

### 3.10 การสร้างขั้วด้วยกระแสไฟฟ้าแก่ชิ้นงานเซรามิก

ก่อนจะทำการสร้างขั้วให้กับเซรามิก จะต้องทำการเตรียมชิ้นงานให้มีขนาดเหมาะสมโดยจะทำการขัดชิ้นงานให้เป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 0.55ซมX0.55ซมX1.50ซม. ทำการขัดผิวเซรามิกทุกด้านด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400 800 และ 1200 ตามลำดับจากนั้นนำไปขัดด้วยผงอะลูมินาที่มีขนาดอนุภาค 1 ไมโครเมตร เพื่อให้ผิวเซรามิกเรียบสม่ำเสมอและมันวาวทั่วทั้งชิ้นงาน จากนั้นนำเม็ดเซรามิกไปอบให้แห้ง ก่อนทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเชิงกลต่อไป หลังจากการเตรียมชิ้นงานให้มีขนาดตามที่กำหนด แล้วจึงทำการสร้างขั้วไฟฟ้า โดยจะต้องทำขั้วโลหะให้กับเม็ดเซรามิกโดยการทาการเงินด้านที่ต้องการทำขั้ว จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750 °ซ เป็นเวลา 12 นาที ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที เพื่อให้การเงินติดแน่นกับผิวเซรามิก จากนั้นจึงนำไปสร้างขั้ว (poling) โดยการจัดชุดอุปกรณ์ดังรูป 3.3 โดยในการสร้างขั้วจะทำในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 100 °ซ ให้สนามไฟฟ้าแก่เซรามิกผสมขนาด 2 กิโลโวลต์/มิลลิเมตร เป็นเวลา 30 นาที โดยในการทดลองนี้จะทำการสร้างขั้วให้กับเซรามิกผสม PMN-PZT สองทิศทาง คือ การสร้างขั้วในทิศทางบวกและลบของเซรามิก (รูป 3.4a) และทิศทางบวกและลบของเซรามิก (รูป 3.4b)



รูป 3.3 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการสร้างขั้วแก่เซรามิก



รูป 3.4 ทิศทางในการสร้างขั้วให้กับเซรามิก โดย P คือ ทิศทางการสร้างขั้ว (poling direction) (a) ทิศตามแนวความหนาของเซรามิก และ (b) ทิศตามแนวความยาวของเซรามิก

### 3.11 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก

การวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (electrical permittivity,  $\epsilon_r$ ) และค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectric coefficient,  $d$ ) ของเซรามิกที่เตรียมได้โดยทำการเปรียบเทียบค่าทางไฟฟ้าของเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างขั้ว (unpoled ceramics) และเซรามิกที่ถูกสร้างขั้ว (poled ceramics) โดยเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างขั้วจะวัดค่าประจุ (capacitance,  $C$ ) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (dielectric loss,  $\tan\delta$ ) ที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ  $400^{\circ}\text{C}$  ที่ความถี่ 1 กิโลเฮิรท์ นำผลจากค่าความจุที่ได้ไปคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ นอกจากนี้ยังสามารถหาอุณหภูมิคูรีของเซรามิกผสม PMN-PZT จากความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิ ส่วนเซรามิกที่ถูกสร้างขั้วแล้วจะต้องทิ้งไว้ประมาณ 24 ชั่วโมงก่อนนำมาวัดค่าทางไฟฟ้า โดยนำมาวัดความจุและค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในสองทิศทาง คือ ในทิศตามแนวความหนาของเซรามิก ซึ่งเมื่อนำไปคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะได้เป็น  $\epsilon_{33}$  และในทิศตามความยาวของเซรามิก ซึ่งเมื่อนำไปคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะได้เป็น  $\epsilon_{11}$  โดยจะทำการวัดที่อุณหภูมิห้องด้วยความถี่ 1 กิโลเฮิรท์ จากนั้นนำเซรามิกที่ถูกสร้างขั้วไปวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก โดยให้แรงกดและวัดความต่างศักย์ที่ได้จากเซรามิกผสมในทิศเดียวกับทิศของการสร้างขั้วในเซรามิก ( $d_{33}$ ) โดยก่อนที่จะทำการวัดค่าทางไฟฟ้าจะต้องนำเซรามิกมาทำขั้วไฟฟ้าง่ายๆที่กล่าวมาข้างต้น ในการวัดค่าความสามารถในการเก็บประจุ (capacitance,  $C$ ) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางความร้อน (dielectric loss,  $\tan\delta$ ) จะวัดด้วยเครื่อง LCZ meter ดังแสดงในรูป 3.5 แล้วนำไปคำนวณเพื่อหาค่า  $\epsilon_r$

จากสมการที่ 3.9 ส่วนการวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกจะใช้เครื่อง piezoelectric meter ดังแสดงในรูป 3.6

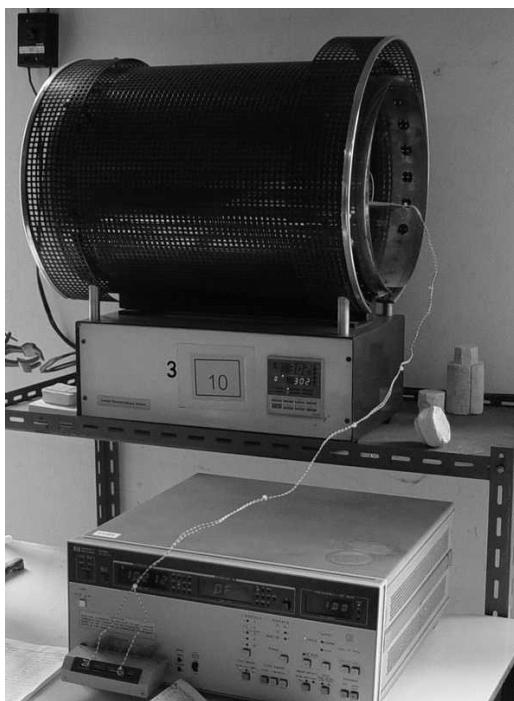
$$\epsilon_r = \frac{tC}{\epsilon_o A} \quad (3.9)$$

เมื่อ  $t$  = ความหนาของสารตัวอย่าง หน่วย ซม.

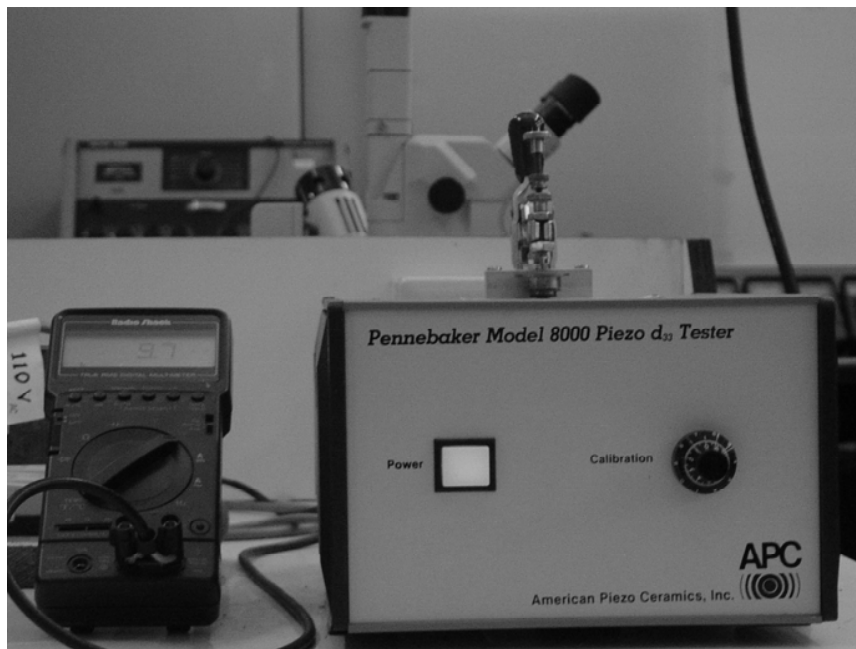
$\epsilon_r$  = ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง

$\epsilon_o$  = ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าประมาณ  $8.854 \times 10^{-15}$  F/mm

$A$  = พื้นที่ขั้วไฟฟ้าบนผิวของสารตัวอย่าง หน่วย ตารางเซนติเมตร



รูป 3.5 เครื่อง LCZ meter สำหรับวัดค่าความจุ และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก



รูป 3.6 เครื่อง piezoelectric meter สำหรับวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก

### 3.12 การทดสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิก

ทำการวัดค่าความแข็งของเซรามิกด้วยวิธีการกด (indentation technique) โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการเตรียมมาแล้วมาทดสอบด้วยเครื่องวัดค่าความแข็งจุลภาค (microhardness tester) โดยใช้รูปแบบของหัวกดแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness testing, HV) และนูป (Knoop hardness testing, HK) ดังแสดงในรูป 3.7 และ 3.8 ตามลำดับ จากนั้นวัดค่าความยาวของรอยแยกที่เกิดจากการกดด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ (crack length,  $c$ ) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (light microscope) นำค่าความแข็งในหน่วยของนูปที่ได้ไปคำนวณหาค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus,  $E$ ) ตามสมการที่ 3.10 และค่าความต้านทานต่อรอยแยก (fracture toughness,  $K_{IC}$ ) ตามสมการที่ 3.11 โดยในการวัดค่าความแข็งนั้นจะแบ่งเซรามิกออกเป็นสองกลุ่ม คือ เซรามิกที่ไม่ถูกสร้างข้อและเซรามิกที่ถูกสร้างข้อ จากนั้นทำการเปรียบเทียบผลได้จากทั้งสองกลุ่ม การคำนวณสมบัติเชิงกลต่างๆ แสดงดังสมการข้างล่าง

$$H_V = 1854.4 \left( \frac{P}{d_V^2} \right) \quad (3.10)$$

เมื่อ  $H_V$  = ความแข็งแบบวิกเกอร์ หน่วย GPa

$P$  = น้ำหนักกด หน่วย N

$d_V$  = ความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกดแบบวิกเกอร์ หน่วย  $\mu\text{m}$

$$H_K = 1.451 \left( \frac{P}{d_K^2} \right) \quad (3.11)$$

เมื่อ  $H_K$  = ความแข็งแบบนูน หน่วย GPa

$P$  = น้ำหนักกด หน่วย N

$d_K$  = ความยาวเส้นทแยงมุมด้านยาวของรอยกดแบบนูน หน่วย mm

$$E = \alpha HK \left[ \left( \frac{b}{a} \right) - \left( \frac{b'}{a'} \right) \right] \quad (3.12)$$

เมื่อ  $E$  = มอดุลัสของยัง หน่วย GPa

$\alpha$  = ค่าคงที่ที่ได้จากผลการทดลองของ Marshall และคณะ [12] มีค่าประมาณ 0.45

$HK$  = ความแข็งในหน่วยของนูน หน่วย GPa

$b/a$  = อัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของหัวกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของหัวกดด้านยาว  
สำหรับหัวกดนูน มีค่า 1/7.11

$b'/a'$  = อัตราส่วนระหว่างเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านสั้นต่อเส้นทแยงมุมของรอยกดด้านยาว

$$K_{IC} = 0.016 \left( \frac{E}{HV} \right)^{1/2} \left( \frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad (3.14)$$

เมื่อ  $K_{IC}$  = ความต้านทานต่อรอยแตก หน่วย  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

$E$  = มอดุลัสของยัง หน่วย Pa

$HV$  = ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ หน่วย Pa

$P$  = น้ำหนักที่กด หน่วย N

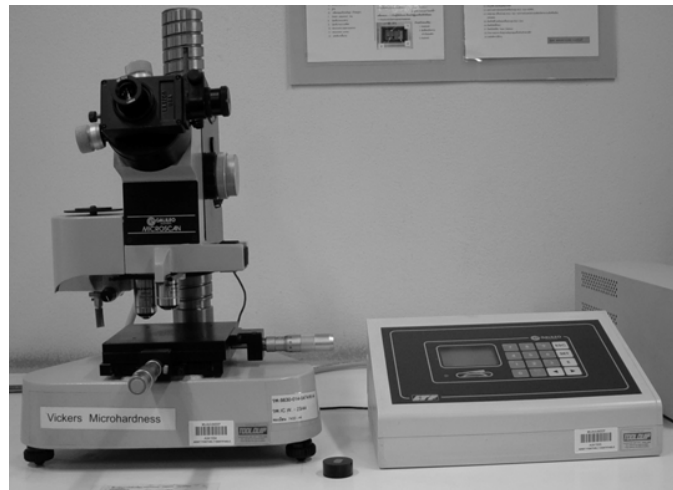
$c$  = ความยาวของรอยแตก หน่วย m

### 3.13 การศึกษาอิทธิพลของความร้อน (heat treatment) และการสร้างขั้ว (poling) ที่มีต่อพฤติกรรมการขยายตัวของรอยแตก (crack growth behavior)

การทดลองในหัวข้อนี้จะแบ่งเซรามิกผสม PMN-PZT ออกเป็นสี่กลุ่ม ดังนี้

1. unpole-indent ทำการกดเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างขั้วด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ วัดความยาวของรอยแตกที่เกิดขึ้นที่มุมของรอยกด
2. unpole-indent-pole ทำการกดเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างขั้ว แล้วทำการสร้างขั้วก่อนวัดค่าความยาวของรอยแตกที่มุมของรอยกดอีกครั้ง
3. unpole-indent-heat-pole ทำการกดเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างขั้ว แล้วให้ความร้อน โดยนำเซรามิกเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อลดความเค้นในเซรามิก แล้วนำเซรามิกมาทำการสร้างขั้ว ก่อนทำการวัดค่าความยาวของรอยแตกที่มุมของรอยกด
4. pole-indent ทำการกดเซรามิกที่ถูกสร้างขั้วแล้วด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ และวัดความยาวของรอยแตกที่เกิดขึ้นที่มุมของรอยกด

ทำการเปรียบเทียบค่าความยาวของรอยแตกที่มุมของรอยกดทั้งสี่กลุ่ม เพื่อหาอิทธิพลของความร้อนและการสร้างขั้วที่มีต่อการขยายตัวของรอยแตกต่อไป



รูป 3.7 เครื่องวัดค่าความแข็งที่ใช้หัวกดแบบวิกเกอร์



## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

ผลของการวิจัยนี้จะถูกแบ่งออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ๆ ได้แก่ ส่วนที่ 1 คือ การเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน และส่วนที่ 2 คือ การศึกษาสมบัติเชิงกลของสารเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิกในระบบเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PMN-PZT) ดังหัวข้อต่อไปนี้

#### 4.1 ส่วนที่ 1 : การเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน PMN

##### 4.1.1 ผลการเตรียมผง MN โดยใช้สารตั้งต้นต่างชนิดกัน

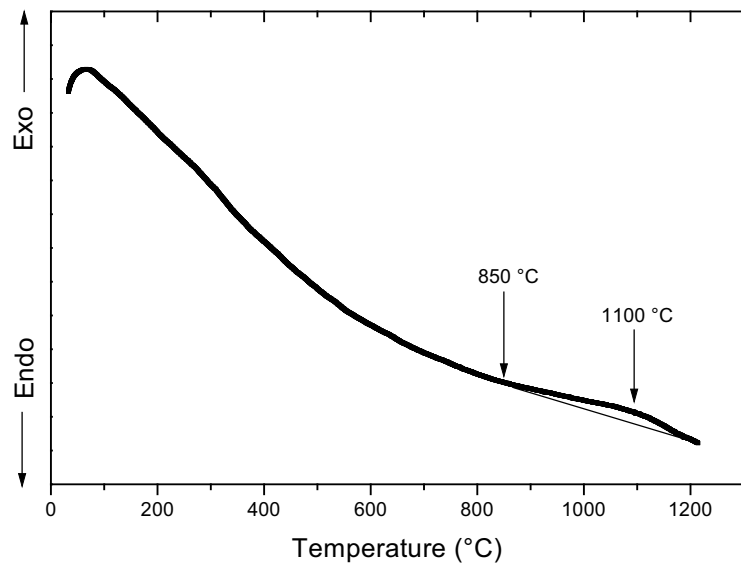
จากการเตรียมผง MN โดยใช้สารตั้งต้น 2 ชนิด คือ สารตั้งต้น  $\text{MgO}$  กับ  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (MN1) และสารตั้งต้น  $(\text{MgCO}_3)_4 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  กับ  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (MN2) แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA เพื่อหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ให้ได้สาร MN ได้ผลดังแสดงไว้ในหัวข้อที่ 4.1.1.1 หลังจากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์หาเฟสและความบริสุทธิ์โดยวิธีวิเคราะห์ด้วยรังสีเอกซ์ ได้ผลดังแสดงในหัวข้อที่ 4.1.1.2 ส่วนโครงสร้างจุลภาคของผง MN1 และ MN2 ได้แสดงไว้ในหัวข้อที่ 4.1.1.3 โดยวิธีการวิเคราะห์แบบ SEM

##### 4.1.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA

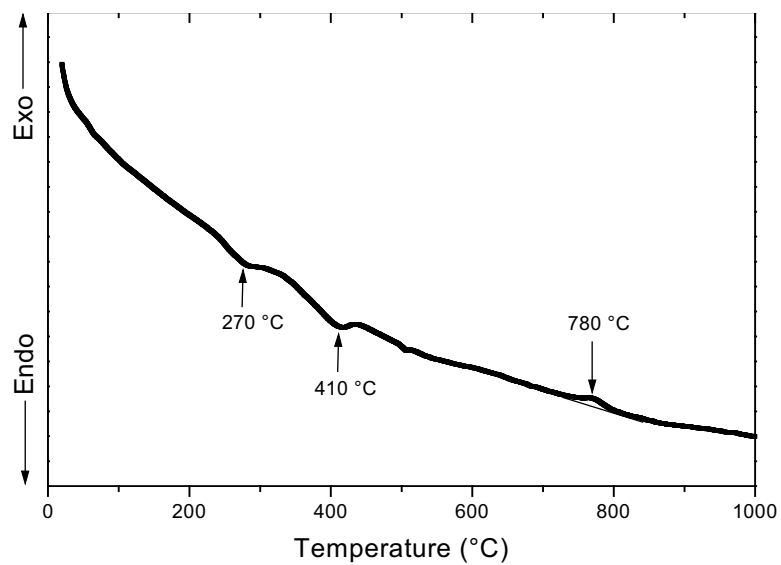
รูป 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ผงของสารตั้ง 2 ชนิด (a) MN1 และ (b) MN2 โดยเทคนิค DTA ซึ่งทำให้สามารถเลือกเงื่อนไขในการแคลไซน์ผง MN1 และ MN2 ได้ดังแสดงไว้ในตาราง 4.1 จะเห็นได้ว่าผลของสารตั้งต้น MN1 พบพีกคายความร้อน (exothermic peak) ที่ช่วงอุณหภูมิที่สูงกว่าสารตั้งต้น MN2 โดย MN1 อยู่ในช่วง  $850-1200^{\circ}\text{C}$  ส่วน MN2 อยู่ในช่วง  $700-800^{\circ}\text{C}$

นอกจากนี้ผลของสาร MN2 ดังรูป 4.1(b) ยังพบพีกดูดความร้อนที่อุณหภูมิ  $270^{\circ}\text{C}$  และ  $410^{\circ}\text{C}$  ซึ่งน่าจะเกิดจากการสลายตัวของสารตั้งต้น  $(\text{MgCO}_3)_4 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ไปเป็นน้ำ  $\text{H}_2\text{O}$  และก๊าซ  $\text{CO}_2$  ตามสมการที่ 4.2 ซึ่งน่าจะใช้เทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนแบบ TG เพื่อช่วยในการสรุปว่าที่อุณหภูมิแต่ละอุณหภูมินั้นมีการสลายตัวของก๊าซใด โดยการคำนวณหาจากน้ำหนักที่หายไป





(a) MN1



(b) MN2

รูป 4.1 ผลการวิเคราะห์หึ่งของสารตั้งต้น 2 ชนิดโดยวิธี DTA (a) MN1 (สารตั้งต้น  $\text{MgO}$  กับ  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) และ (b) MN2 (สารตั้งต้น  $(\text{MgCO}_3)_4 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  กับ  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ )

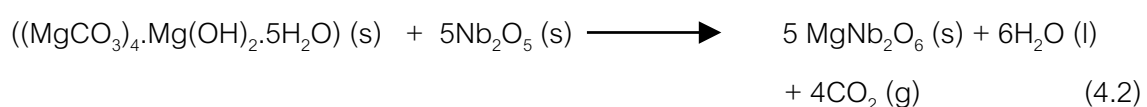
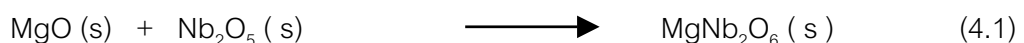
ตาราง 4.1 เงื่อนไขในการแคลไซน์ผง MN1 และ MN2 ที่อุณหภูมิต่างๆ

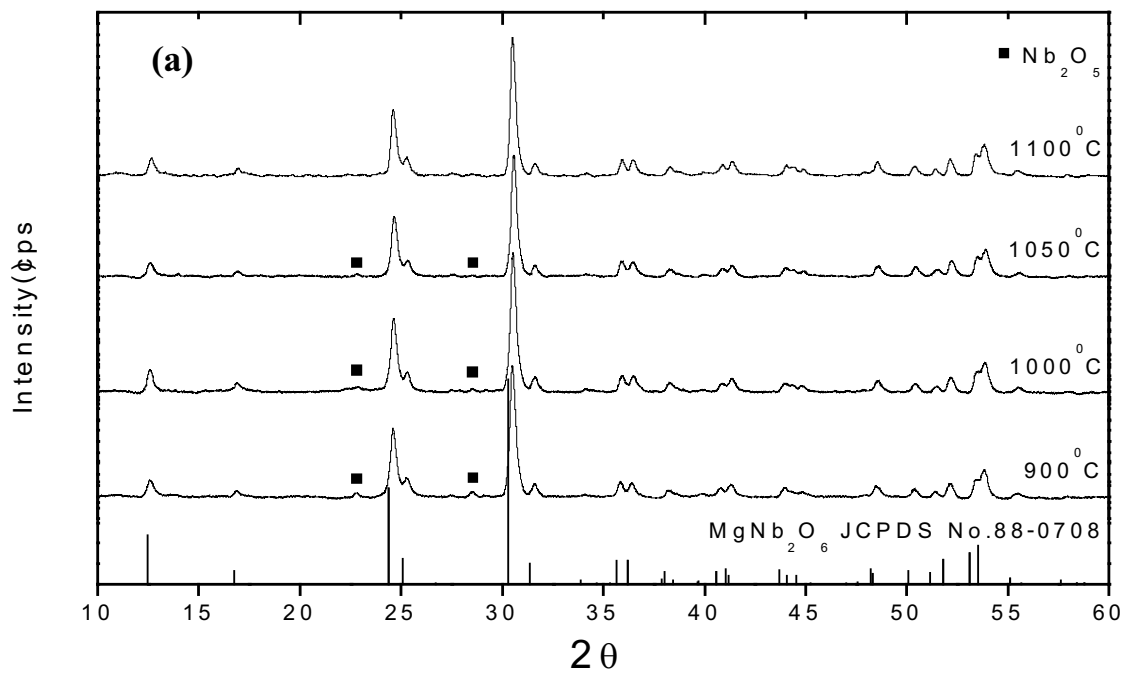
เงื่อนไข	MN1	MN2
1	900°C	750°C
2	1000°C	850°C
3	1050°C	900°C
4	1100°C	-

#### 4.1.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

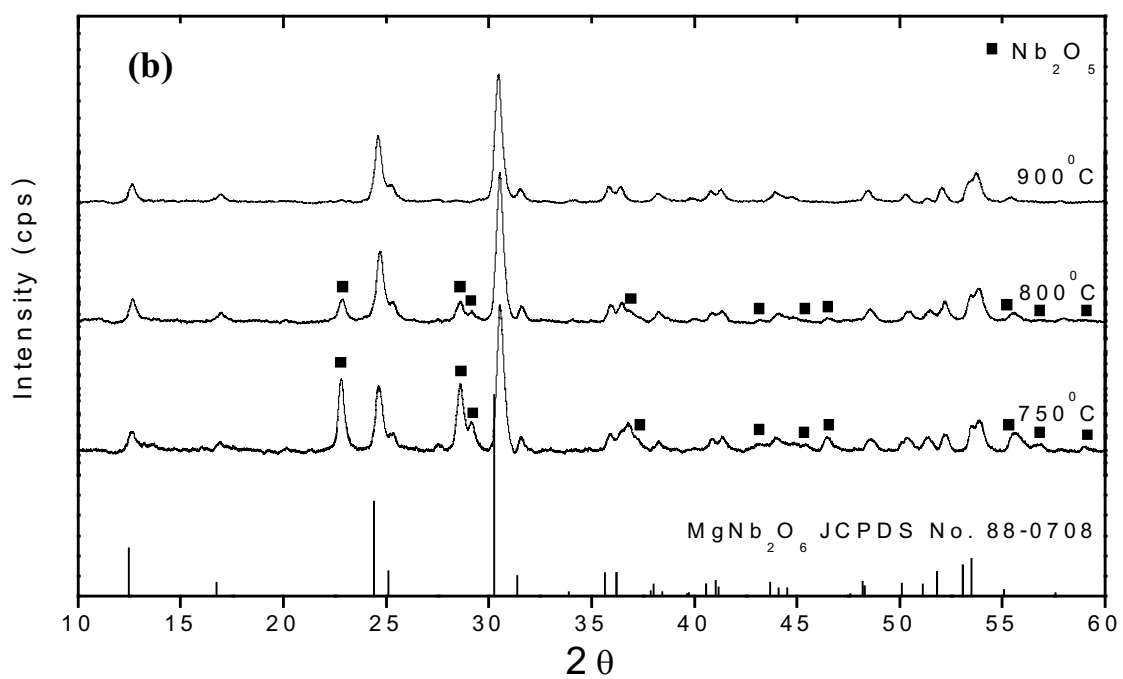
จากการตรวจสอบผง MN1 และ MN2 ที่เตรียมได้ในการทดลองครั้งนี้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าสาร MN1 ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของ MgO และ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ดังแสดงในสมการที่ 4.1 แล้วทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูป 4.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่าผง MN1 ที่ผ่านการแคลไซน์ทุกอุณหภูมิจะมีความสอดคล้องกับเฟสของ MgNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub> และตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 88-0708 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบอโรทอมบิก (orthorhombic) อุณหภูมิแคลไซน์ที่สามารถทำให้ได้สาร MN1 มีความบริสุทธิ์ 100% คือ 1100°C ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5°C/นาที่ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแช่ 4 ชั่วโมง แต่สาร MN1 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 900 ถึง 1050°C จะพบเฟสแปลกปลอมของ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์กับ MgO ดังรูป 4.2

ส่วนผง MN2 ที่เตรียมได้ในการทดลองครั้งนี้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าสาร MN2 ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของ ((MgCO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>·Mg(OH)<sub>2</sub>·5H<sub>2</sub>O) และ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ดังสมการที่ 4.2 แล้วทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูป 4.3 ซึ่งจะเห็นได้ว่าผง MN2 ที่ได้จากการทดลองนั้นมีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 88-0708 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบอโรทอมบิก มีความบริสุทธิ์ 100% ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 900°C ซึ่งน่าจะเป็นอุณหภูมิที่ปฏิกิริยา 4.2 เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์นั่นเอง ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5°C/นาที่ และใช้ระยะเวลาในการแช่ 4 ชั่วโมงเช่นกัน





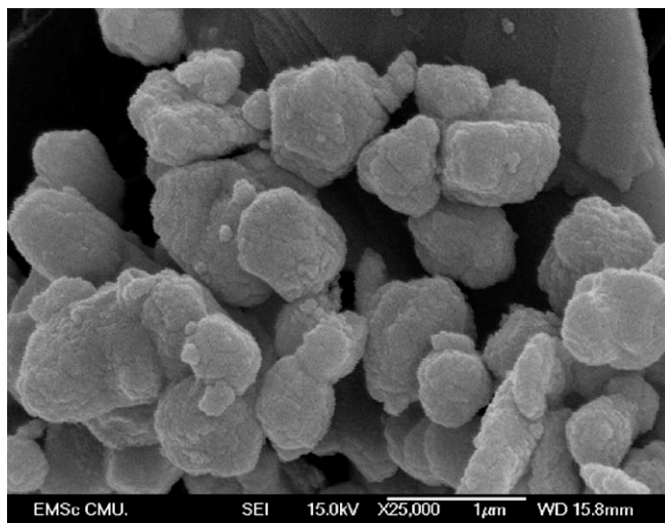
รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง MN1



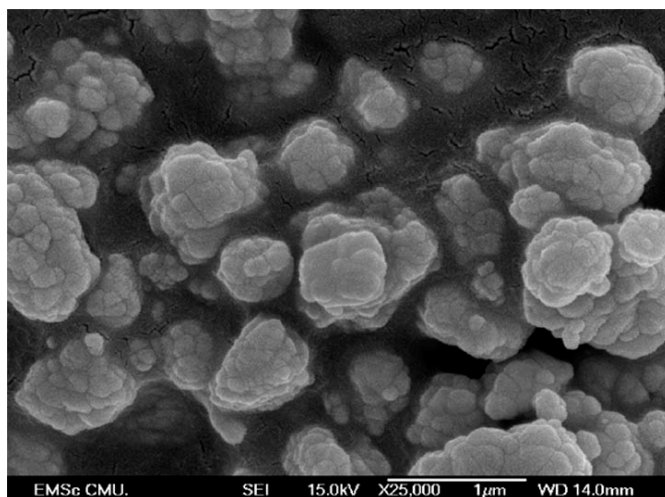
รูป 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง MN2

#### 4.1.1.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค SEM

รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะสัณฐานของผง (a) MN1 และ (b) MN2 ที่มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 100% จากรูปจะเห็นได้ว่าผง MN1 และ MN2 เกิดจากการที่อนุภาคที่มีขนาดเล็กๆ เกาะรวมกันจนเป็นก้อนใหญ่ขึ้น (agglomeration) แต่เมื่อสังเกตผงของ MN2 จะพบว่าลักษณะของก้อนผงนั้น จะมีรอยแตกที่เห็นได้ชัดกว่าของ MN1 ซึ่งก็อาจจะเกิดขึ้นมาจากการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของสาร MN2 จะมีการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำแทรกออกมาเกิดการแตกตัวของผงทำให้มีการเกาะกันหลวมขึ้น (soft agglomeration)



(a) MN1

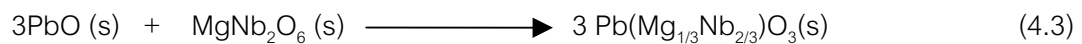


(b) MN2

รูป 4.4 ลักษณะสัณฐานของผง (a) MN1 และ (b) MN2

#### 4.1.2 ผลการเตรียมผง PMN โดยใช้สารตั้งต้นจาก MN1 และ MN2

เมื่อนำผง MN1 และ MN2 ที่มีความบริสุทธิ์ 100% ที่ได้จากการทดลองที่ 4.1.1 มาผสมกับเลดออกไซด์ (PbO) เพื่อนำไปหาเงื่อนไขในการเผาแคลไซน์โดยเทคนิค DTA ได้ผลดังแสดงไว้ในหัวข้อที่ 4.1.2.1 หลังจากนั้นจึงนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาของแข็งของระหว่างสาร MN และ PbO เกิดเป็นสาร PMN ดังสมการที่ 4.3 หลังจากนั้นจึงนำผง PMN ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคของรังสีเอ็กซ์ เพื่อศึกษาเฟสและความบริสุทธิ์ของสารซึ่งได้ผลดังหัวข้อที่ 4.1.2.2

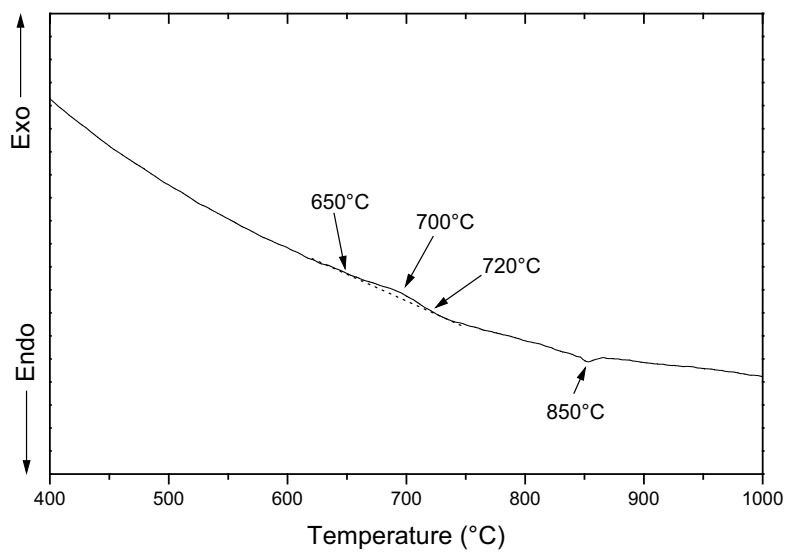


##### 4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA

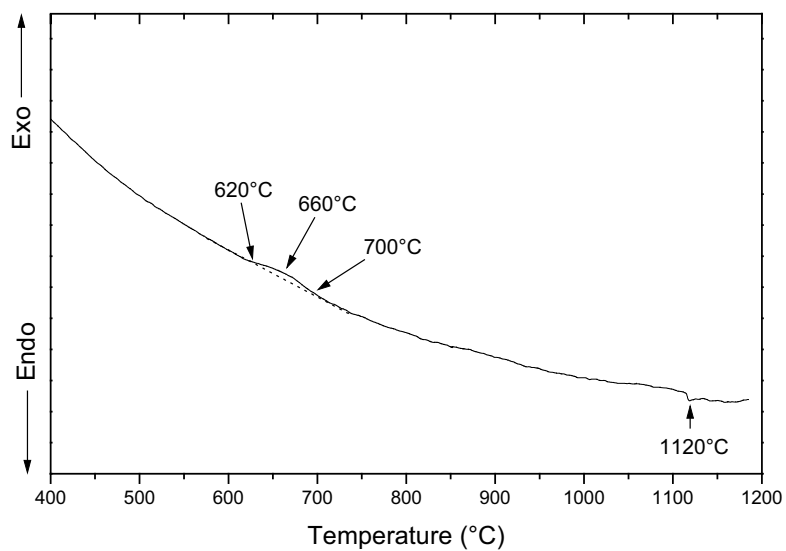
รูป 4.5 แสดงผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA ของสารตั้งต้น (a) PMN1 และ (b) PMN2 พบว่าผง PMN1 และ PMN2 แสดงพีคคายความร้อนในช่วงอุณหภูมิใกล้เคียงกัน คือ PMN1 อยู่ในช่วง 650-720<sup>o</sup>C และ PMN2 อยู่ในช่วง 620-700<sup>o</sup>C แต่จะพบพีคดูดความร้อนที่อุณหภูมิต่างกัน คือ PMN1 จะพบที่อุณหภูมิ 850<sup>o</sup>C ส่วน PMN2 พบที่อุณหภูมิสูงกว่าคือประมาณ 1120<sup>o</sup>C ซึ่งน่าจะเป็นเพราะ PMN ทั้งสองเกิดมาจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน ทำให้เกิดการหลอมตัวหรือการระเหยของสารตะกั่วออกไซด์ในช่วงอุณหภูมิที่ต่างกัน และอาจมีผลต่อเนื่องมาจากผง MN1 และ MN2 ที่มีลักษณะพื้นฐานที่ต่างกันด้วย เนื่องจากพีคคายความร้อนที่พบในผลการวิเคราะห์ DTA ของสาร PMN1 และ PMN2 อยู่ในช่วงอุณหภูมิใกล้เคียงกันมากและอยู่ในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำ เพราะฉะนั้นจึงเลือกเงื่อนไขของอุณหภูมิแคลไซน์ของสาร PMN1 และ PMN2 ให้อยู่ในช่วงเดียวกันดังแสดงไว้ในตาราง 4.2

ตาราง 4.2 เงื่อนไขในการแคลไซน์ผง PMN1 และ PMN2 ที่อุณหภูมิต่างๆ

เงื่อนไข	PMN1	PMN2
1	600 <sup>o</sup> C	600 <sup>o</sup> C
2	700 <sup>o</sup> C	700 <sup>o</sup> C
3	800 <sup>o</sup> C	800 <sup>o</sup> C
4	900 <sup>o</sup> C	900 <sup>o</sup> C



(a) PMN1



(b) PMN2

รูป 4.5 ผลการวิเคราะห์ผงของสารตั้งต้น 2 ชนิดโดยวิธี DTA (a) PMN1 (สารตั้งต้น MN1 (100%) กับ PbO) (b) PMN2 (สารตั้งต้น MN2 (100%) กับ PbO)

#### 4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

จากการตรวจสอบผง PMN1 และ PMN2 ที่เตรียมได้ในการทดลองนี้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบว่า สาร PMN1 ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่าง PMN1 กับ PbO แล้วทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีความบริสุทธิ์แสดงดังตาราง 4.3 และมีแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงในรูป 4.6 ซึ่งจะเห็นได้ว่าผง PMN1 มีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีเฟสเป็นคิวบิก (cubic) ที่มีความบริสุทธิ์สูงสุด 97.92% ที่อุณหภูมิแคลไซต์ 800°C อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10°C/นาที่ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแค่ 4 ชั่วโมง นอกจากนี้ยังมีเฟสแปลกปลอมของ PbO และ MN1 ที่ทำปฏิกิริยายังไม่สมบูรณ์หลงเหลืออยู่ และเฟสของ ZrO<sub>2</sub> ปะปนมาจาก milling media ด้วย และที่อุณหภูมิแคลไซต์สูงขึ้นเป็น 900°C สารจะมีความบริสุทธิ์ลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากมีเฟสของไพโรคลอไรต์ที่เกิดจากการระเหยของออกไซด์ของตะกั่วมากขึ้นนั่นเอง ซึ่งผลการทดลองนี้สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA ที่พบพิกัดดูดกลืนความร้อนของการระเหิดของตะกั่วออกไซด์ที่อุณหภูมิประมาณ 850°C ดังรูป 4.5(a)

ส่วน PMN2 มีการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ดังแสดงในรูป 4.7 ซึ่งมีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีเฟสเป็นคิวบิก ที่มีความบริสุทธิ์สูงสุด 97.42% ที่อุณหภูมิแคลไซต์ 800°C ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 10°C/นาที่ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาแค่ 4 ชั่วโมง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซต์ไปที่ 900°C ค่าความบริสุทธิ์ก็ลดลงแต่ไม่มากนัก ซึ่งแตกต่างจากของสาร PMN1 ทั้งนี้ อาจจะเนื่องมาจาก MN2 มีส่วนช่วยทำให้การระเหยของออกไซด์ตะกั่วช้าลง ซึ่งจะเห็นได้จากพิกัดดูดความร้อนที่อุณหภูมิสูงถึง 1120°C ดังแสดงในรูป 4.5(b) ในขณะที่ของ PMN1 เกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า

ตาราง 4.3 ความบริสุทธิ์ของ PMN1 และ PMN2 ที่แคลไซต์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิแคลไซต์ (°C)	PMN1	PMN2
1	97.84%	96.54%
2	97.92%	97.42%
3	93.57%	97.00%