

การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำออกซิเจนไอออนของ
แบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($Ba_3MgTa_{2-x}M_xO_{9.8}$) และ
แบเรียมแคลเซียมแทนทาลेट ($Ba_3CaTa_{2-x}M_xO_{9.8}$) เมื่อ M คือ
อิตเทียมไอออน (Y^{3+}) อินเดียมไอออน (In^{3+})
และบิตมัสไอออน (Bi^{3+})

STUDY OF POSSIBLE OXYGEN ION CONDUCTION IN
BARIUM MAGNESIUM TANTALATE ($Ba_3MgTa_{2-x}M_xO_{9.8}$)
AND BARIUM CALCIUM TANTALATE
($Ba_3CaTa_{2-x}M_xO_{9.8}$); M = Y^{3+} , In^{3+} AND Bi^{3+}

เฟื่องฟ้า ชานูชัย
รักรินทร์ พิชัยถาวรภัทร์
รัชพร ศรีสุข

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำออกซิเจนไอออนของ
แบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลเตต ($Ba_3MgTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$) และ
แบเรียมแคลเซียมแทนทาลเตต ($Ba_3CaTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$) เมื่อ M คือ
อิตเทียมไอออน (Y^{3+}) อินเดียมไอออน (In^{3+})
และบิตม์สไอออน (Bi^{3+})

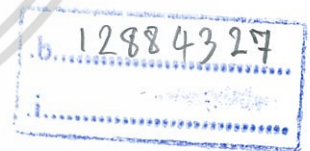
STUDY OF POSSIBLE OXYGEN ION CONDUCTION IN
BARIUM MAGNESIUM TANTALATE ($Ba_3MgTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$)
AND BARIUM CALCIUM TANTALATE
($Ba_3CaTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$); M = Y^{3+} , In^{3+} AND Bi^{3+}



T149491

เฟื่องฟ้า ชานูชัย
รักรินทร์ พิชัยถาวรภัสร์
รัชพร ศรีสุข

ดงหมู่.....
ลงทะเบียน 149491
รับเดือนปี - 8 ส.ค. 2561



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2559

STUDY OF POSSIBLE OXYGEN ION CONDUCTION IN
BARIUM MAGNESIUM TANTALATE ($\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_{9-\delta}$)
AND BARIUM CALCIUM TANTALATE
($\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_{9-\delta}$); $\text{M} = \text{Y}^{3+}, \text{In}^{3+}$ AND Bi^{3+}



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHERLOR OF SCIENCE
(INDUSTRIAL CHEMISTRY)

DEPARTMENT OF CHEMISTRY FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำออกซิเจนไอออนของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลิต (Ba₃MgTa_{2-x}M_xO_{9-δ}) และ แบเรียมแคลเซียมแทนทาลิต (Ba₃CaTa_{2-x}M_xO_{9-δ}) เมื่อ M คือ อิตเทียมไอออน (Y³⁺) อินเดียมไอออน (In³⁺) และ บิตม์สไอออน (Bi³⁺)

Study of possible oxygen ion conduction in barium magnesium tantalite (Ba₃MgTa_{2-x}M_xO_{9-δ}) and barium calcium tantalate (Ba₃CaTa_{2-x}M_xO_{9-δ}); M = Y³⁺, In³⁺ and Bi³⁺

ชื่อนักศึกษา นางสาวเฟื่องฟ้า ชาญชัย รหัสนักศึกษา 56050558
นางสาวรักรินทร์ พิชัยถาวรภัทร์ รหัสนักศึกษา 56050573
นางสาวรัชพร ศรีสุข รหัสนักศึกษา 56050580

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา เคมี
ปีการศึกษา 2559
อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.นราธิป วิทยากร

คณะวิทยาศาสตร์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2559

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร ประธานกรรมการ	
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการ	
รศ.ดร.นราธิป วิทยากร กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำออกซิเจนไอออนของแบเรียมแมกนีเซียม-แทนทาลेट ($\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_{9.8}$) และ แบเรียมแคลเซียมแทนทาลेट ($\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_{9.8}$) เมื่อ M คือ อิตเทียมไอออน (Y^{3+}) อินเดียมไอออน (In^{3+}) และ บิตม์สไอออน (Bi^{3+})	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวเฟื่องฟ้า ชาญชัย	รหัสนักศึกษา 56050558
	นางสาวรักรินทร์ พิชัยถาวรภัทร์	รหัสนักศึกษา 56050573
	นางสาวรัชพร ศรีสุข	รหัสนักศึกษา 56050580
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)	
ภาควิชา	เคมี	
คณะ	วิทยาศาสตร์	
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)	
ปีการศึกษา	2559	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร. นราธิป วิทยาการ	

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์เซรามิกในระบบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_{9.8}$) และ แบเรียมแคลเซียมแทนทาลेट ($\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_{9.8}$) เมื่อ M คือ อิตเทียมไอออน (Y^{3+}) อินเดียมไอออน (In^{3+}) และ บิตม์สไอออน (Bi^{3+}) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08 ซึ่งเตรียมอนุภาคผงตัวอย่างให้ได้วัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction method) แล้วนำไปขึ้นรูปเซรามิกด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก จากนั้นนำไปเผาซินเตอร์ (Sintering) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเวลา โดยช่วงอุณหภูมิ คือ 1400 ถึง 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ถึง 48 ชั่วโมง เพื่อให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมที่สามารถเตรียมเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุด จากนั้นนำเซรามิกที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ซึ่งสามารถแสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ และขนาดผลึก วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยแสดงการดูดกลืนอินฟราเรดด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ตรวจวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และตรวจสอบสมบัติการนำไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Conductivity) จากการศึกษา พบว่า เซรามิกที่เตรียมได้มีวัฏภาคหลัก คือ เพอร์อฟสไกต์ และพบวัฏภาคอื่นเจือปนเพียงเล็กน้อยในทุกสัดส่วนองค์ประกอบ ซึ่งเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุด คือ 85.31 เปอร์เซ็นต์ จากการเตรียมเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{1.96}BiO_{9.8}$ ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{1.96}BiO_{9.8}$ มีค่าการนำไฟฟ้า เท่ากับ 0.0037 S cm^{-1}

คำสำคัญ : การนำออกซิเจนไอออน แบเรียมแคลเซียมแทนทาลेट แบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Study of possible oxygen ion conduction in barium magnesium tantalate ($Ba_3MgTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$) and barium calcium tantalate ($Ba_3CaTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$); $M = Y^{3+}$, In^{3+} and Bi^{3+}	
Students	Miss Fuangfa Chanchai	Student ID 56050558
	Miss Rakwarin Phichaitavornpas	Student ID 56050573
	Miss Ratchaporn Srisuk	Student ID 56050580
Degree	Bachelor of Science (Industrail chemistry)	
Department	Chemistry	
Faculty	Science	
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)	
Academic Yea	2016	
Advisor	Assoc. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn	

Abstract

The ceramic of $Ba_3MgTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$ and $Ba_3CaMgTa_{2-x}M_xO_{9-\delta}$; $M = Y^{3+}$, In^{3+} and Bi^{3+} with $x = 0.02$, 0.04 and 0.08 were investigated via solid state reaction in this research project. The synthesis parameter such as sintering temperature and time were varied to obtain the pure phase with maximum density ceramics. The temperature range of 1400 - 1450 °C for 12 - 48 hours was varied in this work Phase-purity check and structure analysis were performed using the X-ray diffraction technique. Lattice parameter and crystalline size were calculated via XRD data. Functional group and morphology were analysed by FTIR and SEM. All study compositions exhibited perovskite as a major phase; a few impurities were also detected. The morphology of ceramic was characterized by SEM, and functional group analysis was studied by FTIR spectrum. The maximum density of 85.31% was observed in the $Ba_3CaMgTa_{1.96}BiO_{9-\delta}$ ceramic. The $Ba_3CaMgTa_{1.96}BiO_{9-\delta}$ ceramic exhibited of electrical conductivity about 0.0037 S cm^{-1}

Keywords : Oxygen ion conducting, barium calcium tantalate, barium magnesium tantalate, solid state reaction



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.นราธิป วิทยากร อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษฉบับนี้ที่ได้ให้ความรู้ คำปรึกษาที่ดี ตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ สอนทักษะในการทำงานและคอยเอาใจใส่ด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร ประธานกรรมการและ ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการโครงการพิเศษในการให้คำปรึกษาและแนะนำเทคนิคต่างๆ ในการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่าน ที่ประสิทธิประสาทวิชาความรู้ต่างๆ ให้

ขอขอบพระคุณพี่นักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่ให้คำแนะนำในการใช้อุปกรณ์และสารเคมี รวมถึงการใช้งานเครื่องมือต่างๆ ตลอดจนเอื้อเฟื้อและอำนวยความสะดวกในการทดลอง

ขอขอบพระคุณพี่ๆ เพื่อนๆ ทุกคน ที่คอยให้คำปรึกษา ให้ความช่วยเหลือ เป็นกำลังใจ ให้สามารถดำเนินโครงการพิเศษนี้ผ่านไปได้ด้วยดี

เฟื่องฟ้า ชาญชัย
 รักรินทร์ พิชัยถาวรภัสร์
 รัชพร ศรีสุข

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฏ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 เซลล์เชื้อเพลิง.....	5
2.1.1 ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง.....	6
2.1.2 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ (Solid Oxide Fuel Cell; SOFC).....	9
2.2 ปัจจัยที่มีผลต่อความสามารถในการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์.....	11
2.2.1 การเพิ่มสภาพนำไอออนจากส่วนประกอบในสารอิเล็กโทรไลต์.....	12
2.2.2 การเพิ่มสภาพนำไอออนด้วยโครงสร้างระดับจุลภาค.....	13
2.2.3 การเพิ่มสภาพนำไอออนด้วยกระบวนการเตรียม.....	15
2.3 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure).....	17
2.3.1 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติ (Ideal perovskite structure).....	17
2.3.2 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์เชิงซ้อน (Complex perovskite structure).....	17
2.4 การสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction).....	19
2.5 กระบวนการบดย่อยด้วยลูกบด (Ball mill).....	20
2.5.1 หลักการในการบดย่อย.....	20
2.6 กระบวนการเผาซินเตอร์ (Sintering process).....	21
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.7.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD).....	22
2.7.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM).....	24
2.7.3 การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR).....	26
2.7.4 การวิเคราะห์สมบัติการนำไฟฟ้าด้วยเครื่องแอลซีอาร์ (LCR Meter).....	27
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31
บทที่ 3 ขั้นตอนและการดำเนินงานวิจัย.....	49
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	49
3.2 สารเคมี.....	49
3.3 การเตรียมผงในระบบ BMTY.....	50
3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิกในระบบ BMTY.....	52
3.5 การเตรียมผงในระบบ BMTI.....	53
3.6 การเตรียมผงในระบบ BMTB.....	54
3.7 การเตรียมผงในระบบ BCTY.....	54
3.8 การเตรียมผงในระบบ BCTI.....	55
3.9 การเตรียมผงในระบบ BCTB.....	56
3.10 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง.....	55
3.11 การวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบ.....	57
3.12 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว.....	58
3.13 การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้า.....	59
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล.....	61
4.1 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$	61

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.1.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปก- โทรสโกปี	61
4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	62
4.1.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	63
4.1.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการแช่ในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	63
4.1.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	67
4.2 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$	69
4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปก โทรสโกปี	69
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	70
4.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	72
4.2.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการแช่ในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	72
4.2.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	75
4.3 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$	77
4.3.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปก โทรสโกปี	77
4.3.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	78
4.3.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	80
4.3.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการแช่ในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	80

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$	84
4.4.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปก- โทรสโกปี	84
4.4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	85
4.4.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน	87
4.4.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการแช่ในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	87
4.4.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	89
4.5 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$	91
4.5.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปก- โทรสโกปี	91
4.5.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	92
4.5.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	94
4.5.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการแช่ในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	94
4.5.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์.....	98
4.6 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$	100
4.6.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปก- โทรสโกปี	100
4.6.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	101
4.6.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	103

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.6.3.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิกระบวนการเผาซินเตอร์.....	103
4.7 การวิเคราะห์การนำไฟฟ้าด้วยเครื่องแอลซีอาร์ (LCR meter).....	107
4.7.1 การวิเคราะห์การนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$	107
4.7.2 การวิเคราะห์การนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$	108
บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	110
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	110
5.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไข.....	111
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	111
เอกสารอ้างอิง.....	112
ภาคผนวก.....	114

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงการนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 773 องศาเคลวินและพลังงานกระตุ้นของ $Zr_{0.8-x}Ce_xY_{0.2}O_{1.9}$ โดยที่ $x = 0, 0.3, 0.5$	37
3.1 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BMTY.....	51
3.2 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BMTI.....	54
3.3 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BMTB.....	54
3.4 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BCTY.....	55
3.5 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BCTI.....	55
3.6 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BCTB.....	56
4.1 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a = b \neq c$) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	63
4.2 แสดงค่าความหนาแน่น (density) หลังเผาของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	64
4.3 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a = b \neq c$) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$: BCTY เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	72
4.4 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$: BCTY เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	73
4.5 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a = b \neq c$) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BCTI เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	80
4.6 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BCTI เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	81
4.7 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a และ c) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$: BMTB เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	86
4.8 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$: BMTB เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	87

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.9 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a และ c) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$: BMTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	94
4.10 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$: BMTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	100
4.11 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a และ c) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BMTI เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	103
4.12 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BMTI เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	104
4.13 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$	107
4.1.4 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$	109

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 แสดงแนวโน้มการใช้พลังงานในอนาคต.....	1
2.1 แสดงองค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง.....	5
2.2 แสดงรถยนต์ทั่วไปที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน.....	6
2.3 แสดงเซลล์เชื้อเพลิงแบบเกลืออัลคาไลน์ที่ใช้ในยานอวกาศของพอลโล.....	7
2.4 แสดงรถประจำทางขนส่งที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงแบบกรดฟอสฟอริก.....	7
2.5 แสดงเซลล์เชื้อเพลิงแบบคาร์บอนเนตหลอมที่ใช้ในโรงงานไฟฟ้า.....	8
2.6 แสดงที่จ่ายกระแสไฟฟ้าและน้ำร้อนสำหรับครัวเรือนขนาด 1 kW.....	9
2.7 แสดงหลักการของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์แข็ง(Solid Oxide Fuel Cell, SOFC).....	10
2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างส่วนประกอบโครงสร้างระดับจุลภาคและกระบวนการผลิตที่มีผลต่อสภาพนำไอออนของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ของแข็ง.....	11
2.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Effective index และสภาพนำไอออนที่ 800 องศาเซลเซียสของซีเรีย.....	14
2.10 แสดงอัตราส่วนของความต้านทานที่ขอบเกรนต่อความต้านทานรวมซึ่งเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ YSZ.....	16
2.11 แสดงโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ในอุดมคติของ $BaTiO_3$	17
2.12 แสดงโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ $Sr_2D_xRuO_6$	18
2.13 แสดงโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ Sr_2GdRuO_6	19
2.14 แสดงหลักการการทำงานที่เกิดขึ้นภายในหม้ออบ.....	20
2.15 แสดงกระบวนการเผาซินเตอร์ (a) ก่อนเผาซินเตอร์ (b) ช่วงเริ่มต้น (c) ช่วงกลาง (d) ช่วงสุดท้าย.....	22
2.16 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	23
2.17 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์.....	23
2.18 แสดงความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด.....	24
2.19 แสดงหลักการการทำงานของเครื่อง SEM.....	26
2.20 แสดงส่วนประกอบของระบบ FT-IR.....	27
2.21 แสดงวงจร Wheataone Bridge.....	29
2.22 แสดงวงจร Current-Voltage Technique.....	30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.23 แสดงค่าการนำความร้อนของระบบ $\text{La}_{0.6}\text{Ba}_{0.4}\text{InO}_{3.8}$ ที่ความเข้มข้นของแบเรียม 0-5 เปอร์เซ็นต์โมล.....	32
2.24 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{La}_{0.6}\text{Ba}_{0.4}\text{InO}_{3.8}$ เมื่อเจือแบเรียม (a) 0 mol%, (b) 2 mol%, (c) 3 mol%, (d) 4 mol%, และ (e) 5 mol%.....	32
2.25 แสดงโครงสร้างผลึกและความหนาแน่นของอิเล็กตรอนของ C12A7.....	33
2.26 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของ C12A7 ที่มีไอออนลบ (anion) ต่างกัน คือ C12A7:O^{2-} , C12A7:OH^- , C12A7:O^-	34
2.27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{Gd}_{1-x}\text{Ca}_x\text{AlO}_{3.6}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ($x = 0-0.3$).....	35
2.28 แสดงผลกระทบของการเจือแคลไซน์ที่มีผลต่อการนำไฟฟ้าและพลังงานกระตุ้นของระบบแกดโกลีนีเยมออกไซด์.....	35
2.29 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{Sr}_4\text{In}_{2-x}\text{Ga}_x\text{Zr}_2\text{O}_{11}$ เทียบกับ $\text{Sr}_2\text{In}_2\text{Zr}_2\text{O}_{11}$	36
2.30 แสดงค่าการนำไฟฟ้าด้วยพลอตกราฟอาร์เรเนียสของ $\text{Sr}_4\text{In}_{2-x}\text{Ga}_x\text{Zr}_2\text{O}_{11}$	37
2.31 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{BaMg}_{1/3}(\text{Ta},\text{Nb})_{2/3}\text{O}_3$ เมื่อเผาอุณหภูมิแคลไซน์ที่แตกต่างกัน.....	38
2.32 (a) แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และ (b) แสดงภาพจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$	39
2.33 แสดงกราฟอาร์เรเนียสของ $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ และ $\text{Ba}(\text{Zn}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$	40
2.34 แสดง Impedance spectra ที่อุณหภูมิต่างๆของชิ้นงาน SmDC ที่เผาหนักที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 300 องศาเซลเซียส(ข) 400 องศาเซลเซียส และ(ค) 500 องศาเซลเซียส.....	41
2.35 เปรียบเทียบข้อมูล EXAFS หลังจากการแปลงแบบฟูเรียร์ของสารสังเคราะห์ SmDC.....	42
2.36 แสดงผลการวิเคราะห์อุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาของสารประกอบพื้นฐาน $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง.....	43
2.37 แสดงผลการวิเคราะห์อุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาของสารประกอบพื้นฐาน $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel.....	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.38 แสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง.....	44
2.39 แสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel.....	45
2.40 แสดง Arrhenius plots ของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง.....	45
2.41 แสดง Arrhenius plots ของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel.....	46
2.42 แสดงภาพถ่ายและผลการวิเคราะห์ค่าการนำไฟฟ้าของสารประกอบพื้นฐาน $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่ได้จากเทคนิค C-AFMa) โครงสร้างจุลภาค 2 มิติ และ b) สัญญาณภาพของค่าการนำไฟฟ้า.....	47
2.43 แสดงผล XRD ของสารประกอบ LaCrO_3 ก่อนเผาแคลไซน์และหลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	47
2.44 แสดงกราฟ Arrhenius plots ของชิ้นงาน $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Cr}_{1-y}\text{M}_y\text{O}_{3\pm\delta}$	48
3.1 แสดงรูปภาพของสารตั้งต้น (a) BaCO_3 , (b) MgO , (c) In_2O_3 , (d) CaCO_3 , (e) Ta_2O_5 , (f) Y_2O_3 และ (g) Bi_2O_3	50
3.2 แสดงการบดผสมสารด้วยเครื่องบดย่อยชนิดบดย่อยด้วยลูกบด.....	51
3.3 แสดงการคัดขนาด (Sieving).....	52
3.4 แสดงการอัดเม็ดเซรามิกด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก.....	53
3.5 แสดงการวางเม็ดเซรามิกบนแผ่นคูชิเบลที่มีผงอะลูมินา (Al_2O_3) โรยอยู่.....	53
3.6 แสดงเครื่องวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	57
3.7 แสดงเครื่องฟลูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	58
3.8 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	59
3.9 แสดงเครื่องแอลซีอาร์.....	60
4.1 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคผงของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08	61

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.2 แสดงรูปการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08.....	63
4.3 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 12 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	65
4.4 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	65
4.5 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	66
4.6 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	66
4.7 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	67
4.8 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	67
4.9 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	68
4.10 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	68

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9.8}$	69
4.12 แสดงอินฟาเรดสเปกตรัมของอนุภาคผงของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	70
4.13 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	71
4.14 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	73
4.15 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	74
4.16 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	74
4.17 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	75
4.18 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	76

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.19 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	76
4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$	77
4.21 แสดงอินฟาเรดสเปกตรัมของอนุภาคผงของสารประกอบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08.....	78
4.22 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08.....	79
4.23 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	81
4.24 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	82
4.25 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	82
4.26 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	83
4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$	83

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.28 แสดงอินฟาเรดสเปกตรัมของ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08....	84
4.29 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08.....	86
4.30 แสดงสัญญาณวิทยาบนพื้นผิวของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผา ซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$...	88
4.31 แสดงสัญญาณวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่ อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	88
4.32 แสดงสัญญาณวิทยาบนพื้นผิวของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผา ซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$...	89
4.33 แสดงสัญญาณวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่ อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	89
4.34 แสดงสัญญาณวิทยาบนพื้นผิวของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผา ซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	90
4.35 แสดงสัญญาณวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่ อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	90
4.36 กราฟแสดงแนวโน้มของขนาดเกรนเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบแตกต่างกัน.....	91
4.37 แสดงอินฟาเรดสเปกตรัมของ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08.....	92
4.38 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08.....	93

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.39 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 12 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	95
4.40 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 12 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	96
4.41 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	96
4.42 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	97
4.43 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	97
4.44 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	98
4.45 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	99
4.46 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	99

สารบัญรูป (ต่อ)

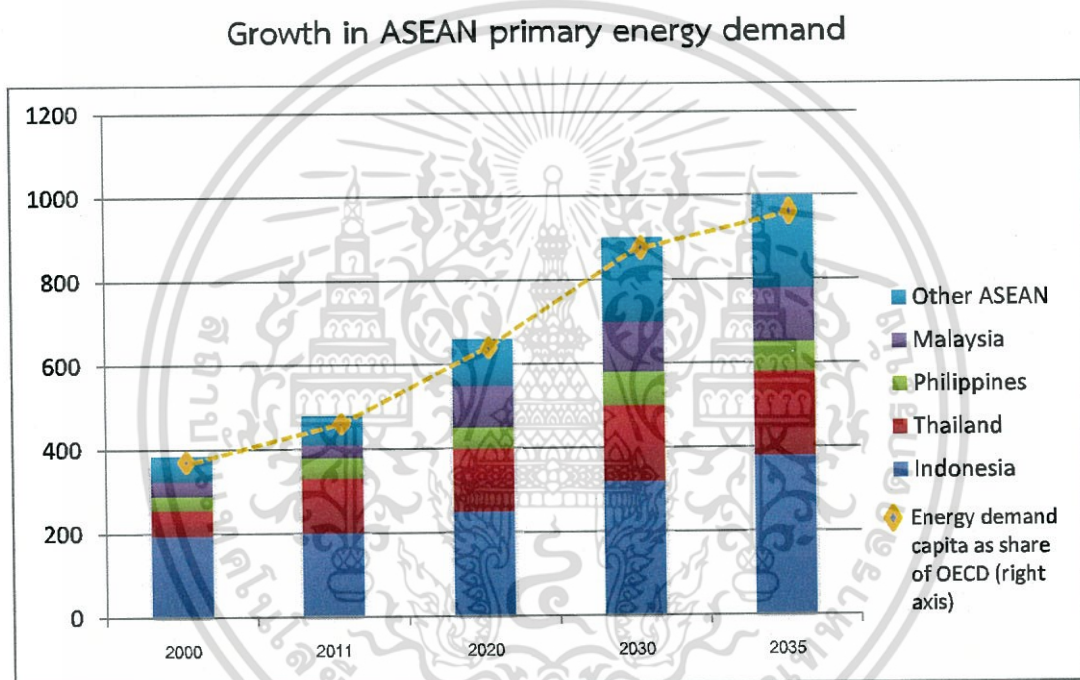
รูปที่	หน้า
4.47 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$	100
4.48 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	
4.49 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08	101
4.50 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	102
4.51 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	105
4.52 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบนพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	105
4.53 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$	106
4.54 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$	106
4.55 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้า (S cm^{-1}) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$	108
4.55 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้า (S cm^{-1}) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$	109

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ในสังคมปัจจุบันพลังงานมีความสำคัญในการดำรงอยู่ของผู้คนอย่างมาก ซึ่งพลังงานถือเป็นปัญหาในประเทศ และนับวันยังมีผลกระทบต่อการพัฒนามากขึ้น เนื่องจากในอนาคตประเทศไทยมีแนวโน้มในการใช้พลังงานเพิ่มขึ้นอย่างมาก ดังแสดงในรูปที่ 1.1



รูปที่ 1.1 แสดงแนวโน้มการใช้พลังงานในอนาคต [ดัดแปลงจาก 1]

ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาพลังงานทดแทน หรือ พลังงานทางเลือก เพื่อนำมาใช้ทดแทนพลังงานเดิม เนื่องจากกำลังจะหมดไปในอนาคต พลังงานที่ใช้ในปัจจุบันส่วนใหญ่เป็นพลังงานที่ได้จากฟอสซิล เช่น ถ่านหิน ปิโตรเลียม และก๊าซธรรมชาติ ซึ่งปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกมาในปริมาณมาก และเป็นพิษสูง ทำให้เกิดปัญหาภาวะโลกร้อน พลังงานทดแทนหรือพลังงานทางเลือก เช่น พลังงานลม พลังงานน้ำ พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานน้ำขึ้นน้ำลง พลังงานความร้อนใต้พิภพ และพลังงานชีวมวล ล้วนเป็นพลังงานหมุนเวียน และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม แต่อย่างไรก็ตาม ยังมีข้อจำกัด ในเรื่องค่าใช้จ่ายสูง และใช้เวลาในการก่อสร้างนาน ดังนั้นเซลล์เชื้อเพลิงจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการพัฒนาพลังงานทดแทน และเป็นพลังงานทางเลือกใหม่ที่สามารถมาทดแทนพลังงานด้านเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปีโตรเลียมที่นับวันจะหมดไปจากโลก ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่สามารถเปลี่ยนพลังงานเคมีเป็นพลังงานไฟฟ้า มีลักษณะการทำงานคล้ายกับแบตเตอรี่แต่ไม่จำเป็นต้องมีการชาร์จประจุ และมีข้อดี คือ มีประสิทธิภาพการทำงานสูง และปราศจากมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม เซลล์เชื้อเพลิงมีทั้งหมด 5 ชนิด คือ เซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton Exchange Membrane Fuel Cell, PEMFC), เซลล์เชื้อเพลิงแบบอัลคาไลน์ (Alkaline Fuel Cell, AFC), เซลล์เชื้อเพลิงแบบกรดฟอสฟอริก (Phosphoric Acid Fuel Cell, PAFC), เซลล์เชื้อเพลิงแบบคาร์บอนาทหลอม (Molten Carbonate Fuel Cell, MCFC) และเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง (Solid Oxide Fuel Cell, SOFC) โดยที่แต่ละชนิดจะมีหลักการทำงานและอุณหภูมิการใช้งานที่ต่างกัน[2] ในปัจจุบันเซลล์เชื้อเพลิงชนิด เซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง (Solid Oxide Fuel Cell, SOFC) ได้รับความสนใจในการพัฒนาเป็นอย่างมาก เนื่องจากสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิสูงทำให้ไม่จำเป็นต้องใช้แผ่นโลหะราคาแพงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถใช้เซลล์เชื้อเพลิงได้หลากหลายทำให้ต้นทุนของระบบลดลง ทนต่อกำมะถันมากที่สุด และไม่ถูกทำลายได้ด้วยก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ แต่อย่างไรก็ตามการทำงานที่อุณหภูมิสูงทำให้การออกแบบ การดำเนินงาน และการควบคุมเซลล์เชื้อเพลิงมักมีความซับซ้อน และมีปัญหา คือ เซลล์เชื้อเพลิงอาจเกิดการแตกหักเนื่องจากเกิดความเค้นภายในหรือเกิดการขยายตัวทางความร้อนของวัสดุที่ใช้ภายในเซลล์ นอกจากนี้ยังจำเป็นต้องเลือกใช้วัสดุที่สามารถทนอุณหภูมิสูงได้ ทำให้ค่าใช้จ่ายในการสร้างเซลล์เชื้อเพลิงสูง รวมทั้งอาจมีผลต่ออายุการใช้งานของเซลล์เชื้อเพลิงด้วย [3]

ดังนั้นจึงมีนักวิจัยเริ่มให้ความสนใจการดำเนินงานของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์แข็งที่อุณหภูมิต่ำลงในช่วงอุณหภูมิปานกลาง (intermediate temperature) ระหว่าง 600 และ 800 องศาเซลเซียส ทำให้สามารถเลือกใช้วัสดุได้หลากหลายมากขึ้น แต่ทำให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง เนื่องจากการนำไอออน (ionic conductivity) ของอิเล็กโทรไลต์มีค่าลดลง ส่งผลให้เกิดความต้านทานไฟฟ้าที่สูงขึ้น แนวทางในการศึกษาเพื่อเพิ่มสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์แข็งภายใต้การดำเนินงานที่อุณหภูมิต่ำสามารถทำได้โดยการใช้เซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้ขั้วอิเล็กโทรดเป็นโครงสร้างรองรับ (electrode support) กล่าวคือการใช้ชั้นอิเล็กโทรไลต์ที่มีขนาดบางลงหรือการพัฒนาอิเล็กโทรไลต์ชนิดใหม่ที่มีค่าการนำไอออนสูงขึ้นซึ่งอุปกรณ์หนึ่งที่มีความสำคัญต่อเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ คือ เซลล์อิเล็กโทรไลต์ชนิดที่มีความสามารถในการยอมให้ไอออนผ่านได้ ซึ่งมี 2 ประเภท ได้แก่ เซลล์อิเล็กโทรไลต์ชนิดที่มีความสามารถในการนำออกซิเจนไอออน (oxygen ion conducting) และ เซลล์อิเล็กโทรไลต์ชนิดที่มีความสามารถในการนำโปรตอน (proton conducting) งานวิจัยส่วนใหญ่มุ่งเน้นศึกษาเซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์แข็งที่ใช้อิเล็กโทรไลต์ที่มีความสามารถในการนำออกซิเจนไอออน เพราะมีความเสถียรภาพทางเคมีและความต้านทานต่ำ โดยเซลล์อิเล็กโทรไลต์สามารถทำได้จากเซรามิกจำพวกออกไซด์แข็ง เช่น อิทเทรียม (Y), เซอร์โคเนีย (Zr) ซึ่งเป็นตัวนำออกซิเจนไอออนได้ที่อุณหภูมิสูง [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยที่ผ่านมา ยังไม่มีการค้นพบวัสดุเซลล์อิเล็กโทรไลต์ชนิดที่มีสมบัติดีกว่า YSZ ดังนั้นในการพัฒนา SOFC จึงมุ่งเน้นไปที่การสังเคราะห์วัสดุเซลล์อิเล็กโทรไลต์ที่มีความเสถียรทางเคมี มีความต้านทานต่ำ และมีสมบัติการนำออกซิเจนไอออนได้สูงสุด ซึ่งการสังเคราะห์วัสดุให้มีสมบัติการนำออกซิเจนไอออนได้สูงสุดมีปัจจัยสำคัญที่ส่งผลกระทบต่อ 3 ปัจจัยหลัก คือ ส่วนประกอบในสารอิเล็กโทรไลต์ (Condition) โครงสร้างระดับจุลภาค (Microstructure) และ กระบวนการเตรียม (Processing) ซึ่งจำเป็นต้องเข้าใจถึงปัจจัยเหล่านี้ เพื่อให้ทราบถึงสภาวะที่ดีที่สุดในการพัฒนาวัสดุอิเล็กโทรไลต์ [3]

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุที่มีความสามารถในการนำออกซิเจนไอออน ซึ่งการเพิ่มสภาพการนำออกซิเจนไอออน สามารถทำได้จากการเจือธาตุที่มีเลขออกซิเจนต่างกันลงไป ในโครงสร้างผลึก เช่นการเจือ Y^{3+} เข้าไปแทนที่ Zr^{4+} ทำให้โครงสร้างผลึกของ Y มีช่องว่างออกซิเจน (Oxygen vacancies) ทำให้ผลึกมีความไม่เสถียรทางไฟฟ้าซึ่งเป็นเส้นทางในการนำออกซิเจนไอออน โดยงานวิจัยนี้ได้เตรียมวัสดุด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถทำได้ง่าย ซึ่งเตรียมทั้งหมด 6 ระบบ คือ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB จากนั้นทำการศึกษาสมบัติการนำออกซิเจนไอออนและสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้วัสดุมีสมบัติการนำออกซิเจนไอออนได้ดีที่สุด

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) ศึกษาการเตรียมผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูง ด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) ของ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08
- 2) ศึกษาการเตรียมเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงของ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงระยะเวลาในการเผา และอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์
- 3) ศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้าของเซรามิกที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1) สังเคราะห์ผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูง ด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state- reaction) ของ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08
- 2) เตรียมเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง ของ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงระยะเวลาในการแช่ และอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์
- 3) ตรวจสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของเซรามิกที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิห้อง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

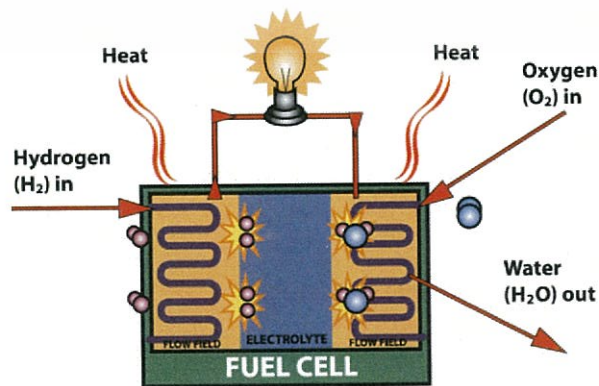
- 1) สามารถสังเคราะห์ผงผลึกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08 ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้
- 2) สามารถเตรียมเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08 ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงระยะเวลาในการแช่ และอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ที่มีความหนาแน่นสูงได้
- 3) ทราบถึงสภาวะในการเตรียมเซรามิกที่ส่งผลให้มีสมบัติการนำไฟฟ้าได้สูงสุด

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิงเป็นกัลวานิกเซลล์แบบปฏิกิริยาเคมีที่เปลี่ยนพลังงานเคมีเป็นพลังงานไฟฟ้าผ่านทางปฏิกิริยาเคมีของไอออนของไฮโดรเจนประจุบวกกับออกซิเจนหรือตัวทำออกซิเดชันอื่น ซึ่งทำงานคล้ายกับแบตเตอรี่แต่ไม่มีการชาร์จประจุ เซลล์เชื้อเพลิงใช้แก๊สออกซิเจนกับไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิงซึ่งเมื่อใช้แก๊สหมด ต้องเติมเชื้อเพลิงเข้าไปเรื่อยๆ ปฏิกิริยาในเซลล์จะไม่นย้อนกลับเซลล์เชื้อเพลิงข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงคือมีมลพิษเกิดขึ้นน้อยมากเนื่องจากเชื้อเพลิงภายในเซลล์ไม่ได้ถูกเผาไหม้นอกจากนี้ยังไม่มีเสียงดังรบกวนเกิดขึ้นปัจจุบันนักวิจัยทั่วโลกจึงให้ความสนใจและพยายามที่จะพัฒนาเซลล์เชื้อเพลิงเพื่อใช้เป็นแหล่งพลังงานทางเลือกใหม่ [5] องค์ประกอบหลักที่สำคัญของเซลล์เชื้อเพลิงได้แก่ขั้วอิเล็กโทรด (Electrode) ที่ประกอบด้วยขั้วแคโทด (Cathode) และขั้วแอโนด (Anode) ซึ่งขั้วทั้งสองนี้ถูกคั่นด้วยอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเกิดขึ้นได้เมื่อมีการเติมเชื้อเพลิงโดยเติมแก๊สออกซิเจนจากอากาศเข้าไปที่ขั้วแคโทดและเติมแก๊สไฮโดรเจนเข้าไปที่ขั้วแอโนดดังรูปที่ 2.1 แก๊สไฮโดรเจน (H_2) ที่เข้าไปทางขั้วแอโนดจะแตกตัวให้โปรตอน (H^+) และอิเล็กตรอน (e^-) เนื่องจากถูกออกซิไดซ์ซึ่งโปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปยังขั้วแคโทดในขณะที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่านวงจรภายนอกเซลล์ไปยังขั้วแคโทด เพื่อรีดิวซ์แก๊สออกซิเจนให้เป็นออกไซด์ไอออน (O^{2-}) และให้กระแสไฟฟ้าออกมาโปรตอนที่เคลื่อนที่มาจากขั้วแอโนดผ่านอิเล็กโทรไลต์จะรวมตัวกับออกไซด์ไอออนที่เกิดขึ้นที่ขั้วแคโทดเกิดเป็นน้ำบริสุทธิ์และให้ความร้อนออกมาปฏิกิริยาจะเกิดวนเวียนไปเรื่อยๆ ถ้ายังคงมีการป้อนเชื้อเพลิงและตัวออกซิไดซ์เข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิงและจะให้พลังงานไฟฟ้าออกมาอย่างต่อเนื่องการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจึงมีลักษณะคล้ายกับการทำงานของแบตเตอรี่ ต่างกันเพียงแค่ว่าเซลล์เชื้อเพลิงไม่สามารถเก็บสะสมพลังงานไว้ได้เหมือนกับแบตเตอรี่ [6]



รูปที่ 2.1 แสดงองค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง [ดัดแปลงจาก 6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซลล์เชื้อเพลิงมีหลายประเภทพิจารณาจากอุณหภูมิที่เซลล์ทำงานรวมถึงชนิดและธรรมชาติของอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ตัวอย่างเช่น เซลล์เชื้อเพลิงชนิดอัลคาไลน์ (Alkaline fuelcell, AFC) เซลล์เชื้อเพลิงชนิดกรดฟอสฟอริก(Phosphoric acid fuel cell, PAFC) เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเกลือคาร์บอเนตหลอมเหลว (Molten carbonate fuel cell, MCFC) เซลล์เชื้อเพลิงชนิดพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์แผ่นเยื่อบาง (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) เซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์ของแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC) และเซลล์เชื้อเพลิงชนิดที่ใช้เมทานอลเป็นเชื้อเพลิงโดยตรง (Direct methanol fuel cell, DMFC) [6]

2.1.1 ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง

- 1) เซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton Exchange Membrane Fuel Cell, PEMFC) ใช้แผ่นพอลิเมอร์บางๆเป็นตัวพาประจุ มีประสิทธิภาพการทำงานร้อยละ 35-42 มีอุณหภูมิการใช้งาน 40-80 องศาเซลเซียส ต้องใช้เชื้อเพลิงไฮโดรเจนที่มีความสะอาดและขั้วไฟฟ้าที่ทำจากแพลทินัม (Pt) จึงมีราคาสูง [6] ในอนาคตจะมีการเพิ่มศักยภาพของเซลล์เชื้อเพลิงชนิด PEMFC ให้สามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้ถึง 10 กิโลวัตต์ เพื่อนำไปใช้ในรถยนต์ทั่วไป [7] ดังรูปที่ 2.2

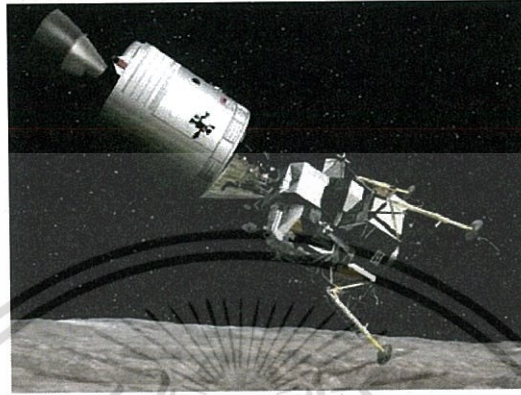


รูปที่ 2.2 แสดงรถยนต์ทั่วไปที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน [8]

- 2) เซลล์เชื้อเพลิงแบบอัลคาไลน์ (Alkaline Fuel Cell, AFC) ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เป็นสารพาประจุ มีประสิทธิภาพการทำงานอยู่ที่ประมาณร้อยละ 70 ทำงานได้ที่อุณหภูมิ 150-200 องศาเซลเซียส มีข้อเสียคือ ต้องใช้แพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และต้องใช้เชื้อเพลิงไฮโดรเจน (H_2) และออกซิเจนบริสุทธิ์ (O_2) เท่านั้น ซึ่งมีราคาสูงและไวต่อการปนเปื้อนจากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ซึ่งมีผลกระทบต่อประสิทธิภาพการทำงานและอายุการใช้งานนานาเซลล์เชื้อเพลิง

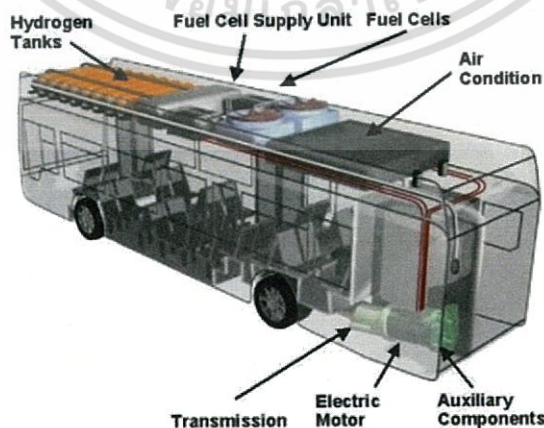
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แบบนี้เพื่อใช้ในกระสวยอวกาศเช่นเดียวกับยานอวกาศอพอลโล(Apollo) เพราะให้พลังงานที่มีประสิทธิภาพสูงถึง 70% และให้น้ำดื่มกับนักบินอวกาศ [9] ดังแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แสดงเซลล์เชื้อเพลิงแบบเกลืออัลคาไลน์ที่ใช้ในยานอวกาศอพอลโล [10]

- 3) เซลล์เชื้อเพลิงแบบกรด (Phosphoric Acid Fuel Cell, PAFC) ใช้กรดฟอสฟอริก (H_2PO_4) เป็นสารพาประจุ มีประสิทธิภาพการทำงานอยู่ที่ร้อยละ 40-80 อุณหภูมิการใช้งาน 150-200 องศาเซลเซียส เนื่องจากมีสารพาประจุเป็นกรดตั้งนั้นชิ้นส่วนในระบบต้องทนกรดทำให้มีราคาสูง[6] นักวิจัยส่วนใหญ่ศึกษาเซลล์เชื้อเพลิงแบบกรดฟอสฟอริกเพื่อนำไปพัฒนายานพาหนะไฟฟ้า และพัฒนาเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้เพื่อใช้ในรถประจำทางขนส่ง ซึ่งให้กำลังไฟฟ้า 50 กิโลวัตต์ [11]



รูปที่ 2.4 แสดงรถประจำทางขนส่งที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงแบบกรดฟอสฟอริก [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) เซลล์เชื้อเพลิงแบบคาร์บอนาทหลอม (Molten Carbonate Fuel Cell, MCFC) ใช้สารพาประจุเป็นสารประกอบของเกลือคาร์บอนเนต สามารถใช้เชื้อเพลิงจากถ่านหินหรือก๊าซธรรมชาติได้ มีประสิทธิภาพการทำงานร้อยละ 80 และอุณหภูมิการใช้งาน 600-650 องศาเซลเซียส เนื่องจากอุณหภูมิการใช้งานสูงและมีการสูญเสียสารประกอบเกลือตลอดเวลาที่มีการทำปฏิกิริยา จึงจำเป็นต้องมีการอัดคาร์บอนไดออกไซด์ เข้าระบบเพื่อทดแทน[6] เนื่องจากต้องใช้อุณหภูมิสูงในการทำงาน ดังนั้นจึงถูกจำกัดการใช้ในโรงงานไฟฟ้าเท่านั้น ในปี 1990 บริษัท Ishikawajima ในญี่ปุ่น สามารถผลิตเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ซึ่งให้กำลังไฟฟ้า 1,000 วัตต์ ทำงานได้ 10,000 ชั่วโมงติดต่อกัน ในขณะนี้บริษัทในญี่ปุ่นอย่างน้อย 10 บริษัทนำเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มาใช้ ในปี 1997 ที่รัฐอิลลินอยส์ติดตั้งเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ 250 กิโลวัตต์ [12] ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 แสดงเซลล์เชื้อเพลิงแบบคาร์บอนาทหลอมที่ใช้ในโรงงานไฟฟ้า [12]

- 5) เซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง (Solid Oxide Fuel Cell, SOFC) ใช้สารประกอบโลหะหรือเซรามิกเป็นสารพาประจุ มีประสิทธิภาพการทำงานร้อยละ 60 และอุณหภูมิการใช้งาน 600-1000 องศาเซลเซียส ไม่มีปัญหาเกี่ยวกับการกัดกร่อน และมีอายุการใช้งานที่นานกว่าประเภทอื่นๆ[6] ตัวอย่างการประยุกต์ใช้ เช่น การใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานสำหรับครัวเรือนขนาด 1 kW ของบริษัท SulzerHexis ที่จ่ายทั้งกระแสไฟฟ้าและน้ำร้อน [13] ดังรูปที่ 2.6



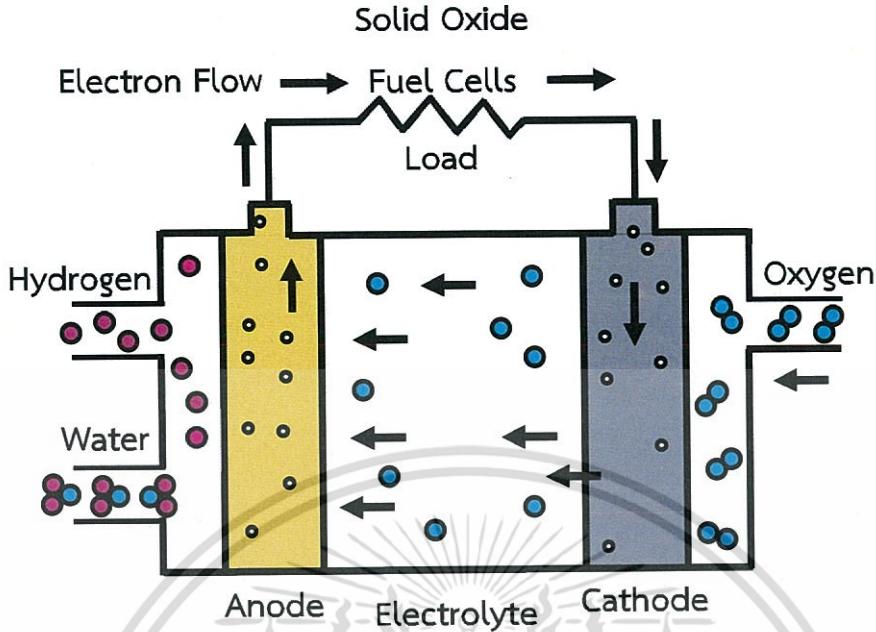
รูปที่ 2.6 แสดงที่จ่ายกระแสไฟฟ้าและน้ำร้อนสำหรับครัวเรือนขนาด 1 kW [13]

ในที่นี่จะกล่าวถึงเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง (SOFC) เนื่องจากสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิสูง ทำให้ไม่จำเป็นต้องใช้โลหะราคาแพงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และสามารถใช้เซลล์เชื้อเพลิงได้หลากหลาย จึงเป็นที่น่าสนใจและถูกพัฒนาอย่างต่อเนื่อง

2.1.2 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง (Solid Oxide Fuel Cell, SOFC)

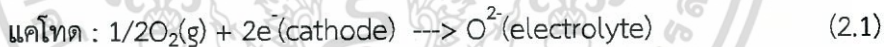
SOFC ที่พัฒนาแล้วส่วนใหญ่จะประกอบด้วยสารผสมระหว่างโลหะกับเซรามิก (Cermets) ของนิกเกิลกับเซอร์โคเนีย (Ni/ZrO_2) เป็นแอโนดและ La-manganite (LaMnO_3) เป็นแคโทด ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดมีวัสดุเซรามิกนั้นคือการเอาธาตุที่มีส่วนประกอบที่เป็นออกไซด์ต่างๆมารวมกัน เช่น สารประกอบเซอร์โคเนีย (ZrO_2) เจือด้วยอิตเทรีย (Y_2O_3) (Yttria-stabilized zirconia, YSZ) และเป็นอิเล็กโทรไลต์ที่มีสมบัติเป็นตัวนำไอออน (ion conductor) ทำให้ไอออนที่มีประจุลบเช่น ออกไซด์ไอออนสามารถเคลื่อนที่จากขั้วแคโทดผ่านเซรามิกนี้ไปยังขั้วแอโนดทำให้เกิดการรวมตัวกับโปรตอนเกิดน้ำขึ้น [6] ดังรูปที่ 2.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 แสดงหลักการของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์แข็ง(Solid Oxide Fuel Cell; SOFC) [ดัดแปลงจาก 14]

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง



ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง เป็นปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี คือ ออกซิเจน (O_2) ที่ถูกป้อนเข้าสู่ด้านขั้วแคโทด (Cathode) จะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ของ ออกซิเจน (O_2) ที่บริเวณพื้นผิวระหว่างแคโทดกับอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) กลายเป็นออกซิเจนไอออน (O^{2-}) ดังสมการที่ (2.1) แล้วเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ที่มีคุณสมบัติเป็นตัวนำออกซิเจนไอออน ที่ดีเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) กับเชื้อเพลิงที่ป้อนเข้ามาด้านขั้วแอโนด ได้น้ำ (H_2O) กับกระแสของอิเล็กตรอน (e^-) ดังสมการที่ (2.2) และจากสมการที่ (2.3) จะเห็นได้ว่ากระบวนการที่เกิดขึ้นทั้งหมดไม่ได้สร้างมลพิษให้กับสิ่งแวดล้อม [15]

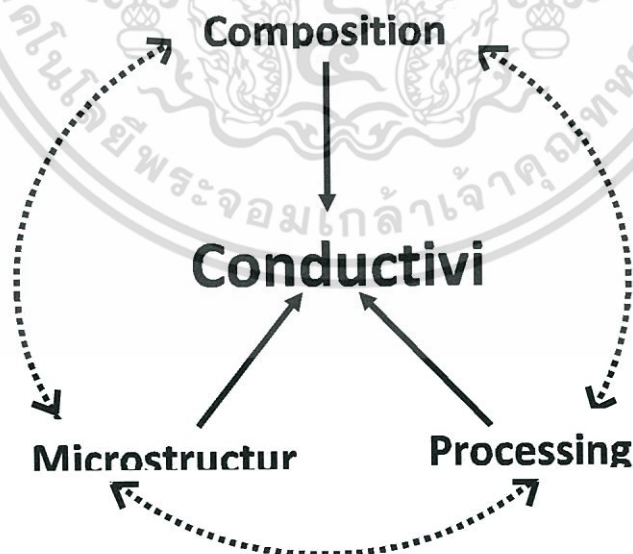
แต่อย่างไรก็ตาม SOFC ยังมีข้อจำกัด คือ อุณหภูมิการทำงานของเซลล์ที่สูงเกินไป (~1,000 องศาเซลเซียส) เนื่องจากออกซิเจนไอออนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ได้ดีที่อุณหภูมิสูงทำให้วัสดุอิเล็กโทรไลต์จำเป็นต้องมีความแข็งแรงทนทานและมีเสถียรภาพสูงต้องทนต่อสภาพแวดล้อมภายใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซลล์ได้เช่นทนต่อความดันของแก๊สออกซิเจน (>20 กิโลปาสคาล) ที่อัดเข้าไปในเซลล์ที่ขั้วแคโทดทนอุณหภูมิสูงได้ดีมีการขยายตัวน้อยมีความดันไอต่ำทั้งนี้เพื่อเลี่ยงการสูญเสียวัสดุ [5,8] ในปัจจุบันการพัฒนา SOFC จึงมุ่งความสนใจไปที่การค้นหาวัดุดิบอิเล็กโทรไลต์ที่มีความเสถียรทนและมีสมบัติในการนำไอออนได้มากที่สุดและที่สำคัญยิ่งไปกว่านั้นสามารถลดอุณหภูมิในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงให้ต่ำลงอยู่ในช่วง 500-700 องศาเซลเซียส เพื่อเป็นการลดต้นทุนการผลิตอย่างไรก็ตามการปรับปรุงสมบัติของอิเล็กโทรไลต์ให้มีความสามารถในการนำไอออนได้สูงขึ้นจำเป็นต้องเข้าใจถึงปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อความสามารถในการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ก่อนเพื่อให้ทราบถึงสถานะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับปรับปรุงสมบัติของอิเล็กโทรไลต์ [5,16]

2.2 ปัจจัยที่มีผลต่อความสามารถในการนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์

สำหรับปัจจัยที่ส่งผลที่เกี่ยวข้องเนื่องกันต่อสภาพนำไอออนของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ประเภทสารประกอบออกไซด์ ได้แก่ส่วนประกอบ (Composition) โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) และกระบวนการผลิต (Processing) โดยปัจจัยของ ส่วนประกอบปริมาณวัสดุเชื้อและสถานะที่ใช้ในกระบวนการผลิตมีผลต่อลักษณะเกรนและขอบเกรนซึ่งในทางกลับกันปัจจัยเหล่านี้มีผลต่อประสิทธิภาพของตัวเชื้อสมบัติของขอบเกรนที่เปลี่ยนแปลงได้ตามขนาดของเกรนโดยปัจจัยทางด้านองค์ประกอบปริมาณวัสดุเชื้อและสถานะที่ใช้ในกระบวนการผลิตที่สัมพันธ์กันเหล่านี้ส่งผลถึงสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุนั้นๆ[6] ความสัมพันธ์ของปัจจัยเหล่านี้แสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างส่วนประกอบโครงสร้างระดับจุลภาค และกระบวนการผลิตที่มีผลต่อสภาพนำไอออนของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ของแข็ง [ดัดแปลงจาก 6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.1 การเพิ่มสภาพนำไอออนจากส่วนประกอบในสารอิเล็กโทรไลต์

จากความสัมพันธ์ระหว่าง สัดส่วนองค์ประกอบ (composition) โครงสร้างผลึก (microstructure) และ กระบวนการเตรียม (processing) ที่ส่งผลต่อค่าสภาพนำไอออน ในงานวิจัยที่ผ่านมา ยกตัวอย่างเช่น การศึกษาสภาพนำไอออนของวัสดุซีเรีย (CeO_2) และเซอร์โคเนีย (ZrO_2) ที่มีการเจือด้วยธาตุหายาก หรือธาตุแรเอิร์ธ ซึ่งได้แก่ ธาตุทั้ง 17 ธาตุในหมู่แลนทาไนด์และรวมไปถึง สแกนเดียมและอิตเทรียมพบว่าการเพิ่มสภาพนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ให้มีความสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิคงที่เมื่อใช้สารเจือที่เหมาะสม และเจือในปริมาณที่พอเหมาะ โดยการเจือสามารถเจือลงไปได้เกิดเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) กับวัสดุที่เรียกว่า สารละลายของแข็ง (Solid solution) หรืออาจเจือให้เกิดเป็นวัสดุเชิงประกอบ (Composite) ที่ไม่เกิดการรวมเป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneous) กับวัสดุ [6]

การเจือธาตุที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนต่างกัน (Aliovalent cations) ให้เป็นเนื้อเดียวกัน มีจุดประสงค์ทำให้เกิดตำแหน่งช่องว่างของออกซิเจนขึ้นเพื่อเป็นเส้นทางการนำไอออนของออกซิเจน อย่างเช่น ในกรณีของวัสดุประเภทสารประกอบออกไซด์ของเซอร์โคเนียนั้น ไอออนของสแกนเดียม (Sc^{3+}) จากสารประกอบสแกนเดียมเซอร์โคเนีย (Scandium stabilized Zirconia, ScSZ) เป็นสารเจือที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับ Ca^{2+} , Y^{3+} และ Sm^{3+} ส่วนวัสดุออกไซด์ที่เจือด้วยไอออนของแมกนีเซียม (Mg^{2+}) นั้น เป็นวัสดุเจือที่มีประสิทธิภาพต่ำที่สุดที่จะทำให้เกิดสภาพนำได้ ซึ่งประสิทธิภาพที่สูงที่สุดที่ปรากฏสำหรับไอออนที่เจือลงไปได้สามารถแสดงด้วยความสัมพันธ์ระหว่างรัศมีไอออน (Ionic radius) ของสารที่เจือกับรัศมีไอออนของสารตั้งต้นในแลตทิซ โดยการประเมินค่าของการเข้าคู่ที่ไม่เหมาะสม (Mismatch) ระหว่างสารเจือ (dopant) กับโฮสต์ (Host) สำหรับออกไซด์ของสารเจือ [6] Kim ได้เสนอแนวคิดว่าขนาดไอออนวิกฤติ (Critical ionic radius) ของสารเจือซึ่งเป็นขนาดไอออนในอุดมคติ (Ideal dopant cation radius) ควรมีค่าคงที่แลตทิซ (Lattice constant) เท่ากับค่าคงที่แลตทิซของอิเล็กโทรไลต์ที่ไม่ผ่านการเจือ [17] คณะวิจัยของ Gong ได้ศึกษาสภาพนำไอออนของเซอร์โคเนียที่เจือด้วยแคลเซียม (Ca_2O_3) ร้อยละ 6 โดยโมล และอิตเทรียม (Y_2O_3) ร้อยละ 4 โดยโมล ที่อุณหภูมิสูงกว่า 830 องศาเซลเซียส พบว่า สภาพนำไอออนที่ดีขึ้นอาจมีผลมาจากการเพิ่มขึ้นของตำแหน่งว่างของออกซิเจนและมีค่าพลังงานกระตุ้นต่ำลง [18]

การเจือสารเจือชนิดอื่นที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneous dopant) โดยสารที่เจือลงไป อาจละลายหรือไม่ละลายในระดับที่จำกัด (Solubility limit) โดยอะลูมินา (Al_2O_3) เป็นสารที่นิยมใช้เจือใน YSZ มากที่สุด แต่อาจส่งผลให้สภาพนำไอออนเพิ่มสูงขึ้นหรือลดต่ำลงได้ เช่น การเติมอะลูมินาลงในเซอร์โคเนียในปริมาณที่มากกว่าความสามารถในการละลายได้ ทำให้การนำไอออนดีขึ้น คณะวิจัยของ Butler เสนอว่าสภาพนำไอออนของที่ขอบเกรนจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อเติมอะลูมินาลงไปในระดับเพียงพอที่จะทำให้เกิดสมดุลเทอร์โมไดนามิกส์ของที่ขอบเกรน [19] อย่างไรก็ตาม คณะวิจัยของ Guo พบว่าการเติมอะลูมินาลงไปร้อยละ 0.4 โดยโมล ทำให้ค่าความต้านทานภายในเกรนและที่ขอบเกรนเพิ่มมากขึ้นโดยความต้านทานภายในเกรนจะเพิ่มขึ้นเพียงร้อยละ 3 ในขณะที่ความต้านทานที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขอบเกรนเพิ่มขึ้นถึงร้อยละ 600 [20] คณะวิจัยของ Miyayama พบว่า ความสามารถในการละลายของอะลูมินาใน YSZ มีค่าเพียงร้อยละ 0.6 โดยโมล นั่นคือ เมื่อปริมาณอะลูมินาน้อยกว่าร้อยละ 0.6 โดยโมล มีผลทำให้การนำไอออนภายในเกรน และที่ขอบเกรนลดลง และเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นอย่างไรก็ตามการนำไอออนที่ขอบเกรนเพิ่มขึ้นและขนาดของเกรนไม่ขยายใหญ่ขึ้นเมื่อปริมาณอะลูมินาสูงกว่าร้อยละ 0.6 โดยโมล [21] สำหรับ Feighery ทำการศึกษาผลของการเติมอะลูมินาร้อยละ 8 โดยโมลใน YSZ และทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,500 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าอะลูมินาประมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเท่านั้นที่ละลายอยู่ใน YSZ สภาพนำไอออนที่อุณหภูมิสูงเพิ่มขึ้นที่ปริมาณอะลูมินาร้อยละ 1 โดยน้ำหนักและลดลงจนมีสภาพนำไอออนเท่ากับเซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิตเทรีย ร้อยละ 8 โดยโมล ที่ไม่ผ่านการเติมอะลูมินาสภาพนำไอออนจะคงที่ในระดับนี้จนกระทั่ง YSZ มีการเติมอะลูมินาถึง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเมื่อเพิ่มปริมาณอะลูมินาต่อไปจะทำให้สภาพนำไอออนลดลงอย่างรวดเร็ว [22] คณะวิจัยของ Zhang ได้ศึกษาผลของการเติมอะลูมินาลงในซีเรียที่เจือแกโดลิเนียมร้อยละ 20 โดยโมล พบว่า ที่ปริมาณอะลูมินาร้อยละ 0-10 ทำให้สภาพนำไอออนทั้งหมดลดต่ำลงทั้งนี้เนื่องจากสภาพนำไอออนภายในเกรนเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยและเมื่อปริมาณอะลูมินาเพิ่มสูงขึ้นสภาพนำไอออนที่ขอบเกรนจะลดลงอย่างมาก [23]

2.2.2 การเพิ่มสภาพนำไอออนด้วยโครงสร้างระดับจุลภาค

1) ผลจากขอบเกรน

สภาพนำไฟฟ้าของวัสดุหลายผลึกขึ้นกับโครงสร้างระดับจุลภาค ได้แก่ สมบัติของภายในเกรนและที่ขอบเกรนสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุเป็นผลที่มาจากความแตกต่างของแลตทิซการปนเปื้อนของเฟสที่สองที่แยกตัวออกมาก่อให้เกิดประจุปริภูมิ (Space charge) รอยแตกระดับ จุลภาคหรือเกิดขึ้นจากผลรวมของสิ่งต่างๆเหล่านี้ซึ่งที่ขอบเกรนเป็นบริเวณที่เกิดการถ่ายโอนมวลอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับการถ่ายโอนมวลภายในวัสดุ (Bulk) อย่างไรก็ตามสำหรับวัสดุอิเล็กโทรไลต์ของสารประกอบออกไซด์ของเซอร์โคเนีย และสารประกอบออกไซด์ของซีเรียที่ขอบเกรนจะมีพาหะไอออน (Effective charge carrier) ที่ต่ำส่งผลให้ที่ขอบเกรนมีความต้านทานสูง [6]

สิ่งปนเปื้อน เช่น ซิลิกา ในเซอร์โคเนีย และซีเรียจะส่งผลให้สภาพนำที่ขอบเกรนลดลง Badwal และ Ragendran พบว่า การเติมซิลิกาลงไปเพียงร้อยละ 2 โดยน้ำหนักจะทำให้สภาพนำที่ขอบเกรนของ YSZ ลดต่ำลงดังนั้นการกำจัดสิ่งปนเปื้อนออกไปจากขอบเกรนจะเพิ่มสภาพนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ในงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการศึกษาถึงการควบคุมปริมาณซิลิกาที่บริเวณขอบเกรนโดยอาศัยกระบวนการทางความร้อนการควบคุมความดันและการเติมสารเติมแต่งต่างๆ [24] สภาพนำไอออนของวัสดุอิเล็กโทรไลต์เพิ่มขึ้นเมื่อทำการดักจับสารปนเปื้อนที่อาจเกิดขึ้นจากกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิต่ำนอกจากนี้ยังมีการเติมสารเติมแต่งประเภทสารประกอบออกไซด์บางชนิดลงไปเล็กน้อยเพราะสารนี้สามารถเกิดโครงสร้างแบบยูเทคทอยด์ (Eutectoid) กับสารปนเปื้อนที่ขอบเกรนได้ทำให้สารประกอบนี้มีอุณหภูมิยูเทคทอยด์ที่ต่ำกว่าอุณหภูมิเผาผนึกของอิเล็กโทรไลต์ทำให้สาร

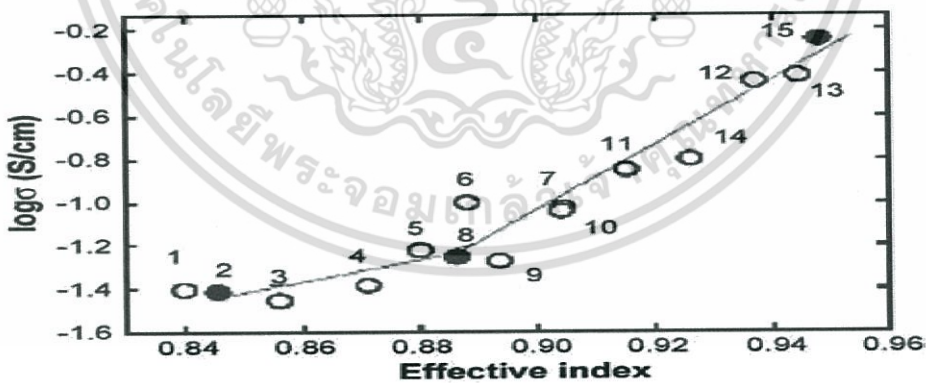
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปนเปื้อนถูกดักจับไปอยู่ในบริเวณขอบเกรนขณะทำให้เย็นตัวลงแม้ว่าวัสดุอิเล็กโทรไลต์นั้นเป็นสารที่มีความบริสุทธิ์สูงและปราศจากการปนเปื้อนของซิลิกาสภาพนำที่ขอบเกรนมีค่าน้อยกว่าสภาพนำภายในเกรนดังนั้นขอบเกรนที่กีดขวางอยู่ใน YSZ จึงเป็นสมบัติภายใน (Intrinsic property) ที่เกิดขึ้นเนื่องมาจากการเกิดประจุปริภูมิทางไฟฟ้าที่ขอบเกรนโดยมาจากการแยกตัวของไอออนบวกที่เป็นสารเจือการลดความเครียด (Strain) และพลังงานไฟฟ้าสถิตของอิเล็กโทรไลต์สามารถทำได้โดยการแยกสปีชีส์ที่มีประจุเช่นสารปนเปื้อนและความบกพร่อง (Defect) ที่ขอบเกรนซึ่งทำให้เกิดความต่างศักย์บวกหรือลบขึ้น [6] Mori และคณะเสนอแนวคิดของ Effective index สมการที่ (2.4) จากมุมมองทางฟลิกศาสตร์ (Crystallographic point of view) ในการทำให้สภาพนำไอออนของสารประกอบประเภทซีเรียมีค่าสูงที่สุด [25]

$$\text{Effective index} = (\text{avg. } r_c / \text{eff. } r_o) \times (rd/rh) \quad (2.4)$$

เมื่อ $\text{avg. } r_c$ = ขนาดรัศมีไอออนเฉลี่ยของสารเจือ
 $\text{eff. } r_o$ = ขนาดรัศมีของออกซิเจนไอออน (Effective oxygen ionic radius)
 rd = ขนาดรัศมีไอออนของสารเจือ
 rh = ขนาดรัศมีของฮาตุโฮสต์ (Ce^{4+})

ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Effective index กับสภาพนำไอออนของซีเรียที่เจือด้วยสารเจือต่างๆ แสดงได้ดังรูปที่ 2.9 พบว่าการเจือซีเรียนอกจากจะเป็นการปรับปรุงสภาพนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์แล้วยังช่วยลดการเกิดรีดักชันของ Ce^{4+} เป็น Ce^{3+} เมื่ออยู่ในสภาวะรีดักชัน



รูปที่ 2.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Effective index และสภาพนำไอออนที่ 800 องศาเซลเซียสของซีเรีย; (1) $\text{Sm}_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{1.19}$, (2) $\text{Sm}_{0.21}\text{Ce}_{0.79}\text{O}_{1.891}$, (3) $\text{Sm}_{0.25}\text{Ce}_{0.75}\text{O}_{1.875}$, (4) $(\text{Sm}_{0.05}\text{Ca}_{0.5})_{0.175}\text{Ce}_{0.825}\text{O}_{1.87}$, (5) $(\text{Sm}_{0.5}\text{Ca}_{0.5})_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{1.85}$, (6) $(\text{Sm}_{0.5}\text{Ca}_{0.5})_{0.25}\text{Ce}_{0.75}\text{O}_{1.81}$, (7) $(\text{Sm}_{0.5}\text{Ca}_{0.5})_{0.25}\text{Ce}_{0.75}\text{O}_{1.81}$, (8) $(\text{Sm}_{0.75}\text{Sr}_{0.2}\text{Ba}_{0.05})_{0.175}\text{Ce}_{0.825}\text{O}_{1.891}$, (9) $\text{La}_{0.125}\text{Ce}_{0.875}\text{O}_{1.94}$, (10) $\text{La}_{0.15}\text{Ce}_{0.85}\text{O}_{1.925}$, (11) $\text{La}_{0.175}\text{Ce}_{0.825}\text{O}_{1.91}$, (12) $(\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.1})_{0.175}\text{Ce}_{0.825}\text{O}_{1.90}$, (13) $(\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2})_{0.175}\text{Ce}_{0.825}$, (14) $(\text{La}_{0.77}\text{Sr}_{0.2}\text{Ba}_{0.03})_{0.175}\text{Ce}_{0.825}\text{O}_{1.892}$, (15) $(\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.2}\text{Ba}_{0.05})_{0.175}\text{Ce}_{0.825}\text{O}_{1.891}$ [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลของการกีดขวางขอบเกรนอาจมาจากอุณหภูมิหรือปริมาณและชนิดของสารเจือเมื่ออุณหภูมิสูงเพียงพอความต้านทานที่ขอบเกรนจะไม่มีผลเมื่อเปรียบเทียบกับความต้านทานของเกรน โดยอุณหภูมิจะเปลี่ยนแปลงไปตามชนิด และปริมาณของสารเจือในเซอร์โคเนียหรือซีเรีย คณะวิจัย Nowick พบว่า เมื่อปริมาณสารเจือสูงกว่าร้อยละ 15 โดยโมล ไม่จำเป็นต้องนำผลของขอบเกรนมาคิดปัจจัยของขอบเกรนที่มีผลต่อสภาพนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์จะมีความสำคัญมากเมื่อมีการใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ [26] คณะวิจัย Hon พบว่า โดยทั่วไปค่าความต้านทานที่ขอบเกรนของซีเรียจะลดลงเมื่อปริมาณสารเจือเพิ่มขึ้นนอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิ 725, 775 และ 650 องศาเซลเซียส ขอบเกรนไม่มีผลต่อสภาพนำของซีเรียที่เจือด้วยแกโดลิเนียมมาเรียหรือแลนทาเนียในปริมาณร้อยละ 9 โดยโมล ตามลำดับ การกีดขวางจากขอบเกรนจะเกิดขึ้นหรือไม่นั้นยังขึ้นอยู่กับลักษณะความเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่เป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุอีกด้วย การเกิดตำแหน่งว่างและอิเล็กตรอนที่มากพอจะเกิดขึ้นได้ง่ายในกรณีที่วัสดุมีความเป็นเนื้อเดียวกัน [26]

2) ผลจากขนาดของเกรน

ปัจจุบันนี้การเพิ่มสภาพนำไอออนอิเล็กโทรไลต์ โดยการลดขนาดเกรนของอิเล็กโทรไลต์ให้ต่ำลงมาในระดับนาโนกำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมากด้วยเหตุผลที่ว่าผลึกที่มีขนาดนาโนนั้นจะทำให้ความหนาแน่นระหว่างหน้าสัมผัส (Interface) สูงซึ่งสภาพนำจะถูกควบคุมโดยหน้าสัมผัส (Interface controlled) จากการศึกษาความสัมพันธ์ของขนาดเกรนที่มีผลต่อสภาพนำไฟฟ้าพบว่าขนาดเกรนที่มีผลต่อสภาพนำจะมีขนาดต่ำกว่า 100 นาโนเมตร [6] คณะวิจัยของ Tien รายงานว่า ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 800 องศาเซลเซียสสภาพนำไฟฟ้าของ $Zr_{0.84}Ca_{0.16}O_{1.86}$ มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดเกรนลดลงชิ้นงานที่มีเกรนขนาดเล็กจะมีสภาพนำที่ขอบเกรนต่ำโดยมีพลังงานกระตุ้นประมาณ 0.96 อิเล็กตรอนโวลต์ ในขณะที่ชิ้นงานที่มีเกรนขนาดใหญ่จะมีพลังงานกระตุ้นอยู่ในช่วง 1.24-1.30 อิเล็กตรอนโวลต์ [26]

อย่างไรก็ตาม ผลจากขนาดเกรนที่มีต่อสภาพนำไอออนของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ของสารประกอบออกไซด์ของเซอร์โคเนีย และสารประกอบออกไซด์ของซีเรีย อาจจะไม่เป็นสัดส่วนโดยตรงกับทุกช่วงของขนาดเกรนส่วนมากพบว่า การลดลงของสภาพนำเกิดขึ้นเมื่อลดขนาดของเกรนลงในช่วงประมาณ 0.2-20 ไมโครเมตร และเมื่อศึกษาด้วยเทคนิคทางอิมพีแดนซ์สเปกโตรสโกปีพบว่า วัสดุอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้อาจมีสภาพนำภายในเกรนคงที่หรือเพิ่มขึ้นเล็กน้อยสำหรับสภาพนำไอออนที่ขอบเกรนลดลงเมื่อเกรนมีขนาดเล็กลดลง

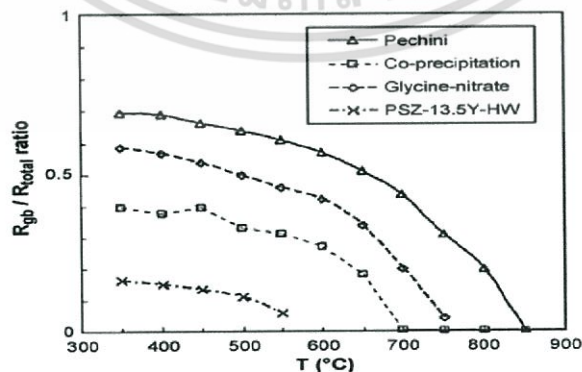
2.2.3 การเพิ่มสภาพนำไอออนด้วยกระบวนการเตรียม

สภาวะในการเตรียมวัสดุอิเล็กโทรไลต์ เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อสภาพนำไอออนของวัสดุอิเล็กโทรไลต์รวมถึงกระบวนการเผาผนึกที่ เป็นตัวควบคุมโครงสร้างจุลภาค ได้แก่ ขนาดเกรน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความหนาแน่น และความบริสุทธิ์ของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ทำให้ส่วนประกอบ และโครงสร้างจุลภาคของอิเล็กโทรไลต์เกี่ยวข้องกับสภาวะในการเผาผนึกด้วยสภาวะในการเตรียมที่มีอิทธิพลต่อสภาพนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์จะทำให้ได้มาซึ่งสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเผาผนึก และยังเป็น การปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์ด้วย [6] คณะวิจัย Kleitz และ Dessemond พบว่า วัสดุอิเล็กโทรไลต์จะมีค่าความต้านทานที่ขอบเกรนสูงเมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1,300 องศาเซลเซียส เนื่องจากอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ต่ำ [11] Gibson พบ ความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงระหว่างสภาพนำไอออนที่ขอบเกรนกับความพรุนที่เกิดขึ้น และยังพบว่า โครงสร้างจุลภาคที่มีความหนาแน่นสูงเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลให้สภาพนำไอออนมีค่าสูงด้วย [26]

วิธีการเตรียมยังมีผลต่อสภาพนำที่ขอบเกรนด้วยคณะวิจัย Shelmilt เตรียมเม็ดตัวอย่างของ ซีเรียที่เจือด้วยซาแมเรีย (SDC) ด้วยสองวิธีการ คือ Dry-pressed และ Compression molded พบว่า พลังงานกระตุ้นของขอบเกรนสำหรับเม็ดตัวอย่างที่เตรียมด้วยการ Compression molded มีค่าสูงกว่าพลังงานกระตุ้นของขอบเกรนสำหรับเม็ดตัวอย่างที่เตรียมด้วยการ Dry-pressed ที่ความ หนาแน่นทางทฤษฎี เท่ากับ ร้อยละ 98 ระดับปริมาณของสิ่งเจือปนที่มาจากกระบวนการทั้งสองมีผล ต่อค่าที่ตรวจวัดได้ ดังนั้น วิธีการเตรียมที่ดีที่สุดควรเติมสารเติมแต่งที่น้อยที่สุด และมีขั้นตอนในการ เตรียมน้อยที่สุดเพื่อหลีกเลี่ยงการปนเปื้อนจากสารแปลกปลอมที่ขอบเกรนของอิเล็กโทรไลต์ [26] คณะวิจัย Aoki พบว่า เซอร์โคเนียที่เจือด้วยแคลเซียมที่เตรียมโดยการลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็วมีค่า การนำไอออนที่ขอบเกรนสูงกว่าตัวอย่างที่เตรียมโดยการลดอุณหภูมิลงอย่างช้าๆ [26] คณะวิจัย Hirano ศึกษาสภาพนำไอออนของเซอร์โคเนียที่เจือด้วยสแกนเดียม (ScSZ) ร้อยละ 3-7 โดยโมล ที่ ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส และตามด้วยการกดอัดทางความร้อน พบว่า วิธีการนี้ช่วยเพิ่มทั้งความแข็งแรงต่อการแตกร้าว และสภาพนำไอออนของอิเล็กโทรไลต์ที่เตรียมได้ เมื่อเร็ว ๆ นี้ [26] คณะวิจัย Yamahara ศึกษาสภาพนำไอออนของ YSZ ที่เตรียมได้ด้วยวิธีการ ต่างๆ กันดังแสดงในรูปที่ 2.10 พบว่า สภาพนำไอออนทั้งหมดเพิ่มขึ้นถึงร้อยละ 50 เมื่อใช้อุณหภูมิใน การเผาผนึกสูงขึ้นหรือลดขนาดผลึกของเซอร์โคเนียที่เจือด้วยอิตเทรียร้อยละ 8 โดยโมลลง [26]



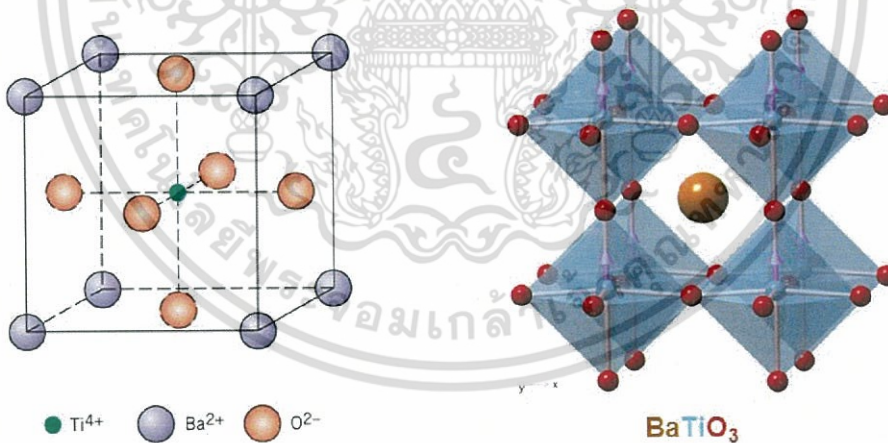
รูปที่ 2.10 แสดงอัตราส่วนของความต้านทานที่ขอบเกรนต่อความต้านทานรวมซึ่งเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของวัสดุอิเล็กโทรไลต์ 8YSZ [26]

2.3 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์(Perovskite structure)

ที่มาของชื่อเพอโรฟสไกต์ คือ เป็นชื่อที่มาจากชื่อของโครงสร้างของแร่แคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ที่มีพื้นฐานมาจากหน่วยเซลล์แบบ Face-center cubic closed packing (FCC) โครงสร้างเพอโรฟสไกต์มีสูตรโมเลกุลทั่วไป คือ ABO_3 โดย A และ B เป็นไอออนบวก (Cation) ซึ่งมีขนาดไอออนที่แตกต่างกันมากโดยไอออนบวก A มีขนาดรัศมีไอออนใหญ่กว่าไอออนบวก B โดยไอออนบวก A จะจัดเรียงตัวกับอะตอมของออกซิเจน เกิดเป็นโครงสร้างแบบ FCC และไอออนบวก B จะเข้าไปอยู่ในช่องว่างของทรงแปดหน้า (Octahedral hold) ซึ่งไอออนบวก B จะมีอะตอมออกซิเจนเป็นอะตอมข้างเคียงล้อมรอบที่อยู่ใกล้ที่สุด [27] โครงสร้างเพอโรฟสไกต์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่ม ดังนี้

2.3.1. โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติ (Ideal perovskite structure)

โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติ ดังแสดงในรูปที่ 2.11 ซึ่งแสดงโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) โดยอะตอมของไทเทเนียมจะอยู่ที่ตำแหน่ง B-site หรืออยู่ที่มุมของลูกบาศก์ ส่วนอะตอมของแบเรียมจะอยู่ที่ตำแหน่ง A-site หรืออยู่ที่บริเวณศูนย์กลางของลูกบาศก์ และออกซิเจนที่อยู่ขอบของลูกบาศก์ทั้ง 12 ด้านจะเกิดเป็นออกตะฮีดรอลของ TiO_6 ซึ่งทำมุม 90° อย่างสมบูรณ์ [27]



รูปที่ 2.11 แสดงโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติของ BaTiO_3 [28]

2.3.2 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์เชิงซ้อน (Complex perovskite structure)

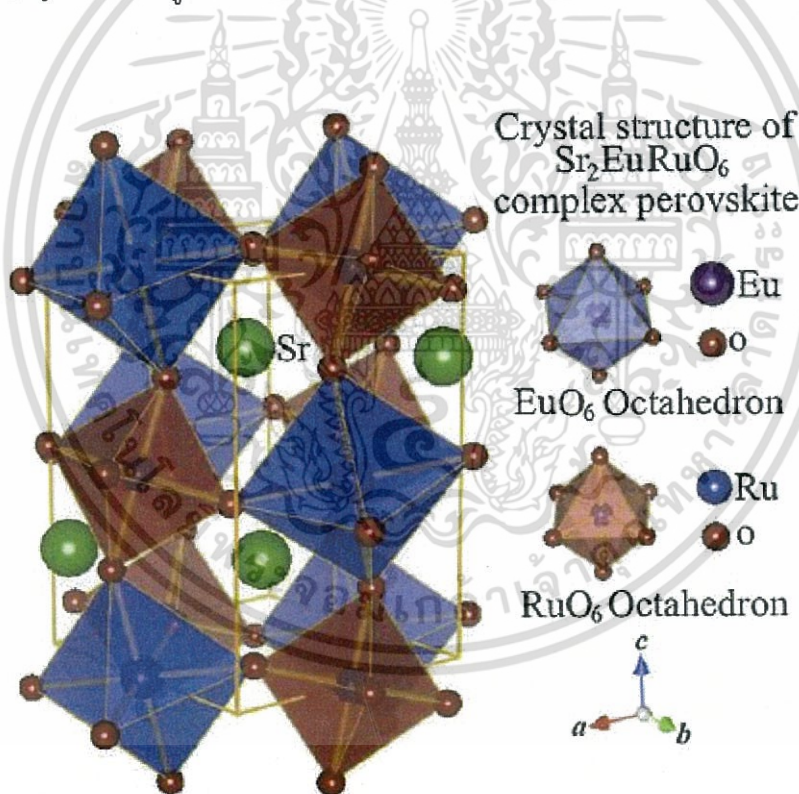
โครงสร้างเพอโรฟสไกต์เชิงซ้อนเกิดจากการแทนที่ด้วยไอออนหลายตัว ซึ่งแตกต่างจากโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ในอุดมคติ โดยไอออนบวกที่ตำแหน่ง A จะมีขนาดรัศมีไอออนใหญ่ เช่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pb^{2+} Ba^{2+} Sr^{2+} La^{2+} และ Bi^{2+} เป็นต้น และไอออนบวกที่ตำแหน่ง A จะมีขนาดรัศมีไอออนเล็กกว่า เช่น Mg^{2+} Zn^{2+} Ni^{2+} Fe^{2+} และ Sc^{2+} เป็นต้น [23] ซึ่งโครงสร้างเพอรอฟสไกต์เชิงซ้อนสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 กลุ่ม ดังนี้

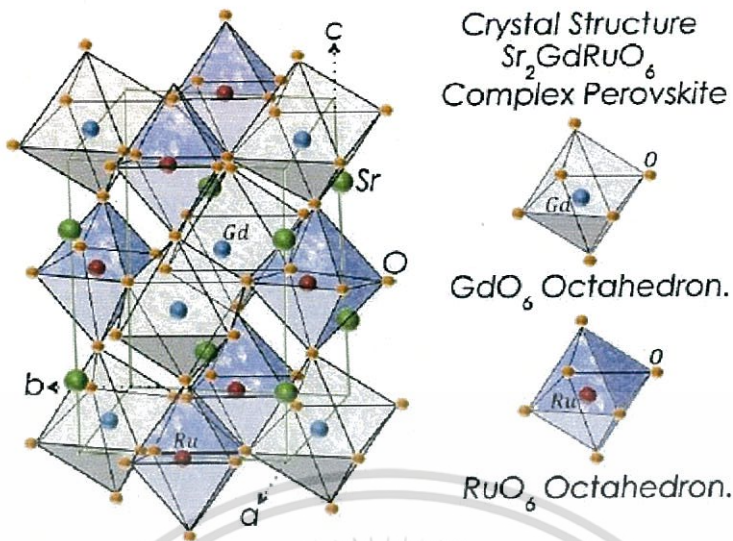
1. $(A'A'')BO_3$ เช่น แบเรียมสตรอนเซียมไททาเนต ($Ba_{0.60}Sr_{0.40}TiO_3$) และเลดแบเรียมเซอร์โคเนต ($Pb_{1-x}Ba_xZrO_3$) เป็นต้น
2. $A(B'B'')O_3$ เช่น เลดแมกนีเซียมทังสเตต ($Pb(Mg_{1/2}W_{1/2})O_3$) และเลดแมกนีเซียมไนโอเบต ($Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3$) เป็นต้น
3. $A'A''B'B''O_3$ เช่น เลดแทนทาลัมเซอร์โคเนตไททาเนต ($(Pb_{1-x}La_{2x/3})(Zr_{1-y}Ti_{1-y})O_3$)

โดยไอออนบวกที่ตำแหน่ง A และ B นั้นจะเรียงตัวในหน่วยเซลล์ตามสัดส่วนที่เหมาะสม [27] เช่นโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ Sr_2EuRuO_6 ดังแสดงในรูปที่ 2.12 โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ Sr_2GdRuO_6 ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.12 แสดงโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ Sr_2EuRuO_6 [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 แสดงโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของ Sr_2GdRuO_6 [30]

2.4 การสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

เทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารตั้งต้นที่ผสมกันอยู่ในสถานะของแข็ง หรือเป็นเทคนิคการเตรียมผงโดยอาศัยความร้อนทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นที่มีสถานะของแข็ง โดยใช้สารตั้งต้น เป็นสารจำพวก คาร์บอนเนต ไนเตรท ซัลไฟด์ แอซิเตท และออกไซด์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารชนิดใหม่และก๊าซ ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมผงจำพวกสารประกอบออกไซด์อย่างง่ายต่างๆ หรือสารประกอบออกไซด์เชิงซ้อน [27] ตัวอย่างเช่น การเตรียมตัวนำยวดยิ่งที่มีสารตั้งต้น คืออิตเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3) แบเรียมคาร์บอนเนต ($BaCO_3$) และคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ความบริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) [30] โดยมีปฏิกิริยาทางเคมีดังสมการที่ (2.5)



จากปฏิกิริยาทางเคมีสามารถคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นได้โดยนำสารทั้งสามมาผสมกันแล้วนำไปสู่กระบวนการเผาแบบผง (Calcination) และกระบวนการเผาขึ้นรูป (Sintering) ในเตาเผาอุณหภูมิสูงซึ่งมีกระบวนการเผาแบบต่างๆ ที่แตกต่างกัน ซึ่งกระบวนการแคลไซน์เป็นกระบวนการทางความร้อน โดยอาศัยการแพร่ระหว่างกันของไอออนซึ่งทำให้สารตั้งต้นเกิดอันตรกิริยาต่อกัน จึงเป็นวิธีการช่วยลดขอบเขตของการแพร่ในช่วงขั้นตอนการซินเตอร์ได้ ปัจจัยทางจลนพลศาสตร์ต่างๆ จะเป็นตัวควบคุมการเกิดการสลายตัว ได้แก่ ปฏิกิริยาพื้นผิว การถ่ายเทความร้อนไปยังพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยา และการแพร่ของแก๊ส หรือการซึมผ่านจากพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาเข้าไปตามช่องรูพรุนในชั้นต่างๆ ของผง นอกจากนี้ยังขึ้นกับ ธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยาระหว่างสารที่เกิดขึ้นใหม่

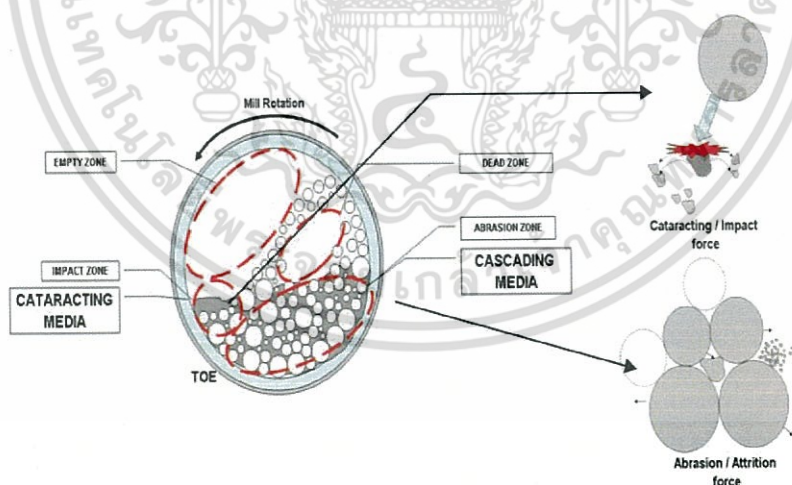
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขนาดของอนุภาค ลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ความแตกต่างของขนาดอนุภาคในผงผสม ความเป็นเนื้อเดียวกันของผงผสม สภาวะของบรรยากาศ อุณหภูมิ และระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา วิธีการเตรียมผงด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งถึงแม้จะเป็นวิธีที่มีค่าใช้จ่ายน้อย แต่ก็มีปัญหาที่พบ คือ ผงที่เตรียมได้มักเกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนโต ทำให้ต้องมีการบดย่อยเพื่อลดขนาดของผงอยู่เสมอ เช่น กระบวนการบดย่อยด้วยลูกบด (Ball mill) [27]

2.5 กระบวนการบดย่อยด้วยลูกบด (Ball mill)

2.5.1 หลักการในการบดย่อย

การลดขนาด (Size Reduction) หมายถึงการที่ทำให้ขนาดของของแข็งลดโดยวิธีทางกล ซึ่งจะไม่ทำให้คุณสมบัติทางเคมีเปลี่ยนแปลง วัตถุประสงค์ของการลดขนาดทั่วไป คือให้ได้ขนาดของผลผลิตตามวัตถุประสงค์ของการใช้งานเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาทางเคมีของวัสดุเพื่อปรับปรุงคุณภาพของวัสดุเป็นต้น การลดขนาดแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนใหญ่ๆ ได้แก่ การบดหยาบ การบดขั้นที่ 2 และ การบดละเอียด ในที่นี้จะกล่าวถึงการบดละเอียดเท่านั้น การบดละเอียดเป็นขั้นตอนสุดท้ายของการลดขนาดด้วยเครื่องบดแบบลูกบอล ซึ่งเป็นเครื่องมือลดขนาดโดยใช้หลักการหมุน ซึ่งมีลูกบดช่วยในการบด และมีการเติมตัวช่วยในการกระจายลอยตัว (Medium) เช่น แอลกอฮอล์ และ สารเติมแต่งต่างๆ (Additive) โดยหลักการทำงานที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด [31] แสดงดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.14 แสดงหลักการทำงานที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด [30]

จากรูปที่ 2.13 เมื่อเริ่มทำการหมุนของหม้อบดในแนวอนครบรอบ จะสามารถอธิบายกระบวนการบดที่เกิดขึ้นภายในได้ ดังนี้ กระบวนการบดที่เกิดขึ้นภายในหม้อบดประกอบด้วย 2 แรงกระทำคือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1) การบดที่เกิดจากการตกกระทบของลูกบด (Contracting Media) กับผงตัวอย่าง บริเวณที่รับแรงกระแทก (Impact Zone)
- 2) การบดที่เกิดจากแรงขัดสีของลูกบด (Cascading Media) กับผงตัวอย่างบริเวณที่เกิดการเสียดสี (Abrasion Zone)

นอกจากนี้ หากปราศจากตัวแปรอื่นๆ เช่น ความเข้มข้นของสารผสม (Slurry) และแรงต่างๆ ที่กระทำต่อลูกบดแล้ว ในการบดครั้งหนึ่งๆ จะมีส่วนที่เป็นช่องว่าง (Dead Zone) ซึ่งเป็นจุดที่ทำให้เกิดการบดโดยอัตโนมัติ ในส่วนของช่องว่างที่เกิดจากแรงเหวี่ยง (Empty Zone) จะเกิดขึ้นเองจะมีปริมาณมากหรือน้อย ขึ้นอยู่กับ ความเร็วรอบของการบด ถ้าความเร็วรอบมากจะทำให้เกิดช่องว่างที่เกิดจากแรงเหวี่ยง (Empty Zone) ได้น้อยลงเนื่องจากลูกบดสามารถวิ่งขึ้นไปได้สูงกว่าเดิมในขณะเดียวกันก็จะสามารถเพิ่มบริเวณที่รับแรงกระแทก (Impact Zone) ได้มากขึ้นด้วยเช่นกัน อย่างไรก็ตาม วัตถุประสงค์บางชนิดไม่ต้องการการบดแบบแรงตกกระทบเนื่องจากขึ้นอยู่กับขนาดตั้งต้นของวัตถุดิบป้อนว่ามีขนาดใหญ่หรือเล็กเพียงใด เพราะวัตถุดิบที่มีขนาดเล็กอาจใช้การบดด้วยแรงแบบขัดสีซึ่งจะให้ประสิทธิภาพการบดที่ดีกว่า การบดที่เกิดขึ้นด้วยแรงขัดสีหากพิจารณาในรายละเอียดก็สามารถอธิบายเพิ่มเติมได้ว่าการแตกตัวของวัตถุดิบประกอบกันด้วย 2 กลไก คือ Chipping และ Abrasion ซึ่ง Chipping เป็นการบดที่ทำให้เกิดอนุภาคหยาบหลุดออกมาจากเม็ดผงตัวอย่างขนาดใหญ่ แต่ Abrasion คือการบดที่ทำให้เกิดอนุภาคเล็กๆ จากอนุภาคหยาบอีกต่อหนึ่งหรือที่เรียกว่า กระบวนการบดด้วยแรงขัดสี และรวมกันเรียกว่า Attrition [30]

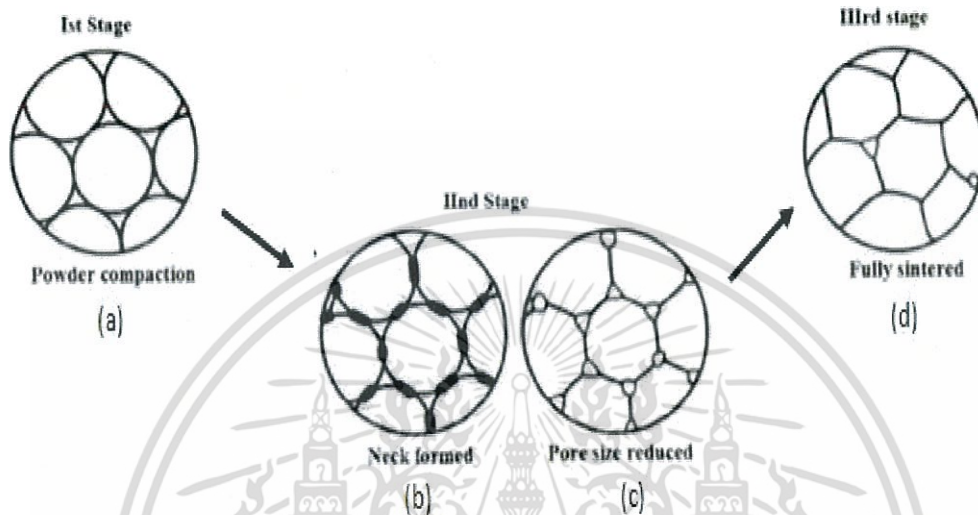
2.6 กระบวนการเผาซินเตอร์ (Sintering process)

การเผาซินเตอร์ (Sintering) คือ กระบวนการให้ความร้อนกับเซรามิก ซึ่งเป็นตัวควบคุมโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) เช่น ขนาดเกรน ความหนาแน่น และความบริสุทธิ์ของเซรามิก เพื่อให้ได้เซรามิกที่มีคุณสมบัติตามต้องการ กระบวนการเผาซินเตอร์จะอยู่ภายใต้การควบคุมบรรยากาศ และให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลว แต่สูงพอที่จะทำให้อนุภาคเกิดพันธะระหว่างกันทำให้รูพรุนของอนุภาคลดลง ส่งผลให้มีความแข็งแรงมากขึ้น และมีการดูดซึมน้ำต่ำลง [27] โดยกระบวนการเผาซินเตอร์จะแบ่งเป็น 3 ช่วงการเปลี่ยนแปลง คือ

การเผาซินเตอร์ช่วงเริ่มต้นอนุภาคจะเกิดการเรียงตัวใหม่ จะเกิดคอ (Neck) ที่จุดสัมผัสสร้างพันธะกัน การเชื่อมต่อนี้จะทำให้รูพรุนลดลง ความหนาแน่นมากขึ้น จะเกิดการเชื่อมพันธะกันไปเรื่อยๆ จนคอ (Neck) มีรัศมีประมาณ 0.4-0.5 เท่าของรัศมีอนุภาค ดังรูป 2.10(b)

การเผาซินเตอร์ช่วงกลาง รูพรุนที่เชื่อมต่อระหว่างเส้นขอบเกรนจะเกิดการหดตัวจนแยกออกจากกัน ทำให้เกรนเกิดการโตอย่างช้าๆ อนุภาคเกิดการชิดกันมากขึ้นส่งผลให้ชิ้นงานหดตัว ซึ่งระยะนี้จะเกิดการหดตัวมากที่สุด ดังรูป 2.10 (c)

การเผาซินเตอร์ช่วงสุดท้าย รูพรุนจะถูกกำจัดออกจนหมด ซึ่งเกิดจากกระบวนการแพร่ของก๊าซออกไปตามขอบเกรนจนหลุดออกจากชิ้นงาน ขนาดเกรนจะใหญ่ขึ้น แต่ขนาดเกรนจะโตเร็วกว่ารูพรุน รูพรุนจึงแทรกเข้าไปอยู่ในเกรน ส่งผลให้กำจัดรูพรุนได้ยากขึ้นดังรูป 2.10 (d)



รูปที่ 2.15 แสดงกระบวนการเผาซินเตอร์ (a) ก่อนเผาซินเตอร์ (b) ช่วงเริ่มต้น (c) ช่วงกลาง (d) ช่วงสุดท้าย [32]

2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.7.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer)

เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุโดยไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-destructive method) ซึ่งใช้ในการศึกษารายละเอียดของวัสดุ เช่น การวิเคราะห์วัสดุที่มีโครงสร้างเหมือนกัน แต่มีโครงสร้างผลึกต่างกัน โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างกัน ผลการวิเคราะห์จะถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุองค์ประกอบของสารตัวอย่าง หลักการและวิธีการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นผลึก คือ วัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งอะตอมภายในจะมีการจัดเรียงตัวเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยอาศัยหลักการในการวิเคราะห์ของ Bragg's law ดังสมการที่ (3.7)

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (3.7)$$

เมื่อ n คือ เลขจำนวนเต็ม

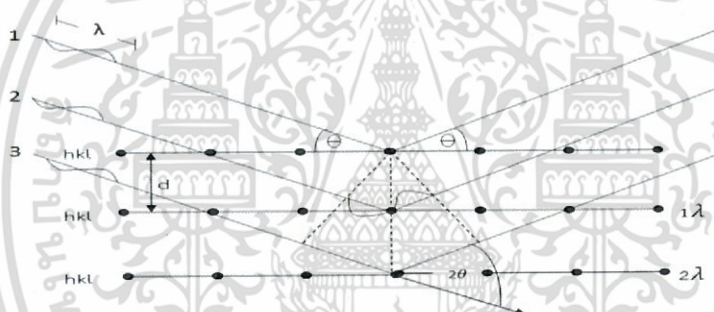
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

θ คือ มุมตกกระทบ

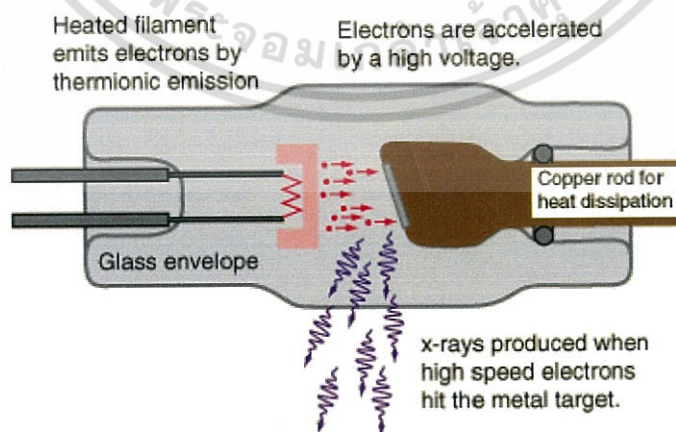
λ คือ ความยาวคลื่น

d คือ ระยะห่างของระนาบผลึก

ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวดอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้เคลื่อนที่ เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนดซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไป จึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมา



รูปที่ 2.16 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [ดัดแปลงจาก38]



รูปที่ 2.17 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์

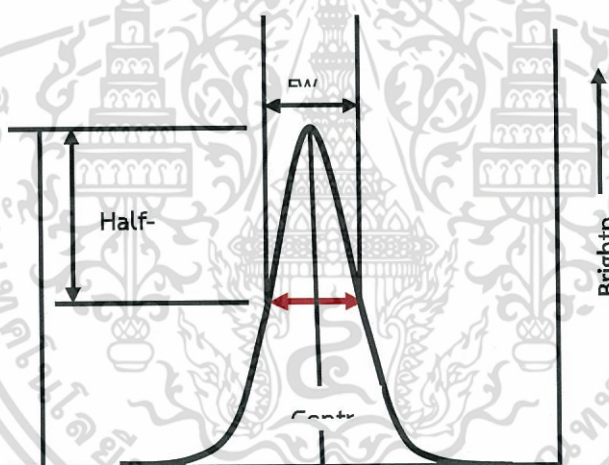
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณหาขนาดผลึก(Crystalline size) จากสมการของ Scherrer's formula ดังนี้

$$D = \frac{k\lambda_x}{\beta_{2\theta}\cos\theta}$$

- โดยที่ D = ขนาดของเม็ดผลึก
 K = ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก
 θ = มุมของการเลี้ยวเบน
 $\beta_{2\theta}$ = ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)
 λ_x = ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

สำหรับการหาความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM) สามารถหาได้ดังแสดงในรูปที่



รูปที่ 2.18 แสดงความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)

2.7.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตรแต่ไม่สูงเท่ากับกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดใช้ศึกษาพื้นผิวของตัวอย่าง โดยเฉพาะศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา เช่น ลักษณะรูปร่างลวดลายเป็นผิวตัวอย่างตลอดจนขนาดของตัวอย่างโดยลำอิเล็กตรอนจะส่องกราดไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บนผิวของวัตถุ และสามารถศึกษาทั้งตัวอย่างทางชีวภาพและวัสดุศาสตร์อีกด้วย ซึ่งจะได้ภาพที่มีลักษณะเป็นภาพ 3 มิติ โดยหลักการการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังรูปที่ 3.8 เริ่มจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ที่เป็นขั้วลบ เรียกว่า แคโทด (Cathod) ทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนจากฟิลาเมนต์(filament) จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า ในช่วง 1-40 kV พร้อมทั้งบีบกลุ่มอิเล็กตรอนให้เป็นลำอิเล็กตรอนโดยระบบของเลนส์อิเล็กตรอน (Electron lens) ซึ่งมี 2 ชนิด คือ

1. เลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) สามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนมีขนาดใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ ถ้าต้องการภาพที่มีความคมชัดควรปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก
2. เลนส์วัตถุ (Objective lens) ทำหน้าที่โฟกัสภาพขณะเดียวกันลำอิเล็กตรอนจะส่องกราดไปบนผิวตัวอย่างโดยขดลวดสนามแม่เหล็ก (Scanning coils) บนระนาบ x-y ซึ่งเกิดจากกลุ่มอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) กระทบกับตัวอย่างจะเกิดปฏิกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับผิวตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) สัญญาณชนิดนี้ จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เป็นสัญญาณที่ถูกนำมาใช้ในการสร้างภาพมากที่สุด สัญญาณของลำอิเล็กตรอนที่สะท้อนออกมาจากผิวตัวอย่างพุ่งเข้าสู่หัววัด (detector) และสัญญาณไฟฟ้านั้นถูกแปรไปเป็นภาพขาวดำที่ปรากฏบนจอโทรทัศน์หรือบนจอภาพ Cathod ray tube (CRT) และพร้อมที่จะบันทึกภาพซึ่งเกิดจากความแตกต่าง (contrast) ระหว่างความสว่าง (ขาว) กับความมืด (ดำ) บนจอภาพด้วยกล้องถ่ายภาพที่ปรากฏบนจอภาพ Cathod ray tube (CRT) และทำการแปลงสัญญาณที่ได้เป็นสัญญาณไฟฟ้าด้วยชุดระบบอิเล็กทรอนิกส์ การสะท้อนของสัญญาณนั้นขึ้นอยู่กับลักษณะผิวหน้าของสารตัวอย่าง เช่น ถ้าผิวหน้าตัวอย่างเรียบ อิเล็กตรอนสะท้อนออกเป็นสัญญาณที่ดี และผิวหน้าสารตัวอย่างเป็นหลุมลึก อิเล็กตรอนสะท้อนออกเป็นภาพสัญญาณได้น้อย หรือหัววัดรับสัญญาณได้น้อย ความแตกต่างของการส่งสัญญาณนี้เป็นการสร้างภาพผ่านข้อมูลการสะท้อนจากผิวหน้าสารตัวอย่างของลำอิเล็กตรอน ภาพที่เกิดขึ้นจึงแสดงลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่าง

เราสามารถวัดขนาดเกรน (Grain size) ได้จากวิธีอินเตอร์เซ็ป (Intercept method)

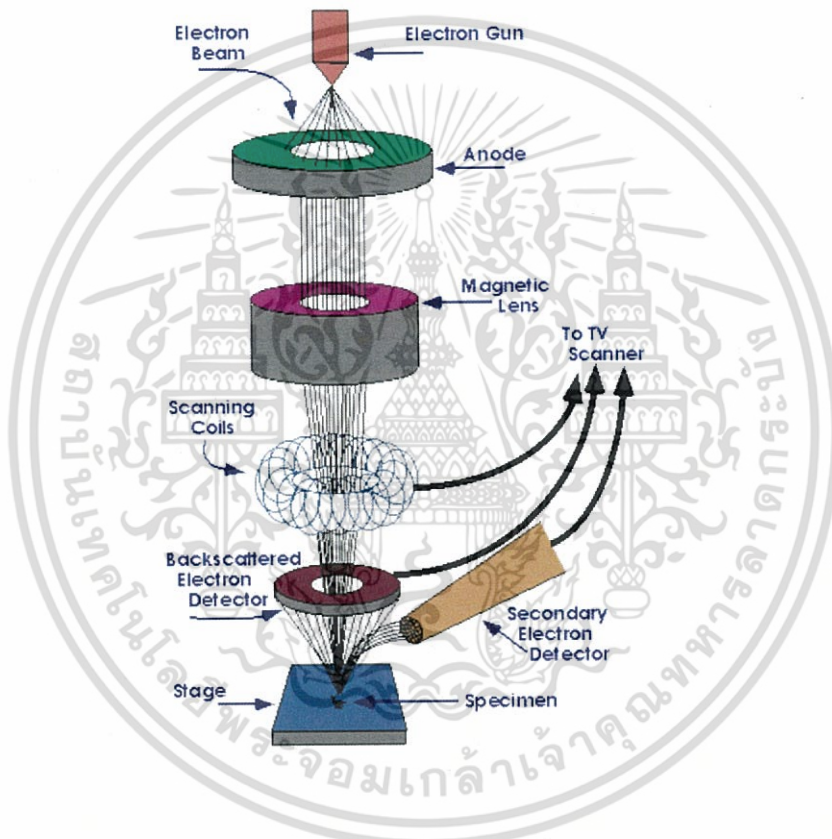
1. ลากเส้นตรง (เส้นทดสอบ) ที่ทราบความยาว นับจำนวนจุดตัดที่พบ
2. ลากเส้นทดสอบจำนวน 50 เส้น ในทิศทางและบริเวณที่ต่างกัน

วิธีการนับจุดตัดมี 2 วิธี ดังนี้

1. การนับจุดตัด (Intercepts)
 - นับ 1 เมื่อเส้นทดสอบลากผ่านเกรน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- นับ $\frac{1}{2}$ ที่จุดสิ้นสุดของเส้นทดสอบ
- 2. การนับจุดเชื่อมต่อ (Intersections)
 - นับ 1 ที่จุดตัดระหว่างเส้นทดสอบกับขอบเกรน
 - นับ 1 เมื่อเส้นทดสอบผ่านขอบเกรนในแนวขนาน
 - นับ $\frac{1}{2}$ ที่จุดสิ้นสุดของเส้นทดสอบ
 - นับ $1\frac{1}{2}$ ที่เส้นทดสอบผ่านจุดเชื่อมต่อของขอบเกรน

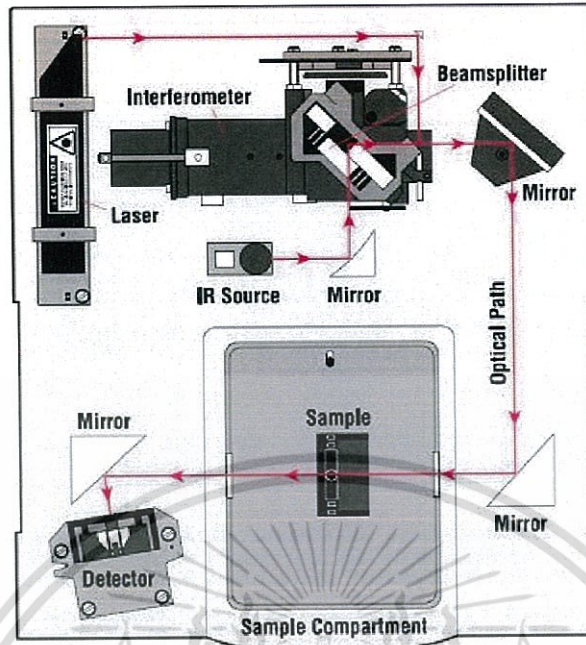


รูปที่ 2.19 แสดงหลักการทำงานของเครื่อง SEM [39]

2.7.3 การวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนต์สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer : FT-IR)

Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ พันธะเคมีโมเลกุล และบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารตัวอย่าง โดยทำการตรวจวัดการดูดกลืนแสงรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างที่ความถี่ต่างๆ โดยระบบ FT-IR [40] มีส่วนประกอบดังแสดงในรูปที่ 3.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.20 แสดงส่วนประกอบของระบบ FT-IR [41]

ระบบ FT-IR จะมีส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ดังนี้

- 1) แหล่งกำเนิดรังสีของ Infrared Spectrometer คือ สารเฉื่อยที่ถูกทำให้ร้อนจนมีอุณหภูมิระหว่าง 1000-1800 องศาเซลเซียส
- 2) ตัวแยกรังสีแบบ Interferometer มีหน้าที่แยกลำรังสีออก ทำให้เกิด Path difference โดยเครื่องตรวจวัด
- 3) เครื่องตรวจวัดทำหน้าที่ประมวลผลจากสัญญาณแทรกสอดที่ส่งผ่านมาจากตัวแยกรังสี

2.7.4 การวิเคราะห์สมบัติการนำไฟฟ้าด้วยเครื่องแอลซีอาร์ (LCR Meter)

เครื่องแอลซีอาร์ เป็นเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์วัดค่าความเหนี่ยวนำไฟฟ้า (Inductance), ค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance) และค่าความต้านทานไฟฟ้า (Resistance) ของตัวอุปกรณ์พาสซีฟที่ใช้ในวงจรอิเล็กทรอนิกส์

มิเตอร์วัดค่า LCR มีหลากหลายแบบ ตั้งแต่แบบง่าย ๆ ที่ใช้การวัดค่าอิมพีแดนซ์แล้วแปลงเป็นค่าความเหนี่ยวนำหรือความจุไฟฟ้า ส่วนแบบที่ซับซ้อนขึ้นจะใช้การวัดค่าความเหนี่ยวนำหรือค่าความจุได้โดยตรง และยังสามารวัดค่าความต้านทานอนุกรมแฝง และค่า Q แฟกเตอร์ของอุปกรณ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

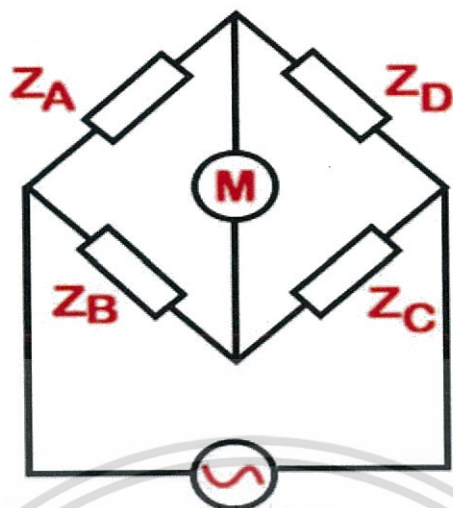
เหนี่ยวนำได้ทำให้ทราบได้ถึงสมรรถนะหรือคุณภาพโดยรวมของตัวอุปกรณ์ได้โดยการจ่ายแรงดันไฟฟ้ากระแสสลับให้แก่อุปกรณ์ที่กำลังทดสอบเครื่องวัด LCR จะทำการวัดค่าแรงดัน และกระแสที่ไหลผ่านค่าอิมพีแดนซ์ โดยอิมพีแดนซ์คือ อิมพีแดนซ์คือการต้านทานต่อการไหลของกระแสไฟฟ้าในวงจรทั้งไฟฟ้ากระแสตรงและกระแสสลับซึ่งเป็นผลรวมทางเวกเตอร์ของปริมาณสเกลลาร์ 2 ตัว คือ ค่าความต้านทาน และค่ารีแอกแตนซ์ โดยค่ารีแอกแตนซ์นั้นเป็นความต้านทานต่อไฟฟ้ากระแสสลับที่เกิดจากค่าความเหนี่ยวนำและค่าความจุไฟฟ้าของอุปกรณ์ และค่าอิมพีแดนซ์ของวงจรจะคำนวณได้จากอัตราส่วนของปริมาณทั้งสองนั้นเครื่องวัด LCR แบบดิจิทัลใช้หลักการวัดอิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ที่กำลังทดสอบโดยการวัดแรงดัน (V) ตกคร่อม, กระแส (I) ที่ไหลผ่าน และมุมเฟสที่แตกต่างระหว่างแรงดันและกระแส ซึ่งจะได้ค่าค่าพารามิเตอร์อิมพีแดนซ์ทั้งหมดจากค่าทั้ง 3 แพกเตอร์นี้ดังนั้น เครื่องวัด LCR จึงสามารถวัดพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องของวงจรได้ดังต่อไปนี้

- ค่าความเหนี่ยวนำไฟฟ้า (inductance)
- ค่าความจุไฟฟ้า (capacitance)
- ค่าความต้านทานไฟฟ้า (resistance)
- ค่าแฟกเตอร์ความสูญเสีย (dissipation factor)
- ค่าแฟกเตอร์คุณภาพ (quality factor)
- ค่ากระแสไฟฟ้า (current)
- ค่าแรงดันไฟฟ้า (voltage)
- ค่าความต่างเฟสของกระแสและแรงดัน (phase angle between the current and voltage)
- ค่าความนำไฟฟ้า (conductance)
- ค่าจินตภาพของค่าผกผันอิมพีแดนซ์ (susceptance)

ทฤษฎีพื้นฐานที่ใช้ในเครื่องวัด LCR การวัดค่า LCR ทำได้หลายวิธีที่ใช้กันโดยทั่วไปคือ

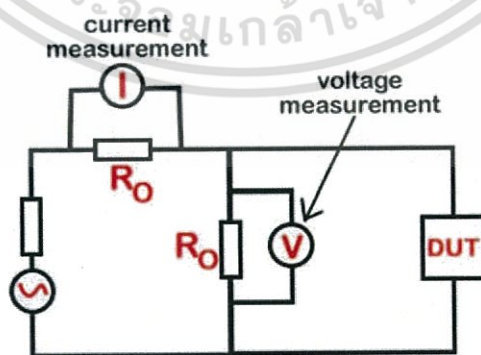
1. ใช้วงจรบริดจ์ (Bridge Method) วิธีนี้เป็นการใช้วงจรบริดจ์ที่สมดุลหรือวงจร Wheatstone Bridge ใช้กับการวัดอุปกรณ์ใช้งานที่ความถี่ต่ำกว่า 100KHz เมื่ออุปกรณ์ที่ถูกทดสอบ ZD ต่อยู่ในวงจรบริดจ์โดยที่รู้ค่าอิมพีแดนซ์ ZB, ZC ที่แน่นอน เมื่อปรับอิมพีแดนซ์ของ ZA จนไม่มีกระแสไฟฟ้าไหลผ่าน ZD ก็จะได้ค่าของอิมพีแดนซ์ ZD จากสมการ $ZD/ZA = ZC/ZB$ หรือ $ZD = (ZC/ZB)ZA$ การวัดด้วยวงจรบริดจ์ง่าย ๆ แบบนี้ มีใช้ในเครื่องวัด LCR ยุคแรกๆ ที่ต้องทำการปรับสมดุลวงจรด้วยตัวเอง ที่ทันสมัยขึ้นก็จะมีวงจรขยายสัญญาณและวงจรปรับสมดุลอัตโนมัติแสดงดังรูปที่ 2.21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



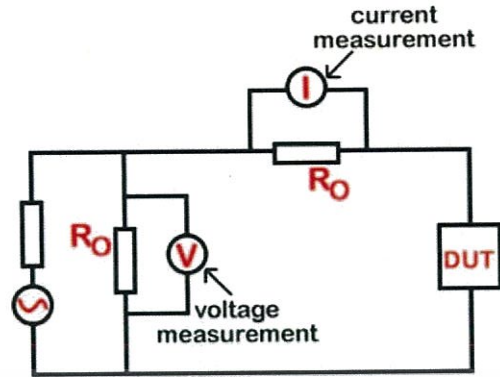
รูปที่ 2.21 แสดงวงจร Wheataone Bridge

2. ใช้การวัดแรงดันและกระแส (Current-Voltage Technique) วิธีนี้ใช้กับการวัดอุปกรณ์ที่ใช้ในงานความถี่สูง ให้ความแม่นยำสูงมีช่วงวัดที่กว้างรู้จักกันในชื่อ RF I-V Measurement Method โดยการวัดกระแสและแรงดันและความต่างเฟส เพื่อหาค่าอิมพีแดนซ์ของวงจร ซึ่งมีการจัดวงจรได้ 2 รูปแบบ สำหรับการวัดค่าอิมพีแดนซ์ต่ำและสำหรับการวัดค่าอิมพีแดนซ์สูงค่ากระแส, แรงดัน และความต่างเฟส จะถูกนำมาคำนวณหาค่าอิมพีแดนซ์ของอุปกรณ์ที่ถูกวัด โดยจะแสดงค่าความเหนี่ยวนำ, ค่าความจุ และค่าความต้านทาน แยกออกมาพร้อมกันในทีเดียวในเครื่องวัดบางรุ่น อาจมีหม้อแปลงไฟฟ้าเพื่อทำการไอโซเลตวงจรที่วัดออกจากกราวด์แต่จะมีผลให้ใช้งานได้ที่ความถี่ต่ำลง แสดงดังรูปที่ 2.22



วงจรวัดค่าอิมพีแดนซ์ต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



วงจรวัดค่าอิมพีแดนซ์ลูป

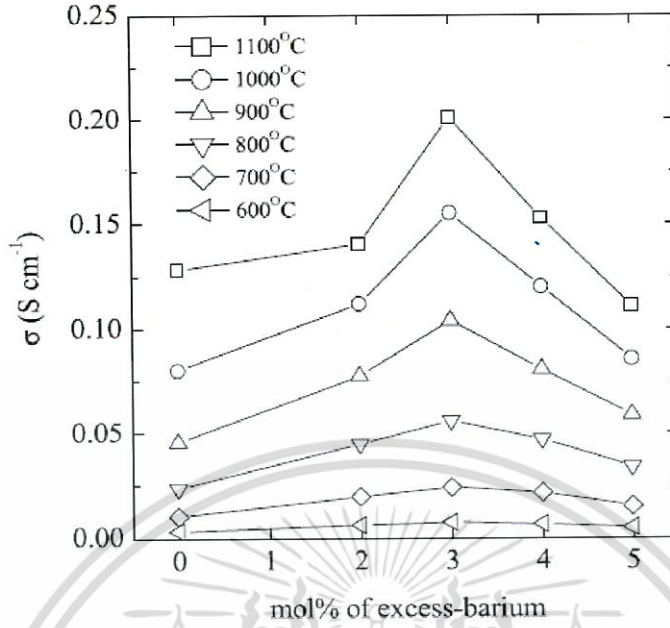
รูปที่ 2.22 แสดงวงจร Current-Voltage Technique

เทคนิคการใช้งานเครื่องวัด LCR ในการใช้เครื่องวัดให้มีประสิทธิภาพ มีข้อแนะนำดังนี้

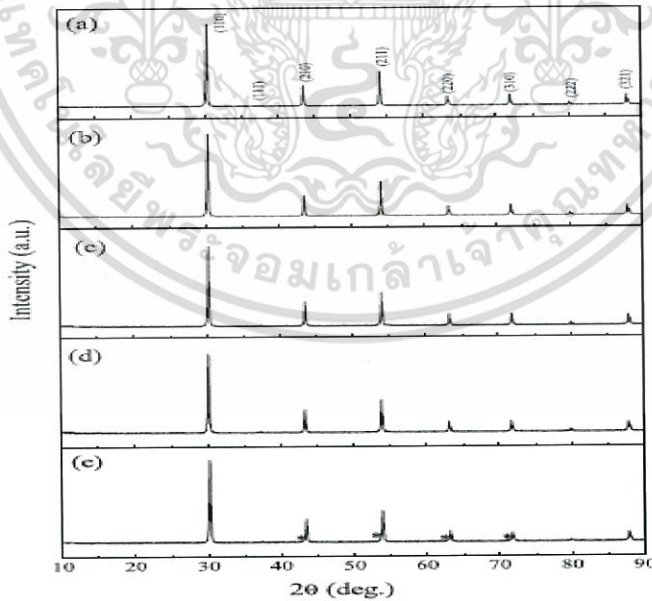
- วัดค่าที่ความถี่ใช้งาน โดยเลือกความถี่ทดสอบที่ใกล้เคียงความถี่ที่อุปกรณ์นั้นใช้งาน ให้มากที่สุดซึ่งจะช่วยลดผลของ stray effects หรือค่าที่เปลี่ยนแปลงตามความถี่
- ปรับความแรงสัญญาณทดสอบเช่นเดียวกับการเลือกความถี่ให้ใกล้เคียงความถี่ใช้งานมากที่สุดระดับสัญญาณทดสอบก็เช่นกัน เนื่องจากค่าของอุปกรณ์อาจเปลี่ยนแปลงตามความแรงสัญญาณที่จ่ายโดยเฉพาะตัวเหนี่ยวนำที่มีแกน เช่น เฟอร์ไรต์จะมีการสูญเสียที่แกนค่าจะแปรตามแอมพลิจูดสัญญาณ
- ผลจากความยาวของขาอุปกรณ์ที่ความถี่สูงกว่า 1 MHz ความยาวของขาอุปกรณ์ จะมีผลกระทบโดยมีค่าความเหนี่ยวนำประมาณ 10nH ต่อเซนติเมตร
- คายประจุก่อนวัดค่าตัวเก็บประจุบางตัวอาจยังมีประจุไฟฟ้าค้างอยู่จึงควรทำการคายประจุตัวเก็บประจุก่อนการวัดค่าทุกครั้ง

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.8.1 Hye-Lim Kim, Shin Kim, Kyu-Hyung Lee, Hong-Lim Lee, Ki-Tae Lee (2014) [28] ได้ศึกษาสมบัติการนำออกซิเจนไอออนของระบบ $\text{La}_{0.6}\text{Ba}_{0.4}\text{InO}_{3-\delta}$ ทำโดยการเจือแบบเรียบ (Ba) ที่มีความเข้มข้น 0-5 เปอร์เซ็นต์โมล และเตรียมด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) ซึ่งมีสารตั้งต้นทั้งหมด ได้แก่ La_2O_3 , BaCO_3 และ In_2O_3 ทำให้สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการนำออกซิเจนไอออนได้ ซึ่งจากผลของค่าการนำความร้อน (Isothermal conductivity) ดังแสดงในรูปที่ 2.11 พบว่ายิ่งเพิ่มปริมาณของแบบเรียบยิ่งทำให้ความสามารถในการนำไอออนออกซิเจนเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเจือแบบเรียบตั้งแต่ 3 เปอร์เซ็นต์โมล ขึ้นไปจะทำให้ค่าการนำออกซิเจนไอออนลดลงโดยการนำไอออนออกซิเจนเพิ่มขึ้นเนื่องจากแบบเรียบไอออน (Ba^{2+}) เข้าไปอยู่ที่ตำแหน่ง A-site ซึ่งเกิดจากการแพร่ของแบบเรียบระหว่างกระบวนการรักษาความร้อน (Heat-treatment processes) แม้ว่าการสูญเสียแบบเรียบเรียบจะทำให้ตำแหน่ง A-site ของโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ (ABO_3) เกิดช่องว่าง และเกิดการแทนที่ของไอออนบวก (cation) ที่ B-site เข้ามาแทนที่บนตำแหน่ง A-site ซึ่งเกิดจากการแทนที่ของอินเดียมไอออน (In^{3+}) บนตำแหน่ง A-site โดยเป็นความสัมพันธ์ระหว่างอินเดียมไอออนที่ขนาดเล็กกับช่องว่างออกซิเจน (Oxygen vacancies) แต่ในทางตรงกันข้าม การนำไอออนออกซิเจนจะลดลงเมื่อเจือแบบเรียบมากกว่า 3 เปอร์เซ็นต์โมล นั้นเป็นผลมาจากการเกิดเฟสที่สองเกิดขึ้น (Secondary phases) ดังแสดงในรูปที่ 2.12 สำหรับการเจือแบบเรียบ 5 เปอร์เซ็นต์โมล แสดงให้เห็นถึงเฟสของสารประกอบแบบเรียบจำนวนเล็กน้อยและยังมีเฟสที่สองเกิดขึ้น แต่ยังไม่พบเฟสของเพอรอฟสไกต์จากสารประกอบอื่นๆ ในโครงสร้างคิวบิก และสำหรับการเจือแบบเรียบ 4 เปอร์เซ็นต์โมล ไม่พบเฟสที่สองเกิดขึ้น อย่างไรก็ตามยังขึ้นกับความสามารถในการนำสูงสุดของกรณีเจือแบบเรียบ 3 เปอร์เซ็นต์โมล นอกจากนี้ความสามารถการนำก็ยังมีผลกระทบมาจากโครงสร้างจุลภาคอีกด้วย ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถสรุปได้ว่า การเจือแบบเรียบ (Ba) ที่มีความเข้มข้น 3 เปอร์เซ็นต์โมล ในระบบ $\text{La}_{0.6}\text{Ba}_{0.4}\text{InO}_{3-\delta}$ จะทำให้มีค่าการนำออกซิเจนไอออนสูงสุด



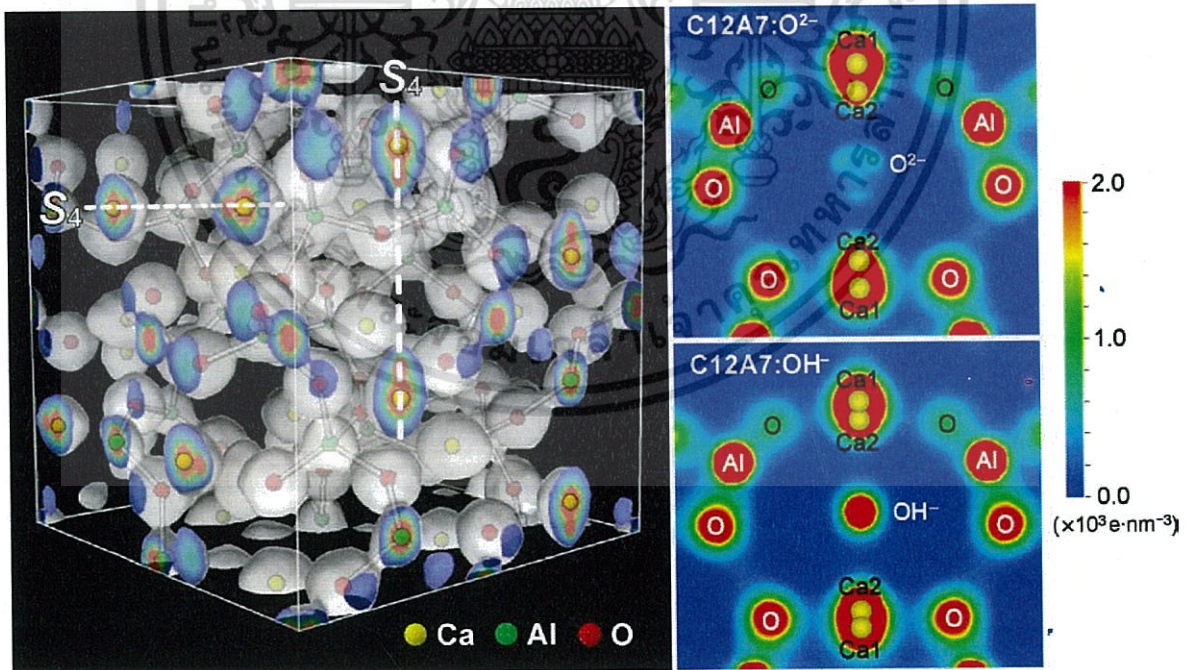
รูปที่ 2.23 แสดงค่าการนำความร้อนของระบบ $\text{La}_{0.6}\text{Ba}_{0.4}\text{InO}_{3-\delta}$ ที่ความเข้มข้นของแบเรียม 0-5 เปอร์เซ็นต์โมล [28]



รูปที่ 2.24 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{La}_{0.6}\text{Ba}_{0.4}\text{InO}_{3-\delta}$ เมื่อเจือแบเรียม (a) 0 mol%, (b) 2 mol%, (c) 3 mol%, (d) 4 mol%, และ (e) 5 mol% [28]

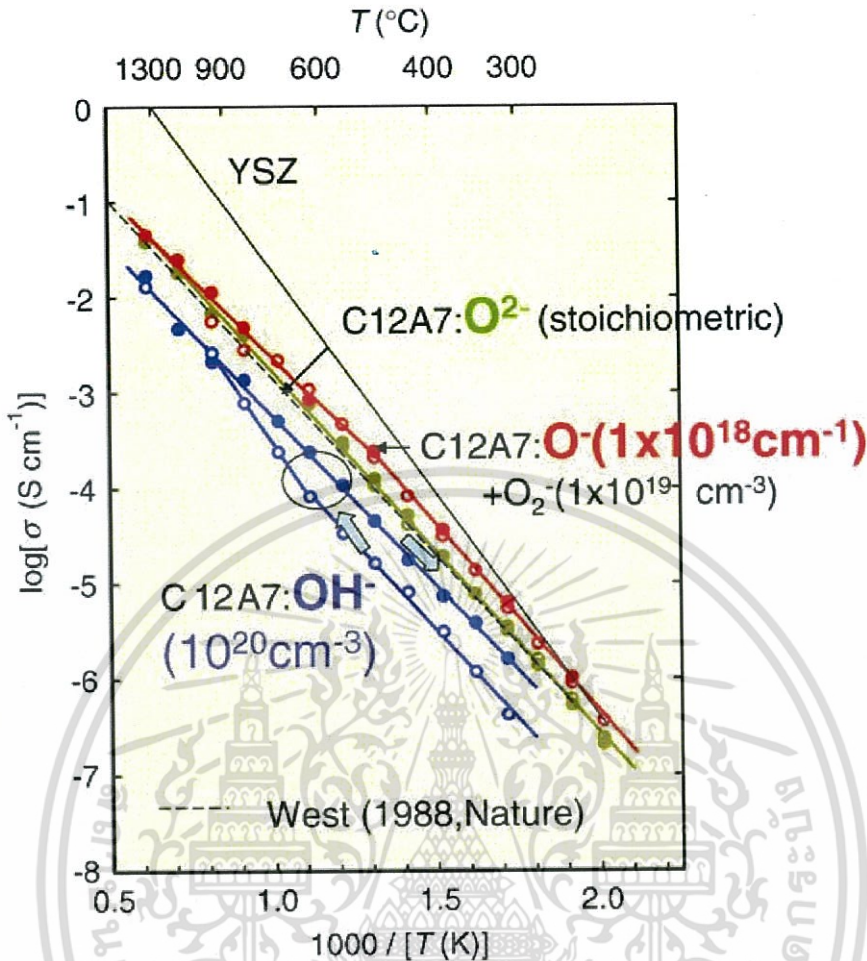
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8.2 Hideo Hosono, Katsuro Hayashi, Koichi Kajihara, Peter V. Sushko, Alexander L. Shluger (2009) [29] ศึกษาการแพร่ของออกซิเจนไอออนทั้ง 2 ชนิด คือ O^{2-} และ O^{-} ใน $12CaO \cdot 7Al_2O_3$ (C12A7) ที่มีผลต่อความสามารถการนำออกซิเจนไอออน ซึ่ง C12A7 มีโครงสร้างผลึกกับความหนาแน่นของอิเล็กตรอนดังแสดงในรูปที่ 2.13 โดยจะเตรียม C12A7 ที่มีความหนาแน่นสูงด้วยการเผาซินเตอร์(Sintering)จำนวน 3 ตัวอย่าง ที่มีไอออนลบ (anion) ที่แตกต่างกันคือ $C12A7:O^{2-}$, $C12A7:OH^{-}$, $C12A7:O^{-}$ ซึ่งผลจากการนำไฟฟ้าที่แสดงดังรูปที่ 2.14 พบว่า $C12A7:OH^{-}$ มีค่าการนำไฟฟ้าน้อยกว่า $C12A7:O^{2-}$ และ $C12A7:(O^{-} + O^{2-})$ มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่า $C12A7:OH^{-}$ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ซึ่งการนำไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นสามารถสังเกตได้จาก $C12A7:OH^{-}$ ที่อุณหภูมิประมาณ 700 องศาเซลเซียส จะเกิดการเปลี่ยนแปลงที่ย้อนกลับไม่ได้ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า O^{2-} และ O^{-} มีค่าการนำไฟฟ้าอย่างมีนัยสำคัญ ในกรณีของ OH^{-} ใน C12A7 จะเกิดเป็นปฏิกิริยาการคายน้ำ (dehydration reactions) ส่วนในกรณีของ O^{-} และ O^{2-} เป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาของก๊าซออกซิเจน (O_2) ในบรรยากาศ กับออกซิเจนไอออน โดยปฏิกิริยาหลักแสดงได้ดังสมการที่ (2.8)



รูปที่ 2.25 แสดงโครงสร้างผลึกและความหนาแน่นของอิเล็กตรอนของ C12A7 [29]

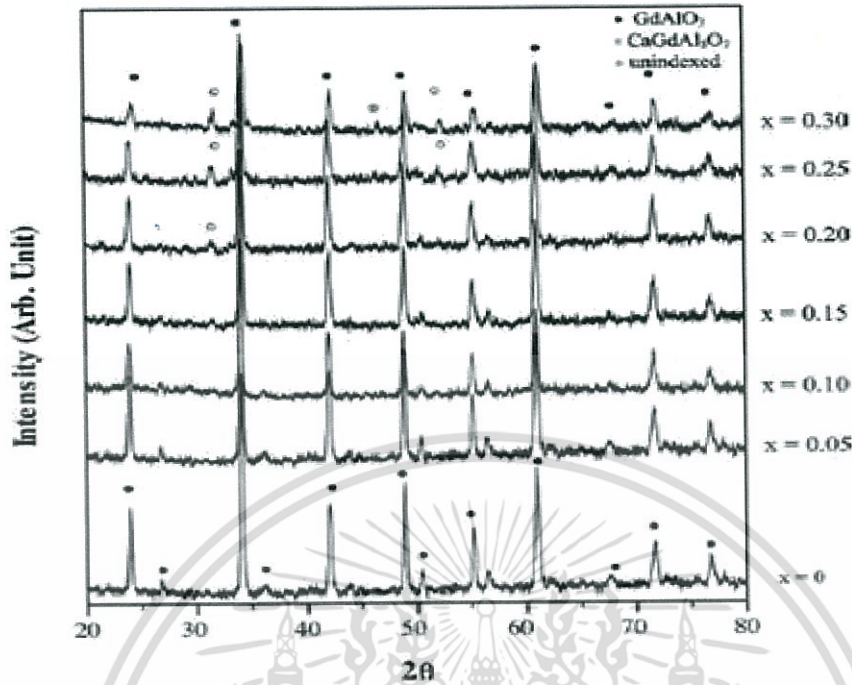
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



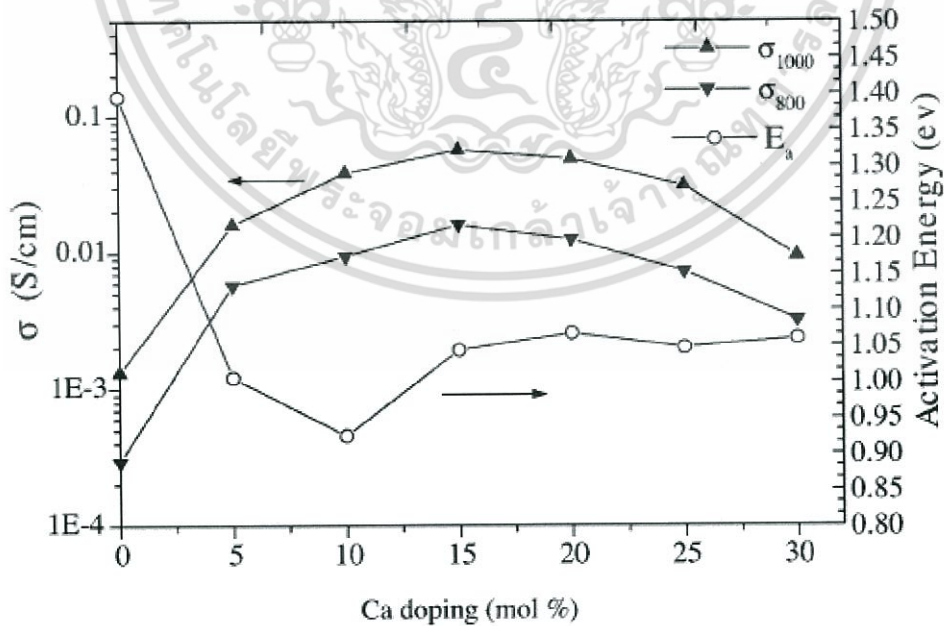
รูปที่ 2.26 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของ C12A7 ที่มีไอออนลบ (anion) ต่างกัน คือ $C12A7:O^{2-}$, $C12A7:OH^-$, $C12A7:O^-$ [29]

2.8.3 Amit Sinha, B.P. Sharma and P. Gopalan (2006) [30] ศึกษาการพัฒนาของสารประกอบออกไซด์ที่มีของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ ในระบบ $Gd_{1-x}Ca_xAlO_{3-\delta}$ โดยการเตรียมด้วยกระบวนการ Citrate gel process ให้ $x = 0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25$ และ 0.3 แล้วเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 - 1400 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการศึกษาโครงสร้างของสารประกอบด้วยเทคนิค X-ray diffraction ดังแสดงในรูปที่ 2.15 พบว่าเมื่อ $x > 0.15$ สารประกอบมีวิวัฒนาการเกิดขึ้นและพบว่าสารประกอบจะปรากฏวิวัฒนาการของแคลเซียมเมื่อ x เท่ากับ 0.2 ถึง 0.3 แต่เมื่อเพิ่มค่า x เท่ากับ 0.3 พบว่า มีวิวัฒนาการอื่นที่ไม่สามารถบอกได้ว่าเป็นวิวัฒนาการอะไรเกิดขึ้น และจากรูปที่ 2.16 แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) ในสารประกอบแคลโดลิเดียมออกไซด์ ($GdAlO_3$) ไม่ควรเกิน 20 เปอร์เซ็นต์ และการเพิ่มการเจือแคลเซียม (Ca) เป็นการเพิ่มขึ้นของการเกิดช่องว่างของออกซิเจน (Oxygen vacancy) จึงเป็นการเพิ่มการนำไฟฟ้าด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผง $Gd_{1-x}Ca_xAlO_{3-d}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ($x = 0-0.3$) [30]

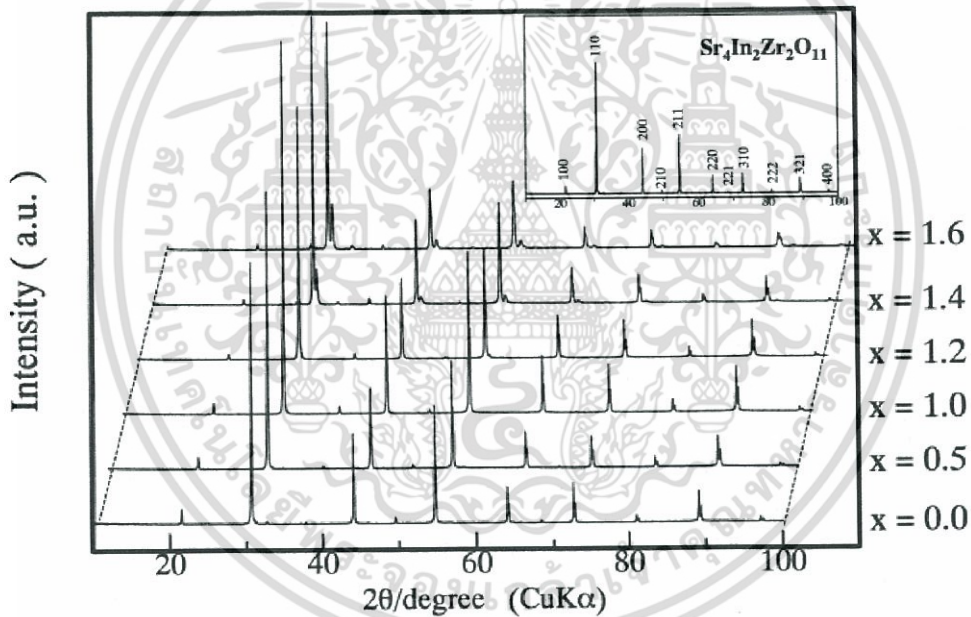


รูปที่ 2.28 แสดงผลกระทบของการเจือแคลไซน์ที่มีผลต่อการนำไฟฟ้าและพลังงานกระตุ้นของระบบ แกลโดลิเนียมอลูมินาต [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

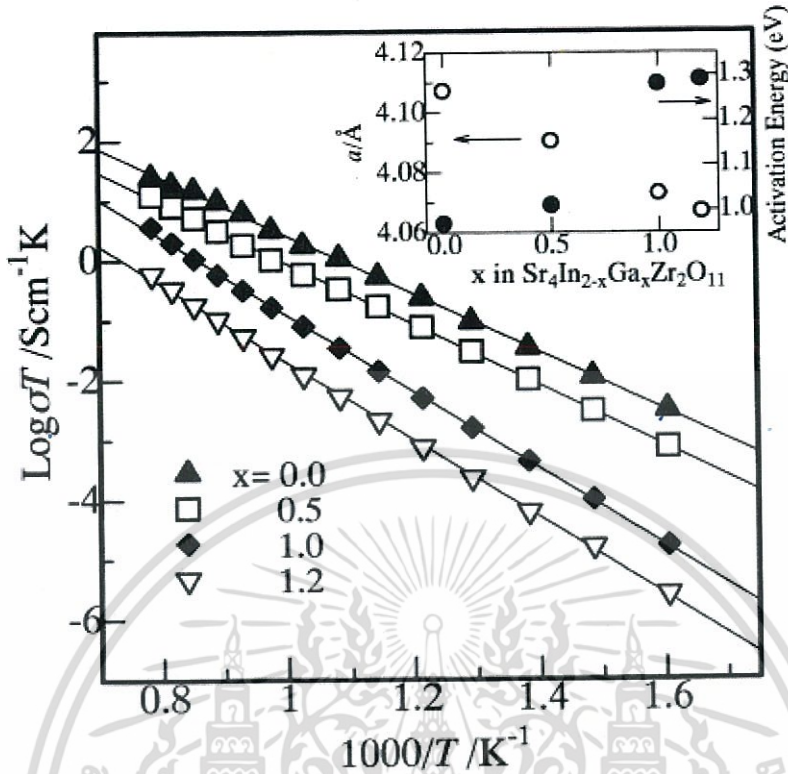
2.8.4 Y. Arachi, T. Asai, O. Yamamoto, Y. Takeda and N. Imanishi (2000)

[31] ทำการศึกษาความบกพร่องของสารประกอบออกไซด์ที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ โดยการเตรียมสารประกอบ $\text{Sr}_4\text{In}_{2-x}\text{Ga}_x\text{Zr}_2\text{O}_{11}$ ด้วยวิธี Solid state reaction โดยให้ $x = 0.0, 0.5, 1.0, 1.2, 1.4$ และ 1.6 และทำการศึกษาโครงสร้างของสารประกอบด้วยเทคนิค X-ray diffraction จากรูปที่ 2.17 พบว่า ในช่วง $0.0 < x < 1.2$ โครงสร้างจะเป็นแบบคิวบิกเพอโรฟสไกต์และจากรูปที่ 2.18 แสดงกราฟอาร์เรเนียสพบว่าค่าการนำไฟฟ้ามีค่าลดลงในขณะที่ค่าพลังงานกระตุ้นเพิ่มขึ้น แม้ว่าการเจือแกดโดลิเนียม (Gd^{3+}) เข้าไปในสารประกอบ จะเป็นการเพิ่มช่องว่างของออกซิเจนก็ตาม จึงคาดว่า การเจือธาตุเข้าไปในสารประกอบ $\text{Sr}_4\text{In}_2\text{Zr}_2\text{O}_{11}$ ทำให้เกิดความไม่สมมาตรและเกิดความไม่ เป็นระเบียบของการเรียงตัวในโครงสร้าง



รูปที่ 2.29 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{Sr}_4\text{In}_{2-x}\text{Ga}_x\text{Zr}_2\text{O}_{11}$ เทียบกับ $\text{Sr}_2\text{In}_2\text{Zr}_2\text{O}_n$ [31]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.30 แสดงค่าการนำไฟฟ้าด้วยพลอตกราฟอาร์เรนีเยสของ $\text{Sr}_4\text{In}_{2-x}\text{Ga}_x\text{Zr}_2\text{O}_{11}$ [31]

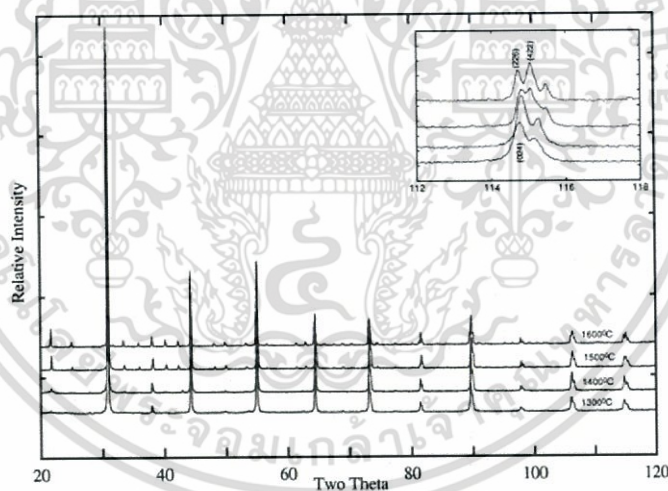
2.8.5 Masakuni Ozawa and Kensuke Imura (2014) [32] ศึกษา Oxygen relaxation และ Oxide ion conduction ของสารประกอบ $\text{Zr}_{0.8-x}\text{Ce}_x\text{Y}_{0.2}\text{O}_{1.9}$ ด้วยวิธี Solid solution โดยที่ $x = 0, 0.3$ และ 0.5 จากตารางที่ 2.1 พบว่าการเจือ Ce ที่ $x = 0$ มีค่าการนำไฟฟ้ามากที่สุด และตามด้วยการเจือ Ce ที่ $x = 0.5$ และ 0.3 ค่าการวัดพลังงานกระตุ้นมีค่าเรียงลำดับจากมากไปน้อย คือ $x = 0.3, 0.5$ และ 0.9 ตามลำดับ จากผลการทดลองพบว่าสาเหตุที่การนำไฟฟ้าลดลงหลังจากมีการเจือ Ce เข้าไป อาจเป็นเพราะมีการก่อตัวของความบกพร่องที่ซับซ้อนขึ้น และปรากฏการณ์ Binding ของ Oxygen vacancy กับอิตเทรียมไอออนทำให้เกิดช่องว่างของออกซิเจนที่อะตอมไม่สามารถเคลื่อนที่เพื่อจะนำไฟฟ้าได้

ตารางที่ 2.1 แสดงการนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 773 องศาเคลวินและพลังงานกระตุ้นของ $\text{Zr}_{0.8-x}\text{Ce}_x\text{Y}_{0.2}\text{O}_{1.9}$ โดยที่ $x = 0, 0.3, 0.5$

x	Conductivity σ (S/cm)	(773 K)	Activation energy E (eV)
0	3.50	10^{-4}	1.10 ± 0.08
0.3	1.65	10^{-5}	1.21 ± 0.08
0.5	1.71	10^{-5}	1.20 ± 0.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8.6 S. Janaswamy et al. (2002) งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการจัดเรียงโครงสร้างของสารประกอบ $BaMg_{1/3}(Ta,Nb)_{2/3}O_3$ โดยสารประกอบชนิดนี้มีโครงสร้างพื้นฐานเป็นแบบเพอโรฟสไกต์ ซึ่งทำการสังเคราะห์โดยใช้สารบริสุทธิ์ของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) , แทนทาลัมเพนตะออกไซด์ (Ta_2O_5) และไนโอเบียมเพนตะออกไซด์ (Nb_2O_5) นำมาผสมตามอัตราส่วน แล้วบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อสารผ่านการผสมกันแล้วจึงนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1300 , 1400 , 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นทำการศึกษาโครงสร้างด้วยวิธี X-ray diffraction ซึ่งผลที่ได้จากกราฟ XRD แสดงดังรูปที่ 2.19 ทำให้ทราบว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสมีการจัดเรียงอยู่ในวัฏภาคคิวบิกทั้งหมด แต่ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีทั้งวัฏภาคคิวบิก และไตกลอนอลเกิดขึ้นในโครงสร้าง ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส จะเป็นวัฏภาคไตกลอนอลทั้งหมด และพบว่าร้อยละของน้ำหนักของวัฏภาคไตรโกนอลจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ จึงทำให้ทราบว่าผลของอุณหภูมิมิผลต่อการจัดเรียงโครงสร้างของสารประกอบเป็นอย่างมาก

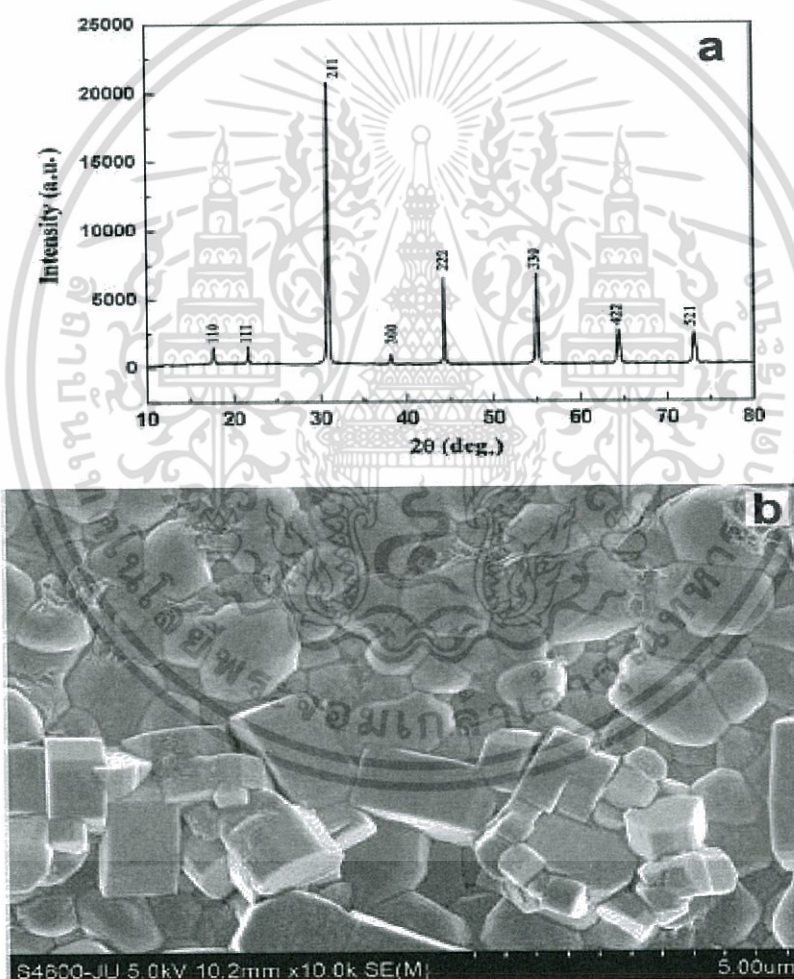


รูปที่ 2.31 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $BaMg_{1/3}(Ta,Nb)_{2/3}O_3$ เมื่อเผาอุณหภูมิแคลไซน์ที่แตกต่างกัน [32]

2.6.7 J. Mater. Sci. Technol. (2014) [33] ได้ทำการสังเคราะห์ ศึกษาคุณสมบัติ ไดอิเล็กตริกและค่าการนำไฟฟ้าของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลเนต (BMT) ด้วยวิธี Solid state reaction โดยใช้สารบริสุทธิ์แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซิงค์-ออกไซด์ (ZnO) และแทนทาลัมเพนตะออกไซด์ (Ta_2O_5) ทำการผสมตามอัตราส่วน และบดเป็น

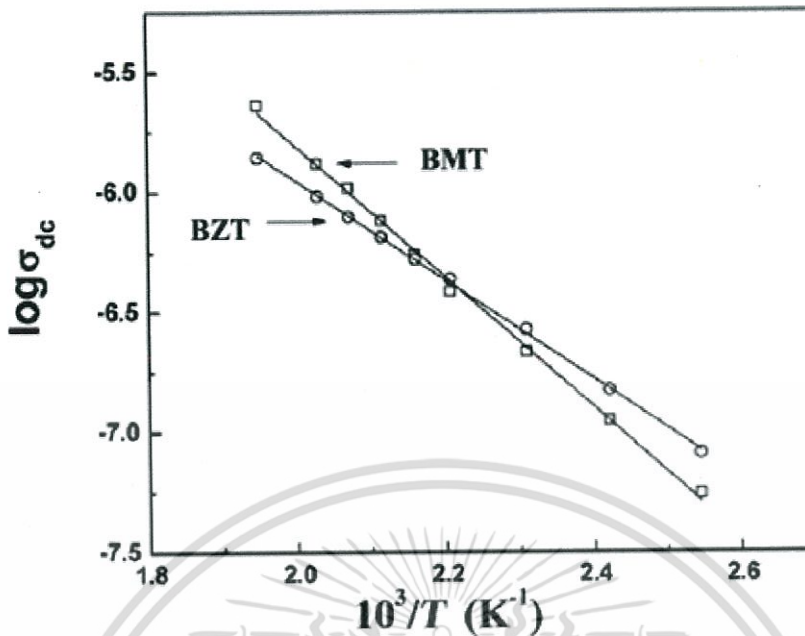
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เวลา 10 ชั่วโมง แล้วเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1623 องศาเซลวิน เป็นเวลา 16 ชั่วโมง จากนั้นนำมาศึกษาโครงสร้างและลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์(X-ray diffraction) และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Field emission scanning electron microscopic : FESEM) จากรูปที่ 2.20 พบว่าสารประกอบ BMT ที่สังเคราะห์ได้เป็นวัฏภาคเดียวของคิวบิกเพอรอฟสไกต์ออกไซด์ และมีขนาดเกรนเท่ากับ 0.28 - 1.76 ไมโครเมตร และจากกราฟของอาร์เรเนียสในรูปที่ 2.21 พบว่า BMT และ BZT มีค่าพลังงานกระตุ้นเท่ากับ 0.54 และ 0.40 อิเล็กตรอนโวล ซึ่งค่าการนำไฟฟ้าของสารประกอบทั้งสองจะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอุณหภูมิ



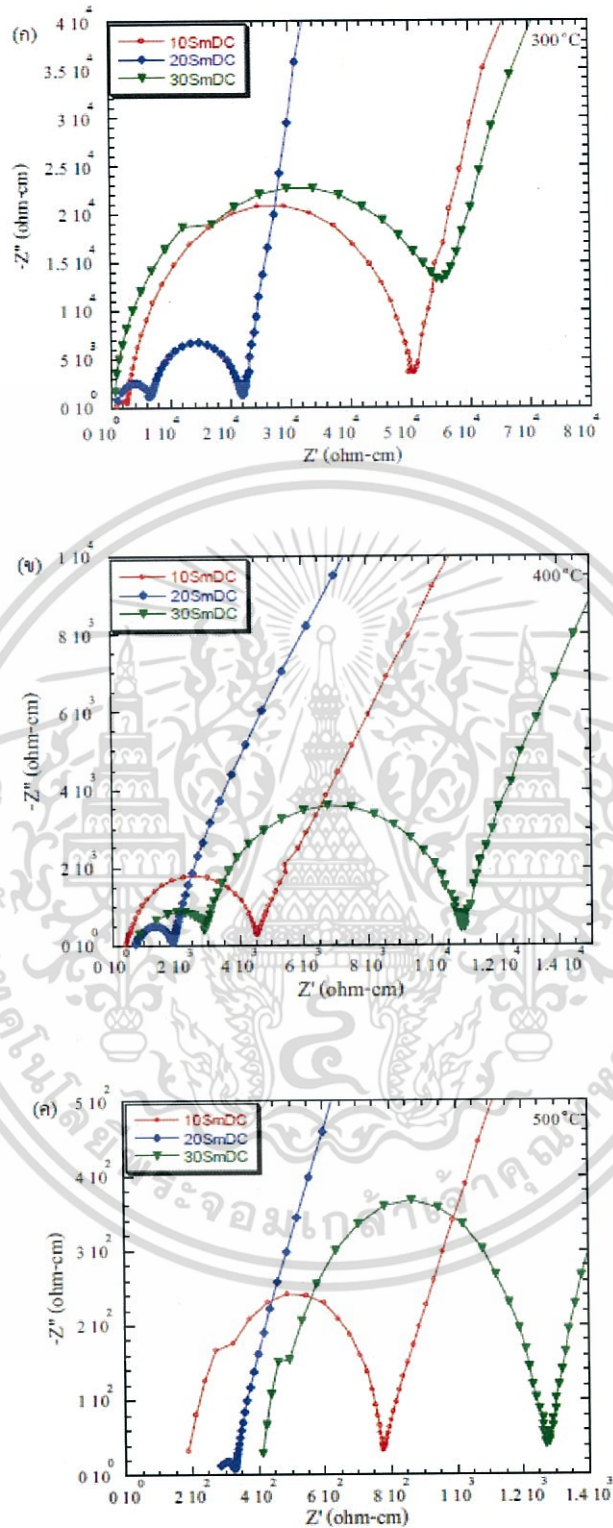
รูปที่ 2.32 (a) แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และ (b) แสดงภาพจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ $Ba(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$ [33]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.33 แสดงกราฟอาร์เรเนียสของ $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ และ $\text{Ba}(\text{Zn}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ [33]

2.8.8 Paneelawudomphan(2008) [34] ศึกษาสารประกอบซีเรียมออกไซด์เป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่ใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์ในเซลล์เชื้อเพลิงของแข็ง ซึ่งค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุนี้จะสูงขึ้นเมื่อเจือด้วยกาโดลิเนียม หรือซามาเรียม เนื่องจากทำให้เกิดช่องว่างออกซิเจนขึ้น เพื่อศึกษาผลของสภาวะออกซิเดชันของไอออนบวกต่อการนำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์ชนิดซีเรียมออกไซด์ที่เจือด้วยซามาเรียม-ออกไซด์สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง โดยสังเคราะห์ $\text{Ce}_{1-x}\text{Sm}_x\text{O}_{2-\delta}$ ($x=0.1-0.3$) ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจากไนเตรทเฮกซะไฮเดรท การทดลองแบ่งออกเป็น 2 ตอน คือ การทดลองที่ 1 เป็นการศึกษาผลของสารที่ช่วยให้ตกตะกอนชนิดแอมโมเนียมคาร์บอเนต แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตและเฮกซะเมทิลซีนเตตระมีน รวมไปถึงสภาวะในการสังเคราะห์ต่อรูปร่างและขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ วัตถุประสงค์ของสาร และขนาดเกรนของวัสดุหลังจากเผาผนึก ส่วนการทดลองตอนที่ 2 เป็นการศึกษาเลขออกซิเดชันของไอออน ซีเรียม และ ซามาเรียม รวมทั้งเลขโคออร์ดิเนตและระยะห่างระหว่างอะตอมซึ่งส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุ

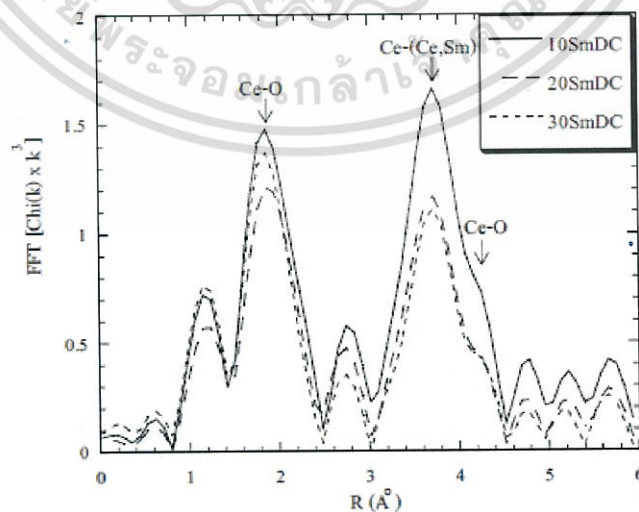


รูป 2.34 แสดง Impedance spectra ที่อุณหภูมิต่างๆของชิ้นงาน SmDC ที่เผาผืนึกที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 300 °C (ข) 400 °C และ (ค) 500 °C [34]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการทดลองตอนที่ 1 พบว่าสารที่ช่วยให้ตกตะกอนที่เหมาะสมที่สุดในการศึกษาครั้งนี้ คือ แอมโมเนียมคาร์บอเนต โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลระหว่างไอออนบวกต่อแอมโมเนียมคาร์บอเนต เท่ากับ 0.15:1.5 โมลาร์ และอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 70 องศาเซลเซียส และแช่ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง ซึ่งสารที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นเม็ดกลมที่มีขนาด 20-25 นาโนเมตร โดยวัสดุหลังจากเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 1 มีความหนาแน่นและมีขนาดเกรนเล็กเมื่อเทียบกับวัสดุที่สังเคราะห์สารจากสารที่ช่วยให้ตกตะกอนอีก 2 ชนิด และใช้สภาวะในการสังเคราะห์อื่นๆ ค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุหลังจากเผาผนึก พบว่าวัสดุมีค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ ซามาเรียมมากขึ้น และมีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงที่สุดเมื่อใช้ปริมาณ ซามาเรียม 20% โดยอะตอม โดยมีค่าการนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เท่ากับ 9.42×10^{-3} S/cm แต่เมื่อใช้ปริมาณในการเจือสูงขึ้นเป็น 30% โดยอะตอม ทำให้ค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุลดลง

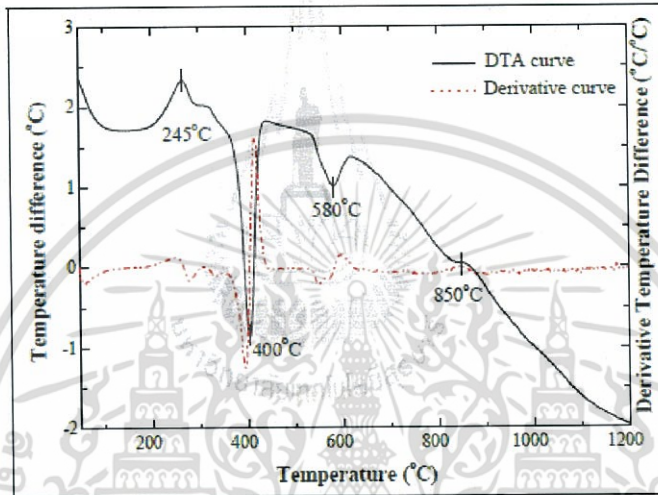
ผลการทดลองในตอนที่ 2 จากการศึกษาเลขออกซิเดชันด้วยเทคนิค XANES พบว่าเลขออกซิเดชันของไอออน ซีเรียมและ ซามาเรียมในสารสังเคราะห์ทั้งหมดเป็น +4 และ +3 ตามลำดับ ในขณะที่จากการศึกษาด้วยเทคนิค XPS เลขออกซิเดชันของไอออนซีเรียม มีทั้ง +4 และ +3 อยู่รวมกัน ส่วนเลขออกซิเดชันของไอออนซามาเรียม มีทั้ง +3 และ +2 อยู่รวมกัน ผลการทดลองจากเทคนิค XPS ที่มีความแตกต่างจากเทคนิค XANES อาจเนื่องมาจากสภาวะการทดลองภายใน XPS chamber ที่มีสภาพเป็นสุญญากาศและการฉายรังสีเอ็กซ์ลงบนสารตัวอย่างทำให้สารตัวอย่างเกิดการรีดิวซ์ขึ้น แอมพลิจูดของ shell Ce-O ที่ได้จากสเปกตรัม EXAFS หลังจากแปลงแบบฟูเรียร์ของสาร $Ce_{1-x}Sm_xO_{2-\delta}$ มีค่าต่ำที่สุด ซึ่งเป็นผลมาจากจำนวนของอะตอม ออกซิเจนที่อยู่ล้อมรอบอะตอมซีเรียมลดลง หรืออาจกล่าวได้ว่าสารนี้มีปริมาณช่องว่างออกซิเจนเกิดขึ้นมากที่สุด จึงส่งผลให้มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับสาร $Ce_{0.9}Sm_{0.1}O_{2-\alpha}$ และ $Ce_{0.7}Sm_{0.3}O_{2-\beta}$ [1]



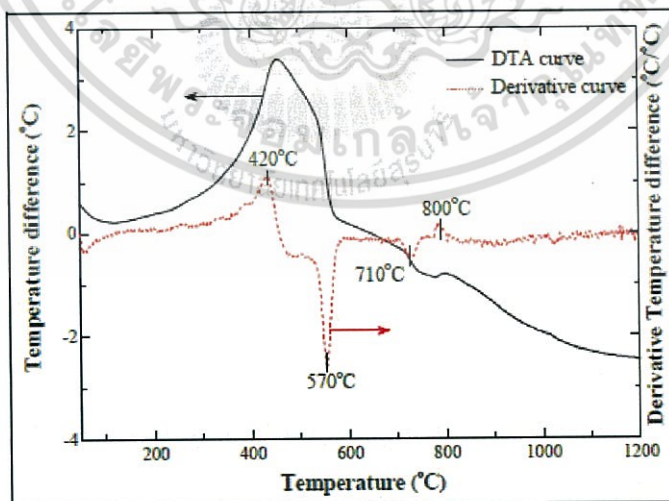
รูปที่ 2.35 เปรียบเทียบข้อมูล EXAFS หลังจากการแปลงแบบฟูเรียร์ของสารสังเคราะห์ SmDC [34]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8.9 SiriwanChokkha (2014) [35] ศึกษาผลของการสังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction และวิธี Citrate gel ของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ซึ่งมีโครงสร้างแบบ Ruddlesden-Popper, RP ($\text{A}_{n+3} \text{B}_n\text{O}_{3n+1}$) และผลของสารเจือที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและค่าการนำไฟฟ้าของสาร $\text{La}_{4-x}\text{Sr}_x\text{Ni}_{3-y}\text{B}_y\text{O}_{10}\text{O}_{10\pm\delta}$ และ Mn เมื่อ ($x = 0-0.3$ และ $y = 0-0.3$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel



รูปที่ 2.36 แสดงผลการวิเคราะห์อุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาของสารประกอบพื้นฐาน $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction [35]

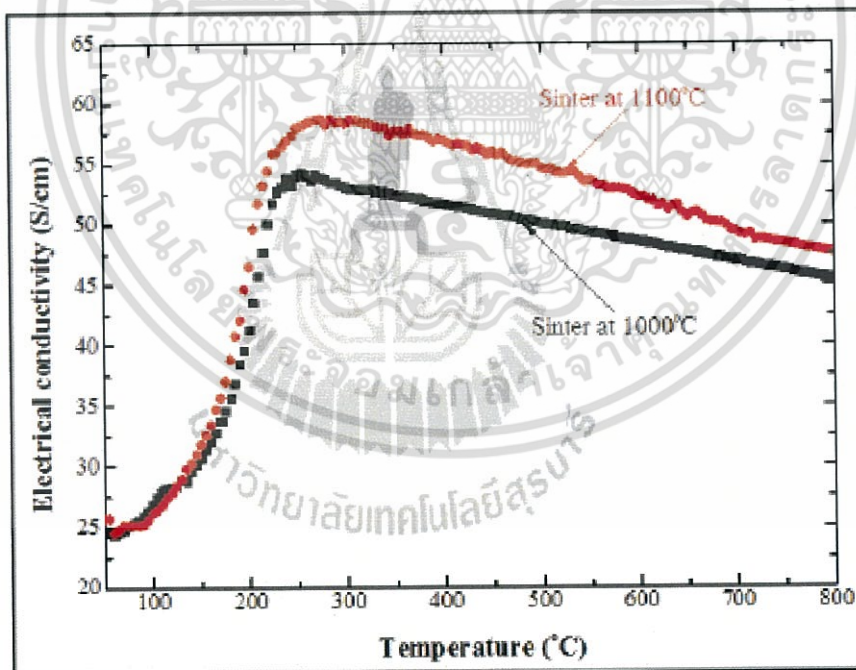


รูปที่ 2.37 แสดงผลการวิเคราะห์อุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาของสารประกอบพื้นฐาน $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

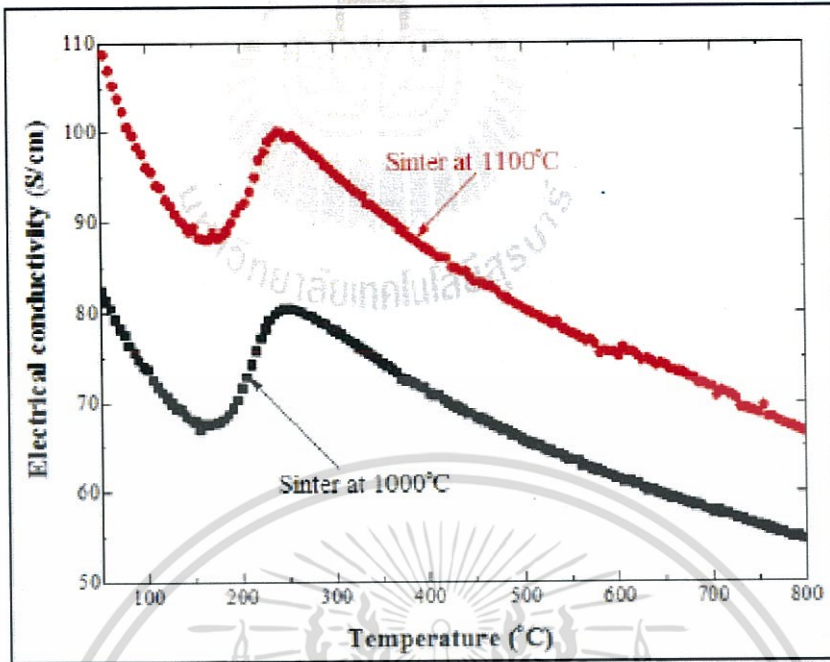
จากผลการวิจัยพบว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้วัฏภาคเดียวของสารประกอบ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction และวิธี Citrate gel คือ 1100 และ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ การเผาแคลไซน์สารประกอบ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1100 องศาเซลเซียส จะทำให้สารเกิดการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคเป็น $\text{La}_3\text{Ni}_2\text{O}_{7\pm\delta}$ และ NiO ส่วนการเติมสารเจือชนิด Sr Co และ Fe ในปริมาณ $x \leq 0.2$ และ $y \leq 0.1$ จะปรากฏวัฏภาคเดียวเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส แต่สำหรับสารที่เจือด้วย Sr ในปริมาณ $x \geq 0.3$ วัฏภาคอื่นของ $n=1$ RP และ NiO อยู่ด้วย ส่วนสารประกอบที่เติมด้วยสารเจือร่วมจะมีความเป็นวัฏภาคเดียวเมื่อเผาแคลไซน์ที่ 1100-1000 องศาเซลเซียส แต่สำหรับสารประกอบ $\text{La}_{3.95}\text{Sr}_{0.05}\text{Ni}_{2.7}\text{Fe}_{0.3}\text{O}_{10\pm\delta}$ และ $\text{La}_{3.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Ni}_{2.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{10\pm\delta}$ และ $\text{La}_{3.95}\text{Sr}_{0.05}\text{Ni}_{2.9}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_{10\pm\delta}$ จะปรากฏวัฏภาคของ LaNiO_3 และ NiO

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าชิ้นงาน $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ มีขนาดเกรนอยู่ในช่วงประมาณ 0.6-1.3 ไมครอน การเติมสารเจือแต่ละชนิดจะมีผลต่อขนาดเกรนที่ต่างกัน โดยที่การเติมสารเจือชนิด Sr จะส่งผลต่อขนาดเกรนที่เล็กลง ส่วนสารเจือชนิด Co Fe และ Mn จะมีแนวโน้มทำให้เกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น

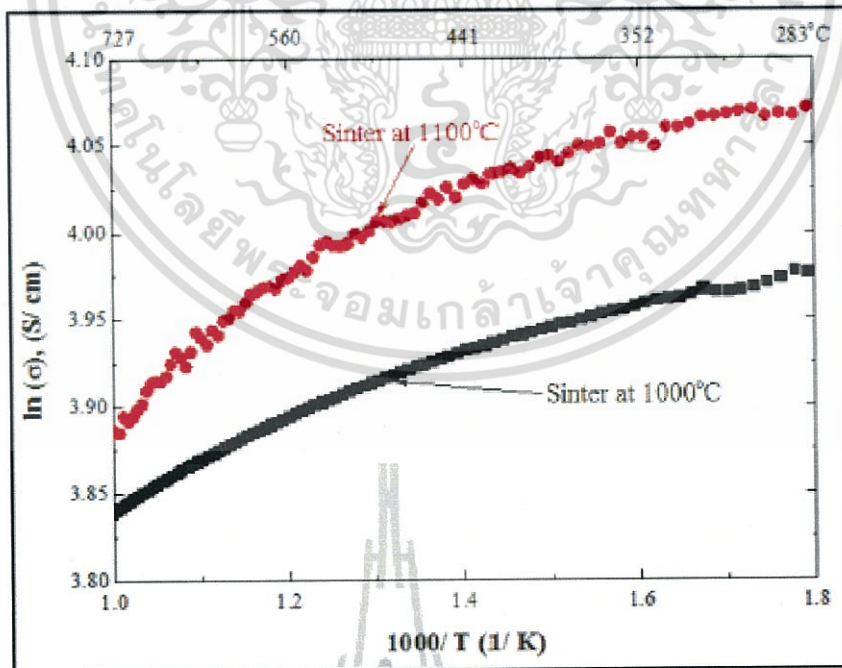


รูปที่ 2.38 แสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

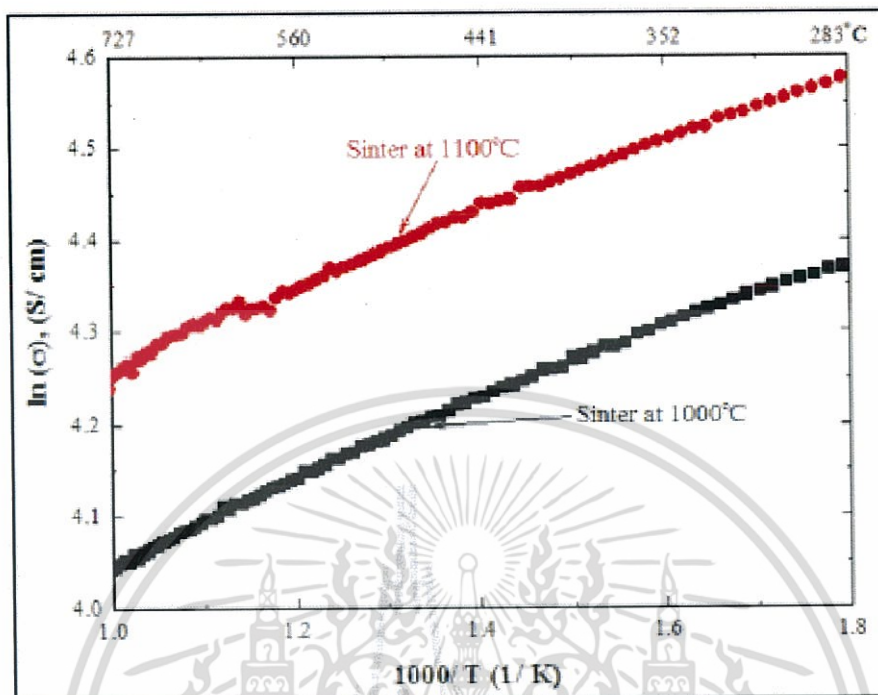


รูปที่ 2.39 แสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ขึ้นกับอุณหภูมิของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel [35]



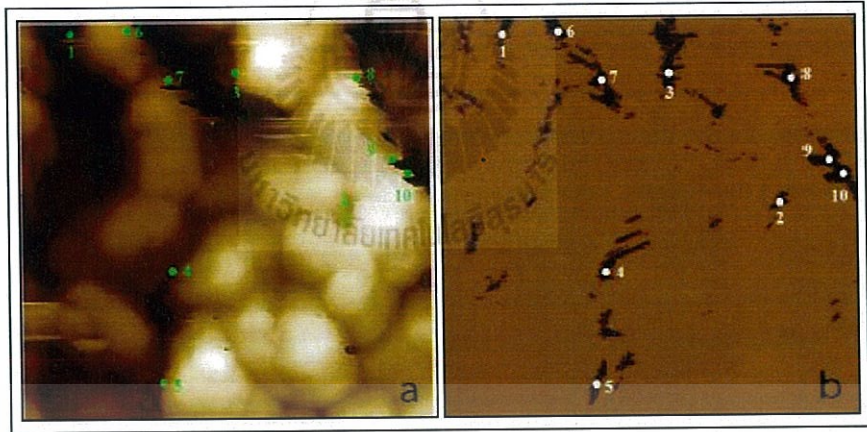
รูปที่ 2.40 แสดง Arrhenius plots ของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



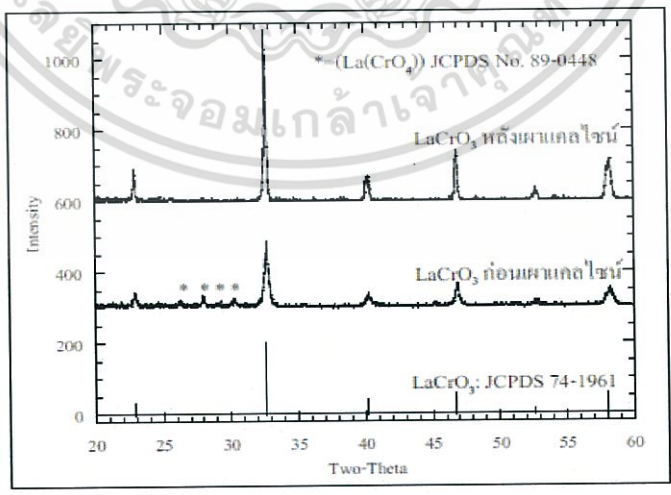
รูปที่ 2.41 แสดง Arrhenius plots ของ $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel [35]

การทดสอบค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงาน ด้วยวิธี DC 4-point measurement พบว่า $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel หลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าชิ้นงานที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction โดยมีค่าเท่ากับ 124 S/cm ที่อุณหภูมิห้อง และพบว่าการเติมสารเจือชนิด Sr ในปริมาณ $x = 0.05$ ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จะมีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงสุดที่อุณหภูมิห้อง เท่ากับ 140 S/cm เมื่อเปรียบเทียบกับ การทดสอบค่าการนำไฟฟ้าเฉพาะจุดโดยเทคนิค C-AFM พบว่า การนำไฟฟ้าของชิ้นงานส่วนใหญ่มาจากการนำไฟฟ้าที่ขอบเกรนเป็นหลัก โดยชิ้นงาน $x = 0.05$ จะมีความต้านทานไฟฟ้าต่ำกว่า $\text{La}_4\text{Ni}_3\text{O}_{10}$ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.216 โอห์ม แต่การเติมสารเจือ Sr ในปริมาณที่มากขึ้น มีผลทำให้ค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงานลดลง และการเติมสารเจือชนิด Co Fe และการเจือร่วมระหว่าง Sr กับ สารเหล่านี้ ทำให้ค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงานลดลง



รูปที่ 2.42 แสดงภาพถ่ายและผลการวิเคราะห์ค่าการนำไฟฟ้าของสารประกอบพื้นฐาน $La_4Ni_3O_{10}$ ที่ได้จากเทคนิค C-AFMa) โครงสร้างจุลภาค 2 มิติ และ b) สัญญาณภาพของค่าการนำไฟฟ้า [35]

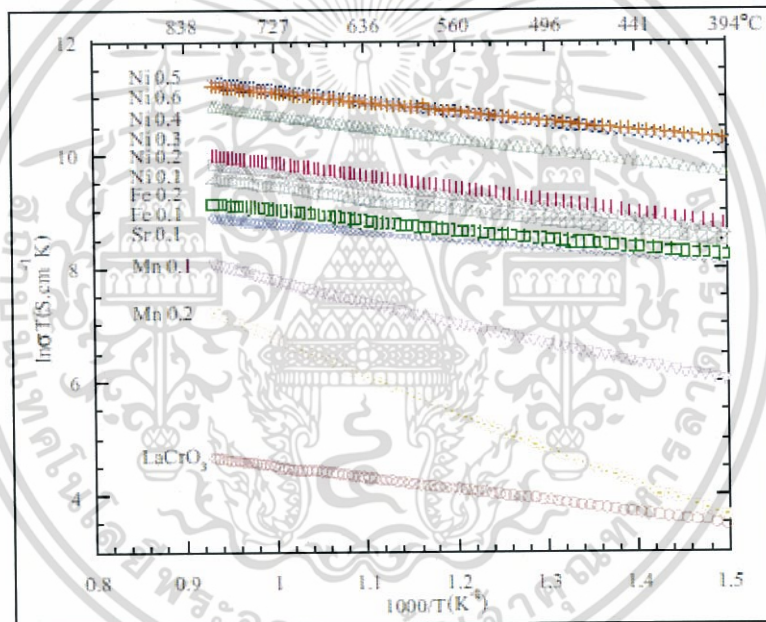
2.5.10 AnuchitRuangvittayanon (2010) [36] ศึกษาสารประกอบที่ใช้เป็นตัวเชื่อมต่อสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง $La_{1-x}Sr_xCr_{1-y}M_yO_{3\pm\delta}$ (M=Ni Fe และ Mn) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel เพื่อให้ได้สารประกอบออกไซด์แบบเพอรอฟสไกต์ อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์ที่ $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังการสังเคราะห์นำไปอัดขึ้นรูปเป็นแท่งด้วยการให้แรงดันเท่ากันทุกทิศทางและเผาผนึกที่ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติ แล้วนำไปศึกษาวิเคราะห์ โครงสร้างจุลภาค ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวและการนำไฟฟ้าด้วย XRD SEM Dilatometer และ DC four-probe ตามลำดับ



รูปที่ 2.43 แสดงผล XRD ของสารประกอบ $LaCrO_3$ ก่อนเผาแคลไซน์และหลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง [36]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการวิจัยพบว่า เมื่อเติม Sr ปริมาณ 0.1 ลงไปในตำแหน่ง La จะช่วยเพิ่มค่าการนำไฟฟ้าของ LaCrO_3 ได้ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ Sr เป็น 0.2 จะทำให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้นอีกและความหนาเพิ่มขึ้นแต่ขนาดเกรนจะลดลง ส่วนการเติม Ni ลงในตำแหน่ง Cr นั้นจะทำให้ค่าการนำไฟฟ้าและความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ Ni เพิ่มขึ้น โดยสารประกอบ $\text{La}_{0.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Cr}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{O}_{3-\delta}$ จะมีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดที่ 800°C มีค่า 72.76 S cm^{-1} เมื่อเทียบกับค่าการนำไฟฟ้าของ LaCrO_3 ซึ่งมีค่า 0.1 S cm^{-1} เมื่อเติม Ni ถึง 0.6 แล้วจะพบเฟสอื่นอยู่เจือปนอยู่กับเฟสหลักทำให้ค่าการนำไฟฟ้าต่ำลง ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของสารประกอบ $\text{La}_{0.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Cr}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{O}_{3-\delta}$ ในช่วงอุณหภูมิ $200\text{--}800^\circ\text{C}$ เป็น $12.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ Ni เพิ่มขึ้น ส่วนการเติมด้วย Fe และ Mn นั้นสามารถเพิ่มค่าการนำไฟฟ้าให้กับ LaCrO_3 ได้แต่ยังน้อยกว่าที่เติมด้วย Ni



รูปที่ 2.44 แสดงกราฟ Arrhenius plots ของชิ้นงาน $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Cr}_{1-y}\text{M}_y\text{O}_{3\pm\delta}$ [36]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

ขั้นตอนและการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ของแบเรียมทั้ง 6 ระบบ คือ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY, $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BMTI, $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB, $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BCTY, $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$: BCTI และ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB ซึ่งเตรียมโดยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) เพื่อศึกษาสมบัติการนำออกซิเจน-ไอออนของสารที่สังเคราะห์ได้

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

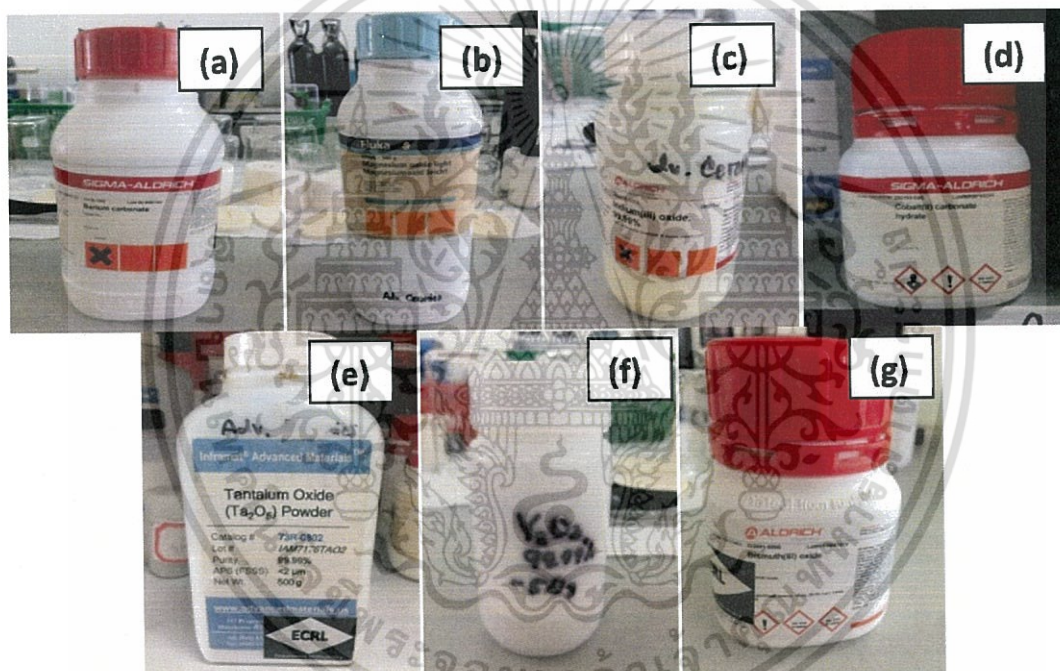
- 3.1.1 กระจกฟอยล์
- 3.1.2 ซ้อนตักสารสแตนเลส
- 3.1.3 ขวดพลาสติกพร้อมฝาปิด
- 3.1.4 เม็ด ball milling
- 3.1.5 ยางไนโรจรักรยานยนต์ตัดเป็นวง
- 3.1.6 กระจก
- 3.1.7 บีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร
- 3.1.8 แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- 3.1.9 ครกบดสาร
- 3.1.10 ครุชีเบิล (Crucible)
- 3.1.11 เครื่องชั่งสารดิจิตอล 4 ตำแหน่ง
- 3.1.12 เครื่องบดผสมสารชนิดบดย่อยด้วยลูกบด(Ball milling)
- 3.1.13 ตู้อบสาร (Oven)
- 3.1.14 เตาเผาสารอุณหภูมิสูง
- 3.1.14 เตาแผ่นให้ความร้อน (hot plate)
- 3.1.15 ถูจิปส์คอปพลาสติก

3.2 สารเคมี

- 3.2.1 แบเรียมคาร์บอเนต (Barium carbonate : $BaCO_3$) ของบริษัทซิงมาออตรีซ จำกัด ความบริสุทธิ์ร้อยละ มากกว่าหรือเท่ากับ 98.5
- 3.2.2 แทนทาลัมเพนตะออกไซด์ (Tantalum pentoxide : Ta_2O_5) ของบริษัทอินฟาร์-แมท แอดวานซ์แมททีเรียล ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.95

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

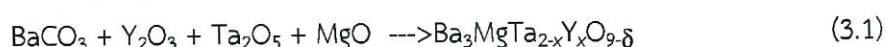
- 3.2.3 แมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium Oxide light :MgO) ของบริษัทฟลูกา ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99
- 3.2.4 แคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium carbonate : CaCO₃) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5
- 3.2.5 อิทเทรียมออกไซด์ (Yttrium oxide : Y₂O₃) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99
- 3.2.6 อินเดียมออกไซด์ (Indium oxide : In₂O₃) ของบริษัทซิกมาออดริชจำกัด ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99
- 3.2.7 บิสมัทออกไซด์ (Bismuth oxide : Bi₂O₃) ของบริษัทซิกมาออดริชจำกัด ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9
- 3.2.8 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 95



รูปที่ 3.1 แสดงรูปภาพของสารตั้งต้น (a) BaCO₃, (b) MgO, (c) In₂O₃, (d) CaCO₃, (e) Ta₂O₅, (f) Y₂O₃ และ (g) Bi₂O₃

3.3 การเตรียมผงในระบบ BMTY

เตรียมสารในระบบ Ba₃MgTa_{2-x}Y_xO_{9-δ}: BMTY โดยมีอัตราส่วนของ x คือ 0.02, 0.04, และ 0.08 ตามลำดับ ซึ่งเตรียมในปริมาณ 10 กรัม โดยเตรียมจากสารตั้งต้น คือ BaCO₃, Y₂O₃, Ta₂O₅ และ MgO ดังสมการที่(3.1)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยเตรียมได้ตามขั้นตอน ดังนี้

- 3.3.1 ชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.1 โดยใช้เครื่องชั่งสารดิจิตอล 4 ตำแหน่ง ใส่กระดาษฟอยด์ที่พับเป็นถ้วยไว้แล้ว

ตารางที่ 3.1 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BMTY

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	Y ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	MgO
0.02	6.2957	0.024	4.6523	0.4286
0.04	6.3081	0.0481	4.6143	0.4294
0.08	6.3329	0.0966	4.538	0.4311

- 3.3.2 เทสารตั้งต้นที่ชั่งไว้ใส่ขวดพลาสติกที่มีเม็ดบอลแล้วล้างสารตั้งต้นที่ติดบนกระดาษฟอยด์ด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ จากนั้นเติมเอทิลแอลกอฮอล์จนท่วมเม็ด ball milling ปิดฝาให้สนิทแล้วใช้ยางไนโรจกรยานยนต์ที่ตัดเป็นวงมาสวมที่ขวด 2 เส้น

- 3.3.3 ผสมสารด้วยเครื่องบดย่อยชนิดบดย่อยด้วยลูกบด (Ball milling) เป็นเวลา 20 ชั่วโมงดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงการบดผสมสารด้วยเครื่องบดย่อยชนิดบดย่อยด้วยลูกบด

- 3.3.4 ล้างสารด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ผ่านกระชอนจนมั่นใจว่าไม่มีสารติดอยู่ที่ลูกบด จากนั้นทำการระเหยเอทิลแอลกอฮอล์โดยใช้ความร้อนจากเตาแผ่นให้ความร้อน (Hotplate) พร้อมกับปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar) จนเอทิลแอลกอฮอล์เหลือประมาณ 100-150 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.3.5 นำสารที่ได้ไปอบในตู้อบสาร (Oven) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 3.3.6 นำสารที่ได้มาบดด้วยครกบดสาร แล้วใส่ในถ้วยครุชิวเบล (crucible) หลังจากนั้นนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราขึ้น-ลง (Rate) ของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และทำการแช่เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
- 3.3.7 นำสารที่ได้มาบดด้วยครกบดสารอีกครั้ง แล้วทำการคัดขนาด (Sieving) ดังแสดงในรูปที่ 3.3 จะได้ผงของ BMTY



รูปที่ 3.3 แสดงการคัดขนาด (Sieving)

3.4 กระบวนการเตรียมเม็ดเซรามิกในระบบ BMTY

- 3.4.1 ชั่งผง BMTY ที่เตรียมได้ 0.7 กรัม และ sintering aids คือ โบโรซิลิเกต (Borosilicate) 0.014 กรัม บนกระดาษฟอยล์
- 3.4.2 บดผงด้วยครกบดสาร โดยใส่ 5 เบอร์เซ็นโดยนำหนักของสารละลายโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly vinyl alcohol : PVA) จำนวน 1 หยด เพื่อช่วยให้ผงเกาะกันได้ดีขึ้น
- 3.4.3 นำผง BMTY ที่บดแล้วใส่ในแม่พิมพ์โลหะ แล้วทำการอัดเม็ดเซรามิกด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยใช้ความดัน 2 ตันเป็นเวลา 2 นาที จะได้เม็ดเซรามิกของ BMTY
- 3.4.4 นำเม็ดเซรามิกที่ได้วางบนแผ่นครุชิวเบล (Crucible) ที่มีผงอะลูมินา (Al_2O_3) โรยอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 แล้วนำไปเผาซินเตอร์ (Sintering) ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



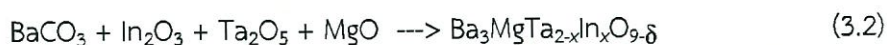
รูปที่ 3.4 แสดงการอัดเม็ดมวลวรามิกด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก



รูปที่ 3.5 แสดงการวางเม็ดเซรามิกบนแผ่นคูชิเบลที่มีผงอะลูมินา (Al_2O_3) โรยอยู่

3.5 การเตรียมผงในระบบ BMTI

เตรียมสารในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$: BMTI โดยมีอัตราส่วนของ x คือ 0.02, 0.04, และ 0.08 ตามลำดับ ซึ่งเตรียมในปริมาณ 10 กรัม โดยเตรียมจากสารตั้งต้น คือ BaCO_3 , In_2O_3 , Ta_2O_5 และ MgO ดังสมการที่ (3.2)



เตรียมโดยชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.2 โดยใช้เครื่องชั่งสารดิจิตอล 4 ตำแหน่ง และเตรียมตามขั้นตอนในข้อ 3.3 และเตรียมเม็ดเซรามิกของระบบ BMTI ตามขั้นตอนในข้อ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BMTI

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	In ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	MgO
0.02	6.2922	0.0295	4.6497	0.4283
0.04	6.3011	0.0591	4.6092	0.429
0.08	6.3189	0.1185	4.5279	0.4302

3.6 การเตรียมผงในระบบ BMTB

เตรียมสารในระบบ Ba₃MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-δ}: BMTB โดยมีอัตราส่วนของ x คือ 0.02, 0.04, และ 0.08 ตามลำดับ ซึ่งเตรียมในปริมาณ 10 กรัม โดยเตรียมจากสารตั้งต้น คือ BaCO₃, Bi₂O₃, Ta₂O₅ และ MgO ดังสมการที่ (3.3)



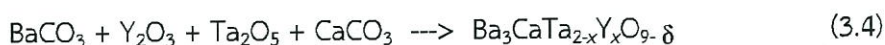
เตรียมโดยชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.3 โดยใช้เครื่องชั่งสารดิจิทัล 4 ตำแหน่ง และเตรียมตามขั้นตอนในข้อ 3.3 และเตรียมเม็ดเซรามิกของระบบ BMTB ตามขั้นตอนในข้อ 3.4

ตารางที่ 3.3 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BMTB

composition	BaCO ₃	Bi ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	MgO
0.02	6.2797	0.0494	4.6404	0.4275
0.04	6.2759	0.0988	4.5908	0.4273
0.08	6.2685	0.1973	4.4918	0.4268

3.7 การเตรียมผงในระบบ BCTY

เตรียมสารในระบบ Ba₃CaTa_{2-x}Y_xO_{9-δ}: BMTY โดยมีอัตราส่วนของ x คือ 0.02, 0.04, และ 0.08 ตามลำดับ ซึ่งเตรียมในปริมาณ 10 กรัม โดยเตรียมจากสารตั้งต้น คือ BaCO₃, Y₂O₃, Ta₂O₅ และ CaCO₃ ดังสมการที่ (3.4)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เตรียมโดยชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.4 โดยใช้เครื่องชั่งสารดิจิทัล 4 ตำแหน่ง และเตรียมตามขั้นตอนในข้อ 3.3 และเตรียมเม็ดเซรามิกของระบบ BCTY ตามขั้นตอนในข้อ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BCTY

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	Y ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	CaCO ₃
0.02	6.1919	0.0236	4.5755	1.0468
0.04	6.2038	0.0473	4.5381	1.0488
0.08	6.2278	0.095	4.4627	1.0529

3.8 การเตรียมผงในระบบ BCTI

เตรียมสารในระบบ Ba₃CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}: BCTI โดยมีอัตราส่วนของ x คือ 0.02, 0.04, และ 0.08 ตามลำดับ ซึ่งเตรียมในปริมาณ 10 กรัม โดยเตรียมจากสารตั้งต้น คือ BaCO₃, In₂O₃, Ta₂O₅ และ CaCO₃ ดังสมการที่(3.5)



เตรียมโดยชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.5 โดยใช้เครื่องชั่งสารดิจิทัล 4 ตำแหน่ง และเตรียมตามขั้นตอนในข้อ 3.3 และเตรียมเม็ดเซรามิกของระบบ BCTIตามขั้นตอนในข้อ 3.4

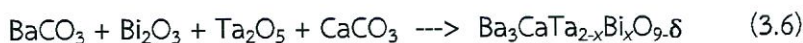
ตารางที่ 3.5 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BCTI

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	In ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	CaCO ₃
0.02	6.1885	0.029	4.5731	1.0462
0.04	6.1971	0.0581	4.5331	1.0477
0.08	6.2143	0.1166	4.453	1.0506

3.9 การเตรียมผงในระบบ BCTB

เตรียมสารในระบบ Ba₃CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}: BCTB โดยมีอัตราส่วนของ x คือ 0.02, 0.04, และ 0.08 ตามลำดับ ซึ่งเตรียมในปริมาณ 10 กรัม โดยเตรียมจากสารตั้งต้น คือ BaCO₃, Bi₂O₃, Ta₂O₅ และ CaCO₃ ดังสมการที่(3.6)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เตรียมโดยชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.6 โดยใช้เครื่องชั่งสารดิจิตอล 4 ตำแหน่ง และเตรียมตามขั้นตอนในข้อ 3.3 และเตรียมเม็ดเซรามิกของระบบ BCTB ตามขั้นตอนในข้อ 3.4

ตารางที่ 3.6 แสดงสัดส่วนของสารตั้งต้นของระบบ BCTB

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	Bi ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	CaCO ₃
0.02	6.1763	0.0486	4.5641	1.0442
0.04	6.1727	0.0972	4.5153	1.0436
0.08	6.1655	0.1941	4.418	1.0423

3.10 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุ ซึ่งใช้ในการศึกษารายละเอียดของวัสดุ เช่น การวิเคราะห์วัสดุที่มีโครงสร้างเหมือนกัน แต่มีโครงสร้างผลึกต่างกัน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะนำสารตัวอย่าง คือ BMTY, BMTI, BMTB, BCTY, BCTI และ BCTB มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคเตอร์ของ paarphysica สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ดังรูปที่ 3.6 ซึ่งสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของงานวิจัยนี้ คือ

อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส (°C)

มุมตกกระทบ 2θ 10-120 องศา

อัตราการตรวจวัด 0.02 องศาต่อวินาที

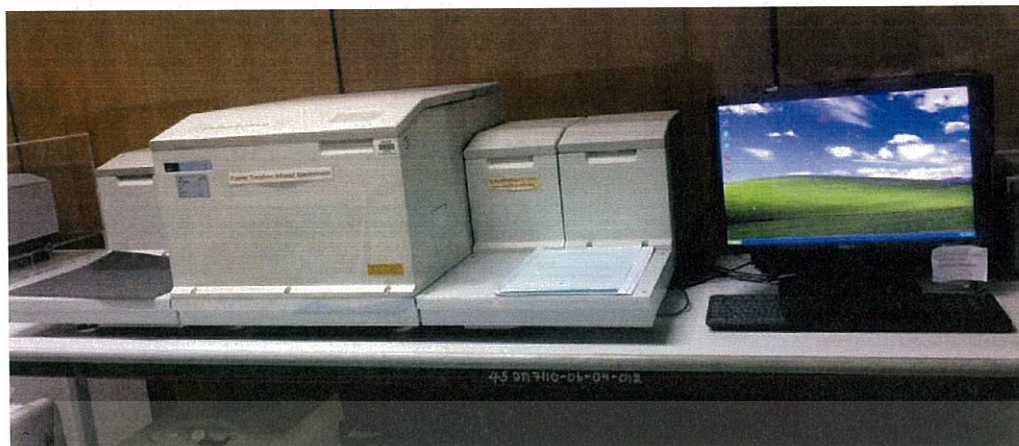


รูปที่ 3.6 แสดงเครื่องวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

3.11 การวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบ

การวิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบด้วยเครื่องฟลูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer : FT-IR) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ พันธะเคมีโมเลกุล และบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารตัวอย่าง โดยทำการตรวจวัดการดูดกลืนแสงรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างที่ความถี่ต่างๆ ซึ่งในงานวิจัยนี้จะนำสารตัวอย่าง คือ BMTY, BMTI, BMTB, BCTY, BCTI และ BCTB มาวิเคราะห์โดยใช้เครื่องฟลูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ของ perkinelmer instrument รุ่น spectrum GX สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง แสดงในรูปที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่องฟลูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

ระบบ FT-IR จะมีส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ดังนี้

- 1) แหล่งกำเนิดรังสีของ Infrared Spectrometer คือ สารเฉื่อยที่ถูกทำให้ร้อนจนมีอุณหภูมิระหว่าง 1000-1800 องศาเซลเซียส
- 2) ตัวแยกรังสีแบบ Interferometer มีหน้าที่แยกลำรังสีออก ทำให้เกิด Path difference โดยเครื่องตรวจวัด
- 3) เครื่องตรวจวัดทำหน้าที่ประมวลผลจากสัญญาณแทรกสอดที่ส่งผ่านมาจากตัวแยกรังสี

งานวิจัยนี้จะวิเคราะห์ตัวอย่างโดยจะนำผงตัวอย่างไปบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วทำการอัดให้เป็นแผ่นบางๆก่อนนำไปตรวจวัด ซึ่งตั้งค่าการตรวจวัด ดังนี้

Range : $4000-400 \text{ cm}^{-1}$

Number of Scans : 6

Resolution : 4.0 cm^{-1}

3.12 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว

การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) ซึ่งในงานวิจัยนี้จะนำสารตัวอย่างคือ BMTY, BMTI, BMTB, BCTY, BCTI และ BCTB ที่ได้จากการสังเคราะห์ไปทำการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดยี่ห้อ ZEISS รุ่น EVO MA 10 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ดังรูปที่ 3.8 โดยจะนำเซรามิกไปทำความสะอาดด้วยวิธีโซนิชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Sonication)1 ชั่วโมง แล้วนำเซรามิกมาหักเป็นชิ้นเล็ก เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งบริเวณพื้นผิวด้านนอก (surface) และด้านใน (cross section) โดยอาศัยลำแสงอิเล็กตรอนฉายไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างทำได้โดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอ Cathod ray tube(CRT) ได้ภาพ 3 มิติที่เป็นภาพขาวดำ



รูปที่ 3.8 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.13 การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้า (Conductivity)

การวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่องแอลซีอาร์ (LCR meter) ยี่ห้อ Agilent รุ่น E4980A สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ดังรูปที่ 3.9 (ก) ซึ่งประกอบไปด้วยแอลซีอาร์ (LCR) เตาเผา (Furnace) ซ่องใส่ตัวอย่าง (Sample holder) และ จอภาพแสดงผล (Monitor) เป็นเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์วัดค่าความเหนี่ยวนำไฟฟ้า (Inductance), ค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance) และค่าความต้านทานไฟฟ้า (Resistance) ของตัวอุปกรณ์พาสซีฟที่ใช้ในวงจรอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งในงานวิจัยนี้จะนำเซรามิกตัวอย่าง คือ BMTY, BMTI, BMTB, BCTY, BCTI และ BCTB มาขัดด้วยกระดาษทรายให้บางน้อยกว่า 1 มิลลิเมตร แล้ววัดความหนา และเส้นผ่านศูนย์กลางที่แน่นอน จากนั้นนำไปตากาวเงิน 2 ชั้น ทั้งสองด้าน แล้วนำไปเผาตากาวเงินที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที แล้วนำไปวัดสมบัติทางไฟฟ้า โดยนำตัวอย่างใส่ที่ซ่องใส่ตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Sample holder) ดังรูปที่ 3.9 (ข) แล้วเลื่อนเตาเผามาปิดตัวอย่าง ดังรูปที่ 3.9 (ค) และตั้งค่าช่วงอุณหภูมิที่ต้องการวัด ในช่องความคุมอุณหภูมิของเตาเผา จากนั้นตั้งค่าตัวแปรที่ต้องการวัด ดังนี้ ตัวแปรคงที่ที่ใช้ คือ

Function (0-Cp-D) = Z-thr

Start Frequency (Hz) = 100

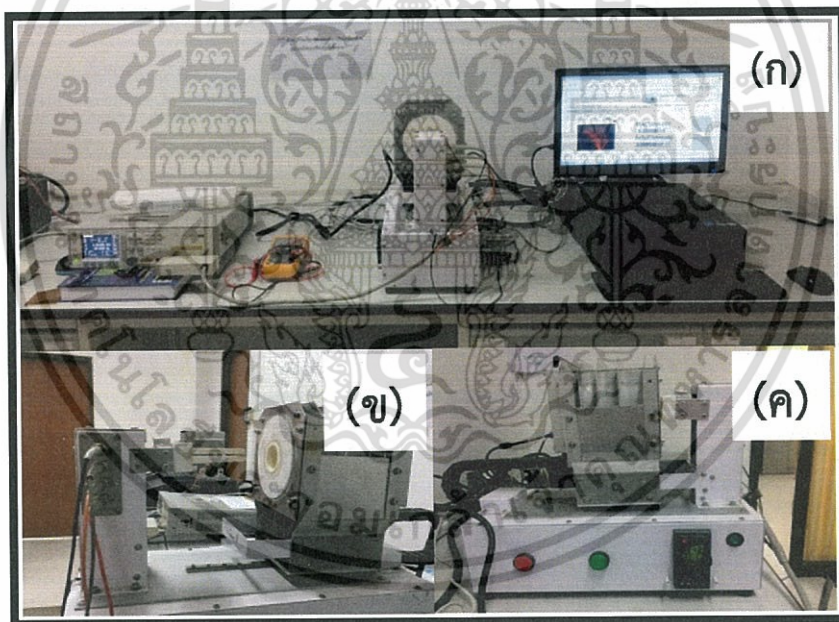
Multiply Frequency = 1.5

Stop Frequency (Hz) = 1E + 6

Stop TimeTarget (s) = 7200

Time Loop (millisec) = 60000

ตัวแปรที่ขึ้นกับตัวอย่าง คือ ความหนา (Thickness) และ เส้นผ่านศูนย์กลาง (Diameter) จากนั้น เริ่มทำการวัด พร้อมสังเกตค่าตัวแปรที่ต้องการ ที่จอภาพแสดงผล คือ Specific Real Z และ Imaginary Z



รูปที่ 3.9 (ก) แสดงเครื่องแอลซีอาร์ (LCR meter) (ข) แสดงช่องใส่ตัวอย่าง (Sample holder) และ (ค) แสดงเตาเผา (Furnace)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

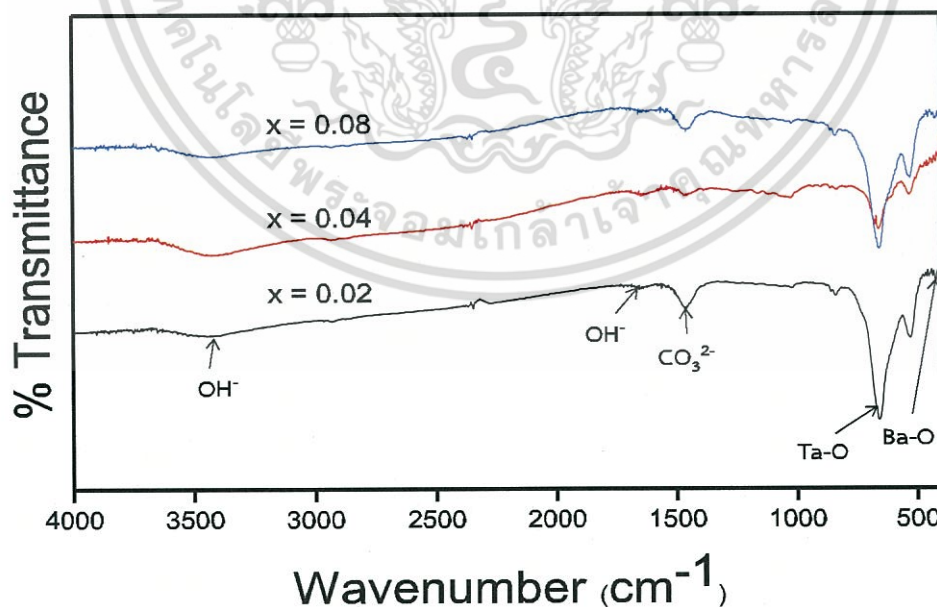
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปราย

4.1 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$

4.1.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ของผงผลึกระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่ามีพีคปรากฏขึ้นในช่วงการดูดกลืนประมาณ $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ O-H แสดงถึงการมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH^-) บริเวณพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากการดูดความชื้น (H_2O) ของอนุภาคผงตัวอย่าง และพีคในช่วงการดูดกลืนที่ 1432 และ 1582 cm^{-1} สอดคล้องกับการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ C=O ของไอออนคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) และพบพีคช่วงการดูดกลืนที่ 330 cm^{-1} , 650 cm^{-1} และ 560 cm^{-1} สอดคล้องกับพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ Ba-O ในแบเรียมออกไซด์ (BaO_{12}) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโดเดคาฮีดรอล (dodecahedral) และ Ta-O ในแทนทาลัมออกไซด์ (TaO_6) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [43]



รูปที่ 4.1 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคผงของสารประกอบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

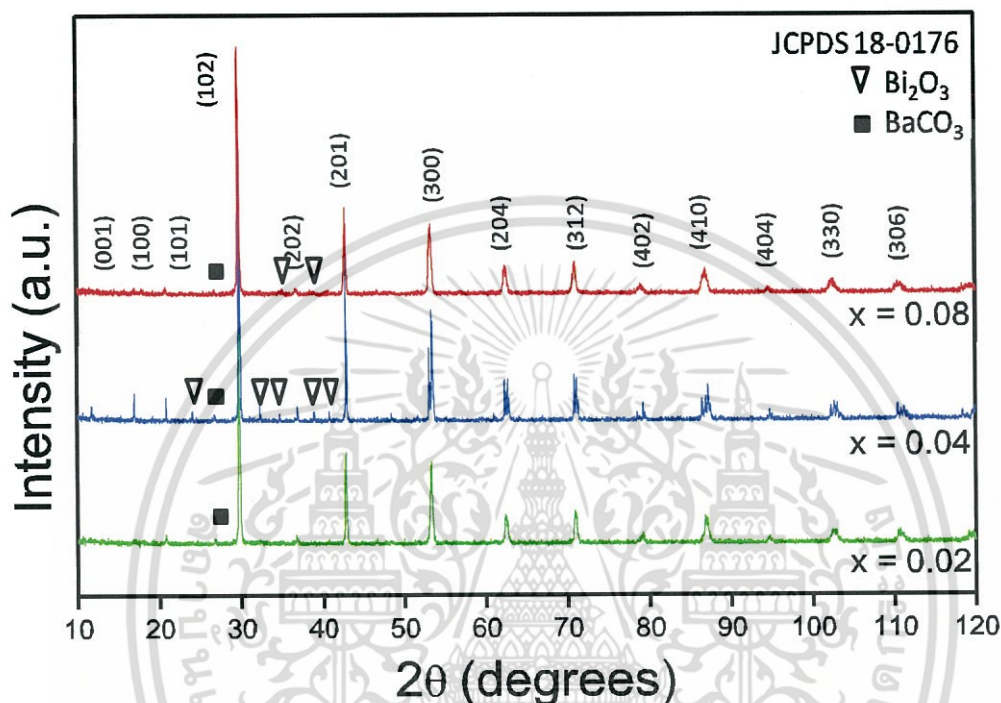
4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ของระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ โดยนำรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากข้อมูลมาตรฐาน โดยในงานวิจัยนี้ใช้ข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 18-0176 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) พบว่า มีความสอดคล้องกัน โดยมีพีค 2θ ที่ปรากฏ คือ 12.573 17.703 21.675 30.975 38.165 44.292 55.019 64.534 73.132 81.666 89.604 97.801 106.2 และ 106.51 ซึ่งตรงกับระนาบ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม นอกจากวัฏภาคหลักแล้วยังพบวัฏภาคทุติยภูมิ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ∇) ปรากฏอยู่ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ 0.04 แสดงดังรูปที่ 4.2 ซึ่งเป็นวัฏภาคของสารประกอบบิตมัสออกไซด์ (Bi_2O_3) โดยสอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 27-0052 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบบิตมัสออกไซด์ และพบเฟสของแบเรียมคาร์บอเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ \blacksquare) [43] ที่ 2θ เท่ากับ 26.80 ซึ่งสอดคล้องกับอินฟราเรดสเปกตรัม ดังรูปที่ 4.1 ทั้งนี้แสดงถึงการเกิดเฟสที่ไม่บริสุทธิ์เกิดขึ้นในตัวอย่าง

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถนำมาหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ได้ พบว่าเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$: BCTB มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a \neq c$) แสดงดังตารางที่ 4.1 ซึ่งใกล้เคียงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 18-0176 ของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) คือ $a = 5.782$ และ $c = 7.067$ จากตารางที่ 4.1 พบว่า แลตทิซพารามิเตอร์เปลี่ยนแปลงตามความเข้มข้นของสัดส่วนองค์ประกอบ (x) และเปลี่ยนแปลงไปตามรัศมีเฉลี่ยของไอออนที่ตำแหน่ง B-site ซึ่งจากผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แสดงให้เห็นว่า บิตมัสไอออน (Bi^{3+}) สามารถเข้าไปแทนที่แทนทาลัมไอออน (Ta^{5+}) ได้ดีที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และเข้าไปแทนที่ได้บางส่วนที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x \geq 0.04$ โดยรัศมีไอออนของบิตมัส เท่ากับ 160 พิโกเมตร ซึ่งมีรัศมีไอออนใหญ่กว่าแทนทาลัม เท่ากับ 145 พิโกเมตร ดังนั้นการแทนที่ของบิตมัสทำให้รัศมีไอออนที่ตำแหน่ง b-site เพิ่มขึ้น [44]

นอกจากนี้ จากตารางที่ 4.1 พบว่าอัตราส่วนค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter ratio ; c/a) มีค่ามากที่สุด คือ 1.4378 อาร์ริงสตรอม ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และลดลงไปตามสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไป แลจากค่าแรกที่สองของ c/a พบว่า มีค่าน้อยกว่าทางทฤษฎี คือ $\sqrt{c/a} = 1.2247$ [44] เนื่องจากมีความเป็นเฮกซะโกนอลน้อยกว่าทางทฤษฎี และค่า

ขนาดผลึก (Crystalline size) เฉลี่ยสูงสุด เท่ากับ 326.13 ± 105.64 นาโนเมตร แต่อย่างไรก็ตาม จากตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็นว่า ในสัดส่วนองค์ประกอบที่แตกต่างกันมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ และค่าขนาดผลึกใกล้เคียงกัน ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปไม่มีผลต่อโครงสร้างและขนาดผลึกอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.2 แสดงรูปการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$, 0.04 และ 0.08

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a = b \neq c$) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9.8}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02$, 0.04 และ 0.08

ระบบ	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)		c/a	$\sqrt{c/a}$	ขนาดผลึก (nm)
		A	c			
BCTB	0.02	5.1525	7.3721	1.4308	1.1962	300.75 ± 85.71
	0.04	5.1412	7.3922	1.4378	1.1991	294.54 ± 95.97
	0.08	5.1503	7.3771	1.4324	1.1968	326.13 ± 105.64

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.1.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการเผาในกระบวนการเผาซินเตอร์

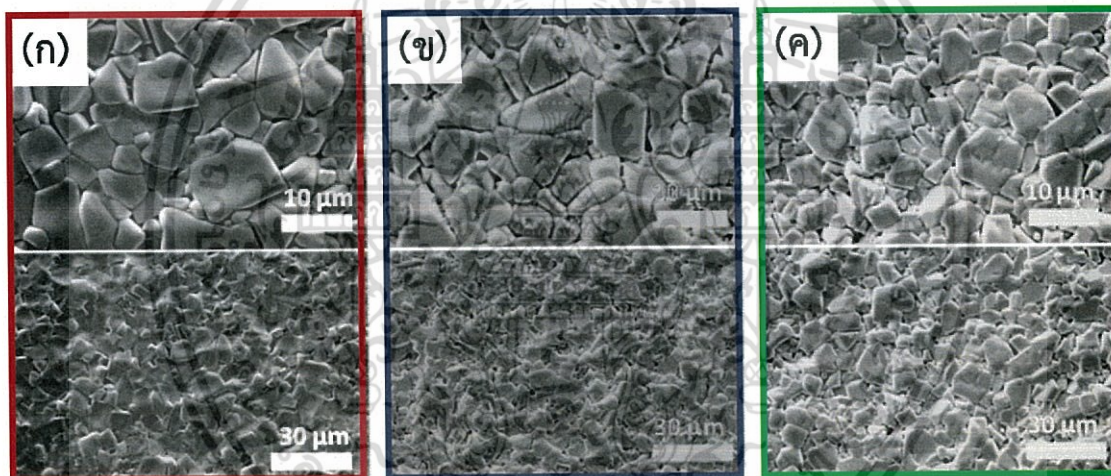
หลังจากที่นำเซรามิกไปเผาซินเตอร์ทำให้เกิดการเชื่อมติดกันของเกรน โดยทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 24 และ 48 ชั่วโมง เมื่อนำเซรามิกไปเผาซินเตอร์เป็นเวลาเป็น 24 ชั่วโมง พบแล้วนำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่า เกรนมีลักษณะไม่เชื่อมติดกัน และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีขนาดใหญ่ที่สุด คือ 6.00 ± 1.33 ไมโครเมตร และเล็กลงเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.11 และจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง ดังรูปที่ 4.4 แสดงให้เห็นว่า ภายในเซรามิกไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น จากนั้นเมื่อนำเซรามิกไปเผาซินเตอร์เป็นเวลาเป็น 24 ชั่วโมง พบว่า เกิดการยึดเกาะของเกรนที่หนาแน่น จากรูปที่ 4.5 พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีขนาดโตมากที่สุด คือ 5.49 ± 1.48 ไมโครเมตร และลดลงเมื่อเพิ่มสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.11 และจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง ดังแสดงในรูปที่ 4.6 พบว่า เซรามิกเกิดการเกาะตัวแน่น และเริ่มมีรูพรุนเกิดขึ้นที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ ซึ่งอาจจะส่งผลทำให้เซรามิกมีความหนาแน่นต่ำ

จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาเผาซินเตอร์เป็น 48 ชั่วโมง แล้วนำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวดังแสดงในรูปที่ 4.7 เมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าเกรนมีขนาดโตขึ้น โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีขนาดเกรนโตมากที่สุด คือ 6.51 ± 1.30 ไมโครเมตร และเล็กลงเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.11 และ มีความหนาแน่นเพิ่มสูงขึ้น โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ เกรนเกิดการเชื่อมติดกันมากที่สุด ซึ่งสามารถส่งผลทำให้มีความหนาแน่นมากที่สุด ดังตารางที่ 4.2 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกหลังเผา และจากรูปที่ 4.8 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางพบว่า ภายในเซรามิกไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ 1400 องศาเซลเซียส และเปรียบเทียบระยะเวลาที่เผาซินเตอร์ คือ 12 24 และ 48 ชั่วโมง สามารถสรุปได้ว่า เมื่อให้เวลาในการเผาซินเตอร์เป็น 48 ชั่วโมง มีแนวโน้มที่จะทำให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงเนื่องจากเกรนมีลักษณะชิดติดกันมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเพื่อให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุดและมีความสามารถในการนำออกซิเจนไอออนได้ดีที่สุด จึงได้ทำการปรับปรุงโดยเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 48 ชั่วโมง

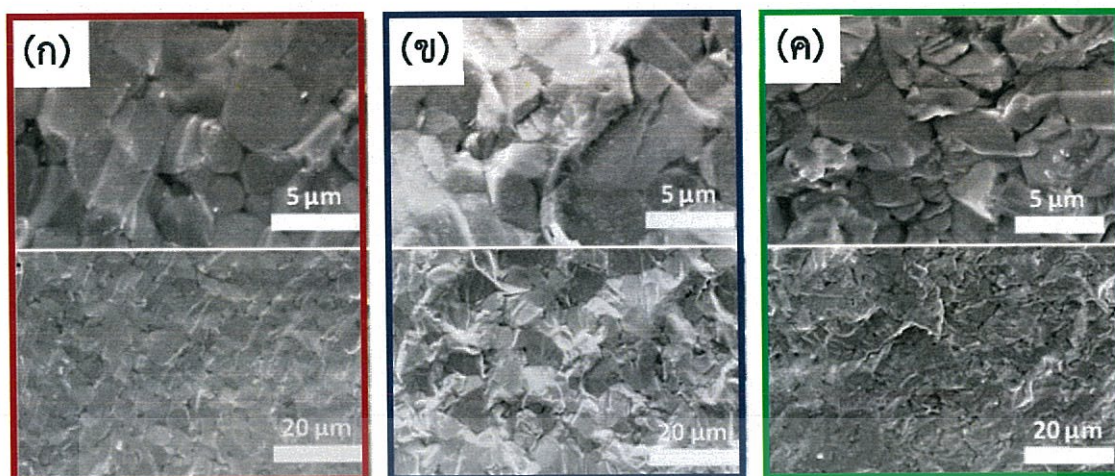
ตารางที่ 4.2 แสดงค่าความหนาแน่น (density) หลังเผาของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BCTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BCTB	1400°C/48h.	0.02	6.30	82.89
		0.04	6.45	84.84
		0.08	6.23	82.01
	1450°C /48h.	0.02	6.45	84.95
		0.04	6.48	85.31
		0.08	6.30	82.89

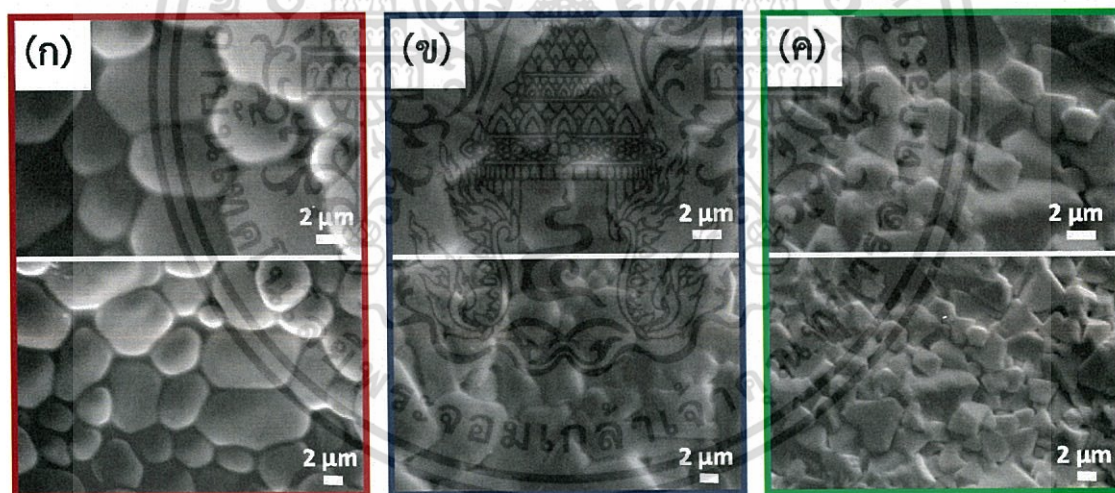


รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 12 ชม.เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

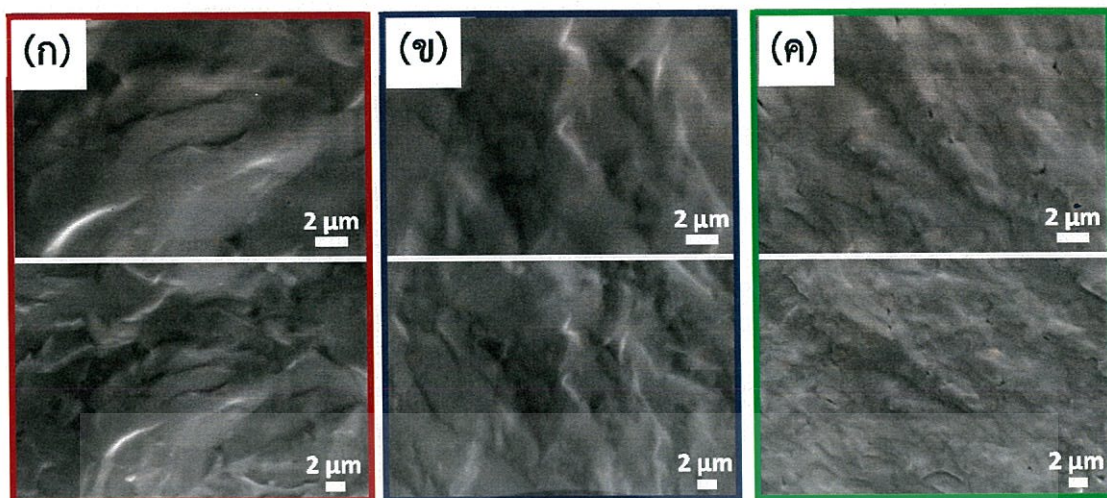


รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

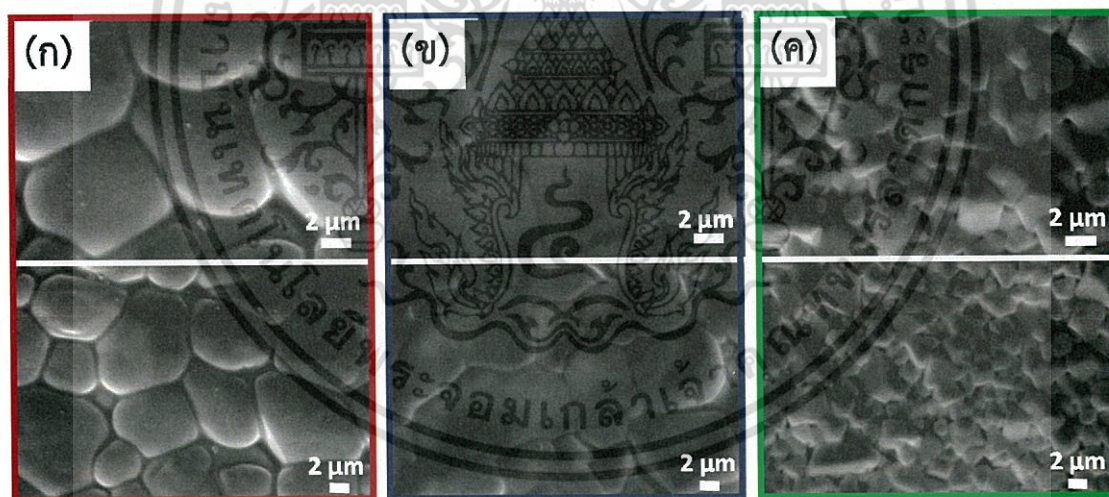


รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

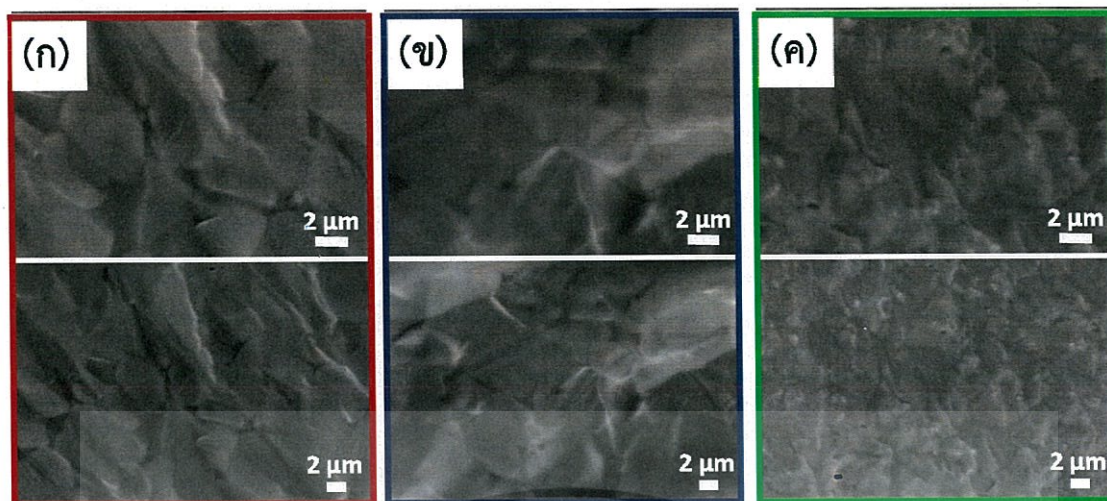


รูปที่ 4.6 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.7 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

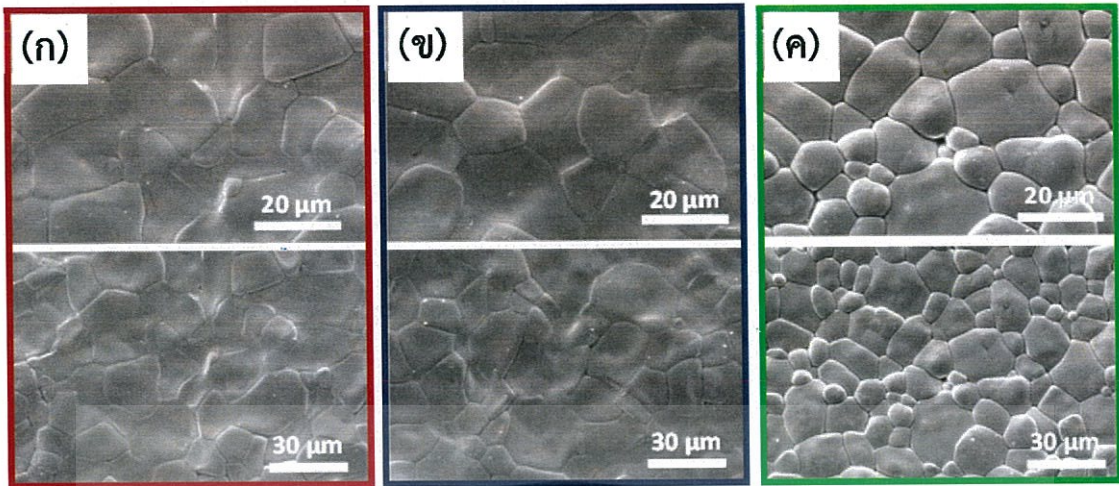
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



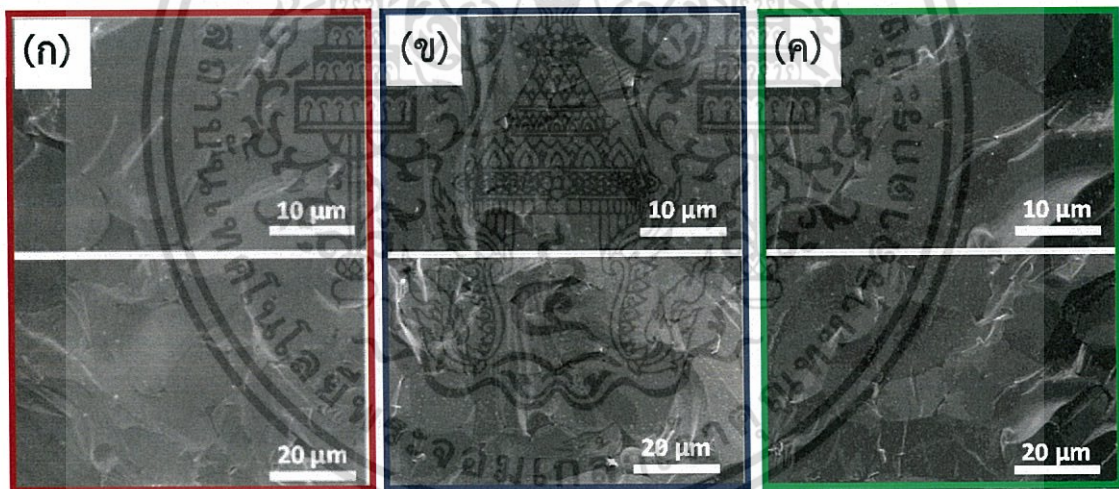
รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 48 ชม.เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

4.1.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์

หลังจากปรับปรุงสมบัติของเซรามิก ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ เป็น 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว แสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่า เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อเทียบกับเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 24 และ 48 ชั่วโมง โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีขนาดใหญ่ที่สุด คือ 18.73 ± 3.75 ไมโครเมตร ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.11 และจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่า ภายในเซรามิกหลังไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น และนอกจากนี้ยังพบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ เกรนมีลักษณะเชื่อมติดกันมากที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.9 (ข) ซึ่งส่งผลให้มีความหนาแน่นสูงสุด คือ 85.31 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 4.2 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกหลังเผา ดังนั้น จึงสามารถสรุปได้ว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ จะทำให้เกรนมีขนาดโตขึ้น และเกรนเกิดการชิดติดกันมากขึ้น จึงทำให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงขึ้น และที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง คือ สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเซรามิกให้มีความหนาแน่นสูงสุด

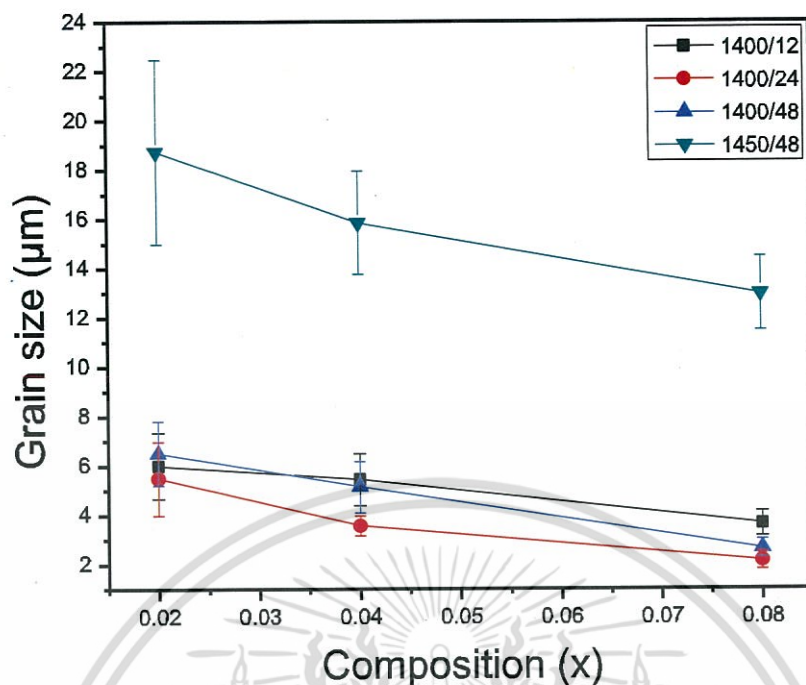


รูปที่ 4.9 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CTa_{2-x}Bi_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450^{\circ}C$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



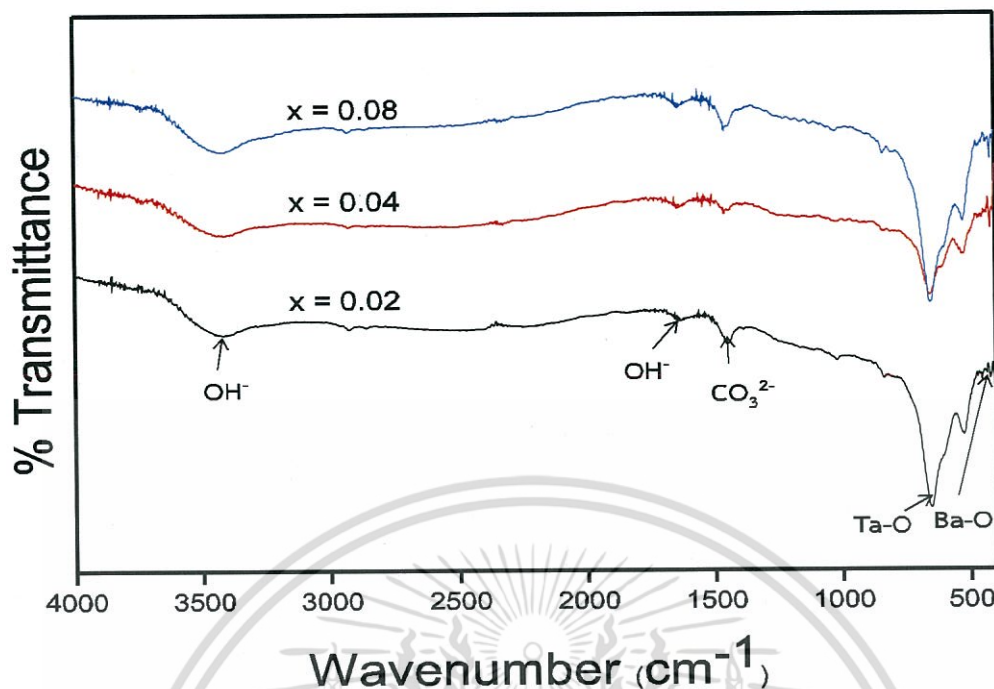
รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.2 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ของผงผลึกระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$ ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่ามีพีคปรากฏขึ้นในช่วงการดูดกลืนประมาณ $3300-3600 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ O-H แสดงถึงการมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH) บริเวณพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากการดูดความชื้น (H_2O) ของอนุภาคผง และพีคในช่วงการดูดกลืนที่ 1432 และ 1582 cm^{-1} สอดคล้องกับการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ C=O ของไอออนคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และพบพีคช่วงการดูดกลืนที่ 330 cm^{-1} 650 cm^{-1} และ 560 cm^{-1} สอดคล้องกับพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ Ba-O ในแบเรียมออกไซด์ (BaO_{12}) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโดเดคาฮีดรอล (dodecahedral) และ Ta-O ในแทนทาลัมออกไซด์ (TaO_6) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [43]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคผงของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

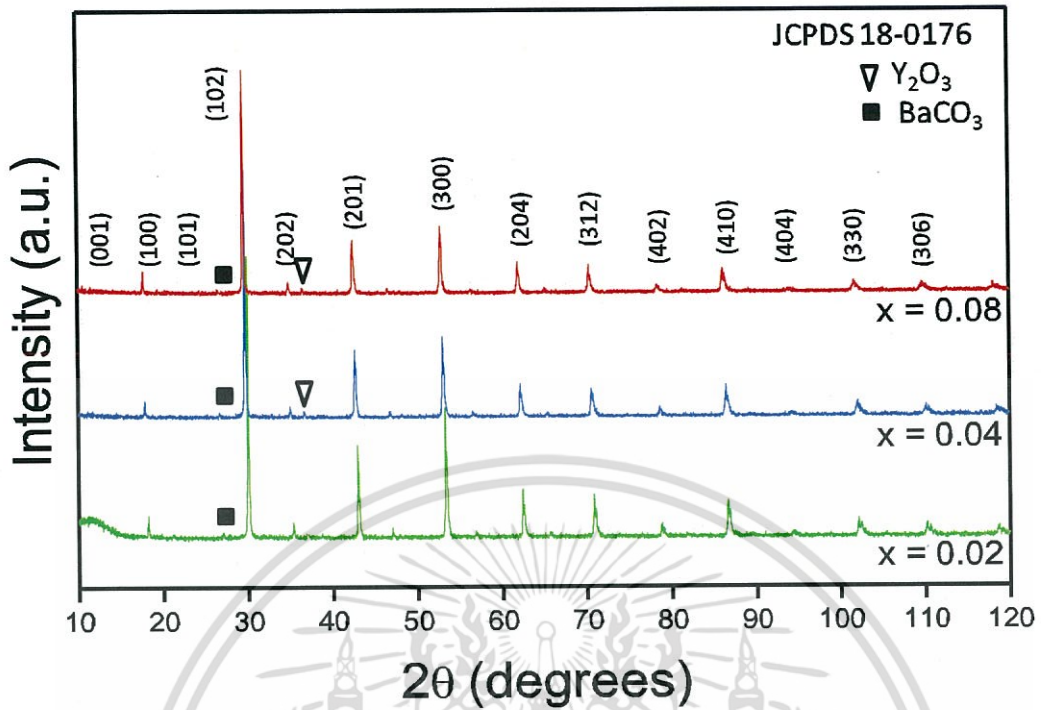
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากรูปที่ 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08 พบว่ามีความสอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 18-0176 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($\text{BaMg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3}\text{O}_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) โดยมีรูปแบบการเลี้ยวเบนปรากฏที่มุม 2θ ดังนี้ 12.573 17.703 21.675 30.975 38.165 44.292 55.019 64.534 73.132 81.666 89.604 97.801 106.2 และ 106.51 ซึ่งตรงกับระนาบ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ตามลำดับ อย่างไรก็ตามนอกจากวัฏภาคหลัก (primary phase) ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($\text{BaMg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3}\text{O}_3$) แล้วยังพบวัฏภาคทุติยภูมิ (secondary phase) เกิดขึ้น คือ วัฏภาคทุติยภูมิของอิตเทเรียม (Y_2O_3) (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ∇) ปรากฏที่มุม 2θ เท่ากับ 33.810 35.929 41.727 43.515 และ 50.161 โดยสอดคล้องกับระนาบ (400) (411) (422) (134) และ (433) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

89-5592 ของสารประกอบอิตเทเรียม (Y_2O_3) ดังแสดงในรูปที่ 4.13 จากรูปพบว่า มีวัฏภาคทุติยภูมิ ดังกล่าวเกิดขึ้นที่ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08 และพบวัฏภาคของแบเรียมคาร์บอเนต (แสดงด้วย สัญลักษณ์ ■) [43] ซึ่งสอดคล้องกับอินฟราเรดสเปกตรัม ดังรูปที่ 4.12 ซึ่งแสดงถึงความไม่บริสุทธิ์ของอนุภาคผงตัวอย่าง จากนั้น เมื่อนำมาหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ได้ พบว่าสารประกอบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$: BCTY มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a \neq c$) แสดงดังตารางที่ 4.3 ซึ่งใกล้เคียงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 18-0176 ของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) คือ $a = 5.782$ และ $c = 7.067$ ตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่า ค่าแลตทิซพารามิเตอร์เปลี่ยนแปลงตามความเข้มข้นของสัดส่วนองค์ประกอบ (x) และเปลี่ยนแปลงไปตามรัศมีเฉลี่ยของไอออนที่ตำแหน่ง B-site ซึ่งทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เกิดการเลื่อน และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แสดงให้เห็นว่า อิตเทียมไอออน (Y^{3+}) สามารถเข้าไปแทนที่แทนทาลัมไอออน (Ta^{5+}) ได้บางส่วน ดังนั้น การแทนที่ของบิตัมส์ทำให้รัศมีไอออนที่ตำแหน่ง b-site เพิ่มขึ้น [42] เนื่องจากอิตเทียมมีรัศมีไอออนใหญ่กว่าแทนทาลัมไอออนที่ตำแหน่ง B-site คือ รัศมีไอออนของอิตเทียม เท่ากับ 180 พิโกเมตร และรัศมีไอออนของแทนทาลัม เท่ากับ 145 พิโกเมตร

นอกจากนี้ จากตารางที่ 4.3 พบว่า อัตราส่วนค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter ratio ; c/a) ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีค่ามากที่สุด คือ 1.4316 อาร์ังสตรอม และลดลงไปตามสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไป และจากค่ารากที่สองของ c/a พบว่า มีค่าน้อยกว่า ทางทฤษฎี คือ $\sqrt{c/a} = 1.2247$ [44] เนื่องจากมีความเป็นเฮกซะโกนอลน้อยกว่าทางทฤษฎี และ ค่าขนาดผลึก (Crystalline size) พบว่า ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปไม่มีผลต่อขนาดผลึก



รูปที่ 4.13 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a = b \neq c$) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$: BCTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)		c/a	\sqrt{c}/a	ขนาดผลึก (nm)
		A	c			
BCTY	0.02	5.1495	7.2932	1.4163	1.1901	348.12±104.16
	0.04	5.1732	7.3922	1.4289	1.1954	303.52 ± 88.39
	0.08	5.1886	7.4278	1.4316	1.1965	320.55 ± 82.39

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(scanning electron microscope; SEM)ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.2.3.1 การศึกษาผลของเวลาในการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการเผาซินเตอร์

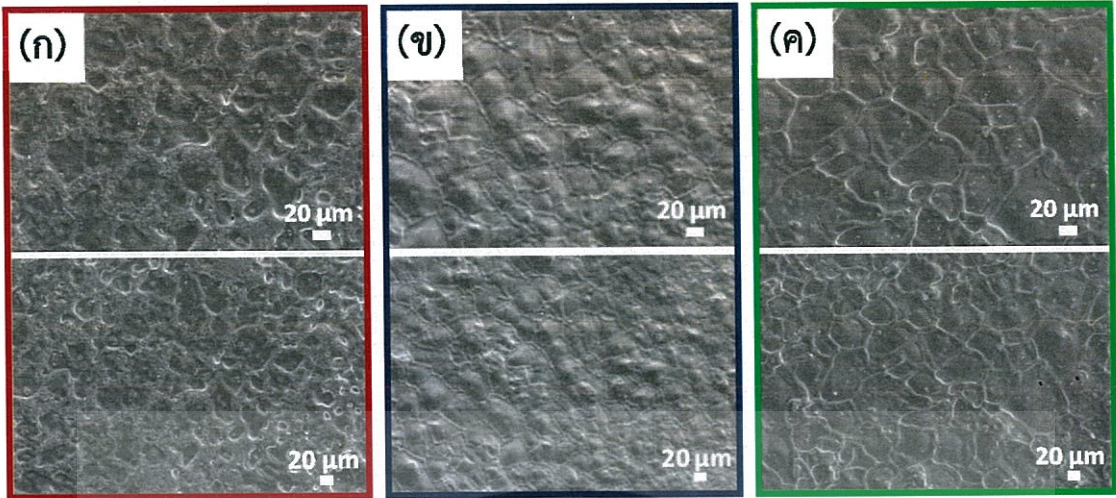
เมื่อนำเซรามิกที่ได้หลังเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง แล้วศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว แสดงดังรูปที่ 4.14 พบว่า เกรนเกิดการเชื่อมติดกันทำให้ไม่เห็นลักษณะของเกรน และเมื่อศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง พบว่าเซรามิกมีรูพรุนเกิดขึ้นเล็กน้อย แสดงดังรูปที่ 4.15 หลังจากนั้นจึงได้ทำการปรับปรุงด้วยการเพิ่มเวลาในการเผาซินเตอร์เป็น 48 ชั่วโมง เมื่อทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวดังรูปที่ 4.16 พบว่า เกรนเกิดการเชื่อมติดกันและยังพบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ เกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคบริเวณพื้นผิว ดังรูปที่ 4.16 (ข) เนื่องจากอาจมีการเกิดเฟสแปลกปลอมเจือปนอยู่ หรือมีเฟสใหม่เกิดขึ้น และจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง พบว่า ภายในเซรามิกไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น แสดงดังรูปที่ 4.17 และจากตารางที่ 4.4 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีความหนาแน่นมากที่สุด คือ 83.93 เปอร์เซ็น

ดังนั้น เพื่อให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุดและมีความสามารถในการนำออกซิเจน-ไอออนได้ดีที่สุด จึงได้ทำการปรับปรุงโดยเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

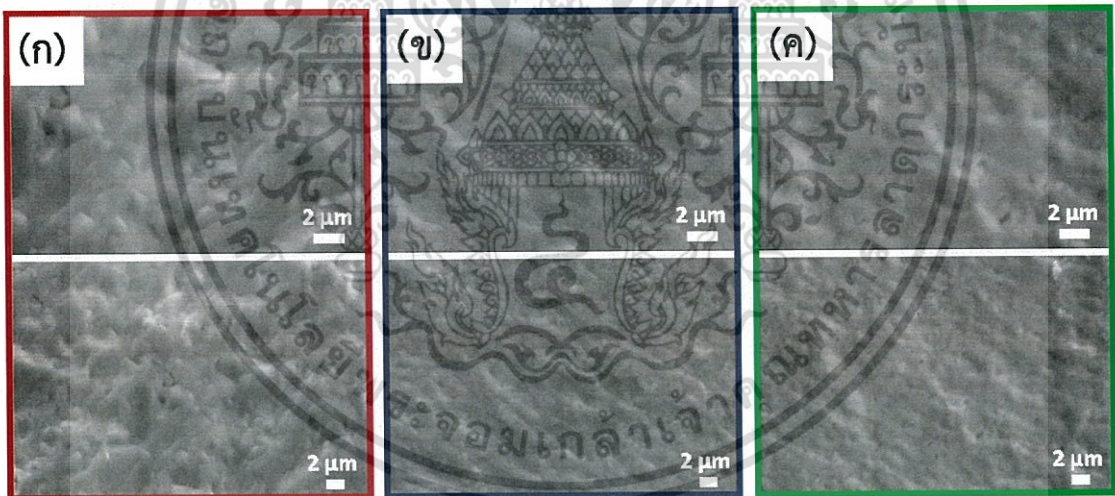
ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความหนาแน่น (density)ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$: BCTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BCTY	1400°C/48h.	0.02	6.32	83.18
		0.04	6.38	83.93
		0.08	6.33	83.38
	1450°C /48h.	0.02	6.35	83.63
		0.04	6.41	84.39
		0.08	6.47	85.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

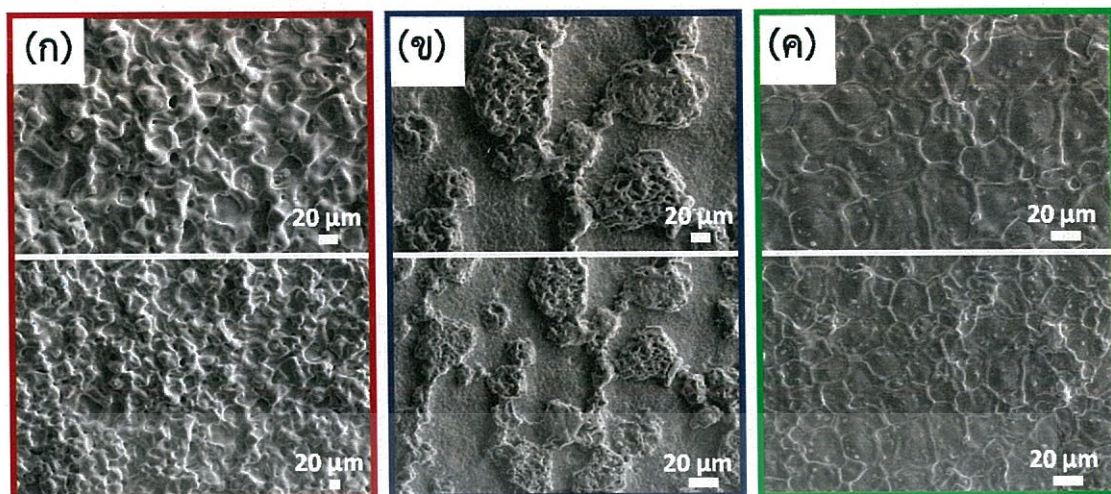


รูปที่ 4.14 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

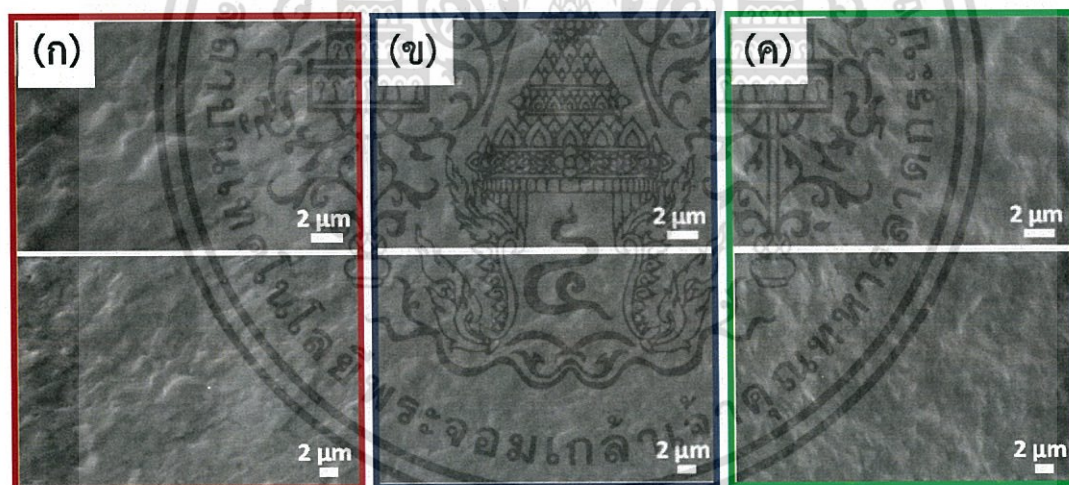


รูปที่ 4.15 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400°C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.16 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400^\circ C$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

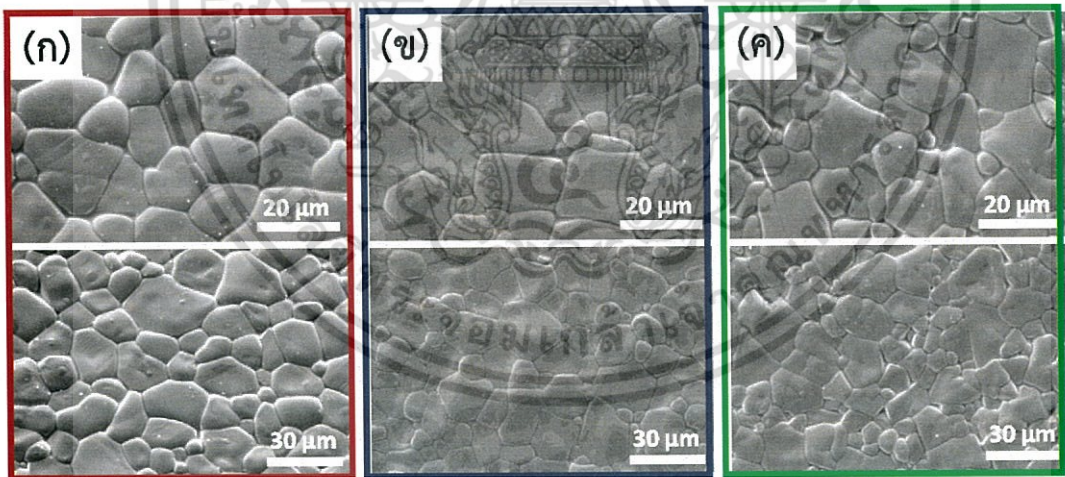


รูปที่ 4.17 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400^\circ C$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

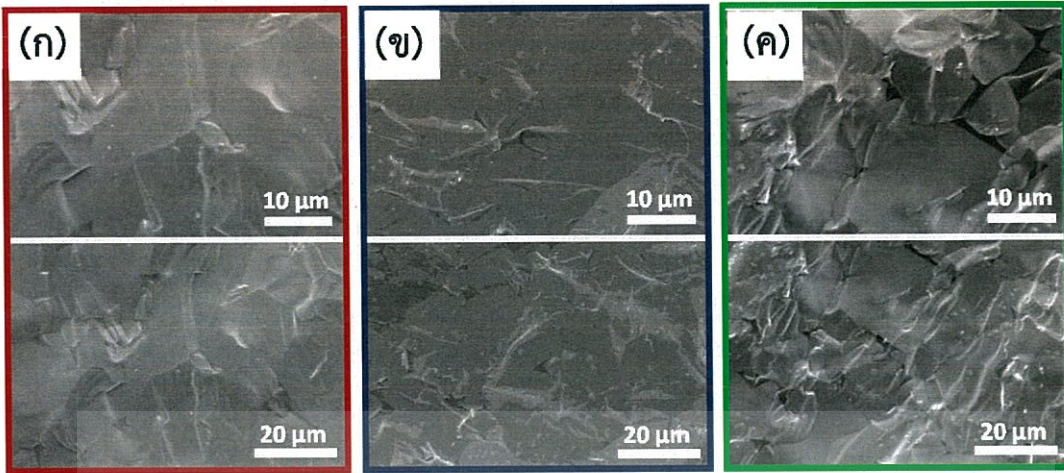
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการเผาซินเตอร์

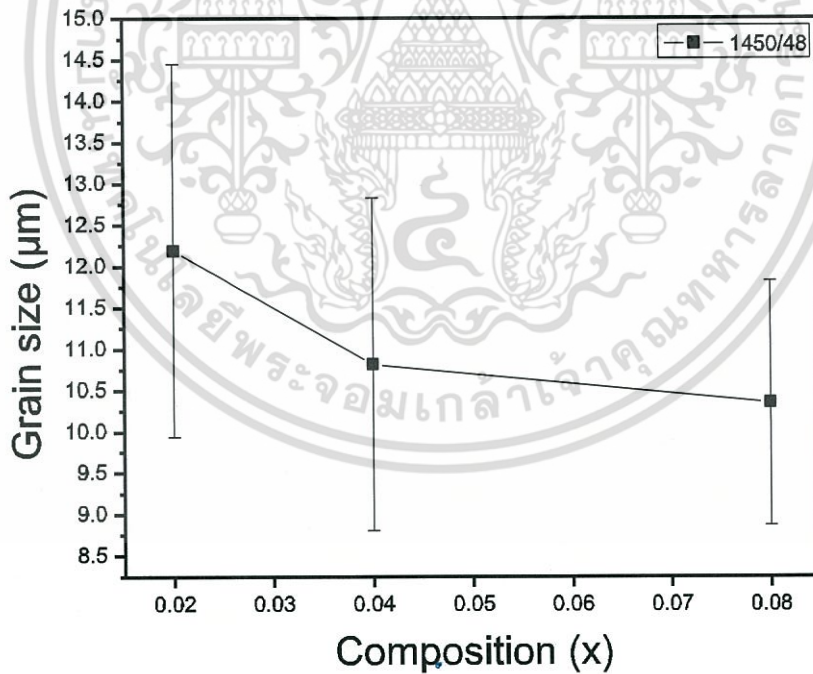
จากความผิดปกติของเซรามิกที่เกิดขึ้นดังกล่าว จึงได้ทำการปรับปรุง โดยการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ คือ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง หลังจากนั้นนำมาศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว ดังรูปที่ 4.18 จากรูปแสดงให้เห็นว่า เกรนเกิดการชิดกัน และยึดเกาะกันได้ดี โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีขนาดเกรนโตที่สุด คือ 12.43 ± 1.58 ไมโครเมตร และลดลงเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบ (x) เพิ่มขึ้น แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.20 และจากสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง ดังรูปที่ 4.18 พบว่าเซรามิกภายในมีความแน่นตัวสูง เนื่องจากไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น และจากตารางที่ 4.4 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.5}$ แสดงให้เห็นว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีความหนาแน่นสูงสุด คือ 85.14 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ ทำให้เซรามิกมีความหนาแน่นสูงขึ้น ดังนั้นจึงสามารถได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่สามารถเตรียมเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง คือ สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง



รูปที่ 4.18 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม.เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.19 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450°C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



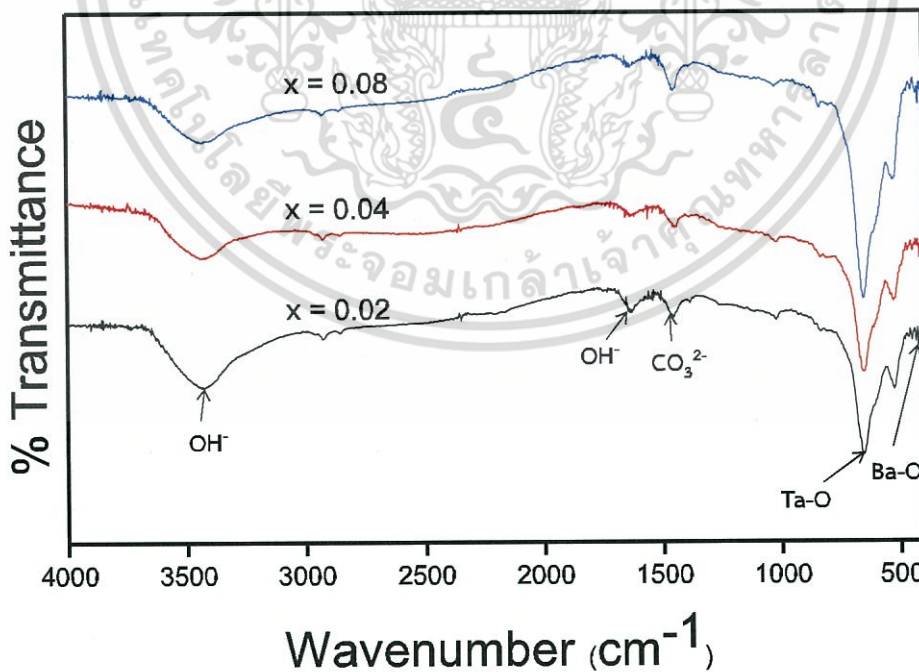
รูปที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$

4.3.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ของผงผลึกระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ แสดงดังรูปที่ 4.21 พบว่ามีพีคปรากฏขึ้นในช่วงการดูดกลืนประมาณ $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ O-H แสดงถึงการมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH) บริเวณพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากการดูดความชื้น (H_2O) ของอนุภาคผงตัวอย่างและพีคในช่วงการดูดกลืนที่ 1432 และ 1582 cm^{-1} สอดคล้องกับการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ C=O ของไอออนคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) และพบพีคช่วงการดูดกลืนที่ 330 cm^{-1} 650 cm^{-1} และ 560 cm^{-1} สอดคล้องกับพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของ Ba-O ในแบเรียมออกไซด์ (BaO_{12}) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโดเดคาฮีดรอล (dodecahedral) และ Ta-O ในแทนทาลัมออกไซด์ (TaO_6) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [43]



รูปที่ 4.21 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคผงของสารประกอบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

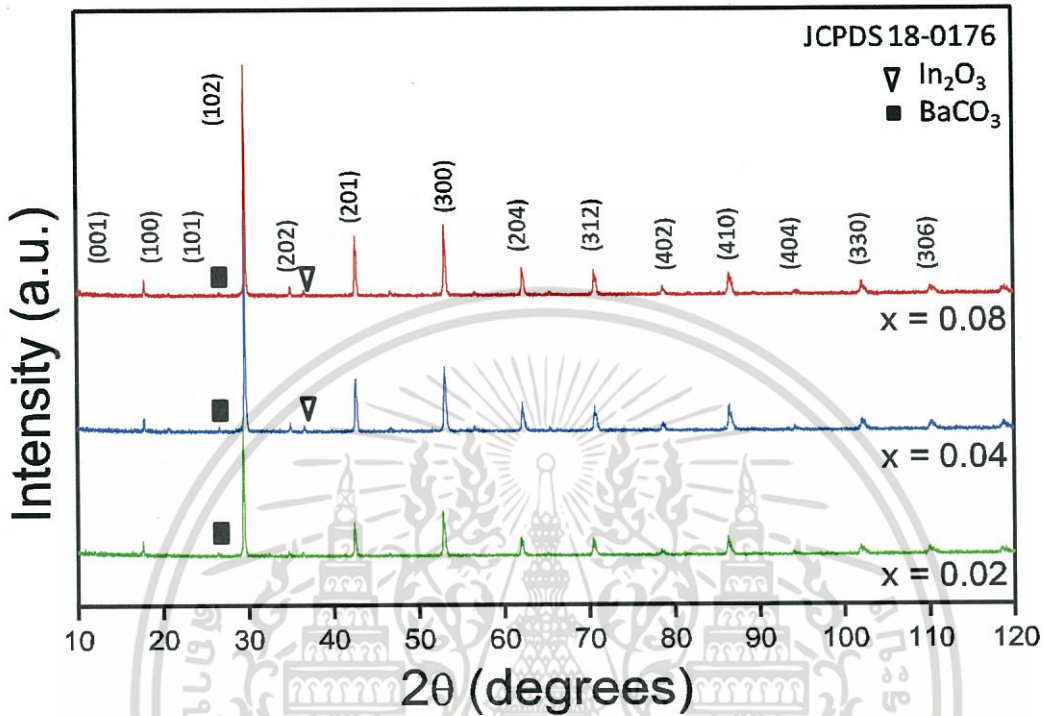
4.3.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ของระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เมื่อนำข้อมูลไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 18-0176 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) พบว่า มีความสอดคล้องกัน โดยมีพีค 2θ ที่ปรากฏ คือ 12.573 17.703 21.675 30.975 38.165 44.292 55.019 64.534 73.132 81.666 89.604 97.801 106.2 และ 106.51 ซึ่งตรงกับระนาบ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ตามลำดับ อย่างไรก็ตามนอกจากวัฏภาคหลัก (primary phase) ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) แล้วยังมีวัฏภาคทุติยภูมิของ In_2O_3 (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ∇) แสดงดังรูปที่ 4.22 ปรากฏที่มุม 2θ เท่ากับ 41.838 โดยสอดคล้องกับระนาบ (322) ซึ่งตรงกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 89-4595 ของสารประกอบอินเดียมออกไซด์ (In_2O_3) ซึ่งพบที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และ 0.08 และพบวัฏภาคของแบเรียมคาร์บอเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ \blacksquare) [43] ซึ่งสอดคล้องกับอินฟราเรดสเปกตรัม ดังรูปที่ 4.21 ซึ่งแสดงถึงการเกิดวัฏภาคที่ไม่บริสุทธิ์เกิดขึ้น

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถนำมาหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ได้ พบว่าสารประกอบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BCTI มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a \neq c$) แสดงดังตารางที่ 4.5 ซึ่งใกล้เคียงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 18-0176 ของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างแบบ เฮกซะโกนอล (hexagonal structure) คือ $a = 5.782$ และ $c = 7.067$ จากตารางที่ 4.5 แสดงให้เห็นว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ พบว่ามีค่าอัตราส่วนแลตทิซพารามิเตอร์ (c/a) มากที่สุด และเปลี่ยนแปลงไปตามความเข้มข้นของสัดส่วนองค์ประกอบ (x) รวมถึงของผลการเจือไอออน โดยจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แสดงให้เห็นว่า อินเดียมไอออน (In^{3+}) สามารถเข้าไปแทนที่แทนทาลัมไอออน (Ta^{5+}) ที่ตำแหน่ง B-site ได้ดีที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และเข้าไปแทนที่ได้บางส่วนที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x \geq 0.04$ ซึ่งการแทนที่ของอินเดียมไอออนทำให้รัศมีไอออนที่ตำแหน่ง B-site เพิ่มขึ้น เนื่องจากรัศมีไอออนของอินเดียม เท่ากับ 155 พิโกเมตร มีรัศมีไอออนใหญ่กว่าแทนทาลัม เท่ากับ 145 พิโกเมตร [44]

นอกจากนี้ จากตารางที่ 4.1 พบว่าอัตราส่วนค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter ratio ; c/a) มีค่ามากที่สุด คือ 1.4368 อารังสตรอม ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และจากค่ารากที่สองของ c/a พบว่า มีค่าน้อยกว่าทางทฤษฎี คือ $\sqrt{c/a} = 1.2247$ [44] เนื่องจากมีความเป็นเฮกซะโกนอลล้นน้อยกว่าทางทฤษฎี และ ค่าขนาดผลึก (Crystalline size) พบว่า ที่สัดส่วน

องค์ประกอบแตกต่างกันมีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไป ไม่มีผลต่อขนาดผลึกอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.22 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a = b \neq c$) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BCTI เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	แลตทิซพารามิเตอร์ ($Å$)		c/a	\sqrt{c}/a	ขนาดผลึก (nm)
		a	c			
BCTI	0.02	5.1949	7.4639	1.4368	1.1987	283.11±90.86
	0.04	5.1732	7.3922	1.4289	1.1954	257.42±152.44
	0.08	5.1678	7.3766	1.4274	1.1947	238.60±95.80

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(scanning electron microscope; SEM)ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.3.3.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์

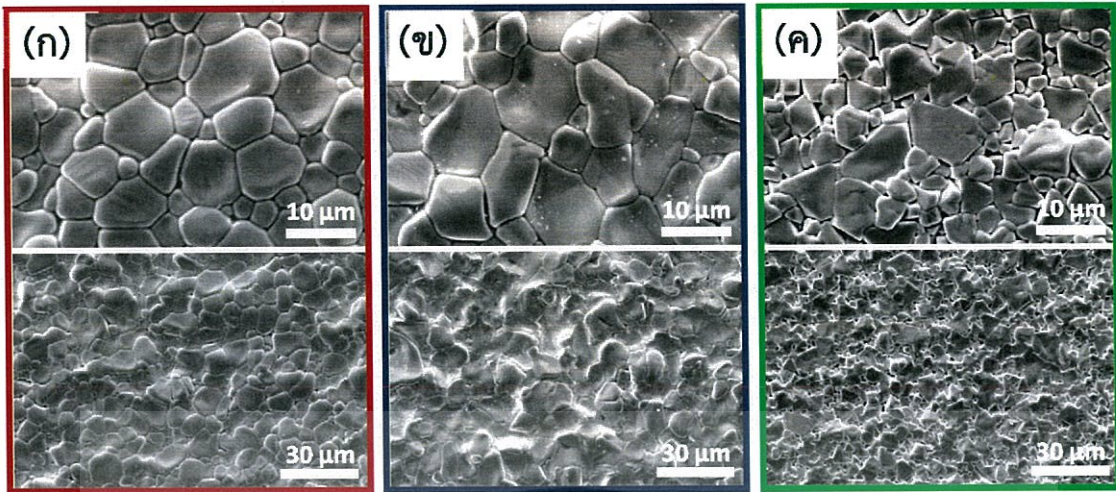
เมื่อนำเซรามิกที่เตรียมได้ไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว แสดงดังรูปที่ 4.23 พบว่า เกรนมีลักษณะชิดกัน เกิดการยึดเกาะของเกรนที่แน่น ซึ่งส่งผลต่อความหนาแน่น จากตารางที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีความหนาแน่นสูงสุด คือ 85.30 เปอร์เซ็นและพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีขนาดเกรนโตที่สุด คือ 6.48 ± 1.26 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.27 และจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ภาคตัดขวาง ดังรูปที่ 4.24 พบว่า ภายในเซรามิกแน่นตัวค่อนข้างสูง

ต่อมาได้ทำการปรับปรุงสมบัติเซรามิกด้วยการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เป็น 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง และทำการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว แสดงดังรูปที่ 4.25 จากรูปแสดงให้เห็นว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีขนาดโตขึ้น ในขณะที่ $x = 0.04$ และ 0.08 เกรนมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเทียบกับเซรามิกที่เผาซินเตอร์ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง และพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีลักษณะเชื่อมติดกัน ในขณะที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และ 0.08 เกรนมีลักษณะไม่เชื่อมติดกัน และเมื่อวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ภาคตัดขวาง แสดงดังรูปที่ 4.26 พบว่า มีรูพรุนเกิดขึ้นที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และ 0.08 ซึ่งเป็นผลให้มีความหนาแน่นต่ำลง แสดงดังตารางที่ 4.6 ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ทำให้เซรามิกมีความหนาแน่นต่ำลง ดังนั้น สภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่สามารถเตรียมเซรามิกให้มีความหนาแน่นสูงสุด คือ สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

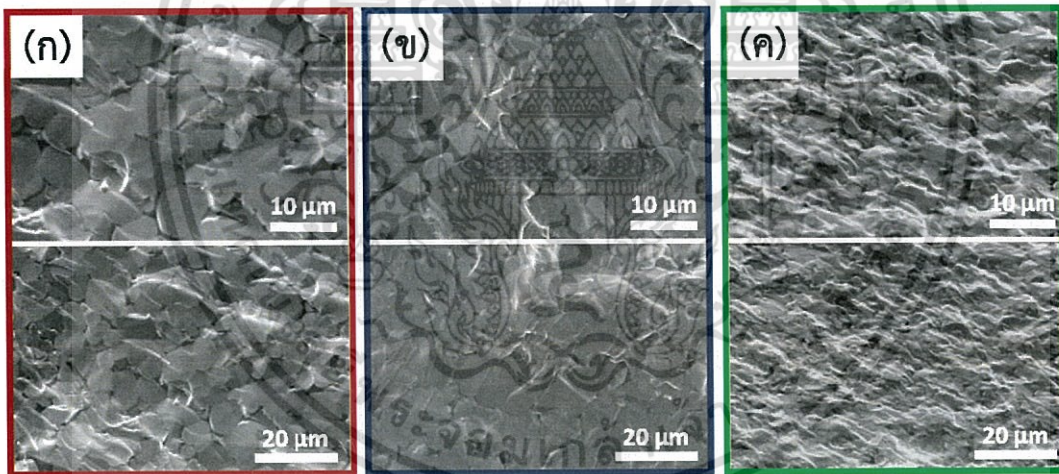
ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-8}$: BCTI เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BCTI	1400°C/48h.	0.02	6.37	83.85
		0.04	6.35	83.55
		0.08	6.48	85.30
	1450°C/48h.	0.02	6.26	82.41
		0.04	6.37	83.86
		0.08	6.30	82.94

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

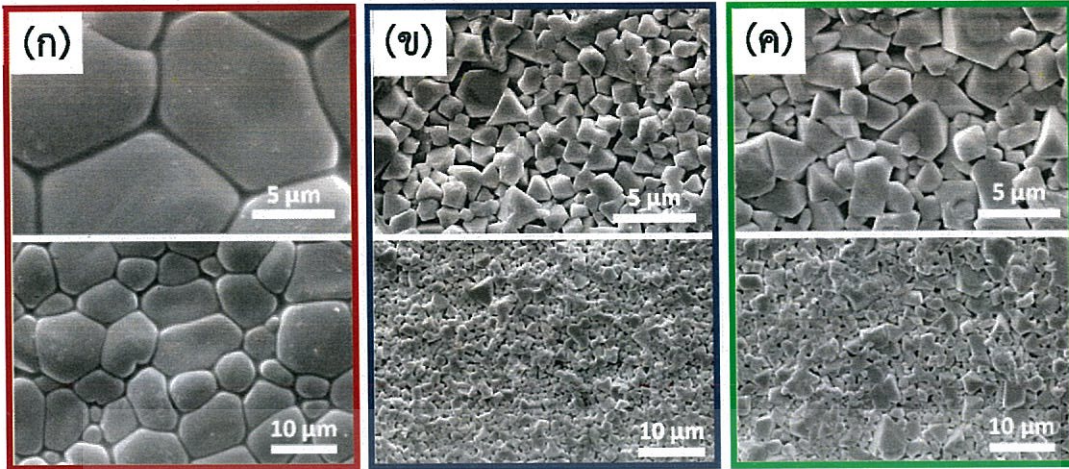


รูปที่ 4.23 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

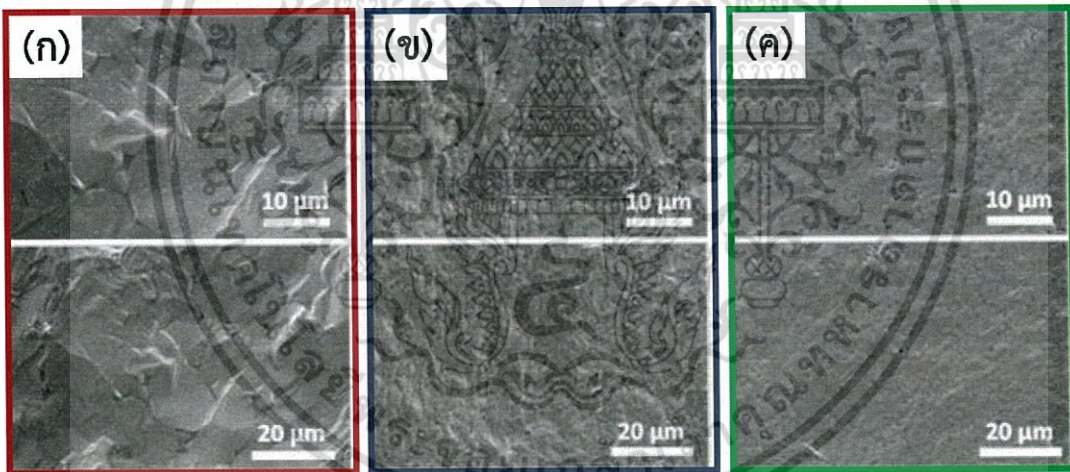


รูปที่ 4.24 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

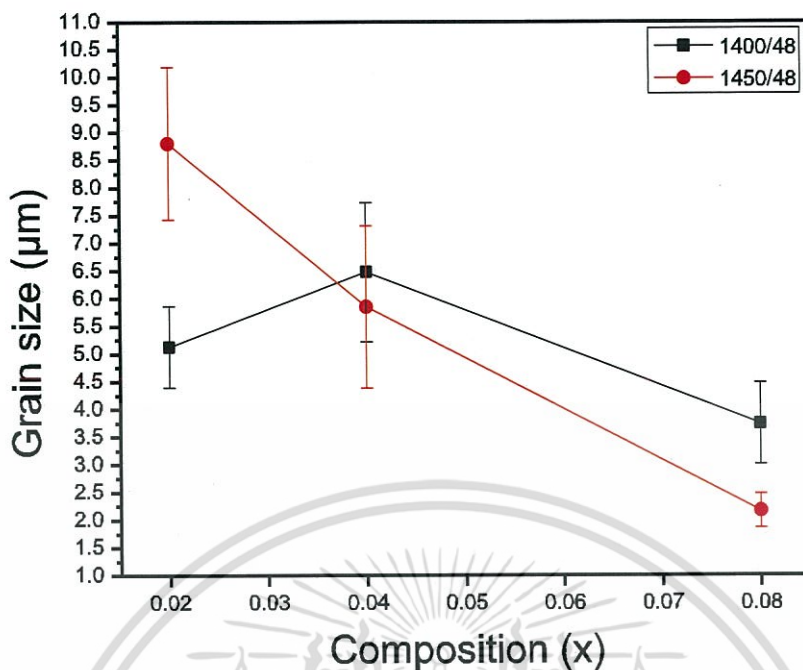


รูปที่ 4.25 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม.เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.26 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม.เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



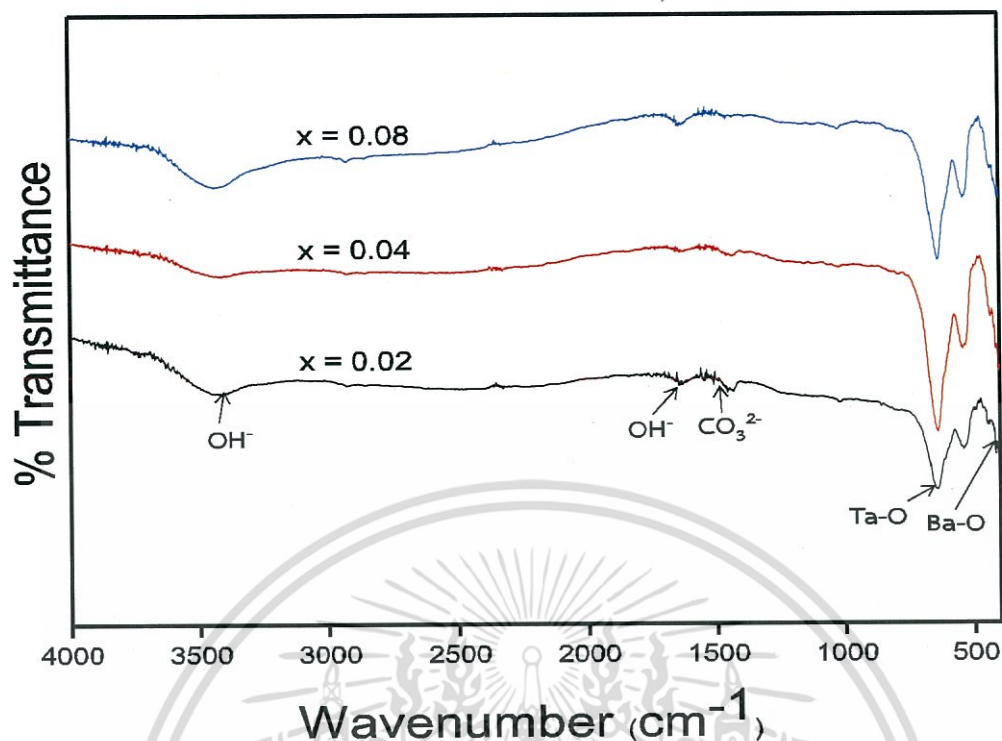
รูปที่ 4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{CaTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.4 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.4.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงของสัดส่วนประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ แสดงดังรูปที่ 4.28 พบว่ามีพีคปรากฏขึ้นในช่วงการดูดกลืนประมาณ $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ O-H แสดงถึงการมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH) บริเวณพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากการดูดความชื้น (H_2O) ของอนุภาคผงตัวอย่าง และพีคในช่วงการดูดกลืนที่ 1432 และ 1582 cm^{-1} สอดคล้องกับการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ C=O ของไอออนคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และพบพีคช่วงการดูดกลืนที่ 330 cm^{-1} 650 cm^{-1} และ 560 cm^{-1} สอดคล้องกับพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของ Ba-O ในแบเรียมออกไซด์ (BaO_{12}) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโดเดคาฮีดรอล (dodecahedral) และ Ta-O ในแทนทาลัมออกไซด์ (TaO_6) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [43]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.28 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมอนุภาคผงของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$, 0.04 และ 0.08

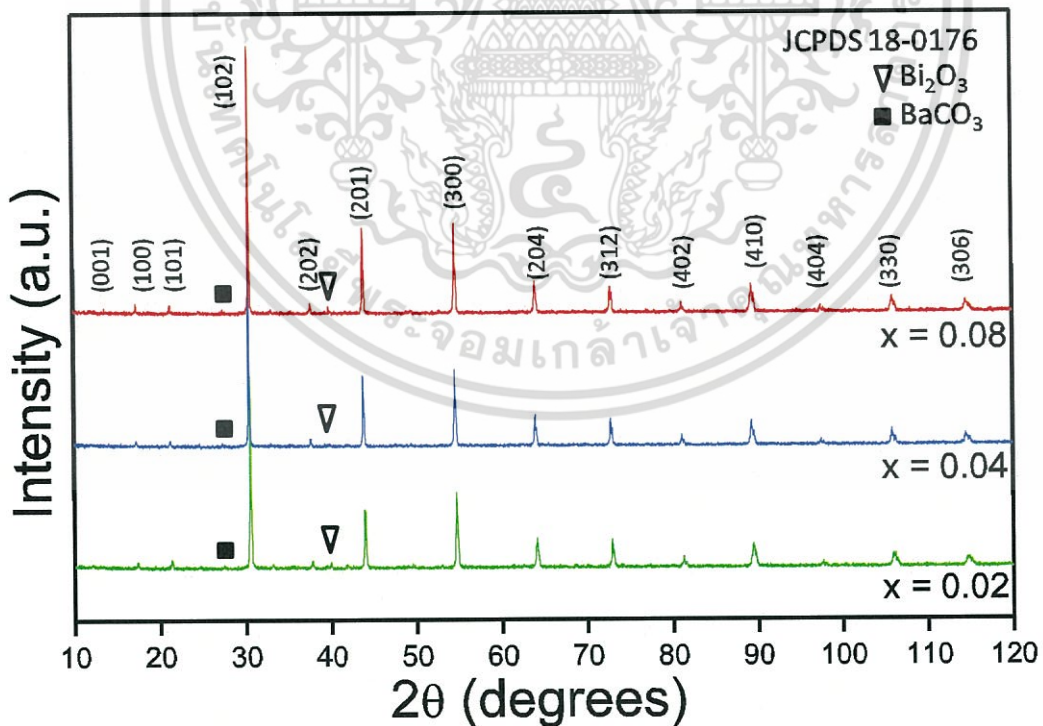
4.4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$, 0.04 และ 0.08

จากรูปที่ 4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$, 0.04 และ 0.08 พบว่า มีความสอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 18-0176 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($\text{BaMg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3}\text{O}_3$) ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal structure) โดยมีรูปแบบการเลี้ยวเบนปรากฏที่มุม 2θ ดังนี้ 12.573 17.703 21.675 30.975 38.165 44.292 55.019 64.534 73.132 81.666 89.604 97.801 106.2 และ 106.51 ซึ่งตรงกับระนาบ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม นอกจากวัฏภาคหลักแล้วยังพบวัฏภาคทุติยภูมิ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ∇) ปรากฏอยู่ทุกสัดส่วนองค์ประกอบ ซึ่งเป็นวัฏภาคของสารประกอบบิตัมสออกไซด์ (Bi_2O_3) และพบวัฏภาคของแบเรียมคาร์บอเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ \blacksquare) [43] ซึ่งสอดคล้องกับอินฟราเรดสเปกตรัม ดังรูปที่ 4.28 ซึ่งแสดงถึงการเกิดวัฏภาคที่ไม่บริสุทธิ์เกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถนำมาหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ได้ พบว่าเซรามิคในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$: BMTB มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a \neq c$) แสดงดังตารางที่ 4.7 ซึ่งใกล้เคียงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 18-0176 ของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) คือ $a = 5.782$ และ $c = 7.067$ จากตารางที่ 4.7 พบว่า แลตทิซพารามิเตอร์ไม่เปลี่ยนแปลงตามความเข้มข้นของสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ซึ่งจากผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แสดงให้เห็นว่า บิตัมส์ไอออน (Bi^{3+}) สามารถเข้าไปแทนที่แทนทาลัมไอออน (Ta^{5+}) ได้อย่างสมบูรณ์ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และเข้าไปแทนที่ไบบางส่วนที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ 0.08 ซึ่งการแทนที่ของบิตัมส์ทำให้รัศมีไอออนที่ตำแหน่ง b-site เพิ่มขึ้น เนื่องจากรัศมีไอออนของบิตัมส์ เท่ากับ 160 พิโกเมตร ซึ่งมีรัศมีไอออนใหญ่กว่าแทนทาลัม เท่ากับ 145 พิโกเมตร [42]

นอกจากนี้ จากตารางที่ 4.7 พบว่า ค่าอัตราที่สองของ c/a มีค่าน้อยกว่า ทางทฤษฎี คือ $\sqrt{c}/a = 1.2247$ เนื่องจากมีความเป็นเฮกซะโกนอลล้นน้อยกว่าทางทฤษฎี [42] และ พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบแตกต่างกันมีค่าขนาดผลึก (Crystalline size) ใกล้เคียงกัน ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปไม่มีผลต่อขนาดผลึกอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิคในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a และ c) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$: BMTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	แลตทิซพารามิเตอร์ (A°)		c/a	\sqrt{c}/a	ขนาดผลึก (nm)
		a	c			
BMTB	0.02	5.0536	7.2357	1.4318	1.1966	353.81 ± 128.51
	0.04	5.0536	7.2357	1.4318	1.1966	353.69 ± 126.46
	0.08	5.0536	7.2357	1.4318	1.1966	306.56 ± 90.56

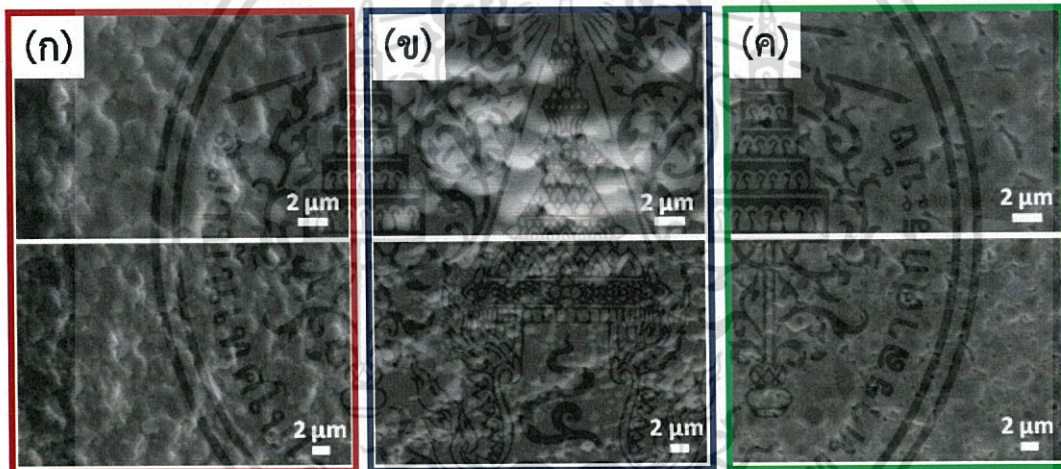
4.4.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ของระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.4.3.1 การศึกษาผลของเวลาในการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการเผาซินเตอร์

หลังจากที่นำเซรามิกไปเผาซินเตอร์ โดยทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง โดยผลการวิเคราะห์สัญญาณวิทยาของเซรามิกหลังเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่า เกรนมีลักษณะไม่เชื่อมติดกัน และแสดงให้เห็นว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีขนาดเกรนโตที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.36 และจากสัญญาณวิทยาที่ภาคตัดขวาง แสดงดังรูปที่ 4.31 พบว่า ภายในเซรามิกมีความหนาแน่นต่ำ เนื่องจากมีรูพรุนเกิดขึ้น จากนั้นได้ทำการปรับปรุงสมบัติของเซรามิก ด้วยการเพิ่มเวลาในการเผาซินเตอร์เป็น 48 ชั่วโมง แล้วศึกษาสัญญาณวิทยา พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีขนาดเกรนโตขึ้น ในขณะที่ สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ $x = 0.04$ เกรนมีขนาดเล็กลง เมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิกหลังเผาซินเตอร์ ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และพบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีความหนาแน่นสูงสุด คือ 89.50669632 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 4.8

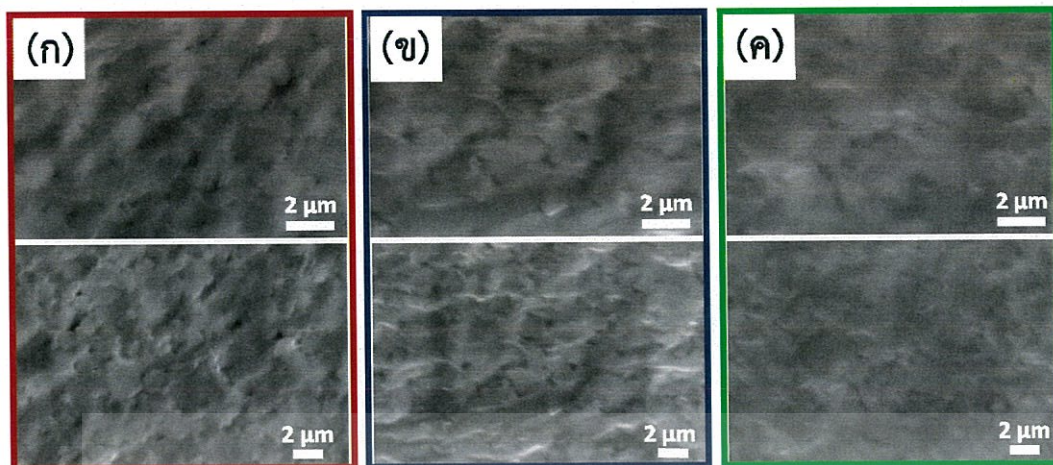
ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.5}$: BMTB เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BMTB	1400°C/48h.	0.02	6.70	88.04
		0.04	6.71	88.11
		0.08	6.81	89.51
	1450°C/48h.	0.02	6.74	88.53
		0.04	6.66	87.47
		0.08	6.80	89.39

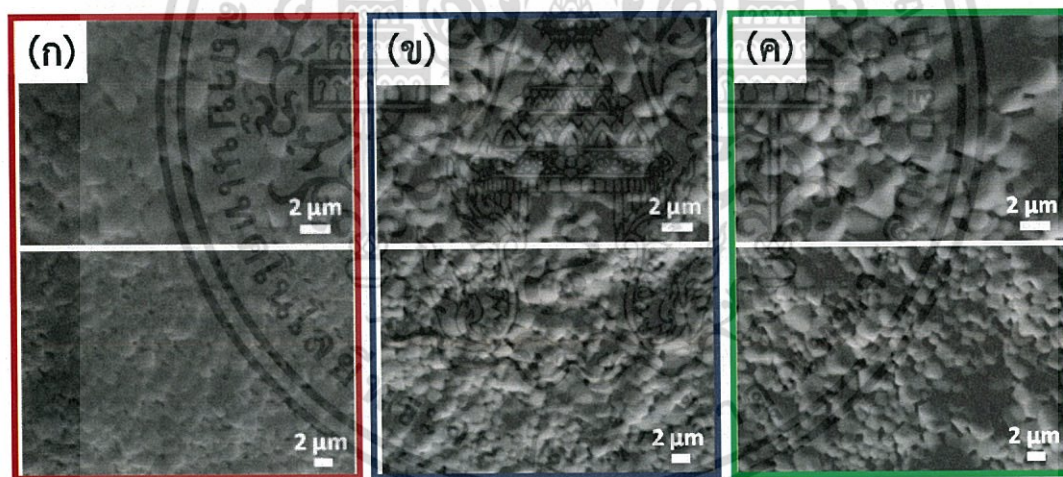


รูปที่ 4.30 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

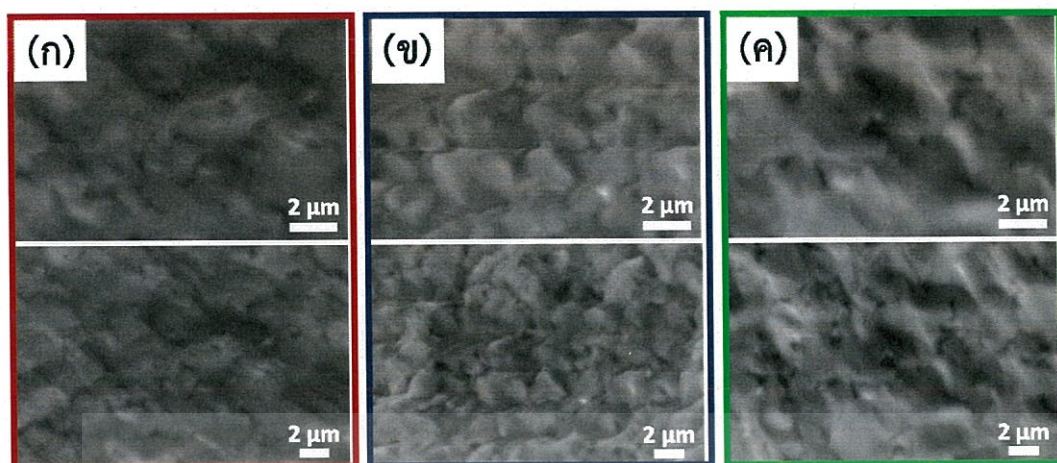


รูปที่ 4.31 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.32 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

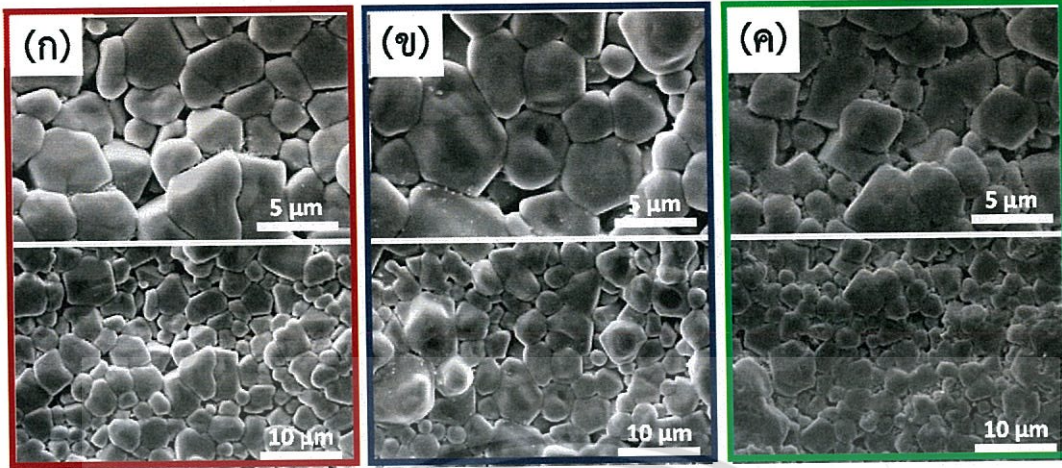
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



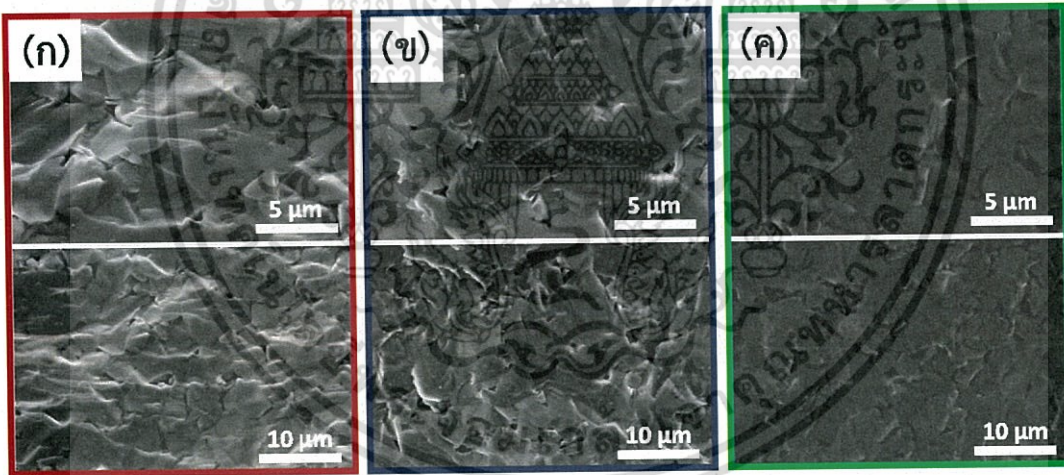
รูปที่ 4.33 แสดงสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

4.4.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์

เมื่อปรับปรุงสมบัติของเซรามิก ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ เป็น 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นทำการศึกษาสัณฐานวิทยาที่บริเวณพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 4.34 พบว่า เกรนมีขนาดโตขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิกที่เผาซินเตอร์ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง โดยที่ สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีขนาดเกรนโตที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.36 แสดงแนวโน้มของขนาดเกรนที่แตกต่างกัน และจากตารางที่ 4.8 แสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ ทำให้เซรามิกมีความหนาแน่นลดลง ดังนั้น จึงสามารถสรุปได้ว่า สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คือ สภาวะที่เหมาะสมที่สามารถเตรียมเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุด

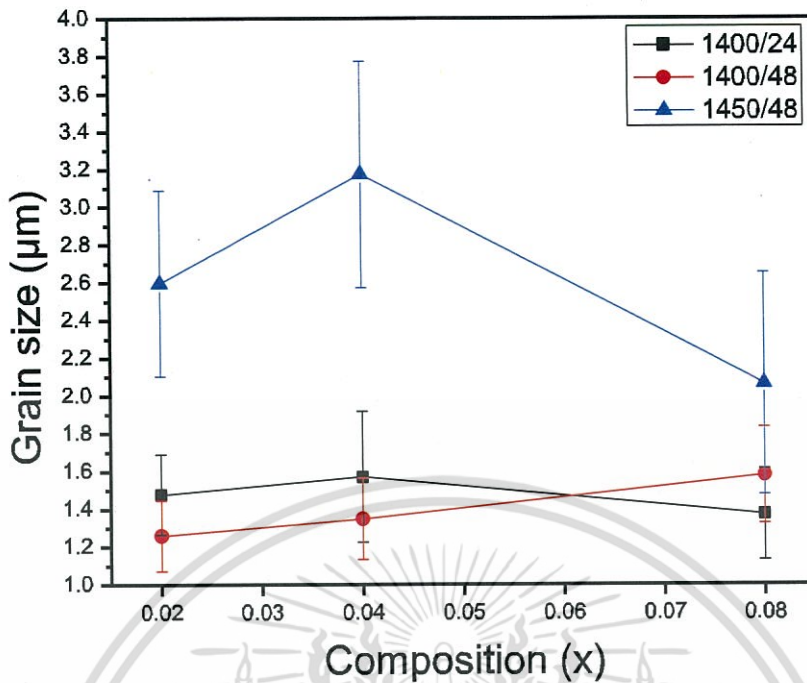


รูปที่ 4.34 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.35 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



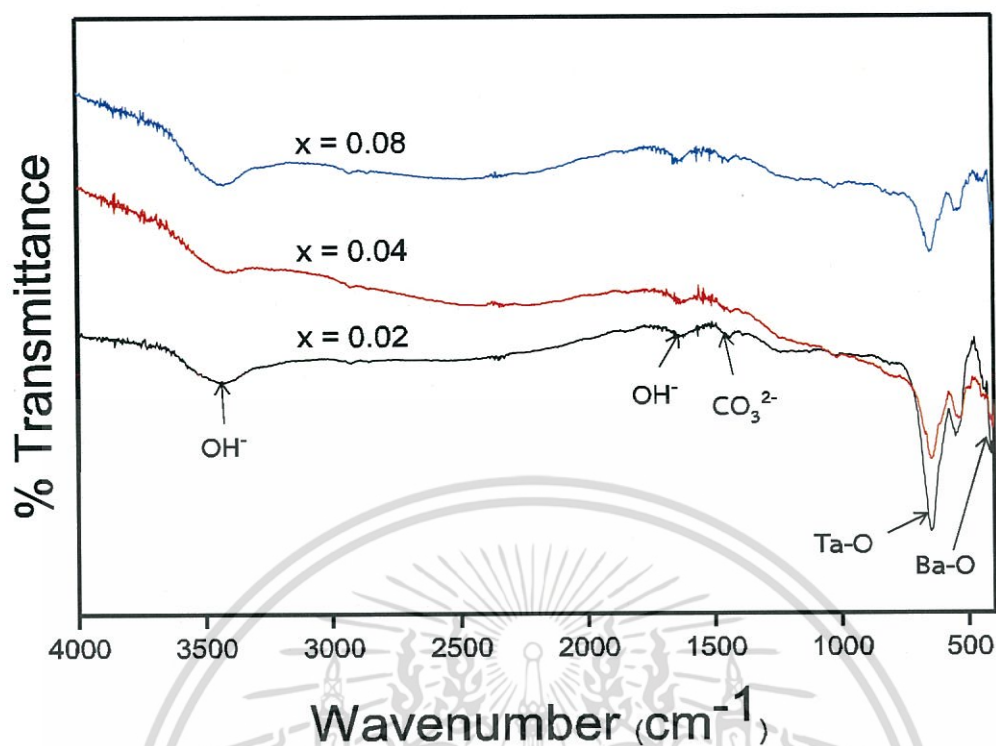
รูปที่ 4.36 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Bi}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.5 การวิเคราะห์ผลของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.5.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ แสดงดังรูปที่ 4.37 พบว่า มีพีคปรากฏขึ้นในช่วงการดูดกลืนประมาณ $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ O-H แสดงถึงการมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH) บริเวณพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากการดูดความชื้น (H_2O) ของอนุภาคผงตัวอย่าง ของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ และพีคในช่วงการดูดกลืนที่ 1432 และ 1582 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ C=O ของไอออนคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และพบพีคช่วงการดูดกลืนที่ 330 cm^{-1} 650 cm^{-1} และ 560 cm^{-1} สอดคล้องกับพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของ Ba-O ในแบเรียมออกไซด์ (BaO_{12}) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโดเดคาฮีดรอล (dodecahedral) และ Ta-O ในแทนทาลัมออกไซด์ (TaO_6) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [43]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.37 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.5.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ของระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

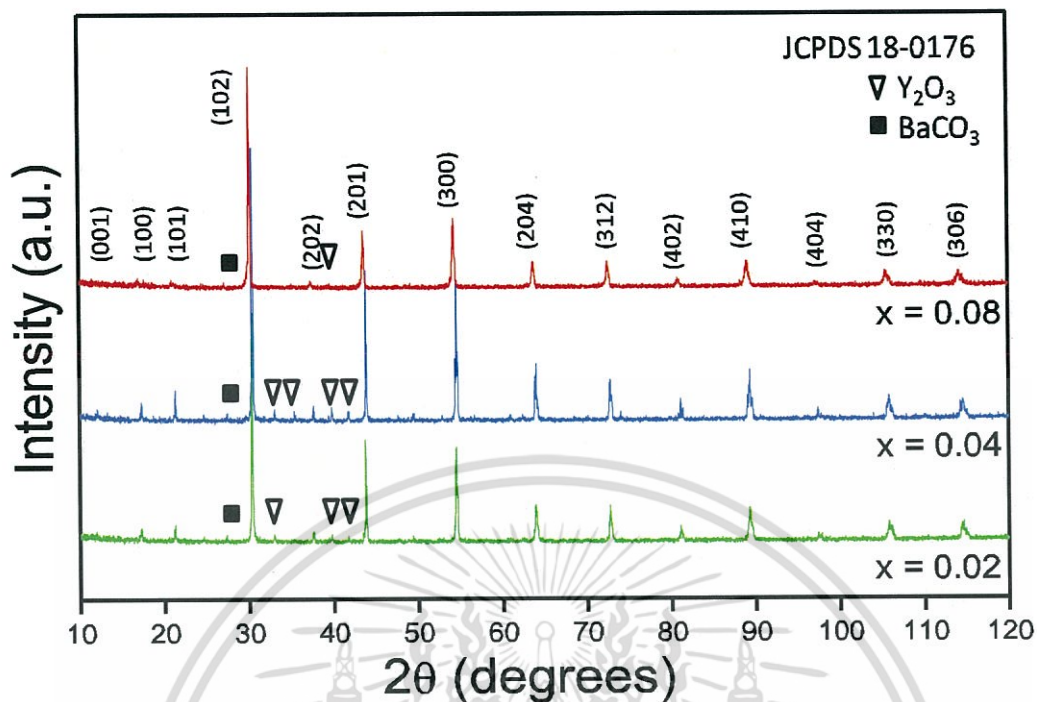
จากการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ของระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในองค์ประกอบที่แตกต่างกัน เมื่อนำข้อมูลไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 18-0176 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลาเลต ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal structure) พบว่ามีความสอดคล้องกัน โดยมีพีค 2θ ที่ปรากฏ คือ 12.573 17.703 21.675 30.975 38.165 44.292 55.019 64.534 73.132 81.666 89.604 97.801 106.2 และ 106.51 ซึ่งตรงกับระนาบ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ตามลำดับ อย่างไรก็ตามนอกจากวัฏภาคเพอโรฟสไกต์ (perovskite phase) หรือวัฏภาคหลัก (primary phase) ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลาเลต ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) แล้ว ยังพบวัฏภาคทุติยภูมิ (secondary phase) เกิดขึ้น คือ วัฏภาคทุติยภูมิของอิตเทเรียม (Y_2O_3) (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ∇) แสดงดังรูปที่ 4.37 ปรากฏที่มุม 2θ เท่ากับ 33.810 35.929 41.727 43.515 และ 50.161 โดยสอดคล้องกับระนาบ (400) (411) (422) (134) และ (433) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับข้อมูลมาตรฐาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชุด JCPDS หมายเลข 89-5592 ของสารประกอบอิตเทเรีย (Y_2O_3) และพบวิฤภาคของแบเรียมคาร์บอเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ■) [43] ซึ่งสอดคล้องกับอินฟราเรดสเปกตรัม ดังรูปที่ 4.37 ซึ่งแสดงถึงการเกิดวิฤภาคที่ไม่บริสุทธิ์เกิดขึ้น

เมื่อนำมาหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ได้ พบว่าสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-8}$: BMTY มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a \neq c$) ใกล้เคียงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 18-0176 ของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal crystal structure) คือ $a = 5.782$ และ $c = 7.067$ โดยตารางที่ 4.9 แสดงให้เห็นว่า ค่าแลตทิซพารามิเตอร์เปลี่ยนแปลงตามความเข้มข้นของสัดส่วนองค์ประกอบ (x) และเปลี่ยนแปลงไปตามรัศมีไอออนของไอออนที่ตำแหน่ง B-site ซึ่งทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เกิดการเลื่อน โดยการแทนที่ของบิตัมส์ทำให้รัศมีไอออนที่ตำแหน่ง b-site เพิ่มขึ้น [42] เนื่องจากอิตเทียมีรัศมีไอออนใหญ่กว่าแทนทาลัมไอออนที่ตำแหน่ง B-site คือ รัศมีไอออนของอิตเทียเท่ากับ 180 พิโกเมตร และรัศมีไอออนของแทนทาลัมเท่ากับ 145 พิโกเมตร

นอกจากนี้ จากตารางที่ 4.9 พบว่า อัตราส่วนค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter ratio ; c/a) ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีค่ามากที่สุด คือ 1.4406 อาร์ังสตรอม และลดลงไปตามสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไป และจากค่ารากที่สองของ c/a พบว่า มีค่าน้อยกว่าทางทฤษฎี คือ $\sqrt{c/a} = 1.2247$ เนื่องจากมีความเป็นเฮกซะโกนอลน้อยกว่าทางทฤษฎี และ มีค่าขนาดผลึก (Crystalline size) ใกล้เคียงกัน ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไป ไม่มีผลต่อขนาดผลึกอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.38 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ตารางที่ 4.9 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a และ c) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$: BMTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)		c/a	$\sqrt{c/a}$	ขนาดผลึก (nm)
		a	c			
BMTY	0.02	5.0450	7.2357	1.4342	1.1976	311.99 ± 97.47
	0.04	5.0294	7.0198	1.3958	1.1814	414.51 ± 163.52
	0.08	5.0594	7.2884	1.4406	1.2002	309.30 ± 121.00

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ของระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.5.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการแช่ในกระบวนการเผาซินเตอร์

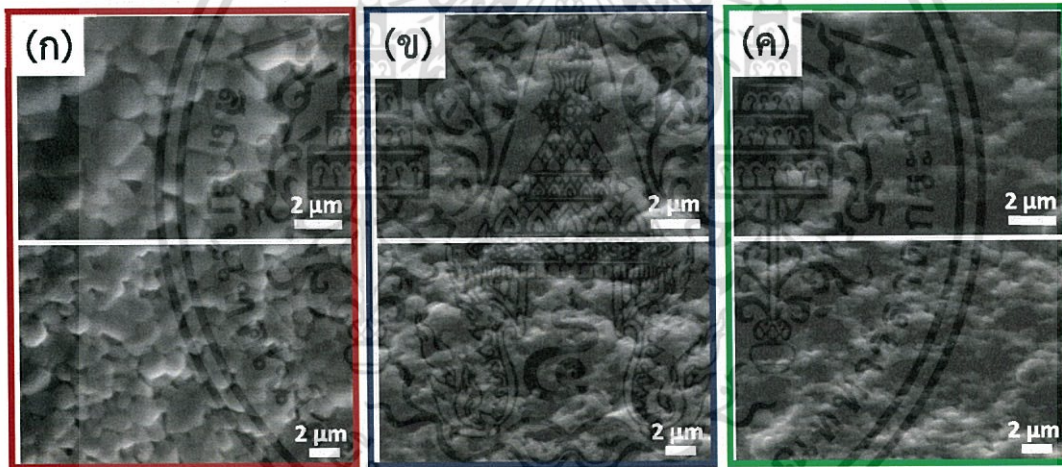
หลังจากที่นำเซรามิกไปเผาซินเตอร์ โดยทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 24 และ 48 ชั่วโมง โดยผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเซรามิกหลังเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง พบว่า เกรนมีขนาดค่อนข้างเล็ก โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีขนาดโตสุด ดังรูปที่ 4.39 (ก) และมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 4.39 (ข) และ (ค) และจากสัณฐานวิทยาภาคตัดขวาง ดังรูปที่ 4.40 แสดงให้เห็นว่า ภายในเซรามิกมีความหนาแน่นต่ำเนื่องจากมีรูพรุนเกิดขึ้นค่อนข้างมาก จากนั้นจึงได้ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยการเพิ่มเวลาในการเผาซินเตอร์ โดยใช้เวลา 24 ชั่วโมง และเมื่อศึกษาสัณฐานวิทยา พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ เกรนมีขนาดโตที่สุด คือ 1.93 ± 0.24 ไมโครเมตร และมีขนาดเล็กลงเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.47 และจากรูปที่ 4.42 แสดงสัณฐานวิทยาภาคตัดขวาง พบว่า ไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น

จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาเผาซินเตอร์เป็น 48 ชั่วโมง แล้วนำไปศึกษาสัณฐานวิทยาที่บริเวณพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 4.43 เมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ 0.04 เกรนมีขนาดเล็กลง ในขณะที่ สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ เกรนมีขนาดโตขึ้น ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.47 และจากตารางที่ 4.2 แสดงความหนาแน่นของเซรามิกหลังเผา แสดงให้เห็นว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีความหนาแน่นมากที่สุด คือ 90.22 เปอร์เซ็นต์ และจากรูปที่ 4.44 แสดงสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวาง พบว่าเซรามิกไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น

จากการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ 1400 องศาเซลเซียส และเปรียบเทียบระยะเวลาที่เผาซินเตอร์ คือ 12 24 และ 48 ชั่วโมง สามารถสรุปได้ว่า เมื่อให้เวลาในการเผาซินเตอร์เป็น 48 ชั่วโมง มีแนวโน้มที่จะทำให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง เนื่องจากเกรนมีลักษณะชิดติดกันมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเพื่อให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงสุด และมีความสามารถในการนำออกซิเจนไอออนได้ดีที่สุด จึงได้ทำการปรับปรุงโดยเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1450 องศาเซลเซียส

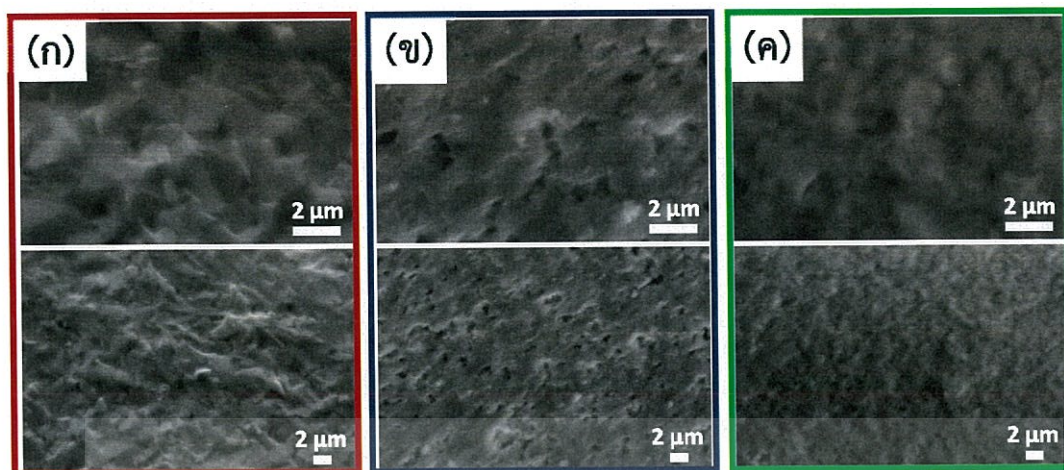
ตารางที่ 4.10 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$: BMTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BMTY	1400°C/48h.	0.02	6.79	89.19
		0.04	6.59	86.63
		0.08	6.87	90.22
	1450°C /48h.	0.02	6.49	85.28
		0.04	6.76	88.82
		0.08	6.80	89.32

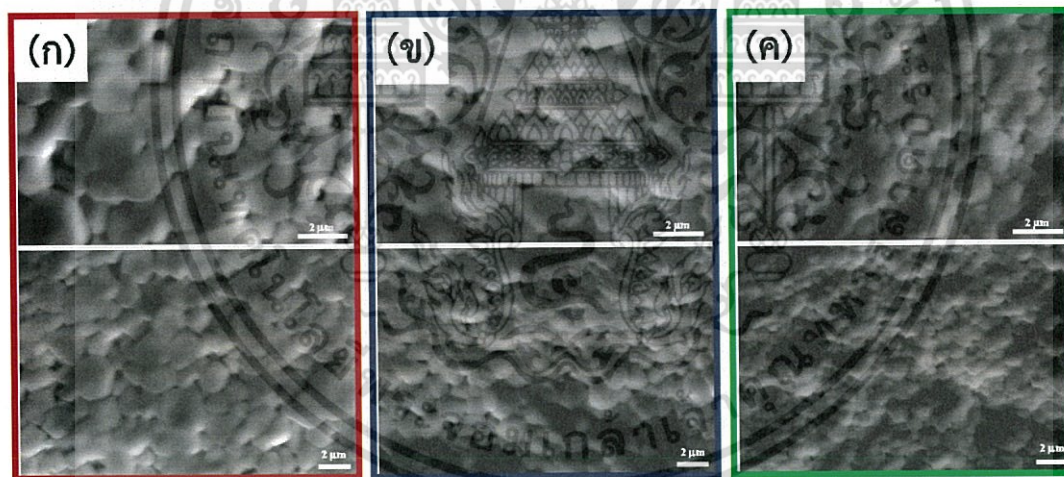


รูปที่ 4.39 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 12 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

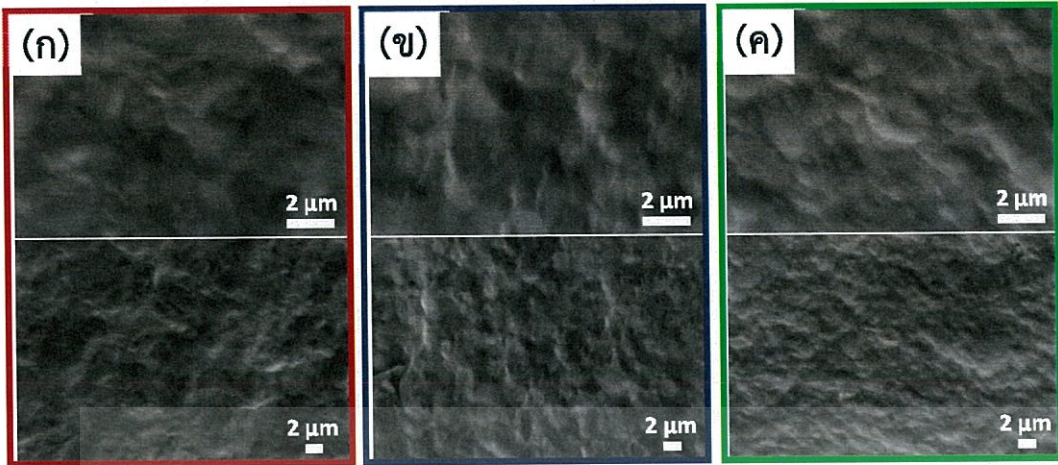


รูปที่ 4.40 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 12 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

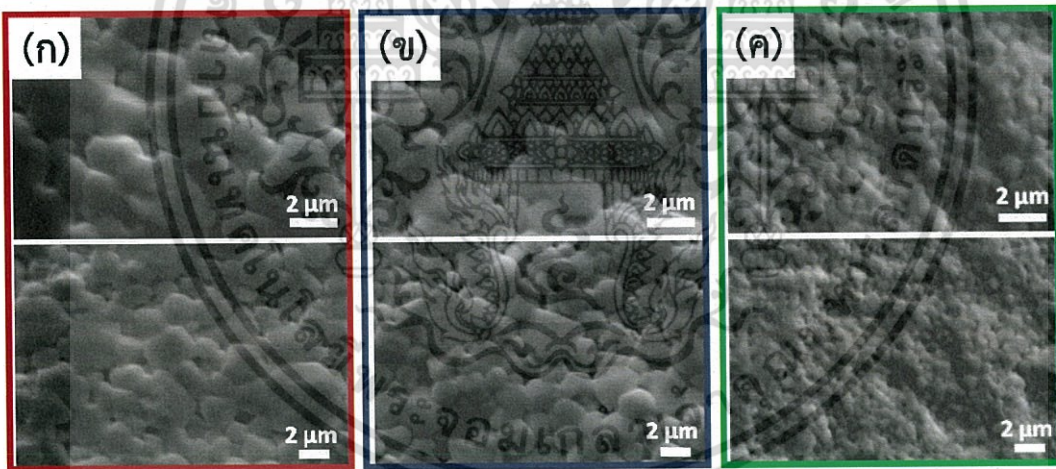


รูปที่ 4.41 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

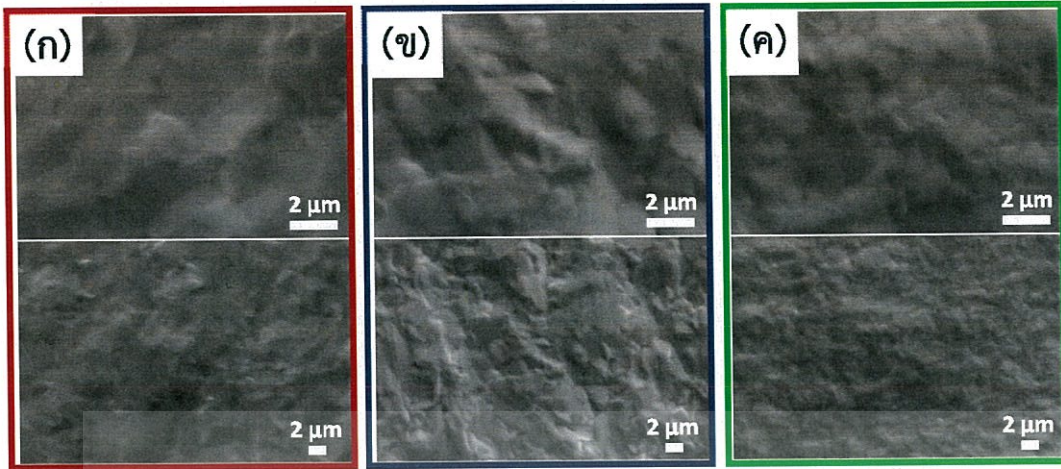


รูปที่ 4.42 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.43 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

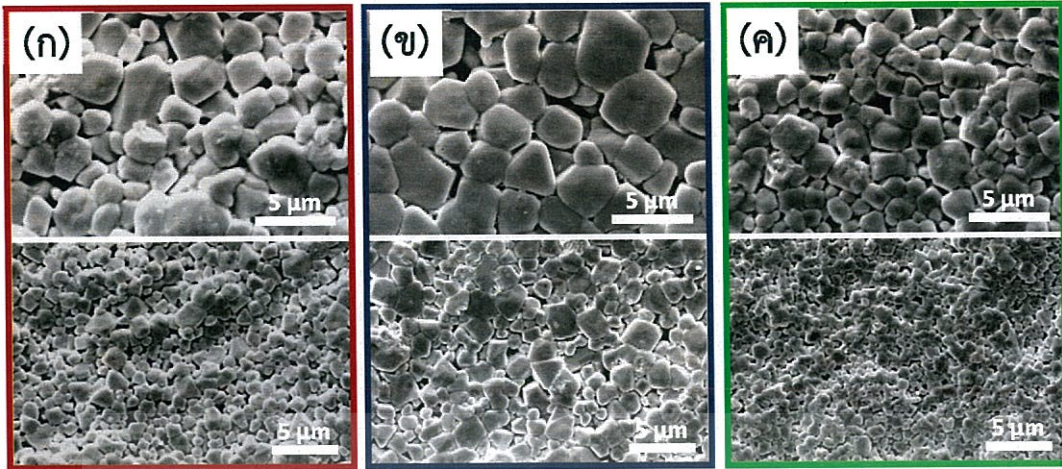
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



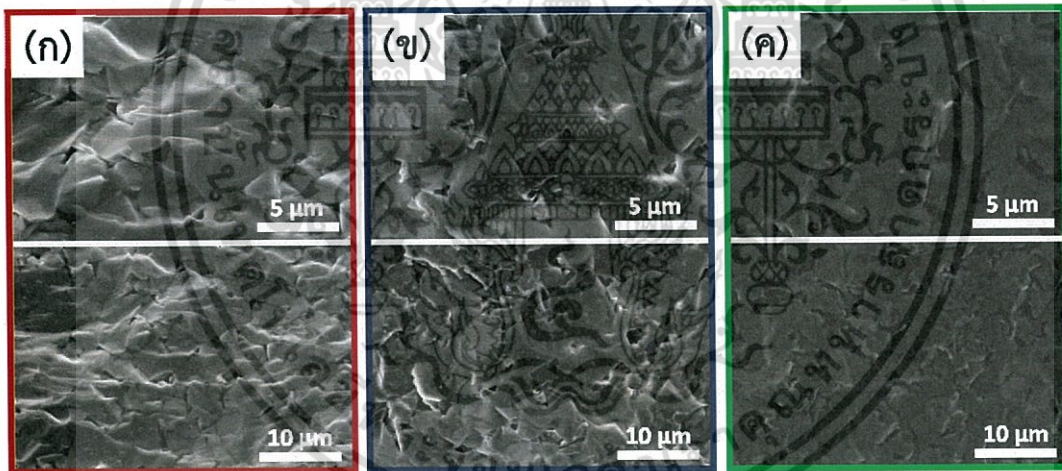
รูปที่ 4.44 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1400\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

4.5.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์

เมื่อปรับปรุงสมบัติของเซรามิกด้วยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ เป็น 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 4.45 แสดงให้เห็นว่า เกรนมีลักษณะไม่เชื่อมติดกัน โดยที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีขนาดเกรนโตที่สุด คือ 3.71 ± 0.76 ไมโครเมตร ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.47 ซึ่งจากกราฟ แสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์จะส่งผลให้เกรนมีขนาดโตขึ้น ทุกๆสัดส่วนองค์ประกอบ และจากการศึกษาสัณฐานวิทยาภาคตัดขวางพบว่า ภายในเซรามิกมีรูพรุนเกิดขึ้น ซึ่งสามารถส่งผลให้มีความหนาแน่นต่ำ จากตารางที่ 4.10 แสดงให้เห็นว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ 0.08 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์จะส่งผลให้เซรามิกมีความหนาแน่นต่ำลง ในขณะที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีความหนาแน่นสูงขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม เซรามิกที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ และเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง มีความหนาแน่นสูงสุด ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเซรามิกให้มีความหนาแน่นสูง

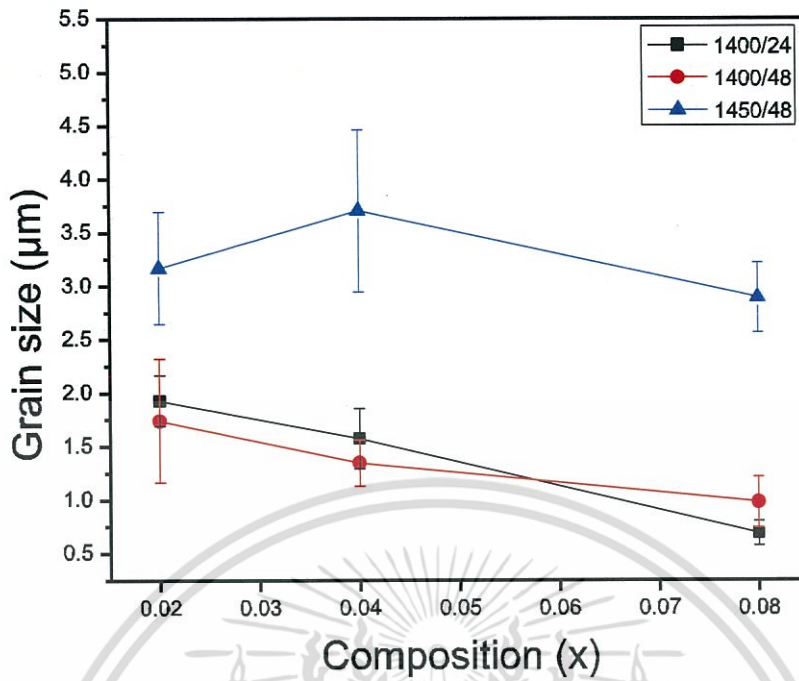


รูปที่ 4.45 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.46 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_9$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.47 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{Y}_x\text{O}_{9-\delta}$

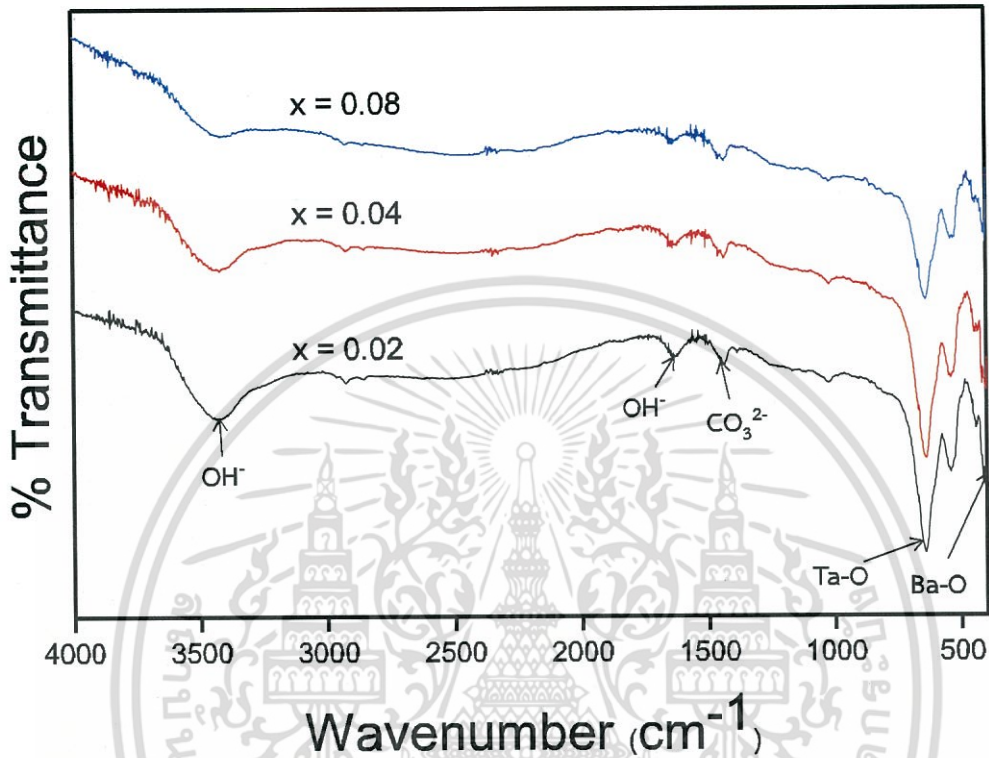
4.6 การวิเคราะห์ผลของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$

4.6.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ของผงผลึกระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02, 0.04$ และ 0.08

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9-\delta}$ ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ แสดงดังรูปที่ 4.48 พบว่ามีพีคปรากฏขึ้นในช่วงการดูดกลืนประมาณ $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ O-H แสดงถึงการมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH) บริเวณพื้นผิวของอนุภาคที่เกิดจากการดูดความชื้น (H_2O) ของอนุภาคผงตัวอย่าง และพีคในช่วงการดูดกลืนที่ 1432 และ 1582 cm^{-1} สอดคล้องกับการสั่นแบบยืดหด (stretching vibration) ของพันธะ C=O ของไอออนคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และพบพีคช่วงการดูดกลืนที่ 330 cm^{-1} , 650 cm^{-1} และ 560 cm^{-1} สอดคล้องกับพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของ Ba-O ในแบเรียมออกไซด์ (BaO_{12}) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโดเดคาฮีดรอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(dodecahedral) และ Ta-O ในแทนทาลัมออกไซด์ (TaO_6) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [43]



รูปที่ 4.48 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.6.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique; XRD) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

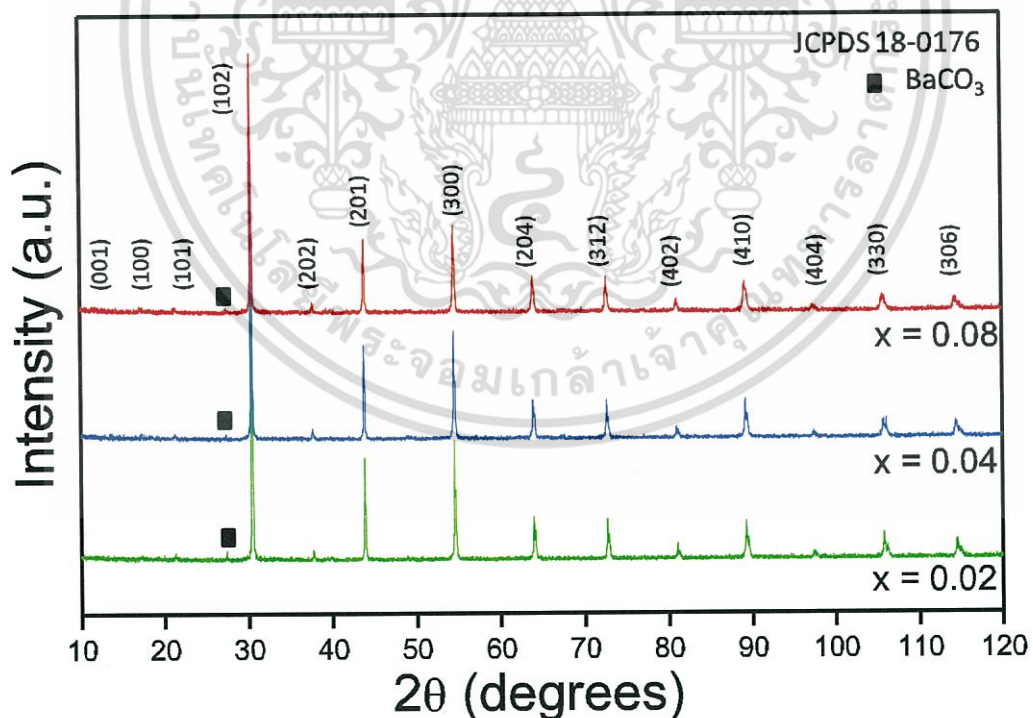
จากการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารประกอบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08 พบว่า มีพีค 2θ ที่ปรากฏ คือ 12.573 17.703 21.675 30.975 38.165 44.292 55.019 64.534 73.132 81.666 89.604 97.801 106.2 และ 106.51 ซึ่งตรงกับระนาบ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ตามลำดับ ซึ่งมีความสอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐานชุด JCPDS หมายเลข 18-0176 ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานของสารประกอบเพอรอฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลาเตด ($\text{BaMg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3}\text{O}_3$) ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal structure) อย่างไรก็ตาม นอกจากจะพบวัฏภาคหลักแล้วยังพบวัฏภาค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของแบเรียมคาร์บอเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ■) [43] ซึ่งสอดคล้องกับอินฟราเรดสเปกตรัม ดังรูปที่ 4.48 ซึ่งแสดงถึงการเกิดวัฏภาคที่ไม่บริสุทธิ์เกิดขึ้น

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถนำมาหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ได้ พบว่าสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BMTI มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ($a \neq c$) แสดงดังตารางที่ 4.11 ซึ่งใกล้เคียงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 18-0176 ของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट ($BaMg_{1/3}Ta_{2/3}O_3$) ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal structure) คือ $a = 5.782$ และ $c = 7.067$ จากตารางที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ พบว่ามีค่าอัตราส่วนแลตทิซพารามิเตอร์ (c/a) มากที่สุดและเปลี่ยนแปลงไปตามความเข้มข้นของสัดส่วนองค์ประกอบ (x) รวมถึงของผลการเจือไอออน

นอกจากนี้ จากตารางที่ 4.11 พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีค่าอัตราส่วนแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter ratio ; c/a) มีค่ามากที่สุด คือ 1.4417 อาร์ังสตรอม และจากค่ารากที่สองของ c/a พบว่า มีค่าน้อยกว่าทางทฤษฎี คือ $\sqrt{c/a} = 1.2247$ เนื่องจากมีความเป็นเฮกซะโกนอลล้นน้อยกว่าทางทฤษฎี และ ค่าขนาดผลึก (Crystalline size) พบว่า ใกล้เคียงกัน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสัดส่วนองค์ประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปไม่มีผลต่อขนาดผลึก



รูปที่ 4.49 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.11 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a และ c) และค่าขนาดของผลึก (crystallite size) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BMTI เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	แลตทิซพารามิเตอร์ (\AA)		c/a	\sqrt{c}/a	ขนาดผลึก (nm)
		a	c			
BMTI	0.02	5.0287	7.1474	1.4213	1.1922	308.60 ± 56.65
	0.04	5.0536	7.2357	1.4318	1.1966	357.07 ± 131.52
	0.08	5.0287	7.2500	1.4417	1.2007	351.67 ± 110.50

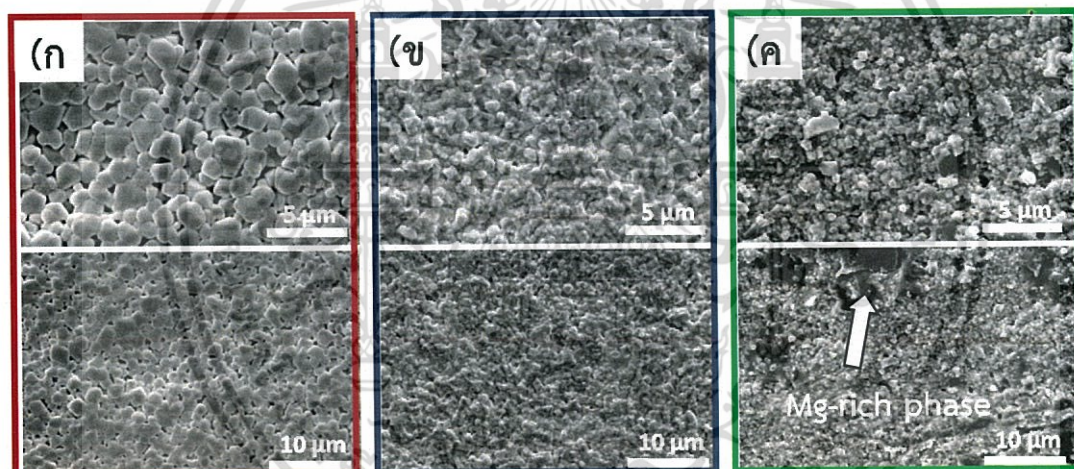
4.6.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ของระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ (Composition) $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

4.6.3.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิในกระบวนการเผาซินเตอร์

หลังจากนำเซรามิกไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยผลของเซรามิกหลังเผาไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.50 แสดงให้เห็นว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีขนาดเกรนใหญ่ที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับรูปที่ 4.54 กราฟแสดงแนวโน้มของขนาดเกรนเมื่อองค์ประกอบแตกต่างกัน และจากรูป 4.54 (ค) พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีแมกนีเซียมเกิน (Mg-rich phase) เกิดขึ้น [42] และจากสัณฐานวิทยาภาคตัดขวาง แสดงดังรูปที่ 4.51 พบว่าภายในเซรามิกมีรูพรุนจำนวนมาก โดยจะพบมากที่สุดที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ แสดงดังรูปที่ 4.51 (ข) และเพื่อให้ได้เซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง จึงได้ปรับปรุงด้วยการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ คือ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วทำการศึกษาสัณฐานวิทยา แสดงดังรูปที่ 4.52 พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีขนาดเกรนใหญ่ที่สุด ดังรูปที่ 4.52 (ก) และเล็กลงเรื่อยๆเมื่อเพิ่มสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.52 (ข) และ (ค) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและสัดส่วนองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.53 และเมื่อเปรียบเทียบกับ เซรามิกหลังเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นทุกสัดส่วนองค์ประกอบ และจากสัณฐานวิทยาภาคตัดขวางพบว่าภายในเซรามิกไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น

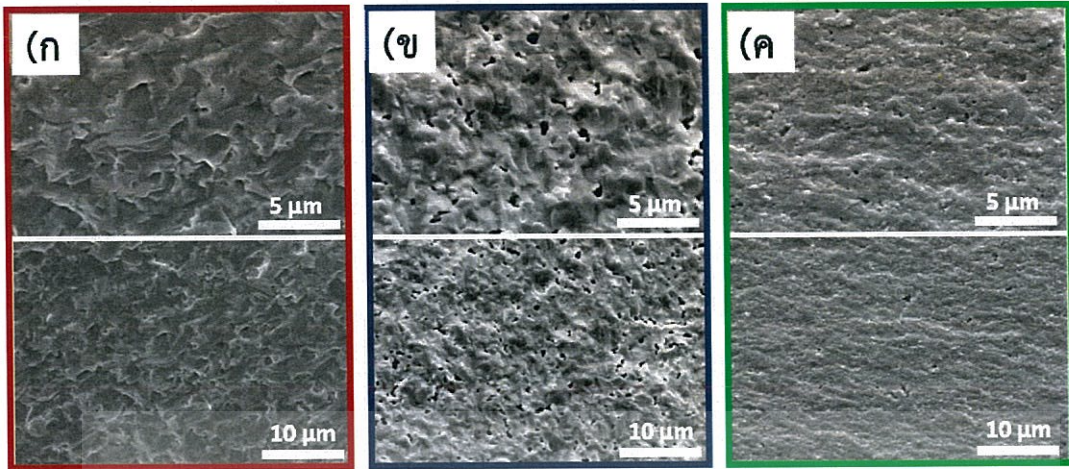
ตารางที่ 4.12 แสดงค่าความหนาแน่น (density) ของสารประกอบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$: BMTI เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BMTI	1400°C/48h.	0.02	6.84	89.82
		0.04	7.16	94.12
		0.08	6.83	89.73
	1450°C/48h.	0.02	6.70	88.00
		0.04	6.77	88.86
		0.08	6.87	90.31

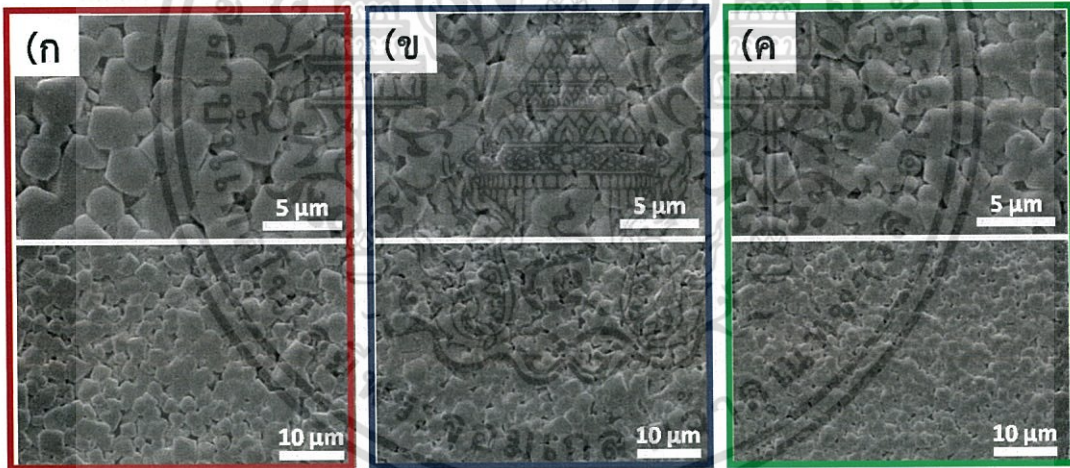


รูปที่ 4.50 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}In_xO_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

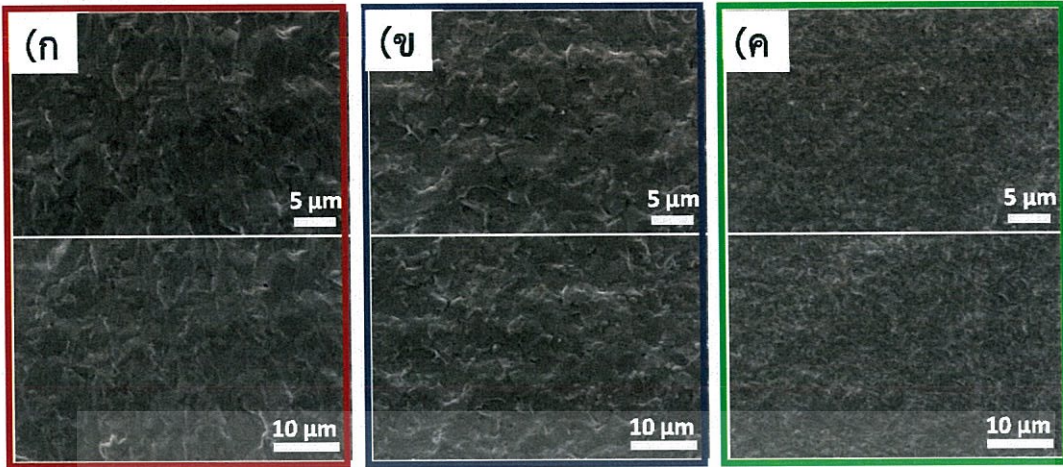


รูปที่ 4.51 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1400 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

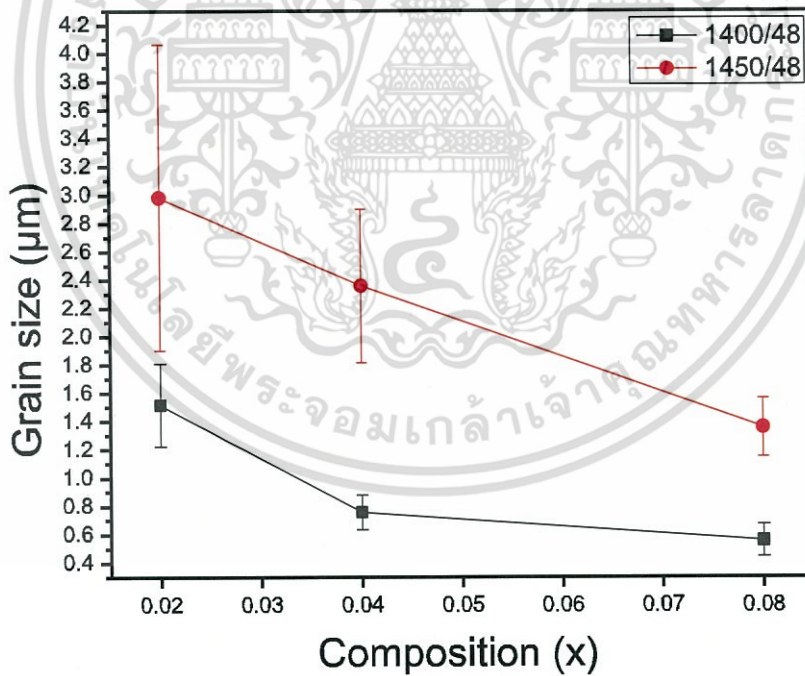


รูปที่ 4.52 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบนพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.5}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1450 °C เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.53 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$ ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ $1450\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 48 ชม. เมื่อ ก) $x = 0.02$ ข) $x = 0.04$ และ ค) $x = 0.08$



รูปที่ 4.54 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรน (μm) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $\text{Ba}_3\text{MgTa}_{2-x}\text{In}_x\text{O}_{9.8}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.7 การวิเคราะห์การนำไฟฟ้าด้วยเครื่องแอลซีอาร์ (LCR meter)

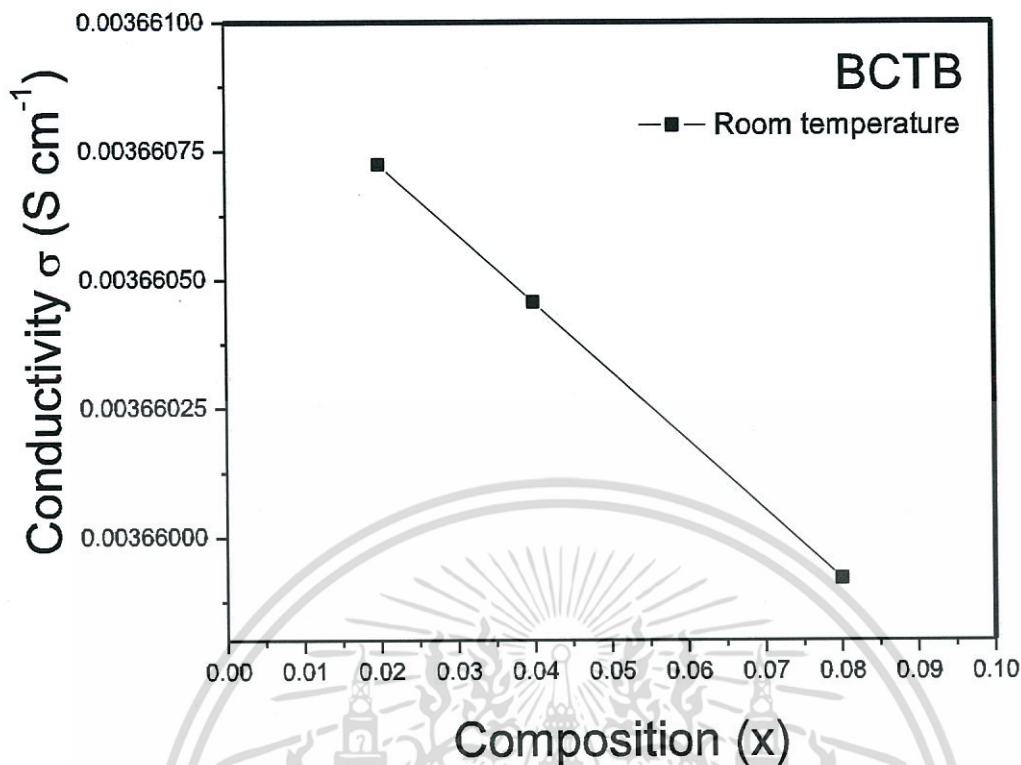
จากผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัญญาณวิทยาข้างต้น สามารถสรุปได้ว่า เซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ และ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เกรนมีลักษณะชิดกันมาก ซึ่งส่งผลให้มีความหนาแน่นสูง งานวิจัยนี้จึงเลือกเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ และ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ มาวิเคราะห์ผลการนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิห้อง

4.7.1 การวิเคราะห์การนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$

จากผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัญญาณวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ เกรนมีลักษณะชิดกันมาก ดังรูปที่ 4.9 (ข) และมีความหนาแน่นสูง แสดงดังตารางที่ 4.2 ซึ่งล้วนส่งผลให้เซรามิกมีความสามารถในการนำออกซิเจนได้ดี และมีการนำไฟฟ้าสูงกว่าสัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ 0.08 แต่อย่างไรก็ตาม จากตารางที่ 4.13 พบว่า เซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีค่าอิมพีแดนซ์น้อยที่สุด ซึ่งส่งผลให้มีความการนำไฟฟ้าสูงสุด และมีค่าการนำไฟฟาลดลง เมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้น แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้า ($S\ cm^{-1}$) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ดังรูปที่ 4.55 ทั้งนี้เนื่องจากผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ มีวัฏภาคหุติยภูมิของบิตัมสออกไซด์เกิดขึ้น ในขณะที่ สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ ไม่พบ ซึ่งมีวัฏภาคหุติยภูมิของบิตัมสออกไซด์ส่งผลให้เซรามิกมีการนำไฟฟ้าได้ต่ำลง

ตารางที่ 4.13 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	อุณหภูมิ ($^{\circ}C$)	อุณหภูมิ (K)	อิมพีแดนซ์ ($Ohm.cm^2$)	Ln, Sigma	sigma
0.02	28.85354	273.17	144.61262	-5.61009	0.00366
0.04	28.99245	273.19	406.78409	-5.61017	0.00366
0.08	28.9043	273.23	571.53269	-5.61031	0.00366



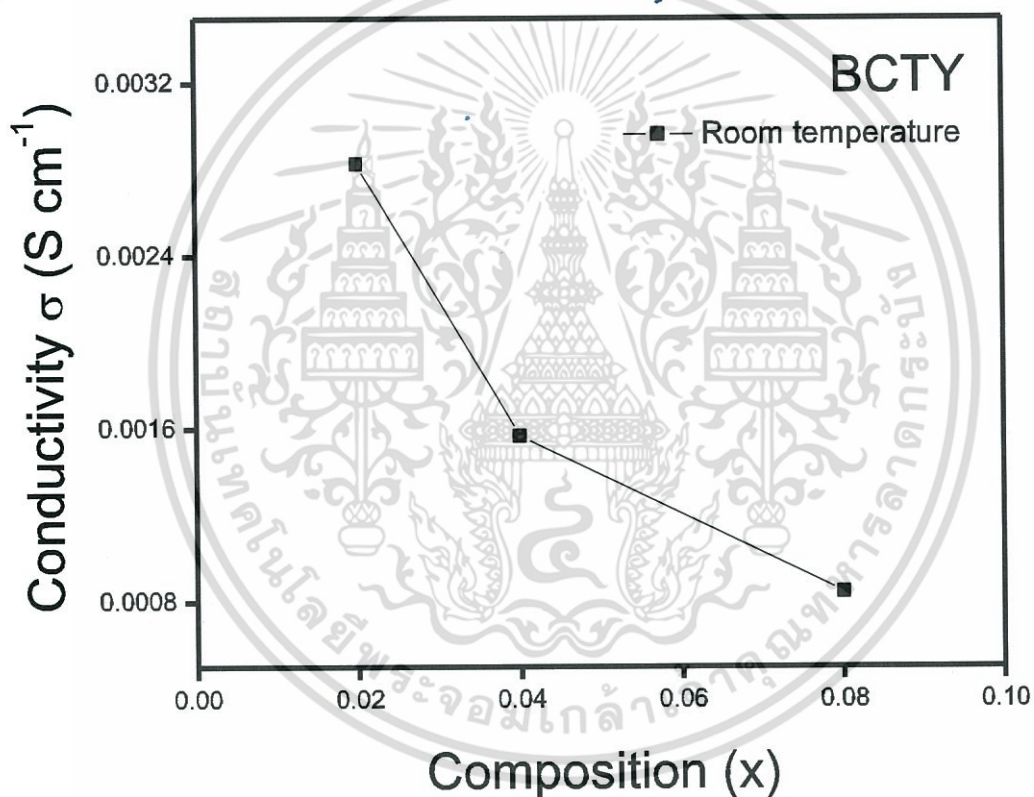
รูปที่ 4.55 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้า ($S\ cm^{-1}$) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$

4.7.2 การวิเคราะห์การนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$

จากการวิเคราะห์ลักษณะทางสัญญาณวิทยาบริเวณพื้นผิวของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ เกรนมีลักษณะชิดกันมาก ดังรูปที่ 4.18 (ข) และมีความหนาแน่นสูงแสดงดังตารางที่ 4.4 ซึ่งสามารถส่งผลให้สามารถนำออกซิเจนไอออนได้ดี และสามารถนำไฟฟ้าได้ดีกว่า สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ และ 0.08 แต่อย่างไรก็ตาม จากตารางที่ 4.14 พบว่า เซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.08$ มีค่าอิมพีแดนซ์มากที่สุด ซึ่งส่งผลให้มีความการนำไฟฟ้าได้น้อยที่สุด แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้า ($S\ cm^{-1}$) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ดังรูปที่ 4.56 เนื่องจากผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.13 พบว่าที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ ไม่พบวัฏภาคทุติยภูมิของอิตเทเรีย ในขณะที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และ 0.08 มีวัฏภาคทุติยภูมิของอิตเทเรียเกิดขึ้น จึงส่งผลให้สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่า สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.04$ และ 0.08

ตารางที่ 4.14 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	อุณหภูมิ (°C)	อุณหภูมิ (K)	อิมพีเดีย (Ohm.cm ²)	Ln, Sigma	sigma
0.02	28.58123	301.73123	353.85064	-5.86887	0.00283
0.04	28.57543	301.72543	353.85064	-6.45832	0.00157
0.08	28.78102	301.93102	1182.44845	-7.07534	8.45703E-4



รูปที่ 4.56 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้า (S cm⁻¹) และสัดส่วนองค์ประกอบ (x) ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูงของสารประกอบแบเรียม-แคลเซียมแทนทาลेट และ สารประกอบแบเรียมแคลเซียมแทนทาลेट ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยใช้แบเรียมคาร์บอเนต แมกนีเซียมออกไซด์หรือแคลเซียมคาร์บอเนต และ แทนทาลัม-ออกไซด์ เป็นสารตั้งต้น โดยทำการเจือด้วย อิตเทรีย อินเดียมออกไซด์ และ บิตม์สออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ จากนั้นทำการศึกษาการเตรียมเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง โดยการขึ้นรูปเซรามิกด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก และใช้โบโรซิริงเกต ทำหน้าเป็นตัวช่วยหลอมหรือลดอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงของระยะเวลาการแช่ และ อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ คือ เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 24 และ 48 ชั่วโมง และ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบที่เตรียมได้ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและวัฏภาคบริสุทธิ์ของเซรามิกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวัดสมบัติการนำไฟฟ้าด้วยด้วยเครื่องแอลซีอาร์

ผลการวิเคราะห์ผลึกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 เฮอร์เซ็น พบว่า ทุกระบบ คือ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ $Ba_3MgTa_{2-x}Bi_xO_{9-\delta}$ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ และ $Ba_3CaTa_{2-x}In_xO_{9-\delta}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ มีพีคการดูดกลืนซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ปรากฏที่อินฟราเรดสเปกตรัม และเมื่อนำเซรามิกไปวิเคราะห์ผล พบว่า มีระนาบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ คือ (001) (100) (101) (102) (202) (201) (300) (204) (312) (402) (410) (404) (330) และ (306) ปรากฏขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล ของสารประกอบเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट

ผลการวิเคราะห์เซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1400 เป็นเวลา 12 24 และ 48 ชั่วโมง และ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบว่า เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเผาซินเตอร์ทำให้ขนาดเกรนเชื่อมติดกัน และมีรูพรุนเกิดขึ้นน้อยลง ซึ่งส่งผลให้เซรามิกมีความหนาแน่นสูงขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์จาก 1400 องศาเซลเซียส เป็น 1450 องศาเซลเซียส ส่งผลให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น และส่งผลให้เซรามิกมีความหนาแน่นสูงขึ้น ซึ่งล้วนส่งผลให้เกิดการนำออกซิเจน-ไอออนได้ดี

ผลการวิเคราะห์ของเซรามิกที่เผาซินเตอร์ด้วยอุณหภูมิ 1450 เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ของเซรามิกในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Bi_xO_{9.8}$ และ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9.8}$ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนองค์ประกอบ พบว่า ที่สัดส่วนองค์ประกอบ $x = 0.02$ มีค่าการนำไฟฟ้าได้ดีที่สุด และลดลงเมื่อสัดส่วนองค์ประกอบเพิ่มขึ้น ดังนั้น จึงสามารถสรุปได้ว่าการเจือธาตุในปริมาณที่พอเหมาะส่งผลให้สามารถนำไฟฟ้าได้ดี

ปัจจัยที่ส่งผลต่อสมบัติการนำออกซิเจนไอออนของเซรามิก คือ

1. ส่วนประกอบของเซรามิก โดยการเพิ่มสภาพนำไอออนให้มีค่าสูงขึ้น ทำได้โดยการใช้สารเจือที่เหมาะสม และเจือในปริมาณที่พอเหมาะ โดยการเจือสามารถที่เจือลงไปให้เกิดเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) กับวัสดุที่เรียกว่า สารละลายของแข็ง (Solid solution) ซึ่งในงานวิจัยนี้เตรียมเซรามิกด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง
2. โครงสร้างระดับจุลภาค สภาพนำไฟฟ้าของวัสดุหลายผลึกขึ้นกับ โครงสร้างระดับจุลภาค ได้แก่ สมบัติของภายในเกรน และที่ขอบเกรน สมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุ เป็นผลที่มาจากความแตกต่างของแลตทิซ การปนเปื้อนของเฟสที่สองที่แยกตัวออกมา รอยแตกระดับจุลภาค หรือเกิดขึ้นจากผลรวมของสิ่งต่าง ๆ เหล่านี้ ซึ่งที่ขอบเกรนเป็นบริเวณที่เกิดการถ่ายโอนมวลอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับการถ่ายโอน มวลภายในวัสดุ
3. กระบวนการเตรียมเซรามิก สภาพะในการเตรียมเซรามิก เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อสภาพนำไอออน รวมถึงกระบวนการเผาผนึกที่ เป็นตัวควบคุมโครงสร้างจุลภาค ได้แก่ ขนาด เกรน ความหนาแน่น และ ความบริสุทธิ์ของเซรามิกที่เตรียมได้ ทำให้ส่วนประกอบ และ โครงสร้างจุลภาคเกี่ยวข้องกับสภาวะในการเผาผนึกด้วย สภาวะในการเตรียมที่มีอิทธิพลต่อสภาพนำไอออนเซรามิกจะทำให้ได้มาซึ่งสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเผาผนึก

5.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไข

- 5.2.1 ขั้นตอนการเตรียมผงผลึกเป็นขั้นตอนที่สำคัญ โดยในการเตรียมสารตั้งต้นจะต้องรักษาความสะอาด ซึ่งหากมีสิ่งเจือปนเกิดขึ้น ส่งผลให้ไม่สามารถสังเคราะห์ผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์ได้
- 5.2.2 ความชื้นในบรรยากาศมีผลต่อการสังเคราะห์ผงผลึกเป็นอย่างมาก ดังนั้น จึงควรนำสารตั้งต้นไปอบเพื่อไล่ความชื้นออกก่อน
- 5.2.3 ขั้นตอนการขึ้นรูปเซรามิกด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก ควรใช้สารในปริมาณที่เท่ากัน และมีความหนาที่ใกล้เคียงกัน เพื่อให้ได้ค่าการนำไฟฟ้ามีความสอดคล้องกัน

5.3 ข้อเสนอแนะ

- 5.3.1 อุปกรณ์ในการสังเคราะห์สารต้องมีความสะอาด เพื่อลดการปนเปื้อนของสารได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.3.2 ขณะทำการทดลองควรป้องกันตัวเองทุกครั้งด้วยการใส่หน้ากากอนามัย และ สวมถุงมือทุกครั้ง เพื่อป้องกันสารเคมีเข้าสู่ร่างกาย

5.3.3 ควรทำการทดลองซ้ำหลายๆครั้ง และหลากหลายเงื่อนไข เพื่อให้ได้ผลการทดลองมีค่าที่ดีที่สุด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] <https://eakii.files.wordpress.com/2013/11/1.png>
- [2] <http://design.ipst.ac.th/docu/photo/D006.pdf>
- [3] <http://www.vcharkarn.com/varticle/41918>
- [4] <http://journal.pnu.ac.th/ojs/index.php/pnujr/article/view/393/699>
- [5] A. B. Stambouli, and E. Traversa, (2002). "Fuel cells, an alternative to stand ard sources of energy " Renewable and Sustainable Energy Reviews, Vol. 6, pp. 297-306.
- [6] ฉัตรชัย วีระนิติสกุล, นัทธมน คุณแสง, อภิรัตน์ เล่าห์บุตรี, การเพิ่มสภาพนำไอออนของ วัสดุอิเล็กโทรไลต์ออกไซด์, 2533
- [7] http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/electrochemistry/web/5fuel_kind1.htm
- [8] <http://www.9carthai.com/wp-content/uploads/2014/11/TOYOTA-MIRI.jpg>
- [9] http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/electrochemistry/web/5fuel_kind2.htm
- [10] <http://kanchanapisek.or.th/kp6/pictures33/l33-172.jpg>
- [11] http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/electrochemistry/web/5fuel_kind3.htm
- [12] http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/electrochemistry/web/5fuel_kind5.htm
- [13] http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/electrochemistry/web/5fuel_kind4.htm
- [14] <http://www.atom.rmutphysics.com>
- [15] <http://www.vcharkarn.com/blog/116761>
- [16] S. P. S. Badwel, and K. Foger, (1996). "Solid oxide electrolyte fuel cell review" Ceramics International, Vol. 22, pp. 257-265.
- [17] D.J. Kim, J. Am. Ceram. Soc. 72 (1989) 1415.
- [18] J. Gong, Y. Li, Z. Tang, Z. Zhang, Mater. Lett. 46 (2000) 115.
- [19] E.P. Butler, J. Drennan, J. Am. Ceram. Soc. 65 (1982) 474.
- [20] X. Guo, Solid State Ionics 96 (1997)
- [21] M. Miyayama, H. Yanagida, A. Asada, Am. Ceram. Soc. Bull. 64 (1985) 660.
- [22] A.J. Feighery, J.T.S. Irvine, Solid State Ionics 121 (1999) 209.
- [23] T. Zhang, Z. Zeng, H. Huang, P. Hing, J. Kilner, Mater. Lett. 57 (2002) 124.
- [24] S.P.S. Badwal, S. Rajendran, Solid State Ionics 70/71 (1994) 83.
- [25] T. Mori, T. Ikegami, H.Yamamura, J. Electrochem. Soc. 146 (1999) 4380.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [26] S. Hui, J. Roller, S. Yick, X. Zhang, C.D. Petit, Y. Xie, R. Maric, and D. Ghosh, (2007). "A brief review of the ionic conductivity enhancement for selected oxide electrolytes" *Journal of Power Sources*, Vol. 172, pp. 493-502.
- [27] นายภาคิน บูลยเลิศม นายวงศ์นรา เงินศิริ, นายสกลวัฒน์ อัยราคม, การเตรียมและสมบัติ ไดอิเล็กทริกของเซรามิกในระบบเลดเซอร์โคเนต-เลดนิกเกิลทั้งสแตต (1-x)PbZrO₃- xPb(Ni_{1/2}W_{1/2})O₃ : PZ-PNW และระบบเลดนิกเกิลไนโอเบตเลดนิกเกิลทั้งสแตต (1-x)Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃ - xPb(Ni_{1/2}W_{1/2})O₃ : PNN-PNW, 2554, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [28] Hye-Lim Kim, Shin Kim, Kyu-Hyung Lee, Hong-Lim Lee, Ki-Tae Lee, "Oxygen ion conduction in barium doped LaInO₃ perovskite oxides", *Journal of Power Sources*, Vol.267 (2014), pp.723-730
- [29] Hideo Hosono, Katsuro Hayashi, Koichi Kajihara, Peter V. Sushko, Alexander L. Shluger, "Oxygen ion conduction in 12CaO·7Al₂O₃: O²⁻ conduction mechanism and possibility of O⁻ fast conduction", *Solid State Ionics*, Vol.180 (2009), pp.550-555
- [30] A. Sinha, B.P. Sharma, P. Gopalan, "Development of novel perovskite based oxide ion conductor", *Electrochimica Acta*, Vol. 51 (2006), pp. 1184-1193
- [31] Y. Arachi, T. Asai, O. Yamamoto, Y. Takeda, N. Imanishi, "Oxygen-deficient perovskite compounds with oxide ion conduction", *Solid State Ionics*, Vol. 135 (2000), pp. 757-760
- [32] M. Ozawa, K.Imura, "Oxygen relaxation and oxide ion conduction of Zr_{0.8-x}Ce_xY_{0.2}O_{1.9} (x = 0, 0.3, 0.5)", *Solid State Ionics*, Vol. 262 (2014), pp. 526-529
- [33] Sirinivas Janaswamy, G.Sreenivasa Murthy, E.D. Dias, V.R.K. Murthy, "Structural analysis of BaMg_{1/3}(Ta,Nb)_{2/3}O₃ ceramics", *Materians Letters*, Vol.55 (2002), pp.414-419
- [34] Md.MonwarHoque, Alo Dutta, Sanjay Kumar, Tripurari Prasad Sinha, "Dielectric Relaxation and conductivity of Ba(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O₃" *J.Mater.Sci.Trchol*, Vol.30 (2014), pp.331-320

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [35] L.Panee, “Effect of oxidation state of cations on the electrical conductivity of Sm_2O_3 – doped CeO_2 electrolyte for solid oxide fuel cell”, Ceramic Engineering, Suranaree University of Technology, Academic 2008, pp.1-152
- [36] C.Siriwan, “Physical properties of ruddlesden-popper lanthanum nickelate consisting 3 perovskite layers as a SOFC cathode material”, Ceramic Engineering, Suranaree University of Technology, Academic 2014, pp.1-169
- [37] R.Anuchit, “synthesis and physical properties of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Cr}_{1-y}\text{MyO}_{3\pm\delta}$ (M = Ni, Fe, Mn) as interconnects for solid oxide fuel cell”, Ceramic Engineering, Suranaree University of Technology, Academic 2014, pp.1-109
- [38] <https://nuc2010.files.wordpress.com/2010/04/xrd-diagram.png>
- [39] <https://publish.illinois.edu/x-raycrystallography/2014/12/18/introduction/>
- [40] <https://www.purdue.edu/epps/rem/rs/sem.htm>
- [41] http://digi.library.tu.ac.th/thesis/ra/0126/19APPENDIX_E.pdf
- [42] http://www.slri.or.th/th/article_images/knowledge
- [43] A. Badrakh, “Glycothermal process for barium magnesium tantalate nanopowders synthesis”, Journal of the European Ceramic Society, Vol.31 (2011), pp.2319–2329
- [44] S.Jiang, “Effects of BaWO_4 additive on Raman phonon modes and structure–property relationship of $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ microwave dielectric ceramics”, Journal of Alloys and Compounds, Vol.646 (2015), pp.49–55



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณ

- 1) การคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของสารประกอบในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

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

- เมื่อ h k l คือ ระนาบเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (h k l) ที่ปรากฏในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์
 a b c คือ ความยาวของแกน a b และ c ในโครงสร้างผลึก เรียกว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Å)
 d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ
 ค่า d คำนวณได้จาก

$$2d \sin \theta = n \lambda$$

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

$$d^2 = \frac{\lambda^2}{4 \sin^2 \theta}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

- เมื่อ d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ
 λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 Å
 n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

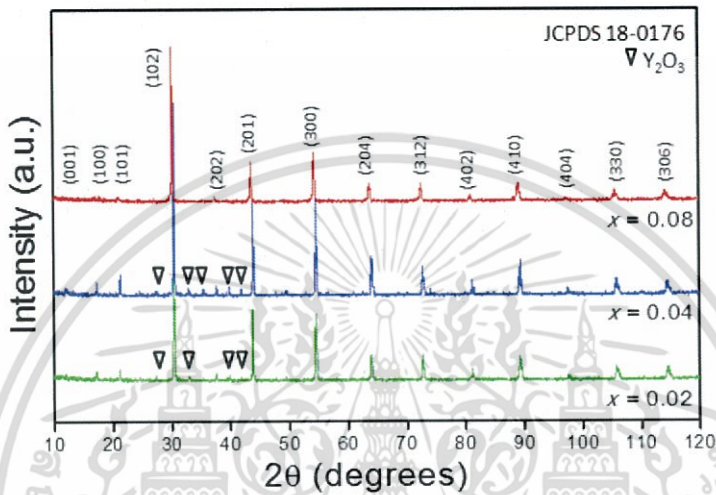
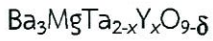
นำค่า d ไปแทนค่าในสมการที่ (1) จะได้สมการสำหรับหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ คือ

$$\frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์(Lattice parameter)

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของสารประกอบในระบบ



โดยที่ $2\Theta = 12.573$; $\Theta = 6.2865$; ระนาบ (001)

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{4\sin 6.2865^2}{1.54^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{1^2}{c^2}$$

$$c = 7.0325$$

$2\Theta = 17.703$; $\Theta = 8.8515$; ระนาบ (100)

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{4\sin 8.8515^2}{1.54^2} = \frac{1^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{7.0325^2}$$

$$a = b = 5.0063$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารประกอบที่ระบบอื่นๆ จะใช้วิธีการคำนวณที่เหมือนกัน

3) การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้น

การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ และ ในระบบ $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ จำนวน 20 กรัม

มวลโมเลกุลของธาตุแต่ละชนิด มีค่าดังต่อไปนี้

$$Ba = 137.327 \quad Mg = 24.305 \quad Ca = 40.078 \quad Ta = 180.948$$

$$Y = 88.906 \quad Zn = 114.81 \quad Bi = 208.980 \quad O = 15.999$$

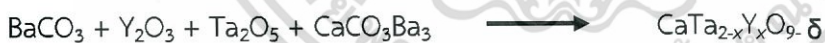
ตัวอย่าง การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ จำนวน 20 กรัม



โดยที่กำหนดให้ $x = 0.02, 0.04, 0.08$ ได้ผลดังตารางดังนี้

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	Y ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	MgO
0.02	6.2957	0.024	4.6523	0.4286
0.04	6.3081	0.0481	4.6143	0.4294
0.08	6.3329	0.0966	4.538	0.4311

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม $Ba_3CaTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$ จำนวน 20 กรัม



โดยที่กำหนดให้ $x = 0.02, 0.04, 0.08$ ได้ผลดังตารางดังนี้

สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	BaCO ₃	Y ₂ O ₃	Ta ₂ O ₅	CaCO ₃
0.02	6.1919	0.0236	4.5755	1.0468
0.04	6.2038	0.0473	4.5381	1.0488
0.08	6.2278	0.095	4.4627	1.0529

สารประกอบที่ระบบอื่นๆ จะใช้วิธีการคำนวณที่เหมือนกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4) การคำนวณค่าความหนาแน่นหลังเผาของเซรามิก

การคำนวณค่าความหนาแน่นหลังเผาของเซรามิกในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$: BMTY เมื่อ $x = 0.02$ 0.04 และ 0.08

จากค่าความหนาแน่นตามทฤษฎีของสารประกอบแบเรียมแมกนีเซียมแทนทาลेट มีค่า เท่ากับ 7.611721

คำนวณเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นได้โดยใช้สมการคือ

$$\frac{\text{ค่าความหนาแน่นที่วัดได้จริง}}{\text{ค่าความหนาแน่นตามทฤษฎี}} \times 100$$

ตัวอย่าง การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของสารประกอบในระบบ $Ba_3MgTa_{2-x}Y_xO_{9-\delta}$

เมื่อ $x = 0.02$ ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

$$\frac{6.79}{7.611721} \times 100 = 89.19$$

จึงสามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นได้ดังตาราง

ระบบ	อุณหภูมิเผาซินเตอร์	สัดส่วนองค์ประกอบ (x)	ความหนาแน่น	ร้อยละความหนาแน่น
BMTY	1400°C/48h.	0.02	6.79	89.19
		0.04	6.59	86.63
		0.08	6.87	90.22
	1450°C/48h.	0.02	6.49	85.28
		0.04	6.76	88.82
		0.08	6.80	89.32

สารประกอบที่ระบบอื่นๆ จะใช้วิธีการคำนวณที่เหมือนกัน

5) การวิเคราะห์หาขนาดเกรน

การวัดค่าขนาดเกรนมีวิธีทำดังนี้

1. ลากเส้นตรง (เส้นทดสอบ) ที่ทราบความยาวที่แน่นอน
2. ลากเส้นทดสอบจำนวน 50 เส้น ในทิศทางและบริเวณแตกต่างกัน (จำนวนจุดตัดควรมากกว่า 50 จุด)

วิธีการนับจุดตัด

1. นับ 1 ที่จุดตัดระหว่างเส้นทดสอบกับขอบเกรน
2. นับ $\frac{1}{2}$ เมื่อเส้นทดสอบผ่านขอบเกรนในแนวขนาน
3. นับ $\frac{1}{2}$ ที่จุดสิ้นสุดของเส้นทดสอบ
4. นับ $1\frac{1}{2}$ ที่เส้นทดสอบผ่านจุดเชื่อมต่อขอบเกรน

วิธีการบันทึกผล

1. วัดความยาวที่เส้นทดสอบทุกเส้น บันทึกเป็นค่า L (micron) จากสมการ

$$\frac{\text{ความยาวเส้นทดสอบ}}{\text{ความยาวเส้นอัตราส่วน}} \times \text{อัตราส่วนของ}$$

2. จุดตัดที่นับได้บันทึกเป็นค่า Intercept count

3. ค่าเทียบขนาดเกรน (GS) หาได้จากสมการ

$$\frac{L \text{ (micron)}}{\text{Intercept count}} = GS$$

สารประกอบที่ระบบอื่นๆ จะใช้วิธีการคำนวณที่เหมือนกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

