

บทที่ 2

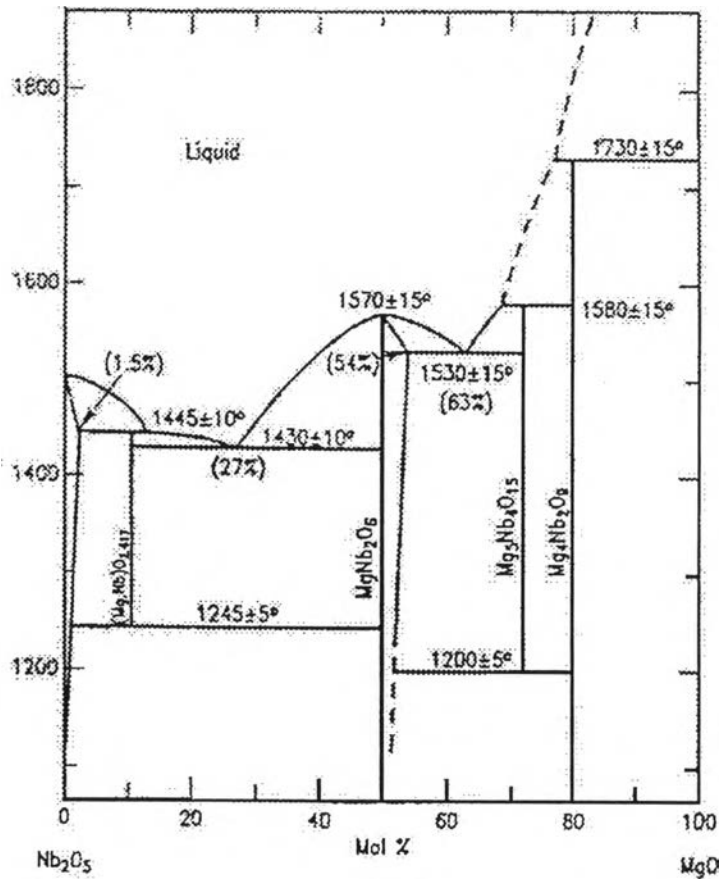
การสังเคราะห์สารแมกนีเซียมไนโอเบต

วิธีการสังเคราะห์สารเลดแมกนีเซียมไนโอเบตเพื่อให้ได้เฟสเพอร์รอฟสไกต์ในปริมาณมากที่สุดผ่านทางเซรามิกคือ วิธีคอรันดัมและวิธีคอลลัมไบท์เพราะมีการสังเคราะห์ผ่านสารตัวกลางที่ไม่เป็นโครงสร้างของไพโรคลออร์ เหตุที่วิธีสังเคราะห์ผ่านไพโรคลออร์ไม่เหมาะสมเพราะว่าไม่สามารถจะให้เฟสเพอร์รอฟสไกต์เพียงเฟสเดียว นอกจากนี้เฟสไพโรคลออร์ของสารบางชนิดยังเสถียร ส่วนวิธีการเตรียมเจลเป็นวิธีที่ดีแต่มีเทคนิคการเตรียมมากและราคาสารที่ใช้ค่อนข้างสูง ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะใช้การเตรียมด้วยวิธีคอรันดัมและวิธีคอลลัมไบท์

เมื่อมาพิจารณาถึงผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นภายหลังการทำปฏิกิริยาของแมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์ ในอัตราส่วนที่มีแมกนีเซียมออกไซด์ตั้งแต่ 50% ขึ้นไป สามารถดูจากแผนผังเฟส ดังรูป 2.1 ความเป็นไปได้ของปฏิกิริยาในการเกิดสารใหม่ได้เป็น แมกนีเซียมไนโอเบต 3 ชนิด คือ $MgNb_2O_6$ $Mg_4Nb_2O_9$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ ซึ่งที่อุณหภูมิห้องโครงสร้างของเฟสทั้ง 3 ชนิดเป็นดังตาราง 2.1 ซึ่งรวบรวมจากภาคผนวก ก. ข้อมูลของ JCPDS file no. 33-0875, 38-1459 และ 20-0681

ตาราง 2.1 โครงสร้างเฟสของแมกนีเซียม-ไนโอเบียมออกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง

เฟส	โครงสร้าง	ค่าคงที่แลตติส (นาโนเมตร)		
		a	b	c
$MgNb_2O_6$	ออร์โธโรมบิก	0.570	1.419	0.503
$Mg_4Nb_2O_9$	เฮกซะโกนอล	0.516	-	1.402
$Mg_5Nb_4O_{15}$	ออร์โธโรมบิก	1.143	1.006	1.026



รูป 2.1 แผนผังเฟสของระบบแมกนีเซียมออกไซด์-ไนโอเบียมออกไซด์

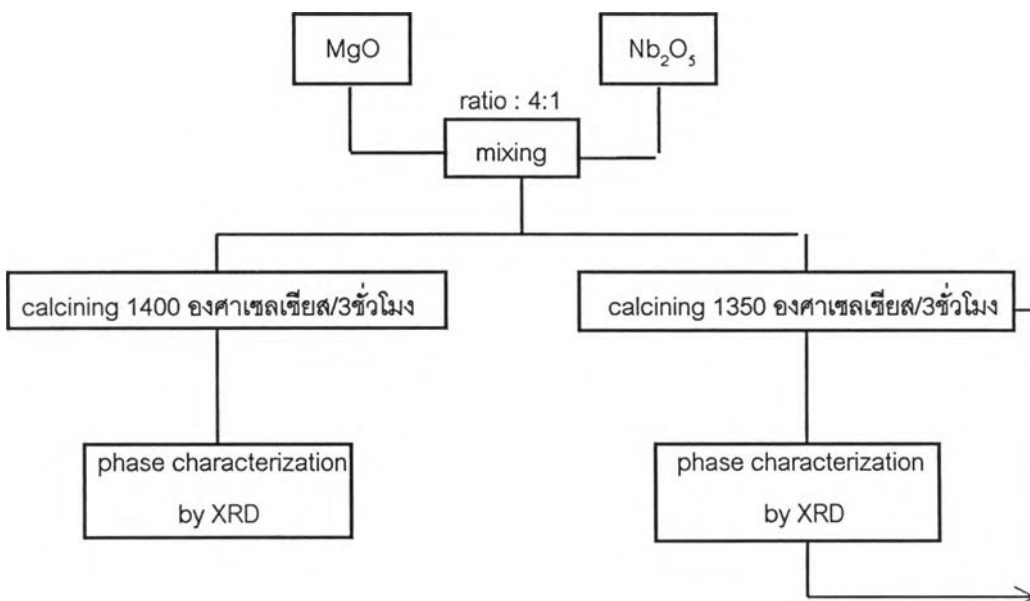
จากแผนผังเฟสผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นกับอัตราส่วนระหว่างออกไซด์ของแมกนีเซียมและไนโอเบียม กับอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยา สามารถอธิบายได้ว่าที่องค์ประกอบแมกนีเซียมออกไซด์เป็น 50% สามารถเกิดเฟส MgNb₂O₆ ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1100 องศาเซลเซียส จนกลายเป็นของเหลวที่อุณหภูมิ 1575 องศาเซลเซียส ที่องค์ประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ประมาณ 72% เฟส Mg₅Nb₄O₁₅ พบได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส จนถึง 1530 องศาเซลเซียส ส่วนเฟส Mg₄Nb₂O₉ สามารถพบได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1100 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับเฟส MgNb₂O₆ จนถึงอุณหภูมิ 1580 องศาเซลเซียส จะเกิดเป็นของเหลวบางส่วน ซึ่งมีปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์อยู่ในองค์ประกอบ 80%

2.1 การสังเคราะห์แมกนีเซียมไนโอเบตด้วยวิธีคอรันดัม

วิธีคอรันดัมเป็นวิธีหนึ่งที่สามารถใช้ในการเตรียมเป็นเลดแมกนีเซียมไนโอเบตได้ โดยการให้เกิดปฏิกิริยาผ่านสารตัวกลางที่มีโครงสร้างเป็นคอรันดัม ซึ่งก็คือเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ดังนั้นวิธีคอรันดัมจึงเป็นการเตรียมสารแมกนีเซียมไนโอเบตที่อยู่ในรูปเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ นั้นเอง

2.1.1 ขั้นตอนการเตรียมสาร

ในการเตรียมเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ถ้าสังเกตจากสูตรทางเคมีแล้วพบว่าเกิดจากสารแมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์ในอัตราส่วน 4:1 ดังนั้นจึงทำการทดลองโดยใช้ปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์เป็น 4 เท่าของไนโอเบียมออกไซด์ Joy⁽⁷⁾ ซึ่งทำการทดลองที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ได้รายงานว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ มีความเสถียรที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ดังนั้นการเตรียมสารแมกนีเซียมไนโอเบตด้วยวิธีคอรันดัมนี้จะใช้อุณหภูมิการเผาที่ 1400 องศาเซลเซียส และ 1350 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที เนื่องจากในการทดลองนี้ใช้อุณหภูมิที่สูงมากกว่า Joy ทำไว้ จึงใช้เวลาในการเผาแต่ละอุณหภูมิเพียง 3 ชั่วโมง ถ้าเห็นว่าปฏิกิริยายังไม่สมบูรณ์และสามารถเกิดเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ได้อีกจะทำการเผา 2 ครั้งที่อุณหภูมิเดิมเป็นเวลาเพิ่มอีก 3 ชั่วโมง โดยการทดลองนี้ใช้แมกนีเซียมออกไซด์ (lab grade, Fluka, assay 98%) กับไนโอเบียมออกไซด์ (reagent grade, Kanto Chemical, assay 99%) เป็นสารตั้งต้น มีขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูป 2.2



รูป 2.2 ขั้นตอนการทดลองของวิธีคอรันดัม

2.1.2 น้ำหนักที่หายไป

นำอะลูมินาครุชิลเบลเผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ก่อนใช้งาน เพื่อให้แน่ใจได้ว่าน้ำหนักที่หายไปไม่ได้เกิดจากอะลูมินาครุชิลเบล จากนั้นชั่งน้ำหนักสารที่ผ่านการบดด้วยโกร่งพร้อมครุชิลเบล นำครุชิลเบลนี้ปิดฝาไปเผาแคลไซน์ ชั่งน้ำหนักครุชิลเบลและสารหลังการเผา จากนั้นนำน้ำหนักสารก่อนการเผาและหลังการเผามาคำนวณหาร้อยละของน้ำหนักที่หายไปขณะทำการเผาดังสมการ 2.1

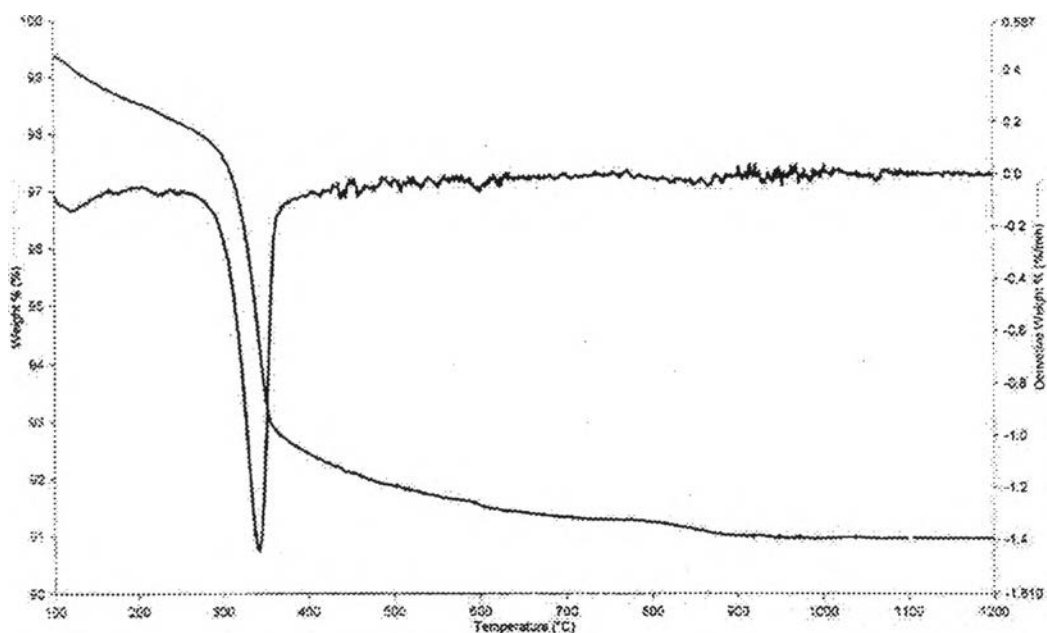
$$\text{น้ำหนักที่หายไป(\%)} = \frac{\text{น้ำหนักสารก่อนเผา} - \text{น้ำหนักสารหลังเผา}}{\text{น้ำหนักสารก่อนเผา}} * 100 \quad \dots\dots\dots(2.1)$$

ผลของการวัดน้ำหนักที่สูญหายที่ภาวะการทดลองต่างๆ แสดงดังตาราง 2.2 พบว่าน้ำหนักที่สูญหายของวิธีคอร์ันดัมมีค่าค่อนข้างคงที่คือ ประมาณ 7.7% และเพื่อให้แน่ใจว่าน้ำหนักที่หายไปของสารขณะเผาไม่ได้เกิดจากการสูญเสียไปของสารตั้งต้นจึงตรวจสอบด้วยวิธี TGA (thermal gravimetric analysis) อีกครั้งโดยใช้เครื่อง TGA Perkin elmer-7HT อุณหภูมิตั้งแต่ 50 ถึง 1200 องศาเซลเซียส และใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ผลการตรวจสอบน้ำหนักที่สูญหายด้วยวิธี TGA แสดงดังรูป 2.3 พบว่าน้ำหนักที่สูญหายประมาณ 8.4% มีค่าที่ใกล้เคียงกับที่ได้จากการทดลองจริง ซึ่งความแตกต่างของค่าการสูญเสียที่ได้จากการตรวจสอบด้วยวิธี TGA มีค่าสูงกว่าอาจเนื่องจากวิธีการที่ต่างกัน โดยวิธี TGA เป็นการวัดน้ำหนักของสารในขณะที่ทำการเผาตลอดการเผา ส่วนการวัดโดยการคำนวณจากสมการ 2.1 เป็นการชั่งน้ำหนักสารก่อนและหลังเผาอาจมีความผิดพลาดได้มากกว่าการวัดด้วยวิธี TGA เช่นจากการชั่งน้ำหนัก การปิดเศษจากการคำนวณ หรือจากการดูความชื้นของสาร เป็นต้น

ตาราง 2.2 ผลน้ำหนักที่สูญหายขณะทำการเผาที่ภาวะต่างๆของวิธีคอร์ันดัม

ภาวะการเผา	น้ำหนักที่สูญหาย (%)
1400 องศาเซลเซียส/ 3 ชั่วโมง	7.79
1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	7.76
1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง, 2 ครั้ง	7.81*

* เป็นน้ำหนักที่หายไปในช่วงการเผาแคลไซต์ทั้งหมดรวม 6 ชั่วโมง



รูป 2.3 กราฟ TGA การวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวิธีคอรันดัมที่อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 4:1

จากรูป 2.3 น้ำหนักที่มีการสูญหายไปมากที่สุดอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 350 องศาเซลเซียส ซึ่งช่วงอุณหภูมินี้เป็นช่วงการสลายโมเลกุลของน้ำในสารประกอบและการสลายตัวของสารประกอบบางชนิด จึงเป็นไปได้ที่แมกนีเซียมออกไซด์อาจดูดความชื้นในอากาศได้ ทำให้เกิดน้ำจับอยู่ในรูปของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

ในการหาปริมาณของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถพิจารณาได้จากน้ำหนักที่สูญหายไปของปฏิกิริยาการสลายน้ำจากโมเลกุลของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ดังปฏิกิริยา 2.2

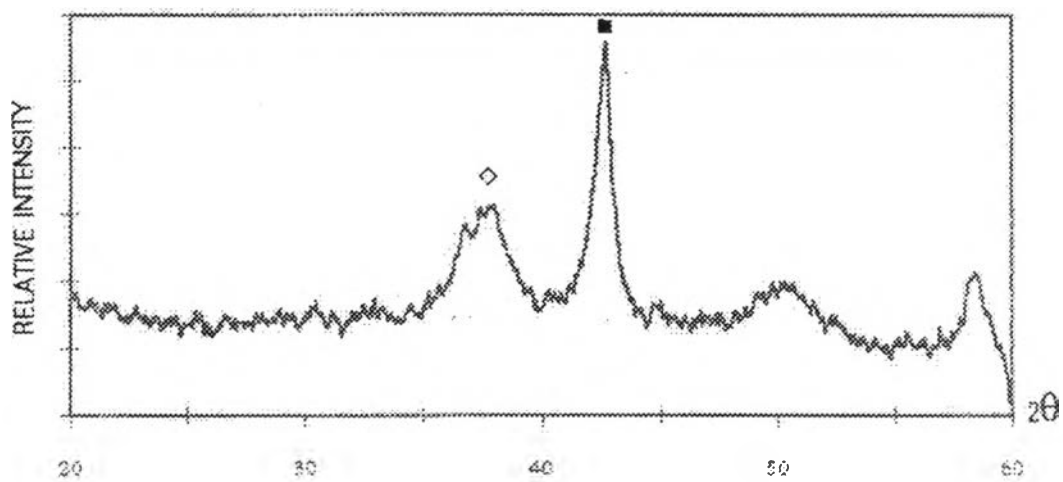


พบว่าน้ำที่สลายตัวแล้วได้แมกนีเซียมออกไซด์ในปฏิกิริยา 2.2 ทำให้น้ำหนักของสารลดลงคิดเป็น 14% ของสารตั้งต้น ดังนั้นสามารถหาปริมาณสัดส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้จากผลของกราฟ TGA โดยกำหนดให้ x แทนปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์และ y เป็นปริมาณของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดปฏิกิริยาการเตรียมวิธีคอรันต์ดังปฏิกิริยา 2.3

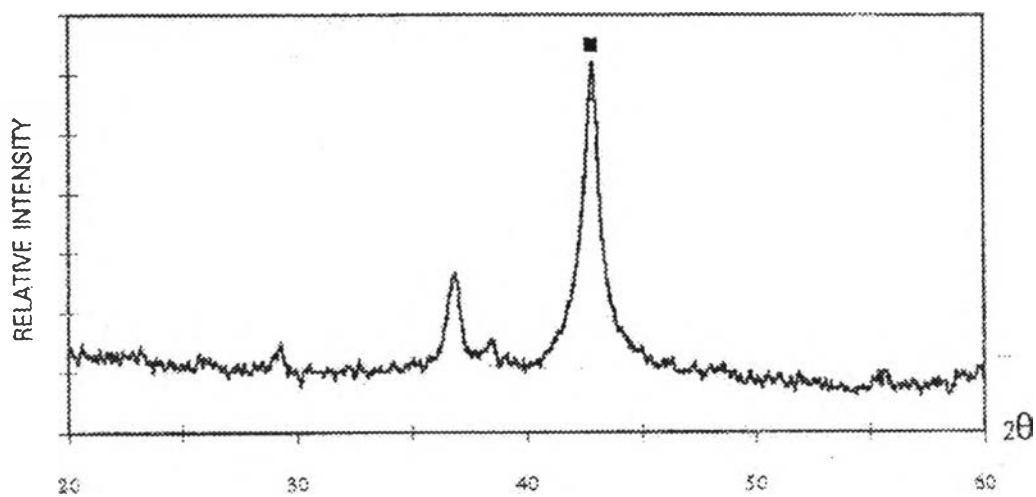


$$\text{และ} \quad x + y = 4 \quad \text{.....(2.4)}$$

ได้ผลการคำนวณของปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์และปริมาณแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่ทำให้ได้ผลกราฟ TGA มีน้ำหนักหายไป 8.4% คือปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ (x) 36.7% และปริมาณแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (y) เป็น 63.3% โดยน้ำหนัก ดังนั้นในการเตรียมด้วยวิธีคอรันต์จะมีปริมาณจำนวนโมลของแมกนีเซียมออกไซด์ที่แท้จริงในการเกิดปฏิกิริยาได้เป็น 3.3 เท่าของไนโอเบียมออกไซด์ ผลการตรวจสอบเฟสของแมกนีเซียมออกไซด์ที่ใช้เป็นวัตถุดิบของงานนี้ แสดงดังรูป 2.4 จากผลของ XRD สามารถยืนยันได้ว่าแมกนีเซียมออกไซด์ที่ใช้มีแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ปนอยู่จริง และเมื่อนำวัตถุดิบนี้ไปเผาที่ 500 องศาเซลเซียส ผลของ XRD แสดงให้เห็นเฟสของแมกนีเซียมออกไซด์เพียงเฟสเดียว เนื่องจากหมู่ไฮดรอกไซด์ (OH^-) ถูกกำจัดออกไป



ก)

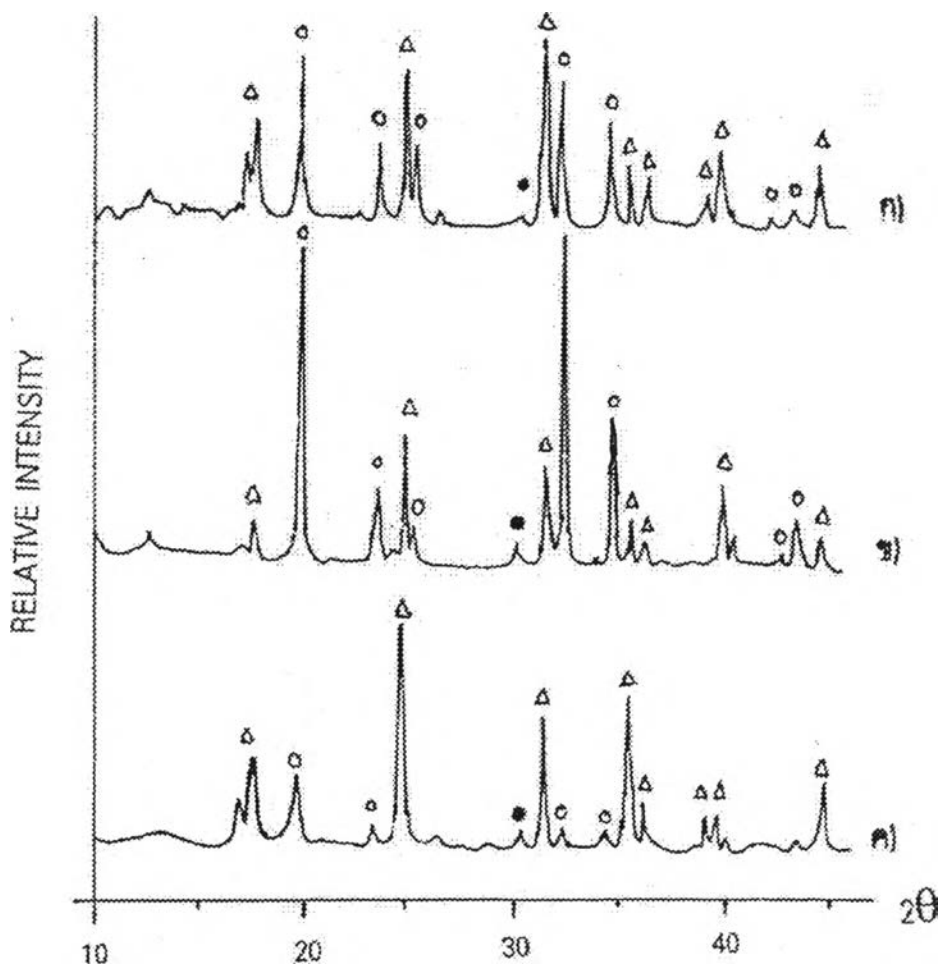


ข)

รูป 2.4 ผล XRD ของสารตั้งต้นแมกนีเซียมออกไซด์ ก)ก่อนการเผา ข)หลังการเผาที่ 500 องศาเซลเซียสนาน 1 ชั่วโมง, ■ = MgO, ◇ = Mg(OH)₂

2.1.3 การวิเคราะห์เฟสด้วย X-ray diffraction (XRD)

สารที่เตรียมได้หลังจากเผาแคลไซน์จะถูกนำไปตรวจสอบเฟสโดยวิธี x-ray powder diffraction ด้วยเครื่อง Phillips model DY1023 type PW 1730/10 โดยวัดในรูปของค่าความเข้มสัมพัทธ์ในช่วงตำแหน่ง 2θ 10 องศา ถึง 50 องศาที่ อุณหภูมิห้อง และใช้ความเร็วในการบันทึกผล 2 องศาต่อนาที แสดงดังรูป 2.5



รูป 2.5 ผล XRD ของวิธีคอรันดัมที่ภาวะการทดลองต่างๆเผาที่ ก)1400 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, ข)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, ค)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง, ● = $MgNb_2O_6$, ○ = $Mg_4Nb_2O_9$, Δ = $Mg_5Nb_4O_{15}$

ตาราง 2.3 ความเข้มสัมพัทธ์ของเฟส MgNb_2O_6 $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ Nb_2O_5 MgO และ $\text{Mg}(\text{OH})_2$

2 θ (องศา)	MgNb_2O_6 •	$\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ○	$\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ △	Nb_2O_5 □	MgO ■	$\text{Mg}(\text{OH})_2$ ◇
19.8		73				
23.7		24 ^(2θ at 23.96)		100		
24.4	55			60		
25.0	15		100	80 ^(2θ at 24.9)		
25.5				60		
30.3	100					
31.6			100	50		
32.4		100		60 ^(2θ at 32.3)		
34.7		45				
35.6			80	50 ^(2θ at 35.3)		
36.3			70	40 ^(2θ at 36.0)		
38.0						100
38.9				60		
39.5			60			
39.8			70			
42.9					100	
44.7			70			
47.6			80 ^(2θ at 47.6)	80		
50.9						55

การคำนวณปริมาณแต่ละเฟสโดยประมาณ อาจทำได้โดยการวัดพื้นที่ใต้กราฟหรือคำนวณจากความเข้มสัมพัทธ์สูงสุด (100%) ของแต่ละเฟสที่ปรากฏ ดังแสดงในตาราง 2.3

จากตาราง 2.3 แสดงตำแหน่งของ 2θ ที่ความเข้มสัมพัทธ์ของแต่ละเฟสที่มีโอกาสเกิดขึ้นในปฏิกิริยาระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์ ในกรณีของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์อาจเกิดขึ้นได้จากสารตั้งต้นที่ปนอยู่กับแมกนีเซียมออกไซด์ ดังได้กล่าวไว้ข้างต้น

การพิจารณาเฟสจะพิจารณาจากความเข้มสัมพัทธ์ 100% เป็นหลัก ถ้าตำแหน่ง 2θ ที่มีความเข้มสัมพัทธ์ 100% ของเฟสนั้นสามารถมีความเข้มสัมพัทธ์ของเฟสอื่นปนได้ ต้องพิจารณาเฟสอื่นที่เข้ามาปนนี้ด้วย ทั้งนี้เพราะความสูงของความเข้มสัมพัทธ์นี้จะเพิ่มขึ้น และมีผลทำให้การคำนวณปริมาณของเฟสแต่ละเฟสผิดพลาดได้ จากตาราง 2.3 เห็นได้ว่าเฟส MgNb_2O_6 มีความเข้มสัมพัทธ์ 100% ที่ตำแหน่ง 2θ เป็น 30.3 องศา และไม่มี ความเข้มสัมพัทธ์ของเฟสอื่นเลย ณ ตำแหน่ง 2θ นี้ การพิจารณาเฟส MgNb_2O_6 จึงสามารถพิจารณาได้ง่าย สำหรับเฟส $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ความเข้มสัมพัทธ์ 100% เกิดที่ 2θ เป็น 32.4 องศา ณ ตำแหน่งนี้ถ้ามีเฟสของไนโอเบียมออกไซด์อยู่ด้วยการพิจารณา ปริมาณเฟส $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ จากความสูงที่ 2θ เป็น 32.4 องศานี้จะได้ปริมาณที่ไม่ถูกต้อง แต่ถ้าความเข้มสัมพัทธ์ 60% ของเฟสไนโอเบียมออกไซด์ที่ 2θ เป็น 25.5 และ 38.9 องศา ไม่ปรากฏใน XRD pattern จะถือว่าไม่มีเฟสของไนโอเบียมออกไซด์ปรากฏอยู่ ณ ตำแหน่ง 2θ ที่ 32.4 และพิจารณาความสูงของตำแหน่งนี้เป็นของเฟส $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ เพียงอย่างเดียว สาเหตุที่ไม่เลือกพิจารณาความเข้มสัมพัทธ์ 100% และ 80% ของไนโอเบียมออกไซด์ เนื่องจากมีความเข้มสัมพัทธ์ของเฟส $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ และ $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ ร่วมด้วย อนึ่งจากผลกราฟการทดลอง XRD ของงานวิจัยนี้ ถ้ามีปริมาณของเฟสไนโอเบียมออกไซด์ในปริมาณน้อยมากจะไม่ปรากฏยอดกราฟให้เห็นและเฟสส่วนใหญ่เป็นแมกนีเซียมไนโอเบต 3 เฟสแรกของตาราง 2.3 เท่านั้น ดัง

นั้นการพิจารณาเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ จึงพิจารณาที่ 2θ เป็น 31.6 องศา แทนที่จะพิจารณาที่ 2θ เป็น 25.0 ทั้งนี้เพราะมีความเข้มของ $MgNb_2O_6$ เข้ามาเกี่ยวข้อง และสามารถคำนวณ ปริมาณเฟสสัมพัทธ์โดยใช้การวิเคราะห์แบบกึ่งเชิงปริมาณ (semi-quantitative analysis) ได้ดังสมการ 2.5

$$\text{ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ที่ต้องการทราบ (\%)} = 100 * I_{\text{phase}} / \sum I \quad \dots\dots\dots(2.5)$$

โดยที่ I_{phase} = ความสูงกราฟของเฟสที่ต้องการทราบ

$\sum I$ = ผลรวมความสูงกราฟของทุกเฟสที่เกิดขึ้น

ตาราง 2.4 ความสูงสัมพัทธ์ 100% ตามชนิดของเฟสที่เกิดโดยวิธีคอรันดัมตามภาวะการเผาต่างๆ

เฟส	ความสูงสัมพัทธ์ 100% ที่ภาวะการเผาต่างๆ		
	1400 องศา เซลเซียส/3ชั่วโมง	1350 องศา เซลเซียส/3ชั่วโมง	1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง 2 ครั้ง
$Mg_4Nb_2O_9$	3.50	5.50	0.56
$Mg_5Nb_4O_{15}$	3.80	1.60	3.15
$MgNb_2O_6$	0.20	0.40	0.60

จากการทดลองวิธีคอรันดัมนี้ปรากฏเฟส 3 เฟส ดังนั้นการหาปริมาณเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ จากตาราง 2.4 ที่ 1400 องศาเซลเซียสสามารถคำนวณตามสมการ 2.5 ได้ คือ ปริมาณเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เท่ากับความสูงของเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ 3.50 เซนติเมตรคูณด้วย 100หารด้วยความสูงความเข้มสัมพัทธ์ของเฟสทั้งหมดรวมกันคือ 7.6 เซนติเมตรเฉพาะที่ 100% ซึ่งได้แก่เฟส $Mg_4Nb_2O_9$, เฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และเฟส $MgNb_2O_6$ ผลการคำนวณเฟสแสดงดังตาราง 2.5

ตาราง 2.5 ปริมาณของเฟส $Mg_4Nb_2O_9$, $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ ที่ได้จากการคำนวณของวิธีคอรันดัมตามภาวะการเผาต่างๆ

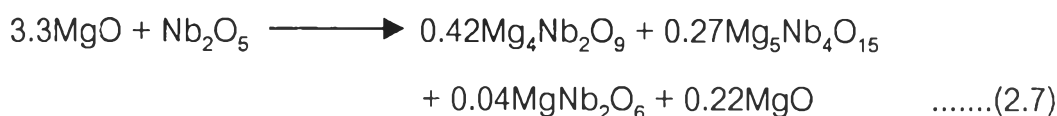
ภาวะการเผา	ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ (%) ของ		
	$Mg_4Nb_2O_9$	$Mg_5Nb_4O_{15}$	$MgNb_2O_6$
1400 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	46	51	3
1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	73	22	5
1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง, 2 ครั้ง	13	73	14

ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปรากฏเฟสทั้ง $Mg_4Nb_2O_9$, $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ พร้อมกัน ปฏิกริยาการเกิดเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ น่าจะเกิดดังปฏิกิริยา 2.6 ดังนี้



จากตาราง 2.5 ที่ภาวะการเผา 1400 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมงพบว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ มีปริมาณที่ใกล้เคียงกัน ปริมาณเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ เป็น 51% มากกว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ซึ่งมีปริมาณอยู่ 46% เล็กน้อย และปรากฏเฟส $MgNb_2O_6$ ในปริมาณประมาณ 3% เมื่อพิจารณาจากแผนผังเฟสที่ปริมาณการใช้แมกนีเซียมออกไซด์ที่เท่ากันนี้ทำให้ได้เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เพียงเฟสเดียวแต่จากการทดลองได้เฟสอื่นๆร่วมด้วย แสดงให้เห็นว่าปริมาณจำนวนโมลของแมกนีเซียมที่ใช้จริงมีน้อยกว่า 4 โมล ทำให้เกิดเฟสของ $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ ปนมากับเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ซึ่งยืนยันได้ว่ามีแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ปนเข้ามากับแมกนีเซียมออกไซด์ในวัตถุดิบของสารตั้งต้นที่ใช้ ทำให้น้ำหนักที่ใช้จริงผิดไป เนื่องจากมวลโมเลกุลของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์มีมากกว่าของแมกนีเซียมออกไซด์

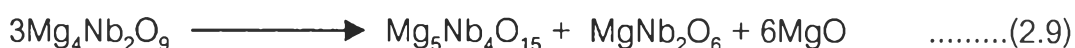
จากที่มีการคำนวณปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์จากวิธี TGA นำมาหาปริมาณการใช้ของแมกนีเซียมออกไซด์ที่แท้จริง สามารถคำนวณปฏิกิริยาการเกิดที่เป็นไปได้โดยให้สารตั้งต้นแมกนีเซียมออกไซด์ที่ใช้จริงมีปริมาณเป็น 3.3 เท่าของไนโอเบียมออกไซด์และผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากภาวะการเผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสมีปริมาณตามเฟสที่เกิดตามตาราง 2.5 แล้วปฏิกิริยาที่อาจเป็นไปได้คือ



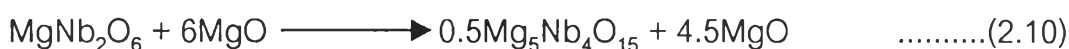
ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของภาวะการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียสคงที่ อุณหภูมินี้เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง พบ ปริมาณเฟส $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ มากที่สุดเป็น 73% เฟส $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ มีปริมาณ 22% ส่วนเฟส MgNb_2O_6 มีปริมาณ 5% เมื่อเปรียบเทียบกับ การเผาที่ 1400 องศาเซลเซียส พบว่าภาวะการเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสนี้มี ปริมาณของเฟส $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ และ MgNb_2O_6 มากกว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ส่วนปริมาณของเฟส $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ เกิดขึ้นน้อยกว่า เมื่อพิจารณาจากแผนผังเฟสที่องค์ประกอบแมกนีเซียมเป็น 77% ($\text{MgO}:\text{Nb}_2\text{O}_5=3.3:1$) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นเฟสแรกๆที่เริ่มเกิดก่อนคือ $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ และ MgNb_2O_6 และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอีกประมาณ 1200 องศาเซลเซียสจึงเริ่มเกิดเป็นเฟส $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ ดังนั้นถ้าอุณหภูมิเพิ่มจาก 1350 องศาเซลเซียสเป็น 1400 องศาเซลเซียสปริมาณการเปลี่ยนแปลงเฟสจึงน่าจะเป็นผลเดียวกับการเพิ่มอุณหภูมิจากแผนผังเฟส เป็นผลให้ ปริมาณเฟส $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$ เพิ่มขึ้น ดังปฏิกิริยา 2.8



ที่ภาวะการเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสโดยเผาสองครั้ง คงเวลาที่อุณหภูมินี้นานเพิ่มอีก 3 ชั่วโมง พบว่า ปริมาณเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ จะมีปริมาณลดน้อยลงเหลือเพียง 13% เฟส $MgNb_2O_6$ เพิ่มปริมาณขึ้นเป็น 14% ส่วนเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ เพิ่มขึ้นอย่างมากเป็น 73% เมื่อเทียบกับภาวะการเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้นาน 3 ชั่วโมง นั้นหมายความว่าอาจมีการเปลี่ยนรูปเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ บางส่วนเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ ปฏิริยาที่คาดว่าอาจเกิดขึ้นตามปฏิริยา 2.9



จากปฏิริยา 2.9 พบว่ามีแมกนีเซียมออกไซด์เกิดขึ้น แต่ไม่ปรากฏเฟสในกราฟ XRD ดังนั้นแมกนีเซียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นน่าจะเกิดปฏิริยาต่อกับเฟส $MgNb_2O_6$ ให้เกิดเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ดังปฏิริยา 2.10



นำปฏิริยา 2.10 แทนในปฏิริยา 2.9 ได้ปฏิริยาการเปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มเวลาการเผาดังปฏิริยา 2.11



ปฏิริยา 2.11 เมื่อเปรียบเทียบกับปฏิริยา 2.9 แล้ว จะเห็นได้ว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ 3 โมล ทำให้เกิดเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ เพิ่มขึ้น และปฏิริยา 2.10 ไม่ได้เกิดอย่างสมบูรณ์ดังนั้นจึงมีปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ เหลืออยู่เล็กน้อย

จากการทดลองด้วยวิธีคอรัลด์มแสดงให้เห็นว่า เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เกิดได้ดีที่ภาวะอุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้แค่การเผาประมาณ 3 ชั่วโมงจะทำให้ได้เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ มากที่สุด สำหรับภาวะการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียสเมื่อใช้เวลาในการเผาแ่มมากขึ้นจะทำให้ปริมาณเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ มากขึ้น สรุปผลของการเตรียมด้วยวิธีคอรัลด์มได้ดังนี้

1. ภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง พบเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ มีปริมาณมากที่สุดและเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ มีปริมาณลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับภาวะการเผาที่ 1400 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนแปลงเฟสจึงน่าจะมีการเปลี่ยนแปลงจากเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เปลี่ยนเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ได้เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น ตามแผนผังเฟส

2. ภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียส 2 ครั้ง คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลานานครั้งละ 3 ชั่วโมง เสมือนเป็นการใช้เวลากการเผานานขึ้น ทำให้เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ลดปริมาณลง ซึ่งอาจเป็นไปได้ว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เกิดการสลายตัวให้ $Mg_5Nb_4O_{15}$ ได้เมื่อเวลาการเผานานขึ้น

3. ภาวะการเผา 1400 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปรากฏเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน การพบเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ แสดงถึงมีการลดสัดส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์กับไนโอเบียมออกไซด์เพราะเฟสทั้งสองมีอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์น้อยกว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$

2.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมไนโอเบตด้วยวิธีคอลลัมไบท์

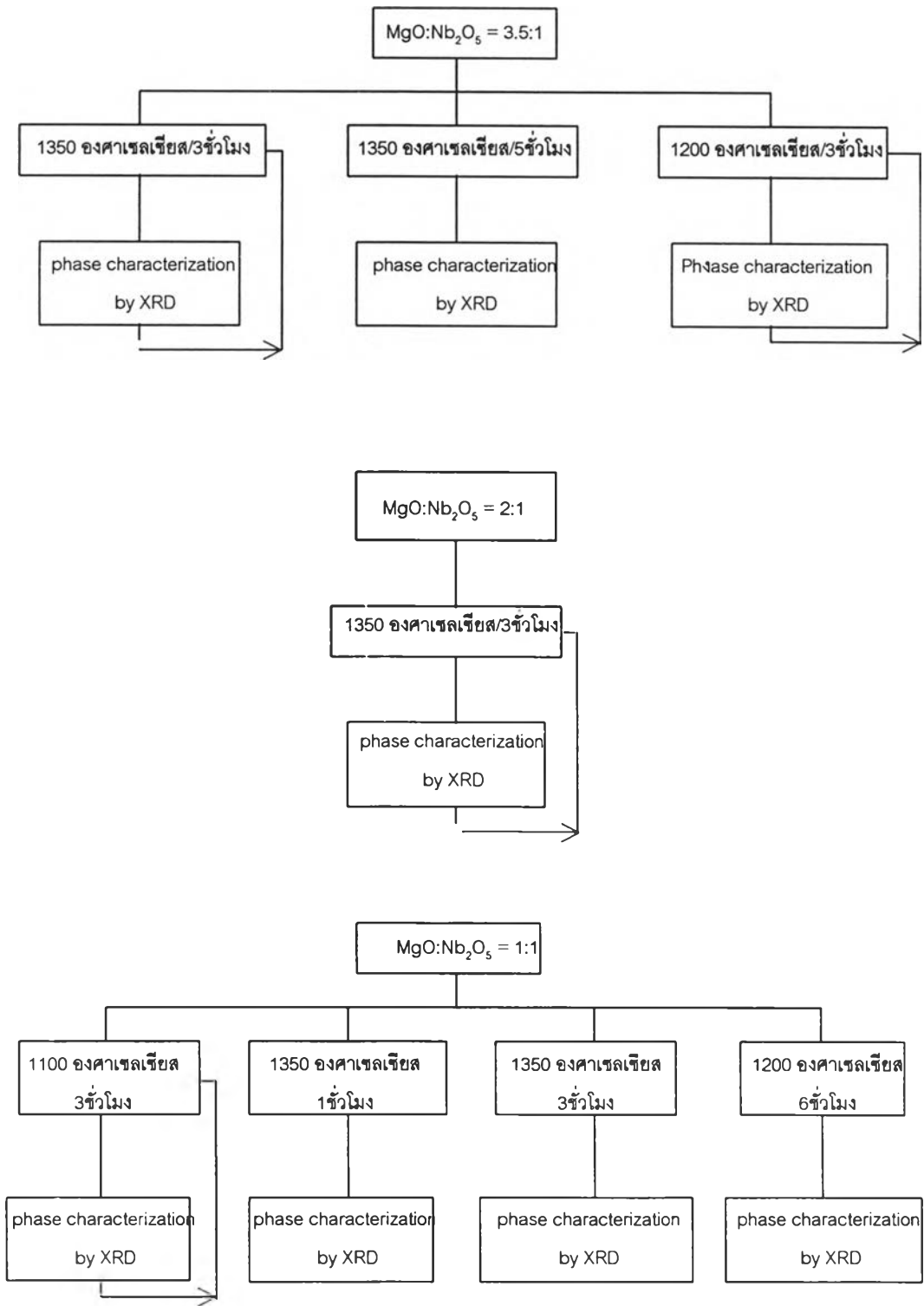
วิธีคอลลัมไบท์เป็นวิธีการเตรียมเลดแมกนีเซียมไนโอเบตที่ผ่านสารตัวกลางที่มีโครงสร้างคอลลัมไบท์หรือเฟส $MgNb_2O_6$ ดังนั้นจุดประสงค์ของวิธีคอลลัมไบท์เพื่อต้องการให้ได้เฟส $MgNb_2O_6$ บริสุทธิ์ หรือ 100%

2.2.1 ขั้นตอนการเตรียมสาร

ในขั้นตอนนี้มีการใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกับวิธีคอรันดัมคือใช้แมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์ จากการทดลองของวิธีคอรันดัมซึ่งมีปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์เป็น 4 เท่าของไนโอเบียมออกไซด์สามารถทำให้เกิดเฟส $MgNb_2O_6$ ได้แม้จะเกิดเพียงเล็กน้อย เนื่องจากสัดส่วนที่ลดลงจากการปรากฏแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ปนในแมกนีเซียมออกไซด์ และจากการทดลองที่ผ่านมา^(3,4,6,12,13) มีการเติมปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ให้เพิ่มขึ้นเล็กน้อย ดังนั้นในการทดลองวิธีคอรันดัมไบท์จึงมีการกำหนดอัตราส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์กับไนโอเบียมออกไซด์ที่ต่างกัน คือ

1. อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 3.5:1
2. อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 2:1
- และ 3. อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 1:1

เมื่อพิจารณาจากแผนผังเฟสแล้วเฟส $MgNb_2O_6$ สามารถเกิดได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1100 องศาเซลเซียสจนถึงอุณหภูมิประมาณ 1530 องศาเซลเซียส ถ้าเกินอุณหภูมินี้จะเกิดเฟสของเหลวซึ่งไม่ต้องการ ดังนั้นการเลือกใช้อุณหภูมิการเผาจะเลือกในช่วงนี้ คือ 1100 1200 และ 1350 องศาเซลเซียส มีขั้นตอนของการทดลองแสดงดังรูป 2.6



รูป 2.6 ผังขั้นตอนการทดลองของวิธีคอลลัมไบท์โดยใช้ อัตราส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ต่างๆกัน

2.2.2 น้ำหนักรั่วหาย

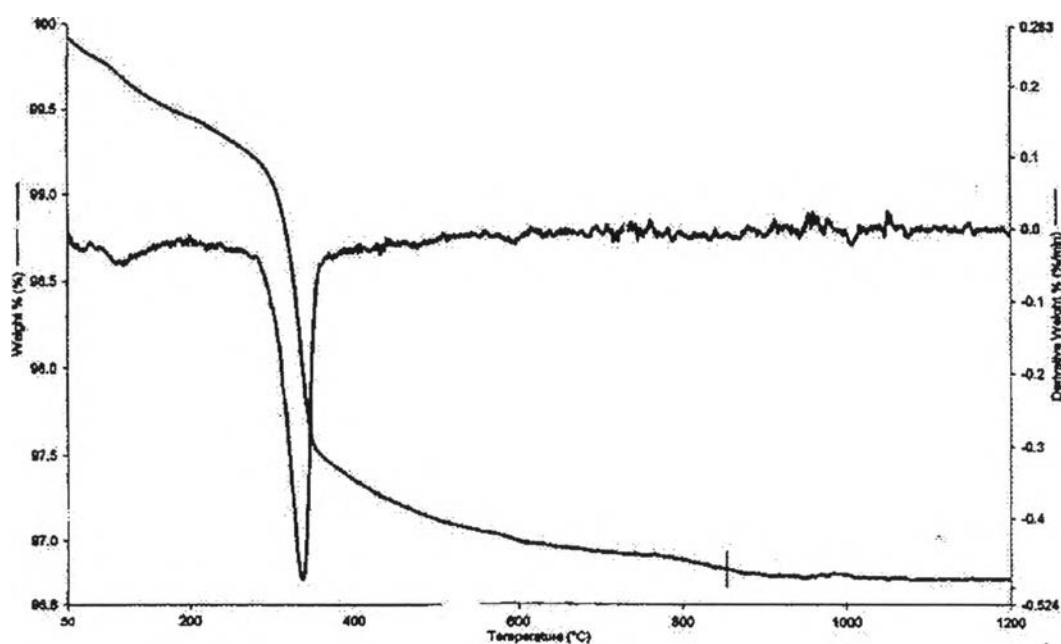
การหาน้ำหนักรั่วหายไปหลังจากการแคลไซน์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีคอลลัมไบท์ โดยทำการทดสอบเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.1.2 สรุปผลแสดงในตาราง 2.6

ตาราง 2.6 น้ำหนักรั่วหายของสารหลังเผาโดยใช้ภาวะในการเผาที่ต่างกันของวิธีการเตรียมแบบคอลลัมไบท์

สัดส่วนองค์ประกอบ	ภาวะการเผา	ร้อยละของน้ำหนักรั่วหาย (%)
MgO:Nb ₂ O ₅ = 3.5:1	1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	7.48
MgO:Nb ₂ O ₅ = 3.5:1	1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	7.45*
MgO:Nb ₂ O ₅ = 3.5:1	1350 องศาเซลเซียส/5ชั่วโมง	7.46
MgO:Nb ₂ O ₅ = 3.5:1	1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	7.46
MgO:Nb ₂ O ₅ = 3.5:1	1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	7.53*
MgO:Nb ₂ O ₅ = 2:1	1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	6.45
MgO:Nb ₂ O ₅ = 2:1	1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	6.47*
MgO:Nb ₂ O ₅ = 1:1	1100 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	4.76
MgO:Nb ₂ O ₅ = 1:1	1110 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	4.77*
MgO:Nb ₂ O ₅ = 1:1	1350 องศาเซลเซียส/1ชั่วโมง	4.70
MgO:Nb ₂ O ₅ = 1:1	1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	4.73
MgO:Nb ₂ O ₅ = 1:1	1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	4.78
MgO:Nb ₂ O ₅ = 1:1	1200 องศาเซลเซียส/6ชั่วโมง	4.75

*เป็นน้ำหนักรั่วหายทั้งหมดรวม 6 ชั่วโมง

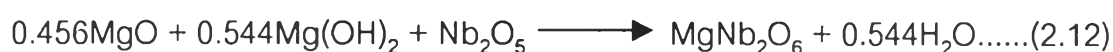
จากตาราง 2.6 แสดงให้เห็นว่าน้ำหนักที่หายไปของสารระหว่างการเผา ไม่ได้ขึ้นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา แต่ขึ้นกับปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีอยู่ในสารตั้งต้น อัตราส่วนที่มีปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์มากกว่าจะมีน้ำหนักที่สูญหายไปมากกว่าอัตราส่วนที่มีแมกนีเซียมออกไซด์น้อย โดยที่อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1 มีการสูญหายไปของน้ำหนักประมาณ 7.4% สำหรับที่อัตราส่วน 2:1 น้ำหนักสารลดลงประมาณ 6.4% และที่อัตราส่วน 1:1 น้ำหนักหายไปประมาณ 4.7% และยืนยันผลการสูญหายไปด้วย TGA ของอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 ได้ผลดังรูป 2.7



รูป 2.7 กราฟ TGA ของวิธีคอลลัมไบท์ที่อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 1:1

จากรูป 2.7 มีการสูญหายของน้ำหนักประมาณ 3.1% ซึ่งใกล้เคียงกับการสูญหายของน้ำหนักด้วยการคำนวณจากการชั่ง จากรูป 2.7 มีการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักมากที่สุดที่ 350 องศาเซลเซียส ซึ่งน้ำหนักที่หายไปที่อุณหภูมิช่วง 250-350 องศาเซลเซียสน่าจะเกิดจากการสลายตัวของโมเลกุลของน้ำในสารตั้งต้น เมื่อตรวจ

สอบจาก Hand book of Chemistry and Physics⁽²⁸⁾ พบว่าสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ $[Mg(OH)_2]$ มีการกำจัดน้ำออกจากโมเลกุลที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียสเช่นกัน ซึ่งเป็นการยืนยันผลของน้ำหนักที่หายไปนี้เกิดจากการสลายตัวของน้ำในโมเลกุลของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ $[Mg(OH)_2]$ ดังได้กล่าวมาแล้ว และแสดงว่าแมกนีเซียมออกไซด์สารตั้งต้นมีแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ปนอยู่ ซึ่งอาจเกิดจากแมกนีเซียมออกไซด์บางส่วนทำปฏิกิริยากับความชื้นในบรรยากาศ จากการคำนวณปริมาณของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ของวิธีคอรัลด์มีปริมาณเป็น 63.3% โดยน้ำหนัก หรือ 54.4% โดยโมล เมื่อนำปริมาณของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์นี้มาคำนวณน้ำหนักที่หายไปของปฏิกิริยาการเผาดังปฏิกิริยา 2.12



พบว่าน้ำหนักที่สูญหายไปมีค่าเป็น 3.1% โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าตรงกับที่วัดด้วยวิธี TGA แสดงว่าสัดส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์กับแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เป็น 36.7% และ 63.3% โดยน้ำหนักตามลำดับ เนื่องจากแมกนีเซียมออกไซด์สามารถดูดความชื้นได้ อาจทำให้สัดส่วนนี้มีค่าไม่แน่นอนได้ เมื่อนำผลมาเปรียบเทียบกับน้ำหนักที่หายไปจากการวัดด้วย TGA เนื่องจากอยู่ในช่วงระยะเวลาการทดลองที่ใกล้เคียงกัน

2.2.3 การวิเคราะห์เฟสด้วย X-ray diffraction (XRD)

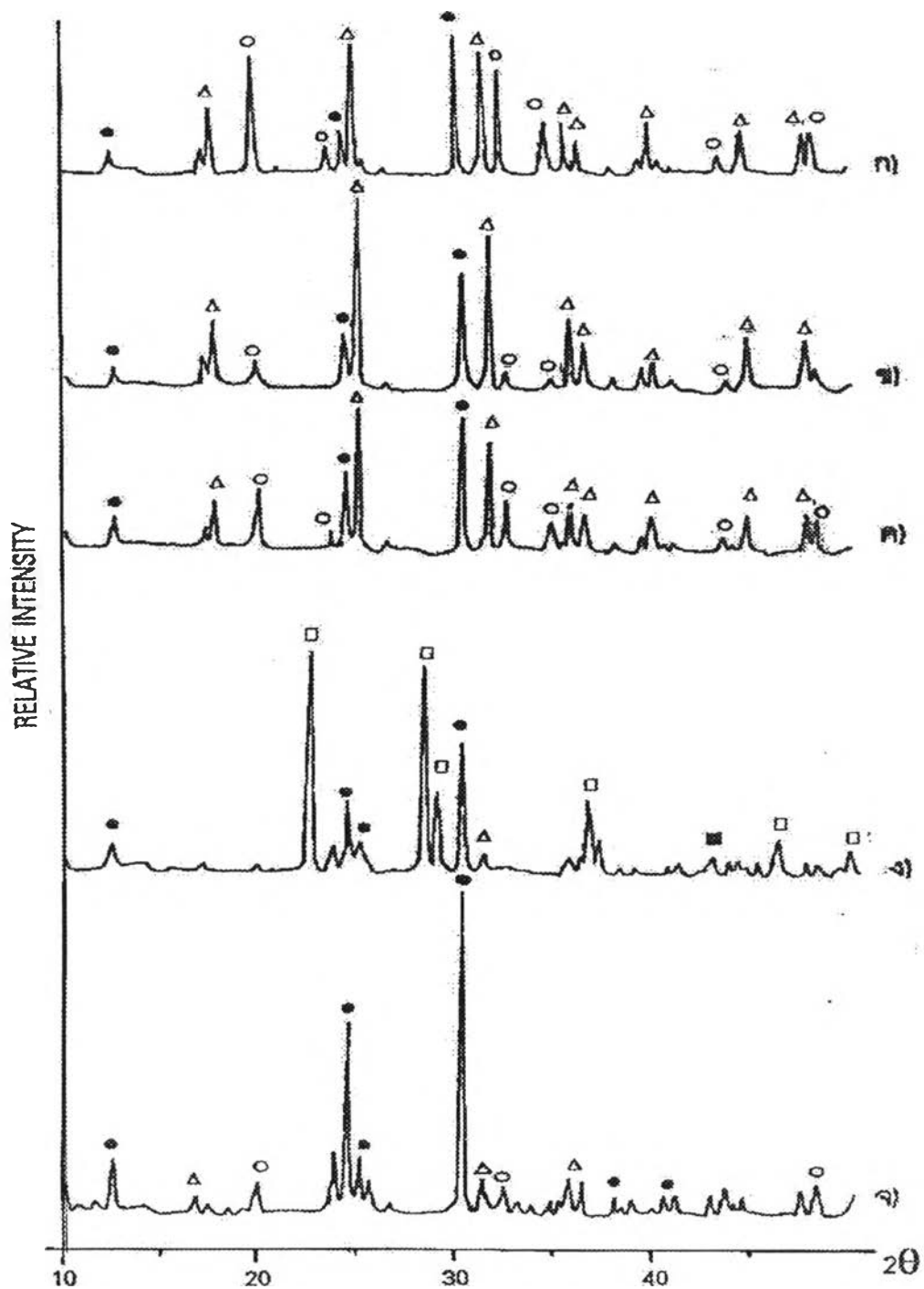
วิธีคอรัลด์ไปที่ใช้อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์กับไนโอเบียมออกไซด์ต่างกัน ดังนั้นจึงพิจารณาที่ละอัตราส่วน โดยคำนวณ ปริมาณเฟสสัมพันธ์ตามสมการ 2.5 จากกราฟแสดงเฟสของ XRD

อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 3.5:1

ผลของ XRD ในรูป 2.9 แสดงให้เห็นว่าวิธีคอรันดัมไม่สามารถให้เกิดเป็นเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ บริสุทธิ์ได้ อาจเนื่องจากอัตราส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ที่ลดลงดังกล่าวข้างต้น แต่พบว่าเมื่อลดอุณหภูมิลงจาก 1350 องศาเซลเซียสเป็น 1200 องศาเซลเซียสและเพิ่มเวลาการเผาแ่งจาก 3 ชั่วโมงเป็น 6 ชั่วโมง ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ เพิ่มขึ้น เป็น 74% ผลปฏิกิริยาของแมกนีเซียมออกไซด์กับไนโอเบียมออกไซด์ที่อัตราส่วน 3.5:1 ได้ผล XRD แสดงดังรูป 2.9 ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ที่ปรากฏแสดงดังตาราง 2.7

ตาราง 2.7 ปริมาณของเฟสต่างๆจากวิธีคอลลัมโบทซ์ของอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1 ที่ภาวะการเผาต่างๆ

ภาวะการเผา	ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ (%)				
	$Mg_4Nb_2O_9$	$Mg_5Nb_4O_{15}$	$MgNb_2O_6$	Nb_2O_5	MgO
1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	28	33	38	-	-
1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	7	53	40	-	-
1350 องศาเซลเซียส/6ชั่วโมง	19	36	45	-	-
1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	-	-	35	60	5
1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	6	7	74	8	5



รูป 2.8 ผล XRD ของอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1
 ก)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, ข)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง, ค)1350 องศาเซลเซียส/5ชั่วโมง,
 ง)1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, จ)1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง, ● = $MgNb_2O_6$, ○ = $Mg_4Nb_2O_9$,
 Δ = $Mg_5Nb_4O_{15}$, ■ = MgO , □ = Nb_2O_5

รูป 2.8 ง. และ จ. พบ ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ของแมกนีเซียมออกไซด์ เมื่อคำนวณปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นได้ ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ที่เท่ากัน ถ้าพิจารณาจากลักษณะกราฟของเฟสแมกนีเซียมออกไซด์ทั้งสองพบว่า รูป 2.8 ง. จะมีความกว้างกราฟที่มากกว่ากล่าวคือมีพื้นที่ใต้กราฟมากกว่า เนื่องจากปริมาณของเฟสขึ้นอยู่กับพื้นที่ใต้กราฟด้วย ดังนั้นอาจเป็นไปได้ที่ปริมาณของเฟสแมกนีเซียมออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้ นาน 3 ชั่วโมงมีมากกว่าที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิเดียวกันแต่นานถึง 6 ชั่วโมง

จากตาราง 2.7 ที่การเผาแคลไซน์ 1350 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง ยังคงพบเฟสทั้งสาม มีปริมาณเฟส $Mg_4Nb_2O_9$, $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ ทั้งสามมีค่าใกล้เคียงกัน พบว่าการลดอัตราส่วนของแมกนีเซียมลงจากวิธีคอรันดัมคือแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 4:1 มาเป็น 3.5:1 ทำให้ได้ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ เพิ่มขึ้นและเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ เพิ่มขึ้นเช่นกัน เป็นการยืนยันผลที่ว่าเมื่อลดอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ลงเป็นผลให้ได้เฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ มีปริมาณเพิ่มขึ้น

เมื่อนำเฟสผสมดังกล่าวไปเผาต่อที่ 1350 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลาเพิ่มอีก 3 ชั่วโมง พบว่าปริมาณเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ เพิ่มขึ้นเป็น 53% และเฟส $MgNb_2O_6$ ค่อนข้างคงที่ที่ 40% ส่วนเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ลดลงเหลือ 7% ยังคงได้ผลเช่นเดียวกับวิธีคอรันดัมคือให้เวลาในการเผาแซ่บนานขึ้นแล้วเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ จะเกิดขึ้นมาก ส่วนเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ลดลง ซึ่งจากแผนผังเฟสถ้าพิจารณาจากปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ที่ใช้อยู่ประมาณ 78% ยังอยู่ในช่วงที่เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ มีความเสถียร แต่จากผลการทดลองกลับได้เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ น้อย ซึ่งเป็นผลยืนยันว่าปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ที่ใช้จริงมีน้อยกว่า 78% ทำให้ปริมาณของเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ มีน้อย และการเผาที่นานขึ้นที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ มีการสลายตัวให้เกิดเป็นเฟส $MgNb_2O_6$ และเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ได้ คล้ายกับปฏิกิริยา 2.9

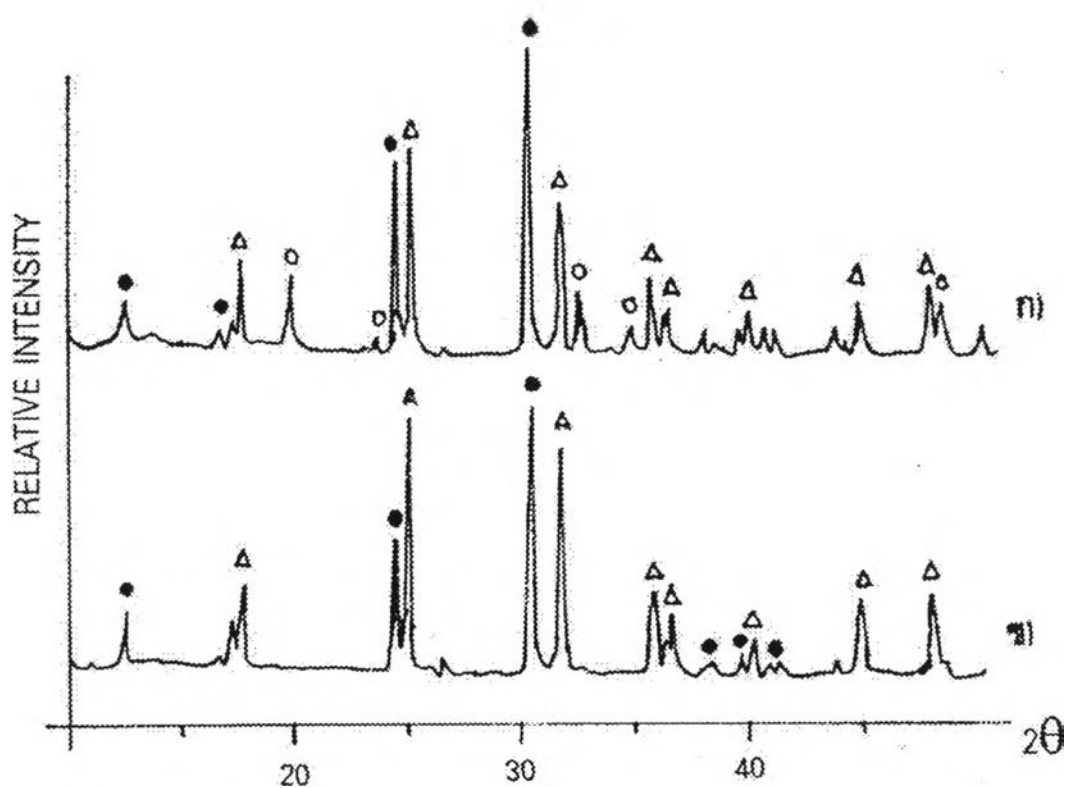
กรณีที่มีการเผา 2 ครั้งที่ 3 ชั่วโมงอีกครั้งจะต้องมีการเผาตั้งแต่อุณหภูมิ ต่ำไปสูงอีกครั้งทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นไม่ต่อเนื่อง เมื่อทำการเผาแบบต่อเนื่องที่ 1350 องศาเซลเซียสคงอุณหภูมินี้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ กลับไม่ได้ลด ปริมาณไปเท่ากับที่เผา 2 ครั้ง ซึ่งน่าจะเกิดจากการเผา 2 ครั้งทำให้มีการเริ่มต้นปฏิกิริยา ใหม่และมีความผิดพลาดจากขั้นตอนการทดลองได้ การเผาอย่างต่อเนื่องทำให้โอกาสที่ จะเกิดเฟสที่ควรจะเป็นมีได้มากกว่า

เฟส $MgNb_2O_6$ เริ่มเกิดปฏิกิริยาก่อน $Mg_4Nb_2O_9$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ เมื่อ ลดอุณหภูมิการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปรากฏ เฟส $MgNb_2O_6$ และเฟสสารตั้งต้นคือไนโอเบียมออกไซด์และแมกนีเซียมออกไซด์ แสดง ให้เห็นว่าอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสนาน 3 ชั่วโมงยังให้เวลาไม่เพียงพอในการเกิด ปฏิกิริยา เมื่อทำการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียสให้นานเพิ่มขึ้นอีก 3 ชั่วโมง พบว่า ปริมาณของเฟส $MgNb_2O_6$ เพิ่มขึ้นและมีเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เกิด ขึ้นด้วยเล็กน้อย คือ 7% และ 6% ตามลำดับ เมื่อพิจารณาปริมาณของแมกนีเซียม ออกไซด์พบว่าอุณหภูมิการเผา 1200 องศาเซลเซียสนี้ ที่เวลาการเผาแค่ 3 ชั่วโมงและ 2 ครั้งอีก 3 ชั่วโมง พบว่าปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์ไม่ได้เปลี่ยนแปลงไป ทั้งนี้อาจ เกิดจากการคิดปริมาณของเฟสแมกนีเซียมออกไซด์จากความสูงของความเข้มข้นพัทธ์ เพียงอย่างเดียวไม่เพียงพอ ต้องคำนึงถึงพื้นที่ได้กราฟด้วย

สรุปผลที่ได้สำหรับอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ ที่ใช้เป็น 3.5:1 ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียสเมื่อใช้เวลาในการเผานานขึ้น จะทำให้ ได้เฟส $MgNb_2O_6$ เพิ่มขึ้น การเผาอย่างต่อเนื่องทำให้เกิดเฟส $MgNb_2O_6$ ได้มากกว่า การเผา 2 ครั้ง เมื่อลดอุณหภูมิการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียสทำให้ความว่องไวของ สารตั้งต้นลดลงโอกาสเกิดเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ มีน้อย และได้ ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ มากที่สุด ดังนั้นที่อุณหภูมิการเผา 1200 องศาเซลเซียสให้นาน เพียงพอที่ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์จึงให้ผลที่ดีกว่าการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียส

อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 2:1

ที่อัตราส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 2:1 หรือประมาณ 67%แมกนีเซียมออกไซด์และเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ตรวจสอบด้วย XRD ได้เฟสดังรูป 2.9 และแสดง ปริมาณเฟสสัมพันธ์ดังตาราง 2.8



รูป 2.9 ผล XRD ของอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 2:1
 ก)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, ข)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง, ○ = $Mg_4Nb_2O_9$,
 Δ = $Mg_5Nb_4O_{15}$, ● = $MgNb_2O_6$

ตาราง 2.8 ปริมาณของเฟสต่างๆจากวิธีคอลัมโบท์ของอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 2:1 ที่ภาวะการเผาต่างๆ

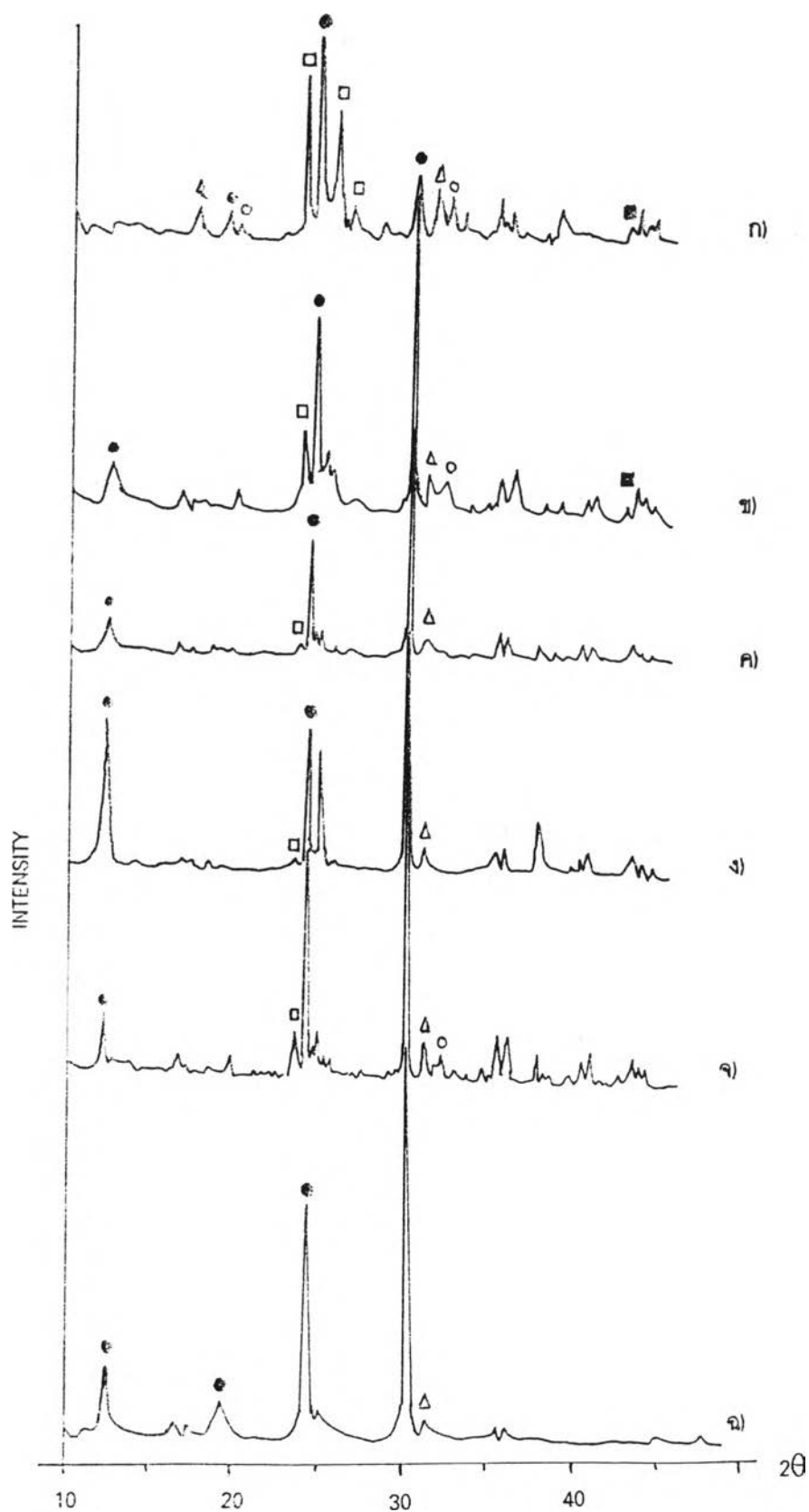
ภาวะการเผา	ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ (%)		
	$Mg_4Nb_2O_9$	$Mg_5Nb_4O_{15}$	$MgNb_2O_6$
1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง	13	29	58
1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, 2 ครั้ง	-	46	54

จากตาราง 2.8 ปรากฏว่าได้ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ เป็น 58% เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับที่อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 3.5:1 เฟสที่อุณหภูมิเดียวกัน ซึ่งได้ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ เพียง 38% ปริมาณเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ลดลงอยู่ที่ 13% ส่วนเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ค่อนข้างคงที่ เมื่อนำเฟสผสมนี้มาเผา 2 ครั้งอีกครั้ง เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ หายไป เหลือเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ ในปริมาณใกล้เคียงกัน 46% และ 54% ตามลำดับ ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ ลดลงเล็กน้อย อาจเป็นไปได้ว่าเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เปลี่ยนเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ซึ่งเป็นเหตุผลเดียวกับวิธีคอร์นดัมและปฏิกิริยาเกิดสมการ 2.11 หน้า 35

เมื่อพิจารณาจากแผนผังเฟสรูป 2.1 พบว่าที่อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 2:1 นี้ จะให้ผลตรงกันกับแผนผังเฟสคือปรากฏเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$ แต่ปริมาณของเฟสทั้งหมดจะผิดไปจากผลที่ได้จากการทดลอง เนื่องจากอัตราส่วนที่แท้จริงของแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์น้อยกว่า 2:1

อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์เป็น 1:1

จากการทดลองที่ผ่านมาพบว่าเมื่อลดปริมาณของแมกนีเซียมออกไซด์จะทำให้ได้เฟส MgNb_2O_6 มากขึ้นจึงทำการทดลองลดปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ให้เท่ากับไนโอเบียมออกไซด์แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ได้ผลแสดงดังรูป 2.10 และปริมาณของเฟสต่างๆแสดงในตาราง 2.9



รูป 2.10 ผล XRD อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 ก)1100องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง, ข)1100องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง, ค)1350 องศาเซลเซียส/1 ชั่วโมง, ง)1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, จ)1200องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, ฉ)1200องศาเซลเซียส/6ชั่วโมง, ○ = $\text{Mg}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, △ = $\text{Mg}_5\text{Nb}_4\text{O}_{15}$, ● = MgNb_2O_6 , □ = Nb_2O_5 , ■ = MgO

ตาราง 2.9 ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ต่างๆจากวิธีคอลัมไบท์ของอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 ที่ภาวะการเผาต่างๆ

ภาวะการเผา	ปริมาณเฟสสัมพัทธ์ (%)				
	Mg ₄ Nb ₂ O ₉	Mg ₅ Nb ₄ O ₁₅	MgNb ₂ O ₆	Nb ₂ O ₅	MgO
1100 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	10	13	22	48	6*
1100 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง, 2 ครั้ง	4	5	70	16	4*
1350 องศาเซลเซียส/1 ชั่วโมง	-	8	87	5	-
1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	-	9	88	3	-
1200 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	3	8	78	9	2
1200 องศาเซลเซียส/6 ชั่วโมง	-	1	99	-	-

* การที่แมกนีเซียมออกไซด์มีปริมาณใกล้เคียงกัน เหตุผลได้กล่าวไว้ที่หน้า 44 และการเกิดการหายไปของน้ำหนัก

จากผลในตาราง 2.9 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมงจะเกิดเฟสไนโอเบียมออกไซด์มาก 48% แสดงว่าเวลาที่ใช้ในการเผาอาจน้อยเกินไปไปปฏิกิริยาจึงมีสารตั้งต้นเหลืออยู่มาก เมื่อนำมาเผาต่อที่อุณหภูมิเดิมคือ 1100 องศาเซลเซียส นานเพิ่มขึ้น 3 ชั่วโมง พบว่าเกิดเฟส MgNb₂O₆ เพิ่มขึ้นเป็น 70% นอกนั้นคือ Mg₄Nb₂O₉ 4%, Mg₅Nb₄O₁₅ 5%, Nb₂O₅ 16% และ MgO 4% แม้ว่าจะมีการเผา 2 ครั้งแล้วปฏิกิริยายังคงพบสารตั้งต้นอยู่ ส่วนปริมาณเฟส MgNb₂O₆ ที่เพิ่มขึ้นไม่ทราบผลที่แน่นอนแต่น่าจะเกิดจากหลายสาเหตุ เช่น

1. การทำปฏิกิริยาเพิ่มเติมของสารตั้งต้น
2. อุณหภูมิการเผาต่ำแต่การเผานานขึ้นอาจเกิดการสลายรูปของเฟส Mg₄Nb₂O₉ และเฟส Mg₅Nb₄O₁₅ ซึ่งเฟสนี้ไม่เสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1200 องศาเซลเซียส

ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส สารตั้งต้นแมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์มีความว่องไวทางปฏิกิริยาลดลงปฏิกิริยาจึงเกิดได้ไม่สมบูรณ์ จึงทดลองให้มีการเผาที่อุณหภูมิสูง 1350 องศาเซลเซียส โดยทดลองเวลาการเผา 1

ชั่วโมงปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้นเนื่องจากไม่พบเฟสแมกนีเซียมออกไซด์ ไม่ปรากฏเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ แต่ปรากฏเฟสไนโอเบียมออกไซด์ในปริมาณ 5% และยังพบเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ อยู่ในปริมาณ 8% แมกนีเซียมออกไซด์เกิดปฏิกิริยาพอดีกับไนโอเบียมออกไซด์ จึงไม่ควรเหลือสารตั้งต้น แต่กลับพบไนโอเบียมออกไซด์เหลืออยู่ สาเหตุแรกที่ทำให้ไนโอเบียมออกไซด์เหลือคือ

1. การเกิดการสูญหายของน้ำหนักขณะเผาแคลไซน์ทำให้ปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ไม่เพียงพอ อัตราส่วนที่ใช้จริงแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์น้อยกว่า 1:1

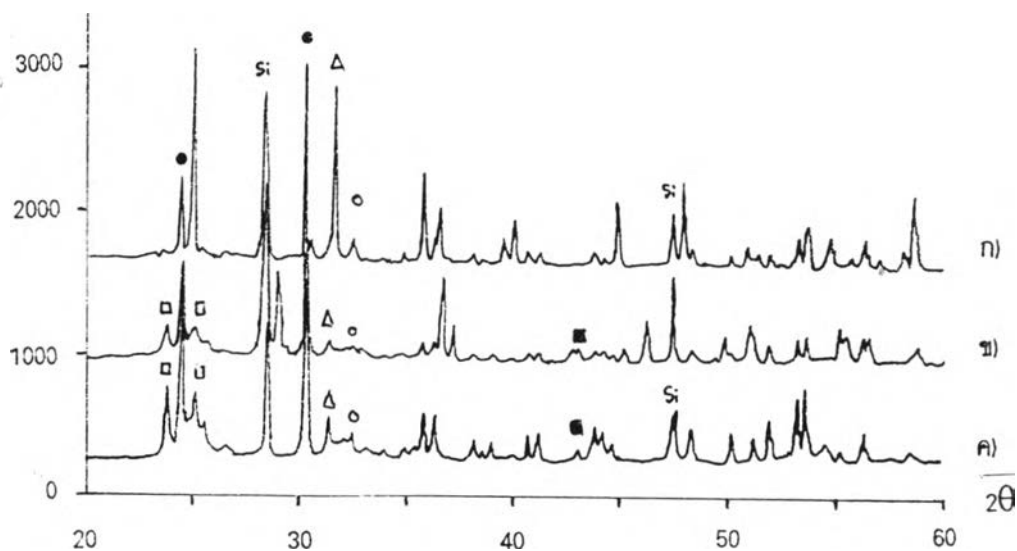
2. อาจเกิดจากการที่ปรากฏเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ซึ่งมีอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์มากกว่าเฟส $MgNb_2O_6$ ทำให้แมกนีเซียมออกไซด์ถูกใช้เพื่อเกิดเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$

เมื่อเพิ่มเวลาการเผามากขึ้นเป็น 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส พบว่าปริมาณของเฟส $MgNb_2O_6$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ ไม่เปลี่ยนแปลง และยังคงพบปริมาณไนโอเบียมออกไซด์อยู่เล็กน้อย การที่เฟส $MgNb_2O_6$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ มีปริมาณไม่เปลี่ยนแปลง แสดงถึงว่าปฏิกิริยาสมบูรณ์แล้ว ที่อัตราส่วนและอุณหภูมิการเผา 1350 องศาเซลเซียสนี้

การใช้อุณหภูมิการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียส ไม่ทำให้เกิดเป็นเฟส $MgNb_2O_6$ ทั้งหมด ดังนั้นการลดอุณหภูมิต่ำลงเพื่อให้เฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ลดความเสถียรลง จึงน่าจะได้ปริมาณเฟส $MgNb_2O_6$ ที่มากขึ้น ด้วยเหตุนี้จึงได้ทดลองลดอุณหภูมิลง แต่ต้องสูงกว่า 1100 องศาเซลเซียสเพราะที่อุณหภูมินี้มีสารตั้งต้นเหลืออยู่ปฏิกิริยาเกิดช้า จึงเลือกใช้อุณหภูมิการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ยังคงมีสารตั้งต้นเหลืออยู่ เพื่อให้แน่ใจว่าปฏิกิริยาเกิดได้สมบูรณ์จึงเพิ่มเวลาการเผามากขึ้นเป็น 6 ชั่วโมงอย่างต่อเนื่อง ปริมาณเฟสที่ปรากฏหลังการเผา คือ $MgNb_2O_6$ พบ

เฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ปริมาณเล็กน้อย 1% แสดงว่าเฟส $MgNb_2O_6$ เกิดได้ดีโดยไม่มีผลของเฟสอื่นๆเกิดร่วม คือที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสและเวลาการเผาที่เพียงพอถึง 6 ชั่วโมง

จากการทดลองด้วยวิธีคอลลัมไบท์ อัตราส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ในบางอัตราส่วนและบางภาวะการเผา นำมาเปรียบเทียบผลกับการหาปริมาณเฟสสัมพัทธ์โดยการวิเคราะห์แบบกึ่งเชิงปริมาณ โดยใช้ซิลิกอนเป็นสารมาตรฐานในปริมาณการเติม 15% ของน้ำหนัก ได้ผล XRD ดังรูป 2.11 และผลปริมาณเฟสสัมพัทธ์ดังตาราง 2.10



รูป 2.11 ผล XRD ของแมกนีเซียมไนโอเบตที่ผ่านการเผาแล้วเติมซิลิกอน 15% เพื่อเป็นสารมาตรฐาน ก)อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1 1350 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง, ข)อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 1200 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง, ค)อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 1100 องศาเซลเซียส/3ชั่วโมง 2 ครั้ง

ตาราง 2.10 เปรียบเทียบผลจากการทดลองกับการเติมซิลิกอนเพื่อเป็นสารมาตรฐาน

อัตราส่วน,ภาวะการเผา	เฟส	ผลการทดลอง*	ผลหลังเติมซิลิกอน**
อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1 1350 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง, 2 ครั้ง	$MgNb_2O_6$	40	42
	$Mg_4Nb_2O_9$	53	52
	$Mg_5Nb_4O_{15}$	7	6
อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 1100 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง, 2 ครั้ง	Nb_2O_5	16	14
	$MgNb_2O_6$	70	71
	$Mg_4Nb_2O_9$	5	8
	$Mg_5Nb_4O_{15}$	4	5
	MgO	4	2
อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1 1200 องศาเซลเซียส/3 ชั่วโมง	Nb_2O_5	9	15
	$MgNb_2O_6$	78	65
	$Mg_4Nb_2O_9$	8	7
	$Mg_5Nb_4O_{15}$	3	5
	MgO	2	7

*เป็นผลการทดลองที่ได้รายงานไว้แล้ว

**ดูที่ภาคผนวก

ในการตรวจสอบผล XRD ที่มีการเติมซิลิกอนเป็นสารมาตรฐาน ใช้เครื่อง Shimadzu X-ray diffractometer XRD-6000 ที่มีค่าขีดจำกัดของอุปกรณ์ในระดับที่สูง สาเหตุที่ไม่ใช้เครื่อง XRD Phillips DY 1023 type PW 1730/10 จากภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเนื่องจากมีขีดจำกัดของเครื่องมือที่น้อยกว่า ถ้ามีการเติมซิลิกอนจะทำให้เฟสที่มีปริมาณน้อยๆหายไปได้ จากตาราง 2.10 เห็นได้ว่าผลของปริมาณเฟสที่ได้มีค่าใกล้เคียงกัน แสดงถึงค่าปริมาณสัมพัทธ์ของเฟสที่ได้จากการทดลองน่าจะมีผลที่ได้ใกล้เคียงกับเฟสที่เกิดขึ้นจริง

สรุปผลทดลองการทำปฏิกิริยาระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์และไนโอเบียมออกไซด์ที่อัตราส่วนต่างๆและที่ภาวะการทดลองต่างๆ สามารถเขียนผลการวิเคราะห์ได้ดังนี้

1. อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1

1.1 ภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีคอรันดัมที่ภาวะการเผาเดียวกัน สัดส่วนของแมกนีเซียมออกไซด์ที่ลดลงเป็นส่วนที่ทำให้ปรากฏเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ เพิ่มมากขึ้นจริง

1.2 ภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียสอีกครั้ง คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลาเพิ่มขึ้นอีก 3 ชั่วโมง ให้ผลเช่นเดียวกับวิธีคอรันดัม คือเมื่อเวลาการเผานานขึ้น เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ ลดลงโดยเปลี่ยนเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ และ $MgNb_2O_6$

1.3 ภาวะการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 6 ชั่วโมงอย่างต่อเนื่องให้ผลคล้ายกับที่มีการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียสอีกครั้ง การเผาอย่างต่อเนื่องน่าจะให้ผลที่แท้จริงมากกว่า เนื่องจากมีความผิดพลาดได้น้อยกว่า

1.4 ภาวะการเผาที่ 1200 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปรากฏเฟส $MgNb_2O_6$ เพิ่มขึ้นเพียงเฟสเดียวนอกนั้นเป็นสารตั้งต้น แสดงถึงเฟส $MgNb_2O_6$ เกิดได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียส

2. อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 2:1

2.1 ภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเฟส $MgNb_2O_6$ มีปริมาณเพิ่มมากขึ้นจากผลการลดปริมาณลงของเฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เมื่อเทียบกับที่อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 3.5:1 ที่ภาวะการเผาเดียวกัน

2.2 ภาวะการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียสอีกครั้ง คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลาเพิ่มขึ้นอีก 3 ชั่วโมง การเผาที่นานขึ้นทำให้เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ เปลี่ยนเป็นเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$

3. อัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์ 1:1

3.1 ภาวะการเผา 1100 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เนื่องจากอุณหภูมิการเผาต่ำ ทำให้ปฏิกิริยายังเกิดไม่สมบูรณ์ และพบเฟส $Mg_5Nb_4O_{15}$ ที่ต่ำกว่า 1200 องศาเซลเซียสในปริมาณเล็กน้อย

3.2 ภาวะการเผาที่ 1100 องศาเซลเซียสอีกครั้ง คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลาเพิ่มขึ้นอีก 3 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับที่เผา 1100 องศาเซลเซียสครั้งแรกเกิดได้จากหลายสาเหตุ คือ

- การเกิดปฏิกิริยาเพิ่มเติมของสารตั้งต้น

- เฟส $Mg_4Nb_2O_9$ และ $Mg_5Nb_4O_{15}$ สลายตัวเป็นเฟส $MgNb_2O_6$

3.3 ภาวะการเผา 1350 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มีการใช้ปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ไปกับการเกิดเป็นเฟสของ $Mg_5Nb_4O_{15}$ ซึ่งมีอัตราส่วนแมกนีเซียมออกไซด์ต่อไนโอเบียมออกไซด์มากกว่า 1:1 ทำให้แมกนีเซียมออกไซด์มีไม่เพียงพอในการเกิดปฏิกิริยากับไนโอเบียมออกไซด์

3.4 ภาวะการเผาที่ 1350 องศาเซลเซียสอีกครั้ง คงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลาเพิ่มขึ้นอีก 3 ชั่วโมง เวลาเพิ่มขึ้นไม่ได้ให้ผลที่แตกต่างจากการเผาที่ 1 ชั่วโมง

3.5 ภาวะการเผา 1200 องศาเซลเซียสคงที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบเฟส $MgNb_2O_6$ มากที่สุด