดเรียงตัวในลักษณะที่ชี้ในทิศทางตรงกันข้ามสลับกันไป ทำให้การมีขั้วไฟฟ้าแบบเกิดขึ้นเองมีค่ารวมเป็นศูนย์⁴

เลตไทเทเนต (PbTiO_3) จะมีจุดคูรีที่สูงกว่าเลตเซอร์โคเนตโดยอยู่ที่ 495°C และมีโครงสร้างแบบเตตระกอนอลคล้ายคลึงกับแบเรียมไทเทเนต แต่เนื่องจากแกน c ของเลตไทเทเนตนั้นมีความยาวถึง 6% มากกว่าแกน a ทำให้เซรามิกเลตไทเทเนตนั้นยากในการทำขั้วและมักจะแตกเป็นชิ้นๆ ภายใต้อิทธิพลไฟฟ้ากระแสตรงสูงๆ⁴

ในทางปฏิบัติแล้วเลตเซอร์โคเนตและเลตไทเทเนตนั้นไม่มีประโยชน์มากนัก แต่การพัฒนาสารละลายของแข็งของวัสดุทั้งสอง กล่าวคือ $\text{PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3$ หรือ $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ หรือที่รู้จักในชื่อ PZT นั้นก่อให้เกิดประโยชน์มากมายในการประยุกต์ใช้งานเป็นเซรามิกพียูอิเล็กทริก ซึ่งการพัฒนาแบบ PZT นั้นได้เกิดขึ้นในช่วงทศวรรษ 1950⁴

เลตเซอร์โคเนตไทเทเนต ($\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ หรือ PZT) นั้นมีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ และเป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก แผนภูมิวิวัฒนาการ (phase diagram) ของระบบ PZT แสดงดังรูปที่ 1.2 ซึ่งชี้ให้เห็นถึงลักษณะที่สำคัญอย่างหนึ่งคือ รอยต่อเฟสที่มีสัณฐานเหมือนกัน (Morphotropic Phase Boundary : MPB) ซึ่งเป็นการเปลี่ยนโครงสร้างอย่างทันทีทันใดที่ส่วนผสมใด ๆ ในช่วงของสารละลายของแข็งโดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ในระบบ PZT นั้น MPB เกิดขึ้นใกล้เคียงกันที่ส่วนผสมของ $\text{PbZrO}_3\text{:PbTiO}_3$ เป็น 1:1 ซึ่งที่ MPB นี้จะมีสมบัติไดอิเล็กทริกและสัมประสิทธิ์การเชื่อมต่อ (coupling coefficient) สูงสุด ซึ่งได้มีการนำส่วนผสมนี้ไปประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวาง²

เลตแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{:PMN}$) นิยมเตรียมด้วยวิธีโคลัมไบต์ (columbite method) ซึ่งเป็นวิธีการเตรียมแบบสองขั้นตอนโดยเริ่มจากการเผาเตรียม (pre-reaction) ผงแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และผงไนโอเบียมออกไซด์ (Nb_2O_5) ให้อยู่ในรูปของผงโคลัมไบต์ที่มีสูตรเป็น MgNb_2O_6 ซึ่งมีเฟสไดอะแกรมแสดงในรูป 1.3 เมื่อได้ผงโคลัมไบต์แล้วจึงนำผงที่ได้มาทำการเผาแคลไซต์อีกครั้งร่วมกับตะกั่ว (PbO) เพื่อให้เกิดปฏิกิริยารวมตัวกันเป็นผง PMN ที่มีสูตรเป็น $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ⁵



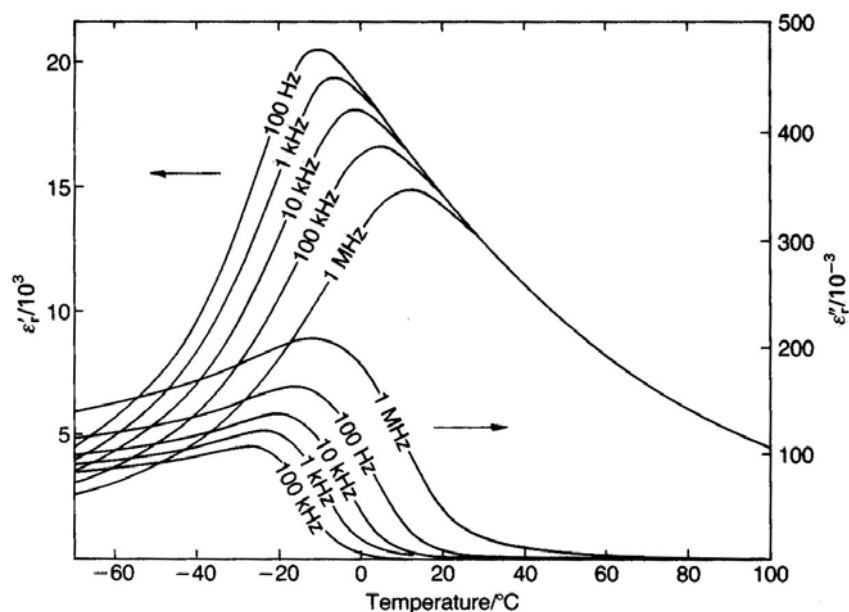
รูป 1.3 เฟสไดอะแกรมของสารในระบบแมกนีเซียมออกไซด์-ไนโอเบียมออกไซด์⁶

เลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PMN) เป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่จัดอยู่กลุ่มที่เรียกว่า “รีแลกเซอร์” (Relaxor) ซึ่งมีสมบัติไดอิเล็กทริกที่ขึ้นอยู่กับความถี่เป็นอย่างมาก ลักษณะทางโครงสร้างจุลภาคของ PMN ทำให้มีสมบัติที่แตกต่างจากวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ (normal ferroelectric) เช่น BaTiO_3 และ PZT เป็นต้น ดังสรุปได้ในตารางที่ 1.1 จากลักษณะที่มีการไม่เป็นระเบียบ (disorder) ในตำแหน่ง B ของ $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ทำให้ส่วนประกอบของ Mg และ Nb ไม่มีปริมาณสัมพันธ์ (non-stoichiometric) ในบางบริเวณในระดับจุลภาค (microregions) มีผลให้แต่ละบริเวณนั้นมีอุณหภูมิการเปลี่ยนโครงสร้างที่แตกต่างกันทำให้เกิดจุดสูงสุดของค่าสภาพยอมทางไฟฟ้าขึ้น มีการครอบคลุมช่วงอุณหภูมิที่กว้างกว่า (broader peak) ที่สังเกตได้ใน BaTiO_3 หรือ PZT ดังแสดงในรูปที่ 1.4²

ตารางที่ 1.1 ข้อแตกต่างระหว่างเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติและแบบริแลกเซอร์⁷

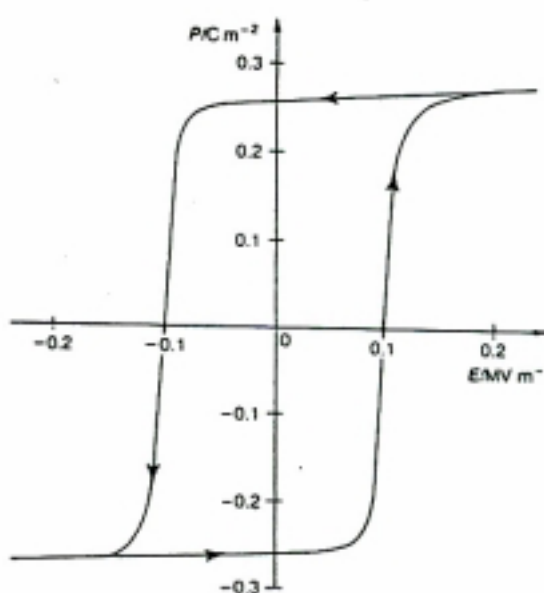
สมบัติ	เฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ	เฟอร์โรอิเล็กทริกแบบริแลกเซอร์
ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติไดอิเล็กทริก	การเปลี่ยนเฟสที่รวดเร็ว (แบบ 1 st -order หรือ 2 nd -order ที่จุดคูรี T_c)	การเปลี่ยนเฟสแบบช้าๆ ที่อุณหภูมิ $T_{\max}$
ผลของความถี่ต่อสมบัติไดอิเล็กทริก	ไม่ค่อยมีผล	มีผลอย่างชัดเจน
สมบัติไดอิเล็กทริกในช่วงพาราอิเล็กทริก ($T > T_c$)	เป็นไปตามกฎคูรี-ไวส์ (Curie-Weiss law)	เป็นไปตามกฎคูรี-ไวส์กำลังสอง (Curie-Weiss square law)
การมีขั้วไฟฟ้าคงค้าง (P_r)	ค่า P_r สูง	ค่า P_r ต่ำ
การกระเจิงแสง	ขึ้นกับทิศทางอย่างมาก	ไม่ค่อยขึ้นกับทิศทาง
การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	เกิดการแยกเส้นเนื่องจาก การเปลี่ยนรูปร่างเมื่อเปลี่ยน เฟสจากพาราอิเล็กทริกเป็น เฟอร์โรอิเล็กทริก	ไม่เกิดการแยกเส้น

เลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{PbMg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3$ หรือ PMN) ก็เป็นวัสดุที่มีสมบัติรีแลกเซอร์ โดยมี ϵ_r ที่สูงมาก (ดังรูปที่ 1.4) และสามารถเพิ่ม T_c ได้ด้วยการเติม Ti ในตำแหน่ง B ในขณะที่วัสดุในกลุ่มของ $\text{PbFe}_{0.55}\text{W}_{0.1}\text{Nb}_{0.35}\text{O}_3$ ซึ่งสามารถถูกซินเตอร์ที่อุณหภูมิค่อนข้างต่ำ โดยที่ค่า ϵ_r จะมากกว่า 10^4 ระหว่างอุณหภูมิ -8 และ $+45$ °C แต่จะมีค่าลดลงอย่างมากภายใต้สนามไฟฟ้า DC ความยุ่งยากในการผลิตวัสดุที่มี Pb และ Nb เป็นองค์ประกอบจะอยู่ที่การเกินขึ้นของโครงสร้างชนิดไพโรคลอร์ (pyrochlore) โดยที่ R เป็นการผสมของไอออน +2 ในกรณีของ PMN นั้นไพโรคลอร์ที่พบจะมีส่วนประกอบเป็น $\text{Pb}_{1.83}\text{Nb}_{1.71}\text{Mg}_{0.29}\text{O}_{6.39}$ ซึ่งที่อุณหภูมิห้องเป็นวัสดุพาราอิเล็กทริกที่มี ϵ_r ประมาณ 130 ²



รูป 1.4 สมบัติไดอิเล็กทริกของ $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ (PMN)

เนื่องจากลักษณะไม่มีศูนย์กลางสมมาตร ของหน่วยเซลล์ทำให้ผลึกเฟอร์โรอิเล็กทริกมีโพลาริเซชันเกิดขึ้นเอง (spontaneous polarization) ถึงแม้ไม่ได้อยู่ในสนามไฟฟ้าก็ตาม เมื่อสารเฟอร์โรอิเล็กทริกถูกนำมาใช้เป็นสารไดอิเล็กทริกจะแตกต่างจากสารไดอิเล็กทริกทั่วไปเมื่อสนามไฟฟ้าที่แรงพอจะทำให้เวกเตอร์โพลาริเซชันเปลี่ยนได้ และเมื่อลดสนามไฟฟ้าลงจนเป็นศูนย์ แต่ค่าโพลาริเซชันจะไม่เป็นศูนย์เหมือนสารไดอิเล็กทริกทั่วไป แต่โพลาริเซชันจะเป็นศูนย์เมื่อ $E = -E_c$ (E_c คือ coercive field) ดังรูป 1.5 ทำให้เกิดวงวนฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก²



รูป 1.5 ลักษณะของ hysteresis loop ในสารเฟอร์โรอิเล็กทริกบางชนิด²

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

สารเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PMN) และเลดเซอร์โคเนตไตทานาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ หรือ PZT) ได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการสร้างตัวขับเคลื่อน (Actuator) และตัวแปลง (Transducer)⁸ สารเซรามิกทั้งสองประเภทนี้มีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกัน สาร PMN มีข้อดีคือ สามารถที่จะใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิกว้าง โดยเฉพาะช่วงอุณหภูมิต่ำ ประกอบกับลักษณะเฉพาะทางจุลภาคซึ่งส่งผลให้สาร PMN มีการสูญเสียพลังงานต่ำ (Low Loss) และไม่มีฮิสเทอรีซิส (Hysteresis) ซึ่งทำให้ประสิทธิภาพการส่งถ่ายพลังงานสูงเมื่อเทียบกับสาร PZT อย่างไรก็ตาม ข้อเสียหลักของสาร PMN คือการที่มีสัมประสิทธิ์ไฟฟ้าเชิงกลคู่ควบ (Electromechanical Coupling Coefficient) ค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับสาร PZT ส่งผลให้การนำไปใช้ประโยชน์ในทาง actuator และ transducer ไม่ประสบผลสำเร็จอย่างเต็มที่ ในทางตรงกันข้ามสาร PZT ได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง เนื่องจากสาร PZT มีค่า electromechanical coupling coefficient ที่สูงมาก แต่สาร PZT ก็มีจุดเสียตรงที่มีการสูญเสียพลังงานค่อนข้างสูง (มีสมบัติ Hysteresis) ซึ่งไม่เป็นที่ต้องการในการใช้งานที่ละเอียดอ่อน นอกจากนี้แล้วสาร PZT เองก็ยังมีอุณหภูมิคูรี (Curie Temperature : T_C) ที่ค่อนข้างสูง ($>400^\circ\text{C}$) ส่งผลทำให้การนำประโยชน์สูงสุดของสาร PZT จะต้องทำที่อุณหภูมิที่สูงใกล้เคียงกับ T_C ซึ่งไม่เป็นที่ต้องการในทางปฏิบัติ ด้วยเหตุผลเหล่านี้ประกอบกับข้อดี/ข้อเสียของสารทั้งสองประเภท จึงเป็นที่น่าสนใจว่าระบบผสมของสารทั้งสองประเภท (PMN-PZT System) จะสามารถรวมข้อดีและบรรเทาข้อเสียของสารในระบบเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุดในทางปฏิบัติได้

การวิจัยและพัฒนาที่เกี่ยวข้องกับสารเซรามิกส์เพโรอิเล็กทริกได้แตกแขนงออกไปหลายๆ ด้าน ไม่ว่าจะเป็นการศึกษาด้านการเตรียมและสังเคราะห์ (Processing) การศึกษาด้านโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) และการตรวจวัดสมบัติต่างๆ (Property measurements) ซึ่งในส่วนหลังนี้ยังสามารถแบ่งย่อยได้เป็นหลายๆ ด้าน ในทางปฏิบัติแล้วสมบัติที่สำคัญของสารเซรามิกเพโรอิเล็กทริก ซึ่งเป็นดัชนีบ่งชี้ประสิทธิภาพตลอดจนศักยภาพในการประยุกต์ใช้งานประกอบไปด้วย สมบัติไดอิเล็กทริก และสมบัติไฟฟ้าเชิงกล ด้วยสาเหตุนี้จึงได้มีการวิจัยเกี่ยวกับสมบัติไดอิเล็กทริก และไฟฟ้าเชิงกลในสารเพโรอิเล็กทริกกันอย่างแพร่หลาย⁹⁻¹¹

อย่างไรก็ตามโดยทั่วไปแล้วการใช้งานในทาง actuator หรือ transducer สารเซรามิกจะถูกใช้ในสภาวะภายใต้ความเค้น (stress) โดยเฉพาะความเค้นอัดแบบแกนเดียว (uniaxial compressive stress) ดังนั้นข้อมูลเกี่ยวกับสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติไดอิเล็กทริกและไฟฟ้าเชิงกล ภายใต้อิทธิพลของความเค้น จึงมีความสำคัญต่อการออกแบบและจัดสร้างอุปกรณ์ตัวขับเคลื่อนและตัวแปลงเป็นอย่างมาก ส่งผลให้มีการศึกษาถึงอิทธิพลของความเค้นต่อสมบัติทางไดอิเล็กทริกและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกในระบบต่างๆ เช่น PZT และ PMN-PT¹²⁻¹⁶ อย่างแพร่หลาย ซึ่งการศึกษาเหล่านี้นอกจากจะช่วยเสริมข้อมูลที่จำเป็นในการพัฒนา และการนำไป

ประยุกต์ใช้ของสารเฟอร์โรอิเล็กทริกแล้ว ยังสามารถเสริมองค์ความรู้พื้นฐานในเรื่องโครงสร้างของโดเมน (Domain Structure) และการเคลื่อนที่ของโดเมน (Domain Motion)¹³

ด้วยเหตุผลดังกล่าวมาข้างต้น การศึกษาสารเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกในระบบ PMN-PZT โดยเฉพาะในด้านของสมบัติไดอิเล็กทริกและไฟฟ้าเชิงกล รวมทั้งอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติเหล่านี้ ซึ่งยังไม่มีปรากฏในวารสารงานวิจัยในระดับนานาชาติ จึงมีความสำคัญทั้งในส่วนขององค์ความรู้พื้นฐานใหม่เกี่ยวกับสมบัติของสารเซรามิกสในระบบที่น่าสนใจนี้ ซึ่งอาจช่วยชี้แนวทางในการวิจัยและพัฒนาใหม่ในอนาคต และในส่วนของ การนำความรู้ที่ได้รับจากการวิจัยนี้ไปใช้ในภาคปฏิบัติ เพื่อพัฒนาการใช้งานของตัวขับเคลื่อน และตัวแปลงให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมสารเซรามิกสในระบบ PMN-PZT
2. เพื่อออกแบบและจัดสร้างเครื่องมือแรงอัดแบบแกนเดียวขนาดเล็กและระบบการวัดสมบัติไดอิเล็กทริกและไฟฟ้าเชิงกลภายใต้สภาวะความเค้น
3. เพื่อศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กทริกและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกสในระบบ PMN-PZT
4. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

2. วิธีการทดลอง

ในการวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนและวิธีการโดยสรุปได้ดังนี้

1. สังเคราะห์ผงในระบบ PMN-PZT ด้วยเทคนิคโซลิดสเตท (Solid-State Technique) พร้อมกับการศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมผงคุณภาพสูงที่มีอัตราส่วนของ PMN-PZT ค่าต่างๆ
2. ทำการขึ้นรูปและศึกษาการขึ้นเตอร์เพื่อเตรียมเซรามิกในระบบ PMN-PZT ที่มีความบริสุทธิ์และมีความหนาแน่นสูง
3. ทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้
4. ออกแบบและจัดสร้างเครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดี่ยว
5. ออกแบบ จัดสร้าง และติดตั้งชุดอุปกรณ์ในการวัดสมบัติไดอิเล็กตริกโดยใช้เครื่องมือ LCR-meter ในการวัดสมบัติดังกล่าว
6. ออกแบบและจัดสร้างอุปกรณ์ในการวัดสมบัติไฟฟ้าเชิงกล ด้วยวงจรในการวัด Hysteresis โดยใช้หลักการของวงจร Sawyer-Tower อย่างง่ายเพื่อใช้วัด P-E loop
7. นำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้และอุปกรณ์ที่จัดสร้างขึ้น เพื่อใช้ในการศึกษาถึงอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT
8. อภิปรายผลการศึกษาและสรุปผลการวิจัยและพัฒนา ตลอดจนข้อเสนอแนะในรูปแบบการเขียนรายงาน และการเตรียมผลงานเพื่อการตีพิมพ์

โดยมีรายละเอียดของแต่ละขั้นตอนดังต่อไปนี้

2.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 2.1.1. เลดออกไซด์ (lead oxide: PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 2.1.2. เซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide: ZrO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 2.1.3. ไททาเนียมออกไซด์ (titanium oxide: TiO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Haën ประเทศฝรั่งเศส
- 2.1.4. แมกนีเซียมออกไซด์ (magnesiumoxide: MgO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

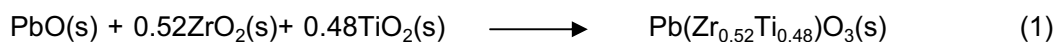
- 2.1.5. ไนโอเบียมออกไซด์ (niobium oxide: Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศเยอรมัน
- 2.1.6. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol: PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 2.1.7. เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- 2.1.8. เครื่องชั่งดิจิตอล ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300
- 2.1.9. กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิดใช้ผสมสาร
- 2.1.10. ลูกบดเซอร์โคเนีย
- 2.1.11. เทปกาวยาพลาสติก
- 2.1.12. เครื่องผสมสารแบบ ball-milling
- 2.1.13. ปีกเกอร์ขนาด 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- 2.1.14. แท่งกวนสารขนาด 6 เซนติเมตร
- 2.1.15. เตาแผ่นความร้อน (hot plate) ผลิตโดยบริษัท Schott Gerate GMBH รุ่น SLK4
- 2.1.16. ตู้อบสาร ผลิตโดยบริษัท Griffin Grundy
- 2.1.17. ช้อนตักสาร
- 2.1.18. ครกบดสารที่ทำด้วยหยก (agate)
- 2.1.19. ถ้วยอลูมินา (alumina crucible)
- 2.1.20. เตาเผาสาร ผลิตโดยบริษัท Lenton Furnaces รุ่น 4280
- 2.1.21. แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
- 2.1.22. เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก
- 2.1.23. กระดาษทรายเบอร์ 400 800 และ 1200
- 2.1.24. กาวเงิน (silver paste)
- 2.1.25. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) ผลิตโดยบริษัท SIEMENS รุ่น D500
- 2.1.26. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) ผลิตโดย บริษัท JEOL JSN 840A
- 2.1.27. LCZ-meter ผลิตโดยบริษัท Hewlett Packard รุ่น HP4276A
- 2.1.28. เครื่องมือวัดสมบัติฮิสเทอรีซิส (Sawyer-Tower circuit)
- 2.1.29. เครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียว (uniaxial compressometer)

2.2 การเตรียมสาร PMN-PZT และการตรวจวิเคราะห์

ในส่วนนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับกระบวนการเตรียมเซรามิก PZT PMN และ PMN-PZT โดยเริ่มจากการเตรียมผง PZT และผง PMN ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม (conventional mixed oxides method) จากนั้นนำผงเซรามิกที่ได้มาผสมกันในสัดส่วนต่างๆ โดยโมลเพื่อเตรียมเป็นเซรามิกและตรวจวิเคราะห์สารเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยการ XRD และ SEM ตามลำดับ รวมทั้งการวัดสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

2.2.1 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$)

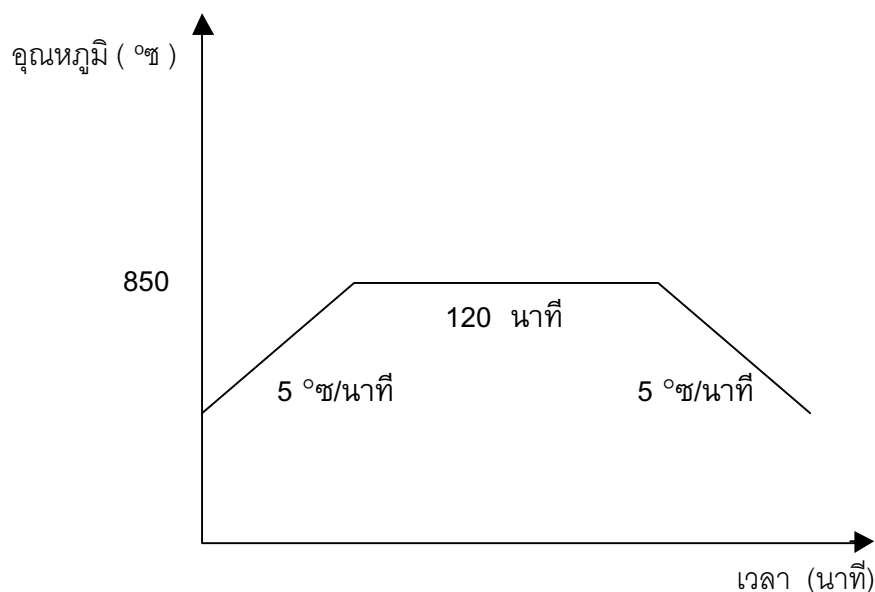
การเตรียมผง PZT ด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม โดยใช้สารตั้งต้น คือ PbO ZrO_2 และ TiO_2 เป็นสารตั้งต้นโดยมีสมการเคมีแสดงดังสมการที่ 1 ดังนี้



เริ่มจากการชั่งสารตามสัดส่วนที่เหมาะสมแล้วใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย เติมเอทานอลลงไปเพื่อช่วยในการกระจายตัว แล้วปิดฝาให้สนิทพันด้วยเทปกาพลาสติก แล้วนำไปบดเปียกโดยวางบนเครื่องผสมสารแบบ ball-milling (รูป 2.1) เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง จากนั้นทำให้แห้งด้วยการนำไปวางบนเตาแผ่นความร้อนพร้อมกับกวนด้วยแท่งกวนสารจนแห้ง แล้วนำไปอบในตู้อบสารที่มีอุณหภูมิประมาณ 200 °ซ อย่างน้อย 24 ชั่วโมง แล้วบดด้วยครกบดสาร (agate) นำผงที่ได้ใส่ในถ้วยอลูมินา เพาแคลไซน์ที่มีอุณหภูมิ 850 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ/นาที่ (รูป 2.2) เพื่อให้ได้ผงเซรามิก PZT



รูป 2.1 แสดงการบดเปียกด้วยเครื่องผสมสารแบบ ball-milling



รูป 2.2 แผนผังการเผาแคลไซน์ผง PZT

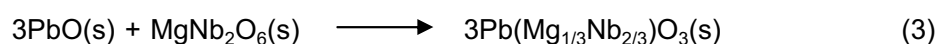
2.2.2 การเตรียมผงเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$)

ผง PMN ถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีโคลัมไบต์ (columbite method) ซึ่งเป็นวิธีการแบบสองขั้นตอน โดยเริ่มจากการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบต (MgNb_2O_6) ซึ่งแสดงดังสมการที่ 2

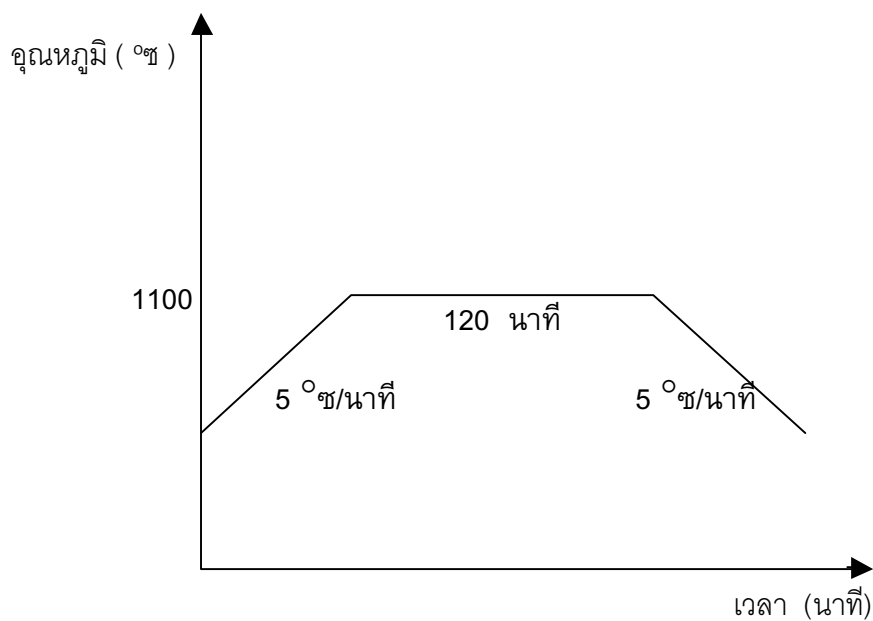


กระบวนการเตรียมแมกนีเซียมไนโอเบตจะทำโดยวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมผง PZT ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 1 โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °C/นาที (รูป 2.3) จะได้ผงแมกนีเซียมไนโอเบต จากนั้นนำผงที่ได้มาคัดเลือขนาดเม็ดอนุภาค ด้วยตะแกรงไนลอนขนาดประมาณ 100 μm

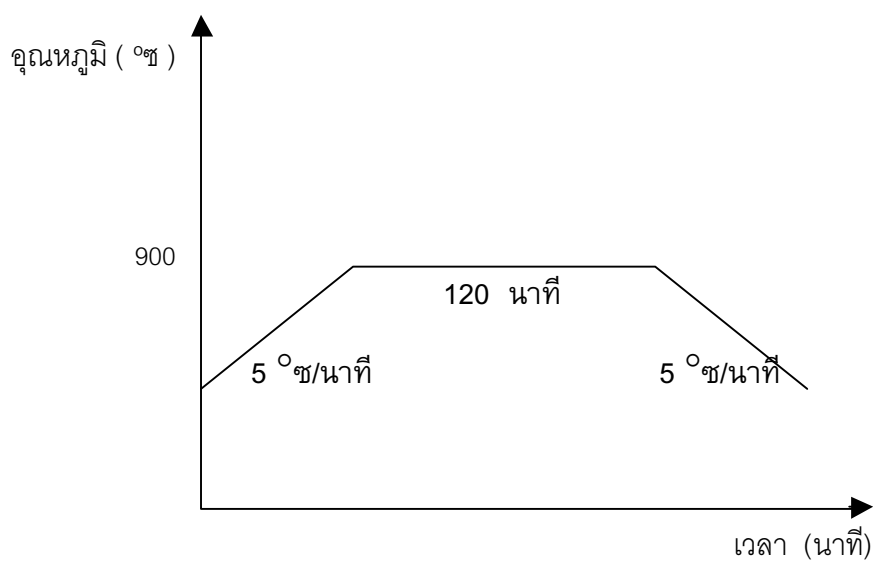
จากนั้นนำผงแมกนีเซียมไนโอเบตมาผสมกับเลดออกไซด์ (PbO) เพื่อเตรียมผง PMN ซึ่งแสดงดังสมการที่ 3



ด้วยวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมผง PZT ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อที่ 1 จากนั้นนำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °C/นาที (รูป 2.4) จะได้ผง PMN



รูป 2.3 แผนผังการเผาแคลไซต์ผงแมกนีเซียมไนโอเบต



รูป 2.4 แผนผังการเผาแคลไซต์ผง PMN

2.2.3 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททาเนต-เลดแมกนีเซียมไนโอเบต

นำผง PMN และผง PZT ที่เตรียมได้มาซึ่งและผสมกันโดยอัตราส่วนโดยโมลต่าง ๆ กัน คือ 0.7PMN-0.3PZT, 0.5PMN-0.5PZT, และ 0.3PMN-0.7PZT นำผงผสม PMN-PZT ใส่ในกระป๋องพลาสติกแล้วปิดให้แน่นโดยพันด้วยเทปกาวยพลาสติก แล้วนำไปบดเปียกด้วยเครื่องผสมสารแบบ ball-milling เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วทำให้แห้งด้วยการนำไปวางบนเตาแผ่นความ

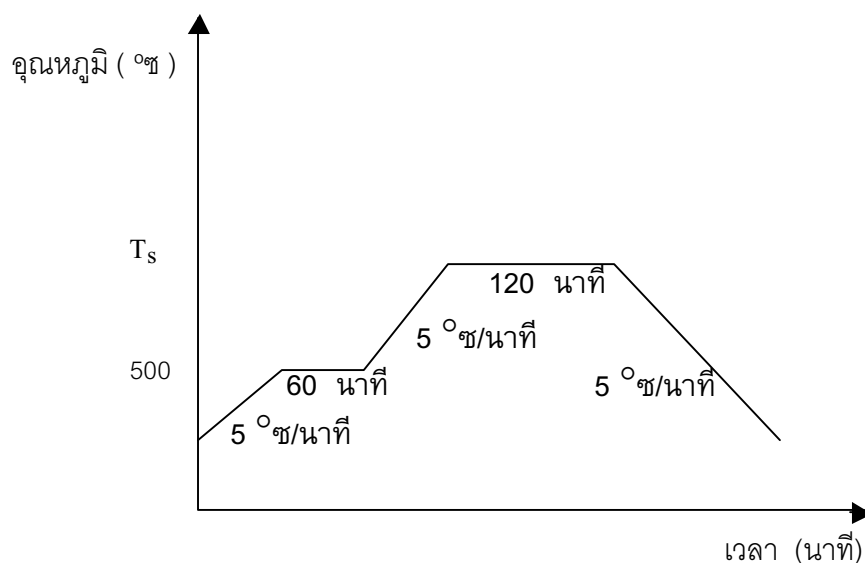
ร้อนพร้อมกับกวนด้วยแท่งกวนสารจนแห้ง นำไปอบในตู้อบสารที่มีอุณหภูมิอย่างน้อย 24 ชั่วโมง แล้วบดด้วยครกบด จากนั้นนำผงผสมที่เตรียมได้มาคัดเลือกเม็ดอนุภาคให้มีขนาดเม็ดอนุภาค เล็กและใกล้เคียงกันด้วยตะแกรงไนลอนที่มีขนาดประมาณ 30 μm

2.2.4 การเตรียมเซรามิก PMN PZT และ PMN-PZT

นำผง PMN PZT และ PMN-PZT ที่ได้จากวิธีการเตรียมในหัวข้อที่ผ่านมา มาทำการอัดขึ้นรูป (pressing) ด้วยแม่พิมพ์โลหะและเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (hydraulic press) อัดแบบทิศทางเดียว (uniaxial pressing) ดังรูป 2.5 ด้วยความดัน 0.5 ตัน เป็นเวลานาน 30 วินาที โดยใช้ PVA ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักเป็นสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยให้อนุภาคเชื่อมต่อกัน เมื่อได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลม (disk) นำชิ้นงานวางเรียงในถ้วยอลูมินา แล้วใช้ผง PZT กลบชิ้นงานและโดยให้ผงอลูมินากลบด้านบนและด้านล่างของผง PZT อีกชั้นหนึ่ง แล้วนำไปวางในเตาเผาสาร โดยเผาแซ่ที่อุณหภูมิ 500 °ซ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง เพื่อไล่ PVA แล้วเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ T_s เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ/นาที่ (รูป 2.6) จะได้สารเซรามิก PMN PZT และ PMN-PZT โดยใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกัน จากนั้นนำสารเซรามิกที่เตรียมได้มาทำขั้วอิเล็กโทรด (electrode) ด้วยการทาด้วยกาวเงิน (silver paste) ที่ผิวทั้งสองด้านของสารเซรามิก แล้วนำไปเผาในเตาเผาสารด้วยอุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลานาน 12 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °ซ/นาที่ นอกจากนี้สารเซรามิกที่ผ่านการเผาแล้วได้ถูกนำมาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ เช่น การหดตัว (shrinkage), และความหนาแน่น (density)



รูป 2.5 แม่พิมพ์โลหะและเครื่องอัดระบบไฮดรอลิกใช้สำหรับการอัดขึ้นรูป



รูป 2.6 แผนผังการเผาซินเตอร์สารเซรามิก
เมื่อ T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ซินเตอร์

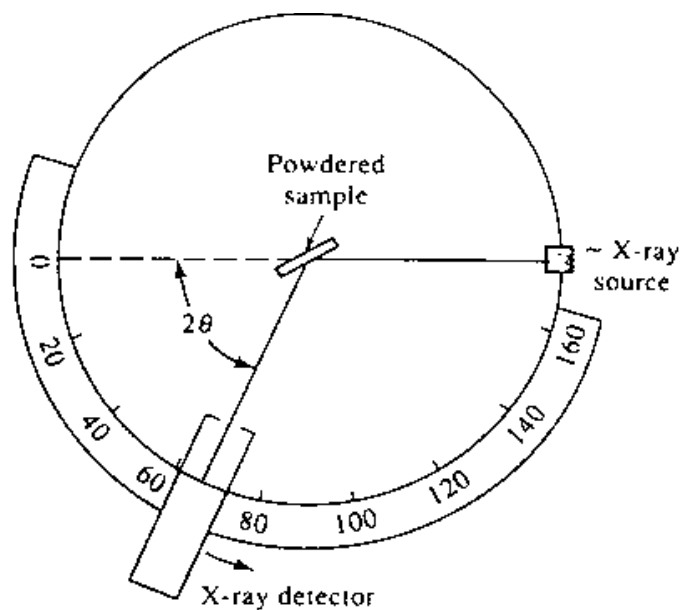
2.2.5 การตรวจสอบสารเซรามิกด้วยเทคนิค XRD

โครงสร้างผลึกของสารเซรามิกที่เตรียมได้สามารถตรวจสอบได้โดยการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอกซ์ (x-ray) ซึ่งมีความยาวคลื่นสั้นในระดับเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมของเซรามิก เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบเซรามิกจะเกิดการกระเจิง (scatter) ในทุกทิศทางโดยรังสีเลี้ยวเบนจะทำมุม 2θ กับรังสีตกกระทบ เมื่อนำเครื่องตรวจจับ (detector) มาวางที่ตำแหน่งมุมที่เกิดการเลี้ยวเบนก็สามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏซึ่งแสดงดังรูป 2.7

ถ้ารังสีเลี้ยวเบนจากชุดระนาบเดียวกันร่วมเฟสกัน (in phase) จะเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ซึ่งแสดงดังสมการที่ 4 ก็จะสามารถทราบประเภทของโครงสร้างผลึกได้

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (4)$$

- เมื่อ
- n คือ 1,2,3,
 - λ คือ ความยาวคลื่น (wavelength)
 - d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (interplanar spacing)
 - θ คือ มุมเลี้ยวเบน (diffraction angle)



รูป 2.7 แผนภาพการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD

ขั้นตอนเตรียมสารเซรามิกสำหรับตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD

1. นำสารเซรามิกที่เตรียมได้บรรจุลงในแผ่นสารตัวอย่าง (sample holder) โดยที่พื้นผิวของสารเซรามิกจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกันกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง
2. ใส่แผ่นสารตัวอย่างในเครื่อง XRD
3. เริ่มเดินเครื่อง XRD โดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เป็น 20° และมุมสุดท้ายมีค่า 2θ เป็น 60°
4. จะได้รูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ นำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบลักษณะของเฟสของสารเซรามิก

เมื่อมีพีคริงส์เอกซ์เพลกปลอมจะสามารถคำนวณปริมาณสารแปลกปลอมโดยคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ได้จากสมการ (5) ซึ่งยกตัวอย่างให้เห็นว่าถ้ากรณี PbZrO_3 เป็นสารแปลกปลอม

$$\text{ปริมาณเปรียบเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์ของเฟส } \text{PbZrO}_3 = \frac{I_{\text{PbZrO}_3}}{I_{\text{PbZrO}_3} + I_{\text{maximum}}} \times 100 \quad (5)$$

2.2.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิก

2.2.6.1 การหาการหดตัวหลังเผา (firing shrinkage)

นำเซรามิกที่ผ่านการเผาแล้วมาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังการเผาโดยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของเซรามิกทั้งก่อนและหลังการเผาซินเตอร์ จากนั้นนำค่าที่วัดได้มาคำนวณดังสมการที่ 6

$$V = \pi r^2 \times d \quad (6)$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรของเซรามิก
 r คือ รัศมีของเซรามิก
 d คือ ความหนาของเซรามิก

จะได้ปริมาตรก่อนการเผา (V_1) และหลังการเผา (V_2) แล้วคำนวณหาค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก ดังสมการ 7

$$S = \left(\frac{V_1 - V_2}{V_1} \right) \times 100 \quad (7)$$

เมื่อ S คือ ร้อยละของการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิก
 V_1 คือ ปริมาตรของเซรามิกก่อนเผา
 V_2 คือ ปริมาตรของเซรามิกหลังเผา

2.2.6.2 การหาความหนาแน่น (density)

การหาความหนาแน่นของเซรามิก ด้วยการใช้หลักการแทนที่ของน้ำของ Archimedes โดยนำเซรามิกที่เตรียมได้ต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ แล้วนำไปชั่งน้ำหนักในน้ำ (w_3) และชั่งขณะเปียก (w_2) แล้วนำไปอบในตู้อบสารเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศ (w_1) แล้วคำนวณหาความหนาแน่นของเซรามิกดังสมการ 8

$$\rho_c = \left(\frac{w_1}{w_2 - w_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (8)$$

เมื่อ	ρ_{H_2O}	คือ ความหนาแน่นของน้ำ
	ρ_c	คือ ความหนาแน่นของเซรามิก
	w_1	คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ
	w_2	คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก
	w_3	คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

2.2.7 การตรวจสอบโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

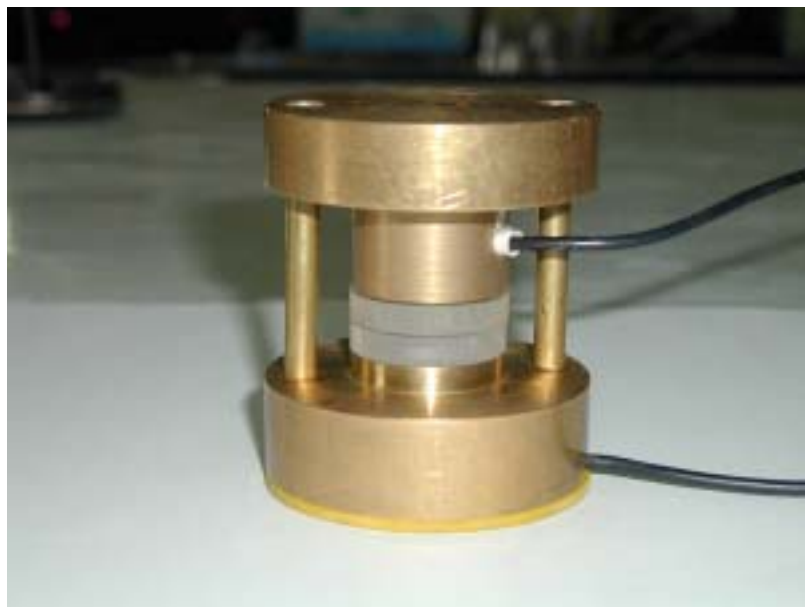
สำหรับการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้จะต้องตรวจสอบด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ขั้นตอนการเตรียมสารเซรามิกสำหรับตรวจสอบด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

1. นำเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดเศษสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวเซรามิก
2. นำเซรามิกไปอบด้วยตู้อบสารเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เซรามิกแห้ง
3. หักเซรามิกให้มีขนาดเล็กลง แล้วนำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stub) ด้วยเทปกาวยาง หน้า โดยจัดให้บริเวณทั้งที่เป็นลักษณะของผิวหน้า (free surface) และ รอยหัก (fractured surface) วางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมแก่การตรวจสอบ
4. ทำการเคลือบผิวของเซรามิกด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 4 นาที ก่อนจะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

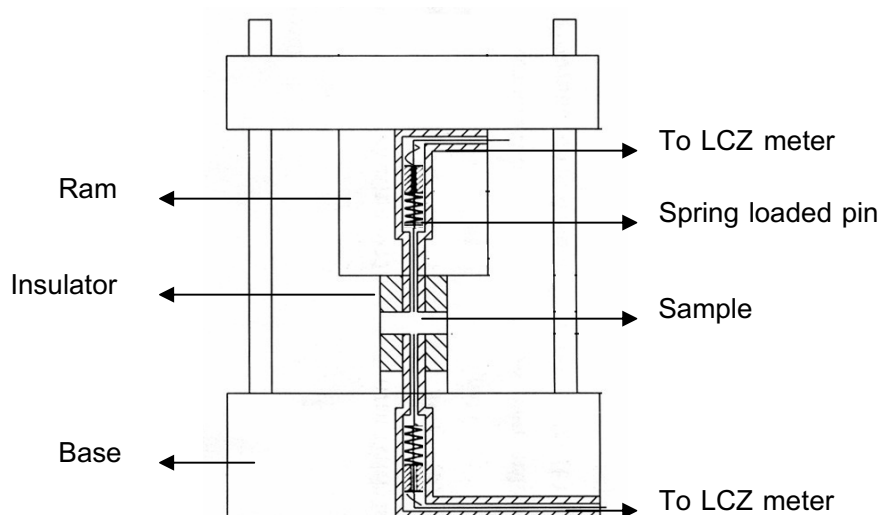
2.3 การออกแบบและจัดสร้างเครื่องมืออัดแรงเค้นแบบแกนเดียว (Uniaxial Stress Compressometer)

ในการออกแบบและจัดสร้างเครื่องมือเพื่อศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวนั้น ทางคณะผู้วิจัยได้จัดสร้างเครื่องมืออัดแรงเค้นแบบแกนเดียว (Uniaxial Stress Compressometer) (ดังรูป 2.8 และรูป 2.9) ซึ่งประกอบด้วยแท่งทองเหลืองทรงกระบอกส่วนฐาน (base) แท่งทองเหลืองทรงกระบอกส่วนตัวต้น (ram) และแท่งทองเหลืองขนาดเล็กอีกสองแท่ง (ดังรูป 2.10) ซึ่งทำหน้าที่ยึดระหว่างทองเหลืองส่วนฐานกับทองเหลืองส่วนตัวต้น เพื่อช่วยให้ทองเหลืองส่วนตัวต้นเคลื่อนที่ในแนวแกนเดียวเสมอ และป้องกันแรงเฉือนเนื่องจากแรงกดที่กระทำกับส่วนตัวต้น สารเซรามิกที่เตรียมได้จะถูกวางระหว่างฉนวนซึ่งเป็นส่วนที่สามารถป้องกันการสูญเสียรูปร่างของเซรามิกเนื่องจากแรงเฉือน (shear deformation) ซึ่งมาจากความยืดหยุ่นที่แตกต่างกันของทองเหลืองกับเซรามิก (รายละเอียดในภาคผนวก จ ข ฎ และ ฏ)

สมบัติของสารเซรามิกจะถูกวัดจากหัววัด (spring loaded cell) ซึ่งสัมผัสกับบริเวณผิวของเซรามิก ซึ่งสามารถต่อกับเครื่องมือวัดจากภายนอก เช่น LCZ-meter เพื่อวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant) และวงจร Sawyer-Tower เพื่อวัดวงวนฮีสเทอรีซิส (hysteresis loop) เป็นต้น



รูป 2.8 เครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียว (uniaxial stress compressometer)



รูป 2.9 แผนภาพแสดงเครื่องมือเพื่อศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียว หรือ uniaxial stress compressometer



รูป 2.10 แสดงลักษณะภายในเครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียว (uniaxial stress compressometer)

ในการทดลองเพื่อศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติต่างๆของวัสดุนั้นสามารถทำได้ทั้งในสภาวะความเค้นต่ำและในสภาวะความเค้นสูง โดยที่ในสภาวะความเค้นต่ำจะใช้อุปกรณ์ในการทดลองแสดงดังรูป 2.11 โดยใช้หลักการของคานยื่น (Cantilever Beam) ซึ่งมวลที่ใช้อยู่ในช่วง 0-3500 กรัม โดยเพิ่ม/ลดมวลครั้งละ 500 กรัม และการศึกษาที่สภาวะความเค้นสูงจะใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิกซึ่งใช้แรงอัดในช่วง 0-10 MPa ดังแสดงในรูป 2.12



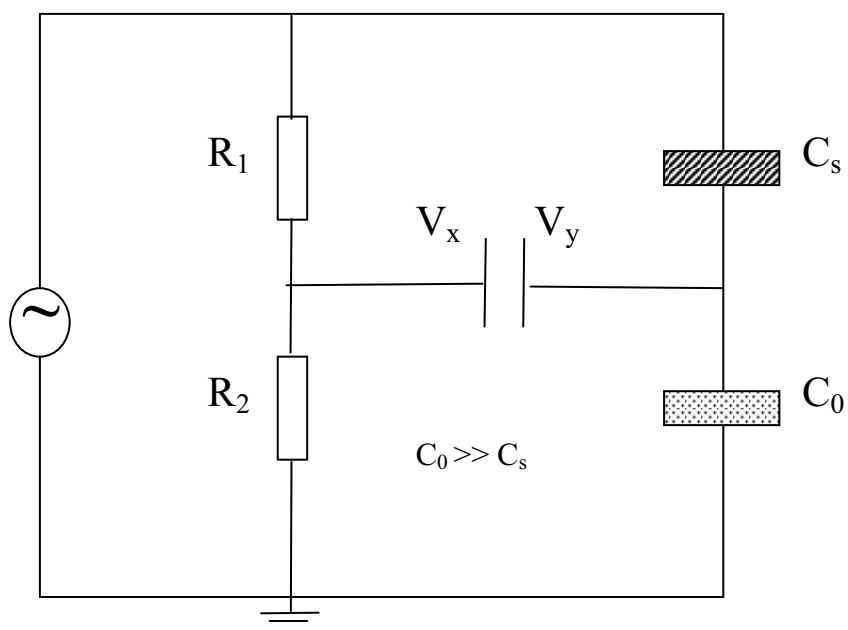
รูป 2.11 การใช้เครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียวในสภาวะความเค้นต่ำ



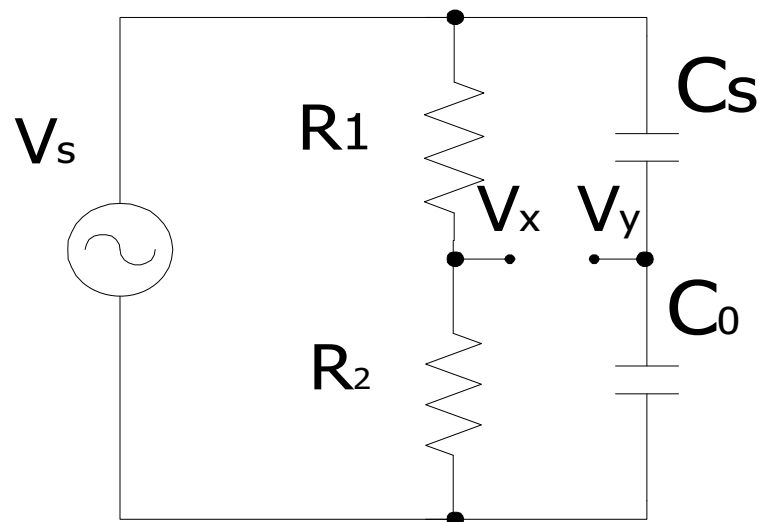
รูป 2.12 การใช้เครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดียวในสภาวะความเค้นสูง

2.4 การจัดสร้างวงจร Sawyer-Tower

ในการออกแบบและจัดสร้างอุปกรณ์เพื่อศึกษาสมบัติฮิสเทอรีซิสในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริก นั้น ทางคณะผู้วิจัยได้จัดสร้างวงจร Sawyer-Tower¹⁷ (ดังแสดงในรูปที่ 2.13) ซึ่งเป็นวงจรที่ง่าย ที่สุดในการวัดสมบัติฮิสเทอรีซิส โดยที่ค่าต่างๆที่ใช้ในการวิจัยนี้แสดงในรูปที่ 2.14

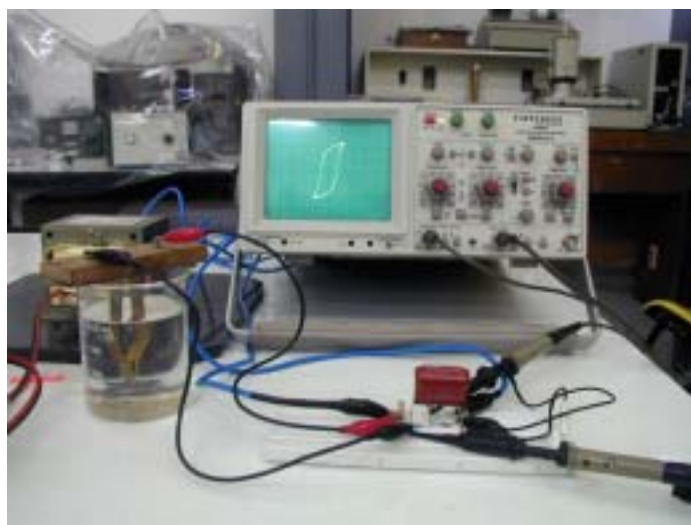


รูป 2.13 แสดง Sawyer-Tower Circuit



รูป 2.14 แสดงวงจร Sawyer-Tower ที่ใช้ในการทดลอง
 $(R_1 = 6.8 \text{ M}\Omega \quad R_2 = 10 \text{ k}\Omega \quad C_0 = 0.1 \text{ }\mu\text{F} \quad C_s = \text{PZT}, \quad C_0 \gg C_s)$

การต่ออุปกรณ์ต่างๆ ในวงจร Sawyer-Tower นั้นแสดงในรูปที่ 2.15 โดยที่ V_x และ V_y จากรูปที่ 2.13 นั่นคือ การต่อเข้าที่สัญญาณแนวนอนและแนวตั้งของออสซิลโลสโคป เพื่อที่จะแสดงผลที่ได้จากการวัดแสดงบนหน้าจอออสซิลโลสโคป ดังแสดงในรูปที่ 2.16 โดยที่แกนนอนของวงวนฮิสเทอรีซิสบนหน้าจอแทนค่าความต่างศักย์ที่ตกคร่อมสารตัวอย่าง (C_s) และแกนตั้งของวงวนฮิสเทอรีซิสบนหน้าจอแทนค่าความต่างศักย์ตกคร่อมตัวเก็บประจุ (C_0) ซึ่งแปรผันโดยตรงกับประจุที่เกิดขึ้นบนสารตัวอย่าง ซึ่งสามารถนำไปคำนวณหาค่าโพลาริเซชันที่เปลี่ยนแปลงไปบนสารตัวอย่าง ได้จากสมการ $P = C_0 V/A$ เมื่อ A เป็นพื้นที่หน้าตัดของสารตัวอย่าง (C_s) (รายละเอียดในภาคผนวก ข)



รูป 2.15 แสดงการต่ออุปกรณ์ในวงจร Sawyer-Tower



รูป 2.16 แสดงลักษณะของวงวนฮีสเทอรีซิสบนหน้าจอออสซิลโลสโคป

2.5 การศึกษาอิทธิพลความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต-เลดแมกนีเซียมไนโอเบต

ในการที่จะศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PMN-PZT นั้น สารเซรามิกจะต้องผ่านการทำอิเล็กโทรด โดยการใช้กาวเงิน (silver paste) ทาที่ผิวทั้งสองด้านของสารเซรามิก ก่อนที่จะนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นระยะเวลา 5 นาที เพื่อทำให้เกิดชั้นนำไฟฟ้า และในการที่จะศึกษาสมบัติฮีสเทอรีซิสและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิก PMN-PZT นั้น สารเซรามิกจะต้องผ่านการทำขั้ว (Poling) โดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงในระดับ 4 kV/mm กับสารเซรามิกที่อุณหภูมิ 120 °ซ เป็นระยะเวลา 30 นาที

ในการทดลองได้ศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวทั้งในสภาวะความเค้นต่ำและสภาวะความเค้นสูงที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก ซึ่งสมบัติไดอิเล็กตริกที่สามารถวัดได้ คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) ซึ่งสามารถอ่านค่าได้จากเครื่อง LCZ-meter

ในสภาวะความเค้นต่ำจะใช้อุปกรณ์ในการทดลอง แสดงดังรูป 2.17 ซึ่งมวลที่ใช้อยู่ในช่วง 0-3500 กรัม โดยเพิ่ม/ลดมวลครั้งละ 500 กรัม แล้วอ่านค่าจาก LCZ-meter ซึ่งเป็นค่าความจุของตัวเก็บประจุ (capacitance) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ($\tan \delta$) และจะต้องคำนวณค่า ϵ_r จากสมการที่ 9

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (9)$$

- เมื่อ C คือ ค่า capacitance
 d คือ ความหนาของสารเซรามิก
 A คือ พื้นที่ผิวของเซรามิก
 ϵ_0 คือ ค่า permittivity ของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} F/m
 ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant)

และการศึกษาที่สภาวะความเค้นสูงจะใช้เครื่องอัดระบบไฮดรอลิกซึ่งใช้แรงอัดในช่วง 0-10 MPa ดังแสดงในรูป 2.18



รูป 2.17 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้วัดค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ ที่สภาวะความเค้นต่ำ



รูป 2.18 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้วัดค่า ϵ_r และ $\tan \delta$ ที่สภาวะความเค้นสูง

ทั้งนี้การศึกษาอิทธิพลความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไฟฟ้าเชิงกล (ในที่นี้คือ สมบัติฮิสเทอรีซิส) นั้นจะใช้ชุดอุปกรณ์เดียวกัน แต่แทนที่ LCZ-meter ด้วยวงจร Sawyer-Tower และจุ่มสารตัวอย่างในน้ำมันซิลิโคนระหว่างการทดลองเพื่อหลีกเลี่ยงการทลายและการลัดวงจร

3. ผลการทดลองและการวิจารณ์ผล

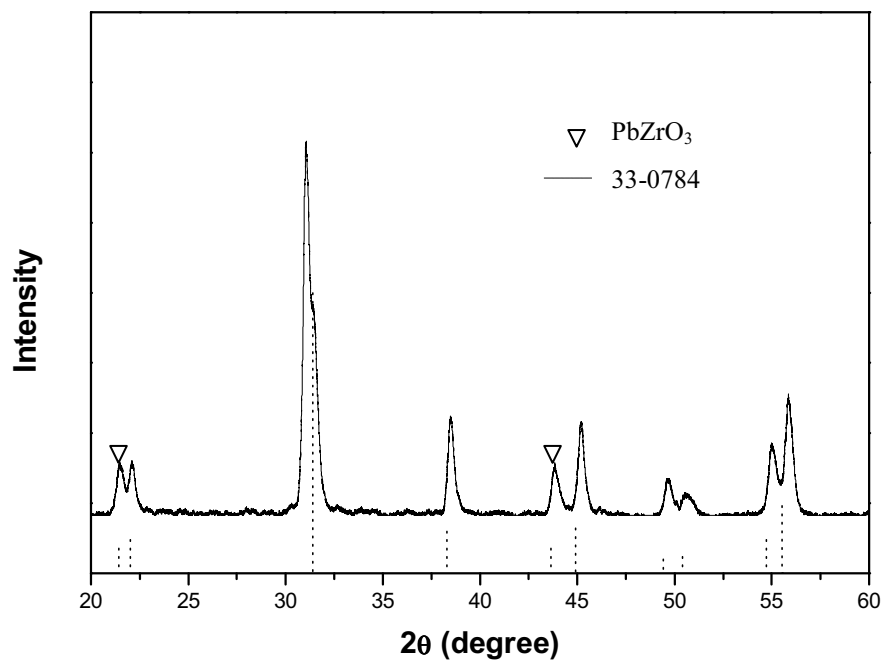
ในส่วนนี้จะนำเสนอผลการเตรียมเซรามิกในระบบ PMN-PZT ผลการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค SEM และการศึกษาถึงอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลของเซรามิกในระบบ PMN-PZT โดยใช้เครื่องมืออัดแรงแบบแกนเดี่ยวและวงจร Sawyer-Tower ที่ได้ออกแบบและจัดสร้างขึ้น นอกจากนี้ผลการศึกษาในส่วนของสมบัติเชิงกลและสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลในเชิงลึกอื่นๆที่ได้ศึกษาเพิ่มเติม เพื่อประกอบการศึกษานี้จะไม่ขอนำเสนอรายละเอียดในที่นี้ แต่ได้รวบรวมไว้ในส่วนของผลงานที่ได้รับการเผยแพร่ในภาคผนวก

3.1 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ผงและเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค XRD

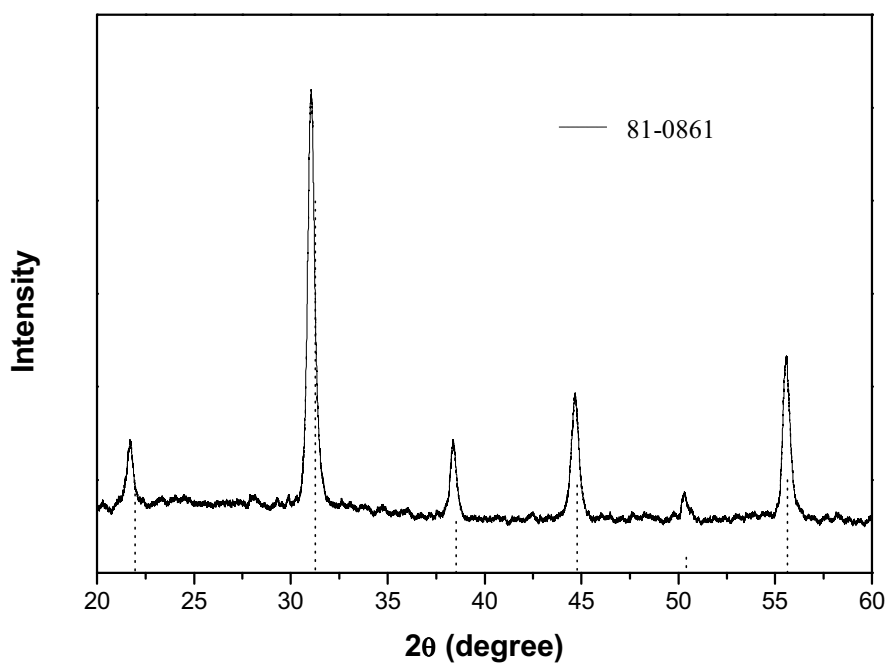
จากการตรวจสอบเซรามิก PZT ที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิค XRD มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (รูป 3.1) สอดคล้องกับข้อมูลของสาร PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 33-0784 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบเตตระกอนอล และเมื่อพิจารณาโดยละเอียดพบว่า มีพีคส์รังสีเอกซ์แปลกปลอมปรากฏอยู่ที่บริเวณมุม 2θ ประมาณ 21.48 และ 43.84 องศาซึ่งมีความใกล้เคียงกับเฟสเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3) แสดงว่าเซรามิก PZT ที่เตรียมได้มีการเจือปนของสารเลดเซอร์โคเนตอยู่ด้วยโดยคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ได้จากการคำนวณจากสมการ (5) ดังที่ได้กล่าวมาแล้ว ได้ค่าเปอร์เซ็นต์ของเฟสเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3) เป็น 12.66 % ซึ่งคาดว่าสารแปลกปลอมนี้มาจากการใช้ PZT กลบในขณะเผาซินเตอร์ จึงปนเปื้อนที่ผิวของเซรามิกได้

ส่วนเซรามิก PMN ที่เตรียมได้ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (รูป 3.2) ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลของสาร PMN สูตร $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบคิวบิก

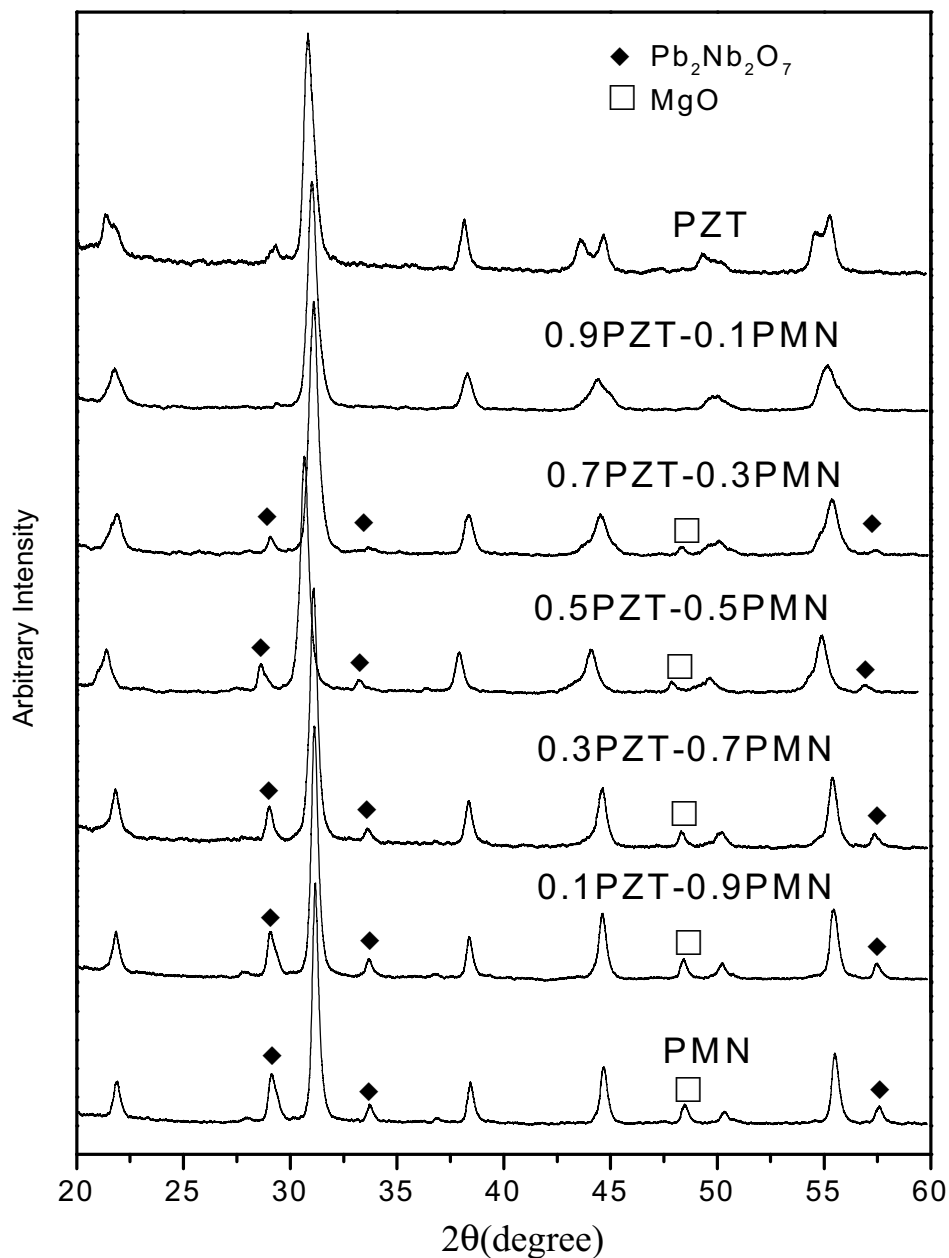
ลักษณะการเปลี่ยนแปลงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ในแต่ละอัตราส่วนโดยโมลของเซรามิก PMN-PZT (รูป 3.3) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PZT จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของสาร PMN และสาร PZT ปะปนกันขึ้นอยู่กัอัตราส่วนโดยโมล ซึ่งจะเห็นข้อแตกต่างน้อยมากเนื่องจากว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของสารทั้งสองมีลักษณะใกล้เคียงกัน (รายละเอียดในภาคผนวก ก ค ฎ และ ฏ)



รูป 3.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT



รูป 3.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN



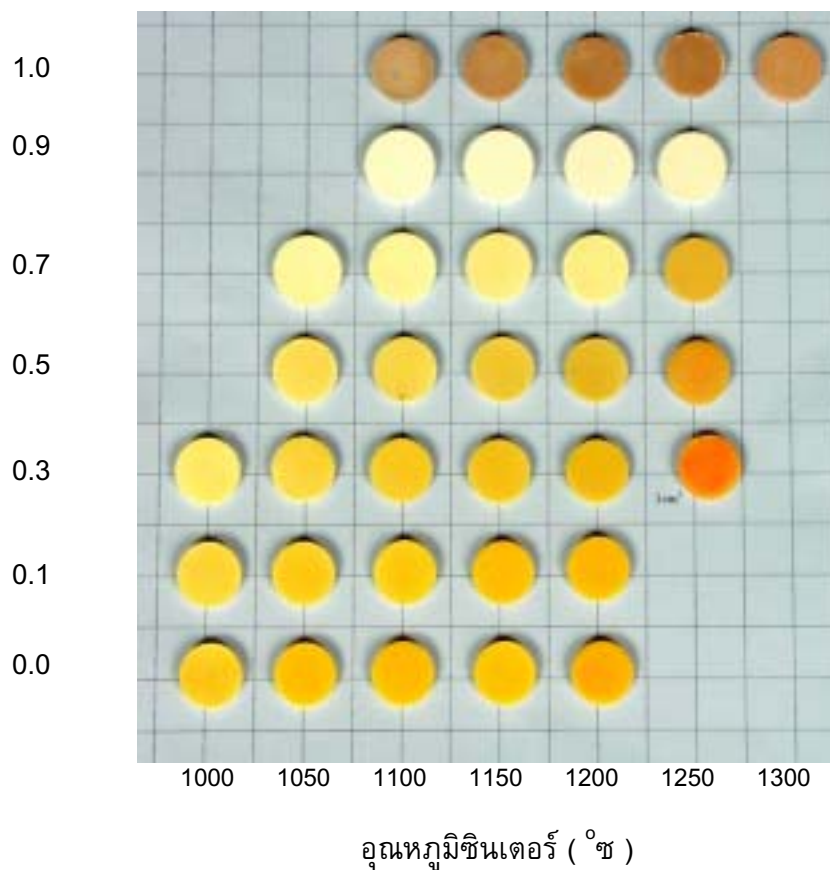
รูป 3.3 การเปลี่ยนแปลงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PZT

3.2. ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

เมื่อนำเซรามิก PMN-PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์มาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิกโดยจะได้ว่าเซรามิก PZT ที่เตรียมได้มีสีน้ำตาล ส่วนเซรามิก PMN จะมีสีเหลืองอ่อน ในขณะที่เซรามิก PMN-PZT มีสีที่เปลี่ยนแปลงไปจากสีน้ำตาลไปสู่สีเหลืองตามอัตราส่วนโดยโมล ดังแสดงในรูป 3.4 เมื่อนำเซรามิกที่เตรียมได้มาทำการตรวจสอบค่าการหดตัวหลังเผา ค่าความหนาแน่น ผลที่ได้แสดงดังตาราง 3.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่าค่าความหนาแน่น และค่าร้อยละการ

หดตัวโดยปริมาตรของ สารเซรามิก PMN-PZT มีการเปลี่ยนแปลงที่ไม่ขึ้นกับการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของอัตราส่วนโดยโมล

ปริมาณสัดส่วน PZT โดยโมล



รูป 3.4 สีและลักษณะโดยทั่วไปของเซรามิกในระบบ $(1-x)\text{PMN}-x\text{PZT}$

ตาราง 3.1 สมบัติทางกายภาพของสารเซรามิก PMN-PZT ที่เตรียมได้

สารเซรามิก	ค่าความหนาแน่น (g/cm^3)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร
PZT	7.59 ± 0.11	33.5 ± 1.1
0.1PMN-0.9PZT	6.09 ± 0.11	18.6 ± 0.1
0.3PMN-0.7PZT	7.45 ± 0.10	30.8 ± 2.7
0.5PMN-0.5PZT	7.86 ± 0.05	38.3 ± 0.1
0.7PMN-0.3PZT	7.87 ± 0.07	40.4 ± 0.9
0.9PMN-0.1PZT	7.90 ± 0.09	38.8 ± 0.1
PMN	7.82 ± 0.06	39.9 ± 0.6

3.3. ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

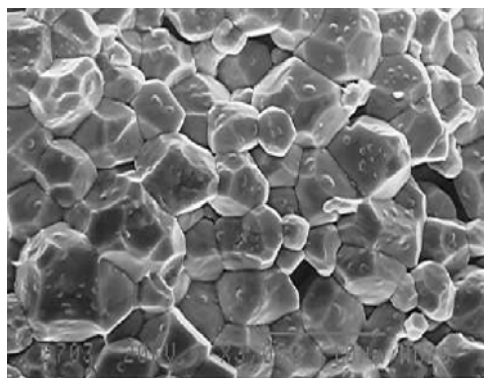
จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าลักษณะเกรนของสารเซรามิก PZT ที่เตรียมได้ จะมีรูปร่างหลายเหลี่ยมและมีขนาดเกรนอยู่ในช่วง $2-7\ \mu\text{m}$ ซึ่งมีขนาดเกรนที่แตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัดและยังพบว่ามีเกรนที่มีลักษณะผิดปกติ คาดว่าเกิดจากการสูญเสียตะกั่วในขณะที่ทำการเผาซินเตอร์

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN จะพบว่าขนาดเกรนอยู่ในช่วง $2-4\ \mu\text{m}$ และยังสังเกตเห็นว่าเกิดการหลอมรวมกันของอนุภาค PMN แต่ยังไม่เกิดการแน่นตัว ซึ่งส่วนใหญ่จะมีรูปร่างกลมมากกว่ารูปร่างหลายเหลี่ยม อาจเนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เป็นอุณหภูมิในการซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial sintering) ซึ่งเป็นช่วงที่อนุภาคผงภายในเซรามิกเริ่มมีการจัดเรียงตัวใหม่และเริ่มเกิดพันธะที่แข็งแรงขึ้นมาที่จุดสัมผัสระหว่างอนุภาคผง จึงทำให้อนุภาคผงมีการแตกตัวมากยิ่งขึ้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของเซรามิกในช่วงนี้เพิ่มขึ้น

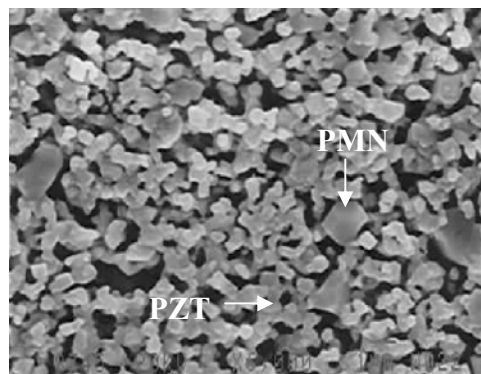
สำหรับเซรามิก PMN-PZT มีโครงสร้างจุลภาคที่เกิดการแน่นตัว ลักษณะเกรนจะมีรูปร่างหลายเหลี่ยม โดยที่ขนาดเกรนจะแตกต่างกันแล้วแต่อัตราส่วนโดยโมล (รูป 3.5) โดยสารเซรามิกที่เตรียมได้มีขนาดเกรนเฉลี่ยแสดงดังตาราง 3.2

ตาราง 3.2 ขนาดเกรนเฉลี่ยของสารเซรามิก PMN-PZT ที่เตรียมได้

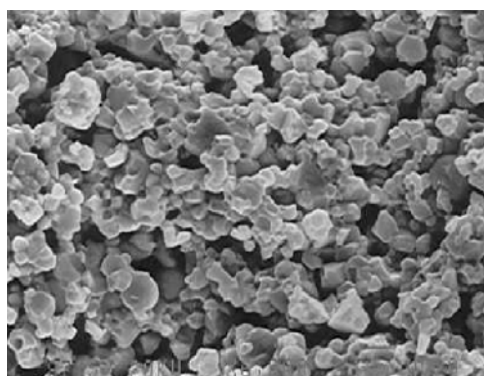
สารเซรามิก	ช่วงของขนาดเกรน (μm)	ขนาดเฉลี่ยของเกรน (μm)
PZT	2-7	5.23
0.1PMN-0.9PZT	0.5-2	0.80
0.3PMN-0.7PZT	0.5-3	1.65
0.5PMN-0.5PZT	0.5-5	1.90
0.7PMN-0.3PZT	1-4	1.40
0.9PMN-0.1PZT	1-4	1.50
PMN	2-4	3.25



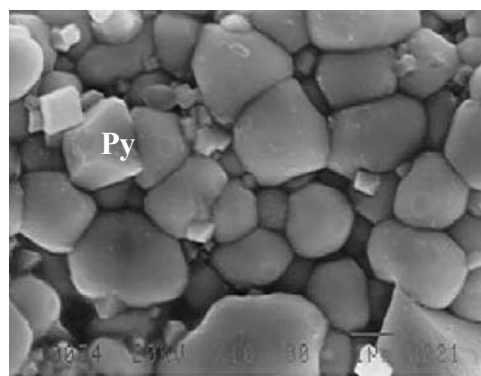
(ก)



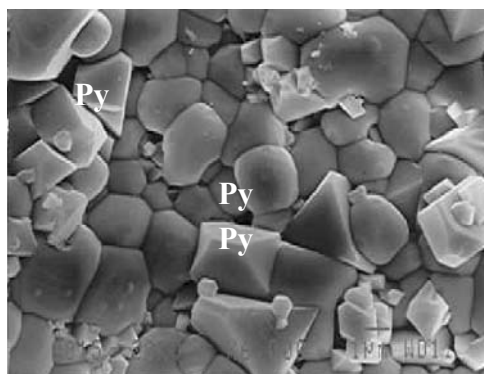
(ข)



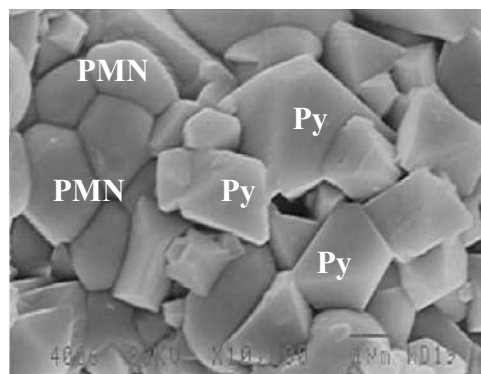
(ค)



(ง)



(จ)



(ฉ)

รูป 3.5 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PZT (ก) PZT; (ข) 0.1PMN-0.9PZT; (ค) 0.3PMN-0.7PZT; (ง) 0.7PMN-0.3PZT; (จ) 0.9PMN-0.1PZT; and (ฉ) PMN (Py แสดง เฟส Pyrochlore)

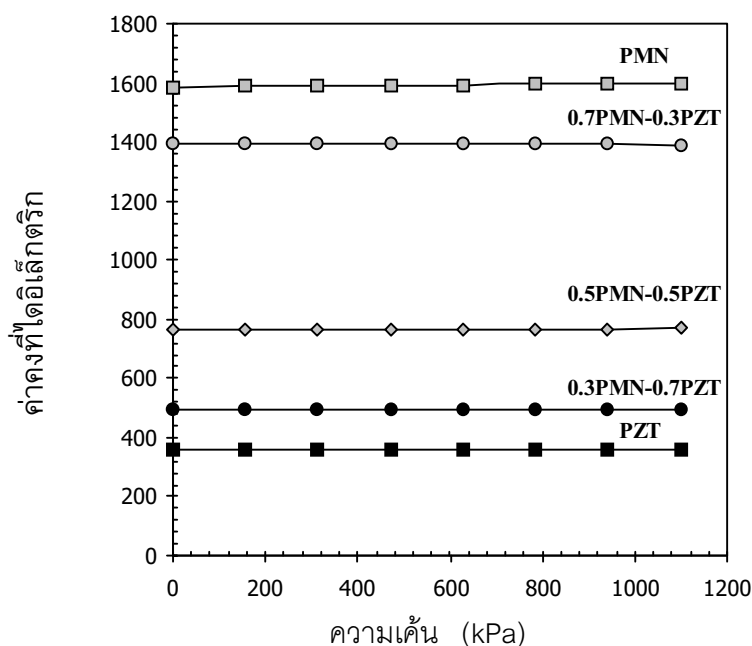
3.4 ผลการศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริก

3.4.1 กรณีที่สารเซรามิกยังไม่ผ่านการทำขั้ว (unpoled)

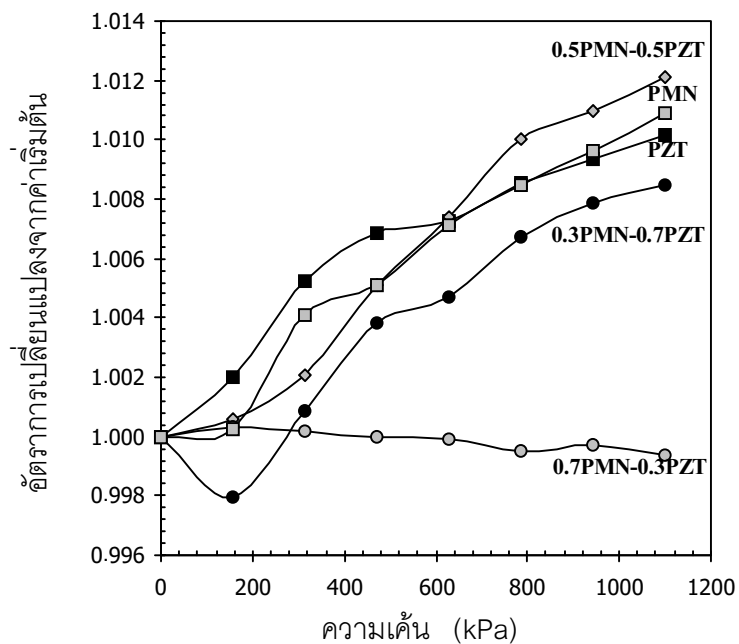
3.4.1.1 ผลของอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

เมื่อสารเซรามิก PMN-PZT อยู่ภายใต้สภาวะความเค้นต่ำ (0-1100 kPa) ดังรูป 3.6 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะมีการเปลี่ยนแปลงจากค่าเริ่มต้นน้อยมากซึ่งมีค่าไม่แน่นอนขึ้นอยู่กับอัตราส่วนโดยโมล (รูป 3.7)

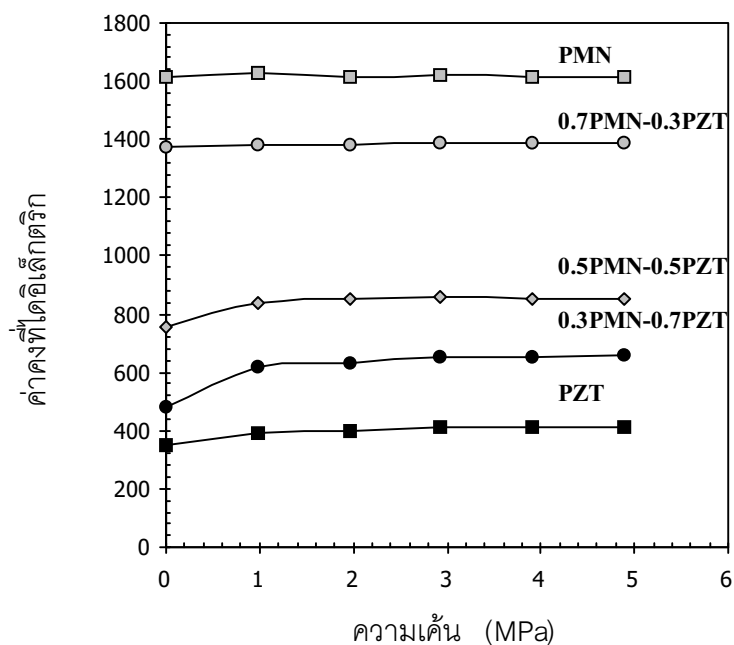
เมื่อทำการทดลองภายใต้สภาวะความเค้นสูง (0-5 MPa) ดังรูป 3.8 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะมีค่าเพิ่มขึ้นในช่วงเริ่มต้น แต่จะมีค่าคงที่เมื่อความเค้นสูงขึ้น (รูป 3.9) (รายละเอียดในภาคผนวก ข และ ฎ)



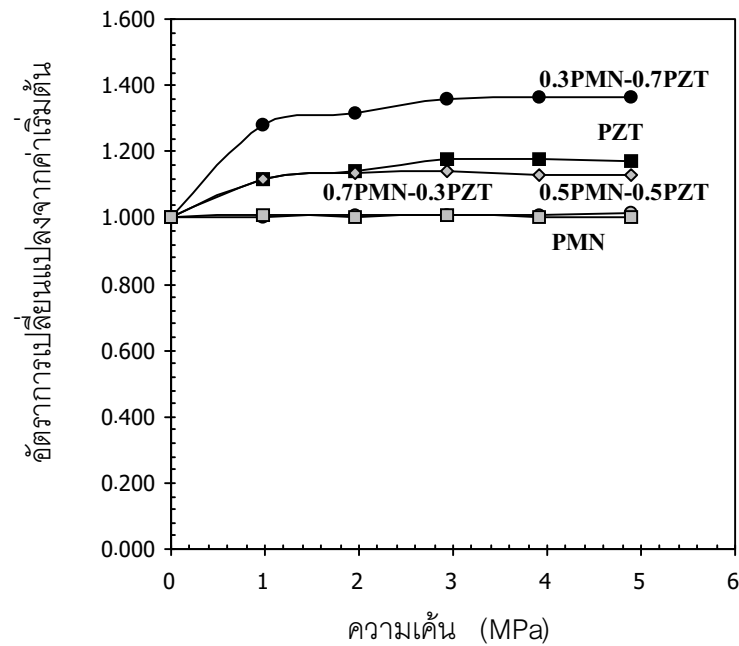
รูป 3.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นต่ำ



รูป 3.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราค่าเปลี่ยนแปลงจากค่าเริ่มต้นของค่าคงที่ได้อิเล็กทรอนิกส์กับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นต่ำ



รูป 3.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ได้อิเล็กทรอนิกส์กับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นสูง

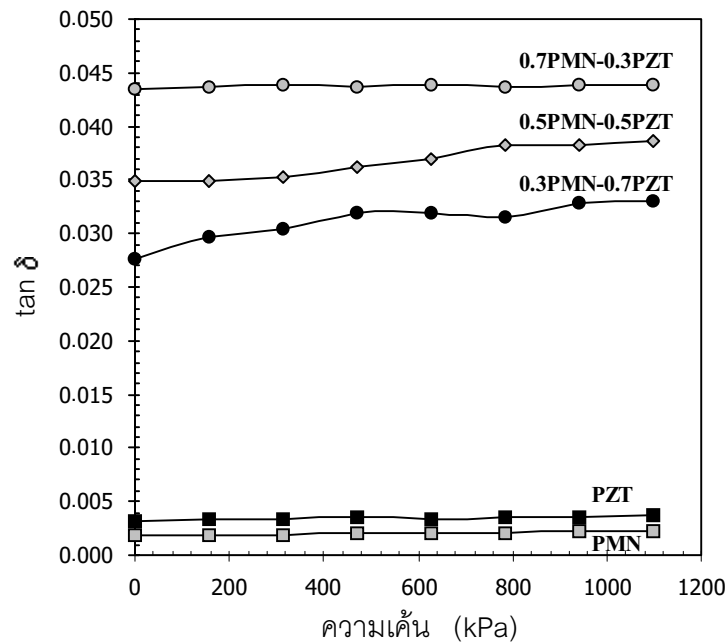


รูป 3.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการใช้พลังงานต่อหน่วยความเค้นของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นสูง

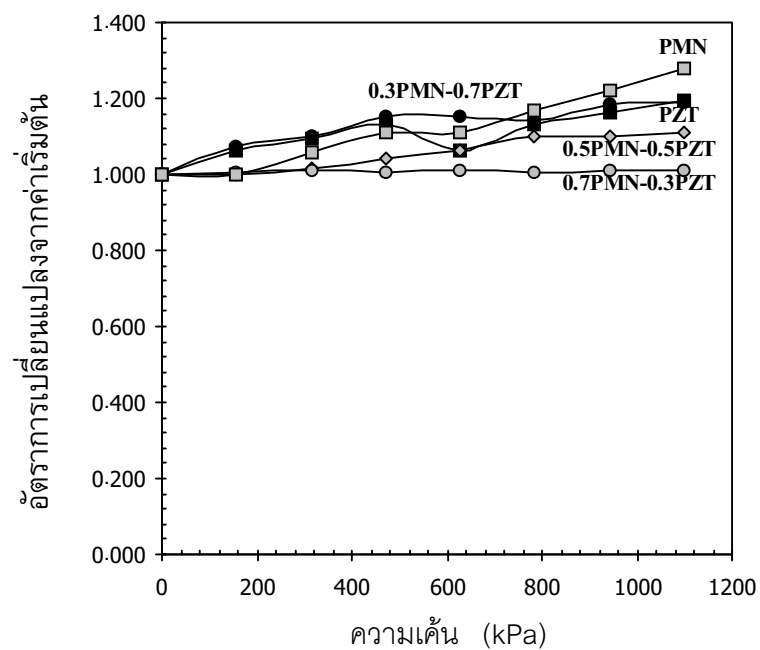
3.4.1.2 ผลของอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก

ในสภาวะความเค้นต่ำ (0-1100 kPa) ดังรูป 3.10 จะไม่มีการเปลี่ยนแปลงของการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกที่ชัดเจนเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความเค้น ส่วนอัตราการใช้พลังงานต่อหน่วยความเค้นแสดงว่ามีค่าเพิ่มขึ้นแต่น้อยมาก (รูป 3.11)

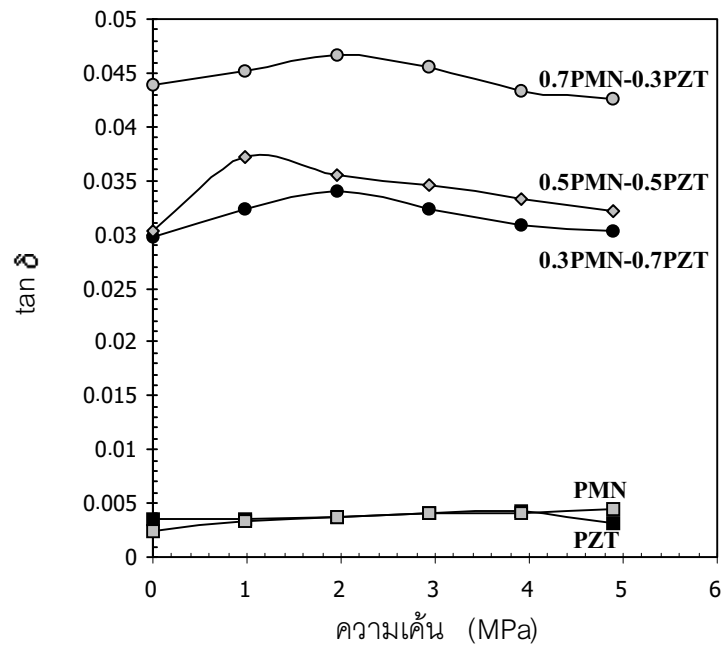
เมื่ออยู่ในสภาวะความเค้นสูง (0-5 MPa) ดังรูป 3.12 ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกจะเพิ่มขึ้นในช่วงแรกแล้วมีการลดลงเมื่อความเค้นสูงขึ้น อัตราการใช้พลังงานต่อหน่วยความเค้นจะเพิ่มขึ้นในช่วงแรก แล้วลดลงเช่นกัน (รูป 3.13) อย่างไรก็ตาม PMN และ PZT จะมีการเปลี่ยนแปลงที่แตกต่างกันไป โดยที่ PMN จะมีการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกเพิ่มมากขึ้นเมื่อความเค้นสูงขึ้น ในขณะที่ PZT จะมีการลดลงของการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกอย่างมากเมื่อความเค้นมีค่าสูงเกิน 4 MPa



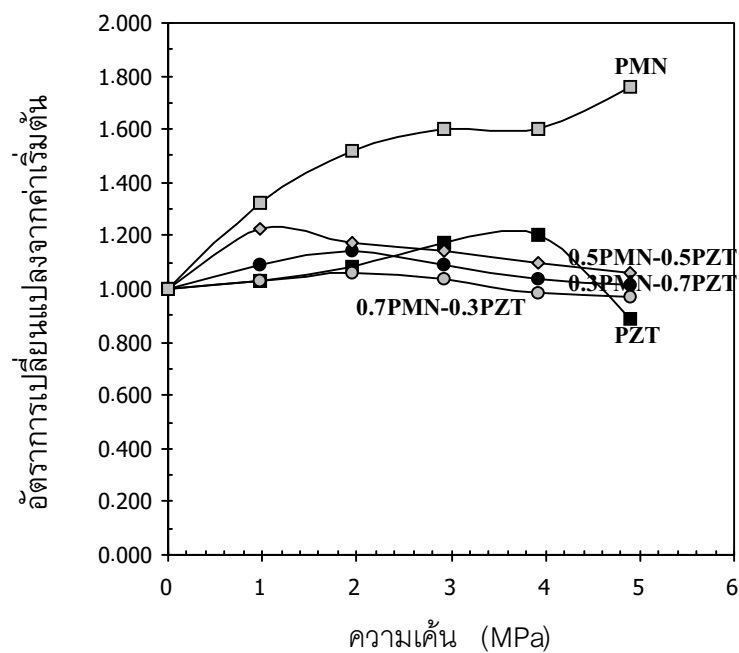
รูป 3.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับ ความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นต่ำ



รูป 3.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเปลี่ยนแปลงจากค่าเริ่มต้นของ การสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้ สภาวะความเค้นต่ำ



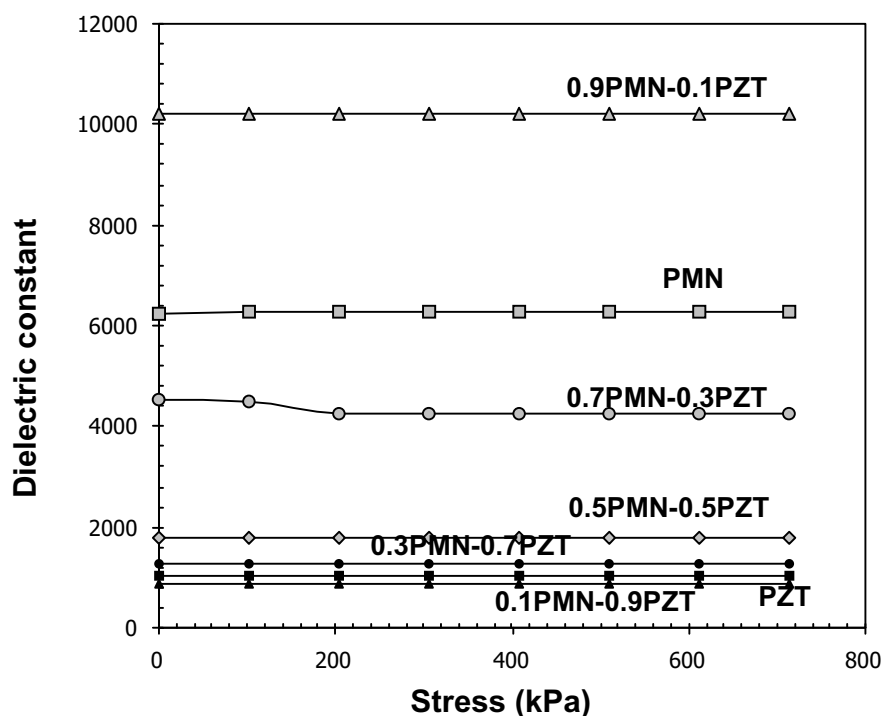
รูป 3.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับ
ความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นสูง



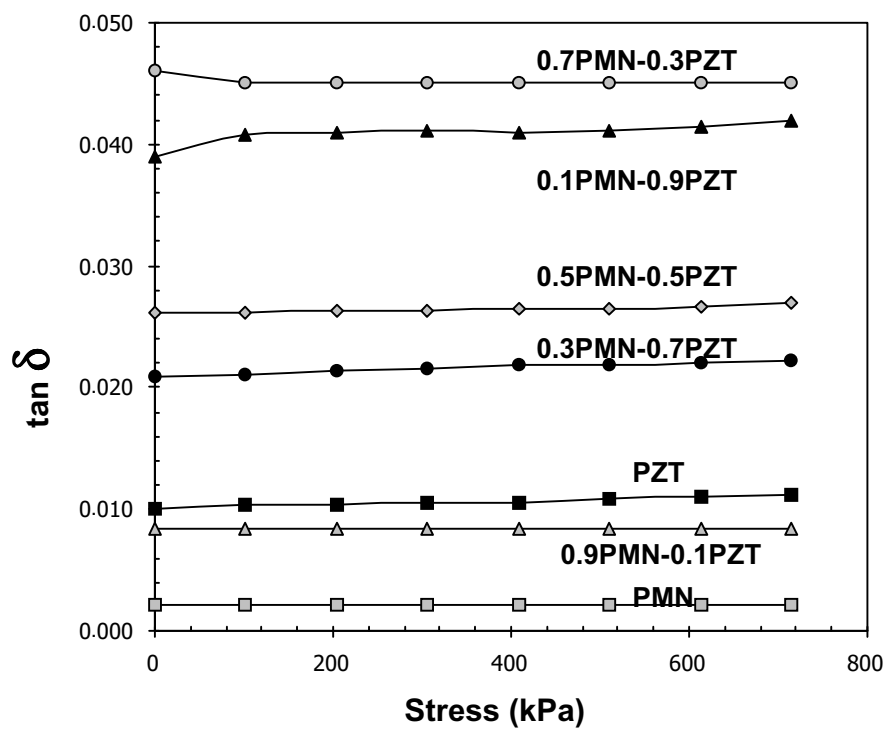
รูป 3.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเปลี่ยนแปลงจากค่าเริ่มต้น
ของการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT
ภายใต้สภาวะความเค้นสูง

3.4.2 กรณีที่สารเซรามิกยังผ่านการทำขั้วแล้ว (poled)

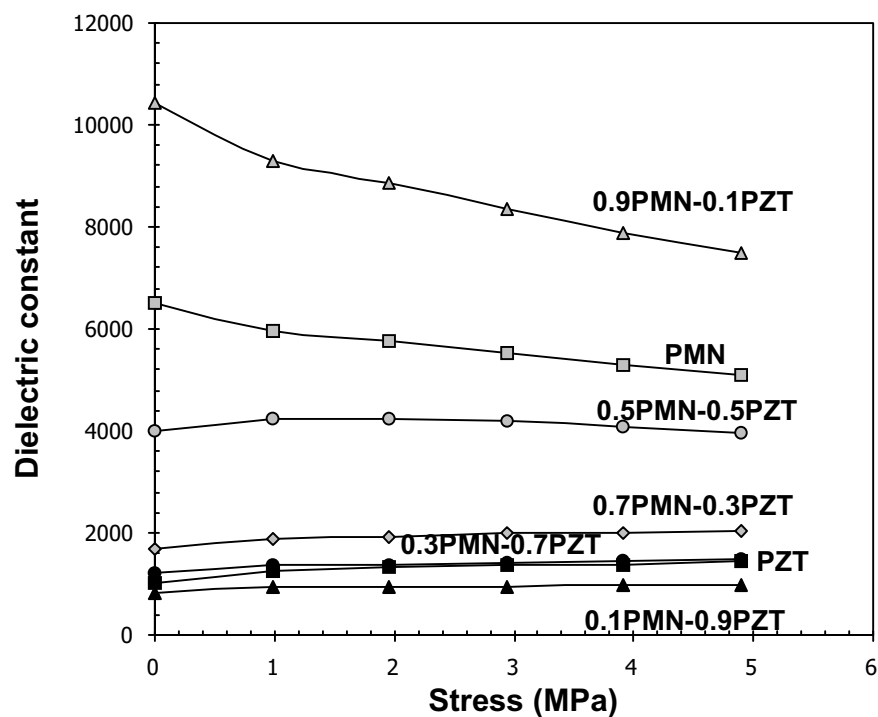
จากการทดลองภายใต้สภาวะความเค้นต่ำดังแสดงในรูปที่ 3.14 และ 3.15 นั้นจะเห็นว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกตามความเค้นที่เพิ่มขึ้น ซึ่งในความเค้นระดับนี้ยังไม่มากพอที่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ ในระดับจุลภาค ในขณะที่ผลการทดลองภายใต้สภาวะความเค้นสูงแสดงในรูปที่ 3.16 และ 3.17 พบว่ามีการเปลี่ยนแปลง ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นอย่างเห็นได้ชัด โดยการเปลี่ยนแปลงของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสามารถแบ่งเป็น 2 กรณี คือ กรณีสารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสาร PMN เป็นองค์ประกอบหลัก (0.9PMN-0.1PZT และ 0.7PMN-0.3PZT) จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลงเมื่อความเค้นสูงขึ้น และในกรณีสารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสาร PZT เป็นองค์ประกอบหลัก (0.3PMN-0.7PZT 0.5PMN-0.5PZT และ 0.1PMN-0.9PZT) พบว่ามีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้น เมื่อความเค้นเพิ่มขึ้น จะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนแปลงของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสอดคล้องกับผลการทดลองที่ผ่านมาซึ่งพบว่าสาร PZT มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลงเมื่อความเค้นเพิ่มขึ้นขณะที่สาร PMN มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้น¹³ แต่สำหรับการเปลี่ยนแปลงของค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นมีการเปลี่ยนแปลงไม่แน่นอน (รายละเอียดในภาคผนวก ก ข และ ค)



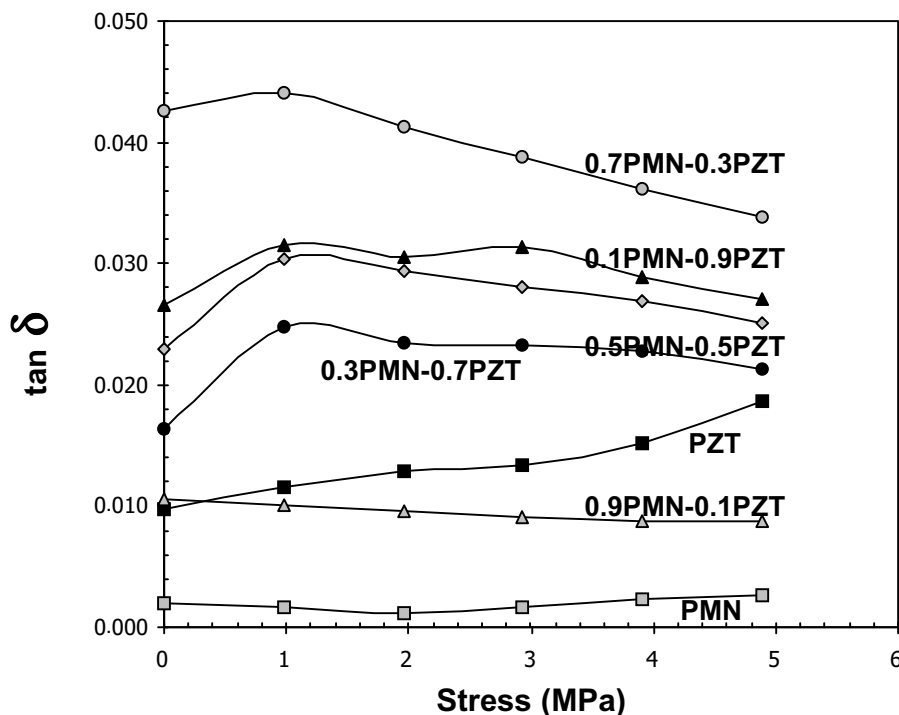
รูป 3.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นต่ำ



รูป 3.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นต่ำ



รูป 3.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นสูง



รูป 3.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นของเซรามิก PMN-PZT ภายใต้สภาวะความเค้นสูง

ในการที่จะอธิบายการเปลี่ยนแปลงของสมบัติไดอิเล็กตริกกับความเค้นนั้น จะต้องเข้าใจถึงการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างของโดเมนภายใต้ความเค้น ซึ่งอาจจะเกิดในรูปการสลับทิศทางของโดเมน (domain switching) และการย้อนกลับของการเสื่อมอายุของโดเมน (de-aging) ซึ่งเป็นปรากฏการณ์สำคัญที่มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกภายใต้ความเค้นในสารเซรามิก PMN-PZT ที่มี PZT เป็นองค์ประกอบหลัก^{18,19} ส่วนในกรณีของสารที่มี PMN เป็นองค์ประกอบหลักนั้น ในการอธิบายจะมีความแตกต่างกันออกไป เนื่องจาก PMN เป็นสารที่มีสมบัติเป็นรีแลกเซอร์ (relaxor) ซึ่งภายในสารจะประกอบด้วยบริเวณที่เป็นสารไม่มีขั้ว (non-polar region) และบริเวณที่เป็นสารมีขั้วในระดับไมโคร (micro-polar region) ซึ่งในกรณีที่ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้องทำให้บริเวณที่เป็นสารมีขั้วในระดับไมโครมีบทบาทมากกว่า ทำให้สามารถสังเกตได้ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าลดลงเมื่อมีการเพิ่มขึ้นของความเค้น ในสารที่มี PMN เป็นองค์ประกอบหลัก^{15,20} ส่วนในกรณีของการเปลี่ยนแปลงของค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นนั้นสามารถอธิบายได้ง่ายกว่า โดยที่การเพิ่มขึ้นของค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นในบางสารนั้นเนื่องมาจากการเพิ่มขึ้นของการเคลื่อนที่ของผนังโดเมน (domain wall mobility) ในทางตรงกันข้ามกระบวนการย้อนกลับของการเสื่อมอายุ (de-aging) จะทำให้ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกลดลงเมื่อความเค้นเพิ่มขึ้นบางสาร^{15,20} (รายละเอียดในภาคผนวก ก จ ข และ ฎ)

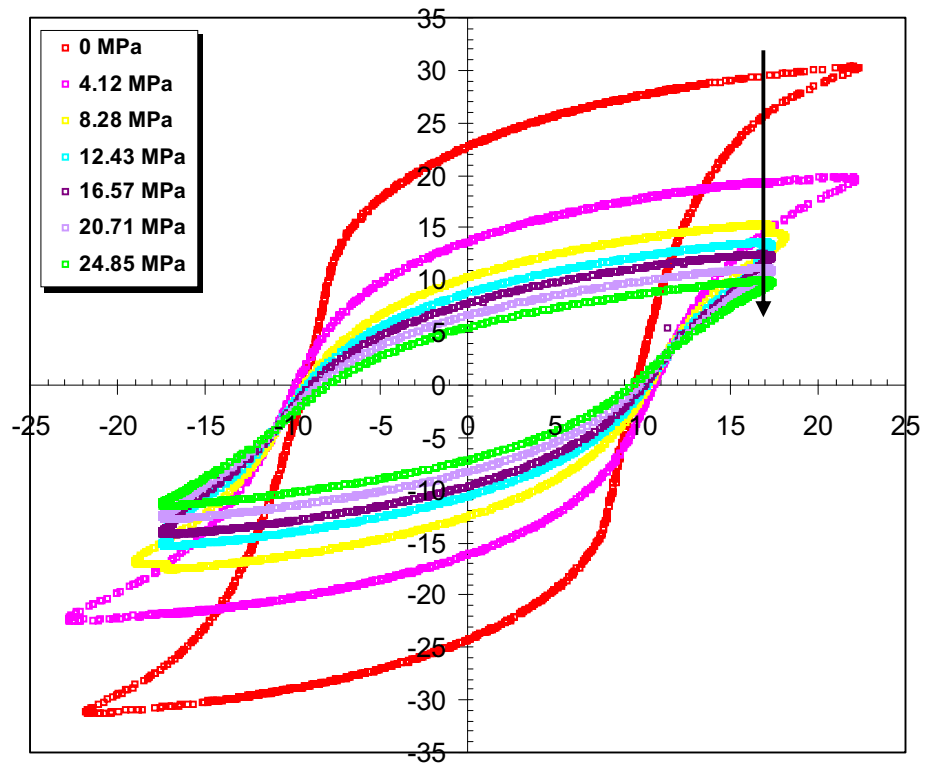
อย่างไรก็ตามเป็นที่น่าสังเกตว่าสารเซรามิก 0.1PMN-0.9PZT มีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกกับความเค้นที่แตกต่างจากสารเซรามิก PMN-PZT อัตราส่วนอื่นทั้งนี้เป็นเพราะว่าสารเซรามิกอัตราส่วนนี้ถูกเผาขึ้นเตอรืในช่วงอุณหภูมิไม่เหมาะสมจึงทำให้สามารถแน่นตัวได้น้อยกว่าสารเซรามิกอัตราส่วนอื่นหรือมีรูพรุนมาก จึงส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกภายใต้ความเค้นที่แตกต่างไป

3.5 ผลการศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติฮิสเทอรีซิส

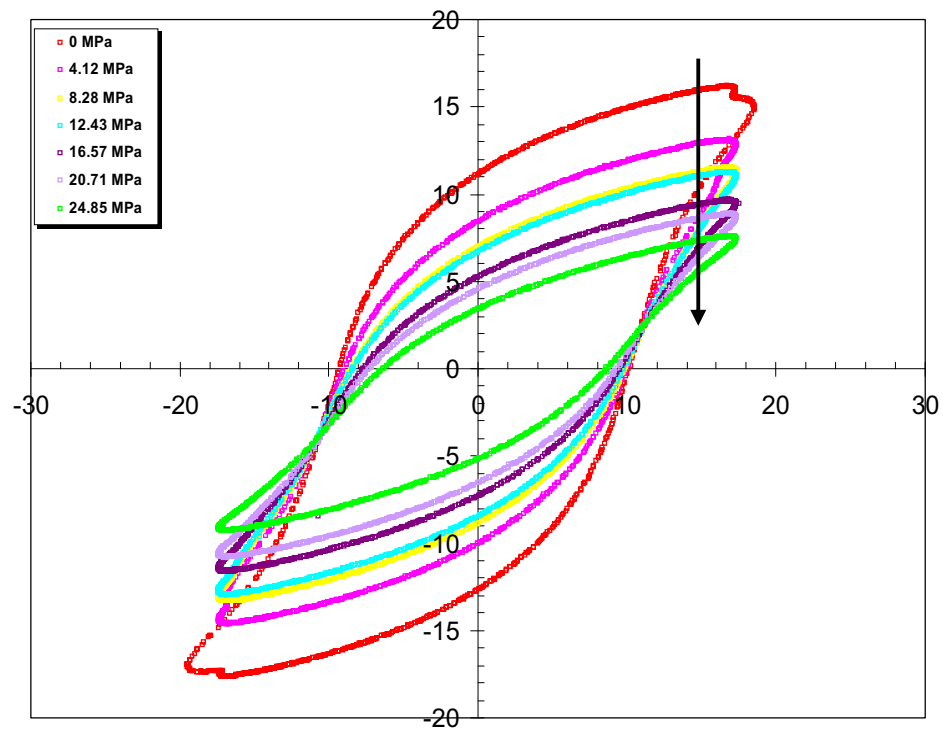
ในส่วนนี้จะกล่าวถึงการศึกษาฮิสเทอรีซิสของสารเซรามิก PMN-PZT เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความเค้นที่กระทำบนสารตัวอย่าง ในการทดลองส่วนนี้นั้นจะทำการทดสอบบนสารเซรามิกที่ได้ผ่านการทำขั้วแล้ว ทั้งนี้เพื่อความสะดวกในการเปรียบเทียบสารเซรามิกทุกองค์ประกอบจะผ่านกระบวนการทำขั้วภายใต้เงื่อนไขเดียวกัน กล่าวคือ การให้สนามไฟฟ้ากระแสตรงระดับ 4 kV/mm ที่อุณหภูมิ 120 °ซ เป็นระยะเวลา 30 นาที แล้วค่อยๆลดอุณหภูมิลงมาที่อุณหภูมิห้องโดยที่ยังคงมีการให้สนามไฟฟ้าอยู่อย่างต่อเนื่อง และเนื่องจากการทดลองเบื้องต้นพบว่า การให้ความเค้นในระดับต่ำกว่า 1 MPa นั้น ไม่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสอย่างชัดเจน ดังนั้นจึงทำการทดลองเฉพาะกรณีที่ความเค้นอยู่ในระดับที่สูงกว่า 1 MPa เท่านั้น

นอกจากนี้ ในการทดลองนั้น ได้มีการบันทึกการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสทั้งในกรณีที่อยู่ระหว่างการเพิ่มขึ้นของระดับความเค้นจากศูนย์ไปจนถึงระดับความเค้นสูงสุด (ขึ้นกับแต่ละสารตัวอย่าง) ดังตัวอย่างแสดงในรูปที่ 3.18 สำหรับสาร PZT และในกรณีที่อยู่ระหว่างการลดลงของระดับความเค้นจากสูงสุดกลับมายังระดับศูนย์ ดังตัวอย่างแสดงในรูปที่ 3.19 สำหรับสาร PZT เพื่อศึกษาถึงผลของความเค้นที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงอย่างถาวรของสมบัติฮิสเทอรีซิสของสารเซรามิกที่ทำการทดลอง ทั้งนี้เพื่อลดความซ้ำซ้อน ในรายงานการวิจัยนี้จะนำเสนอเฉพาะการเปลี่ยนแปลงของสมบัติฮิสเทอรีซิสระหว่างการลดลงของระดับความเค้นจากสูงสุดกลับมายังระดับศูนย์ของสารเซรามิก PZT และ PMN ดังแสดงในรูปที่ 3.19 และ 3.32 ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตาม ได้มีการนำเสนอผลการเปลี่ยนแปลงของสมบัติฮิสเทอรีซิส (ค่า P_s , P_r และ E_c) ระหว่างการเพิ่มขึ้นและลดลงของความเค้นของทุกๆสารเซรามิกที่ทำการศึกษา

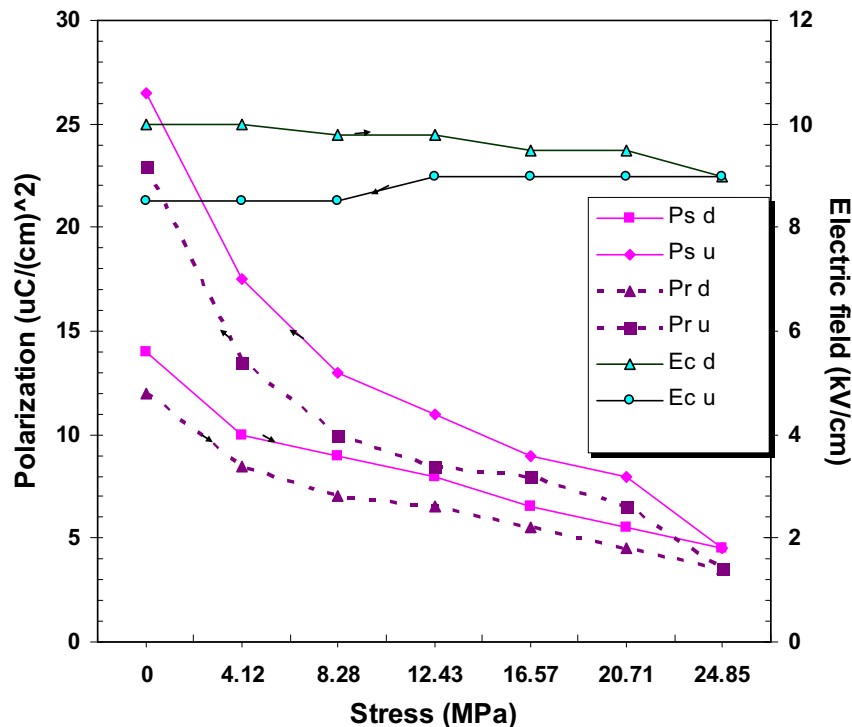
จากผลการทดลอง เมื่อเปรียบเทียบของวงวนฮิสเทอรีซิส (P-E) ของสารเซรามิก PMN-PZT ในกรณีที่ความเค้นเป็นศูนย์นั้น ชี้ให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของคุณลักษณะจากแบบสารพิโซอิเล็กทริกในสารเซรามิก PZT ซึ่งสังเกตได้จากลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสที่มีการเปิดของวงวนมาก และขนาดของวงวนที่ใหญ่ อันแสดงถึงการสูญเสียของพลังงานที่มีมาก ไปเป็นแบบสารอิเล็กโทรสติกที่ฟในสาร PMN ซึ่งมีลักษณะของวงวนที่มีการเปิดเพียงเล็กน้อย และมีการสูญเสียพลังงานที่น้อยกว่าในสาร PZT อันเป็นข้อดีข้อหนึ่งของสาร PMN ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น²⁻⁴ (รายละเอียดในภาคผนวก ง ข และ ญ)



รูป 3.18 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความดันสำหรับสารเซรามิก PZT ระหว่างที่มี การเพิ่มความดันที่ให้กับสารเซรามิก

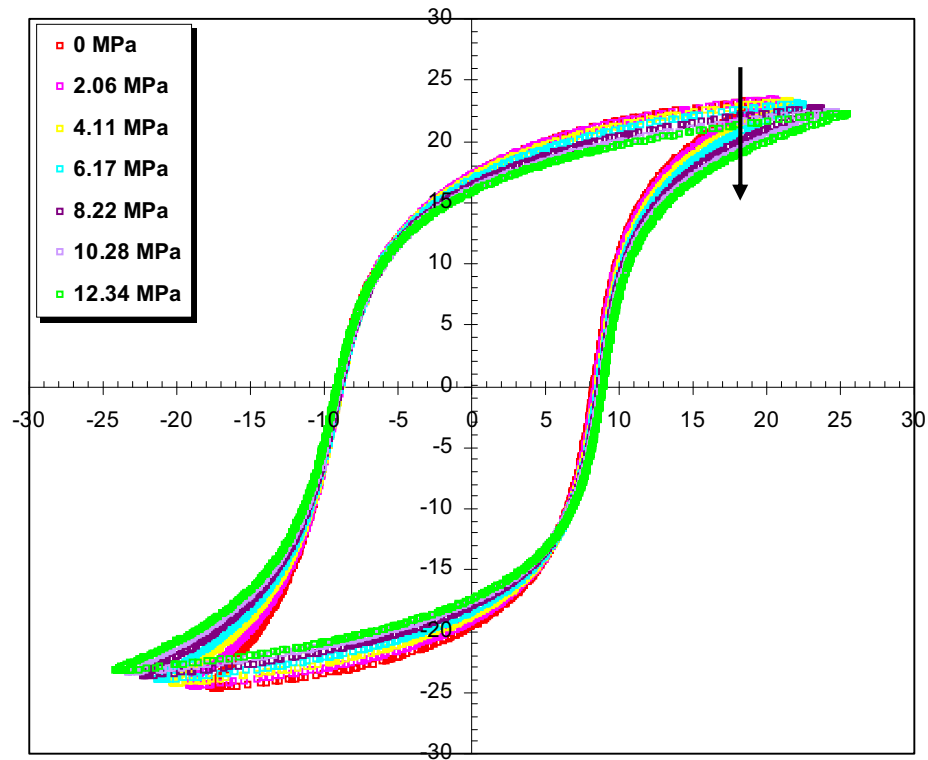


รูป 3.19 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความดันสำหรับสารเซรามิก PZT ระหว่างที่มี การลดความดันที่ให้กับสารเซรามิก

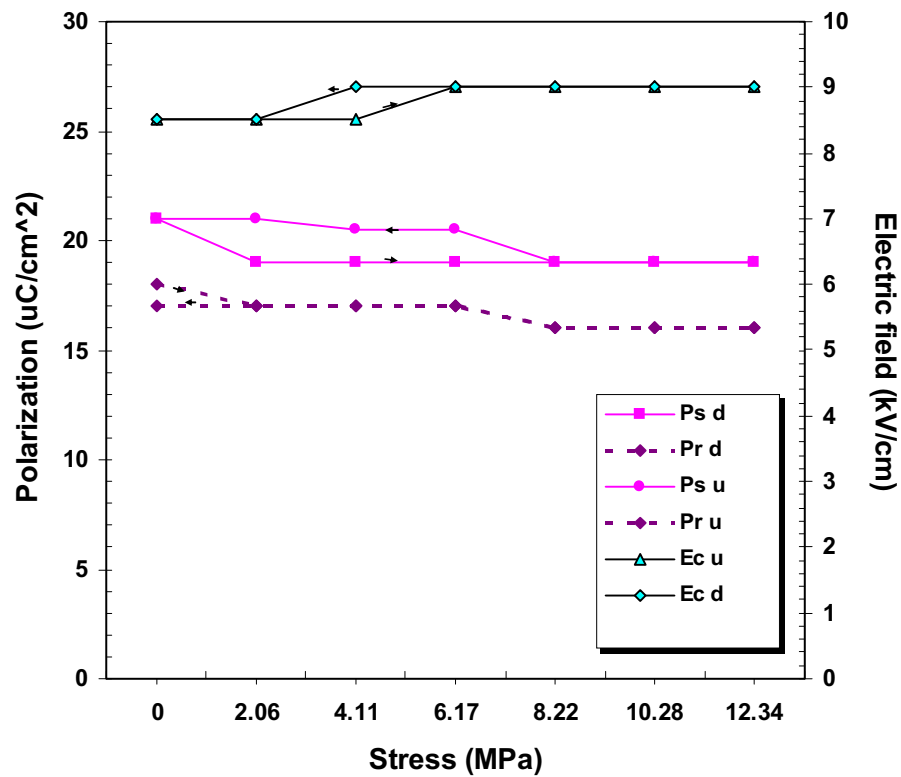


รูป 3.20 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก PZT ระหว่างการทดลองเพิ่มและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก

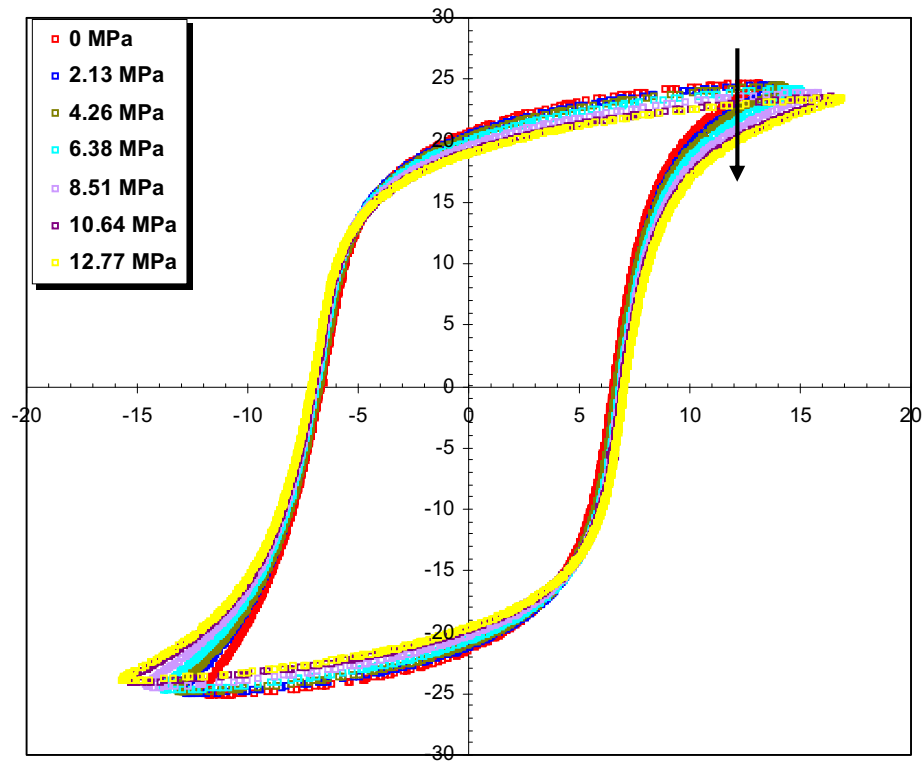
เมื่อพิจารณาผลของความเค้นต่อการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสสำหรับสารเซรามิก PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้นนั้น จะเห็นได้ชัดว่าขนาดของวงวนนั้นเล็กลงอย่างมากเมื่อความเค้นมากขึ้น (ดังรูป 3.18) โดยที่เมื่อพิจารณาค่า P_r , P_s และ E_c ซึ่งเป็นตัวแปรสำคัญของวงวนฮิสเทอรีซิส จากรูป 3.20 นั้น พบว่า เมื่อความเค้นเพิ่มขึ้น ค่า P_r และ P_s จะมีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่ ค่า E_c จะมีการลดลงเพียงเล็กน้อย สาเหตุของการลดลงพื้นที่ของวงวนเมื่อมีการให้ความเค้นนั้น อาจเนื่องมาจากการที่ความเค้นที่ให้นั้น มีผลในการขัดขวางการเคลื่อนที่ของผนังโดเมน (domain wall motion)^{13,18,19} ภายใต้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าที่ให้ระหว่างการวัดวงวนฮิสเทอรีซิส ซึ่งเมื่อผนังโดเมนมีการเคลื่อนที่จำกัดขึ้น ก็จะทำให้ไปสู่การลดลงของค่าตัวแปร P_r , P_s และ E_c และเนื่องจากการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนนั้นเป็นส่วนสำคัญในการที่ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงาน (hysteresis loss) ทำให้เมื่อมีการขัดขวางการเคลื่อนที่ดังกล่าว จึงทำให้นำไปสู่การลดลงของขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิส ซึ่งหมายถึงการสูญเสียพลังงานที่ลดลงภายใต้อิทธิพลของความเค้น^{11,19,20} เมื่อพิจารณาการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสระหว่างที่มีการลดความเค้นนั้น (ดังรูป 3.19) จะเห็นว่าเกิดลักษณะของฮิสเทอรีซิส (การไม่ทับซ้อนรอยเดิม) ของค่า P_r , P_s และ E_c โดยที่เมื่อผ่านการให้ความเค้นแล้ว ค่า P_r และ P_s มีค่าลดลงกว่า 50% ในขณะที่ ค่า E_c มีการลดลงเพียงเล็กน้อย ในขณะที่เมื่ออยู่ภายใต้ความเค้นระดับ 25 MPa นั้น ค่า P_r และ P_s นั้นมีค่าเพียง 25% ของค่าเริ่มต้น (เมื่อความเค้นเป็นศูนย์) ทั้งนี้แสดงให้เห็นถึงการเสื่อม (degradation) และการหมดสภาพชั่วคราว (depoled) ภายใต้อิทธิพลของความเค้น²¹⁻²⁴



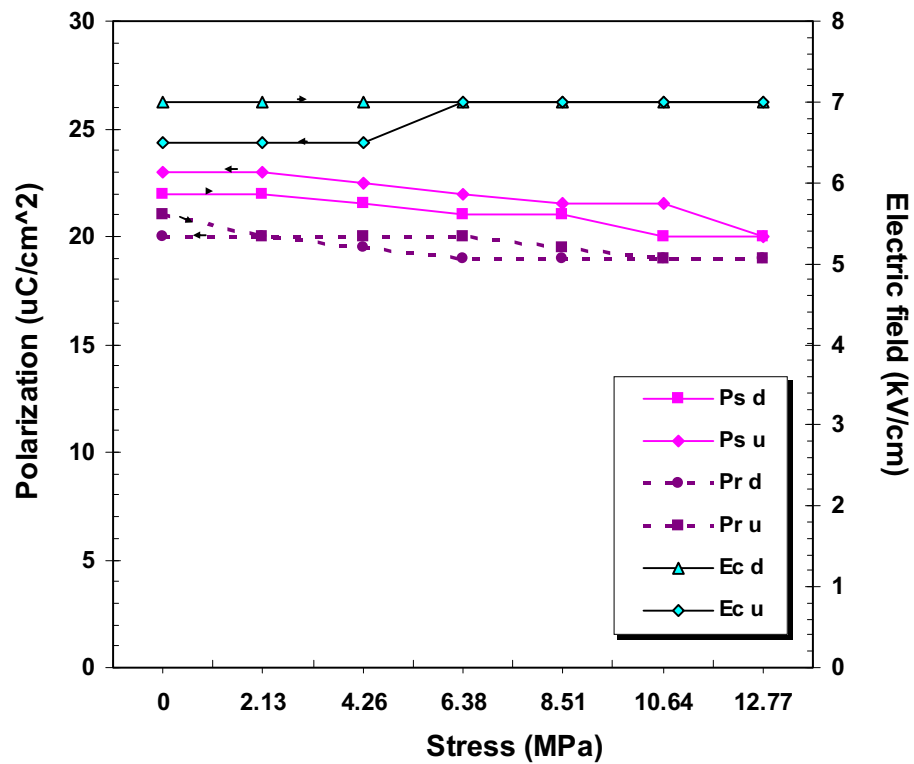
รูป 3.21 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.1PMN-0.9PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



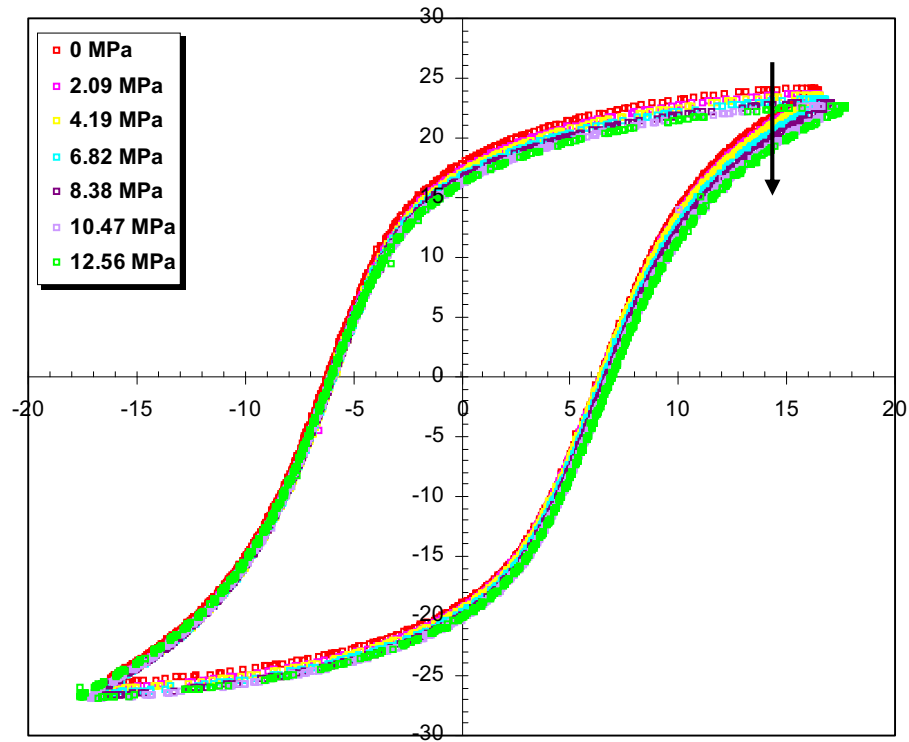
รูป 3.22 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.1PMN-0.9PZT ระหว่างการทดลองเพิ่มและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



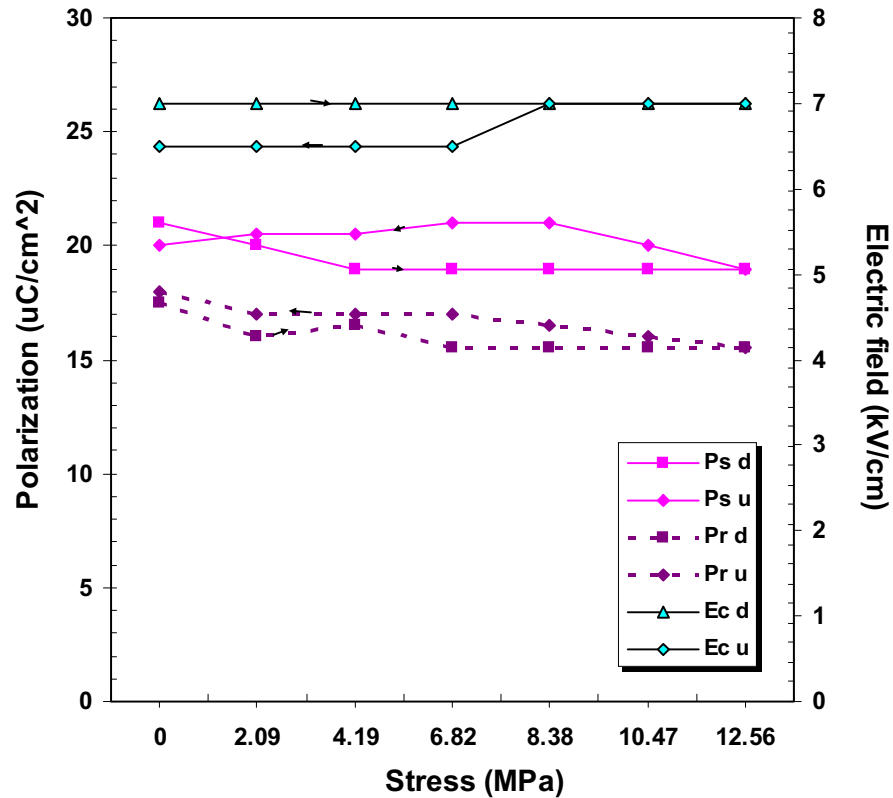
รูป 3.23 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.3PMN-0.7PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



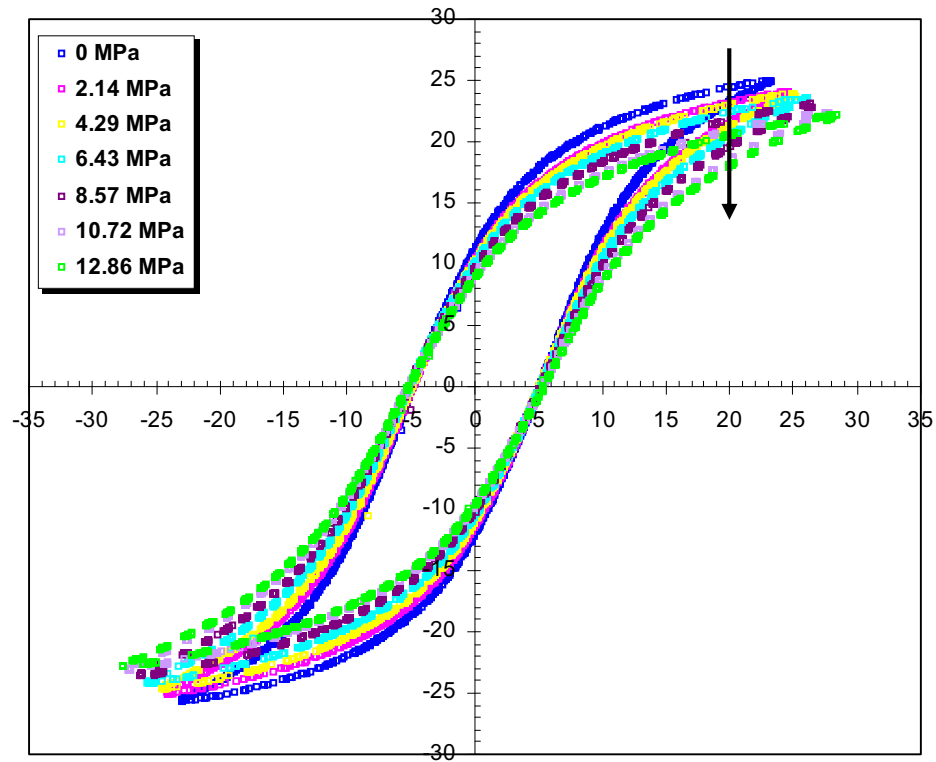
รูป 3.24 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r , และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.3PMN-0.7PZT ระหว่างการทดลองเพิ่มและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



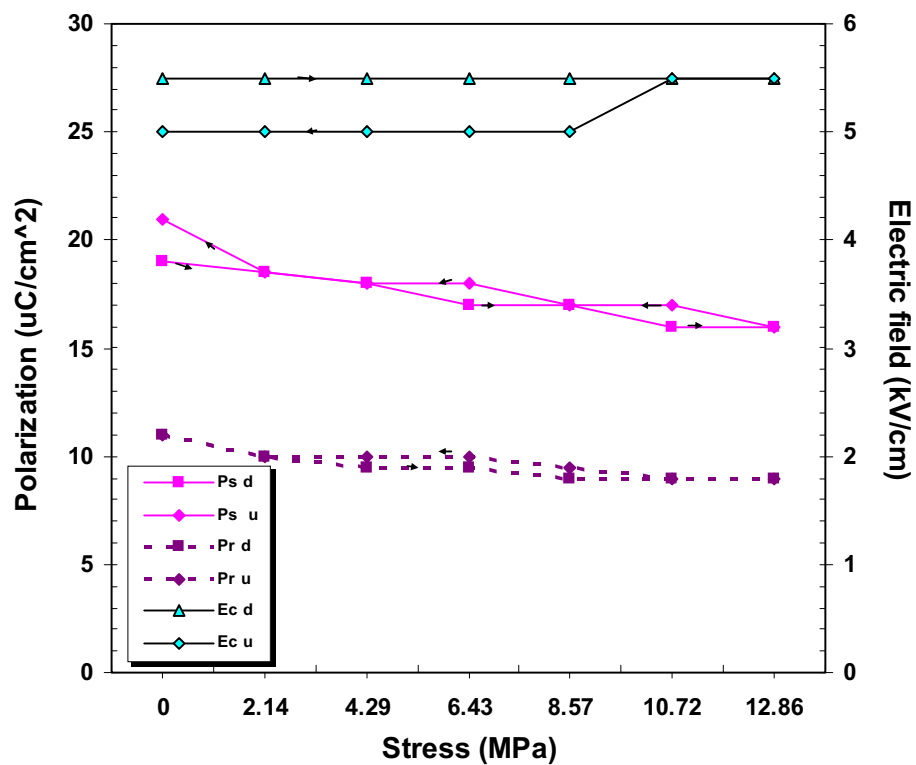
รูป 3.25 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.5PMN-0.5PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



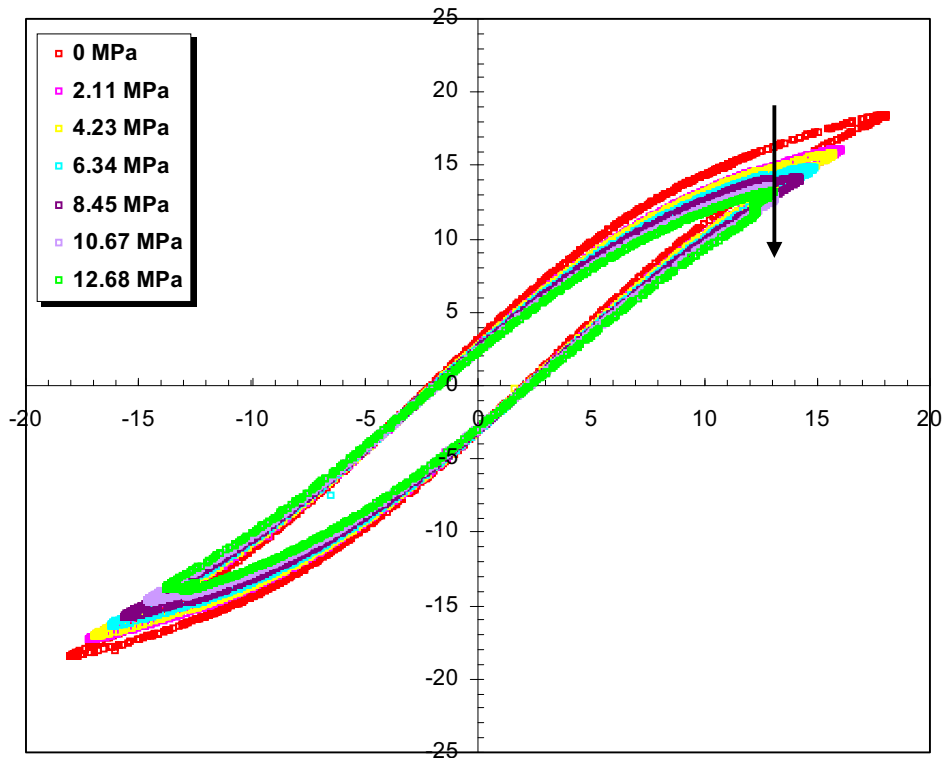
รูป 3.26 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.5PMN-0.5PZT ระหว่างการทดลองเพิ่มความเค้นและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



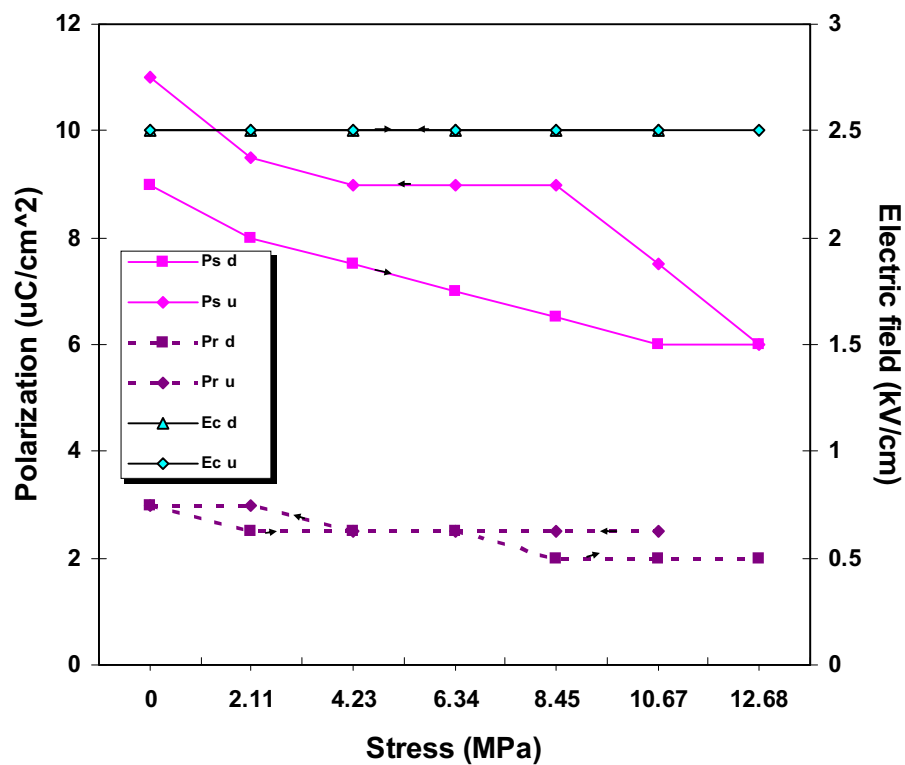
รูป 3.27 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.7PMN-0.3PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



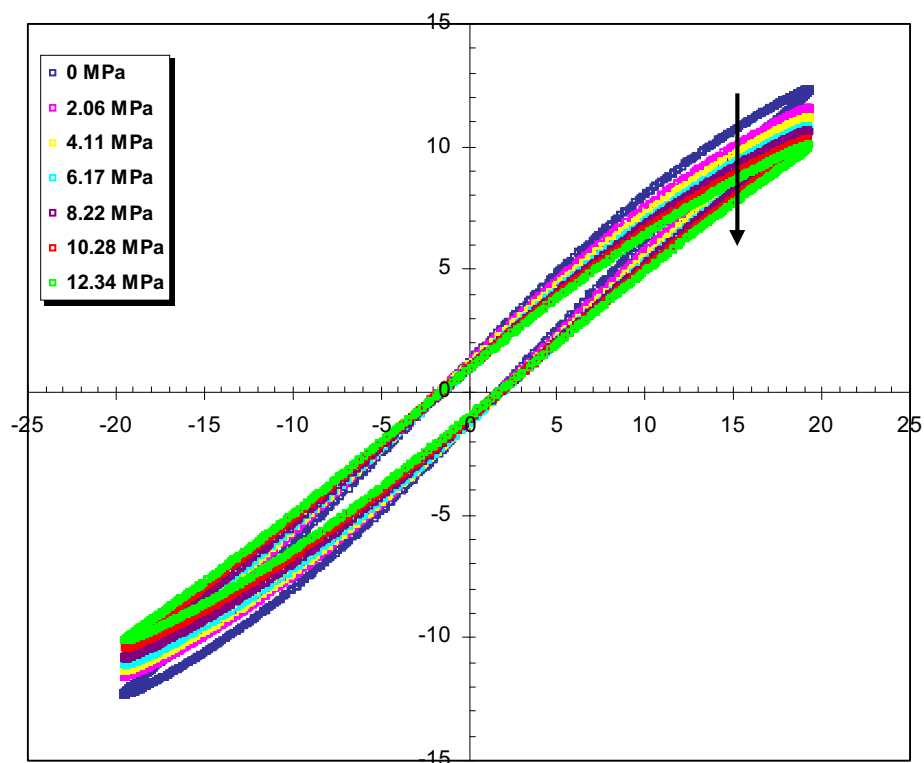
รูป 3.28 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.7PMN-0.3PZT ระหว่างการทดลองเพิ่มและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



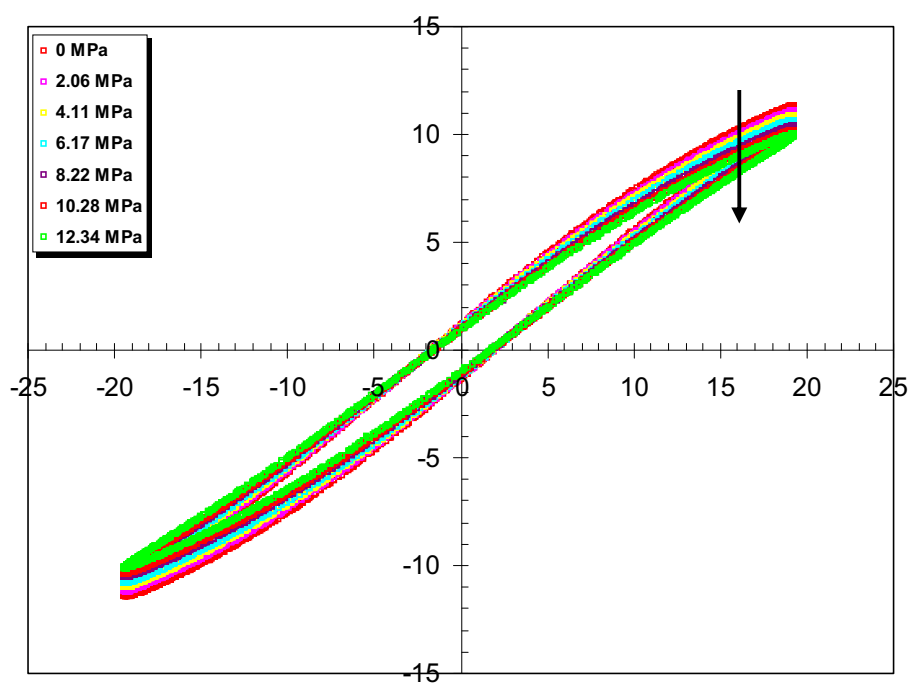
รูป 3.29 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.9PMN-0.1PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



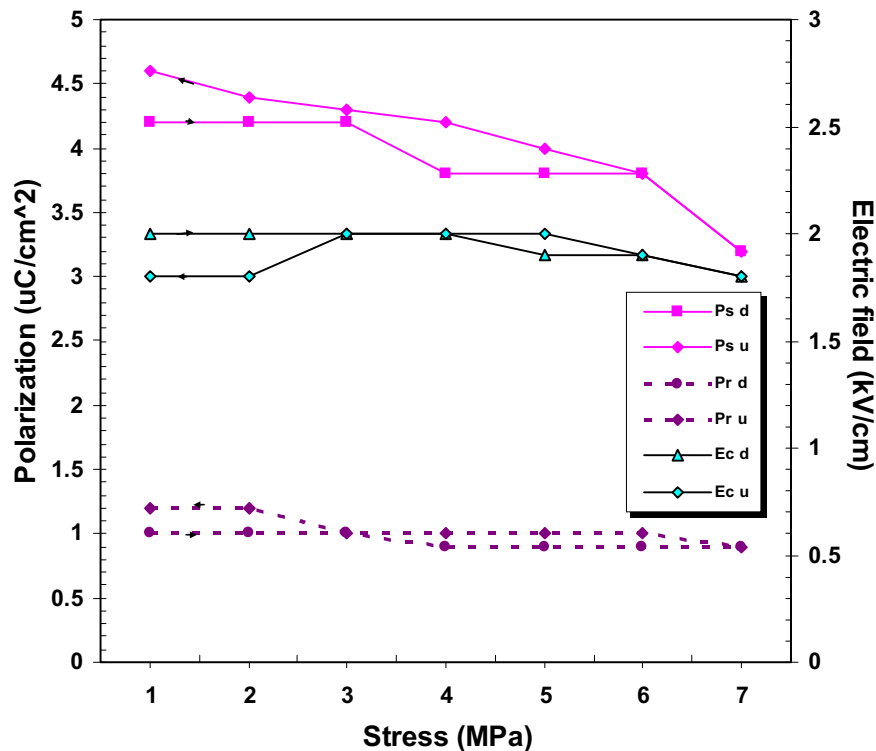
รูป 3.30 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก 0.9PMN-0.1PZT ระหว่างการทดลองเพิ่มความเค้นและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก



รูป 3.31 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความดันสำหรับสารเซรามิก PMN ระหว่างที่มีการเพิ่มความดันที่ให้กับสารเซรามิก



รูป 3.32 การเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสกับความดันสำหรับสารเซรามิก PMN ระหว่างที่มีการลดความดันที่ให้กับสารเซรามิก



รูป 3.33 การเปลี่ยนแปลงค่า P_s , P_r และ E_c ตามความเค้นสำหรับสารเซรามิก PMN ระหว่างการทดลองเพิ่มและลดความเค้นที่ให้กับสารเซรามิก

เมื่อพิจารณาผลการทดลองแสดงในรูป 3.21-3.33 นั้น จะเห็นว่า เมื่อเปรียบเทียบกับสารเซรามิก PZT แล้วนั้น สารเซรามิก PMN-PZT นั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงของค่า P_r และ E_c กับความเค้นในระดับที่ค่อนข้างน้อย ในขณะที่ เมื่อมีการเพิ่มขึ้นของความเค้น ค่า P_s (ซึ่งในที่นี้ควรพิจารณาในลักษณะที่เป็นค่าสูงสุดของค่าโพลาไรเซชัน (maximum polarization)) มีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะในกรณีของสารเซรามิกที่มีปริมาณ PMN มาก คือ PMN 0.9PMN-0.1PZT และ 0.7PMN-0.3PZT อย่างไรก็ตาม การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวก็ยังคงต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับในสารเซรามิก PZT นอกจากนี้ สามารถสังเกตได้ถึงลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสที่ไม่ค่อยมีการเปลี่ยนแปลงกับความเค้นที่เพิ่มขึ้น แต่จะมีการลดลงของค่าสูงสุดของค่าโพลาไรเซชัน ซึ่งลักษณะเช่นนี้แสดงให้เห็นถึงการที่อัตราการสูญเสียพลังงาน (จากพื้นที่ของวงวนฮิสเทอรีซิส) ที่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงกับความเค้นมากนัก ซึ่งแตกต่างจากกรณีของสารเซรามิก PZT ที่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน นอกจากนี้การเปลี่ยนแปลงของค่า P_s , P_r และ E_c กับความเค้นในระดับที่ค่อนข้างน้อย (แต่มีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อความเค้นมากขึ้น) นั้น แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของความเค้นต่อการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนที่มีไม่มากนัก และเมื่อสังเกตว่าค่า P_s , P_r และ E_c นั้นมีค่าลดลงค่อนข้างน้อยหลังจากผ่านการทดลองเพิ่มและลดความเค้นกลับมาที่ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเสื่อมและการหมดสภาพชั่วคราวที่เกิดขึ้นน้อยในสารเซรามิกเหล่านี้ ซึ่งเชื่อว่าเป็นการที่โดเมนในระดับนาโนของสาร PMN มีส่วนในการยับยั้งการเคลื่อนที่ของโดเมนที่เกิดขึ้นในสาร PMN-PZT^{20,22-24}

4. สรุปผลและข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผล

1. สารเซรามิก PMN-PZT ที่เตรียมด้วยวิธีผสมออกไซด์โดยสารเซรามิกที่เตรียมได้เป็นสารเซรามิกที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอรอฟสไกต์ โดยมีโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกายภาพที่เปลี่ยนแปลงไปตามสัดส่วนองค์ประกอบระหว่างเฟส PMN และ PZT
2. ได้ออกแบบและจัดสร้างเครื่องมือแรงอัดแบบแกนเดียว (Uniaxial Stress Compressometer) ขนาดเล็กเพื่อใช้ประกอบการศึกษาสมบัติต่างๆ ของวัสดุภายใต้อิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียว ซึ่งสามารถใช้งานได้ทั้งในสภาวะความเค้นต่ำ (< 1 MPa) และในสภาวะความเค้นสูง (0-25 MPa)
3. ได้ออกแบบและสร้างชุดอุปกรณ์วงจร Sawyer-Tower เพื่อใช้ประกอบการศึกษาสมบัติฮิสเทอรีซิสในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กตริก เพื่อการศึกษาสมบัติฮิสเทอรีซิสของสารเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PMN-PZT)
4. การศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PMN-PZT ที่ยังไม่ถูกทำซ้ำ ในสภาวะความเค้นต่ำพบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกไม่มีการเปลี่ยนแปลงกับความเค้นมากนัก แต่ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงกับความเค้นที่ชัดเจนกว่า แต่ในสภาวะความเค้นสูงพบว่าการเปลี่ยนแปลงของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PMN-PZT กับความเค้นอย่างเห็นได้ชัด โดยจะมีการเปลี่ยนแปลงที่ไม่แน่นอนไม่ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของสาร ในขณะที่อิทธิพลของความเค้นต่อค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกนั้นมีความไม่แน่นอน
5. การศึกษาอิทธิพลของความเค้นแบบแกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิก PMN-PZT ที่ถูกทำซ้ำแล้ว พบว่าภายใต้สภาวะความเค้นต่ำจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกตามความเค้นที่เพิ่มขึ้น แต่ภายใต้สภาวะความเค้นสูง สำหรับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกนั้น พบว่าสารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสาร PMN เป็นองค์ประกอบหลักพบว่าจะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลงเมื่อมีความเค้นเพิ่มขึ้น ในขณะที่สารเซรามิก PMN-PZT ที่มีสาร PZT เป็นองค์ประกอบหลักจะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้นเมื่อความเค้นเพิ่มขึ้น แต่ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกจะมีการเปลี่ยนแปลงที่ไม่ขึ้นกับองค์ประกอบหลัก
6. การเปรียบเทียบของวงวนฮิสเทอรีซิส (P-E) ของสารเซรามิก PMN-PZT ซึ่งให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของคุณลักษณะจากแบบสารพิโซอิเล็กตริกในสารเซรามิก PZT ไปเป็นแบบสารอิเล็กโตรสทริกทีฟในสาร PMN

7. การศึกษาผลของความเค้นต่อการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิสสำหรับสารเซรามิก PZT ระหว่างที่มีการเพิ่มความเค้น พบว่าขนาดของวงวนนั้นเล็กลงอย่างมากเมื่อความเค้นมากขึ้น โดยที่เมื่อพิจารณาค่า P_r , P_s และ E_c พบว่า เมื่อความเค้นเพิ่มขึ้น ค่า P_r และ P_s จะมีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่ ค่า E_c จะมีการลดลงเพียงเล็กน้อย
8. เมื่อเปรียบเทียบกับสารเซรามิก PZT แล้วนั้น สารเซรามิก PMN-PZT นั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงของค่า P_r และ E_c กับความเค้นในระดับที่ค่อนข้างน้อย
9. สำหรับสารเซรามิกที่มีปริมาณ PMN มาก คือ PMN 0.9PMN-0.1PZT และ 0.7PMN-0.3PZT นั้น เมื่อมีการเพิ่มขึ้นของความเค้น ค่า P_s มีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด แต่การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวก็ยังคงต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับในสารเซรามิก PZT
10. การเคลื่อนที่ของผนังโดเมน การเสื่อมและการหมดสภาพชั่วคราวมีผลอย่างชัดเจนต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติฮิสเทอรีซิสของสารเซรามิก PMN-PZT ภายใต้อิทธิพลของความเค้น

4.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรทำการตรวจสอบตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในสารเซรามิก PMN-PZT ที่ค่าอัตราส่วนต่างๆโดยละเอียดด้วยเทคนิค EDX เพื่อนำข้อมูลมาประกอบการอภิปรายผลที่ได้จากการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
2. เครื่องอัดแรงแบบแกนเดี่ยว ควรใช้วัสดุที่มีความแข็งแรงมากกว่าสารเซรามิกมาทำจนวนเพื่อป้องกันการยุบตัวของผิวหน้าจนวน เมื่อมีการใช้งานภายใต้แรงเค้น
3. ควรมีการหุ้มแผ่นพลาสติกหรือวัสดุที่มีความยืดหยุ่นสูงที่ผิวหน้าจนวนในเครื่องอัดแรงแบบแกนเดี่ยว เพื่อให้ผิวเซรามิกสัมผัสมากที่สุดเพื่อกระจายแรงได้ทั่ว ซึ่งจะช่วยลดการแตกของสารเซรามิกได้
4. ควรที่จะมีการพัฒนาให้เครื่องอัดแรงแบบแกนเดี่ยวสามารถที่จะใช้งานในระดับแรงดันที่มากกว่า 25 MPa
5. ควรได้มีการพัฒนาให้ชุดวงจร Sawyer-Tower มีการเชื่อมต่อกับระบบคอมพิวเตอร์ เพื่อการเก็บข้อมูลที่รวดเร็วและถูกต้องมากขึ้น
6. ควรที่จะมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการชดเชยการสูญเสียที่เกิดขึ้นระหว่างการวัด ซึ่งจะนำไปสู่การพัฒนาให้ระบบให้ทำงานได้ถูกต้องมากขึ้น
7. ควรมีการพัฒนาให้ระบบสามารถใช้ในการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อสมบัติฮิสเทอรีซิส ซึ่งจะนำไปสู่องค์ความรู้ใหม่ต่อไป
8. ควรมีการศึกษาถึงอิทธิพลของเงื่อนไขในการทำขั้ว (poling) ต่อสมบัติฮิสเทอรีซิสและไฟฟ้าเชิงกลของสารเซรามิก PMN-PZT

หนังสืออ้างอิง

- (1) McColm, I. J., *Dictionary of Ceramic Science and Engineering*, 2nd Ed., Plenum Press (1994)
- (2) Moulson, A.J. and Herbert, J.M., *Electroceramics: Materials Properties and Applications*, Chapman&Hall (1993)
- (3) Haerlting, G.H., *J. Am. Ceram. Soc.*, **84**, 797-818 (1999).
- (4) Xu, Y. H., *Ferroelectric Materials and Their Applications*, 1st Ed., University of California Los Angeles, North Holland (1991).
- (5) Swartz, S. L. and Shrout T. R., *Mater. Res. Bull.*, **17**, pp. 1245 (1982).
- (6) Abbattista, F., Rolando, P. and Grassi, G.B., *Ann. Chim.(ROME)*, **60**, pp. 426-435 (1970).
- (7) Cross, L. E., *Ferroelectrics*, **76**, pp. 241-267 (1982).
- (8) Viehland, D. and Powers, J., *J. Appl Phys.*, **89(3)**, pp 1820-1825 (2001).
- (9) Cross, L.E., *Mater. Chem. Phys.*, **43**, pp.108-115 (1996).
- (10) Burcsu, E.; Ravichandran, G., and Bhattacharya, K., *Appl. Phys. Lett.*, **77(11)**, pp. 1697-1700 (2000).
- (11) Viehland, D., Ewart, L. Powers, J., and Li, J.F., *J. Appl. Phys.*, **90(5)**, pp. 2479-2483 (2001).
- (12) Fritz, I.J., *J. Appl. Phys.*, **49(9)**, pp.4922-4928 (1978).
- (13) Zhao, J. and Zhang, Q.M., *IEEE Proc. (ISAF1996)*, pp. 971-974 (1996).
- (14) Yang, G., Liu, S.F., Ren, W., and Mukherjee, B.K., *IEEE Proc. (ISAF 2000)*, pp. 431-434 (2001).
- (15) Zhao, J., Zhang, Q.M. and Mueller, V., *IEEE Proc. (ISAF98)*, pp. 361-364 (1999).
- (16) Zhao, J., Glazounov, A.E. and Zhang, Q. M., V., *Appl. Phys. Lett.*, **74(3)**, pp. 436-438 (1999).
- (17) Sawyer, V. B. and Tower, C.H., *Phys. Rev.*, **35**, pp. 269-275 (1930).
- (18) Zhang, Q. M., Zhao, J., Uchino, K., and Zheng, J., *J. Mater. Res.*, **12(1)**, pp. 226-234 (1997).
- (19) Yang, G., Liu, S. F., Ren, W., and Mukherjee, B. K., *Proc.SPIE Symposium on Smart Structures and Materials*, **3992**, pp. 103-113 (2000).
- (20) Yang, G., Ren, W. Lui, S. F., Masys, A. J., and Mukherjee, B. K., *IEEE Proc. Ultrasonic Symposium*, pp. 1005-1008 (2000).

- (21) Pan, M. J., Pertsch, P., Yoshikawa, S., Shrout, T. R., and Vedula, V., *Proc.SPIE 5th Symposium on Smart Structures and Materials*, **3990**, pp. 205-214 (1998).
- (22) Viehland, D. and Powers, J., *J. Appl. Phys.*, **89(3)**, pp. 1820-1825 (2001).
- (23) Viehland, D., Tito, F., McLaughlin, E., Robinson, H., Janus, R., Ewart, L., and Powers, J., *J. Appl. Phys.*, **90(3)**, pp. 1496-1500 (2001).
- (24) Viehland, D., Li, J. F., McLaughlin, E., Powers, J., Janus, R., and Robinson, H., *J. Appl. Phys.*, **95(4)**, pp. 1969-1972 (2004).

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ จำนวนทั้งสิ้น 5 เรื่องได้แก่

1.1 ผลงานวิจัยที่ได้ตีพิมพ์แล้ว 2 เรื่อง

Yimnirun R, Ananta S, Meechoowas E, Wongsanmai S. Effects of uniaxial stress on dielectric properties of lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2003; **36**: 1615-1619.

(ภาคผนวก ก)

Yimnirun R, Ananta S, Laoratanakul P. Effects of $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ mixed-oxide modification on dielectric properties of $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ceramics. *Mater. Sci. Eng. B*, in press.

(ภาคผนวก ข)

1.2 ผลงานวิจัยที่อยู่ระหว่างการส่งไปเพื่อตีพิมพ์ 2 เรื่อง

Yimnirun R, Meechoowas E, Ananta S, Tunkasiri T. Synthesis and mechanical properties of PMN-PZT ceramics. Submitted to *Materials Letters*.

(ภาคผนวก ค)

Yimnirun R, Ananta S, Laoratanakul P. Dielectric and ferroelectric properties of lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics prepared by mixed-oxide method. Submitted to *Journal of the European Ceramic Society*.

(ภาคผนวก ง)

1.3 ผลงานวิจัยที่อยู่ระหว่างการเขียนเพื่อส่งตีพิมพ์ 1 เรื่อง

Yimnirun R, Ananta S, Wongsanmai S, Tunkasiri T. Effects of uniaxial stress on electromechanical properties of lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics. (in preparation)

2. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

2.1 เชิงพาณิชย์

ในการวิจัยนี้ถึงแม้ไม่ได้มุ่งหวังในด้านการนำผลงานไปใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์ แต่มุ่งเน้นในการสร้างองค์ความรู้ใหม่ การพัฒนาอุปกรณ์ขึ้นมาใช้ประกอบการศึกษา ซึ่งได้แก่ ชุดอุปกรณ์ในการวัดสมบัติไดอิเล็กตริกและไฟฟ้าเชิงกลภายใต้ความเค้นนั้น สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวัดสมบัติดังกล่าวทั้งในกรณีที่ไม่

ความเด่นและกรณีที่มีความเด่นในวัสดุตัวอื่นๆได้ ซึ่งสามารถที่จะลดการสั่งซื้ออุปกรณ์ที่มีความคล้ายคลึงจากต่างประเทศได้

2.2 เชิงนโยบาย

ผลการวิจัยที่ได้จากโครงการนี้ได้ถูกนำไปใช้ในการกำหนดแผนและทิศทางการวิจัยของผู้วิจัยที่ชัดเจนขึ้น ดังจะเห็นได้จากการเสนอหัวข้อวิจัยเพื่อขอรับทุนพัฒนานักวิจัย (เมธีวิจัย) ประจำปี 2547 จากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย ซึ่งเป็นการวิจัยต่อเนื่องจากโครงการวิจัยนี้ เพื่อเป็นการส่งเสริมให้เกิดการวิจัยแบบมีทิศทางมากขึ้น

2.3 เชิงสาธารณะ

โครงการวิจัยนี้ได้ก่อให้เกิดเครือข่ายความร่วมมือในการวิจัยมากขึ้นระหว่างนักวิจัยรุ่นใหม่ทั้งในและต่างประเทศ เช่นความร่วมมืออย่างใกล้ชิดในการวิจัยกับ ผศ. ดร. สุพล อนันตา ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ซึ่งเน้นการวิจัยด้านกระบวนการผลิตเซรามิก ในขณะที่ผู้วิจัยได้มีส่วนร่วมในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่ผลิตขึ้น นอกจากนี้ยังได้มีการสร้างความร่วมมือด้านการวิจัยกับนักวิจัยรุ่นใหม่ในต่างประเทศคือ Prof. David Cann และ Prof. Xiaoli Tan แห่ง Iowa State University สหรัฐอเมริกา และที่สำคัญที่สุดผู้วิจัยได้รับความรู้ในการวิจัยจากนักวิจัยอาวุโสจากทั้งในประเทศและต่างประเทศคือ ศ. ดร. ทวี ตันขศิริ แห่งภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (นักวิจัยที่ปรึกษาของโครงการ) และ Prof. Kenji Uchino แห่ง The Pennsylvania State University สหรัฐอเมริกา

2.4 เชิงวิชาการ (พัฒนาการเรียนการสอน/สร้างนักวิจัยใหม่)

ผลงานที่ได้จากการวิจัยนี้ได้ถูกนำไปใช้ประกอบการเรียนการสอนในหลายๆ กระบวนวิชาของสาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ทั้งในระดับปริญญาตรีและระดับบัณฑิตศึกษา เช่น MATS 404 Applications of Electromaterials MATS 703 Fabrication Processes of Materials และ MATS 723 Ferroelectric Materials และในส่วนของการสร้างนักวิจัยใหม่นั้น นอกจากประโยชน์โดยตรงที่เกิดกับผู้วิจัยเองแล้ว โครงการวิจัยนี้ได้มีส่วนในการฝึกฝนทักษะการวิจัยและการเผยแพร่ผลงานให้กับนักศึกษาทั้งในระดับปริญญาตรีและระดับบัณฑิตศึกษาในฐานะผู้ช่วยวิจัยร่วมกับหัวหน้าโครงการ และผลงานวิจัยที่ได้สามารถนำไปตีพิมพ์ในวารสารทางวิชาการทั้งในและต่างประเทศ รวมทั้งการนำเสนอผลงานในที่ประชุมทางวิชาการระดับนานาชาติ (ดังแสดงใน output และผลงานอื่นๆ) ซึ่งมีผลให้เกิดการพัฒนา นักวิจัยรุ่นใหม่ขึ้น

3. อื่น ๆ (ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการและการเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการนานาชาติ)

3.1 ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการในประเทศจำนวนทั้งสิ้น 10 เรื่องได้แก่

Wongsaenmai S, Ananta S, Meechoowas E, **Yimnirun R**. Uniaxial stress dependence of dielectric properties of “poled” ceramics in lead magnesium niobate-lead zirconate titanate system. *Chiang Mai Journal of Science*. 2003; 30: 81-93.

(ภาคผนวก จ)

Wongsaenmai S, Ananta S, **Yimnirun R**. Microstructural study of ceramics in PMN-PZT system. *Journal of Electron Microscopy of Thailand*. 2003;17(1):53-54.

(ภาคผนวก ฉ)

Yimnirun R, Ananta S, Wongsaenmai S. Dielectric properties of “unpoled” ceramics in lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics under uniaxial stress. *Chiang Mai Journal of Science*. 2004; **31**: 11-15.

(ภาคผนวก ช)

Yimnirun R, Ananta S, Loaratanakul P. Dielectric properties of ceramics in lead zirconate titanate-lead magnesium niobate system, *Songklanakarin Journal of Science and Technology* in press

(ภาคผนวก ซ)

Yimnirun R, Meechoowas E, Ananta S, Tunkasiri T. Mechanical properties of xPMN-(1-x)PZT ceramic systems, *Chiang Mai University Journal* in press

(ภาคผนวก ฌ)

Yimnirun R, Ananta S, Laoratanakul P. Ferroelectric properties of ceramics in lead zirconate titanate - lead magnesium niobate systems, *Chiang Mai University Journal* in press

(ภาคผนวก ญ)

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยิ้มศิริ, “อิทธิพลของความถี่แบบแกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT ที่ผ่านการทำซ้ำ” วารสารสงขลานครินทร์ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 25 ฉบับที่ 5 (กันยายน-ตุลาคม 2546) หน้า 629-636

(ภาคผนวก ณ)

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยิ้มนิรัญ, “อิทธิพลของความถี่แบบแกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT ที่ไม่ผ่านการทำซ้ำ” วารสารวิทยาศาสตร์ มช ปีที่ 31 ฉบับที่ 2 (เมษายน-มิถุนายน 2546) หน้า 73-84

(ภาคผนวก ฎ)

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยิ้มนิรัญ, “อิทธิพลของความถี่แบบแกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต” วารสารเทคโนโลยีสุรนารี ปีที่ 10 ฉบับที่ 3 (กรกฎาคม-กันยายน 2546) หน้า 206-209

(ภาคผนวก ฐ)

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, พิศัลย์ มุลรัตน์, ชีระพงษ์ ศิลาวงศ์สวัสดิ์, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยิ้มนิรัญ, “การศึกษาสมบัติฮิสเทอรีซิสในสารเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กตริกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (พีแซดที) ด้วยวงจร Sawyer-Tower” วารสารมหาวิทยาลัยนเรศวร ปีที่ 11 ฉบับที่ 3 (กันยายน-ธันวาคม 2546) หน้า 21-28

(ภาคผนวก ท)

3.2 การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการนานาชาติจำนวนทั้งสิ้น 5 เรื่องได้แก่

Rattikorn Yimnirun, Supon Ananta, and Ekarat Meechoowas, Processing and Mechanical Properties of PMN-PZT Ceramic Composites, presented at the 8th International Conference on Ceramic Processing Science (8th ICCPS), September 2-5, Hamburg, Germany

Supattra Wongsanmai, Supon Ananta, and **Rattikorn Yimnirun**, Microstructural Study of Ceramics in Lead Magnesium Niobate – Lead Zirconate Titanate System, presented at the *Electron Microscopy Society of Thailand Annual Conference*, January 30-February 1, 2003, Bangkok, Thailand

Rattikorn Yimnirun, Pitak Laorattanakul, and Supon Ananta, Synthesis and Dielectric Properties of Lead Magnesium Niobate-Lead Zirconate Titanate Solid Solutions, presented at the 2nd International Conference on Materials for Advanced Technologies 2003 (ICMAT-2003), December 7-12, 2003, Singapore

Supattra Wongsanmai, Supon Ananta, and **Rattikorn Yimnirun**, Effect of Uniaxial Stress on Dielectric Properties of Lead Zirconate Titanate - Lead Magnesium Niobate Ceramics, presented at the 2nd International Conference

on Materials for Advanced Technologies 2003 (ICMAT-2003), December 7-12, 2003, Singapore

Athipong Ngamjarujana, Supattra Wongsanmai, Supon Ananta, David Cann, Xiaoli Tan and **Rattikorn Yimnirun**, Dielectric Properties of Lead Zirconate Titanate - Lead Magnesium Niobate Ceramics Under Uniaxial Stress, presented at *the 106th Annual Meeting of the American Ceramics Society (ACERS-2004)*, April 18-21, 2004, Indianapolis, USA

ภาคผนวก ก**Reprint**

Yimnirun R, Ananta S, Meechoowas E, Wongsanmai S. Effects of uniaxial stress on dielectric properties of lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2003; **36**: 1615-1619.

ภาคผนวก ข

Accepted Manuscript

Yimnirun R, Ananta S, Laoratanakul P. Effects of $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ mixed-oxide modification on dielectric properties of $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ceramics. *Mater. Sci. Eng. B*, in press.

ภาคผนวก ค**Submitted Manuscript**

Yimnirun R, Meechoowas E, Ananta S, Tunkasiri T. Synthesis and mechanical properties of PMN-PZT ceramics. Submitted to *Materials Letters*.

ภาคผนวก ง

Submitted Manuscript

Yimnirun R, Ananta S, Laoratanakul P. Dielectric and ferroelectric properties of lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics prepared by mixed-oxide method. Submitted to *Journal of the European Ceramic Society*.

ภาคผนวก จ

Reprint

Wongsaenmai S, Ananta S, Meechoowas E, **Yimnirun R**. Uniaxial stress dependence of dielectric properties of “poled” ceramics in lead magnesium niobate-lead zirconate titanate system. *Chiang Mai Journal of Science*. 2003; 30: 81-93.

ภาคผนวก จ**Reprint**

Wongsaenmai S, Ananta S, **Yimnirun R**. Microstructural study of ceramics in PMN-PZT system. *Journal of Electron Microscopy of Thailand*. 2003;**17(1)**:53-54.

ภาคผนวก ข

Reprint

Yimnirun R, Ananta S, Wongsanenmai S. Dielectric properties of “unpoled” ceramics in lead magnesium niobate-lead zirconate titanate ceramics under uniaxial stress. *Chiang Mai Journal of Science*. 2004; **31**: 11-15.

ภาคผนวก ข**Accepted Manuscript**

Yimnirun R, Ananta S, Loaratanakul P. Dielectric properties of ceramics in lead zirconate titanate-lead magnesium niobate system, *Songklanakarin Journal of Science and Technology* in press

ภาคผนวก ฅ**Accepted Manuscript**

Yimnirun R, Meechoowas E, Ananta S, Tunkasiri T. Mechanical properties of xPMN-(1-x)PZT ceramic systems, *Chiang Mai University Journal* in press

ภาคผนวก ญ

Accepted Manuscript

Yimnirun R, Ananta S, Laoratanakul P. Ferroelectric properties of ceramics in lead zirconate titanate - lead magnesium niobate systems, *Chiang Mai University Journal* in press

ภาคผนวก ก

Reprint

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยัม히려ญ, “อิทธิพลของความเค้นแบบ
แกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT ที่ผ่านการทำซ้ำ”
วารสารสงขลานครินทร์ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 25 ฉบับที่ 5 (กันยายน-ตุลาคม
2546) หน้า 629-636

ภาคผนวก ก

Reprint

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยิ้มนิรัญ, “อิทธิพลของความเค้นแบบ
แกนเดียวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกในระบบ PMN-PZT ที่ไม่ผ่านการทำซ้ำ”
วารสารวิทยาศาสตร์ มช ปีที่ 31 ฉบับที่ 2 (เมษายน-มิถุนายน 2546) หน้า 73-84

ภาคผนวก ฐ

Reprint

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, สุพล อนันดา และ รัตติกร ยิ้มนิรัญ, “อิทธิพลของความคั่นแบบ
แกนเดี่ยวต่อสมบัติไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต” วารสาร
เทคโนโลยีสุรนารี ปีที่ 10 ฉบับที่ 3 (กรกฎาคม-กันยายน 2546) หน้า 206-209

ภาคผนวก ท

Reprint

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่, พิศัลย์ มุลรัตน์, ชีระพงษ์ ศีลาวงศ์สวัสดิ์, สุพล อนันตา และ รัตติกร ยิ้มนิรันดร์, “การศึกษาสมบัติอีสเทอร์ซีสในสารเซรามิกเพอร์ไรต์อิเล็กทริกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (พีแซดที) ด้วยวงจรวอร์ Sawyer-Tower” วารสารมหาวิทยาลัยนเรศวร ปีที่ 11 ฉบับที่ 3 (กันยายน-ธันวาคม 2546) หน้า 21-28