

## บทที่ 4

## วิจารณ์และสรุปผล

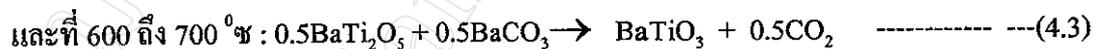
## 4.1 วิจารณ์ผลการทดลอง

ในการทดลองนี้ ได้มีการศึกษาถึงเทคนิคและวิธีการเตรียมแบเรียมิตานนดที่มี ความบริสุทธิ์สูงโดยวิธีออกซาเลต ด้วยการใช้ิตานเนียมเตตระคลอไรด์ ( $TiCl_4$ ) และสารละลาย แบเรียมคลอไรด์ ( $BaCl_2$ ) เป็นสารตั้งต้น โดยมีไดเอซิลออกซาเลต ( $C_2H_5O_2CCO_2C_2H_5$ ) เป็นสารตก ตะกอน การเตรียมเริ่ม โดยการเติมสารละลายกรด ไฮโดรคลอริกที่มีอุณหภูมิประมาณ  $4^\circ C$  ลงไปใน สารละลายิตานเนียมเตตระคลอไรด์อย่างช้าๆ โดยภาชนะที่ใช้บรรจุสารละลายิตานเนียมเตตระ คลอไรด์ต้องแช่อยู่ในน้ำแข็งและภายในต้องมีการคนอย่างสม่ำเสมอตลอดการเกิดปฏิกิริยา ในช่วง แรก ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างรุนแรงเพราะเป็นปฏิกิริยาแบบคายความร้อน ถ้าความร้อนที่เกิดขึ้นมี อุณหภูมิสูงมากๆ ิตานเนียมเตตระคลอไรด์จะถูกออกซิไดซ์กลายเป็นิตานเนียมไดออกไซด์ซึ่งเป็น สารมลทินและกำจัดได้ยาก หลังสิ้นสุดการเกิดปฏิกิริยาจะให้สารละลายใส ถ้าพบตะกอนสีขาว ( $TiO_2$ ) ให้กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 เก็บสารละลายที่ได้ไว้ในที่เย็นแบ่งสารละลายบางส่วน มาทำการหาปริมาณิตานเนียมตามวิธีการทดลองข้อ 2.3.2 ในขั้นตอนนี้น้ำจำเป็นต้องใช้สารละลายใน ปริมาณมากพอสมควรเพื่อให้ได้ตะกอนมากเพียงพอที่จะนำไปชั่งและคำนวณหาปริมาณของิตาน นียมได้ แล้วนำสารละลายที่ทราบปริมาณิตานเนียมแล้วไปผสมกับสารละลายแบเรียมคลอไรด์ ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) โดยอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง  $BaCl_2 \cdot 2H_2O : TiCl_4$  เท่ากับ 1 : 1 และ 1:1.05 (เนื่อง จากการศึกษานี้ของ John และ คณะ<sup>25</sup> พบว่าการเพิ่มอัตราส่วนของิตานเนียมในปริมาณเล็กน้อยจะมี ผลทำให้ห้วงอากาศของแบเรียมิตานนดที่ได้มีขนาดเล็กลงและมีการกระจายตัวที่ดีขึ้น) ทำการตก ตะกอนโดยมีไดเอซิลออกซาเลต ( $C_2H_5O_2CCO_2C_2H_5$ ) เป็นสารตกตะกอนตามการทดลองข้อ 2.3.4 ในขั้นตอนนี้จะเลือกใช้ไดเอซิลออกซาเลตเป็นตัวตกตะกอนแทนที่จะใช้กรดออกซาลิกเนื่องจาก เมื่อทดลองเปรียบเทียบกันพบว่าตะกอนที่ได้จากการใช้ไดเอซิลออกซาเลตจะมีลักษณะหนักกว่า ใช้เวลาในการบ่มน้อยและกรองง่ายกว่าเนื่องจากปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ โดยจะขึ้นอยู่กับ การสลายตัวของไดเอซิลออกซาเลตไปเป็นกรดออกซาลิกดังสมการที่ (1.7) pH ที่ใช้ในการตกตะกอน จะอยู่ในช่วง 4-5 ( Prasadarao และ คณะ<sup>15</sup> พบว่าที่ pH สูงประมาณ 5-7 จะเกิดตะกอนของแบเรียม ิตานนิตไฮดรอกซีออกซาเลต ส่งผลให้อัตราส่วนของ Ba:Ti:O ไม่เป็น 1:1:3 และที่ pH ประมาณ 7-10 จะเกิดตะกอนของแบเรียมออกซาเลตและิตานนิตไฮดรอกไซด์ซึ่งเมื่อทำการแคลไซน์จะได้ สารมลทินของแบเรียมคาร์บอเนตและิตานเนียมไดออกไซด์) เมื่อได้สารละลายผสมระหว่าง

แบบเรียบและติทานิยม ในขั้นตอนการปรับ pH ต้องทำอย่างช้าๆ เนื่องจากถ้าหยดสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณมากและเร็วเกินไป จะทำให้ติทานิยมตกตะกอนอยู่ในรูปติทานิยมไดออกไซด์ เมื่อได้สารละลายผสมที่มี pH ตามที่ต้องการแล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 °ซ แล้วเติมสารละลายโคเอริลออกซาลेटลงไปอย่างช้าๆ จะได้ตะกอนของแบบเรียบติทานิลออกซาลेटที่มีลักษณะคล้ายเจลสีขาวขุ่นเหมือนนํ้านม ตะกอนที่ได้นี้จะมีความยุ่งยากในการกรอง เนื่องจากมีขนาดเล็กและเบามากจำเป็นต้องทำการบ่มในนํ้ากลั่นเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตะกอนที่มีลักษณะหนักและกรองได้ง่ายขึ้น ถ้างตะกอนที่ได้ด้วยนํ้ากลั่นหลายๆ ครั้ง สุดท้ายล้างด้วยเอทานอลแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง จากนั้นนำตะกอนที่แห้งหลังการอบมาบดในครกหินอ่อนแล้วนำผงละเอียดที่ได้ไปทำการแคลไซน์ ที่อุณหภูมิในช่วงตั้งแต่ 500-1000 °ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ BaTiO<sub>3</sub> ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีขาว ในการเลือกช่วงอุณหภูมิการแคลไซน์ นั้นจะใช้ข้อมูล DTA ในรูป 3.1 ประกอบการเลือกซึ่งจากผลเทอร์โมแกรมที่ได้พบการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนใน 3 ช่วงอุณหภูมิคือ

- 1) ที่อุณหภูมิ 100-150 °ซ เป็นแบบดูดกลืนพลังงาน
- 2) ที่อุณหภูมิ 280-360 °ซ การเปลี่ยนแปลงค่อนข้างซับซ้อนมีทั้งแบบดูดและคายพลังงาน
- 3) ที่อุณหภูมิ 620-680 °ซ การเปลี่ยนแปลงเป็นแบบดูดกลืนพลังงาน

ซึ่ง Bind และคณะ<sup>27</sup> ได้แสดงสมการการสลายตัวด้วยความร้อนของแบบเรียบติทานิลออกซาลेटที่อุณหภูมิต่างๆ ไว้ดังนี้



จากสมการดังกล่าวประกอบกับผล DTA ที่ได้ยืนยันได้ว่า BaTiO<sub>3</sub> น่าจะเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 600 ถึง 700 °ซ โดยที่อุณหภูมิการแคลไซน์ สูงขึ้นนั้นจะมีผลทำให้ขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น<sup>23</sup>

นอกจากนี้ในขั้นตอนการเตรียมได้ทำการเจือแมงกานีสอะซิเตทเตตระไฮเดรตลงไปในผงแบบเรียบติทานิตด้วยอัตราส่วนร้อยละโดยโมล คือ 2.5, 5.0 และ 7.5 เพื่อศึกษาขนาดและลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคผงละเอียดตามการทดลองข้อ 2.3.5 ซึ่ง Hsiang และ Yen<sup>13</sup> ได้เสนอในปี 1996 พบว่าการเจือแมงกานีส (Mn) ลงไปในปริมาณที่เหมาะสมสามารถควบคุมขนาดและลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของแบบเรียบติทานิตได้

จากผล X-ray diffraction (XRD) ของผงละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 แล้วทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 °ซ เมื่อเทียบกับฐานข้อมูลของ JCPDS ปรากฏผล ดังต่อไปนี้

รูป 3.2 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 600 °ซ จากพีคที่ปรากฏเริ่มแสดงเฟสหลักคือแบเรียมิตานานต์ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 31.600 39.100 และ 56.200 นอกจากนี้ยังพบเฟสของแบเรียมคาร์บอเนตที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.500 และเฟสของแบเรียมิตานานต์ในรูปของ BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 28.300

รูป 3.3 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 700 °ซ เริ่มแสดงเฟสหลักคือแบเรียมิตานานต์อย่างชัดเจนที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22.000 31.600 38.800 45.100 50.800 และ 56.200 พีคที่แสดงเฟสของแบเรียมคาร์บอเนตหายไปแต่พีคของ BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 28.300 ยังคงปรากฏอยู่

รูป 3.4 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 800 °ซ จะแสดงเฟสของแบเรียมิตานานต์ และ BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> เหมือนรูปที่ 3.3 ทุกประการ

รูป 3.5 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 900 °ซ จะแสดงเฟสหลักของแบเรียมิตานานต์เพียงเฟสเดียวเท่านั้น คือพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 28.300 หายไป

รูป 3.6 และ 3.7 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 1000 และ 1100 °ซ ตามลำดับ จะแสดงเฟสของแบเรียมิตานานต์ที่ตำแหน่ง 2θ เหมือนรูป 3.5 ทุกประการ

ในกรณีของผงละเอียดที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1.05 นั้นจะมีพีคของแบเรียมิตานานต์ปรากฏในสารที่ผ่านการแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่ต่ำกว่าใช้อัตราส่วน Ba:Ti เป็น 1:1 โดยไม่มีพีคของ BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ปรากฏผลแสดงในรูป 3.8-3.14 ดังนี้

รูป 3.8 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 500 °ซ จากพีคที่ปรากฏยังไม่สามารถระบุเฟสใดๆ ได้อย่างชัดเจนนัก

รูป 3.9 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 600 °ซ เริ่มแสดงเฟสหลักคือแบเรียมิตานานต์อย่างชัดเจนที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22.000 31.600 38.800 45.100 50.800 และ 56.200 โดยไม่ปรากฏพีคของเฟสอื่นๆอยู่เลย

รูป 3.10 -3.14 XRD pattern หลังการแคลไซน์ที่ 700-1100 °ซ ตามลำดับ จะแสดงเฟสของแบเรียมิตานานต์ที่ตำแหน่ง 2θ เหมือนรูป 3.9 ทุกประการ จากผล XRD pattern ของสารตัวอย่างข้างต้นสามารถตั้งสมมุติฐานอธิบายการเกิดสารมลทิน BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ในระหว่างการเตรียม BaTiO<sub>3</sub> ด้วยวิธีการออกซาเลดได้ 4 ข้อ ดังนี้

- 1) อัตราส่วนการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแบเรียมต่อิตาเนียม ไม่เป็น 1:1
- 2) เวลาที่ใช้ในการเผาไหม้เกินไปทำให้สาร  $\text{BaTi}_2\text{O}_5$  ที่เกิดขึ้นระหว่างการเผาไหม้สลายตัวไม่หมด
- 3) การเผาไหม้ครั้งละมากๆ ในภาชนะบรรจุที่มีขนาดเล็กทำให้การกระจายความร้อนเกิดได้ไม่ดีพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์
- 4) เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของผงละเอียดก่อนการแคลไซน์ทำให้มีอนุภาคของสารตั้งต้นบางส่วนสลายตัวได้ไม่สมบูรณ์

เมื่อนำผลการทดลองมาประกอบการพิจารณาสมมุติฐานแต่ละข้ออย่างละเอียดพบว่า สมมุติฐานข้อแรกไม่เหมาะสม เนื่องจากค่า pH ที่ใช้ในการตกตะกอนจะไม่ทำให้แบเรียมไฮดรอกไซด์ หรือ ิตาเนียมไฮดรอกไซด์ตกตะกอนลงมา นอกจากตะกอนของแบเรียมิตาเนียมออกไซด์และไฮดรอกไซด์เท่านั้นและนอกจากนี้ยังมีการใช้ไฮดรอกไซด์ออกไซด์ในปริมาณที่มากเกินไปอีกด้วย ดังนั้นปฏิกิริยาในขั้นตอนนี้น่าจะเกิดได้อย่างสมบูรณ์แบบ 1:1 ส่วนในกรณีของสมมุติฐานข้อ 2) นั้นไม่น่าจะเป็นไปได้เช่นกันเนื่องจากในการทดลองได้ใช้อุณหภูมิและเวลาเท่ากันในการเตรียมที่อัตราส่วนแบเรียมต่อิตาเนียมเท่ากับ 1:1.05 กลับไม่พบ  $\text{BaTi}_2\text{O}_5$  เลย เช่นเดียวกับกรณีของสมมุติฐานข้อที่ 3) ซึ่งไม่น่าจะเป็นไปได้เพราะภาชนะและปริมาณสารที่ใช้ในการแคลไซน์แต่ละครั้งจะเท่าๆกัน ดังนั้นสมมุติฐานที่น่าจะเป็นไปได้มากที่สุดจึงน่าจะเป็นข้อที่ 4) เพราะอนุภาคของิตาเนียมที่เกินในปริมาณเล็กน้อยสามารถจะแสดงพฤติกรรมที่คล้ายกับสารเจือใน  $\text{BaTiO}_3$  ได้ ทำให้มีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีขึ้นส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาและการสลายตัวได้สมบูรณ์ขึ้นนั่นเอง

จากการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ เช่น ขนาดและรูปร่างของอนุภาคผงละเอียดที่เตรียมได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ปรากฏผลดังนี้คือ

รูป 3.15 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °ซ ยังไม่เห็นอนุภาคและการกระจายตัวของสารสิ่งที่มองเห็นเป็นส่วนของสารอินทรีย์ที่ยังคงอยู่และ โมเลกุลที่เกิดจากการสลายตัวของแบเรียมิตาเนียมออกไซด์

รูป 3.16 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °ซ ไม่เห็นส่วนที่เป็นสารอินทรีย์อยู่เลยและเริ่มเห็นอนุภาคบางส่วนเป็นทรงกลมขนาด 0.2-0.4  $\mu\text{m}$

รูป 3.17 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °ซ เริ่มมองเห็นอนุภาคที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมมีขนาด 0.2-0.6  $\mu\text{m}$  แต่การกระจายตัวยังไม่ดีนัก

รูป 3.18 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °ซ อนุภาคทรงกลมที่เห็นมีการกระจายตัวที่ดีมากและมีขนาดอยู่ในช่วง 0.2-0.6  $\mu\text{m}$

รูป 3.19 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ จะมีลักษณะการกระจายตัวและขนาดอนุภาคคล้ายกับที่อุณหภูมิการแคลไซน์ 800 °ซ (รูป 3.18)

รูป 3.20 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ การกระจายของอนุภาคยังคงอยู่แต่ขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นคืออยู่ในช่วง 0.3-0.8  $\mu\text{m}$

รูป 3.21 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 °ซ เริ่มมีการหลอมรวมกันของอนุภาคทรงกลมอย่างเห็นได้ชัดแต่ยังสังเกตเห็นอนุภาครูปทรงกลมได้ รวมถึงรูพรุนจำนวนมากที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาค

รูป 3.22 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 °ซ สังเกตเห็นการหลอมได้ชัดเจนมากขึ้นแทบจะไม่เห็นอนุภาคทรงกลมเลย

รูป 3.23 ภาพถ่าย SEM หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ เห็นการหลอมรวมกันของอนุภาคได้ชัดเจนมากและในการทดลองสามารถสังเกตเห็นการหลอมได้ด้วยตาเปล่าเพราะผงละเอียดที่นำมาแคลไวนจะหลอมรวมกันและมีลักษณะแข็งคล้ายเซรามิกเลยทีเดียว

ลักษณะทรงกลมของอนุภาคนี้อาจจะเริ่มเห็นได้ชัดเจนเมื่อทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิมากกว่า 700 °ซ ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่พีคหลักของ  $\text{BaTiO}_3$  เริ่มปรากฏเป็นเฟสหลักใน x-ray diffraction pattern และนอกจากนี้ยังพบการหลอมของอนุภาคที่อุณหภูมิแคลไซน์ 1300 °ซ อีกด้วย การหลอมที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวปกติ (1600 °ซ) น่าจะมีสาเหตุเนื่องมาจากจุดหลอมเหลวปกติจะหาจากแบบเตรียมดินเผาที่เตรียมโดยวิธี Solid state แต่จากการเตรียมโดยวิธีทางเคมีทำให้อุณหภูมิการแคลไซน์ และ ซินเทอร์ริง ลดต่ำลงกว่าการเตรียมโดยวิธี Solid state จึงน่าจะเป็นสาเหตุที่ทำให้จุดหลอมเหลวต่ำกว่าจุดหลอมเหลวปกติด้วย

การตรวจสอบลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงละเอียดที่เตรียมได้ด้วย Particle size analyzer พบว่า โดยทั่วไปแล้ว ผงละเอียดที่ได้ในงานวิจัยนี้จะมีการกระจายตัวของอนุภาคสูง โดยอยู่ในช่วง 0.6-0.7  $\mu\text{m}$  แต่จะมีอนุภาคบางส่วนกระจายตัวอยู่ในช่วง 1-5  $\mu\text{m}$  ซึ่งน่าจะเกิดมาจากการที่อนุภาคเกาะรวมกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) เพราะอนุภาคยิ่งเล็กจะยังมีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรมากขึ้นและนอกจากนี้ยังพบว่า การแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีผลทำให้การกระจายตัวของอนุภาคสูงขึ้นด้วยดังตารางที่ 3.3

ผงละเอียดของแบเรียมดีทานเนตที่มีการเติมสารเจือของแมงกานีสอะซิเตทเคเตรไฮดรทในอัตราส่วนร้อยละโดยโมลเป็น 2.5 5.0 และ 7.5 แล้วผ่านการเผา calcine ที่ 900 °ซ จะแสดง XRD pattern ดังนี้

รูป 3.24 XRD pattern ของแบเรียมดีทานเนตที่มีการเติมแมงกานีสในอัตราส่วนร้อยละโดยโมลเท่ากับ 2.5 จะพบพีคของแบเรียมดีทานเนตที่เป็นเฟสหลักที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22.000 31.600 38.800 45.100 50.800 และ 56.200 และยังพบพีคของอีกเฟสหนึ่งคือ BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 28.300

รูป 3.24 และ 3.25 XRD pattern ของแบเรียมดีทานเนตที่มีการเติมแมงกานีสในอัตราส่วนร้อยละโดยโมลเท่ากับ 5.0 และ 7.5 คาดว่าน่าจะมีตำแหน่งของพีคเหมือนในรูปที่ 3.24 ทุกประการ

การที่ยังมีพีคของ BaTi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ปรากฏอยู่ทั้งๆที่ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมงแล้วน่าจะมีสาเหตุมาจากการเติมแมงกานีสลงไป เนื่องจากแมงกานีสที่เติมลงไปมีโอกาที่จะเข้าแทนที่ ทั้งไอออนของดีทานเนียม (มีขนาดใกล้เคียงกันมาก) และแบเรียม (มีเลขออกซิเดชันเป็น +2 เหมือนกัน) ซึ่งในการแทนที่ของแมงกานีสไม่ว่าจะเป็นแบบใดก็ตามจะมีผลทำให้อัตราส่วนการเข้าทำปฏิกิริยาของ แบเรียมต่อดีทานเนียมเปลี่ยนไปเป็นสาเหตุให้มีเฟสอื่นเกิดขึ้นได้

จากการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ เช่น ขนาดและรูปร่าง ของแบเรียมดีทานเนตที่มีการเติมสารเจือของแมงกานีสอะซิเตทเคเตรไฮดรทในอัตราส่วนร้อยละโดยโมลเป็น 2.5 5.0 และ 7.5 แล้วผ่านการเผา calcine ที่ 900 °ซ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่ารูป 3.27 3.28 และ 3.29 จะให้ผลที่คล้ายกันคือพบอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมมีการกระจายตัวดีและมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.3-0.7 μm

#### 4.2 สรุปผล

สามารถทำการเตรียมผงละเอียดของแบเรียมดีทานเนตที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยใช้วิธีการออกซาเลตซึ่งจะใช้ดีทานเนียมเคเตรคลอไรด์และแบเรียมคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น ใช้โคเอทริคออกซาเลตเป็นสารตกตะกอนปัจจัยที่เหมาะสมในการทดลองคือ

- 1) อัตราส่วนโดยโมลของแบเรียมต่อดีทานเนียมเป็น 1:1.05 จะได้แบเรียมดีทานเนตผงละเอียดหลังการแคลไซน์ที่ไม่มีสารเจือปน
- 2) pH ของการตกตะกอนอยู่ในช่วง 4-5 โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริกในการปรับ pH

- 3) ระหว่างการเกิดปฏิกิริยาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 °ซ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง
- 4) บ่มตะกอนในน้ำกลั่นเป็นเวลา 3 ชั่วโมงกรองและอบที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง
- 5) ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ด้วยปัจจัยดังกล่าวข้างต้นจะได้แบเรียมดีทานเนตผงละเอียดที่มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวที่ดี ทำการตรวจสอบ พฤติกรรมการเกิดเฟส ลักษณะทางโครงสร้าง และ ขนาดอนุภาค แบเรียมดีทานเนตผงละเอียดที่เตรียมได้ได้ด้วย เทคนิค XRD , SEM และ particle size analyzer ได้ผลดังนี้

การศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสเปรียบเทียบระหว่างอัตราส่วนโดยโมลของแบเรียมต่อ ดีทานเนียมเป็น 1:1 และ 1:1.05 โดยใช้เทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของแบเรียมต่อดีทานเนียมเป็น 1:1 จะเริ่มเกิดเฟสของแบเรียมดีทานเนต ( $\text{BaTiO}_3$ ) ที่อุณหภูมิการแคลไซน์ 700 °ซ แต่จะพบฟีกของสารมลทิน ( $\text{BaTi}_2\text{O}_5$ ) ด้วยฟีกของสารมลทินนี้จะหายไปเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ แต่เมื่อเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลของแบเรียมต่อดีทานเนียมเป็น 1:1.05พบว่าเฟสของแบเรียมดีทานเนต ( $\text{BaTiO}_3$ ) จะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิการแคลไซน์ 600 °ซและจะไม่ปรากฏฟีกของสารมลทิน ( $\text{BaTi}_2\text{O}_5$ ) อีกด้วย จากการเปรียบเทียบพื้นฐานข้อมูลของ JCPDS พบว่าแบเรียมดีทานเนตผงละเอียดที่เตรียมได้ทั้งสองอัตราส่วนจะมีโครงสร้างเป็นเตตระฮีดรอล

การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของแบเรียมดีทานเนตผงละเอียดที่เตรียมได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าอนุภาคจะมีลักษณะเป็นทรงกลมมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-0.7  $\mu\text{m}$  การตรวจสอบการกระจายตัวของอนุภาคผงละเอียดที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิค particle size analyzer พบว่าการกระจายตัวของอนุภาคอยู่ในช่วง 0.6-0.7  $\mu\text{m}$

ในส่วนของแบเรียมดีทานเนตผงละเอียดที่มีการเติมสารเจือคือแมงกานีสในรูปของแมงกานีสอะซิเตตโดยมีร้อยละโดยโมลเป็น 2.5 5.0 และ 7.5 นั้นเมื่อทำการตรวจสอบด้วยเทคนิคต่างๆจะให้ผลที่ไม่แตกต่างจากแบเรียมดีทานเนตผงละเอียดที่ไม่มีการเติมแมงกานีสดังนี้คือจาก XRD pattern พบว่าผงละเอียดที่มีการโคปจะยังคงมีโครงสร้างเป็นเตตระฮีดรอลและยังพบฟีกของสารมลทิน ( $\text{BaTi}_2\text{O}_5$ ) ซึ่งน่าจะเกิดจากการที่แมงกานีสที่เติมลงไปมีปริมาณมากและเข้าไปแทนที่ ดีทานเนียมทำให้อัตราส่วนของแบเรียมต่อดีทานเนียมในโครงสร้างหลักบางส่วนเปลี่ยนไป

การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของอนุภาคผงละเอียดพบว่ายังคงมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดอยู่ในช่วง 0.2-0.7  $\mu\text{m}$  จากการตรวจการกระจายตัวของอนุภาคโดยใช้เทคนิค particle size analyzerพบว่ามีกระจายตัวอยู่ในช่วง 0.9-1.0  $\mu\text{m}$

ในการเตรียมยังพบว่า การปรับ pH อุณหภูมิ ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยานั้นจะมีผลต่อการเกิดสารมลทินในแบเรียมดีดแทนดผงละเอียดที่เตรียมได้ในขณะที่ระยะเวลาการบ่มจะทำให้การกรองตะกอนทำได้ง่ายขึ้นแต่จะทำให้เกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคแบเรียมดีดแทนดผงละเอียดที่เตรียมได้ ซึ่งจะแก้ปัญหาดังกล่าวด้วยการบดผงละเอียดที่ผ่านการบ่มก่อนทำการเผาแคลไซน์

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Chiang Mai University