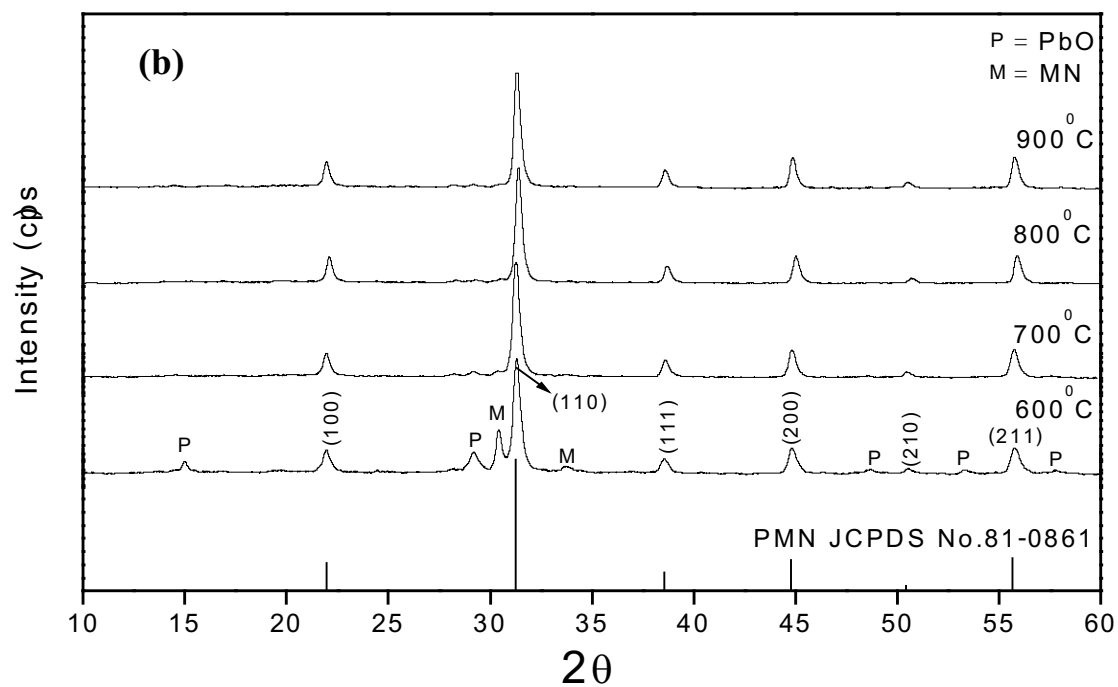


รูป 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PMN1



รูป 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PMN2

4.1.3 ผลการเตรียมสารเซรามิก PMN1 และ PMN2

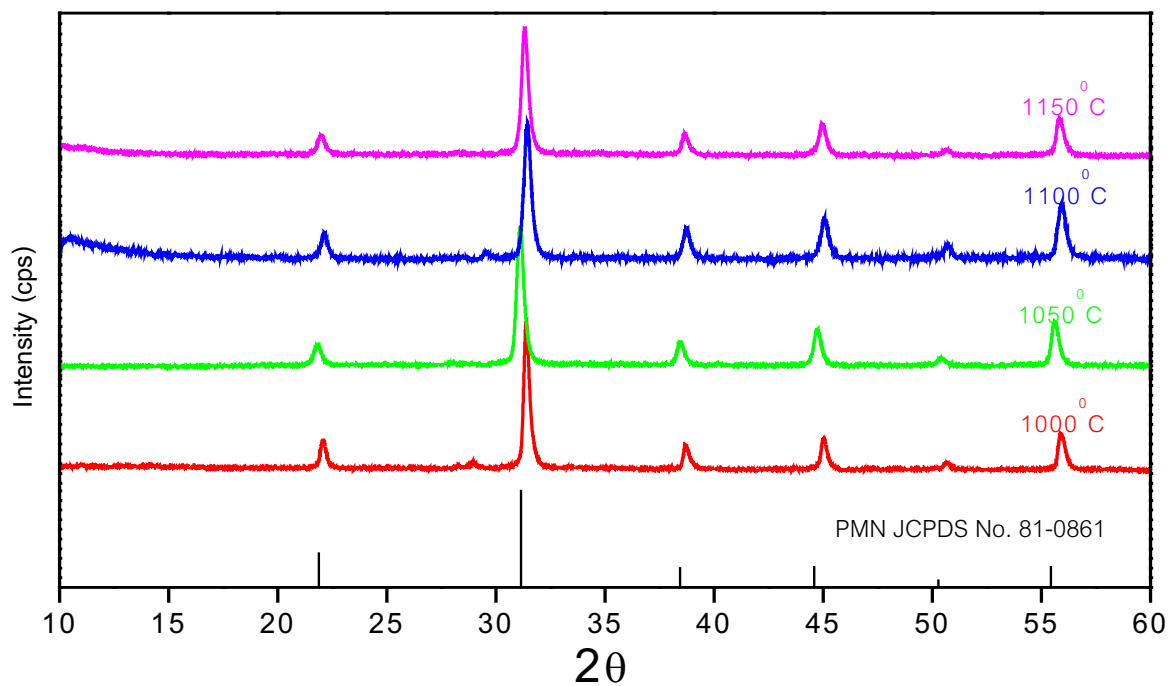
เมื่ออัดขึ้นรูปผงเซรามิก PMN1 และ PMN2 และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ จึงได้เป็นสารเซรามิก หลังจากนั้นจึงไปวิเคราะห์ในด้านต่างๆ คือ หัวข้อ 4.1.3.1 แสดงผลของการวิเคราะห์โดยเทคนิครังสีเอกซ์ เพื่อหาเฟสและความบริสุทธิ์ของสารเซรามิกดังกล่าว ส่วนหัวข้อ 4.1.3.2 และ 4.1.3.3 เป็นการแสดงผลการตรวจสอบทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิก และโครงสร้างจุลภาคของสารเซรามิก ตามลำดับ

4.1.3.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

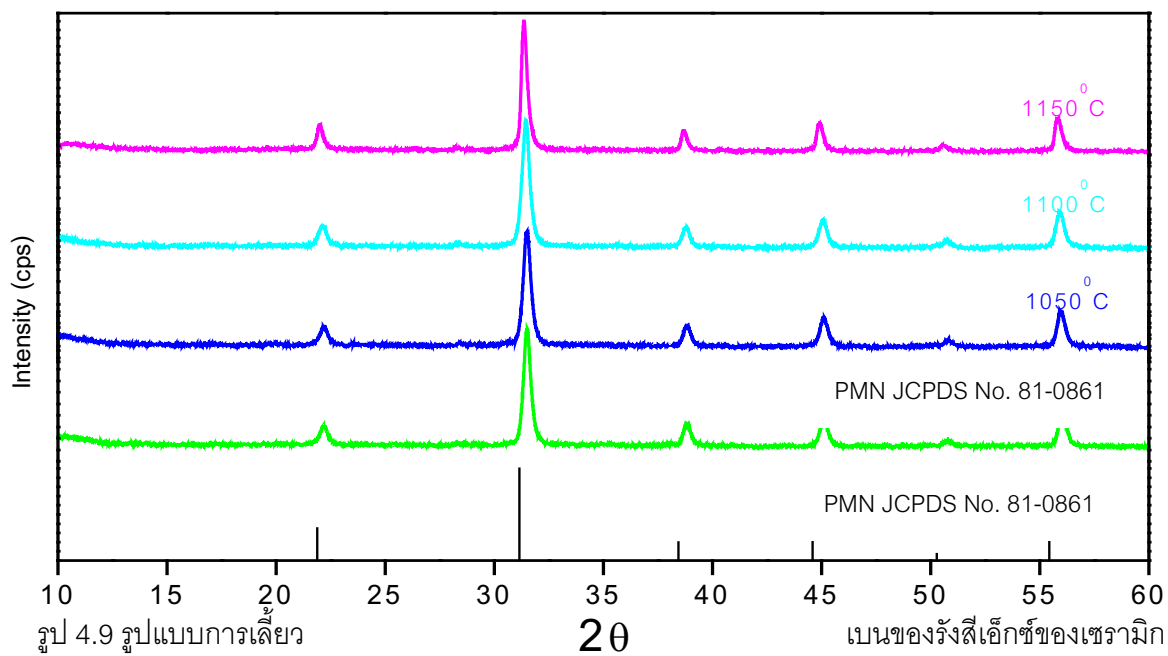
รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกที่เตรียมได้ แสดงไว้ในรูป 4.8-4.13 เมื่อพิจารณา รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกสารตัวอย่างทั้งหมด พบว่ามีความสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งก็คือเฟสเพอร์รอฟสไกต์ของสาร PMN ที่มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก (cubic) ส่วนค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของสารซึ่งหาโดยวิธีของ Swartz and short ได้แสดงไว้ในตาราง 4.4 พบว่าสารเซรามิก PMN1 และ PMN2 จะมีความบริสุทธิ์ได้สูงสุดประมาณ 98.7% โดยต้องใช้ผงที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เหมือนกัน แต่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างกัน PMN1 จะต้องใช้อุณหภูมิซินเตอร์ที่ 1000°C ส่วน PMN2 จะต้องใช้ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C เนื่องจากทำการวิเคราะห์รังสีเอกซ์ที่ผิวหน้าของสารเซรามิก ร้อยละความบริสุทธิ์ที่ได้มายังไม่แน่นอนเท่ากับการบดเม็ดสารให้เป็นผงก่อน ดังนั้นค่าความบริสุทธิ์ของเม็ดเซรามิกจึงสูงกว่าผงของ PMN ที่เตรียมได้ ดังแสดงไว้ในตาราง 4.4

ตาราง 4.4 ร้อยละความบริสุทธิ์ของ PMN1 และ PMN2 ที่อุณหภูมิแคลไซน์และซินเตอร์ต่างๆ

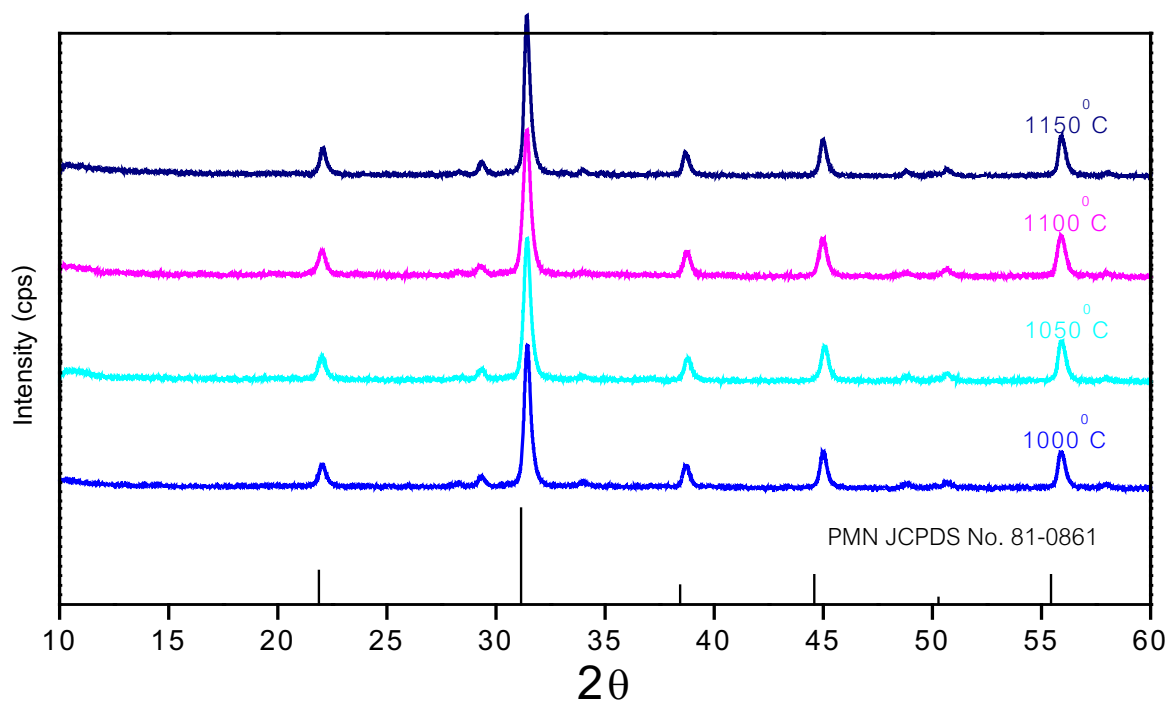
อุณหภูมิ แคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์ PMN1 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ (%)				ร้อยละความบริสุทธิ์ PMN2 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ (%)			
	1000 (°C)	1050 (°C)	1100 (°C)	1150 (°C)	1000 (°C)	1050 (°C)	1100 (°C)	1150 (°C)
700	95.44	97.82	97.83	97.06	97.84	97.93	97.00	98.29
800	98.65	96.79	97.82	97.34	95.71	96.38	98.29	98.69
900	93.77	92.05	93.19	92.08	97.33	98.29	96.48	96.01



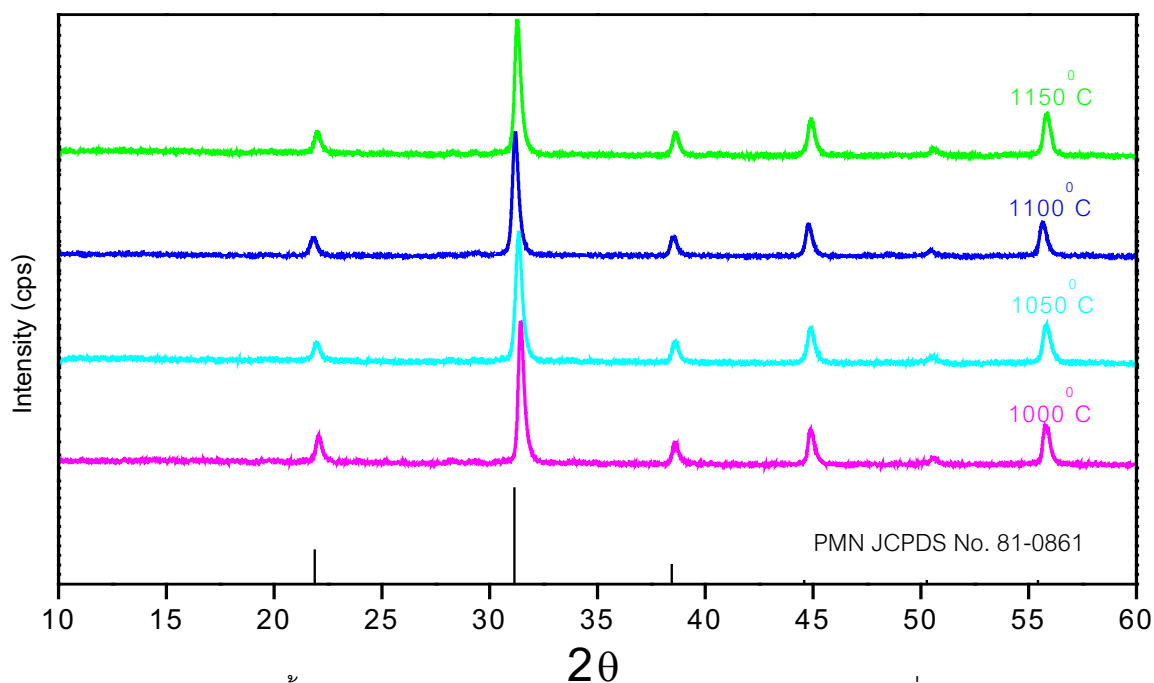
รูป 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN1 เผาแคลไซน์ที่ 700 °C เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



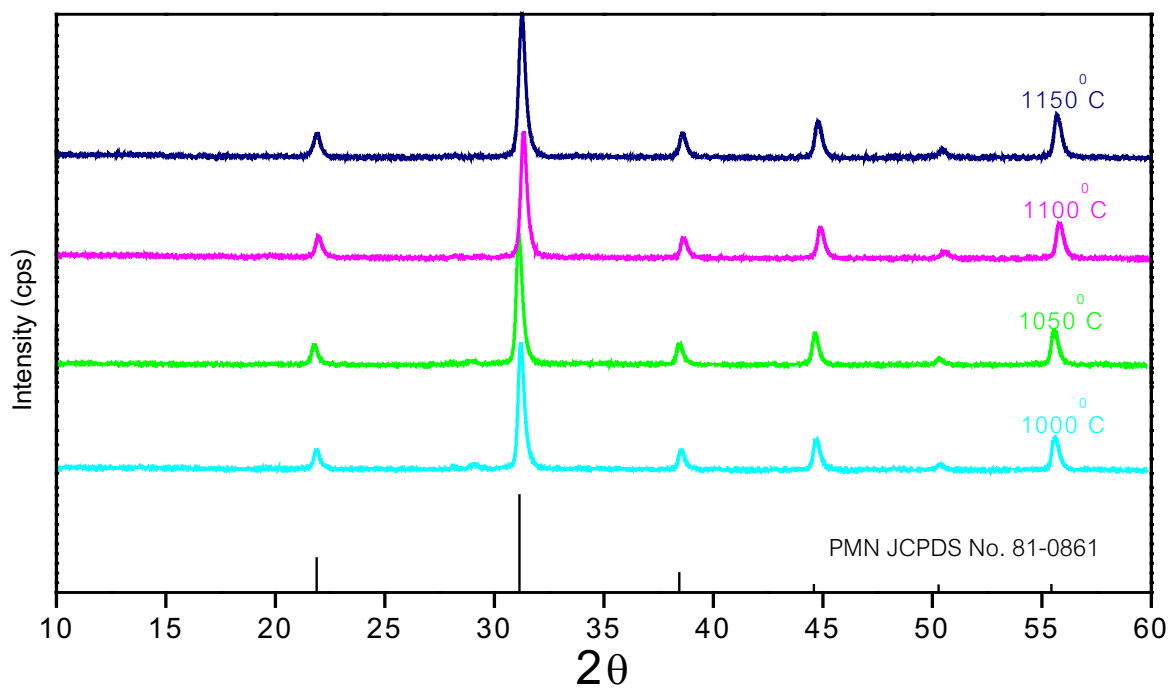
รูป 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN1 เผาแคลไซน์ที่ 800 °C เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



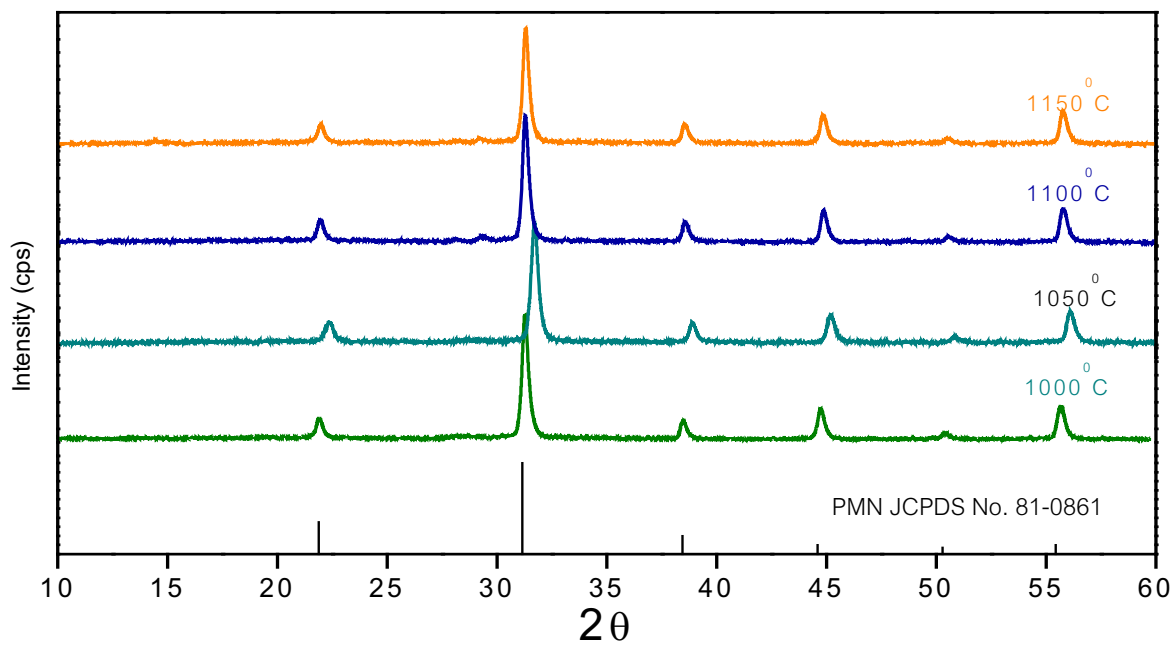
รูป 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN1 เผาแคลไซน์ที่ 900 °ซ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูป 4.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN2 เผาแคลไซน์ที่ 700 °ซ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูป 4.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN2 เผาแคลไซน์ที่ 800^oซ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูป 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN2 เผาแคลไซน์ที่ 900^oซ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

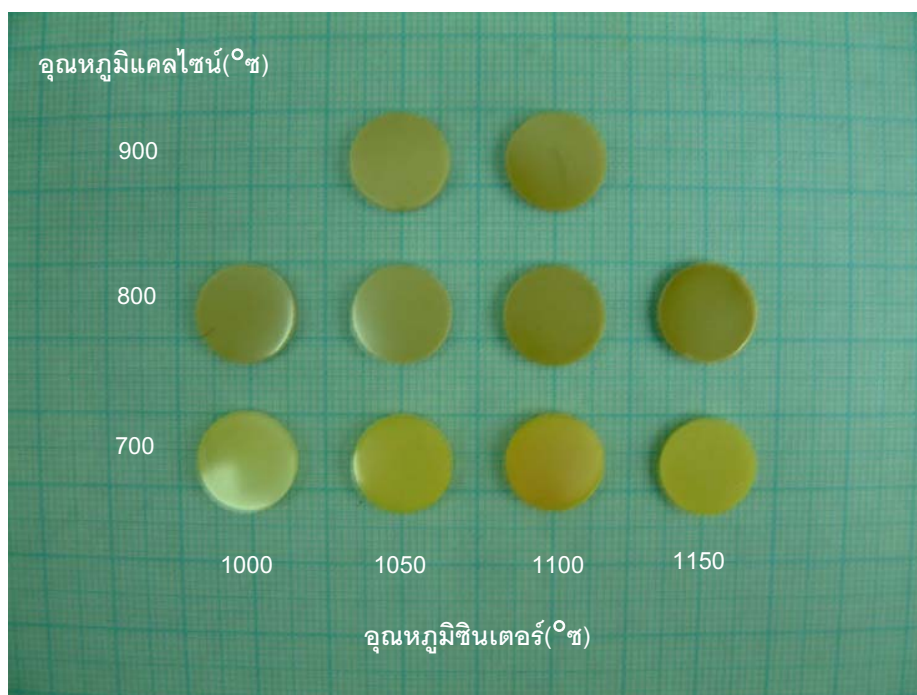
4.1.3.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพซึ่งจะเน้นในเรื่องของลักษณะทั่วไป ความหนาแน่น และการหดตัวเชิงปริมาตรของเม็ดสารตัวอย่างเซรามิกแสดงในหัวข้อต่อไป

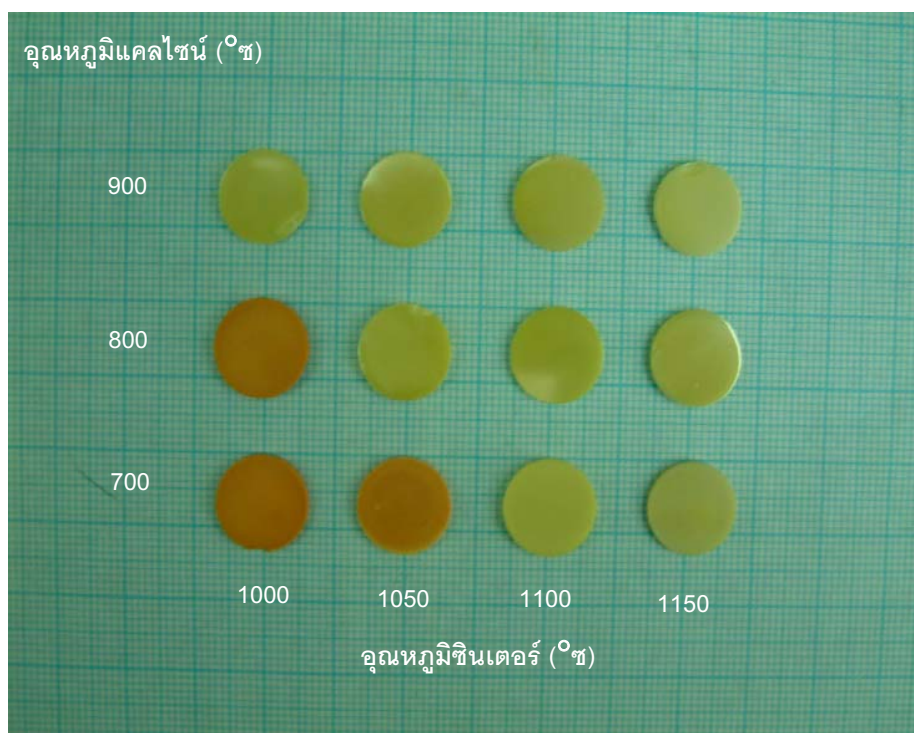
ก. ลักษณะของเซรามิกหลังการเผาซินเตอร์

เมื่อนำเซรามิก PMN ที่มีเงื่อนไขอุณหภูมิในการแคลไซน์และเงื่อนไขอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์มาทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ พบว่าชิ้นงานที่เตรียมได้ส่วนใหญ่มีสีเหลืองอ่อนและมีลักษณะโดยทั่วไปดังแสดงในรูป 4.14 และ 4.15 สำหรับสารเซรามิก PMN1 และ PMN2 ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าสารเซรามิก PMN1 ส่วนใหญ่มีสีใกล้เคียงกัน แต่เมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นสีจะออกเข้มขึ้น ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องมาจากการเปลี่ยนขนาดของชั้นพลังงาน (energy gap) ของสาร หลังจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น ทำให้มีการดูดกลืนแสงในความยาวคลื่นที่ต่างกันไป

จากรูป 4.15 ซึ่งแสดงสีของสารเซรามิก PMN2 จะเห็นได้ว่าเมื่อสารเซรามิก PMN2 ที่แคลไซน์และซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำจะมีสีน้ำตาลปนน้ำตาล เนื่องจากในการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซเรย์ไม่พบความแตกต่างของโครงสร้างผลึกของสาร ดังนั้นเหตุผลของความแตกต่างของสีอย่างชัดเจนอาจมาจากขนาดเกรนของสารเซรามิกเหล่านี้มีค่าที่แตกต่างไปจากสารเซรามิก PMN2 ที่มีสีเหลืองอ่อน ซึ่งอาจมีผลทำให้แสงสีแดงกระเจิงออกมาเข้าตาเราจึงเห็นสารเป็นสีแดงเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามยังต้องมีการศึกษาในเรื่องนี้ให้ละเอียดยิ่งขึ้น แต่ก็เป็นที่น่าสังเกตว่าสารที่มีสีแดงปนเหลืองนี้จะมีขนาดของเกรนเล็กกว่า 1 ไมโครเมตร ดังนั้นขนาดของเกรนหรือขอบเกรนอาจมีส่วนสำคัญในการกระเจิงของสีที่มีความยาวคลื่นสูง เช่น สีแดง ก็เป็นไปได้



รูป 4.14 สีและลักษณะโดยทั่วไปของเซรามิก PMN1



รูป 4.15 สีและลักษณะโดยทั่วไปของเซรามิก PMN2

ข. ผลการตรวจสอบค่าความหนาแน่นและค่าการหดตัว

เมื่อนำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้จากการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ มาทำการตรวจวัดหาค่าความหนาแน่น และค่าการหดตัวเชิงปริมาตร พบว่าได้ผลแสดงดังตาราง 4.5-4.7 ซึ่งจากค่าที่ได้จะพบว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN1 จะมีค่าเพิ่มสูงขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ จนกระทั่งถึงที่อุณหภูมิค่าหนึ่ง คือ 1050°C ซึ่งเมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมินี้แล้วค่าความหนาแน่นจะลดลง ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นผลมาจากการระเหยของตะกั่ว จึงส่งผลทำให้เกิดเฟสไพโรคลอร์ (pyrochlore) ในปริมาณที่สูงมากขึ้นด้วย แต่ PMN2 ค่าความหนาแน่นที่เกิดขึ้นจะตรงกันข้ามกับ PMN1 คือ ค่าความหนาแน่นจะลดลงจนถึงอุณหภูมิ 1050°C แล้วจากนั้นจะเพิ่มสูงขึ้น ส่วนค่าร้อยละการหดตัวโดยปริมาตรของ PMN1 พบว่าจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มสูงจนถึง 1050°C แล้วจะมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ส่วน PMN2 พบว่า ค่าร้อยละการหดตัวโดยปริมาตรจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น

ตาราง 4.5 สมบัติกายทางภาพของเซรามิก PMN1 และ PMN2 แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C

อุณหภูมิ ซินเตอร์($^{\circ}\text{C}$)	PMN1		PMN2	
	ความหนาแน่น (g/cm^3)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร	ความหนาแน่น (g/cm^3)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร
1000	7.71	49.38	7.96	41.79
1050	7.96	47.78	7.85	46.32
1100	7.83	50.91	7.88	48.10
1150	7.78	53.32	7.92	48.05

ตาราง 4.6 สมบัติกายภาพของเซรามิก PMN1 และ PMN2 แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 °ซ

อุณหภูมิ ซินเตอร์(°ซ)	PMN1		PMN2	
	ความหนาแน่น (g/cm ³)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร	ความหนาแน่น (g/cm ³)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร
1000	7.54	48.56	8.02	31.10
1050	7.87	47.76	7.92	36.26
1100	7.56	50.11	7.95	45.00
1150	7.54	51.26	7.79	44.19

ตาราง 4.7 สมบัติกายภาพของเซรามิก PMN1 และ PMN2 แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ

อุณหภูมิ ซินเตอร์(°ซ)	PMN1		PMN2	
	ความหนาแน่น (g/cm ³)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร	ความหนาแน่น (g/cm ³)	ร้อยละการหดตัวโดย ปริมาตร
1000	7.79	47.65	7.73	38.61
1050	7.90	46.94	7.69	44.92
1100	8.03	48.16	7.97	45.03
1150	6.45	48.98	7.91	44.88

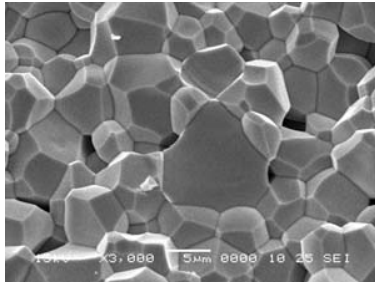
4.1.3.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของสารเซรามิก PMN จากสารตั้งต้น 2 ชนิด โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถเปรียบเทียบผลของโครงสร้างจุลภาคเทียบกับอุณหภูมิซินเตอร์ระหว่างสารเซรามิก PMN1 และ PMN2 ได้ดังแสดงในรูป 4.16 (แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C) และ 4.17 (แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C) และขนาดของเกรนเฉลี่ยเทียบกับอุณหภูมิซินเตอร์แสดงไว้ในตาราง 4.8 จากโครงสร้างจุลภาคของสารเซรามิกพบว่า PMN1 และ PMN2 มีลักษณะเป็นรูปหลายเหลี่ยมมีการกระจายตัวดีมีขนาดเกรนสม่ำเสมอ ซึ่งสามารถพบเกรนของไพโรคลอรัที่มีรูปร่างเกรนแบบปิรามิดได้อย่างชัดเจนดังรูป 4.18-4.19 ซึ่งเกรนไพโรคลอรันี้เกิดขึ้นเนื่องมาจากการสูญเสียตะกั่วออกไซด์จากการเผาที่อุณหภูมิสูง และจากการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของเกรนเฉลี่ยเทียบกับอุณหภูมิซินเตอร์พบว่าเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นขนาดเกรนจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นด้วย และโดยเฉลี่ยแล้วขนาดของเกรนเฉลี่ยของสารเซรามิก PMN1 ใหญ่กว่าของสารเซรามิก PMN2 ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากผง PMN1 มีขนาดเริ่มต้นใหญ่กว่าผง PMN2 และนอกจากนี้สมบัติทางเคมีและความร้อนของผงที่ต่างกัน ดังแสดงในส่วนของการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วย DTA จึงส่งผลให้เกรนของเซรามิกทั้งสองนี้ต่างกันได้อย่างไรก็ตาม ควรทำการตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของขนาดผง PMN ที่เตรียมได้อีกครั้ง

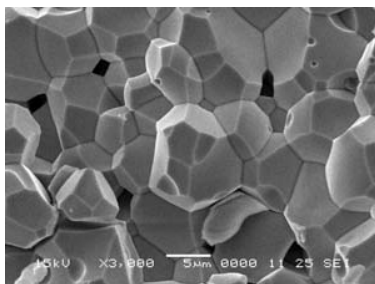
ตาราง 4.8 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PMN1 และ PMN2 ที่อุณหภูมิแคลไซน์และซินเตอร์ต่างๆ

อุณหภูมิ แคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	อุณหภูมิ ซินเตอร์ ($^{\circ}\text{C}$)	PMN1	PMN2
		ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)
700	1000	0.57 ± 0.06	0.53 ± 0.03
	1050	0.87 ± 0.10	0.72 ± 0.08
	1100	1.14 ± 0.56	0.81 ± 0.08
	1150	1.37 ± 0.07	0.72 ± 0.13
800	1000	1.91 ± 0.02	1.09 ± 0.02
	1050	2.40 ± 0.06	1.28 ± 0.01
	1100	2.80 ± 0.40	1.70 ± 0.16
	1150	3.63 ± 0.06	1.79 ± 0.02

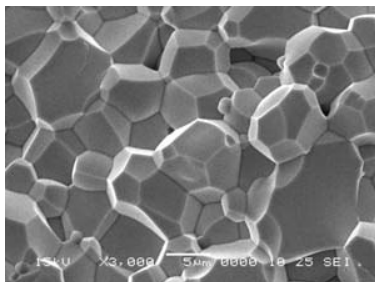
PMN1



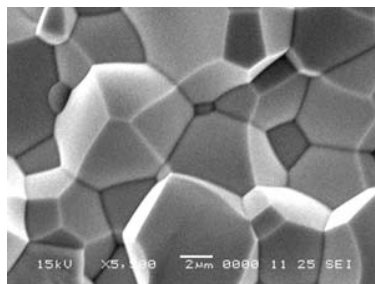
ซินเตอร์ที่ 1000^oซ นาน 2 ชั่วโมง



ซินเตอร์ที่ 1050^oซ นาน 2 ชั่วโมง

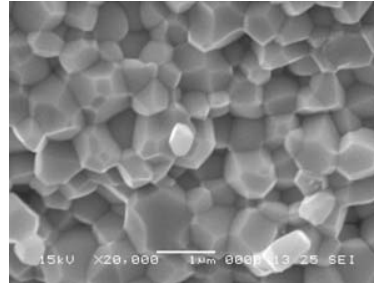


ซินเตอร์ที่ 1100^oซ นาน 2 ชั่วโมง

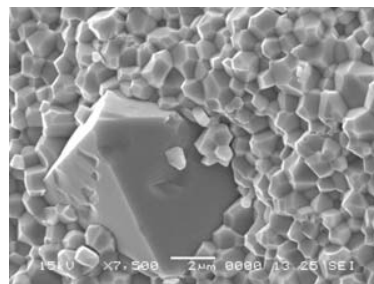


ซินเตอร์ที่ 1150^oซ นาน 2 ชั่วโมง

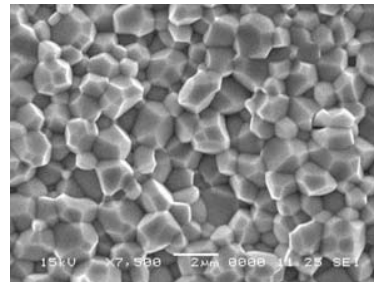
PMN2



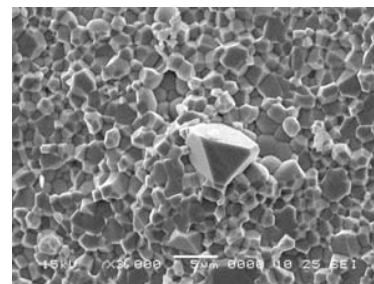
ซินเตอร์ที่ 1000^oซ นาน 2 ชั่วโมง



ซินเตอร์ที่ 1050^oซ นาน 2 ชั่วโมง



ซินเตอร์ที่ 1100^oซ นาน 2 ชั่วโมง

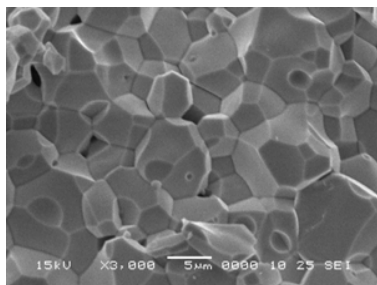


ซินเตอร์ที่ 1150^oซ นาน 2 ชั่วโมง

รูป 4.16 ภาพถ่าย SEM ของรอยหักเซรามิก PMN1 และ PMN2 แคลไซน์ที่ 700^oซ

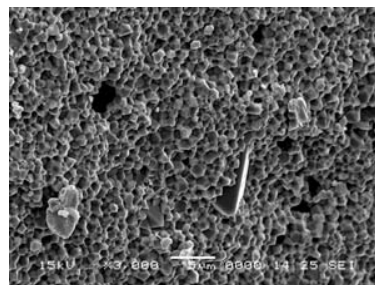
ซินเตอร์ที่ 1150^oซ นาน 2 ชั่วโมง

PMN1

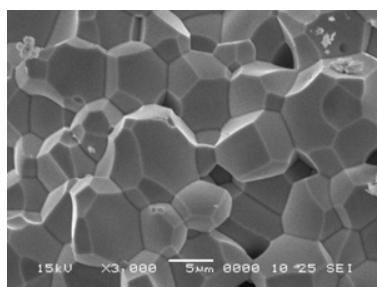


ซินเตอร์ที่ 1050°C นาน 2 ชั่วโมง

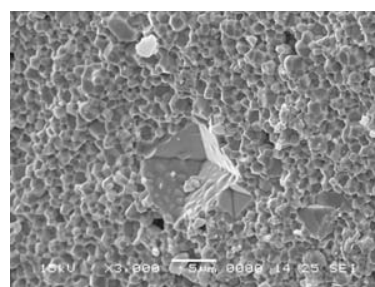
PMN2



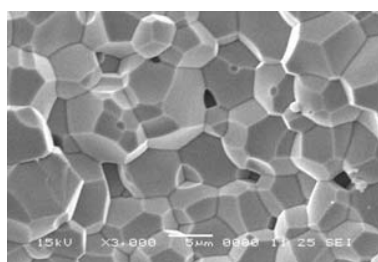
ซินเตอร์ที่ 1050°C นาน 2 ชั่วโมง



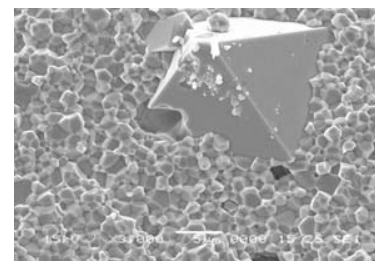
ซินเตอร์ที่ 1100°C นาน 2 ชั่วโมง



ซินเตอร์ที่ 1100°C นาน 2 ชั่วโมง

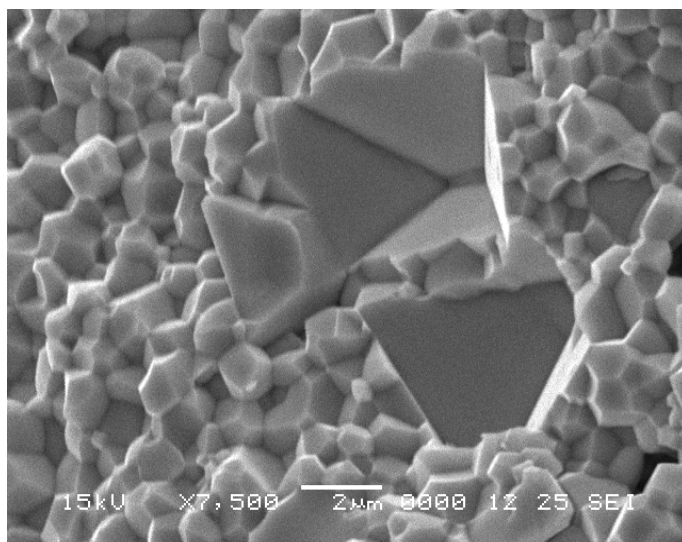


ซินเตอร์ที่ 1150°C นาน 2 ชั่วโมง

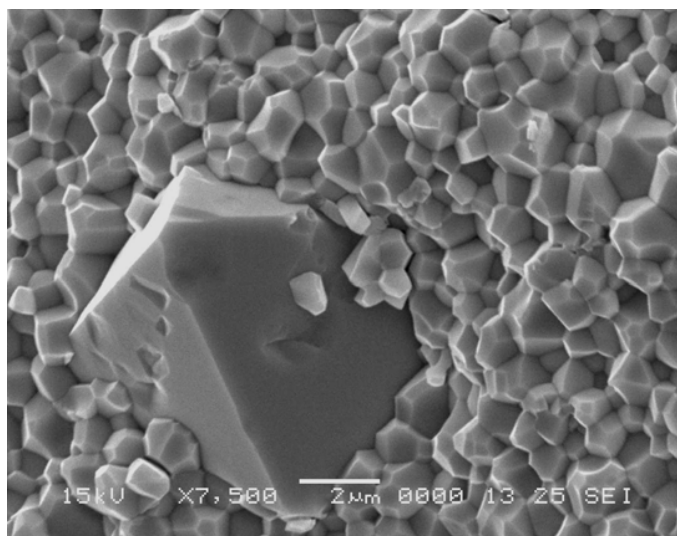


ซินเตอร์ที่ 1150°C นาน 2 ชั่วโมง

รูป 4.17 ภาพถ่าย SEM ของรอยหักของเซรามิก PMN1 และ PMN2 แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800°C



รูป 4.18 ลักษณะเฟสไพโรคลอริโนเซรามิก PMN1 แคลไซน์ที่ 900°C และเผาซินเตอร์ที่ 1100°C นาน 2 ชั่วโมง



รูป 4.19 ลักษณะเฟสไพโรคลอริโนเซรามิก PMN2 แคลไซน์ที่ 700°C และเผาซินเตอร์ที่ 1050°C นาน 2 ชั่วโมง

4.1.4 สรุปผลงานวิจัยในส่วนที่ 1

งานวิจัยส่วนที่ 1 ได้ทำการศึกษาการเตรียมเซรามิก PMN จากตั้งต้นต่างชนิดกันโดยใช้เทคนิคการผสมออกไซด์แบบสองขั้นตอน หรือที่รู้จักกันดีในนามของวิธีโคลัมไบต์ โดยจะทำการวิเคราะห์ผงที่เตรียมได้เพื่อดูพฤติกรรมทางความร้อน ซึ่งใช้ทำนายอุณหภูมิแคลไซน์ผง และทำการหาอุณหภูมิแคลไซน์ผงที่เหมาะสมจากการศึกษาของประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ และทำการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้จากสารตั้งต้นต่างชนิดกัน ตามลำดับ

เพื่อให้ได้ผง PMN ที่มีความบริสุทธิ์สูง จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องเตรียมจากผงแมกนีเซียมไนโอเบต (MN) ที่มีความบริสุทธิ์เช่นกัน ผง MN ถูกเตรียมโดยวิธีการผสมออกไซด์จากสาร 2 กลุ่ม คือ กลุ่มที่ (MN1) ประกอบด้วยแมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์ ส่วนกลุ่มที่ 2 (MN2) จะใช้แมกนีเซียมคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรตแทนแมกนีเซียมออกไซด์ ผลการวิเคราะห์ผงด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบว่า สารแมกนีเซียมคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรตช่วยให้การเตรียมผง MN บริสุทธิ์ได้ง่ายขึ้นโดยการลดอุณหภูมิแคลไซน์ได้ถึง 200°C จาก 1100°C ลงมาที่ 900°C จากนั้นนำผง MN ที่เตรียมได้ทั้ง 2 กลุ่มมาทำปฏิกิริยากับผงเลดออกไซด์ เพื่อเตรียมเป็นผงและเซรามิก PMN1 และ PMN2 ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ผง PMN ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบว่า สามารถเตรียมผง PMN ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากสารตั้งต้น MN1 กับ PbO และ MN2 และ PbO ตามลำดับ ที่อุณหภูมิแคลไซน์เดียวกัน คือ 800°C อย่างไรก็ตามค่าความบริสุทธิ์ที่ได้นี้ก็ไม่ได้แตกต่างกันอย่างชัดเจนระหว่างแต่ละอุณหภูมิแคลไซน์และอุณหภูมิซินเตอร์ ในการเตรียมเซรามิก PMN ก็สามารถได้เซรามิกที่มีความบริสุทธิ์ถึง 98.65% และ 98.69% โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิต่างกัน คือ PMN1 ที่ 1000°C และ PMN2 ที่ 1050°C ส่วนโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกจะแสดงผลที่สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ กล่าวคือ ในเซรามิกจะแสดงเกรนของเพอร์รอฟสไกต์ที่มีขนาดสม่ำเสมอเป็นส่วนใหญ่ นอกจากนี้ยังมีเกรนของไพโรคลอรัปรางปิรามิดจำนวนไม่มากกระจายอยู่ท่ามกลางเกรนของ PMN ซึ่งโดยทั่วไปขนาดเฉลี่ยของเกรนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิเผาซินเตอร์ ซึ่งขนาดเกรนของเซรามิก PMN1 นั้นจะใหญ่กว่าขนาดเกรนของเซรามิก PMN2 จากความแตกต่างของเฟสและโครงสร้างทางจุลภาคนี้เองที่ส่งผลต่อความแตกต่างของสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติทางกายภาพของเซรามิก ดังกล่าว

4.2 ผลการเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN) เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) และเซรามิกในระบบผสมเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PMN-PZT)

4.2.1 การเตรียมผงและเซรามิก PMN

4.2.1.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกผงและเซรามิก PMN

จากการเตรียมผง PMN ด้วยวิธีโคลัมไบต์ (columbite method) ซึ่งมีการเตรียมสองขั้นตอนโดยเริ่มจากการเตรียมผงแมกนีเซียมไนโอเบต (MN) จากสารแมกนีเซียมคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรตเท่านั้น จะได้ว่าเมื่อทำการตรวจสอบผงที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1050-1200 °C ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ได้ผลดังแสดงในรูป 4.20 จะเห็นได้ว่าผง MN ที่เตรียมได้ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สอดคล้องกับข้อมูลของสาร MN สูตร MgNb_2O_6 ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 33-875 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์ทอโรมบิก (orthorhombic) [17] และเมื่อพิจารณาพีคของรังสีเอกซ์ที่ได้จะพบว่ามีพีคแปลกปลอมที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 27.36 56.49 ซึ่งน่าจะเป็นโครงสร้างผลึกไพโรคลอร์ (pyrochlore) จากการเปรียบเทียบพีคของรังสีเอกซ์ของผง MN ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ จะได้ว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเผาแคลไซน์ผง MN ในกรณีนี้ คือ 1150 °C เผาเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ เพราะทำให้มีปริมาณโครงสร้างผลึก MN สูงที่สุด คือ 93.2 % ดังแสดงในตาราง 4.9

เมื่อได้อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ MN แล้ว ขั้นตอนต่อไปจะเป็นการเตรียมผง PMN โดยผสมผง PbO กับ MN ด้วยการ ball milling และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ผง PMN ที่อุณหภูมิระหว่าง 750-900 °C และทำการตรวจสอบผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าได้ผลดังรูป 4.21 จะพบว่าผงที่เตรียมได้ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สอดคล้องกับข้อมูลของสาร PMN สูตร $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก (cubic) และเมื่อพิจารณาพีคของรังสีเอกซ์ที่ได้จะพบว่ามีพีคแปลกปลอมที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 28.07 ซึ่งน่าจะเป็นโครงสร้างผลึกไพโรคลอร์ที่มีสูตรเป็น $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ (JCPDS file 40-828) [18] จากการเปรียบเทียบพีคของรังสีเอกซ์ของผง PMN ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆจะได้ว่า ปริมาณเพอโรฟสไกต์ PMN และปริมาณไพโรคลอร์นั้นไม่ต่างกันนัก ดังนั้นจึงเลือกเงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่ 800 °C เผาเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ ซึ่งจากการคำนวณหาปริมาณโครงสร้างผลึกแบบเพอโรฟสไกต์ PMN สูงสุดประมาณ 95.0% ดังแสดงในตาราง 4.10