

การวิเคราะห์เชิงปริมาณของเฟสเดตระโกนอล ในแบบเรียมเซอริโคเนีย
โดยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

18 ก.พ. 2540



เสนอต่อมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต วิชาเอกฟิสิกส์

กันยายน 2539

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

64066

การวิเคราะห์เชิงปริมาณของเฟสเดตระโกนอล ในแบบเรียบเซอร์โคเนีย
โดยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์



เสนอต่อมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต วิชาเอกฟิสิกส์
กันยายน 2539

การศึกษาปริมาณเตตระโกนอลต่อโมโนคลีนิกของเซอร์โคเนียไดออกไซด์ (ZrO_2) เมื่อเติมแบเรียมออกไซด์ (BaO) ที่สัดส่วนต่างๆ ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ในสารตัวอย่าง $Zr_{1-x}Ba_xO_2$ ที่ x เท่ากับ 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 และ 0.10 ตัวอย่างเตรียมขึ้นโดยการเผาสารประกอบ ZrO_2 และ BaO ที่อุณหภูมิ 1200, 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง บันทึกการเลี้ยวเบนโดยใช้เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ นำข้อมูลการเลี้ยวเบนมาปรับค่าพารามิเตอร์โดยการคำนวณด้วยวิธีของ ริทเวลด์ โดยใช้โปรแกรม PCRIET นำผลจากการปรับค่าพารามิเตอร์มาคำนวณสัดส่วนของเตตระโกนอลต่อโมโนคลีนิกพบว่า สัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลแปรตามสัดส่วนของ BaO ที่เติมลงไป โดยไม่ขึ้นกับเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่าง นอกจากนี้ยังพบแบเรียมเซอร์โคเนต ($BaZrO_3$) ในทุกตัวอย่าง ในการทดลองนี้ ได้สัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลสูงสุด 1.6 % ที่ BaO 10 mol %

QUANTITATIVE ANALYSIS OF TETRAGONAL PHASE IN
BARIUM ZIRCONIA BY X-RAY DIFFRACTION



Presented in partial fulfillment of the requirements for the
Master of Science degree in Physics
at Srinakharinwirot University
September 1996

The ratios of tetragonal to monoclinic phase in $Zr_{(1-x)}Ba_xO_2$, where $x = 0.02, 0.04, 0.06, 0.08$ and 0.10 were investigated by means of X-ray powder diffraction. Samples were synthesized by sintering the compounds of ZrO_2 and $BaCO_3$ at $1200^\circ C$, $1300^\circ C$ and $1350^\circ C$ for 2, 4 and 6 hours. X-ray powder diffraction data of these samples were recorded by a diffractometer and analyzed by Rietveld method using the computer program "PCRIET". Finally, weight fractions of the monoclinic and tetragonal phases in each sample were derived from the refined parameters.

The results indicates that the weight fractions of tetragonal and monoclinic in these samples are proportional to the contents of Ba, regardless of sintering temperture and period. Diffraction lines of $BaZrO_3$ were also observed in all samples.

The maximum content of tetragonal phase obtained under this experimental conditions was 1.6 % at BaO 10 mol % .

คณะกรรมการควบคุมและคณะกรรมการสอบ ได้พิจารณาปริญญานิพนธ์ฉบับนี้แล้ว
เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
วิชาเอกฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒได้

คณะกรรมการควบคุม

.....
.....

ประธาน

(อ. อัจฉรา แสงอริยวนิช)

.....
.....

กรรมการ

(รศ. อรุณีย์ อินทศร)

คณะกรรมการสอบ

.....
.....

ประธาน

(อ. อัจฉรา แสงอริยวนิช)

.....
.....

กรรมการ

(รศ. อรุณีย์ อินทศร)

.....
.....

กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่ม

(ผศ. ปราโมทย์ จุลกัลป์)

บัณฑิตวิทยาลัยอนุมัติให้รับปริญญานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต วิชาเอกฟิสิกส์ ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

.....
.....

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(ดร. ศิริฎา พูลสุวรรณ)

วันที่..... 6 เดือน..... กันยายน..... พ.ศ 2539

ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ ด้วยความกรุณาจาก อาจารย์อัฉรา แสงอริยวณิช และ รองศาสตราจารย์ อรุณีย์ อินทศร ที่ได้กรุณา ให้ความรู้ คำแนะนำ คำปรึกษา และตรวจแก้ไข ตลอดระยะเวลาทำการวิจัย ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ปราโมทย์ จตุกัลป์ ที่กรุณาให้คำแนะนำ และแก้ไขปริญญานิพนธ์ ฉบับนี้

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ของกองฟิสิกส์ สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ที่ได้อนุเคราะห์และอำนวยความสะดวกในด้านเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ และ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า ธนบุรี ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

ขอขอบคุณ นิสิตปริญญาโท เอกฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตรทุกท่าน ที่ได้ให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณ บิดา และ มารดา ซึ่งเป็นผู้ที่ได้ให้โอกาสในทุกๆ ด้านแก่ผู้วิจัย ทำให้งานวิจัยนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

อรรรณ อุดมพร

สารบัญ

บทที่

หน้า

1	บทนำ.....	1
	จุดมุ่งหมายของงานวิจัย.....	3
	ขอบเขตของงานวิจัย.....	3
	ความสำคัญของงานวิจัย.....	4
2	ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
	หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	5
	การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของ ริทเวลด์.....	9
	เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	14
3	วัสดุ อุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	20
	วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	20
	ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	36
4	ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล.....	40
5	สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ.....	118
	สรุปและอภิปรายผลการวิจัย.....	118
	ความผิดพลาดในการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	119
	บรรณานุกรม.....	121
	ประวัติย่อผู้วิจัย.....	124

บัญชีตาราง

ตาราง

หน้า

1	ส่วนประกอบร้อยละของแต่ละเฟสในตัวอย่างที่เตรียมแบบ AF.....	14
2	ส่วนประกอบของเฟสต่างๆเมื่อ ageing ที่อุณหภูมิ 1370 เคลวิน.....	16
3	โครงสร้างผลึกของ Metastable tetragonal ZrO_2	18
4	โครงสร้างของ ZrO_2 รวมกับ CaO 15 โมลเปอร์เซ็นต์.....	19
5	สมบัติของสารที่ใช้ทำแอโนดของหลอดรังสีเอกซ์.....	28
6	พารามิเตอร์เริ่มต้นในการปรับค่าพารามิเตอร์ของเซอร์โคเนีย.....	38
7	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกใน เฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	42
8	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	43
9	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	44
10	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	45
11	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	46
12	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1300°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	47
13	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1300°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	48
14	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1300°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	49
15	พารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ในเฟสโมโนคลีนิก เติตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของ แบบเรียบเซอร์โคเนีย ($Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$) เผา ณ อุณหภูมิ 1300°C เวลา 2 ชั่วโมง.....	50

- [illegible]

- [illegible]

52	แสดงค่า Z M และ V ของแต่ละเฟส.....	102
53	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 2 ชั่วโมง.....	103
54	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 2 ชั่วโมง.....	103
55	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 2 ชั่วโมง.....	104
56	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 4 ชั่วโมง.....	104
57	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 4 ชั่วโมง.....	105
58	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 4 ชั่วโมง.....	105
59	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 6 ชั่วโมง.....	106
60	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 6 ชั่วโมง.....	106
61	สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 6 ชั่วโมง.....	107
62	ปริมาตรของ ZrO_2 ในเฟสโมโนคลินิค.....	114

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ

หน้า

1 โครงสร้างผลึกในเฟสรูปแบบต่างๆ ของเซอร์โคเนีย.....	1
2 การกระเจิงของรังสีเอ็กซ์โดยชุดระนาบของผลึก.....	5
3 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์.....	20
4 แสดงหลอดคูลิค.....	21
5 กราฟความสัมพันธ์ของกระแสในหลอดที่ขึ้นกับอุณหภูมิ.....	22
6 กราฟความสัมพันธ์ของกระแสในหลอดและโวลเตจที่ให้แก่หลอด.....	22
7 แสดงการหล่อน้ำเย็นให้กับหลอดรังสีเอ็กซ์.....	24
8 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์ของทองแดง.....	25
9 กราฟของกระแสที่เป็นฟังก์ชันกับเวลา.....	28
10 แสดงวงจร constant potential.....	28
11 เรขาคณิตของเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์.....	30
12 แสดงวงกลมโฟกัสและวงกลมดิฟแฟรกโทมิเตอร์.....	31
13 เครื่องมือพื้นฐานของเครื่องนับแบบสัดส่วน.....	32
14 แสดงผลการเลือกความสูงของสัญญาณ.....	33
15 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1200° C เวลา 2 ชั่วโมง.....	87
16 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1200° C เวลา 2 ชั่วโมง.....	87
17 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1200° C เวลา 2 ชั่วโมง.....	87
18 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1200° C เวลา 2 ชั่วโมง.....	88

[illegible]

[illegible]

[illegible]

55	พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชั่วโมง.....	100
56	พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชั่วโมง.....	100
57	พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชั่วโมง.....	101
58	พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชั่วโมง.....	101
59	พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มข้นการเลี้ยวเบนจากการทดลองและการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชั่วโมง.....	101
60	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผที่อุณหภูมิ 1200°C ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง.....	108
61	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผที่อุณหภูมิ 1300°C ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง.....	108
62	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผที่อุณหภูมิ 1350°C ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง.....	109
63	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C, 1300°C และ 1350°C.....	109
64	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C, 1300°C และ 1350°C.....	110
65	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C, 1300°C และ 1350°C.....	110
66	กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของ $BaZrO_3$ กับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผที่อุณหภูมิ 1200°C ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง.....	111

- 67 กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของ BaZrO_3 กับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 เเผที่อุณหภูมิ 1300°C ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง.....111
- 68 กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของ BaZrO_3 กับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 เเผที่อุณหภูมิ 1350°C ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง.....112
- 69 กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของ BaZrO_3 กับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 เเผเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C 112
- 70 กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของ BaZrO_3 กับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 เเผเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C 113
- 71 กราฟแสดงสัดส่วนโดยน้ำหนักของ BaZrO_3 กับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 เเผเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C 113
- 72 กราฟแสดงปริมาตรของแบเรียมเซอร์โคเนียในเฟสโมโนคลีนิกกับสัดส่วนโดยโมลของ
 BaO เเผเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C 115
- 73 กราฟแสดงปริมาตรของแบเรียมเซอร์โคเนียในเฟสโมโนคลีนิกกับสัดส่วนโดยโมลของ
 BaO เเผเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C 115
- 74 กราฟแสดงปริมาตรของแบเรียมเซอร์โคเนียในเฟสโมโนคลีนิกกับสัดส่วนโดยโมลของ
 BaO เเผเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C 116
- 75 พืดความเข้มข้นการเลี้ยวเบนของแบเรียมเซอร์โคเนีย $\text{Zr}_{0.88}\text{Ba}_{0.12}\text{O}_2$ และ $\text{Zr}_{0.86}\text{Ba}_{0.14}\text{O}_2$
 เเผที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....117

บทที่ 1

บทนำ

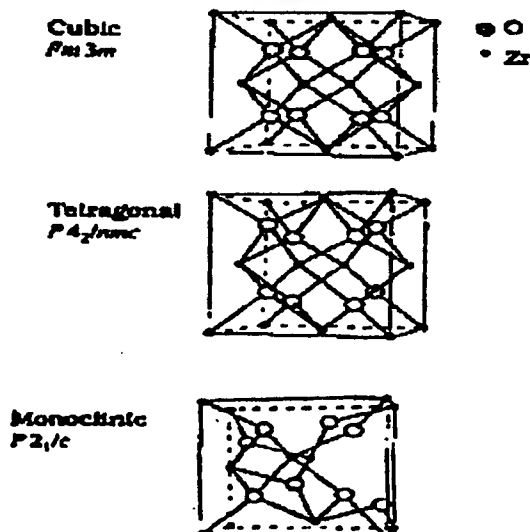
เซรามิกยุคใหม่ (Advanced ceramic) เป็นวัสดุพิเศษที่ถูกสร้างขึ้นเพื่อการนำไปใช้งานที่ต้องการความแข็งแรง และความทนทานสูง สามารถแบ่งเป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ คือ กลุ่ม Functional Ceramics นิยมใช้สำหรับงานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ เช่น Capacitors และ ไอซี (I.C. Packages) และกลุ่ม Structural Ceramics ถูกนำไปใช้งานในด้านการเกี่ยวกับความร้อนและเชิงกลเนื่องจากมีคุณสมบัติทางกายภาพที่ทนต่อความร้อนและการกัดกร่อน เซอร์โคเนีย (ZrO_2) จัดอยู่ในกลุ่ม Structural Ceramics (สุจินดา ชาติพานิช.2530: 24-28, ปริญญา สายน้ำทิพย์. 2534: 39-58)

เซอร์โคเนียมีอยู่ 3 อัญรูป ณ อุณหภูมิต่าง ๆ ดังนี้ (Gavie.1975 : 703-704)

1. เฟสของโมโนคลินิค (monoclinic) ณ อุณหภูมิที่ต่ำกว่า 1167 เซลเซียส
2. เฟสของเตตระโกนอล (tetragonal) ณ อุณหภูมิระหว่าง 1127 เซลเซียส ถึง 2367 เซลเซียส

3. เฟสของคิวบิก (cubic) ณ อุณหภูมิสูงกว่า 2367 เซลเซียส

โครงสร้างผลึกของอัญรูปต่างๆดังแสดงในภาพประกอบ 1 (Howard and Kisi.1992: 24-28)



ภาพประกอบ 1 แสดงโครงสร้างผลึกของเฟสรูปแบบต่างๆ ของเซอร์โคเนีย

ดังนั้น ที่อุณหภูมิห้องเซอร์โคเนียจะอยู่ในเฟสของโมโนคลินิก เมื่อต้องการให้เซอร์โคเนียมีเฟสเป็นเตตระโกนอลหรือคิวบิกที่อุณหภูมิห้องสามารถทำได้โดยการเติมสารเจือปน (impurity) ลงในเซอร์โคเนีย โดยสารที่ใช้เป็นสารเจือปนจะต้องเป็นองค์ประกอบของธาตุหนักที่มีขนาดใกล้เคียงกับขนาดอะตอมของเซอร์โคเนีย เช่น แมกนีเซียม (Mg) แคลเซียม (Ca) อิตเทรียม (Y)

จากการศึกษาของ ฮี เจ โฮวาร์ดและอี เกซ คิส (Howard and Kisi 1992 : 24 - 28) พบว่าเมื่อต้องการให้เซอร์โคเนียมีความเหนียวสูง เซอร์โคเนียบางส่วนควรอยู่ในรูปของเตตระโกนอล ซึ่งจะมีการเปลี่ยนเฟสจากเตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลินิกเมื่อวัสดุได้รับแรงกดสูง

Transformation toughening เป็นขบวนการที่ความเค้น (stress) ในเนื้อวัสดุอ่อนคลายลงเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงเฟส ซึ่งมีผลให้วัสดุเกิดการขยายตัวใน zirconia toughening-ceramics (ZTC) การเปลี่ยนแปลงเฟสของเตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลินิกทำให้ปริมาตรเพิ่มขึ้นประมาณ 5 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นเซอร์โคเนียที่จะนำไปใช้งานในเชิงวิศวกรรมได้ดี ควรที่จะมีโครงสร้างที่มีเฟสของเตตระโกนอลปนอยู่ในสัดส่วนสูง

ความเหนียวของวัสดุขึ้นกับปัจจัย 2 ข้อ คือ ปริมาณเตตระโกนอลที่เปลี่ยนไปเป็นโมโนคลินิก และความสามารถในการเปลี่ยนเฟสซึ่งเรียกว่า “transformability”

หากเซอร์โคเนียได้รับการผสมกับสารเจือปนในปริมาณที่เหมาะสม จะทำให้มีคุณสมบัติเชิงกลที่ดีคือ มีความแข็งแรงสูงและมีความทนทานต่อการแตกหัก

คุณสมบัติของวัสดุขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของเฟสและ microstrain ที่เกิดขึ้นจากขบวนการผลิต (Yashima. 1993 : 72) ดังนั้นการศึกษาโครงสร้างของการจัดตัวของอะตอมในผลึกจึงเป็นสิ่งสำคัญ เทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกคือปรากฏการณ์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (Schmid.1987:367-376)

จุดมุ่งหมายของงานวิจัย

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อศึกษาปริมาณเฟสเตตระโกนอลต่อโมโนคลีนิกใน เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ เมื่อเติมแบเรียมที่สัดส่วนต่าง ๆ กัน เพื่อให้อุณหภูมิ และเวลาในการเผาสารแตกต่างกัน โดยการคำนวณด้วยวิธีของริทเวลด์ (Rietveld) จากข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผลึกผง

ขอบเขตของงานวิจัย

1. งานวิจัยนี้สนใจการศึกษาสัดส่วนของเตตระโกนอลต่อโมโนคลีนิกใน

$(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$, $(\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04})\text{O}_2$, $(\text{Zr}_{0.94}\text{Ba}_{0.06})\text{O}_2$, $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ และ $(\text{Zr}_{0.90}\text{Ba}_{0.10})\text{O}_2$

เมื่อเตรียมสารตัวอย่างภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ คือ นำไปเผา ณ อุณหภูมิที่กำหนดไว้คือ 1,200 , 1,300 และ 1,350 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการเผานาน 2 , 4 และ 6 ชั่วโมง จำนวนสารตัวอย่างที่ต้องเตรียม 45 ตัวอย่าง

2. วัดข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างโดยเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ตันก้าเนด รังสีเอ็กซ์เป็นทองแดง ใช้ตัวกรอง(filter) ทำด้วยนิเกิล เพื่อให้ได้รังสีเอ็กซ์เส้น K_α มีความยาวคลื่น 1.54178 อังสตรอม กระแสหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ที่ 30 มิลลิแอมแปร์และความต่างศักย์ 35 กิโลโวลต์

3. นำข้อมูลที่บันทึกค่าความเข้มรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนของสารตัวอย่างแต่ละตัวมาคำนวณ สัดส่วนของเตตระโกนอลต่อโมโนคลีนิกด้วยวิธีปรับค่าพารามิเตอร์ของริทเวลด์(Rietveld) โดยโปรแกรม PCRIET (Hill and Howard. : 2-12)

ความสำคัญของการวิจัย

- 1.สามารถนำข้อมูลที่ได้จากงานวิจัยนี้ ไปศึกษาและวิจัยต่อไปเพื่อให้ทราบถึงโครงสร้างของสารตัวอย่างที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้งาน
- 2.นำเทคนิคและวิธีการต่างๆจากการวิจัยครั้งนี้ไปใช้ในการศึกษาในระดับอุดมศึกษา ในสาขาที่เกี่ยวข้องกับนิเวศลิยร์ และวัสดุศาสตร์



บทที่ 2

ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

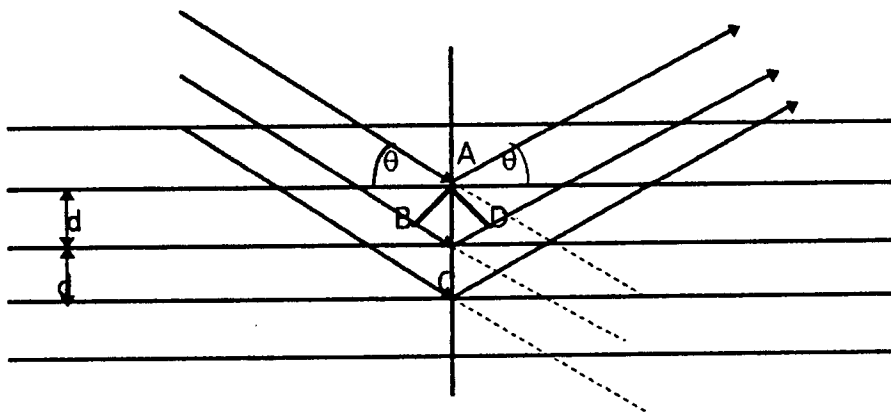
2.1 ทฤษฎี

ทฤษฎีที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้คือ

1. หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
2. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีการปรับค่าพารามิเตอร์ของ ริทเวลด์ (Rietveld)

2.1.1 หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (Kittel. 1991 : 28-29)

การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นเมื่อรังสีเอ็กซ์ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าตกกระทบผลึกเกิดการกระเจิงโดยการชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมของผลึกโดยที่รังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงนี้ยังคงมีค่าความยาวคลื่นไม่เปลี่ยนแปลงไปจากเดิมและเกิดการเสริมสร้างหรือหักล้างของคลื่นการกระเจิงหรือการเลี้ยวเบนของรังสีแบบนี้เป็นการกระเจิงแบบอาพันธ์ (coherent scattering) และเรียกว่าการกระเจิงแบบแบรกก์ (Bragg scattering) พิจารณาการเลี้ยวเบนของรังสีด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg law) ดังภาพประกอบ 2



ภาพประกอบ 2 แสดงการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์โดยชุดระนาบของผลึก

เมื่อรังสีเอกซ์มีความยาวคลื่น λ ตกกระทบผลึกจะเกิดการกระเจิงจากชุดระนาบเดียวกันพิจารณารังสีตกกระทบแล้วเกิดการกระเจิงสำหรับระนาบสองระนาบ พบว่ารังสีทั้งสองมีความแตกต่างของทางเดิน (path difference) เท่ากับ $BC+CD$ และถ้ารังสีเอกซ์ทั้งสองอยู่ในเฟสเดียวกันจะมีค่า $BC+CD$ เป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ (ดุสิต เครื่องาม. 2535 : 135)

$$BC + CD = n\lambda \quad (1)$$

n คือ เลขจำนวนเต็มมีค่าเท่ากับ 1, 2, 3, ...

เนื่องจาก $BC + CD = 2d\sin\theta \quad (2)$

โดยที่ θ คือ มุมที่เกิดขึ้นระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบของผลึก

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก

ดังนั้น

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3)$$

ซึ่งสมการ (3) คือสมการของแบรกก์

2.1.2 ความเข้มของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (Jenkins and Vries. : 2-13)

ความเข้มของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับแฟคเตอร์หลายอย่างด้วยกัน คือ

1. ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ (Incident x-ray intensity)
2. แฟคเตอร์ของการกระเจิงเชิงอะตอม (Atomic scattering factor)
3. แฟคเตอร์โครงสร้าง (Structure factor : F_{hkl})

4. แฟกเตอร์มัลติพลีซิตี (Multiplicity factor)
5. แฟกเตอร์ ลอเรนซ์-โพราไรเซชัน (Lorentz-polarization factor)
6. การดูดกลืน (Absorption) ภายในสารตัวอย่าง
7. แฟกเตอร์ของอุณหภูมิเดบาย (Debye temperature factor)
8. แฟกเตอร์ของเครื่องมือ (Instrument factor) ได้แก่ ขนาดของสลิต (slit) และประสิทธิภาพของหัววัด (detector efficiency)

การกระเจิงภายในอะตอม (scattering by an atom)

เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับอะตอมจะเกิดการกระเจิงจากอิเล็กตรอนของอะตอมโดยที่กำลังในการกระเจิง (scattering power : f) จะขึ้นกับค่าเลขอะตอม (atomic number) โดยแฟกเตอร์ f นี้ เรียกว่า แฟกเตอร์การกระเจิงเชิงอะตอม ซึ่งเป็นอัตราส่วนของแอมพลิจูดของคลื่นที่กระเจิงจากอะตอมหนึ่งต่อแอมพลิจูดของคลื่นที่กระเจิงโดยอิเล็กตรอนหนึ่งตัว นั่นคือ

แอมพลิจูดของคลื่นกระเจิงโดย 1 อะตอม

$$f = \frac{\text{แอมพลิจูดของคลื่นที่กระเจิงโดยอิเล็กตรอน 1 ตัว}}{\text{แอมพลิจูดของคลื่นที่กระเจิงโดยอิเล็กตรอน 1 ตัว}}$$

การกระเจิงของหน่วยเซลล์ (scattering by unit cell)

แอมพลิจูดทั้งหมดของคลื่นเลี้ยวเบนจากแลตทิซของผลึก สามารถเขียนในรูปของผลรวม (summation) ของทุก ๆ แลตทิซในหน่วยเซลล์
ผลรวมของกำลังในการกระเจิงทั้งหมดเรียกว่า แฟกเตอร์โครงสร้าง

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^n f_j(hkl) \exp[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)] \quad (4)$$

h, k, l คือ ดัชนีมิลเลอร์ (miller indices) ของระนาบ

x, y, z คือ พิกัดของหน่วยเซลล์

ค่า F โดยทั่วไปเป็นจำนวนเชิงซ้อน (complex number) $|F|$ เป็นแอมพลิจูดของคลื่นที่เกิดจากการรวมของแอมพลิจูดของคลื่นกระเจิงโดยอะตอมของหน่วยเซลล์ จึงคล้ายแฟคเตอร์ของการกระเจิงของอะตอม $|F|$ จึงกำหนดเป็น

$$|F| = \frac{\text{แอมพลิจูดของคลื่นการกระเจิงโดยอะตอมทั้งหมดในหนึ่งหน่วยเซลล์}}{\text{แอมพลิจูดของคลื่นการกระเจิงโดยอิเล็กตรอน 1 ตัว}}$$

ความเข้มของรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนโดยอะตอมทั้งหมดของหน่วยเซลล์ จะเป็นปฏิกิริยาเชิงเส้นกับ $|F|^2$ $|F|^2$ สามารถทราบได้จากความเข้มของแต่ละการสะท้อนจากระนาบผลึก

2.1.3 ความเข้มการเลี้ยวเบนจากผลึกผง (intensity of powder diffraction line)

สำหรับสารที่กำหนดและการวัดภายใต้สภาวะ (condition) ของเครื่องมืออันเดียวกัน ความเข้มสัมพันธ์ (relation intensity) ของเส้นการเลี้ยวเบนจากผลึกผงเป็นไปตามสมการ

$$I = |F|^2 P \left| \frac{1 + \cos^2 \theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right| \quad (5)$$

$$P = \text{มัลติพลีซิตี}$$

$$\left| \frac{1 + \cos^2 \theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right| = \text{แฟคเตอร์ลอเรนซ์โพลาไรเซชัน}$$

2.1.4 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีของ Rietveld (Hill and Howard. : 2-12)

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีของ Rietveld เป็นการปรับเทียบโครงสร้างผลึกโดยพิจารณาเปรียบเทียบความเข้มของโปรไฟล์การเลี้ยวเบนที่ได้จากการคำนวณกับผลการทดลองซึ่งเป็นข้อมูลจำนวนนับที่มุมเลี้ยวเบนหนึ่งๆ ตั้งแต่มุมเริ่มต้นจนถึงมุมสุดท้ายตามที่กำหนดไว้ โดยเว้นช่วงห่างเท่า ๆ กัน (step - scan) แทนการคำนวณแบบเดิมที่เปรียบเทียบเฉพาะค่าความเข้มอินทรีเกรตของพีค ถ้าการปรับค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ของโครงสร้างผลึกเป็นไปอย่างเหมาะสมโปรไฟล์ที่ได้จากการคำนวณจะมีรูปแบบใกล้เคียงกับผลการทดลอง

ความเข้ม Y_{ic} ณ จุดใดจุดหนึ่งบนโปรไฟล์คำนวณจากสมการ

$$Y_{ic} = Y_{ib} + \sum_{k_1}^{k_1'} G_{ik} I_k + \sum_{k_2}^{k_2'} G_{ik} I_k \quad (6)$$

เมื่อ

Y_{ib} = ความเข้มของแบคกราวด์

G_{ik} = พีคโปรไฟล์ฟังก์ชัน

I_k = ความเข้มที่เกิดจากระนาบเลี้ยวเบน k

ความเข้ม I_k เป็นไปตามสมการ

$$I_k = S M_k L_k |F_k| P_k \quad (7)$$

เมื่อ

S = เป็นสเกลแฟคเตอร์

M_k = มัลติพลีซิตี

L_k = แฟคเตอร์ลอเรนซ์ โพลาริเซชัน

P_k = Preferred orientation factor

F_k = แฟคเตอร์โครงสร้าง ซึ่งมีสูตรเป็น

$$F_k = \sum_j^N f_j \exp [2\pi i (h_k x_j + k_k y_j + l_k z_j)] \quad (8)$$

f_j = scattering length ของอะตอมตัวที่ j

x_j, y_j, z_j = fractional coordinate ของอะตอมตัวที่ j

h_k, k_k, l_k = ดัชนีมิลเลอร์ ของระนาบที่ k

พีคโปรไฟล์ฟังก์ชันสามารถเลือกจากสมการต่อไปนี้

1. Psoudo-Voigt

$$G_{ik} = \frac{c_1^{1/2} \gamma}{H_k \pi} [1 + c_0 x_{ik}^2]^{-1} + (1 + \gamma) \frac{c_1^{1/2}}{H_k \pi^{1/2}} \exp [-c_1 x_{ik}^2] \quad (9)$$

$$c_0 = 4, \quad c_1 = 4 \ln 2$$

H_k = full-width at half-maximum(FWHM) ของรั้วการเลี้ยวเบนจากระนาบที่ k

$$x_{ik} = (2\theta_i - 2\theta_k) / H_k$$

γ = พารามิเตอร์ที่ปรับค่าได้

2. Voigt

$$G_{ik} = \frac{c_1^{1/2}}{H_{GK} \pi^{1/2}} \operatorname{Re} [(c_1^{1/2} x_{ik} + i c_3 H_{LK})] \quad (10)$$

$$c_1 = 4\ln 2, \quad c_3 = 2^{-3/2}$$

H_{GK} = FWHM of the contributing Gaussian

H_{LK} = FWHM of the contributing Lorentzian

i = complex error function

Re = real part

FWHM สำหรับทั้งสองแบบเขียนในรูป

$$H_k = (U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W)^{1/2} \quad (11)$$

เมื่อ U, V, W เป็นพารามิเตอร์ที่สามารถปรับค่าได้

ความสอดคล้องระหว่างผลการทดลองกับผลการคำนวณซึ่งได้จากโครงสร้างผลึก
สมมติพิจารณาจากค่าความเชื่อถือต่อไปนี้

$$(1) \quad \text{Profile } R_p = \sum \left| \frac{Y_{io} - Y_{ic}}{\sum Y_{io}} \right|$$

$$(2) \quad \text{Weight profile } R_{wp} = \left[\frac{\sum W_i (Y_{io} - Y_{ic})^2}{\sum W_i Y_{io}^2} \right]^{1/2}$$

$$(3) \quad \text{Bragg } R_B = \sum \left| \frac{I_{ko} - I_{kc}}{\sum I_{ko}} \right|$$

$$(4) \quad \text{The expect } R_{exp} = \left[\frac{N - P}{\sum W_i Y_{io}^2} \right]^{1/2}$$

$$(5) \quad \text{The goodness of fit (GOF)} = \frac{\sum W_i (Y_{io} - Y_{ic})}{N - P}$$

เมื่อ $\text{Weight } W_i = 1/\sigma_i^2 = n/Y_{ic}$

Y_{io} เป็นความเข้มจากการทดลองที่มุม i

Y_{ic} เป็นความเข้มจากการคำนวณที่มุม i

I_{ko} เป็นความเข้มอินทิเกรตของพีคเดี่ยวเบนจากการทดลองของระนาบ k

I_{kc} เป็นความเข้มอินทิเกรตของพีคเดี่ยวเบนจากการคำนวณของระนาบ k

N เป็นจำนวนข้อมูล

P เป็นจำนวนพารามิเตอร์ที่ต้องการปรับค่า

n เป็นจำนวนหัววัด

โปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้คำนวณสำหรับการทดลองนี้ชื่อ LHPM1 พัฒนาขึ้นโดย R.J. Hill และ C.J. Howard จากโปรแกรม DBW 3.2 ของ Wiles และ Young สามารถใช้ได้กับเครื่องคอมพิวเตอร์ IBM3033-S และ IBM4831-3 ต่อมาในปี 1990 S.L. Town และ B.Hunter ได้พัฒนาโปรแกรมนี้อีกขึ้นเพื่อใช้กับเครื่องไมโครคอมพิวเตอร์ซึ่งเป็นแบบ IBM compatible เรียกโปรแกรมนี้อีกว่าโปรแกรม PCRIET

2.1.5 การหาปริมาณของเฟสโดยใช้วิธีการคำนวณของ Rietveld

สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสในของผสมที่ต้องการศึกษามีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าสเกลแฟกเตอร์ (scale factor) ในสมการ (7) สามารถแสดงความสัมพันธ์ของสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสได้คือ

$$W_p = S_p(ZMV)_p / \sum_i S_i(ZMV)_i \quad (12)$$

S_p = สเกลแฟกเตอร์ของเฟส P ที่ต้องการคำนวณน้ำหนัก

S_i = สเกลแฟกเตอร์ของเฟส i ในสารตัวอย่าง

Z = The number of formula units per unit cell

M = The mass of the formula unit

V = unit-cell volume

เมื่อพิจารณาค่า S_p ซึ่งสามารถแสดงรายละเอียดได้ดังนี้

$$S_p = m_p / (Z_p M_p V_p) c \quad (13)$$

m_p = mass of phase

Z_p = number of formula units per unit cell

M_p = mass per formula unit of phase

V_p = unit-cell volume

c = ค่าคงที่ของเครื่องมือที่ใช้ในการบันทึกการเลี้ยวเบน

องค์ประกอบของมวลเฟสแสดงได้ดังนี้

$$m_p \propto S_p (Z_p M_p V_p) \quad (14)$$

ดังนั้นในการหาสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสโดยวิธีการของ Rietveld จะขึ้นอยู่กับค่า สเกลแฟกเตอร์ของเฟส มวลและปริมาตรของหน่วยเซลล์

2.2 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.2.1. ฮิลล์และริชชิต (Hill and Reichert .1990: 2822-2827) ได้หาสัดส่วนของ เฟส คิวบิก (c) เตตระโกนอล (t) โมโนคลีนิก (m) ออร์โธโรมบิก (o) ของ ZrO_2 และ วาเคนซี (δ) ของ $Mg_2Zr_5O_{12}$ ในสารตัวอย่าง Mg-PSZ ซึ่งประกอบด้วย MgO 3.4 wt% โดยศึกษาคุณสมบัติทั้งก่อนด้วยวิธีการเลี้ยวเบนนิวตรอนและศึกษาคุณสมบัติที่ผิวด้วยวิธี เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ซึ่งมีการเตรียมผิวแบบขัดเรียบและขัดมัน ผลการศึกษาตัวอย่างที่เผาแบบ AF (As-fired) พบว่ามีส่วนประกอบเป็นร้อยละของเฟสต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 1

ตาราง 1 แสดงส่วนประกอบเป็นร้อยละของเฟสต่างๆ สำหรับการเตรียมแบบ AF

Phase	ลักษณะผิว		
	ground	polished	bulk
c	36	47	49
t	40	47	49
o	12	4	-
m	10	2	2
δ	3	0	-

ผลที่ได้สรุปว่าการขัดผิวไม่มีผลต่อเฟส คิวบิกและวาเคนซี แต่ทำให้เกิดการ Transform จากเฟส เตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลีนิก

2.2.2 คิสิและโฮวาร์ด (Kisi and Howard. 1992: 25-27) ได้ศึกษาโครงสร้างของ เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ในงานวิศวกรรมโดยอาศัยการเลี้ยวเบนของนิวตรอนโดยให้ความสนใจในวัสดุที่ทำจาก ZTC (Zirconia - toughening Ceramics) ประกอบด้วย

1. Zirconia - toughened Oxides Al_2O_3 จัดเป็นเซรามิกที่ให้ความแข็งแรงดีเยี่ยม มีความทนทานต่อปฏิกิริยาเคมีและทนอุณหภูมิสูงได้ดีแต่มีความเหนียว(toughness)ปานกลาง จึงปรับปรุงให้มีความเหนียวเพิ่มขึ้น โดยการเติมเซอร์โคเนียลงใน Al_2O_3 ประมาณร้อยละ 5 ถึง 50 ความเหนียวสูงสุดจะเกิดขึ้นเมื่อเซอร์โคเนียส่วนใหญ่อยู่ในรูปของเฟสเตตระโกนอล แต่ผลที่ได้พบว่าเซอร์โคเนียกลับไปอยู่ในรูปโมโนคลีนิกเมื่อเย็นตัวลง จึงมีการเติมออกไซด์เพื่อให้เกิดเสถียร เช่น Y_2O_3 ประมาณ 2 เปอร์เซ็นต์ ในเซอร์โคเนีย แต่ความสามารถในการเปลี่ยนเฟสเป็นโมโนคลีนิก (Transformability) ยังไม่ดีนัก

2. Non-oxide ceramic ประกอบด้วย SiC, TiN และ ZrB_2 โดยทั่วไปเซรามิกเหล่านี้มีความแข็งแรงมากแม้ในขณะที่อุณหภูมิสูงแต่เปราะ หากสามารถปรับปรุงให้มีความเหนียวเพิ่มขึ้นโดยยังคงความแข็งแรงไว้จะสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวาง แต่เมื่อนำ Ti(CN) มาผสมกับเซอร์โคเนีย ประมาณ 55 เปอร์เซ็นต์ ไม่พบเฟสเตตระโกนอลในเซอร์โคเนีย นอกจากนั้นยังทำให้เกิดความเครียดขึ้นในสารตัวอย่าง

3. Tetragonal Zirconia Polycrystals(TZP) ใช้ Y_2O_3 3 เปอร์เซ็นต์ หรือ CeO_2 12 เปอร์เซ็นต์ เติมลงในเซอร์โคเนียเพื่อให้มีเฟสของเตตระโกนอลเพียงอย่างเดียว พบว่าวิธีนี้ทำให้ความสามารถของวัสดุในการ transformation ภายใต้อุณหภูมิที่จำกัด จึงปรับปรุงในเรื่อง ปริมาณของ stabilizer และขบวนการให้ความร้อน เพื่อให้การเปลี่ยนเฟสได้เอง ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิห้องและพบว่าภายใต้แรงกระทำ Ce-TZP เกิด transformation ได้ดีแต่ Y-TZP ไม่เกิด transformation

4. Magnesia-partial stabilized Zirconia (Mg-PSZ) (Hanink and others.1994: 571-579) เป็น Zirconia toughening ceramic ที่ทนทานที่สุดเมื่อเทียบกับ PSZ ชนิดอื่น ที่ค้าขายในท้องตลาด เป็นสารผสมระหว่าง MgO กับเซอร์โคเนียในเฟสคิวบิก ที่อุณหภูมิ 2000 เคลวิน ภายใต้การควบคุมการลดอุณหภูมิอย่างเหมาะสม ทำให้เกิดเฟสเตตระโกนอลของ

เซอร์โคเนียจับตัวกันเป็นแผ่นแบนมีเส้นผ่านศูนย์กลาง ประมาณ 200 นาโนเมตร และหนา 60 นาโนเมตร การทำให้วัสดุมีความเหนียวเพิ่มมากขึ้นคือการนำวัสดุไปเผาซ้ำอีกครั้งที่ อุณหภูมิ 1370 เคลวิน เรียกขั้นตอนนี้ว่า ageing หลังจาก ageing แล้วพบว่าวัสดุที่ได้ ประกอบด้วยจำนวนเฟส 4 ถึง 5 เฟส ประกอบด้วย โมโนคลีนิก เตตระโกนอล คิวบิก ออโรรมบิกและวาเคนซี (vacancy phase) ซึ่งเมื่อพิจารณาถึงเวลาที่ใช้ในการ ageing นาน 0, 1, 2 และ 8 ชั่วโมง จะพบว่าอัตราส่วนของเฟสต่างๆจะแตกต่างกันไป เมื่อวัดความ เหนียวของวัสดุที่ได้แต่ละตัวอย่างโดยใช้วิธีการ compact tension test จะได้ความสัมพันธ์ ของความเหนียวของวัสดุเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการ ageing สามารถแสดงส่วนประกอบ ของเฟสต่างๆเมื่อ ageing ที่อุณหภูมิ 1370 เคลวิน จากตาราง 2

ตาราง 2 แสดงถึงส่วนประกอบของเฟสต่างๆเมื่อ ageing ที่อุณหภูมิ 1370 K

Ageing time (at 1370 K)	composition (wt%)				
	c	δ	t	m	o
-	53.1	-	42.4	4.7	-
1 h	37.2	10.8	47.1	4.9	-
2 h	22.1	16.3	54.2	5.0	2.4
8 h	10.0	22.5	47.1	12.8	7.6

2.2.3 ยาชิม่า (Yashima. 1993:72) ได้ศึกษาเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงเฟส โมโนคลีนิก-เตตระโกนอล ของ ZrO_2-CeO_2 โดยการเลี้ยวเบนนิวตรอน มีการเตรียม สารละลายในรูปผลึกของ $Zr_{1-x}Ce_xO_2$ นำมาเผาที่อุณหภูมิ 1650 เซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง

พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ CeO_2 จะทำให้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a, b และ c เพิ่มขึ้นส่วนค่ามุม β ลดลง ซึ่งการเพิ่มของแลตทิซพารามิเตอร์เป็นผลมาจากรัศมีของอ็อกซิเจน Ce^{4+} มีขนาดใหญ่กว่าอ็อกซิเจนของ Zr^{4+} ตำแหน่งอะตอมของ Zr และ Ce เมื่อปริมาณของ CeO_2 เพิ่มขึ้นเป็นดังนี้คือ ในระนาบ x และ y จะลดลงส่วนระนาบ z จะเพิ่มขึ้น ส่วนตำแหน่งอะตอมของออกซิเจนตัวแรกเมื่อปริมาณ CeO_2 เพิ่มขึ้น มีการเปลี่ยนแปลงคือในระนาบ x และ y จะลดลงส่วนระนาบ z เพิ่มขึ้น ตำแหน่งอะตอมของออกซิเจนตัวที่สองเมื่อปริมาณ CeO_2 เพิ่มขึ้นเป็นดังนี้คือ ในระนาบ x จะเพิ่มขึ้น ส่วนระนาบ y และ z มีค่าค่อนข้างจะคงที่ ดังนั้นสัดส่วนของเตตระโกนอลจะขึ้นอยู่กับปริมาณของสารเจือปน CeO_2 แสดงสัดส่วนได้คือ $\text{Zr}_{1-x}\text{Ce}_x\text{O}_2$ เมื่อ x เท่ากับ 0.00, 0.02, 0.05, 0.08, 0.10, 0.12 และ 0.15 สัดส่วนของเตตระโกนอลจะเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนของ CeO_2

2.2.4 โอากาวา (Igawa, 1993:16) ได้ศึกษาโครงสร้างผลึกของเซอร์โคเนียในเฟสเตตระโกนอลที่เสถียร ณ อุณหภูมิปกติ โดยการเลี้ยวเบนนิวตรอน ซึ่งโดยทั่วไปเซอร์โคเนียในเฟสเตตระโกนอลที่เตรียมจากอุณหภูมิสูงจะไม่เสถียรที่อุณหภูมิปกติ ดังนั้นจึงเตรียมสารตัวอย่างจาก $\text{Zr}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ โดยวิธีการ Alkoxide ซึ่งเป็นการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อให้ได้เฟสเตตระโกนอลเกิดขึ้นโดยไม่เติมสารเจือปนเป็นการเตรียมให้ขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนียมีขนาดเล็กมากๆ แล้วนำสารตัวอย่างไปเผาที่ความร้อน 973 เคลวินเป็นเวลานาน 10 นาที จากการเตรียมจะได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 0.5 ไมโครเมตร (μm) และมีขนาดของผลึกประมาณ 16 นาโนเมตร (nm) จากนั้นนำสารตัวอย่างไปศึกษาการเลี้ยวเบนจากนิวตรอนโดยเครื่อง High Resolution Power Diffractometer (HRPD) ซึ่งใช้นิวตรอนที่มีความยาวคลื่น 0.1823 นาโนเมตร มีการบันทึกค่ามุมเลี้ยวเบน 2θ ตั้งแต่ 25 องศาถึง 150 องศา โดยมี step ขนาด 0.05 นำข้อมูลไปบันทึกความเข้มการเลี้ยวเบนไปคำนวณโดยวิธีการริทเวลด์ ผลที่ได้แสดงโดยค่า R_{wp} ได้เท่ากับ 8.0 % ค่า R_p เท่ากับ 6.3 % และ R_g เท่ากับ 1.9 % ค่าพารามิเตอร์ของผลึกที่ปรับค่าแล้วแสดงได้โดยตาราง 3

ตาราง 3 แสดงโครงสร้างผลึกของ Metastable tetragonal ZrO₂

Space group	P4 ₂ /nmc
Lattice parameter	a (nm) = 0.3591 c (nm) = 0.5169
Isotropic thermal factor	B _{Zr4+} (nm ²) = 0.40×10 ⁻² B _{O2-} (nm ²) = 0.44×10 ⁻²
Fractional Co-ordinate	Zr ⁴⁺⁺ ion = (0,0,0) O ²⁻ ion = (0,1/2,0.204)

พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของเตตระโกนอลในโครงสร้างผลึกที่เตรียมขึ้นมีค่าใกล้เคียงกับเมื่อเตรียมจากการเติม Y₂O₃ ในสัดส่วน 0.06 โดยโมลในเซอร์โคเนีย

2.2.5 ทาดิน (Tadin. 1993:38) ศึกษาการเลี้ยวเบนนิวตรอนใน Ca-Stabilized Zirconia(CSZ) CSZ มีโครงสร้างอยู่ในรูปคิวบิก มี space group เป็น Fm3m มีตำแหน่งของอนุภาค Zr และ Ca เป็น 0 0 0 และตำแหน่งอนุภาคของออกซิเจนเป็น 1/4 1/4 1/4 โดยในการทดลองนี้ต้องการศึกษาถึงความสัมพันธ์ของอุณหภูมิกับ Temperature factors (B) โดยทำการวัดตัวอย่างที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน ถึง 1700 เคลวิน เมื่อนำข้อมูลจากการเลี้ยวเบนมาวิเคราะห์ได้ผลตามตาราง 4

ตาราง 4 แสดงโครงสร้างของ ZrO_2 รวมกับ CaO 15 mol%

Temperature (K)	500	800	1050	1400	1700
B(Zr/Ca) (Å)	1.76 ± 0.07	1.83 ± 0.07	1.97 ± 0.07	2.13 ± 0.07	3.07 ± 0.07
B (O) (Å)	3.75 ± 0.10	4.10 ± 0.11	3.92 ± 0.11	4.70 ± 0.15	4.88 ± 0.24
n (o)	1.821 ± 0.020	1.796 ± 0.023	1.819 ± 0.021	1.854 ± 0.028	1.666 ± 0.032
a (Å)	5.140(3)	5.1464(3)	5.1607(3)	5.1752(5)	5.2127(6)

ผลที่ได้สรุปว่าค่า Temperature factor B (Zr/Ca) และ B(O) รวมถึงค่า cell constant (a) มีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ แม้ว่าจะมีการเบี่ยงเบนจากปกติไปบ้างที่ อุณหภูมิ 600 เคลวิน และ 1050 เคลวิน

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 สารเคมี

1. เซอร์โคเนียไดออกไซด์ (ZrO_2) มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 99 เปอร์เซ็นต์
2. แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 99 เปอร์เซ็นต์

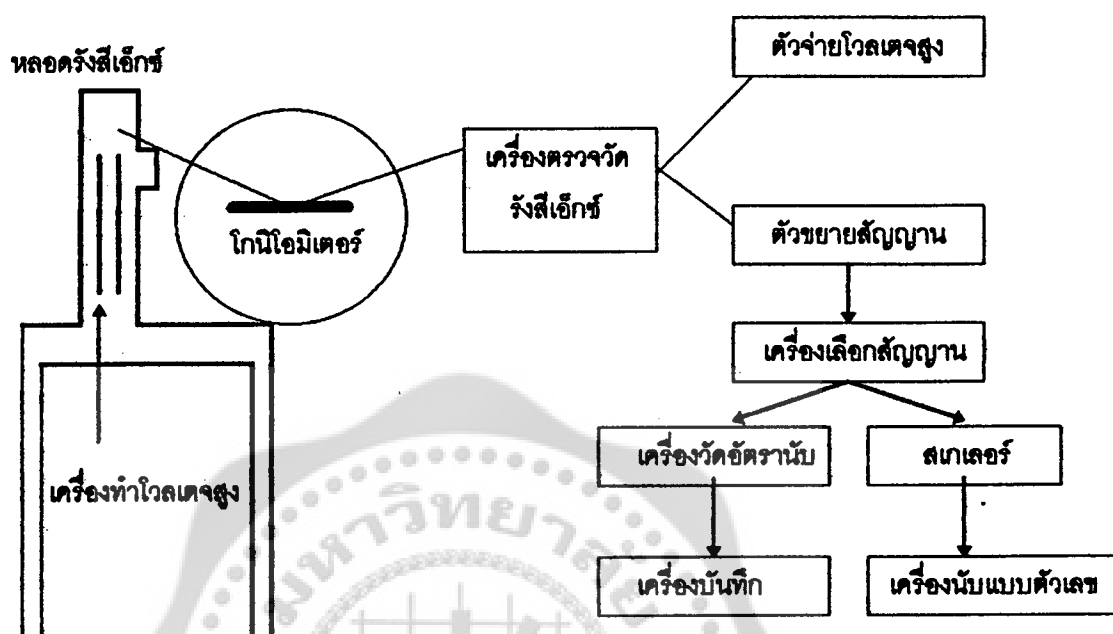
3.1.2 เตาเผา แบบท่อของบริษัท Lindberg จำกัด model 54233

3.1.3 เครื่องอัดเม็ด

3.1.4 เครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์

เครื่องดีฟแฟรกโตมิเตอร์ประกอบด้วยเครื่องมือพื้นฐาน 3 ส่วน ที่สำคัญคือ (ภาพประกอบ 3)

1. เครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ประกอบด้วยเครื่องกำเนิดไฟฟ้าโวลเตจสูง (high voltage generator) ในรุ่น PW 1830 และ หลอดรังสีเอ็กซ์ model 2273/20 ตามแบบของบริษัท ฟิลิปป์ (Philips)
2. โกนิโอมิเตอร์ (Goniometer)
3. เครื่องตรวจวัดรังสี เครื่องนับ และ เครื่องบันทึก (อาจรวมระบบคอมพิวเตอร์ที่ควบคุมการบันทึกข้อมูล)

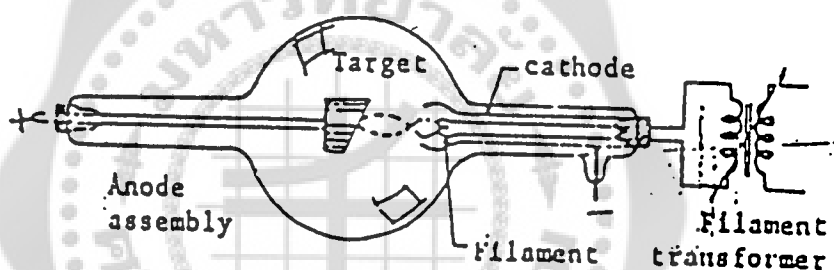


ภาพประกอบ 3 แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของ เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์

3.1.4.1 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์

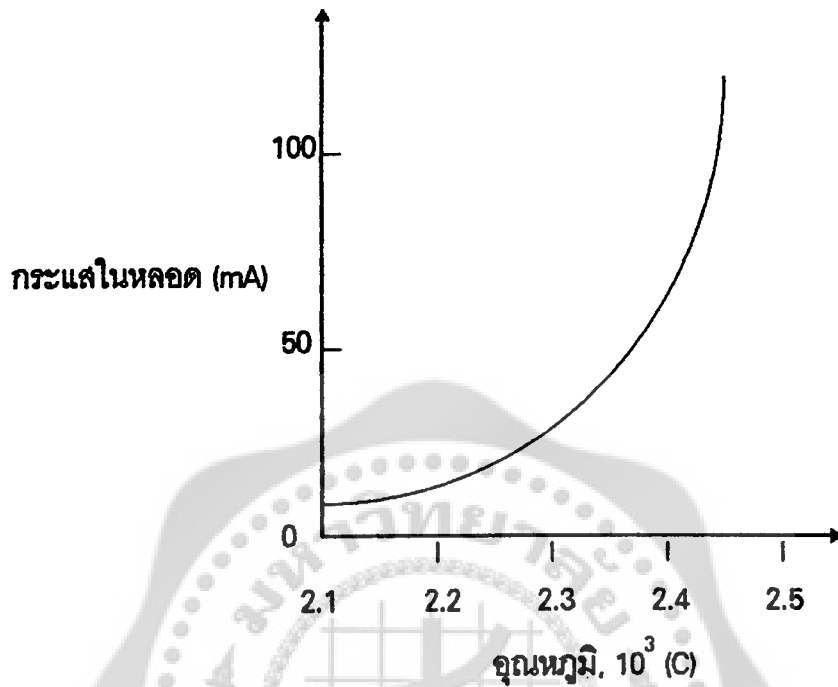
ค.ศ.1895 ดับบรีว. ซี เรนทเกน (W.C. Rontgen) พบรังสีเอ็กซ์จากการทดลองโดยใช้หลอดรังสีคาโทด (cathode-ray tube) ซึ่งเป็นหลอดชนิดก๊าซ (gas tube) ต่อมา ดับบรีว.ดี คูลิดจ์ (W.D. Coolidge) ได้ปรับปรุงหลอดรังสีเอ็กซ์ที่ใช้งานได้ดีกว่าใช้ก๊าซ เรียกว่าหลอดคูลิดจ์ (coolidge tube) เป็นหลอดชนิดที่ไส้หลอดทำด้วยทังสเตน (tungsten filament) โดยใช้เป็นขั้วลบและมีเป้าโลหะเป็นขั้วบวก เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปเพื่อเผาไส้หลอดให้ร้อน ทำให้เกิดพลังงานจลน์ขึ้นกับอิเล็กตรอนวงนอก (valence electrons) ของอะตอมไส้หลอด เป็นผลให้อิเล็กตรอนนั้นหลุดออกจากโลหะ ด้วยกระบวนการที่เรียกว่าการหลุดออกเนื่องจากความร้อน (thermionic emission)

อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาด้วยความร้อนนี้จะถูกเร่งไปที่ขั้วบวกเนื่องจากโวลเตจสูงระหว่างขั้วบวกและขั้วลบของหลอดทำให้มีกระแสไหล ปริมาณของกระแสขึ้นอยู่กับจำนวนอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากไส้หลอด หลอดคูลิคจ์เป็นหลอดสูญญากาศโดยปกติจะมีความดันต่ำกว่า 10^{-5} ทอร์(torr) เพื่อป้องกันการชนระหว่างอิเล็กตรอนกับอะตอมของก๊าซ ซึ่งทำให้ประสิทธิภาพของหลอดลดลง

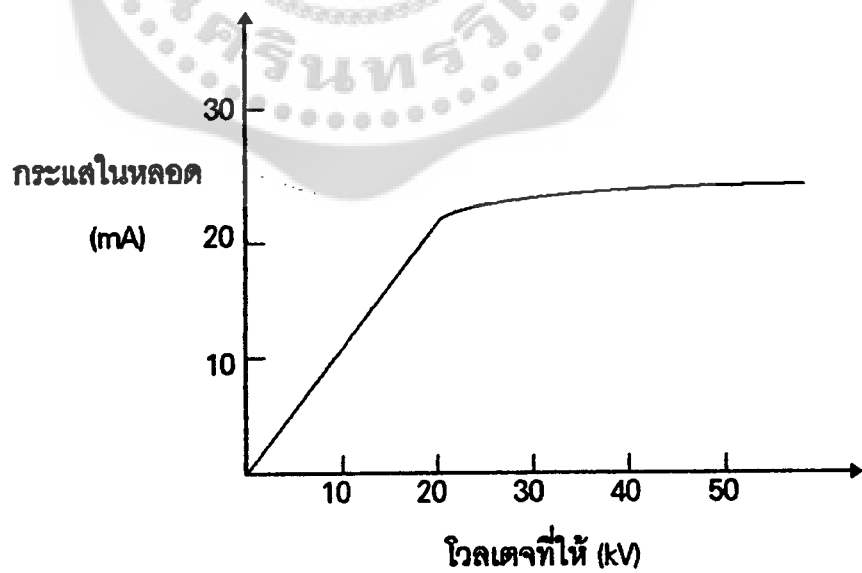


ภาพประกอบ 4 แสดงหลอดคูลิคจ์ (Leonid. 1968: 343)

จากภาพประกอบ 4 ไส้หลอดจะหุ้มด้วยคาโธดซึ่งเป็นโลหะมีศักย์เป็นลบเช่นเดียวกับไส้หลอดและทำหน้าที่ปรับอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากไส้หลอดให้ไปตกบนพื้นผิวที่เล็ก ๆ บนเป้า เรียกพื้นที่เล็ก ๆ นี้ว่า จุดโฟกัส (focal spot) ของหลอด ในการทำงานของหลอดคูลิคจ์นั้น จำนวนอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ไปที่เป้าหมายมีความสัมพันธ์โดยตรงกับอุณหภูมิของไส้หลอด จากภาพประกอบ 5 อุณหภูมิของไส้หลอดควบคุมโดยหม้อแปลง สำหรับไส้หลอด (filament transformer) ถ้ากำหนดให้อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิหนึ่งจำนวนอิเล็กตรอนจะคงที่ ดังนั้นการเพิ่มศักย์ของหลอดจึงเป็นการเพิ่มความเร็วของอิเล็กตรอนแต่ไม่เป็นการเพิ่มกระแสไส้หลอด



ภาพประกอบ 5 กราฟความสัมพันธ์ของกระแสในหลอดที่ขึ้นกับอุณหภูมิ



ภาพประกอบ 6 กราฟความสัมพันธ์ของกระแสในหลอดและโวลเตจที่ให้แก่หลอด

จากภาพประกอบ 6 กระแสหลอดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงแรก จนถึงจุดอิ่มตัว (saturation) กระแสจะคงที่ไม่ว่าจะเพิ่มศักย์ไฟฟ้าอย่างไร จึงเป็นข้อดีสำหรับหลอดคูลิค คือเมื่อเพิ่มโวลเตจถึงจุดหนึ่ง กระแสในหลอดไม่ขึ้นกับโวลเตจแต่ขึ้นกับกระแสที่ไหลผ่านไส้หลอดเพียงอย่างเดียว

เมื่ออิเล็กตรอนพลังงานสูงวิ่งชนเป้าโลหะซึ่งเป็นขั้วบวกจะให้รังสีเอ็กซ์ สำหรับประสิทธิภาพของการเกิดรังสีเอ็กซ์ หาได้จากความสัมพันธ์ (empirical relation) (Cullity, 1978 : 107-110)

ดังนี้

$$\text{ประสิทธิภาพ} = 1.4 \times 10^{-9} ZV$$

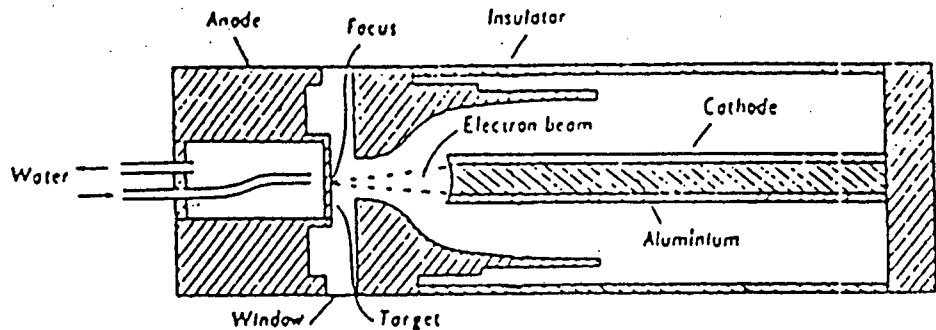
เมื่อ Z คือเลขอะตอม (atomic number) ของเป้าโลหะ

V คือโวลเตจที่ให้แก่หลอดมีหน่วยเป็นโวลต์ (volt)

เช่น หลอดรังสีเอ็กซ์เป้าโลหะทองแดงมีเลขอะตอม 29 ที่ความต่างศักย์ 35 กิโลโวลต์ มีประสิทธิภาพดังนี้

$$\begin{aligned} \text{ประสิทธิภาพ} &= 1.4 \times 10^{-9} \times 29 \times 35 \times 10^3 \times 10^2 \% \\ &= 0.14 \% \end{aligned}$$

ดังนั้นเลขอะตอมของเป้ายิ่งมีค่ามากจะทำให้ประสิทธิภาพมีค่าสูงมากด้วย อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการเกิดรังสีเอ็กซ์มีค่าน้อยกว่า 1 % เนื่องจากพลังงานส่วนใหญ่ถูกเปลี่ยนไปในรูปความร้อน ดังนั้นจึงต้องมีการถ่ายเทความร้อนโดยผ่านน้ำเย็นไปยังเป้าโลหะเพื่อป้องกันไม่ให้เป้าโลหะเสียหาย ในการเลือกโลหะที่ใช้ทำเป้าต้องคำนึงถึงจุดหลอมเหลวของโลหะด้วย การให้น้ำเย็นกับหลอดรังสีเอ็กซ์แสดงในภาพประกอบ 7



ภาพประกอบ 7 แสดงการหล่อน้ำเย็นให้กับหลอดรังสีเอ็กซ์

เมื่ออิเล็กตรอนจากคาโอดของหลอดรังสีเอ็กซ์เคลื่อนที่มาชนเป้าโลหะด้วยความเร็วสูงซึ่งขึ้นกับโวลเตจที่ให้กับหลอดรังสีเอ็กซ์ อิเล็กตรอนนั้นมีโอกาสที่จะเบนไปโดยสูญเสียพลังงานแล้วให้รังสีเอ็กซ์ออกมา กรณีที่มีการสูญเสียพลังงานบางส่วนและให้รังสีเอ็กซ์จะได้โฟตอนมีพลังงาน ΔE

$$\Delta E = h\nu$$

หรือ

$$\Delta E = hc/\lambda$$

เมื่อ

$$h = \text{ค่าคงที่ของแพลงค์ (Plank constant)}$$

$$= 6.625 \times 10^{-34} \text{ จูล.วินาที}$$

$$c = \text{ความเร็วแสง}$$

$$= 2.998 \times 10^8 \text{ เมตร/วินาที}$$

$$\lambda = \text{ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์}$$

$$\nu = \text{ความถี่ของรังสีเอ็กซ์}$$

พลังงานสูงสุดของโฟตอนรังสีเอ็กซ์ มีค่าไม่เกินพลังงานสูงสุดที่ใช้เร่งอิเล็กตรอนเนื่องจากโวลเตจที่ให้กับหลอด

$$\text{พลังงานสูงสุดที่ใช้เร่งอิเล็กตรอน (E}_{\text{max}}) = h\nu_{\text{max}} \quad (\text{Cullity, 1978: 5-6})$$

ดังนั้น

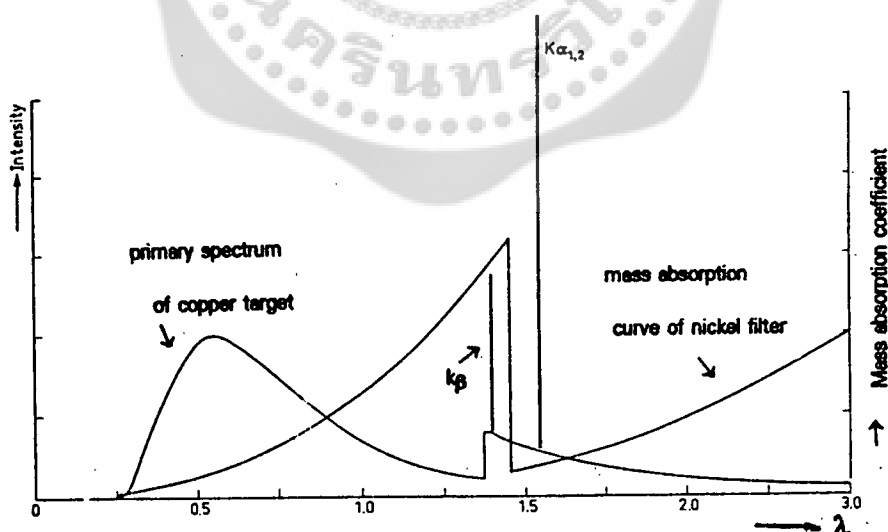
$$\lambda_{\text{swl}} = hc/eV$$

$$\begin{aligned} \text{เมื่อ } e &= 1.60219 \times 10^{-19} \text{ คูลอมบ์} \\ &= (12.4 \times 10^{-7}) / V \text{ เมตร} \end{aligned}$$

$$\lambda_{\text{swl}} = (12.4 \times 10^{-3}) / V \text{ อังสตรอม}$$

เมื่อ V มีหน่วยเป็นโวลต์และ λ_{swl} คือความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดของรังสีเอ็กซ์ จะเกิดเมื่ออิเล็กตรอนชนเป้าครึ่งเดียวแล้วถ่ายเทพลังงานทั้งหมดให้เป็นรังสีเอ็กซ์

การชนเป้าของอิเล็กตรอน ปกติจะไม่เสียพลังงานทั้งหมดในการชนแต่ละครั้ง ดังนั้นจึงมีการชนต่อเนื่องหลายครั้งก่อนที่จะหยุดนิ่งในเป้า รังสีเอ็กซ์ที่ออกมาจึงมีพลังงานหลายค่าซึ่งเรียกว่ารังสีเอ็กซ์ต่อเนื่อง (continuous x-ray)



ภาพประกอบ 8 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์ของทองแดง (Copper), (Jenkin. :14)

นอกจากการเกิดรังสีแบบต่อเนื่องจากการปล่อยรังสีเอ็กซ์ออกจากหลอดแล้ว ยังเกิดรังสีเฉพาะตัว (characteristic radiation) ขึ้น ดังภาพประกอบที่ 8 เมื่อพลังงานที่ให้แก่หลอดสูงพอไปทำให้ อิเล็กตรอนในวงโคจรที่ K ของเป้าโลหะหลุดออกไป อิเล็กตรอนจากวงอื่นจะเข้ามาแทนที่ ซึ่งวงที่อยู่ใกล้ที่สุดจะมีโอกาสเข้าแทนที่ได้มากกว่าวงอื่นและจะให้รังสีเอ็กซ์มีค่าความยาวคลื่นเฉพาะตัว ทั้งนี้เป็นไปตามกฎการเลือก (selection rules) เช่น กรณี Cu K_{α} จะมีความยาวคลื่น 2 ค่าคือ

$$\lambda_{Cu K_{\alpha_1}} = 1.54981 \text{ \AA} \text{ อังสตรอม}$$

$$\lambda_{Cu K_{\alpha_2}} = 1.54433 \text{ \AA} \text{ อังสตรอม}$$

ซึ่งความเข้มของรังสีเอ็กซ์ $I(\lambda)$ ของความยาวคลื่นเฉพาะ (characteristic wavelength) หาได้จาก

$$I(\lambda) = k i (V - V_c)^n$$

เมื่อ

k = ค่าคงที่

i = กระแสของหลอดมีหน่วยเป็น มิลลิแอมป์

V = ศักย์ที่ให้แก่หลอดมีหน่วยเป็น กิโลโวลต์

V_c = ศักย์กระตุ้นวิกฤต (critical excitation potential) คือ

ศักย์ที่พอดีทำให้อิเล็กตรอนในวง k ของเป้าโลหะหลุดจากวงโคจร

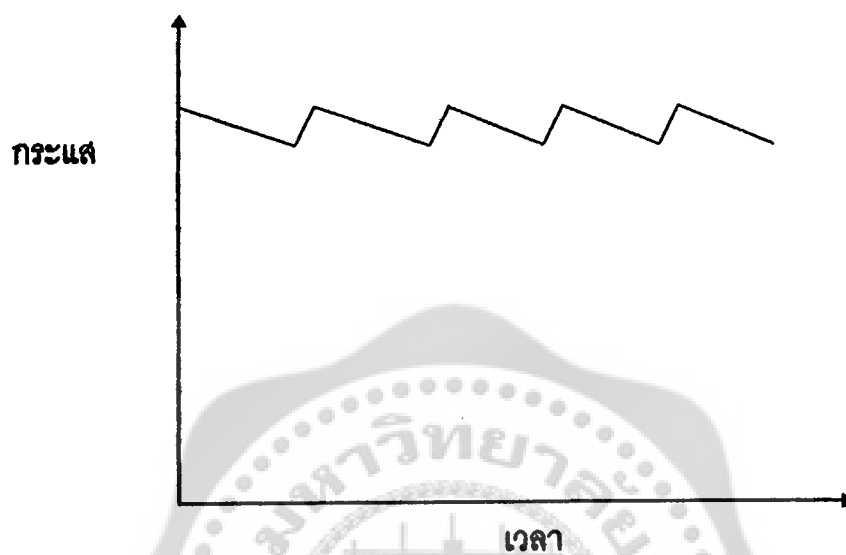
$$n = 1.6$$

สำหรับเครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์ชนิดศักย์คงที่ (constant potential generator) ควรจะใช้ค่าโวลเตจที่เหมาะสมของหลอดรังสีเอ็กซ์มีค่าเป็น 3 ถึง 5 เท่าของศักย์กระตุ้นวิกฤต V_c

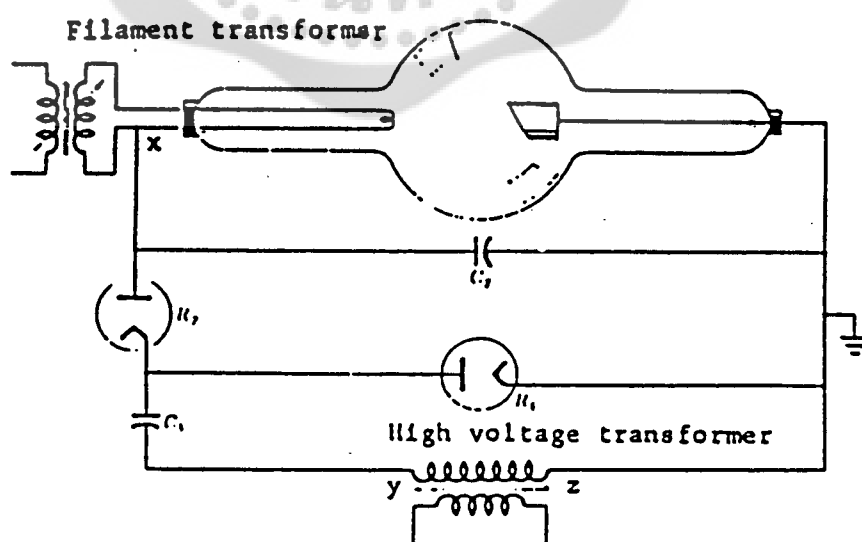
ตาราง 5 แสดงสมบัติของสารที่ใช้ทำแอโนดของหลอดรังสีเอ็กซ์

สารทำแอโนด	เลขอะตอม	$\lambda_{K\alpha}$ (Å)	ศักย์กระตุ้น วิกฤต (kV)	kV ที่เหมาะสม
Cu	29	1.542	8.98	30-45
Cr	24	2.291	5.99	20-30
Mo	40	0.710	20.00	60-80
Fe	26	1.937	7.11	20-35
Co	27	1.791	7.71	25-40
Ag	47	0.561	25.51	70-80

เครื่องกำเนิดไฟฟ้าโวลเตจสูง (high voltage generator) จะประกอบด้วยวงจร
เรกติไฟเออร์ (rectifier) ทำหน้าที่เปลี่ยนไฟฟ้ากระแสสลับ (alternating current) ไป
เป็นไฟฟ้ากระแสตรง (direct current) ที่มีความสม่ำเสมอได้แก่เครื่องกำเนิดชนิดที่
มีศักย์คงที่ (constant potential generator) ซึ่งจะให้กระแสเรียบที่สุดโดยการเพิ่ม
คอนเดนเซอร์เข้าไปในวงจรจะทำให้ได้รังสีเอ็กซ์ที่มีความเข้มสม่ำเสมอ ภาพประกอบ
9 แสดงกราฟของกระแสซึ่งเป็นฟังก์ชันกับเวลา และ ภาพประกอบ 10 แสดงวงจร
พร้อมหลอดรังสีเอ็กซ์



ภาพประกอบ 9 แสดงกราฟของกระแสเป็นฟังก์ชันกับเวลา

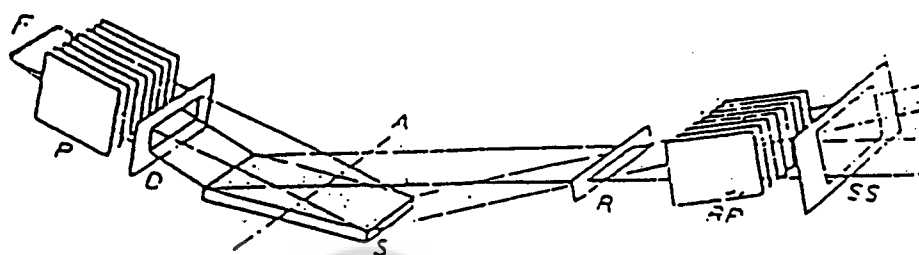


ภาพประกอบ 10 แสดงวงจร constant potential (Leonid.1968: 344)

จากภาพประกอบ 10 เป็นความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ (constant potential) ในเครื่องรอบแรกของกระแสไฟสลับเมื่อโวลเตจเป็นบวกให้ y เป็นบวก และ z เป็นลบ กระแสจะไหลผ่าน และให้ประจุแก่ c_1 จนมีโวลเตจเท่ากับศักย์ของหม้อแปลง (secondary) ขณะที่โวลเตจ เป็นลบในเครื่องรอบต่อไป y เป็นลบ และ z เป็นบวกต่ออนุกรมอยู่กับ c_1 จะเกิดการคายประจุ (discharge) ทำให้เกิดกระแสไหลผ่านหลอดรังสีเอ็กซ์และผ่าน R_2 ขณะเดียวกันให้ประจุที่ c_2 โดยกระแสไม่ผ่าน R_1 เมื่อถึงเครื่องรอบต่อไป y เป็นบวกและ z เป็นลบ กระแสผ่าน R_1 และให้ประจุที่ c_1 อีกขณะเดียวกัน c_2 จะคายประจุทำให้เกิดกระแสไหลผ่านหลอดต่อเนื่องไปเรื่อยๆ ทำให้เกิดกระแสไหลผ่านหลอดรังสีเอ็กซ์อย่างต่อเนื่อง

3.1.4.2 เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (Leonid. 1968:366)

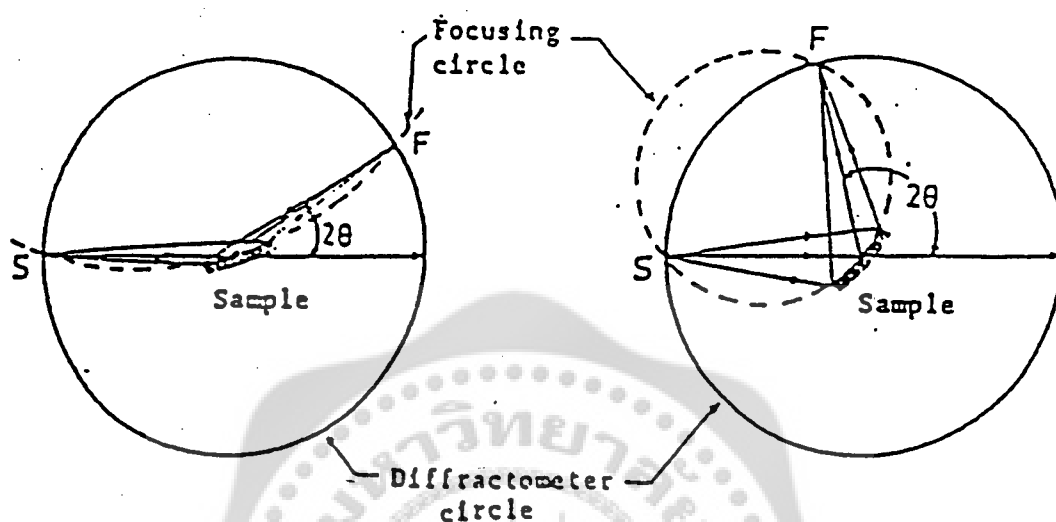
เรขาคณิตและทัศนศาสตร์ของเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ แสดงดังภาพประกอบ 11 รังสีเอ็กซ์จากหลอดในลักษณะเส้น (line source) F ผ่านโลหะบางๆ วางขนานกันเรียกว่าช่องโซลเลอร์ (soller slit) P และผ่านช่องลู่ออก (divergence slit) D ซึ่งเป็นตัวกำหนดปริมาณ การลู่ออกของรังสี แล้วจึงไปตกลงบนสารตัวอย่าง S จะเกิดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ภายในช่องโซลเลอร์อีกชุดหนึ่งและลู่ออก (converge) R ผ่านเข้าช่องรับรังสีเอ็กซ์ (receiving slit) ระยะระหว่าง FA และ AR เท่านั้น ปริมาณการลู่ออกของรังสีจะถูกกำหนดด้วยขนาดโฟกัสของหลอดและขนาดของช่อง D ซึ่งจะต้องควบคู่กับช่องกระเจิง SS ช่องกระเจิงจะต้องเข้าคู่กับช่อง D เพื่อลดการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์



ภาพประกอบ 11 แสดงเรขาคณิตของเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์

(Leonid. 1968:366)

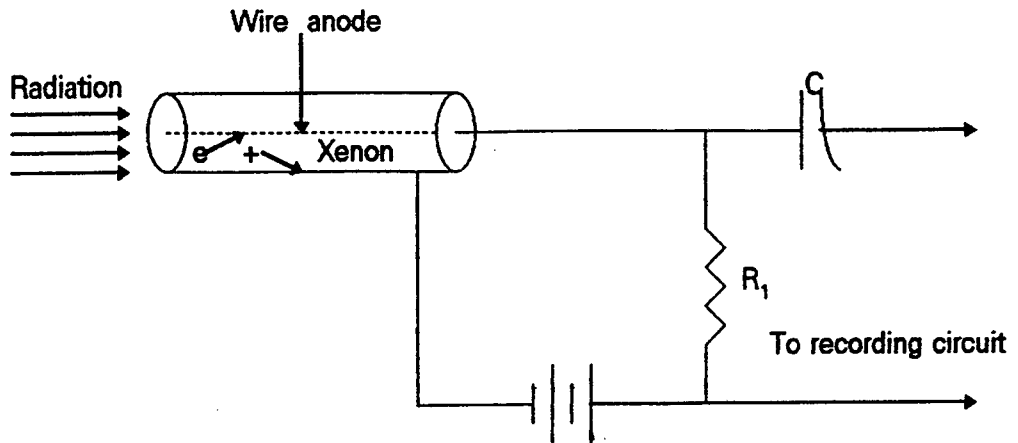
เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์สามารถวัดความเข้มของรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนได้โดยมีเครื่องตรวจวัด (detector) ทำหน้าที่แทนฟิล์ม เครื่องตรวจวัดจะวัดความเข้มรังสีเอ็กซ์เป็นตัวเลขหรือเป็นกราฟ หลักการของดิฟแฟรกโตมิเตอร์แสดงดังภาพประกอบ 12 คือ ระนาบของสารตัวอย่างวางอยู่ที่จุดศูนย์กลางของวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์ เมื่อให้ S เป็นต้นกำเนิดรังสีเอ็กซ์อยู่ที่เส้นรอบวง บนวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์และระนาบของสารตัวอย่างวางทำมุม θ กับทิศทางลำรังสีเอ็กซ์ตกกระทบ โดยมีเครื่องตรวจวัดวางที่ตำแหน่ง F ทำมุม 2θ กับแนวทิศทางของรังสีเอ็กซ์ตกกระทบ และอยู่ที่เส้นรอบวงบนวงกลมของดิฟแฟรกโตมิเตอร์ จุด S, สารตัวอย่าง และ F จะอยู่บนเส้นรอบวงของวงกลมเดียวกันเรียกว่าวงกลมโฟกัส (focussing circle) ขณะที่เครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ทำการสแกน (scan) สารตัวอย่างและเครื่องตรวจวัดจะหมุนไปด้วยอัตราส่วนของมุมเป็น 1 ต่อ 2 เสมอ



ภาพประกอบ 12 แสดงวงกลมโฟกัสและวงกลมดิฟแฟรกโตมิเตอร์
(Leonid. 1968:366)

3.1.4.3 เครื่องตรวจวัดรังสี (detector) (Jenkins. 25-26)

เครื่องตรวจวัดที่ใช้ในงาน เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ที่นิยมใช้ในปัจจุบัน มี 2 แบบคือ แบบสัดส่วน (proportional) และแบบซินทิลเลชัน (scintillation) แต่ละชนิดมีคุณสมบัติซึ่งเหมาะกับการใช้งานที่แตกต่างกัน ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะแบบสัดส่วนชนิดก๊าซ (proportional counter) ซึ่งใช้ในการทดลองนี้ ส่วนต่างๆ ของเครื่องมือแสดงได้ดังภาพประกอบ 13 แสดงถึงหลักการทำงานของเครื่องนับแบบสัดส่วน



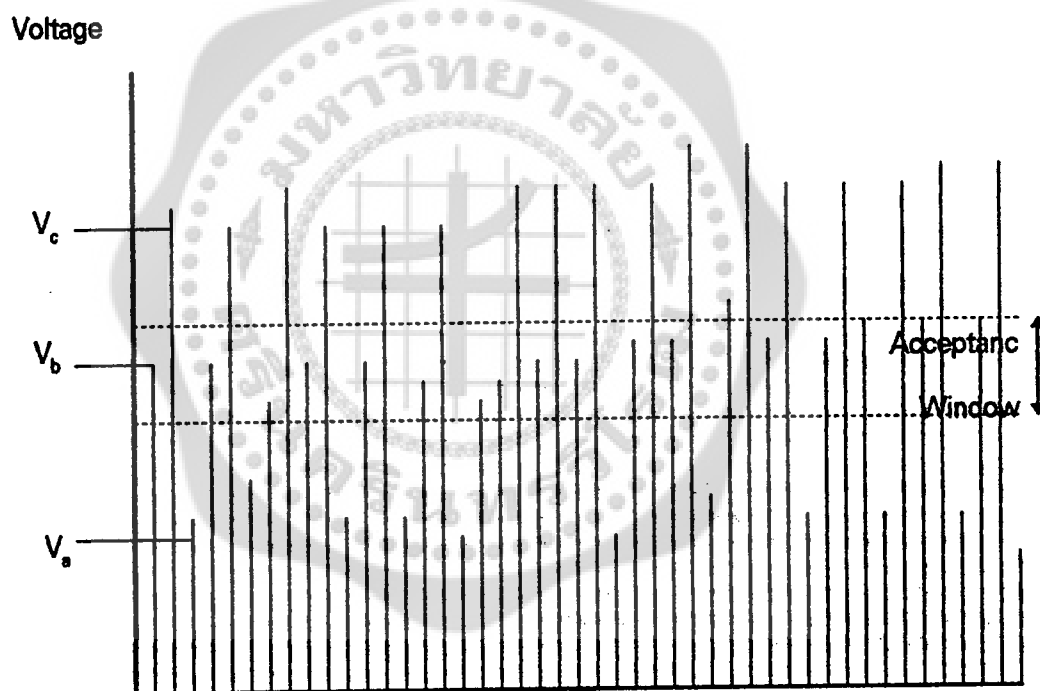
ภาพประกอบ 13 แสดงเครื่องมือพื้นฐานของเครื่องนับแบบสัดส่วน

ตัวเครื่องวัดเป็นทรงกระบอกโลหะกลวงมีลวดเล็กๆ อยู่ในแนวแกนของ
 รัศมี ทำหน้าที่เป็นขั้วบวกและตัวทรงกระบอกโลหะเป็นขั้วลบ เมื่อโฟตอนของ
 รังสีเอกซ์ชนกับอะตอมของก๊าซเฉื่อย เช่น ก๊าซซีนอน อิเล็กตรอนวงนอกของอะตอม
 ของก๊าซซีนอนเกิดการอ็อกไนซ์ให้อิเล็กตรอนกับประจุบวกซึ่งเรียกว่าคู่อิออน (Ion pair)
 ดังสมการ



พลังงานที่ต้องการในการทำให้อิเล็กตรอนวงนอกของก๊าซซีนอนหลุดออกไป
 นั้นมีค่าประมาณ 20.8 อิเล็กตรอนโวลต์ พิจารณาในภาพประกอบ 13 อิเล็กตรอนที่
 เกิดขึ้นตามสมการ (18) จะถูกเร่งไปยังขั้วบวก ซึ่งก็คือลวดโลหะที่อยู่แกนของ
 ทรงกระบอกโลหะทำให้ได้สัญญาณไฟฟ้าผ่านตัวต้านทาน ซึ่งต่ออนุกรมไปยังวงจร
 บันทึกลับสัญญาณจากสนามไฟฟ้าด้วยโวลเตจประมาณ 1.5-2 กิโลโวลต์ จะไปเร่ง
 อิเล็กตรอนทำให้เกิดพลังงานจลน์ ส่วนหนึ่งของพลังงานจลน์นี้จะไปทำให้เกิดการ
 อ็อกไนซ์ของอะตอมก๊าซตัวอื่น อิเล็กตรอนแต่ละตัวที่เกิดขึ้นในขบวนการแรกจะทำให้
 เกิดอิเล็กตรอนในขบวนการต่อไปอีกมาก ซึ่งเป็นผลทำให้เกิดการเพิ่มอิเล็กตรอน

ในหัววัด เรียกว่า กำลังขยายของก๊าซ กำลังขยายนี้ขึ้นอยู่กับขนาดของโวลเตจที่ให้ กับสนามไฟฟ้า เครื่องตรวจวัดที่ใช้โวลเตจในช่วงนี้เรียกว่า เครื่องนับแบบสัดส่วน (proportional counter) เพราะขนาดของสัญญาณที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับ พลังงานของรังสีตกกระทบ



ภาพประกอบ 14 แสดงผลของการเลือกความสูงของสัญญาณ

เนื่องจากขนาดของสัญญาณที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ เมื่อความยาวคลื่นที่ต่างกันเข้ามาก็จะเกิดขนาดของสัญญาณไวแสงที่ต่างกัน ดังภาพประกอบ 14 แสดงกรณีของความยาวคลื่นที่ให้สัญญาณไวแสงขนาด V_a , V_b และ V_c สามารถแยกความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการโดยใช้หลักอิเล็กทรอนิกส์(electronic discrimination) วิธีการคือเปิดหน้าต่างรับสัญญาณ (acceptance window) ด้วยความกว้างที่เหมาะสม จากภาพประกอบ 14 แสดงสัญญาณ V_a และ V_c อยู่นอกหน้าต่าง ดังนั้นจึงมีเฉพาะสัญญาณ V_b เท่านั้นที่ผ่านไปได้และไปยังเครื่องนับแบบแสดงตัวเลข (visual display)

สัญญาณ V_b ไม่จำเป็นต้องมีค่าเท่ากับทุกค่าในขบวนการทางสถิติ ซึ่งกำหนดการแจกแจงของสัญญาณด้วยค่า R (resolution) ของเครื่องวัด

$$R = k / \sqrt{E} \quad (19)$$

เมื่อ E เป็นพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบในหน่วย กิโลอิเล็กตรอนโวลต์

k เป็นค่าคงที่ในกรณีเครื่องตรวจวัดแบบสัดส่วนที่ใช้ก๊าซขึ้นอน มีค่าเท่ากับ

35

ความหมายของค่า R ของเครื่องมือวัดคือ ความกว้างของสัญญาณที่ครึ่งหนึ่งของ pulse amplitude distribution โดยแสดงอยู่ในรูปของเปอร์เซ็นต์ของไวแสงเฉลี่ย การเลือกความสูงของสัญญาณ (pulse height selection = P.H.S) มีประโยชน์มากในการตัดคลื่นรบกวนอื่นๆ

3.1.4.4 เครื่องนับและวงจรสเกลเลอร์

สัญญาณจากเครื่องตรวจวัดจะถูกขยายและแบ่งแยกความสูงโดยเลือกความสูงของสัญญาณด้วย P.H.S และจะแสดงผลออกมาโดยใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ คือ

1. Scaler เป็นอุปกรณ์ที่ใช้นับจำนวนพัลส์จากเครื่องตรวจวัดรังสีในช่วงเวลาที่กำหนด
2. Ratemeter เป็นอุปกรณ์ที่อ่านจำนวนนับออกมาเป็นค่าเฉลี่ยโดยตรง โดยอาศัยวงจรอิเล็กทรอนิกส์ที่ออกแบบไว้

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 การเตรียมสารตัวอย่าง ต้องการเตรียมเซรามิกส์ของ $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ ให้ x เท่ากับ 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 และ 0.10 โดยวิธี solid state reaction

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างมีดังนี้

1. นำเอาเซอร์โคเนียไดออกไซด์ (ZrO_2) มาผสมกับสารเจือปนคือ แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) โดยสัดส่วนดังต่อไปนี้

ZrO_2 ปริมาณ 0.98 โดยโมล รวมกับ BaCO_3 ปริมาณ 0.02 โดยโมล

ZrO_2 ปริมาณ 0.96 โดยโมล รวมกับ BaCO_3 ปริมาณ 0.04 โดยโมล

ZrO_2 ปริมาณ 0.94 โดยโมล รวมกับ BaCO_3 ปริมาณ 0.06 โดยโมล

ZrO_2 ปริมาณ 0.92 โดยโมล รวมกับ BaCO_3 ปริมาณ 0.08 โดยโมล

ZrO_2 ปริมาณ 0.90 โดยโมล รวมกับ BaCO_3 ปริมาณ 0.10 โดยโมล

2. ผสมสารทั้งสองและบดให้เป็นเนื้อเดียวกัน นำสารที่ได้ไปอัดเม็ดให้มีลักษณะเป็นทรงกระบอกมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร หนา 1 เซนติเมตร โดยใช้ความดันประมาณ 600 เมกะพาสคัล (MPa) เพื่อที่จะทำให้อนุภาคของสารทั้งสองยึดเกาะเป็นเนื้อเดียวกันมากยิ่งขึ้น แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ ที่กำหนดไว้ดังนี้

1200 , 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการเผานาน 2.4 และ 6 ชั่วโมง สำหรับเตาเผาก่อนที่จะเริ่มเผาควรปรับอุณหภูมิไว้ที่ 500 องศาเซลเซียส ประมาณ 3-4 ชั่วโมง เพื่อให้เตาพร้อมที่จะทำงาน จากนั้นเริ่มปรับอุณหภูมิเพิ่มขึ้นครั้งละ 50 องศาเซลเซียสเพื่อป้องกันการตัดกระแสไฟฟ้าของเตา เมื่ออุณหภูมิของเตามีค่าเท่ากับที่ปรับไว้โดยสามารถทราบได้จาก Thermocouples ที่ต่อกับเตา ปรับอุณหภูมิเพิ่มขึ้นทุก 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งอุณหภูมิที่อ่านได้จาก Thermocouples เป็นไปตามที่กำหนดไว้ ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ จนครบตามระยะเวลาที่ต้องการเผา เริ่มลดอุณหภูมิลงครั้งละ 50 องศาเซลเซียสทุกๆ 15 นาที จนกระทั่งอุณหภูมิของเตามีค่าประมาณ 500 องศาเซลเซียส จึงปิดเครื่อง

3. นำสารตัวอย่างที่เผาเรียบร้อยแล้วมาบดให้ละเอียดให้มีลักษณะเป็นผง

3.2.2 การใช้เครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (Diffractometer) บันทึกการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

1. เครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ ตันก้านิรรังสีเอ็กซ์เป็นทองแดง โดยใช้ตัวกรอง (filter) ทำด้วยนิเกิล เพื่อให้ได้รังสีเอ็กซ์เส้น K_{α} ที่มีความยาวคลื่นเฉลี่ย 1.54707 อังสตรอม ในการทดลองนี้ใช้กระแสหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ที่ 30 มิลลิแอมแปร์ และความต่างศักย์ 35 กิโลโวลต์

2. นำสารตัวอย่างที่เตรียมไว้ในรูปผง บรรจุในภาชนะที่เตรียมไว้สำหรับการทดลอง วางในตำแหน่งวางสารตัวอย่างของเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์

3. เมื่อเครื่องดิฟแฟร็กโตมิเตอร์เริ่มทำงาน จะมีการบันทึกข้อมูลการเลี้ยวเบนโดยการควบคุมจากเครื่องคอมพิวเตอร์

4. การเปลี่ยนแปลงค่ามุมที่ตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับสารตัวอย่างเป็นแบบอัตโนมัติ และมีการบันทึกความเข้มที่มุมต่างๆ โดยบันทึกค่ามุม 2θ ตั้งแต่ 15 องศาจนถึง 73 องศา โดยเว้นช่วงห่างเท่ากับ 0.04 องศา ใช้เวลาในการวัดตำแหน่งละ 1.5 วินาที ข้อมูลที่ได้ถูกบันทึกไว้ในหน่วยความจำของเครื่องคอมพิวเตอร์

3.2.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยวิธีของริทเวลด์

1. นำข้อมูลพื้นฐานที่ค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์เลี้ยวเบนของสารตัวอย่างแต่ละตัวมาปรับค่าพารามิเตอร์ตามวิธีการของ ริทเวลด์ โดยใช้โปรแกรม PCRIET ซึ่งในการปรับค่านั้นใส่ค่าพารามิเตอร์เริ่มต้น (Initial parameter) ของเฟสเตตระโกนอลและโมโนคลีนิกจากผลการทดลองของ ซี เจ ไฮวาร์ด (Howard.2828-2833: 1990) ส่วนแบเรียมเซอร์โคเนต (BaZrO₃) ใ้ค่าจาก file No.6-399 ของ International center for Diffraction Data (JCPDS,ICDO: 1992) ดังแสดงในตาราง 6

ตาราง 6 แสดงพารามิเตอร์เริ่มต้นของโครงสร้างผลึกในการปรับค่าพารามิเตอร์

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal ZrO ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3592 and c=0.5183 nm					
Zr	2a	3/4	1/4	3/4	0.41
O	4d	1/4	1/4	0.4546	0.36
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5144,b=0.5133 and c=0.5347nm β=98.88°					
Zr	4e	0.2734	0.0395	0.2083	0.33
O1	4e	0.0700	0.3317	0.3447	0.55
O2	4e	0.4496	0.7569	0.4792	0.46
BaZrO ₃ ; Pm3m ; a, b and c = 0.4183 nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	3.6
Ba	1a	0	0	0	1.8
O	3c	0	1/2	1/2	6.6

ในการคำนวณ กำหนดให้สารตัวอย่างแต่ละตัว ประกอบด้วย 3 เฟสคือ โมโนคลีนิก เตตระโกนอล และ แบเรียมเซอร์โคเนต สมมติรูปร่างของฟักเป็นแบบ Pseudo Voigt (สมการ 9) และค่าแบคกราวนด์เป็นผลรวมของโพลีโนเมียล 6 เทอม ใช้ค่าพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกเริ่มต้น ที่แสดงในตาราง 6 เริ่มปรับค่า พารามิเตอร์หน่วยเซลล์ (unit cell) สเกลแฟคเตอร์ (scale factor) แบคกราวนด์ (background) และตำแหน่งศูนย์ (zero-point) ของเฟสโมโนคลีนิก หลังจากนั้น ปรับค่า ตำแหน่งอะตอม (atomic coordinate) พารามิเตอร์อุณหภูมิ (thermal-parameter) และ preferred orientation ตามลำดับ การปรับพารามิเตอร์ จะสิ้นสุดลงเมื่อค่าพารามิเตอร์เป็นไปอย่างเหมาะสมโดยค่าพารามิเตอร์เหล่านี้ไม่ เปลี่ยนแปลง โดยพิจารณาความสอดคล้องของข้อมูลจากการคำนวณกับการทดลอง จากค่าความเชื่อถือว่าต่าง ๆ ดังนี้คือ แฟคเตอร์โปรไฟล์ (Profile R_p) Weighted profile (R_{wp}) Bragg (R_b) และ Goodness of fit (GOF) หลังจากนั้นจึง เริ่มปรับค่าพารามิเตอร์ของเฟสเตตระโกนอลและ แบเรียมเซอร์โคเนต ตามลำดับ โดยใช้วิธีเดียวกันกับการปรับค่าของเฟสโมโนคลีนิก การปรับค่าพารามิเตอร์ของ ตัวอย่างตัวใหม่ สามารถใช้ข้อมูลที่ได้จากสารตัวอย่างที่ปรับค่าแล้วมาเป็นค่า พารามิเตอร์เริ่มต้น สำหรับเฟสที่มีสัดส่วนน้อยกว่า 2% ค่าพารามิเตอร์ต่างๆ จะมีความเบี่ยงเบนสูง ซึ่งกรณีนี้อาจกำหนดให้พารามิเตอร์อื่นๆ มีค่าคงที่ แล้ว ปรับค่าสเกลแฟคเตอร์เพียงอย่างเดียว

2. นำผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ของสารตัวอย่างแต่ละตัวมาคำนวณสัดส่วน ของเตตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ต่อโมโนคลีนิก จากสูตร

$$W_p = S_p(ZMV)_p / \sum_i S_i(ZMV)_i$$
 นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟระหว่างสัดส่วนของ BaO กับสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ที่อุณหภูมิและระยะเวลาใน ที่ใช้ในการเผาสารตัวอย่างที่ค่าต่างๆ รวมทั้งเขียนกราฟระหว่างสัดส่วนของ BaO กับปริมาตรของโมโนคลีนิก

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

การวิเคราะห์ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้น พบว่าตัวอย่างทุกตัวประกอบด้วยเฟสที่สำคัญ 3 เฟส คือ ZrO_2 ในเฟสโมโนคลีนิก ZrO_2 ในเฟสเตตระโกนอล และ แบเรียมเซอร์โคเนต (BaZrO_3) ซึ่งมีรูปผลึกเป็นคิวบิก เมื่อคำนวณปริมาณปริมาตรของโครงสร้างผลึกของเฟสทั้งสาม โดยใช้วิธีของริทเวลด์ สามารถปรับความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนให้สอดคล้องกับความเข้มที่ได้จากการทดลอง ซึ่งแสดงให้เห็นได้จากภาพประกอบที่ 15-59 และค่าดัชนีความเชื่อถือ R_B (Bragg- R factor) ของทุกๆเฟสที่มีค่าไม่เกินร้อยละ 6 สำหรับค่าพารามิเตอร์โครงสร้างผลึกของตัวอย่างที่เตรียมขึ้น แสดงไว้ในตารางที่ 7-51

ผลการคำนวณพารามิเตอร์หน่วยเซลล์ พบว่าพารามิเตอร์หน่วยเซลล์ของเฟสโมโนคลีนิก มีขนาดใกล้เคียงกับขนาดของ ZrO_2 บริสุทธิ์ที่รายงานโดย เฮช เค เซคมิท (Schmid, 1987:367-376) แสดงให้เห็นว่า Ba ไม่ได้เข้าไปแทนที่ Zr ในโครงสร้างโมโนคลีนิก ข้อสมมติฐานนี้ได้รับการสนับสนุนจากกราฟในภาพประกอบที่ 72-74 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปริมาตรของหน่วยเซลล์ของเฟสโมโนคลีนิกเปลี่ยนแปลงไปอย่างไม่มีนัยสำคัญเมื่อเติม BaO ในปริมาณต่างๆ กัน ในทางกลับกันปริมาตรหน่วยเซลล์ของเตตระโกนอลในสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมีขนาดใหญ่กว่าขนาดของ Mg-PSZ เล็กน้อย (Howard, 1990:2853) ซึ่งสอดคล้องกับความเป็นจริงที่ว่า Ba มีขนาดอะตอมใหญ่กว่า Mg

ผลการคำนวณสัดส่วนของเตตระโกนอลและ แบเรียมเซอร์โคเนต พบว่าปริมาณทั้งสองเฟสนี้เพิ่มขึ้นตามปริมาณของ Ba ที่เติมลงไป โดยไม่ขึ้นกับเวลาและอุณหภูมิ (ภาพประกอบ 60-71) เตตระโกนอลมีค่าความเปื่อยเบนสูงเมื่อเทียบกับแบเรียมเซอร์โคเนต

ปริมาณของเตตระโกนอลที่เกิดขึ้นน้อยมากโดยมีค่าน้อยกว่า 1.6 % ในขณะที่ปริมาณของแบเรียมเรอริโคเนตเพิ่มขึ้นประมาณ 25% ที่ BaO 10 mol% (ตาราง 53-61) ซึ่งปริมาณของเตตระโกนอลที่เกิดขึ้นน้อยมากเมื่อเทียบกับ Mg-PSZ ซึ่งเติม Mg ในสัดส่วนที่ใกล้เคียงกัน

ผลการปรับค่าพารามิเตอร์ของสารตัวอย่างแต่ละตัว แสดงค่าพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกในเฟสต่างๆ ได้ดังตาราง 7-51 และแสดงพล็อตเปรียบเทียบความเข้มข้นลิเทียมเบนจากการทดลองและการคำนวณ จากภาพประกอบ 15-59



1. สารตัวอย่าง $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 1.1 $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 7 และภาพประกอบ 15 (หน้า 87)

ตาราง 7 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1200 °C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3615(18)$ and $c=0.5162(39) \text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.3(1)
O	4d	1/4	1/4	0.91(23)	2.2(3)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5145(1)$, $b=0.5203(1)$ and $c=0.5313(1) \text{ nm}$ $\beta=99.224(4)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.3(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	2.2(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	2.2(3)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4183(1) \text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	3.3(15)
Ba	1a	0	0	0	1.5(13)
O	3c	0	1/2	1/2	2.2(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 11.32 \%$	$R_{wp} = 15.36 \%$	$\text{GOF} = 1.25 \%$
$R_{BM} = 2.82 \%$	$R_{BT} = 2.33 \%$	$R_{BC} = 1.15 \%$

1.2 (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 8 และภาพประกอบ 16 (หน้า 87)

ตาราง 8 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลินิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3634(7) and c=0.5096(14) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.4(1)
O	4d	1/4	1/4	0.71(14)	1.9(3)
Monoclinic ZrO ₂ ;P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5203(1) and c=0.5312(1) nm β=99.230(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.39(1)	0.20(1)	2.4(1)
O1	4e	0.07(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.9(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.46(1)	1.9(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c =0.4186(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.7(8)
Ba	1a	0	0	0	2.7(8)
O	3c	0	1/2	1/2	1.9(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.29 %	R _{wp} = 15.00 %	GOF = 1.57 %
R _{BM} = 2.63 %	R _{BT} = 2.54 %	R _{BC} = 2.02 %

1.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 9 และภาพประกอบ 17 (หน้า 87)

ตาราง 9 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3653(3) and c=0.5117(6) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.3(1)
O	4d	1/4	1/4	0.24(10)	2.7(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5147(1),b=0.5205(1) and c=0.5314(1) nm β=99.220(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.3(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	2.7(3)
O2	4e	0.44(1)	0.75(1)	0.47(1)	2.7(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c =0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.8(5)
Ba	1a	0	0	0	2.6(4)
O	3c	0	1/2	1/2	2.7(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.41 %	R _{wp} = 14.79 %	GOF = 1.58 %
R _{BM} = 2.86 %	R _{BT} = 3.34 %	R _{BC} = 2.44 %

1.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 10 และภาพประกอบ 18 (หน้า 88)

ตาราง 10 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3630(5)$ and $c=0.5096(15)\text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.4(1)
O	4d	1/4	1/4	0.33(10)	2.1(4)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5143(1)$, $b=0.5204(1)$ and $c=0.5310(1)\text{ nm}$ $\beta=99.209(5)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.4(1)
O1	4e	0.05(1)	0.34(1)	0.33(1)	2.1(4)
O2	4e	0.46(1)	0.76(1)	0.47(1)	2.1(4)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4187(1)\text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.5(4)
Ba	1a	0	0	0	2.0(4)
O	3c	0	1/2	1/2	2.1(4)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 11.11\%$	$R_{wp} = 14.77\%$	$\text{GOF} = 1.42\%$
$R_{BM} = 5.42\%$	$R_{BT} = 2.43\%$	$R_{BC} = 1.08\%$

1.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 11 และภาพประกอบ 19 (หน้า 88)

ตาราง 11 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3655(4) and c=0.5125(11) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(2)
O	4d	1/4	1/4	0.35(13)	2.8(4)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5150(1),b=0.5205(1)and c=0.5319(1)nm β=99.229(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.2(2)
O1	4e	0.05(1)	0.32(1)	0.34(1)	2.8(4)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.48(1)	2.8(4)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c =0.4190(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.3(4)
Ba	1a	0	0	0	2.6(4)
O	3c	0	1/2	1/2	2.8(4)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.73 %	R _{wp} = 15.87 %	GOF = 1.30 %
R _{BM} = 3.27 %	R _{BT} = 4.68 %	R _{BC} = 1.88 %

2. สารตัวอย่าง $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 2.1 $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 12 และภาพประกอบ 20 (หน้า 88)

ตาราง 12 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1300 °C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3636(18)$ and $c=0.5030(45) \text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.7(1)
O	4d	1/4	1/4	0.91(23)	1.6(3)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5145(1), b=0.5201(1)$ and $c=0.5312(1) \text{ nm}$ $\beta=99.219(4)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	1.7(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.6(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	1.6(3)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4183(1) \text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.7(4)
Ba	1a	0	0	0	2.6(3)
O	3c	0	1/2	1/2	1.6(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 11.93 \%$	$R_{wp} = 16.73 \%$	GOF = 1.35 %
$R_{BM} = 3.01\%$	$R_{BT} = 1.45 \%$	$R_{BC} = 2.64 \%$

2.2 (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 13 และภาพประกอบ 21 (หน้า 89)

ตาราง 13 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3652(4) and c=0.5120(10) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.9(1)
O	4d	1/4	1/4	0.71(15)	1.4(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5204(1) and c=0.5315(1) nm β=99.241(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	1.9(1)
O1	4e	0.07(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.4(3)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.46(1)	1.4(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c =0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.7(8)
Ba	1a	0	0	0	2.5(7)
O	3c	0	1/2	1/2	1.4(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.66 %	R _{wp} = 15.38 %	GOF = 1.61 %
R _{BM} = 3.26%	R _{BT} = 5.21 %	R _{BC} = 1.50 %

2.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 14 และภาพประกอบ 22 (หน้า 89)

ตาราง 14 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300°C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3653(8) and c=0.5126(16) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.9(1)
O	4d	1/4	1/4	0.37(30)	1.7(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5204(1) and c=0.5315(1)nm β=99.223(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.9(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.7(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	1.7(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4189(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.3(5)
Ba	1a	0	0	0	2.8(4)
O	3c	0	1/2	1/2	1.7(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.16 %	R _{wp} = 14.80 %	GOF = 1.48 %
R _{BM} = 5.62 %	R _{BT} = 4.19 %	R _{BC} = 0.78 %

2.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 15 และภาพประกอบ 23 (หน้า 89)

ตาราง 15 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3725(6) and c=0.5103(15) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.7(1)
O	4d	1/4	1/4	0.18(11)	2.5(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5204(1)and c=0.5315(1)nm β=99.227(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.03(1)	0.20(1)	2.7(1)
O1	4e	0.06(1)	0.31(1)	0.35(1)	2.5(3)
O2	4e	0.46(1)	0.76(1)	0.46(1)	2.5(3)
Cubic BaZrO_3 ; Pm3m ; a = b = c = 0.4190(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.3(5)
Ba	1a	0	0	0	3.0(3)
O	3c	0	1/2	1/2	2.5(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 10.65 \%$	$R_{wp} = 14.13 \%$	GOF = 1.45 %
$R_{BM} = 2.57 \%$	$R_{BT} = 5.57 \%$	$R_{BC} = 1.24 \%$

2.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 16 และภาพประกอบ 24 (หน้า 90)

ตาราง 16 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เซตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3661(3) and c=0.5102(8) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.4(2)
O	4d	1/4	1/4	0.80(5)	1.6(4)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5149(1),b=0.5205(1)and c=0.5316(1) nm β=99.230(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.4(2)
O1	4e	0.05(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.6(4)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.48(1)	1.6(4)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4190(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.9(4)
Ba	1a	0	0	0	3.4(4)
O	3c	0	1/2	1/2	1.6(4)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.97 %	R _{wp} = 16.05 %	GOF = 1.39 %
R _{BM} = 3.17 %	R _{BT} = 4.88 %	R _{BC} = 1.12 %

3. สารตัวอย่าง $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.1 $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 17 และภาพประกอบ 25 (หน้า 90)

ตาราง 17 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3648(13)$ and $c=0.5160(41) \text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.9(1)
O	4d	1/4	1/4	0.49(84)	2.0(3)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5147(1)$, $b=0.5204(1)$ and $c=0.5314(1) \text{ nm}$ $\beta=99.222(4)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.9(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	2.0(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.46(1)	2.0(3)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4184(1) \text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.8(17)
Ba	1a	0	0	0	3.1(16)
O	3c	0	1/2	1/2	2.0(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$$R_p = 10.51 \%$$

$$R_{wp} = 14.54 \%$$

$$\text{GOF} = 1.45 \%$$

$$R_{BM} = 1.91 \%$$

$$R_{BT} = 4.12 \%$$

$$R_{BC} = 1.98 \%$$

3.2 $(\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 18 และภาพประกอบ 26 (หน้า 90)

ตาราง 18 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบบเรียบมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04})\text{O}_2$ เมา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04}\text{O}_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3635(6) and c=0.5170(10) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.3(1)
O	4d	1/4	1/4	0.27(13)	1.6(2)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5147(1),b=0.5201(1) and c=0.5315(1) nm β=99.222(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.03(1)	0.21(1)	2.3(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.6(2)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.47(1)	1.6(2)
Cubic BaZrO_3 ; Pm3m ; a = b = c = 0.4187(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.2(3)
Ba	1a	0	0	0	2.3(3)
O	3c	0	1/2	1/2	1.6(2)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 8.75 \%$	$R_{wp} = 12.21 \%$	$GOF = 1.97 \%$
$R_{BM} = 2.69 \%$	$R_{BT} = 3.03 \%$	$R_{BC} = 1.55 \%$

3.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 19 และภาพประกอบ 27 (หน้า 91)

ตาราง 19 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3516(3) and c=0.5120(7) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.1(1)
O	4d	1/4	1/4	0.36(12)	1.6(2)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5147(1),b=0.5205(1) and c=0.5311(1) nm β=99.229(3)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.1(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.33(1)	1.6(2)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	1.6(2)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4190(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.2(4)
Ba	1a	0	0	0	3.3(4)
O	3c	0	1/2	1/2	1.6(2)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 9.21 %	R _{wp} = 12.32 %	GOF = 2.02 %
R _{BM} = 3.83 %	R _{BT} = 2.62 %	R _{BC} = 3.04 %

3.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 20 และภาพประกอบ 28 (หน้า 91)

ตาราง 20 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลินิก เทตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แก๊ว อุณหภูมิ 1350°C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3629(4)$ and $c=0.5276(12) \text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.1(1)
O	4d	1/4	1/4	0.70(10)	1.5(2)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5147(1)$, $b=0.5201(1)$ and $c=0.5315(1) \text{ nm}$ $\beta=99.228(4)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.1(4)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.35(1)	1.5(2)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.48(1)	1.5(2)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4187(1) \text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.9(3)
Ba	1a	0	0	0	2.2(3)
O	3c	0	1/2	1/2	1.5(2)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 8.63 \%$	$R_{wp} = 12.11 \%$	GOF = 1.76 %
$R_{BM} = 3.15 \%$	$R_{BT} = 2.17 \%$	$R_{BC} = 1.29 \%$

3.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 21 และภาพประกอบ 29 (หน้า 91)

ตาราง 21 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 2 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3719(4) and c=0.5112(10) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(1)
O	4d	1/4	1/4	0.25(10)	1.2(2)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5201(1)and c=0.5315(1)nm β=99.232(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.2(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.2(2)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.47(1)	1.2(2)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4187(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.8(2)
Ba	1a	0	0	0	2.4(2)
O	3c	0	1/2	1/2	1.2(2)

สามารถแสดงความเชื่อถือได้คือ

R _p = 8.54 %	R _{wp} = 11.81 %	GOF = 1.65 %
R _{BM} = 3.37 %	R _{BT} = 3.89 %	R _{BC} = 2.05 %

4. สารตัวอย่าง $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แสดงผลไว้ในตารางต่อไปนี้

4.1 $(Zr_{0.98}Ba_{0.02})O_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 22 และภาพประกอบ 30 (หน้า 92)

ตาราง 22 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(Zr_{0.98}Ba_{0.02})O_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3540(4) and c=0.5177(13) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.6(1)
O	4d	1/4	1/4	0.40(13)	1.6(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5143(1),b=0.5208(1)and c=0.5310(1) nm β=99.207(3)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.6(1)
O1	4e	0.07(1)	0.34(1)	0.35(1)	1.6(3)
O2	4e	0.45(1)	0.77(1)	0.45(1)	1.6(3)
Cubic $BaZrO_3$; Pm3m ; a = b = c = 0.4185(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.0(1)
Ba	1a	0	0	0	4.2(21)
O	3c	0	1/2	1/2	1.6(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 13.45 \%$	$R_{wp} = 16.88 \%$	GOF = 1.99 %
$R_{BM} = 6.22 \%$	$R_{BT} = 6.86 \%$	$R_{BC} = 3.93 \%$

4.2 (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 23 และภาพประกอบ 31 (หน้า 92)

ตาราง 23 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3629(6) and c=0.5066(15) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.1(1)
O	4d	1/4	1/4	0.12(10)	1.8(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5205(1)and c=0.5315(1) nm β=99.223(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.1(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.8(3)
O2	4e	0.46(1)	0.75(1)	0.47(1)	1.8(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.3(8)
Ba	1a	0	0	0	2.4(8)
O	3c	0	1/2	1/2	1.8(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 10.05 %	R _{wp} = 13.52 %	GOF = 1.27 %
R _{BM} = 2.48 %	R _{BT} = 2.24 %	R _{BC} = 1.26 %

4.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 24 และภาพประกอบ 32 (หน้า 92)

ตาราง 24 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3643(8) and c=0.5121(11) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.9(1)
O	4d	1/4	1/4	0.66(28)	1.2(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5203(1) and c=0.5313(1) nm β=99.227(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.9(1)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.35(1)	1.2(3)
O2	4e	0.47(1)	0.76(1)	0.48(1)	1.2(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4187(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.4(8)
Ba	1a	0	0	0	3.1(8)
O	3c	0	1/2	1/2	1.2(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.94 %	R _{wp} = 15.80 %	GOF = 1.74 %
R _{BM} = 5.31 %	R _{BT} = 7.98 %	R _{BC} = 3.02 %

4.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 25 และภาพประกอบ 33 (หน้า 93)

ตาราง 25 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลินิก เทตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบบเวียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ เมา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3630(5)$ and $c=0.5108(17)$ nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.4(1)
O	4d	1/4	1/4	0.40(14)	2.0(4)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5143(1)$, $b=0.5204(1)$ and $c=0.5310(1)$ nm $\beta=99.210(4)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	1.4(1)
O1	4e	0.05(1)	0.31(1)	0.34(1)	2.0(4)
O2	4e	0.44(1)	0.76(1)	0.48(1)	2.0(4)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4187(1)$ nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.5(4)
Ba	1a	0	0	0	1.9(4)
O	3c	0	1/2	1/2	2.0(4)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 11.15 \%$	$R_{wp} = 14.98 \%$	GOF = 1.43 %
$R_{BM} = 5.48 \%$	$R_{BT} = 2.41 \%$	$R_{BC} = 1.37 \%$

4.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 26 และภาพประกอบ 34 (หน้า 93)

ตาราง 26 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3652(3) and c=0.5115(6) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(2)
O	4d	1/4	1/4	0.41(11)	4.5(7)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5204(1)and c=0.5314(1)nm β=99.228(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.2(2)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	4.5(7)
O2	4e	0.46(1)	0.77(1)	0.48(1)	4.5(7)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.0(4)
Ba	1a	0	0	0	2.7(4)
O	3c	0	1/2	1/2	4.5(7)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 12.54 %	R _{wp} = 16.87 %	GOF = 1.36 %
R _{BM} = 4.68 %	R _{BT} = 5.81 %	R _{BC} = 1.03 %

5. สารตัวอย่าง $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

5.1 $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 27 และภาพประกอบ 35 (หน้า 93)

ตาราง 27 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3553(13) and c=0.5082(37) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.7(1)
O	4d	1/4	1/4	0.34(12)	2.2(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5203(1) and c=0.5314(1) nm β=99.222(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	1.7(1)
O1	4e	0.07(1)	0.34(1)	0.34(1)	2.2(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	2.2(3)
Cubic BaZrO_3 ; Pm3m ; a = b = c = 0.4184(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.1(17)
Ba	1a	0	0	0	2.5(15)
O	3c	0	1/2	1/2	2.2(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 11.09 \%$	$R_{wp} = 15.05 \%$	GOF = 1.57 %
$R_{BM} = 4.25 \%$	$R_{BT} = 4.72 \%$	$R_{BC} = 2.97 \%$

5.2 (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 28 และภาพประกอบ 36 (หน้า 94)

ตาราง 28 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลินิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ เมื่อนำอุณหภูมิ 1300 °C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3616(5) and c=0.5162(10) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.1(1)
O	4d	1/4	1/4	0.17(11)	1.1(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5147(1),b=0.5204(1) and c=0.5316(1)nm β=99.229(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.1(1)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.35(1)	1.1(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.48(1)	1.1(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4180(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.9(11)
Ba	1a	0	0	0	1.0(9)
O	3c	0	1/2	1/2	1.1(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.37 %	R _{wp} = 14.48 %	GOF = 1.51 %
R _{BM} = 5.34 %	R _{BT} = 3.93 %	R _{BC} = 4.29 %

5.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 29 และภาพประกอบ 37 (หน้า 94)

ตาราง 29 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3631(5) and c=0.5109(16)nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.8(1)
O	4d	1/4	1/4	0.40(12)	1.0(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5204(1) and c=0.5314(1)nm β=99.221(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	1.8(1)
O1	4e	0.05(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.0(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.48(1)	1.0(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4187(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.2(7)
Ba	1a	0	0	0	1.5(7)
O	3c	0	1/2	1/2	1.0(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 12.15 %	R _{wp} = 16.37 %	GOF = 1.75 %
R _{BM} = 4.39 %	R _{BT} = 2.96 %	R _{BC} = 3.53 %

5.4 (Zr_{0.92}Ba_{0.08})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 30 และภาพประกอบ 38 (หน้า 94)

ตาราง 30 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.92}Ba_{0.08})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.92} Ba _{0.08} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3637(4) and c=0.5168(9) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.7(1)
O	4d	1/4	1/4	0.32(6)	2.3(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5203(1)and c=0.5314(1) nm β=99.231(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.7(1)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.34(1)	2.3(3)
O2	4e	0.44(1)	0.76(1)	0.48(1)	2.3(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.6(4)
Ba	1a	0	0	0	2.9(4)
O	3c	0	1/2	1/2	2.3(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.13 %	R _{wp} = 14.48 %	GOF = 1.45 %
R _{BM} = 3.16 %	R _{BT} = 4.46 %	R _{BC} = 1.63 %

5.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 31 และภาพประกอบ 39 (หน้า 95)

ตาราง 31 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3637(6) and c=0.5078(18) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.7(2)
O	4d	1/4	1/4	0.47(12)	1.6(4)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5202(1)and c=0.5313(1)nmβ=99.228(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	1.7(2)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.35(1)	1.6(4)
O2	4e	0.46(1)	0.77(1)	0.46(1)	1.6(4)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.0(4)
Ba	1a	0	0	0	2.4(4)
O	3c	0	1/2	1/2	1.6(4)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.51 %	R _{wp} = 16.16 %	GOF = 1.33 %
R _{BM} = 4.05 %	R _{BT} = 2.25 %	R _{BC} = 2.32 %

6. สารตัวอย่าง $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

6.1 $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 32 และภาพประกอบ 40 (หน้า 95)

ตาราง 32 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3550(4) and c=0.5462(8) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.9(1)
O	4d	1/4	1/4	0.64(14)	2.0(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5147(1),b=0.5204(1) and c=0.5314(1) nm β=99.222(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.9(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	2.0(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.46(1)	2.0(3)
Cubic BaZrO_3 ; Pm3m ; a = b = c = 0.4184(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.6(10)
Ba	1a	0	0	0	2.1(14)
O	3c	0	1/2	1/2	2.0(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 10.45 \%$	$R_{wp} = 14.45 \%$	GOF = 1.43 %
$R_{BM} = 1.91 \%$	$R_{BT} = 5.20 \%$	$R_{BC} = 2.26 \%$

6.2 (Zr_{0.98}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 33 และภาพประกอบ 41. (หน้า 95)

ตาราง 33 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบบเรียบเซอร์โคเนีย (Zr_{0.98}Ba_{0.04})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3611(23) and c=0.5288(64) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.1(1)
O	4d	1/4	1/4	0.49(29)	2.0(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5204(1) and c=0.5315(1) nm β=99.226(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.1(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	2.0(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.46(1)	2.0(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4186(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.1(7)
Ba	1a	0	0	0	2.9(7)
O	3c	0	1/2	1/2	2.0(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 10.52 %	R _{wp} = 14.33 %	GOF = 1.41 %
R _{BM} = 2.58 %	R _{BT} = 5.65 %	R _{BC} = 2.23 %

6.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 34 และภาพประกอบ 42 (หน้า 96)

ตาราง 34 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบบเรียบเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3573(4) and c=0.5394(15) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.4(1)
O	4d	1/4	1/4	0.48(21)	1.0(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5149(1),b=0.5204(1) and c=0.5317(1) nm β=99.228(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.4(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.0(3)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.48(1)	1.0(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.1(6)
Ba	1a	0	0	0	2.1(6)
O	3c	0	1/2	1/2	1.0(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.31 %	R _{wp} = 15.09 %	GOF = 1.37 %
R _{BM} = 2.07 %	R _{BT} = 2.19 %	R _{BC} = 1.33 %

6.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 35 และภาพประกอบ 43 (หน้า 96)

ตาราง 35 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1350°C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3619(4)$ and $c=0.5230(12)\text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.5(1)
O	4d	1/4	1/4	0.37(10)	1.1(3)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5147(1)$, $b=0.5205(1)$ and $c=0.5316(1)\text{ nm}$ $\beta=99.220(4)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.5(1)
O1	4e	0.05(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.1(3)
O2	4e	0.47(1)	0.75(1)	0.48(1)	1.1(3)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4189(1)\text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.6(4)
Ba	1a	0	0	0	3.2(4)
O	3c	0	1/2	1/2	1.1(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 11.31\%$	$R_{wp} = 14.72\%$	$\text{GOF} = 1.49\%$
$R_{BM} = 3.59\%$	$R_{BT} = 4.90\%$	$R_{BC} = 2.75\%$

6.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 36 และภาพประกอบ 44 (หน้า 96)

ตาราง 36 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 4 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3596(8) and c=0.5135(18) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.8(2)
O	4d	1/4	1/4	0.37(20)	2.6(4)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5202(1)and c=0.5313(1)nm β=99.228(6)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.8(2)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	2.6(4)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.47(1)	2.6(4)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4187(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.6(4)
Ba	1a	0	0	0	2.4(3)
O	3c	0	1/2	1/2	2.6(4)

สามารถแสดงความเชื่อถือได้คือ

R _p = 12.38 %	R _{wp} = 16.09 %	GOF = 1.26 %
R _{BM} = 4.98 %	R _{BT} = 2.61 %	R _{BC} = 1.10 %

7. สารตัวอย่าง $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แสดงผลไว้ในตารางต่อไปนี้

7.1 $(Zr_{0.98}Ba_{0.02})O_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 37 และภาพประกอบ 45 (หน้า 97)

ตาราง 37 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(Zr_{0.98}Ba_{0.02})O_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3735(8) and c=0.4672(17) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.3(1)
O	4d	1/4	1/4	0.60(10)	1.7(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5203(1)and c=0.5313(1) nm β=99.226(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.3(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.7(3)
O2	4e	0.45(1)	0.77(1)	0.47(1)	1.7(3)
Cubic $BaZrO_3$; Pm3m ; a = b = c = 0.4183(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	3.7(13)
Ba	1a	0	0	0	1.9(1)
O	3c	0	1/2	1/2	1.7(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R_p = 11.36 %	R_{wp} = 15.52 %	GOF = 1.25 %
R_{BM} = 2.92 %	R_{BT} = 3.23 %	R_{BC} = 1.36 %

7.2 (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 38 และภาพประกอบ 46 (หน้า 97)

ตาราง 38 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบบเรียบมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1200° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3650(9) and c=0.5123(19) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(1)
O	4d	1/4	1/4	0.76(22)	1.1(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5204(1)and c=0.5316(1) nm β=99.219(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.2(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.35(1)	1.1(3)
O2	4e	0.45(1)	0.75(1)	0.48(1)	1.1(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4186(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.3(10)
Ba	1a	0	0	0	5.5(11)
O	3c	0	1/2	1/2	1.1(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 10.65 %	R _{wp} = 14.44 %	GOF = 1.49 %
R _{BM} = 3.03 %	R _{BT} = 3.11 %	R _{BC} = 1.98 %

7.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 39 และภาพประกอบ 47 (หน้า 97)

ตาราง 39 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลินิก เดตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบบเรียบมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1200 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3655(6) and c=0.5106(10) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(1)
O	4d	1/4	1/4	0.72(13)	1.9(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5201(1) and c=0.5314(1) nm β=99.229(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.2(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.9(3)
O2	4e	0.44(1)	0.70(1)	0.47(1)	1.9(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4186(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.7(7)
Ba	1a	0	0	0	3.1(7)
O	3c	0	1/2	1/2	1.9(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.33 %	R _{wp} = 14.96 %	GOF = 1.51 %
R _{BM} = 3.42 %	R _{BT} = 4.14 %	R _{8C} = 1.18 %

7.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 40 และภาพประกอบ 48 (หน้า 98)

ตาราง 40 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบบเรียบมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1200°C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	$B(10^{-2}\text{ nm}^2)$
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3700(9)$ and $c=0.4722(16)$ nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.6(1)
O	4d	1/4	1/4	0.50(16)	2.1(3)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5150(1)$, $b=0.5207(1)$ and $c=0.5316(1)$ nm $\beta=99.214(5)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.6(1)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.33(1)	2.1(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.45(1)	2.1(3)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4191(1)$ nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.8(4)
Ba	1a	0	0	0	2.6(3)
O	3c	0	1/2	1/2	2.1(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 12.17\%$	$R_{wp} = 15.95\%$	$\text{GOF} = 1.34\%$
$R_{BM} = 3.74\%$	$R_{BT} = 5.83\%$	$R_{BC} = 0.95\%$

7.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 41 และภาพประกอบ 49 (หน้า 98)

ตาราง 41 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1200 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3630(5) and c=0.5171(9) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(2)
O	4d	1/4	1/4	0.68(17)	1.8(4)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5204(1)and c=0.5314(1)nm β=99.223(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.2(2)
O1	4e	0.08(1)	0.33(1)	0.35(1)	1.8(4)
O2	4e	0.45(1)	0.77(1)	0.47(1)	1.8(4)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.8(4)
Ba	1a	0	0	0	1.9(3)
O	3c	0	1/2	1/2	1.8(4)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 11.66 %	R _{wp} = 16.04 %	GOF = 1.29 %
R _{BM} = 3.91 %	R _{BT} = 3.59 %	R _{BC} = 1.17 %

8. สารตัวอย่าง $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

8.1 $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 42 และภาพประกอบ 50 (หน้า 98)

ตาราง 42 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลินิค เตตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1300 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3861(6) and c=0.4666(13) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(1)
O	4d	1/4	1/4	0.33(14)	2.1(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5147(1),b=0.5204(1) and c=0.5315(1)nm β=99.227(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.2(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.33(1)	2.1(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.46(1)	2.1(3)
Cubic BaZrO_3 ; Pm3m ; a = b = c = 0.4184(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.5(14)
Ba	1a	0	0	0	2.4(13)
O	3c	0	1/2	1/2	2.1(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 10.87 \%$	$R_{wp} = 14.55 \%$	GOF = 1.47 %
$R_{BM} = 2.67 \%$	$R_{BT} = 5.35 \%$	$R_{BC} = 1.49 \%$

8.2 $(\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 43 และภาพประกอบ 51 (หน้า 99)

ตาราง 43 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1300°C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3650(4)$ and $c=0.5467(10)\text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.3(1)
O	4d	1/4	1/4	0.82(33)	1.2(2)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5144(1)$, $b=0.5202(1)$ and $c=0.5313(1)\text{ nm}$ $\beta=99.224(3)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.3(1)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.2(2)
O2	4e	0.45(1)	0.77(1)	0.47(1)	1.2(2)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4184(1)\text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.1(8)
Ba	1a	0	0	0	4.1(9)
O	3c	0	1/2	1/2	1.2(2)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 12.52\%$	$R_{wp} = 16.95\%$	$\text{GOF} = 1.31\%$
$R_{BM} = 2.97\%$	$R_{BT} = 8.32\%$	$R_{BC} = 2.13\%$

8.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 44 และภาพประกอบ 52 (หน้า 99)

ตาราง 44 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบบเรียบมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3650(6) and c=0.5482(16) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.8(1)
O	4d	1/4	1/4	0.82(17)	1.9(2)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5202(1) and c=0.5314(1)nm β=99.229(3)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.8(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.9(2)
O2	4e	0.44(1)	0.76(1)	0.46(1)	1.9(2)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4186(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.9(5)
Ba	1a	0	0	0	3.6(5)
O	3c	0	1/2	1/2	1.9(2)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 12.63 %	R _{wp} = 16.97 %	GOF = 1.26 %
R _{BM} = 4.41 %	R _{BT} = 6.76 %	R _{BC} = 0.78 %

8.4 (Zr_{0.92}Ba_{0.08})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 45 และภาพประกอบ 53 (หน้า 99)

ตาราง 45 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.92}Ba_{0.08})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1300° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.92} Ba _{0.08} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3654(8) and c=0.5126(12) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	1.7(1)
O	4d	1/4	1/4	0.35(10)	1.1(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5205(1)and c=0.5316(1)nm β=99.224(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	1.7(1)
O1	4e	0.05(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.1(3)
O2	4e	0.44(1)	0.76(1)	0.47(1)	1.1(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4188(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.7(1)
Ba	1a	0	0	0	2.4(6)
O	3c	0	1/2	1/2	1.1(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 13.01 %	R _{wp} = 17.11 %	GOF = 1.39 %
R _{BM} = 3.82 %	R _{BT} = 5.14 %	R _{BC} = 1.17 %

8.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 46 และภาพประกอบ 54 (หน้า 100)

ตาราง 46 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1300 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3728(8) and c=0.5115(14) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.3(1)
O	4d	1/4	1/4	0.77(17)	2.0(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5145(1),b=0.5201(1)and c=0.5313(1)nm β=99.226(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.3(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.35(1)	2.0(3)
O2	4e	0.45(1)	0.77(1)	0.47(1)	2.0(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4187(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.2(3)
Ba	1a	0	0	0	2.6(2)
O	3c	0	1/2	1/2	2.0(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 12.33 %	R _{wp} = 16.65 %	GOF = 1.17 %
R _{BM} = 2.41 %	R _{BT} = 2.72 %	R _{BC} = 0.94 %

9. สารตัวอย่าง $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

9.1 $(Zr_{0.98}Ba_{0.02})O_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 47 และภาพประกอบ 55 (หน้า 100)

ตาราง 47 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ $BaZrO_3$ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(Zr_{0.98}Ba_{0.02})O_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1350° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$; P4 ₂ /nmc; a=0.3569(8) and c=0.5100(20) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.1(1)
O	4d	1/4	1/4	0.79(17)	1.9(3)
Monoclinic ZrO_2 ; P2 ₁ /c; a=0.5146(1),b=0.5204(1) and c=0.5314(1) nm β=99.220(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.03(1)	0.20(1)	2.1(1)
O1	4e	0.06(1)	0.33(1)	0.33(1)	1.9(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	1.9(3)
Cubic $BaZrO_3$; Pm3m ; a = b = c = 0.4183(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	2.2(6)
Ba	1a	0	0	0	5.3(18)
O	3c	0	1/2	1/2	1.9(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R_p = 12.21 %	R_{wp} = 16.85 %	GOF = 1.49 %
R_{BM} = 2.66 %	R_{BT} = 2.71 %	R_{BC} = 2.50 %

9.2 (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 48 และภาพประกอบ 56 (หน้า 100)

ตาราง 48 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เทตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบบเรียบมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.96}Ba_{0.04})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1350 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.96} Ba _{0.04} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3653(8) and c=0.5463(23) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(1)
O	4d	1/4	1/4	0.88(15)	1.2(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c ; a=0.5146(1),b=0.5203(1) and c=0.5315(1) nm β=99.235(4)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.2(1)
O1	4e	0.05(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.2(3)
O2	4e	0.47(1)	0.75(1)	0.47(1)	1.2(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4185(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	0.8(7)
Ba	1a	0	0	0	4.9(8)
O	3c	0	1/2	1/2	1.2(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 12.60 %	R _{wp} = 16.91 %	GOF = 1.43 %
R _{BM} = 3.25 %	R _{BT} = 8.92 %	R _{BC} = 1.89 %

9.3 (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ได้ในตาราง 49 และภาพประกอบ 57 (หน้า 101)

ตาราง 49 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เซตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.94}Ba_{0.06})O₂ เมา ณ อุณหภูมิ 1350 ° C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.94} Ba _{0.06} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3670(5) and c=0.5100(10) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	6.2(3)
O	4d	1/4	1/4	0.35(15)	4.9(6)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c ; a=0.5150(1),b=0.5210(1)and c=0.5320(10)nm β=99.216(6)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	6.2(3)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.35(1)	4.9(6)
O2	4e	0.46(1)	0.76(1)	0.46(1)	4.9(6)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4190(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	4.5(10)
Ba	1a	0	0	0	4.5(9)
O	3c	0	1/2	1/2	4.9(6)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

R _p = 18.67 %	R _{wp} = 24.92 %	GOF = 1.99 %
R _{BM} = 4.56 %	R _{BT} = 6.65 %	R _{BC} = 4.41 %

9.4 $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 50 และภาพประกอบ 58 (หน้า 101)

ตาราง 50 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เดตระโกนอลและ BaZrO_3 ของแบเรียมเซอร์โคเนีย $(\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08})\text{O}_2$ เผา ณ อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชม.

Atom	Site	x	y	z	B(10^{-2} nm^2)
Tetragonal $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$; $\text{P4}_2/\text{nmc}$; $a=0.3662(8)$ and $c=0.5072(18)\text{ nm}$					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.0(1)
O	4d	1/4	1/4	0.99(12)	1.7(3)
Monoclinic ZrO_2 ; $\text{P2}_1/\text{c}$; $a=0.5148(1), b=0.5201(1)$ and $c=0.5316(1)\text{ nm}$ $\beta=99.238(5)^\circ$					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.21(1)	2.0(1)
O1	4e	0.07(1)	0.33(1)	0.34(1)	1.7(3)
O2	4e	0.44(1)	0.76(1)	0.48(1)	1.7(3)
Cubic BaZrO_3 ; $\text{Pm}3\text{m}$; $a = b = c = 0.4186(1)\text{ nm}$					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.5(5)
Ba	1a	0	0	0	2.4(5)
O	3c	0	1/2	1/2	1.7(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อถือได้คือ

$R_p = 10.46\%$	$R_{wp} = 14.32\%$	GOF = 1.36 %
$R_{BM} = 2.21\%$	$R_{BT} = 3.76\%$	$R_{BC} = 1.37\%$

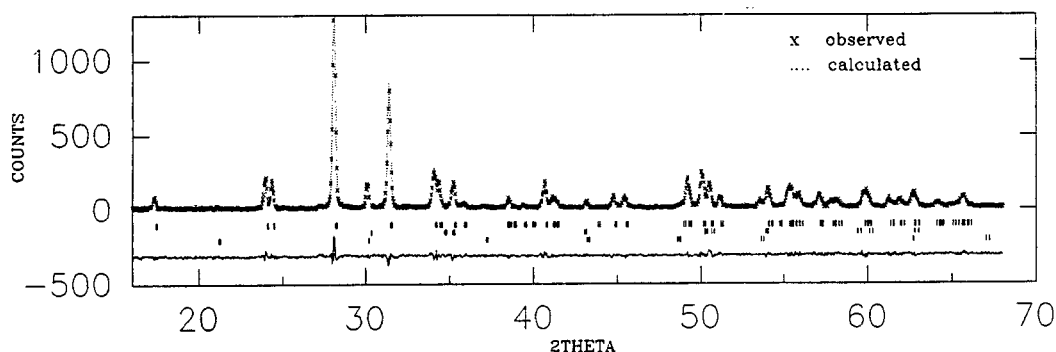
9.5 (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ แสดงผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์ไว้ในตาราง 51 และภาพประกอบ 59 (หน้า 101)

ตาราง 51 แสดงพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกของเฟสโมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ BaZrO₃ ของแบเรียมเซอร์โคเนีย (Zr_{0.90}Ba_{0.10})O₂ เผา ณ อุณหภูมิ 1350 ° C เวลา 6 ชม.

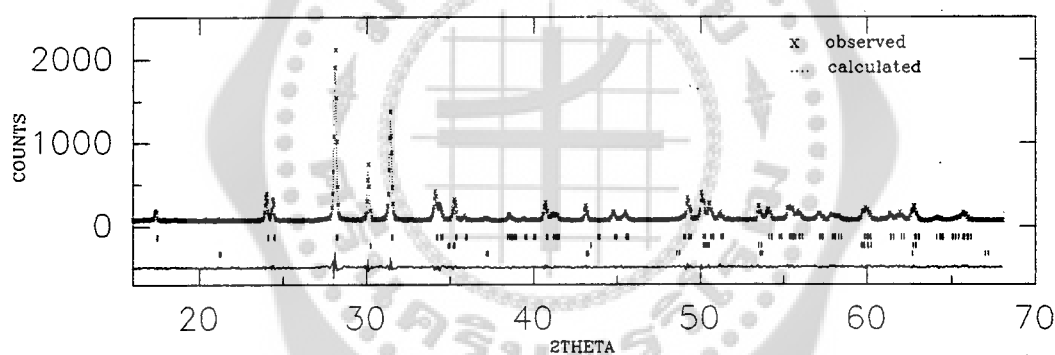
Atom	Site	x	y	z	B(10 ⁻² nm ²)
Tetragonal Zr _{0.90} Ba _{0.10} O ₂ ; P4 ₂ /nmc; a=0.3653(3) and c=0.5111(7) nm					
Zr/Ba	2a	3/4	1/4	3/4	2.2(1)
O	4d	1/4	1/4	0.43(10)	1.4(3)
Monoclinic ZrO ₂ ; P2 ₁ /c; a=0.5148(1),b=0.5203(1)and c=0.5317(1)nm β=99.227(5)°					
Zr	4e	0.27(1)	0.04(1)	0.20(1)	2.2(1)
O1	4e	0.06(1)	0.32(1)	0.34(1)	1.4(3)
O2	4e	0.45(1)	0.76(1)	0.47(1)	1.4(3)
Cubic BaZrO ₃ ; Pm3m ; a = b = c = 0.4189(1) nm					
Zr	1b	1/2	1/2	1/2	1.6(4)
Ba	1a	0	0	0	2.9(4)
O	3c	0	1/2	1/2	1.4(3)

สามารถแสดงค่าความเชื่อได้คือ

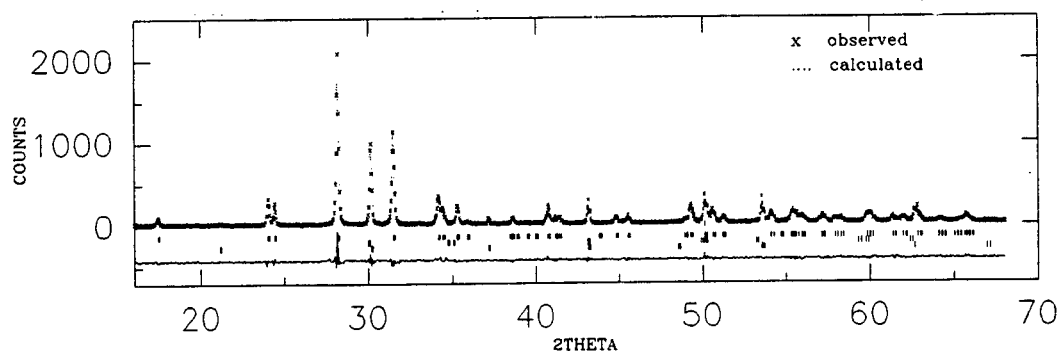
R _p = 10.67 %	R _{wp} = 14.14 %	GOF = 1.38 %
R _{BM} = 2.55 %	R _{BT} = 5.68 %	R _{BC} = 1.40 %



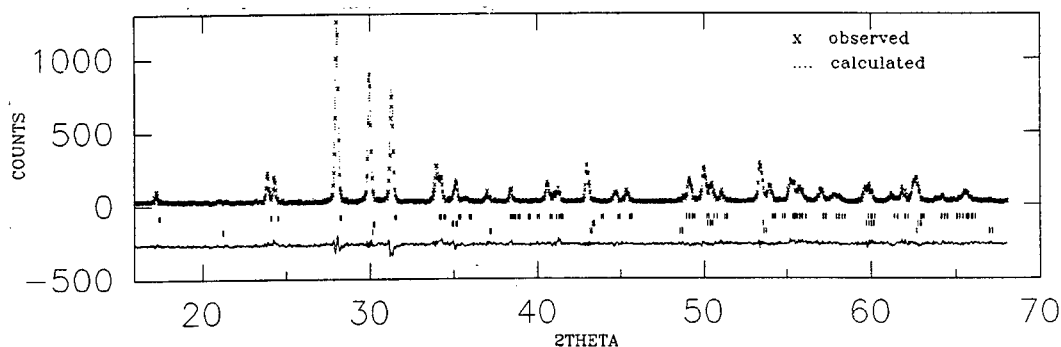
ภาพประกอบ 15 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$ แยกที่อุณหภูมิ 1200 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ขีดล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



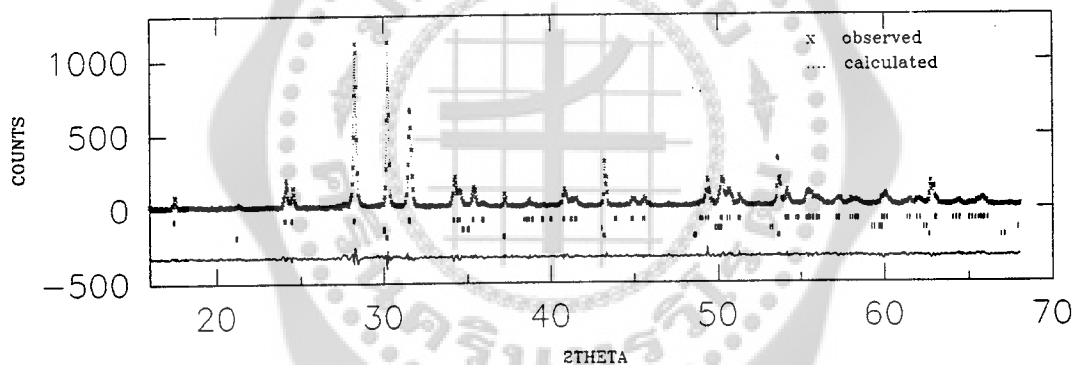
ภาพประกอบ 16 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04}\text{O}_2$ แยกที่อุณหภูมิ 1200 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ขีดล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



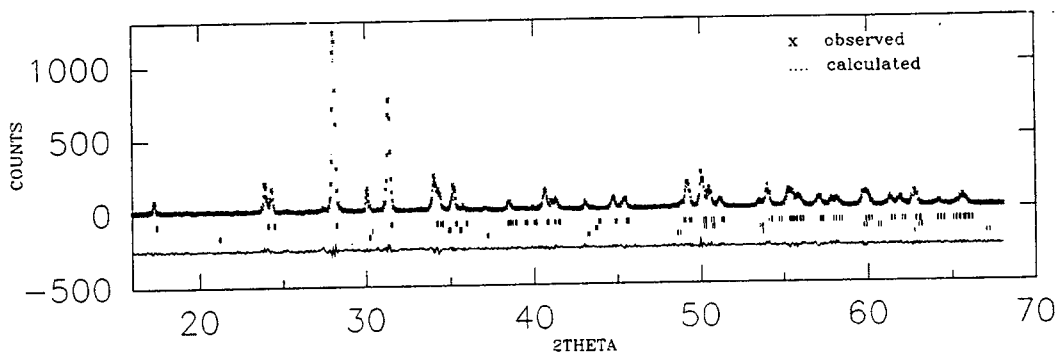
ภาพประกอบ 17 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.94}\text{Ba}_{0.06}\text{O}_2$ แยกที่อุณหภูมิ 1200 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ขีดล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



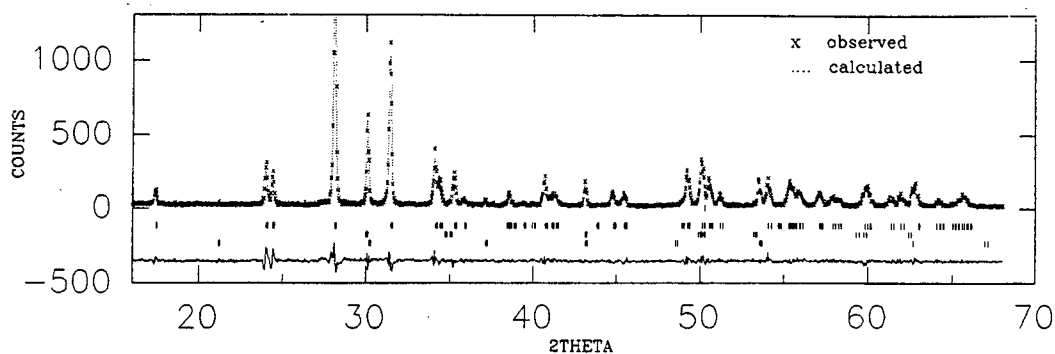
ภาพประกอบ 18: พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.82}Ba_{0.18}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



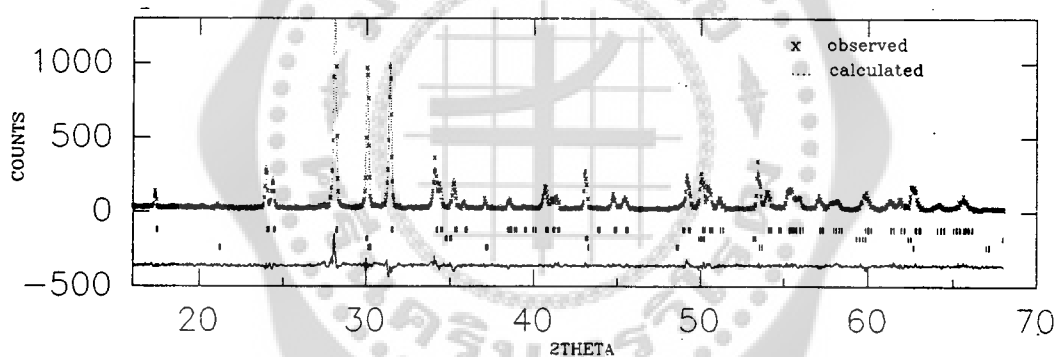
ภาพประกอบ 19: พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



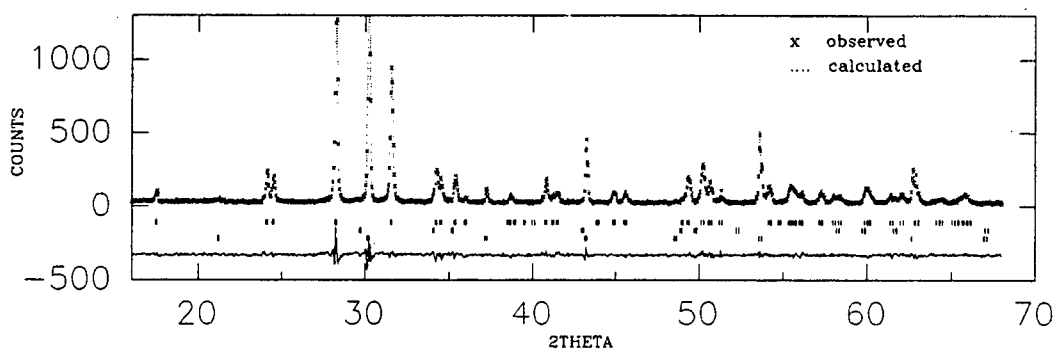
ภาพประกอบ 20: พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.88}Ba_{0.12}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



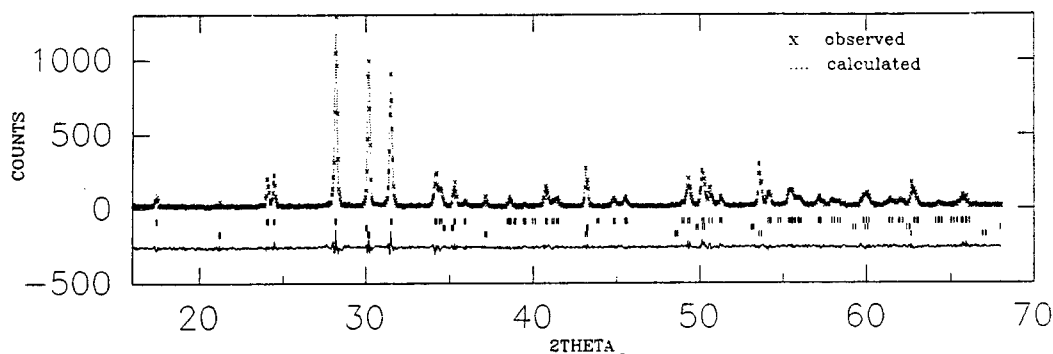
ภาพประกอบ 21 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



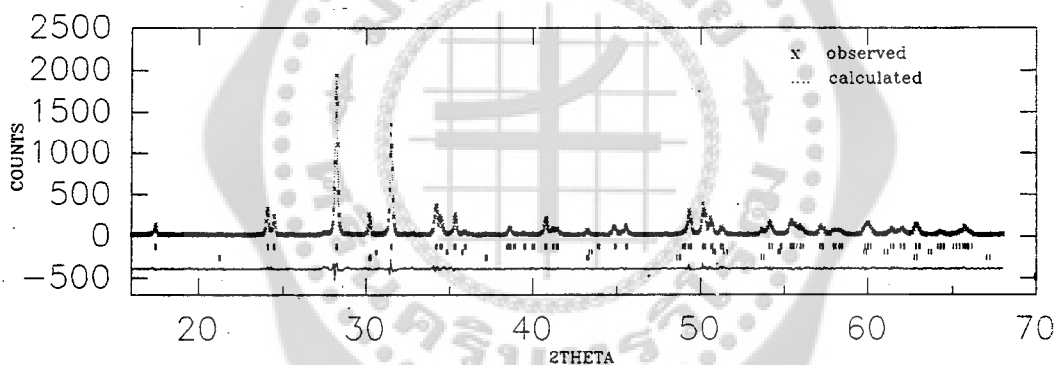
ภาพประกอบ 22 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



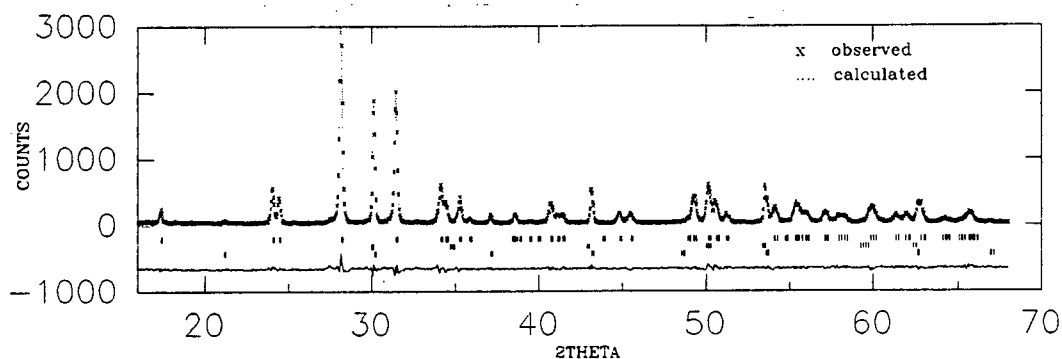
ภาพประกอบ 23 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



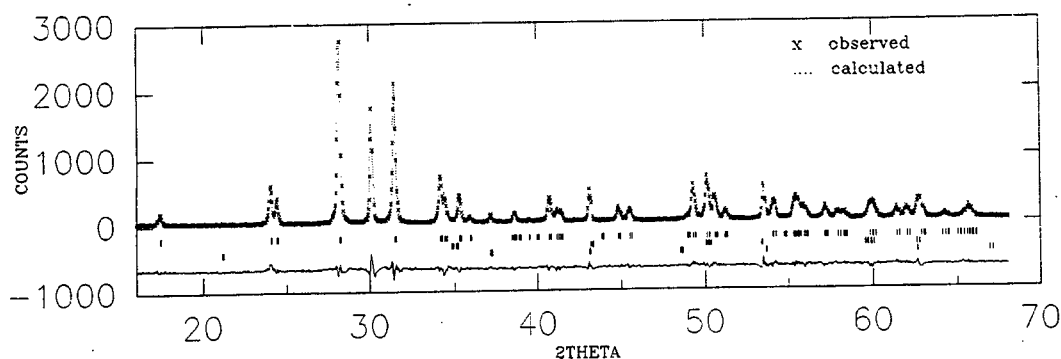
ภาพประกอบ 24 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



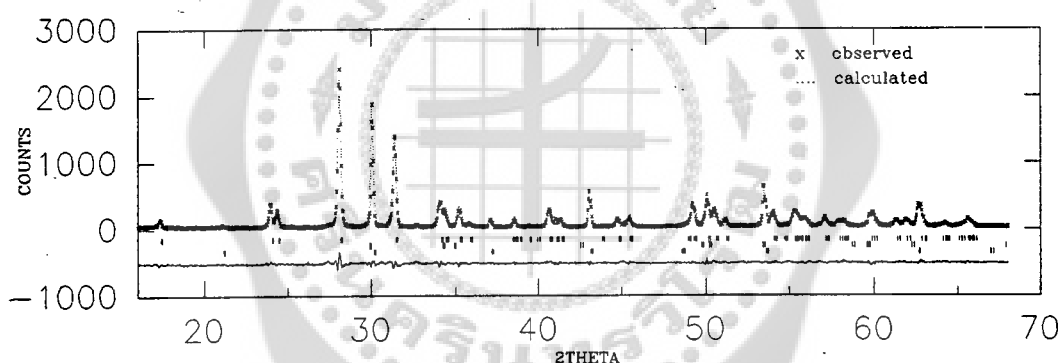
ภาพประกอบ 25 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.80}Ba_{0.20}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



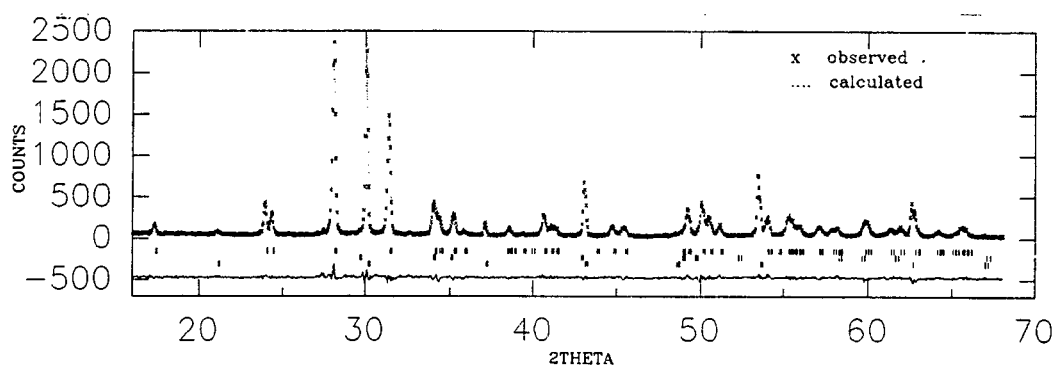
ภาพประกอบ 26 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.70}Ba_{0.30}O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



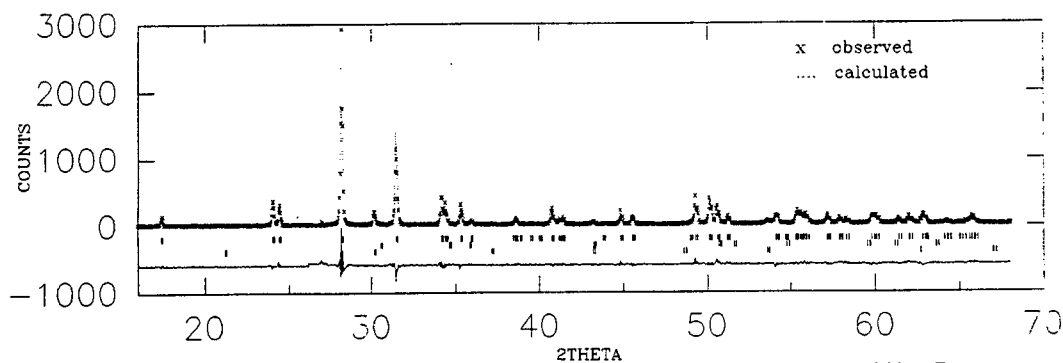
ภาพประกอบ 27 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$ ณ ที่อุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 2 ชม.
(,) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ร่างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



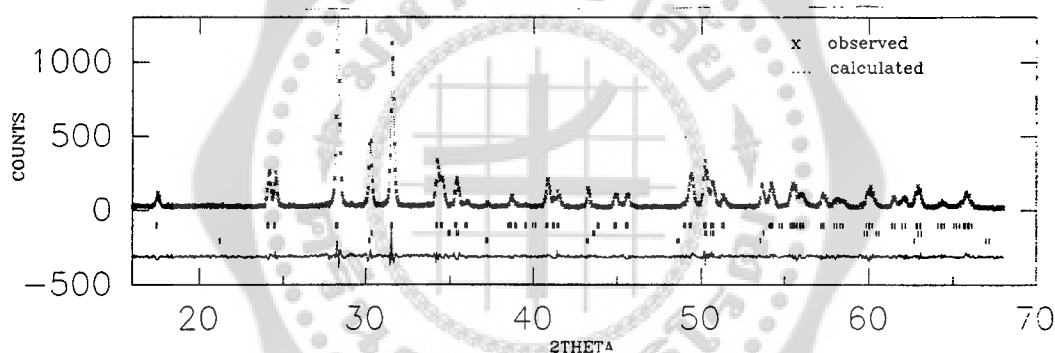
ภาพประกอบ 28 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ ณ ที่อุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 2 ชม.
(,) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ร่างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



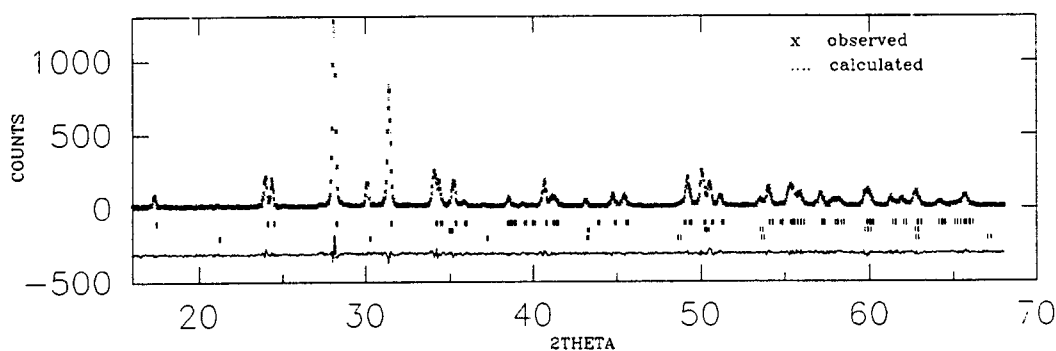
ภาพประกอบ 29 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ ณ ที่อุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 2 ชม.
(,) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ร่างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



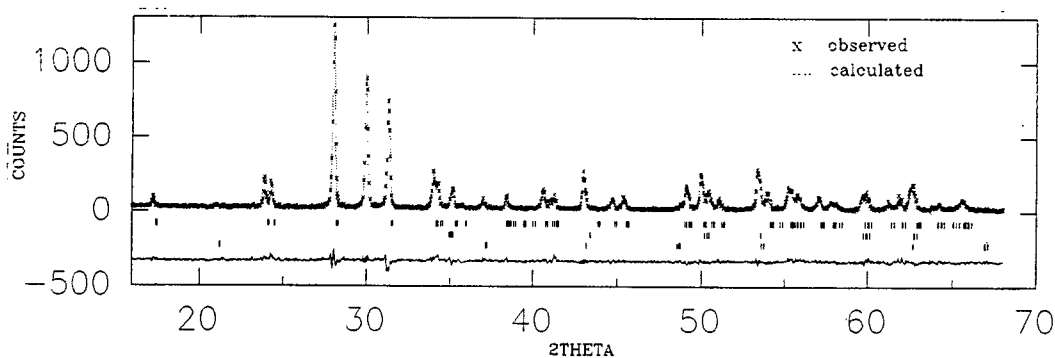
ภาพประกอบ 30 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบสร้างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



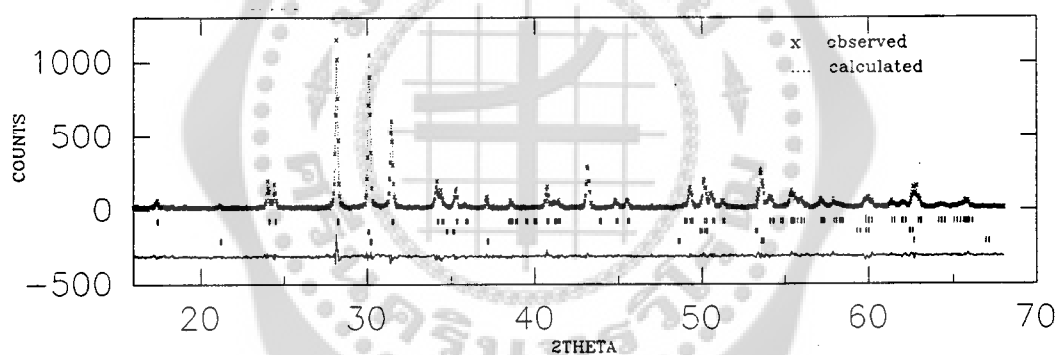
ภาพประกอบ 31 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.04}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบสร้างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



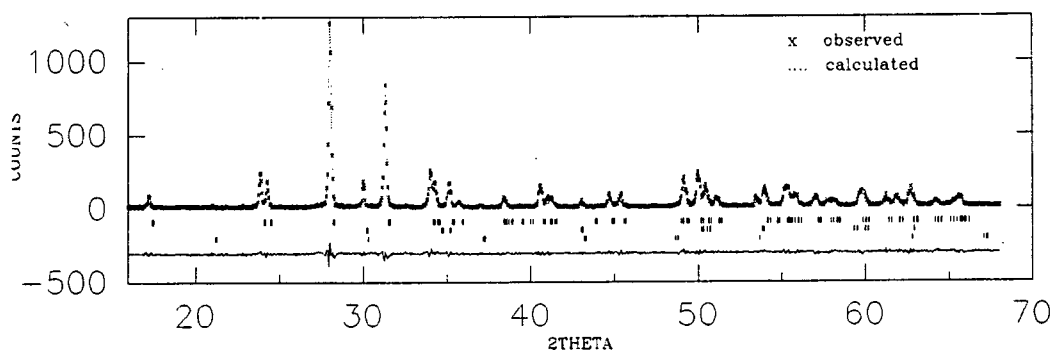
ภาพประกอบ 32 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง
และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบสร้างแสดงความแตกต่างของการทดลอง
และการคำนวณ



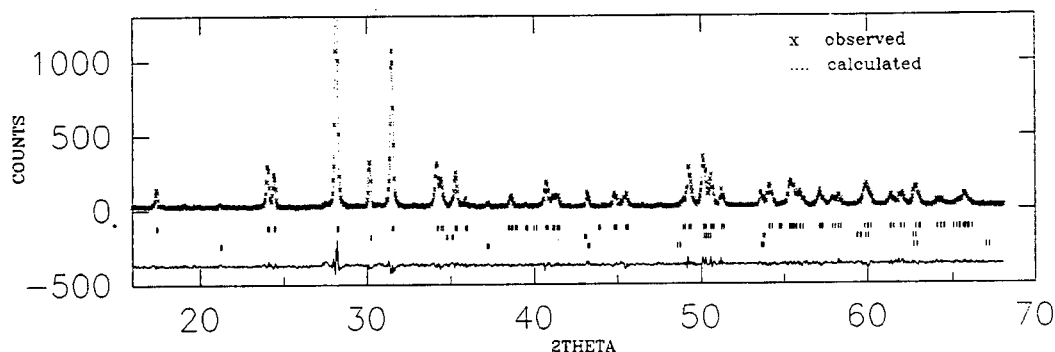
ภาพประกอบ 33 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลองและผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 4 ชม. (x) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ปรางค์ล่างแสดงความแตกต่างของการทดลองและการคำนวณ



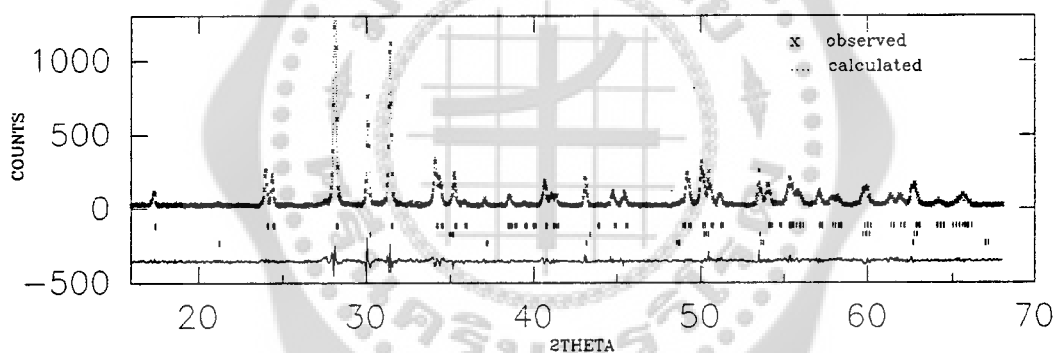
ภาพประกอบ 34 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลองและผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 4 ชม. (x) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ปรางค์ล่างแสดงความแตกต่างของการทดลองและการคำนวณ



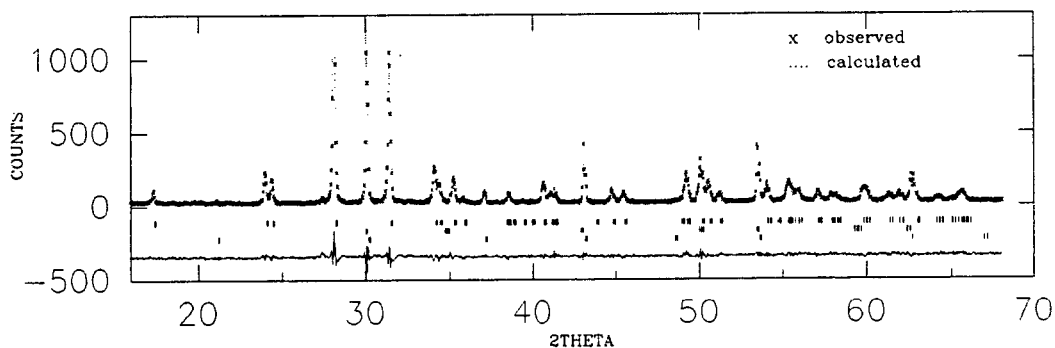
ภาพประกอบ 35 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลองและผลจากการคำนวณของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 4 ชม. (x) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นที่ปรางค์ล่างแสดงความแตกต่างของการทดลองและการคำนวณ



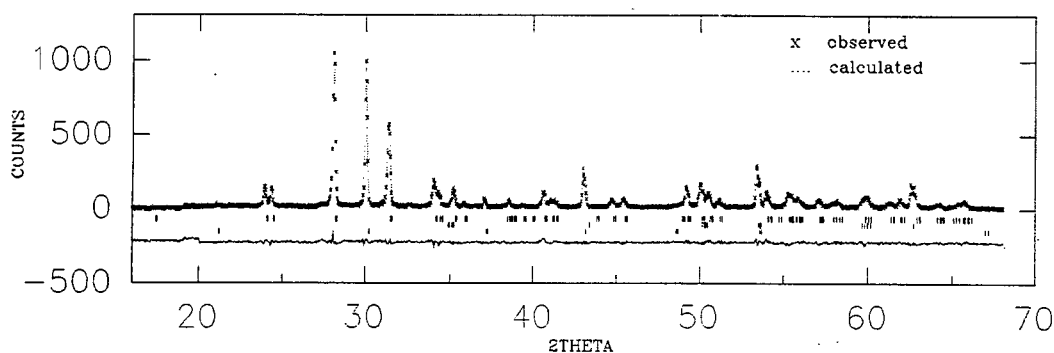
ภาพประกอบ 36: พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$ เมื่อที่อุณหภูมิ 1300°C เวลา 4 ชม. (.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



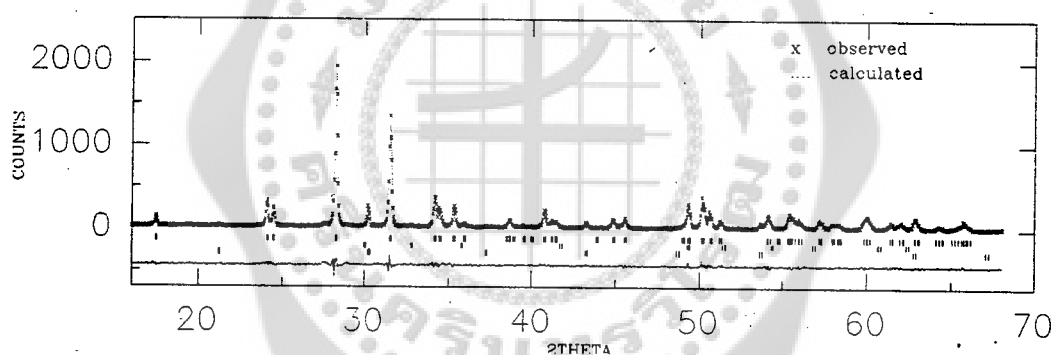
ภาพประกอบ 37: พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.94}\text{Ba}_{0.06}\text{O}_2$ เมื่อที่อุณหภูมิ 1300°C เวลา 4 ชม. (.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



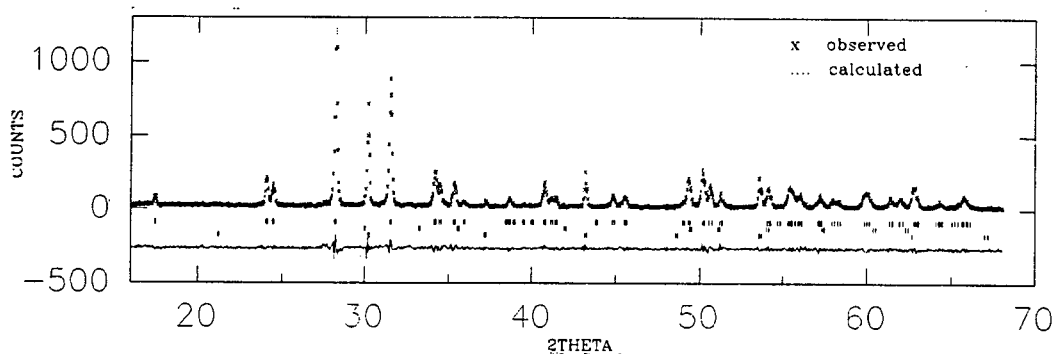
ภาพประกอบ 38: พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$ เมื่อที่อุณหภูมิ 1300°C เวลา 4 ชม. (.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



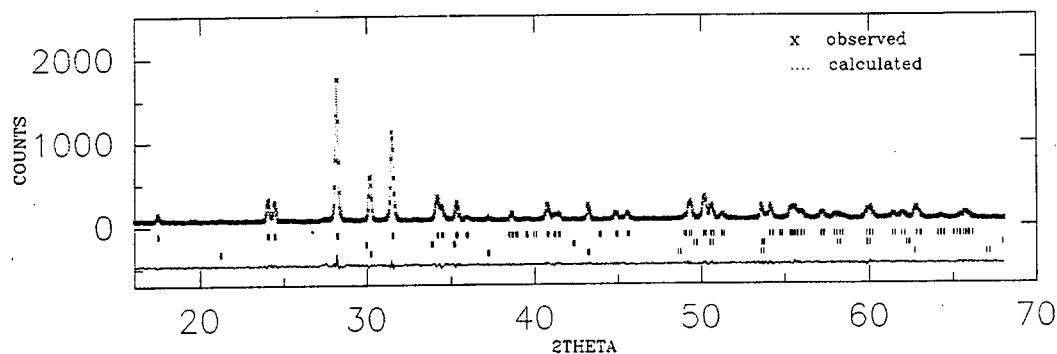
ภาพประกอบ 39 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.90}\text{Ba}_{0.10}\text{O}_2$ แลที่อุณหภูมิ 1300 °C เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบสร้างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



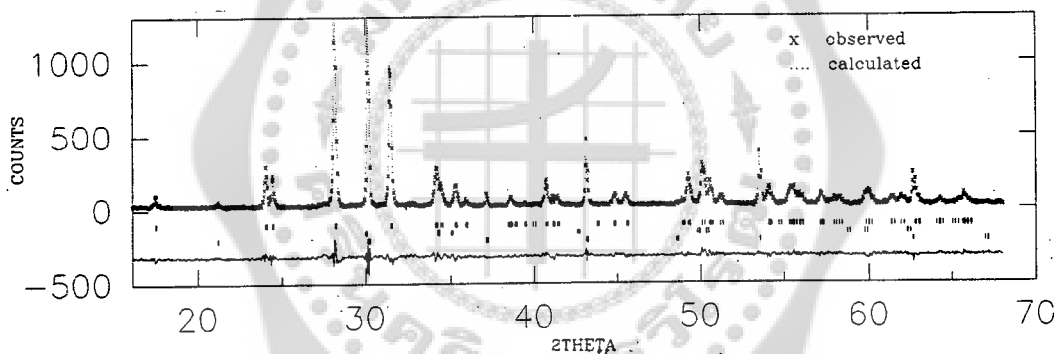
ภาพประกอบ 40 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$ แลที่อุณหภูมิ 1350 °C เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบสร้างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



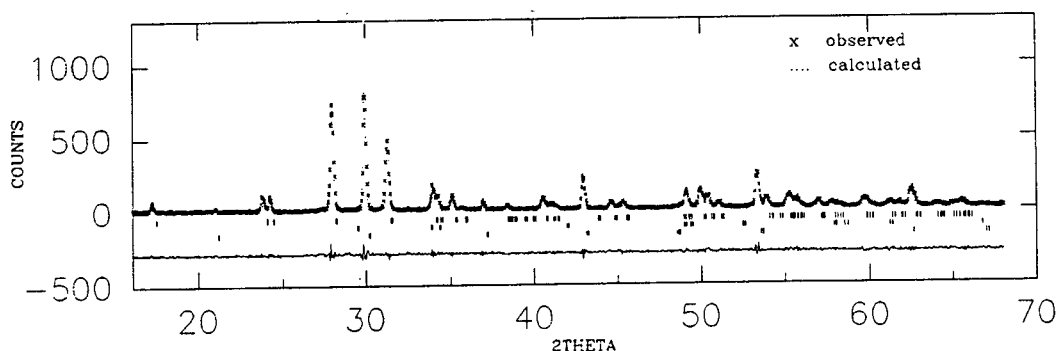
ภาพประกอบ 41 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.04}\text{O}_2$ แลที่อุณหภูมิ 1350 °C เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบสร้างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



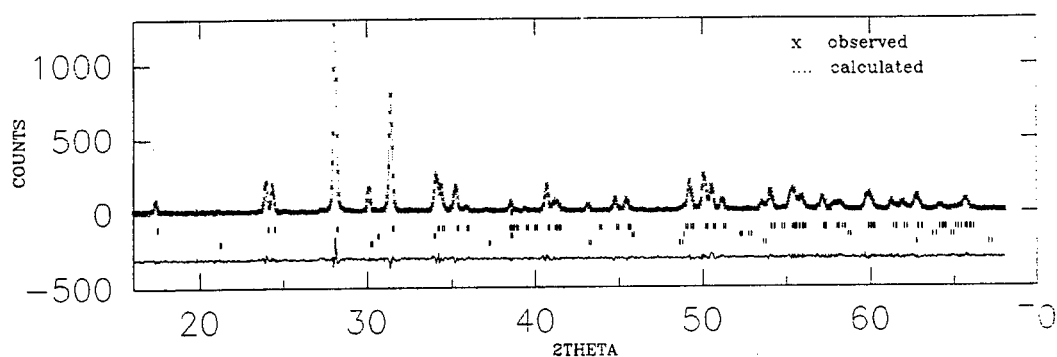
ภาพประกอบ 42 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$ แอทอุณหภูมิ 1350 °C เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



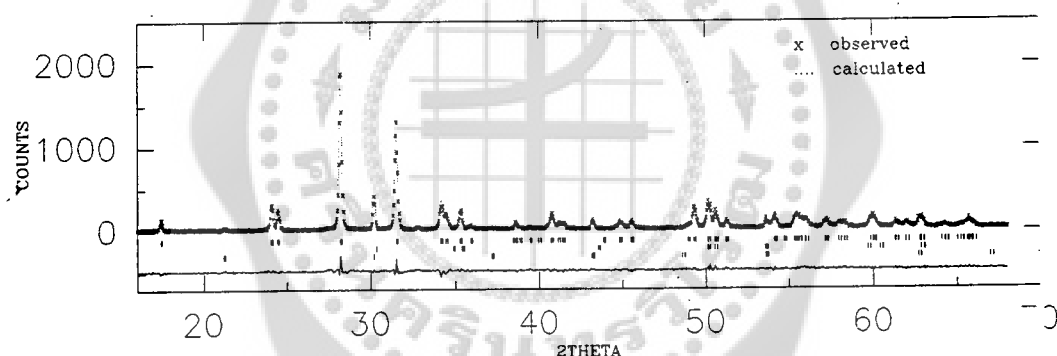
ภาพประกอบ 43 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ แอทอุณหภูมิ 1350 °C เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



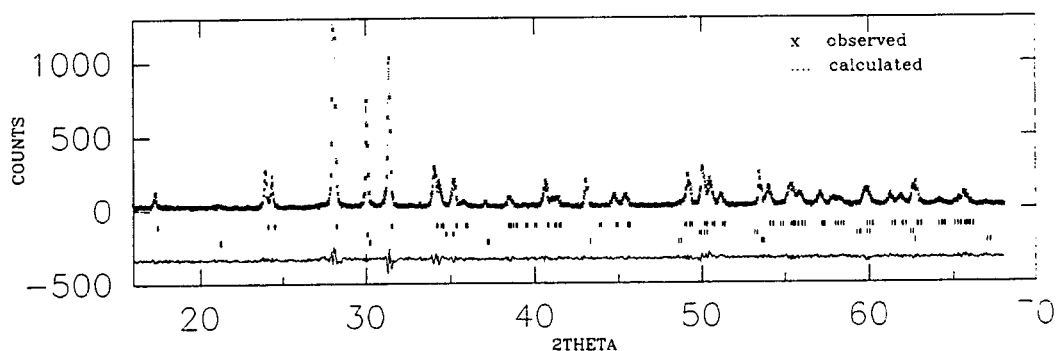
ภาพประกอบ 44 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ แอทอุณหภูมิ 1350 °C เวลา 4 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



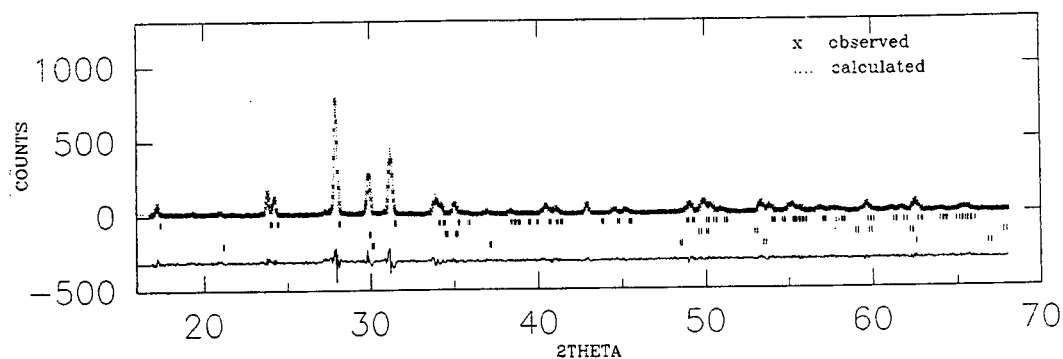
ภาพประกอบ 45 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.99}Ba_{0.02}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



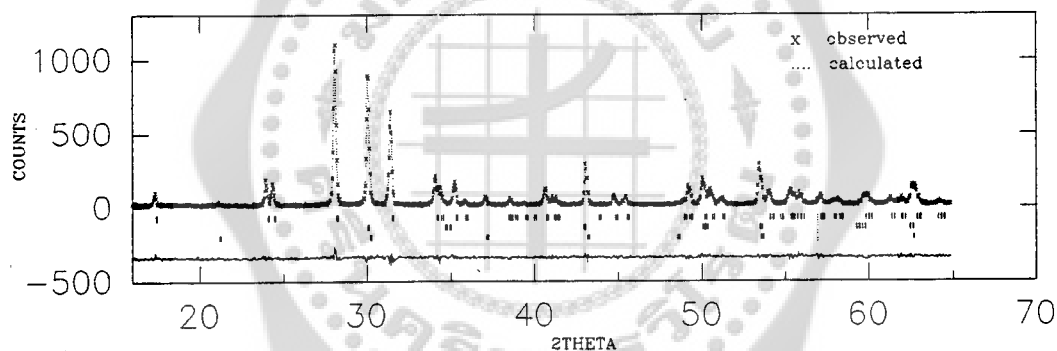
ภาพประกอบ 46 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.99}Ba_{0.04}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



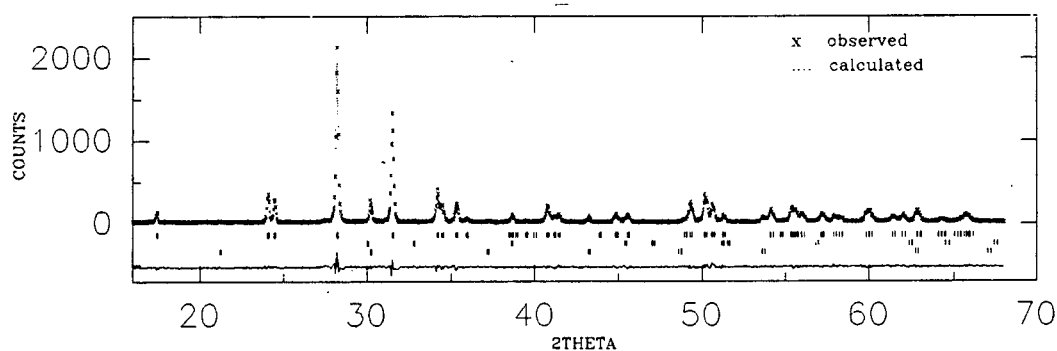
ภาพประกอบ 46 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$ เเผที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



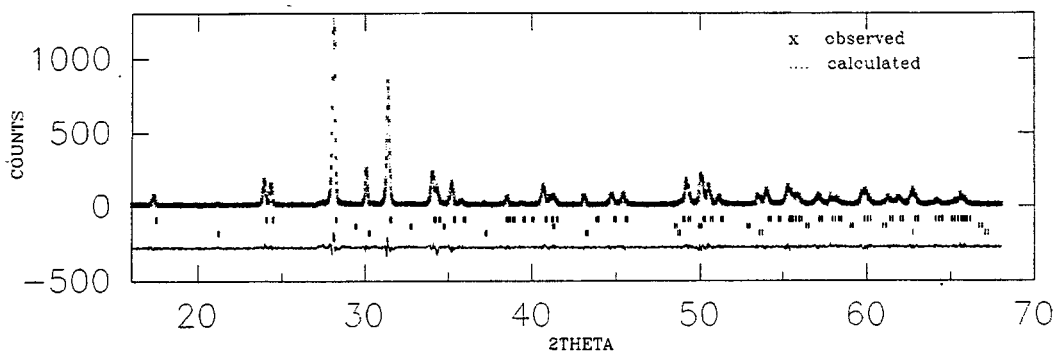
ภาพประกอบ 48 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เหนืออุณหภูมิ 1200 °C เวลา 2 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



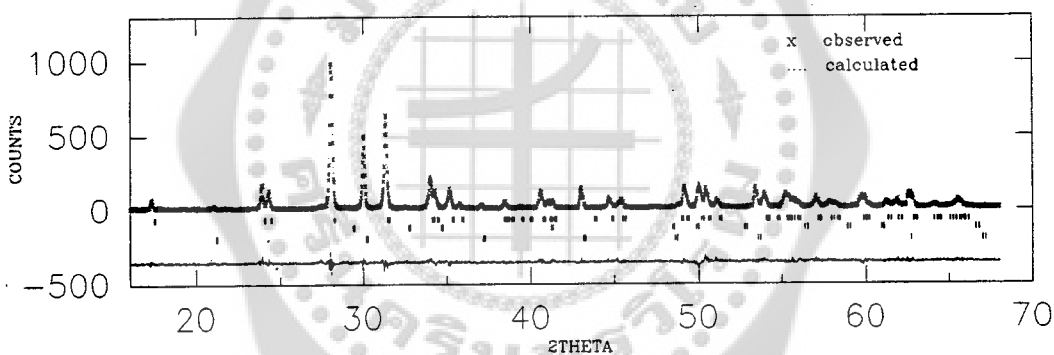
ภาพประกอบ 49 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$ เหนืออุณหภูมิ 1200 °C เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



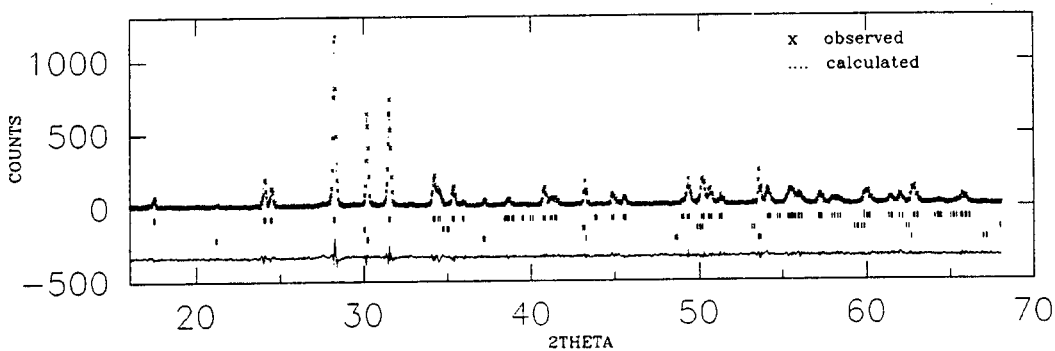
ภาพประกอบ 50 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เหนืออุณหภูมิ 1300 °C เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



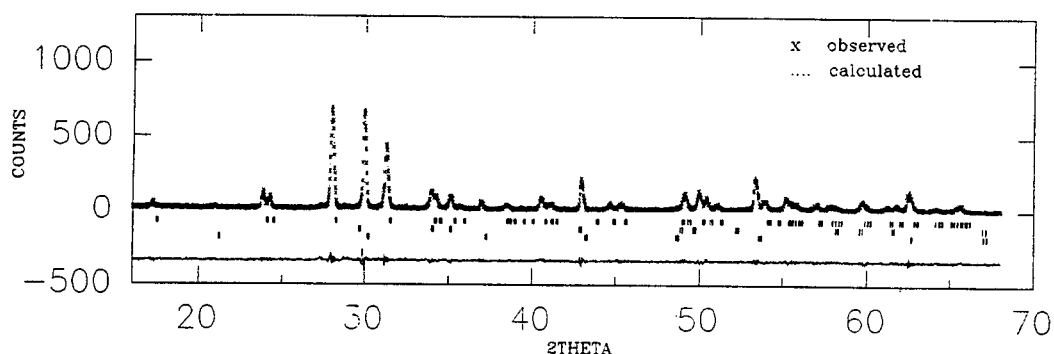
ภาพประกอบ 51 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



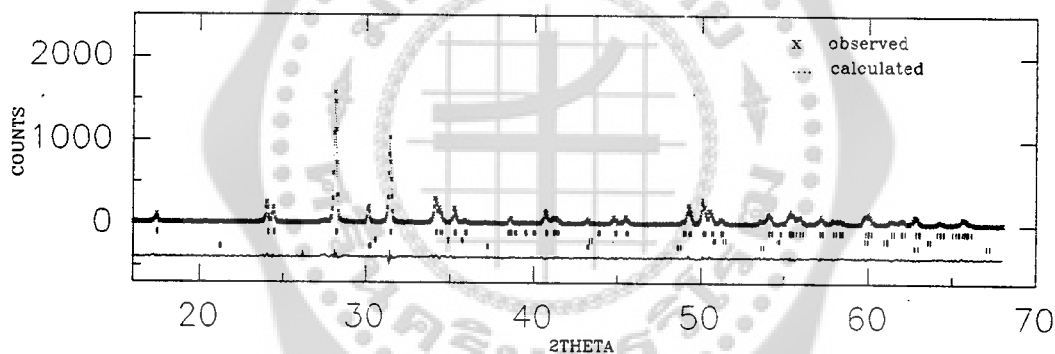
ภาพประกอบ 52 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



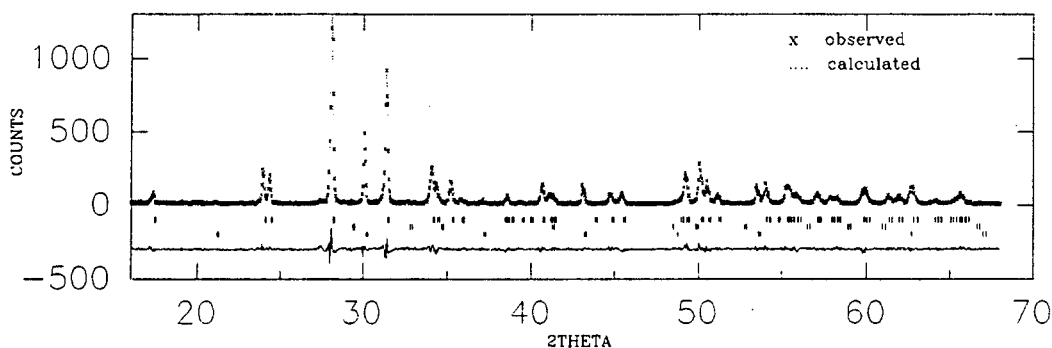
ภาพประกอบ 53 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



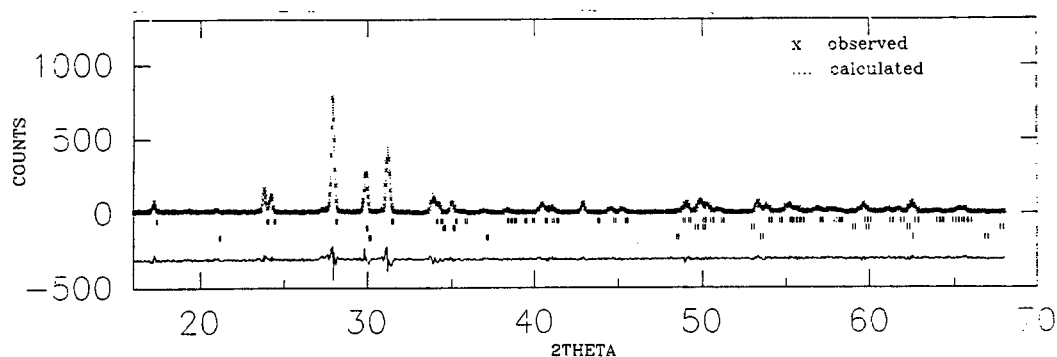
ภาพประกอบ 54 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.10}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1300^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(,) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



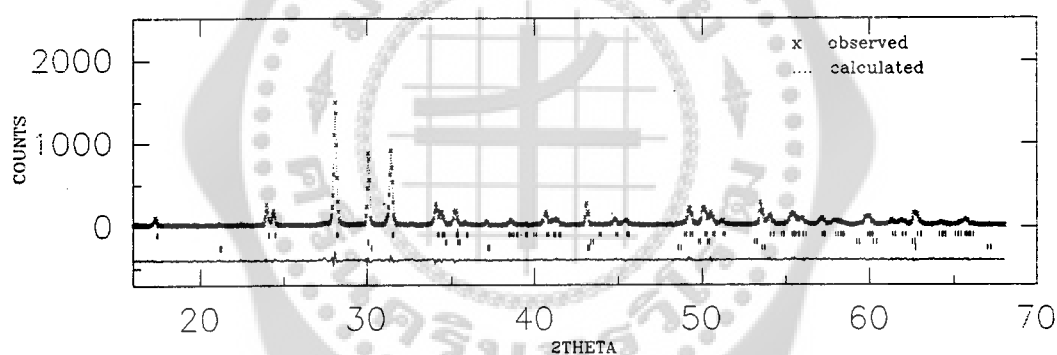
ภาพประกอบ 55 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 8 ชม.
(,) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



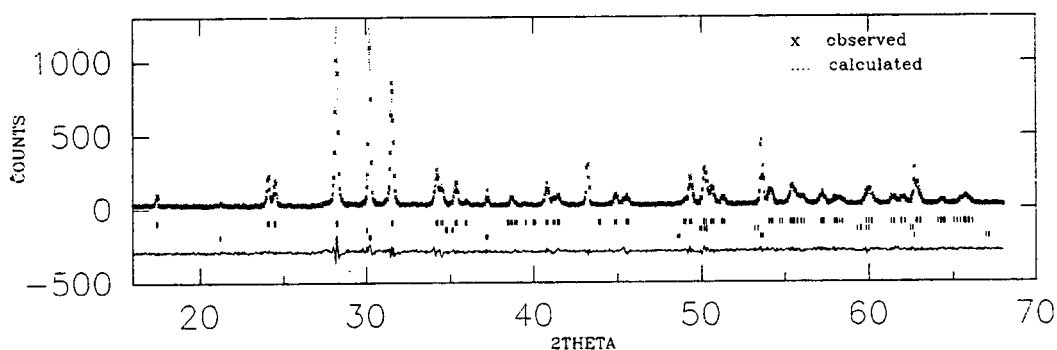
ภาพประกอบ 56 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $Zr_{0.98}Ba_{0.04}O_2$ เหนืออุณหภูมิ $1350^\circ C$ เวลา 6 ชม.
(,) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



ภาพประกอบ 57 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.94}\text{Ba}_{0.06}\text{O}_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



ภาพประกอบ 58 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ



ภาพประกอบ 59 พล็อตเปรียบเทียบระหว่างความเข้มการเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลอง และผลจากการคำนวณ ของ $\text{Zr}_{0.90}\text{Ba}_{0.10}\text{O}_2$ เมาที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชม.
(.) แสดงตำแหน่งของมุมเลี้ยวเบน เส้นทึบข้างล่างแสดงความแตกต่างของการทดลอง และการคำนวณ

นำผลที่ได้จากการปรับค่าพารามิเตอร์มาคำนวณสัดส่วนโดยน้ำหนักของ
โมโนคลีนิก เติตระโกนอลและแบเรียมเซอร์โคเนต จากสมการ (12) คือ

$$W_p = S_p(ZMV) / \sum_i S_i(ZMV)_i$$

โดยค่า Z , M และ V ของแต่ละเฟสแสดงได้ในตาราง 52

ตาราง 52 แสดงค่า number of formula units per unit cell (Z) , mass per formula
unit of phase (M) และ unit cell volume (V) ของแต่ละเฟส

เฟส	Z	M	V
โมโนคลีนิก	4	123.22	a x b x c x sinβ
เติตระโกนอล	2	123.22	a x b x c
แบเรียมเซอร์โคเนต	1	276.56	a x b x c

เมื่อแทนค่าลงในสมการ (12) จะได้ค่าสัดส่วนของ โมโนคลีนิก เติตระโกนอล และ
แบเรียมเซอร์โคเนต ของสารตัวอย่างแต่ละตัวที่เงื่อนไขต่างๆดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 53 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1200°C เวลา 2 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO ₃
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00053(1)	.00001(1)	.00006(1)	0.9645	0.0046	0.0308
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00055(1)	.00002(1)	.00016(1)	0.9160	0.0063	0.0765
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00051(1)	.00003(1)	.00025(1)	0.8570	0.0060	0.1366
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00035(1)	.00002(1)	.00031(1)	0.7859	0.0101	0.2039
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00032(1)	.00002(1)	.00027(1)	0.7966	0.0113	0.1921

ตาราง 54 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300°C เวลา 2 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO ₃
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00042(1)	.00001(1)	.00005(1)	0.9658	0.0027	0.0314
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00048(1)	.00002(1)	.00015(1)	0.9104	0.0073	0.0822
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00048(2)	.00001(1)	.00028(1)	0.8491	0.0042	0.1465
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00042(1)	.00002(1)	.00044(1)	0.7624	0.0062	0.2312
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00034(1)	.00002(1)	.00028(1)	0.7964	0.0107	0.1928

ตาราง 55 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 2 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO ₃
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00056(1)	.00001(1)	.00007(1)	0.9670	0.0027	0.0325
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00106(1)	.00003(1)	.00054(1)	0.8643	0.0061	0.1295
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00112(1)	.00007(1)	.00054(1)	0.8583	0.0061	0.1358
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00074(1)	.00003(1)	.00055(1)	0.7791	0.0064	0.2143
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00076(1)	.00003(1)	.00072(1)	0.7765	0.0070	0.2164

ตาราง 56 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1200°C เวลา 4 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO ₃
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00059(1)	.00001(1)	.00006(1)	0.9645	0.0053	0.0301
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00053(1)	.00002(1)	.00015(1)	0.9143	0.0085	0.0771
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00047(1)	.00001(1)	.00021(1)	0.8763	0.0062	0.1174
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00034(1)	.00002(1)	.00031(1)	0.7852	0.0086	0.2061
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00027(1)	.00002(1)	.00030(1)	0.7397	0.0159	0.2443

ตาราง 57 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300°C เวลา 4 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO ₃
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00039(1)	.00002(1)	.00004(1)	0.9624	0.0024	0.0351
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00053(1)	.00003(1)	.00007(1)	0.9493	0.0114	0.0391
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00045(1)	.00002(1)	.00017(1)	0.8922	0.0094	0.0987
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00045(1)	.00003(1)	.00034(1)	0.8087	0.0123	0.1789
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00027(1)	.00002(1)	.00027(1)	0.7646	0.0108	0.2240

ตาราง 58 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 4 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO ₃
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00056(1)	.00001(1)	.00006(1)	0.9651	0.0058	0.0290
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00037(1)	.00002(1)	.00017(1)	0.9071	0.0045	0.0906
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00050(1)	.00001(1)	.00017(1)	0.8736	0.0103	0.1160
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00042(1)	.00003(1)	.00034(1)	0.7984	0.0114	0.1900
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00027(1)	.00001(1)	.00030(1)	0.7421	0.0900	0.2493

ตาราง 59 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1200°C เวลา 6 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	$BaZrO_3$
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00048(1)	.00001(1)	.00006(1)	0.9596	0.0046	0.0356
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00058(1)	.00001(1)	.00011(1)	0.9400	0.0036	0.0562
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00049(1)	.00001(1)	.00019(1)	0.8801	0.0069	0.1028
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00035(1)	.00001(1)	.00028(1)	0.8067	0.0060	0.1879
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00031(1)	.00002(1)	.00028(1)	0.7817	0.0103	0.2078

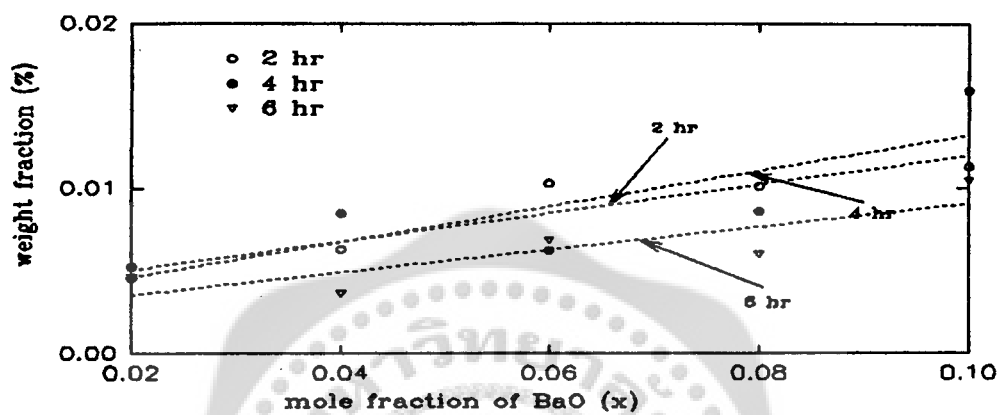
ตาราง 60 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(Zr_{1-x}Ba_x)O_2$ เผาที่อุณหภูมิ 1300°C เวลา 6 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	$BaZrO_3$
$Zr_{0.98}Ba_{0.02}O_2$	.00058(1)	.00001(1)	.00007(1)	0.9609	0.0038	0.0350
$Zr_{0.96}Ba_{0.04}O_2$	.00038(1)	.00001(1)	.00008(1)	0.9397	0.0044	0.0558
$Zr_{0.94}Ba_{0.06}O_2$	.00029(1)	.00001(1)	.00015(1)	0.8630	0.0035	0.1334
$Zr_{0.92}Ba_{0.08}O_2$	.00030(1)	.00001(1)	.00016(1)	0.8627	0.0051	0.1320
$Zr_{0.90}Ba_{0.10}O_2$	.00023(1)	.00001(1)	.00025(1)	0.7542	0.0077	0.2380

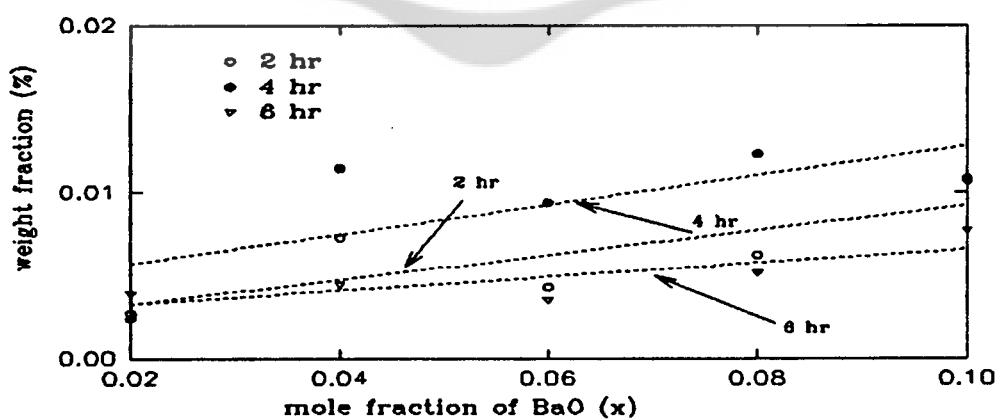
ตาราง 61 สัดส่วนโดยน้ำหนักของ $(\text{Zr}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{O}_2$ เเผที่อุณหภูมิ 1350°C เวลา 6 ชม.

สารตัวอย่าง	สเกลแฟคเตอร์			สัดส่วนโดยน้ำหนัก(%)		
	S_M	S_T	S_O	โมโนคลีนิก	เตตระโกนอล	BaZrO_3
$\text{Zr}_{0.98}\text{Ba}_{0.02}\text{O}_2$	.00048(1)	.00001(1)	.00006(1)	0.9579	0.0030	0.0390
$\text{Zr}_{0.96}\text{Ba}_{0.04}\text{O}_2$	.00040(1)	.00001(1)	.00013(1)	0.9119	0.0018	0.0861
$\text{Zr}_{0.94}\text{Ba}_{0.06}\text{O}_2$	.00035(1)	.00001(1)	.00014(1)	0.8899	0.0035	0.1064
$\text{Zr}_{0.92}\text{Ba}_{0.08}\text{O}_2$	.00043(1)	.00002(1)	.00022(1)	0.8603	0.0076	0.1319
$\text{Zr}_{0.90}\text{Ba}_{0.10}\text{O}_2$	.00039(1)	.00003(1)	.00035(1)	0.7801	0.0159	0.2038

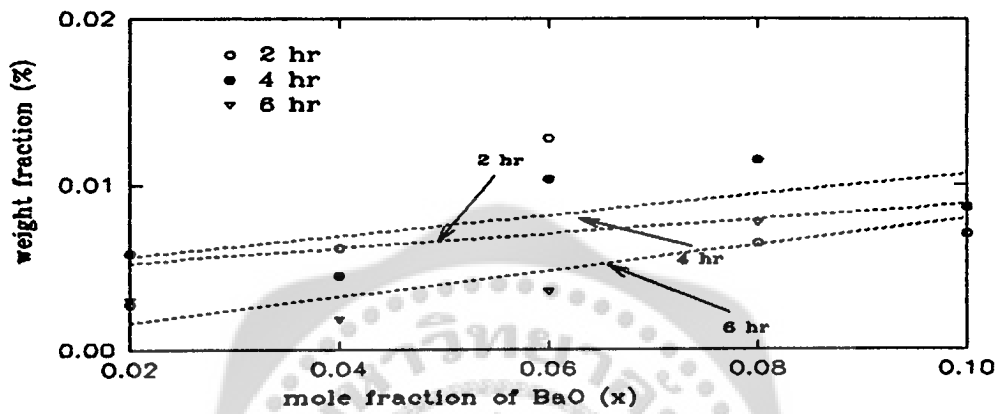
เมื่อนำค่าสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลและ BaZrO_3 ที่ได้จากการคำนวณมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลและอโครมบิกกับสัดส่วนของ BaO ที่เจือปนใดๆ จะได้กราฟดังแสดงในภาพประกอบต่อไปนี้



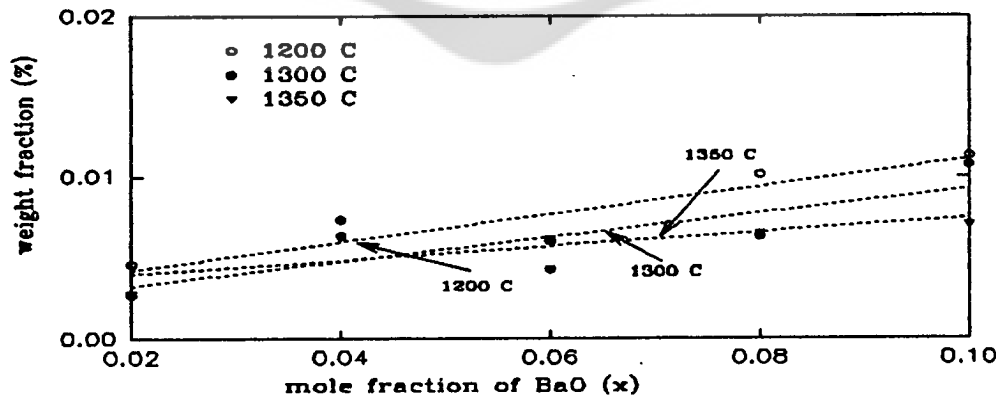
ภาพประกอบ 60 สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 ณ อุณหภูมิ 1200° ณ เวลา 2,4 และ 6 ชม.



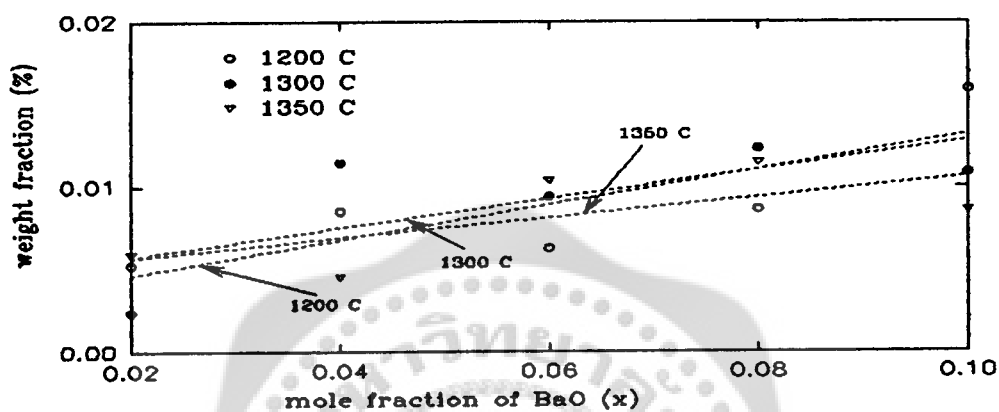
ภาพประกอบ 61 สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
 ณ อุณหภูมิ 1300° ณ เวลา 2,4 และ 6 ชม.



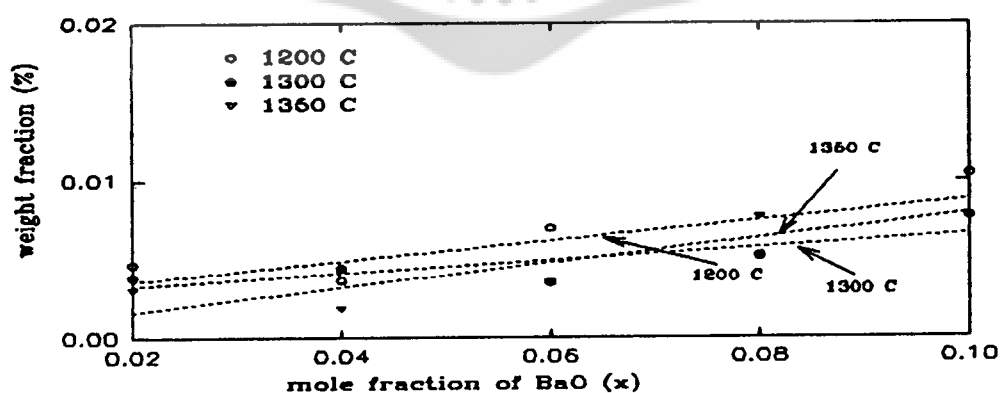
ภาพประกอบ 62 สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
เผาที่อุณหภูมิ 1350° ณ เวลา 2,4 และ 6 ชม.



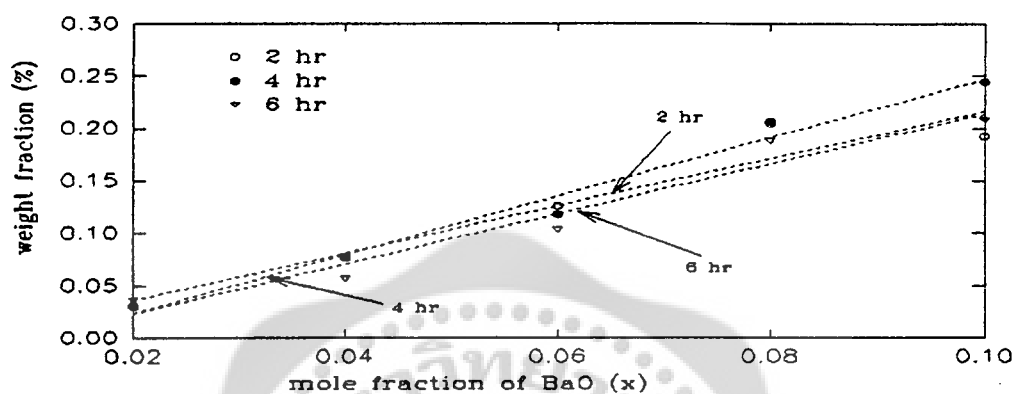
ภาพประกอบ 63 สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
เผาเป็นเวลา 2 ชม. ณ อุณหภูมิ 1200° , 1300° และ 1350°



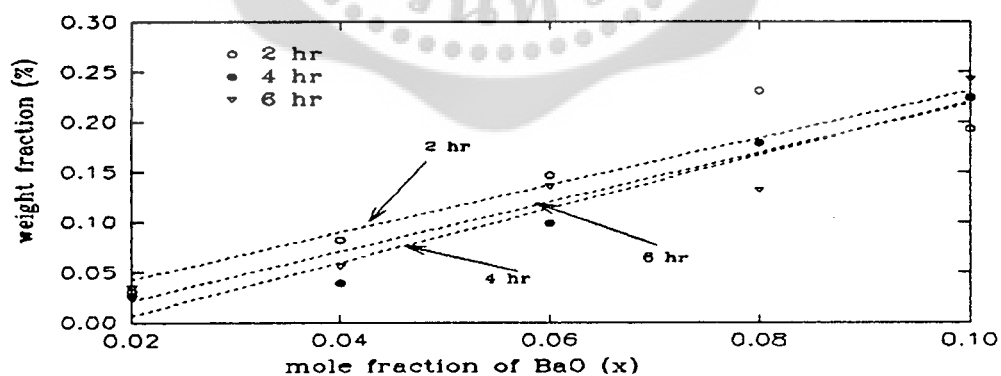
ภาพประกอบ 64 สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
เผาเป็นเวลา 4 ชม. ณ อุณหภูมิ 1200°, 1300° และ 1350°



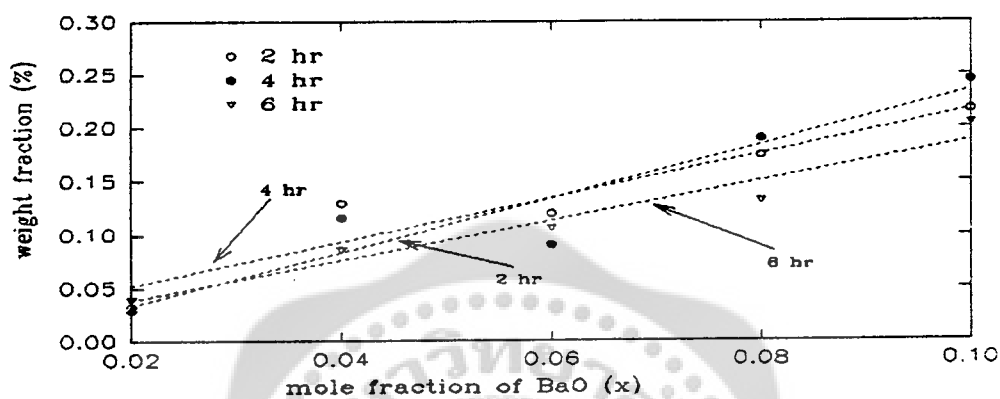
ภาพประกอบ 65 สัดส่วนโดยน้ำหนักของเฟสเตตระโกนอลกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO
เผาเป็นเวลา 6 ชม. ณ อุณหภูมิ 1200°, 1300° และ 1350°



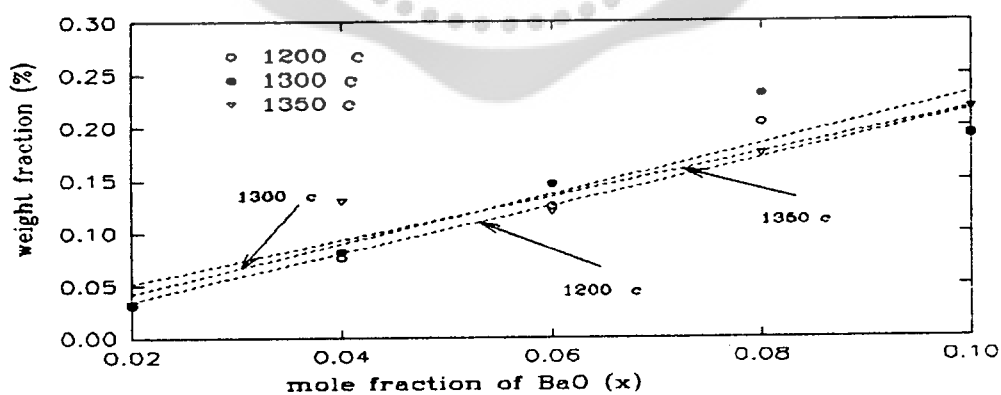
ภาพประกอบ 66 สัดส่วนโดยน้ำหนักของแบเรียมเซอริโคเนตกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผาที่อุณหภูมิ 1200° ณ เวลา 2,4 และ 6 ชม.



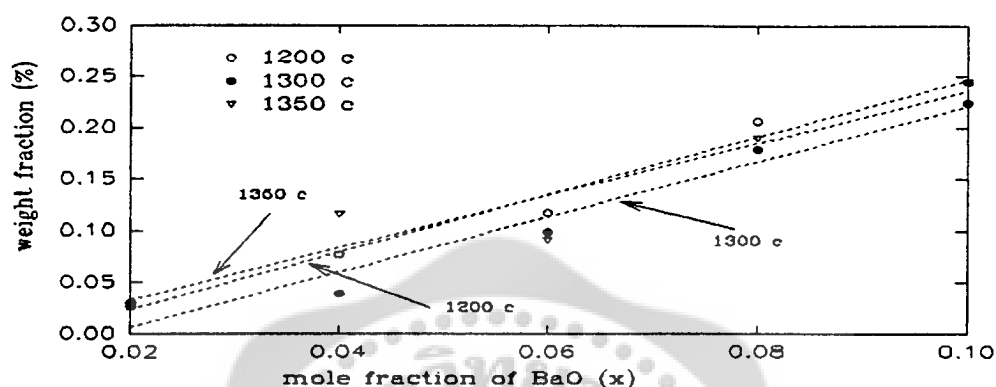
ภาพประกอบ 67 สัดส่วนโดยน้ำหนักของแบเรียมเซอริโคเนตกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เเผาที่อุณหภูมิ 1300° ณ เวลา 2,4 และ 6 ชม.



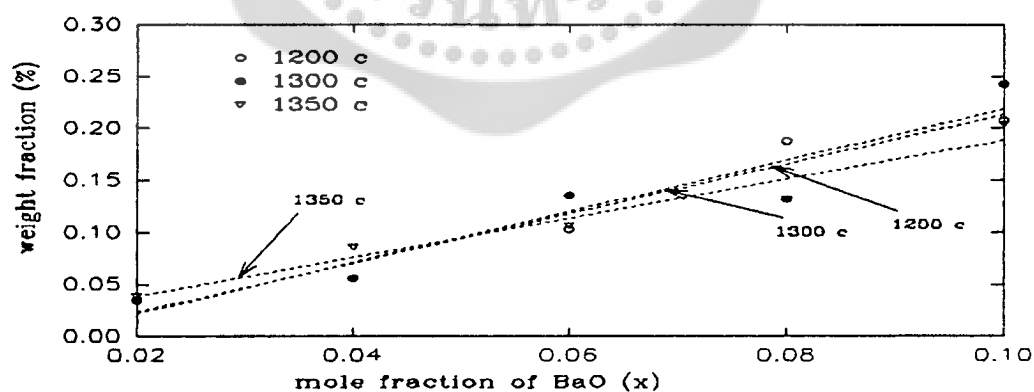
ภาพประกอบ 68 สัดส่วนโดยน้ำหนักของแบเรียมเซอร์โคเนตกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เปรียบเทียบอุณหภูมิ 1350° ณ เวลา 2, 4 และ 6 ชม.



ภาพประกอบ 69 สัดส่วนโดยน้ำหนักของแบเรียมเซอร์โคเนตกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เปรียบเทียบเวลา 2 ชม. ณ อุณหภูมิ 1200°, 1300° และ 1350°



ภาพประกอบ 70 สัดส่วนโดยน้ำหนักของแบเรียมเซอร์โคเนตกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เผาเป็นเวลา 4 ชม. ณ อุณหภูมิ 1200°, 1300° และ 1350°



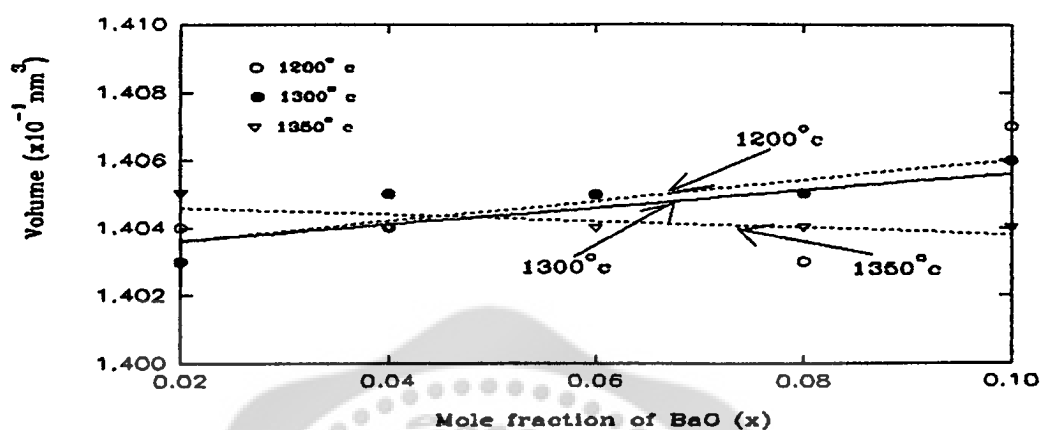
ภาพประกอบ 71 สัดส่วนโดยน้ำหนักของแบเรียมเซอร์โคเนตกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เผาเป็นเวลา 6 ชม. ณ อุณหภูมิ 1200°, 1300° และ 1350°

เมื่อพิจารณาปริมาตรของสารตัวอย่างในเฟสโมโนคลีนิกที่เงื่อนไขต่างๆ แสดงได้ดัง
ตาราง 62

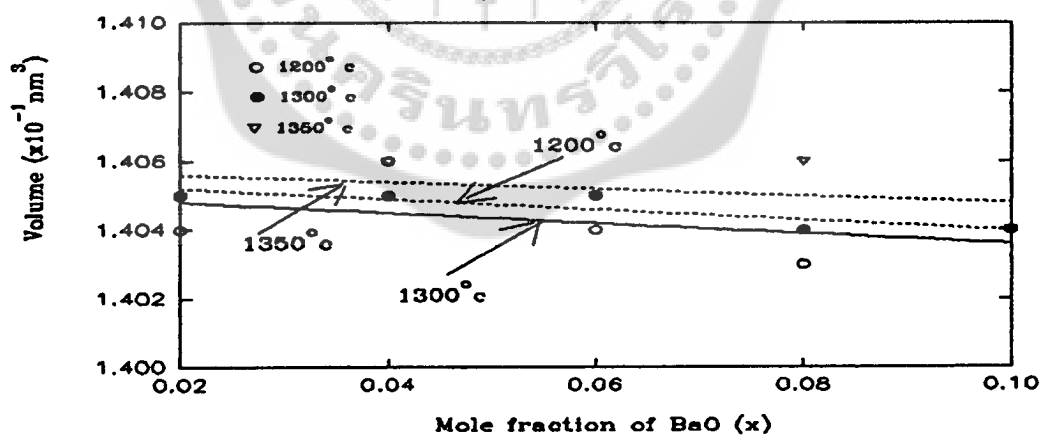
ตาราง 62 ปริมาตรของ เซอร์โคเนีย ในเฟสโมโนคลีนิก (nm^3) เมื่อเติม BaO ในสัดส่วนต่างๆ
เผาที่อุณหภูมิ 1200°C , 1300°C และ 1350°C เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง

อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	เวลาที่ใช้เผา (ชม.)	สัดส่วนของ BaO				
		0.02	0.04	0.06	0.08	0.10
1200	2	0.14038	0.14035	0.14052	0.14030	0.14073
	4	0.14039	0.14057	0.14038	0.14030	0.14043
	6	0.14038	0.14057	0.14035	0.14071	0.14046
1300	2	0.14030	0.14054	0.14054	0.14054	0.14062
	4	0.14046	0.14054	0.14046	0.14043	0.14040
	6	0.14052	0.14033	0.14040	0.14060	0.14033
1350	2	0.14049	0.14044	0.14044	0.14043	0.14040
	4	0.14049	0.14062	0.14049	0.14057	0.14035
	6	0.14046	0.14046	0.14090	0.14048	0.14057

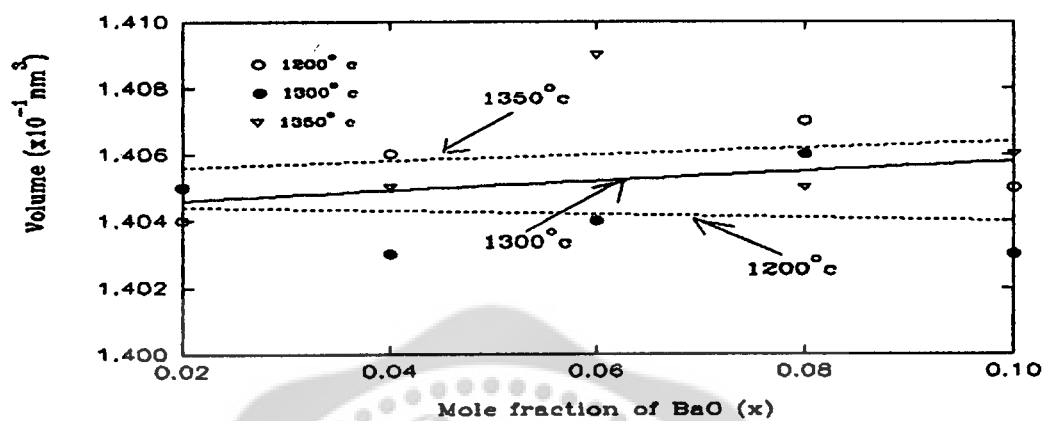
เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO จะได้
กราฟดังแสดงในภาพประกอบต่อไปนี้



ภาพประกอบ 72 ปริมาตรของแบเรียมเซอร์โคเนียในเฟสโมโนคลีนิกกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C 1300°C และ 1350°C

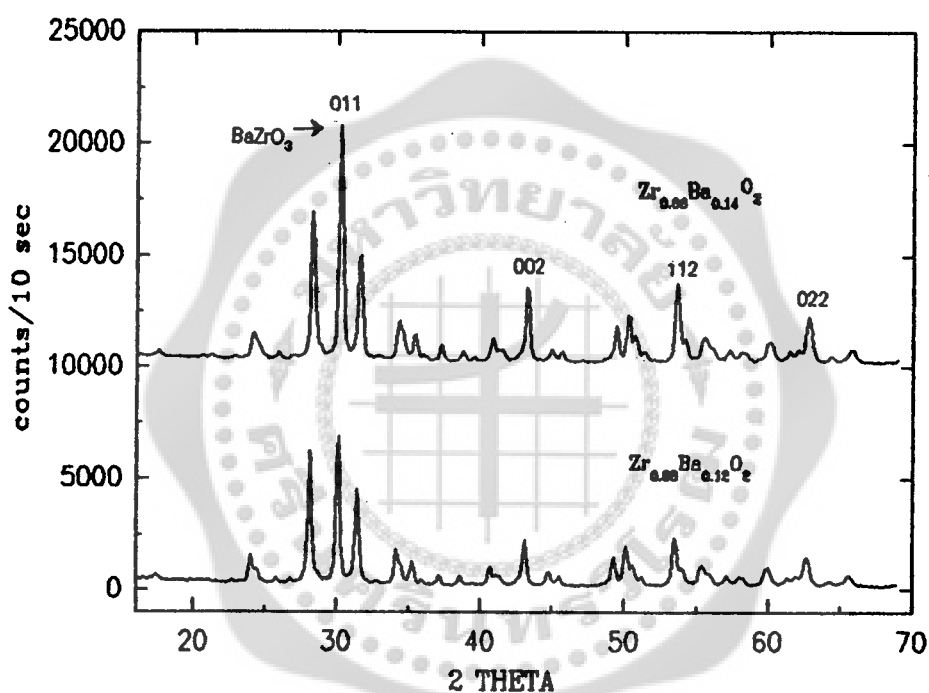


ภาพประกอบ 73 ปริมาตรของแบเรียมเซอร์โคเนียในเฟสโมโนคลีนิกกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เผาเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C 1300°C และ 1350°C



ภาพประกอบ 74 ปริมาตรของแบเรียมเซอร์โคเนียในเฟสโมโนคลีนิกกับสัดส่วนโดยโมลของ BaO เผาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิ 1200°C 1300°C และ 1350°C

นำสารตัวอย่างที่สัดส่วนโดยโมลของ BaO เท่ากับ 0.12 และ 0.14 มาศึกษาพิกัดความเข้มของการเลี้ยวเบน สามารถแสดงพิกัดความเข้มของการเลี้ยวเบนได้ดังภาพประกอบ 75



ภาพประกอบ 75 พิกัดความเข้มของการเลี้ยวเบนของแบเรียมเซอร์โคเนีย $Zr_{0.88}Ba_{0.12}O_2$ และ $Zr_{0.86}Ba_{0.14}O_2$ เมาที่อุณหภูมิ $1200^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

บทที่ 5

สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปและอภิปรายผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพในสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่านอกจากเฟสโมโนคลีนิกและเตตระโกนอลซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักแล้วยังมีเฟสแบเรียมเซอร์โคเนต เจือปนในปริมาณค่อนข้างสูง

ดังนั้นในการคำนวณปรับค่าพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึกด้วยวิธีของริทเวลด์ได้กำหนดให้สารตัวอย่างประกอบด้วยสามเฟสคือ โมโนคลีนิก เตตระโกนอล และแบเรียมเซอร์โคเนต เมื่อนำค่าสเกลแฟคเตอร์และพารามิเตอร์ของหน่วยเซลล์ที่ปรับค่าแล้ว มาคำนวณสัดส่วนของ โมโนคลีนิก เตตระโกนอลและ แบเรียมเซอร์โคเนต พบว่าสัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลและ BaZrO_3 มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณของแบเรียมที่เติมลงไป คือมีสัดส่วนเพิ่มขึ้นจาก 0.2%-1.6% สำหรับเฟสเตตระโกนอล และปริมาณ 2%-20% สำหรับแบเรียมเซอร์โคเนต เมื่อเติม BaO ตั้งแต่ 2-10 mol% ทั้งนี้ไม่ขึ้นกับเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่าง

การเติม BaO ทำให้ปริมาตรของเฟสโมโนคลีนิกเปลี่ยนแปลงไปน้อยมาก คือน้อยกว่า 0.1 % ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการคำนวณพารามิเตอร์หน่วยเซลล์ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.02 % แสดงว่า Ba ไม่ได้เข้าไปแทนที่ Zr ในเฟสโมโนคลีนิก แต่ Ba เข้าไปแทนที่ Zr ในเฟสเตตระโกนอล โดยสังเกตจากปริมาตรที่โตกว่าที่มีผู้รายงานไว้ การเติม BaO เท่ากับ 10 mol% ได้สัดส่วนของเฟสเตตระโกนอลประมาณ 1.5 % ซึ่งเป็นปริมาณที่น้อยมาก เมื่อเทียบกับการเติมธาตุชนิดอื่น เช่น Ce ประมาณ 10 mol% หรือ Y ประมาณ 3 mol% จะได้เฟสเตตระโกนอลสูงถึงประมาณ 30 %- 40 % ทั้งนี้เพราะ BaO มีแนวโน้มว่าจะเกิดเป็นแบเรียมเซอร์โคเนตได้ดีกว่า ดังภาพประกอบ 15-59 แสดงให้เห็นว่าพีคของแบเรียมเซอร์โคเนตสูงขึ้นเมื่อปริมาณของ

แบบเรียบเพิ่มขึ้น และเห็นได้ชัดเจนจากภาพประกอบ 75 ซึ่งแสดงแพทเทิร์นของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างที่เติม BaO 12 % และ 14 %

การที่เฟสเตตระโกนอลเกิดขึ้นน้อยนั้น อาจเป็นไปได้ว่าเงื่อนไขของการเตรียมตัวอย่างยังไม่เหมาะสม เช่น อุณหภูมิของการเผาต่ำเกินไป อัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิไม่เหมาะสม เป็นต้น อย่างไรก็ตามข้อมูลที่ได้นี้จะเป็ประโยชน์สำหรับใช้ในการปรับปรุงเทคนิคเพื่อเตรียมตัวอย่างที่มีคุณภาพสูงขึ้นต่อไป

5.2 ความผิดพลาดในการทดลอง

1. ในการคำนวณสัดส่วนของเฟสต่างๆ อาศัยสมมติฐานว่า $M+T+C+? = 100\%$ จากงานวิจัยนี้กำหนดเฟสในการคำนวณ 3 เฟส ซึ่งในสารตัวอย่างที่ศึกษาอาจมีเฟสอื่นปะปนอยู่มากกว่า 3 เฟส ทำให้ผลการคำนวณผิดพลาดสำหรับบางค่า

2. ปริมาณของเฟสเตตระโกนอลขึ้นกับค่าสเกลแฟคเตอร์ซึ่งแปรตามตำแหน่งของอะตอมในแกน z ดังนั้นความถูกต้องของสเกลแฟคเตอร์ จึงขึ้นกับความแม่นยำในการบอกตำแหน่งอะตอมของออกซิเจน แต่ออกซิเจนเป็นธาตุเบาและเฟสเตตระโกนอลเจือปนในปริมาณน้อย การบอกตำแหน่งที่แน่นอนของออกซิเจนโดยใช้ เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ให้ค่าไม่ถูกต้อง

3. ค่าดัชนีความนำเชื่อถือ R_p และ R_{wp} มีค่าสูง เป็นผลมาจากความผิดพลาดเชิงสถิติของการนับรังสีและเนื่องจากรูปร่างของพีคเลี้ยวเบนที่ได้จากการทดลองต่างจากการคำนวณเล็กน้อย

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ในขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างเมื่อผสมและบดสารทั้งสองให้เป็นเนื้อเดียวกันนั้น ควรมีความละเอียดและค่อนข้างใช้เวลานานเพื่อให้สารทั้งสองรวมเป็นเนื้อเดียวกันมากที่สุด นอกจากนั้นอุณหภูมิที่เผาสารตัวอย่างรวมทั้งอัตราการลดอุณหภูมิมีผลอย่างมากต่อคุณภาพของสารตัวอย่าง

2. ในการปรับค่าพารามิเตอร์ด้วยวิธีของ ริทเวลด์ นั้นควรใส่จำนวนเฟสที่มีอยู่ในตัวอย่างให้ครบทุกเฟส จึงจะได้ค่าความเชื่อถือที่ดี นอกจากนั้นจะต้องพิจารณาให้ค่าพารามิเตอร์ที่ปรับได้มีความเบี่ยงเบนน้อยที่สุด





บรรณานุกรม

ดุสิต เครื่องงาม. โพลีคริสตัลไลน์ฟิสิกส์. ซีเอ็ดยูเคชั่น . กรุงเทพฯ , 2535.

ปริญญา สายน้ำทิพย์. เซรามิกยุคใหม่และแนวโน้มในอนาคตสำหรับประเทศไทย.
(ไม่ปรากฏชื่อหนังสือ) 39-58, 2534.

สุจินดา โชติพานิช. วารสารเซรามิกไทย. 1 : 24-28, 2530.

Cullity, B D. Elements of X-Ray Diffraction . 2nd ed. Massachusetts : Addison-Wesley company, 1978.

Hannink, R J. and others. J. Am Ceram. Soc. 77 : 571-579 , 1994.

Gavie, R C., Pascoe, R T. and Hannink, R H. Nature. 258 : 703-704 , 1975.

Hill, R J. J. Appl. Cryst. 20 : 467-474 , 1987.

Hill, R J. and Howard, C J. A Computer Program for Rietveld Analysis of fixed Wavelength X-Ray and Neutron powder Diffraction Patterns. Australian Atomic Energy Commission Research Establishment., pp. 14.

Hill, R J. and Reichert, B E. J. Am Ceram. Soc. 73 : 2822-2827 , 1990.

Howard, C J. and Kisi, E H. J. Am Ceram. Soc. 73 : 2828-2833 , 1990.

Igawa, N. and others. Crystal Structure of Metastable Tetragonal Zirconia by HRPD. JAERI
NSL Report. 16 , 1993.

Jenkins,R. and de Vries,J L. An Introduction to X-Ray Diffractometry. N.V. Philips Gloeilampenfabrieken-Eindhoven-Holland.,pp.25.

Kittel, Charles. Introduction to Solid State Physics. New York : John Wiley & Sons,Inc., , 1991.

Kisi,E H. and Howard,C J. Neutron News. 3 : 24 -28 , 1992.

Leonid, V. Azaroff. Elements of X-Ray Crystallography. U.S.A. :Mc. Graw-Hill,Inc., ,1968.

Schmid,H K. J.Am Ceram.Soc. 70 : 367-376 , 1987.

Tadin,M. and others. Neutron Powder Diffraction Investigation of Calcium-Stabilise Zirconia CSZ at High Temperatures. Progress-Report. 38-39 , 1993.

Yashima, Massatomo and others. Structure change around the monoclinic-tetragonal phase boundary in the ZrO_2 - CeO_2 solid solutions. JAERI NSL Report. 72 , 1993.

ประวัติย่อของผู้วิจัย

ชื่อ นางสาวอรรวรรณ ชื่อสกุล อุดมพร

เกิดวันที่ 4 เดือน กุมภาพันธ์ พุทธศักราช 2511

สถานที่เกิด อำเภอ ราชบุรี จังหวัด ราชบุรี

สถานที่อยู่ปัจจุบัน 26/79 ถ.งามวงศ์วาน เขตจตุจักร กรุงเทพฯ 10900

ประวัติการศึกษา

พ.ศ.2529 มัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนราชบุรีวิทยาลัย จังหวัดราชบุรี

พ.ศ.2533 กศ.บ.(วิทยาศาสตร์ฟิสิกส์) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
บางแสน จังหวัดชลบุรี

พ.ศ.2539 วท.ม.(วิชาเอกฟิสิกส์) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
ประสานมิตร