

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก เลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต

**SYNTHESIS AND ELECTRICAL PROPERTIES OF
LEAD ZIRCONATE-SODIUM NIOBATE CERAMICS**



T117158



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน..... 117158
วัน,เดือน,ปี..... 19 ก.ค. 2554

b..... 12342518
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SYNTHESIS AND ELECTRICAL PROPERTIES OF
LEAD ZIRCONATE -SODIUM NIOBATE CERAMICS**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY – ANALYTICAL INSTRUMENTATION
FACULTY OF SCIENCE**

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับดูและใช้ภายในเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ACADEMIC YEAR 2010
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก
 เลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต

ชื่อนักศึกษา นางสาวสิริคุณ คำบุญมา
 นางสาวสุภาวดี ปุณณวานิชศิริ
 นางสาวอมรรัตน์ ว่องทรัพย์ทวี

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระเจ้านครินทร์เจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
 โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
 อุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์ ประจำปีการศึกษา 2553

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ปานไพลิน สีหาราช	ปานไพลิน
ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล	
ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก เลคเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต
นักศึกษา	นางสาวสิริคุณ คำบุญมา นางสาวสุภาวดี ปุณณวานิชศิริ นางสาวอมรรัตน์ ว่องทรัพย์ทวี
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2553
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ. ดร. นราธิป วิทยากร

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ทำการศึกษาการสังเคราะห์เซรามิกเลคเซอร์โคเนต -โซเดียมไนโอเบต (PbZrO_3 - NaNbO_3 หรือ PZ-NN) ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ 0.02 0.04 0.06 0.08 0.10 0.20 และ 0.25 ด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ซึ่งทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเซรามิกที่ผ่านกระบวนการซินเตอร์แล้วด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometry) พบว่าโครงสร้างเพอโรฟสไกต์มีความบริสุทธิ์ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $0.00 \leq x \leq 0.20$ นอกจากนี้จะมีการเปลี่ยนโครงสร้างจากอโทรอมมิกไปเป็นรอมโบฮีดรอลเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบของ NN เพิ่มขึ้นอีกด้วย การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties) และวงวนฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) จะแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบของ NN เพิ่มขึ้น

คำสำคัญ : เลคเซอร์โคเนต โซเดียมไนโอเบต แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis and Electrical properties of Lead Zirconate -Sodium Niobate ceramics
Student	Miss Sirikun Kamboonma Miss Supawadee Punnawanichsiri Miss Amornrat Wongsuptawee
Degree	Bachelor of Science
Major Program	Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation
Academic Year	2010
Advisor	Assist. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn

ABSTRACT

The Lead Zirconate-Sodium Niobate ($\text{PbZrO}_3\text{-NaNbO}_3$); $x = 0.00, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.20$ and 0.25 was synthesized by the solid state reaction. The crystal structure, phase transformations and dielectric properties of $\text{PbZrO}_3\text{-NaNbO}_3$ were investigated. The crystal structure of sintered ceramic was analyzed by X-Ray Diffraction (XRD). Phase pure perovskite was observed in the compositions $0.00 \leq x \leq 0.20$. Furthermore, a change in symmetry from orthorhombic to rhombohedral was observed as the mole fraction of NN increases. The dielectric properties and the hysteresis loop measurements demonstrated the transition from the antiferroelectric to ferroelectric as the mole fraction of NN increased.

Keyword : Lead Zirconate, Sodium Niobate , Antiferroelectric

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาวิชาโครงการพิเศษในหัวข้อเรื่องการสังเคราะห์และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกเลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต ซึ่งโครงการพิเศษนี้จะไม่สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีหากไม่ได้รับการช่วยเหลือจากบุคคลดังต่อไปนี้

ทางผู้จัดทำต้องขอขอบคุณ ผศ. ดร. นราธิป วิทยากร ที่ได้ให้ความรู้และคำแนะนำต่างๆ เกี่ยวกับงานวิจัย คอยตอบคำถาม และช่วยปรับปรุงข้อบกพร่องต่างๆ ที่เกิดขึ้น จนกระทั่งโครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ทุกท่าน ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการเบิกเครื่องมืออุปกรณ์ รวมทั้งอำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการต่างๆ

ขอขอบคุณพี่รี พี่สา พี่ฝ้าย และพี่น้องหน้า ที่ให้คำปรึกษา แนะนำ และคอยช่วยเหลือแก้ไขปัญหาต่างๆ ที่เกิดขึ้น จนทำให้โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอบคุณพ่อแม่ของผู้จัดทำ ที่คอยเป็นห่วงและให้กำลังใจอยู่เสมอ

ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่มีความสนใจในงานที่เกี่ยวข้องทางด้านนี้ หรือ ผู้ที่ต้องการศึกษาหาความรู้เกี่ยวกับโครงการพิเศษนี้ หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้จัดทำต้องขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

นางสาวศิริคุณ คำบุญมา

นางสาวสุภาวดี ปุณณวานิชศิริ

นางสาวอมรรัตน์ ว่องทรัพย์ทวี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูปภาพ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 วัสดุแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Antiferroelectric materials)	4
2.2 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure)	7
2.3 เลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 :PZ)	8
2.4 โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 :NN)	22
2.5 กระบวนการเตรียมผงด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)	24
2.6 กระบวนการซินเตอร์	26
บทที่ 3 วิธีการทดลอง	28
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	28
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	28
3.3 กระบวนการเตรียมผง PZ-NN	30
3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก	33
3.5 การตรวจสอบพฤติกรรมเกิดการเกิดเฟสด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)	34
3.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า	36
3.6.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก	36

เอกสารนี้เป็นเอกสาร 3.6.2 สมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริกศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้าน 37 คำ
ไม่ว่ากรณีใดๆ 3.7 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 38

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	40
4.1 ผลการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)	40
4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริก	45
4.3 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC	48
4.4 ผลการตรวจสอบทางเฟอร์โรอิเล็กทริก	50
4.5 แผนภาพวัฏภาคของสารในระบบ PZ-NN	53
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	54
5.1 สรุปผลการทดลอง	54
5.2 ข้อเสนอแนะ	55
เอกสารอ้างอิง	56



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงแบบจำลองโดเมนของผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก	4
รูปที่ 2.2 แสดงโดเมนบนผิวผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกของ PZST จากเครื่อง TEM	5
รูปที่ 2.3 แสดงการเกิดโพลาริเซชันภายใต้สนามไฟฟ้า และการเกิดวงฮิสเทอรีซิสในแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก	6
รูปที่ 2.4 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของผลึก PZ เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง	7
รูปที่ 2.5 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์	7
รูปที่ 2.6 แสดงโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ของ PZ	8
รูปที่ 2.7 แผนผังวิภาคของสารในระบบ $Pb(Ti_{1-x}Zr_x)O_3$	9
รูปที่ 2.8 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PNN	11
รูปที่ 2.9 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-PNN	11
รูปที่ 2.10 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-PCoN	12
รูปที่ 2.11 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PCoN ที่อุณหภูมิห้อง	13
รูปที่ 2.12 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PCoN เมื่อ (ก) $x = 0.00$ (ข) $x = 0.02$ (ค) $x = 0.04$ (ง) $x = 0.06$ (จ) $x = 0.08$ (ฉ) $x = 0.10$ (ช) $x = 0.20$ และ (ซ) $x = 0.30$	15
รูปที่ 2.13 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PCoN ที่ความถี่ 10 kHz	16
รูปที่ 2.14 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PZN ที่อุณหภูมิห้อง	17
รูปที่ 2.15 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PZN เมื่อ (ก) $x = 0.00$ (ข) $x = 0.02$ (ค) $x = 0.04$ (ง) $x = 0.06$ (จ) $x = 0.08$ (ฉ) $x = 0.10$ (ช) $x = 0.20$ และ (ซ) $x = 0.30$	19
รูปที่ 2.16 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PZN ที่ความถี่ 10 kHz	20
รูปที่ 2.17 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-PZN	22
รูปที่ 2.18 แสดงลักษณะการเกิดเรโซแนนซ์-แอนติเรโซแนนซ์ของ $(K_{0.47}Pb_{0.03}Na_{0.5})NbO_3$	23
รูปที่ 2.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก กับอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่อ (a) $x = 0.00$ (b) $x = 0.02$ และ (c) $x = 0.05$	24

สารบัญรูปรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 2.20 ภาพตัดขวางแสดงองค์ประกอบหลักของการบดย่อยด้วยลูกบอล (Ball milling)	25
รูปที่ 2.21 แสดงการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)	26
เมื่อ (ก) ผงผสมกันอยู่ก่อนการเกิดปฏิกิริยา	
(ข) มีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้นบางส่วน	
(ค) เมื่อทำปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์	
รูปที่ 2.22 แสดงพัฒนาการที่เกิดจากการซินเตอร์ (sintering) โดย	27
(ก) อนุภาคผงผลึกยึดกันแบบหลวมๆ หลังการอัดขึ้นรูป	
(ข) การซินเตอร์ช่วงต้น	
(ค) การซินเตอร์ช่วงกลาง	
(ง) การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย	
รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผง PZ- NN	31
รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องบดย่อยผสมสารแบบบดย่อยด้วยลูกบอล	32
รูปที่ 3.3 แสดงแผนผังการเผาแคลไซน์ (T_c คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์)	32
รูปที่ 3.4 แสดงการจัดเรียงชิ้นงานในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์	33
รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงการเผาซินเตอร์ (T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์)	34
รูปที่ 3.6 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบระนาบของผลึก	35
รูปที่ 3.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $PbZrO_3$ (PZ)	36
รูปที่ 3.8 แสดงเครื่อง LCR meter	37
รูปที่ 3.9 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง DSC	38
รูปที่ 3.10 แสดงเทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC	39
รูปที่ 4.1 แสดงรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก	41
$(1-x)PbZrO_3 - xNaNbO_3$ หรือ PZ-NN	
รูปที่ 4.2 แสดงรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซูเปอร์แลตทิซชนิด $\frac{1}{4} (h k l)$	42
ที่ระนาบ (2 0 0) ของเซรามิก	
รูปที่ 4.3 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-NN	47
รูปที่ 4.4 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-NN	49
รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PZ-NN ที่สนามไฟฟ้าต่างๆ	52
รูปที่ 4.6 แสดงแผนภาพวิภาคของสารในระบบ PZ-NN	53

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส ของเซรามิก PZ-PCoN ที่ความถี่ 10 kHz	14
ตารางที่ 2.2 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส ของเซรามิก PZ-PZN ที่ความถี่ 10 kHz	18
ตารางที่ 2.3 แสดงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก $(1-x)$ PZ- x PZN ในแต่ละสัดส่วนองค์ประกอบ	21
ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะเฉพาะของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ในระบบ PZ-NN	43
ตารางที่ 4.2 แสดงผลการคำนวณค่าทอลาเรนซ์แฟกเตอร์ (Tolerance factor หรือ t) ในระบบ PZ-NN	44
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN	46
ตารางที่ 4.4 แสดงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN ในแต่ละสัดส่วนองค์ประกอบ	48
ตารางที่ 4.5 แสดงค่าการคำนวณเทอร์โมไดนามิกส์ในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN จากเทคนิค DSC	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบันวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีทางด้านเซรามิกได้เจริญก้าวหน้าไปอย่างรวดเร็ว โดยได้แผ่ขยายขีดความสามารถ บทบาท และความสำคัญเข้าไปยังแขนงวิชาความรู้สาขาต่างๆ มากมาย อิเล็กทรอนิกส์เซรามิก(electronics ceramic) ก็เป็นส่วนหนึ่งในบรรดาวัสดุประเภทเซรามิกที่มีการศึกษา ค้นคว้า และวิจัยกันอย่างกว้างขวางทั้งในวงวิชาการระดับอุดมศึกษา อีกทั้งยังมีการพัฒนาเพื่อประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆ อย่างต่อเนื่อง ทั้งภายในและภายนอกประเทศ อาทิเช่น พวกผลิตภัณฑ์อิเล็กทรอนิกส์ทั้งหลาย ได้แก่ ตัวเก็บประจุ (capacitors) แถบบันทึกข้อมูล (smart cards) ตัวตรวจจับแก๊ส (gas sensors) ทรานสดิวเซอร์ (transducers) ไฮโดรโฟน (hydrophone) ตัวลดระดับเสียงและตัดไฟเกิน (varistors) และตัวรักษาระดับอุณหภูมิ (thermistors) เป็นต้น

การสร้างวัสดุประเภทอิเล็กทรอนิกส์เซรามิก(electronics ceramic) เพื่อนำมาประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ ดังกล่าวนั้น จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องอาศัยความรู้ความเข้าใจในกระบวนการผลิตวัสดุแต่ละชนิด ตลอดจนถึงเรื่องของวัสดุเชิงเทคนิควิธีการดำเนินการ การทดสอบวัสดุ การศึกษาหาความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะโครงสร้างกับพฤติกรรมหรือสมบัติที่วัสดุแสดงออกมาภายใต้สภาวะเงื่อนไขต่างๆ อันจะนำไปสู่ความสามารถในการควบคุมคุณภาพ และประสิทธิภาพในการทำงานของวัสดุที่เตรียมได้ให้เกิดประโยชน์สูงสุดต่อไป

วัสดุเพียโซอิเล็กทริกเซรามิก (Piezoelectric ceramics) ในยุคแรกนั้นเกิดการผสมกันระหว่างเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติและแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก เป็นการผสมกันระหว่างเลดไททาเนต (PbTiO_3 หรือ PT) กับ เลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆกัน ได้สารประกอบเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ($\text{Pb}(\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{O}_3$ หรือ PZT) และพบบริเวณแนวรอยต่อเฟส (Morphotropic phase boundary หรือ MPB) ที่สัดส่วนของ Zr : Ti เท่ากับ 52 : 48 ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าโดดเด่นที่สุด [12]

เลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) นั้นถือเป็นสารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกชนิดแรกที่ถูกค้นพบ มีอุณหภูมิคูรี (Curie temperature) ประมาณ 230°C [8] เพื่อเป็นการปรับปรุงประสิทธิภาพของเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) และการสร้างองค์ความรู้ใหม่เกี่ยวกับการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติต่างๆของสารในกลุ่มแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก อีกทั้งงานวิจัยในด้านการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของสารละลายของแข็งที่เกิดการผสมกันระหว่างแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยกันนั้นยังมีไม่

มากนัก งานวิจัยนี้จึงได้เลือกนำเซรามิกโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 หรือ NN) มาผสมกับเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) ซึ่งโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 หรือ NN) นั้นแสดงสมบัติเป็นแอนติ

เฟอร์โรอิเล็กทริกเช่นเดียวกับเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) มีอุณหภูมิคูรี (Curie temperature) ประมาณ 360°C จึงคาดว่าเมื่อนำโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 หรือ NN) มาผสมกับเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) แล้วจะสามารถเพิ่มช่วงอุณหภูมิการใช้งานของเซรามิกได้ ซึ่งจะทำให้เกิดความหลากหลายในการใช้งานมากขึ้นด้วย โดยโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 หรือ NN) ถือเป็นสารที่มีความน่าสนใจมาก เนื่องจากมีสมบัติเฉพาะ อีกหนึ่งเหตุผลที่โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) นั้นได้รับความสนใจ คือ เป็นวัสดุไร้สารตะกั่วที่ถูกนำมาใช้ทดแทนวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่มีสารตะกั่วเป็นตัวหลัก ซึ่งจุดประสงค์หลักที่นำมาใช้ทดแทนนั้น ก็เพื่อลดการใช้สารตะกั่วซึ่งเป็นสารที่อันตรายมาก [18]

งานวิจัยนี้จึงได้เลือกศึกษาสมบัติเพียโซอิเล็กทริกเซรามิกด้วยการผสมกันของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก ระหว่าง เลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) กับ โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 หรือ NN) ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) โดยมุ่งเน้นการศึกษาโครงสร้างผลึก (Crystal structure) การเปลี่ยนเฟส (Phase transition) สมบัติทางกายภาพ (Physical properties) การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน และสมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties) ของสารทั้งระบบ

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาปัจจัยที่มีความเหมาะสมในการสังเคราะห์ผงเพียโซอิเล็กทริกในระบบ PbZrO_3 - NaNbO_3 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เพื่อให้ได้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง
2. ศึกษาโครงสร้างผลึก การเปลี่ยนเฟส สมบัติทางกายภาพ การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกในระบบ PbZrO_3 - NaNbO_3 ที่เตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) ที่สัดส่วนต่างๆ กัน
3. เพื่อเข้าใจความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้าง องค์ประกอบ และกระบวนการผลิตที่ส่งผลต่อสมบัติของเซรามิก PZ-NN ซึ่งเป็นองค์ความรู้พื้นฐานของวัสดุศาสตร์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมผงผลึกและเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกในระบบ $[(1-x)\text{PbZrO}_3 - (x)\text{NaNbO}_3]$ เมื่อ $x = 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.1, 0.2$ และ 0.25 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)
2. ตรวจสอบโครงสร้างผลึก การเปลี่ยนเฟส สมบัติทางกายภาพ การเปลี่ยนแปลงทาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เผยแพร่โดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เผยแพร่โดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PbZrO_3 - NaNbO_3 ที่เตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) ที่สัดส่วนต่างๆ กัน

3. ตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกโดยวัดค่าเปรียบเทียบกับอุณหภูมิและความถี่ และตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกจากลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสที่สนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกในระบบ PbZrO_3 - NaNbO_3 ที่เตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. เข้าใจถึงหลักการและวิธีการเตรียมเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกในระบบที่ผสมกันระหว่างแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (PZ) กับ แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (NN) ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) ให้มีความบริสุทธิ์
2. ทราบถึงสัดส่วนองค์ประกอบของสารที่ทำให้เซรามิกในแต่ละระบบมีสมบัติโดดเด่นที่สุด
3. สามารถควบคุมสัดส่วนองค์ประกอบของเซรามิกในแต่ละระบบเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมในอนาคตได้อย่างเหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

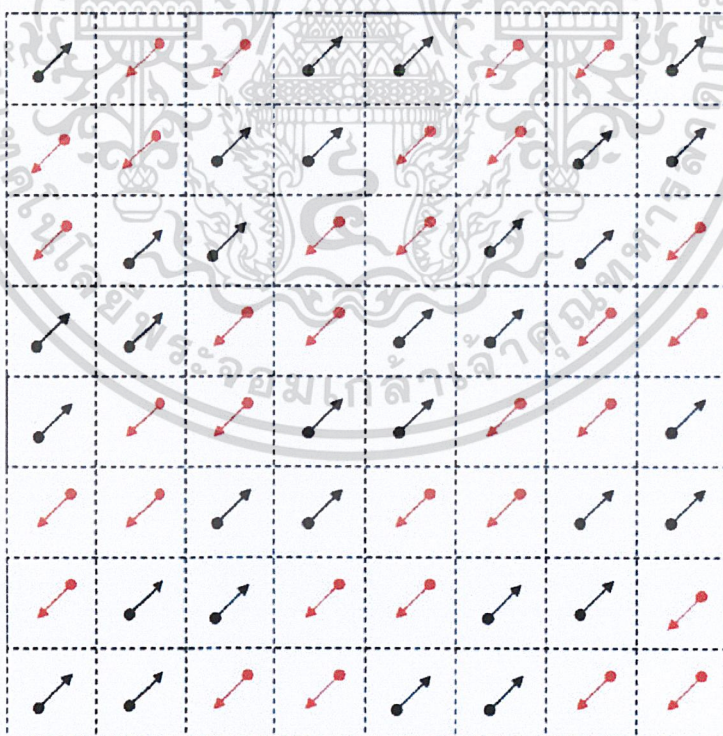
บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

ในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Antiferroelectric) ข้อมูลเบื้องต้นเกี่ยวกับสารในระบบเลเซอร์โคเนต (PbZrO_3 :PZ) โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 หรือ NN) รวมไปถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้องของสารในระบบดังกล่าว โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

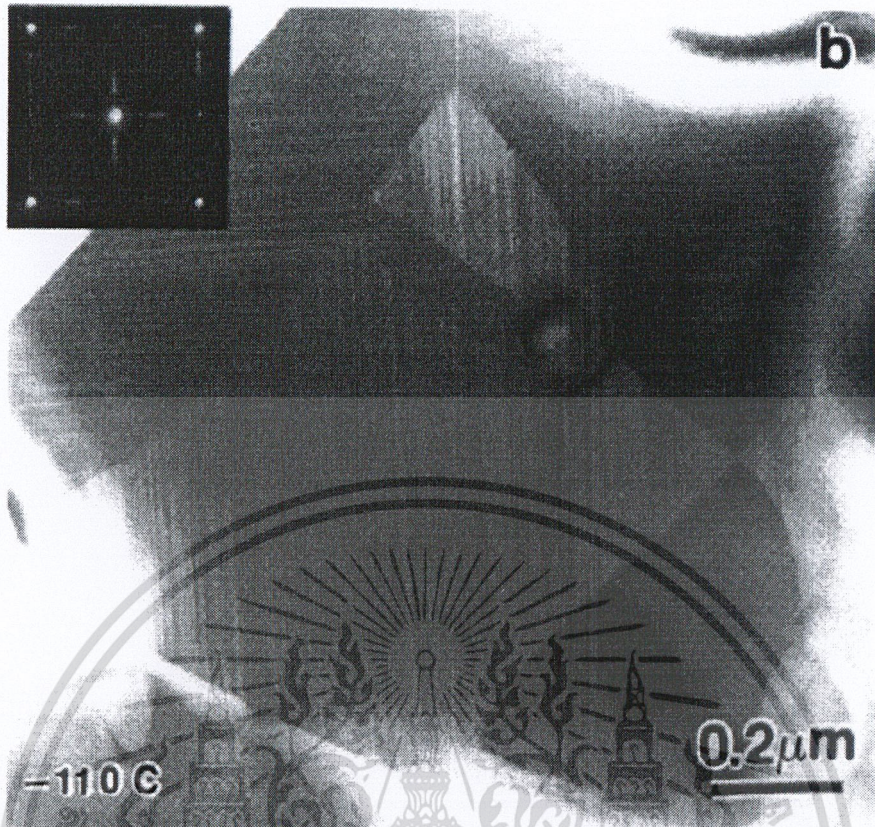
2.1 แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Antiferroelectric)

แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นจะมีทิศทางของโดเมนที่ตรงข้ามและสลับกันไปทั้งผลึก ส่งผลให้ค่าโพลาไรเซชันรวมของผลึกเป็นศูนย์ แต่เมื่อให้สนามไฟฟ้าภายนอกที่เหมาะสมจะทำให้เกิดการสลับขั้วโดเมนได้เช่นกัน โดยลักษณะโดเมนและตัวอย่างของโดเมนของแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นแสดงดังรูปที่ 2.1 และ 2.2 ซึ่งขนาดโดเมนของแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นจะมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร [1]



รูปที่ 2.1 แสดงแบบจำลองโดเมนของผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก [2]

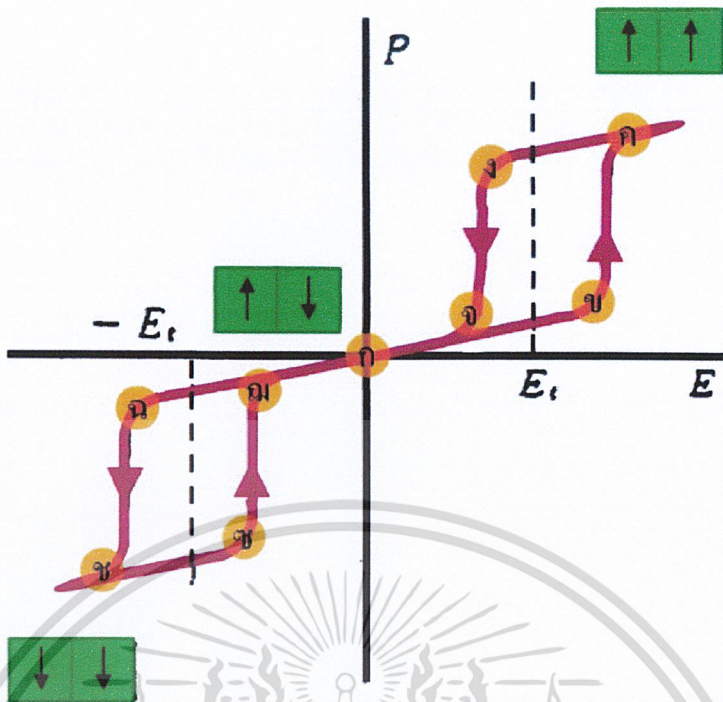
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์โดยมหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์ ในพระบรมราชูปถัมภ์ ขอสงวนสิทธิ์ในเนื้อหาและข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 แสดงโดเมนบนผิวผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกของ PZST จากเครื่อง TEM [3]

และเมื่อคุณลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นจะมีลักษณะเป็นวงวนฮิสเทอรีซิสคู่ (Double hysteresis loop) แสดงดังรูปที่ 2.3 จากรูปแสดงให้เห็นว่าเมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกจะเหนี่ยวนำให้โพลาริเซชันของแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นไปในทิศทางเดียวกับสนามไฟฟ้า จนปริมาณสนามไฟฟ้าที่ให้สูงเกินค่าสนามไฟฟ้าวิกฤต (ตำแหน่ง ข) ค่าโพลาริเซชันจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนถึงค่าโพลาริเซชันอิ่มตัว (ตำแหน่ง ค) โดยทิศทางของโพลาริเซชันนั้นจะมีทิศทางไปในทางเดียวกัน จากนั้นเมื่อลดปริมาณของสนามไฟฟ้าที่ให้ ค่าโพลาริเซชันจะค่อยๆ ลดลงจนถึงค่าสนามไฟฟ้าค่าหนึ่ง (ตำแหน่ง ง) ค่าโพลาริเซชันจะลดลงอย่างรวดเร็วจนมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ (ตำแหน่ง จ) และจากนั้นค่าโพลาริเซชันจะค่อยๆ ลดลงจนกระทั่งสนามไฟฟ้าเป็นศูนย์ค่าโพลาริเซชันของผลึกก็จะเป็นศูนย์ (ตำแหน่ง ก) ผลึกนั้นจะกลับสู่ลักษณะการโพลาริเซชันแบบตรงกันข้ามโดยสมบูรณ์อีกครั้ง และเมื่อให้สนามไฟฟ้าที่เป็นลบก็จะเกิดปรากฏการณ์เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



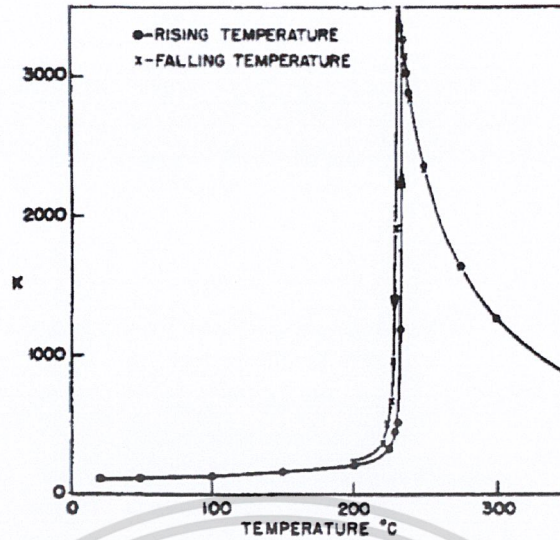
รูปที่ 2.3 แสดงการเกิดโพลาริเซชันภายใต้สนามไฟฟ้า และการเกิดวงฮิสเทอรีซิส ในแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก [2]

นอกจากนี้ผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นสามารถที่จะเกิดการเปลี่ยนเฟสได้หลายเฟสตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งจะเกิดการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริกได้ โดยจะเรียกอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนเฟสนี้ว่า อุณหภูมิคูรี (Curie temperature, T_c) ซึ่งค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ ณ อุณหภูมิคูรีนั้นจะมีค่าสูงที่สุด โดยฟังก์ชันของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นจะมีลักษณะเป็นพีกแหลม และค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นจะขึ้นกับอุณหภูมิซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยกฎคูรี-ไวส์ (Curie-Weiss law) ดังสมการที่ 2.1 แต่ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์นั้นจะไม่ขึ้นกับความถี่ แสดงดังรูป 2.4 ซึ่งแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกชนิดแรกที่ถูกค้นพบคือ เลดเซอร์โคเนต ($PbZrO_3$ หรือ PZ)

$$\epsilon = \epsilon_0 + C/(T - T_0) \tag{2.1}$$

- โดย ϵ คือ ค่าสภาพยอม (Permittivity) ของวัสดุที่ตรวจวัด
- ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ (8.854×10^{-12} F/m)
- C คือ ค่าคงที่คูรี (Curie constant)
- T_0 คือ อุณหภูมิคูรี (มีหน่วยเป็น $^{\circ}C$)
- T คือ อุณหภูมิที่ทำการวิเคราะห์ (มีหน่วยเป็น $^{\circ}C$)

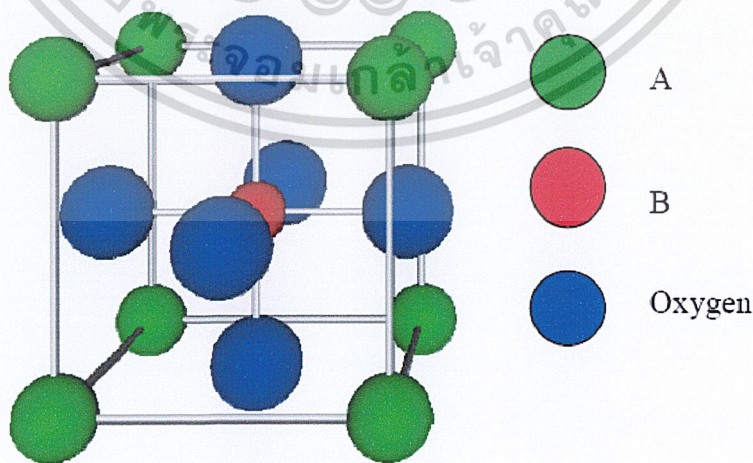
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับงานวิจัยการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของผลึก PZ เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง [4]

2.2 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure)

โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ เป็นชื่อที่เรียกกันตามชื่อของแร่แคลเซียมไททานेट (CaTiO_3) มีสูตรโครงสร้างทั่วไปเป็น ABO_3 เมื่อ A และ B เป็นไอออนบวก ส่วนออกซิเจนนั้นเป็นไอออนลบ โดยที่ B จะมีขนาดไอออนที่เล็กกว่าขนาดไอออนของ A แสดงดังรูปที่ 2.5 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์นี้มีพื้นฐานมาจากหน่วยเซลล์แบบ Face-center cubic closed packing (FCC) โดยไอออนบวก A และออกซิเจนซึ่งเป็นไอออนลบ จะจัดเรียงโครงสร้างแบบ FCC ไอออนบวก A จะอยู่ที่มุมของหน่วยเซลล์ ออกซิเจนจะอยู่ที่หน้าของหน่วยเซลล์ และไอออนบวก B จะแทรกอยู่ในช่องว่างกลางทรงแปดหน้า (octahedral site) [5]

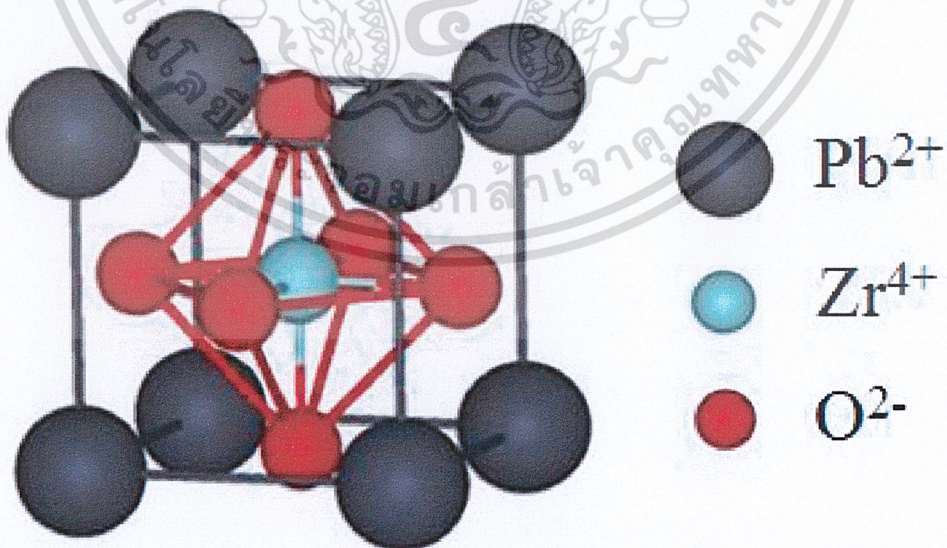


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับรูปที่ 2.5 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ [6] ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 เลดเซอร์โคเนต (PbZrO₃:PZ)

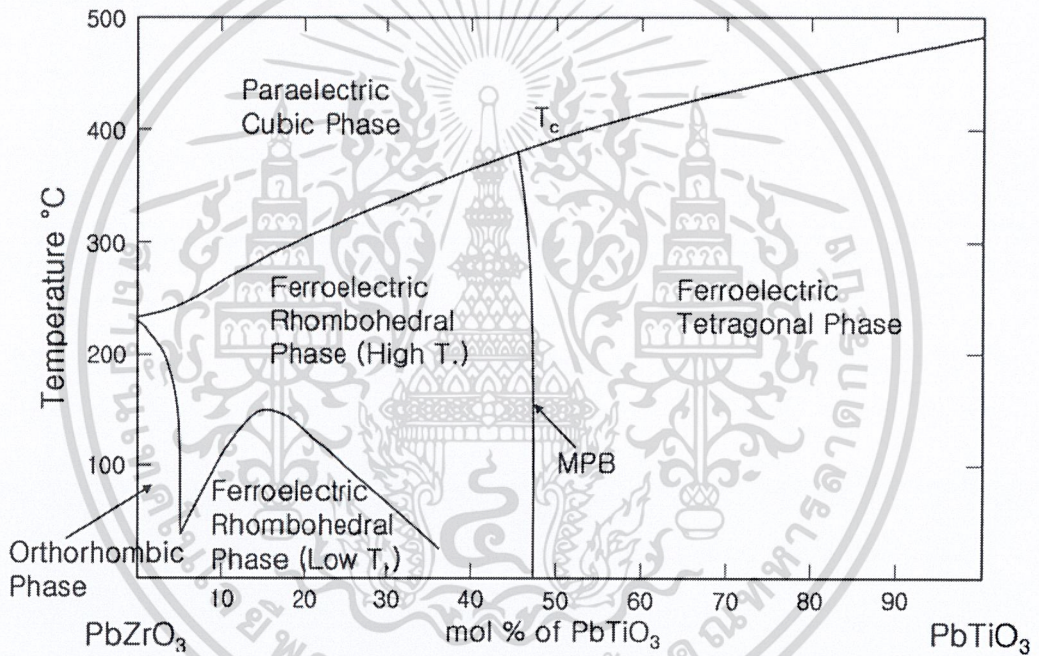
เลดเซอร์โคเนต (PbZrO₃ หรือ PZ) เป็นสารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) ชนิดแรกที่ถูกค้นพบ ในปี ค.ศ. 1951 โดย Sawaguchi PbZrO₃ มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure) โดยมีไอออน Pb²⁺ อยู่ในตำแหน่ง A-site และมีไอออน Zr⁴⁺ อยู่ในตำแหน่ง B-site ของหน่วยเซลล์ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 [7] เลดเซอร์โคเนตจะแสดงสมบัติแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง และมีอุณหภูมิคูรีประมาณ 230 °C (T_c = 230°C) โดยที่อุณหภูมิห้อง จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic structure) ที่มีค่าคงที่พารามิเตอร์ a = 8.23 Å b = 11.77 Å และ c = 5.81 Å [8] การเปลี่ยนแปลงเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (antiferroelectric) ไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) จะเกิดขึ้นภายใต้การให้สนามไฟฟ้าแก่เซรามิกที่มีเฟสเป็นแบบแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก ทำให้เกิดมีพลังงานสะสม ดังนั้นเซรามิก PZ จึงเป็นวัสดุที่นำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวกักเก็บพลังงาน (energy storage) [9] เซรามิก PZ ได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางก็เพราะมันมีลักษณะเฉพาะที่เป็นสมบัติไพโรอิเล็กทริก (pyroelectric) สมบัติไฟฟ้าเชิงแสง (electro-optical) สมบัติเพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric) และสมบัติอื่นๆ [10]

นอกจากนี้เลดเซอร์โคเนต (PZ) ยังสามารถเกิดสารละลายของแข็งร่วมกับเลดไททานเนต (PbTiO₃ หรือ PT) ซึ่งถูกนำไปประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆ เช่น ทำเป็นเพียโซอิเล็กทริกเซนเซอร์ (piezoelectric sensors) ทรานสดิวเซอร์ (transducers) แอคทูเอเตอร์ (actuators) ไพโรอิเล็กทริกดีเทคเตอร์ (pyroelectric detectors) และอุปกรณ์ทางด้านไฟฟ้าเชิงแสง (electro-optic devices) เป็นต้น [11]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์รูปที่ 2.6 แสดงโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ของ PZ [7] ใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากบันทึกของ Jaffe และคณะ ในปี ค.ศ. 1971 [4] ได้มีการพัฒนาและทำการศึกษาโดยนำ Ti^{4+} มาเจือกับ PZ ได้เป็น PZT ซึ่งจากการศึกษาพบว่าสาร PZT เป็นสารที่มีสมบัติทางเพียโซอิเล็กทริกที่โดดเด่นมาก สามารถที่จะเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้าได้สูง ยิ่งไปกว่านั้น PZT ยังมีอุณหภูมิคูรีที่สูง โดยจะขึ้นกับอัตราส่วน Zr:Ti ในที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรีของ PZT จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ เพอโรฟสไกต์ที่มีหน่วยเซลล์แบบลูกบาศก์ ซึ่งมีสมบัติเป็นพาราอิเล็กทริก และเมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่าอุณหภูมิคูรีลักษณะของหน่วยเซลล์ก็จะเปลี่ยนไปเป็นแบบเตตระโกนอลหรือรอมโบฮีดรอลโดยขึ้นกับอัตราส่วนของ Zr:Ti ซึ่งมีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก โดยสมบัติทางด้านเฟอร์โรอิเล็กทริกและไดอิเล็กทริกมีความโดดเด่นมากใน PZT ที่มีองค์ประกอบอยู่ที่บริเวณที่ เรียกว่า แนวรอยต่อเฟส (morphotropic phase boundary หรือ MPB) [12] ดังรูปที่ 2.7

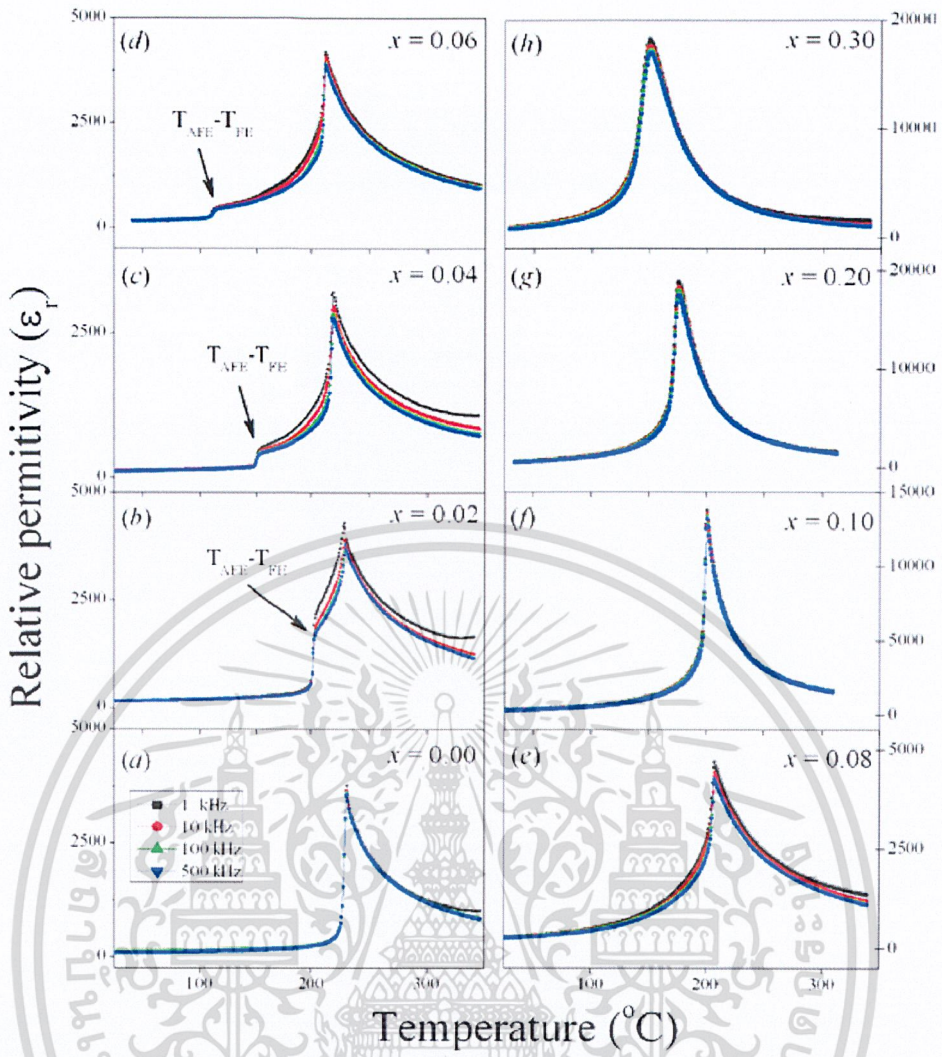


รูปที่ 2.7 แผนผังวัฏภาคของสารในระบบ $Pb(Ti_{1-x}Zr_x)O_3$ [12]

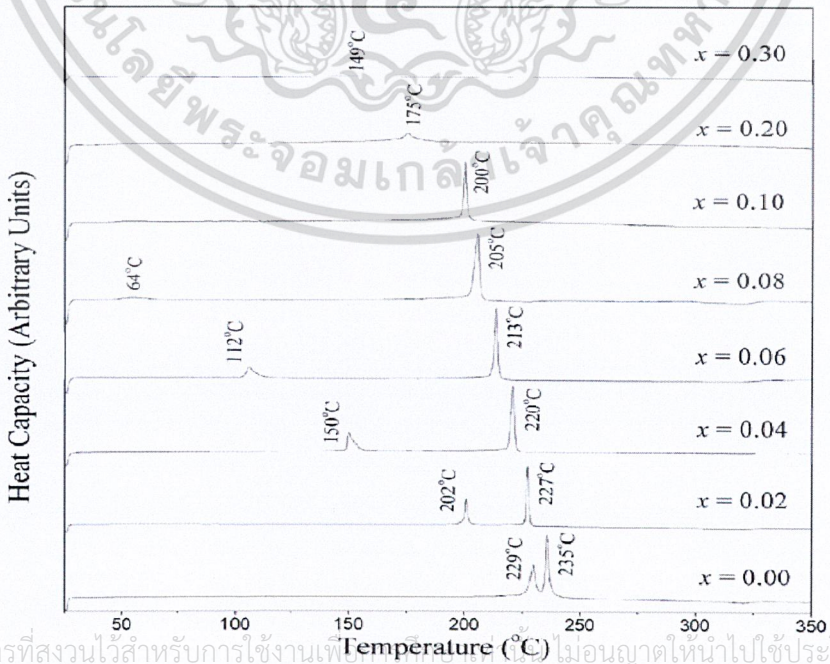
จากรูปที่ 2.7 จะเห็นว่าอุณหภูมิคูรีจะเพิ่มขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับอัตราส่วนของ PT โดยบริเวณที่มีอัตราส่วนของ PZ สูง โครงสร้างผลึกของ PZT ณ อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิคูรีจะมีโครงสร้างเป็นรอมโบฮีดรอล และจะมีโครงสร้างเป็นเตตระโกนอลในบริเวณที่มีอัตราส่วนของ PT สูง และพบว่าบริเวณรอยต่อเฟส (morphotropic phase boundary หรือ MPB) ของสารละลายของแข็ง PZT นั้นจะมีอัตราส่วนระหว่างเป็น 52:48 ซึ่งเป็นโครงสร้างผลึกแบบรอมโบฮีดรอลและเตตระโกนอลผสมกันอยู่อย่างสมดุลโดยที่ ณ สัดส่วนนี้เองที่ PZT แสดงสมบัติทางไฟฟ้าที่โดดเด่น เอกสาร [12] เอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต่อมาในปี ค.ศ.2008 Naratip Vittayakorn and Supamas Wirunchit [13] ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของสาร PZ ที่มีการเจือปนเกิดในโอเบต ($\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PNN) ลงไป ซึ่งพบว่าค่าไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนต-เลดนิเกิลในโอเบต (PbZrO_3 - $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PZ-PNN) ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x=0.00$ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity) จะค่อยๆเพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิ 225 °C และเมื่ออุณหภูมิเข้าใกล้ 230 °C ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว โดยค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่สูงสุดจะอยู่ที่อุณหภูมิ 231 °C และพบการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติที่สัดส่วนองค์ประกอบ x เท่ากับ 0.02 0.04 และ 0.06 โดยมีอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเท่ากับ 200 150 และ 105 °C ตามลำดับ ดังแสดงดังรูป 2.8 (b c d) โดยมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิเปลี่ยนเฟสเท่ากับ 2250 1240 และ 650 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x \geq 0.08$ จะไม่พบการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ ดังแสดงดังรูป 2.8 (e f g h) และผลจากการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นสองช่วง โดยเซรามิก PZ-PNN ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $0.00 \leq x \leq 0.08$ นั้นมีการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ และจากเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติไปเป็นพาราอิเล็กทริก เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นตามลำดับ โดยพิกที่อุณหภูมิต่ำกว่าเป็นการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ ส่วนพิกที่อุณหภูมิสูงกว่าจะเป็นการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติไปเป็นพาราอิเล็กทริก สำหรับ PZ นั้นจะแสดงพิกเอ็นโดเทอร์มิกสองพิกที่ 229 °C และที่ 235 °C สำหรับการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ และจากเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติไปเป็นพาราอิเล็กทริก ตามลำดับ ซึ่ง PZ นั้นสามารถเกิดเฟสเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติได้ในช่วงอุณหภูมิที่อยู่ระหว่างเฟสแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นกับพาราอิเล็กทริก แต่เป็นช่วงที่แคบมาก และยังพบว่าพิกของการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ และจากเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติเป็นพาราอิเล็กทริกนั้นจะเลื่อนไปทางอุณหภูมิต่ำลงเข้าใกล้อุณหภูมิต่ำลงมากขึ้นเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เริ่มสูงขึ้น จนกระทั่ง $x \geq 0.08$ จะพบพิกการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติเป็นพาราอิเล็กทริกเพียงพิกเดียว ดังแสดงในรูปที่ 2.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



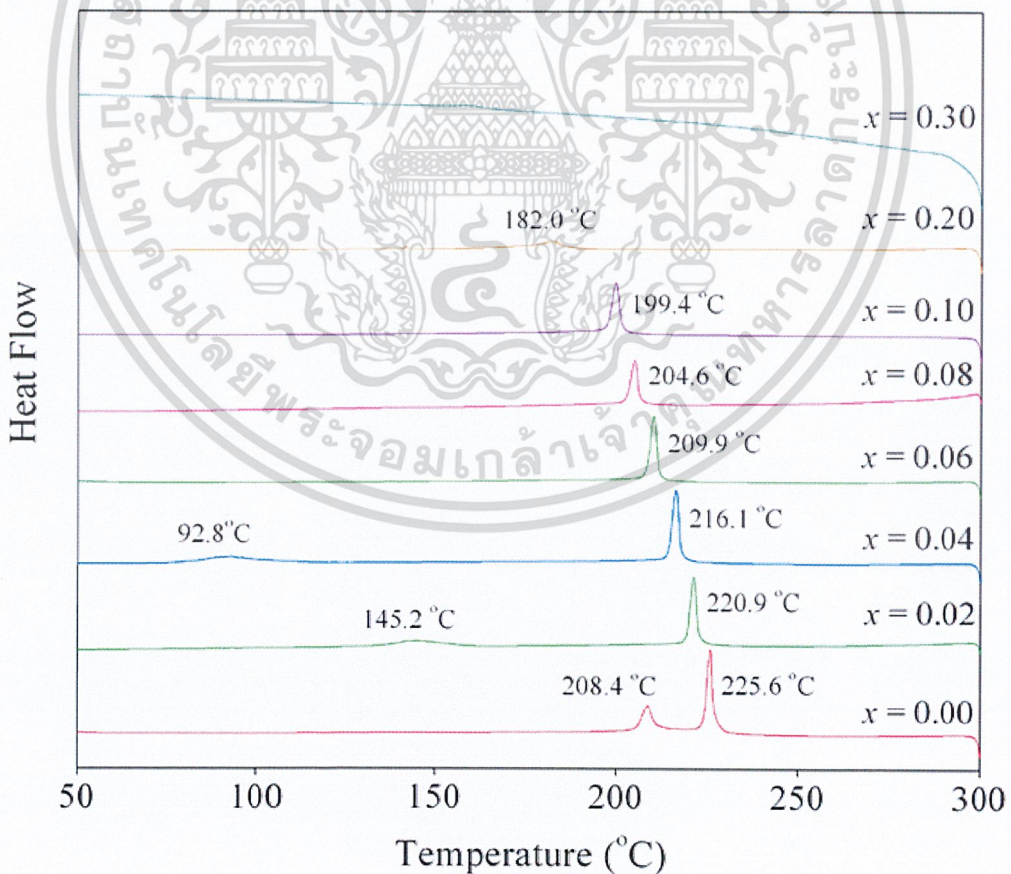
รูปที่ 2.8 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PNN [13]



รูปที่ 2.9 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-PNN [13]

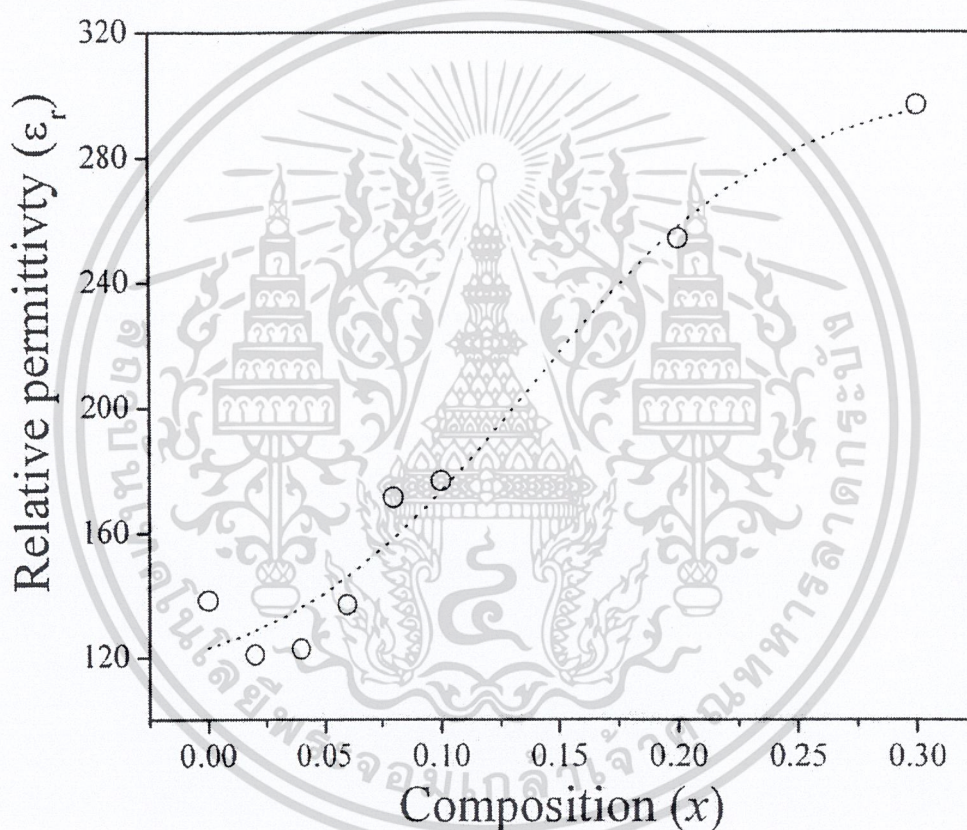
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น

ในปี ค.ศ. 2008 Wanwimon Banlue และ Naratip Vittayakorn [14] ได้ศึกษาถึงการเปลี่ยนเฟสและสมบัติทางความร้อนของเซรามิก $(1-x)\text{PbZrO}_3-x\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PZ-PCoN ซึ่งผลจากการศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นสองช่วงดังแสดงในรูปที่ 2.10 จะพบพีกเอ็นโดเทอร์มิก (endothermic) สองพีกที่สัดส่วนองค์ประกอบ $0.00 \leq x \leq 0.08$ โดยพีกที่อุณหภูมิต่ำกว่าจะเป็นการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก ($\text{AFE} \rightarrow \text{FE}$) ส่วนพีกที่อุณหภูมิสูงกว่าจะเป็นการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ($\text{FE} \rightarrow \text{PE}$) สำหรับ PZ นั้นจะแสดงพีกเอ็นโดเทอร์มิก (endothermic) สองพีกที่ 208.4°C และ 225.6°C สำหรับการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก ($\text{AFE} \rightarrow \text{FE}$) และจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ($\text{FE} \rightarrow \text{PE}$) ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าพีกของการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก ($\text{AFE} \rightarrow \text{FE}$) และจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ($\text{FE} \rightarrow \text{PE}$) นั้นจะเลื่อนไปทางที่อุณหภูมิต่ำลงเข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้นเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เพิ่มสูงขึ้น จนกระทั่ง $x \geq 0.08$ จะพบพีกการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก ($\text{FE} \rightarrow \text{PE}$) เพียงพีกเดียว



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่วางไว้สำหรับความรู้เท่านั้น การตีพิมพ์ซ้ำโดยไม่ขออนุญาตใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต่อมาในปี ค.ศ. 2009 Wanwimon Banlue [2] ได้ทำการศึกษาโดยการเตรียมเซรามิก PZ-PCoN ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ แล้วนำมาตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริก พบว่าค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity) ที่อุณหภูมิห้องของเซรามิก PZ-PCoN นั้นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ PZ-PCoN นั้นต่ำกว่า PZ ดังนั้นเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มสูงขึ้น แสดงดังรูป 2.11 ทั้งนี้เนื่องจากอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของ PCoN นั้นต่ำกว่า PZ ดังนั้นเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มสูงขึ้นจึงส่งผลให้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมีแนวโน้มลดลงเข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้น ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องของเซรามิกในระบบ PZ-PCoN จึงเพิ่มสูงขึ้นเมื่อมีปริมาณของ PCoN มากขึ้น



รูปที่ 2.11 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PCoN ที่อุณหภูมิห้อง [2]

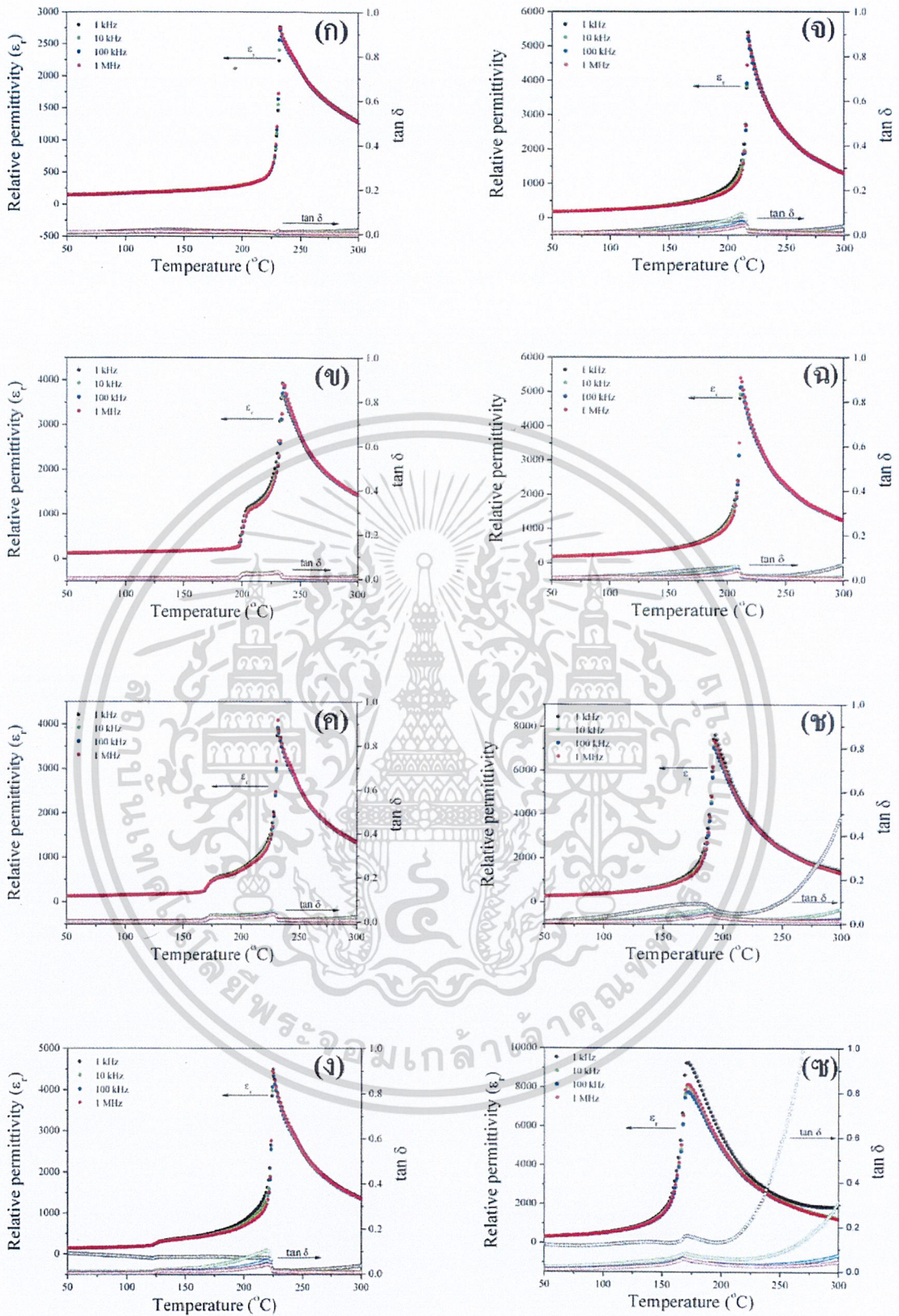
จากนั้นทำการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 300 °C ที่ความถี่ต่างๆ ได้ผลดังรูปที่ 2.12 จากรูปเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าสูญเสียทางไดอิเล็กทริก (Dielectric loss) ที่ความถี่ต่างๆ กับอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป จากผลการตรวจสอบนี้บอกถึงค่าอุณหภูมิและความถี่มีผลต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกของเซรามิก PZ-PCoN ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ พิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะราคาไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แหลม (Sharp peak) เนื่องจาก PZ นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ และมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เข้าใกล้ค่า 3,000 ที่อุณหภูมิประมาณ 237 °C โดยเกิดการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE) ไปเป็นพาราอิเล็กทริก (PE) แสดงดังรูปที่ 2.12 (ก) ซึ่งสมบัติไดอิเล็กทริกของ PZ นี้จะเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ แต่จะไม่เปลี่ยนแปลงตามความถี่ [31,32] และเมื่อมีการเจือ PCoN ลงไปในสัดส่วนองค์ประกอบ $0.02 \leq x \leq 0.06$ พบว่าพีกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่ได้นั้นมี การเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น 2 ช่วง ซึ่งแสดงว่ามีการเปลี่ยนเฟสจาก AFE ไปเป็นเฟสอื่นก่อนที่จะเปลี่ยนไปเป็น PE แสดงดังรูปที่ 2.12 (ข) - (ง) จากรูปจะเห็นว่าเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มสูงขึ้น อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสทั้งสองช่วงนั้นจะลดลงเข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้น โดยช่วงอุณหภูมิของเฟส กึ่งกลางที่เกิดขึ้นก่อนเปลี่ยน ไปเป็น PE นั้นจะกว้างขึ้นเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่ม ปริมาณของ PCoN ให้สูงขึ้นจนถึงร้อยละ 30 โดยโมล พบว่าพีกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะกว้าง ขึ้นและค่าสภาพยอมสัมพัทธ์นั้นจะขึ้นกับความถี่ดังรูปที่ 2.12 (ซ) ซึ่งเป็นผลมาจากความเป็นรีแลก เซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกของ PCoN นั้นเอง โดยแนวโน้มของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกใน ระบบ PZ-PCoN นี้มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มสูงขึ้นถึงร้อยละ 30 โดยโมล และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจะลดลงเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มสูงขึ้น โดยแนวโน้มของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ทุกสัดส่วนองค์ประกอบที่ความถี่ 10 kHz นั้นแสดงดังรูปที่ 2.13 ส่วนค่าการสูญเสีย ทางไดอิเล็กทริกนั้นพบว่ามีค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่อปริมาณของ PCoN เพิ่มขึ้น และค่าการสูญเสียทางได อิเล็กทริก ณ อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจะสูงขึ้น เนื่องจาก ณ อุณหภูมิที่ให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูง มักจะมีค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกเกิดขึ้นด้วย แสดงดังรูปที่ 2.12 (ก) – (ซ) ซึ่งข้อมูลของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสที่ความถี่ 10 kHz นั้นแสดงดังตารางที่ 2.1 [2]

ตารางที่ 2.1 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-PCoN ที่ความถี่ 10 kHz [2]

สัดส่วน องค์ประกอบ	อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส (°C)		ϵ_r at T_{max}	$\tan \delta$ at T_{max}	$C \times 10^{-6}$ (°C)	ΔT_m (°C)
	ช่วงที่ 1	ช่วงที่ 2				
$x = 0.00$	-	238.0	2,730	0.0156	6.14	1.50
$x = 0.02$	211.9	236.2	3,850	0.0326	6.84	1.51
$x = 0.04$	175.2	232.2	3,860	0.0467	7.21	1.79
$x = 0.06$	131.3	225.3	4,370	0.1048	6.62	1.80
$x = 0.08$	-	218.2	5,280	0.0900	6.68	4.48
$x = 0.10$	-	213.0	5,140	0.0587	6.80	8.57
$x = 0.20$	-	194.2	7,130	0.0609	5.86	55.39
$x = 0.30$	-	173.1	8,050	0.0808	5.69	88.48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำซ้ำหรือเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มาไปใช้



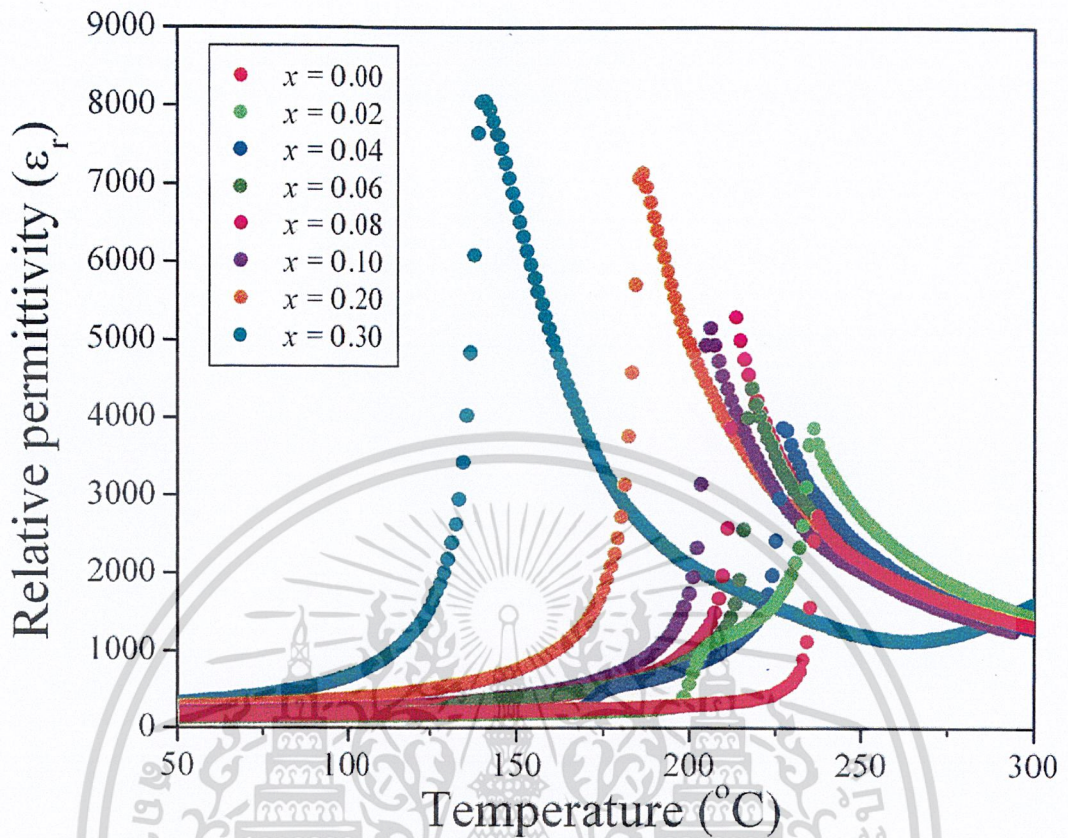
รูปที่ 2.12 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PCoN

(ก) $x = 0.00$ (ข) $x = 0.02$ (ค) $x = 0.04$ (ง) $x = 0.06$ (จ) $x = 0.08$ (ฉ) $x = 0.10$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอญญาติให้หาไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

(ช) $x = 0.20$ และ (ซ) $x = 0.30$ [2]

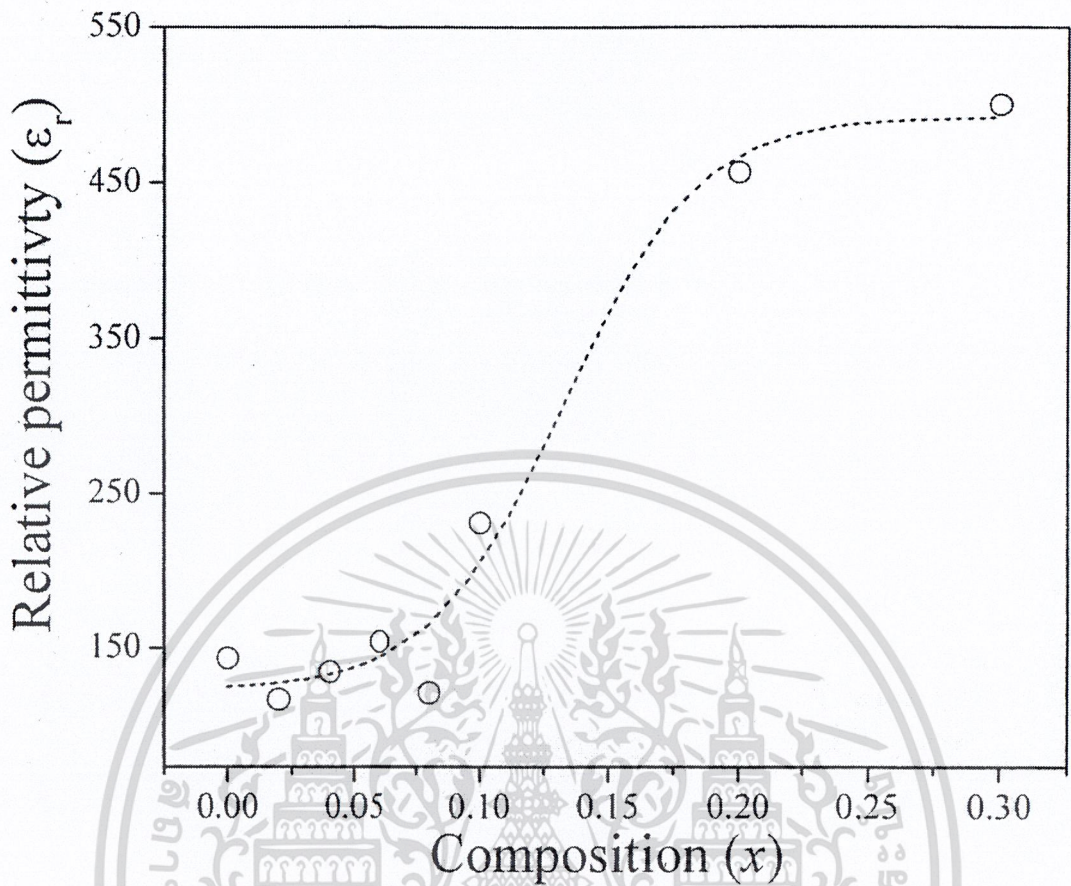
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PCoN ที่ความถี่ 10 kHz [2]

ในปี ค.ศ. 2009 Wanwimon Banlue [2] ได้ศึกษาถึงการเปลี่ยนเฟสของสารเลดเซอร์โคเนต (PbZrO_3 หรือ PZ) ที่มีการเจือเลดซิงค์ในโอเบต ($\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ หรือ PZN) ลงไป และจากผลข้อมูลทางไดอิเล็กทริกพบว่าค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องของเซรามิก PZ-PZN นั้นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มสูงขึ้น แสดงดังรูป 2.14 ทั้งนี้เนื่องจากอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของ PZN นั้นต่ำกว่า PZ ดังนั้นเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มสูงขึ้นจึงส่งผลให้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมีแนวโน้มลดลงเข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้น ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องของเซรามิกในระบบ PZ- PZN จึงเพิ่มสูงขึ้นเมื่อมีปริมาณของ PZN มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PZN ที่อุณหภูมิห้อง [2]

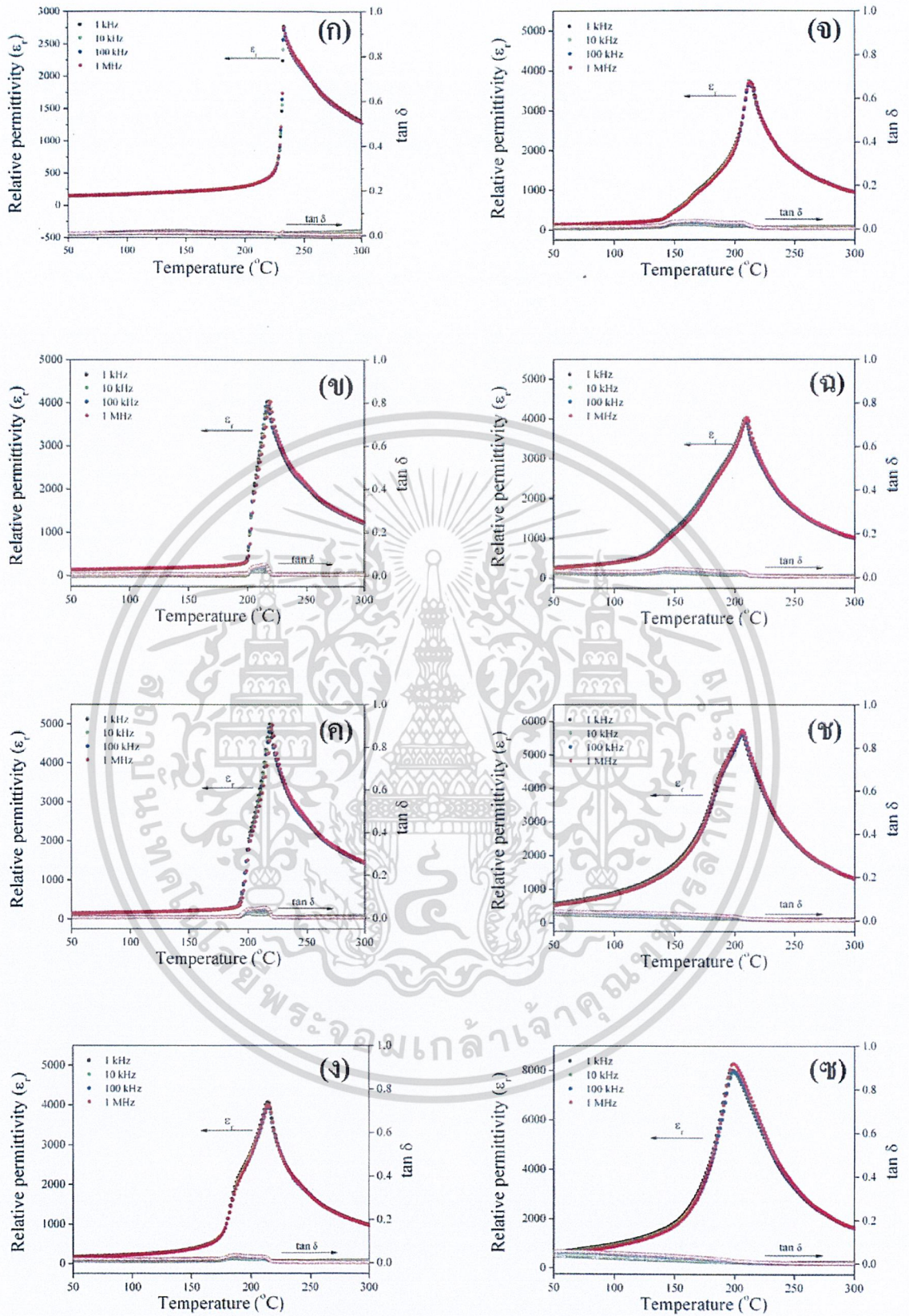
จากนั้นทำการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 300 °C ที่ความถี่ต่างๆ ได้ผลดังรูป 2.15 จากรูปเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ และค่าสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่ความถี่ต่างๆ กับอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป จากผลการตรวจสอบนี้บอกถึงค่าอุณหภูมิและความถี่ผลต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกของเซรามิก PZ-PZN ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ จากรูปพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ พีกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะแหลม เนื่องจาก PZ นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบและมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เข้าใกล้ค่า 3,000 ที่อุณหภูมิประมาณ 237 °C โดยเกิดการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก (AFE → FE) แสดงดังรูปที่ 2.15 (ก) ซึ่งสมบัติไดอิเล็กทริกของ PZ นี้จะเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิแต่จะไม่เปลี่ยนแปลงตามความถี่ [15,16] และเมื่อมีการเจือ PZN ลงไปในสัดส่วนองค์ประกอบ $0.02 \leq x \leq 0.10$ พบว่าพีกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่ได้นั้นมีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น 2 ช่วง ซึ่งแสดงว่ามีการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE) ไปเป็นเฟสอื่นก่อนที่จะเปลี่ยนไปเป็นพาราอิเล็กทริก (PE) แสดงดังรูปที่ 2.15 (ข) - (จ) จากรูปจะเห็นว่าเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มขึ้น ค่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสทั้งสองช่วงนั้นจะลดลงเข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้น โดยช่วงอุณหภูมิ

ของเฟสกึ่งกลางที่เกิดขึ้นก่อนเปลี่ยนไปเป็นพาราอีเล็กทริก (PE) นั้นจะกว้างขึ้นเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มขึ้น แต่เนื่องจากช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-PZN นั้นอยู่ในช่วงประมาณ 140-230 °C ซึ่งไม่ห่างกันมากเหมือนกับเซรามิกในระบบ PZ-PCoN (-30-230 °C) จึงทำให้เห็นการเปลี่ยนแปลงไม่ชัดเจนเหมือนเซรามิกในระบบ PZ-PCoN และเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มขึ้นจนถึงร้อยละ 30 โดยโมล พบว่าพิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะกว้างขึ้นและค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะขึ้นกับความถี่ดังรูปที่ 2.15 (ซ) ซึ่งเป็นผลมาจากความเป็นรีแลกเซอร์เฟอร์โรอีเล็กทริกของ PZN นั่นเอง โดยแนวโน้มของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิกในระบบ PZ-PZN นี้มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มขึ้นถึงร้อยละ 30 โดยโมล และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจะลดลงเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มขึ้น โดยแนวโน้มของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ในทุกสัดส่วนองค์ประกอบที่ความถี่ 10 kHz นั้นแสดงดังรูปที่ 2.16 ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกในแต่ละสัดส่วนองค์ประกอบนั้นพบว่ามีค่าไม่ต่างกันมาก นอกจากนี้ยังพบว่าค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ณ อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจะสูงขึ้น เนื่องจาก ณ อุณหภูมิที่ให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์สูง มักจะมีค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกเกิดขึ้นด้วย แสดงดังรูปที่ 2.15 (ก) - (ซ) ซึ่งข้อมูลของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสที่ความถี่ 10 kHz นั้นแสดงดังตารางที่ 2.2 [2]

ตารางที่ 2.2 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-PZN ที่ความถี่ 10 kHz [2]

สัดส่วนองค์ประกอบ	อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส (°C)		ϵ_r at T_{max}	$\tan \delta$ at T_{max}	$C \times 10^{-6}$ (°C)	ΔT_m (°C)
	ช่วงที่ 1	ช่วงที่ 2				
$x = 0.00$	-	238.0	2,730	0.0156	6.14	1.50
$x = 0.02$	204.2	218.0	3,990	0.0388	6.70	1.25
$x = 0.04$	200.6	219.0	4,940	0.0378	5.90	1.30
$x = 0.06$	187.9	213.9	4,010	0.0258	8.84	2.05
$x = 0.08$	144.6	212.3	3,690	0.0252	8.98	16.80
$x = 0.10$	139.6	209.1	3,970	0.0207	8.20	18.19
$x = 0.20$	-	205.6	5,600	0.0168	6.40	17.49
$x = 0.30$	-	198.1	7,960	0.0142	5.05	14.12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

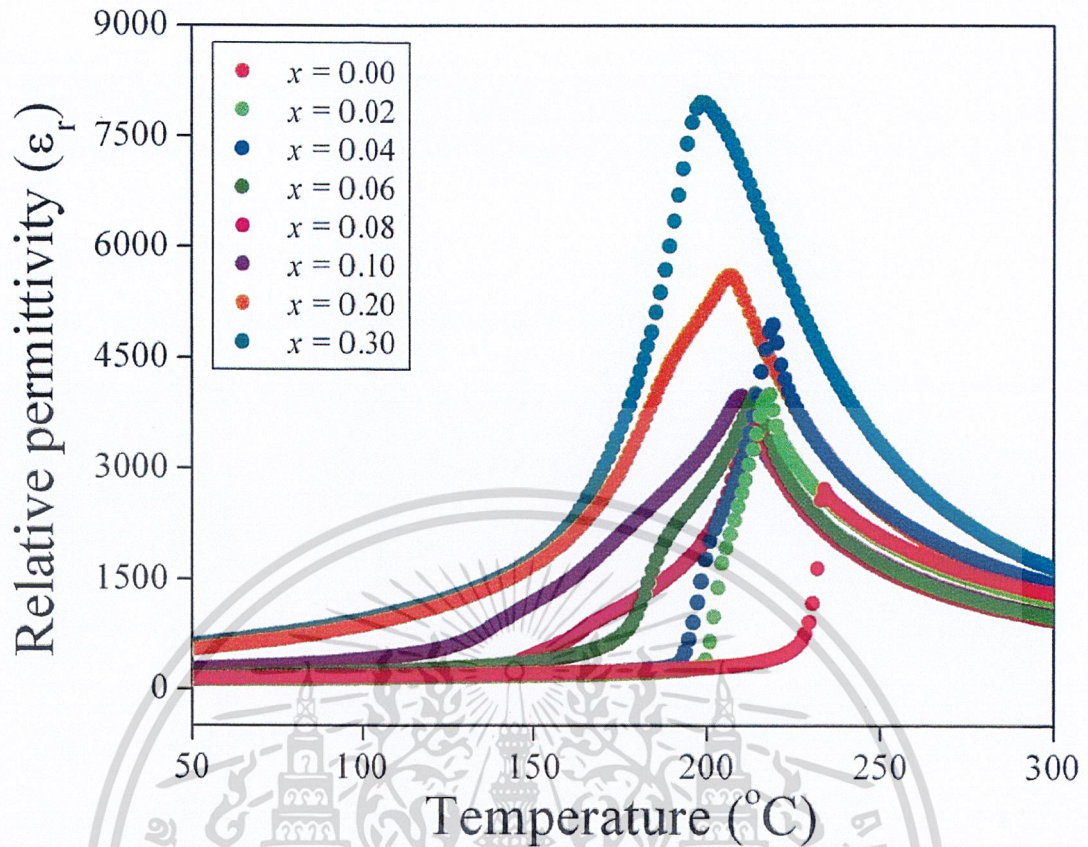


รูปที่ 2.15 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PZN

(ก) $x = 0.00$ (ข) $x = 0.02$ (ค) $x = 0.04$ (ง) $x = 0.06$ (จ) $x = 0.08$ (ฉ) $x = 0.10$

(ช) $x = 0.20$ และ (ซ) $x = 0.30$ [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-PZN ที่ความถี่ 10 kHz [2]

จากนั้นทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC [2] พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นสองช่วงเช่นเดียวกับการวัดสมบัติทางไดอิเล็กทริก โดยเซรามิก PZ-PZN ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $0.00 \leq x \leq 0.10$ นั้นมีการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE \rightarrow FE) และจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก (FE \rightarrow PE) เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นตามลำดับ และเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มสูงขึ้นอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสจะลดลงและพิกที่พบนั้นจะมีพื้นที่ใต้พิกลดลงเช่นกัน เนื่องจาก PZN นั้นเป็นรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากอุณหภูมิที่ต่ำ ดังนั้นเมื่อปริมาณของ PZN เพิ่มสูงขึ้นพื้นที่ใต้พิกจึงลดลง ซึ่งพื้นที่ใต้พิกนั้นจะบอกถึงพลังงานที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสโดยอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสนั้นแสดงในตารางที่ 2.3

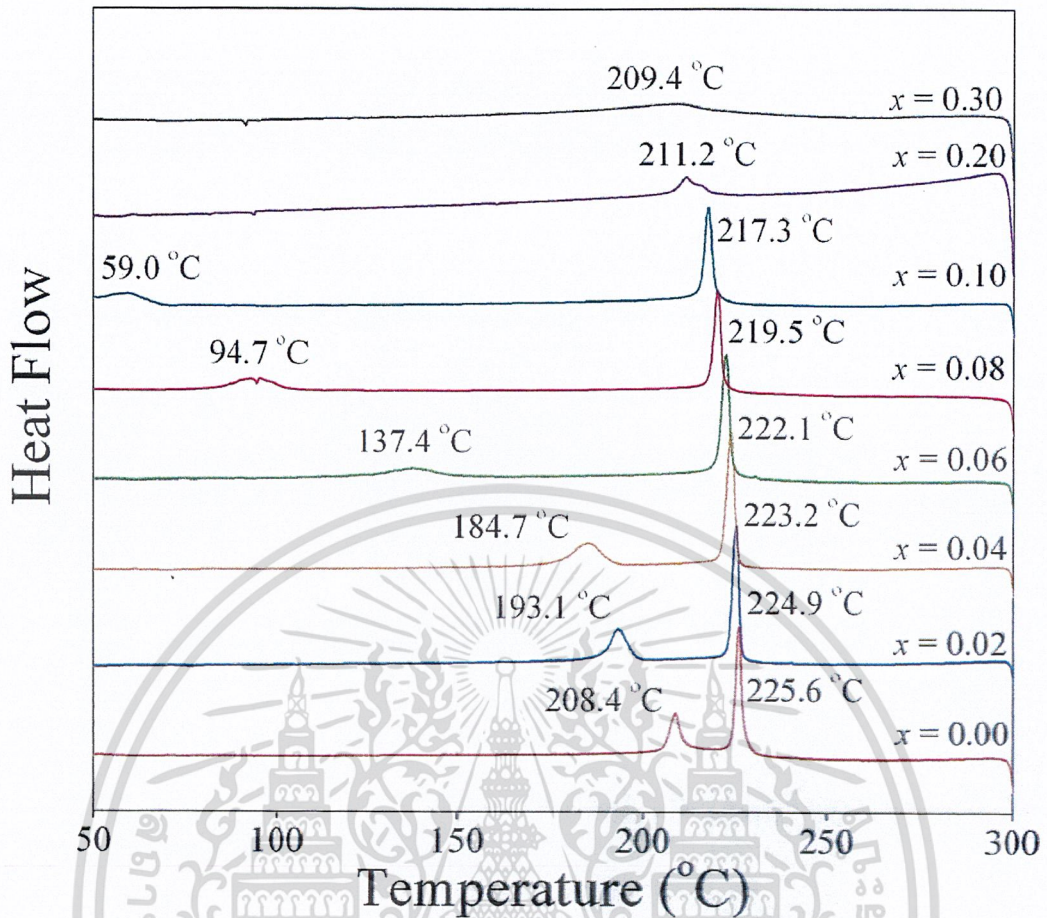
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 แสดงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก $(1-x)\text{PZ}-x\text{PZN}$ ในแต่ละสัดส่วน องค์ประกอบ [2]

สัดส่วน องค์ประกอบ	อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส ($^{\circ}\text{C}$)		ΔH (J/g)	
	AFE \rightarrow FE	FE \rightarrow PE	AFE \rightarrow FE	FE \rightarrow PE
$x = 0.00$	208.4	225.6	1.19	2.63
$x = 0.02$	191.3	224.9	1.83	3.28
$x = 0.04$	184.7	223.2	1.62	3.28
$x = 0.06$	137.4	222.1	1.24	3.59
$x = 0.08$	94.7	219.5	1.38	3.32
$x = 0.10$	59.0	217.3	1.27	2.56
$x = 0.20$	-	211.2	-	1.51
$x = 0.30$	-	209.4	-	0.85

ซึ่งผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-PZN นั้นแสดงดังรูปที่ 2.17 โดยพบพีกเอ็นโดเทอร์มิกสองพีกที่ $0.00 \leq x \leq 0.10$ โดยพีกที่อุณหภูมิต่ำกว่าเป็นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE \rightarrow FE) ส่วนพีกที่อุณหภูมิสูงกว่าเป็นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก (FE \rightarrow PE) สำหรับ PZ นั้นจะแสดงพีกเอ็นโดเทอร์มิกสองพีกที่ 225.6°C และ 208.4°C สำหรับการเปลี่ยนเฟสจาก AFE \rightarrow FE และ FE \rightarrow PE ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าพีกของการเปลี่ยนเฟสจาก AFE \rightarrow FE และ FE \rightarrow PE นั้นจะเลื่อนไปทางที่อุณหภูมิต่ำลงเข้าใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้นเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เพิ่มขึ้นจนกระทั่ง $x \leq 0.20$ จะพบพีกการเปลี่ยนเฟสจาก FE \rightarrow PE เพียงพีกเดียว นอกจากนี้ยังพบว่าช่วงอุณหภูมิที่เกิดเฟส FE นั้นจะกว้างขึ้นเมื่อปริมาณของ PZN สูงขึ้น โดยช่วงกว้างของอุณหภูมิของเฟส FE ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ 0.02 0.04 0.06 และ 0.08 มีค่าประมาณ 2.6 31.8 38.5 84.7 124.8 และ 158.3°C ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสที่ได้จากการวัดสมบัติไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิที่ได้จาก DSC พบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-PZN แต่ละสัดส่วนองค์ประกอบนั้นมีแนวโน้มไปทางเดียวกัน แต่มีค่าไม่เท่ากัน ทั้งนี้เป็นผลเนื่องจากอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิที่ใช้ในแต่ละเทคนิคนั้นไม่เท่ากัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



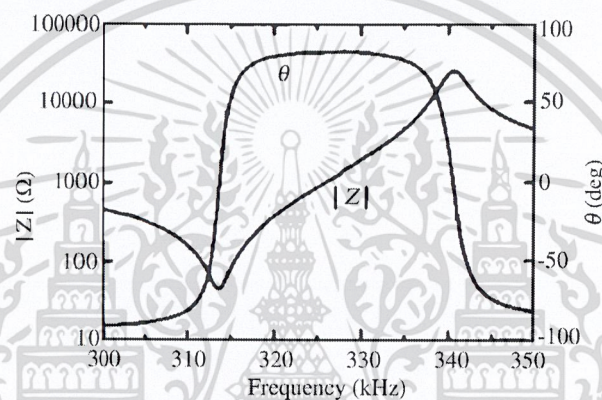
รูปที่ 2.17 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-PZN [2]

2.4 โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3 :NN)

โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure) โดยจะแสดงสมบัติแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง และมีอุณหภูมิคูรีประมาณ 360 องศาเซลเซียส ($T_c = 360^\circ\text{C}$) [17] ซึ่งโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) จะเปลี่ยนจากเฟสเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิต่ำซึ่งมีโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรัล (rhombohedral) ไปเป็นเฟสแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกซึ่งมีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic) ที่อุณหภูมิห้อง โดยโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) ถือเป็นสารที่มีความน่าสนใจมาก เนื่องจากมีสมบัติเฉพาะ และให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูง (2000-3000) ที่อุณหภูมิคูรี ซึ่งต่างจากสารเพอโรฟสไกต์ออกไซด์ทั่วไป นอกจากนี้โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) ยังสามารถเกิดสารละลายของแข็งร่วมกับสารประกอบไนโอเบตตัวอื่นๆ ได้ เช่น ลิเทียมไนโอเบต (LiNbO_3) และ โพแทสเซียมไนโอเบต (KNbO_3) ซึ่งจะทำให้ได้สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก และเพียโซอิเล็กทริกที่ดีขึ้น อีกหนึ่งเหตุผลที่โซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) นั้นได้รับความนิยม คือ NaNbO_3 เป็นวัสดุไร้สารตะกั่วที่ถูกนำมาใช้ทดแทนวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่มีเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

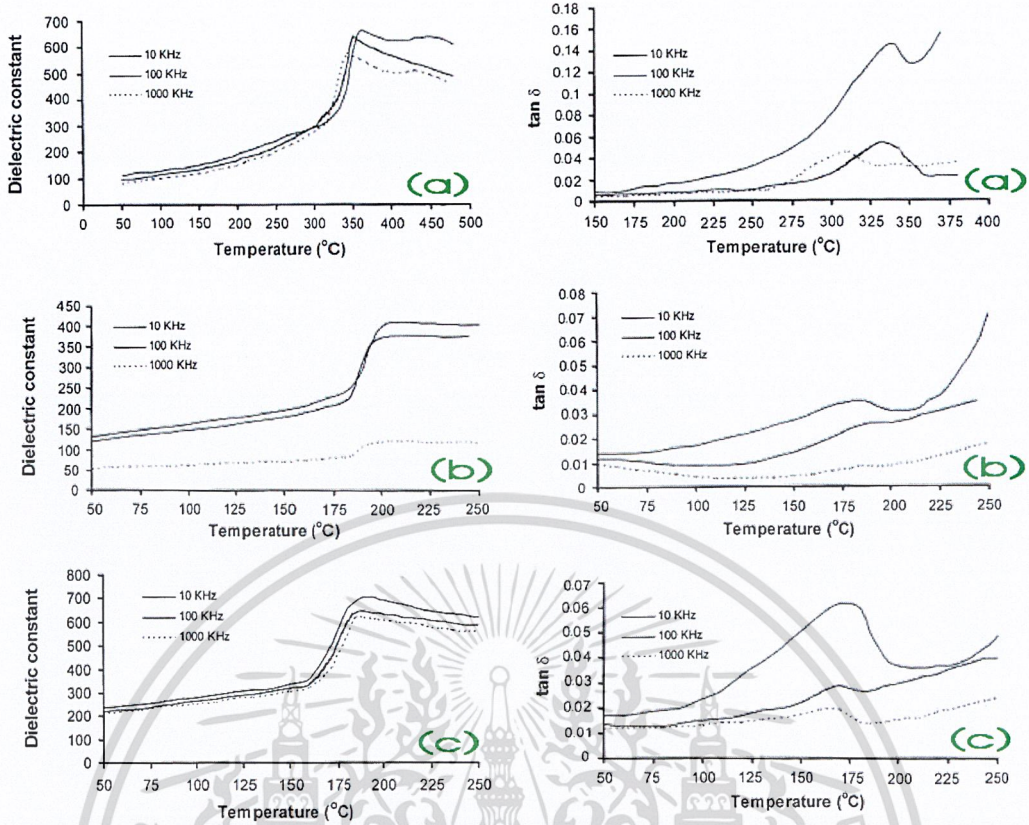
สารตะกั่วเป็นตัวหลัก โดยใช้กันอย่างแพร่หลายในเชิงพาณิชย์ ซึ่งจุดประสงค์หลักที่นำมาใช้ทดแทนนั้นก็เพื่อลดการใช้สารตะกั่วซึ่งเป็นสารที่อันตรายมาก [18]

ในปี ค.ศ.1959 Egerton และคณะ [19] ได้ทำการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของโพแทสเซียมโซเดียมไนโอเบต (potassium sodium niobate; $\text{KNbO}_3\text{-NaNbO}_3$; KNN) พบว่ามีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกค่อนข้างต่ำ และมีค่าสัมประสิทธิ์คู่ควบไฟฟ้าเชิงกลที่สูง อย่างไรก็ตามในการเตรียมเป็นเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงนั้นทำได้ยาก เนื่องจากต้องใช้เวลาในการเผาซินเตอร์ ต่อมาในปี ค.ศ.2002 Tashiro และคณะ [20] ได้ทำการศึกษาเซรามิกในระบบ $(\text{K}_{0.47}\text{Pb}_{0.03}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ โดยทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1170°C เป็นเวลา 40 ชั่วโมง พบว่าได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง มีค่า $k_p = 0.44$ และแสดงลักษณะเรโซแนนซ์และแอนติเรโซแนนซ์ ดังรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.18 แสดงลักษณะการเกิดเรโซแนนซ์-แอนติเรโซแนนซ์ของ $(\text{K}_{0.47}\text{Pb}_{0.03}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ [20]

ในปี ค.ศ.2003 VIJENDRA LINGWAL และคณะ [21] ได้ทำการศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของโซเดียมโพแทสเซียมไนโอเบต (sodium potassium niobate ($\text{Na}_{1-x}\text{K}_x\text{NbO}_3$):NKN) ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ 0.20 และ 0.50 แล้วนำมาวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก ที่ความถี่ 10 KHz 100 KHz และ 1 MHz ซึ่งช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการวัดจะอยู่ที่ $50\text{-}250^\circ\text{C}$ สำหรับสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.20$ และ 0.50 และ $50\text{-}480^\circ\text{C}$ สำหรับสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ ซึ่งจะแสดงผลดังรูปที่ 2.19 โดยจากการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ จะได้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเท่ากับ 661 635 และ 570 ที่ความถี่ 10 KHz 100 KHz และ 1 MHz ตามลำดับ และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.20$ และ 0.50 จะได้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเท่ากับ 411 380 118 และ 704 650 617 ที่ความถี่ 10 KHz 100 KHz และ 1 MHz ตามลำดับ และจากผลที่ได้จะเห็นว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะลดลงเมื่อเพิ่มความถี่ ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกนั้นจะลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน และจากรูปที่ 2.19 จะเห็นว่าความสูงพีกของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริกนั้นจะลดต่ำลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มความถี่ พิกของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะเลื่อนไปทางอุณหภูมิต่ำลงและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก กับอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่อ (a) $x = 0.00$ (b) $x = 0.02$ และ (c) $x = 0.05$ [21]

2.5 กระบวนการเตรียมผงด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

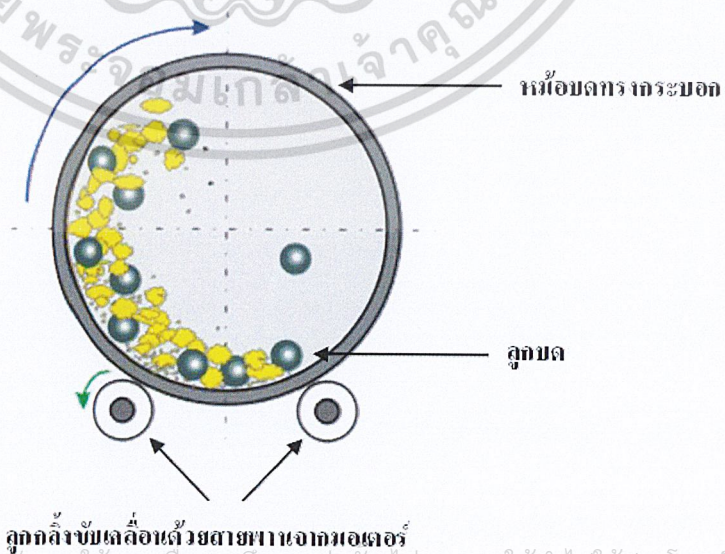
ในการเตรียมเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้น วิธีที่ได้รับความนิยมมาก คือ การเตรียมโดยใช้วัตถุดิบเป็นผง (powder) ซึ่งการเตรียมจากวิธีนี้คุณภาพของผงเซรามิกที่เตรียมได้นั้นจะมีความสำคัญต่อสมบัติเซรามิกเป็นอย่างมาก วิธีการเตรียมผงเซรามิกนั้นสามารถเตรียมได้หลากหลายวิธีด้วยกัน เช่น โซล-เจล (sol-gel) การตกตะกอนแบบเนื้อเดียว (Homogeneous Precipitation) การตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) และวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) เป็นต้น แต่ในการทดลองนี้จะทำการเตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction หรือ mixed oxide) เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายไม่ซับซ้อนและเตรียมได้ในปริมาณที่มากต่อครั้ง สารตั้งต้นที่ใช้เป็นสารประกอบออกไซด์ หรือ คาร์บอเนตของโลหะซึ่งมีราคาถูก อย่างไรก็ตามวิธีนี้ก็ยังมีข้อเสีย คือ ผงเซรามิกที่เตรียมได้จะมีความบริสุทธิ์ค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับวิธีการเตรียมทางเคมี

ในการเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน คือ กระบวนการบดแยกสารเป็นผงด้วยลูกบอลลู (ball-milling) และการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. กระบวนการบดย่อยผสมด้วยลูกบอล (Ball-milling)

ในกระบวนการบดย่อยผสมด้วยลูกบอล (Ball-milling) เป็นการบดผสมโดยใช้แรงกลในการบดผสม และในระหว่างการบดผสมนี้สมบัติทางเคมีของสารจะไม่มีเปลี่ยนแปลงไป จะมีเพียงการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพเท่านั้น กระบวนการนี้ได้รับความนิยมในการนำมาใช้เพื่อลดขนาดอนุภาคผงเฉลี่ย ทำลายอนุภาคผงที่มีรูพรุน หรือสิ่งแปลกปลอมที่ฝังอยู่ด้านในให้แตกออกสามารถนำมาใช้ในการผสมอนุภาคผงต่างชนิดกันให้เป็นเนื้อเดียวกันไปพร้อม ๆ กับการลดขนาดของอนุภาค [22]

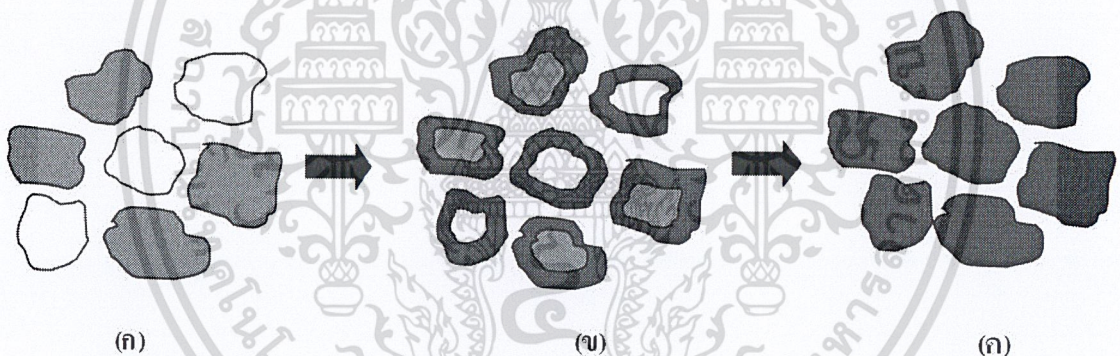
กระบวนการบดย่อยผสมด้วยลูกบอลเป็นกระบวนการบดผสมอนุภาค โดยอาศัยการหมุนของหม้อบด ที่มีลักษณะเป็นทรงกระบอกกกลม มีฝาเพื่อใช้ในการเปิดปิดด้านหนึ่ง โดยในหม้อบดนี้จะใส่ลูกบด ซึ่งปริมาณลูกบดที่ใส่ลงไปไม่ควรเกิน 30-40 เปอร์เซ็นต์ ของปริมาตรทั้งหมดภายในหม้อบด หรือ ไม่ควรเกินครึ่งหนึ่งของปริมาตรหม้อบด จากนั้นก็ใส่สารที่ต้องการบดผสม และสารช่วยในการหล่อลื่นลงไป ปริมาณที่เหมาะสมกับขนาดของหม้อบด โดยในขณะที่หม้อบดหมุน ตัวลูกบดก็เคลื่อนที่ขึ้นไปตามผนังของหม้อบดจนถึงจุดจุดหนึ่งแล้วก็จะตกลงมา โดยปกติแล้วในการบดจะเกิดจากแรง 2 แรงด้วยกัน คือ แรงเหวี่ยง (centrifugal force) ซึ่งจะทำให้สารที่อยู่ภายในรวมถึงลูกบดเกิดการกิ้งตัวเกาะติดกับผนัง แต่เนื่องจากแรงดึงดูดของโลกจะทำให้ตกลงมาตรงสวนลงสุด และอีกแรงหนึ่งเกิดจากการเสียดสี (cascading) ของลูกบดภายในหม้อบด ทำให้เกิดการบดขึ้น ซึ่งจากแรงกระทำทั้งสองนี้ส่งผลทำให้ขนาดของอนุภาคเล็กลง แต่ก็ทำให้เกิดสิ่งเจือปนขึ้นด้วย เช่น ชิ้นส่วนของลูกบด หรือผนังของหม้อบด ที่เกิดการสึกกร่อนหลุดออกมา ซึ่งปัญหาเหล่านี้สามารถป้องกันได้ โดยการเลือกใช้ลูกบดที่มีคุณภาพสูง และใช้หม้อบดที่ทำจากวัสดุที่สามารถกำจัดออกได้ที่อุณหภูมิต่ำ เช่น หม้อบดพลาสติก เป็นต้น [22]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณี **รูปที่ 2.20** ภาพตัดขวางแสดงองค์ประกอบหลักของการบดย่อยด้วยลูกบอล (Ball milling) [23] ใช้

2. ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

การเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง คือกระบวนการเตรียมสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการผสม ออกไซด์แบบดั้งเดิม โดยการนำสารออกไซด์ที่เป็นสารตั้งต้นที่อยู่ในสถานะของแข็งมาทำปฏิกิริยากัน โดยใช้อุณหภูมิหรือความร้อนเป็นตัวเร่งให้เกิดการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นจนกลายเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ ซึ่งการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งนั้นต้องอาศัยกระบวนการที่เรียกว่า การเผาแคลไซน์ (calcination) โดยจุดประสงค์ของการเผาแคลไซน์เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการแพร่ (diffusion) ภายในไอออน และลดระดับการแพร่ ซึ่งมีปรากฏขึ้นระหว่างขั้นตอนการเผาซินเตอร์ เพื่อที่จะมีโครงสร้างเป็นแบบเนื้อเดียวกัน (homogeneous) ซึ่งสามารถใช้พิจารณาถึงกระบวนการบดผสมได้ เงื่อนไขของการเผาแคลไซน์เป็นปัจจัยที่สำคัญที่จะควบคุมการหดตัวระหว่างการซินเตอร์ได้ โดยนำสารที่ผ่านการผสมและอบแห้งแล้วมาเผาแคลไซน์ เพื่อให้สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยากลายเป็นสารประกอบ การเผาแคลไซน์จะใช้ระบบปิดเพื่อป้องกันการสูญเสียสารระหว่างการเผาโดยบรรจุสารผสมลงในอลูมินาครูซิเบิล ปิดฝาและนำไปเผาตามอุณหภูมิที่ต้องการ [24]



รูปที่ 2.21 แสดงการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

เมื่อ (ก) ผงผสมกันอยู่ก่อนการเกิดปฏิกิริยา

(ข) มีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้นบางส่วน

(ค) เมื่อทำปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์

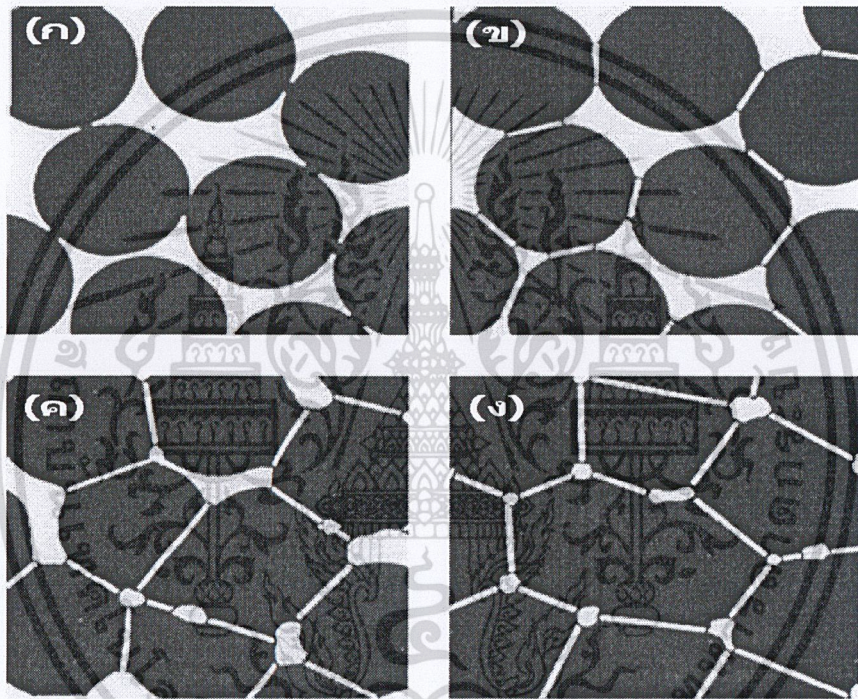
2.6 กระบวนการเผาซินเตอร์ (Sintering process)

กระบวนการเผาซินเตอร์ (Sintering) เป็นกระบวนการที่ผ่านการขึ้นรูปเกิดการแน่นตัว ทำให้เป็นเซรามิกที่มีความแข็งแรงพอที่จะคงรูปได้ เป็นกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิ เพื่อให้อะตอมของสารเกิดการแพร่เข้าไปยึดเกาะกันแน่นมากขึ้น ที่เรียกว่า คอ (neck) มีความหนาเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ โดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานานาชาติเท่านั้น ไม่สามารถให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผิวหน้าของอนุภาคที่มีความเรียบ จะเกิดเส้นขอบเกรนเกิดคอ มีการเชื่อมต่อเกิดขึ้นที่รอบๆ อนุภาค ความพรุนลดน้อยลง ระยะกลางจะมีการหดตัวของรูที่เปิดเชื่อมต่อ ระหว่างเส้นขอบเกรน นั่นคือ เกิดรูพรุนมากขึ้น มีการเติบโตของเกรนอย่างช้าๆ ส่วนระยะสุดท้ายเกรนส่วนใหญ่จะมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น รูพรุนที่อยู่ระหว่างเกรนขนาดใหญ่นั้นจะมีการหดตัวลงอย่างช้าๆ ดังรูปที่ 2.22

สำหรับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์นั้น ถ้าผงสารไม่บริสุทธิ์อาจทำให้มีการหลอมเหลวที่อุณหภูมิจำกัด และเวลาที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ก็เป็นปัจจัยที่สำคัญมาก กล่าวคือ ที่อุณหภูมิสูงๆ อะตอมของสารจะเกิดการแพร่อย่างรวดเร็ว จึงใช้เวลาในการเผาซินเตอร์สั้น แต่ถ้าใช้อุณหภูมิต่ำ การแพร่จะเป็นไปอย่างช้าๆ จึงต้องใช้เวลาในการเผาเพิ่มขึ้น [24]



รูปที่ 2.22 แสดงพัฒนาการที่เกิดจากการซินเตอร์ (sintering) [25] โดย

- (ก) อนุภาคผงผลึกยึดกันแบบหลวมๆ หลังการอัดขึ้นรูป
- (ข) การซินเตอร์ในระยะแรก
- (ค) การซินเตอร์ในระยะกลาง
- (ง) การซินเตอร์ในระยะสุดท้าย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนในการดำเนินงานวิจัย โดยการเตรียมเซรามิกในระบบ เลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต $(1-x)\text{PbZrO}_3 - (x)\text{NaNbO}_3$ เมื่อ x มีค่าเท่ากับ 0.00 0.02 0.04 0.06 0.08 0.10 0.20 และ 0.25 โดยเซรามิกในระบบนี้จะเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) และจะกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบโครงสร้างผลึก (Crystal structure) การเปลี่ยนเฟส (Phase transition) การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน และสมบัติทางไฟฟ้า (Electric properties) ของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยมีรายละเอียดเกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ กระบวนการเตรียม และการหาลักษณะเฉพาะต่างแสดงตามลำดับต่อไป

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1. เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Kanto Chemical ประเทศญี่ปุ่น
- 3.1.2. เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Cerac ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.3. โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Cerac ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.4. ไนโอเบียมเพนตะออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Cerac ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.5. เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- 3.1.6. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly vinyl alcohol; PVA) ผลิตโดยบริษัท Sigma ประเทศเยอรมัน
- 3.1.7. ผงอะลูมินา (Alumina; Al_2O_3) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.1.8. กางเงิน (Silver paste) รุ่น SPI#5002 ผลิตโดยบริษัท SPI Supplies

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1. ครอบป้องกันพลาสติกพร้อมฝาปิด

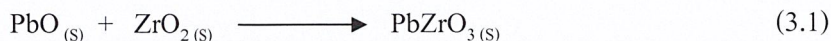
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์โดยสถาบันวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนเพื่อประโยชน์ด้านการค้า
 3.2.2. ลูกบดอัดเตรียมสแตบิลไลซ์เซอร์โคเนีย (Yttrium stabilized zirconia)
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น ไม่รับผิดชอบต่อความเสียหายใดๆ ที่เกิดขึ้นจากการใช้งานทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 และ 5 มิลลิเมตร อย่างละ 250 กรัม

- 3.2.3. กระดาษฟอยล์ (Foil)
- 3.2.4. บีกเกอร์ขนาด 50 100 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- 3.2.5. แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (Magnetic bar) ขนาด 5 เซนติเมตร
- 3.2.6. ช้อนตักสาร
- 3.2.7. เทปกาว
- 3.2.8. ตะแกรง
- 3.2.9. ถ้วยอะลูมินาสำหรับเผาสาร (Alumina crucible) พร้อมฝาปิด
- 3.2.10. โกร่งบดสาร (Agate mortar)
- 3.2.11. กระดาษทรายน้ำเบอร์ 600 800 และ 1000
- 3.2.12. เวอร์เนีย
- 3.2.13. เตาแผ่นให้ความร้อน (Hot plate) ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific
- 3.2.14. แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร
- 3.2.15. เครื่องอัดไฮโดรลิก ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific
- 3.2.16. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific
- 3.2.17. ชุดวัดความหนาแน่น
- 3.2.18. เครื่องบดย่อยผสมสารแบบบดย่อยด้วยลูกบอล (Ball milling)
- 3.2.19. เครื่องขัดสาร (Grinder - polisher)
- 3.2.20. ตู้อบสารอุณหภูมิประมาณ 200°C ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific
- 3.2.21. เครื่องดีพีเพอเรนเชียลเทอร์สแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter หรือ DSC) ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer
- 3.2.22. เครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X – ray diffractometer หรือ XRD) ผลิตโดย บริษัท Siemens รุ่น D8 Advance
- 3.2.23. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope หรือ SEM) LEO รุ่น LEO 1455 VP
- 3.2.24. เครื่องไคลาโตมิเตอร์ (Dilatometer) ผลิตโดยบริษัท Netzsch รุ่น DIL 402 PC
- 3.2.25. ชุดอุปกรณ์สำหรับการวัดวงวนฮิสเทอรีซิส (Hysteresis measurement set - up) ผลิตโดยบริษัท Radiant รุ่น RT66B
- 3.2.26. เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง ผลิตโดยบริษัท Nabertherm
- 3.2.27. เครื่องอัลตราโซนิก ผลิตโดยบริษัท Fight

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 กระบวนการเตรียมผง PZ-NN

ทำการเตรียมผง $(1-x)\text{PbZrO}_3-(x)\text{NaNbO}_3$ โดยเริ่มจากการเตรียมผงเลดเซอร์โคเนียมออกไซด์ (PbZrO_3) จากสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง ได้แก่ PbO และ ZrO_2 ดังสมการเคมีที่ 3.1



โดยเริ่มจากการชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่ต้องการ แล้วนำมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุด้วยลูกบอลเติมเอทานอลลงไปเพื่อช่วยในการหล่อลื่น ปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปบดบดด้วยผสมสารด้วยเครื่องบดบดผสมสาร (Ball - milling) เป็นเวลานาน 18 ชั่วโมง ทำให้แห้งด้วยเตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมกับกวนผสมสารด้วยแท่งแม่เหล็ก นำไปอบให้แห้งสนิท จากนั้นนำผงผสมที่ได้ใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาทิจะได้ผงเลดเซอร์โคเนียมออกไซด์ (PbZrO_3) ตามต้องการ

จากนั้นทำการเตรียมผงโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) จากสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง ได้แก่ Na_2CO_3 และ Nb_2O_5 ดังสมการเคมีที่ 3.2

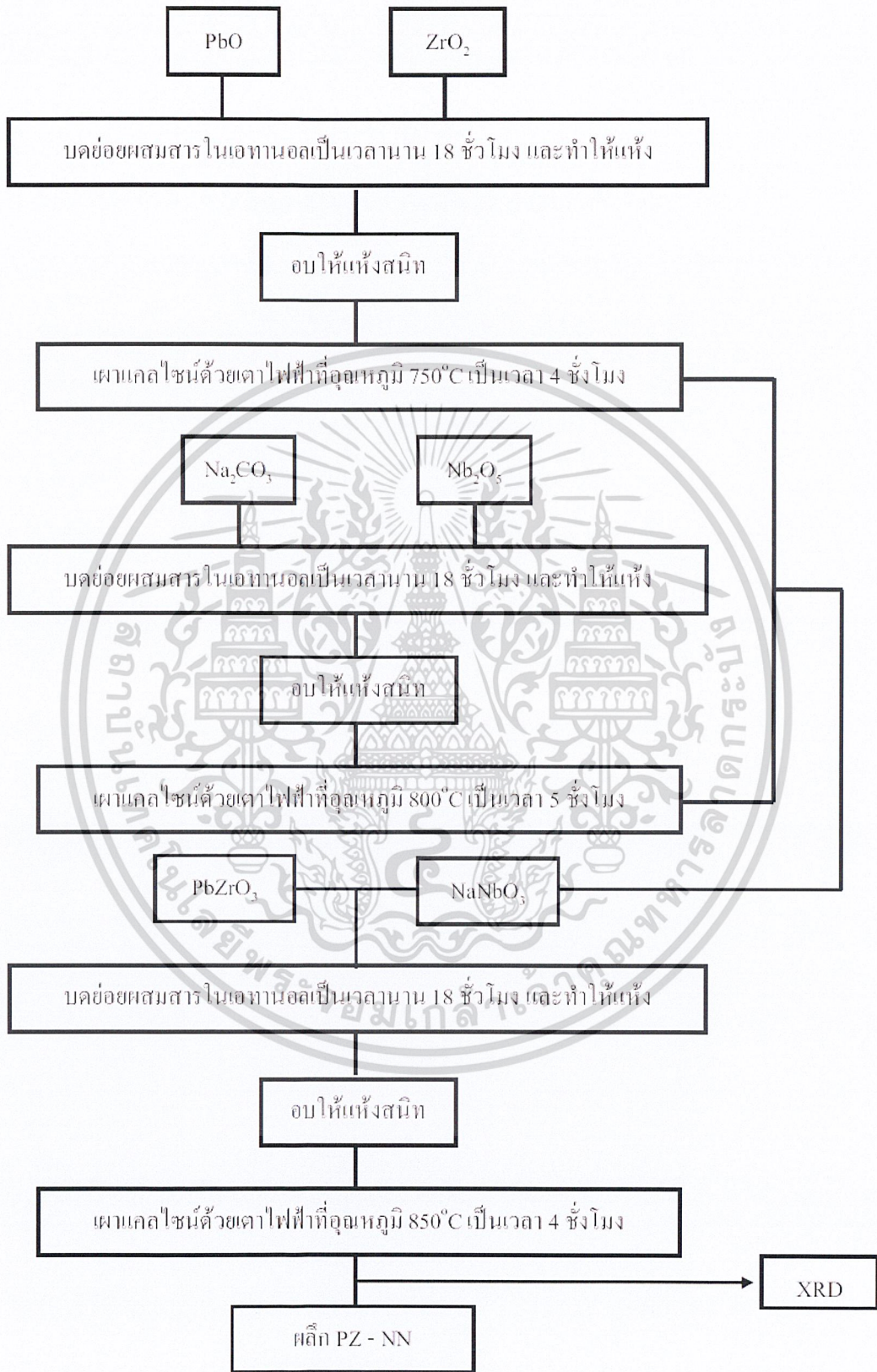


โดยเริ่มจากการชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่ต้องการ แล้วนำมาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุด้วยลูกบอลเติมเอทานอลลงไปเพื่อช่วยในการหล่อลื่น ปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปบดบดด้วยผสมสารด้วยเครื่องบดบดผสมสาร (Ball - milling) เป็นเวลานาน 18 ชั่วโมง ทำให้แห้งด้วยเตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมกับกวนผสมสารด้วยแท่งแม่เหล็ก นำไปอบให้แห้งสนิท จากนั้นนำผงผสมที่ได้ใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปเผาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาทิจะได้ผงโซเดียมไนโอเบต (NaNbO_3) ตามที่ต้องการ

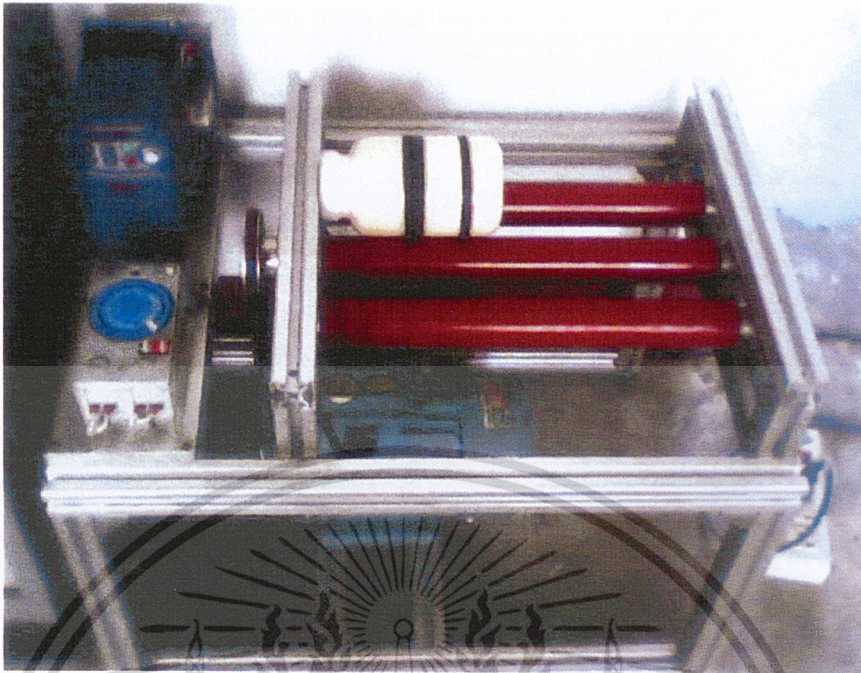
จากนั้นนำผง NaNbO_3 ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ผสมกับผง PbZrO_3 ที่เตรียมไว้ตามสัดส่วนที่ต้องการดังสมการเคมีที่ 3.3 ด้วยเครื่องบดบดผสมสาร (Ball - milling) เป็นเวลานาน 18 ชั่วโมง ทำให้แห้งด้วยเตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมกับกวนผสมสารด้วยแท่งแม่เหล็ก นำไปอบให้แห้งสนิท จากนั้นนำผงผสมที่ได้ใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาให้สนิท แล้วนำไปเผาแคลไซน์ที่ช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสม 850 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้น/ลงอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส/นาทิจะได้ผลที่ได้ไปทดสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อยืนยันการเกิดของเฟอโรฟสไกต์อย่างสมบูรณ์



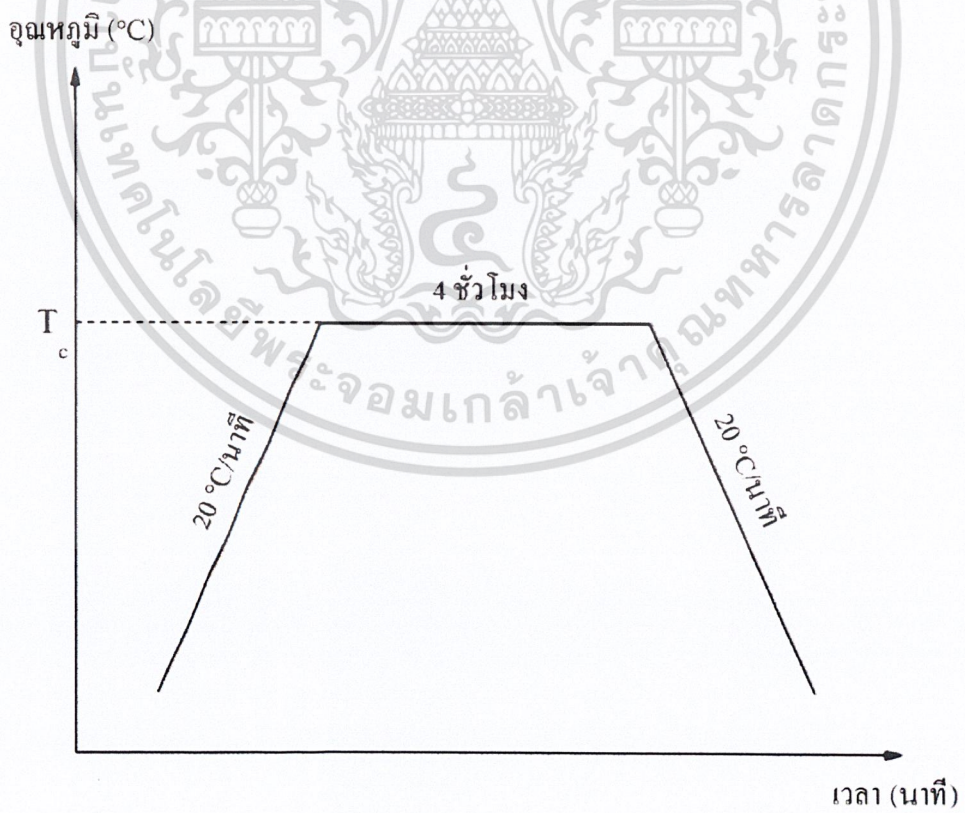
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
เมื่อ x คือ สัดส่วนโดยโมลที่ 0.00 0.02 0.04 0.06 0.08 0.10 0.20 และ 0.25
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งรูปที่ 3.1 แสดงผังแสดงขั้นตอนการเตรียมผง PZ-NN ทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



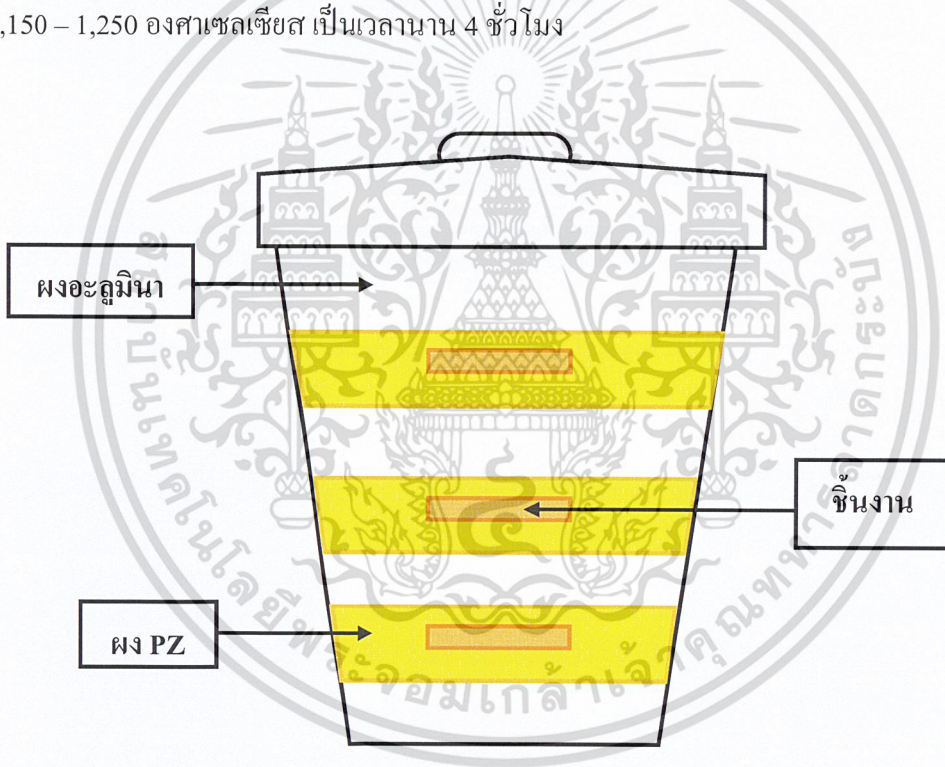
รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องบดขยอยผลสมสารแบบบดขยอยด้วยลูกบด [2]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่ควรเอาไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
รูปที่ 3.3 แสดงแผนผังการเผาแคลเซียม (T_c คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลเซียม) [2]
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก

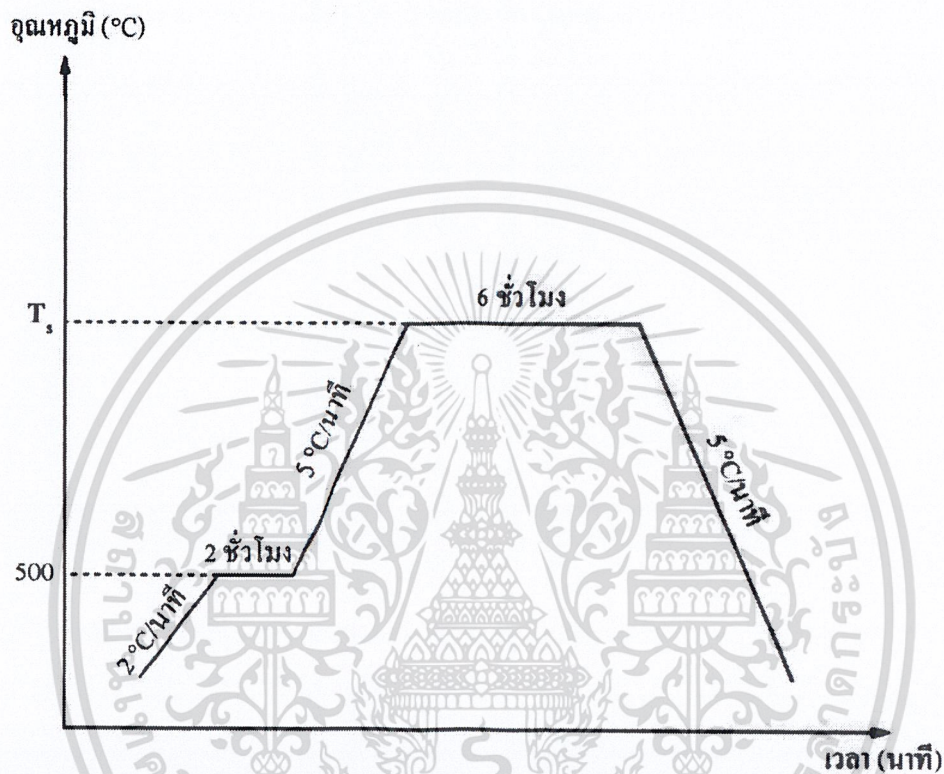
ทำการเตรียมเซรามิกโดยนำผง PZ-NN ที่เตรียมได้มาทำการขึ้นรูปด้วยการอัด (Pressing) ให้ชิ้นงานมีลักษณะเป็นแผ่นกลม (Disc) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร โดยแบ่งผงที่เตรียมได้มาประมาณ 1.5 กรัม ผสมกับ PVA ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักเพื่อเป็นตัวประสาน (Binder) ให้ผงเกาะกันได้ดีขึ้น ทำการอัดในแม่พิมพ์โลหะด้วยเครื่องอัดในระบบไฮดรอลิกด้วยความดัน 2 ตัน เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเพิ่มแรงอัดเป็น 3 ตัน เป็นเวลา 1 นาที เมื่อได้ชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปแล้ว (Green body) นำมาจัดเรียงในถ้วยอะลูมินา และกลบชิ้นงานด้วยผง PZ เพื่อในการเผาจะช่วยป้องกันการระเหยของตะกั่วออกจากชิ้นงานในระหว่างที่ทำการเผา จากนั้นกลบด้วยผงอะลูมินาทับอีกชั้นหนึ่งเพื่อช่วยให้มีการไหลเวียนของความร้อนเข้าสู่ชิ้นงานเท่าๆกันในทุกทิศทาง และปิดฝาถ้วยอะลูมินาให้สนิท ดังแสดงในรูป 3.4 จากนั้นนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,150 – 1,250 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง



รูปที่ 3.4 แสดงการจัดเรียงชิ้นงานในถ้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับกระบวนการเผาซินเตอร์นั้นจะทำการเผาแซ่ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียส/นาทีก่อน จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการเผาซินเตอร์ และทำการเผาแซ่เป็นเวลา 4 ชั่วโมงด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส (ดังรูปที่ 3.5)

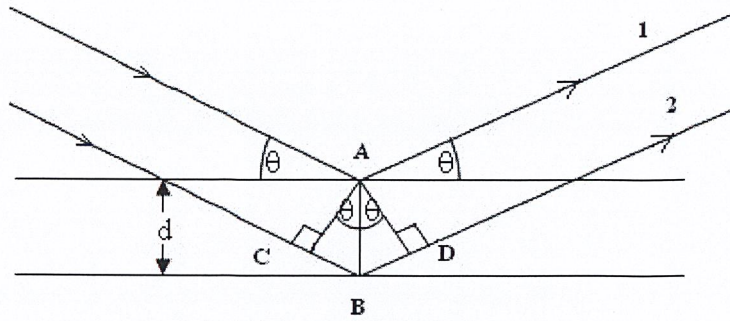


รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงการเผาซินเตอร์ (T_s คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์) [2]

3.5 การตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) เป็นเทคนิคการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยนิยมใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึก (crystal structure) และการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ซึ่งในผลึกแต่ละชนิดจะมีขนาดของหน่วยเซลล์ไม่เท่ากันและประกอบด้วยสารที่แตกต่างกัน ดังนั้นเทคนิคนี้จึงอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.6 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบบนระนาบของผลึก [26]

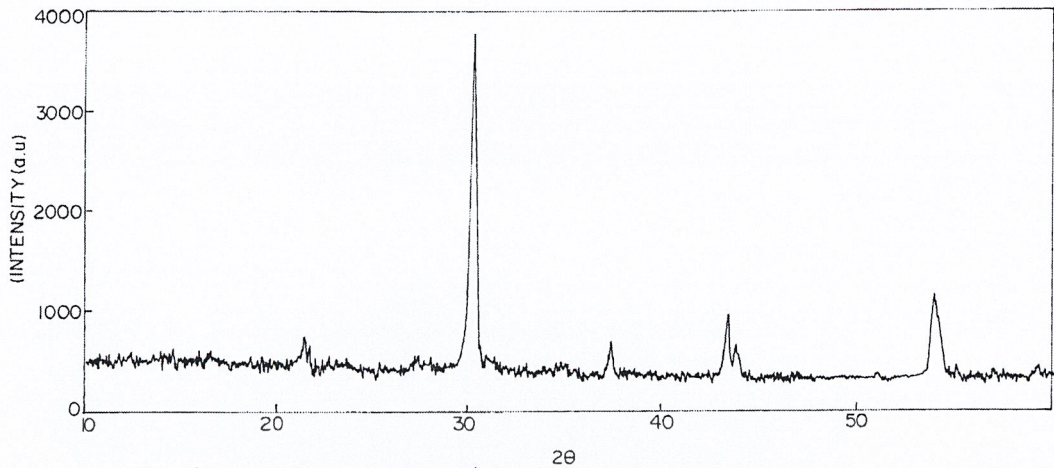
จากรูปที่ 3.6 จะพบว่ารังสีขนานตกลงบนผลึกที่จุด A และ B ตามลำดับโดยทำมุม θ กับระนาบของผลึก การเลี้ยวเบนของรังสีจะเกิดขึ้นเมื่อระยะทางที่รังสีเอกซ์ 1 และ 2 เดินทางต่างกันเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น จะได้ว่า

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (3.4)$$

- เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก hkl
 θ คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
 n คือ เลขจำนวนเต็มใดๆ ($n = 1, 2, 3, \dots$)
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ มีค่า 1.54056 \AA

โดยกฎข้อนี้เรียกว่ากฎของแบรค (Bragg's law) ซึ่งแสดงให้เห็นว่า ถ้ารังสีเอกซ์ตกกระทบบนความยาวคลื่นที่คงที่แล้ว มุมของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นกับระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก และจากกฎของแบรค (Bragg's law) ทำให้สามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบได้ โดยปกติแล้วของแข็งที่เป็นผลึกจะมีโครงสร้างที่แน่นอน โดยผลึกจะประกอบด้วยอะตอม ไอออน หรือ โมเลกุล ที่เรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบมีการซ้ำกันเกิดขึ้นในทิศทางทุกทิศทาง มีมุมและระยะห่างระหว่างอะตอมที่แน่นอน โดยจะศึกษาในรูปแบบโครงข่าย (lattice) ที่มีรูปร่างที่แน่นอน โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction pattern) นั้นจะเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุ และสารประกอบแต่ละชนิด ซึ่งรูปแบบนี้เทียบได้กับลายนิ้วมือของมนุษย์ โดยข้อมูลที่ได้จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ และความเข้มของรังสีเอกซ์ ดังรูปที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ PbZrO_3 (PZ) [27]

นอกจากนั้นข้อมูลที่ได้จากผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ยังสามารถคำนวณหาปริมาณของเฟสหลักที่เกิดขึ้นเปรียบเทียบกับเฟสแปลกปลอม โดยอาศัยสมการที่ (3.5) [28]

$$\text{ปริมาณของเฟสหลัก (\%wt)} = \frac{I_{\text{perov}}}{I_{\text{perov}} + I_{\text{pyro}}} \times 100 \quad (3.5)$$

เมื่อ I_{perov} คือ ความเข้มขึ้นสูงสุดของพีค XRD ของเฟสหลัก

I_{pyro} คือ ความเข้มขึ้นสูงสุดของพีค XRD ของเฟสแปลกปลอม

ในปัจจุบันมีองค์กร JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Stand) ได้ทำการวัดและจัดเก็บรวบรวมข้อมูลของสารประกอบต่าง ๆ มากกว่า 8000 ชนิด ทั้งในรูปแบบการ์ดและซีดี (compact disk) ซึ่งง่ายต่อการวิเคราะห์เฟสของสารตัวอย่าง โดยนำรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้และค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้จากการทดลองมาเปรียบเทียบกับรูปแบบข้อมูลมาตรฐานของ JCPDS

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

3.6.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก

การตรวจวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ของเซรามิกที่เตรียมได้เทียบกับการเปลี่ยนแปลงความถี่และสัดส่วนองค์ประกอบ โดยนำเซรามิกมาทำการขัดให้เรียบและขนานกันทั้งสองหน้า โดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 1000 เซรามิกที่ได้มีความหนาประมาณ 1.5 มิลลิเมตร ทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิคส์ เป็นเวลา 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือที่สงวนสิทธิ์ในชื่อของสถาบันวิจัยและพัฒนาวัสดุขั้นสูง มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ซึ่งขอสงวนสิทธิ์ในการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นนำมาอบไล่ความชื้นในตู้อบอุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำการวัดความหนา และเส้นผ่านศูนย์กลาง เพื่อหาพื้นที่หน้าตัดของเซรามิก จากนั้นนำมาทำขั้วไฟฟ้า (Electrode) โดยใช้กาวเงินทาที่ผิวหน้าของเซรามิกทั้งสองด้าน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 15 นาที ด้วยอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 10 °C/นาที เพื่อให้กาวเงินแห้งและติดผิวเซรามิกได้ดีขึ้น จากนั้นนำไปวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าตัวประกอบการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกด้วยเครื่อง LCR meter ที่ความถี่ต่างๆ ตามความต้องการ แล้วนำค่าความจุไฟฟ้าที่ได้มาคำนวณหาสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) ได้จากสมการที่ 3.6 [24]

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (3.6)$$

- เมื่อ ϵ_r คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ของสารตัวอย่าง
 C คือ ค่าความจุไฟฟ้า (capacitance) ของสารตัวอย่าง (F)
 t คือ ความหนาของสารตัวอย่าง (cm)
 A คือ พื้นที่ของขั้วไฟฟ้าของสารตัวอย่าง (cm²)
 ϵ_0 คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของสุญญากาศ มีค่า 8.85×10^{-12} F/m⁻¹



รูปที่ 3.8 แสดงเครื่อง LCR meter [29]

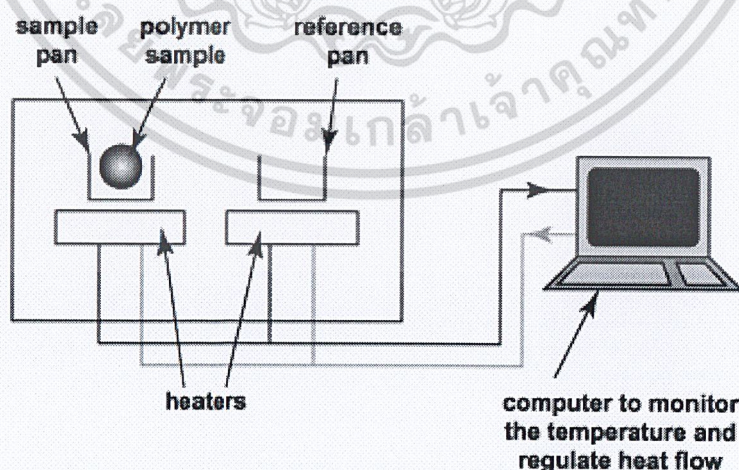
3.6.2 สมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริก

การศึกษาสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิกที่ได้ โดยนำไปวัดวงวนฮิสเทอรีซิส (Hysteresis Loop) ซึ่งการวัดวงวนฮิสเทอรีซิสนั้นสามารถทำได้หลายวิธี โดยแต่ละวิธีนั้นมีพื้นฐานมาจากวงจรที่ได้รับการพัฒนาโดย C. B. Sawyer and C. H. tower [30] ในการวัดสมบัตินี้จะเป็นการวัดค่าโพลาริเซชันของเซรามิกที่เตรียมได้ในสัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ ที่อุณหภูมิห้องโดย

สามารถเลือกใช้ความเข้มสนามไฟฟ้าตามความต้องการได้ แต่ที่นิยมใช้กันจะอยู่ที่ 5-100 กิโลโวลต์/เซนติเมตร โดยผลที่ได้จะแสดงเป็นลักษณะของวงวนฮิสเทอรีซิสในแบบต่างๆ สำหรับการเตรียมเซรามิกเพื่อจะนำไปวัดค่าโพลาไรเซชันนั้น อาศัยวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมเซรามิกที่ใช้ในการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ดังที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.6.1 แต่ความหนาของเซรามิกที่ใช้ นั้นไม่ควรจะเกิน 0.7 มิลลิเมตร

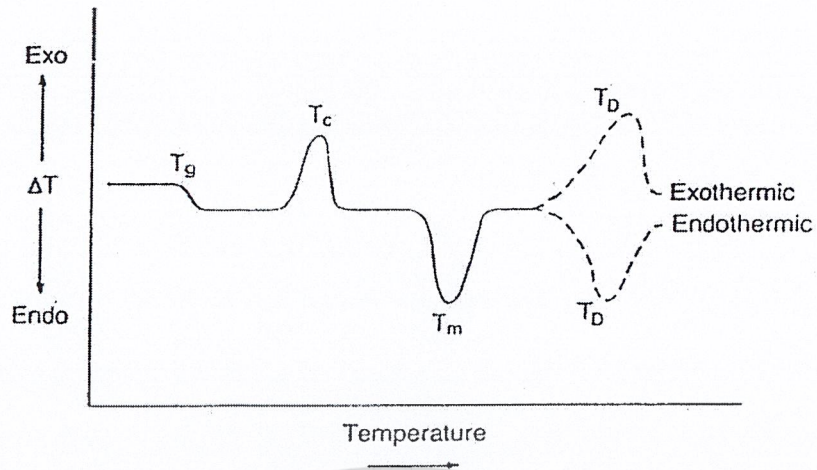
3.7 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ (DSC)

Differential Scanning Calorimeter (DSC) เป็นเทคนิคที่ตรวจวัดความแตกต่างของเอนทัลปีของสารตัวอย่างและสารอ้างอิง โดยมีชุดให้ความร้อน 2 ชุด สำหรับสารตัวอย่างและสารอ้างอิง เมื่อทำการให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างยังไม่เข้าสู่สถานะทรานซิชันทำให้ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น จึงไม่มีความแตกต่างของเอนทัลปีของสารทั้งสอง แต่เมื่อสารตัวอย่างเข้าสู่สถานะทรานซิชันทำให้มีการดูดหรือคายความร้อนเกิดขึ้น จึงเกิดความแตกต่างของอุณหภูมิของสารตัวอย่างและสารอ้างอิง ชุดให้ความร้อนจะทำการให้ความร้อนหรือดึงความร้อนออกจากสารตัวอย่าง เพื่อให้อุณหภูมิของสารทั้งสองเท่ากัน จะได้เทอร์โมแกรมของการตรวจวิเคราะห์เป็นความสัมพันธ์ระหว่าง ความแตกต่างของอุณหภูมิ (ΔT) ค่าความจุความร้อน (C_p) หรือค่าความร้อน (heat flow) กับอุณหภูมิหรือเวลา เทคนิคนี้สามารถใช้ตรวจวิเคราะห์ หรือหาค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิการตกผลึก (T_c)



รูปที่ 3.9 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง DSC [31]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.10 แสดงเทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC [32]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้เป็นผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เซรามิกในระบบเลคเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต (PbZrO_3 - NaNbO_3 หรือ PZ-NN) ด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) เมื่อ x มีค่าเท่ากับ 0.00 0.02 0.04 0.06 0.08 0.10 0.20 และ 0.25 หลังจากนั้นนำเซรามิกที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึก (Crystal structure) การเปลี่ยนเฟส (Phase transition) สมบัติไดอิเล็กทริก (dielectric properties) พฤติกรรมทางความร้อนและสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

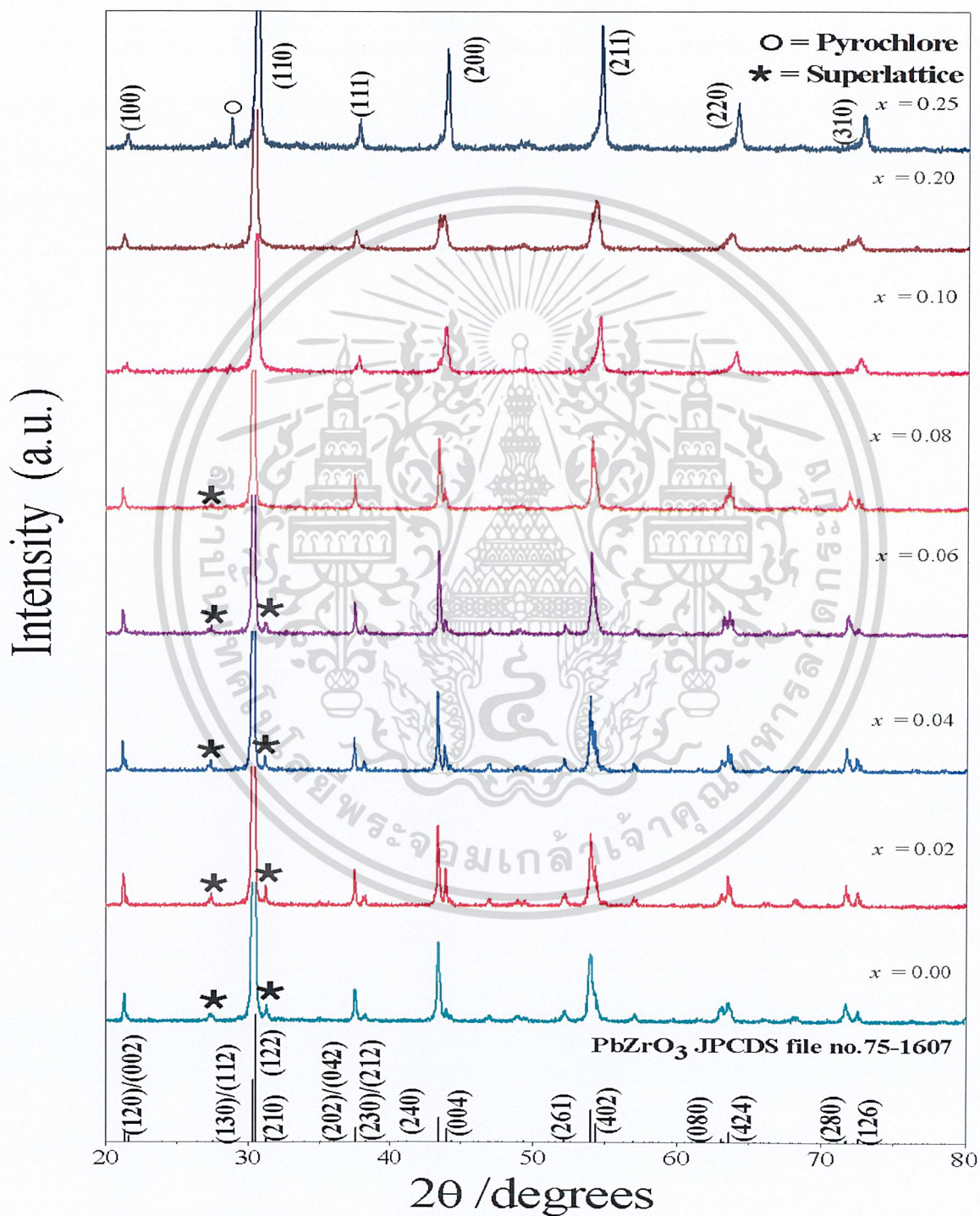
4.1 ผลการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของ

เซรามิก PZ-NN

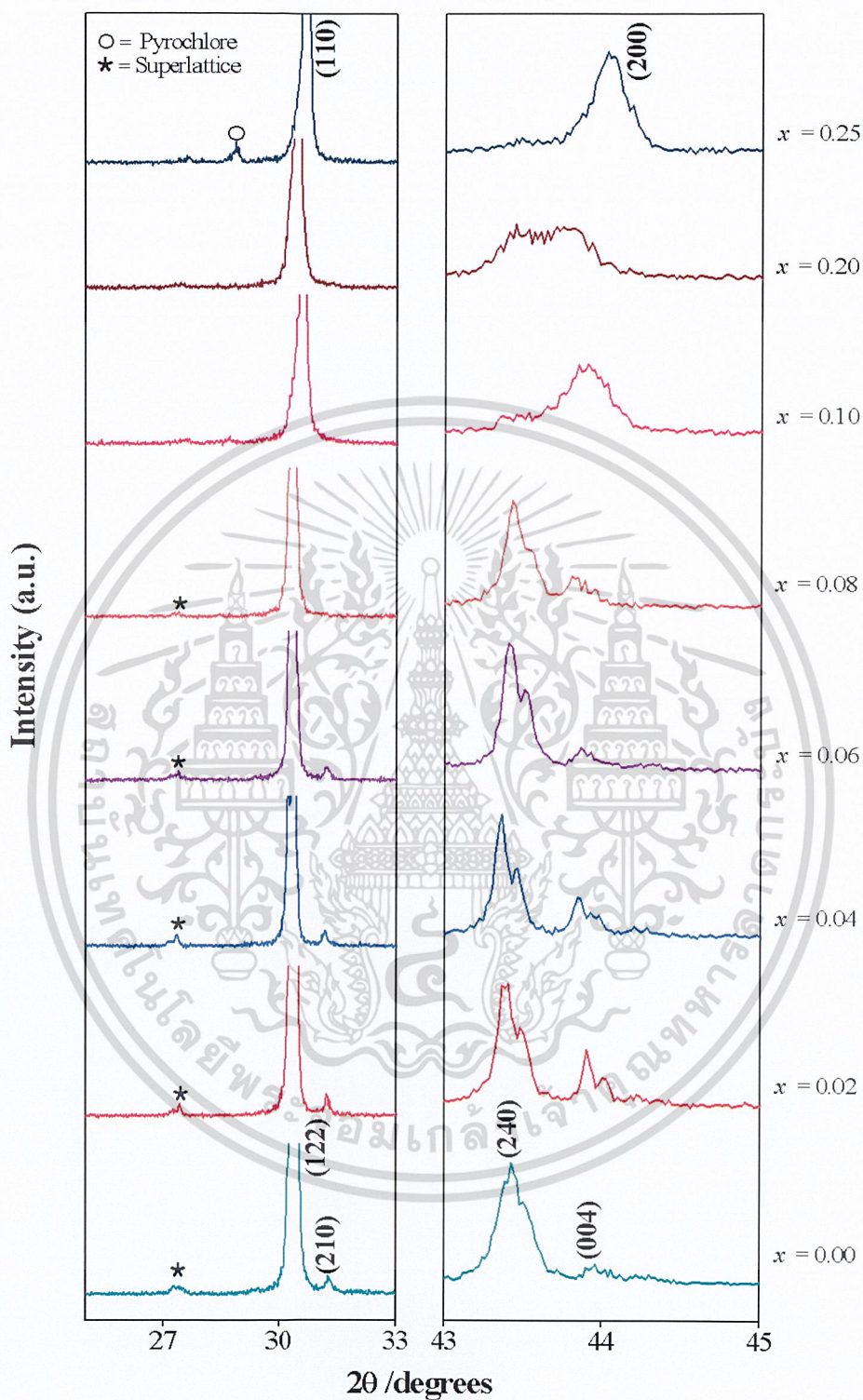
เมื่อนำเซรามิกเลคเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต ($(1-x)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{NaNbO}_3$ หรือ PZ-NN) เมื่อ x มีค่าเท่ากับ 0.00 0.02 0.04 0.06 0.08 0.1 0.2 และ 0.25 ที่ผ่านการซินเตอร์ตามเงื่อนไข (เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการขึ้นและลงอุณหภูมิ $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$) มาตรวจสอบโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าเซรามิกในระบบ PZ-NN ที่เตรียมได้นั้นมีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ และพบเฟสแปลคปปลอมหรือเฟสไพโรคลอรัลในสัดส่วนองค์ประกอบที่ x มีค่าเท่ากับ 0.25 โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $0.00 \leq x \leq 0.08$ นั้นมีระบบผลึกเป็นแบบออร์โทโรมบิก เนื่องจากมีรูปแบบ XRD สอดคล้องกับรูปแบบ XRD ของ PbZrO_3 จากเพิ่มข้อมูล JCPDS เลขที่ 75-1607 ซึ่งมีโครงสร้างเป็นออร์โทโรมบิกที่อุณหภูมิห้อง มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ดังนี้ $a = 5.884 \text{ \AA}$ $b = 11.768 \text{ \AA}$ และ $c = 8.22 \text{ \AA}$ และเมื่อพิจารณารูปแบบ XRD ที่ได้พบว่ามีพีคเล็กๆเกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยใช้สัญลักษณ์ “*” พีคเล็กๆที่เกิดขึ้นเรียกว่าซูเปอร์แลตทิซ (Supperlattice) เนื่องจากโครงสร้างออร์โทโรมบิกของ PZ นั้นมีความเป็นระเบียบอย่างมาก (Long-rang ordered) ซึ่งซูเปอร์แลตทิซที่เกิดขึ้นนี้เป็นชนิด $\frac{1}{4} (h \ k \ l)$ เนื่องจากรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบนเมื่อพบ 4 หน่วยเซลล์ที่มีการเรียงของช่องออกตะฮีดรอลของออกซิเจนเหมือนกันโดยไม่เกิดการเปลี่ยนรูปร่าง แต่เมื่อปริมาณ NN เพิ่มสูงขึ้นเป็น $x = 0.10-0.25$ รูปแบบ XRD ที่ได้จะมีลักษณะใกล้เคียงกับรูปแบบของ NaNbO_3 จากเพิ่มข้อมูล JCPDS เลขที่ 73-0299 ที่มีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์ที่อุณหภูมิห้องมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ดังนี้ $a = 4.0446 \text{ \AA}$ ซึ่งเซรามิก PZ-NN จะมีรูปแบบ XRD ใกล้เคียงกับสารประกอบ NN จากเพิ่มข้อมูล JCPDS เลขที่ 73-0299 มากขึ้นเมื่อปริมาณของ NN เพิ่มสูงขึ้น และเมื่อพิจารณาพีคที่ระนาบ $(2 \ 0 \ 0)$ ทำให้ทราบว่า PZ-NN ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.10-0.25$ มีโครงสร้างเป็นแบบรอมโบฮีดรอล เพราะว่าพีคที่ระนาบผลึกของ $(2 \ 0 \ 0)$

นั้นเป็นพีคเดี่ยว เนื่องจากผลึกที่มีโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรอลนั้นจะมีค่า $a = b = c$ และมุม $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

90° แสดงดังรูปที่ 4.2 ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าเมื่อปริมาณของ NN เพิ่มขึ้นระบบผลึกของเซรามิก PZ-NN จะเปลี่ยนจากออร์โทโรมบิกไปเป็นรอมโบฮีดรอลและจะเปลี่ยนไปเป็นลูกบาศก์เมื่อปริมาณของ NN สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อปริมาณ NN เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ความเป็นระเบียบในโครงสร้างผลึกของ PZ ลดลง โดยพิคซูเปอร์แลตทิซจะค่อยๆหายไปเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบของ NN เพิ่มขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่รูปรที่ 4.1 แสดงรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(1-x)\text{PbZrO}_3-x\text{NaNbO}_3$ หรือ PZ-NN นำไปใช้



รูปที่ 4.2 แสดงรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซูเปอร์แลตทิซชนิด $\frac{1}{4} (h k l)$ ที่ระนาบ (2 0 0)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากความสัมพันธ์ระหว่างค่าแลตทิซพารามิเตอร์กับค่ามุม 2θ ในสมการที่ 4.1 สามารถหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ในระบบ $(1-x)\text{PbZrO}_3 - x\text{NaNbO}_3$ ดังแสดงในตารางที่ 4.1

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} = \frac{a^2}{h^2} + \frac{b^2}{k^2} + \frac{c^2}{l^2} \quad (4.1)$$

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะเฉพาะของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ในระบบ PZ-NN

สัดส่วนองค์ประกอบ	โครงสร้างผลึก	แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)			ปริมาตรของหน่วยเซลล์ (Å) ³
		a	b	c	
x = 0.02	O	5.8773±0.042	11.7742±0.054	8.3045±0.087	574.68
x = 0.04	O	5.8856±0.069	11.7781±0.033	8.3194±0.091	576.71
x = 0.06	O	5.8783±0.065	11.7351±0.023	8.3164±0.028	573.69
x = 0.08	O	5.8790±0.064	11.7594±0.032	8.0355±0.023	555.52
x = 0.10	R	4.1217±0.009	-	-	70.02
x = 0.20	R	4.1486±0.015	-	-	71.40
x = 0.25	R	4.1094±0.004	-	-	69.40

ส่วนค่าทอลารานซ์แฟกเตอร์ (Tolerance factor หรือ t) ซึ่งเป็นค่าที่บอกความสามารถในการจัดเรียงอะตอมเพื่อประกอบเป็นโครงผลึกเพอโรฟสไกต์นั้นสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 4.2 โดยที่ r_A , r_B และ r_O คือ รัศมีไอออนของไอออน A B และ O ตามลำดับ ซึ่งผลการคำนวณค่า t นั้นแสดงในตารางที่ 4.2 โดยทั่วไปนั้นค่า t นั้นจะอยู่ระหว่าง 0.8 ถึง 1.05

$$t = \frac{(r_A + r_O)}{\sqrt{2}(r_B + r_O)} \quad (4.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการคำนวณค่าทอลาเรนซ์แฟกเตอร์ (Tolerance factor หรือ t) ในระบบ PZ-NN

สัดส่วนองค์ประกอบ	$r_A + r_O$	$r_B + r_O$	t
$x = 0.02$	2.8880	2.1184	0.9640
$x = 0.04$	2.8860	2.1168	0.9641
$x = 0.06$	2.8840	2.1152	0.9641
$x = 0.08$	2.8820	2.1136	0.9642
$x = 0.10$	2.8800	2.1120	0.9642
$x = 0.20$	2.8700	2.1040	0.9645
$x = 0.25$	2.8650	2.1000	0.9647

จากการพิจารณาผลการคำนวณค่าทอลาเรนซ์แฟกเตอร์ (Tolerance factor หรือ t) นั้นแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าค่า t มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ NN เพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าเข้าใกล้ 1 ตามลำดับสำหรับ โครงผลึกเพอโรฟสไกต์นั้นค่า t ที่มีค่าเข้าใกล้ 1 มากที่สุดนับว่าดี เนื่องจากการจัดเรียงอะตอมของโครงผลึกเพอโรฟสไกต์ในอุดมคตินั้นจะมีค่า t เท่ากับ 1 และเมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ในสมการที่ 4.2 พบว่าเมื่อรัศมีไอออนที่ตำแหน่ง B มีค่ามากขึ้นค่า t จะน้อยลง ส่งผลให้การจัดเรียงอะตอมภายในโครงผลึกเพอโรฟสไกต์ไม่แข็งแรง เนื่องจากไอออนที่ตำแหน่ง B มีขนาดใหญ่ทำให้เกิดแรงผลักภายในโครงผลึกเพอโรฟสไกต์ และหากรัศมีไอออนที่ตำแหน่ง B มีขนาดเล็กลงจะส่งผลให้ค่า t มีค่ามากกว่า 1 ซึ่งทำให้การจัดเรียงอะตอมภายในโครงผลึกเพอโรฟ สไกต์ไม่แข็งแรงเช่นกัน เนื่องจากไอออนมีขนาดเล็กแรงในการยึดเหนี่ยวภายในโครงผลึกเพอโรฟ สไกต์จึงน้อย

จากความสัมพันธ์ระหว่างค่า t และปริมาณของ NN ที่เพิ่มขึ้น พบว่าสารละลายของแข็งในระบบ PZ-NN นั้นจะมีโครงสร้างผลึกเข้าใกล้ลูกบาศก์มากขึ้นเมื่อปริมาณของ NN ที่เพิ่มขึ้นตามลำดับ

4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริก

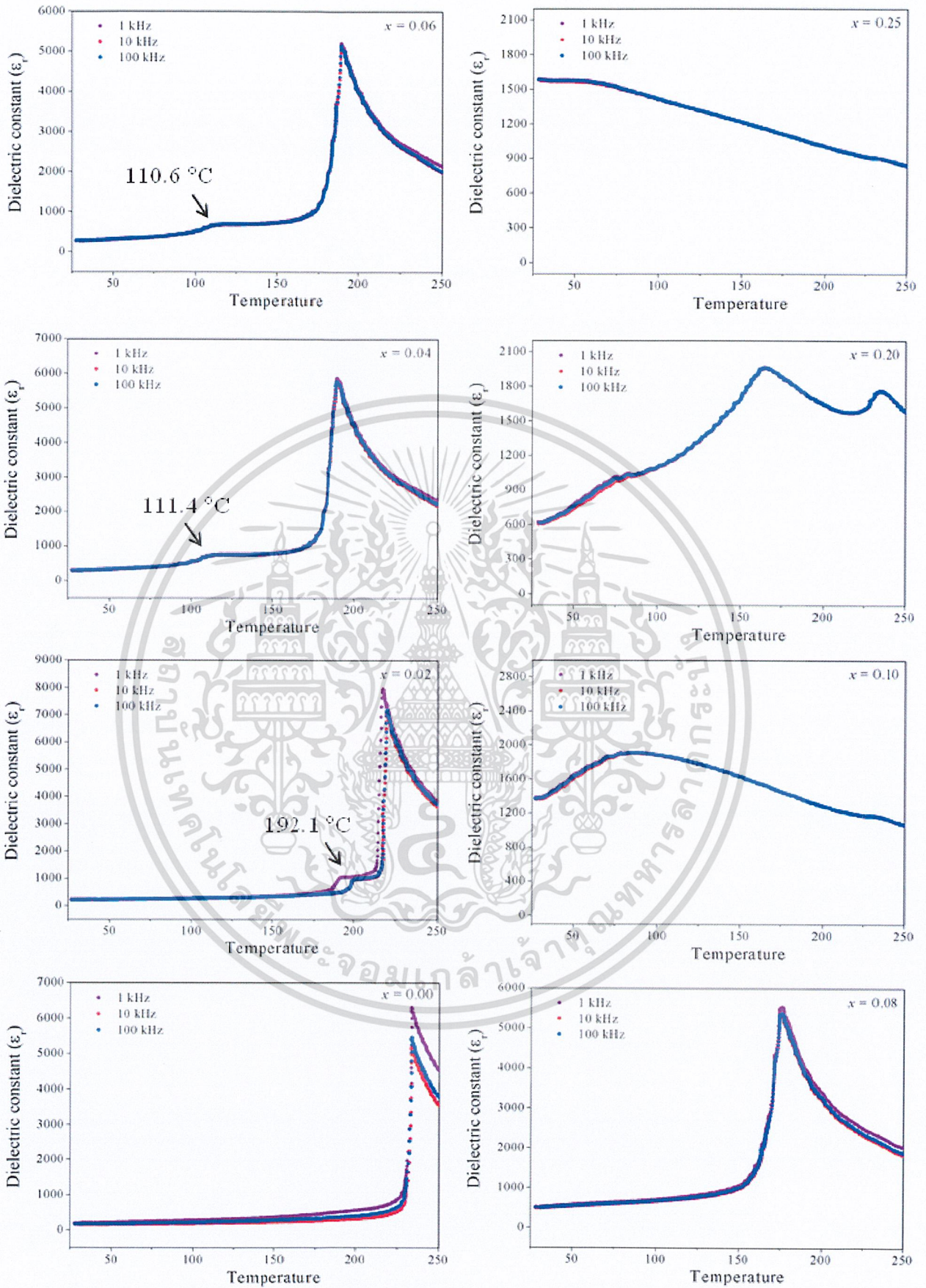
เมื่อเตรียมเซรามิก PZ-NN ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ ได้แล้ว นำมาตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริก เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของสาร โดยทำการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 250 °C ที่ความถี่ต่างๆ ได้ผลดังรูปที่ 4.3 จากรูปเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ กับอุณหภูมิ จากผลการทดสอบบ่งบอกถึงค่าอุณหภูมิที่มีผลต่อค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZ-NN ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ มีการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟเพียงตำแหน่งเดียว โดยเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 230 °C ซึ่งการเปลี่ยนแปลงความชันของกราฟเพียงตำแหน่งเดียวนี้นำให้ทราบว่าเซรามิก PZ-NN มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเพียงครั้งเดียว ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ กราฟของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นสองตำแหน่งซึ่งแสดงให้เห็นว่าเซรามิก PZ-NN มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นสองครั้งนั่นเอง ในครั้งแรกเกิดการเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิประมาณ 192.1°C และในครั้งที่สองเกิดการเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิประมาณ 217.5 °C โดยจะเห็นได้ว่าเมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสกับสัดส่วนองค์ประกอบ $x=0.00$ พบว่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมีค่าลดลง ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ พบว่ากราฟมีการเปลี่ยนแปลงสองตำแหน่งเช่นเดียวกับสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเซรามิกมีการเปลี่ยนแปลงเฟสสองครั้งเช่นเดียวกัน และเมื่อพิจารณาอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสทั้งสองช่วงจะมีค่าอุณหภูมิเท่ากับ 111.4 °C และ 190.0 °C ตามลำดับ ซึ่งอุณหภูมิมีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ และ $x = 0.02$ นอกจากนี้ยังพบว่าช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสระหว่างในครั้งแรกกับครั้งที่สองมีช่วงกว้างขึ้น เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.06$ พบว่ากราฟมีการเปลี่ยนแปลงในลักษณะเดียวกันแต่มีช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสกว้างมากกว่าสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และเมื่อพิจารณาสัดส่วนองค์ประกอบที่เพิ่มขึ้นคือที่ $x = 0.08$ พบว่ากราฟมีลักษณะการเปลี่ยนแปลงเฟสเพียงตำแหน่งเดียว ในความเป็นจริงแล้วกราฟอาจจะมีการเปลี่ยนแปลงเฟสสองตำแหน่งดั้งเดิมแต่อาจจะมีช่วงกว้างขึ้นจนกระทั่งอุณหภูมิต่ำลงมากกว่าช่วงอุณหภูมิที่ทำการตรวจวัด ทำให้ไม่สามารถมองเห็นกราฟที่แสดงลักษณะการเปลี่ยนเฟสได้ ดังนั้นจากการตรวจสอบไดอิเล็กทริกทำให้สามารถทราบได้ว่า เซรามิกชนิด PZ-NN มีการเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นสองช่วงและเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสทั้งสองตำแหน่งจะลดลง แต่มีช่วงอุณหภูมิระหว่างตำแหน่งที่หนึ่งกับตำแหน่งที่สองกว้างมากขึ้นเรื่อยๆ จนกระทั่งอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิที่ทำการตรวจวัดทำให้ไม่สามารถมองเห็นฟีกที่เกิดขึ้นได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.3 ซึ่งแสดงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสตำแหน่งที่หนึ่งและตำแหน่งที่สองกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่องค์ประกอบต่างๆ พบว่าเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสทั้งในตำแหน่งที่หนึ่งและตำแหน่งที่สองมีช่วงกว้างขึ้นและมีค่าลดลง อีกทั้งเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้นค่าสภาพยอมสัมพัทธ์จะมีค่าลดลง และเพื่อยืนยันว่าการเปลี่ยนแปลงที่พบในฟีกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์กับอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นเป็นสองช่วงนั้น จึงนำไปทดสอบพฤติกรรมทางความร้อนไปใช้

ด้วยเทคนิค DSC ดังนั้นเมื่อนำไปทดสอบพฤติกรรมทางความร้อนดังกล่าวจะมีพีคของการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นในลักษณะเช่นเดียวกัน

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์และอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN

สัดส่วนองค์ประกอบ	อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส(°C)		ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์(ϵ_r) ของ T_{m2}
	T_{m1}	T_{m2}	
$x = 0.00$	-	232.9	6354
$x = 0.02$	192.1	217.5	7983
$x = 0.04$	111.4	190.0	5896
$x = 0.06$	110.6	190.0	5233
$x = 0.08$	-	176.1	5561
$x = 0.10$	-	84.5	1925
$x = 0.20$	-	164.4	1971
$x = 0.25$	-	158.9	1586

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
รูปที่ 4.3 แสดงผลของอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงต่อค่าสภาพยอมสัมพันธ์ของเซรามิก PZ-NN
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตีแบบลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงชื่อเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

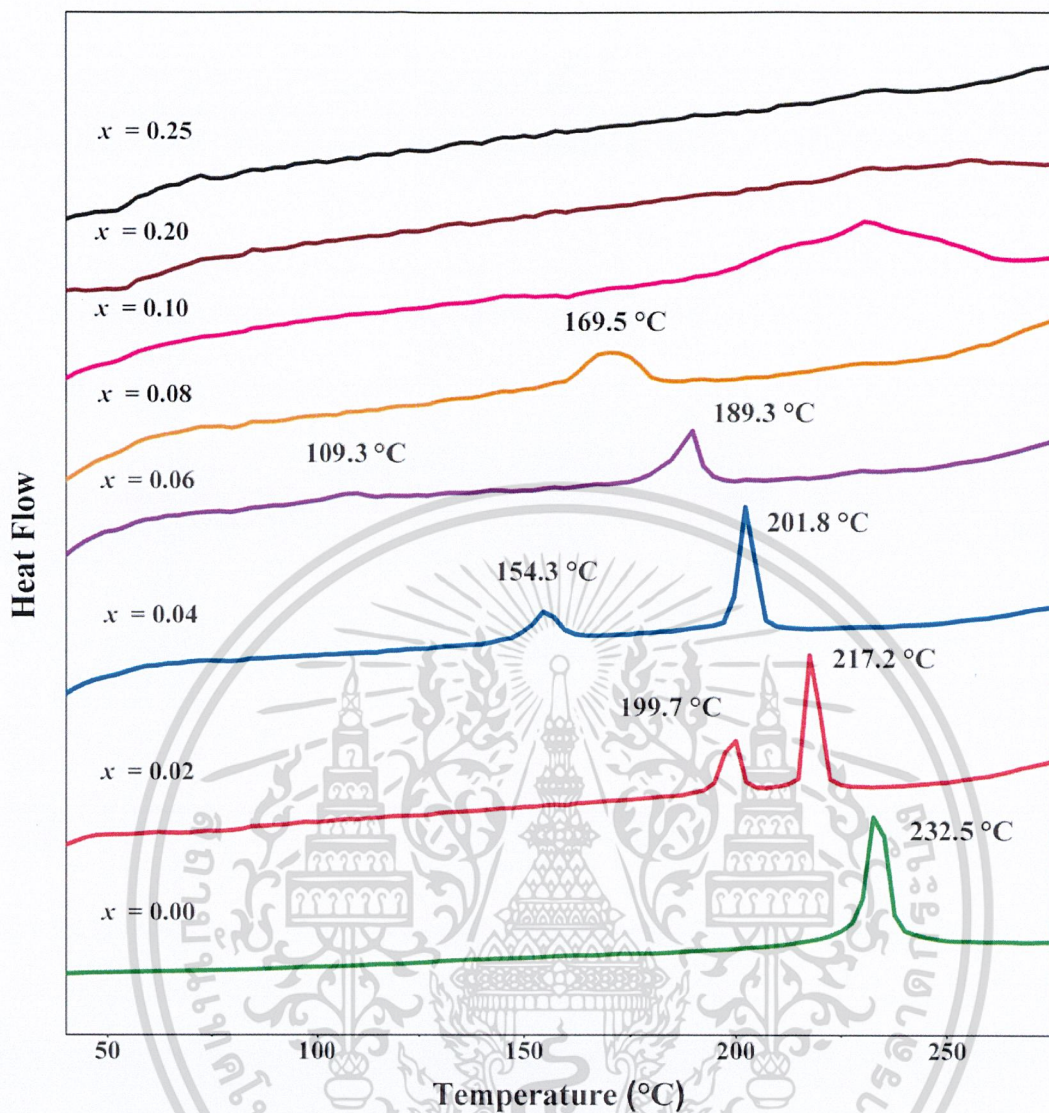
4.3 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

เมื่อนำเซรามิก PZ-NN มาตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ซึ่งทำการวัดตั้งแต่อุณหภูมิ 25°C ถึงอุณหภูมิ 300°C ได้ผลการทดลองดังแสดงดังรูปที่ 4.4 พบว่าที่สัดส่วนขององค์ประกอบ $x = 0.00$ จะพบอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเพียงตำแหน่งเดียว โดยมีอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเป็น 232.5°C และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.06 จะพบอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นสองตำแหน่งที่อุณหภูมิต่างกัน จึงกล่าวได้ว่าการเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นสองครั้งโดยตำแหน่งที่ปรากฏ อุณหภูมิต่ำกว่านั้นมีอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเป็น 199.7 154.3 และ 109.3°C ตามลำดับ ส่วนตำแหน่งที่ปรากฏ อุณหภูมิสูงกว่านั้นมีอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเป็น 217.2 201.8 และ 189.3°C ตามลำดับ และเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เพิ่มสูงขึ้นจนกระทั่ง $x \geq 0.08$ จะพบอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสเพียงตำแหน่งเดียว ซึ่งจากผลที่ได้พบว่ามีแนวโน้มว่าเมื่อปริมาณของ NN เพิ่มสูงขึ้นอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสจะลดลง และจากการคำนวณพื้นที่ใต้พีคที่แสดงถึงค่าพลังงานที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟส (ΔH) นั้นก็จะลดลงด้วย โดยอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN ในแต่ละสัดส่วนองค์ประกอบนั้นแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN ในแต่ละสัดส่วนองค์ประกอบ

สัดส่วนองค์ประกอบ	อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส (°C)	
	T_{m1}	T_{m2}
$x = 0.00$	-	232.5
$x = 0.02$	199.7	217.2
$x = 0.04$	154.3	201.8
$x = 0.06$	109.3	189.3
$x = 0.08$	-	169.5
$x = 0.10$	-	-
$x = 0.20$	-	-
$x = 0.25$	-	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ของเซรามิก PZ-NN

ในการคำนวณเทอร์โมไดนามิกส์ในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN นั้นสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 4.3 4.4 และ 4.5

$$C_p = \Delta H / \Delta T \quad (4.3)$$

$$\Delta S = 2.303 C_p \log(T_2 / T_1) \quad (4.4)$$

$$\Delta G = \Delta H + T_p \Delta S \quad (4.5)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เมื่อ C_p คือ ความจุความร้อน (heat capacity) มีหน่วยเป็น $Jg^{-1}.K^{-1}$
 ΔH คือ เอนทาลปี (enthalpy) มีหน่วยเป็น $J.g^{-1}$
 ΔS คือ เอนโทรปี (entropy) มีหน่วยเป็น $Jg^{-1}.K^{-1}$
 ΔG คือ การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระของกิบส์
 (Gibbs energy change) มีหน่วยเป็น $J.g^{-1}$

โดยค่าการคำนวณเทอร์โมไดนามิกส์ในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN นั้นได้แสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าการคำนวณเทอร์โมไดนามิกส์ในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN จากเทคนิค DSC

สัดส่วนองค์ประกอบ	T_{m2}				
	T_p (K)	ΔH ($J.g^{-1}$)	C_p ($Jg^{-1}.K^{-1}$)	ΔS ($Jg^{-1}.K^{-1}$)	ΔG ($J.g^{-1}$)
$x = 0.02$	491.4	2.963	0.8466	6.033×10^{-3}	5.9276
$x = 0.04$	475.9	2.288	0.4317	4.813×10^{-3}	4.5785
$x = 0.06$	461.9	1.568	0.2306	3.398×10^{-3}	3.1375
$x = 0.08$	443.9	1.000	0.0541	2.261×10^{-3}	2.0037

จากการเปรียบเทียบอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสที่ได้จากการวัดสมบัติไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิที่ได้จากเครื่อง DSC พบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิก PZ-NN แต่ละสัดส่วนองค์ประกอบนั้นมีแนวโน้มไปทางเดียวกัน แต่มีค่าไม่เท่ากัน ทั้งนี้เป็นผลเนื่องจากอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิที่ใช้ในแต่ละเทคนิคนั้นไม่เท่ากัน

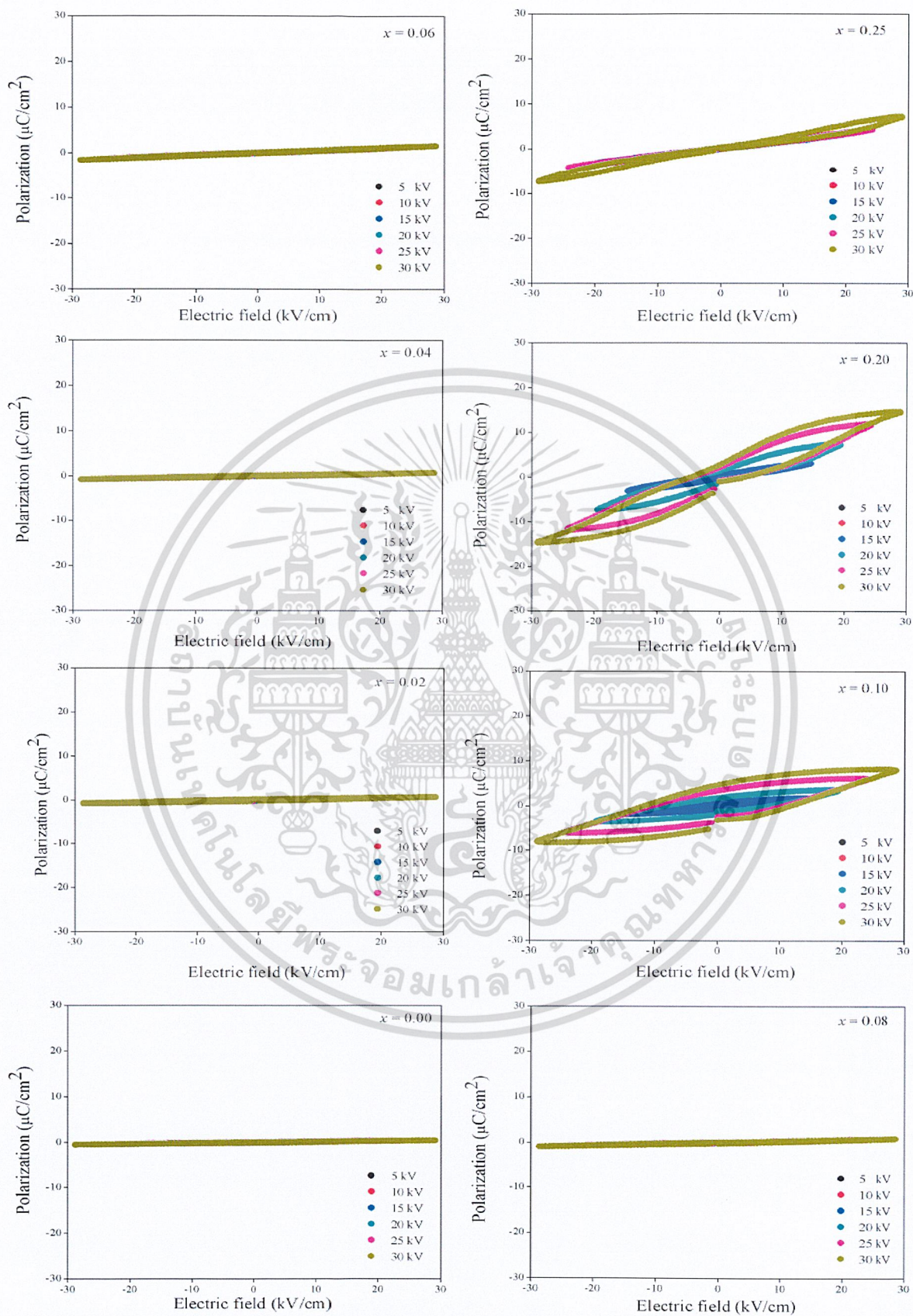
4.4 ผลการตรวจสอบทางเฟอร์โรอิเล็กทริก

จากการทดสอบทางไดอิเล็กทริกและพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ทำให้ทราบว่าเซรามิก PZ-NN มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นสองตำแหน่งแต่ไม่สามารถระบุได้ว่าการเปลี่ยนแปลงเฟสที่เกิดขึ้นนั้นเป็นชนิดใด จึงนำมาทดสอบทางเฟอร์โรอิเล็กทริกเพื่อศึกษาชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นนั่นเอง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อนำเซรามิก PZ-NN ในสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00-0.25$ มาตรวจสอบสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริก โดยการวัดวงวนฮิสเทอรีซิส โดยการตรวจสอบจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้าที่ให้และค่า โพลาริเซชันที่เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.5 และจากรูปที่ 4.5 จะพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ 0.02 0.04 0.06 และ 0.08 นั้นไม่พบวงวนฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้น เนื่องจากทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง และในอุณหภูมิห้องเซรามิก PZ-NN ที่สัดส่วนองค์ประกอบดังกล่าวมีสมบัติเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก ซึ่งปกติจะมีลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสเป็นแบบวงวนคู่ (Double hysteresis loop) ซึ่งจะต้องให้สนามไฟฟ้าที่สูงมากจึงจะเกิดวงวนฮิสเทอรีซิสแบบคู่ได้อย่างสมบูรณ์ แต่ในการตรวจสอบนี้ให้สนามไฟฟ้าสูงสุดเพียง 30 kV จึงทำให้ไม่พบวงวนฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้น ต่อมาที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.10$ 0.20 และ 0.25 พบวงวนฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย ซึ่งลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสที่พบนั้นไม่ได้มีลักษณะคล้ายสี่เหลี่ยม (Square loop) ซึ่งเป็นลักษณะของเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ โดยจากรูปที่ 4.5 เกิดขึ้นสันนิฐานว่าอาจมีสมบัติเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบชั่วคราว ทั้งนี้สาเหตุอาจมาจากการที่สาร PZ และ NN นั้นมีสมบัติเป็นแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยกันทั้งคู่ อีกทั้งสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการเหนี่ยวนำนั้นอาจมีค่าไม่เพียงพอที่จะเหนี่ยวนำให้เกิดวงวนฮิสเทอรีซิสที่มีลักษณะคล้ายสี่เหลี่ยม (Square loop) ให้เกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ นอกจากนี้ยังมีสาเหตุมาจากขนาดเกรนและความเครียด ทำให้เกิดปรากฏการณ์พินนิง (pinning effect) ขึ้น ซึ่งสามารถแก้ไขและกำจัดได้โดยวิธีการอบหรือการเผา และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.25$ นั้นยังพบว่าอาจมีสาเหตุมาจากการที่มีไพโรคลอไรต์ (pyrochlore) รวมอยู่ด้วย

และเมื่อทำการเปรียบเทียบลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PZ-NN ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ จะพบว่าเมื่อปริมาณของ NN เพิ่มขึ้น สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องของเซรามิก PZ-NN นั้นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจากอโรโทรมมิกไปเป็นรอมโบอีดรอลของเซรามิก PZ-NN นั้นลดลงเข้าสู่ใกล้อุณหภูมิห้องมากขึ้นเมื่อปริมาณ NN เพิ่มมากขึ้น

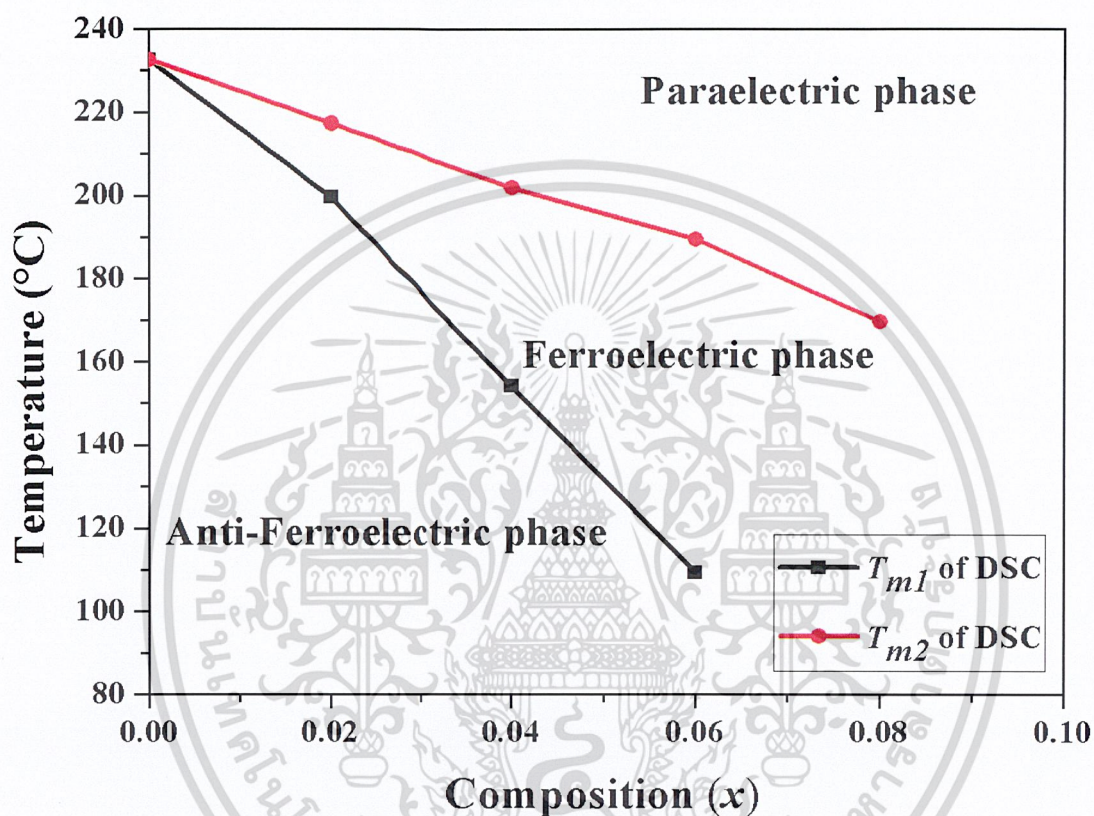
จากผลการตรวจสอบทางเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยการวัดวงวนฮิสเทอรีซิสที่ได้นี้สามารถนำไปใช้อธิบายการเปลี่ยนแปลงที่พบในพีคของการตรวจสอบทางไดอิเล็กทริกและการตรวจสอบทางความร้อนจากเครื่อง DSC ได้ ซึ่งจากการเปลี่ยนแปลงที่พบพีคเกิดขึ้น 2 พีคนี้ทำให้ทราบว่ามีการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE \rightarrow FE) และจะเปลี่ยนจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก (FE \rightarrow PE) เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PZ-NN ที่สนามไฟฟ้าต่างๆ
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 แผนภาพวัฏภาคของสารในระบบ PZ-NN

จากรูปที่ 4.6 จะเห็นว่าเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เพิ่มขึ้น อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสนั้นมีแนวโน้มลดลง และพบว่าการเปลี่ยนเฟสที่เกิดขึ้นนั้นมีลำดับในการเปลี่ยนเฟส คือ จากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE \rightarrow FE) และจะเปลี่ยนจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก (FE \rightarrow PE) เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี



รูปที่ 4.6 แสดงแผนภาพวัฏภาคของสารในระบบ PZ-NN

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต (PbZrO_3 - NaNbO_3 หรือ PZ-NN) ด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ 0.02 0.04 0.06 0.08 0.10 0.20 และ 0.25 สามารถสรุปได้ดังนี้

1. สามารถเตรียมเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต ($(1-x)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{NaNbO}_3$ หรือ PZ-NN) ที่สัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ ด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้
2. จากผลการตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าสามารถเตรียมเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนต-โซเดียมไนโอเบต ($(1-x)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{NaNbO}_3$ หรือ PZ-NN) ให้มีความบริสุทธิ์ได้ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ 0.04 0.06 0.08 0.1 และ 0.2 และพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.25$ เกิดเฟสไพโรคลอรั แสดงให้เห็นว่าความสามารถในการเกิดสารละลายของแข็งของ $(1-x)\text{PZ}$ - $x\text{NN}$ มีค่า $x = 0.25$
3. จากผลการตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบ PZ-NN พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ พิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มีการเปลี่ยนแปลงเพียงตำแหน่งเดียว และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ -0.06 พบพิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มีการเปลี่ยนแปลงสองตำแหน่ง จากนั้นที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ -0.25 พบพิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์มีการเปลี่ยนแปลงเพียงตำแหน่งเดียว ซึ่งตำแหน่งพิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ที่เกิดการเปลี่ยนแปลงนั้นแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งแนวโน้มของอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสนั้นจะลดลงเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เพิ่มสูงขึ้น และช่วงอุณหภูมิระหว่างช่วงที่หนึ่งและช่วงที่สองจะกว้างขึ้น จนกระทั่งอุณหภูมิที่ได้ต่ำกว่าอุณหภูมิที่ทำการตรวจวัดซึ่งทำให้ไม่สามารถมองเห็นพิกของค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ได้
4. จากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเซรามิกในระบบ PZ-NN ด้วยเทคนิค DSC พบว่าเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ x เพิ่มสูงขึ้นอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟสจะลดลง และจากการคำนวณพื้นที่ใต้พิกที่แสดงถึงค่าพลังงานที่ใช้ในการเปลี่ยนเฟส (ΔH) นั้นก็จะลดลงด้วย

5. จากผลการตรวจสอบทางเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PZ-NN พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.00$ -0.08 นั้นไม่พบวงวนฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้นซึ่งเป็นลักษณะของเฟอร์โรอิเล็กทริก

แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.10$ 0.20 และ 0.25 พบวงวนฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย ซึ่งเป็นลักษณะของเฟอร์โรอิเล็กทริก และจากผลการตรวจสอบทางเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ได้นั้นสามารถอธิบายการเปลี่ยนแปลงที่พบในพีคของการตรวจสอบทางไดอิเล็กทริกและการตรวจสอบทางความร้อนจากเครื่อง DSC ได้ ซึ่งจากการเปลี่ยนแปลงที่พบพีคเกิดขึ้น 2 พีคนี้ทำให้ทราบว่ามีการเปลี่ยนเฟสจากแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (AFE \rightarrow FE) และจะเปลี่ยนจากเฟอร์โรอิเล็กทริกไปเป็นพาราอิเล็กทริก (FE \rightarrow PE) เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรเพิ่มช่วงของสัดส่วนองค์ประกอบของเซรามิกในระบบ PZ-NN ให้ละเอียดมากขึ้น เพื่อให้ได้ผลการทดลองที่ชัดเจนมากขึ้น
2. ทำการศึกษาถึงผลของอุณหภูมิที่ใช้เผาซินเตอร์ที่มีต่อเซรามิกในระบบ PZ-NN ว่ามีผลต่อสมบัติต่างๆของเซรามิกอย่างไร
3. ควรทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิกในระบบ PZ-NN ว่ามีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าอย่างไร เพื่อให้ได้ผลที่สมบูรณ์มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] T. Bongkarn, G. Rujijanagul and S.J. Milne, "Effect of Excess PbO on Phase Formation and Properties of $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{ZrO}_3$ Ceramics" *Materials Letters*, Volume 59, Page 1200-1205, 2005.
- [2] W. Banlue, "Preparation and Phase Transition in Lead Zirconate-Lead Titanate Relaxor Ferroelectric Ceramics," คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, กรุงเทพฯ, 2009.
- [3] Z. Xu, D. Viehland and D. A. Payne, "An Incommensurate-Commensurate Phase Transformation in Antiferroelectric Tin-modified Lead Zirconate Titanate," *Journal Of Materials Research*, Volume 10, Page 453-460, 1995.
- [4] B. Jaffe, W. R. Cook, and H. Jaffe, "Piezoelectric ceramic," R.A.N. Publishers, 1971.
- [5] Justin Hoppler, "Magnetic Induction in High-Tc Superconductor /Ferromagnet Heterostructures," Aus dem Departement fur Physik Universit"at Freiburg (Schweiz), Page 3-6, 2009.
- [6] "perovskite structure" [online]. Available ; <http://www.iue.tuwien.ac.at/phd/dragosits/img116.gif>
- [7] A. Gopeyenko, S. Piskunov, and Yu.N. Shunin, "The atomic and electronic structure of pure and defective PbZrO_3 ," *Computer Modelling and New Technologies (Latvia)*, Volume 10, Page 7-16, 2006.
- [8] Aqib Ali Khan, Muhammad Arif, Yaseen Iqbal, "Processing and Characterization of Lead Zirconate (PbZrO_3) Via Mix-Oxide Sintering Route," *Journal of Pakistan Mater Society*, Volume 2, Page 87-90, 2008.
- [9] Ersin Emre Oren, Ercan Taspinar and A. Cuneyt Tas, "Preparation of Lead Zirconate by Homogeneous Precipitation and Calcination," *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 80, Issue 10, Page 2714-2716, 1997.
- [10] L.B. Kong, J. Ma, W. Zhu, O.K. Tan, "Preparation and Characterization of Lead Zirconate ceramics from high-energy ball milled powder," *Materials Letters*, Volume 49, Page 96-101, 2001.
- [11] Yuvraj S. Malghe, "Nanosized PbZrO_3 Powder from Oxalate Precursor: Microwave-Aided Synthesis and Thermal Characterization," *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 92, Issue 9, Page 2155-2158, 2009.

- [12] Sang Hoon Yoon, "GROWTH AND CHARACTERIZATION OF ZNO AND PZT FILMS FOR MICROMACHINED ACOUSTIC WAVE DEVICES," Auburn University, Page 11-23, 2009.
- [13] S. Wirunchit and N. Vittayakorn, "Structural transformation in antiferroelectric PbZrO_3 , relaxor ferroelectric $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ solid solution system," *Journal of Applied Physics*, Volume 104, Issue 2, Page 024103 - 024103-6, 2008.
- [14] Wanwimon Banlue and Naratip Vittayakorn, "Ferroelectric phase stabilization, phase transformations and thermal properties in $(1-x)\text{PbZrO}_3-x\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ solid solution," *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, Volume 93, Page 565-569, 2008.
- [15] C. Alemany, V. Koval, J. Brianin and H. Brunckova, "Dielectric Properties and Phase Transition Behavior of $x\text{PMN}-(1-x)\text{PZT}$ Ceramic Systems," *Journal of Electroceramics*, Volume 10, Page 19-29, 2004.
- [16] S. Ananta, R. Yimnirun and P. Laoratanakul, "Dielectric and Ferroelectric Properties of Lead Magnesium Niobate-Lead Zirconate Titanate Ceramics Prepared by Mixed-oxide Method," *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 25, Page 3235-3242, 2005.
- [17] Calderon-Moreno JM, Camargo ER, "Electron microscopy studies on the formation and evolution of sodium niobate nanoparticles from a polymeric precursor," *Catalysis Today*, Volume 78, Page 539-542, 2003.
- [18] Nopsiri Chaiyo, Banjong Boonchom, Naratip Vittayakorn, "Solid-state reaction synthesis of sodium niobate (NaNbO_3) powder at low temperature," *Journal of Materials Science letter* 45, Page 1443-1447, 2010.
- [19] L. Egerton and D.M. Dillon, "Piezoelectric and dielectric properties of ceramics in the system potassium-sodium niobate," *Journal of the American ceramic society*, Volume 42, Page 438-442, 1959.
- [20] S. Tashiro, H. Nagamatsu and K. Nagata, "Sinterability and Piezoelectric Properties of KNbO_3 Ceramics after Substituting Pb and Na for K," *Japanese Journal Of Applied Physics*, Volume 41, Page 7113-7118, 2002.
- [21] Vijendra Lingwal, B S Semwal and N S Panwar, "Dielectric properties of $\text{Na}_{1-x}\text{K}_x\text{NbO}_3$ in orthorhombic phase," *Bulletin of Materials Science*, Volume 26, Page 619-625, 2003.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 [22] "Ball Mill" [online]. Available ; <http://www.eg.mahidol.ac.th/dept/egche/PDF/>
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- che2/ChE307-7%20Ball%20Mill.pdf
- [23] “Ball milling” [online]. Available ; http://www.impact-crushers.com/pic/ball_mill.gif
- [24] อติศักดิ์ จิตภูษา, “ไพโอโซเซรามิกที่มีและไม่มีตะกั่วสำหรับการใช้งานเป็นไฮโดรโฟน,” บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2005.
- [25] A. M. Guzmán, P. Rodríguez and E. Sereno, “Development of AZS Refractories for the Glass Industry,” AZojomo, Volume 2, Page 1-10, 2006.
- [26] “XRD” [online]. Available ; <http://www.tint.or.th/adv/AmPly/pic/bragg2.jpg>
- [27] S.D. Pradhan, S.D. Sathaye, K.R. Patil and A. Mitra, “Low temperature synthesis of stoichiometric lead zirconate by coprecipitation in non-aqueous medium,” Materials Letters, Volume 48, Page 351-355, 2001.
- [28] A. J. Moulson and J. M. Herbert, *Electroceramics*. 2nd ed. London : Johnwiley and Sons, 2003.
- [29] “LCR meter” [online]. Available ; <http://www.uta.edu/engineering/nano/images/205.jpg>
- [30] C. B. Sawyer and C. H. tower, “Rochelle Salt as a Dielectric,” Physical Review Letters, Volume 35, Page 269-275, 1930.
- [31] “DSC” [online]. Available ; http://www.ami.ac.uk/courses/topics/0140_pl/images/bm_pl_imgb.gif
- [32] C. Nawani and C. Yupraserd, “Synthesis of lead free piezoelectric in $[(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})_{1-x/2}\text{Li}_x]_{0.99}\text{Ba}_{0.01}\text{TiO}_3$ system,” คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, กรุงเทพฯ, 2008.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้