

ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียม
อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน



บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2559
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECT OF PRECIPITANT SOLUTION pH ON PROPERTIES OF MAGNESIUM
ALUMINATE SPINEL NANOPOWDER SYNTHESIZED BY PRECIPITATION METHOD

Mr. Adison Saelee



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2016

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน
ต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์
สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน

โดย

นายอดิศร แซ่ลี

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(รองศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวงนิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร.สุจาริณี สินไชย)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ดร.ศิริพร ลาภเกียรติถาวร)

อดิศร แซ่ลี่ : ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน (EFFECT OF PRECIPITANT SOLUTION pH ON PROPERTIES OF MAGNESIUMALUMINATE SPINEL NANOPOWDER SYNTHESIZED BY PRECIPITATION METHOD) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์, 171 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวย่อยตะกอน และปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนตั้งแต่ 7.7-10.8 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จากผลการทดลองพบว่า เมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 7.7 และ 8.0 จะพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้ปรากฏเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ และสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ โดยตะกอนที่ได้มีลักษณะกลมและมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) เท่ากับ 2.74 และ 2.47 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 9.0 และ 10.0 ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ปรากฏเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ที่มีลักษณะแท่งและไฮดรทัลไฮไดรด์ที่มีลักษณะกลม โดยมีค่า n ใกล้เคียง 1 เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 10.8 จะทำให้ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ปรากฏเฟสของไฮดรทัลไฮไดรด์ที่มีลักษณะกลม แต่เฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์จะมีความยาวเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังมีค่า n น้อยกว่า 1 อีกด้วย อย่างไรก็ตามเมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดไปทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลเฟสเดียว แต่แมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้จะมีค่า n ที่แตกต่างกันขึ้นกับองค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลที่เตรียมได้อยู่ในช่วง 7 – 90 นาโนเมตร เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลมาทดสอบความสามารถในการเผาผนึกพบว่า ความสามารถในการเผาผนึกจะขึ้นกับค่า n ซึ่งเป็นผลมาจากความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน โดยเมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเพิ่มขึ้น ค่า n จะลดลงและความสามารถในการเผาผนึกของผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปิเนลจะเพิ่มขึ้น โดยชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 จะมีความสามารถในการเผาผนึกที่ดีที่สุด โดยชิ้นงานสามารถเผาผนึกให้มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ร้อยละ 99.3 เมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิเพียง 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยชิ้นงานที่เตรียมได้มีความแข็งที่ทดสอบด้วยวิธีวิกเกอร์สที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1412 ± 136 Hv

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ลายมือชื่อนิสิต

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ปีการศึกษา 2559

5672127923 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS: MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL / PRECIPITATION / SINTERING / PH

ADISON SAELEE: EFFECT OF PRECIPITANT SOLUTION pH ON PROPERTIES OF MAGNESIUMALUMINATE SPINEL NANOPOWDER SYNTHESIZED BY PRECIPITATION METHOD. ADVISOR: ASST. PROF. KARN SERIVALSATIT, Ph.D., 171 pp.

The present work focuses on the effect of precipitant solution pH on physical and chemical properties of magnesium aluminate spinel (MgAl_2O_4) nanopowders, synthesized by precipitation method using ammonium hydrogen carbonate as a precipitant and adjusting pH of the precipitant solution ranging from 7.7 to 10.8 using ammonium hydroxide. The result showed that pH value of the precipitant solution had a significant effect on phases, chemical composition, and morphology of precipitated precursors. The precursors obtained from the precipitant solution pH of 7.7 and 8.0 were found to be ammonium dawsonite and low-crystallinity magnesium compound with equiaxed shape. The $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ mole ratio (n) of the precursor was 2.74 and 2.47, respectively. As increasing the precipitant solution pH to 9.0 and 10.0, rod-like ammonium dawsonite and spherical-like hydrotalcite were observed. Moreover, the n values of both precursors were approximately 1. As increasing the precipitant solution pH further to 10.8, the hydrotalcite remained spherical-like shape. However, the aspect ratio of the ammonium dawsonite increased. Furthermore, the n value of the precursor was reduced to be less than 1. Although the chemical composition of all precursors was different depending on the precipitant solution pH, all powders calcined at 1100 °C for 2 hours were found to be MgAl_2O_4 . The particle size of the MgAl_2O_4 powder was in a range of 7 to 90 nm. Sinterability of the MgAl_2O_4 powder was strongly influenced by the n value, depending on the precipitant solution pH. As the precipitant solution pH increased, the n value decreased resulting in an increase of sinterability of the MgAl_2O_4 powder. The MgAl_2O_4 ceramic, prepared from the MgAl_2O_4 powder synthesized from the precipitant solution pH of 10.8, exhibited the highest sinterability. The relative density of 99.3% was achieved by sintering at only 1500 °C for 4 hours. Vicker's hardness using a 10-kgf load of the sintered ceramics was 1412 ± 136 Hv.

Department: Materials Science

Student's Signature

Field of Study: Ceramic Technology

Advisor's Signature

Academic Year: 2016

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยทั้งผู้ให้การสนับสนุนและช่วยเหลือทั้งทางด้านวิชาการ ด้านการดำเนินงานวิจัย ด้านคำแนะนำรวมถึงได้รับกำลังใจต่างๆมากมาย โดยเฉพาะอย่างยิ่งจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ ที่นอกจากจะเป็นทั้งอาจารย์ที่ปรึกษาแล้วยังเป็นผู้แนะนำแนวทาง เป็นผู้ให้ความรู้ เป็นผู้ชี้แนะในยามที่ผิดพลาด และให้คำปรึกษากับปัญหาต่างๆ จนทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้

ขอขอบพระคุณ สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยและทุนพัฒนาอาจารย์ใหม่/นักวิจัยใหม่ กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การสนับสนุนทุนวิจัย

ขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่เสียสละเวลาเพื่อมาให้ความรู้และคำชี้แนะต่างๆรวมทั้งการตรวจแก้ไขเล่มวิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์สุจาริณี สิ้นไชย ที่คอยให้ความรู้ ให้คำแนะนำ ให้ประสบการณ์ต่างๆมากมาย อีกทั้งยังเอื้อเฟื้อสนับสนุนอุปกรณ์ในการดำเนินงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ พ่อ แม่และครอบครัวที่คอยเป็นกำลังใจให้ตลอดเวลาที่เรียนปริญญาโท

ขอขอบพระคุณคุณรุจิพร ประทีปเสน และคุณวิรพงษ์ ครพนม ที่ให้ความรู้ด้านเครื่องมือวิเคราะห์ ให้คำปรึกษาด้านเทคนิคตลอดจนอำนวยความสะดวกการใช้งานเครื่องมือ

ขอขอบพระคุณพี่เจ้าหน้าที่รักษาความปลอดภัย คณะวิทยาศาสตร์ที่คอยอำนวยความสะดวก และให้ความดูแลการปฏิบัติการนอกเวลาราชการ

ขอบคุณน้องสลิล อ่ำพันธุ์ ที่ให้ความช่วยเหลือในการเตรียมชิ้นงานเซรามิก

ขอบคุณเพื่อนอัญชลี อัญชลีรัตน์ เพื่อนศรุต ชีรสระเดชที่ให้คำปรึกษาและกำลังใจ

ขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกคนที่เป็นทั้งกำลังใจ เป็นที่ปรึกษา ให้การช่วยเหลือ เป็นเพื่อนนั่งคุย นั่งกินข้าว มาตลอดช่วงดำเนินงานวิทยานิพนธ์

ตลอดจนผู้ที่เกี่ยวข้องทุกท่านที่ไม่ได้กล่าวนามไว้ ณ ที่นี้ ที่ได้ให้กำลังใจและมีส่วนช่วยเหลือให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

สุดท้ายขอขอบคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ ที่นอกจากเป็นบ้านสี่เทาที่แสนอบอุ่น อีกทั้งยังมอบโอกาสและประสบการณ์ที่แสนดี

สารบัญ

| | หน้า |
|--|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | ง |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | จ |
| กิตติกรรมประกาศ..... | ฉ |
| สารบัญ..... | ช |
| สารบัญรูปภาพ..... | ฑ |
| สารบัญตาราง..... | ณ |
| บทที่ 1 บทนำ..... | 1 |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการดำเนินงานวิจัย..... | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของการดำเนินงานวิจัย..... | 1 |
| 1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการดำเนินงานวิจัย..... | 2 |
| บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 3 |
| 2.1 โครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์..... | 3 |
| 2.2 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์และการใช้งาน..... | 4 |
| 2.3 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์..... | 5 |
| 2.3.1 การทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction)..... | 5 |
| 2.3.2 วิธีการสังเคราะห์ทางเคมี (chemical synthesis)..... | 5 |
| 2.3.2.1 วิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal)..... | 6 |
| 2.3.2.2 วิธีโซลเจล (sol-gel)..... | 7 |
| 2.3.2.3 วิธีเผาไหม้ (combustion synthesis)..... | 9 |
| 2.3.2.4 สเปรย์ไพโรลิซิส (spray pyrolysis)..... | 10 |
| 2.3.2.5 วิธีตกตะกอน (precipitation)..... | 10 |
| 2.3.2.5.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการตกตะกอน..... | 11 |

| | | |
|-----------|--|----|
| 2.3.2.5.2 | ปัจจัยที่ส่งผลต่อสมบัติของตะกอน | 14 |
| 2.3.2.5.3 | ชนิดตัวช่วยตกตะกอน | 15 |
| 2.3.2.5.4 | ปัจจัยความเป็นกรด-เบส | 17 |
| 2.3.2.5.5 | ชนิดของตัวทำลายที่ใช้ล้างตะกอน | 18 |
| 2.4 | การเผาพูนึก (sintering) | 21 |
| 2.5 | ผลขององค์ประกอบทางเคมีต่อการเผาพูนึกและสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม สปีเนลเซรามิก..... | 24 |
| 2.6 | การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานเซรามิก | 27 |
| 2.6.1 | การทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Vickers indentation)..... | 27 |
| 2.6.2 | ทฤษฎีของรอยแตกภายใต้การทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์ส | 29 |
| บทที่ 3 | วิธีการดำเนินงานวิจัย | 32 |
| 3.1 | การสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนลด้วยวิธีตกตะกอน | 32 |
| 3.1.1 | การศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียม อะลูมิเนียมสปีเนล | 32 |
| 3.2 | การวิเคราะห์สมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ... 33 | |
| 3.2.1 | การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค inductive coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES)..... | 33 |
| 3.2.2 | การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-Ray Diffraction, XRD)..... | 33 |
| 3.2.2.1 | การคำนวณขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล... 34 | |
| 3.2.2.2 | การคำนวณความหนาแน่นทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียม อะลูมิเนียมสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ | 35 |
| 3.2.2.3 | การคำนวณหาขนาดของอนุภาคผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปีเนล | 36 |

| | | |
|---------|---|----|
| 3.2.3 | การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscope (FT-IR)..... | 37 |
| 3.2.4 | การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง simultaneous thermal analyzer (STA)..... | 37 |
| 3.2.5 | ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน (field emission scanning electron microscope, FE-SEM)..... | 38 |
| 3.2.5.1 | การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค energy dispersive spectroscopy (EDS)..... | 38 |
| 3.2.6 | ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmittance electron microscope (TEM) | 39 |
| 3.3 | การขึ้นรูปและการเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก | 39 |
| 3.4 | วิเคราะห์สมบัติของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล | 39 |
| 3.4.1 | ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกก่อนเผาผนึก | 39 |
| 3.4.2 | ทดสอบการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกหลังการเผาผนึก | 40 |
| 3.4.3 | ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกด้วยวิธีอะคิมีดีส (Archimedes's method)..... | 40 |
| 3.4.4 | ทดสอบหาความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกด้วยวิธีอะคิมีดีส (Archimedes's method)..... | 41 |
| 3.4.5 | ทดสอบหาความแข็งและความเหนียวด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Vickers indentation) | 41 |
| 3.4.6 | วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน (field emission scanning electron microscope, FE-SEM) | 43 |
| 3.4.6.1 | การหาขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิก..... | 44 |
| 3.5 | ผังการดำเนินงานวิจัย | 45 |

| | |
|---|----|
| บทที่ 4 ผลการดำเนินงานวิจัย..... | 46 |
| 4.1 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติพองนาโนแมกนีเซียม อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน | 46 |
| 4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ..... | 46 |
| 4.1.1.1 สมดุลของตะกอนและไอออนภายในระบบ | 47 |
| 4.1.1.2 การคำนวณความเข้มข้นของไอออนชนิดต่างๆภายในระบบที่ความเป็น กรด-เบสต่างๆ..... | 48 |
| 4.1.1.3 การคำนวณความสามารถในการละลายของตะกอนที่เป็นสารประกอบ ของอะลูมิเนียมที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายต่างๆ..... | 52 |
| 4.1.1.4 การคำนวณความสามารถในการละลายของตะกอนที่เป็นสารประกอบ ของแมกนีเซียมที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายต่างๆ | 55 |
| 4.1.2 องค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ..... | 59 |
| 4.1.2.1 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้ สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อผ่านการ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 59 |
| 4.1.2.2 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้ สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อผ่านการ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 64 |
| 4.1.2.3 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้ สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อผ่านการ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 69 |
| 4.1.2.4 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้ สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อผ่านการ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 73 |

| | |
|---|-----|
| 4.1.2.5 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 78 |
| 4.1.2.6 ผลเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8..... | 82 |
| 4.1.2.7 ผลเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8..... | 85 |
| 4.1.2.8 ผลเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียม สปีเนลจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8..... | 90 |
| 4.1.2.9 ผลเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง | 91 |
| 4.1.2.10 สรุปรูปองค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 92 |
| 4.1.3 สัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนล | 94 |
| 4.1.3.1 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7..... | 94 |
| 4.1.3.2 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0..... | 96 |
| 4.1.3.3 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0..... | 98 |
| 4.1.3.4 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0..... | 101 |

| | | |
|---------|---|-----|
| 4.1.3.5 | สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8..... | 104 |
| 4.1.3.6 | ผลเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์..... | 107 |
| 4.1.3.7 | สรุปสัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์..... | 111 |
| 4.2 | ผลขององค์ประกอบทางเคมี เฟส และสัณฐานวิทยาของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า (S30CR)..... | 112 |
| 4.3 | ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิก ที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... | 114 |
| 4.3.1 | ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เซรามิกก่อนเผา..... | 115 |
| 4.3.2 | สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7..... | 116 |
| 4.3.3 | สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0..... | 122 |
| 4.3.4 | สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0..... | 126 |
| 4.3.5 | สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0..... | 131 |

| | | |
|---------|---|-----|
| 4.3.6 | สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียม อะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็น กรด-เบสเท่ากับ 10.8 | 136 |
| 4.3.7 | สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียม อะลูมิเนียมออกไซด์ ทางการค้า | 142 |
| 4.3.8 | ผลเปรียบเทียบปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า | 147 |
| 4.3.9 | ผลเปรียบเทียบร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า | 148 |
| 4.3.10 | ผลเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ เซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า | 149 |
| 4.3.11 | ผลเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เซรามิก ที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็น กรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า | 152 |
| 4.3.12 | สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิก..... | 153 |
| บทที่ 5 | สรุปผลการดำเนินงานวิจัย อภิปรายผลและข้อเสนอแนะ..... | 155 |
| 5.1 | สรุปผลการวิจัย..... | 155 |
| 5.2 | ข้อเสนอแนะ..... | 157 |
| | รายการอ้างอิง | 158 |
| | ภาคผนวก..... | 167 |
| | ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ | 171 |

สารบัญรูปภาพ

หน้า

| | |
|--|----|
| รูปที่ 2.1 โครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล | 3 |
| รูปที่ 2.2 ภาพถ่าย TEM ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ด้วย (a) วิธีตกตะกอน (b) วิธีไฮโดรเทอร์มัล | 7 |
| รูปที่ 2.3 ภาพถ่าย SEM ของ (a) ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล (b) ชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่เตรียมได้และเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง | 8 |
| รูปที่ 2.4 แผนภาพพลาเมอร์แสดงถึงกลไกการตกตะกอนที่ความเข้มข้นและเวลาต่างๆ | 12 |
| รูปที่ 2.5 ความสัมพันธ์ของพลังงานพื้นผิว พลังงานการเปลี่ยนเป็นของแข็ง และพลังงานรวมของระบบ | 13 |
| รูปที่ 2.6 แสดงถึงแรงระหว่างอนุภาคที่เกิดขึ้นโดยที่ (a) ล้างด้วยน้ำ (b) ล้างด้วยบิวทานอล..... | 19 |
| รูปที่ 2.7 (a) การกระจายขนาดอนุภาคและ (b) ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ | 20 |
| รูปที่ 2.8 กลไกการเคลื่อนที่ของอะตอมระหว่างการเผาผนึก | 22 |
| รูปที่ 2.9 อนุภาคในโครงสร้างวัสดุ (a) ก่อนเผาผนึก (b) เริ่มเกิดการเชื่อมกันของอนุภาค (c) หลังจากเกิดการเชื่อมกันของอนุภาค | 23 |
| รูปที่ 2.10 การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกระหว่างการเผาผนึก | 23 |
| รูปที่ 2.11 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาและแมกนีเซียมต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่จนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิด โดยยื่นอุณหภูมิการเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง | 25 |
| รูปที่ 2.12 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่อความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก ที่เผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสในอากาศและสุญญากาศ | 26 |
| รูปที่ 2.13 ลักษณะของรอยแตกเมื่อทำการกดด้วยวิธีวิกเกอร์ส (a) ภาพจากด้านบน (b) ภาพตัดขวางของชิ้นงาน | 27 |
| รูปที่ 2.14 กราฟความเค้นและความเครียดของวัสดุเซรามิก โลหะและพอลิเมอร์..... | 30 |

| | |
|---|----|
| รูปที่ 2.15 รูปแบบการแตกของวัสดุ..... | 30 |
| รูปที่ 3.1 แผนผังการดำเนินงานวิจัย..... | 45 |
| รูปที่ 4.1 ความเข้มข้นของ H_2CO_3 HCO_3^- และ CO_3^{2-} ในสารละลายที่ใช้ตกตะกอน ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ | 51 |
| รูปที่ 4.2 ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออน และสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ..... | 54 |
| รูปที่ 4.3 ความสามารถในการละลายของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมคาร์บอเนต ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ..... | 56 |
| รูปที่ 4.4 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับค่าที่ได้จากการคำนวณจากค่าความสามารถในการละลายของตะกอน | 59 |
| รูปที่ 4.5 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 60 |
| รูปที่ 4.6 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 62 |
| รูปที่ 4.7 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ..... | 63 |
| รูปที่ 4.8 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 65 |
| รูปที่ 4.9 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอน ที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 66 |

| | |
|--|----|
| รูปที่ 4.10 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ..... | 68 |
| รูปที่ 4.11 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 69 |
| รูปที่ 4.12 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 70 |
| รูปที่ 4.13 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ..... | 72 |
| รูปที่ 4.14 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 74 |
| รูปที่ 4.15 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 76 |
| รูปที่ 4.16 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ..... | 77 |
| รูปที่ 4.17 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 78 |
| รูปที่ 4.18 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส | 80 |

| | |
|--|----|
| รูปที่ 4.19 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ..... | 81 |
| รูปที่ 4.20 กราฟ XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7-10.8 | 83 |
| รูปที่ 4.21 กราฟ XRD ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากตกตะกอนโดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-10.8 และการเปลี่ยนแปลงของพีค (311)..... | 85 |
| รูปที่ 4.22 กราฟ XRD ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากตกตะกอนโดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-10.8 และการเปลี่ยนแปลงของพีค (311)..... | 86 |
| รูปที่ 4.23 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อตำแหน่งพีค XRD (311) แลตทิซพารามิเตอร์ และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย..... | 87 |
| รูปที่ 4.24 การเปลี่ยนแปลงของแลตทิซพารามิเตอร์ต่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย | 89 |
| รูปที่ 4.25 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8..... | 91 |
| รูปที่ 4.26 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100°C จากการเตรียมสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8..... | 92 |
| รูปที่ 4.27 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง | 95 |
| รูปที่ 4.28 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... | 96 |

รูปที่ 4.29 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 97

รูปที่ 4.30 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 98

รูปที่ 4.31 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 99

รูปที่ 4.32 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 100

รูปที่ 4.33 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 102

รูปที่ 4.34 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 103

รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 ภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (e) และ (f) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้..... 105

รูปที่ 4.36 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 106

รูปที่ 4.37 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7-10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 108

รูปที่ 4.38 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันเมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM..... 109

รูปที่ 4.39 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันทั้งก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ เมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM และขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการ Scherrer 111

รูปที่ 4.40 ผล XRD ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า 113

รูปที่ 4.41 ภาพถ่าย FE-SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า 114

รูปที่ 4.42 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ก่อนนำมาเผาฟีนิก..... 116

รูปที่ 4.43 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาฟีนิกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 117

รูปที่ 4.44 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P7 ที่เผาฟีนิกอุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 119

รูปที่ 4.45 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P7 ที่เผาฟีนิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 120

รูปที่ 4.46 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P7 ที่เผาฟีนิกอุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 121

รูปที่ 4.47 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาฟีนิกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 122

รูปที่ 4.48 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P8 ที่เผาฟีนิกอุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 124

รูปที่ 4.49 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P8 ที่เผาฟีนิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 125

รูปที่ 4.50 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 126

รูปที่ 4.51 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 127

รูปที่ 4.52 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P9 ที่ เผาผนึกอุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 128

รูปที่ 4.53 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P9 ที่ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 129

รูปที่ 4.54 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 130

รูปที่ 4.55 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 132

รูปที่ 4.56 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P10 ที่ เผาผนึกอุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 133

รูปที่ 4.57 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P10 ที่ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 135

รูปที่ 4.58 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 136

รูปที่ 4.59 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 137

รูปที่ 4.60 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P11 ที่ เผาผนึกอุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 139

รูปที่ 4.61 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P11 ที่ เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 140

รูปที่ 4.62 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง..... 141

| | |
|--|-----|
| รูปที่ 4.63 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง | 142 |
| รูปที่ 4.64 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจาก ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง | 144 |
| รูปที่ 4.65 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง... | 145 |
| รูปที่ 4.66 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง | 146 |
| รูปที่ 4.67 ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง | 147 |
| รูปที่ 4.68 ร้อยละการหดตัวของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง | 148 |
| รูปที่ 4.69 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง | 150 |
| รูปที่ 4.70 ความแข็งวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผ่านการทดสอบด้วยแรงกด 10 กิโลกรัม..... | 153 |

สารบัญตาราง

| | หน้า |
|--|------|
| ตารางที่ 2.1 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล | 4 |
| ตารางที่ 2.2 พื้นที่ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล และวิธีตกตะกอน | 6 |
| ตารางที่ 2.3 ผลของชนิดสารอินทรีย์ที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการสังเคราะห์ด้วยวิธีเผาไหม้ต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล | 10 |
| ตารางที่ 2.4 ผลของตัวแปรในวิธีตกตะกอนที่ส่งผลต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ | 15 |
| ตารางที่ 2.5 ผลของชนิดตัวช่วยตกตะกอนที่ส่งผลต่อชนิดของเฟสและการเปลี่ยนเฟสหลังเผา..... | 17 |
| ตารางที่ 2.6 สัดส่วนอะตอมของ Mg : Al ของเฟสที่ได้จากการตกตะกอนที่ ความเป็นกรด-เบสต่างๆ..... | 18 |
| ตารางที่ 2.7 ค่าความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นเทียบความแข็งของวัสดุและแรงที่ใช้ทดสอบ (ISO 6507-2)..... | 28 |
| ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ ที่ก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ | 46 |
| ตารางที่ 4.2 สมการเคมีและค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย..... | 47 |
| ตารางที่ 4.3 สมการเคมีและค่าตัวที่สมดุลการแตกตัวไอออนของน้ำและ ค่าคงที่ของสมดุลระหว่างคาร์บอเนตไอออน..... | 48 |
| ตารางที่ 4.4 ค่าความสามารถในการละลายและความเข้มข้นที่เกิดขึ้นของตะกอนที่เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ..... | 55 |
| ตารางที่ 4.5 ค่าความสามารถในการละลายของระบบที่มีอะลูมิเนียมและปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น..... | 57 |
| ตารางที่ 4.6 สัดส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่ได้จากการคำนวณโดยค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมและตะกอนแมกนีเซียม | 58 |

ตารางที่ 4.7 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อตำแหน่งพิก (311)
ขนาดแลตทิซพารามิเตอร์และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม 88

ตารางที่ 4.8 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อเฟสและอัตราส่วนโดย
โมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และเฟสของตะกอนที่ผ่านการเผา
แคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ 94

ตารางที่ 4.9 ผลของความเป็นกรด-เบสต่อองค์ประกอบเฟสและสัณฐานของตะกอน และตะกอน
ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ 112

ตารางที่ 4.10 องค์ประกอบทางเคมีและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมของผง
แมกนีเซียมอะลูมินาอสปิเนลทางการค้า 113

ตารางที่ 4.11 ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียม
อะลูมินาอสปิเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่างๆ 115

ตารางที่ 4.12 สรุปลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-
1650 องศาเซลเซียส 154

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการดำเนินงานวิจัย

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ ($MgAl_2O_4$) เป็นวัสดุหนึ่งที่มีสมบัติที่โดดเด่นในหลายๆด้าน เช่น ทนความร้อนสูง เฉื่อยต่อปฏิกิริยาเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้า และมีสมบัติความโปร่งแสงในช่วงความยาวคลื่นกว้าง จึงนิยมนำมาใช้กับงานที่หลากหลาย เช่น งานด้านวัสดุทนไฟ เกราะใส่กันกระสุน หรืองานที่ต้องการความแข็งแรงในด้านวิศวกรรม ผงเซรามิกตั้งต้นเป็นปัจจัยสำคัญต่อสมบัติของชิ้นงานเซรามิก หากต้องการชิ้นงานเซรามิกที่มีสมบัติที่ดี จึงควรใช้ผงเซรามิกตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตรและมีการกระจายขนาดที่แคบ โดยทั่วไปการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ได้นำผงอะลูมินาและผงแมกนีเซีย มาทำการบดผสม แล้วจึงทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิประมาณ 1600 องศาเซลเซียส เพื่อทำให้เกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ จากนั้นจึงนำผงที่ได้มาทำการบดย่อยอีกครั้งหนึ่ง อย่างไรก็ตามผงที่ได้จะมีความบริสุทธิ์ต่ำ อีกทั้งยังมีขนาดอนุภาคใหญ่ และมีการกระจายขนาดที่กว้าง ด้วยเหตุนี้วิธีตกตะกอนจึงเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมในการเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้ นอกจากนี้ยังสามารถควบคุมขนาดและสัณฐานของอนุภาคได้ แต่ทั้งนี้วิธีตกตะกอนนั้นยังมีปัจจัยอีกมากที่ส่งผลต่อสมบัติของตะกอนที่เตรียมได้ อาทิเช่น ความเข้มข้นของสารละลาย ชนิดของตัวช่วยตกตะกอน อุณหภูมิ และความเป็นกรด-เบส เป็นต้น หากสมบัติของตะกอนมีการเปลี่ยนแปลงย่อมส่งผลต่อสมบัติของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์หลังผ่านการเผาแคลไซน์

ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน (precipitant) ไปจนถึงสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ

1.2 วัตถุประสงค์ของการดำเนินงานวิจัย

ศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการดำเนินงานวิจัย

ได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร และสามารถนำไปเตรียมวัสดุเซรามิกแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปิเนลที่มีความหนาแน่นสูงได้



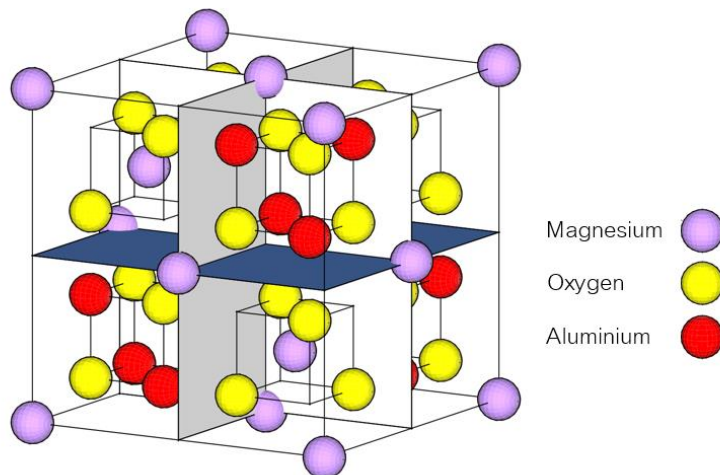
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

สปิเนลเป็นระบบโครงสร้างของผลึกที่เรียกตามชื่อแร่ในธรรมชาติ โดยมีสูตรทางเคมีเป็น AB_2O_4 โดยที่ A และ B แทนถึงอะตอมแคทไอออนประจุ +2 และ +3 ตามลำดับ ซึ่งมีรูปแบบการจัดเรียงตัวแบบ $Fd\bar{3}m$ ($F_{1/d}^4 \bar{3}_{2/m}$; O_h^7 , ลำดับที่ 227) โครงสร้างของสปิเนลเมื่อนำหน่วยเซลล์ (unit cell) ทั้ง 8 หน่วยเซลล์มาเรียงต่อกันเรียกว่าลูกบาศก์หน่วยเซลล์ (cubic unit cell) มาพิจารณาการเรียงตัวของแอนไอออนคือออกซิเจนอะตอม (O) จะมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างลูกบาศก์แบบเฟซเซ็นเตอร์ (face-centered cubic) โดยมีอะตอมของออกซิเจนทั้งหมด 32 อะตอม จะพบช่องว่างทั้งแบบเตตระฮีดรอล (tetrahedral interstices) และออกตะฮีดรอล (octahedral interstices) จำนวน 64 และ 32 ช่องว่างตามลำดับ โดยอะตอมของแคทไอออน A จะอยู่ในช่องว่างเตตระฮีดรอล และอะตอมของแคทไอออน B จะอยู่ในช่องว่างออกตะฮีดรอล

หากพูดถึงสปิเนลโดยทั่วไปแล้วจะหมายถึงแร่ที่มีโครงสร้างของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมในระบบผลึก เนื่องจากเป็นแร่ที่มีโครงสร้างสปิเนลที่พบได้มากในธรรมชาติ โดยเขียนสูตรทางเคมีของแร่สปิเนลได้เป็น $MgAl_2O_4$ ซึ่งการจัดเรียงของสปิเนลนั้น อะตอมแคทไอออนของแมกนีเซียม (Mg) ทั้ง 8 อะตอมจะอยู่ในช่องว่างเตตระฮีดรอลและอะตอมของอะลูมิเนียม (Al) ทั้ง 16 อะตอมนั้นจะอยู่ในช่องว่างช่องว่างออกตะฮีดรอลดังรูปที่ 2.1 แลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameters) ของโครงสร้างทางทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลมีค่าประมาณ 0.808989 นาโนเมตร [1]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

2.2 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์และการใช้งาน

แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เป็นวัสดุเซรามิกที่นิยมใช้ในหลากหลายด้านเนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นหลายประการเช่น มีความแข็งแรงสูง มีจุดหลอมเหลวที่สูงถึง 2135 องศาเซลเซียส [2] มีค่าการขยายตัวทางความร้อนต่ำ ทนต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี มีค่าไดอิเล็กทริกต่ำ เป็นฉนวนไฟฟ้าและมีสมบัติความโปร่งแสงในช่วงความยาวคลื่นกว้าง [3] ซึ่งได้สรุปสมบัติต่างๆดังตารางที่ 2.1 ดังนั้นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์จึงนิยมนำมาใช้กับงานที่หลากหลายเช่น วัสดุทนไฟ [4] เซรามิกใส [5] กระจกกันกระสุนใส [6, 7] เซ็นเซอร์ตรวจจับความชื้น [8] วัสดุเรืองแสง [9-11] หรืองานที่ต้องการความแข็งแรงในด้านวิศวกรรม [12]

ตารางที่ 2.1 สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์

| สมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ | | |
|---------------------------------------|--|--------------------------------|
| | ระบบผลึก | Isometric |
| | ความหนาแน่นทางทฤษฎี (theoretical density), (JCPDS 021-1152) | 3.579 g/cm ³ |
| สมบัติเชิงความร้อน | จุดหลอมเหลว (melting point) [2] | 2135 °C |
| | สมบัติการขยายตัวทางความร้อน (thermal expansion) ช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 1,500 °C [13] | 8.5-9.5 (10 ⁻⁶ /°C) |
| | สมบัติการนำความร้อน (thermal conductivity) [14] | 5.9 (W/m K) |
| | ค่าความจุความร้อนจำเพาะ (heat capacity) [15] | 5° 298K 81 (J/mol K) |
| สมบัติเชิงแสง | ค่าไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ทดสอบผลึกเดี่ยวที่ความถี่ 1 MHz [16] | k' = 8.325 tan (δ) = 0.0008 |
| | ดัชนีหักเหเชิงแสง (refractive index) ที่คลื่นแสง 500 นาโนเมตร [17] | 1.723 |
| | ค่าการกระเจิงแสง (integrated optical scatter) ที่คลื่นแสง 640 นาโนเมตร ตัวอย่างหนา 5 มิลลิเมตร [17] | 7.20% |
| | ช่วงความโปร่งแสง (transmission wavelength range) [17] | 250-6500 nm |
| | ค่าการส่องผ่าน (transmittance) ยังไม่เคลือบสารลดการสะท้อน [17] | 75-80 % |
| | ความมัว (typical haze) ช่วงแสงที่ตามองเห็น [17] | <10 % |
| | ความชัดเจน (typical clarity) ช่วงแสงที่ตามองเห็น [17] | >95 % |
| สมบัติเชิงกล | ความแข็งแรง (flexural strength) [17] | 70-100 MPa |
| | ความแข็ง (hardness) ในหน่วยของโมห์ [18] | 7.5-8.0 |
| | ความแข็งของวัสดุพหุผลึกด้วยวิธีนูบ (Knoop's hardness) [17] | 1450-1650 kg/mm ² |
| | ค่ามอดูลัสของยังก์ (Young's modulus) [19] | 260-280 GPa (≈ 259) |
| | ความเหนียว (fracture toughness) [19] | 1.5-2.2 MPa m ^{1/2} |

2.3 การสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนล

2.3.1 การทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction)

โดยทั่วไปแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลพบได้น้อยในธรรมชาติ ทำให้การใช้งานในอุตสาหกรรมจึงนิยมทำการสังเคราะห์โดยการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง ซึ่งเตรียมได้จากนำผงแมกนีเซียม (MgO) และผงอะลูมินา (Al_2O_3) มาบดผสมกัน จากนั้นจึงนำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิประมาณ 1,600 องศาเซลเซียส เพื่อให้แมกนีเซียมและอะลูมินาทำปฏิกิริยากันและเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลขึ้น [4, 20] เมื่อได้ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลแล้วจึงนำผงที่ได้ไปบดให้ละเอียดก่อนนำไปใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก

ถึงแม้ว่าผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เตรียมจากวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งจะสามารถผลิตได้ง่าย ไม่ซับซ้อน มีต้นทุนการผลิตต่ำ สามารถผลิตได้ในปริมาณมาก แต่ลักษณะของผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่สังเคราะห์ได้นั้นจะได้ผงที่มีขนาดอนุภาคใหญ่ ซึ่งส่งผลทำให้สมบัติการเผาผนึกลดลง มีการกระจายขนาดกว้างทำให้มีการโตของเกรนที่ผิดปกติ (abnormal grain growth) หลังการเผา อีกทั้งมีความบริสุทธิ์ที่ต่ำเนื่องจากการปนเปื้อนจากกระบวนการบดย่อย ทำให้สมบัติของชิ้นงานวัสดุที่ขึ้นรูปจากผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เตรียมโดยการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งนั้น มีความไม่สม่ำเสมอในชิ้นงาน ทั้งจากขนาดอนุภาคที่มีการโตจนมากเกินไปและสิ่งสกปรกเจือปน ทำให้เสียสมบัติเฉพาะตัวของวัสดุไป ดังนั้นการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่เตรียมด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งจึงไม่เหมาะสมสำหรับการเตรียมชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลเซรามิกที่ต้องการความหนาแน่นสูงและมีสมบัติเชิงกลที่ดี จำเป็นต้องใช้วิธีการอื่นในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีการกระจายของขนาดที่สม่ำเสมอ

2.3.2 วิธีการสังเคราะห์ทางเคมี (chemical synthesis)

โดยทั่วไปในการเตรียมผงเซรามิกหรือชิ้นงานเซรามิกที่มีคุณภาพสูงนั้นจะนิยมใช้วิธีการสังเคราะห์ทางเคมี เนื่องจากเป็นวิธีการที่เตรียมผงเซรามิกที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดของอนุภาคในระดับนาโนเมตร และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอ การสังเคราะห์ด้วยวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีเป็นที่นิยมกันมาก โดยนิยมเตรียมในรูปสารละลาย อาจเรียกกลุ่มวิธีสังเคราะห์ดังกล่าวว่าการสังเคราะห์ทางเคมีแบบเปียก (wet chemical synthesis) สำหรับวิธีการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมินตสปิเนลที่นิยมใช้ด้วยวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีนั้นได้แก่

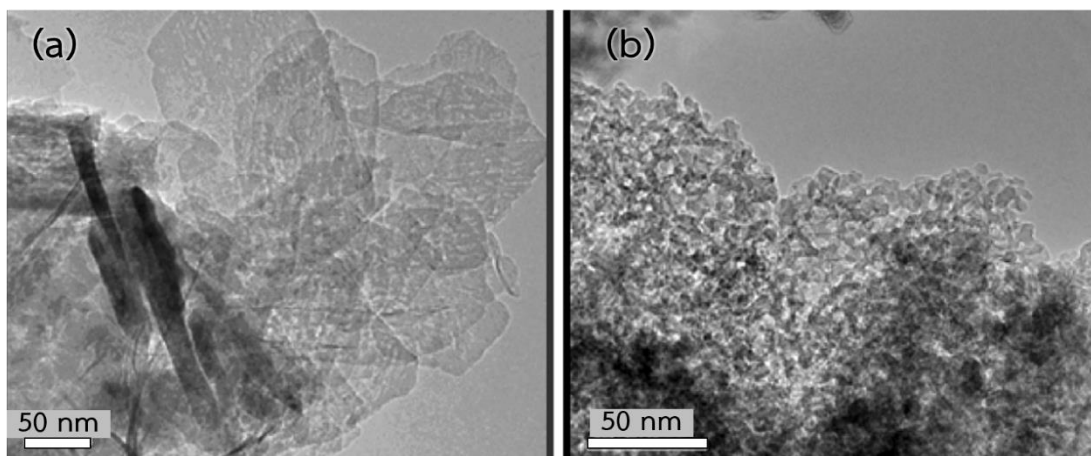
2.3.2.1 วิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal)

วิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นวิธีการหนึ่งที่ใช้ความร้อนและความดันเป็นตัวทำให้เกิดปฏิกิริยา โดยการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวนั้นจะมีความเกี่ยวข้องกับแรงดันของไอน้ำอีกด้วย ซึ่งแรงดันที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจากการเพิ่มอุณหภูมิของระบบปิด ทำให้แรงดันของไอน้ำเพิ่มขึ้น เมื่อมองระดับจุลภาค สารที่อยู่ในระบบไฮโดรเทอร์มัลจะเกิดการเร่งการแพร่ ทั้งจากบนพื้นผิวอนุภาค การละลายและตกผลึกกลับโดยอาศัยน้ำเป็นตัวกลาง และเกิดการแลกเปลี่ยนของไอออนได้ดีขึ้น สารสังเคราะห์ที่อยู่ในระบบไฮโดรเทอร์มัลจะจัดเรียงตัวให้เพื่อลดพลังงานภายในระบบ ทั้งการโตของผลึก การเกิดการโตในบางระนาบของผลึกที่มีพลังงานก่อกัมมันต์ (activation energy) ต่ำ สารที่สังเคราะห์ได้จึงมีความเป็นผลึกสูง มีรูปร่างผลึกที่ชัดเจนและมีขนาดผลึกที่ค่อนข้างใกล้เคียงกัน อย่างไรก็ตามวิธีการดังกล่าวแม้จะเป็นวิธีการที่ง่ายในการสังเคราะห์ ผลิตได้ในปริมาณมาก ต้นทุนสารตั้งต้นที่ถูกเนื่องจากใช้น้ำ และพบมีการเกาะตัวกันน้อย แต่วิธีดังกล่าวจะได้สารประกอบเชิงซ้อนกับน้ำ และเครื่องมือที่ใช้มีราคาที่สูงด้วย

จากการศึกษาของ X.Zhang [21] ที่ทำการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อใช้งานทางด้านเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีตกตะกอน พบว่าวิธีไฮโดรเทอร์มัลนั้นนอกจากจะได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวสูงกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนแล้วนั้น ยังมีปริมาณของรูพรุนที่สูงด้วยเช่นกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.2 โดยขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลนั้นอยู่ในช่วง 10-20 นาโนเมตร ซึ่งเล็กกว่าขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนที่อยู่ในช่วง 100 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 พื้นที่ผิวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล และวิธีตกตะกอน

| วิธีสังเคราะห์ | พื้นที่ผิว (m ² /g) | ปริมาณรูพรุน (cm ³ /g) |
|-------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|
| วิธีไฮโดรเทอร์มัล | 230.6 | 0.29 |
| วิธีตกตะกอน | 37.0 | 0.11 |



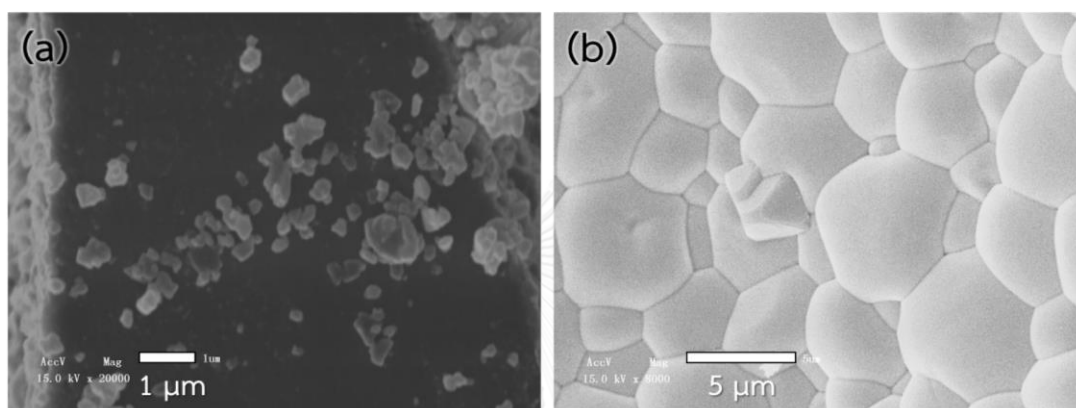
รูปที่ 2.2 ภาพถ่าย TEM ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเทลลูไรด์ที่สังเคราะห์ด้วย

(a) วิธีตกตะกอน (b) วิธีไฮโดรเทอร์มัล [21]

2.3.2.2 วิธีโซลเจล (sol-gel)

วิธีโซลเจลเป็นวิธีการหนึ่งเตรียมจากสารตั้งต้นในรูปของสารละลาย “โซล” นำมาทำปฏิกิริยาควบแน่น (condensation) ทำให้เกิดการเชื่อมกันจนมีลักษณะเป็น “เจล” โดยสารละลายตั้งต้นที่ใช้ นั้นจะเตรียมโดยละลายสารประกอบอินทรีย์ที่อยู่ในรูปของโลหะแอลคอกไซด์ (metal alkoxide) ลงในตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีขั้วซึ่งโดยทั่วไปนิยมใช้แอลกอฮอล์ และมีการเติมน้ำเล็กน้อยเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการควบแน่น โดยสัดส่วนของน้ำและแอลกอฮอล์ของตัวทำละลายจะมีผลต่ออัตราการเกิดเจลเนื่องจากน้ำจะไปแทนที่ในสารประกอบโลหะแอลคอกไซด์ เกิดเป็นสารมัธยันต์ (intermediate phase) ที่เป็นโลหะไฮดรอกไซด์และแอลกอฮอล์ ซึ่งโลหะไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นจะเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นและเกิดเป็นโลหะออกไซด์ ซึ่งจะมีน้ำเกิดขึ้นด้วยหลังปฏิกิริยาการควบแน่นสามารถกล่าวได้ว่า “น้ำ” เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล โดยสุดท้ายแล้วเมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปจนสมบูรณ์ ตัวทำละลายที่เป็นน้ำและแอลกอฮอล์จะแทรกอยู่ในโครงสร้างตาข่ายของของแข็งทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นเจล ซึ่งการไล่ตัวละลายในโครงสร้างเจลส่งผลต่อโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่ได้ โดยการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเทลลูไรด์ด้วยวิธีโซลเจลของ S.J. Han และคณะ [22] ที่ใช้วิธีการอบแห้งแบบวิกฤตยิ่งยวด (supercritical drying) พบว่าผงที่ได้จากการสังเคราะห์จะมีความเป็นรูพรุนสูง ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคของ Brunauer–Emmett–Teller (BET) พบว่าพื้นที่ผิวที่ได้นั้นสูงถึง 435 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรรูพรุนของผงที่ได้อยู่ที่ 1.24 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม โดยมีขนาดของรูพรุนเฉลี่ยที่ 11.4 นาโนเมตร โดยผงที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจลที่ทำการอบแห้งแบบวิกฤตยิ่งยวดนี้เหมาะแก่การเตรียมชิ้นงานสำหรับการใช้งานด้านการดูดซับแก๊สหรือผลิตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแก๊ส

ซึ่งเมื่อทำการเปรียบเทียบการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลด้วยวิธีโซลเจลของ W. Liu และคณะ [23] ที่ทำการอบแห้งโดยใช้เตาอบ ดังรูปที่ 2.3 พบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลที่ได้จะมีขนาดในช่วง 10-15 นาโนเมตร เมื่อนำไปทำการขึ้นรูปเป็นชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลเซรามิกด้วยการอัดขึ้นรูปแบบให้แรงดันในทิศทางเดียวด้วยแรงดันที่ 200 เมกะพาสคัล และนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ประมาณร้อยละ 96 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี



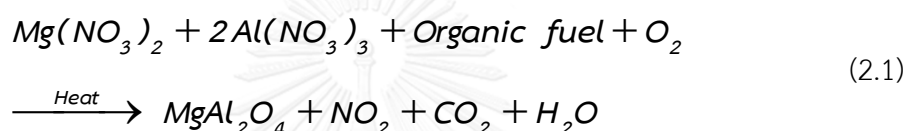
รูปที่ 2.3 ภาพถ่าย SEM ของ (a) ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนลที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล (b) ชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่เตรียมได้และเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยความแตกต่างของโครงสร้างเจลนั้นเกิดขึ้นจากการไล่ตัวทำละลายที่เป็นน้ำและแอลกอฮอล์ในโครงสร้างเจล การอบแห้งด้วยวิธีทั่วไป หรือการใช้เตาอบจะเกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะของของเหลวให้กลายเป็นแก๊ส ของเหลวที่อยู่ในโครงสร้างเจลจะค่อยๆมีปริมาตรที่ลดลง แรงดึงผิวของของเหลวจะดึงโครงสร้างเจลเข้ามาชิดกัน จนเมื่อของเหลวระเหยออกหมด โครงสร้างที่ได้จะถูกดึงให้มาชิดกันเป็นของแข็งที่มีรูพรุนต่ำ เมื่อเทียบกับการอบแห้งแบบวิกฤตยิ่งยวด จะอาศัยการลดอุณหภูมิให้น้ำหรือตัวทำละลายอินทรีย์ในโครงสร้างเปลี่ยนแปลงสถานะเป็นของแข็งจากนั้นจะทำการลดความดันเพื่อให้เกิดการระเหิดกลายเป็นไอ ซึ่งการไล่น้ำหรือตัวทำละลายอินทรีย์ในสภาวะการระเหิดที่ของแข็งจะไม่มีผลของแรงดึงผิวของตัวกลางที่มีสถานะเป็นของเหลว ทำให้โครงสร้างที่เป็นของแข็งยังคงอยู่ที่ตำแหน่งเดิม ส่งผลให้ผงที่มีพื้นที่ผิวสูงกว่าวิธีการอบแห้งด้วยวิธีทั่วไป

อย่างไรก็ดี แม้ว่าวิธีการโซลเจลจะสามารถเตรียมได้ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์สปีเนล ซึ่งเหมาะแก่การเตรียมชิ้นงานเซรามิกที่ต้องการความหนาแน่นสูง แต่วิธีการดังกล่าวมีต้นทุนการผลิตที่สูงทั้งในเรื่องของสารประกอบอินทรีย์ตั้งต้น อีกทั้งของเสียจากวิธีการดังกล่าวค่อนข้างเป็นพิษและยากต่อการกำจัด อีกทั้งวิธีการอบแห้งแบบวิกฤตยิ่งยวดนั้นมีกระบวนการอบแห้งที่มีความซับซ้อนและยังต้องอาศัยเครื่องมือขั้นสูงในการช่วยอบแห้ง

2.3.2.3 วิธีเผาไหม้ (combustion synthesis)

วิธีเผาไหม้เป็นการสังเคราะห์รูปแบบหนึ่งที่อยู่อาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเป็นผลิตภัณฑ์ เมื่อพิจารณาสารตั้งต้นที่นำมาใช้ในกระบวนการเผาไหม้นั้นพบว่าจะนิยมใช้สารประกอบในรูปของโลหะไนเตรต ได้แก่ แก๊สของแมกนีเซียมไนเตรตและแก๊สของอะลูมิเนียมไนเตรต เนื่องจากนำแก๊สทั้งสองชนิดมาผ่านกระบวนการทางความร้อนด้วยการเผาแคลไซน์จะเกิดการสลายตัวของแก๊สไนเตรตด้วยความร้อน ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ที่เป็นเชื้อเพลิงและแก๊สออกซิเจนได้ โดยเมื่อเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้กับสารอินทรีย์แล้วนั้นจะเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตสปีเนล แก๊สของไนโตรเจนไดออกไซด์ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำได้ ดังสมการที่ (2.1)



สำหรับสารอินทรีย์ที่นิยมใช้ในวิธีการเผาไหม้ได้แก่ ไกลซีน (glycine, NH_2CH_2COOH) [24, 25] ยูเรีย (urea, $CO(NH_2)_2$) [24] เบต้าอะลานีน (beta alanine, $NH_2CH_2CH_2COOH$) [24] โมโนเอทานอลามีน (monoethanolamine, $NH_2CH_2CH_2OH$, MEA) [25] และน้ำตาลซูโครส [26] เมื่อนำสารประกอบโลหะไนเตรตมาทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ที่อุณหภูมิหนึ่งจนเกิดการเผาไหม้ ในกระบวนการดังกล่าวจะเกิดปฏิกิริยาคายความร้อนขึ้น ทำให้พลังงานในการเกิดปฏิกิริยาสูง จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นโลหะออกไซด์หรือโลหะคาร์ไบด์ จากการศึกษาของ R. Ianos และคณะ [24] ที่ได้ใช้สารอินทรีย์ชนิดต่างๆมาทำการเผาไหม้ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบว่าชนิดของสารอินทรีย์ส่งผลต่อการเกิดเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไนเตรตหลังการเผาไหม้ดังตารางที่ 2.3

วิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีเผาไหม้จะใช้พลังงานความร้อนเริ่มต้นที่น้อยกว่าวิธีการสังเคราะห์โดยการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง โดยมีอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่น้อยกว่า 500 องศาเซลเซียส เมื่อเกิดการเผาไหม้แล้วนั้นอุณหภูมิที่สังเคราะห์จะเพิ่มขึ้นสูงมากและเกิดการลดลงของอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว การลดอุณหภูมิอย่างรวดเร็วทำให้อนุภาคที่เกิดขึ้นไม่มีเวลามากพอที่ทำให้เกิดการโต ทำให้อนุภาคที่ได้จะอยู่ในช่วงนาโนเมตร มีความบริสุทธิ์สูงและเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ทำได้รวดเร็วอีกด้วย แต่ในช่วงที่เกิดการเผาไหม้นั้นอนุภาคที่มีขนาดเล็กมากจะสามารถเกิดการจับเป็นก้อน (aggregate) กลายเป็นผงของกลุ่มอนุภาคที่มีความแข็งและขนาดไม่สม่ำเสมอ ซึ่งส่งผลกระทบต่อการใช้งานทางเซรามิก อีกทั้งการเผาไหม้ยังเกิดแก๊สขึ้นจำนวนมาก ทำให้อนุภาคที่ได้มีรูพรุน

สูง มีการปนเปื้อนของคาร์บอนหรือเกิดสารประกอบคาร์ไบด์ในผงที่สังเคราะห์ และสารที่ได้มักมีโครงสร้างของอสัณฐาน (amorphous) เจือปนอีกด้วย [24]

ตารางที่ 2.3 ผลของชนิดสารอินทรีย์ที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงในการสังเคราะห์ด้วยวิธีเผาไหม้ต่อสมบัติของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเทลลูไรด์ [24]

| Fuel | Reaction time (second) and its peculiarities | The resulted powder | | | Phase after annealing at 900 °C, 1h |
|------------------|--|---------------------|------------------------|----------------------------------|-------------------------------------|
| | | Color | Losses on ignition (%) | Phase | |
| Urea | No combustion reaction | Yellowish | 16.4 | Amorphous | MgAl ₂ O ₄ |
| Glycine | 140, smoldering combustion | Gray | 23.5 | Amorphous | |
| b-Alanine | 120, smoldering combustion | Gray-black | 20.9 | Amorphous | |
| Urea + b-Alanine | 60, flame combustion, bright glowing incandescence | White | 2.1 | MgAl ₂ O ₄ | |
| Urea + Glycine | 75, flame combustion, glowing incandescence | White | 4.5 | MgAl ₂ O ₄ | |
| No fuel | No combustion reaction | Yellow | 35.3 | Amorphous | |

2.3.2.4 สเปรย์ไพโรลิซิส (spray pyrolysis)

สเปรย์ไพโรลิซิสเป็นวิธีการหนึ่งที่สำคัญหลักการสองอย่างคือ “สเปรย์” คือการทำให้เป็นละออง และคำว่า “ไพโรลิซิส” คือการเปลี่ยนแปลงทางเคมีโดยอาศัยความร้อน เมื่อนำสองคำนี้มารวมกันจะหมายถึงวิธีการที่ทำการพ่นสารให้เป็นละอองและให้เกิดปฏิกิริยาทางความร้อน ในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเทลลูไรด์จะเริ่มจากเตรียมสารละลายโดยใช้ตัวทำละลายที่เป็นน้ำและแอลกอฮอล์กับเกลือในกลุ่มของไนเตรต เนื่องจากเกลือไนเตรตเป็นตัวออกซิไดซ์ที่ดี นำสารละลายที่ได้ไปพ่นให้เป็นละอองเข้าสู่ห้องเผา สารละลายจะเกิดการระเหยอย่างรวดเร็วและเกิดการกลายเป็นไอ (evaporation) ของโลหะ ไอที่เกิดขึ้นจะเกิดการควบแน่น (condensation) เป็นนิวเคลียสของโลหะออกไซด์ แม้ว่าวิธีสเปรย์ไพโรลิซิสจะได้ผงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโน มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแคบ แต่การควบคุมสมบัติต่างๆนั้นจะขึ้นกับประสิทธิภาพของเครื่องปฏิกรณ์ (reactor) อีกทั้งมีต้นทุนเครื่องมือที่ราคาสูงอีกด้วย [27]

2.3.2.5 วิธีตกตะกอน (precipitation)

การตกตะกอนเป็นวิธีหนึ่งที่ทำให้การเปลี่ยนรูปของสารจากสารละลายให้อยู่ในรูปของแข็ง เดิมทีนั้นได้ใช้วิธีการดังกล่าวในการกำจัดสารละลายที่เป็นพิษ เช่น การกำจัดไอออนของโลหะหนักในน้ำ

เสียของกระบวนการทางอุตสาหกรรม ภายหลังจากได้มีการนำวิธีดังกล่าวมาประยุกต์ใช้เพื่อการสังเคราะห์สาร โดยหลักการจะอาศัยการปรับสมบัติด้านความสามารถในการทำละลาย (solubility) ซึ่งในทางกายภาพสามารถปรับความสามารถในการทำละลายได้ด้วยการปรับอุณหภูมิ เมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้นจะส่งผลให้ความสามารถในการทำละลายของสารเพิ่มขึ้น ในทางเคมีนั้นการปรับเพิ่มความเข้มข้นก็เป็นอีกวิธีหนึ่งที่ทำให้สารเกิดการตกตะกอนได้ เช่น การระเหยตัวทำละลายเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายสูงเกินกว่าค่าความสามารถในการละลายก็เป็นอีกวิธีหนึ่งซึ่งง่ายในการตกตะกอน หรือการเติมเคาน์เตอร์ไอออน (counter ion) ซึ่งเป็นไอออนลบใดๆที่สามารถจับกับไอออนบวกของโลหะในระบบได้ โดยกลไกที่เกิดขึ้นหลังการเติมเคาน์เตอร์ไอออนลงไปในการละลายจะทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างไอออนบวกและลบ จากเดิมค่าความสามารถในการละลายทั้งของสารตั้งต้นและเคาน์เตอร์ไอออนสูง เมื่อเกิดการรวมกันจะเป็นเกิดสารใหม่ที่มีค่าความสามารถในการละลายต่ำทำให้เกิดการตกตะกอนได้เช่นกัน โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนนั้นจะนิยมเรียกสารที่เป็นเคาน์เตอร์ไอออนว่า “ตัวช่วยตกตะกอน” (precipitant)

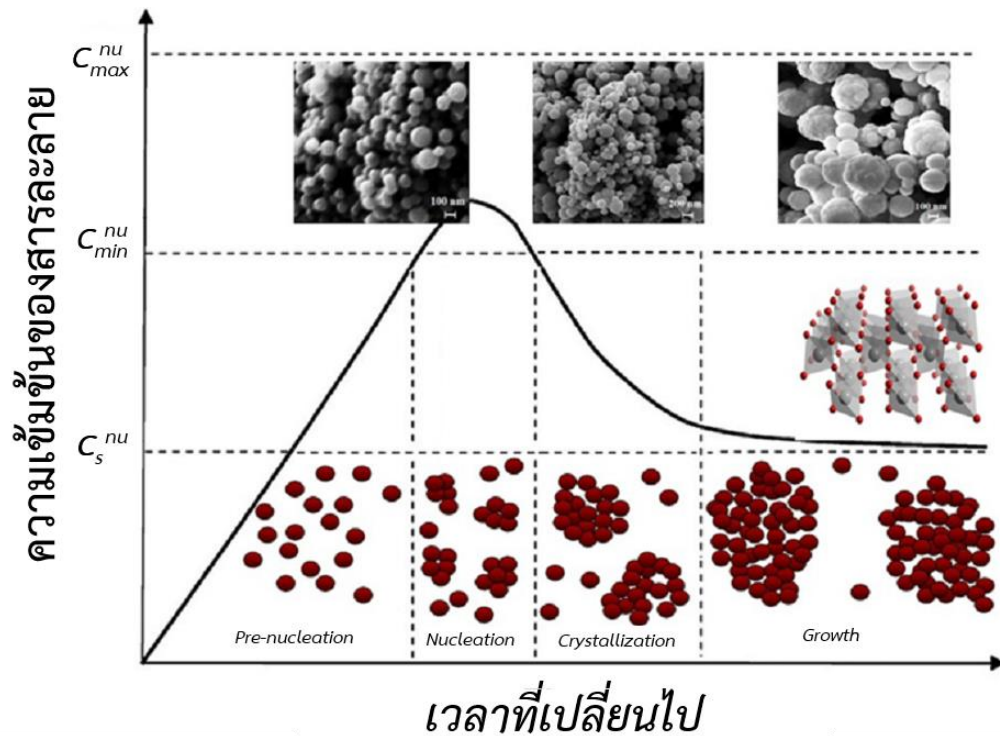
ปัจจุบันวิธีตกตะกอนเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์สารที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายเมื่อเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีแบบอื่นๆ ใช้เครื่องมือที่ง่ายไม่ซับซ้อน มีความปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม สามารถเตรียมผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็ก และมีการกระจายตัวของขนาดที่แคบได้ [2, 28-30] สามารถขยายการผลิตในเชิงอุตสาหกรรมได้ โดยการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนจะเริ่มจากการเตรียมสารละลายตั้งต้น (precursor solution) ซึ่งเตรียมได้โดยการนำเกลือของแมกนีเซียมและเกลือของอะลูมิเนียมมาทำการละลายในน้ำ จากนั้นนำสารละลายตั้งต้นที่ได้ไปหยดลงในตัวสารละลายที่ใช้ตกตะกอน (precipitant solution) เพื่อเกิดการตกตะกอน นำตะกอนที่ได้ไปทำการล้างกำจัดไอออนส่วนเกินแล้วทำการเผาแคลไซน์ จนได้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ต้องการ [2, 29]

2.3.2.5.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับการตกตะกอน

เมื่อเริ่มทำการตกตะกอนโดยค่อยๆหยดสารละลายตั้งต้นลงในสารละลายที่ใช้ตกตะกอน ในช่วงต้นความเข้มข้นจะค่อยๆเพิ่มขึ้นดังแสดงในรูปที่ 2.4 จนความเข้มข้นเกินความสามารถในการละลายของตะกอน (solubility concentration, C_s) จะพบว่าแม้ว่าความเข้มข้นจะเพิ่มขึ้นจนถึงเกินกว่าค่าความสามารถในการละลายของตะกอน (C_s) ไปแล้วก็ตามแต่ไม่มีตะกอนเกิดขึ้น จนกระทั่งถึงช่วงความเข้มข้นในการเกิดตะกอน (nucleation concentration, C_{mn}^{nu}) จึงจะเริ่มเกิดตะกอนขึ้น เพราะช่วงดังกล่าวมีความเข้มข้นที่มากพอที่ทำให้เกิดนิวเคลียส (nucleation)

ซึ่งในช่วงแรกที่ยังไม่เริ่มเกิดนิวเคลียสนั้นสามารถอธิบายได้ด้วยหลักทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamics) ได้ในรูปของพลังงาน โดยพลังงานในการเกิดของแข็งมีค่าน้อยกว่าพลังงานการ

ละลาย ซึ่งส่วนหนึ่งเป็นผลจากพลังงานพื้นผิวของของแข็ง โดยทั่วไปแล้วในสารละลายจะมีการเคลื่อนที่ทั้งตัวทำละลายและตัวถูกละลายตลอดเวลา



รูปที่ 2.4 แผนภาพลาเมออร์แสดงถึงกลไกการตกตะกอนที่ความเข้มข้นและเวลาต่างๆ [31]

ในบางครั้งก็จะเกิดการชนกันและจับกันเป็นของแข็ง แต่หากหลังการชนแล้วพลังงานการเกิดของแข็งไม่มากพอที่จะชนะพลังงานการสร้างพื้นผิวใหม่ระหว่างของแข็งกับสารละลายได้ ของแข็งนั้นก็เกิดการละลายกลับไปเป็นสารละลายอีกครั้งหนึ่ง จึงไม่เกิดของแข็งขึ้นในสารละลาย โดยสามารถเขียนสมการพลังงานการเกิดของแข็งได้ดังสมการที่ (2.2) และพลังงานในการเปลี่ยนเป็นของแข็งต่อปริมาตรกับพลังงานศักย์ทางเคมี สมการที่ (2.3)

$$\Delta G_s(r) = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \gamma \quad (2.2)$$

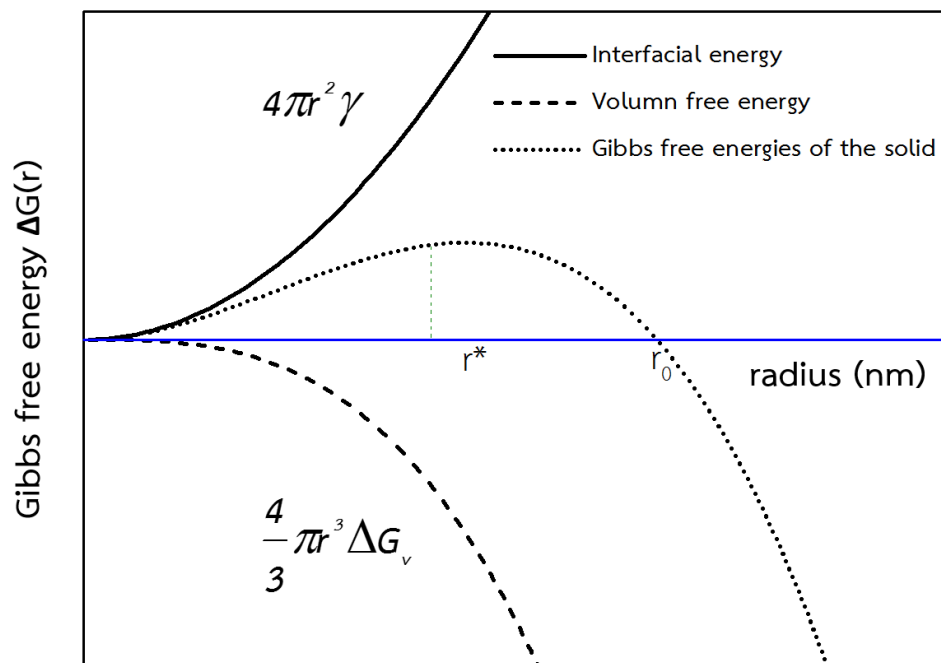
$$\Delta G_v = \frac{\mu_s^0 - \mu_l^0}{V_m} \quad (2.3)$$

โดยที่ $\Delta G_s(r)$ คือ ผลรวมการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระกิบส์ของระบบในการเกิดของแข็ง (Gibbs free energies of the solid)

| | |
|-------------------------|--|
| ΔG_v | คือ พลังงานในการเปลี่ยนเป็นของแข็งต่อปริมาตร |
| r | คือ ขนาดของอนุภาคของแข็ง |
| γ | คือ ค่าคงที่ของพลังงานพื้นผิวรอยต่อของของแข็งกับสารละลาย |
| μ_s^0 และ μ_l^0 | คือ พลังงานศักย์ทางเคมีของของแข็งและสารละลายตามลำดับ |
| V_m | คือ ปริมาตรของสารในระบบ |

เมื่อนำสมการที่ (2.3) แทนค่าในสมการที่ (2.2) ผลรวมของสมการนี้คือพลังงานอิสระกิบส์ในการเกิดเป็นของแข็ง การลดพลังงานของระบบลงจะทำให้เกิดของแข็งได้ง่ายขึ้น ซึ่งพลังงานในการเปลี่ยนเป็นของแข็งต่อปริมาตร (ΔG_v) นั้นแปรผันกับพลังงานศักย์ทางเคมีของสารละลาย ($-\mu_l^0$) ดังนั้นในการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายจะทำให้พลังงานในการเปลี่ยนเป็นของแข็งลดลง ซึ่งส่งผลให้สารละลายสามารถเกิดเป็นของแข็งได้ง่ายขึ้น

อนุภาคของของแข็งเริ่มแรกจะเรียกว่า “นิวเคลียส” ซึ่งจะเกิดขึ้นได้หรือไม่นั้นก็ขึ้นอยู่กับพลังงานของระบบ เมื่อนำสมการที่ (2.2) มาทำการหาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคและพลังงาน จะได้ความสัมพันธ์ดังรูปที่ 2.5 เพื่อให้สมดุลของพลังงานเป็นของแข็งแล้วนั้นพลังงานอิสระกิบส์ของระบบในการเกิดของแข็งนั้นจะต้องน้อยกว่า 0



รูปที่ 2.5 ความสัมพันธ์ของพลังงานพื้นผิว พลังงานการเปลี่ยนเป็นของแข็ง และพลังงานรวมของระบบ

โดยสามารถใช้หลักการทางคณิตศาสตร์ในการแก้สมการของพลังงานเพื่อหาขนาดของอนุภาคเริ่มต้น โดยแทนค่าขนาดของอนุภาคด้วย r^* เป็นขนาดของนิวเคลียสเริ่มต้นที่ไม่เกิดการละลายกลับ ในสมการที่ (2.2) และหาอนุพันธ์จะได้เป็นความเปลี่ยนแปลงของพลังงานอิสระกิบส์ของระบบในการเกิดของแข็งดังสมการที่ (2.4)

$$\frac{d\Delta G_s(r^*)}{dr} = 0 = 4\pi r^2 \Delta G_v + 8\pi r^* \gamma \quad (2.4)$$

โดยที่ r^* คือ ขนาดของนิวเคลียสเริ่มต้นที่ไม่เกิดการละลายกลับ

จะเห็นว่าในช่วงที่ขนาดอนุภาคเท่ากับ r^* พลังงานอิสระกิบส์ของระบบในการเกิดของแข็งยังมีค่ามากกว่า 0 ก็ตามแต่ถือเป็นขนาดที่สามารถเอาชนะพลังงานพื้นผิวของระบบแล้ว เมื่อขนาดโตขึ้นจาก r^* จะทำให้พลังงานของระบบลดลง โดยอนุภาคสามารถโตต่อไปได้จนถึงที่สมดุลของพลังงานอิสระกิบส์ของระบบในการเกิดของแข็ง ซึ่งมีพลังงานเท่ากับ 0 ที่ขนาดอนุภาคเท่ากับ r_0

เมื่อจัดรูปสมการที่ (2.4) จะเห็นได้ว่าขนาดของนิวเคลียสเริ่มต้น (r^*) จะแปรผกผันกลับส่วนกลับของพลังงานในการเปลี่ยนเป็นของแข็งต่อปริมาตร (ΔG_v) ดังสมการที่ (2.5)

$$r^* = -\frac{2\gamma}{\Delta G_v} \quad (2.5)$$

หากพลังงานในการเปลี่ยนเป็นของแข็งมีค่ามากๆ ก็จะส่งผลให้นิวเคลียสเริ่มต้นที่ได้นั้นมีขนาดเล็ก ซึ่งหากนำสมการที่ (2.3) แทนค่าลงในสมการที่ (2.5) จะพบว่า ขนาดของนิวเคลียสจะขึ้นกับพลังงานศักย์ทางเคมีของสารละลาย ดังสมการที่ (2.6)

$$r^* = \frac{2\gamma}{\mu_l^0 - \mu_s^0} V_m \quad (2.6)$$

ซึ่งพลังงานศักย์ทางเคมีของสารละลายจะแปรผกผันกับความเข้มข้นของระบบ ดังนั้นความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นจึงส่งผลต่อขนาดนิวเคลียสที่เกิดขึ้น ดังนั้นหากใช้สารละลายตั้งต้นที่มีความเข้มข้นสูง จะทำให้ขนาดของนิวเคลียสที่ได้มีขนาดเล็กตามไปด้วย

2.3.2.5.2 ปัจจัยที่ส่งผลต่อสมบัติของตะกอน

จากทฤษฎีการตกตะกอนจะเห็นว่าวิธีตกตะกอนจะเริ่มจากอนุภาคที่เป็นไอออนในสารละลายเกิดการอิมิตัวและจับตัวกันเป็นของแข็ง แม้รูปแบบการเกิดของแข็งจะดูเรียบง่ายแต่ในความเป็นจริง

นั้นยังมีปัจจัยอื่นอีกมากมายที่ส่งผลต่อการรวมตัวกันของไอออน ทำให้เกิดอนุภาคในรูปแบบที่แตกต่างกันเช่น เฟสของตะกอนที่ได้ ขนาดของตะกอน ไปจนถึงเกิดการโตในบางทิศทางได้ ซึ่งได้สรุปตัวแปรต่างๆในการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน และผลต่อสมบัติต่อผงที่สังเคราะห์ได้ ดังแสดงในตารางที่ 2.4 [32]

ตารางที่ 2.4 ผลของตัวแปรในวิธีตกตะกอนที่ส่งผลต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

| ตัวแปร | ผลต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ |
|-----------------------|--|
| ชนิดไอออนลบ | รูปร่างและพื้นผิวของตะกอน |
| สารตัวเติม | พื้นผิวของตะกอน |
| อุณหภูมิการบ่ม | เฟสและพื้นผิวของตะกอน |
| ชนิดตัวทำละลาย | ความเป็นผลึกและพื้นผิวของตะกอน |
| เวลาในการบ่ม | ความเป็นผลึก ความบริสุทธิ์และพื้นผิวของตะกอน |
| องค์ประกอบของสารละลาย | เฟส ความบริสุทธิ์และองค์ประกอบของตะกอน |
| ลำดับการผสม | ความเป็นเนื้อเดียวและองค์ประกอบของตะกอน |
| ตัวช่วยตกตะกอน | เฟสและความเป็นเนื้อเดียวของตะกอน |
| ความเป็นกรด-เบส | เฟสของตะกอน |
| ความเข้มข้น | ขนาดอนุภาคและอัตราการตกตะกอน |

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย [19] ชนิดของตัวช่วยตกตะกอน [29] ความเป็นกรด-เบสในการตกตะกอน [33] อุณหภูมิการบ่ม [17] ไปจนถึงขั้นตอนการล้างตะกอนที่สังเคราะห์ [34, 35]

2.3.2.5.3 ชนิดตัวช่วยตกตะกอน

ชนิดของตัวช่วยตกตะกอนเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญ เนื่องจากส่งผลต่อเฟสของตะกอนที่เกิดขึ้น ในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ทำการตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) พบว่าตะกอนที่ได้นั้นจะมีเฟสของกิบบ์ไซต์ (gibbsite, $\text{Al}(\text{OH})_3$) เฟสของสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะเป็นชั้น (Mg–Al double hydroxide, $2\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$) และเฟสของบรูไซต์ (brucite, $\text{Mg}(\text{OH})_2$) [30] ซึ่งเฟสของกิบบ์ไซต์มีลักษณะ

เป็นเจล เมื่ออบแห้งแล้วจะได้ตะกอนที่มีความแข็ง เมื่อนำไปเผาแคลไซน์จะทำให้เกิดการรวมกลุ่มกันของอนุภาค (hard agglomeration) ทำให้ผงที่ได้หลังเผาแคลไซน์มีขนาดใหญ่ [2] ในขณะที่การตกตะกอนโดยใช้คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) จากแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3) พบว่า อะลูมิเนียมไอออนจะเกิดเป็นตะกอนที่อยู่ในรูปเฟสของแอมโมเนียมดอโซไนท์ (ammonium dawsonite, $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ซึ่งมีลักษณะผลึกเป็นแท่ง มีการเกาะตัวกันน้อยกว่า ทำให้อบแห้งไปเผาแคลไซน์แล้วจะได้อนุภาคที่เกิดการรวมกลุ่มกันน้อยกว่าตะกอนที่ใช้แอมโมเนียมเพียงอย่างเดียว [2, 36] นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่ได้เปรียบเทียบผลของตัวช่วยตกตะกอน โดยเปรียบเทียบระหว่างแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตและยูเรีย ($(\text{NH}_2)_2\text{CO}$) ซึ่งตัวช่วยตกตะกอนทั้งสองสามารถให้ แอมโมเนียมไอออน (NH_4^+) และคาร์บอเนตไอออนได้เหมือนกัน แต่เมื่อทำการตกตะกอนและสังเคราะห์แล้วพบว่า ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้จากการใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอนนั้นมีขนาดของอนุภาคที่เล็กกว่าวิธีที่ใช้ยูเรียเป็นตัวช่วยตกตะกอนอย่างเห็นได้ชัด [29] ซึ่งเมื่อศึกษาเฟสของตะกอนที่ได้จากการใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน นอกจากที่อะลูมิเนียมไอออนเกิดเป็นตะกอนในเฟสแอมโมเนียมดอโซไนท์แล้ว แมกนีเซียมไอออนและอะลูมิเนียมไอออนในสารละลายจะเกิดเป็นตะกอนในเฟสของไฮโดรทัลไซต์ (hydrotalcite, $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_{16} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) อีกด้วย [2]

เฟสของตะกอนที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงเฟสไปเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่แตกต่างกัน โดยการใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวช่วยตกตะกอนจะทำให้ตะกอนที่ได้อยู่ในเฟสของบรูไซต์ กิบบ์ไซต์ และสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะเป็นชั้นเมื่อเผาแคลไซน์ เฟสของบรูไซต์จะเกิดการสลายตัวของน้ำในโครงสร้างและเปลี่ยนเฟสเป็นแมกนีเซียมซึ่งเฟสของกิบบ์ไซต์จะเกิดการสลายตัวของน้ำในโครงสร้างเช่นกันโดยเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นแกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ส่วนเฟสของสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะเป็นชั้นจะสลายตัวของน้ำในโครงสร้างและเปลี่ยนเฟสเป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับเฟสของแมกนีเซียมซึ่งเมื่อเผาแคลไซน์สูงกว่า 400 องศาเซลเซียส เฟสของแมกนีเซียมและเฟสของแกมมาอะลูมินาจะทำปฏิกิริยาและเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล [30]

สำหรับการใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน ตะกอนที่ได้จะเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอโซไนท์ และไฮโดรทัลไซต์ โดยเมื่อเริ่มเผาแคลไซน์ตะกอนที่ได้จะพบการเปลี่ยนแปลงโดยเฟสของแอมโมเนียมดอโซไนท์จะเกิดการสลายตัวของน้ำ คาร์บอเนตและแอมโมเนียมในโครงสร้างกลายเป็นเฟสแกมมาอะลูมินา เฟสของไฮโดรทัลไซต์จะเกิดการสลายตัวของน้ำและคาร์บอเนตและได้เฟสของแมกนีเซียมและสารมัธยันต์ที่มีโครงสร้างอสังฐาน โดยเมื่อเผาแคลไซน์สูงกว่า 800 องศาเซลเซียส เฟสของแมกนีเซียม แกมมาอะลูมินาและสารมัธยันต์ที่มีโครงสร้างอสังฐาน จะทำปฏิกิริยาและเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล [2]

การใช้ยูเรียเป็นตัวช่วยตกตะกอนจะทำให้ตะกอนที่ได้อยู่ในเฟสของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งเมื่อนำไปเผาแคลไซน์จะเกิดการสลายตัวของน้ำและคาร์บอนเนตและได้เฟสของแมกนีเซียมและสารมัธยันต์ที่มีโครงสร้างอสมฐาน โดยเมื่อเผาแคลไซน์สูงกว่า 800 องศาเซลเซียส เฟสของแมกนีเซียม และสารมัธยันต์ที่มีโครงสร้างอสมฐานจะทำปฏิกิริยาและเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ แม้ว่าชนิดของตัวช่วยตกตะกอนจะส่งผลต่อเฟสของตะกอนที่ได้มีความแตกต่างกัน แต่เมื่อทำการเผาแคลไซน์จะได้เป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทั้งสิ้น ซึ่งสามารถสรุปชนิดของตัวช่วยตกตะกอน เฟสที่ได้จากการสังเคราะห์และการเปลี่ยนแปลงเฟสหลังการเผาแคลไซน์ดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 ผลของชนิดตัวช่วยตกตะกอนที่ส่งผลต่อชนิดของเฟสและการเปลี่ยนเฟสหลังเผา

| Precipitant | Phase | Mg : Al | Phase transformation |
|------------------------------------|---|---------|--|
| NH ₄ OH | Brucite, [Mg(OH) ₂] | 1 : 0 | Brucite $\xrightarrow{\text{Heat}}$ MgO |
| | Gibbsite, Al(OH) ₃ | 0 : 1 | Gibbsite $\xrightarrow{220-280^{\circ}\text{C}}$ $\eta\text{Al}_2\text{O}_3 + \gamma\text{AlO}(\text{OH}) \xrightarrow{350-400^{\circ}\text{C}}$ $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ |
| | Mg-Al double hydroxide (Mg-Al DH), 2Mg(OH) ₂ -Al(OH) ₃ | 2 : 1 | Mg-Al DH $\xrightarrow{220-280^{\circ}\text{C}}$ Intermediate phase 1 $\xrightarrow{350-400^{\circ}\text{C}}$ MgAl ₂ O ₄ + MgO |
| NH ₄ HCO ₃ | Ammonium dawsonite hydrate, [NH ₄ Al(OH) ₂ CO ₃ ·H ₂ O] | 0 : 1 | Dawsonite $\xrightarrow{160-190^{\circ}\text{C}}$ Intermediate phase 2 $\xrightarrow{>400^{\circ}\text{C}}$ $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ |
| | Hydrotalcite, [Mg ₆ Al ₂ (CO ₃)(OH) ₁₆ ·4H ₂ O] | 3 : 1 | Hydrotalcite $\xrightarrow{300^{\circ}\text{C}}$ Intermediate phase 3 + MgO |
| (NH ₄) ₂ CO | Hydrotalcite, [Mg ₆ Al ₂ (CO ₃)(OH) ₁₆ ·4H ₂ O] | 3 : 1 | Hydrotalcite $\xrightarrow{600^{\circ}\text{C}}$ Intermediate phase 4 + MgO $\xrightarrow{800^{\circ}\text{C}}$ MgAl ₂ O ₄ |

2.3.2.5.4 ปัจจัยความเป็นกรด-เบส

ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน เป็นตัวแปรหนึ่งที่บ่งบอกถึงความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) ซึ่งเป็นปัจจัยที่สำคัญต่อสมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากตะกอนที่สังเคราะห์ได้จากการตกตะกอนของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมล้วนต้องมีไฮดรอกไซด์ไอออนเป็นส่วนประกอบ ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลอย่างมากต่อองค์ประกอบทางเคมีของเฟสไฮโดรทัลไซต์ที่ได้ โดยมีงานวิจัยของ Q. Wang และคณะ [36] ได้ทำการสังเคราะห์เฟสไฮโดรทัลไซต์โดยวิธีตกตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 6.5 ถึง 9 จะพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีอัตราส่วนระหว่างแมกนีเซียมต่ออะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นจาก 0.5 เป็น 2.3 เนื่องจากแมกนีเซียมไอออนมีค่าความสามารถในการละลายที่สูง

ในช่วงความเป็นกรด-เบสต่ำๆ ทำให้แมกนีเซียมในสารละลายตั้งต้นนั้นตกตะกอนได้บางส่วน แต่เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 10 ไปจนถึง 14 จะพบว่าอัตราส่วนระหว่างแมกนีเซียมต่ออะลูมิเนียมของตะกอนจะคงที่ เนื่องจากแมกนีเซียมเกิดการตกตะกอนทั้งหมด ทำให้เฟสของไฮดรอกไซด์ที่ได้มีสัดส่วนของแมกนีเซียมต่ออะลูมิเนียมที่ได้มีค่าประมาณ 3.1 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของไฮดรอกไซด์ ดังตารางที่ 2.6

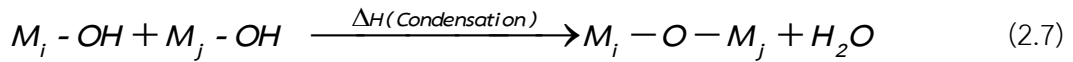
ตารางที่ 2.6 สัดส่วนอะตอมของ Mg : Al ของเฟสที่ได้จากการตกตะกอนที่
ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

| ความเป็นกรด-เบส ของสารละลายที่ใช้ ตกตะกอน | เฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ | สัดส่วนอะตอม Mg : Al |
|---|--|-------------------------|
| 6.5 | γ -ALOOH + $Mg_xAl_1-NO_3$ | 0.5 |
| 7.0 | γ -ALOOH + $Mg_xAl_1-NO_3$ | 0.6 |
| 8.0 | γ -ALOOH + $Mg_xAl_1-NO_3$ / $Mg_xAl_1-HCO_3$ | 1.5 |
| 9.0 | $Mg_{2.3}Al_1-HCO_3$ | 2.3 |
| 10.0 | $Mg_3Al_1-CO_3$ | 3.1 |
| 11.0 | $Mg_3Al_1-CO_3$ | 3.1 |
| 12.0 | $Mg_3Al_1-CO_3$ | 3.2 |
| 13.0 | $Mg_3Al_1-CO_3$ | 3.2 |
| 14.0 | $Mg_3Al_1-CO_3$ | 3.2 |

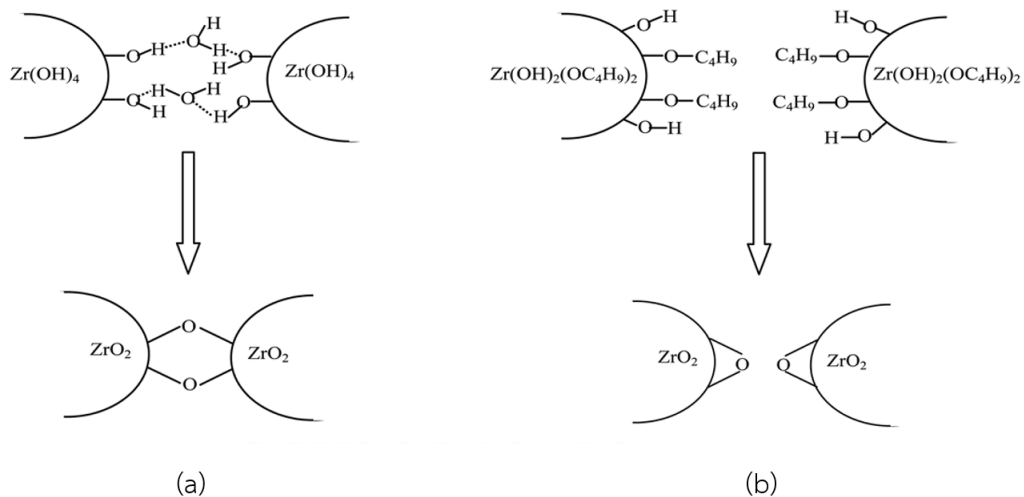
ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจึงส่งผลอย่างมากต่อองค์ประกอบทางเคมีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากตะกอนที่มีไฮดรอกไซด์เป็นองค์ประกอบ

2.3.2.5.5 ชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ล้างตะกอน

ในการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนที่ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย ผิวของตะกอนที่ได้จะมีพันธะของไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) อยู่ที่ผิวของตะกอนด้วยเสมอ เมื่อนำตะกอนไปอบแห้ง (dehydration) ไฮดรอกไซด์ไอออนจะเกิดการรวมตัวกันเพื่อสร้างพันธะและควบแน่นกลายเป็นน้ำ หลังจากการระเหยออกไปจะคงเหลือพันธะออกซิเจน (bridging oxygen) ขึ้นระหว่างอนุภาคของตะกอน โดยมีกลไกการเกิดพันธะจากการอบแห้งดังสมการที่ (2.7)



หลังการเกิดพันธะออกซิเจน จะทำให้อนุภาคของตะกอนทั้งสองเกิดการเกาะตัวกันอย่างแน่น (hard agglomerate) ทำให้ตะกอนที่ได้เกิดการจับตัวกันแข็งและมีขนาดใหญ่ เพื่อลดการเกิดพันธะออกซิเจนระหว่างอนุภาค จึงมีการใช้ตัวทำลายอินทรีย์ เช่น เมทานอล [37] เอทานอล [38, 39] ไอโซโพรพานอล [40] บิวทานอล [41] อะซีโตน-โทลูอิน [39, 42] มาล้างตะกอน ซึ่งสามารถลดการเกิดพันธะออกซิเจนได้ จากรูปที่ 2.6 เป็นตะกอนของสารประกอบเชิงซ้อนของเซอร์โคเนียที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน จะเห็นว่ารูปที่ 2.6 (a) เป็นการล้างตะกอนด้วยน้ำ จะมีการเกาะตัวของน้ำและไฮดรอกไซด์ไอออนที่ผิวระหว่างตะกอน เมื่อทำการอบแห้ง จะเกิดการระเหยของน้ำและเกิดการรวมตัวของไฮดรอกไซด์ไอออนกลายเป็นพันธะออกซิเจนและเชื่อมอนุภาคทั้งสองด้วยพันธะออกซิเจน



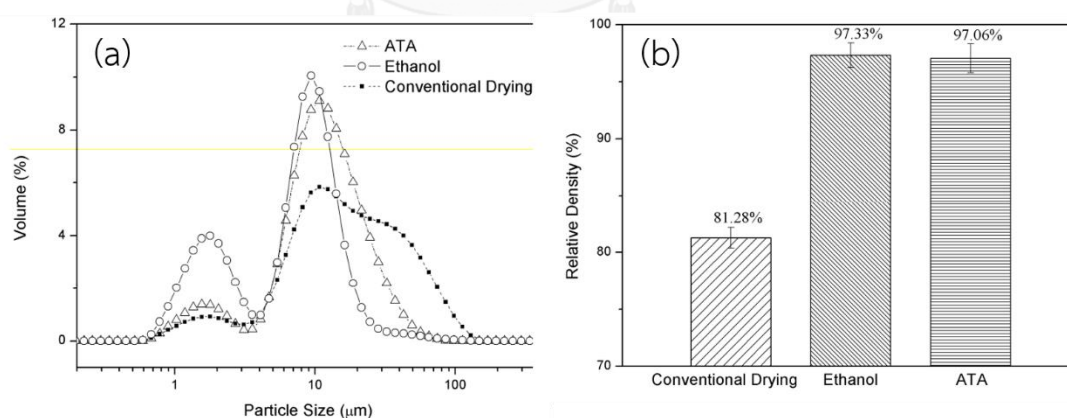
รูปที่ 2.6 แสดงถึงแรงระหว่างอนุภาคที่เกิดขึ้นโดยที่ (a) ล้างด้วยน้ำ (b) ล้างด้วยบิวทานอล [41]

เมื่อนำตะกอนที่ได้มาทำการล้างด้วยบิวทานอล (C_4H_9OH) น้ำและไฮดรอกไซด์ที่ผิวจะถูกแทนที่ด้วยหมู่ไฮดรอกไซด์ของบิวทานอล รูปที่ 2.6 (b) ด้านที่มีขั้วจะหันเข้าสู่ผิวของตะกอน ทำให้ระหว่างผิวของตะกอนทั้งสองถูกแทนที่ด้วยบิวทานอล เมื่อนำไปอบแห้ง จะเกิดการควบแน่นของบิวทานอลเป็น ไดบิวทิลอีเทอร์ (di-n-butyl ether, $C_4H_9OC_4H_9$) จะเห็นว่าหลังจากการอบแห้งจะเกิดพันธะออกซิเจนขึ้นภายในอนุภาคก่อนเดียวกัน ไม่สามารถเกิดขึ้นเพื่อเชื่อมระหว่างอนุภาคสองอนุภาคได้เนื่องจาก การเกิดการควบแน่น (condensation) ของบิวทานอลระหว่างอนุภาคจะเกิดการขัดขวางจากส่วนหางที่ไม่มีขั้วของหมู่บิวทิล ($buthyl-$, C_4H_9-) ในบิวทานอล ทำให้ส่วนหัวที่สามารถ

เกิดการควบแน่นได้ถูกขัดขวาง จึงทำให้การควบแน่นหลังการอบจะเกิดกับบิวทานอลที่อยู่ด้านข้างที่ใกล้เคียงกันได้เพียงอย่างเดียว

จากงานวิจัยของ S. Teerasoradech และคณะ [35] พบว่าในการสังเคราะห์แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนนั้น ชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการล้างตะกอนส่งผลต่อขนาดอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยได้เปรียบเทียบชนิดของตัวทำละลายระหว่าง การล้างด้วยน้ำ การล้างด้วยอะซิโตน โทลูอีน อะซิโตน (ATA) และการล้างด้วยเอทานอล จากนั้นจึงไล่ตัวทำละลายออกโดยอบแห้งและเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำผงที่ได้มาวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคพบว่า อนุภาคที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยน้ำจะมีการกระจายขนาดที่กว้างกว่าอนุภาคที่เตรียมจากตะกอนที่ล้างด้วย ATA และเอทานอล ดังรูปที่ 2.7 (a) โดยอนุภาคที่เตรียมจากตะกอนที่ล้างด้วยน้ำ ล้างด้วย ATA และล้างด้วยเอทานอลมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย d_{50} เท่ากับของ 16.04, 10.96 และ 8.19 ไมครอนตามลำดับ

ในการล้างตะกอนด้วยน้ำจะทำให้ขนาดของกลุ่มอนุภาคมีขนาดใหญ่กว่า ซึ่งเกิดจากการเกาะตัวกันอย่างแน่นของอนุภาค เมื่อนำผงที่ได้จากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยตัวทำละลายต่างชนิดกันไปทำการขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเซรามิกและเผาผนึกที่ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าความหนาแน่นของชิ้นงานที่ล้างด้วยน้ำมีค่าต่ำกว่าชิ้นงานที่ล้างด้วย ATA และล้างด้วยเอทานอลเป็นอย่างมาก รูปที่ 2.7 (b) เนื่องจากผงที่ได้จับตัวเป็นกลุ่มอนุภาคขนาดใหญ่ ส่งผลให้ความสามารถในการเผาผนึกลดลง



รูปที่ 2.7 (a) การกระจายขนาดอนุภาคและ (b) ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่เตรียมจากตะกอนที่ผ่านการล้างด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ

2.4 การเผาผนึก (sintering)

การเผาผนึกเป็นกระบวนการหนึ่งที่มีความสำคัญเป็นอย่างมากในการผลิตวัสดุเซรามิก โดยอาศัยพลังงานทางความร้อนเพื่อทำให้ชิ้นงานเซรามิกมีความหนาแน่นสูงขึ้น ซึ่งส่งผลต่อสมบัติเชิงกลที่เพิ่มขึ้น และยังมีผลต่อสมบัติอื่นๆทางเซรามิกอีกด้วย โดยทั่วไปการเผาผนึกจะใช้อุณหภูมิช่วง 0.5 ถึง 0.9 ของอุณหภูมิจุดหลอมเหลวของวัสดุ เพื่อให้วัสดุเกิดกลไกการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่น (densification) เมื่อพิจารณาในแง่ทางอุณหพลศาสตร์ การที่เราเพิ่มความร้อนเข้าสู่ระบบจะทำให้พลังงานของระบบสูงขึ้น ระบบจึงจำเป็นต้องลดพลังงานของระบบ ในทางกายภาพระบบสามารถทำได้โดยการลดพลังงานพื้นผิว (surface energy) ทำให้ระบบเสถียรขึ้น ซึ่งหากมองในระดับจุลภาค พบว่าจะเกิดกระบวนการแพร่ของอะตอม (atomic diffusion) ภายในเนื้อวัสดุ ทำให้เกิดการเชื่อมกันระหว่างอนุภาคของวัสดุมากขึ้น พื้นผิวอิสระลดลง อีกทั้งอะตอมยังเกิดการเคลื่อนเข้าไปแทนบริเวณช่องว่างของชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานมีช่องว่างน้อยลง และมีความหนาแน่นสูงขึ้น

ในการเผาผนึกของวัสดุจะเกิดกลไกการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาค โดยจะเกิดการเคลื่อนที่ของอะตอมขึ้น ซึ่งสามารถเคลื่อนที่ไปบนพื้นผิว เคลื่อนที่ผ่านภายในเนื้ออนุภาค และเคลื่อนที่โดยการระเหิดเป็นแก๊ส ซึ่งทั้งสามกลไกเป็นปัจจัยสำคัญของการเกิดการเผาผนึกโดยสามารถแบ่งกลไกการเคลื่อนที่ของอะตอมระหว่างการเผาผนึกได้เป็น 6 แบบ ซึ่งได้แสดงเส้นทางในการเคลื่อนที่ของอะตอมดังรูปที่ 2.8

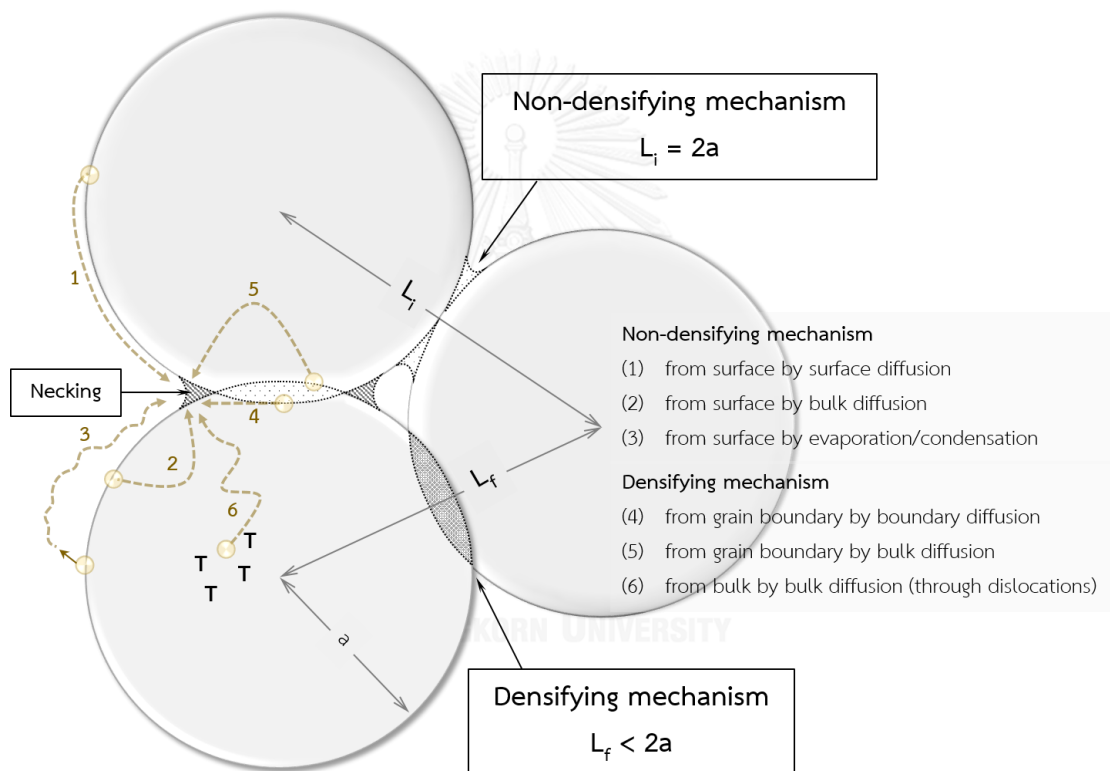
1. แพร่จากพื้นผิวผ่านพื้นผิว (from surface by surface diffusion)
2. แพร่จากพื้นผิวผ่านเนื้อภายในอนุภาค (from surface by bulk diffusion)
3. แพร่จากพื้นผิวโดยการระเหิดกลายเป็นไอและควบแน่น (from surface by evaporation and condensation)
4. แพร่จากขอบเกรนไปตามขอบเกรน (from grain boundary by boundary diffusion)
5. แพร่จากขอบเกรนไปตามโดยผ่านภายในเนื้ออนุภาค (from grain boundary by bulk diffusion)
6. แพร่จากเนื้อภายในออกมาโดยเคลื่อนผ่านแนวบกพร่อง (from bulk by bulk diffusion through dislocations)

ใน 6 รูปแบบการแพร่สามารถแบ่งออกได้เป็นสองกลุ่มใหญ่ๆด้วยกันคือ

การแพร่ที่ความหนาแน่นคงเดิม (non-densifying mechanism) เป็นการแพร่โดยที่ความหนาแน่นของวัสดุไม่ได้เพิ่มขึ้น ได้แก่ การเคลื่อนที่แบบที่ 1, 2 และ 3 ซึ่งเกิดการเคลื่อนที่ของอะตอมจากผิวอิสระไปยังรอยต่อของอนุภาคเพื่อลดพลังงานพื้นผิว เกิดเป็นปริมาตรเนื้อสารใหม่เป็นลักษณะ

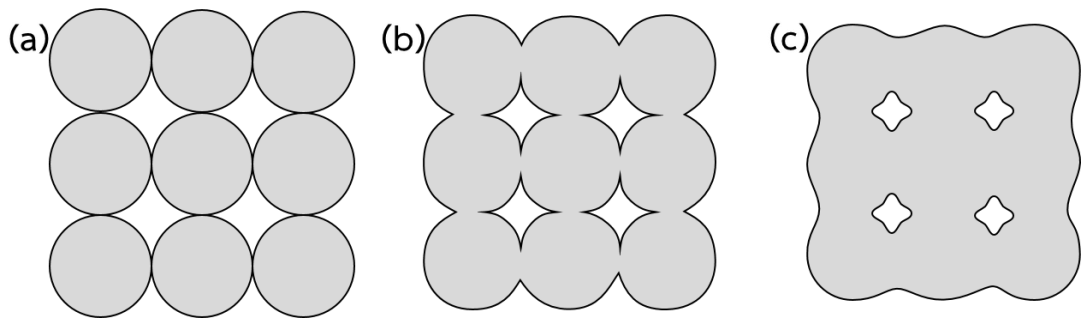
คอคอด (necking) ทำให้ระยะห่างจากจุดศูนย์กลางของอนุภาคทั้งสอง L_i เท่ากับระยะจากศูนย์กลางถึงขอบของสองอนุภาค ประมาณได้เท่ากับ $2a$

การแพร่ที่ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น (densifying mechanism) ในกลไกนี้จะเกิดการแพร่ของอะตอมที่อยู่ระหว่างจุดศูนย์กลางมวลของทั้งสองอนุภาค เมื่ออะตอมเคลื่อนที่ไปยังรอยต่อ ระยะจากกึ่งกลางอนุภาคถึงรอยต่อจะมีขนาดที่เล็กลง ทำให้ระยะห่างจากจุดกึ่งกลางของทั้งสองอนุภาค L_f มีขนาดที่น้อยลง จากเดิมที่ระยะจากศูนย์กลางถึงขอบของสองอนุภาค $2a$ ทำให้ชิ้นงานที่ได้หลังการเผาเมื่อเกิดกลไกนี้จะมีการหดตัวของชิ้นงาน และทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นที่สูงขึ้น ได้แก่รูปแบบการเคลื่อนที่แบบที่ 4, 5 และ 6



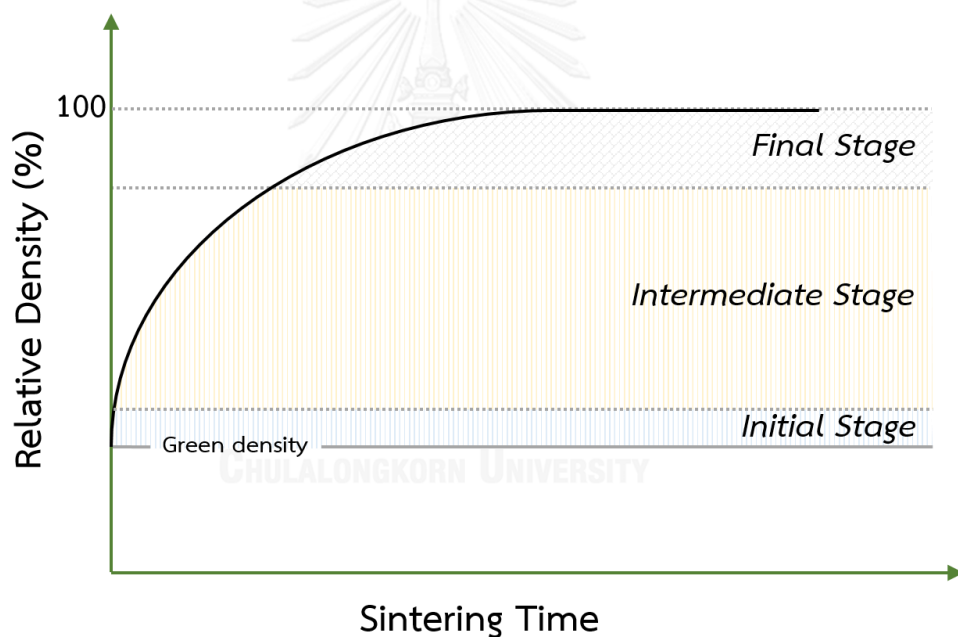
รูปที่ 2.8 กลไกการเคลื่อนที่ของอะตอมระหว่างการเผาผนึก

ซึ่งจากการเกิดกระบวนการแพร่ในรูปแบบต่าง ๆ นั้น ทำให้โครงสร้างจุลภาคของวัสดุมีการเชื่อมแน่นกันของอนุภาคในชิ้นงานเซรามิก รูปที่ 2.9 โดยเมื่อเผาผนึกจนสมบูรณ์ รูปพรุนในชิ้นงานจะมีขนาดเล็กลงเนื่องจากการแพร่ของอะตอมที่กลายเป็นคอคอดใหม่



รูปที่ 2.9 อนุภาคในโครงสร้างวัสดุ (a) ก่อนเผาผนึก (b) เริ่มเกิดการเชื่อมกันของอนุภาค (c) หลังจากเกิดการเชื่อมกันของอนุภาค

หากพิจารณาความหนาแน่นของวัสดุเซรามิกที่เปลี่ยนไประหว่างการเผาผนึก พบว่าวัสดุที่ทำการเผาผนึกจะเกิดอัตราการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นที่ไม่เท่ากัน ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกระหว่างการเผาผนึก

เนื่องจากกลไกการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างของชิ้นงานวัสดุ โดยการเกิดการเผาผนึกสามารถแบ่งออกเป็น 3 ช่วงตามการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้าง ได้แก่

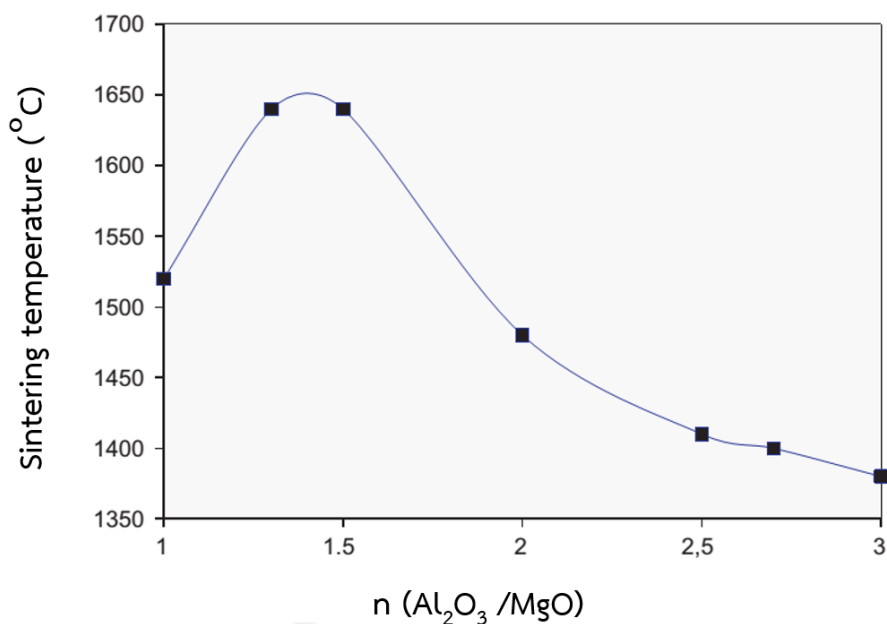
ช่วงแรก (initial stage) จะเริ่มเกิดการเชื่อมกันระหว่างอนุภาค โดยการเคลื่อนที่ของเนื้อสารส่วนใหญ่จะเกิดการแพร่จากพื้นผิว แพร่จากภายในอนุภาคและแพร่โดยการระเหิดกลายเป็นไอและควบแน่นมาที่บริเวณมุมรอยต่อของอนุภาคเกิดเป็นลักษณะคอคอด ทำให้อนุภาคในโครงสร้างเริ่มยึดเกาะกัน แต่ความหนาแน่นของชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย

ช่วงกลาง (intermediate stage) เป็นช่วงที่มีการหดตัวของชิ้นงานขึ้นเนื่องจากอนุภาคเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างและเคลื่อนเข้าหากัน การเคลื่อนที่ของเนื้อสารจะเกิดทั้งการแพร่ที่ความหนาแน่นคงเดิมและการแพร่ที่ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น รูพรุนของชิ้นงานจะลดลงจากการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่เติมส่วนบริเวณคอคอด มุมแหลมของรอยต่อจะถูกเติมจนรูพรุนที่ได้มีรูปร่างค่อนข้างกลม เชื่อมต่อกันจนเป็นช่อง (pore channel) ช่วงกลางของกระบวนการเผาพูนนั้นจะมีปริมาณเนื้อสารจำนวนมากแพร่มาเติมในรูพรุนทำให้รูพรุนที่มีลักษณะเป็นช่องมีขนาดเล็กลง เกิดการลดลงของระยะห่างระหว่างอนุภาคเป็นอย่างมาก เกิดการหดตัวของชิ้นงานวัสดุเป็นอย่างมากอีกทั้งความหนาแน่นของชิ้นงานในช่วงนี้จะเกิดการเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมากด้วยเช่นกัน

ช่วงสุดท้าย (final stage) จะเริ่มขึ้นเมื่อรูพรุนที่มีลักษณะเป็นช่องถูกปิด รูพรุนในชิ้นงานจะถูกตัดขาดจากกัน ซึ่งอาจเรียกได้ว่า รูพรุนปิด (closed pores) โดยการเพิ่มความหนาแน่นช่วงสุดท้ายจะเกิดขึ้นโดยรูพรุนปิดจะถูกไล่ออกข้างๆ โดยการแพร่ของอะตอมและการแพร่ของขอบเกรน (grain boundary diffusion) ผ่านเนื้อของวัสดุ การแพร่ผ่านของรูพรุนผ่านเนื้อของวัสดุนี้ทำให้ช่วงสุดท้ายจะเกิดการเพิ่มความหนาแน่นที่ช้า ในช่วงนี้จะเกิดการหดตัวและการเพิ่มความหนาแน่นได้น้อย อีกทั้งการหายไปของรูพรุนที่มีลักษณะเป็นช่องนั้นทำให้ไม่มีการขัดขวางการเกิดการโตของเกรน ในช่วงสุดท้ายของการเผาพูนนี้จะเกิดการโตขึ้นของอนุภาคเป็นอย่างมาก

2.5 ผลขององค์ประกอบทางเคมีต่อการเผาพูนและสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม-สปีเนลเซรามิก

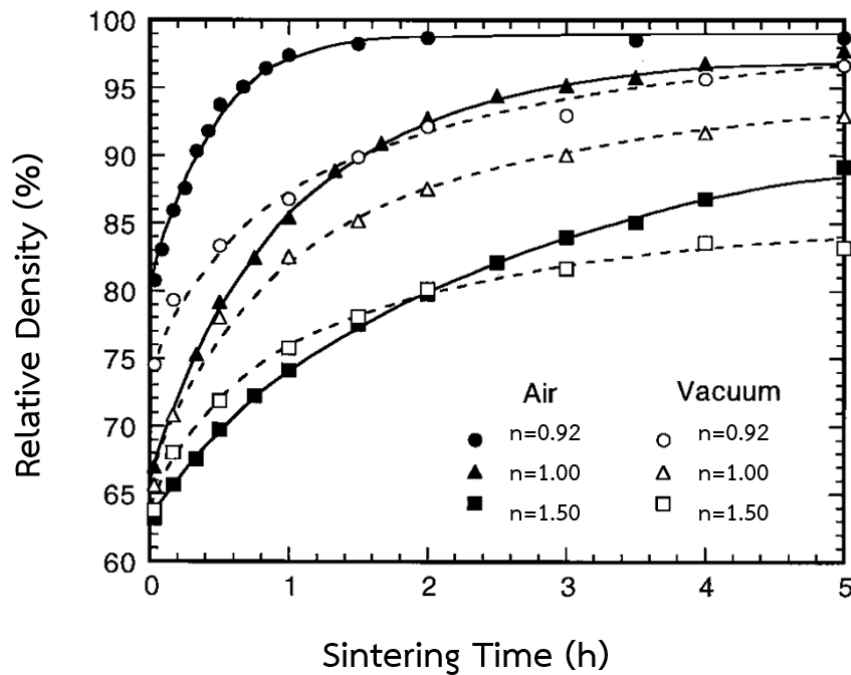
องค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม-สปีเนลที่เปลี่ยนไปนั้นส่งผลต่อแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) ในระบบผลึกสปีเนล ทำให้สมบัติทางกายภาพของวัสดุมีการเปลี่ยนไป เช่น ความหนาแน่นทางทฤษฎีของโครงสร้างจะเปลี่ยนเมื่อปริมาณของอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียม-สปีเนล อะลูมิเนียมส่วนเกินจะพยายามจัดเรียงตัวให้เป็นแบบเดียวกับโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียม-สปีเนล แต่เนื่องจากอะตอมของอะลูมิเนียมมีขนาดเล็กกว่าอะตอมของแมกนีเซียม ทำให้ค่าของแลตทิซพารามิเตอร์ลดลง [1, 43-45] นอกจากนี้องค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียม-สปีเนลยังส่งผลต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาพูนของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียม-สปีเนลเซรามิก โดยเทียบกับอุณหภูมิที่ใช้เผาพูนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิดกับองค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาและแมกนีเซียต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่จนวนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิด โดยยีนอุณหภูมิการเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง [46]

การเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนลเซรามิกที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) เท่ากับ 1 ซึ่งเป็นองค์ประกอบเคมีทางทฤษฎีของแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนล ต้องใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกเพื่อให้ชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิดเท่ากับ 1,520 องศาเซลเซียส และเมื่อค่า n เพิ่มขึ้นจนเท่ากับ 1.5 อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิดจะเพิ่มสูงขึ้นเป็น 1,650 องศาเซลเซียส และจะลดต่ำลงเมื่อ n มากกว่า 1.5 ขึ้นไป จนกระทั่งอุณหภูมิที่ใช้เผาผนึกจนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิดต่ำกว่าอุณหภูมิที่ใช้เผาผนึกจนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิดของแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนลที่มี n เท่ากับ 1 เมื่อเพิ่มปริมาณอะลูมินาจนค่า n มากกว่า 2 เป็นต้นไป [46] ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้เผาผนึกจนชิ้นงานไม่มีรูพรุนเปิดของผงแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนลสามารถบอกถึงความสามารถในการเผาผนึก (sinterability) ของผงแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนล โดยที่ n เท่ากับ 1.5 มีความสามารถในการเผาผนึกน้อยที่สุด

นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยของ C.J. Ting และคณะ [47] ที่ศึกษาการเปรียบเทียบสมบัติการเผาผนึกของชิ้นงานแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนลเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียและผงอะลูมินาที่ค่า n เท่ากับ 0.92 1.00 และ 1.50 มาทำการเผาที่อุณหภูมิ 1,600 องศาเซลเซียสที่เวลาต่างๆดังรูปที่ 2.12 พบว่าชิ้นงานแมกนีเซียอะลูมินาเตสปีเนลเซรามิกที่มีค่า n ที่น้อยกว่าจะใช้เวลาที่น้อยกว่าในการเพิ่มความหนาแน่นถึงจุดสูงสุด ชิ้นงานที่มีค่า n เท่ากับ 1.5 จะมีการเพิ่มความหนาแน่นที่ช้ากว่าชิ้นงานที่มีค่า n เท่ากับ 1



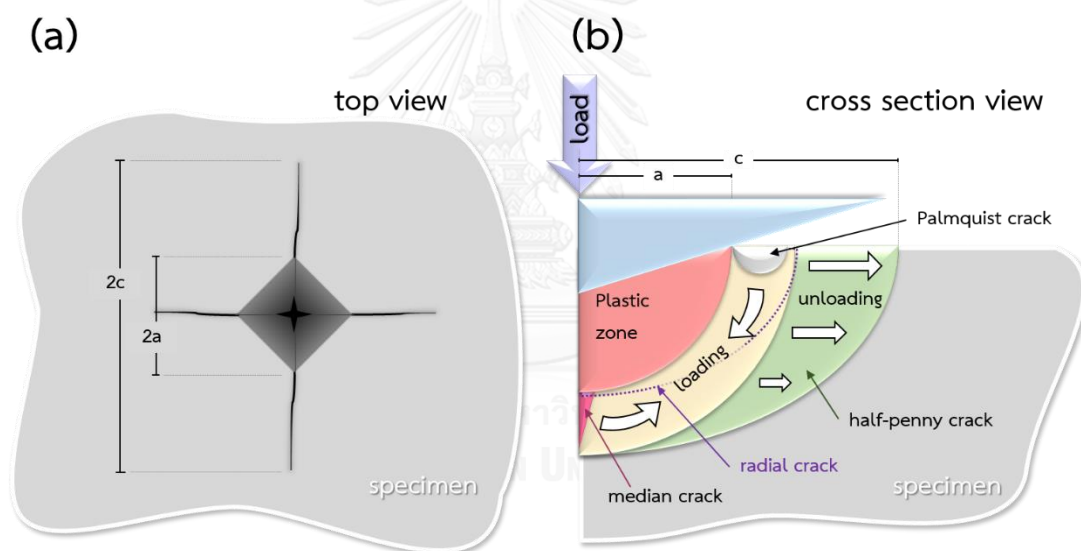
รูปที่ 2.12 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียต่อความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียอะลูมินาเคลือบในเซรามิก ที่เผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสในอากาศและสุญญากาศ [47]

นอกจากองค์ประกอบทางเคมีจะมีผลต่อแลตทิซพารามิเตอร์และความสามารถในการเผาผนึกแล้ว องค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างของแมกนีเซียอะลูมินาเคลือบที่เปลี่ยนไปก็ส่งผลสมบัติทางเชิงกลที่แตกต่างกันด้วย โดย A.F. Dericioglu และคณะ [48] ได้ทำการศึกษาโดยนำผงแมกนีเซียและผงอะลูมินามาทำการบดผสมที่มีค่า n เท่ากับ 1 1.5 และ 2 แล้วทำการเผาแคลไซน์เพื่อสังเคราะห์ผงแมกนีเซียอะลูมินาเคลือบที่มีองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน จากนั้นจึงนำผงที่ได้ไปอัดขึ้นรูปและเผาชิ้นงานด้วยกระบวนการเผาผนึกแบบให้แรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing, HIP) พบว่าชิ้นงานที่ได้มีค่าความหนาแน่นหลังเผาผนึกที่ใกล้เคียงกัน แต่ผลของสมบัติความเหนียว (fracture toughness) และความแข็ง (hardness) ที่ได้จากการทดสอบด้วยวิธี Vickers indentation ด้วยแรงกด 5 นิวตัน นั้นมีความแตกต่างกัน โดยชิ้นงานที่มีค่า n เท่ากับ 1 1.5 และ 2 นั้นมีค่าของความแข็งเท่ากับ 1,618 1,368 และ 1,725 กิโลกรัมต่อตารางมิลลิเมตร และค่าความเหนียวเท่ากับ 1.69 1.27 และ 2.01 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ตามลำดับ

2.6 การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานเซรามิก

2.6.1 การทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Vickers indentation)

การทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์ส เป็นการวัดความแข็งโดยใช้หัวกดที่ทำด้วยเพชร เนื่องจากเพชรเป็นวัสดุที่มีความแข็งมากรูปทรงคงที่ไม่เปลี่ยนรูปร่าง โดยรูปทรงหัวกดจะเป็นพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมซึ่งมีมุมยอดที่ 136 องศา ตามมาตรฐานการทดสอบ E384-99 ลักษณะของรอยแตกเมื่อมองจากด้านบนจะเห็นเป็นลักษณะสี่เหลี่ยมดังรูปที่ 2.13 (a) โดยที่ขนาดรอยกดเท่ากับ $2a$ สำหรับวัสดุที่มีความเหนียว (fracture toughness) ต่ำจะพบรอยแตกความยาว $2c$ โดยความยาวของรอยแตกมีความสัมพันธ์กับค่าความเหนียวของวัสดุ เมื่อศึกษาภาคตัดขวางของรอยกดจะพบหลุมรูปทรงพีระมิด เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางจุลภาคโดยเกิดส่วนที่เป็นรอยแตกและส่วนที่ถูกบีบอัดจนเกิดความเครียดสะสม



รูปที่ 2.13 ลักษณะของรอยแตกเมื่อทำการกดด้วยวิธีวิกเกอร์ส (a) ภาพจากด้านบน
(b) ภาพตัดขวางของชิ้นงาน

ดังนั้นการทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สจะนิยมใช้ทดสอบกับวัสดุที่มีความหนาแน่นสูงและไม่มีรูพรุน อย่างไรก็ตามพื้นผิวทดสอบจำเป็นต้องมีความเรียบสูง สำหรับวัสดุเซรามิกอาจต้องมีการขัดเพื่อปรับความเรียบของผิว จากนั้นจึงนำชิ้นงานมาทำการทดสอบ โดยทั่วไปแรงกดจากเครื่องทดสอบจะอยู่ในช่วง 1 ถึง 100 กิโลกรัม การเลือกขนาดแรงที่ใช้ทดสอบจำเป็นต้องคำนึงถึงความแข็งของวัสดุที่ใช้ทดสอบเพื่อให้มีความแม่นยำในการทดสอบ ดังแสดงในตารางที่ 2.7

ตารางที่ 2.7 ค่าความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นเทียบความแข็งของวัสดุและแรงที่ใช้ทดสอบ
(ISO 6507-2)

| สัญลักษณ์การทดสอบ แรงกด (กิโลกรัม) | ความแข็งของวัสดุ (HV) / ค่าความคลาดเคลื่อนในการทดสอบ (%) | | | | | | | | | | | |
|------------------------------------|--|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|
| | 50 | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 | 600 | 700 | 800 | 900 | 1000 | 1500 |
| HV 0.01 | | | | | | | | | | | | |
| HV 0.015 | 10 | | | | | | | | | | | |
| HV 0.02 | 8 | | | | | | | | | | | |
| HV 0.025 | 8 | 10 | | | | | | | | | | |
| HV 0.05 | 6 | 8 | 10 | | | | | | | | | |
| HV 0.1 | 5 | 6 | 8 | 9 | 10 | | | | | | | |
| HV 0.2 | | 4 | 6 | 8 | 9 | 10 | 11 | 11 | 12 | 12 | | |
| HV 0.3 | | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 10 | 11 | 11 | |
| HV 0.5 | | 3 | 4 | 5 | 6 | 6 | 7 | 7 | 8 | 8 | 9 | 11 |
| HV 1 | | 3 | 3 | 4 | 4 | 5 | 5 | 5 | 6 | 6 | 6 | 8 |
| HV 2 | | 3 | 3 | 3 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 5 | 5 | 6 |
| HV 3 | | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 5 |
| HV 5 | | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 4 | 4 |
| HV 10 | | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| HV 20 | | 3 | 2 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| HV 30 | | 3 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| HV 50 | | 3 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| HV 100 | | | | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |

ความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจากวัสดุที่มีความแข็งสูงยอมต้านทานการเปลี่ยนรูปที่สูงตามนั้นหมายความว่าแรงต้านทานสำหรับการเปลี่ยนรูปยืดหยุ่น (elastic deformation) เพิ่มมากขึ้นตามทำให้จำเป็นต้องให้แรงทดสอบเพิ่มมากขึ้นเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนรูปถาวร (plastic deformation) มากกว่าการเปลี่ยนรูปแบบยืดหยุ่น ซึ่งจะส่งผลต่อขนาดของรอยกดที่มากกว่าการคืนตัวยืดหยุ่น (elastic recovery) นั่นเอง ในการกดจะกดค้างไว้ช่วงเวลานึงก่อนจะทำการเอาหัวกดออก หากใช้เวลานานการกดทิ้งไว้นานเกินไป หัวกดจะจมลงไปมากส่งผลให้การคำนวณค่าความแข็งน้อยกว่าความเป็นจริง แต่หากเวลากดน้อยเกินไปจะได้รอยกดที่ไม่ชัดเจนเพราะจะเกิดการคืนตัวยืดหยุ่นของ

ผิวชิ้นงาน ดังนั้นโดยทั่วไปจะกำหนดมาตรฐานในการกดประมาณ 10 ถึง 15 วินาที ไม่ว่าจะใช้ขนาดแรงเท่าใดก็ตาม

เมื่อนำหัวกดออกจะพบรอยกดมีรูปทรงพีระมิดฐานสี่เหลี่ยมซึ่งขนาดของรอยกดจะสัมพันธ์กับค่าความแข็งของวัสดุ โดยจะทำการวัดขนาดของรอยกดด้วยกล้องจุลทรรศน์ และนำมาคำนวณกับขนาดแรงที่กด F กับขนาดเส้นทแยงมุมของฐานพีระมิด d สามารถคำนวณหาความแข็งของวัสดุได้จากสมการที่ (2.8)

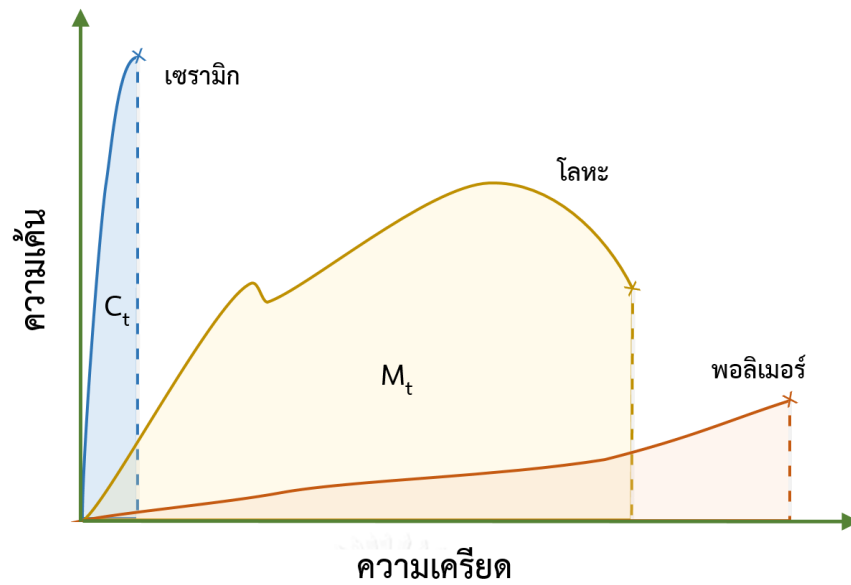
$$Hv = \frac{2F \sin(136^\circ / 2)}{d^2} \cong \frac{1.854F}{d^2} \quad (2.8)$$

| | | |
|--------|------|---|
| โดยที่ | Hv | คือ ค่าความแข็งของวัสดุด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Hv) |
| | F | คือ แรงที่ใช้ในการกด (Kgf) |
| | d | คือ ขนาดของรอยกดหรือเส้นทแยงมุมของฐานพีระมิด (mm) |

โดยข้อดีของการทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สนั้นไม่เพียงแต่จะให้ค่าที่มีความถูกต้องแม่นยำสูง แต่ยังสามารถนำมาทดสอบผิววัสดุได้กับโลหะทุกชนิดรวมถึงโลหะที่ผ่านการชุบแข็งแล้ว แต่อย่างไรก็ตามเพื่อความแม่นยำในการทดสอบ การให้แรงที่ถูกต้องและแม่นยำของหัวกดจึงเป็นสิ่งสำคัญอย่างมาก

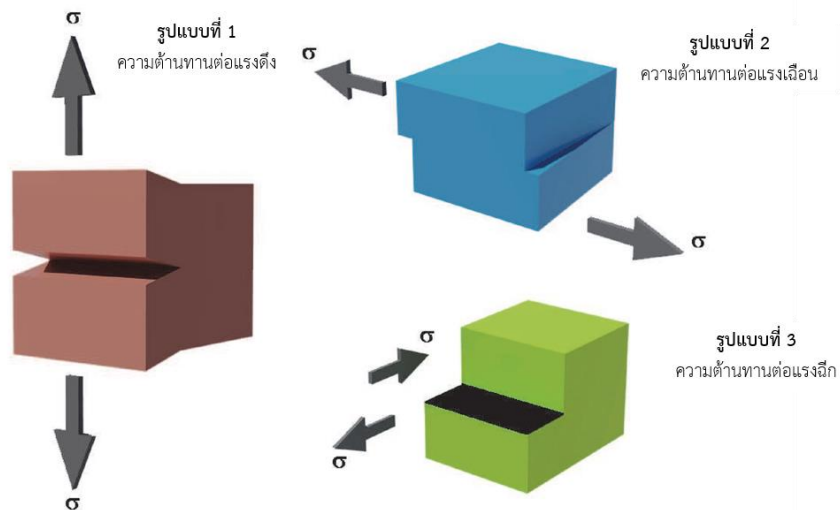
2.6.2 ทฤษฎีของรอยแตกภายใต้การทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์ส

การทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์ส นอกจากจะสามารถทดสอบความแข็งของวัสดุแล้วนั้นยังสามารถหาค่าความเหนียว (fracture toughness) ซึ่งเป็นสมบัติเชิงกลสมบัติแบบหนึ่งของวัสดุ ในการต้านทานการแตกหักหรือความเปราะ หากมองในแง่พลังงานที่กระทำกับวัสดุเมื่อได้รับพลังงานจากแรงภายนอก วัสดุจะดูดซับพลังงานไว้โดยไม่เกิดการแตกหักเสียหาย ทำให้ความเหนียวมีความสัมพันธ์กับความแข็งแรงและความสามารถในการยืดตัวของวัสดุ ซึ่งสามารถอธิบายความเหนียวได้จากพื้นที่ใต้กราฟระหว่างค่าความเค้น (σ) และความเครียด (ϵ) ของวัสดุ มีหน่วยเป็น $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ กล่าวคือหากวัสดุที่มีพื้นที่ใต้กราฟมากย่อมใช้พลังงานในการทำลายวัสดุมากขึ้นด้วยเช่นกัน ซึ่งจากกราฟของความเค้นและความเครียดของวัสดุเซรามิกและโลหะดังรูปที่ 2.14 ค่าความเหนียวที่ได้จะเท่ากับพื้นที่ C_f และ M_f ในกราฟตามลำดับ



รูปที่ 2.14 กราฟความเค้นและความเครียดของวัสดุเซรามิก โลหะและพอลิเมอร์

ในการทดสอบหาความเหนียวของวัสดุ จะนำชิ้นวัสดุทดสอบมาทำการฉีกขาด สามารถจำแนกทิศทางของแรงทดสอบค่าความเหนียวไว้ทั้งหมดสามแบบด้วยกันดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 รูปแบบการแตกของวัสดุ [49]

โดยแบบที่ 1 คือความต้านทานต่อแรงดึง (tensile fracture) แบบที่ 2 คือความต้านทานต่อแรงเฉือน (shearing fracture) และแบบที่ 3 คือความต้านทานต่อแรงฉีก (tearing fracture) ซึ่งการทดสอบความเหนียว นิยมทดสอบกับวัสดุประเภทโลหะ โดยเตรียมชิ้นงานที่มีการบากร่อง หรือกลึงให้ได้รูปร่างทดสอบตามมาตรฐาน จากนั้นจึงทดสอบการแตกหักด้วยแรงดึง ซึ่งงานทางเซรามิก

นั้นจะใช้วิธีทดสอบที่แตกต่างจากวัสดุประเภทโลหะ โดยที่นิยมทดสอบจะใช้วิธีทดสอบแบบโมดูลัสแตกร้า (modulus of rupture)

ในวิธีการทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สามารถใช้ความยาวของรอยแตกที่เกิดขึ้นมาคำนวณหาค่าความเหนียวของวัสดุได้ ซึ่งในงานด้านเซรามิกเองได้ใช้วิธีการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์สในการหาค่าความเหนียวมาแล้วกว่าสามสิบปี หากกล่าวย้อนกลับไปในอดีตวิกเกอร์สนั้นได้เริ่มใช้ในการทดสอบความแข็งโดย Palmqvist ตั้งแต่ช่วงปี 1950s ต่อมาได้มีการทดลองของ Evans, A และ Charles, E ในปี 1976 [50] ที่ได้ทำการทดสอบด้วยวิธีการทดสอบความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สกับวัสดุตั้งแต่ผลึกเดี่ยวของวัสดุออกไซด์ไปจนถึงวัสดุซีเมนต์คาร์ไบด์ ในตอนแรกพบเพียงรอยแตกที่แตกต่างจาก Palmqvist จึงได้ทดลองโดยให้แรงกดต่างๆกับวัสดุชนิดต่างๆมาทำการคำนวณทางคณิตศาสตร์และพบถึงแนวโน้มของวัสดุแต่ละชนิด โดยใช้ฐานการคำนวณเป็นโมเดลทางคณิตในการเปลี่ยนรูปถาวรของ Hill, R [51] และได้เป็นโมเดล Lawn–Evans–Marshall (LEM Model) ดังสมการที่ (2.9) โดยความสัมพันธ์ระหว่างแรงที่ใช้และทิศทางการแตกที่เกิดขึ้นนั้นเปรียบเหมือนการหาความเหนียวในรูปแบบที่ 1 คือความต้านทานต่อแรงดึง

$$K_{Ic} = \alpha \frac{F}{c^{1.5}} \sqrt{\frac{E}{H_a}} \quad (2.9)$$

| | | |
|--------|----------|--|
| โดยที่ | K_{Ic} | คือ ค่าความเหนียว ($\text{MPa}/\text{m}^{1/2}$) |
| | α | คือ ค่าที่ได้ความสัมพันธ์เชิงสถิติของวัสดุ (0.016 ± 0.004) |
| | F | คือ แรงที่ใช้ในการกด (นิวตัน) |
| | c | คือ ขนาดของรอยแตก (มิลลิเมตร) |
| | H_a | คือ ค่าความแข็งของวัสดุต่อหน่วยพื้นที่ (จิกะพาสคัล) |
| | E | คือ ค่ามอดูลัสของยังก์ (จิกะพาสคัล) |

โดยค่า α ที่ใช้ในการคำนวณนั้นเกิดจากผลการทดสอบเชิงสถิติของวัสดุ โดย Antis และคณะ [52] ที่ทำการทดสอบวัสดุผลึกเดี่ยว (single crystal) วัสดุพหุผลึก (polycrystal) และวัสดุอสัณฐาน พบว่าค่า α ของวัสดุจะแปรผันตามสัดส่วนของ E/H โดยวัสดุที่มีค่า E/H ในช่วง 15-25 นั้นจะมีค่า α ประมาณ 0.016 ± 0.004 ซึ่งข้อดีในการหาความเหนียวของวิธีวิกเกอร์สคือ ทดสอบได้รวดเร็ว การทดสอบเกิดรอยแผลเล็กจึงสามารถใช้ทดสอบชิ้นงานขนาดเล็กและเตรียมชิ้นงานได้ง่าย อีกทั้งยังมีความแม่นยำสูงสำหรับงานทางเซรามิก

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 การสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน

3.1.1 การศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสต่อสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

การสังเคราะห์ผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะเริ่มจากการเตรียมสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรต โดยละลายอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 98.0%, บริษัท Ajax Finechem Pty.Ltd., ประเทศออสเตรเลีย) และแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 98.0%, บริษัท Panreac Quimica Sau, ประเทศสเปน) ในน้ำกลั่น โดยให้ความเข้มข้นของแมกนีเซียมไอออนและความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออนเป็น 0.075 โมลาร์ และ 0.15 โมลาร์ตามลำดับ เตรียมสารละลายที่ใช้ตกตะกอนโดยละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3 , 98%, บริษัท Ajax Finechem Pty.Ltd., ประเทศออสเตรเลีย) ในน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้น 1.5 โมลาร์ โดยมีความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นประมาณ 7.7 ที่ 50 องศาเซลเซียส และปรับความเป็นกรด-เบสด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH , 28%, บริษัท Panreac Quimica Sau, ประเทศสเปน) จนได้ที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8 9 10 และ 10.8 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส สำหรับสารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 จะทำการละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตในแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์โดยไม่มีการเติมน้ำกลั่น ปริมาตรของสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรตต่อสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ใช้เป็น 2 ต่อ 3 ส่วนตามลำดับ วิธีตกตะกอนจะนำสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรตหยดลงในสารละลายที่ใช้ตกตะกอนโดยอุ่นสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไว้ที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วหยดสารละลายแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมไนเตรดลงในสารละลายที่ใช้ตกตะกอนด้วยอัตราเร็ว 10 มิลลิลิตรต่อนาทีจนหมดจะได้สารแขวนลอยของตะกอน ปิดฝาและกวนสารแขวนลอยต่อที่ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารแขวนลอยของตะกอนที่ได้ไปทำแยกตะกอนด้วยวิธีการกรองโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 1 รูปรุขนขนาด 11 ไมครอน (บริษัท Whatman, ประเทศอังกฤษ) โดยล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง และเอทานอล (Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 95%, บริษัท Unilab, ประเทศฟิลิปปินส์) อีก 2 ครั้ง นำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำตะกอนมาบดให้ละเอียดด้วยโกร่งอะลูมินาและมาร้อนผ่านตะแกรงเบอร์ 150 เมช (106 ไมครอน) จะได้ผงตะกอนสีขาว นำผงตะกอนที่สังเคราะห์ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการ

เพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสจากความร้อนของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

3.2 การวิเคราะห์สมบัติของตะกอนที่สังเคราะห์และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

3.2.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค inductive coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES)

เนื่องจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นมีความเสถียร ยากต่อการเตรียมสารละลาย จึงได้นำตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆที่ก่อนทำการเผาแคลไซน์มาทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมด้วยเครื่อง ICP-OES (รุ่น Optima 7000 DV, บริษัท Perkin Elmer, ประเทศอังกฤษ) แทนการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้ว ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES นั้นจำเป็นต้องเตรียมตัวอย่างการวิเคราะห์ในรูปของสารละลาย ซึ่งเตรียมจากนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการละลายด้วยกรดไนตริก (HNO_3) และนำมาทำการเจือจางก่อนทำการวิเคราะห์ต่อไป

3.2.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer, XRD)

วิเคราะห์เฟสของตะกอนที่สังเคราะห์และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD, รุ่น Bruker AXS Model D8 Discover, บริษัท Bruker, ประเทศเยอรมัน) โดยใช้รังสีทดสอบจากกำเนิดแสงเอ็กซ์เรย์ของ $\text{Cu K}\alpha$ ที่มีความยาวคลื่น 0.15406 นาโนเมตร ที่ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ กระแสไฟฟ้า 25 มิลลิแอมแปร์ ที่อัตราเร็วเชิงมุม 2 องศาต่อนาที กำหนดช่วงวิเคราะห์ผลของมุม (2-theta) 10 ถึง 80 องศา โดยผลที่ได้จะเป็นปริมาณสัญญาณที่วัดได้ที่มุมต่างๆที่เกิดจากการสะท้อนและเกิดการแทรกสอดกันของคลื่นระหว่างระนาบทั้งสอง โดยสามารถอธิบายมุมที่จะเกิดได้จากสมการของ Bragg's ที่ (3.1)

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (3.1)$$

| | | |
|--------|-----------|--|
| โดยที่ | d_{hkl} | คือ ระยะห่างของระนาบระหว่างระนาบขนานที่ติดกัน (d-spacing นาโนเมตร) |
| | θ | คือ มุมธิต่า |
| | λ | คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์เรย์ ($\text{Cu K}\alpha = 0.15406$ นาโนเมตร) |

นำผลการวิเคราะห์ของข้อมูลไปเปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดย joint committee on powder diffraction standards (JCPDS) เพื่อยืนยันโครงสร้างของผลึกและคำนวณหาขนาดแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

3.2.2.1 การคำนวณขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

จากผลวิเคราะห์ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ นอกจากจะทราบถึงองค์ประกอบเฟสแล้ว จากหลักการสะท้อนและแทรกสอดของคลื่นทำให้สามารถทราบถึงระยะของโครงสร้างขององค์ประกอบเฟสได้อีกด้วย เนื่องจากโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เป็นโครงสร้างระบบผลึกลูกบาศก์ ทำให้สามารถนำไปคำนวณหาขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างโดยการคำนวณทางเรขาคณิตได้ดังสมการที่ (3.2)

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.2)$$

โดยที่ a คือ แลตทิซพารามิเตอร์ (นาโนเมตร)

h, k, l คือ ดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices)

ในการคำนวณหาขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์นั้นจะเลือกพีคที่ดัชนีมิลเลอร์ (311) ซึ่งเป็นตำแหน่งที่มีพีคของรังสีเอ็กซ์เรย์สูงสุด โดยการคำนวณจะนำสมการที่ (3.1) และ (3.2) มารวมกันจะได้สมการที่ (3.3) ซึ่งเป็นสมการในการหาแลตทิซพารามิเตอร์

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.3)$$

เพื่อความแม่นยำในการทดสอบและลดความผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากการเลื่อนตำแหน่งพีคที่เกิดจากความสูงของระนาบ จึงได้ทำการเติมผงควอร์ต (Quartz, SiO₂, Quartz fine granular, washed and calcined for analysis, บริษัท Merck, ประเทศเยอรมันนี, JCPDS Card No. 01-085-0795) ปริมาณร้อยละ 5 โดยมวลเพื่อเป็นตำแหน่งอ้างอิง จากนั้นจะทำการปรับตำแหน่งผลของ XRD ให้พีคของซิลิกาที่ได้ให้ตรงกัน โดยการทดสอบ XRD เพื่อหาขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์นั้นจะใช้อัตราเร็วเชิงมุมที่ 0.5 องศาต่อนาที

3.2.2.2 การคำนวณความหนาแน่นทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้

ในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลด้วยวิธีตกตะกอนนั้น การใช้ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อทั้งขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม ซึ่งทั้งสองปัจจัยนี้ส่งผลต่อโครงสร้างและความหนาแน่นทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล

การคำนวณหาความหนาแน่นทางทฤษฎีสามารถคำนวณหาได้จาก น้ำหนักอะตอมใน 1 ยูนิทเซลล์ต่อปริมาตรใน 1 ยูนิทเซลล์ โดยโครงสร้างทางทฤษฎีของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลนั้นจะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมเท่ากับ 1 ซึ่งใน 1 ยูนิทเซลล์จะประกอบไปด้วย 8 อะตอมของแมกนีเซียม 16 อะตอมของอะลูมิเนียมและ 32 อะตอมของออกซิเจน $8\text{MgAl}_2\text{O}_4$ สำหรับปริมาณอะลูมินาส่วนเกินในโครงสร้างนั้นจะมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างสปิเนล ซึ่งเป็นรูปแบบเดียวกันกับโครงสร้างของแกมมาอะลูมินาซึ่งมีสูตรโมเลกุลเป็น $\text{Al}_{8/3}\text{O}_4$ ซึ่งจะมีสัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อออกซิเจนเท่ากับโครงสร้างของอะลูมินา ในการจัดเรียงตัวของแกมมาอะลูมินานั้นจะมีการจัดเรียงตัวแบบ Fd3m [44, 53-55] และสามารถเขียนสูตรโครงสร้างได้เป็น $\text{Al Al}_{5/3}\text{O}_4$ โดยการจัดเรียงตัวแบบ Fd3m นั้นออกซิเจนอะตอมจะมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างลูกบาศก์แบบเฟซเซ็นเตอร์ โดยที่จะมี 1 อะตอมของอะลูมิเนียมอยู่ในช่องว่างเตตระฮีดรอล และมี 5/3 อะตอมของอะลูมิเนียมอยู่ในช่องว่างออกตะฮีดรอล หากนำ 1 โมลของอะลูมินามาจัดเรียงโครงสร้างให้เป็นแกมมาอะลูมินาแล้วนั้นจะสามารถจัดเรียงตัวได้เป็น 0.75 โมลของแกมมาอะลูมินา ($\text{Al}_2\text{O}_3 \leftrightarrow 0.75 \text{Al}_{8/3}\text{O}_4$) ยกตัวอย่างเช่น แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่ n เท่ากับ 5 จะประกอบไปด้วยโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล 1 โมล และจะมีปริมาณอะลูมินาส่วนเกินอยู่ 4 โมล (หรือเท่ากับ $n-1$ โมล) ซึ่งปริมาณของอะลูมินา 4 โมลนั้นจะสามารถเปลี่ยนเป็นโครงสร้างแกมมาอะลูมินาได้ 3 โมล (หรือเท่ากับ $3(n-1)/4$ โมล) ดังนั้นจะมีจำนวนโมลของโครงสร้างสปิเนลที่เกิดขึ้นทั้งหมดเท่ากับโมลของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล (1) รวมกับโมลของแกมมาอะลูมินา ($3(n-1)/4$) ซึ่งเท่ากับ 4 โมลและสามารถจัดเป็นโครงสร้างได้ทั้งหมด 4 ยูนิทเซลล์ (หรือเท่ากับ $(3n+1)/4$ ยูนิทเซลล์) นั่นเอง ซึ่งสามารถสรุปการคำนวณหาความหนาแน่นได้จากมวลรวมระหว่างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลกับมวลของแกมมาอะลูมินา เทียบกับปริมาตรรวมของโครงสร้างของสปิเนลที่เกิดขึ้น ดังสมการที่ (3.4)

$$D_{Theoretical} = \frac{\sum Mass}{\sum Volumn} = \frac{M_{spinel} + \frac{3}{4}(n-1) \times M_{\gamma-Alumina}}{\frac{3n+1}{4} \times a_n^3} \quad (3.4)$$

| | | |
|--------|----------------------|--|
| โดยที่ | M_{spinel} | คือ น้ำหนักของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลใน 1 ยูนิตเซลล์ (กรัม) |
| | $M_{\gamma-Alumina}$ | คือ น้ำหนักของแกมมาอะลูมินาใน 1 ยูนิตเซลล์ (กรัม) |
| | n | คือ อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) |
| | a_n | คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่างๆ (เมตร) |

สำหรับแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลใน 1 ยูนิตเซลล์นั้นประกอบด้วย $8 \times \text{MgAl}_2\text{O}_4$ อะตอมซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 1138.12 ซึ่งเป็นน้ำหนักสัมพัทธ์เปรียบเทียบกับ 1/12 ของน้ำหนักอะตอมคาร์บอน โดยมีค่าประมาณ 1.6726×10^{-27} กิโลกรัม ทำให้สามารถคำนวณหาน้ำหนักของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลใน 1 ยูนิตเซลล์ (M_{spinel}) ได้เท่ากับ 1.89042×10^{-24} กิโลกรัม โดยสำหรับโครงสร้างของแกมมาอะลูมินาใน 1 ยูนิตเซลล์นั้นประกอบไปด้วย $8 \times (4/3 \text{ Al}_2\text{O}_3)$ อะตอมซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 1087.58 และสามารถคำนวณหาน้ำหนักของแกมมาอะลูมินาใน 1 ยูนิตเซลล์ ($M_{\gamma-alumina}$) ได้เท่ากับ 1.80647×10^{-24} กิโลกรัม

3.2.2.3 การคำนวณหาขนาดของอนุภาคผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนล

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ นอกจากจะสามารถหาองค์ประกอบเฟสและขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์แล้ว ยังสามารถคำนวณหาขนาดของอนุภาคได้จากสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) [56] ซึ่งขนาดของอนุภาคที่ทำการวัดและคำนวณควรมีขนาดที่เล็กกว่า 100 นาโนเมตร เพื่อลดความคลาดเคลื่อนจากการวัดของค่า β

$$d_{XRD} = \frac{0.94\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.5)$$

| | | |
|--------|-----------|---|
| โดยที่ | d_{XRD} | คือ ขนาดของอนุภาคที่ได้จากการคำนวณ (นาโนเมตร) |
| | λ | คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์เรย์ ของ Cu K α (0.15406 นาโนเมตร) |
| | β | คือ ความกว้างของพีคที่ตำแหน่งความสูงครึ่งหนึ่งจากจุดสูงสุด (full width half maximum, FWHM) (องศา) |

3.2.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscope (FT-IR)

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเครื่อง FT-IR (รุ่น Thermo Nicolet 6700 FTIR, บริษัท Thermo Fisher Scientific, ประเทศอังกฤษ) โดยการวิเคราะห์นั้นจะอาศัยหลักการสะท้อนของคลื่นอินฟราเรดที่เกิดขึ้นระหว่างรอยต่อของผิววัสดุและผลึกของเพชรโดยใช้เทคนิค attenuated total reflectance (ATR) ซึ่งอุปกรณ์ ATR นั้นเหมาะสำหรับตัวอย่างที่ยากต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแบบส่องผ่าน (transmission) โดยประกอบด้วยผลึกของเพชรที่มีค่าดัชนีหักเหสูง ซึ่งเป็นตำแหน่งที่สัมผัสกับตัวอย่าง ซึ่งลำแสงอินฟราเรดจะเดินทางผ่านผลึกของเพชรด้วยมุมตกกระทบที่มากกว่ามุมวิกฤต (critical angle, θ_c) และจะทะลุทะลวงเข้าไปที่ผิวของตัวอย่างไม่เกิน 2 ไมครอนแล้วสะท้อนกลับหมดไปยังอุปกรณ์ตรวจวัดลำแสงอินฟราเรด การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะต้องคำนึงถึงคุณสมบัติทางกายภาพของตัวอย่างเป็นสิ่งสำคัญ การสัมผัสที่ดีระหว่างสารตัวอย่างกับผิวของผลึกเพชร จะทำให้ได้ ATR spectrum ที่ดี ทำให้โดยทั่วไปแล้วตัวอย่างของเหลวจะให้ค่า ATR spectrum ที่ดีกว่าของแข็ง สำหรับการทดสอบวัสดุของแข็งจึงมีอุปกรณ์ช่วยกดตัวอย่าง (clamp) เพื่อช่วยกดอัดตัวอย่างให้มีการสัมผัสที่ดีกับผลึกของเพชร โดยช่วงที่ทำการเลี้ยววิเคราะห์ตั้งแต่ 4000 ถึง 400 เซนติเมตร⁻¹ ทำการวัดโดยหาค่าการส่องผ่าน (transmittance) ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบปริมาณความเข้มแสงที่วัดได้ต่อปริมาณความเข้มแสงที่ให้ การวัดสัญญาณของเครื่องจะทำการวัดครั้งละ 0.8 วินาที โดยการวัดจะทำการวัดทั้งหมด 64 ครั้งต่อ 1 ตัวอย่าง นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟและวิเคราะห์ช่วงที่คลื่นอินฟราเรดถูกดูดกลืน ซึ่งช่วงความถี่และปริมาณที่ถูกดูดกลืนจะขึ้นกับชนิดของหมู่ฟังก์ชัน

3.2.4 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง simultaneous thermal analyzer (STA)

โครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นประกอบไปด้วยไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) คาร์บอเนตไอออน (CO₃²⁻) และแอมโมเนียมไอออน (NH₄⁺) ซึ่งไอออนเหล่านี้จะเกิดการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อน ปริมาณของเฟสในแต่ละเฟสของตะกอนส่งผลต่อมวลสารที่หายไปหลังการเผาแคลไซน์ การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA (รุ่น STA490C, บริษัท netzsch, ประเทศเยอรมัน) จะทำให้ทราบถึงน้ำหนักที่เกิดการสลายตัวของตะกอนในแต่ละอุณหภูมิได้ นอกจากนี้ยังทราบถึงการดูดคายพลังงานในแต่ละช่วงการเผาแคลไซน์ได้อีกด้วย

เนื่องจากตะกอนมีขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวมากและผิวของตะกอนมีความเป็นประจุ จึงไวต่อการดูดซับความชื้นเป็นอย่างมาก จึงจำเป็นต้องนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาเก็บในตู้ดูดความชื้น 48 ชั่วโมง เพื่อให้หน้าที่ถูกดูดซับที่ผิวถูกกำจัดออกก่อนการทดสอบ การทดสอบจะใช้ตะกอนประมาณ 30

มิลลิกรัมใส่ลงในถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) ทำการเผาตั้งแต่อุณหภูมิห้องไปจนถึง 1100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที อัตราการไหลเวียนอากาศ 20 มิลลิลิตรต่อนาที จะได้ข้อมูลความเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและการดูดคายพลังงานทางความร้อนของ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการเผา

3.2.5 ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน (field emission scanning electron microscope, FE-SEM)

ในการศึกษาสัณฐานวิทยาของผงที่สังเคราะห์ได้จากวิธีตกตะกอนด้วยกล้อง FE-SEM นั้นจะศึกษาบนแผ่นรองที่เป็นกระจก โดยเตรียมจากการนำกระจกปิดสไลด์ (glass slide) มาทำการตัดให้มีขนาดประมาณ 5x5 มิลลิเมตร นำแผ่นกระจกที่ตัดได้ไปล้างและทำความสะอาดด้วยอะซิโตน เพื่อกำจัดคราบไขมัน นำแผ่นกระจกไปอบแห้งที่ 110 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงนำผงตัวอย่างที่จะศึกษา มาทำการกระจายตัวลงในเอทานอล โดยใช้ผงประมาณ 0.02 กรัมต่อเอทานอล 20 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารดังกล่าวไปทำการอัลตราโซนิก (ultrasonic) เป็นเวลา 15 นาที จะได้เป็นสารแขวนลอยของผง และนำไปหยดลงบนแผ่นกระจกที่ทำการเตรียมไว้ รอจนผิวกระจกแห้ง เก็บแผ่นกระจกไว้ในตู้ดูดความชื้น อย่างน้อย 1 คืนก่อนทำการวิเคราะห์ นำชิ้นกระจกติดบนฐานรองด้วยเทปคาร์บอนก่อนนำไปเคลือบผิวด้วยแพลตตินัมด้วยเครื่อง rotary-pumped sputter coater (รุ่น Q150R-S, บริษัท Quorum Tech, ประเทศอังกฤษ) เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นติดเทปคาร์บอนพาดผ่านด้านหน้าของผิวกระจกเพื่อลดการชาร์จของประจุ แล้วจึงนำไปทำการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้อง FE-SEM (รุ่น JSM 7610F, บริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น) ใช้ศักย์ไฟฟ้า 5 กิโลโวลต์ ใช้ระยะห่างของเลนส์ใกล้วัตถุกับพื้นผิว (working distance) ประมาณ 4 มิลลิเมตร

3.2.5.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค energy dispersive spectroscopy (EDS)

ด้วยการใช้เทคนิคของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนั้นนอกจากเพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาแล้ว ยังสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุได้อีกด้วย โดยวิเคราะห์หาปริมาณธาตุของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมด้วยกล้อง FE-SEM (รุ่น JSM 7001FA, บริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น) ซึ่งต่อกับ EDS (รุ่น JSM-7001F, บริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น) โดยทำการยิงวิเคราะห์กลุ่มของตะกอนบนพื้นที่ประมาณ 1 ตารางไมโครเมตรเป็นเวลา 2 นาที

3.2.6 ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmittance electron microscope (TEM)

นำผงตัวอย่างเตรียมได้นั้นมาทำการกระจายตัวลงในเอทานอล โดยใช้ผงประมาณ 0.02 กรัมต่อเอทานอล 20 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารแขวนลอยดังกล่าวไปทำการอัลตราโซนิก (ultrasonic) เป็นเวลา 15 นาที นำสารแขวนลอยที่ได้ไปหยดลงบนคอปเปอร์กริดที่ฉาบด้วยคาร์บอนฟอร์มวาร์ (carbon-formvar, รุ่น FCF100-Cu (หนา 10 นาโนเมตร), บริษัท Electron Microscopy Sciences, ประเทศสหรัฐอเมริกา) ที่งัวจันแห่ง เก็บคอปเปอร์กริดไว้ในตู้ดูดความชื้น อย่างน้อย 1 คืนก่อนทำการวิเคราะห์ นำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM, JEM-2100, บริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น) ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 120 กิโลโวลต์

3.3 การขึ้นรูปและการเผาผนึกชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก

ทำการขึ้นรูปผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ เพื่อศึกษาความสามารถในการเผาผนึกของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้รวมถึงศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่นของชิ้นงาน การหดตัวของชิ้นงาน ปริมาตรรูพรุนเปิด ขนาดเกรนและความแข็งของชิ้นงานที่ได้หลังจากการเผาผนึก การขึ้นรูปจะเริ่มจากนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เก็บควบคุมในตู้ดูดความชื้น มาทำการอัดขึ้นรูปโดยให้แรงดันในทิศทางเดียว ใช้ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลประมาณ 0.4 กรัมต่อชิ้นงาน ใช้แม่พิมพ์ทรงกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร และอัดด้วยความดันขนาด 30 เมกะพาสคัล นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปได้ไปอัดแบบให้แรงดันทุกทิศทาง (cold isostatic pressing, CIP, รุ่น CIP-80-220, บริษัท RIKEN KIKI Co., Ltd., ประเทศญี่ปุ่น) ที่อุณหภูมิห้องด้วยความดันขนาด 200 เมกะพาสคัลเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นจึงนำชิ้นงานดังกล่าวมาทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300 1400 1450 1500 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ

3.4 วิเคราะห์สมบัติของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล

3.4.1 ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกก่อนเผาผนึก

การหาความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผาสามารถหาจาก น้ำหนักของชิ้นงานต่อปริมาตรของชิ้นงาน ความกว้างและความสูงของชิ้นงานหาได้โดยการวัดและเฉลี่ยสามจุดรอบชิ้นงาน ซึ่งสามารถคำนวณความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผาได้ดังสมการที่ (3.6)

$$D_{green} = \frac{W_{green}}{\pi r^2 h} \quad (3.6)$$

| | | |
|--------|-------------|---|
| โดยที่ | D_{green} | คือ ความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผา (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) |
| | W_{green} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานก่อนเผา (กรัม) |
| | r | คือ รัศมีของชิ้นงาน (เซนติเมตร) |
| | h | คือ ความหนาของชิ้นงาน (เซนติเมตร) |

3.4.2 ทดสอบการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกหลังการเผาผนึก

หลังการเผาผนึก ชิ้นงานจะเกิดการหดตัวซึ่งเป็นผลจากการแพร่ ทำให้รูพรุนของชิ้นงานลดลง ชิ้นงานที่ได้มีความหนาแน่นมากขึ้น โดยสามารถหาการหดตัวของชิ้นงานได้จากสมการที่ (3.7)

$$\% \text{ Shrinkage} = \frac{d_o - d_s}{d_o} \times 100 \quad (3.7)$$

| | | |
|--------|------------------------|---|
| โดยที่ | $\% \text{ Shrinkage}$ | คือ การหดตัวของชิ้นงานแบบเชิงเส้น (%) |
| | d_o | คือ ความกว้างของชิ้นงานทดสอบก่อนเผา (มิลลิเมตร) |
| | d_s | คือ ความกว้างของชิ้นงานทดสอบหลังเผา (มิลลิเมตร) |

3.4.3 ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกด้วยวิธีอะคีมีดิส (Archimedes's method)

การหาความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อบอกถึงความสามารถในการเผาผนึก (sinterability) ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้ โดยจะอาศัยการแทนที่น้ำซึ่งเรียกว่า “วิธีอะคีมีดิส” การเตรียมชิ้นงานที่ใช้ทดสอบการแทนที่น้ำเริ่มจากนำชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ แผลงลงในน้ำกลั่น นำภาชนะที่ใส่ชิ้นงานที่ท่วมน้ำไปใส่ในตู้ดูดอากาศ (vacuum oven, MODEL282A, บริษัท Fisher Scientific, ประเทศสหรัฐอเมริกา) ตู้ดูดอากาศจนเหลือความดันเกจที่ -27 นิ้วปรอท ประมาณ -0.902 บรรยากาศ (atm) และคงที่ความดันดังกล่าวไว้ 24 ชั่วโมง เพื่อไล่อากาศในรูพรุนเปิดและให้น้ำเข้าไปแทนที่ได้สมบูรณ์ นำชิ้นงานที่อิมมิดด้วยน้ำไปชั่งน้ำหนักในอากาศ และชั่งน้ำหนักแบบแขวนในน้ำ นำค่าที่ได้มาคำนวณโดยสมการที่ (3.8)

$$D_{bulk} = \frac{W_{dry}}{W_{wet} - W_{sus}} \rho_w \quad (3.8)$$

| | | |
|--------|------------|---|
| โดยที่ | D_{bulk} | คือ ความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) |
| | W_{dry} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานทดสอบ (กรัม) |
| | W_{wet} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมัวด้วยน้ำ โดยชั่งน้ำหนักในอากาศ (กรัม) |
| | W_{sus} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมัวด้วยน้ำ โดยชั่งน้ำหนักแบบแขวนในน้ำ (กรัม) |
| | ρ_w | คือ ความหนาแน่นของน้ำที่ใช้ทดสอบ โดยเท่ากับ 0.9965 g/cm^3 (ที่ความดัน 1 บรรยากาศ อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส) |

3.4.4 ทดสอบหาความพรุนตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกด้วยวิธีอะคีมีดีส (Archimedes's method)

ความพรุนตัวของชิ้นงานเป็นสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานที่แปรผันกับความหนาแน่น อีกทั้งยังสัมพันธ์กับสมบัติการเผาผนึกได้อีกด้วย ซึ่งปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานเซรามิกนั้นสามารถบอกถึงช่วงของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก โดยการหาความพรุนตัวของชิ้นงานนั้นสามารถนำค่าที่ได้จากการวัดของวิธีอะคีมีดีส มาใช้คำนวณได้ดังสมการที่ (3.9)

$$Open \ porosity = \frac{W_{wet} - W_{dry}}{W_{wet} - W_{sus}} \quad (3.9)$$

| | | |
|--------|-------------------|---|
| โดยที่ | $Open \ porosity$ | คือ ปริมาตรของรูพรุนเปิดในชิ้นงาน (%) |
| | W_{dry} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานทดสอบ (กรัม) |
| | W_{wet} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมัวด้วยน้ำ โดยชั่งน้ำหนักในอากาศ (กรัม) |
| | W_{sus} | คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมัวด้วยน้ำ โดยชั่งน้ำหนักแบบแขวนในน้ำ (กรัม) |

3.4.5 ทดสอบหาความแข็งและความเหนียวด้วยวิธีวิกเกอร์ส (Vickers indentation)

ในการทดสอบหาความแข็งของวัสดุเซรามิกด้วยวิธีการวิกเกอร์ส จะต้องมีการเตรียมผิวของชิ้นงานให้มีความเรียบก่อนการทดสอบ โดยทำการขัดด้วยจานขัดเพชร เบอร์ 80 220 400 800 และ 1200 ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการขัดด้วยผงเพชรบนผ้ากำมะหยี่ที่ขนาด 6 3 และ 1 ไมครอน จนผิวมันวาว จากนั้นจึงนำมาทดสอบกดด้วยเครื่องทดสอบความแข็ง (รุ่น HV-50A, บริษัท SINOWON, ประเทศจีน) ที่แรงกดขนาด 1 5 และ 10 กิโลกรัมเป็นจำนวน 5 จุดและแรงกดขนาด 20 กิโลกรัม

จำนวน 2 จุด จากนั้นทำการวัดขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์ (Trinocular Inspection Microscope, รุ่น BX60M, บริษัท Olympus, ประเทศอเมริกา) นำค่าที่วัดได้มาคำนวณด้วยสมการที่ (3.10)

$$H_v = \frac{2F \sin(136^\circ / 2)}{d^2} \approx \frac{1.854F}{d^2} \quad (3.10)$$

| | | |
|--------|-------|--|
| โดยที่ | H_v | คือ ค่าความแข็งของวัสดุด้วยวิธีวิกเกอร์ส (H_v) |
| | F | คือ แรงที่ใช้ในการกด (Kgf) |
| | d | คือ เส้นทแยงมุมของฐานพีระมิด (มิลลิเมตร) |

และยังสามารถนำผลการทดสอบด้วยวิธีการกดแบบวิกเกอร์สมาคำนวณหาค่าความเหนียวของวัสดุได้ดังสมการที่ (3.11)

$$K_{Ic} = 0.016 \frac{F}{c^{1.5}} \sqrt{\frac{E}{H_a}} \quad (3.11)$$

| | | |
|--------|----------|---|
| โดยที่ | K_{Ic} | คือ ค่าความเหนียว ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) |
| | F | คือ แรงที่ใช้ในการกด (นิวตัน) |
| | c | คือ ขนาดของรอยแตก (มิลลิเมตร) |
| | H_a | คือ ค่าความแข็งของวัสดุต่อหน่วยพื้นที่ (จิกะพาสคัล) |
| | E | คือ ค่ามอดูลัสของยังก์ (จิกะพาสคัล) |

สำหรับค่าความแข็งต่อหน่วยพื้นที่ H_a นั้นคำนวณได้จากความแข็งของวิธีวิกเกอร์ส H_v โดยที่มีความสัมพันธ์เชิงมิติกับกิโลกรัมต่อตารางมิลลิเมตร โดยสามารถหาแรงกระทำจากน้ำหนักที่ใช้กดด้วยค่าสนามโน้มถ่วงและได้เป็นค่าความแข็งต่อหน่วยพื้นที่ H_a ซึ่งดังสมการที่ (3.12)

$$H_a = H_v \left(\frac{\text{Kg}}{\text{mm}^2} \right) \times \frac{9.807(\text{N})}{1(\text{Kg})} \times \frac{1(\text{GPa})}{1000(\text{MPa})} = H_v \times 0.009807 \quad (3.12)$$

เมื่อได้ค่าความแข็งต่อหน่วยพื้นที่ H_a ก็สามารถนำมาทำการคำนวณหาค่าความเหนียวของวัสดุได้ โดยใช้ค่ามอดูลัสของยังก์ E ในการคำนวณเท่ากับ 259 จิกะพาสคัล

3.4.6 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกด้วยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้สนามเป็นตัวให้กำเนิดอิเล็กตรอน (field emission scanning electron microscope, FE-SEM)

สำหรับการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานเซรามิกที่ขึ้นรูปด้วยผงขนาดระดับนาโนเมตรนั้น จำเป็นต้องใช้กล้องที่มีกำลังขยายสูง โดยทั่วไปจะทำการศึกษาดูด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ด้วยกำลังขยายที่สูงของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนทำให้ระยะโฟกัสของกล้องจะอยู่ในช่วงระยะที่เล็กกว่าระดับไมครอน (sub-micron) ทำให้หลังการขึ้นรูปจึงจำเป็นต้องทำการปรับผิวให้เรียบก่อนทำการศึกษา ทำให้หลังการปรับผิวให้เรียบ บริเวณรอยต่อระหว่างเกรนของชิ้นงานเซรามิกก็จะหายไป จึงจำเป็นต้องทำการกัด (etching) เพื่อให้เห็นเป็นร่องขอบเกรนได้ชัดเจนยิ่งขึ้น โดยทั่วไปการกัด เพื่อทำให้เห็นขอบเกรนสามารถทำได้ 2 วิธี โดยอาจใช้สารเคมีในการกัด (chemical etching) หรืออาจเรียกว่าการกัดแบบเปียก (wet etching) ซึ่งจะใช้สารที่สามารถละลายกับพื้นผิววัสดุเป็นตัวกัด โดยบริเวณที่ผิวของเกรนจะมีความเสถียรและทนต่อปฏิกิริยาเคมีสูงกว่าบริเวณขอบเกรน ทำให้หลังการกัดผิวบริเวณขอบเกรนถูกละลายออกไปบางส่วน อีกวิธีนิยมอย่างมากในทางเซรามิกคือการกัดด้วยความร้อน (thermal etching) โดยวิธีนี้จะอาศัยหลักของพลังงานพื้นผิวเกิดเป็นมุมสัมผัสจากสมดุลของพลังงานระหว่างขอบเกรนและอากาศ ซึ่งบริเวณขอบเกรนมีความเสถียรทางโครงสร้างที่ต่ำกว่าบริเวณเนื้อเกรนทำให้เกิดการแพร่ของขอบเกรนสูงกว่า และเกิดการยุบตัวลงของขอบเกรน

ขั้นตอนการปรับผิวให้เรียบนั้นจะอาศัยการขัดโดยจะทำการขัดหยาบด้วยจานขัดเพชรเบอร์ 80 220 400 800 และ 1200 ตามลำดับ เพื่อให้ผิวชิ้นงานมีความเรียบ จากนั้นจึงทำการขัดละเอียดด้วยผงเพชรบนผ้ากำมะหยี่ที่ขนาด 6 3 และ 1 ไมครอน จนผิวที่ได้มีความมันวาว จากนั้นจึงนำชิ้นงานที่ผ่านการขัดไปทำการกัดเพื่อทำให้เห็นขอบเกรนของวัสดุได้ชัดเจน เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลนั้นมีสมบัติความทนต่อปฏิกิริยาเคมีสูง จึงนิยมนำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกมาทำการกัดด้วยความร้อน โดยอุณหภูมิที่เลือกใช้ในการกัดจะเลือกอุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิเผาผนึกของชิ้นงาน 100 องศาเซลเซียสและคงอุณหภูมิไว้ 20 นาที จากนั้นนำชิ้นงานที่เตรียมได้ติดบนฐานรองด้วยเทปคาร์บอนและก่อนนำไปเคลือบผิวด้วยแพลทตินัมด้วยเครื่อง rotary-pumped sputter coater (รุ่น Q150R S, บริษัท Quorum Tech, ประเทศอังกฤษ) เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นติดเทปคาร์บอนพาดผ่านด้านหน้าของผิวกระจกเพื่อลดการชาร์จของประจุ นำชิ้นงานไปเคลือบผิวด้วยแพลทตินัม และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้อง FE-SEM (รุ่น JSM 7610F, บริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น) ใช้ศักย์ไฟฟ้า 5 กิโลโวลต์ โดยใช้ระยะห่างของเลนส์ใกล้วัตถุกับพื้นผิว (working distance) ประมาณ 4 มิลลิเมตร

3.4.6.1 การหาขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิก

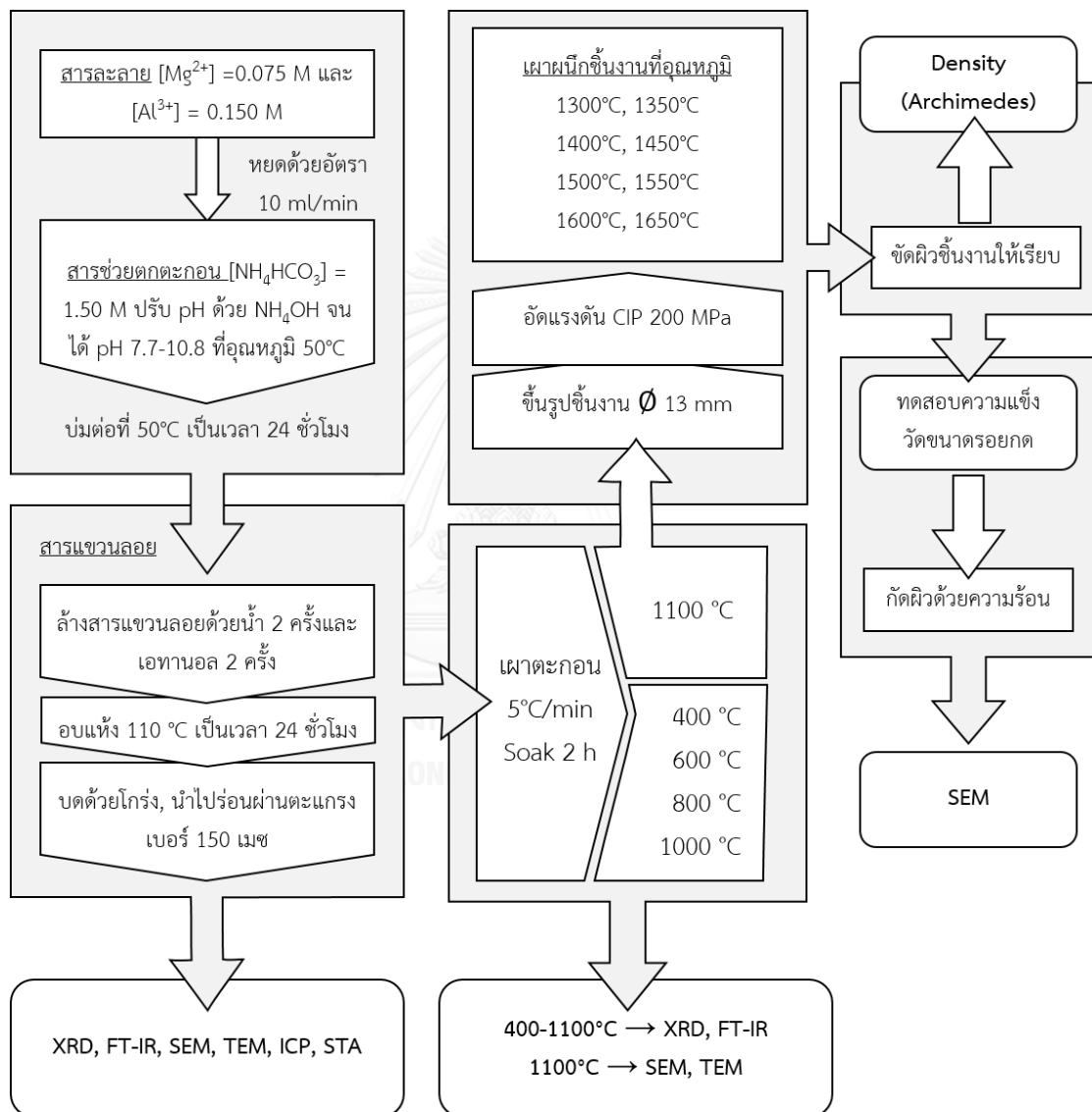
การวัดขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิก เนื่องจากการปรับพื้นผิวด้วยการขัด ทำให้ภาพที่ทำการศึกษากลายเป็นเพียงการศึกษาจากระนาบสองมิติ (planimetric) โดยภาพที่เห็นไม่สามารถแทนถึงขนาดเกรนที่แท้จริงได้เนื่องจากการตัดของแผ่นระนาบที่เป็นการสุ่ม ซึ่งอาจตัดผ่านศูนย์กลางเกรนที่ทำให้ขนาดในภาพถ่ายใหญ่ หรืออาจตัดโดนเพียงขอบนอกของเกรนซึ่งทำให้ขนาดในภาพถ่ายเล็ก เพื่อให้การหาค่าได้ค่าใกล้เคียงกับขนาดจริงมากที่สุด M.Mendelson [57] จึงได้กำหนดรูปแบบเป็นแบบจำลองทางรูปทรงเรขาคณิต โดยให้เกรนมีขนาดเท่าๆกันเป็นรูปทรงแปดหน้าปลายตัด (tetrakaidecahedral) ซึ่งเป็นรูปทรงที่มีความกลมและสามารถจัดเรียงกันได้โดยไม่มีช่องว่าง ซึ่งวิธีการดังกล่าวเรียกว่าการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้น (linear intercept method) โดยในการวัด จะทำการลากเส้นแบบสุ่มในภาพถ่าย โดยความยาวของเส้นที่สุ่มนั้นจะต้องตัดผ่านอย่างน้อย 20 ขอบเกรน โดยสามารถนำมาคำนวณได้ดังสมการที่ (3.13)

$$\bar{D}_{mean} = 1.571 \times \frac{L_{line} - L_{pore}}{N_i} \quad (3.13)$$

| | | |
|--------|----------------------|--|
| โดยที่ | \bar{D}_{mean} | คือ ขนาดเฉลี่ยของเกรน (ไมครอน) |
| | L_{line}, L_{pore} | คือ ระยะของเส้นที่กำหนดและระยะของเส้นในช่วงผ่านรูพรุน (ไมครอน) |
| | N_i | คือ จำนวนจุดที่ตัดผ่านเกรน |

3.5 ผังการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานวิจัยเพื่อศึกษาผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนสามารถสรุปเป็นแผนผังดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังการดำเนินงานวิจัย

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานวิจัย

4.1 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติพองนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน

4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ

นำตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS เพื่อหาปริมาณองค์ประกอบของธาตุ ซึ่งได้ค่าเชิงปริมาณในหน่วยของน้ำหนัก เพื่อให้ง่ายต่อการเปรียบเทียบโดยทั่วไปนิยมเปรียบเทียบกับโครงสร้างของแร่ในธรรมชาติ โดยจะทำการแปลงปริมาณน้ำหนักของธาตุที่ได้ให้อยู่ในหน่วยของโมล ซึ่งโมลของ MgO จะเท่ากับโมลของ Mg และโมลของ Al₂O₃ จะเท่ากับโมลของ 2Al ทำให้สามารถเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย n (Al₂O₃/MgO) โดยทางทฤษฎีของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะมีค่า n เท่ากับ 1 ซึ่งจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค ICP-OES และ EDS นั้นพบว่า ตะกอนที่ได้จากการเตรียมด้วยสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 นั้นมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่สูงที่สุด โดยค่าจากการวิเคราะห์เทคนิค ICP-OES และ EDS อยู่ที่ 2.74 และ 2.68 ตามลำดับ ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่ได้จะลดลงเมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอน ซึ่งจะมีค่า n โดยประมาณ 1 เมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนมากกว่า 9.0 ขึ้นไปเนื่องจากแมกนีเซียไฮดรอกไซด์ในสารละลายแมกนีเซียและอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะตกตะกอนออกมาได้น้อยที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ และจะตกตะกอนได้ดีเมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายสูงขึ้น [36] ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ ที่ก่อนและหลังการเผาแคลไซน์

| ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตะกอน (pH) | | อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย Al ₂ O ₃ /MgO (n) | | | | |
|--|---------|--|------|------|------|------|
| | | 7.7 | 8.0 | 9.0 | 10.0 | 10.8 |
| ตะกอนก่อนเผา | ICP-OES | 2.74 | 2.47 | 0.99 | 1.02 | 0.92 |
| ตะกอนหลังเผา | EDS | 2.68 | 2.33 | 1.05 | 1.07 | 0.94 |

โดยจากการวิเคราะห์ทั้ง 2 เทคนิคนั้นพบว่าค่า n ที่ได้มีความใกล้เคียงกัน โดยมีแนวโน้มที่ลดลงจนถึงประมาณ 1 ที่ความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 9.0 ขึ้นไป สำหรับผลการวิเคราะห์ทั้ง 2 เทคนิควิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES จะให้ค่าที่แม่นยำกว่าเทคนิคแบบ EDS เนื่องจากความแม่นยำของเครื่องมือ ICP-OES ที่มีความแม่นยำสูงกว่าประกอบกับ วิธีการ ICP-OES จะนำผงของตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการละลาย ค่าที่ได้จึงเปรียบเสมือนตัวแทนของผง ต่างจากวิธี EDS ที่วิเคราะห์บนพื้นที่บางส่วนของผง

4.1.1.1 สมดุลของตะกอนและไอออนภายในระบบ

ปริมาณตะกอนที่เกิดสามารถคำนวณได้จากค่าความสามารถในการละลายของตะกอน (C_s) เทียบกับความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น โดยถ้าสารละลายตั้งต้นมีความเข้มข้นสูงกว่าค่าความสามารถในการละลายของตะกอน สารละลายจะเกิดความอิ่มตัวและตกตะกอนออกมาเป็นของแข็งเพื่อลดความเข้มข้นของระบบ ซึ่งสามารถคำนวณหาค่าความสามารถในการละลายของตะกอนได้จากค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย (solubility product constant, K_{sp}) ซึ่งไอออนที่สามารถเกิดเป็นตะกอนของแข็งด้วยวิธีการตกตะกอนในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นจะประกอบด้วย แมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) อะลูมิเนียมไอออน (Al^{3+}) คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) และไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) โดยไอออนในระบบจะสามารถเกิดปฏิกิริยาดังสมการเคมีในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 สมการเคมีและค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย

| สมการของสมดุลระหว่างตะกอน-ไอออนของค่าคงที่ของสมดุลในการละลาย | | | | |
|--|-------------------|-------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| $AlOH^{2+}_{(aq)}$ | \leftrightarrow | $Al^{3+}_{(aq)} + OH^{-}_{(aq)}$ | $\log \beta_1 = 9.0$ | aluminum hydroxo complexes [58] |
| $Al(OH)_2^{+}_{(aq)}$ | \leftrightarrow | $Al^{3+}_{(aq)} + 2OH^{-}_{(aq)}$ | $\log \beta_2 = 17.9$ | |
| $Al(OH)_3 (s)$ | \leftrightarrow | $Al^{3+}_{(aq)} + 3OH^{-}_{(aq)}$ | $K_{sp} = 1.90 \times 10^{-33}$ | |
| $Al(OH)_3 (aq)$ | \leftrightarrow | $Al^{3+}_{(aq)} + 3OH^{-}_{(aq)}$ | $\log \beta_3 = 26.0$ | |
| $Al(OH)_4^{-}_{(aq)}$ | \leftrightarrow | $Al^{3+}_{(aq)} + 4OH^{-}_{(aq)}$ | $\log \beta_4 = 33.8$ | |
| $Mg(OH)_2 (s)$ | \leftrightarrow | $Mg^{2+}_{(aq)} + 2OH^{-}_{(aq)}$ | $K_{sp} = 5.61 \times 10^{-12}$ | [59] |
| $MgCO_3 (s)$ | \leftrightarrow | $Mg^{2+}_{(aq)} + CO_3^{2-}_{(aq)}$ | $K_{sp} = 6.82 \times 10^{-6}$ | [59] |

โดยชนิดของไอออนที่ใช้ส่งผลต่อชนิดของตะกอนที่เกิดขึ้นได้ โดยไฮดรอกไซด์ไอออนนั้นสามารถจับกับโลหะไอออนและเกิดเป็นตะกอนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ($Mg(OH)_2$) และตะกอนของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al(OH)_3$) นอกจากนี้ไฮดรอกไซด์ไอออนยังสามารถจับกับอะลูมิเนียมไอออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมที่ละลายน้ำได้อีกด้วย สำหรับคาร์บอเนตไอออนนั้นสามารถจับกับโลหะไอออนและเกิดเป็นตะกอนของแมกนีเซียมคาร์บอเนต ($MgCO_3$) ยกเว้นโลหะอะลูมิเนียมไอออนที่ไม่สามารถเกิดเป็นตะกอนของอะลูมิเนียมคาร์บอเนตได้โดยตรง แต่จะเกิดเป็นตะกอนเชิงซ้อนร่วมกับแคทไอออนอื่นๆที่มีประจุ +1 และยังไม่มีความคงที่ของสมดุลในการละลายที่แน่นอนอีกด้วย โดยจากสมการการตกตะกอนในตารางที่ 4.2 จะพบว่าความเข้มข้นของแอนไอออนส่งผลต่อการเกิดตะกอน โดยการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของทั้ง OH^- และ CO_3^{2-} ส่งผลต่อความสามารถในการละลายและปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น ซึ่งความเข้มข้นของ OH^- นั้นสัมพันธ์โดยตรงกับความเป็นกรด-เบสของสารละลายในระบบ ซึ่งสามารถคำนวณได้จากค่าคงที่ของสมดุลในการแตกตัวของน้ำ สำหรับคาร์บอเนตไอออนนั้นสามารถเกิดได้ในรูปของ H_2CO_3 , HCO_3^- และ CO_3^{2-} โดยความเข้มข้นของไอออนแบบต่างๆนั้นขึ้นกับความความเป็นกรด-เบสของสารละลาย โดยค่าตัวที่สมดุลการแตกตัวของน้ำและค่าคงที่ของสมดุลระหว่างคาร์บอเนตไอออนในรูปแบบต่างๆแสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 สมการเคมีและค่าตัวที่สมดุลการแตกตัวของน้ำและค่าคงที่ของสมดุลระหว่างคาร์บอเนตไอออน

| สมการของสมดุลของไอออนและค่าคงที่ของสมดุลไอออน (ที่ 50 องศาเซลเซียส) | | | | |
|---|-------------------|---------------------------------|-------------------------|------|
| $H_2O (l)$ | \leftrightarrow | $H^+_{(aq)} + OH^-_{(aq)}$ | $\log(K_w) = -13.26$ | [60] |
| $H_2CO_3 (aq)$ | \leftrightarrow | $HCO_3^-_{(aq)} + H^+_{(aq)}$ | $\log(K_{a1}) = -6.29$ | [61] |
| $HCO_3^-_{(aq)}$ | \leftrightarrow | $CO_3^{2-}_{(aq)} + H^+_{(aq)}$ | $\log(K_{a2}) = -10.17$ | [62] |

4.1.1.2 การคำนวณความเข้มข้นของไอออนชนิดต่างๆภายในระบบที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

ความเป็นกรด-เบสของสารละลายนั้นส่งผลโดยตรงจากความเข้มข้นของ OH^- โดยความเป็นกรด-เบสของสารละลายจะเทียบได้กับลอการิทึมของความเข้มข้นไฮดรอกไซด์ไอออนดังสมการที่ (4.1)

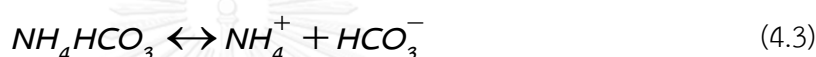
$$pH = -\log[H^+] = \log[OH^-] - \log(K_w) \quad (4.1)$$

| | | |
|--------|-----------------|--|
| โดยที่ | $[H^+_{(aq)}]$ | คือ ความเข้มข้นของไฮโดรเนียมไอออน |
| | $[OH^-_{(aq)}]$ | คือ ความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออน |
| | K_w | คือ ค่าคงที่สมดุลการแตกตัวไอออนของน้ำ โดย $\log(K_w) = -13.26$ |

โดยสามารถจัดรูปสมการที่ (4.1) ให้อยู่ในรูปลอการิทึมของความเข้มข้นของ OH^- โดยแทนค่าคงที่สมดุลของการแตกตัวของน้ำได้ในรูปฟังก์ชันของความเป็นกรด-เบส ดังสมการที่ (4.2)

$$\log[OH^-_{(aq)}] = pH + \log(K_w) \quad (4.2)$$

สารละลายที่ใช้ตกตะกอนในการทดลองนี้คือแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต ซึ่งสามารถละลายแตกตัวให้เป็นแอมโมเนียมไอออนและไฮโดรเจนคาร์บอเนตไอออน ได้ดังสมการที่ (4.3)



ซึ่งสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเกิดการละลายและแตกตัวเป็นไฮโดรเจนคาร์บอเนตไอออนนั้นมีสมดุลที่สามารถเปลี่ยนเป็นสารประกอบรูปแบบอื่นได้ดังสมการที่ (4.4)



จะเห็นว่าการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของคาร์บอเนตไอออนนั้นจะขึ้นกับปริมาณของไฮโดรเนียมไอออน ซึ่งแปรผกผันกับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย โดยสามารถนำสมการสมดุลระหว่างคาร์บอเนตไอออนของระบบมาจัดให้อยู่ในรูปของลอการิทึมจะได้เป็นสมการที่ (4.5) และ (4.6)

$$\log(K_{a1}) - \log[H^+] = \log\left(\frac{[HCO_3^-]}{[H_2CO_3]}\right) \quad (4.5)$$

$$\log(K_{a2}) - \log[H^+] = \log\left(\frac{[CO_3^{2-}]}{[HCO_3^-]}\right) \quad (4.6)$$

| | | |
|--------|----------|---|
| โดยที่ | K_{a1} | คือ ค่าคงที่สมดุลครั้งที่ 1 ระหว่าง HCO_3^- และ H_2CO_3 |
| | K_{a2} | คือ ค่าคงที่สมดุลครั้งที่ 2 ระหว่าง CO_3^{2-} และ HCO_3^- |

เพื่อให้ง่ายต่อการคำนวณ จะแทนค่าสมการที่ (4.1) ในสมการที่ (4.5) และ (4.6) และจัดรูปให้อยู่ในรูปของสัดส่วนความเข้มข้นของสารประกอบคาร์บอเนตไอออนชนิดต่างๆ ได้เป็นสมการที่ (4.7) และ (4.8)

$$A_1 = \left(\frac{[HCO_3^-]}{[H_2CO_3]} \right) = 10^{\log(K_{a1}) + pH} \quad (4.7)$$

$$A_2 = \left(\frac{[CO_3^{2-}]}{[HCO_3^-]} \right) = 10^{\log(K_{a2}) + pH} \quad (4.8)$$

โดยที่ A_1 คือ สัดส่วนความเข้มข้นของ HCO_3^- / H_2CO_3
 A_2 คือ สัดส่วนความเข้มข้นของ CO_3^{2-} / HCO_3^-

ซึ่งเมื่อพิจารณาความเข้มข้นของคาร์บอเนตไอออนในรูปแบบต่างๆ ที่อยู่ในระบบจะมีเท่ากับ ความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนโดย ดังสมการที่ (4.9)

$$[AHC] = [H_2CO_3] + [HCO_3^-] + [CO_3^{2-}] \quad (4.9)$$

แทนค่าความเข้มข้นของคาร์บอเนตไอออนในรูปแบบต่างๆ ให้อยู่ในรูปของสัดส่วนความเข้มข้นของ A_1 และ A_2 โดยแทนค่าความเข้มข้นของ H_2CO_3 ด้วยสมการที่ (4.7) และแทนค่าความเข้มข้นของ CO_3^{2-} ด้วยสมการที่ (4.8) ลงในสมการที่ (4.9) จะได้สมการที่ (4.10)

$$[AHC] = \left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2 \right) [HCO_3^-] \quad (4.10)$$

โดยสามารถจัดรูปและได้สมการความเข้มข้นของ HCO_3^- ดังสมการที่ (4.11)

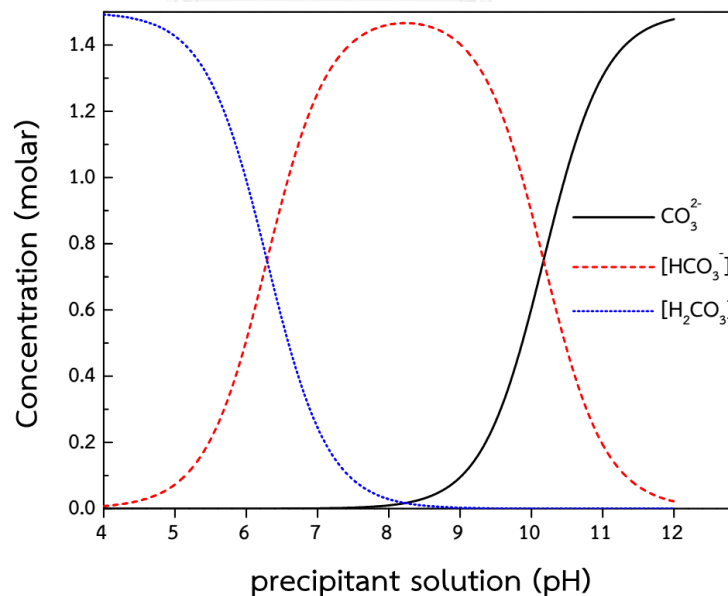
$$[HCO_3^-] = \frac{[AHC]}{\left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2 \right)} \quad (4.11)$$

โดยจากสมการความเข้มข้นของ HCO_3^- นั้นสามารถนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของ H_2CO_3 ได้จากการแทนค่าด้วยสมการที่ (4.7) และหาความเข้มข้นของ CO_3^{2-} ได้จากการแทนค่าด้วยสมการที่ (4.8) จะได้เป็นสมการที่ (4.12) และ (4.13) ตามลำดับ

$$[\text{H}_2\text{CO}_3] = \frac{[\text{AHC}]}{A_1 \times \left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2 \right)} \quad (4.12)$$

$$[\text{CO}_3^{2-}] = \frac{A_2 \times [\text{AHC}]}{\left(\frac{1}{A_1} + 1 + A_2 \right)} \quad (4.13)$$

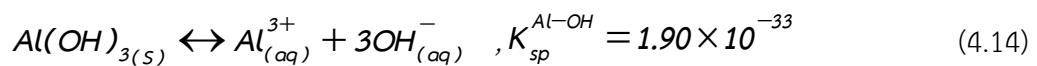
ซึ่งเมื่อนำสมการที่ (4.11) (4.12) และ (4.13) มาคำนวณหาความเข้มข้นของคาร์บอเนตไอออนในรูปแบบต่างๆ จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตที่ความเข้มข้น 1.50 โมลาร์ โดยแทนค่า A_1 และ A_2 จากสมการที่ (4.7) และ (4.8) จะได้ความเข้มข้นของสารประกอบคาร์บอเนตที่ค่าความเป็นกรด-เบสต่างๆ ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ความเข้มข้นของ H_2CO_3 , HCO_3^- และ CO_3^{2-} ในสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสต่างๆ

4.1.1.3 การคำนวณความสามารถในการละลายของตะกอนที่เป็นสารประกอบของ อะลูมิเนียมที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายต่างๆ

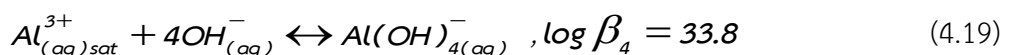
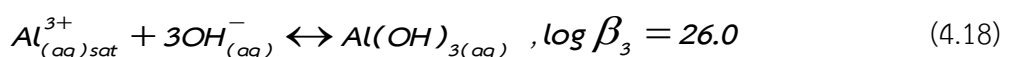
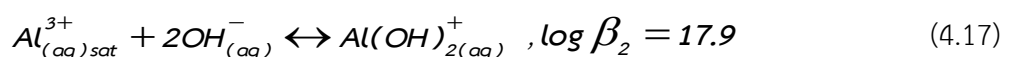
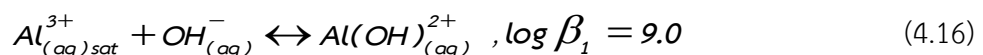
สำหรับอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นสามารถเกิดปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออนได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมได้หลายชนิด โดยเรียกกลุ่มสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมนี้ว่า “aluminum hydroxo complexes” ในขั้นต้นจะทำการพิจารณาเฟสที่เป็นของแข็งก่อน ซึ่งจากสมการในตารางที่ 4.2 จะพบเฟสของของแข็งที่สามารถเกิดเป็นตะกอนในรูปของ $Al(OH)_3$ โดยสมดุลระหว่าง $Al(OH)_3$, Al^{3+} และ OH^- แสดงดังสมการที่ (4.14)



โดยความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในสารละลายที่เกิดขึ้นนั้น จะเท่ากับค่าความสามารถในการละลายของ $Al(OH)_3$ โดยเมื่อเขียนค่าคงที่สมดุลจากสมการดังกล่าวและมาจัดให้อยู่ในรูปลอการิทึม ซึ่งแทนค่าความเข้มข้นของ OH^- ด้วยสมการที่ (4.2) จะสามารถสร้างสมการความสามารถในการละลายของตะกอน $Al(OH)_3$ จากการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสได้ดังสมการที่ (4.15)

$$\log[Al_{(aq) sat}^{3+}] = \log(K_{sp}^{Al-OH}) - 3(pH + \log(K_w)) \quad (4.15)$$

ซึ่งอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นสามารถถูกเกาะได้ด้วยไฮดรอกไซด์ไอออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมซึ่งสามารถละลายน้ำได้ โดยสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นคู่กรด-เบส (conjugate acid-base pair) ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งจากสมการในตารางที่ 4.2 สมดุลระหว่างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ Al^{3+} ไฮดรอกไซด์ไอออน OH^- และสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมแสดงดังสมการที่ (4.16) (4.17) (4.18) และ (4.19)



ซึ่งสามารถคำนวณหาปริมาณของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมที่เกิดได้จากสมมูลของความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออนและความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ด้วยค่าคงที่สมมูลของไอออน β_n โดยเมื่อเขียนค่าคงที่สมมูลจากสมการดังกล่าวและมาจัดให้อยู่ในรูปลอการิทึม จะสามารถสร้างสมการความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมจากการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสได้ดังสมการที่ (4.20) (4.21) (4.22) และ (4.23)

$$\log[Al(OH)_{(aq)}^{2+}] = \log[Al_{(aq)sat}^{3+}] + \log(\beta_1) + 1 \times \log[OH_{(aq)}^-] \quad (4.20)$$

$$\log[Al(OH)_{2(aq)}^+] = \log[Al_{(aq)sat}^{3+}] + \log(\beta_2) + 2 \times \log[OH_{(aq)}^-] \quad (4.21)$$

$$\log[Al(OH)_{3(aq)}] = \log[Al_{(aq)sat}^{3+}] + \log(\beta_3) + 3 \times \log[OH_{(aq)}^-] \quad (4.22)$$

$$\log[Al(OH)_{4(aq)}^-] = \log[Al_{(aq)sat}^{3+}] + \log(\beta_4) + 4 \times \log[OH_{(aq)}^-] \quad (4.23)$$

ซึ่งจากสมการความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมนั้นสามารถแทนค่าของ $\log[Al_{(aq)sat}^{3+}]$ ได้ด้วยสมการที่ (4.15) และแทนค่าของ $\log[OH_{(aq)}^-]$ ด้วยสมการที่ (4.2) แล้วจะสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมที่เป็นสารละลายได้ที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ

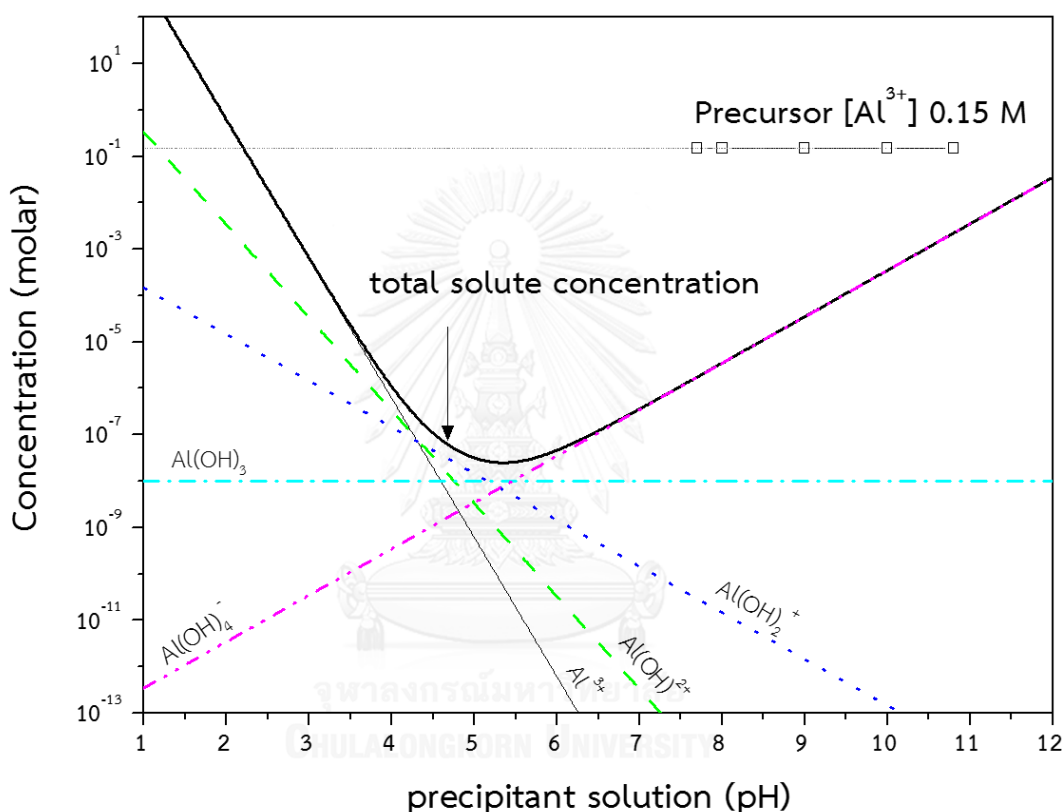
ซึ่งผลรวมของอะลูมิเนียมไอออน สารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและตะกอนของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในระบบนั้นจะเท่ากับปริมาณของอะลูมิเนียมของสารตั้งต้น โดยสามารถเขียนผลรวมของปริมาณทั้งหมดได้ดังสมการที่ (4.24)

$$\frac{Al_{initial}^{Total}}{V_{Solute}} = \frac{[Al_{(aq)sat}^{3+}] + [Al(OH)_{(aq)}^{2+}] + [Al(OH)_{2(aq)}^+] + [Al(OH)_{3(aq)}] + [Al(OH)_{4(aq)}^-] + [Mass_{(s)}]}{V_{Solute}} \quad (4.24)$$

โดยที่ $Al_{initial}^{total}$ คือ จำนวนโมลของอะลูมิเนียมในสารละลายก่อนตกตะกอน (โมล)
 V_{Solute} คือ ปริมาตรของสารละลาย (ลิตร)
 $[Mass_{(s)}]$ คือ จำนวนโมลของตะกอนที่เกิดขึ้นต่อลิตร (โมล/ลิตร)

อะลูมิเนียมไอออนนั้นสามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม โดยมีความเข้มข้นที่แปรผันตามความเป็นกรด-เบสของสารละลาย โดยสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของ

$\text{Al}(\text{OH})_2^{2+}$ (aq), $\text{Al}(\text{OH})_2^+$ (aq), $\text{Al}(\text{OH})_3$ (aq) และ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (aq) ได้ตั้งสมการที่ (4.20) (4.21) (4.22) และ (4.23) ตามลำดับ ซึ่งผลรวมความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออนและความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมจะได้เป็นค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ $\text{Al}(\text{OH})_3$ โดยจากสมการที่ (4.15) และ (4.20) ถึง (4.23) สามารถเขียนความเข้มข้นของสารละลายในระบบในความสัมพันธ์เชิงกราฟได้ดังรูปที่ 4.2 โดยความเข้มข้นของ Al^{3+} ที่ใช้ตกตะกอนเริ่มต้นนั้นอยู่ 0.15 โมลาร์ซึ่งสูงกว่าความสามารถในการละลาย ทำให้ Al^{3+} นั้นสามารถเกิดเป็นตะกอนได้



รูปที่ 4.2 ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไอออน และสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

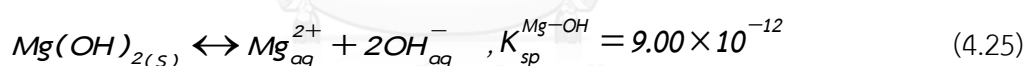
โดยเมื่อนำค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ 7.7 ถึง 10.8 มาเปรียบเทียบกับผลการคำนวณของความเข้มข้นของสารละลายชนิดต่างๆ และผลรวมความเข้มข้นของไอออนทั้งหมดที่สามารถละลายได้ จากรูปที่ 4.2 พบว่าไอออนที่สามารถละลายได้มากที่สุดนั้นจะอยู่ในรูปของ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ โดยผลจากการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นจะทำให้ความเข้มข้นของ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ เพิ่มขึ้น หรือกล่าวคือความสามารถในการละลายของสารประกอบอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นไปด้วย โดยแสดงค่าที่ได้จากการคำนวณ ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ค่าความสามารถในการละลายและความเข้มข้นที่เกิดขึ้นของตะกอนที่เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ

| pH | Al ³⁺ | ความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม (Al-hydroxo complex) ในสารละลาย (โมลาร์) | | | | ค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียม (โมลาร์) |
|------|------------------------|--|----------------------------------|------------------------|----------------------------------|---|
| | | Al(OH) ²⁺ | Al(OH) ₂ ⁺ | Al(OH) ₃ | Al(OH) ₄ ⁻ | |
| 7.7 | 2.01×10 ⁻⁹ | 9.59×10 ⁻¹⁸ | 3.02×10 ⁻¹⁴ | 7.56×10 ⁻¹¹ | 3.00×10 ⁻⁸ | 0.000006 |
| 8.0 | 8.34×10 ⁻¹⁰ | 1.71×10 ⁻¹⁸ | 9.55×10 ⁻¹⁵ | 4.25×10 ⁻¹¹ | 3.00×10 ⁻⁸ | 0.000011 |
| 9.0 | 2.91×10 ⁻¹¹ | 1.83×10 ⁻²¹ | 1.00×10 ⁻¹⁶ | 4.35×10 ⁻¹² | 3.00×10 ⁻⁸ | 0.000104 |
| 10.0 | 1.80×10 ⁻¹² | 1.83×10 ⁻²⁴ | 1.00×10 ⁻¹⁸ | 4.35×10 ⁻¹³ | 3.00×10 ⁻⁸ | 0.001037 |
| 10.8 | 6.33×10 ⁻¹³ | 7.27×10 ⁻²⁷ | 2.51×10 ⁻²⁰ | 6.90×10 ⁻¹⁴ | 3.00×10 ⁻⁸ | 0.006540 |

4.1.1.4 การคำนวณความสามารถในการละลายของตะกอนที่เป็นสารประกอบของแมกนีเซียมที่มีความเป็นกรด-เบสของสารละลายต่างๆ

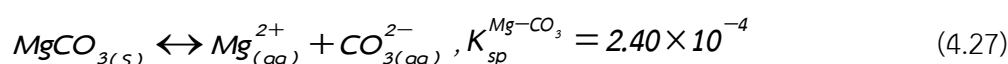
ความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออนจะส่งผลต่อปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น โดยนำสมการจากตารางที่ 4.2 สมดุลระหว่าง Mg(OH)₂, Mg²⁺ และ OH⁻ แสดงดังสมการที่ (4.25)



โดยเมื่อเขียนค่าคงที่สมดุลจากสมการดังกล่าวและมาจัดให้อยู่ในรูปลอการิทึม ซึ่งแทนค่าความเข้มข้นของ OH⁻ ด้วยสมการที่ (4.2) จะสามารถสร้างสมการความสามารถในการละลายของตะกอน Mg(OH)₂ จากการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสได้ดังสมการที่ (4.26)

$$\log[\text{Mg}_{(\text{aq})\text{sat}}^{2+}] = \log(K_{\text{sp}}^{\text{Mg-OH}}) - 2\{\text{pH} + \log(K_w)\} \quad (4.26)$$

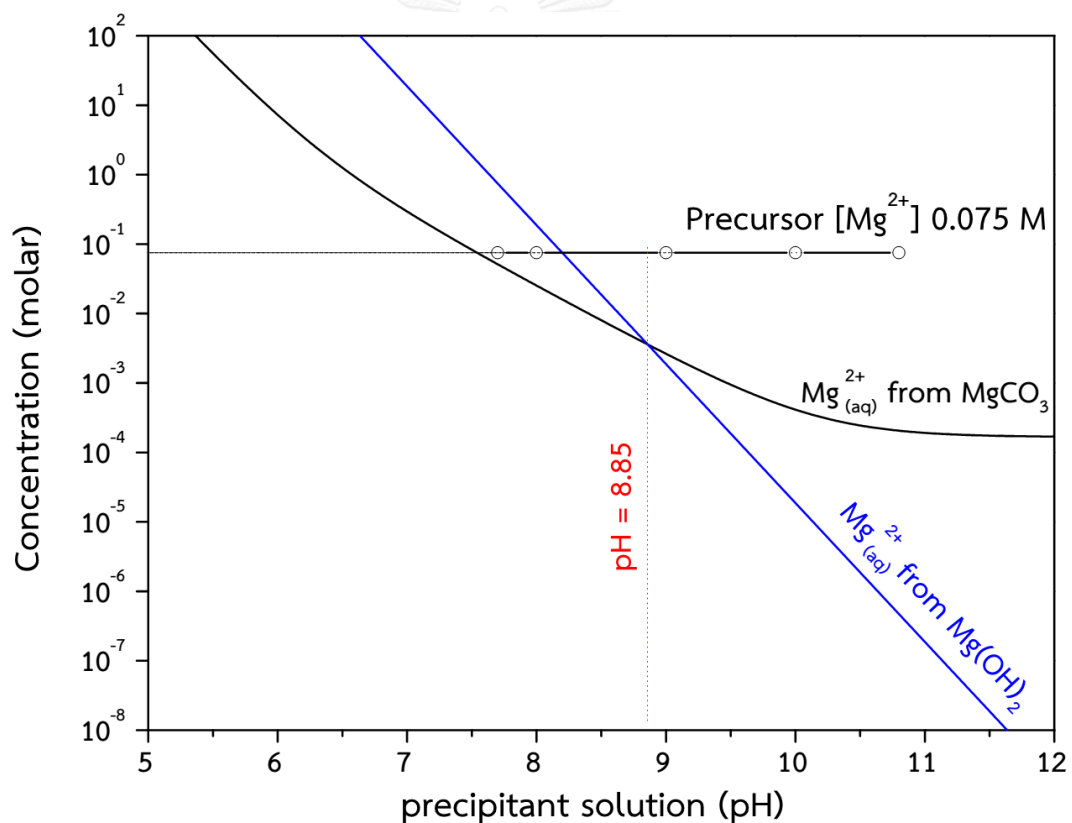
ในการเกิดตะกอนของคาร์บอเนตนั้น ความเข้มข้นของ CO₃²⁻ จะส่งผลต่อปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น การเกิดตะกอน MgCO₃ สามารถอธิบายได้จากตารางที่ 4.2 สมดุลระหว่าง MgCO₃, Mg²⁺ และ CO₃²⁻ แสดงดังสมการที่ (4.27)



โดยเมื่อเขียนค่าคงที่สมดุลจากสมการดังกล่าวและมาจัดให้อยู่ในรูปลอการิทึม จะสามารถสร้างสมการความสามารถในการละลายของตะกอน $MgCO_3$ จากความเข้มข้นของ CO_3^{2-} ได้ตั้งสมการที่ (4.28) โดยหากแทนค่าความเข้มข้นของ CO_3^{2-} ด้วยสมการที่ (4.13) ซึ่งเป็นฟังก์ชันของค่าความเป็นกรด-เบสจะได้สมการความสามารถในการละลายของตะกอน $MgCO_3$ ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆได้

$$\log[Mg_{(aq)}^{2+}] = \log(K_{sp}^{Mg-CO_3}) - \log[CO_{3(aq)}^{2-}] \quad (4.28)$$

เมื่อพิจารณาการเกิดตะกอนของแมกนีเซียม โดยการนำค่าความสามารถในการละลายของตะกอนของ $Mg(OH)_2$ และ $MgCO_3$ ที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการที่ (4.15) และ (4.28) ตามลำดับมาเขียนความสัมพันธ์เชิงกราฟดังรูปที่ 4.3 โดยความเข้มข้นของ Mg^{2+} ที่ใช้ตกตะกอนเริ่มต้นนั้นอยู่ 0.075 โมลาร์ซึ่งสูงกว่าความสามารถในการละลาย ทำให้ Mg^{2+} นั้นสามารถเกิดเป็นตะกอนได้



รูปที่ 4.3 ความสามารถในการละลายของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมคาร์บอเนต ที่ความเป็นกรด-เบสต่างๆ

โดยพบว่าค่าความสามารถในการละลายของตะกอนทั้งสองชนิดจะมีค่าเท่ากันที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.85 ซึ่งในช่วงความเป็นกรด-เบสที่น้อยกว่า 8.85 นั้นจะมีค่าความสามารถในการ

ละลายของ $MgCO_3$ ที่ต่ำกว่า $Mg(OH)_2$ ส่งผลให้ตะกอนที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปของ $MgCO_3$ ส่วนในช่วงความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 8.85 นั้นพบว่า ค่าความสามารถในการละลายของ $Mg(OH)_2$ นั้นจะต่ำกว่า $MgCO_3$ ทำให้ตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนจะเกิดในรูปของ $Mg(OH)_2$

โดยเมื่อนำค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ 7.7 ถึง 10.8 มาเปรียบเทียบกับผลการคำนวณของความสามารถในการละลายของ $Mg(OH)_2$ และ $MgCO_3$ จากรูปที่ 4.3 พบว่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ 7.7 และ 8.0 นั้น ตะกอนที่ได้ทางการคำนวณควรอยู่ในรูปของ $MgCO_3$ และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 9.0 10.0 และ 10.8 แล้วนั้น ตะกอนที่ได้จากการคำนวณอยู่ในรูปของ $Mg(OH)_2$ ซึ่งค่าความสามารถในการละลายที่เกิดขึ้นสามารถคิดได้จากตะกอนที่มีค่าความสามารถในการละลายที่ต่ำที่สุด โดยพบว่าค่าความสามารถในการละลายที่ได้จะลดลง เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลาย ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ค่าความสามารถในการละลายของระบบที่มีอะลูมิเนียมและปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น

| pH | ค่าความสามารถในการละลาย (โมลาร์) | | ชนิดตะกอนที่เกิดขึ้น | ค่าความสามารถในการละลายของตะกอนแมกนีเซียม (โมลาร์) |
|------|----------------------------------|-----------------------|----------------------|--|
| | $MgCO_3$ | $Mg(OH)_2$ | | |
| 7.7 | 4.45×10^{-2} | 5.65×10^{-1} | $MgCO_3$ | 0.044458 |
| 8.0 | 2.47×10^{-2} | 1.79×10^{-1} | | 0.024716 |
| 9.0 | 2.64×10^{-3} | 1.87×10^{-3} | $Mg(OH)_2$ | 0.001871 |
| 10.0 | 4.13×10^{-4} | 1.87×10^{-5} | | 0.000019 |
| 10.8 | 2.06×10^{-4} | 4.70×10^{-7} | | < 0.000001 |

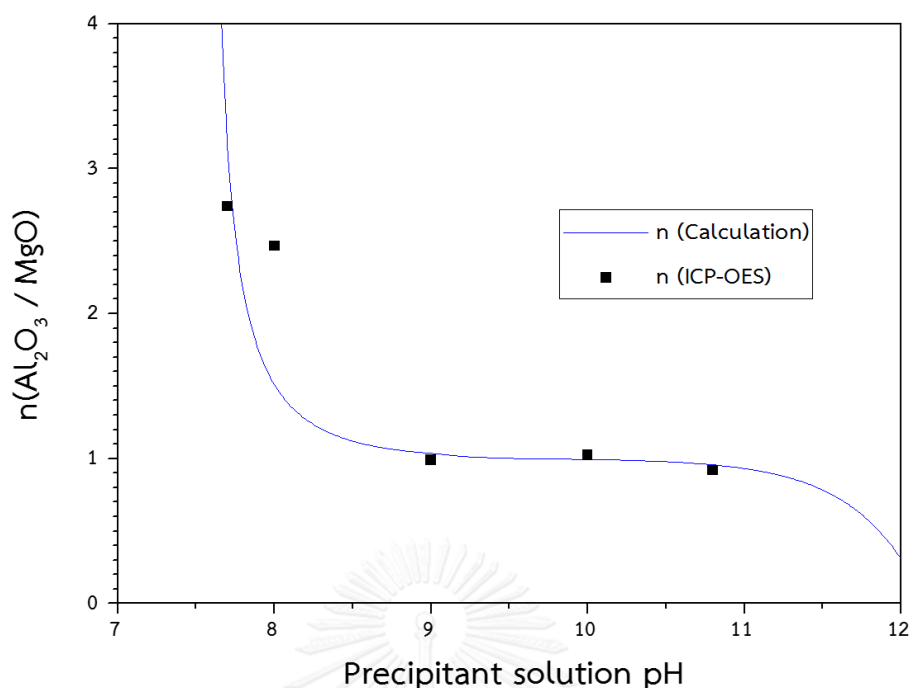
โดยจากผลการคำนวณค่าการละลายของตะกอนของอะลูมิเนียมและตะกอนแมกนีเซียมดังตารางที่ 4.4 และ 4.5 ตามลำดับ พบว่าที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7 ตะกอนของอะลูมิเนียมนั้นมีค่าการละลายที่ต่ำมากโดยมีค่าการละลายน้อยกว่า 0.01 มิลลิโมลซึ่งกล่าวได้ว่าไม่ละลาย ในขณะที่ตะกอนของแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่สูงถึง 44.5 มิลลิโมล ทำให้ช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7 ตะกอนที่ได้จะมีปริมาณอะลูมิเนียมสูงกว่าแมกนีเซียมเป็นอย่างมาก เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้พบว่า ตะกอนของอะลูมิเนียมนั้นมีค่าการละลายที่เพิ่มขึ้นแต่ตะกอนแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่ลดลง โดยที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 9.0 นั้น ตะกอนของอะลูมิเนียมจะมีค่าการละลายอยู่ที่ 0.104 มิลลิโมลและที่ตะกอนของแมกนีเซียมมีค่าการละลายที่สูงถึง 2.637 มิลลิโมล ซึ่งทำให้

สัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมที่ลดลงเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายมากขึ้น โดยสัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมจะมีค่าประมาณ 1 โดยหากเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้สูงขึ้นอีกนั้นตะกอนของอะลูมิเนียมจะสามารถละลายได้เพิ่มขึ้นในขณะที่ตะกอนแมกนีเซียมจะไม่เกิดการละลาย โดยจากการคำนวณที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 10.8 นั้น ตะกอนของอะลูมิเนียมจะมีการละลายอยู่ที่ 6.540 มิลลิโมล แต่ตะกอนของแมกนีเซียมมีการละลายที่น้อยกว่า 0.001 มิลลิโมล ทำให้สัดส่วนของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมที่ได้มีค่าน้อยกว่า 1 โดยปริมาณของตะกอนที่เกิดขึ้นประมาณได้จากความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นที่เกินจากค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมและตะกอนของแมกนีเซียม โดยความเข้มข้นเริ่มต้นของอะลูมิเนียมและแมกนีเซียมอยู่ที่ 0.150 และ 0.075 โมลาร์ ตามลำดับ ซึ่งจะได้ปริมาณโดยโมลของตะกอนและคำนวณเป็นสัดส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมไอออนต่อแมกนีเซียมไอออน (x) เนื่องจากตะกอนที่เกิดขึ้นเมื่อเผาแคลไซน์จะเกิดเป็นโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล จึงนิยามเทียบเป็นอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ดังตารางที่ 4.6 ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมตามทฤษฎีจะมีค่า n เท่ากับ 1

ตารางที่ 4.6 สัดส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่ได้จากการคำนวณโดยค่าความสามารถในการละลายของตะกอนอะลูมิเนียมและตะกอนแมกนีเซียม

| pH | ค่าความสามารถในการละลายของตะกอน | | ปริมาณตะกอนที่ได้จากการคำนวณ | | อัตราส่วนโดยโมลของ Al/Mg (x) | อัตราส่วนโดยโมลของ Al_2O_3/MgO (n) |
|------|---------------------------------|--------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|--|
| | อะลูมิเนียม C_s^{Al} (โมลาร์) | แมกนีเซียม C_s^{Mg} (โมลาร์) | อะลูมิเนียม $(0.150 - C_s^{Al})$ | แมกนีเซียม $(0.075 - C_s^{Mg})$ | | |
| 7.7 | 0.000006 | 0.044458 | 0.149995 | 0.023733 | 4.912 | 2.456 |
| 8.0 | 0.000011 | 0.024716 | 0.149990 | 0.049701 | 2.982 | 1.491 |
| 9.0 | 0.000104 | 0.002637 | 0.149896 | 0.072363 | 2.072 | 1.036 |
| 10.0 | 0.001037 | 0.000030 | 0.148963 | 0.074970 | 1.986 | 0.993 |
| 10.8 | 0.006540 | 0.000001 | 0.143460 | 0.074999 | 1.912 | 0.956 |

ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม n ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES กับค่าสัดส่วนโดยโมลของอะลูมิเนียมต่อแมกนีเซียมที่ได้จากการคำนวณโดยสมมติฐานในการเกิดตะกอนของไอออนพบว่า แนวโน้มการเปลี่ยนแปลงค่า n ต่อการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสของสารละลายมีการเปลี่ยนแปลงในทิศทางเดียวกัน ดังรูปที่ 4.4

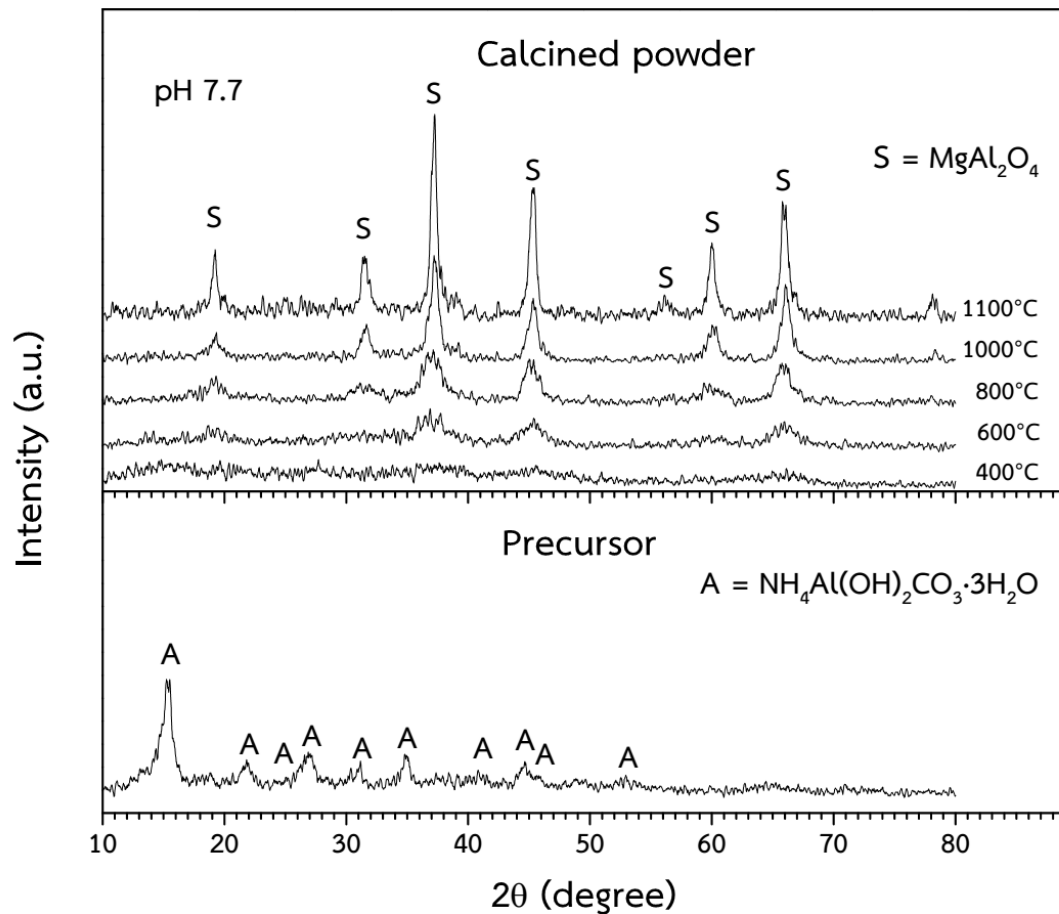


รูปที่ 4.4 อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับค่าที่ได้จากการคำนวณจากค่าความสามารถในการละลายของตะกอน

4.1.2 องค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

4.1.2.1 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

รูปที่ 4.5 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสแอมโมเนียมไดว์สันไนต์ไฮเดรต (ammonium dawsonite hydrate, $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, JCPDS card no. 29-0106) เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตาม จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย ดังนั้นในตะกอนที่สังเคราะห์ได้อาจมีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ด้วย แต่สารประกอบดังกล่าวมีความเป็นผลึกต่ำ จึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิค XRD



รูปที่ 4.5 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี
ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์
ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดิวไฮดรอกไซด์เกิดการสลายตัว โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (MgAl₂O₄, JCPDS Card No.021-1152) แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

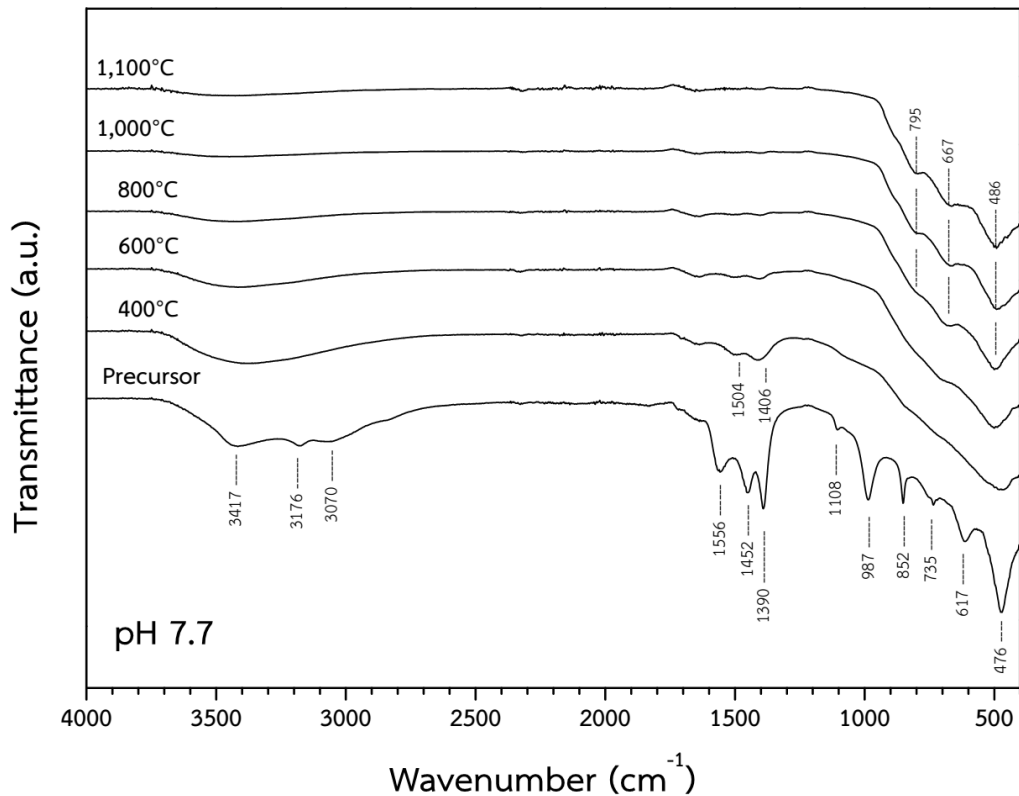
ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ

1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.6 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3417 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [63-65] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียมจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3176 และ 3070 cm^{-1} [66, 67] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1556 1452 และ 1390 cm^{-1} [63, 64, 66, 67] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1108 cm^{-1} [66, 67] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [63, 67, 68] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [63, 67, 68] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} [68, 69] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรเจน นอกจากนี้การพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำเป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3176 และ 3070 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอเนตที่ 1556 1452 1390 1108 852 และ 735 cm^{-1} จากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} และจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงการสลายตัวของไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนและการสลายตัวของน้ำในสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [36] ซึ่งการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 795 cm^{-1} [70] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 667 และการสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 494 cm^{-1} [70] ซึ่งเป็น

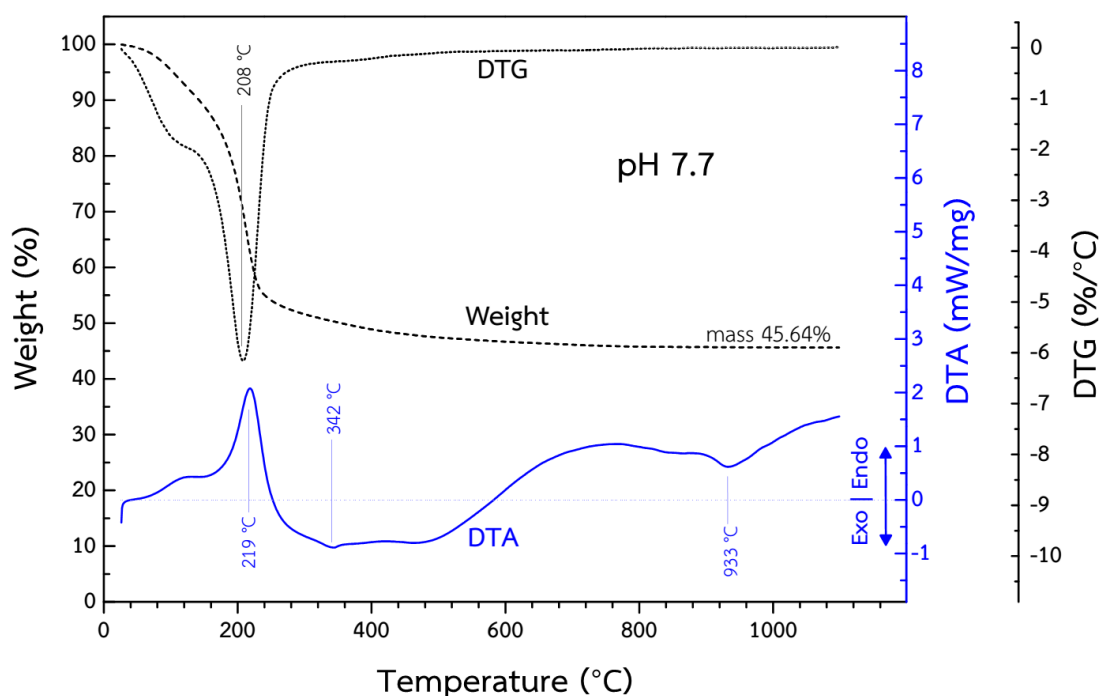
พันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดของ พันธะ Mg-O-Al และจากหมู่ AlO_4 ที่ได้จะชัดเจนขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์แสดงให้เห็นถึงความ เป็นผลึกที่เพิ่มมากขึ้น การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600- 1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งสอดคล้อง กับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD



รูปที่ 4.6 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ ต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.7 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-260 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของสารประกอบ แมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ โดยเกิดเป็นสารประกอบออสัญฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 208 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อ

เกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 219 องศาเซลเซียส [28, 71] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมอวอไซด์



รูปที่ 4.7 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

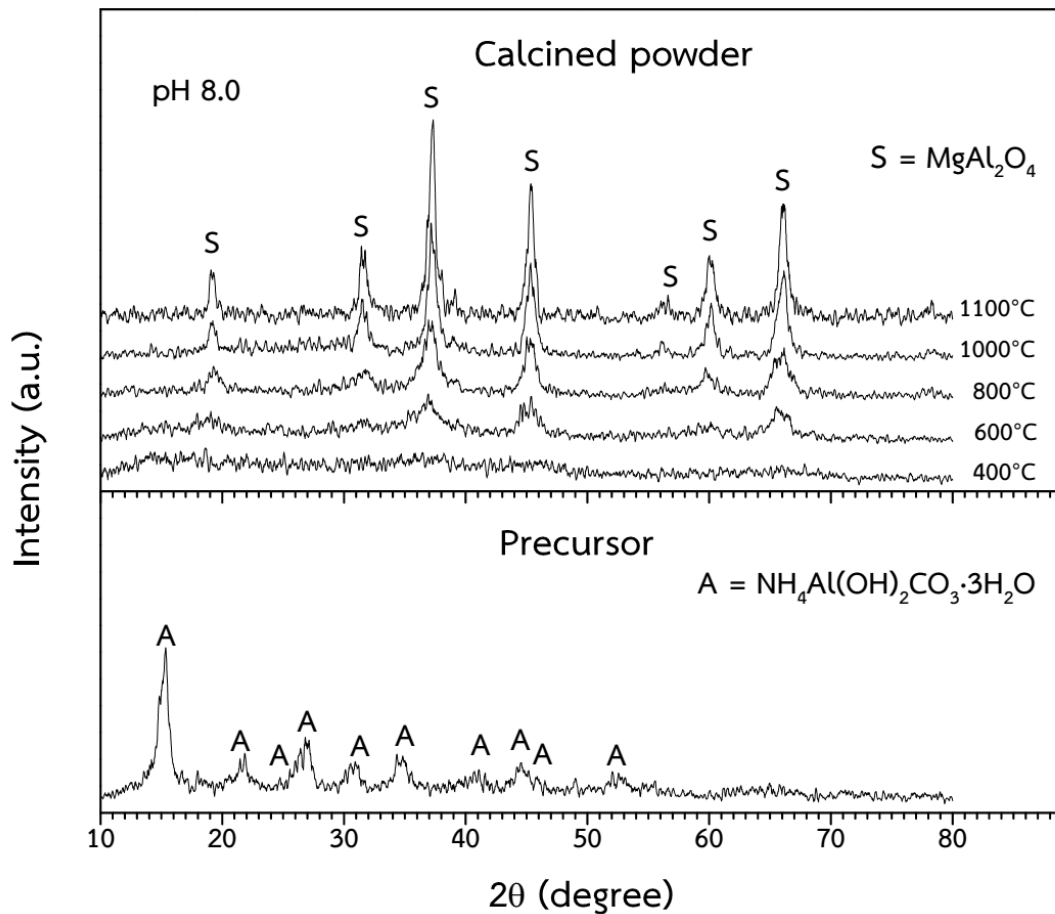
เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-550 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าน้ำหนักของตะกอนจะลดลงซึ่งเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นโดยเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 342 องศาเซลเซียส [71] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [2] เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 550-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนล และมีพีคการคายพลังงานที่ 933 องศาเซลเซียส [73] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจาก

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ (chemical kinetic) ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 45.64

4.1.2.2 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

รูปที่ 4.8 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตาม จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 ด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย ดังนั้นในตะกอนที่สังเคราะห์ได้อาจมีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ด้วย แต่สารประกอบดังกล่าวมีความเป็นผลึกต่ำ จึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิค XRD

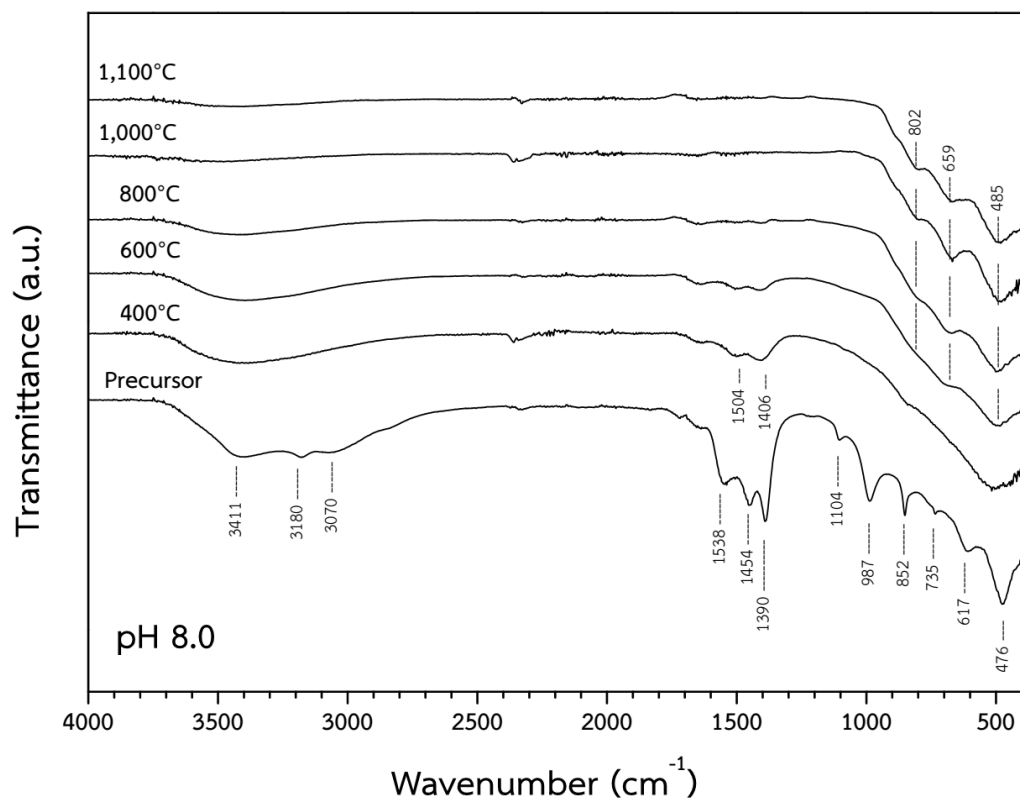
เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์เกิดการสลายตัว โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ลักษณะพีกที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีกของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีกที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความ เป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น



รูปที่ 4.8 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ฉีดตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ฉีดตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3411 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [63-65] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3180 และ 3070 cm^{-1} [66, 67] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1538 1454 และ 1390 cm^{-1} [63, 64, 66, 67] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1104 cm^{-1} [66, 67] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [63, 67, 68] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [63, 67, 68] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรด

จากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} [68, 69] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอนเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์ นอกจากนี้การพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำเป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง



รูปที่ 4.9 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

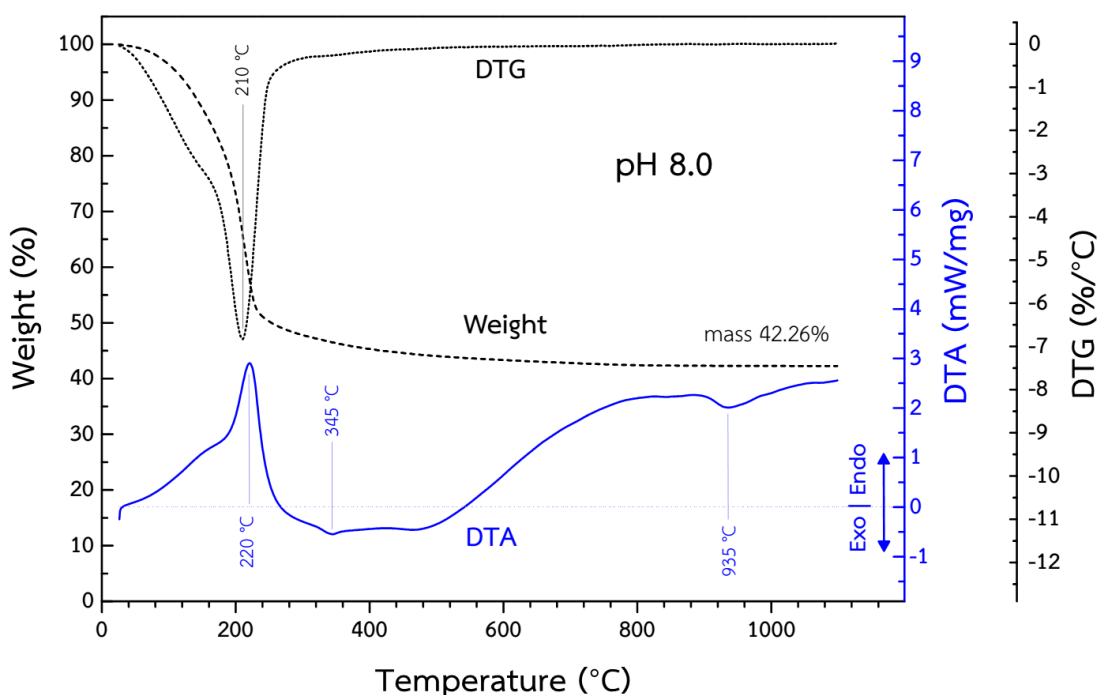
เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3180 และ 3070 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอนเนตที่ 1538 1454 1390 1104 852 และ 735 cm^{-1} จากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} และจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงการสลายตัวของไฮดรอกไซด์ คาร์บอนเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออนของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และ

การสลายตัวของน้ำในสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [36] ซึ่งการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 802 cm^{-1} [70] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 659 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 485 cm^{-1} [70] ซึ่งเป็นพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล โดยการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดของ พันธะ Mg-O-Al และจากหมู่ AlO_4 ที่ได้จะชัดเจนขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์แสดงให้เห็นถึงความเปลี่ยนแปลงที่เพิ่มมากขึ้น การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.10 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-270 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำคาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนีย ของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของสารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำ โดยเกิดเป็นสารประกอบอสัณฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 220 องศาเซลเซียส [28, 71] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-550 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าน้ำหนักของตะกอนจะลดลงซึ่งเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสัณฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นโดยเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 345 องศาเซลเซียส [71] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [2]

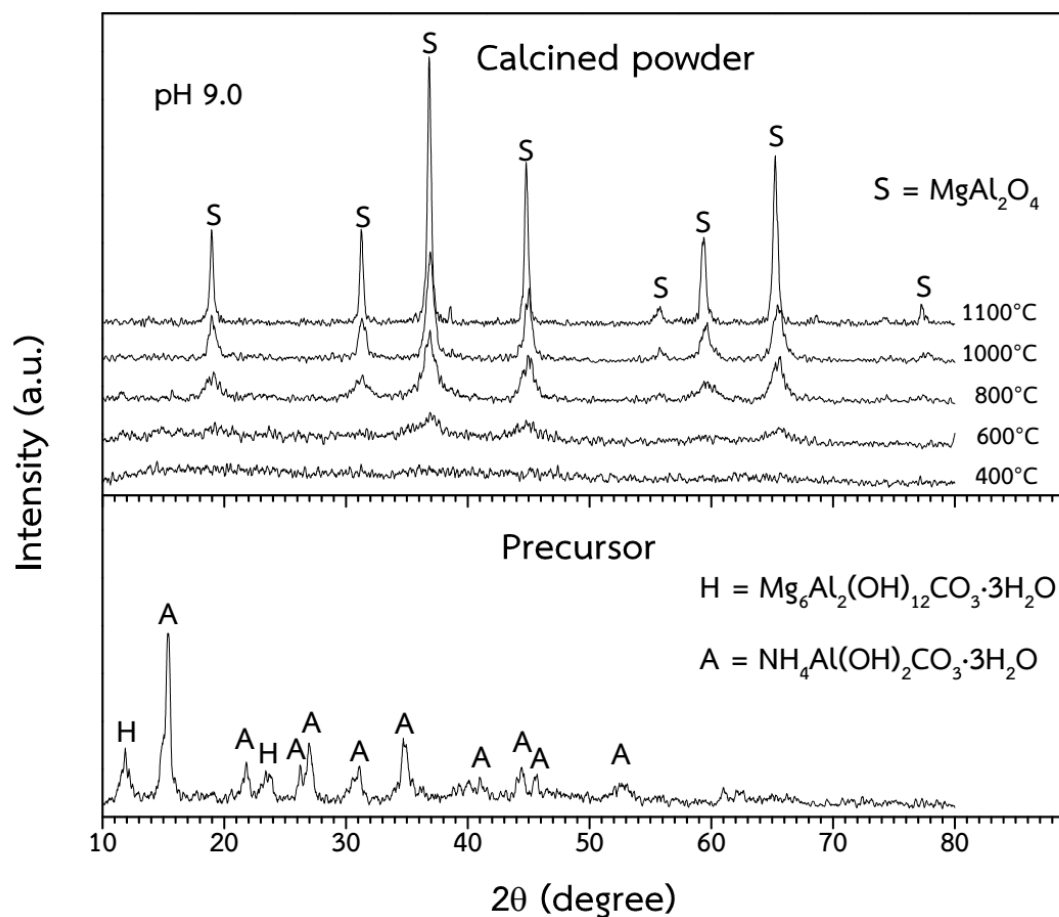


รูปที่ 4.10 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 550-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และมีการคายพลังงานที่ 935 องศาเซลเซียส [73] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 42.26

4.1.2.3 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

รูปที่ 4.11 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

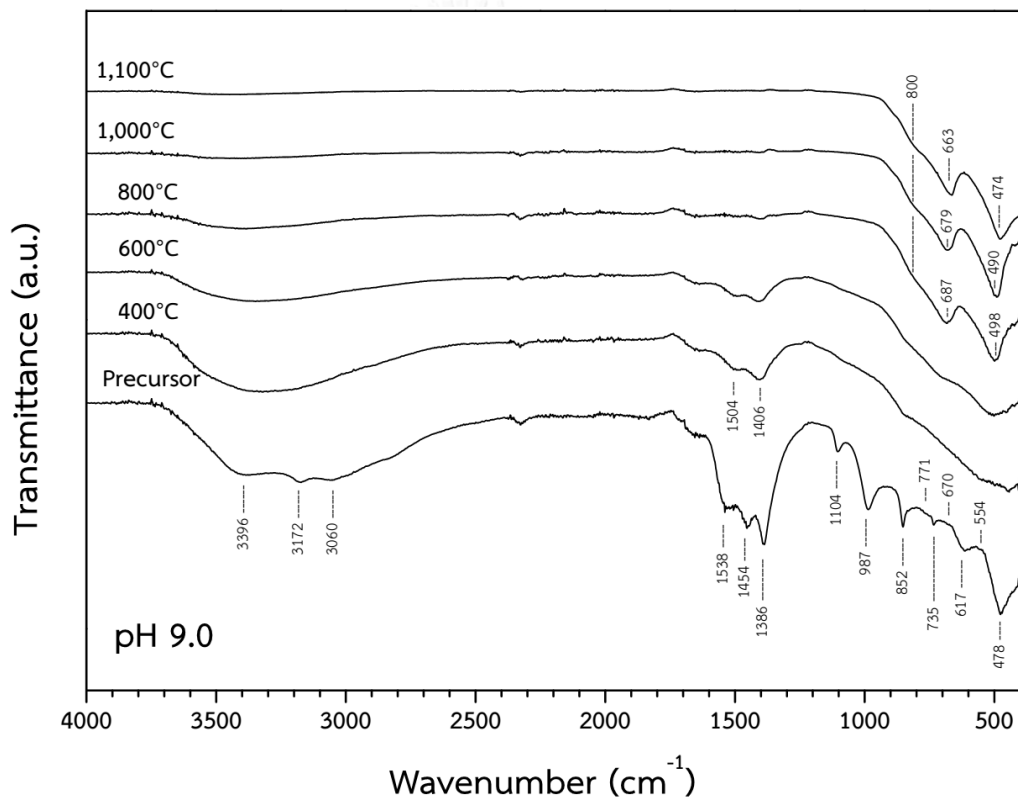


รูปที่ 4.11 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสของแอมโมเนียมโดวโซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ (Hydrotalcite, Mg₆Al₂(CO₃)(OH)₁₆·4H₂O, JCPDS card no. 41-1428) และ เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมโดวโซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์จะเกิดการสลายตัวเป็นสารประกอบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมที่มีโครงสร้างอสัณฐาน

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

โดยพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ที่ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3396 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [63-65] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric

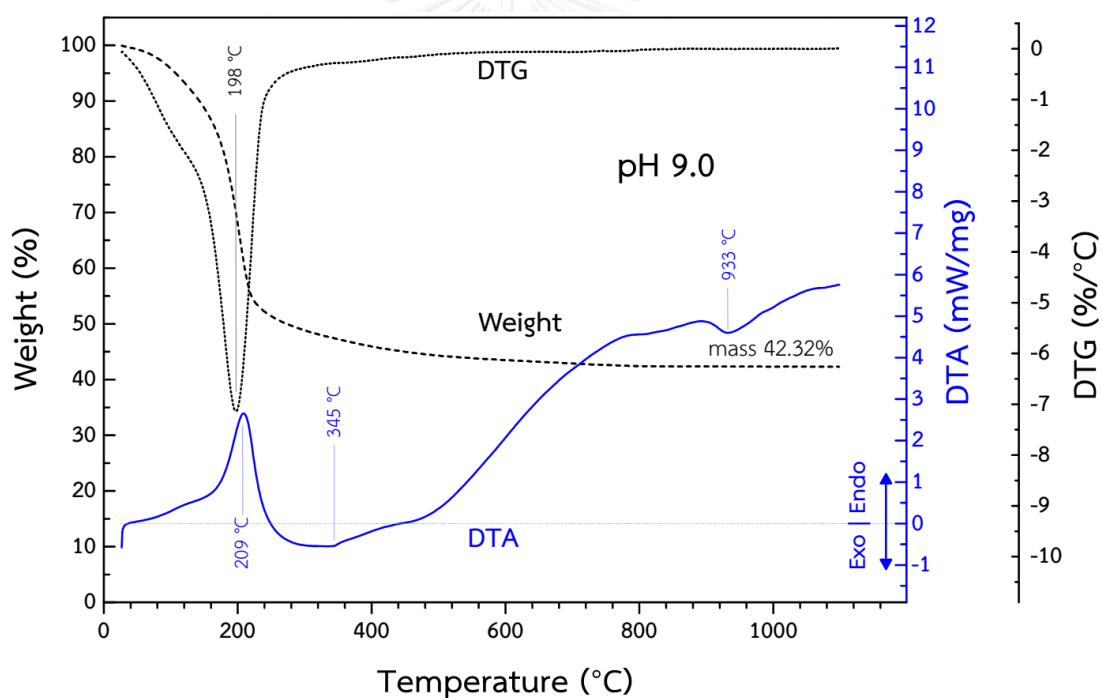
stretching) ที่ 3172 และ 3060 cm^{-1} [66, 67] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1538 1454 และ 1386 cm^{-1} [63, 64, 66, 67] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1104 cm^{-1} [66, 67] การสั่นโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [63, 67, 68] การสั่นโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [63, 67, 68] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 478 cm^{-1} [68, 69] การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} [68]

ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์ และการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์ เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3180 และ 3070 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอเนตที่ 1538 1454 1390 1104 852 และ 735 cm^{-1} จากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 987 และ 617 cm^{-1} จากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 476 cm^{-1} และ จากพันธะของแมกนีเซียม อะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงการสลายตัวของไฮดรอกไซด์ คาร์บอเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมากจึงสามารถเกิดการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [36] ซึ่งการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 800 cm^{-1} [70] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 687 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 498 cm^{-1} [70] โดยการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจากหมู่ AlO_4 จะเกิดการเลื่อนเล็กน้อยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ โดยตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะมีการสั่นในโหมด ν_3 และ ν_4 ที่ 663 และ 474 ตามลำดับ การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่

อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.13 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-260 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำคาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดเป็นสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 198 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 209 องศาเซลเซียส [28, 71] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์



รูปที่ 4.13 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-450 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าน้ำหนักของตะกอนจะลดลงซึ่งเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 345

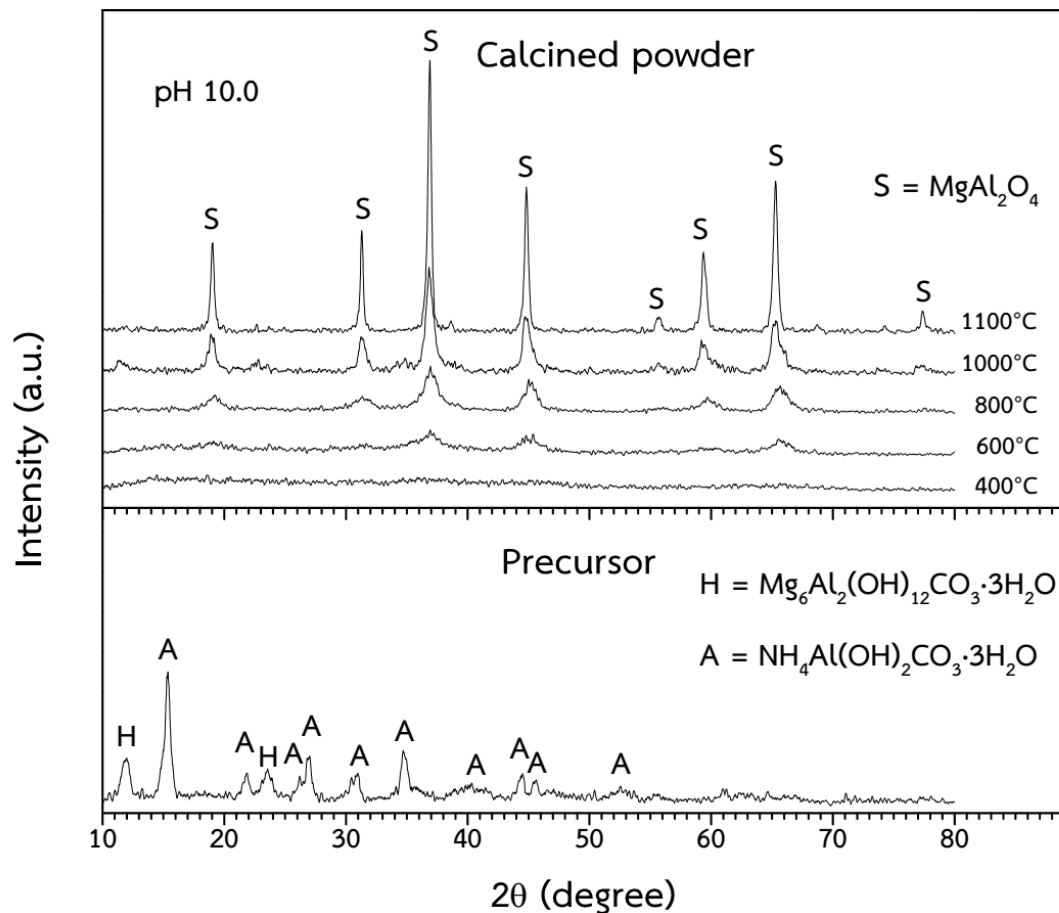
องศาเซลเซียส [71] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [2]

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 500-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่า การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 700-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และมีการคายพลังงานที่ 933 องศาเซลเซียส [73] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 42.32

4.1.2.4 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

รูปที่ 4.14 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้พบเฟสของไฮดรอกไซด์และเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์และเฟสของไฮดรอกไซด์จะเกิดการสลายตัวเป็นสารประกอบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมที่มีโครงสร้างอสัณฐาน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความ เป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น



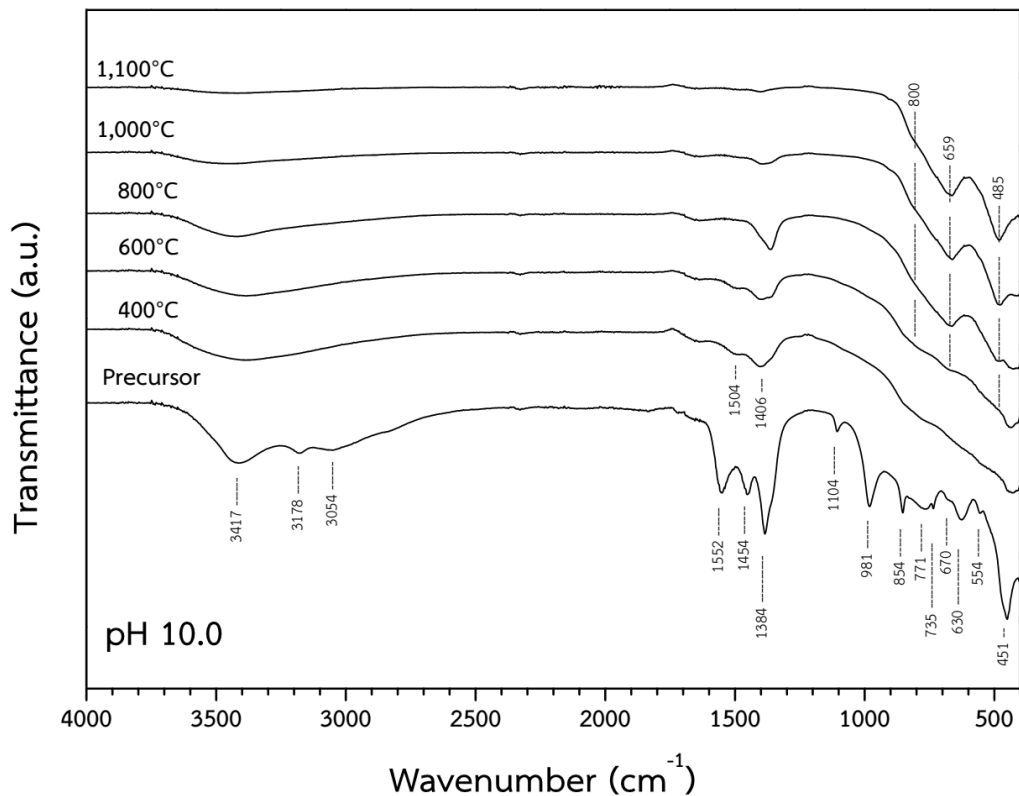
รูปที่ 4.14 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.15 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3417 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [63-65] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3178 และ 3054 cm^{-1} [66, 67] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1552 1454 และ 1384 cm^{-1} [63, 64, 66, 67] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1104 cm^{-1} [66, 67] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 852 cm^{-1} [63, 67, 68] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [63, 67, 68] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรด

จากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 981 และ 630 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 451 cm^{-1} [68, 69] การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} [68] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์ และการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3178 และ 3054 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอเนตที่ 1552 1454 1384 1104 852 และ 735 cm^{-1} จากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 981 และ 630 cm^{-1} จากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 451 cm^{-1} และ จากพันธะของแมกนีเซียอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงการสลายตัวของไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [36] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 800 cm^{-1} [70] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมต ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 659 และการสั่นโหมต ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 485 cm^{-1} [70] และพบการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจากหมู่ AlO_4 จะเด่นชัดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800-1100 องศาเซลเซียส การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นถึงพันธะของโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล ซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผลของ XRD

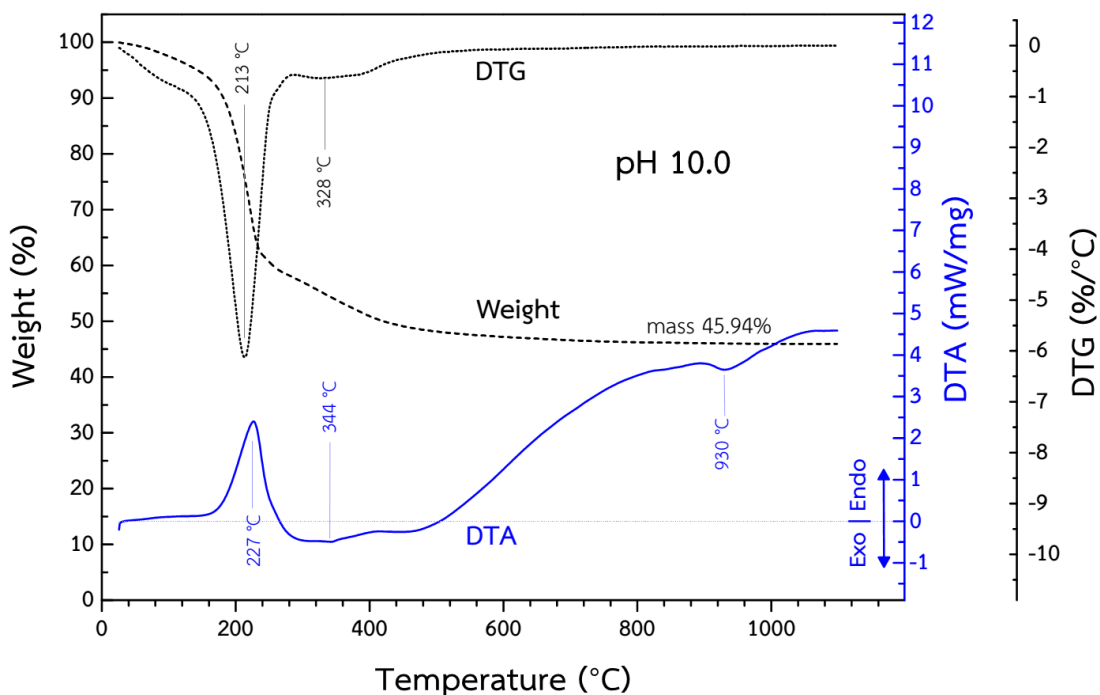


รูปที่ 4.15 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี
ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่
อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.16 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-270 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดเป็นสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 213 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 227 องศาเซลเซียส [28] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-500 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าน้ำหนักของตะกอนจะลดลงซึ่งเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยมีพีคของการสลายตัวอยู่ที่อุณหภูมิ 328 องศาเซลเซียส [28] และยังพบการคายพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมา

อะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 344 องศาเซลเซียส [71] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมาอะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [2]



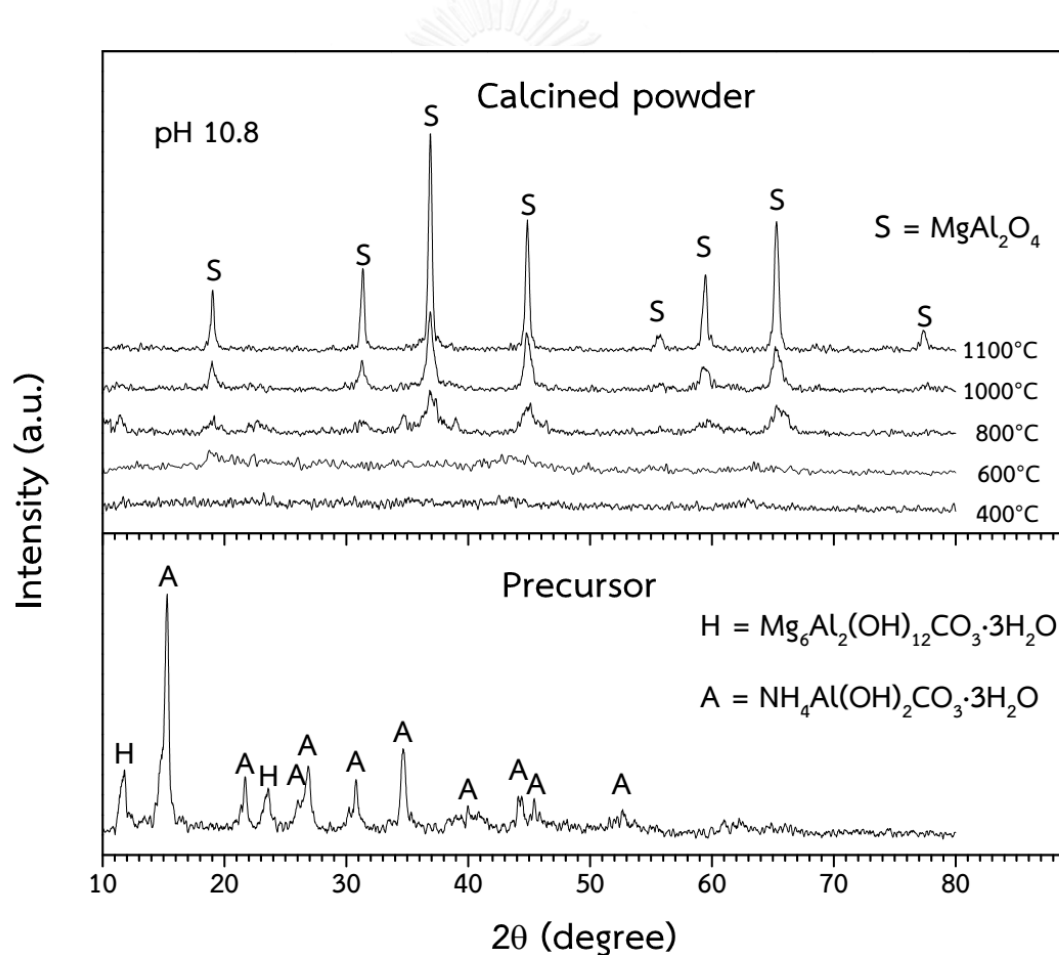
รูปที่ 4.16 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 500-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 800-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมาอะลูมินาและอะลูมินา และมีการคายพลังงานที่ 930 องศาเซลเซียส [73] ซึ่งจากผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะพบเฟสของแกมมาอะลูมินาในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทาง

จลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 45.94

4.1.2.5 การเปลี่ยนแปลงเฟสและหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

รูปที่ 4.17 แสดงผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยพบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์ และเฟสแอมโมเนียมไดอะไฮดรอกซีไอโซไนต์



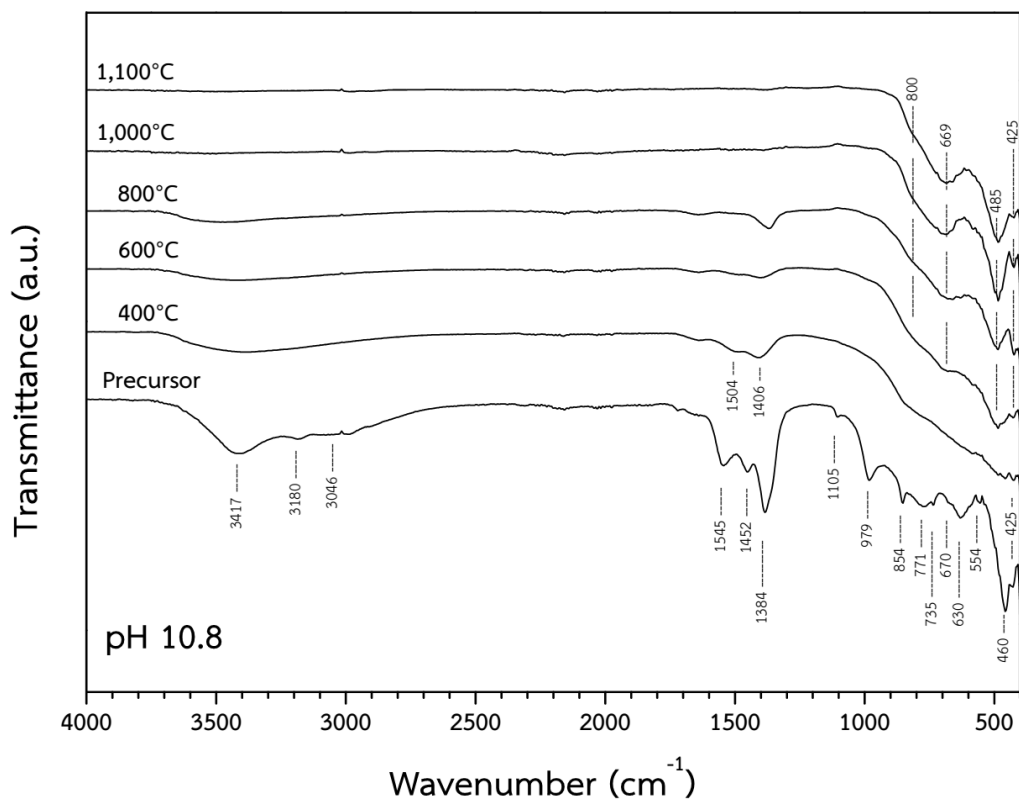
รูปที่ 4.17 ผล XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อทำการเผาแคลไซน์ตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์จะเกิดการสลายตัวเป็นสารประกอบแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมที่มีโครงสร้างอัสฐาน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียสพบว่าตะกอนสังเคราะห์ได้จะเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล แต่ลักษณะพีคที่ได้นั้นกว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกต่ำของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล โดยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ตั้งแต่ 800 จนถึง 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าพีคของเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่ได้นั้นสูงขึ้น และลักษณะของพีคที่ได้แคบขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความเป็นผลึกที่สมบูรณ์มากขึ้นของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.18 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ 3417 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน [63-65] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียมจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของพันธะ N-H (N-H symmetric stretching) ที่ 3180 และ 3046 cm^{-1} [66, 67] มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ 1545 1452 และ 1384 cm^{-1} [63, 64, 66, 67] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ที่ 1105 cm^{-1} [66, 67] การสั่นในโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ที่ 854 cm^{-1} [63, 67, 68] การสั่นในโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [63, 67, 68] และ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 979 และ 630 cm^{-1} การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 460 cm^{-1} [68, 69] การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} [68] ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผล XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเนื่องจากการสั่นของพันธะ N-H ที่ 3180 และ 3046 cm^{-1} จากหมู่คาร์บอเนตที่ 1545 1452 1384 1105 854 และ 735 cm^{-1} จากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ที่ 979 และ 630 cm^{-1} จากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH) ที่ 460 cm^{-1} และ จากพันธะของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ลดลง โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ลดลงแสดงให้เห็นถึงกลายสลายตัวของ

ไฮดรอกไซด์ คาร์บอนเนตไอออน และแอมโมเนียมไอออน ในเฟสแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และเฟสของไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1504 และ 1406 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เนื่องจากตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์นั้นจะมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานและมีพื้นที่ผิวสูงมาก จึงสามารถเกิดการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวได้ [36] ซึ่งการการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เนื่องจากพื้นที่ผิวของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะลดลง และการดูดกลืนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะหายไปทั้งหมดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

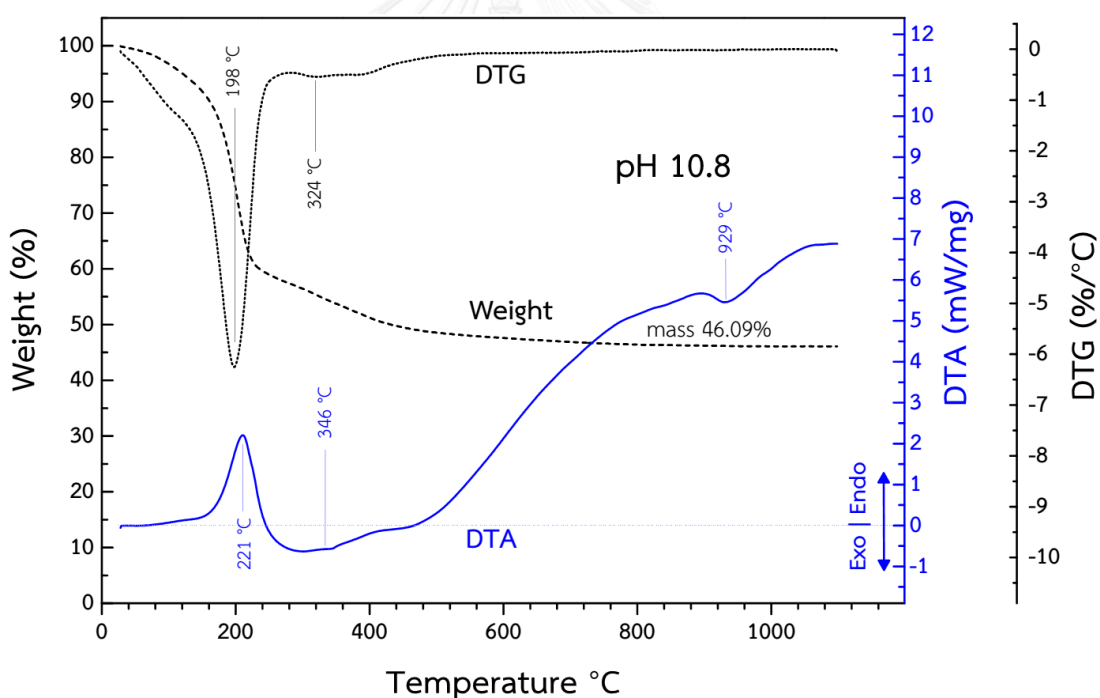


รูปที่ 4.18 ผล FT-IR ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มี
ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่
อุณหภูมิ 400 600 800 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส

เมื่อเผาแคลไซน์ตะกอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 600 องศาเซลเซียสขึ้นไปจะเริ่มพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ 800 cm^{-1} [70] การดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นโหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 669 และการสั่นโหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 485 cm^{-1} [70] และการดูดกลืนจากการสั่นในแลตทิซ (T_{1u}) ที่ 425 cm^{-1} [74] แต่จากผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก

XRD ยังไม่พบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งอาจเกิดจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ยังมีความเป็นผลึกต่ำ โดยพีคการดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจากหมู่ AlO_4 จะเด่นชัดเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800-1100 องศาเซลเซียสซึ่งสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จากผลของ XRD

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 มาทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง STA ได้ผลดังรูปที่ 4.19 พบว่าช่วงที่อุณหภูมิ 120-260 องศาเซลเซียสจะพบน้ำหนักที่ลดลงของตะกอนและการดูดพลังงานความร้อนจากตะกอน ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์และแอมโมเนียของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดเป็นสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยพบอัตราการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิ 198 องศาเซลเซียส และพีคการดูดพลังงานเพื่อเกิดปฏิกิริยาสลายพันธะที่ 211 องศาเซลเซียส [28] โดยสอดคล้องกับผลจาก XRD และ FT-IR ของตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส ที่เกิดการสลายตัวของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์



รูปที่ 4.19 ผลการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

เมื่อถึงช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 250-500 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าน้ำหนักของตะกอนจะลดลงซึ่งเกิดการสลายตัวของน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ในสารประกอบอสังฐานของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยมีพีคของการสลายตัวอยู่ที่อุณหภูมิ 324 องศาเซลเซียส [28] และยังพบการคาย

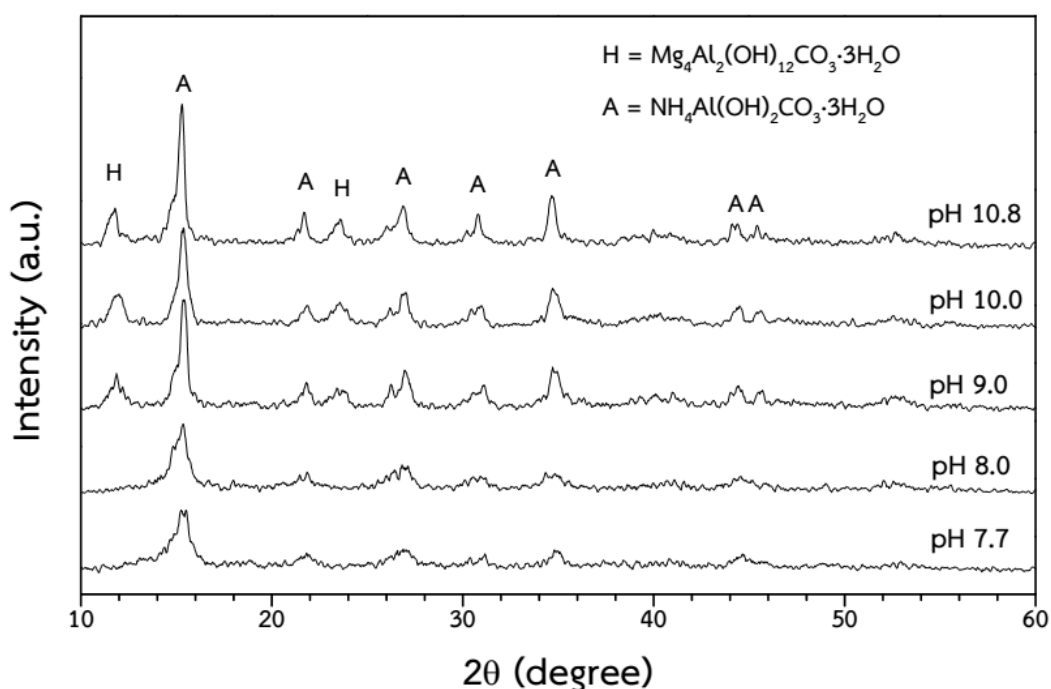
พลังงานความร้อนที่เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานความร้อนจากการสร้างพันธะของเฟสแกมมา อะลูมินา ซึ่งมีพีคการคายพลังงานอยู่ที่อุณหภูมิ 346 องศาเซลเซียส [71] ซึ่งจากผล XRD ของตะกอน ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียสนั้นจะไม่พบโครงสร้างที่เป็นผลึกเนื่องจากเฟสของแกมมา อะลูมินายังมีความเป็นผลึกต่ำ [2]

เมื่อทำการเผาแคลไซน์จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ 500-1100 องศาเซลเซียสจะพบว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการดูดพลังงานความร้อนตลอดช่วง เนื่องจากค่าความจุความร้อนของสารประกอบออกไซด์โดยทั่วไปจะมีค่าความจุความร้อนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ [72] โดยช่วงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 750-1000 องศาเซลเซียสนั้นจะพบการคายพลังงานความร้อนเกิดขึ้นซึ่งเป็นพลังงานที่เกิดจากการสร้างพันธะของเฟสแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล และมีพีคการคายพลังงานที่ 933 องศาเซลเซียส [73] ซึ่งจากผลของ XRD นั้นจะพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลในตะกอนที่เผาแคลไซน์ที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เนื่องจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักด้วยเครื่อง STA นั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิแบบต่อเนื่องด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งการสร้างพันธะในโครงสร้างของแข็งนั้นต้องอาศัยการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ด้วย ทำให้การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเกิดการเปลี่ยนแปลงทางจลนพลศาสตร์ที่มากกว่าการเผาแคลไซน์และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA โดยหลังการเผาด้วยเครื่อง STA ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสจะเหลือมวลหลังเผาแคลไซน์อยู่ที่ร้อยละ 46.09

4.1.2.6 ผลเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

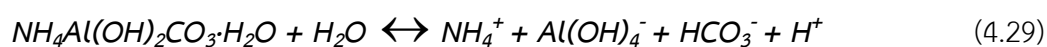
รูปที่ 4.20 แสดงผลการวิเคราะห์เฟสของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 จะปรากฏเฟสของแอมโมเนียมดิวโซไซด์เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตามเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค ICP-OES พบว่า ตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย ดังนั้นในตะกอนที่สังเคราะห์ได้อาจมีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบ แต่มีความเป็นผลึกต่ำจึงไม่สามารถตรวจพบได้ด้วยเทคนิค XRD เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนตั้งแต่ 9.0 ถึง 10.8 พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์ร่วมกับเฟสของแอมโมเนียมดิวโซไซด์ ทั้งนี้เนื่องจากความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความสามารถในการตกตะกอนของแมกนีเซียมไอออน อีกทั้งยังส่งผลต่อเฟสที่เกิดขึ้นอีกด้วย [36] จากผลขององค์ประกอบทางเคมีของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น ที่ความเป็น

กรด-เบสตั้งแต่ 7.7-8.0 นั้นตะกอนที่ได้จะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียประมาณ 2.7 และ 2.5 ตามลำดับ ที่ความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 9-10.8 จะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียประมาณ 1 นั้นหมายความว่าปริมาณของแมกนีเซียที่ตกตะกอนออกมาเพียงพอที่จะทำให้เกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์ [36]



รูปที่ 4.20 กราฟ XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่
ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7-10.8

สำหรับไอออนภายในระบบที่เกิดขึ้นนั้น เมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของไอออนต่างๆที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีของสมดุลการละลายและสมดุลการแตกตัว พบว่าในช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 นั้นมีไอออนของแอมโมเนียมไอออน NH_4^+ จากสารละลายตั้งต้น สารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ จากผลการคำนวณในรูปที่ 4.2 คาร์บอเนตไอออน HCO_3^- จากผลการคำนวณในรูปที่ 4.1 และโปรตอน H^+ จากสมการที่ (4.1) ซึ่งไอออนที่เกิดขึ้นเหล่านี้สามารถเกิดการรวมตัวและเกิดเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอว์โซไนต์โดยสามารถอธิบายได้ดังสมการที่ (4.29) [67, 75]

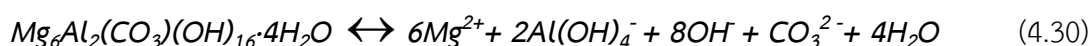


โดยจากการคำนวณปริมาณไอออนที่เกิดทางทฤษฎีของสมดุลการละลายและสมดุลการแตกตัวนั้นพบว่ามีความเข้มข้นของไอออนในระบบที่มากพอที่จะทำให้เกิดเฟสของแอมโมเนียมดอว์โซไนต์ได้ จึง

ทำให้ในการตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอนจะเกิดเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮดรอกไซด์ในช่วงความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 7.7-10.8

สำหรับการเกิดเฟสของไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนนั้น ได้ตั้งสมมติฐานไว้สองส่วนด้วยกันคือ สมมติฐานที่หนึ่งจากโครงสร้างของเฟส โดยโครงสร้างของไฮดรอกไซด์นั้นจะประกอบไปด้วยชั้นที่เป็นไฮดรอกไซด์ที่มีแคทไอออนเป็นองค์ประกอบของอะตอมแมกนีเซียมและอะตอมอะลูมิเนียม โดยที่ระหว่างชั้นของไฮดรอกไซด์นั้นจะมีแอนไอออนของคาร์บอเนตและน้ำแทรกตัวอยู่ระหว่างชั้นและทำการยึดเหนี่ยวชั้นของไฮดรอกไซด์เข้าด้วยกัน โดยเรียกสารประกอบดังกล่าวอยู่ในกลุ่มของ layered double hydroxides [76, 77] ซึ่งจากการคำนวณการเกิดตะกอนของอะลูมิเนียมในรูปที่ 4.2 พบว่าอะลูมิเนียมสามารถเกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเท่ากับ 7.7-10.8 แต่จากผลการคำนวณการเกิดตะกอนของแมกนีเซียม ในรูปที่ 4.3 พบว่าแมกนีเซียมจะสามารถเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 8.85 ทำให้ตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 นั้นแมกนีเซียมสามารถเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนตได้ดีกว่า จึงทำให้ไม่เกิดชั้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียม-ไฮดรอกไซด์ และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่เท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 พบว่าแมกนีเซียมจะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ดีกว่า จึงทำให้เกิดชั้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเฟสไฮดรอกไซด์ ทำให้ตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 จะพบเฟสของไฮดรอกไซด์ขึ้น

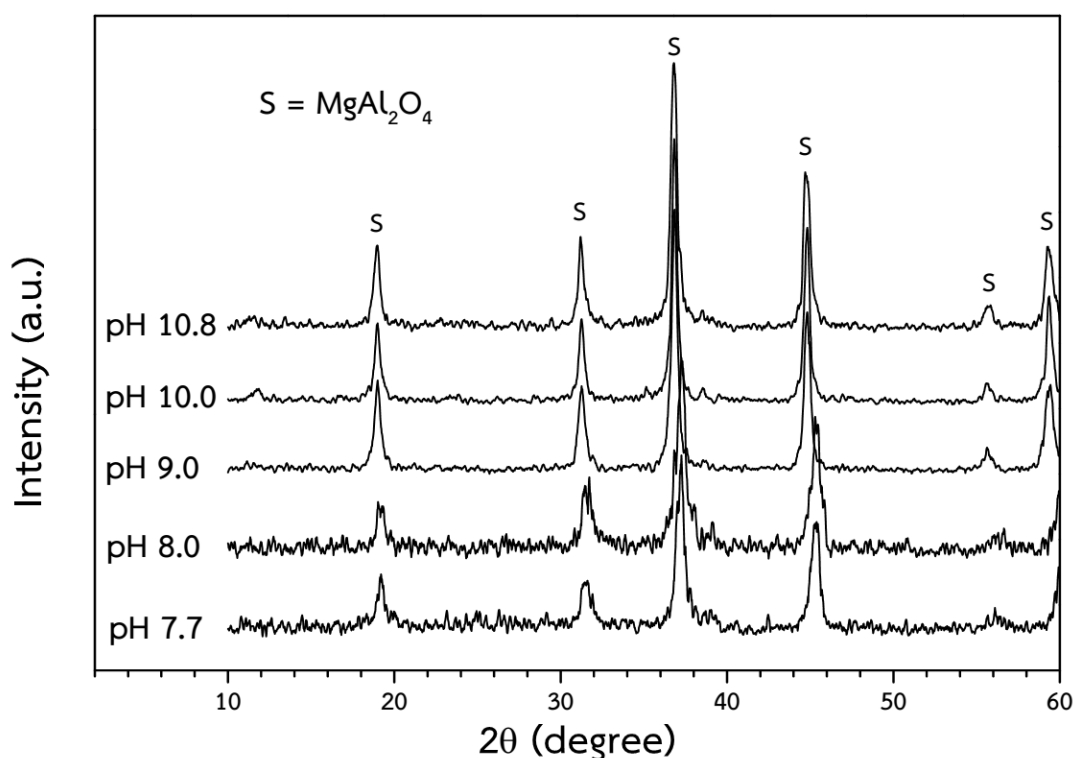
สมมติฐานที่สองในการเกิดไฮดรอกไซด์เป็นผลมาจากความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความเข้มข้นของไอออนต่างๆภายในระบบ เมื่อพิจารณาสมการการเกิดเฟสของไฮดรอกไซด์จะพบว่าไอออนที่ทำให้เกิดเฟสของไฮดรอกไซด์นั้นประกอบด้วย แมกนีเซียมไอออน Mg^{2+} จากสารตั้งต้น สารประกอบอะลูมิเนียม $Al(OH)_4^-$ จากผลการคำนวณในรูปที่ 4.2 ไฮดรอกไซด์ไอออน OH^- จากสมการที่ 4.2 และคาร์บอเนตไอออน CO_3^{2-} จากผลการคำนวณในรูปที่ 4.1 โดยสามารถเกิดเป็นสารประกอบไฮดรอกไซด์ได้ดังสมการที่ (4.30) [78]



โดยการเกิดเฟสของไฮดรอกไซด์นั้นจะเกิดที่ความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 9.0 ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสจะส่งผลให้ปริมาณของไอออนของ $[Al(OH)_4^-]$ $[OH^-]$ และ $[CO_3^{2-}]$ เพิ่มขึ้นจนสามารถเกิดเฟสของไฮดรอกไซด์ได้

4.1.2.7 ผลเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

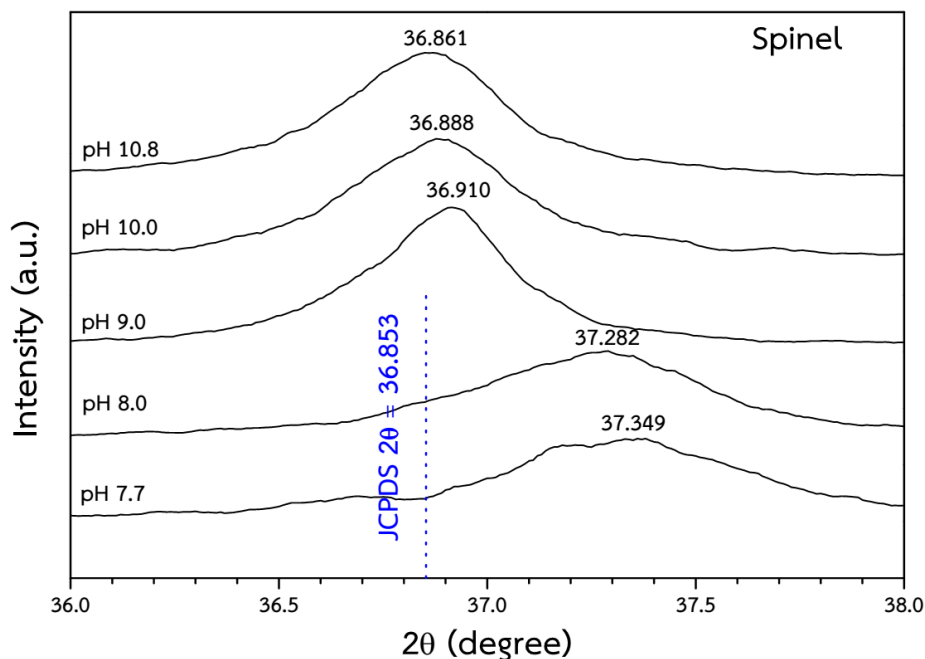
รูปที่ 4.21 แสดงผล XRD ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสตั้งแต่ 7.7 ถึง 10.8 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.21 กราฟ XRD ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากตกตะกอนโดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-10.8 และการเปลี่ยนแปลงของพีค (311)

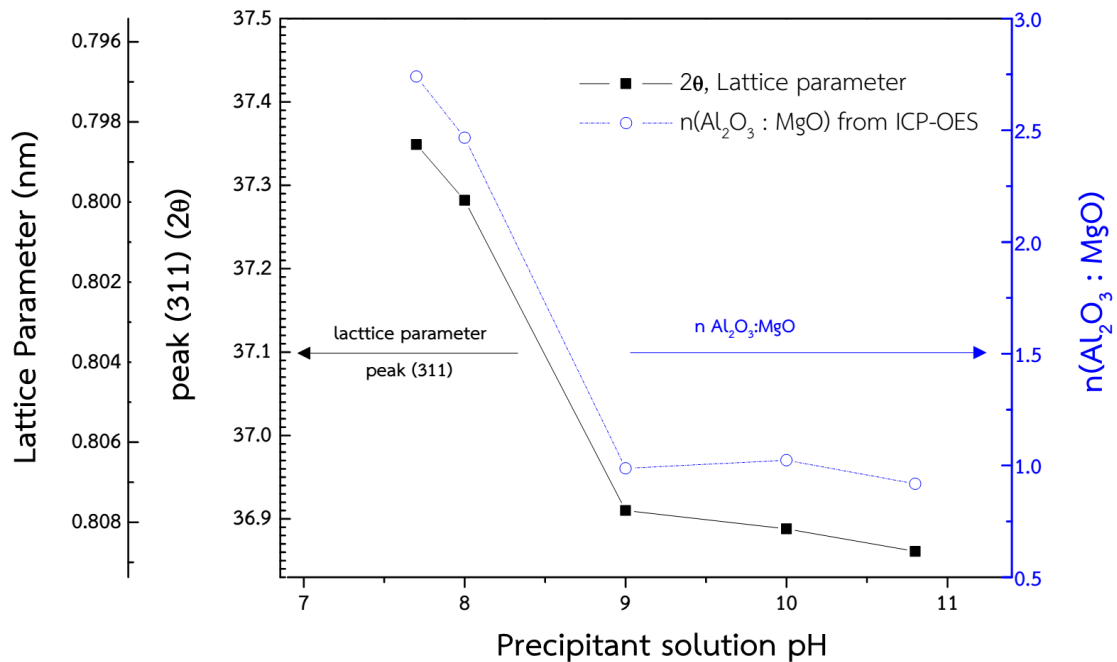
โดยพบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ทั้งหมดปรากฏเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เพียงเฟสเดียว อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาตำแหน่งพีคของ XRD ที่ระนาบ (311) ซึ่งเป็นพีคที่สูงที่สุด พบว่าตำแหน่งพีคของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างกันจะมีตำแหน่งพีคที่แตกต่างกัน ดังรูปที่ 4.22 โดยพีคที่ระนาบ (311) ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 จะอยู่ที่ตำแหน่ง 37.349 องศา เมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 8.0 9.0 10.0 และ 10.8 โดยการเลื่อนของมุมตำแหน่งพีคจะลดลงโดยอยู่ที่ตำแหน่ง 37.282 36.910 36.888 และ 36.861 ตามลำดับ โดยการเลื่อนของตำแหน่งพีคที่ลดลงนั้นแสดงให้เห็นถึงขนาดของ

แลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลที่เพิ่มมากขึ้นซึ่งเป็นผลมาจากองค์ประกอบทางเคมีที่ต่างกัน โครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลเมื่อใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสต่างกัน



รูปที่ 4.22 กราฟ XRD ของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลที่ได้จากตกตะกอนโดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบส ตั้งแต่ 7.7-10.8 และการเปลี่ยนแปลงของพีค (311)

ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลแสดงดังรูปที่ 4.23 โดยพบว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมสปิเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 จะมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียเท่ากับ 2.74 และมีขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์เท่ากับ 0.7985 นาโนเมตร เมื่อทำการปรับเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนเพิ่มขึ้น พบว่าขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จะเพิ่มขึ้นและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่ได้จะลดลง



รูปที่ 4.23 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อ ตำแหน่งพีค XRD (311) แลตทิซพารามิเตอร์ และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย

โดยผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้น ส่งผลต่อปริมาณการตกตะกอนของแมกนีเซียและอะลูมิเนียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ ทำให้ส่งผลต่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียในโครงสร้างแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากที่อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่มากกว่า 1 แสดงถึงปริมาณของอะลูมินาส่วนเกินในโครงสร้างแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยปริมาณอะลูมินาส่วนเกินนั้นจะมีการจัดตัวเป็นโครงสร้างของสปีเนลในรูปเฟสของแกมมาอะลูมินา ซึ่งมีระบบผลึกและการเรียงตัวรูปแบบเดียวกันกับแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ คือเป็นลูกบาศก์แบบ Fd3m [45, 53, 54] หากพิจารณาจากไอออนของอะตอมในโครงสร้างจะพบว่าโครงสร้างแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์นั้นมีรัศมีไอออนของ Mg^{2+} ในช่องว่างออกเตดริคัลเท่ากับ 0.72 อังสตรอม [79] แต่โครงสร้างสปีเนลของแกมมาอะลูมินานั้นจะมีอะลูมิเนียมอยู่ในช่องว่างออกเตดริคัล ซึ่ง Al^{3+} นั้นมีขนาดรัศมีของไอออนเท่ากับ 0.54 อังสตรอม [79] ทำให้ขนาดแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียที่มากกว่า 1 จะมีขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ลดลง ซึ่งเมื่อพิจารณาจากขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างของแกมมาอะลูมินาและโครงสร้างแมกนีเซียอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะพบว่าขนาดที่ได้มีค่าเท่ากับ 0.729 และ 0.808 นาโนเมตร ตามลำดับ [44] ซึ่งมีผลสอดคล้องกับการพิจารณาจากขนาดของไอออนของอะตอมในโครงสร้าง ที่แสดงถึงการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียส่งผลต่อการลดลงของขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างของ

แมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล โดยได้แสดงค่าของขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากการคำนวณจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ไว้ดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อตำแหน่งพีค (311) ขนาดแลตทิซพารามิเตอร์และอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม

| สารละลายที่ใช้ตกตะกอน | Peak (311) องศา | ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ (นาโนเมตร) | อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) |
|-----------------------|-----------------|-------------------------------------|---|
| pH 7.7 | 37.349 | 0.79852 | 2.741 |
| pH 8.0 | 37.282 | 0.79990 | 2.467 |
| pH 9.0 | 36.910 | 0.80768 | 0.987 |
| pH 10.0 | 36.888 | 0.80814 | 1.024 |
| pH 10.8 | 36.861 | 0.80872 | 0.918 |
| JCPDS | 36.853 | 0.80831 | 1.000 |

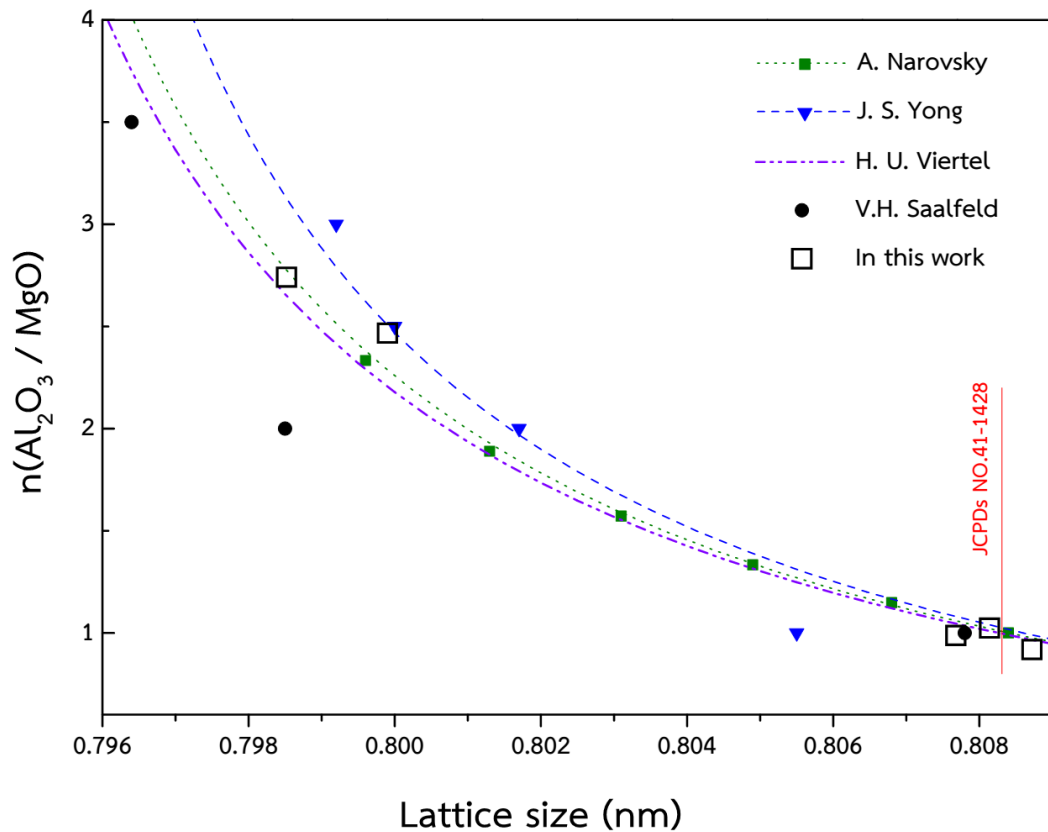
ผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่อแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้ นั้นมีความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมกับขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ โดยเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมเพิ่มขึ้นแล้วขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์จะลดลง โดยการลดลงของแลตทิซพารามิเตอร์จากการเพิ่มปริมาณอะลูมินาในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลนั้น เนื่องจากปริมาณของอะลูมินาส่วนเกินในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลนั้นจะมีการจัดตัวเป็นโครงสร้างคล้ายกับแกมมาอะลูมินาที่นอกจากจะมีระบบผลึกและการเรียงตัวรูปแบบเดียวกันกับแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล คือเป็นลูกบาศก์แบบ Fd3m แล้ว [45, 53, 54] ยังมีขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแกมมาอะลูมินาเท่ากับ 0.729 นาโนเมตร ซึ่งมีค่าน้อยกว่าขนาดแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลที่เท่ากับ 0.808 นาโนเมตร [44] จึงทำให้การเพิ่มขึ้นของอะลูมินาส่งผลต่อขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าเฉลี่ยของแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนลและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมแสดงดังสมการที่ (4.31) [43, 44]

$$a(n) = \frac{a_{spinel} + 3(n-1)a_{\gamma-Alumina} / 4}{(3n+1) / 4} \quad (4.31)$$

โดยที่ $a(n)$ คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ (n) ต่างๆ

- n คือ อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม
- a_{spinel} คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแมกนีเซียมอะลูมินอสปิเนล
- $a_{\gamma-Alumina}$ คือ ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ของแกมมาอะลูมินา

เมื่อเปรียบเทียบผลของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่อแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากงานวิจัยนี้ กับงานวิจัยของ V.H. Saalfeld [80] A. Navrotsky [81] H.U. Viertel [45] และ J. S. Yong [44] พบว่ามีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ลดลงเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมเพิ่มขึ้น โดยได้นำค่าที่ได้จากงานวิจัยนี้และงานวิจัยก่อนหน้านี้นำมาแสดงดังรูปที่ 4.24



รูปที่ 4.24 การเปลี่ยนแปลงของแลตทิซพารามิเตอร์ต่ออัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม

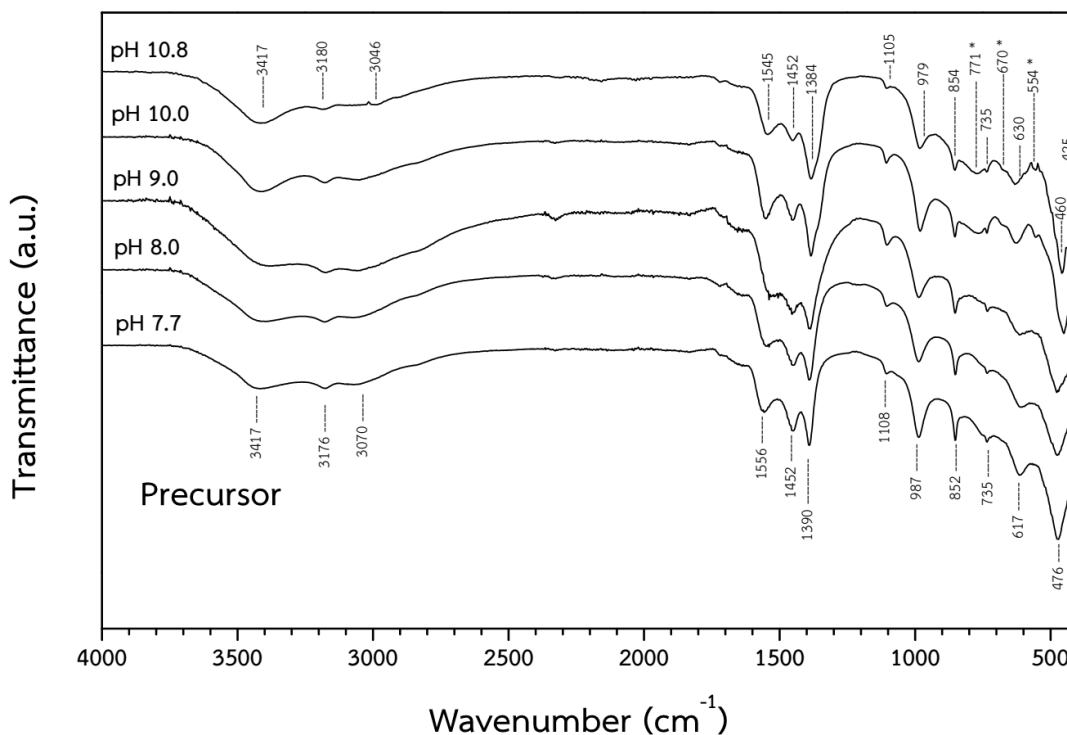
โดยจากงานวิจัยของ A. Navrotsky [81] และ J. S. Yong [44] มีขนาด a_{spinel} ที่ได้จากการทดลองเท่ากับ 0.8084 และ 0.8086 นาโนเมตรตามลำดับ และมีขนาดของ $a_{\gamma-Alumina}$ ที่ได้จากการทดลองเท่ากับ 0.7911 และ 0.7922 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งสามารถแทนค่าในสมการที่ (4.31) เพื่อหาขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่อัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่างๆได้ และงานวิจัย

ของ H.U. Viertel [45] ที่พบความสัมพันธ์และสามารถคำนวณหาอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียจากขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้เป็น $n=(0.86109-a)/(3a-2.37195)$

4.1.2.8 ผลเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.25 พบว่าตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 นั้น มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของน้ำจากการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H stretching) ในช่วง $3420-3390\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งบ่งบอกถึงน้ำในโครงสร้างของตะกอน มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของแอมโมเนียมจากการสั่นแบบยืดสมมาตรของแอมโมเนียม (N-H symmetric stretching) ในช่วง $3180-3170$ และช่วง $3040-3070\text{ cm}^{-1}$ มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นในโหมด ν_3 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ในช่วง $1560-1530$ $1460-1450$ และช่วง $1390-1380\text{ cm}^{-1}$ [63, 64, 66, 67] การสั่นในโหมด ν_1 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} symmetric stretch) ในช่วง $1110-1100\text{ cm}^{-1}$ [66, 67] การสั่นโหมด ν_2 ของหมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-} bending) ในช่วง $854-852\text{ cm}^{-1}$ [63, 67, 68] การสั่นโหมด ν_4 ของหมู่คาร์บอเนต ที่ 735 cm^{-1} [63, 67, 68] และมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นจากพันธะของอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH modes) ในช่วง $990-970$ และช่วง $630-610\text{ cm}^{-1}$ การสั่นจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-OH modes) ในช่วง $480-460\text{ cm}^{-1}$ [68, 69]

ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD โดยหมู่ไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอเนตและพันธะ N-H เป็นของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ นอกจากนี้การพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียมและไฮดรอกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบแมกนีเซียมที่มีความเป็นผลึกต่ำเป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้าง โดยเมื่อทำการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจนได้ที่ 9.0 10.0 และ 10.8 นั้น พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดเพิ่มขึ้นจากตะกอนที่เกิดจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 โดยจะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียม อะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Mg-Al-OH modes) ที่ 771 670 และ 554 cm^{-1} ซึ่งผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของแมกนีเซียม อะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์เป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์



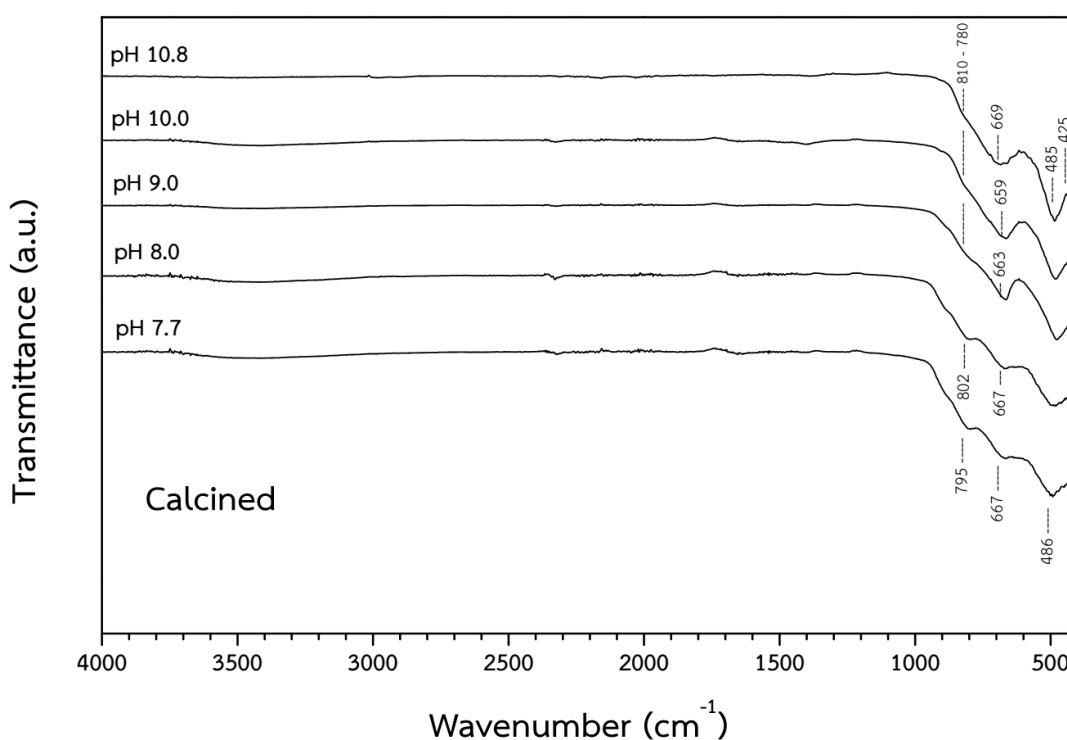
รูปที่ 4.25 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอน ที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

4.1.2.9 ผลเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8 และผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.26 จะพบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นหมด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ที่ 670-650 การสั่นหมด ν_4 ของหมู่ AlO_4 ที่ 490-480 cm^{-1} [70] และการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ในช่วง 780 ถึง 810 cm^{-1} ตามลำดับ [70] โดยผลของการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นหมด ν_3 และ ν_4 ของหมู่ AlO_4 และจากพันธะของ Mg-O-Al นั้นสอดคล้องกับผลขององค์ประกอบเฟสที่ได้จาก XRD ที่แสดงให้เห็นถึงเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

โดยผลของความต่างของสัดส่วนขององค์ประกอบทางเคมีของ Mg และ Al ในผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ส่งผลต่อปริมาณการดูดกลืนแสงอินฟราเรด โดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 นั้นจะ

พบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากพันธะของ Mg-O-Al ที่ชัดเจนกว่าผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 อีกทั้งการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากการสั่นหด ν_3 ของหมู่ AlO_4 ของผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 มีพีคที่ชัดเจนกว่าผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 ซึ่งเป็นผลมาจากความแตกต่างของสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีของ Mg และ Al ในโครงสร้างของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.26 ผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของตะกอนที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1100°C จากการเตรียมสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 ถึง 10.8

4.1.2.10 สรूपองค์ประกอบเฟสและหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ในการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และปรับความเป็นกรด-เบสในช่วง 7.7 ถึง 10.8 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์พบว่าความเป็นกรด-เบส ส่งผลต่อเฟสของตะกอนที่เกิดขึ้น อีกทั้งยังส่งผลต่อสัดส่วนของอะลูมินาต่อ

แมกนีเซียมในโครงสร้างสปีเนล โดยจากงานวิจัยที่ทำการสังเคราะห์ไฮโดรทัลไซต์พบว่า แมกนีเซียมไอออนจะตกตะกอนได้น้อยที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 6.5 และจะตกตะกอนได้ดีขึ้นเมื่อความเป็นกรด-เบสของสารละลายเพิ่มสูงขึ้น และจะตกตะกอนได้ทั้งหมดที่ความเป็นกรด-เบสมากกว่า 10.0 [36] โดยสอดคล้องกับผลการคำนวณค่าการละลายของตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมและตะกอนของสารประกอบแมกนีเซียม โดยสารละลายที่ใช้ตกตะกอนความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 จะมีการตกตะกอนของแมกนีเซียมได้น้อย ทำให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมมีมากกว่า 1 เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนมากกว่า 9.0 จะทำให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมจะมีค่าเข้าใกล้ 1 อีกทั้งความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังการตกตะกอนอีกด้วย โดยเมื่อพิจารณาโครงสร้างของเฟสไฮโดรทัลไซต์ พบว่าจะประกอบไปด้วยชั้นที่เป็นไฮดรอกไซด์ของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม โดยเป็นกลุ่มสารประกอบของ layered double hydroxides [76, 77] ซึ่งจากการคำนวณการเกิดตะกอนของแมกนีเซียม ในรูปที่ 4.3 พบว่าแมกนีเซียมจะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนตในช่วงความเป็นกรด-เบสที่น้อยกว่า 8.85 และจะเกิดสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 8.85 จึงทำให้ตะกอนของแมกนีเซียมที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 พบเพียงเฟสของแอมโมเนียมดอว์โซไนท์ และไม่เกิดเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่เท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 จะพบเฟสของแอมโมเนียมดอว์โซไนท์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ เนื่องจากแมกนีเซียมจะสามารถเกิดเป็นสารประกอบของไฮดรอกไซด์ได้ จึงทำให้เกิดชั้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเฟสไฮโดรทัลไซต์

การเผาแคลไซน์ของตะกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสจะได้เฟสเป็นโครงสร้างอสังฐานและเริ่มเกิดเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่ 600 องศาเซลเซียส โดยจะได้เฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่สมบูรณ์หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส โดยเฟสที่แตกต่างกันของตะกอนและสัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมจะไม่ส่งผลต่อเฟสที่ได้เมื่อนำไปเผาแคลไซน์ โดยเฟสที่ได้หลังการเผาแคลไซน์เป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลเพียงเฟสเดียว เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลนั้นมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่เกิดเป็นสารละลายของแข็ง (solid solutions) ได้กว้างเนื่องจากขนาดของแคทไอออนของแมกนีเซียมไอออนและอะลูมิเนียมไอออนมีขนาดใกล้เคียงกัน อีกทั้งความต่างของประจุของแคทไอออนที่น้อย แมกนีเซียม (2+) และอะลูมิเนียม (3+) โดยได้แสดงสรุปเฟสและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่เตรียมได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆไว้ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อเฟสและอัตราส่วน โดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และ เฟสของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

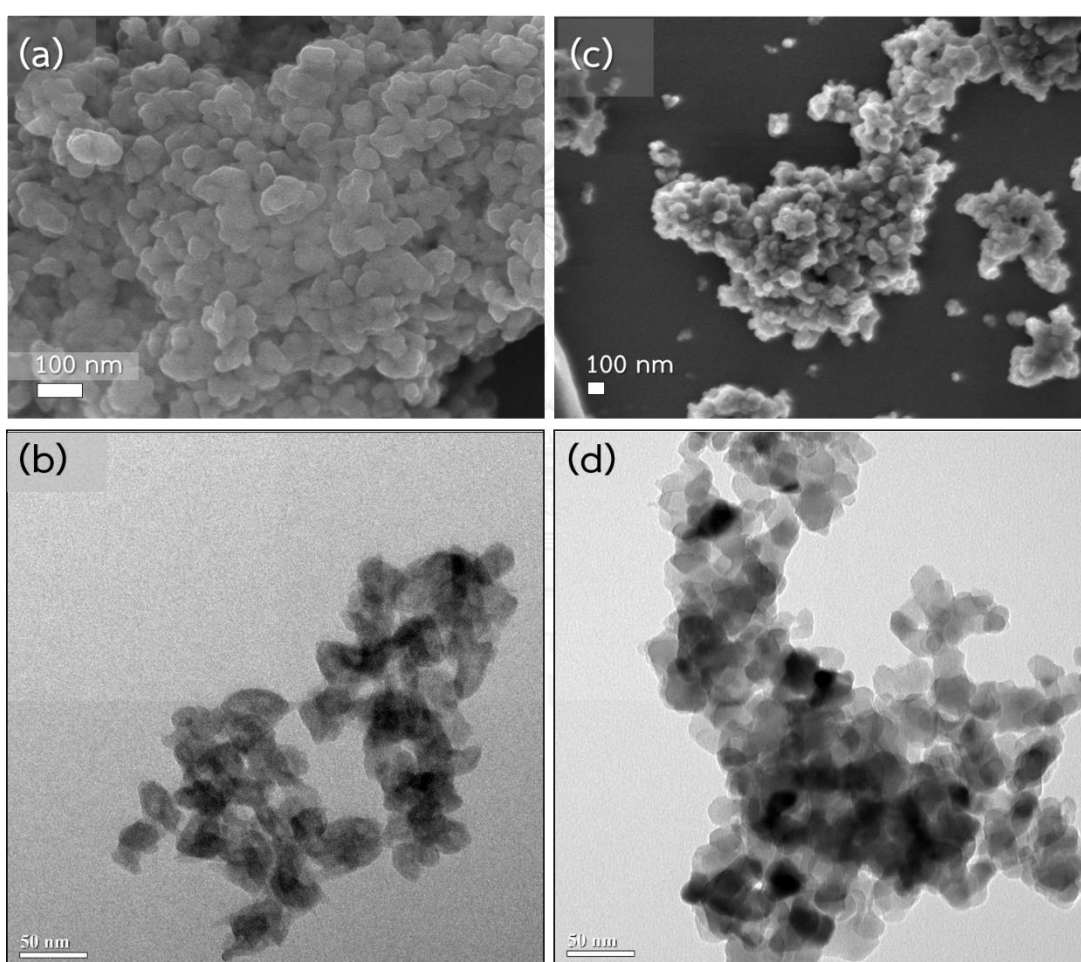
| pH | องค์ประกอบเฟส | | | | | | | |
|------|--|--|--|--------|--------|--------|--------|--------|
| | ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ | n Al ₂ O ₃ : MgO | ตะกอนที่ผ่านการแคลไซน์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง | | | | | |
| | | | 400°C | 600°C | 800°C | 1000°C | 1100°C | |
| 7.7 | แอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟต | 2.741 | | | | | | |
| 8.0 | แอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟต | 2.467 | | | | | | |
| 9.0 | แอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟต + ไฮโดรทัลไซต์ | 0.987 | อสังฐาน | สปีเนล | สปีเนล | สปีเนล | สปีเนล | สปีเนล |
| 10.0 | แอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟต + ไฮโดรทัลไซต์ | 1.024 | | | | | | |
| 10.8 | แอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟต + ไฮโดรทัลไซต์ | 0.918 | | | | | | |

4.1.3 สัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียอะลูมินาไฮดรอกไซด์

4.1.3.1 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียอะลูมินาไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้ สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่ม ดังรูปที่ 4.27 (a) และ (b) โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดอยู่ในช่วง 10-80 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 35 ± 17 นาโนเมตร โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟต ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟตโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอนในช่วงความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 4.0 ถึง 9.1 ซึ่งพบเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรเจนฟอสเฟตที่มีลักษณะกลม ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นถึงแม้มีสารประกอบที่มีแมกนีเซียเป็นองค์ประกอบปนอยู่ แต่ไม่สามารถจำแนกลักษณะของเฟสดังกล่าวได้

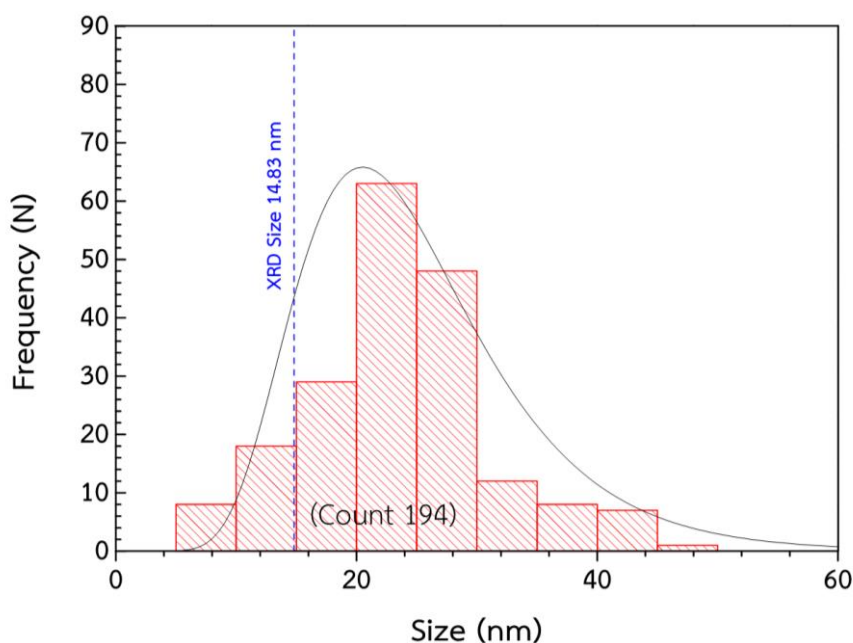
เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลม ดังรูปที่ 4.27 (c) และ (d) โดยตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะเกิดจากการสลายตัวของคาร์บอนเนตไอออน แอมโมเนียมไอออนและไฮดรอกไซด์ไอออนในตะกอนที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งการเกิดการสลายตัวนั้นจะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้หลังการเผาแคลไซน์มีขนาดเล็กลง โดยรูปร่างของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างและสัญญาณเช่นเดียวกับตะกอนที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.27 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรม (Histogram) ดังรูปที่ 4.28 พบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการ

กระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ (lognormal distribution) โดยจากผลการวัดขนาดจาก 194 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 7-46 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 23 ± 8 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน (Median) และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน เรขาคณิต (geometric standard deviation) อยู่ที่ 23.3 และ 0.37 ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) พบว่าขนาดที่ได้อยู่ที่ 14.83 นาโนเมตร โดยขนาดที่ได้จากสมการของ Scherrer มีขนาดที่เล็กกว่าจากการวัดด้วย TEM เนื่องจากภาพจาก TEM เป็นเพียงตัวแทนบางส่วนของแต่ละอนุภาคทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็ก จะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้



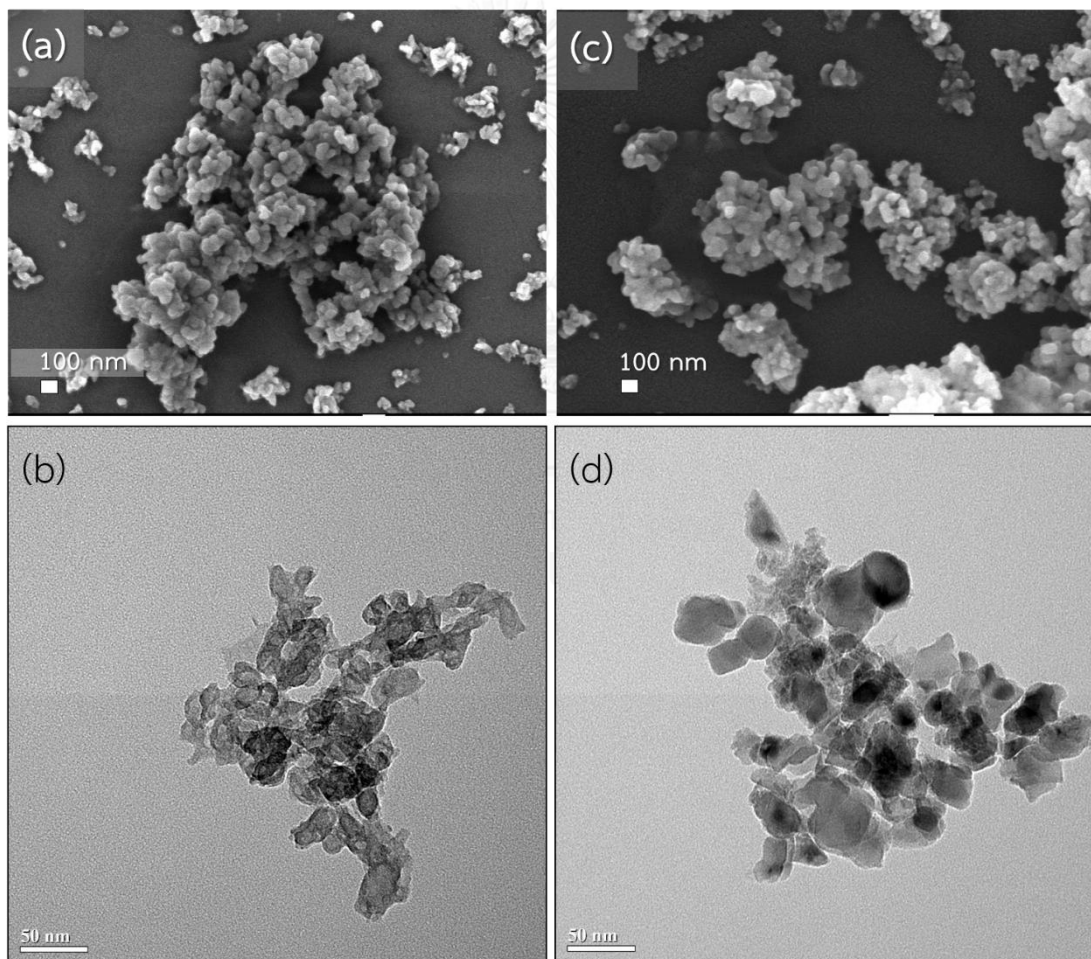
รูปที่ 4.28 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.1.3.2 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีลักษณะกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่ม ดังรูปที่ 4.29 (a) และ (b) โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดอยู่ในช่วง 10-60 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 29 ± 10 นาโนเมตร โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมควอร์ไซต์

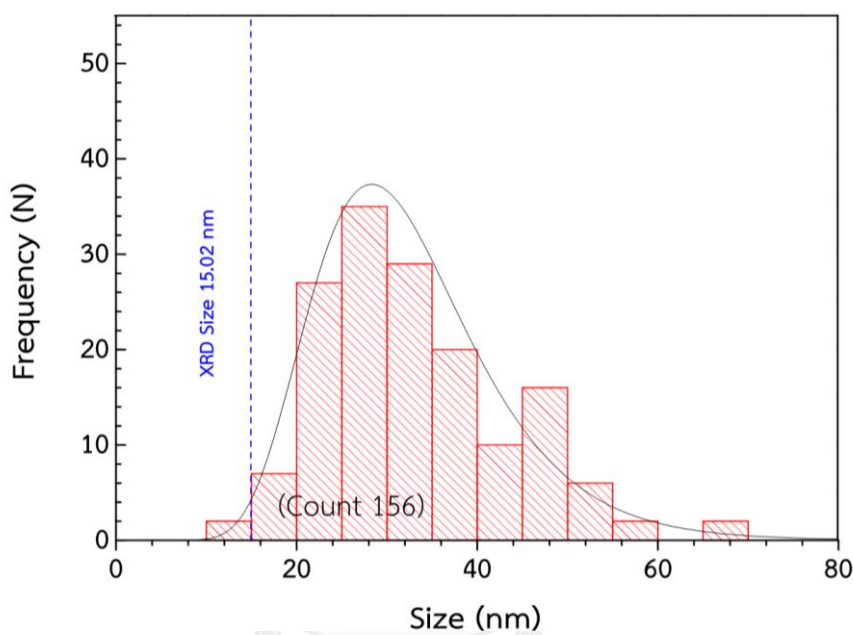
ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอนในช่วงความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 4.0 ถึง 9.1 ซึ่งพบเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะกลม ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นถึงแม้มีสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบปนอยู่ แต่ไม่สามารถจำแนกลักษณะของเฟสดังกล่าวได้

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลม ดังรูปที่ 4.29 (c) และ (d) เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรม ดังรูปที่ 4.30



รูปที่ 4.29 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

พบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาด จาก 156 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 13-66 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 33 ± 10 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐานและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน เรขาคณิตอยู่ที่ 31.2 และ 0.30 ตามลำดับ โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้หลังการเผา แคลไซน์จะมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากเกิดการแพร่ระหว่างอนุภาคระหว่างการเผาแคลไซน์ จึงทำให้ ขนาดอนุภาคที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ใหญ่ขึ้น



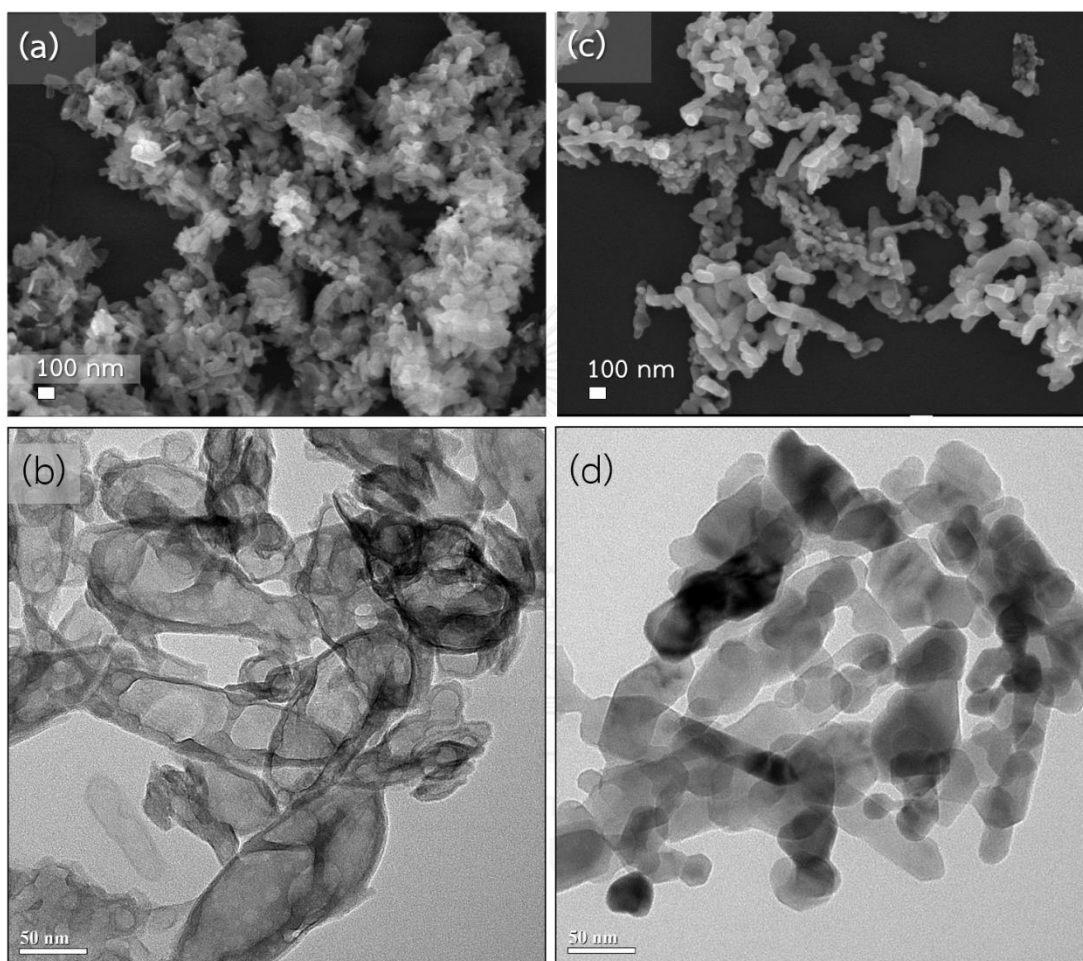
รูปที่ 4.30 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) พบว่าขนาดที่ได้อยู่ที่ 15.02 นาโนเมตร โดยขนาดที่ได้จากสมการของ Scherrer มีขนาดเล็กกว่าจากการวัดด้วย TEM เนื่องจากภาพจาก TEM เป็นเพียงตัวแทนบางส่วนของตะกอนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็กจะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้

4.1.3.3 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้เริ่มมีลักษณะยาวเป็นแท่ง โดยมีตะกอนบางส่วนยังมีลักษณะกลม ดังรูปที่ 4.31 (a) และ (b) ขนาดอนุภาคของตะกอน

ที่สังเคราะห์ได้นั้น ตะกอนที่เป็นแท่งมีด้านกว้างอยู่ในช่วง 30-105 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 56 ± 17 นาโนเมตร และมีด้านยาวอยู่ในช่วง 107-326 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 470 นาโนเมตร ซึ่งมีสัดส่วนด้านยาวต่อด้านกว้างอยู่ที่ 3.4 : 1 โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลมอยู่ในช่วง 16-42 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 24 ± 6 นาโนเมตร



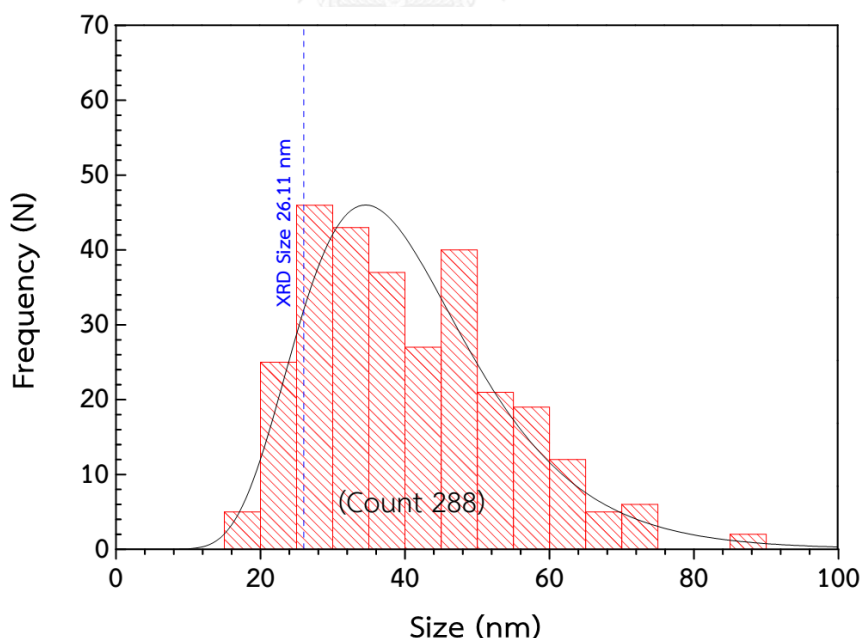
รูปที่ 4.31 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอว์ไซด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยตะกอนที่เริ่มมีลักษณะเป็นแท่งที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอว์ไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอว์ไซด์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง

9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีเฟสของไฮดรทัลไฮด์อยู่ด้วย โดยเฟสของไฮดรทัลไฮด์ที่ได้นั้นจะมีลักษณะกลม [83]

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวเรียงกันมีลักษณะเป็นแท่ง ดังรูปที่ 4.31 (c) และ (d) ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นแท่งที่เกิดขึ้นหลังการเผาแคลไซน์ เกิดจากการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮดรทัลไฮด์ โดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮดรทัลไฮด์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [84] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสัณฐานของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรม ดังรูปที่ 4.32

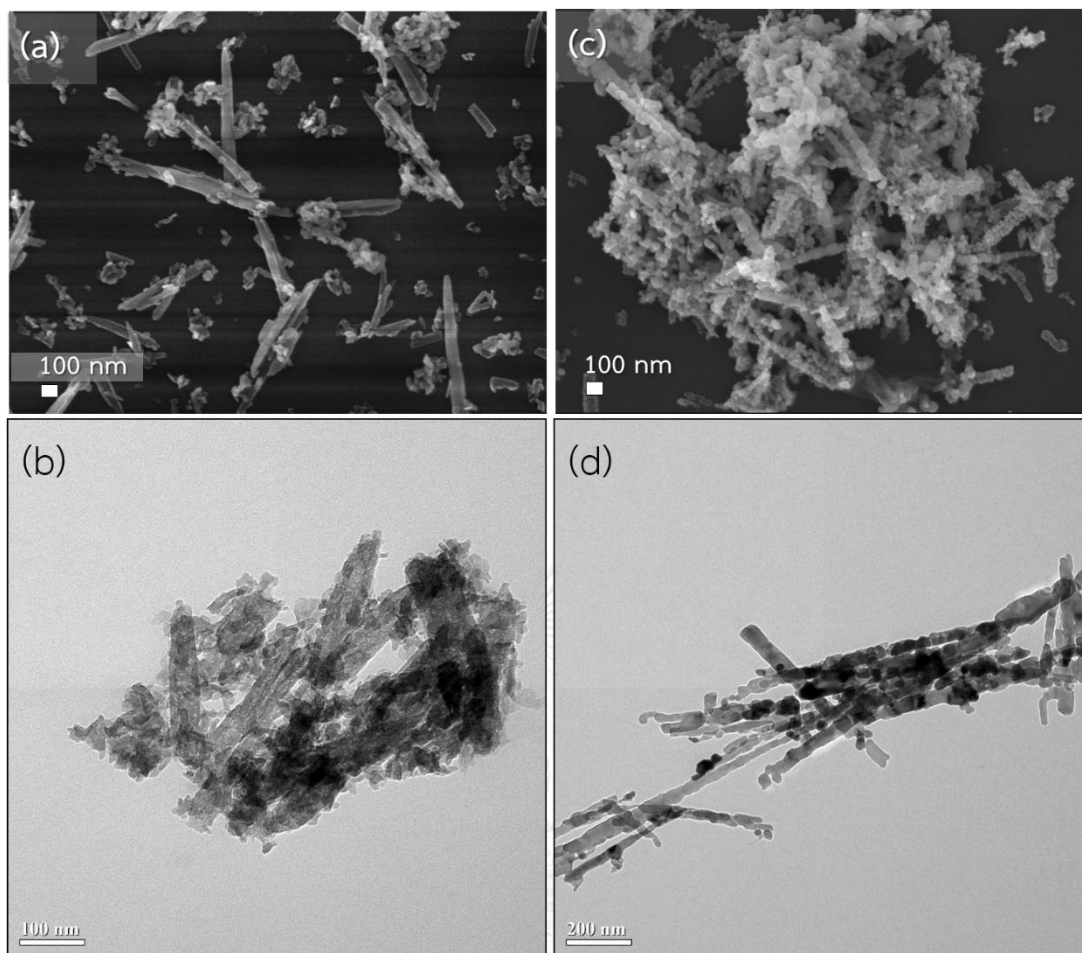


รูปที่ 4.32 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยพบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาดจาก 288 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 18-90 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 40 ± 13 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน เรขาคณิต อยู่ที่ 38.6 และ 0.33 ตามลำดับ เนื่องจากอะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างโดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับควมกว้างของแ่งแอมโมเนียมดอว์ไซด์ [85] เมื่อเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) พบว่าขนาดที่ได้อยู่ที่ 26.11 นาโนเมตร โดยขนาดที่ได้จากสมการของ Scherrer มีขนาดที่เล็กกว่าจากการวัดด้วย TEM เนื่องจากภาพจาก TEM เป็นเพียงตัวแทนบางส่วนของตะกอนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็กจะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้

4.1.3.4 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0

เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยตะกอนที่เป็นมีลักษณะเป็นแท่งและตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลม ดังรูปที่ 4.33 (a) และ (b) ขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น ตะกอนที่เป็นแท่งมีด้านกว้างอยู่ในช่วง 27-92 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 49 ± 14 นาโนเมตร และมีด้านยาวอยู่ในช่วง 240-1100 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 473 นาโนเมตร ซึ่งมีสัดส่วนด้านยาวต่อด้านกว้างอยู่ที่ 9.6 : 1 โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลมอยู่ในช่วง 7-29 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 15 ± 3 นาโนเมตร โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมที่พบนั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอว์ไซด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยตะกอนที่เริ่มมีลักษณะเป็นแท่งที่พบเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอว์ไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดอว์ไซด์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์อยู่ด้วย โดยเฟสของไฮโดรทัลไซต์ที่ได้นั้นจะมีลักษณะกลม [83]

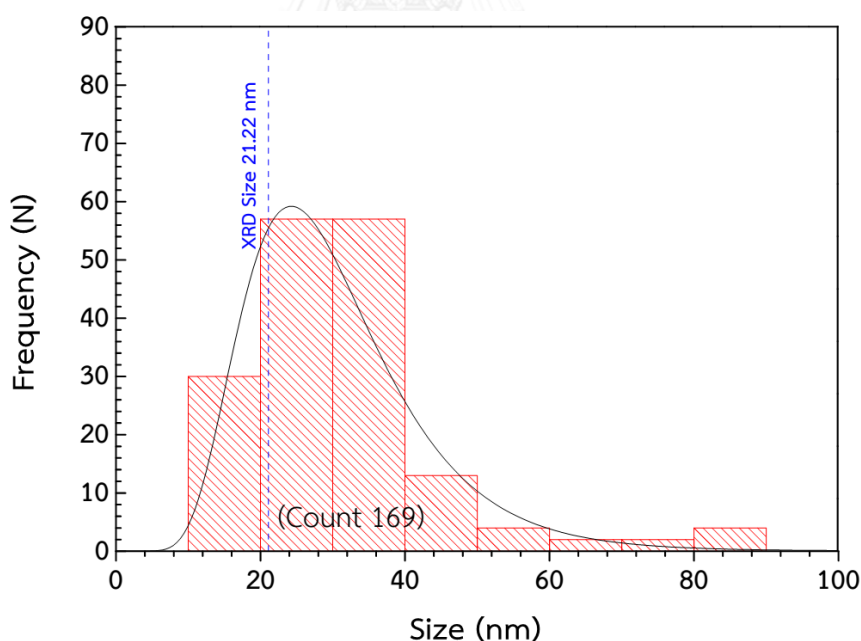


รูปที่ 4.33 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวเรียงกันมีลักษณะเป็นแท่ง ดังรูปที่ 4.33 (c) และ (d) ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นแท่งที่เกิดขึ้นหลังการเผาแคลไซน์ เกิดจากการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดอร์โชนด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอร์โชนด์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [84] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โชนด์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและลักษณะของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โชนด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้

ในการเผาแคลไซน์จะเกิดการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [84] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสัญญาณของผงที่ได้หลังแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างยังเป็นตัวควบคุมขนาด ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [85]

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรม ดังรูปที่ 4.34 พบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาดจาก 169 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 11-90 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 31 ± 14 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเรขาคณิต อยู่ที่ 28.3 และ 0.39 ตามลำดับ



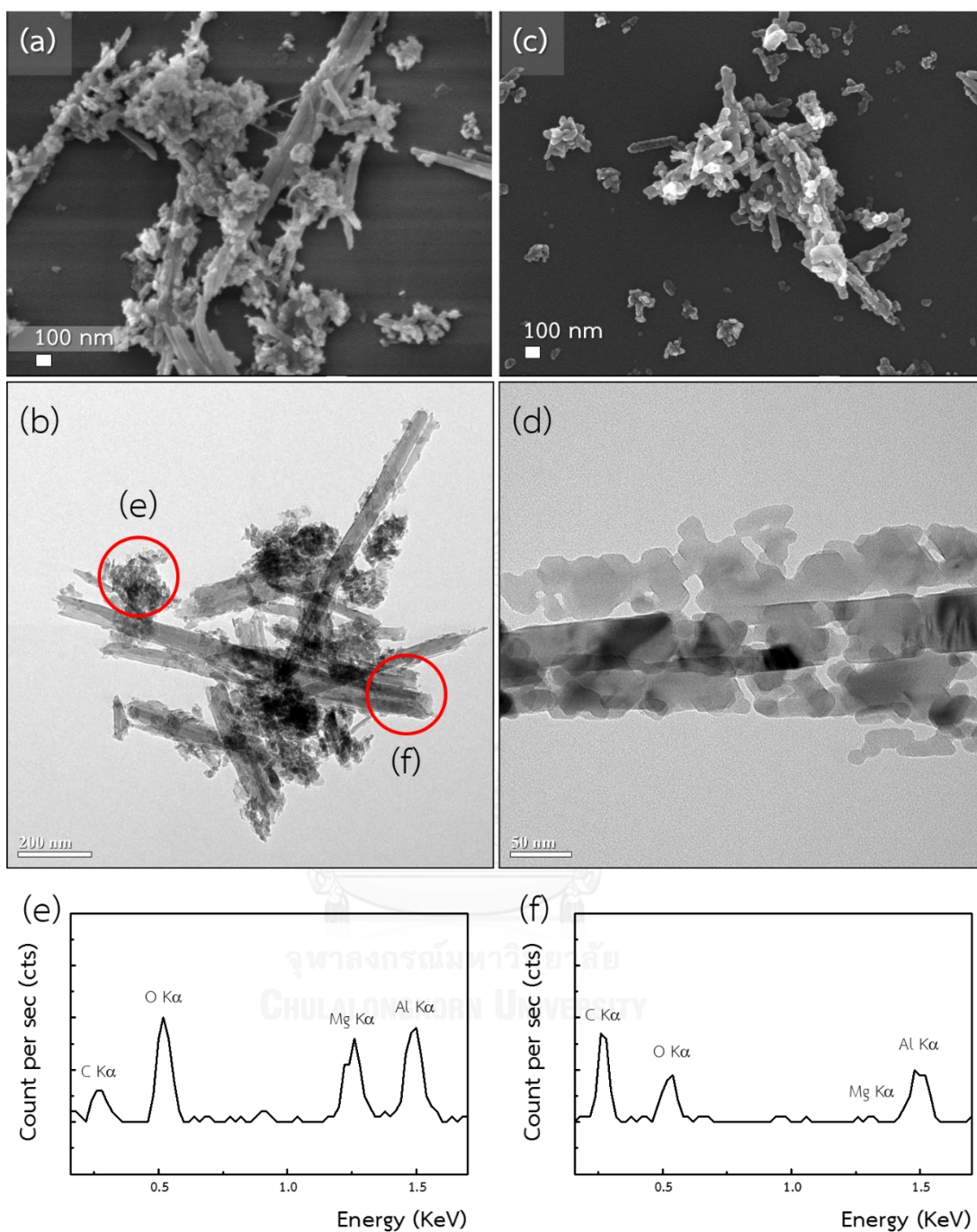
รูปที่ 4.34 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ฉีดตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เนื่องจากอะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างโดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนล ทำให้

ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดิวไรไซด์ [85]

4.1.3.5 สัณฐานวิทยาของตะกอนและผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเทลลูไรด์สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8

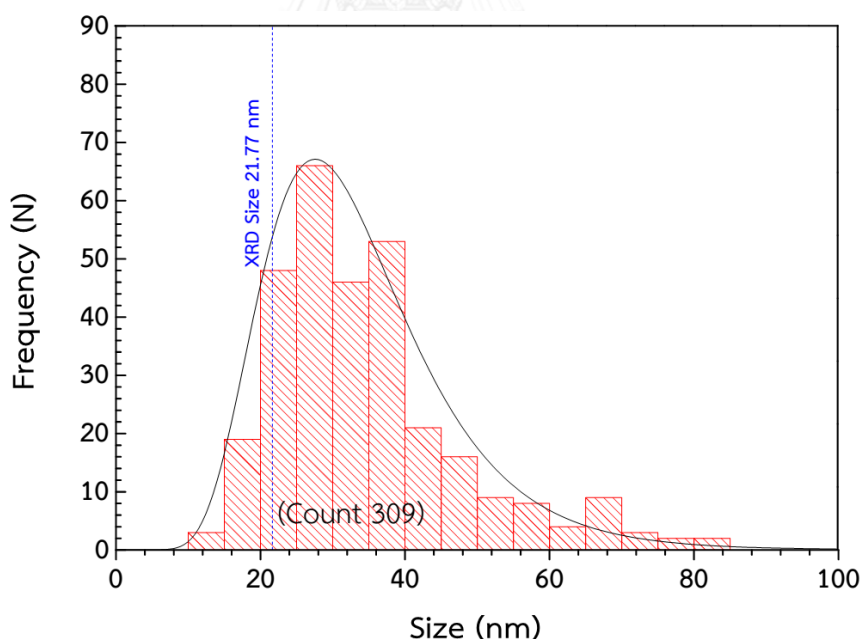
เมื่อนำตะกอนที่เตรียมจากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 มาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM และ TEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยตะกอนที่เป็นมีลักษณะเป็นแท่งและตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลม ดังรูปที่ 4.35 (a) และ (b) เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้น ตะกอนที่เป็นแท่งมีด้านกว้างอยู่ในช่วง 29-64 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 44 ± 11 นาโนเมตร และมีด้านยาวอยู่ในช่วง 270-1826 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 1001 ± 531 นาโนเมตร ซึ่งมีสัดส่วนด้านยาวต่อด้านกว้างอยู่ที่ 22.8 : 1 โดยขนาดอนุภาคของตะกอนที่มีลักษณะค่อนข้างกลมอยู่ในช่วง 8-21 นาโนเมตร โดยมีขนาดเฉลี่ย 13 ± 3 นาโนเมตร โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสของแอมโมเนียมดิวไรไซด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ในตำแหน่งของรูปที่ 4.35 (e) ตะกอนที่มีลักษณะกลมและ (f) ตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่ง พบว่าพลังงานของคลีนริงส์เอ็กซ์เรย์ที่วัดได้แสดงถึงองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน โดยตะกอนที่มีลักษณะกลมนั้นจะพบธาตุของแมกนีเซียม อะลูมิเนียมและออกซิเจน ซึ่งเป็นองค์ประกอบของเฟสไฮโดรทัลไซต์ และตะกอนที่มีลักษณะเป็นแท่งพบธาตุของอะลูมิเนียมและออกซิเจน ซึ่งเป็นองค์ประกอบของเฟสแอมโมเนียมดิวไรไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดิวไรไซด์โดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดิวไรไซด์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแท่ง ซึ่งในตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นมีเฟสของไฮโดรทัลไซต์อยู่ด้วย โดยเฟสของไฮโดรทัลไซต์ที่ได้นั้นจะมีลักษณะกลม [83]



รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย (a) FE-SEM และ (b) TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 ภาพถ่าย (c) FE-SEM และ (d) TEM ของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (e) และ (f) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้

เมื่อนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะมีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวเรียงกันมีลักษณะเป็นแท่ง ดังรูปที่ 4.35 (c) และ (d) ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นแท่งที่เกิดขึ้นหลังการเผาแคลไซน์ เกิดจากการสลายตัวของเฟสของแอมโมเนียมดอว์ไซด์และเฟสของไฮโดรทัลไซต์ โดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์ไปยังอะลูมิเนียมของเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ เนื่องจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [84] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ที่มีลักษณะเป็นแท่งทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ ทำให้รูปร่างและสัญญาณของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งเฟสแอมโมเนียมดอว์ไซด์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างยังเป็นตัวควบคุมขนาด ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอว์ไซด์ [85]

เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ด้วยกล้อง TEM แล้วนำผลมาเขียนการกระจายตัวแบบฮิสโตแกรม ดังรูปที่ 4.36



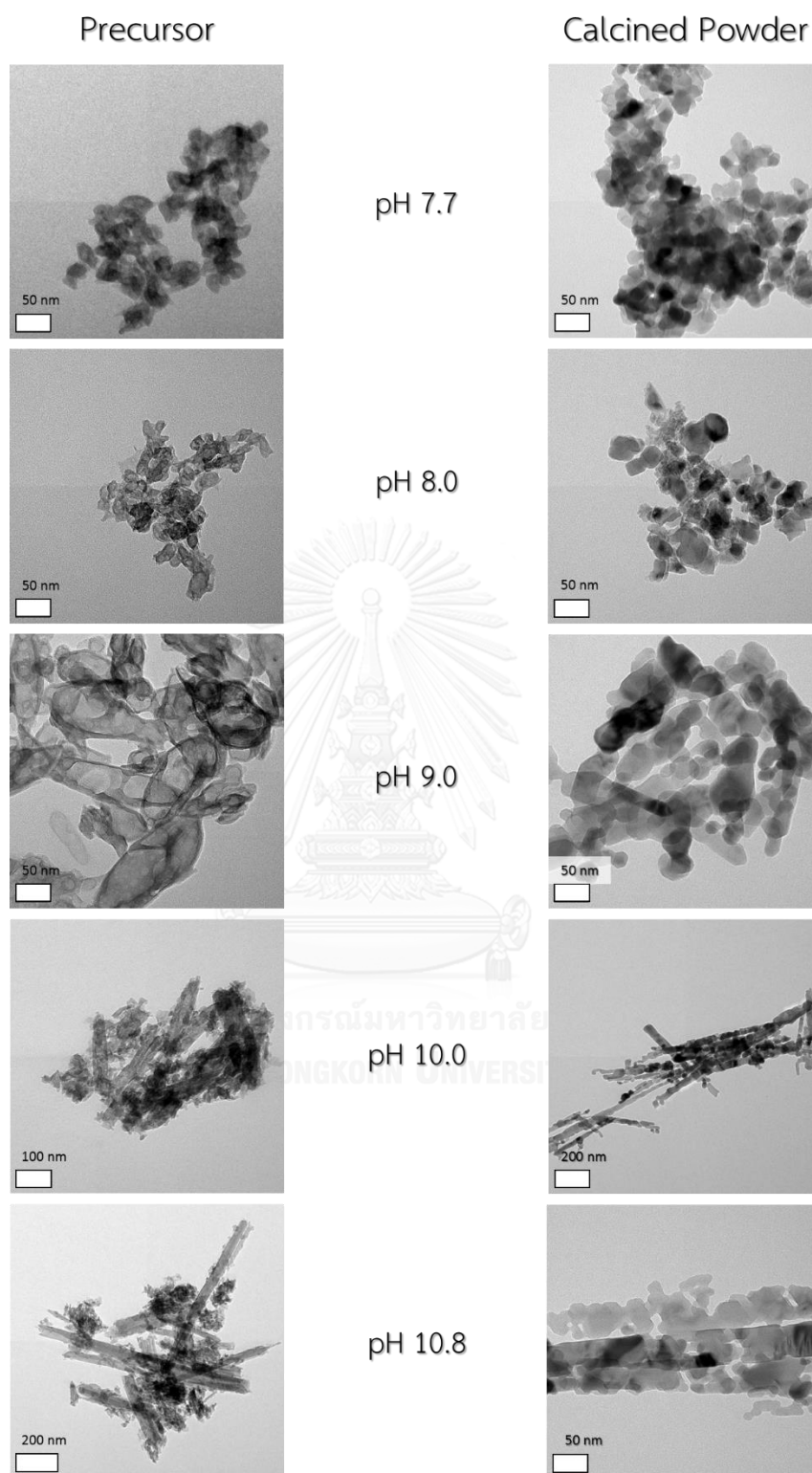
รูปที่ 4.36 การกระจายขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

โดยพบว่าขนาดของอนุภาคที่วัดได้มีการกระจายตัวแบบลอการิทึมปกติ โดยจากผลการวัดขนาดจาก 309 อนุภาคพบว่า ขนาดที่วัดได้จะอยู่ในช่วง 12-85 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่

35 ± 13 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อสร้างสมการเส้นโค้งจะได้ค่ามัธยฐาน และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน เรขาคณิต อยู่ที่ 31.6 และ 0.36 ตามลำดับ เนื่องจากอะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดิวไอไซด์ทำหน้าที่เสมือนโครงสร้างโดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮดรทัลไซต์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนล ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแ่งแอมโมเนียมดิวไอไซด์ [85]

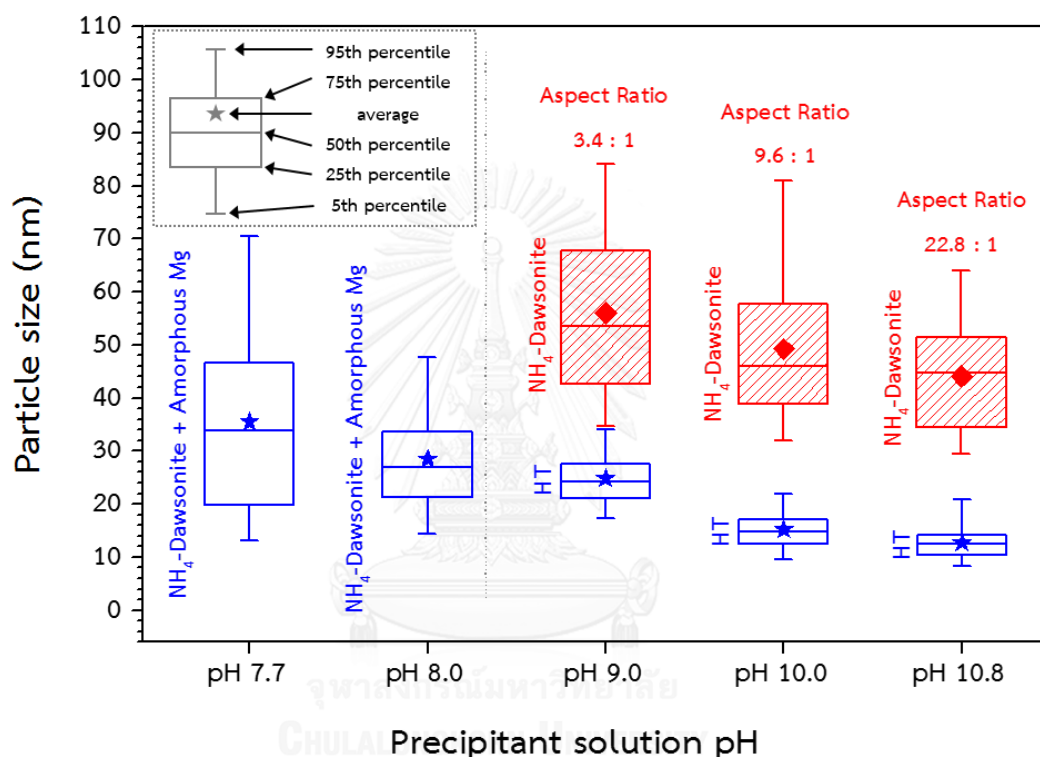
4.1.3.6 ผลเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนล

จากผลการวัดขนาดอนุภาคจากภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ พบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของตะกอน ดังรูปที่ 4.37 โดยพบว่าเมื่อใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 ตะกอนที่ได้นั้นจะมีลักษณะเป็นทรงกลม โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้นั้นเป็นเฟสของแอมโมเนียมดิวไอไซด์ ซึ่งมีลักษณะกลม ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดิวไอไซด์โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอนในช่วงความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 4.0 ถึง 9.1 ซึ่งพบเฟสของแอมโมเนียมดิวไอไซด์ที่มีลักษณะกลม ซึ่งผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิควิเคราะห์ ICP-OES พบว่าตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมเป็นส่วนประกอบด้วย แต่ไม่สามารถจำแนกลักษณะของผงสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบป้อนอยู่ได้ โดยเมื่อใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 จะเริ่มพบลักษณะของตะกอนที่เริ่มเป็นแ่งซึ่งมีตะกอนที่มีลักษณะกลมป้อนอยู่ ซึ่งเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่ 10.0 และ 10.8 จะพบว่าตะกอนที่มีลักษณะเป็นแ่งจะมีความยาวที่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค EDS ของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 พบว่าตะกอนที่มีลักษณะกลมนั้นจะพบเป็นเฟสของไฮดรทัลไซต์ และตะกอนที่มีลักษณะเป็นแ่งเป็นเฟสของแอมโมเนียมดิวไอไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับการสังเคราะห์ของ C.A. Contreras และคณะ [82] ที่ทำการสังเคราะห์แอมโมเนียมดิวไอไซด์โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรเจนคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.1 ไปยัง 9.2 จะได้ตะกอนของเฟสแอมโมเนียมดิวไอไซด์ที่ได้เปลี่ยนจากลักษณะกลมกลายเป็นลักษณะแ่ง โดยตะกอนที่มีลักษณะกลมนั้นเป็นเฟสของไฮดรทัลไซต์ [83]



รูปที่ 4.37 ภาพถ่าย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7-10.8 และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่วัดด้วย TEM ของตะกอนที่สังเคราะห์ได้ ดังรูปที่ 4.38 พบว่าการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 พบว่าขนาดของตะกอนที่มีลักษณะเป็นทรงกลมจะมีขนาดเฉลี่ยที่ลดลง และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 จะส่งผลต่อขนาดของทั้งเฟสของไฮโดรทัลไซต์และเฟสของแอมโมเนียมดอว์สันไนต์ โดยจะพบว่าขนาดของตะกอนที่มีลักษณะกลมของเฟสไฮโดรทัลไซต์และความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอว์สันไนต์จะมีการลดลง



รูปที่ 4.38 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันเมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM

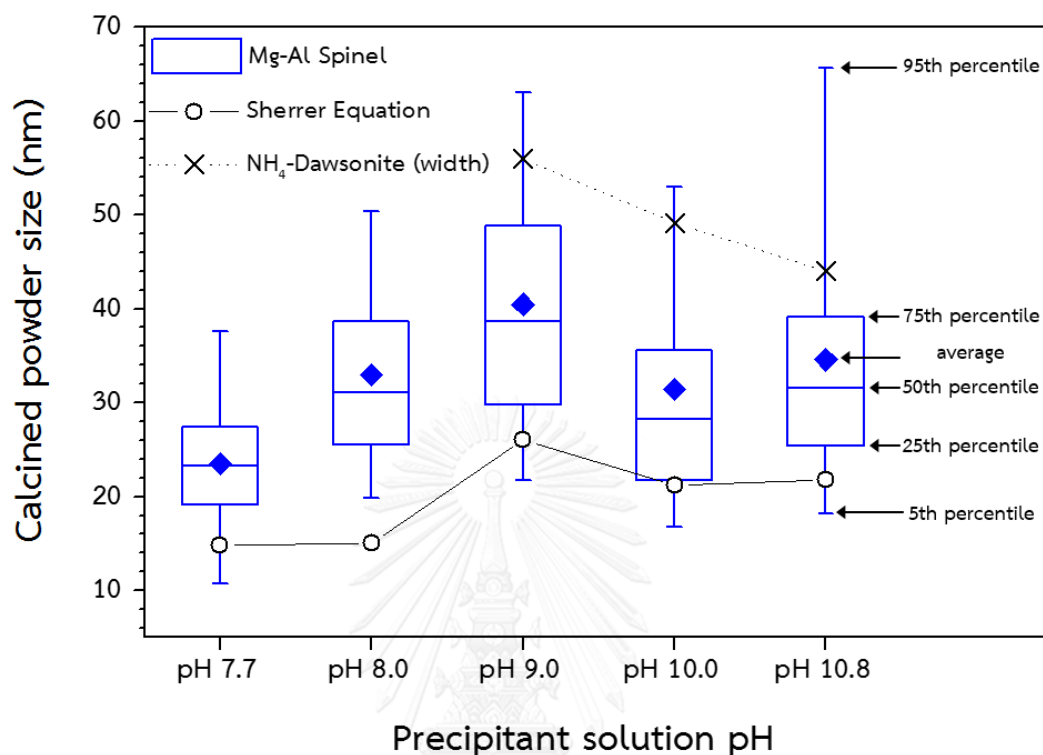
ทั้งนี้เมื่อพิจารณาจากสมการที่ (2.8) การเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อพลังงานศักย์ทางเคมีของการละลาย μ_i^0 ซึ่งส่งผลต่อขนาดของนิวเคลียส จะเห็นว่า การเพิ่มขึ้นของพลังงานศักย์ทางเคมีของสารละลาย μ_i^0 จะทำให้ความแตกต่างของพลังงานศักย์ทางเคมีของของแข็งและสารละลาย $\Delta\mu$ เพิ่มขึ้น ทำให้ขนาดของนิวเคลียสเริ่มต้น r^* ในการเกิดตะกอนมีขนาดที่ลดลง ซึ่งเมื่อเทียบกับขนาดของตะกอนจากการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 จะทำให้ขนาดของเฟสแอมโมเนียมดอว์สันไนต์และสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบป็นอยู่มีขนาดที่ลดลง โดยการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้

ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 นั้นจะส่งผลให้ขนาดของเฟสของไฮโดรทัลไซต์เล็กลงด้วยเช่นกัน นอกจากนี้การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.0 ไปที่ 10.0 และ 10.8 ยังส่งผลให้เกิดการโตตามแนวยาวของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ที่เพิ่มขึ้น โดยมีสัดส่วนด้านยาวต่อด้านกว้าง (aspect ratio) ของแท่งอนุภาคที่ได้จากที่เท่ากับ 3.4 : 1 เพิ่มไปยัง 9.6 : 1 และ 22.8 : 1 ตามลำดับ

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างรูปร่างและขนาดอนุภาคของตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างกัน ระหว่างก่อนเผาแคลไซน์และหลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ารูปร่างลักษณะของตะกอนที่ได้ก่อนผ่านการเผาแคลไซน์จะส่งผลต่อรูปร่างลักษณะของตะกอนหลังผ่านการเผาแคลไซน์ โดยตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 ที่มีลักษณะค่อนข้างกลมเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์จะได้ตะกอนที่มีลักษณะกลม โดยมีขนาดตะกอนที่เล็กลง สำหรับตะกอนที่ได้จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 นั้นพบว่าตะกอนที่ได้มีลักษณะที่เป็นแท่งซึ่งเป็นเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์โดยมีตะกอนที่มีลักษณะกลมปนอยู่ซึ่งเป็นเฟสของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งเมื่อนำมาเผาแคลไซน์พบว่า รูปร่างและสัญญาณของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้หลังการเผาแคลไซน์นั้นมีลักษณะกลมอีกทั้งมีการยึดเกาะกันลักษณะเป็นแท่งคล้ายกับเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์อีกทั้งยังมีขนาดที่ลดลงอีกด้วย

โดยลักษณะที่เกิดขึ้นนั้นสามารถอธิบายได้จากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม [84] ทำให้อะลูมิเนียมในเฟสแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ทำหน้าที่เสมือนเป็นโครงสร้างให้กับผงของเฟสแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ โดยเกิดการแพร่ของแมกนีเซียมจากเฟสของไฮโดรทัลไซต์มารวมกับอะลูมิเนียมในเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และเกิดเป็นเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล ทำให้ขนาดของผงที่ได้หลังการเผาแคลไซน์โดยสามารถมีขนาดอนุภาคได้มากที่สุดได้เท่ากับความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอร์โซไนต์ [85] ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่วัดด้วย TEM ดังแสดงในรูปที่ 4.39 ของแท่งเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์กับขนาดอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล จากสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 พบว่าขนาดความกว้างของแท่งเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์และขนาดของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้ลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรด-เบส และยังพบว่าขนาดของอนุภาคแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้จะมีขนาดไม่เกินกว่าขนาดความกว้างของแท่งเฟสของแอมโมเนียมดอร์โซไนต์อีกด้วย นอกจากนี้ขนาดของอนุภาคที่วัดด้วย TEM และขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer ดังสมการที่ (3.5) มีแนวโน้มที่แปรผันสัมพันธ์กัน โดยที่ขนาดที่ได้จากการคำนวณของ Scherrer มีขนาดที่เล็กกว่า ทั้งนี้เกิดจากการวัดด้วย TEM เป็นเพียงตัวแทน

บางส่วนของตะกอนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ อีกทั้งขนาดอนุภาคที่เล็กจะเกิดการรวมกลุ่มกันง่าย และไม่สามารถทำการวัดด้วย TEM ได้



รูปที่ 4.39 ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่แตกต่างกันทั้งก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ เมื่อวัดจากภาพถ่ายของ TEM และขนาดที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการ Scherrer

4.1.3.7 สรุปสัณฐานวิทยาของตะกอนที่สังเคราะห์ได้และผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ในการใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสที่ต่างกันนั้น นอกจากจะส่งผลต่อความสามารถในการตกตะกอนซึ่งทำให้องค์ประกอบทางเคมีของตะกอนมีความแตกต่างกันแล้วนั้น ยังส่งผลต่อขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้อีกด้วย ซึ่งสามารถสรุปผลได้ดังตารางที่ 4.9 โดยการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 จะทำให้ขนาดของตะกอนของแอมโมเนียมดิวไอไฮดรอกไซด์ และสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบมีขนาดเล็กลง และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 นั้นส่งผลให้ขนาดของตะกอนของไฮดรอกไซด์และความกว้างของแถบแอมโมเนียมดิวไอไฮดรอกไซด์ที่ลดลงอีกด้วย

ตารางที่ 4.9 ผลของความเป็นกรด-เบสต่อองค์ประกอบเฟสและสัณฐานของตะกอน และตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์

| pH | Al ₂ O ₃ /MgO (n) | องค์ประกอบเฟสและสัณฐานของตะกอนที่ได้ | | | | ตะกอนหลังเผาแคลไซน์ | | |
|------|---|--------------------------------------|----------------------------------|---------|-----------------------|-----------------------|--|--|
| | | ขนาด (นาโนเมตร) | | รูปร่าง | ขนาด (XRD) | ขนาด (TEM) | | |
| | | ขนาด (นาโนเมตร) | ขนาด (นาโนเมตร) | | \bar{D}_{XRD} (nm.) | \bar{D}_{TEM} (nm.) | | |
| 7.7 | 2.74 | 35 ± 17 nm. | Mg D 35 ± 17 equiax shape | | 14.83 | 23 ± 8 | | |
| 8.0 | 2.47 | 29 ± 10 nm. | Mg D 29 ± 10 equiax shape | | 15.02 | 33 ± 10 | | |
| 9.0 | 0.987 | 25 ± 6 nm. | H D 56 ± 16 Rod shape (3.4 : 1) | | 26.11 | 40 ± 13 | | |
| 10.0 | 1.024 | 15 ± 4 nm. | H D 49 ± 14 Rod shape (9.6 : 1) | | 21.22 | 31 ± 14 | | |
| 10.8 | 0.918 | 13 ± 3 nm. | H D 44 ± 11 Rod shape (22.8 : 1) | | 21.76 | 35 ± 13 | | |

สารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบ แอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ ไฮโดรทัลไซด์ แมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

เนื่องจากการเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลให้ความแตกต่างของพลังงานศักย์ทางเคมีของของแข็งและสารละลาย $\Delta\mu$ เพิ่มขึ้น โดยการเพิ่มความเข้มข้นความเป็นกรด-เบสยังส่งผลต่อการโตของอนุภาคตามแนวยาวของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์อีกด้วย ซึ่งลักษณะและขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะส่งผลต่อลักษณะและขนาดของตะกอนที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ โดยหากขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กจะส่งผลให้ขนาดของตะกอนที่ได้หลังการเผาแคลไซน์มีขนาดเล็กด้วยเช่นกัน ซึ่งจากความสามารถในการแพร่ของอะตอมแมกนีเซียมสูงกว่าอะตอมของอะลูมิเนียม ทำให้อะลูมิเนียมของโครงสร้างแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ทำหน้าที่เปรียบเสมือนโครงสร้างให้เฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้การใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 ที่พบลักษณะแห่งของเฟสแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์จะพบการเกาะเรียงตัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นลักษณะแห่งด้วยเช่นกัน

4.2 ผลขององค์ประกอบทางเคมี เฟส และสัณฐานวิทยาของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า (S30CR)

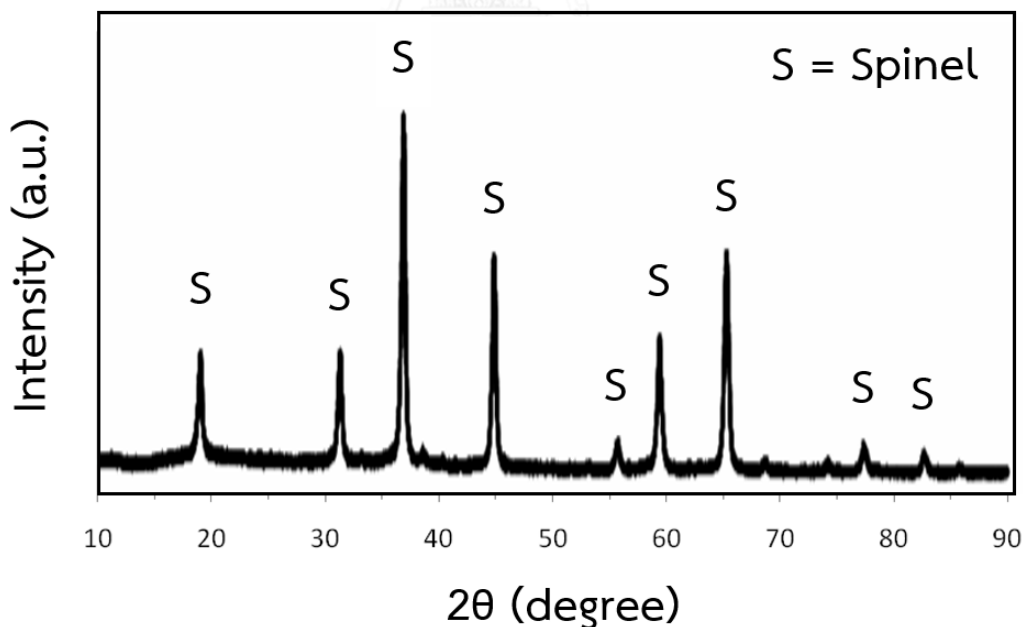
เพื่อเปรียบเทียบสมบัติของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้น จึงได้มีการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า (S30CR, MgAl₂O₄, บริษัท Baikowski Group Co.,Ltd, ประเทศฝรั่งเศส) มาทำการขึ้นรูปเพื่อทดสอบเปรียบเทียบด้วย ซึ่งจากการศึกษาของ

P. Chintasongkro และคณะ [86] ที่ได้ทำการวิเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-Ray fluorescence, XRF) ได้แสดงผลการวิเคราะห์เป็น ออกไซด์ของธาตุต่างๆดังตารางที่ 4.10 ซึ่งจะพบว่าค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้าที่ได้นั้นมีค่าน้อยกว่า 1

ตารางที่ 4.10 องค์ประกอบทางเคมีและอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า

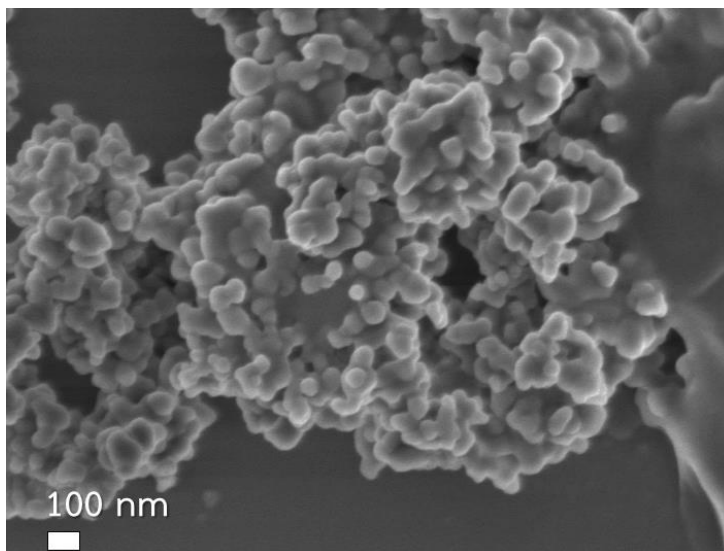
| องค์ประกอบทางเคมีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า (wt%) | | | | | | | | อัตราส่วนโดยโมล |
|---|--------|-------------------------------|-----------------|------------------|-------|-----|-------|---|
| Al ₂ O ₃ | MgO | P ₂ O ₅ | SO ₃ | ZrO ₂ | BaO | PbO | LOI | Al ₂ O ₃ /MgO (n) |
| 70.102 | 28.189 | 0.004 | 0.135 | 0 | 0.008 | 0 | 1.863 | 0.983 |

รูปที่ 4.40 แสดงผล XRD ที่ได้จากงานวิจัยของ P. Chintasongkro และคณะ [86] ที่ได้ทำการวิเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า S30CR โดยผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้านั้นพบเฟสของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เพียงเฟสเดียว



รูปที่ 4.40 ผล XRD ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า

เมื่อนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้ามาทำการวิเคราะห์ด้วยกล้อง FE-SEM พบว่าลักษณะตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะกลม เกาะตัวกันเป็นกลุ่มดังรูปที่ 4.41 ซึ่งมีขนาดที่วัดได้อยู่ในช่วง 30-150 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 76 ± 27 นาโนเมตร



รูปที่ 4.41 ภาพถ่าย FE-SEM ของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลทางการค้า

4.3 ผลของความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนต่อสมบัติของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลเซรามิก ที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่สังเคราะห์ได้โดยการเผาแคลไซน์ที่ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

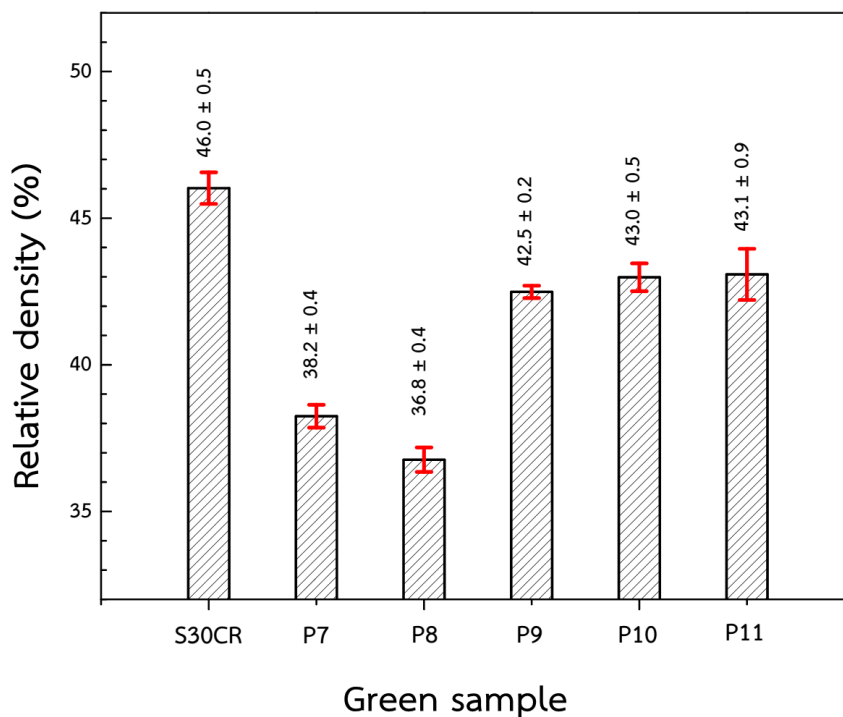
เนื่องจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่สังเคราะห์ได้นั้นมีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) ที่แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลต่อความหนาแน่นทางทฤษฎีที่ต่างกัน โดยทั่วไปจึงนิยมเปรียบเทียบความหนาแน่นโดยดูจากค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ซึ่งได้จากการเปรียบเทียบความหนาแน่นของชิ้นงานกับความหนาแน่นทางทฤษฎี โดยสามารถคำนวณหาความหนาแน่นทางทฤษฎีได้จากนำค่าของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซีย (n) ที่ได้จากเทคนิค ICP-OES และขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากเทคนิค XRD มาทำการคำนวณด้วยสมการที่ (3.4) ซึ่งได้ค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียต่างๆดังตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์และความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่างๆ

| pH | Al ₂ O ₃ /MgO (n) | Lattice (nm) | Total Mass (Kg) | Total Volume (m ³) | Density (Kg/m ³) |
|-------|--|-----------------|------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|
| 7.7 | 2.741 | 0.7985 | 4.25×10 ⁻²⁴ | 1.174×10 ⁻²⁷ | 3619 |
| 8.0 | 2.467 | 0.7999 | 3.88×10 ⁻²⁴ | 1.075×10 ⁻²⁷ | 3607 |
| 9.0 | 0.987 | 0.8077 | 1.87×10 ⁻²⁴ | 5.219×10 ⁻²⁸ | 3589 |
| 10.0 | 1.024 | 0.8081 | 1.92×10 ⁻²⁴ | 5.372×10 ⁻²⁸ | 3578 |
| 10.8 | 0.918 | 0.8087 | 1.78×10 ⁻²⁴ | 4.964×10 ⁻²⁸ | 3584 |
| JCPDS | 1.000 | 0.8083 | 1.89×10 ⁻²⁴ | 5.281×10 ⁻²⁸ | 3579 |

4.3.1 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกก่อนเผาผนึก

เนื่องจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดและรูปร่างลักษณะการเกาะตัวที่แตกต่างกัน ซึ่งมีผลต่อการขึ้นรูปชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล โดยสามารถวัดความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกได้โดยได้ทำการวัดขนาดและชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่ขึ้นรูปก่อนนำไปเผาผนึกที่ 1300-1650 องศาเซลเซียสโดยเทียบกับค่าความหนาแน่นทางทฤษฎีของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่ได้จากการคำนวณ ดังรูปที่ 4.42 พบว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 (P7) และ 8.0 (P8) จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกเฉลี่ยร้อยละ 38.2 ± 0.4 และ 36.8 ± 0.4 ตามลำดับ ซึ่งต่ำกว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 (P9) 10.0 (P10) และ 10.8 (P11) ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกเฉลี่ยร้อยละ 42.5 ± 0.2 43.0 ± 0.5 และ 43.1 ± 0.9 ตามลำดับ นั้นแสดงให้เห็นว่าสัณฐานของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่มีลักษณะการเกาะเรียงตัวเป็นแท่งส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกเพิ่มสูงขึ้น



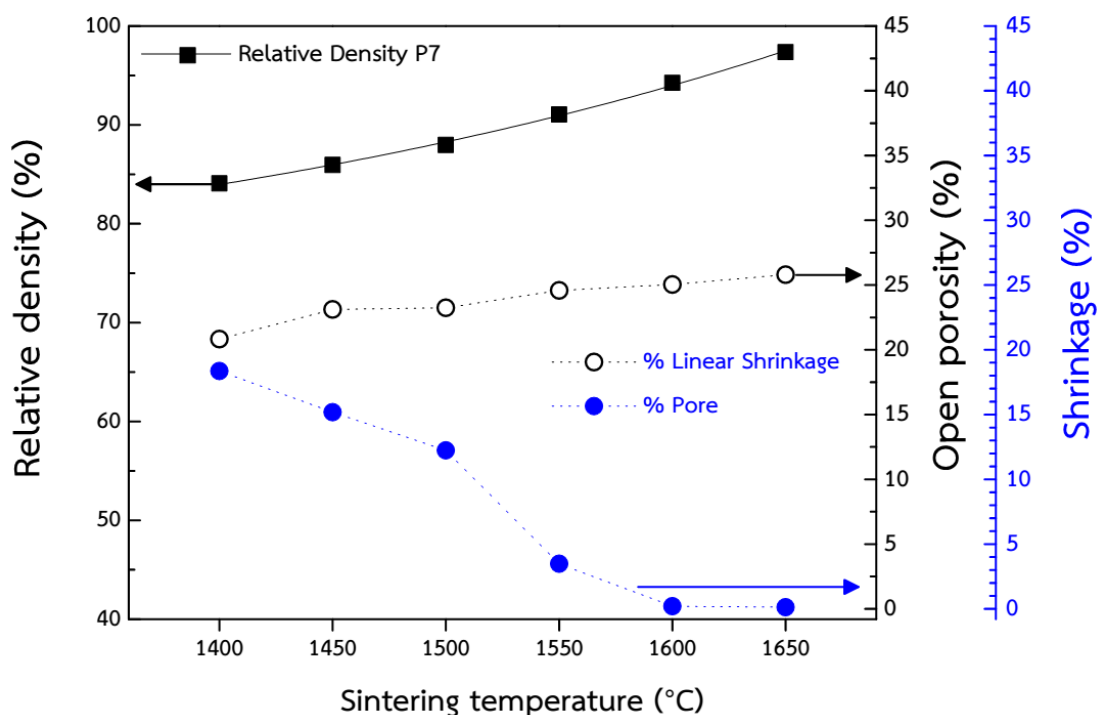
รูปที่ 4.42 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลก่อนนำมาเผาผนึก

โดยเพื่อให้สามารถเปรียบเทียบผลการทดสอบสมบัติของความสามารถในการเผาผนึกของผงนาโนแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้นั้น จึงได้มีการนำผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า (S30CR, $MgAl_2O_4$, บริษัท Baikowski Group Co.,Ltd, ประเทศฝรั่งเศส) มาทดสอบเพื่อเปรียบเทียบด้วย ซึ่งในการขึ้นรูปพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกนั้นอยู่ที่ร้อยละ 46.0 ± 0.5 ซึ่งมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผาผนึกที่สูงที่สุด

4.3.2 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาณรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.43 โดยสำหรับชิ้นงาน P7 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 38.2 ± 0.4 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และปริมาณรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ ร้อยละ 84.1 20.8 และ 18.4 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่น

สัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีปริมาณรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 97.4 25.8 และ 0.1 ตามลำดับ

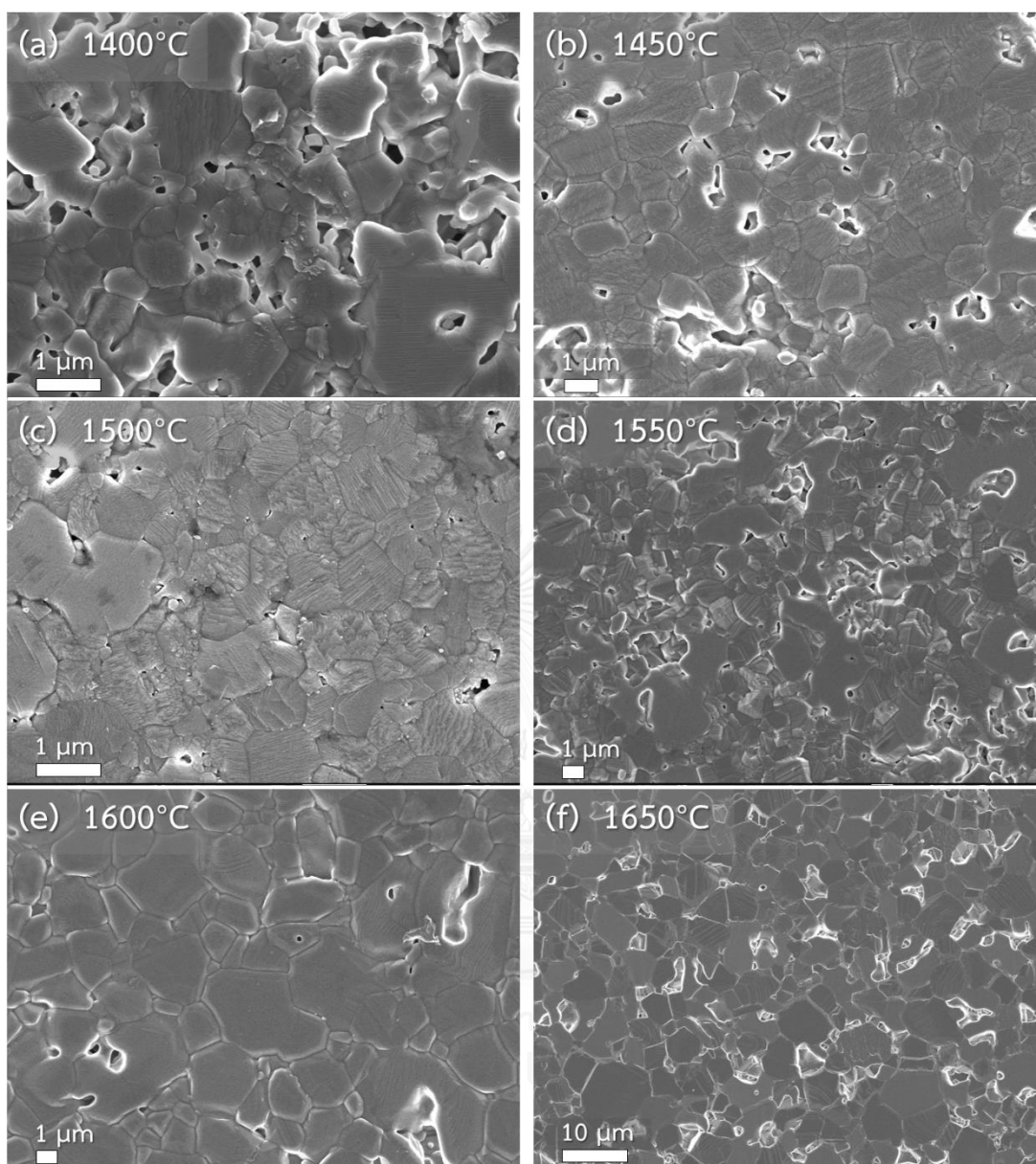


รูปที่ 4.43 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P7 ที่เผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P7 มีปริมาณรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาของชิ้นงานเซรามิก เนื่องจากในช่วงสุดท้ายของการเผาจะเกิดการเคลื่อนที่ของเนื้อสารมาเติมในรูพรุนจนกระทั่งรูพรุนเปิดที่เชื่อมต่อกันเป็นช่อง (pore channel) ในชิ้นงานจะถูกตัดขาดจากกันกลายเป็นรูพรุนปิด ทำให้ในการหาปริมาณรูพรุนด้วยวิธีการแทนที่น้ำจะได้ค่ารูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ โดยจากแนวโน้มของความหนาแน่นสัมพัทธ์ ยังแสดงถึงอัตราการเพิ่มความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานยังคงที่ ทำให้ไม่สามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิเผาที่ 1650 องศาเซลเซียสนั้นเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P7 มีความหนาแน่นถึงจุดสูงสุด

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.44 (a-f) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้

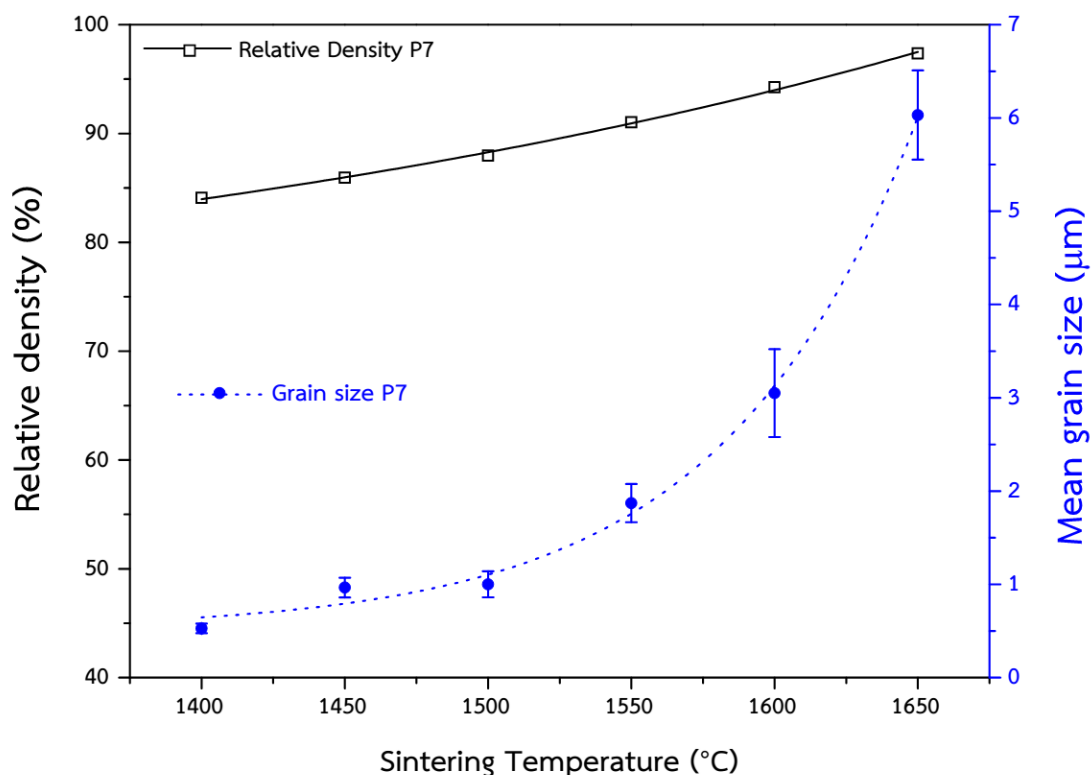
นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง (equiaxed grain) การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียสนั้นมีปริมาณรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 97.4 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 2 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1600-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงานนอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P7 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์โดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 23.5 ± 7.5 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P7 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 527 965 1000 1870 3050 และ 6031 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งความจำนวนของขอบเกรนที่ทำการวัดด้วยวิธีการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้นของแต่ละชิ้นงานอยู่ที่ 558 311 132 143 193 191 184 และ 172 ขอบเกรนตามลำดับ การเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรน (pore trap) ของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [87]



รูปที่ 4.44 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P7 ที่
 เเผผนีกอุณหภูมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P7 ที่เเผผนีกอุณหภูมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานดังรูปที่ 4.45 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดเกรนที่วัดได้เพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเเผผนีกที่ 1400-1600 องศาเซลเซียส ซึ่งการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล แม้ว่าจะมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเเผผนีกจาก 1600 ไป 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเเผผนีก แต่จากการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์นั้นทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P7

นี้มีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่มากกว่า 1650 องศาเซลเซียส

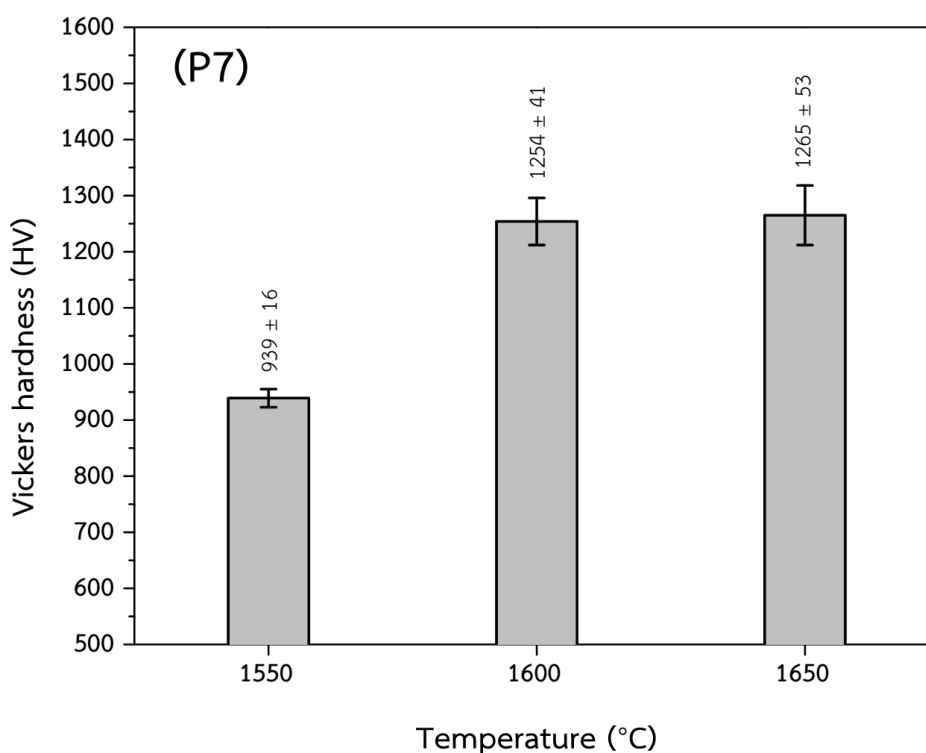


รูปที่ 4.45 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ในการทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม พบว่าการทดสอบด้วยแรงกดน้อยๆในช่วงที่ 1 และ 5 กิโลกรัมนั้นจะให้ค่าความแข็งของวัสดุที่ไม่คงที่ โดยจะเกิดการเพิ่มขึ้นของค่าความแข็งที่ได้จากการทดสอบของวัสดุเมื่อเพิ่มแรงการทดสอบ จนค่าความแข็งที่ได้เริ่มคงที่เมื่อใช้แรงกดทดสอบที่ 10 และ 20 กิโลกรัม โดยช่วงที่แรงทดสอบที่ทำให้ค่าความแข็งของวัสดุคงที่จะได้ค่าความแข็งที่ใกล้เคียงกับความแข็งของวัสดุ ซึ่งความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นนั้นมีได้หลายสาเหตุ โดยปัจจัยจากภายนอกของวัสดุที่เกิดจากการวัดขนาดของรอยกดที่ทดสอบด้วยแรงกดต่างๆจะทำให้รอยกดที่ได้มีขนาดเล็ก ทำให้การรับรู้ของขนาดมีความคลาดเคลื่อนไป [88, 89] หรือปัจจัยจากการยกตัวของขอบรอยกด (pile-up) ที่ทำให้ขนาดที่วัดได้เล็กลงกว่าปกติและการจมลงของขอบรอยกด (sink-in) ที่ทำให้ขนาดที่วัดได้ใหญ่ขึ้นกว่าปกติ [90] เพื่อลดความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นจึงนิยมทำการ

ทดสอบด้วยแรงกดที่สูงกว่า โดยให้ความเชื่อมั่นการทดสอบความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 และ 20 กิโลกรัม (ISO 6507-2)

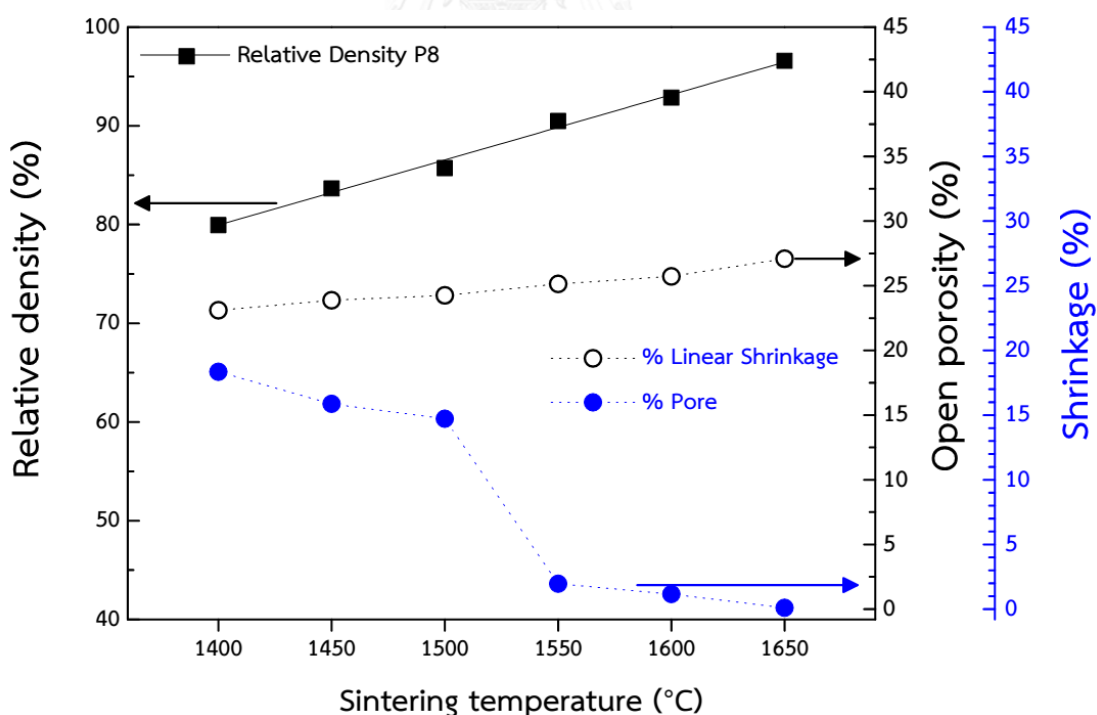
การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P7 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัมแสดงดังรูปที่ 4.46 เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิ การเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P7 จากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1650 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียสนั้นนอกจากจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่สูงที่สุดแล้วยังมีค่าความแข็งที่สูงที่สุดอีกด้วย โดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1265 ± 53 Hv โดยสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ 1.31 ± 0.16 MPa/m^{1/2}



รูปที่ 4.46 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.3.3 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.0 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาตรรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.47 โดยสำหรับชิ้นงาน P8 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 36.8 ± 0.4 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และปริมาณรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 79.9 23.1 และ 18.4 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีปริมาณรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 96.6 27.1 และ 0.1 ตามลำดับ

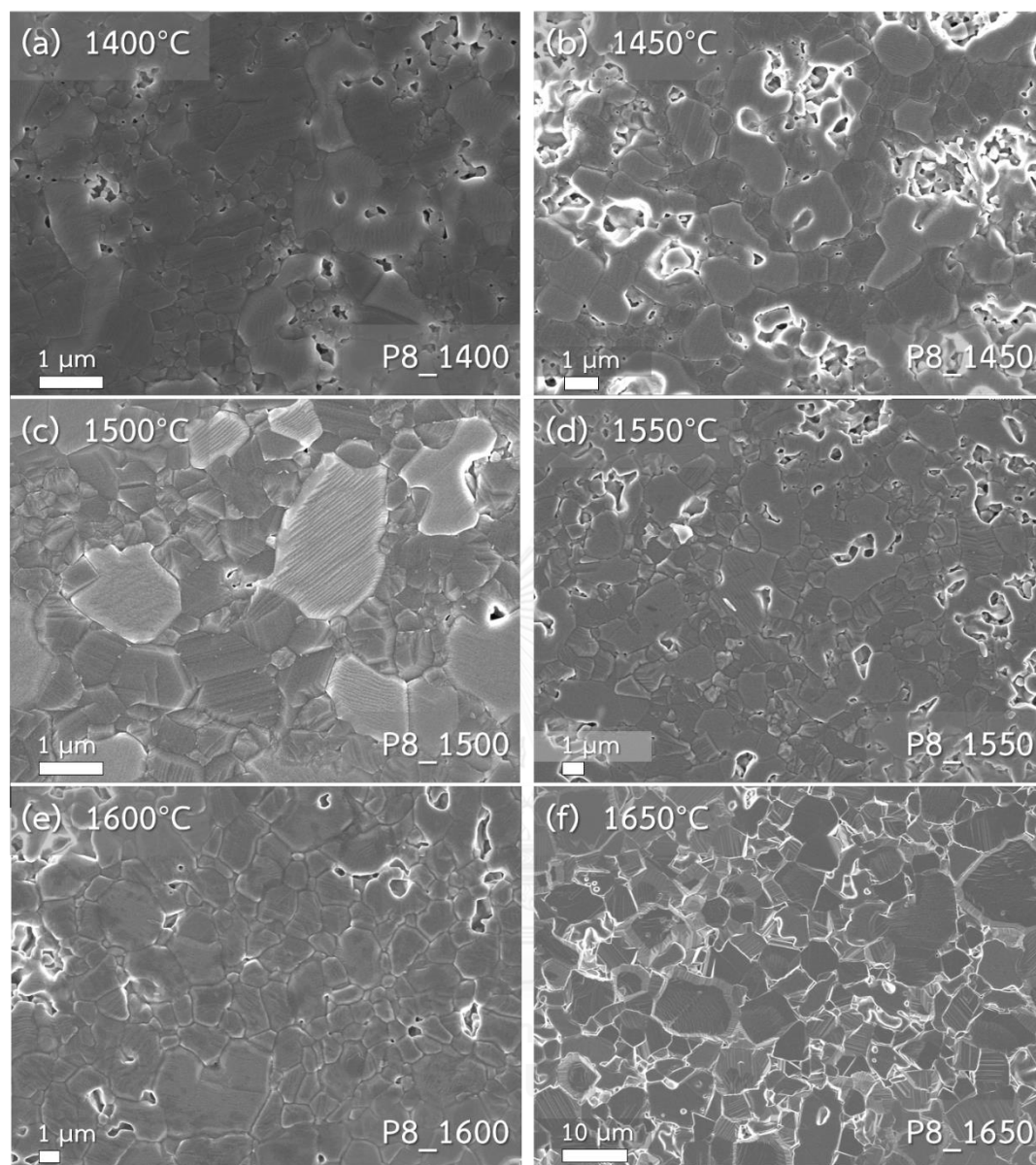


รูปที่ 4.47 ปริมาตรรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P8 มีปริมาณรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก แต่เนื่องจากแนวโน้มของความหนาแน่นสัมพัทธ์ยังแสดงถึงอัตราการเพิ่มของความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานยังคงที่ ทำให้ไม่สามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียสนั้นเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P8 มีความหนาแน่นถึงจุดสูงสุด

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.48 (a-f) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียสนั้นมีปริมาณรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 96.6 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 3 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกเท่ากับ 1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

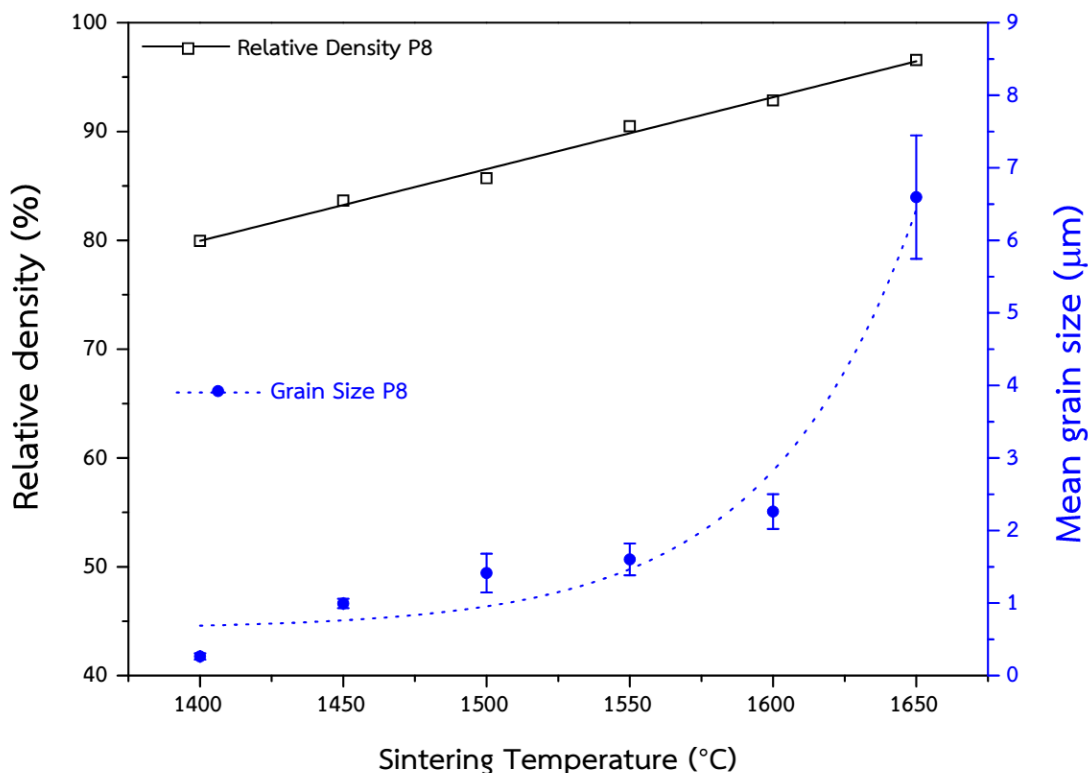
นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P8 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์โดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 33.0 ± 10.1 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P8 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 264 994 1414 1602 2261 และ 6595 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งความจำนวนของขอบเกรนที่ทำการวัดด้วยวิธีการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้นของแต่ละชิ้นงานอยู่ที่ 153 133 134 117 88 283 215 และ 170 ขอบเกรนตามลำดับ การเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรน ของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [87]



รูปที่ 4.48 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P8 ที่
 เภาพนิกอุมทงุมิ (a-f) 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

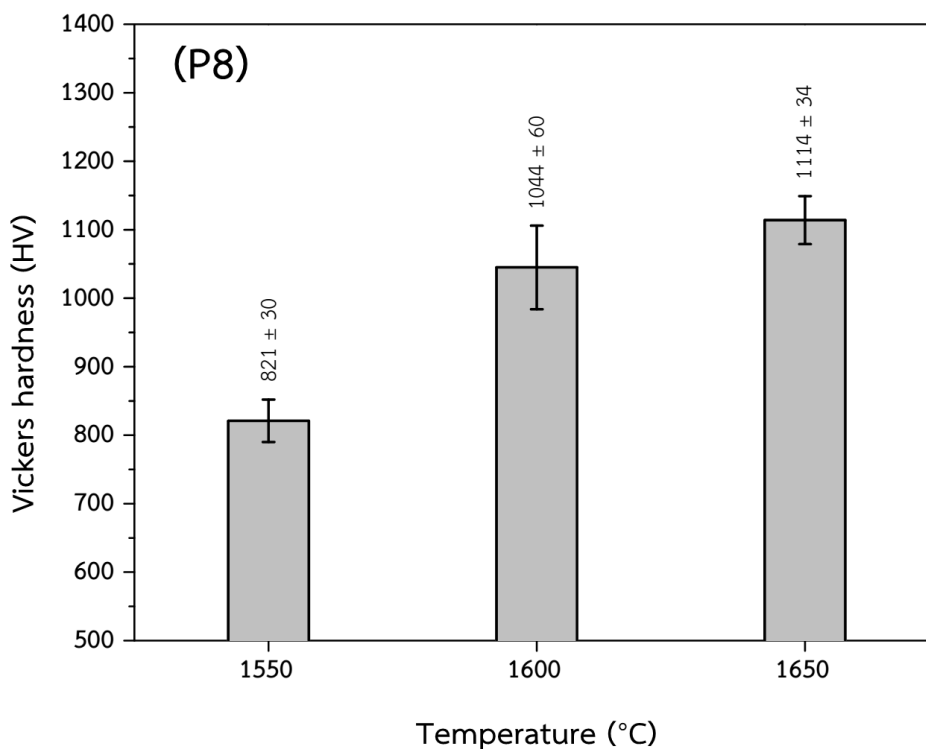
เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P8 ที่เภาพนิกอุมทงุมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานดังรูปที่ 4.49 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดเกรนที่วัดได้เพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุมทงุมิการเภาพนิกที่ 1400-1600 องศาเซลเซียสโดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนั้นมีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล แม้ว่าจะมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุมทงุมิการเภาพนิกจาก 1600 ไป 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเภาพนิก แต่จากการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์นั้นทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P7

นี้มีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่มากกว่า 1650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.49 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

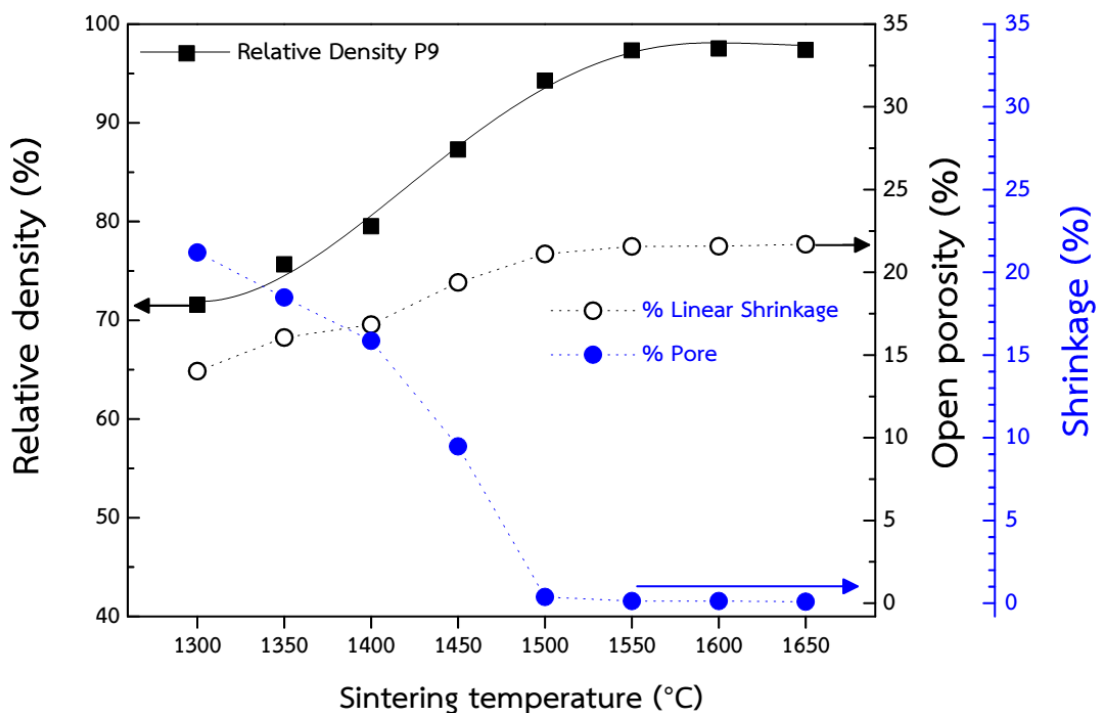
การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P8 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัมแสดงดังรูปที่ 4.50 พบว่าเมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P8 จากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1600 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้ที่การเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P8 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 อยู่ที่ 1114 ± 35 Hv โดยสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ 1.63 ± 0.14 MPa/m^{1/2}



รูปที่ 4.50 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P8 ที่เผาพูนีกอุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.3.4 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0

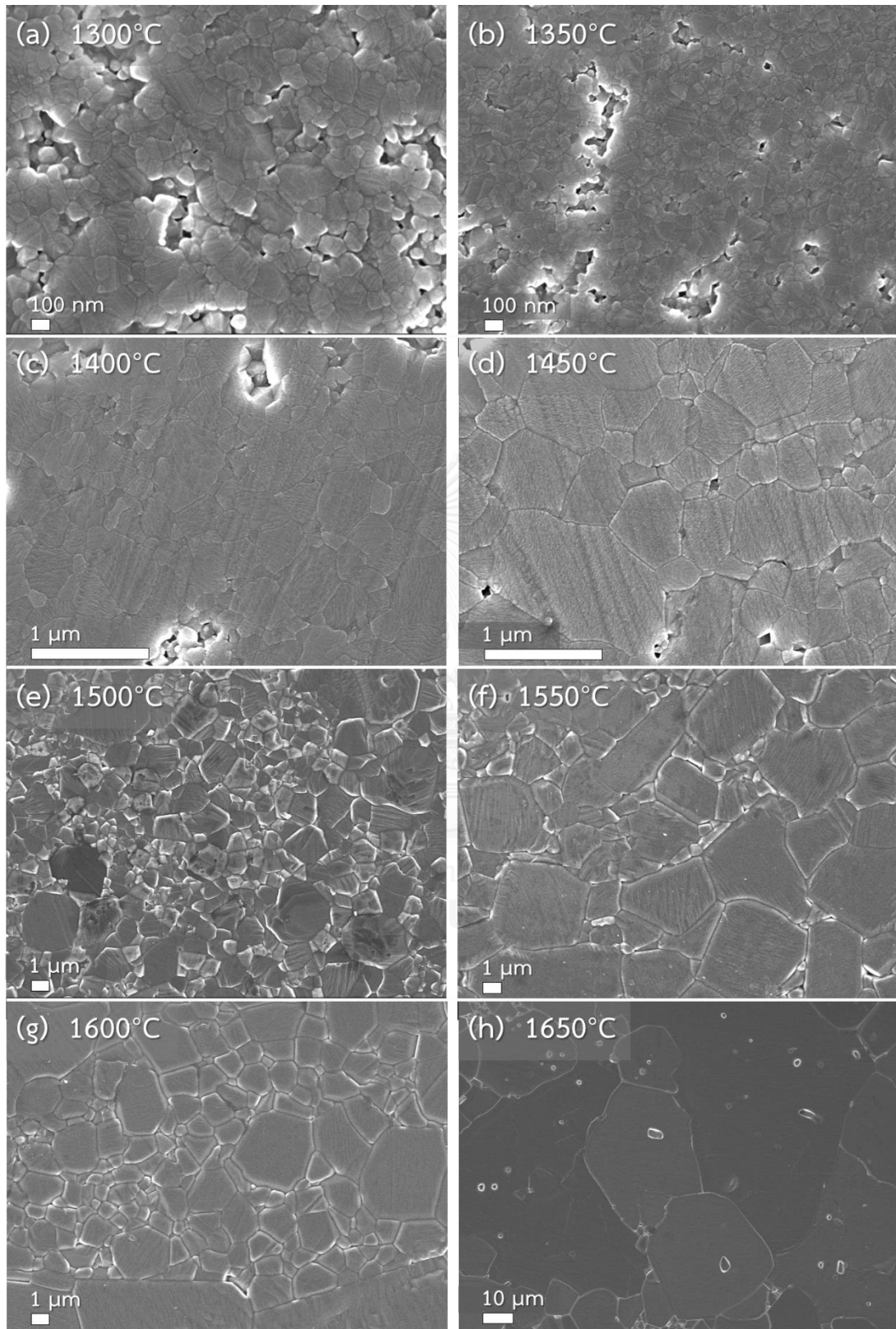
ทดสอบความสามารถในการเผาพูนีกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปีเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 9.0 โดยทำการเผาพูนีกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาตรรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.51 โดยสำหรับชิ้นงาน P9 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาพูนีกอยู่ที่ร้อยละ 42.5 ± 0.2 เมื่อทำการเผาพูนีกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และปริมาตรรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ ร้อยละ 71.6 14.0 และ 21.2 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาพูนีกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาตรรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาพูนีกที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีปริมาตรรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 97.5 21.6 และ 0.08 ตามลำดับ



รูปที่ 4.51 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P9 มีปริมาณรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1600-1650 องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและปริมาณรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงาน P9 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

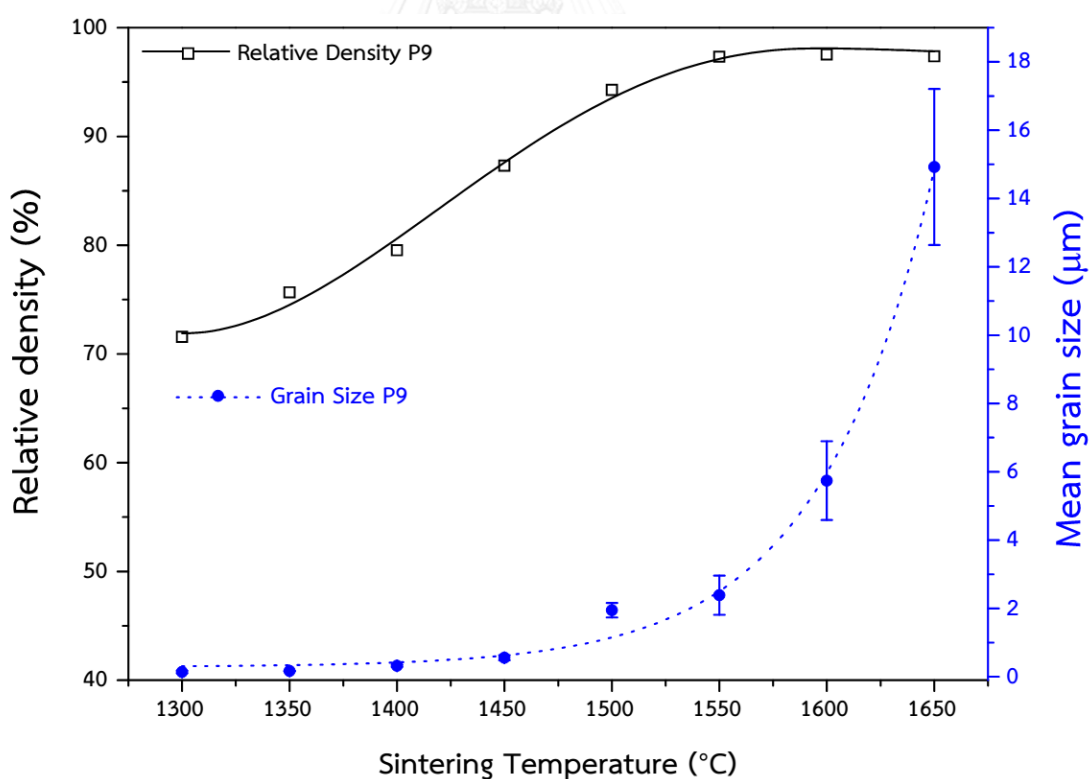
ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.52 (a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีปริมาณรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 97.3 97.5 และ 97.4 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 3 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1550-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน



รูปที่ 4.52 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P9 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่วัดโดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 40.5 ± 13.5 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P9 มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 140 167 320 555 1948 2388 5740 และ 14920 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งความจํานวนของขอบเกรนที่ทำการวัดด้วยวิธีการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้นของแต่ละชิ้นงานอยู่ที่ 270 116 184 181 357 194 432 และ 337 ขอบเกรนตามลำดับ การเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [87]

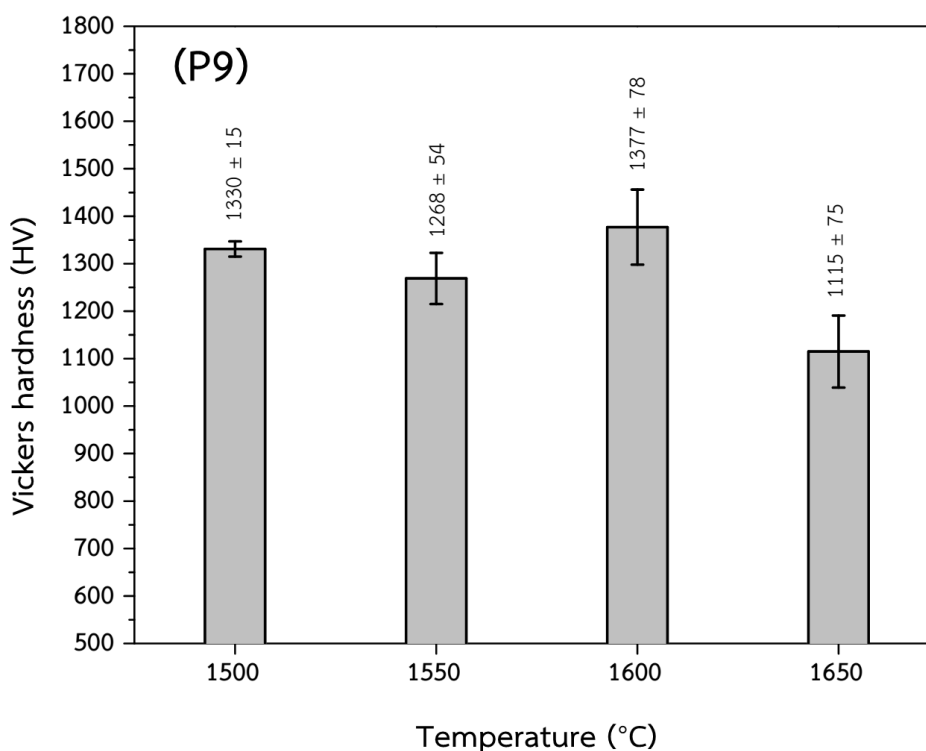
เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกอุณหภูมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานดังรูปที่ 4.53 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1550 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผนึกชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.53 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้ มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1550 ไป 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P9 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P9 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัมแสดงดังรูปที่ 4.54



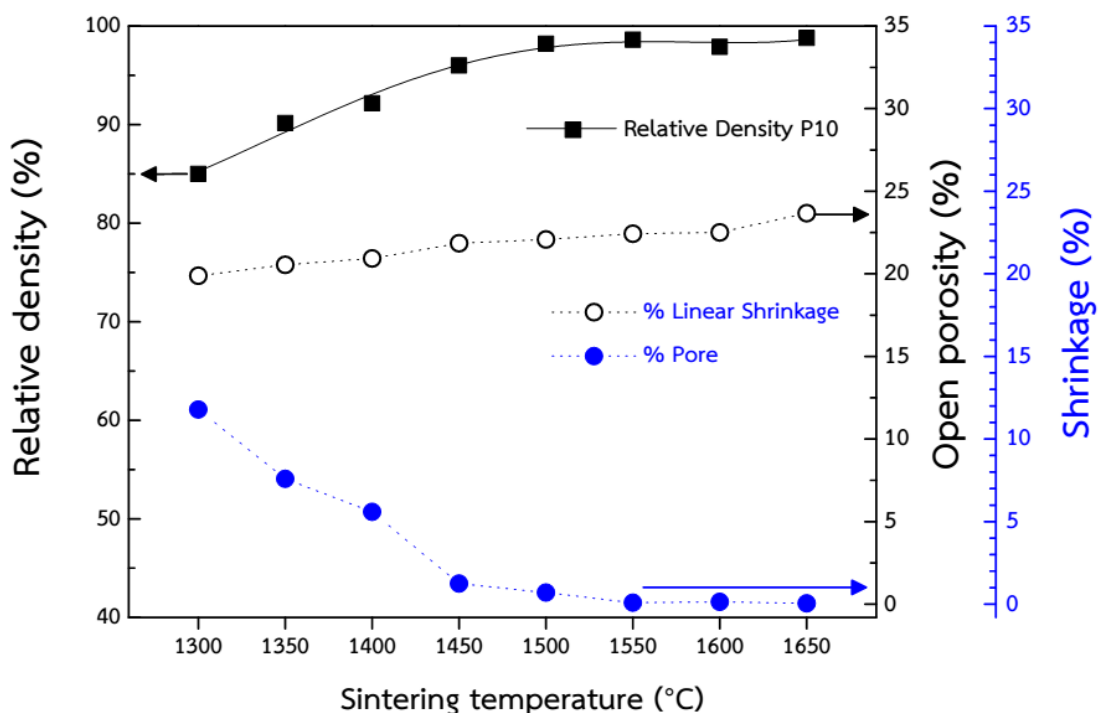
รูปที่ 4.54 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P9 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P9 จากอุณหภูมิ 1500 ไปยัง 1600 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผนึกที่ 1600 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P9 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1377 ± 79 Hv โดยสามารถนํารอยแตกจากการกด

ทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ $1.45 \pm 0.12 \text{ MPa/m}^{1/2}$ โดยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P9 จากอุณหภูมิ 1600 ไปยัง 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [91, 92]

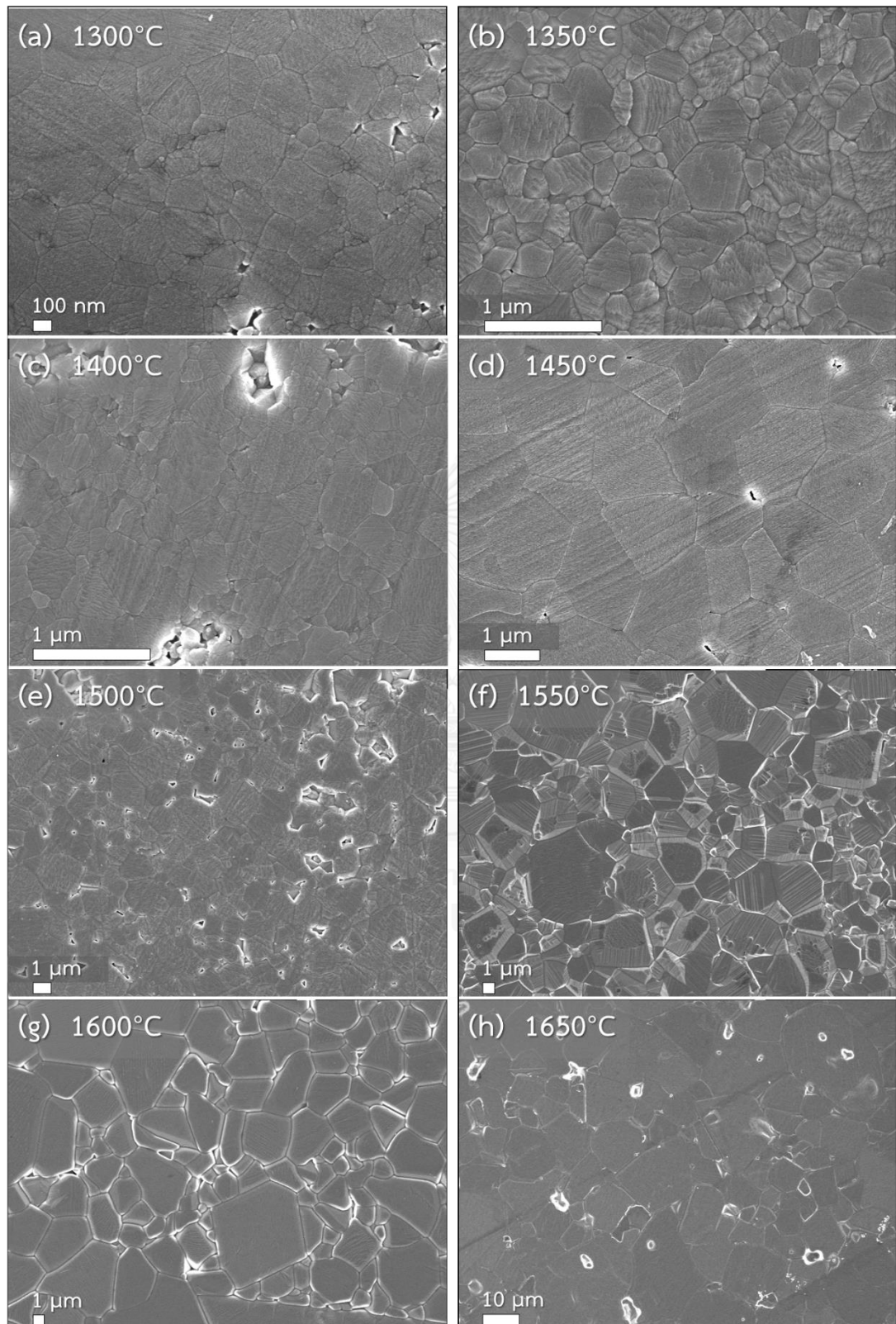
4.3.5 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาตรรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.55 สำหรับชิ้นงาน P10 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 43.0 ± 0.5 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และปริมาตรรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ ร้อยละ 85.0 14.0 และ 19.9 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาตรรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีปริมาตรรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 97.3 22.4 และ 0.09 ตามลำดับ โดยจากปริมาตรรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P10 มีปริมาตรรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ ช่วงตั้งแต่ 1550-1650 องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและปริมาตรรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงาน P10 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.55 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

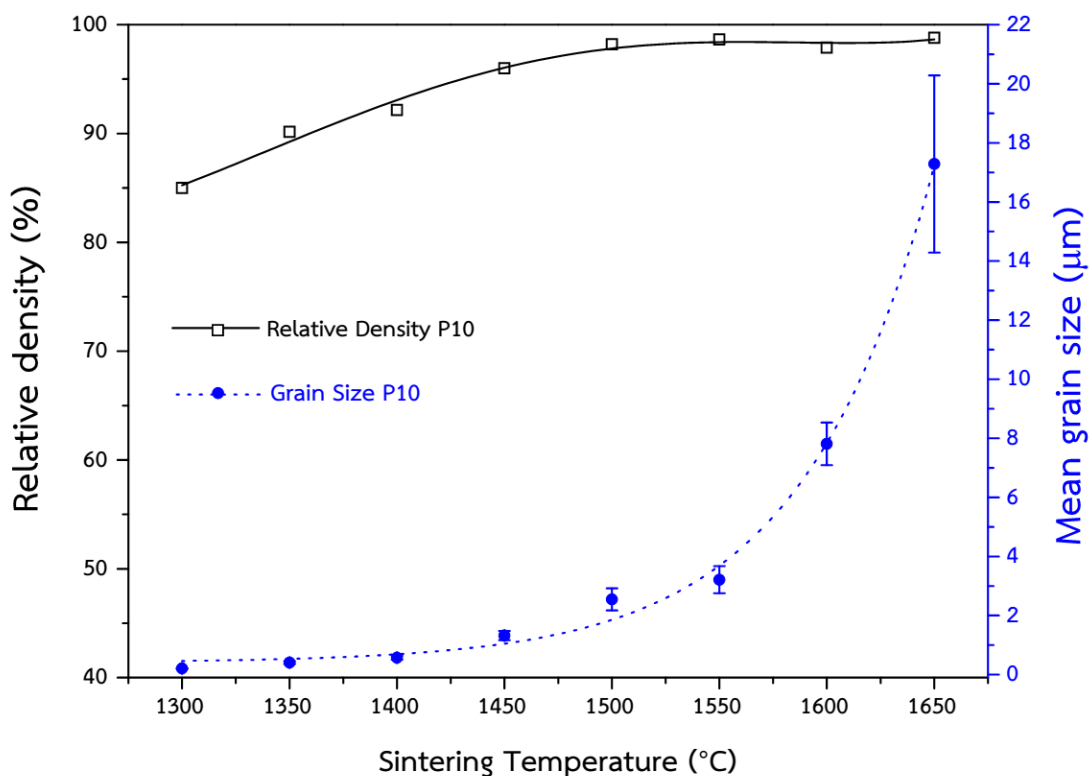
ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.56 (a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้ นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดใน ชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีปริมาณรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 98.6 97.9 และ 98.8 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิด ในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1550-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน



รูปที่ 4.56 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

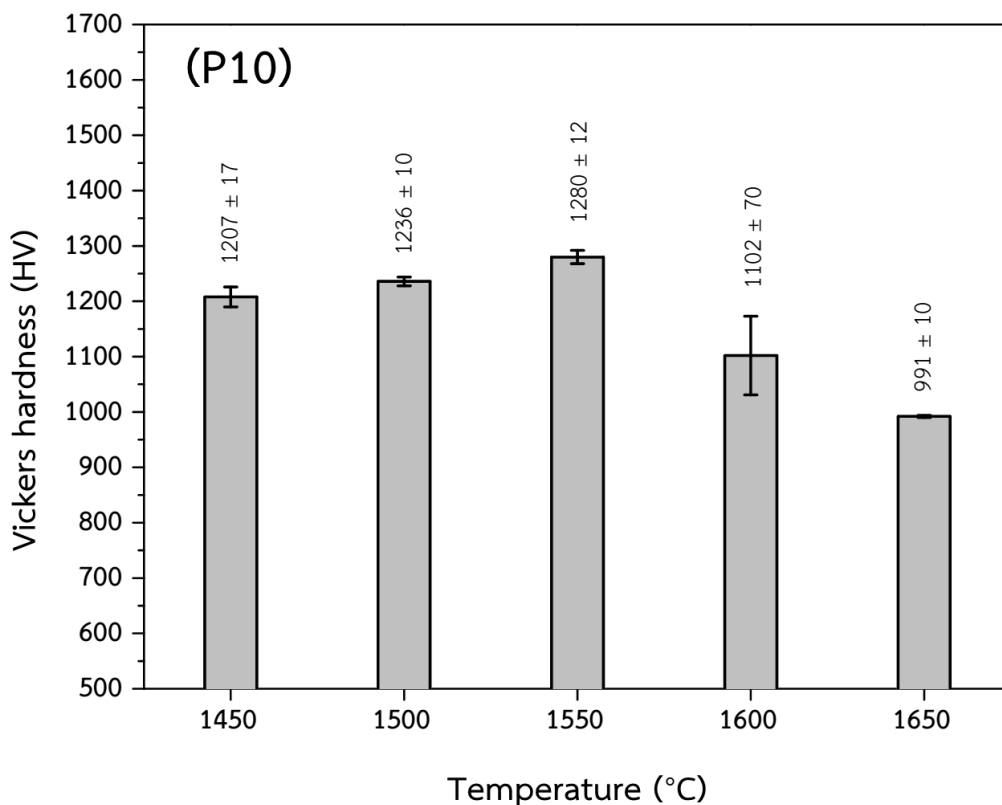
นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผลาญนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P10 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผลาญสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตระไฮไดรด์โดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 31.4 ± 14.1 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P10 มาทำการเผาผลาญพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผลาญที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 210 407 572 1323 2551 3213 7812 และ 17284 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งความจำนวนของขอบเกรนที่ทำการวัดด้วยวิธีการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้นของแต่ละชิ้นงานอยู่ที่ 670 136 92 207 198 218 374 และ 211 ขอบเกรนตามลำดับ การเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลาญจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน P10 ที่เผาผลาญที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [87]

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P10 ที่เผาผลาญอุณหภูมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานดังรูปที่ 4.57 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผลาญที่ 1300-1500 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผลาญชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญ โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนั้นมีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญจาก 1550 ไป 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผลาญ โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P9 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลาญที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.57 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P10 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัมแสดงดังรูปที่ 4.58 เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิ การเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P10 จากอุณหภูมิ 1450 ไปยัง 1550 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผนึกที่ 1550 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P10 มีความหนาแน่นสูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1280 ± 12 Hv ซึ่งสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ 1.68 ± 0.20 MPa/m^{1/2}



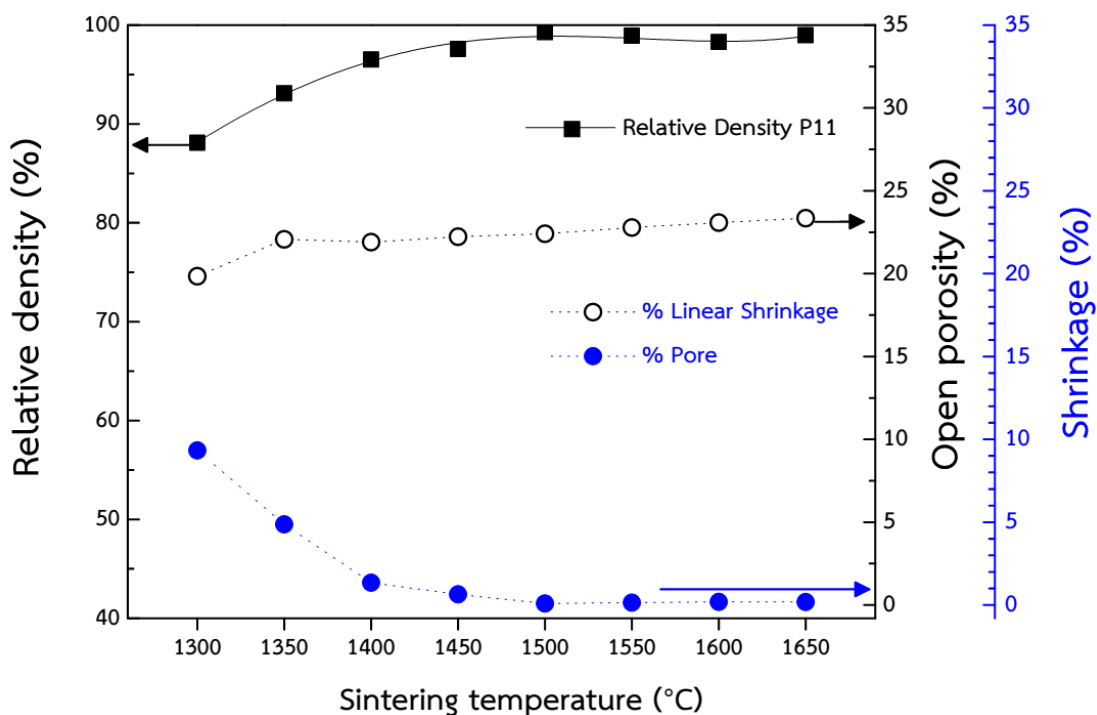
รูปที่ 4.58 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P10 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

สำหรับการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P10 จากอุณหภูมิ 1550 ไปยัง 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [91, 92]

4.3.6 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเนตสปิเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาตรรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.59 สำหรับชิ้นงาน P11 นั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 43.1 ± 0.9 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมี

ความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และปริมาณรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับ ร้อยละ 88.1 19.9 และ 9.3 ตามลำดับ



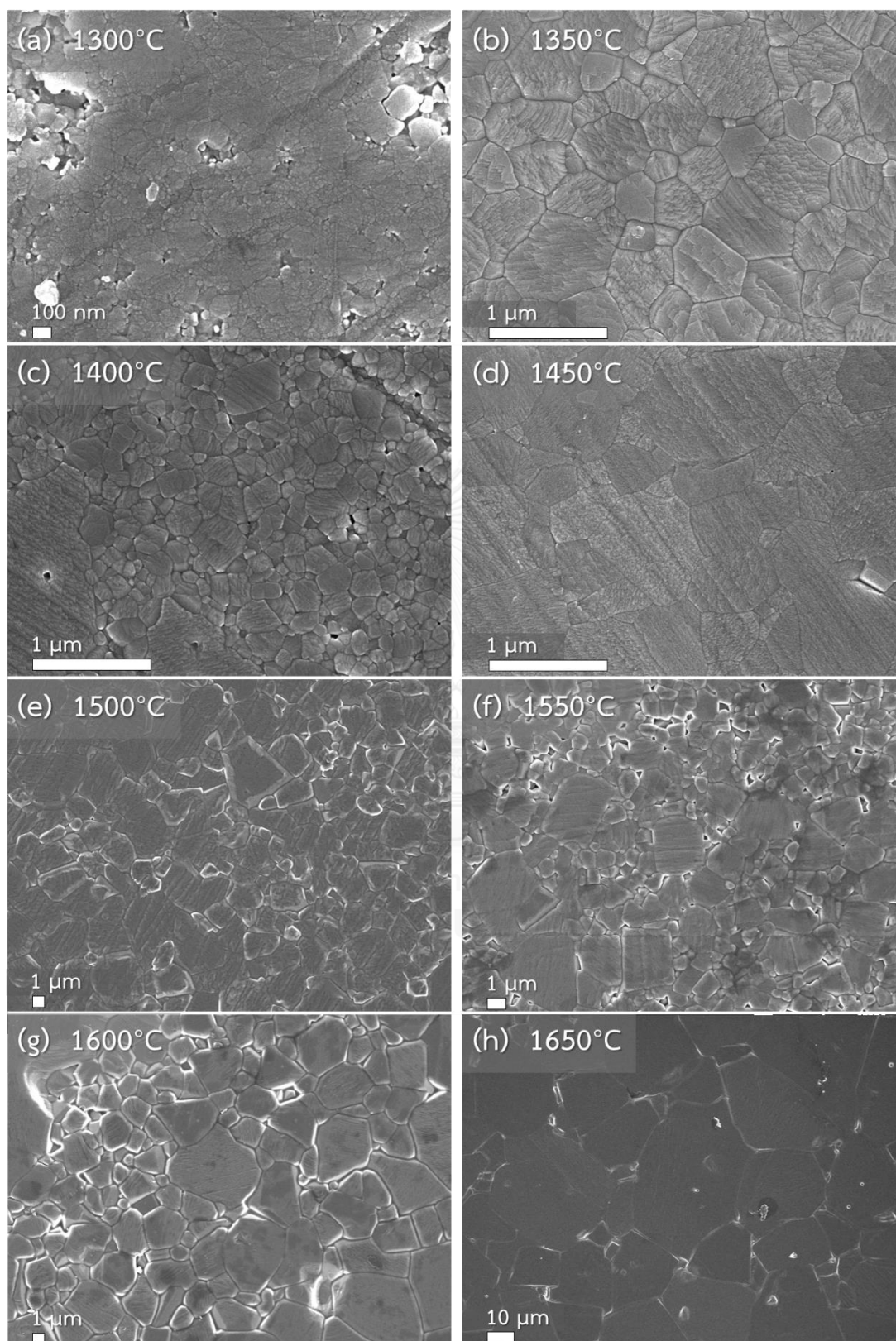
รูปที่ 4.59 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีปริมาณรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 99.3 22.4 และ 0.09 ตามลำดับ โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิก P11 มีปริมาณรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1500-1650 องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและปริมาณรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงาน P11 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.60 (a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้

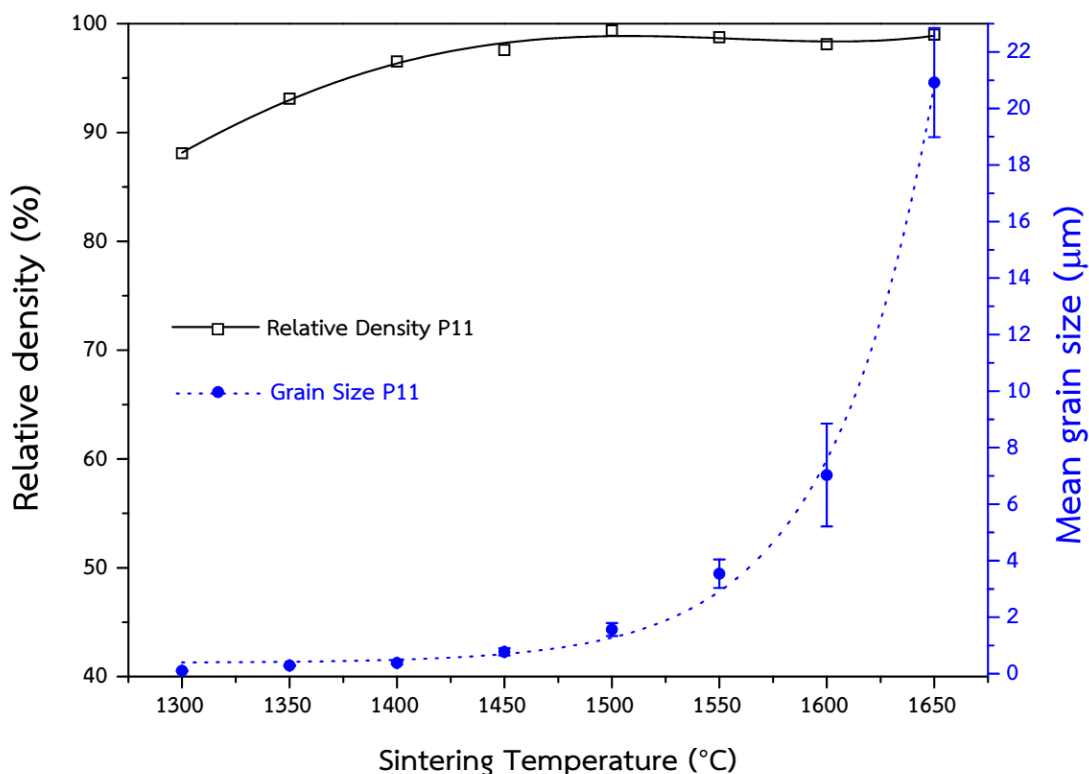
นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผลาญจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงาน P11 ที่เผาผลาญที่อุณหภูมิ 1500 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีปริมาณรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 99 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผลาญในช่วง 1500-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผลาญนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงาน P11 อีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผลาญสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์โดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 34.6 ± 13.4 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงาน P11 มาทำการเผาผลาญพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผลาญที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 104 291 381 775 1567 3540 7031 และ 20918 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งความจำนวนของขอบเกรนที่ทำการวัดด้วยวิธีการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้นของแต่ละชิ้นงานอยู่ที่ 471 111 215 171 324 140 547 และ 227 ขอบเกรนตามลำดับ การเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลาญจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงาน P11 ที่เผาผลาญที่อุณหภูมิ 1600-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [87]



รูปที่ 4.60 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกอุณหภูมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานดังรูปที่ 4.61 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1500 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผนึกชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียส ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก

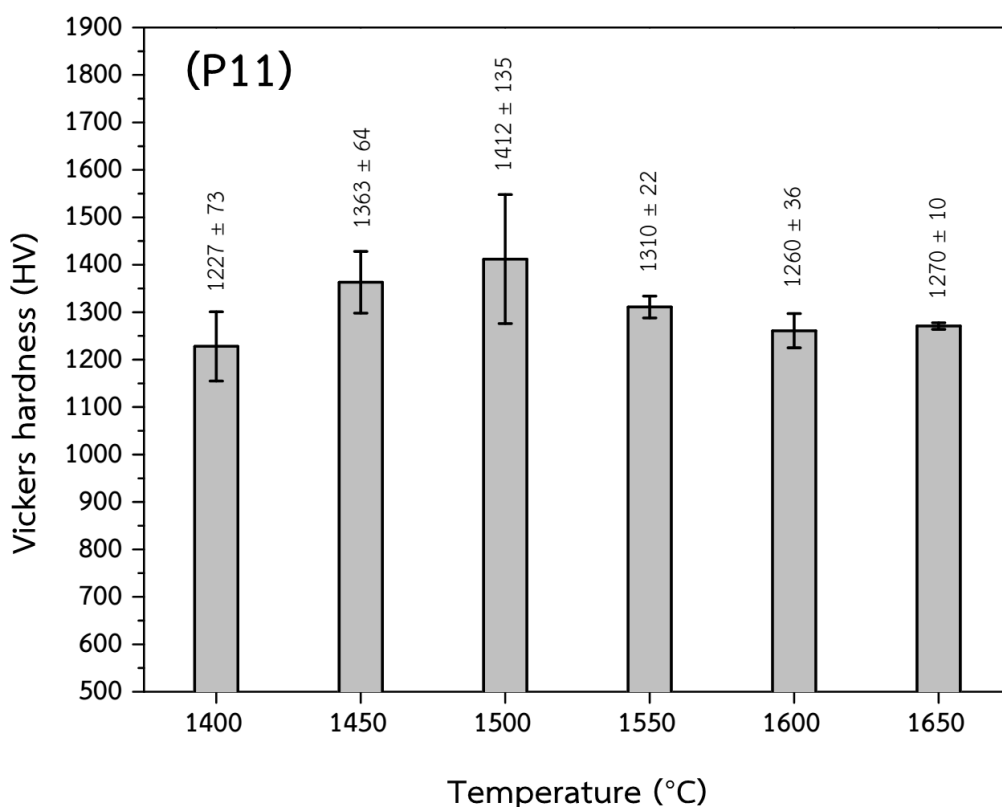


รูปที่ 4.61 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนั้นมีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1500 ไป 1550 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงาน P11 นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงาน P11 ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัมแสดงดังรูปที่ 4.62 เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิ

การเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P11 จากอุณหภูมิ 1400 ไปยัง 1500 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง นอกจากนี้การเผาผนึกที่ 1500 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงาน P11 มีความหนาแน่นสูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1412 ± 136 Hv ซึ่งสามารถนำรอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ 1.13 ± 0.04 MPa/m^{1/2} โดยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P11 จากอุณหภูมิ 1500 ไปยัง 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [91, 92]

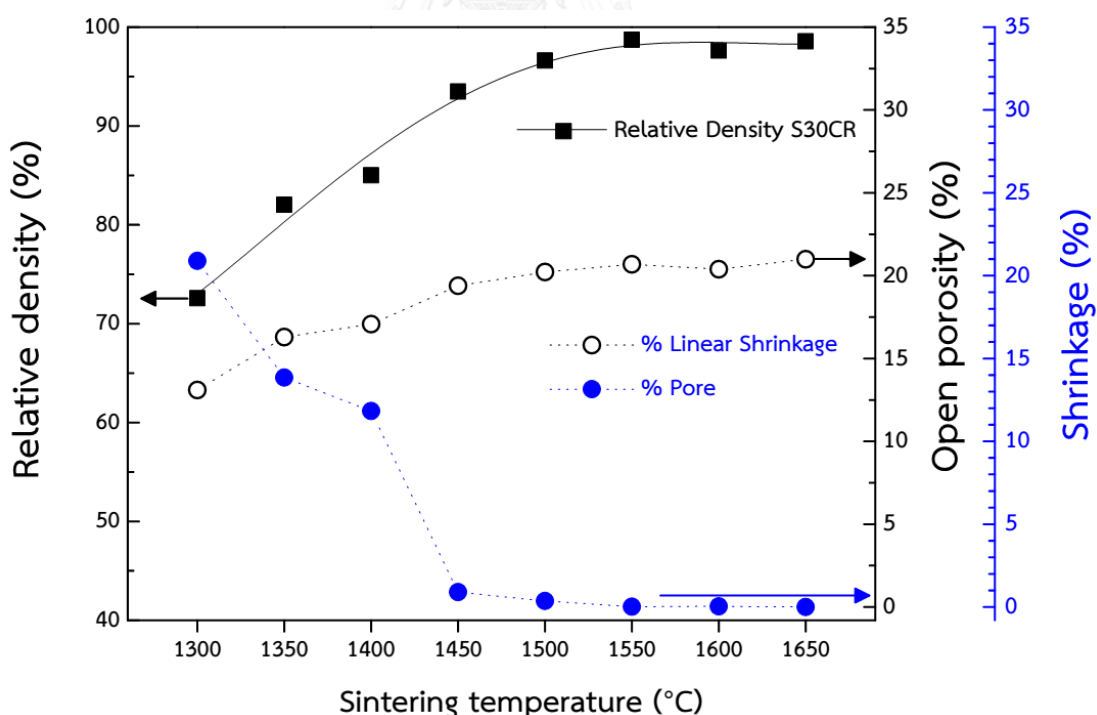


รูปที่ 4.62 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงาน P11 ที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650

องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.3.7 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทางการค้า

ทดสอบความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้า โดยทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทดสอบความหนาแน่นสัมพัทธ์ ปริมาณรูพรุนเปิดและร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.63 สำหรับชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้านั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ก่อนเผาผนึกอยู่ที่ร้อยละ 46.0 ± 0.5 เมื่อทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสนั้น ชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละของการหดตัวเพิ่มขึ้น และปริมาณรูพรุนเปิดลดลงโดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 72.6 13.1 และ 20.9 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกความหนาแน่นสัมพัทธ์และร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งการหดตัวของชิ้นงานส่งผลให้ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานลดลง โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียสนั้นจะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้น และมีปริมาณรูพรุนเปิดลดลง โดยมีค่าเท่ากับร้อยละ 98.7 20.7 และ 0.02 ตามลำดับ

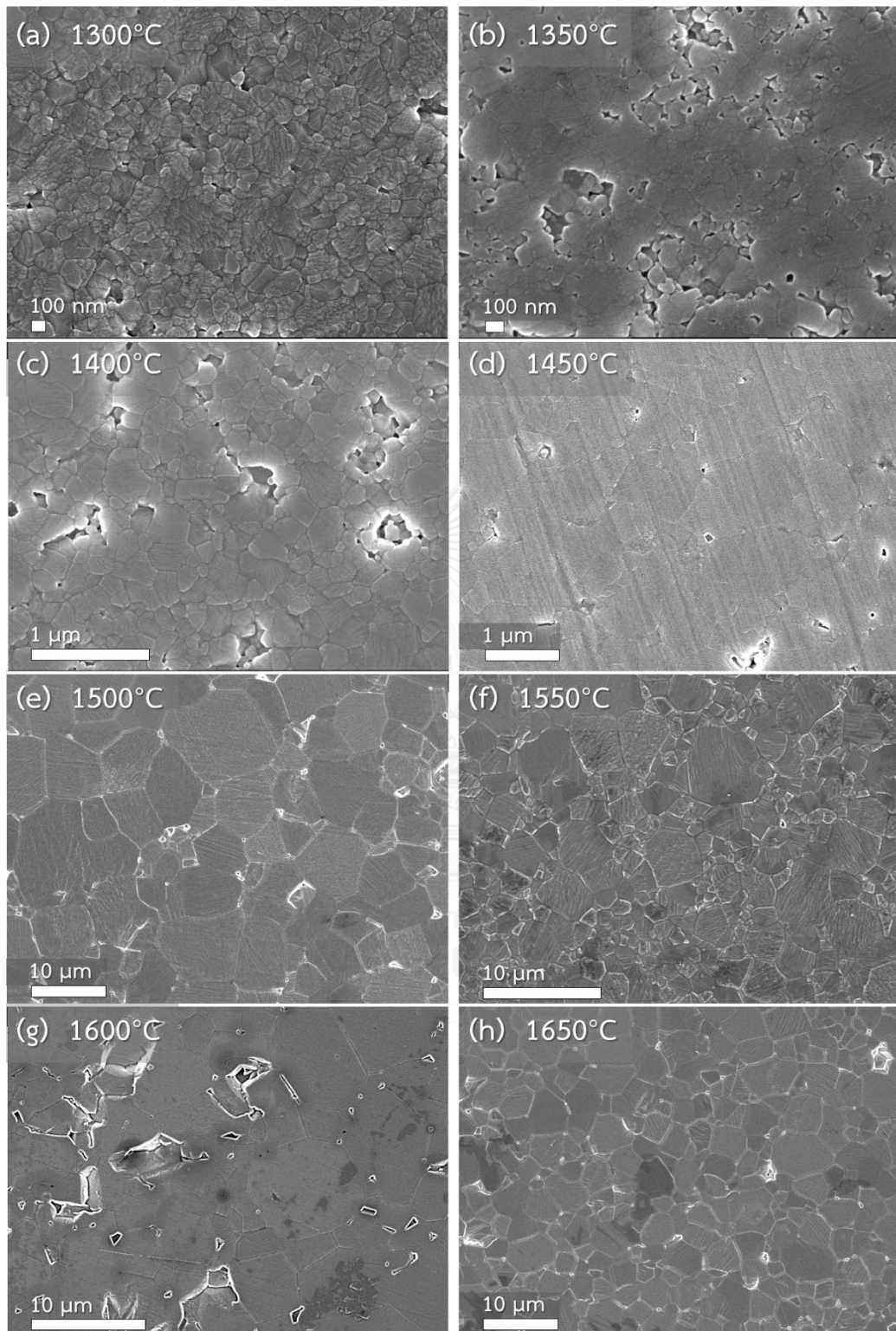


รูปที่ 4.63 ปริมาณรูพรุนเปิด ร้อยละของการหดตัวและความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดที่วัดได้นั้นพบว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้ามีปริมาณรูพรุนเปิดเข้าใกล้ศูนย์ แสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิก สำหรับชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิช่วงตั้งแต่ 1550-1650 องศาเซลเซียสพบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ร้อยละของการหดตัวของชิ้นงานและปริมาณรูพรุนเปิดที่ได้คงที่ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า นั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส

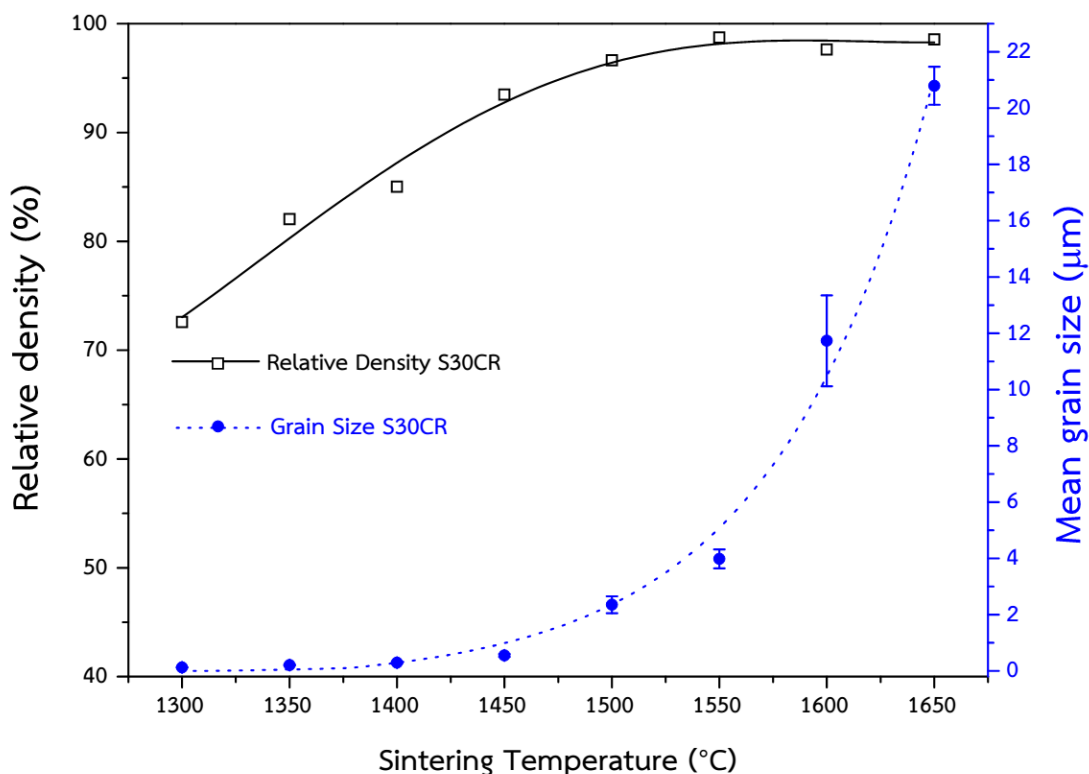
ภาพถ่าย FE-SEM แสดงถึงโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.64 (a-h) พบว่าลักษณะของเกรนที่ได้นั้นมีรูปร่างที่เท่ากันทุกทิศทาง การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจะทำให้สัดส่วนปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานค่อนข้างลดลง โดยจากปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นมีปริมาณรูพรุนเปิดประมาณร้อยละ 0 แต่จากความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ได้อยู่ที่ร้อยละ 98.7 97.6 และ 98.6 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปริมาณของรูพรุนปิดในชิ้นงานที่มีประมาณร้อยละ 1 โดยปริมาตร ทำให้ภาพถ่าย FE-SEM ที่อุณหภูมิการเผาผนึกในช่วง 1500-1650 องศาเซลเซียสพบรูพรุนซึ่งเป็นรูพรุนปิดของชิ้นงาน

นอกจากนี้การเพิ่มของอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นยังส่งผลต่อขนาดเกรนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าอีกด้วย โดยขนาดของเกรนก่อนเผาผนึกสามารถหาได้จากขนาดของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่วัดโดยกล้อง TEM ซึ่งมีขนาดอยู่ที่ 34.6 ± 13.4 นาโนเมตร เมื่อนำชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า มาทำการเผาผนึกพบว่าขนาดเกรนเฉลี่ยที่วัดได้จากชิ้นงานที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 104 291 381 775 1567 3540 7031 และ 20918 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งความจำนวนของขอบเกรนที่ทำการวัดด้วยวิธีการวัดขนาดโดยจุดตัดบนแนวเส้นของแต่ละชิ้นงานอยู่ที่ 277 207 213 217 484 349 289 และ 283 ขอบเกรนตามลำดับ การเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลต่ออัตราการโตของเกรนที่มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบรูพรุนที่ถูกขังในเนื้อเกรนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากอัตราการโตของเกรนที่เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิจนมีปริมาณที่มากกว่าอัตราการเคลื่อนที่ของรูพรุนในชิ้นงาน [87]



รูปที่ 4.64 ภาพถ่าย FE-SEM ของโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ (a-h) 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

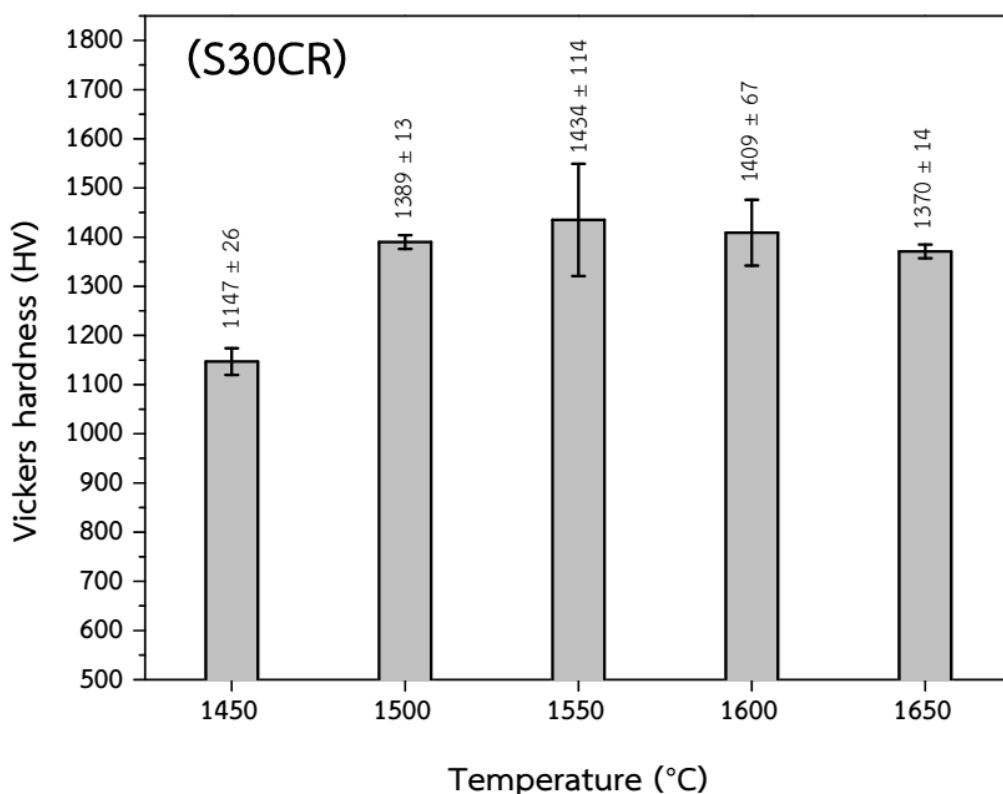
เมื่อนำขนาดเกรนของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึก อุณหภูมิต่างๆเทียบกับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานดังรูปที่ 4.65 พบว่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานและขนาดของเกรนเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ในช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1500 องศาเซลเซียส และความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานจะคงที่เมื่อเผาผนึกชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.65 ความหนาแน่นสัมพัทธ์และขนาดเกรนที่วัดได้ของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ซึ่งขนาดเกรนที่วัดได้นั้นเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก โดยการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนนี้นี้มีความสัมพันธ์ได้ในรูปของฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล โดยมีการเพิ่มขึ้นของขนาดเกรนอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกจาก 1550 ไป 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึก โดยจากความหนาแน่นสัมพัทธ์ในช่วงที่เริ่มคงที่และการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกรนที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วทำให้ทราบได้ว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้านั้นมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส

การทดสอบค่าความแข็งและความเหนียวของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสด้วยแรงกดขนาด 10 กิโลกรัมแสดงดังรูปที่ 4.66 เมื่อเปรียบเทียบตามอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าจากอุณหภูมิ 1450 ไปยัง 1550 องศาเซลเซียสพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกนั้นส่งผลให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเพิ่มขึ้นและปริมาณรูพรุนเปิดลดลง



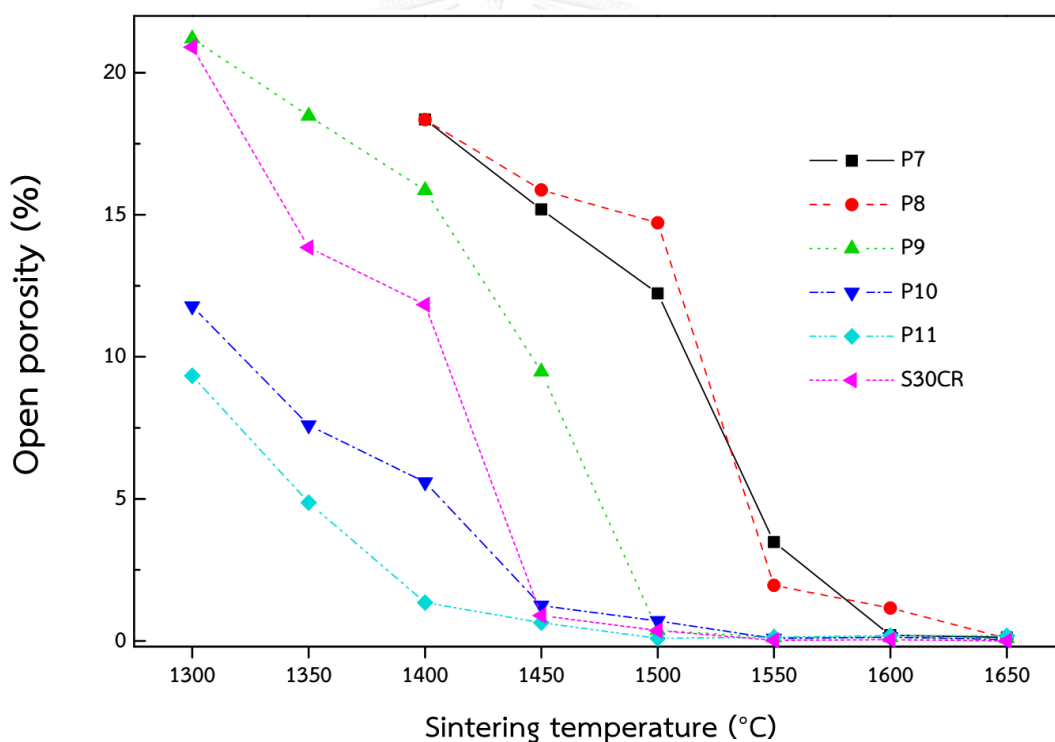
รูปที่ 4.66 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าที่เผาผนึกอุณหภูมิ 1400-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

นอกจากที่การเผาผนึกที่ 1550 องศาเซลเซียสจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้ชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า มีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุดแล้วนั้น ยังมีค่าความแข็งที่ทดสอบได้สูงสุดอีกด้วยโดยมีค่าความแข็งของชิ้นงานที่แรงกด 10 กิโลกรัมอยู่ที่ 1435 ± 114 Hv โดยสามารถนํารอยแตกจากการกดทดสอบมาคำนวณหาความเหนียวของวัสดุ ซึ่งขนาดของรอยแตกที่วัดได้นั้นต้องมีขนาดที่มากกว่าขนาดของรอยกดหรือ c/d ต้องมีค่ามากกว่า 2.5 จึงจะสามารถใช้การคำนวณด้วยสมการที่ (3.11) ซึ่งค่าที่คำนวณได้เท่ากับ 1.12 ± 0.11 MPa/m^{1/2} โดยการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงานเตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าจากอุณหภูมิ 1550 ไป

ยัง 1600 และ 1650 องศาเซลเซียสนั้นพบว่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกส่งผลให้เกิดการโตของเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดเกรนในชิ้นงานเซรามิกที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้ค่าความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [91, 92]

4.3.8 ผลเปรียบเทียบปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า

ผลเปรียบเทียบปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้าหลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงดังรูปที่ 4.67



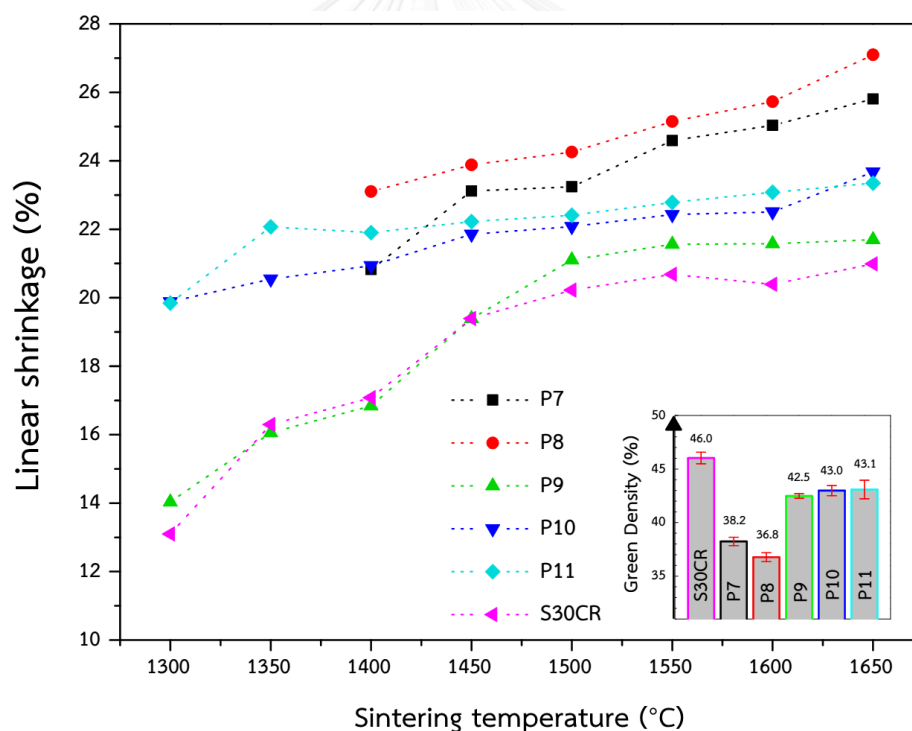
รูปที่ 4.67 ปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์ทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากทฤษฎีการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกพบว่าปริมาณรูพรุนเปิดของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมออกไซด์เซรามิกนั้นสัมพันธ์กับความสามารถในการเผาผนึก โดยชิ้นงานที่เผาผนึกที่เข้าสู่ช่วง

สุดท้ายนั้นจะมีรูพรุนเปิดในชิ้นงานประมาณร้อยละ 0 ซึ่งจากปริมาณของรูพรุนเปิดที่ค่าได้นั้นพบว่า ชิ้นงาน P7 P8 P9 P10 P11 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า นั้นจะเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาพูนที่อุณหภูมิ 1600 1650 1550 1550 1500 และ 1550 ตามลำดับ

4.3.9 ผลเปรียบเทียบร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า

จากผลเปรียบเทียบร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า หลังผ่านการเผาพูนที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมงดังรูปที่ 4.68 พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาพูน



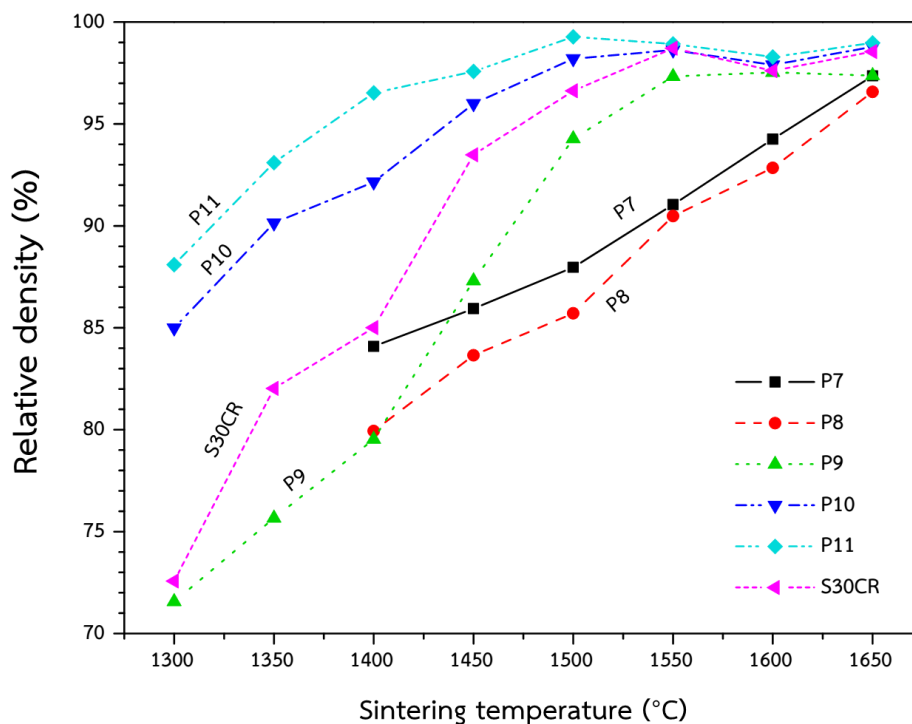
รูปที่ 4.68 ร้อยละการหดตัวของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาพูนที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

โดยจากร้อยละการหดตัวของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกทั้งหมดที่นำมาเผา
 ผนึกพบว่าชิ้นงาน P8 นั้นมีการหดตัวมากที่สุด ซึ่งเป็นผลมาจากความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผา
 ผนึก โดยชิ้นงาน P8 มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ต่ำที่สุด จึงสามารถเกิดการหดตัวได้มากที่สุด ส่วน
 ชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้านั้นมีความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผา
 ผนึกสูงที่สุดจึงมีการหดตัวจากการเผาผนึกน้อยที่สุด

4.3.10 ผลเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิก ที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า

ผลเปรียบเทียบความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่เตรียม
 จากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียม
 อะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา
 4 ชั่วโมง โดยได้แสดงการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์หลังผ่านการเผาผนึกเป็นเวลา 4
 ชั่วโมงดังรูปที่ 4.69 เมื่อทำการเผาผนึกของชิ้นงานเซรามิกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียส
 พบว่าชิ้นงานที่ได้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึก เมื่อพิจารณาจะ
 แนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นสัมพัทธ์จะพบว่าช่วงอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1300-1650
 องศาเซลเซียสนั้นไม่สามารถสรุปได้ว่าชิ้นงาน P7 และ P8 ที่ได้หลังเผาผนึกนั้นมีความหนาแน่นถึง
 จุดสูงสุด เนื่องจากอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นสัมพัทธ์ยังคงที่ ซึ่งจากแนวโน้มดังกล่าวนี้
 ความหนาแน่นสัมพัทธ์อาจเพิ่มขึ้นได้อีกเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก แต่จากแนวโน้มการ
 เปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นต่ออุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P9 P10 P11 และชิ้นงานที่
 เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าพบว่าชิ้นงานดังกล่าวจะเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการ
 เผาผนึกและมีความหนาแน่นสูงสุดของชิ้นงานที่อุณหภูมิการเผาผนึกเท่ากับ 1600 1550 1500 และ
 1550 องศาเซลเซียสตามลำดับ ซึ่งมีค่าปริมาณรูพรุนเปิดในชิ้นงานเข้าใกล้ 0 อีกด้วย

ในการทดสอบสมบัติความสามารถในการเผาผนึกของเซรามิกนั้น โดยทั่วไปสามารถ
 เปรียบเทียบได้กับความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่เปลี่ยนไปหลังการเผาผนึก เพื่อให้ง่ายต่อการ
 เปรียบเทียบจึงเลือกความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เผาผนึกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500
 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่สามารถเห็นความแตกต่างของความหนาแน่นสัมพัทธ์ของแต่ละ
 ชิ้นงานและสามารถเรียงลำดับชิ้นงานจากความหนาแน่นสัมพัทธ์มากไปน้อยได้เป็น P11 P10
 ชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า P9 P7 และ P8 ตามลำดับ นั้น
 หมายความว่าผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และ
 10.8 มีความสามารถในการเผาผนึกที่ดีกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า

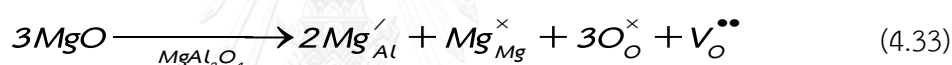
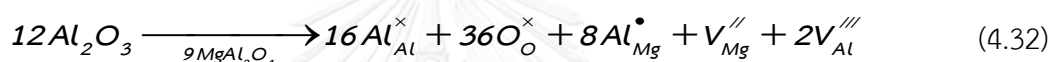


รูปที่ 4.69 ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาตสปิเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาในอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ซึ่งความสามารถในการเผาในของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาตสปิเนลนั้นเป็นผลมาจากความหนาแน่นของชิ้นงานก่อนเผาใน อีกทั้งผลของความต่างขององค์ประกอบทางเคมีในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาตสปิเนลอีกด้วย โดยเมื่อพิจารณาชิ้นงาน P7 และ P8 ก่อนเผานี้จะมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานเฉลี่ยที่ร้อยละ 38.2 ± 0.4 และ 36.8 ± 0.4 ตามลำดับ ซึ่งต่ำกว่าชิ้นงาน P9 P10 และ P11 ที่มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผานี้เฉลี่ยร้อยละ 42.5 ± 0.2 43.0 ± 0.5 และ 43.1 ± 0.9 ตามลำดับ โดยความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานที่ต่ำแสดงถึงปริมาณรูพรุนหรือช่องว่างในชิ้นงานที่สูงกว่า ซึ่งรูพรุนหรือช่องว่างในชิ้นงานเซรามิกนั้นจะขัดขวางการเกิดกลไกการเผาในในชิ้นงานเซรามิก ทำให้ชิ้นงาน P7 และ P8 มีความสามารถในการเผาในที่ต่ำกว่า และไม่สามารถเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาในได้

เมื่อพิจารณาที่ชิ้นงาน P10 และ P11 นั้น มีความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานก่อนเผานี้ที่ใกล้เคียงกัน แต่มีการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่แตกต่างกันซึ่งเป็นผลมาจากความสามารถในการเผาในที่แตกต่างกันของชิ้นงาน เมื่อพิจารณาอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมพบว่าการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมจะส่งผลต่อปริมาณความบกพร่อง

(defect) ที่เกิดขึ้น โดยเมื่อพิจารณาการเกิดความบกพร่องแบบต่างๆที่สามารถเกิดขึ้นได้ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลนั้นพบว่า ค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่มากกว่า 1 แสดงถึงอะลูมินาส่วนเกินที่แทรกในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนล ซึ่งส่งผลให้เกิดการแทรกตัว (interstitial) ของอะลูมิเนียมในตำแหน่งของแมกนีเซียม (Al_{Mg}^{\bullet}) โดยหลังการดุลประจุในโครงสร้างจะพบว่าเกิดช่องว่าง (vacancy) ของแมกนีเซียม (V_{Mg}'') และช่องว่างของอะลูมิเนียม (V_{Al}''') ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลอีกด้วย โดยสามารถอธิบายกลไกการเกิดความบกพร่องโดยใช้สัญกรณ์ (notation) ของ Kröger–Vink ได้ดังสมการที่ (4.32) สำหรับค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่น้อยกว่า 1 แสดงถึงแมกนีเซียมส่วนเกินในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนล ทำให้เกิดการแทรกตัวของแมกนีเซียมในตำแหน่งของอะลูมิเนียม (Mg_{Al}') และเกิดช่องว่างของออกซิเจน ($V_O^{\bullet\bullet}$) ในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลอีกด้วย ซึ่งสามารถอธิบายกลไกการเกิดความบกพร่องดังสมการที่ (4.33) [93]



เมื่อพิจารณาการแพร่ภายในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลพบว่า สัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion Coefficient) ของ Mg^{2+} จะมีค่ามากกว่า Al^{3+} ซึ่งมีค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy) ในการทำให้เกิดการแพร่ของ Mg^{2+} อยู่ที่ 202 kJ/mol (2.09 eV) [94] และพลังงานกระตุ้นที่ทำให้เกิดการแพร่ของ Al^{3+} อยู่ที่ 361 kJ/mol (3.74 eV) [95] โดยที่การแพร่ของ O^{2-} จะมีค่าการแพร่ที่ช้าที่สุดโดยมีพลังงานกระตุ้นที่ทำให้เกิดการแพร่อยู่ที่ 439 kJ/mol (4.55 eV) [96] ทำให้การแพร่ของ O^{2-} เป็นขั้นกำหนดอัตรา (rate determining step) ของการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่น โดยจากการศึกษาของ S.T. Murphy [93] ที่ได้ทำการจำลองการเกิดความบกพร่องแบบต่างๆในโครงสร้างแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนล พบว่าการเพิ่มขึ้นของความบกพร่องแบบ $V_O^{\bullet\bullet}$ นั้นจะทำให้เกิดการแพร่ของ O^{2-} เกิดมากขึ้น ทำให้การเผาผนึกชิ้นงานที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่น้อยกว่า 1 จะเกิดอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลที่มากกว่าชิ้นงานที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่มากกว่า 1

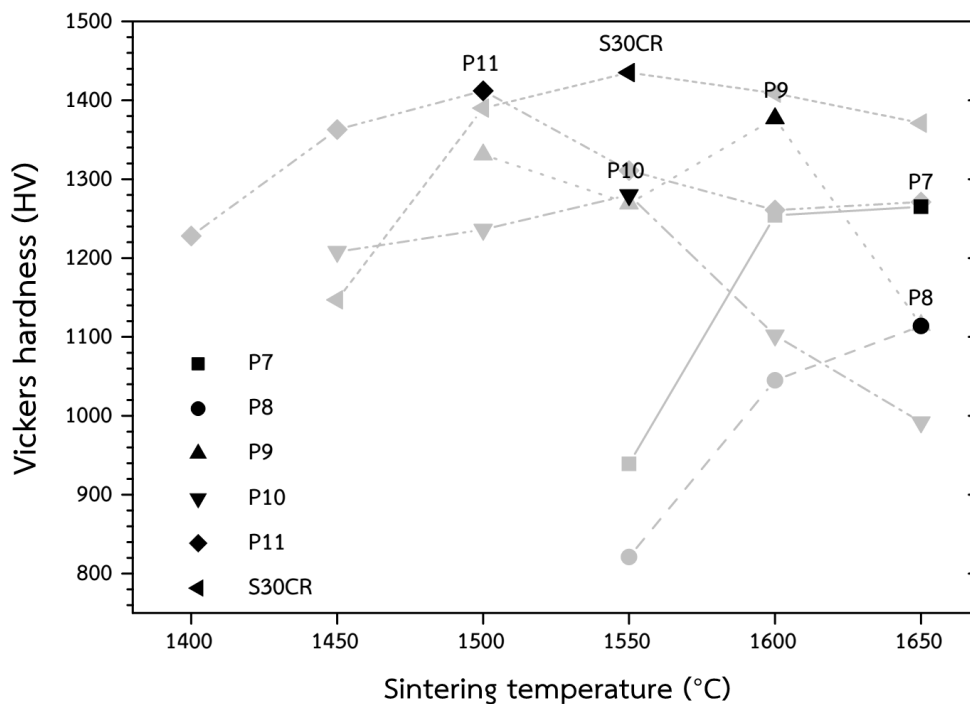
โดยจากการศึกษาของ C.J. Ting และคณะ [97] ได้ทำการศึกษากลไกการเผาผนึกของวัสดุแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมต่างกัน พบว่าการเพิ่มขึ้นของค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมส่งผลให้อัตราการเพิ่มของความหนาแน่นลดลง ซึ่ง

สอดคล้องกับงานวิจัยนี้ที่ทำการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส โดยชิ้นงาน P11 ซึ่งมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่น้อยที่สุดที่ 0.92 จะมีความหนาแน่นสูงสุด ส่วนชิ้นงาน P7 และ P8 จะมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่มากที่สุดที่ 2.74 และ 2.47 ตามลำดับนั้นจะมีความหนาแน่นที่ต่ำที่สุด

4.3.11 ผลเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้า

ผลเปรียบเทียบค่าความแข็งของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลเซรามิกที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้า หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อใช้แรงกดทดสอบที่ 10 และ 20 กิโลกรัมพบว่าความแข็งที่ได้เริ่มคงที่และได้ค่าความแข็งที่ใกล้เคียงกับความแข็งของวัสดุ ในการเปรียบเทียบความแข็งของวัสดุจะเปรียบเทียบกับ การทดสอบด้วยแรงกด 10 กิโลกรัมดังรูปที่ 4.70

โดยจะพบว่าชิ้นงาน P7 และ P8 จะมีค่าความแข็งสูงสุดที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียส โดยจากผลของความหนาแน่นสัมพัทธ์ยังไม่สามารถสรุปได้ว่า ชิ้นงาน P7 และ P8 มีความหนาแน่นสูงสุด โดยหากเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึกอาจทำให้ชิ้นงาน P7 และ P8 มีความหนาแน่นและความแข็งที่เพิ่มขึ้นได้ โดยสำหรับชิ้นงาน P9 P10 P11 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมินาเตสปีเนลทางการค้าจะมีค่าความแข็งสูงสุดเมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิเท่ากับ 1600 1550 1500 และ 1550 องศาเซลเซียสตามลำดับ ซึ่งเป็นอุณหภูมิเดียวกันกับอุณหภูมิที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุด ซึ่งการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเผาผนึกจนมากกว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่อุณหภูมิ จะส่งผลทำให้ขนาดเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้นทำให้ส่งผลให้ความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง [91, 92]



รูปที่ 4.70 ความแข็งวิกเกอร์สของชิ้นงานที่เตรียมจากผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสต่างๆ และผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตลปิเนลทางการค้า ที่ผ่านการเผาผนึกอุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผ่านการทดสอบด้วยแรงกด 10 กิโลกรัม

4.3.12 สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิก

จากการศึกษาสมบัติทางกายภาพทั้งหมด อาจสรุปได้ถึงสมบัติของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกซึ่งได้ค่าดังตารางที่ 4.12 โดยชิ้นงาน P7 และ P8 ไม่สามารถสรุปได้ว่าชิ้นงานที่เผามีความหนาแน่นสูงสุด โดยชิ้นงาน P9 P10 และชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตลปิเนลทางการค้านั้นจะใช้อุณหภูมิที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดที่ 1550 องศาเซลเซียส และส่วนชิ้นงาน P11 นั้นพบว่าใช้อุณหภูมิการเผาผนึกต่ำที่สุดที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสัมพัทธ์สูงสุด โดยอุณหภูมิการเผาผนึกอยู่ที่ 1500 องศาเซลเซียส ซึ่งหมายความว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตลปิเนลที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.8 มีความสามารถในการเผาผนึกที่ดีที่สุด

ตารางที่ 4.12 สรุปสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึก
ที่อุณหภูมิ 1300-1650 องศาเซลเซียส

| ชิ้นงาน | อุณหภูมิเผาผนึก | | | | | | | | ความหนาแน่น สัมพัทธ์สูงสุด (%) | ความแข็งที่แรงกด 10 Kg (Hv _{max}) |
|---------|-----------------|------|------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------------------------------|--|
| | 1300 | 1350 | 1400 | 1450 | 1500 | 1550 | 1600 | 1650 | | |
| P7 | | | | | | | Hv _{max} | | 97.4 | 1265 ± 53 |
| P8 | | | | | | | | Hv _{max} | 96.6 | 1114 ± 35 |
| P9 | | | | | | | Hv _{max} | | 97.5 | 1377 ± 79 |
| P10 | | | | | | Hv _{max} | | | 98.6 | 1280 ± 12 |
| P11 | | | | | Hv _{max} | | | | 99.3 | 1392 ± 151 |
| S30CR | | | | | | Hv _{max} | | | 98.7 | 1435 ± 114 |
| | รูพรุนเปิด > 0 | | | ความหนาแน่นสูงสุด | | | รูพรุนที่ถูกขัง | | | |

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานวิจัย อภิปรายผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากผลการศึกษาการสังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลด้วยวิธีตกตะกอนโดยใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นสารละลายที่ใช้ตกตะกอนและปรับความเป็นกรด-เบสด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ พบว่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่ต่างกันส่งผลต่อเฟส องค์ประกอบทางเคมีและสัณฐานวิทยาของตะกอนที่เกิดขึ้น รวมถึงเฟสและสัณฐานวิทยาของตะกอนที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ตลอดจนความสามารถในการเผาผนึกของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนลที่สังเคราะห์ได้และสมบัติเชิงกลของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตตสปีเนล โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ ดังนี้

1. ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนส่งผลต่อสัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในโครงสร้างสปีเนลและส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังตกตะกอน โดยช่วงความเป็นกรด-เบสของสารละลายในช่วง 7.7-8.0 นั้นตะกอนของสารประกอบแมกนีเซียมสามารถละลายกลับสู่สารละลายได้มากในขณะที่ตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมนั้นแทบจะไม่ละลายน้ำ ทำให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่ามากกว่า 1 โดยพบเพียงเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์ในตะกอนเพียงเฟสเดียว เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสไปที่ 9.0 และ 10.0 จะส่งผลให้ความสามารถในการละลายของตะกอนสารประกอบแมกนีเซียมลดลง ในขณะที่ตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมนั้นละลายน้ำได้เล็กน้อย ซึ่งส่งผลให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่าประมาณ 1 โดยพบเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสไปที่ 10.8 จะส่งผลให้ตะกอนสารประกอบแมกนีเซียมแทบจะไม่ละลายน้ำ แต่ความสามารถในการละลายของตะกอนสารประกอบอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้นซึ่งส่งผลให้สัดส่วนของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมในตะกอนที่สังเคราะห์ได้มีค่าน้อยกว่า 1 แต่ยังคงพบเฟสของแอมโมเนียมดิวไฮไดรด์และเฟสของไฮดรอกไซด์ในตะกอนที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งจากการคำนวณการเกิดตะกอนทางทฤษฎีพบว่าแมกนีเซียมจะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนตที่ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนน้อยกว่า 8.85 และเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสที่มากกว่า 8.85 ทำให้ตะกอนที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 7.7 และ 8.0 นั้นจะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนตซึ่งไม่สามารถเกิดไฮดรอกไซด์ได้ เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนไปที่เท่ากับ 9.0 10.0 และ 10.8 แมกนีเซียมจะเกิดเป็นสารประกอบแมกนีเซียม

ไฮดรอกไซด์ และเกิดเป็นชั้นของสารประกอบแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเฟสไฮโดรทัลไซต์

2. การเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 7.7 ไปยัง 8.0 จะทำให้ขนาดของตะกอนของแอมโมเนียมดอว์โซไนต์และสารประกอบที่มีแมกนีเซียมเป็นองค์ประกอบมีขนาดเล็กลง และเมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนจาก 9.0 ไปยัง 10.0 และ 10.8 นั้น นอกจากจะส่งผลให้แอมโมเนียมดอว์โซไนต์เปลี่ยนรูปร่างจากทรงกลมเป็นลักษณะแท่งแล้ว ยังส่งผลให้ขนาดของตะกอนไฮโดรทัลไซต์และความกว้างของแท่งแอมโมเนียมดอว์โซไนต์ที่ได้ลดลงอีกด้วย นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นความเป็นกรด-เบสยังส่งผลต่อการโตของอนุภาคตามแนวยาวของแอมโมเนียมดอว์โซไนต์อีกด้วย โดยลักษณะและขนาดของตะกอนที่สังเคราะห์ได้จะส่งผลต่อลักษณะของตะกอนที่ได้หลังการเผาแคลไซน์ โดยการใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และ 10.8 ที่พบลักษณะแท่งของเฟสแอมโมเนียมดอว์โซไนต์จะพบการเกาะเรียงตัวของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เป็นลักษณะแท่งด้วยเช่นกัน

3. ตะกอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-เบสต่างกันไม่ส่งผลต่อเฟสที่ได้หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยพบเฟสที่ได้หลังการเผาแคลไซน์เป็นแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเพียงเฟสเดียว เนื่องจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลนั้นมีช่วงที่ของอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่เกิดเป็นสารละลายของแข็งได้กว้าง โดยเป็นผลมาจากขนาดของแคโทไอออนของแมกนีเซียมไอออนและอะลูมิเนียมไอออนมีขนาดใกล้เคียงกัน อีกทั้งความต่างของประจุของแคโทไอออนที่น้อย

4. ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่ใช้ตกตะกอนนั้นส่งผลต่อความสามารถในการเผาผนึกของชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนล โดยเป็นผลมาจากอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียม (n) ที่แตกต่างกันนั้นจะทำให้เกิดความบกพร่องในแบบต่างๆเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดทั้งการแพร่ภายในเนื้อวัสดุและอัตราการเพิ่มความหนาแน่นที่แตกต่างกัน โดยการลดลงของค่า n ส่งผลให้ความสามารถในการเผาผนึกและอัตราการเพิ่มความหนาแน่นเพิ่มขึ้น สำหรับการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียส พบว่าชิ้นงาน P11 ซึ่งมีค่า n น้อยที่สุดที่ 0.92 จะมีความหนาแน่นสูงสุด ชิ้นงาน P10 และ P9 ที่มีค่า n ประมาณ 1 จะมีความหนาแน่นลดลงมา ส่วนชิ้นงาน P7 และ P8 จะมีค่า n ที่มากที่สุดที่ 2.74 และ 2.47 ตามลำดับนั้นจะมีความหนาแน่นที่ต่ำที่สุด เมื่อพิจารณาจากแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นโดยการเผาผนึกที่ 1400-1650 องศาเซลเซียสของชิ้นงาน P7 และ P8 ทำให้ไม่สามารถสรุปได้ว่าชิ้นงานดังกล่าวความหนาแน่นถึงจุดสูงสุดที่อุณหภูมิการเผาผนึก 1650 องศาเซลเซียส เนื่องจากอัตราการเพิ่มความหนาแน่นยังคงที่ โดยแนวโน้มความหนาแน่นยังแสดงถึงการเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาผนึก แต่จากแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของความหนาแน่นต่ออุณหภูมิการเผาผนึกของชิ้นงาน P9 P10 P11 และ

ชิ้นงานที่เตรียมจากผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้าพบว่าชิ้นงานดังกล่าวจะเข้าสู่ช่วงสุดท้ายของการเผาผนึกและมีความหนาแน่นสูงสุดของชิ้นงานที่อุณหภูมิการเผาผนึกเท่ากับ 1600 1550 1500 และ 1550 องศาเซลเซียสตามลำดับ ซึ่งมีค่าปริมาตรรูพรุนเปิดในชิ้นงานเท่ากับ 0 อีกด้วย เมื่อเปรียบเทียบความหนาแน่นที่ได้หลังการเผาผนึกในช่วงอุณหภูมิ 1450-1500 องศาเซลเซียสของชิ้นงานเซรามิกพบว่า ความหนาแน่นของชิ้นงาน P11 P10 S30CR P9 P7 และ P8 ดังกล่าวนั้นมีความหนาแน่นสัมพัทธ์เรียงลำดับจากมากไปน้อย โดยมีความหนาแน่นที่อุณหภูมิเผาผนึกที่ 1500 องศาเซลเซียสอยู่ที่ 99.3 98.2 96.6 94.3 88.0 และ 85.7 ตามลำดับ โดยค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่มากกว่าแสดงถึงความสามารถในการเผาผนึกของผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่สูงกว่า ซึ่งหมายความว่าผงที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายที่ใช้ตกตะกอนที่มีความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10.0 และ 10.8 มีความสามารถในการเผาผนึกที่ดีกว่าผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลทางการค้า

5. ความแข็งชิ้นงาน P7 และ P8 จะมีค่าความแข็งสูงสุดที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1650 องศาเซลเซียสที่ 1265 ± 53 และ 1114 ± 35 Hv สำหรับชิ้นงาน P9 P10 P11 และ S30CR นั้นจะมีค่าความแข็งสูงสุดเมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิเท่ากับ 1600 1550 1500 และ 1550 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยมีค่าความแข็งอยู่ที่ 1377 ± 79 1280 ± 12 1412 ± 136 และ 1435 ± 114 Hv ตามลำดับ ซึ่งเป็นอุณหภูมิเดียวกันกับอุณหภูมิที่เริ่มทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุดอยู่ที่ร้อยละ 97.5 98.6 99.3 และ 98.7 ตามลำดับ โดยการเพิ่มอุณหภูมิเผาผนึกจนมากกว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกที่ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงสุด จะส่งผลทำให้ขนาดเกรนในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้นและความแข็งของชิ้นงานที่ได้มีค่าลดลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. สังเคราะห์ผงแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของอะลูมินาต่อแมกนีเซียมที่น้อยกว่า 1.0 เพื่อเพิ่มความสามารถในการเผาผนึกในการเตรียมชิ้นงานเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูง
2. นำชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่มีรูพรุนเปิดประมาณเท่ากับ 0 และความหนาแน่นไม่น้อยกว่า 95% ไปทำการเผาผนึกแบบให้แรงดันทุกทิศทางที่แรงดัน 200 MPa ได้ โดยคาดว่าจะได้ชิ้นงานแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลเซรามิกที่มีความโปร่งใส

รายการอ้างอิง

- [1] K.E. Sickafus, J.M. Wills, "Spinel compounds : structure and property relations", Journal of the American Ceramic Society. (1999)
- [2] J.G. Li, T. Ikegami, J.H. Lee, T. Mori, Y. Yajima, "Synthesis of Mg–Al spinel powder via precipitation using ammonium bicarbonate as the precipitant", Journal of the European Ceramic Society. 21 (2001) 139-148.
- [3] G.D.B. Nuernberg, E.L. Foletto, L.F.D. Probst, C.E.M. Campos, N.L.V. Carreño, M.A. Moreira, "A novel synthetic route for magnesium aluminate ($MgAl_2O_4$) particles using metal–chitosan complexation method", Chemical Engineering Journal. 193–194 (2012) 211-214.
- [4] A.E. Lavat, M.C. Grasselli, E.G. Lovecchio, "Effect of α and γ polymorphs of alumina on the preparation of $MgAl_2O_4$ -spinel-containing refractory cements", Ceramics International. 36 (2010) 15-21.
- [5] L. Esposito, A. Piancastelli, P. Miceli, S. Martelli, "A thermodynamic approach to obtaining transparent spinel ($MgAl_2O_4$) by hot pressing", Journal of the European Ceramic Society. 35 (2015) 651-661.
- [6] E. Straßburger, "Ballistic testing of transparent armour ceramics", Journal of the European Ceramic Society. 29 (2009) 267-273.
- [7] M. Suárez, A. Fernández, J.L. Menéndez, R. Torrecillas, "Sintering to transparency of polycrystalline ceramic materials", INTECH Open Access Publisher, 2012.
- [8] A. Laobuthee, S. Wongkasemjit, E. Traversa, R.M. Laine, " $MgAl_2O_4$ spinel powders from oxide one pot synthesis (OOPS) process for ceramic humidity sensors", Journal of the European Ceramic Society. 20 (2000) 91-97.
- [9] I. Omkaram, B. Vengala Rao, S. Buddhudu, "Photoluminescence properties of Eu^{3+} : $MgAl_2O_4$ powder phosphor", Journal of Alloys and Compounds. 474 (2009) 565-568.
- [10] X.Y. Chen, C. Ma, S.P. Bao, " $MgAl_2O_4$: Eu^{3+} nanoplates and nanoparticles as red-emitting phosphors: Shape-controlled synthesis and photoluminescent properties", Solid State Sciences. 12 (2010) 857-863.

- [11] T. Katsumata, S. Minowa, T. Sakuma, A. Yoshida, S. Komuro, H. Aizawa, "X-ray Excited Optical Luminescence from Mn Doped Spinel Crystals", *ECS Solid State Letters*. 3 (2014) R23-R25.
- [12] T.J. Mroz, T.M. Hartnett, J.M. Wahl, L.M. Goldman, J. Kirsch, W.R. Lindberg, "Recent advances in spinel optical ceramic", in: *Defense and Security, International Society for Optics and Photonics*, (2005) 64-70.
- [13] I. Suzuki, M. Kumazawa, "Anomalous thermal expansion in spinel MgAl_2O_4 ", *Physics and Chemistry of Minerals*. 5 (1980) 279-284.
- [14] D. Schmidtmeier, G. Buchel, A. Buhr, "Magnesium aluminate spinel raw materials for high performance refractories for steel ladles", *Materiały Ceramiczne*. 61 (2009) 223-227.
- [15] S. Klemme, M. Ahrens, "Low-temperature heat capacities of MgAl_2O_4 and spinels of the MgCr_2O_4 - MgAl_2O_4 solid solution", *Physics and Chemistry of Minerals*. 34 (2007) 59-72.
- [16] R.D. Shannon, G.R. Rossman, "Dielectric constant of MgAl_2O_4 spinel and the oxide additivity rule", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 52 (1991) 1055-1059.
- [17] R. Wang, X. Liang, Y. Peng, X.w. Fan, J.x. Li, "Effect of the reaction temperature on nanocrystallites MgAl_2O_4 spinel ceramic precursor", in: *Journal of Ceramic Processing Research*, (2009) 780-782.
- [18] F.G. Tickell, "The techniques of sedimentary mineralogy", Elsevier, 2011.
- [19] V.K. LaMer, R.H. Dinegar, "Theory, Production and mechanism of formation of monodispersed hydrosols", *Journal of the American Chemical Society*. 72 (1950) 4847-4854.
- [20] R. Sarkar, S. Sahoo, "Effect of raw materials on formation and densification of magnesium aluminate spinel", *Ceramics International*. 40 (2014) 16719-16725.
- [21] X. Zhang, "Hydrothermal synthesis and catalytic performance of high-surface-area mesoporous nanocrystallite MgAl_2O_4 as catalyst support", *Materials Chemistry and Physics*. 116 (2009) 415-420.
- [22] S.J. Han, Y. Bang, H.J. Kwon, H.C. Lee, V. Hiremath, I.K. Song, J.G. Seo, "Elevated temperature CO_2 capture on nano-structured $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ aerogel: Effect of Mg/Al molar ratio", *Chemical Engineering Journal*. 242 (2014) 357-363.

- [23] W. Liu, J. Yang, H. Xu, Y. Wang, S. Hu, C. Xue, "Effects of chelation reactions between metal alkoxide and acetylacetonate on the preparation of MgAl_2O_4 powders by sol-gel process", *Advanced Powder Technology*. 24 (2013) 436-440.
- [24] R. Ianoş, I. Lazău, C. Păcurariu, P. Barvinschi, "Solution combustion synthesis of MgAl_2O_4 using fuel mixtures", *Materials Research Bulletin*. 43 (2008) 3408-3415.
- [25] R. Ianoş, I. Lazău, C. Păcurariu, P. Barvinschi, "Application of New Organic Fuels in the Direct MgAl_2O_4 Combustion Synthesis", *European Journal of Inorganic Chemistry*. 2008 (2008) 931-938.
- [26] I. Ganesh, B. Srinivas, R. Johnson, B.P. Saha, Y.R. Mahajan, "Microwave assisted solid state reaction synthesis of MgAl_2O_4 spinel powders", *Journal of the European Ceramic Society*. 24 (2004) 201-207.
- [27] Y. Suyama, A. Kato, "Characterization and sintering of Mg-Al spinel prepared by spray-pyrolysis technique", *Ceramics International*. 8 (1982) 17-21.
- [28] A. Wajler, H. Tomaszewski, E. Drozd-Ciesla, H. Weglarz, Z. Kaszukur, "Study of magnesium aluminate spinel formation from carbonate precursors", *Journal of the European Ceramic Society*. 28 (2008) 2495-2500.
- [29] K. Serivalsatit, S. Teerasoradech, A. Saelee, "Synthesis of magnesium aluminate spinel nanoparticles by co-precipitation method : the influences of precipitants", *Suranaree Journal of Science & Technology*. 19 (2012) 265-270.
- [30] M.F. Zawrah, H. Hamaad, S. Meko, "Synthesis and characterization of nano MgAl_2O_4 spinel by the co-precipitated method", *Ceramics International*. 33 (2007) 969-978.
- [31] S. Arshadi, J. Moghaddam, M. Eskandarian, "LaMer diagram approach to study the nucleation and growth of Cu_2O nanoparticles using supersaturation theory", *Korean Journal of Chemical Engineering*. 31 (2014) 2020-2026.
- [32] G. Ertl, H. Knözinger, J. Weitkamp, "Preparation of solid catalysts", John Wiley & Sons, 2008.
- [33] C.K. Srikanth, P. Jeevanandam, "Effect of anion on the homogeneous precipitation of precursors and their thermal decomposition to zinc oxide", *Journal of Alloys and Compounds*. 486 (2009) 677-684.

- [34] J. Mouzon, M. Oden, O. Tillement, Y. Jorand, "Effect of drying and dewatering on yttria precursors with transient morphology", *Journal of the American Ceramic Society*. 89 (2006) 3094-3100.
- [35] S. Teerasoradech, K. Serivalsatit, "The Effects of Water Removal Process on the Properties of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Synthesized by Co-Precipitation Method", in: *Key Engineering Materials*, Trans Tech Publ, (2015) 159-163.
- [36] Q. Wang, H.H. Tay, Z. Guo, L. Chen, Y. Liu, J. Chang, Z. Zhong, J. Luo, A. Borgna, "Morphology and composition controllable synthesis of Mg–Al–CO₃ hydrotalcites by tuning the synthesis pH and the CO₂ capture capacity", *Applied Clay Science*. 55 (2012) 18-26.
- [37] S.L. Jones, C.J. Norman, "Dehydration of hydrous zirconia with methanol", *Journal of the American Ceramic Society*. 71 (1988)
- [38] M.S. Kaliszewski, A.H. Heuer, "Alcohol interaction with zirconia powders", *Journal of the American Ceramic Society*. 73 (1990) 1504-1509.
- [39] J.D. Lin, J.G. Duh, B.S. Chiou, "The influence of washing and calcination condition on urea-derived ceria-yttria-doped tetragonal zirconia powders", *Materials Chemistry and Physics*. 68 (2001) 42-55.
- [40] W.H. Rhodes, "Agglomerate and particle size effects on sintering Yttria-stabilized Zirconia", *Journal of the American Ceramic Society*. 64 (1981) 19-22.
- [41] L. Yuan, D. Xiang, J.-k. Yu, "Effect of solvents on the properties of co-precipitated MgO-ZrO₂ nano powders", *Journal of Ceramic Processing Research*. 14 (2013) 517-520.
- [42] S.L. Dole, R.W. Scheidecker, L.E. Shiers, M.F. Berard, O. Hunter, "Technique for preparing highly-sinterable oxide powders", *Materials Science and Engineering*. 32 (1978) 277-281.
- [43] M.F. Zawrah, "Investigation of lattice constant, sintering and properties of nano Mg-Al spinels", *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*. 382 (2004) 362-370.
- [44] J. Shou-Yong, L. Li-Bin, H. Ning-Kang, Z. Jin, L. Yong, "Investigation on lattice constants of Mg-Al spinels", *Journal of materials science letters*. 19 (2000) 225-227.
- [45] H. Viertel, F. Seifert, "Physical properties of defect spinels in the system MgAl₂O₄–Al₂O₃", *Neues Jahrb. Mineral., Abh.* 134 (1979) 167-182.

- [46] A. Krell, K. Waetzig, J. Klimke, "Influence of the structure of $\text{MgO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ spinel lattices on transparent ceramics processing and properties", *Journal of the European Ceramic Society*. 32 (2012) 2887-2898.
- [47] C.J. Ting, H.Y. Lu, "Deterioration in the final-stage sintering of magnesium aluminate spinel", *Journal of the American Ceramic Society*. 83 (2000) 1592-1598.
- [48] A.F. Dericioglu, A.R. Boccaccini, I. Dlouhy, Y. Kagawa, "Effect of Chemical composition on the optical properties and fracture toughness of transparent magnesium aluminate spinel ceramics", *MATERIALS TRANSACTIONS*. 46 (2005) 996-1003.
- [49] E. Rocha-Rangel, "Fracture toughness determinations by means of indentation fracture", INTECH Open Access Publisher, 2011.
- [50] A.G. Evans, E.A. Charles, "Fracture toughness determinations by indentation", *Journal of the American Ceramic Society*. 59 (1976) 371-372.
- [51] R. Hill, "The Mathematical Theory of Plasticity, Oxford University Press, Oxford, 1950", (1950)
- [52] G. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D. Marshall, "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements", *Journal of the American Ceramic Society*. 64 (1981) 533-538.
- [53] R. Basso, S. Carbonin, A. Della Giusta, "Cation and vacancy distribution in a synthetic defect spinel", *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials*. 194 (1991) 111-120.
- [54] M.I. Martín Hernández, L. Gómez, O. Milosevic, M.E. Rabanal, "Nanostructured alumina particles synthesized by the Spray Pyrolysis method: microstructural and morphological analysis", (2009)
- [55] L. Smrčok, V. Langer, J. Křest'án, " γ -Alumina: a single-crystal X-ray diffraction study", *Acta Crystallographica Section C: Crystal Structure Communications*. 62 (2006) i83-i84.
- [56] A. Patterson, "The Scherrer formula for X-ray particle size determination", *Physical review*. 56 (1939) 978.
- [57] M.I. Mendelson, "Average grain size in polycrystalline ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*. 52 (1969) 443-446.
- [58] E. Worch, "Hydrochemistry: Basic Concepts and Exercises", Walter de Gruyter GmbH & Co KG, 2015.

- [59] C. Handbook, "CRC Handbook of Chemistry and Physics", CRC Press: Boca Raton, FL. 2008 (2007) 2640.
- [60] H.S. Harned, W.J. Hamer, "The Ionization Constant of Water and the Dissociation of Water in Potassium Chloride Solutions from Electromotive Forces of Cells without Liquid Junction¹", Journal of the American Chemical Society. 55 (1933) 2194-2206.
- [61] H.S. Harned, R. Davis Jr, "The ionization constant of carbonic acid in water and the solubility of carbon dioxide in water and aqueous salt solutions from 0 to 50", Journal of the American Chemical Society. 65 (1943) 2030-2037.
- [62] H.S. Harned, S.R. Scholes Jr, "The ionization constant of HCO_3^- from 0 to 50", Journal of the American Chemical Society. 63 (1941) 1706-1709.
- [63] R.c. Zeng, Z.g. Liu, F. Zhang, S.q. Li, Q.k. He, H.z. Cui, E.h. Han, "Corrosion resistance of in-situ Mg–Al hydrotalcite conversion film on AZ31 magnesium alloy by one-step formation", Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 25 (2015) 1917-1925.
- [64] J. Canterford, G. Tsambourakis, B. Lambert, "Some observations on the properties of dypingite, $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, and related minerals", Mineralogical magazine. 48 (1984) 437-442.
- [65] X. Xu, D. Li, J. Song, Y. Lin, Z. Lv, M. Wei, X. Duan, "Synthesis of Mg–Al–carbonate layered double hydroxide by an atom-economic reaction", China Particuology. 8 (2010) 198-201.
- [66] J.B. Lambert, H.F. Shurvell, D.A. Lightner, R.G. Cooks, "Introduction to organic spectroscopy", Macmillan Publishing Company, 1987.
- [67] G.C. Li, Y.Q. Liu, L.L. Guan, X.F. Hu, C.G. Liu, "Meso/macroporous $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fabricated by thermal decomposition of nanorods ammonium aluminium carbonate hydroxide", Materials Research Bulletin. 47 (2012) 1073-1079.
- [68] J.T. Kloprogge, L. Hickey, R.L. Frost, "FT-Raman and FT-IR spectroscopic study of synthetic Mg/Zn/Al-hydrotalcites", Journal of Raman Spectroscopy. 35 (2004) 967-974.
- [69] A. Miroliaee, A. Salehirad, A.R. Rezvani, "Ion-pair complex precursor approach to fabricate high surface area nanopowders of MgAl_2O_4 spinel", Materials Chemistry and Physics. 151 (2015) 312-317.

- [70] C.J. Zollner, T.I. Willett-Gies, S. Zollner, S. Choi, "Infrared to vacuum-ultraviolet ellipsometry studies of spinel (MgAl_2O_4)", *Thin Solid Films*. 571, Part 3 (2014) 689-694.
- [71] S. Sanjabi, A. Obeydavi, "Synthesis and characterization of nanocrystalline MgAl_2O_4 spinel via modified sol-gel method", *Journal of Alloys and Compounds*. 645 (2015) 535-540.
- [72] K.J. Klabunde, R. Richards, "Nanoscale materials in chemistry", Wiley Online Library, 2001.
- [73] J.G. Li, T. Ikegami, J.H. Lee, T. Mori, Y. Yajima, "A wet-chemical process yielding reactive magnesium aluminate spinel (MgAl_2O_4) powder", *Ceramics International*. 27 (2001) 481-489.
- [74] M.P. O'Horo, A.L. Frisillo, W.B. White, "Lattice vibrations of MgAl_2O_4 spinel", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 34 (1973) 23-28.
- [75] G. Stoica, J. Pérez-Ramírez, "Stability and inter-conversion of synthetic dawsonites in aqueous media", *Geochimica et Cosmochimica Acta*. 74 (2010) 7048-7058.
- [76] C. Forano, U. Costantino, V. Prévot, C.T. Gueho, "Layered double hydroxides (LDH)", in: B. Faïza, L. Gerhard (Eds.) *Developments in Clay Science*, Elsevier, 2013, pp. 745-782.
- [77] P.S. Braterman, Z.P. Xu, F. Yarberry, "Layered double hydroxides (LDHs)", *Handbook of layered materials*. (2004) 373-474.
- [78] G. Lee, J.Y. Kang, N. Yan, Y.-W. Suh, J.C. Jung, "Simple preparation method for Mg-Al hydrotalcites as base catalysts", *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 423 (2016) 347-355.
- [79] D.R. Lide, "CRC handbook of chemistry and physics", CRC press, 2004.
- [80] V.H. Saalfeld, H. Jagodzinski, "Die Entmischung Al_2O_3 -übersättigter Mg-Al-Spinelle. (Mit 10 Abbildungen)", *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials*. 109 (1957) 87-109.
- [81] A. Navrotsky, B.A. Wechsler, K. Geisinger, F. Seifert, "Thermochemistry of MgAl_2O_4 - $\text{Al}_{8/3}\text{O}_4$ Defect Spinel", *Journal of the American Ceramic Society*. 69 (1986) 418-422.
- [82] C.A. Contreras, E. Ramos, S. Sugita, J. Serrato, "Aluminum carbonate as an alumina precursor", *Innovative Processing and Synthesis of Ceramics, Glasses, and Composites VI*, Volume 135. (2002) 165-176.

- [83] A. Saelee, S. Jiemsirilers, S. Jinawath, K. Serivalsatit, "Synthesis and Sintering of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Prepared by Precipitation Method using Ammonium Hydrogen Carbonate as a Precipitant", in: Key Engineering Materials, Trans Tech Publ, (2016) 224-229.
- [84] K.T. Karalis, D. Dellis, G.S. Antipas, A. Xenidis, "Bona-fide method for the determination of short range order and transport properties in a ferro-aluminosilicate slag", Scientific Reports. 6 (2016)
- [85] F. Lange, "De-sintering, A phenomenon concurrent with densification within powder compacts: A review", Sintering Technology, ed. RG German, G. L Messing and RG Cornwall, Marcel Dekker, New York. (1996) 1-12.
- [86] P. Chintasonkro, "Effects of Sintering Parameters on Microstructure and Properties of Magnesium Aluminate Ceramics", Master's Thesis, Department of Materials Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University (2010), 60 Pages
- [87] M.N. Rahaman, "Sintering of ceramics", CRC press, 2007.
- [88] G.F. Vander Voort, "Results of an ASTM E-4 Round-Robin on the Precision and Bias of Measurements of Microindentation Hardness Impressions", in: Factors That Affect the Precision of Mechanical Tests, ASTM International, 1989.
- [89] G.F. Vander Voort, "Operator errors in the measurement of microindentation hardness", in: Accreditation Practices for Inspections, Tests, and Laboratories, ASTM International, 1989.
- [90] J. Menčík, "Uncertainties and errors in nanoindentation", Nanoindentation in Materials Science, InTech, Rijeka. (2012) 53-86.
- [91] H.J. Höfler, R.S. Averback, "Grain growth in nanocrystalline TiO₂ and its relation to vickers hardness and fracture toughness", Scripta Metallurgica et Materialia. 24 (1990) 2401-2406.
- [92] A. Krell, A. Bales, "Grain Size-Dependent Hardness of Transparent Magnesium Aluminate Spinel", International Journal of Applied Ceramic Technology. 8 (2011) 1108-1114.
- [93] S.T. Murphy, "Atomistic simulation of defects and diffusion in oxides", Imperial College London (University of London), 2009.

- [94] N. Grimes, "Self-diffusion in compounds with spinel structure", *Philosophical Magazine*. 25 (1972) 67-76.
- [95] J.R. Martinelli, E. Sonder, R.A. Weeks, R.A. Zuhr, "Mobility of cations in magnesium aluminate spinel", *Physical Review B*. 33 (1986) 5698-5701.
- [96] K. Ando, Y. Oishi, "Self-diffusion coefficients of oxygen ion in single crystals of MgO-Al₂O₃ spinels", *The Journal of Chemical Physics*. 61 (1974) 625-629.
- [97] C.J. Ting, H.Y. Lu, "Defect Reactions and the Controlling Mechanism in the Sintering of Magnesium Aluminate Spinel", *Journal of the American Ceramic Society*. 82 (1999) 841-848.

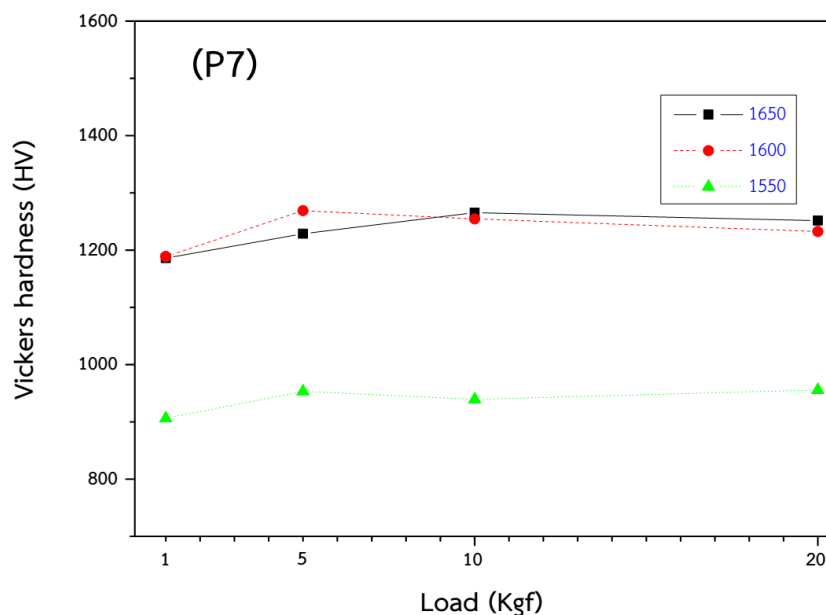




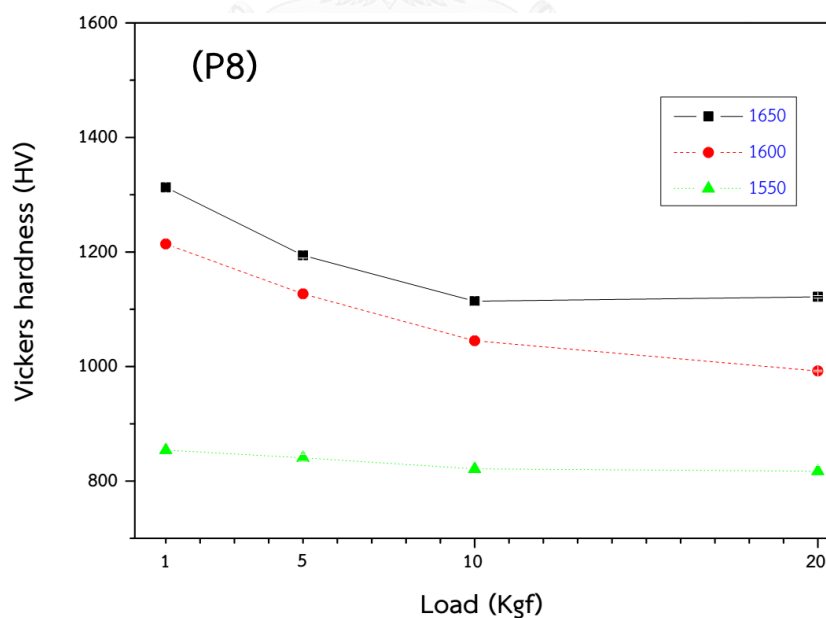
ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

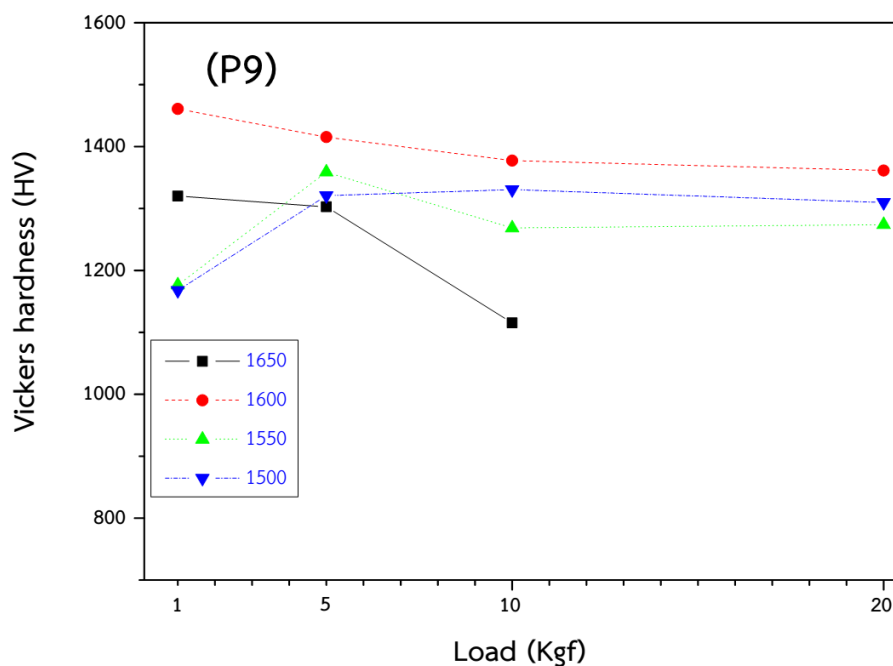
ค่าความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัมของชิ้นงาน
แมกนีเซียมอะลูมิเนียมเตสปีเนลที่เผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ



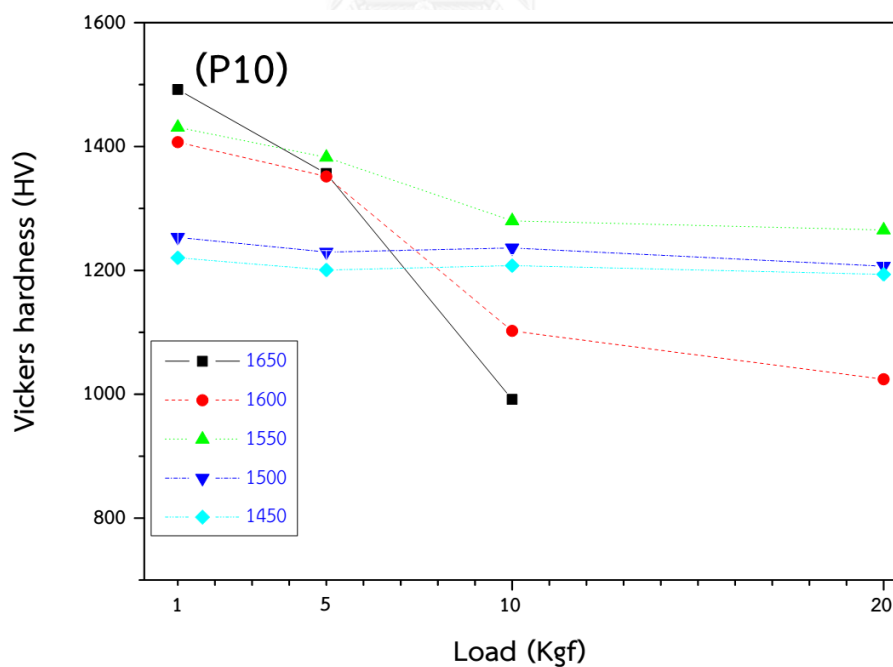
รูป 1 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม
ของชิ้นงาน P7 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



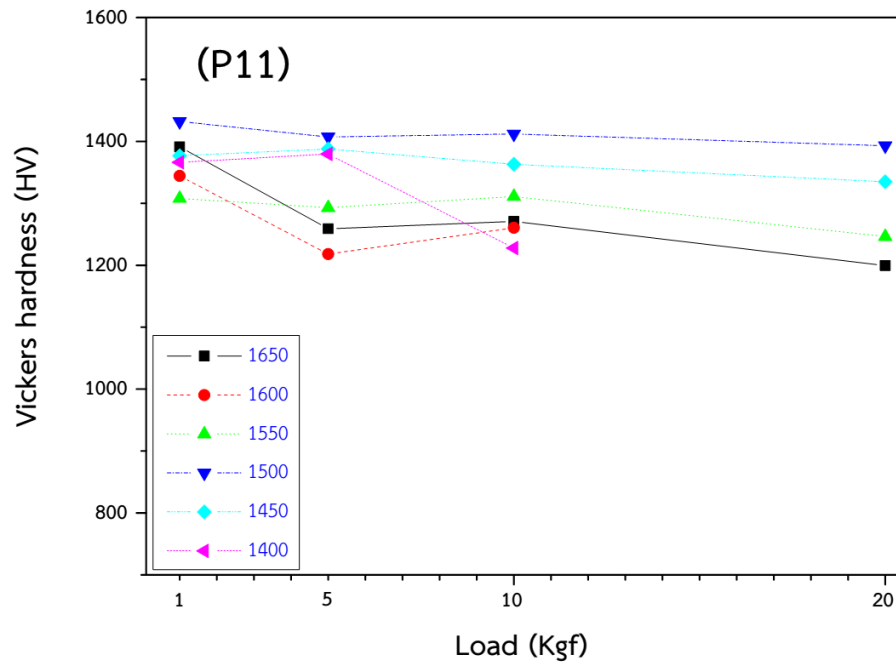
รูป 2 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม
ของชิ้นงาน P8 ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1550-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



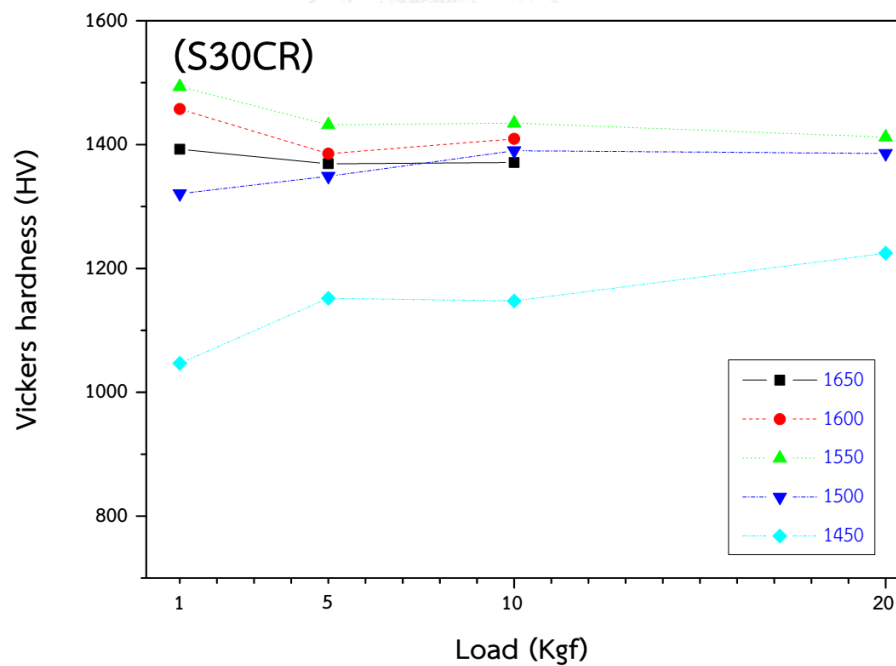
รูป 3 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม ของชิ้นงาน P9 ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูป 4 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม ของชิ้นงาน P10 ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูป 5 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม ของชิ้นงาน P9 ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 1500-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูป 6 ความแข็งด้วยวิธีวิกเกอร์สด้วยแรงกดทดสอบขนาด 1 5 10 และ 20 กิโลกรัม ของชิ้นงาน P10 ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 1450-1650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายอดิศร แซ่ลี เกิดเมื่อวันที่ 12 เดือนกันยายน พ.ศ. 2533 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต แขนงวิชาเซรามิกและวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเมื่อปีการศึกษา 2554 เข้ารับการศึกษา ต่อในระดับปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยในปีการศึกษา 2556

ในช่วงระหว่างการศึกษา ได้เข้าร่วมประชุมงานวิชาการและนำเสนอผลงานวิชาการในรูปแบบโปสเตอร์ ในหัวข้อเรื่อง “Effect of Precipitant Solution pH on Morphology and Chemical Composition of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles” ในการประชุมงาน 8 th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT 8) วันที่ 16 ธันวาคม 2557 ณ โรงแรมสวิสโซเทล เลอ คองคอร์ด (Swissotel Le Concorde hotel) กรุงเทพฯ

ได้เข้าร่วมประชุมงานวิชาการและนำเสนอผลงานวิชาการในรูปแบบโปสเตอร์ ในหัวข้อเรื่อง “Synthesis and Sintering of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Prepared by Precipitation Method using Ammonium Hydrogen Carbonate as a Precipitant” ในการประชุมงาน International Conference on Traditional and Advanced Ceramics 2015 (ICTA2015) ระหว่างวันที่ 9 ถึง 11 กันยายน พ.ศ. 2558 ณ Bangkok International Trade & Exhibition Centre (BITEC) กรุงเทพฯ โดยได้รับรางวัล Best Poster Award - 2nd Runner-up ภายใต้กลุ่ม Advanced Ceramics

ผลงานตีพิมพ์

1. K. Serivalsatit, T. Pornpatdetaudom, A. Saelee and S. Teerasoradech “Homogeneous Precipitation Synthesis and Sintering of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles” Key Engineering Materials Vol 659 (2015) pp 310-314
2. K. Serivalsatit, S. Teerasoradech and A. Saelee “Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel Nanoparticles by Co-precipitation Method: The Influences of Precipitants” Suranaree J. Sci. Technol. 19(4):265-270
3. A. Saelee, S. Jiemsirilors, S. Jinawath and K. Serivalsatit “Synthesis and Sintering of Magnesium Aluminate Spinel Nanopowders Prepared by Precipitation Method using Ammonium Hydrogen Carbonate as a Precipitant” Key Engineering Materials ISSN: 1662-9795, Vol. 690, pp 224-229

