

เมื่อได้ผง PMN ที่มีปริมาณเพอร์อฟสไกต์สูงสุดแล้ว จะทำการอัดขึ้นรูปผงดังกล่าว แล้วทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1200-1300 °C จากนั้นทำการตรวจสอบเซรามิก PMN ที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าได้ผลดังรูป 4.22 โดยเซรามิก PMN มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่สอดคล้องกับข้อมูลของสาร PMN สูตร $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 81-0861 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก และเมื่อพิจารณาพีคของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จะพบว่ามีพีคแปลกปลอมอยู่ที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 28.07 ซึ่งน่าจะเป็นโครงสร้างผลึกไพโรคลอร์ที่มีสูตร $\text{Pb}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ (JCPDS file 40-828) จากการเปรียบเทียบพีคและปริมาณความเข้มของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PMN ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆจะได้ว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเผาซินเตอร์ PMN คือ 1250 °C เผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที่ เพราะเป็นเงื่อนไขที่ทำให้ PMN มีปริมาณโครงสร้างผลึก $\text{PMN} \approx 100\%$

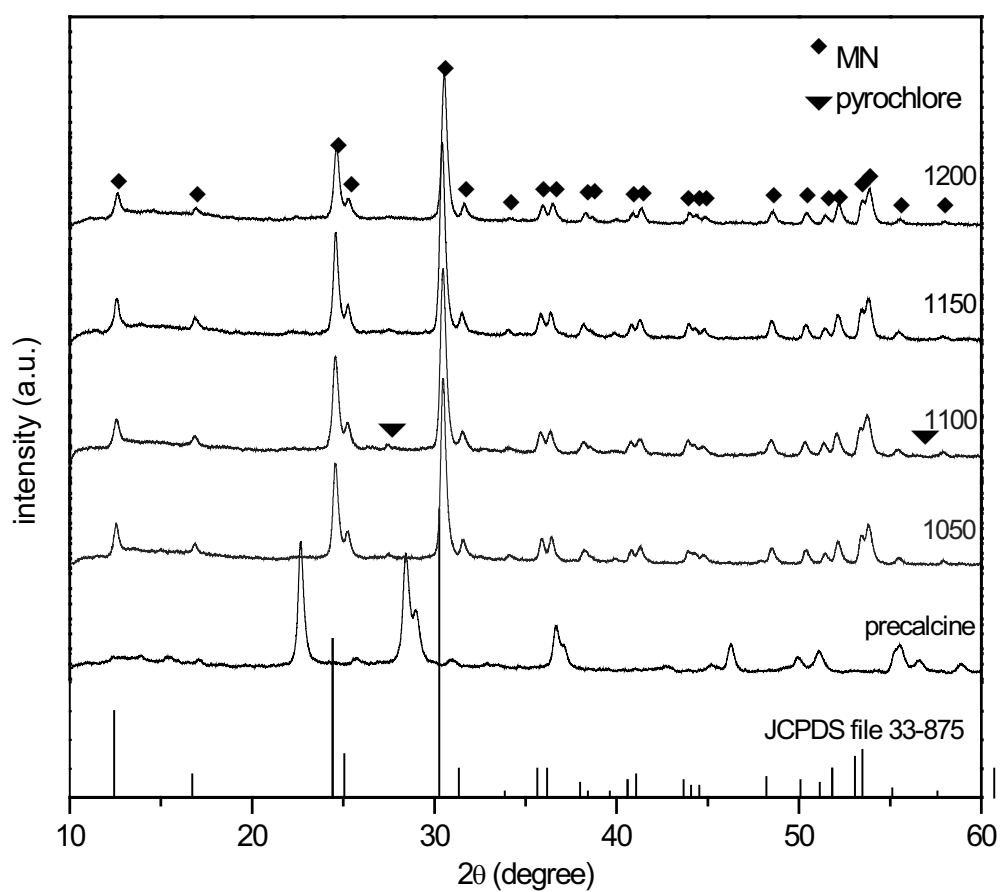
เมื่อเปรียบเทียบปริมาณโครงสร้างผลึกเพอร์อฟสไกต์ PMN ระหว่างผง PMN และเซรามิก PMN พบว่าเซรามิก PMN มีปริมาณโครงสร้างผลึกเพอร์อฟสไกต์มากกว่าผง PMN เนื่องจากอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์สูงกว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซต์ ทำให้ MgO ที่เป็นสารที่มีความเฉื่อยในการทำปฏิกิริยาสามารถทำปฏิกิริยากับ PbO และ Nb_2O_5 ได้มากขึ้น [2]

ตาราง 4.9 แสดงปริมาณโครงสร้างผลึก MN ที่เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1050-1200 °C

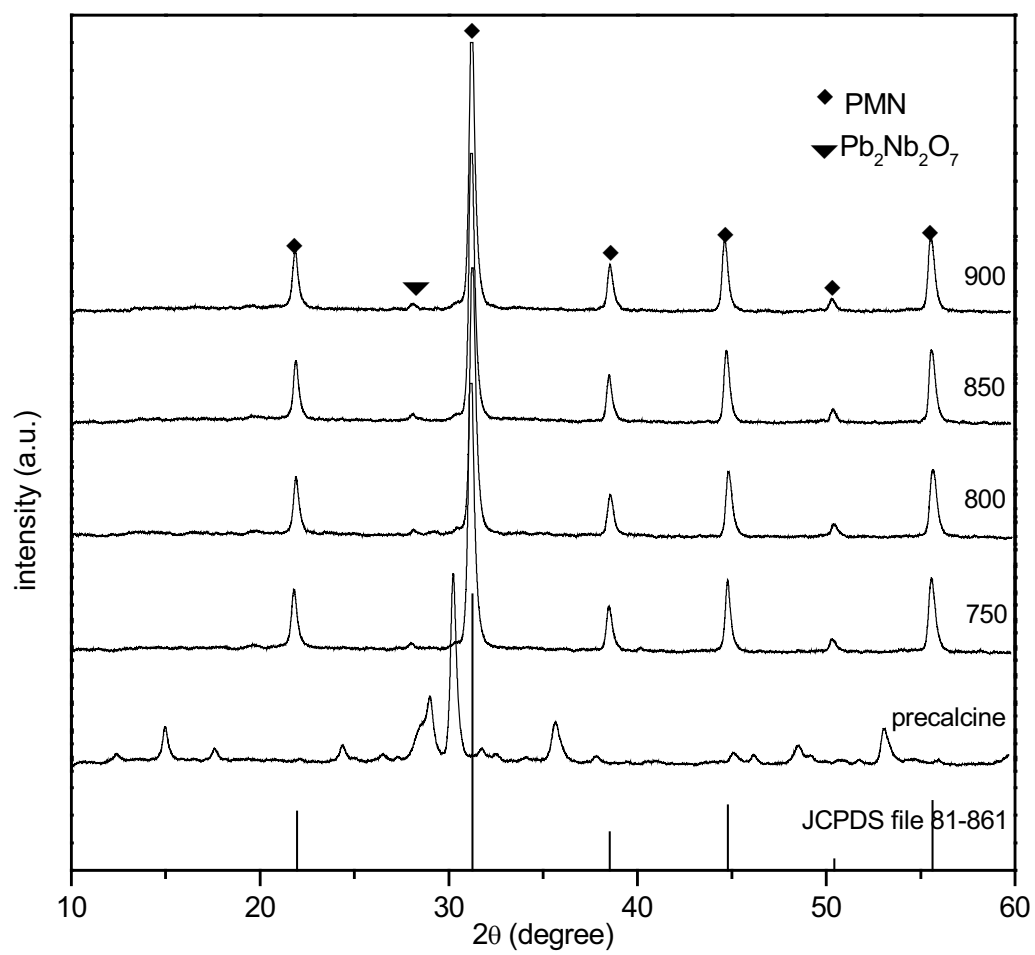
อุณหภูมิแคลไซต์ (°C)	เพอร์อฟสไกต์ MN (%)	ไพโรคลอร์ (%)
1050	92.6	7.36
1100	92.2	7.79
1150	93.2	6.83
1200	89.4	10.56

ตาราง 4.10 แสดงปริมาณโครงสร้างผลึก PMN ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 750-900 °ซ

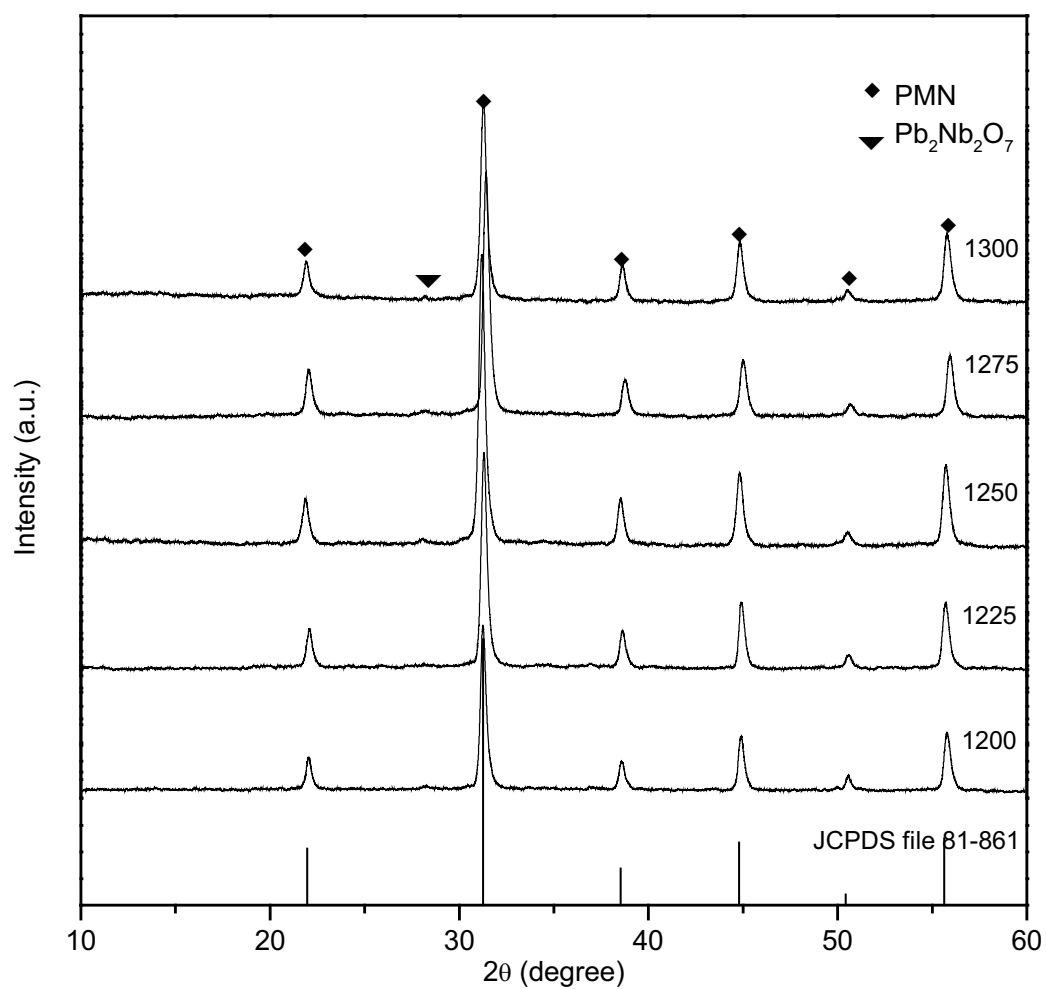
อุณหภูมิแคลไซน์ (°ซ)	เพอร์อฟสไกต์ PMN (%)	ไพโรคลอร์ (%)
750	94.2	5.76
800	95.0	4.99
850	94.5	5.50
900	94.8	5.23



รูป 4.20 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ MN ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1050-1200 °ซ



รูป 4.21 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ PMN ที่เผาแคลไซน์อุณหภูมิระหว่าง 750-900 °ซ



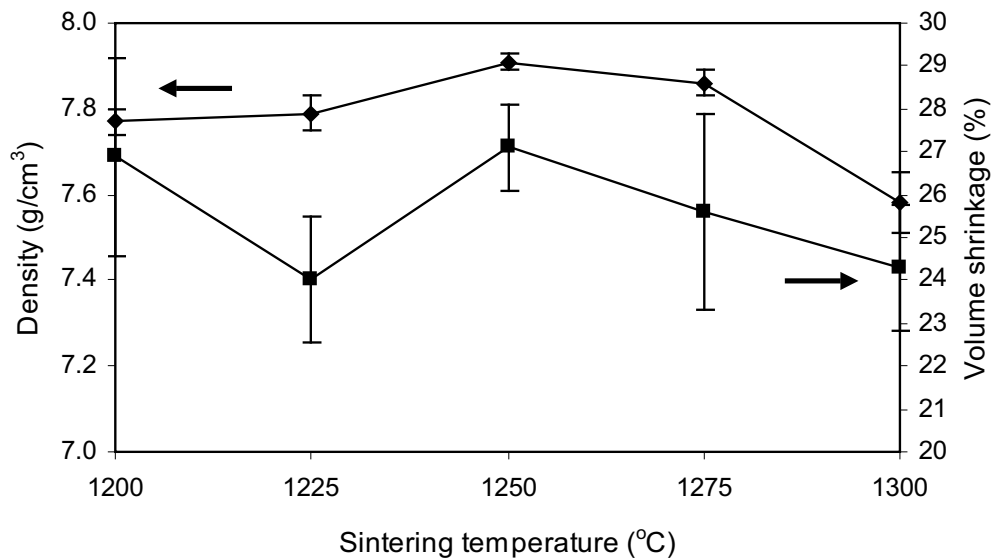
รูป 4.22 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เซรามิก PMN ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200-1300 °C

4.2.1.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN

เมื่อนำเซรามิก PMN ที่ได้จากการเผาซินเตอร์มาทำการหาค่าความหนาแน่น ความหนาแน่นสัมพัทธ์ การหดตัวเชิงปริมาตร และการสูญเสียน้ำหนักหลังจากเผาซินเตอร์ ได้ผลดังแสดงในตาราง 4.11 จะได้ว่าที่เมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้น ความหนาแน่นของเซรามิกจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากการกำจัดรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคผงเริ่มต้น โดยในการซินเตอร์ช่วงแรกจะเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาค และมีการเกิดคอ (neck) ขึ้นที่จุดสัมผัสระหว่างอนุภาคผง ทำให้อนุภาคผงแตกตัวกันแน่นขึ้น เพื่อลดพื้นที่ผิวและพลังงานของพื้นผิว ต่อมาจะมีการเคลื่อนที่ของเกรนและขอบเกรน ทำให้เกรนมีการเติบโต ในขณะที่ช่องว่างของรูพรุนจะเริ่มเกิดการเชื่อมติดกัน สุดท้ายรูพรุนจะเริ่มปิดตัวเองลงและค่อยๆถูกกำจัดให้หมดไปจากชิ้นงาน โดยอาศัยการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาตามขอบเกรนแล้วหลุดออกไปจากชิ้นงาน โดยที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1250 °C ค่าความหนาแน่นจะมีค่ามากที่สุด คือ 7.91 กรัม/ลบ.ซม. ซึ่งสอดคล้องกับค่าการหดตัวเชิงปริมาตรของเซรามิกที่มีค่ามากที่สุดเช่นเดียวกัน ดังรูป 4.23 แต่หลังจากนี้เมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้น ค่าความหนาแน่นของเซรามิกจะลดลง ทั้งนี้อาจมีสาเหตุมาจาก เกิดการระเหยของตะกั่วในเซรามิก ทำให้มีรูพรุนเกิดขึ้นในเนื้อเซรามิกมากขึ้น [1, 2, 46] เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PMN ที่ได้กับความหนาแน่นทางทฤษฎี (ใช้ความหนาแน่นของ PMN จาก JCPDS file หมายเลข 81-0861 มีค่า 8.166 กรัม/ลบ.ซม.) จะได้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 92.82-96.86% ซึ่งถือว่าอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ ถึงแม้จะน้อยกว่าค่าความหนาแน่นของงานวิจัยอื่นๆ ที่จะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 97.5-99.5 % [47, 48] ส่วนค่าการสูญเสียของน้ำหนักหลังจากการเผาซินเตอร์จะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น เนื่องจาก เกิดการระเหยของ PVA ที่ใช้ตอนอัดผง PMN และการระเหยของตะกั่วที่ผิวของเซรามิก

ตาราง 4.11 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN

อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)	ร้อยละของการหดตัวโดยปริมาตร	ร้อยละของน้ำหนัที่สูญเสีย
1200	7.77 ± 0.03	95.15	26.9 ± 2.31	1.58 ± 0.74
1225	7.79 ± 0.04	95.40	24.0 ± 1.47	2.08 ± 0.31
1250	7.91 ± 0.02	96.86	27.1 ± 1.00	2.14 ± 0.25
1275	7.86 ± 0.03	96.25	25.6 ± 2.28	4.13 ± 0.58
1300	7.58 ± 0.07	92.82	24.3 ± 1.48	3.45 ± 0.41



รูป 4.23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่น (density) และการหดตัวโดยปริมาตร (volume shrinkage) กับอุณหภูมิเผาซินเตอร์

4.2.1.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200-1300°C ด้วยเทคนิค SEM พบว่าเกรนของเพอร์อฟสไกต์จะมีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม (equiaxed grain) ที่มีความสม่ำเสมอ และได้ขนาดของเกรนดังแสดงในตาราง 4.12 พบว่ามีแนวโน้มขนาดเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้นจนถึงที่ 1250°C ขนาดเกรนจะใหญ่ที่สุด โดยมีขนาด 5.44 ไมโครเมตร แต่หลังจากนี้เมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้น ขนาดเกรนจะลดลง ดังแสดงในรูป 4.24 เนื่องจากที่อุณหภูมิสูง มีการระเหยของตะกั่วออกไปจากเซรามิก ทำให้เกิดรูพรุนที่ขอบเกรน (grain boundary) รูพรุนเหล่านี้จะขัดขวางการเติบโตของเกรน โดยการยึดตรึงขอบเกรนไม่ให้ขยายตัว [46]

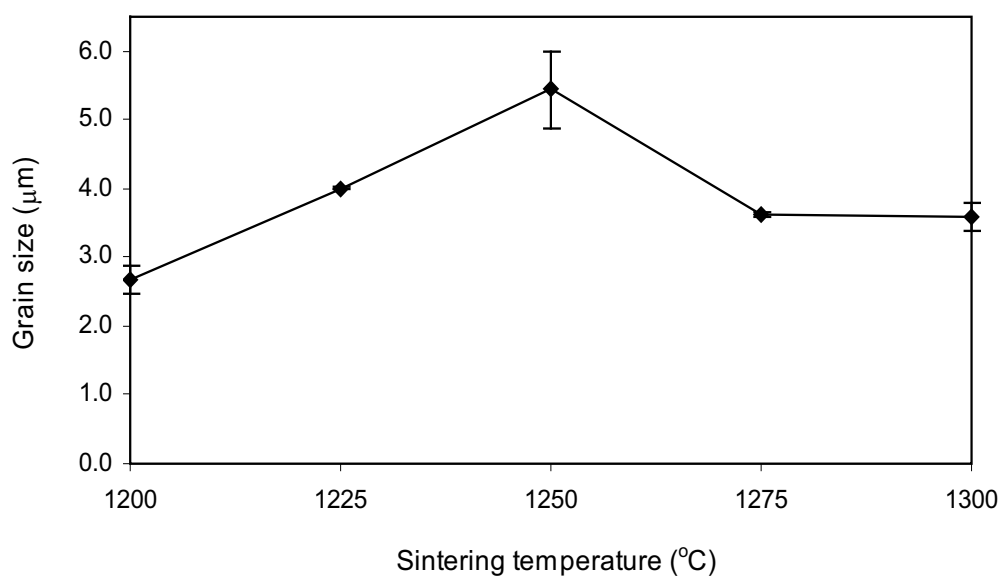
จากภาพถ่าย SEM ที่แสดงภาพผิวของเซรามิก PMN ดังรูป 4.25 จะได้ว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำๆ (รูปที่ 4.25(a)) จะพบรูพรุนปริมาณมากที่ผิวของเซรามิก เนื่องจากอนุภาคของผงภายในชิ้นงานยังแพะตัวกันไม่แน่นมากนักและจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคยังมีน้อย ทำให้ยังมีช่องว่างระหว่างอนุภาคมาก เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นรูพรุนที่ผิวเซรามิกจะลดลง และพบว่าขนาดเกรนมีขนาดใหญ่และเล็กปนกัน (รูป 4.25(c)) ซึ่งเกิดจากเกรนอยู่ในระหว่างกระบวนการเติบโต โดยเป็นกระบวนการที่เกรนเฉลี่ยของเซรามิกมี

ค่าเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องระหว่างที่มีการให้ความร้อน การเติบโตของเกรนเกิดจากการเคลื่อนที่ของขอบเกรน โดยอาศัยแรงขับเคลื่อนที่เกิดจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของเกรนที่อยู่ระหว่างขอบเกรนทั้งสองข้าง ขอบเกรนจะเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางความเค้น โดยอาศัยการแพร่ผ่านแนวความเค้นเข้ามา ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้า ซึ่งเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรนลงด้วยการเติบโตของเกรน ทำให้ระบบมีพลังงานลดลง และมีความเสถียรมากขึ้น ส่วนที่พบเกรนบางอันมีขนาดใหญ่ผิดปกตินั้น เกิดมาจากการเติบโตของเกรนแบบผิดปกติ (abnormal grain growth) นั้น เกิดจากการที่ขอบเกรนส่วนใหญ่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ โดยจะมีเพียงเกรนที่โตที่สุดที่จะมีขอบเกรนเค้นมากที่สุดเท่านั้นที่เกิดการเคลื่อนที่ การโตแบบผิดปกตินี้จะทำให้ขอบเกรนถูกแยกออกจากเกรนทำให้เกิดรูพรุนตกค้างและส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคเกิดความไม่สม่ำเสมอ เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งจะส่งผลทางลบต่อสมบัติของเซรามิกได้ [46] และเมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะพบว่าเซรามิกมีเกรนที่ผิวหน้าเกิดการยึดติดกัน (รูป 4.25(d และ e)) และยังพบเกรนของไพโรคลอรัที่ผิวด้วย (รูป 4.25(e)) ซึ่งเกรนจะมีลักษณะเป็นผลึกรูปทรงปริมาตรอย่างชัดเจน ในขณะที่เกรนเพอร์ออฟสไกต์ปกติจะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม เกรนไพโรคลอรันั้นเกิดจากการที่เผาซินเตอร์อุณหภูมิสูง ทำให้เกิดการระเหยของตะกั่วที่ผิวของเซรามิก ทำให้สารองค์ประกอบในเซรามิกเกิดการฟอร์มตัวกันใหม่เป็นโครงสร้างผลึกไพโรคลอรั

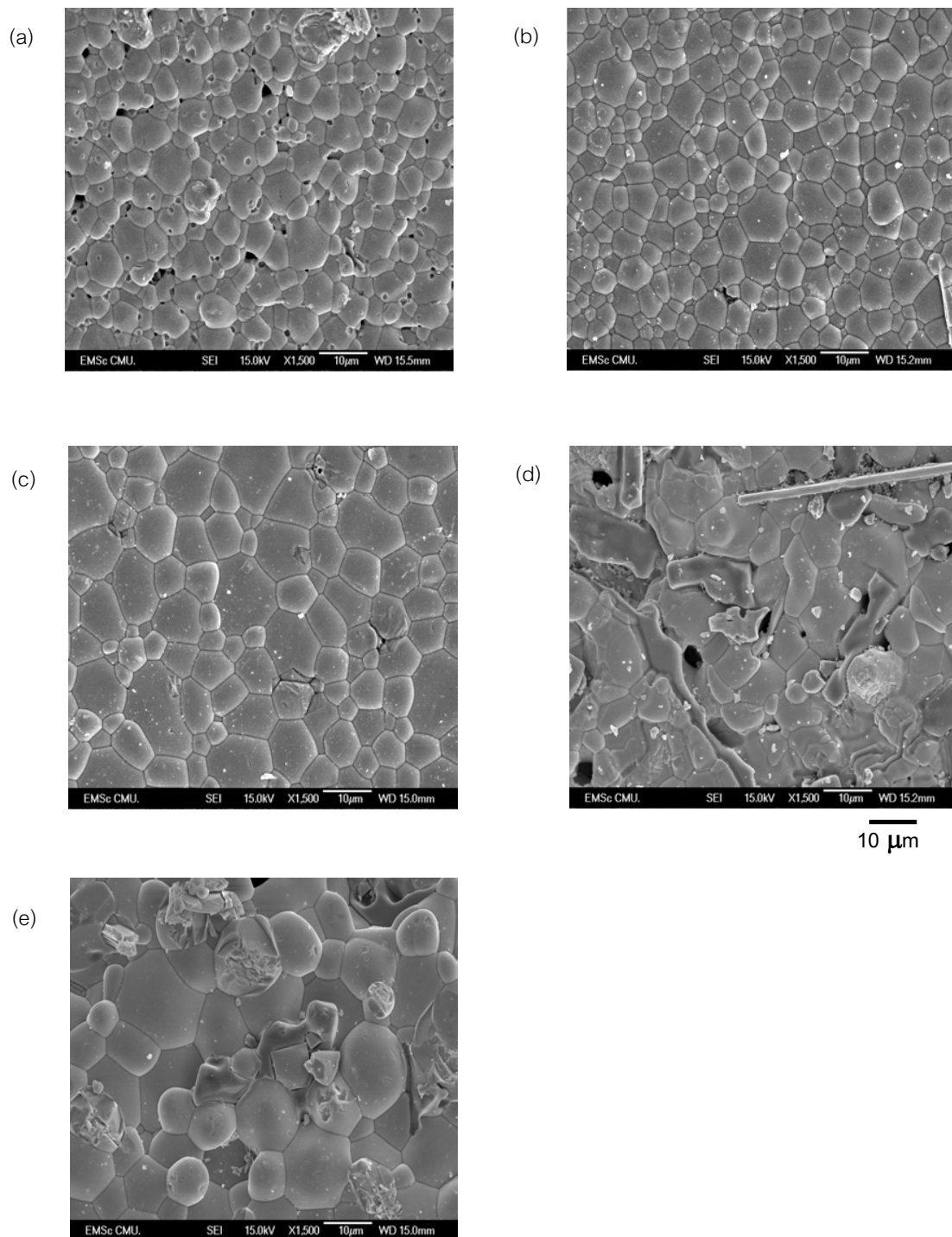
ส่วนภาพรอยหักของเซรามิก PMN แสดงในรูป 4.26 พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม ลักษณะของรอยหักส่วนใหญ่จะเป็นการแตกแบบระหว่างเกรน (intergranular fracture) ซึ่งเกิดจากการที่ขอบเกรนมีแรงเค้น ทำให้เมื่อมีรอยแยกเกิดขึ้น รอยแยกจะวิ่งไปตามขอบเกรน และจะพบว่าบางรูป เช่น รูป 4.26(d) เกรนมีการแตกแบบผสมระหว่างการแตกแบบระหว่างเกรนและการแตกแบบผ่านเกรน (mixed mode inter/transgranular fracture) ซึ่งการแตกแบบผ่านเกรนนี้นั้นจะพบว่าเกิดที่เกรนที่มีขนาดใหญ่ เนื่องจากในเกรนของสารชนิดเดียวกันเกรนขนาดใหญ่จะมีความแข็งแรงน้อยกว่าในเกรนขนาดเล็ก เมื่อเกิดรอยแยกขึ้นทำให้อย่างน้อยหนึ่งเกรนแตก

ตาราง 4.12 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PMN ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

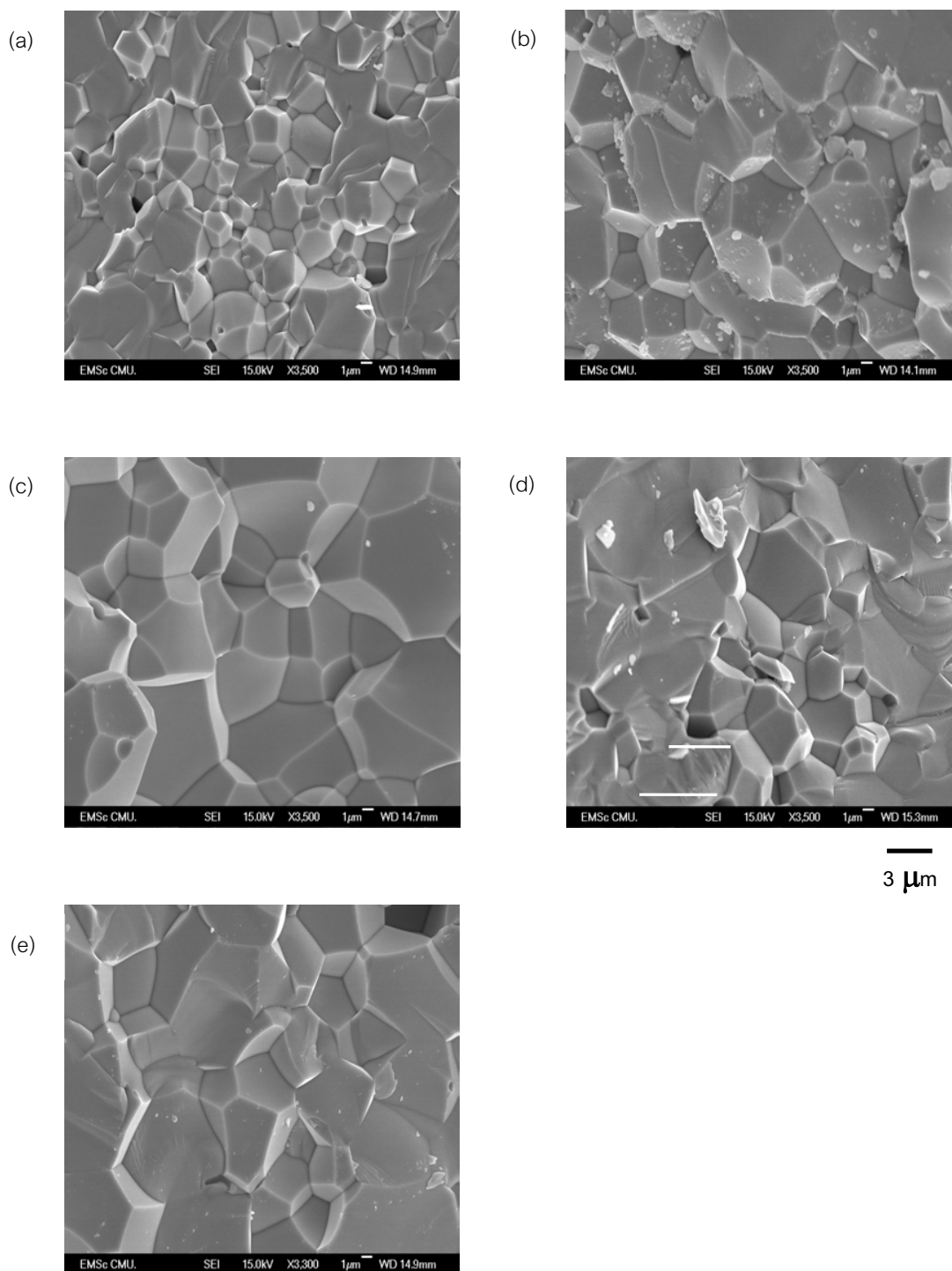
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (μm)
1200	2.67 ± 0.21
1225	4.01 ± 0.01
1250	5.44 ± 0.56
1275	3.62 ± 0.02
1300	3.59 ± 0.20



รูป 4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (grain size) กับอุณหภูมิซินเตอร์ของเซรามิก PMN



รูป 4.25 ภาพถ่ายจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงผิวเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (a) 1200, (b) 1225, (c) 1250, (d) 1275 และ (e) 1300 °ซ



รูป 4.26 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแสดงรอยหักเซรามิก PMN ที่ผ่านการเผา
ซินเตอร์ ณ อุณหภูมิ (a) 1200, (b) 1225, (c) 1250, (d) 1275 และ (e) 1300 °C

4.2.2 การเตรียมผงและเซรามิก PZT

4.2.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกผงและเซรามิก PZT

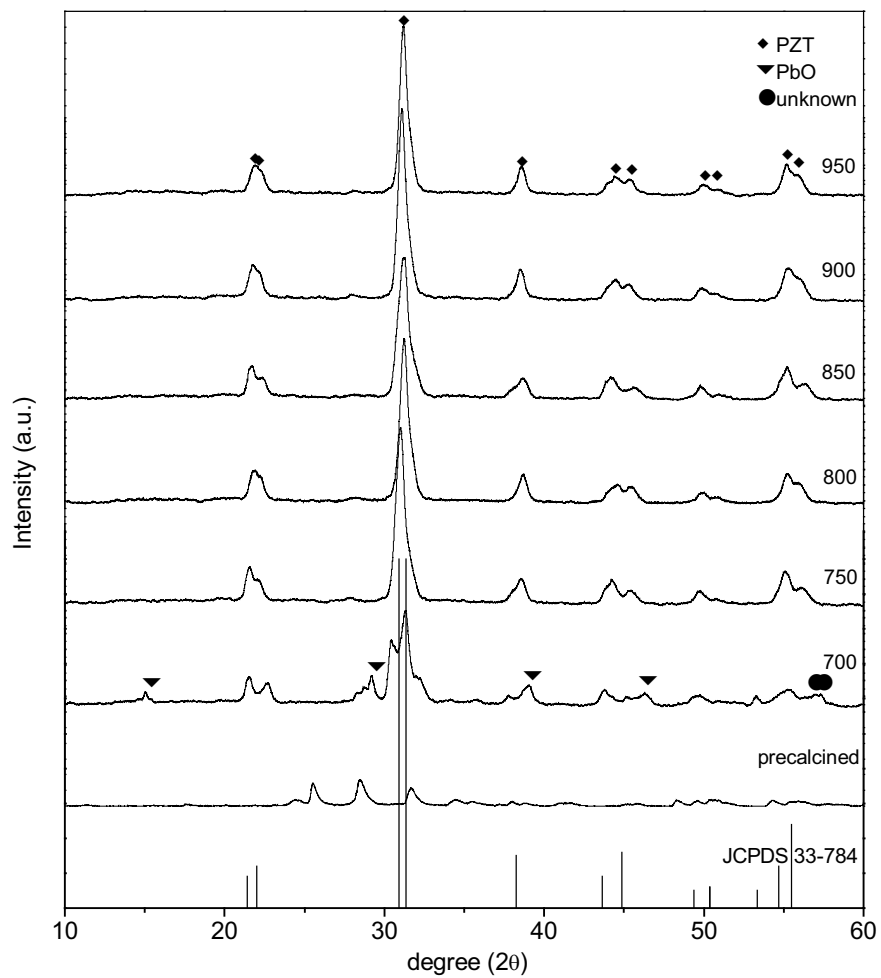
จากการตรวจสอบผง PZT ที่เตรียมได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-950 °ซ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าได้ผลดังแสดงในรูป 4.27 จะเห็นได้ว่าผงที่เตรียมได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สอดคล้องกับข้อมูลของสาร PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 33-784 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระกอนอล (tetragonal) และเมื่อพิจารณาพีคของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่เผาแคลไซน์ที่ 700 °ซ จะพบว่ามีพีคแปลกปลอมที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 15.03 29.19 37.74 และ 46.30 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับโครงสร้างผลึกของเลดออกไซด์ (PbO) และที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 56.98 และ 57.50 ซึ่งยังไม่สามารถระบุได้ว่าเป็นโครงสร้างผลึกใดแน่นอน นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบพีคของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่เตรียมได้กับพีคใน JCPDS จะเห็นได้ว่าจะมีบางพีคสลับตำแหน่งความสูงต่ำค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ ซึ่งเกิดจากการมีวิธีการเตรียมเซรามิกที่ต่างกัน เช่น การเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) การเตรียมด้วยวิธีแบบสเปรย์ (spray drying) วิธีการเตรียมเหล่านี้จะทำให้สามารถควบคุมอัตราส่วนของสารให้มีอัตราส่วนตามที่ต้องการได้ [55] ในขณะที่การเตรียมด้วยวิธีผสมออกไซด์นี้ทำให้อัตราส่วนของ PZT ที่ได้ไม่แน่นอน ถึงแม้จะเตรียม PZT สูตรเดียวกัน ซึ่งใน $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ นี้เป็นสูตรที่อยู่ใน MPB เฟส ซึ่งทำให้การอยู่ร่วมกันของโครงสร้างผลึกทั้งสองแบบ คือ เตตระกอนอล (tetragonal) และรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ไม่แน่นอน [56, 57, 58] และจากการเปรียบเทียบพีคของรังสีเอกซ์ของผง PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆและทำการคำนวณหาปริมาณเพอโรฟสไกต์ PZT จะได้ดังตาราง 4.13 ซึ่งได้ว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเผาแคลไซน์ผง PZT คือ 800 °ซ เผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 °ซ/นาที่ เพราะเป็นเงื่อนไขที่เริ่มได้ผง PZT ก่อนข้างบริสุทธิ์ ซึ่งมีปริมาณโครงสร้างผลึกเพอโรฟสไกต์ประมาณ 93.6% อีกทั้งเป็นการประหยัดพลังงานในการแคลไซน์ด้วย ซึ่งแน่นอนจะส่งผลให้สามารถลดต้นทุนในการผลิตถ้าต้องมีการเตรียมปริมาณมาก (mass production)

จากการตรวจสอบเซรามิก PZT ที่เตรียมได้จากผง PZT ที่เผาซินเตอร์ที่ อุณหภูมิระหว่าง 1050-1300 °ซ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าได้ผลดังแสดงในรูป 4.28 จะเห็นได้ว่าเซรามิกที่เตรียมได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับข้อมูลของสาร PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ในแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 33-784 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระกอนอล (tetragonal) จากการเปรียบเทียบพีคของรังสีเอกซ์ทั้งค่ามุม 2θ และปริมาณความเข้มของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ จะได้ว่าเงื่อนไขที่เลือกเพื่อทำการเผาซินเตอร์เซรามิก PZT ต่อไปเพื่อเตรียมเซรามิก

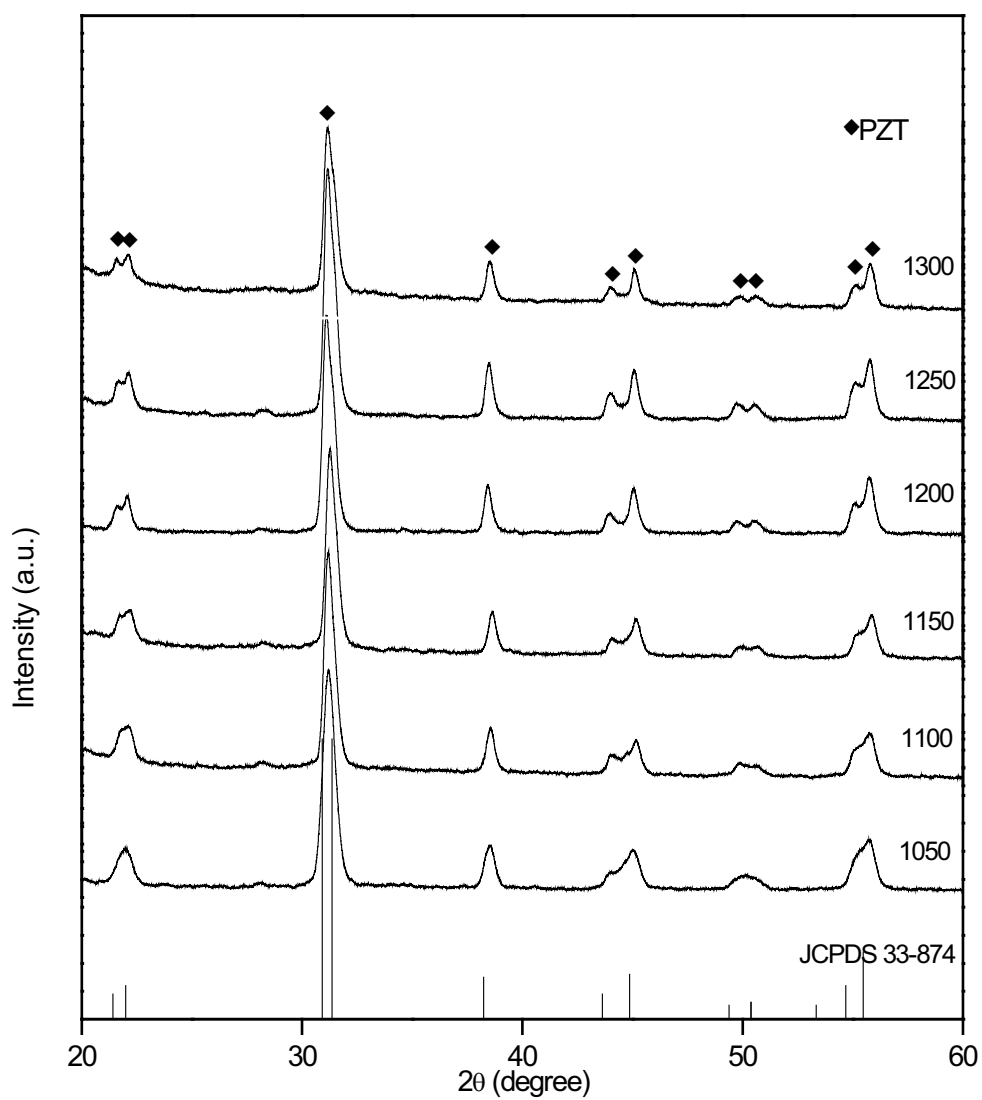
สำหรับวัดสมบัติต่างๆ คือ 1250°C เผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่นๆ ที่ทำการเตรียมเซรามิก PZT ด้วยวิธีการบดด้วยลูกบอลความเร็วสูงจะได้ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ 950°C นาน 4 ชั่วโมงด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ [32] และมีการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100°C นาน 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ $3^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ [29] และที่อุณหภูมิ $1100\text{-}1150^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ $15^{\circ}\text{C}/\text{นาที่}$ [57] ซึ่งเงื่อนไขเหล่านี้ทำให้ได้เซรามิกที่มีเพอร์อฟสไกต์ PZT มากที่สุด โดยถ้าใช้อุณหภูมิสูงกว่านี้จะต้องใช้เวลาในการเผาผลาญ จะเห็นว่า อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ของเซรามิกที่ได้ในการทดลองนี้จะสูงกว่าอุณหภูมิจากเอกสารอ้างอิงแต่จะใช้เวลาในการเผาน้อยกว่า โดยผลที่ได้ไม่ต่างกันมากนัก เพราะได้โครงสร้างผลึกเพอร์อฟสไกต์ PZT ที่สมบูรณ์เหมือนกัน

ตาราง 4.13 ปริมาณโครงสร้างผลึก PZT เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง $700\text{-}950^{\circ}\text{C}$

อุณหภูมิแคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	เพอร์อฟสไกต์ PZT (%)	ไพโรคลอว์ (%)
700	73.4	26.6
750	93.0	7.0
800	93.6	6.3
850	87.5	12.5
900	93.5	6.5
950	93.5	6.5



รูป 4.27 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผง PZT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 700-950 °ซ



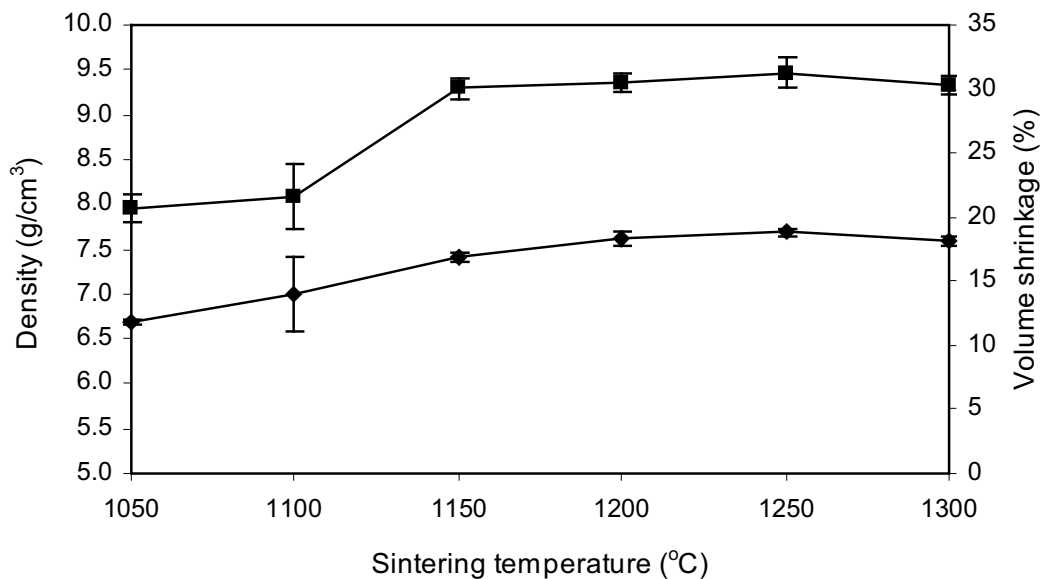
รูป 4.28 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1050-300 °ซ

4.2.2.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก PZT

เมื่อนำเซรามิก PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ มาทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ การหาความหนาแน่น การหาค่าการหดตัว และปริมาณน้ำหนักรั่วที่สูญเสีย จะได้ผลดังแสดงในตาราง 4.14 แสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิซินเตอร์กับสมบัติทางกายภาพของเซรามิก โดยค่าความหนาแน่นและการหดตัวโดยปริมาตรจะสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิ 1250 °ซ เซรามิก PZT จะมีความหนาแน่นและการหดตัวโดยปริมาตรมากที่สุด คือ 7.69 กรัม/ลบ.ซม. และ 31.2% ตามลำดับ แต่เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น ค่าความหนาแน่นและการหดตัวโดยปริมาตรกลับลดลงดังแสดงในรูป 4.29 เนื่องจากเกิดการระเหยของตะกั่วในเซรามิก ทำให้มีรูพรุนเกิดขึ้นในเนื้อเซรามิก เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิก PZT ที่ได้กับความหนาแน่นทางทฤษฎี (ใช้ความหนาแน่นของ PZT จาก JCPDS file หมายเลข 33-784 มีค่า 8.006 กรัม/ลบ.ซม.) จะได้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 83.58-96.08% เมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่นๆที่จะมีค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วง 90.55-99.92% [29-31] ถือได้ว่าค่าที่ได้อยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ ส่วนค่าการสูญเสียของน้ำหนักรั่วหลังจากการซินเตอร์นั้นไม่สามารถหาแนวโน้มที่สัมพันธ์กับอุณหภูมิซินเตอร์ได้ แต่ที่อุณหภูมิซินเตอร์สูง เช่น 1300 °ซ ค่าการสูญเสียของน้ำหนักรั่วจะมีค่ามาก อาจเนื่องจากเกิดการระเหยของตะกั่วที่ผิวของเซรามิกมากขึ้นด้วย

ตาราง 4.14 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PZT

อุณหภูมิซินเตอร์ (°ซ)	ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)	ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (%)	ร้อยละของการหดตัวโดยปริมาตร	ร้อยละของน้ำหนักรั่วที่สูญเสีย
1050	6.69 ± 0.03	83.58	20.7 ± 1.08	2.64 ± 0.79
1100	7.00 ± 0.41	87.38	21.6 ± 2.56	1.90 ± 0.69
1150	7.41 ± 0.06	92.53	30.0 ± 0.77	2.76 ± 0.76
1200	7.61 ± 0.08	95.10	30.5 ± 0.78	2.17 ± 1.09
1250	7.69 ± 0.04	96.08	31.2 ± 1.18	1.96 ± 0.94
1300	7.59 ± 0.05	94.76	30.3 ± 0.77	2.91 ± 0.86



รูป 4.29 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่น (density) และค่าการหดตัวเชิงปริมาตร (volume shrinkage) ของเซรามิก PZT เทียบกับอุณหภูมิซินเตอร์

4.2.2.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT

จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050-1300 °ซ ด้วยเทคนิค SEM พบว่าเกรนของเพอรอฟสไกต์จะมีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม (equiaxed grains) และได้ขนาดของเกรนดังแสดงในตาราง 4.15 พบว่ามีแนวโน้มขนาดเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์สูงขึ้น เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงทำให้ระบบโดยรวมของสารมีพลังงานสูง ส่งผลให้ขอบเกรนเคลื่อนที่ได้ดี ซึ่งการเคลื่อนที่ของขอบเกรนทำให้เกรนโตขึ้นและขอบเกรนมีพื้นที่ลดลง ทำให้ระบบมีพลังงานลดลงและมีความเสถียรมากขึ้น [46] โดยขนาดเกรนใหญ่ที่สุด คือ 1.81 ไมโครเมตร ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1300 °ซ ดังแสดงในรูป 4.30

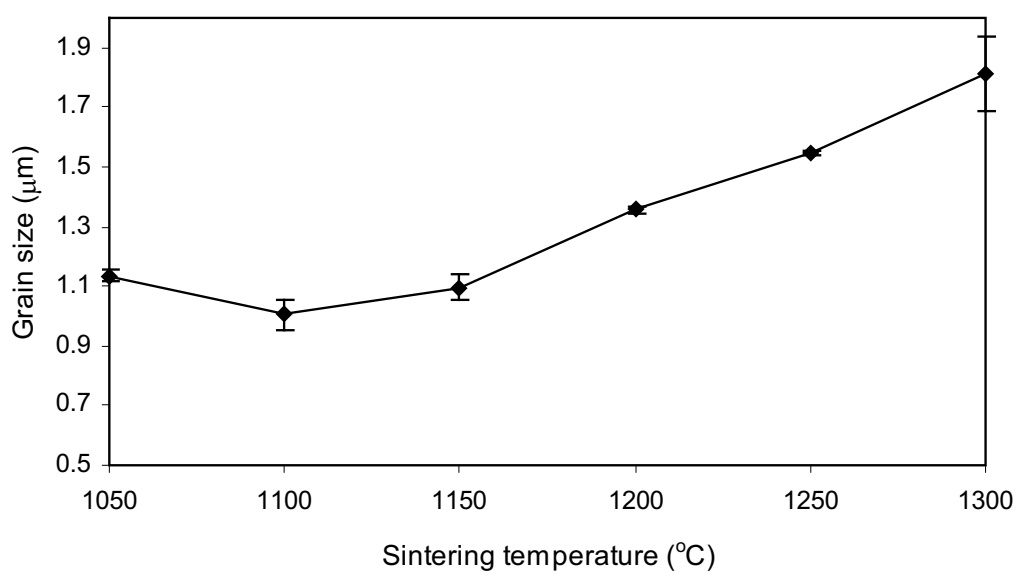
จากภาพถ่าย SEM ที่แสดงภาพผิวของเซรามิก PZT ดังรูป 4.31 จะได้ว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำๆ (รูป 4.31(a)-(b)) จะพบว่าเกรนมีขนาดเล็กและเกาะกันอย่างหลวมๆ และมีพรมปริมาณมากที่ผิวของเซรามิก เนื่องจากความร้อนต่ำทำให้อนุภาคของผงภายในชิ้นงานยังแยกตัวกันไม่แน่นมากนัก และจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคยังมีน้อย ทำให้ยังมีช่องว่างระหว่างอนุภาคมาก เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์ค่อยๆสูงขึ้น พรมที่ผิวเซรามิกจะลดลง และเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นเรื่อยๆ (รูป 4.31(c)-(f)) ซึ่งเกิดจากเกรนมีการเติบโตขึ้น

ตามอุณหภูมิซินเตอร์ที่สูงขึ้น โดยกระบวนการเติบโตของเกรนจะเป็นกระบวนการที่เกรนเฉลี่ยของเซรามิกมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องระหว่างที่มีการให้ความร้อน การเติบโตของเกรนเกิดจากการเคลื่อนที่ของขอบเกรน โดยอาศัยแรงขับเคลื่อนที่เกิดจากความแตกต่างของพลังงานอิสระของเกรนที่อยู่ระหว่างขอบเกรนทั้งสองข้าง ขอบเกรนจะเคลื่อนที่เข้าหาจุดศูนย์กลางความโค้ง โดยอาศัยการแพร่ผ่านแนวความโค้งเข้ามา ทำให้ขอบเกรนเคลื่อนที่เข้า ซึ่งเป็นการลดพื้นที่ของขอบเกรนลงด้วยการเติบโตของเกรน ทำให้ระบบมีพลังงานลดลงและมีความเสถียรมากขึ้น [46]

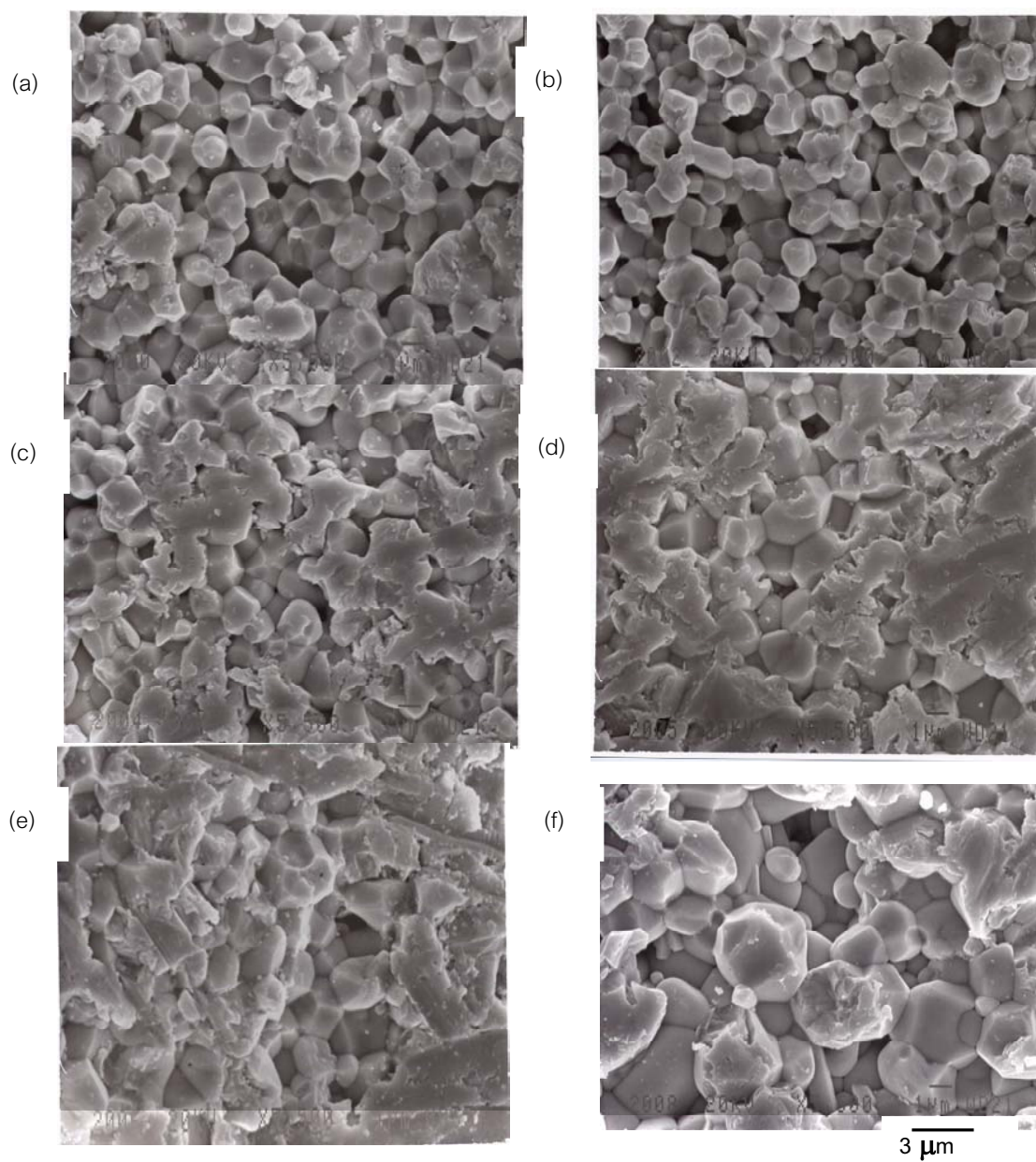
ส่วนภาพรอยหักของเซรามิก PZT แสดงในรูป 4.32 พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม ลักษณะของการแตกหักส่วนใหญ่ของเกรนจะเป็นการแตกแบบระหว่างเกรน (intergranular fracture) ซึ่งเกิดจากการที่ขอบเกรนมีแรงเฉือน ทำให้เมื่อมีรอยแยกเกิดขึ้น รอยแยกจะวิ่งไปตามขอบเกรน จะพบว่าเกรนของ PZT ในรูปถ่ายมีการแตกหักของเกรนมีการแตกแบบผสมระหว่างการแตกแบบระหว่างเกรนและการแตกแบบผ่านเกรน (mixed mode inter/transgranular fracture) น้อย และพบเกรนที่มีการเติบโตของเกรนแบบผิดปกติ (abnormal grain growth) น้อยเช่นกัน

ตาราง 4.15 ขนาดของเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PZT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

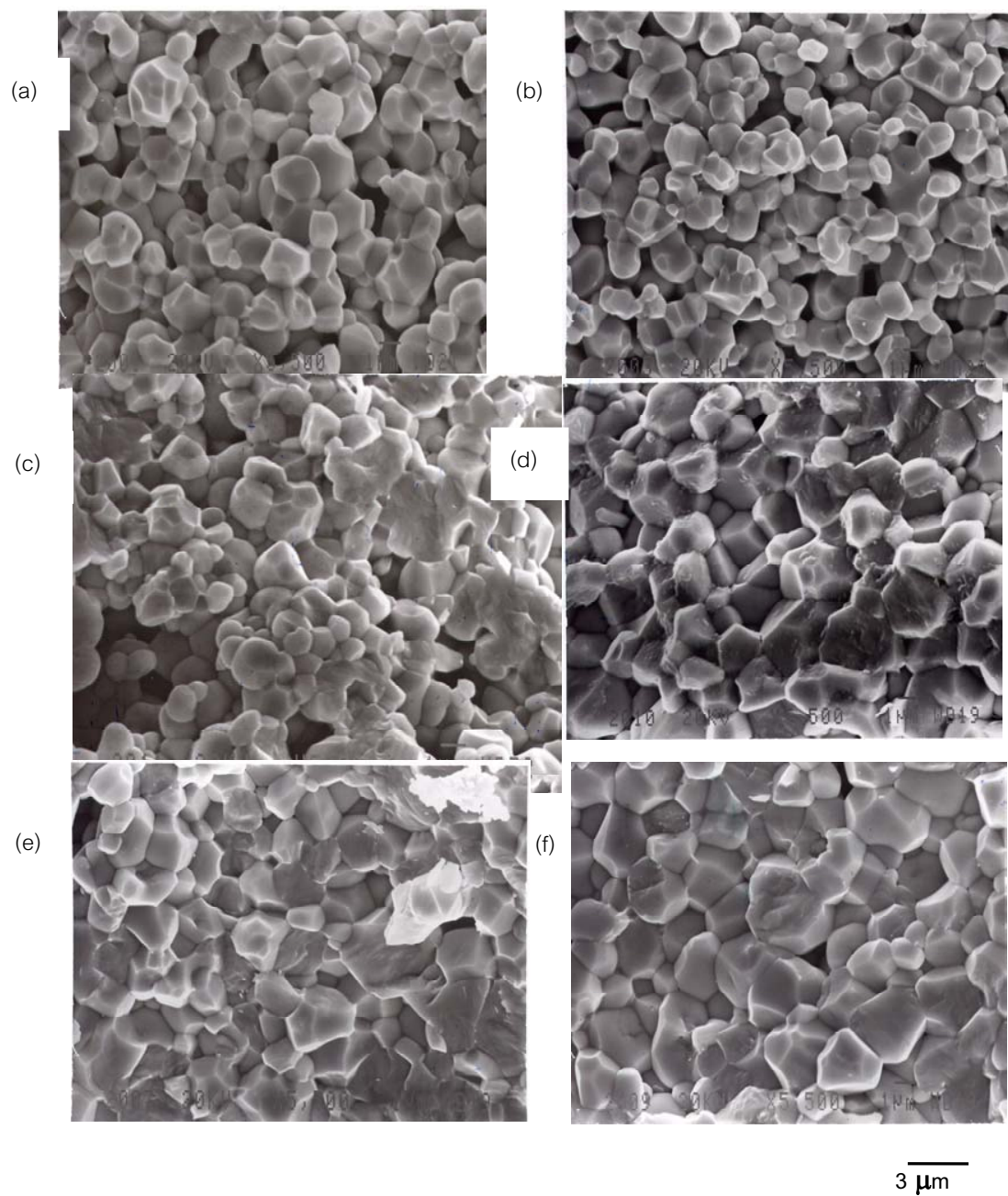
อุณหภูมิซินเตอร์ (°C)	ขนาดเกรนเฉลี่ย (ไมโครเมตร)
1050	1.14 ± 0.02
1100	1.00 ± 0.05
1150	1.10 ± 0.04
1200	1.36 ± 0.01
1250	1.55 ± 0.01
1300	1.81 ± 0.13



รูป 4.30 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (grain size) กับ อุณหภูมิซินเตอร์ของเซรามิก PZT



รูป 4.31 ภาพถ่ายจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงผิวเซรามิก PZT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (a) 1050, (b) 1100, (c) 1150, (d) 1200, (e) 1250 และ (f) 1300 °ซ



รูป 4.32 ภาพถ่ายจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงรอยหักเหของ PZT ที่ผ่านการเผา
ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (a) 1050, (b) 1100, (c) 1150, (d) 1200, (e) 1250 และ (f) 1300 °C