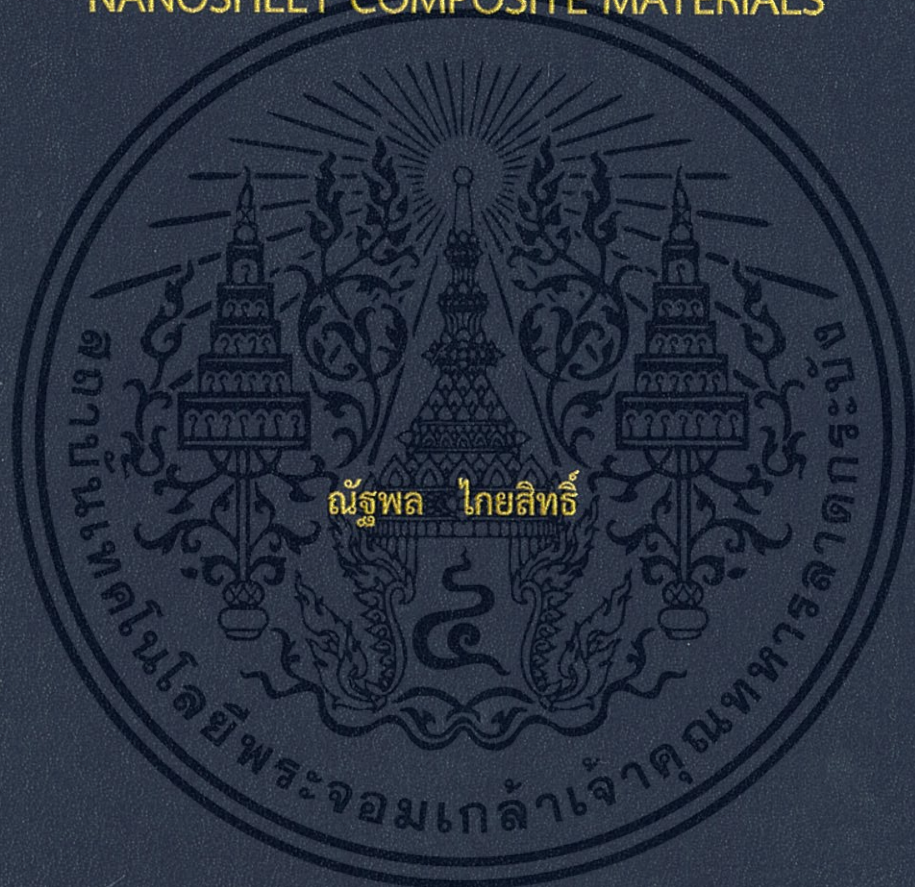


การสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต
นาโนชีท

THE SYNTHESIS OF BARIUM TITANATE/TITANATE
NANOSHEET COMPOSITE MATERIALS



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

การสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต กับไททาเนต
นาโนชีท

THE SYNTHESIS OF BARIUM TITANATE/TITANATE
NANOSHEET COMPOSITE MATERIALS



b. 00265574
i.

T B00138

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THE SYNTHESIS OF BARIUM TITANATE/TITANATE
NANOSHEET COMPOSITE MATERIALS



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนซีท

THE SYNTHESIS OF BARIUM TITANATE/TITANATE NANOSHEET COMPOSITE MATERIALS

ชื่อนักศึกษา

นายณัฐพล ไกลสิทธิ์ รหัสนักศึกษา 55050651

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา

เคมี

ปีการศึกษา

2558




อาจารย์ที่ปรึกษา

รศ.ดร.นราธิป วิทยากร

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ดร.ทศพล เมลืองนนท์

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2558

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหารข ประธานกรรมการ	
อ.ดร.ทศพล เมลืองนนท์ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	
รศ.ดร.นราธิป วิทยากร กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท		
ชื่อนักศึกษา	นายณัฐพล	โกยสิทธิ์	รหัสนักศึกษา 55050651
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)		
ภาควิชา	เคมี		
คณะ	วิทยาศาสตร์		
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล)		
ปีการศึกษา	2558		
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.นราธิป	วิทยากร	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.ทศพล	เมื่องนนท์	

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมวัสดุผสมนาโนแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท ($\text{BaTiO}_3/\text{Titanate nanosheet}$) ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต (BT-OH) เตรียมได้ด้วยการทำรีฟลักซ์ระหว่างแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) กับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต (BT-OH) ซึ่งถูกห่อหุ้มด้วยโพลีไดเอทิลดีเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDAC) ด้วยการใช้อัลตราโซนิก (Ultrasonic) ไททาเนตที่มีโครงสร้างระดับนาโนแบบสองมิติ (2D-nanostructure) สังเคราะห์ขึ้นด้วยกระบวนการเอ็กซ์โฟลียเอชัน (exfoliation) โดยมีโพแทสเซียมโคบอลไททาเนต ($\text{K}_{0.8}\text{CO}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$) เป็นสารตั้งต้น เตตระบิลท์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Tetabutyl ammonium hydroxide; TBAOH) เป็นตัวเข้าแทนที่ในการทำเอ็กซ์โฟลียเอชัน และทำการปรับความเข้มข้นด้วยอัตราส่วนที่ดีที่สุดระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีทส่งผลให้ได้วัสดุผสมที่มากที่สุด ทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุผสมนาโนด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectroscopy; XRD) เอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscopy; AFM) เพื่อยืนยันวัสดุผสมนาโนที่เตรียมได้

คำสำคัญ : การสังเคราะห์วัสดุผสม แบเรียมไททาเนต ไททาเนตนาโนซีท วัสดุผสม

Title	The Synthesis of Barium Titanate/Titanate Nanosheet Composite Materials
Students	Mr.Nuttapol Kaiyasit Student ID 55050651
Degree	Bachelor of Science (B.Sc. Industrial Chemistry)
Department	Chemistry
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2015
Advisor	Assoc. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn
Co-advisor (if any)	Dr.Tosapol Maluangnont

Abstract

This research studied the preparation of BaTiO₃/Titanate nanosheet nanocomposites. Hydroxylate BaTiO₃ (BT-OH) was prepared by reflux BaTiO₃ with Hydrogen peroxide (H₂O₂). The (BT-OH) was encompassed with poly (diallyl dimethyl chloride; PDAC) by ultrasonic. 2D-nanostructure of Titanate was synthesized by exfoliation method. The potassium cobalt titanate K_{0.8}CO_{0.4}Ti_{1.6}O₄ was used as a precursor of the exfoliation process. Tetabutyl ammonium hydroxide (TBAOH) was used as an exfoliation agent. The nanopowder/nanosheet ratio was varied to obtain the optimum condition to form the nanocomposite. Characterization of the nanocomposite was done by diffraction spectroscopy (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), Scanning electron microscope (SEM), Atomic force microscopy (AFM). The techniques mentioned above confirmed the possibility method to prepare the nanocomposite.

Keywords : Barium titanate, Composite, Synthesis composite material, Titanate nanosheet

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.นราธิป วิทยากร และ อาจารย์.ดร.ทศพล เมลืองนนท์ เป็นอย่างสูง ที่ได้ให้คำปรึกษาในการแก้ไขปัญหา รวมทั้งดูแลเอาใจใส่การทำงานมาโดยตลอด จนทำให้งานวิจัยชิ้นนี้ สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช ที่ให้คำแนะนำและช่วยชี้แนะความผิดพลาดต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ดร.พินิจ กิจขุนทด และ ดร.ณรงค์ จันทร์เล็ก ที่ช่วยสั่งสอนและอนุญาตให้ เข้าให้เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ที่สถาบันวิจัยลำแสงแห่งชาติ ซินโครตรอน

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการทดสอบ XRD

ขอขอบคุณวิทยาลัยนาโนที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือ SEM AFM

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และครอบครัว ที่ให้การสนับสนุนเป็นกำลังใจเสมอมา และทำให้งานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี



ณัฐพล

โกยสิทธิ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ซ
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	2
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 สมบัติเพียโซอิเล็กทริก.....	3
2.1.1 โพลาริเซชัน.....	4
2.1.1.1 โพลาริเซชันภายในอะตอม.....	5
2.1.1.2 โพลาริเซชันในสารประกอบไอออนิก.....	6
2.1.1.3 โพลาริเซชันในวัสดุที่มีไดโพลธรรมชาติ.....	6
2.1.1.4 โพลาริเซชันที่เกิดขึ้นภายในเกรนของวัสดุ.....	7
2.1.2 ความสามารถในการเกิดโพลาริเซชัน.....	7
2.1.3 สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก.....	8
2.2 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก.....	9
2.3 สมบัติไดอิเล็กทริก.....	12
2.3.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์.....	13
2.3.2 ความคงทนไดอิเล็กทริก.....	13
2.3.3 ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก.....	14
2.4 โครงสร้างเพอรอฟสไกต์.....	14
2.5 แบเรียมไททานเต.....	15
2.6 ไททานเต นาโนซีท.....	16
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	18
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	28
3.1 สารเคมี.....	28
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	28
3.3 วิธีการทดลอง.....	29
3.3.1 กระบวนการเตรียม $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.2 การแลกเปลี่ยนโปรตอน	31
3.3.3 การเตรียมไททานेट นาโนซีทด้วยกระบวนการเอกซ์โพลีเอชัน	31
3.3.4 การเตรียมไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททานेट.....	32
3.3.5 การเตรียมไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททานेट (BTOH) ใน PDAC โดยมีน้ำเป็น ตัวทำละลาย.....	33
3.3.6 การตกตะกอนร่วมระหว่างสารละลาย BTOH และ ไททานेटนาโนซีท.....	33
3.4 การตรวจสอบสมบัติของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานेट กับไททานेट นาโนซีท.....	33
3.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	34
3.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	35
3.4.3 การศึกษาและวิเคราะห์เกี่ยวกับโมเลกุลของวัสดุด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	36
3.4.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	37
3.4.5 การตรวจวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุด้วย เทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม.....	39
3.4.6 การวิเคราะห์สมบัติพื้นผิวด้วย XPS	42
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	45
4.1 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของแบเรียมไททานेटและไฮดรอกซีเลทแบเรียม- ไททานेट.....	45
4.1.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของแบเรียมไททานेटและไฮดรอกซีเลทแบเรียมไท- ทานेट ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	45
4.1.2 การวิเคราะห์สมบัติการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมไททานेटด้วยเทคนิคการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	46
4.1.3 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททานेटด้วยเทคนิคการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	47
4.1.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแบเรียมไททานेटและไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททา- นิตด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	48
4.2 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ และ $H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	49
4.2.1 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	49
4.2.2 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของ $H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	50
4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	51

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของไททานต นาโนซีท.....	52
4.3.1 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของ ไททานตนาโนซีทด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	52
4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของไททานต นาโนซีทด้วย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม.....	53
4.3.3 การตรวจสอบสมบัติทางแสงของไททานตนาโนซีทด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสง ยูวี-วิสิเบิล.....	54
4.4 การตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์ของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานตกับไททานต นาโนซีท.....	55
4.4.1 การตรวจวิเคราะห์สมบัติการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ BaTiO ₃ /Titanate ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	56
4.4.2 การตรวจสอบสถานะเลขออกซิเดชันของอะตอมด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโคปี.....	57
4.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสม BaTiO ₃ /Titanate nanosheet ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	60
4.4.4 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสม BaTiO ₃ /Titanate nanosheet ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม.....	61
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	62
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	62
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	62
เอกสารอ้างอิง	63
ภาคผนวก.....	65
ภาคผนวก ก.....	66
ภาคผนวก ข.....	67
ภาคผนวก ค.....	68

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1 แสดงค่าการคำนวณแลกทิสพารามิเตอร์ของ BT และ BTOH	47
4.2 แสดงค่าการคำนวณแลกทิสพารามิเตอร์ของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ และ $H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	50



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก	4
2.2 ตัวอย่างอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีเพียโซอิเล็กทริกเป็นองค์ประกอบ	4
2.3 แสดงการจัดเรียงไดโพลภายในวัสดุเมื่อไม่มีและมีสนามไฟฟ้า	5
2.4 การเกิดไดโพล (dipole) ภายในอะตอม	5
2.5 ลักษณะของโพลาริเซชันในสารประกอบไอออนิก	6
2.6 ลักษณะของโพลาริเซชันในวัสดุที่มีไดโพลธรรมชาติ	6
2.7 ลักษณะของโพลาริเซชันที่เกิดในเกรนของวัสดุ	7
2.8 ความสามารถในการเกิดโพลาริเซชันภายใต้สนามไฟฟ้า	7
2.9 ทิศของแรงกระทำและการเกิดโพลาริเซชัน	8
2.10 ลักษณะผลึกของเกลือโรเซลล์	9
2.11 แผนภาพการแบ่งผลึกแบบสมมาตร	10
2.12 ลักษณะการเกิดเฟอร์โรอิเล็กทริกฮิสเทอรีซิสลูป	11
2.13 แสดงลักษณะตัวเก็บประจุอย่างง่าย	13
2.14 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์	14
2.15 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ของแบเรียมไททานเตด	15
2.16 การเปลี่ยนแปลงยูนิตเซลล์ของ BaTiO ₃	16
2.17 แสดงโครงสร้างเลททิโตโครโซฟท์ของ CsTiMO ₄	17
2.18 ลักษณะโครงสร้างสามมิติของ TiO ₂	17
2.19 โครงสร้างผลึกของ Cs _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	18
2.20 แสดงผลการวิเคราะห์ SXR D ของ Cs _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	19
2.21 แสดงภาพ SEM ของ Cs _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄ และ H _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	19
2.22 แสดง XRD และ SEM ของ H _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	19
2.23 แสดง XRD ของ H _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	20
2.24 แสดงสเปกตรัม XPS ของ Cs _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄ และ H _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	20
2.25 แสดงรามานสเปกตรัมของ Cs _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄ และ H _x Ti _{2-x/2} Ni _{x/2} O ₄	21
2.26 แสดง XRD ของโพลิเอไมต์	21
2.27 กราฟแสดงค่าไดอิเล็กทริกภายใต้สนามไฟฟ้า	22
2.28 แสดงความสัมพันธ์ของสนามไฟฟ้ากับการเกิดโพลาริเซชัน	22
2.29 แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	23
2.30 ภาพ AFM ของ Titanate nanosheet	24
2.31 ภาพจาก SEM ของการไฟท์ไททานเตดนาโนชีท	24
2.32 กราฟแสดงสมบัติทางไฟฟ้า ของกราฟไฟท์ไททานเตดนาโนชีท	25
2.33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของกระแสกับความสามารถในการจุกระแส	25
2.34 แสดงผล FTIR ของ C-BT และ h-BT	26
2.35 รูปแบบการสังเคราะห์ h-BT	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.36 แสดงค่าไดอิเล็กทริกและค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก	27
2.37 แสดงการเปรียบเทียบการสูญเสียไดอิเล็กทริกของวัสดุ	27
3.1 กราฟแสดงการเผาแคลไซด์	30
3.2 การตั้งรีฟรักซ์โดยใช้เตาไฟฟ้าให้ความร้อน	32
3.3 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	34
3.4 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	35
3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	35
3.6 เครื่อง FTIR	36
3.7 แสดงรูปแบบการทำงานของเครื่องยูวี-วิซิเบิล	37
3.8 เครื่องยูวี-วิซิเบิลสเปกโตรสโคปี	38
3.9 กราฟแสดงการหาค่าช่องว่างระดับพลังงาน	39
3.10 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง AFM	40
3.11 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมต่างๆ	40
3.12 รูปแบบการเคลื่อนที่ของปลายทิวป์ AFM	41
3.13 แสดงลักษณะของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	42
3.14 รูปแบบการทำงานของเครื่อง XPS	43
3.15 ลักษณะของเครื่อง XPS	44
4.1 ภาพ SEM ของ BT และ BTOH	46
4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมไททาเนต	46
4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต	47
4.4 การเปรียบเทียบ FTIR ระหว่าง BT กับ BTOH	48
4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	49
4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	50
4.7 แสดงภาพ SEM ของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	51
4.8 แสดงภาพ SEM ของไททาเนตนาโนชีท	52
4.9 แสดงภาพ AFM ของไททาเนตนาโนชีท	53
4.10 กราฟแสดงค่าการดูดกลืน UV-Vis ของไททาเนตนาโนชีท	54
4.11 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นในการตกตะกอนร่วม	55
4.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ BT Titanate nanosheet Composite	56
4.13 แสดง XPS สเปกตรัม Ti 2p	57
4.14 แสดง XPS สเปกตรัมข Ba 3d	58
4.15 แสดง XPS สเปกตรัมข O 1s	59
4.16 แสดงภาพ SEM ของ BT/Titanate nanosheet	60
4.17 แสดง AFM ของ BT/Titanate nanosheet	61
ก.1 แสดง XPS สแกนของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ และ $H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	66

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
ก.2 แสดง XPS สแกนของ BT และ BTOH	66
ข.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของ BaTiO ₃	67
ค.1 แสดงกราฟการดูดกลืน UV-Vis ของ Titanate nanosheet	69
ค.2 แสดงกราฟการคำนวณการดูดกลืน UV-Vis ของ Titanate nanosheet	69



คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/ สัญลักษณ์	คำอธิบาย
BT	Barium Titanate
BTOH	Hydroxylate barium titanate
XRD	X-ray diffraction spectroscopy
AFM	Atomic force microscope
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy
SEM	Scanning electron microscope
PDAC	Poly(diallyldimethylammoniumchloride)
TBAOH	Tetabutyl ammonium hydroxide

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันวัสดุผสมได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากวัสดุผสม คือ วัสดุที่เกิดจากวัสดุหลักสองชนิดขึ้นไปมาผสมกัน โดยที่วัสดุทั้งสองไม่ละลายซึ่งกันและกัน ประกอบด้วยวัสดุที่เป็นเนื้อพื้น (Matrix) และวัสดุเสริมแรง (Reinforcement) กระจายตัวอยู่ โดยจุดเด่นของวัสดุผสม คือ สมบัติของวัสดุผสมนั้นจะเป็นการรวมเอาสมบัติเด่นของวัสดุแต่ละชนิดเข้าไว้ด้วยกัน ในปัจจุบันมีวัสดุผสมมากมาย เช่น วัสดุผสมระหว่าง พอลิเมอร์ กับ เซรามิก เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลที่ดีให้กันและกัน วัสดุพอลิเมอร์นั้นจะเป็นเนื้อพื้นและมีวัสดุเซรามิกกระจายตัวอยู่ วัสดุผสมระหว่างพอลิเมอร์กับวัสดุเพียโซอิเล็กทริก เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลที่ดีให้แก่วัสดุเพียโซอิเล็กทริกซึ่งเป็นเซรามิกและเพิ่มสมบัติทางไฟฟ้าให้แก่วัสดุพอลิเมอร์ เป็นต้น มีงานวิจัยที่หลากหลายนที่ศึกษาเกี่ยวกับวัสดุผสมทั้งศึกษาในด้านสมบัติต่างๆของวัสดุผสมและศึกษาการนำวัสดุผสมไปประยุกต์ใช้ในงานที่เหมาะสม

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างอนุภาคนาโนแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) กับไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet) เพื่อศึกษาสมบัติของวัสดุผสม โดยแบเรียมไททาเนตเป็นวัสดุในกลุ่มของวัสดุเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric Material) โดยมีสมบัติเด่นคือ เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่มัน ผลึกจะเกิดการสั้นซึ่งก็คือลักษณะของการยืดหรือหดตัว ในทางตรงกันข้ามเมื่อวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่ได้รับแรงทางกล (Mechanical Stress) จะถูกเหนี่ยวนำให้เกิดประจุไฟฟ้า (Electric charge) หรือ การเกิดโพลาริเซชัน (Polarization) เรียกว่า “ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกโดยตรง” (Direct piezoelectric effect) เมื่อต่อวงจรไฟฟ้าเข้ากับวัสดุเพียโซอิเล็กทริกภายใต้แรงกดอัดจะมีกระแสไฟฟ้าไหลเข้าวงจรและหากเปลี่ยนจากการกดอัดเป็นการดึงยืดจะเกิดกระแสไหลในทิศทางตรงข้าม และในทางกลับกันเมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุเพียโซอิเล็กทริกจะเกิดแรงเครียดอัดตัวภายในโครงสร้างผลึก (Compression Strain) ทำให้วัสดุเกิดการบิดรูปไปจากเดิม และหากกลับทิศสนามไฟฟ้าจะเกิดแรงเครียดยืดตัว (Tensile Strain) ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไป ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า “ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกโดยอ้อม” (Converse piezoelectric effect) ในส่วนของวัสดุอีกชนิดนั้นคือ ไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ซึ่งเป็นสารประกอบระหว่างไทเทเนียมกับออกซิเจนที่มีโครงสร้างแบบ 2 มิติ ซึ่งเตรียมได้จากโครงสร้าง เลพิโดโครไซต์ไททาเนต (Lepidocrocite titanate) โดยมีรูปแบบโครงสร้างทางเคมีเป็น $K_xCo_{x/2}Ti_{2-x/2}O_4$ โดยมีความแตกต่างจากโครงสร้างแบบ 3 มิติของไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งประกอบด้วยโครงสร้างอยู่ 3 รูปแบบ คือ อะนาเทส (Anatase) รูไทล์ (Rutile) และบรูคไคท์ (Brookite)

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้มุ่งเน้นในการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของวัสดุผสมระหว่างอนุภาคนาโนแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) กับ ไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet) เพื่อศึกษาโครงสร้างและสมบัติของวัสดุผสม

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาและทำความเข้าใจในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างอนุภาคนาโนแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) กับ ไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet)
- 2) เพื่อศึกษาโครงสร้างและการรวมตัวของวัสดุผสมระหว่างอนุภาคนาโนแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) กับ ไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet)

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) เตรียมไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททาเนต (BTOH) ด้วยการทำรีฟลักซ์ระหว่างแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) กับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)
- 2) เตรียมไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet) จากโครงสร้างเลพิโดโครไซต์ไททาเนต (Lepidocrocite titanate)
- 3) ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมด้วยวิธีการตกตะกอน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) สามารถเตรียมไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททาเนตได้
- 2) สามารถเตรียมไททาเนตนาโนชีท จากโครงสร้างเลพิโดโครไซต์ไททาเนตได้
- 3) สามารถสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet) ได้

บทที่ 2

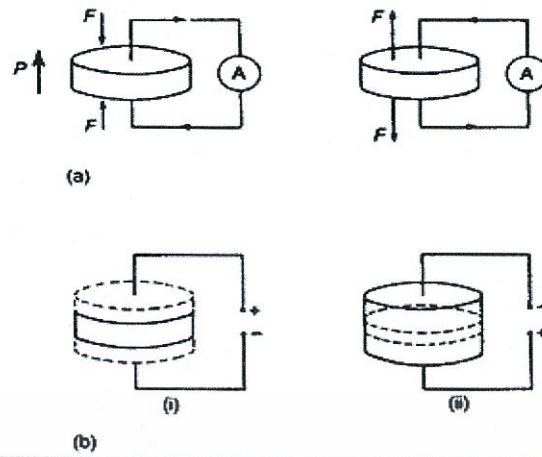
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะเป็นการกล่าวถึงทฤษฎีต่างๆที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยซึ่งงานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยในการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานเนตกับไททานเนตนาโนซีท วัสดุผสมคือ การนำวัสดุตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมาทำการผสมกันโดยที่วัสดุทั้งสองไม่ละลายซึ่งกันและกันและยังสามารถแสดงสมบัติเด่นของวัสดุทั้งสองชนิดออกมาได้ดี ดังนั้นในบทนี้จึงมีการกล่าวถึงสมบัติต่างๆของแบเรียมไททานเนตและไททานเนตนาโนซีทที่ได้จากเลพิโดโครโซไทไททานเนต

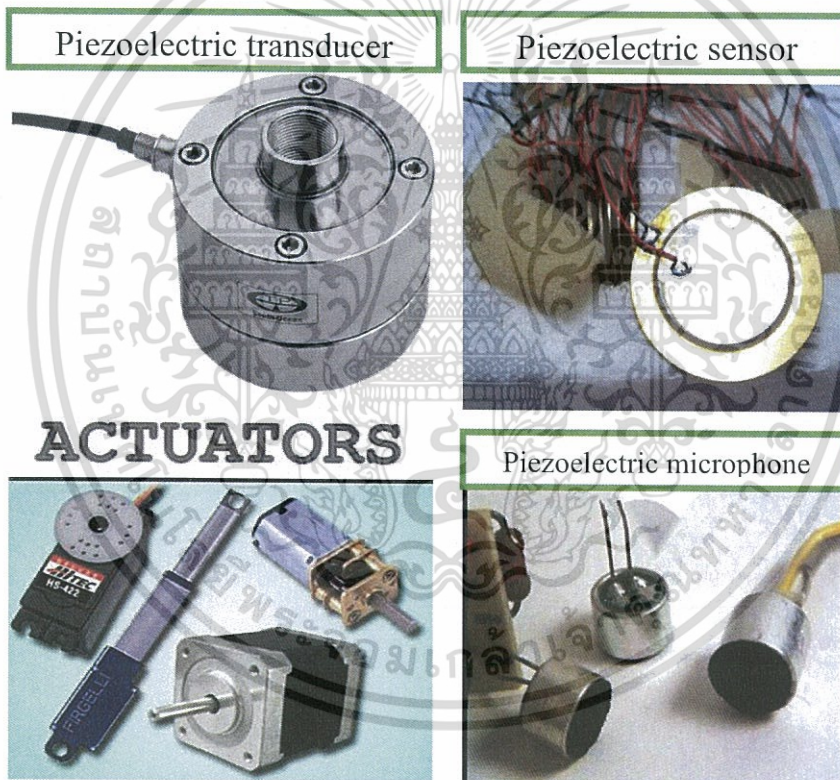
2.1 สมบัติเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric properties)

ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกได้ถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1880 โดยพี่น้องคูรี (Jacques และ Pierre Curie) [1] ได้ศึกษาผลของความดันต่อการเกิดประจุไฟฟ้าของผลึกของแร่บางชนิด เช่น ควอตซ์ (Quartz) ที่สามารถให้กำเนิดไฟฟ้าได้เมื่อมีแรงเชิงกลกระทำต่อผลึก โดยได้ให้ชื่อปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นว่า “ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric Effect)” ต่อมาในปี ค.ศ. 1881 Gabriel Lippmann ได้ศึกษาค้นพบปรากฏการณ์ย้อนกลับได้ โดยพิจารณาจากหลักการทางเทอร์โมไดนามิกส์ คือ เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่ผลึก ผลึกจะเกิดการสั้นซึ่งก็คือลักษณะของการยืดหรือหดตัว วัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่ได้รับแรงทางกล (Mechanical Stress) จะถูกเหนี่ยวนำให้เกิดประจุไฟฟ้า (Electric charge) หรือ การเกิดโพลาริเซชัน (Polarization) เรียกว่า “ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก โดยตรง”(Direct piezoelectric effect) เมื่อต่อวงจรไฟฟ้าเข้ากับวัสดุเพียโซอิเล็กทริกภายใต้แรงกดอัดจะมีกระแสไฟฟ้าไหลเข้าวงจรและหากเปลี่ยนจากการกดอัดเป็นการดึงยืดจะเกิดกระแสไหลในทิศทางตรงข้าม การประยุกต์ใช้งานจากผลของปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกโดยตรง เช่น ไมโครโฟน สัญญาณโซนาร์ เป็นต้น

ในทางกลับกันเมื่อเราให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุเพียโซอิเล็กทริกจะเกิดแรงเครียดอัดตัวภายในโครงสร้างผลึก (Compression Strain) ทำให้วัสดุเกิดการบิดรูปไปจากเดิม และหากกลับทิศจะเกิดแรงเครียดยืดตัว (Tensile Strain) ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไป ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า “ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกโดยอ้อม”(Converse piezoelectric effect) ในปัจจุบันมีการนำเอาวัสดุประเภทนี้มาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง เช่น ระบบโซนาร์ ระบบหัวฉีดน้ำหมึก และใช้ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ได้แก่ เซนเซอร์ (Sensor) ทรานสดิวเซอร์ (Transducer) และตัวรับส่งสัญญาณ (Actuator) เป็นต้น



รูปที่ 2.1 แสดงปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริก



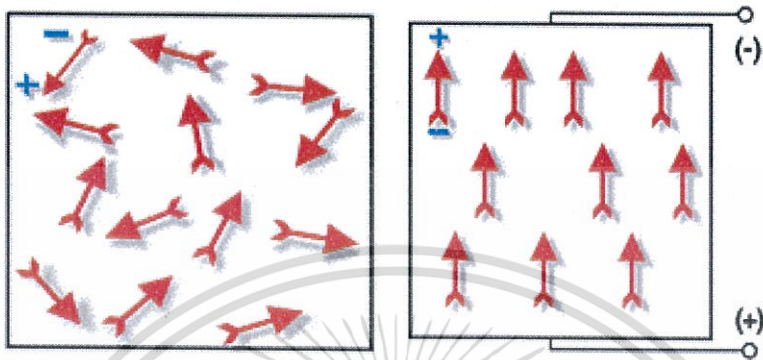
รูปที่ 2.2 ตัวอย่างอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีวัสดุเพียโซอิเล็กทริกเป็นองค์ประกอบ

2.1.1 โพลาริเซชัน (Polarization)

เมื่อพิจารณาโพลาริเซชันของวัสดุเซรามิกซึ่งเกิดจากเกิดจากผลรวมไดโพลโมเมนต์ (Dipole moment) ซึ่งมีทิศทางการเรียงตัวที่ต่างกันอย่างสิ้นเชิงการที่ทิศทางไดโพลเรียงตัวไม่เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

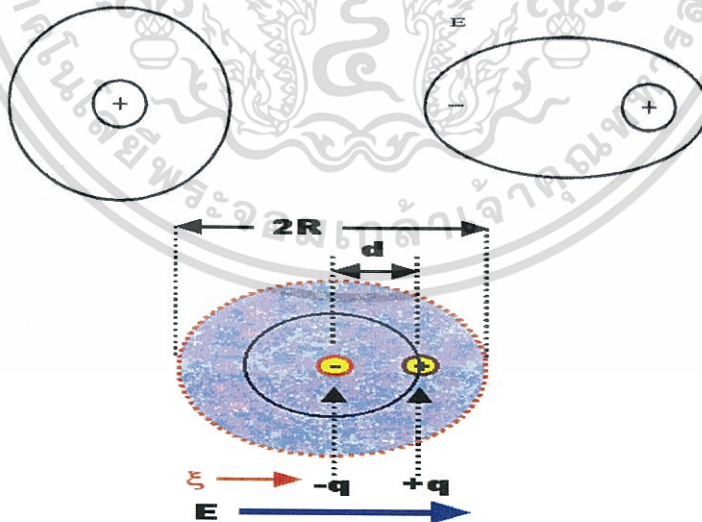
ระเบียบนี้เองวัสดุเซรามิกจึงไม่แสดงการมีขั้วออกมา ส่งผลให้วัสดุเซรามิกไม่สามารถแสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริกออกมาได้ แต่เมื่อมีการใช้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุส่งผลให้เกิดการเหนี่ยวนำให้มีการจัดเรียงทิศทางของ ไดโพลไปในทิศทางเดียวกันซึ่งจะทำให้เกิดโพลาริเซชันหรือผลรวมของทิศทางไดโพลไม่เป็นศูนย์นั่นเอง



รูปที่ 2.3 แสดงการจัดเรียงไดโพลภายในวัสดุเมื่อไม่ใช้สนามไฟฟ้าและใช้สนามไฟฟ้า [1]

2.1.1.1 โพลาริเซชันภายในอะตอม (Electronic or Atomic polarization)

เกิดไดโพลโมเมนต์ภายในอะตอมของวัสดุ เมื่อใช้สนามไฟฟ้า (Electric field) เข้าไปจะทำให้ศูนย์กลางของอิเล็กตรอน (-) เคลื่อนที่ไปห่างจากนิวเคลียส (+) ส่งผลให้เกิด ไดโพล (dipole) ขึ้น

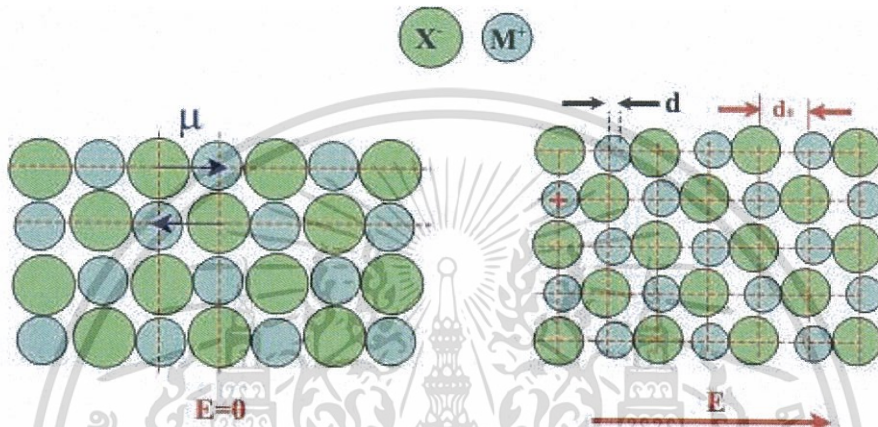


รูปที่ 2.4 การเกิดไดโพล (Dipole) ภายในอะตอม [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1.2 โพลาริเซชันในสารประกอบไอออนิก (Ionic polarization)

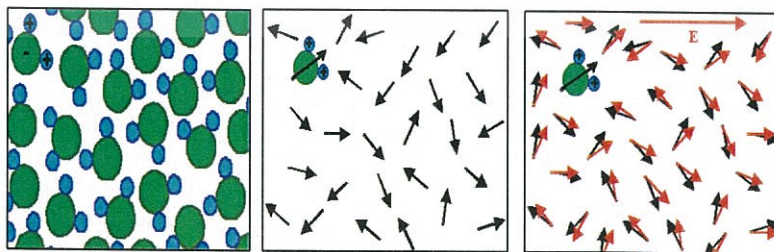
โพลาริเซชันแบบนี้จะเกิดขึ้นในสารประกอบ ไอออนิก ซึ่งโดยทั่วไปสารประกอบเหล่านี้จะมี ไดโพลอยู่แล้ว (เกิดจากขั้วบวก - ขั้วลบ) แต่ไดโพลเหล่านี้ในสภาพปกติจะเกิดการหักล้างกันหมด เมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไป จะเกิดการเหนี่ยวนำให้อิออนบวกและอิออนลบเคลื่อนที่ไปในทิศทางเดียวกัน ส่งผลให้เกิดความแตกต่างระหว่างประจุ (Dipole)



รูปที่ 2.5 ลักษณะของโพลาริเซชันในสารประกอบไอออนิก [3]

2.1.1.3 โพลาริเซชันในวัสดุที่มีไดโพลธรรมชาติ (Orientation polarization)

วัสดุที่เกิดโพลาริเซชันแบบนี้จะเป็นวัสดุที่มีไดโพลธรรมชาติอยู่แล้วในตัววัสดุ (มักเป็นของเหลวหรือก๊าซ) และไดโพลนี้สามารถหมุนได้อย่างอิสระ ซึ่งในสภาพปกติ (thermal equilibrium) ไดโพลจะวางตัวอิสระและไดโพลรวมเป็นศูนย์ แต่เมื่อได้รับสนามไฟฟ้าจากภายนอก ไดโพลจะจัดตัวใหม่และหมุนในทิศทางเดียวกัน ไดโพลรวมจึงไม่เป็นศูนย์ส่งผลให้เกิดโพลาริเซชัน



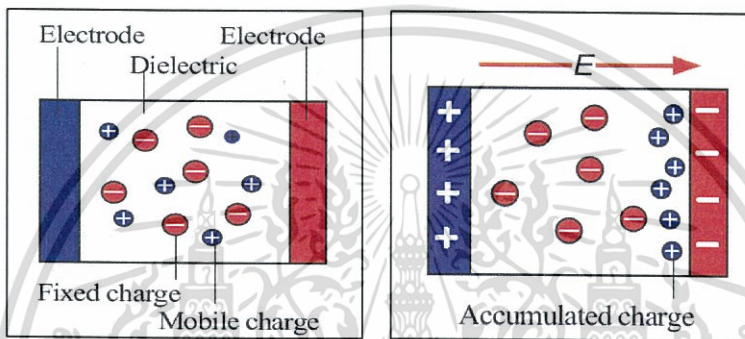
รูปที่ 2.6 ลักษณะของโพลาริเซชันในวัสดุที่มีไดโพลธรรมชาติ (Orientation polarization)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1.4 โพลาริเซชันที่เกิดขึ้นภายในเกรนของวัสดุ (Space charge polarization)

เป็นโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นภายในเกรนของวัสดุเนื่องจากความบกพร่องของโครงสร้างซึ่งมีหลายรูปแบบ ไม่ว่าจะเป็นกรณีที่มีไอออนแปลกปลอม (contaminated) หรือการจัดเรียงอะตอมผิดตำแหน่งไปจากเดิม ซึ่งมักเกิดบริเวณรอยต่อเฟส (interfaces) หรือเกรนของวัสดุเซรามิก ซึ่งไอออนตรงบริเวณนี้สามารถเคลื่อนที่หรือเคลื่อนย้าย (mobile and migrate) ได้เมื่อได้รับสนามไฟฟ้าที่เหมาะสม

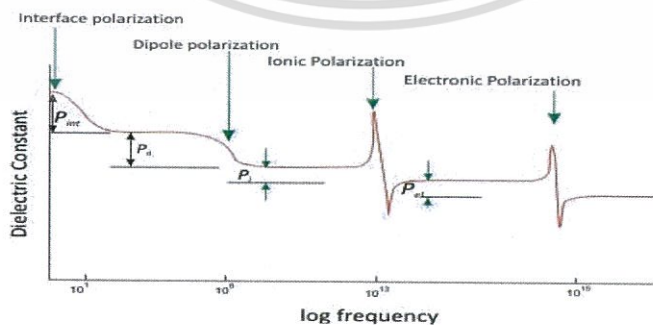
การเคลื่อนที่ของไอออน (mobile ion) ส่งผลให้เกิดช่องว่างที่มีความเป็นประจุ (space charge) แต่หากไม่มี mobile ion ก็จะไม่เกิดช่องว่างที่มีประจุ และไม่เกิดโพลาริเซชัน



รูปที่ 2.7 ลักษณะของโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นภายในเกรนของวัสดุ (Space charge polarization)

2.1.2 ความสามารถในการเกิดโพลาริเซชัน (Polarizability)

เป็นค่าที่บอกถึงความสามารถในการเกิดโพลาริเซชันโดยจะขึ้นอยู่กับความถี่ของสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไปแก่วัสดุ เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุจะเกิดการจัดเรียงไดโพลภายในซึ่งเป็นผลทำให้เกิดโพลาริเซชัน ทิศของไดโพลจะเรียงตัวตามสนามไฟฟ้าเมื่อเราสลับขั้วสนามไฟฟ้าไดโพลก็จะเกิดการสลับทิศตามสนามไฟฟ้าซึ่งการสลับสนามไฟฟ้าไปมาเป็นผลทำให้เกิดความถี่ของสนามไฟฟ้า



รูปที่ 2.8 แสดงความสามารถในการเกิดโพลาริเซชันของวัสดุภายใต้สนามไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

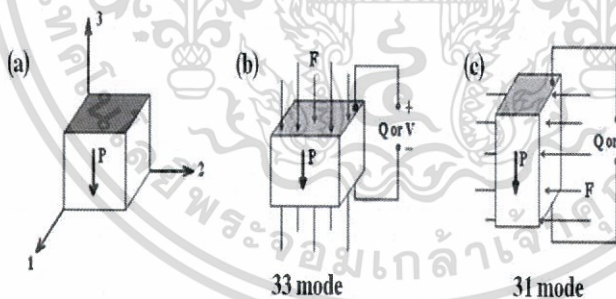
2.1.3 สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric coefficient: d_{33})

สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกเป็นการเกิดโพลาริเซชันเมื่อให้แรงเชิงกลต่อวัสดุ หรือการเปลี่ยนแปลงขนาดเมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุ ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกมีพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องดังนี้ ความเครียดเชิงกล (Mechanical stress; T) สนามไฟฟ้า (Electric field; E) และการขจัดไดอิเล็กทริก (Dielectric displacement; D) ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant; ϵ^T) ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric charge constant; d) และค่าคงที่ความยืดหยุ่น (Elasticity constant; S^E) เนื่องจากเป็นค่าที่ขึ้นกับสมบัติที่ไม่เหมือนกันในทุกทิศทาง (anisotropy) ของวัสดุเพียโซอิเล็กทริก

$$D = dE + \epsilon^T E \quad (2.1)$$

$$S = S^E T + dE \quad (2.2)$$

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant; ϵ^T) นั้นมีความสัมพันธ์กับสนามไฟฟ้า (E) การกระจัดไดอิเล็กทริก (D) ความเค้นเชิงกล (Stress; S) และความเครียดเชิงกล (Strain; s^E) ซึ่งมีผลกับทิศทางเป็นสำคัญ ทิศทางของโครงสร้างผลึกใน 3 แกนถูกกำกับไว้ด้วยตัวเลข 1 2 และ 3 ซึ่งจะสอดคล้องกับทิศในแนวแกน x y และ z ตามลำดับ โพลาริเซชันที่เกิดขึ้นในแนวทิศทาง 3 เมื่อให้แรงเชิงกลกระทำในแนวทิศทาง 3 เรียกว่า โหมด 33 ซึ่งเป็นโหมดที่แรงกระทำขนานกับโพลาริเซชัน ดังแสดงในรูปที่ 2.9(b) ส่วนการให้แรงเชิงกลในแนวทิศทาง 1 โพลาริเซชันเกิดขึ้นในทิศทาง 3 เรียกว่า โหมด 31 ซึ่งเป็นโหมดที่แรงเชิงกลตั้งฉากกับโพลาริเซชัน ดังแสดงในรูปที่ 2.9(c)



รูปที่ 2.9 ทิศของแรงกระทำและการเกิดโพลาริเซชัน

เมื่อเรากำหนด d คือ สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก ดังนั้น

d_{33} หมายถึง สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่วัดได้จากโพลาริเซชันในทิศทาง 3 ซึ่งมีการทำขั้วไฟฟ้าไว้เพื่อวัดโพลาริเซชัน และมีการให้แรงเชิงกลในทิศ 3 ซึ่งเป็นทิศเดียวกันกับที่มีการวัดค่าโพลาริเซชันหรือมีการทำขั้วนั่นเอง

d_{31} หมายถึง สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่วัดได้จากโพลาริเซชันในทิศ 3 ซึ่งมีการทำขั้วและมีการให้แรงเชิงกลแก่วัสดุในทิศที่ 1

สัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (d33 และ d31) ดังที่ได้กล่าวมาแสดงให้เห็นถึงพารามิเตอร์ทางด้านไฟฟ้าทางกลของวัสดุเพียโซอิเล็กทริก ระหว่าง การขจัด ความเค้น หรือความเครียด และ สนามไฟฟ้าซึ่งมีความสัมพันธ์กันดังนี้

$$d = \frac{D}{T} = \frac{S}{E} \quad (2.3)$$

สำหรับสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (d) เป็นค่าสัมประสิทธิ์ที่เหมือนกันในทางตัวเลขของทั้งสองปรากฏการณ์ ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกที่มากขึ้นนั้นนิยมนำมาใช้ในงานด้านการเคลื่อนที่หรืออุปกรณ์ที่ต้องการการกลั่น

2.2 สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric property)

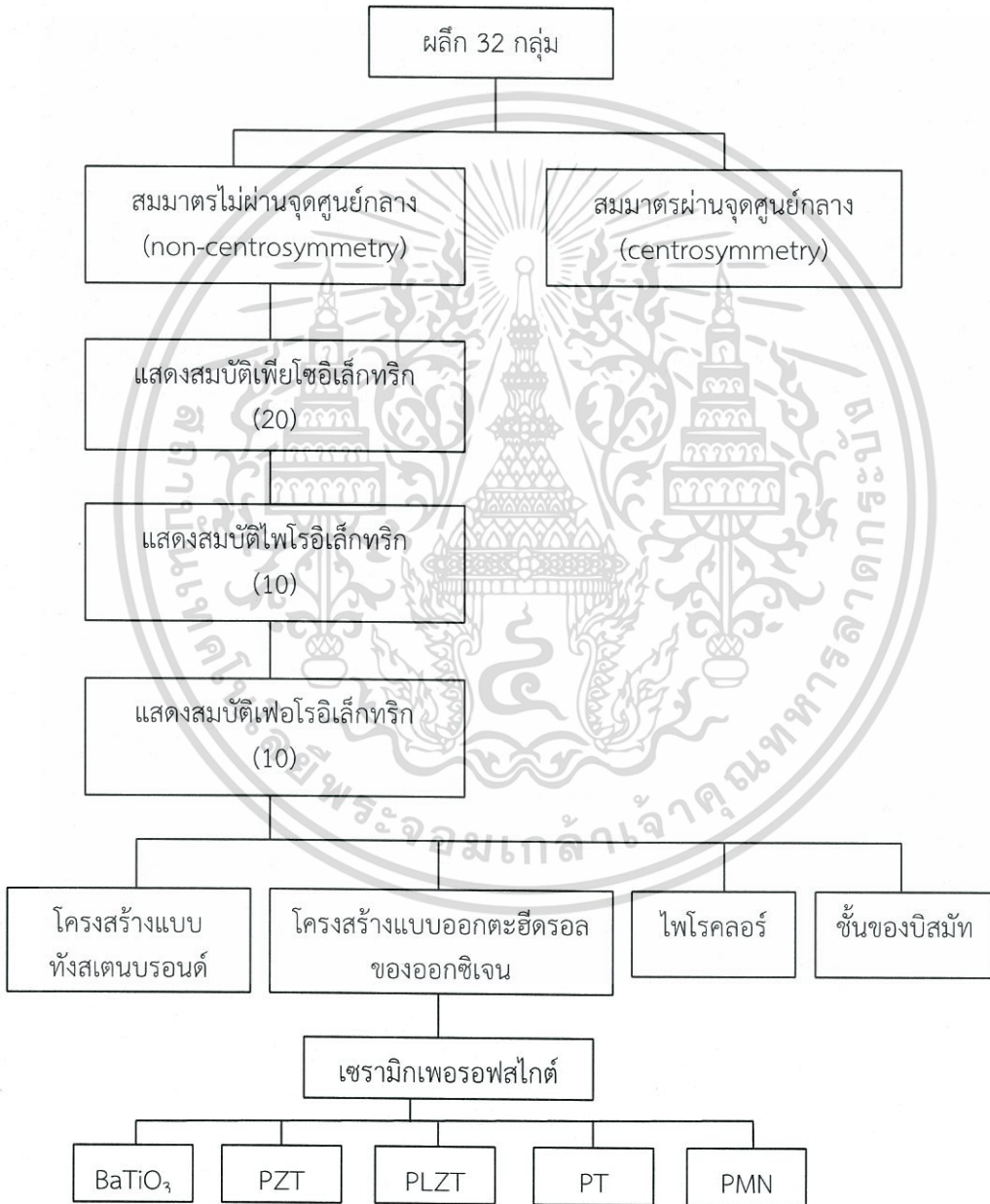
ปรากฏการณ์เฟอร์โรอิเล็กทริกถูกค้นพบในปี ค.ศ. 1921 โดย J.Valasek ในผลึกเชิงเดี่ยว (Single crystal) [5] วัสดุชนิดแรกที่ค้นพบ คือ เกลือโรเชลล์ (Rochelle salt) หรือ โซเดียมทาร์ทาเรท เตตระไฮเดรท (Sodium Tartarate Tetrahydrate, $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) มีลักษณะดัง รูปที่ 2.10

วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นกลุ่มย่อยของวัสดุโพโรอิเล็กทริกซึ่งสามารถเกิดโพลาริเซชันได้เอง (spontaneous polarization) และโพลาริเซชันสามารถกลับทิศได้ (reversible) เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกแบ่งออกเป็น 4 กลุ่มย่อย โดยกลุ่มที่มีความสำคัญที่สุดได้แก่ กลุ่มออกซิเจนออกตรอะฮีดรอล (oxygen octahedral; ABO_3) ซึ่งมีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ โดย A และ B เป็นไอออนบวก (cation) ซึ่งอยู่ที่มุมและที่ตำแหน่งศูนย์กลาง (body center) ของหน่วยเซลล์ตามลำดับ และ O เป็นไอออนออกซิเจนอยู่ที่กึ่งกลางผิวหน้า (face center) ของหน่วยเซลล์ เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่นิยมใช้ในปัจจุบัน ได้แก่ แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) เลดไททาเนต (PbTiO_3) เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) เลดแลนทานัมเซอร์โคเนตไททาเนต (PLZT) เป็นต้น



รูปที่ 2.10 แสดงลักษณะผลึกของเกลือโรเชลล์ (Rochelle salt) [6] หรือ โซเดียมทาร์ทาเรท เตตระไฮเดรท (Sodium Tartarate Tetrahydrate, $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

นักฟิสิกส์ศาสตร์ได้แบ่งโครงสร้างผลึกเป็น 7 ระบบ และแบ่งผลึกตามสมมาตรออกเป็น 32 กลุ่ม (point group) ดังรูปที่ 2.11 โดยผลึกที่มีสมมาตรที่ศูนย์กลาง (centrosymmetry) จำนวน 11 กลุ่ม ซึ่งไม่มีสมบัติเพียโซอิเล็กทริก และเป็นผลึกที่ไม่มีสมมาตรที่ศูนย์กลาง (noncentrosymmetry) จำนวน 21 กลุ่ม ซึ่งมี 20 กลุ่ม ที่สามารถแสดงปรากฏการเพียโซอิเล็กทริก โดยมีผลึก 10 กลุ่ม ที่เป็นสารไพโรอิเล็กทริก (pyroelectric) ที่สามารถเกิดโพลาไรเซชันได้เอง (spontaneous polarization) การเกิดโพลาไรเซชันของวัสดุไพโรอิเล็กทริกขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในช่วงหนึ่ง เรียกว่าสภาพไพโรอิเล็กทริก (pyroelectricity) เช่น ทัวมาสีน เลดแมกนีเซียมไนโอเบต (PMN)

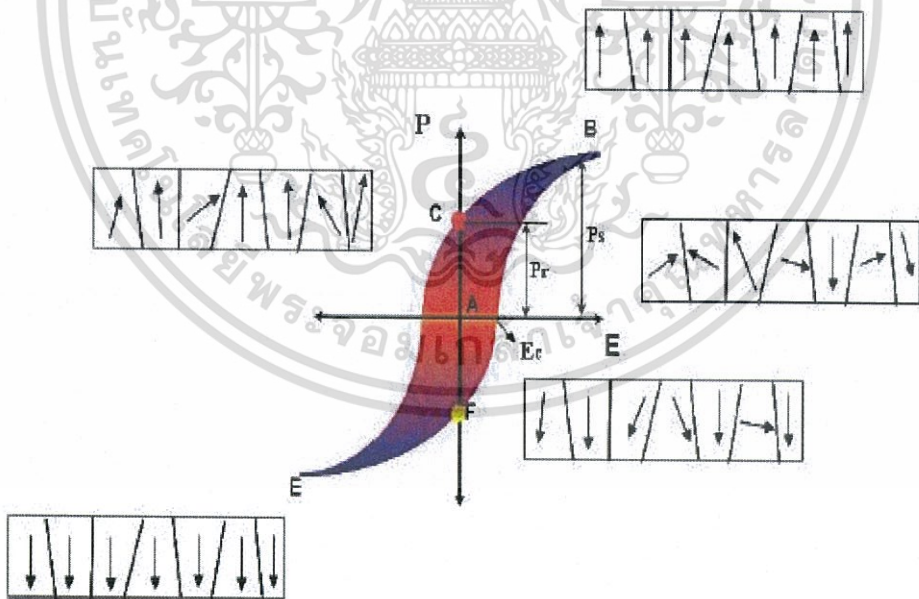


รูปที่ 2.11 แผนภาพแสดงการแบ่งผลึกแบบสมมาตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยทั่วไปวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกมีโพลาริเซชันเป็นศูนย์ เนื่องจากเฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมน (ferroelectric domain) มีการจัดเรียงตัวอย่างอิสระ โดยแต่ละโดเมนประกอบด้วยหน่วยเซลล์จำนวนมากเรียงชิดกัน ซึ่งแต่ละหน่วยเซลล์มีการจัดขั้วคล้ายคลึงกันและแยกกับโดเมนอื่นด้วยกำแพงโดเมน ในวัสดุที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลจะมีโดเมน 2 แบบ คือ โดเมนที่เกิดจากความเครียด (strain-producing domain or switching) ที่ทิศทางการทำมุม 90 องศากับแกน c และโดเมนที่ไม่ได้เกิดจากความเครียด (nonstrain-producing domain) ทำมุม 180 องศากับแกน c ในขณะที่วัสดุที่มีโครงสร้างแบบรอมโบอีตรอลมีโดเมนแบบที่หนึ่งที่มีมุม 71 และ 109 องศากับแกน c การเปลี่ยนแปลงขนาดของวัสดุเกิดจากโดเมนแบบที่ทำมุม 90 องศากับแกน c เนื่องจากเกิดการสลับไปมาของขั้วไฟฟ้า

เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก ส่งผลให้โดเมนภายในผลึกพยายามจัดเรียงตัวในทิศทางตามสนามไฟฟ้าภายนอกที่ได้รับเข้าไป ทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นของโพลาริเซชัน ไปจนถึงจุดอิ่มตัว (Saturated polarization; P_s) ซึ่งแสดงค่าโพลาริเซชันที่สูงที่สุด จากนั้นเมื่อทำการหยุดให้สนามไฟฟ้าโพลาริเซชันจะไม่ลดลงในอัตราเดิมเหมือนอัตราที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากบางโดเมนยังคงสภาพตามทิศทางสนามไฟฟ้าที่ให้เข้าไปก่อนหน้านี้ทำให้เกิดโพลาริเซชันคงเหลือ (Remanent Polarization; P_r) และเมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไปในทิศทางตรงข้ามกันจะเหนี่ยวนำให้โพลาริเซชันลดลงจนเป็นศูนย์ เรียกว่า ค่าสนามไฟฟ้าบังคับ (Coercive field; E_c) จนถึงจุดอิ่มตัวทำให้โดเมนเกิดการสลับทิศทาง (Domain switching) คือ ทิศทางของโดเมนกลับทิศตรงข้ามทั้งหมดทำให้เกิดเป็นลักษณะของวงวนฮิสเตอร์ริซิสขึ้นดังรูป 2.12



รูปที่ 2.12 ภาพแสดงลักษณะการเกิดเฟอร์โรอิเล็กทริกฮิสเตอร์ริซิสลูป (Ferroelectric hysteresis loop)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 สมบัติไดอิเล็กทริก (Dielectric properties)

วัสดุไดอิเล็กทริก คือวัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้าที่สามารถเกิดโพลาริเซชันได้ วัสดุไดอิเล็กทริกนั้นสามารถกักเก็บประจุไฟฟ้าได้ ซึ่งค่าความสามารถในการกักเก็บประจุไฟฟ้าของวัสดุไดอิเล็กทริก เรียกว่า ค่าความจุไฟฟ้า (capacitance) เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่วัสดุไดอิเล็กทริก จะส่งผลให้เกิดโพลาริเซชันภายในวัสดุ ซึ่งจะมีค่าเท่ากับผลรวมของโพลาริเซชันต่อหนึ่งหน่วยปริมาตร (net polarization/unit volume) ซึ่งหากวัสดุไดอิเล็กทริกมีค่าโพลาริเซชันที่สูงก็จะส่งผลให้ได้ค่าไดอิเล็กทริกที่สูงและวัสดุนั้นก็จะมีค่าการเก็บประจุไฟฟ้าสูงตามไปด้วย โดยสมบัติทางไดอิเล็กทริกมีพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องทั้งหมด 3 ตัว คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ หรือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (relative permittivity or dielectric constant; ϵ_r) ค่าความคงทนไดอิเล็กทริก (dielectric strength) และค่าความสูญเสียไดอิเล็กทริก (dielectric loss)

2.3.1 ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (Relative permittivity; ϵ_r)

พิจารณาตัวเก็บประจุอย่างง่าย คือ มีแผ่นโลหะโดยมีระยะห่างระหว่างแผ่นเท่ากับ d พื้นที่หน้าตัดของแผ่นโลหะขนานเท่ากับ A ระหว่างแผ่นขนานเป็นสุญญากาศ เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้า V คร่อมแผ่นโลหะขนานโดยที่แผ่นโลหะแผ่นหนึ่งจะเป็นประจุบวก (+) และอีกแผ่นหนึ่งเป็นประจุลบ (-) ค่าประจุนี้จะเป็นสัดส่วนกับศักย์ไฟฟ้า (V) ดังสมการ 2.4

$$\begin{aligned} Q &= CV \\ C &= \frac{Q}{V} \end{aligned} \quad (2.4)$$

เมื่อ C คือ ความจุไฟฟ้า (capacitance) มีหน่วยเป็นคูลอมบ์ต่อโวลต์ (C/V) หรือ ฟารัด (F)

ค่าความจุไฟฟ้าบ่งบอกถึงค่าความสามารถในการเก็บประจุ ยิ่งมีความจุไฟฟ้ามากสามารถเก็บประจุได้มาก ค่าความจุไฟฟ้าสอดคล้องดังสมการที่ 2.5

$$C = \frac{\epsilon_0 A}{d} \quad (2.5)$$

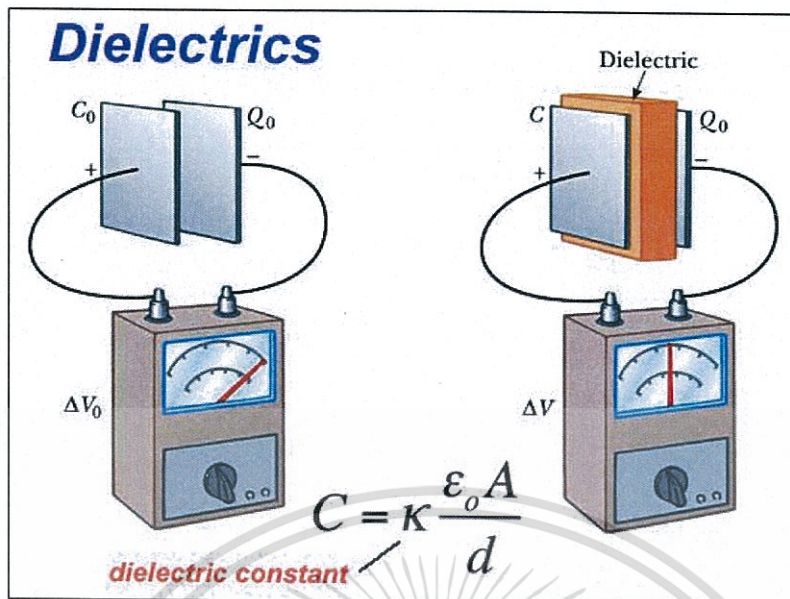
เมื่อ C คือ ความจุไฟฟ้าที่มีหน่วยเป็นฟารัด (F)

ϵ_0 คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} ฟารัดต่อเมตร (F/m)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของแผ่นไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นตารางเมตร (m^2)

d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นเมตร (m)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 แสดงลักษณะของตัวเก็บประจุอย่างง่าย

ในกรณีที่ไม่มีวัสดุไดอิเล็กทริกวางชั้นระหว่างแผ่นโลหะคู่ขนานค่าความจุไฟฟ้าจะมีค่าเพิ่มสูงขึ้นตามค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity; ϵ_r) หรือเรียกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ของวัสดุไดอิเล็กทริก ตามสมการที่ 2.6

$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0}{d} \quad (2.6)$$

การที่มีวัสดุไดอิเล็กทริกอยู่ในตัวเก็บประจุส่งผลให้ตัวเก็บประจุมีความสามารถในการจุพลังงานได้สูงขึ้นแม้ระยะห่างระหว่างแผ่นโลหะคู่ขนานยังคงเดิม

2.3.2 ความคงทนไดอิเล็กทริก (Dielectric strength)

ความคงทนไดอิเล็กทริก เป็นสมบัติที่สำคัญอย่างหนึ่งในการประเมินคุณภาพของค่าไดอิเล็กทริก ซึ่งค่าความคงทนไดอิเล็กทริกนี้เป็นปริมาณที่บ่งบอกถึงความทนทานต่อศักย์ไฟฟ้าของวัสดุไดอิเล็กทริก ความคงทนไดอิเล็กทริกมีค่าเท่ากับศักย์ไฟฟ้าสูงสุดที่ไดอิเล็กทริกยังคงใช้งานได้โดยปราศจากความเสียหายต่อความยาวหนึ่งหน่วย ถ้าวัสดุไดอิเล็กทริกถูกบ่อนด้วยศักย์ไฟฟ้าที่สูงมากๆ อาจจะทำให้ความเค้นของอิเล็กตรอนหรือไอออนที่พยายามที่จะไหลผ่านวัสดุไดอิเล็กทริกมีค่ามากกว่าค่าความคงทนไดอิเล็กทริก ส่งผลให้ไอออนสามารถไหลผ่านวัสดุซึ่งวัสดุจะเกิดการนำไฟฟ้าได้ ซึ่งนั่นหมายถึงวัสดุสูญเสียความเป็นไดอิเล็กทริกนั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3 ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Dielectric loss; $\tan \delta$)

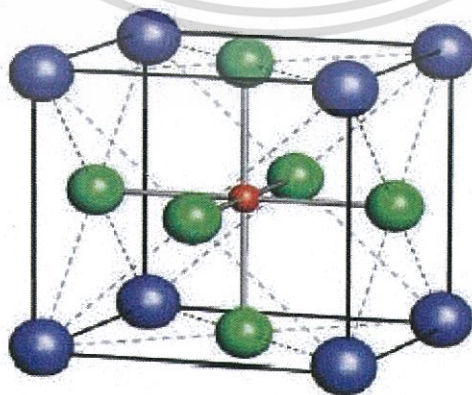
ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (dielectric loss; $\tan \delta$) สำหรับเซรามิกนั้นเป็นค่าการสูญเสียที่เกิดขึ้นจากการให้พลังงานไฟฟ้ามากเกินไปจนเกินความสามารถในการต้านทานไฟฟ้าจึงส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในรูปแบบต่างๆ เช่น เปลี่ยนแปลงเป็นพลังงานความร้อน เป็นต้น ซึ่งสามารถประมาณได้จากสัดส่วนของความได้เปรียบทางพลังงานของวงจรแผ่นตัวนำคู่ขนานและสามารถวัดได้จากวงจรอิมพีแดนซ์ซึ่งปริมาณค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกสามารถประมาณได้ในช่วงความถี่ 1 กิโลเฮิรตซ์

2.4 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure)

โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ถูกเรียกตามชื่อแร่เพอโรฟสไกต์[5] หรือแคลเซียมไททานेट (CaTiO_3) มีสูตรโครงสร้างทางเคมี (Chemical formula) เป็น ABO_3 โดยแบเรียมไททานेटก็เป็นสมาชิกในกลุ่มวัสดุที่มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ รูปแบบของโครงสร้างจะมีลักษณะเป็นลูกบาศก์ (Cube) โดยที่มุมของกล่องลูกบาศก์จะเป็นตำแหน่ง A ซึ่งจะมีแคโทไอออนขนาดใหญ่เข้ามาเรียงตัวอยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางของกล่องลูกบาศก์และเป็นตำแหน่ง B ซึ่งเป็นตำแหน่งที่มีแคโทไอออนขนาดเล็กวางตัวอยู่ และในส่วนของแอนไอออนโดยปกติเป็นออกซิเจน (Oxygen) จะเรียงตัวในแนวด้านหน้าของแคโทไอออนในตำแหน่ง B ในทุกๆ ด้าน

อะตอมในตำแหน่ง A เป็นอะตอมของโลหะที่มีประจุ $1+$ $2+$ หรือ $3+$ และในตำแหน่ง B เป็นอะตอมของธาตุที่มีประจุ $5+$ $4+$ หรือ $3+$ ตามลำดับ

โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite Structure) ในทางเรขาคณิตถือว่าเป็นโครงสร้างสามมิติ โดยอะตอมในตำแหน่ง B จะถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจน 6 ตัว มีลักษณะเป็นทรงแปดหน้า (Octahedral) และจะถูกครอบด้วยอะตอมในตำแหน่ง A ที่เรียงตัวเป็นทรงลูกบาศก์ (Cubic) ล้อมรอบภายนอก โดยอะตอมของออกซิเจนจะขึ้นกึ่งกลางระหว่างอะตอมของธาตุในตำแหน่ง A และตำแหน่ง B ซึ่งโครงสร้างเพอโรฟสไกต์มีลักษณะดังรูปที่ 2.14



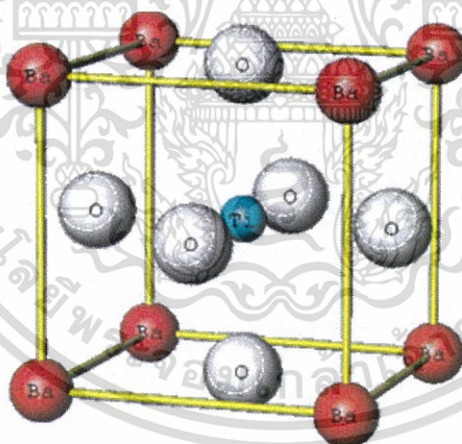
รูปที่ 2.14 โครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์[7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 แบเรียมไททาเนต (Barium Titanate; BaTiO₃)

แบเรียมไททาเนต (BaTiO₃) ถูกค้นพบในช่วงระหว่างสงครามโลกครั้งที่ 2 โดยประเทศสหรัฐอเมริกา รัสเซีย และญี่ปุ่นตามลำดับ เพื่อพัฒนาใช้เป็นวัสดุในการเก็บข้อมูลซึ่งวัสดุเดิมที่ใช้อยู่เป็นแร่ไมก้า (mica) เกิดภาวะขาดแคลนจึงมีการศึกษา ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) และแบเรียมออกไซด์ (BaO) เนื่องจากสามารถพบได้ตามธรรมชาติ และมีสมบัติไดอิเล็กทริก การนำเอาไทเทเนียมไดออกไซด์ และ แบเรียมออกไซด์มาผสมกันเริ่มต้นศึกษาโดย Thurnauer และ Deaderick ที่ บริษัท American Lava ในปี ค.ศ. 1941 ซึ่งพบว่าสารผสมที่ได้นี้มีค่าไดอิเล็กทริกอยู่ที่ประมาณ 1000 ซึ่งมีค่ามากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) ถึง 10 เท่า

แบเรียมไททาเนต (BaTiO₃) มีสมบัติที่โดดเด่นในหลายด้าน สามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric properties) ได้ที่สภาวะอุณหภูมิห้อง มีเสถียรภาพทางกลและทางเคมี มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant) ที่สูงมีลักษณะการสูญเสียต่ำ (Low loss characteristics) และไม่มีความเป็นพิษ จึงทำให้มีการนำแบเรียมไททาเนตไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆที่หลากหลาย เช่น ใช้ทำตัวเก็บประจุ (Capacitors) ใช้ทำตัวเก็บประจุแบบหลายชั้น (Multilayer capacitors; MLCs) ใช้เป็นวัสดุกึ่งตัวนำใน PTC thermistors และ Piezoelectric devices เป็นต้น แบเรียมไททาเนตจัดอยู่ในกลุ่มของวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างแบบเพอร์อฟสไกต์ (Perovskite structure) ดังรูปที่ 2.15

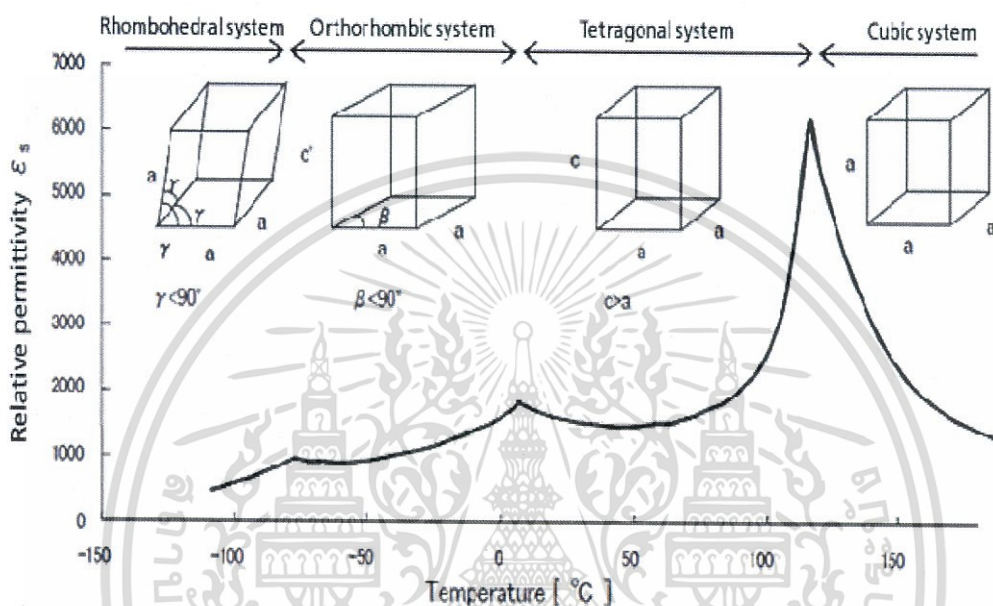


รูปที่ 2.15 แสดงโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ของแบเรียมไททาเนต[8]

อย่างที่ทราบกันมาข้างต้นแล้วว่าแบเรียมไททาเนต (BaTiO₃) เป็นวัสดุในกลุ่มเฟอร์โรอิเล็กทริก มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกเกิดขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิซึ่งการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของแบเรียมไททาเนตมีผลโดยตรงต่อสมบัติทางไฟฟ้า โครงสร้างจุลภาคของ BaTiO₃ จะมีโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคูรี (Curie temperature; T_c) ซึ่งอยู่ที่ประมาณ 130 องศาเซลเซียส ที่อุณหภูมิสูงกว่า T_c นี้ Unit cell ของ BaTiO₃ จะเป็นลูกบาศก์ (Cubic) ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ที่อุณหภูมิต่ำกว่า T_c จนถึง 0 องศาเซลเซียส ยูนิตเซลล์ของ BaTiO₃ จะเกิดการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บิดเบี้ยวของโครงสร้างเข้าสู่รูปแบบของเตตระโกนอล (tetragonal) ส่งผลให้เกิดไดโพลโมเมนต์หรือการมีขั้วทางไฟฟ้าเกิดขึ้นโดยไดโพลโมเมนต์จะเกิดในทิศทางตามแนวแกน c ส่วนการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างในรูปแบบอื่น ๆ นั้นเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 0 องศาเซลเซียส และ 90 องศาเซลเซียส โดยโครงสร้างจะเปลี่ยนเป็นออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) และ รอมโบฮีดรอล (Rhombohedral) ตามลำดับดังแสดงในรูปที่ 2.16 โดยการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างนี้มีผลต่อสมบัติทางไฟฟ้าและค่าไดอิเล็กทริกของ แบเรียมไททานेट (BaTiO_3)



รูปที่ 2.16 การเปลี่ยนแปลงยูนิตเซลล์ของแบเรียมไททานेट (BaTiO_3)

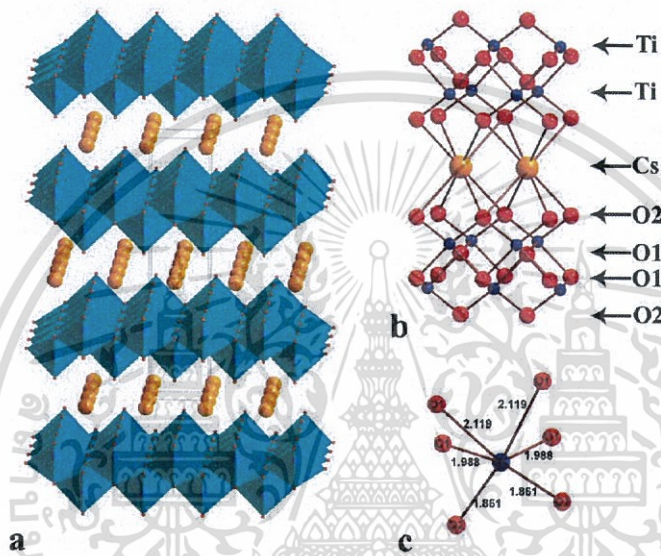
2.6 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide; TiO_2)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide) หรือ titania เป็นออกไซด์ที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นเม็ดสี (pigment) สำหรับสีขาว ใช้เป็นตัวเร่งทางแสง (photocatalysts) สำหรับสลายสารอินทรีย์ (ใช้ในอุตสาหกรรมบำบัดน้ำเสีย) นอกจากไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) แล้ว ยังมียังมีสารประกอบไทเทเนียมและออกซิเจนอีกตระกูลหนึ่งเรียกว่า ไททานेट (titanate) ซึ่งเป็นสารประกอบระหว่างไทเทเนียมและออกซิเจนที่มีประจุเป็นลบ

สารประกอบไททานेटมีหลายประเภทในการทดลองนี้ใช้สารประกอบไททานेटในกลุ่มของ เลพิโดโครไซต์ไททานेट (lepidocrocite titanate) สารในกลุ่มนี้มีลักษณะเป็นชั้น (layer materials) หรือเรียกว่าเป็นผลึกสองมิติ (two dimensional (2D) crystals) ดังแสดงในรูปที่ 2.17 สารประกอบไททานेटที่มีโครงสร้างแบบเลพิโดโครไซต์ มีสูตรโครงสร้างทั่วไปเป็น $\text{A}_x\text{Ti}_y\text{M}_z\text{O}_4$ เมื่อ A เป็นแคทไอออน (มักเป็นอัลคาไลแคทไอออน) M เป็นแคทไอออนอื่น ๆ ที่มีประจุน้อยกว่า +4 และ x y z เป็นจำนวนที่สอดคล้องกับ stoichiometry เมื่อพิจารณาสูตรโครงสร้างทั่วไปของ เลพิโดโครไซต์ไททานेटในกรณีที่มีแคทไอออน M^{n+} ($n < 4$) เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของ Ti^{4+}

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่งผลให้เกิดประจุลบเกิดขึ้นในหน่วยโครงสร้างเนื่องจากการแทนที่ของแคทไอออนที่มีประจุน้อยกว่าแคทไอออนเดิมที่ถูกแทนที่ ภายในหน่วยโครงสร้างจึงขาดประจุบวก นั่นคือโครงสร้างมีประจุลบนั่นเอง ประจุลบนี้จะถูกทำให้เป็นกลางเมื่อมีการรับเอาแคทไอออน A^+ ซึ่งตำแหน่งของแคทไอออน A^+ จะวางตัวอยู่ระหว่างชั้น (Interlayer space) ในส่วนของแคทไอออน Ti^{4+} และ M^{n+} จะอยู่ในตำแหน่งออกตะฮีดรอล (octahedral) ของออกซิเจนดังแสดงในรูปที่ 2.17 โครงสร้างแบบสามมิติของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ประกอบด้วยโครงสร้างแบบ รูไทล์ (rutile) อนาเทส (anatase) และบรูคไคท์ (Brookite) แสดงในรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.17 แสดงโครงสร้างเลพิโดโครไซต์ ของ $Cs_xTi_{1-y-z}M_z^{n+}O_4$



Rutile

Anatase

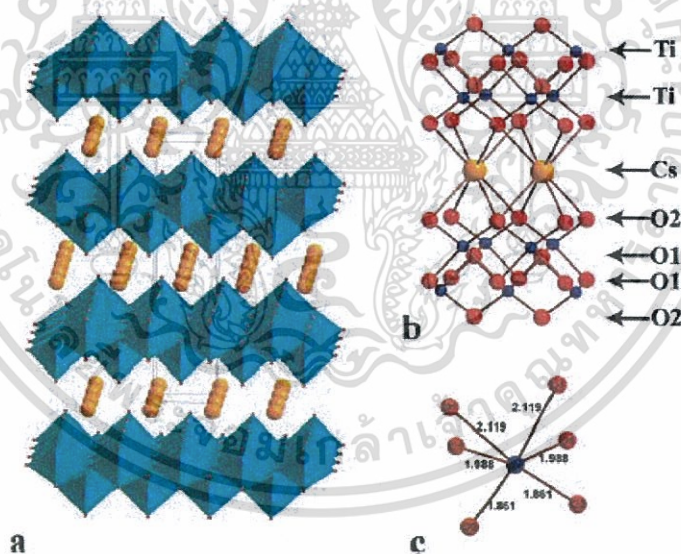
Brookite

รูปที่ 2.18 ลักษณะโครงสร้างสามมิติของ TiO_2 [10]

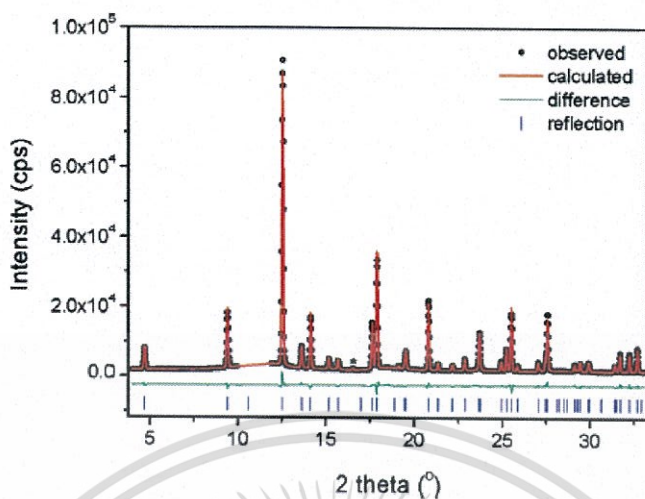
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

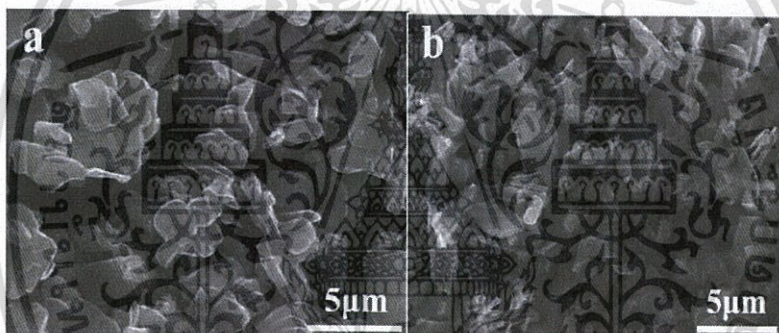
Tao Gao et al.[12] ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของ โครงสร้าง เลพิโดโครไซต์ไททานเนตที่มีการเจือด้วยนิกเกิล(Nickel-Doped Lepidocrocite) พบว่า การเจือโลหะนิกเกิลเข้าไปในโครงสร้างนั้นได้โครงสร้างพื้นฐานอยู่ในรูปของ $Cs_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4$ โดย Ni^{2+} จะเข้าไปแทนที่ในช่องว่างออกตรอะฮีดรอล(Octahedral)ของอะตอม Ti^{4+} วิเคราะห์ผลด้วย SXRD แสดงในรูปที่ 2.20 ส่งผลให้โครงสร้างขาดประจุบวกไปเพื่อความเสถียรของประจุจึงมีการดุลประจุ โดย Cs^+ ซึ่งจะแทรกอยู่ระหว่างออกตรอะฮีดรอลของไทเทเนียมแสดงในรูปที่ 2.19 ทำการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง Cs^+ กับ H^+ ซึ่งจะได้เป็น $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$ การแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง ไอออนของ Cs^+ กับ H^+ วิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค Raman scattering รูปที่ 2.21 การวิเคราะห์ผลด้วย เทคนิค XPS เป็นการวิเคราะห์พลังงานพันธะ (binding energy) สำหรับ Ni^{2+} และ Ti^{4+} ซึ่งสัมพันธ์กันกับการเกิดพันธะกับออกซิเจน (Oxygen; O) ที่ประสานกันอยู่ตั้งแต่แรกรูปที่ 2.21 ใน ส่วนของสมบัติทางแม่เหล็กของเลพิโดโครไซต์ไททานเนตมีสมบัติพาราแมกเนติก (paramagnetic properties) เมื่อเจือนิกเกิล (Ni^{2+}) เกิดผลกระทบต่อสมบัติพาราแมกเนติก (The effective paramagnetic moment; μ_{eff}) $\mu_{eff} = 1.57\mu_B$ และอุณหภูมิคูรีเท่ากับ -2.51 เคลวิน (K)



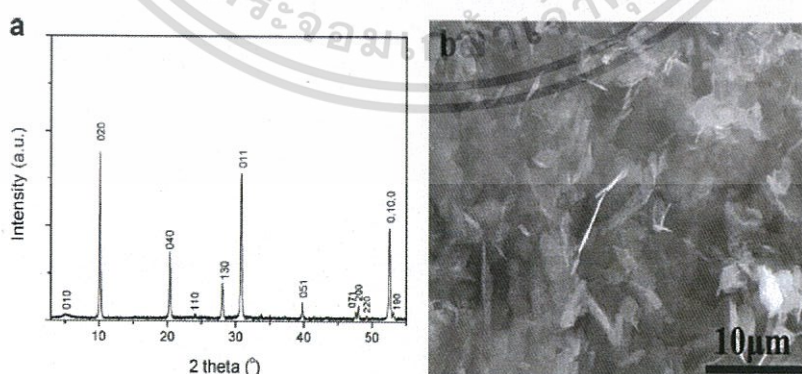
รูปที่ 2.19 (a) โครงสร้างผลึกของ $Cs_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4$ ($x = 0.7$) (b) การประสานโครงข่ายของอะตอม ไนโตรเจนไททานเนต (c) แสดงการบิดของ TiO_6 octahedral



รูปที่ 2.20 แสดงผลการวิเคราะห์ SXRD ของ $Cs_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4$ ($x = 0.7$)

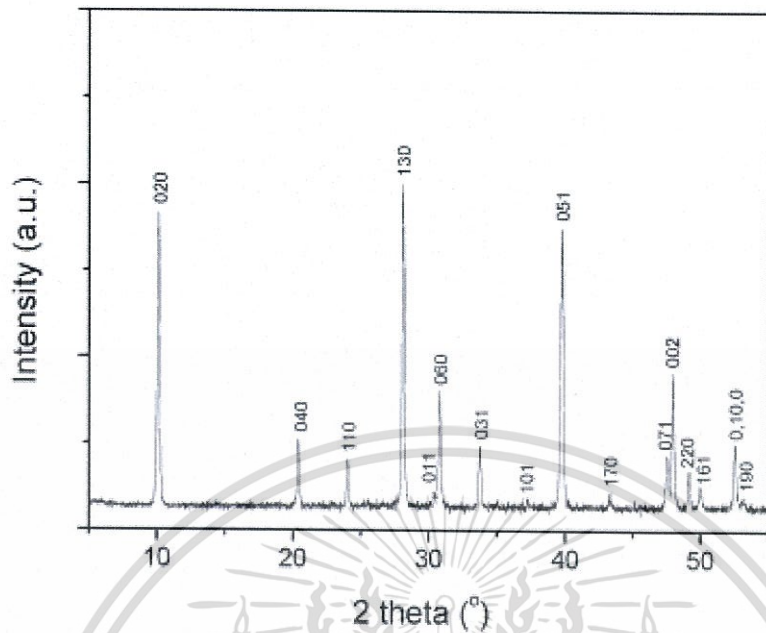


รูปที่ 2.21 แสดง SEM ของ (a) $Cs_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4$ ($x = 0.7$) (b) $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$

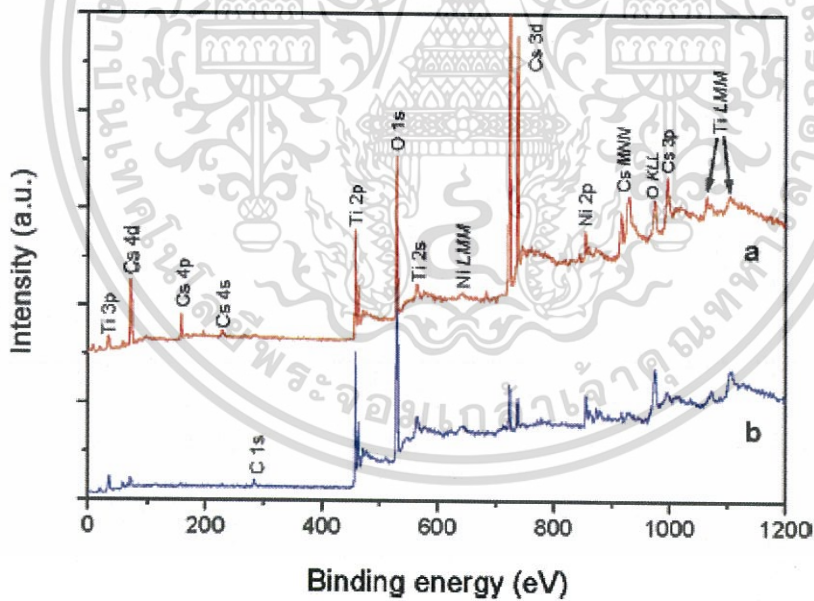


รูปที่ 2.22 (a) แสดง XRD ของ $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$ ที่ทำปฏิกิริยากับ TBA
(b) แสดง SEM ของ $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$ ที่ทำปฏิกิริยากับ TBA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

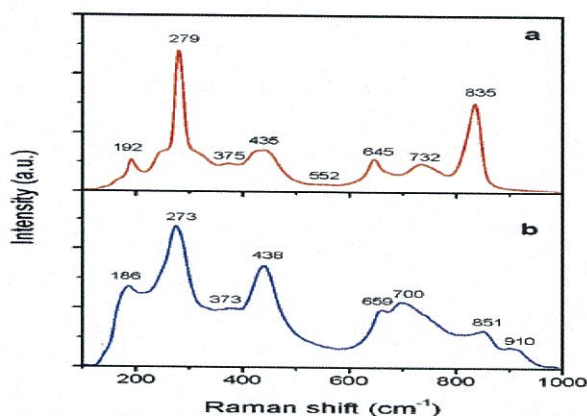


รูปที่ 2.23 แสดง XRD ของ $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$



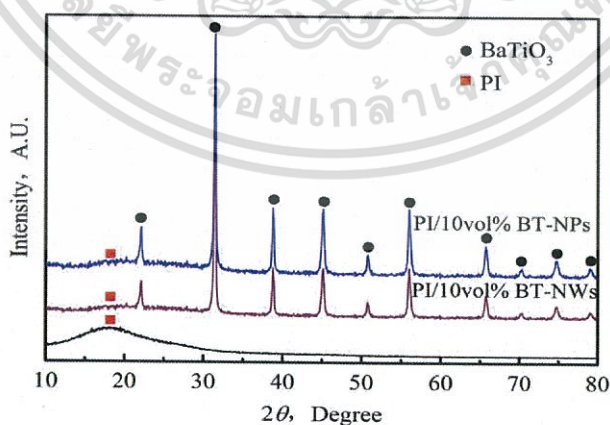
รูปที่ 2.24 แสดงสเปกตรัม XPS ของ (a) $Cs_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4$ และ (b) $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



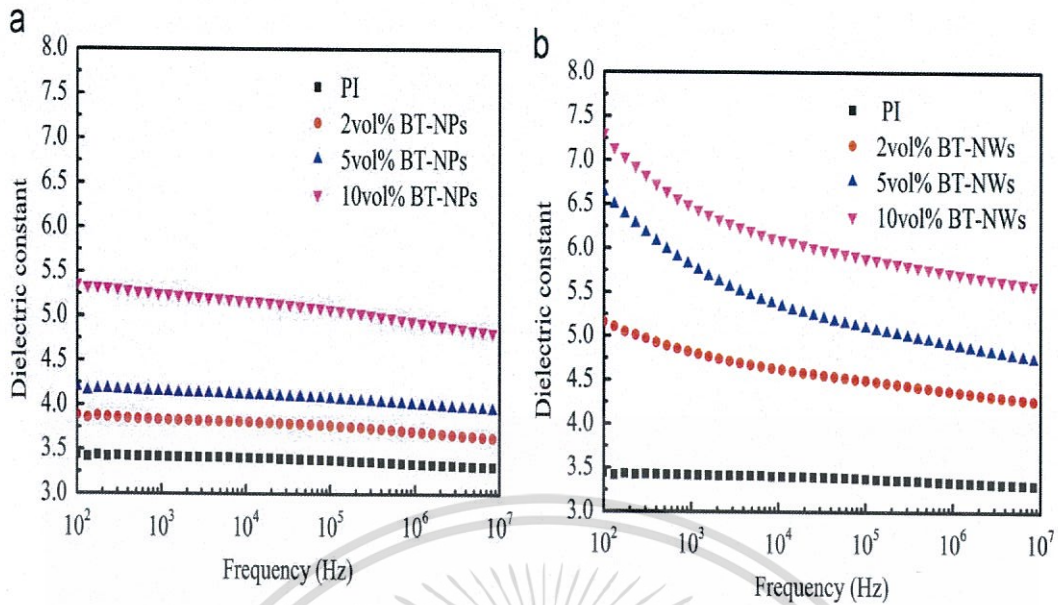
รูปที่ 2.25 Raman สเปกตรัม ของ (a) $Cs_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4$ และ (b) $H_xTi_{2-x/2}Ni_{x/2}O_4 \cdot xH_2O$

M. Wang et al. [9] ทำการศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริก (Dielectric properties) และความสามารถในการจุพลังงาน (Energy storage density) ของวัสดุผสมระหว่าง แบเรียมไททาเนต ที่มีโครงสร้างเป็น 1 มิติ (Barium titanate nanowires; BT-NWs) ที่กระจายตัวอยู่บนแผ่นฟิล์ม โพลีเอไมด์ (Polyimide; PI) ในขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผสมนี้ใช้กระบวนการทางความร้อน (hydrothermal method) ในการสังเคราะห์วัสดุผสม งานวิจัยสามารถสังเคราะห์วัสดุผสมได้สำเร็จ ดังแสดงผล XRD ในรูปที่ 2.26 โดยความท้าทายของงานวิจัยนี้คือการใช้แบเรียมไททาเนต ในปริมาณน้อยกว่า 10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรทั้งหมดของวัสดุผสม ผลการทดลองพบว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constance) ของการเติมแบเรียมไททาเนตลงไปเพียง 5 เปอร์เซ็นต์ในวัสดุผสม ส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กของวัสดุผสมเท่ากับ 6.6 ที่ความถี่สนามไฟฟ้า 100 เฮิร์ต สูงกว่า ค่าไดอิเล็กทริกของโพลีเอไมด์ที่มีค่าเท่ากับ 3.4 ถึง 97 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในรูปที่ 2.27 ในส่วนค่าความสามารถในการจุไฟฟ้าวัดได้ค่าสูงสุดเท่ากับ 1.06 จูลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (J/cm^3) ที่ค่าสนามไฟฟ้าที่ให้เท่ากับ 2200 กิโลโวลต์ต่อเซนติเมตร (kV/cm) ดังแสดงในรูปที่ 2.28

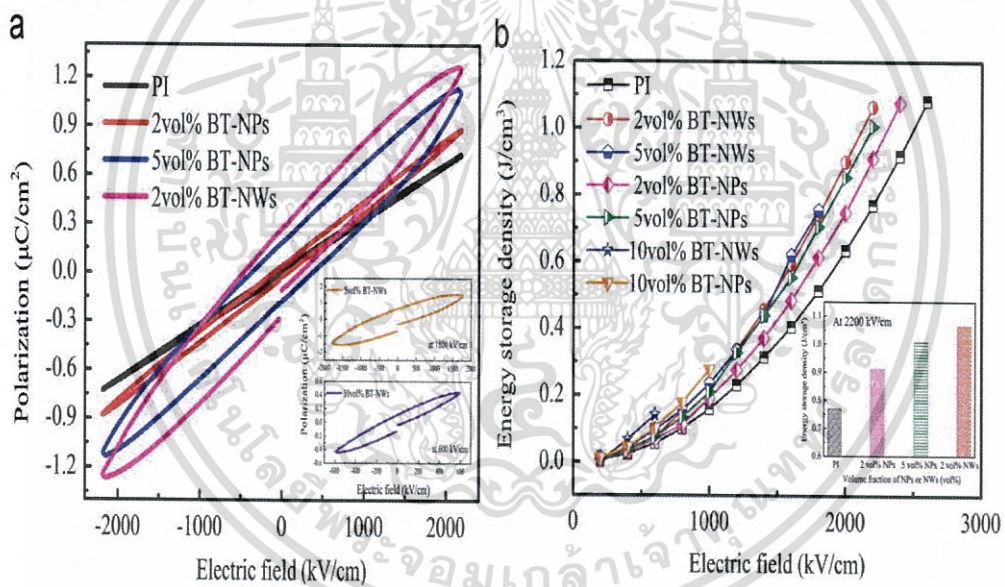


รูปที่ 2.26 แสดงผล XRD ของโพลีเอไมด์ (PI) และวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับโพลีเอไมด์ (BT-NWs/PI , BT-NPs/PI)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ได้ไอเล็กทริกและความถี่ของสนามไฟฟ้า



รูปที่ 2.28 a) กราฟแสดงความสัมพันธ์ของสนามไฟฟ้ากับการเกิดโพลาไรเซชัน

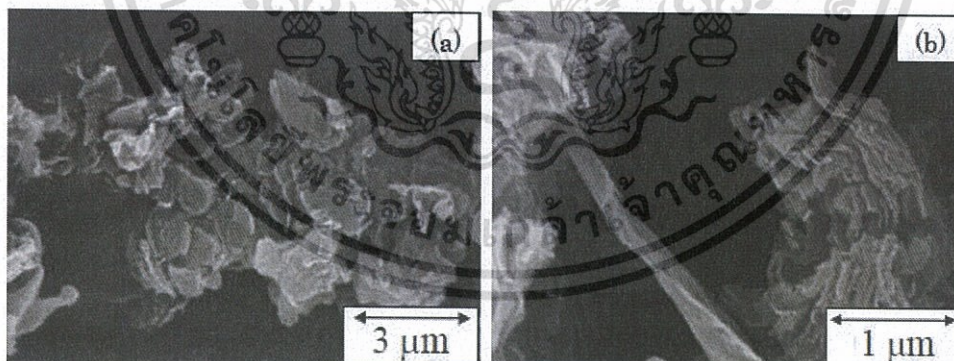
b) การแสดงความสัมพันธ์ของสนามไฟฟ้าและความสามารถในการเก็บประจุของวัสดุผสม

D. Watanabe และคณะ [11] ได้ทำการศึกษาสมบัติไฟฟ้าเคมีของวัสดุผสมระหว่าง โฟลิเอทกราฟไฟต์ (Foliated Graphite; FG) กับไททานเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet; Ti-Ns) เพื่อใช้เป็นวัสดุขั้วแอโนด (Anode) ในแบตเตอรี่รีไซเคิลแบบลิเทียมไอออน (Li-ion Secondary Batteries) โดยการสังเคราะห์วัสดุผสมมีอยู่ 3 อัตราส่วนของ FG ดังนี้คือ 63wt% 49wt% และ 33wt% พบว่าสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของวัสดุผสมกราฟไฟต์กับไททานเนตนาโนชีท

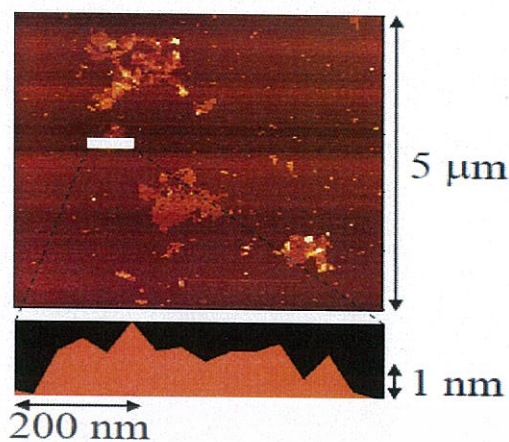
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(FG/Ti-Ns) เมื่อเติม FG 63wt% แสดงความสามารถในการจุกระแสไฟฟ้าได้เท่ากับ 820 mAh/g เมื่อให้กระแส 100 mA/g เป็นจำนวน 20 รอบ การสังเคราะห์วัสดุผสมทำโดยการตกตะกอน (co-restacking) โพลีเอทกราไฟต์ เตรียมได้จากการนำกราไฟต์มาทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) กับสารละลายกรดไนตริก (nitric acid) และ KClO_3 ได้สารผลิตภัณฑ์ออกมาในรูปของ กราไฟท์ออกไซด์ (Graphite oxide) ทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 วินาที นำสารผลิตภัณฑ์มาทำการกระจายตัวในสารละลายซึ่งประกอบด้วย เอทานอลกับน้ำในอัตราส่วน 65:35 โดยปริมาตร จากนั้นเมื่อผ่านไป 1 ชั่วโมง ให้ทำการอัลตราโซนิก (ultrasonic) เพื่อให้เกิดการกระจายตัวของกราไฟท์ หลังจากนั้นทำการกรองลดความดันได้เป็น โพลีเอทกราไฟต์ (FG) ดังแสดงในรูปที่ 2.29

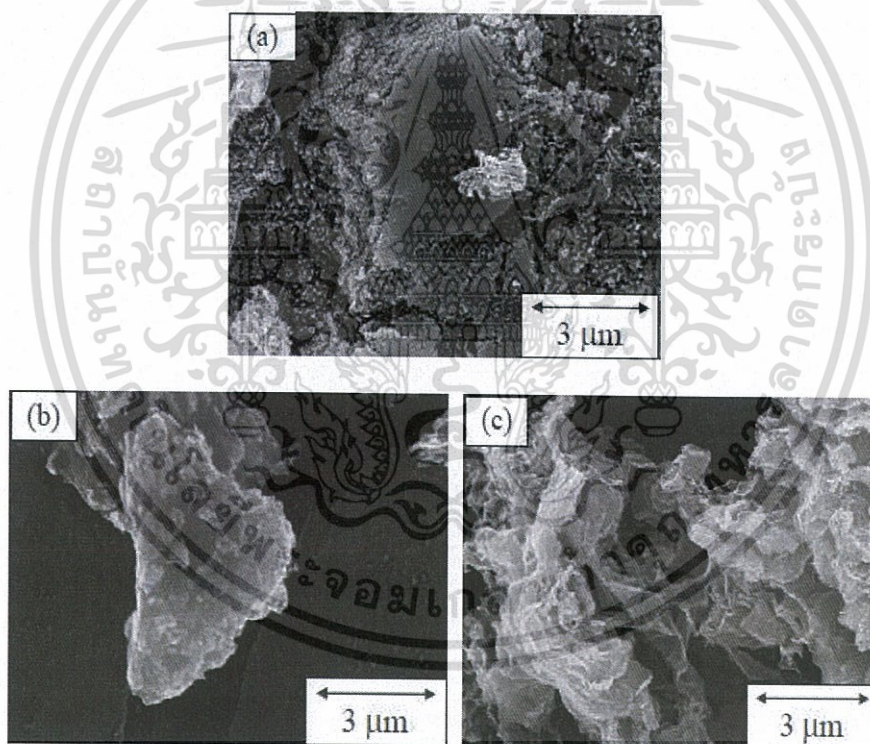
ต่อมาทำการเตรียม ไททานาเทนนาโนชีท (Titanate nanosheet; Ti-Ns) โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปของ เลพิโดโครไซต์ไททานาต (Lepidocrocite titanate) โดยปฏิกิริยาของแข็ง (solid state) ระหว่างไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) กับซีเซียมคาร์บอเนต (Cs_2CO_3) นำสารทั้งสองมาทำการไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำการบดและเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ได้สารผลิตภัณฑ์คือ $\text{Cs}_{0.7}\text{Ti}_{1.825}\text{O}_4$ จากนั้นนำ $\text{Cs}_{0.7}\text{Ti}_{1.825}\text{O}_4$ มาทำปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนไอออนกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ ในอัตราส่วน สาร 1 กรัม ต่อ กรด 40 มิลลิลิตร โดยทำการปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำซ้ำ 3 ครั้ง เมื่อสิ้นสุดกระบวนการได้สารผลิตภัณฑ์เป็น $\text{H}_{0.7}\text{Ti}_{1.825}\text{O}_4$ จากนั้นนำมาทำปฏิกิริยากับสารละลาย โดยการปั่นเหวี่ยงเตตระบิวทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นเวลา 2 สัปดาห์ลักษณะของสารผลิตภัณฑ์แสดงในรูปที่ 2.30 จากนั้นทำการตกตะกอนระหว่างโพลีเอทกราไฟต์กับไททานาเทนนาโนชีท ได้วัสดุผสมระหว่างโพลีเอทกราไฟต์กับไททานาเทนนาโนชีท (FG/Ti-Ns) โดยการวิเคราะห์ทางกายภาพแสดงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังรูปที่ 2.30



รูปที่ 2.29 แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (a) แสดงความกว้างของโพลีเอทกราไฟต์ (FG) (b) แสดงความสูงของโพลีเอทกราไฟต์ (FG)

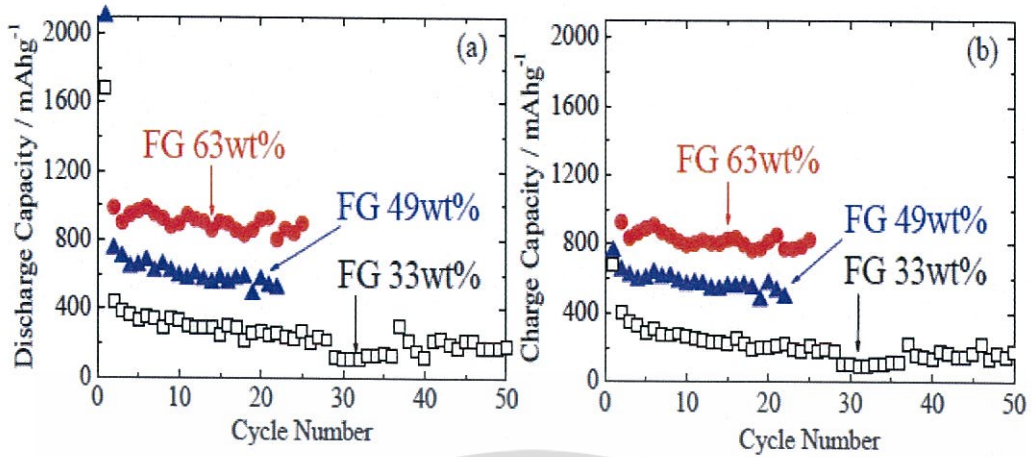


รูปที่ 2.30 เป็นภาพ AFM ของ Ti-Ns โดยภาพบนแสดงโครงสร้าง 2 มิติ ของไททานเนต นาโนซีท (Ti-Ns) ส่วนภาพด้านล่างแสดงแผนภาพตัดขวางของ Ti-Ns

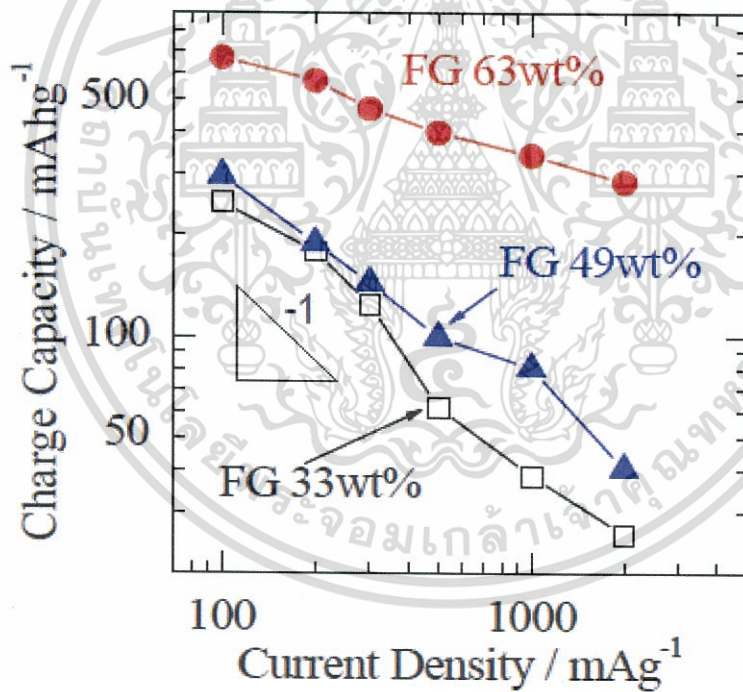


รูปที่ 2.31 แสดงภาพจาก SEM ของวัสดุผสมโพลิเอตกราไฟต์กับไททานเนตนาโนซีท (FG/Ti-Ns) เมื่อ (a) 33wt% ของ FG (b) 49wt% ของ FG และ (c) 63wt% ของ FG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



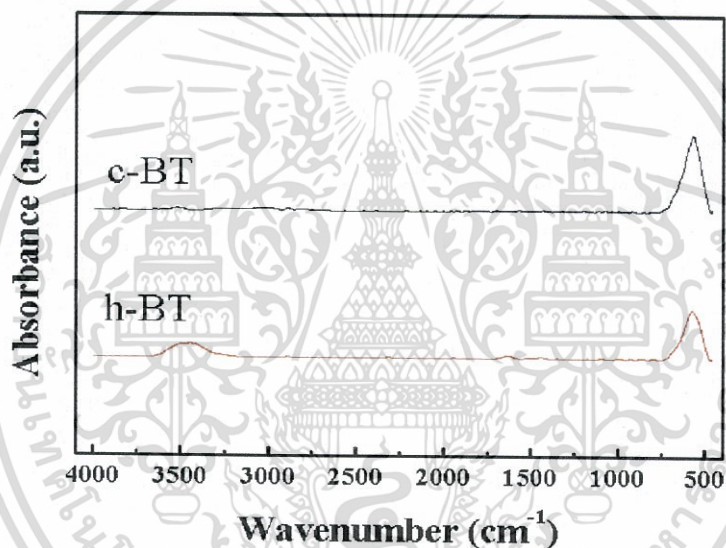
รูปที่ 2.32 แสดงสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุผสมโพลิเอทกราไฟต์กับไททานีนาโนซีท (FG/Ti-Ns) ที่ความเข้มของกระแสเท่ากับ 100 mA/g



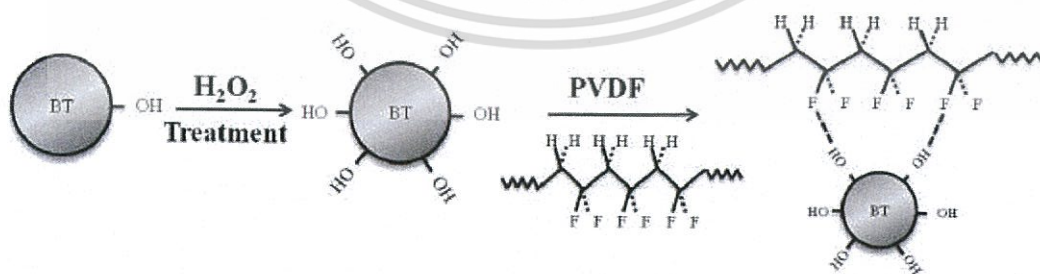
รูปที่ 2.33 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มของกระแส (Current Density) และ ความสามารถในการจุกระแสไฟฟ้า (Charge Capacity)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Tao Zhou et al.[13] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงสมบัติไดอิเล็กทริกของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3 ; BT) กับพอลิเมอร์ โดยมีการเตรียมแบเรียมไททาเนตในรูปแบบของไฮดรอกซิเลตแบเรียมไททาเนต (Hydroxylated BaTiO_3 ; h-BT) การเตรียม h-BT เตรียมได้จากการนำเอาอนุภาคนาโนแบเรียมไททาเนต (crude BaTiO_3 ; c-BT) ทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ภายใต้สภาวะทางความร้อน และทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างไฮดรอกซิเลตแบเรียมไททาเนตกับโพลีไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PVDF) ดังรูปที่ 2.35 จากการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริก(dielectric properties) ของวัสดุผสม h-BT/PVDF พบว่ามีค่าต่ำกว่าวัสดุผสม c-BT/PVDF ในสภาวะที่อุณหภูมิ(Temperature)และความถี่(Frequency)เดียวกัน ดังรูปที่ 2.36 แต่ในทางกลับกันค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Loss tangent) ก็มีค่าต่ำกว่าในสภาวะอุณหภูมิและความถี่เดียวกันดังรูปที่ 2.37 หรือสรุปได้ว่า h-BT/PVDF สามารถรักษาสภาพไดอิเล็กทริกได้ดีกว่า c-BT/PVDF

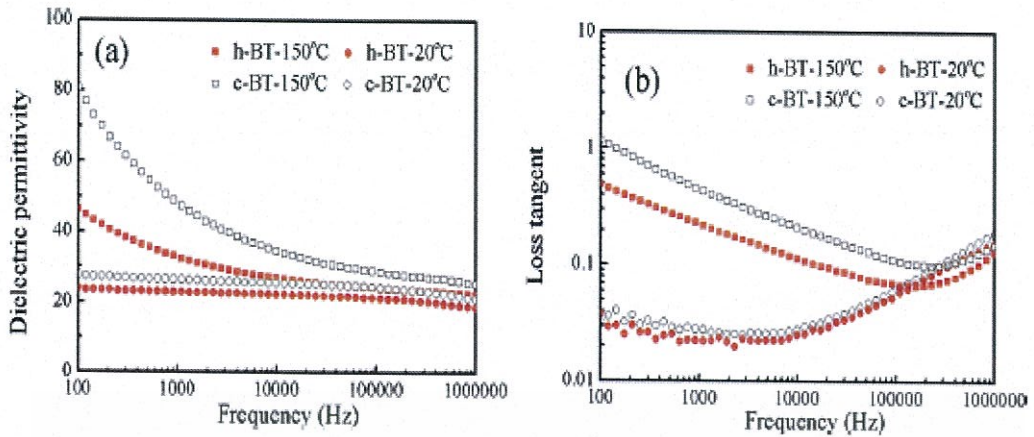


รูปที่ 3.34 แสดงผล FTIR ของแบเรียมไททาเนต (c-BT) และไฮดรอกซิเลตแบเรียมไททาเนต (h-BT)

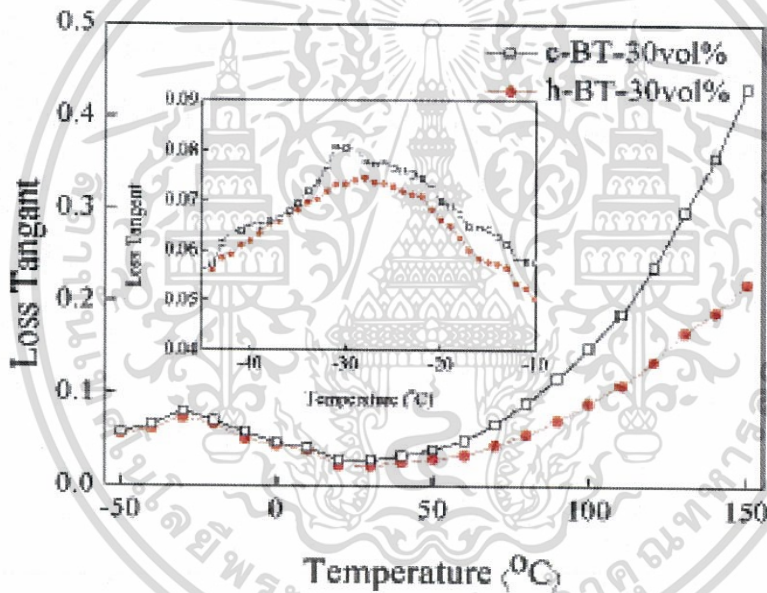


รูปที่ 2.35 แสดงรูปแบบการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต (Barium titanate) กับโพลีไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PVDF)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.36 (a) ค่าไดอิเล็กทริก (Dielectric permittivity)
(b) ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (Loss tangent)



รูปที่ 2.37 แสดงการเปรียบเทียบค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานेटกับโพลีไวนิลิดีฟลูออไรด์ (c-BT/PVDF) และไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานेट (h-BT)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

โครงการพิเศษนี้จัดทำขึ้นเพื่อทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 โปแทสเซียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (KHCO_3) ความบริสุทธิ์ 99.5%
ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.3 โคบอลท์ออกไซด์ (CoO) ความบริสุทธิ์ 99% ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.4 แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) ความบริสุทธิ์ 99.95% ผลิตโดยบริษัท Inframat
- 3.1.5 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (30vol% H_2O_2)
- 3.1.6 กรดอะซิติกความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M CH_3COOH)
- 3.1.7 เตตระฮิดรอะมิโนเอทิลไฮดรอกไซด์ ($\text{C}_4\text{H}_9\text{NOH}$) หรือ TBAOH
ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ผลิตโดยบริษัท Fluka
- 3.1.8 Poly(Diallyl Dimethyl Ammonium Chloride) หรือ PDAC
- 3.1.9 เอทานอล ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- 3.1.10 น้ำปราศจากไอออน (DI water)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.2.1 บีกเกอร์ขนาด 250 100 และ 150 มิลลิลิตร
- 3.2.2 กระจกนาฬิกา
- 3.2.3 แท่งแก้ว
- 3.2.4 ซ้อนตักสาร
- 3.2.5 กระบอกลงขนาด 250 50 และ 10 มิลลิลิตร
- 3.2.6 ขวดปรับปริมาตรขนาด 2,000 100 และ 25 มิลลิลิตร
- 3.2.7 กระจกนํ้ากลั่น
- 3.2.8 หลอดหยด
- 3.2.9 ปีเปตขนาด 10 5 2 และ 1 มิลลิลิตร
- 3.2.10 กระจกชยูนีเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 3.2.11 เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง
- 3.2.12 ตู้อบ
- 3.2.13 เตาเผาสาร
- 3.2.14 เครื่องหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน รุ่น EBA 20 บริษัท HETTICH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

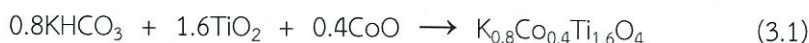
- 3.2.15 เครื่องปั่นกวนและแท่งแม่เหล็ก
- 3.2.16 ตู้ดูดควัน
- 3.2.17 ขวดบดสาร
- 3.2.18 ลูกบด
- 3.2.19 ตะแกรงร่อน
- 3.2.20 ชุดรีฟรักซ์ 250 มิลลิลิตร
- 3.2.21 ขวดรูปชมพู่ 250 และ 500 มิลลิลิตร
- 3.2.22 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่น D8 Advance ประเทศ Germany
- 3.2.23. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ยี่ห้อ LEO รุ่น LEO 1455 VP ประเทศ Germany
- 3.2.24 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR) ผลิตโดยบริษัท PerkinElmer รุ่น spectrum two
- 3.2.25 เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) ยี่ห้อ Thermo Scient รุ่น Evolution 201
- 3.2.26 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy; AFM) ผลิตโดยบริษัท Park รุ่น HDM Series, Korea
- 3.2.27 เครื่องเอกซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอน สเปกโตรสโคปี (X-ray Photoelectron Spectroscopy; XPS) ชื่อเครื่อง PHI5000VersaProbl@Ulvac-PHI, Inc, JAPAN

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 กระบวนการเตรียม $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$

สามารถเตรียมเลพิโตโครไซด์ไททานเนตได้ด้วยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (Solid state reaction) แสดงลำดับขั้นตอน ดังนี้

3.3.1.1 คำนวนการเตรียมสาร $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ซึ่งสามารถเตรียมได้ดังสมการ



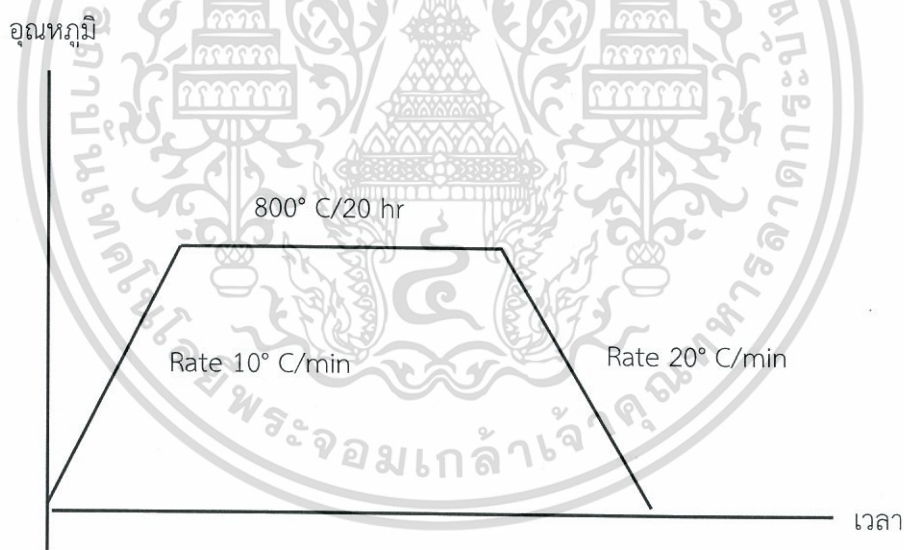
3.3.1.2 ชั่งสารตามที่คำนวณบนกระดาษพอยล์

3.3.1.3 นำสารใส่ขวดพลาสติกที่มีลูกบดเซอร์โคเนีย (Zirconia ball) บรรจุอยู่ จากนั้นเทตัวทำละลายเอทานอลลงไปจนท่วม

3.3.1.4 บดผสมโดยใช้ลูกบดด้วยกระบวนการสั่น (Vibration Mill) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.3.1.5 นำสารมากรองโดยการกรองผ่านตะแกรงผ่านลงในบีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร และใช้เอทานอล (Ethanol) ล้างลูกบดจนสะอาด
- 3.3.1.6 ใส่แท่งแม่เหล็กลงในบีกเกอร์จากนั้นนำบีกเกอร์ไปวางบนแผ่นให้ความร้อนและมีการปั่นกวนตลอดเวลาเพื่อทำการระเหยตัวทำละลายออกให้หมด เมื่อตัวทำละลายแห้ง นำตะกอนของสารที่ได้ไปอบภายในตู้อบที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน
- 3.3.1.7 นำสารที่ผ่านการอบมาทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส ต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นลดการให้ความร้อนที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้อัตราการลดอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที
- 3.3.1.8 นำสารที่ผ่านการให้ความร้อนมาบดด้วยครกบดสารแล้วนำสารใส่คูซิเบล จากนั้น นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และอัตราการลดอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ทำการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 3.1



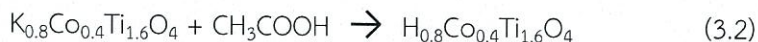
รูปที่ 3.1 กราฟแสดงการเผาแคลไซน์

- 3.3.1.9 นำสารที่ผ่านการแคลไซน์มาบดด้วยครกบดสารให้เป็นผงละเอียด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange)

เป็นปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนระหว่าง ไฮโดรเจนไอออน (H^+) ในกรดอะซิติก (CH_3COOH) กับ โพแทสเซียมไอออน (K^+) ในสารตั้งต้น $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ดังสมการที่ (3.2)



ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

3.3.2.1 ทำการชั่งโพแทสเซียมโคบอลไททาเนต ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ในปริมาณที่ต้องการใส่ใน บีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร

3.3.2.2 เติมกรดอะซิติก (1M CH_3COOH) โดยอัตราส่วนระหว่างกรดอะซิติกกับ โพแทสเซียมโคบอลไททาเนตเป็น 1 กรัม $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ต่อ 100 มิลลิลิตรของ กรดอะซิติก

3.3.2.3 นำสารละลายไปทำการปั่นกวนเป็นเวลา 3 วัน โดยแต่ละวันจะมีการเปลี่ยน สารละลายกรดอะซิติกด้วยการทิ้งให้ตกตะกอนหลังปั่นกวนและทำการเท สารละลายกรดเดิมออกจากรนั้นทำการเติมสารละลายกรดอะซิติกที่เตรียมเข้าไปใน อัตราส่วน 1 กรัม $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ต่อ 100 มิลลิลิตร CH_3COOH

3.3.2.4 ทำการกรองสารด้วยการกรองแบบลดความดัน นำสารที่ได้ทิ้งไว้ให้แห้งที่ อุณหภูมิห้อง

3.3.3 การเตรียมไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ด้วยกระบวนการเอ็กซ์โฟลิเอชัน (Exfoliation)

3.3.3.1 ชั่งสารตั้งต้น $H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ ปริมาณ 0.4 กรัม ด้วยกระดาษฟอยล์จากนั้นเทสาร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.3.3.2 เติมสารละลายเตตระเมททิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (TMAOH) เข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาณ 4.10 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตรที่มีสารตั้งต้นอยู่ภายใน

3.3.3.3 ทำการปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI Water)

3.3.3.4 นำสารละลายในข้อ 3 เทลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ทำการปิดปากขวด ให้สนิท

3.3.3.5 ทำการเขย่าสารในข้อ 4 ด้วยเครื่องเขย่า (Mechanical shaking) ด้วยความถี่ 180 รอบต่อนาที เป็นเวลา 14 วัน เพื่อให้สารละลายเกิดเป็นคอลลอยด์

3.3.3.6 เมื่อทำการเขย่าครบ 14 วันจะได้สารละลายที่เป็นคอลลอยด์ ได้สารละลายไททาเนต นาโนชีท ที่เตรียมได้จากสารตั้งต้น เลพิโดโครโซไททาเนต

3.3.4 การเตรียมไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานेट (Hydroxylated BaTiO₃; BTOH)

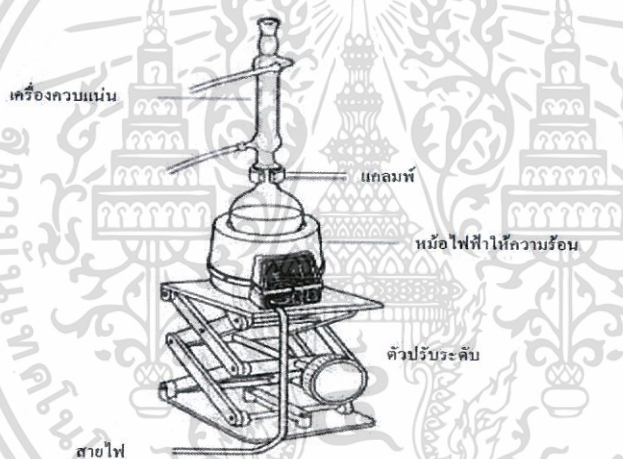
เป็นขั้นตอนการเตรียมแบเรียมไททานेट (BaTiO₃) ที่ไม่มีความเป็นประจุให้มีประจุเป็นลบ โดยการทำใหไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) ไปเกาะที่พื้นผิวของแบเรียมไททานेट (BaTiO₃)



3.3.4.1 ชั่ง BaTiO₃ 15 กรัม ด้วยกระดาษฟอยล์ จากนั้นเทลงในขวดรีฟรักซ์ก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร

3.3.4.2 เติม H₂O₂ (30 wt %) ปริมาณ 350 มิลลิลิตร ลงในขวดรีฟรักซ์ก้นกลม.

3.3.4.3 ทำการเตรียมชุดรีฟรักซ์ ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 การตั้งเครื่องรีฟรักซ์โดยการใช้เตาไฟฟ้าให้ความร้อน

3.3.4.4 ตั้งรีฟรักซ์ที่อุณหภูมิ 106 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.4.5 ทำการกรองสารหลังจากทำการรีฟรักซ์ด้วยการกรองแบบลดความดัน

3.3.4.6 ทำการอบสารที่อุณหภูมิ 80 องศาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง

3.3.5 การทำอัลตราโซนิก (Ultrasonic) ระหว่างไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททานเตต (Hydroxylate BaTiO₃; BTOH) กับโพลีไดเอซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDAC)

- 3.3.5.1 เตรียมสารละลายไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททานเตต (BTOH) ที่ความเข้มข้น 0.5 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 200 มิลลิลิตร
- 3.3.5.2 ชั่งไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททานเตต (BTOH) 0.1 กรัม ใส่ในขวดไซโน ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 3.3.5.3 ชั่งสารละลายโพลีไดเอซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDAC) 1 กรัมใส่ลงในขวดไซโนปริมาตร 250 มิลลิลิตร ในข้อ 3.3.5.2
- 3.3.5.4 เติมน้ำปราศจากไอออน (DI water) ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ลงในขวดไซโนปริมาตร 250 มิลลิลิตร
- 3.3.5.5 อัลตราโซนิก(Ultrasonic) เป็นเวลา 30 นาที

3.3.6 การตกตะกอนร่วมระหว่างแบเรียมไททานเตต (BaTiO₃) กับไททานเตตนาโนชีท (Titanate nanosheet)

ในขั้นตอนนี้เป็นการตกตะกอนระหว่างสารละลายแบเรียมไททานเตตในโพลีไดเอซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (BT/PDAC) ไททานเตตนาโนชีท (Titanate nanosheet)

- 3.3.6.1 ทำการไทเทรตระหว่างแบเรียมไททานเตตในโพลีไดเอซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (BT/PDAC) กับ ไททานเตตนาโนชีท (Titanate nanosheet)
- 3.3.6.2 ทำการกรองสารหลังการไทเทรตด้วยการกรองแบบลดความดัน และทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง
- 3.3.6.3 ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานเตตกับไททานเตต นาโนชีท (BaTiO₃/Titanate nanosheet)

3.4 การตรวจสอบสมบัติของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานเตต กับไททานเตต นาโนชีท (BaTiO₃/Titanate nanosheet)

หลังจากที่ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททานเตตกับไททานเตตนาโนชีทเรียบร้อยแล้วนั้น จะมีการนำเอาวัสดุผสมที่ได้ไปทำการตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์และสมบัติต่างๆด้วยเทคนิคดังต่อไปนี้

3.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักในการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคที่สามารถใช้ศึกษาและวิเคราะห์โครงสร้างผลึก (Crystal structure) องค์ประกอบของสารประกอบการจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสาร เมื่อยังรังสีเอ็กซ์ไปตกกระทบวัสดุหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหของรังสีเอ็กซ์สะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมที่ลำรังสีตกกระทบบนอนุภาคนั้น โดยเป็นไปตามกฎของแบร็ก (Bragg's law) ซึ่งสามารถหาระยะระหว่างระนาบได้ โดยอาศัยสมการที่ 3.4

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.4)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก $h k l$

θ คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

n คือ เลขจำนวนเต็ม ($n = 1, 2, 3, \dots$)

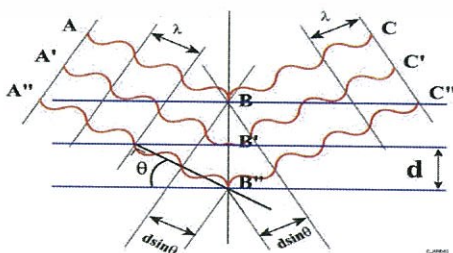
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ มีค่า 1.54056 อังสตรอม

ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้นั้น จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ และความเข้มของรังสีเอ็กซ์ จากนั้นนำข้อมูลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (Joint committee on powder Diffraction Standard) เพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง และสามารถคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ของโครงสร้างได้จากสมการที่ 3.5

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.5)$$

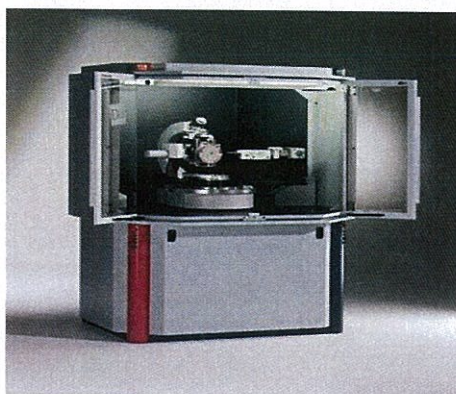
โดยที่ a คือ แลตทิซพารามิเตอร์ ซึ่งอยู่ในระนาบผลึกแบบลูกบาศก์ Cubic มีลักษณะของหน่วยเซลล์ (Unit cell) ดังนั้น $a = b = c$ และ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

$h k l$ คือ ระนาบของการเลี้ยวเบน



รูปที่ 3.3 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากระนาบของอะตอม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD)

3.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งเป็นระบบที่ภาพเกิดจากการสแกนด้วยลำอิเล็กตรอนตกกระทบชิ้นงานตัวอย่างทำให้เกิดอัตรกิริยากับอะตอมของโครงสร้างในชิ้นงาน ได้ป็นสัญญาณอิเล็กตรอน ส่วนใหญ่ทำการวัดสัญญาณอิเล็กตรอน 2 แบบ คือ สัญญาณอิเล็กตรอนจากการกระเจิงย้อนกลับ (Backscattered electron) และสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ซึ่งความแตกต่างของสัญญาณอิเล็กตรอนทั้งสองนั้นคือค่าพลังงานของอิเล็กตรอน โดยพลังงานของสัญญาณอิเล็กตรอนแบบกระเจิงย้อนกลับจะมีค่ามากกว่าพลังงานของอิเล็กตรอนแบบทุติยภูมิ ส่วนใหญ่สัญญาณอิเล็กตรอนแบบกระเจิงย้อนกลับมาจากพื้นผิวของชิ้นงานที่ระดับลึกกว่า ทำให้สัญญาณของอิเล็กตรอนแบบกระเจิงย้อนกลับมีสมบัติในการแจกแจงตำแหน่งต่ำกว่าสัญญาณอิเล็กตรอนแบบทุติยภูมิ ซึ่งการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตและไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อคุณลักษณะพื้นผิวความตื้นลึกหนาบางของวัสดุผสมนั่นเอง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 การศึกษาและวิเคราะห์เกี่ยวกับโมเลกุลของวัสดุด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

อินฟราเรดสเปกโตรสโคปีหรือ IR สเปกโตรสโคปี เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาพลังงานของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในช่วง 0.8-200 นาโนเมตร (nm) ซึ่งมีผลต่อการสั่นของพันธะภายในโมเลกุล นิยมใช้หน่วยเป็นเลขคลื่น (Wave number) ซึ่งได้จากความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นและความถี่ของคลื่นดังสมการที่ 3.6

$$\frac{\bar{\nu}}{\lambda} = 1 = \frac{\nu}{c} \quad (3.6)$$

เมื่อ ν คือ ความถี่ (รอบ/วินาที หรือ เฮิรตซ์)
 λ คือ ความยาวคลื่น (nm)
 c คือ ความเร็วแสง (2.98×10^8 เมตร/วินาที)
 $\bar{\nu}$ คือ เลขคลื่น (cm^{-1})

โมเลกุลของสารอินทรีย์ที่ประกอบด้วยอะตอมที่ยึดเกาะกันด้วยพันธะเคมี ซึ่งโดยปกติแล้วอะตอมเหล่านี้จะมีการเคลื่อนไหวหรือสั่น (Vibration) อยู่ตลอดเวลา การสั่นแบบพื้นฐานของพันธะเคมี มี 2 แบบ คือ การยืด (stretching) และการบิดงอ (bending) พลังงานในช่วง IR ระหว่าง $400\text{--}4000 \text{ cm}^{-1}$ จะมีผลต่อการสั่นของพันธะเคมีในโมเลกุลที่แตกต่างกันในแต่ละชนิด จากความแตกต่างกันของพลังงานที่มีผลต่อการสั่นของพันธะเคมี ทำให้สามารถจำแนกชนิดของหมู่ฟังก์ชันในองค์ประกอบได้ ในการเตรียมตัวอย่างนั้นทำได้โดยการนำเอาสารตัวอย่างบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) และอัดให้เป็นแผ่นบาง

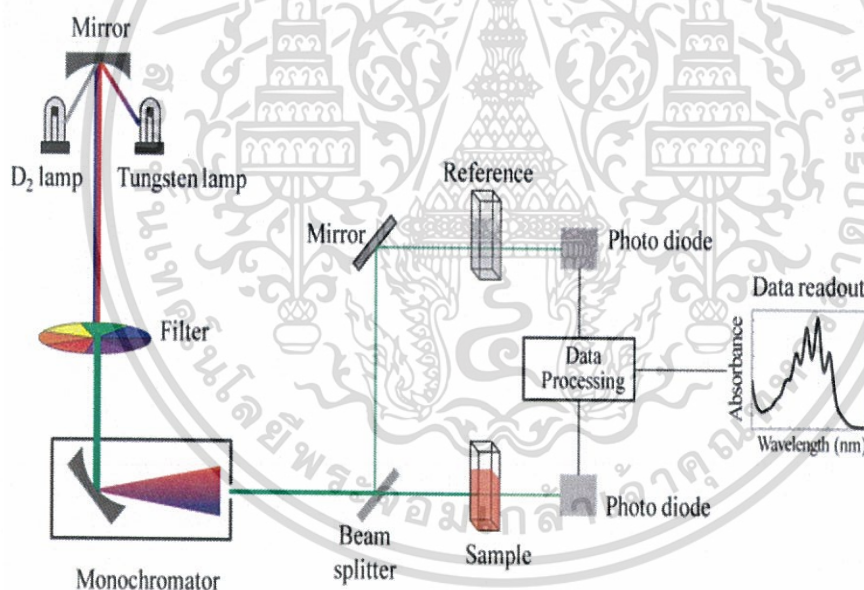


รูปที่ 3.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

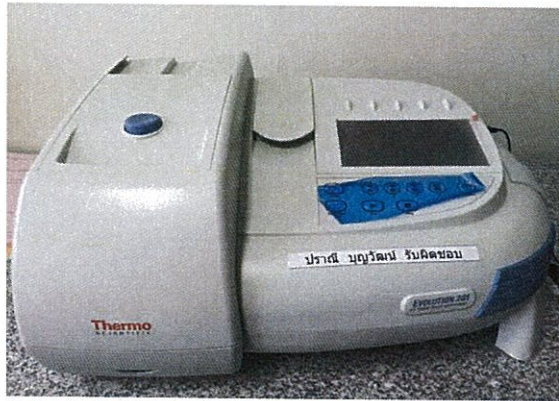
3.4.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer)

เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เป็นการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการดูดกลืนหรือทะลุผ่านของรังสีที่อยู่ในช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet, UV) ความยาวคลื่นน้อยกว่า 400 นาโนเมตรและช่วงแสงที่มองเห็น (visible) ความยาวคลื่น 400 ถึง 700 นาโนเมตร เทคนิคนี้สามารถใช้หาปริมาณของสารตัวอย่างและวิเคราะห์ชนิดของสารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีที่มีความยาวคลื่นต่างกันของสารแต่ละชนิด หลักการของเครื่องจะมีแหล่งกำเนิดแสงที่จะให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่อง จากนั้นแสงจะถูกส่งผ่านตัวเลือกแสง (mono-chromator) เมื่อได้แสงที่มีค่าความยาวคลื่นที่แน่นอนแล้ว แสงจะส่งผ่านสารตัวอย่างที่ความเข้มแสงเริ่มต้น (A_0) สารตัวอย่างจะดูดกลืนแสงช่วงหนึ่งเอาไว้และปล่อยแสงในช่วงที่ไม่ดูดกลืน (A) หรือช่วงแสงที่ผ่านออกมา (T) เข้าสู่ตัวตรวจวัด (detector) เพื่อคำนวณหาความเข้มของแสงสุดท้ายที่เหลือจากการดูดกลืนของสารตัวอย่าง รูปที่ 3.7 แสดงเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) รูปที่ 3.8 แสดงระบบการทำงานและภาพเครื่องมือ



รูปที่ 3.7 แสดงระบบการทำงานของเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.8 แสดงเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
(UV-Visible spectrophotometer)

สมบัติทางแสงอีกแบบหนึ่งที่สามารถหาจากเทคนิค UV-Visible spectrophotometer คือ การหาค่าพลังงานของช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (band gap energy, E_g) โดยวัดจากการหาช่วงความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนสูงสุด เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (absorption coefficient, α) จากสมการของ Beer-Lambert

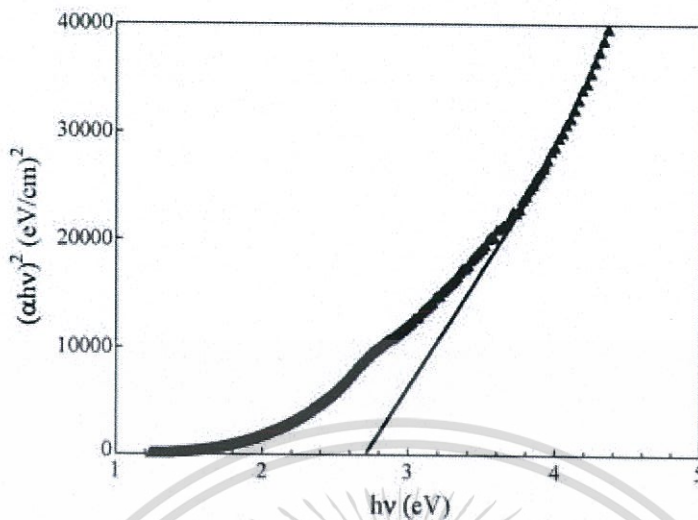
$$\alpha h\nu = B(h\nu - E_g)^n \quad (3.7)$$

$$\alpha = (2.303)A / l \quad (3.8)$$

เมื่อ	α	คือค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน
	h	คือค่าคงที่ของพลังค์ (6.626×10^{-34} J.s)
	ν	คือความถี่ของโฟตอนที่ตกกระทบ (s^{-1})
	B	คือค่าคงที่
	E_g	คือค่าช่องว่างพลังงาน (eV)
	n	คือค่าคงที่ โดย $n=1/2$ เมื่อสารที่วัดยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง $n=2$ เมื่อสารยอมให้แสงผ่านโดยอ้อม และ $n=3/2$ สารไม่สามารถดูดกลืนแสงได้
	A	คือค่าดูดกลืนแสง
	l	คือความกว้างของเซลล์ (cm)

จากนั้นทำการคำนวณ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (α) ที่ได้จากสมการที่ 3.7 แล้วทำการพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ (แกน y) กับ $h\nu$ (แกน x) จะได้กราฟดังรูปที่ 3.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



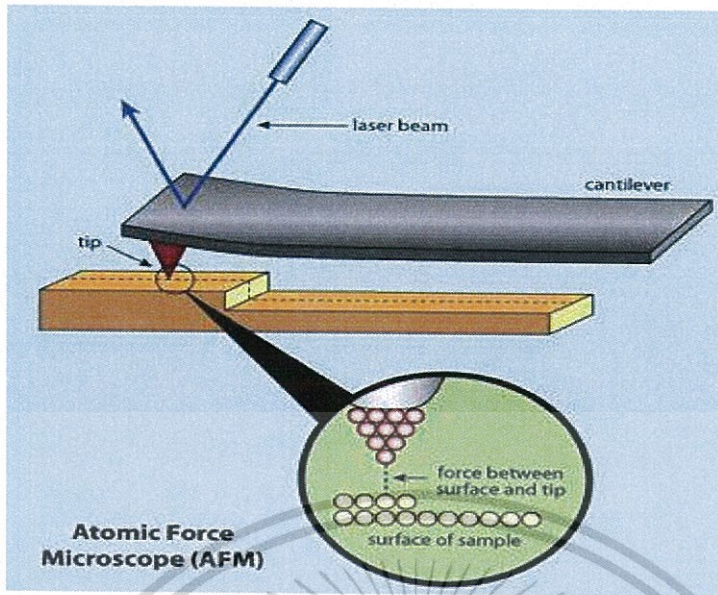
รูปที่ 3.9 กราฟแสดงการหาค่าช่องว่างของระดับพลังงาน (Energy gap; E_g)

เมื่อลากเส้นสัมผัสกับกราฟในบริเวณที่มีความชันของกราฟมีค่ามากที่สุดมาตัดกับแกน x จะทำให้ทราบถึงค่าพลังงานของช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (E_g) เมื่อวัสดุมีโครงสร้างต่างกันจะส่งผลโดยตรงต่อค่าพลังงานของช่องว่างระหว่างระดับชั้นพลังงาน ทำให้เราสามารถบอกถึงความเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างได้จากการเปลี่ยนแปลงของค่าพลังงานของช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของวัสดุแต่ละชนิด

โดยการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงนั้นทำได้โดยการนำวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยา 0.0008 กรัม กระจายตัวในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดยการทำให้วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยามีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอด้วยการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 แล้วจึงทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 900 นาโนเมตร

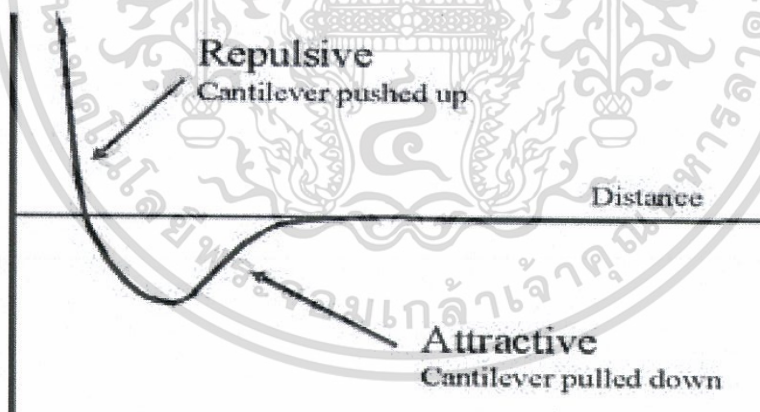
3.4.5 การตรวจวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy; AFM)

AFM เป็นเทคนิคประเภทหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy ซึ่งเป็นเทคนิคที่สามารถใช้ดูภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่างๆ ได้ โดยมีหลักการพื้นฐาน คือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็ก (Probe Tip) เคลื่อนที่แสกน (Scanning) ไปทั่วบริเวณต่างๆ ของผิววัสดุ โดยการควบคุมของตัว Piezoelectric Scanner ซึ่งสภาพผิวของวัสดุที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเข็มตรวจวัดที่แตกต่างกันไปตามสภาพพื้นผิวนั้นๆ เข็มตรวจวัดจะถูกติดต่อกับการซึ่งจะมีการโค้งงอตามที่เข็มตรวจวัดเกิดการเปลี่ยนแปลง ซึ่งการโค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้ด้วย photodetector จึงทำให้ภาพที่แสดงออกมาสอดคล้องกับสภาพผิวในแต่ละบริเวณ ดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แสดงองค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscopy ในกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม AFM

สำหรับในเทคนิคแบบ AFM ที่จะกล่าวถึงในที่นี้ สิ่งที่ทำให้คานที่มีเข็มเกาะติดอยู่เกิดการโค้งงอขึ้น ก็คือ แรงกระทำระหว่างอะตอม ซึ่งอาจจะเป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างปลายเข็ม (Tip) ดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะ ของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างอะตอมต่างๆ

AFM สามารถศึกษาได้อย่างน้อย 3 รูปแบบ (Mode) ที่สำคัญ คือ

1. Contact mode

เป็นการวัดรูปทรงสภาพผิวชิ้นงาน (Topography) โดยการขยับให้เข็มโกล (Slide) ไปบนผิวของชิ้นงานส่งผลให้เกิดแรงกระทำเกิดขึ้นในลักษณะของแรงผลัก เนื่องจากว่า เข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้

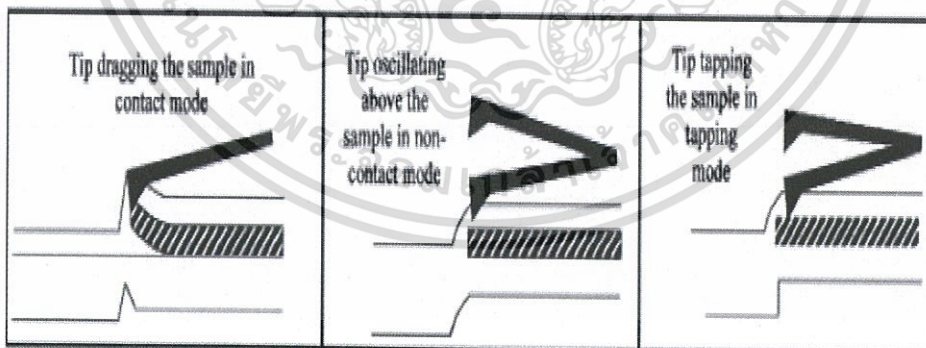
กันมาก (ประมาณ 1-2 อังสตรอม) ซึ่งแรงผลักจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของผิวชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้เกิดการโค้งงอของคานที่มีเข็มตรวจวัดยึดเกาะอยู่ โดยมีขนาดการเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะรูปทรงของผิวชิ้นงานที่ทำการตรวจวัดอยู่นั่นเอง

2. Non-Contact mode

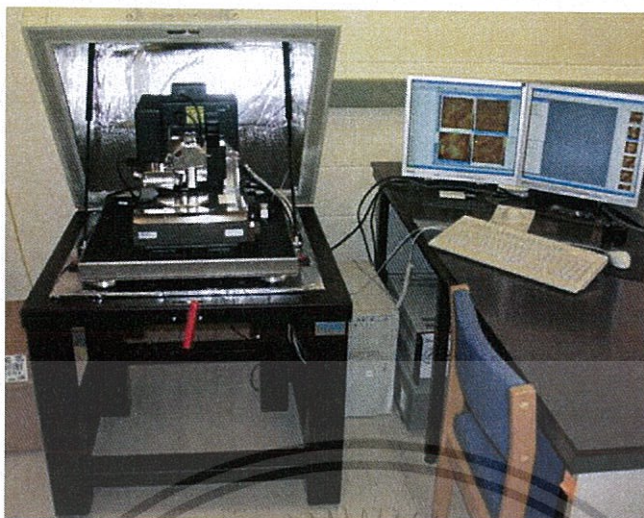
ในการวัดแบบ Contact mode นั้นทำให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนซึ่งทำให้ภาพที่แสดงออกมาเกิดความคลาดเคลื่อน หรือในกรณีที่พื้นผิวของชิ้นงานมีลักษณะขรุขระมาก มีความแตกต่างของผิวชิ้นงานมากเกินไป เช่น ความสูงต่ำของชิ้นงาน จึงทำให้การตรวจวัดไม่ประสบความสำเร็จ จึงมีการพัฒนาแบบการวัดเพิ่มขึ้นในรูปแบบของ Non-contact mode โดยการวัดในรูปแบบนี้ปลายเข็ม (Tip) จะถูกยกขึ้นให้มีระยะห่างเหนือผิวของชิ้นงานมากขึ้น ประมาณ 10-100 อังสตรอม จึงไม่มีปัญหาที่กล่าวมาในข้างต้น แรงกระทำระหว่างคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่จะเป็นแรงกระทำในลักษณะของแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงตามรูปทรงของผิวชิ้นงานเช่นเดียวกัน

3. Tapping Mode

เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดทั้งในแบบของ Contact mode และ Non-contact mode เข้ามาไว้ด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มตรวจวัดกับผิวชิ้นงานในระยะที่ใกล้กันมากเหมือนกับกรณีของ Contact mode เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะที่เดียวกันยังมีการสั่นหรือขยับเขยื้อมปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อมๆกับการเคลื่อนที่สแกนไปยังบริเวณต่างๆ บนผิวชิ้นงาน ดังนั้น จึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลของปลายเข็มตรวจวัดที่อาจทำให้เกิดการทำลายสภาพผิวงานได้



รูปที่ 3.12 แสดงภาพรูปแบบการเคลื่อนที่ของเข็มตรวจวัดกับผิวชิ้นงานที่ตรวจวัด ในรูปแบบ Contact mode (ซ้าย) Non-contact mode (กลาง) Tapping mode (ขวา)



รูปที่ 3.13 แสดงลักษณะของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy; AFM)

3.4.6 การวิเคราะห์และศึกษาสมบัติพื้นผิวของวัสดุด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

เทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) เป็นเทคนิคหนึ่งทาง spectroscopy ที่ใช้ศึกษาองค์ประกอบ (Elemental composition) สถานะทางเคมี (Chemical state) และ Electronic state ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง โดยศึกษาได้จากค่าพลังงานการเกิดพันธะ (Binding energy) ของ Photoelectron ที่ปล่อยออกมาจากอะตอมในสารตัวอย่าง

หลักการ

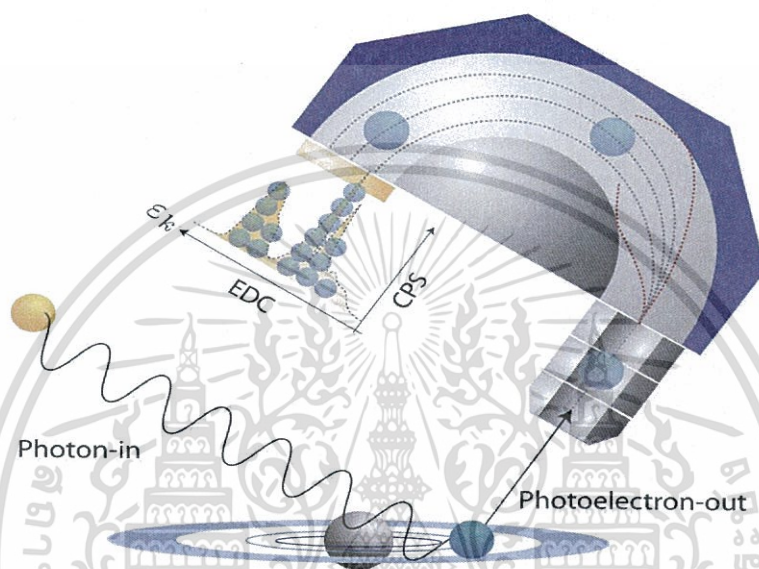
Photoelectron Emission Spectroscopy (PES) เป็นกลุ่มเทคนิคการทดลองเพื่อใช้วิเคราะห์และศึกษาคุณสมบัติบริเวณพื้นผิวของวัสดุโดยอาศัยหลักการจากปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก (Photoelectric effect)

เทคนิคการทดลองสามารถทำได้โดยฉายแสงที่มีค่าพลังงานหรือความยาวคลื่นค่าเดียว (mono-energetic) ที่โดยทั่วไปอยู่ในย่านของ UV ถึง X-ray ลงบนพื้นผิวของวัสดุหรือตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ หากแสงที่ฉายมีค่าพลังงานสูงกว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy: BE) ของอิเล็กตรอนในอะตอมที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่าง อิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นให้หลุดออกจากอะตอมและพื้นผิวของวัสดุจากปรากฏการณ์ โฟโตอิเล็กทริก อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาเรียกว่าโฟโตอิเล็กตรอน (photoelectron) ซึ่งอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกตรวจวัดค่าพลังงานจลน์

(kinetic energy:KE) ด้วยอุปกรณ์ที่เรียกว่า electron energy analyser โดยค่าพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนที่วัดได้มีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน ดังสมการ

$$KE = h\nu - BE - e\Phi$$

ในที่นี้ $h\nu$ คือค่าพลังงานของแสงที่ใช้และ $e\Phi$ คือค่า work function ของ electron energy analyser



รูปที่ 3.14 แสดงลักษณะการทำงานของเครื่องเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)

เทคนิคในกลุ่ม PES อาจสามารถแบ่งย่อยออกได้ตามค่าพลังงานของแสงที่ใช้กระตุ้นและการวิเคราะห์ พลังงานของโฟโตอิเล็กตรอน เช่น เทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) และเทคนิค Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy (ARPES)

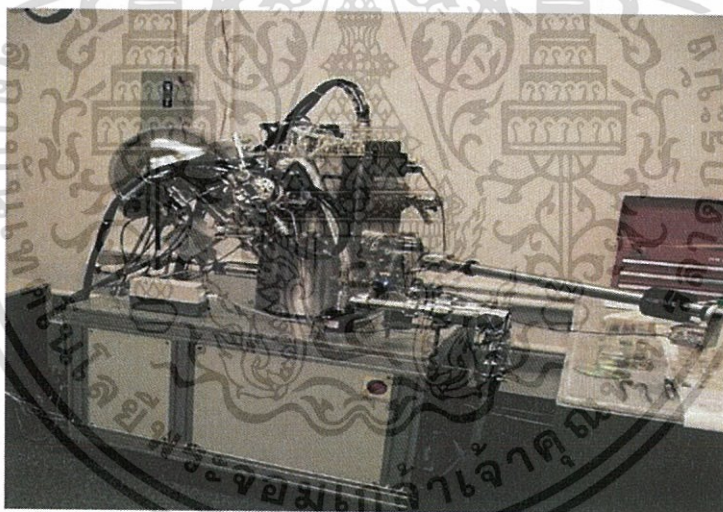
เทคนิค XPS หรือที่รู้จักกันในชื่อ Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA) ใช้แสงในย่านของ soft X-ray เพื่อการกระตุ้นให้เกิดโฟโตอิเล็กตรอนและมุ่งเน้นที่การวิเคราะห์ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนชั้นในสุด (core electron) เนื่องจากค่าพลังงานดังกล่าวเป็นค่าเฉพาะของอะตอมในแต่ละธาตุและขึ้นอยู่กับสถานะทางเคมีของอะตอมนั้น การวิเคราะห์ดังกล่าวจึงสามารถระบุชนิดและสถานะทางเคมีของธาตุที่เป็นองค์ประกอบบริเวณพื้นผิวของสารที่ต้องการวิเคราะห์ได้

เทคนิค XPS สามารถประยุกต์ใช้กับพื้นผิววัสดุหลากหลายชนิด เช่น โลหะ สารกึ่งตัวนำ เซรามิกส์ แก้ว ฟัน กระจก ผ้า ฯลฯ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อมูลและลักษณะเฉพาะของเทคนิค XPS

1. สามารถระบุชนิดของธาตุ (ตั้งแต่ Li ถึง U) ที่เป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวของวัสดุ
2. สามารถ ระบุสถานะทางเคมี (chemical state) เช่น สถานะทางออกซิเดชัน (oxidation state) หรือ พันธะทางเคมีระหว่างอะตอม ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้ ตัวอย่างเช่น สามารถระบุหรือแยก Al-metal ออกจาก Al-oxide ได้
3. สามารถระบุร้อยละที่มีอยู่ของธาตุที่สนใจเทียบกับธาตุอื่นที่เป็นองค์ประกอบ
4. เป็นเทคนิคที่วัดคุณสมบัติของสารในระดับพื้นผิว (surface sensitive) ที่ระดับ 5 – 100 อังสตรอม (Angstroms) เหมาะสำหรับสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นฟิล์มบาง
5. ไม่ทำลายคุณสมบัติของสารในการวัด
6. สามารถตรวจวิเคราะห์สารที่มีปริมาณน้อยๆ หรือความเข้มข้นต่ำในระดับร้อยละ 0.1 (parts per thousand range)
7. การทดลองทำในระบบสุญญากาศความดันต่ำกว่า 10^{-9} mbar
8. สามารถระบุการกระจายตัวของธาตุที่เป็น องค์ประกอบบนพื้นผิว การกระจายตัวของธาตุตัวด้านข้างจากการปรับตำแหน่งของการวัดและการกระจายตัวของธาตุตัวในแนวลึกจากการใช้เทคนิค depth profile



รูปที่ 3.15 แสดงลักษณะของเครื่องมือเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

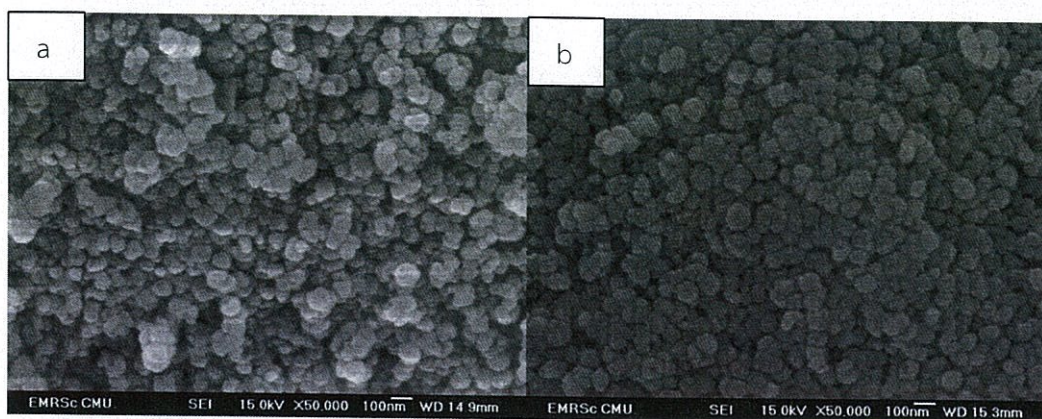
ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท (Titanate nanosheet) โดยในการนำเสนอผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง จะกล่าวถึงโครงสร้างพื้นฐาน ลักษณะทางกายภาพและการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุหลักทั้งสองชนิดนั้นคือ แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) และ ไททาเนตนาโนซีท (Titanate nanosheet) เพื่อเป็นการยืนยันว่างานวิจัยฉบับนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีทนั้นขึ้นมาได้

4.1 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของแบเรียมไททาเนต (Barium titanate; BT) และไฮดรอกซีเลตแบเรียมไททาเนต (Hydroxylate barium titanate; BTOH)

4.1.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของแบเรียมไททาเนต (Barium Titanate; BT) และไฮดรอกซีเลตแบเรียมไททาเนต (Hydroxylate Barium Titanate; BTOH) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

แบเรียมไททาเนตเป็นวัสดุหลักในโครงการพิเศษนี้โดยแบเรียมไททาเนตเป็นวัสดุตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนซีท ในขั้นตอนการเตรียมวัสดุนั้น เริ่มต้นด้วยการนำแบเรียมไททาเนต (BT) มาทำปฏิกิริยาทางความร้อน (Reflux) กับสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่อุณหภูมิ 106 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง โดยจุดประสงค์ของการทำปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เพื่อกระตุ้นให้หมู่ไฮดรอกไซด์ (OH) มาเกาะที่บริเวณพื้นผิว (Surface area) ของแบเรียมไททาเนต ซึ่งหลังจากการทำปฏิกิริยารีดิวซ์แล้วจะทำการกรองสารผลิตภัณฑ์และทำการอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำสารผลิตภัณฑ์ ไฮดรอกซีเลตแบเรียมไททาเนต (BTOH) นั้นเอง เพื่อตรวจดูและวิเคราะห์ความแตกต่างของพื้นผิวดังนั้นจึงมีการนำสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ไปทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.1

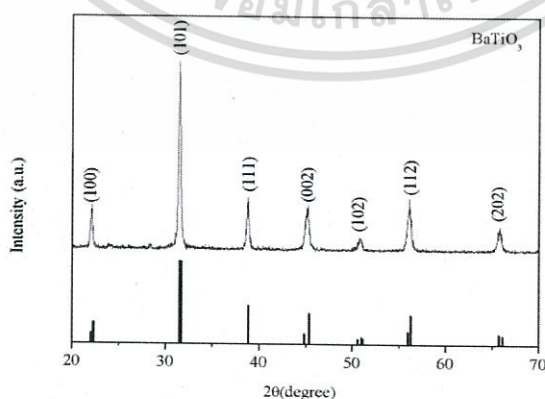


รูปที่ 4.1 แสดงภาพ SEM ของ a) แบเรียมไททานเนต (BaTiO_3) b) ไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททานเนต (Hydroxylate BaTiO_3) ที่กำลังขยาย 50,000 เท่า

จากรูปที่ 4.1 แสดงภาพ SEM ของแบเรียมไททานเนต รูปที่ 4.1a พบว่าแบเรียมไททานเนต มีลักษณะเป็นกลม โดยขนาดเฉลี่ยของอนุภาคแบเรียมไททานเนตอยู่ที่ 85-100 นาโนเมตร ในรูปที่ 4.1b แสดงภาพ SEM ของไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททานเนต โดยอนุภาคยังคงเป็นทรงกลม และขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยใกล้เคียงกับแบเรียมไททานเนต แสดงว่าแม้จะผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยาทางความร้อนกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ขนาดอนุภาคของแบเรียมไททานเนตก็ยังคงมีลักษณะเป็นทรงกลมไม่เกิดการเปลี่ยนรูปร่างของอนุภาค

4.1.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของแบเรียมไททานเนต (BaTiO_3) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy)

แบเรียมไททานเนต (BaTiO_3) ได้มีการนำไปวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค (X-ray diffraction spectroscopy; XRD) เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์และความเป็นผลึกของสาร ดังแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมไททานเนต (BaTiO_3)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

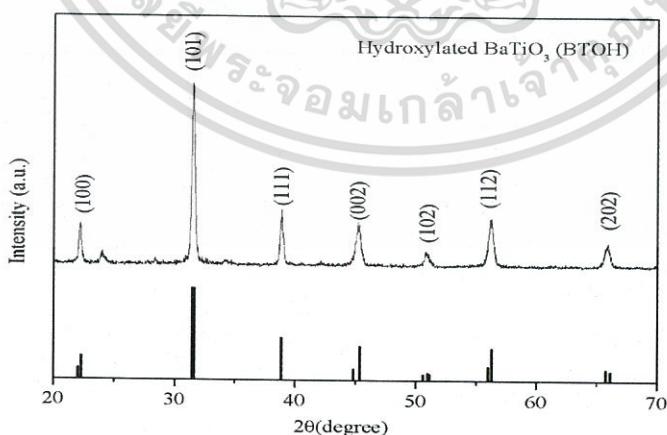
ตารางที่ 4.1 แสดงค่าการคำนวณแลททิสมิตเตอร์ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) และไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต (Hydroxylate BaTiO_3)

Composition	a(Å)	b(Å)	c(Å)	V(Å ³)	Crystalline size(nm)
BaTiO_3	4.0023	4.0023	4.0107	64.2727	90.7012
Hydroxylate BaTiO_3	3.9946	3.9946	4.0108	64.0011	88.7725

จากรูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นตำแหน่ง 2θ (degree) ในช่วง 20-70 องศา ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) ซึ่งแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (diffraction pattern) ซึ่งสามารถนำข้อมูลการเลี้ยวเบนที่ได้ไปเทียบกับมาตรฐาน JCPDS 050626 พบว่าจากข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงให้เห็นว่าแบเรียมไททาเนตมีโครงสร้างในรูปแบบของเตตระโกนอล (Tetragonal) จากข้อมูลที่ได้ในข้างต้นจึงมีการคำนวณหาค่าพารามิเตอร์ a b และ c ของโครงสร้างมีค่าเท่ากับ 4.0023 4.0023 และ 4.0122 Å ตามลำดับ ขนาดของผลึก (crystalline size) มีค่าเท่ากับ 90.7012 nm และปริมาตรของเซลล์ (Cell volume) มีค่าเท่ากับ 64.2727 Å³ ดังแสดงในตารางที่ 4.1

4.1.3 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต(BTOH) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy)

ในงานวิจัยนี้ได้มีการนำเอาแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) มาทำการรีฟรักซ์กับสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ภายใต้สภาวะทางความร้อนที่อุณหภูมิ 106 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้พื้นผิวของแบเรียมไททาเนตมีหมู่ไฮดรอกไซด์ (OH) มาเกาะอยู่ หรือที่เรียกกันว่าไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต (BTOH) นั้นเอง หลังจากผ่านกระบวนการดังกล่าวจึงมีการนำไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนตBTOH นี้ไปตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนดังแสดงในรูปที่ 4.3

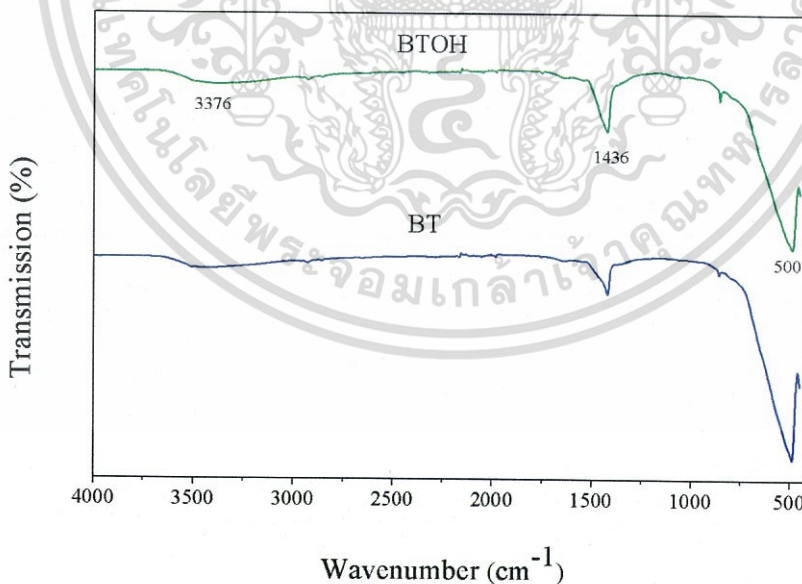


รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต (Hydroxylate BaTiO_3)

จากรูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นตำแหน่งการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ 2θ (degree) ในช่วง 20-70 องศา ของไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานเนต (BTOH) ซึ่งแสดงลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (diffraction pattern) มีรูปแบบที่คล้ายคลึงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของแบเรียมไททานเนตที่เป็นวัสดุตั้งต้น จึงสามารถนำข้อมูล การเลี้ยวเบนที่ได้ไปเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS 050626 ของแบเรียมไททานเนต พบว่าจากข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนแสดงให้เห็นว่าไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานเนต (BTOH) มีโครงสร้างในรูปแบบของเตตระโกนอล (Tetragonal) จากข้อมูลที่ได้ในช่วงต้นจึงมีการคำนวณค่าพารามิเตอร์ a b และ c ของโครงสร้างมีค่าเท่ากับ 3.9946 3.9946 และ 4.0108 Å ตามลำดับ ขนาดของผลึก (crystalline size) มีค่าเท่ากับ 88.7725 nm และ ปริมาตรของเซลล์ (Cell volume) มีค่าเท่ากับ 64.0011 \AA^3 ดังแสดงในตารางที่ 4.1

4.1.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ แบเรียมไททานเนต (BaTiO_3) และ ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานเนต (BTOH) ด้วยเทคนิค ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

แบเรียมไททานเนต (BaTiO_3) เป็นวัสดุตั้งต้นในการเตรียม ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานเนต (BTOH) โดยนำแบเรียมไททานเนต มาทำปฏิกิริยาทางความร้อนกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ด้วยกระบวนการรีฟลักซ์ (Reflux) ที่อุณหภูมิ 106 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง การทำรีฟลักซ์นั้นเพื่อต้องการให้หมู่ไฮดรอกไซด์ (OH) เข้าเกาะที่ผิวของแบเรียมไททานเนต (BaTiO_3) จากนั้นทำการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR ดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบผลของ FTIR ระหว่างแบเรียมไททานเนต (BaTiO_3 ;BT) และไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานเนต (Hydroxylate BaTiO_3 ; BTOH)

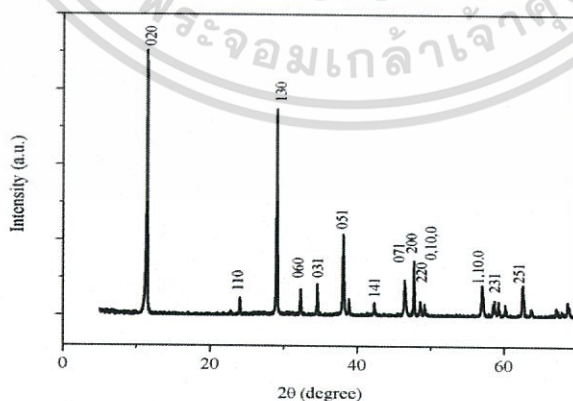
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.4 แสดงผลของการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ แบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) และ ไฮดรอกซิเลต แบเรียมไททาเนต (BTOH) ด้วยเทคนิคอินฟราเรด FTIR ปรากฏพีกที่เกิดขึ้นในช่วงเลขคลื่นประมาณ 500 cm^{-1} เป็นพีกที่เกิดจากการสั่นระหว่างไทเทเนียมกับออกซิเจน (Ti-O) ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) และในส่วนของพีกที่มีลักษณะกว้างที่เกิดขึ้นในช่วงเลขคลื่นประมาณ 3376 cm^{-1} เป็นพีกที่เกิดจากการสั่นของโมเลกุลระหว่างไฮโดรเจนกับออกซิเจน (O-H stretching) จากข้อมูลงานวิจัยของ Tao Zhou และคณะ [12] ทำการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแบเรียมไททาเนต (BT) และ ไฮดรอกซิเลต แบเรียมไททาเนต (BTOH) ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) มีพีกเกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่น 594 cm^{-1} และ 3443 cm^{-1} ซึ่งพีกดังกล่าวแสดงการสั่นของโมเลกุลระหว่างไทเทเนียมกับออกซิเจน (Ti-O) และออกซิเจนกับไฮโดรเจน (O-H stretching) ตามลำดับ จากข้อมูลงานวิจัยของ M.R.A. Bhuiyan และคณะ [18] ทำการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแบเรียมไททาเนตด้วยเทคนิค FTIR มีพีกเกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1100 cm^{-1} , 1350 cm^{-1} , 1750 cm^{-1} , 2580 cm^{-1} และ 3000 cm^{-1} ซึ่งพีกดังกล่าวแสดงการสั่นของโมเลกุล Ti-O Ti-OH และ Ba-OH ตามลำดับ และในส่วนของพีกที่มีลักษณะกว้างตั้งแต่ 2580 cm^{-1} ไปจนถึงพีกที่ 3000 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของโมเลกุลระหว่างออกซิเจนกับไฮโดรเจน (O-H stretching)

4.2 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททาเนต ($\text{K}_{0.8}\text{Co}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$) และไฮโดรเจนโคบอลต์ไททาเนต ($\text{H}_{0.8}\text{Co}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$)

4.2.1 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททาเนต ($\text{K}_{0.8}\text{Co}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy; XRD)

โพแทสเซียมโคบอลต์ไททาเนต ($\text{K}_{0.8}\text{Co}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$) ถูกนำไปวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิคนี้จะทำให้ผู้วิจัยทราบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (diffraction pattern) ซึ่งสามารถนำมาคำนวณโครงสร้างและรูปแบบผลึกของวัสดุที่ทำการวิเคราะห์ได้ รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงในรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททาเนต ($\text{K}_{0.8}\text{Co}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$)

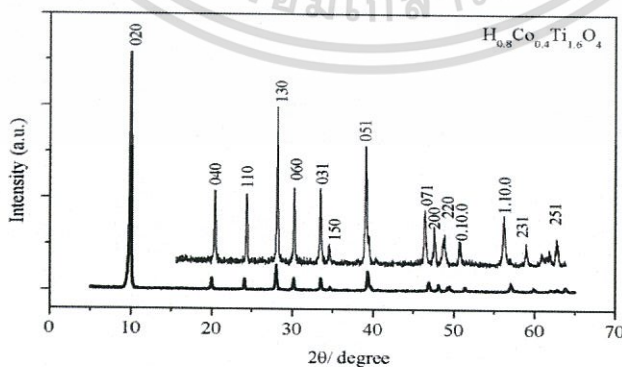
ตารางที่ 4.2 แสดงค่าการคำนวณแลททิสมิตเตอร์ของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททานेट ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) และไฮโดรเจนโคบอลต์ไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$)

Composition	a(Å)	b(Å)	c(Å)	V(Å ³)	Crystalline size(nm)
$K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	3.8239	15.6737	2.9397	42.9860	108.0107
$H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$	3.7830	17.7959	3.0003	42.9392	120.5633

จากรูปที่ 4.5 แสดงระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททานेट ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ซึ่งสอดคล้องกับระนาบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างออร์โธโรมบิก (Orthorhombic structure) โดยในงานวิจัยของ D.GROULT และคณะ [15] ได้ทำการศึกษากการสังเคราะห์ $K_x(M_yTi_{2-y})O_4$ โดยที่ M = Mg Zn Ni Cu Fe Mn และได้มีการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากรูปแบบการเลี้ยวเบนทางผู้วิจัยได้ทำการคำนวณหาโครงสร้างของ $K_{0.8}Mg_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ พบว่ามีโครงสร้างเป็น เฟสเซนเตอร์ ออร์โธโรมบิก (Face center orthorhombic structure) จากงานวิจัยที่กล่าวอ้างในข้างต้นนี้เราจึงทำการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ และ $K_{0.8}Mg_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ รูปแบบการเลี้ยวเบนมีความสอดคล้องกันแสดงว่าสารตัวอย่างเราก็มีรูปแบบโครงสร้างเป็น เฟสเซนเตอร์ ออร์โธโรมบิก (Face center orthorhombic structure) ในการคำนวณแลททิสมิต พบว่า a b และ c มีค่า 3.8239 15.6715 และ 2.9397 Å ตามลำดับ ปริมาตรเซลล์มีค่า 42.9860 Å³ ขนาดผลึกเท่ากับ 108.0107 nm ดังแสดงในตารางที่ 4.2

4.2.2 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของไฮโดรเจนโคบอลต์ไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy)

ไฮโดรเจนโคบอลต์ไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ถูกนำไปวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิคนี้จะทำให้ผู้วิจัยทราบรูปแบบการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ซึ่งสามารถนำมาคำนวณโครงสร้างและรูปแบบผลึกของวัสดุที่เราทำการวิเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 4.6



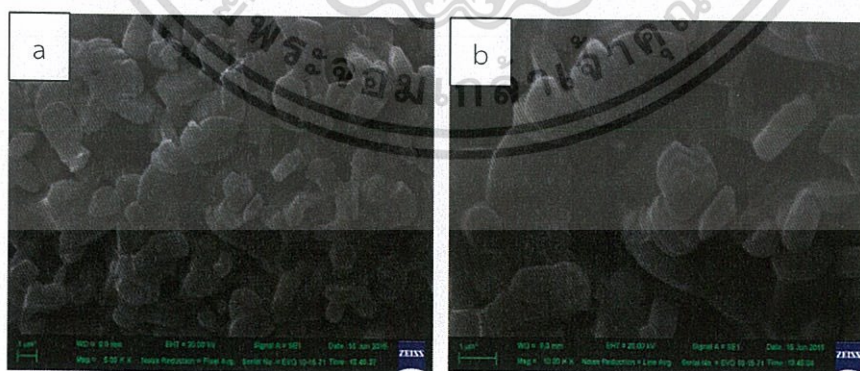
รูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไฮโดรเจนโคบอลต์ไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.6 แสดงระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไฮโดรเจนโคบอลไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ซึ่งสอดคล้องกับระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครงสร้างออร์ทอโรมบิก (Orthorhombic structure) โดยในงานวิจัยของ Tao Gao และคณะ [12] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์และวิเคราะห์โครงสร้างของ $K_x(M_yTi_{2-y})O_4$ โดยที่ $M = Ni Co Fe Mn$ และได้มีการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากรูปแบบการเลี้ยวเบนทางผู้วิจัยได้ทำการคำนวณหาโครงสร้างของ $Cs_xNi_{x/2}Ti_{2-x/2}O_4$ พบว่ามีโครงสร้างเป็น เฟสเซนเตอร์ ออร์ทอโรมบิก (Face center orthorhombic structure) จากงานวิจัยที่กล่าวอ้างในข้างต้นนี้เราจึงทำการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของไฮโดรเจนโคบอลไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) และ $Cs_xNi_{x/2}Ti_{2-x/2}O_4$ รูปแบบการเลี้ยวเบนมีความสอดคล้องกันแสดงว่าโพแทสเซียมโคบอลต์ไททานेट ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) มีรูปแบบโครงสร้างเป็น เฟสเซนเตอร์ ออร์ทอโรมบิก (Face center orthorhombic structure) ในการคำนวณแลททิซ พบว่า a b และ c มีค่า 3.7830 17.7959 และ 3.0003 Å ตามลำดับ ปริมาตรเซลล์มีค่า 42.9392 Å³ ขนาดผลึกเท่ากับ 120.5633 nm ดังแสดงในตารางที่ 4.2

4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของโพแทสเซียมโคบอลไททานेट ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

โพแทสเซียมโคบอลต์ไททานेट ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) เป็นสารประกอบในกลุ่มของไททานेटซึ่งมีการจัดเรียงในรูปแบบของเลพิโดโครไซต์ไททานेट โดยรูปแบบของเลพิโดโครไซต์ไททานะนั้น เกิดจากการฟอร์มตัวของไทเทเนียม ออกตะฮีดรอล (TiO_6 Octahedral) โดยมีแคทไอออนอยู่ระหว่างแผ่นของไทเทเนียม ออกตะฮีดรอล เพื่อดุลประจุ ส่งผลให้เลพิโดโครไซต์ ไททานेट มีลักษณะเป็นชั้นๆ ของ ไทเทเนียม ออกตะฮีดรอล ผลของการตรวจวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททานेट ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) แสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 แสดงภาพ SEM ของโพแทสเซียมโคบอลไททานेट ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ที่กำลังขยาย a) 5,000 เท่า b) 10,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.7 แสดงให้เห็นลักษณะพื้นผิวของโพแทสเซียมโคบอลต์ไททาเนต ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) จะเห็นได้ว่ามีลักษณะเป็นแผ่นเหลื่อมซ้อนกันเป็นชั้นๆ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลข้างต้นที่กล่าวไว้ว่าโครงสร้างของเลพิโดโครไซต์ ไททาเนต รวมเป็นชั้นของ ไทเทเนียม ออกตะฮีดรอล (TiO_6 Octahedral) ในโครงสร้างเลพิโดโครไซต์ไททาเนต (Lepidocrocite titanate)

4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet)

4.3.1 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

ไททาเนต นาโนชีท เตรียมได้จากสารตั้งต้นโพแทสเซียมโคบอลต์ไททาเนต ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) จากนั้นนำสารตั้งต้นไปทำปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออนกับกรดอะซิติก (Acetic acid) ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นไฮโดรเจนโคบอลต์ไททาเนต ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) นำไปทำปฏิกิริยาเอกซิฟลิเอชันกับเตตระบิวทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Tetabutyl ammonium hydroxide; TBAOH) ส่งผลให้ไททาเนต นาโนชีท ซึ่งเดิมแพ็คกันเป็นชั้นอย่างเป็นระเบียบกระจายตัวออกเป็นไททาเนต นาโนชีทแผ่นเดี่ยว ซึ่งการจัดกระจายไม่เป็นระเบียบ ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของไททาเนต นาโนชีทแสดงในรูปที่ 4.8

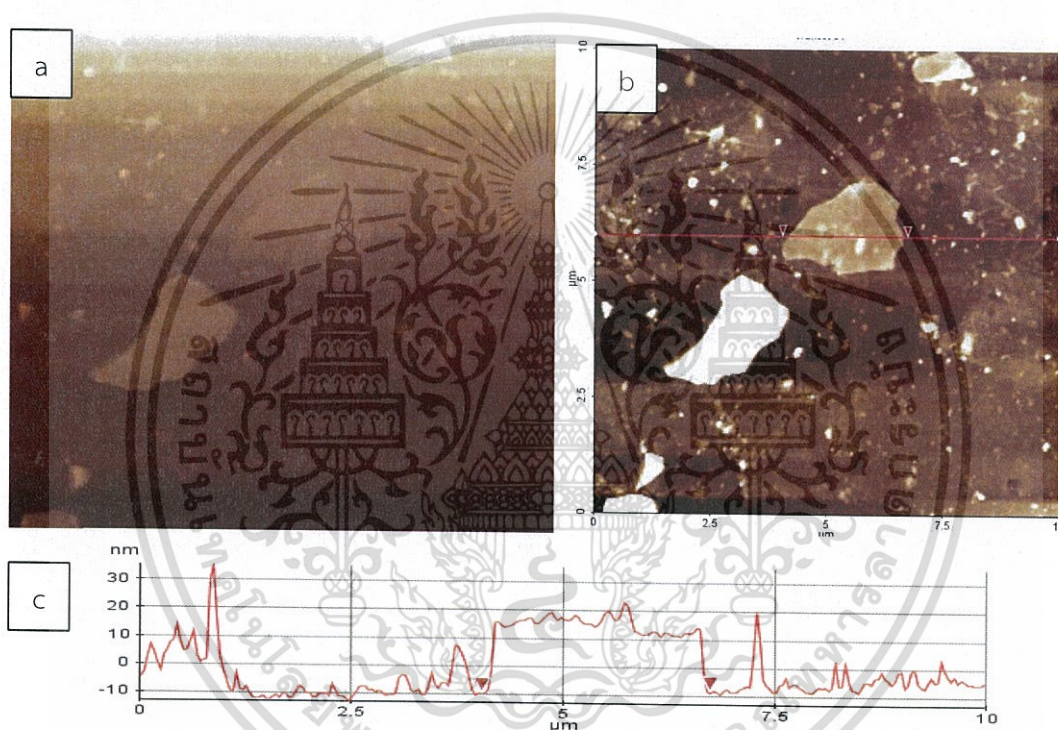


รูปที่ 4.8 แสดงภาพ SEM ของไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ที่กำลังขยาย a) 500 เท่า b) 30,000 เท่า

จากรูปที่ 4.8 แสดงภาพ SEM ของไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet) โดยในรูปที่ 4.8a แสดงภาพ SEM ที่กำลังขยาย 500 เท่า ภาพที่ได้แสดงลักษณะพื้นผิวของไททาเนตนาโนชีทมีลักษณะเป็นแผ่นบางมีรอยย่นของแผ่น ส่วนในรูปที่ 4.8b แสดงภาพ SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า โดยแสดงให้เห็นไททาเนตนาโนชีท ที่มีแนวโค้งงอและมีแนวลึกล้ำกับนาโนชีทมีการซ้อนทับกันโดยไม่ได้เป็นแผ่นเดี่ยว

4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscopy; AFM)

ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาลักษณะพื้นผิวของไททาเนตนาโนชีทด้วยเทคนิค SEM ซึ่งผลที่ได้มีข้อจำกัดในเรื่องของขนาดของไททาเนตนาโนชีท ส่งผลให้ผู้วิจัยจำเป็นต้องทำการศึกษาลักษณะพื้นผิวของไททาเนต นาโนชีท เพิ่มเติมด้วยเทคนิค AFM ซึ่งสามารถบอกขนาดที่แน่นอนของ ไททาเนต นาโนชีท โดยการตรวจวิเคราะห์นั้นได้ทำการเตรียมตัวอย่างบนแผ่นกระจก ซึ่งการเตรียมนั้นเริ่มต้นจากการนำแผ่นกระจกทำการล้างด้วยกรด จากนั้นทำการจุ่มแผ่นกระจกลงในสารละลายไททาเนตนาโนชีท ต่อด้วยทำการเป่าให้แห้งและนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM โดยภาพที่ได้แสดงในรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 แสดงภาพ AFM ของ ไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet)

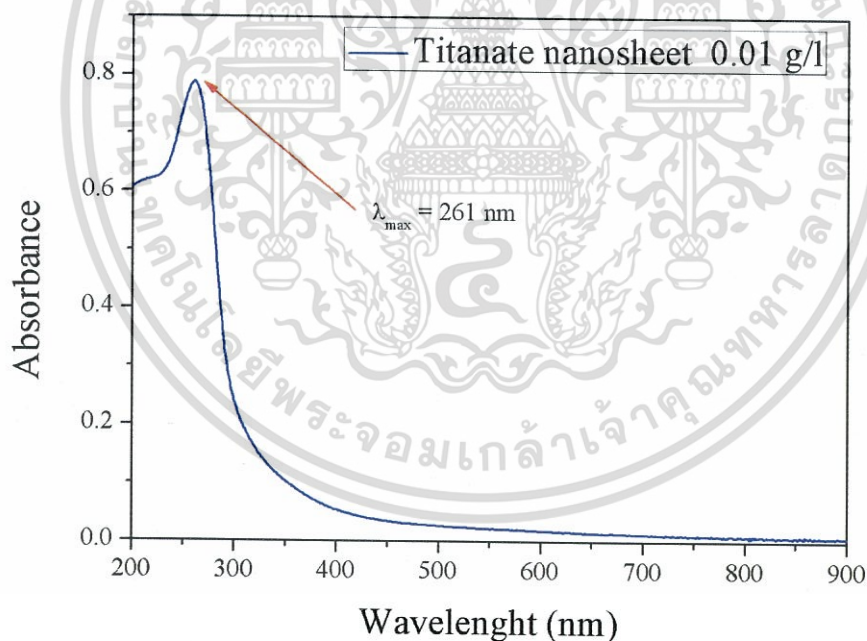
จากรูปที่ 4.9 แสดงภาพ AFM ของ ไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ซึ่งเตรียมได้จากกระบวนการ เอ็กซ์โฟลิเอชัน (Exfoliation) ภาพ 4.9a แสดงภาพไททาเนตนาโนชีทที่วิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค AFM ภาพ 4.9b แสดงไททาเนตนาโนชีทที่ทำการเทียบความหนาในแนวแกนตั้งด้วยสปีดที่สว่างแสดงถึงความลึก และสปีดที่สว่างแสดงถึงความสูงในแนวแกนตั้ง เส้นสีแดงที่ลากตัดผ่านเป็นเส้นที่ใช้คำนวณความหนาของช่วงที่ต้องการในภาพ AFM จะสังเกตเห็นจุดสามเหลี่ยมสีแดงสองจุดซึ่งใช้กำหนดช่วงที่ต้องการทราบความหนาหรือความสูง และ ความกว้างของบริเวณที่ต้องการ ภาพล่างสุดแสดงการคำนวณความสูงตามแนวแกนตั้ง ความกว้างตามแนวแกนของเส้นลากผ่านสีแดงและบริเวณที่เรากำหนด จากภาพ AFM ที่แสดงในรูปที่ 4.9 ทำให้ทราบได้ว่า ไททาเนตนาโนชีทมีความหนาประมาณ 30 nm มีความกว้างประมาณ 2.70 μm จากงานวิจัยของ L. Wang และคณะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้ทำการศึกษาลักษณะพื้นผิวของไททาเนตนาโนชีต (Titanate nanosheet) [19] ด้วยเทคนิค AFM พบว่า ความหนาของไททาเนตนาโนชีตมีค่าประมาณ 1 nm ซึ่งมีความแตกต่างกันมากเมื่อเทียบกับไททาเนต นาโนชีตที่ผู้วิจัยทำการศึกษาในงานวิจัยนี้ ซึ่งสาเหตุที่ทำให้ไททาเนตนาโนชีตมีความหนามากถึง 30 nm นั้นอาจเกิดจากการซ้อนทับกันของไททาเนต นาโนชีต (Titanate nanosheet) ส่งผลให้มีความหนาสูงมาก

4.3.3 การตรวจสอบสมบัติทางแสงของไททาเนตนาโนชีต (Titanate nanosheet) ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสง ยูวี-วิสิเบิล (UV-Vis spectrophotometer)

ไททาเนตนาโนชีต (Titanate nanosheet) เตรียมได้จากกระบวนการ เอ็กซ์โฟลิวชัน (Exfoliation) โดยเตรียมได้จากไฮโดรเจนโคบอลไททาเนต ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$) ปริมาตร 0.4 กรัม และ สารละลายเตตระบิวทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (TBAOH) ปริมาตร 4.10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปทำการเขย่าเป็นเวลา 14 วัน จะได้สารละลายสีเขียว สารละลายภายในขวดมีความเข้มข้นเท่ากับ 4 กรัมต่อลิตร ทำการปรับความเข้มข้นเป็น 0.01 กรัมต่อลิตร เพื่อทำการวัดสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค ยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.10



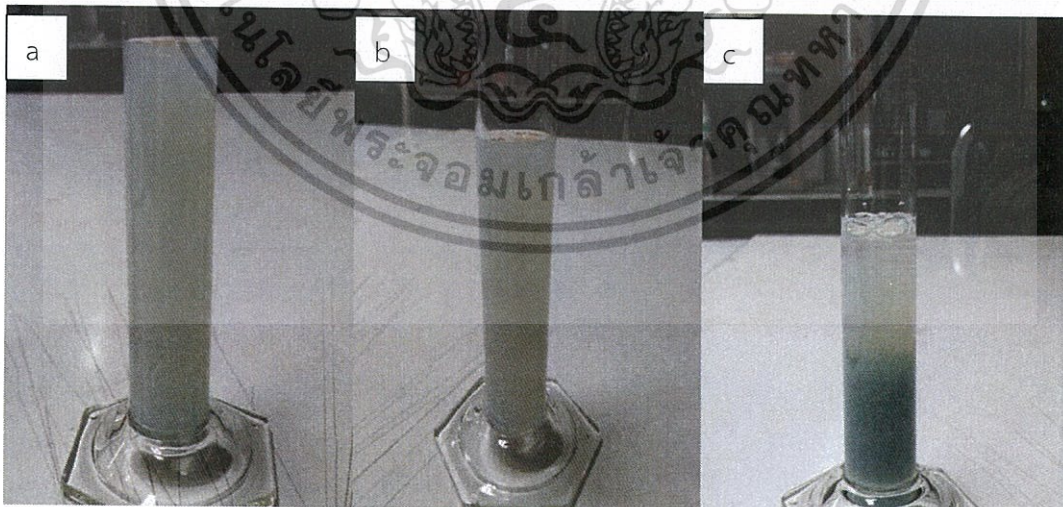
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงค่าการดูดกลืนแสง UV-Vis ของไททาเนตนาโนชีต (Titanate nanosheet)

จากรูปที่ 4.7 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวี วิสิเบิล ของไททาเนต นาโนชีต (Titanate nanosheet) ที่ตำแหน่งที่มีค่าการดูดกลืน (Absorbance) สูงสุดมีความยาวคลื่นสูงสุดเท่ากับ 261 นาโนเมตร ($\lambda_{\max} = 261 \text{ nm}$) และจากการคำนวณพลังงานในการดูดกลืน

(Energy gap ; E_g) มีค่าเท่ากับ 4.21 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) จากงานวิจัยของ L. Wang และ T. Sasaki [19] ทำการศึกษาสมบัติทางแสงของไททาเนตนาโนซีท พบว่า ที่ตำแหน่งที่มีค่าการดูดกลืน (Absorbance) สูงสุดมีค่าความยาวคลื่น (Wavelength) สูงสุด เท่ากับ 265 นาโนเมตร ($\lambda_{max} = 265 \text{ nm}$) และจากการคำนวณพลังงานในการดูดกลืนแสงมีค่าเท่ากับ 4.67 อิเล็กตรอนโวลต์ ($E_g=4.67 \text{ eV}$)

4.4 การตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์ของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท (BaTiO₃/Titanate nanosheet)

หลังจากที่ได้วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท ซึ่งได้จากการนำไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททาเนต (BTOH) ผสมกับโพลีไดเอิลลิตไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Poly(Diallyl Dimethyl Ammonium Chloride) หรือ PDAC ด้วยวิธีการอัลตราโซนิก (Ultrasonic) เป็นเวลา 30 นาที จะได้สารละลายของเหลวที่ผสมระหว่าง ไฮดรอกซีเลท แบเรียมไททาเนต กับโพลีไดเอิลลิตไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (BaTiO₃/PDAC) ซึ่งมีน้ำเป็นตัวกลางจากนั้นนำไปทำปฏิกิริยาการตกตะกอนร่วมกับไททาเนต นาโนซีท ซึ่งเป็นสารละลายที่เตรียมได้จากการนำไฮโดรเจนโคบอลต์ไททาเนต (H_{0.8}CO_{0.4}Ti_{1.6}O₄) ทำปฏิกิริยากับเตตระบิลทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (TBAOH) ด้วยการเขย่าเป็นเวลา 14 วัน หลังจากนั้นจะได้สารละลายไททาเนตนาโนซีท ซึ่งพร้อมในการตกตะกอนร่วมกับสารละลายแบเรียมไททาเนตกับโพลีไดเอิลลิตไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (BaTiO₃/PDAC) ซึ่งหลังจากการตกตะกอนได้สารผลิตภัณฑ์คือ วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท ซึ่งการตกตะกอนนั้นได้ทำการปรับอัตราส่วนความเข้มข้น ไททาเนต (Titanate) ต่อ แบเรียมไททาเนต (BT) เป็น 1:8 1:1 และ 8:1 ซึ่งอัตราส่วนความเข้มข้นที่ได้สารผลิตภัณฑ์มากที่สุดคือ 8:1 ดังแสดงในรูปที่ 4.11

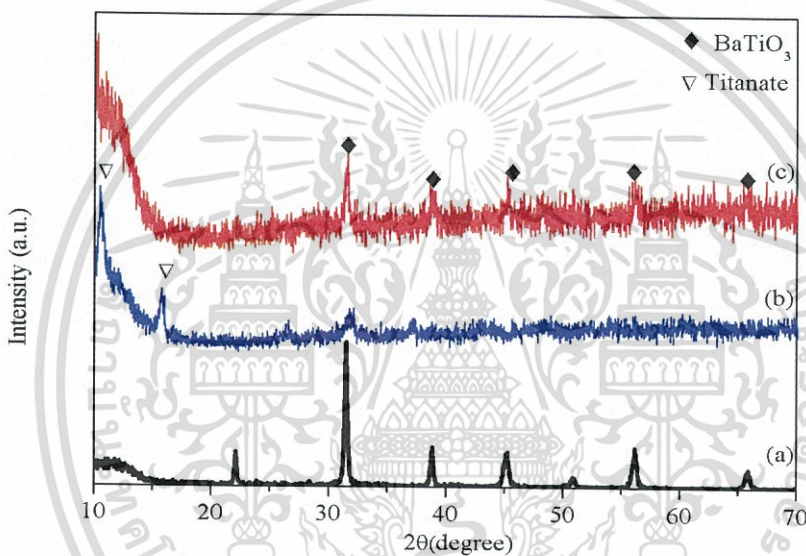


รูปที่ 4.11 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นในการตกตะกอนร่วมระหว่างไททาเนต นาโนซีท ต่อ แบเรียมไททาเนต เป็น a) 1:8 b) 1:1 c) 8:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.1 การตรวจวิเคราะห์สมบัติการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีต (BaTiO₃/Titanate nanosheet) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy; XRD)

หลังจากการเตรียมวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีต ได้สำเร็จจากนั้นก็ทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ซึ่งจะทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบกันระหว่าง แบเรียมไททาเนต (BT) กับ ไททาเนตนาโนชีต และวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีต (BaTiO₃/Titanate nanosheet) โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงในรูปที่ 4.12

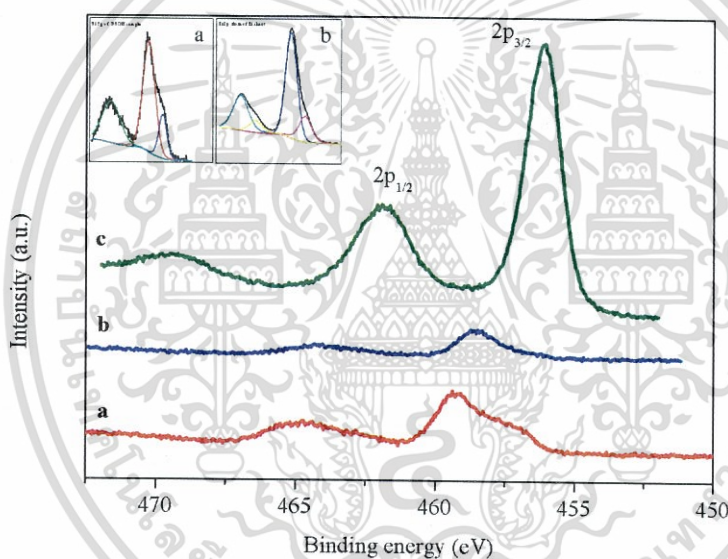


รูปที่ 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ a) แบเรียมไททาเนต (BaTiO₃) b) ไททาเนตนาโนชีต (Titanate nanosheet) c) แบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีต (BaTiO₃/Titanate nanosheet)

จากรูปที่ 4.12c ซึ่งแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีต (BaTiO₃/Titanate nanosheet) พบพีคที่ขึ้นสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของแบเรียมไททาเนตในรูป 4.12a แต่พีคไม่มีความชัดเจนนักอาจเนื่องจากการตกตะกอนของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีต เกิดการตกแบบกระจาย การฟอร์มตัวกันระหว่างสองวัสดุไม่มีความเป็นระเบียบจึงส่งผลให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ออกมาไม่ชัดเจนแสดงถึงการรวมตัวกันของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีต (BaTiO₃/Titanate nanosheet) มีความเป็นผลึกต่ำ

4.4.2 การตรวจสอบสถานะเลขออกซิเดชันของอะตอมด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอน สเปกโทรสโคปี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)

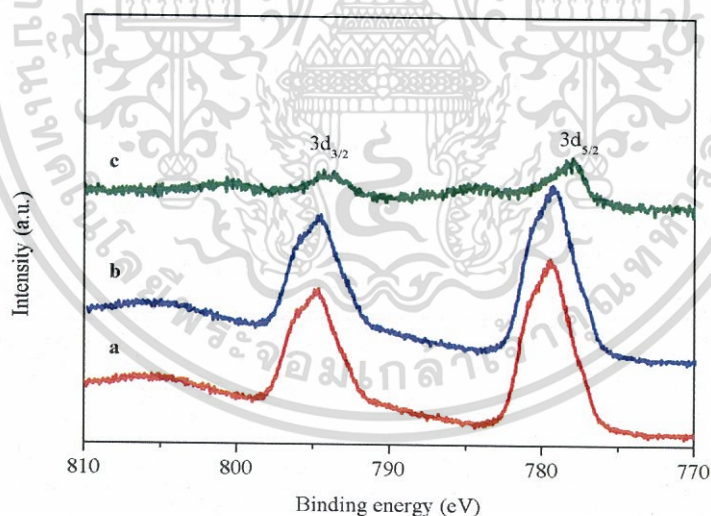
หลังจากทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีต ด้วยวิธีการตกตะกอนในอัตราส่วนโดยความเข้มข้นระหว่าง แบเรียมไททาเนต กับ ไททาเนตนาโนชีต 1 ต่อ 8 ซึ่งทำให้ได้ตะกอนที่เป็นวัสดุผสมมากที่สุด จากนั้นทำการกรองตะกอนด้วยการกรองแบบลดความดันนำตะกอนของสารที่ได้ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องและนำไปตรวจสอบสถานะเลขออกซิเดชัน (Oxidation state) ด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอน สเปกโทรสโคปี ซึ่งเป็นการศึกษาบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งการศึกษาสถานะเลขออกซิเดชันของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต และ ไททาเนตนาโนชีต จะทำการเปรียบเทียบกับวัสดุตั้งต้นประกอบด้วย ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต (Hydroxylate BaTiO_3 ; BTOH) และ ไททาเนตนาโนชีต (Titanate nanosheet) ดังแสดงในรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 แสดง XPS สเปกตรัม Ti 2p ของสารตัวอย่าง a) ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต (BTOH) b) ไททาเนตนาโนชีต c) วัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีต (BaTiO_3 /Titanate nanosheet)

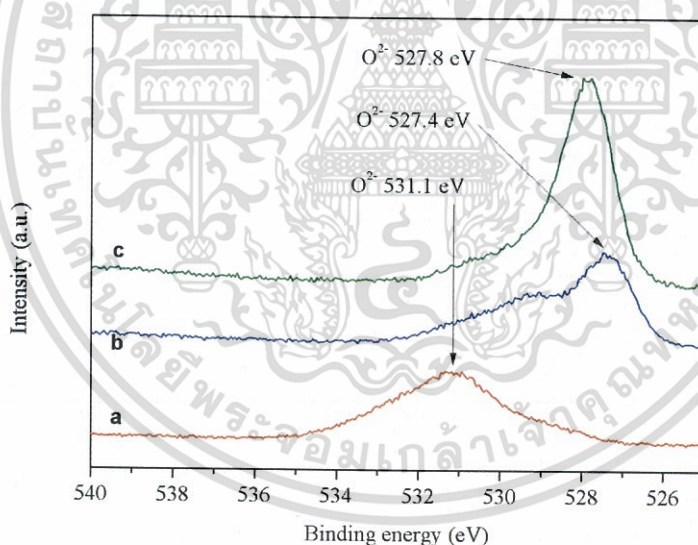
จากรูปที่ 4.13 แสดง XPS สเปกตรัมของไทเทเนียม (Ti^{4+}) ที่ระดับชั้นพลังงาน 2p ของสารตัวอย่างซึ่งประกอบด้วย ไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต (BTOH) ไททาเนต นาโนชีต และวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต กับไททาเนตนาโนชีต โดยในรูปที่ 4.13a แสดง XPS สเปกตรัม ของไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต (BTOH) ประกอบด้วย 2 พีก ที่ระดับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ประมาณ 459.2 และ 464.9 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยในพีกที่ 2p_{3/2} แสดงลักษณะของพีกออกเป็น 2 องค์กรประกอบ โดยองค์กรประกอบแรกแสดงพลังงานยึดเหนี่ยว เท่ากับ 459.2 อิเล็กตรอนโวลต์ และองค์กรประกอบที่สองแสดงพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 457.1 อิเล็กตรอนโวลต์

รูปที่ 4.13b แสดง XPS สเปกตรัม ของไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) ประกอบด้วย 2 พีค ที่ระดับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) เท่ากับ 458.6 และ 464.2 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยพีคที่ $2p_{3/2}$ แสดงลักษณะของพีคออกเป็น 2 องค์กรประกอบ โดยองค์กรประกอบแรกแสดงพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) เท่ากับ 458.6 อิเล็กตรอนโวลต์ และองค์กรประกอบที่สองแสดงพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 457.0 อิเล็กตรอนโวลต์ รูปที่ 4.13c แสดง XPS สเปกตรัม ของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต กับ ไททาเนต นาโนชีท ($BaTiO_3$ / Titanate nanosheet composite) ประกอบด้วย 2 พีค ที่ระดับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) เท่ากับ 456.1 และ 461.8 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยลักษณะของพีคแสดงพีคที่มีเพียงองค์กรประกอบเดียว จากข้อมูลงานวิจัยของ L. Srisombat และคณะ[15] ได้ทำการศึกษาระดับพลังงานยึดเหนี่ยวไทเทเนียม พบว่าที่ระดับพลังงาน $2p$ แสดงพีค 2 พีค ที่ระดับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) เท่ากับ 457.5 และ 463.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเป็นระดับพลังงานยึดเหนี่ยวของ $Ti\ 2p_{3/2}$ และ $Ti\ 2p_{1/2}$ ตามลำดับ จากข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค เอ็กซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอน สเปกโตรสโคปี (XPS) พบว่าสถานะเลขออกซิเดชันของไทเทเนียม (Ti) ที่ระดับพลังงาน $2p$ ในไฮดรอกซีเลท แบเรียมไททาเนต (BTOH) รูปที่ 4.13a เกิดการเปลี่ยนสถานะเลขออกซิเดชัน จาก Ti^{4+} เป็น Ti^{3+} และ ไททาเนต นาโนชีท รูปที่ 4.13b เกิดการเปลี่ยนสถานะเลขออกซิเดชัน จาก Ti^{4+} เป็น Ti^{3+} เช่นกัน และการศึกษาสถานะเลขออกซิเดชันของวัสดุผสมระหว่าง แบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีท สถานะเลขออกซิเดชันเปลี่ยนเป็น Ti^{3+} ซึ่งแสดงพลังงานยึดเหนี่ยวของระดับชั้นพลังงาน $Ti\ 2p_{3/2}$ อยู่ที่ประมาณ 456.1 อิเล็กตรอนโวลต์



รูปที่ 4.14 แสดง XPS สเปกตรัม Ba 3d ของสารตัวอย่าง a) แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) b) ไฮดรอกซีเลทแบเรียมไททาเนต (BTOH) c) วัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีท ($BaTiO_3$ /Titanate nanosheet)

เมื่อนำแบเรียมไททาเนต (BT) ทำปฏิกิริยาทางความร้อนกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่อุณหภูมิ 106 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ได้วัสดุผลิตภัณฑ์คือ ไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต (BTOH) จากนั้นทำการตกตะกอนร่วมกับไททาเนต นาโนชีท ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีท และทำการตรวจวิเคราะห์สถานะเลขออกซิเดชัน (Oxidation state) ของแบเรียม (Ba) ที่ระดับชั้นพลังงาน 3d ดังแสดงในรูปที่ 4.14 โดยในรูปที่ 4.14a และ 4.14b แสดง XPS สเปกตรัม ของแบเรียมไททาเนตและไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต ประกอบด้วย 2 พีก ที่ระดับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) $3d_{5/2}$ และ $3d_{3/2}$ เท่ากับ 779.4 และ 794.6 อิเล็กตรอนโวลต์ รูปที่ 4.14c แสดง XPS สเปกตรัม ของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนต กับไททาเนตนาโนชีท ประกอบด้วย 2 พีก ที่ระดับพลังงานยึดเหนี่ยว $3d_{5/2}$ และ $3d_{3/2}$ เท่ากับ 778.1 และ 794.1 อิเล็กตรอนโวลต์ จากข้อมูลงานวิจัยของ L. Srisombat และคณะ [15] ทำการศึกษาสถานะเลขออกซิเดชันด้วยเทคนิค เอ็กซ์เรย์ โฟโตอิเล็กตรอน สเปกโตรสโคปี ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) พบว่าที่ระดับชั้นพลังงาน Ba $3d_{5/2}$ และ $3d_{3/2}$ มีค่าเท่ากับ 778 และ 794 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยพีกที่ระดับชั้นพลังงานยึดเหนี่ยว $3d_{5/2}$ พีกมีลักษณะแบ่งเป็น 2 องค์ประกอบ โดยองค์ประกอบแรกที่มีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวต่ำเป็นพีกของแบเรียมในเฟสของเพอโรฟสไกต์ (Perovskite phase) ส่วนองค์ประกอบที่สองที่มีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวที่สูงกว่าเป็นพีกของแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) สถานะเลขออกซิเดชันเป็น Ba^{2+}



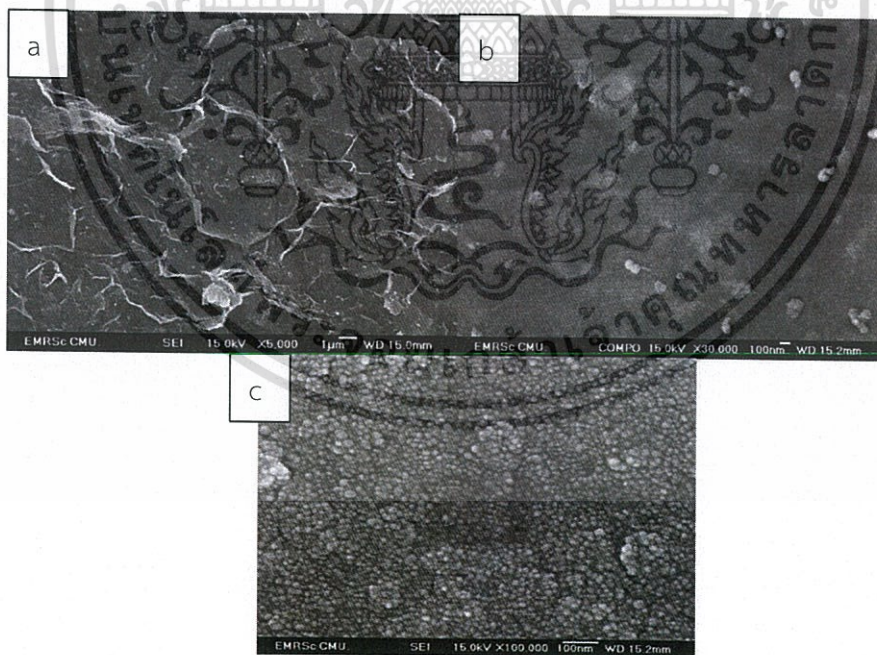
รูปที่ 4.15 แสดง XPS สเปกตรัม O 1s ของสารตัวอย่าง a) ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททาเนต (BTOH) b) ไททาเนตนาโนชีท c) วัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet)

จากรูปที่ 4.15 แสดง XPS สเปกตรัมของออกซิเจน (O^{2-}) ที่ระดับชั้นพลังงาน 1s ของไฮดรอกซิเลท แบเรียมไททาเนต (Hydroxylate BaTiO_3) ดังแสดงในรูปที่ 4.15a ซึ่งแสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 531.1 อิเล็กตรอนโวลต์ สเปกตรัม O 1s ของสารตัวอย่าง ไททาเนต นาโนชีท (Titanate nanosheet) แสดงในรูปที่ 4.15b ซึ่งแสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวมีค่าเท่ากับ 527.4

อิเล็กตรอนโวลต์ สเปกตรัม O 1s ของวัสดุผสมระหว่าง แบเรียมไททาเนต กับไททาเนต นาโนชีท (BaTiO_3 -Titanate nanosheet) ซึ่งแสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) เท่ากับ 527.8 อิเล็กตรอนโวลต์ จากข้อมูลงานวิจัยของ L. Srisombat และคณะ[15] ทำการศึกษาสถานะเลขออกซิเดชัน (Oxidation state) ของ O 1s ซึ่งลักษณะของพีคแบ่งออกเป็น 2 องค์ประกอบ ส่วนแรกแสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 529.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งสถานะเลขออกซิเดชัน (Oxidation state) ของ O^{2-} ที่อยู่ในโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ และอีกองค์ประกอบแสดงค่าพลังงานยึดเหนี่ยวเท่ากับ 531.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งสถานะเลขออกซิเดชันเป็น O^{2-} ในฟอร์มของ ออกไซด์ที่ยึดเหนี่ยวกับคาร์บอเนต (Carbonate) และโลหะที่ยึดเหนี่ยวกับหมู่คาร์บอเนต (Metal carbonate)

4.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

เมื่อทำการตกตะกอนร่วมระหว่างสารละลายแบเรียมไททาเนตในพอลิไดเอซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (BaTiO_3 /PDAC) กับไททาเนตนาโนชีท (Titanate nanosheet) ซึ่งได้สารผลิตภัณฑ์เป็น วัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet) จึงทำการตรวจวิเคราะห์และศึกษาลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนชีท ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ซึ่งลักษณะพื้นผิวของวัสดุนั้นดังแสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 แสดงภาพ SEM ของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนชีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet) ที่กำลังขยาย a) 3,000 เท่า b) 30,000 เท่า c) 100,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.16 แสดงภาพ SEM ของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท ที่กำลังขยาย 3,000 30,000 และ 100,000 เท่าตามลำดับ ซึ่งภายในภาพแสดงลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสมประกอบด้วยไททาเนต นาโนซีท (Titanate nanosheet) ที่มีลักษณะเป็นแผ่น และอนุภาคของแบเรียมไททาเนต (BaTiO_3) ที่กระจายตัว โดยวัสดุเนื้อพื้นคือ ไททาเนตนาโนซีท (Titanate nanosheet)

4.4.4 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสมแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet) ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscopy; AFM)

หลังจากที่ทำการตกตะกอนร่วมระหว่างแบเรียมไททาเนตในโพลีไคเอซิลไดเมทิลเอมโมเนียมคลอไรด์ (BaTiO_3 /PDAC) กับไททาเนตนาโนซีท (Titanate nanosheet) ซึ่งได้สารผลิตภัณฑ์เป็น วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet) จึงทำการตรวจวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของวัสดุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ด้วยเทคนิคนี้จะทำให้ได้ภาพออกมาในรูปแบบ 3 มิติ มีความหนา ความสูง ของวัสดุผสมดังแสดงในรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 แสดงภาพ AFM ของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนต นาโนซีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet)

จากรูปที่ 4.17 แสดงภาพลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท (BaTiO_3 /Titanate nanosheet) ในรูปแบบ 3 มิติ สิ่งที่แสดงให้เห็นคือภายในภาพแสดงเฟส 2 เฟส คือวัสดุที่มีลักษณะเป็นแผ่นและวัสดุที่มีลักษณะเป็นอนุภาคซึ่งการกระจายตัวอยู่ โดยวัสดุที่มีลักษณะเป็นแผ่นคือ ไททาเนต นาโนซีท ส่วนวัสดุที่เป็นอนุภาคคือ แบเรียมไททาเนต ซึ่งแยกเฟสสองเฟสชัดเจน ดังที่แสดงในรูปที่ 4.17

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีทได้สำเร็จด้วยวิธีการไทเทรตตกตะกอนซึ่งวัสดุผสมทั้งสองแยกเฟสชัดเจน

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะเลขออกซิเดชันของไทเทเนียมซึ่งเริ่มต้นเป็น Ti^{4+} ของ $K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ แต่เมื่อผ่านกระบวนการสังเคราะห์ไททาเนตนาโนซีทพบว่าสถานะเลขออกซิเดชันของ Ti^{4+} เปลี่ยนไปเป็น Ti^{3+} ในบางส่วน

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.5.1 ที่ความเข้มข้นของไททาเนต นาโนซีท (Titanate nanosheet) ต่อ แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) ที่ 8:1 ส่งผลให้เกิดการตกตะกอนของวัสดุผสมระหว่างแบเรียมไททาเนตกับไททาเนตนาโนซีท ($BaTiO_3$ /Titanate nanosheet) ในปริมาณที่มากที่สุด
- 5.5.2 การตรวจวิเคราะห์วัสดุผสมด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ รูปแบบการเลี้ยวเบนไม่ชัดเจนอาจเกิดจากการรวมตัวตกตะกอนอย่างไม่เป็นรูปแบบของไททาเนต นาโนซีท (Titanate nanosheet) และแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$)

เอกสารอ้างอิง

- [1] [Online]. http://www.tau.ac.il/phchlab/experiments_new/QCM/theory.html.
- [2] [Online]. <http://www.winnerscience.com/science/2120/>.
- [3] [Online]. http://nptel.ac.in/courses/113104005/lecture19a/19_3.htm.
- [4] [Online]. http://nptel.ac.in/courses/113104005/lecture18a/18_2.htm.
- [5] M.M. Vijatovic, J.D. Bobic, B.D. Stojanovic. 2008 “History and Challenges of Barium Titanate: Part I.” Science of Sintering.
- [6] [Online]. <http://leafcutterjohn.com/?tag=rochelle-salt> .
- [7] [Online]. <http://www.iue.tuwien.ac.at/phd/dragosits/node14.html> .
- [8] [Online]. http://www.phys.shimane-u.ac.jp/ohba_lab/English/crystal4.htm .
- [9] M. Wang, W.L. Li, Y. Feng, Y.F. Hou, T.D. Zhang, W.D. Fei, J.H. Yin. 2015. Effect of BaTiO₃ nanowires on dielectric properties and energy storage density of polyimide composite films. Ceramic International.
- [10] [Online]. <http://www.siamchemi.com>.
- [11] D. Watanabe, S. Suzuki, M Miyayama. 2009. Electrochemical Properties of Foliated Graphite / Titanate nanosheets Composites as an Anode Material for Li-ion Secondary Batteries. The Electrochemical Society.
- [12] Tao Gao, Poul Norby, Hiroshi Okamoto, Helmer Fjellvag. 2009. Syntheses, Structures, and Magnetic Properties of Nickel-Doped Lepidocrocite Titanates. American Chemical Society.
- [13] Tao Zhou, Jun-Wei Zha, Rui-Yao Cui, Ben-Hui Fan, Jin-Kai Yuan, Zhi-Min Dahg. 2011. Improving Dielectric Properties of BaTiO₃ / Ferroelectric Polymer Composites by Employing Surface Hydroxylated BaTiO₃ Nanoparticles. American Chemical Society.
- [14] จ. วุฒิกนกกาญจน์. Polymer Characterization and Analysis. คณะพลังงาน สิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี
- [15] L. Srisombat, S. Ananta, B. Singhana, T. Randall Lee, R. Yimnirun.2012. Chemical investigation of Fe³⁺/Nb⁵⁺ doped barium titanate ceramics. Ceramics International.
- [16] Takayuki Ban, Takuya Nakagawa, Yutaka Ohya.2015. Bottom-Up Synthesis of Titanate Nanosheet in Aqueous Sols and Their Morphology Change by the Addition of Organic Ligands and Dialysis. American Chemical Society.
- [17] Milen Gateshki, Seong Ju Hwang, Dae Hoon Park, Yang Ren, Valeri Petkov.2004. Structure of Exfoliated Titanate Nanosheets Determined by Atomic Pair Distribution Function Analysis. Chem.Mater.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[18] M.R.A. Bhuiyan, M.M. Alam, M.A. Momin, M.J. Uddin, M. Islam.2012. **Synthesis and Characterization of Barium Titanate (BaTiO₃) Nanoparticle**. International Journal of Material and Mechanical Engineering.

[19] Lianzhu Wang, Takayishi Sasaki. 2014. **Titanium Oxide Nanosheet: Graphene Analouges with Versatille Functionalities**. Chemical Reviews



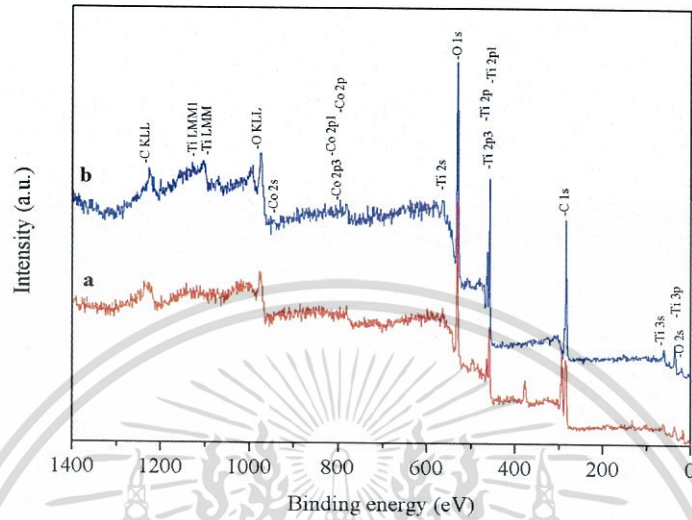
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า.
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



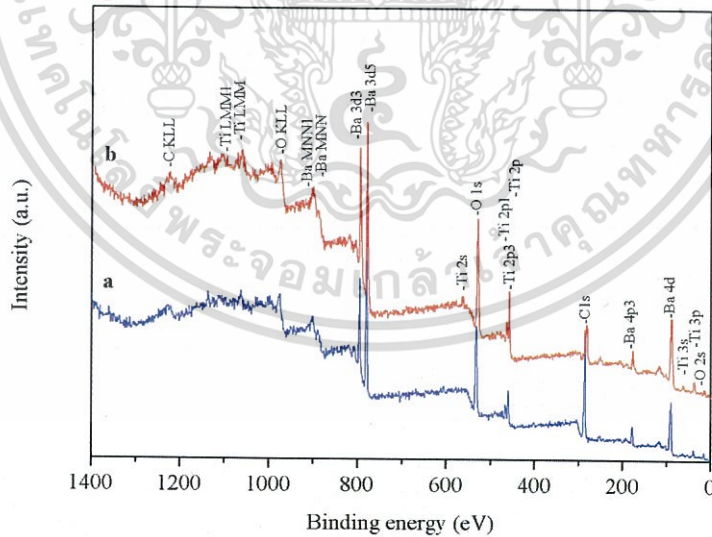
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การวิเคราะห์สถานะออกซิเดชันด้วย XPS



รูปที่ ก.1 แสดง XPS สแกนของ a) โพแทสเซียมโคบอลต์ไททานเนต ($K_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$)
b) ไฮโดรเจนโคบอลต์ไททานเนต ($H_{0.8}Co_{0.4}Ti_{1.6}O_4$)



รูปที่ ก.2 แสดง XPS สแกนของ a) แบเรียมไททานเนต ($BaTiO_3$) b) ไฮดรอกซิเลทแบเรียมไททานเนต (Hydroxylate $BaTiO_3$; BTOH)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เราสามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ โดยใช้กฎของแบรกก์ในการคำนวณดังสูตรต่อไปนี้

สูตร

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

หรือ

$$a = d \times \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

โดยที่ h, k, l คือระนาบของผลึก

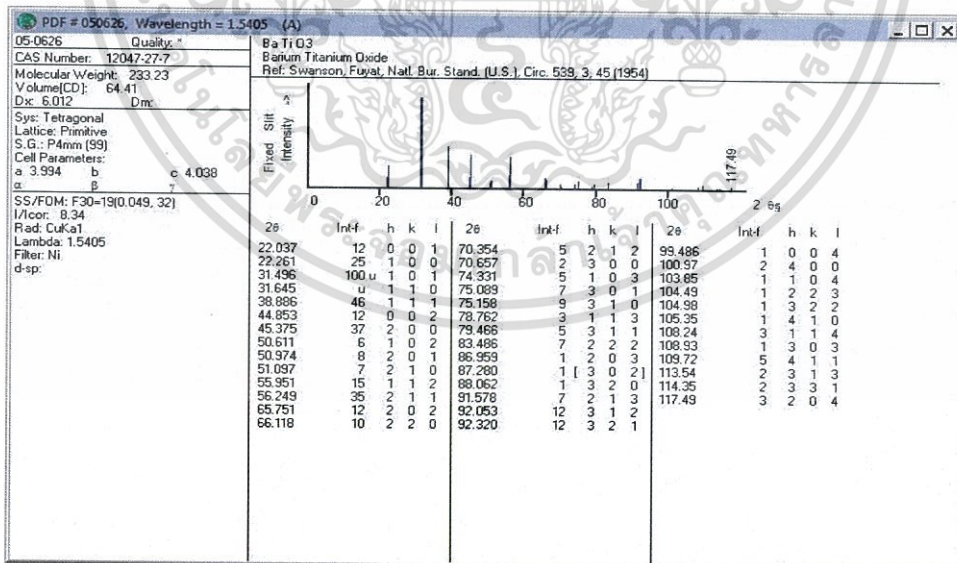
a คือ แลตทิซพารามิเตอร์ที่มีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์

d คือ ระยะระหว่างระนาบโดยใช้สมการของแบรกก์ (Bragg Law)

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta}$$

λ คือ ค่าความยาวคลื่นซึ่งเป็นค่าคงที่มีค่าเท่ากับ 1.5406 อังสตรอม

n คือ เลขจำนวนเต็มมีค่าเท่ากับ 1



รูปที่ ข.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมไททาเนต (BaTiO₃)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

การคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของไททานเตนาโนซีท

จากสูตร $\alpha h\nu = B(h\nu - E_g)^n$ (ค-1)

$$\alpha = (2.303)A/l \quad (ค-2)$$

$$\nu = c/\lambda \quad (ค-3)$$

โดยที่	α	คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน
	h	คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.626×10^{-34} J's)
	ν	คือ ความถี่ของโฟตอนที่ตกกระทบ (s^{-1})
	B	คือ ค่าคงที่
	E_g	คือ ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างระดับพลังงาน (eV)
	n	คือ ค่าคงที่ ; 1/2 เป็นการยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง หรือ 2 เป็นการยอมให้แสงผ่านโดยอ้อม หรือ 3/2 ไม่สามารถดูดกลืนแสงได้
	A	คือ ค่าดูดกลืนแสง
	l	คือ ความกว้างของเซลล์ (cm) โดยทั่วไปมีค่าเป็น 1 cm
	c	คือ ความเร็วแสง (2.98×10^8 m/s)
	λ	คือ ความยาวคลื่น (nm)

ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (E_g) ได้จากการพล็อตกราฟระหว่าง $h\nu$ (แกน x) กับ $(\alpha h\nu)^2$ โดยการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของไททานเตนาโนซีท ที่ดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่น 261 นาโนเมตรมีค่าการดูดกลืนแสง (A) 0.788535

หาค่า α โดยแทนค่าในสมการ (1) $\alpha = \frac{2.303 \times 0.788535}{1}$

$$\alpha = 1.8159$$

หาค่า ν โดยแทนค่าในสมการ (3) $\nu = \frac{(2.98 \times 10^8)}{261 \times 10^{-9}}$

$$\nu = 1.1420 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

หาค่า $h\nu$ โดยแทนค่า $h\nu = (6.626 \times 10^{-34}) \times (1.1420 \times 10^{-3})$

$$h\nu = 7.5653 \times 10^{-28} \text{ J}$$

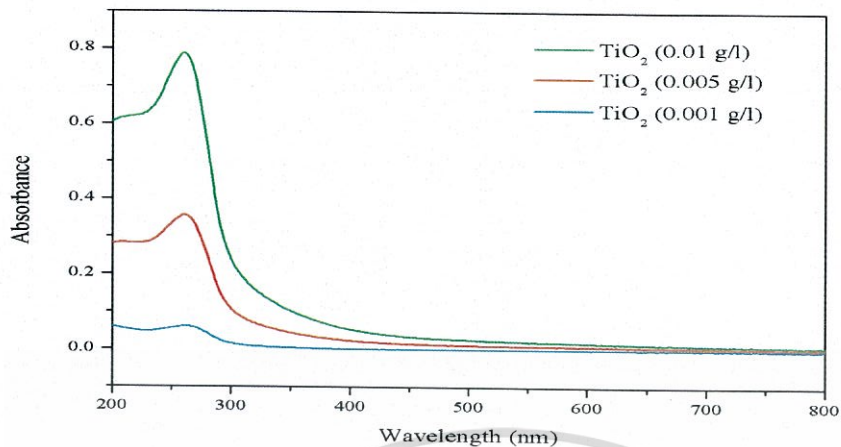
เปลี่ยนหน่วยเป็น (eV) $h\nu = \frac{7.5653 \times 10^{-28}}{1.6 \times 10^{-19}}$

$$h\nu = 4.7224 \times 10^{-9} \text{ eV}$$

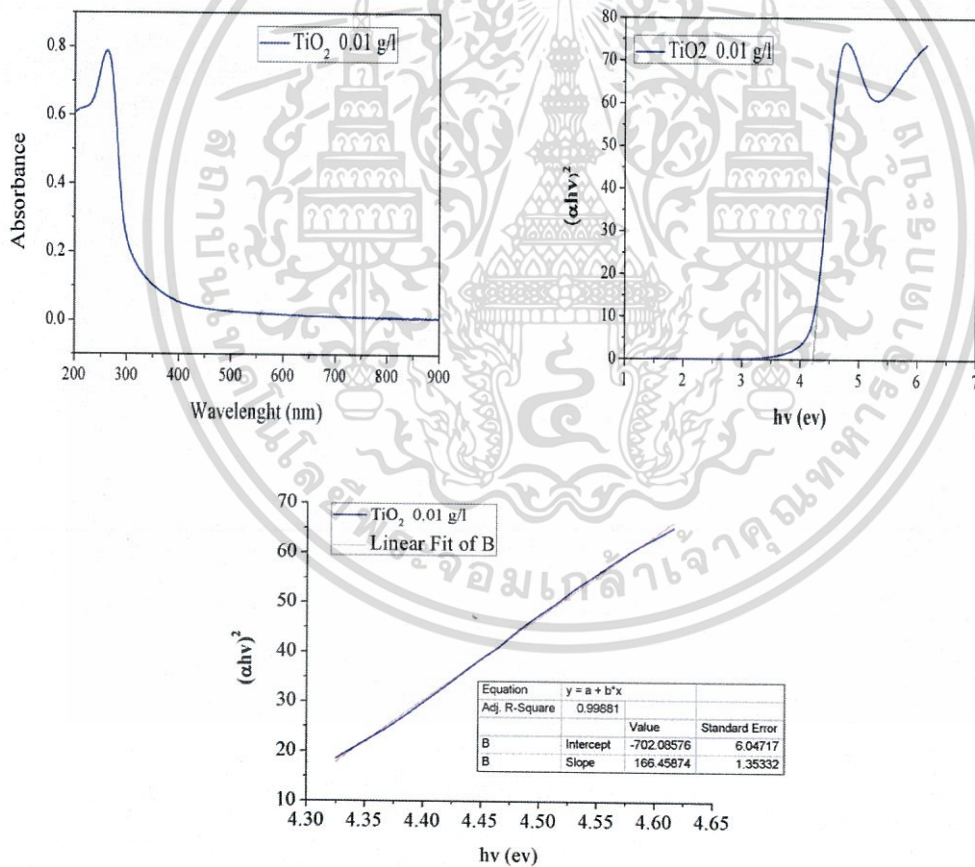
หาค่า $\alpha h\nu$ โดยแทนค่า $\alpha h\nu = 1.8159 \times (4.7224 \times 10^{-9})$

$$\alpha h\nu = 8.5754 \times 10^{-9} \text{ eV/cm}^2$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค.1 แสดงกราฟการดูดกลืน UV-Vis ของไททาเนต นาโนชีต (Titanate nanosheet)



รูปที่ ค.2 แสดงกราฟการคำนวณการดูดกลืน UV-Vis ของไททาเนต นาโนชีต (Titanate nanosheet)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้