

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

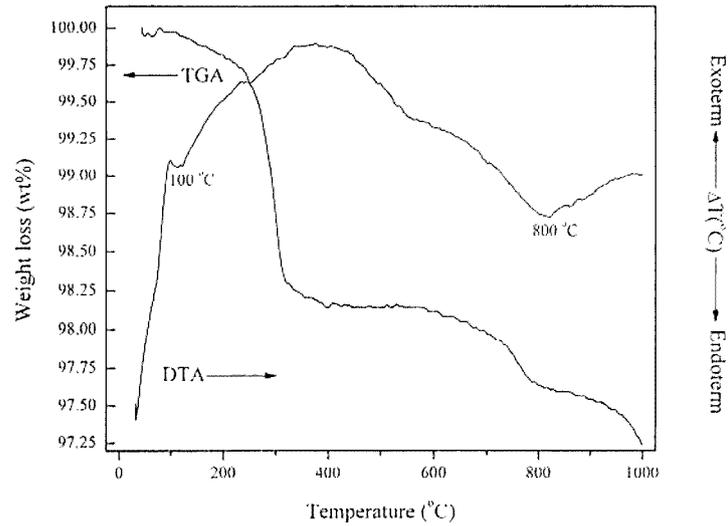
4.1 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential thermal analysis (DTA) และ Thermogravimetric analysis (TGA) ของผงผสมของสารตั้งต้น

ผลการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตั้งต้น PbO, BaCO₃ และ TiO₂ ที่ผสมกันของ Pb_{0.975}Ba_{0.025}TiO₃ และ Pb_{0.90}Ba_{0.10}TiO₃ แสดงในรูปที่ 4.1 และ 4.2 พบว่าเกิดการดูดและคายพลังงานขึ้นเล็กน้อยที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำที่ตกค้างอยู่ในผงผสมของสารตั้งต้นของผงผสมทั้งหมด อย่างไรก็ตามไม่พบว่าการสูญเสียน้ำหนักขึ้นที่อุณหภูมินี้ คาดว่าเนื่องจากปริมาณน้ำที่ตกค้างในผงผสม Pb_{0.975}Ba_{0.025}TiO₃ และ Pb_{0.90}Ba_{0.10}TiO₃ มีปริมาณน้อยมาก ทำให้ไม่สามารถตรวจวัดได้ด้วยเทคนิค TGA ทั้งนี้กราฟ TGA พบว่าเกิดการสูญเสียน้ำหนักขึ้นสองครั้ง โดยครั้งแรกเริ่มเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 270 และ 250 องศาเซลเซียส และครั้งที่สองเริ่มเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 690 และ 680 องศาเซลเซียส ตามลำดับ การสูญเสียน้ำหนักในครั้งแรกเกิดจากการกำจัดสารอินทรีย์ที่ตกค้างมาจากกระบวนการบดย่อยด้วยลูกบอล ซึ่งในกระบวนการนี้ กระป๋องพลาสติกและเม็ดบอลมีการเสียดสีและกระทบกันจึงทำให้พลาสติกบางส่วนหลุดออกจากกระป๋องแล้วไปผสมอยู่กับสารตัวอย่าง การสูญเสียน้ำหนักในช่วงที่สองของสารผสมทั้งสองเริ่มเกิดที่ 690 และ 680 องศาเซลเซียสดังที่กล่าวมา ซึ่งสัมพันธ์กับกราฟ DTA ซึ่งที่มีการเกิดการดูดพลังงานเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 800 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่ามีการเกิดปฏิกิริยาอย่างเด่นชัดที่อุณหภูมินี้

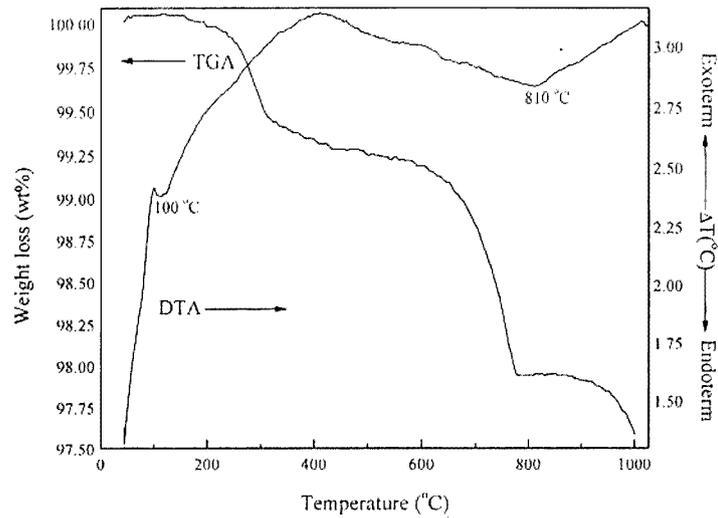
4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer) ของผงผลึก (Pb_{1-x}Ba_x)TiO₃

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึก (Pb_{0.975}Ba_{0.025})TiO₃, (Pb_{0.950}Ba_{0.050})TiO₃, (Pb_{0.925}Ba_{0.075})TiO₃ และ (Pb_{0.90}Ba_{0.10})TiO₃ โดยอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ ตั้งแต่ 400 ถึง 900 องศาเซลเซียส แสดงในรูปที่ 4.3, 4.4, 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ พบว่าผงผลึกของสารตัวอย่างทั้งหมดที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 ถึง 900 องศาเซลเซียส สามารถระบุได้ว่ามีโครงสร้างเป็นแบบเพอร์โรไทต์ ซึ่งการเกิดพีคทั้ง 12 พีค สัมพันธ์กับแฟ้มข้อมูลของ JCPDS หมายเลข 06-0452 ในขณะที่ผงผลึกที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส มีโครงสร้างที่ไม่แน่นอนและเกิดเฟสปลอมปนขึ้นจำนวนมาก ผงผลึกที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 600 ถึง 750 องศาเซลเซียส พบว่ามีพีคของสารตั้งต้น BaCO₃ หลงเหลืออยู่ในปริมาณเล็กน้อย ในขณะที่

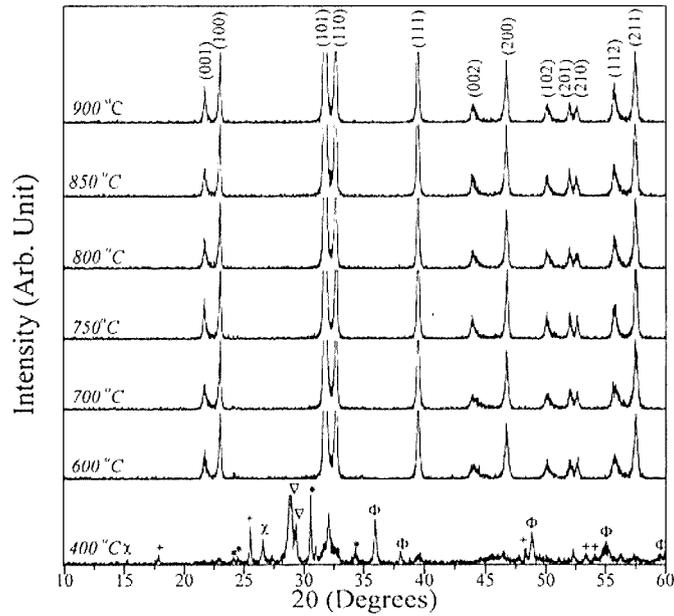
ที่ผงผลึกที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส ไม่มีเฟสปลอมปน ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อน DTA และ TGA



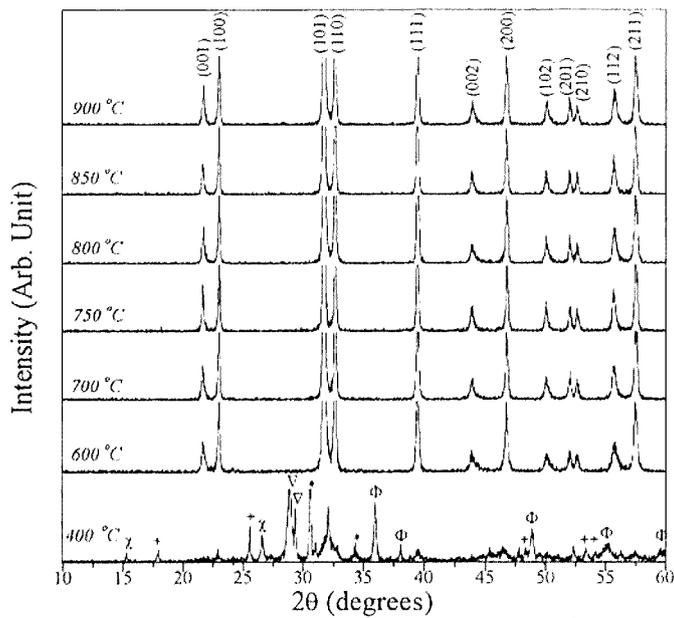
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของสารตั้งต้น PbO, BaCO₃ และ TiO₂ ที่ผสมกัน โดยอัตราของ PbO: BaCO₃ คือ 0.975: 0.025



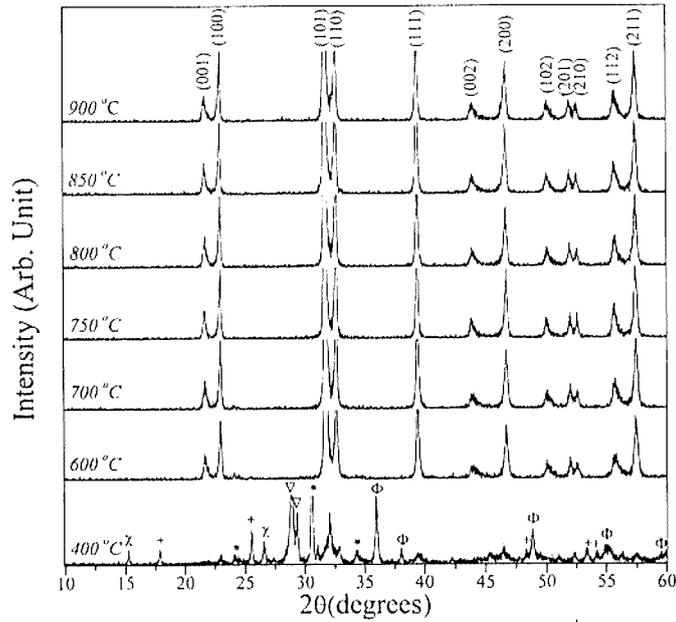
รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผล DTA และ TGA ของสารตั้งต้น PbO, BaCO₃ และ TiO₂ ที่ผสมกัน โดยอัตราของ PbO: BaCO₃ คือ 0.90: 0.10



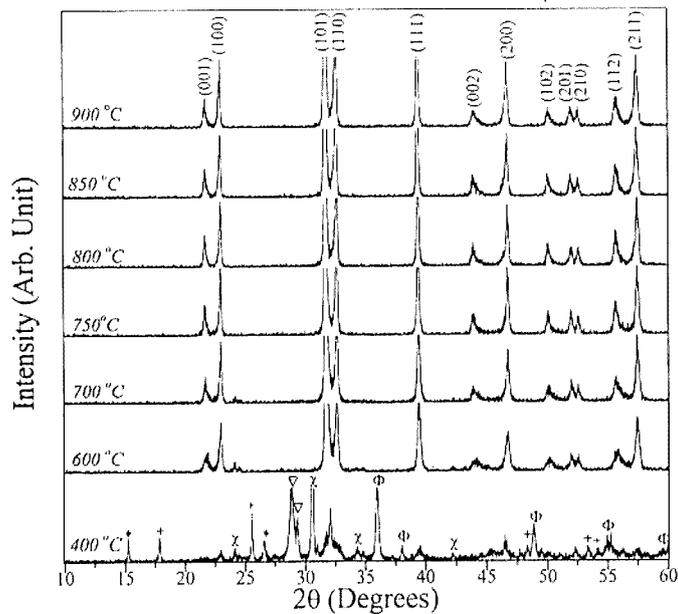
รูปที่ 4.3 XRD pattern ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (*) TiO_2 , (+) TiO_2 , (χ) BaCO_3 , (∇) PbO_2 และ (Φ) PbO .



รูปที่ 4.4 XRD pattern ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$ เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (*) TiO_2 , (+) TiO_2 , (χ) BaCO_3 , (∇) PbO_2 และ (Φ) PbO .



รูปที่ 4.5 XRD pattern ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ เฝ้าแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดย (*) TiO , (+) TiO_2 , (χ) BaCO_3 , (∇) PbO_2 และ (Φ) PbO .



รูปที่ 4.6 XRD pattern ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ เฝ้าแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดย (*) TiO , (+) TiO_2 , (χ) BaCO_3 , (∇) PbO_2 และ (Φ) PbO .

รูปที่ 4.7, 4.8, 4.9 และ 4.10 แสดงค่าคงที่แลตทิซพารามิเตอร์ c , a ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ และ $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ ตามลำดับ โดยสามารถหาได้จากสมการที่ 2.12 และ 2.14 พบว่าที่ปริมาณแบเรียมไอออนต่าง ๆ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ c มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ในขณะที่แลตทิซพารามิเตอร์ a มีแนวโน้มลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น อัตราส่วน c/a ของผงผลึกเลดแบเรียมไททานเตแสดงในรูปที่ 4.11 พบว่าอัตราส่วน c/a มีแนวโน้มลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและปริมาณแบเรียมไอออนเพิ่มขึ้นถึง 7.5 เปอร์เซ็นต์ อย่างไรก็ตามจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณแบเรียมไอออนในตัวอย่างเพิ่มขึ้นถึง 10.0 เปอร์เซ็นต์ โดยจะเห็นว่าแบเรียมไอออนที่เติมลงไปในเลดไททานเตมีผลทำให้อัตราส่วน c/a ลดลงจากประมาณ 1.064 เมื่อปริมาณแบเรียมไอออน 0 เปอร์เซ็นต์ เหลือประมาณ 1.059 เมื่อปริมาณแบเรียมไอออนเฉลี่ย 5 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 เนื่องจากเซรามิกแบเรียมไททานเตมีอัตราส่วน c/a ประมาณ 1.010 [69] ดังนั้นเมื่อเติมแบเรียมไอออนลงไปในเลดไททานเตจึงทำให้อัตราส่วน c/a ลดลง

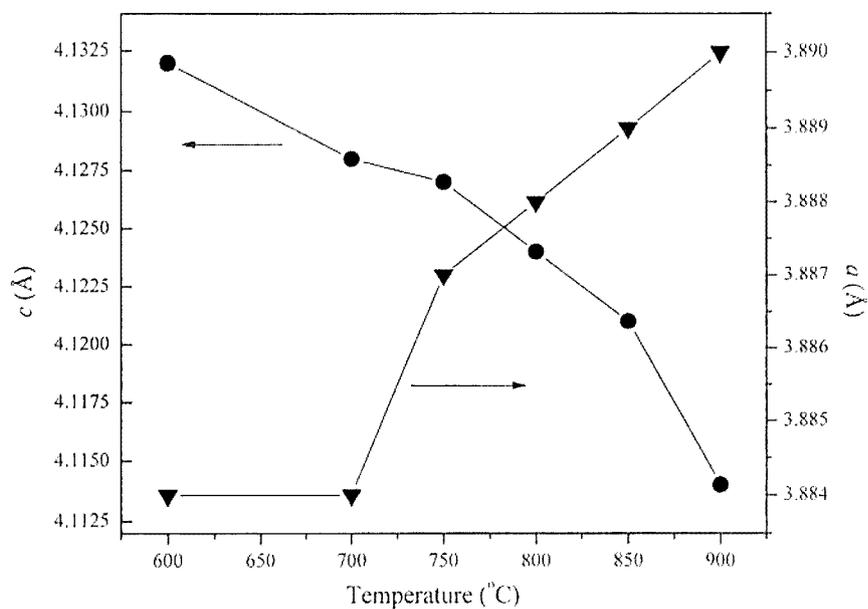
หาปริมาตรของหน่วยเซลล์โดยนำแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a มาคำนวณพบว่าปริมาตรของหน่วยเซลล์มีค่าเกือบคงที่เมื่อปริมาณแบเรียมไอออนเท่ากันแต่อุณหภูมิต่างกัน โดยมีปริมาตรหน่วยเซลล์เฉลี่ยประมาณ 62.3 ลูกบาศก์อังสตรอม แสดงในตาราง 4.1

จากการหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของโครงสร้างแบบเพอโรสกีโนนอลของผงผลึก $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{TiO}_3$ โดยนำข้อมูลที่ได้จาก XRD มาคำนวณโดยใช้สมการ 4.1

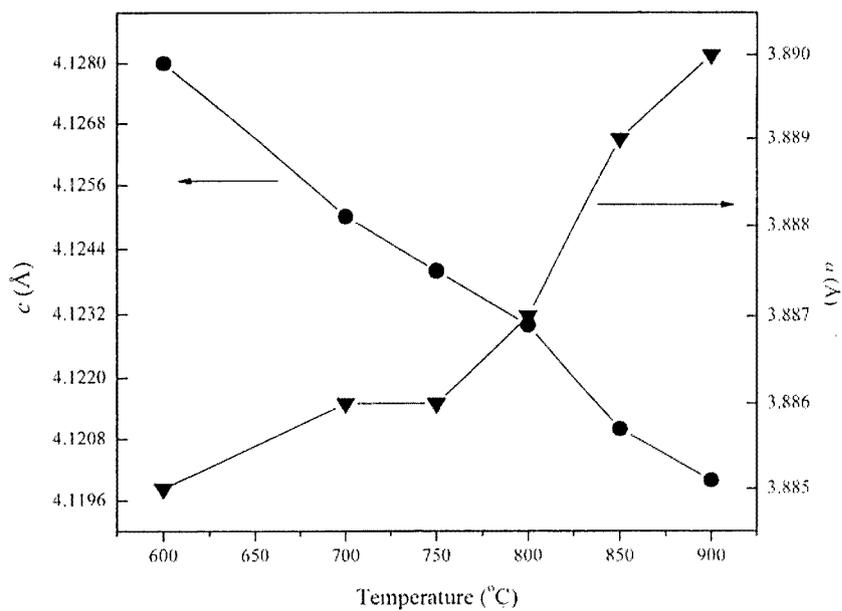
$$\% \text{ perovskite phase} = \left(\frac{I_{\text{perov}}}{I_{\text{perov}} + I_{\text{PbO}} + I_{\text{BaCO}_3} + I_{\text{TiO}_2} + I_{\text{PbO}_2} + I_{\text{TiO}}} \right) \times 100 \quad (4.1)$$

สมการนี้นิยมนำมาใช้หาความบริสุทธิ์ของสารที่มีโครงสร้างเป็นแบบเพอโรสกีโนนอลเชิงซ้อน โดย I_{perov} , I_{PbO} , I_{BaCO_3} , I_{TiO_2} , I_{PbO_2} และ I_{TiO} เป็นความสูงของพีค (101), PbO, BaCO₃, TiO₂, PbO₂ และ TiO ตามลำดับ

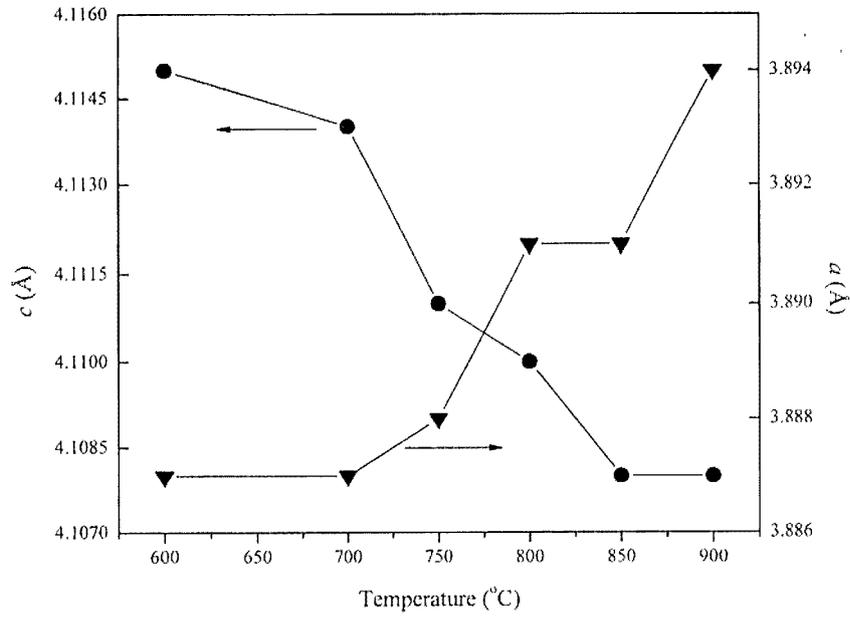
รูปที่ 4.12 แสดงเปอร์เซ็นต์เพอโรสกีโนนอลเฟสของผงผลึกเลดแบเรียมไททานเตที่มีปริมาณแบเรียมไอออนต่างกัน โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 400 ถึง 900 องศาเซลเซียส พบว่าทุกปริมาณแบเรียมไอออนความบริสุทธิ์ของโครงสร้างเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยมีความบริสุทธิ์ 100 เปอร์เซ็นต์ที่อุณหภูมิในการแคลไซน์ 800 องศาเซลเซียส ขึ้นไป



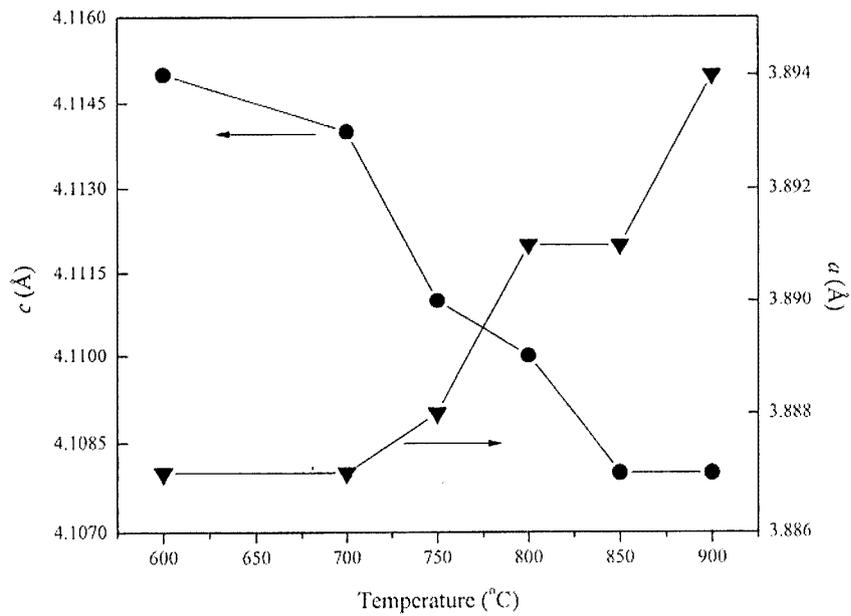
รูปที่ 4.7 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ



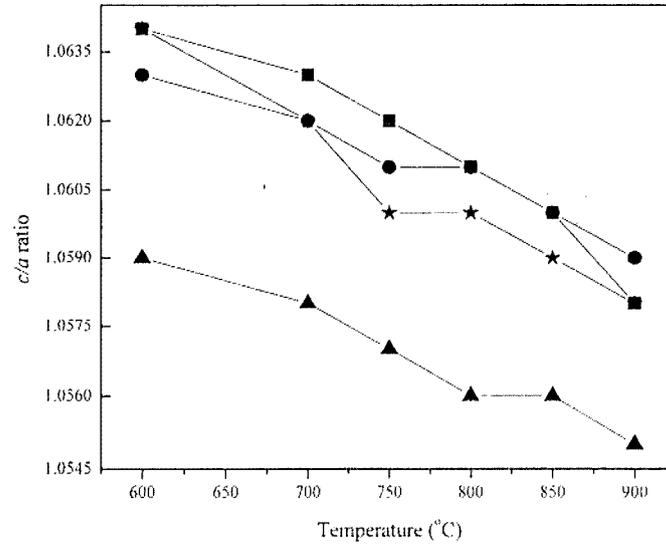
รูปที่ 4.8 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ



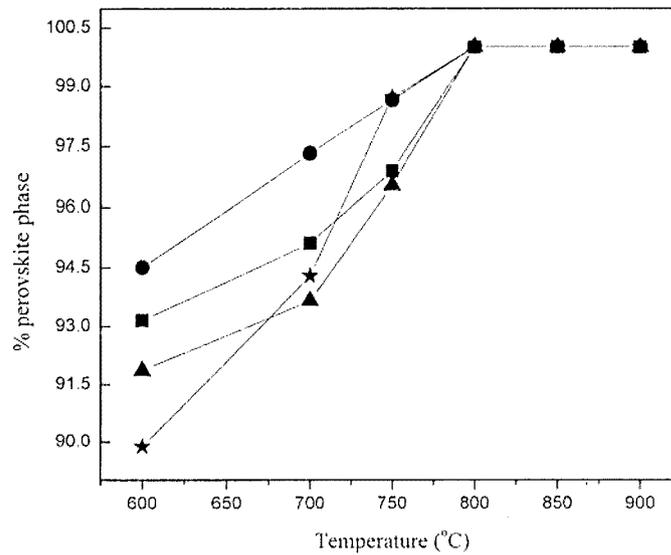
รูปที่ 4.9 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ



รูปที่ 4.10 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ต่าง ๆ



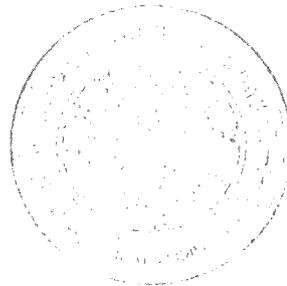
รูปที่ 4.11 อัตราส่วน c/a ของผลึกที่อุณหภูมิขึ้นเตอรืและปริมาณแบเรียมไอออนต่างๆ; (■) $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$, (●) $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$, (▲) $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ และ (★) $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$



รูปที่ 4.12 แสดงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์เฟสเพอโรฟสไกต์ของผลึก ที่อุณหภูมิและปริมาณแบเรียมไอออนต่างๆ; (■) $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$, (●) $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$, (▲) $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ และ (★) $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$

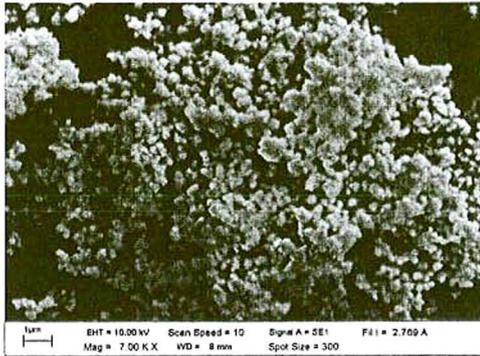
4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึก $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{TiO}_3$

รูปถ่ายผงผลึก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ และ $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ ด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงในรูปที่ 4.13, 4.14, 4.15 และ 4.16 ตามลำดับ จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกเลดแบเรียมไททานेटที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิและปริมาณแบเรียมไอออนต่างกัน พบว่าเมื่อปริมาณแบเรียมไอออนเท่ากันแต่อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่างกันขนาดของอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มขึ้น โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.13 ถึง 0.62, 0.14 ถึง 0.77, 0.14 ถึง 0.65 และ 0.14 ถึง 0.74 เมื่อมีปริมาณแบเรียมไอออนในผงผลึกเลดแบเรียมไททานेट 2.5, 5.0, 7.5 และ 10.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์เท่ากันปริมาณแบเรียมไอออนต่างกัน พบว่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณแบเรียมไอออนเพิ่มขึ้น ยกเว้นที่อุณหภูมิในการแคลไซน์ 900 องศาเซลเซียส โดยมีขนาด 0.13 ถึง 0.14, 0.16 ถึง 0.21, 0.24 ถึง 0.25, 0.30 ถึง 0.34, 0.39 ถึง 0.45 และ 0.43 ถึง 0.56 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์ 400, 600, 700, 750, 800 และ 850 องศาเซลเซียสตามลำดับ ดังแสดงในตาราง 4.1

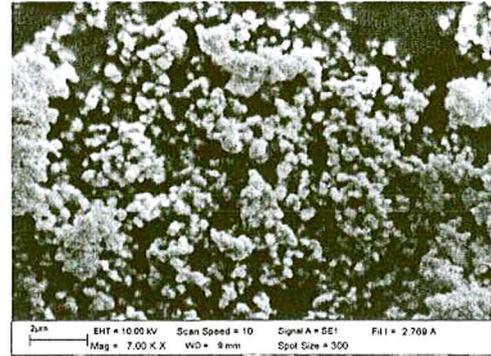


ตาราง 4.1 แสดง lattice parameter c และ a , อัตราส่วน c/a ขนาดอนุภาคเฉลี่ย และ ปริมาตร หน่วยเซลล์ของผงผลึก $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิและปริมาณแบเรียมไอออนต่างกัน

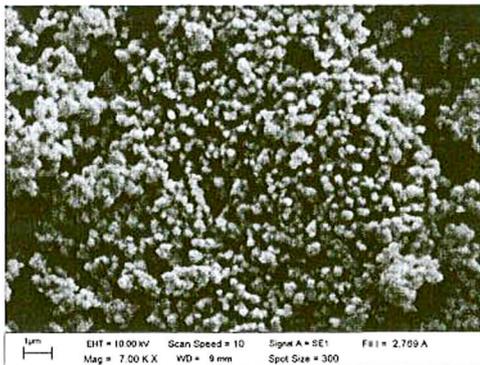
Ba ²⁺ contents (%)	calcination temperatures (°C)	lattice parameter (Å)		c/a ratio	average particle size (μm)	unit cell volume (Å ³)
		c	a			
2.5	400	-	-	-	0.13	-
	600	4.132	3.884	1.064	0.16	62.3
	700	4.128	3.884	1.063	0.24	62.3
	750	4.127	3.887	1.062	0.30	62.4
	800	4.124	3.888	1.061	0.39	62.3
	850	4.121	3.889	1.060	0.43	62.3
	900	4.114	3.890	1.058	0.62	62.3
5.0	400	-	-	-	0.14	-
	600	4.128	3.885	1.063	0.19	62.3
	700	4.125	3.886	1.062	0.24	62.3
	750	4.124	3.886	1.061	0.32	62.3
	800	4.123	3.887	1.061	0.43	62.3
	850	4.121	3.889	1.060	0.60	62.3
	900	4.120	3.890	1.059	0.77	62.3
7.5	400	-	-	-	0.14	-
	600	4.115	3.887	1.059	0.20	62.2
	700	4.114	3.887	1.058	0.25	62.2
	750	4.111	3.888	1.057	0.33	62.1
	800	4.110	3.891	1.056	0.44	62.2
	850	4.108	3.891	1.056	0.59	62.2
	900	4.108	3.894	1.055	0.65	62.3
10	400	-	-	-	0.14	-
	600	4.132	3.884	1.064	0.21	62.3
	700	4.129	3.887	1.062	0.25	62.4
	750	4.126	3.889	1.060	0.34	62.4
	800	4.122	3.890	1.060	0.45	62.4
	850	4.120	3.891	1.059	0.56	62.4
	900	4.117	3.893	1.058	0.74	62.4



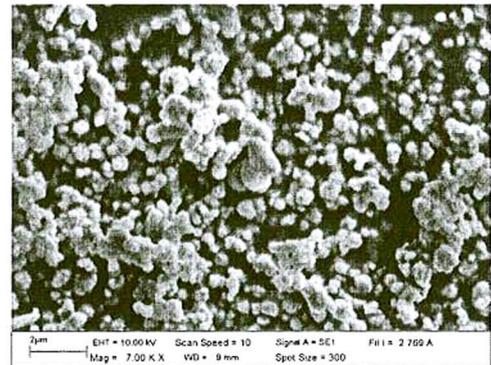
(a)



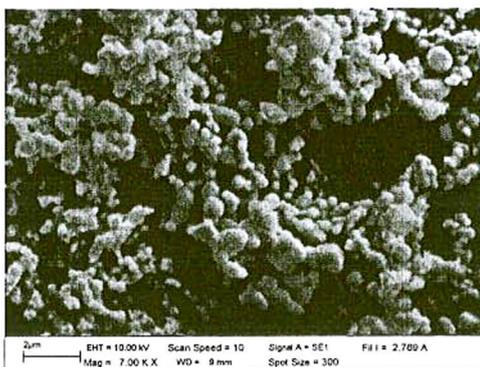
(b)



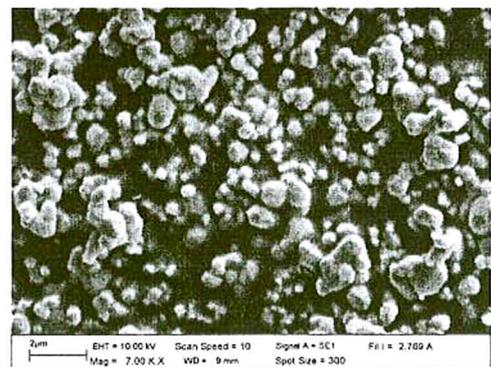
(c)



(d)

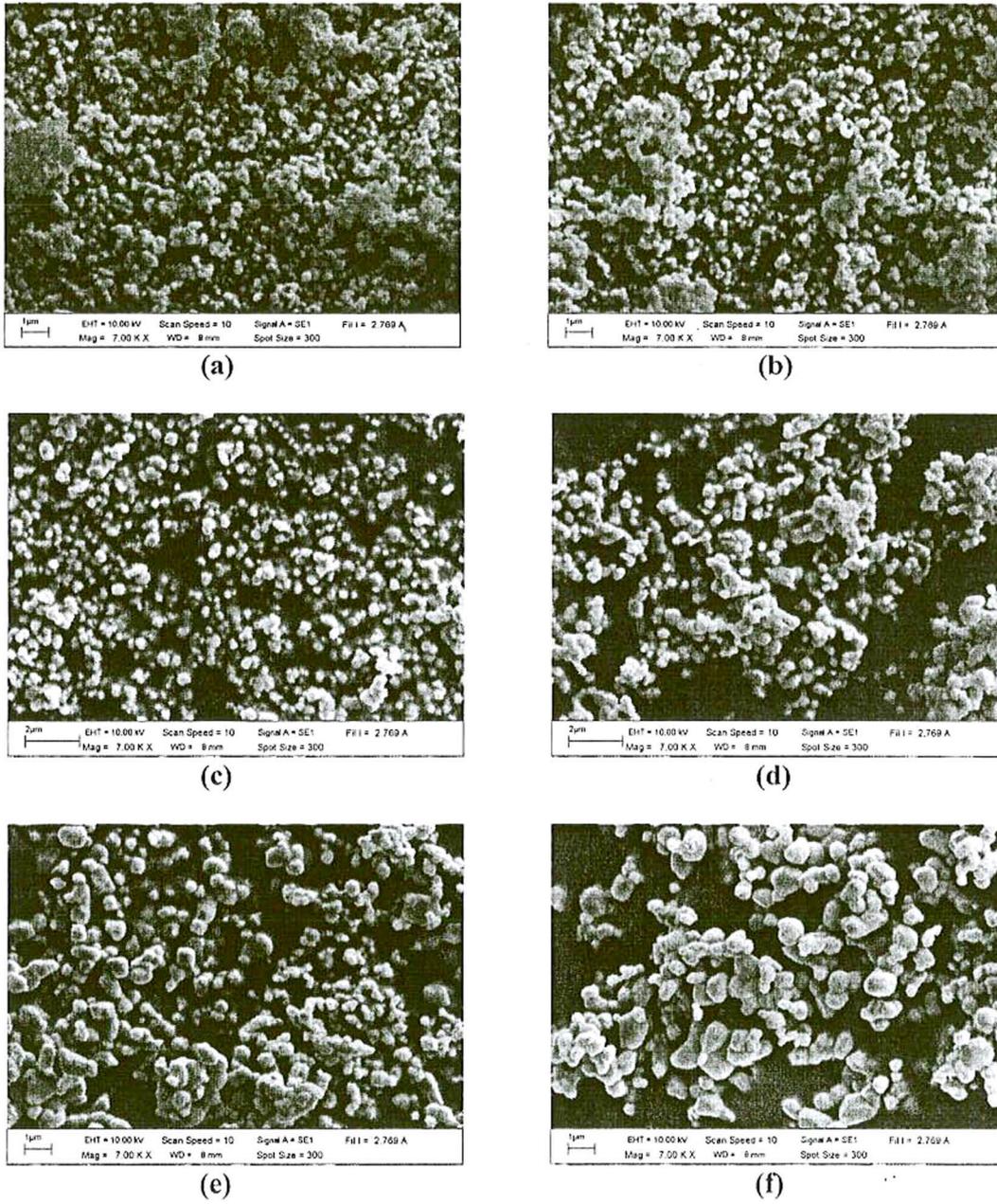


(e)

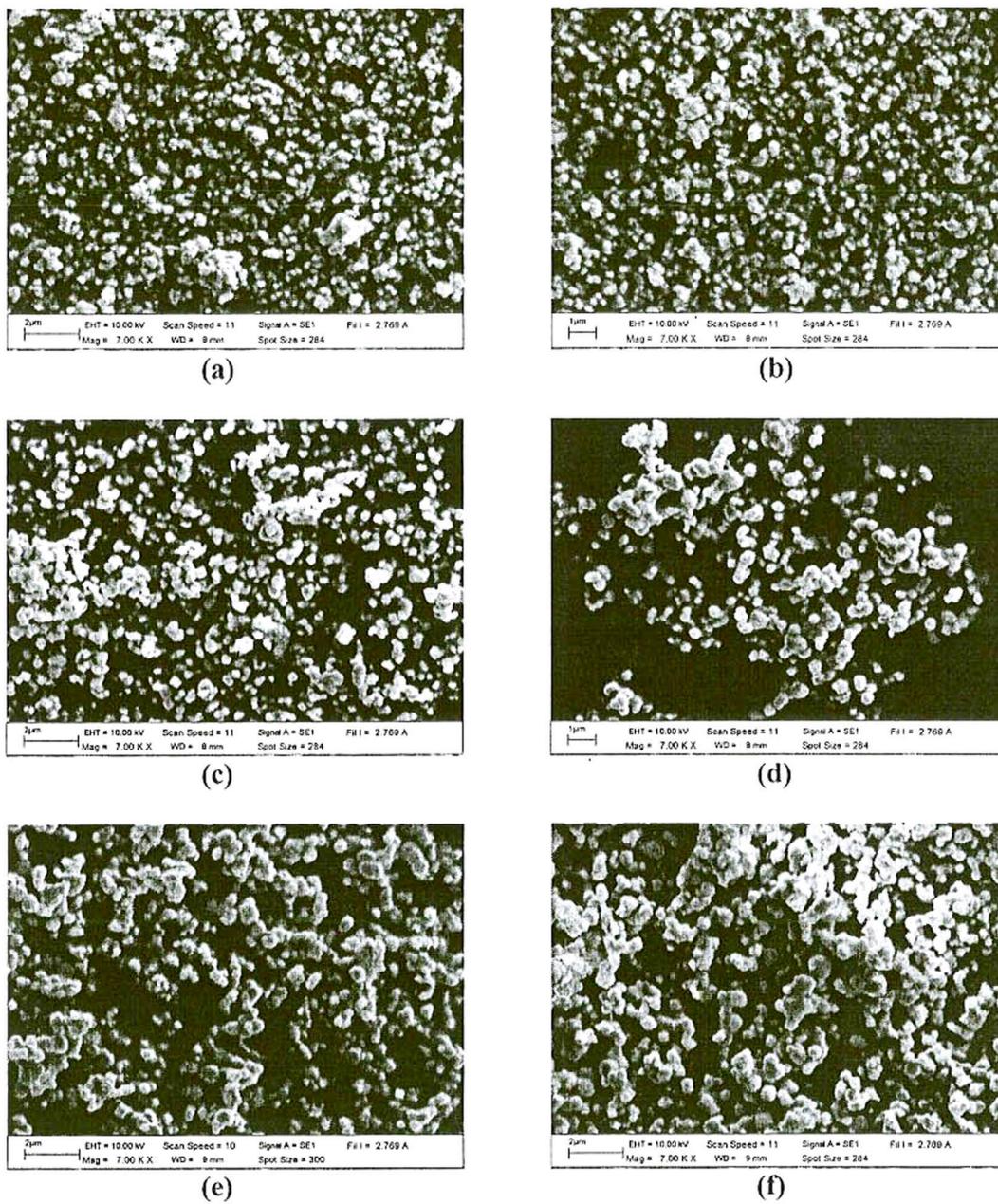


(f)

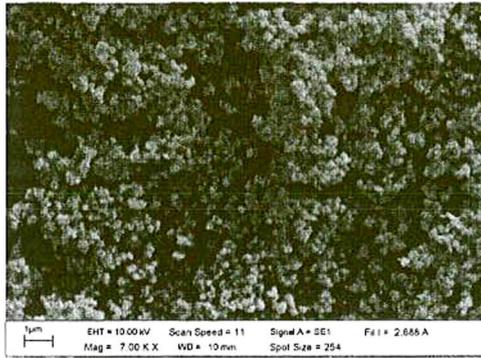
รูปที่ 4.13 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C และ (f) 900 °C



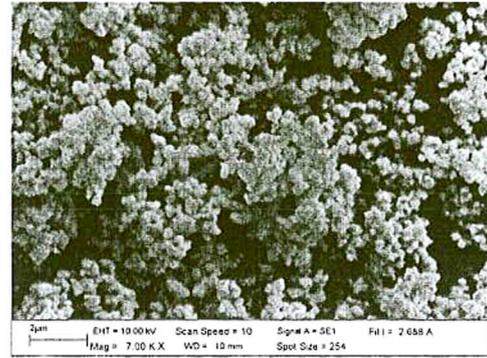
รูปที่ 4.14 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C และ (f) 900 °C



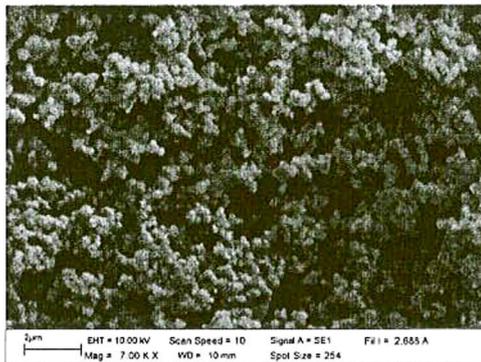
รูปที่ 4.15 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C และ (f) 900 °C



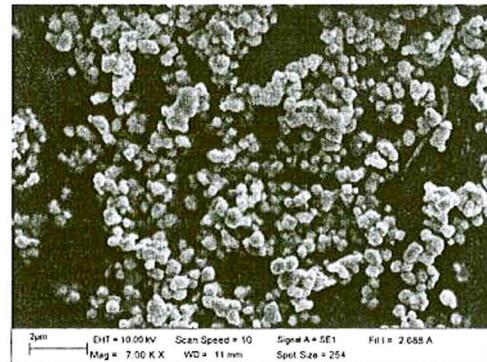
(a)



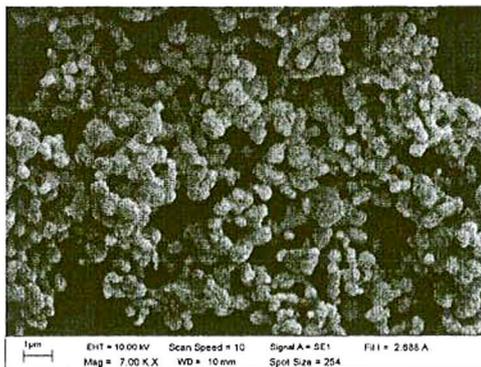
(b)



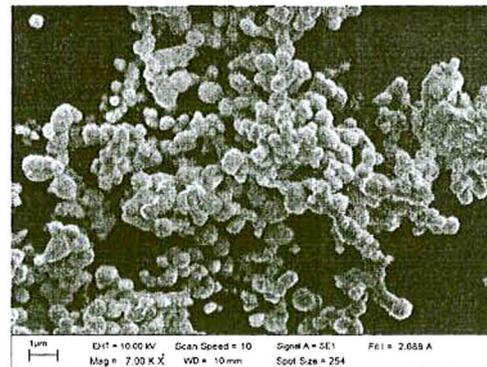
(c)



(d)



(e)



(f)

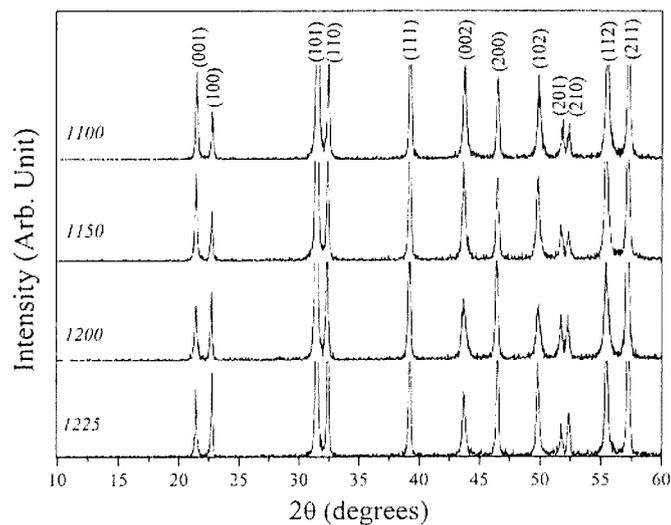
รูปที่ 4.16 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของผงผลึก $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 750 °C, (d) 800 °C, (e) 850 °C และ (f) 900 °C

4.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer) ของเซรามิก $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{TiO}_3$

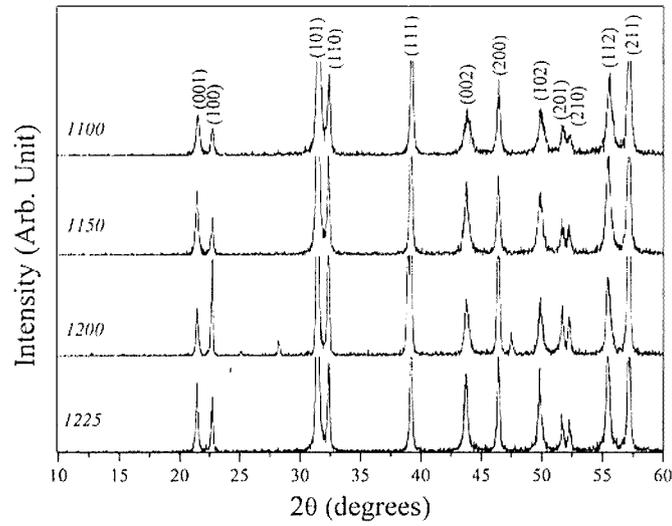
รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ และ $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ ที่เผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 ถึง 1225 องศาเซลเซียส แสดงดังรูป 4.17, 4.18, 4.19 และ 4.20 ตามลำดับ พบว่าไม่มีการเกิดเฟสปลอมปนขึ้นในทุกตัวอย่าง แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างมีความบริสุทธิ์ของโครงสร้างแบบเพอร์โรไทต์ 100 เปอร์เซ็นต์ และเมื่ออุณหภูมิในการขึ้นเตอร์สูงขึ้นพีคมีความคมชัดมากขึ้นเนื่องจากฐานพีคแคบลง

เมื่อคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ c , a และอัตราส่วน c/a ของเซรามิกเลดแบเรียมไททานาตที่เตรียมได้ พบว่าแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการขึ้นเตอร์เพิ่มขึ้นในเกือบทุกปริมาณแบเรียมไอออน ยกเว้นที่ปริมาณแบเรียมไอออน 7.5 เปอร์เซ็นต์ แลตทิซพารามิเตอร์ c และ a มีแนวโน้มลดลงเมื่ออุณหภูมิในการขึ้นเตอร์เพิ่มขึ้น ทำให้อัตราส่วน c/a มีค่าเกือบจะคงที่ เมื่อปริมาณแบเรียมไอออนเท่ากัน แต่อุณหภูมิในการขึ้นเตอร์ต่างกัน และที่อุณหภูมิในการขึ้นเตอร์เดียวกันมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณแบเรียมเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าปริมาณแบเรียมไอออนมีผลต่ออัตราส่วน c/a ดังแสดงในตาราง 4.2

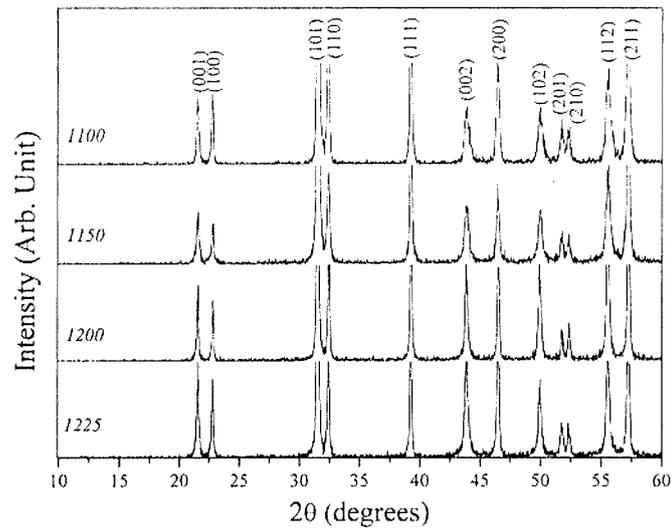
นำค่าแลตทิซพารามิเตอร์ c และ a มาคำนวณหาปริมาตรของหน่วยเซลล์ พบว่าเมื่อปริมาณแบเรียมไอออนเพิ่มขึ้นปริมาตรของหน่วยเซลล์มีแนวโน้มลดลง ดังตาราง 4.2



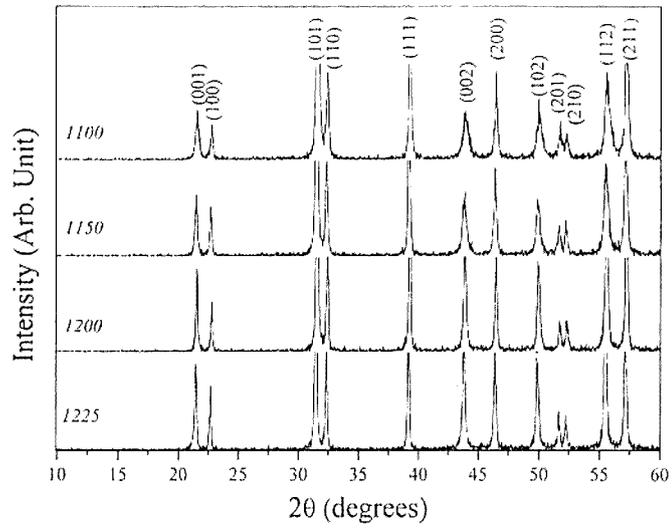
รูปที่ 4.17 XRD pattern ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ เผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.18 XRD pattern ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.19 XRD pattern ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



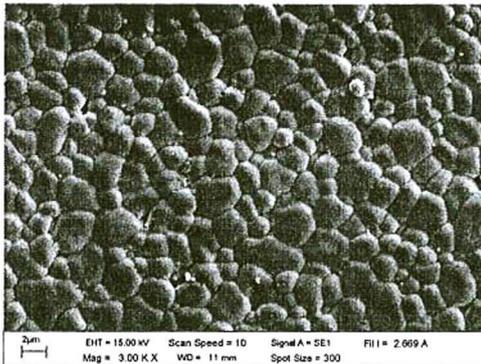
รูปที่ 4.20 XRD pattern ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ตาราง 4.2 แสดง lattice parameter c และ a , อัตราส่วน c/a , ขนาดของเกรนเฉลี่ย, ปริมาตรหน่วยเซลล์, ความหนาแน่น, ความหดตัว, ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่า การสูญเสียไดอิเล็กทริก ของเซรามิก $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{TiO}_3$ ที่อุณหภูมิต่างและปริมาณแม่พิมพ์ไอออนต่างกัน

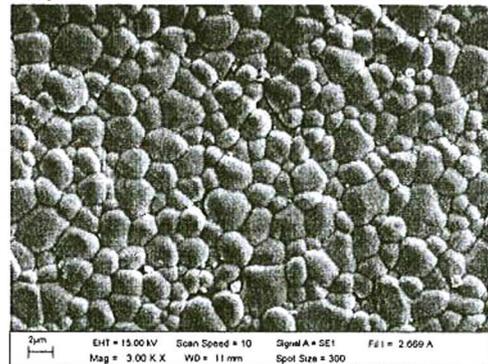
Ba ²⁺ contents (%)	sintering temperatures (°C)	lattice parameter (Å)		c/a ratio	average grain size (μm)	unit cell volume (Å^3)	density (g/cm^3)	shrinkage (%)	dielectric constant	dielectric loss
		c	a							
2.5	1100	4.138	3.908	1.059	1.93	63.2	7.132	12.33	2347.703	1.606
	1150	4.144	3.910	1.060	1.81	63.4	7.438	13.33	1196.954	1.100
	1200	4.147	3.916	1.059	2.60	63.6	7.432	12.00	1131.176	1.459
	1225	4.147	3.917	1.059	5.13	63.2	7.412	11.67	707.931	0.742
5.0	1100	4.133	3.910	1.057	1.56	63.2	7.282	8.67	3151.279	2.024
	1150	4.135	3.912	1.057	2.04	63.3	7.310	13.00	1393.840	1.007
	1200	4.137	3.915	1.057	2.15	63.4	7.296	12.00	865.721	1.495
	1225	4.144	3.918	1.058	8.46	63.6	7.235	11.33	1077.070	1.485
7.5	1100	4.133	3.912	1.057	0.90	63.3	7.343	13.67	550.269	0.458
	1150	4.133	3.913	1.056	3.05	63.3	7.419	13.33	1921.805	2.301
	1200	4.131	3.908	1.057	6.44	63.1	7.417	13.33	912.235	1.705
	1225	4.128	3.910	1.056	5.71	63.1	7.412	13.00	1431.993	1.481
10	1100	4.120	3.907	1.055	1.06	62.9	6.983	11.33	944.025	0.919
	1150	4.126	3.912	1.055	2.03	63.1	7.444	14.33	937.583	1.286
	1200	4.128	3.910	1.056	7.14	63.1	7.405	13.33	876.461	1.663
	1225	4.134	3.914	1.056	4.91	63.3	7.280	12.67	293.786	1.458

4.5 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) ของเซรามิก $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{TiO}_3$

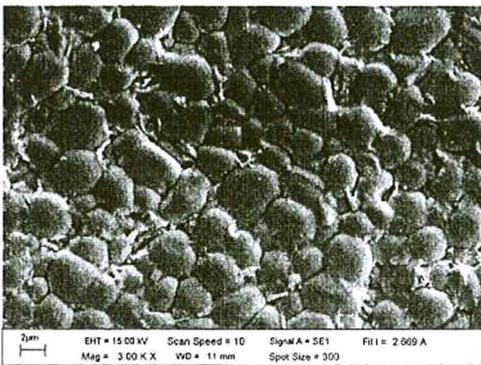
โครงสร้างจุลภาคของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$, $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ และ $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ต่างกัน แสดงในรูปที่ 4.21, 4.22, 4.23 และ 4.24 ตามลำดับพบว่าที่ปริมาณแบเรียมไอออน 2.5 และ 5.0 เปอร์เซ็นต์ เกรนมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้นและเห็นได้ชัดว่าเมื่อเผาที่ 1225 องศาเซลเซียส มีขนาดใหญ่ขึ้นมากซึ่งมีขนาดของเกรนแตกต่างจากตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ที่ 1200 องศาเซลเซียสอย่างชัดเจน เนื่องจากเซรามิกเริ่มละลายและรวมตัวกันมากขึ้น ที่ปริมาณแบเรียมไอออน 7.5 และ 10.0 เปอร์เซ็นต์ เกรนมีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส และจะลดลงเมื่อเผาซินเตอร์ที่ 1225 องศาเซลเซียส แสดงในตาราง 4.1



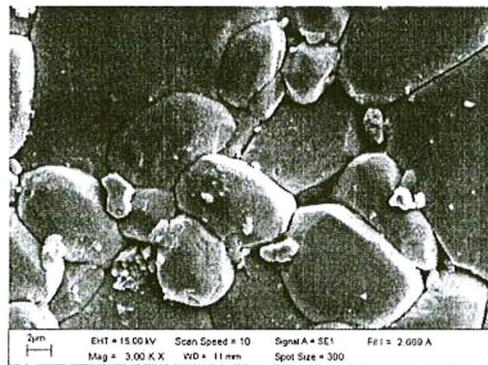
(a)



(b)

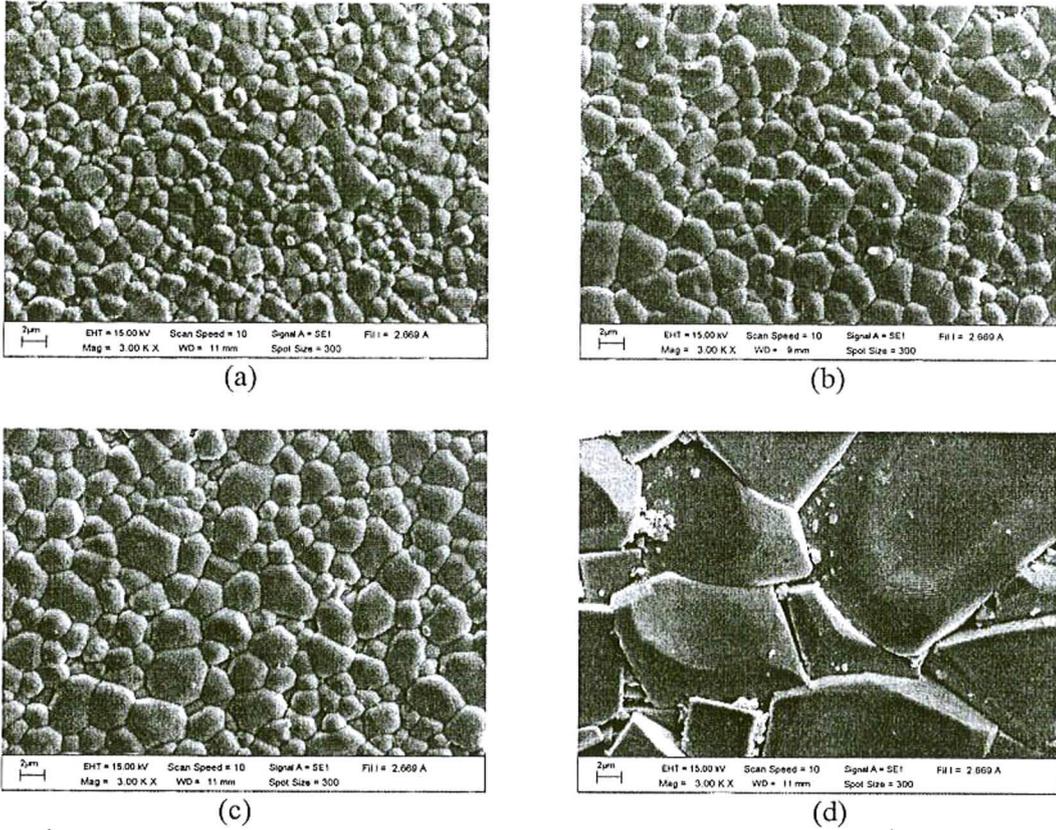


(c)



(d)

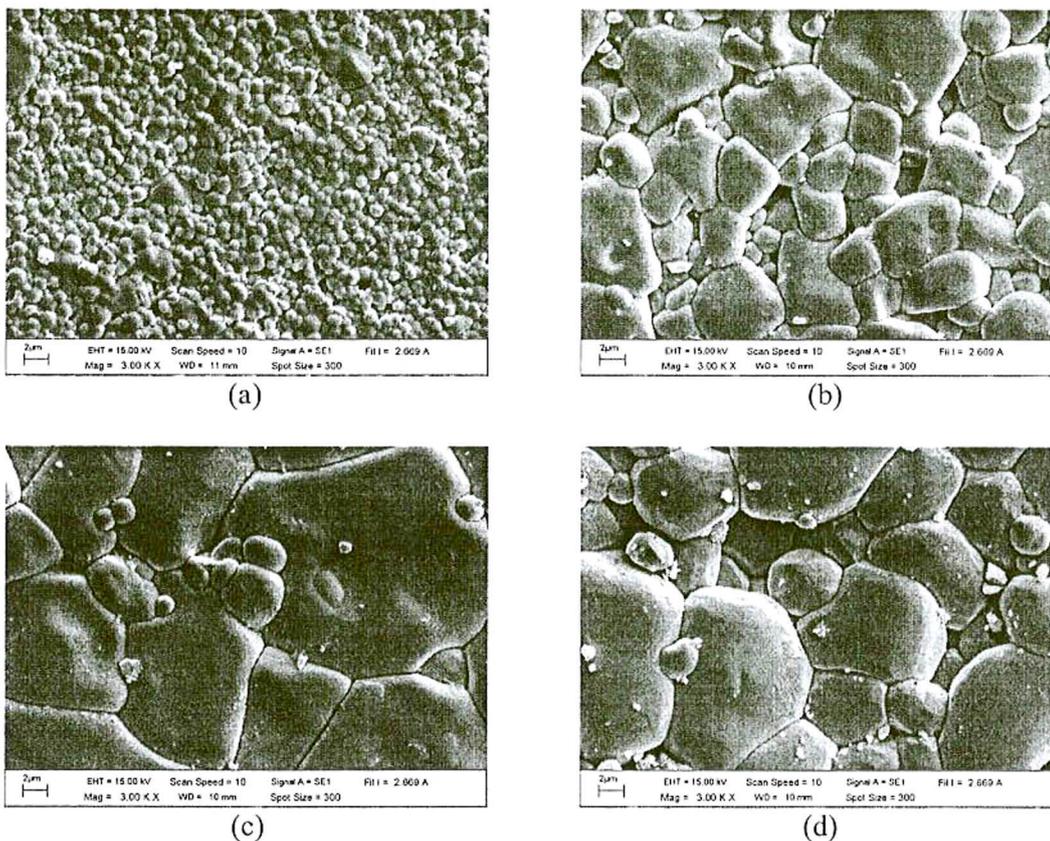
รูปที่ 4.21 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.975}\text{Ba}_{0.025})\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) 1100 °C, (b) 1150 °C, (c) 1200 °C และ (d) 1225 °C



รูปที่ 4.22 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.950}\text{Ba}_{0.050})\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$, (c) $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ (d) $1225\text{ }^{\circ}\text{C}$

4.6 ผลการหาค่าความหดตัวเชิงเส้นและความหนาแน่น

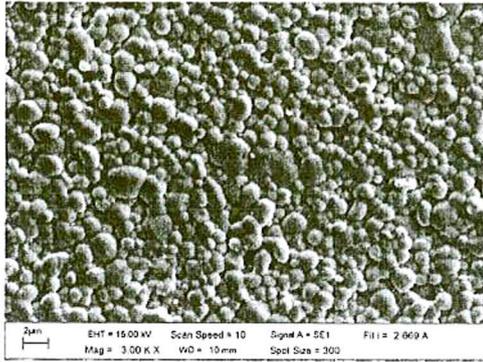
จากการคำนวณหาค่าความหดตัวเชิงเส้นของเซรามิกเลดแบเรียมไททานเตที่ได้จากการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ และปริมาณแบเรียมไอออนต่าง ๆ พบว่ามีเปอร์เซ็นต์การหดตัวมากที่สุดเมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียสในเกือบทุกปริมาณไอออน โดยมีค่า 13.33, 13.00, 13.33 และ 14.33 เปอร์เซ็นต์ เมื่อมีปริมาณแบเรียมไอออน 2.5, 5.0, 7.5 และ 10.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ยกเว้นที่ปริมาณแบเรียมไอออน 7.5 เปอร์เซ็นต์พบว่ามีเปอร์เซ็นต์การหดตัวมากที่สุดเมื่อเผาซินเตอร์ที่ 1100 องศาเซลเซียส โดยมีค่า 13.67 เปอร์เซ็นต์ และจากการคำนวณหาค่าความหนาแน่นพบว่าความหนาแน่นมีค่ามากที่สุดเมื่อใช้อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1150 องศาเซลเซียส ในทุกปริมาณแบเรียมไอออน โดยมีค่า 7.438, 7.310, 7.419 และ 7.444 เมื่อมีปริมาณแบเรียมไอออนในตัวอย่าง 2.5, 5.0, 7.5 และ 10.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งสัมพันธ์กับค่าการหดตัวเชิงเส้น แสดงในตาราง 4.2



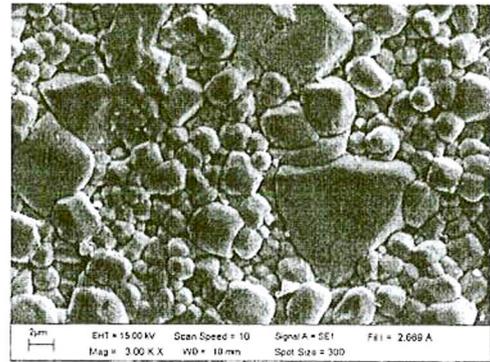
รูปที่ 4.23 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดย (a) $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$, (c) $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ (d) $1225\text{ }^{\circ}\text{C}$

4.7 ผลการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก

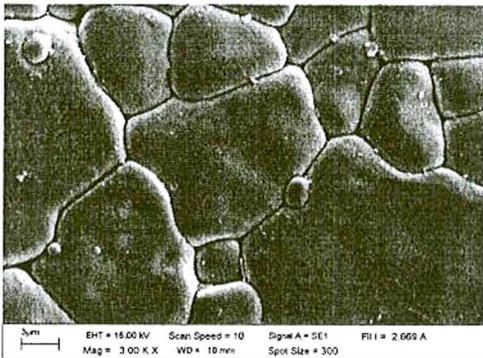
ผลจากการวัดและคำนวณค่าไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้อง ของเซรามิกเลดแบเรียมไททาเนตที่ได้จากการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าเมื่อมีปริมาณแบเรียมไอออนในตัวอย่าง 2.5 และ 10.0 เปอร์เซ็นต์ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลงเมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์เพิ่มขึ้น ที่ปริมาณแบเรียมไอออน 5.0 มีแนวโน้มลดลงเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้นถึง 1200 องศาเซลเซียส จากนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 1225 องศาเซลเซียส ส่วนที่ปริมาณแบเรียมไอออน 7.5 เปอร์เซ็นต์ มีค่าไม่แน่นอนโดยมีค่ามากที่สุด 1921.805 ที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1150 องศาเซลเซียส ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมีค่าไม่คงที่ที่ปริมาณแบเรียมไอออนและอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ต่างกัน โดยเซรามิก $(\text{Pb}_{0.925}\text{Ba}_{0.075})\text{TiO}_3$ มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกมากที่สุด 2.301 เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 4.2



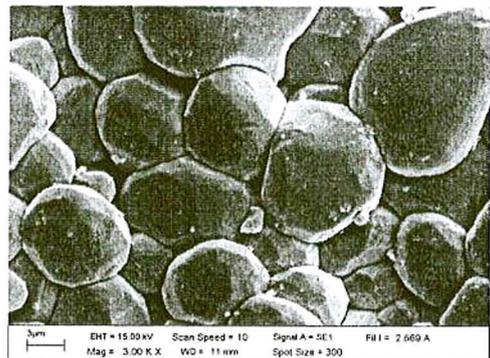
(a)



(b)



(c)



(d)

รูปที่ 4.24 รูปถ่ายจากกล้อง SEM ของเซรามิก $(\text{Pb}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{TiO}_3$ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดย (a) 1100°C , (b) 1150°C , (c) 1200°C และ (d) 1225°C