

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 ผลการเตรียมผงแบเรียมทิตาเนต

ในการทดลองนี้ ได้มีการเตรียมสารตัวอย่างจากสารตั้งต้นของสารละลายทิตาเนียม (TiOCl_2) ที่มีความเข้มข้น 0.26 โมลาร์ แบเรียมคลอไรด์ ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และไดเอทิลออกซาเลต $[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{C}_2\text{O}_4]$ ซึ่งปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม $\text{BaTi}(\text{C}_2\text{O}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ จะใช้อัตราส่วนโดยโมล $\text{Ba}:\text{Ti} = 1:1$ และ $1:1.05$ เป็นดังตารางที่ 3.1 และ 3.2

ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม $\text{BaTi}(\text{C}_2\text{O}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ในอัตราส่วนโดยโมล $\text{Ba}:\text{Ti} = 1:1$

สารตัวอย่าง	TiCl_4		$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		$[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{C}_2\text{O}_4]$		$\text{BaTi}(\text{C}_2\text{O}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	
	ปริมาณสารที่ใช้ (ml)	จำนวนโมล	ปริมาณสารที่ใช้ (g)	จำนวนโมล	ปริมาณสารที่ใช้ (ml)	จำนวนโมล	ปริมาณสารที่ได้ (g)	จำนวนโมล
1	192.5	0.0500	12.4135	0.0508	18.00	0.130	14.2413	0.0330
2	192.5	0.0500	12.2183	0.0500	18.00	0.130	14.8733	0.0340
3	192.5	0.0500	12.2582	0.0502	18.00	0.130	15.5387	0.0360
4	192.5	0.0500	12.2361	0.0501	18.00	0.130	15.6420	0.0360
5	192.5	0.0500	12.2240	0.0500	18.00	0.130	16.0053	0.0370

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม $\text{BaTi}(\text{C}_2\text{O}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ในอัตราส่วนโดยโมล $\text{Ba}:\text{Ti} = 1:1.05$

สารตัวอย่าง	TiCl_4		$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		$[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{C}_2\text{O}_4]$		$\text{BaTi}(\text{C}_2\text{O}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	
	ปริมาณสารที่ใช้ (ml)	จำนวนโมล	ปริมาณสารที่ใช้ (g)	จำนวนโมล	ปริมาณสารที่ใช้ (ml)	จำนวนโมล	ปริมาณสารที่ได้ (g)	จำนวนโมล
1	204.0	0.0530	12.1255	0.0500	18.00	0.130	15.8324	0.0380
2	204.0	0.0530	12.2160	0.0500	18.00	0.130	16.0152	0.0370
3	204.0	0.0530	12.2183	0.0500	18.00	0.130	16.5314	0.0380
4	204.0	0.0530	12.2161	0.0500	18.00	0.130	16.5101	0.0380
5	204.0	0.0530	12.2159	0.0500	18.00	0.130	16.8132	0.0390

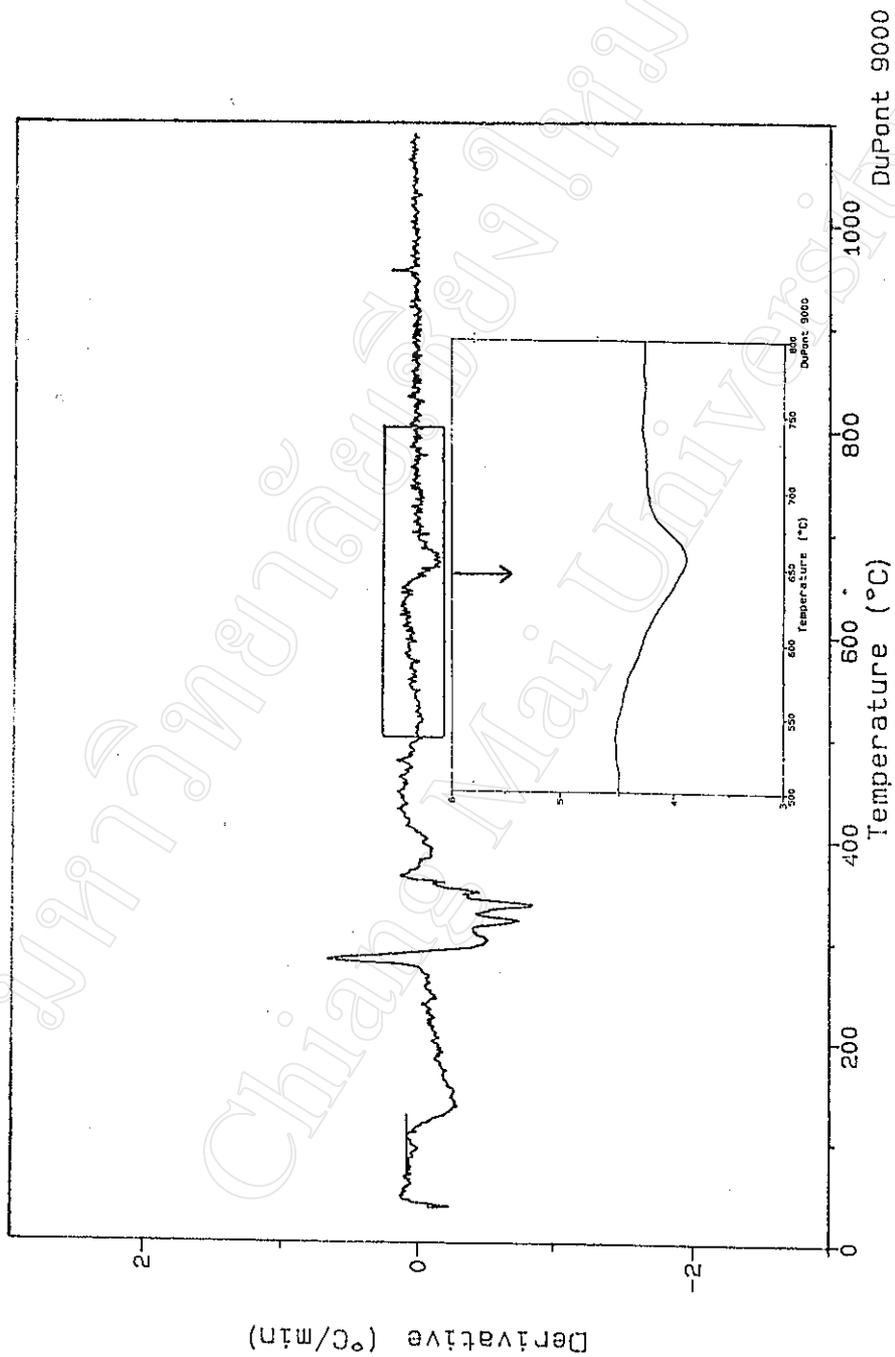
3.2 ผลการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างแบบเรียงติดตามโดยการสลายตัวทางความร้อน

ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่องมือ DTA (Differential Temperature Analysis) ของบริษัท PERKIN-ELMER รุ่น 7 series thermal analysis system

Parameter

Final temp	1100 °c
Start temp	28 °c
Scanning rate	10.0 °c/min
Y range	100%
Sample weight	0.5 mg

นำสารที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนรวมที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำผงละเอียดที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA จะได้ผลในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดง DTA เทอร์โมแกรม

3.3 ผลการวิเคราะห์ผงละเอียดด้วยวิธีเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction, XRD)

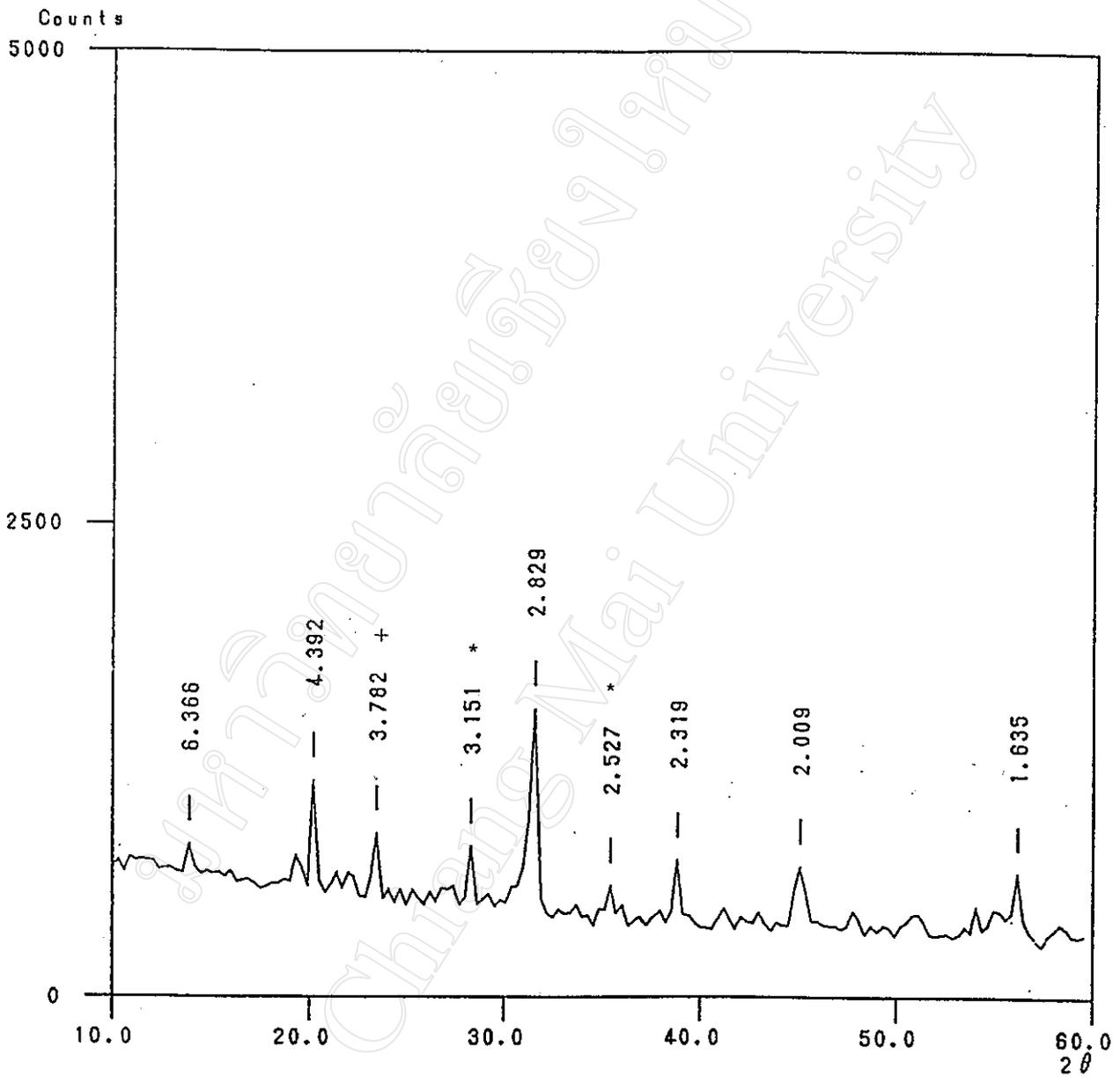
เครื่อง X-ray diffraction , D 5000 , Wooster diffractometer, Crystalstructure limited (CDL), Boltisham Cambridge English

Measure condition

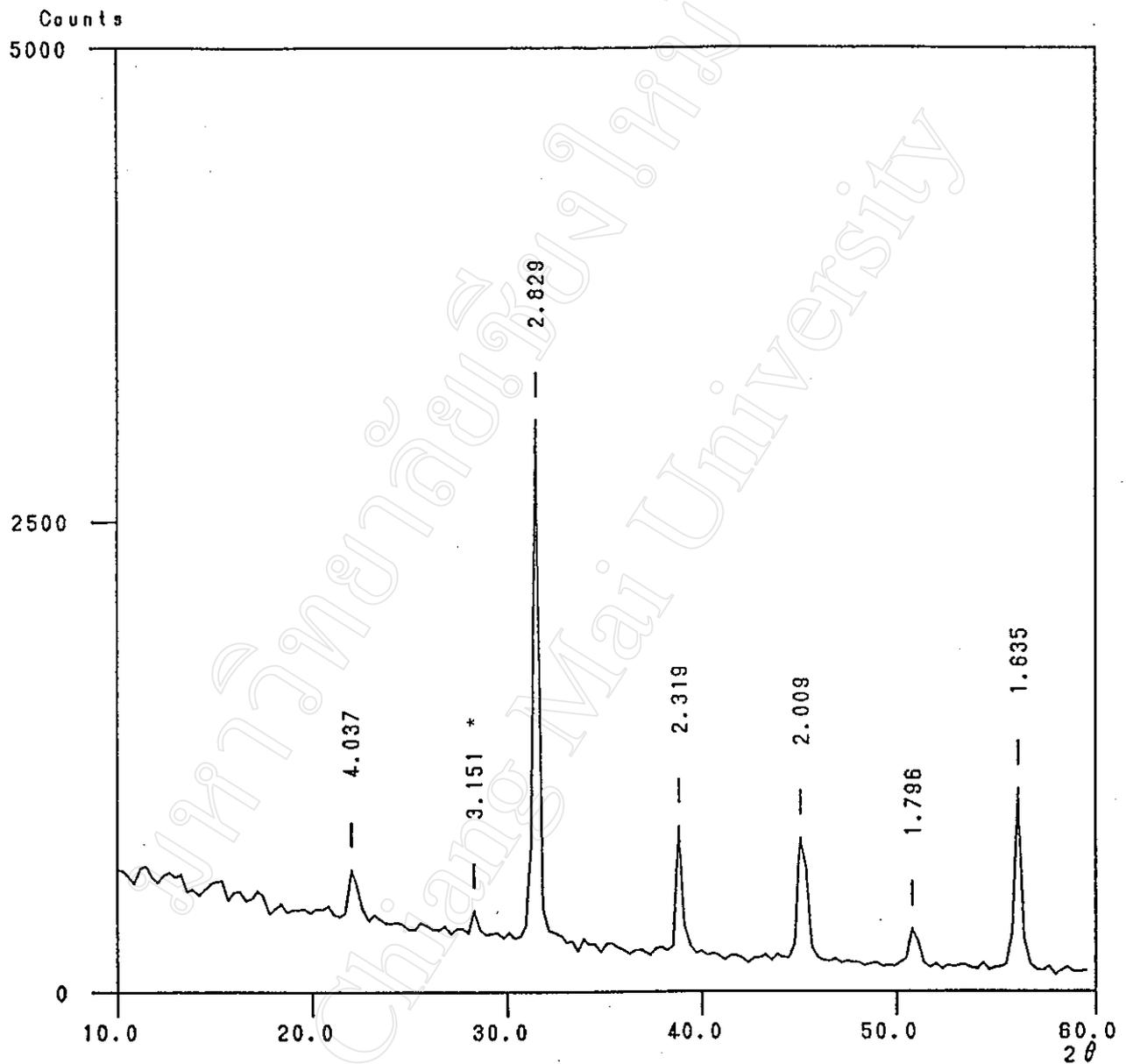
Target	Cu
Chart speed	0.1
Sensitive	1
Lower	0.05
Gain	10^2
Meter Range	10^4
Start angle	10
Stope angle	60

XRD จะศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้ จากนั้นเปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานตาม JCPDS card file no. 34-0129 และ 34-0133

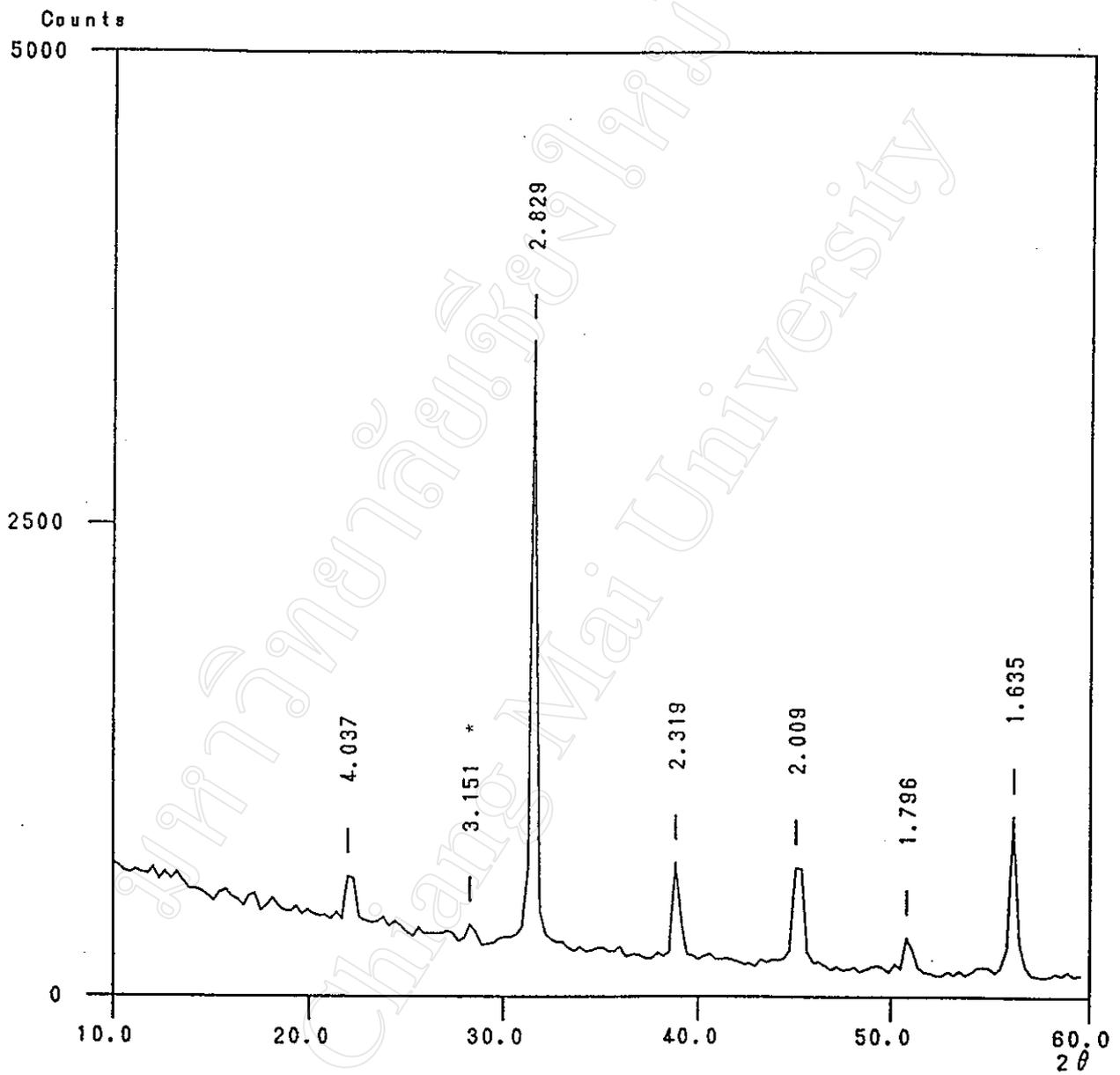
นำสารที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำมาทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $500 - 1100^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำผงละเอียดที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะได้ผลในรูปแบบที่ 3.1-3.6 แสดงแพทเทิร์น(x-ray pattern) ของผงละเอียดที่ทำการเตรียมโดยใช้อัตราส่วนแบบเวียม ต่อ ทิตาเนียม เป็น 1 : 1 ซึ่งผงละเอียดที่ได้ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $600-1100^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ



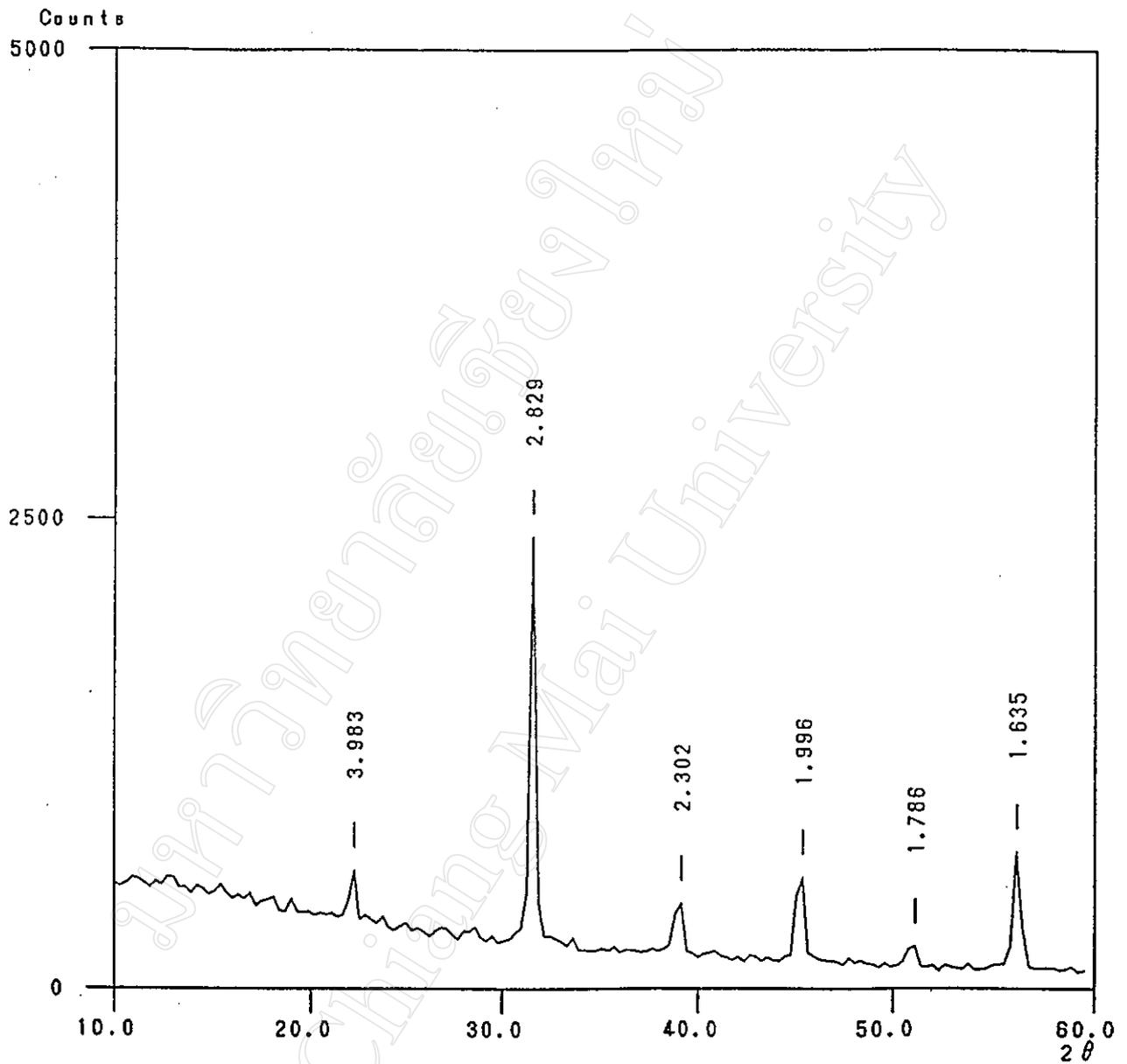
รูปที่ 3.2 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C นาน 3 ชั่วโมง (+ แทน BaCO_3 และ * แทน BaTi_2O_7)



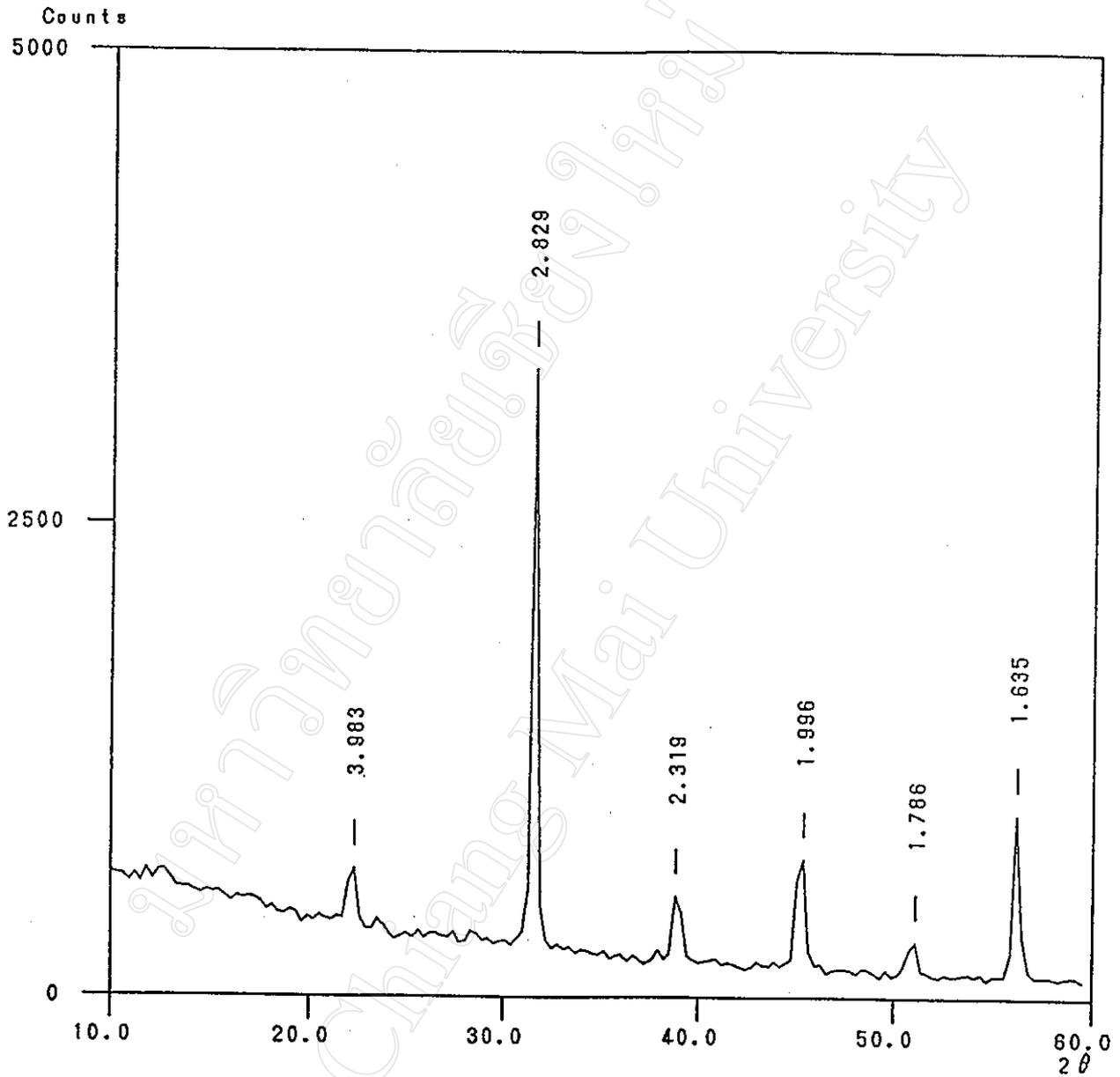
รูปที่ 3.3 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 700°C นาน 3 ชั่วโมง (* แทน BaTi_2O_5)



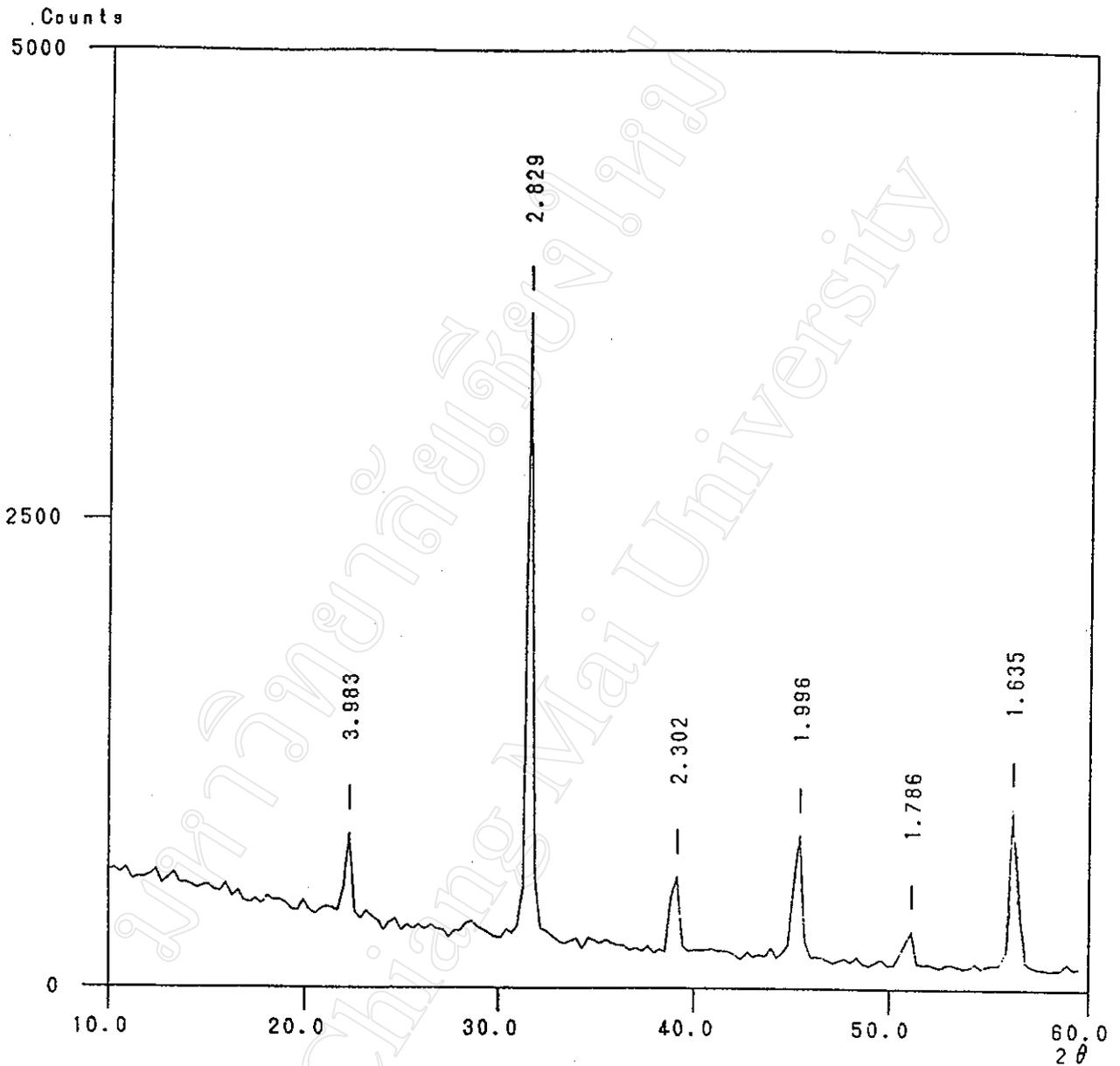
รูปที่ 3.4 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C นาน 3 ชั่วโมง (* แทน BaTi_2O_5)



รูปที่ 3.5 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C นาน 3 ชั่วโมง

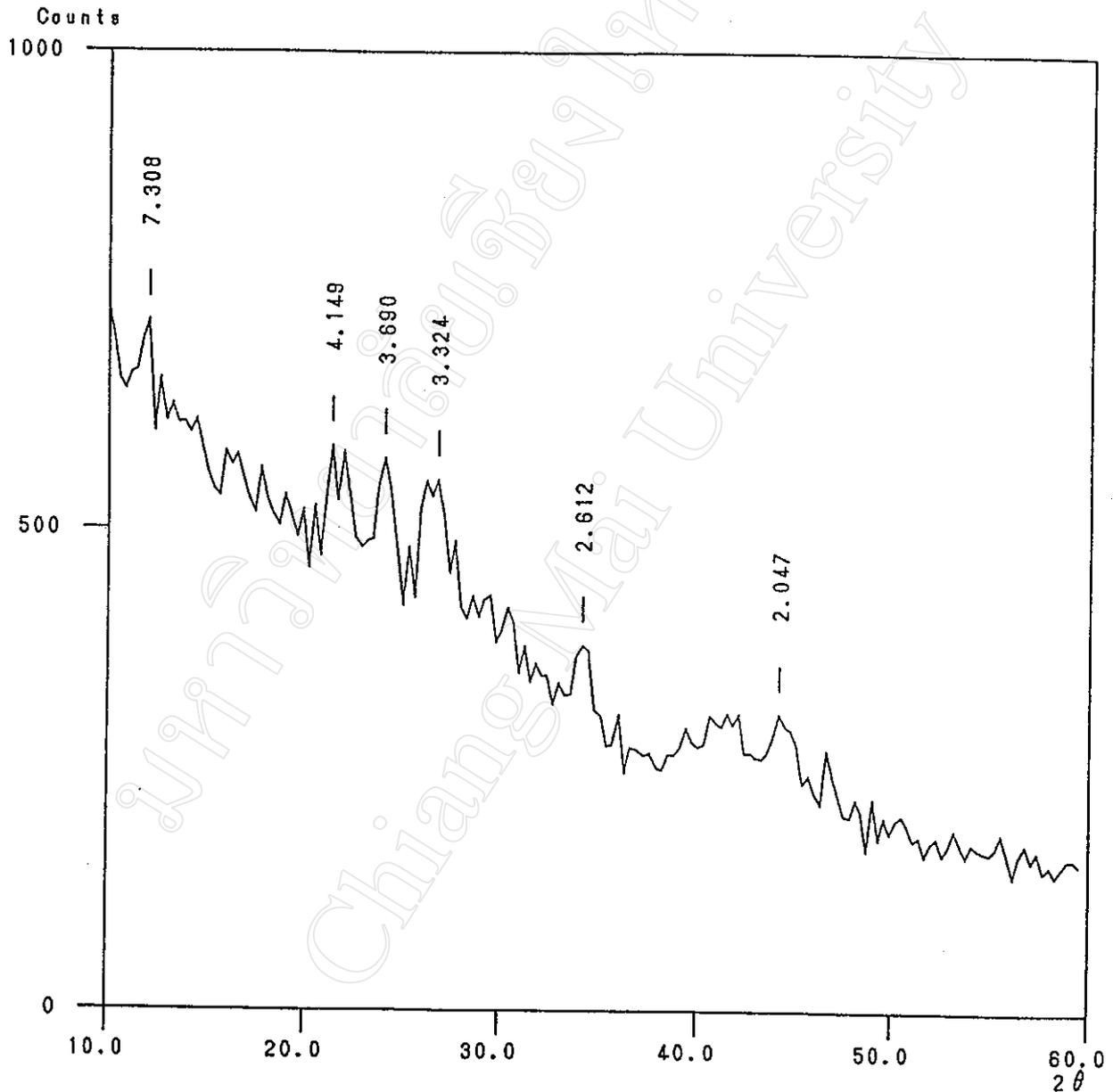


รูปที่ 3.6 XRD pattern ของผงตะกั่ว BaTiO₃ ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ นาน 3 ชั่วโมง

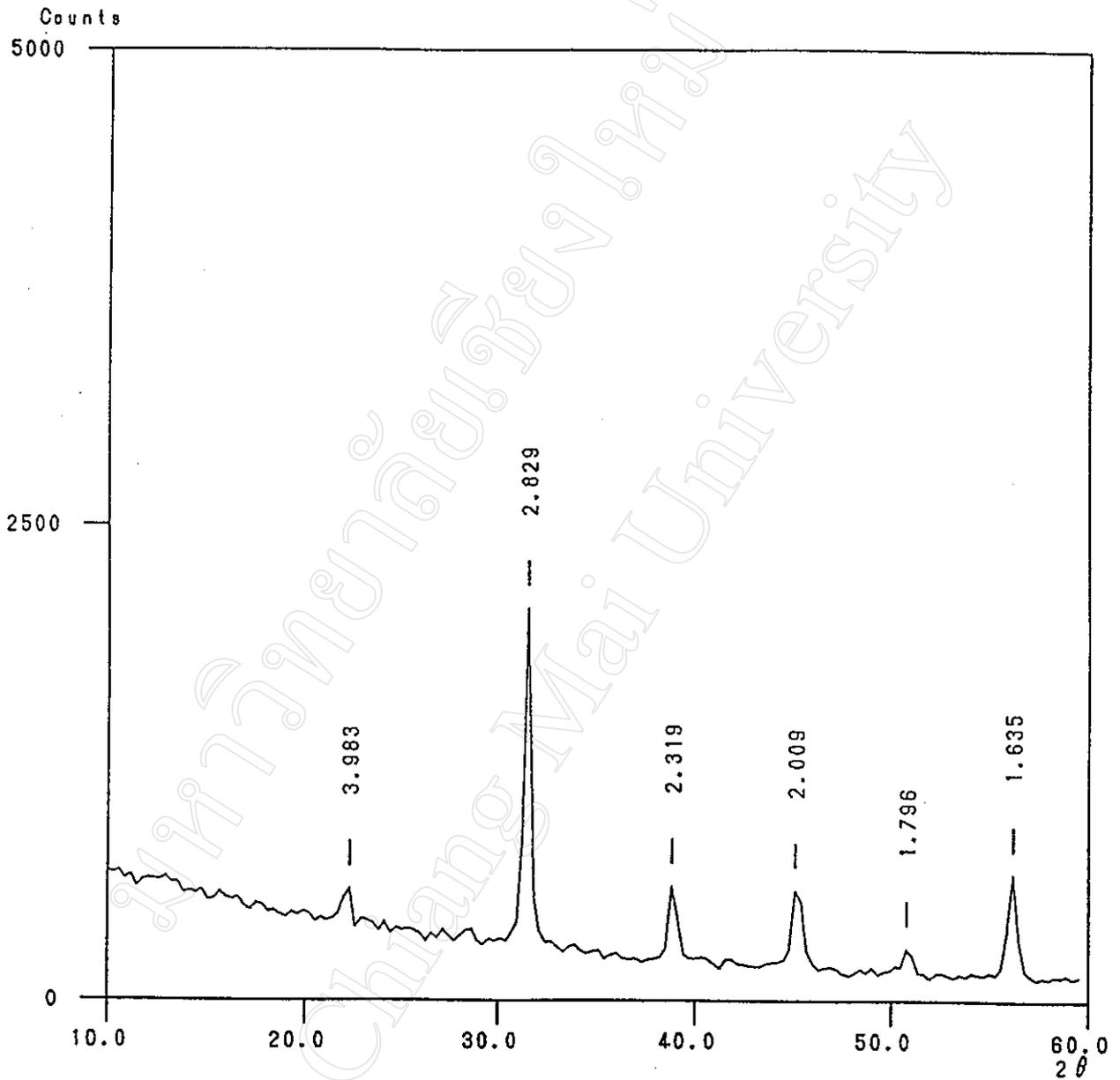


รูปที่ 3.7 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C นาน 3 ชั่วโมง

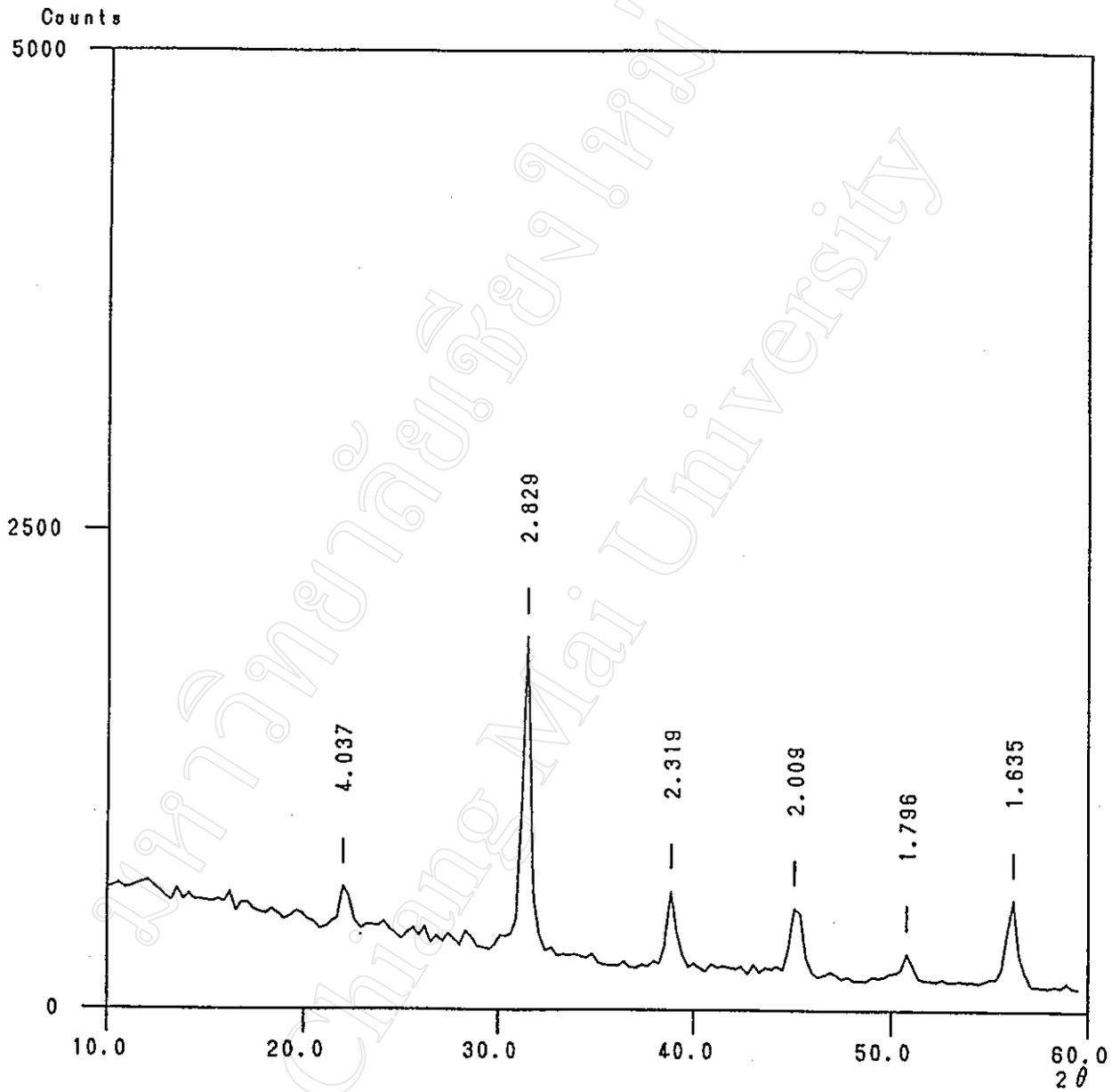
รูปที่ 3.8 - 3.14 แสดง XRD pattern ของผงละเอียดที่ทำการเตรียมโดยใช้อัตราส่วนแบเรียม ต่อ ดิตาเนียม เป็น 1 : 1.05 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500 – 1100 °ซ เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง ตามลำดับ



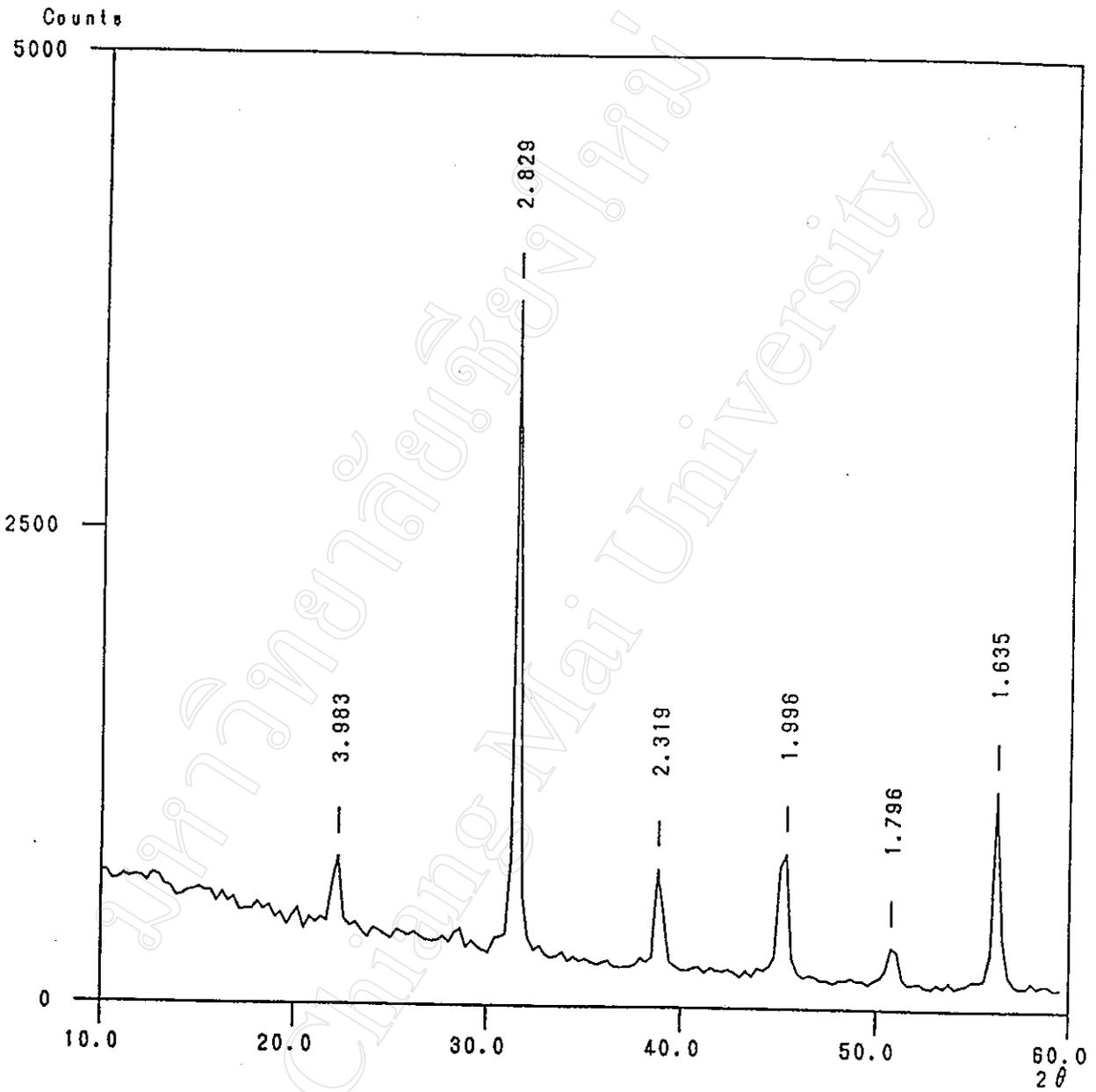
รูปที่ 3.8 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



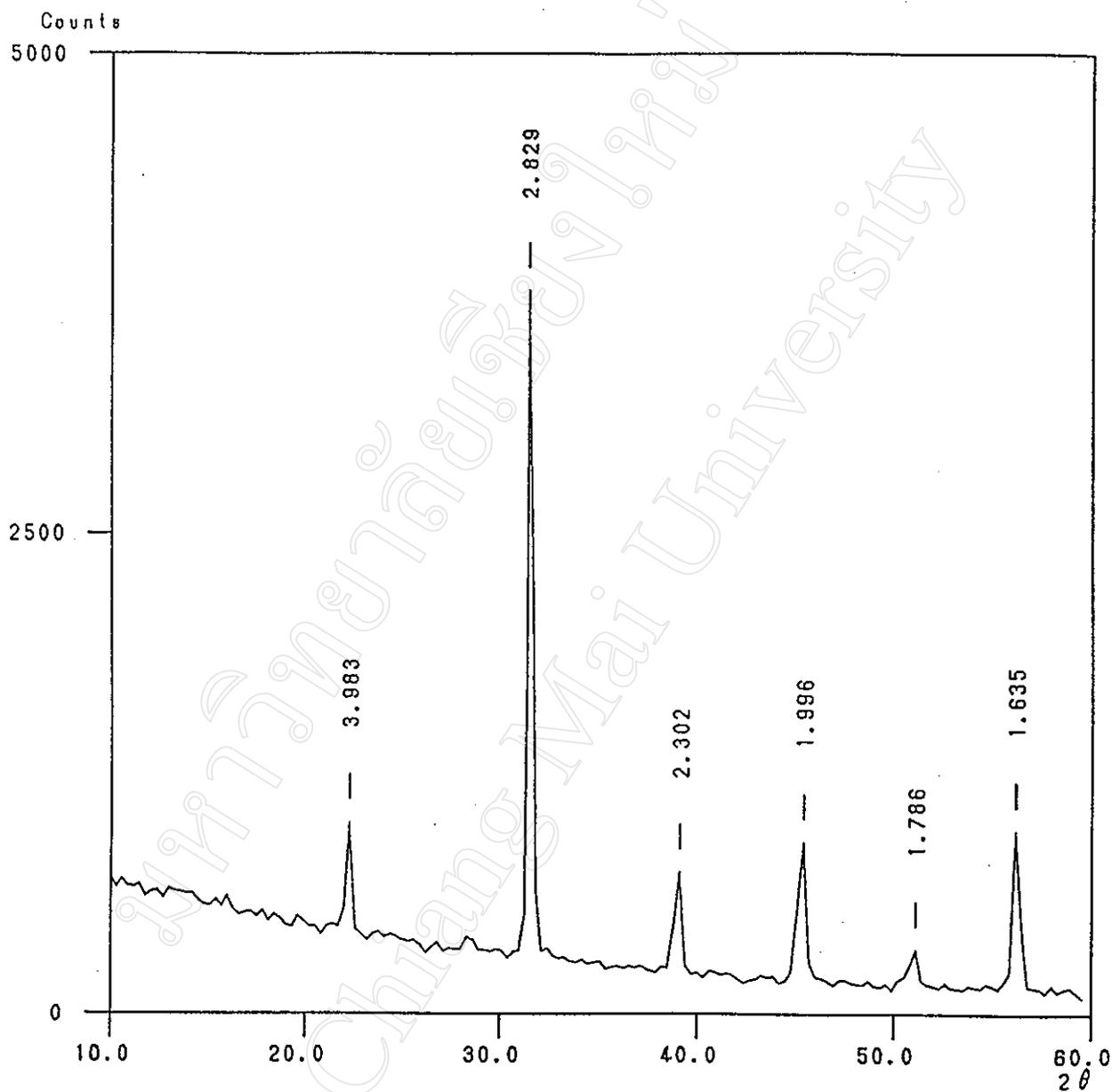
รูปที่ 3.9 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 600°C นาน 3 ชั่วโมง



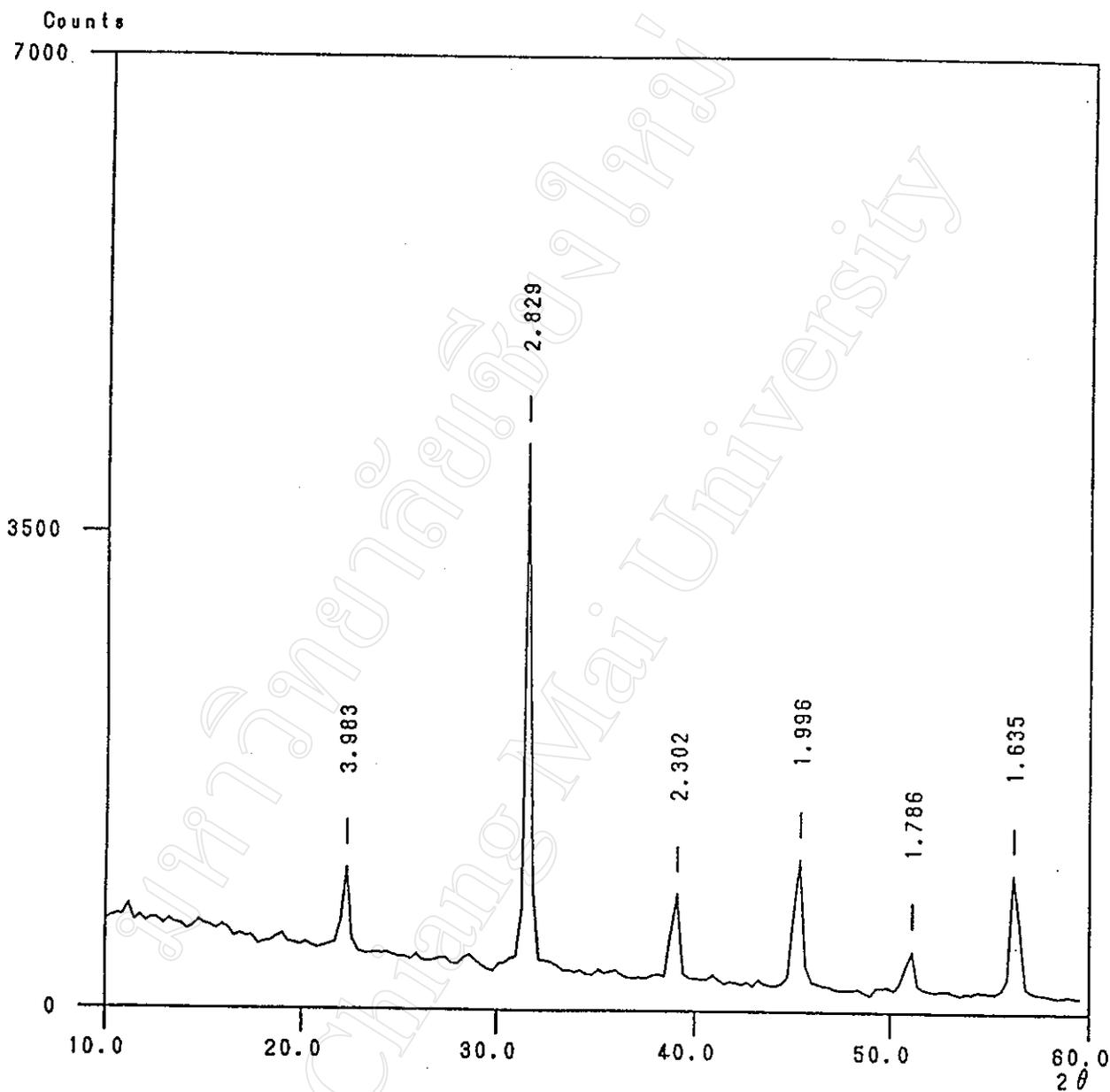
รูปที่ 3.10 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 700°C นาน 3 ชั่วโมง



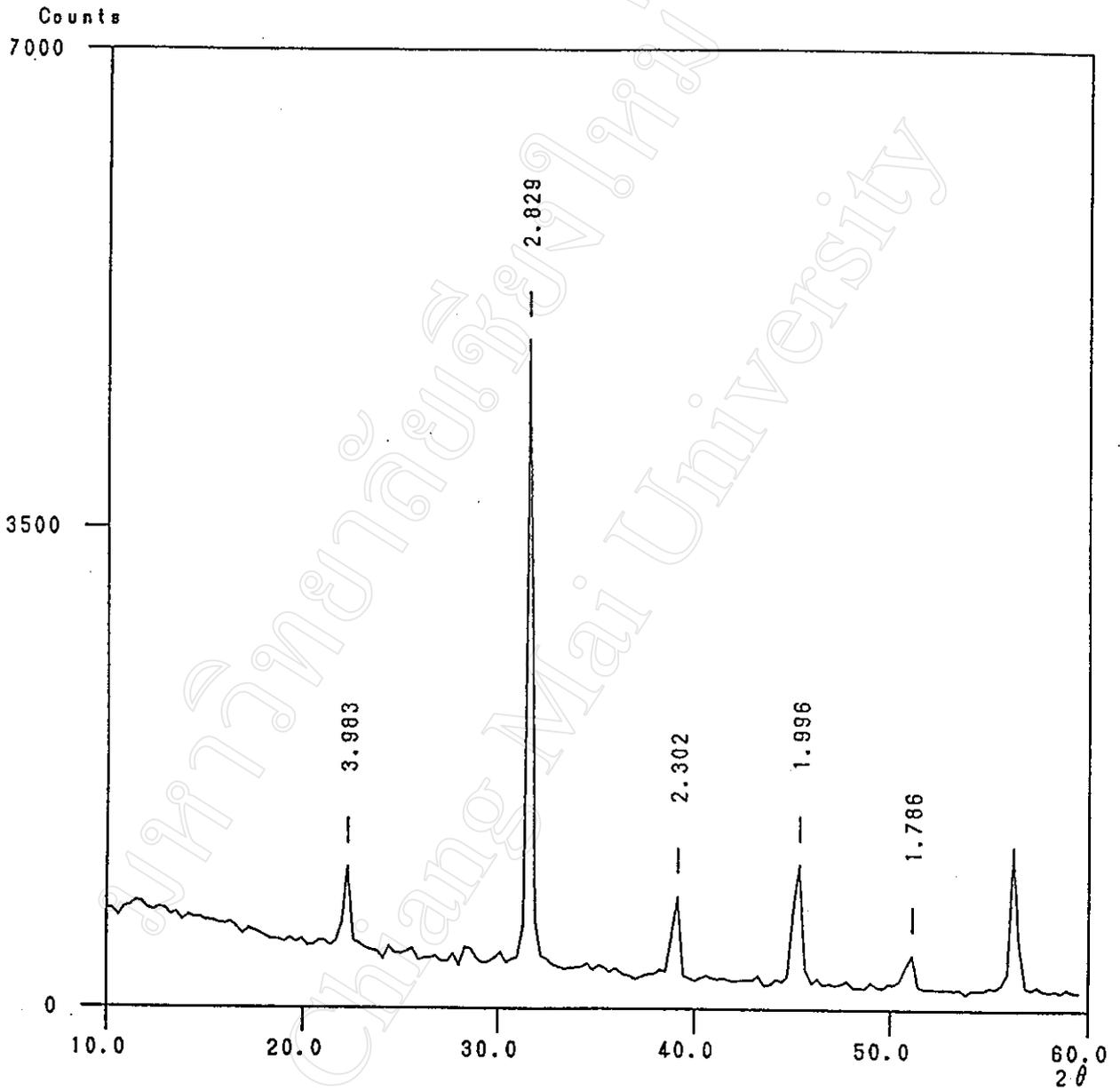
รูปที่ 3.11 XRD pattern ของผงตะกั่ว BaTiO₃ ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.12 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C นาน 3 ชั่วโมง



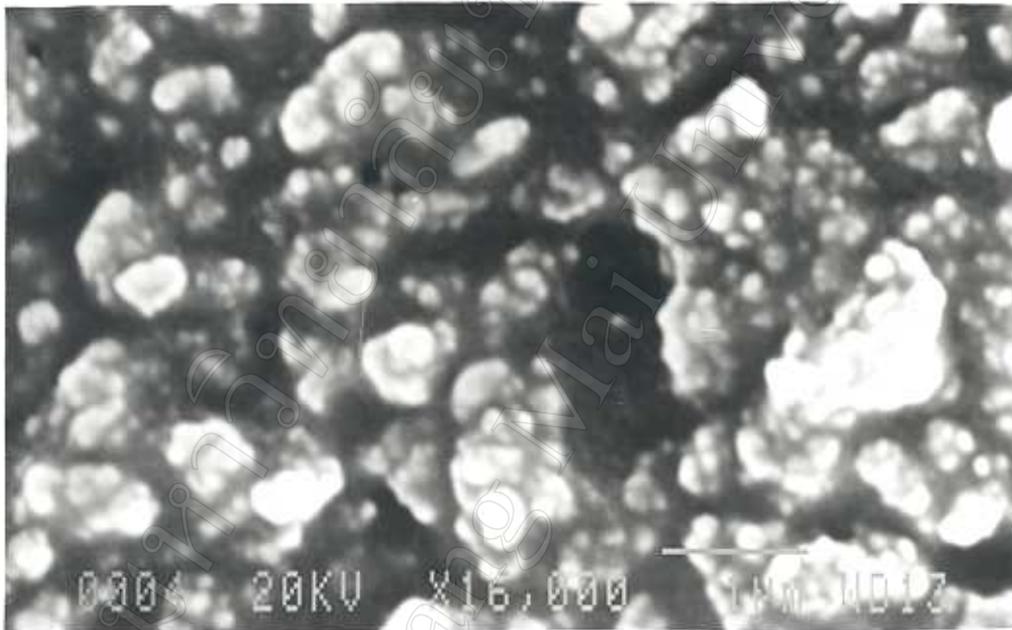
รูปที่ 3.13 XRD pattern ของผงตะกั่ว BaTiO₃ ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



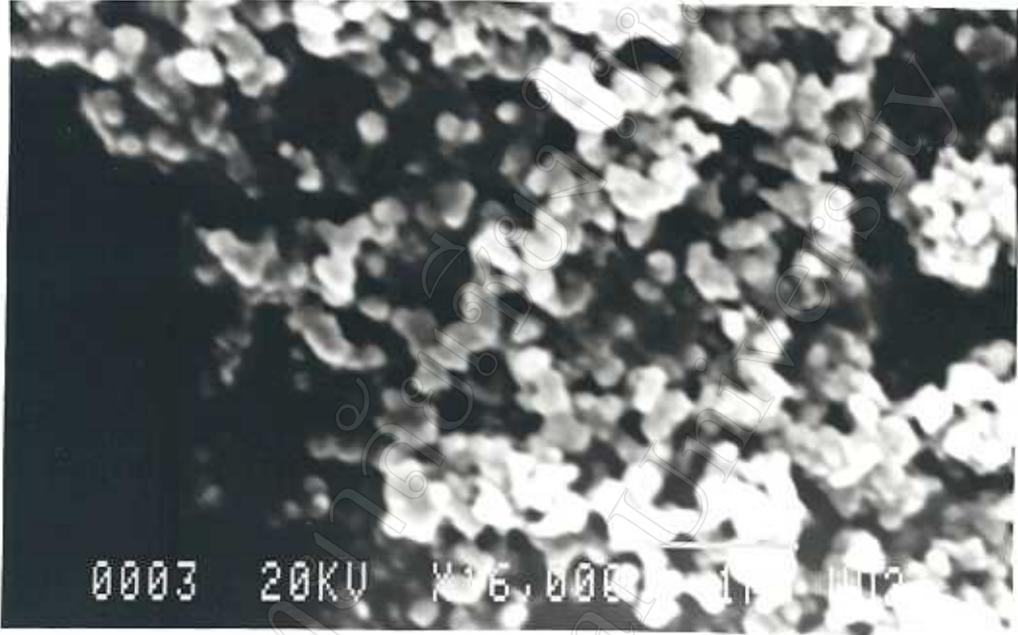
รูปที่ 3.14 XRD pattern ของผงละเอียด BaTiO_3 ที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 1100°C นาน 3 ชั่วโมง

3.4 ผลการวิเคราะห์ผลละเอียดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

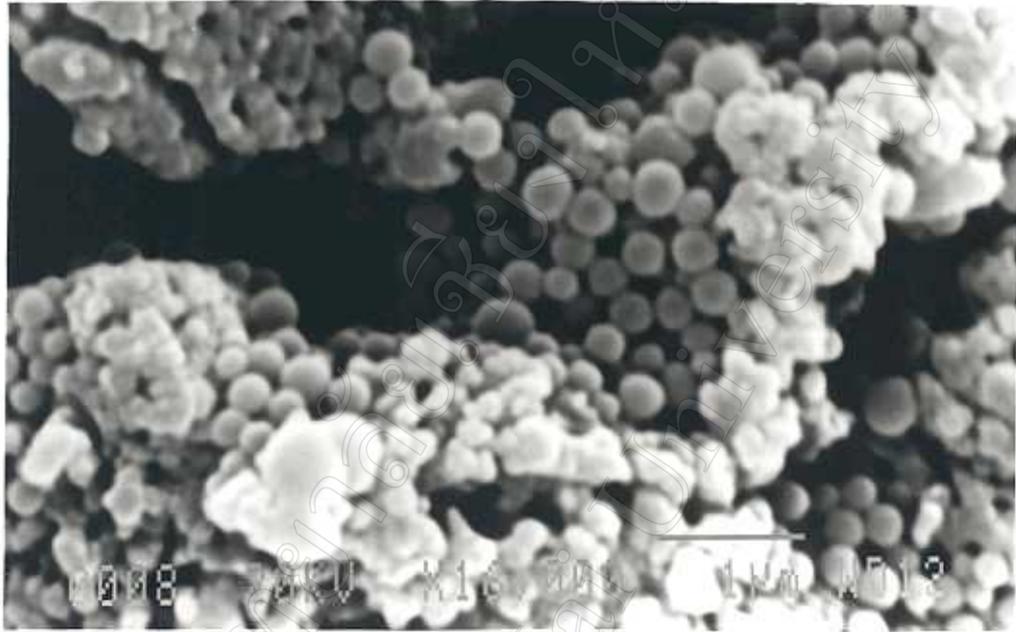
จากการนำผลละเอียดที่เตรียมได้โดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 – 1300 °ซ มาทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) เพื่อศึกษาลักษณะทางกายภาพและขนาดของอนุภาคผลละเอียดที่เตรียมได้ดังแสดงในรูปที่ 3.15 – 3.23



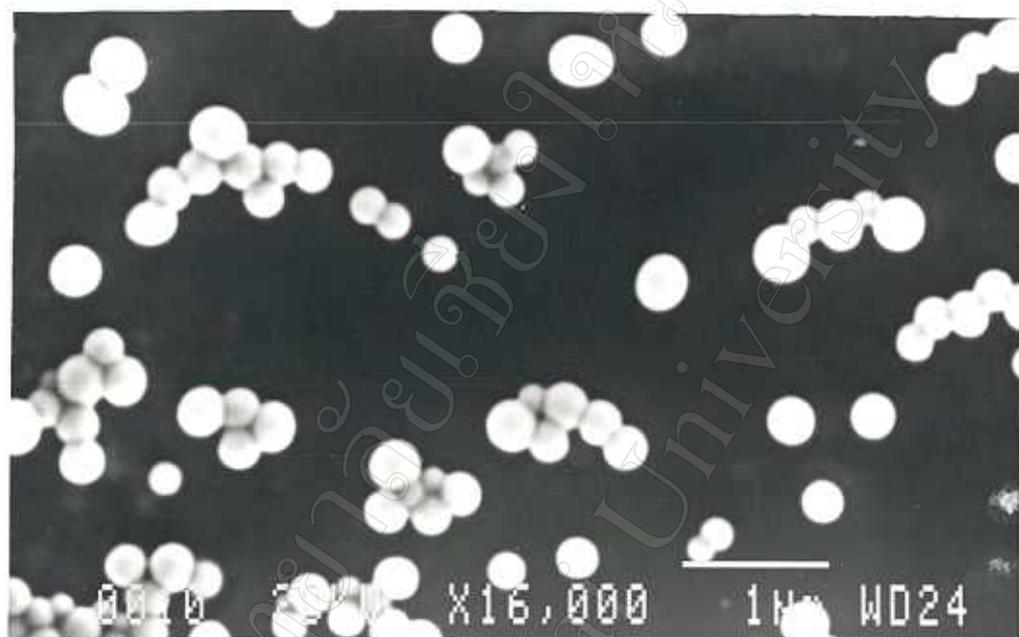
รูปที่ 3.15 ภาพถ่าย SEM ของผลละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



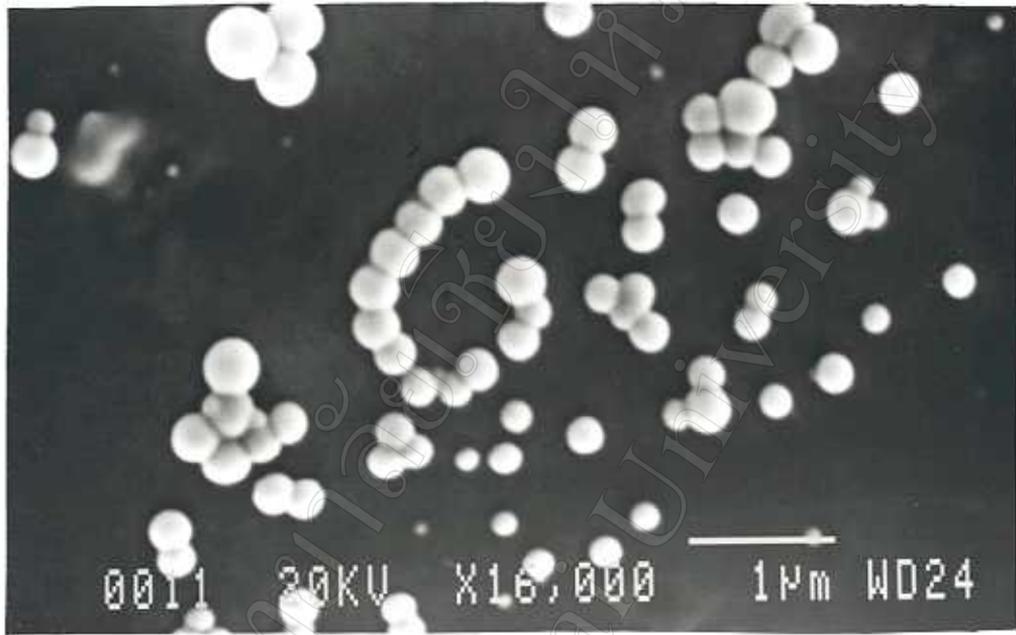
รูปที่ 3.16 ภาพถ่าย SEM ของผงตะกั่วที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 3 ชั่วโมง



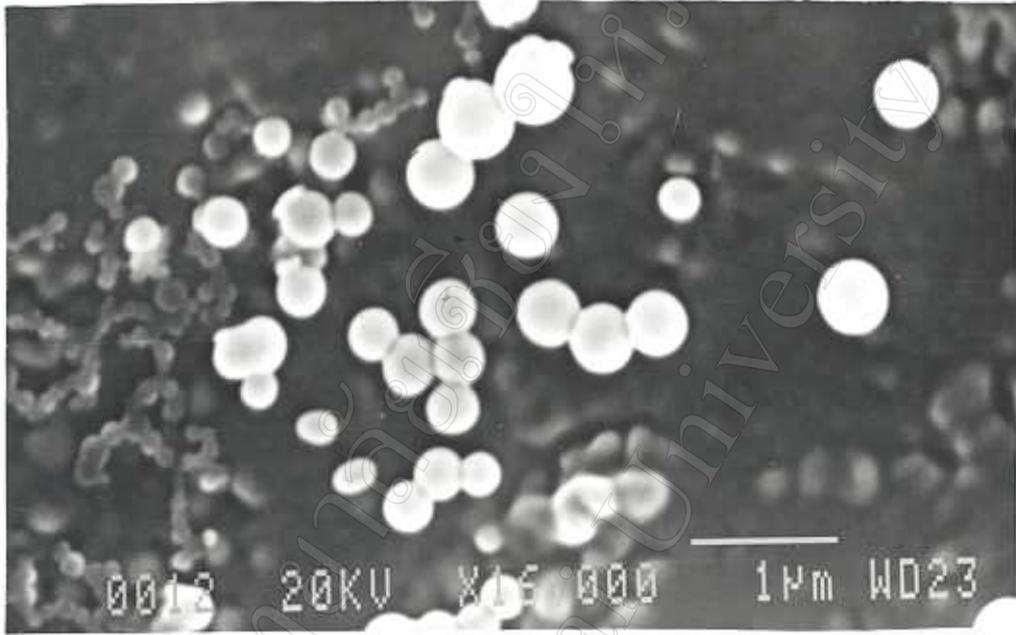
รูปที่ 3.17 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 700 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



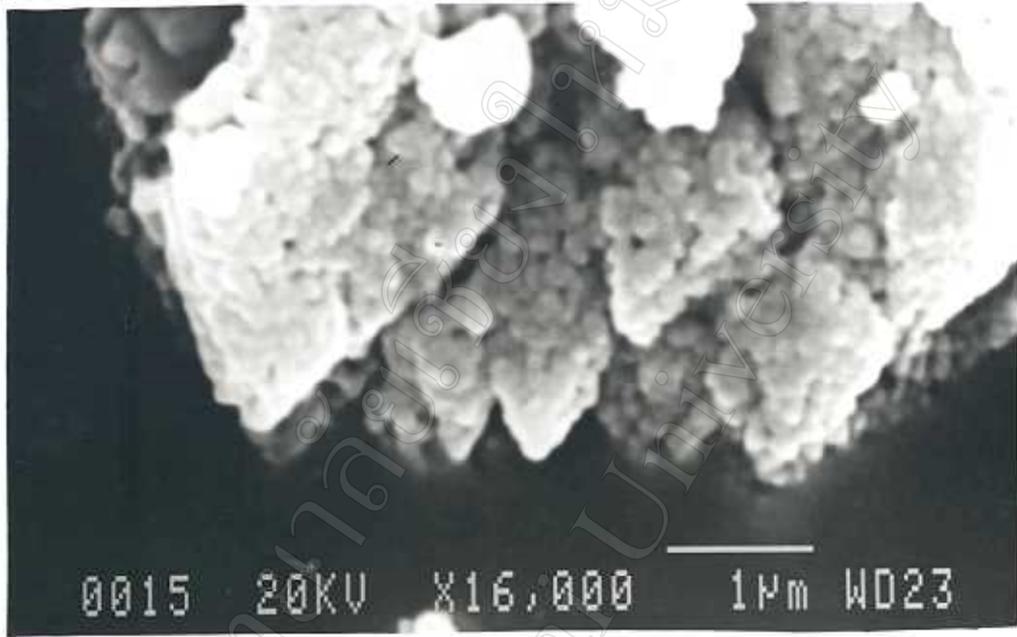
รูปที่ 3.18 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 800 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.19 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



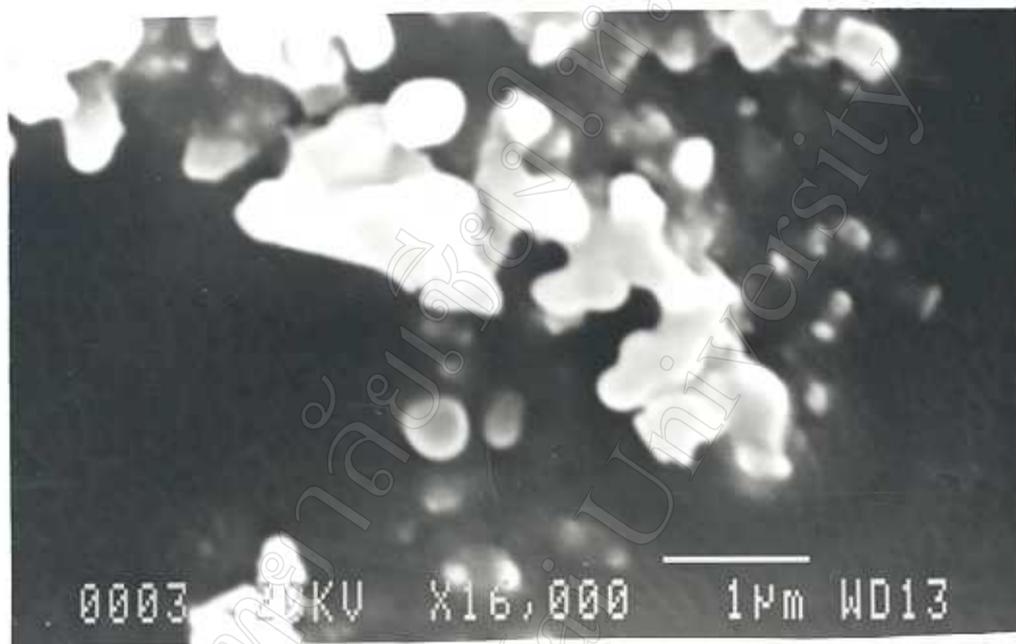
รูปที่ 3.20 ภาพถ่าย SEM ของผงตะกั่วที่เตรียม โดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 1000 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.21 ภาพถ่าย SEM ของผงตะแกรงที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 1100 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.22 ภาพถ่าย SEM ของผงละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 1200 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.23 ภาพถ่าย SEM ของฟองละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ นาน 3 ชั่วโมง

3.5 ผลการตรวจสอบการกระจายตัวของอนุภาคแบบเรียมิตานเนตผงละเอียด

จากการตรวจสอบหาขนาดของอนุภาคของผงละเอียดที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ ด้วยการใช้ particle size analyzer พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคจะเพิ่มขึ้น ดังรายละเอียดแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ผลของอุณหภูมิแคลไซน์ที่มีต่อขนาดอนุภาคผงละเอียด BaTiO₃

อุณหภูมิแคลไซน์ (°ซ)	ขนาดอนุภาค (μm)
700	0.60
800	0.67
900	0.69
1000	1.08
1100	1.48

3.6 ผลการเตรียมผงแบบเรียมิตานเนตดัดแปลงที่ได้จากการเจือด้วยแมงกานีส-อะซิเตทเตตระไฮเดรท

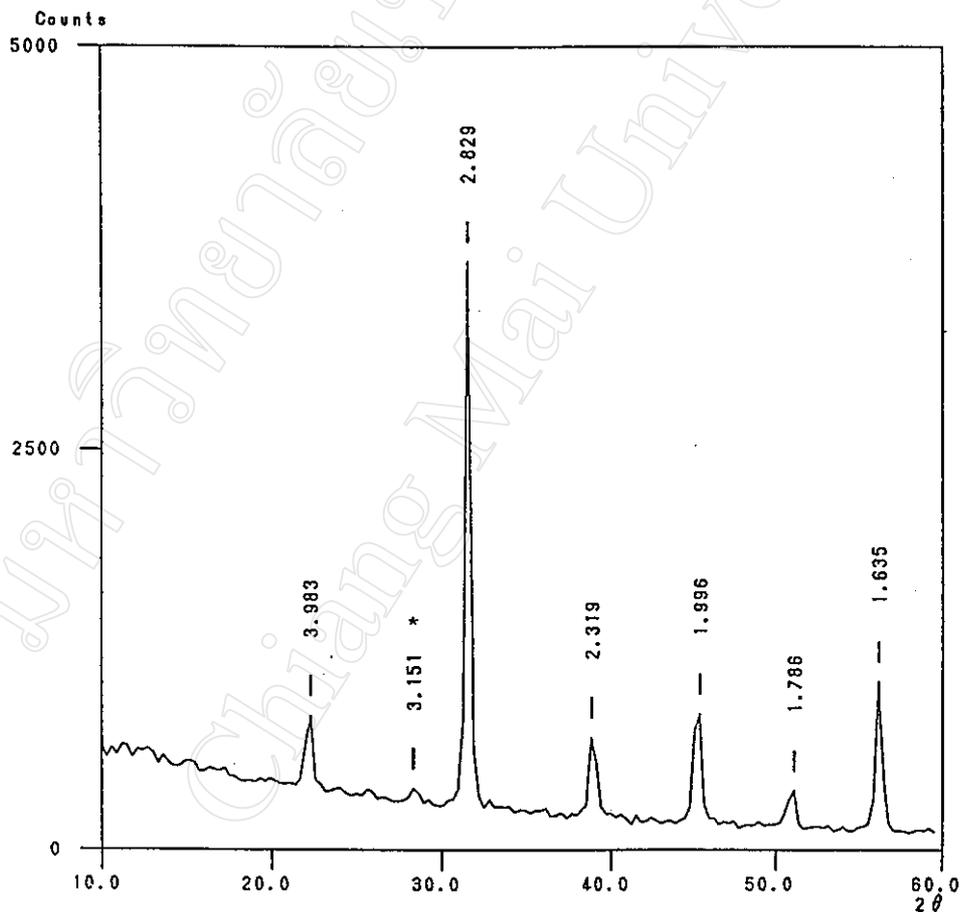
ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการเตรียมผงแบบเรียมิตานเนตดัดแปลงด้วยการใช้ปริมาณสารตั้งต้นแบบต่างๆ 3 สูตร ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมผงแบบเรียมิตานเนตดัดแปลง

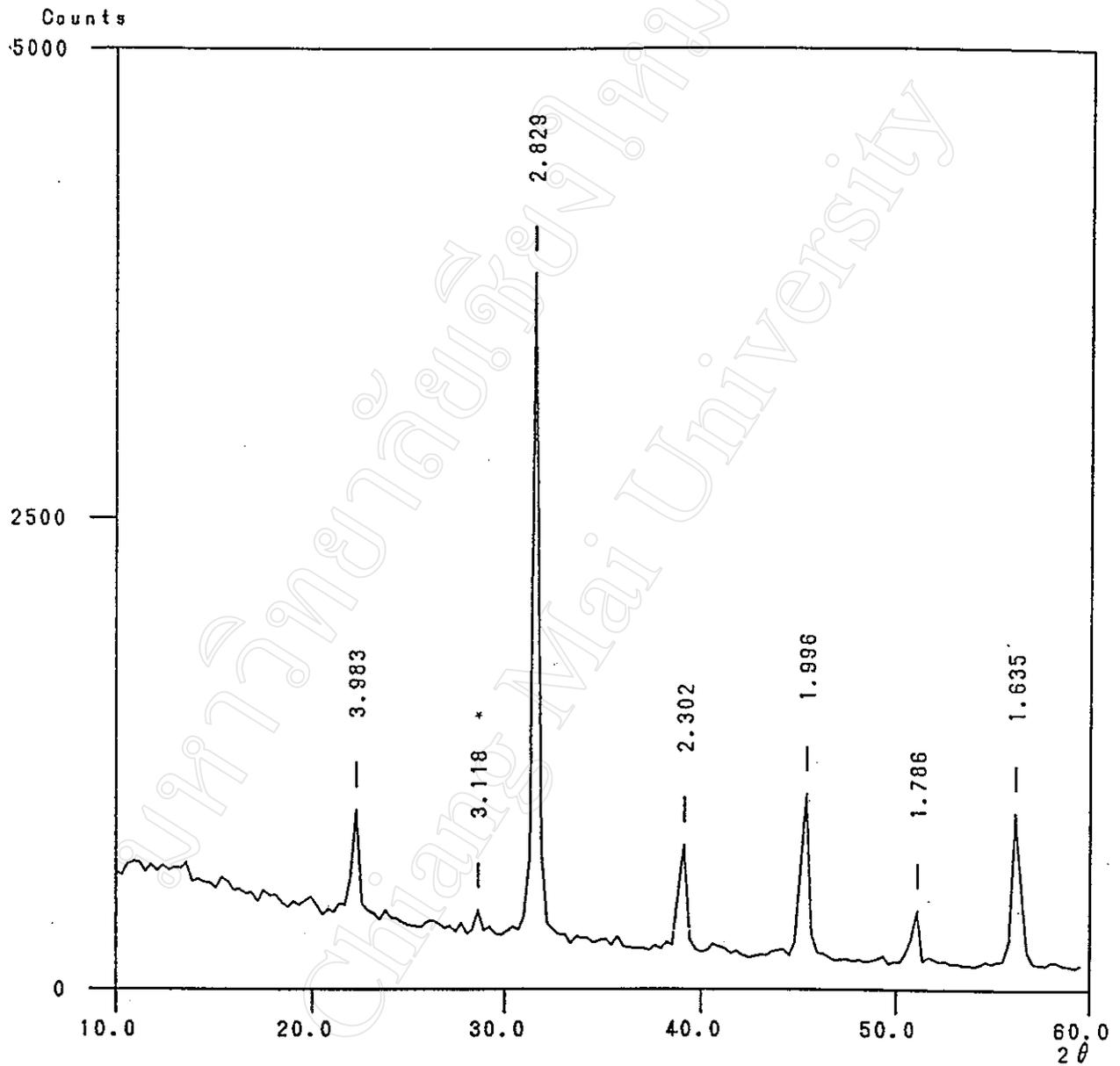
สารตัว อย่าง	BaTi(C ₂ O ₄).4H ₂ O		Mn(CH ₃ COO) ₂ .4H ₂ O		% mol
	ปริมาณที่ ใช้ (g)	จำนวน โมล	ปริมาณที่ใช้ (g)	จำนวนโมล	
1	10.1350	0.023	0.14093	5.75 x 10 ⁻⁴	2.5
2	10.0310	0.023	0.28190	1.15 x 10 ⁻⁴	5.0
3	10.0010	0.023	0.42400	1.73 x 10 ⁻⁴	7.5

3.7 ผลการวิเคราะห์ผลละเอียดของแบเรียม titanate ที่ดัดแปลงด้วย วิธีเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction, XRD)

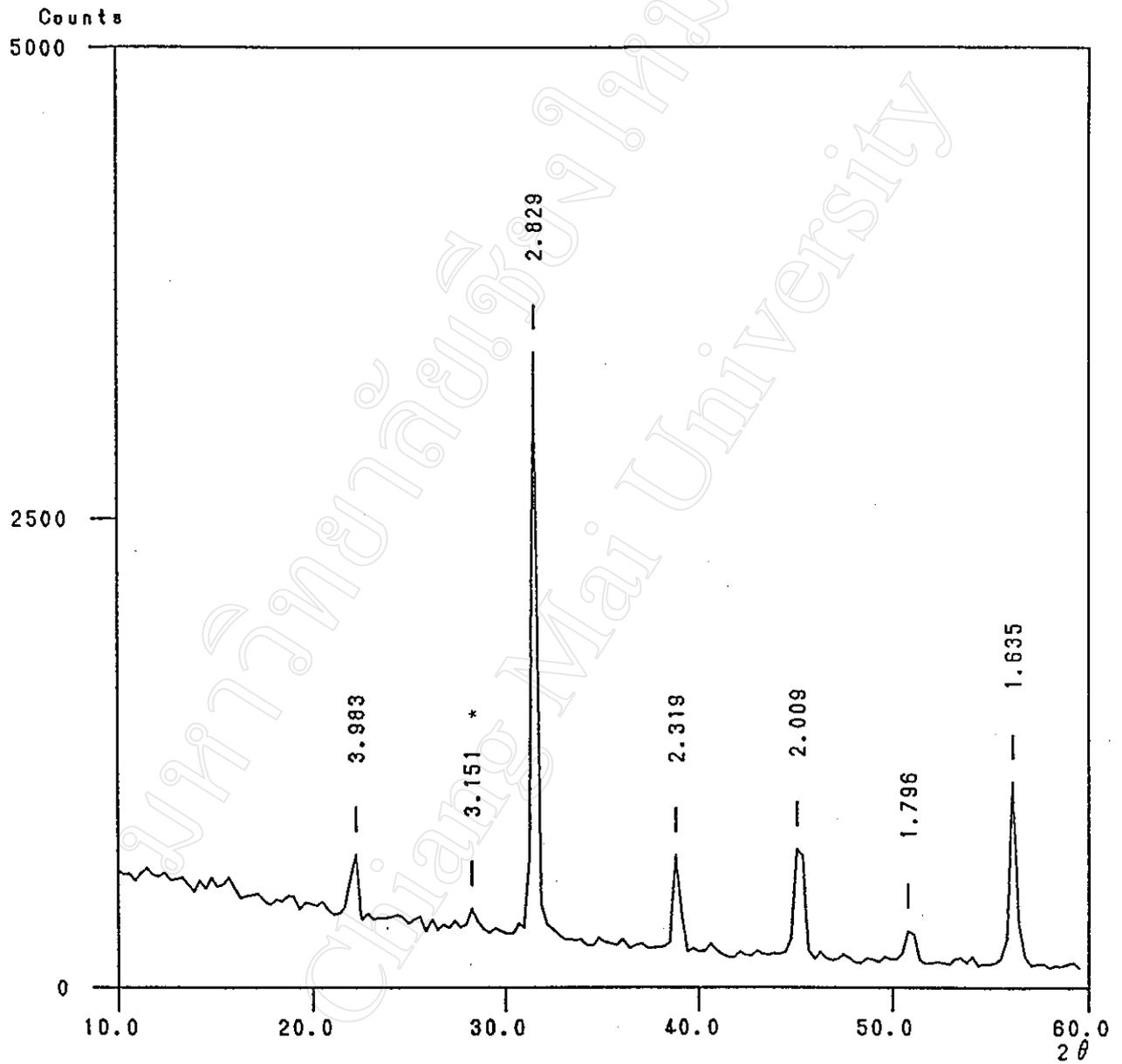
จากการนำผงแบเรียม titanate ที่เจือด้วยแมงกานีสอะซิเตทแต่ละไฮเดรท ใน ปริมาณร้อยละ 2.5, 5.0 และ 7.5 โดยโมล มาทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจสอบด้วยวิธีการ XRD พบว่า จะปรากฏพีค X-ray ของ BaTiO₃ เป็นเฟสหลัก โดยมีพีคของ BaTiO₃ ที่ $2\theta = 28.3$ เป็นสารมลทิน ดังแสดงในรูปที่ 3.24 - 3.26



รูปที่ 3.24 XRD pattern ของผงแบเรียม titanate ที่ดัดแปลงที่มีปริมาณของแมงกานีสอะซิเตทแต่ละไฮเดรทอยู่ร้อยละ 2.5 โดยโมล หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง (* แทน BaTi₂O₅)



รูปที่ 3.25 XRD pattern ของผงแบเรียมดีคานดัดแปลง ที่มีปริมาณของแมงกานีส อะซิเตเตตระไฮเดรตอยู่ร้อยละ 5.0 โดยโมล หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง (* แทน BaTi_2O_7)



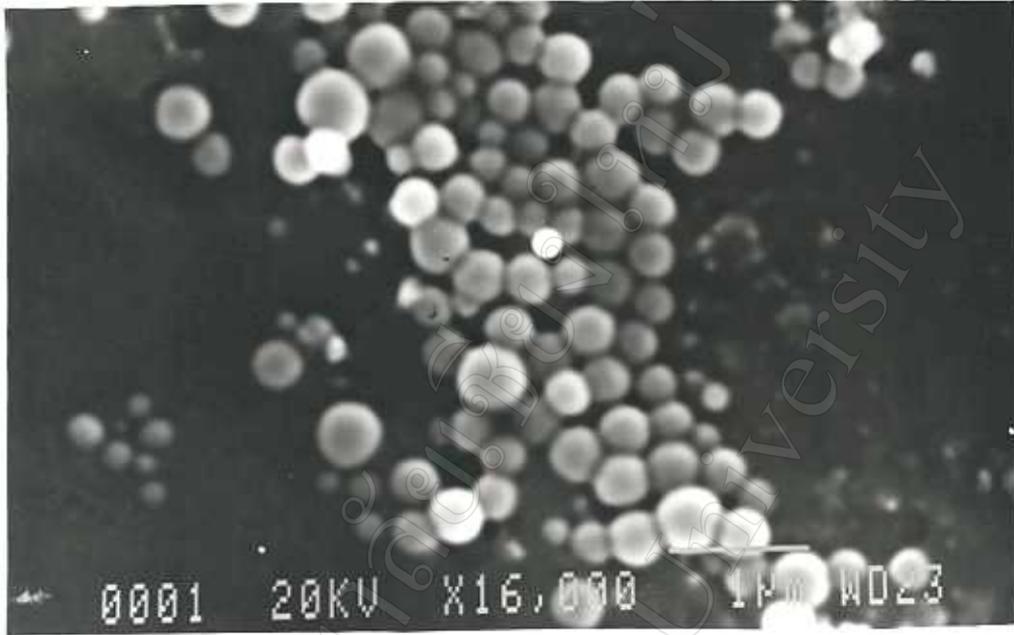
รูปที่ 3.26 XRD pattern ของผงแบเรียม titanate คัดแปลง ที่มีปริมาณของแมงกานีส อะซิเตทแต่ละไฮเดรตอยู่ร้อยละ 7.5 โดยโมล หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง (* แทน BaTi_2O_5)

3.8 ผลการตรวจสอบผลเย็บที่เตรียมได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

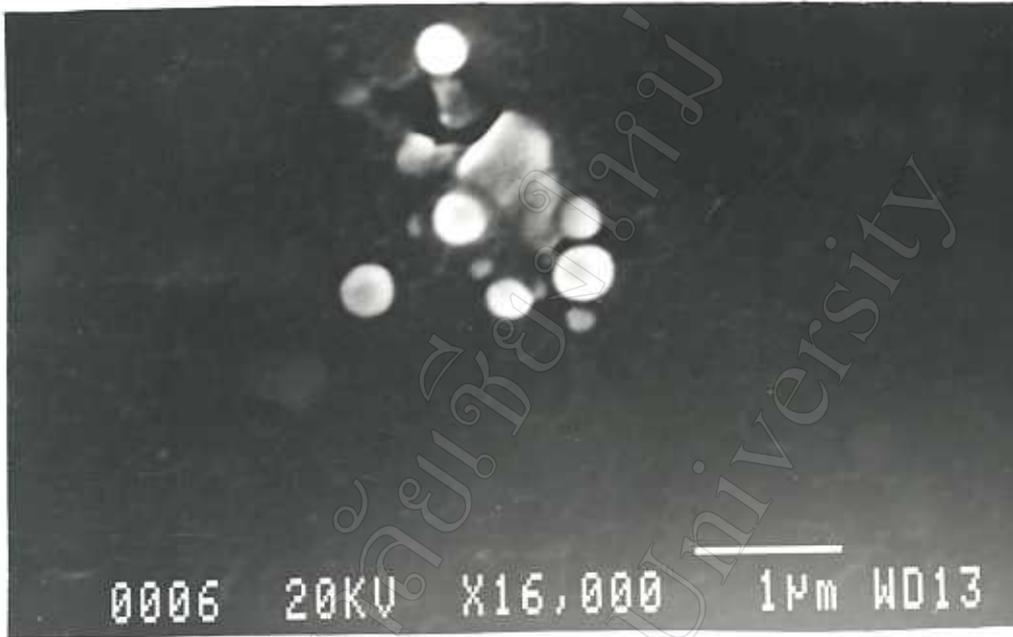
จากการนำผงแบเรียมดีคานเนตที่เจือด้วยแมงกานีสอะซิเตทเคระไฮเดรท ในปริมาณร้อยละ 2.5, 5.0 และ 7.5 โดยโมล หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง แล้วนำมาศึกษาลักษณะทางกายภาพและขนาดอนุภาคผงละเอียดที่ได้ด้วย SEM สามารถแสดงผลได้ดังในรูปที่ 3.27-3.29



รูปที่ 3.27 ภาพถ่าย SEM ของผงแบเรียมดีคานเนตดัดแปลง ที่มีปริมาณของแมงกานีสอะซิเตทเคระไฮเดรทอยู่ร้อยละ 2.5 โดยโมล หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.28 ภาพถ่าย SEM ของผงบเรียมลิทาเนคคัลดแปลง ที่มีปริมาณของเมงกานีส
อะซิเตทเคอร์ไฮเดรตอยู่ร้อยละ 5 โดยโมล หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ
900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.29 ภาพถ่าย SEM ของผงบเรียมดีสทาเนตเคลือบลง ที่มีปริมาณของเมงกานีสอะซิเตตแต่ละไฮเดรตอยู่ร้อยละ 5 โดยโมล หลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 900 °ซ นาน 3 ชั่วโมง

3.9 ผลการตรวจสอบการกระจายตัวของอนุภาคแบบเรียมิตานเนตดัดแปลงโดยวิธี particle size analyzer

จากการตรวจสอบหาขนาดของอนุภาคของผงแบเรียมิตานเนตดัดแปลง ด้วยการ ใช้ particle size analyzer ดังรายละเอียดแสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 ผลของร้อยละโดยโมลของสารเจือที่มีต่อขนาดอนุภาคผงละเอียด BaTiO₃

ร้อยละโดยโมลของ แมงกานีส (Mn)	ขนาดอนุภาค (μm)
2.5	0.95
5.0	1.18
7.5	1.10