

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ ผลของอุณหภูมิแคลไซน์และปริมาณของสารเจือต่อ โครงสร้างผลึกของ  
ผงแบเรียมดีทาทาเนดที่เตรียม โดยวิธีออกซาลेट

ชื่อผู้เขียน นายสามารถ กงทวีเลิศ

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รศ. ดร. ประศักดิ์ อารยุดิการต์ ประธานกรรมการ  
รศ. ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์ กรรมการ  
อาจารย์ ดร. สุพล อนันตา กรรมการ

#### บทคัดย่อ

การเตรียมแบเรียมดีทาทาเนดที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยวิธีออกซาลेट ด้วยการใช้ดีทาเนียมเตตระคลอไรด์ ( $TiCl_4$ ) และสารละลายแบเรียมคลอไรด์ ( $BaCl_2$ ) เป็นสารตั้งต้น โดยมีไดเอซิลออกซาลेट ( $C_2H_5O_2CCO_2C_2H_5$ ) เป็นสารตกตะกอน ปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการทดลอง คืออัตราส่วนโดยโมลของแบเรียมต่อดีทาเนียมเป็น 1:1.05. ค่า pH ที่ใช้ในการตกตะกอนอยู่ในช่วง 4-5 โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริกในการปรับ pH ระหว่างการเกิดปฏิกิริยาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ  $80^\circ C$  บ่มตะกอนในน้ำกลั่นเป็นเวลา 3 ชั่วโมงกรองและอบที่อุณหภูมิ  $70^\circ C$  เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $700^\circ C$  เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแบเรียมดีทาทาเนดผงละเอียด ในส่วนของการสลายตัวด้วยความร้อนของสารตั้งต้นใช้เทคนิค ดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล อานาไลซิส (differential thermal analysis, DTA) จากการทดลองพบว่าน้ำหนักที่หายไปหลังการ แคลไซน์คิดเป็นร้อยละโดยมวลเท่ากับ 48 การตรวจสอบเฟสของแบเรียมดีทาทาเนดทำโดยเปรียบเทียบ X-ray diffraction pattern ของสารตัวอย่างกับฐานข้อมูลของ JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Series) พบตำแหน่งของพีคหลักตรงกันทั้ง 6 ตำแหน่ง ทำการตรวจสอบ พฤติกรรมการเกิดเฟส ลักษณะทางโครงสร้าง และขนาดอนุภาคแบเรียมดีทาทาเนดผงละเอียดที่เตรียมได้ได้ด้วย เทคนิค X-ray diffraction (XRD) , กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) และเครื่องวัดการกระจายของอนุภาค (particle size analyzer)

**Thesis Title** Effect of Calcining Temperature and Dopant Content on Crystal Structure of Barium Titanate Powders Prepared by Oxalate Method

**Author** Mr. Samart Kongtaweeleat

**M.S.** Chemistry

**Examining Committee**

Assoc. Prof. Prasak Thavornyutikarn	Chairman
Assoc. Prof. Sukon Phanichaphant	Member
Dr. Supon Ananta	Member

#### Abstract

Preparation of fine barium titanate powders with high purity by oxalate method was performed by using titanium tetrachloride and barium chloride as starting to yield barium titanyl oxalate materials and diethyl oxalate as precipitating agent. In this study the optimum conditions for preparations of barium titanyl oxalate were achieved when the mole ratio of barium to titanium was 1:1.05 with pH in the range of 4-5 by using ammonium hydroxide and hydrochloric acid to adjust the pH. After heating the resulting mixture for an hour at 80 °C and aging the precipitate for 3 hours, the precipitate was filtered and dried at 70 °C for 6 hours. After calcining barium titanyl oxalate at 700 °C for 3 hours, fine powders of barium titanate were obtained. The thermal decomposition of barium titanyl oxalate was followed by differential thermal analysis (DTA) technique. The total weight loss due to moisture and organic matter decomposition was found to be 48%. The XRD patterns of the barium titanate showed 6 X-ray peaks corresponding with the barium titanate as of JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Series) file. The morphology and phase evolution resulting from different calcining temperature were examined by employing a combination of scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) techniques and particle size analyzer.