

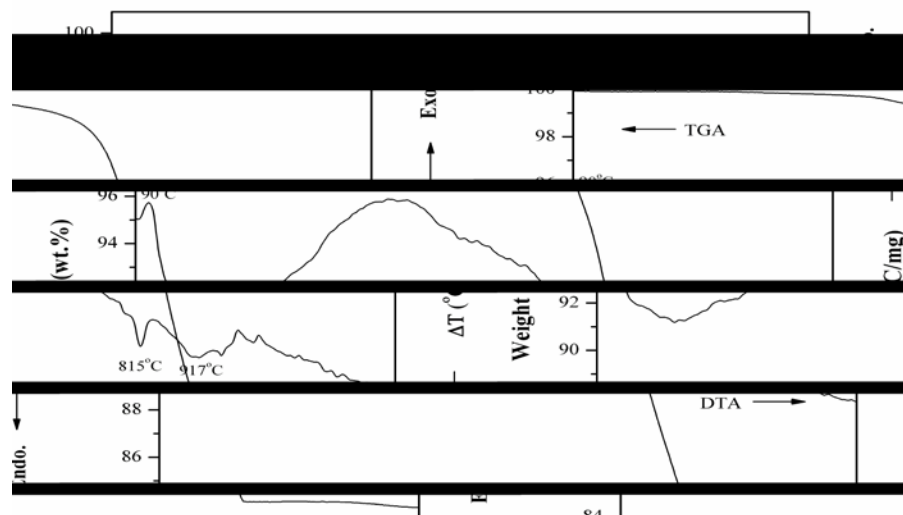
บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการวิเคราะห์ผงผลึกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต $\text{Ba}(\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x)\text{O}_3$

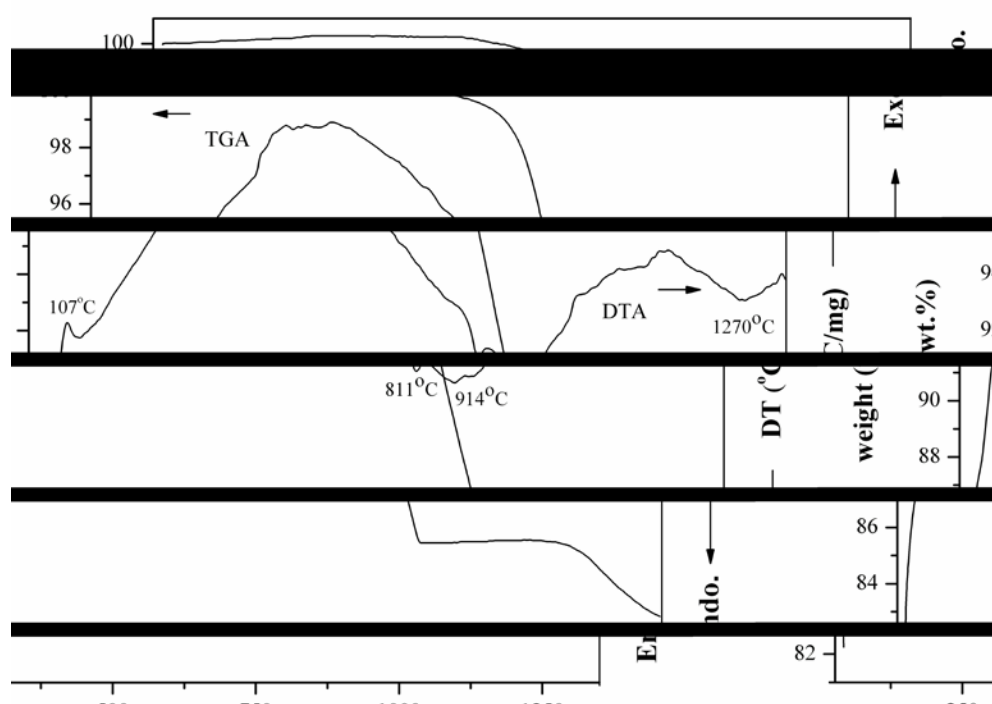
1. ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค Differential Thermal Analysis (DTA) และ Thermogravimetric Analysis (TGA) ของผงผสมสารตั้งต้น

กราฟแสดงผลการตรวจวิเคราะห์ DTA-TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT20 แสดงดังภาพ 25 กราฟ TGA แสดงการสูญเสียน้ำหนักสองช่วงโดยช่วงแรกเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 750°C และช่วงที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 1194°C กราฟ DTA แสดงพีคเล็ก ๆ ของการคาย ความร้อน (exothermic) ที่อุณหภูมิประมาณ 90°C ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำอันเนื่องมาจากความชื้นของสารตัวอย่างที่มีปริมาณน้อยมากจนไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ด้วย TGA สำหรับ DTA ในช่วงแรกเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากออร์โทโรมบิกเป็นรอมโบอีตรอลของ BaCO_3 [35] ซึ่งเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 815°C การสูญเสียน้ำหนักในแรกเกิดจาก BaCO_3 การสลายตัวเป็น BaO ซึ่งสอดคล้องกับพีคของการดูดความร้อน (endothermic) ของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 917°C และที่อุณหภูมิสูงขึ้นปฏิกิริยามีแนวโน้มที่จะเกิดขึ้นอีก แต่เนื่องจากขีดความสามารถของเครื่องมือที่สามารถตรวจวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงที่สุดได้เพียง 1250°C จึงไม่สามารถแสดงให้เห็นตำแหน่งที่เกิดปฏิกิริยาได้



ภาพ 25 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของผงผสม BaCO_3 , TiO_2 และ ZrO_2 ที่มีสัดส่วนของ TiO_2 : ZrO_2 เป็น 0.80:0.20

ภาพ 26 แสดงผลการตรวจวิเคราะห์ DTA-TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT25 จากกราฟ TGA การสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นสองช่วงโดยช่วงแรกเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 750°C และช่วงที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 1193°C กราฟ DTA แสดงพีคเล็ก ๆ ของการคายความร้อน ที่อุณหภูมิประมาณ 107°C ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำอันเนื่องมาจากความชื้นของสารตัวอย่าง พีคของการดูดความร้อนจากกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 811°C เกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก ออร์โทโรมบิกเป็นรอมโบอีตรอลของ BaCO_3 การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกเกิดจากการสลายตัวของ BaCO_3 เป็น BaO ซึ่งสอดคล้องกับพีคของการดูดความร้อนของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 914°C การสูญเสียน้ำหนักในช่วงที่สองเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งระหว่าง BaO TiO_2 และ ZrO_2 ซึ่งสอดคล้องกับพีคของการดูดความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 1270°C

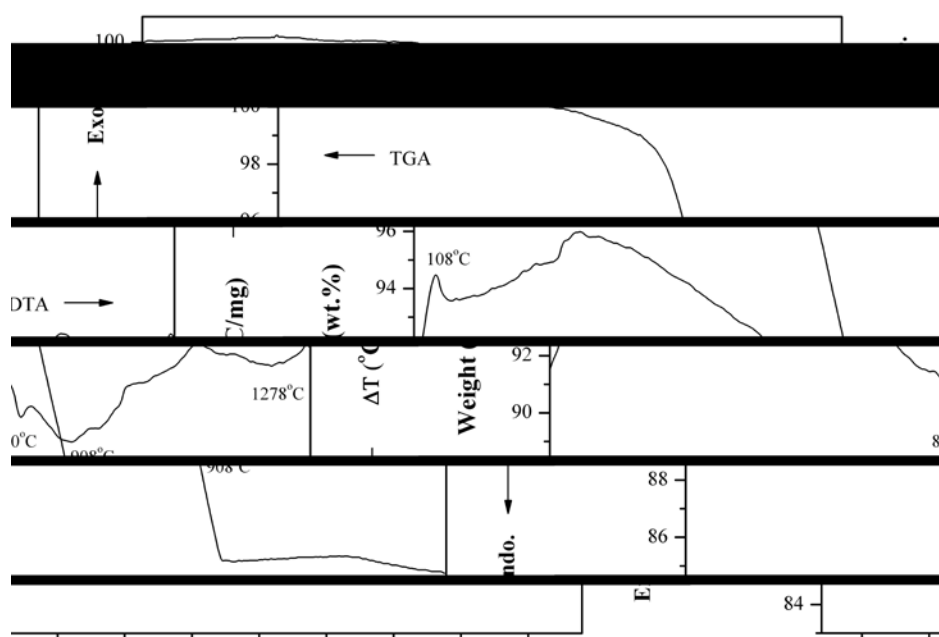


ภาพ 26 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของผงผสม BaCO_3 , TiO_2 และ ZrO_2 ที่มีสัดส่วนของ TiO_2 : ZrO_2 เป็น 0.75:0.25

ภาพ 27 แสดงผลการตรวจวิเคราะห์ DTA-TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT30 จากกราฟ TGA การสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นสองช่วงโดยช่วงแรกเกิดที่อุณหภูมิ

ประมาณ 750°C และช่วงที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 1175°C กราฟ DTA แสดงพีคเล็ก ๆ ของการคายความร้อน ที่อุณหภูมิประมาณ 108°C ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำอันเนื่องมาจากความชื้นของสารตัวอย่าง พีคของการดูดความร้อนจากกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 810°C เกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก ออร์โทโรมบิกเป็นรอมโบอีตรอลของ BaCO_3 การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกเกิดจากการสลายตัวของ BaCO_3 เป็น BaO ซึ่งสอดคล้องกับพีคของการดูดความร้อนของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 908°C การสูญเสียน้ำหนักในช่วงที่สองเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งระหว่าง BaO TiO_2 และ ZrO_2 ซึ่งสอดคล้องกับพีคของการดูดความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 1278°C

ผลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ DTA และ TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT20 BZT25 และ BZT30 พบว่าปฏิกิริยาสถานะของแข็งระหว่างสารตั้งต้นจะเริ่มเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 900°C และยังคงมีปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องไปจนถึงอุณหภูมิใกล้ 1300°C ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงกำหนดการเผาแคลไซน์อยู่ในช่วงอุณหภูมิ 800 ถึง 1350°C

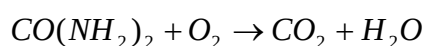


ภาพ 27 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของผงผสม BaCO_3 , TiO_2 และ ZrO_2

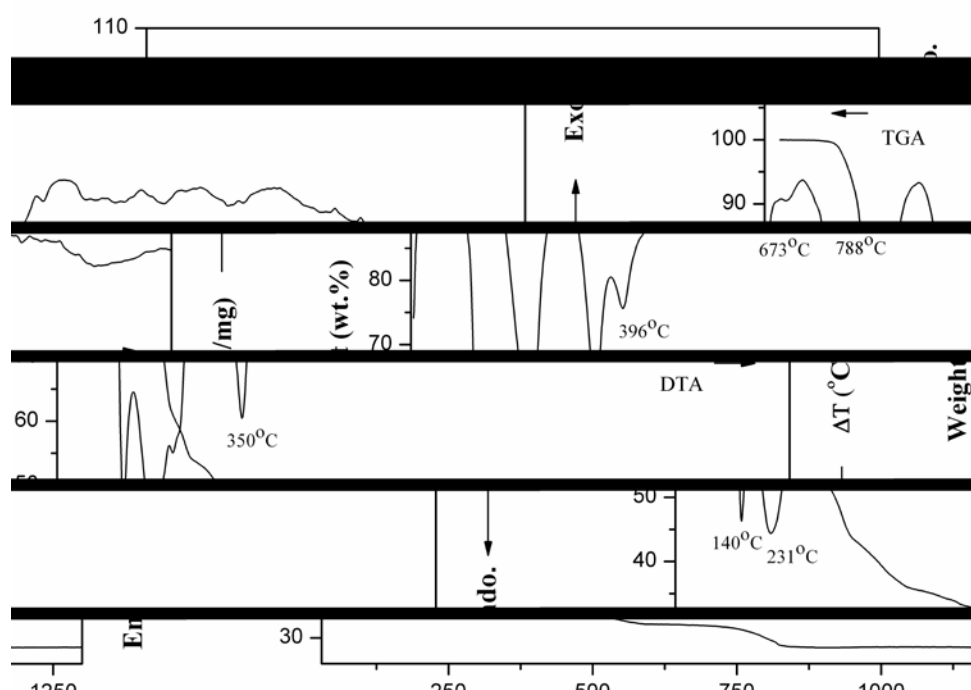
ที่มีสัดส่วนของ TiO_2 : ZrO_2 เป็น 0.70:0.30

กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ DTA-TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT20 ที่ผสมผงยูเรียในอัตราส่วนของผงผสมสารตั้งต้นต่อยูเรียเป็น 1:2 แสดงดังภาพ 28 กราฟ TGA แสดงการสูญเสียน้ำหนักในช่วง โดยช่วงแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 200°C เกิดจากการหลอม

ละลายของยูเรียซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 135°C [6] ในช่วงที่สองของการสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิต่ำกว่า 400°C เนื่องจากการระเหยของก๊าซและน้ำที่เกิดขึ้นจากการหลอมละลายของยูเรีย [36] ดังสมการ 4.1[6] ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิ 231 350 และ 396°C ของกราฟ DTA การสูญเสียน้ำหนักในช่วงที่สามเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 500°C เนื่องจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ระหว่างสารตั้งต้นซึ่งสัมพันธ์กับปฏิกิริยาการดูดความร้อนจากกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 673°C และในช่วงที่สี่การสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 750°C โดยเกิดจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่ต่อเนื่องมาจากช่วงที่สาม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูด ความร้อนของกราฟ DTA อุณหภูมิประมาณ 788°C



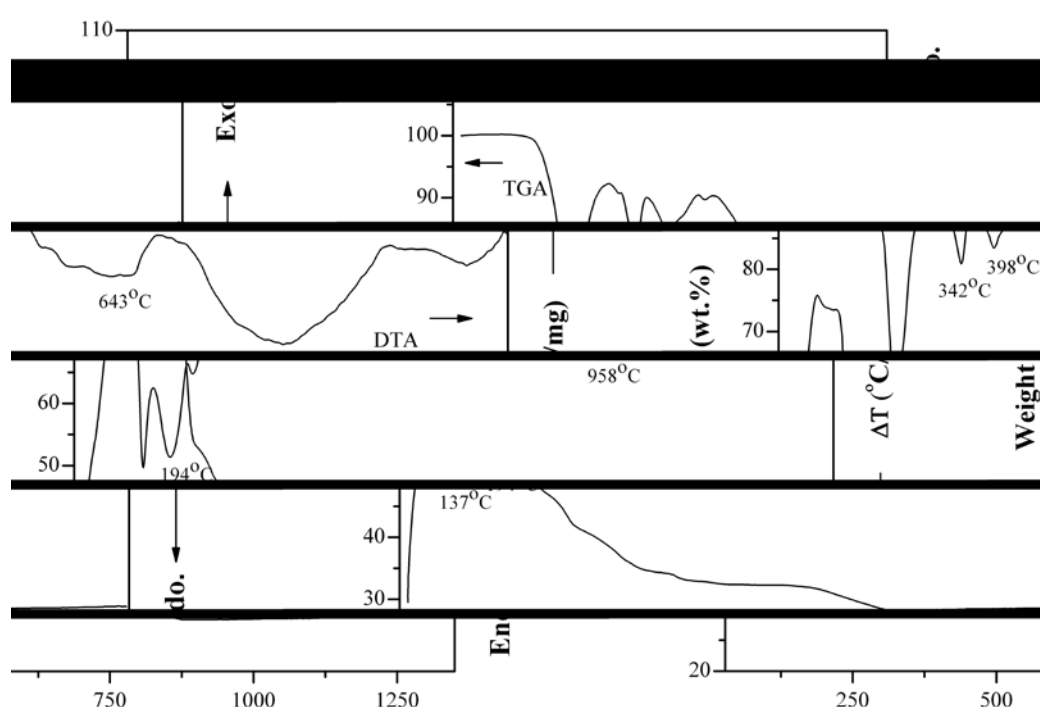
(4.1)



ภาพ 28 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของผงผสมระหว่าง BaCO_3 , TiO_2 , ZrO_2 ที่มีสัดส่วนของ TiO_2 : ZrO_2 เป็น 0.80:0.20 กับยูเรียในสัดส่วน 1:2

ภาพ 29 แสดงผลการวิเคราะห์ DTA-TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT25 ที่ผสมผงยูเรียในอัตราส่วนของผงผสมสารตั้งต้นต่อยูเรียเป็น 1:2 จากกราฟ TGA แสดงการสูญเสียน้ำหนักสี่ช่วง โดยช่วงแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ ต่ำกว่า 200°C เกิดจากการหลอมละลายของยูเรีย ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาดูดความร้อนของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 137°C ในช่วงที่สอง

ของการสูญเสียน้ำหนักเกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า 400°C เนื่องจากการระเหยของก๊าซและน้ำที่เกิดขึ้นจากการหลอมละลายของยูเรีย ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิ 194, 342 และ 398°C ของกราฟ DTA การสูญเสียน้ำหนักในช่วงที่สามเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 500°C เนื่องจากการเผาไหม้ระหว่างสารตั้งต้นซึ่งสัมพันธ์กับปฏิกิริยาการดูดความร้อนจากกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 643°C และในช่วงที่สี่การสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 750°C โดยเกิดจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่ต่อเนื่องมาจากช่วงที่สาม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนของกราฟ DTA อุณหภูมิประมาณ 958°C

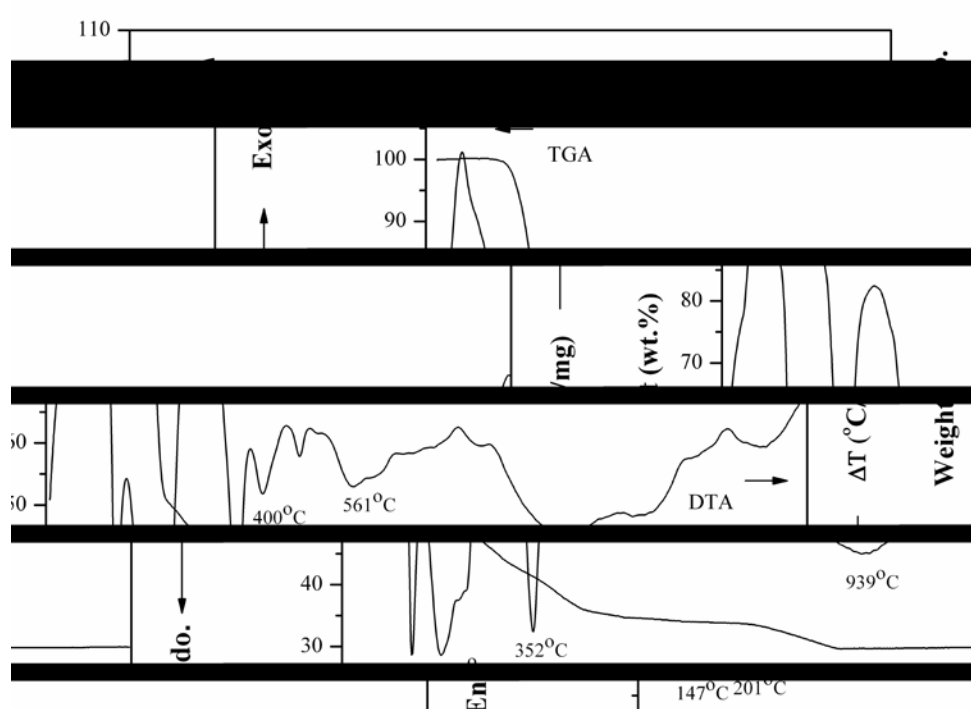


ภาพ 29 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของผงผสมระหว่าง BaCO_3 , TiO_2 , ZrO_2 ที่มีสัดส่วนของ TiO_2 : ZrO_2 เป็น 0.75:0.25 กับยูเรียในสัดส่วน 1:2

ภาพ 30 แสดงผลการวิเคราะห์ DTA-TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT30 ที่ผสมผงยูเรียในอัตราส่วนของผงผสมสารตั้งต้นต่อยูเรียเป็น 1:2 จากกราฟ TGA แสดงการสูญเสียน้ำหนักสี่ช่วง โดยช่วงแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ ต่ำกว่า 200°C เกิดจากการหลอมละลายของยูเรีย ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนของกราฟ DTA ที่อุณหภูมิ 147°C ในช่วงที่สองของการสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 400°C เนื่องจากการระเหยของก๊าซและน้ำที่เกิดขึ้นจากการหลอมละลายของยูเรีย ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิ 201, 352 และ 400°C ของกราฟ DTA การสูญเสียน้ำหนักในช่วงที่สามเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า

500°C เนื่องจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ระหว่างสารตั้งต้นซึ่งสัมพันธ์กับปฏิกิริยาการดูดความร้อน จากกราฟ DTA ที่อุณหภูมิประมาณ 561°C และในช่วงที่สีการสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 750°C โดยเกิดจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่ต่อเนื่องมาจากช่วงที่สาม ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนของกราฟ DTA อุณหภูมิประมาณ 939°C

ผลการตรวจวิเคราะห์ DTA และ TGA ของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับ BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่ผสมผงยูเรียในอัตราส่วนของผงผสมสารตั้งต้นต่อยูเรียเป็น 1:2 พบว่าปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นจะเริ่มเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 600 ถึง 900°C ดังนั้นจึงกำหนดการเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว



ภาพ 30 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของผงผสมระหว่าง BaCO_3 , TiO_2 , ZrO_2

ที่มีสัดส่วนของ TiO_2 : ZrO_2 เป็น 0.70:0.30 กับยูเรียในสัดส่วน 1:2

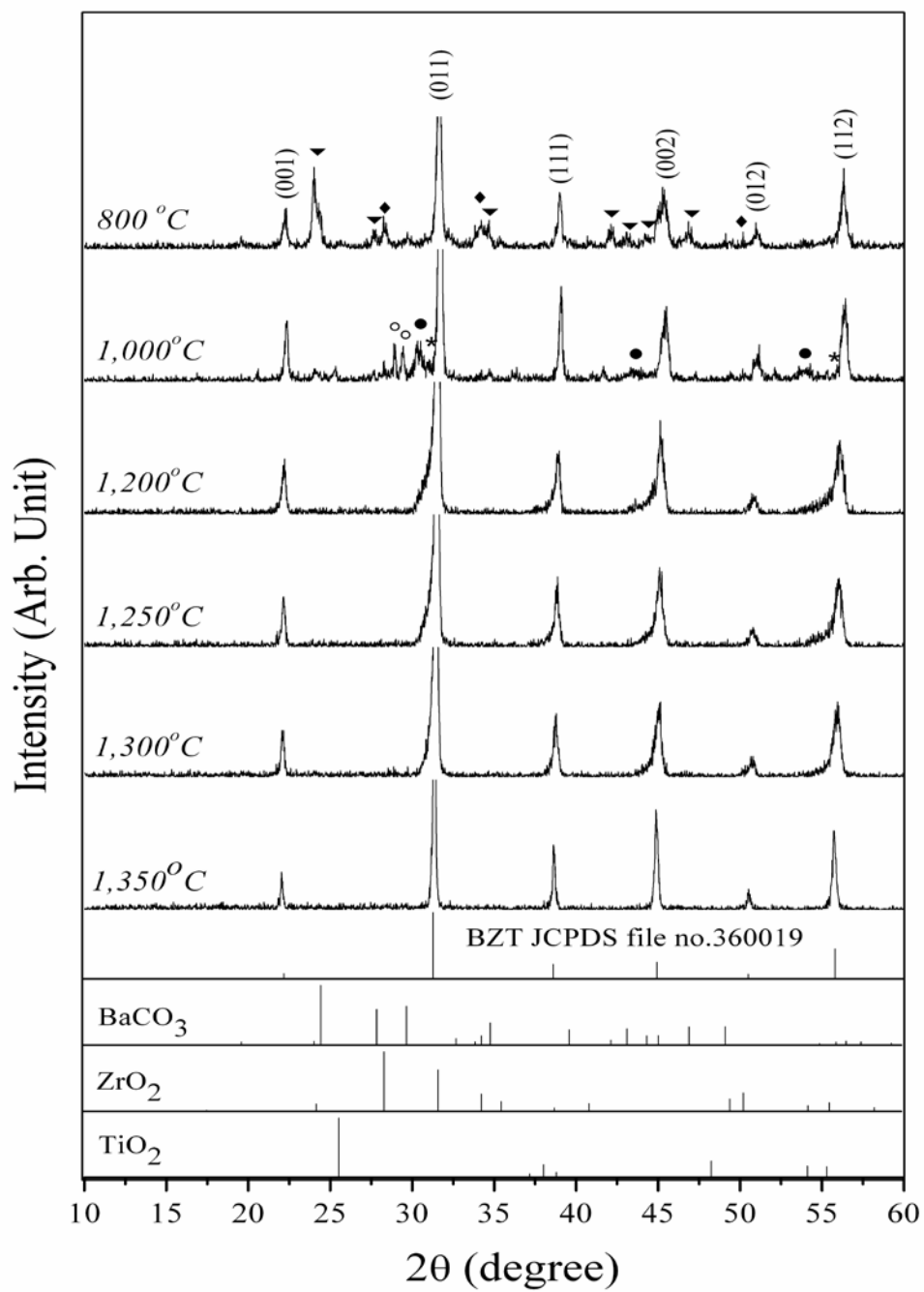
จากผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของผงผสมสารตั้งต้นสำหรับเตรียมเซรามิกแบบเรียมเซอร์โคเนตไททานเตในทุกละเอียดของปริมาณเซอร์โคเนีย พบว่า ผงผสมสารตั้งต้นที่ผสมผงยูเรียในอัตราส่วนของผงผสมสารตั้งต้นต่อยูเรียเป็น 1:2 มีช่วงอุณหภูมิที่จะเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น (600-900°C) ต่ำกว่าผงผสมสารตั้งต้นที่ไม่ได้ผสมผงยูเรีย (>1250°C)

2. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD)

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่าง ๆ ตั้งแต่ 800-1350°C โดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งแสดงดังภาพ

31 32 และ 33 ตามลำดับ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึกดังกล่าวมีลักษณะคล้ายคลึงกัน คือ ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 800°C ยังมีเฟสของสารตั้งต้น ได้แก่ BaCO_3 และ ZrO_2 หลงเหลืออยู่ และพีคของสารตั้งต้นดังกล่าวตรงกับพีคของข้อมูลในแฟ้ม JCPDS หมายเลข 41-0373 [37] และ 24-1165 ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้นเป็น 1000°C ไม่ปรากฏพีคของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่ในขณะที่เกิดพีคของเฟสที่สองจากปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นปรากฏขึ้น ได้แก่ BaZrO_3 , BaTiO_3 และ Ba_2ZrO_4 ตรงกับพีคของข้อมูลในแฟ้ม JCPDS หมายเลข 06-0399 [38] 03-0726 [39] และ 24-0130 [40] ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับปฏิกิริยาการดูดความร้อนของกราฟ DTA ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 900°C และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงขึ้นเป็น 1300°C ไม่ปรากฏพีคของเฟสที่สองเกิดขึ้นซึ่งให้ผลสอดคล้องกับการเกิดปฏิกิริยาการดูดความร้อนของกราฟ DTA ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 1270°C และพีคที่ได้ตรงกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS หมายเลข 36-0019 [41] และสามารถระบุได้ว่าผงผลึกที่ได้มีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์

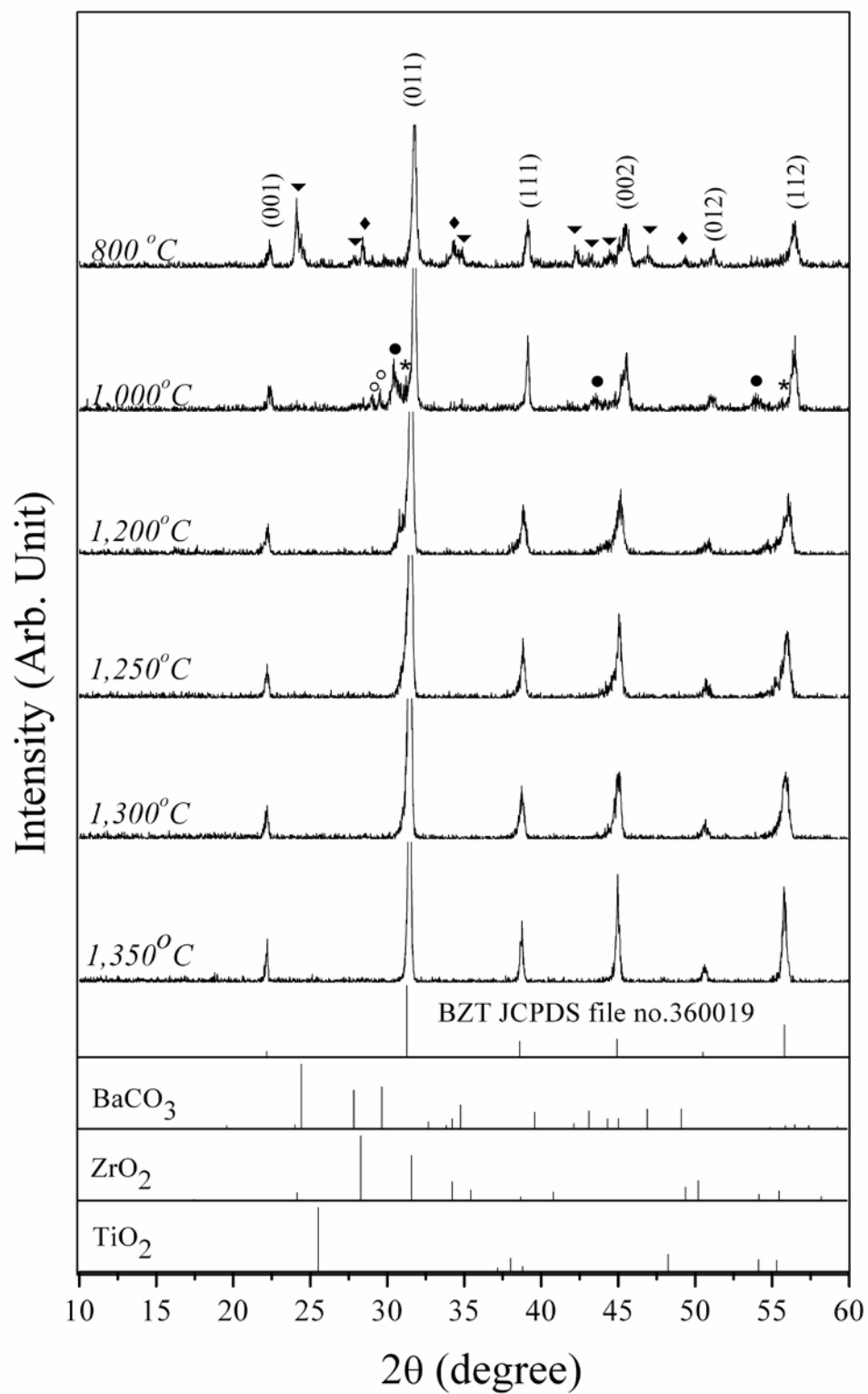
ผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่าง ๆ ตั้งแต่ 600-900°C ดังภาพ 34 - 36 ตามลำดับ ลักษณะของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึกดังกล่าวมีลักษณะคล้ายคลึงกัน ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 400°C ยังไม่เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นซึ่งสอดคล้องกับผล TGA-DTA ในช่วงที่หนึ่งและช่วงที่สอง และพบว่าที่อุณหภูมิ 600°C เริ่มเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น ซึ่งสอดคล้องกับผล TGA-DTA ในช่วงที่สามและสี่แต่ยังคงมีเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่เช่นเดียวกับการเตรียมผงผลึก BZT โดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ให้สูงขึ้นเป็น 700°C และเพิ่มสูงขึ้นเรื่อย ๆ จนกระทั่งอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 900°C ก็ยังคงมีเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่ นอกจากนี้ยังพบเฟสของ BaTiO_3 เกิดขึ้นในปริมาณเล็กน้อย



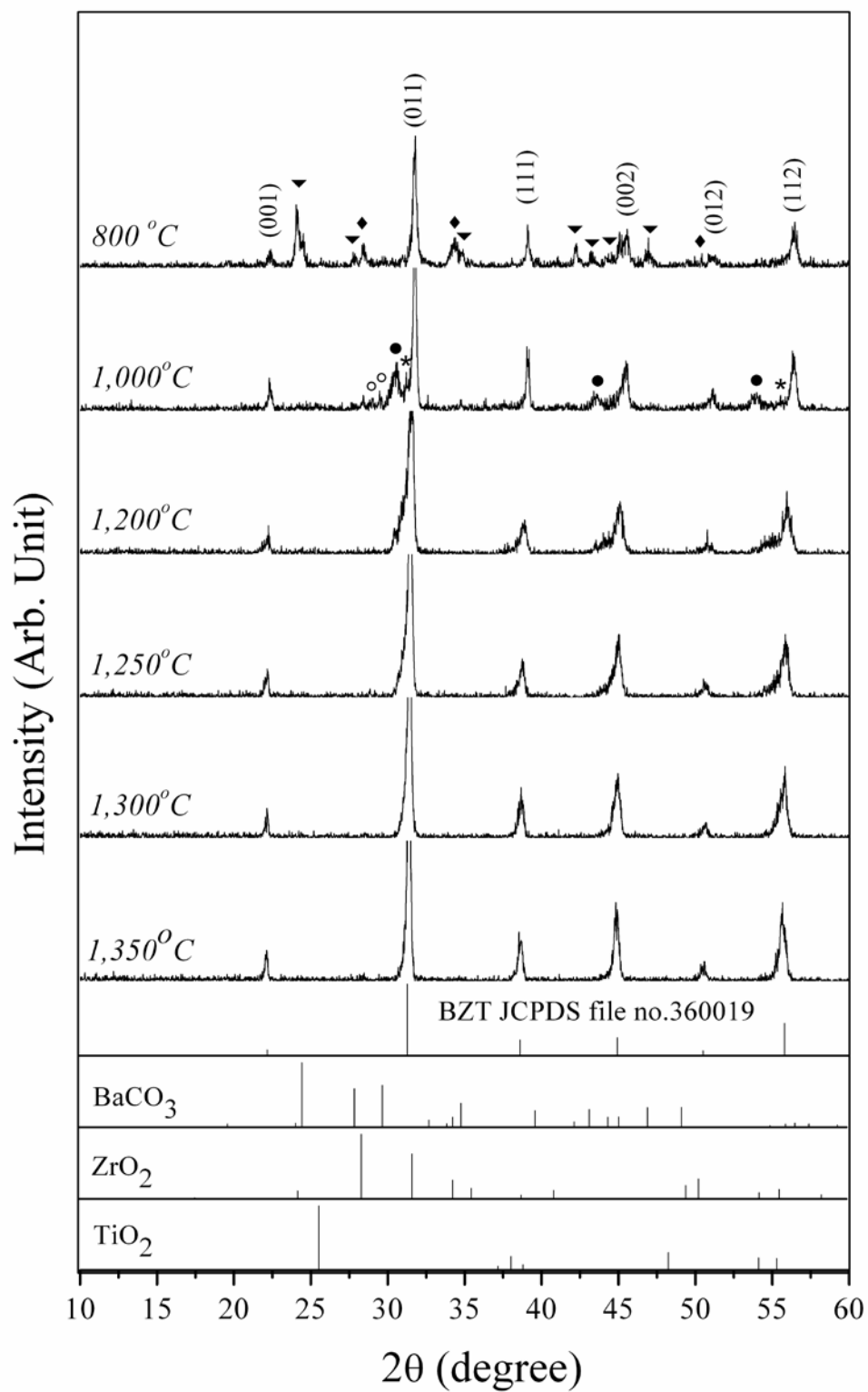
ภาพ 31 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งโดย (▼) BaCO_3 , (◆) ZrO_2 , (●) BaZrO_3 ,

(○)

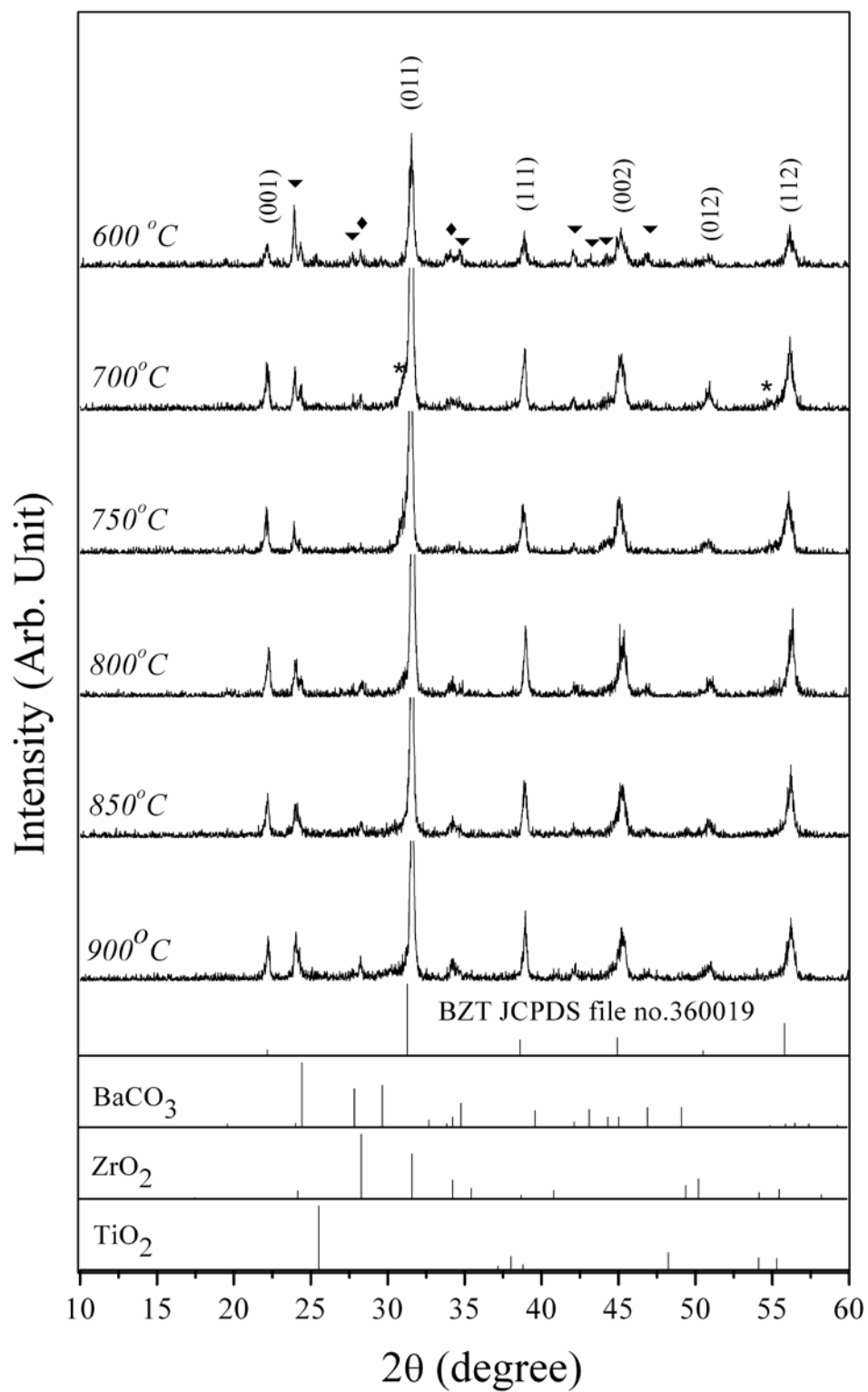
Ba_2ZrO_4 , (*) BaTiO_3



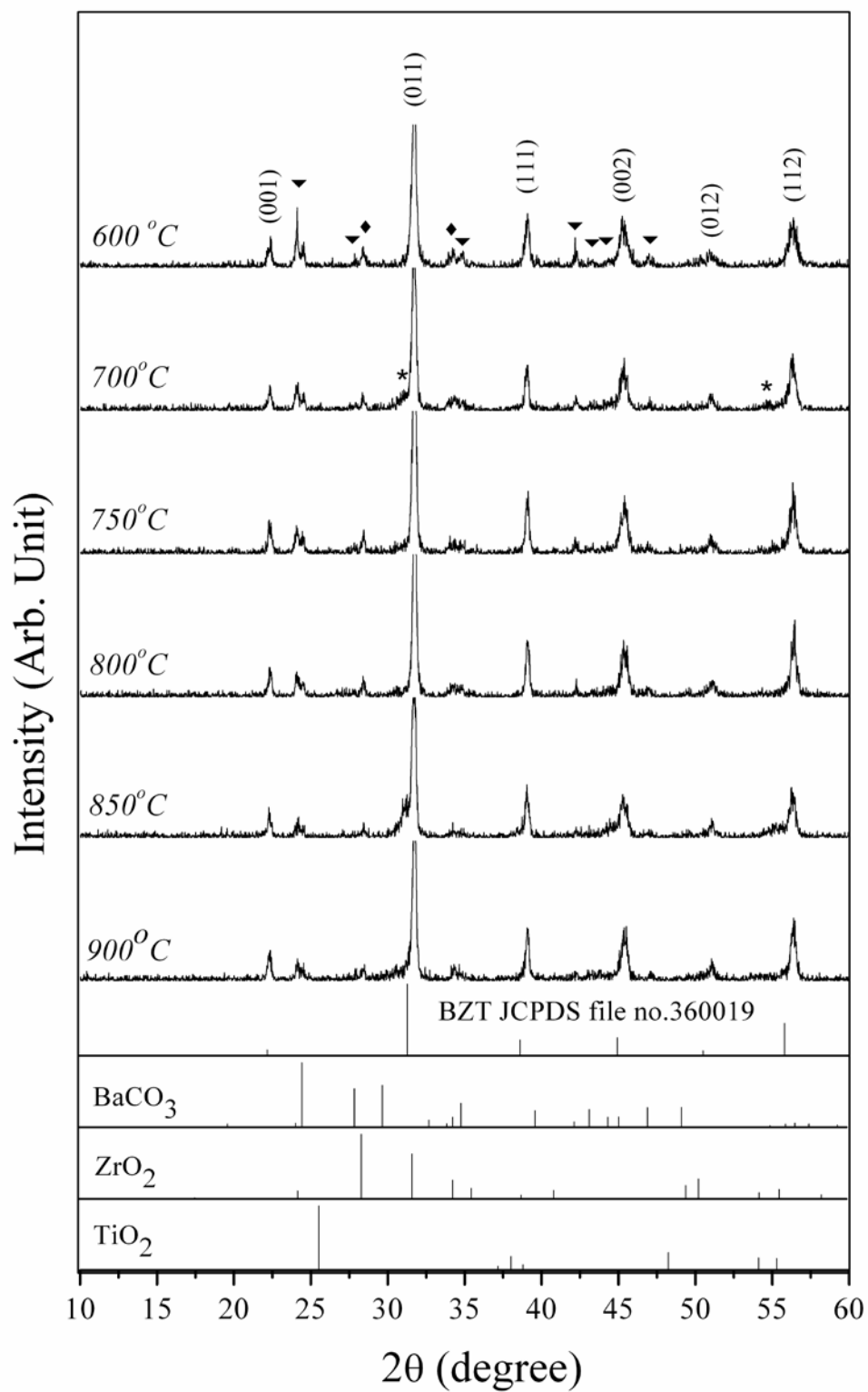
ภาพ 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งโดย (∇) BaCO_3 , ($\blacklozenge$) ZrO_2 , ($\bullet$) BaZrO_3 , ($\circ$) Ba_2ZrO_4 , (*) BaTiO_3



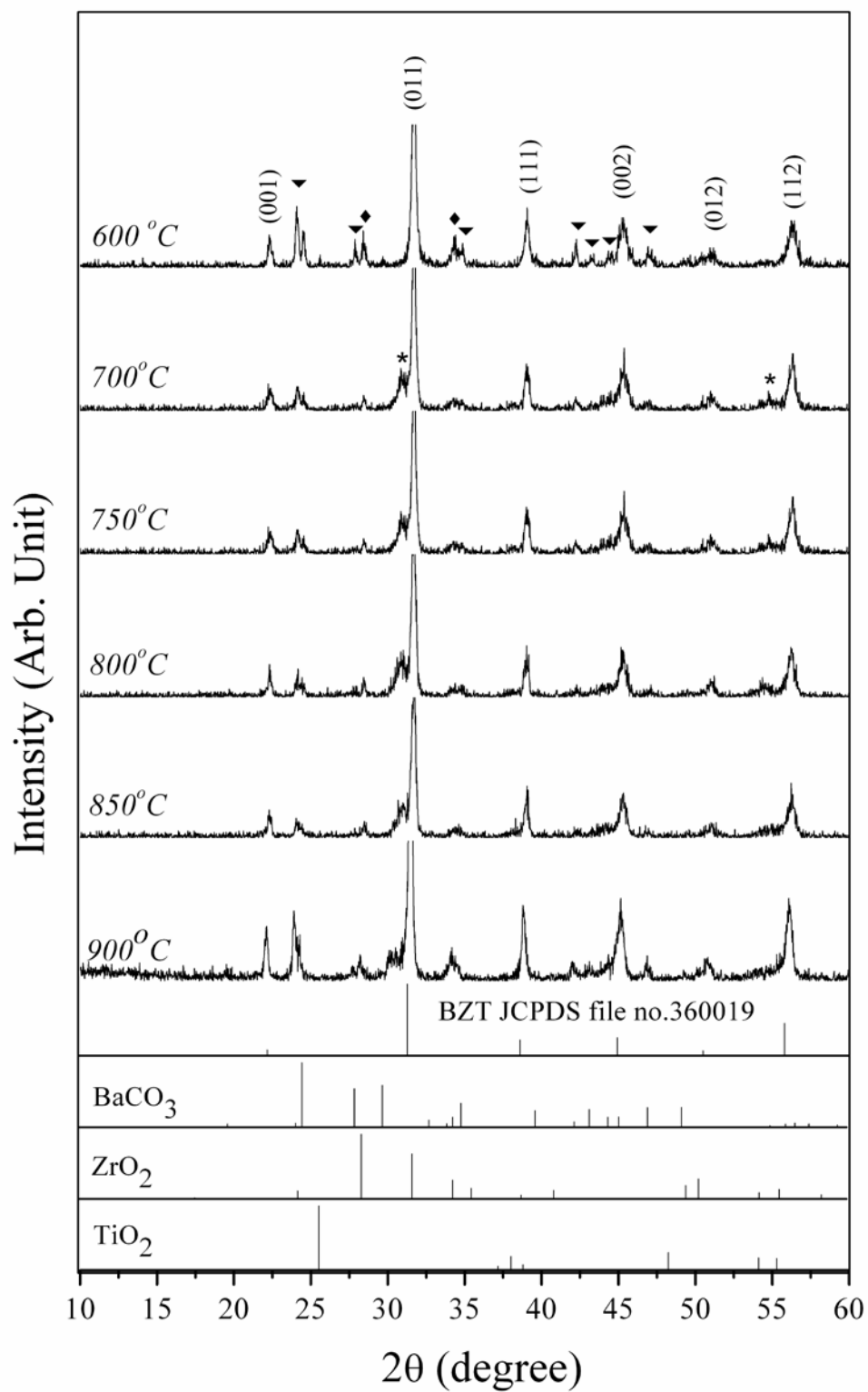
ภาพ 33 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งโดย (∇) BaCO_3 , ($\blacklozenge$) ZrO_2 , ($\bullet$) BaZrO_3 , ($\circ$) Ba_2ZrO_4 , (*) BaTiO_3



ภาพ 34 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้โดย (∇) BaCO_3 , ($\blacklozenge$) ZrO_2 , (*) BaTiO_3



ภาพ 35 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้โดย ($\blacktriangledown$) BaCO_3 , ($\blacklozenge$) ZrO_2 , ($*$) BaTiO_3



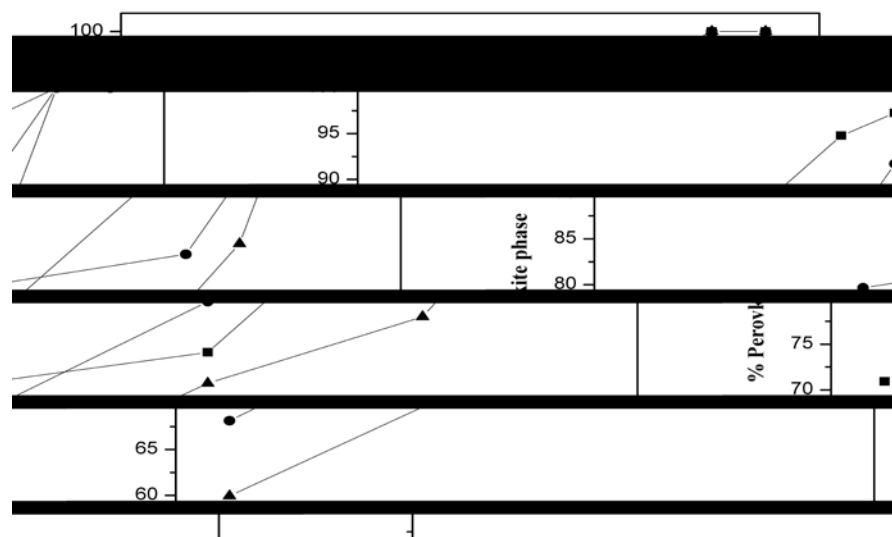
ภาพ 36 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้โดย (∇) BaCO_3 , ($\blacklozenge$) ZrO_2 , (*) BaTiO_3

ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ของผงผลึก BZT ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งและวิธีการเผาไหม้กับเฟสอื่น ๆ ที่เกิดขึ้น สามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ได้จากสมการ 4.1

$$\% \text{perovskite phase} = \left(\frac{I_{\text{perov}}}{I_{\text{perov}} + I_{\text{BaCO}_3} + I_{\text{ZrO}_2} + I_{\text{BaZrO}_3} + I_{\text{Ba}_2\text{ZrO}_4} + I_{\text{BaTiO}_3}} \right) \times 100 \quad (4.1)$$

สมการ 4.1 เป็นสมการที่นิยมใช้ในการหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารที่มีโครงสร้างแบบเพอร์อฟสไกต์เชิงซ้อน [42] โดย I_{perov} I_{BaCO_3} I_{ZrO_2} I_{BaZrO_3} $I_{\text{Ba}_2\text{ZrO}_4}$ และ I_{BaTiO_3} เป็น ความเข้มที่ระนาบ (011) ของฟิสิกเพอร์อฟสไกต์ และความเข้มสูงสุดของฟิสิก BaCO_3 , ZrO_2 , BaZrO_3 Ba_2ZrO_4 และ BaTiO_3 ตามลำดับ

ภาพ 37 แสดงเปอร์เซ็นต์เพอร์อฟสไกต์ของผงผลึก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 800 ถึง 1350°C พบว่าความบริสุทธิ์ของโครงสร้างผงผลึก เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้น และมีความบริสุทธิ์ 100 เปอร์เซ็นต์ที่อุณหภูมิ 1300°C ขึ้นไป

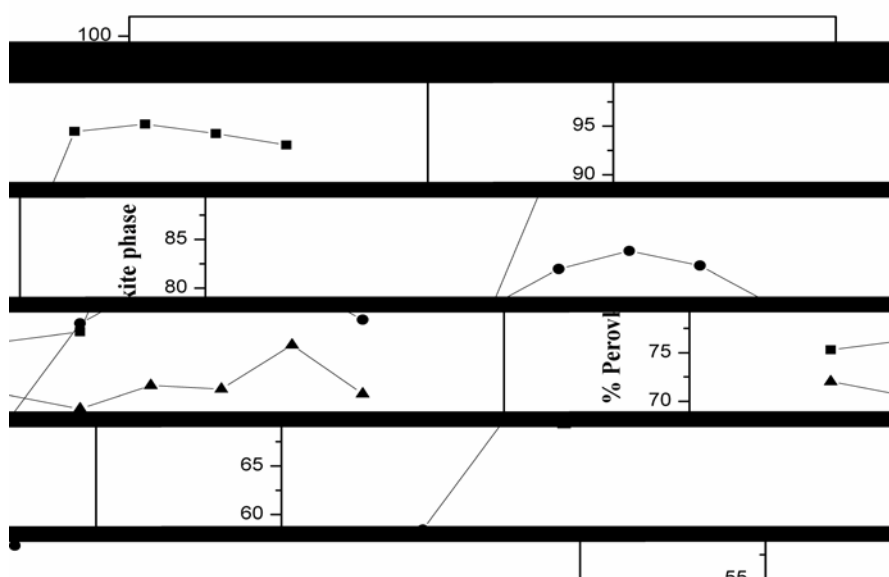


ภาพ 37 เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์เพอร์อฟสไกต์เฟสของผงผลึก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง; (■) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$, (●) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$, (▲) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3$

ภาพ 38 แสดงเปอร์เซ็นต์เพอร์อฟสไกต์ของผงผลึก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 ถึง 900°C พบว่าความบริสุทธิ์ของโครงสร้างผงผลึกเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้น โดยมีความบริสุทธิ์สูงที่สุดที่

อุณหภูมิ 800°C สำหรับผงผลึก BZT20 และ BZT25 และมีความบริสุทธิ์สูงที่สุดที่อุณหภูมิ 850°C สำหรับ ผงผลึก BZT30 และนอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณเซอร์โคเนียมมีผลต่อความบริสุทธิ์ของโครงสร้าง ผงผลึก BZT ที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธี กล่าวคือ เมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมไอออนเพิ่มสูงขึ้นความบริสุทธิ์ของโครงสร้างผงผลึกจะลดลง

เมื่อเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์เฟอร์รอฟสไกต์ของผงผลึกที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธี พบว่าที่อุณหภูมิแคลไซน์เดียวกันผงผลึกที่เตรียมได้จากการเผาไหม้มีค่าเปอร์เซ็นต์เฟอร์รอฟสไกต์สูงกว่าผงผลึกที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งในทุกสัดส่วนของปริมาณเซอร์โคเนียม เป็นผลเนื่องมาจากการหลอมเหลวของยูเรียทำให้เกิดเป็นตัวกลางที่มีสถานะของเหลวซึ่งมีสัมประสิทธิ์ในการแพร่สูงกว่าตัวกลางที่มีสถานะของแข็งจึงทำให้ผงผลึกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้เกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าผงผลึกที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งที่อุณหภูมิแคลไซน์เดียวกัน[6]

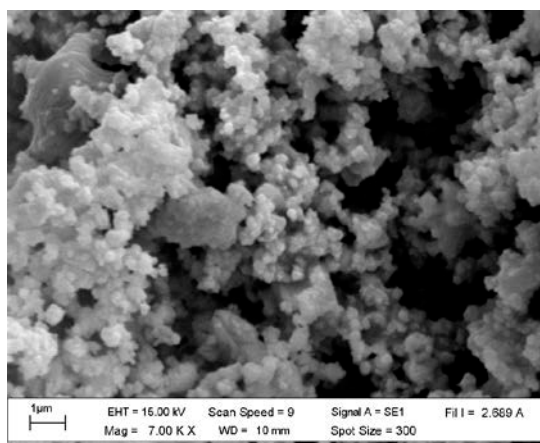


ภาพ 38 เปอร์เซนต์ความบริสุทธิ์เฟอร์รอฟสไกต์เฟสของผงผลึก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้; (■)Ba(Zr_{0.20}Ti_{0.80})O₃, (●)Ba(Zr_{0.25}Ti_{0.75})O₃, (▲)Ba(Zr_{0.30}Ti_{0.70})O₃

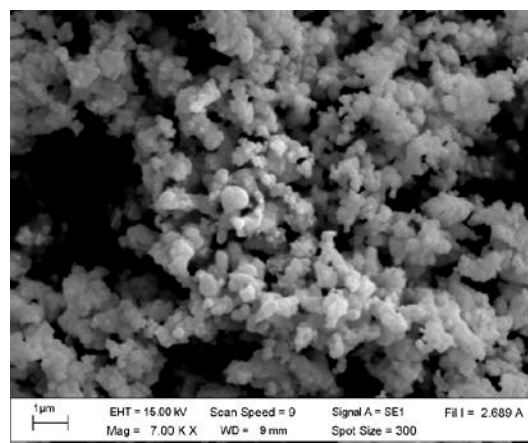
3. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

ภาพ 39 - 41 แสดงรูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งตามลำดับ พบว่าผงผลึกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิและปริมาณเซอร์โคเนียมไอออนต่าง ๆ กัน เมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมไอออนเท่ากันที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ต่างกันขนาดของอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มขึ้น โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.27-1.48 0.26-1.37 และ 0.23-1.13 ไมโครเมตร ตามลำดับ ที่อุณหภูมิแคลไซน์เท่ากันและมีปริมาณเซอร์โคเนียมไอออนต่างกัน พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยลดลงเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมไอออนเพิ่มขึ้น แสดงดังภาพ 45

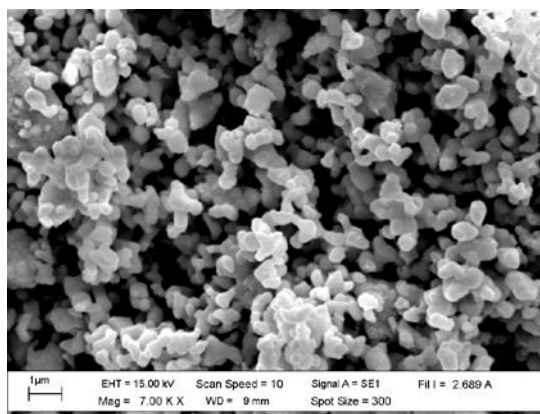
ภาพ 42 - 44 แสดงรูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ตามลำดับ พบว่าผงผลึกเกิดการรวมตัวกันและมีลักษณะเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนจึงไม่สามารถหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยได้แน่นอน



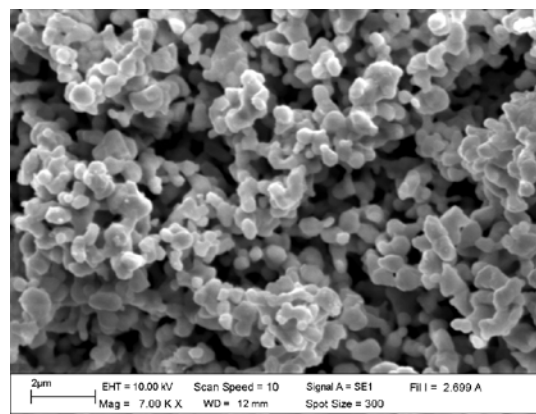
(a)



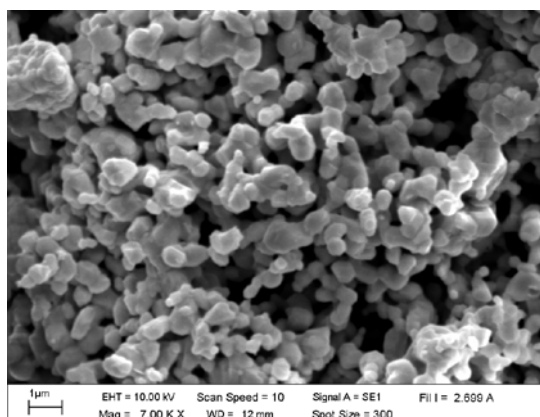
(b)



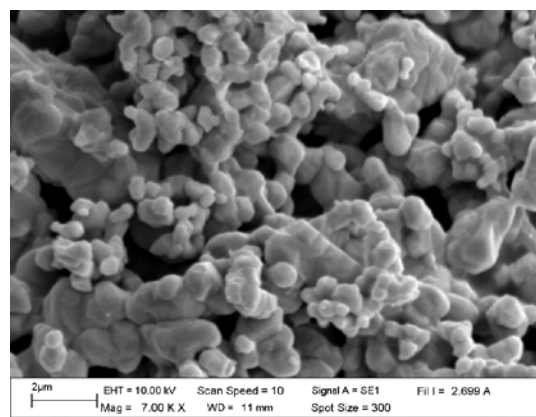
(c)



(d)

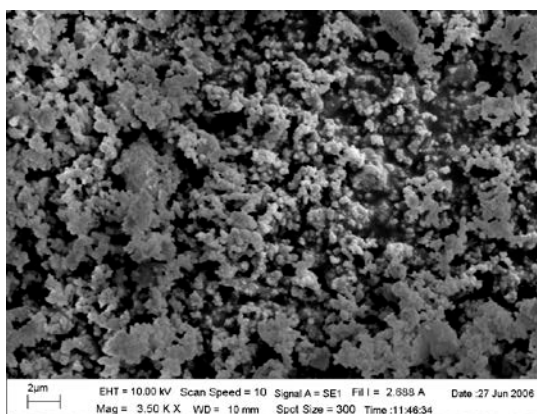


(e)

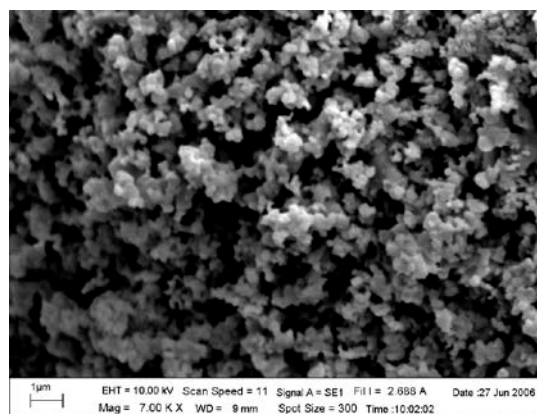


(f)

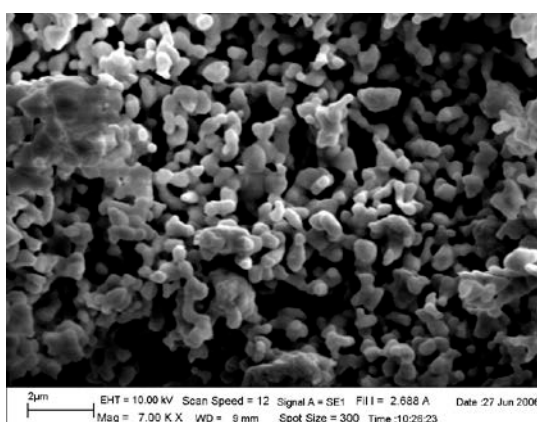
ภาพ 39 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$ ที่ อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ;(a) 800 °C, (b) 1000 °C, (c) 1200 °C, (d) 1250 °C, (e) 1300 °C, (f) 1350 °C.



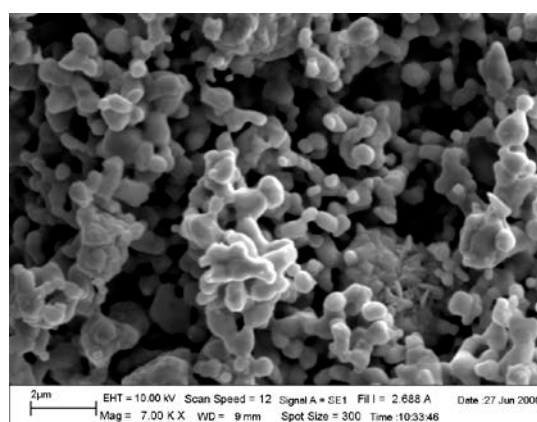
(a)



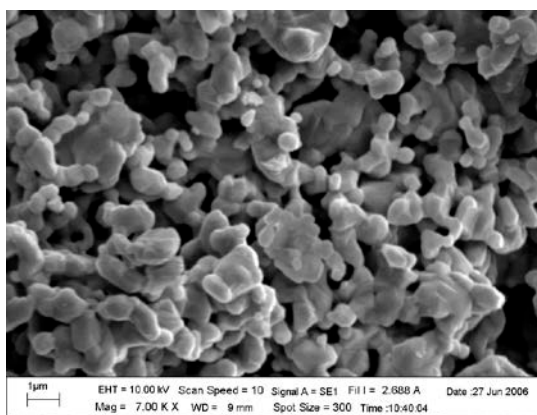
(b)



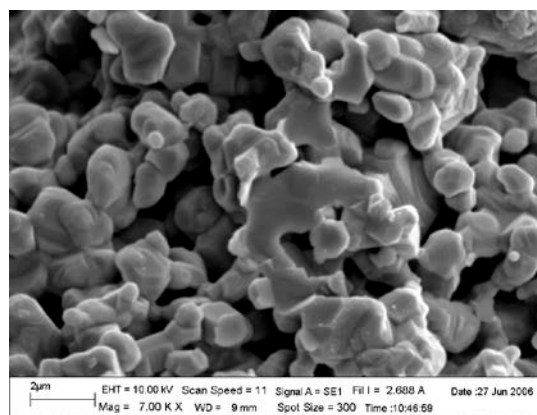
(c)



(d)

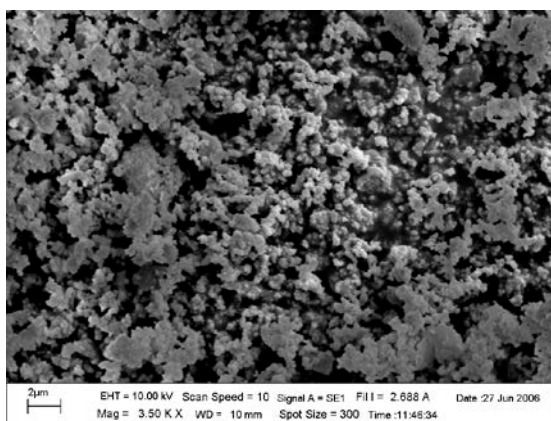


(e)

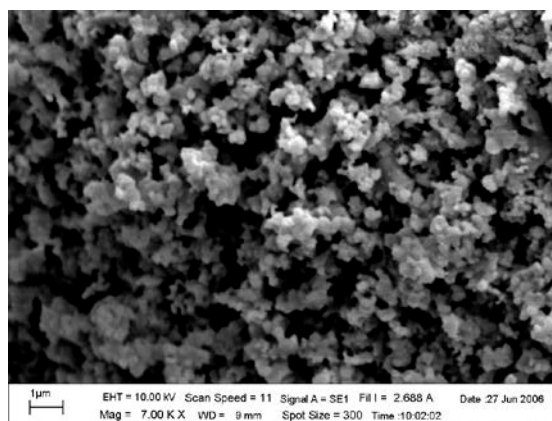


(f)

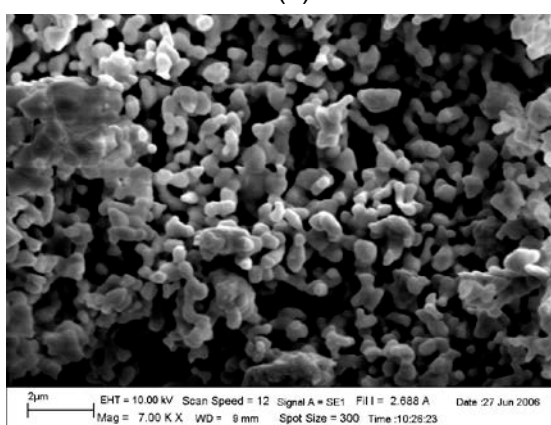
ภาพ 40 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการปฏิบัติสถานะของแข็ง ;(a) 800 °C, (b) 1000 °C, (c) 1200 °C, (d) 1250 °C, (e) 1300 °C, (f) 1350 °C.



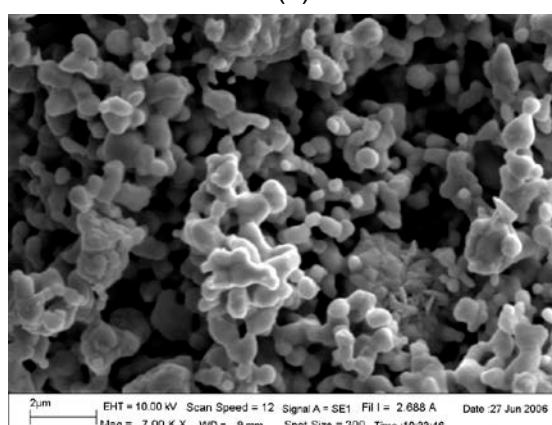
(a)



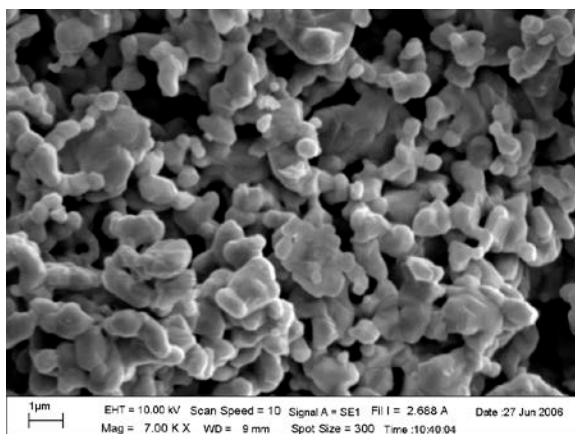
(b)



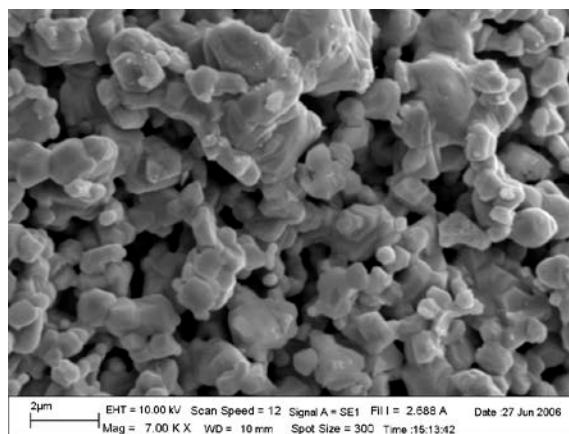
(c)



(d)

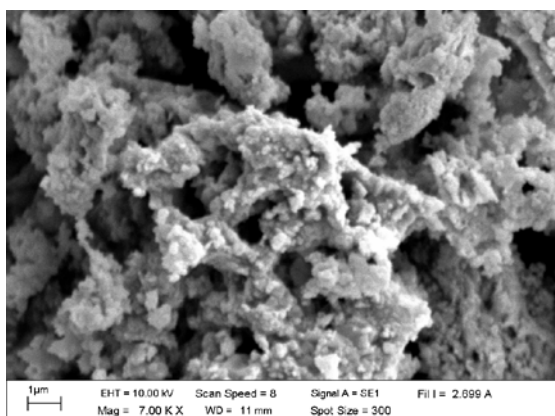


(e)

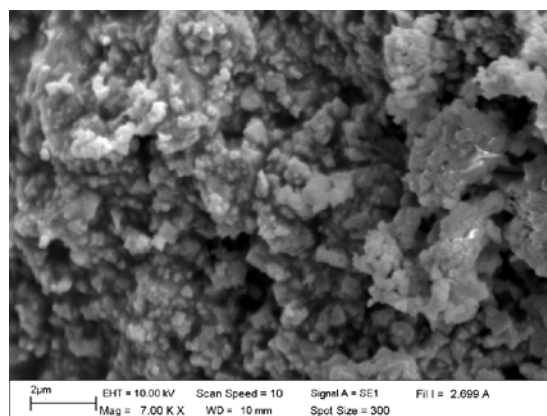


(f)

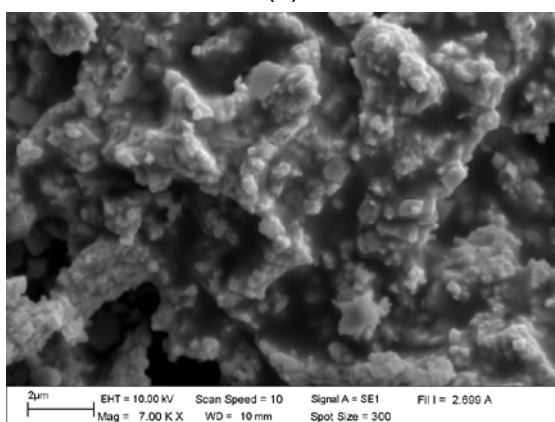
ภาพ 41 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ;(a) 800 °C, (b) 1000 °C, (c) 1200 °C, (d) 1250 °C, (e) 1300 °C, (f) 1350 °C.



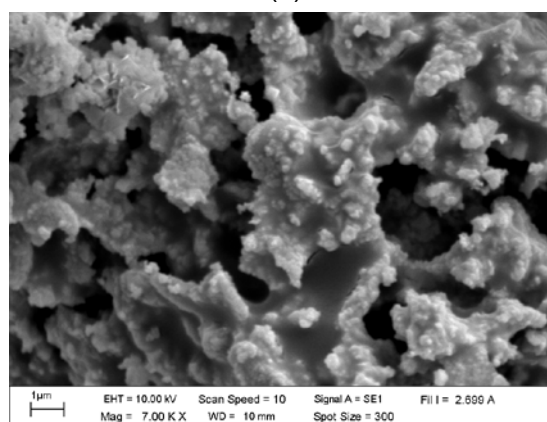
(a)



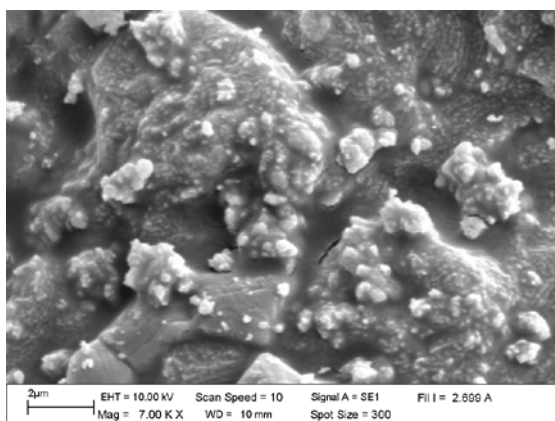
(b)



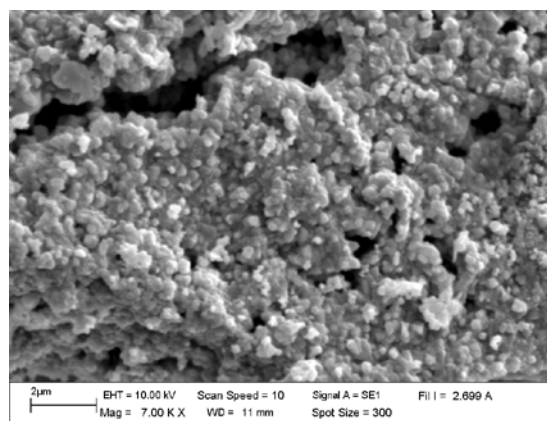
(c)



(d)

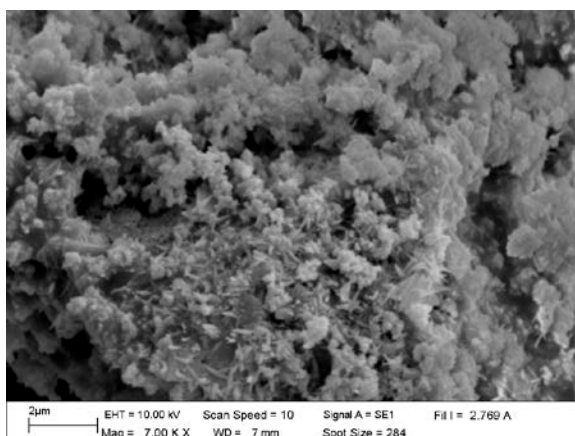


(e)

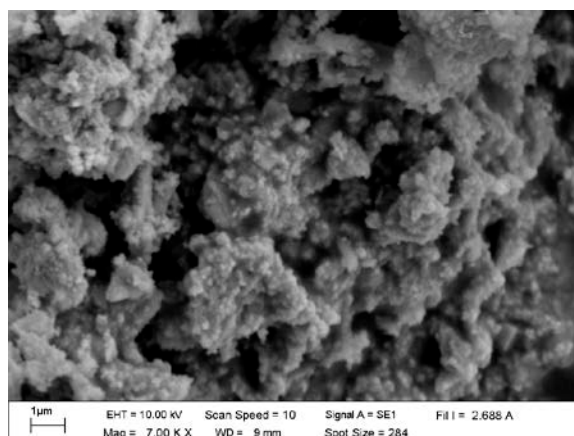


(f)

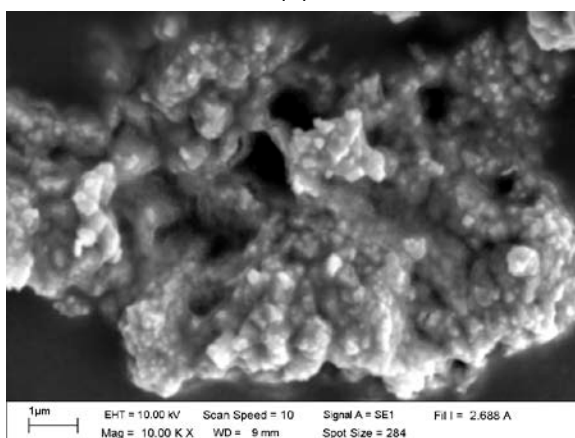
ภาพ 42 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการเผาไหม้ ;(a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C, (f) 900 °C



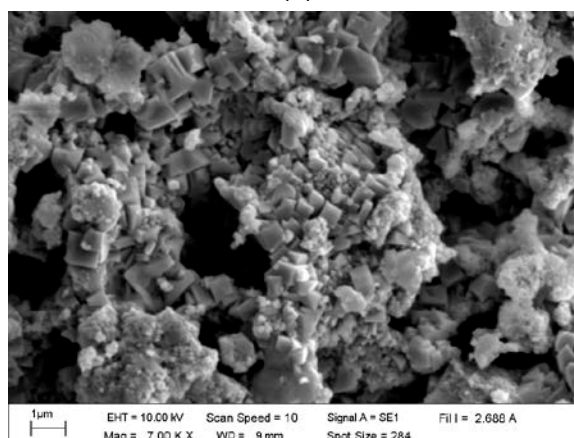
(a)



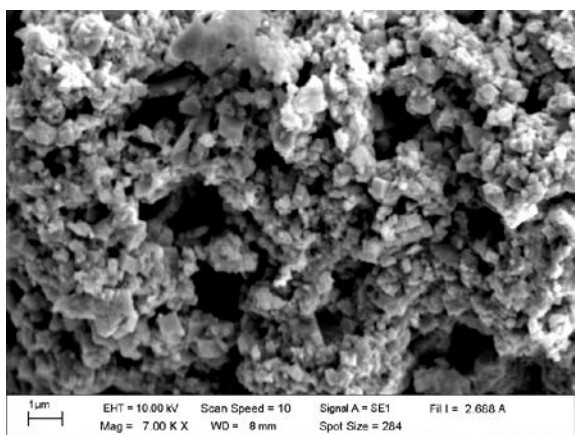
(b)



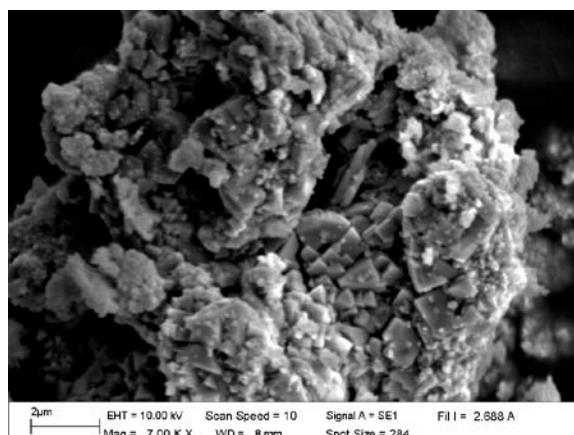
(c)



(d)

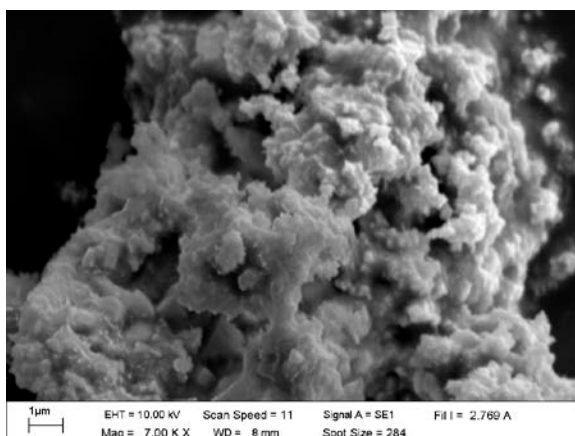


(e)

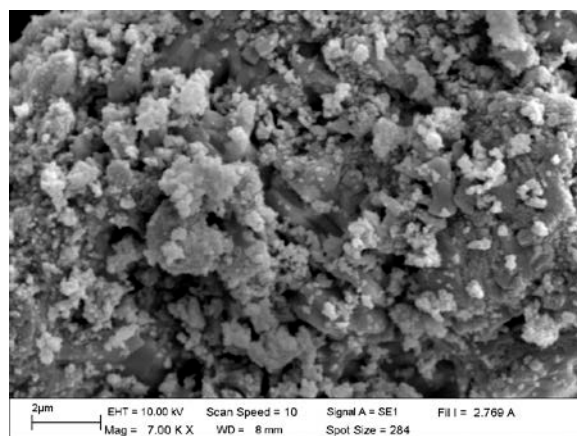


(f)

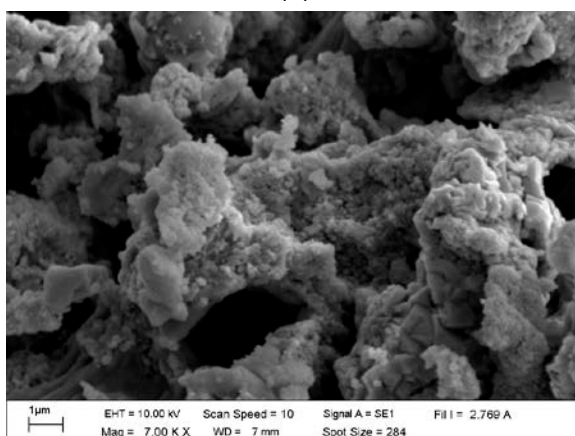
ภาพ 43 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการเผาไหม้ ;(a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C, (f) 900 °C



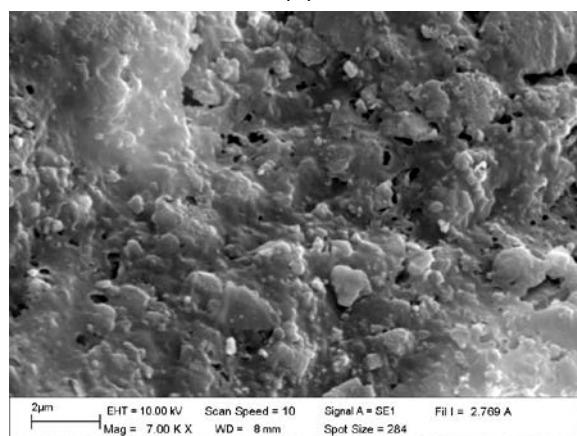
(a)



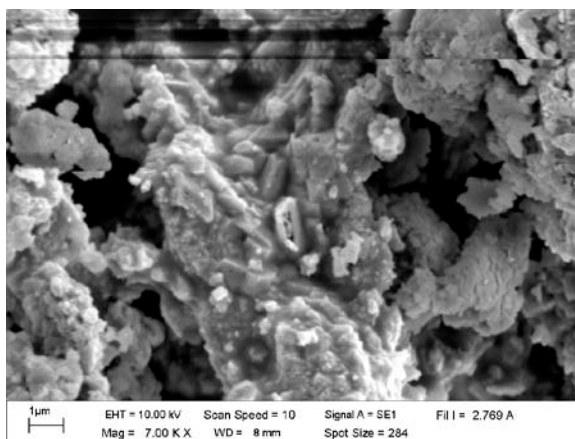
(b)



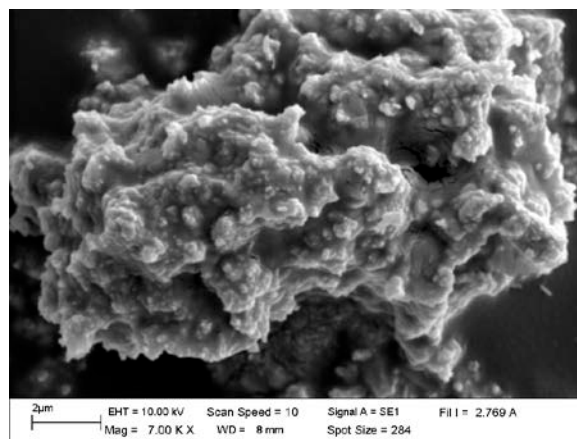
(c)



(d)

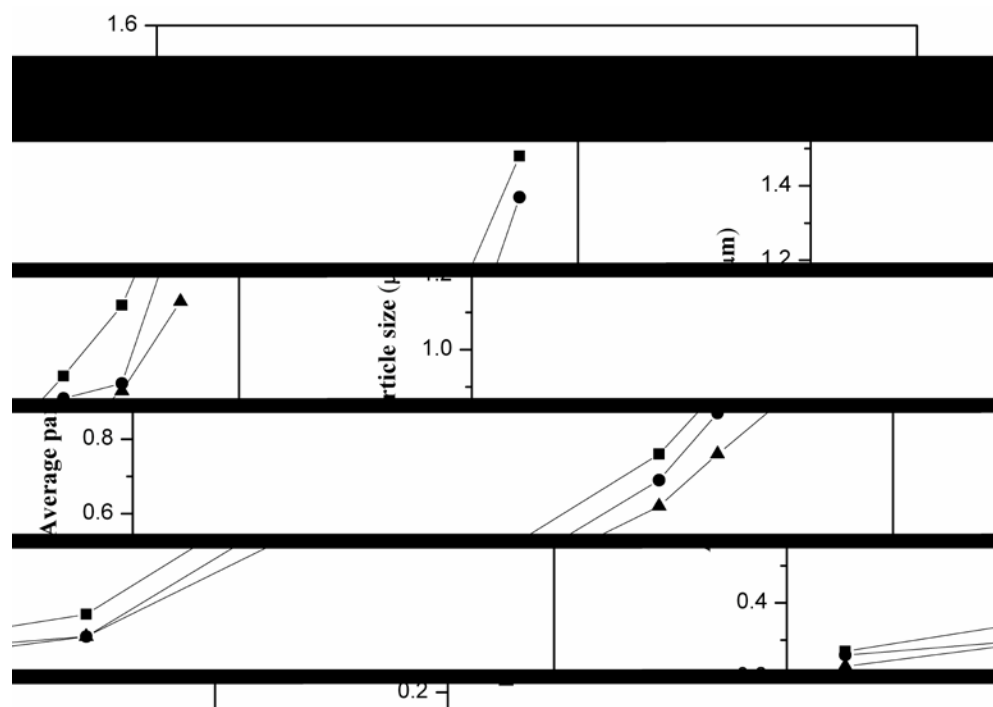


(e)



(f)

ภาพ 44 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการเผาไหม้ ;(a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C, (f) 900 °C



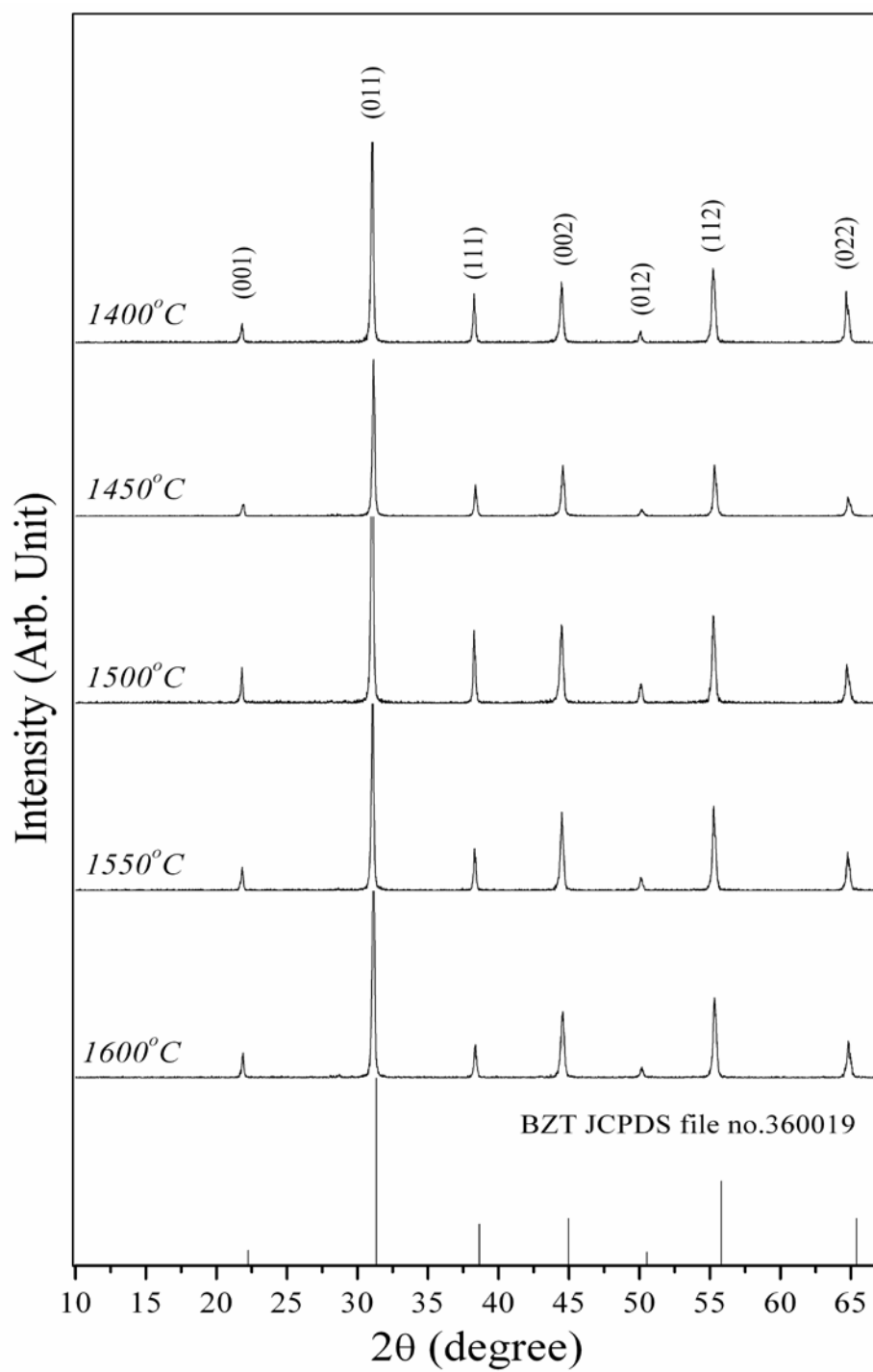
ภาพ 45 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการ ปฏิกริยาสถานะของแข็ง;
 (■)Ba(Zr_{0.20}Ti_{0.80})O₃, (●)Ba(Zr_{0.25}Ti_{0.75})O₃, (▲)Ba(Zr_{0.30}Ti_{0.70})O₃

ผลการวิเคราะห์เซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต Ba(Ti_{1-x}Zr_x)O₃

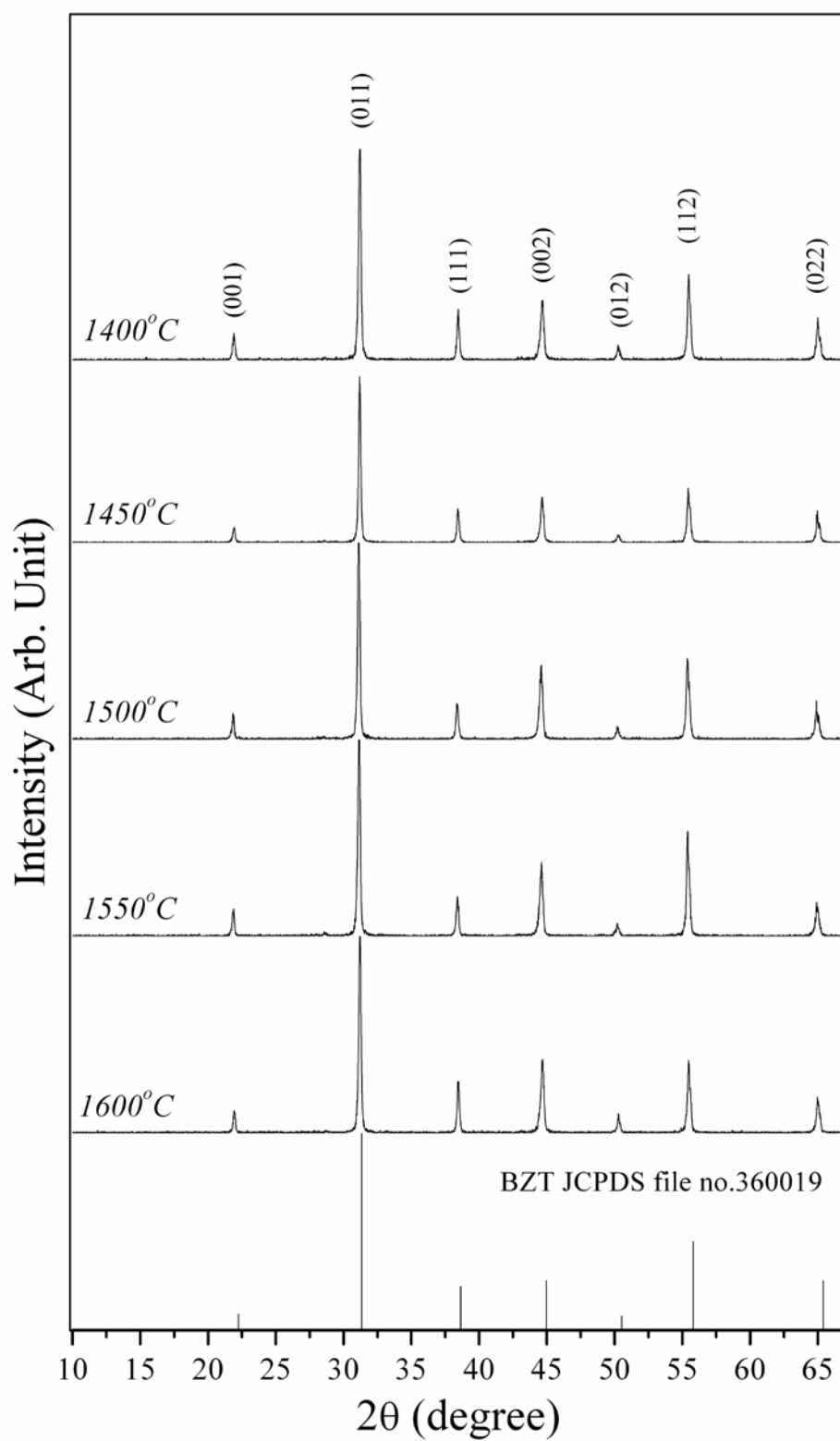
1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer: XRD)

ภาพ 46 - 48 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกริยาสถานะของแข็งที่ใช้อุณหภูมิซินเตอร์ระหว่าง 1400 - 1600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าในทุกตัวอย่างไม่เกิดเฟสปลอมปนขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์ของโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ 100 เปอร์เซ็นต์ และสามารถระบุได้ว่ามีโครงสร้างเป็นแบบลูกบาศก์โดยพิจารณาจากระนาบ (111) และ (002) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นพีกเดี่ยวไม่แตก

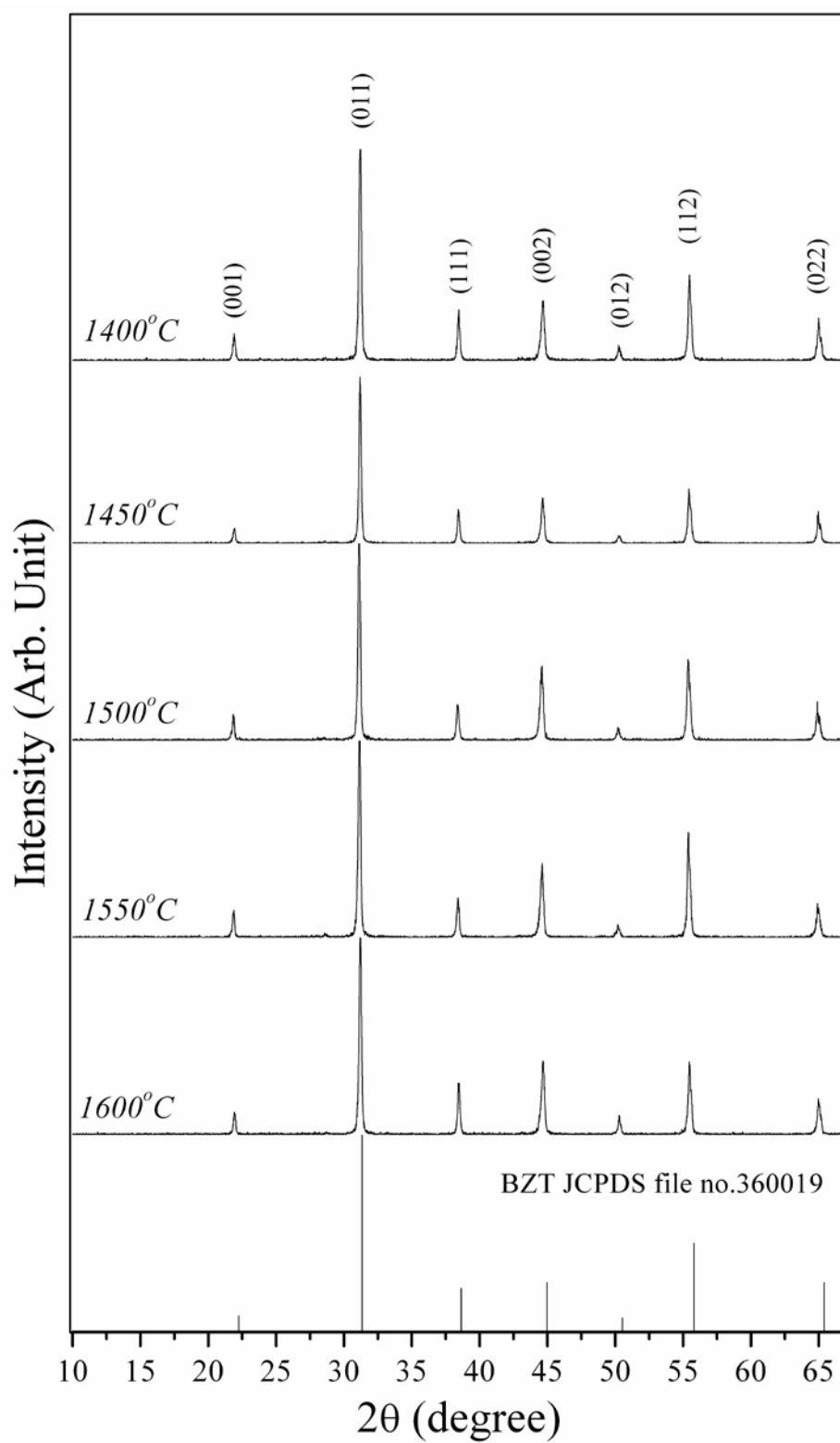
ภาพ 49 - 51 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ที่ใช้อุณหภูมิซินเตอร์ระหว่าง 1300-1500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่าทุกตัวอย่างมีความบริสุทธิ์ของโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ 100 เปอร์เซ็นต์ และสามารถระบุได้ว่ามีโครงสร้างเป็นแบบลูกบาศก์เช่นเดียวกับเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีปฏิกริยาสถานะของแข็ง



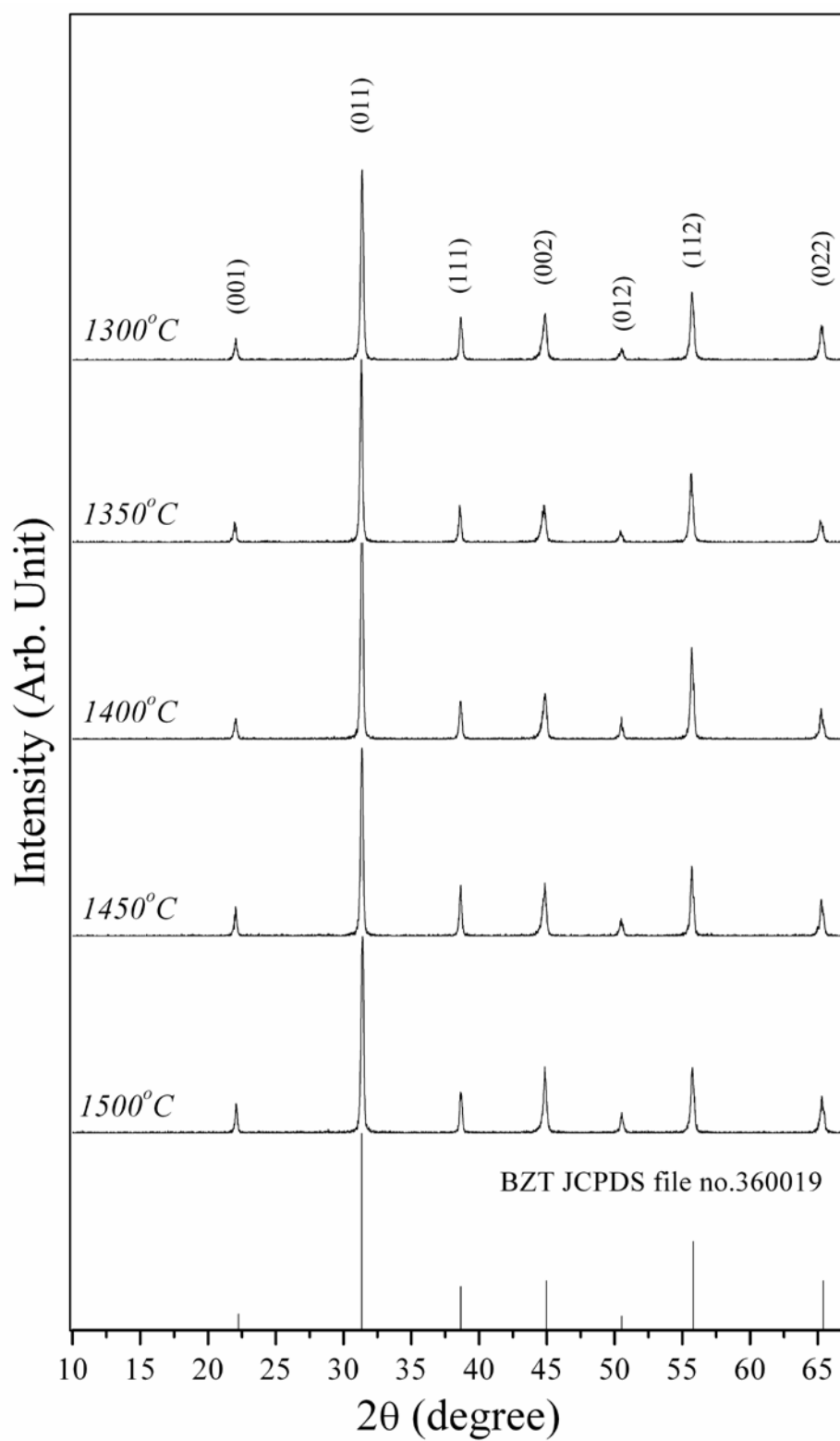
ภาพ 46 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



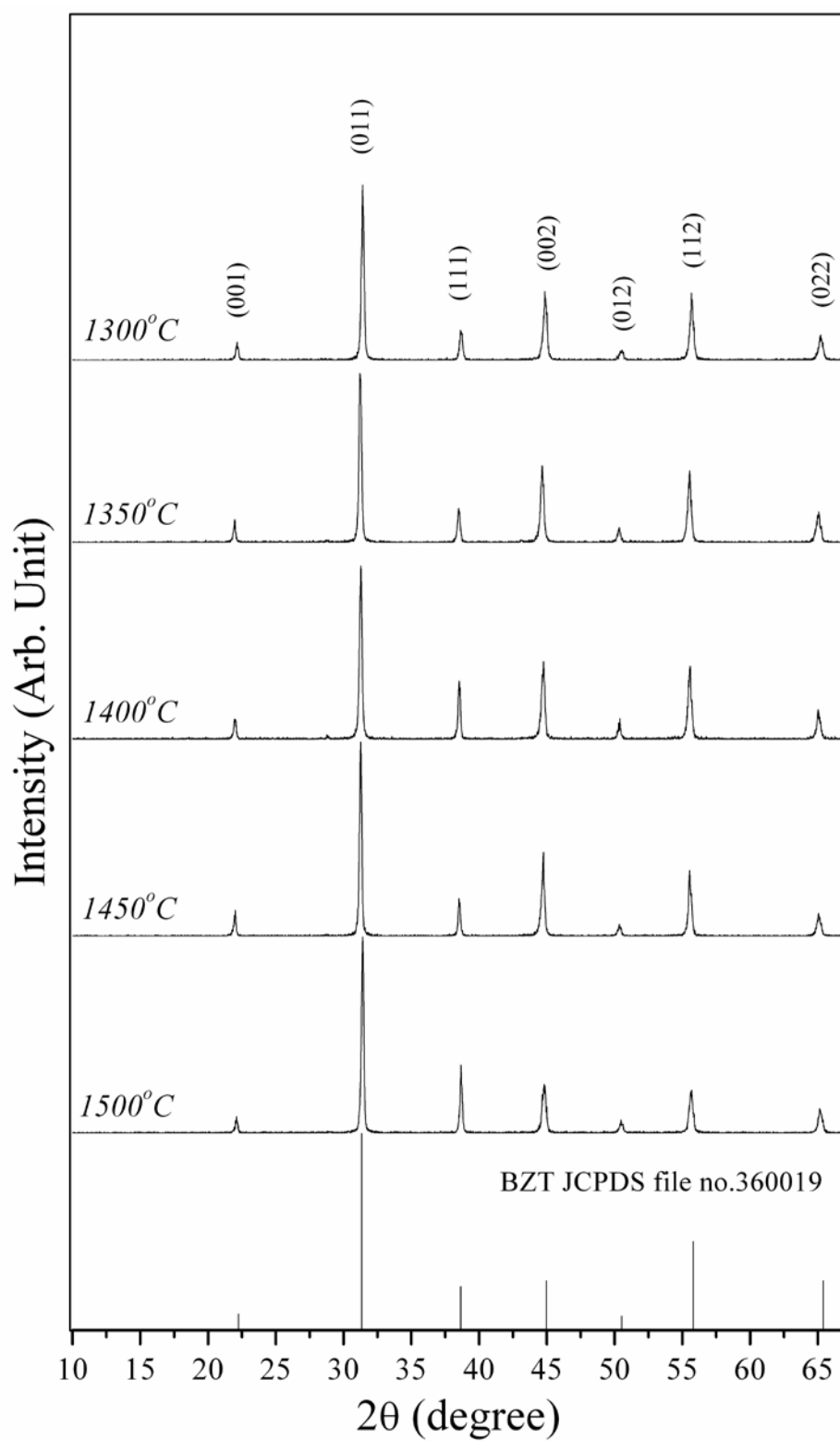
ภาพ 47 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



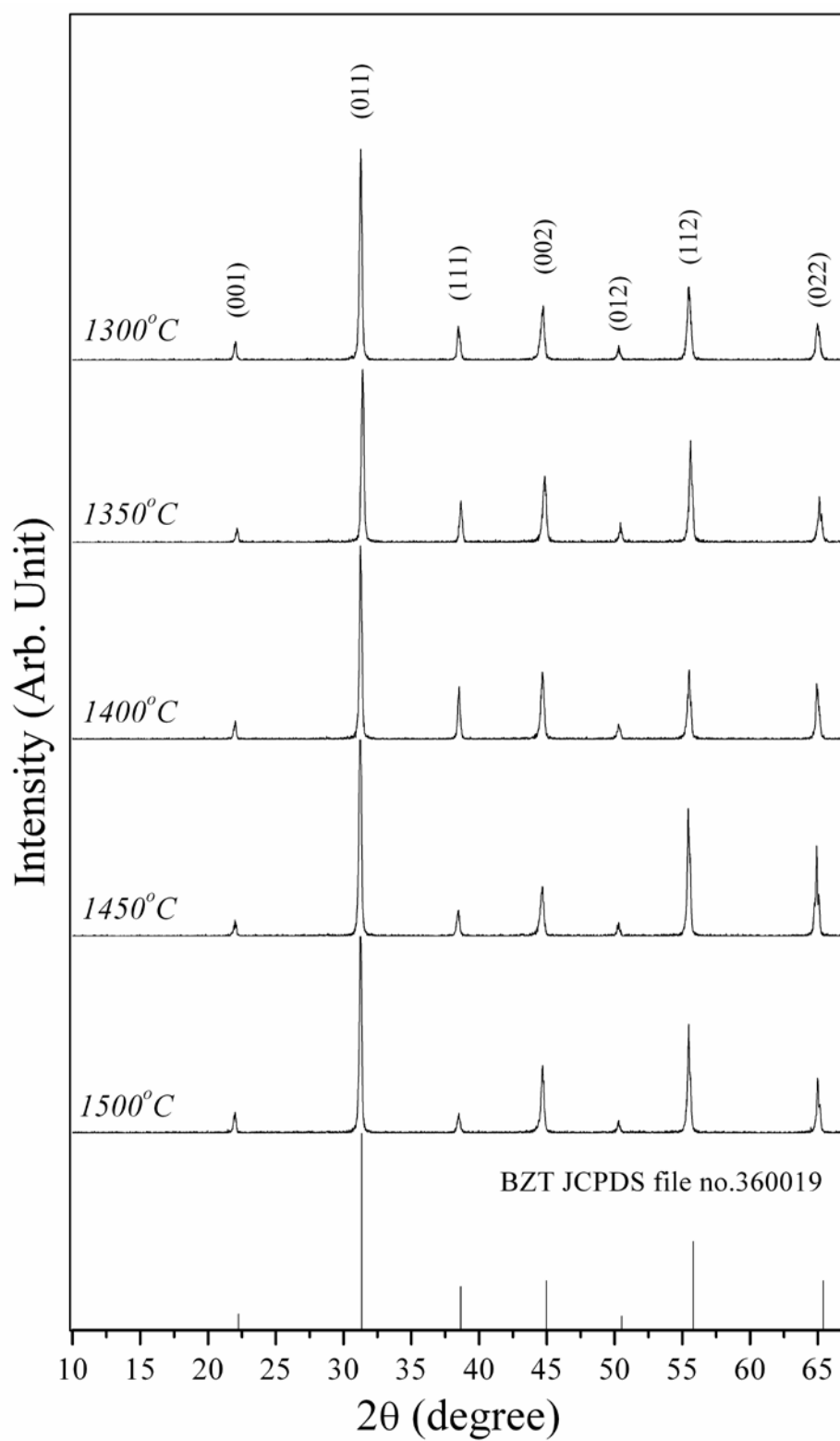
ภาพ 48 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



ภาพ 49 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้



ภาพ 50 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้



ภาพ 51 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้

2. ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

ภาพ 52 แสดงภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT20 ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งและมีอุณหภูมิในการซินเตอร์ตั้งแต่ 1400-1600°C พบว่าขนาดของเกรนมีการกระจายตัวอย่างไม่สม่ำเสมอ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 1450°C เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นและมีขนาดเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อยในขณะที่ความคมชัดของขอบเกรนลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 1500 และ 1550°C ที่อุณหภูมิ 1600°C ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดและขอบเกรนมีลักษณะของการหลอมละลายเชื่อมติดกัน

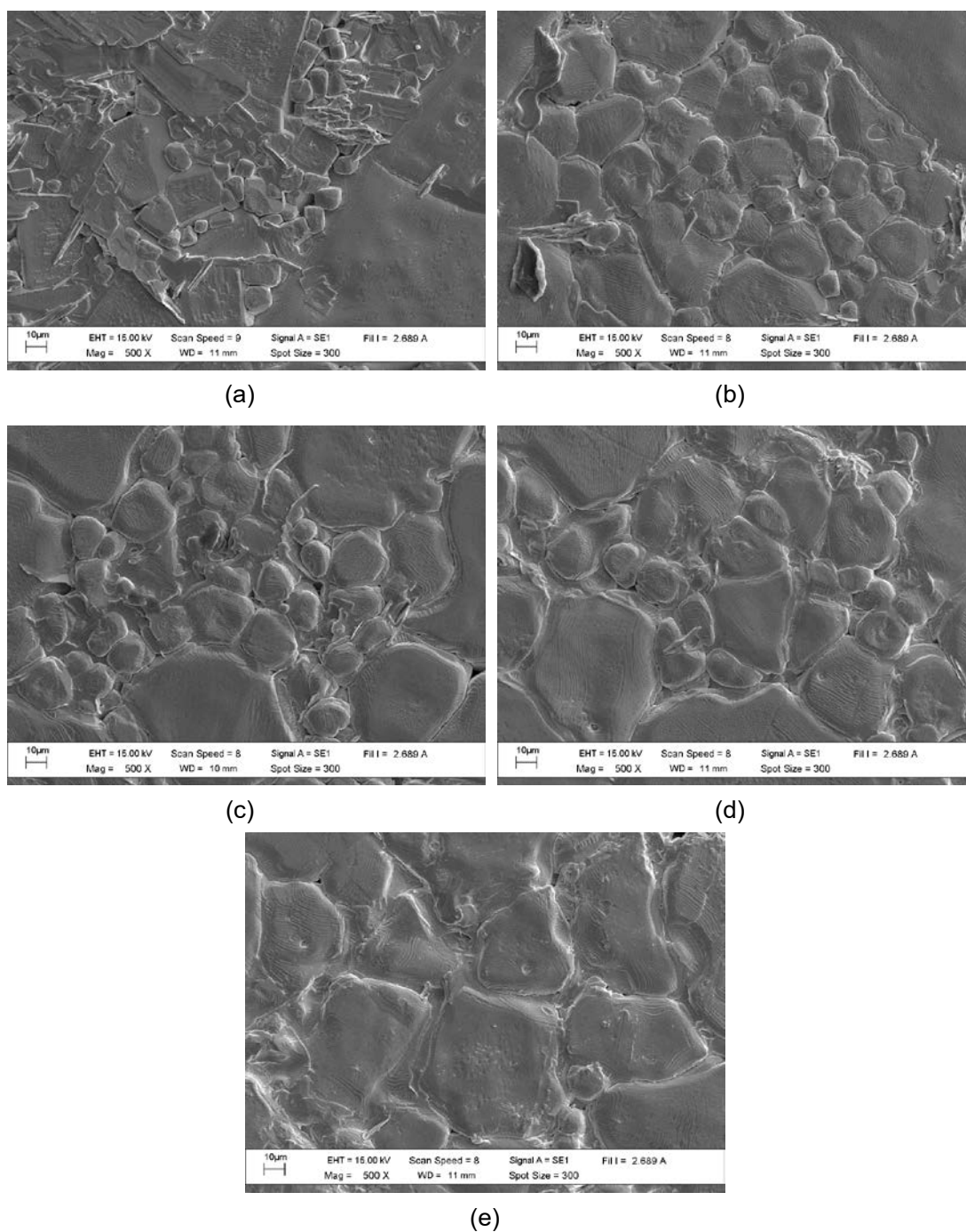
ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT25 แสดงดังภาพ 53 พบว่าขนาดของเกรนมีการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ และเกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นชัดเจนที่อุณหภูมิ 1500°C ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 1550°C ในขณะที่ความคมชัดของขอบเกรนลดลงที่อุณหภูมิ 1600°C ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นและขอบเกรนมีลักษณะของการหลอมรวมกัน

ภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT30 แสดงดังภาพ 54 พบว่าขนาดของเกรนมีการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอขอบเกรนมีลักษณะคมชัด และเกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิ 1600°C ขอบเกรนมีลักษณะของการหลอมรวมกัน

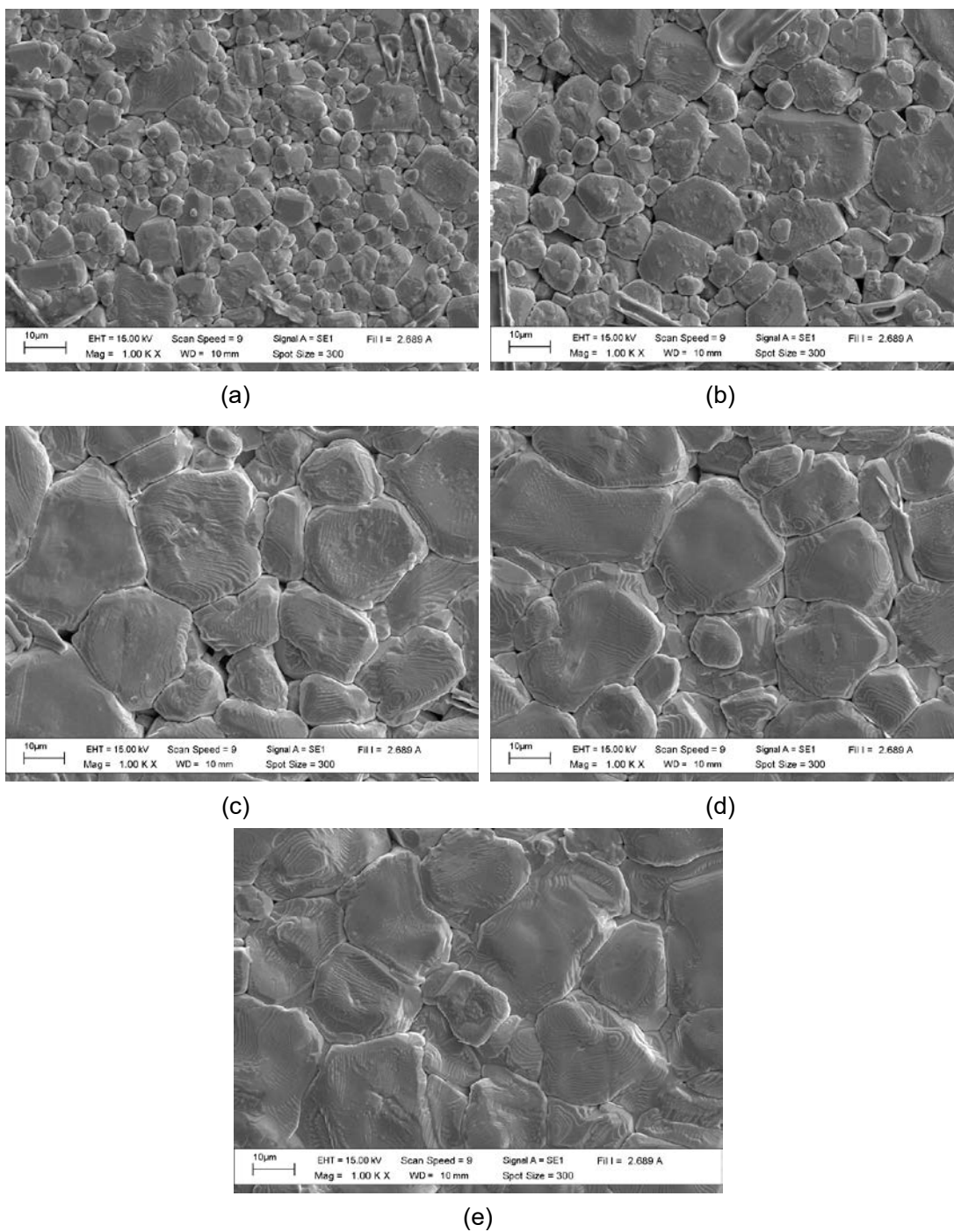
ผลจากภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง พบว่าขนาดของเกรนมีการกระจายตัวอย่างไม่สม่ำเสมอและปริมาณเซอร์โคเนียมในเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตมีผลต่อขนาดของเกรน กล่าวคือเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นเกรนจะมีขนาดลดลง แสดงดังภาพ 58 ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลการรายงานของ Rui-hong Liang และคณะ [43]

ภาพ 55 - 57 แสดงภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ โดยมีอุณหภูมิในการซินเตอร์ตั้งแต่ 1300-1500°C พบว่าผลที่ได้ในแต่ละสัดส่วนของปริมาณเซอร์โคเนียมมีลักษณะคล้ายคลึงกัน กล่าวคือ เกรนมีการกระจายขนาดอย่างไม่สม่ำเสมอ ขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนและขอบเกรนมีความคมชัดมากขึ้นที่อุณหภูมิ 1350°C และเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มสูงขึ้น เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้น โดยในแต่ละอุณหภูมิของทุกปริมาณสัดส่วนของเซอร์โคเนียมจะมีขนาดเกรนเฉลี่ยใกล้เคียงกัน ดังแสดงในภาพ 59

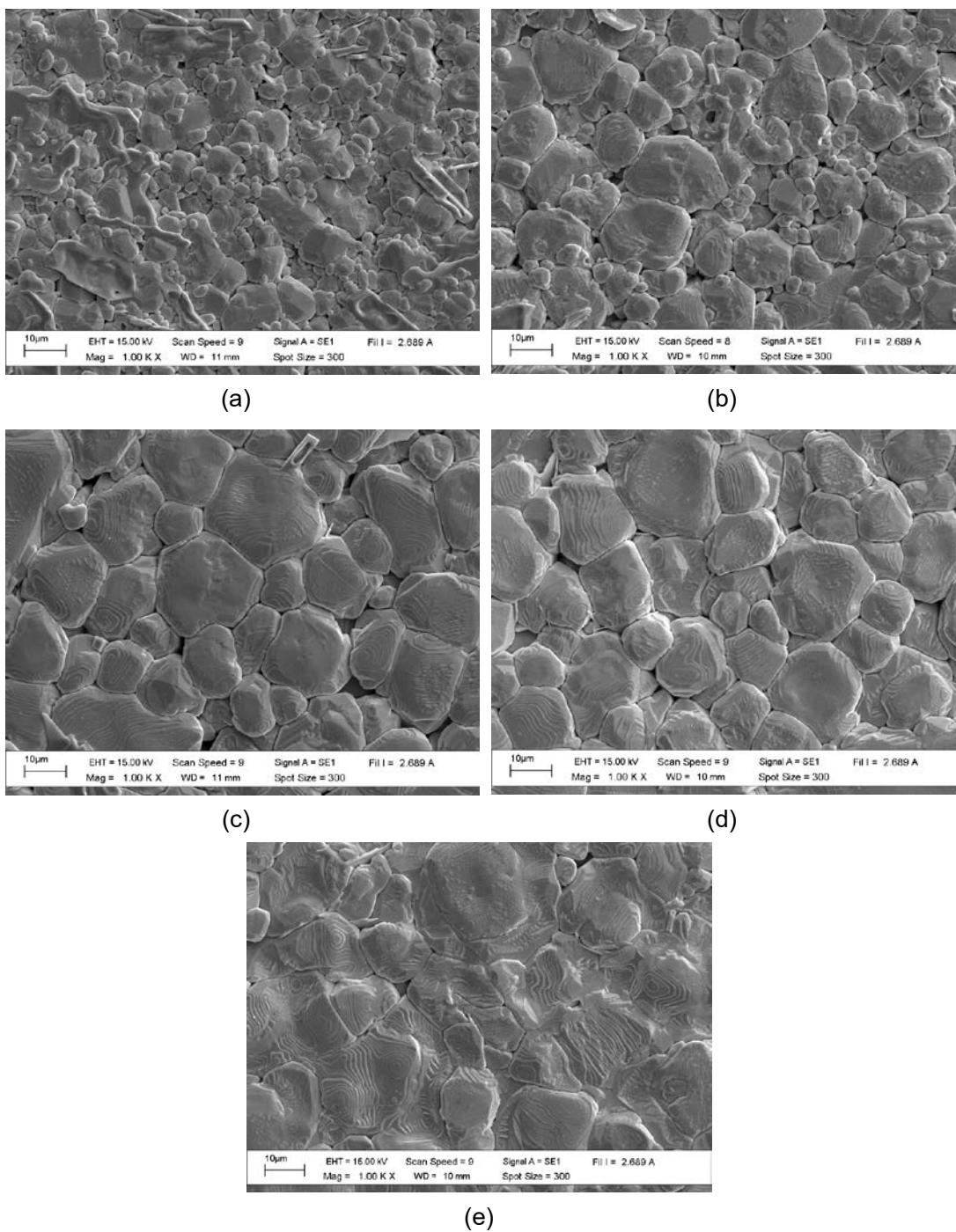
นอกจากนี้จากยังพบว่าภาพถ่าย SEM ของเซรามิก BZT จากการเตรียมเซรามิกทั้งสองวิธี มีเกรนที่มีรูปร่างเป็นแท่งยาวปะปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย ซึ่งเป็นลักษณะเกรนของเซรามิก $\text{Ba}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$ ที่อาจเกิดจากการรวมตัวกันของแบเรียมกับไททาเนียมแต่ไม่สามารถตรวจพบได้จาก XRD เนื่องจากเซรามิกได้ผ่านขั้นตอนการขัดผิวหน้าก่อนที่จะนำทำการไปวิเคราะห์



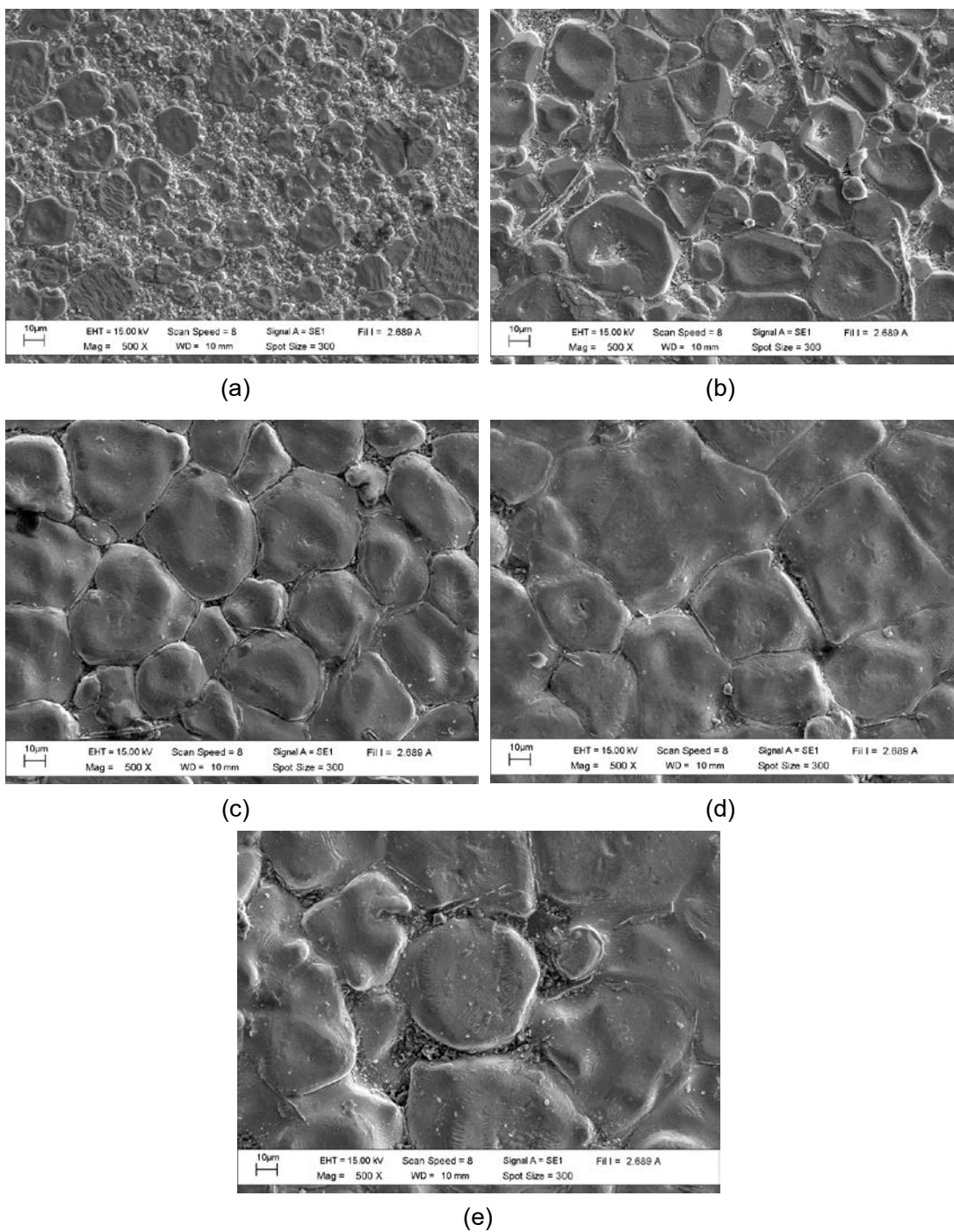
ภาพ 52 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการปฏิบัติการสถานะของแข็ง ;(a) 1400°C , (b) 1450°C , (c) 1500°C , (d) 1550°C , (e) 1600°C



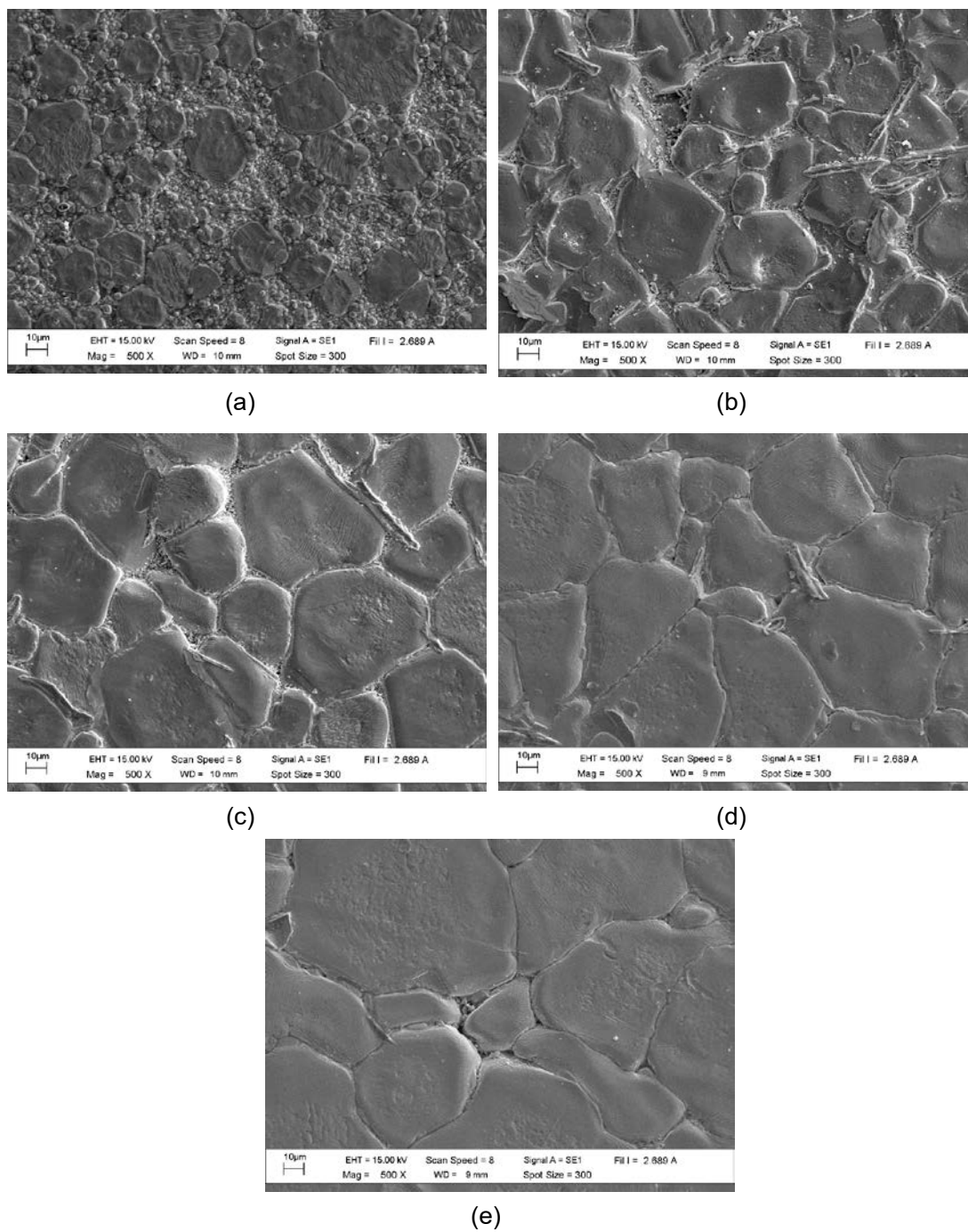
ภาพ 53 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการปฏิบัติสถานะของแข็ง ;(a) 1400 °C, (b) 1450 °C, (c) 1500 °C, (d) 1550 °C, (e) 1600 °C



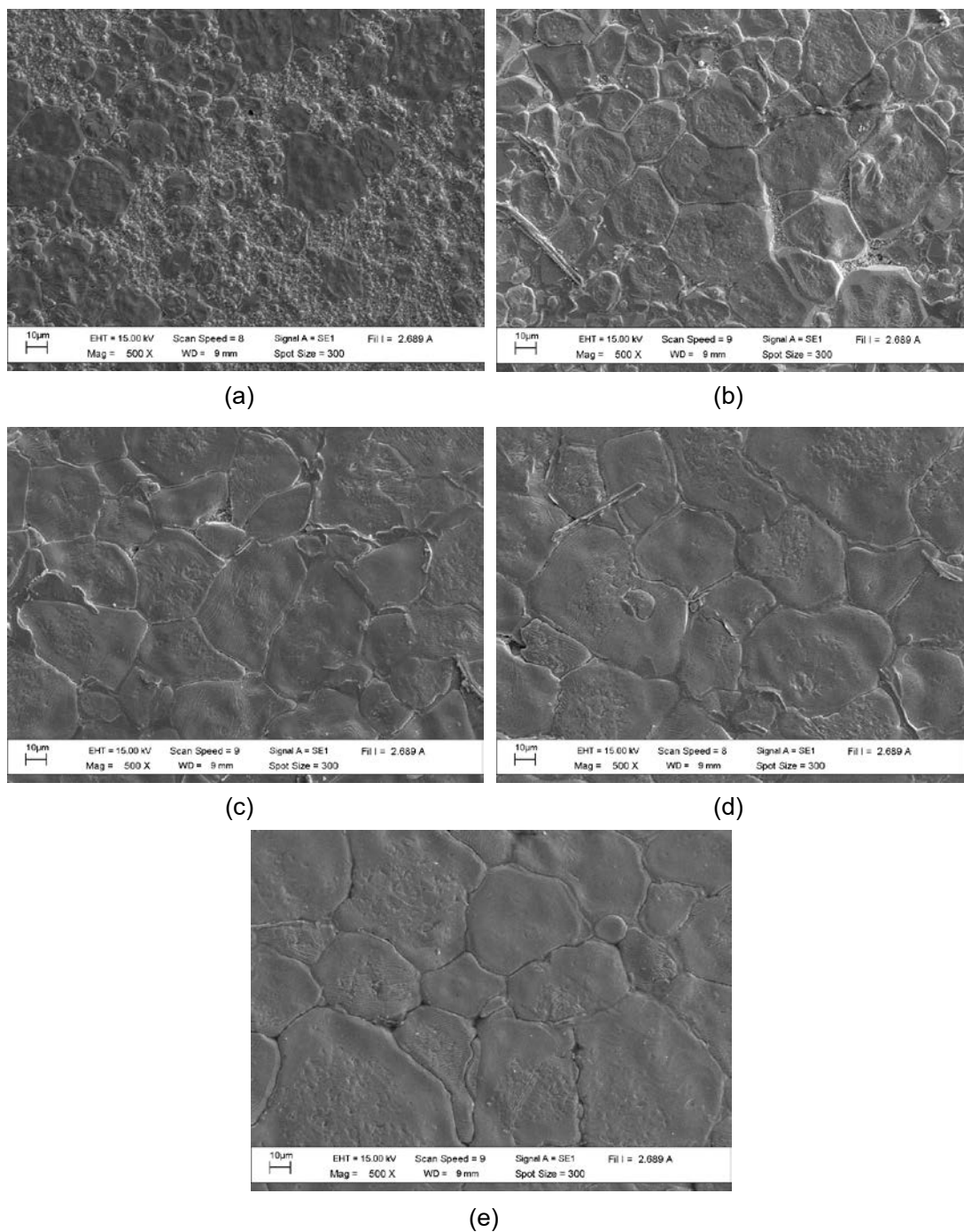
ภาพ 54 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการปฏิบัติการสถานะของแข็ง ;(a) 1400 °C, (b) 1450 °C, (c) 1500 °C, (d) 1550 °C, (e) 1600 °C



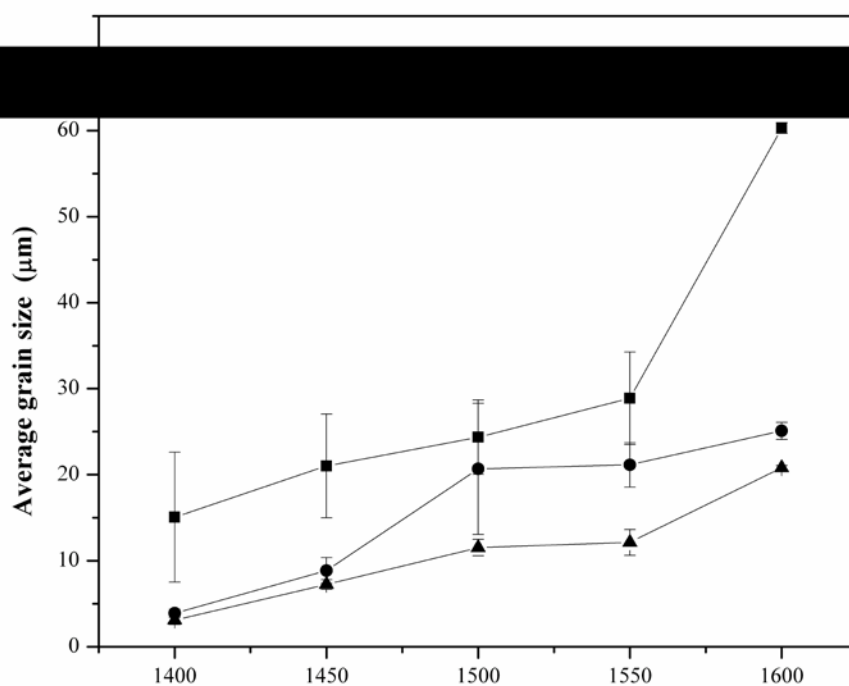
ภาพ 55 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการเผาไหม้ ;(a) 1300 °C, (b) 1350 °C, (c) 1400 °C, (d) 1450 °C, (e) 1500 °C



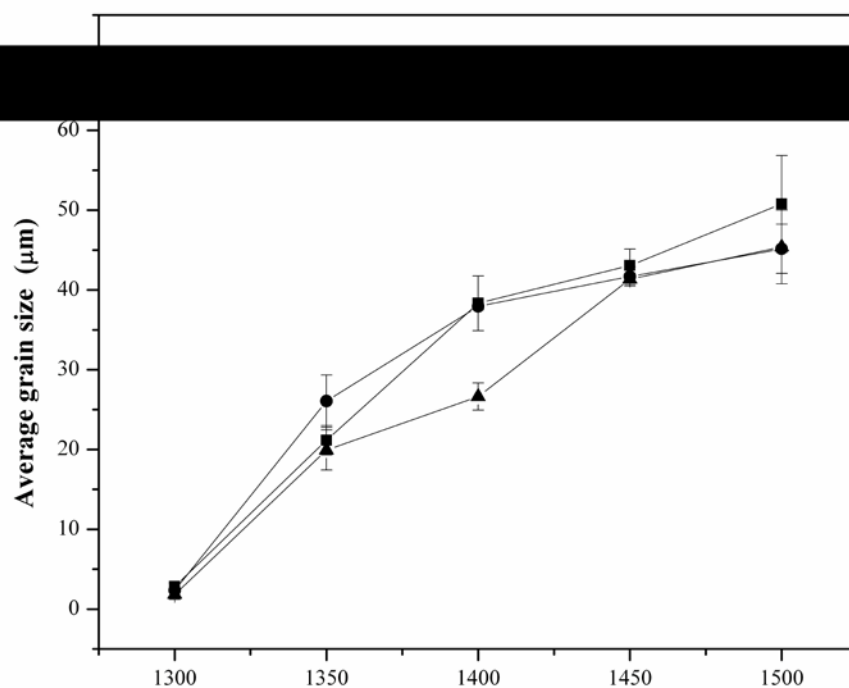
ภาพ 56 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการเผาไหม้ ;(a) 1300 °C, (b) 1350 °C, (c) 1400 °C, (d) 1450 °C, (e) 1500 °C



ภาพ 57 รูปถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยวิธีการเผาไหม้ ;(a) 1300°C , (b) 1350°C , (c) 1400°C , (d) 1450°C , (e) 1500°C



ภาพ 58 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการ ปฏิกริยาสถานะของแข็ง; (■) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$, (●) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$, (▲) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$



ภาพ 59 ขนาดเกรนเฉลี่ยของเซรามิก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้; (■) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$, (●) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$, (▲) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$

ผลจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก BZT ที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธีพบว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์เดียวกันเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ มีขนาดเกรนเฉลี่ยใหญ่กว่าเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

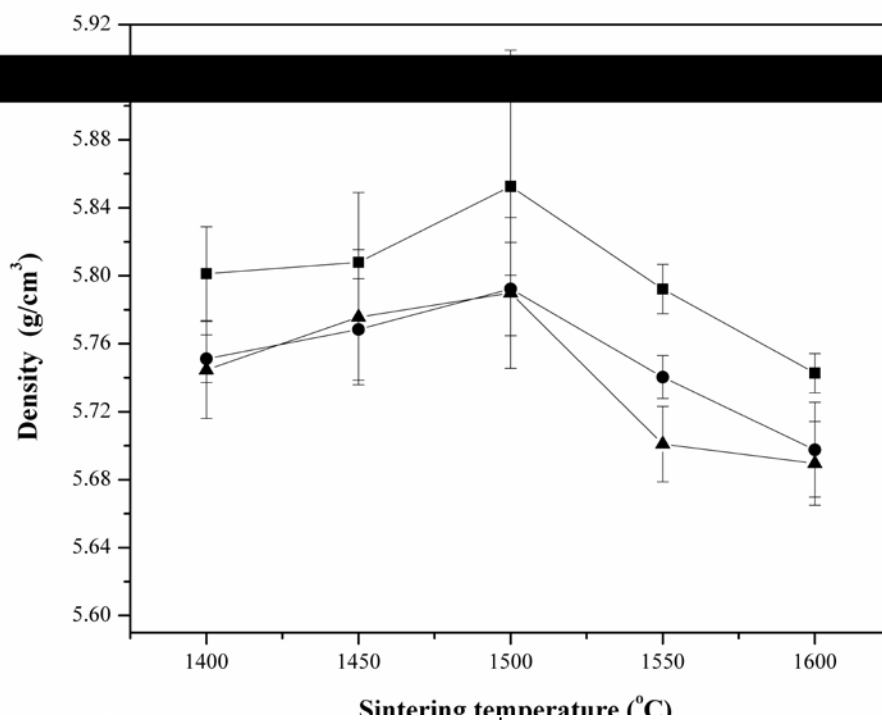
3. ผลการหาค่าความหนาแน่นและค่าความหดตัวเชิงเส้น

จากการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยอาศัยหลักการของอาร์คิมิดีส พบว่าความหนาแน่นมีค่ามากที่สุดเมื่อใช้อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1500°C ในทุกสัดส่วนของปริมาณเซอร์โคเนียม โดยค่าความหนาแน่นมีค่ามากที่สุดเมื่อสัดส่วนของเซอร์โคเนียม 20 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ดังแสดงในภาพ 60 สำหรับเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ พบว่าค่าความหนาแน่นมีค่าสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300°C ในทุกสัดส่วนของเซอร์โคเนียมไอออน แสดงดังภาพ 61 ซึ่งค่าความหนาแน่นมีค่ามากที่สุดเมื่อสัดส่วนของเซอร์โคเนียม 25 20 และ 30 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

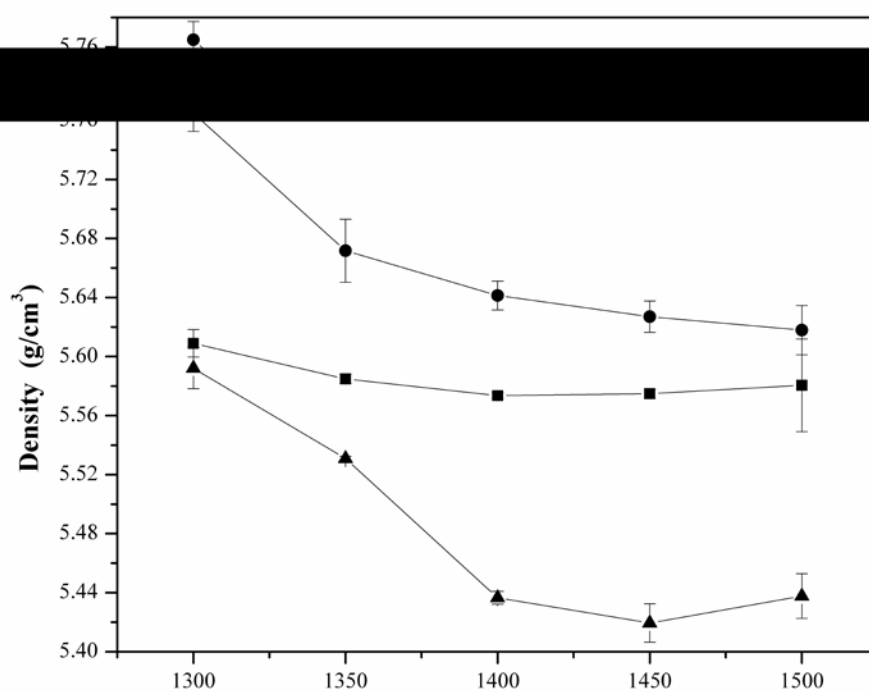
และเมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธี พบว่าเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งจะให้ค่าความหนาแน่นที่ดีกว่าเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ ซึ่งอาจเป็นผลมาจากวิธีการเผาไหม้ไม่สามารถเตรียมผงผลึกให้มีความบริสุทธิ์ได้เนื่องจากมีสารตั้งต้นและเฟสอื่นที่เกิดจากการรวมตัวกันของสารตั้งต้น ดังปรากฏในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ จึงทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารดังกล่าวและเกิดแก๊สขึ้นมาในขั้นตอนการซินเตอร์ ซึ่งอาจเป็นสาเหตุของการเกิดรูพรุนในเนื้อเซรามิกได้มากกว่าเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

จากการคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์ความหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง พบว่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวมีค่าสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1600°C ในทุกสัดส่วนของเซอร์โคเนียมไอออน แสดงดังภาพ 62 สำหรับเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ พบว่าค่าความหดตัวเชิงเส้นมีค่าสูงที่สุดที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1450°C ในทุกปริมาณเซอร์โคเนียม ดังภาพ 63

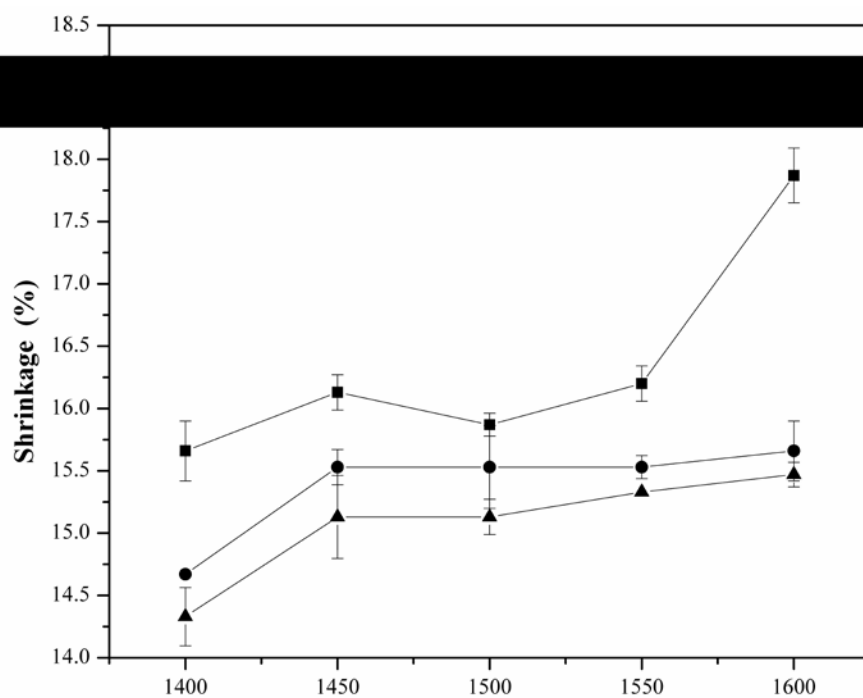
จากการหาค่าเปอร์เซ็นต์ความหดตัวเชิงเส้นของทั้งสองวิธี พบว่าเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้มีเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นสูงกว่าเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



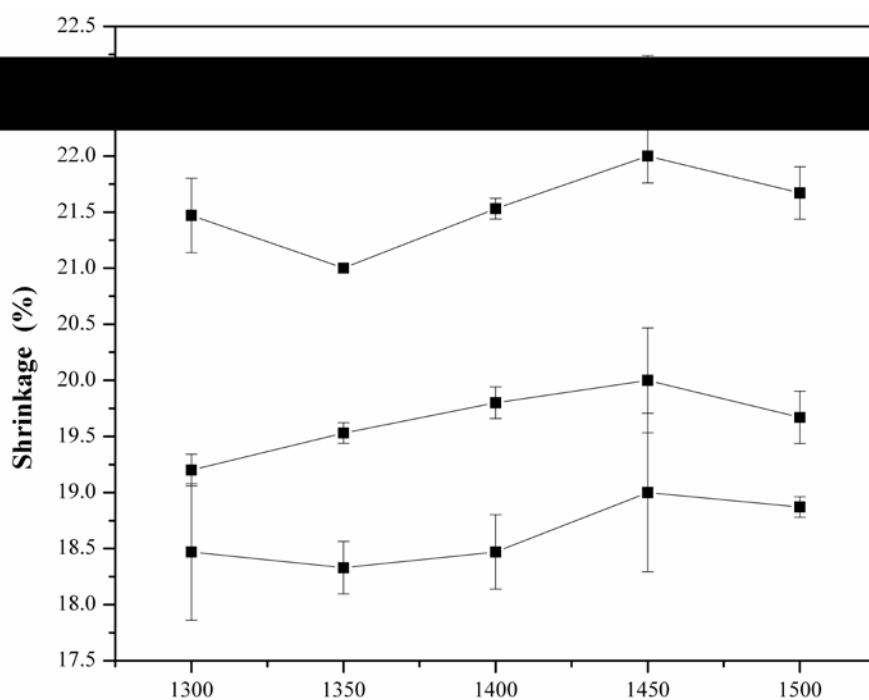
ภาพ 60 ความหนาแน่นของเซรามิก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง;
 (■) $\text{Ba(Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80}\text{)O}_3$, (●) $\text{Ba(Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75}\text{)O}_3$, (▲) $\text{Ba(Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7}\text{)O}_3$



ภาพ 61 ความหนาแน่นของเซรามิก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้;
 (■) $\text{Ba(Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80}\text{)O}_3$, (●) $\text{Ba(Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75}\text{)O}_3$, (▲) $\text{Ba(Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7}\text{)O}_3$



ภาพ 62 เปอร์เซ็นต์ความหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง; (■) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$, (●) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ และ (▲) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$



ภาพ 63 เปอร์เซ็นต์ความหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BZT ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้; (■) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_3$, (●) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ และ (▲) $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$

4. ผลการวัดค่าคงตัวไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริก

ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งและใช้อุณหภูมิในการซินเตอร์ที่ตั้งแต่ 1400-1600°C พบว่ากราฟระหว่างค่าคงตัวไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิมีลักษณะเป็นพีกที่มีค่าสูงสุดเพียงค่าเดียว ดังแสดงในภาพ 65 - 67 ตามลำดับ เมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมในเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตเพิ่มขึ้นจะมีผลต่ออุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส คือ จะลดอุณหภูมิในการเปลี่ยนโครงสร้างจากลูกบาศก์ไปเป็นเตตระโกนอล และเพิ่มอุณหภูมิในการเปลี่ยนโครงสร้างจากเตตระโกนอลเป็นออร์โธโรมบิกและจากออร์โธโรมบิกเป็นรอมโบอีตรอล [44,45] และเมื่อ $x > 0.1$ จะทำให้พีดทั้งสามรวมเป็นพีดที่มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเพียงพีดเดียว [46,47] และนอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิในการซินเตอร์เดียวกันเมื่อสัดส่วนของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นค่าคงตัวไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงและอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส (phase transition temperature; T_m) มีค่าลดต่ำลงด้วย ซึ่งได้ผลสอดคล้องกับการรายงานของ D. Henning และคณะ [47] โดยเซรามิก BZT20 มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเมื่อ ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1500°C ซึ่งวัดได้ 10300 ที่อุณหภูมิ 20°C เซรามิก BZT25 มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1550°C วัดได้ 6000 ที่อุณหภูมิ -15°C และเซรามิก BZT30 มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1550°C โดยวัดได้ 5760 ที่อุณหภูมิ -63°C

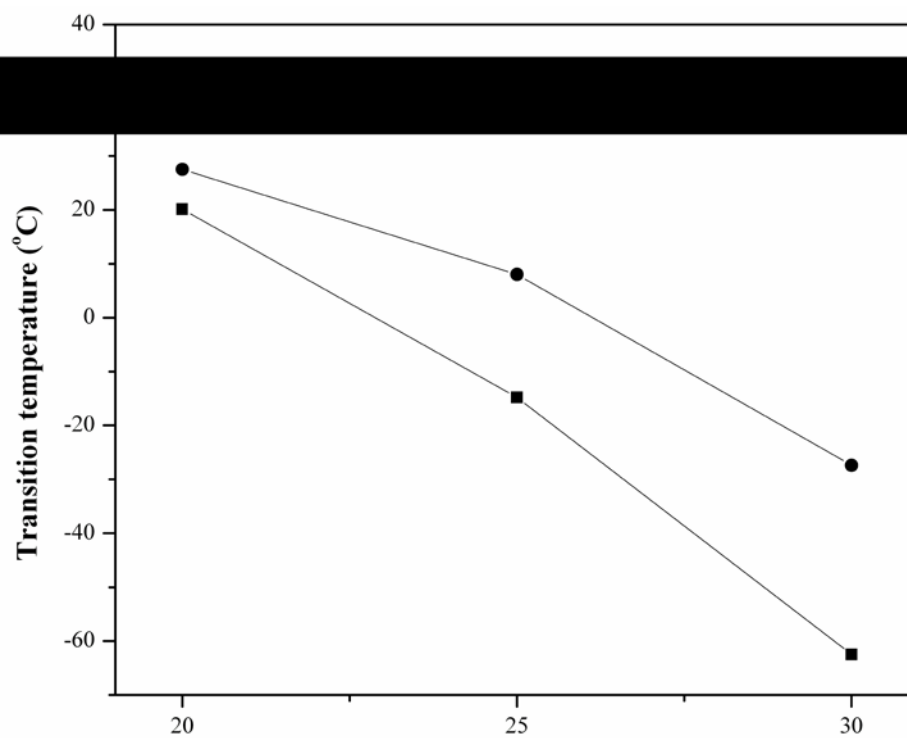
ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้โดยใช้อุณหภูมิในการซินเตอร์ตั้งแต่ 1300-1500°C แสดงดังภาพ 68 - 70 ตามลำดับ พบว่าอุณหภูมิซินเตอร์ที่เท่ากันค่าคงตัวไดอิเล็กทริกมีค่าสูงที่สุดเมื่อสัดส่วนของเซอร์โคเนียมเป็น 25 20 และ 30 ตามลำดับและเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจะลดต่ำลง ซึ่งให้ผลสอดคล้องกับผลการรายงานของ X.G. Tang และคณะ [4] โดยเซรามิก BZT20 มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400°C โดยวัดได้ 7500 ที่อุณหภูมิ 28°C เซรามิก BZT25 มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400°C โดยวัดได้ 8300 ที่อุณหภูมิ 8°C และ เซรามิก BZT30 มีค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงที่สุดเมื่อซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1500°C โดยวัดได้ 7400 ที่อุณหภูมิ -27°C

เซรามิก BZT20 ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้มีอุณหภูมิ T_c สูงกว่าอุณหภูมิห้องเล็กน้อย ซึ่ง Ulrich Weber และคณะรายงานว่าอุณหภูมิต่ำกว่า T_c เซรามิก BZT จะมีโครงสร้างเป็นรอมโบอีตรอล และมีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์ที่อุณหภูมิสูงกว่า T_c [44] ดังนั้นเซรามิก BZT20 ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้อาจมีโครงสร้างเป็นรอมโบอีตรอลที่อุณหภูมิห้องซึ่งมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์คล้ายกับโครงสร้างแบบลูกบาศก์ และสามารถสังเกตความแตกต่างได้จากกระนาบ (111) และ (002) โดยพบว่าที่ยอดพีดจะแตกเนื่องจากโครงสร้างแบบ

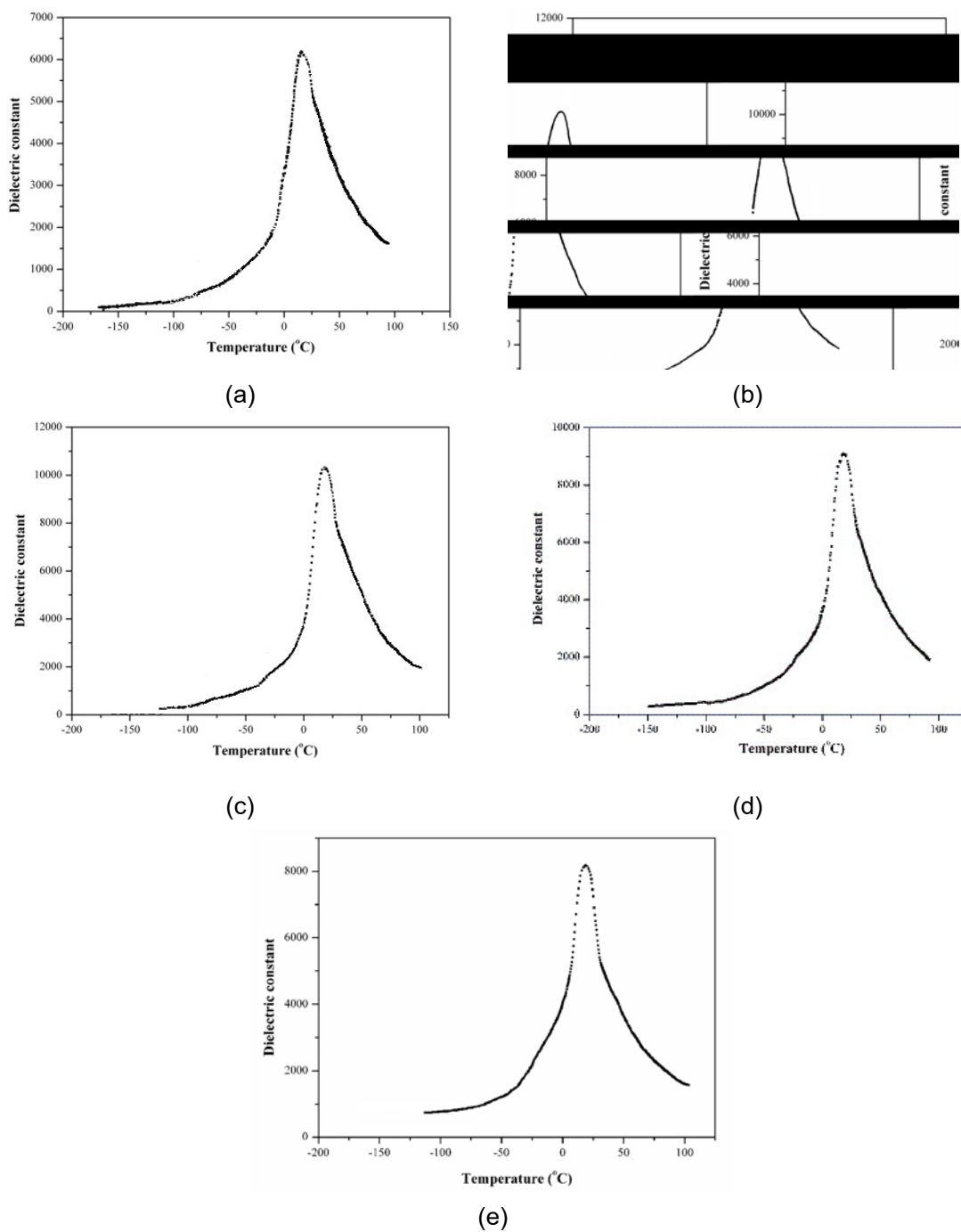
รวมโบฮีตรอลมีมุมระหว่างแลตทิซน้อยกว่า 90 องศา จึงทำให้การรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ระนาบดังกล่าวได้พีกที่มีลักษณะไม่เป็นพีกเดี่ยว แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก BZT20 ไม่พบลักษณะดังกล่าวที่ระนาบ (111) และ (002) จึงคาดว่าเซรามิก BZT20 อาจมีโครงสร้างเป็นแบบลูกบาศก์เทียม (pseudo cubic) ซึ่งมีลักษณะพีกเช่นเดียวกับโครงสร้างแบบลูกบาศก์แต่เมื่อทำการขยายพีกจะพบว่าที่ระนาบดังกล่าวพีกจะมีลักษณะแตกที่ปลายยอดและเนื่องจาก step/size ในการวิเคราะห์ด้วย XRD เป็น 0.02 ซึ่งมีความละเอียดไม่เพียงพอที่จะทำให้เห็นลักษณะของลูกบาศก์เทียมได้ ดังนั้นอาจต้องทำการวิเคราะห์ด้วย step/size ที่ต่ำกว่านี้

นอกจากนี้ยังพบว่าที่ปริมาณเซอร์โคเนียมเท่ากันอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมีค่าแตกต่างกันมากโดยเฉพาะที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการวัดที่อุณหภูมิต่ำจำเป็นต้องค่อย ๆ เลื่อนเม็ดเซรามิกลงไปในถังไนโตรเจนเหลว จึงเป็นผลทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนของอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสได้

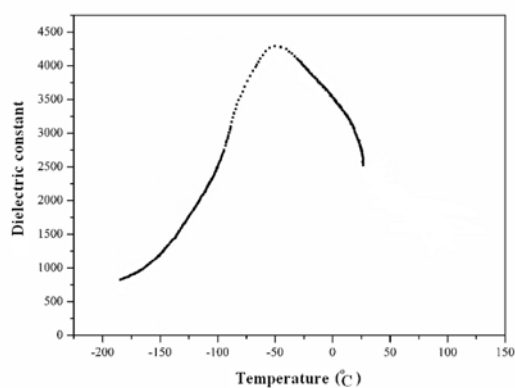
จากผลการวัดค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT20 BZT25 และ BZT30 ที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธีพบว่าสัดส่วนของเซอร์โคเนียมมีผลต่ออุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟส กล่าวคือ เมื่อสัดส่วนของเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสจะลดต่ำลง และนอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้จะขยับสูงขึ้นเมื่อเทียบเซรามิกที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง แสดงดังภาพ 64 ซึ่งให้ผลสอดคล้องกับผลการรายงานของ P.K. Patro และคณะ ที่ใช้ยูเรียเป็นตัวเผาไหม้ เทียบกับตัวเผาไหม้อื่น พบว่าเมื่อใช้ยูเรียเป็นตัวเผาไหม้อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสสูงขึ้นจาก -49°C เป็น 40°C [48]



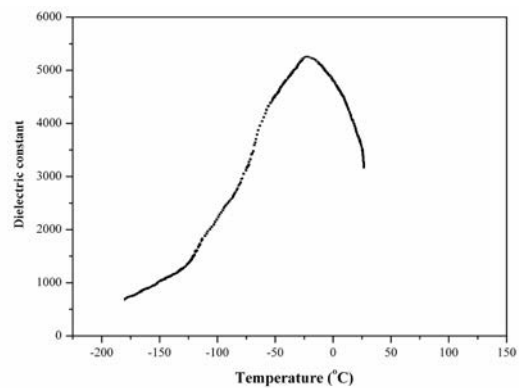
ภาพ 64 อุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสของเซรามิกแบเรียมเซอโรโคเนตไททาเนต ที่มีสัดส่วนของเซอโรโคเนียมต่างกัน; (●เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้, ■เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง)



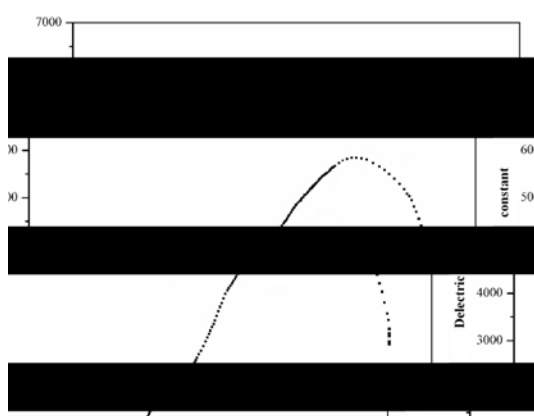
ภาพ 65 ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT20 โดยวิธีการปฏิบัติการสถานะของแข็งที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างกัน; (a) 1400°C, (b) 1450°C, (c) 1500°C, (d) 1550°C, (e) 1600°C



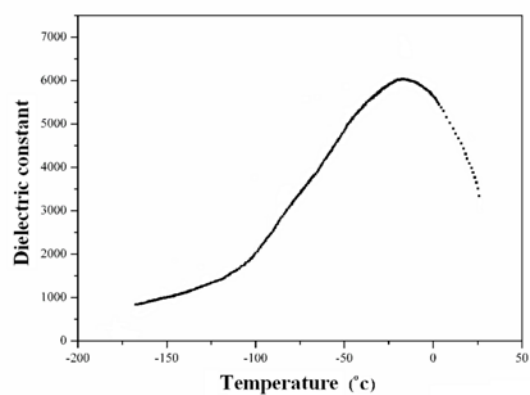
(a)



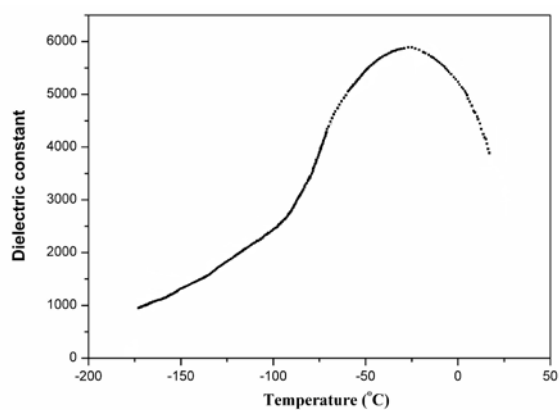
(b)



(c)

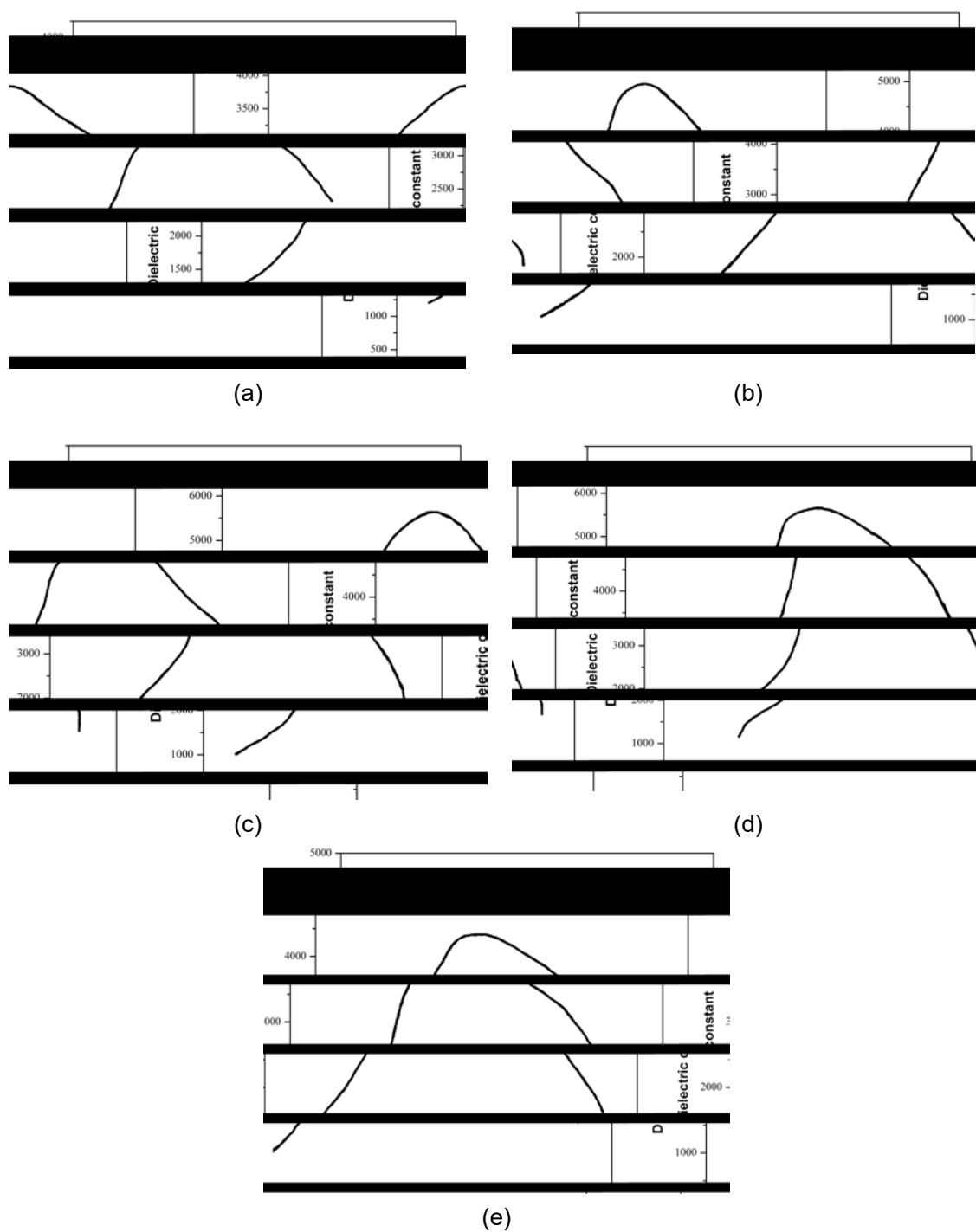


(d)

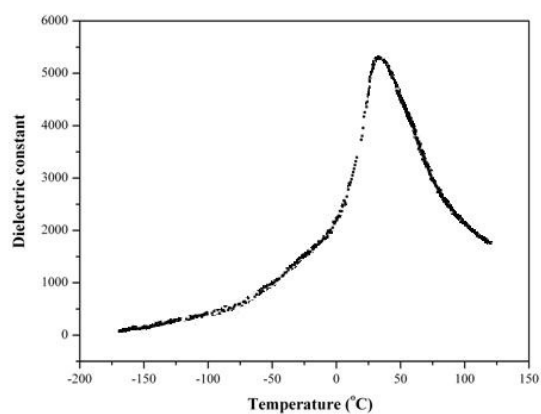


(e)

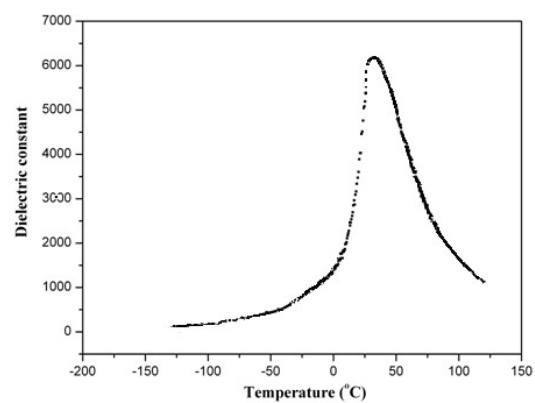
ภาพ 66 ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT25 โดยวิธีการปฏิบัติการของแข็งที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างกัน; (a) 1400°C, (b) 1450°C, (c) 1500°C, (d) 1550°C, (e) 1600°C



ภาพ 67 ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT30 โดยวิธีการปฏิบัติการสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ
ซินเตอร์ต่างกัน; (a) 1400°C , (b) 1450°C , (c) 1500°C , (d) 1550°C , (e) 1600°C



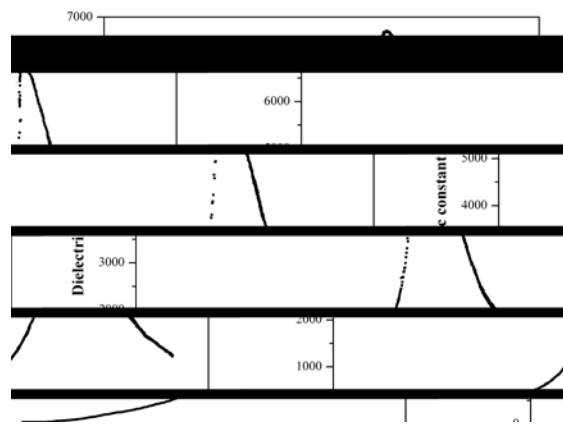
(a)



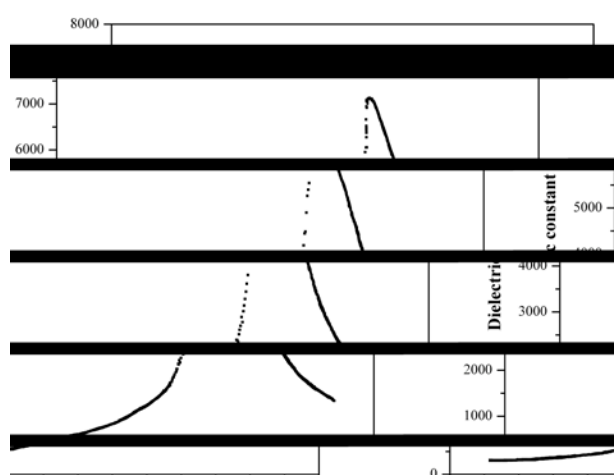
(b)



(c)

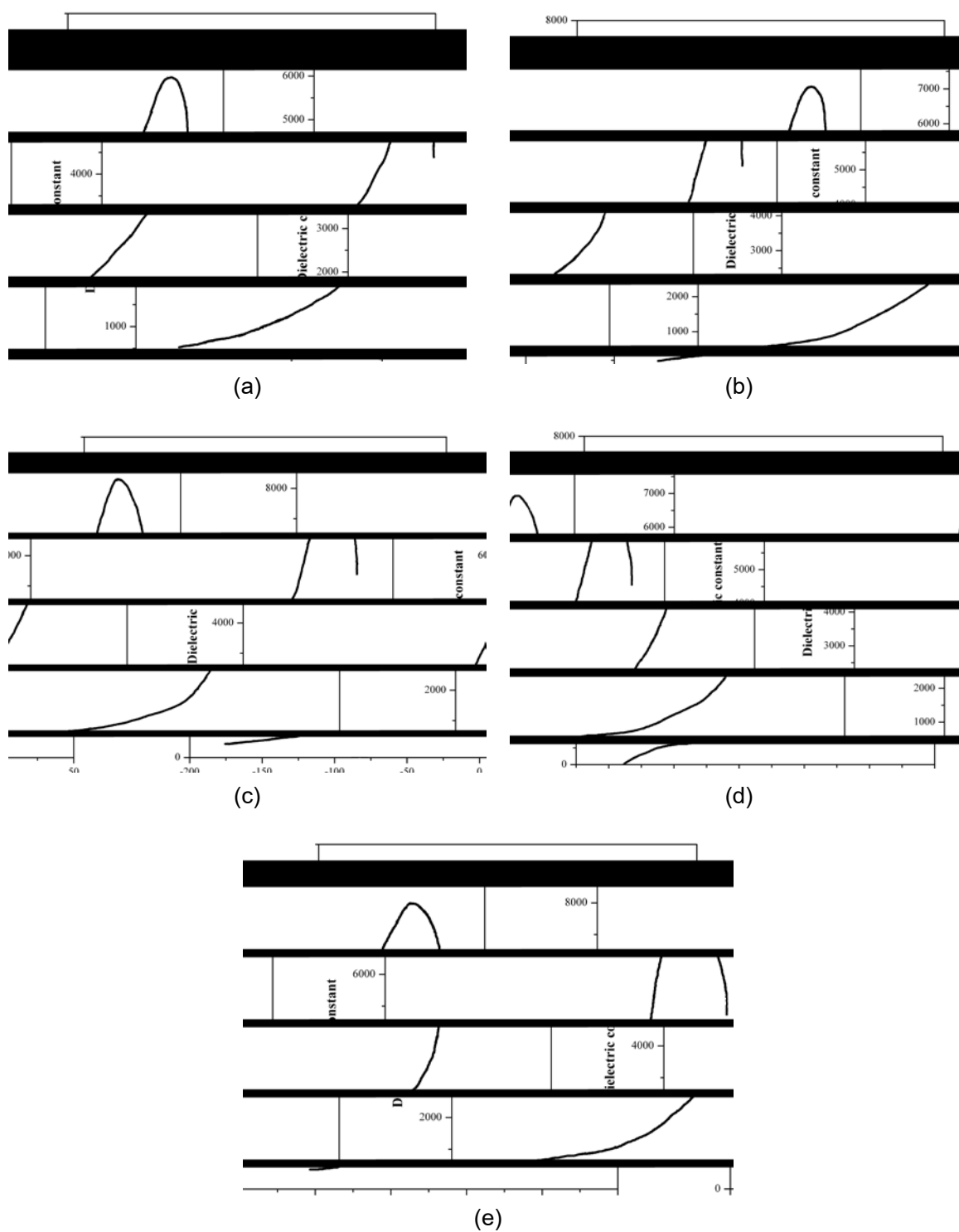


(d)

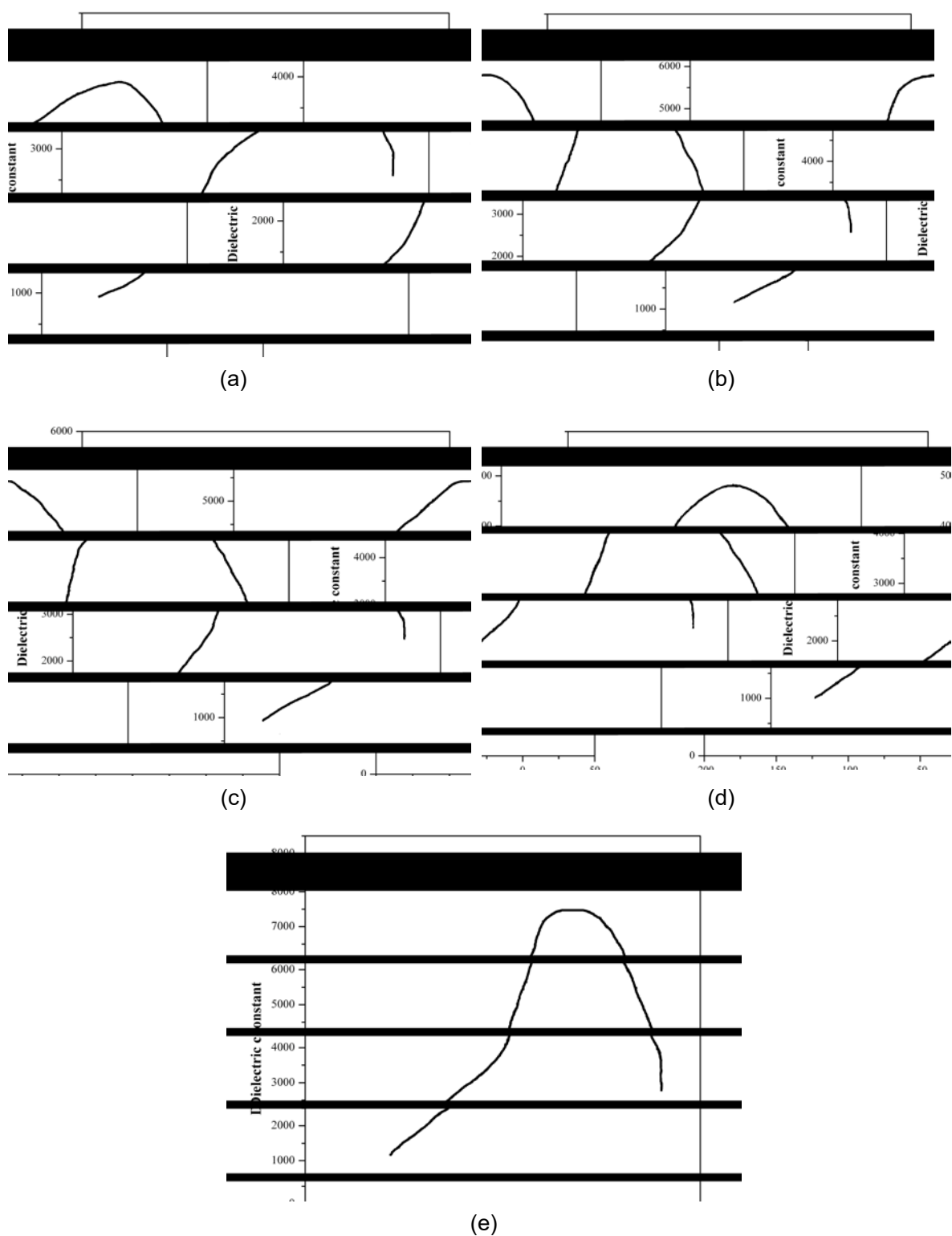


(e)

ภาพ 68 ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT20 โดยวิธีการเผาไหม้ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างกัน; (a) 1300°C, (b) 1350°C, (c) 1400°C, (d) 1450°C, (e) 1500°C



ภาพ 69 ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT25 โดยวิธีการเผาไหม้ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างกัน; (a) 1300°C, (b) 1350°C, (c) 1400°C, (d) 1450°C, (e) 1500°C



ภาพ 70 ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT30 โดยวิธีการเผาไหม้ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างกัน; (a) 1300°C, (b) 1350°C, (c) 1400°C, (d) 1450°C, (e) 1500°C

ภาพ 65 - 70 แสดงพิกของค่าคงตัวไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิซินเตอร์ของเซรามิกที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธี พบว่าอุณหภูมิในการเปลี่ยนเฟสมีช่วงกว้างมากขึ้นเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมสูงขึ้น อันเนื่องมาจากเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มสูงขึ้นจะเกิด diffuse phase transition ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยสมการ Curie-Weiss law [4]

$$\frac{1}{\varepsilon} - \frac{1}{\varepsilon_m} = \frac{(T - T_m)^\gamma}{C'} \quad (4.2)$$

เมื่อ ε	คือ ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิใดๆ
ε_m	คือ ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงสุด
T	คือ อุณหภูมิใดๆ
T_m	คือ อุณหภูมิที่ทำให้ได้ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงสุด
γ	คือ diffuseness constant
C'	คือ Curie-Weiss constant

ค่าคงตัว γ สามารถอธิบายลักษณะของ diffuse phase transition โดย $\gamma=1$ จะเป็นไปตามกฎ Curie-Weiss law ปกติ ถ้า $\gamma=2$ แสดงว่าเกิด diffuse phase transition โดยค่าคงตัว γ หาได้จากความชันของกราฟระหว่าง $\ln(1/\varepsilon - 1/\varepsilon_m)$ กับ $\ln(T - T_m)$

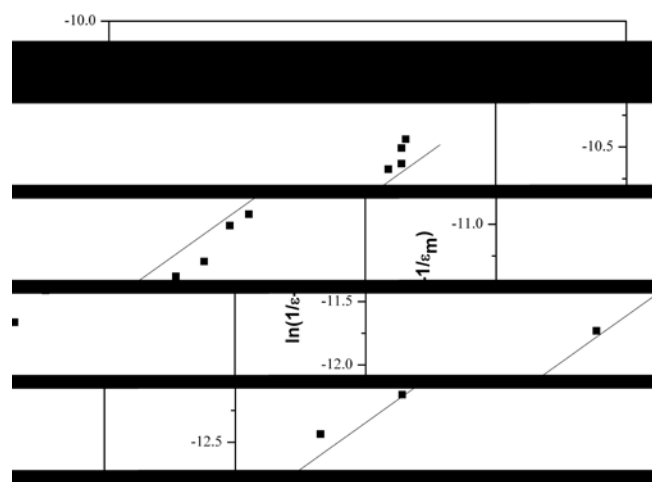
ภาพ 71 แสดงกราฟระหว่าง $\ln(1/\varepsilon - 1/\varepsilon_m)$ กับ $\ln(T - T_m)$ ของเซรามิก BZT ที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธี และสามารถหาค่า γ ได้จากความชันกราฟ ซึ่งพบว่าเมื่อปริมาณเซอร์โคเนียมเพิ่มขึ้นค่า γ เพิ่มขึ้นและมีค่ามากกว่า 2 เมื่อ ปริมาณเซอร์โคเนียมเป็น 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์สำหรับ เซรามิกที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และที่ปริมาณเซอร์โคเนียม 30 เปอร์เซ็นต์สำหรับเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ ดังแสดงในตาราง 2 และ 3 และสามารถอธิบายลักษณะพิกของค่าคงตัวไดอิเล็กทริกของเซรามิก BZT25 BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และ BZT30 ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้เกิด diffuse phase transition

ตาราง 2 แสดงอุณหภูมิที่ให้ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงสุด ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงสุด และค่า diffuseness constant ของเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1500°C

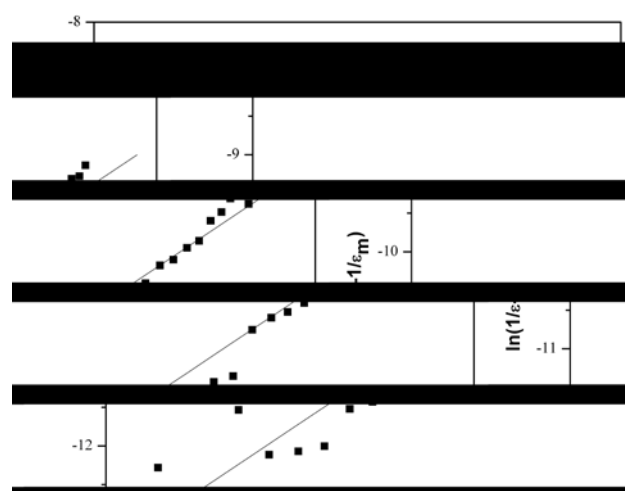
samples	BZT20	BZT25	BZT30
T_m (C°)	20.1	-6.3	-62.6
ϵ_m	10300	5800	5700
γ	1.66	2.13	2.17

ตาราง 3 แสดงอุณหภูมิที่ให้ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงสุด ค่าคงตัวไดอิเล็กทริกสูงสุด และค่า diffuseness constant ของเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1500°C

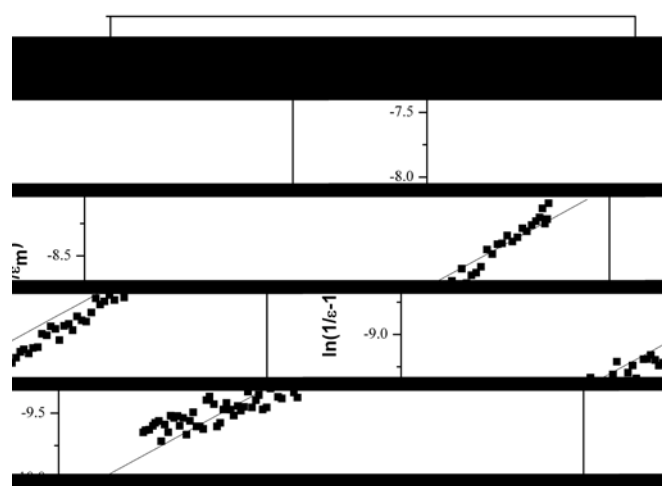
samples	BZT20	BZT25	BZT30
T_m (C°)	33.3	5.0	-27.4
ϵ_m	7000	8000	7400
γ	1.75	1.88	2.20



(a)

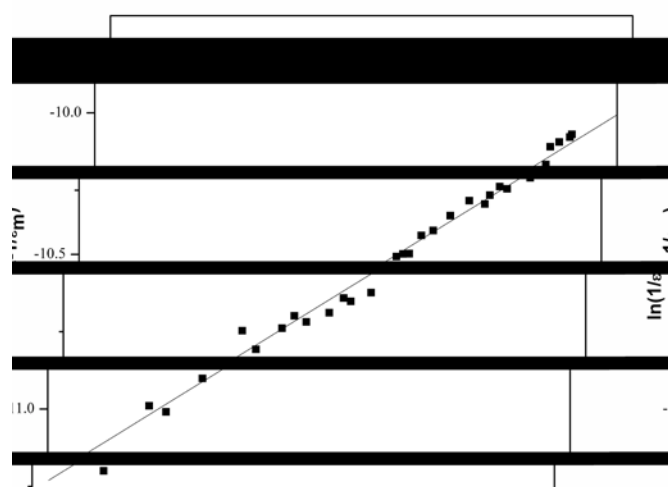


(b)

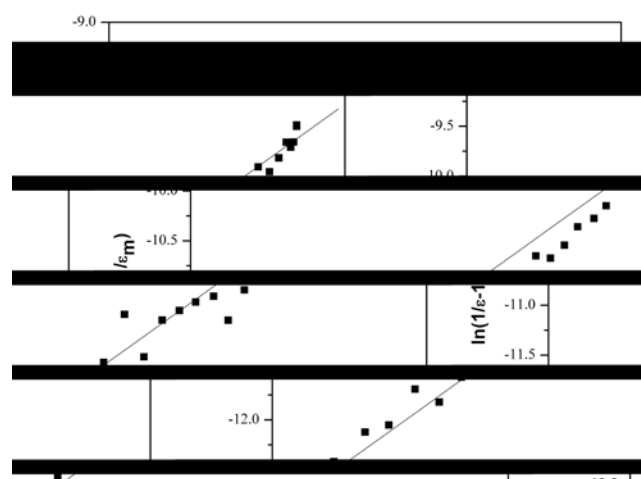


(c)

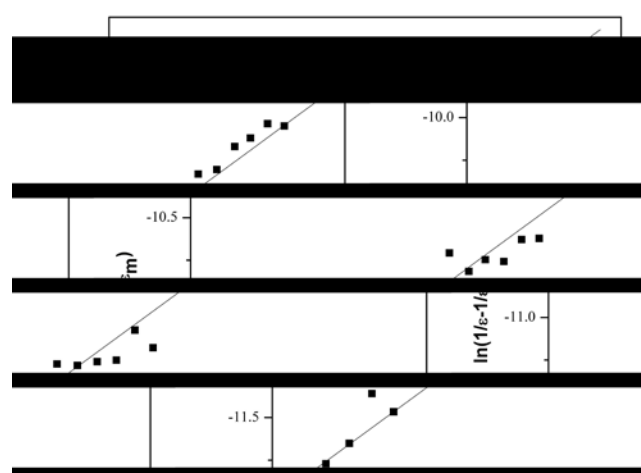
ภาพ 71 กราฟระหว่างระหว่าง $\ln(1/\epsilon - 1/\epsilon_m)$ กับ $\ln(T - T_m)$ ของเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการ
ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง; (a) BZT20, (b) BZT25, (c) BZT30



(a)



(b)



(c)

ภาพ 72 กราฟระหว่างระหว่าง $\ln(1/\epsilon - 1/\epsilon_m)$ กับ $\ln(T - T_m)$ ของเซรามิกที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้; (a) BZT20, (b) BZT25, (c) BZT30