

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

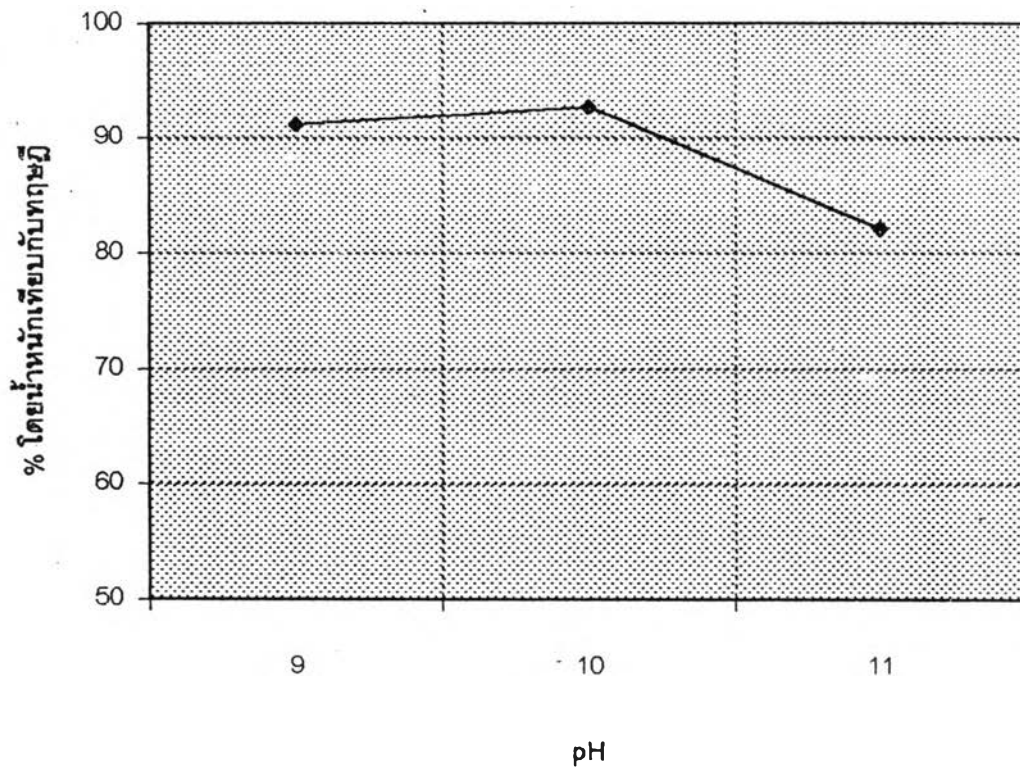
4.1 การทดลองเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอคติฟ เซอร์โคเนียเจล

4.1.1 การทดลองหา pH ที่เหมาะสม

นำเซอร์โคเนียออกไซด์คลอไรด์ออกตะไฮเดรต จำนวน 5 กรัม มาละลายในน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร (7.75×10^{-2} โมล/ลิตร) ผสมกับแคลเซียมคลอไรด์ 13 เปอร์เซ็นต์โดยโมล กวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก หยดกรดออกซาลิก ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร ประมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลังจากนั้นทำให้ร้อนถึงอุณหภูมิ 50°C ปรับ pH ที่ 8, 9, 10 และ 11 ตามลำดับ โดยใช้สารละลายแอมโมเนียที่ความเข้มข้น 3 โมล/ลิตร รักษาอุณหภูมิและ pH เป็นเวลา 5 นาที ผลการทดลองแสดงได้ในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการทดลองหา pH ที่เหมาะสมในการเตรียม
แคลเซียมออกซาลेट แอคติฟ เซอร์โคเนียเจล

pH ที่ใช้ในการทดลอง	ปริมาณแคลเซียมออกซาลेट แอคติฟ เซอร์โคเนียเจล ที่เตรียมได้จากการทดลอง (% โดยน้ำหนักเทียบกับทฤษฎี)
8	เกิดน้อยมากและไม่สามารถกรองได้
9	91.12
10	92.67
11	82.09



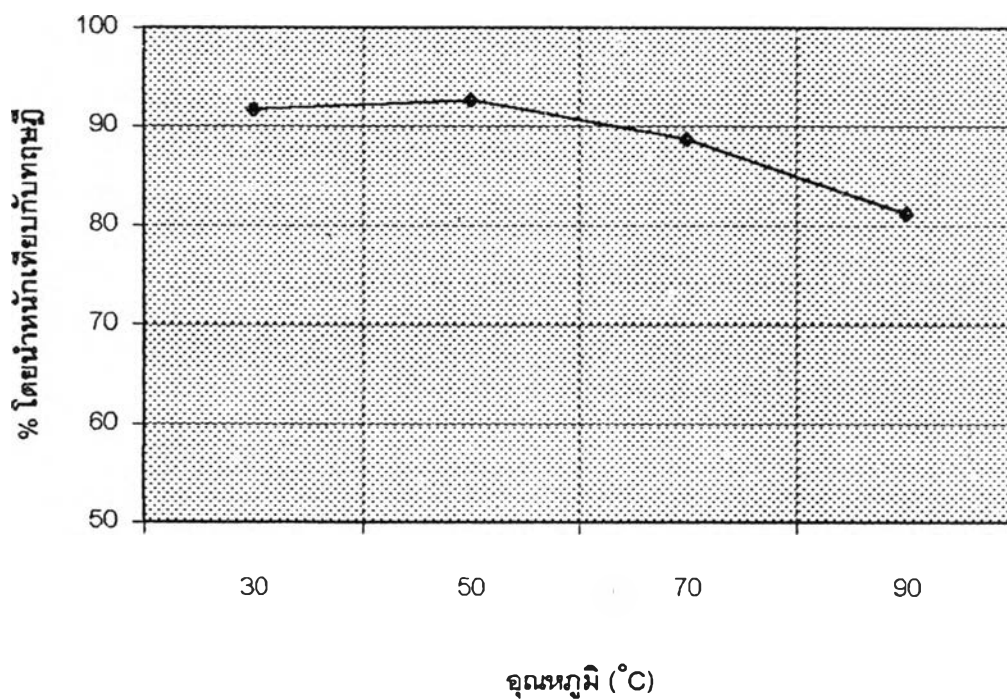
รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณแคลเซียมออกซาเลต แอตติพิฟเซอร์โคเนียเจลที่เตรียมได้กับ pH ที่ใช้ในการทดลอง

4.1.2 การทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสม

นำเซอร์โคเนียออกไซด์คลอไรด์ออกตะไฮเดรต จำนวน 5 กรัม มาละลายในน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร (7.75×10^{-2} โมล/ลิตร) ผสมกับแคลเซียมคลอไรด์ 13 เปอร์เซ็นต์โดยโมล กวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก หยดกรดออกซาลิก ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร ประมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลังจากนั้นทำให้ร้อนจากอุณหภูมิห้อง ($\approx 30^\circ\text{C}$) ขึ้นไปที่ 50, 70 และ 90°C ตามลำดับ ปรับ pH ที่ 10 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียที่มีความเข้มข้น 3 โมล/ลิตร รักษาอุณหภูมิและ pH เป็นเวลา 5 นาที ผลการทดลองแสดงได้ในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียม
แคลเซียมออกซาลเลต แอคติฟ เซอร์โคเนียเจล

อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณแคลเซียมออกซาลเลต แอคติฟ เซอร์โคเนียเจล ที่เตรียมได้จากการทดลอง (% โดยน้ำหนักเทียบกับทฤษฎี)
30	91.75
50	92.67
70	88.68
90	81.14



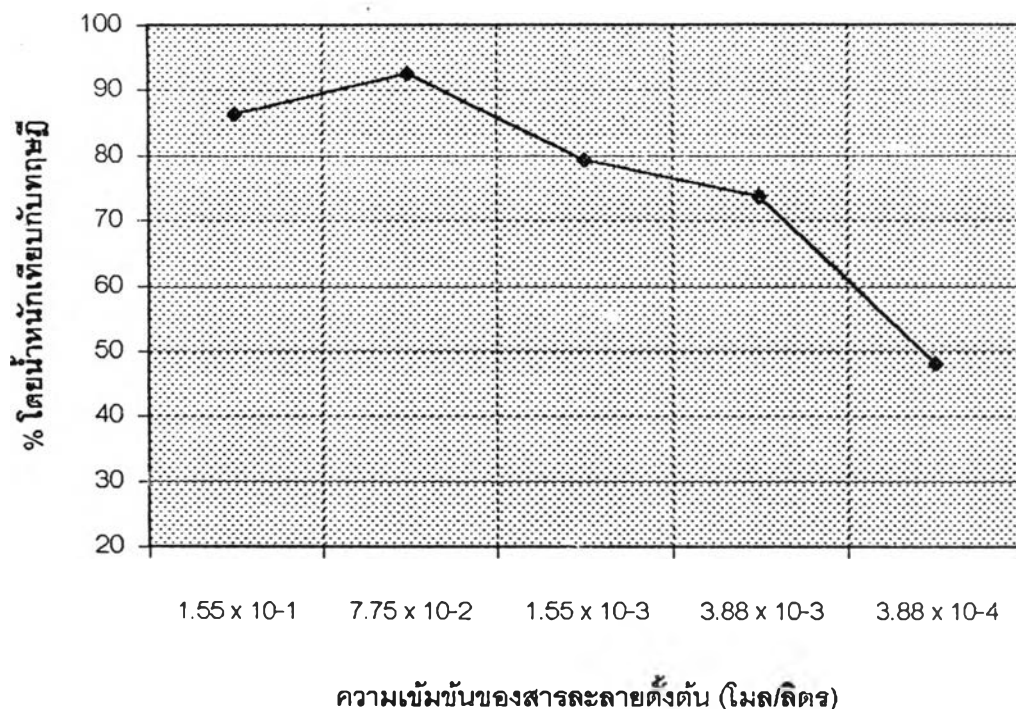
รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณแคลเซียมออกซาลเลต แอคติฟ เซอร์โคเนียเจลที่เตรียมได้กับอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง

4.1.3 การทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น

นำเซอร์โคเนียมออกไซด์คลอไรด์ออกตะไฮเดรต มาละลายในน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้น 1.55×10^{-1} , 7.75×10^{-2} , 1.55×10^{-3} , 3.88×10^{-3} และ 3.88×10^{-4} โมล/ลิตร ตามลำดับ ผสมกับแคลเซียมคลอไรด์ 13 เปอร์เซ็นต์โดยมวล กวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก หยดกรดออกซาลิก ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร ประมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลังจากนั้นทำให้ร้อนถึงอุณหภูมิ 50°C ปรับ pH ที่ 10 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียที่มีความเข้มข้น 3 โมล/ลิตร รักษาอุณหภูมิและ pH เป็นเวลา 5 นาที ผลการทดลองแสดงได้ในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลการทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นที่เหมาะสม ในการเตรียมแคลเซียมออกซาลาเลต แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจล

ความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น ที่ใช้ในการทดลอง (โมล/ลิตร)	ปริมาณแคลเซียมออกซาลาเลต แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลที่เตรียมได้จากการทดลอง (% โดยน้ำหนักเทียบกับทฤษฎี)
1.55×10^{-1}	86.39
7.75×10^{-2}	92.67
1.55×10^{-3}	79.27
3.88×10^{-3}	73.73
3.88×10^{-4}	48.13



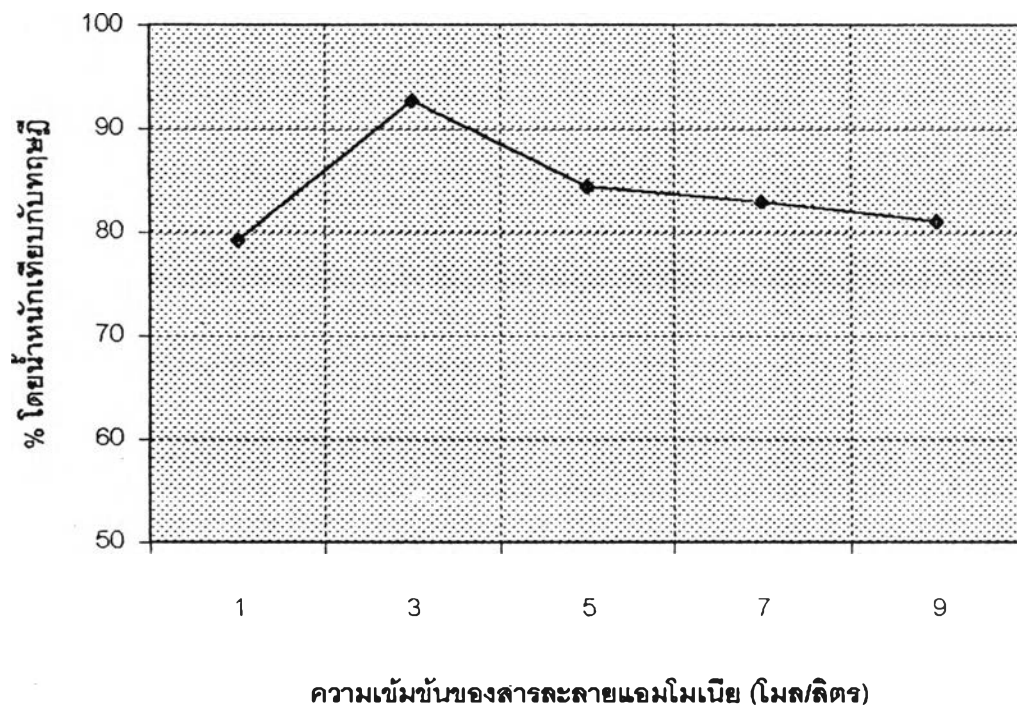
รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลที่เตรียมได้กับความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง

4.1.4 การทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียที่เหมาะสม

นำเซอร์โคเนียออกไซด์คลอไรด์ออกตะไฮเดรต จำนวน 5 กรัม มาละลายในน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร (7.75×10^{-2} โมล/ลิตร) ผสมกับแคลเซียมคลอไรด์ 13 เปอร์เซ็นต์โดยโมล กวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องคนแม่เหล็ก หยดกรดออกซาลิก ความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร ประมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลังจากนั้นทำให้ร้อนถึงอุณหภูมิห้อง 50°C ปรับ pH ที่ 10 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียที่มีความเข้มข้น 1, 3, 5, 7 และ 9 โมล/ลิตร ตามลำดับ รักษาอุณหภูมิและ pH เป็นเวลา 5 นาที ผลการทดลองแสดงได้ในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลการทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียที่เหมาะสม
ในการเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอตติพิฟ เซอร์โคเนียเจล

ความเข้มข้นของสารละลาย แอมโมเนีย ที่ใช้ในการทดลอง (โมล/ลิตร)	ปริมาณแคลเซียมออกซาลेट แอตติพิฟ เซอร์โคเนียเจล ที่เตรียมได้จากการทดลอง (% โดยน้ำหนักเทียบกับทฤษฎี)
1	79.24
3	92.67
5	84.39
7	82.86
9	80.99



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณแคลเซียมออกซาลेट
แอตติพิฟ เซอร์โคเนียเจลที่เตรียมได้กับความเข้มข้น
ของสารละลายแอมโมเนียที่ใช้ในการทดลอง

ในการทดลองหาภาวะที่เหมาะสม ในการเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลนี้ ได้ศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อการเตรียมเจล คือ pH, อุณหภูมิ, ความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น และความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียที่ใช้ในการปรับ pH พบว่า pH ที่เหมาะสมในการเตรียมเจล คือ pH ที่ 10 ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1 อุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 50°C ดังแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.2 ความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นที่ 7.75×10^{-2} โมล/ลิตร เป็นความเข้มข้นสูงที่สุดที่ทำให้ประสิทธิภาพในการเตรียมเจลนี้มีค่าสูงสุด ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.3 ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียที่เหมาะสมในการใช้ปรับ pH คือ ความเข้มข้นที่ 3 โมล/ลิตร จากการทดลองพบว่า ที่ภาวะดังกล่าวสามารถเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลได้มากกว่า 92 % โดยน้ำหนักเทียบกับทฤษฎี

จากผลการทดลองหาภาวะที่เหมาะสมในการทดลองดังกล่าวข้างต้น พอดีสรุปได้ว่า ภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจล คือ

- pH	10	
- อุณหภูมิ	50	$^{\circ}\text{C}$
- ความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น	7.75×10^{-2}	โมล/ลิตร
- ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนีย ที่ใช้ในการปรับ pH	3	โมล/ลิตร
- กรดออกซาลิก	1	โมล/ลิตร

(หมายเหตุ เนื่องจากกรดออกซาลิกจะละลายน้ำได้น้อยจึงได้กำหนดให้ความเข้มข้นของสารละลายกรดออกซาลิกคงที่ไว้ที่ 1 โมล/ลิตร)

4.2 การทดลองเตรียมแคลเซียมเตทราไฮดรอกไซด์เซอร์โคเนีย

ทำการเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจล โดยวิธีการตกตะกอนร่วมในภาวะที่เหมาะสมที่สุดแล้ว นำเจลที่ได้ไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 โดยใช้กรวยบุชเนอร์ และมีมสุญญากาศ ช่วยในการกรอง จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นร้อน 3 ครั้ง และล้างด้วยอีทานอลอีก 3 ครั้ง นำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิประมาณ 80°C เป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง จนแห้ง นำเจลที่ผ่านการอบแห้งนี้ไปทำการบดแห้งด้วยโกร่ง และบดแบบเปียกด้วยเครื่องบดแบบ ball mill โดยใช้อีทานอลเป็นตัวกลาง (medium) ในขวดพลาสติก ใช้ลูกบดเป็นเซอร์โคเนีย ผงที่ได้นำไปทำการเผาแคลไซน์ให้ได้เป็นสเดบิลิซ์เซอร์โคเนียต่อไป

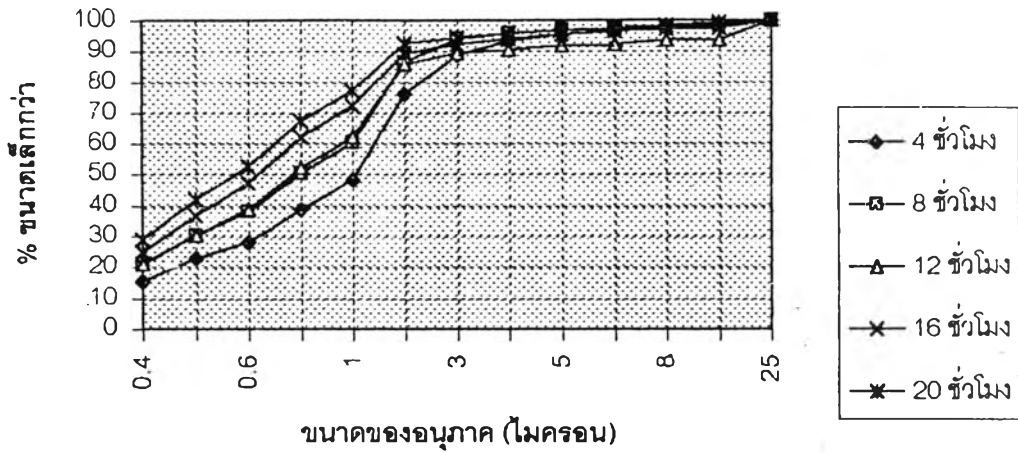
4.2.1 การทดลองหาเวลาที่เหมาะสมในการบด

นำเจลที่ผ่านการอบและบดหยาบด้วยโกร่ง จำนวน 20 กรัม มาทำการบดแบบเปียกด้วยเครื่องบดแบบ ball mill โดยใช้อีทานอลเป็นตัวกลางในขวดพลาสติก ใช้ลูกบดเป็นเซอโรโคเนีย เป็นเวลา 4, 8, 12, 16 และ 20 ชั่วโมง ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.5 และ 4.6

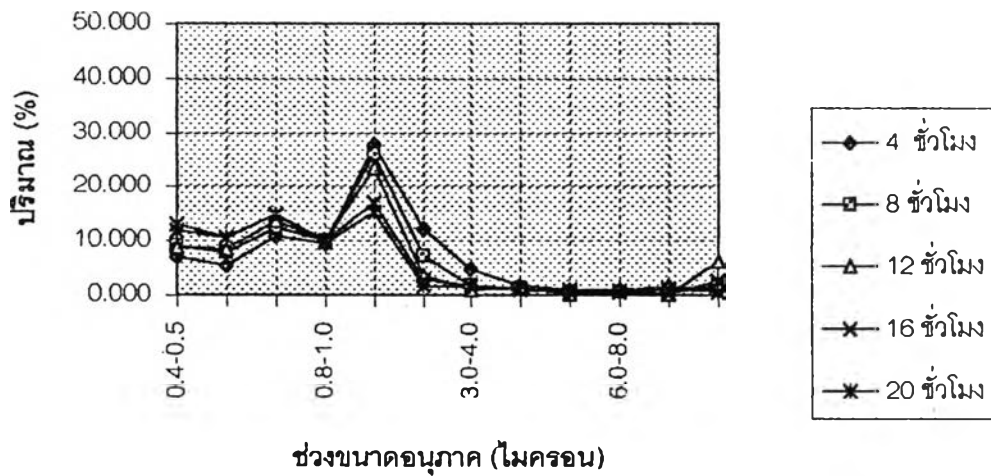
การทดลองหาเวลาที่เหมาะสมในการบดนี้ พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการบดมากขึ้นขนาดของอนุภาคจะเล็กลง และเมื่อใช้เวลาในการบดนานขึ้นที่ 12 ชั่วโมง ขนาดของอนุภาคที่ช่วงขนาดอนุภาคใหญ่ (มากกว่า 1 ไมครอน ขึ้นไป) จะมีจำนวนมากขึ้น อาจเนื่องมาจากการเกิด agglomeration ขึ้น และจะลดลงเมื่อเวลาบดมากขึ้นอีก แต่ที่ช่วงขนาดอนุภาคขนาดเล็ก (ต่ำกว่า 1 ไมครอน) เมื่อบดนานขึ้นจะมีขนาดเล็กลงเรื่อย ๆ ที่เวลาบด 20 ชั่วโมง จะได้ขนาดอนุภาคที่เล็กมากคือ มีขนาดอนุภาคต่ำกว่า 1 ไมครอน ประมาณ 77.2667 % แต่อย่างไรก็ตาม ในการทดลองต่อไปจะเลือกใช้เวลาในการบด 8 ชั่วโมง เพื่อไม่ให้เกิด agglomeration ในระหว่างการบดและเป็นการประหยัดเวลาและพลังงานที่ใช้ในการบด

ตารางที่ 4.5 ขนาดของอนุภาคกับเวลาที่ใช้ในการบด
แคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลที่อบแห้ง

เวลาในการบด	4 ชั่วโมง	8 ชั่วโมง	12 ชั่วโมง	16 ชั่วโมง	20 ชั่วโมง
ขนาดของอนุภาค (ไมครอน)	% ขนาดเล็กกว่า (% Finer than \pm SD.)				
25.0	100	100	100	100	100
10.0	98.93 \pm 1.68	98.13 \pm 0.37	93.76 \pm 0.53	97.36 \pm 0.95	99.46 \pm 0.75
8.0	97.36 \pm 1.75	97.76 \pm 0.49	93.53 \pm 0.84	97.13 \pm 1.27	98.33 \pm 0.79
6.0	96.30 \pm 0.75	97.16 \pm 0.88	92.26 \pm 1.19	96.46 \pm 0.93	97.56 \pm 0.72
5.0	95.30 \pm 0.29	96.80 \pm 0.53	92.00 \pm 1.39	95.40 \pm 1.02	96.93 \pm 1.14
4.0	93.40 \pm 0.43	95.63 \pm 0.62	90.53 \pm 1.37	94.16 \pm 1.19	95.86 \pm 1.39
3.0	88.66 \pm 1.55	93.90 \pm 1.06	89.53 \pm 1.38	92.26 \pm 0.97	94.30 \pm 1.59
2.0	76.40 \pm 0.80	86.73 \pm 2.71	85.90 \pm 2.27	89.50 \pm 1.04	92.46 \pm 1.63
1.0	48.46 \pm 0.75	60.00 \pm 3.32	62.36 \pm 2.36	72.43 \pm 1.76	77.26 \pm 1.99
0.8	39.03 \pm 0.80	50.50 \pm 3.33	52.33 \pm 2.24	62.30 \pm 2.12	67.56 \pm 1.73
0.6	28.13 \pm 0.59	38.10 \pm 2.86	38.73 \pm 1.85	47.46 \pm 1.89	52.66 \pm 0.75
0.5	22.80 \pm 0.61	30.30 \pm 2.65	30.26 \pm 1.68	36.90 \pm 1.88	41.93 \pm 0.51
0.4	15.70 \pm 0.76	21.30 \pm 1.95	21.33 \pm 1.93	25.03 \pm 1.03	28.80 \pm 0.63



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคกับเวลาที่ใช้ในการบดเปียก แคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟเซอร์โคเนียเจลที่อบแห้งแล้ว



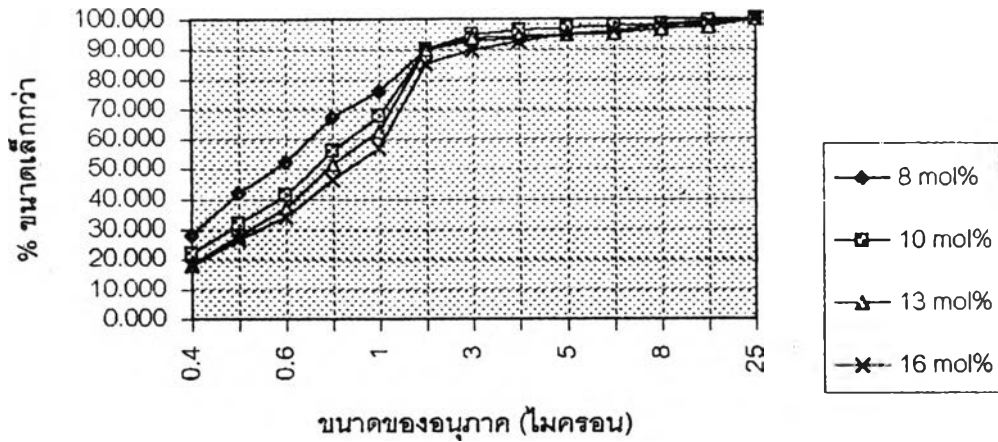
รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของอนุภาคที่ช่วงขนาดต่างๆ กับเวลาที่ใช้ในการบดแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลที่อบแห้งแล้ว

4.2.2 การเตรียมแคลเซียมเคปิลโซลโคเนียที่ส่วนผสมต่าง ๆ

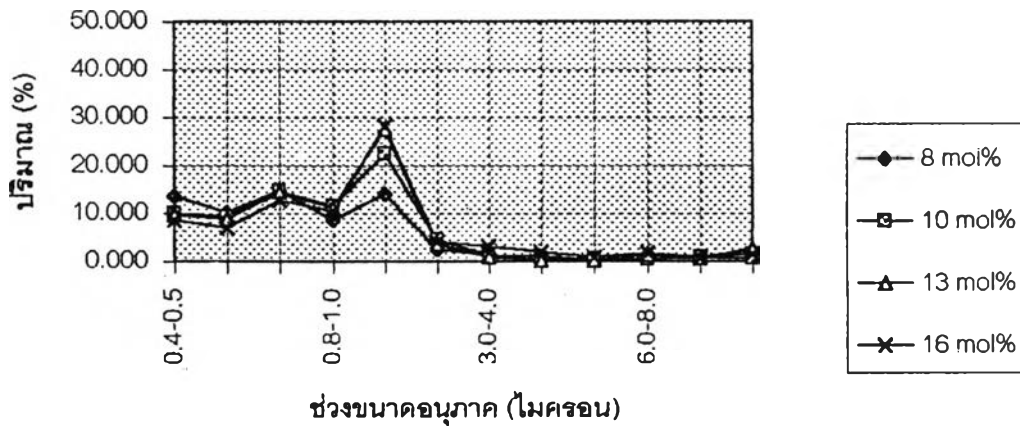
ทำการทดลองเตรียมแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจล โดยใช้แคลเซียมคลอไรด์ในการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ ดังนี้ 8, 10, 13 และ 16 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ตามภาวะที่เหมาะสมดังหัวข้อที่ 4.1 นำเจลที่ได้มาทำการบดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ผลการตรวจสอบขนาดของอนุภาคที่ส่วนผสมต่าง ๆ กันนี้ แสดงได้ในตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.7 และ 4.8

ตารางที่ 4.5 ขนาดของอนุภาคของแคลเซียมออกซาลेट แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลอบแห้งที่ส่วนผสมต่าง ๆ บดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง

ส่วนผสม	8 mol%	10 mol%	13 mol%	16 mol%
ขนาดของอนุภาค (ไมครอน)	% ขนาดเล็กกว่า (% \pm SD.)			
25.0	100	100	100	100
10.0	97.70 \pm 2.30	99.20 \pm 0.00	97.33 \pm 1.99	98.40 \pm 0.65
8.0	96.85 \pm 2.15	98.30 \pm 0.20	96.56 \pm 2.90	97.73 \pm 1.07
6.0	95.20 \pm 2.67	97.75 \pm 0.15	95.20 \pm 2.74	95.86 \pm 1.52
5.0	95.05 \pm 3.15	97.05 \pm 0.15	94.86 \pm 2.37	94.90 \pm 1.20
4.0	93.95 \pm 3.05	96.30 \pm 0.40	94.63 \pm 2.20	92.83 \pm 1.65
3.0	92.65 \pm 3.05	94.85 \pm 0.65	93.76 \pm 1.71	89.66 \pm 2.67
2.0	90.20 \pm 2.70	90.25 \pm 0.75	90.20 \pm 1.27	85.50 \pm 0.78
1.0	76.05 \pm 3.25	67.80 \pm 0.70	62.73 \pm 1.69	57.30 \pm 4.89
0.8	67.35 \pm 1.75	56.05 \pm 0.55	51.56 \pm 1.34	46.66 \pm 3.52
0.6	52.40 \pm 1.70	41.35 \pm 0.15	36.83 \pm 1.06	33.90 \pm 3.47
0.5	42.00 \pm 1.70	32.05 \pm 0.35	27.96 \pm 0.78	26.70 \pm 3.29
0.4	28.25 \pm 1.75	21.85 \pm 0.35	18.13 \pm 0.74	17.96 \pm 3.03



รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคของแคลเซียมออกไซด์ แอติฟ เซอร์โคเนียเจอบแห้งที่ส่วนผสมต่าง ๆ บดเปียกเป็นเวลา 8 ชั่วโมง



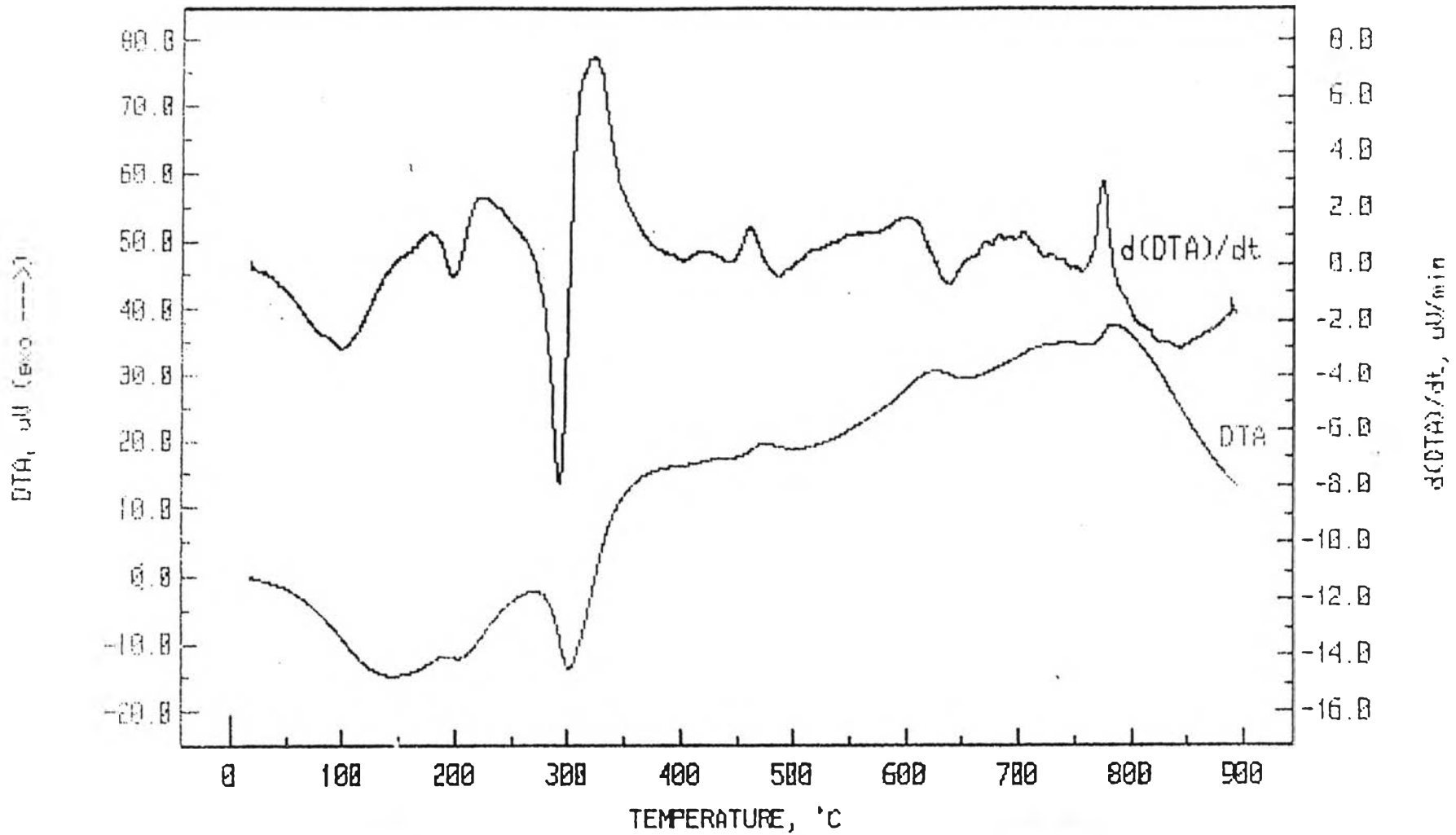
รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ของปริมาณของอนุภาคที่ช่วงขนาดต่าง ๆ ของแคลเซียมออกไซด์ แอติฟ เซอร์โคเนียเจอบแห้งที่แต่ละส่วนผสม บดเปียกเป็นเวลา 8 ชั่วโมง

จากผลการทดลองพบว่าขนาดของอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดละเอียดกว่า 1 ไมครอน การกระจายตัวของอนุภาคมีหลายช่วง เจลที่อบแห้งนี้ในแต่ละส่วนผสมที่ผ่านการบดเปียกเป็นเวลา 8 ชั่วโมงเท่ากันนั้น มีขนาดแตกต่างกันไปบ้างอาจเนื่องมาจากความเร็วรอบของการบดแบบ ball milling นี้ ไม่คงที่ และขนาดของเจลอบแห้งเริ่มต้นก่อนการบดมีขนาดแตกต่างกันไปบ้าง

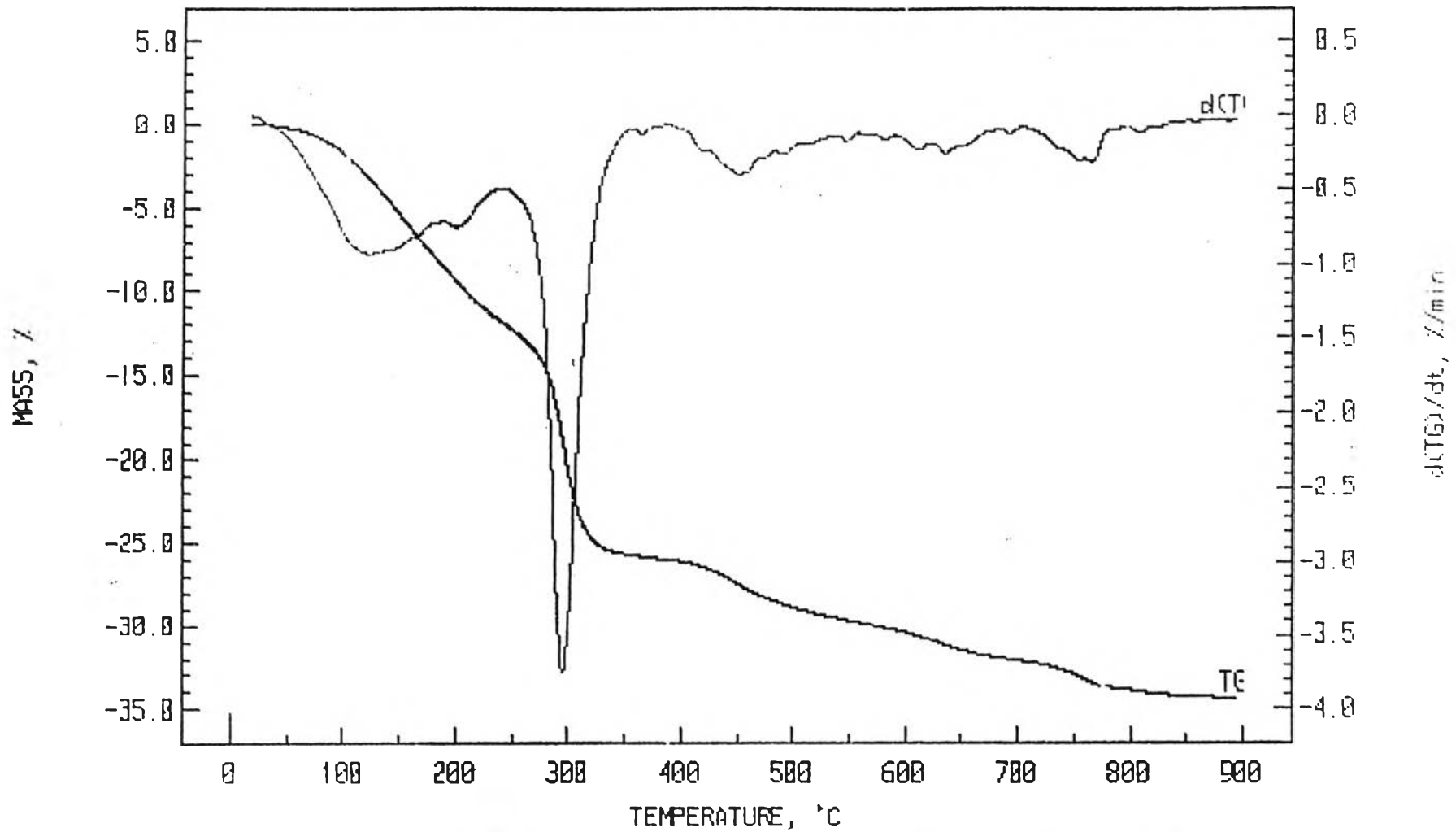
4.2.3 การตรวจวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential Thermal Analyzer และ Thermogravimetric Analyzer

นำเจลที่ผ่านการอบแห้งและบดแล้ว มาทำการตรวจวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DTA และ TGA เพื่อใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานและใช้ประกอบในการเผาแคลไซน์เจลให้ได้เป็นแคลเซียมเตทราไฮดรอกซีเซอร์โคเนีย ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 จะพบว่ามีลักษณะคล้ายกับรายงานการวิจัยของนักวิจัยหลายท่าน [28, 29, 41] ในช่วง endothermic peak แรก ในช่วงอุณหภูมิต่ำถึงประมาณ 280 °C จะเกิดการ dehydration ขึ้น ($\text{CaO}(\text{ZrOC}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaO}(\text{ZrOC}_2\text{O}_4) + \text{H}_2\text{O}$) (% weight loss ~ 14 %) ที่อุณหภูมิสูงขึ้นถึงอุณหภูมิประมาณ 620 °C ช่วง exothermic peak จะเกิดการแตกตัวของออกซาเลต (oxalate decomposition ; $\text{CaO}(\text{ZrOC}_2\text{O}_4) \rightarrow \text{CaO}(\text{ZrOCO}_3) + \text{CO}$) ขึ้น (% weight loss ~ 16 %) ที่อุณหภูมิในช่วงประมาณ 470 °C จะเกิด crystallization ของ pseudotetragonal ขึ้น [42] ในช่วง endothermic peak ที่อุณหภูมิสูงกว่า 620 °C ขึ้นไป จะเกิดการแตกตัวของคาร์บอเนต (carbonate decomposition ; $\text{CaO}(\text{ZrOCO}_3) \rightarrow \text{CaO-ZrO}_2 + \text{CO}_2$) (% weight loss ~ 4 %) และที่อุณหภูมิประมาณ 770 °C จะเกิด exothermic peak เนื่องจากเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากเตตระโกนอลเฟสไปเป็นโมโนคลินิกเฟส [43]

จากรูปที่ 4.9 และ 4.10 พบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 830 °C ขึ้นไป จะไม่เกิด weight loss ขึ้น จึงได้เลือกอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์แคลเซียมออกซาเลต แออดิทิฟ เซอร์โคเนียเจล ที่ 850 °C ทุกส่วนผสมของเจล (8, 10, 13 และ 16 โมล% แคลเซียมออกซาเลต แออดิทิฟ เซอร์โคเนียเจล)



รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ 16 โมล% แคลเซียมออกไซด์แอดดิทีฟ เซอร์โคเนียเจลที่อบแห้งแล้ว ด้วยเครื่อง DTA

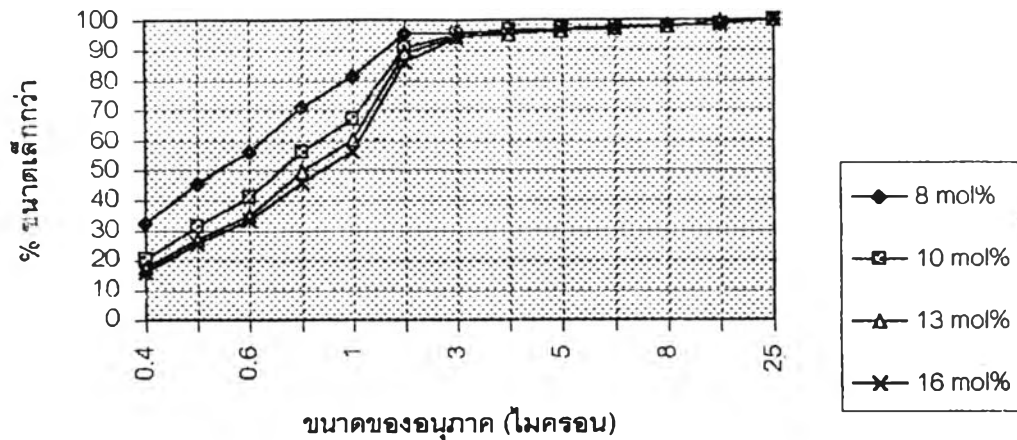


รูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ 16 โมล% แคลเซียมออกไซด์ในพอลิเอทิลีน เซอร์โคเนียเจลที่อบแห้งแล้ว ด้วยเครื่อง TGA

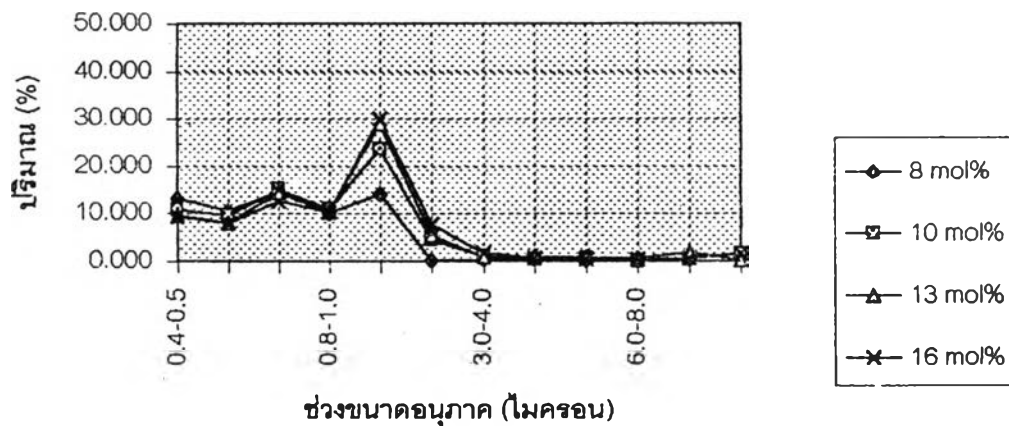
นำผงที่เตรียมได้ดังกล่าวข้างต้นมาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา 1/2 ชั่วโมง (heating rate 4 °C/min.) ผลการตรวจสอบอนุภาคแคลเซียมเตทริไฮโดรไลต์เซอร์โคเนียที่ส่วนผสมต่าง ๆ หลังการแคลไซน์ แสดงได้ในตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.11 และ 4.12

ตารางที่ 4.7 ขนาดของอนุภาคแคลเซียมเตทริไฮโดรไลต์เซอร์โคเนียที่ส่วนผสมต่าง ๆ

ส่วนผสม	8 mol%	10 mol%	13 mol%	16 mol%
ขนาดของอนุภาค (ไมครอน)	% ขนาดเล็กกว่า (% ± SD.)			
25.0	100	100	100	100
10.0	98.40 ± 1.73	98.40 ± 0.00	99.70 ± 0.42	98.40 ± 1.13
8.0	98.03 ± 1.63	97.93 ± 0.33	97.90 ± 0.67	97.70 ± 1.84
6.0	97.23 ± 1.78	97.86 ± 0.38	97.30 ± 0.57	97.20 ± 1.51
5.0	96.90 ± 1.89	97.20 ± 0.57	96.46 ± 0.82	96.73 ± 2.02
4.0	96.33 ± 1.92	96.63 ± 0.72	95.36 ± 1.39	96.00 ± 1.61
3.0	95.83 ± 2.07	95.43 ± 0.69	94.40 ± 1.67	94.10 ± 1.53
2.0	95.50 ± 2.51	90.80 ± 0.86	88.96 ± 5.27	86.26 ± 2.62
1.0	81.23 ± 4.39	67.10 ± 0.43	60.06 ± 2.85	56.26 ± 3.72
0.8	71.13 ± 3.80	56.10 ± 0.35	49.60 ± 1.59	46.03 ± 3.08
0.6	56.36 ± 3.02	41.06 ± 0.42	35.10 ± 1.09	33.46 ± 2.66
0.5	45.76 ± 2.92	31.33 ± 0.12	27.13 ± 1.40	25.40 ± 2.22
0.4	32.50 ± 2.04	20.60 ± 0.14	17.53 ± 0.94	15.93 ± 1.61



รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาค
แคลเซียมเตบิไลต์เซอร์โคเนียที่ส่วนผสมต่าง ๆ



รูปที่ 4.12 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของขนาดอนุภาคในช่วง
ขนาดต่าง ๆ ของแคลเซียมเตบิไลต์เซอร์โคเนียที่แต่ละส่วนผสม

จากตารางที่ 4.7, กราฟรูปที่ 4.11 และ 4.12 เปรียบเทียบกับตารางที่ 4.8, กราฟรูปที่ 4.7 และ 4.8 จะพบว่าขนาดอนุภาคหลังการเผาแคลไซน์แล้วจะมีความละเอียดใกล้เคียงกับขนาดอนุภาคก่อนการเผาแคลไซน์ ซึ่งมีขนาดของอนุภาคส่วนใหญ่ต่ำกว่า 1 ไมครอน

4.3 การเตรียมที่บงาบแคลเซียมเตปิลอ์เซอร์โคเนีย

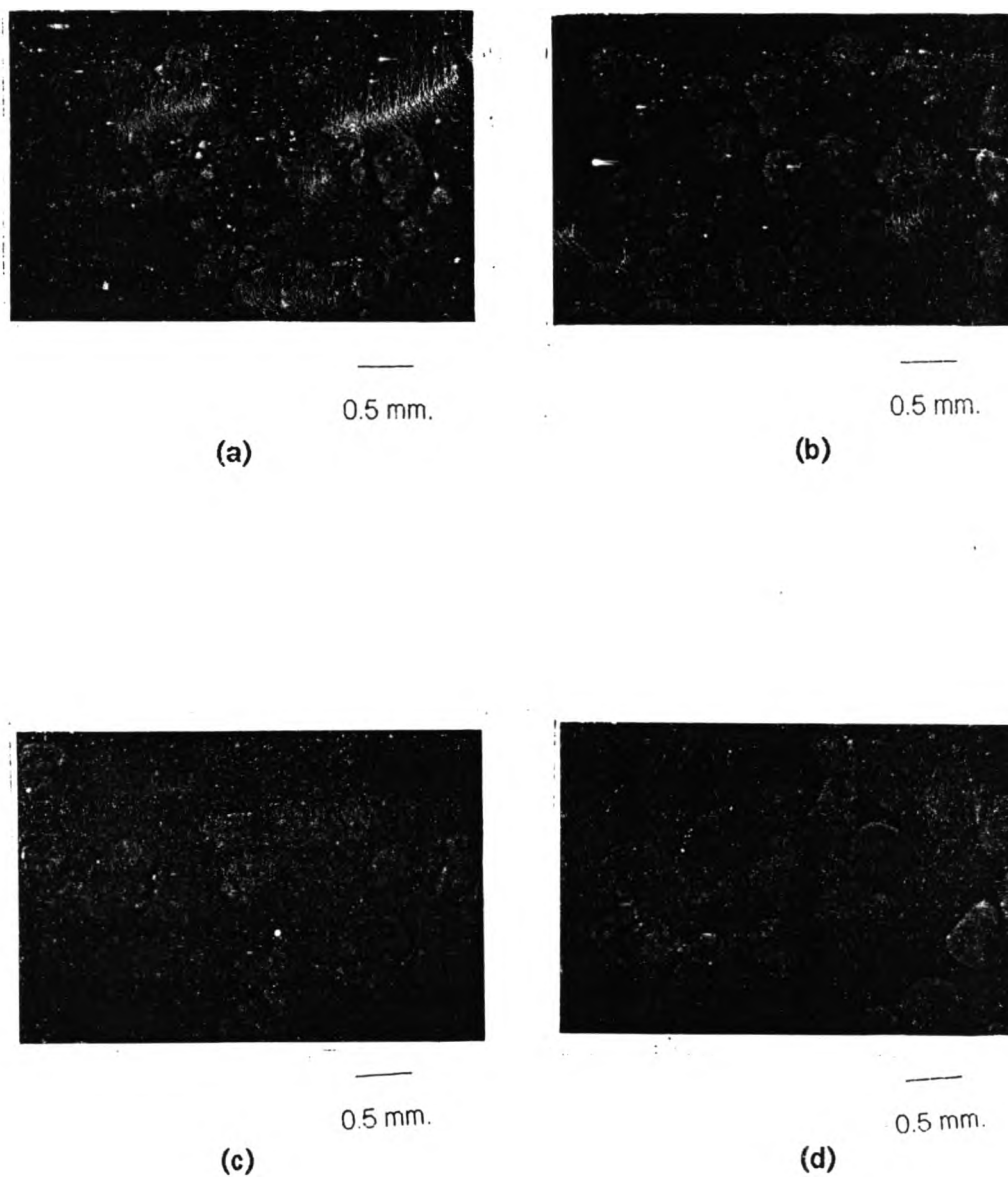
4.3.1 การเตรียมแกรนูลของแคลเซียมเตปิลอ์เซอร์โคเนีย

นำผงของแคลเซียมเตปิลอ์เซอร์โคเนียที่ส่วนผสมต่าง ๆ ที่ได้จากหัวข้อที่ 4.2 มาทำการเตรียมเป็นแกรนูลดังนี้ นำผงนี้มาทำการฉีดพ่นน้ำกลั่น ผสมให้เข้ากันในโถรง ทำให้เป็นแกรนูล โดยผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐาน (ASTM Sieves) เบอร์ 35, 50 และ 140 เมช (mesh) ตามลำดับ นำแกรนูลที่ผ่านตะแกรงเบอร์ 35 เมช แต่ค้างบนตะแกรงเบอร์ 50 เมช มาผสมกับแกรนูลที่ผ่านตะแกรงเบอร์ 50 เมช แต่ค้างบนตะแกรงเบอร์ 140 เมช ในอัตราส่วน 9 : 1 โดยน้ำหนัก ปรับความชื้นให้อยู่ในช่วงประมาณ 10-15 เปอร์เซ็นต์ เก็บไว้ประมาณ 1 วัน เพื่อรักษาคุณภาพของเม็ดแกรนูลให้เหมาะสมที่จะนำไปขึ้นรูป

ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของแกรนูล เช่น อัตราการไหล, ความหนาแน่นบรรจุ, ความหนาแน่นหลังการเคาะ, เปอร์เซ็นต์ความชื้น และรูปร่างลักษณะของเม็ดแกรนูล แสดงในตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.13 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.8 ลักษณะเฉพาะของเม็ดแกรนูลที่เตรียมได้

สูตร	อัตราการไหล (กรัม / วินาที ± SD)	ความหนาแน่นบรรจุ (กรัม / ตารางเซนติเมตร ± SD)	ความหนาแน่นหลังการเคาะ (กรัม / ตารางเซนติเมตร ± SD)	อัตราส่วนความหนาแน่นหลังการเคาะ : ความหนาแน่นบรรจุ (หน่วย ± SD)	เปอร์เซ็นต์ความชื้น (%)
8 mol %	0.31 ± 0.00	1.19 ± 0	1.56 ± 0.02	1.31 ± 0.01	10.73
10 mol %	0.40 ± 0.02	1.33 ± 0	1.62 ± 0.02	1.21 ± 0.02	12.15
13 mol %	0.35 ± 0.01	1.18 ± 0.00	1.51 ± 0.02	1.27 ± 0.02	10.43
16 mol %	0.24 ± 0.00	1.05 ± 0.01	1.39 ± 0.02	1.32 ± 0.03	10.49



รูปที่ 4.13 รูปร่างลักษณะของเมมเบรนที่เตรียมได้

- a.) 8 โมล % แคลเซียมเตทราฟลูออไรด์
- b.) 10 โมล % แคลเซียมเตทราฟลูออไรด์
- c.) 13 โมล % แคลเซียมเตทราฟลูออไรด์
- d.) 16 โมล % แคลเซียมเตทราฟลูออไรด์

จากตารางที่ 4.8 จะมีอัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นหลังการเคาะต่อความหนาแน่นบรรจุเรียงจากน้อยไปมากดังนี้ 16, 8, 13 และ 10 โมล% ตามลำดับ อัตราการไหลตัวเรียงจากน้อยไปมาก 10, 13, 8 และ 16 โมล% ตามลำดับ

รูปที่ 4.13 จะเห็นว่ารูปร่างลักษณะของเม็ดแกรนูลที่เตรียมได้จะไม่ค่อยเป็นรูปทรงกลมนัก และมีขนาดประมาณ 0.5 มิลลิเมตร

4.3.2 การขึ้นรูปชิ้นงานและเผาผนึก

นำเม็ดแกรนูลของสารแคลเซียมเดบิไลซ์เซอร์โคเนียที่ส่วนผสมต่าง ๆ ที่เตรียมได้จากหัวข้อที่ 4.3.1 ซึ่งแกรนูลมา 1 กรัม มาทำการอัดขึ้นรูปขึ้นงานเป็นรูปเม็ดยากลม (pellets) โดยใช้แบบพิมพ์ (mold) รูปทรงกระบอกกรวง เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร อัดด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปแบบไฮดรอลิก ที่แรงอัด 565.56 kg./cm.^2 เป็นเวลา 1 นาที นำชิ้นงานที่ได้นี้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C เป็นเวลา $\frac{1}{2}$ ชั่วโมง (heating rate 4°C/min.)

ตรวจสอบลักษณะเฉพาะของชิ้นงาน ดังนี้ ความหนาแน่นของชิ้นงานภายหลังการขึ้นรูป (green density), ความหนาแน่นปรากฏของชิ้นงานหลังการเผาผนึก (apparent density), ความหนาแน่นบัลค์, เปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ, เปอร์เซ็นต์เอฟฟาเรนทโทโพริซิตี และโครงสร้างจุลภาค แสดงดังตารางที่ 4.9 และ 4.10 รูปที่ 4.14 ตามลำดับ

ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการขึ้นรูปนี้ (เรียงจากน้อยไปมากได้ 16, 13, 8 และ 10 โมล% ตามลำดับ) จะสัมพันธ์กับ อัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นหลังการเคาะต่อความหนาแน่นบรรจุ (เรียงจากน้อยไปมาก 10, 13, 8 และ 16 โมล%) คือถ้าอัตราส่วนนี้มาก ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการขึ้นรูปก็จะมีค่ามากตามไปด้วย แต่เนื่องจากที่ 16 โมล% จะมีอัตราการไหลตัวที่ต่ำที่สุด และที่ 10 โมล% จะมีอัตราการไหลตัวที่สูงที่สุด จึงทำให้ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการขึ้นรูปที่ 16 โมล% มีค่าที่ต่ำ และที่ 10 โมล% มีค่าที่สูง โดยสรุปแล้วจากตารางที่ 4.9 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการขึ้นรูปนี้จะมีค่าใกล้เคียงกัน

ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานหลังการเผาผนึกนี้ เรียงจากน้อยไปมากได้ 8, 10, 13 และ 16 โมล% ตามลำดับ ซึ่งมีค่าต่างกันพอสมควรก็เนื่องมาจาก เมื่อประมาณแคลเซียมออกไซด์มากขึ้น จะทำให้เซอร์โคเนียเกิด oxygen vacancies มากขึ้น ทำให้การ diffusion เพื่อให้อนุภาคเกิดการผนึกกันมีค่าต่ำลง และจะมีค่าความหนาแน่นตามทฤษฎีลดลงตามไปด้วย อีกทั้งแคลเซียมไอออนมี diffusion ที่ต่ำกว่าเซอร์โคเนียไอออน [44, 45] ทำให้ชิ้นงานแคลเซียม

สเตบิลไลซ์เซอร์โคเนีย ที่มีปริมาณการโคปเคลเซียมมากกว่าจะมีค่าความหนาแน่นหลังการเผาผนึก ลดลง ดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ความหนาแน่นของชิ้นงานภายหลังการขึ้นรูปและหลังการเผาผนึก

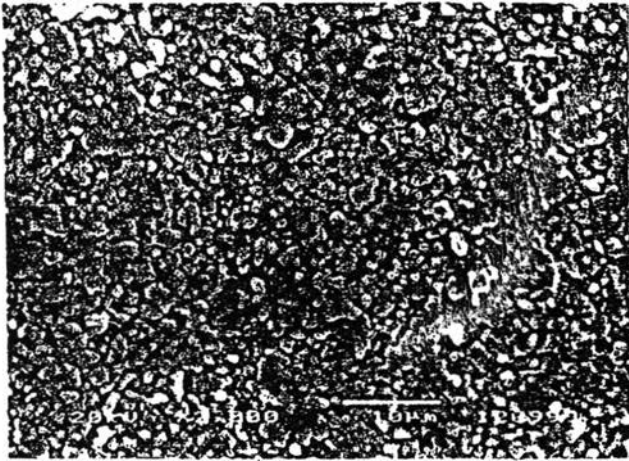
สูตร	ชิ้นงานหลังการขึ้นรูป	ชิ้นงานหลังการเผาผนึก
	ความหนาแน่น (green density) (กรัม / ลูกบาศก์เซนติเมตร ± SD.)	ความหนาแน่นปรากฏ (apparent density) (กรัม / ลูกบาศก์เซนติเมตร ± SD.)
8 โมล %	2.46 ± 0.03	5.33 ± 0.05
10 โมล %	2.51 ± 0.02	5.17 ± 0.04
13 โมล %	2.45 ± 0.03	4.72 ± 0.02
16 โมล %	2.40 ± 0.04	4.68 ± 0.07

จากตารางที่ 4.10 เปรียบเทียบกับตารางที่ 4.9 จะพบว่าชิ้นงานที่ได้มีค่าความหนาแน่นบัลค์มากกว่าความหนาแน่นปรากฏ เนื่องจากชิ้นงานที่เตรียมได้มี opened pore อยู่ จากผลการทดลอง จึงได้เลือกชิ้นงานที่ 8 โมล% และ 10 โมล% ซึ่งมีความหนาแน่นบัลค์ประมาณ 5.33 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร และ 5.17 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ มาใช้ในการหาค่าทางไฟฟ้าต่อไป

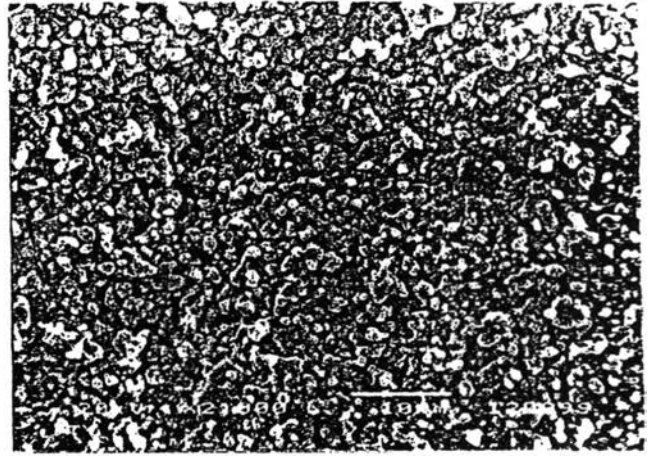
ตารางที่ 4.10 ลักษณะเฉพาะของชิ้นงานภายหลังการเผาผนึก

สูตร	% เทพทาเรนท์โทโรซิติ (% \pm SD.)	% การดูดซึมน้ำ (% \pm SD.)	ความหนาแน่นบัลค์ (กรัม /ลูกบาศก์ เซนติเมตร \pm SD.)
8 mol %	3.45 \pm 0.06	0.64 \pm 0.01	5.55 \pm 0.10
10 mol %	5.95 \pm 0.38	1.15 \pm 0.08	5.36 \pm 0.14
13 mol %	8.24 \pm 0.39	1.75 \pm 0.08	4.96 \pm 0.04
16 mol %	9.57 \pm 0.23	2.04 \pm 0.07	4.83 \pm 0.06

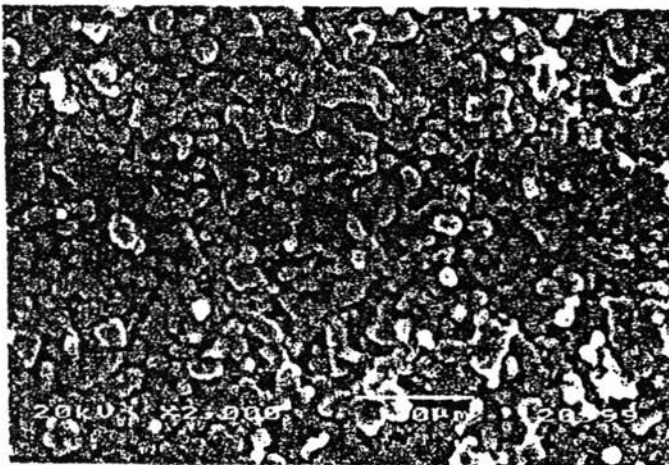
จากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกแล้วดังรูปที่ 4.14 จะพบว่าชิ้นงานเกิดการผนึกขึ้น ขนาดของเกรนจะมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน ชิ้นงานที่มีปริมาณแคลเซียมออกไซด์มากนั้นจะมีขนาดของอนุภาคใหญ่กว่าชิ้นงานที่มีปริมาณแคลเซียมออกไซด์น้อยตามลำดับ



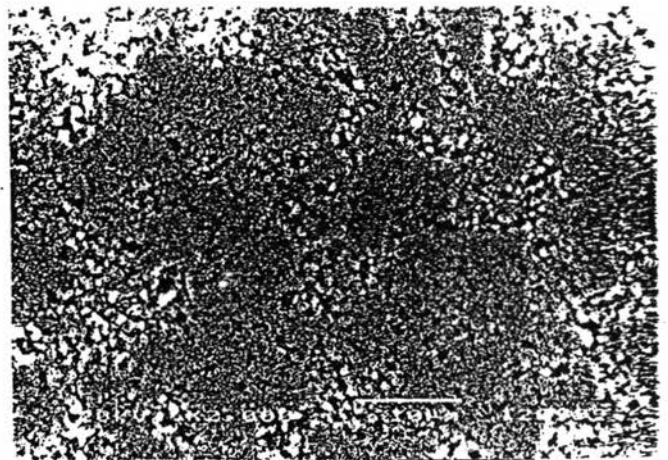
a)



b)



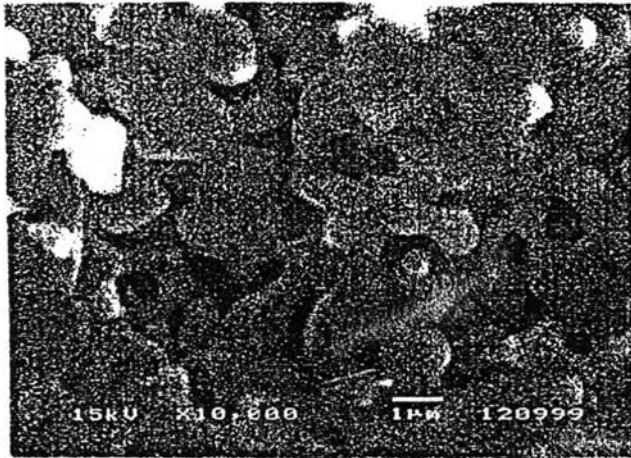
c)



d)

รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานภายหลังจากการเผาผนึก

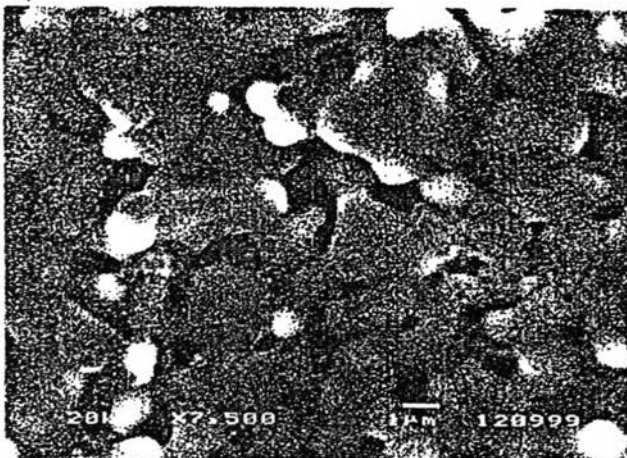
- a.) 8 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์
- b.) 10 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์
- c.) 13 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์
- d.) 16 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์



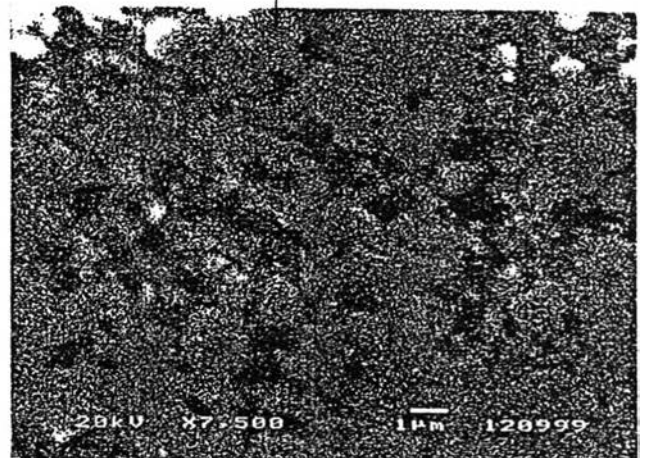
a)



b)



c)



d)

รูปที่ 4.14(ต่อ) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานภายหลังการเผาผนึก

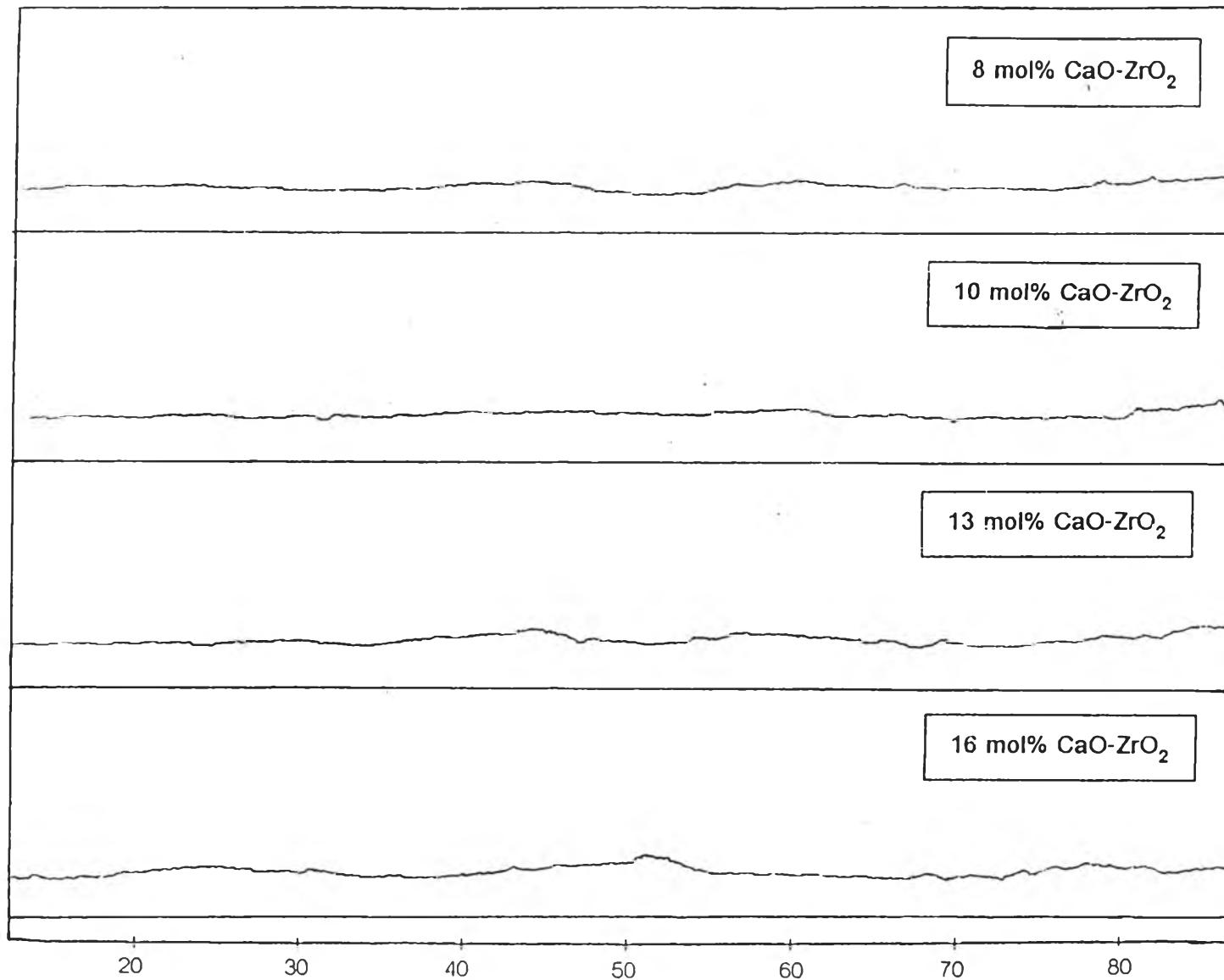
- a.) 8 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์
- b.) 10 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์
- c.) 13 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์
- d.) 16 โมล % แคลเซียมไฮดรอกไซด์

4.3.3 การตรวจสอบเฟส

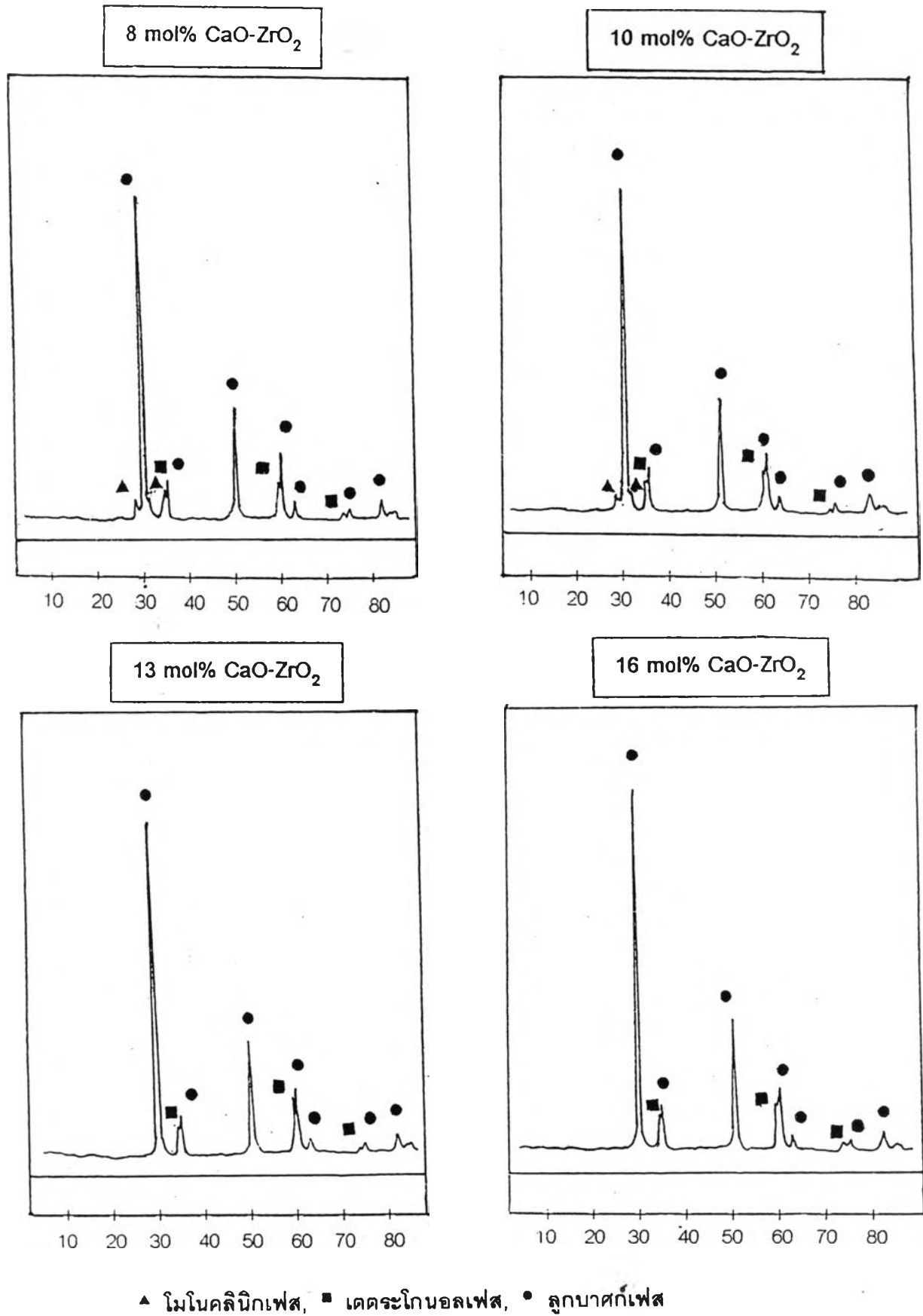
จากรูปที่ 4.15 แสดง XRD ของแคลเซียมออกซาลเลต แอติพิฟ เซอร์โคเนีย ที่เตรียมได้จากการหาภาวะที่เหมาะสมในหัวข้อที่ 4.1 จะพบว่าที่ทุกส่วนผสม (8, 10, 13 และ 16 โมล% แคลเซียมออกซาลเลต แอติพิฟ เซอร์โคเนีย) เป็น amorphous หมด

เมื่อนำแคลเซียมออกซาลเลต แอติพิฟ เซอร์โคเนียเจลมาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา ½ ชั่วโมง พบว่า ที่ 8 โมล% และ 10 โมล% จะมีเฟสผสมกันทั้ง 3 เฟส คือ โมโนคลินิก, เตตระโกนอล และลูกบาศก์ ที่ 13 โมล% และ 16 โมล% จะพบเตตระโกนอลและลูกบาศก์เฟส ดังรูปที่ 4.16

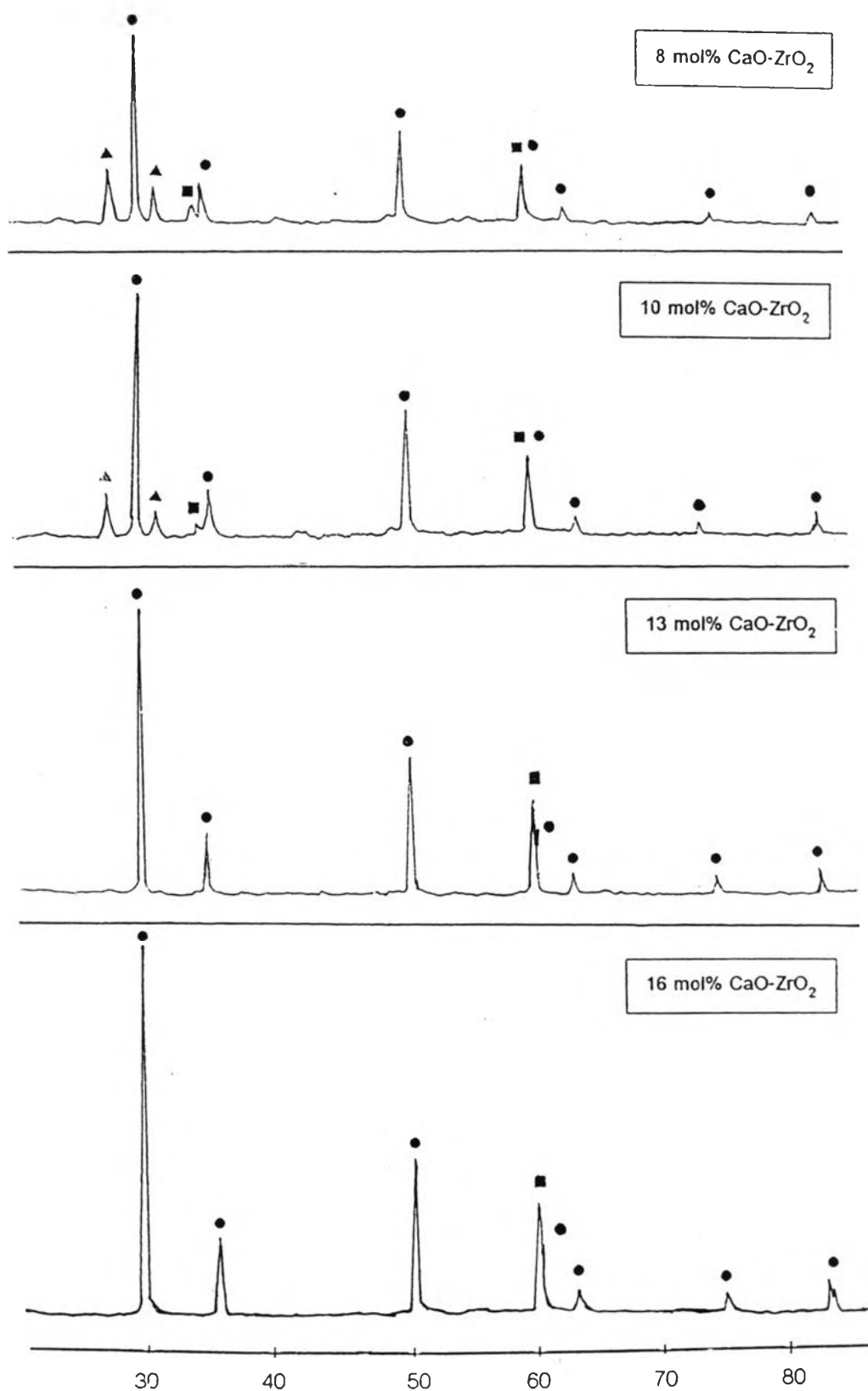
แคลเซียมเตบิลไฮดรอกไซด์เซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว นำมาอัดขึ้นรูปและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 °C เป็นเวลา ½ ชั่วโมง พบว่า ที่ 8 โมล% และ 10 โมล% จะพบเฟสผสมกันทั้ง 3 เฟส แต่จะพบโมโนคลินิกเฟสมากขึ้น เตตระโกนอลเฟสจะลดลง อาจเนื่องมาจากเฟสเตตระโกนอลที่พบก่อนการเผาผนึกนั้น บางส่วนอาจเป็น metastable ซึ่งเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะเปลี่ยนเฟสเป็นโมโนคลินิก ที่ 13 โมล% และ 16 โมล% ส่วนใหญ่จะพบลูกบาศก์เฟส แต่จะมีเฟสเตตระโกนอลเล็กน้อย ซึ่งใกล้เคียงกับเฟสไดอะแกรม (รูปที่ 2.3) [15]



รูปที่ 4.15 XRD ของแคลเซียมออกซาลาเลตแอดดิทีฟเซอร์โคเนียเจลที่เตรียมได้



รูปที่ 4.16 XRD ของแคลเซียมเตทราไฮดรอกไซด์โคเนีย
 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °C



▲ โมโนคลินิกเฟส, ■ เตตระโกนอลเฟส, ● ลูกบาศก์เฟส

รูปที่ 4.17 XRD ของแคลเซียมดีบุกเซอร์โคเนีย
ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 °C

4.3.4 การตรวจสอบค่าการนำไฟฟ้า

ตารางที่ 4.11 ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าของ
แคลเซียมเตปัลไลต์เซอร์โคเนียที่อุณหภูมิต่าง ๆ

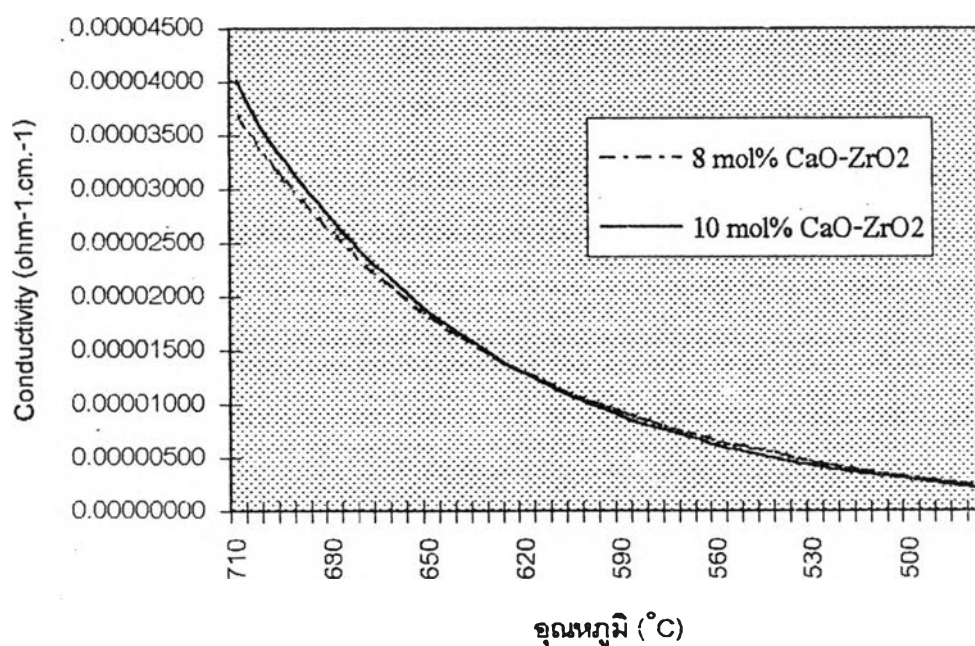
อุณหภูมิ (°C)	8 mol %		10 mol %	
	ค่าการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹)	ความสามารถ ในการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹ .cm. ⁻¹)	ค่าการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹)	ความสามารถ ในการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹ .cm. ⁻¹)
480	1.657×10^{-5}	2.456×10^{-6}	1.550×10^{-5}	2.179×10^{-6}
485	1.752×10^{-5}	2.607×10^{-6}	1.678×10^{-5}	2.359×10^{-6}
490	1.863×10^{-5}	2.772×10^{-6}	1.801×10^{-5}	2.532×10^{-6}
495	2.008×10^{-5}	2.988×10^{-6}	1.951×10^{-5}	2.743×10^{-6}
500	2.140×10^{-5}	3.184×10^{-6}	2.080×10^{-5}	2.925×10^{-6}
505	2.277×10^{-5}	3.388×10^{-6}	2.219×10^{-5}	3.120×10^{-6}
510	2.419×10^{-5}	3.599×10^{-6}	2.361×10^{-5}	3.320×10^{-6}
515	2.603×10^{-5}	3.873×10^{-6}	2.507×10^{-5}	3.525×10^{-6}
520	2.764×10^{-5}	4.113×10^{-6}	2.675×10^{-5}	3.762×10^{-6}
525	2.925×10^{-5}	4.352×10^{-6}	2.844×10^{-5}	3.999×10^{-6}
530	3.113×10^{-5}	4.632×10^{-6}	3.020×10^{-5}	4.247×10^{-6}
535	3.301×10^{-5}	4.912×10^{-6}	3.228×10^{-5}	4.539×10^{-6}
540	3.538×10^{-5}	5.265×10^{-6}	3.438×10^{-5}	4.835×10^{-6}
545	3.738×10^{-5}	5.562×10^{-6}	3.657×10^{-5}	5.143×10^{-6}
550	3.956×10^{-5}	5.887×10^{-6}	3.871×10^{-5}	5.444×10^{-6}
555	4.181×10^{-5}	6.222×10^{-6}	4.118×10^{-5}	5.791×10^{-6}
560	4.421×10^{-5}	6.579×10^{-6}	4.371×10^{-5}	6.147×10^{-6}
565	4.720×10^{-5}	7.024×10^{-6}	4.699×10^{-5}	6.608×10^{-6}
570	4.971×10^{-5}	7.397×10^{-6}	4.971×10^{-5}	6.991×10^{-6}

ตารางที่ 4.11 (ต่อ) ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าของ
แคลเซียมสเตบิลไลซ์เซอร์โคเนียที่อุณหภูมิต่าง ๆ

อุณหภูมิ (°C)	8 mol %		10 mol %	
	ค่าการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹)	ความสามารถ ในการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹ .cm. ¹)	ค่าการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹)	ความสามารถ ในการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹ .cm. ¹)
575	5.24×10^{-5}	7.80×10^{-6}	5.28×10^{-5}	7.43×10^{-6}
580	5.54×10^{-5}	8.24×10^{-6}	5.58×10^{-5}	7.85×10^{-6}
585	5.91×10^{-5}	8.80×10^{-6}	5.91×10^{-5}	8.31×10^{-6}
590	6.24×10^{-5}	9.29×10^{-6}	6.34×10^{-5}	8.91×10^{-6}
595	6.58×10^{-5}	9.80×10^{-6}	6.71×10^{-5}	9.44×10^{-6}
600	6.95×10^{-5}	1.03×10^{-5}	7.11×10^{-5}	9.99×10^{-6}
605	7.34×10^{-5}	1.09×10^{-5}	7.54×10^{-5}	1.06×10^{-5}
610	7.77×10^{-5}	1.15×10^{-5}	8.08×10^{-5}	1.14×10^{-5}
615	8.23×10^{-5}	1.22×10^{-5}	8.58×10^{-5}	1.20×10^{-5}
620	8.69×10^{-5}	1.29×10^{-5}	9.12×10^{-5}	1.28×10^{-5}
625	9.14×10^{-5}	1.36×10^{-5}	9.66×10^{-5}	1.36×10^{-5}
630	9.71×10^{-5}	1.44×10^{-5}	1.03×10^{-4}	1.44×10^{-5}
635	1.03×10^{-4}	1.54×10^{-5}	1.10×10^{-4}	1.55×10^{-5}
640	1.09×10^{-4}	1.62×10^{-5}	1.17×10^{-4}	1.64×10^{-5}
645	1.15×10^{-4}	1.72×10^{-5}	1.24×10^{-4}	1.75×10^{-5}
650	1.22×10^{-4}	1.82×10^{-5}	1.32×10^{-4}	1.85×10^{-5}
655	1.29×10^{-4}	1.91×10^{-5}	1.40×10^{-4}	1.97×10^{-5}
660	1.37×10^{-4}	2.05×10^{-5}	1.50×10^{-4}	2.11×10^{-5}
665	1.46×10^{-4}	2.17×10^{-5}	1.59×10^{-4}	2.24×10^{-5}
670	1.54×10^{-4}	2.29×10^{-5}	1.69×10^{-4}	2.38×10^{-5}

ตารางที่ 4.11 (ต่อ) ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าของ
แคลเซียมเตทราไฮดรอกไซด์โคเนียที่อุณหภูมิต่าง ๆ

อุณหภูมิ (°C)	8 mol %		10 mol %	
	ค่าการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹)	ความสามารถ ในการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹ .cm. ⁻¹)	ค่าการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹)	ความสามารถ ในการนำไฟฟ้า (ohm ⁻¹ .cm. ⁻¹)
675	1.64×10^{-4}	2.44×10^{-5}	1.81×10^{-4}	2.54×10^{-5}
680	1.74×10^{-4}	2.59×10^{-5}	1.92×10^{-4}	2.70×10^{-5}
685	1.84×10^{-4}	2.74×10^{-5}	2.05×10^{-4}	2.89×10^{-5}
690	1.95×10^{-4}	2.89×10^{-5}	2.18×10^{-4}	3.06×10^{-5}
695	2.06×10^{-4}	3.07×10^{-5}	2.32×10^{-4}	3.26×10^{-5}
700	2.18×10^{-4}	3.25×10^{-5}	2.46×10^{-4}	3.45×10^{-5}
705	2.34×10^{-4}	3.48×10^{-5}	2.64×10^{-4}	3.71×10^{-5}
710	2.47×10^{-4}	3.68×10^{-5}	2.86×10^{-4}	4.02×10^{-5}



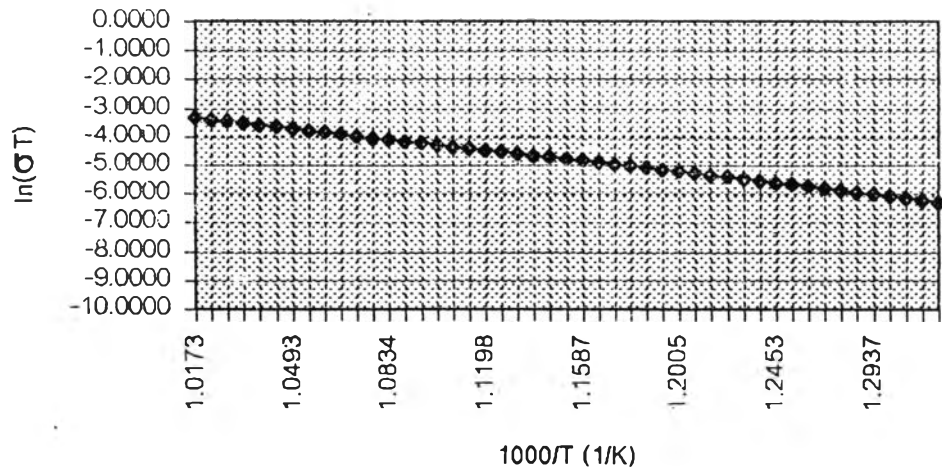
รูปที่ 4.18 ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าของแคลเซียมเตทราไฮดรอกไซด์โคเนียที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.11 และรูปที่ 4.18 จะพบว่าที่อุณหภูมิสูงกว่า 630°C ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าของแคลเซียมเตปัลไซด์เซอร์โคเนียที่ 10 โมล% จะมีค่าสูงกว่าที่ 8 โมล% แต่ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 630°C จะมีค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ 10 โมล% ต่ำกว่าที่ 8 โมล% เล็กน้อย อาจเนื่องมาจากที่อุณหภูมิต่ำค่า activation energy ที่ 8 โมล% มีค่าต่ำกว่าที่ 10 โมล% ซึ่งต้องการพลังงานความร้อนในการใช้กระตุ้นการนำไฟฟ้าน้อยกว่าตามลำดับ

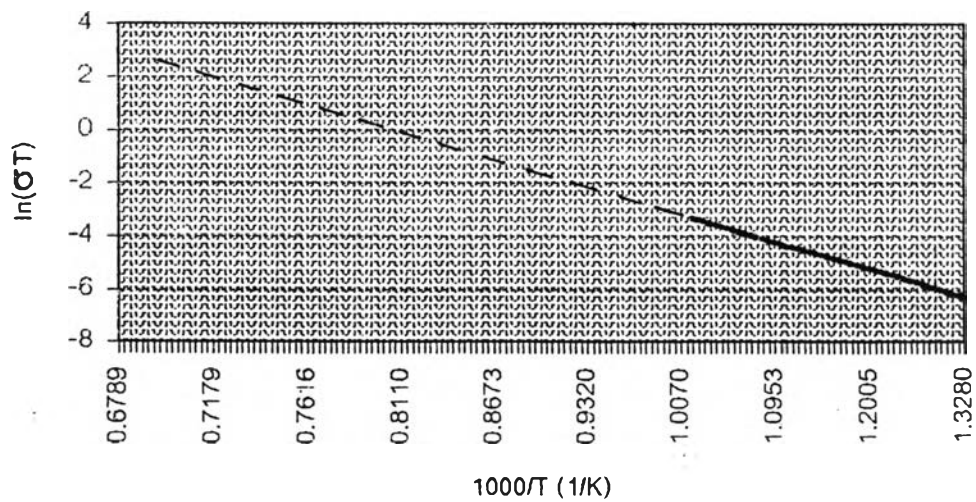
จากรูปที่ 4.19 (a) และ 4.20 (a) เมื่อนำมาหาความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\sigma T)$ กับ $1000/T$ (1/K) ดังสมการของ Arrhenius (หัวข้อที่ 3.4.8) จะพบว่าที่ 8 และ 10 โมล% แคลเซียมเตปัลไซด์เซอร์โคเนีย มีค่า activation energy เท่ากับ 0.81 eV. และ 0.86 eV. ตามลำดับ (ซึ่งสัมพันธ์กับที่กล่าวมาข้างต้น)

โดยปกติแล้วสารที่มีค่า activation energy ต่ำกว่า จะทำให้มีค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าที่สูงกว่าสารที่มีค่า activation energy ที่สูง แต่จากการวิจัยนี้จะพบว่าตรงกันข้ามกัน คือ เมื่อปริมาณแคลเซียมออกไซด์เพิ่มขึ้น activation energy จะเพิ่มขึ้น และค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากแต่ละโมเลกุลของแคลเซียมออกไซด์ที่เติมเข้าไป จะทำให้เกิด anion vacancy ขึ้น เกิดการเคลื่อนที่ของออกซิเจนไอออนขึ้น [46] เมื่อใส่มากขึ้นทำให้ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ออกซิเจนไอออนจะเคลื่อนที่ผ่าน เซอร์โคเนียไอออน 2 ตัว หรือ เซอร์โคเนียไอออน 1 ตัว กับแคลเซียมไอออน 1 ตัว หรือ แคลเซียมไอออน 2 ตัว เนื่องจากแคลเซียมไอออน (0.99°A) มีขนาดใหญ่กว่าเซอร์โคเนียไอออน (0.78°A) มาก ประมาณ 25% การที่ออกซิเจนไอออนจะเคลื่อนที่ผ่านระหว่างแคลเซียมไอออน 2 ไอออน จะใช้พลังงานมากที่สุด ในขณะที่ออกซิเจนไอออนเคลื่อนที่ผ่านระหว่างเซอร์โคเนียไอออน 2 ไอออน จะใช้พลังงานน้อยที่สุด (ออกซิเจนไอออนแต่ละตัวจะถูกล้อมรอบด้วยเซอร์โคเนียไอออน 4 ตัว ในรูปผลึกฟลูออไรต์) เมื่อปริมาณแคลเซียมออกไซด์เพิ่มมากขึ้น ระยะทางระหว่างไอออนก็จะใกล้กันมากขึ้น ดังนั้น activation energy สำหรับใช้ในการนำไฟฟ้าก็จะเพิ่มขึ้น

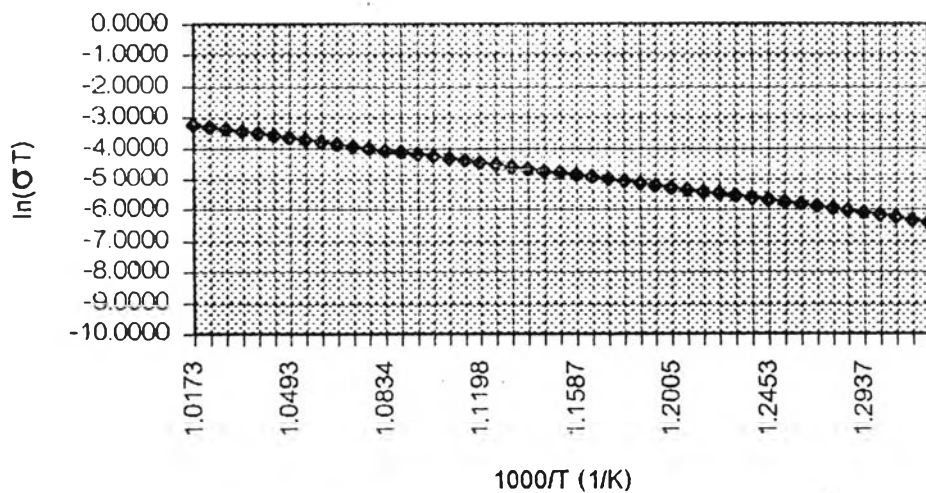
เนื่องจากตัววัดออกซิเจนนั้น ควรจะต้องมีค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ดี ($> 10^{-2} \text{ ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ในช่วงอุณหภูมิของการใช้งาน) จากรูปที่ 4.19 (b) และ 4.20 (b) ได้ลองลากต่อเส้นกราฟของความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\sigma T)$ กับ $1000/T$ (1/K) เพื่อจะประมาณค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าอ้างอิงกับงานวิจัยของ W. D. Kingery, J. Pappis, M. E. Doty และ D. C. Hill [39] จะพบว่าที่ 8 และ 10 โมล% แคลเซียมเตปัลไซด์เซอร์โคเนีย จะมีค่าความสามารถในการนำไฟฟ้าประมาณ 1.03×10^{-4} และ $1.26 \times 10^{-4} \text{ ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิ 1,000 K ตามลำดับ



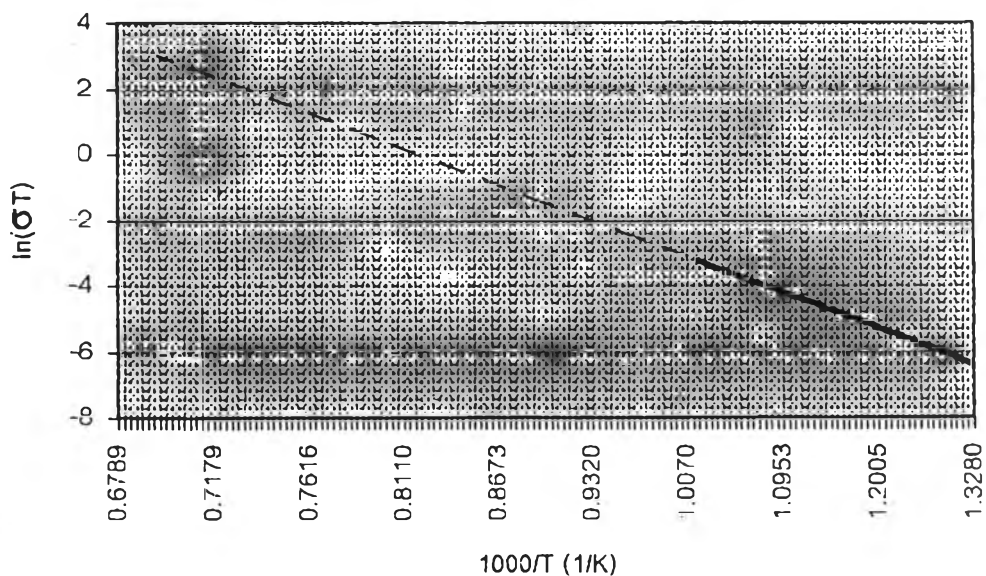
รูปที่ 4.19 (a) ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\sigma T)$ กับ $1000/T$ (1/K) ของ 8 โมล% แคสตีลเตปิโลลชีเซอร์โคเนียที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.19 (b) ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\sigma T)$ กับ $1000/T$ (1/K) ของ 8 โมล% แคสตีลเตปิโลลชีเซอร์โคเนียที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.20 (a) ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\sigma T)$ กับ $1000/T$ (1/K) ของ 10 โมล% แคลเซียมเทลลูไรด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.20 (b) ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(\sigma T)$ กับ $1000/T$ (1/K) ของ 10 โมล% แคลเซียมเทลลูไรด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ