

บทที่ 2

การทดลอง

การเตรียมผงละเอียดของแบเรียมทิตานเนตในงานวิจัยนี้ จะใช้สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือ ดังนี้

2.1 สารเคมี

1. ทิตานเนียมเตตระคลอไรด์ (Titanium tetrachloride, $TiCl_4$) 98% ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA ประเทศอิตาลี
2. แบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Barium chloride dihydrate, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$) 99% ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA ประเทศอิตาลี
3. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide, NH_4OH) 25% ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA ประเทศอิตาลี
4. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) 65% ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
5. แมงกานีสอะซิเตทเตตระไฮเดรต (Manganese(II) acetate tetrahydrate) 99% ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
6. ไดเอทิลออกซาลเลท (Diethyl oxalate, $(C_2H_5)_2O_2H_4$) 99% ผลิตโดยบริษัท Aldrich
7. เอทานอล (Ethanol, $EtOH$) 99% ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน

2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

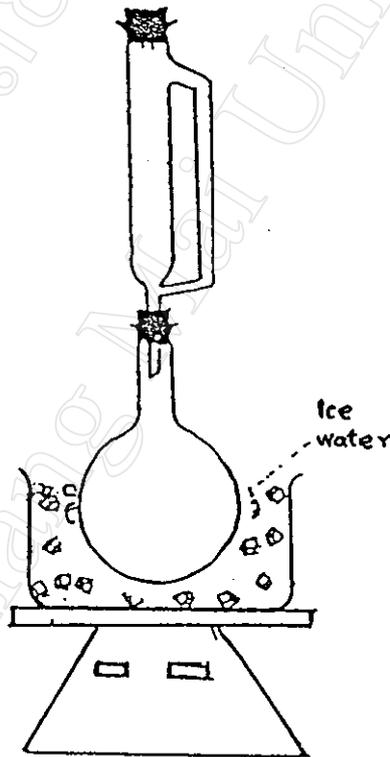
1. เตาอบสูญญากาศ (vacuum oven) รุ่น VOS-300 SD ผลิตโดยบริษัท EYELA ประเทศญี่ปุ่น
2. เครื่อง X-ray Diffractometer รุ่น D 5000 ผลิตโดยบริษัท CRYSTAL STRUCTURE LIMITED (CSL) ประเทศสหราชอาณาจักร
3. เตาเผา (furnace) ผลิตโดยบริษัท Lentonthermal Desiges Ltd. ประเทศสหราชอาณาจักร
4. เครื่อง Atomic absorption spectrophotometer รุ่น AA-680 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
5. เครื่องวัด pH รุ่น 5986-25 pH/mV meter ผลิตโดยบริษัท Cole-Parmer ประเทศไต้หวัน
6. เครื่อง SEM (Scanning Electron Microscopy) รุ่น JSM-840A ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
7. เครื่อง DTA (Difference Temperature Analysis) รุ่น 7 series Thermal Analysis System ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหราชอาณาจักร
8. เครื่อง Ultrasonic bath รุ่น 5880 ผลิตโดยบริษัท Cole-Parmer ประเทศไต้หวัน
9. เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Fritsch Particle size Analysette 22)

2.3 วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้เป็นการเตรียมผงละเอียดของแบเรียม titanate โดยใช้วิธีทางเคมี เนื่องจากวิธีนี้ได้สารที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงนาโนเมตร (nanosize) อีกทั้งผงเซรามิกที่เตรียมได้ มีความบริสุทธิ์สูง, สารที่เตรียมได้เป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) และสม่ำเสมอ ซึ่งสามารถอธิบายวิธีการเตรียมได้ดังนี้

2.3.1 การเตรียมสารละลายของแบเรียม titanate คลอไรด์²⁸

หยคน้ำกลั่นแช่เย็นผสมกรดไฮโดรคลอริก ในอัตราส่วน 1:1 ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย titanate คลอไรด์ ($TiCl_4$) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ที่แช่ในอ่างน้ำเย็น และคนด้วยแท่งแม่เหล็กจะได้สารละลายของ titanate ไออออน ($TiOCl_2, Ti^{4+}$)



รูปที่ 2.1 อุปกรณ์ในการเตรียมสารละลายแบเรียม titanate คลอไรด์

2.3.2 การหาปริมาณ titanate ไออออนในสารละลายข้อ 2.3.1

นำสารละลายข้อ 2.3.1 มา 20 มิลลิลิตร ปรับ pH เป็น 10-11 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จะได้ตะกอนสีขาวของ titanate ไฮดรอกไซด์ ($TiO(OH)_2$) กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 แล้วนำไปเผาที่ $1000^{\circ}C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักผงที่ได้หลัง

การเผาและคำนวณหาจำนวนโมลของทิตานเนียมไอออน (Ti^{4+}) ในข้อ 2.3.1 จากนั้นนำจำนวนโมลที่คำนวณได้มาคำนวณหาปริมาณแบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) และไดเอทิลออกซาเลต ($C_2H_5O_2CCO_2C_2H_5$) ที่ต้องใช้ ตามอัตราส่วน $Ba^{2+} : Ti^{4+} : C_2O_4^{2-} = 1:1:2$ และ $1:1.05:2$ โดยที่ให้ปริมาณของไดเอทิลออกซาเลตเกินพอ (30%) ได้ผลดังตารางที่ 3.1 และ 3.2

2.3.3 การเตรียมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ ($BaCl_2$)

ชั่งแบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต เท่ากับจำนวนโมลที่คำนวณได้ในข้อ 2.3.2 นำมาละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $60^{\circ}C$ คนด้วยแท่งแม่เหล็กจะได้อาหารละลายใสของแบเรียมคลอไรด์

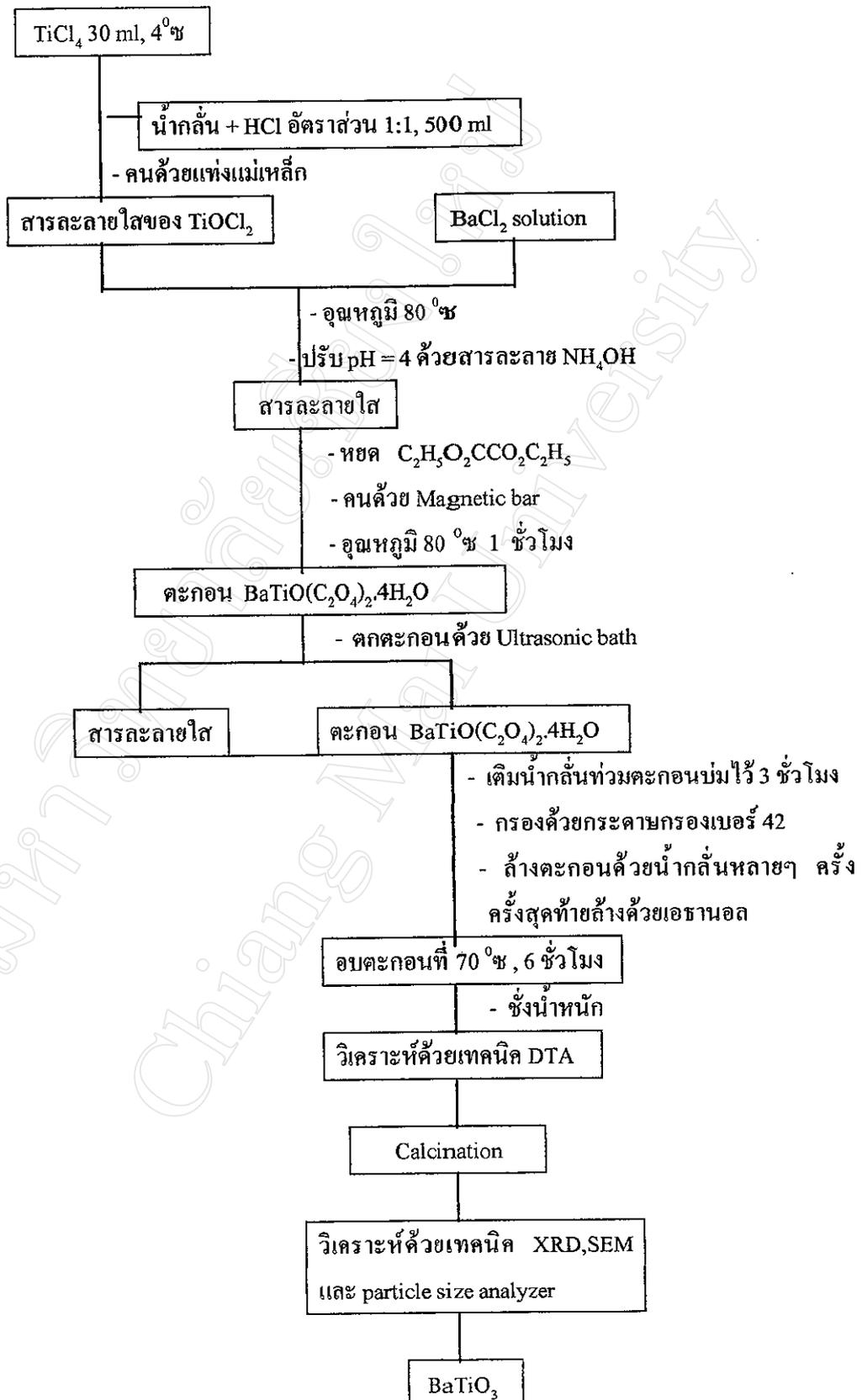
2.3.4 การตกตะกอนร่วมของทิตานิลออกซาเลตเตตระไฮเดรต²⁸

นำสารละลายทิตานเนียมไอออนในข้อ 2.3.1 และสารละลายแบเรียมไอออนในข้อ 2.3.3 มาผสมกัน และปรับ pH เป็น 4-5 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$

เปิดสารละลายไดเอทิลออกซาเลต ($C_2H_5O_2CCO_2C_2H_5$) ตามปริมาณที่คำนวณได้ในข้อ 2.3.2 หยดลงในสารละลายอย่างช้าๆ คนด้วยแท่งแม่เหล็กพร้อมทั้งให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ตะกอนสีขาวของแบเรียมทิตานิลออกซาเลตเตตระไฮเดรต ($BaTiO(C_2O_4)_2 \cdot 4H_2O$) นำตะกอนที่ได้เข้าเครื่อง Ultrasonic bath เป็นเวลา 1 ชั่วโมง รินสารละลายใสส่วนบนออก แล้วเติมน้ำกลั่นจนท่วมตะกอน บ่มตะกอนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง กรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง โดยครั้งสุดท้ายล้างด้วยเอธานอล แล้วอบที่อุณหภูมิ $70^{\circ}C$ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักผงที่ได้หลังการอบแล้วแบ่งส่วนหนึ่งไปทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA เพื่อศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของแบเรียมทิตานิลออกซาเลตที่เตรียมได้

นำตะกอนมาเผา calcine ที่อุณหภูมิ $500-1000^{\circ}C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักหลังการเผา นำผงละเอียดที่ได้หลังการ calcine ไปทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM และ particle size analyzer

ขั้นตอนการเตรียมผงแบเรียมทิตานเนต จะสรุปในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 การเตรียมผงละเอียดของแบเรียมไททานเต โดยวิธีออกซาเลต

2.3.5 การเตรียมผงละเอียดของแบเรียมดีทานเนตดัดแปลง

การเตรียมผงละเอียดของแบเรียมดีทานเนตดัดแปลงเป็นการเติมสารเจือแมงกานีสอะซิเตทเคเตรไฮเดรตลงในผงแบเรียมดีทานเนต เพื่อศึกษาอิทธิพลของสารเจือต่อสมบัติหรือพฤติกรรมของผงแบเรียมดีทานเนต ซึ่งมีวิธีการเตรียมดังนี้

ซึ่งผงแบเรียมดีทานิลออกไซด์ที่ได้จากข้อ 2.3.4 นำมาคำนวณโมลของแมงกานีสอะซิเตทเคเตรไฮเดรตที่ใช้ในการโคป ปริมาณ 2.5 5.0 และ 7.5% โดยโมล ละลายผงแมงกานีสอะซิเตทเคเตรไฮเดรตที่ได้ลงในน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำสารละลายที่ได้เทลงในผงแบเรียมดีทานิลออกไซด์ คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน

นำสารผสมที่อุณหภูมิ 80 °ซ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วนำมาบดด้วยครกบดสารจนได้ผงที่มีลักษณะเป็นเนื้อละเอียดสม่ำเสมอ

นำผงที่ได้ไปทำการแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 800 °ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำผงละเอียดหลังทำการแคลไซน์ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM และ particle size analyzer

2.3.6 วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction

ทำโดยการนำสารตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วใส่ลงในแบบที่ใช้บรรจุสารอัดสารให้แน่นด้วยการกดทับด้วยกระจกปาดผิวหน้าให้เรียบอีกครั้งแล้วนำไปวัดโดยใช้หลักการดังข้อ 1.10

2.3.7 การวิเคราะห์สารด้วยวิธี ดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอนาไลซิส (Differential Thermal analysis, DTA)¹¹

ซึ่งสารตัวอย่างหนักประมาณ 0.5 มิลลิกรัมใส่ลงในถ้วยแพลตตินัมแล้วทำการวัดและวิเคราะห์ตามหลักการข้อ 1.11

2.3.8 การวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

บดสารประมาณ 0.25 กรัมให้ละเอียด ในครกหินอ่อนหลังจากนั้นเทสารที่บดแล้วลงในหลอดทดลองที่บรรจุเอทานอล แล้วนำหลอดทดลองไปใส่ใน ultrasonic bath เป็นเวลา 30 นาที หยอดของแข็งแขวนลอยที่ได้ลงบนแผ่นทองแดงที่งไว้ให้แห้ง เคลือบด้วยไอออนของทองแล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 1.12

2.3.9 การวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคโดยเครื่องมือ particle size analyzer

บดสารตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัมในครกหินอ่อน เทสารหั่วการบดลงในหลอดทดลองที่มีน้ำบรรจุอยู่ประมาณ 10 มิลลิลิตร นำไปใส่ใน ultrasonic bath เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นนำสารที่ได้ทำการวิเคราะห์ตามหลักการข้อ 1.14

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Chiang Mai University