



## รายงานการวิจัย

การศึกษาพฤติกรรมความล้าของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มี  
เลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนตเป็นหลักสำหรับประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อน  
(Study of Fatigue Behavior of PMNT-based Ferroelectric Ceramics  
for Actuator Applications)

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก  
กองทุนสนับสนุนการวิจัยและพัฒนา  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



## รายงานการวิจัย

การศึกษาพฤติกรรมความล้าของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มี  
เลดแมกนีเซียมในโอเบตไทเทเนตเป็นหลักสำหรับประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อน  
(Study of Fatigue Behavior of PMNT-based Ferroelectric Ceramics  
for Actuator Applications)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

รองศาสตราจารย์ ดร. สุกานดา เจียรศิริสมบูรณ์

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากกองทุนสนับสนุนการวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ปีงบประมาณ พ.ศ. 2558

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

กันยายน 2558

## กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2558 เพื่อทำการวิจัยภายใต้โครงการ เรื่อง ศึกษาพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนตเป็นหลักสำหรับประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อน หัวหน้าโครงการวิจัยขอขอบคุณทีมวิจัย ดร. เมธี พรหมสวัสดิ์ จากมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และที่ปรึกษาโครงการวิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุขเกษม วัชรมัยสกุล ในการดำเนินการวิจัยในโครงการนี้เป็นอย่างสูง

ผู้วิจัยหวังว่ารายงานการวิจัยฉบับนี้จะเป็นประโยชน์และเป็นแนวทางแก่ผู้ที่สนใจพัฒนาวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนตเป็นหลักเพิ่มเติม เพื่อประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อนได้จริงในอนาคต หากรายงานฉบับนี้มีข้อบกพร่องประการใด ผู้วิจัยต้องขออภัยมา ณ ที่นี้ด้วย

หัวหน้าโครงการวิจัย

รองศาสตราจารย์ ดร. สุกานดา เกียรติศิริสมบูรณ์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## บทคัดย่อภาษาไทย

งานวิจัยนี้ศึกษาพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนตสำหรับประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อน เซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตถูกเตรียมด้วยวิธีผสมออกไซด์แบบดั้งเดิมและซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เซรามิกที่เตรียมได้มีความหนาแน่นสัมพัทธ์มากกว่า 98 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเกรนของเซรามิกมีค่าเท่ากับ 3 ไมโครเมตร พฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกจะถูกรวบรวมได้ภายใต้การให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับที่มีแอมพลิจูด 2 เท่าของสนามไฟฟ้าลบค้างของเซรามิก และมีความถี่เท่ากับ 5 10 50 และ 100 เฮิรตซ์ ความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกหาได้จากการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาค วงวนฮิสเทอรีซิส และเส้นโค้งความเครียด-สนามไฟฟ้า ที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ จนถึง  $10^6$  รอบ โดยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เครื่องวัดสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก และเครื่องวัดความเครียดที่เชื่อมต่อกับเครื่องจ่ายไฟฟ้าความต่างศักย์สูง ตามลำดับ จากการทดลองพบว่า เกิดความเสียหายของชั้นผิวหน้าในเซรามิกที่ผ่านการทดสอบความล้าทางไฟฟ้า ความหนาของชั้นที่เสียหายดังกล่าวลดลงเมื่อความถี่ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ โพลาริเซชันคงค้างและความเครียดสูงสุดของเซรามิกมีค่าลดลงเมื่อจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น พฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนตถูกอธิบายโดยปรากฏการณ์การป้องกันสนามไฟฟ้าและการเป็นหมุดยึดขอบโดเมนของตำหนิ

## บทคัดย่อภาษาอังกฤษ

This work studies bipolar electrical fatigue behavior of lead magnesium niobate titanate (PMNT) ferroelectric ceramics for actuator applications. The PMNT ceramics were prepared by using conventional mixed-oxide and sintered at 1240 °C for 2 hrs. Ceramics with > 98 % relative density and  $\sim 3 \mu\text{m}$  were obtained. Fatigue behavior of ceramics was measured under an application of A.C. electric field with an amplitude 2 times of the ceramic's coercive field. The frequency of the applied electric field was also varied as 5, 10, 50 and 100 Hz. The fatigue behavior was determined from the change of microstructures, polarization-electric field hysteresis loops and strain-electric field curves measured at different cycle numbers up to  $10^6$  cycles by using a scanning electron microscope (SEM), ferroelectric measurement system and a strain in conjunction with a high voltage supplier, respectively. The damage of the surfaces underneath the electrode layers was observed in all fatigued samples. The thickness of the damaged layers decreased with increasing fatigue frequency. Moreover, remnant polarization and maximum strain tended to decrease with increasing cycle number. The degradation of properties due to fatigue of the ceramics decreased with an increase in frequency. The observed fatigue behavior of the ceramics was explained based on domain pinning and electric field screening effects.

## สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
1. ข้อมูลเบื้องต้น	1
2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
3. ขอบเขตของการวิจัย	2
4. ข้อตกลงเบื้องต้น	2
5. ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย	2
บทที่ 2 ทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	6
1. แหล่งที่มาของข้อมูล	6
2. วิธีการเก็บรวบรวมข้อมูล	6
3. วิธีวิเคราะห์ข้อมูล	7
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและการอภิปรายผล	9
1. ผลการตรวจสอบเฟสของผงเลดแมกนีเซียมในโอเบตไทเทเนต	9
2. ผลการตรวจสอบเฟส ความหนาแน่น และ โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกเลดแมกนีเซียมในโอเบตไทเทเนต	10
3. ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMNT หลังการทดสอบความล้าทางไฟฟ้า	11
4. ผลการตรวจสอบความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิก PMNT	13
5. การอภิปรายผล	19
บทที่ 5 บทสรุป	
1. สรุปผลการวิจัย	21
2. ข้อเสนอแนะ	21
บรรณานุกรม	22
ภาคผนวก	26
ประวัติผู้วิจัย	35

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 4.1 พฤติกรรมความต้านทานไฟฟ้าของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกหลังจากการทดสอบความต้านทานเป็นจำนวน $10^5$ รอบ ที่ความถี่ต่างๆ ของเซรามิก PMNT	16
ตาราง 4.2 ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบค้างของเซรามิก PMNT เมื่อเทียบกับเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ	19



## สารบัญภาพ

	หน้า
รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PMNT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 850 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	9
รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMNT ที่เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	10
รูป 4.3 โครงสร้างจุลภาคของผิวแตกที่กำลังขยาย (a) 2000 (b) 5000 (c) 10000 และ (d) 20000 ของเซรามิก PMNT	11
รูป 4.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าเซรามิก PMNT ที่ผ่านการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าเป็นจำนวน $10^6$ รอบ ที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิร์ตซ์	12
รูป 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงความเสียหายที่เกิดขึ้นในเนื้อเซรามิก PMNT ทดสอบความล้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิร์ตซ์	12
รูป 4.6 วงวนฮิสเทอรีซิสที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิก PMNT ที่ถูกทดสอบความล้าทางไฟฟ้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิร์ตซ์	13
รูป 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง (a) โพลาริเซชันคงค้าง และ (b) สนามไฟฟ้าลบ ล้างกับจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าของเซรามิก PMNT	14
รูป 4.8 วงวนฮิสเทอรีซิสที่ถูกวัดที่สถานะต่างๆ (I) ช่วงเริ่มต้นของการทดสอบความล้า (II) หลังจากการทดสอบความล้าเป็นจำนวน $10^6$ รอบ (III) หลังจากการเอาชิ้นที่เสียหายออก และ (IV) หลังจากการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ของเซรามิก ที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิร์ตซ์	15
รูป 4.9 ความหนาของชั้นผิวหน้าที่เสียหาย โพลาริเซชันคงค้าง และสนามไฟฟ้าลบล้างที่เป็นฟังก์ชันกับจำนวนรอบสนามไฟฟ้า	16
รูป 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเครียดและสนามไฟฟ้าที่ถูกวัดที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิก PMNT ที่ถูกทดสอบความล้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิร์ตซ์	17
รูป 4.11 (a) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการลดลงของความเครียดรวมและสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่เป็นฟังก์ชันกับความถี่ และ (b) วงวนฮิสเทอรีซิสที่ถูกวัดที่ความถี่ต่างๆ ของเซรามิก PMNT ที่ไม่ผ่านการทดสอบความล้า	18



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1. ข้อมูลเบื้องต้น

#### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

สารประกอบเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต ( $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  หรือ PMNT) เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกแบบเพอโรฟสไกต์ โดยมีองค์ประกอบทางเคมีอยู่บริเวณรอยต่อเฟสสมอโรโฟทรอปิกที่ประกอบด้วยเฟสรอมโบฮีดรอล เตตระโกนอล และ โมโนคลินิก จากการที่วัสดุประกอบด้วยหลายเฟสจึงทำให้มีสถานะโดเมนที่เป็นไปได้หลายทิศทางที่จะช่วยให้โพลาริเซชันเรียงตัวตามทิศทางของสนามไฟฟ้าภายนอกได้ดี ดังนั้นวัสดุดังกล่าวจึงแสดงเฟอร์โรอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกที่โดดเด่น เนื่องจากวัสดุ PMNT มีค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกและค่าโพลาริเซชันคงค้างที่สูง วัสดุดังกล่าวจึงถูกนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดและตัวขับเคลื่อนเพียโซอิเล็กทริก ตัวเก็บเกี่ยวพลังงานแบบเพียโซอิเล็กทริก และหน่วยความจำแบบเฟอร์โรอิเล็กทริก จากผลการวิจัยก่อนหน้าของคณะผู้จัดทำโครงการ พบว่า สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMNT ถูกปรับปรุงโดยการเติมแต่งด้วยอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ( $\text{ZnO}$ ) ในปริมาณ 0.4 ร้อยละ โดยโมล จากผลการทดลองดังกล่าวอาจทำให้วัสดุ PMNT ที่เติมแต่งด้วยอนุภาค  $\text{ZnO}$  เป็นที่น่าสนใจในการนำไปประยุกต์ด้านเพียโซอิเล็กทริกที่มีประสิทธิภาพสูงได้ในอนาคต

ในสภาวะการใช้งานจริงของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกเป็นตัวขับเคลื่อน ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่จะต้องทำงานภายใต้สนามไฟฟ้าเป็นเวลานาน ซึ่งส่งผลต่อโครงสร้างโดเมนของวัสดุที่ทำให้การหมุนตัวของไดโพลโมเมนต์ยากขึ้นและค่าโพลาริเซชันคงค้างของวัสดุลดลง จากเหตุดังกล่าวส่งผลให้สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุมีค่าลดลง และทำให้ประสิทธิภาพของอุปกรณ์เสื่อมลง โดยปรากฏการณ์การเสื่อมลงของสมบัติของวัสดุที่ขึ้นกับจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าจะถูกเรียกว่า “ความล้าทางไฟฟ้า” ในช่วงหลายปีที่ผ่านมา มีงานวิจัยหลายชิ้นที่ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าและกลไกการเสียหายเชิงโครงสร้างเนื่องจากการจ่ายสนามไฟฟ้าของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) และเมื่อไม่นานมานี้ได้มีงานวิจัยที่ศึกษาพฤติกรรมความล้าของวัสดุเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต ( $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ) และวัสดุอื่นๆ ที่มีเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนตเป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งได้นำเสนอพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกภายใต้สนามไฟฟ้ากระแสสลับของวัสดุดังกล่าวที่มีองค์ประกอบทางเคมีอยู่บริเวณรอยต่อเฟสสมอโรโฟทรอปิกที่  $x$  เท่ากับ 0.30-0.35 สัดส่วนโดยโมล อย่างไรก็ตาม งานวิจัยที่ผ่านมา ยังไม่มีการศึกษาเกี่ยวกับผลของความถี่ไฟฟ้าต่อพฤติกรรมความล้าของวัสดุ PMNT ซึ่งความถี่ไฟฟ้าถือว่าเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อพฤติกรรมความล้าของวัสดุ ดังที่กล่าวมาข้างต้น โครงการวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาผลของความถี่ไฟฟ้าต่อพฤติกรรมความล้าของเซรามิก PMNT ที่เติมแต่งด้วยอนุภาค  $\text{ZnO}$  ในปริมาณ 0.4 ร้อยละ โดยโมล ซึ่งจะนำไปสู่ความเข้าใจเกี่ยวกับพฤติกรรมความล้าภายใต้

ความถี่สนามไฟฟ้าค่าต่างๆ ของเซรามิก ดังกล่าวที่จะสามารถประเมินศักยภาพของวัสดุในการทนต่อความถี่ และช่วงความถี่การใช้งานที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อนตัวขับเคลื่อนเพียโซอิเล็กทริก

## 2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 2.1 เพื่อศึกษาผลของความถี่ไฟฟ้าต่อการเสียหายเชิงโครงสร้างของเซรามิกที่มี PMNT เป็นหลัก
- 2.2 เพื่อศึกษาผลของความถี่ไฟฟ้าที่มีต่อพฤติกรรมความถี่ของสมบัติเพียโซอิเล็กทริกและสมบัติเพียโซ อิเล็กทริกของเซรามิกที่มี PMNT เป็นหลัก
- 2.3 เพื่ออธิบายกลไกการเกิดความถี่ภายใต้ความถี่ไฟฟ้าที่ต่างกันของเซรามิกที่มี PMNT เป็นหลัก

## 3. ขอบเขตของการวิจัย

- 3.1 เตรียมเซรามิก PMNT ที่เติมแต่งด้วยอนุภาค ZnO ในปริมาณ 0.4 ร้อยละ โดยโมล
- 3.2 ตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน เช่น เฟส ความหนาแน่น และโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้
- 3.3 ตรวจสอบสมบัติเพียโซอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กของเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้สนามไฟฟ้า กระแสสลับจำนวนรอบต่างๆ ที่ความถี่ 1 10 50 และ 100 เฮิรตซ์
- 3.4 ตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกก่อนและหลังการทดสอบความถี่

## 4. ข้อตกลงเบื้องต้น

ทำการเตรียมเซรามิก PMNT ที่เติมแต่งด้วยอนุภาค ZnO ในปริมาณ 0.4 ร้อยละ โดยโมล ตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน เช่น เฟส ความหนาแน่น และโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ ตรวจสอบสมบัติเพียโซอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยใช้สนามไฟฟ้ากระแสสลับจำนวนรอบต่างๆ ที่ความถี่ 1 10 50 และ 100 เฮิรตซ์ ตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกก่อนและหลังการทดสอบความถี่ เพื่อนำผลการวิจัยไปตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติจำนวน 1 เรื่อง

## 5. ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย

- 5.1 ได้องค์ความรู้ที่เกี่ยวข้องกับการปรับปรุงเซรามิกเพียโซอิเล็กทริกที่ทนต่อการล้าทางไฟฟ้า ชนิดอื่นๆ เพื่อแนวทางในการนำไปต่อยอดและประยุกต์เป็นตัวขับเคลื่อนตัวขับเคลื่อนเพียโซอิเล็กทริก
- 5.2 เครือข่ายความร่วมมือการวิจัยระหว่างสถาบันกับหน่วยงานภายนอก
- 5.3 ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติจำนวน 1 เรื่อง

## บทที่ 2

### ทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เซรามิกเพอร์โรอิเล็กทริกมีการลดลงของสมบัติที่ขึ้นอยู่กับจำนวนรอบของสนามไฟฟ้า ซึ่งเรียกว่า ความล้าทางไฟฟ้า กลไกการเกิดความล้าทางไฟฟ้ามีความสัมพันธ์กับตำหนิแบบจุดที่เกิดจากการเจือไอออน ที่มีเลขออกซิเดชันต่างกัน หรือจากสารปนเปื้อนที่อยู่ตัวดิวติบที่ใช้ในการเตรียมวัสดุเซรามิก ตำหนิที่เกี่ยวข้องคือตัวเจือแบบให้และตัวเจือแบบรับและช่องว่างที่เคลื่อนที่ได้ อิเล็กตรอน และโฮล ตัวเจืออาจทำให้เกิดไดโพลตำหนิกับช่องว่าง ความล้าทางไฟฟ้าส่งผลให้มีการลดลงของโพลาริเซชันคงค้างระหว่างการให้สนามไฟฟ้าสองขั้ว

กลไกระดับไมโครหลักๆ ของการเกิดความล้าคือการสร้างเสถียรภาพของโครงสร้างโดเมนโดยตำหนิที่มีประจุที่เคลื่อนที่ได้ ซึ่งจะทำให้เกิดสนามไบแอสภายในที่ต่อต้านการกลับตัวของโพลาริเซชันเมื่อได้รับสนามไฟฟ้า ได้มีการเสนอกลไกการเกิดความล้าทางไฟฟ้า 3 กลไก คือ 1) ผลทางปริมาตร 2) ผลทางโดเมน และ 3) ผลทางขอบเกรน ตามขนาดที่แตกต่างกัน ผลทางปริมาตรเกี่ยวข้องกับไดโพลตำหนิที่ส่วนใหญ่เกิดจากไอออนตัวให้และช่องว่างของออกซิเจนที่มีไดโพลโมเมนต์ทางไฟฟ้าและไดโพลโมเมนต์ยึดหยุ่นเนื่องจากการบิดรูปของหน่วยเซลล์ ไดโพลตำหนิจะอยู่โดยมีพลังงานน้อยสุด แต่ละสามารถหมุนตัวโดยการเลื่อนตำแหน่งของช่องว่างออกซิเจนภายในทรงแปดหน้า ผลทางโดเมนเกิดจากการแพร่ของตำหนิประจุไปยังผนังโดเมนซึ่งนำไปสู่การยึดของตำแหน่งตำหนิดังกล่าว แรงขับเคลื่อนคือการทำให้พลังงานไฟฟ้าหรือพลังงานยึดหยุ่นเฉพาะตำแหน่งน้อยที่สุด ผลทางระหว่างผิวเกี่ยวข้องกับการแพร่ของไอออนช่องว่าง หรืออิเล็กตรอนไปยังขอบเกรนหรือผิวระหว่างเฟสที่ต่างกัน (ขั้วไฟฟ้า เฟสที่สอง) เพื่อฟอร์มเป็นชั้นประจุภาค (space charge layers) การฟอร์มตัวของรอยแตกขนาดไมครอนในบริเวณที่ใกล้กับขั้วไฟฟ้าคือกลไกการลดลงเพิ่มเติมและผันกลับไม่ได้ที่พบในการทดสอบความล้าทางไฟฟ้า

#### ผลของความถี่และจำนวนรอบของสนามไฟฟ้า

การกลับทิศของโดเมนมักจะถูกอธิบายว่าเป็นกระบวนการยึดหยุ่นหนืดซึ่งขึ้นอยู่กับความถี่ของโพลไฟฟ้าที่ใช้ ความถี่ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของสนามไฟฟ้าลบล้างตลอดจนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกและสามารถเหนี่ยวนำความร้อนขึ้นได้เองในชิ้นงาน การเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าและผลของความร้อนที่เกิดขึ้นได้เองได้ถูกนำมาพิจารณาเมื่อมีการศึกษาผลของความถี่ต่อความล้าทางไฟฟ้า สำหรับการให้สนามไฟฟ้าแบบสองขั้วของวัสดุเพอร์โรอิเล็กทริก PLZT และเซรามิก PZT แบบอ่อน มีการรายงานว่า การเพิ่มความถี่นำไปสู่การลดลงเนื่องจากความล้าที่น้อยลงในช่วงความถี่จาก 10 ไป 100 Hz ในกรณีของ PLZT พฤติกรรมดังกล่าวจะปรากฏว่าจะไม่มีความล้าสำหรับความถี่ที่อยู่ในช่วง kHz นอกจากนี้ยังพบว่า การเพิ่มความถี่ยังลดอัตราการเติบโตของรอยแตก การศึกษาเกี่ยวกับผลของความถี่ต่อการลดลงเนื่องจากความล้าจากสนามไฟฟ้าขั้วเดียวและสนามไฟฟ้ากระแสตรงในวัสดุ PZT แบบอ่อนซึ่งแสดงให้เห็น

ว่าสมบัติส่วนใหญ่ลดลงโดยมีแนวโน้มที่คล้ายกันเมื่อทำการพล็อตเทียบกับสนามไฟฟ้ารวมแทนจำนวนรอบของสนามไฟฟ้า

การหมุนของตำหนิที่มีขั้วในปริมาตรและการรวมกลุ่มของตำหนิประจุบริเวณรอยต่อผิวภายใน อาจส่งผลปรากฏการณ์ความล้าของวัสดุ การเกิดความล้าในวัสดุเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงที่ผันกลับได้ และผันกลับไม่ได้ต่างๆ ในวัสดุ ความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะความล้าที่ผันกลับได้และผันกลับไม่ได้ถูกพบ ในการลดลงของจลน์ศาสตร์ของการกลับขั้วในประเด็นของการให้สนามไฟฟ้าสองขั้วและการคืนตัวทันที หลังจากให้ความร้อนที่อุณหภูมิเหนืออุณหภูมิการเปลี่ยนเฟส การลดลงอย่างมากของโพลาริเซชันสูงสุด และโพลาริเซชันคงค้าง และการลดความเร็วลงของจลน์ศาสตร์การกลับทิศเป็นลักษณะปกติของการเกิดความล้าในกรณีของการให้โพลไฟฟ้าแบบสองขั้ว ดังนั้น ความล้าในเซรามิก PZT ประพฤติกลไกสองแบบ อันหนึ่งจะนำไปสู่การลดลงของปริมาตรที่กลับทิศได้ของชิ้นงานและอีกอันหนึ่งนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงที่ทำให้ไดนามิกการโพลาริเซชันช้าลง ในขณะที่ผลกระทบอันที่สองสัมพันธ์กับการเกิดรอยแตกหลังจากการให้จํารอบสนามไฟฟ้าหลายรอบ (มากกว่า  $5 \times 10^7$  รอบ) ในขณะที่ผลกระทบแบบที่หนึ่งซึ่งทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงในสมบัติไดอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกสามารถกำจัดได้อย่างสมบูรณ์โดยการอบที่อุณหภูมิสูงเท่ากับ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สถานะที่เกิดความล้าสามารถทำให้คลายได้โดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับปริมาณสูง

การเลื่อนของวงวนฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้นสำหรับวงวนฮิสเทอรีซิสสัญญาณสูงและสัญญาณต่ำในกรณีของสนามไฟฟ้ากระแสตรงหรือสนามไฟฟ้าวัฏจักรแบบขั้วเดียว ซึ่งเกิดขึ้นในทิศทางสวนทางกับทิศทางของสนามไฟฟ้า ซึ่งสามารถอธิบายว่าเป็นสนามไฟฟ้าไบแอส โดยทั่วไป การเพิ่มปริมาณสนามไฟฟ้าวัฏจักรมากกว่าสนามลบดึงนำไปสู่การเสื่อมสภาพที่มากขึ้นของทั้งสมบัติไดอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริก สิ่งนี้ชี้ให้เห็นว่า โพลาริเซชันเพิ่มเติมและประจุที่ถูกจับที่เกี่ยวข้องและ/หรือความเครียดส่งผลอย่างต่อเนื่องต่อการเปลี่ยนแปลงที่ละเอียดของวัสดุ

ปัจจัยที่สำคัญอีกประการหนึ่งที่ส่งผลต่อพฤติกรรมความล้าคืออุณหภูมิและความถี่ของวัฏจักรสนามไฟฟ้า ลักษณะความล้าจะรุนแรงมากขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า ซึ่งเกี่ยวข้องกับการมีโพลาริเซชันภายในที่สูงขึ้น สำหรับวัฏจักรสนามไฟฟ้าสองขั้วของเพอร์โรอิเล็กทริก PLZT และเซรามิก PZT แบบอ่อน การเพิ่มความถี่ส่งผลให้การเสื่อมเนื่องจากความล้าลดลง

รอยต่อขั้วไฟฟ้า-เซรามิกสามารถส่งผลอย่างมากต่อสมบัติไดอิเล็กทริก โดยเฉพาะฟิล์มบาง ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวประจุของวัสดุที่ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าสามารถใช้นิยามว่าการบ่อนประจุระหว่างการทำสนามไฟฟ้าเกิดขึ้นได้หรือไม่ ซึ่งยังส่งผลต่อเสถียรภาพเฟสของวัสดุ ท้ายสุด มันอาจจะทำให้เกิดชั้นของขั้วไฟฟ้าหรือการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาคของวัสดุ อย่างไรก็ตาม ผลกระทบที่พบไม่แสดงให้เห็นภาพอย่างชัดเจน ยกตัวอย่างเช่น ไม่มีความแตกต่างอย่างชัดเจนในพฤติกรรมความล้าแบบไฟฟ้าสองขั้วที่ถูกพบในเซรามิก PZT แบบอ่อนที่เคลือบด้วย Pt, RuO<sub>2</sub>, หรือ In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่เจือด้วย Sn ซึ่งไม่จำเป็นว่าจะมีพลังงานยึดเหนี่ยวประจุที่แตกต่างกันอย่างมาก สัมพันธ์กับประเด็นของขั้วไฟฟ้า ลักษณะความล้าบางอันแสดงว่ามี

ความสัมพันธ์กับรูปทรงของอุปกรณ์ เนื่องจากการกระจายของสนามไฟฟ้าที่เข้มข้นที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันในชิ้นงาน ดังนั้น การออกแบบรูปทรงอุปกรณ์และการผลิตรอยต่อผิวขั้วไฟฟ้า-เซรามิกสามารถช่วยหลีกเลี่ยงปรากฏการณ์ เช่น การพังทลายทางไฟฟ้าและการฟอรัมตัวของรอยแตก

ประเด็นของการเปลี่ยนแปลงของเฟสระหว่างการทดสอบความล้าปรากฏว่าเป็นหัวข้อหนึ่งที่มีการค้นหาอย่างมาก ดังเช่นที่มีการทดลอง การเปลี่ยนเฟสอาจเกิดในทางที่ผันกลับได้ระหว่างการกลับทิศของโพลาริเซชันอย่างต่อเนื่อง เมื่อความล้าเกิดขึ้นเฟสบางเฟสมีความเสถียร ซึ่งส่งผลต่อการลดลงอย่างชัดเจนของความเครียดที่ได้



## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 1. แหล่งที่มาของข้อมูล

เฟสของผงเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต (PMNT) ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD, Model X-pert, Panalytical B.V.) การทดสอบความต้านทานไฟฟ้าของเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต (PMNT) ถูกตรวจสอบโดยการให้สนามไฟฟ้าจากเครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง (Trek, 20/20C, USA) และบันทึกค่าโพลาริเซชันด้วยวงจรรโซว์เยอร์-ทาวเวอร์ (Sawyer-Tower circuit) ความเครียดถูกวัดโดยเซนเซอร์วัดความเครียด (ZX-TDS01T, OMRON, Japan) ค่าที่ได้จะถูกบันทึกไว้ในคอมพิวเตอร์ ซึ่งทำการทดสอบ ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการทดสอบความต้านทานไฟฟ้าถูกตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, JSM-6335F, JEOL, Japan) ซึ่งทำการทดสอบ ณ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

#### 2. วิธีการเก็บรวบรวมข้อมูล

##### 2.1 การเตรียมเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต

เซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต (PMNT) ถูกเตรียมจากผง PMNT ที่เตรียมจากสารตั้งต้นเลดออกไซด์ (PbO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ในโอเบียมออกไซด์ ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) และไทเทเนียมออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) สารตั้งต้นถูกชั่งน้ำหนักตามสูตร  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  แล้วนำมาผสมด้วยการผสมแบบเม็ดบอลในตุ๊กกลางเอทานอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารผสมที่ได้มาอบให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำผงผสมไปเผาแคลไซน์ที่เงื่อนไขที่เหมาะสม นำผง PMNT ไปอัดขึ้นรูปแบบแกนเดี่ยว ภายใต้ความดัน 1 ตัน เป็นเวลา 10 วินาที จากนั้นนำเม็ดที่อัดขึ้นรูปไปเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศ PMNT นำเซรามิกที่เตรียมได้ไปตรวจสอบความหนาแน่นด้วยหลักการอาร์คิมิดีส นำเซรามิกที่เตรียมได้มาตัดและขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1200 เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีขนาด  $1.5 \times 3.5 \times 3.0 \text{ mm}^3$  ผิวหน้าที่มีขนาด  $3.5 \times 3.0 \text{ mm}^2$  ถูกขัดผงอะลูมินาขนาด 5.0 1.0 และ 0.05 ไมโครเมตร ตามลำดับ เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีผิวหน้าที่เรียบคล้ายกระจก ชิ้นงานที่ถูกขัดทั้งหมดจะถูกนำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพื่อไล่ความเค้นที่ตกค้างเนื่องจากกระบวนการขัด ทำการทากาวเงินลงบนผิวหน้า  $3.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$  ทั้งสองเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้า แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 นาที เพื่อไล่สารอินทรีย์และทำให้กาวเงินยึดกับชิ้นงานได้ดี

##### 2.2 การตรวจสอบความต้านทานไฟฟ้าของเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต

นำเซรามิกที่ทำขั้วไฟฟ้าไปทดสอบความต้านทานไฟฟ้าโดยการให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับที่มีแอมพลิจูด 2 เท่าของสนามไฟฟ้าลบข้างของเซรามิก PMNT ซึ่งมีค่าเท่ากับ 7 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร โดยชิ้นงานจะถูกแช่ในน้ำมันซิลิโคนที่ทำหน้าที่เป็นฉนวนไฟฟ้าเพื่อป้องกันการสปาร์คของไฟฟ้าความต่างศักย์สูง ความถี่ไฟฟ้าที่ใช้ทดสอบความต้านทานไฟฟ้าของเซรามิก PMNT คือ 5 10 50 และ 100 เฮิรตซ์ ในการ

ทดสอบแต่ละความถี่จะมีการจ่ายสนามไฟฟ้าไปจนถึง  $10^6$  รอบ โดยบันทึกข้อมูลในรูปของวงวนฮิสเทอรีซิสของโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้า (P-E hysteresis loops) ในช่วงจำนวนรอบ 1 ถึง  $10^3$  รอบ จะทำการบันทึกวงวนฮิสเทอรีซิสทุกๆ 100 รอบ ช่วง  $10^3$ - $10^4$  รอบ บันทึกทุกๆ  $10^3$  รอบ ช่วง  $10^4$ - $10^5$  รอบ บันทึกทุกๆ  $10^4$  รอบ ช่วง  $10^5$ - $10^6$  รอบ บันทึกทุกๆ  $10^5$  รอบ นำข้อมูลที่ได้มาพล็อตกราฟ จากนั้นทำการหาค่าโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบด่างจากวงวนฮิสเทอรีซิส นำค่าโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้าลบด่างของแต่ละความถี่มาพล็อตเทียบกับจำนวนรอบสนามไฟฟ้า

ทำการวัดวงวนฮิสเทอรีซิสที่สถานะต่างๆ คือ ก่อนการทดสอบความล้า หลังจากการให้สนามไฟฟ้าเป็นจำนวน  $10^6$  รอบ หลังจากการเอาผิวหน้าที่เสียหายออก และหลังจากการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำวงวนฮิสเทอรีซิสที่ถูกวัดที่สถานะต่างๆ ที่แต่ละความถี่มาพล็อตร่วมกันเพื่อเปรียบเทียบ

ทำการวัดความเครียดที่ถูกเหนี่ยวนำเนื่องจากไฟฟ้าที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้า  $10^1$   $10^2$   $10^3$   $10^4$  และ  $10^5$  รอบ นำข้อมูลของแต่ละความถี่มาพล็อตกราฟเทียบกับสนามไฟฟ้า

### 2.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต

ผิวหน้าของเซรามิกที่ถูกขัดให้เรียบคล้ายกระจกถูกนำไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค โดยผิวหน้าดังกล่าวจะถูกเคลือบด้วยทองด้วยเครื่องสเปคเตอร์ หลังจากนั้นนำไปตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยจะทำการตรวจสอบบริเวณตรงกลางชิ้นงานและบริเวณใกล้กับขั้วไฟฟ้า จากนั้นทำการบันทึกภาพ ทำการวัดความหนาของผิวชิ้นงานที่เสียหาย และความกว้างของรอยแตกที่อยู่บริเวณกลางชิ้นงาน แล้วนำข้อมูลที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย

## 3. วิเคราะห์ข้อมูล

### 3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต

จากภาพโครงสร้างจุลภาคที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะทำการพิจารณาความเสียหายทางโครงสร้างจุลภาคที่เกิดขึ้นในชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความล้า พร้อมกับตรวจสอบลักษณะการแตกของเกรนภายใน โครงสร้างของเซรามิก จากนั้นทำการวิเคราะห์ว่าความกว้างของความเสียหายของชั้นที่อยู่ใกล้กับขั้วไฟฟ้ามีการเปลี่ยนแปลงอย่างไรเมื่อทำการปรับเปลี่ยนความถี่ในการทดสอบความล้า นอกจากนี้จะพิจารณาความเสียหาย เช่น รอยแตก บริเวณกลางชิ้นงาน และพิจารณาความกว้างและจำนวนของรอยแตกว่าขึ้นอยู่กับความถี่ที่ใช้ในการทดสอบความล้าหรือไม่

### 3.2 การวิเคราะห์พฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าจากสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

จากกราฟที่พล็อตระหว่างสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (โพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบด่าง) และจำนวนรอบของสนามไฟฟ้า จะทำการพิจารณาว่าค่าโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้าลบด่างเริ่มมีการเปลี่ยนแปลง (เพิ่มขึ้น/ลดลง) ที่จำนวนรอบของสนามไฟฟ้าเท่าใด พร้อมทั้งเปรียบเทียบว่าจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าที่สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงของชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ต่างๆ มีค่า

ต่างกันอย่างไร ทำการเปรียบเทียบว่าที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าเท่ากับ  $10^5$  รอบ การลดลงของโพลาริเซชันคงค้างและการเพิ่มขึ้นของสนามไฟฟ้าลบค้างของชิ้นงานที่ความถี่ต่างๆ มีค่าต่างกันอย่างไร และเมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นเป็น  $10^6$  รอบ ค่าดังกล่าวจะต่างกันหรือไม่ อย่างไร

### 3.3 การวิเคราะห์สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่อุณหภูมิที่สถานะต่างๆ

จากกราฟวงวนฮิสเทอรีซิสที่ทำการวัดที่สถานะต่างๆ ของชิ้นงานที่ถูกทดสอบความล้าทางไฟฟ้าที่ความถี่ต่างๆ จะทำการวิเคราะห์หว่าที่แต่ละความถี่ วงวนฮิสเทอรีซิสที่วัดที่สถานะต่างๆ มีความแตกต่างกันหรือไม่ อย่างไร และที่แต่ละสถานะ วงวนฮิสเทอรีซิสที่ความถี่ต่างๆ มีความแตกต่างกันหรือไม่ อย่างไร นอกจากนี้ จากกราฟความหนาของชิ้นที่เสียหาย โพลาริเซชันคงค้าง และสนามไฟฟ้าลบค้างที่พล็อตเทียบกับจำนวนรอบของสนามไฟฟ้า จะทำการวิเคราะห์หว่าเปลี่ยนแปลงของค่าต่างๆ กับจำนวนรอบของสนามไฟฟ้า มีแนวโน้มไปทางเดียวกันหรือไม่ อย่างไร ถ้าหากการเปลี่ยนแปลงของความหนาของชิ้นที่เสียหายมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันกับการเปลี่ยนแปลงของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก ก็อาจเป็นไปได้ว่า ความเสียหายทางโครงสร้างจุลภาคส่งผลให้เกิดความล้าทางไฟฟ้าในชิ้นงานเซรามิก แต่ถ้าหากการเปลี่ยนแปลงไม่เป็นไปในทิศทางเดียวกัน ก็อาจจะมีสาเหตุอื่นที่มีผลต่อความล้าของเซรามิกดังกล่าว

### 3.4 การวิเคราะห์พฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าจากความเครียดที่ถูกเหนี่ยวนำด้วยไฟฟ้า

จากกราฟระหว่างความเครียดและสนามไฟฟ้าที่วัดที่จำนวนรอบของสนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิกที่ถูกทดสอบความล้าที่ความถี่ต่างๆ จะทำการวิเคราะห์หว่า ที่แต่ละความถี่ เมื่อจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ลักษณะของกราฟ เช่น ความสมมาตร ค่าความเครียดสูงสุด และค่าสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการกลับทิศของโดเมน มีการเปลี่ยนแปลงไปอย่างไร ที่จำนวนรอบเท่ากัน การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวของชิ้นงานที่ทำการทดสอบความล้าที่ความถี่ต่างๆ มีความแตกต่างกันอย่างไร นอกจากนี้ จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเครียดและสนามไฟฟ้าสามารถหาสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของเซรามิกได้ โดยหากความชันของเส้นตรงที่สัมพันธ์กราฟที่ตำแหน่งสนามไฟฟ้าเท่ากับศูนย์ จากนั้นทำการวิเคราะห์หว่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกหลังจากให้สนามไฟฟ้าจำนวน  $10^6$  รอบ เมื่อเทียบกับเมื่อเริ่มทำการวัด มีการเปลี่ยนแปลงไปอย่างไร และที่ความถี่ต่างๆ การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวมีความแตกต่างกันอย่างไร

การเปลี่ยนแปลงของสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกเนื่องจากความล้าจะพิจารณาจากเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติดังสมการ

$$\%change\ in\ property = \frac{P_A - P_B}{P_B} \times 100 \quad (1)$$

เมื่อ  $P_A$  คือ ค่าสมบัติที่ถูกวัดหลังจากการทดสอบความล้า

$P_B$  คือ ค่าสมบัติที่ถูกวัดในช่วงเริ่มทดสอบความล้า

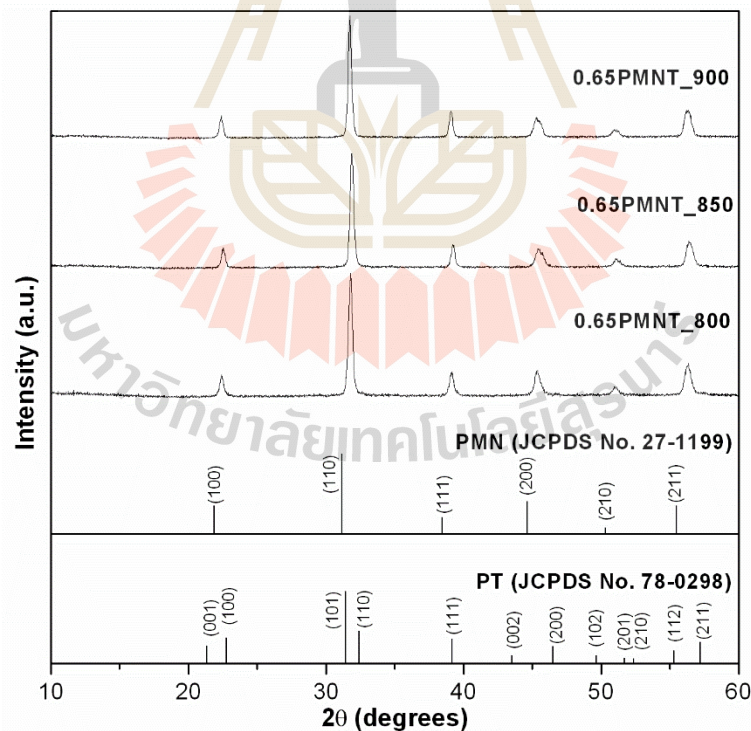


## บทที่ 4

### ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและการอภิปรายผล

#### 1. ผลการตรวจสอบเฟสของผงเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต

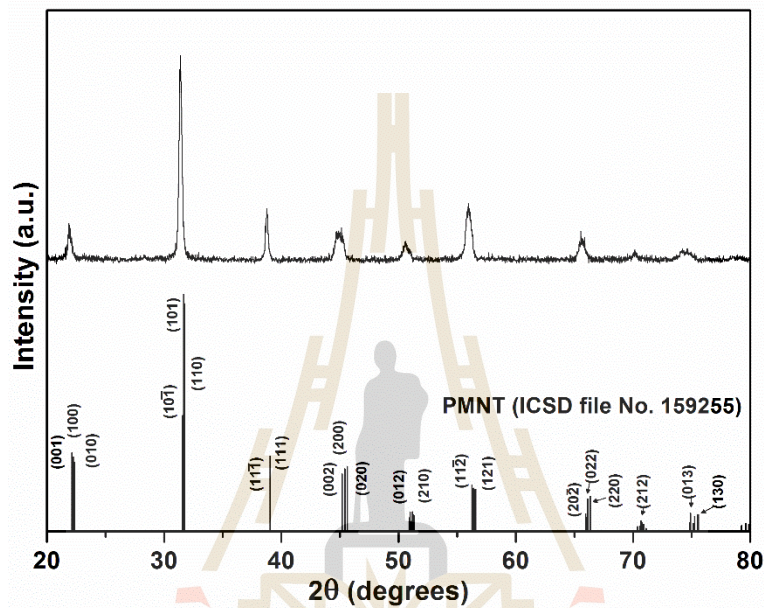
เฟสของผงเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต (PMNT) ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 850 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ผลการทดลองแสดงดังรูป 4.1 รูปแบบ XRD ของผงถูกเปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานของสาร  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  ไฟล์ JCPDS หมายเลข 27-1199 และสาร  $\text{PbTiO}_3$  ไฟล์ JCPDS หมายเลข 78-0298 ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าผง PMNT ที่ผ่านการเผาทุกอุณหภูมิแสดงเฟสบริสุทธิ์ของเฟสเพอโรฟสไกต์โดยไม่มีการปรากฏของเฟสที่สองหรือเฟสที่ไม่ต้องการ ซึ่งให้เห็นว่า ทุกเงื่อนไขการแคลไซน์สามารถทำให้สารตั้งต้น ( $\text{PbO}$   $\text{MgO}$   $\text{Nb}_2\text{O}_5$  และ  $\text{TiO}_2$ ) สามารถทำปฏิกิริยาเคมีกันและฟอร์มตัวเป็นสาร PMNT ที่ต้องการได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้น เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ทุกสถานะจึงมีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้เตรียมผง PMNT ที่มีเฟสบริสุทธิ์ได้ อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาเรื่องของพลังงานที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จึงมีความเหมาะสมในการเผาแคลไซน์ผง PMNT มากที่สุด เนื่องจากใช้พลังงานน้อยที่สุด ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงเลือกใช้เงื่อนไขการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง PMNT ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 850 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

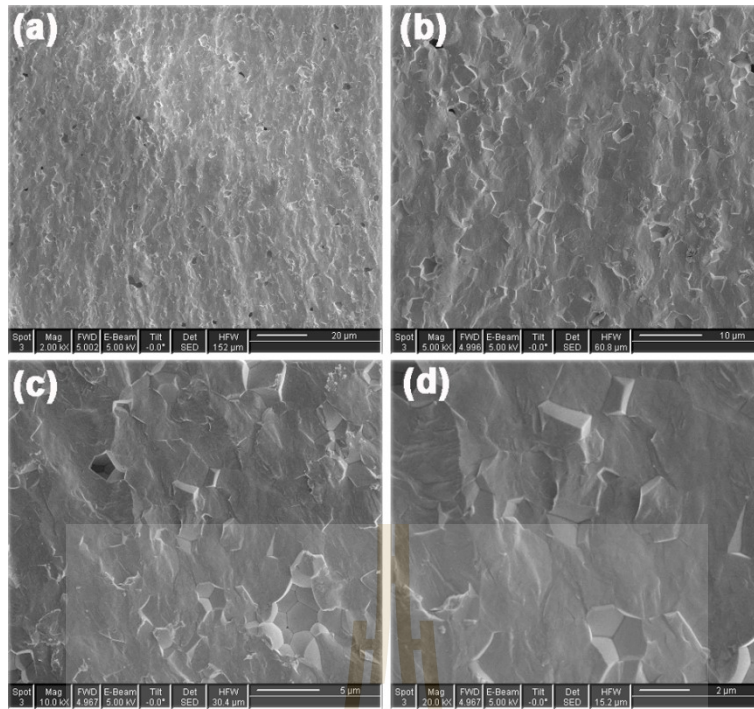
## 2. ผลการตรวจสอบเฟส ความหนาแน่น และโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกเลดแมกนีเซียมไนโอเบตไทเทเนต

เฟสของเซรามิก PMNT ที่ผ่านการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD ผลการทดลองแสดงดังรูป 4.2 รูปแบบ XRD ของเซรามิก PMNT สอดคล้องกับไฟล์มาตรฐาน ICSD หมายเลข 159255 ซึ่งเป็นของสารประกอบ  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  ที่มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก ดังนั้นเซรามิก PMNT ที่เตรียมได้จึงมีเฟสเพอรอฟสไกต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก



รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก PMNT ที่เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

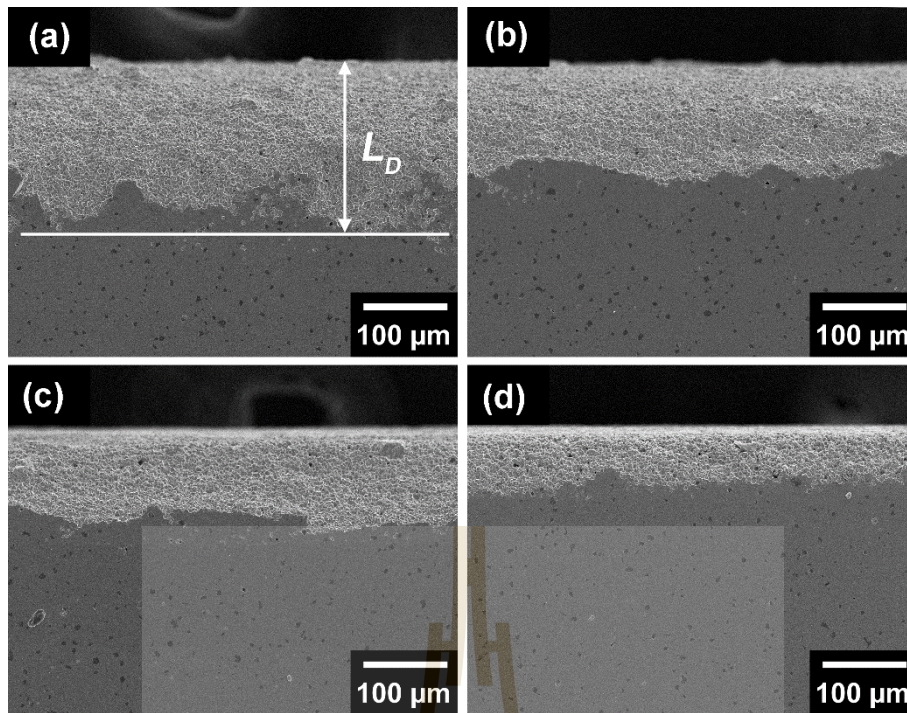
ความหนาแน่นของเซรามิกถูกตรวจสอบด้วยหลักการของอาร์คิมิดีส ซึ่งพบว่าความหนาแน่นของเซรามิก PMNT ที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ  $7.7 \text{ g/cm}^3$  หรือคิดเป็นความหนาแน่นสัมพัทธ์เท่ากับ 95 % โครงสร้างจุลภาคของผิวหักของเซรามิก PMNT ถูกตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ซึ่งได้ผลการทดลองดังรูป 4.3 จากรูปจะเห็นได้ว่า เซรามิกมีการแตกแบบผสมคือมีทั้งการแตกแบบผ่าเกรน (transgranular fracture) และแตกแบบระหว่างเกรน (intergranular fracture) ขนาดเกรนโดยเฉลี่ยของเซรามิกมีค่าเท่ากับ 3 ไมโครเมตร



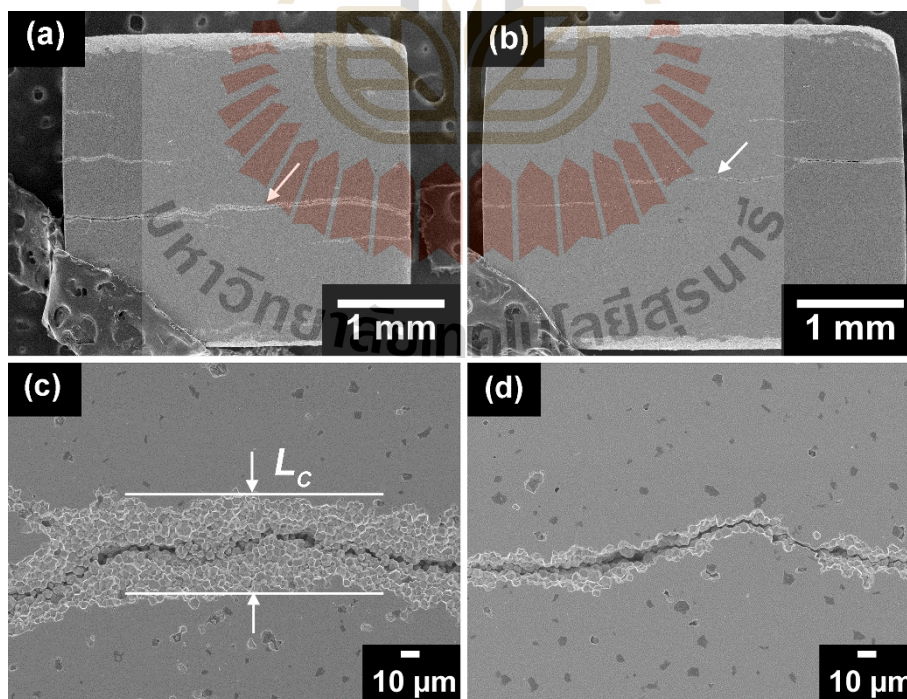
รูป 4.3 โครงสร้างจุลภาคของผิวแตกที่กำลังขยาย (a) 2000 (b) 5000 (c) 10000 และ (d) 20000 ของเซรามิก PMNT

### 3. ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMNT หลังการทดสอบความล้าทางไฟฟ้า

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าเซรามิกที่ผ่านการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าเป็นจำนวน  $10^6$  รอบ ที่ความถี่ต่างๆ แสดงดังรูป 4.4 ความเสียหายทางโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าที่เกิดจากความล้าทางไฟฟ้าถูกพบในชิ้นงานทุกความถี่ ความเสียหายของผิวหน้าที่พบมีความสอดคล้องกับผลการทดลองก่อนหน้าของ Balke และคณะ และยังพบว่า ความล้าทางไฟฟ้ามีผลอย่างเด่นชัดต่อความเสียหายของผิวหน้าที่ตั้งฉากกับทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองก่อนหน้าของ Fang และคณะ นอกจากความเสียหายของผิวหน้าที่อยู่ใต้ขั้วไฟฟ้าแล้ว ยังพบรอยแตกที่เกิดจากการทดสอบความล้าในส่วนเนื้อชิ้นงานในเซรามิกที่ผ่านการทดสอบความล้าที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ ดังแสดงในรูป 4.5 ภาพขยายของรอยแตกของชิ้นงานทั้งสอง (ดังแสดงในรูป 4.5(a) และ (b)) แสดงถึงการแตกแบบระหว่างเกรน และยังพบว่าจำนวนและขนาดของรอยแตกในชิ้นงานที่ทำการทดสอบความล้าที่ความถี่ต่ำกว่ามีค่าสูงกว่าค่าที่พบในชิ้นงานที่ความถี่สูงกว่า ความหนาของชั้นเสียหายและขนาดของรอยแตก (ซึ่งแทนด้วยสัญลักษณ์  $L_D$  และ  $L_C$  ตามลำดับ) ของเซรามิกพบว่ามีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ค่า  $L_D$  ของชิ้นงานที่ทำการทดสอบความล้าที่ความถี่ 5 10 50 และ 100 เฮิร์ตซ์ มีค่าเท่ากับ  $165 \pm 7$ ,  $121 \pm 5$ ,  $98 \pm 4$  และ  $66 \pm 4$  ไมโครเมตร ตามลำดับ ค่า  $L_C$  ของชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ มีค่าเท่ากับ  $45 \pm 2$  และ  $19 \pm 1$  ไมโครเมตร ตามลำดับ เชื่อว่าการเกิดการขยายตัวของรอยแตกคือสาเหตุของการเกิดความล้าในสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก PMNT ซึ่งจะถูกอภิปรายในหัวข้อต่อไป



รูป 4.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของโครงสร้างจุลภาคของผิวหน้าเซรามิก PMNT ที่ผ่านการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าเป็นจำนวน  $10^6$  รอบ ที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิรตซ์



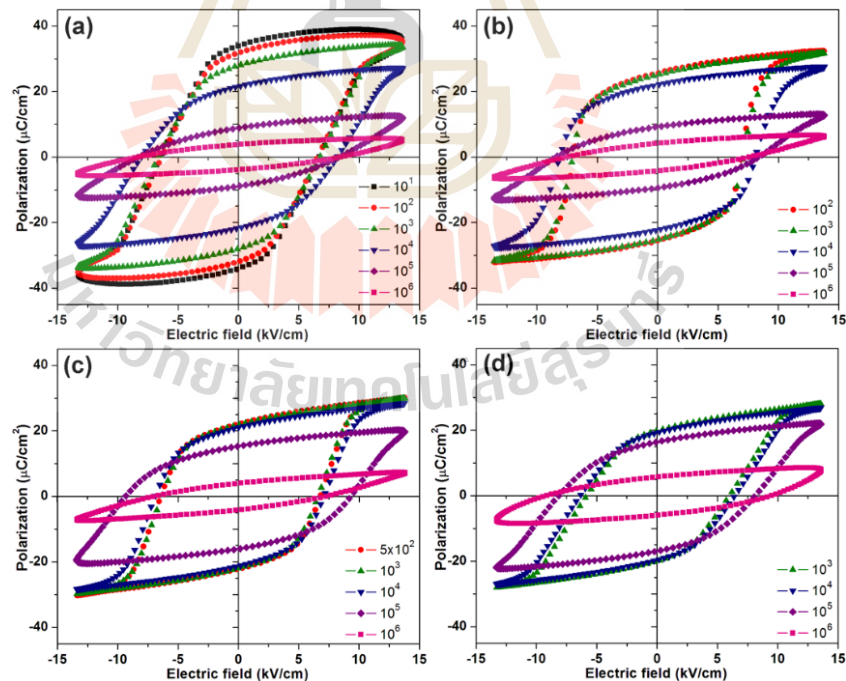
รูป 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงความเสียหายที่เกิดขึ้นในเนื้อเซรามิก PMNT ทดสอบความล้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิรตซ์

#### 4. ผลการตรวจสอบความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิก PMNT

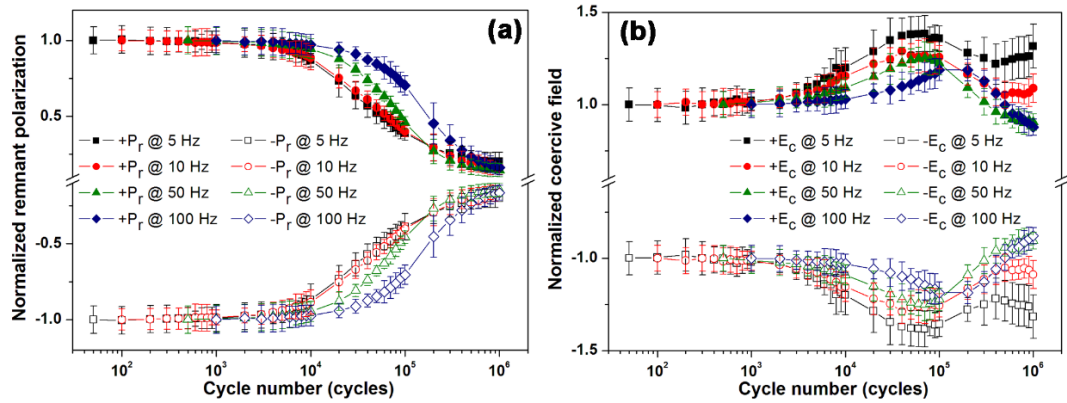
##### 4.1 ความล้าทางไฟฟ้าของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

เพื่อทำการตรวจสอบความล้าของเซรามิก PMNT จึงทำการวัดวงวนฮิสเทอรีซิสของโพลาริเซชันและสนามไฟฟ้าที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ จนถึง  $10^6$  รอบ กราฟวงวนฮิสเทอรีซิสที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้า รอบ ที่ความถี่ 5 10 50 และ 100 เฮิรตซ์ ของเซรามิก PMNT แสดงดังรูป 4.6

ในช่วงเริ่มต้นของการทดสอบความล้า วงวนฮิสเทอรีซิสที่วัดที่ความถี่ต่ำจะแสดงค่าโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบที่สูงกว่าที่วัดที่ความถี่สูง การให้สนามไฟฟ้าจำนวน 1 รอบ ที่ความถี่ต่ำกว่าจะทำให้ผนังโดเมนสามารถเคลื่อนที่ได้ระยะที่ไกลกว่าและปริมาตรของโดเมนที่จัดเรียงตัวในทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้ก็จะมีขนาดใหญ่กว่า ดังนั้น จึงมีความต้องการปริมาณสนามไฟฟ้าที่สูงกว่าเพื่อใช้ในการกลับทิศของโดเมนไปยังทิศทางตรงข้าม ซึ่งส่งผลให้โพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบมีค่ามากขึ้น นอกจากนี้ยังมีสาเหตุอื่นที่เป็นไปได้ที่ทำให้เกิดผลการทดลองดังที่พบ คือ การมีอยู่ของโพลาริเซชันของประจุอวกาศ (space charge polarization) ซึ่งอาจเกิดจากตำหนิที่มีประจุ เช่น ช่องว่างของออกซิเจนที่อยู่บริเวณขอบเกรนของเซรามิก โพลาริเซชันนี้สามารถหมุนตัวเมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าความถี่ต่ำ ส่งผลให้ค่าโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบสูงขึ้น อย่างไรก็ตาม โพลาริเซชันของประจุอวกาศถูกจำกัดที่ความถี่สูงขึ้นเนื่องจากความถี่ดังกล่าวส่งผลต่อการกลับทิศของโดเมน ส่งผลให้โพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบมีค่าลดลง



รูป 4.6 วงวนฮิสเทอรีซิสที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิก PMNT ที่ถูกทดสอบความล้าทางไฟฟ้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิรตซ์

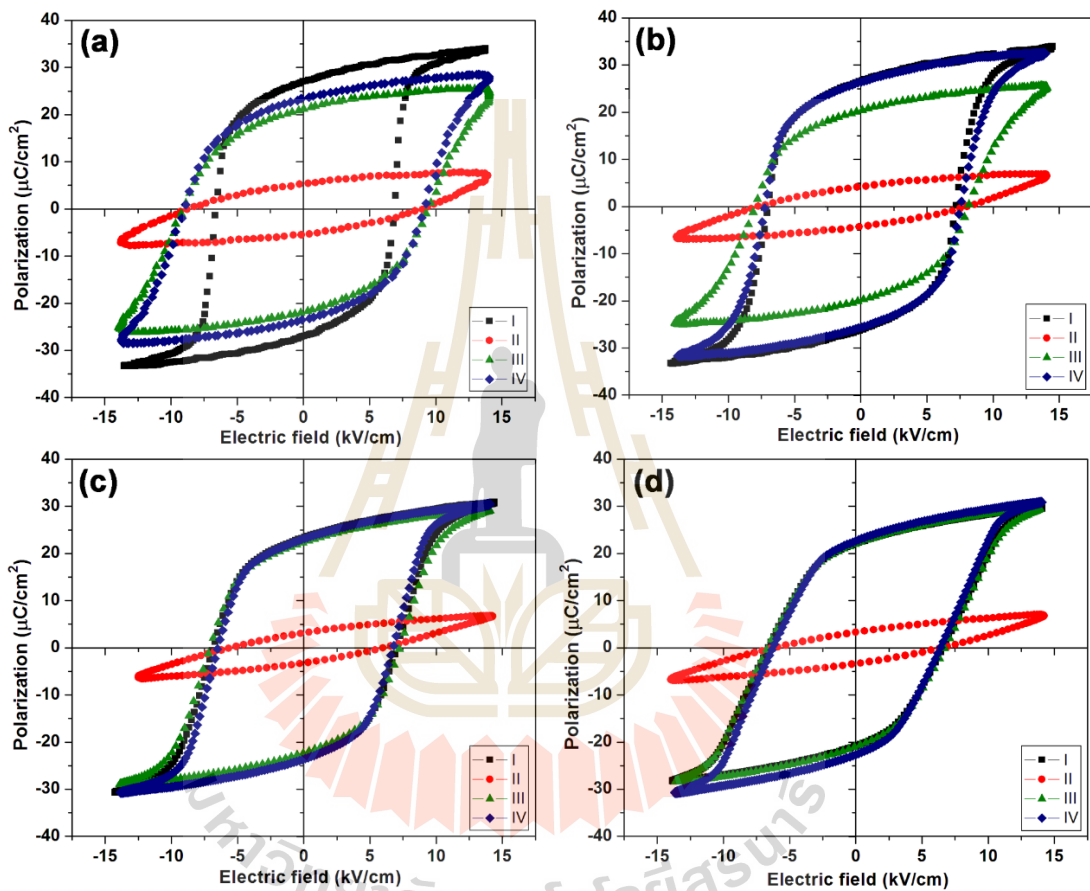


รูป 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง (a) โพลาริเซชันคงค้าง และ (b) สนามไฟฟ้าลบดลิ่งกับจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าของเซรามิก PMNT

เพื่อเปรียบเทียบผลของความถี่ต่อความล้าทางไฟฟ้าของชิ้นงาน ค่าโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบดลิ่งของแต่ละชิ้นงานถูกหารด้วยค่าโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบดลิ่งที่วัดในช่วงเริ่มต้นของการทดสอบความล้า ผลการทดลองแสดงดังรูป 4.7 จากรูปจะเห็นได้ว่า ที่จำนวนรอบ  $\leq 10^3$  รอบ ค่าโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบดลิ่งของชิ้นงานทั้งหมดไม่มีการเปลี่ยนแปลงกับจำนวนรอบสนามไฟฟ้า อย่างไรก็ตาม เมื่อจำนวนรอบสนามไฟฟ้าเพิ่มขึ้น โพลาริเซชันคงค้างมีแนวโน้มลดลงจนถึง  $10^6$  รอบ และสนามไฟฟ้าลบดลิ่งมีการเพิ่มขึ้นจนถึง  $10^5$  รอบ และลดลงเมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นจนถึง  $10^6$  รอบ อย่างไรก็ตาม สำหรับชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ สนามไฟฟ้าลบดลิ่งไม่ลดลงต่อไปเมื่อจำนวนรอบ  $\geq 4 \times 10^5$  รอบ ดังที่พบในงานวิจัยก่อนหน้านี้ การลดลงของสมบัติเนื่องจากการล้าเกิดจากการป้องกันสนามที่เกิดจากการเสียหายของผิวหน้าและการเป็นหมุดยึดขอบ โดเมนซึ่งจะอธิบายในหัวข้อถัดไป

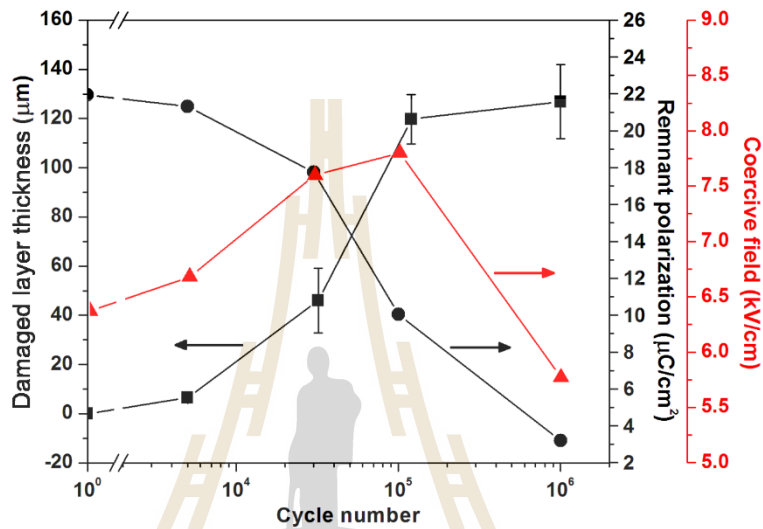
เพื่อทำการหาสาเหตุของการเกิดความล้าของเซรามิก จึงทำการวัดวงวนฮิสเทอรีซิสที่สถานะต่างๆ คือ (I) ช่วงเริ่มต้นของการทดสอบความล้า (II) หลังจากการทดสอบความล้าเป็นจำนวน  $10^6$  รอบ (III) หลังจากการเอาชิ้นที่เสียหายออก และ (IV) หลังจากการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการทดลองแสดงดังรูป 4.8 สำหรับชิ้นงานที่ทดสอบความล้าทุกความถี่ วงวนฮิสเทอรีซิสที่วัดที่สถานะ II ถูกจำกัดอย่างมาก โดยมีค่าโพลาริเซชันคงค้างน้อยกว่าค่าที่วัดที่สถานะ I มาก ที่สถานะ III วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 50 และ 100 เฮิร์ตซ์ มีการฟื้นฟูอย่างสมบูรณ์การเอาชิ้นที่เสียหายออก อย่างไรก็ตาม วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ ไม่กลับเป็นอย่างเดิมเมื่อเอาชิ้นที่เสียหายออก ที่สถานะ IV หลังจากการทำอบอ่อน วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่ความถี่ 10 เฮิร์ตซ์ มีการกลับเป็นอย่างเดิมอย่างสมบูรณ์ในขณะที่ชิ้นงานที่ความถี่ 5 เฮิร์ตซ์ มีการกลับเป็นอย่างเดิมบางส่วน การฟื้นฟูที่ไม่สมบูรณ์ของวงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่ความถี่ 5 เฮิร์ตซ์ เนื่องมาจากการเกิดรอยแตกเนื่องจากการทดสอบความล้า แม้ว่าชิ้นงานที่ทำการทดสอบความล้าที่ความถี่ 10 เฮิร์ตซ์ จะมีย่อยแตก อย่างไรก็ตาม รอยแตกมีจำนวนน้อยกว่าและเล็กกว่า จึงทำให้การฟื้นฟูของวงวนฮิสเทอรีซิสด้วยการเอาชิ้นที่เสียหายออกและการอบอ่อนที่ง่ายกว่า นอกจากนี้ เพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างชิ้น

ผิวหน้าที่เสียหายและการเปลี่ยนแปลงของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก จึงได้พล็อตกราฟของความหนาของชั้นผิวที่เสียหาย โพลาริเซชันคงค้าง และสนามไฟฟ้าลบล้างที่ขึ้นอยู่กับจำนวนรอบสนามไฟฟ้าของชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 50 เฮิร์ตซ์ ดังแสดงในรูป 4.9 จากรูปแสดงให้เห็นว่า ที่จำนวนรอบ  $\leq 10^5$  รอบ ความหนาของชั้นที่เสียหายที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้มีการลดลงของโพลาริเซชันคงค้างและการเพิ่มขึ้นของสนามไฟฟ้าลบล้าง ที่จำนวนรอบ  $> 10^5$  รอบ ความหนาของชั้นที่เสียหายมีการเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย และที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าช่วงนี้ โพลาริเซชันคงค้างมีการลดลงอย่างต่อเนื่องในขณะที่สนามไฟฟ้าลบล้างเริ่มมีการลดลงเมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นสู่  $10^6$  รอบ



รูป 4.8 วงวนฮีสเทอรีซิสที่ถูกวัดที่สถานะต่างๆ (I) ช่วงเริ่มต้นของการทดสอบความล้า (II) หลังจากการทดสอบความล้าเป็นจำนวน  $10^6$  รอบ (III) หลังจากการเอาชั้นที่เสียหายออก และ (IV) หลังจากการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ของเซรามิกที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิร์ตซ์

จำนวนรอบที่มีการลดลงของสมบัติเนื่องจากความล้า กล่าวคือ จำนวนรอบที่อัตราการลดลงของโพลาริเซชันคงค้างมีค่าสูงสุด ถูกแสดงไว้ในตาราง 4.1 จะเห็นได้ว่า จำนวนรอบดังกล่าวมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ซึ่งบ่งบอกถึงความล้าที่เกิดขึ้นในชิ้นงานที่ทำการทดสอบความล้าที่ความถี่ต่ำกว่าจะเกิดขึ้นเร็วกว่า ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสมบัติหลังจากทดสอบความล้าจำนวนรอบ  $10^5$  รอบ ที่เทียบกับค่าที่วัดขณะเริ่มทำการทดสอบถูกแสดงไว้ในตาราง 3.1 พบว่า ปริมาณการลดลงของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ซึ่งชี้ให้เห็นว่าความรุนแรงของการเกิดความล้าของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกในเซรามิกมีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น



รูป 4.9 ความหนาของชั้นผิวหน้าที่เสียหาย โพลาริเซชันคงค้าง และสนามไฟฟ้าลบด่างที่เป็นฟังก์ชันกับจำนวนรอบสนามไฟฟ้า

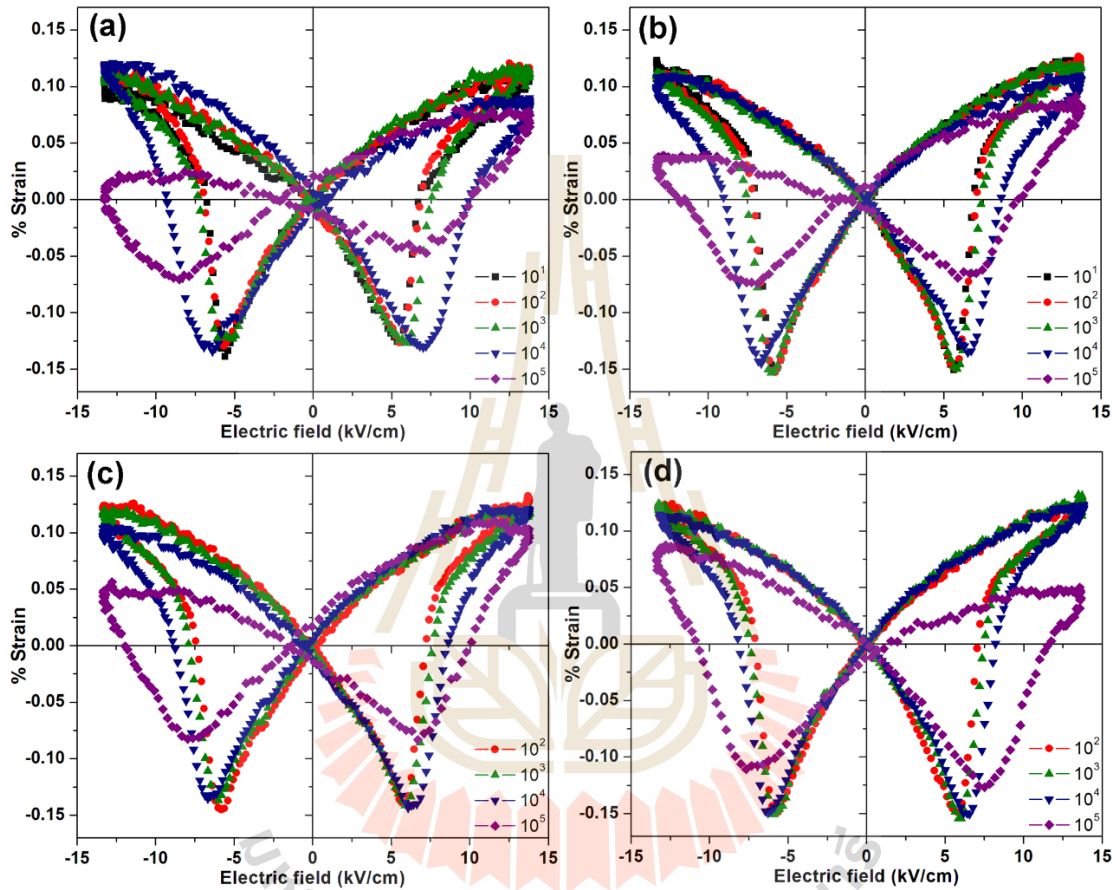
ตาราง 4.1 พฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกหลังจากการทดสอบความล้าเป็นจำนวน  $10^5$  รอบ ที่ความถี่ต่างๆ ของเซรามิก PMNT

ความถี่ (เฮิรตซ์)	จำนวนรอบ (รอบ)	ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้าง	ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าลบด่าง
5	30000	-61	+36
10	63000	-60	+26
50	86000	-54	+22
100	140000	-29	+19

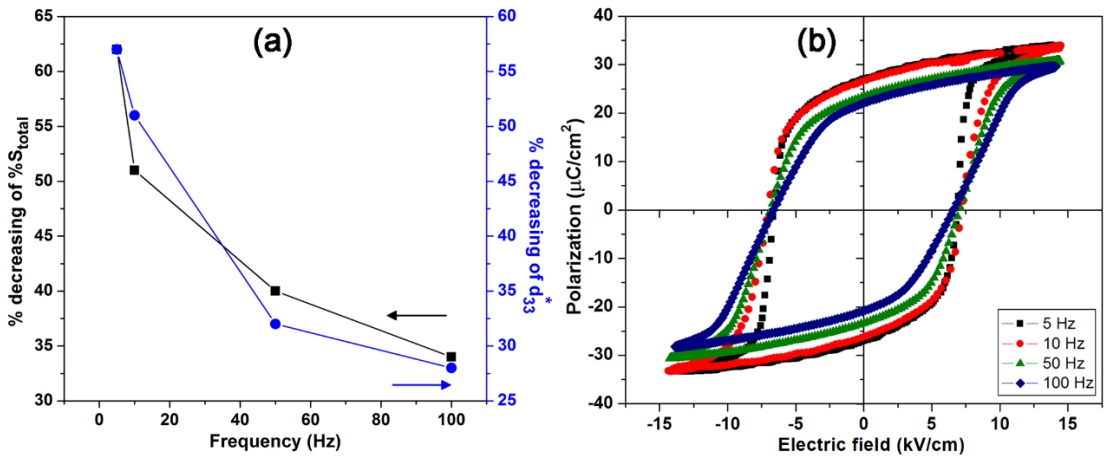


#### 4.2 ความล้าทางไฟฟ้าของความเครียดที่ถูกเหนี่ยวนำด้วยไฟฟ้า

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเครียดและสนามไฟฟ้าที่มีลักษณะคล้ายผีเสื้อของชิ้นงานที่ถูกทดสอบความล้าที่ความถี่ต่างๆ ถูกวัดที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ จนถึง  $10^5$  รอบ ดังแสดงในรูป 4.10 ในชิ้นงานที่ทุกๆ ความถี่ วงวนความเครียดและสนามไฟฟ้าที่ถูกทดสอบความล้าจำนวน  $10^5$  รอบ มีลักษณะไม่สมมาตร ซึ่งแสดงถึงการกลับทิศของโดเมนที่ไม่สมบูรณ์ สำหรับแต่ละความถี่ ความเครียดรวมหาได้จากผลต่างระหว่างความเครียดสูงสุดและความเครียดต่ำสุด



รูป 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเครียดและสนามไฟฟ้าที่ถูกวัดที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าต่างๆ ของเซรามิก PMNT ที่ถูกทดสอบความล้าที่ความถี่ (a) 5 (b) 10 (c) 50 และ (d) 100 เฮิรตซ์



รูป 4.11 (a) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการลดลงของความเครียดรวมและสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่เป็นฟังก์ชันกับความถี่ และ (b) วงวนฮิสเทอรีซิสที่ถูกวัดที่ความถี่ต่างๆ ของเซรามิก PMNT ที่ไม่ผ่านการทดสอบความล้า

นอกจากนี้ สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกหาได้จากความชันของเส้นสัมพัทธ์กราฟที่สนามไฟฟ้าเป็นศูนย์ ค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของเซรามิกที่วัดก่อนการทดสอบความล้ามีค่าเท่ากับ 1700 พิโคเมตร/โวลต์ สำหรับแต่ละความถี่ ค่าความเครียดรวมและสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่ถูกวัดหลังจากทดสอบความล้าจำนวน  $10^5$  รอบ ถูกนำมาเปรียบเทียบกับค่าที่วัดขณะเริ่มการทดสอบความล้า กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของความเครียดรวมและสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่เป็นฟังก์ชันกับความถี่แสดงดังรูป 4.11 (a) เมื่อความถี่เพิ่มขึ้น การเปลี่ยนแปลงของสมบัติจะลดลง

ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบล้างหลังจากการทดสอบความล้าจำนวน  $10^6$  รอบ ของชิ้นงาน PMNT ที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 10 เฮิร์ตซ์ ถูกนำไปเปรียบเทียบกับสารเพอร์โรอิเล็กทริกที่มีตะกั่วและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ดังแสดงในตาราง 4.2 การเปลี่ยนแปลงของสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PMNT ในงานวิจัยนี้ มีค่ามากกว่าค่าที่พบในเซรามิก PMN ที่เจือด้วย La อย่างไม่ก็ตาม การเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้างของเซรามิก PMNT ไม่ต่างจากเซรามิก  $0.675\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0.325\text{PbTiO}_3$  (0.675PMN-0.325PT) อย่างมีนัยสำคัญ แต่การเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าลบล้างมีค่าต่ำกว่ามาก นอกจากนี้ ความต้านทานความล้าของเซรามิก PMNT มีค่ามากกว่าเซรามิก PZT ทางการค้า ในทางกลับกัน เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ เช่น  $0.025\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3-0.40(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})\text{TiO}_3-0.575(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$  (2.5BMT-40BKT-57.5BNT),  $\text{SrTiO}_3$ -modified  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3 - \text{BaTiO}_3$  (ST-modified BNT-BT) และ  $\text{CaZrO}_3$ -modified  $(\text{K}_{0.49}\text{Na}_{0.49}\text{Li}_{0.02})(\text{Ta}_{0.2}\text{Nb}_{0.8})\text{O}_3$  (CZr-modified KNN) เซรามิก PMNT จะมีความต้านทานความล้าที่น้อยกว่า

ตาราง 4.2 ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้างและสนามไฟฟ้าลบถ่างของเซรามิก PMNT เมื่อเทียบกับเซรามิกเพอร์โรอิเล็กทริกที่มีและไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ

วัสดุ	ความถี่	จำนวนรอบ	ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้าง	ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าลบถ่าง
PMNT*	10 Hz, $2E_c$	$10^6$	-83	+9
1%La-doped PMN	-	$10^6$	-1	0
0.675PMN-0.325PT	10 Hz, $3E_c$	$10^6$	-72	+82
PZT	10 Hz, $2E_c$	$5 \times 10^5$	-63	+49
2.5BMT-40BKT-57.5BNT	10 Hz, $3.3E_c$	$10^6$	-1	-2
ST-modified BNT-BT	10 Hz, $2E_c$	$10^6$	-1	-23
CZr-modified KNN	50 Hz, $2E_c$	$10^6$	-6	-4

\* เซรามิก PMNT ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

## 5. การอภิปรายผล

ในระหว่างการให้สนามไฟฟ้ากระแสสลับ ผนังโดเมนบางอันไม่เคลื่อนที่ตามการเปลี่ยนแปลงของทิศทางของสนามไฟฟ้า ซึ่งอาจเนื่องมาจากการขัดขวางของตำหนิที่มีขนาดระดับไมโครเมตรภายในเกรนที่ลดความสามารถในการเคลื่อนที่ของผนังโดเมน ซึ่งทำให้มีการฟอร์มตัวของความเค้นภายใน ความเสียหายของผิวอาจเกิดขึ้นที่ตำแหน่งเหล่านี้เมื่อความเข้มของความเค้นมีค่าเพิ่มขึ้นสู่ความต้านทานการแตกหักของวัสดุ ในกรณีสนามไฟฟ้าความถี่ต่ำ โดเมนได้รับสนามไฟฟ้าเป็นเวลานาน ซึ่งส่งเสริมการเคลื่อนที่ของผนังโดเมน ส่งผลให้ความเค้นที่มีค่าสูงเกิดขึ้น และเกิดความเสียหายที่มาก ดังจะถูกยืนยันโดยค่าโพลาริเซชันคงค้างที่สูงเมื่อทำการวัดที่ความถี่ที่ต่ำกว่า ซึ่งแสดงถึงการเคลื่อนที่ของผนังโดเมนที่มากกว่า ดังแสดงในรูป 4.11 (b) สำหรับชิ้นงานที่ทดสอบความถี่ที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ เนื่องจากความเค้นเฉพาะตำแหน่งที่มาก จึงทำให้เกิดรอยแตกขึ้นในเซรามิกดังกล่าว

จากรูป 4.8 ความถี่ที่พบในชิ้นงานที่ทดสอบความถี่ที่ความถี่ 50 และ 100 เฮิร์ตซ์ อาจเกิดจากผลของความเสียหายของผิวเป็นหลัก (กระบวนการย้อนกลับไม่ได้) เนื่องจากวงวนฮิสเทอรีซิสสามารถฟื้นฟูได้ หลังจากการเอาพื้นผิวที่เสียหายออก การฟื้นฟูของวงวนฮิสเทอรีซิสโดยการเอาพื้นผิวที่เสียหายออกไม่สมบูรณ์สำหรับชิ้นงานที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ ซึ่งบ่งบอกว่าความถี่ทางไฟฟ้าของเซรามิกเกิดจากผลการยึดโดเมน (กระบวนการย้อนกลับได้) ด้วยเช่นกัน ภายใต้การให้สนามไฟฟ้าความถี่ต่ำ ตำหนิที่มีประจุ เช่น ช่องว่างออกซิเจน สามารถเคลื่อนที่ไปยังรอยต่อเฉพาะตำแหน่ง เช่น ผนังโดเมน ซึ่งขัดขวางการกลับทิศของโดเมน ซึ่งส่งผลต่อการลดลงของสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก เมื่อทำการอบด้วยความร้อน วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่ความถี่ 10 เฮิร์ตซ์สามารถฟื้นฟูได้อย่างสมบูรณ์ อย่างไรก็ตาม วงวนฮิสเทอรีซิสของชิ้นงานที่ความถี่ 5 เฮิร์ตซ์ มีการฟื้นฟูเพียงเล็กน้อยหลังจากการอบด้วยความร้อน ผลดังกล่าวอาจเกิดจากการเกิดรอยแตกที่มีขนาดใหญ่ที่เกิดจากการทดสอบความถี่

จากการอภิปรายข้างต้น ความเสียหายทางโครงสร้าง เช่น ความเสียหายของผิวที่อยู่ใกล้กับขั้วไฟฟ้า และรอยแตกเนื่องจากความล้า ที่มากกว่าจะเกิดที่ความถี่ต่ำกว่า ส่งผลต่อการลดลงของสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกที่มากกว่า เช่น การลดลงของโพลาริเซชันคงค้าง ความเครียดรวม และสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก และการเพิ่มของสนามไฟฟ้าลบล้างของวัสดุ

ดังแสดงในรูป 4.9 ที่จำนวนรอบ  $\leq 10^5$  รอบ การลดลงของโพลาริเซชันคงค้างและการลดลงของสนามไฟฟ้าลบล้างอาจเกิดจากการฟอร์มตัวของชั้นที่เสียหายที่มีสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกและเพียโซอิเล็กทริกที่ต่ำ ที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้า  $> 10^5$  รอบ แม้ว่าความหนาของชั้นที่เสียหายเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเท่านั้น เชื่อว่ารอยแตกขนาดไมโครเมตรอาจเกิดขึ้นโดยการทดสอบความล้าที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้าที่มากขึ้น ดังนั้น ที่จำนวนรอบสนามไฟฟ้า  $> 10^5$  รอบ สนามไฟฟ้าที่ให้ถูกป้องกันโดยชั้นที่เสียหายและรอยแตกที่มีขนาดไมโครเมตรดังกล่าว สิ่งนี้ทำให้เกิดการลดลงของปริมาณของสนามไฟฟ้าที่กระทำต่อบริเวณที่ไม่มีการเสียหาย ปริมาณของสนามไฟฟ้าอาจต่ำกว่าสนามไฟฟ้าลบล้างของวัสดุ ทำให้การกลับตัวของโดเมนในเซรามิกไม่สมบูรณ์นำไปสู่ค่าโพลาริเซชันคงค้างที่ต่ำลง มากกว่านั้น การกลับทิศของโดเมนที่ไม่สมบูรณ์ยังส่งผลต่อการลดลงของความแข็งแรงอันตรกิริยาระหว่างโดเมน ทำให้วัสดุต้องการปริมาณสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการกลับทิศของโดเมนต่ำลง ส่งผลให้ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างของเซรามิกลดลง

ได้มีการนำเสนอโดย Lou ว่า ปัจจัยที่ส่งผลต่อพฤติกรรมความล้าของเซรามิกเพอร์โรอิเล็กทริกประกอบด้วย (i) ชนิดของวัสดุที่นำมาทำเป็นขั้วไฟฟ้า (ii) คุณภาพของรอยต่อระหว่างวัสดุกับขั้วไฟฟ้า (iii) โครงสร้างผลึกของวัสดุ (iv) โครงสร้างจุลภาคประกอบด้วยองค์ประกอบทางเคมี ขนาดเกรน และรูพรุน (v) การเจือด้วยธาตุอื่นๆ (vi) เงื่อนไขการเตรียมวัสดุ และ (vii) ทิศทางของการวัดสมบัติเมื่อเทียบกับทิศทางของสนามไฟฟ้าในการทดสอบความล้า จากการเปรียบเทียบในตาราง 2 พฤติกรรมความล้าที่ต่างกันของเซรามิก PMNT และเซรามิก PZT อาจเกิดจากโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกัน เซรามิก PZT มีเฟสเดตระโกนอนอล ในขณะที่เซรามิก PMNT มีโครงสร้างผลึกผสมระหว่างโมโนคลินิกและเดตระโกนอนอล สำหรับวัสดุ PMN การลดลงเนื่องจากความล้าที่มากกว่าอาจเกิดจากการที่มีความเป็นเดตระโกนอนอลที่สูงกว่า ซึ่งยืนยันโดยผลการทดลองที่พบในการศึกษาของ Jiang และคณะ ที่การลดลงเนื่องจากความล้าของวัสดุที่มีสมมาตรแบบบรอมโบอีตรอลจะมีค่าน้อยกว่าวัสดุที่มีโครงสร้างเดตระโกนอนอลหรือออโรโรมบิก ความต้านทานความล้าที่ขดเยื่อมของเซรามิกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบอาจเกิดจากปริมาณคำหนึภายใน เช่น ช่องว่างของประจุบวกและลบที่น้อยกว่า การเพิ่มขึ้นของความถี่ออสซิลเลชัน และการไม่มีการเหนี่ยวนำความเป็นเดตระโกนอนอลในระหว่างการทดสอบความล้า จากการเปรียบเทียบ ความต้านทานความล้าของเซรามิก PMNT มีค่ามากกว่าเซรามิก PZT เล็กน้อย แต่ต่ำกว่าเซรามิกเพียโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ดังนั้น สำหรับการประยุกต์ใช้งาน เช่น ตัวขับเร็ว และหน่วยความจำสำรอง ความต้านทานความล้าของเซรามิก PMNT ยังคงต้องการการพัฒนาต่อไป

## บทที่ 5

### บทสรุป

#### 1. สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิก PMNT ที่ความถี่ 5 10 50 และ 100 เฮิร์ตซ์ ความเสียหายของพื้นผิวที่อยู่ใต้ขั้วไฟฟ้าถูกพบในชิ้นงานทั้งหมด ในขณะที่รอยแตกที่เกิดจากการทดสอบความล้าพบในชิ้นงานที่ทดสอบความล้าที่ความถี่ 5 และ 10 เฮิร์ตซ์ ความหนาของชั้นที่เสียหายและขนาดของรอยแตกลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น การลดลงเนื่องจากความล้าของสมบัติทางไฟฟ้าในชิ้นงานที่ความถี่ต่ำกว่าจะเกิดขึ้นเร็วกว่าที่ความถี่สูง การเปลี่ยนแปลงของโพลาริเซชันคงค้าง สนามไฟฟ้าลบล้าง ความเครียด และสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ความเครียดเฉพาะตำแหน่งที่ถูกเหนี่ยวนำขึ้นโดยการให้สนามไฟฟ้ามีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ซึ่งส่งผลต่อการลดลงของระดับของความเสียหายของพื้นผิวและระดับการลดลงของสมบัติทางไฟฟ้า พฤติกรรมความล้าของชิ้นงานที่ความถี่ต่ำอาจเกิดจากทั้งผลของการยืดขอบโดเมนและการเสียหายของพื้นผิว ที่ความถี่สูง ผลของพื้นผิวที่เสียหายมีผลเด่นชัดต่อพฤติกรรมความล้า ความต้านทานความล้าของเซรามิก PMNT มีค่าสูงกว่าเซรามิก PZT แต่ต่ำกว่าเซรามิก PMN และเซรามิกเพียโซอิเล็กทริกที่ไม่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ดังนั้น โครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก PMNT จึงต้องการการพัฒนาต่อไปเพื่อนำไปใช้งานเป็นตัวขับเคลื่อนและหน่วยความจำสำรอง

#### 2. ข้อเสนอแนะ

- 2.1 ควรมีการศึกษาความเค้นที่ตกค้างในชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความล้าที่ความถี่ต่างๆ
- 2.2 ควรมีการพัฒนาสมบัติของเซรามิก PMNT ให้ดีขึ้นเพื่อนำไปใช้งานจริงได้ต่อไป
- 2.3 ควรมีการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเซรามิกทั้งก่อนและหลังการทดสอบความล้า

**บรรณานุกรม**

- [1] Y. A. Genenko, J. Glaum, M. J. Hoffmann and K. Albe, Mechanisms of aging and fatigue in ferroelectrics, *Mater. Sci. Eng. B* 192 (2015) 52–82.
- [2] M. H. Lente and J. A. Eiras, Interrelationship between self-heating and ferroelectric properties in PZT ceramics during polarization reorientation, *J. Phys.: Condens. Matter* 12 (2000) 5939.
- [3] N. Zhang, L. Li and Z. Gui, Frequency dependence of ferroelectric fatigue in PLZT ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.* 21 (2001) 677-681.
- [4] S. Pojprapai, J. Russell, H. Man, J. L. Jones, J. E. Daniels and M. Hoffman, Frequency effects on fatigue crack growth and crack tip domain-switching behavior in a lead zirconate titanate ceramic, *Acta Mater.* 57 (2009) 3932-3940.
- [5] S. Zhukov, Y. A. Genenko, O. Hirsch, J. Glaum, T. Granzow and H. von Seggern, Dynamics of polarization reversal in virgin and fatigued ferroelectric ceramics by inhomogeneous field mechanism, *Phys. Rev. B* 82 (2010) 014109.
- [6] K. Carl and K. H. Haerdtl, Electric after-effects in  $\text{Pb}(\text{Ti,Zr})\text{O}_3$  ceramics, *Ferroelectrics* 17 (1978) 473-486.
- [7] J. Glaum, Y. A. Genenko, H. Kungl, L. A. Schmitt and T. Granzow, De-aging of Fe-doped lead-zirconate-titanate ceramics by electric field cycling:  $180^\circ$ -vs. non- $180^\circ$  domain wall processes, *J. Appl. Phys.* 112 (2012) 034103.
- [8] N. Balke, T. Granzow and J. Rödel, Degradation of lead-zirconate-titanate ceramics under different DC loads, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 104105.
- [9] D. Wang, Y. Fotinich and G. P. Carman, Influence of temperature on the electromechanical and fatigue behavior of piezoelectric ceramics, *J. Appl. Phys.* 83 (1998) 5342.
- [10] N. Balke, H. Kungl, T. Granzow, D. C. Lupascu, M. J. Hoffmann and J. Rödel, Bipolar fatigue caused by field screening in  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 90 (2007) 3869-3874.
- [11] N. Balke, D. C. Lupascu, A. Gruverman and T. Blair, Thickness profiles through fatigued bulk ceramic lead zirconate titanate, *J. Appl. Phys.* 100 (2006) 114117.
- [12] F. Chen, R. Schafranek, A. Wachau, S. Zhukov, J. Glaum, T. Granzow, H. von. Geggern and A. Klein, Barrier heights, polarization switching, and electrical fatigue in  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  ceramics with different electrodes, *J. Appl. Phys.* 108 (2010) 104106.

- [13] M. Hinterstein, J. Rouquette, J. Haines, Ph. Papet, M. Knapp, J. Glaum and H. Fuess, Structural description of the macroscopic piezo- and ferroelectric properties of lead zirconate titanate, *Phys. Rev. Lett.* 107 (2011) 077602.
- [14] M. Alguero, A. Moure, J. Pardo, J. Holc, M. Kosec, Processing by mechano synthesis and properties of piezoelectric  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  with different compositions, *Acta Mater.* 54 (2006) 501–511.
- [15] Z.-G. Ye, High-performance piezoelectric single crystals of complex perovskite solid solutions, *Mater. Res. Bull.* 34 (2009) 277–283.
- [16] Y. Chen, K. H. Lam, D. Zhou, W. F. Cheng, J. Y. Dai, H. S. Luo, H. L. W. Chan, High frequency PMN-PT single crystal focusing transducer fabricated by a mechanical dimpling technique, *Ultrasonics* 53 (2013) 345–349.
- [17] G.-T. Hwang, H. Park, J.-H. Lee, S. Oh, K.-I Park, M. Byun, H. Park, G. Ahn, C. K. Jeong, K. No, H.-S. Kwon, S.-G. Lee, B. Joung, K. J. Lee, Self-powered cardiac pacemaker enabled by flexible single crystalline PMN-PT piezoelectric energy harvester, *Adv. Mater.* 26 (2014) 4880–4887.
- [18] N. Balke, H. Kungl, T. Granzow, D. C. Lupascu, M. J. Hoffmann, J. Rödel, Bipolar fatigue caused by field screening in  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 90 (2007) 3869–3874.
- [19] J. Glaum, T. Granzow, J. Rödel, Evaluation of domain wall motion in bipolar fatigued lead-zirconate-titanate: A study on reversible and irreversible contributions, *J. Appl. Phys.* 107 (2010) 104119/1–6.
- [20] F. W. Zeng, H. Wang, H. Lin, Fatigue and failure response of lead zirconate titanate multilayer actuator under unipolar high-field electric cycling fatigue, *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 024101/1–9.
- [21] D. A. Hall, T. Mori, T. P. Comyn, E. Ringgaard, J. P. Wright, Residual stress relief due to fatigue in tetragonal lead zirconate titanate ceramics, *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 024101/1–9.
- [22] Q. Y. Jiang, E. C. Subbarao, L. E. Cross, Effect of composition and temperature on electric fatigue of La-doped lead zirconate titanate ceramics, *J. Appl. Phys.* 75 (1994) 7433–7443.
- [23] L. Jin, F. Li, S. Zhang, Decoding the fingerprint of ferroelectric loops: comprehension of the material properties and structures, *J. Am. Ceram. Soc.* 97 (2014) 1–27.
- [24] J. Nuffer, D. C. Lupascu, J. Rödel, Microcrack clouds in fatigued electrostrictive 9.5/65/35 PLZT, *J. Eur. Ceram. Soc.* 21 (2001) 1421–1423.
- [25] J. Nuffer, D. C. Lupascu, A. Glazounov, H. J. Kleebe, J. Rödel, Microstructural modifications of ferroelectric lead zirconate titanate ceramics due to bipolar electric fatigue, *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 (2002) 2133–2142.

- [26] J. Glaum, M. Hoffman, Electric fatigue of lead-free piezoelectric materials, *J. Am. Ceram. Soc.* 97 (2014) 665–680.
- [27] D. Lin, Z. Li, Z.-Y. Cheng, Z. Xu, X. Yao, Electric-field-induced polarization fatigue of [001]-oriented  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.32\text{PbTiO}_3$  single crystals, *Solid State Commun.* 151 (2011) 1188–1191.
- [28] Y. Yan, Y. Zhou, S. Gupta, S. Priya, Fatigue mechanism of textured  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  ceramics, *Appl. Phys. Lett.* 103 (2013) 082906/1–5.
- [29] E. A. McLaughlin, T. Liu, C. S. Lynch, Relaxor ferroelectric PMN-32%PT crystals under stress and electric field loading: I-32 mode measurements, *Acta Mater.* 52 (2004) 3849–3857.
- [30] K. Lee, B. R. Rhee, C. Lee, Characteristics of ferroelectric  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  thin films having Pt/PtO<sub>x</sub> electrode barriers, *Appl. Phys. Lett.* 79 (2001) 821–823.
- [31] S. B. Majumder, Y. N. Mohapatra, D. C. Agrawal, Fatigue resistance in lead zirconate titanate thin ferroelectric films: effect of cerium doping and frequency dependence, *Appl. Phys. Lett.* 70 (1997) 138–140.
- [32] M. Grossmann, D. Boltzen, O. Lohse, U. Boettger, R. Waser, S. Tiedke, Correlation between switching and fatigue in  $\text{PbZr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7}\text{O}_3$  thin films, *Appl. Phys. Lett.* 77 (2000) 1894–1896.
- [33] M. Promsawat, A. Watcharapasorn, Z.-G. Ye, S. Jiansirisomboon, Enhanced dielectric and ferroelectric properties of  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  ceramics by ZnO modification, *J. Am. Ceram. Soc.* 98 (2015) 848–854.
- [34] S. Pojprapai, J. Russell, H. Man, J. L. Jones, J. E. Daniels, M. Hoffman, Frequency effects on fatigue crack growth and crack tip domain-switching behavior in a lead zirconate titanate ceramic, *Acta Mater.* 57 (2009) 3932–3940.
- [35] Z. Luo, J. Glaum, T. Granzow, W. Jo, R. Dittmer, M. Hoffman, J. Rödel, Bipolar and unipolar fatigue of ferroelectric BNT-based lead-free piezoceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 94 (2011) 529–535.
- [36] E. A. Patterson, D. P. Cann, Bipolar piezoelectric fatigue of  $\text{Bi}(\text{Zn}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3\text{-}(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{TiO}_3\text{-}(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$  Pb-free ceramics, *Appl. Phys. Lett.* 101 (2012) 042905/1–6.
- [37] N. Kumar, D. P. Cann, Electromechanical strain and bipolar fatigue in  $\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3\text{-}(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})\text{TiO}_3\text{-}(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$  ceramics, *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 054102/1–6.
- [38] D. N. Fang, Y. H. Zhang, G. Z. Mao, Electric-field-induced fatigue crack growth in ferroelectric ceramics, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 54 (2010) 98–104.
- [39] C. Brennan, Model of ferroelectric fatigue due to defect/domain interactions, *Ferroelectrics* 150 (1993) 199–208.
- [40] J. Glaum, T. Granzow, L. A. Schmitt, H. J. Kleebe, J. Rödel, Temperature and driving field dependence of fatigue processes in PZT bulk ceramics, *Acta Mater.* 59 (2011) 6083–6092.



- [41] Z. Luo, S. Pojprapai, J. Glaum, M. Hoffman, Electrical fatigue-induced cracking in lead zirconate titanate piezoelectric ceramic and its influence quantitatively analyzed by refatigue method, *J. Am. Ceram. Soc.* 95 (2012) 2593–2600.
- [42] C. Tian, F. Wang, X. Ye, Y. Xie, T. Wang, Y. Tang, D. Sun, W. Shi, Bipolar fatigue-resistant behavior in ternary  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-SrTiO}_3$  solid solutions, *Scr. Mater.* 83 (2014) 25–28.
- [43] F.-Z. Yao, E. A. Patterson, K. Wang, W. Jo, J. Rödel, J.-F. Li, Enhanced bipolar fatigue resistance in  $\text{CaZrO}_3$ -modified  $(\text{K,Na})\text{NbO}_3$  lead-free piezoceramics, *Appl. Phys. Lett.* 104 (2014) 242912/1–5.
- [44] D. Lupascu, J. Rödel, Fatigue in bulk lead zirconate titanate actuator materials, *Adv. Eng. Mater.* 7 (2005) 882–898.
- [45] Q. Y. Jiang, E. C. Subbarao, L. E. Cross, Grain size dependence of electric fatigue behavior of hot pressed PLZT ferroelectric ceramics, *Acta. Metall. Mater.* 42 (1994) 3687–3694.
- [46] J. Shieh, J. E. Huber, N. A. Fleck, Fatigue crack growth in ferroelectrics under electrical loading, *J. Euro. Ceram. Soc.* 26 (2006) 95–109.
- [47] Y. A. Genenko, J. Glaum, M. J. Hoffmann, K. Albe, Mechanisms of aging and fatigue in ferroelectrics, *Mater. Sci. Eng. B* 192 (2015) 52–82.
- [48] W. Li, R. M. McMeeking, C. M. Landis, On the crack face boundary conditions in electromechanical fracture and an experimental protocol for determining energy release rates, *Eur. J. Mech. A. Solids* 27 (2008) 285–301.
- [49] X. J. Lou, Polarization fatigue in ferroelectric thin films and related materials, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 024101/1–24.
- [50] N. Kumar, T. Y. Ansell, D. P. Cann, Role of point defects in bipolar fatigue behavior of  $\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$  modified  $(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})\text{TiO}_3\text{-}(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$  relaxor ceramics, *J. Appl. Phys.* 115 (2014) 154104/1–9.





Contents lists available at ScienceDirect

Ceramics International

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/ceramint](http://www.elsevier.com/locate/ceramint)

## Effects of frequency on electrical fatigue behavior of ZnO-modified $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$ ceramics

Methee Promsawat<sup>a,\*</sup>, Napatporn Promsawat<sup>b</sup>, Jenny W. Wong<sup>c</sup>, Zhenhua Luo<sup>d</sup>,  
Soodkhet Pojprapai<sup>e</sup>, Sukanda Jiansirisomboon<sup>e</sup>

<sup>a</sup> Department of Materials Science and Technology, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hat Yai, Songkhlo 90112, Thailand

<sup>b</sup> Synchrotron Light Research Institute, Muang, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand

<sup>c</sup> Department of Chemistry and 4D LABS, Simon Fraser University, Burnaby, British Columbia, Canada, V5A 1S6

<sup>d</sup> School of Water, Energy and Environment, Cranfield University, Cranfield MK43 0AL, UK

<sup>e</sup> School of Ceramic Engineering, Suranaree University of Technology, Muang, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand

### ARTICLE INFO

**Keywords:**  
Fatigue  
Ferroelectricity  
Microstructure  
Piezoelectricity

### ABSTRACT

This work aims to study the effects of frequency on the electrical fatigue behavior of ZnO-modified  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  (PMNT) ceramics. Changes in microstructures, ferroelectric and piezoelectric properties of the ceramics at bipolar electrical fatigue frequencies of 5, 10, 50 and 100 Hz were observed. The thickness of damaged surface of the ceramics decreased with increasing frequency. The degradation of properties of the ceramics fatigued at low frequency was greater than those fatigued at high frequency. The degradation by electrical fatigue at lower frequencies, 5 and 10 Hz, could be caused by the effects of both field screening and domain pinning, while at higher frequencies the fatigue was mainly a result of the field screening effect. The fatigue properties of ZnO-modified PMNT ceramics was compared to Pb-based and Pb-free ferroelectric ceramics. It was found that the fatigue endurance of ZnO-modified PMNT ceramic was greater than that of hard PZT ceramic but less than that of Pb-free ferroelectric ceramic.

### 1. Introduction

Complex perovskite solid solution  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  (PMNT) is a well-known relaxor-based ferroelectric material that shows excellent electromechanical properties [1,2]. PMNT's extremely high piezoelectric constant and remnant polarization make it a promising material for applications such as piezoelectric actuators, piezoelectric energy harvesters and ferroelectric-based random access memories (Fe-RAMs) [3,4]. In actual applications, these devices will be under repeating electrical loading cycles, which may cause degradation in properties called electrical fatigue.

A decade ago, a large number of researchers investigated the electrical fatigue behavior of the well-known lead-based piezoelectric material,  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  (PZT), as well as its damage mechanisms due to electrical fatigue [5–8]. It was believed that the electrical fatigue of piezoelectric ceramics was attributed to domain pinning, and microcracks arising from large incompatible stress between grains and resultant damages [9,10]. Many publications have reported the observation of microcracks in fatigued bulk ferroelectrics [11,12], however, it was unclear whether these microcracks were a consequence of

fatigue or a main cause of fatigue. A comprehensive review article on the fatigue of ferroelectric materials was written by Glaum and Hoffman [13]. Recently, there were reports on electrical fatigue behaviors in terms of ferroelectric properties in PMNT and its related materials under a bipolar electric field, in particular in  $(1-x)\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-x\text{PbTiO}_3$  [(1-x)PMN-xPT] materials with compositions lying in the morphotropic phase boundary ( $x = 0.30\text{--}0.35$ ) [14,15]. Although there were studies on the effects of experimental parameters such as fatigue loading amplitude on fatigue behaviors of PMN-PT materials [14,16], the frequency effect, which is a significant factor contributing to electrical fatigue degradation, has not yet been well understood. It was reported that fatigue degradation rate increased at lowering fatigue frequency [17]. Majumder et al. found that polarization fatigue degradation was proportional to  $N/f^2$ , where  $N$  and  $f$  represented cycle number and fatigue frequency, respectively [18]. Moreover, Grossmann et al. proposed that frequency had an effect on fatigue loss only in the case of incomplete domain switching [19].

In our previous work, it was found that 0.4 mol%ZnO-modified PMNT ceramics with density of  $7.7\text{ g/cm}^3$  (a relative density of 96%) and grain size of  $3\text{ }\mu\text{m}$  have improved ferroelectric and piezoelectric

\* Corresponding author.

E-mail address: [m.promsawat@hotmail.com](mailto:m.promsawat@hotmail.com) (M. Promsawat).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.07.052>

Received 29 March 2017; Received in revised form 6 July 2017; Accepted 7 July 2017  
0272-8842/© 2017 Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l. All rights reserved.

properties [20]. Therefore, 0.4 mol%ZnO-modified PMNT ceramic will be further investigated in this work, in terms of the effects of electrical frequency on the fatigue behavior. Moreover, fatigue behavior of this ceramic system will be compared to Pb-based and Pb-free ferroelectric ceramics [21–24].

## 2. Experimental procedure

$\text{Pb}(\text{Mg}_{0.72}\text{Nb}_{0.28}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3)$  (PMNT) powders were prepared by using  $\text{PbO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  and  $\text{TiO}_2$  powders as precursors.  $\text{MgNb}_2\text{O}_6$  powders were firstly synthesized and then mixed with predetermined amounts of  $\text{PbO}$  and  $\text{TiO}_2$  powders. The mixed powders were calcined at  $850^\circ\text{C}$  for 2 h. PMNT powders were mixed with 0.4 mol% ZnO powders and then uniaxially pressed into pellets under  $\sim 5.5$  MPa pressure. The pellets were sintered at  $1240^\circ\text{C}$  for 2 h. The ZnO-modified PMNT ceramics with an average relative density of 96% were then obtained. All ceramic samples were cut and polished using 1200 grit SIC paper to a sample dimension of  $1.5 \times 3.5 \times 3.0$  mm<sup>3</sup>. The  $3.5 \times 3.0$  mm<sup>2</sup> surface of each sample was polished using 5.0, 1.0 and  $0.05 \mu\text{m}$  alumina powders, sequentially, for a mirror-like surface. All the polished samples were annealed at  $500^\circ\text{C}$  for 5 h to remove any residual stress due to the polishing process. Electrode was painted on the  $3.5 \times 1.5$  mm<sup>2</sup> surfaces using a colloidal silver paste (DT1402, Heraeus, USA). The silver-painted samples were cured at  $650^\circ\text{C}$  for 15 min to decompose the organic solvent and increase the bonding strength between the electrode and the sample surfaces. Electrical fatigue tests were performed at frequencies of 5, 10, 50 and 100 Hz. For each fatigue test, a sample was submerged in silicon oil and mounted into a fixture connected to a high voltage supplier (20/20 C, Trek, USA). A bipolar sinusoidal electric field with amplitude  $\pm 2$  times of the coercive field (equivalent to  $\pm 14$  kV/cm) was applied across the electrode surfaces of the sample for up to  $10^8$  cycles. At each fatigue frequency, polarization-electric field (*P*-*E*) curves at different cycle numbers (*N*) were recorded at its cycling frequency by a Sawyer-Tower circuit. For each *P*-*E* loop, remnant polarization ( $P_r$ ) and coercive field ( $E_c$ ) values were extracted. In order to determine the contribution of domain pinning (reversible) and field screening (irreversible) effects on the fatigue behavior of each frequency ceramic, *P*-*E* loops at different states; (I) before fatigue test, (II) at  $10^8$  cycles fatigue test, (III) after removing damaged surfaces and (IV) after annealing at  $500^\circ\text{C}$  for 2 h, were recorded. In order to determine the fatigue degradation of piezoelectric properties, percent strain-electric field (%Strain-*E*) curves at different *N* up to  $10^8$  cycles were recorded by a strain sensor (ZX-TDS01T, OMRON, Japan) in conjunction with the high voltage supplier. For all the fatigue tests, the %Strain-*E* curves were measured at a frequency of 50 mHz due to the limitation of the sensor. The  $S_{\text{max}}$ , which was the difference between the maximum and the minimum %Strain, of each %Strain-*E* curve was determined. The piezoelectric constant ( $d_{31}^*$ ) was determined by the slope of a displacement-voltage curve at zero field (the result was not shown here). In the case of an asymmetric loop,  $d_{31}^*$  was averaged from both the positive and negative slopes at zero field. Microstructures of the mirror-like surface for the sample at each frequency were observed via a scanning electron microscope (SEM, JSM-6335F, JEOL, Japan). Moreover, the surface damage in a sample fatigued at 50 Hz, i.e. change of thickness in the damaged layer, was also investigated.

## 3. Results and discussion

### 3.1. Microstructures of electrically fatigued ZnO-modified PMNT ceramics

SEM images on the microstructures of the mirror-like surfaces of the samples electrically fatigued at different frequencies for  $10^8$  cycles are shown in Fig. 1. Microstructural damages of the surfaces caused by electrical fatigue were observed in all the samples. The observed

surface damages are consistent with the results in the previous study [5]. It was also found that electrical fatigue had more pronounced effect on the damage of the surfaces perpendicular to the direction of the applied electric field. This is consistent with a previous observed result in Ref. [25]. Besides the damage of the surface underneath the electrode, fatigue induced cracks in the bulk region of the mirror-like surface were observed for the samples fatigued at 5 and 10 Hz, as shown in Fig. 2. The enlarged views of cracks in both the samples (5 and 10 Hz), as shown in Fig. 2(a) and (b), indicated an intergranular fracture mode. It was also observed that the number and size of cracks in a sample fatigued at a lower frequency were greater than those at a higher frequency. Thickness of damaged layer and size of cracks, represented by  $L_D$  and  $L_C$ , respectively, of ceramics were found to be decreasing with increasing frequency.  $L_D$  values of the samples fatigued at 5, 10, 50 and 100 Hz were equal to  $165 \pm 7$ ,  $121 \pm 5$ ,  $98 \pm 4$  and  $66 \pm 4 \mu\text{m}$ , respectively.  $L_C$  values of the samples fatigued at 5 and 10 Hz were about  $45 \pm 2$  and  $19 \pm 1 \mu\text{m}$ , respectively. We believe that the initiation and propagation of cracks are the cause of fatigue degradation in ferroelectric and piezoelectric properties of the ZnO-modified PMNT ceramics. This will be discussed in the next sections.

### 3.2. Ferroelectric/piezoelectric properties of electrically fatigued ZnO-modified PMNT ceramics

Polarization-electric field (*P*-*E*) curves at different *N* at frequencies of 5, 10, 50 and 100 Hz were measured. To obtain the same ferroelectric response as fatigue test, the frequency of the *P*-*E* loop measurement was the same as the fatigue frequency. Ferroelectric property parameters, i.e. remnant polarization ( $P_r$ ) and coercive field ( $E_c$ ), measured at different *N* were normalized to those measured before fatigue test. Plots of normalized  $P_r$  and normalized  $E_c$  as a function of *N* are shown in Fig. 3(a) and (b), respectively. At  $N \leq 10^8$  cycles, normalized  $P_r$  and  $E_c$  of all samples did not change with the cycle number. However, the normalized  $P_r$  tended to decrease with further increase of *N* up to  $10^8$  cycles. The normalized  $E_c$  increased with increasing *N* up to  $10^8$  cycles and then decreased with further increasing of *N* up to  $10^8$  cycles. However, for samples fatigued at 5 and 10 Hz, the normalized  $E_c$  did not decrease further when  $N \geq 4 \times 10^8$  cycles. As observed in previous works, the electrical fatigue degradation was attributed by field screening caused by surface damages and domain pinning [9,26,27], which will be described in the next parts.

In order to determine causes of the fatigue degradations of the ceramics, *P*-*E* loops at different states; (I) at the beginning of fatigue test, (II) after fatigue testing for  $10^8$  cycles, (III) after removing the damaged layers and (IV) after annealing at  $500^\circ\text{C}$  for 2 h, were measured. The result is shown in Fig. 4. For all frequencies samples, the *P*-*E* loops measured at state II were more restricted, at which the  $P_r$  values were much lower than those measured at state I. At State III, *P*-*E* loops of samples fatigued at 50 and 100 Hz were completely recovered after removing the damaged layers. However, *P*-*E* loops of samples fatigued at 5 and 10 Hz did not recover completely using the same technique. At State IV after the thermal annealing, the *P*-*E* loop of the sample fatigued at 10 Hz was completely recovered while that of the sample fatigued at 5 Hz was only partly recovered. The incomplete recovering of the *P*-*E* loop of the sample fatigued at 5 Hz was due to fatigue induced cracks. Although the sample fatigued at 10 Hz had cracks, nevertheless, the cracks were lesser and smaller. Hence, the *P*-*E* loops of the 10 Hz sample were less difficult to be recovered by layer removal and thermal annealing.

Moreover, in order to determine a relationship between the damaged layer and the change of ferroelectric properties, cycle number dependences of an average damaged layers' thickness,  $P_r$  and  $E_c$  of the sample fatigued at 50 Hz were observed, as shown in Fig. 5. At  $N \leq 10^8$  cycles, an increased thickness of damaged layer resulted in a decrease in  $P_r$  and an increase in  $E_c$ . At  $N > 10^8$  cycles, the thickness of damaged layer only increased very slightly. At this cycle number range,

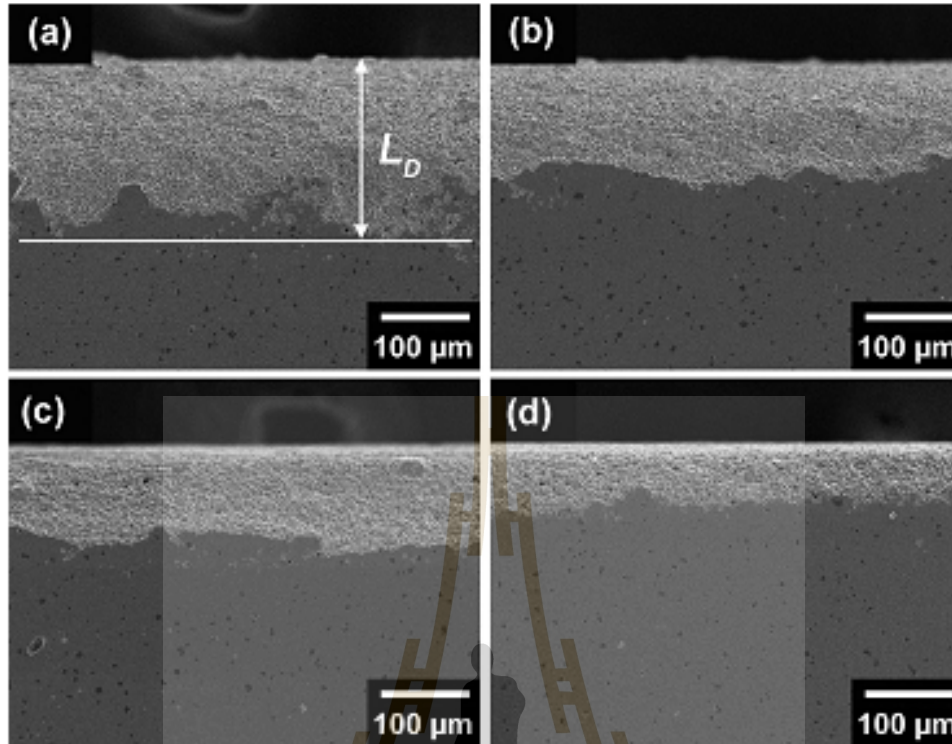


Fig. 1. SEM images of surfaces near an electrode layer of samples fatigued at (a) 5, (b) 10, (c) 50 and (d) 100 Hz for  $10^8$  cycles. Damaged layer thickness is denoted as  $L_D$ .

$P_r$  continued to decrease while  $E_c$  started decreasing with increasing  $N$  to  $10^8$  cycles.

Fatigue induced degradation cycle number of ferroelectric properties, i.e. a cycle number at which a degradation rate of normalized  $P_r$  is maximum, was determined and given in Table 1. Degradation cycle number increased with increasing frequency. This implied faster initiations of fatigue degradations in samples fatigued at lower frequency. The changes of the properties after  $10^8$  cycles of fatigue tests compared to those at the beginning of the tests were determined and given in Table 1. The magnitude of the degradation of ferroelectric properties tended to decrease with increasing frequency. It indicated that the severity of fatigue degradation of ferroelectric properties in the ceramics decreased with increasing fatigue frequency.

### 3.3. Electric field-induced strain of electrically fatigued ZnO-modified PMNT bulk samples

Strain versus electric field (S-E) butterfly-loops of samples fatigued at 5, 10, 50 and 100 Hz were measured at different  $N$  cycles up to  $10^8$  cycles, as shown in Fig. 6. For all frequencies samples, their S-E loops fatigued for  $10^8$  cycles were asymmetric, illustrating incomplete domain switching. For each frequency sample, a total strain ( $\%S_{total}$ ) was determined by a difference between maximum ( $\%S_{max}$ ) and minimum ( $\%S_{min}$ ) strains. Moreover,  $d_{31}^*$  value was determined by a slope at zero voltage in a displacement versus voltage curve (the result is not shown here). A  $d_{31}^*$  value measured before fatigue was equal to 1700 p.m./V. For each frequency sample,  $\%S_{total}$  and  $d_{31}^*$  values measured after  $10^8$  cycles were compared to those measured at the beginning of the test. Plots of changes in  $\%S_{total}$  and  $d_{31}^*$  as a function of frequency are shown in Fig. 7(a). As frequency increased, the changes in  $\%S_{total}$  and  $d_{31}^*$  decreased.

Percentages of changes in  $P_r$  and  $E_c$  after  $10^8$  cycles of samples fatigued at 10 Hz were compared to lead-based and lead-free ferroelectrics as shown in Table 2. The changes in ferroelectric properties of ZnO-modified PMNT ceramics were greater than those of La-doped  $Pb(Mg_{1/2}Nb_{1/2})O_3$  (PMN) ceramics [9]. The change in  $P_r$  of the ceramics was not significantly different from that of 0.675Pb( $Mg_{1/2}Nb_{1/2}$ ) $O_3$ -0.325PbTiO<sub>3</sub> (0.675PMN-0.325PT) ceramic [15], but the change in  $E_c$  was much lower. Moreover, a fatigue endurance of the ceramics in our work were greater than that of commercial PZT ceramics [28]. On the other hand, comparing to lead-free materials, i.e. 0.025Bi( $Mg_{1/2}Ti_{1/2}$ ) $O_3$ -0.40( $Bi_{1/2}K_{1/2}$ )TiO<sub>3</sub>-0.575( $Bi_{1/2}Na_{1/2}$ )TiO<sub>3</sub> (2.5BMT-40BKT-57.5BNT) [24], SrTiO<sub>3</sub>-modified  $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ -BaTiO<sub>3</sub> (ST-modified BNT-BT) [29] and CaZrO<sub>2</sub>-modified ( $K_{0.49}Na_{0.49}Li_{0.02}$ )( $Ta_{0.2}Nb_{0.8}$ ) $O_3$  (CZr-modified KNN) [30], ZnO-modified PMNT ceramics showed a greater magnitude of the changes in ferroelectric properties. This indicated that the fatigue endurance of ZnO-modified PMNT ceramics was lower than that of lead-free materials.

### 3.4. Discussion

During an application of cycling electric field, some domain walls did not move following a change of the field's direction. This might be attributed to a hindering of microscopic defects within grains which reduce the mobility of domain walls [31], causing the formation of internal stresses. Surface damages could be originated at these points when stress intensities reached the mechanical fracture toughness ( $K_{IC}$ ) of the materials [32,33]. In the case of low cycling frequencies, domains experienced a longer time under local electric field in a single cycle, which promoted domain wall movements. As a result, greater stress intensities were produced, enhancing degree of surface damages.

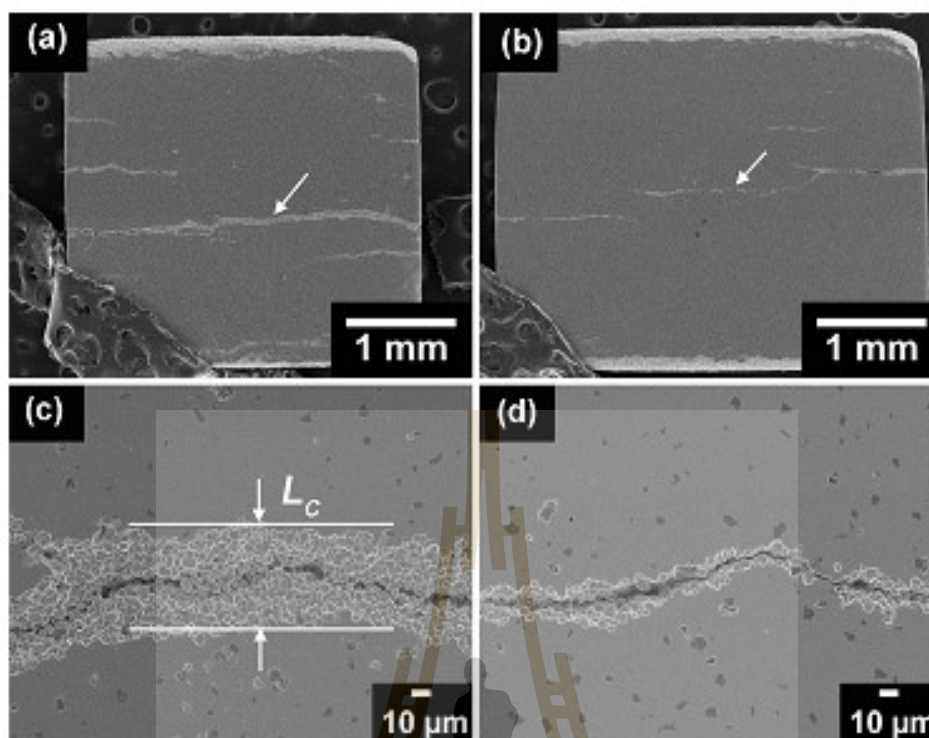


Fig. 2. SEM images of mirror-like surfaces of samples fatigued for  $10^6$  cycles at (a) and (b) 10 Hz. Electric field induced-cracks are indicated by the arrows. Enlarged views of a crack observed in samples fatigued at 5 and 10 Hz are shown in (c) and (d), respectively. Crack width is denoted as  $L_c$ .

It was confirmed by the higher value of  $P_r$  of the  $P$ - $E$  loops measured at lower frequencies, which was indicative of greater domain wall movements, as shown in Fig. 7(b). For samples fatigued at 5 and 10 Hz, due to the large local stresses with high intensities were produced, fatigue induced cracks were produced as a result.

From Fig. 4, the fatigue observed in the samples fatigued at 50 and 100 Hz was mainly attributed to the surface damages (the irreversible process), since their  $P$ - $E$  loops were able to recover after removing the damaged layers. The recovery of  $P$ - $E$  loops by removal of damaged layers was incomplete for the samples fatigued at 5 and 10 Hz. This

indicated that the degradation of ferroelectric properties due to the fatigue at 5 and 10 Hz was also attributed to the domain pinning effect (the reversible process). Under electric field at low cycling frequency, charged defects such as oxygen vacancies could move to local interfaces, i.e. domain walls, and obstructed domains from switching, resulting in the degradation of ferroelectric properties [34]. When thermally annealed, the  $P$ - $E$  loop of the sample fatigued at 10 Hz was completely recovered. However, the  $P$ - $E$  loop of the sample fatigued at 5 Hz only improved slightly after the sample was thermally annealed. This could be caused by the presence of the large sized cracks formed

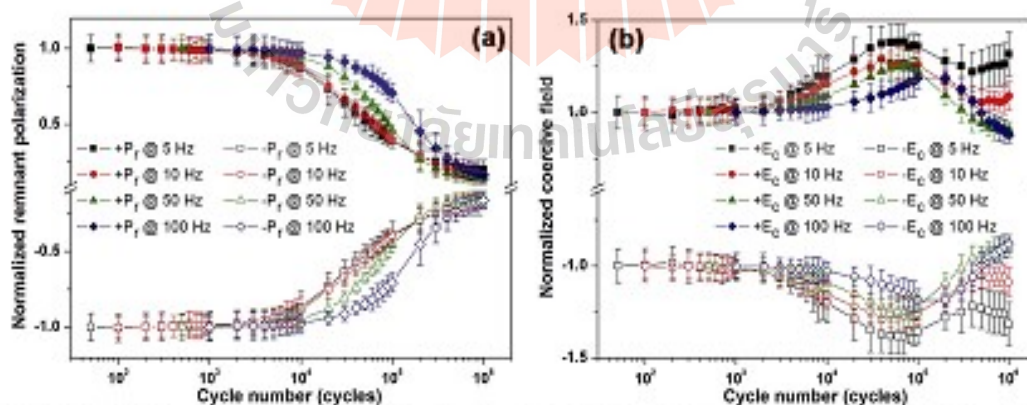


Fig. 3. Plots of (a) normalized remnant polarization and (b) normalized coercive field as a function of cyclic number of the samples under bipolar electric fields with an amplitude of a 14 kV/cm at frequencies of 5, 10, 50 and 100 Hz.

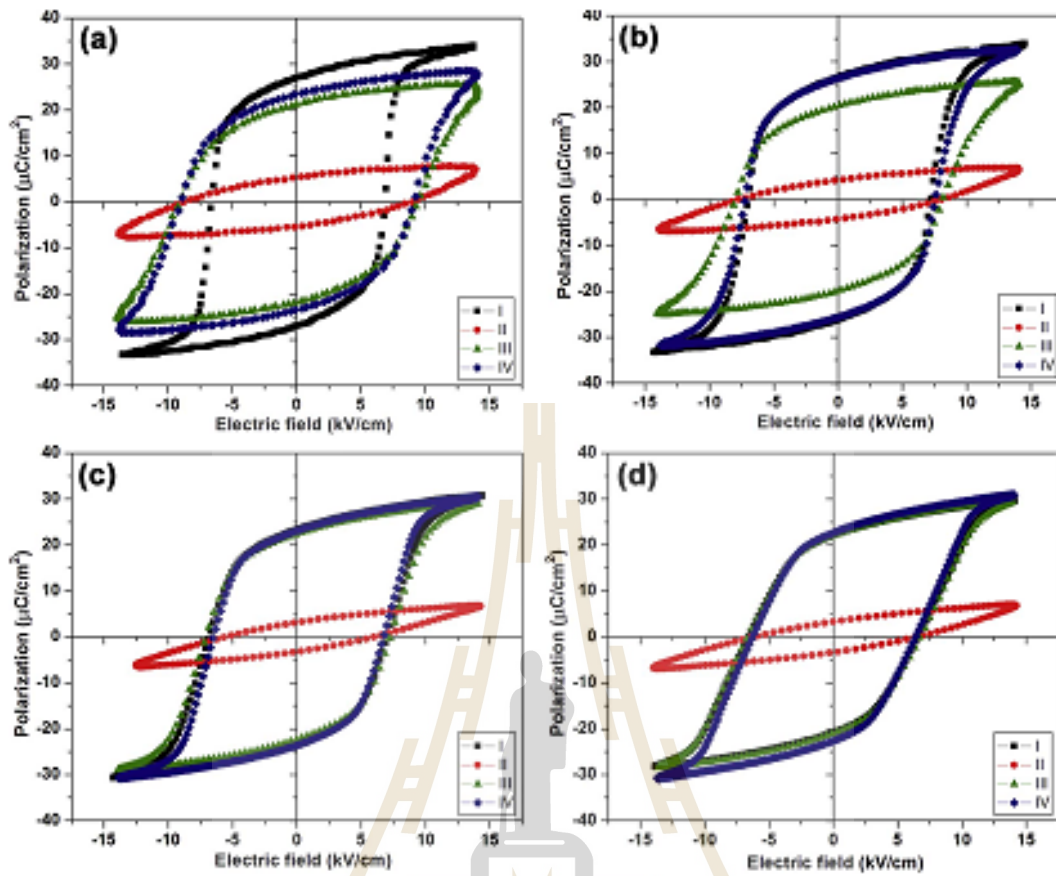


Fig. 4. P-E loops measured (I) before fatigue test, (II) at  $10^5$  cycles fatigue test, (III) after removing the damaged layers and (IV) after annealing at 500 °C for 2 h of the samples fatigued at (a) 5, (b) 10, (c) 50 and (d) 100 Hz.

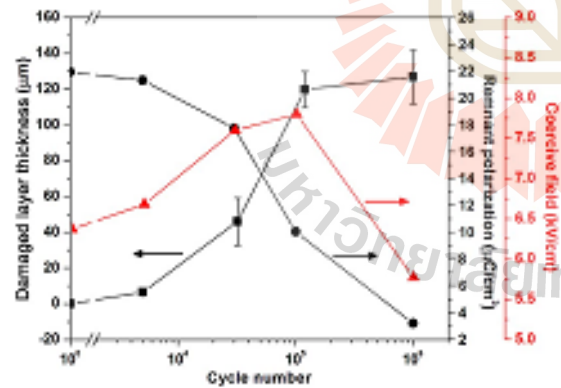


Fig. 5. Plots of damaged layer thickness, remnant polarization and coercive field as a function of cycle number of ZnO-modified PMNT ceramic fatigued at 50 Hz.

by the fatigue. From above discussion, greater microstructural damages, i.e. the damage of the electrode surfaces and the fatigue induced cracks, were resulted under lower cycling frequency, contributing to the larger degradation of ferroelectric and piezoelectric properties, i.e. the decrease in  $P_r$ ,  $\%S_{total}$  and  $d_{31}^*$ , and the increase in

Table 1  
Electrical fatigue behaviors of ferroelectric properties after fatigue testing for  $10^5$  cycles at different frequencies of ZnO-modified PMNT ceramics.

Frequency (Hz)	N (cycles)	% change in normalized $P_r$	% change in normalized $E_c$
5	30,000	-61	+36
10	63,000	-90	+26
50	86,000	-54	+22
100	140,000	-29	+19

Note: N represents the cycle number at which the normalized  $P_r$  decreases.

$E_c$  of the materials.

As shown in Fig. 5, at  $N \leq 10^3$  cycles, the drop of  $P_r$  with decreasing  $E_c$  was attributed to the formation of damaged layers that had low ferroelectricity and dielectric properties, i.e. a low  $P_r$ , a high  $E_c$ , and a low dielectric constant [35]. It should be noted that at this range of cycle number the screened electric field from field screening effect was still higher than the  $E_c$  of the material, thus promoting a complete domain switching. At  $N > 10^3$  cycles, although the thickness of the damaged layer only increased slightly, it was believed that microcracks could be formed by fatigue at such large cycle numbers. Therefore, at  $N > 10^3$  cycles, the applied field was screened by both the damaged layers and the microcracks. This caused the decrease in the amplitude of the field acting on the undamaged layer. The field amplitude could be lower

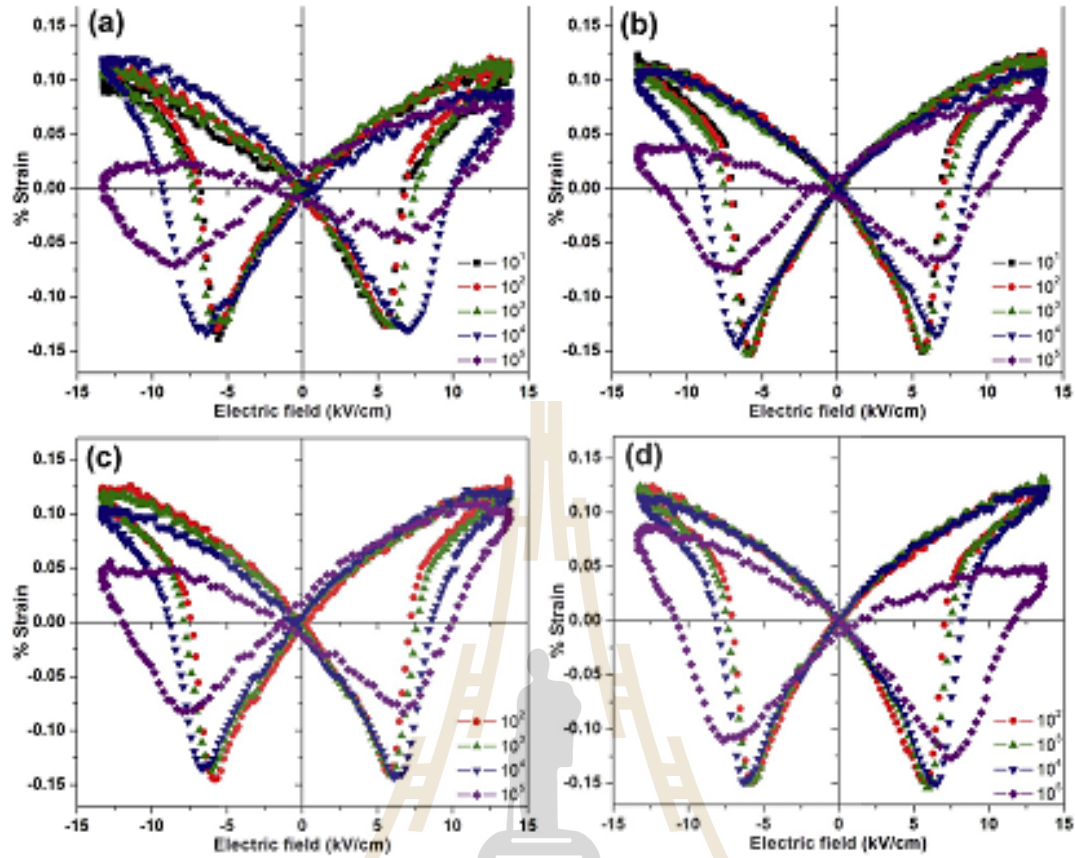


Fig. 6. %Strain versus electric field loops measured at different cycle numbers of the samples fatigued at (a) 5, (b) 10, (c) 50 and (d) 100 Hz.

than the  $E_c$  of the material. An application of the electric field with such amplitude resulted in incomplete switching of the domains in the undamaged layer, thereby leading to the lowered  $P_r$  of the ceramic. Moreover, the incomplete switching of the domains also resulted in the lowered interaction strength between the domains. Subsequently, the

material required a lower amplitude of the field used for switching its domains, resulting in the decrease in  $E_c$  of the ceramic.

It was proposed by Lee that the factors influenced on the fatigue behaviors of ferroelectric ceramics include: (i) type of electrode material, (ii) quality of material-electrode interface, (iii) crystal struc-

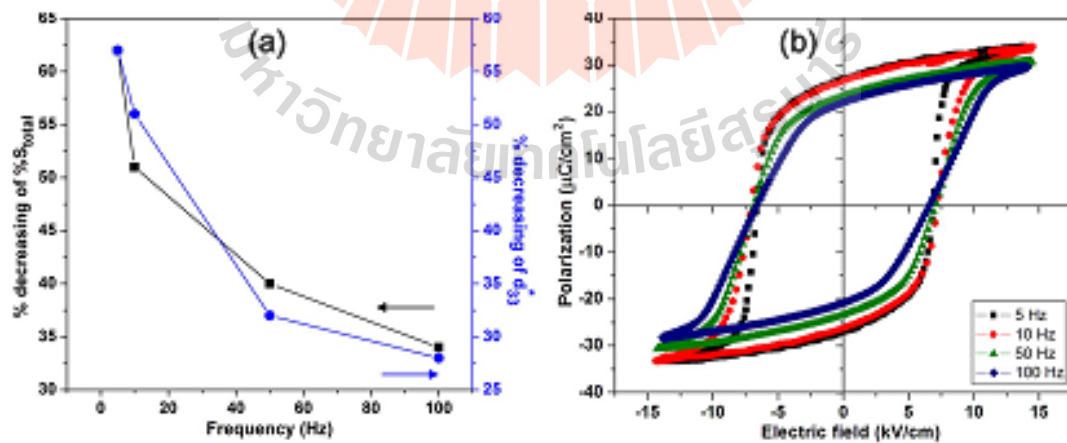


Fig. 7. (a) Plots of percent decrease in  $SS_{max}$  and  $d_{33}^p$  as a function of fatigue frequency and (b)  $P$ - $E$  loops measured at frequencies of 5, 10, 50 and 100 Hz of an unfatigued sample.



**Table 2**  
Percent changes in remnant polarization and coercive field of ZnO-modified PMNT ceramics compared with those of lead-based and lead-free ferroelectric ceramics available in the literature.

Material	Cycling frequency, field <sup>a</sup>	Cycle numbers	% change in $P_r$	% change in $E_c$	Refs.
ZnO-modified PMNT	10 Hz, 2kV	10 <sup>6</sup>	-83	+9	This work
1%La-doped PMN	-	10 <sup>6</sup>	-1	0	[9]
0.675PMN-0.325PT	10 Hz, 3kV	10 <sup>6</sup>	-72	+82	[15]
PZT	10 Hz, 2kV	5 × 10 <sup>6</sup>	-63	+49	[28]
2.58PMN-400KT-57.58NT	10 Hz, 3.3kV	10 <sup>6</sup>	-1	-2	[24]
ST-modified BNT-BT	10 Hz, 2kV	10 <sup>6</sup>	-1	-23	[29]
CZr-modified KNN	50 Hz, 2kV	10 <sup>6</sup>	-6	-4	[30]

<sup>a</sup> The maximum electric field is in multiples of the coercive field.

ture of material, (iv) crystal microstructure including composition, grain size and porosity, (v) doping with other elements, (vi) processing conditions used in fabrication of material and (vii) direction of property measurement in respect to fatigue cycling direction [36]. From the comparison in Table 2, different fatigue behaviors of ZnO-modified PMNT ceramics and the PZT ceramic could be caused by their difference in crystal structure. The PZT ceramic has a tetragonal phase (K350, Piezo Technologies, Indianapolis, IN, USA) while the ZnO-modified PMNT ceramic has a combination of monoclinic and tetragonal phases [20]. For PMN-based materials, a greater fatigue degradation could be caused by the higher degree of tetragonality. This was supported by an observed result investigated by Jiang et al., where the fatigue degradations of materials with a rhombohedral symmetry were much lower than those of materials with tetragonal or orthorhombic symmetries [9]. The excellent fatigue endurance of lead-free ceramics could be due to a low concentration of intrinsic defects such as cation and anion vacancies [23], an increase in ergodicity and a lack of induced tetragonality during fatigue cycles [37]. From the comparison, the fatigue resistance of the ZnO-modified PMNT ceramic was slightly greater than that of a soft PZT ceramic, but poorer than that of the lead-free piezoelectric ceramics. Therefore, for the applications such as actuators and FRAMs, the fatigue endurance of ZnO-modified PMNT need to be further improved, which required further investigation.

#### 4. Conclusions

Electrical fatigue tests on ZnO-modified  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.99}\text{Ti}_{0.01}\text{O}_3$  ceramics at frequencies of 5, 10, 50 and 100 Hz were studied. Surface damages underneath the electrodes were observed in all samples, while electrical fatigue induced cracks in the bulk were only observed in the samples fatigued at 5 and 10 Hz. Thickness of the damaged layers and size of the cracks decreased with increasing frequency. Fatigue degradations in samples at lower frequencies were initiated faster than those at higher frequencies. The changes of  $P_r$ ,  $E_c$ ,  $\Delta P_r$  and  $\Delta E_c$  decreased with increasing frequency. Local fatigue induced strain by the applied electric fields was reduced with an increase in frequency. This contributed to the lowering degree of fatigue induced surface damages and, consequently, less degradations of properties. Fatigue behaviors of the samples at low frequency could be caused by both reversible (domain pinning effect) and irreversible (surface damage) processes. At high frequency, the irreversible process had more pronounced effect on the fatigue behaviors. The fatigue endurance of ZnO-modified PMNT ceramic was slightly greater than that of a PZT ceramic but poorer than that of monolithic PMN and lead-free piezoelectric ceramics. Therefore, further development is needed on the crystal structure and microstructure of ZnO-modified PMNT in order to use it for actuator and FERAM applications.

#### Acknowledgements

This research was supported by Natural Rubber Innovation Research Institute, Prince of Songkla University (Grant No.

SCI601093S). SJ would like to thank the Thailand Research Fund (TRF, Grant no. RSA5780032). SP and ZL would like to acknowledge the Royal Academy of Engineering (UK) and Office for Higher Education (Thailand) Coordination's Industry Academia Partnership Programme (IAPPT2/100000).

#### References

- [1] M. Algaero, A. Mauro, J. Fardo, J. Holc, M. Kasse, Processing by mechano-synthesis and properties of piezoelectric  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  with different compositions, *Acta Mater.* 54 (2006) 501–511.
- [2] Z.-G. Ye, High-performance piezoelectric single crystals of complex perovskite solid solutions, *Mater. Res. Bull.* 34 (2009) 277–283.
- [3] Y. Chen, K.H. Lam, D. Zhou, W.F. Cheng, J.Y. Dai, H.S. Luo, H.L.W. Chan, High frequency PMN-PT single crystal focusing transducer fabricated by a mechanical dimpling technique, *Ultrasonics* 53 (2013) 345–349.
- [4] G.-T. Hwang, H. Park, J.-H. Lee, S. Oh, K.-I. Park, M. Byun, H. Park, G. Ahn, C.K. Jang, K. No, H.-S. Kwon, S.-G. Lee, B. Joung, K.J. Lee, Self-powered cardiac pacemaker enabled by flexible single crystalline PMN-PT piezoelectric energy harvester, *Adv. Mater.* 26 (2014) 4880–4887.
- [5] N. Balke, H. Kung, T. Graznow, D.C. Lapasa, M.J. Hoffmann, J. Rödel, Bipolar fatigue caused by field screening in  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 90 (2007) 3869–3874.
- [6] J. Glaum, T. Gnanow, J. Rödel, Evaluation of domain wall motion in bipolar fatigued lead-zirconate-titanate: a study on reversible and irreversible contributions, *J. Appl. Phys.* 107 (2010) 104119/1–6.
- [7] F.W. Zeng, H. Wang, H. Lin, Fatigue and failure response of lead zirconate titanate multilayer actuator under unipolar high-field electric cycling fatigue, *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 024101/1–9.
- [8] D.A. Hall, T. Mori, T.P. Comyn, E. Rigggaard, J.P. Wright, Residual stress relief due to fatigue in tetragonal lead zirconate titanate ceramics, *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 024103/1–5.
- [9] Q.Y. Zhang, E.C. Subbarai, L.E. Cross, Effect of composition and temperature on electric fatigue of La-doped lead zirconate titanate ceramics, *J. Appl. Phys.* 75 (1994) 7433–7443.
- [10] L. Jin, F. Li, S. Zhang, Decoding the fingerprint of ferroelectric loop: comparison of the material properties and structures, *J. Am. Ceram. Soc.* 97 (2014) 1–27.
- [11] J. Nuffer, D.C. Lapasa, J. Rödel, Microcrack clouds in fatigued electrostrictive 9.5/65/35 PZT, *J. Eur. Ceram. Soc.* 21 (2001) 1421–1423.
- [12] J. Nuffer, D.C. Lapasa, A. Glasman, H.J. Kleebe, J. Rödel, Microstructural modifications of ferroelectric lead zirconate titanate ceramics due to bipolar electric fatigue, *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 (2002) 2139–2142.
- [13] J. Glaum, M. Hoffmann, Electric fatigue of lead-free piezoelectric materials, *J. Am. Ceram. Soc.* 97 (2014) 665–680.
- [14] D. Liu, Z. Li, Z.-Y. Cheng, Z. Xu, X. Yao, Electric-field-induced polarization fatigue of [001]-oriented  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.32\text{PbTiO}_3$  single crystals, *Solid State Commun.* 151 (2011) 1480–1491.
- [15] Y. Tai, V. Zhai, S. Gupta, S. Priya, Fatigue mechanism of textured  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$  ceramics, *Appl. Phys. Lett.* 103 (2013) 082906/1–5.
- [16] E.A. McLaughlin, T. Liu, C.S. Lynch, Relaxor ferroelectric PMN-32%PT crystals under stress and electric field loading: 1-32 mode measurements, *Acta Mater.* 52 (2004) 3849–3857.
- [17] K. Lee, B.R. Rhee, C. Lee, Characteristics of ferroelectric  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  thin films having  $\text{Pb}/\text{PbO}_2$  electrode barriers, *Appl. Phys. Lett.* 79 (2001) 821–823.
- [18] S.B. Majumder, Y.N. Mohapatra, D.C. Agrawal, Fatigue resistance in lead zirconate titanate thin ferroelectric films: effect of cerium doping and frequency dependence, *Appl. Phys. Lett.* 70 (1997) 138–140.
- [19] M. Grossmann, D. Bolten, G. Lohse, U. Boettger, R. Waser, S. Tiedke, Correlation between switching and fatigue in  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$  thin films, *Appl. Phys. Lett.* 77 (2000) 1894–1896.
- [20] M. Promsawat, A. Watcharaporn, Z.-G. Ye, S. Jansirichonboon, Enhanced dielectric and ferroelectric properties of  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.99}\text{Ti}_{0.01}\text{O}_3$  ceramics by ZnO modification, *J. Am. Ceram. Soc.* 98 (2015) 848–854.
- [21] S. Pejparaj, J. Russell, H. Mao, J.L. Jones, J.E. Daniels, M. Hoffmann, Frequency effects on fatigue crack growth and crack tip domain-switching behavior in a lead

- zirconate titanate ceramic, *Acta Mater.* 57 (2009) 3932–3940.
- [22] Z. Liao, J. Glasm, T. Granzow, W. Jo, R. Ditzner, M. Hoffman, J. Rödel, Bipolar and unipolar fatigue of ferroelectric BNT-based lead-free piezoceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 94 (2011) 529–535.
- [23] E.A. Patterson, D.P. Cann, Bipolar piezoelectric fatigue of  $\text{Bi}(\text{Zn}_{0.6}\text{Ti}_{0.4})\text{O}_7$ - $(\text{Ba}_{0.8}\text{K}_{0.2})\text{TiO}_3$ - $(\text{Bi}_{0.2}\text{Na}_{0.8})\text{TiO}_3$  Pb-free ceramics, *Appl. Phys. Lett.* 101 (2012) 042905/1–6.
- [24] N. Kumar, D.P. Cann, Electromechanical strain and bipolar fatigue in  $\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})_2\text{O}_7$ - $(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})\text{TiO}_3$ - $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$  ceramics, *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 054102/1–6.
- [25] D.N. Fang, Y.H. Zhang, G.Z. Mao, Electric-field-induced fatigue crack growth in ferroelectric ceramics, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 54 (2010) 98–104.
- [26] C. Brennan, Model of ferroelectric fatigue due to defect/domain interactions, *Ferroelectrics* 150 (1993) 199–208.
- [27] J. Glasm, T. Granzow, L.A. Schmitt, H.J. Kleebe, J. Rödel, Temperature and driving field dependence of fatigue processes in PZT bulk ceramics, *Acta Mater.* 59 (2011) 6083–6092.
- [28] Z. Liao, S. Poljprapai, J. Glasm, M. Hoffman, Electrical fatigue-induced cracking in lead zirconate titanate piezoelectric ceramic and its influence quantitatively analyzed by refatigue method, *J. Am. Ceram. Soc.* 95 (2012) 2593–2600.
- [29] C. Tian, F. Wang, X. Ye, Y. Xie, T. Wang, Y. Tang, D. Sun, W. Shi, Bipolar fatigue-resistant behavior in ternary  $\text{Bi}_{0.2}\text{Na}_{0.8}\text{TiO}_3$ - $\text{BaTiO}_3$ - $\text{SrTiO}_3$  solid solutions, *Sr. Mater.* 83 (2014) 25–28.
- [30] F.-Z. Yao, E.A. Patterson, K. Wang, W. Jo, J. Rödel, J.-F. Li, Enhanced bipolar fatigue resistance in  $\text{CaZrO}_3$ -modified  $(\text{K},\text{Na})\text{NbO}_3$  lead-free piezoceramics, *Appl. Phys. Lett.* 104 (2014) 2042912/1–5.
- [31] D. Lupascu, J. Rödel, Fatigue in bulk lead zirconate titanate actuator materials, *Adv. Eng. Mater.* 7 (2005) 882–898.
- [32] Q.Y. Jiang, E.C. Subbarao, L.E. Cross, Grain size dependence of electric fatigue behavior of hot pressed PLZT ferroelectric ceramics, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 3687–3694.
- [33] J. Shieh, J.E. Huber, M.A. Fleck, Fatigue crack growth in ferroelectrics under electrical loading, *J. Eur. Ceram. Soc.* 26 (2006) 95–109.
- [34] Y.A. Gomonko, J. Glasm, M.J. Hoffmann, K. Albe, Mechanisms of aging and fatigue in ferroelectrics, *Mater. Sci. Eng. B* 192 (2015) 52–62.
- [35] W. Li, R.M. McMeeking, C.M. Laddis, On the crack face boundary conditions in electromechanical fracture and an experimental protocol for determining energy release rates, *Eur. J. Mech. A Solids* 27 (2008) 285–301.
- [36] X.J. Liu, Polarization fatigue in ferroelectric thin films and related materials, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 024101/1–24.
- [37] N. Kumar, T.Y. Ansell, D.P. Cann, Role of point defects in bipolar fatigue behavior of  $\text{Bi}(\text{Mg}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})_2\text{O}_7$  modified  $(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})\text{TiO}_3$ - $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$  relaxor ceramics, *J. Appl. Phys.* 115 (2014) 1154104/1–9.



## ประวัติผู้วิจัย

### 1. ประวัติหัวหน้าโครงการ

- 1.1 ชื่อ (ภาษาไทย) รองศาสตราจารย์ ดร. สุกานดา เจียรศิริสมบุญ  
(ภาษาอังกฤษ) Associate Professor Dr. Sukanda Jiansirisomboon
- 1.2 เลขหมายบัตรประจำตัวประชาชน 3449900207204
- 1.3 ตำแหน่งปัจจุบัน รองศาสตราจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
- 1.4 ที่ทำงาน สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จ.นครราชสีมา 30000  
โทรศัพท์ 0-4422-4459 โทรสาร 0-4422-4477  
โทรศัพท์มือถือ 089-925-2166  
E-mail : sukanda.jian@sut.ac.th

### 1.5 ประวัติการศึกษา

ปีที่สำเร็จการศึกษา	ระดับปริญญา	ชื่อปริญญา	สาขาวิชา	สถาบันการศึกษา	ประเทศ
2544	ปริญญาเอก	D.Phil.	วัสดุศาสตร์	Oxford University	อังกฤษ
2540	ปริญญาโท	M.Sc.	วัสดุศาสตร์	Leeds University	อังกฤษ
2539	ปริญญาตรี	วท.บ.	วัสดุศาสตร์	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่	ไทย

### 1.6 สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

- กระบวนการผลิตเซรามิกขั้นสูง (Advanced ceramic processing)
- อิเล็กโทรเซรามิกส์ (Electroceramics)
- วัสดุเชิงประกอบ/เชิงประกอบนาโน (Composite/Nanocomposite materials)
- เทคโนโลยีการพ่นเคลือบด้วยความร้อน (Thermal spray technology)

## 1.7 ประสิทธิภาพที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัย

ลำดับ	ชื่อโครงการ	ฐานะในโครงการวิจัย	แหล่งทุน	วิจัยแล้วเสร็จ (ร้อยละ)
1	High Performance Complex Binary Ferroelectrics Near Morphotropic Phase Boundary	หัวหน้าโครงการ	สกว.	35%
2	Property Improvement in Ferroelectric Materials by Nanostructure and Complex-layered Structure Compounds	หัวหน้าโครงการ	สกว.	100%
3	Wear Resistive Performance of Thermal Spray Nanocomposite Coatings: A Role of Nano-particulates Reinforcements	หัวหน้าโครงการ	MTEC	100%
4	Thermal Sprayed Nanocomposite Coatings for Wear and Corrosion Protection in Metal and Alloy Industrial Parts	หัวหน้าโครงการ	NANOTE C	100%
5	Piezoelectric Nanocomposite Ceramics for Ultrasonic Applications	หัวหน้าโครงการ	NANOTE C	100%
6	Fabrication, Microstructure and Properties Relations of Ferroelectric Nanocomposite Ceramics	หัวหน้าโครงการ	มูลนิธิโทร	100%
7	Mechanical Property Improvement in Ferroelectric Ceramics via Composite/Nanocomposite Methods	หัวหน้าโครงการ	สกว.	100%
8	The Mechanical Study of Ferroelectric Ceramics in PMN, PZT and PMN-PZT Systems	หัวหน้าโครงการ	สกว.	100%
9	Microstructure and Wear of Alloy Coatings Prepared by Flame Spray and Spray and Fuse Techniques	หัวหน้าโครงการ	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่	100%
10	Mechanical Properties of Ferroelectric Nanocomposite Ceramics	หัวหน้าโครงการ	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่	100%

11	The Mechanical Properties Study of Ferroelectric Ceramics in Lead Zirconate Titanate System	หัวหน้าโครงการ	มหาวิทยาลัย เชียงใหม่	100%
----	---	----------------	--------------------------	------

### 1.8 ผลงานวิจัย (ที่ได้รับการตีพิมพ์)

- M. Promsawat, N. Promsawat, Jenny W. Wong, Z. Luo, S. Pojprapai, **S. Jiansirisomboon**, Effects of Frequency on Electrical Fatigue Behavior of ZnO-modified  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  Ceramics, *Ceram. Int.* (2017) in press.
- A. Limpichaipanit, **S. Jiansirisomboon** and T. Tunkasiri, Microstructure-Property Relationships of Alumina Matrix Composites with Silicon Carbide and Silica Additives, *Sci Eng. V Compos. Mater.* (2015) in press.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn, N. Kumar, **S. Jiansirisomboon** and David P. Cann, Lead-Free  $(\text{Ba}_{0.70}\text{Sr}_{0.30})\text{TiO}_3$ -Modified  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3$  Ceramics with Large Electric-Field Induced Strains, *J. Am. Ceram. Soc.* 99[5] (2016) 1615-1624.
- P. Jaimeewong, M. Promsawat, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Influence of pH Values on the Surface and Properties of BCZT Nanopowders Synthesized via Sol-Gel Auto-Combustion Method, *Surf. Coat. Technol.* 306 (2016) 16-20.
- P. Jaimeewong, M. Promsawat, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Comparative Study of Properties of BCZT Ceramics Prepared from Conventional and Sol-Gel Auto Combustion Powders, *Integrated Ferro.* 175 (2016) 25-32.
- P. Wannasut, P. Jaita, A. Watcharapasorn, **S. Jiansirisomboon**, Electrical Properties of Ternary System  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3$ - $0.005\text{LiNbO}_3$ - $\text{BaTiO}_3$  Lead-Free Piezoelectric Ceramics, *Integrated Ferro.* 175 (2016) 1-8.
- O. Namsar, A. Watcharapasorn, M. Hoffman, J. Glaum and **S. Jiansirisomboon**, Dielectric Properties, Electric-field-induced Polarization and Strain Behavior of Lead Zirconate Titanate-Strontium Bismuth Niobate Ceramics, *J. Electroceramics.* 36 (2016) 70-75.
- P. Wannasut, P. Jaita, A. Watcharapasorn, and **S. Jiansirisomboon**, Microstructure and Electrical Properties of Lead-Free  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3$ - $x\text{LiNbO}_3$  Piezoelectric Ceramics, *IEEE Proceedings of the 2015 IEEE International Symposium on Application of Ferroelectrics (ISAF) - International Symposium on Integrated Functionalities (ISIF) - Piezoresponse Force Microscopy Workshop (PFM).*

- P. Kantha, N. Pisitpipathsin, M. Promsawat, N. Petnoi, **S. Jiansirisomboon**, K. Pengpat and S. Pojprapai, The Effect of BZT Doping on Phase Formation, Dielectric and Ferroelectric Properties of BNLT Ceramics, *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.* 26[11] (2015) 8456-8463.
- M. Promsawat, M. Sriyod, Z. Liu, W. Ren, A. Watcharapasorn, Z.-G. Ye and **S. Jiansirisomboon**, Phase Development and Dielectric, Ferroelectric and Piezoelectric Properties of  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.9}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3\text{-Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.74}\text{K}_{0.26})_{0.5}\text{TiO}_3$  Ceramics, 487[1] *Ferroelectrics.* (2015) 1-8.
- P. Jaiban, O. Namsar, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, R. Yimnirun, Electrical Properties of La-Doped  $\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{TiO}_3$  Lead-Free Ceramics, *Ferroelectrics.* 487[1] (2015) 86-93.
- N. Thongmee, **S. Jiansirisomboon**, Effect of  $\text{Bi}_{3.99}\text{Ti}_{2.97}\text{Nb}_{0.03}\text{O}_{12}$  Addition on Dielectric and Ferroelectric Properties of PZT Ceramics, *Ferroelectrics.* 487[1] (2015) 40-46.
- P. Wannasut, P. Jaita, A. Watcharapasorn, **S. Jiansirisomboon**, X-ray Photoelectron Spectroscopy Analysis and Electrical Properties of  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3\text{-LiNbO}_3$  Lead-Free Piezoelectrics, *Ferroelectrics.* 489[1] (2015) 118-128.
- N. Dejang and **S. Jiansirisomboon**, Investigated Microstructure of  $\text{Al}_2\text{O}_3/13\text{wt}\%\text{MgO}$  Nanocomposite Coating Prepared by Plasma-Sprayed Technique, *Key Engineering Materials,* 675-676 (2016) 293-296.
- O. Namsar, A. Watcharapasorn, M. Hoffman, J. Glaum and **S. Jiansirisomboon**, Dielectric, Polarization and Strain Response of Enhanced Complex Ceramics: The Study Through  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3\text{-SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ , *Ferroelectrics.* 488 (2015) 79-88.
- Orapim Namsar, Soodkhet Pojprapai, Anucha Watcharapasorn and **Sukanda Jiansirisomboon**, Polarization Fatigue in Ferroelectric  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3\text{-SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  Ceramics, *Electro. Mater. Letters.* 11 [5] (2015) 881-889.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn, N. Kumar, D.P. Cann, and **S. Jiansirisomboon**, Large Electric Field-Induced Strain and Piezoelectric Responses of Lead-Free  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3\text{-Ba}(\text{Ti}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})\text{O}_3$  Ceramics near Morphotropic Phase Boundary, *Electronic Materials Letter,* 11 (2015) 828-835.
- S. Buntham, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Effects of  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$  Dopant on Microstructure and Thermoelectric Properties of  $\text{Na}_x\text{CoO}_2$  Ceramics, *J. Nano. Sci. Nano. Technol.* 15[11] (2015) 9261-9264.

- M. Promsawat, A. Watcharapasorn, Z-G. Ye and **S. Jiansirisomboon**, Enhanced Dielectric and Ferroelectric Properties of  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.65}\text{Ti}_{0.35}\text{O}_3$  Ceramics by ZnO Modification, *J. Am. Ceram. Soc.* 98 (2015) 848-854.
- A. Limpichaipanit, S. Wirojanupatump and **S. Jiansirisomboon**, Fabrication and Properties of Thermal Sprayed Stainless Steel-based Nanocomposite Coatings, *Surf. & Coat. Technol.*, 272 (2015) 96-101.
- A. Rachakom, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Effect of Poling on Piezoelectric and Ferroelectric Properties of  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_3$  Ceramics, *J. Electroceram.* 33 (2014) 105-110.
- O. Namsar, S. Pojprapai, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Enhancement of Fatigue Endurance in Ferroelectric PZT Ceramic by the Addition of Bismuth Layered SBT, *J. Appl. Phys.* 116 (2014) 164105.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn, D.P. Cann and **S. Jiansirisomboon**, Dielectric, Ferroelectric and Electrical Field-induced Strain Behaviour of  $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.90}\text{Sn}_{0.10})\text{O}_3$ -modified  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3$  Lead-free Piezoelectrics, *J. Alloy Compd.* 596 (2014) 98-106.
- M. Promsawat, J.Y.Y. Wong, Z. Ren, H.N. Taylor, A. Watcharapasorn, Z-G. Ye and **S. Jiansirisomboon**, Enhancements in Dielectric, Ferroelectric, and Electrostrictive Properties of  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.9}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$  Ceramics by CuO Addition, *J. Alloy Compd.* 587 (2014) 618-624.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Compositional Range and Electrical Properties of Lead-free  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3$ - $(\text{Ba}_{0.98}\text{Nd}_{0.02})\text{TiO}_3$  System, *Ferroelectrics* 458 (2014) 49-55.
- M. Promsawat, Z.G. Ye, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Relationships between ZnO Content and Properties of PMNT Ceramics, *Ferroelectrics*, 451 (2013) 9-14.
- P. Siriprapa, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Electrical Properties of Nd-doped  $\text{BiFeO}_3$  Ceramics, *Ferroelectrics* 451 (2013) 103-108. Impact factor = 0.420
- O. Namsar, A. Watcharapasorn, M. Hoffman, J. Glaum and **S. Jiansirisomboon**, Improvement of Ferroelectric Properties of PZT Ceramics by SBT Addition, *Ferroelectrics* 451 (2013) 22-29.
- N. Thongmee, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effects of Dy Substitution for Bi on Phase, Microstructure and Dielectric Properties of Layered-structured  $\text{Bi}_{4-x}\text{Dy}_x\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Ceramics, *Ferroelectrics* 458 (2014) 76-82.

- P. Jaiban, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, R. Yimmirun, R. Guo and A.S. Bhalla, Diffuse Dielectric Behavior of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  Lead-Free Ceramics, *Ferroelectrics* 458 (2014) 174-180.
- P. Eaksuwanchai, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Fabrication, Phase and Microstructural Studies on Chemically Modified La-doped Bismuth Sodium Titanate Ceramics, *Ferroelectrics* 454 (2013) 162-167.
- K. Kanchiang, P. Siriprapa, R. Yimmirun, **S. Jiansirisomboon** and Y. Laosiritaworn, X-ray Absorption Spectroscopy Identification of Mn-doped  $\text{Bi}_{3.25}\text{La}_{0.75}\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Ceramics, *Ferroelectrics* 451 (2013) 1-6.
- T. Sreesattabud, B.J. Gibbons, A. Watcharapasorn, M. Naksata and **S. Jiansirisomboon**, Fabrication and Characterization of PZT/CuO Thin Film, *Intergrated Ferro.* 148 (2013) 102-109.
- C. Sangsubun, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effect of Composition on Phase Formation, Microstructure and Dielectric Properties of Sol-bonded PZTN-PZT Ceramics, *Intergrated Ferro.* 149 (2013) 61-66.
- P. Eaksuwanchai, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Effect of Lanthanum Additive on Electrical and Thermal Properties of Bismuth Sodium Titanate Ceramics, *Intergrated Ferro.* 149 (2013) 83-88.
- P. Jaiban, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, R. Yimmirun, R. Guo and A. Bhalla, Thermal Expansion Behavior of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  Ceramics, *Intergrated Ferro.* 148 (2013) 124-130.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Compositional Range and Electrical Properties of the Morphotropic Phase Boundary in the  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3$ - $(\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3})\text{TiO}_3$  System, *Electron. Mater. Lett.* 9[4] (2013) 437-440.
- T. Sreesattabud, B.J. Gibbons, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Phase and Electrical Properties of PZT Thin Films Embedded with CuO Nano-Particles by a Hybrid Sol-Gel Route, *Electron. Mater. Lett.* 9[4] (2013) 409-412.
- P. Prayoonphokkharat, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Fabrication and Properties of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  at Different Sintering Temperatures, *Electron. Mater. Lett.* 9[4] (2013) 413-416.



- P. Jaita, A. Watcharapasorn, **S. Jiansirisomboon**, Effect of Composition on Electrical Properties of Lead-free  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.80}\text{K}_{0.20})_{0.5}\text{TiO}_3\text{-(Ba}_{0.98}\text{Nd}_{0.02})\text{TiO}_3$  Piezoelectric Ceramics, in press *J. Appl. Phys.* 114 (2013) 027005.
- M. Promsawat, J.Y.Y. Wong, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effects of Sintering Temperature on Microstructure and Electrical Properties of  $0.9\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.1\text{PbTiO}_3$  Modified with CuO, *Mater. Chem. Phys.* 141 (2013) 549-552.
- M. Promsawat, A. Watcharapasorn, H.N. Talor, **S. Jiansirisomboon** and Z-G. Ye, Enhanced Dielectric, Ferroelectric, and Electrostrictive Properties of  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_{0.9}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$  Ceramics by ZnO Modification, *J. Appl. Phys.* 113 (2013) 204101.
- M. Promsawat, A. Watcharapasorn, and **S. Jiansirisomboon**, Effects of CuO Nanoparticles Addition on Properties of PMNT Ceramics, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S69-S73.
- O. Namsar, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Phase, Microstructure and Ferroelectric Properties of New Complex-Structured Ferroelectric Ceramics in the PZT-SBN System, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S103-S106.
- P. Siriprapa, A. Watcharapasorn, and **S. Jiansirisomboon**, Effects of Mn-dopant on Phase, Microstructure and Electrical Properties in  $\text{Bi}_{3.25}\text{La}_{0.75}\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Ceramics, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S355-S358.
- P. Lawita, P. Siriprapa, A. Watcharapasorn, and **S. Jiansirisomboon**, Effects of Nd and Co-doping on Phase, Microstructure and Ferromagnetic Properties of Bismuth Ferrite Ceramics, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S253-S256.
- T. Sreesattabud, B.J. Gibbons, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effect of Donor and Acceptor Dopants on Fatigue Properties in PZT Thin Films, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S521-S524.
- P. Jaiban, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, R. Yimmirun, R. Guo and A.S. Bhalla, High- and Low-field Dielectric Responses and Ferroelectric Properties of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ , *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S81-S85.
- N. Petnoi, P. Bomlai, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Effects of Nb-doping on the Microstructure and Dielectric Properties of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$  Ceramics, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S113-S117.
- A. Rachakom, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, The Effect of Morphotropic Phase Boundary on Dielectric Properties of  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x\text{O}_3$  Solid Solutions, *Ceram. Int.* 39[1] (2013) S139-S143.

- A. Limpichaipanich, C. Banjongprasert, P. Jaiban and **S. Jiansirisomboon**, Fabrication and Properties of Thermal Sprayed AlSi-based Coatings from Nanocomposite Powders, *J. Thermal Spray Technol.* 22[1] (2013) 18-26.
- T. Sreesattabud, B.J. Gibbons, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Synthesis and Characterization of PZT Thin Films Embedded with  $\text{WO}_3$  Nanoparticles by a Hybrid Chemical Solution Route, *Intergrated Ferro.* 139 [1] (2012) 40-47.
- P. Lawita, P. Siriprapa, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effects of Pb Concentration on Phase, Microstructure and Electrical Properties of  $\text{Bi}_{3.25}\text{La}_{0.75}\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Ceramics, *Mater. Chem. Phys.* 134 (2012) 932-937.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Investigation of New Lead-Free  $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.40}\text{K}_{0.10})\text{TiO}_3-(\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3})\text{TiO}_3$  Piezoelectric Ceramics, *Nanoscale Research Letters*, 7 (2012) 24-29.
- P. Siriprapa, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Structure-Property Relations of Co-Doped Bismuth Layer-Structured  $\text{Bi}_{3.25}\text{La}_{0.75}(\text{Ti}_{1-x}\text{Mo}_x)_3\text{O}_{12}$  Ceramics, *Nanoscale Research Letters*, 7 (2012) 42-49.
- M. Promsawat, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effect of ZnO Nanoparticulate Addition on the Properties of PMNT Ceramics, *Nanoscale Research Letters*, 7 (2012) 65-71.
- P. Jaiban, A. Rachakom, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, Influences of Phase Transition and Microstructure on Dielectric Properties of  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  Ceramics, *Nanoscale Research Letters*, 7 (2012) 45-49.
- A. Rachakom, P. Jaiban, P. Bomlai, **S. Jiansirisomboon** and A. Watcharapasorn, Crystal Structure and Electrical Properties of Bismuth Sodium Titanate Zirconate Ceramics, *Nanoscale Research Letters*, 7 (2012) 57-61.
- N. Dejang and **S. Jiansirisomboon**, Influence of  $\text{TiO}_2$  and  $\text{ZrO}_2$  Nano Particles Addition in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  base Coating using Plasma Spraying, *Applied Mechanics and Materials*, 110-116 (2012) 1849-1854.
- A. Rachakom, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, Physical and Electrical properties of Nb doped  $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}[\text{Zr}_{0.59}\text{Ti}_{0.41}]\text{O}_3$ , *Ceram. Int.* 38 (2012) S385-389.
- P. Jaiban, **S. Jiansirisomboon**, A. Watcharapasorn, Effect of Lanthanum Substitution on Microstructure and Electrical Properties of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})_{1-1.5x}\text{La}_x\text{Ti}_{0.41}\text{Zr}_{0.59}\text{O}_3$  Ceramics, *Ceram. Int.* 38 (2012) S379-383.

- M. Promsawat, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effect of ZnO Nano-particulate Modification on Properties of PZT-BLT Ceramics, *Ceram. Int.* 38 (2012) S215-218.
- N. Thongmee, A. Watcharapasorn, M. Hoffman and **S. Jiansirisomboon**, Ferroelectric Properties of  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3\text{-Bi}_{3.25}\text{La}_{0.75}\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Ceramics, *Ceram. Int.* 38 (2012) S205-209.
- O. Namsar, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Structure-Property Relations of Ferroelectric  $\text{BaTiO}_3$  Ceramics Containing Nano-sized  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Particulates, *Ceram. Int.* 38 (2012) S95-99.
- N. Dejang, A. Limpichaipanit, S. Wirojanupatump, A. Watcharapasorn, P. Niranatlumpong and **S. Jiansirisomboon**, Fabrication and Properties of Plasma-sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$  Composite Coatings, *J. Thermal Spray Technol.* 20[6] (2011) 1259-1268.
- P. Jaita, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Effects of BNT Compound Incorporated on Structure and Electrical Properties of PZT Ceramic, *Curr. Appl. Phys.* 11[3] (2011) 77-81.
- C. Sangsubun, A. Watcharapasorn and **S. Jiansirisomboon**, Sintering Behavior of Triol Sol-Gel Derived Nb-doped PZT Ceramics: Effects on Phase, Microstructure and Electrical Properties, *Ferroelectrics*, 416[1] (2011) 29-34.

## 2. ประวัตินักวิจัยที่ปรึกษา

- 2.1 ชื่อ (ภาษาไทย) ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุขเกษม กังวานตระกูล  
(ภาษาอังกฤษ) Assistant Professor Dr. Sukasem Kangwantrakool
- 2.2 เลขหมายบัตรประจำตัวประชาชน 3-3009-00294-82-5  
รหัสประจำตัวนักวิจัยแห่งชาติ 42500056
- 2.3 ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
- 2.4 ที่ทำงาน สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จ.นครราชสีมา 30000  
โทรศัพท์ 0-4422-4476 โทรสาร 0-4422-4220  
E-mail: sukasemk@yahoo.com

### 2.5 ประวัติการศึกษา

ปีที่สำเร็จการศึกษา	ระดับปริญญา	ชื่อปริญญา	สาขาวิชา	สถาบันการศึกษา	ประเทศ
2546	ปริญญาเอก	D.Eng.	วิศวกรรมวัสดุศาสตร์	Hokkaido University	ญี่ปุ่น
2540	ปริญญาโท	วทม.	เทคโนโลยีเซรามิก	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2537	ปริญญาตรี	วทบ.	เทคโนโลยีการผลิต	สถาบันราชภัฏพระนคร กรุงเทพฯ	ไทย
2530	อนุปริญญา	Dip.	เทคโนโลยีโลหะ	สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล วิทยาเขตภาคตะวันออกเฉียงเหนือ นครราชสีมา	ไทย

### 2.6 สาขาวิชาที่เชี่ยวชาญ

- วัสดุโลหะ และ เซรามิกพื้นฐาน
- กระบวนการขึ้นรูปวัสดุเซรามิกขั้นสูง
- เซรามิกชีวภาพ (ศัลยกรรมวัสดุ) ได้แก่ HA/HDPE composite
- วัสดุเซรามิกขั้นสูง ได้แก่  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ , WC, TiC, SiC,  $Si_3N_4$  เป็นต้น
- วัสดุเชิงประกอบ ได้แก่  $Al_2O_3$ -TiC,  $Al_2O_3$ -SiC,  $Al_2O_3$ - $Al_2O_3$ , WC-Co composite เป็นต้น

## 2.7 ประสิทธิภาพที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัย

ลำดับ	ชื่อโครงการ	ฐานะในโครงการวิจัย	แหล่งทุน	วิจัยแล้วเสร็จ (ร้อยละ)
1	การพัฒนาวัสดุยึดประสานประเภทเซรามิกสำหรับอุตสาหกรรมผลิตเครื่องมือขัดแต่งวัสดุ	หัวหน้าโครงการ	ศูนย์ MTEC	100%
2	การปรับปรุงความเหนียวของอะลูมินาเซรามิกด้วยมุลไลต์และเซอร์โคเนีย	หัวหน้าโครงการ	มทส.	100%
3	การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้วยอนุภาคนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์	หัวหน้าโครงการ	วช.	80%
4	การสังเคราะห์ผงนาโนเซรามิกเชิงประกอบโดยกรรมวิธีการผสมแบบเชิงกลชนิดต้นทุนต่ำ	หัวหน้าโครงการ	ศูนย์ NANOTEC	100%

## 2.8 ผลงานวิจัย (ที่ได้รับการตีพิมพ์)

- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Preparation of New WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials with Mechanically Coated Particles," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2001; 34(12):1486-1492.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "New Design of Microstructure of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials by Mechanical Coating of Particles," *Journal of the Japan Society Powder and Powder Metallurgy*, 2002; 49(12): 1070-1075.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara, "Hot Hardness of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2002; 35(9): 893-899.
- **S. Kangwantrakool**, B. Golman and K. Shinohara; "Quantitative Characterization of Microstructure of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials with Relate to Mechanical Properties," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2003; 36(1): 49-56.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Sintering Behavior of Mechanically Coated WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Particles by High-speed Rotational Impact Blending," *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2003; 21: 171-182.
- J. Suwanprateeb, S. Tiemprateeb, **S. Kangwantrakool** and K. Hemachadra: The Role of Filler Volume Fraction in the Strain Rate Dependence of Calcium Carbonate Reinforced Polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, 1998; 70: 1717-1724.

- **S. Kangwantrakool**, A. Takenaka, J. Suwanprateeb, and K. Shinohara: Preparation of Biocomposites with Mechanically Coated Particles, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 2005; 113(12): 768-773.
- **S. Kangwantrakool**; "Preparation of Hydroxyapatite-Polyethylene Biocomposites using HA-nanoparticles by Mechanically-Coating Methode," *Chiang Mai University Journal*, 4(1), 95-107 (2005).
- T.Theerabornkul and **S. Kangwantrakool**; "Fabrication of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ni Composites Using Ceramic Nanoparticles" *Chiang Mai University Journal*, 4(1), 59-66 (2005).

## 2.9 ผลงานวิชาการอื่น ๆ

- สุขเกษม กังวานตระกูล: Hot Isostatic Press (HIP) of Materials, Proceeding of Annual Meeting of the Thai Ceramic Society of Thailand, Bangkok (1994).
- สุขเกษม กังวานตระกูล; "Ceramic Cutting Tools: Part I", วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 16: 20-23.
- สุขเกษม กังวานตระกูล; "Ceramic Cutting Tools: Part II", วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 17: 60-64.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Advanced Preparation of WC-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC Surface Composite Particles for Sintered Materials," Proceeding of the First Asian Particle Technology Symposium (APT 2000), Bangkok, Thailand, CD-ROM, pp. S-II (2)-3#0076 (2000).
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Proper Composition of Coated Particles for New Cemented Carbide Material," Proceeding of 34<sup>th</sup> Autumn Meeting of the Society of Chemical Engineering of Japan, Sapporo, CD-ROM, pp.R109 (2001).
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Microstructure of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials Prepared from Coated Particles by Rotational Impact Blending," Proceeding of Annual Spring Meeting of the Powder Technology Society of Japan, Kyoto, pp.106 (2002).