

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 สารเคมี

3.1.1 สารเคมีที่ใช้เตรียมแบเรียมติตาทาเนตด้วยวิธีออกซาเลต และแคตติคอลเลต

- 1) แบเรียมคลอไรด์โมโนไฮเดรต ($\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- 2) ติตานิยมเตตระคลอไรด์ (TiCl_4)
- 3) กรดออกซาลิก เข้มข้น
- 4) แคตติคอล ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$)
- 5) แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3)

3.1.2 เอทานอล (ethanol)

3.2 เครื่องมือ และ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ข้อนตักสารและปิ๊กเกอร์ขนาดต่างๆ
2. ครกบดสารที่ทำจาก agate
3. ลูกบดเซอร์โคเนีย (zirconia)
4. ถ้วยเผาอะลูมินา (alumina crucible)
5. กรรไกรที่ทำด้วยทองแดง
6. ขวดแก้วหรือขวดพลาสติกขนาดเล็กที่มีฝาปิด
7. เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic)
8. เครื่องเคลือบคาร์บอน (carbon coater)
9. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer) รุ่น JDX-8030
ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
10. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) รุ่น 1200 EX II ผลิตโดยบริษัท
JEOL ประเทศญี่ปุ่น

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 เตรียมสารแบเรียมิตาเนตด้วยวิธีออกซาเลต

ขั้นตอนการเตรียม

เตรียมสารแบเรียม (Ba) ความเข้มข้น 1.0 mol / kg โดยละลายสารแบเรียมคลอไรด์โมโนไฮเดรต ($\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ในน้ำกลั่น เตรียมสาริตาเนียม (Ti) ความเข้มข้น 1.5 mol / kg โดยเตรียมจากสาริตาเนียมเตตระคลอไรด์ (TiCl_4) ละลายในน้ำกลั่น นำเอาสารแบเรียมคลอไรด์โมโนไฮเดรต ผสมกับสาริตาเนียมเตตระคลอไรด์ คนให้เข้ากัน ค่อยๆ หยดกรดออกซาลิก เข้มข้น 1.5 mol / L เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 ml โดยทำที่อุณหภูมิ 40°C จะได้ตะกอนของแบเรียมิตาเนตออกซาเลต กรองตะกอน แล้วล้างตะกอน นำไปอบที่ 60°C แคลไซน์ที่ 700°C 3 ชั่วโมง จะได้สารแบเรียมิตาเนต

3.3.2 เตรียมสารตัวอย่างด้วยวิธีแคตติคอลเลต

ขั้นตอนการเตรียม

1) เตรียมสารแคตติคอล ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$) ซึ่งเป็นของแข็ง โดยชั่งมาให้ได้ 0.6 โมล ค่อยๆ เติมลงไปในโทลูอีน ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$) ซึ่งเป็นสารละลายใส และปราศจากน้ำ (dry toluene) เพื่อให้สารแคตติคอลละลาย เนื่องจากแคตติคอลไม่ละลายน้ำ แต่ละลายในสารอินทรีย์ ทำให้ร้อนที่ประมาณ 100°C และคนจนละลายหมด

2) เตรียม ิตาเนียมคลอไรด์ (TiCl_4) ซึ่งเป็นสารละลายใส ไม่มีสี ค่อยๆ เติมลงไป ในโทลูอีนจะได้สารละลายที่มีสีเหลือง ค่อยๆ หยด ิตาเนียมคลอไรด์ลงในสารละลายแคตติคอล โดยทำในขณะร้อนที่ประมาณ 100°C จะได้ตะกอนสีแดงของ $\text{H}_2[\text{Ti}(\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2)_4]$ จะเกิดปฏิกิริยาดังนี้

toluene



3) กรองเอาตะกอนออกมา แล้วล้างตะกอนด้วยโทลูอีนร้อน เพื่อละลายสารแคตติคอลอีกครั้ง อบให้แห้ง

4) เตรียมแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ที่แขวนลอยในน้ำ โดยค่อย ๆ ใส่ตะกอนของ $\text{H}_2[\text{Ti}(\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2)_3]$ ลงในสารแขวนลอยของแบเรียมคาร์บอเนต ผสมกันในอัตราส่วน 0.12 โมล ต่อ แบเรียมคาร์บอเนต 0.125 โมล เขย่าให้เข้ากันและให้ความร้อนไปด้วยที่ประมาณ 100°C จนกระทั่งได้สารละลายใสดังสมการ



5) นำเอาสารละลายที่ได้ไปทำให้เป็นของแข็งโดยการทำให้เย็นอย่างรวดเร็ว (freeze) จากนั้นก็ทำแห้งจะได้ผงสีแดงถึงน้ำตาลเข้ม นำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิมากกว่า 600°C จะได้ สารแบเรียมทิตาเนต

3.3.3. การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดทวิน

1) ศึกษาผลของขนาดของอนุภาคโดยใช้สารตัวอย่างจากการเตรียมด้วยวิธีออกซาลेटและแคตติคอลเลตแต่จะใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ที่ต่างกันโดยจะเผาแคลไซน์ที่ 700°C และที่ 1200°C และใช้เวลาในการเผาแคลไซน์ที่ 3 ชั่วโมง

2) ศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็วของสารตัวอย่างโดยการนำสารตัวอย่างไปแคลไซน์ที่ 700°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้สารที่เตรียมขึ้นจากวิธีออกซาลेटและวิธีแคตติคอลเลต แล้วดึงออกจากเตา เเทลงในน้ำกลั่นทันที เพื่อให้เกิดการลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็ว

3) ศึกษาผลทางกลโดยการนำตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 700°C ไปบดเป็นเวลานาน 16 ชั่วโมง โดยบดด้วยวิธี ball mill ซึ่งจะเป็นการบดในเอทานอล หลังจากบดแล้วก็นำไปอบแห้งซึ่งก็ใช้ตัวอย่างแบเรียมทิตาเนตที่เตรียมได้ทั้งสองวิธี

3.3.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อศึกษาวัฏภาคและขนาดอนุภาคเฉลี่ยด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

นำตัวอย่างสารที่เป็นผงอนุภาค ที่ได้จากการเตรียมทั้งสองวิธีมาวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับตารางมาตรฐาน JCPDS ของสารแบเรียมทิตาเนต ในการวิเคราะห์หาขนาดเฉลี่ยของตัวอย่าง เลือกเอารูปแบบการเลี้ยวเบน ณ

ตำแหน่งที่ 2θ ใด ๆ ในการทดลองนี้ใช้ที่มุมประมาณ 38 องศา หรือมีดัชนีมิลเลอร์ (hkl) ที่ (111) เพื่อไปคำนวณในสูตรสมการ

$$t = \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

t แทน ขนาดเฉลี่ยของอะตอมมีหน่วยเป็น Å

B แทน ความกว้างของพีคที่ครึ่งหนึ่งของความสูง มีหน่วยเป็นเรเดียน

θ แทน มุกตกกระทบและมุมสะท้อนมุม

λ แทน ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ มีหน่วยเป็นนาโนเมตร

3.3.5 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

เตรียมสารตัวอย่างโดยนำสารตัวอย่างใส่ในขวดขนาดเล็ก เลือกสารละลายที่จะทำให้เกิดการกระจายตัวของตัวอย่างได้ดีโดยในการทดลองนี้ใช้เอทานอล 97 %

เติมสารละลายเอทานอลลงในขวดให้เกือบเต็มแล้วนำไปอัลตราโซนิกประมาณ 10 นาที

เตรียมกริที่จะใช้กับตัวอย่างที่เป็นสารแขวนลอยโดยการเคลือบกริด้วยฟอर्मวา แล้วเคลือบด้วยผงคาร์บอน เพื่อให้ทนความร้อนได้ดี นำตัวอย่างที่แขวนลอยมาหยดลงบนกริประมาณ 1-2 หยด ทิ้งไว้ให้แห้ง นำตัวอย่างไปศึกษาในกล้อง TEM