

3.10 การสร้างข้าวด้วยกระแสไฟฟ้าแก่ชิ้นงานเซรามิก

ก่อนจะทำการสร้างข้าวให้กับเซรามิก จะต้องทำการเตรียมชิ้นงานให้มีขนาดเหมาะสมโดยจะทำการขัดชิ้นงานให้เป็นรูปสี่เหลี่ยมจตุรัสขนาด $0.55\text{ซม} \times 0.55\text{ซม} \times 1.50\text{ซม}$. ทำการขัดผิวเซรามิกทุกด้านด้วยกระดาษทรายเบอร์ 400 800 และ 1200 ตามลำดับจากนั้นนำไปขัดด้วยผงอะลูมินาที่มีขนาดอนุภาค 1 ไมโครเมตร เพื่อให้ผิวเซรามิกเรียบสม่ำเสมอและมั่นคงทั่วทั้งชิ้นงาน จากนั้นนำเม็ดเซรามิกไปอบให้แห้งก่อนทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเชิงกลต่อไป หลังจากการเตรียมชิ้นงานให้มีขนาดตามที่กำหนดแล้วจึงทำการสร้างข้าวไฟฟ้า โดยจะต้องทำข้าวโลหะให้กับเม็ดเซรามิกโดยการทากาวเงินด้านที่ต้องการทำข้าว จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750°ซ เป็นเวลา 12 นาที ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{ซ}/\text{นาที}$ เพื่อให้การเงินติดแน่นกับผิวเซรามิก จากนั้นจึงนำไปสร้างข้าว (poling) โดยการจัดชุดอุปกรณ์ดังรูป 3.3 โดยในการสร้างข้าวจะทำในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 100°ซ ให้สนามไฟฟ้าแก่เซรามิกผลสมขนาด 2 กิโลโวลต์/มิลลิเมตร เป็นเวลา 30 นาที โดยในการทดลองนี้จะทำการสร้างข้าวให้กับเซรามิกผล PMN-PZT สองทิศทาง คือ การสร้างข้าวด้วยเซลล์โซลาร์เซลล์ที่อุณหภูมิ 100°ซ (รูป 3.4a) และชุดอุปกรณ์ดังรูป 3.3 ของเซรามิก (รูป 3.4b)



รูป 3.3 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการสร้างข้าวแก่เซรามิก



รูป 3.4 ทิศทางในการสร้างข้าวให้กับเซรามิก โดย P คือ ทิศทางการสร้างข้าว (poling direction) (a) ทิศตามแนวความหนาของเซรามิก และ (b) ทิศตามแนวความยาวของเซรามิก

3.11 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก

การวัดค่าสภารอยสัมพัทธ์ (electrical permittivity, ϵ_r) และค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก (piezoelectric coefficient, d) ของเซรามิกที่เตรียมได้โดยทำการเบรียบเทียบค่าทางไฟฟ้าของเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างข้าว (unpoled ceramics) และเซรามิกที่ถูกสร้างข้าว (poled ceramics) โดยเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างข้าวจะวัดค่าประจุ (capacitance, C) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางดielektrik (dielectric loss, tan δ) ที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 400°C ที่ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ต นำผลจากค่าความจุที่ได้ไปคำนวณหาค่าสภารอยสัมพัทธ์ นอกเหนือนี้ยังสามารถหาอุณหภูมิคู่รีของเซรามิกผสม PMN-PZT จากความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภารอยสัมพัทธ์และอุณหภูมิ ส่วนเซรามิกที่ถูกสร้างข้าวแล้วจะต้องทิ้งไว้ประมาณ 24 ชั่วโมงก่อนนำมาวัดค่าทางไฟฟ้า โดยนำมาวัดความจุและค่าตัวประกอบการสูญเสียทางดielektrikในสองทิศทาง คือ ในทิศตามแนวความหนาของเซรามิก ซึ่งเมื่อนำไปคำนวณหาค่าสภารอยสัมพัทธ์จะได้เป็น ϵ_{33} และในทิศตามความยาวของเซรามิก ซึ่งเมื่อนำไปคำนวณหาค่าสภารอยสัมพัทธ์จะได้เป็น ϵ_{11} โดยจะทำวัดที่อุณหภูมิห้องด้วยความถี่ 1 กิโลเฮิร์ต จากนั้นนำเซรามิกที่ถูกสร้างข้าวไปวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเล็กทริก โดยให้เรางัดและวัดความต่างศักย์ที่ได้จากเซรามิกผสมในทิศเดียวกับทิศของการสร้างข้าวในเซรามิก (d_{33}) โดยก่อนที่จะทำการวัดค่าทางไฟฟ้าจะต้องนำเซรามิกมาทำข้าวไฟฟ้าดังที่กล่าวมาข้างต้น ในการวัดค่าความสามารถในการเก็บประจุ (capacitance, C) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางความร้อน (dielectric loss, tan δ) จะวัดด้วยเครื่อง LCZ meter ดังแสดงในรูป 3.5 และนำไปคำนวณเพื่อหาค่า ϵ_r

จากสมการที่ 3.9 ส่วนการวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเลกทริกจะใช้เครื่อง piezoelectric meter ดังแสดงในรูป 3.6

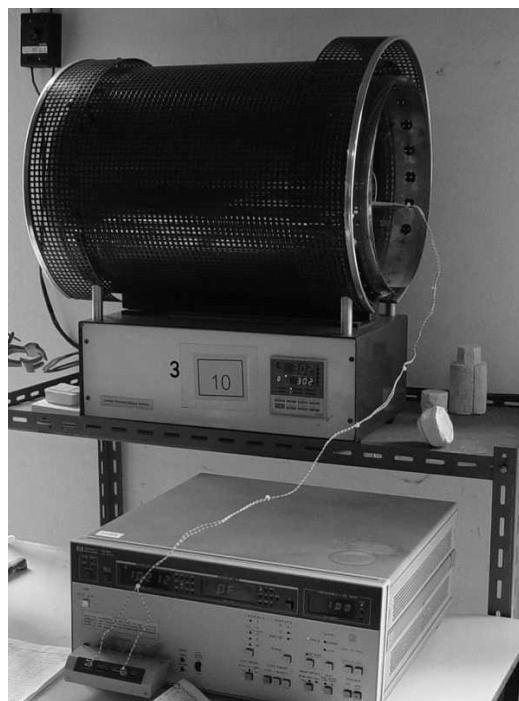
$$\varepsilon_r = \frac{tC}{\varepsilon_0 A} \quad (3.9)$$

เมื่อ t = ความหนาของสารตัวอย่าง หน่วย ซม.

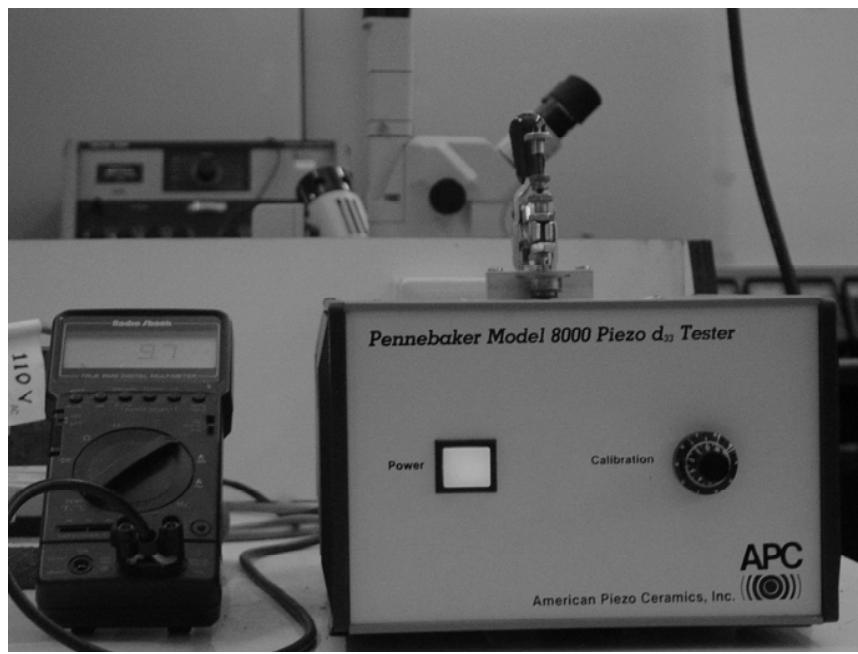
ε_r = ค่าส่วนขยายสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง

ε_0 = ค่าส่วนขยายของสุญญากาศ มีค่าประมาณ 8.854×10^{-15} F/mm

A = พื้นที่ขั้วไฟฟ้าบนผิวของสารตัวอย่าง หน่วย ตารางเซนติเมตร



รูป 3.5 เครื่อง LCZ meter สำหรับวัดค่าความจุ และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดโอดิเลกทริก



รูป 3.6 เครื่อง piezoelectric meter สำหรับวัดค่าสัมประสิทธิ์พิโซอิเลกทริก

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) นำค่าความแข็งในหน่วยของนูปที่ได้ไปคำนวนหาค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus, E) ตามสมการที่ 3.10 และค่าความต้านทานต่อรอยแยก (fracture toughness, K_{IC}) ตามสมการที่ 3.11 โดยในการวัดค่าความแข็งนั้นจะแบ่งเซรามิกออกเป็นสองกลุ่ม คือ เซรามิกที่ไม่ถูกสร้างขึ้นและเซรามิกที่ถูกสร้างขึ้น จากนั้นทำการเปรียบเทียบผลได้จากทั้งสองกลุ่ม การคำนวนสมบัติเชิงกลต่างๆ 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 = ความยาวเส้นที่แยกมุ่มของรอยกดแบบวิกเกอร์ หน่วย μm

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

เมื่อ H_K = ความแข็งแบบนูป หน่วย GPa

P = น้ำหนักกด หน่วย N

d_K = ความยาวเส้นที่แยกมุ่มด้านขวาของรอยกดแบบนูป หน่วย mm

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

เมื่อ E = มอดูลัสของยัง หน่วย GPa

α = ค่าคงที่ที่ได้จากการทดลองของ Marshall และคณะ [12] มีค่าประมาณ 0.45

HK = ความแข็งในหน่วยของนูป หน่วย GPa

b/a = อัตราส่วนระหว่างเส้นที่แยกมุ่มของหัวกดด้านล่างสั้นต่อเส้นที่แยกมุ่มของหัวกดด้านขวา
สำหรับหัวกดนูป มีค่า 1/7.11

b'/a' = อัตราส่วนระหว่างเส้นที่แยกมุ่มของรอยกดด้านล่างสั้นต่อเส้นที่แยกมุ่มของรอยกดด้านขวา

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

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

E = มอดูลัสของยัง หน่วย Pa

HV = ค่าความแข็งในหน่วยของวิกเกอร์ หน่วย Pa

P = น้ำหนักที่กด หน่วย N

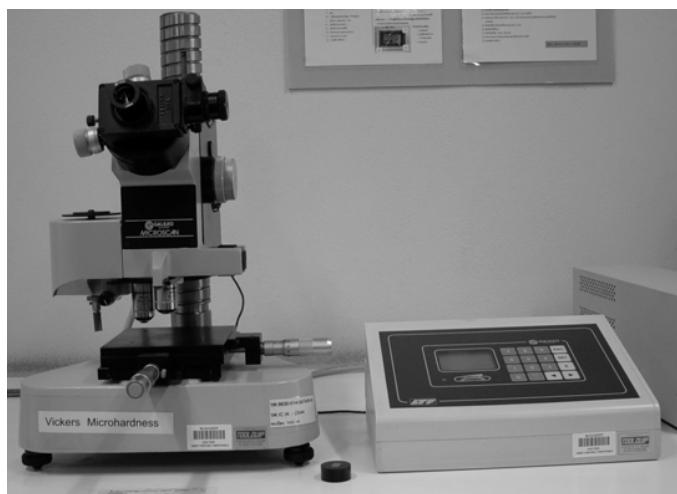
c = ความยาวของรอยแยก หน่วย m

3.13 การศึกษาอิทธิพลของความร้อน (heat treatment) และการสร้างข้าว (poling) ที่มีต่อพฤติกรรมการขยายตัวของรอยแยก (crack growth behavior)

การทดลองในหัวข้อนี้จะแบ่งเซรามิกผสม PMN-PZT ออกเป็นสี่กลุ่ม ดังนี้

1. unpole-indent ทำการกดเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างข้าวด้วยหัวกดแบบบิคเกอร์ วัดความยาวของรอยแยกที่เกิดที่มุมของรอยกด
2. unpole-indent-pole ทำการกดเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างข้าว และทำการสร้างข้าวก่อนวัดค่าความยาวของรอยแยกที่มุมของรอยกดอีกครั้ง
3. unpole-indent-heat-pole ทำการกดเซรามิกที่ไม่ถูกสร้างข้าว และให้ความร้อน โดยนำเซรามิกเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อลดความเค้นในเซรามิก และนำเซรามิกมาทำการสร้างข้าวก่อนทำการวัดค่าความยาวของรอยแยกที่มุมของรอยกด
4. pole-indent ทำการกดเซรามิกที่ถูกสร้างข้าวแล้วด้วยหัวกดแบบบิคเกอร์ และวัดความยาวของรอยแยกที่เกิดที่มุมของรอยกด

ทำการเปรียบเทียบค่าความยาวของรอยแยกที่มุมของรอยกดทั้งสี่กลุ่ม เพื่อหาอิทธิพลของความร้อนและการสร้างข้าวที่มีต่อการขยายตัวของรอยแยกต่อไป



รูป 3.7 เครื่องวัดค่าความแข็งที่ใช้หัวกดแบบบิคเกอร์



รูป 3 เครื่องวัดค่าความแข็งที่ใช้หัวกดแบบ

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ผลของการวิจัยนี้จะถูกแบ่งออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ๆ ได้แก่ ส่วนที่ 1 คือ การเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอลेट (PMN) ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน และส่วนที่ 2 คือ การศึกษาสมบัติเชิงกลของสารเฟริโอเล็กตริกเซรามิกในระบบเลดแมกนีเซียมไนโอลेट (PMN) เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) และเลดแมกนีเซียมไนโอลेट-เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PMN-PZT) ดังหัวข้อต่อไปนี้

4.1 ส่วนที่ 1 : การเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอลेट (PMN) ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน PMN

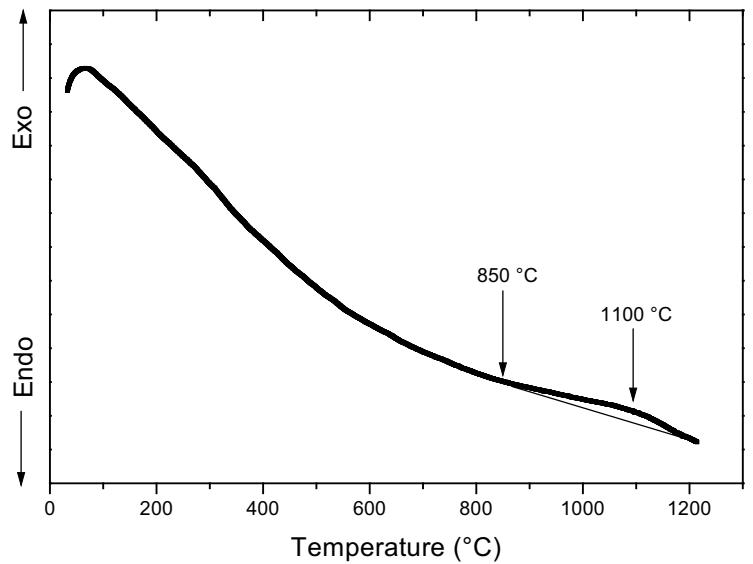
4.1.1 ผลการเตรียมผง MN โดยใช้สารตั้งต้นต่างชนิดกัน

จากการเตรียมผง MN โดยใช้สารตั้งต้น 2 ชนิด คือ สารตั้งต้น MgO กับ Nb_2O_5 (MN1) และสารตั้งต้น $(MgCO_3)_4 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 5H_2O$ กับ Nb_2O_5 (MN2) แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA เพื่อหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาเคลือบให้ได้สาร MN ได้ผลตั้งแสดงไว้ในหัวข้อที่ 4.1.1.1 หลังจากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์หาเฟสและความบริสุทธิ์โดยวิธีวิเคราะห์ด้วยรังสีเอกซ์ ได้ผลตั้งแสดงในหัวข้อที่ 4.1.1.2 ส่วนโครงสร้างจุลภาคของผง MN1 และ MN2 ได้แสดงไว้ในหัวข้อที่ 4.1.1.3 โดยวิธีการวิเคราะห์แบบ SEM

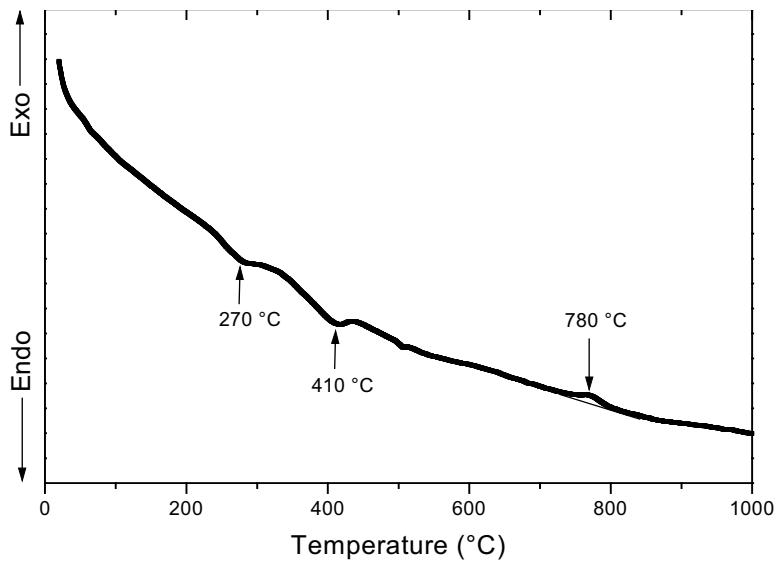
4.1.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA

รูป 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ผงของสารตั้ง 2 ชนิด (a) MN1 และ (b) MN2 โดยเทคนิค DTA ซึ่งทำให้สามารถเลือกเงื่อนไขในการเคลือบ MN1 และ MN2 ได้ดังแสดงไว้ในตาราง 4.1 จะเห็นได้ว่าผลของสารตั้งต้น MN1 พบรีดายความร้อน (exothermic peak) ที่ช่วงอุณหภูมิที่สูงกว่าสารตั้งต้น MN2 โดย MN1 อุ่นในช่วง 850-1200°C ส่วน MN2 อุ่นในช่วง 700-800°C

นอกจากนี้ผลของสาร MN2 ดังรูป 4.1(b) ยังพบพีคดูดความร้อนที่อุณหภูมิ 270°C และ 410°C ซึ่งน่าจะเกิดจากการสลายตัวของสารตั้งต้น $(MgCO_3)_4 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 5H_2O$ ไปเป็นน้ำ H_2O และก๊าซ CO_2 ตามสมการที่ 4.2 ซึ่งน่าจะใช้เทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนแบบ TG เพื่อช่วยในการสรุปว่าที่อุณหภูมิแต่ละอุณหภูมนั้นมีการสลายตัวของก๊าซใด โดยการคำนวณหาจากน้ำหนักที่หายไป



(a) MN1



(b) MN2

รูป 4.1 ผลการวิเคราะห์ผงของสารตั้งต้น 2 ชนิดโดยวิธี DTA (a) MN1 (สารตั้งต้น MgO กับ Nb_2O_5) และ (b) MN2 (สารตั้งต้น $(\text{MgCO}_3)_4 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ กับ Nb_2O_5)

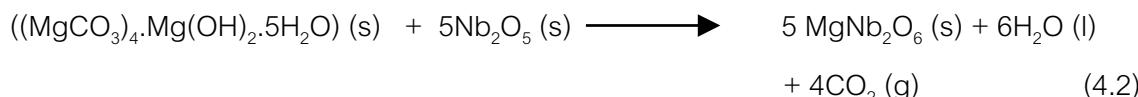
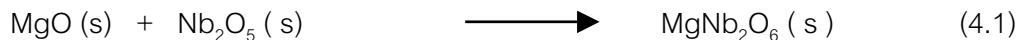
ตาราง 4.1 เงื่อนไขในการแคลไชน์ผง MN1 และ MN2 ที่อุณหภูมิต่างๆ

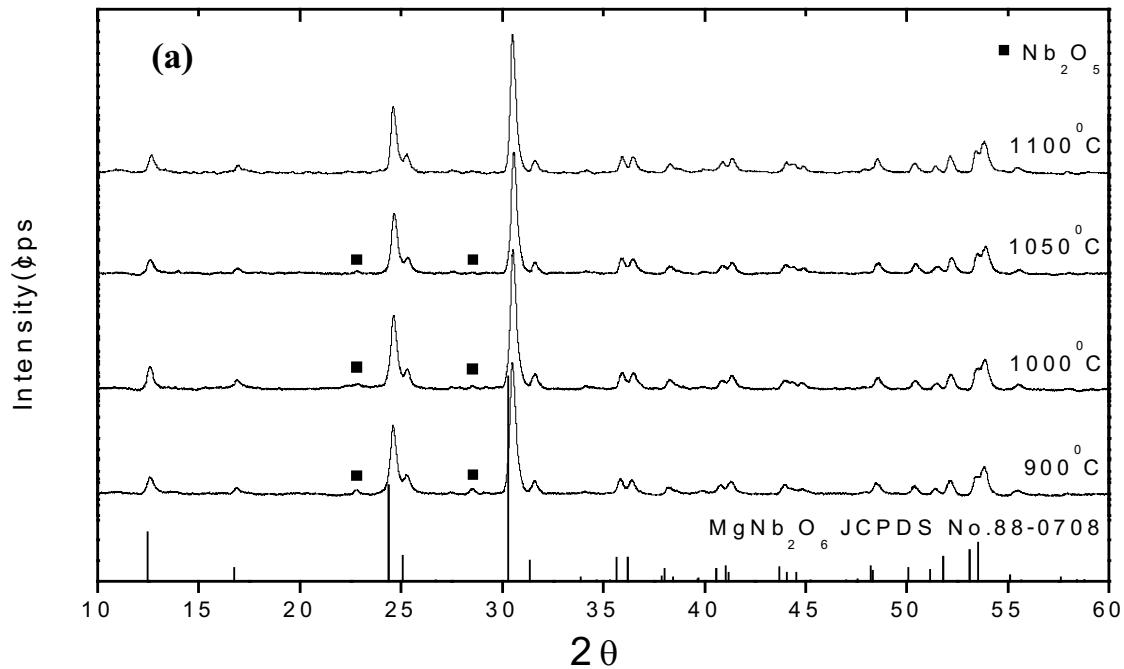
เงื่อนไข	MN1	MN2
1	900 °C	750 °C
2	1000 °C	850 °C
3	1050 °C	900 °C
4	1100 °C	-

4.1.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

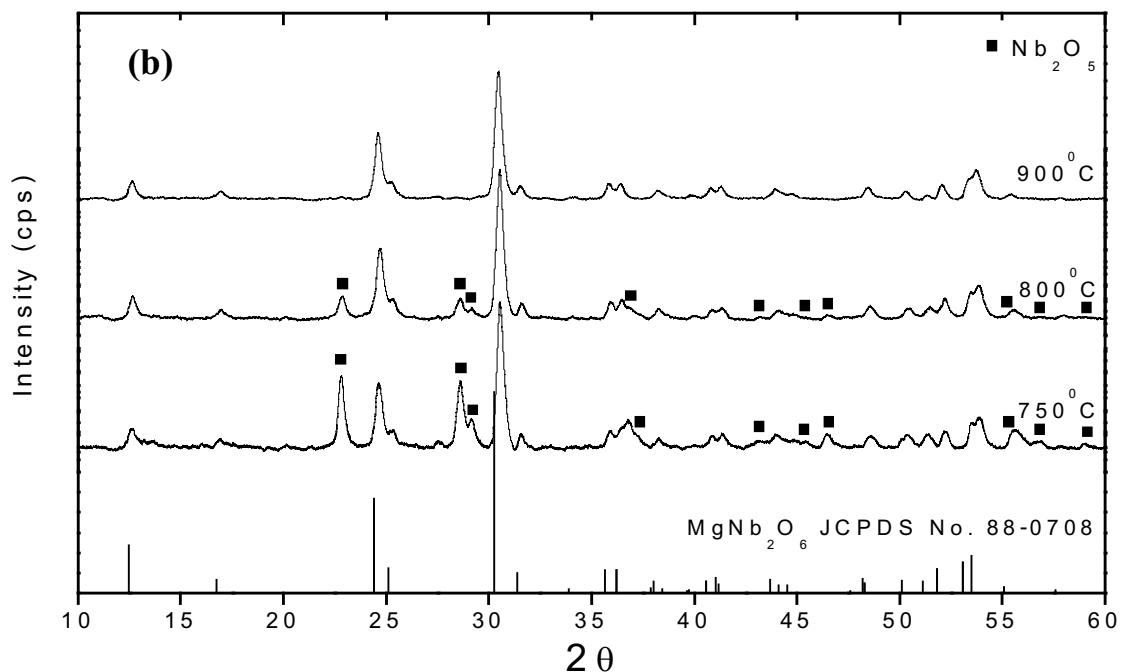
จากการตรวจสอบ MN1 และ MN2 ที่เตรียมได้ในการทดลองครั้งนี้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบร่วมกัน MnO และ Nb₂O₅ ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตั้งแต่ 400 °C ถึง 1100 °C ซึ่งจะเห็นได้ว่าผง MN1 ที่ผ่านการแคลไชน์ทุกอุณหภูมิจะมีความสอดคล้องกับเฟสของ MgNb₂O₆ และตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 88-0708 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบอโตรอมบิก (orthorhombic) อุณหภูมิแคลไชน์ที่สามารถทำให้ได้สาร MN1 มีความบริสุทธิ์ 100% คือ 1100 °C ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 °C/นาที โดยใช้ระยะเวลาในการเผาตั้งแต่ 4 ชั่วโมง แต่สาร MN1 ที่ผ่านการแคลไชน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 900 ถึง 1050 °C จะพบเฟสเปลกปลอมของ Nb₂O₅ ที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์กับ MgO ดังรูป 4.2

ส่วนผง MN2 ที่เตรียมได้ในการทดลองครั้งนี้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบร่วมกัน MnO และ Nb₂O₅ ที่อุณหภูมิ 900 °C ถึง 1100 °C ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตั้งแต่ 400 °C ถึง 1100 °C ซึ่งจะเห็นได้ว่าผง MN2 ที่ได้จากการทดลองนั้นมีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 88-0708 ซึ่งมีเฟสเป็นแบบอโตรอมบิก มีความบริสุทธิ์ 100% ที่อุณหภูมิแคลไชน์ 900 °C ซึ่งน่าจะเป็นอุณหภูมิที่ปฏิกิริยา 4.2 เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์นั่นเอง ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ 5 °C/นาที และใช้ระยะเวลาในการเผาตั้งแต่ 4 ชั่วโมงเช่นกัน





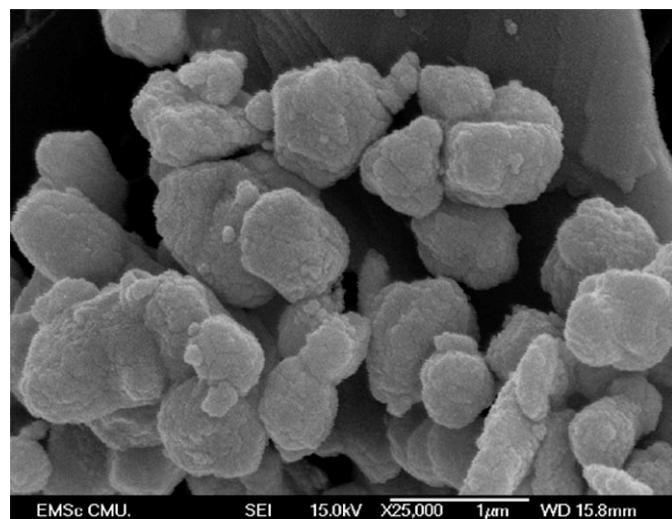
รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง MN1



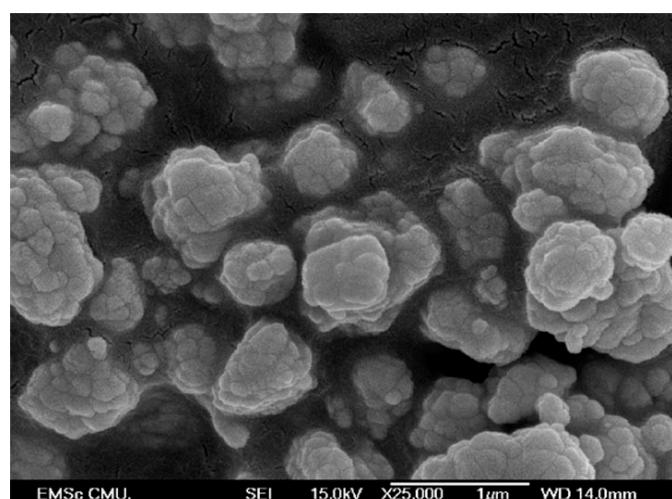
รูป 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง MN2

4.1.1.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครงสร้างทางจลภาคด้วยเทคนิค SEM

รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะสัมผ้านของผง (a) MN1 และ (b) MN2 ที่มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 100% จากรูปจะเห็นได้ว่าผง MN1 และ MN2 เกิดจากการท่อขนาดเล็กๆ เกาะรวมกันจนเป็นก้อนใหญ่ขึ้น (agglomeration) แต่เมื่อสังเกตผงของ MN2 จะพบว่าลักษณะของก้อนผงนั้น จะมีรอยแตกที่เห็นได้ชัดกว่าของ MN1 ซึ่งก็น่าจะเกิดขึ้นมาจากการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของสาร MN2 จะมีการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำแทรกออกมากการแตกตัวของผงทำให้มีการเกาะกันลดลงขึ้น (soft agglomeration)



(a) MN1



(b) MN2

รูป 4.4 ลักษณะสัมผ้านของผง (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) เพื่อนำไปหาเงื่อนไขในการเผาเคลือบโดยเทคนิค DTA ได้ผลดังแสดงไว้ในหัวข้อที่ 4.1.2.1 หลังจากนั้นจึงผงไปเผาเคลือบซึ่งที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาของแข็งของระหว่างสาร MN และ PbO เกิดเป็นสาร PMN ดังสมการที่ 4.3 หลังจากนั้นจึงนำผง PMN ที่ผ่านการเคลือบซึ่งแล้วไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคงรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาเฟสและความบริสุทธิ์ของสารซึ่งได้ผลดังหัวข้อที่ 4.1.2.2

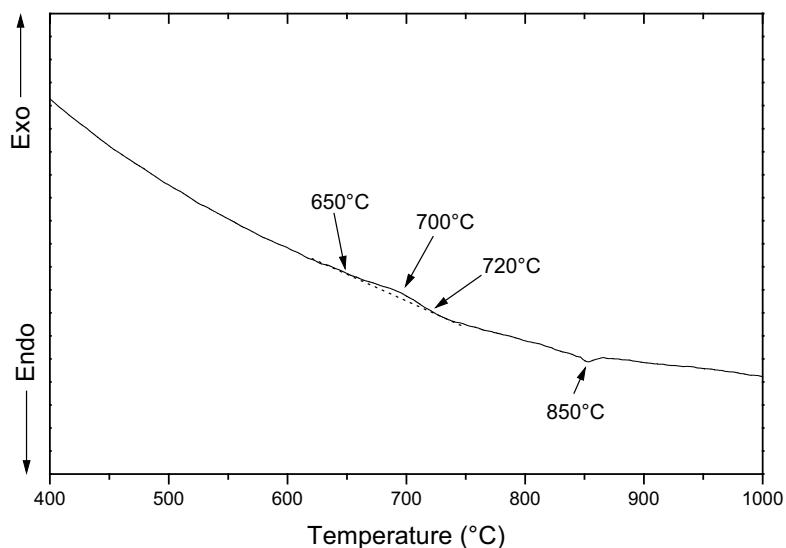


4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA

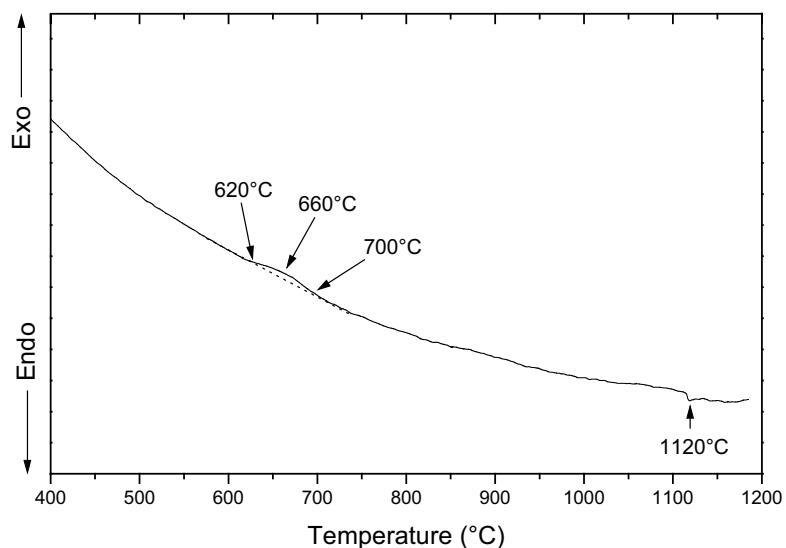
รูป 4.5 แสดงผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA ของสารตั้งต้น (a) PMN1 และ (b) PMN2 พบร่วม PMN1 และ PMN2 แสดงพิคคายความร้อนในช่วงอุณหภูมิใกล้เคียงกัน คือ PMN1 อุ่นในช่วง 650-720°C และ PMN2 อุ่นในช่วง 620-700°C แต่จะพบพิคดูดความร้อนที่อุณหภูมิต่างกัน คือ PMN1 จะพบที่อุณหภูมิ 850°C ส่วน PMN2 พบที่อุณหภูมิสูงกว่าคือประมาณ 1120°C ซึ่งน่าจะเป็น เพราะ PMN ทั้งสองเกิดมาจากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน ทำให้เกิดการหลอมตัวหรือการระเหยของสารตะกั่วออกไซด์ในช่วง อุณหภูมิที่ต่างกัน และอาจมีผลต่อเนื่องมาจากการเผา MN1 และ MN2 ที่มีลักษณะสัณฐานที่ต่างกันด้วย เนื่องจากพิคคายความร้อนที่พบในผลการวิเคราะห์ DTA ของสาร PMN1 และ PMN2 อุ่นในช่วงอุณหภูมิใกล้เคียงกันมากและอยู่ในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำ เพราะฉะนั้นจึงเลือกเงื่อนไขของอุณหภูมิเคลือบซึ่งของสาร PMN1 และ PMN2 ให้อยู่ในช่วงเดียวกันดังแสดงไว้ในตาราง 4.2

ตาราง 4.2 เงื่อนไขในการเคลือบซึ่งของสาร PMN1 และ PMN2 ที่อุณหภูมิต่างๆ

เงื่อนไข	PMN1	PMN2
1	600°C	600°C
2	700°C	700°C
3	800°C	800°C
4	900°C	900°C



(a) PMN1



(b) PMN2

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

4.1.2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

จากการตรวจสอบ PMN1 และ PMN2 ที่เตรียมได้ในการทดลองนี้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบร่วมกัน PMN1 ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่าง PMN1 กับ PbO และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีความบริสุทธิ์แสดงตั้งต่อต่าง 4.3 และมีแบบรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงในรูป 4.6 ซึ่งจะเห็นได้ว่า PMN1 มีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีเฟสเป็นคิวบิก (cubic) ที่มีความบริสุทธิ์สูงสุด 97.92% ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 800°C อัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาต่อ 4 ชั่วโมง นอกจากนี้ยังมีเฟสแปลกลอมของ PbO และ MN1 ที่ทำปฏิกิริยาอย่างไม่สมบูรณ์หลังเหลืออยู่ และเฟสของ ZrO_2 ประปนมาจากการ milling media ด้วย และที่อุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้นเป็น 900°C สารจะมีความบริสุทธิ์ลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากมีเฟสของไฟโรคลอร์ที่เกิดจากการระเหยของออกไซด์ของตะกั่วมากขึ้นนั่นเอง ซึ่งผลการทดลองนี้สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA ที่พบพีคดูดกลืนความร้อนของการระเหิดของตะกั่วออกไซด์ที่อุณหภูมิประมาณ 850°C ดังรูป 4.5(a)

ส่วน PMN2 มีการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ดังแสดงในรูป 4.7 ซึ่งมีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีเฟสเป็นคิวบิก ที่มีความบริสุทธิ์สูงสุด 97.42% ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 800°C ด้วยอัตราการขึ้น-ลงของอุณหภูมิ $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ โดยใช้ระยะเวลาในการเผาต่อ 4 ชั่วโมง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์ไปที่ 900°C ค่าความบริสุทธิ์ลดลงแต่ไม่มากนัก ซึ่งแตกต่างจากของสาร PMN1 ทั้งนี้อาจจะเนื่องมาจากการ Mn2 มีส่วนช่วยทำให้การระเหยของออกไซด์ตะกั่วช้าลง ซึ่งจะเห็นได้จากพีคดูดความร้อนที่อุณหภูมิสูงถึง 1120°C ดังแสดงในรูป 4.5(b) ในขณะที่ของ PMN1 เกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า

ตาราง 4.3 ความบริสุทธิ์ของ PMN1 และ PMN2 ที่แคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิแคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	PMN1	PMN2
1	97.84%	96.54%
2	97.92%	97.42%
3	93.57%	97.00%