

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การประดิษฐ์เซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เปียมไนโอเบต-เลดไททานेट  
ใช้การแคลไซน์ขั้นตอนเดียวด้วยวิธีการเผาไหม้

Fabrication of 0.62[0.75PMN-0.25PYbN]-0.38PT ceramics using one step  
calcination via combustion technique



ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อีระชัย บงการณ  
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

หัวข้อวิจัย การประดิษฐ์เซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานเนตใช้การแคลไซน์ขั้นตอนเดียวด้วยวิธีการเผาไหม้

นักวิจัย ผศ.ดร.ธีระชัย บงการณ

บทคัดย่อ

ศึกษาการประดิษฐ์เซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานเนต ( $0.62[0.75\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0.25\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3]-0.38\text{PbTiO}_3$ ); PMN-PYbN-PT ด้วยเทคนิคการเผาไหม้โดยใช้การแคลไซน์เพียงขั้นตอนเดียว ใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงเพื่อช่วยลดอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาเคมี ศึกษาการก่อเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาค ความหนาแน่น และสมบัติไดอิเล็กทริก แคลไซน์ผงผลึก PMN-PYbN-PT ที่อุณหภูมิระหว่าง 800 – 1050 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง และซินเตอร์เซรามิก PMN-PYbN-PT ที่อุณหภูมิระหว่าง 1050 – 1200 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง เฟสเดี่ยวเพอโรฟสไกต์แบบรอมโบฮีดรอลของ PMN-PYbN-PT พบในผงผลึกที่แคลไซน์อุณหภูมิที่ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งง่ายกว่าการเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง สำหรับเซรามิก PMN-PYbN-PT พบเฟสเดี่ยวของเพอโรฟสไกต์แบบรอมโบฮีดรอลในตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1200 องศาเซลเซียส พบเฟสแปลกปลอมของไพโรคลอร์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1200 องศาเซลเซียส ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก PMN-PYbN-PT เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นและค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดของเซรามิก PMN-PYbN-PT เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นถึง 1150 องศาเซลเซียส จากนั้นความหนาแน่นและค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุดมีค่าลดลง ความหนาแน่นสูงสุด ( $8.04 \text{ g/cm}^3$ ) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด (19000) และสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดี ( $P_r \sim 41.05 \mu\text{C/cm}^2$  และ  $E_c \sim 8.1 \text{ kV/cm}$ ) ได้จากตัวอย่างที่ซินเตอร์ที่ 1150 องศาเซลเซียส

Research Topic: Fabrication of 0.62[0.75PMN-0.25PYbN]-0.38PT ceramics using one step calcination via combustion technique

Researcher: Assist. Prof. Dr.Theerachai Bongkarn

#### ABSTRACT

The fabrication of 0.62[0.75Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>-0.25Pb(Yb<sub>1/2</sub>Nb<sub>1/2</sub>)O<sub>3</sub>]-0.38PbTiO<sub>3</sub> ceramics (abbreviated PMN-PYbN-PT) by combustion technique using one step of calcination was studied. Glycine was used as fuel to reduce the reaction temperature. The phase formation, microstructure, density and dielectric properties were investigated. PMN-PYbN-PT powders were calcined at 800-1050°C for 2 h and the PMN-PYbN-PT ceramics were sintered between 1050 and 1200°C for 2 h. The single rhombohedral perovskite phase of PMN-PYbN-PT was observed in the powders calcined at 950°C for 2 h, which easier than prepared by conventional solid state reaction. For PMN-PYbN-PT ceramics, the crystal structure exhibited single rhombohedral perovskite phase in samples sintered at the temperature lower than 1200°C. The pyrochlore phase was found in the samples sintered at 1200°C. The average grain size of the ceramics increased when sintering temperature increased. The density and the maximum dielectric constant of PMN-PYbN-PT ceramics increased when sintering temperatures increased up to 1150°C and then decreased. The maximum density (8.04 g/cm<sup>3</sup>), highest dielectric constant (19000) and excellence ferroelectric ( $P_r \sim 41.05 \mu\text{C}/\text{cm}^2$  and  $E_c \sim 8.1 \text{ kV}/\text{cm}$ ) were obtained by the sample sintered at 1150°C.



## บทที่ 1

### บทนำ

#### ที่มาและความสำคัญ

$(\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  (เขียนโดยย่อ คือ PMN) เป็นวัสดุพิโซอิเล็กทริกที่ได้รับความสนใจอย่างมาก เนื่องจากเซรามิกดังกล่าวมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดีและมีสมบัติพิโซอิเล็กทริกที่ดีเยี่ยม [1-3] อย่างไรก็ตามเป็นการยากจะสังเคราะห์เฟสเดี่ยวของผลึก PMN เนื่องจากกระบวนการเตรียมมักมีการก่อตัวของเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นเสมอซึ่งทำให้สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกลดลง [4-6]

เพื่อปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าและขจัดเฟสแปลกปลอมของเซรามิกที่มี PMN เป็นองค์ประกอบหลัก E. Akc และคณะ [7] ได้ศึกษาเซรามิกในระบบ  $(1-x)[\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3]-x\text{PbTiO}_3$  โดยพบว่าที่  $0.62[0.75\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0.25\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3]-0.38\text{PbTiO}_3$  (PMN-PYbN-PT) เซรามิกแสดงอุณหภูมิคูรีที่ 200 องศาเซลเซียส และแสดงสมบัติทางไฟฟ้าที่โดดเด่น เช่น ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่า 1500 มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดีเยี่ยม ( $P_r=36 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ,  $E_c=10 \text{ kV}/\text{cm}$ ) และมีค่าคงที่พิโซอิเล็กทริก  $d_{33}$  เท่ากับ 560 pC/N ทำให้เซรามิกนี้มีความเหมาะสมต่อการใช้งานในทางอุตสาหกรรม เช่น ใช้เป็นไมโครอิเล็กทรอนิกส์และอุปกรณ์ไฟฟ้าขนาดเล็ก [8-10]

การเตรียมเซรามิก PMN-PYN-PT ด้วยวิธีดั้งเดิม [7] ต้องใช้กระบวนการการเตรียม 6 ขั้นตอน ประกอบด้วย ขั้นตอนการสังเคราะห์ผลึก  $\text{MgNb}_2\text{O}_6$ (MN),  $\text{YbNbO}_4$ (YbN) and  $\text{PbTiO}_3$  (PT) เกิดปฏิกิริยาขึ้นที่ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ หลังจากนั้นเตรียมผลึก  $\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ - $\text{PbTiO}_3$ (PYbN-PT) และผลึก  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{PbTiO}_3$  (PMN-PT) จากการผสมกันของผลึก PYbN กับผลึก PT (แคลไซน์ที่ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง) และ ผลึก MN กับผลึก PT (แคลไซน์ที่ 875 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง) ขั้นตอนสุดท้ายคือเตรียมเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่บริสุทธิ์จากผลึก PYbN-PT และผลึก PMN-PT โดยผสมกันตามอัตราส่วนหลังจากนั้นขึ้นเตาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากกระบวนการเตรียมดังกล่าวจะเห็นว่าเป็นกระบวนการที่มีขั้นตอนค่อนข้างซับซ้อน ใช้ในการเตรียมนาน และสิ้นเปลืองพลังงานอย่างมาก



ในช่วงระยะเวลาที่ผ่านมา งานวิจัยของธีระชัยและคณะ [6, 11-14] ประสบความสำเร็จในการเตรียมเซรามิกออกไซด์บริสุทธิ์หลายชนิด เช่น  $\text{Pb}(\text{Mg Nb})\text{O}_3$ - $\text{PbTiO}_3$  [6],  $\text{PbZrO}_3$  [11],  $(\text{Pb Ba})\text{ZrO}_3$  [11],  $\text{BaTiO}_3$  [12],  $\text{Ba}(\text{Ti Zr})\text{O}_3$  [13],  $(\text{Ba Sr})(\text{Zr Ti})\text{O}_3$  [14] และโดยใช้วิธีการเผาไหม้ ซึ่งเป็นการเตรียมที่ง่าย ใช้ต้นทุนต่ำ และได้ผลึกที่มีคุณภาพสูง วิธีนี้เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยาโดยตัวเองของวัสดุกับเชื้อเพลิง (ตัวอย่างเช่น โกลซีน) ทำให้เกิดของเหลวในระยะเริ่มต้นของการเกิดปฏิกิริยา ทำให้ง่ายต่อการเกิดปฏิกิริยาเนื่องจากสัมประสิทธิ์การแพร่ในสภาวะของเหลวสูงกว่าของแข็ง ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากวิธีการเผาไหม้มีโครงสร้างและสัดส่วนตามต้องการ มีความหนาแน่นสูง และมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี [15] ทำให้งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการเตรียมเฟสบริสุทธิ์ของเซรามิก PMN-PYbN-PT ด้วยวิธีการเผาไหม้ โดยใช้การแคลไซน์เพียง 1 ขั้นตอน จากนั้นศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาที่มีต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้

#### วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานต ด้วยวิธีการเผาไหม้
2. เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิแคลไซน์ และซินเตอร์ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานต

#### ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

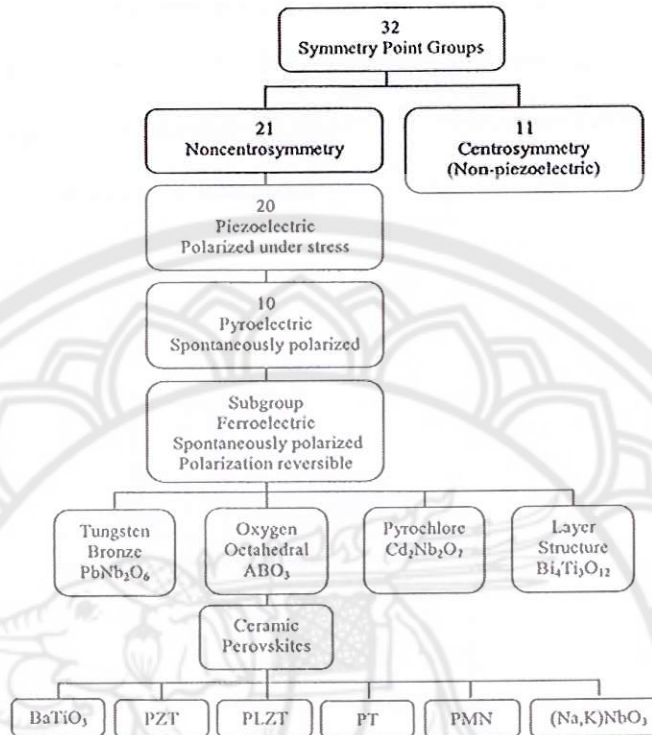
1. เข้าใจผลของอุณหภูมิในการเตรียมที่มีต่อโครงสร้างเฟส และโครงสร้างจุลภาคของผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานตที่เตรียมด้วยเทคนิคเผาไหม้
2. สามารถลดพลังงานที่ใช้ในการเตรียมผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานตเมื่อเทียบกับการเตรียมผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานตที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม
3. ทราบถึงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างผลึก สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางไฟฟ้าของผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททานต

### ขอบเขตงานวิจัย

ศึกษาคุณสมบัติแคลไซต์และซินเตอร์ที่เหมาะสมในการเตรียมผงผลึกและเซรามิกเคลือบนี้เชื่อมใน  
โอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมในโอเบต-เลดไททานต ด้วยเทคนิคการเผาไหม้ ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิการเผา  
แคลไซต์และซินเตอร์ที่ต่างกันโดยวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) และ  
วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



สมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์มีทั้งหมด 11 กลุ่ม อีกประเภทหนึ่งเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ มีทั้งหมด 21 กลุ่ม ดังภาพ 2



ภาพ 2 แผนภาพแสดงการแบ่งกลุ่มพิโซอิเล็กทริกและกลุ่มย่อย

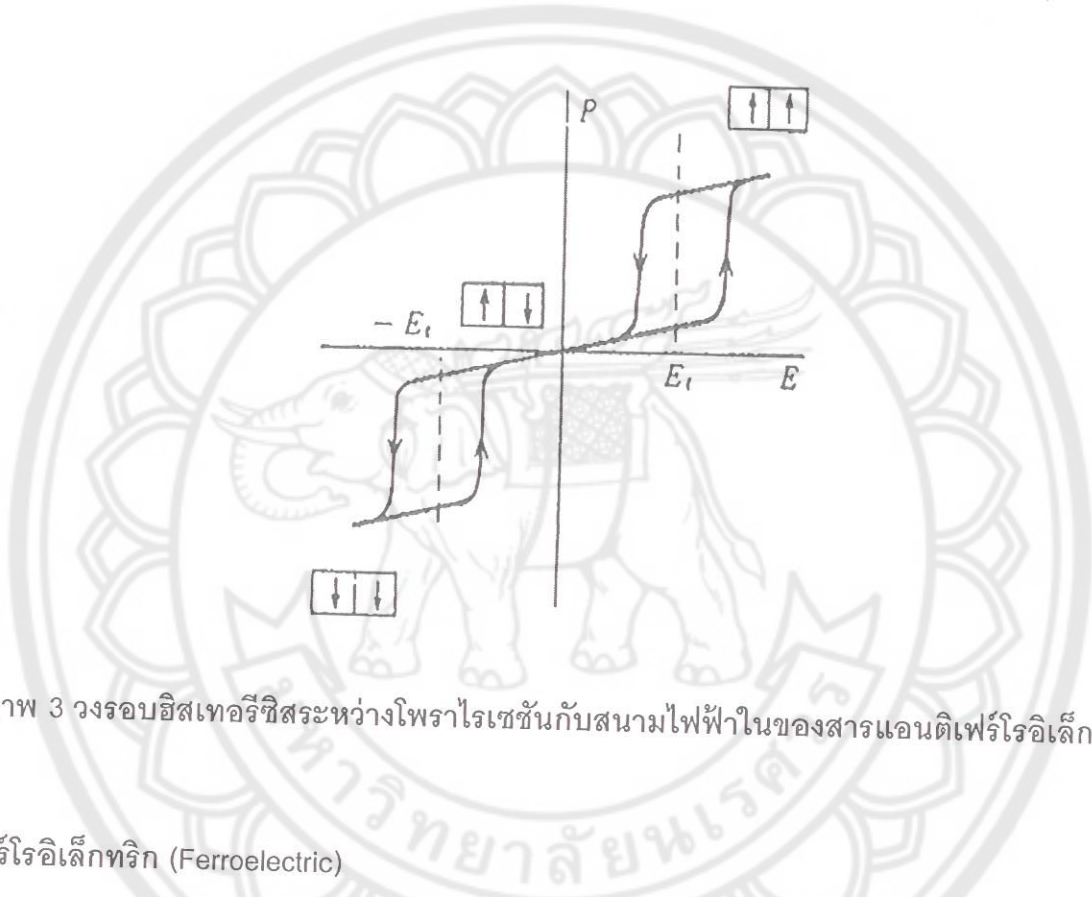
ใน 21 กลุ่ม เป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ดังกล่าวนี้ มี 20 กลุ่ม ที่มีสมบัติเป็นสารพิโซอิเล็กทริก และในสาร 20 กลุ่มนี้มีกลุ่มย่อยที่เป็นสารเฟอร์โรอิเล็กทริก ดังภาพ 2 ซึ่งข้อแตกต่างของวัสดุทั้ง 2 ชนิดนี้ คือความสามารถในการเกิดโพลาไรเซชัน โดยสารพิโซ อิเล็กทริกไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้ แต่จะเกิดเมื่อให้แรงกลต่อผลึกเท่านั้น ในขณะที่สารเฟอร์โรอิเล็กทริกสามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้แม้จะไม่มีแรงกลมากระทำ

**แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Anti ferroelectric)**

สารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นสารที่สามารถเกิดโพลาไรเซชันได้ด้วยตนเอง โดยไม่ต้องรับแรงกล เช่นเดียวกับสารเฟอร์โรอิเล็กทริก แต่ทิศทางของโพลาไรเซชันในแต่ละโดเมน (โดเมน คือ บริเวณที่หน่วยเซลล์มีสภาพชั่วคราวเหมือนกัน) จะมีทิศทางตรงกันข้ามกันเกิดการหักล้างกัน ทำให้ค่าโพลาไรเซชันสุทธิ (net polarizations) มีค่าเป็นศูนย์ สารแอนติเฟอร์โรบางชนิดเมื่อถูกเหนี่ยวนำโดยสนามไฟฟ้าสามารถเปลี่ยนเป็นสารเฟอร์โรอิเล็กทริกได้ [17]



ในสนามไฟฟ้าต่ำ สารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกจะมีค่าโพลาริเซชันที่ถูกเหนี่ยวนำ (induced polarizations) เป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนามไฟฟ้า เมื่อสนามไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปมีค่าเกินกว่าสนามไฟฟ้าวิกฤต (critical field,  $E_{crit}$ ) ทำให้ผลึกกลายเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกและโพลาริเซชันจะแสดงฮิสเทอรีซิสที่มีความสัมพันธ์กับสนามไฟฟ้า หากหยุดป้อนสนามไฟฟ้าง่ายแล้วผลึกจะกลายเป็นสถานะแอนติโพลาร์ (anti polar state) และโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นได้ด้วยตนเองนั้น จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ในขณะนั้น โดยธรรมชาติของสารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกจะมีวงรอบฮิสเทอรีซิส 2 วง (double hysteresis curve) ดังภาพ 3



ภาพ 3 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาริเซชันกับสนามไฟฟ้าในของสารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก

### เฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric)

สารเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ จึงทำให้สามารถสร้างไดโพลขึ้นมาได้โดยไม่ต้องได้รับแรงกล ซึ่งสามารถแยกสารเฟอร์โรอิเล็กทริกออกจากวัสดุไดอิเล็กทริกด้วยการตกค้างหรือรีมานนท์ โพลาริเซชัน (remanent polarization:  $P_R$ ) เมื่อสนามไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปมีค่าเป็นศูนย์ [18] โดยปกติแล้วโพลาริเซชัน ( $P$ ) เป็นผลมาจากสนามไฟฟ้าซึ่งจัดเรียงขั้วคู่อะตอม (atomic dipole) หรือขั้วโมเลกุล (molecular dipole) อย่างเป็นระเบียบ ในสารหลายชนิดโพลาริเซชันเป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนามไฟฟ้า เมื่อสนามไฟฟ้า  $\bar{E}$  มีความเข้มข้น

$$\bar{P} = \epsilon_0 \chi_e \bar{E} \quad (1)$$

เมื่อ  $\chi_e$  เป็นค่าคงที่เรียกว่าสภาพรับได้ทางไฟฟ้า (electric susceptibility) ของตัวกลาง ค่าของ  $\chi_e$  ขึ้นกับโครงสร้างทางจุลภาค (microscopic structure) ของสารที่พิจารณาและ  $\epsilon_0$  เป็นสภาพยอมของสุญญากาศ (permittivity of a vacuum) มีค่าคงที่ประมาณ  $8.854 \times 10^{-12}$  F/m โปรดสังเกตว่าสนามไฟฟ้า  $E$  ในสมการ (1) นี้เป็นสนามไฟฟ้าทั้งหมด ซึ่งอาจเกิดจากส่วนของประจุอิสระและส่วนของโพลาไรเซชันที่สนาม  $E$  ผลิตขึ้นเอง

$\chi_e$  ไม่มีทิศทาง และการขจัดไฟฟ้า (electric displacement:  $D$ ) มาจากการกระจายประจุอิสระเท่านั้น ซึ่งมีความสัมพันธ์ตามสมการ (2)

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + P \quad (2)$$

จากสมการ (1) และ (2) จะได้ความสัมพันธ์เป็น

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + \epsilon_0 \chi_e \bar{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \bar{E} \quad (3)$$

ดังนั้นไม่เพียงแต่  $P$  เท่านั้นที่ขึ้นกับ  $E$  แต่  $D$  ก็ขึ้นกับ  $E$  ด้วยเช่นกัน

$$\bar{D} = \epsilon \bar{E} \quad (4)$$

$$\epsilon = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \quad (5)$$

เรียก  $\epsilon$  ว่าสภาพยอม (Permittivity) ของวัสดุในสุญญากาศ ไม่มีสารใดก่อให้เกิดโพลาไรซ์ ดังนั้นสภาพรับได้ทางไฟฟ้าจึงเป็นศูนย์และสภาพยอม ( $\epsilon$ ) จะมีค่าเท่ากับ  $\epsilon_0$  และจากสมการ (5) จะได้

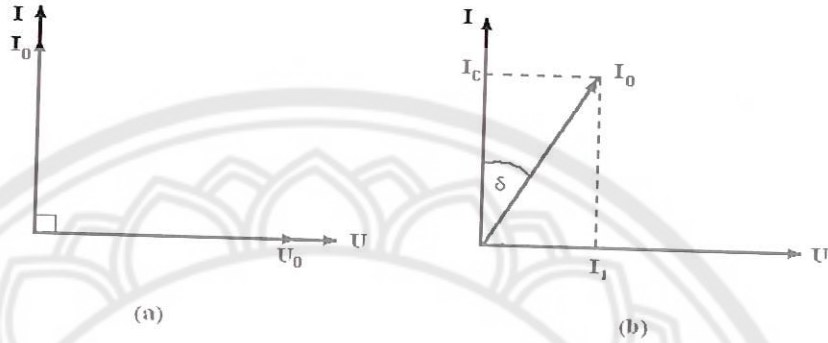
$$\epsilon_r = 1 + \chi_e = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (6)$$

เมื่อ  $\epsilon_r$  คือสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity) หรือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก ส่วนใหญ่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก  $\epsilon_r$  จะมีค่าสูง ดังนั้น  $P \gg \epsilon_0 E$  และ  $D \approx P$  เมื่อป้อนไฟฟ้ากระแสสลับให้กับวัสดุไดอิเล็กทริก สนามไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดเป็นเหตุให้เกิดไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริก ในกรณีอุดมคติ ไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริกสามารถสลับทิศทางได้ตามความถี่ของแหล่งกำเนิด กรณีกระแสสลับ ( $I$ ) และศักย์ไฟฟ้า ( $V$ ) มีความต่างเฟสกันอยู่ 90 องศา ดังภาพ 4(a) ทำให้ผลคูณสเกลาร์ (scalar product) ของ  $I$  และ  $V$  เท่ากับศูนย์ ดังนั้นจึงไม่มีการสูญเสียพลังงานของวัสดุไดอิเล็กทริก (dielectric loss:  $\tan \delta$ ) เกิดขึ้น แต่ในความเป็นจริงการสลับทิศทางของไดโพลจะก่อให้เกิดความต้านทานภายในเนื้อวัสดุเอง ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานขึ้น ซึ่งกรณีนี้กระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้ามีความต่างเฟส



กันน้อยกว่า 90 องศา ดังภาพ 4 (b) โดยการสูญเสียพลังงานที่เกิดขึ้นนั้น สามารถวัดได้จากการทดลอง และเป็นอัตราส่วนโดยตรงกับสภาพยอม

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (7)$$



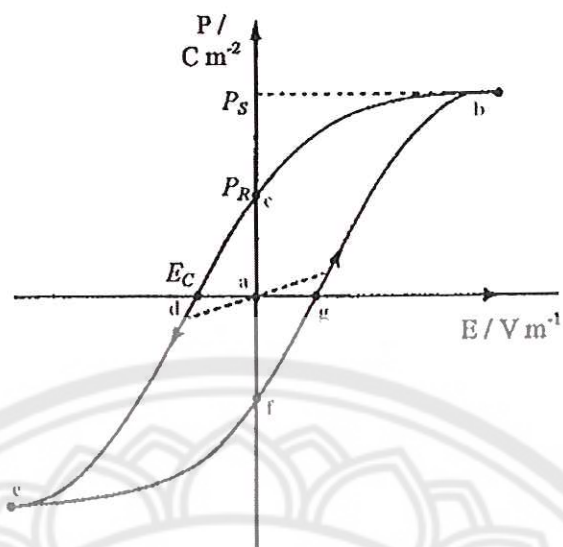
ภาพ 4 ความต่างเฟสระหว่างกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) ของวัสดุไดอิเล็กทริก

(a) กรณีไม่มีการสูญเสียพลังงาน (b) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน

ในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกการสลับทิศทางของไดโพลตามความถี่ของแหล่งกำเนิด ได้ความสัมพันธ์ระหว่างการโพลาไรเซชันและสนามไฟฟ้า (Polarization versus field) ซึ่งความสัมพันธ์จะพบในรูปของวงรอบฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ดังภาพ 5

เมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไปครั้งแรกการเกิดโพลาไรเซชันเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งถึงจุดอิ่มตัว (saturation polarization) คือจุด b ซึ่งการเกิดโพลาไรเซชันมีค่ามากที่สุด ไดโพลทั้งหมดจะเรียงตัวขนานกัน และหากเพิ่มสนามไฟฟ้าไปมากกว่านั้น ก็ไม่มีผลต่อการเกิดโพลาไรเซชัน เมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าลดลงแทนที่การโพลาไรเซชันจะถอยกลับไปตามเส้นทางเดิมเหมือนตอนเริ่มต้น ( $P = 0$ ) แต่กลับไปสู่ทิศทางที่แตกต่างกัน แม้ว่าจะไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ( $E = 0$ ) แก้ววัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกก็ตาม แต่ยังคงมีโพลาไรซ์หลงเหลืออยู่ หรือรีมานนท์ โพลาไรเซชัน (remanent value:  $P_r$ ) ที่จุด c ถ้าเราต้องการกำจัดโพลาไรเซชันที่ยังหลงเหลืออยู่ เราต้องให้สนามไฟฟ้าย้อนกลับทิศทางเดิม (นั่นคือ  $-E$ ) โพลาไรเซชันจะลดลงสู่ศูนย์ที่จุด d ซึ่งเรียกจุดนี้ว่าสนามโคเออร์ซีฟ (coercive field:  $E_c$ ) ถ้าเราพยายามให้สนามไฟฟ้าในทิศทางลบนี้สูงขึ้นอีก ในที่สุดก็จะถึงจุดอิ่มตัว ที่จุด c ขั้วไดโพลทั้งหมดชี้ไปทางขวา เมื่อถึงขั้นตอนนี้ ถ้าไม่ป้อนกระแสไฟฟ้าให้กับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก แล้วปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาไรเซชันเพิ่มขึ้นไปทางขวา ยังจุด f เพื่อให้ครบวงจร ต้องป้อนกระแสไฟฟ้าอีกครั้งในทิศทางบวก โพลาไรเซชันจะกลับสู่ศูนย์ที่จุด g และในที่สุดก็จะมุ่งไปสู่จุดอิ่มตัวที่จุด b [16, 18]

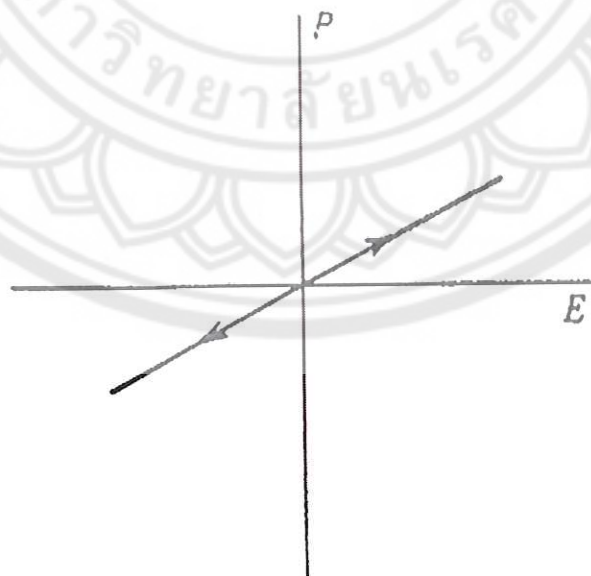




ภาพ 5 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก

#### พาราอิเล็กทริก (Paraelectric)

เฟสพาราอิเล็กทริกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิเฟสเฟอร์โรอิเล็กทริกและเฟสแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก [17] ซึ่งสารพาราอิเล็กทริกจะประพฤติตัวเป็นฉนวนตามปกติ มีโครงสร้างที่สมมาตร จึงไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันได้ด้วยตนเอง เมื่อมีการป้อนสนามไฟฟ้าให้กับสารพาราอิเล็กทริก ทำให้เกิดโพลาไรเซชันขึ้น แต่เมื่อหยุดป้อนสนามไฟฟ้าเข้าไป ผลก็คือไม่มีการเกิดโพลาไรเซชันขึ้นอีก ซึ่งเขียนความสัมพันธ์ได้ดังภาพ 6

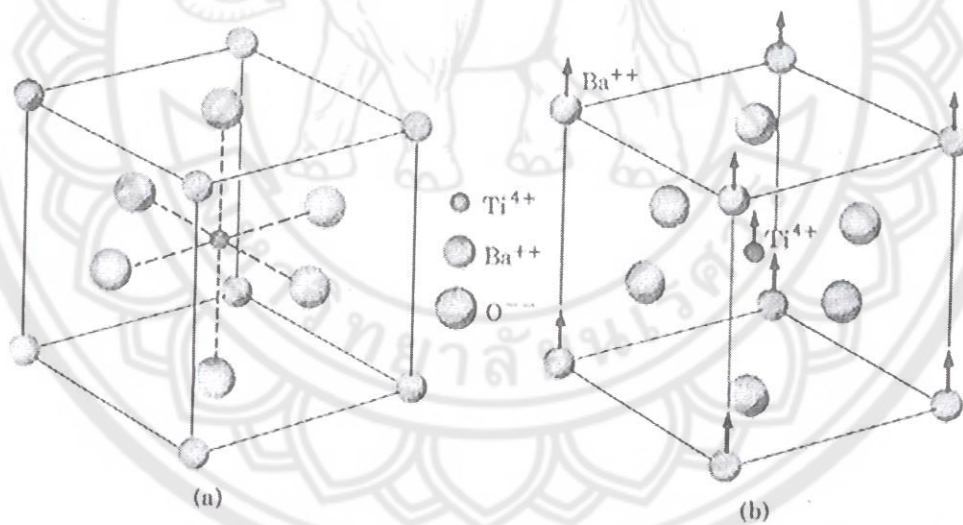


ภาพ 6 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าในของสารพาราอิเล็กทริก

### เพอโรฟสไกต์เฟอร์โรอิเล็กทริก (perovskite ferroelectric)

เพอโรฟสไกต์เฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นกลุ่มใหญ่ที่สุดในบรรดาเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยกันและมีโครงสร้างพื้นฐานเป็นเพอโรฟสไกต์ ซึ่งมีสูตรโครงสร้างว่า " $ABO_3$ " [19] ซึ่งโครงสร้างนี้สามารถอธิบายด้วยโครงสร้างคิวบิกอย่างง่ายได้ โดยธาตุ  $A$  ซึ่งเป็นแคตไอออน (cation) ที่มีขนาดใหญ่ที่สุด จะอยู่ที่ตั้งอยู่ที่มุมของ 8 ของรูปทรงคิวบิก ตัวอย่างเช่น Pb, Ca, Ba, Sr, Na และ K เป็นต้น ส่วนธาตุ  $B$  อยู่ที่ใจกลางของรูปออกตะฮีดรอล (octahedral) เป็นแคตไอออนที่มีขนาดเล็กที่สุด ได้แก่ Ti, Zr, Nb, Ta, W ฯลฯ และสุดท้ายแอนไอออน (anions) ของออกซิเจนทั้ง 6 ตัวจะอยู่ที่บริเวณกึ่งกลางผิวหน้า (face center) ของด้านรูปทรงคิวบิกทั้ง 6 ด้าน ตัวอย่างสารประกอบที่มีโครงสร้างผลึกแบบเพอโรฟสไกต์ เช่น  $BaTiO_3$ ,  $PbTiO_3$ ,  $PbZrO_3$ ,  $NaNbO_3$  และ  $SrTiO_3$

ในแบเรียมไททาเนต ซึ่งเป็นสารที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิดแรก มี  $Ba^{2+}$  เป็นแคตไอออนขนาดใหญ่ ตั้งอยู่ที่มุมทั้ง 8 ของกล่อง ส่วนแคตไอออน  $B$  เป็น  $Ti^{2+}$  มีขนาดเล็กที่สุด อยู่ที่ศูนย์กลางของกล่อง และถูกล้อมรอบด้วยแอนไอออนทั้ง 6 ที่อยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางผิวหน้าและถูกเชื่อมโยงเป็นทรงออกตะฮีดรอลภายในกล่อง ดังภาพ 7



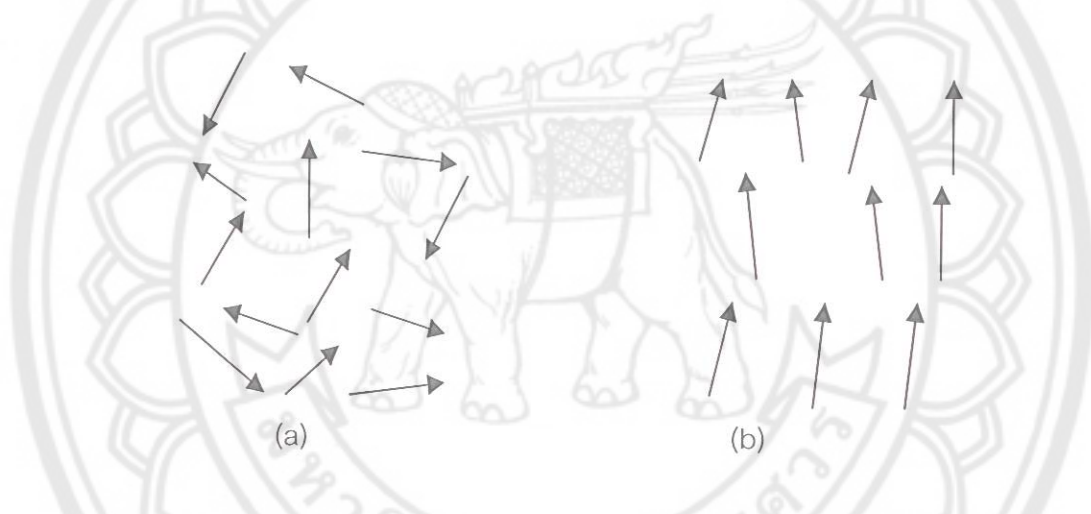
ภาพ 7 หน่วยเซลล์แบบเพอโรฟสไกต์ ( $ABO_3$ ) ของแบเรียมไททาเนต

เป็นที่ทราบกันแล้วว่า หากสารเฟอร์โรอิเล็กทริกได้รับอุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคูรีของสารนั้นแล้ว สารดังกล่าวจะกลายเป็นพาราอิเล็กทริก โดยผลึกมีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ ผลที่ตามมาคือ สารจะไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้ และเมื่อลดอุณหภูมิดังกล่าวลงให้ต่ำกว่า

อุณหภูมิคูรี สารดังกล่าวจะมีการเปลี่ยนสภาพจากพาราอเล็กทริกไปเป็นเฟโรอเล็กทริกเช่นเดิม ทำให้ที่ตำแหน่งศูนย์กลางมีการเปลี่ยนตำแหน่ง และโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกจะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกที่ไม่มี ความสมมาตรกับศูนย์กลาง ตัวอย่างโครงสร้างดังกล่าว เช่น เทตระโกนัล (Tetragonal) รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) หรือโมนอคลีนิก (monoclinic)

### โพลาไรเซชัน (Polarization)

เมื่อเราพิจารณาสารเซรามิก ที่ประกอบด้วยผลึกก้อนเล็กๆ ที่มีทิศทางของไดโพลต่างกัน การที่ได้ ไดโพลไม่เรียงตัวเป็นระเบียบนี้ ทำให้เซรามิกไม่สามารถวัดค่าพีซีอเล็กทริกได้แต่เมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าเข้าไปในสารตัวอย่าง หรือการสร้างขั้วให้แก่สาร (poling) นี้จะทำให้เกิดโพลาไรเซชัน หรือไดโพลภายในเนื้อ สารอยู่ในทิศทางใกล้เคียงกัน หรือทิศทางเดียวกันกับทิศทางของสนามไฟฟ้าที่เข้าไป ดังภาพ 8 เพื่อเพิ่ม สมบัติการเป็นพีซีอเล็กทริก และสมบัติทางไฟฟ้าด้วย [16]



ภาพ 8 ไดโพลภายในเนื้อสาร (a) ก่อนทำการ poling และ (b) หลังทำการ poling

### สมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric property)

วัสดุไดอิเล็กทริก เป็นชนิดหนึ่งของฉนวนซึ่งไม่นำไฟฟ้า และยังสามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้อีกด้วย [19] ซึ่งค่าความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้าของสารไดอิเล็กทริก เรียกว่า ค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance) เมื่อใส่สนามไฟฟ้าแก่สารไดอิเล็กทริก สารไดอิเล็กทริกจะเกิด polarization ขึ้นซึ่งเท่ากับ ค่าผลรวมของโพลาไรเซชันต่อหน่วยปริมาตร (net polarization/unit volume) ซึ่งถ้าค่า polarization สูงก็ จะส่งผลให้สารไดอิเล็กทริกมีค่า capacitance สูงตามไปด้วย โดยสมบัติทางไดอิเล็กทริกมีพารามิเตอร์ที่ เกี่ยวข้องทั้งหมด 3 ตัว คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity:  $\epsilon_r$ ) ความคงทนไดอิเล็กทริก (dielectric strength) และค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก (dielectric loss)



### ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity: $\epsilon_r$ )

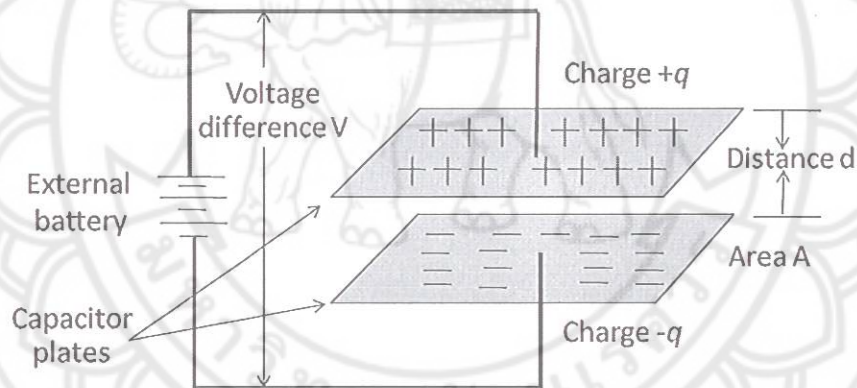
พิจารณาตัวเก็บประจุอย่างง่ายคือ แผ่นขนานที่ทำด้วยโลหะโดยวางห่างกันด้วยระยะ  $d$  พื้นที่ของแผ่นเท่ากับ  $A$  ดังแสดงในภาพ 9 ระหว่างแผ่น ขนานเป็นสุญญากาศ เมื่อมีศักย์ไฟฟ้า  $V$  คร่อมแผ่นขนาน โดยที่แผ่นโลหะแผ่นประจุ  $+Q$  และอีกแผ่นหนึ่งจะเป็นประจุ  $-Q$  ค่าประจุนี้จะเป็นสัดส่วนกับ  $V$  ดังสมการ 8 [4]

$$Q = CV \quad (8)$$

หรือ

$$C = \frac{Q}{V} \quad (9)$$

เมื่อ  $C$  คือ (capacitance) มีหน่วยเป็น คูลอมบ์ต่อโวลต์ ( $C/V$ ) หรือ ฟารัด ( $F$ )



ภาพ 9 ตัวเก็บประจุแผ่นขนาน

ความจุไฟฟ้าบอกถึงความสามารถในการกักเก็บประจุ ยิ่งมีความจุไฟฟ้ามากเท่าใดยิ่งเก็บประจุได้มากเท่านั้น ถ้าหากตัวเก็บประจุมีขนาดพื้นที่ขนานมากกว่าระยะห่างระหว่างแผ่นขนานมากๆ จะได้ว่าความจุไฟฟ้ามีค่าดังสมการ (10)

$$C = \frac{\epsilon_0 A}{d} \quad (10)$$

$\epsilon_0$  คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (permittivity) ในสุญญากาศ มีค่า

$$8.854 \times 10^{-12} \text{ ฟารัดต่อเมตร } F/m$$

A คือ พื้นที่ของไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นตารางเมตร ( $m^2$ )

C คือ ค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยเป็นฟารัด (F)

d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นเมตร (m)

ในกรณีที่มีสารไดอิเล็กทริกวางอยู่ระหว่างแผ่นขนาน ความจุไฟฟ้าจะมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นจำนวนเท่าซึ่งเท่ากับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity) หรือที่เรียกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ของเซรามิก ดังสมการ 11

$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 A}{d} \quad (11)$$

เมื่อ  $\epsilon_0$  คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Permittivity) ในสุญญากาศ โดยมีค่าประมาณ  $8.854 \times 10^{-12}$  ฟารัดต่อเมตร

การมีสารไดอิเล็กทริกอยู่ในตัวเก็บประจุจะช่วยเพิ่มพลังงานสะสมในตัวเก็บประจุให้สามารถสร้างตัวเก็บประจุขนาดเล็กแต่ความจุไฟฟ้าสูงได้ ความคงทนไดอิเล็กทริก (Dielectric strength) ความคงทนไดอิเล็กทริก เป็นสมบัติสำคัญอย่างหนึ่งในการประเมินคุณภาพของไดอิเล็กทริกเป็นปริมาณที่บ่งบอกถึงความทนทานต่อความต่างศักย์ของไดอิเล็กทริก ความคงทนไดอิเล็กทริกมีค่าเท่ากับศักย์ไฟฟ้าสูงสุดที่ไดอิเล็กทริกยังคงใช้งานได้ โดยปราศจากความเสียหายต่อความยาวหนึ่งหน่วย ถ้าวัสดุไดอิเล็กทริกถูกบ่อนด้วยค่าความต่างศักย์ที่สูงมากๆ อาจจะทำให้แฟกเตอร์สูญเสียพลังงาน (Energy loss factor) ถ้าบ่อนความต่างศักย์ไฟฟ้าให้แก่ สารไดอิเล็กทริกที่ไม่มีการสูญเสียพลังงานเลย ศักย์ไฟฟ้าซึ่งมีรูปคลื่นแบบซายน์แบบเดียวกับไฟฟ้ากระแสสลับ กระแสไฟฟ้าจะนำหน้าศักย์ไฟฟ้าซึ่งมีรูปคลื่นแบบซายน์แบบเดียวกับไฟฟ้ากระแสสลับ กระแสไฟฟ้าจะนำหน้าศักย์ไฟฟ้าอยู่ 90 องศา แต่ในความเป็นจริงนั้น สำหรับไดอิเล็กทริกทั่วไป มุมต่างเฟสจะน้อยกว่า 90 องศา เสมอ ถ้าให้  $\theta$  คือค่ามุมที่นำไปลบออกจาก 90 องศา ปริมาณ  $\tan \theta$  จะหมายถึง แฟกเตอร์สูญเสียพลังงานในไดอิเล็กทริกของตัวเก็บประจุเมื่อใช้งานกับวงจรไฟฟ้ากระแสสลับ



## การซินเตอร์

### การซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง

การซินเตอร์ (sintering) คือ กระบวนการทางความร้อนที่ทำให้อนุภาคเกิดการสร้างพันธะกันอย่าง สมดุล โดยมีโครงสร้างหลักเป็นของแข็ง ที่พัฒนามาจากการเคลื่อนย้ายมวลลักษณะ ต่าง ๆ ที่มักจะ เกิดขึ้นในระดับของอะตอม การเกิดพันธะเชื่อมต่อกันดังกล่าวทำให้ระบบมีความแข็งแรงสูงขึ้นและมี พลังงานลดลง นอกจากนี้ยังอาจจะกล่าวได้ว่าการซินเตอร์นั้น หมายถึงการกำจัดรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาค ผงเริ่มต้น โดยอาศัยการหดตัวขององค์ประกอบที่เชื่อมอยู่ติดกันแล้วเกิดการเติบโตไปด้วยกัน โดยมีการ สร้างพันธะที่แข็งแรงระหว่างอนุภาคที่อยู่ติดกันขึ้นมาทุกชั้นตอนที่อยู่ระหว่างการเปลี่ยนสภาพชิ้นงานที่ ผ่านการอัดขึ้นรูป ไปเป็นโครงสร้างจุลภาคที่ประกอบด้วยรอยยึดเกาะกันของเกรนต่าง ๆ ล้วนแต่เป็นส่วน หนึ่งของขั้นตอนการซินเตอร์ทั้งสิ้น แรงขับเคลื่อนสำหรับการซินเตอร์นั้นได้มาจากการลดพื้นที่ผิวและพลังงาน ของพื้นผิวดังกล่าวโดยใช้ของแข็งที่เชื่อมยึดกันโดยมีพลังงานขอบเกรนแบบของแข็ง-ของแข็ง ( $\gamma_{gb}$ ) ที่ค่อนข้าง ต่ำเข้าไปแทนที่กลุ่มอนุภาคผงที่ยึดกันอยู่อย่างหลวม ๆ ซึ่งจะมีพลังงานพื้นผิวแบบของแข็ง-ไอ ( $\gamma_{sv}$ ) ที่สูง มาก ด้วยเหตุนี้เองการผลิตเซรามิกส่วนใหญ่จึงนิยมเลือกใช้อนุภาคผงตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็ก เนื่องจากอนุภาคผงที่มีขนาดเล็กเท่าไรก็จะมีพื้นที่ผิวมากขึ้นเท่านั้น จึงทำให้ระบบมีแรงขับเคลื่อนสำหรับการ ซินเตอร์ที่สูงขึ้นตามไปด้วย ทำให้ชิ้นงานสามารถเกิดการแน่นตัวได้ดี จึงมีความหนาแน่นสูง หรือทำให้ สามารถใช้คุณสมบัติในการเผาที่ต่ำลงได้ [20]

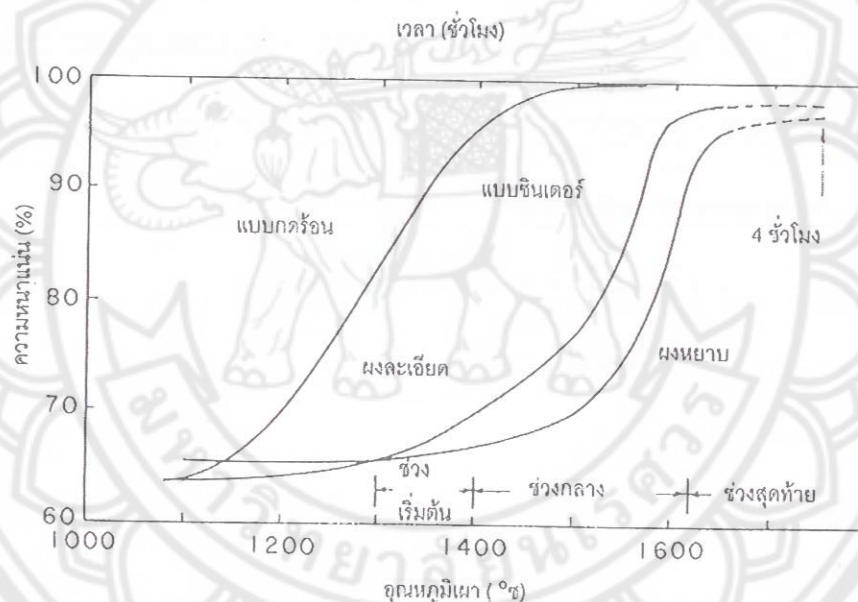
การหดตัวของชิ้นงานเซรามิกขณะที่ทำการซินเตอร์สามารถตรวจสอบได้จากการวัดขนาดหรือหา ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ และเวลาในการเผา ดังเช่น ตัวอย่าง ของพฤติกรรมของการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง (solid - state sintering ) ทั่ว ๆ ไป ที่แสดงดังภาพ 10 ซึ่ง ประกอบไปด้วย ขั้นตอนหลักที่มีความคาบเกี่ยวต่อเนื่องกันอยู่คือ

1. การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial sintering) จะเกี่ยวข้องกับ การจัดเรียงตัวกันใหม่อีกครั้งหนึ่งของ อนุภาคผงภายในชิ้นงานและการเกิดพันธะที่แข็งแรง หรือคอ (neck) ขึ้นมาที่บริเวณจุดสัมผัส ระหว่างอนุภาคผง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานในช่วงนี้อาจจะเพิ่มขึ้นจาก 0.5 ไปถึง 0.6 ได้ ส่วนใหญ่ก็เนื่องมาจากการที่อนุภาคผงมีการแพ็คตัวกันมากยิ่งขึ้นนั่นเอง ภาพ 11 (b) การซินเตอร์ ช่วงกลาง (intermediate sintering) เป็นช่วงที่ขนาดของคอเริ่มโตขึ้นและปริมาณของความพรุนใน ชิ้นงานจะเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอนุภาคเริ่มเข้ามาใกล้ชิดติดกันมากยิ่งขึ้น ทำให้ชิ้นงาน เกิดมีการหดตัวลงอย่างชัดเจน เริ่มมีเกรนและขอบเกรนเกิดขึ้นพร้อมกับมีการเคลื่อนที่ของสิ่ง



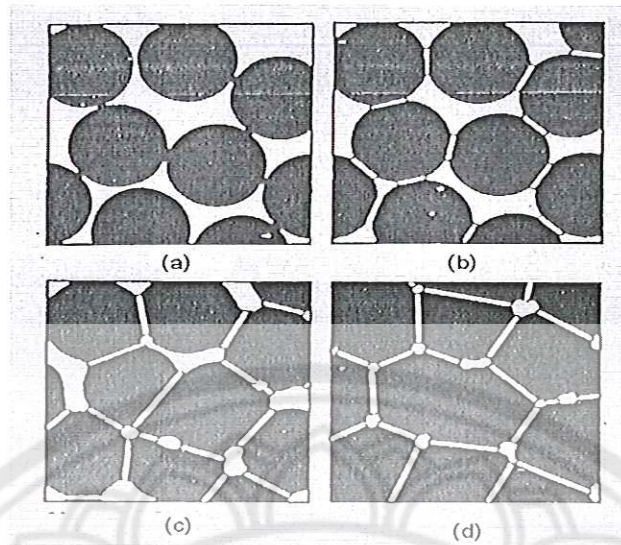
เหล่านี้ ทำให้เกิดมีการเติบโตของเกรนบางเกรนขึ้น ขึ้นตอนนี้จะดำเนินไปเรื่อย ๆ อย่างต่อเนื่องในขณะที่ช่องว่างของรูพรุนจะเริ่มเกิดการเชื่อมต่อกัน (พวกรูพรุนเปิด) และจะสิ้นสุดพฤติกรรมนี้ในทันทีเมื่อรูพรุนเกิดการแยกตัวหลุดออกไปอยู่ต่างหาก (พวกรูพรุนปิด) การหดตัวของชิ้นงานจะเกิดขึ้นมากที่สุดในการซินเตอร์ช่วงกลางนี้ และอาจจะทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานมีค่าสูง(ภาพ 11 (c))

2. การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย(final stage sintering) เป็นช่วงที่รูพรุนในชิ้นงานเริ่มปิดตัวเองลงและค่อย ๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากชิ้นงานอย่างช้า ๆ โดยอาศัยกลไกการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาตามแนวของขอบเกรน แล้วหลุดออกไปจากผิวของชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้ชิ้นงานเกิดการแน่นตัวเพิ่มขึ้นจากเดิมอีกเล็กน้อย ขนาดของเกรนจะเพิ่มขึ้นในการซินเตอร์ช่วงสุดท้ายนี้ ภาพ 12 (d)



ภาพ 10 พฤติกรรมการซินเตอร์แบบสถานะของแข็งทั่ว ๆ ไปในรูปของความสัมพัทธ์

ระหว่างความหนาแน่นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา



ภาพ 11 พัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการซินเตอร์แบบสถานะของแข็ง

- (a) อนุภาคฝังยึดกันอยู่แบบหลวมๆ หลังการอัดขึ้นรูป
- (b) การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น
- (c) การซินเตอร์ช่วงกลาง และ
- (d) การซินเตอร์ช่วงสุดท้าย

#### การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว

การซินเตอร์แบบมีเฟสของเหลว (liquid phase sintering) เป็นกระบวนการเผาซินเตอร์ที่มีองค์ประกอบหนึ่งของวัสดุเกิดการหลอมเหลวขึ้นจนกลายเป็นของเหลวในระหว่างที่มีการซินเตอร์ ซึ่งเป็นกระบวนการอันหนึ่งที่นิยมใช้ในการผลิตเซรามิก ด้วยการใช้อุณหภูมิเผาซินเตอร์ที่ต่ำลง เนื่องจากโดยปกติแล้ววัสดุพวกเซรามิกส่วนใหญ่จะมีจุดหลอมเหลวที่สูงมากบางชนิดอาจสูงถึงประมาณ 1300 องศาเซลเซียส ทำให้ต้องมีการใช้พลังงานที่สูงมากในการเผาซินเตอร์ผลิตภัณฑ์เหล่านี้และมีเตาไฟอยู่ไม่กี่ประเภทที่สามารถใช้งานภายใต้เงื่อนไขนี้ได้ นอกจากนี้ นี่ยังเป็นการเลี่ยงต่อการเกิดปัญหาเรื่องปฏิกิริยาระหว่างสารในภาชนะที่หลอมตัว กับภาชนะเองได้ง่ายอีกด้วย ดังนั้นจึงมีการพัฒนาเทคนิคการผลิตเซรามิกเหล่านี้ที่อุณหภูมิต่ำลงด้วยการใช้สารช่วยหลอมหรือฟลักซ์ (fluxes) ซึ่งเป็นอนุภาคผงที่เติมลงไปเพื่อทำหน้าที่ช่วยให้ชิ้นงานเกิดการหลอมเหลวที่ต่ำกว่าสาร



องค์ประกอบหลักของผลึกภัณฑ์มาก จึงเกิดเป็นเฟสที่เป็นของเหลวให้เคลื่อนย้ายที่ในระหว่างการขึ้นเต๋อ์ ได้รวดเร็วยิ่งขึ้น

กระบวนการขึ้นเต๋อ์แบบมีเฟสของเหลวมีอยู่สองระบบคือ

1. ระบบที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อขึ้นงานได้รับความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิของการขึ้นเต๋อ์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นและคงสภาพอยู่ตลอดช่วงของการขึ้นเต๋อ์และเมื่อขึ้นงานเริ่ม เย็นตัวลงเฟสที่เป็นของเหลวนี้จะเกิดการแข็ง ตัวแยกเฟสอยู่ในชิ้นงาน
2. ระบบที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันเมื่อขึ้นงานได้รับความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิของการขึ้นเต๋อ์จะมีเฟสที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นแล้วค่อย ๆ หายไปช้า ๆ ด้วยการละลายลงไปอยู่ในเมทริกซ์ของชิ้นงาน

กระบวนการขึ้นเต๋อ์ที่มีเฟสของเหลวประกอบด้วย 4 ระยะหลักดังนี้

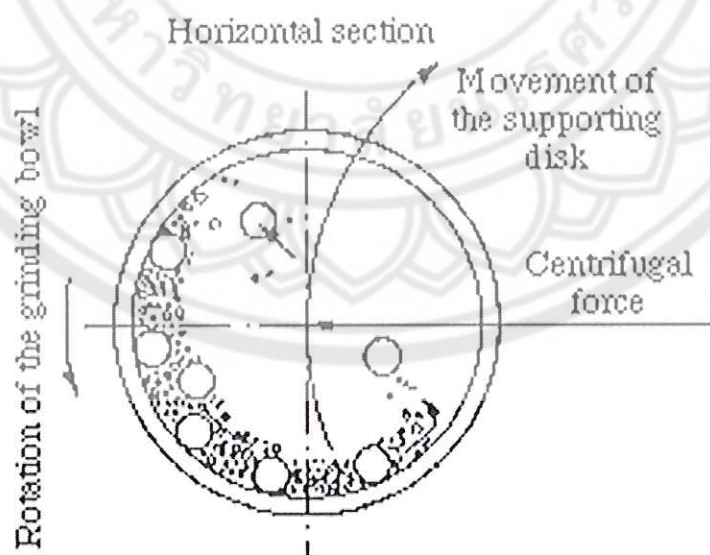
1. ระยะที่อนุภาคมีการจัดเรียงตัวกันใหม่ (particle rearrangement stage) หลังจากที่มีการหลอมเหลวเกิดขึ้นอนุภาคของแข็งจะถูกแรงดันรูเล็กจากของเหลวดึงเข้าหากัน ทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวอย่างรวดเร็ว และมีการกำจัดรูพรุนออกไปจากชิ้นงาน
2. ระยะที่อนุภาคมีการแยกออกจากกันแล้วเกิดการตกตะกอนซ้ำ (dissolution reprecipitation stage) มีหลายกรณีที่อนุภาคของแข็งสามารถละลายในเฟสที่เป็นของเหลวได้ในระดับหนึ่ง ซึ่งความโค้งของอนุภาคของแข็งและความดัน ณ จุดสัมผัสระหว่างอนุภาคของแข็งจะช่วยทำให้เกิดมีการแยกออกจากกันของอนุภาคได้ เมื่อเกิดมีการละลายขึ้น ตัวถูกละลายจะแพร่เข้าสู่จุดที่มีความโค้งตรงกันข้ามภายในโครงสร้างจุลภาค และเกิดการตกตะกอนจนทำให้เกรนบริเวณดังกล่าวมีขนาดโตขึ้นซึ่งตัวที่ตกตะกอนอาจจะไม่เป็นตัวเดียวกับกับอนุภาคของแข็งเริ่มต้นก็ได้แต่อาจจะเป็นตัวใหม่ที่มีองค์ประกอบของทั้งที่ได้จากเฟสที่เป็นของแข็งและที่เป็นของเหลวอยู่รวมกัน ซึ่งการตกตะกอนในลักษณะดังกล่าวนี้จะทำให้ปริมาณเฟสของเหลวที่เกิดขึ้นในระบบลดลงขณะที่มีการตกตะกอน
3. ระยะที่ของเหลวมีการสมานลักษณะ (liquid assimilation) ในบางกรณีของเหลวจะเข้าไปปะปนอยู่ร่วมกับเฟสที่เป็นของแข็งได้โดยตรงด้วยการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีหรืออาจจะเข้าไปแทรกอยู่ด้วยแรงกล จนทำให้เกิดการเป็นของแข็งที่อยู่ในรูปของสารละลายของแข็งที่เกิดจากการดูดซับของเหลวหรือเกิดเฟสใหม่ที่ตกผลึกมาจากสารที่เกิดการหลอม
4. ระยะที่มีการเติบโตของเกรนในสถานะของแข็ง (solid state grain growth stage) เมื่อของเหลวถูกรีดออกมาจากอนุภาคที่อัดกันแน่น หรือมีการแพร่ซึมเข้าไปอยู่ภายในของแข็งจะทำให้เกิดมีขอบ



เกรนปรากฏขึ้นมา ซึ่งถ้าหากระบบยังมีการซินเตอร์อยู่ก็จะมีพฤติกรรมการเติบโตของเกรนเป็นขั้นตอนหลักที่คอยควบคุมพฤติกรรมของการซินเตอร์ต่อไป

### การบดย่อยด้วยลูกบอล (Ball milling)

เป็นกระบวนการบดย่อยอนุภาคของวัสดุที่อาศัยการหมุนหม้อบด ซึ่งเป็นแท่งกลวงทรงกระบอกที่มีฝาปิด-เปิดได้อยู่ที่ปลายด้านหนึ่ง ในแนวนอน หม้อบดส่วนใหญ่ที่นิยมใช้งานกันในระดับห้องปฏิบัติการมักจะทำด้วยกระป๋องพลาสติกแบบง่าย ๆ ที่มาสารรถำจัดเศษพลาสติกที่ปนเปื้อนมากับการบดย่อยได้ด้วยการเผาที่อุณหภูมิต่ำ หรือในบางกรณีก็จะใช้หม้อบดเซรามิกที่ทำด้วยพอร์ซเลน ก่อนที่จะทำการหมุนหม้อบดจะต้องมีการใส่วัสดุที่บดที่ต้องการจะลดขนาด หรือที่เรียกกันว่า ประจุ (charge) พร้อมกับลูกบอล (ball) หรือลูกบด (grinding media) และสารเติมแต่งอื่น ๆ เช่น สารเจือ หรือสารช่วยหล่อลื่น เป็นต้น ลงไปในปริมาณที่เหมาะสมกับขนาดของหม้อบดโดยจะต้องพยายามปรับอัตราส่วนขององค์ประกอบเหล่านี้ในหม้อบด ให้ระบบทั้งหมดสามารถเกิดพฤติกรรมการบดย่อย กล่าวคือ ลูกบดจะต้องมีการเคลื่อนที่คล้าย ๆ กับตัวอักษร D โดยมีการเคลื่อนที่ไล่เลียงกันจากตำแหน่ง B ขึ้นไปจนถึงตำแหน่ง A แล้วตกลงมากระทบกับวัสดุด้านล่าง จากนั้นก็มีการหมุนเบียดเสียดกัน และมีการเลื่อนไหลเป็นวัฏจักรเช่นนี้เรื่อยไป ทำให้อนุภาคของวัสดุบดมีขนาดลดลง เนื่องจากถูกกระทบด้วยลูกบด ถูกขัดสีระหว่างลูกบด และระหว่างลูกบดกับผนังของหม้อบด ในขณะที่พฤติกรรมต่าง ๆ เหล่านี้สามารถช่วยทำให้ขนาดของอนุภาคลดลง การเกิดสิ่งเจือปนก็อาจจะเพิ่มขึ้นในขั้นตอนเหล่านี้เช่นกันไม่ว่าจะเป็นชิ้นส่วนของลูกบด หรือผนังของหม้อบดที่สึกกร่อนหลุดปะปนเข้ามาด้วย [21, 22]

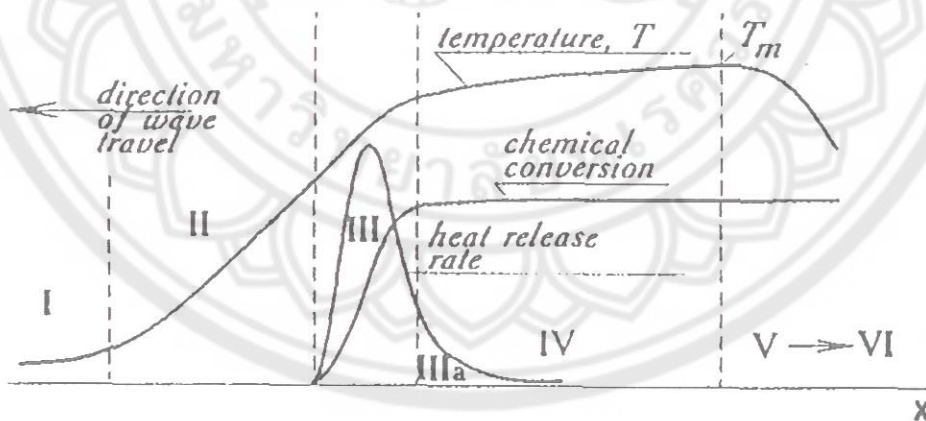


ภาพ 12 ภาพตัดขวางแสดงองค์ประกอบหลักของการบดย่อยด้วยลูกบอล (ball-milling) และแสดงลักษณะพฤติกรรมการบดย่อยแบบเลื่อนหล่นกันไป (cascading)

## การเตรียมเซรามิกด้วยวิธีการเผาไหม้

การใช้ประโยชน์จากการปลดปล่อยพลังงานความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีในขั้นตอนการผลิตมีการใช้กันมานานแล้วตั้งแต่ศตวรรษที่ผ่านมา เมื่อ Beketov และ Goldshmidt ได้ค้นพบ self-sustaining thermite reaction ซึ่งต่อมาได้ใช้หลักการจุดระเบิดของปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการผลิตอย่างมากมาย เช่น ในกระบวนการผลิตเตาหลอมเหล็ก การผลิตเฟอร์โรอัลลอย ฯลฯ อย่างไรก็ตามการพัฒนาทฤษฎีการเผาไหม้ (combustion) ยุคใหม่ไม่ได้มีรูปแบบอย่างที่เคยปฏิบัติมาในปี ค.ศ.1930-1940 สำหรับแก๊ส และปี ค.ศ.1950-1960 สำหรับของเหลว ในปี ค.ศ.1967 ได้มีการค้นพบปรากฏการณ์จุดระเบิดของแข็ง ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะได้ผลผลิตในสถานะของแข็ง และการพัฒนาวิธีการเผาไหม้บนพื้นฐานของ self-propagation high-temperature (SHS) ได้กระตุ้นให้เกิดการทดลองและการศึกษาทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเผาไหม้ของสารประกอบอนินทรีย์และวัสดุอย่างกว้างขวาง ซึ่งผลของข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้กลายเป็นพื้นฐานของเทคโนโลยีการเผาไหม้และการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม

กระบวนการเผาไหม้มีการใช้งานกันอย่างกว้างขวาง สำหรับวัสดุขั้นสูงและกระบวนการผลิตเพื่อการประหยัดพลังงาน ในปัจจุบันการควบคุมความเร็วของการจุดระเบิด อุณหภูมิ สัดส่วน และโครงสร้างของผลผลิตทำได้โดยการประยุกต์แนวคิดแผนใหม่ของทฤษฎีการเผาไหม้และโครงสร้างจลนพลศาสตร์มหันภาค ของปฏิกิริยาเคมี ซึ่งสามารถอธิบายกระบวนการทั่วไปของการเผาไหม้ ได้ดังภาพ 13



ภาพ 13 การเปลี่ยนแปลงของกระบวนการเผาไหม้



ช่วงที่หนึ่ง เป็นช่วงเริ่มต้นของปฏิกิริยา ช่วงที่สอง เป็นช่วงก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยา ซึ่งช่วงนี้จะไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้น แต่จะมีการถ่ายเทความร้อนเพิ่มมากขึ้น ช่วงที่สาม เป็นช่วงที่มีความสำคัญต่อโครงสร้างของวัสดุ โดยจะมีการปลดปล่อยพลังงานความร้อนออกมาเมื่อเกิดการจุดระเบิด และความร้อนที่ปลดปล่อยออกมานี้จะแพร่ไปสู่ช่วงต้นของช่วงที่สี่ คือ ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี (chemical conversion) ส่วนที่กว้างที่สุดของช่วงนี้ คือ ส่วนที่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสและโครงสร้างของวัสดุ ซึ่งขั้นตอนนี้จะเป็นตัวกำหนดโครงสร้างสุดท้ายและมีบทบาทสำคัญต่อสมบัติของวัสดุ ในช่วงที่ห้าของกระบวนการ เป็นช่วงที่วัสดุเกิดการเย็นตัว และในช่วงนี้อาจมีผลกระทบต่อโครงสร้างของวัสดุ ถ้าการเย็นตัวเกิดขึ้นอย่างช้าๆจะทำให้ได้โครงสร้างของวัสดุที่สมดุล ดังนั้นในกระบวนการเผาไหม้ อัตราการให้ความร้อนจะเป็นตัวกำหนดรูปแบบของการปลดปล่อยความร้อนและถ่ายเทความร้อนไปสู่ช่วงการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ส่วนคุณลักษณะของวัสดุที่ได้จะขึ้นอยู่กับเฟส โครงสร้าง เงื่อนไข และอัตราการเย็นตัวของวัสดุ [23-25]

ตารางที่ 1 สมบัติบางอย่างของสารเชื้อเพลิงที่ใช้ในปฏิกิริยาเผาไหม้

Properties	Organic component				
	Alanine	Glycine	Carbohydrazide	Urea	Citric acid
Structural formula	$\begin{array}{c} \text{COOH} \\   \\ \text{H}-\text{C}-\text{NH}_2 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{COOH}$	$\begin{array}{c} \text{NH}-\text{NH}_2 \\   \\ \text{O}=\text{C} \\   \\ \text{NH}-\text{NH}_2 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{NH}_2 \\   \\ \text{O}=\text{C} \\   \\ \text{NH}_2 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{COOH} \\   \\ \text{HO}-\text{C}-\text{COOH} \\   \\ \text{CH}_2-\text{COOH} \end{array}$
Molecular weight (g/mol)	80.1	90.1	75.1	60.1	192.1
Heat of combustion (kJ/g)	18.2	13.0	12.6	10.5	10.2
Decomposition temperature (°C)	314	262	153	135	175

#### เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลาย (non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับวิธาระบบโครงสร้างผลึก รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจการทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1 – 100 อังสตรอม การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิด ซึ่งหลักการดังกล่าวเหล่านี้เราจึงสามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้ [26]

1. ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ



2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสธาตุกัมมันตรังสีและที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชนอะตอม ทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่าง ๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้นเกิดภาวะเข้าสู่ปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลงปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นกระบวนการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกิน ในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนออกมาในลักษณะพัลส์ (Pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า "รังสีเอกซ์" ซึ่งแบ่งได้ 2 ชนิด ตามกระบวนการของการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินจากอะตอมบริเวณชั้นโคจรอิเล็กตรอน คือ

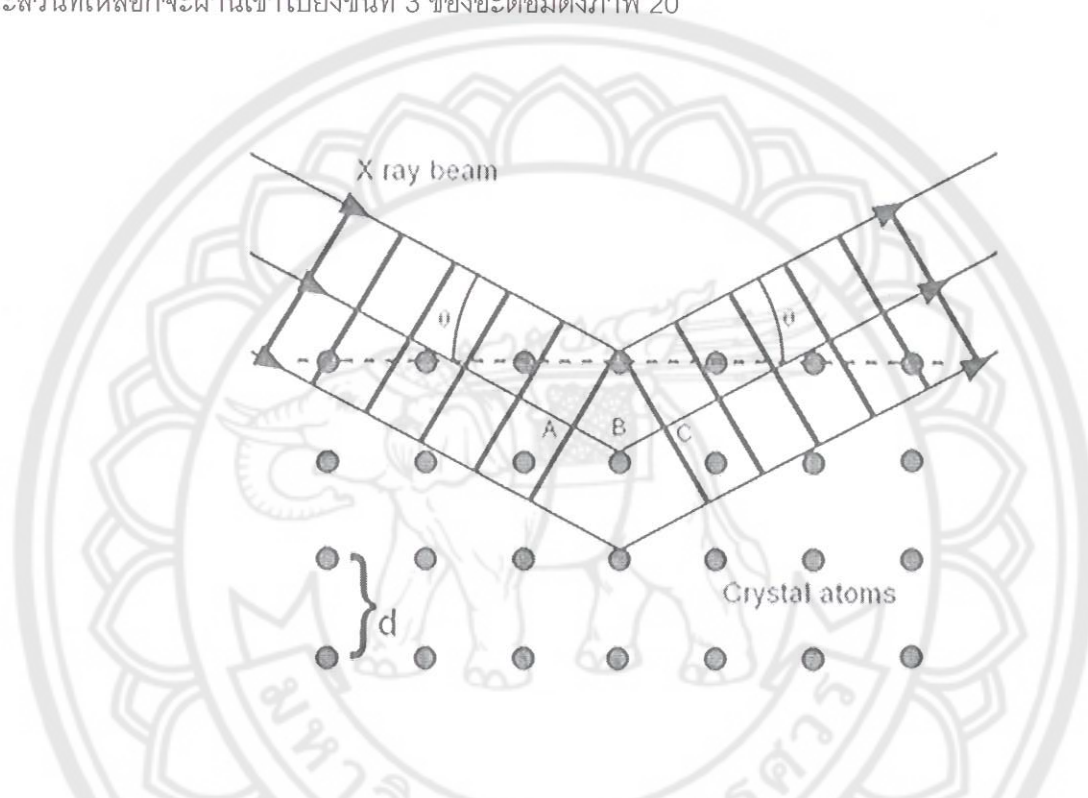
(1) รังสีเอกซ์เฉพาะตัว มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเดียว (monochromatic X-ray) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอน ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่น ๆ หรือโฟตอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม แล้วถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนชั้นในวงโคจรได้รับพลังงานเพิ่มสูงขึ้นกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นวงโคจร ทำให้หลุดจากวงโคจรเกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรชั้นใน ทำให้อะตอมอยู่ในภาวะที่ถูกกระตุ้นและจะลดระดับพลังงานลงสู่ภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรในชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นในด้วยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปรังสีเอกซ์ แล้วเข้ามาแทนที่ช่องว่างของวงโคจรชั้นใน พลังงานส่วนเกินนี้จะมีค่าเท่ากับความต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะวงโคจรของอิเล็กตรอน และชนิดของธาตุนั้น ๆ จึงมีพลังงานเฉพาะค่า

(2) รังสีแบบต่อเนื่อง มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุด ถึงสูงสุด ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องเกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่สนามคูลอมบ์ (Coulomb field) บริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตย์บริเวณดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา

ก่อนที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับสนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียสที่เกิดจากประจุของอะตอม อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานบางส่วน อันเนื่องจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ดังนั้นพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น จึงมีค่ากระจายต่อเนื่องจากพลังงานต่ำสุดถึงสูงสุดของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ถ้าอิเล็กตรอนปฐมภูมิมีพลังงานสูงพอที่จะกระตุ้นให้อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมหลุดออกได้ก็จะเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะค่าปะปนซ้อนอยู่กับสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องด้วยเสมอ

การปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาที่ความยาวคลื่นใด ๆ ขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่คายออกมา ซึ่งความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดเกิดจากการที่อิเล็กตรอนคายพลังงานที่ได้รับมาทั้งหมดจากแหล่งกำเนิดโดยไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าหมายที่ใช้

เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม  $\theta$  บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนจะกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอมดังภาพ 20



ภาพ 14 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กันลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เมื่อปี ค.ศ. 1912 แบรกก์ได้ยิงลำรังสีเอกซ์แคบ ๆ กระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม  $\theta$  เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิงเมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอม O, P และ R ถ้า



$$SQ + QT = n\lambda \quad (12)$$

เมื่อ  $n$  คือ จำนวนเต็ม รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในเฟสที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

$$SQ = QT = d \sin\theta \quad (13)$$

เมื่อ  $d$  คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก เขียนสมการใหม่ได้ว่า

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (14)$$

เรียกสมการนี้ว่า สมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ซึ่งมีประโยชน์มาก สำหรับการศึกษามีโครงสร้างเป็นระเบียบ เช่น สารที่มีโครงสร้างเป็นผลึกเดี่ยว (single crystal) และผลึกเชิงซ้อน (polycrystalline) เพราะในสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเรียงตัวของอะตอมเป็นลักษณะเฉพาะ เมื่อเราทราบถึงค่ามุมที่เกิดการเลี้ยวเบนไปของรังสีเอกซ์เมื่อชนกับอะตอมของสาร เราจะทราบถึงระยะห่างระหว่างแต่ละอะตอมของสารนั้น ๆ จึงเป็นประโยชน์อย่างมากในการวิเคราะห์หาชนิดของสาร (qualitative analysis) รวมไปถึงสมบัติทางกายภาพของสารนั้น ๆ อีกด้วย การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ  $c$ ,  $a$  และค่าอัตราส่วน  $c/a$  สามารถกระทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน และจากสมการที่ (15)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (15)$$

ในระบบเทตระโกนัลนั้น ค่าแลตทิซ  $a$  มีค่าเท่ากับแลตทิซ  $b$  แต่ไม่เท่ากับแลตทิซ  $c$  ( $a = b \neq c$ ) ดังนั้น จากสมการที่ (15) เขียนใหม่ได้เป็น

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (16)$$

หรือ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = (h^2 + k^2) + \frac{l^2}{(c/a)^2} \quad (17)$$

สำหรับเลตไททานเตสามารถคำนวณหาค่าอัตราส่วน  $c/a$  ได้โดยนำค่า  $d$ -spacing  $d_{002}$  และ  $d_{200}$  มาคำนวณตามสมการ (18)

$$c/a = \frac{d_{002}}{d_{200}} \quad (18)$$



## กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบทั้งแบบใช้แสงธรรมดาและใช้รังสีแบบอื่น ๆ มีข้อจำกัดในการขยายภาพ เพราะกำลังขยายและกำลังแยกนอกจากจะขึ้นกับลักษณะของเลนส์แล้ว ยังขึ้นอยู่กับความยาวคลื่นของแสงที่ใช้อีกด้วย กล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบสามารถมีกำลังแยกขณะขณะส่องดูวัตถุขนาดเล็กสุดได้เพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น ส่วนกำลังขยายรวมก็ไม่เกิน 2,000 เท่า จึงยังมองเห็นวัตถุภายในเซลล์ที่มีขนาดเล็กเป็นจุด ไม่สามารถแยกรายละเอียดได้ว่าส่วนนั้นเป็นอะไร ต่อมาได้มีการนำเอาอิเล็กตรอนซึ่งมีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นของแสงมาก เข้ามาใช้ในกล้องจุลทรรศน์แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์แม่เหล็กแทนเลนส์กระจก เรียกกล้องดังกล่าวว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องที่ใช้ศึกษาโครงสร้างหรือองค์ประกอบพื้นผิวของเซลล์เนื้อเยื่อและวัตถุได้ โดยทำให้องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซลล์หรือวัตถุให้มีความเข้มของเงาแตกต่างกัน [27]

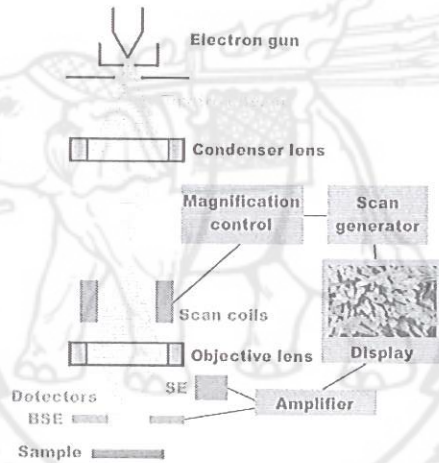
### หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลท์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบี่ยงล่างโดยแผ่นแอโนด (anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ  $10^{-5} - 10^{-7}$  ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่ปรับลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบี่ยงล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุ หรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (scan coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal) ชนิดต่าง ๆ ออกมา ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น คือ

(1) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image, SEI) หรือเป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอนโวลท์ เกิดที่พื้นผิวระดับไมลิก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ

(2) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image, BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

(3) สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M,...) ถูกกระตุ้น (excited) หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสถิตของโครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นวงโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ



ภาพ 15 องค์ประกอบและหลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ

ส่องกราด

สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้ โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (Plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดรอยต่อพีเอ็น (PN junction detector) หรือตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และในสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภทซิลิคอนลิเทียม (lithium drifted silicon, Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พลังงานของ



รังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งอุปกรณ์วิเคราะห์นั้นก็มีทั้งแบบช่องเดี่ยว (Single Channel Analyzer, SCA) และ อุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multi Channel Analyzer, MCA)

### การหาความหนาแน่น (Density)

ความหนาแน่น หมายถึง ค่ามวลต่อปริมาตรของวัสดุ ณ อุณหภูมิหนึ่งๆ หน่วยของค่าความหนาแน่นสามารถเป็นกรัมต่อมิลลิลิตร , กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร , ปอนด์ต่อลูกบาศก์ฟุต , กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร เป็นต้น สำหรับส่วนที่จะได้กล่าวถึงต่อไปนี้จะใช้ในหน่วยของกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีความสำคัญทางด้านเซรามิกอย่างยิ่งคือ การอาศัยค่าความหนาแน่นเป็นตัวชี้วัดถึงประสิทธิภาพในการอัดแน่นตัวของวัสดุในระหว่างขั้นตอนการขึ้นรูป ซึ่งสูตรที่ใช้ในการคำนวณนั้นยังสามารถนำไปสู่การหาค่าความพรุนของวัสดุได้อีกด้วย

การหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานนั้นอาศัยหลักการของอาร์คิมิดีสที่กล่าวไว้ว่า “เมื่อจุ่มของแข็งลงในของเหลวจะมีแรงพยุงเกิดขึ้นบนของแข็งนั้น โดยแรงพยุงที่เกิดขึ้นจะมีค่าเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ด้วยปริมาตรของของแข็ง” วิธีการนี้ทำได้โดยการหาค่ามวลของวัตถุในอากาศและขณะที่จุ่มอยู่ใน [28]

$$\text{ความหนาแน่น } \rho = \frac{W_a}{W_a - W_f} \cdot \rho_f \quad (19)$$

เมื่อ	$\rho$	คือ	ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
	$\rho_f$	คือ	ค่าความหนาแน่นของของเหลว มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
	$W_a$	คือ	น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัม
	$W_f$	คือ	น้ำหนักแห้งของชิ้นงานในของเหลว มีหน่วยเป็นกรัม

ส่วนการหาความหนาแน่นของของเหลวในกรณีที่เราทราบปริมาตรที่แน่นอนของของแข็งลงไปสามารถหาได้จาก

$$\rho_f = G / V \quad (20)$$

โดยที่	$G$	คือ	แรงพยุงที่เกิดขึ้นกับของแข็ง (หน่วยเป็นกรัม) หาได้จากน้ำหนักของชิ้นงานในอากาศลบด้วยน้ำหนักของชิ้นงานในของเหลว
	$V$	คือ	ปริมาตรของของแข็งที่จุ่มลงในของเหลว มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร



สำหรับการหาความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density):  $\rho_r$ ] นั้น สามารถคำนวณหาได้ตามสมการที่ (21)

$$\rho_r (\%) = \left( \frac{\rho_b}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad (21)$$

เมื่อ  $\rho_r$  คือ ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ มีหน่วยเป็นเปอร์เซ็นต์

$\rho_b$  คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

$\rho_{th}$  คือ ค่าความหนาแน่นในทฤษฎีของสาร มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

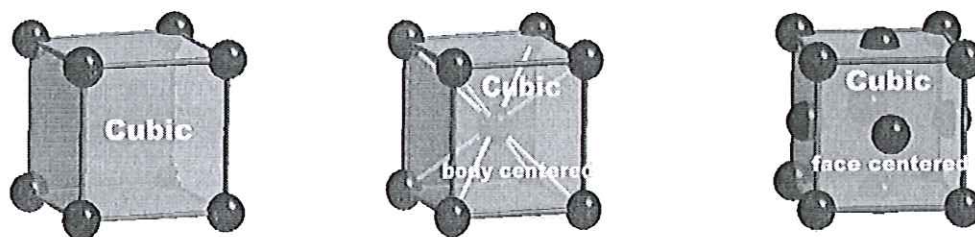
#### ระบบผลึก

เมื่อพิจารณาถึงหลักเกณฑ์ทางเรขาคณิตของระบบผลึกแล้ว จะสามารถแบ่งผลึกออกเป็น 7 ระบบโดยอาศัยความแตกต่างทางความยาวของแกนผลึกและมุมระหว่างแกน (Interaxial Angle) ซึ่งความยาวของแกนผลึกนั้นวัดเป็นหน่วยอังสตรอม (Angstrom =  $\text{\AA}$ )

1. ระบบผลึกแบบ Cubic
2. ระบบผลึกแบบ Orthorhombic
3. ระบบผลึกแบบ Tetragonal
4. ระบบผลึกแบบ Monoclinic
5. ระบบผลึกแบบ Rhombohedral
6. ระบบผลึกแบบ Triclinic
7. ระบบผลึกแบบ Hexagonal

#### 1. ระบบผลึกแบบ Cubic

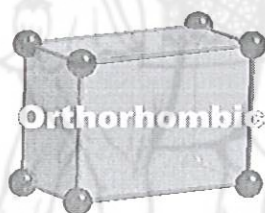
ระบบผลึกแบบนี้มีทั้ง 3 ด้านของหน่วยเซลล์ยาวเท่ากัน และทำมุม  $90^\circ\text{C}$  ซึ่งกันและกัน เช่น ผลึกของ NaCl, KCl,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , เหล็ก, ทองแดง, ทองและสารส้ม ซึ่งระบบผลึกแบบนี้จะประกอบไปด้วย Simple Cubic, Body Centered Cubic และ Face Centered Cubic



ภาพที่ 16 ระบบคิวบิก [13]

## 2. ระบบผลึกแบบ Orthorhombic

ระบบผลึกแบบนี้ จะมีด้านทั้ง 3 ด้านยาวไม่เท่ากัน แต่จะทำมุม  $90^\circ\text{C}$  ซึ่งกันและกัน ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{KMnO}_4$ , อะราโกไนต์ ( $\text{CaCO}_3$ ),  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  และไอโอดีนระบบโครงสร้างผลึกแบบนี้จะประกอบไปด้วยผลึก Simple Orthorhombic, Body Centered Orthorhombic, End Centered Orthorhombic และ Face Orthorhombic



ภาพที่ 17 ระบบออร์โธรอมบิก

## 3. ระบบผลึกแบบ Tetragonal

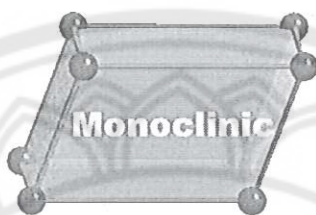
ระบบผลึกแบบนี้มีด้านยาวเท่ากัน 2 ด้าน ส่วนด้านที่ 3 มีความยาวต่างออกไป และทั้ง 3 ด้านทำมุม  $90^\circ\text{C}$  ซึ่งกันและกัน ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $\text{NiSO}_4$ ,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , เป็นต้น ระบบผลึกแบบนี้จะประกอบด้วยผลึก Simple Tetragonal และ Body Centered Tetragonal



ภาพที่ 18 ระบบผลึกแบบเทตระโกนัล

#### 4. ระบบผลึกแบบ Monoclinic

ระบบผลึกแบบนี้จะมีด้านทั้ง 3 ด้านยาวไม่เท่ากัน ด้าน 2 ด้านทำมุมต่อกันมุมหนึ่งซึ่งจะไม่เท่ากับ  $90^{\circ}\text{C}$  ส่วนด้านที่ 3 ทำมุม  $90^{\circ}\text{C}$  กับด้านทั้ง 2 ตัวอย่างเช่น ผลึกของยิปซัม( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), บอแรกซ์ ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ),  $\text{KClO}_3$  และกำมะถันโมโนคลินิก ซึ่งระบบผลึกแบบนี้จะประกอบด้วยผลึก Monoclinic และ End Centered Monoclinic



ภาพที่ 19 ระบบผลึกแบบโมโนคลินิก

#### 5. ระบบผลึกแบบ Rhombohedral

ระบบผลึกแบบนี้จะมีด้านทั้ง 3 ด้านยาวเท่ากัน และทำมุมทั้ง 3 มุมเท่ากันด้วย แต่มุมทั้ง 3 มุมนั้นต่างก็ไม่เท่ากับ  $90^{\circ}\text{C}$  ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $\text{NaNO}_3$ , แคลไซต์ ( $\text{CaCO}_3$ ),  $\text{ZnCO}_3$ , อะเซติก, แอนติโมนี และบิสมาท ซึ่งระบบผลึกแบบนี้จะมีเพียงผลึกแบบ Simple Rhombohedral เท่านั้น

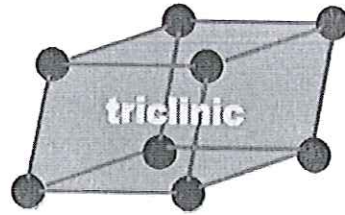


ภาพที่ 20 ระบบผลึกแบบรอมโบฮีดรัล

#### 6. ระบบผลึกแบบ Triclinic

ระบบผลึกแบบนี้จะมีด้านทั้ง 3 ด้านยาวไม่เท่ากัน และยังมีมุมระหว่างด้านทั้ง 3 ไม่เป็นมุมฉากอีกด้วย ตัวอย่างเช่น ผลึกของ  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  เป็นต้น ระบบผลึกแบบนี้จะมีเพียง Simple Triclinic เท่านั้น

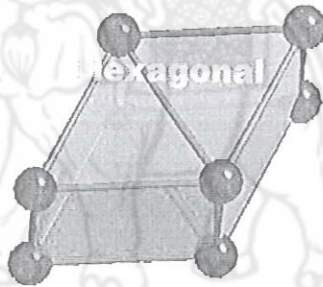




ภาพ 21 ระบบผลึกแบบไตรคลินิก

## 7. ระบบผลึกแบบ Hexagonal

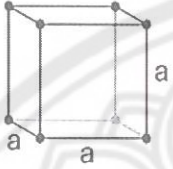
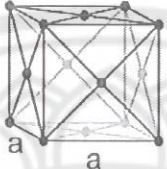
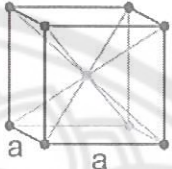
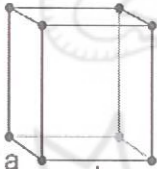
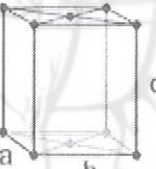
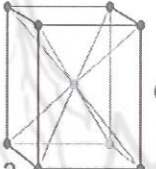
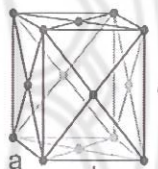
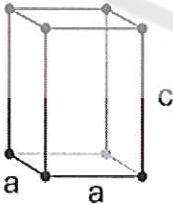
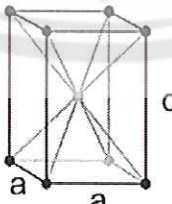
ระบบผลึกแบบนี้จะมีด้านเท่ากัน 2 ด้าน และทำมุม  $120^{\circ}\text{C}$  อีกด้านหนึ่งมีความยาวต่างออกไป และทำมุม  $90^{\circ}\text{C}$  กับ 2 ด้านนั้น ตัวอย่างเช่น ผลึกของแกรไฟต์, แมกนีเซียม, เบริลเลียมและสังกะสี เป็นต้น ซึ่งระบบผลึกแบบนี้จะมี 2 ชนิด คือ Simple Hexagonal และ Hexagonal Close-Packed

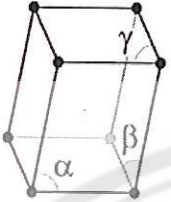
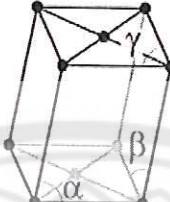
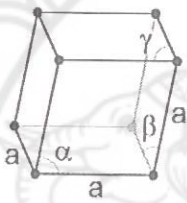
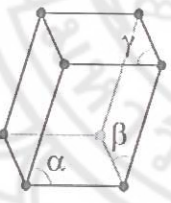
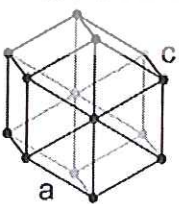


ภาพที่ 22 ระบบผลึกแบบเฮกซาโกนัล

## การจัดกลุ่มแลตทิซ

ตารางที่ 2 แสดงการจัดกลุ่มแลตทิซ [29]

ระบบผลึก	แลตทิซ			
คิวบิก (isometric)		 body-centered	 face-centered	
ออร์โธโรมบิก (orthorhombic)	$a \neq b \neq c$  Simple	$a \neq b \neq c$  base-centered	$a \neq b \neq c$  body-centered	$a \neq b \neq c$  face-centered
เทตระโกนัล (tetragonal)	$a \neq c$  simple	$a \neq c$  body-centered		

<p>โมโนคลินิก (monoclinic)</p>	<p>Simple</p> <p><math>\alpha \neq 90^\circ</math> <math>\beta, \gamma = 90^\circ</math></p> 	<p>body-centered</p> <p><math>\alpha \neq 90^\circ</math> <math>\beta, \gamma = 90^\circ</math></p> 		
<p>รวมโบฮีดรัล (rhombohedral) (trigonal)</p>	<p><math>\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ</math></p> 			
<p>ไตรคลินิก (triclinic)</p>	<p><math>\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ</math></p> 			
<p>เฮกซาโกนัล (hexagonal)</p>	<p><math>a \neq c</math></p> 			



### บทที่ 3

#### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

##### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เลดออกไซด์ (PbO) ความบริสุทธิ์ 99%
2. แมกนีเซียมไนเตรต ( $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
3. ไนโอเบียมออกไซด์ ( $Nb_2O_5$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
4. ไททาเนียมไดออกไซด์ ( $TiO_2$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
5. ยิตเทอร์เบียมออกไซด์ ( $Yb_2O_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99%
6. ไกลซีน ( $C_2H_5NO_2$ )
7. สารละลายเอทานอล (Ethanol absolute) ความบริสุทธิ์ 99.7%

##### อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. เครื่องชั่งแบบละเอียด satorius AG GOTTINGEN type Fabr-Nr (ควบคุมการทำงานด้วยวงจรอิเล็กทรอนิกส์) ใช้ชั่งมวลได้มากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียดถึง 0.001 กรัม
2. ตู้อบสารของยี่ห้อ memmert D06057 Model 100 อุณหภูมิสูงที่สุดในในการอบสาร 200 องศาเซลเซียส
3. ครอบพลาสติกที่ใช้ผสมสาร ทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 เซนติเมตร ความสูงประมาณ 19 เซนติเมตร
4. ลูกบดรูปทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5 มิลลิเมตร (ใช้จำนวน 250 เม็ด)
5. เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบอล (Ball milling) มีลักษณะเป็นแกนเหล็ก 2 แกน วางตามแนวราบ ใช้มอเตอร์ประเภท single phase induction motor
6. Hot plate สำหรับทำให้สารระเหยออก
7. Magnetic stirrer สำหรับคนสารให้เข้ากัน
8. ซ้อนตักสาร

9. ปีกเกอร์ขนาด 1000 ซีซี
10. กระดาษฟอยล์ (Foil)
11. Crucible
12. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสี X (X-ray diffractometer)
13. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
14. เต้าเผาสาร

#### วิธีการทดลอง

1. การเตรียมผงผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต
  - 1.1 ชั่งสารตั้งต้นคือเลดออกไซด์ แมกนีเซียมไนเตรต ไนโอเบียมออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ และอิตเทอร์เบียมออกไซด์ ตามอัตราส่วนโดยโมลที่ได้ จากการคำนวณ
  - 1.2 นำสารที่ชั่งได้ในข้อ 1.1) มาทำการผสมกันในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลม ขนาดเล็กจำนวน 250 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร ซึ่งจะช่วยให้สารทั้งหมดเข้ากันได้ดีขึ้น ปิดฝาให้สนิท เสร็จแล้วนำไปวางบนเครื่องบดย่อย
  - 1.3 เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตะแกรงลวดที่วางอยู่บนปีกเกอร์ เพื่อล้างแยกของผสมออกจากเม็บบด แล้วจึงนำ Magnetic stirrer ใส่ลงสำหรับคนสารให้เข้ากันแล้วนำกระดาษฟอยล์ที่ทำการเจาะรูมาปิดก่อนจะนำไปตั้งที่เครื่อง Hot plate เพื่อทำการแยกเอทานอลออก
  - 1.4 ทำการแยกเอทานอลออกจากสารแล้วจึงทำการอบที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
  - 1.5 นำสารที่แห้งแล้วมาบดอย่างหยาบๆ โดยใช้ครกหยก (Agate) จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาด (sieving) เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่มีความสม่ำเสมอ

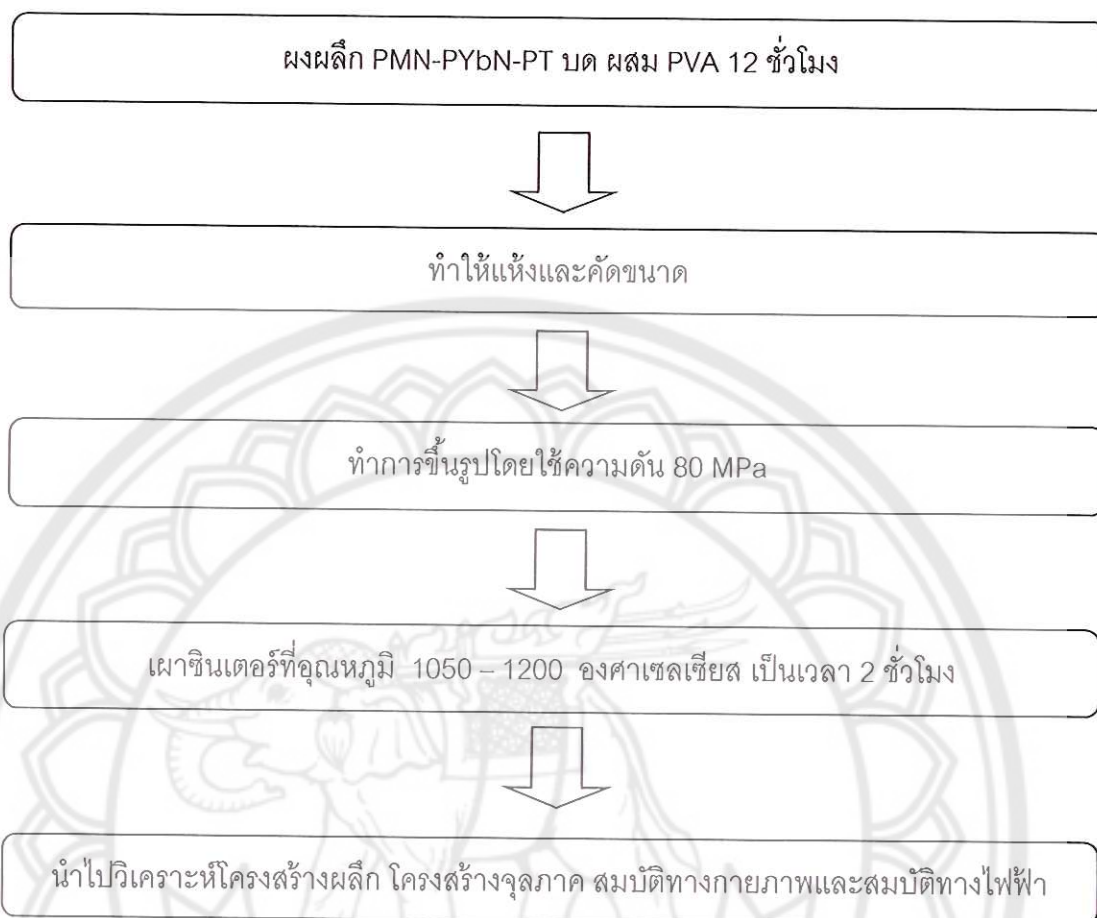
- 1.6 นำมาบดผสมกับไกลซีน โดยใช้อัตราส่วน 1 : 2 จากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการคัดขนาดอีกครั้งหนึ่ง
  - 1.7 นำสารที่บดได้ใน Crucible เปิดฝานำไปเผาแคลไซน์ในเตา ที่อุณหภูมิระหว่าง 800 – 1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที
  - 1.8 นำผงผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนตที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)
2. การเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต
    - 2.1 ทำการเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต (PMN-PYbN-PT) ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ในขั้นตอนการเตรียมผงผลึก มาใส่ในกระป๋องพลาสติกที่มีลูกบดทรงกลม ขนาดเล็กจำนวน 250 เม็ด โดยเติมเอทานอลในปริมาณ 200 มิลลิลิตร และผสม PVA ลงไปเป็นปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปบดย่อยบนเครื่องบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
    - 2.2 เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้ว จากนั้นนำสารที่อยู่ในกระป๋อง ทำการเทลงใน ตะแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อแยกของที่ผสมออกจากเม็ดบด แล้วจึงทำการแยกเอทานอลออกโดยใช้ Hot plate และนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
    - 2.3 นำสารที่อบเสร็จในแต่ละชนิดมาบดย่อยอย่างหยาบโดยใช้ครกหยก (Agate) เพื่อคัดขนาดเพื่อให้ได้ผงผลึกที่มีขนาดที่สม่ำเสมอ
    - 2.4 จากนั้นนำผงผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนตที่ผสม PVA และผ่านการบดย่อยเพื่อคัดขนาด มาทำการอัดขึ้นรูปให้เป็นรูปเหรียญทรงกระบอกโดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 เซนติเมตร โดยใช้ผงผลึก PMN-PYbN-PT ในปริมาณ 1.5 กรัม ในการอัดขึ้นรูป 1 ครั้งต่อหนึ่งชนิดของสาร โดยใช้ค่าความดันในการอัดขึ้นรูป 80 MPa



- 2.5 นำชิ้นงานแต่ละชนิดที่ผ่านการขึ้นรูปมาเรียงไว้ในถ้วยอะลูมินาที่มีฝาปิด โดยทำการจัดเรียงเป็นชั้นๆ ในแต่ละชั้นจะมีการนำสารตั้งต้นที่มีตะกั่วเป็นส่วนประกอบ กบบนเม็ดเซรามิกเพื่อสร้างบรรยากาศของตะกั่วล้อมรอบเม็ดเพื่อลดการระเหยของตะกั่ว จากนั้นจะนำผงอะลูมินากบทับอีกครั้ง
- 2.6 ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1050-1200 องศาเซลเซียสโดยอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่ออนาที
- 2.7 นำเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ไปทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้า



ภาพที่ 23 แผนผังขั้นตอนการเตรียมผงผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต



ภาพที่ 24 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เปียม  
ไนโอเบต-เลดไททานต

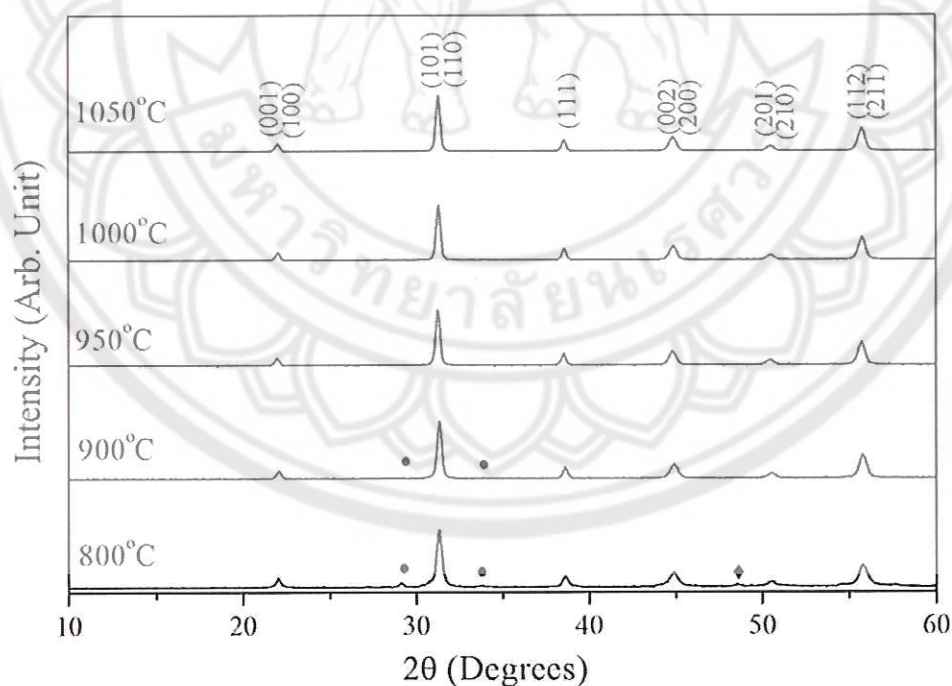
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

#### 1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต

##### 1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต (PMN-PYbN-PT) โดยใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 800, 900, 950, 1000 และ 1050 องศาเซลเซียส แสดงในภาพที่ 25 พบว่าผลึก PMN-PYbN-PT มีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์แบบรวมโบฮีดรอล พบเฟสแปลกปลอมของ ไพโรคลอร์ และ MgO ในตัวอย่างที่แคลไซน์ต่ำกว่า 950 องศาเซลเซียส ในขณะที่ผลึกที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 950 องศาเซลเซียส มีร้อยละความบริสุทธิ์เป็น 100 และไม่พบเฟสแปลกปลอมใดๆเหลืออยู่



ภาพที่ 25 รูปแบบของผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต ซึ่งเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 – 1050°C โดยที่ (●) เฟสไพโรคลอร์ (◆) MgO.



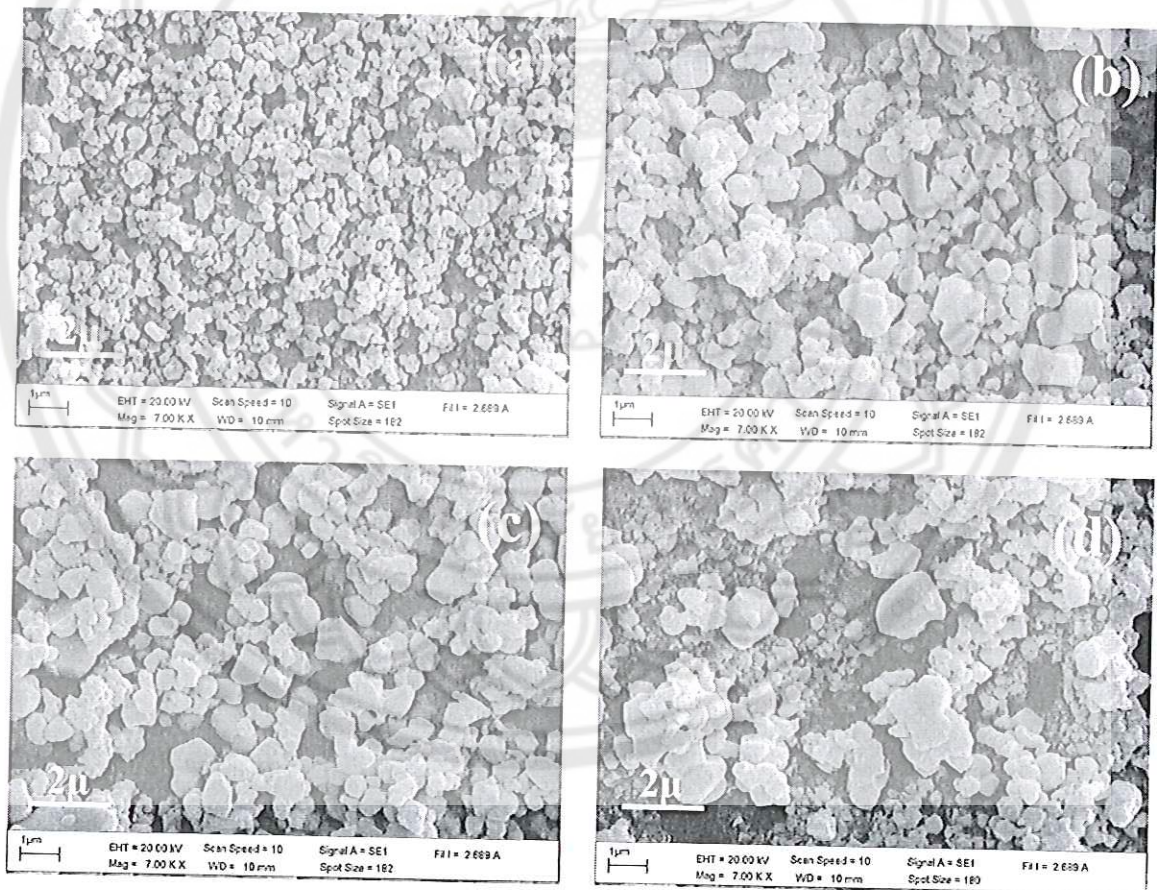
ตารางที่ 3 แสดงค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เปียมไนโอเบต-เลดไททานเนตที่เตรียมด้วยเทคนิคการเผาไหม้ซึ่งใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่ 800 – 1050 องศาเซลเซียส พบว่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกมีค่าร้อยละความบริสุทธิ์มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์เพิ่มขึ้น โดยมีร้อยละความบริสุทธิ์เป็น 100 ที่อุณหภูมิสูงกว่า 950 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3 ร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เปียมไนโอเบต-เลดไททานเนต

อุณหภูมิเผาแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์
800	94.7
900	98.2
950	100
1000	100
1050	100

## 1.2 การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก PMN-PYbN-PT ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ (combustion method) โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิง 1:1.66 และใช้ อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 800-1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของ อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ได้ผลดังแสดงดังภาพ 26 พบว่าผงผลึก PMN-PYbN-PT มีลักษณะค่อนข้างกลมและอนุภาคของผงผลึกมีการรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น จากภาพจะเห็นได้ว่าขนาดของผงผลึก PMN-PYbN-PT มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีค่าประมาณ 0.33-1.18 ไมโครเมตร ดังแสดงในตาราง 4



ภาพ 26 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของผงผลึก PMN-PYbN-PT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 800

(b) 900 (c) 950 และ (d) 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ตาราง 4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผลึก PMN-PYbN-PT ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิระหว่าง 800 - 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

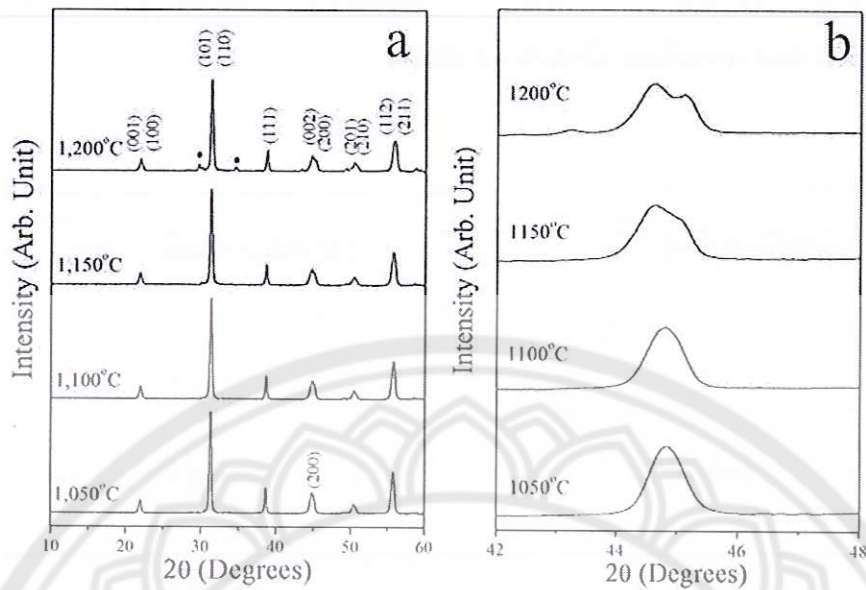
อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
800	0.33±0.11
900	0.36±0.13
950	0.64±0.21
1000	1.04±0.25
1050	1.18±0.36

## 2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบต-เลดอิตเทอร์เบียมไนโอเบต-เลดไททาเนต

### 2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

หลังจากเตรียมผลึก PMN-PYbN-PT ที่บริสุทธิ์โดยแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วขึ้นรูปด้วยการอัดผลึกเป็นเม็ดและซินเตอร์ที่อุณหภูมิระหว่าง 1050-1200 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) แสดงดังภาพ 27 พบว่าเซรามิกมีโครงสร้างเฟสเดี่ยวแบบเพอรอฟสไกต์ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1050-1150 องศาเซลเซียส พบเฟสไพโรคลอร์ เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่า 1150 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจมีสาเหตุจากการระเหยของ PbO ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ เซรามิกได้มีการเปลี่ยนโครงสร้างจากรอมโบฮีดรอลเป็นเทตระโกนอลเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น โดยพิจารณาจากพีคกราฟที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 45 องศา ในภาพที่ 27(b) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิซินเตอร์จาก 1050 องศาเซลเซียสเป็น 1200 องศาเซลเซียส พบว่าพีคที่ระนาบ(200) มีการแยกออกเป็นสองพีค คือ ระนาบ (200) และ (002) ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างเทตระโกนอลของเซรามิก

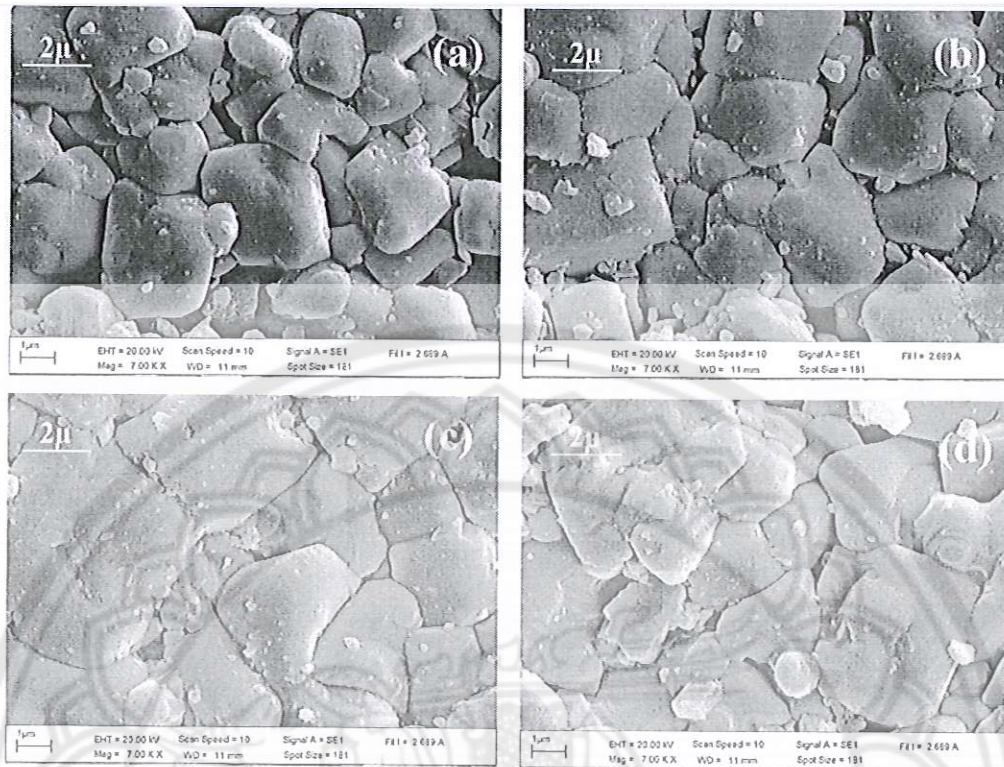




ภาพที่ 27 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1050 – 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง : (●) เฟสไพโรคลอร์ (a) ที่อัตราการสแกนสูง (b) ที่อัตราการสแกนต่ำ

## 2.2 การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PYbN-PT ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่เผาซินเตอร์ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 1050-1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อวินาที ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) แสดงในภาพที่ 28 (a)-(d) พบว่าเกรนของเซรามิกมีลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ไม่สม่ำเสมอในทุกตัวอย่าง ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำที่ผิวของเซรามิกประกอบไปด้วยรูพรุนจำนวนมาก (ภาพที่ 28(a)) ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นในขณะที่รูพรุนลดลงเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์อยู่ระหว่าง 1100-1150 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 28(b),(c)) ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1200 องศาเซลเซียสเซรามิกแสดงพื้นผิวขรุขระและความพรุนเพิ่มมากขึ้นในขณะที่ขนาดเกรนลดลง (ภาพที่ 28(d)) การเกิดขึ้นของพื้นผิวขรุขระและการเพิ่มขึ้นของความพรุนที่อุณหภูมิเผาสูงแสดงให้เห็นว่าเกรนเริ่มหลอมละลาย สาเหตุอาจเกิดจากการระเหยของ PbO ระหว่างการซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูง โครงสร้างจุลภาคสอดคล้องกับผล XRD ที่ได้ ขนาดเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้นจาก 1050 ไปจนถึง 1200 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 5



ภาพที่ 28 ภาพถ่ายบริเวณผิวหน้าของเซรามิก PMN-PT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (a) 1050 (b) 1100 (c) 1150 และ (d) 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

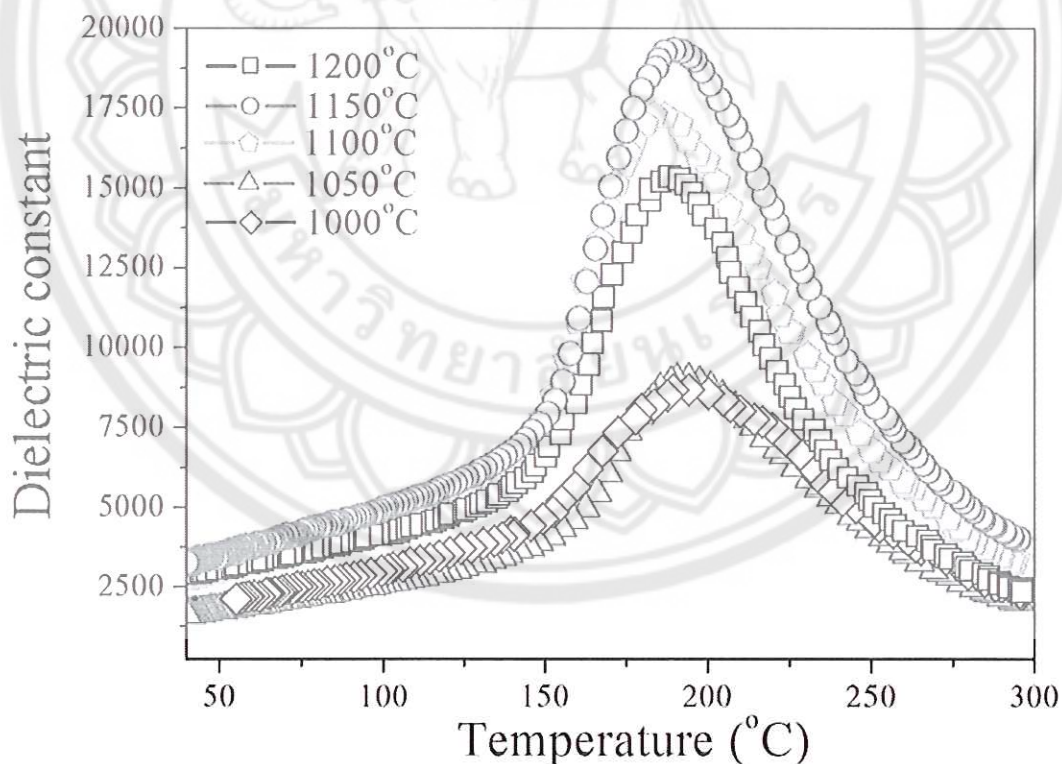
### 2.3 สมบัติทางกายภาพของเซรามิก PMN-PYbN-PT

ค่าการหดตัว และความหนาแน่นของตัวอย่างเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงในตารางที่ 5 ความหดตัวเชิงเส้นเพิ่มขึ้นจาก 8.2% เป็น 14.3% เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นของเซรามิก PMN-PYbN-PT เพิ่มขึ้นจาก 7.79 เป็น 8.04 g/cm<sup>3</sup> เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 1050 – 1150 องศาเซลเซียส จากนั้นความหนาแน่นมีค่าลดลง ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากการระเหยของก๊าซที่อยู่ในรูพรุน ตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียสมีความหนาแน่นตามทฤษฎีสูงสุด 97.5% ความหนาแน่นของเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้สูงกว่าตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [7] ผลของความหนาแน่นสอดคล้องกับผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค



## 2.4 สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก PMN-PYbN-PT

ภาพที่ 29 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ( $\epsilon_r$ ) ของเซรามิก PMN-PYN-PT โดยใช้ความถี่ในการวัดเป็น 1 กิโลเฮิร์ต ที่อุณหภูมิต่างๆ เซรามิก PMN-PYN-PT แสดงการเปลี่ยนแปลงจาก เทตระโกนอลเฟร์โรอิเล็กทริกเฟสเป็นควบิกพาราอิเล็กทริกเฟส ที่อุณหภูมิคูรี ( $T_c$ ) ซึ่งมีค่าประมาณอยู่ในช่วงระหว่าง 186 ถึง 194 องศาเซลเซียส ค่าอุณหภูมิคูรีของเซรามิก PMN-PYbN-PT จะเลื่อนไปทางอุณหภูมิต่ำเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 1050 ถึง 1200 องศาเซลเซียส (ตารางที่ 5) ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิคูรีและอุณหภูมิห้อง ( $T_{room}$ ) ของเซรามิก PMN-PYbN-PT เพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 1050 เป็น 1150 องศาเซลเซียส และต่อมาค่าลดลง (ตารางที่ 5) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ที่  $T_{room}$  และ  $T_c$  ของเซรามิก PMN-PYbN-PT แสดงแนวโน้มตรงข้ามตามที่ระบุไว้ในตารางที่ 5 การลดลงของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในตัวอย่างที่ยินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงเนื่องมาจากการมีรูพรุนสูงและการเกิดเฟสแปลกปลอมขึ้นในชิ้นงานทำให้เกิด space charge สูง สมบัติของไดอิเล็กทริกสอดคล้องกับความหนาแน่น โครงสร้างจุลภาค และผลจาก XRD ค่า  $\epsilon_r$  สูงสุดที่  $T_{room}$  และที่  $T_c$  ได้จากตัวอย่างที่อุณหภูมิซินเตอร์ที่ 1150 องศาเซลเซียส โดยมีค่าสูงกว่าตัวอย่างที่เตรียมโดยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ( $\epsilon_r \cong 2500$  and  $\epsilon_m \cong 16500$ ) [7]



ภาพ 29 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PYbN-PT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

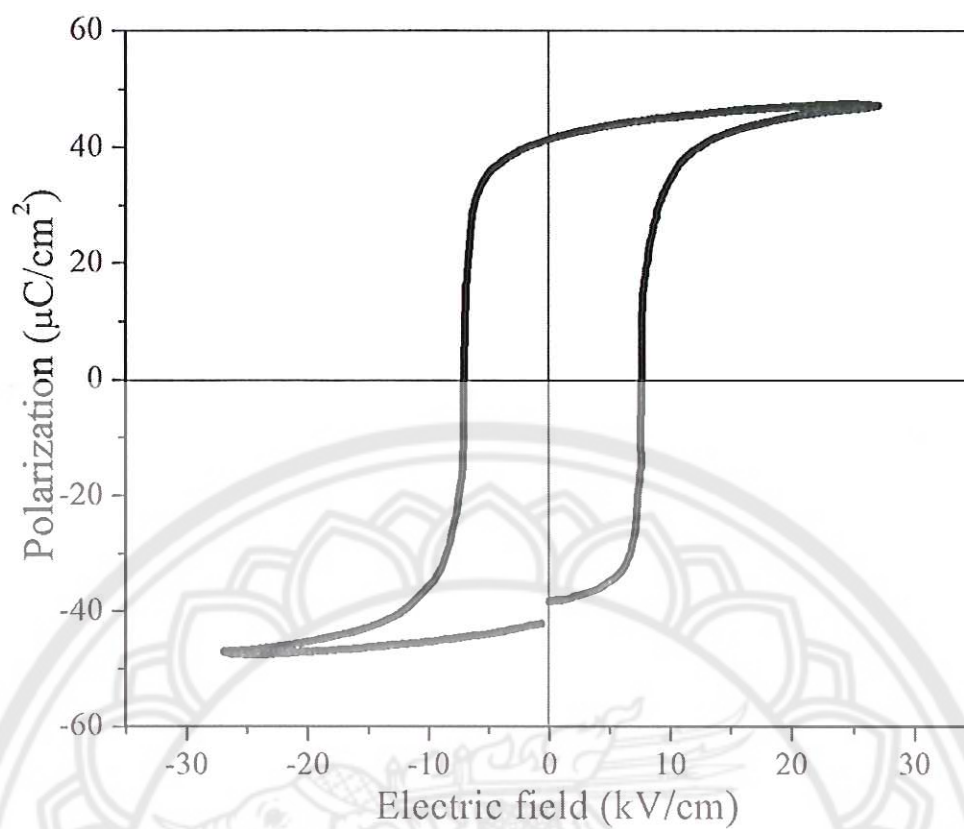


ตารางที่ 5 ขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าความหดตัวเชิงเส้น ค่าความหนาแน่น อุณหภูมิคูรี และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PYbN-PT

Sintering temperature (°C)	Average grain size (μm)	Linear shrinkage (%)	Density (g/cm <sup>3</sup> )	T <sub>c</sub> (°C)	ε <sub>r</sub> at T <sub>room</sub>	tan δ at T <sub>room</sub>	ε <sub>r</sub> at T <sub>c</sub>	tan δ at T <sub>c</sub>
1050	2.88±1.17	8.2	7.79±0.08	194.2	2082	0.070	8997	0.018
1100	3.75±0.60	11.9	7.86±0.04	191.3	2728	0.035	15357	0.016
1150	3.87±148	13.1	8.04±0.05	188.6	3165	0.014	19325	0.013
1200	3.42±0.84	14.3	7.88±0.07	186.4	2899	0.032	15357	0.020

## 2.5 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและไพโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PYbN-PT

ภาพที่ 30 แสดง *P-E* loops ของเซรามิก PMN-PYbN-PT ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าความหนาแน่นสูงสุด โดยสนามไฟฟ้า 30 kV/cm ที่อุณหภูมิห้อง พบว่า *P-E* loops ของเซรามิก PMN-PYbN-PT แสดงลักษณะลูปที่บาง โดยที่มีสนามไฟฟ้าลบด้าน ( $E_c \sim 8.1$  kV / cm) และค่าสภาวะชั่วคราว ( $P_r \sim 41.05$  μC/cm<sup>2</sup>) E. Akc และ C. Duran ได้รายงานค่า  $P_r$  และ  $E_c$  (ใช้สนามไฟฟ้า 30 kV/cm) ของเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่เตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งมีค่าเป็น 36 μC/cm<sup>2</sup> และ 10 kV/cm ตามลำดับ ดังนั้นงานวิจัยนี้สามารถเตรียมเซรามิก PMN-PYbN-PT ที่มีความหนาแน่นสูงกว่า มีสมบัติไดอิเล็กทริกและสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดีเยี่ยม แสดงว่าเทคนิคการเผาไหม้เป็นวิธีการที่มีความสะดวกและประหยัดทำให้ได้เซรามิก PMN-PYbN PT ที่มีคุณภาพสูง



ภาพ 30 ลักษณะวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PMN-PYbN-PT ชินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

#### สรุปผลการทดลองการเตรียมเซรามิก PMN-PYbN-PT

ประสบความสำเร็จในการเตรียมเซรามิก PMN-PYbN-PT ด้วยวิธีการเผาไหม้ เซรามิกที่ได้มีคุณภาพสูง เงื่อนไขการเผามีผลต่อการก่อตัวของเฟส สัณฐานวิทยา และสมบัติไดอิเล็กทริกของเซรามิก PMN-PYbN-PT เฟสเดียวแบบรอมโบอีดรอลของผลึก PMN-PYbN-PT ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผล XRD เผยแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนโครงสร้างเฟสจากรอมโบอีดรอลเป็นเทระโกนอล ในเซรามิก PMN-PYbN-PT ความเป็นเทระโกนอลเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น เซรามิก PMN-PYbN-PT ที่ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีความหนาแน่นสูงสุด, ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงสุด, ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกต่ำสุด และมีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดี คือ  $8.04 \text{ g/cm}^3$ , 19325, 0.013,  $41.05 \mu\text{C/cm}^2$  และ  $8.1 \text{ kV/cm}$  ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเทคนิคการเผาไหม้เป็นกระบวนการที่ดีและเหมาะสมในการประดิษฐ์เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มี PMN เป็นองค์ประกอบหลัก



## บรรณานุกรม

- [1] Jaffe, B., Cook, W.R. and Jaffe, H. (1971). Piezoelectric Ceramics. Academic Press. London.
- [2] Comyn, T. (1998). Ph.D. Thesis, Department of Materials, University of Leeds, U. K.
- [3] Haertling, G.H. (1999). Ferroelectric ceramics: History and technology. *Journal of the American Ceramic Society*, 82, 797,818.
- [4] Herbert, J.M. (1985). Ceramics Dielectric and Capacitors. Gordon and Breach, London.
- [5] สุกานดา เจียรศิริสมบุญ. (1992). กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกขั้นสูง. ใน เอกสารการประชุมวิชาการสอนรายวิชา ว. วศ. 210443. เชียงใหม่: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [6] Reed, J.S. (1996). *Introduction to the principles of ceramic processing*, New York: Wiley.
- [7] Hart, L.D., Hudson, L.K. (1994). *American Ceramic Society Bulletin*, 43, 13.
- [8] Patil, K.C., Aruna, S.T., and Mirmani, T. (2002). Combustion synthesis: an update. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 6, 507-512.
- [9] Merzhanov, A.G., Borovinskaya, I.P. (1985). *Combustion Science and Technology*, 43, 127,165.
- [10] Merzhanov, A.G. (1990). *Combustion and Plasma Synthesis of High Temperature Materials*, New York: VCH Publ
- [11] สุรินทร์ ลิ้มปนาท และศรีโฉน ชุันทน. (2543). เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน, เครื่องมือวิจัยทางวัสดุ: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น. (หน้า 309-322). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [12] กฤษณ ศิวเลิศกมล (2545). กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุรังสีเอกซ์, เครื่องมือวิจัยทางวัสดุ: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น. (หน้า 289-305). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [13] <http://mylesson.swu.ac.th/ine221/untitled2/lesson2-35.htm>
- [14] <http://th.wikipedia.org/wiki/โครงสร้างผลึก>
- [15] G.A. Smolenskii and A.I. Agranovskaya, Dielectric Polarization of a Number of Complex Compounds, *Sov. Phys. Solid State*. 1, 1429 (1959).