

บทที่ 5

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

5.1 วิจารณ์ผลการทดลอง

1) จากผล การวิเคราะห์ผลเชิงคุณภาพของสารตัวอย่างด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารที่เตรียมด้วยวิธีออกซาเลต และแคตติคอลเลต พบ second phase เป็นสาร Ba_2TiO_4 ในตัวอย่างที่ผ่านการเผา 700°C ตัวอย่างที่ผ่านการบด และ ตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 1200°C แต่ในตัวอย่างที่ลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็วกลับไม่พบ ดังรูปที่ 4.1-4.8 แสดงว่าการเผาที่อุณหภูมิสูงจะพบสาร Ba_2TiO_4 การค่อยๆ ลดอุณหภูมิลงอย่างช้าๆ หรือ ให้ความร้อนกับสารนานๆ มีผลต่อการเกิดสารดังกล่าว ดังนั้นในการเตรียมสารตัวอย่างแบบเรียงติดตามแต่ที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง หรือไม่ต้องการ second phase ดังกล่าว จำเป็นต้องเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำ หรือ ไม่เผาแซ่อุณหภูมินานๆ

2. สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสาร แบบเรียงติดตามแต่ที่เตรียมโดยวิธีแคตติคอลเลตพบทั้ง second phase และ พบ BaCO_3 เนื่องจาก BaCO_3 เป็นสารเริ่มต้นในการเตรียมแบบเรียงติดตามแต่โดยวิธีแคตติคอลเลตแต่ไม่พบในเงื่อนไขของการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงเช่นที่ 1200°C ซึ่งน่าจะเกิดจากการขั้นตอนการกรอง แนวทางในการแก้ไขปัญหา ก็คือ อาจจะทำการกรองหลายๆครั้ง หรือหาขนาดของอนุภาคที่แน่นอนของ BaCO_3 แล้วก็เลือกอุปกรณ์ที่ใช้ในการกรองที่เหมาะสมกับขนาดอนุภาคของ BaCO_3 [1,2]

3. การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคโดยใช้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ใช้ระนาบ (111) เนื่องจากมีการศึกษาพบว่า มีความเหมาะสมเนื่องจาก พิกัดในระนาบ(111) มีสมมาตร ที่ดีกว่า พิกัดอื่นๆ เนื่องจากในการคำนวณจำเป็นต้องใช้ค่าความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงของพิก ถ้าพิกัดไม่สมมาตร การวัดค่านี้ก็จะมีความผิดพลาดสูง แต่ในพิกัดอื่นๆก็สามารถจะนำมาใช้ในการคำนวณหาค่าเฉลี่ยของอนุภาคได้ [13,21]

4. ในพิกซ์ของสารตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีแคตติคอลเลตนั้น พิกซ์ที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ยังไม่ละเอียดพอ จึงทำให้การคำนวณ มีความผิดพลาดสูง ทำให้ผลที่ได้ยังไม่สามารถจะสรุป

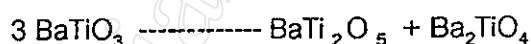
ความสัมพันธ์ระหว่างตัวอย่างที่เตรียม ในเงื่อนไขต่างๆ เช่น การบด การเผาแล้วลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็ว แต่บอกได้คร่าวๆ ว่าตัวอย่างที่เตรียมได้มีขนาดเฉลี่ยเป็นเท่าไร

5. การแก้ค่าทางเครื่องมือของการคำนวณหาค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ย สามารถทำได้จากการนำเอาตัวอย่างสารแบบเตรียมติดตามเนตบริสุทธิ ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพและคำนวณหาค่าอนุภาคเฉลี่ยจากระนาบ (111) เหมือนกัน แล้วนำมาแก้หรือลบออกจากค่าจากการคำนวณของตัวอย่างซึ่งก็จะทำให้ได้ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยนั้นลดลงอีกเล็กน้อยแต่ในการทดลองต้องการเพียงเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่เตรียมขึ้นตามเงื่อนไขต่างๆ เช่น การบด การเผาแล้วลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็ว ดังนั้นการคำนวณเพื่อแก้ไขเครื่องมือ ไม่มีผลต่อการเปรียบเทียบดังกล่าว

6. การศึกษาทวินในตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีออกซาเลต และแคตติคอลลิตนั้น พบว่าการให้ความเค้นทางกลกับอนุภาคโดยการบดเป็นเวลานานจะทำให้โครงสร้างของอนุภาคมีลักษณะที่มีเหลี่ยมมีมุมมากขึ้น ทั้งนี้เนื่องน่าจะเกิดจากการแตกหักของอนุภาค และจะพบทวินมากขึ้น

5.2 สรุปผลการทดลอง

1. สารตัวอย่างแบบเตรียมติดตามเนตที่เตรียมขึ้นโดยวิธีออกซาเลต และแคตติคอลลิต และผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 700 เมื่อวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แล้วพบว่าเป็นสารแบบเตรียมติดตามเนต ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก และ พบ second phase ของ BaTi_2O_5 ที่มุม 2θ ประมาณ 28 องศา มีค่า d-spacing คือ 3.154 แองสตรอม ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของ สารแบบเตรียมติดตามเนต ตามสมการ



สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ของสารตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีแคตติคอลลิตนั้นพบฟีกของ BaCO_3 เกิดขึ้นที่มุมประมาณ 24 องศา และ d-spacing เท่ากับ 3.767 แองสตรอม และ เมื่อเทียบใน JCPDS database พบว่า d-spacing ของสาร BaTiO_5 ที่เรียงลำดับค่า d-spacing จากความเข้มสูงสุด คือ 3.47 , 3.05 และ 3.02 และของสาร Ba_2TiO_4 คือ 3.12, 3.15 และ 2.46 ซึ่งจะเห็นว่ามีความใกล้เคียงกันมาก ซึ่งอาจจะทำให้เกิดการซ้อนทับกันของฟีก ทำให้พบฟีกที่ 3.157 ได้

2.สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารแบเรียมดีทาเนตที่เตรียมทั้งสอง
ไซน์ที่ 1200 °C พบว่า มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอลคือมีการแยกฟัดที่มุม
75 องศา [16,18]

3.การวิเคราะห์หาค่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของสารตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีออกซาเลตนั้นพบ
ได้ขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 20-25 นาโนเมตร และพบว่าเมื่อนำตัวอย่างมาบดนานๆจะทำให้ขนาดของ
อนุภาคลดลงแต่การแคลไซน์ แล้วลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็ว นั้นทำให้ขนาดของอนุภาคเล็กลงมาก
กว่าเงื่อนไขอื่นๆ

4.ในการวิเคราะห์ขนาดของตัวอย่างที่เตรียมขึ้นโดยวิธีแคตติคอลเลตนั้นก็มีขนาดของอนุภาค
เฉลี่ยประมาณ 15-25 นาโนเมตร

5.การวิเคราะห์ขนาดของตัวอย่างเฉลี่ยเพื่อต้องการทราบให้แน่ชัดว่า อนุภาคเฉลี่ยที่เตรียมได้
ด้วยวิธีทางเคมีนั้น ได้อนุภาคที่มีขนาดเล็ก และการบด และการเผาแล้วลดอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว นั้น
ก็ทำให้ขนาดของอนุภาคลดลงด้วย

6.การศึกษาทวินในอนุภาคของสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นโดยวิธีทางเคมี ซึ่งจะมีอนุภาคขนาด
เล็ก พบว่า ในตัวอย่างที่เตรียมขึ้นทุกเงื่อนไขพบทวินที่มีขนาด ประมาณ 100 ขึ้นไป และในการเตรียม
โดยวิธีแคตติคอลเลต พบทวินในอนุภาค ที่มีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร ซึ่งจากการศึกษาพบว่าใน
polycrystal ขนาดของโครงสร้างทวินจะถูกกำหนดโดยขนาดของอนุภาค ถ้าทวินเกิดขึ้นครั้งแรกใน
อนุภาคขนาดใหญ่ เมื่อลดขนาดของอนุภาคลงค่าเฉลี่ยของขนาดของโครงสร้างทวินในอนุภาคก็จะลด
ลงด้วย [16]

7.การศึกษาทวินที่เกิดในอนุภาคของสารตัวอย่างโดยการใช้การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน พบ
ว่าสามารถจะ วิเคราะห์จุดสว่างที่เกิดขึ้นในบางจุดเท่านั้นแต่ก็ไม่สามารถบอกได้ว่าเป็นโครงสร้างทวิน
เนื่องจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของโครงสร้างทวินจะต้องมีสมมาตร และมีลักษณะ
เฉพาะที่สามารถจะวิเคราะห์ได้ [4,11]

8.ความสัมพันธ์ระหว่างเฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมนกับ โครงสร้างผลึกของอนุภาค และทวิน พบว่า
โครงสร้างทวินสามารถจะเกิดขึ้นได้ ทั้งในโครงสร้างผลึกที่เป็นคิวบิก จากผลการทดลองที่พบทวินใน
โครงสร้างคิวบิกทั้งตัวอย่างที่เตรียมโดยวิธีออกซาเลต และแคตติคอลเลต ซึ่งโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก
ไม่มีเฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมน และ พบทวินในโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ซึ่งมีเฟอร์โรอิเล็กทริก

โดเมน ทั้งโดเมนเดี่ยว (single domain) และ หลายๆ โดเมนในหนึ่งอนุภาค(multiple domain) ขนาดของอนุภาคที่เกิดทวิน ปริมาณ มากกว่าหรือเท่ากับ 100 นาโนเมตร ในโครงสร้างแบบเตตระโกนอล