

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การเตรียมผงแบเรียมดีทานเนตที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยวิธีซอล-เจล	
ชื่อผู้เขียน	นายพิทักษ์ อยู่มิ	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	รศ.ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์	ประธานกรรมการ
	รศ.ดร. ประศักดิ์ ถาวรยุติการต์	กรรมการ
	รศ.ดร. ทวี ต้นมศิริ	กรรมการ

บทคัดย่อ

การเตรียมผงแบเรียมดีทานเนตที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยวิธีซอล-เจล จากปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันทางเคมีของแบเรียมอะซีเตตซึ่งมีราคาไม่แพงและละลายน้ำได้กับดีทานเนียมอัลคอกไซด์ในไอโซโพรพานอล ได้แก่ ดีทานเนียมเอรอกไซด์, ดีทานเนียมไอโซโพรพอกไซด์, ดีทานเนียมโพรพอกไซด์และ ดีทานเนียมบิวทอกไซด์ ด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ในสถานะที่เป็นกรดจะทำให้เกิดเป็นเจลของแบเรียมดีทานเนต หลังจากผ่านกระบวนการทำให้แห้ง นำเจลสัณฐานที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 700 °ซ เป็นเวลา 24 ชั่วโมงจะได้ผงผลึกของแบเรียมดีทานเนตที่มีความบริสุทธิ์สูง 4 ตัวอย่าง ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของเจลแบเรียมดีทานเนตเมื่อให้ความร้อนเพิ่มขึ้นจนน้ำหนักของเจลคงที่ พบว่าเมื่อให้อุณหภูมิแก่เจลจะเกิดการสูญเสียน้ำหนัก 3 ช่วงด้วยกัน ช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิประมาณ 60-100 °ซ จะสูญเสียน้ำหนักของเจลแบเรียมดีทานเนตประมาณ 5-8 % ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ 280-400 °ซ จะสูญเสียน้ำหนักของเจลแบเรียมดีทานเนตประมาณ 20 % และช่วงที่ 3 ที่อุณหภูมิประมาณ 680-800 °ซ จะสูญเสียน้ำหนักของเจลแบเรียมดีทานเนตประมาณ 10 % ซึ่งทั้ง 3 ช่วงอุณหภูมิจะมีการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบคายความร้อน

เมื่อทำการวิเคราะห์ผงแบเรียมดีทานเนตที่เผาที่ 700 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วย XRD ได้พีคหลัก 6 พีคเหมือนกับสารแบเรียมดีทานเนตมาตรฐานตาม ASTM. (American Standard of Testing Materials) การวิเคราะห์ทางเคมีเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของผงแบเรียมดีทานเนตได้ค่าสูงถึง 98-99 % การวิเคราะห์หาสารมลทิน โดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟ

โทรมetri พบว่าสารตัวอย่างทั้ง 4 และผงแบเรียมดีทานเนดทางการค้า มีเปอร์เซ็นต์ของสทอนเนียมอยู่ในช่วง 0.04-0.15, โซเดียมอยู่ในช่วง 0.02-0.04, แคลเซียมอยู่ในช่วง 0.01-0.03 และของโพแทสเซียมอยู่ในช่วง 0-0.01 ดังนั้นสารตัวอย่างทั้ง 4 และผงแบเรียมดีทานเนดทางการค้ามีเปอร์เซ็นต์สารมลทินทั้งหมดตามลำดับดังนี้ 0.19% w/w, 0.14% w/w, 0.10% w/w, 0.15% w/w และ 0.19% w/w. และจากการวิเคราะห์โดยวิธีแกรวิเมตรีจะได้ผงแบเรียมดีทานเนดที่มีสัดส่วนปริมาณสารสัมพันธ์ระหว่าง Ba/Ti เข้าใกล้ 1

Thesis Title	Preparation of High Purity Barium Titanate Powders by Sol-Gel Method	
Author	Mr. Pitak Youme	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee		
	Assoc. Prof. Dr. Sukon Phanichphant	Chairman
	Assoc. Prof. Dr. Prasak Thavornyutikarn	Member
	Assoc. Prof. Dr. Tawee Tunkasiri	Member

Abstract

Preparation of high purity barium titanate powders by sol-gel method was performed by the chemical polymerization between inexpensive water soluble barium acetate and titanium alkoxide in dried isopropanol i.e. titanium ethoxide, titanium isopropoxide, titanium propoxide and titanium butoxide with mole ratio of 1:1 in acidic condition led to the formation of barium titanate gels. After suitable drying and calcination treatments of the gels at 700 °C for 24 hr, four samples of high purity crystalline barium titanate powders were obtained. The thermal decomposition of barium titanate gels was followed by thermogravimetric analysis (TGA) and differential thermal analysis (DTA) techniques. The gels showed a relatively small of 5 to 8 % initial weight loss at 60-100 °C. The first major weight loss of 20 % was occurred in the temperature range of 280-400 °C. The final weight loss of 10% occurred in the temperature range of 680-800 °C. The barium titanate gels showed exothermic transitions at three temperature ranges. The XRD patterns of the barium titanate powders at temperature of 700 °C showed 6 peaks which matched with the standard barium titanate as of ASTM. (American Standard of Testing Materials). The purity of barium titanate powders was analysed to yield high purity barium titanate powders in the range of 98-99%. Trace impurities were analysed by atomic absorption spectrophotometry.

The weight percent of strontium, sodium, calcium and potassium in the four samples and commercially high purity barium titanate were found to be in the range of 0.04-0.15, 0.02-0.04, 0.01-0.03 and 0-0.01 respectively. The total impurity in the four samples and commercially high purity barium titanate were 0.19% w/w, 0.14% w/w, 0.10% w/w, 0.15% w/w and 0.19% w/w, respectively. The result from gravimetric analysis indicated that it was possible to obtain stoichiometric barium to titanium ratio closed to 1.